

(128) 非金属介在物の粒度測定

日本鋼管, 技術研究所

宮下 芳雄・○西川 勝彦

Measurement of Size Frequency Distribution of Nonmetallic Inclusions

Yoshio MIYASHITA and Katsuhiko NISHIKAWA

1. 緒 言

脱酸生成物の核の生成, 凝集, 浮上を研究する場合に, 鋼中の介在物粒子の大きさとその数をなるべく正確に測定する必要がある。介在物粒度測定をもとにして, 溶鋼中におけるこれら粒子の浮上速度を測定する研究¹⁾²⁾が最近すでに報告されている。微粒子の粒度測定には顕微鏡法, 沈降法, 光透過法などの方法があり, 鋼中介在物に関しては顕微鏡法が一般に用いられている。これらの方法はそれぞれ特徴をもち, 条件次第ではかなり正確に粒度を測定し得るが, 測定試料の作成, 測定誤差, 測定上の労力などについて多くの問題点をもっている。

介在物の粒度測定について, 簡単であり, 個人誤差が少なく, かつ絶対値の測定が可能であるような方法をいろいろ検討してきた結果, coulter counter を用いる方法がきわめてすぐれていることについてはすでに指摘³⁾したが, 今回はこの測定器により鋼中の SiO₂ 介在物の粒度を測定する方法および種々の検討結果について報告する。

2. Coulter Counter の測定原理と測定方法

2.1 測定原理

coulter counter は米国の Coulter Electronics Inc. にて開発された粒度測定器であり, その原理図を Fig. 1 に示す。電解液中に細孔 (aperture) を有する隔壁を置き, 両側より電圧をかけた場合の電流はその細孔の抵抗に関係する。この電解液中に微粒子を分散懸濁させ, 粒子を溶液とともに細孔を通過させると, 細孔内では懸濁した粒子の体積分だけ溶液量が少なくなるので, その減少分だけ抵抗が増加し, 細孔の両側においた電極間の抵抗は粒子が通過するごとに瞬間的に増加する。したがって, これを一連の電圧パルスとして取出すことができ, このパルスの数を計数すれば懸濁液中の粒子数を求めることができる。またパルスの高さは個々の粒子の容積に比例するため, パルスの高さよりそれぞれの粒子の大きさを求めることができる。つまり単位体積の懸濁液中に存在している粒子の数と径の大きさを自動的に求めるこ

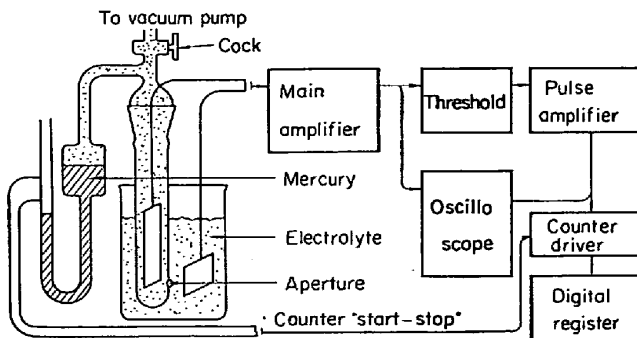


Fig. 1. Diagram of coulter counter.

とができる。

2.2 測定方法

測定しようとする微粒子を 400cm³ 程度のビーカーに入れた電解液中に懸濁させる。電解液は水に NaCl などに加え, 適当な電気電導度をもつようにしておく。測定粒子の大きさを考え, 適当な大きさの細孔を選定し, 水銀マンオメータを作動させて一定体積 (通常 0.5cm³) 中に含まれている粒子を測定する。すなわちコックを閉じると重力によつて水銀は降下し, 懸濁液が細孔を通過して管内に流れ込み, 液中の粒子が細孔を通過するたびに発生するパルスを, 水銀が始動接点から終止点まで移動する期間だけ解析し, 計数することにより粒度を求める機構になつている。測定中は攪拌器にて攪拌するとともに分散剤などを添加し, 粒子の凝集をなるべく防ぐようにする。発生したパルスについてはデスクリミネータにより一定の大きさ以上のパルスのみを選んで積算的に計数していき, 粒子径の知れている均一粒度の標準粒子によるパルスと比較することにより, それぞれの粒子径を算出する。パルスの高さはオシロスコープで直接見ることもできるようになつており, 1 試料の粒度分布を求めるのに 20~30 min の測定時間を要する。

