

IV. 結 言

以上の点を要約すると、

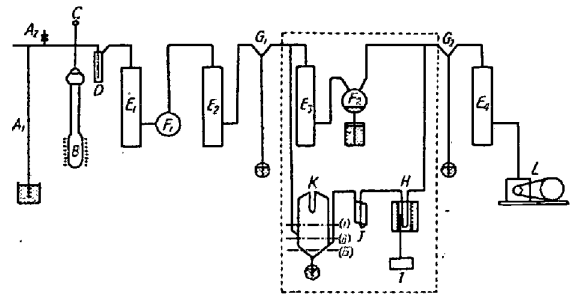
イ) 鋼浴の水素分析のため炉内鋼浴より直接試料を採取する真空採取法を考案確立した。

ロ) 実験室的に真空採取法、学振法および分光・分析用鑄型に鑄込む方法を比較した。その結果真空採取法、分光分析用鑄型法、学振法の順序に低値を示す。

ハ) 実際現場における炉内鋼浴の水素量は真空採取法では学振法で採取した場合よりも高値を示す。

ニ) スプーンで汲出し鋼滓を除去するまでに可成りの水素量が逸出し、炉内直接試料より低値を示す。

しかしその定量的傾向は明らかではない。またスプーンからの真空採取法と学振法とを比較すると、後者の場合、鑄型への鑄込および凝固より分析までに可成りの水素量が逸出していることは明らかである。



A1 Mercury lift  
A2 Sample inlet double cock  
B Vacuum fusion furnace  
C Prism for temperature measurement  
D Cold trap  
E<sub>1-4</sub> Mercury diffusion pump  
E<sub>1-2</sub> Gas reservoir  
G<sub>1-2</sub> Mercury cut off  
H CuO furnace  
I Pyrometer  
J Spiral trap  
K Double U measuring tube  
L Rotary pump

Fig. 1. Apparatus for slag hydrogen analysis.

(107) 鋼滓中の水素分析について

川崎製鉄，本社技術研究所

今井 光雄・中山 竜夫  
大井 浩・江見 俊彦

On Determination of Hydrogen in Steelmaking Slag.

Mituo Imai, Tatuo Nakayama,  
Hiroshi Ōi, Tosihiko Emi

I. 結 言

製鋼における溶鋼中の水素の挙動を明らかにするには、これと平衡状態にあるスラグ中の水素の影響を抜きにしては、満足な成果を望むことはできないと考えられる。今回、スラグ中の水素分析を、鋼中酸素分析用に類似した黒鉛坩堝を用い、この中に Mo 坩堝を設置して、真空溶融抽出を試みた所、2, 3 困難な点もあつたが、比較的迅速に満足すべき分析値が得られるようになったので、塩基性平炉における分析例とともに、まとめて報告する。

II. 分析装置および分析操作

1. 分 析 装 置

装置の大略を Fig. 1 に示す。

真空溶融炉の構造は Fig. 2 に示す。

透明石英管下部の膨らせた部分に、内径18mmの黒鉛坩堝を収め加熱体とし、この底に厚さ 0.8mm の Mo 板を敷き、その上に厚さ 0.2mm、内径 14mm、高さ 10mm の Mo 坩堝を据え、その上には Mo スリーブ

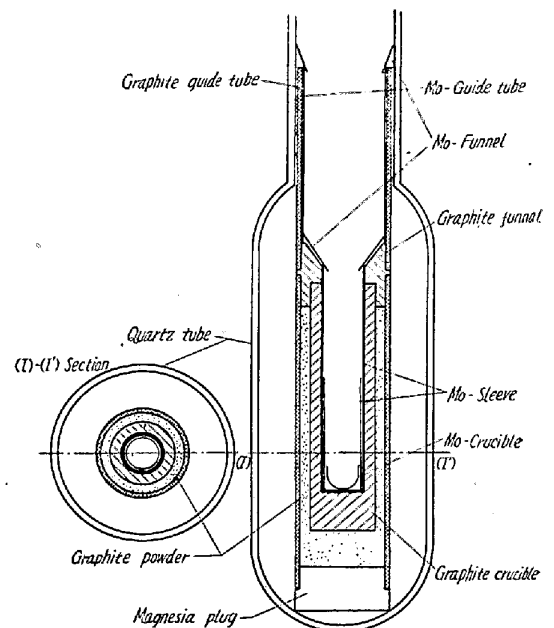


Fig. 2. Vacuum fusion furnace for slag hydrogen analysis.

