

料を投入後直ちに蓋をして火花の坩堝外への飛散を防止した。第2表に蓋を使用した場合と使用せぬ場合の同一試料を連続して分析した結果を示す。蓋を使用した方が相手高い値を示す傾向にあり酸素含有量の高い試料には蓋を使用する方が合理的だと考えられる。

第2表 基堀蓋の効果

	蓋使用セズ	蓋使用
酸	0.0211	0.0247
素	0.0343	0.0345
分	0.0617	0.0657
析	0.0539	0.0522
值	0.0348	0.0362
	0.0468	0.0470

III. 結 言

以上の結果を総括すれば

1. 本法によると N_2 を直接捕集するため誤差が小さい。
2. 酸化銅をテストして酸化を完全にすることが出来る。
3. 普通炭素鋼は抽出時間 15min で充分であるが、Si, Al を含む合金鋼は抽出時間を長くせねばならない。
4. 窒素の分析値は蒸溜法と良く一致し再現性も良好である。
5. 高酸素含有量の試料には坩堝に蓋をして火花の飛散を防止する可である。

文 献

- 1) 今井, 中山, 大井: 鐵と鋼, 38 年第 10 號, 日本鐵鋼協會第 44 回講演大會大要 p.p. 199~201

(70) 真空熔融法による酸素分析方法並に鑄物用銑鐵の酸素について

(On Determination of the Oxygen in Iron and Steel by Vacuum-Fusion Method and the Oxygen Content of Pig Iron)

Yoshikazu Takahashi, Lecturer, et alii.

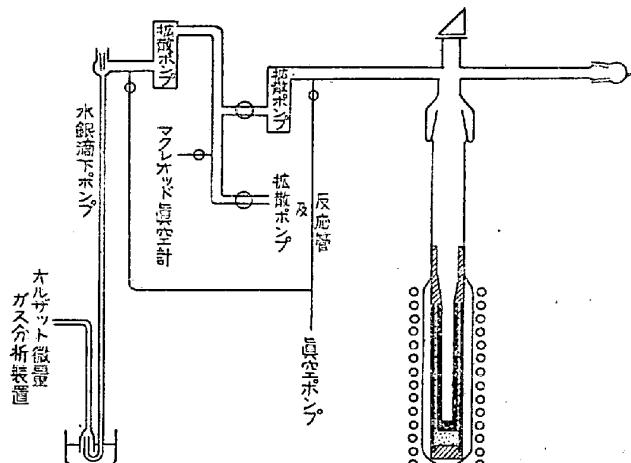
富士製鐵広畠製鐵所 工〇高橋愛和
工神原健二郎・工国隼人

広畠製鐵所に於いて鐵鋼中の酸素分析を始めて既に可成りの月日を経過しその間種々改良を加えてその目的を果すに満足すべき成果を得て現在熔銑, 熔鐵, 鋼材等各種の試料の酸素の検討に活用している。その装置と分析方法更に現在色々と問題にされている鑄物用銑鐵の酸素

について一、二の結果を報告するものである。

I. 装 置

装置の構造に当つて従来の方法を検討せる結果成可く簡単な操作により十分な精度を得ること、及び従来の学研水素分析法との関聯性等を考慮して次の如く決定した。加熱には高周波電気炉(水銀間隙火花放電式 20K.V.A.)を用い、反応管としては Mc Geary etc 及び川崎製鐵の報告を参考し、とつくり型石英反応管の中に黒鉛坩堝黒鉛外套等をアルミナ支持台によつて保持せしめた。ガス捕集には 2 個の硝子製水銀拡散ポンプと水銀滴下ポンプを用い捕集せるガスの分析にはオルザット分析装置を採用した。第1図にその略図を示す。石英反応管には現在 65mm ϕ のものと 55mm ϕ のものを使用し両方を連結してコックの切換により何れをも使用出来るようにして能率の向上をはかつている。黒鉛坩堝の上には黒鉛漏斗を置き坩堝と外套との間には細かい黒鉛粉を入れて断熱保温に役立たしめている。



