

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

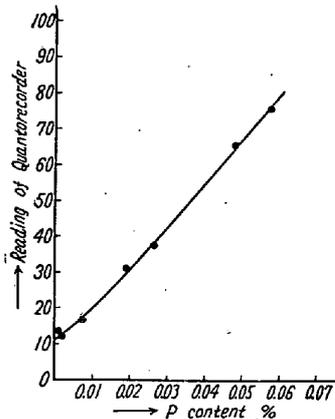


Fig. 2. Calibration curve of P.

×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

浴中に均一に存在することは考えられず、平面的な位置の相違、あるいは深さなどによつてかなり不均一な分布を示すものと考えられる。またその分布は固定的なものではなく熔解精錬の諸条件によつていちじるしく影響を受けることが予想せられる。

最近各所において炉内鋼浴中の酸素の分布についての調査が行われているがそのほとんどが分析試料採取に当つて在来の方法によつていたため、その酸素分析結果が試料採取位置の鋼浴中の正しい酸素量を示めさない場合が多く炉内の酸素の分布に関して正確な結論が得られていない実情である。本報においては前報の方法またはそれに準じた方法によつた分析試料採取法によつて酸性平炉精錬過程中的鋼浴酸素の分布を調べた結果について報告する。

II. 試 験 方 法

- i) 試験平炉の諸元
 - イ) 炉種—酸性平炉
 - ロ) 炉容量—公称 30 t
 - ハ) 燃料—発生炉ガス
 - ニ) 精錬方式—冷材装入石灰法
 - ホ) 鋼浴の寸法諸元の大要— Fig. 1 のごとし。

- ii) 試料採取方法および位置
 - イ) 平面位置の相違による場合は Fig. 1 に示せる位置において鋼浴面下約 5 cm の位置より前報に示せる方法によつて分

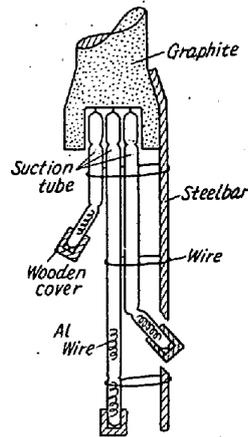


Fig. 2. Sampler of oxygen.

析試料を同時に採取した。

ロ) 鋼浴深さの影響の調査に当つて Fig. 2 のごとき前報に示せる熔鋼吸引管を 3 本結束せる採取器により鋼浴面下より炉底部までに 3 箇所より同時に熔鋼試料を採取した。ただしこの場合前報の結果より採取試料の凝固過程において放出する酸素量は無視し得る程度であつたので凝固中の放出ガスの捕集を行わなかつた。また炉内においては中央の 1 箇所のみについて試験した。この場合鋼滓および鋼浴の深さはそれぞれ 8 cm および 37 cm で底部より 2cm, 17cm, 32cm, の位置より試料採取した。

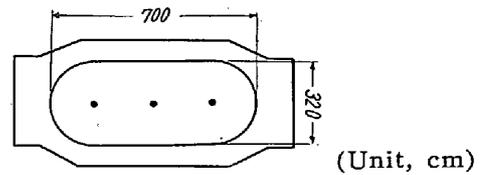


Fig. 1. Sampling position in a furnace.

- iii) 試験鋼種
 - 中炭素普通鋼を対称とした。

III. 試 験 結 果

- i) 平面的分布
 - 炉内の平面的酸素の分布は Table 1 に示せるごとくである。

すなわち

- イ) 酸化期は各位置の酸素量がいちじるしく異つている。ただしその前半の鉍石投入期が最もその傾向が大で後半の石灰石投入期においてはややその傾向が小さくなる。

この時期における酸素量は鋼浴の温度、鉄鉍石投入位

Table 1. Distribution of oxygen in planes.

Charge No.	Period	Sample No.	Left	Middle	Right	Gas port	Charge No.	Period	Sample No.	Left	Middle	Right	Gas port
1	Oxidizing period	1	0.006	0.016	0.010	L	3	Oxidizing period	1	0.007	0.005	0.018	L
		2	0.006	0.022	0.012	R			2	0.012	0.006	—	R
		3	0.011	0.006	0.008	L			3	—	0.016	—	R
		4	—	0.007	0.007	R			4	0.011	—	0.012	L
		5	0.017	—	0.022	R			5	0.010	0.011	0.014	R
		6	—	0.011	0.012	R			6	0.013	0.013	—	L
	Refining period	7	0.028	0.017	—	R		Refining period	7	0.015	0.015	0.012	R
		8	0.018	0.018	0.018	L			8	—	—	—	—
		9	0.020	0.015	0.019	L			9	—	—	—	—
2	Oxidizing period	1	0.010	0.004	0.006	R	4	Oxidizing period	1	0.008	0.005	0.017	L
		2	0.013	0.016	0.006	R			2	0.010	0.015	0.010	R
		3	0.020	0.011	0.007	R			3	0.014	0.007	0.014	R
		4	0.021	0.016	0.009	R			4	0.009	0.010	0.006	R
		5	0.013	0.008	0.015	L			5	0.009	0.009	0.009	R
	Refining period	6	0.011	0.012	0.012	L		Refining period	6	0.011	0.009	0.009	R
		7	0.011	0.011	0.011	R			7	—	—	—	—