を設置したものである。

排気速度を大きくするため、水銀拡散ポンプ E<sub>1</sub>E<sub>2</sub>E<sub>3</sub> を直列に接続し、900 および 600 cc の球形ガス受槽 F<sub>1</sub>F<sub>2</sub> を設け、この間は外径 20 mm のガラス管で配管した。回路の開閉には、すべて水銀カットオフを使った。酸化銅炉 H は 350°C に加熱した。

坩堝中のスラグが、1 部黒鉛と反応して CO を生じ、抽出ガス量が増しポンプ E<sub>3</sub> の背圧が上り、抽出水素を回路 F<sub>2</sub>HJKE<sub>3</sub> を循環させて酸化捕集する能率が下ることがあるので、これを F<sub>2</sub> のテプラーポンプで強制循環させて防いでいる。また、2 重 U 字管の水銀汚損防止のため、スパイラルトラップ J を設け空冷している。

2. 分 析 操 作

まず、黒鉛坩堝を >2000°C で 4 h 脱ガス後、Mo 坩

坩をセットし、1750°C で 2h 脱ガスする。次に炉温を 1500°C に下げ、空値が、試料 1g に換算して <2.2 p. p. m になったら、後述の標準試料を投入し、分析値をチェックする。

A から試料を入れ、2 分間排気後 G<sub>2</sub> を閉じ Mo 坩埚中に試料を落とす。K の U 字トラップを液体空気で冷却し、水銀面を (iii) に下げる。ガスは急速に抽出され F<sub>2</sub> に押込まれ回路 HJKE<sub>3</sub>F<sub>2</sub> を循環する。5 分間抽出後 G<sub>1</sub> を閉じ、ガスの循環を続け水素を H で酸化し K のトラップに凝結さす。

12 分間循環後 G<sub>2</sub> を開き、K の水銀面を (ii) とし、トラップ冷却の液体空気をドライアイスに変え、CO<sub>2</sub> を酸化し排気する。水銀面を (i) に上げ、ドライアイスを除き、凝結 H<sub>2</sub>O を室温で気化し、1 定容積で水蒸気の圧力を測り、計算から試料の水素量を求める。

分析時間は、試料 1 本当り 25 分である。

### III. 分析条件

#### 1. 抽出時間

分析温度を 1500°C に保ち、抽出時間を変えて分析した結果、水素を完全抽出するのに必要な時間は、5 分で十分であることを認めた。なお、循環時間は予備実験の結果、12 分で十分であった。

#### 2. 抽出温度

1450°C, 1500°C, 1550°C, 各温度で同一試料を分析した結果、温度による分析値の差は認められなかった。抽出温度として、1500°C を採用した。

#### 3. 標準試料および再現性

水素の標準試料として、陽起石 (actinolite) を使用

した。緑色結晶で、化学分析、X線回折の結果、分子式は 2CaO·4MgO·FeO·8SiO<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O と推定される。これの水素含有量は計算値では 0.233%、灼熱減量から求めた値は 0.221%、である。陽起石および数種のスラグの分析値を Table 1 に示す。多数分析の結果、分析誤差は 5% 以下であった。

### IV. 試料採取法

検討の結果、溶融スラグ採取時の急冷が大事なことが判った。したがって鉄べらを炉内スラグ層に突込み、薄くスラグを着け、直ちに引出し稜の部分に付着したものを割り取り、試料瓶に入れデシケーターに保存した。

気泡、鉄粒のない緻密な部分 1~3 片を分析に供する。(H) <100 p. p. m のスラグなら試料採取量は、0.5~1.0g である。

試料採取後 15 日間にわたり、同一スラグの分析値を比較したが、この期間内では、保存しても分析値に影響はなかった。

### V. 塩基性平炉の分析例

35 t 塩基性平炉の低炭素鋼精錬過程で、スラグ、溶鋼の水素分析を行なった結果を Fig. 3 に示す。

(H) は溶落から脱炭の活発な精錬中期には低くなるが、精錬末期、とくに blocking を行うとかなり増加し、[H] の挙動と類似し、その含有量が、[H] の .5~10 倍の高い値を示している。

### VI. 結 言

黒鉛坩埚中に Mo 坩埚を据え、真空溶融抽出~2 重 U 字管凝結定量法でスラグの水素分析が可能となった。

① 分析温度 1500°C.

Table 1. Hydrogen content of actinolite and various slags.

Slag	Time of sampling	(H) ppm		Deviation
		1	2	%
B.O.H low-carbon steel slag	Melt down	17.9	—	—
	During refining	14.7	14.1	4.2
	Before tap	11.0	10.8	1.8
B.O.H boiler steel slag	Before tap	30.6	30.0	2.1
B.O.H high-tensile steel slag	Melt down	12.8	—	—
	During refining	22.9	22.7	4.1
	Before tap	26.4	—	—
B.E.F forging steel slag	Oxidizing period	12.8	—	—
	Reducing period	18.9	20.5	8.1
Standard sample (actinolite)	Mean value of 16 analysis	0.215%	range (0.206—0.226%)	9.3

B.O.H: Basic open hearth furnace.

B.E.F: Basic electric furnace.

