

分析精度に関しては社内では当社ガス分析研究会において度々比較分析を行い十分な精度すなわち $\pm 0.003\%$ 以内で一致した値が得られているので十分であると考えているが他の装置すなわち高周波式または黒鉛スパイラル式に比して劣らぬことも学振 19 委ガス分析協議会で行われた前後 4 回にわたる比較分析の結果全部に参加した鋼管製造所の装置の結果が平均偏差 0.0013% 、最高偏差 0.0024% 、(いずれも全参加装置による分析結果の

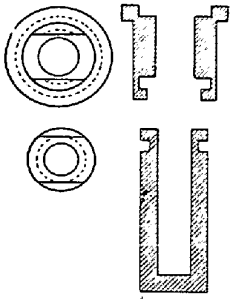


Fig. 4. New graphite crucible.

平均値に対して)であり、第 4 回に参加した和歌山の装置の結果が平均偏差 0.0019% 、最高偏差 0.0038% であつたのに対し、高周波式または黒鉛スパイラル式等を使用している他社の装置の結果が平均偏差 $0.0015\sim 0.0029\%$ 、最高偏差 0.0042% 以上で 0.010% 以上にも達するものがあることより見ても明らかである。

IV. 結 言

以上の改良により先に報告した炭素管状式真空溶融酸素分析装置も炉体並びに抽出部分はほぼ完成したものと考えられ、製作費の安価な点、操作の容易な点より見て鉄鋼中の酸素分析装置としては高周波方式、黒鉛スパイラル方式に優るとも劣らないことが確信をもつていえるようになった。

文 献

- 1) 下川義雄: 鉄と鋼, 39 (1953) 1342
- 2) R. M. Cook & G. E. Speight: J.I.S.I. 176 (1954) 252

(48) 熔鋼中の酸素分析試料採取方法について

Sampling of Liquid Steel for Dissolved Oxygen

T. Obinata, et alii.

八幡製鉄所, 製鋼部

工 太田隆美・工〇大日方達一・吉椿隆生

I. 緒 言

製鋼作業において炉内熔鋼中の酸素量を適切に把握することはきわめて重要である。熔鋼中の酸素含有量 $[O]$ を正確に定量する上において、試料採取方法が看過出来ぬ大きな問題を含んでいる。

本報告は、現場作業的に迅速かつ簡易に利用しうる

Herty 法 (学振 2795, 2797) における現行学振迅速およびその変形としての二、三の方法に対し、諸種の試験を行なつて考察を加えたものである。

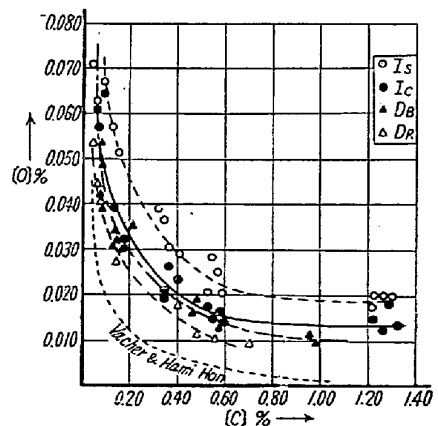
II. 各種採取方法による分析値比較

今回検討の対象とした試料採取方法は次の 4 方法である。

- 炉内 (Bomb 法) { ① Bomb 型 (DB 法)
② Rudberg 型 (DR 法)
- 炉外 (Spoon 法) { ③ Spoon 内 kill (Is 法)
④ 鑄型内 kill (Ic 法)

① DB 法はいわゆる“たこつぼ型”の割型で、俵および佐蔵氏¹⁾の方法によつた。② DR 法は Rudberg 型を使用したもので、小田氏²⁾の報告はこの型が最も試料採取が容易であつたとしている。したがつて今回の試験対象として選んだ。③ Is 法は熔鋼を鋼滓で、よくまいた spoon で汲み出し、表面の鋼滓をはねのけて Al テープにて鎮静し、これを試料鑄型中に速かに注入する方法で、学振迅速法³⁾として採用されている方法である。④ Ic 法は予め Al テープを入れた鑄型に spoon で汲み出した熔鋼を鑄込む方法で、Brown および Larsen⁴⁾や鶴野、高橋および国武氏⁵⁾等が推奨している。

これら 4 方法で採取した試料の分析値を C-O 関係図として Fig. 1 に示した。Is 法が最も高く、次に Ic 法 DB 法の順に低く、DR 法が最も低値を示すことが認められる。すなわち spoon 法がいずれも bomb 法に比して高値を示すこととなる。これらの分析値に差の生ずる原因については、従来種々論議されているが必ずしも適切な結論がえられていない。



- Is: Sample killed in spoon
- Ic: " " in mold
- DB: " taken by bomb mold
- DR: " " by Rudberg mold

Fig. 1. Comparison of $[O]$ value obtained with various methods of sampling.

