

## 日本学術振興会記事

(製鉄第54委員会, 製鋼第19委員会 (鉄鋼ガス分析協議会))

### I. 製鉄第 54 委員会報告

#### 高炉滓分析試料標準採取法

(昭和37年12月10日決定)

高炉操業において炉内状況を正確に把握し、操業の合理的推進を期すためには溶鉄、溶滓などの代表試料の採取が肝要である。しかるに国内作業所における出滓中の代表試料の採取法については従来一定の基準がなく、各社独自の判断で採取しており当委員会において標準採取法と制定したがよからうとの提案があつた。よつて数回にわたり、審議した結果下記高炉滓分析試料採取法の制定をみた。ここに熱心に研究を担当され、また審議に参加された関係者各位に深謝するとともに本採取法が広く利用されることを期待するものである。

#### 第1章 総 則

この採取法は高炉滓の分析試料を、採取調整する場合に適用する。

#### 第2章 試料の採取

##### 2:1 採取する滓

出滓口溶滓および出鉄口 溶滓のそれぞれから試料を採取する。

##### 2:2 採取位置

作業上または設備上の条件に合わせて、適当な位置で採取する。

##### 2:3 採取回数

出滓および出鉄のつど試料を採取する。

##### 2:4 採取時期

出鉄および出滓時において溶滓の流出が初まつて、採取位置における滓がほぼ半量流れたとき、1ヶ試料を採取する。註1

##### 2:5 採取量

1ヶの試料の大きさはほぼ 100g とし、金型中で冷却する。この際は一度に 500g 以上の溶滓を汲みとるものとし、金型内の注入はすみやかにこなう。

#### 第3章 試料の縮分調整

##### 3:1 試料の区分

滓の分析は8時間に1回以上とし、その区分時間内の全採取試料を、混合平均したものについて行なう。ただし各8時間のデータとしてはその時間内の分析値の平均値を用いる。

##### 3:2 試料の縮分

1回の分析区分内で採取した金型試料の全量をほぼ 4mm 以下に粗破碎し、四分法で縮分して約 20g をとり 105 ミクロン(150 メッシュ)以下に粉碎する。註2

##### 3:3 分析試料

粉碎試料の 105 ミクロン (150メッシュ) 篩下粉から

分析試料を採取する。

#### 註 1

- (イ) 半量の判断は通常作業の経験から推定する。
- (ロ) 出鉄とつぎの出鉄の間に、2回以上の出滓を行なう場合の出滓口試料は、全出滓量のほぼ半量が流れたとき試料を採取する。

#### 註 2

- (イ) 各縮分試料の混合は、各タップの滓量の割合に目分量で配合する。
- (ロ) 金属鉄の混在が特別に多いときを除いて、105 ミクロン (150 メッシュ) の篩上に残る量は、試料全量の約 10% 以下とする。

なお本標準採取法の制定に関連し日本学術振興会製鉄第54委員会に提出された主なる資料の番号、題目、提出者名を一括すれば下記のごとくである。

- 54委-573-I 鉍滓試料採取法の検討  
富士製鉄釜石製鉄部
- 54委-574-I 鉍滓成分の変動調査  
富士製鉄広畑製鉄部
- 54委-578 溶鉍炉鉍滓のサンプリング実験  
川崎製鉄千葉製鉄所
- 54委-590-II 高炉滓サンプリング法の検討  
八幡製鉄八幡製鉄部  
八幡技研・戸畑製造所
- 54委-592 高炉滓の分析試料採取法について  
日本鋼管川崎製鉄所
- 54委-603 高炉滓サンプリング実験報告  
川崎製鉄千葉製鉄所
- 54委-605-III 高炉滓分析試料採取法に関する検討  
尼崎製鉄
- 54委-617 高炉滓分析試料標準採取法について  
日本鋼管川崎製鉄所
- 54委-627 高炉滓分析試料標準採取法(案)  
八幡製鉄八幡製鉄部  
技研・戸畑製造所
- 54委-640-II 高炉滓分析試料標準採取法に関する検討  
富士製鉄広畑製鉄所研究所
- 54委-643 高炉滓サンプリングの検討  
富士製鉄室蘭製鉄部・研究所
- 54委-665 高炉滓分析試料標準採取法案の検討  
中山製鋼所
- 54委-704 高炉滓分析試料標準採取法(案)  
学振製鉄第54委員会

II. 製鋼第19委員会 (鉄鋼ガス分析協議会) 報告

鋼浴中の酸素定量用試料採取方法

(真空採取法)

