

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

設備した装置の概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 $\times 2$

以上のうち内標準として Si, Mn, Cr, Ni, Mo, Cu には Fe I 2714.41 を, P には Fe I 4404.75 を使用する。括弧内は分析範囲であるが, 今後さらに拡張する予定である。

IV. 試料採取法

種々検討を加えた結果, 鋳鉄製割型 (肉厚 25 mm, 試料形状: 30φ×80 mm) に鋳込み, 急冷したものを切断し, 最後に 80 grit にて仕上げる平面試料法 (対電極グラファイト) を採用した。

V. 分析条件および操作

高性能発光装置は多種にわたる発光条件を選ぶことが出来るが, P を除いては直流高圧火花が最も精度が高く, また確度も満足すべき結果を示すので, 次の条件を決定した。

直流高圧火花: 14 KVp, 0.007 μF×4, 820 μH,
residual resistance (Si, Mn, Cr, Ni, Mo, Cu)
マルチソース: 1000V, 50 μF, 65 Ω, 360 μH
(P)

試料間隙は 3 mm, 予備放電, 積分はそれぞれ 20 sec である。

VI. 分析精度および確度

(a) Si, Mn, Cr, Ni, Mo, Cu について

同一試料の繰返し試験の結果を Table 1 に示す。この精度は化学分析に代行すべき必要条件を満足しておりかつ試料採取法も適切であることを示している。

確度を調べるために SCM 22, SCM 4, SUJ 2, SNC 22, SNC 2 各 30 charge を前記試料採取法により準備し, 化学分析値との比較を行った。この結果を Table 2 に示す。これから Si, Ni, Mo, Cu は無条件で使用出来ることが判る。

Mn, Cr については鋼種により見逃し得ない程度の平均値の偏りを示している。しかしこれを C% について層別し図示すれば Fig. 1 のごとくなる。(ただし Fig. 1 は一般性を持たせるために平均値の偏りを平均値で除した率であらわした)

しかして Fig. 1 は Mn, Cr の C% による補正曲線と見做せるから, これにより補正を加えれば他の元素と同様信頼性のある分析を行うことが出来る。1% 以上の Ni については, Ni の化学分析は極めて信頼度の高い分析が行われるので, これに代行させるべく細心の注意

Table 1. Precision test. n=20

Element	Specimen Statistical value	SCM 2			SUJ 2			Carbon steel		
		Comp.	Std. dev.	Spc. std. d.	Comp.	Std. dev.	Spc. std. d.	Comp.	Std. dev.	Spc. std. d.
C		0.14	—	—	0.98	—	—	0.55	—	—
Si		0.24	0.005	2.0%	0.26	0.009	3.4%	0.09	0.008	8.8%
Mn		0.63	0.010	1.6	0.41	0.005	1.3	0.29	0.006	1.9
Cr		0.97	0.008	0.8	1.43	0.010	0.7	0.60	0.008	1.3
Ni		0.31	0.008	2.4	0.16	0.005	3.1	0.54	0.007	1.2
Mo		0.28	0.008	2.9	—	—	—	—	—	—
Cu		0.21	0.006	2.9	0.18	0.005	2.8	0.21	0.008	3.6

Table 2. Accuracy test.

Specimen	Statistical value	Si%	Mn%	Cr%	Ni%	Mo%	Cu%
SCM 22 (SCM 21 inclusive)	$\bar{x}^{(1)}$	0.001	-0.025	-0.022	0.014	0.000	-0.007
	s ⁽²⁾	0.008	0.012	0.014	0.012	0.008	0.008
SCM 4 (SCM 3 & 5 inclusive)	\bar{x}	0.006	0.003	0.000	-0.005	0.004	0.009
	s	0.011	0.014	0.021	0.012	0.015	0.008
SUJ 2	\bar{x}	0.008	0.021	0.021	-0.014	—	-0.020
	s	0.010	0.015	0.024	0.011	—	0.007
SNC 22 (SNC 21 inclusive)	\bar{x}	0.004	-0.013	-0.002	0.017	—	0.002
	s	0.012	0.012	0.017	0.025	—	0.009
SNC 2 (SNC 1 inclusive)	\bar{x}	0.005	0.001	0.008	—	—	-0.007
	s	0.010	0.013	0.028	—	—	0.008

(1) $\bar{x} = (\text{Quant.} - \text{Chemi.}) / n$ (2) $s = \sqrt{\sum (\text{Quant.} - \text{Chemi.})^2 / n - \bar{x}^2}$

