

Table 2. Chemical composition of slaglike material, magnesia & chromium brick.

Sample	No.	Depth (mm)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	FeO	MnO	CaO	MgO	Total Fe
Slaglike material	①	Surface	11.95	2.67	—	15.71	—	0.56	7.06	14.98	32.95
	②	45	11.63	1.06	26.90	1.32	7.04	0.68	1.15	48.90	—
	③	70	8.03	1.25	32.70	2.33	7.83	0.77	3.56	39.20	—
	④	Uncertain	8.48	1.72	13.70	0.15	5.39	0.50	4.76	65.00	—
Magnesia bricks		Head	3.49	2.35	1.27	0.15	0.00	0.16	0.00	91.60	—
		〃	4.19	2.44	2.40	0.10	0.00	0.23	0.28	90.50	—
Chromium bricks	①	Head	12.91	14.12	—	19.38	—	0.02	0.45	19.05	22.75
	②	60	9.71	24.25	—	28.35	—	0.05	0.11	16.36	12.30
	③	100	7.56	24.40	—	30.25	—	0.06	0.00	15.96	11.18

おりで、組織的にはライニング試料 1 の内部層と大差がない。

(6) 炉壁クロム煉瓦: これは炉壁マグネシヤ煉瓦と天井珪石煉瓦の間に積んであつたもので、煉瓦先端部は Table 2 に示したごとくかなり変質している。Photo. 5 に示すごとく先端部においては Picotite, 黒色不透明の Magnetite 小粒が多く、マトリックスは Forsterite と硝子よりなる。内部では Picotite の大粒が存在し、マトリックスは少量の Forsterite である。X線的には Picotite (立方晶) とともに Spinel (MgO·Al₂O₃, 立方晶) の存在も認められるようであるが判然としない。

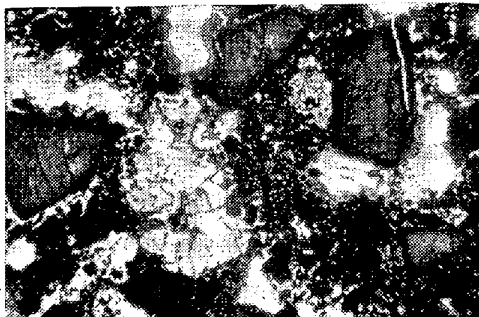


Photo. 5. Micro-structure of head part of chromium bricks.

(Open nicol, ×35(2/3))

Large particles=Picotite.

Black particles=Magnetite.

Matrices=Forsterite & glass.

III. 総 括

(1) 塩基性エルー電弧炉々床ライニングの、熔鋼および鋼滓による熔蝕浸透状況を、化学分析、偏光顕微鏡試験およびX線分析等により基礎的に調査した。

(2) 一般特殊鋼を熔解していた電弧炉のマグネシヤ炉床ライニングの表面層は FeO, Fe₂O₃ および CaO が内部より多く、組織的にもこれをうらづけるごとく、Periclase 結晶粒は酸化鉄を吸収して着色し、粒間は Monticellite, Merwinite, Dicalcium silicate 等

CaO に富む珪酸塩化合物で埋められている。

(3) 高 Cr 特殊鋼の熔解を繰返していた電弧炉のライニング表面層は内部に比し、Cr₂O₃ および FeO がいちぢるしく多く、したがって組織的にも Chromite 固溶体が多く存在し、マトリックスは CaO を含む珪酸塩化合物 (Monticellite) で形成されている。Cr₂O₃ は約 85 mm の深さにまで浸透し、その量も 30~40% に達していた。

(4) この他参考のために、炉床上に堆積していた鋼滓状物質、炉壁マグネシヤおよびクロム煉瓦について調査した結果、鋼滓状物質は Magnetite, Forsterite, Periclase, Picotite, Diopside, Tricalcium silicate 等で形成されており、マグネシヤ煉瓦はスポーリングによる剝落のため変質部なく、クロム煉瓦は先端部がかなり変質している。

(20) 高周波電気炉ならびに乾式炭酸ガス吸収装置による熔鋼中の炭素迅速定量法の研究

Rapid Analysis of Carbon in Molten Steel by Means of Induction Heating and Dry CO₂ Absorbing Method.

