

ラサの相違によるものかは不明である。洗滌時間は磷酸塩析出量にほとんど影響していない。浸漬洗滌は電解洗滌に比してやや析出量が少ない。anodic cathodic との差異は判然としないが、これは cathodic がより析出量が多いとする竹本ら<sup>2)</sup>の結果と相違している。析出量の絶対値は  $0.1 \sim 0.3 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  の  $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  であつて、竹本らの実験における  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  液と  $\text{Na}_3\text{PO}_4 + \text{NaOH}$  液との中間に位置している。EISLER ら<sup>3)</sup>および PRYOR ら<sup>4)</sup>の実験結果をも考え合わせると、磷酸塩析出量に最も影響するのは溶液の pH であつて、ほかの要因はこれに比べると小さいと考えられる。

IV. 結 言

従来の洗滌能比較試験法はかなりの労力と時間を要しかつ定量的結果が得られにくい欠点があつたので、<sup>14</sup>C ステアリン酸エチルエステルをトレーサーとする洗滌試験法を定め、これにより各メーカーの洗剤の比較試験を必要の都度実施しようようになった。

文 献

- 1) 森, 平: 製鉄研究, 231 (1960), p. 3051~3059.
- 2) 竹本, 周藤, 田村: 鉄と鋼, 47 (1961) 10, p. 1467~1469.
- 3) S. L. EISLER and J. DOSS: Metal Finishing, 52 (1954) 3, p. 60.
- 4) M. J. PRYOR and M. COHEN: J. Electrochem. Soc., 99 (1952), p. 542.

(105) **ダイレクトリーダーの炉前分析への適用**

三菱鋼材深川製鋼所

○阿部 吉彦・山田 雄康

Use of a Direct Reader for Analytical Control during Steelmaking Process.

Yoshihiko ABE and Yūkō YAMADA.

I. 結 言

溶解操業時においては操業過程での溶鋼の組成をできるだけ詳しくかつ迅速に知ることが望ましい。ところでこの目的にかなう分析法として最近直読式分光分析装置が盛んに利用され炉前分析に対しても優秀な成果をあげている。そこで本種類の装置を当所の塩基性電気炉操業に適用出来るようつとめてきた結果、U. S. A. の Baird Atomic Inc. のダイレクトリーダーを設置する事によつてほぼ上記の目的を達することが出来たので、次にその使用状況を報告する。

II. 装 置

設置した分光分析装置とその稼働に必要な条件および付帯設備は次のとおりである。

1. 分光分析装置: ダイレクトリーダー
2. 稼働に必要な条件
  - (a) 恒温低湿, 温度:  $23 \pm 1^\circ\text{C}$ , 湿度: 45% 前後
  - (b) 除震設備
  - (c) 一定電源: 230 V, 1 phase, 50 cycles, 80 A.
  - (d) 圧縮空気: 25 CFM.

3. 付帯設備

(a) 試料成型設備

高速度切断機, グラインダー, ベルトサンダー

(b) 気送管 (75mm  $\phi$  単管往復用)

搬送距離: 560 m, 搬送所要時間: 50 s (平均)

試料有効寸法: 37mm  $\phi$   $\times$  45mm

III. 分析元素およびその濃度範囲

本装置において分析の対象としている元素およびその濃度範囲とスペクトル線は次のとおりである。

P	(0.50~0.005%)	2149 Å
As	(0.60~0.01%)	2288 Å
B	(0.03~0.0001%)	2496 Å
Cr	(7.00~0.01%)	2677 Å
Si	(4.00~0.001%)	2881 Å
Mn	(3.30~0.01%)	2933 Å
Al	(1.60~0.001%)	3082 Å
V	(2.00~0.001%)	3102 Å
Mo-I	(0.15~0.002%)	3132 Å
Sn	(0.60~0.001%)	3175 Å
Cu	(2.00~0.01%)	3274 Å
Ti	(0.80~0.001%)	3372 Å
Zr	(0.50~0.01%)	3391 Å
Ni	(7.00~0.02%)	3414 Å
Mo-II	(3.50~0.05%)	3864 Å
W	(2.00~0.005%)	4008 Å
Pb	(0.50~0.005%)	4057 Å

なお内標準として次のスペクトル線を使用している。

Fe-I (スパーク用)	3227 Å
Fe-II (アーク用)	3536 Å

IV. 分析法および所要時間

1. 試料調製法

炉前で採取し気送管で送つてくる 35mm  $\phi$   $\times$  40mm の試料を底部から 10~15mm の厚さに高速度切断機で切断し、次いで切断面をグラインダーおよびベルトサンダーにて平滑にして放電面とする。

2. 発光および定量法

炭素電極と一定間隔に試料を装置内にセットし、スパークおよびアーク法にて発光させる。Table 1 は現在使用している発光条件である。

分析値はクロックダイヤル (記録装置) の針の回転時間によつて各元素ごとに示される。所でこの回転時間と含有量間のワーキングカーブにもとづいてクロックダイ

Table 1. Conditions of discharge.

