

Fig. 3. Gefüge vor u. nach dem Walzen von Sus 27.

要がある。

文 献

- 1) SIMS: J. Iron & Steel Inst. (U. K.), (1954), p. 393~399.
- 2) EMICKE & LUCAS: Zeitschrift für Metallkunde 34 Jg. (1942), S. 25~38.
- 3) ADB-AWF: VDI-Arbeitsblatt (1954)
- 4) BISRA: The Rolling of Strip, Sheet & Plate (1957)
- 5) 南部: 第11回塑性加工講演会前刷(60'-11-17, 18 京都)
第5回材料試験連合会講演会前刷(61'-9-7, 8 東京)
- 6) 田中, 佐藤: 塑性と加工 2 (1961), p. 143~148

621.7, 025:621.039.8
621.04

(104) スプレー用洗剤の比較および洗液よりの磷酸塩の析出について

(ラジオアイソトープによる鋼板洗滌試験—II)

八幡製鉄所技術研究所 久平貞一郎

○森 久平 貞一郎

Comparison of Detergents for Spray Cleaning and Deposition of Phosphate from the Solution.

(Steel cleaning test using radioisotopes—II)

Hisashi MORI and Sadaichiro TAIRA.

I. 緒 言

近時各社から鋼板スプレー洗浄用洗剤が多数市販されつつあるが、最適のものを選択するため、消泡性試験や表面張力測定と並行して、RI をトレーサーとする洗滌能の比較試験¹⁾を行なうこととした。また磷酸ソーダ系

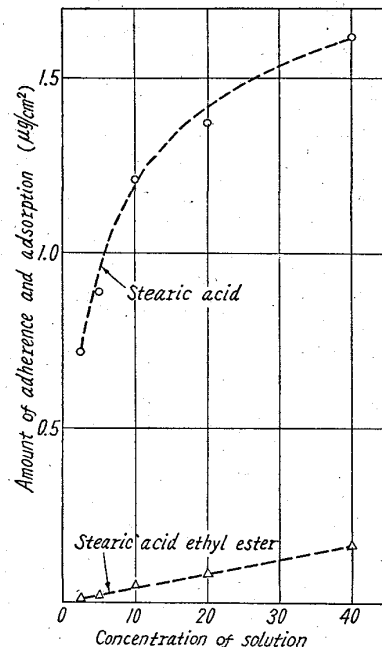
浴からの鋼板への磷酸塩の析出についても、竹本ら²⁾とはほぼ同様な実験を行なったので、結果を報告する。

II. 実 験 法

前報¹⁾で使用した ¹⁴C ステアリン酸は鋼板に化学吸着する。そこで ¹⁴C ステアリン酸 0.5 mc と、脱水後 2 wt% の HCl ガスを吸収させた 2 cc のエチルアルコールとを、還流冷却管をつけた内容積 10 cc のガラス容器に入れて、湯浴中 80°C で 6 h 加熱後、アスピレーターで減圧してエチルアルコールを蒸発させ、¹⁴C ステアリン酸エチルエステルを合成した。*n*-ヘキサン中の ¹⁴C ステアリン酸エチルエステル濃度と、その液に浸漬して引上げたときに付着するものの計数値は、希薄濃度にいたるまで正比例しているの、¹⁴C ステアリン酸エチルエステルの鋼板への化学吸着はないものと判定された (Fig. 1)。放射能測定は前報では GM カウンターを使用した、GM 管窓によつて、¹⁴C の β 線が吸収される難点があつたため、今回は日立製 RDF-3A 型ガスフローカウンターを使用したところ、¹⁴C の計数率は約 50 倍、³²P は約 5 倍に上昇したので、¹⁴C の油への混合率を低下させ、計数時間を

各試片 2 分に短縮することができた。スプレー洗滌試験装置は、2 l 容量のタンクに入れた洗滌液を 1/2 HP 揚程 15 m のポンプで 2 l/mn の速度で循環させ、ほとんど密閉した槽の内部に試片を挿入してスプレー洗滌を行なわせることにより、試片洗滌の際に R. I. が飛散しないようにしてある。

所定時間洗滌後スプレーから取出した試片は、ピーカ内で 2 回上下して水洗し、水切り後乾燥した。流水水洗を行なぬ理由は流水による脱脂をさけるためである。消泡性試験は便法として 100 cc のメスシリンダーに洗剤の 2% 水溶液を入れ恒温槽内で 80°C になるまで加熱し、取り出してゴム栓をして手で激しく 20 回上下に振り、静置後 10 秒たつてから泡-液界面の高さ X と泡の高さ Y とを讀取り、X と Y をもつて消泡性の目安とした。他の実験法は前報に



mg of ¹⁴C stearic acid+280 times of oil A/1 of benzene, mg of ¹⁴C stearic acid ethyl ester+600 times of oil A/1 of *n*-hexane.

Fig. 1. Adsorption of stearic acid or stearic acid ethyl ester on the steel plate.

