

酸素流量は最初 1 分間 50~100cc, 後 10 分間約 900cc 毎分として燃焼する。燃焼後吸収液を 300cc 三角フラスコに洗い移し 1N NaOH で中和し暫く加熱し引続き 6NHCl 0.5cc 加えて 1 分間煮沸する。つぎに BaCl₂ 標準液を正確に 10cc 加え 5 分間煮沸してただちに流水で冷却す。つぎに緩衝液, PC 指示薬を加えて EDTA 標準液で滴定し, 紅→無色を終点とする。使用した BaCl₂ 溶液および EDTA 溶液をそれぞれ Acc, Bcc とする

$$S (\%) = \frac{(A - B) \times F \times 0.032}{\text{試料 (g)}}$$

V. 実験結果

実際に鋼滓試料を用いて行つた結果を総合すると Table 6 のごとく太凡応用できる結果を得た。

Table 6. Results of analysis.

S. Standard value (%)	CaF ₂ Added (%)	Average result S (%)	Difference
1.5 ₅	0	1.5 ₂	-0.03
	9.1	1.5 ₀	-0.05
	16.7	1.5 ₁	-0.04
	23.1	1.4 ₈	-0.07
0.25 ₈	0	0.25 ₁	-0.007
	23	0.25 ₀	-0.008
	25	0.25 ₂	-0.006

VI. 結 言

鉄鋼中硫黄定量法の装置をそのまま用い吸収液をキレート滴定して含弗鋼滓中の硫黄定量が応用可能である。再現性も比較的良好であるが硫黄分および CaF₂ の多い試料では誤差が大きい。所要時間は 30 分以内であるが終点の判定に多少経験を要す。

(62) 鉄鋼中酸素定量用高周波加熱真空熔融炉内放電の発生原因およびその影響に関する研究

Study on the Cause and the Effect of Glow Discharge in a High-Frequency Heating Vacuum-Fusion Furnace for Determination of the Oxygen in Iron and Steel

H. Tokube, et alius.

八幡製鉄所, 技術研究所

工博 武井 格道・○徳部 春雄

I. 緒 言

当所では真空熔融法による鉄鋼中酸素の定量を日常多数実施しているが, 分析の際に熔融炉内に青白い放電が発生する。この放電現象に関してはすでに早くから着目し検討を進めていたが, 今回この現象の発生原因, ガス分析値におよぼす影響およびこの防止対策などの諸点についてこれまでに得られた観察結果の統計ならびに各種の実験結果を取纏めて報告する。

II. 文 献

この放電現象は高周波誘導加熱式の真空熔融装置を使用しているところで発生していることはいろいろの点からうかがわれたが, 文献に明記されていることはあまり数多くない。すなわち本問題に着目した当時には全く文献が見当らなかつたが, 間もなく沢氏がこの現象に簡単に言及してこの放電現象は反応管壁の蒸発被膜を通して誘起され, 分析値に影響があると述べており, 最近では B.B. Bach, J.V. Dawson & W.L. Smith²⁾ 等が放電現象は高周波コイルに降圧トランスをつけると防止できると発表している。最後に R. S. McDonald, J. G. Fagel & F. W. Balis³⁾ 氏等はモリブデン, チタニウム, シルコニウムの分析に関して熔融炉内に水銀蒸気が多いと放電が生ずるが, 分析には差支えなく, この放電は液体窒素トラップで水銀蒸気を捕捉すると放電は消滅することを述べている。

III. 実験および統計の結果

(1) 放電の発生状況

この現象は真空熔融炉の反応管内部が断続的あるいは連続的に青白く光るものであつて, 発音発熱の様子はない。放電が発生するのは偶発的で人為的には発生させられない。そこで発生した時の炉内温度等の状態を記録して統計的にしらべた結果, 脱ガス時に発生することが多いが, 試料分析の際に発生することもあり炉内温度と発生との関係は認められなかつた。

(2) 放電の本質

このような放電を発生せしめる条件は前記のように一定せずわからなかつたので, まず放電の本質を調べて行くこととし, 放電が連続発生している時期にその分光写真を撮影しスペクトル分析を行つた結果, 帯スペクトルはほとんど認められず, 輝線スペクトルのみであつた。特に窒素については窒素放電管と比較して詳しく調べたが, 窒素のスペクトル線は認められなかつた。そこで微小な水銀粒 (半径約 0.1mm φ のもの 2~3個) を, 炉内温度 2,000°C, 炉内真空度 10⁻²~5.5×10⁻⁴ mmHg の間にいろいろ変化させて滴下を試みたところ, 滴下直

