

Table 1. Reproducibility and accuracy of condensation-vaporization method.

Samples	C %	R
Pure iron	0.0222 0.0213	0.0009
〃	0.0150 0.0133	0.0017
〃	0.0131 0.0138	0.0007
〃	0.0149 0.0146	0.0003
〃	0.0235 0.0235	0.0000
〃	0.0229 0.0231	0.0002
Sucrose (C=0.005)	0.0055 0.0055	0.0000
〃 (C=0.010)	0.0112 0.0105	0.0007
〃 (C=0.015)	0.0145 0.0152	0.0007
		$R=0.00058$ $\sigma_e=0.00051$

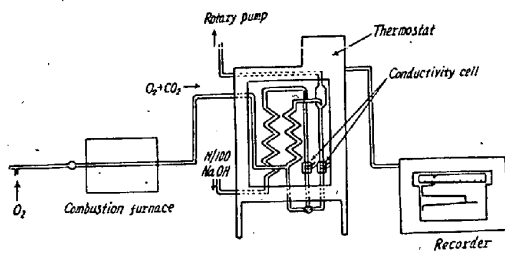


Fig. 4. Apparatus for determination of carbon in pure iron by conductometric method.

(1) 操作条件

(A) 吸収液濃度は普通鋼の N/20 NaOH に対し、N/100 NaOH とした。

(B) 燃焼ボートは使用直前に空焼したものを用い、ピンセットで持つようにする。

(C) 空気中の CO<sub>2</sub> の混入を防ぐため、鉄片をつけた石英製押し棒を用い、キャップの外から磁石で試料をそう入する。

(D) 試料秤取量 1g (徒来通り)

(E) 酸素流量 500cm<sup>3</sup>/mn (〃)

(F) 燃焼温度 1200°C (〃)

(2) 精度および分析所要時間

以上の条件で定量を行なった結果を Table 2 に示す。

これによれば本法と凝縮気化法との間には全然差は認められず、くりかえしの精度も凝縮気化法に比較してむしろ良好な結果を示した。

本法による分析時間はつぎのごとくである。

1. 試料秤取 1~2分
2. 零点調整 1分
3. 燃焼および測定 2.5分

計 4.5~5.5分

IV. 結 言

純鉄中の炭素を迅速に定量するため従来おこなわれて

Table 2. Comparison with condensation-vaporization method.

Samples	Methods Condensation-vaporization method	Conductometric method
Pure iron	0.0217	0.0216 0.0220 0.0219
Pure iron	0.0180	0.0176 0.0181 0.0182
Pure iron	0.0162	0.0164 0.0162 0.0156

いた凝縮気化法、すなわちマクレオド型微圧計法を直立毛細管法にかえ、最適操作条件を検討した。この方法によれば、徒来 20~30 分かかっていた分析が単独分析なら約 10 分、連続分析ならば 6 分で可能である。また精度についても日常作業分析として用いて充分である。

一方電気伝導度法については、吸収液濃度その他 2, 3 の点について改めた結果、4 分30秒~5 分30秒で凝縮気化法と同程度の精度で定量できることがわかった。

文 献

- 1) 安富, 井樋田, 岩田: 鉄と鋼, 47 (1961), No. 3, 294~296

(121) カントバックによる鉄鋼分析

(鉄 鉄)

住友金属工業和歌山製鉄所

○真鍋 浩・金原 方

Quantovac Analysis of Iron and Steel,

(Pig iron)

Yutaka MANABE and Hitosi KINBARA

I. 緒 言

溶鉄操業による銑鉄の迅速分析の必要のため、カントバックによる銑鉄分析を検討した。銑鉄のカントバック分析は、欧米では若干行なわれているが詳細なデータはあまりなく、わが国でもデータはほとんどない。当所ではこの銑鉄試料を鋼試料と同時に同一装置で行なう必要から、両者の切換など若干の制限が加わる。以上の観点から試料採取方法、発光条件、くりかえし精度などについて検討を加え、銑鉄のカントバックによる分析方法について一応の結論に達したのでここに報告する。

II. 試料採取方法

試料は発光面が均一な白銑組織であることが必要であ

り、そのために試料採取鑄型、鑄込温度(冷却速度)、白銹化助長剤などが問題になつてくる。白銹化の難易は銹鉄の成分によつて大きく影響され、それぞれ試料の採取方法は異なるべきである。当所の銹鉄はS含有量が低いため、白銹化の難しい条件であり、採取方法はいろいろなくふうが必要であつた。

試料形状は 35mm φ×5~10mm厚の試料で鑄型は銅製の金型を用いる。この金型はできれば水冷が望ましい。白銹化を助長させるための添加剤としては金属テルルを用い、さらに冷却速度が速くかつ常に一定になるように採取する必要がある。

試料表面の白銹化が不完全でグラファイトの析出した試料の場合は分析値にカタヨリが生じる。とくにC、Pがいちじるしい。

III. 分析 方法

分析装置は A.R.L 社製カントバック装置一式。分析元素はC、P、S、Si、Mn、Cu、Crの7元素である。

発光条件については、当所のカントバック装置の主目的が鋼分析であるため、発光条件は同一であることが作業上もつとも望ましいことであるため同一条件にした。

Table 1. Factors of discharge.