3. 測定の基礎検討

3.1 Al₂O₃, SiO₂ 粒子の測定

Al₂O₃, SiO₂ 粉を 250 メッシュ (半径 30μ) と 325 メッシュ (半径 21μ) とでふるい, 半径がほぼ 20~30μ と大きさのそろつた粒子を作成した。蒸留水に NaCl を加えて電解液を作りこれら粒子を懸濁させて, 200μ の細孔を用いて測定した結果を Fig. 2 に示す。この縦軸は電解液 1cm³ 中に存在する半径 r と r+dr の間の粒子の個数を n'(r)dr とあらわした場合の n'(r) を示している。Fig. 2 にみるように, 各粒子とも下限である 21μ をはみだしているが, 小粒子をふるいにてふるいわけることのむずかしさを考えれば, coulter counter の測定結果はかなり正確なものと考えられる。Fig. 2 において 20μ 以下の個数は全体の数にくらべて無視することはできないが, その重量は全体の重量にくらべて無視してもさしつかえないことがわかる。

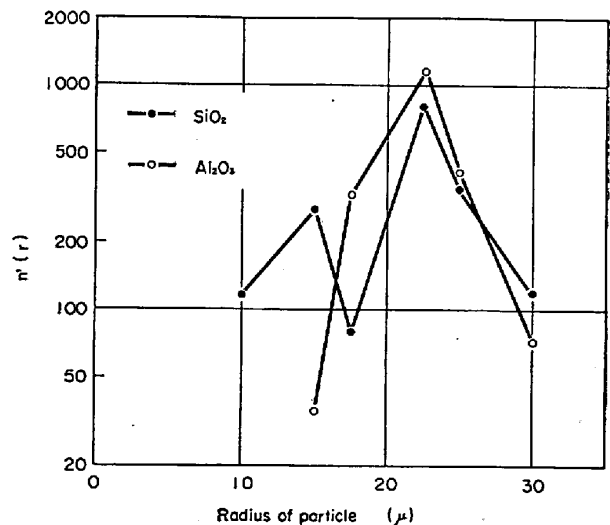


Fig. 2. Number frequency distribution of particles.

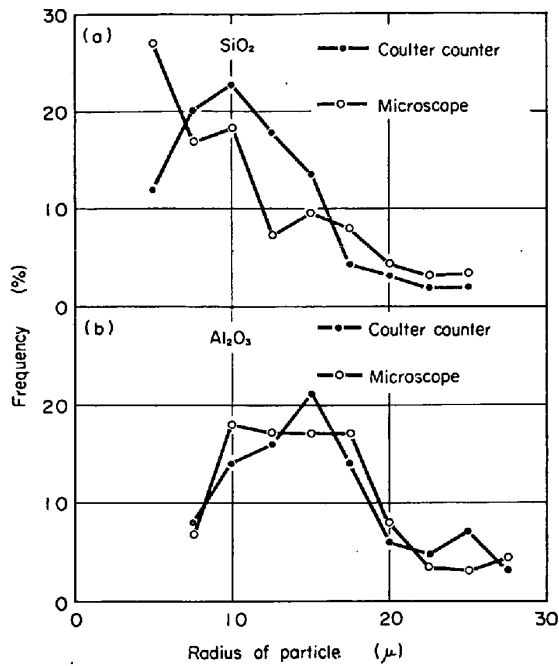


Fig. 3. Frequency distribution of particles obtained by microscope and coulter counter.

Table 1. Amount of particles added to electrolyte and that obtained by coulter counter.

	Amount of particles added to electrolyte	Amount of particles obtained by coulter counter
SiO ₂ (g)	0.246	0.234
Al ₂ O ₃ (g)	0.527	0.584

3.2 顕微鏡法との比較

Al₂O₃, SiO₂ 粒子について, coulter counter による測定と顕微鏡による測定とを比較して Fig. 3 に示す. この結果によると, SiO₂, Al₂O₃ 粒子ともに coulter counter 法, 顕微鏡法とは比較的よく一致しているが, 完全な一致は見られない. これは光学顕微鏡法による測定にも問題があり, 今後検討しなければならない問題の一つと考えられる.

3.3 粒子濃度の定量

coulter counter によると単位体積中に存在する粒子の大きさとその個数を求めることができるから, 粒子の密度がわかっているならばその体積中に存在する粒子の重量を計算できる. 一定容量の電解液へ添加する粒子の重量をあらかじめ秤量しておき, coulter counter により得られた個数に関する粒度分布曲線から重量分布を作成し, 全粒子の重量を算出した結果をまとめて Table 1 に示す. これによると coulter counter によつて得られた粒度が精度のよいものであることを示している. また粒子の粒度分布を測定するために各種測定法を比較検討した研究⁹⁾によつても, coulter counter 法は他の方法にくらべ, いろいろのユニークな点をそなえた有用な粒度測定法であることがわかる.

