

ほぼ一致した結果が見られたが、分析値がスプレングル・オルザット法に比してわずかに低い試料が多かった。この原因としては CO_2 として抽出される一部の O_2 が CO と同時に捕捉され、 CO として計算定量されるので、 CO_2 として抽出される O_2 の2分の1だけ分析値が低値を示すことは分析法の原理上さげえざることと考えられる。しかしながら CO_2 として抽出される O_2 は微量であり、かつ抽出ガス中の CO と CO_2 の比は各種の試料についてほぼ一定であるから、補正を行えば実用上信頼し得る定量値を得ることが可能である。

V. 結 言

鉄鋼中酸素の迅速簡易分析法として、抽出ガスの排気過程に CuO 管、冷却トラップを配置し、 CO_2 として捕捉した酸素を一定容積の真空中に気化させて圧力を測定して定量する装置を組立てて試験した。 CO_2 として抽出される酸素量を補正することにより、簡単な装置と簡易な操作により酸素量を定量し得ることを確認した。本方式の分析法は装置、操作が簡単であるため、操作の自動制御化が容易であると考えられる。また水銀の露出面がないので作業者の衛生に好適であると考えられる。現在装置の自動制御について試験を進めている。

(106) 鋼浴の水素分析用試料の真空採取法について

日本製鋼所，室蘭製作所研究所

理博 前川 静弥・○中川 義隆

Study on the Vacuum Method of Taking a Sample for Determination of Hydrogen in Molten steel.

Shizuya Maekawa, Yoshitaka Nakagawa.

I. 緒 言

鋼材中の水素がその品質に大きな影響を与え、鋼材欠陥の主要原因の一つとなっていることは周知の通りである。したがって鋼材中の水素量を低減するため従来各種の方法が研究考案されている。たとえば精錬過程での鋼浴の酸化沸騰、不活性ガスの吹込、造塊過程では真空鑄込、爾後の工程では長時間にわたる脱水素熱処理などを実施している。

しかし鋼浴または鋼材中の水素量を適確に把握するためにはなお分析試料の採取法に多くの難点を有し、これら各種低減法の効果の確認等が正確に行われ得ない場合が多い実情である。とくに鋼浴中の試料採取法には多く

の方法が提案されているが何れも確実といい得ない。

本報においては筆者らの考案した鋼浴中水素分析用試料の真空採取法と、この方法によつて採取した試料の定量値とについて述べる。

II. 真空採取法

鋼浴中の水素量測定のための試料採取法は従来多数発表されているがこれらは「鑄込法」と「吸引法」とに大別される。しかしいずれも汲出時、鑄込時、鑄型内の凝固時、分析試料調製中および分析実施までの試料保存中等の各段階における水素の逸出を完全に阻止することはできない。よつて筆者らは試料採取時における水素逸出防止について種々実験を行ない次の方法を確立した。

i) 採取法の概要

鋼浴中の酸素分析用試料の真空採取法（鋼と鋼，44（1958），p. 754～760）に用いた不透明石英管を若干改良して、これを酸素の場合と全く同様に操作し、試料を炉内鋼浴より直接採取した。

ii) 真空採取器の構造

採取器は吸引管部分と採取用具に区分され、前者は吸引管、保護用石英管よりなる。採取用具は浸漬式温度計に用いるものと同形である。吸引管部分の細部を Fig. 1 に示す。またこれの採取用具への取付法は酸素の場合と同様なので省略する。

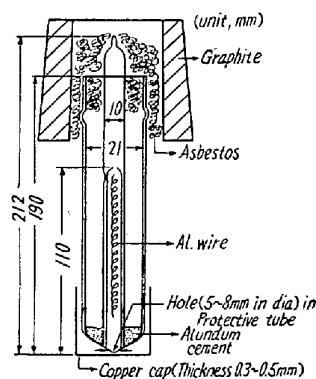


Fig. 1. Sampler for determination of hydrogen in bath.

iii) 採取要領

吸引管を保護管におさめ

これを採取用具に取付け、平炉の試料採取窓より炉内に挿入し、ただちに鋼浴中に浸漬する。（深さ鋼浴表面下5～10 cm）5～15 s そのまま保持後、採取用具を引き上げ炉外に取出す。その後可及的速やかに吸引管部分を採取用具より外し、吸引管の上端を持つて保護管より抜き取り、その先端を直ちに水銀中へ没入する。

iv) 分析操作

水銀中に先端を浸漬せるまま分析装置に吸引管上端を接続し、吸引管内部のガスを装置内に導入分析し、しかる後吸引管を破碎し内部の固体試料を取り出してその全量を分析に供する。分析は真空加熱法（学振法）によつて実施した。

III. 真空採取法と他の方法との比較

(1) 実験室的比較

高周波炉で C 約 0.3% の炭素鋼を熔解し、真空採取法、学振法および分光分析用鑄型に鑄込んで急冷する方法によつてそれぞれ同時に採取した試料の分析結果を Table 1 に示す。

Table 1. The effects of sampling method on determination of the hydrogen value in steel bath (p. p. m).

