

## 溶融金属のるつぼ回転振動式粘性測定法

## に関する基礎的研究\*

森田善一郎\*\*・荻野 喜清\*\*・射場 毅\*\*\*

前花忠夫\*\*\*\*・足立彰\*\*

## Fundamental Study on the Viscosity Measurement of Molten Metals by Oscillating Crucible Method

Zen-ichiro MORITA, Yoshikiyo OGINO, Takeshi IBA

Tadao MAEHANA, and Akira ADACHI

## Synopsis:

Knowledge of viscosity of liquid metals and alloys is valuable practically and theoretically, and accurate data should be particularly important on the consideration of the structure of liquid metals and alloys. An accurate measurement of viscosity, however, especially on high temperature such as on liquid iron is quite difficult and most of the data having been obtained may be doubtful in their reliability. For the purpose of carrying out precise measurement of viscosity of liquid metals and alloys at high temperature an improved apparatus for viscosity measurement by oscillating crucible method was made, and through the experiments using this apparatus some fundamental problems on the viscosity measurement were analytically examined and discussed.

The main results obtained are summarized as follows:

(1) From an analysis of the oscillation modes on distilled water, *n*-heptane and liquid mercury, it was concluded that oscillation periods shorter than about 4 seconds should not be employed for the measurement because of the occurrence of the irregular flow in liquid. The most reliable result was obtained at the periods of about 7 seconds on present apparatus.

(2) The atmosphere used in the viscosity measurement is very important factor affecting the accuracy of the measurement especially at high temperature. Although Ar was inadequate for this purpose on account of its large disturbing effects on the oscillation, in He atmosphere these effects were remarkably small. Therefore, the use of He was considered to be preferable.

(3) From a series of experimental analysis, it was confirmed that under the suitable experimental condition it was possible to measure the viscosity of liquid metals and alloys at high temperature with sufficient accuracy using the apparatus presented in this paper.

..(Received Mar. 19, 1970)

## 1. 緒 言

溶融金属および合金の粘性は、製錬・鋳造などの冶金工程の理解に必要であるのみでなく、溶融金属の構造に関する知見を得る一つの手がかりともなり、理論的にも実際的にもきわめて重要で、古くから冶金学者や物理学者によって研究されてきた。さらに、最近の金属製錬技術の急速なる進歩にとともに、操業面でも正確なる物性値が熱力学的諸数値とともに要求されるようになり、このような背景のもとに粘性の重要性はその認識を深めつつある。

さて従来の液体金属の粘性に関する研究の多くは低融点金属ならびに合金に関するものであり、溶鉄などのよ

うな高融点金属および合金については、測定技術の困難さなどのため最近まであまり研究されていない。ところでこのような溶融金属および合金に関する粘性測定は主としてるつぼ回転振動法によつてなされているが、その結果には測定者による不一致が大きく、信頼性の高い測定値に乏しいのが実情である。この原因を考察するに、粘性測定に付随する技術的諸困難さもさることながら、むしろ測定理論の根底となるべき仮定や境界条件が十分

\* 昭和44年3月、10月本会講演大会にて発表  
昭和45年3月19日受付

\*\* 大阪大学工学部 工博

\*\*\* 住友金属工業(株)小倉製鉄所

\*\*\*\* 大阪大学 大学院

に満足されていない状態のもとで測定が行なわれたのではないかという点で疑問を感ずることが多い。しかし、従来この種の検討に関する報告はきわめて少ない。そこで著者らは、熔融金属の粘性を測定するにあたり、まず測定装置を試作するとともに、それをもとにして本測定法に関する基礎的検討を行なった。

## 2. 粘性測定法および測定原理

一般に液体の粘性測定法としては、細管法、振動法、回転法、落体法、平行平板法などがあり、とくに金属液体のように比較的低い粘度の測定には細管法、振動法、回転法などが用いられている。これらの中で細管法は、HAGEN-POISEUILLE の法則に直接もとづくもので理論的にはもつとも確立された方法であり、測定精度からみてもたしかにすぐれているが、高温では粘度計の材質、機構などの点に問題があるため溶鉄の場合のような高温では使用されず、もつばら低融点金属および合金の測定にその使用は限られている。このようなわけで溶鉄のような高温低粘度融体の粘性測定には、真空あるいは不活性ガス中での測定が容易であり、また試料容器として耐火物るつぼが使用できるなどの利点のため、振動法、とくにるつぼ回転振動法が最適であり、従来この種の測定ではこの方法が多く採用されている。以上の見地より著者らも本熔融金属の粘性測定にるつぼ回転振動法を採用することにした。

さて、るつぼ回転振動法において液体の入った容器に回転振動を与えたとき、その液体の内部抵抗によつてその回転振動は次第に減衰していく。この場合の減衰の度合は対数減衰率として次のように示される。

$$\lambda = \frac{1}{n} \ln \frac{\varphi_0}{\varphi_n} \quad \dots\dots\dots (1)$$

- $\lambda$  : 対数減衰率
- $n$  : 振動数
- $\varphi_0$  : 初期振幅 (最初の振幅)
- $\varphi_n$  :  $n$  番目の減衰した振幅

KNAPPWOST<sup>1)</sup>は振れ振動の微分方程式の解より対数減衰率と粘度との関係を次のように表わした。

$$\lambda \tau^{3/2} = K_0 \sqrt{\rho \eta} \quad \dots\dots\dots (2)$$

- $\lambda$  : 液体の入った容器(るつぼ)の対数減衰率
- $\tau$  : 振動周期
- $\rho$  : 液体の密度
- $\eta$  : 液体の粘性係数
- $K_0$  : 装置定数

そこで(2)式に初期条件(空容器の対数減衰率)を代入することにより、対数減衰率と粘性係数との関係を次

のように表わすことができる。

$$\lambda \tau^{3/2} - \lambda_0 \tau_0^{3/2} = K_1 \sqrt{\rho \eta} \quad \dots\dots\dots (3)$$

- $\lambda_0$  : 空容器の対数減衰率
- $\tau_0$  : 空容器の振動周期
- $K_1$  : 装置定数

また振動の周期は懸垂系 (suspension system) の慣性が大きいときには実際には一定とみなすことができるから、その場合には次式の関係が成立する。

$$\lambda - \lambda_0 = K_2 \sqrt{\rho \eta} \quad \dots\dots\dots (4)$$

- $K_2$  : 装置定数

(3), (4)式からも明らかのように、 $(\lambda \tau^{3/2} - \lambda_0 \tau_0^{3/2})$  または  $(\lambda - \lambda_0)$  と  $\sqrt{\rho \eta}$  との間には直線関係が成立する。したがつてあらかじめ粘度既知の液体によつて装置定数  $K_1$  または  $K_2$  を求めておけば、試料の密度が既知の場合には、対数減衰率  $\lambda$ 、振動周期  $\tau$  を求めることにより粘性係数  $\eta$  を求めることができる。

## 3. 粘性測定装置

るつぼ回転振動法による粘性測定原理にもとづき熔融金属の粘性測定装置を試作した。試作に際して、THRESH<sup>2)</sup>の用いた装置を原形にして検討し、また成田ら<sup>3)</sup>、斎藤ら<sup>4)</sup>、前川ら<sup>5)</sup>、川合ら<sup>6)</sup>の用いた装置を参考にした。本装置作製上とくに留意した点は、

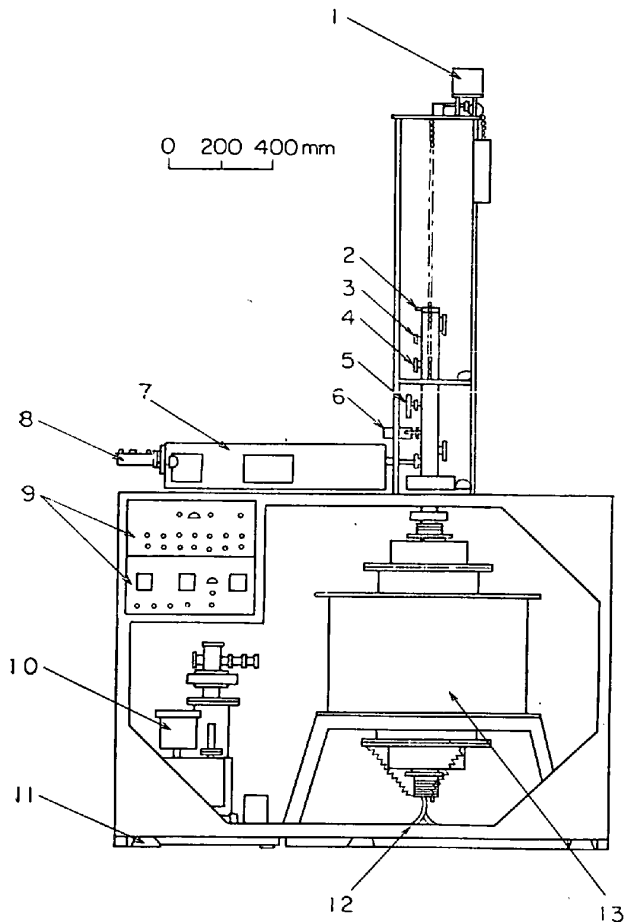
- 1) 懸垂線の内部摩擦、雰囲気粘性に対する寄与、捲線抵抗炉の誘導磁場による減衰などができるだけ小さいこと。
- 2) 雰囲気対流による回転振動への影響が少ないこと。
- 3) 回転振動に横揺れを生じないこと。
- 4) 振動周期、慣性モーメント、るつぼ寸法が適当な大きさであること。

などであり、本装置は以上の諸点を検討のうえ作製した。

本装置の外観図を Fig. 1 に、また装置本体を Fig. 2 に示す。すなわち、本装置は温度調節系(加熱炉、温度制御装置、温度測定装置など)、懸垂系(るつぼ、吊具、慣性体、懸垂線など)、測定記録系(減衰挙動検出用光源、平面反射鏡、カメラ部など)および排気系、雰囲気調節系などから成っている。

### 3-1 温度調節系

加熱炉としてはモリブデン抵抗炉(最大出力: 13.5 kW)を用いた。その概略図を Fig. 3 に示す。モリブデン発熱体は上、中、下、三段にわけられ、それぞれ PID 温度調節装置に接続され温度制御されるようになつており、その制御用熱電対としては Pt6%Rh-Pt30%



- 1 Motor for lifting of oscillation system
- 2 Oscillation starter
- 3 Gas inlet
- 4 Gas outlet
- 5 Geisler tube
- 6 Ionization gauge
- 7 Recording device
- 8 Film holder and camera
- 9 Operation panel plate
- 10 Evacuation system
- 11 Rubber shock absorber
- 12 Gas outlet
- 13 Mo-resistance furnace

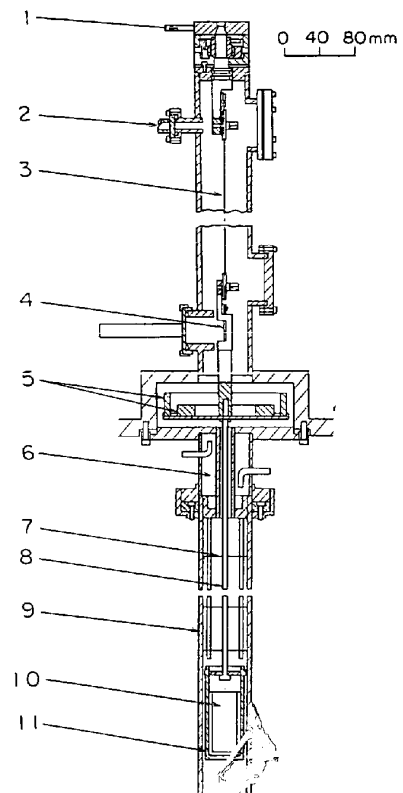
Fig. 1. Outside view of the equipment for viscosity measurement.

Rh 熱電体を用いた。試料の温度測定はるつぼ直下 5~10 mm のところに挿入された Pt 6%Rh-Pt30%Rh 熱電対によりなされる。また、炉内に挿入された反応管内のるつぼの上下に Fig. 2 中 7 で示されるようなモリブデン反射板をそれぞれ 8 枚ずつ取りつけ、るつぼ近辺の温度分布を良好にし、かつ雰囲気ガスの対流をできるだけ防止するように留意した。

### 3.2 懸垂系

#### 3.2.1 るつぼおよび吊具

るつぼ内の液体が回転振動するとき、その体積に比し表面積が大きい場合には、そのメニスカス効果が測定誤差の要因となることが知られている。したがってこの誤



- 1. Oscillation starter
- 2. Gas inlet
- 3. Mo-wire (0.2mmφ)
- 4. Reflection mirror
- 5. Inertia ring
- 6. Water cooling jacket
- 7. Mo-radiation shield
- 8. T-type suspension rod
- 9. Alumina tube
- 10. Sintered alumina crucible
- 11. Mo-crucible

Fig. 2. Schematic diagram of the oscillation system for viscosity measurement.

