

p. 1505

- 2) 川畑正夫, 望月平一, 梶山縁郎: 分析化学, 8 (1959) 1, p. 25
- 3) 川畑正夫, 望月平一, 梶山縁郎: 分析化学, 11 (1962) 3, p. 317
- 4) 黒部森司, 寺田弘明, 田島信雄: 分析化学, 11 (1962) 7, p. 767

543,423; 546,41-3/1622,341,1-185

(209) 炎光光度法による焼結鉍中の  
ライム定量について No. 6437/

日本鋼管, 川崎製鉄所

高橋 鳩輝・○高野 陽造

On the Flame Photometric Determination of Lime in Sintered Ore.

Yasuteru TAKAHASHI and Yōzo TAKANO.

I. 緒 言

772/22~2/23

焼結鉍のライムの分析方法として, 従来主に容量法が採用されているが, 今回これに炎光光度法を適用し, 実用化すべく検討を行なったところ, 精度, 迅速度ともに良好な結果を得たので報告する.

II. 装置および試薬

1. 日立分光光電光度計 EPV-2 型, H-2 型炎光附属装置

2. CaCl<sub>2</sub> 溶液: 特級 CaCO<sub>3</sub> 8.9685 g を正確にはかりとり, 少量の HCl (1+1) に溶解し, 水で正しく 500 ml にうすめる. (CaO 10mg/ml)

III. 分析方法

試料 0.5 g を 300 ml ビーカーにはかり HCl (比重 1.18) 20 ml を加え約 2 min 半煮沸し, 試料を分解する. 熱水で約 150 ml にうすめ 50% 酢酸アンモニウム溶液 20 ml を加え, ただちに修酸アンモニウム飽和溶液を加えて 1 min 間煮沸する.

汚紙 (5種A) を用いて汚過, 汚液は棄てる. 250 ml メスフラスコにロートを移し, ビーカーに付着している沈殿を HClO<sub>4</sub> (1+3) 熱溶液で溶解し, さらに汚紙上の沈殿を完全に溶解する. この時溶液の液量は約 80 ml とする.

水で標線までうすめじゅうぶんふりまぜる. この溶液の一部を液槽にとり波長 622 m $\mu$ , スリット巾 0.25 mm 酸素圧 1 kg/cm<sup>2</sup>, および水素圧 0.14 kg/cm<sup>2</sup> における炎光輝度を測定し, あらかじめ作成してある検量線より CaO% を求める.

IV 実験結果

1. スリット巾およびガス圧の条件

予備実験の結果波長 622 m $\mu$  で最大炎光輝度を示したのでこの波長における輝度を測定することとし, スリット巾 0.2 mm, 0.25 mm, 酸素圧 0.4 kg/cm<sup>2</sup>~1 kg/cm<sup>2</sup> および水素圧 0.06 kg/cm<sup>2</sup>~0.22 kg/cm<sup>2</sup> と変化させて CaO 0.1 mg/ml の溶液について測定したところ, スリット巾 0.25 mm, 酸素圧 1.0 kg/cm<sup>2</sup> および水素圧 0.14 kg/cm<sup>2</sup> において最大輝度を示した.

2. 妨害元素の影響

Fe は多量 (1 mg/ml) に存在すると輝度は著しく低値を示し, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.02 mg/ml, Cr 0.01 mg/ml, MgO 0.03 mg/ml, TiO<sub>2</sub> 0.014 mg/ml および SiO<sub>2</sub> 0.07 mg/ml でそれぞれ影響が認められた.

3. 定量条件決定の実験

考えられる因子と水準について, 2<sup>5</sup> (L<sub>32</sub>) 型直交配列法により実験を行なった. 因子と水準を Table 1 に示し, その実験結果を Table 2 に示す. 供試料は社製焼結鉍 (CaO 8.18%) を使用し, 特性値としては炎光輝度(透過率)を測定した.

分散分析の結果にもとづきグラフ化すると Fig. 1 のようになる.

この結果 5% 修酸アンモニウム溶液量は 60 ml, 酸の種類では HClO<sub>4</sub> が感度的に良好であることが判明し

Table 1. Factors and levels.

Factors	Levels	1	2	3	4
A. Weight of Sample		0.3 g	0.5 g	—	—
B. Volume of acid (1)		10 ml	20 ml	—	—
C. Volume of 50% amm. acetate sol'n		10 ml	20 ml	30 ml	40 ml
D. Volume of 5% amm. oxalate sol'n		30 ml	40 ml	50 ml	60 ml
E. Times of beaker washing		0 回	3 回	—	—
F. Times of p. p. t washing		0 回	3 回	—	—
G. Kinds of p. p. t dissoln acid		HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	HNO <sub>3</sub>	HClO <sub>4</sub>
H. Volume of acid (2)		5 ml	10 ml	15 ml	20 ml
I. Between of day.		1 st	2 nd	3 rd	4 th

Table 2. Experiment result.