後では瞬間的な放電が起きたが、すぐ消えて連続的な放電現象はみられなかつた。つぎに逆に炉内の水銀蒸気を減少させて検討する方法をとり、水銀拡散ポンプと炉との間にトラップを設け連続放電が生じている際にトラップを冷却してみたところ、トラップの温度が室温 30°C から降下して 22°C になったときに放電が消滅した。以上の実験で炉内で発光しているものは水銀拡散ポンプから侵入した水銀蒸気で、この放電の機構は高周波電磁界による無極放電と考えられる。

(3) 放電の抑制対策

前述したごとく水銀拡散ポンプと熔融炉間のトラップを冷却すれば放電を消去することができるが、トラップを冷却しない場合の抑制について一応検討してみた結果黒鉛ルツボおよび銅管製ソレノイドの位置を放電発生時の使用状態からできるだけ下方に下げることによつてある程度放電の発生を抑制しうることがわかつた。

IV. 炉内放電現象がガス分析値におよぼす影響

かかる放電現象がガス分析値におよぼす影響を検討するにあつては、前述したように放電現象が偶発的なものであるために、系統的な実験が困難である。そこでいままでにおこなつてきた分析記録より放電の際に得られた分析値既知の基準試料のガス分析値について検討することとし、放電発生のない場合に得られた同一試料の分析値とを比較した結果、酸素の値はわずかに低値を示したがさらに酸素値について放電のない場合に得た値との差の有意性について検討を行つたところ、1% の危険率で放電発生中に得られた値の平均値は約 0.0007~0.001% ほど低くなることを認めた。しかしその差はわずかで同程度の分散が得られると仮定して計算してみると、両者の分析回数 $N=4$ 以下であれば 5% の危険率でも差はほとんど検出できなくなる。したがつて同一試料を 5 回以上繰返して実験するような精密な分析以外には放電発生は實際上分析値に影響しないことがわかつた。

V. 結果の総括

高周波加熱真空熔融炉内放電発生の原因、防止対策およびこれがガス分析値におよぼす影響について実験検討した結果、つぎのことが明らかとなつた。

(1) 炉内放電発生の原因はスペクトル分析の結果、水銀蒸気による高周波無極放電で、これは水銀拡散ポンプが水温や室温の変動によつて一種の蒸溜効果をきたし炉に至る導管の壁に小滴となつて附着する水銀粒から蒸気が侵入するものと考えられる。

(2) 炉内に発生する放電を消去する方策としては、拡散ポンプと熔融炉間のトラップの外側を約 22°C 以下

に保持することが必要であり、またトラップを冷却しない場合には黒鉛ルツボおよび銅管製ソレノイドの位置を放電発生時の使用状態からできるだけ下方に下げるとある程度放電発生回数を減らすことができる。

(3) 炉内放電現象がガス分析値におよぼす影響については、放電発生中に得られた酸素分析値では放電が発生しないときの酸素値に比してわずかに低く、その有意性については同一試料の分析を数回繰返して平均をとるような精密な分析以外には實際上分析値に影響しないことがわかつた。

文 献

- 1) 沢 繁樹: 学振, 19委 2323 (昭和26年) 8
- 2) B. B. Bach, J. V. Dawson & W. L. Smith: Iron Steel Inst., 176, (1953) No. 3. 25
- 3) R. S. McDonald, J. G. Fagel & F. W. Balis: Anal. Chem., 27 (1955) No. 10. 1632

(63) 低炭素キルド鋼片偏析部の熱間振り試験

(管用鋼片の熱間加工性について—I)

Hot-Torsion Test on the Segregation Zones of the Low-Carbon Killed Steel Billet

(On the hot-workability of round steel billets — I)

J. Kubodera, et alii.

日本鋼管技術部技術研究所

工 西尾好光・工 耳野 亨・工〇久保寺治朗

I. 緒 言

前報(第 55 回講演大会)で簡単な熱間衝撃曲げ試験により、水張り低炭素キルド鋼塊の熱間変形能の報告を行つたので、今回はそれに引続いて 6t キルド鋼塊を 130mm ϕ および 110mm ϕ 丸鋼片に分塊圧延した後の熱間加工性について述べる。

熱間加工性の試験方法としては、高温度における引張り、曲げおよび圧縮試験ならびに回転鍛造など種々の方法が現在まで採用されているが、本報では供試材が分塊圧延された鋼片であること、穿孔時の熱間加工性を研究対象としていること等の理由から、一定の歪速度を採ることができ、変形が剪断応力と引張応力の複合応力により与えられ、かつ熱間変形能の差が定量的に大きく現われる熱間振り試験法を採用した。