4. 非金属介在物 (SiO₂) の粒度測定

4.1 測定方法と結果

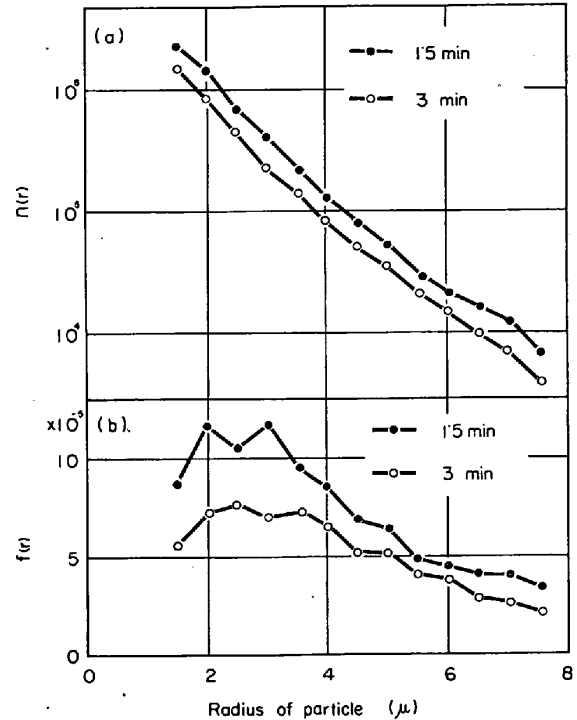


Fig. 4. Number and weight frequency distributions of SiO₂ inclusions.

400 kc 高周波炉を用い電解鉄 1 kg を溶解し, 0.5% の Si を添加して脱酸した後, 鉄試料を吸上げ採取した. 吸上げ試料の表面を研磨し, 約 1 g を硝酸 (1+3) 50cm³ にて加熱溶解後蒸留水 250cm³ を加え, 溶液の電気抵抗を最適の値に調整し, 100μ の細孔を用いて測定した.

鉄 1g 中に存在する半径 r と $r+dr$ の間の介在物の個数を $n(r)dr$, その重量を $f(r)dr$ とすると,

$$f(r)dr = (4/3)\pi r^3 \rho n(r)dr \dots \dots \dots (1)$$

なる関係が成立する. ただし ρ は介在物の密度である. 酸に溶かした鉄試料重量と測定液の体積がわかっているから, coulter counter の測定結果より $n(r)$ を容易に算出することができる. また $\rho = 2.3 \text{ g/cm}^3$ とし (1) 式により $f(r)$ を計算することもできる. このようにして得られた $n(r)$, $f(r)$ を Si 脱酸後 1.5, 3 min の試料について Fig. 4 に示す. これによると, 粒子の数は半径が小さくなるにしたがい圧倒的に多くなるが, その重量に占める割合は半径 5μ 程度をさかいに次第に減少していることがわかる. 100μ の細孔を使用した場合に測定可能な最小粒子の半径は約 1.5μ であるが, 鉄 1g 中に存在する半径 1.5μ 以上の粒子の総数 N は次式によつて求めることができる.

$$N = \int_{1.5}^{\infty} n(r)dr \dots \dots \dots (2)$$

Fig. 4 のデータについて (2) 式を計算すると 1.5, 3 min の試料につきそれぞれ 5.9×10^6 , 4.0×10^6 個となる. 介在物の核の生成, 凝集の研究のためにもこのような絶対値を正確に把握する必要があり, この粒子数および粒度分布を時間をおつて測定することにより, 凝集, 浮上の問題をかなり定量的に表現し得る可能性もある.

Table 2. Oxygen content obtained by vacuum fusion and by coulter counter (%).

	Oxygen content by vacuum fusion (%)	Oxygen content by coulter counter (%)
1.5 min	0.052	0.051
3 min	0.035	0.037

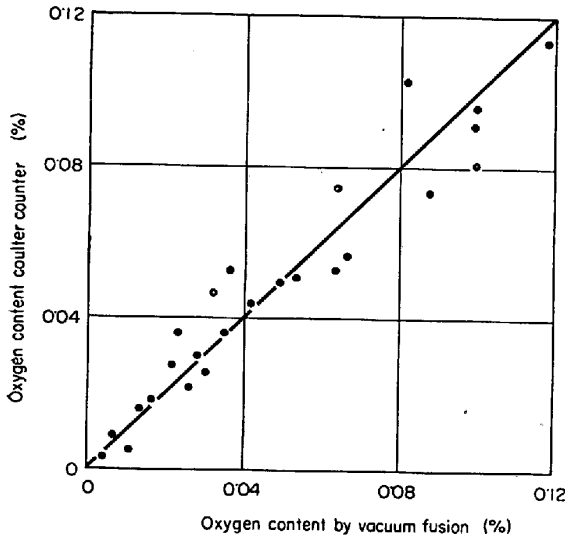


Fig. 5. Comparison between oxygen content obtained by vacuum fusion and coulter counter.