III. 各採取方法の検討並びに考察

1) Bomb 法に対する検討

(イ) DB 法と DR 法との比較: DB 法 (bomb 型) と DR 法 (Rudberg 型) で同時に採取した場合の結果を示す。(図省略)この場合 DR 法は蓋としてそれぞれ木栓と鉄板の両者を用いたがいずれも DR 法が DB 法に比し低値を示した。DR 法が低値を示す原因として、試料の健全性に対する調査を行なつた。bomb 型は試料として健全であると判断されたが一方 Rudberg 型は断面のマクロエッチおよび内質部の [O], [Al] の分析結果より、一度型内に入った熔鋼がふたたび型外へ逸出し、熔鋼の出入がおこなわれる危険性のあることが明示されこの点で試料として不健全となる恐れがあり好ましくない。

(ロ) boiling の影響に対する検討: spoon 法に比し bomb 法が分析値が低値を示す原因として、boiling の現象が指適されている⁴⁶⁾。この boiling の影響による誤差を調査する一方法として、DB 法で bomb を充分予熱した場合と、しからざる場合との比較を行なつた。(Fig. 2)

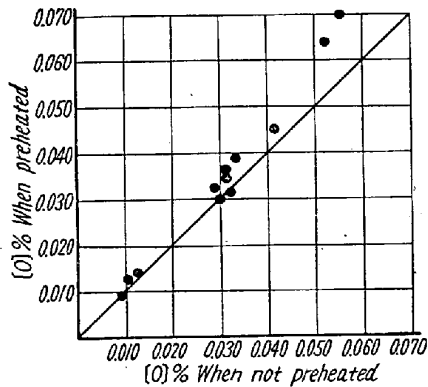


Fig. 2. Influence of preheating of bomb mold before sampling upon [O] value.

予熱しない場合は、浸漬と同時に激しいboiling を手に感じたが、予熱した場合はほとんど boiling を感じなかつた。しかし一般に採取する場合は必ず予熱しているので、このような激しい boiling は避けることができる。予熱した場合でも熔鋼が bomb 中に入る際に bomb 内面に接触して boiling を起す危険性が考えられるが、これに関し Gilbert および Bailey⁷⁾あるいは Tayler⁶⁾等もその影響はさしたるものではないと述べている。

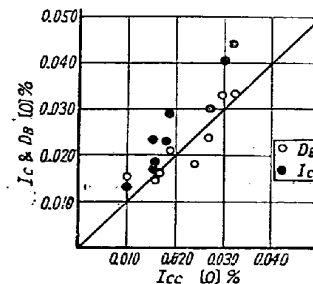
2) Spoon 法に対する検討

(イ) Is 法と Ic 法の比較: Is 法 (spoon 内 kill) と Ic 法 (鑄型内 Kill) で同時に試料採取して比較した結果 (図省略) Is 法は Ic 法に比し平均 0.010% も高い分析値を示した。この原因は Is 法では spoon 中で kill するため spoon を覆っている鋼滓により Al 酸化

の影響が先ず考えられ、また Is 法 Ic 法とも、spoon より鑄型に注入する際空気により酸化されることが考えられるが、この場合 Is 法は注入流がすでに脱酸され Al 量が高いので Ic 法に比して空気酸化の影響をより多く受けるためであろう。これらの影響程度を調査するため次に、二の試験を試みた。

(ロ) 鋼滓の影響について: spoon で熔鋼を汲み出した後、一部を直ちに鑄型内に鑄込む Ic 法を行ない、残部は spoon 内で kill しそのまま凝固せしめた場合の両者の分析値を比較した。その結果後者が高値を示した。また同様な方法で鋼滓の影響のない取鍋下試料について比較した場合は、わずかではあるが逆に spoon 内で凝固した方が低値を示すことがうかがえる。このことは Spoon 中で熔鋼を覆っている鋼滓の影響と考えられる。すなわち取鍋下試料のわずかの差は spoon より鑄型に注入する際の空気酸化量と考えられ、この程度の酸化は勿論炉前試料の場合にも起り得るが、それよりも鋼滓の酸化の影響の方が大きいことを示している。

(ハ) 空気酸化の影響について: spoon 法ではいずれも空气中で鑄型に注入するため、空気酸化の影響が考えられる。この酸化量を調査する目的で実験的に Ic 法において、C-gas の還元焰でシールしつゝ鑄込を行なつた場合 (Icc) 法と普通注入および DB 法の 3 通りの方法で試料を同時に採取して比較を行なつた結果を Fig. 3 に示す。その結果 Icc 法は Ic 法より低値を示し、また Icc 法と DB 法との分析値はほぼ一致した。すなわち空気酸化を防止した場合は bomb 法に近づくものといえよう。



DB: bomb method
Ic: spoon method
Icc: spoon method when gas sealing applied

Fig. 3. Comparison of [O] % obtained with spoon and bomb mold.