準ずる。

洗液よりの磷酸塩析出の実験においては、正磷酸の形の ^{32}P を磷酸ソーダ苛性ソーダ系洗剤であるA社の製品2%水溶液に添加した液中で、22mm ϕ のブリキ原板をエーテルで脱脂したものあるいは600番エメリーで研磨後エーテルで脱脂したものを、80°Cで浸漬洗滌もしくは14 A/dm² で anodic or cathodic に電解洗滌した後、十分に水洗乾燥してガスフローカウンターで計数した。既知濃度既知容積の ^{32}P 標識液を同形状の試片に塗付して計数した値から、洗滌時に析出した磷酸鉄重量を算出した。

III. 実験結果と考察

洗剤比較試験として、実験計画時までの試験結果から比較的優良と考えられた4社の製品5種を選び、防錆油AもしくはBを約50 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ に塗油し、洗剤2%水溶液により、80°C5秒のスプレー洗滌もしくは浸漬洗滌を行なった結果を Fig. 2 に示した。図に示した計数値は試片12枚の平均値である。洗滌能を総合的に判定すると、Aが最も優れ、以下、B₁、C、B₂の順序でありDは極めてわるい。消泡性試験の結果は優れたものから順に、A > C > B₁ > B₂ > Dであり、Dは極

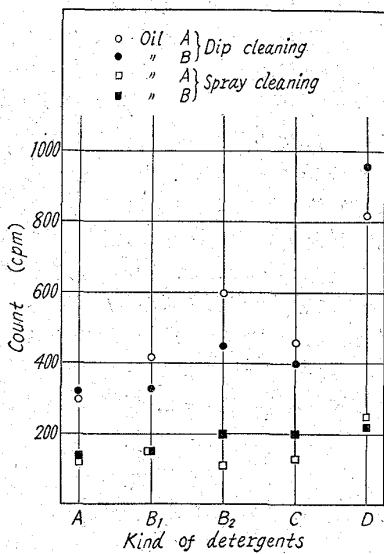


Fig. 2. Comparison of 5 kinds of detergent for spray cleaning.

めてわるい。以上を総合判定すると、スプレー洗剤としてAが最も優れ B₁、C がこれに続き、B₂ はやや劣り、D は極めて悪い。スプレー洗滌における洗剤の優劣順位が、浸漬洗滌におけるものとやや異なるのは、洗滌能の要因である乳化・脱脂・分散・凝集の各要因の軽重がスプレー洗滌と浸漬洗滌の場合とではやや異なるためであろう。防錆油AとBとの比較においても、同様なことが考えられる。洗剤メーカーの使用説明書によれば洗剤の濃度を3~4%と指定してあるものが多いが、前報¹⁾で述べたごとく、オルソ珪酸ソーダ界面活性剤系洗滌液では2wt%で十分であつた。そこでAおよびCの濃度と洗滌能(スプレー洗滌80°C2秒、18枚の試片の平均値)および80°Cにおける表面張力との関係を試験した結果を Fig. 3 に示した。洗滌能は2~2.5%で十分であり、両洗剤とも0.25%で界面活性剤はミセル限界濃度に達していることがわかる。従来の経験によると洗剤によつては界面活性剤を十分に添加していない製品もあるので、検定の際は表面張力を測定して、ミセル限界濃度を確かめておくことが必要である。

磷酸塩析出試験結果を Table 1 に示した。エメリー研磨せるものは研磨を行なわないものに比べて、2.0倍磷酸塩が析出しているが、原因は酸化被膜の有無によるものか表面ア

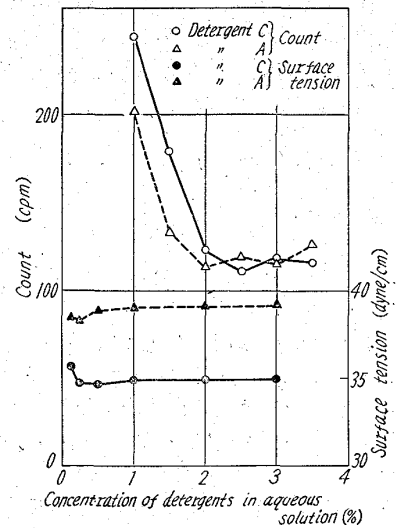


Fig. 3. Effect of concentration of detergents.

Table 1. Deposition of phosphate from the cleaning solution.

Cleaning conditions			Amounts of deposited phosphate	
Cleaning method	Pretreatment of specimen	Cleaning time s	Counts c. p. m	Calculated amounts of $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $\mu\text{g}/\text{cm}^2$
Dip	Without polishing	1	1,521	0.091
		30	1,098	0.065
	Polishing	1,000	892	0.053
		1	2,123	0.126
		30	2,887	0.171
		1,000	1,750	0.104
Anodic	Without polishing	1	2,078	0.124
		10	1,798	0.107
	Polishing	1	3,592	0.219
		10	2,759	0.164
Cathodic	Without polishing	1	2,019	0.120
		10	1,695	0.101
	Polishing	1	3,956	0.236
		10	5,037	0.300