差を可及的に小さくするためには、試料体積に比して表面積の小さなるつぼの使用が望ましい。そこでこの点を考慮し、るつぼの形状および寸法を決定した。

すなわち、試料溶解用るつぼとしては、外径 27 mm、内径 22 mm、深さ 98 mm の円筒平底型再結晶アルミナ質るつぼ (SSA-S) を、その保護兼懸垂用として外径 35 mm、内径 29 mm、深さ 126 mm のモリブデン製円筒型容器を用い、またその吊具もモリブデン製とした。それらの形状および寸法を Fig. 4 に示す。るつぼおよび保護用容器はその対称性がきわめて重要であることから、モリブデン容器はこの条件を満足するよう高精度に作製され、またアルミナるつぼは測定に際して寸法精度や断面の真円性の良好なるものを厳選して使用した。また実際の測定に先立ち、後述の水銀、蒸留水、*n*-ヘプタンなどによる室温における基礎実験用として、Fig. 4 (c) に示されるような内径がアルミナるつぼと同寸法の精密加工作製された直接懸垂型鉄製るつぼを用いた。すなわち本るつぼの使用により、回転振動時、試料液体の流動を理想的に保つことが可能である。

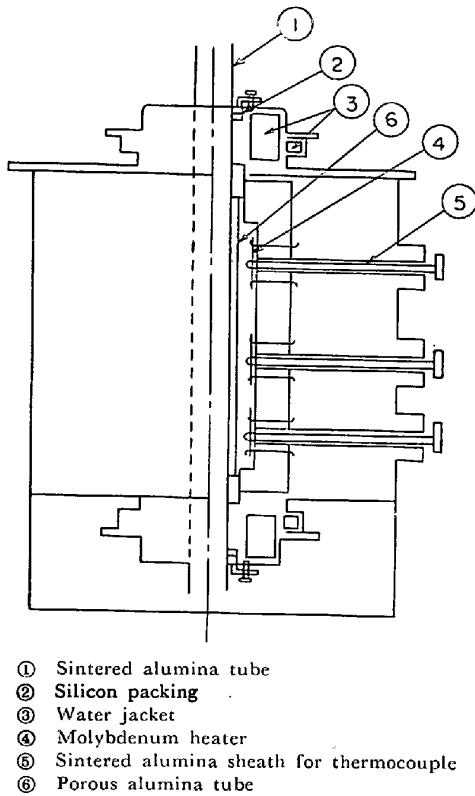


Fig. 3. Schematic diagram of Mo-resistance furnace.

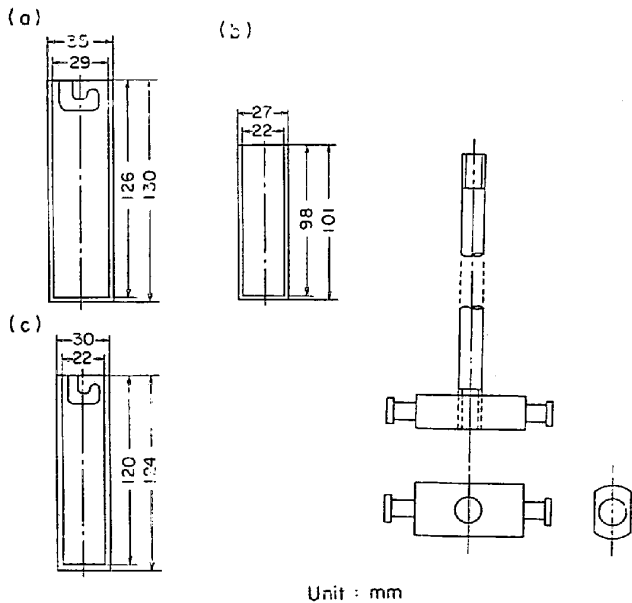


Fig. 4. Crucibles and T-type suspension rod.

3.2.2 慣性体

液体の入つたるつぼに回転振動を与えた場合、懸垂系の慣性モーメントが大きすぎると、液体の粘性による回転振動の減衰が小さくなるために測定精度が低下し、また反対に慣性モーメントが小さすぎると液体の粘性による振動の減衰が大きくなり、測定範囲が著しく狭められ

ることになる。そのため回転振動の慣性モーメントは適当な大きさとなるように留意しなければならない。

さて慣性モーメントは慣性体、吊具、るつぼなどによって定まるが、本装置の場合モリブデン製吊具、るつぼ保護用モリブデン製容器は常に同一物を使用され、また試料装入用アルミナるつぼもほぼ同一形状、寸法、重量のものが使用されるので、実際には慣性体の形および重量によって決定するものと考えてよい。本装置の慣性体は真鍮製で、種々の液体の粘性を測定できるようにするため、慣性モーメントを約 2 000, 3 000, 5 000, 11 000, 20 000, 30 000, 50 000  $g \cdot cm^2$  の 7 種に変えられるようにしてある。慣性体および懸垂線の部分を Fig. 5 に示す。

3.2.3 懸垂線

懸垂線は必要な慣性モーメントおよび懸垂系の重さのもとで適当な振動周期を与えるように材質、寸法を決定しなければならない。材質的には振り振動において塑性歪を残さないような十分な弾性限を有するものでなければならないことはいうまでもない。また懸垂線の内部摩擦は対数減衰率に影響し、測定に誤差をまねくことがある。前川ら<sup>5)</sup>は、懸垂線としてピアノ線、燐青銅線を用いた場合振動の再現性が悪く、タングステン線の0.7 mm

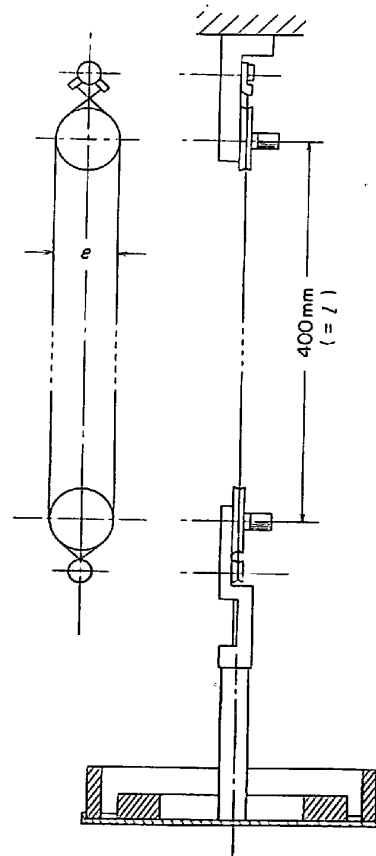


Fig. 5. Suspension wire and inertia ring.

$\phi$ 以下のものであれば再現性もよく良好なる減衰振動を  
すると報告している。

本装置の懸垂線についてはこれらの点を考慮し、これら  
の影響を可及的に小さくするために、Fig. 5に示すよ  
うに、懸垂線を用いるいわゆる“bi-filer”型とした。こ  
のようにすれば2本の懸垂線の振動において懸垂線自  
体の振り角はきわめて小さくなり、したがって上記の  
影響は著しく軽減される。懸垂線としては最初0.3  
mm  $\phi$ のタンゲステン線を採用したが、その後の予備試  
験によりこれよりもさらに0.2 mm  $\phi$  モリブデン線の  
ほうが良好なる結果を得たので、以後懸垂線としてはこ  
のモリブデン線を用いた。ところで“bi-filer”型の場合  
には、2本の懸垂線長さの同一性、振動を与えるハンド  
ル軸の垂直性に十分な注意を払わねばならない。この点  
が十分でないとい振動に異常をきたし、測定誤差の大きな  
要因となる。そのため本装置においては、2本の懸垂線  
は Fig. 5 に示すように滑車を通してつるし、またハンド  
ル軸の部分に特殊な軸受を採用することにより、ハンド  
ル軸の垂直性を調整しうるようにした。

一方、本装置のような“bi-filer”型のものでは懸垂線  
の間隔を調節することにより振動周期を変えることがで  
きる。本装置では Fig. 5 に示すように上下の滑車の寸  
法を変えることにより線間距離の調節すなわち振動周期  
の調節が可能である。この懸垂線の線間距離と周期との  
関係を THRESH<sup>2)</sup>は次式によつて与えている。

$$\tau = 4\pi \left( \frac{I l}{M g e^2} \right)^{1/2} \dots\dots\dots (5)$$

- $\tau$  : 振動周期
- $I$  : 慣性モーメント
- $l$  : 懸垂線の長さ (=400 mm)
- $M$  : 懸垂系の質量
- $g$  : 重力加速度
- $e$  : 懸垂線の線間距離

3.3 測定記録系

減衰振動の記録はランプスケール方式で、目盛(1  
mm間隔)付の湾曲した可動式透明スケール裏面に密着  
したフィルム(35 mm, ASA 100) 面上に、振動軸にと  
りつけられた反射鏡による反射光点の移動軌跡を感光さ  
せる方法を用いたFig. 6にその概略図を示す。すなわち  
本法では、反射光点の軌跡を鮮明に感光させるために、  
光源から出た光線を縦および横方向の2カ所のスリット  
を通して絞り、反射鏡から1 mはなれたフィルム面上に  
0.1 mm 角の大きさで感光させることができ、またその  
光量も調節可能である。記録用フィルムはフィルムホル  
ダーに内蔵され連続的に減衰振動を撮影することができ

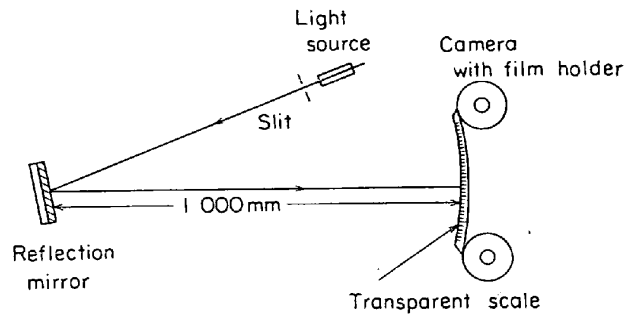


Fig. 6. Measuring and recording device of oscillation behavior.

る。なおこの場合、カメラを静止した状態で撮影すれば  
光点の軌跡は同一面上を移動し、減衰状態を記録するこ  
とはできない。そこで本装置では、カメラを振動周期に  
見合った種々の速度で、駆動モーターにより移動させな  
がら減衰状態を撮影記録できるような機構を採用した。

3.4 その他

本装置は粘性測定を真空中または不活性ガス雰囲気中  
いずれの場合においても実施しうようになっている。す  
なわち懸垂系を含む測定装置本体内部の排気は回転ポ  
ンプおよび拡散ポンプによつて行なわれ、また不活性ガ  
ス(He, Ar)は浄化装置を通して装置本体に導入され  
るようになっている。また本装置は防震ゴム上に設置さ  
れ、測定時の妨害振動を防止しうようにしてある。

4. 測定方法

4.1 測定操作

本装置により液体の粘性測定を実施する場合の操作に  
ついて以下簡単に述べる。

すなわち適当量の試料(測定温度で約30cc)を前述の  
アルミなるつぼに装入、さらに保護用モリブデン容器と  
ともにモリブデン製吊具にセットする。この場合、るつ  
ぼが懸垂線、慣性体、吊具とともに完全に垂直に懸垂さ  
れていなければならない。次にるつぼに回転を与える回  
転ハンドルを操作して振動時に反射光点の振動軌跡が透  
明スケール内に反射されるよう調節する。その後装置本  
体を真空ポンプによつて排気し、続いて系内を不活性ガ  
スで置換し、加熱炉に通電所定の温度まで加熱を行な  
う。試料が所定の温度に到達後測定を開始する。すなわ  
ち回転ハンドルを操作することによつてるつぼに回転振  
動を与え、反射光点の軌跡をフィルムに撮影する。撮影  
したフィルムは現像後プロジェクターを用いて約20倍  
大の大きさに方眼紙上に投影し振幅を測定する。この場  
合フィルム上のスケールの目盛は1 mmであるので、振  
幅を  $\pm 0.05$  mm ( $5 \times 10^{-5}$  rad) の精度で測定するこ  
ができる。

以上のようにして減衰振動の振幅を測定し、次に述べるような方法で対数減衰率を求めた。

4.2 対数減衰率の求め方

回転振動が調和振動を示し理想的に減衰する場合には対数減衰率λは一定となるはずである。したがってこの場合、初期振幅φ<sub>0</sub>とn周期目の振幅φ<sub>n</sub>を求めln(φ<sub>0</sub>/φ<sub>n</sub>)を振動回数nに対してとれば直線関係が成立するはずであり、その直線の勾配は対数減衰率λを示すことになる。そこで本測定では写真撮影結果からφ<sub>0</sub>とφ<sub>n</sub>を求め、log(φ<sub>0</sub>/φ<sub>n</sub>)をnに対してとり、その勾配を最小自乗法によつて求め、それより見掛けの対数減衰率

$$\lambda' = \frac{1}{n} \log \frac{\varphi_0}{\varphi_n} \text{ (ただし } \lambda = 2.303 \lambda') \dots\dots\dots (6)$$

を求めた(以後とλともにλ'をも対数減衰率と呼ぶことにする)。

5. 装置特性に関する検討

試作した装置が熔融金属の粘性測定に対して十分有効であるかどうかを知るため、加熱炉の特性、回転振動の減衰挙動、対数減衰率の精度などにつき検討した。

5.1 加熱炉の温度分布

粘性測定を行なう場合試料液体の温度は均一でなければならない。そこでこの点を検討すべく炉の温度分布を種々の温度において求めた。Fig. 7にその結果の一例を示す。すなわち本例では1500±2°Cの築囲が約12cm得られており、これより試料は十分均熱されうることがわかった。なお本測定結果は、空气中で炉の反応管中に反射板を挿入しない状態で行なわれたものであるので、粘性測定時には、反射板の効果により均熱部はさらにふえ、温度分布状態もさらに良好になることが期待される。

5.2 懸垂線の線間距離と振動周期との関係

すでに述べたごとく本装置では懸垂線のの間隔を調節

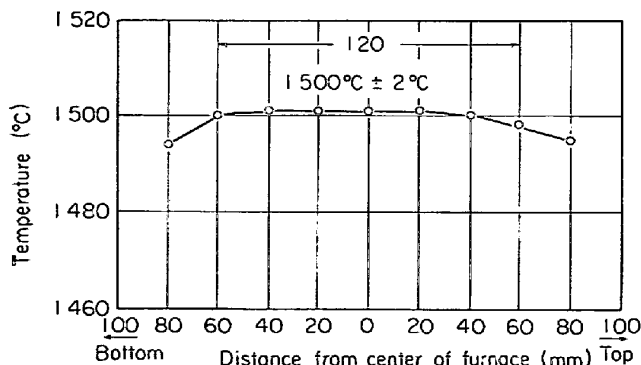


Fig. 7. An example of the temperature distribution of Mo-resistance furnace.

Table 1. Relation between interdistance of bi-filer and oscillation period at room temperature.

