

(295) 製鋼脱酸剤中の金属アルミニウムの定量

日本特殊鋼 ○木内昭季

1. 緒言

近時製鋼操業において良品の鋼塊を収率よく得るため、アルミニウム入製鋼脱酸剤等が研究され、各種の商品名で市販されている。これらの脱酸剤について適当な定量法がなく、主成分である金属アルミニウムの定量に不便を感じていた。そこで著者は酸溶法による分析法の検討を試みた。また脱酸剤中のアルミニウム以外の添加主成分である Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 、 KNO_3 等が金属アルミニウムの定量にどのような影響を与えるか検討し、工業的に十分利用可能な簡便連続分析法を確立した。

2. 実験方法および考察

- (A) 試料 0.2 g 中に粉末金属アルミニウムが 25% 配合されているとすると、その量は 0.05 g になる。そこで純アルミニウム 0.05 g を正確に計り取り、小試験管に保持し、ガスビュレット中に塩酸と作用させ、発生した水素量よりアルミニウム量を換算した。同様に 0.04 g …… について検討した。
- (B) 脱酸剤に塩酸を加えた場合、 Fe_2O_3 の一部は溶けて FeCl_3 となる。この FeCl_3 は金属アルミニウムと反応するので低値を示すことが考えられる。しかし実験の結果は懸念した大きな誤差は常温においては見られなかった。なお塩化オニ鉄の共存量の多い場合にはかなりの分析誤差が見られた。
- (C) NBS No. 44 の金属アルミニウム塊より切屑採取した粒状アルミニウムについて繰返し定量した分析値は 98.76 ~ 101.96% の範囲であった。
- (D) 硝酸カリウムについては、脱酸剤試料に直接硝酸カリウムを添加し、試料との接触を密にするため、メノウ乳鉢にてできるだけ細かくすり潰し、試料を調製した。その定量結果では硝酸カリウム 4.76% までは影響は認められなかった。

3. 分析方法

試料を充填した小試験管をガスビュレットの A コックより投入し、移動水準瓶を上方 B 位置に移動し、上部 A コックを開いてビュレットならびに試料入小試験管の空気を追い出し、A コックを閉める。激しい反応が起き、発生した水素量より金属アルミニウム量を算出する。表 1 は分析結果の 1 例である。

4. 結論

- (1) 塩酸 (1+1) 400 ml 中に塩化オニ鉄の 0.96 g までの共存は大きな妨害とはならなかった。
- (2) 硝酸カリウムは 4.8% 添加しても誤差は認められない。
- (3) 現場における管理分析ならば上述の分析方法を用いると所要時間 15 分で連続定量できることがわかった。この方法は日常分析として受入ロットの規準量を定めるのに有利な方法であることがわかった。

表 1. 分析結果の 1 例

試料 No.	室数	大気圧 (mmHg)	Al 採取量 (g)	水素発生量 (ml)	水素発生量 (ml) (換算)	Al % (実測)	備 考
1	22	762	0.050	67.0	62.2	99.91	Al 計り取り量と実測値
19	20	762	0.020	26.6	24.87	99.89	"
22	22	766	0.050	66.4	61.89	99.41	400 ml HCl (1+1) に FeCl_3 0.96 g 添加した。
44	25	770	0.050	65.2	60.49	97.14	400 ml HCl (1+1) に Fe_2O_3 2.88 g 添加した。
45	16	765.5	0.20 (試料)	38.8	36.9	14.82	400 ml HCl (1+1) を用いて脱酸剤試料を測定した。
64	25	770	0.20 (〃)	38.2	35.2	14.14	No. 45 の試料について 19 日間連続測定したものを 12 日間放置後再測定した。
75	24	764	0.191 (〃)	37.8	34.89	14.67	試料 10 g に KNO_3 0.5 g 添加したものを測定した。(約 4.8%)