

(39) 転炉々中迅速分析の実施

日本鋼管川崎製鉄所

安富 繁雄・○井樋田 睦

〃 新潟電気製鉄所 藤本 一郎

〃 川崎製鉄所 岩田 英夫

Rapid Analysis of Molten Steel in L.D. Converter Steelmaking.

Shigeo YASUTOMI, Mutsumi IHIDA

Ichirō FUJIMOTO and Hideo IWATA.

I. 緒 言

純酸素転炉の稼働にともない、転炉においても高級材が製造されるようになったが、それだけ炉中における成分調節がきびしくなりそのために炉中分析の迅速化が強く要望されるようになった。

トーマス転炉時代から炉中分析は実施はしていたが所要時間が普通 15 分位はかかり、分析結果をただちにそのチャージの成分調節に活用するということはできなかった。それで所要時間の短縮のために分析方法の迅速化と、試料輸送時間の短縮化をはかった。

まず分析方法迅速化の検討を行なつて新迅速分析法を完成し、一方輸送、連絡の迅速化のために本年 2 月転炉の近くの一室に急速分析室を設置した。この計画は昭和 33 年 10 月から始め約 1 年 4 カ月で実現した。このようにして所要時間はいちじるしく短縮され炉前における C, P, Mn は試料採取から分析結果の到着まで 6 分以内で終るようになった。かくして分析結果はただちにそのチャージの成分調節に活用できるようになり、製鋼能率の増進と成分外れの防止に貢献している。

II. 分 析 室

一般に分析試料採取より報告までの所要時間のうち分析所要時間と並んで試料輸送時間も大きな割合を占めるので、分析所要時間を短縮しても大きな効果は期待できない。そこで炉前より約 20m のところに急速分析室を設置した。ここは炉前より約 3m 低いので試料輸送にシュートを利用できるので理想的である。分析室は約 18m² の広さで、試料調整設備、電気伝導度法による炭素分析装置、光电比色計、ドラフト、報告用信号盤などを有している。このようにして急速分析室を設置することによつて、試料を採取し初めてから分析室に到着するまでの時間は約 1 分に短縮された。

III. 分 析 方 法

転炉において出鋼前にアクションを必要とする成分は C, P, Mn でありこのうち C はもつとも重要な元素で

ある。従来の分析方法の所要時間は C は燃焼容量法で約 5 分、P は容量法で約 10 分、Mn は比色法で約 4 分であり、C, P については不充分であるので分析を迅速化する必要があつた。そこで昭和 33 年 10 月より調査研究を始め、P は昭和 34 年 6 月、C は同年 10 月に方法を完成し昭和 35 年 2 月急速分析室設置と同時に実用に供している。各分析方法の概略はつぎのとおりである。

(1) 炭素 (電気伝導法)

試料 1g を 1200°C の電気炉中で燃焼させ生じた CO₂ を含む燃焼ガスを N/20 KOH 溶液に一定流速で通過させて CO₂ を吸収させる。このさいに吸収液の電気伝導度に変化し、その変化量は C 含有量に比例するので、これをホイートストンブリッジを応用した電子管式平衡記録計に記録させる。その間の所要時間は約 2 分 10 秒である。なお本法の詳細は別報を参照されたい。

(2) 燐 (吸光光度法)

試料 0.1g を硝酸で溶解し、酸化還元を省略してただちにモリブデン酸アンモンを加えたのち生じたリンモンブデン酸アンモンを酢酸エチル-酢酸ブチル混合溶媒で抽出し塩化第一錫-塩酸溶液を加えて青色を生ぜしめその吸光度を測定する。分析所要時間は約 3 分である。この方法の詳細はすでに報告りしてあるのでそれを参照されたい。

(3) マンガン (比色法)

試料 0.4g を硝酸で溶解し、これに硝酸銀を触媒として過硫酸アンモンで酸化してマンガンを通マンガン酸として赤色に発色せしめ含有量既知の標準液とウケナ比色管を用いて比較する。この方法は原理的には新しいところはないが所要時間は約 4 分である。

IV. 分析誤差の傾向

分析誤差は実験室的には小さくても、作業に移すとかなり大きくなるのが普通である。それで急速分析室設置前に教育訓練を繰り返し新分析方法の早期習熟をはかり作業分析実施後も標準試料を用い、あるいは抜取り試料を用いて絶えず分析誤差をチェックし精度の向上につと

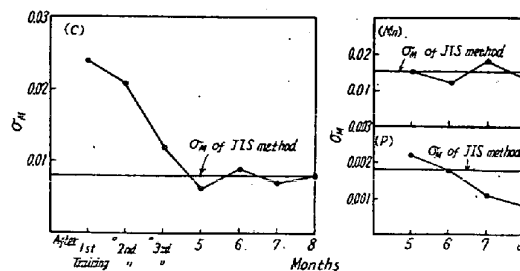


Fig. 1. Change of standard error of analysis.