Interdistance of bi-filer (mm)		6	10	20	30
Oscillation period (sec)	Blank crucible	10.94	7.20	3.83	2.60
	Mercury	9.58	6.24	3.28	2.20
	Distilled water	10.78	7.16	3.78	2.56
	n-heptane	10.78	7.18	3.79	2.57

することにより振動周期を変えることができる。ところで懸垂線の線間距離と周期との関係は前述の(5)式によつて与えられるが、この関係は本質的には実験により正確に求められねばならない。そこで著者らは水銀、蒸留水、n-ヘプタンを用いて懸垂線の線間距離と振動周期との関係を求めた。測定はいずれも室温、大気中でなされ、試料容器としては前掲の Fig. 4 (c) に示される鉄製のつぼを用い、各試料とも約30ccを使用し、その場合の容器中での試料深さは約80mmであった。また回転振動の慣性モーメントとしては約5000g・cm<sup>2</sup>を採用した。このような条件のもとで、線間距離を6, 10, 20, 30mmとした場合の振動周期を各試料について求めた。なお振動周期の測定は1/10sec精度のストップウォッチを使用して5回実施し、その平均値をとつた。Table 1にその測定結果を示す。

5.3 回転振動の減衰挙動および対数減衰率の検討

5.3.1 室温における検討

装置が粘性測定境界条件を十分満足しうるものである場合にはつぼの回転振動は調和振動を示し、かつ指数関数的に減衰していくはずである。この点を明確にするため、まず前節(5.2)と同様の試料を用い、空るつぼとともに室温における回転振動の減衰挙動および対数減衰率を検討した。すなわち前節の場合とまったく同様の実験条件のもとで、前述(4.1)の操作にしたがって回転振動の減衰挙動をフィルムに記録させ、その結果より対数減衰率を求めた。

Photo. 1は以上のようにして得た減衰振動の記録写真を、一例として水銀および空るつぼの場合について示したものであり、これらはいずれも良好なる減衰挙動を示している。また Fig. 8は上記各試料についての結果から求めたlog(φ<sub>0</sub>/φ<sub>n</sub>)とnとの関係を示したものであり、いずれの試料についても良好なる直線関係を示し、これより減衰振動が粘性測定に必要な調和振動の条件を満足していることがわかる。またこれらの直線の勾配から各試料についての対数減衰率の値が得られるが、これらの値の再現性の一例を水銀試料および空るつぼの場合に

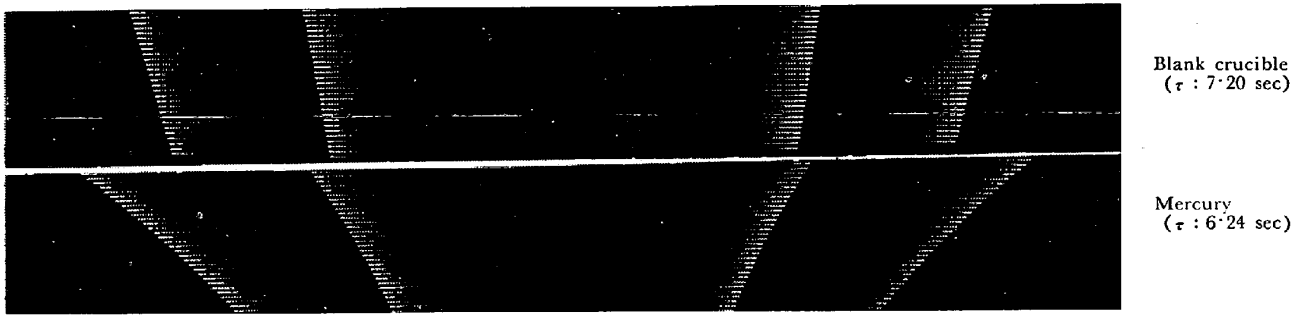


Photo. 1. Oscillation modes on blank crucible and liquid mercury at room temperature.  $\times 1 (5/7)$

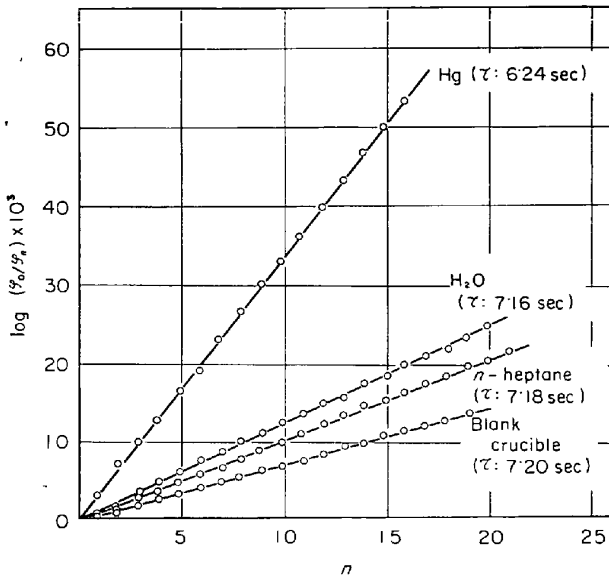


Fig. 8. Relations between  $\log(\phi_0/\phi_n)$  and  $n$  for liquid mercury, distilled water,  $n$ -heptane and blank crucible at room temperature.

Table 2. An example of the reproducibility of logarithmic decrement at room temperature.

Mercury		Blank crucible	
$\tau$ (sec)	$\lambda \times 10^3$	$\tau$ (sec)	$\lambda \times 10^3$
6.23	7.74	7.20	1.64
6.24	7.73	7.19	1.65
6.24	7.76	7.19	1.64
6.24	7.75	7.20	1.65
6.24	7.74	7.20	1.65

つき Table 2 に示す. すなわち対数減衰率の再現性については有効数字 3 桁目に若干の変動がみられるが, 測定精度としてはきわめて良好であるといえる. またこれらの値は対数減衰率としてほぼ妥当であると考えられる.

ただし以上の結果を得るまでには, 振動減衰曲線にときとして不規則な変動が現われることがあつた. 種々検討の結果, これは主として懸垂系の横揺れおよび 2 本の懸垂線がバランスしがたいことによることがわかり, 懸

垂線を  $0.3 \text{ mm } \phi$  のタングステン線から  $0.2 \text{ mm } \phi$  のモリブデン線に変え, また回転始動操作を慎重に行なうことにより解決された.

### 5.3.2 高温における検討

室温における検討に引き続き, 純鉛 (99.99%) および真空溶解純鉄 (鉄鋼基礎共同研究会溶鋼溶滓部会配布試料) を用いて, それぞれ高温液体状態における減衰挙動を検討した. すなわち鉛については  $900^\circ\text{C}$ , また純鉄については  $1543^\circ\text{C}$  の温度で, いずれも  $1 \text{ atm He}$  気流中 (流量:  $< 100 \text{ cc/min}$ ) で測定された. なお温度測定には補正された Pt 6%Rh-Pt 30%Rh 熱電対を用いた. 他の測定条件は前項の実験と同様である.

Fig. 9 に実験結果の一例を示す. すなわち鉛, 鉄いずれの場合も  $\log(\phi_0/\phi_n)$  と  $n$  との間に直線関係が成立し, また対数減衰率の再現性もきわめてよいことがわかり, これらのことから, 本装置は高温における溶融金属

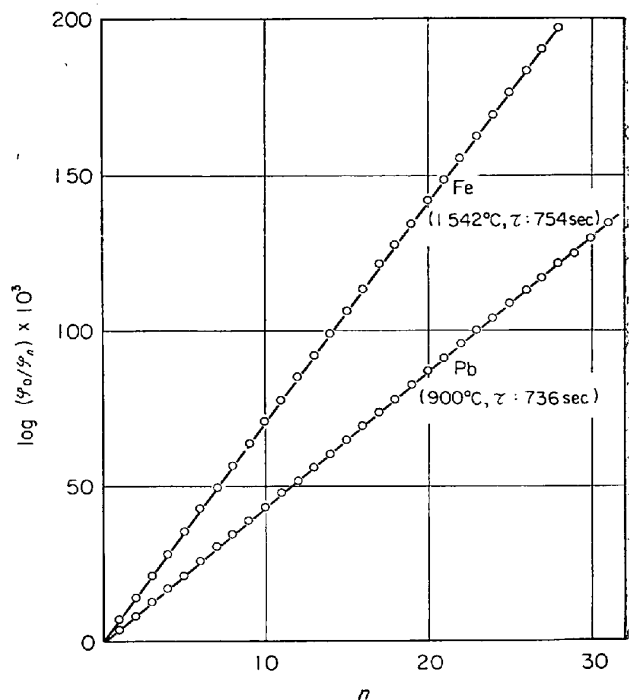


Fig. 9. Relations between  $\log(\phi_0/\phi_n)$  and  $n$  for liquid lead and iron.

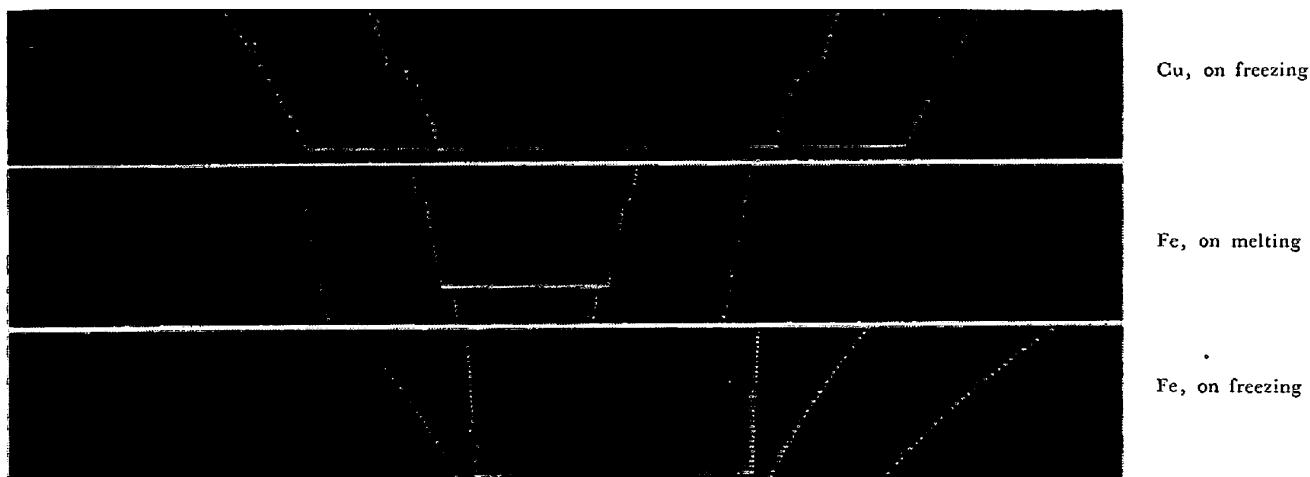


Photo. 2. Some examples of oscillation modes on copper and iron on melting and freezing.  $\times 1 (5/7)$

の粘性測定にも有効であることが判明した。

以上の He 雰囲気のほか Ar 雰囲気中で上記試料とともに錫、銅などの試料についても検討を試みたが、この場合にはいずれも減衰振動に乱れを生じ満足な結果は得られなかつた。これは Ar ガスの対流などに帰因するものと考えられ、この詳細なる検討については後で述べる。

#### 5.4 試料の融点における減衰挙動観察による温度補正

実験時の温度測定に際して、使用熱電対をあらかじめ純金属の融点測定法により補正し正確を期した。ところで本粘性測定では、他の実験にみられるような測定時における融点の直接観察は装置の機構上不可能であり、試料の融解、凝固は温度計の指示温度によつて判断せざるを得ない。そこで著者らは回転振動の減衰率が凝固、融解によつて変化することに着眼し、凝固・融解時の振動の減衰挙動を観察し、それより試料の凝固または融解を確認し、温度補正への一助とした。Photo. 2 に金属の凝固融解時の減衰挙動例を示す。

#### 5.5 対数減衰率と試料体積との関係

粘性測定時の試料体積と対数減衰率との関係をしらべるため、水銀試料を用いてその体積を 0 cc (空るつぼ) から 33.7 cc まで変化させ、対数減衰率を求める実験を行なつた。試料容器としては前述 (3.2.1) のアルミナるつぼを用い、それをモリブデン容器中にセットして使用し、また測定はいずれも室温大気中でなされた。なお本実験における回転振動の慣性モーメントならびに懸垂線の線間距離はそれぞれ  $5000 \text{ g} \cdot \text{cm}^2$  および 6 mm であり、この場合の振動周期は 10.71 sec (空るつぼ) ~ 9.31 sec (試料体積: 33.7 cc) であつた。その他の測定方法については前述の諸実験の場合と同様である。

測定結果より得た  $(\lambda - \lambda_0)$  と試料体積との関係を Fig.

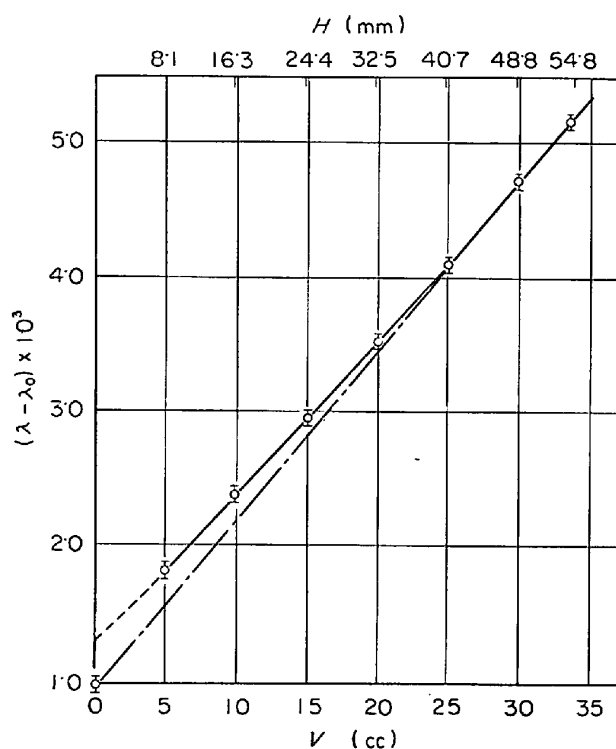


Fig. 10. Relation between  $(\lambda - \lambda_0)$  and volume or height of liquid specimen (Hg) at room temperature.