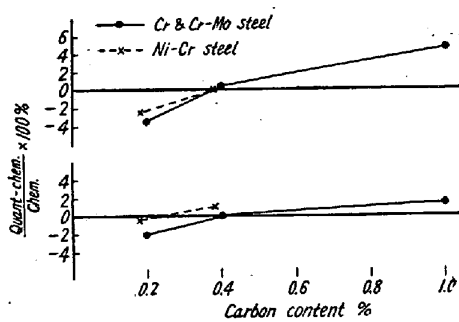


Fig. 1. Effect of carbon content on the analysis value for Mn and Cr.

を払った。結局精度の点から4回の平均値をとることにより目的を達している。

(b) Pについて

炉中酸化期試料を採取し、適当なPの値のもの7個を選んで標準試料とした。得られた検量線を Fig. 2 に、また分析結果を Table 3 に示す。Pの場合は同一試料の繰返しの精度から見て、製品分析には適さないが、炉中分析として化学分析迅速法と比較すると充分使用し得る結果を示している。なおPI 2149・12

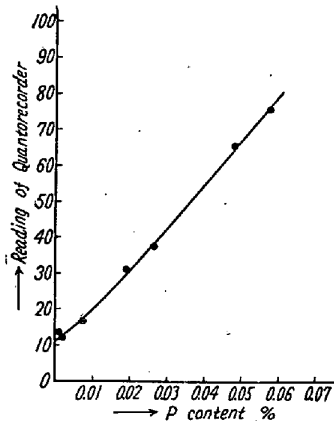


Fig. 2. Calibration curve of P.

×2はCu 2148.97と明らかに重複するが、当社のCu%の範囲ではCu%の相違による影響は有意とは認められない。

Table 3. Examples for P analysis.

Specimen	Chem %	Quanto %		
		1	2	3
a	0.032	0.030	0.031	0.027
b	0.032	0.038	0.037	0.032
c	0.016	0.022	0.019	0.016
d	0.021	0.024	0.022	0.017
e	0.018	0.016	0.018	0.016
f	0.007	0.003	0.001	0.002
g	0.007	0.003	0.007	0.003
h	0.004	0.004	0.002	0.001
i	0.004	0.007	0.002	0.002
j	0.004	0.002	0.002	0.002
k	0.006	0.006	0.004	0.003
l	0.004	0.005	0.001	0.003

VII. 分析所要時間

分析所要時間は3名で行った場合 Table 4 のごとく

である。ただしこれは6元素同時定量の場合で1~2元素であれば2分は容易に短縮することが出来る。また2ヶ以上の試料を同時に行う場合は1ヶ当りの所要時間はさらに短縮される。

Table 4. Time analysis.

Transport of sample	10~30 sec.
Preparation of sample	1 mn.
Analysis	2 mn.
Calculation	15 sec.
Writing of report	15 sec.
Transport of report	10~30 sec.
Total idle time	20 sec.
Total time	4~5 mn.

VIII. 結 言

製鋼作業の合理化を目標として、島津製作所製カントレコーダーを設置し、その現場への適用に関して研究を進めてきたが今やその応用に自信を得るにいたつた。また製鋼過程の各時期に試料を採取することはきわめて望ましいことであるがカントレコーダーの迅速性はほぼこの条件を満足し、しかも規格全元素におよぶので熔解作業の合理化上その効果は顕著である。しかしいまだ2~3の元素については不充分の点もあるのでさらに検討を続行中である。また目下高合金鋼へも応用すべく研究中で利用範囲の拡大に努力している。

(22) 鋼浴中の酸素分析試料採取法に関する研究 (II)

(平炉内鋼浴中の酸素の分布について-No. 1)
Study on the Sampling Method of Molten Steel in Oxygen Analysis (II)
(Distribution of oxygen in open-hearth furnace bath)

Y. Nokagawa, et alii.

日本製鋼所室蘭製作所

理博 前川 静弥・工 守川平四郎
理○中川 義隆・井上 真

I. 緒 言

精錬過程における炉内鋼浴中の酸素を迅速正確に知ることは製錬作業の管理および製鋼反応の解明にきわめて重要なことである。筆者などは前報において炉内鋼浴中のある点における正確な試料採取法を確立しその経過と2, 3の採取例を述べたが実際の炉内鋼浴中の酸素は鋼