

め、検量線を作製した。得られた検量線は直線であり、標準偏差、標準偏差率は Table 4 に示すごとくである。この検量線を用いて分析した値を化学分析値と比較した結果は Table 5 に示した。P の分析に対する許容誤差は $\pm(0.002+0.03 \times P)$ であるから、この結果は一応満足しえるものである。

IV. 結 言

島津製カントレコーダーによる P の分析方法について検討を加え Fe I 4404.8 Å および Fe II 2714.4 Å を内標準に用いず、一定時間の積分強度により分析可能なことを見出した。内標準に使用する Fe スペクトルはさらに検討を加える必要がある。L=360 μ H, R=50 Ω , C=35 μ F, 電圧 700V, 放電ギャップ長さ 1mm, 定時間積分方式により、0.010%~0.042%の範囲において同一試料繰り返しの再現性は標準偏差率で 2~4% 程度であり、実用上十分な分析が可能である。現在合金鋼以外の鋼種に対する適用の可否を検討中である。

(8) 英国分光分析標準試料による発光分光分析

(鉄鋼中の微量元素の発光分光分析—I)

東京大学工学部 工博 平 野 四 蔵
八幡製鉄東京研究所 ○河 島 磯 志

Spectrographic Determination by the British Spectrographic Standard

Spectrographic Determination of Trace Elements in Steel. (Part. 1)

Dr. Sizō Hirano and Isoshi Kawashima.

I. 結 言

JA Co.製 3.4m エバート型回折格子分光写真器を用いて鉄鋼中の微量成分がどの程度まで定量可能であるかを検討した。従来米国 ASTM (E-2 SM 9-1~11)¹⁾では Table 1 のように約 10 ppm まで定量している。著者らは入手しうる標準試料のうち微量成分の標準値が多く示されている Table 2 の英国鉄鋼標準試料 (No. SS 11~17) を用い Al, B, Co, Cu, Cr, Mo, Ni, Nb, Pb, Sn, Ti, Ta, V, W, Zr の 15 元素の約 10 ppm までの定

量を行なった。これ以下の微量について標準値がないのでさらに定量する元素を添加して合成した標準試料を用いて検討中である。

Table 1. Data on ASTM

—E-2 SM9-1~11—

Elements	Concentration ranges (ppm)	Elements	Concentration ranges (ppm)
Al	10~20,000	Nb	1,000~10,000
As	200~2,000	Pb	—
B	6~200	Si	20~55,000
Co	70~5,000	Sn	100~400
Cu	50~70,000	Ti	10~10,000
Cr	20~300,000	Ta	500~5,000
Mn	50~200,000	V	20~5,000
Mo	20~80,000	W	100~18,000
Ni	10~200,000	Zr	—

Table 2. British Spectrographic Standard

—Mild steel residual series. (No. SS 11~17)—

Elements	Concentration ranges (ppm)	Elements	Concentration ranges (ppm)
Al	80~680	V	20~1050
B	10~130	W	100~2050
Co	120~1250	Zr	50~500
Cu	100~2050	Si	0.22~0.44(%)
Cr	250~1850	Mn	0.46~0.54(%)
Mo	100~1900	C	0.14~0.23(%)
Ni	150~2350	P	0.012~0.02(%)
Nb	3~1100	S	0.008~0.02(%)
Pb	25~85		
Sn	20~1100	T Fe	98.00~98.37(%)
Ti	50~950		
Ta	6~200		

Table 3. Experimental conditions.