Test No.	Gakushin method* (casting method)	Casting method (spectrographic mold used)	Vacuum method
1	3.20	3.67	4.82 (2.96)**
2	3.56	3.67	4.93 (1.60)
3	4.26	5.01	3.65 (1.60)
4	4.18	4.49	6.25 (1.81)
5	2.87	4.17	4.50 (1.91)
6	3.78	4.17	4.83 (1.66)
7	4.11	4.56	4.78 (2.70)
8	7.63	6.87	8.65 (5.05)
9	8.22	7.99	11.17 (7.40)
10	8.22	8.57	9.69 (5.94)
11	3.22	2.37	6.53 (3.71)
12	2.83	2.38	2.81 (0.58)

* Method of Japan society for the promotion of science.

** Lost hydrogen in the suction tube during solidification.

Table 1 の結果より明らかに真空採取法、分光分析用鑄型、学振法の順にその定量値は低くなつていく。これは熔鋼の注入および凝固過程において逸出する水素量に基因しているものと考えられる。とくに学振法および分光分析用鑄型によつたものは注入過程では大差ないと考えられるので、両者の差異は主として凝固過程に逸出する水素量に基因しているものと推定される。一方真空採取法にあつては凝固過程の逸出ガスをほぼ完全に捕捉しているため両者に比較して高値を示している。

(2) 実際現場における比較

酸性平炉で炭素鋼を熔製せる場合の酸化期において真空採取法と学振法によつて水素分析試料を採取し分析した結果は明らかに真空採取法による水素分析値は高値で実験室的結果と全く一致した傾向を示している。また脱炭のはげしい時期にはとくに両者の差が大である。すなわち熔落時学振法が 4.3~6.0 p. p. m に対して真空採取法では 5.0~7.0 p. p. m, 酸化末期前者が 2.5~3.5 p. p. m に対し後者は 3.5~5.3 p. p. m, また鉄鉱石投入中あるいはその直後は学振法 2.5~4.0 p. p. m に対して真空採取法は 3.5~5.5 p. p. m となつている。これは脱炭のはげしい時期において学振法は熔鋼の沸騰その他によつて、逸出する水素量が多量であることによるものと考えられる。

(3) 炉内および炉外真空採取法の比較

すでに多くの人々によつて指摘されているごとくスプーンによつて炉外に取出し、鋼滓を除去したり鎮静剤を加える間に水素が逸出することが考えられる。しかしどの程度の量の水素がこの間に逸出するかは、明らかでない。この点を明らかにするために次のような比較を行なつた。すなわち炉内より直接に真空採取法で試料を採取すると同時にスプーンで熔鋼を汲出して鋼滓をのぞき直ちに真空採取法により試料を採取した。その結果を Table 2 に示す。

これらの結果から熔鋼をスプーンで汲出し、鋼滓を除去し、吸引するまでに可成りの量の水素が逸出することは明らかである。

また炉内と炉外の差はスプーンにて熔鋼を汲出して吸引するまでの水素量の逸出、炉外真空採取法と学振法との差はスプーンに鎮静剤を入れて鑄込み分析するまでの水素の逸出によることが推定される。しかし両者の定量的傾向は不明である。

Table 2. Effects of sampling position on determination of the hydrogen value in vacuum suction method.

	Refining period	Sampling position		Gakushin method
		Inside furnace	Outside furnace	
1	Melt down	4.89	4.12	3.74
2	"	6.62	5.21	3.73
3	Oring period	6.38	6.31	3.46
4	Melt down	6.02	3.08	3.18
5	During oring	4.66	3.66	2.68
6	After oring	6.21	3.03	2.58
7	After liming	4.86	3.22	2.95
8	Before tapping	4.66	4.29	3.17
9	Melt down	5.92	5.54	4.19
10	After oring	6.98	6.16	2.75

IV. 結 言

以上の点を要約すると、

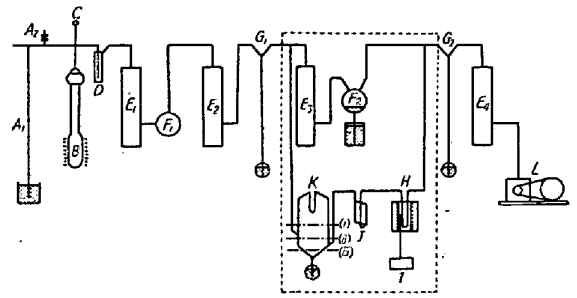
イ) 鋼浴の水素分析のため炉内鋼浴より直接試料を採取する真空採取法を考案確立した。