ラサの相違によるものかは不明である。洗滌時間は磷酸塩析出量にほとんど影響していない。浸漬洗滌は電解洗滌に比してやや析出量が少ない。anodic cathodic との差異は判然としないが、これは cathodic がより析出量が多いとする竹本ら²⁾の結果と相違している。析出量の絶対値は $0.1 \sim 0.3 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ の $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ であつて、竹本らの実験における Na_3PO_4 液と $\text{Na}_3\text{PO}_4 + \text{NaOH}$ 液との中間に位置している。EISLER ら³⁾および PRYOR ら⁴⁾の実験結果をも考え合わせると、磷酸塩析出量に最も影響するのは溶液の pH であつて、ほかの要因はこれに比べると小さいと考えられる。

IV. 結 言

従来の洗滌能比較試験法はかなりの労力と時間を要しかつ定量的結果が得られにくい欠点があつたので、¹⁴C ステアリン酸エチルエステルをトレーサーとする洗滌試験法を定め、これにより各メーカーの洗剤の比較試験を必要の都度実施しようになつた。

文 献

- 1) 森, 平: 製鉄研究, 231 (1960), p. 3051~3059.
- 2) 竹本, 周藤, 田村: 鉄と鋼, 47 (1961) 10, p. 1467~1469.
- 3) S. L. EISLER and J. DOSS: Metal Finishing, 52 (1954) 3, p. 60.
- 4) M. J. PRYOR and M. COHEN: J. Electrochem. Soc., 99 (1952), p. 542.

523.423:669.187.45

(105) ダイレクトリーダーの炉前分析への適用

三菱鋼材深川製鋼所

○阿部 吉彦・山田 雄康

Use of a Direct Reader for Analytical Control during Steelmaking Process.

Yoshihiko ABE and Yūkō YAMADA.

I. 結 言

溶解操業時においては操業過程での溶鋼の組成をできるだけ詳しくかつ迅速に知ることが望ましい。ところでこの目的にかなう分析法として最近直読式分光分析装置が盛んに利用され炉前分析に対しても優秀な成果をあげている。そこで本種類の装置を当所の塩基性電気炉操業に適用出来るようつとめてきた結果、U. S. A. の Baird Atomic Inc. のダイレクトリーダーを設置する事によつてほぼ上記の目的を達することが出来たので、次にその使用状況を報告する。

II. 装 置

設置した分光分析装置とその稼働に必要な条件および付帯設備は次のとおりである。

1. 分光分析装置: ダイレクトリーダー
2. 稼働に必要な条件
 - (a) 恒温低湿, 温度: $23 \pm 1^\circ\text{C}$, 湿度: 45% 前後
 - (b) 除震設備
 - (c) 一定電源: 230V, 1 phase, 50 cycles, 80 A.
 - (d) 圧縮空気: 25 CFM.

3. 付帯設備

(a) 試料成型設備

高速度切断機, グラインダー, ベルトサンダー

(b) 気送管 (75mm ϕ 単管往復用)

搬送距離: 560 m, 搬送所要時間: 50s (平均)

試料有効寸法: 37mm ϕ \times 45mm

III. 分析元素およびその濃度範囲

本装置において分析の対象としている元素およびその濃度範囲とスペクトル線は次のとおりである。

P	(0.50~0.005%)	2149 Å
As	(0.60~0.01%)	2288 Å
B	(0.03~0.0001%)	2496 Å
Cr	(7.00~0.01%)	2677 Å
Si	(4.00~0.001%)	2881 Å
Mn	(3.30~0.01%)	2933 Å
Al	(1.60~0.001%)	3082 Å
V	(2.00~0.001%)	3102 Å
Mo-I	(0.15~0.002%)	3132 Å
Sn	(0.60~0.001%)	3175 Å
Cu	(2.00~0.01%)	3274 Å
Ti	(0.80~0.001%)	3372 Å
Zr	(0.50~0.01%)	3391 Å
Ni	(7.00~0.02%)	3414 Å
Mo-II	(3.50~0.05%)	3864 Å
W	(2.00~0.005%)	4008 Å
Pb	(0.50~0.005%)	4057 Å

なお内標準として次のスペクトル線を使用している。

Fe-I (スパーク用)	3227 Å
Fe-II (アーク用)	3536 Å

IV. 分析法および所要時間

1. 試料調製法

炉前で採取し気送管で送つてくる 35mm ϕ \times 40mm の試料を底部から 10~15mm の厚さに高速度切断機で切断し、次いで切断面をグラインダーおよびベルトサンダーにて平滑にして放電面とする。

2. 発光および定量法

炭素電極と一定間隔に試料を装置内にセットし、スパークおよびアーク法にて発光させる。Table 1 は現在使用している発光条件である。

分析値はクロックダイヤル (記録装置) の針の回転時間によつて各元素ごとに示される。所でこの回転時間と含有量間のワーキングカーブにもとづいてクロックダイ

Table 1. Conditions of discharge.

Discharge	Spark	Arc
Pre-exposure time	20 s	5 s
Exposure time	23 s	15 s
Primary current	8.2A	4.2A
R. F. current	12.0A	
Air	25 CFM	
Source capacity	0.002 μfd	
Secondary inductance	16 μh	
Analytical gap resistance	5 megohm	5 megohm
Analytical gap spacing	3mm	2mm
Counter electrode	C, 160°	C, 120°