	Spark	AC arc
Photo. plate	Fuji proc. plate Kodak SAI	Fuji proc. plate Kodak SAI
Slit (μ)	20	15~20
Cexposer (s)	90>	60>
Anal. gap (mm)	2	1.8
Excitation	Voltage (kV)	20
	Capacitance (μ f)	0.015
	Inductance (μ h)	40
	1st resistance 6 step	
	2nd resistance (Ω)	1
	Powerstat (V)	150
	Trans voltage (V)	50
	Break	N. 5
	R-F current (A)	7.5

II. 実験の経過

1. 分光器

JA Co. 製 3・4m エバート型回折格子分光器

回折格子: 格子常数 15,000本/吋 線引面積 6吋

分散度: $2.4 \text{ \AA}/\text{mm}$ ただし W は $5.0 \text{ \AA}/\text{mm}$

2. 発光装置

JA Co. 製 Varisource 中 air gap type のスパークおよび AC 4800 V, AC アークの2種類の光源について検討した。

発光条件は Table 3 に示す。

3. 現像装置

JA Co. 製 Photo processing unit 使用

現像	D-19 (20°C)	3分
----	-------------	----

現像停止浴	Kodak indicator stopper	30秒
-------	-------------------------	-----

定着	FF-H ₄ (20°C)	6分
----	--------------------------	----

水洗	流水中	2分
----	-----	----

乾燥	Kodak SAI	温風中 2分
----	-----------	--------

フジプロセス	常温送風中	20分
--------	-------	-----

4. ミクロホトメーター

JA Co. 製 Recording console microphotometer 使用。

測光条件:

スリット $5 \mu \times 0.5 \text{ mm}$ 乾板移動速度 $1.0 \text{ mm}/\text{分}$ 記録用紙の移動速度 $15 \text{ cm}/\text{分}$

Table 4. Analytical line pairs.

Elements.	Pair lines($\text{\AA}/\text{\AA}$)	Concentration ranges(ppm)	Photo plates	Excitation	Exposer (s)
Al	Al I 3082.16 Fe II 3106.56	80~ 680	K	AC-arc	60
B	B 2496.78 Fe 2496.99	10~ 130	F	AC-arc	45×2
	B 2496.78 Fe II 2497.30	10~ 130	K	AC-arc	30
Co	Co I 3489.40 Fe 3459.92	100~1250	F	AC-arc	60
Cu	Cu I 3273.96 Fe 3255.89	100~2050	K	Spark	90
Cr	Cr II 2849.84 Fe I 2849.61	250~1850	F	AC-arc	45×2
Mo	Mo II 2816.15 Fe 2815.51	100~ 950	K	AC-arc	30
	Mo II 2816.15 Fe 2815.02	450~1900	F	AC-arc	45×2
Ni	Ni I 3492.99 Fe 3411.36	150~2350	F	AC-arc	60
Nb	Nb 3130.78 Fe II 3106.56	55~1100	K	AC-arc	60
Pb	Pb I 2833.07 Fe II 2837.30	25~ 85	K	AC-arc	30
Sn	Sn I 3175.02 Fe I 3176.36	100~1100	F	AC-arc	60
Ti	Ti II 3361.21 Fe 3370.79	50~ 950	K	Spark	60
V	V II 3102.30 Fe II 3096.30	20~1050	K	Spark	60
W	W I 4008.75 Fe I 4003.77	100~2050	F	AC-arc	30
Zr	Zr II 3391.98 Fe I 3413.14	150~ 450	K	Spark	60

Photo plate; K.....Kodak SAI plate, F.....Fuji process plate.

5. 乾板

フジプロセス乾板および Kodak SAI 使用

6. 分析試料電極

使用の英国鉄鋼標準試料 (No. SS 11~17) の試料は直径 3/4 in の丸棒のため断面を細目ヤスリでなめらかになるまで研磨して放電面とした。対電極は黒鉛棒を使用した。すなわち pin-to-plane の電極組合せとした。

7. 検量線の作製法

7 段フィルター (照度: 0.000, 0.250, 0.408, 0.609, 0.810, 1.009, 1.208) を使用して得た H & D 曲線を作製し、その曲線から各スペクトル線強度を求めた。各試料の分析線対の強度比と定量元素の含有量との関係を等目盛方眼紙上に求める方法によつて検量線を作製した。