第 1 圖

II. 分析方法

黒鉛坩堝としては灰分 0.1% 以下のものを使用し先ず 2,000~2,100°C にて高真空中にて約 2 時間脱ガスを行い一応の目安を $1\sim2\times10^{-4}$ としそれ以下に下つたら一度冷却する。黒鉛部分をそのまま洗滌せる反応管に移し一方試料はよく研磨し洗滌して枝管に並べる。一旦 2,000~2,100°C に加熱し上記の真空度となして分析温度迄下げ滴下ポンプに切換える。この時の真空度は 10^{-5} ~ $5\cdot10^{-6}$ である。次いで試料を順次落して分析温度を保持し乍らガスを捕集するが大部分のガスは 3~4 分で捕集され 10 分内外で $1\sim2\times10^{-5}$ に達するので通常捕集時間は 10 分内外である。 $1\sim2\times10^{-5}$ になると 10

分間に集るブランクは 0~0.01cc 程度であるので之はブランク値として補正せず分析誤差に入れている。1回に 10~12 個の試料を分析出来るが始めの 1~2 個は鋳鉄を用いている。坩堝中の試料が余り多くなると捕集時間は長くかかる傾向にある。試料の重量は含有酸素量により 1~6g 見当である。

III. 鑄物用鋳鉄の酸素含有量について

鋳物用鋳鉄型鋳破面の不均一性（暗灰色部の混入）或いは鋳物の逆チル現象等と関連して最近鋳物鋳の酸素が大きく取上げられつつあるがその酸素の定量的な報告は少いように思われる。当所に於いても本格的に鋳物用鋳鉄の吹製を始めてからその品質向上を図る為各種の試験を行い検討を行つてある。前述の型鋳破面の不均一性についても種々検討しているが茲にその酸素の分析結果について報告して御批判を得たいと考えている。型鋳破面の代表的なものとして (1) 比較的大きく黒鉛が析出して破面の均一なもの (2) 破面の中に点々と暗灰色の部分が多少混在しているもの (3) 周辺のチルが大きく周辺部が 1/3 乃至は半分近くが暗灰色を呈しているものについてその型鋳の上部下部とその型鋳を作つた時の出銑時に於いて炉前より銅の鋳型に急冷して作つた熔銑試料について酸素分析を行つた結果の代表的なものを示すと第 1 表の如くである。

その結果を見ると破面の比較的良好なものは熔銑の酸素は比較的少く 0.0017~0.0030% であるに対し型鋳は上下の差は少いが何れも熔銑に比して 3~5 倍に達している。暗灰色部分の混在するものでは熔銑の酸素が高く 0.005~0.006% あり、型鋳の方は更に高くなっているが之も上下の差は少い。之に対して周辺チルの大きなものは熔銑酸素は低いものもあり又型鋳ではチル部分に相当する下部では少く之に対して普通乃至は眼の細かい上部は非常に高くなっている。又参考の為入手せるスウェ

第 1 表 熔銑及び型鋳の酸素分析例

	熔 銑	型 鋳	
		上 部	下 部
破面比較的良 好なるもの	(%) 0.0027 0.0022 0.0080 0.0017	(%) 0.0097 0.0136 0.0101 0.0055	(%) 0.0097 0.0113 0.0102 0.0048
暗灰色混入せ るもの	(1) (2)	0.0050 0.0062	0.0071 0.0087
周邊チル甚だ しきもの	(1) (2) (3)	0.0056 0.0022 0.0027	0.0071 0.0096 0.0097
スウェーデン鋳		暗灰色部 0.0180 0.0107	良好部分 0.0055 0.0081

ーデン鋳について検討せる所このスウェーデン鋳は破面が悪く前述の暗灰色部に相当するものが可成り大きく混在しているがその部分は良好な破面の部分に比して可成り高くなっている。

今迄高炉に於いて吹製せる熔銑の酸素について検討せる結果は大体に於いて低く 0.002~0.003% 程度であり 0.005% 以上に達することは珍らしい。之に対して型鋳に於いては大体 0.01% 前後のものが普通であり熔銑に比して著しく高いと云わなければならぬ。何故型鋳の酸素が多く出るのか又鋳物の性質を支配するものは熔銑中の酸素であるか或いは又型鋳の酸素であるか色々の問題が提出されるが以上の結果から見て鋳物の酸素を検討する場合熔銑の酸素についても十分検討を要するものと考え、我々は以上の結果を出発点として鋳物の酸素についての検討を行つてゐる。

以上熔銑の酸素量は型鋳に比して著しく低く且つ熔銑の酸素量と型鋳の酸素量との直接的な関係は見出し難いことを指摘して批判を仰ぐ次第である。