Discharge	Spark	Arc
Pre-exposure time	20 s	5 s
Exposure time	23 s	15 s
Primary current	8.2 A	4.2 A
R. F. current	12.0 A	
Air	25 CFM	
Source capacity	0.002 $\mu\text{fd}$	
Secondary inductance	16 $\mu\text{h}$	
Analytical gap resistance	5 megohm	5 megohm
Analytical gap spacing	3 mm	2 mm
Counter electrode	C, 160°	C, 120°

ヤルに分析値を直接目盛ることができるので、試料の分析に先だつて予め標準試料によりダイヤルの目盛を補正しておく、その後の分析作業は針の停止点より直接に値を読みとることができる。

### 3. 分析結果の報告

直通電話によつて直ちに炉前へ報告するとともに、必要に応じインターホンを連結して所内の必要な部門へも結果を同時に伝える。

### 4. 所要時間

本装置を炉前分析に適用した場合の分析所要時間は平均すると Table 2 となる。

Table 2. Time analysis.

Working process	Time (s)
Transport of sample	90
Preparation of sample	90
Weighing	0
Analysis (Spark & arc)	180
Caluculation	0
Report	20
Total	380

## V. 分析精度

### 1. 繰返し精度

同一試料を繰返し分析した場合の結果を Table 3 に示したが、その精度はスパークまたはアークのいずれかの発光方式を採用することによつて十分化学分析法の場合に匹敵することが判つた。ただし P のみは化学分析法

の場合より劣つているので、分光分析に当つてはこの点を考慮しなければならない。

### 2. 化学分析値との比較

分光分析値と現行の化学分析法による値との比較結果を Table 4 に見ると、多少両分析値に誤差以上の差が生じている場合もあるが解析結果からはいずれの元素についても有意差を認めなかつた。したがつてダイレクトリーターによる分光分析法は炭素鋼および低合金鋼に関する限り十分に精度の点においても現行の化学分析法に代行できることを知つた。

## VI. 結 言

製鋼作業の合理化に対する 1 つとしてダイレクトリーターを設置したので、本装置を炉前分析に適用した場合の結果をここに報告した。すなわち製鋼現場において要望していた溶鋼組成の迅速確認と確認元素の増加はこのダイレクトリーターの稼働によつてほぼ目的を達することができた。また本装置によつて従来はほとんど不可能に近かつた Sn, As などの不純物量や鋼塊中の Al 量を早期に知ることも可能となつた。したがつてダイレクトリーターの稼働は単に製鋼作業の合理化に貢献するばかりでなく、製鋼原価の引下げ、鋼塊の品質管理そして分析費の低減にも大いに寄与するものといえよう。

Table 3. Precision test.

Elements	Chem. cont.	Discharge	n	Max. deviation.	Standard deviation.	Sp. std. dev.
Si	0.34%	Spark	21	0.020	0.0058	1.7%
	"	Arc	21	0.044	0.012	3.5
Mn	0.85	Spark	21	0.060	0.016	1.9
P	0.033	Arc	21	0.018	0.0048	14.6
Ni	1.03	Spark	21	0.072	0.0165	1.6
Cr	0.04	Spark	21	0.0165	0.0041	10.2
	"	Arc	20	0.0073	0.0027	6.7
	0.85	Spark	20	0.070	0.0205	2.4
Cu	0.70	Spark	18	0.038	0.0088	1.25
Mo	0.15	Spark	21	0.025	0.0049	3.3
W	0.20	Arc	21	0.015	0.0015	0.75
Sn	0.10	Arc	21	0.032	0.0117	11.7
As	0.14	Arc	21	0.054	0.0206	14.7
Al	0.30	Spark	21	0.062	0.0068	2.3

Table 4. Accuracy test.

Elements	Si (C-Steel)	Mn (Sup 9)	P (C-Steel)	Ni (SNC 22)	Cr (Sup 9)	Cu (C-Steel)	Mo (SCM 3)
Composition	0.15~0.35	0.65~0.95	<0.035	3.00~3.50	0.65~0.95	<0.30	0.15~0.35
n	20	20	260	30	132	50	27
$\bar{x}$	-0.002	-0.007	0.000224	-0.004	-0.0003	0.0022	0.00286
$\sigma$	0.0131	0.0276	0.00263	0.0364	0.0219	0.0162	0.0206

$$\bar{x} = \Sigma (\text{Chem.} - \text{Spec.}) / n, \quad \sigma = \sqrt{\Sigma (\text{Chem.} - \text{Spec.} - \bar{x})^2 / n - 1}$$