

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。

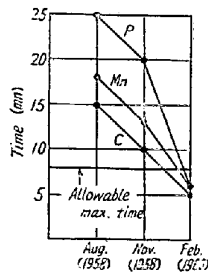


Fig. 2. Change of the time of analysis.

(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

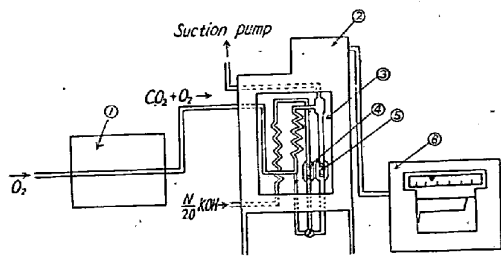


Fig. 1. Apparatus for determination of carbon in steel by conductometric method.

電気炉，②は反応部，⑥は測定記録部である。③は流動パラフィン恒温槽でその中に標準電極④，被検電極⑤が入っている。さらに燃焼ガスを燃焼中においても一定速度で反応部に導入するために酸素を大気圧にせしめ真空ポンプで吸引する装置を有している。

III. 分析条件の検討

筆者らは最適分析条件を得るために伝導度の変化に関係あると思われる 5 因子すなわち燃焼温度，吸収液濃度，秤取量，吸収液容量，流速について検討した。

実験条件はつぎのとおりである。

- (1) 実験中一定に保つた条件 反応部恒温槽温度 40°C，SO₂ 除去 重クロム酸飽和硫酸，標準試料 社製 No. 18 0.205% C
- (2) 検討した条件とその水準 燃焼温度(A) 1200°C，1300°C， 吸収液濃度(B) N/20 KOH，N/10 KOH，秤取量(C) 0.5 g，1 g， 吸収液容量(D) 20cc，25cc， 流速(E) 500cc/mn，600cc/mn，

したがって実験は各因子の影響を調べるために 2ⁿ 型直交配列表を利用して行なつた。特性値はスケールの読みである。Table 1 に解析結果を示す。

Table 1. Analysis of variance.

Sign	S. S.	d. f.	m. S.	F ₀
A	85.5	1	Same to S.S.	4.57
B	1958.7	1	〃	104.75**
C	1786.6	1	〃	95.55**
D	96.6	1	〃	5.17
E	34.6	1	〃	1.85
A × E	34.6	1	〃	1.85
B × C	47.1	1	〃	2.52
B × E	40.6	1	〃	2.17
C × D	87.1	1	〃	4.66
Error	112.1	6	18.7	

Table 1 より伝導度の変化は吸収液濃度，秤取量が変れば高度に差を生ずるが，そのほかの要因に対しては有意差はなくまた交互作用も認められない。

そこで分析所要時間，定量範囲などを考慮に入れてつ

ぎのような分析条件を採用した。

ガス流速 500cc/mn，吸収液 N/20 KOH，吸収液容量 20cc，燃焼温度 1200°C，秤取量 1g，0.5g，

IV. 分析操作

筆者らが採用した条件における分析操作はつぎのとおりである。電気炉の温度を 1200°C，恒温槽を 40°C，に保ち反応部被検電極側に正確に 20% の N/20 KOH 溶液を入れる。つぎに酸素ポンプより酸素を出し，同時に真空ポンプを作用させて 500cc/mn の速さで酸素を反応部へ吸引導入する。この状態において測定部の零調整によつて零点を合わせたならばただちに 1g の試料を燃焼させる。その後約 1 分で指針は動き初め約 2 分後に指針は安定するからそのときのスケール上の読みよりあらかじめ作成してある検量線によつて C% を求める，

Fig. 2 に検量線の 1 例を示すが，測定感度を切替えることによつて図のように変えることができる。

炭素含有量が高くなると吸収率が変化するために検量線が直線を示さないようであるが秤取量を 0.5g にすることによつて図の検量線③を適用することができ 0.5% C ~ 1% C も定量可能である。

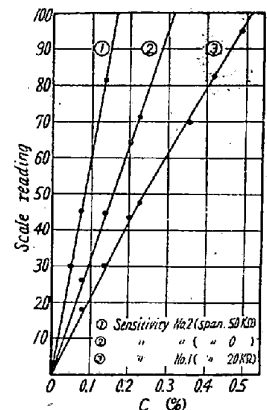


Fig. 2. Calibration curves.

V. 電気伝導度法の精度，正確度

Table 2 に本法による定量結果を示す。なお本法は実際に工程管理分析用として現場で実用しているが，このさいの日，試料および人を変えた場合の誤差管理結果による σ_M は 0.0033% で，標準値よりのかたより \bar{d} は 0.0005% である (10月の実績)。これは現行の JIS 法

Table 2. Reproducibility and accuracy of conductometric method.