置および量ならびに石灰石投入位置および量によつて強く影響を受けることが予想される。これらの点について詳細調査したがあまり明瞭な関係が得られなかつたが試料採取時のガス方向によつてかなり影響されているようであり、ガス方向の反対側の酸素量が高い傾向を示している。これはガス方向の反対側の焰の先端が当り温度がかなり高い結果を(図省略)示しているためと考えられる。

また本試験の場合鉄鉱石はいずれの熔解も中央附近に投入されているが特に鉱石投入期の最中(熔解 No. 1~2, No. 2~2, No. 4~2 など)では中央位置の酸素量はかなりよく一致している。

ロ) 仕上期においては各位置の酸素量はかなりよく一致している。これはこの時期において各種の添加物投入後デリキによる攪拌を必ず行っているためであると考えられる。

ii) 鋼浴深さ方向の分布

鋼浴の深さによる酸素量の分布を Table 2 に示した。

Table 2. Distribution of oxygen in depth.

Period	Sample No.	Upper part	Middle	Bottom part
Oxidizing period	1	0.004	0.004	—
	2	—	0.004	0.008
	3	—	0.007	—
	4	0.007	0.014	—
	5	0.012	0.009	—
	6	0.009	0.006	0.003
	7	0.005	0.004	0.005
	8	0.008	0.006	0.005
	9	—	0.013	0.010
	10	0.013	—	0.006
	11	0.011	0.018	—
	12	—	0.010	0.011
	13	0.012	0.017	0.012
Refining period	14	—	0.015	0.012
	15	0.021	0.008	0.015
	16	—	0.009	0.011
	17	0.011	—	0.011

イ) 酸化期においては一般に鋼滓に近い方が酸素量が高く底部は低い傾向にあり、これは鋼滓の存在、鉄鉱石の添加、表面と底部の鋼浴温度の相異などに起因するものと考えられる。特に石灰石投入期の純粋に鋼滓を通じてのみ酸化が行われる時期(No., 7, 8, 9, 10)にこの傾向がきわめて顕著である、これは鋼浴を直接酸化せずに鋼滓を通じて鋼浴に酸素が供給せられる酸性平炉精錬のこの時期の特性上当然の傾向であると考えられる。

ロ) 仕上期に入つてからは大差ない。これはこの時期において各種の添加物投入後デリキによる攪拌を必ず行っているためと考えられる。

IV. 結 言

以上酸性平炉熔解精錬過程における炉内鋼浴中の酸素の分布状況を調べたが各種の条件に影響されて炉内の酸素量は均一でない。従つて鋼浴の酸素分析試料採取に当つては、その採取位置によつていちじるしい相異を示すのでその選定に当つては充分注意する必要がある。

しかし仕上期において攪拌した場合の各位置における酸素量はかなりよく一致しているところより酸素試料採取に当つてはその前に必ず充分攪拌した上実施することが望ましいと考える。

(23) クルクミン法による鋼中微量ホウ素の定量

Determination of a Small Amount of Boron in Steel by a Curcumin Method.

A. Nimura, et alii.

八幡製鉄所 技術研究所

理博 池上卓穂・工博 神森大彦・工〇二村英治

I. 緒 言

鉄鋼中の B 定量法として JIS にはホウ酸メチル蒸溜分離—カーミンレッド法が採用されているが、カーミンレッド法は H_2SO_4 の濃度の調節に厳密を要し発色が若干不安定で再現性に乏しい難点がある。試料の溶解蒸溜分離においても JIS の $H_2SO_4 (1+3) + H_2O_2$ で溶解し H_3PO_4 を添加して蒸溜する方法は鋼中の B 化合物の完全溶解について疑問があり、また蒸溜する前に H_3PO_4 を添加後加熱蒸発して水分除去を行わねばならない面倒がある。そこで筆者などは定量操作が比較的容易でありかつ最も鋭敏と思われるクルクミンを呈色用試薬として選び、その発色条件について提案されている基礎条件を比較検討して最適条件を決め、また試料溶解後ただちに蒸溜できる A. S. T. M. の H_3PO_4 溶解法¹⁾と、A. S. T. M. の複雑な循環蒸溜法でなく簡単な JIS の蒸溜法を組合せた方法を検討し、鋼中の微量 B (0.01%以下) を精度よく酸可溶性 B、酸不溶性 B に分離定量できる方法を得たので発表する。

II. 装 置

蒸溜装置; 石英製 JIS 型蒸溜装置

光度計; 日立 EPU-2 型分光光電光度計, 石英およびガラス製 10mm 液槽。

III. 分析法要旨

酸可溶性 B 試料 0.1~0.5g を乾燥した蒸溜フラスコにとり、蒸溜装置を連結したのち $H_3PO_4 (85\%)$ 10 cc