3) 試料採取位置 (鋼浴深さの差) の影響
spoon 法と bomb 法との間に差の生ずる他の一因として、炉内試料採取位置の異なる点も見逃がせない。す

なわち spoon 法は比較的鋼滓界面附近の熔鋼を採取することが多いが、bomb 法では鋼滓を巻込まぬよう出来るだけ鋼浴中に深く浸漬している。炉内鋼浴の酸化反応は鋼滓を介して行われるので [O] は一般に鋼滓界面附近が高値を示すことが多いであろう。この濃度差を調査するため図(省略)のごとき装置を装入機の先端に取付け炉中央の深さの異なる位置に浸漬して同時に 2 カの試料を採取した。今回の結果は上部が高く、平均 0.008% の差を示した。

IV. 結 言

Herty 法に対する分析試料採取方法につき検討した結果を要約すると、

1) Bomb 法では bomb 型がよく、Rudberg 型は試料が不健全となる恐れがあり好ましくない。

2) Spoon 法では spoon 内で kill する方法(Is 法)は空気酸化、鋼滓の影響を受け大きな誤差を与える。鑄型内 kill (Ic 法)の方が良い。したがって現行学振迅速法は当然改訂が考慮されるべきである。

3) Bomb 法の場合、型の予熱を行えばさしたる boiling は起らずその影響は大きなものではない。

4) 鑄型内 kill の spoon 法 (Ic 法)でも空気酸化の危険性があり C-gas シールして鑄込んだ場合は bomb 法 (Db 法)の値と一致した。

5) 試料採取位置は spoon 法は bomb 法より表面鋼滓に近いところで採取しており熔鋼の平均 [O] 値を代表する見方からいえば bomb 法の方がより実際に近い値がえられるといえる。

6) 以上の検討結果より bomb 型による採取方法が最も合理的であると判断される。しかし試料採取の実際操作は spoon 法がずっと容易で、次善の方法として鑄型内 kill の spoon 法 (Ic 法)の採用も充分考えられるところである。

文 献

- 1) 俵, 佐藤: 鉄と鋼, 26 (昭 15) 693, 鉄鋼化学全書下巻 380.
- 2) 小田: 学振 16 委ガス分析協議会 4245 (1956)
- 3) 学振: 鉄鋼迅速分析法
- 4) Brown & Larsen: Trans AIME 162 (1945) 712
- 5) 鶴野, 高橋, 国武: 富士製鉄技報 5 No. 4 (1956)
- 6) Discussion: J. of Metals Nov. (1952) 1165.
- 7) Gilbert u. Bailey: J. of Metals Dec. (1954) 1383

(49) 熔鋼中の酸素分析用試料採取法の研究

Studies on Sampling Methods for Oxygen Analysis of Molten Steel

Y. Nakagawa, et alius.

日本製鋼所室蘭製作所

前川 静弥・○中川 義隆

I. 緒 言

鋼の精錬過程における鋼浴中の酸素を迅速正確に定量することは精錬作業の管理および製鋼反応の解明に基本的な重要問題である。しかるに鋼浴中の酸素定量には最近各種の方法が研究されていちじるしく改善向上し所定試料中の酸素を正確にかつ可成りの迅速度を以つて定量しうるようになってきたにも拘らず、精錬過程における炉中の鋼浴の正しい酸素含有量を示す分析試料の採取方法が確立されていない状況である。従来の採取法は炉内より直接採取器により鋼浴試料を採取する方式(主として bomb 法)とスプーン等により一旦炉外に熔鋼を汲出して後鑄型に鑄込むか、あるいは吸引する方式(主として鑄型法)の 2 つに大別され筆者等もこれらの点について、2, 3 検討を行なつた(学振提出資料 19 委 3991 (昭30))が両者の実用性や合理性についての最終的な結論にはまだ達していない実状である。その主な理由としてこれらの諸方法はいずれも原理的に完全ではなく、定量的にはまだ充分明らかにされていないが明確に指摘される欠陥を有していることと「所望の時期における炉内鋼浴の真の酸素量を求める」という目的に対して標準値をうる方法が確立されていないため比較検討しえなかつたこと等が挙げられる。

よつて鋼浴中の真の酸素量を求めうる採取法を先ず確立し、これを基準として簡易な方法を比較検討して最も合理的且つ実用的採取方法を決定することが必要と考え筆者らは二、三の試験を行ないほぼ満足すべき結果をえたのでその概要を取纏めて報告する。

II. 炉内鋼浴真空採取法

従来炉内採取の最も代表的な bomb 法について論議されている主要点として、a) 可成りの大きさを持つ鑄型を低温のまま鋼浴中へ浸漬することにより、その附近の鋼浴が局部的ボイリングを起して O 量を低値とする。b) 鑄型内の空気の捲込や酸化により O 量が高値となる。c) 鋼滓捲込の恐れがあり O 量が高値となる。d) 凝固過程中ガス放出により低値となる。e) その他実用上鑄型の消耗、採取後の分析試料調製に時間を要するこ