めた、誤差の推移を Fig. 1 に示す。

C については教育当初、誤差は非常に大きかったが、第 3 回の教育後小さくなったので個人誤差の大きさを比較して分析者の選定を行なった。その結果作業における分析誤差は従来法に比しなら遜色なく安定状態にあることを示している。P も当初はやはり大きな誤差を示したので秤取量を多くして Mn と同時定量するようにした結果小さくなった。Mn は作業員もなれており、その誤差は転炉溶鋼中に含まれる Mn 含有量 0.1~0.3% では吸光光度法とほとんど同じである。

V. 実施効果

(1) 所要時間の傾向

急速分析室設置前は炉前において試料採取から分析結果到着までもつとも急いでも 10 分はかかったが、この所要時間は急速分析室設置による輸送、連絡の迅速化と新分析方法採用による分析の迅速化によつて大巾に短縮された。所要時間の推移を Fig. 2 に示す。

図よりも分かるように急速分析室設置後の所要時間は各成分とも 6 分以内であり、分析結果の操業への直接の活用が可能となり、従来は一部の鋼種にしか適用できなかったが、設置後は全鋼種に適用できるようになった。また所要時間の短縮によつて炉前における分析待ち時間が短くなり増産にも貢献している。

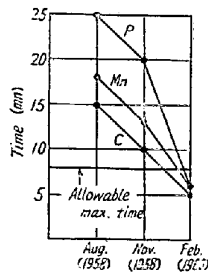


Fig. 2. Change of the time of analysis.

(2) 成分外れの傾向

従来は急速分析を実施しても分析所要時間が長いためにそのチャージの直接の活用に間に合わず、炉前では火花試験、破面検査などによつて炉中成分の判定を行ない成分調節を行なっていた。しかしこれらは推定の精度が悪いために信頼性が乏しかった。とくに C 0.2% 以上の中炭素鋼の製造は加炭を必要とするので炉中急速分析の実施によつて始めて製造が安定したといつても過言ではない。かくして転炉製鋼技術の進歩改善と相まって成分外れは月ごとに減少し、昭和 35 年 2 月以降は 1% を割っている。

VI. 結 言

昭和 35 年 2 月転炉急速分析室を設置して以来、試料の輸送と連絡は迅速化され、一方新しく研究開発した急速分析法を採用することによつて、炉前における試料採取から分析結果到着までの時間は C, P, Mn 3 成分について 6 分以内、もつとも急ぐ場合は C は約 4 分で足り

るようになった。かくして分析結果は直接そのチャージの成分調節に活用されるようになり製鋼能率の増進と、成分外れの防止に貢献している。とくに成分外れは転炉急速分析室稼働後は 1% 以下に減少した。これは転炉製鋼技術の向上と、転炉急速分析の効果が相まってこのような好結果をもたらしたものと思われる。

文 献

- 1) 安富, 井樋田, 高野: 鉄と鋼, 46 (1960), 1071~1073

(40) 電気伝導度法による鋼中炭素迅速定量法

日本鋼管川崎製鉄所

安富繁雄・井樋田睦・岩田英夫

Rapid Determination of Carbon in Steel by a Conductometric Method.

Shigeo YASUTOMI, Mutsumi IHIDA and Hideo IWATA.

I. 結 言

製鋼工場において精練時間の短縮、成分外れの防止などのために分析の迅速化が要望されているが、炭素は精練上もつとも重要な元素でありしかも転炉の純酸素製鋼法の採用にともない溶鋼中の炭素定量の迅速化が強く要望されるようになった。現在用いられている燃焼容量法は迅速に行なつても 4 分以上はかかりこの目的のためには不充分である。そこで最近ドイツで普及しているという電気伝導度法を検討することによつて定量時間を約 2 分 30 秒に短縮し、しかも従来法に劣らない精度を有する迅速定量法を確立し得たのでその結果を報告する。

II. 原理および装置

一般に溶液は温度が一定であればそれぞれの濃度に応じた電気伝導度を有しているが濃度に変化すれば電気伝導度も変化する。この電気伝導度を測定するには古くから知られているホイートストンブリッジの原理を応用する。すなわち試料を燃焼することによつて生ずる CO₂ ガスを稀薄アルカリ溶液に導入し、その前後の電気伝導度の変化より炭素を定量する。この原理を応用して W. Koch 等は迅速微量炭素定量法を報告している。Fig. 1 に筆者らが試作した装置を示す。

なお本装置は電気式化学計器研究所と共同で試作したもので電極および吸収液循環回路に特殊な工夫を施してあり実用新案出願中のものである。Fig. 1 において①は