10 に示す。すなわち  $(\lambda - \lambda_0)$  の値は試料体積とともに連続的に変化し、とくに試料体積約 20 cc 以上では原点を通る直線によくのつており、対数減衰率の変化は試料体積の変化量に比例することがわかる。一方、試料体積約 20 cc 以下では、この関係は原点を通る直線関係より偏移し、その偏移は試料体積が少なくなるにつれて大となり、 $(\lambda - \lambda_0)$  の試料体積 0 cc への外挿値は 0 とはならない。このことは、試料体積 20 cc 以下では前述 (3.2.1) の試料液体のメニスカス効果が現われることによるものと考えられ、したがってこのような条件のもと



では粘性測定に誤差を生ずることになる。この点を考慮し、以下の実験では測定温度で液量をすべて 30cc になるようにして粘性測定を行なった。

さて、液体試料 20cc 以上では対数減衰率に対するそのメニスカス効果を見捨てることができ、この場合対数減衰率は試料体積あるいは試料高さに比例して変化することから、試料の微小体積変化  $\Delta V$  にもとづく対数減衰率の変化  $\Delta \lambda$  を次のごとく示すことができる。

$$\frac{\Delta(\lambda - \lambda_0)}{\lambda - \lambda_0} = -\frac{\Delta V}{V} \dots\dots\dots (7)$$

したがって試料温度が変化し、試料体積に微小変化があるような場合には、この(7)式を用いて対数減衰率の値を補正することができる。後述の実験においても、この関係を利用して対数減衰率の補正を行なった。

5.6 試料重量による振動周期の変化

前節(5.5)の試料体積と対数減衰率との関係を求める実験において、水銀量を 0 cc から 33.7cc まで変化させることにより、懸垂系の重量は約 1300 g から 1750 g まで変化し、これにともなつて振動周期も 10.71 sec から 9.31 sec まで変化した。そこでこの結果にもとづき試料重量と振動周期との関係を考察してみることにする。

さて振動周期  $\tau$  と懸垂系の重量  $M$  との関係は前述の(5)式によつて与えられる<sup>2)</sup>。本実験では慣性モーメント  $I = 5000 \text{ g} \cdot \text{cm}^2$ 、懸垂線の長さ  $l = 40 \text{ cm}$ 、同線間距離  $e = 0.6 \text{ cm}$  であるから、これらの値を(5)式に代入し、その両辺の対数を取り整理すれば

$$\log \tau = -\frac{1}{2} \log M + \left\{ \log 4 \pi + \frac{1}{2} \log \frac{I l}{g e^2} \right\} \\ = -\frac{1}{2} \log M + 2.476 \dots\dots\dots (8)$$

なる関係が導びかれ、 $\log \tau$  と  $\log M$  との間に直線関係が成立し、その勾配は  $-1/2$  となることが期待される。そこで前節の実験で得られた結果を示すと Fig. 11

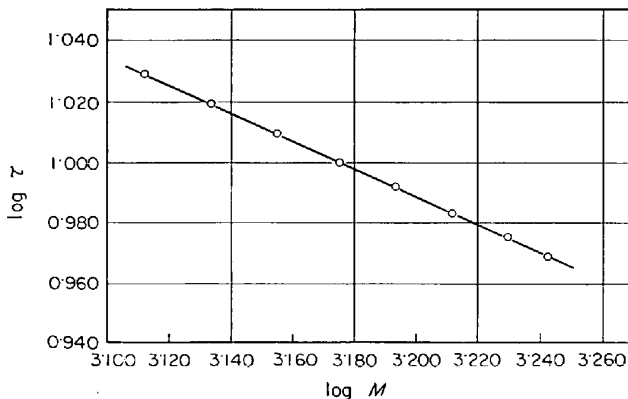


Fig. 11. Relation between  $\log \tau$  and  $\log M$ .

のごとくになり、 $\log \tau$  と  $\log M$  との間に良好なる直線関係が得られた。この関係を式で表わすと

$$\log \tau = -0.4678 \log M + 2.485 \dots\dots\dots (9)$$

となる。この実験式では  $\log M$  の係数は(8)式におけるよりも絶対値がやや小さいが、大体において両式はよく対応しているものと考えてよいであろう。

6. 粘性測定法に関する基礎的検討

すでに述べたように著者らは粘性測定装置を試作し、その構造ならびに特性について検討を加え、本装置を用いて高温における液体金属の粘性測定が十分可能であることを確認した。ところで前述したごとく液体金属のるつぼ回転振動法による従来の粘性測定結果には、測定者によつてかなり差があるようである。たとえば溶融純鉄の粘性に関しては従来 Table 3 に示すような研究がなされているが、それらの結果には Fig. 12 に示すように測定者によつて非常に大きな相違がある。この原因を考察するときまず第一に考えられるのは、Table 3 に示されるように各測定者によつて測定条件が異なつてゐることである。たとえば装置の構造上のことを別にしても、測定の振動周期、測定雰囲気、慣性モーメント、るつぼ形状、試料重量などにかかなり大きな差があり、これらが高温測定の大困難さといつて測定結果に大きな影響を及ぼしているものと考えてよいであろう。

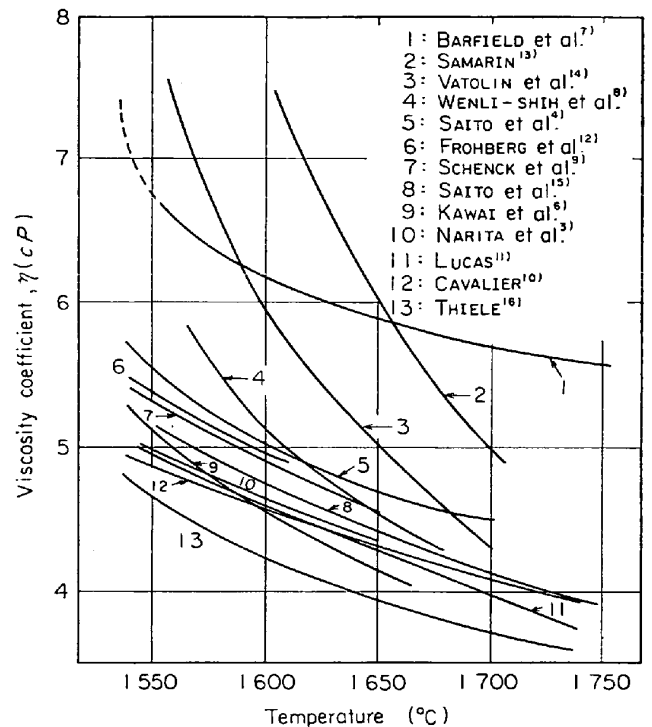


Fig. 12. Viscosity of liquid iron reported by previous investigators.

Table 3. Conditions for viscosity measurement of liquid iron adopted by previous investigators.

Investigators	Temp. range (°C)	Crucible	Atmosphere	Heater	Remarks
BARFIELD et al. <sup>7)</sup> (1955)	1 540-1 855	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	N <sub>2</sub> (+H <sub>2</sub> )	Graphite	Error : ±2% Temp. measure. : {W-Mo Pt20%Rh-Pt40%Rh
THIELE <sup>16)</sup> (1958)	1 450-1 750				
WEN LI-SHIH et al. <sup>8)</sup> (1961)	1 550-1 670	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> I. D. : 20~22mm h : 70 mm	Ar	Graphite	Error : ±10% Oscill. period : 4.8-5.0 sec. Temp. measure. : Pt-Pt.Rh
SAMARIN <sup>13)</sup> (1962)	1 600-1 700	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	He	Graphite	Temp. measure. : Pt-Pt.Rh
SCHENCK et al. <sup>9)</sup> (1963)	1 540-1 650	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ar	Mo	Oscill. period : 6.7 sec
VATOLIN et al. <sup>14)</sup> (1963)	1 550-1 700	Alundum	He	Graphite	Temp. measure. : {W-Mo Pt-Pt. Rh
CAVALIER <sup>10)</sup> (1963)	1 500-1 750	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> I. D. : 22.6 mm	Ar(+H <sub>2</sub> )	Mo	Temp. measure. : Optical pyrometer
LUCAS <sup>11)</sup> (1964)	1 536-1 700	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> I. D. : 22.6 mm	Ar(+H <sub>2</sub> )	Mo	Temp. measure. : Optical pyrometer
FROBERG et al. <sup>12)</sup> (1964)	1 540-1 620	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ar	Mo	Oscill. period : 6.60~6.66 sec
SAITO et al. <sup>4)</sup> (1967)	1 540-1 700	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> I. D. : 26 mm h : 150 mm	10 <sup>-3</sup> mmHg	Graphite	Error : ±2% Oscill. period : 9.0~9.3 sec Temp. measure. : Pt6%Rh-Pt30%Rh
SAITO et al. <sup>15)</sup> (1966)	1 550-1 750	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> I. D. : 12 mm	10 <sup>-2</sup> mmHg	Graphite	Temp. measure. : Optical pyrometer
NARITA et al. <sup>3)</sup> (1967)	1 536-1 650	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> I. D. : 28 mm	Ar	Mo	Bi-filer type, Oscill. period : 7 sec
KAWAI et al. <sup>6)</sup> (1967)	1 550-1 650	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> I. D. : 25.5 mm h : 100 mm	5×10 <sup>-2</sup> mmHg	Graphite	Oscill. period : 20.2 sec Temp. measure. : Pt6%Rh-Pt30%Rh

さて、これら測定条件の中で振動周期および測定雰囲気などは粘性測定上きわめて重要であるにもかかわらずこれらに関する詳細なる検討は従来ほとんどなされていない。そこで著者らはかかる点に着目し、高温における溶融金属の粘性測定を実施するに先立ち、これら粘性測定上の基礎的問題点をとりあげ検討した。

### 6.1 対数減衰率におよぼす振動周期ならびに初期振幅の影響

粘性測定時の振動周期はきわめて重要である。振動周期がきわめて短くなれば一般に液体の流動に乱れを生じ層流条件を満足しなくなる。もちろんこの流れに乱れを生ずる限界周期は装置や液体のレイノルズ数などの特性によつて異なるが、この点に関しては従来の研究ではほとんど検討されておらず、ただ実際測定に際して流動の乱れを防ぐための周期を長くして測定を行なっているも

のが多い。

一方従来の報告<sup>3,5)</sup>によると  $\log(\varphi_0/\varphi_n)$  と  $n$  との間の直線関係は必ずしも減衰振動の全域にわたつて成立せず、したがつてこのような場合対数減衰率に振幅依存性が現われる。その原因についてはるつぽの回転始動時における試料液体の動乱、雰囲気ガスの対流の影響などが考えられるが、いずれにせよそのような状態では信頼できる測定値を得がたい。そこで著者らは以上の点を確認なるべく対数減衰率におよぼす振動周期ならびに初期振幅の影響について検討した。

#### 6.1.1 実験方法

本粘性測定装置は“bi-filer”型であり、懸垂線の線間距離を調節することにより振動周期を変えることができ、このことについてはすでに前節(5.2)で検討し、Table 1の結果を得た。そこで本実験では(5.2)の検討と同種

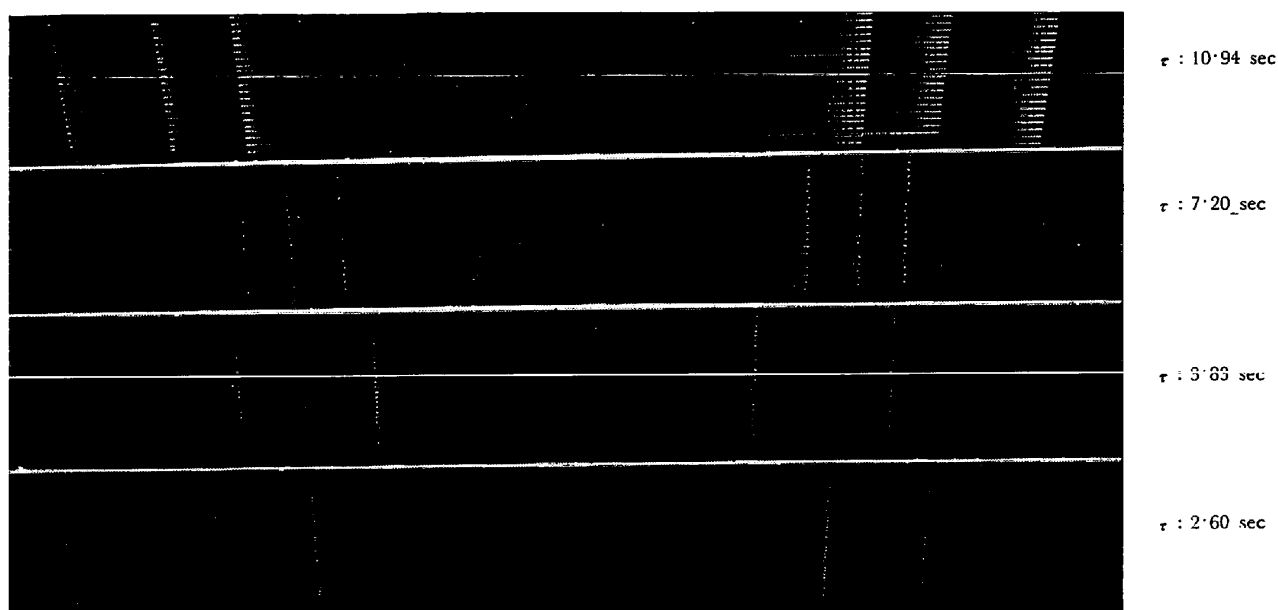


Photo. 3. Oscillation modes on blank crucible in various oscillation periods at room temperature.  $\times 1$  (5/7)