D. Kamimori, et alii.

八幡製鉄所技術研究所

理博 池上卓穂・工博○神森大彦・天野 明

I. 緒 言

熔鋼中の炭素量を迅速正確に知ることは製鋼作業上重要なことの一つであるが、軌条等高炭素鋼を製造するときには脱炭速度の大きいところで出鋼するので特に迅速であることが必要である。この点、カーボメータを使用すれば 2 mn 程度で迅速に炭素が定量できるが、最近のよ

うに軌条の炭素の規格範囲が 0.05% と狭くきめられると炭素を正確に定量する必要が生じてカーボメータでは安心できなくなる。そこで現行のガス容量法をできるだけ迅速化するために試料の燃焼には高周波電気炉を使つて、予熱時間を省き、燃焼を迅速化し、つぎに炭酸ガスの吸収には従来は水酸化カリウム溶液を用い、これを二度くぐらせていたのを固体水酸化ナトリウムを用い、一度で完全に吸収するよう吸収器を工夫し、従来 6~7 mn 間要していたのが 3~3.5 mn 間で正確に炭素が定量できるようになったので、その概要を発表する。

II. 高周波電気炉による鋼中炭素定量法の迅速化

この実験を行つた昭和 29 年頃は、漸く国産の鋼中炭素、硫黄定量用高周波誘導加熱装置（以下高周波電気炉と略す）が市販され始めたばかりで、その性能もまぢまぢであつたから 6 種の装置について性能を比較し、改良を加えながらつぎの実験を行つた。

まず、高周波電気炉に使用するルッポは広低型 (23φ × 22 mm) と細高型 (18φ × 35 mm) を比較したところ細高型は底に未燃焼の試料が残りに常に低値を示したので広低型を採用することにした。なお高周波炉を用いた場合は試料の温度が約 1700°C に達するので、これを入れるルッポの材質を十分撰択する必要があり、不良のものは底が抜けたり割れたりした。

つぎに試料の形状について 20 メッシュ以上、16~60 メッシュ、60 メッシュ以下の 3 種について 0.1~4% の炭素含有試料にて比較試験した結果、形状の如何によらず標準値とほぼ一致した分析値がえられ、この程度の形状であればよいことがわかつた。

つぎに試料量と添加する金属スズおよび酸化クロム末の量の影響をしらべ、試料は 0.5~2 g、金属スズは 0.5 g、酸化クロム末は 0.05~0.1 g を使用するのが適當であることがわかつた。また、スズを添加すれば試料燃焼後も長く高温を保つのに役立つ、また添加方法は試料の上におくと酸化スズが揮散して装置を汚すので、試料にまぜておくのがよいことがわかつた。酸化クロム末は試料燃焼時高温を得るのに有効で、また高炭素試料は急激な燃焼により火花となつて飛散し低値を与えるが、この酸化クロム末で試料表面をおおうようにしておけば、急激な燃焼を防止し標準値とほぼ一致した良好な結果をうるのに有効であることがわかつたので、このような置き方を採用した。

つぎに、なるべく短時間に試料を燃焼させ、しかも標準値とよく一致した結果をうるに適した高周波電気炉の操作方法、酸素ガスの供給方法および燃焼ガスをガスビ

ュレットに採取する方法について詳細な検討を行い、最適操作条件を決定した。また、この際高周波電気炉の性能のよいものは操作条件が多少変つても良好な結果がえられるが、同じ発振管で同じ出力の高周波電気炉を使つても性能が悪いものでは操作条件を厳密に守らないと良好な結果がえられず、したがつて高周波電気炉の選択には十分注意する必要があることがわかつた。

以上までに決定した最適定量条件により炭素含有量約 0.3~1.7% の 89 試料につき炭素の定量を繰返し、従来のエレマ電気炉を用いてなるべく迅速にこの試料の炭素を定量した場合と比較した。その結果、所要時間はエレマ電気炉の場合は平均 5 mn 10 sec、高周波電気炉の場合は平均 3 mn 30 sec で、1 mn 40 sec の時間短縮が可能であることがわかつた。また、定量結果の正確度については、両者の値が 0.01% の範囲内で一致した割合は、炭素含有量が 0.9% 未満の試料では 65%、0.9% 以上の試料では 18% で、0.02% の範囲内で一致した割合は、炭素含有量が 0.9% 未満の試料では 91%、0.9% 以上の試料では 47% で、0.03% の範囲内では全部の結果が一致した。したがつて高炭素試料ではややばらつきが大きい、JIS 法の許容差 ± [0.01 + (0.02 × C%)] の範囲に入つているので実用性があるものと判定した。

III. 乾式炭酸ガス吸収器による鋼中炭素定量の迅速化

現行の水酸化カリウム溶液 (33%) に炭酸ガスを吸収させる湿式法では溶液中を一回くぐらせただけでは炭酸ガスの吸収は 90% 程度に留るので、どうしても二回くぐらせる必要がある。そこで一回の接触で炭酸ガスを完全に吸収させて作業の迅速化をはかるため、吸収剤として固体水酸化ナトリウムを用いる方法についてつぎの実験を行つた。

まず現行の湿式炭酸ガス吸収ビンを乾式に変え、その後吸収ビン内の酸素が押出されたとき一時貯えておく水準ビン (26% 食塩水を入れておく) を付した A 型装置と、同型等容積のガスビュレット 2 カの中間に乾式炭酸ガス吸収ビンをおいた B 型装置を試作した。炭酸ガス吸収剤としては粒状水酸化ナトリウムを破碎し 5~20 メッシュのものをを用い、吸収ビンの出入口に近い部分は、吸収剤が炭酸ガスを吸収して水を放出し、また食塩水が入つたとき水酸化ナトリウムでは固着して通気が悪くなつたので、約 50 mm の間はソーダ石灰をつめるようにした。