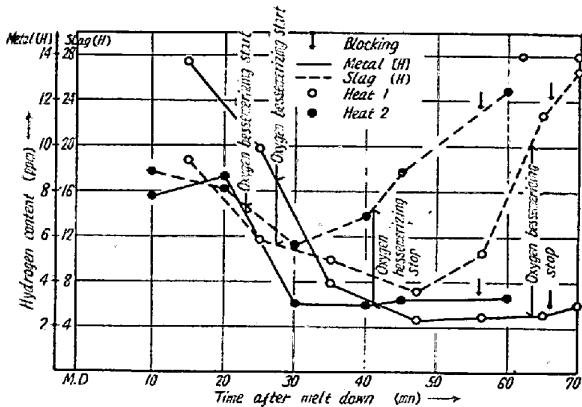


Fig. 3. Variation in hydrogen during refining of low carbon steel.

- ② 抽出 5 分、循環 12 分、分析時間 1 本当たり 25 分。
- ③ 分析誤差 5% 以下。
- ④ 試料採取量 0.5 ~ 1.0 g。

で、溶融炉が簡単で、精度よく迅速に分析できるのが特徴である。なお、塩基性平炉について水素分析を行い、

⑤ 塩基性平炉の (H) は [H] の約 10 倍で、[H] に極めて類似した挙動を示す。

ことを明らかにした。(文献省略)

### (108) 鋼のシャルピー衝撃試験における試験片の影響

(シャルピー衝撃試験における荷重-時間曲線の研究-I)

東京工業大学

工博 作井誠太・工中村正久・工修〇布村成具

#### Effects of Size of Steel Specimens in Charpy Impact Tests.

(Studies of load-time relations under Charpy impact test-I)

Seita Sakui, Tadahisa Nakamura, Shigetomo Nunomura.

#### I. 緒 言

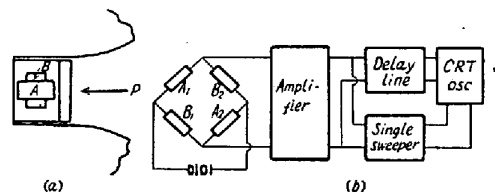
荷重速度を大にした時の材料の強度は学問的にも、また実用的にもきわめて興味ある重要な問題である。シャルピー衝撃試験は材料の靱脆性を判断する最も広く使用されているものである。しかしつねに規格に定められた標準の試験片が採取できるとは限らないし、同様の要求は試験機の側からもありうる。

著者らは規格以外の寸法の試験片による衝撃試験を行うに先立ち、この試験の衝撃の際の挙動を調べる必要を

感じた。従来のこの種の研究は、最近の 2, 3 を除けば、主として吸収エネルギーによつて検討されたものである。著者らは試験に際しての応力-歪線図を求めることにした。衝撃試験は試験片の切斷に要する時間が 0.01 ~ 0.0001 s であり、とくに衝撃瞬間には 20 μs 程度の振動挙動が認められるため、測定器の周波数範囲は 100 kc/s 以上のものでなくてはならない。本研究においてこの条件を満足する抵抗線歪計を採用した。試験片は低碳鋼、軟鋼、高クロム・ニッケル鋼などを用いた。

#### II. 実験方法

荷重検出部はシャルピー衝撃試験機の刃部を加工し、2 枚のクロスゲージを表裏に接着して 4 ゲージ法として使用した。(Fig. 1. a) 歪計は交流電圧をブリッジに加える動歪計では搬送周波数が前述のごとき目的のために 500 kc/s 以上となり技術的に不可能であるため、直流電圧を加える広帯域歪計とした。その測定結果は 10 c/s ~ 100 kc/s で ±1.5 db で良好であつた。出力はオシロスコープの垂直軸に入れ、水平軸には出力の一部で起動される単掃引を加えた。この回路に費やされる時間は垂直軸の遅延回路により補償される。得られた荷重-時間曲線は、水晶を荷重検出部に用い静電オシログラフにて内部撮影したものとよく一致した。



(a): Impact-force detector attached to the edge of a pendulum.  
(b): Block diagram of the measuring apparatus.  
Fig. 1. Testing apparatus.

ゲージ出力の絶対値はブリッジを静歪計に接続し静的荷重により補正した。

記録された写真は荷重-時間曲線であるが時間の微小な部分では変位は時間に比例していると考えてよい。したがつて次式によつて換算することができる。

$$x = \int_0^t v_0 \cdot e^{-\frac{1}{m} \int_0^t p(t) dt} dt \dots \dots \dots (1)$$

ここで  $x$  は変位、 $v_0$  は衝突時の速度 ( $=\sqrt{2gh}$ )、 $m$  は振子の重量、 $p(t)$  は荷重で荷重-時間曲線を適当に分割すれば近似の曲線に置換えて求めることができる。

#### III. 実験結果

2, 3 の実験結果を以下に示す。Fig. 2 は応力-歪曲線が吸収エネルギーおよび破断様式に対していかなる関係を有するかを知るために軟鋼の V 切欠標準試験片を用