この検量線の新しい作製法と従来のガルバノメーターの振れの比、黒度差による方法に比し、乾板の γ の補正および示性曲線の脚部まで使用するため検量線の直線域長く再現性良好で、なおかつ検量線は原点を通過するため精度も良好であつた。

III. 結 言

1. 分析線対と定量範囲は Table 4 に記載した。ただし Ta は 0.02% 以下の検出ができなかつたので今後発光方法の検討によつて定量法を研究するつもりである。

2. 定量元素 15 種中 ASTM に分析方法が記載されていない Pb, Zr は Pb を AC アークで 25 ppm まで、Zr をスパークで 150 ppm まで定量を行なつた。また ASTM では Nb を 1000 ppm までしか定量を行なっていないが 55 ppm まで定量しえた。

3. 本定量分析に使用した検量線で原点を通過しないで幾分の化学分析値と分光分析の結果に食違を生じた元素は V, Ti, Nb, Pb, W の 5 元素で W は分析線対が十分でなく、W のスペクトル線に鉄の妨害があることが明白であるが他は今後検討する予定である。

文 献

- 1) Methods of Emission-Spectrochemical Analysis (1957), Sponsored by ASTM Committee E-2 on Emission Spectroscopy.

(9) 溶鋳炉シャフトにおける装入物の性状変化について

(溶鋳炉内装入物の研究-I)

八幡製鉄所技術研究所

石光 章利・重見 彰利・〇斧 勝也

On Behavior of Burdens in the Blast Furnace Shaft.

(Study on burdens in the blast furnace—I)

Akitoshi Ishimitsu, Akitoshi Shigemi
and Katsuya Ono.

I. 緒 言

溶鋳炉内を降下する装入物の性状変化は溶鋳炉の操業上きわめて重要な因子であると考えられ、これまでかなりの研究が行なわれているようであるが、溶鋳炉内条件に一致させた総合的な研究は行なわれていないようである。本研究は溶鋳炉シャフト部での条件になるべくあわせて装入物の性状変化を検討する目的で、温度、雰囲気、圧力を変えることのできる装置を製作し、粒状試料による試験を行なつたものである。

II. 実 験 装 置

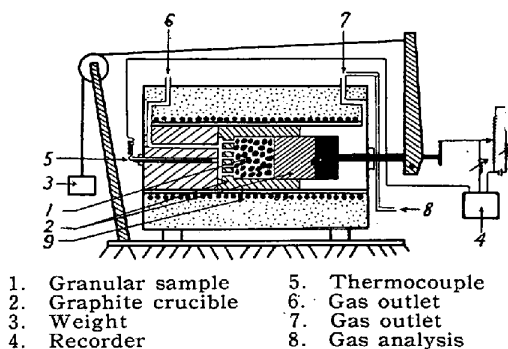


Fig. 1. Testing apparatus.

実験装置の概略は Fig. 1 に示すとおりで、横型電気炉に内径 100 mm ϕ の黒鉛ルツボに粒状試料 1. を装入し荷重 3. をレバーにより拡大して試料をおさえている。黒鉛ルツボの底部には多数の小孔をもうけてあり、ガス入口 6. から入ったガスは試料内を通つてガス出口 7. に導かれる。温度は一定勾配 (200°C / h) で上昇させ、このときの試料の膨脹および収縮はまず機械的に拡大され、ついで摺動抵抗の変化から電氣的に変換されて記録計に記録できるようになつている。ガスは CO 30%, N₂ 70% 一定になるようあらかじめ調整してガスタンクに貯蔵したものを使用し、荷重は 50 kg 一定としたがこれは 5 倍に拡大され実際に試料にかかる荷重は 3.18 kg/cm² になる。

III. ガス流量の決定

まず炉内を通す還元性ガスの流量を還元性の面から決定した。試料は Table 1 に示すような化学組成をもつた 20mm 粒度のゴア鋳石単味を装入して 15, 20 および 25 l / mn の流量で 1000°C までの試験をおこない還