つぎに A 型装置の炭酸ガス吸収能率をしらべたところ、炭酸ガス量が 20 ml (酸素ガス約 350 ml 共存)

以下の場合には 1 回の操作で完全に吸収したが、20~40 ml では約 0.5% 程度が吸収されずに残った。B 型装置では約 40 ml 以下の炭酸ガスは 1 回で完全に吸収されたが、同型等容積のガスビュレットを二つ揃えることが困難であるため定量時毎回ガス温度をはかつてその容積を補正する必要があり、また分析精度も A 型装置に較べてやや劣るようであつたから、B 装置の採用は見合わせることにした。

つぎに A 型装置を用い試料の燃焼には高周波電気炉またはエレマ電気炉を使用して、炭素含有量 0.13~3.94% の 9 種の試料中の炭素を繰返し定量したところ、その結果は何れも JIS 法の許容差 $\pm [0.01 + (0.02 \times C\%)]$ 範囲内で JIS 法分析値と一致した結果がえられた。そこで高周波電気炉と A 型装置を組合せて製鋼炉前分析室で実用化試験を行った結果、炭素含有量 0.08~2.57% の 968 試料について JIS 法の許容差範囲内で従来の JIS 法分析値と一致した割合は、84%、分析所要時間は 3~3.5 mn であつた。

IV. 結 論

(1) 製鋼炉前分析中炭素定量の迅速正確化をはかるため、現行ガス容量法の試料の燃焼に高周波電気炉を利用し、炭酸ガス吸収剤として固体水酸化ナトリウムを使用する方法について研究した。

(2) まず高周波炉 6 種の性能を比較し、性能のよいものを選んで、迅速正確な炭素定量法をうるために、高周波炉の操作条件、燃焼条件、炭酸ガス定量条件を決め、試料の量、形状、添加剤の量と添加方法について検討した。

(3) その結果、性能のよい高周波炉を使えば従来のエレマ炉の場合に較べ操作は迅速で 3.5 mn で足り、分析精度は炭素含有量 0.1~4% の試料について相対誤差 $\pm 5\%$ 以内であつた。

(4) 固体水酸化ナトリウムを使用すればその中を一回通すだけで炭酸ガスの吸収は完全となるので、使用に便利な吸収ビンを工夫した。

(5) 高周波電気炉と乾式炭酸ガス吸収ビンを組合せた装置を製鋼現場で試用したところ、炭素含有量 0.08~2.57% の約 1000 個の試料について JIS 法の許容差範囲内で従来の JIS 法分析値と一致した割合は 84%、分析所要時間は 3~3.5 mn であつた。

(21) カントレコーダーによる日常作業分析について

On the Routine Analysis by Means of the Quantorecorder.

K. Ando, et alii.

日本特殊鋼

石原善雄・○安藤公平・森脇和男・渋谷正吾

I. 結 言

近来の光電測光法を用いた分光分析の発達は、迅速性、操作の簡易性等により分析範囲を拡張しつつある。当社において 32 年夏カントレコーダーを設備して以来、その性能就中分析の精度および確度について検討を加えて来たが、多数元素の同時定量についても初期の目的を達成し、日常作業分析に使用するにいたつたので、該装置の性能ならびに分析方法について報告する。

II. 装 置

設備した装置の大要は次のごとくであり、すべて国産である。

1. カントレコーダー (島津製 8 元素同時定量用)
2. 高性能発光装置 (直流高圧火花装置, マルチソース)
3. 附 帯 設 備
 - (a) 電動発電機; 磁気増巾型電圧安定装置付, 220 V 15 KVA $\Delta E/E < \pm 0.5\%$
 - (b) 恒温恒湿設備; 温度 $22.0 \pm 0.5^\circ\text{C}$, 湿度 $50 \pm 1\%$
 - (c) 気送装置; 輸送速度 10 m/sec
 - (d) その他.

III. 対象元素とスペクトル線

本装置の分析対象元素とスペクトル線は次のごとくである。

Fe I 4404.75 (int. std.)
 Fe I 2714.41 (int. std.)
 Si I 2516.12 (0.01~0.7%)
 Mn II 2933.06 (0.01~1.2%)
 Cr II 2677.16 (0.01~0.7%)
 Cr II 2860.93 (0.5~2.0%)
 Ni I 3414.77 (0.01~1.0%)
 Ni II 2316.04 (1.0~4.0%)
 Mo I 3170.35 (0.01~0.6%)
 Cu I 3273.96 (0.01~0.5%)
 P I 2149.12 $\times 2$ (0.001~0.05%)
 W I 4008.75
 Al I 3961.53
 Sn I 3262.33 $\times 2$