(昭和36年12月13日決定)

解説

酸素分析用鋼浴試料採取法には、真空採取法、ひしやく汲出鑄形内鎮静法(汲出)、ポンプ法、ひしやく内鎮静スポイト吸上法(汲出)、ひしやく内鎮静鑄込法(汲出)がある。

鋼浴中の酸素定量にさいして、バラツキの原因がガス分析の装置、方法よりも試料採取に、より大きな要因があるので昭和31年頃より学振第19委員会鉄鋼ガス分析協議会においてこの研究、審議がおこなわれてきた。

各採取法とも一長一短があるが再現性、真実値などに問題があり、欠陥に対しては定量的に明らかでなく、方法間の関連性もはつきりしないなど、すくなくとも研究当初は諸外国においても同じ実状であった。

そこでなにか理論的に考えて欠点の少ない、基準になる採取法の出現が要望され、鋼浴中より直接、酸素分析用試料を、真空にした石英管内に吸引採取する方法が第11回会議(32-4-8)に日本製鋼所から提案された。

さらに日鋼型真空採取器が本委員会を通じて11ヶ所に配布され、うまく試料採取できるか、各方法の標準になるかの2点につき検討された。本委員会からアンケートを出しその集録、ならびに第19回会議(35-4-4)で種々討論の結果、真空採取法が理論的に現在もつとも適当な方法と決定した。

富士製鉄の協力もあつて日本製鋼所室蘭製作所において本委員会の小委員会(35-9-30)を開き公開実演を実施してよい結果が得られた。

各所の研究結果の提出資料をみてもほぼ満足できる結果がでているので、日本製鋼所から提出された案文[19委6190(ガス-67)]を第21回会議(36-4-2)において審議され、案の字を削除し、細部については学振の統一した体裁にしたうえで学振法にすることに決定した。詳細は本委員会会議記事を御参照下さい。

(小鹿原猪一 記)

1 要旨

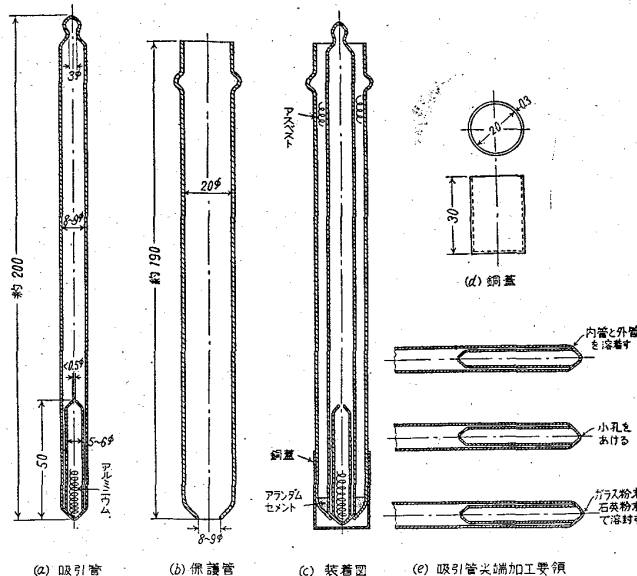
内部を真空にした石英製試料吸引管を精錬過程中の鋼浴に直接浸漬して溶鋼を管内に吸引する。直ちに炉外に取り出し吸引管をできるだけ早く、水銀中で冷却し管内の溶鋼を凝固させる。管内に吸引した溶鋼が凝固するときに管内に放出したガスおよび凝固した鋼片を分析試料とする。(備考1, 2)

2 試料採取用具(備考3)

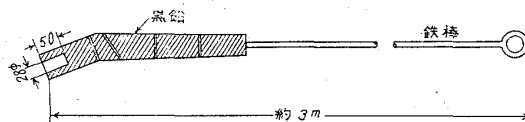
試料吸引管：保護管：銅蓋および採取桿を使用する。(参照 付図I a, b, c, d およびII)

3 操作

保護管に吸引管をおさめ、銅蓋をかぶせ(備考4)これを採取桿の先端に装入してその間隙に石綿糸を充填し装着を確実にする。製鋼炉の中央視窓から、または扉を少しあけて採取桿を速かに炉内に入れて吸引管の部分



附図 I



附図 II

中に浸漬する。(備考5)