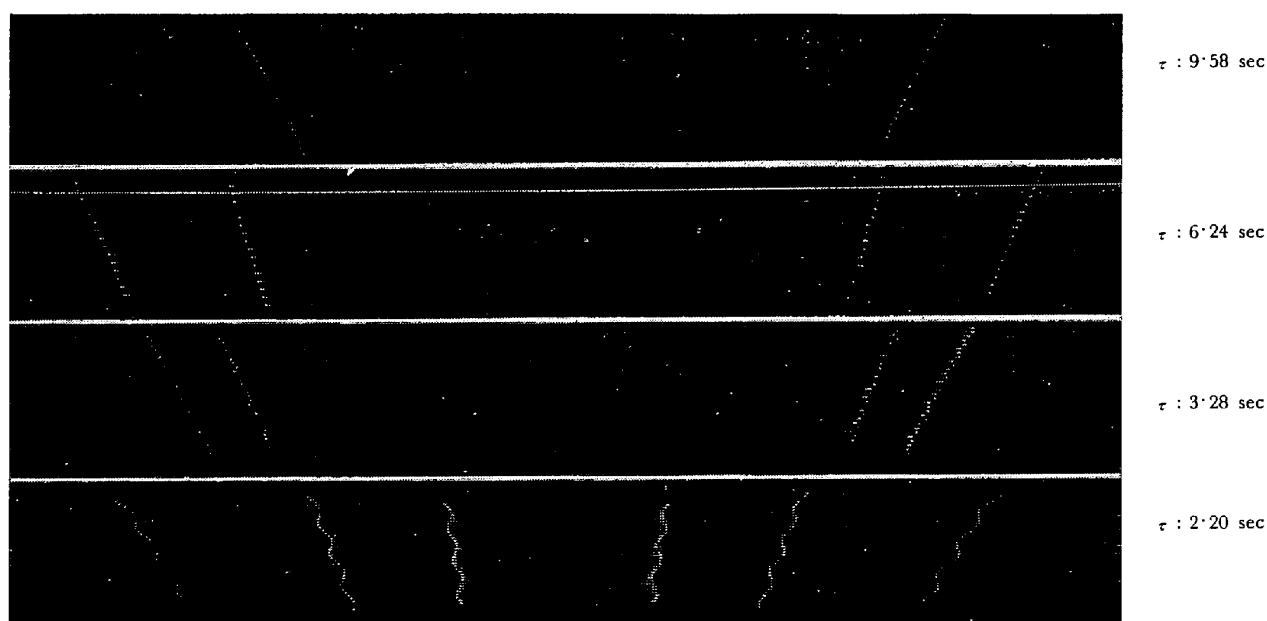


Photo. 4. Oscillation modes on liquid mercury in various oscillation periods at room temperature.  $\times 1$  (5/7)

の試料を用い、同様な測定条件のもとで Table 1 に示された各周期について減衰挙動を観察するとともに一回の振動で異なつた初期振幅について対数減衰率を測定することにより、対数減衰率と振動周期および初期振幅との関係をしらべた。

#### 6.1.2 実験結果および考察

##### (1) 減衰挙動と振動周期との関係

空るつぼ、水銀、蒸留水、*n*-ヘプタンについての減衰挙動記録写真例をそれぞれ Photo. 3~6 に示す。空る

つぼの場合は Photo. 3 からわかるように、振動周期が 10.94sec から 2.60sec に変化しても減衰挙動には何ら不規則性がみられず、いずれも良好なる挙動を示している。次に水銀試料の場合には Photo. 4 からわかるように、周期が 9.58sec, 6.24sec の場合には減衰振動に何ら異常がみられず良好なる減衰を示しているが周期が 3.28sec になると減衰に不規則性が現われ、さらに周期が短くなり 2.20sec になると減衰振動に特異な波状の変動を生ずる。この異常な変動は試料液体の流

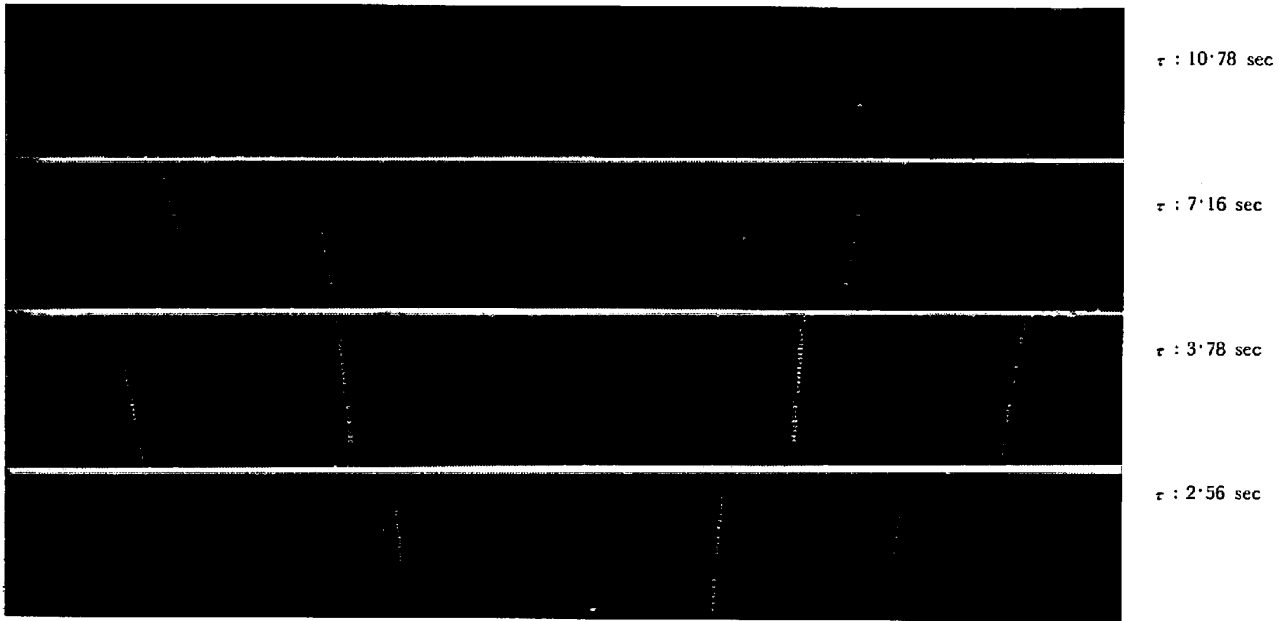


Photo. 5. Oscillation modes on distilled water in various oscillation periods at room temperature.  $\times 1$  (5/7)

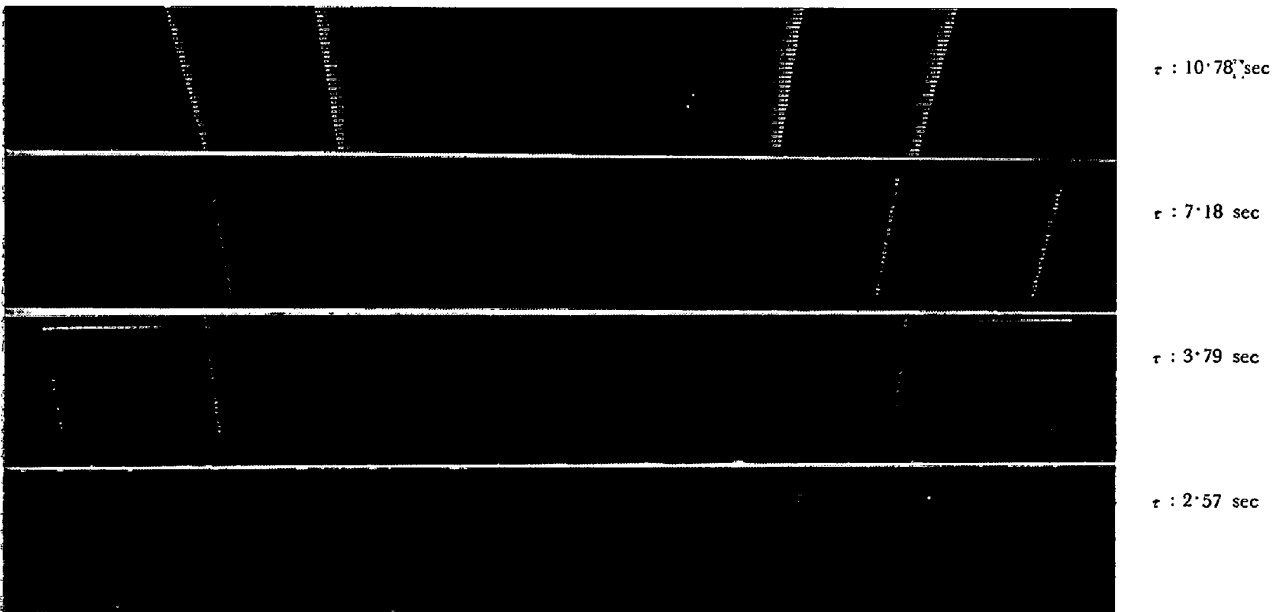


Photo. 6. Oscillation modes on *n*-heptane in various oscillation periods at room temperature.  $\times 1$  (5/7)

動に乱れを生じた結果によるものと考えられる。また蒸留水および *n*-ヘプタンの場合には Photo. 5 および 6 からわかるように、周期を変化させても減衰に何ら異状はみられず、良好なる減衰挙動を示している。

#### (2) 対数減衰率と初期振幅との関係

実験結果から、空るつぼ、水銀、蒸留水、*n*-ヘプタンについての対数減衰率  $\lambda'$  と初期振幅  $\phi_0$  との関係をそれぞれ Fig. 13~16 に示す。すなわちいずれの試料についても  $\lambda'$  の値には若干ばらつきがみられるが、初期

振幅の依存性はほとんどないと考えてよい。また対数減衰率のばらつきは、各試料とも 6~8 sec の周期においてもつとも少なく、10 sec 以上の周期ではむしろ若干大きくなる傾向が認められる。これは長周期の場合には、雰囲気との対流や流動が液体の流動に若干影響を与えることによるものと考えられる。したがって粘性測定条件として周期が過少の場合はもちろん、過大の場合にも測定精度が悪くなり、測定には最適の振動周期が存在することが考えられる。

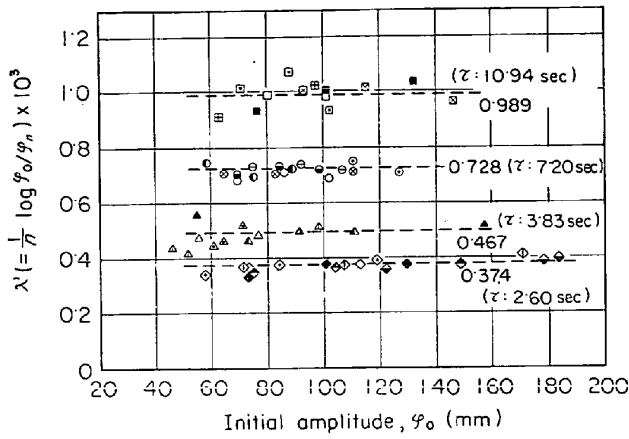


Fig. 13. The logarithmic decrement of blank crucible related to initial amplitude.

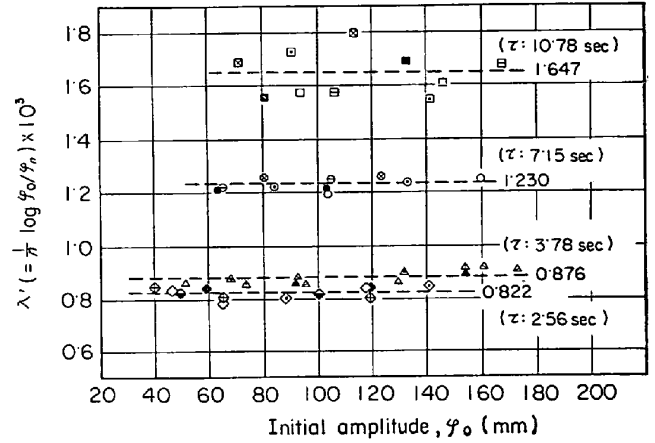


Fig. 15. The logarithmic decrement of distilled water related to initial amplitude.

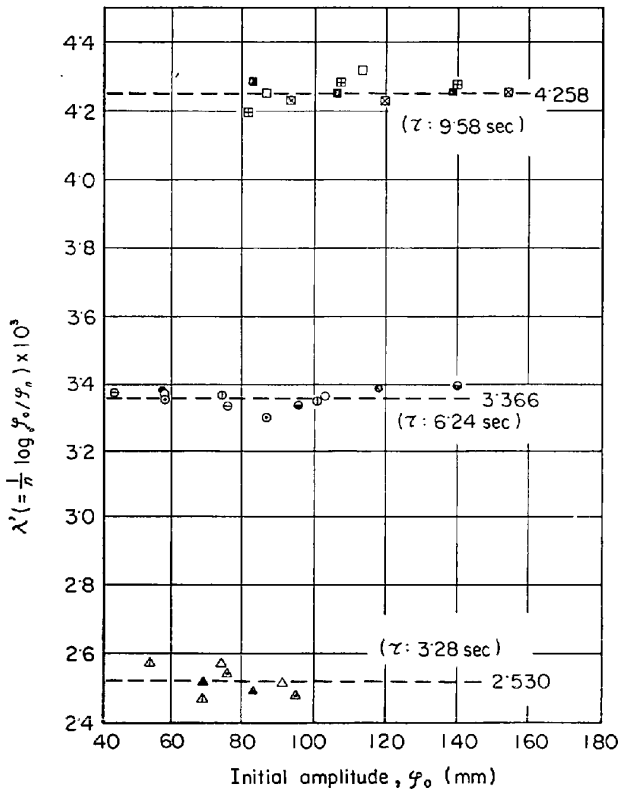


Fig. 14. The logarithmic decrement of liquid mercury related to initial amplitude.

