

Table 1. Chemical composition of specimens.

Steel	Chemical composition								
	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	V
No. 1	0.06	0.05	0.25	0.031	0.029	0.19			
No. 2	0.09	0.07	0.36	0.041	0.039	0.21			
No. 3	0.14	0.19	0.49	0.035	0.032	0.24			
No. 4	0.09	0.28	0.45	0.013	0.015	0.25			
No. 5	0.42	0.27	0.44	0.017	0.022	0.20	0.05	0.05	
No. 6	0.61	0.29	0.46	0.017	0.019	0.19	0.05	0.06	
No. 7	0.14	0.25	0.82	0.015	0.015	0.29	0.03	0.87	
No. 8	0.15	0.35	0.72	0.008	0.008	0.11	0.33	0.35	0.10
No. 9	0.16	0.49	0.85	0.017	0.007	0.13	0.09	0.70	0.23

い。その上粒界が非常に鮮明に現われるので、判定および写真撮影の場合非常に有利であった。

鉛拡散法—鉛または適当な割合の鉛銅合金を用いると燐銅の場合より浴の組成を一定に保ち易くなるとともにさらにコントラストの強い鮮明な輪廊を現わすようになる。金属拡散法の際の試料研磨操作も、酸化法等に比して左程困難でなく、オーステナイト化処理中も鋼の組織を変化せしめることはないので、各種の温度および時間に対する結晶粒度変化の測定に用いてもよい結果が得られた。一例として試料No. 7の結果を示すと Fig. 1 のようになる。

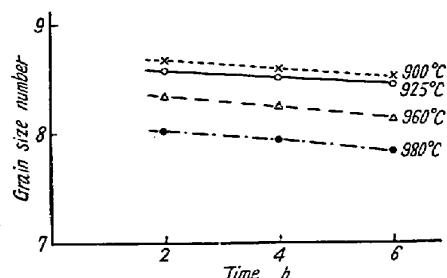


Fig. 1. Influence of time and temperature on grain size of steel No. 7 by Cu diffusion method.

### III. 結 言

黒鉛堆積法では判定不能となる場合もあつたが、その他はすべてよい結果を得ることができた。滲炭法は判定までに長時間を要するし、炭化物生成元素を含んでいる場合には判定は困難である。焼入法は腐蝕液に  $\text{FeCl}_3$  溶液を用いることにより、極低炭素鋼の判定も容易となつたが、その組成により試料が薄いために取扱が面倒な場合がある。このような場合にも金属拡散法では容易に判定がおこなわれた。酸化法は加熱時間と温度とともに他の判定方法による結果よりも細粒となつて現われる傾向がある。熱腐蝕法はすべてに対して良好な結果が得られ標準法としても差支えないと思われるが、操作がやや複雑という欠点をもつている。

### (46) 熔鋼中の水素含有量について

On Hydrogen Content of Molten steel.

S. Sato, et alius.

大同製鋼、研究所 工永田重雄

○佐藤昭喜

### I. 緒 言

さきに我々は二、三の鋼種の塩基性弧光炉溶解について出鋼中および鋼塊鋸込時の水素量と大気中の水蒸気分圧との関係を定量的に求めた<sup>1)</sup>。その結果、この関係は溶解鋼種により異なることが判明した。今回はさらに高合金鋼、とくに高 Cr 鋼、高 Ni 高 Cr 鋼の溶解についてその関係を調査し、さらに溶解法との関係をも検討した結果を報告する。なお熔鋼試料の採取法および分析等は前報<sup>1)</sup>と同様である。

### II. 高 Cr 鋼、高 Ni 高 Cr 鋼の鋼塊鋸込時の水素量と大気中の水蒸気分圧との関係

Table 1 に示す高 Cr 鋼、高 Ni 高 Cr 鋼を 2 t 塩基性弧光炉で溶解し鋼塊鋸込時における熔鋼中の水素量と大気中の水蒸気分圧との関係を求めた。その結果を

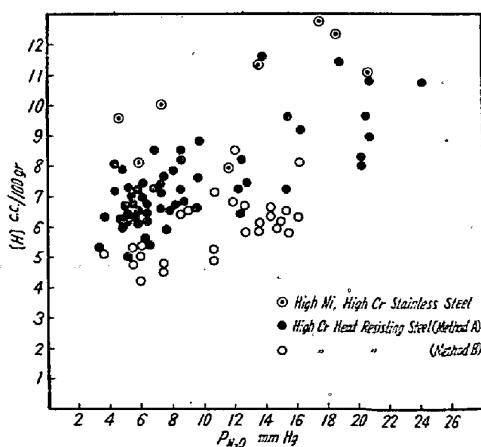


Fig. 2. The influence of partial pressure of  $\text{H}_2\text{O}$  in atmosphere on hydrogen content of molten steel at pouring

Table 1. Chemical composition of steels.