5~10秒間(備考6, 7)浸漬後溶鋼中から引上げて製鋼炉から取り出し桿台にのせる。

保護管の中央部よりやや上部を「金ひばし」ではさみその「金ひばし」を金槌で下方に向つて叩き保護管を吸引管とともに採取桿からはなす。さらに吸引管を保護管から引き出して、その先端を冷却用水銀中に浸漬して保持する。(備考8)

吸引管の上部にたまったガスをガス分析装置内に導いて酸素を定量する。

ついで吸引管を破断してその内部の鋼片を取り出し、その全量を分析試料として真空溶融法で酸素を定量する。(解説2)

放出ガスおよび鋼片の酸素量の和から溶鋼の酸素含有率を算出する。

備考

1 この採取方法は溶鋼の水素定量用にも適用することができる。

2 鎮静した溶鋼の場合には放出ガス量は無視することができるので吸引管に銅蓋を付し、直接採取桿に取付けて本文と同じ要領で試料を採取し、そのまま放冷して吸引管内の鋼片だけを試料としてもよい(簡便法)(解説3)

ただしこのようにして採取した鋼片は水素定量には使用することができない。

3 試料吸引管、保護管、銅蓋および採取桿の大きさ製作ならびにそれらの組立かたは付図中に示してある(解説4, 5)。

吸引管内には適量のアリミニウム板(厚さ0.1mm以下幅1mm)を入れておく。(解説6)

銅蓋は鋼滓よけとして用いる。(解説7)

4 保護管に吸引管を装着する場合には付図Iのように吸引管の先端が保護管から少し出るようにし、先端付近を少量のアランダムセメントで保護管に固定する。上部には石綿糸をつめて吸引管をささえる。ただしこの場合アランダムセメントの乾燥は完全にしなければならない。

5 溶鋼は採取直前に十分かく拌することが望ましい。(解説8)

6 浸漬時間は鋼種、溶鋼温度によつて多少の差異はあるが多くの経験によればこの程度で十分である。

7 溶鋼の酸化沸とうの激しい場合には吸引管と銅蓋との間に厚さ1~2mm直径約20mmのアリミニウム円板を入れると吸引は容易になる。

8 吸引管を溶鋼から引き上げ、水銀中に浸漬するまではできるだけ迅速に行なう必要がある。(解説9)

#### 解説

1 この真空採取法による酸素分析用鋼浴試料採取方法は第15回会議で酸素分析試料採取法の代表的方法の一つとして株式会社日本製鋼所でとりまとめることになったものである。

すでに酸素分析法としては真空溶融法が確立され、日常作業に取り入れられているが、分析試料を調製するための試料採取法とくに炉内鋼浴中の酸素試料採取法には理論的に満足出来るものがなかつた。

従来の採取法としては、炉内鋼浴中に試料鑄型を浸漬して直接採取するポンプ法と、炉内からひしやくなどによつて溶鋼を汲出し、試料鑄型に鑄込んだり、また吸引するひしやく法、吸上法に大別される。しかし何れも原理的に完全でなく、指摘されるべき多くの欠陥をもつている上、その量的関係は詳かではない。

この欠陥として指摘される主なものは

前者の方法では

i) かなりの大きさを有する鑄型を低温のまま鋼浴に浸漬することによりその付近の鋼浴は局部的にボイリングを起し酸素量を低値にする。

ii) 鑄型内空気の捲込や酸化によつて酸素量は高値となる。

iii) 鋼滓の捲込の恐れがあり酸素は高値となる。

iv) 試料凝固中のガス放出、採取試料内の酸素の偏析の問題がある。

後者の方法は

i) ひしやくで汲出し鑄型に鑄込むとき、または溶鋼を吸引する際、空気中の酸素により酸化を受け酸素量は高値となる。

ii) アルミニウムを添加するとき、ひしやくに付着した鋼滓を還元し酸素量を高値にするおそれがある。

iii) ひしやくで溶鋼を汲出すとき温度降下が起るので酸素が炭素と反応し、酸素量を低値とする。

iv) 試料の凝固過程でガスが放出し、酸素量を低値とする。など種々の欠陥を有している。

これらの欠陥は定量的に明らかでない。これは正確なる採取方法が確立されていないためこれらの欠陥をす

べて排除した標準的方法の確立が望ましい。これらの理論的欠陥が認められず原理的に充分満足出来る方法が株式会社日本製鋼所において考察された。(文献1)