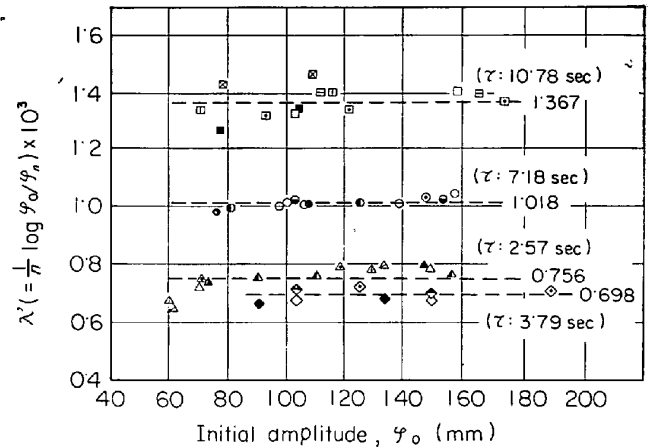


Fig. 16. The logarithmic decrement of n-heptane related to initial amplitude.

$$\eta = \left\{ \frac{I \lambda}{\pi R^3 H Z} \right\}^2 \frac{1}{\pi \rho \tau} \dots\dots\dots (10)$$

$\eta$  : 試料の粘性係数

$I$  : 振動系の慣性モーメント

$\lambda$  : 対数減衰率

$R$  : るつぼの内半径

$H$  : 試料の高さ

$\rho$  : 試料の密度

$\tau$  : 振動周期

$$Z = f(H, R, \rho, \eta, \tau, \lambda)$$

本実験のように同一試料を用いて、同一測定条件で周期のみを変えて対数減衰率を求める場合には、(10)式中  $I, R, H, \rho, \eta$  は一定であるので、この場合には(10)式より次式が導出される。すなわち

$$\lambda^2 = \frac{\{\pi R^3 H\}^2 \pi \rho \eta}{I^2} \cdot Z^2 \tau = A Z^2 \tau \dots\dots\dots (11)$$

ただし

$$A = \frac{\{\pi R^3 H\}^2 \pi \rho \eta}{I^2} \quad ( : \text{定数} )$$

以上、本一連の実験では対数減衰率の再現性および精度は、いずれの試料の場合も6~8 secの振動周期において最も良好であることがわかった。

(3) 対数減衰率と振動周期との関係

次に対数減衰率と振動周期との関係を考察してみよう。THRESH<sup>2)</sup>はROSCOE<sup>17)</sup>の式をもとにして垂鉛の粘性係数を円筒状の密閉るつぼを使用して測定したが、その場合THRESHは粘性係数を次式によって与えた。すなわち、

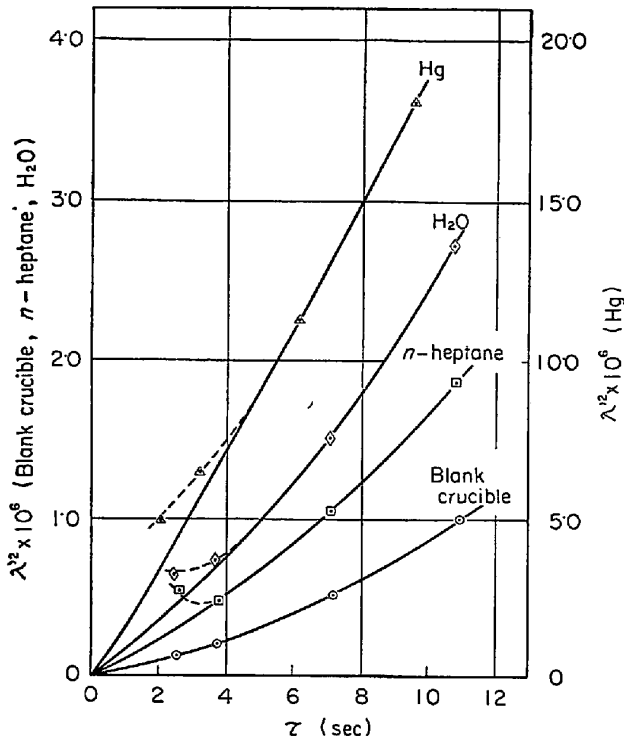


Fig. 17. Relations between logarithmic decrement and oscillation period on various specimens and blank crucible at room temperature.

(10) または (11) 式中の多変関数  $Z$  は実際にはほぼ 1 に等しいことが知られているが<sup>2)</sup>, 当然  $\lambda$  と  $\tau$  により変化するはずであり, したがってこの場合実験結果から  $\lambda^2$  または  $\lambda'^2$  を  $\tau$  に対してとれば原点を通るなめらかな曲線関係で示され, また  $Z$  に対する  $\lambda$  と  $\tau$  の影響を無視しうる場合には  $Z$  は定数となり,  $\lambda^2$  または  $\lambda'^2$  と  $\tau$  との間には直線関係が成立するはずである。

そこで本実験結果 (Fig. 13~16) より求めた各試料および空るつぼの対数減衰率と振動周期との関係を示すと Fig. 17 のごとくになる。すなわち空るつぼの場合には各周期とも (11) 式の関係をよく満足している。これに反して水銀, 蒸留水,  $n$ -ヘプタンでは, いずれも 6 sec 以上の周期の場合には (11) 式の関係がよく成立しているが周期が短くなり 3 sec 以下となると, いずれも (11) 式の関係からはずれてくるのがわかる。これは振動周期が短い場合には液体の流れに乱れを生ずることに帰因するものと考えられる。ただここで興味があるのは, 前掲の Photo. 3~6 の結果からも明らかなように, 水銀の場合はこの Fig. 17 の結果と減衰振動の異常挙動とが対応するが, 蒸留水,  $n$ -ヘプタンの場合には対応しないことである。このことは, 粘性測定時, 振動の減衰挙動が一見調和振動を示しているような場合でも, 振動周期の短い場合には液体の流動に乱れを生じ, その測定結果に誤差

をまねく危険性のあることを意味する。またこの事実から, 従来の研究において振動周期の短い測定結果には, 信頼性の点で問題があるように思われる。

ところで液体流動の乱れを考える場合, 層流乱流の境界条件としてレイノルズ数を問題にすることが多い。一般にレイノルズ数は次式で表わされる。

$$Re = \frac{v\rho r}{\eta} = \frac{vr}{\nu} \dots\dots\dots (12)$$

$Re$ : レイノルズ数

$v$ : 流体の速度

$\rho$ : 流体の密度

$r$ : ある代表的な長さ

$\eta$ : 流体の粘性係数

$\nu$ : 流体の動粘性係数

すなわちレイノルズ数がある限界値 (一般には  $Re \approx 1160$ ) を超えると流動に乱れを生ずることが知られており, (12) 式より明らかなように振動周期が短くなれば  $v$  が大となり  $Re$  は増大し, また同一周期でも試料液体の動粘性係数  $\nu$  が小さければ  $Re$  は大となり, 乱流の傾向は大きくなる。したがって前述のように本一連の実験では, 周期 2~3 sec においては水銀, 蒸留水,  $n$ -ヘプタン各試料とも  $Re$  が増大し流動に乱れを生じたことになり, また同一周期でも水銀の動粘性係数  $\nu$  は Table 4 に示すように蒸留水,  $n$ -ヘプタンのそれぞれ約 1/7, 1/5 程度であり, したがって  $Re$  は大きくなり, 蒸留水,  $n$ -ヘプタンよりも乱流の傾向が大きくなるものと考えられる。また溶鉄の動粘性係数の値は測定者によつて異なるが, 製鋼温度では大体蒸留水,  $n$ -ヘプタンに近い値をとると考えられるので, このことから考えれば, 溶鉄の粘性測定の場合においても, やはり 3 sec 以下の短い振動周期を採用することには問題があるように思われる。

以上の対数減衰率と初期振幅および振動周期の関係についての検討結果をもとにして, 以後の実験では振動周期として約 6~8 sec を採用することにした。

6.2 対数減衰率におよぼす雰囲気および温度の影響

本来の粘性測定においては真空中で測定がなされることが望ましいことはその言をまたない。すなわち真空中

Table 4. The standard values of density, viscosity and kinematic viscosity of standard liquids.

Standard liquid	$\eta$ (cP)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\nu$ (cSt)
Mercury	1.52 <sub>5</sub>	13.5 <sub>3</sub> *	0.1127
Distilled water	0.86 <sub>5</sub>	0.99 <sub>7</sub> *	0.8676
$n$ -heptane	0.39 <sub>2</sub>	0.66 <sub>7</sub> **	0.5790

\*: 18)    \*\*: 19)

では雰囲気ガスの対流や液体表面の摩擦あるいは試料の汚染などの心配がなく、一応良好なる結果が期待できる。しかし反面、たとえば溶鉄のような高温での粘性測定では、液体試料の蒸発、耐火物強度その他高温真空技術上種々の問題点を生じるので、高真空中での測定はきわめて困難である。

このような見地から従来の高温での粘性測定においては、窒素、アルゴン、ヘリウムなどの1気圧または減圧雰囲気を採用されてきた。しかしこれらの場合には上述の雰囲気による諸問題を生じ、測定に悪影響を及ぼす可能性がある。ところでこの種の粘性測定の雰囲気に関する検討は従来ほとんどなされておらず、わずかに前川ら<sup>3)</sup>の研究があるにすぎない。このことはたとえば Table 3, Fig. 12 にみられるように測定雰囲気が各測定者によつて異なり、さらに従来の測定値に大きな差異を生じた一因とも考えることができよう。

そこで著者らは対数減衰率と振動周期の検討結果をもとにして、さらに対数減衰率と雰囲気との関係を検討した。

#### 6.2.1 実験方法

対数減衰率に及ぼす雰囲気および温度の影響をしらべるため、同一試料、同一振動周期のもとで、種々の雰囲気および温度で対数減衰率を測定した。すなわち振動の安定性を増すために固体銅塊 (257 g) を装入したアルミナるつぼを用い、振動周期 7.55 sec で測定を行なつた。実験条件としての雰囲気は真空 ( $10^{-5}$  mmHg)、種

々の圧力下での Ar 封入 (1, 1/2, 1/4, 1/8, 1/16 atm), 1 atm の Ar 気流中, 1 atm の He 封入, 1 atm の He 気流中で、各雰囲気のもとで室温 (14~20°C), 600°, 800°, 1000°C の温度で測定を行なつた。他の測定条件は前項の実験と同様である。

#### 6.2.2 実験結果

(1) 振動減衰挙動に及ぼす雰囲気および温度の影響  
Photo. 7 に室温における Ar 雰囲気 (1/16, 1/2, 1 atm) での減衰挙動の記録を示す。すなわちこの場合はいずれの圧力のもとでも良好な減衰挙動を示している。しかし 600°C 以上の温度になると Photo. 8~9 にみられるように、1/2 atm 以下の減圧下では良好なる減衰挙動を示すが、1 atm の場合には封入、気流いずれの場合も良好なる減衰挙動を示さなくなる。以上より Ar 雰囲気の場合、減圧下では高温でも良好なる減衰挙動を示すが、1 atm になると封入、気流中いずれの場合も高温で減衰挙動に不規則性が現われてくることがわかつた。この不規則性は、Ar 分子は質量が大きくそのため高温では運動量が増大し、対流効果とあいまつて減衰挙動に影響を与えることに帰因するものと考えられる。

次に 1 atm の He 雰囲気 (封入気流) における減衰挙動と温度との関係を Photo. 10 に示す。この場合、600°C, 800°, 1000°C いずれの温度においても良好な減衰挙動を示し、同圧の Ar 雰囲気の場合にみられるような減衰の異常挙動はみられなかつた。この理由は、He は Ar よりも質量が小さく運動量も小さく

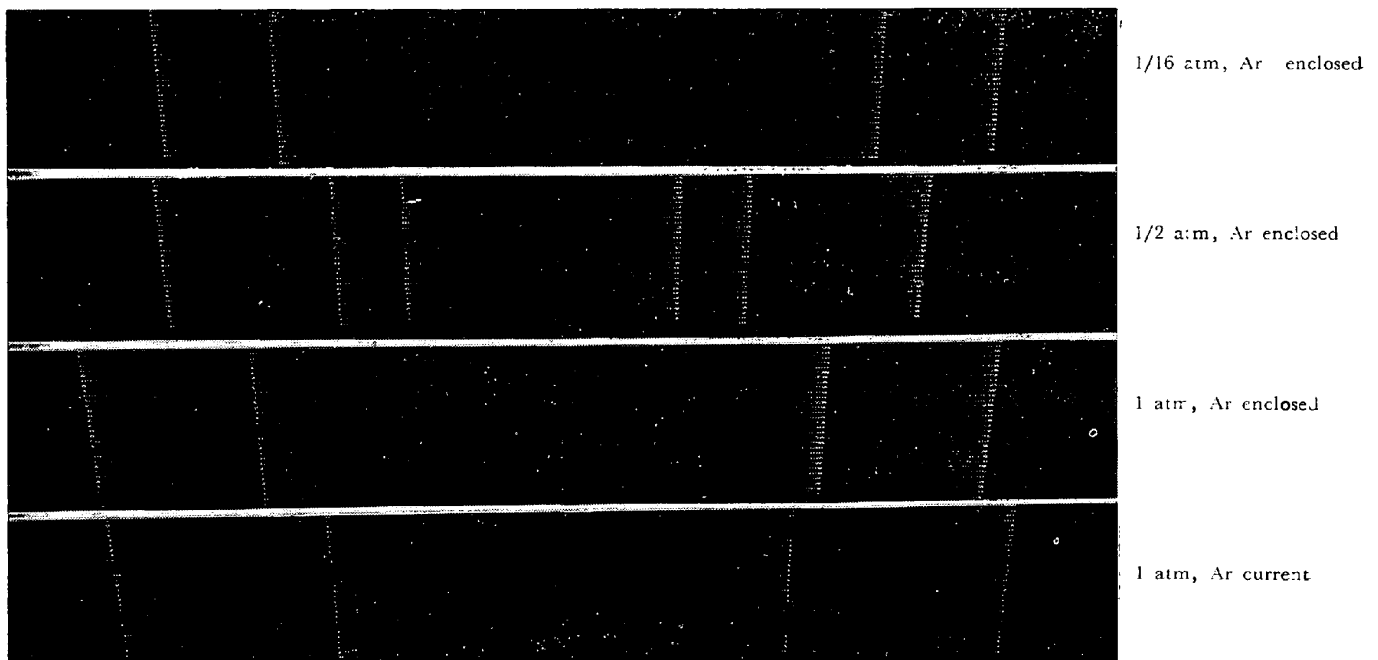


Photo. 7. Oscillation modes of crucible with solid copper as a weight in various pressures of Ar atmosphere at room temperature.  $\times 1$  (5/7)