Type of steel	Chemical composition (%)				
	C	Si	Mn	Ni	Cr
High Ni high Cr stainless steel	<0.15	<1.00	<2.00	6.00~14.00	16.00~24.00
High Cr heat resisting steel (Method A)	0.35~0.45	1.80~2.50	<0.60	—	10.00~13.00
" (Method B)	"	"	"	—	"

Fig. 1 に示す。両者の関係式を求める

$$\text{高 Cr 鋼 } [H] = 1.411\sqrt{P_{H_2O}} + 3.266 \dots \dots (1)$$

$$n=57 \quad F=101.177^{**}$$

$$\text{高 Ni 高 Cr 鋼 } [H] = 1.324\sqrt{P_{H_2O}} + 5.778 \dots \dots \dots \dots (2)$$

$$n=8 \quad F=4.448$$

この結果を前報<sup>1)</sup>で求めた低合金鋼等のそれと比較するために一括して Fig. 2 に示した。この図より知られることは

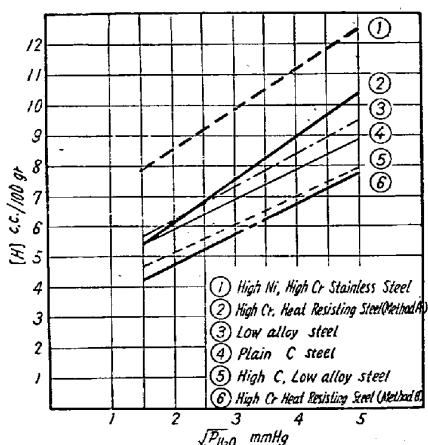


Fig. 2. Correlation of hydrogen content in molten steel at pouring to square root of partial pressure of  $H_2O$  in atmosphere.

1) 塩基性弧光炉で溶解されるいかなる鋼種でも鋼塊鉄込時の水素含有量は大気中の水蒸気分圧が高くなると高値を示すようになる。

2) Ni, Cr 等の含有量の多い austenite stainless steel の場合には水蒸気分圧のいかなる範囲においても圧倒的に他鋼種より水素含有量が高く、高 Cr 鋼の場合より約 2cc/100g 高い。それについて高 Cr 鋼、低合金鋼、低、中炭素鋼、高炭素低合金鋼の順になつてゐる。

### III. 高 Cr 鋼の鋼塊鉄込時の水素含有量に

#### およぼす熔解法の影響

上述の結果によれば塩基性弧光炉熔解における鋼塊鉄

Table 2. Refining methods of high chromium steel.

Method	Condition of melting			
	Scrap	C% of M. D.	Time of $O_2$ blowing (mn)	Reducing period (mn)
A	Low class	0.60	4~5	60~70
B	High class + pig iron	1.20	8~10	45~55

込時の熔鋼中の水素量は大気中の水蒸気分圧と熔解鋼種によつて略々定まるといひ得る。しかしこのことはいかなる熔解条件の時にも適用できるか否かは問題であるので高 Cr 鋼の熔解について Table 2 に示す。2通りの方法を採用して熔鋼中の水素量におよぼす影響を調査した。(以下熔解方法は便宜上 A 法、B 法と記す。) 熔解は 2t 塩基性弧光炉でおこない鋼塊鉄込時の水素量と大気中の水蒸気分圧とを測定した、その結果は Fig. 1 に示し ●印が A 法、○印は B 法を示す。また両者のそれぞれの関係式を求める

$$\text{高 Cr 鋼 A 法 } [H] = 1.411\sqrt{P_{H_2O}} + 3.266 \dots \dots (1)$$

$$n=57 \quad F=101.177^{**}$$

$$\text{〃 B 法 } [H] = 1.022\sqrt{P_{H_2O}} + 2.68 \dots \dots (3)$$

$$n=26 \quad F=14.783^{**}$$

この結果を Fig. 2 に示す。Fig. 1 および Fig. 2 から知られることは高 Cr 鋼の熔製において A 法、B 法いずれの熔解法を採用しても鋼塊鉄込時の水素量は大気中の水蒸気分圧によつて影響されることは同様である。しかし同じ鋼種でありながら B 法の方が A 法よりも 2cc/100g 程度低くなつてゐる。すなわち熔鋼中の水素が大気中の水蒸気分圧に影響されるばかりではなく熔解方法によつても影響されることは明らかである。B 法の採用により鋼塊鉄込時の水素含有量が最も低い高炭素低合金鋼と同程度あるいは若干低目の高 Cr 鋼を熔製することが可能であると思われる。