すなわち鋼浴中より直接酸素分析試料を真空にした石英管内に吸引採取する方法で本法は第11回会議において提案され富士製鉄株式会社室蘭<sup>2)</sup>、釜石<sup>3)</sup>、広畑<sup>4)</sup>、各製鉄所、川崎製鉄株式会社<sup>5)</sup>、株式会社神戸製鋼所<sup>6)</sup>、住友金属株式会社和歌山製造所<sup>7)</sup>、同社小倉製鉄所<sup>8)</sup>、八幡製鉄株式会社<sup>9)</sup>、日本鋼管株式会社<sup>10)</sup>、株式会社日立製作所<sup>11)</sup>、関東特殊製鋼株式会社<sup>12)</sup>、において試みられ主としてその簡便法について検討された。

さらに、昭和35年9月、株式会社日立製鋼所にて開催せられた、鉄鋼ガス分析協議会小委員会において、塩気性平炉精錬過程の鋼浴を対称として、本方法、ポンプ法および吸上法の三方法の立会比较試験を行なつた。

その結果、本方法による採取の困難性に対する心配のないことが認められた。

2 吸引管内の放出ガスの分析装置内への導入は次のようにする。(付図III)

イ. 吸引管の上端球部に細いビニール管をかぶせる。

ロ. それを分析装置のガス導入口にやや大目のビニール管またはゴム管で接続し充分気密にした後、真空ポンプでガス導入管内およびビニール管またはゴム管内を排気する。

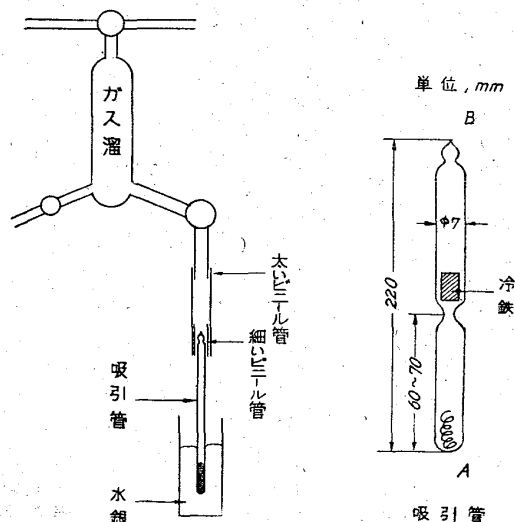
ハ. 排気後ガス溜を通じガス導入管内およびビニール管またはゴム管内に水銀を充填する。

ニ. ガス溜を真空とした後吸引管上端球部をビニール管外より破壊し吸引管内の放出ガスをガス溜に導き分析する。

ホ. 吸引管を水銀槽より取り出し破壊して内部の鋼試料を取出し分析に供する。

簡便法では採取試料が大型となり、そのため酸素の偏析が認められるとの報告(文献3, 6)もあつたが原法による採取法では吸引試料を全量分析することを原則としている。

3 吸引管内凝固過程における放出ガス中の酸素量は鎮静鋼の場合極めて少量である<sup>1)</sup>。



付図 III

4 この吸引管は、最初右図の如く、不透明石英管製の重もので、その先端は前述の如く加工してあるがそれより 60~70mm の所を細くしその上に冷鉄を入れたものを用いた。この冷鉄は上部まで溶鋼が吸引されることを防止するためである。

また、管内はアルゴンで置換しその圧が 50~60mm Hg になる如く、冷鉄を置いた目的と同様溶鋼の管内上部までの吸引を防止した。

しかし、冷鉄の調製、管内圧力の調節の困難性および一重管のため吸引管自体がこわれ易い点などの欠点が多かつたので、本案の如く改良した<sup>13)</sup>。

5 吸引管の先端加工法は多少習熟を要するが、ガラス粉末を混合し溶封する穴の大きさは精錬初期の鋼浴温度の比較的低い時期、および酸化沸騰精錬の激しい時期にはやや大き目とし、鋼浴温度の高い場合はそれより多少小さ目とした方がよい。

また、吸引管内管の上部の小孔は、溶鉄や炭素量の高い溶鋼の如く、流動性の良好なものに使用する場合はなるべく小さく(約 0.2mm 以下)する必要がある。これはこの小孔を通して溶鋼が内管外へ溢出することを防ぐためである。

6 アルミニウムは本方法においては原理的には必要ないが、採取後の試料の形態がプロホールその他欠陥の少ないものにするため極少量添加することにし、本文では一応 0.3~0.5% と規定した。