ロ) 実験室的に真空採取法、学振法および分光・分析用鑄型に鑄込む方法を比較した。その結果真空採取法、分光分析用鑄型法、学振法の順序に低値を示す。

ハ) 実際現場における炉内鋼浴の水素量は真空採取法では学振法で採取した場合よりも高値を示す。

ニ) スプーンで汲出し鋼滓を除去するまでに可成りの水素量が逸出し、炉内直接試料より低値を示す。

しかしその定量的傾向は明らかではない。またスプーンからの真空採取法と学振法とを比較すると、後者の場合、鑄型への鑄込および凝固より分析までに可成りの水素量が逸出していることは明らかである。



A1 Mercury lift
A2 Sample inlet double cock
B Vacuum fusion furnace
C Prism for temperature measurement
D Cold trap
E₁₋₄ Mercury diffusion pump
E₁₋₂ Gas reservoir
G₁₋₂ Mercury cut off
H CuO furnace
I Pyrometer
J Spiral trap
K Double U measuring tube
L Rotary pump

Fig. 1. Apparatus for slag hydrogen analysis.

(107) 鋼滓中の水素分析について

川崎製鉄，本社技術研究所

今井 光雄・中山 竜夫
大井 浩・江見 俊彦

On Determination of Hydrogen in Steelmaking Slag.

Mituo Imai, Tatuo Nakayama,
Hiroshi Ōi, Tosihiko Emi

I. 結 言

製鋼における溶鋼中の水素の挙動を明らかにするには、これと平衡状態にあるスラグ中の水素の影響を抜きにしては、満足な成果を望むことはできないと考えられる。今回、スラグ中の水素分析を、鋼中酸素分析用に類似した黒鉛坩堝を用い、この中に Mo 坩堝を設置して、真空溶融抽出を試みた所、2, 3 困難な点もあつたが、比較的迅速に満足すべき分析値が得られるようになったので、塩基性平炉における分析例とともに、まとめて報告する。

II. 分析装置および分析操作

1. 分 析 装 置

装置の大略を Fig. 1 に示す。

真空溶融炉の構造は Fig. 2 に示す。

透明石英管下部の膨らせた部分に、内径18mmの黒鉛坩堝を収め加熱体とし、この底に厚さ 0.8mm の Mo 板を敷き、その上に厚さ 0.2mm、内径 14mm、高さ 10mm の Mo 坩堝を据え、その上には Mo スリーブ

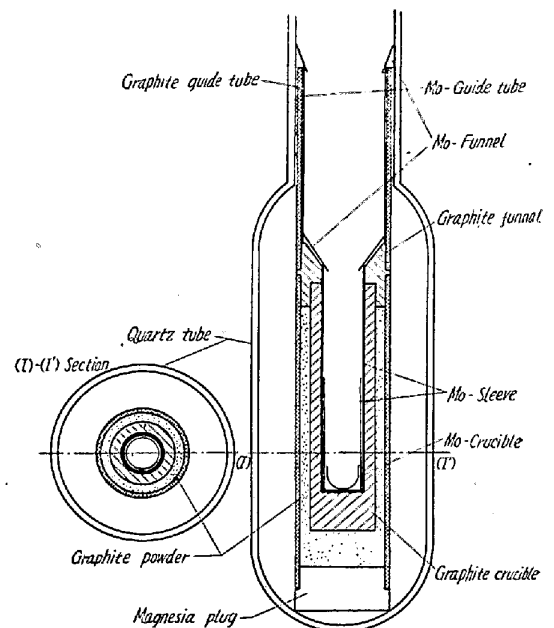


Fig. 2. Vacuum fusion furnace for slag hydrogen analysis.

を設置したものである。

排気速度を大きくするため、水銀拡散ポンプ E₁E₂E₃ を直列に接続し、900 および 600 cc の球形ガス受槽 F₁F₂ を設け、この間は外径 20 mm のガラス管で配管した。回路の開閉には、すべて水銀カットオフを使った。酸化銅炉 H は 350°C に加熱した。

坩堝中のスラグが、1 部黒鉛と反応して CO を生じ、抽出ガス量が増しポンプ E₃ の背圧が上り、抽出水素を回路 F₂HJKE₃ を循環させて酸化捕集する能率が下ることがあるので、これを F₂ のテプラーポンプで強制循環させて防いでいる。また、2 重 U 字管の水銀汚損防止のため、スパイラルトラップ J を設け空冷している。

2. 分 析 操 作

まず、黒鉛坩堝を >2000°C で 4 h 脱ガス後、Mo 坩