#### IV. 結語

1. 塩基性弧光炉溶解において鋼塊鉄込時の溶解中の水素量と大気中の水蒸気分圧との関係を高Cr鋼、高Ni高Cr鋼につき検討し炭素鋼、低合金鋼の場合と同様水蒸気分圧が水素量に影響すること、および水蒸気分圧の高低にかかわらず炭素鋼や低合金鋼の場合より高い水素量を示すことを見出した。とくに高Ni高Cr鋼では一般に最も高い値を得た。

2. 塩基性弧光炉で高Cr鋼をA、B二法によつて溶解し鉄塊鉄込時の溶解中の水素量を調査した結果大気中の水蒸気分圧以外に溶解法の差も大きな影響を与えることが判明した。B法によればA法の場合よりも鉄塊鉄込時水素量を2cc/1000g程度減少させることができる。

#### 文 献

1) 永田、梶山、佐藤: 電気製鋼 27 (1956) 4

#### (47) 塩化第一錫還元による砒素の迅速定量法について

Rapid Determination of Arsenic by the  $\text{SnCl}_2$  Reduction Method.

T. Morimoto.

富士製鉄、室蘭製鉄所 森本武生

#### I. 緒 言

当所は地理的関係より鉄鋼、ならびに鋼石類の砒素分析に関しては、従来より種々検討をおこなつてきた。既に本会に遠心分離器による砒素の迅速定量法、および磷酸法による迅速法を発表し、その他二、三の検討を発表したが、現在JISとして採用されている塩化第一錫還元による方法は、還元時における塩酸の濃度、還元温度その他については、かねてより各所において論議されてきたが、まだつきりした結論が得られず、時により低値を与えるとの報告もある。そこで筆者は各種の観点より、この方法に再検討を加え定量時間の短縮、定量結果の正確化を求め、つぎにかかげた各種項目について検討をおこない、略々満足な現場分析法を確立し得たので報告する。

#### II. 実験内容

##### 1. 還元剤の製法

今まで還元剤については各所において研究され発表されているが、学振法の塩酸40ccに塩化第一錫10gを溶解し、使用するのに対し、塩化第一錫10gを固体のまま投入しなお金属錫を添加する方法、あるいは塩化

第一錫15g以上を必要とするとの報告があるが、筆者はより還元性雰囲気の上昇と還元力の強化を求めてつぎのごとき還元剤を製造した。

塩酸(比重1.19)10ccに塩化第一錫10gの割合に溶解(濃塩酸650ccに塩化第一錫650gを溶解すると容量約1lとなる)した溶液を水冷しながら、これに粗製塩に濃硫酸を加えガスバーナーにてわずかにあたためながら発生する塩化水素を途中濃硫酸、および空瓶を通過させて飽和させ、完全飽和が終りたる後この100容に對して金属錫0.2gの割合に投入し一夜放置した後使用する。

##### 2. 還元剤添加時の液温と砒素量との関係

電解鉄1gに亜砒酸標準液を加え、還元剤添加時の温度の変化と砒素量との関係を調べた。すなわち過塩素酸の白煙発生後、濃塩酸35cc蒸留水10cc(塩酸濃度約9.5N)で塩類を溶解後還元剤10ccを添加し還元時間を約15mnとした場合の還元剤添加時の液温と析出砒素量との関係をTable 1に示す。

Table 1. Standard value of As 0.240%

No.	Temp. at the addition	As %	Error %
1	25°C	0.238	-0.002
2		0.240	±0
3		0.237	-0.003
4	50°C	0.238	-0.002
5		0.240	±0
6	70°C	0.236	-0.004
7		0.238	-0.002
8	90°C	0.237	-0.003

この結果より見れば、還元剤添加時の温度は砒素量と関係のないことが判つた。

##### 3. 還元剤添加量と析出砒素量との関係

1. と同様に電解鉄に亜砒酸標準液を加え、塩酸溶液の濃度約9.5N、還元時間15mnにて還元剤添加量と析出砒素量との関係を調べた。

Table 2の検討結果により還元剤添加量は本還元剤を10cc添加すれば充分であるが安全のため10~15cc添加と決定した。

##### 4. 還元時間と析出砒素量との関係

Table 1と同一試料に還元剤約10cc添加時の温度を25°Cとし還元時間と析出砒素量との関係を調べた。

この結果が示すとく、還元時間が5mnでは還元が不完全でありまた40mn以上では析出した金属砒素が再度溶解するためか、あるいは砒素が揮発性化合物となつて逃れるのか低値を示すので適当な還元時間を10~15mnとした。