Ex. No.	T%	Ex. No.	T%	Ex. No.	T%	Ex. No.	T%	Ex. No.	T%	Ex. No.	T%	Ex. No.	T%	Ex. No.	T%
1	0.5	5	0	9	0.5	13	0.3	17	0.1	21	0.1	25	23.2	29	78.0
2	0.1	6	0.1	10	38.2	14	24.9	18	26.0	22	89.0	26	37.0	30	53.5
3	21.5	7	0	11	44.5	15	0.1	19	31.5	23	67.0	27	51.5	31	31.0
4	37.1	8	0	12	31.9	16	52.0	20	47.0	24	48.5	28	34.0	32	77.0

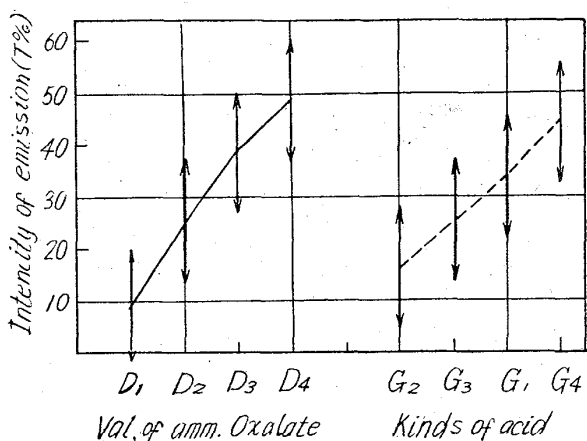


Fig. 1. main effect of emission.

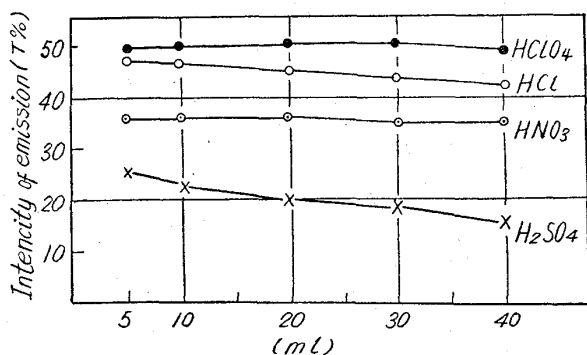


Fig. 2. Effect of kinds of acid and its volume.

Table 3. Determination of CaO in Sintered ores.

No.	Standard method		Author's method	
	X <sub>M</sub>	R <sub>M</sub>	X <sub>A</sub>	R <sub>A</sub>
1	7.60 7.49	0.11	7.67 7.82	0.15
2	7.24 7.21	0.03	7.41 7.29	0.12
3	7.91 7.70	0.21	8.04 7.85	0.19
4	7.91 7.98	0.07	7.93 8.09	0.16
5	7.80 7.70	0.10	7.77 7.73	0.04
6	7.63 7.70	0.07	7.31 7.59	0.28

た。しかし 5% 修酸アンモニウム溶液量 60 ml は操作上不便であるため飽和溶液 50 ml とした。

4. 酸の種類と添加量による影響

先の実験によつて修酸カルシウムの溶解酸として HClO<sub>4</sub> がよい結果を与えることがわかり、酸量として 5~20 ml について調査したが、分散には有意差が認められなかった。したがつてさらに酸量を 5~40 ml に拡げ

て実験した結果を Fig. 2 に示す。検液は CaO 0.1mg/ml のものを使用。Fig. 2 のように HClO<sub>4</sub> が最も感度よく、30 ml まで安定していることがわかつた。したがつて沈殿溶解時には HClO<sub>4</sub> (1+3) 80 ml を用いることとした。

5. 実際試料による分析結果

実際試料について、標準法と本法における再現精度の比較実験を行なつた。それらの結果を Table 3 に示す。

V. 結 言

焼結鉱中のライムを炎光光度法によつて定量すべく検討を行ない、所要時間は約 20min であり、再現性も良好であるので工程管理の分析にじゅうぶん適用できる。

文 献

- 1) 学振 19 委 5637
- 2) " " 6009

543,272.2; 669.14; 669.18; 046.512

(210) 鋼中水素の炉中分析法

日立製作所, 勝田工場 No. 64372  
工博 磯野好治・永山 宏・松本 晃

Rapid Determination of Hydrogen in Steel in Steelmaking Process. PP2123~2125

Dr. Yoshiharu ISONO, Hiroshi NAGAYAMA and Akira MATSUMOTO.

I. 結 言

近時、鋼中水素の低減策として真空鑄造、真空取鍋脱ガス、鋼浴に対するアルゴンガスの吹込、および炉内装入材料の脱水など、いろいろの方法が行なわれているが特にこれらのうち、鋼浴に対するアルゴンガスの吹込による脱水素に際しては、吹込前の水素量が高いときは脱水素率が高く、水素量が低いときは余り効果がないことが確認されているにもかかわらず、従来、吹込前の鋼浴中の水素量に関係なく一定量を吹込んできている。したがつて、効果的な脱水素を行なうためには精練過程における鋼浴中水素量の炉中分析の管理が必要である。すなわち、吹込前に鋼浴中の水素量を知ることができればアルゴンガスの吹込量を水素量に応じて適宜加減し、鋼浴中の水素量を一定値以下におさえて出鋼することができるだけでなく、ある場合にはアルゴンガスの節約もえられることになる。

鋼中水素の迅速分析法としては錫溶融<sup>1)2)</sup>、真空溶融<sup>3)4)</sup>のいずれかの方法によつて抽出した水素を熱伝導度式水素計によつて定量する方法が一般に行なわれており、最近では真空加熱法により抽出した水素を従来の熱伝導度式水素計の代りに市販のピラニゲージによつて定量する方法<sup>5)</sup>も報告されているが、実際にこれらの方法を炉中分析に利用した例としては沢<sup>6)</sup>の報告があるのみで、まだ広く実施の段階にはいたっていない。

当所においては、炉中分析を目的として、真空溶融法で抽出した水素をピラニゲージで定量することにより分析操作を簡易化するとともに、試料の抽出条件を検討し、所要時間の短縮をはかつた結果、炉中分析を実施できる段階にいたつたのでその概略を報告する。