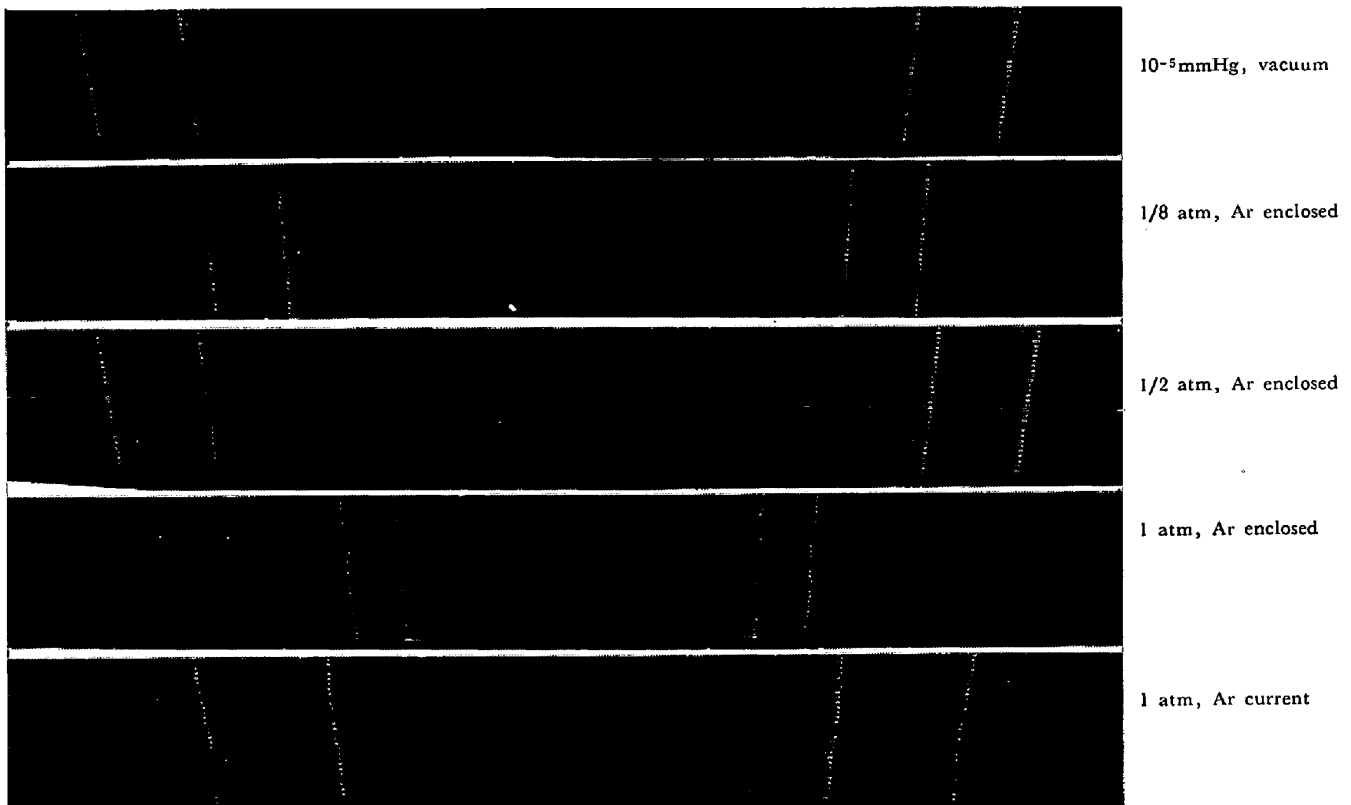


Photo. 8. Oscillation modes of crucible with solid copper as a weight in various pressures of Ar atmosphere at 600°C.  $\times 1$  (5/7)

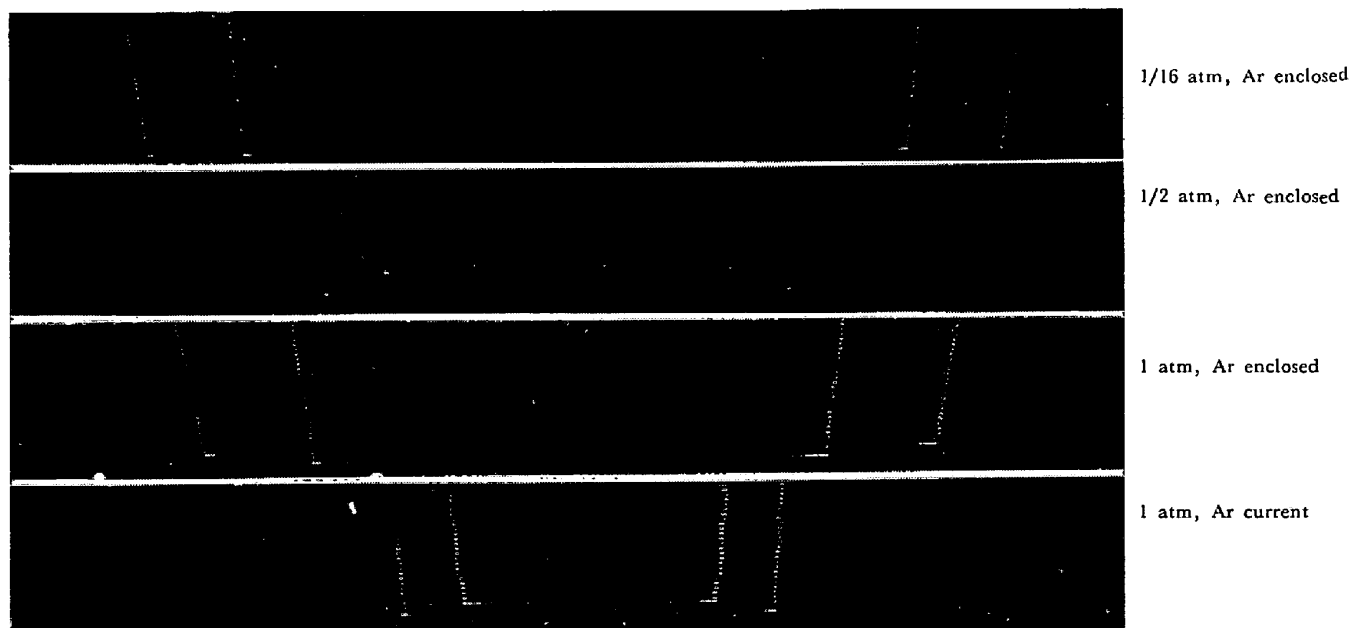


Photo. 9. Oscillation modes of crucible with solid copper as a weight in various pressures of Ar atmosphere at 1000°C.  $\times 1$  (5/7)

高温においても対数減衰率に大きな影響を与えないことによるものと考えられる。

以上のことから考えれば、高温における液体金属の粘性測定雰囲気として 1 atm の Ar を用いた場合には、きわめて不確かな対数減衰率については粘性値を導びく危

険性があり、適当ではないと考えられる。これに反して He を使用する場合には、たとえ 1 atm であつてもその測定値の不確かさは Ar に比してきわめて小さいものと考えてよいであろう。

(2) 対数減衰率と雰囲気および温度との関係



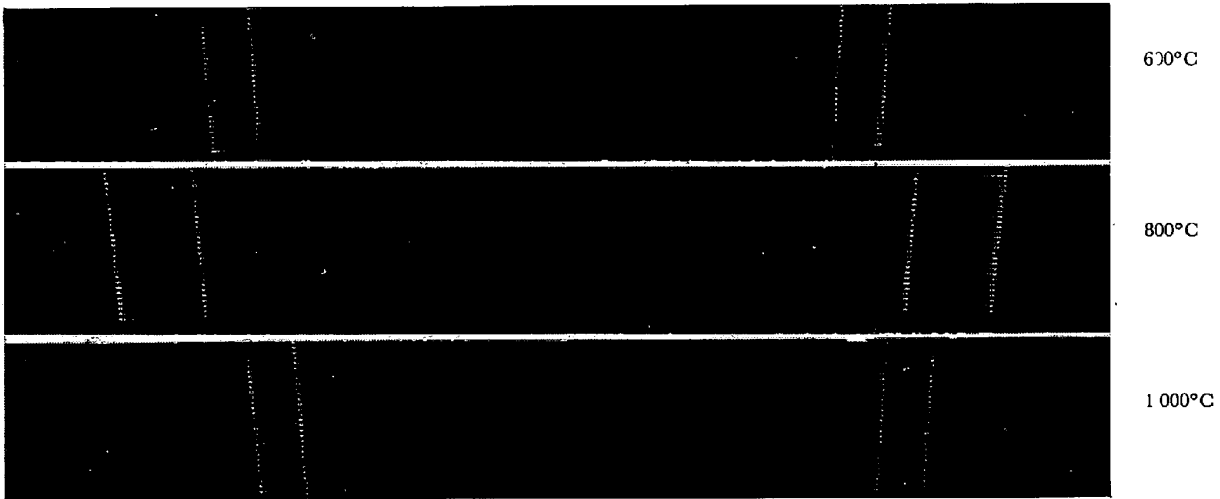


Photo. 10. Oscillation modes of crucible with solid copper as a weight in 1 atm of He current at various temperatures.  $\times 1 (5/7)$

測定記録写真より得た対数減衰率  $\lambda'$  と温度との関係を各種雰囲気について示すと Fig. 18 のごとくになる。また  $\lambda'$  と雰囲気との関係ならびに測定値のばらつきを温度をパラメタとして示すと Fig. 19 のごとくになる。すなわち真空 ( $10^{-5}$  mmHg) の場合には  $\lambda'$  の温度依存性はきわめて小さく、当然のことながら  $\lambda'$  の値も最も小さい。1 atm He 雰囲気では封入, 気流中いずれの場合もわずかに温度依存性がみられ、 $\lambda'$  は温度上昇とともにほぼ直線的に増大している。なお  $1530^{\circ}\text{C}$  の値は固体純鉄塊を用いて得た値である。また Ar 雰囲気の場合には  $\lambda'$  の値ならびにその温度依存性は He の場合よりも大きく、その傾向は  $1/16$  atm から 1 atm へと真空度が下がるにつれて大きくなっている。また  $\lambda'$

の値のばらつきについては減圧下または He 雰囲気の場合にはきわめて少ないが、Ar 雰囲気の場合には温度および圧力とともに増大し、とくに  $600^{\circ}\text{C}$  以上、1 atm の雰囲気では著しく大きなばらつきを示している。このことは高温液体金属の粘性測定を Ar 雰囲気中で行なう場合には、測定条件が満足的でなくきわめて大きな誤差をまねくおそれがあり、また一方 He 雰囲気の使用は良好なる結果を与えるであろうことを物語っている。

ところで Table 5 は溶鉄の粘性測定に関する従来の研究において採用されている雰囲気を示したものであるが、本表にみられるように 1 atm の Ar 雰囲気中で測定されたもののがかなりあり、これらの測定値はかなり大きな誤差を伴っているのではないかと思われる。

以上粘性測定時の減衰挙動および対数減衰率と雰囲気および温度との関係を検討した結果、高温における粘性測定雰囲気としては Ar は適当でなく、真空または He が望ましいことがわかった。しかし真空では前述のような技術上の諸問題点が存在することから、本研究では以後の測定雰囲気としては He 気流を採用することにした。

### 6.3 装置定数に関する検討

るつぼ回転振動法により粘性係数を求める場合、装置定数が正確に求められていなければ正確なる粘度値を得ることが不可能であることはいままでもない。つまり粘性測定時に各るつぼについて(3)または(4)式の関係が成立し、いわゆる検量線が高精度に求めら

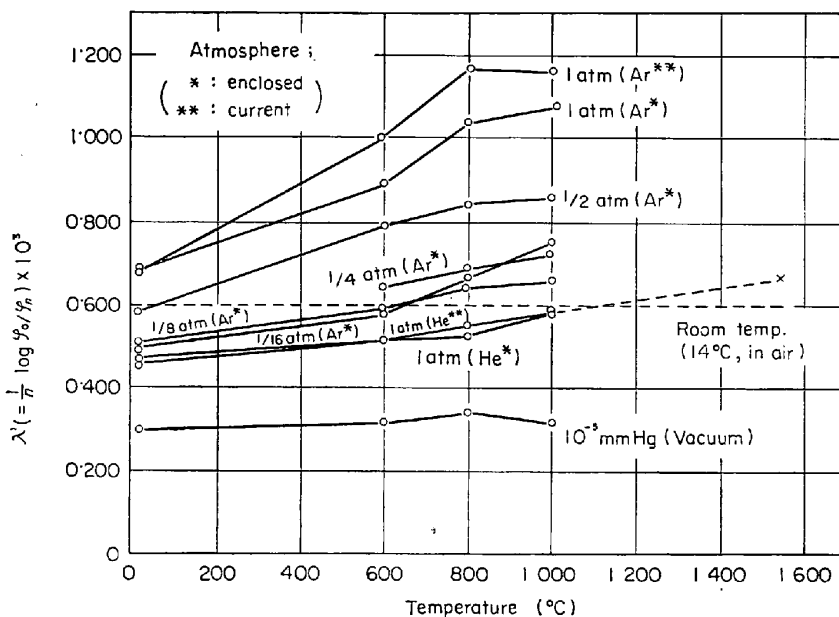


Fig. 18. Effects of temperature on logarithmic decrement,  $\lambda'$ , in various atmospheres.