Inductance	50 μ H	Initial flush time	15 s
Resistance	5 ohm	Pre-spark time	10 s
Capacitance	10 μ F	Integration time	≈30 s
Output voltage	1000 V	Sample	Negative
Argon flow	35 ft <sup>3</sup> /h	Counter electrode	Ag, 120°
Gap	4 mm		

試料表面は平面グラインダーおよびベルトサーフエーサーで粒度 #60 程度に仕上げる。表面の削り落す程度は 1mm 以下である。

IV. 繰りかえし精度

完全に白銹化したと思われる試料についてくりかえし精度を求めたものを Table 2 に示す。大体良好なものであるといえる。

V. 検 量 線

銹鉄の標準試料の作成は C、Si の添加が非常に難しく濃度範囲の広いものは十分えられなかつたが、実際試料その他でえられたものを Fig. 1 に示す。

図より求められるが、各元素の平均感度 (Slope, 濃度/目盛) はつぎのごとし。

C	P	S	Si	Mn	Cu	Cr
0.04	0.005	0.001	0.02	0.015	0.005	0.003 <sup>3</sup>

C, P, Si はあまり良好な感度とはいいい難い。

VI. 銹鉄のカントバック分析の問題点

問題となる最大のものは試料の均一な白銹化である。これは銹鉄の組成にもよるが、冷却速度のコントロールが大切であり、また白銹化を助長する添加剤も重要な要素である。

また同一カントバックにより鋼と銹鉄の両方を分析することによる問題もある。すなわち鋼と銹鉄とではスペクトル線の強度がかなり異なるため光電管の感度(とくにC、P)の異なることである。そのため試料を切替えた場合 2~3 回は正確な分析値がえられない。

Table 2. Result of precision test.

	C	P	S	Si	Mn	Cu	Cr
Concentration(%)	4.30	0.195	0.024	1.04	1.51	0.05	0.11
S.D	0.79	1.17	1.24	0.74	0.36	0.91	0.68
Slope	0.04	0.005	0.001	0.02	0.015	0.005	0.003 <sup>3</sup>
σ (%)	0.032	0.005 <sup>9</sup>	0.001 <sup>2</sup>	0.014	0.005 <sup>4</sup>	0.004 <sup>6</sup>	0.002 <sup>2</sup>

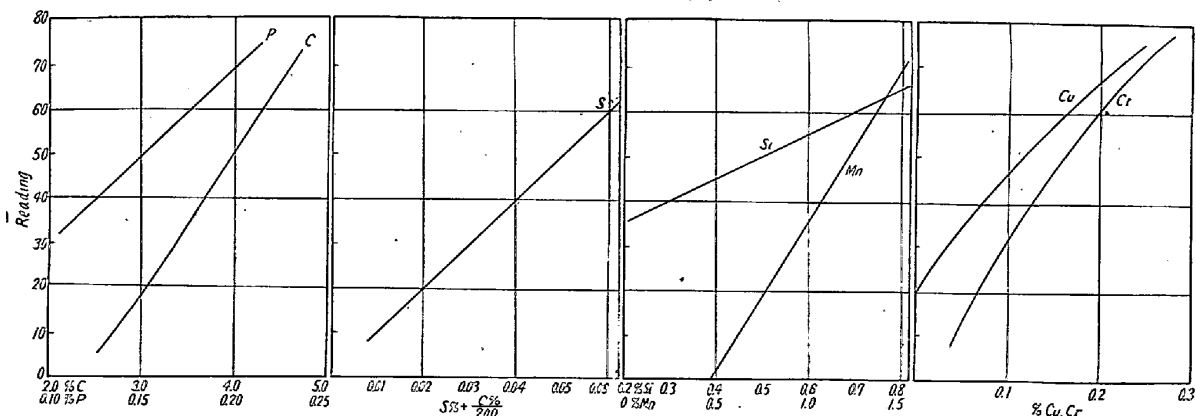


Fig. 1. Working curves of C, P, S, Cu, Cr, Si, and Mn.