4.2 粒度測定結果の信頼性

鉄 1g 中に存在する SiO_2 介在物の重量 c は次式によって計算することができる。

$$c = \int_0^{\infty} f(r) dr \dots \dots \dots (3)$$

Fig. 4 のデータについて (3) 式を用いて SiO_2 量を求め、この値に相当する酸素量を化学量論的に計算し、真空溶融法による酸素分析値と比較して Table 2 に示す。これよりわかるように、coulter counter にて測定した粒度分布から算出した酸素値は真空溶融法による分析値とかなりよい一致を示している。

SiO_2 介在物を含有するいくつかの鉄試料について、上記のような比較をし、これらをまとめて Fig. 5 に示す。これより、両者はかなりよく一致していることがわかる。このことは、測定液中で介在物粒子の凝集がおきていないとすれば、coulter counter によつて得られた粒度測定結果が正確であることを証明している。測定液の粒子が凝集しにくいように、各種表面活性剤を使用してみたが結果に全く影響がなかつたことから⁵⁾、測定液中における介在物粒子の凝集は無視できることが確認された。

最近光透過法によつて介在物の粒度分布を測定したという報告²⁾もみられるが、光透過法と coulter counter 法を比較した結果、両者はかなり良い一致を示した⁵⁾。このことは光透過法も条件次第では介在物粒度測定に使用できることを意味しているが、counter coulter 法にくらべると不利な条件が多いと考えられる。

5. 結 言

coulter counter によつて鋼中非金属介在物 (SiO_2) の粒度を測定する方法についていろいろ検討してきた結果、この測定器によつて得られた粒度はきわめて信頼度の高いものであり、介在物の粒度を正確に求めるために十分使い得ることを確認できた。本測定器は次のような特徴をもつ。

(1) 測定はすべて自動的に行なわれ、粒度分布だけでなく、単位体積中に存在する粒子の個数をも同時に測定できる。

(2) したがつて、この結果より介在物濃度も求め得る。

(3) 測定試料はきわめて少量でよい。すなわち介在物量にして 0.1~1mg あれば、精度よく測定できる。

(4) 鉄試料を酸で溶解したままの状態でも測定できる。すなわち介在物を溶液から分離する必要がない。

文 献

- 1) 川和, 笹島, 大久保, 郡司: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 531
- 2) 河合, 小林, 赤沢, 足立: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 549
- 3) 宮下, 西川: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 1454
- 4) 粉体工学研究会編: 第3回粒度測定シンポジウムテキスト, (1964), p. 91
- 5) 宮下, 西川: 学振 19 委 8277 (1966)

(129) 鑄鋼による溶鋼の温度降下について

日本鋼管, 鶴見製鉄所

二上菱・松田一敏・安居孝司・○黒岩真一
Temperature Drop of Molten Steel due to Ladle Brick

Kaoru NIKAMI, Kazutoshi MATSUDA
Takashi YASUI and Shin-ichi KUROIWA

1. 結 言

製鋼, 造塊工程における溶鋼温度は製品品質に与える影響が大きいと考えられており, 製鋼炉内, 鑄鋼内, 鑄込流, 鑄型内溶鋼の温度については多くの測定報告がある。しかしながら製鋼炉から出鋼され, 鑄鋼に受鋼された溶鋼を造塊するまでの間での溶鋼の温度降下の大きな要因の一つである鑄鋼レンガの温度, 熱容量については, あまり実測検討がなされていない。そこでこの問題を検討するため, 鑄鋼レンガ内に熱電対を埋め込み, レンガ温度を測定して, レンガ温度と, 受鋼-鑄込み-(保温)-受鋼サイクルとの関係, レンガの溶鋼からの受熱量について調査し, あわせて鑄鋼レンガの相違による影響も検討したのでその概要を報告する。

2. 試 験 方 法

(1) 鑄鋼内張レンガ温度

測定箇所: Fig. 1 参照

①, ③, ⑤は鉄皮の 15~36 mm 内側

②, ④, ⑥は永久張レンガと内張レンガの間にそれぞれ