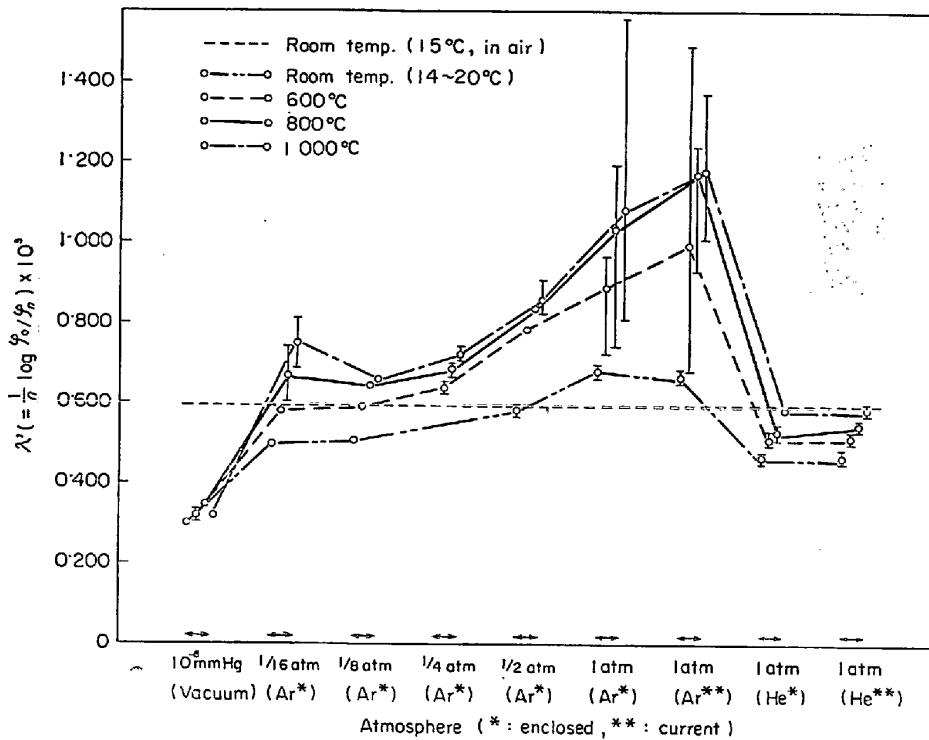


Fig. 19. Effects of atmosphere on logarithmic decrement,  $\lambda'$ , at various temperatures.

Table 5. Atmospheres adopted for viscosity measurement of liquid iron by various investigators.

Investigators	Atmosphere
BARFIELD et al. <sup>7)</sup> (1955)	N <sub>2</sub> (+H <sub>2</sub> )
WEN LI-SHIH et al. <sup>8)</sup> (1961)	
SCHENCK et al. <sup>9)</sup> (1963)	Ar
FROHBERG et al. <sup>12)</sup> (1964)	
NARITA et al. <sup>3)</sup> (1967)	Ar (+H <sub>2</sub> )
CAVALIER <sup>10)</sup> (1963)	
LUCAS <sup>11)</sup> (1967)	Vacuum (10 <sup>-3</sup> mmHg)
SAITO et al. <sup>4)</sup> (1967)	
SAITO et al. <sup>15)</sup> (1966)	
KAWAI et al. <sup>6)</sup> (1967)	
	Vacuum (10 <sup>-2</sup> mmHg)
	Vacuum (5 × 10 <sup>-2</sup> mmHg)

れていることが必要である。従来の測定でもこれに関する検討は試みられてはいるが、得られた検量線については必ずしも満足なものであるとはいえない。本研究では粘性測定時の振動周期と雰囲気を中心に検討を加えてきたが、それらの結果が装置定数にいかん反映されるかを検討するために、以下に述べるような実験を行なった。

6.3.1 実験方法

粘度標準試料として前述の粘度および密度既知の水銀、蒸留水および鉛を用いて検量線を求めた。測定用るつぼとしては前述のアルミナるつぼを使用した。また振動周期は約 7sec であり、その他の測定条件は前項の実験と同様であった。このようにして He 雰囲気中で空るつぼ、水銀、蒸留水については室温で、また鉛の場合は

400, 500, 600, 700, 800, 900°C の 6 つの温度でそれぞれ減衰振動させ対数減衰率を求めるとともに、参考のため Ar 雰囲気のもとで上記試料のほかに錫を用いて減衰振動させ対数減衰率を求めてみた。なお、高温においては試料の密度値を用いて体積増加を求め、(7)式の関係を用いて対数減衰率の補正を行なった。また鉛および錫の標準密度および粘度値としては ROTHWELL<sup>19)</sup> の値を用いた。

6.3.2 実験結果および考察

1 atm He 雰囲気中における  $\lambda\tau^{3/2}$  と  $\sqrt{\rho\eta}$  との関係を示す。すなわち測定点はいずれも従来の研究にみられないようなきわめて良好なる直線性を満足しており、(3)式の関係が高精度に成立し、測定条件が満足的であったことを示している。次に参考のため 1 atm Ar 雰囲気中における  $\lambda\tau^{3/2}$  と  $\sqrt{\rho\eta}$  との関係を示す。この場合、高温における測定値は、前述の Ar ガスの対流、粘性の影響を受けて実際の検量線よりも上方に偏移し、またそのばらつきもきわめて大きく、測定条件が満足でないことを示している。

以上より、本測定装置において周期約 7sec、ヘリウム雰囲気中で測定を行なう場合、高温においてもきわめて高精度のもとに測定が行なわれるであろうことが想像され、また粘性測定時、空るつぼならびに水銀試料についての試験のみでかなり高精度のもとに装置定数を決定し

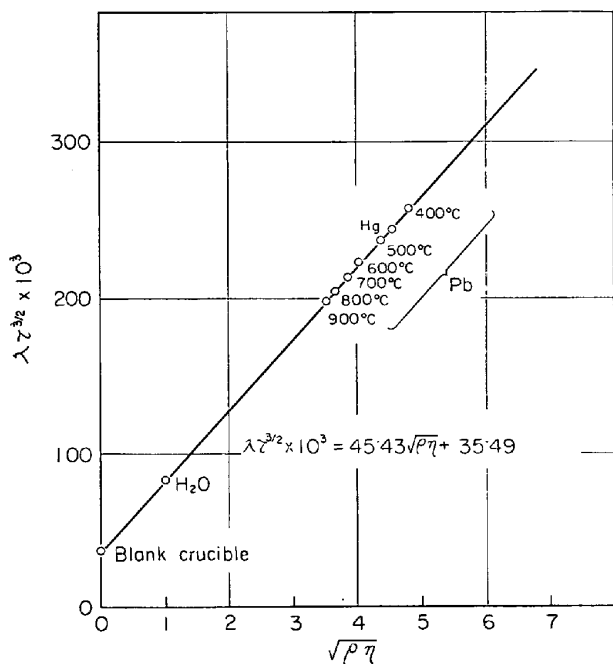


Fig. 20. Relation between  $\lambda\tau^{3/2}$  and  $\sqrt{\rho\eta}$  on standard liquids in He-atmosphere.

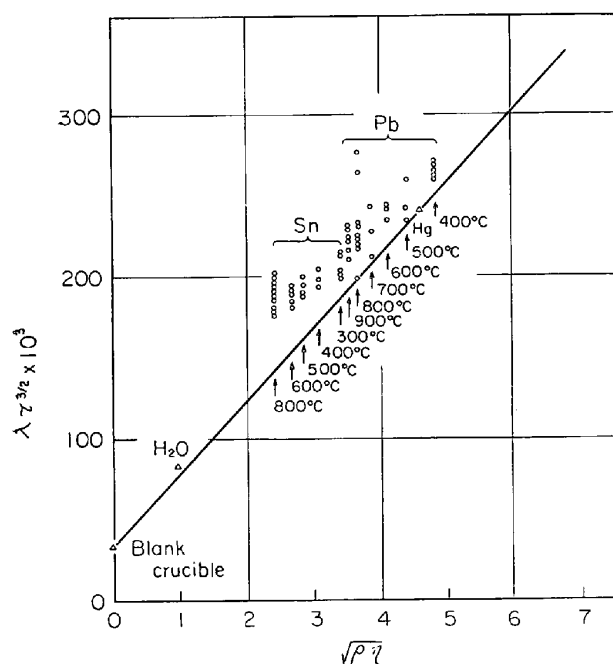


Fig. 21. Relation between  $\lambda\tau^{3/2}$  and  $\sqrt{\rho\eta}$  on standard liquids in Ar-atmosphere.

うるものと考えてよいであろう。

なお、本諸検討結果をもとにして、溶鉄の粘性測定を実施した結果については、次報において述べることにする。

### 7. 総 括

高温液体金属および合金の粘性を高精度に測定するこ

とを目的として、るつぼ回転振動式粘性測定装置を試作し、装置特性を検討するとともに、同装置を用いて粘性測定法に関する基礎的諸問題につき検討した。その結果を要約すれば次のごとくである。

(1) 試作した粘性測定装置は“bi-filer”型で振動周期を約 2~20 sec にわたり任意に変えることができ、また回転振動の記録はランプスケール方式で自動的にフィルム上に感光されるようになっており、高精度のもとに高温液体金属の粘性を測定することができる。

(2) 水銀、蒸留水および n-ヘプタンを用いて減衰挙動と振動周期との関係を検討した結果、本装置における最適振動周期は約 7 sec であり、約 4 sec 以下の短周期では液体流動に乱れを生じ、また 10 sec 以上の長期周期では対数減衰率の値がばらつく傾向を有することがわかった。

(3) 粘性測定雰囲気を検討した結果、Ar ガス雰囲気中で測定を行なう場合、高温においては Ar ガス自身の粘性や対流のため減衰挙動が不規則になり、一方 He 雰囲気中では十分な減衰挙動が得られることが明らかとなった。したがって従来多くの研究者によつて採用されてきた Ar ガスは粘性測定雰囲気としては適当ではなく、He ガスの使用が望ましい。

(4) 本測定装置の装置定数を検討した結果、最適振動周期約 7 sec、He 雰囲気のもとではきわめて精度の高い検量線が得られ、このことから本装置により高温液体金属の粘性を高精度のもとに測定することが可能であることがわかった。

終わりにのぞみ、本研究を遂行するにあたり種々ご鞭撻賜りました日本鉄鋼協会田畑新太郎専務理事、また有益なご助言ご討論いただきました鉄鋼基礎共同研究会溶鋼溶滓部会第 2 分科会の皆様、ならびに粘度標準値の決定にご協力賜りました工業技術院計量研究所粘度研究室の皆様に対し深甚なる謝意を表わします。なお本研究の一部は、科学技術庁試験研究費の援助によつて行なわれたものであることを付記します。

### 文 献

- 1) A. KNAPPWOST: Z. Metallk., 39(1948), p. 314; Z. Phys. Chem., 200(1952), p. 81
- 2) H. R. THRESH: Trans. Amer. Soc. Metals, 55 (1962), p. 790; Trans. Met. Soc. AIME, 233 (1965), p. 79
- 3) 成田, 尾上: 日本金属学会講演概要 (第61回, 札幌), (1967), p. 105
- 4) 斎藤, 中西, 白石: 学振19委 7832 (反応 173), (May, 1965); 日本金属学会誌, 31 (1967), p. 881
- 5) 前川, 中川, 鈴木, 百瀬: 学振 19 委 8269 (反応

- 217), (Sept., 1966)
- 6) 川合, 辻: 学振19委 8696 (第三 165), (May, 1968)
- 7) R. N. BARFIELD and J. A. KITCHENER: J. Iron Steel Inst., 180(1955), p. 324
- 8) WEN LI-SHIH and P. P. ARSENTYÉV: Izv. vuz., Chernaya Met., (1961), 7, p. 5
- 9) H. SCHENCK, M. G. FROHBERG and K. HOFFMANN: Arch. Eisenhüttenw., 34(1963), p. 93
- 10) G. CAVALIER: Compt. Rend., 256 (1963), p. 1308
- 11) L. D. LUCAS: Compt. Rend., 259 (1964), p. 3760
- 12) M. G. FROHBERG and R. WEBER: Arch. Eisenhüttenw., 35(1964), p. 885
- 13) A. M. SAMARIN: J. Iron Steel Inst., 200(1962), p. 95
- 14) N. V. VATOLIN, A. A. VOSTRYAKOV and O. A. YESIN: Fiz. Metal. Metalloved, 15(1963), p. 222
- 15) 斎藤, 渡辺: 日本金属学会講演概要 (第 54 回, 東京), (1964), p. 90
- 16) M. THIELE: Dr. Ing. Dissertation, Berlin(1958)
- 17) R. ROSCOE: Proc. Phys. Soc., 72(1958), p. 576
- 18) 日本化学会: “化学便覧”, (1958), 丸善

- 19) E. ROTHWELL: J. Inst. Metals, 90(1961~62), p. 389

#### 討 論

【質問】 東北大学金研 飯田孝道  
対数減衰率から粘性係数を導出する過程について (理論的根拠)

#### 【回答】

るつぼ回転振動法による粘性係数の測定原理については種々の理論が提出されている\*。また実際の測定においては大別して二つの方法がとられる。一つは THRESH<sup>2)</sup>が行なつたごとく、理論的に導びかれる関係式を用いて対数減衰率、るつぼ寸法、慣性モーメント、振動周期などの値から計算するいわゆる絶対測定であり、他の一つは著者らの実験で行なつたように実験的に決定される装置定数を用いて本文(2)~(4)式から決定する方法である。ところで高温測定においてアルミナるつぼのような十分な寸法精度を期しがたい容器を用いるときは、前者すなわち絶対測定を行なうことは困難であり、一般には後者の方法がとられている。この方法で用いる(2)~(4)式の関係は KNAPPWOST<sup>1)</sup>らが理論的に導びいたもので、多分に近似的なものではあるが一般によく用いられたことが認められている。その理論的根拠については関連文献\*を参照されたい。

\* たとえば文献1), 2), 17)