Standard value (C%)	Conductometric method (C%)	Standard value (C%)	Conductometric method (C%)	
0.019	0.029	0.230	0.226	
	0.024		0.235	
0.050	0.050		0.495	0.486
	0.048			0.495
0.079	0.084		0.61	0.63
	0.079			0.63
0.140	0.140		0.93	0.91
	0.146			0.93
0.205	0.202		1.00	0.98
	0.207			0.97

(容量法)と比較してまったく遜色がなく迅速分析法として十分な精度を持つている。さらに本法は簡易であるので分析者の習熟が早く、しかも個人差の入るところも少なく分析誤差は短期間に小さくなる。また本法は鋭敏であるので吸収液などを変えることによつてさらに低含量の定量にも応用の可能性があり、煩雑な凝縮気化法の代用の見込みもある。

VI. 電気伝導度法による分析所要時間

本法検討の目的は緒言にも述べたように定量時間の短縮化にあつた従来法では分析に4分以上はかかり、しかもその時間のバラツキが大きかつたが本法によれば常に試料を燃焼管内に挿入後2分~2分30秒で読み取るので非常に時間的に安定した定量法である。実際作業のタイムスタデーによれば定量所要時間の平均は2分30秒でありそのバラツキは13秒であつた。現在本法は転炉中炭素迅速分析法として実用中であり、その結果転炉鋼の炭素による成分外れは極度に減少し、また製鋼時間の短縮による増産にも役立つている。

VII. 結 言

電気伝導度法による鋼中炭素とくに溶鋼中の炭素を迅速に定量するための装置を試作して最適分析条件を検討し炭素迅速定量法を確立した。この迅速定量法によれば炭素含有量0.02%~1%の鋼試料を約2分30秒で定量することができ、またこの定量範囲は吸収液濃度などを検討することによつてさらに拡げることが可能である。すでにこの方法は転炉中炭素迅速定量法として実用中であり、作業分析における精度 σ_M は0.0033%で精度においても充分満足できる。なお本定量装置は電気式化学計器研究所と共同で試作したものである。

文 献

- 1) W. KOCH u. H. MALSSA: Arch. Eisenhüttenw., 27 (1956), 695

(41) カントバックによる鉄鋼分析 (炭素鋼)

住友金属工業和歌山製造所

○真 鍋 浩・金 原 方

Quantovac Analysis of Iron and Steel.
(Carbon Steels)

Yutaka MANABE and Hitosi KINBARA.

I. 緒 言

鉄鋼分析が、工程管理、品質管理の面で非常に重要と

なつてきた今日、分析作業の合理化と迅速化が大きな問題となつて来た。そこで当所において迅速にかつ小人数で必要な全元素の同時分析を目標として自記式発光分光分析装置を設置した。現在までほぼ所期の目的に達したと思われるのでここに報告する。

II. 装 置

ARL社製 Quantovac spectrometer, Production control quantometer spectrometer, Automatic recording console, High precision source unit

Quantovac spectrometer の分析対象は銑鉄、炭素鋼が主で、元素数は C, P, S, Si, Mn, Cu, Cr, As の8元素である。

III. 分 析 方 法

(1) 試料採取方法 当所での分析対象は、鋼については精練中炉前分析、造塊製品分析、出荷品チェック分析がほとんどである。前二者はいずれも金型で砲弾型に鑄込んでそのまま気送管によつて試料成型室にはこぼれる。出荷品はおもに鋼管であるが成品の一部を切断あるいはほかの機械的な試験の残材を用いる。

(2) 試料成型方法 鑄込試料は高速切断機で切断し、圧延鍛造試料は表面の酸化膜、脱炭層などをグラインダーで落とし、ともにほぼ一定の粗さに表面を仕上げる。仕上げにはベルトサーフェーサーを用い粗度は#80~#120程度。試料温度は約50°Cとする。これには大した意味はなく、通常仕上のさいその程度の温度になる。表面を清浄に保つことはもちろんであり、偏析、割れ、ピンホールも除く必要がある。

(3) 発光条件 発光条件は slightly overdamped discharge type を用い、各条件は Table 1 に示す。

Table 1. Factor of discharge.

Inductance	50 μ H	Capacitance	10 μ F
Resistance	5 ohm	Output voltage	1000V
Argon flow	35 ft ³ /h	Initial flush time	15 s
Pre-spark time	10 s	Integration time	
Sample	Negative		\approx 20 s
Gap	4mm	Counter electrode	Ag

アルゴンガス流量 initial flush time はアルゴンの純度により影響される。当所では市販のアルゴン(酸素含有量8 ppm以下)を用い良好な発光を得られるようにした。

IV. 再 現 性

鍛造試料および鑄込試料について、繰返しによる再現