しかし、充分鎮静した溶鋼の場合には、使用する必要がない。また、アルミニウムは酸素分析時に種々影響をおよぼすので、何れの場合にもなるべく使用しないが、本案の規定にかかわらず、なるべく使用を少くすることが望ましい。

7 本方法において、鋼滓除け用として銅製蓋を使用しているが、最初同型の本製蓋を使用していた。

しかし住友金属工業株式会社和歌山製造所<sup>14)</sup>では木製の鋼滓除けの替りに銅蓋を用いた方が採取が確実であると報告した。この点について株式会社日本製鋼所<sup>15)</sup>および富士製鉄株式会社広畑製鉄所<sup>16)</sup>が検討した結果、銅蓋を使用することにした。

8 製鋼炉内鋼浴の酸素の偏析に関して八幡製鉄株式会社(文献16)では塩基性 60~120t 平炉、および 20t 電気炉、川崎製鉄株式会社(文献17)では塩基性 35t 平炉、株式会社日本製鋼所(文献18)では酸性 35t 平炉、また住友金属株式会社小倉製鉄所(文献19)などにおいてもそれぞれ調査し、水平、垂直方向にかなりの偏析のあることを明らかにした。

しかし、偏析傾向は製鋼炉の種類、精錬方法等によつて異なることが予想されるので試料採取位置に関してはさらに検討を要する問題と考えられる。

9 水銀を径 30mm 高さ 120mm の鉄製円筒状容器に入れ、この中に吸引管の先端を浸漬し、そのまま分析するまで保持する。ただし分析までの時間はなるべく短いほうがよい。

10 本法と従来の各方法とによつて、採取した試料の酸素分析値の比較例を次表に示す。

炉種	採取時期	本法 (%)	ポンプ法 (%)	鑄型法 (%)	吸引法 (%)
酸性平炉	酸化期	0.009	0.011	0.017	0.012
		0.012	0.011	0.018	
		0.017	0.020	0.037	
		0.016	0.016	0.018	
平炉	差物期	0.018	0.019	0.030	0.012
		0.018	0.019	0.030	
		0.016	0.017	0.020	
		0.014	0.013	0.018	
塩基性平炉	酸化期	0.039	0.060	0.053	0.032
		0.031	0.037	0.036	
		0.015	0.022	0.022	
		0.022	0.041	0.028	
		0.019	0.023	0.039	
		0.014	0.018	0.019	

註：吸引法とはスプーンで汲出し、スプーンより注射器を用いて石英管内に吸引した。

文 献

- 1) 学振19委-4562 小林委員 (株)日本製鋼所室蘭製作所(前川, 中川)
- 2) 学振19委-4941 平世委員 富士製鉄(株)室蘭製作所(森本, 田端)
- 3) 学振19委-4945 綾部委員 富士製鉄(株)釜石製作所(小池, 阿部, 野田)
- 4) 学振19委-4946 香春委員 富士製鉄(株)広畑製作所
- 5) 学振19委-4942 今井委員 川崎製鉄(株)技術研究所(中山, 大井, 江島)
- 学振19委-5098 今井委員 川崎製鉄(株)技術研究所(中山, 大井, 江島)
- 6) 学振19委-4943 高尾委員 (株)神戸製鋼所
- 7) 学振19委-4947 小田委員 住友金属工業(株)和歌山製鉄所(下川, 藤井, 山本)
- 8) 学振19委-4948 安西委員 住友金属工業(株)小倉製鉄所(永野)
- 9) 学振19委-4949 和田委員 八幡製鉄(株)(大日方, 徳部)
- 10) 学振19委-5102 入 委員 日本鋼管(株)
- 11) 学振19委-4940 田村委員 (株)日立製作所(重松, 古田)
- 学振19委-5101 田村委員 (株)日立製作所
- 12) 学振19委-5413 井関委員 関東特殊製鋼(株)
- 13) 学振19委-5680 小林委員 (株)日本製鋼所室蘭製作所
- 14) 学振19委-5100 小林委員 (株)日本製鋼所室蘭製作所
- 15) 学振19委-5402 香春委員 富士製鉄(株)広畑製鉄所
- 16) 学振19委-4703 池田委員 八幡製鉄(株)(大石)
- 17) 学振19委-4824 今井委員 川崎製鉄(株)(中山大井)
- 18) 学振19委-4944 小林委員 (株)日本製鋼所室蘭製作所(前川, 中川)
- 19) 学振19委-4569 土居委員 住友金属工業(株)小倉製鉄所(永野)