

(52) 溶鉄の窒素溶解度測定によるSIEVERTS法の検討

東北大学 工学部 石井不夫 萬谷志郎
不破 祐

1 緒言 金属のガス溶解度測定法には、一定容積の反応管内で試料を溶融し、この溶解ガスを導入して溶解度を直接求めるSIEVERTS法(直接法)と平衡到達後、溶融試料から採取した試料中の成分を定量することにより溶解度を求める間接法があり、両者の方法にはそれぞれ異なる測定上の問題差がある。本研究は上述SIEVERTS法における測定上の問題点を明らかにする目的、溶鉄の窒素溶解度を測定することにより、反応管のhot volume(内容積)の大きさの影響、hot volume測定用不活性ガスの種類および窒素を殆んど溶解しないニッケルを試料とした場合¹⁾の検討を行った。

2 実験方法 反応管の構造は着者らが先に報告したものと同様で、透明石英製水冷用=重壁に作られており、反応管出口の冷却水温度を35±1°Cに保つよう冷却水流量を調節する。反応管はhot volumeの影響を検討するため、同一構造で内容積の異なるものを3種を用いたが、そのhot volumeは実験温度1580~1740°Cにおいてアルゴンを用いて測定した場合、No.1:40~45ml, No.2:65~70ml, No.3:85~90mlである。また、hot volume測定用不活性ガスはアルゴンとヘリウムを用いて検討し、鉄およびニッケル試料は約50g、坩堝は市販のアルミナ坩堝(内径17mm,高さ50mm)を用いた。実験操作は、まず試料を反応管内に設置し、水素気流中で溶融した後、反応管内を 10^{-4} mmHgに排気する。その後、窒素を反応管内に導入すると20~25min後には安定した一定値が得られるから、これをその実験温度におけるhot volumeを含む窒素の容積 V_N として測定する。この V_N は低い実験温度から測定し、30~40min毎に温度をあげ各温度における V_N を測定した後、最初の温度まで順次再測定して一連の測定値を確認する。大部分の測定では両者の値はよく一致した。次に再び反応管内を真空にして、アルゴンを導入し、 V_N 測定と同一方法によりhot volume V_{Ar} を測定し、同一温度における $V_N - V_{Ar}$ より溶鉄に吸収された窒素量を得られる。試料は8KVA真空管式高周波加熱で溶融し、温度は炭高温計で測定した。

3 実験結果 反応管内の鉄試料その他の大きさおよび配置を溶鉄の窒素溶解度を測定する場合と同一条件にして、アルゴンとヘリウムによるhot volume V_{Ar} と V_{He} (ml at NTP)を測定した結果を表1に示す。即ち、熱伝導度の大きいヘリウムによる V_{He} はアルゴンによる V_{Ar} より常に大きく、その差を ΔV_{He-Ar} で示した。これは反応管内の温度分布の差違から生ずるもので、高温ほど反応管が大きいほど大きく認められる。次に反応管No.1, No.2, No.3を用いて溶鉄の窒素溶解度(V_N による)を測定した結果を図1に示す。即ち、hot volumeが小さくなるにともない、また高温に保つに随って、No.2, No.3の測定値はNo.1の測定値に徐々に近接していき、使用ガスの熱伝導度の差違のせいでhot volumeは小さいものが望ましい。さらに、鉄をニッケルに代えて V_{He}^Ni と V_{Ar}^Ni を測定したが、溶融ニッケルの窒素溶解度が小さいため、溶融ニッケルに比しhot volumeが大きい場合には、その測定に V_{He}^Ni を用いても差支乏しいようである。尚、反応管内壁に蒸着した金属中の窒素を定量した結果、ガス量として0.08~0.10mlであり、溶鉄50gの窒素吸収量は18~19mlであるから、蒸着物による窒素吸収は重視し得る。

表1 ArとHeによるhot volumeの比較

反応管	1610°C			1670°C		
	V_{Ar}	V_{He}	ΔV_{He-Ar}	V_{Ar}	V_{He}	ΔV_{He-Ar}
No.1	40.55	41.50	0.95	40.05	41.00	0.95
No.1	41.40	42.36	0.96	40.98	41.99	1.01
No.3	86.50	88.65	2.15	85.35	88.15	2.80
No.3	85.10	87.15	2.05	83.91	86.69	2.78

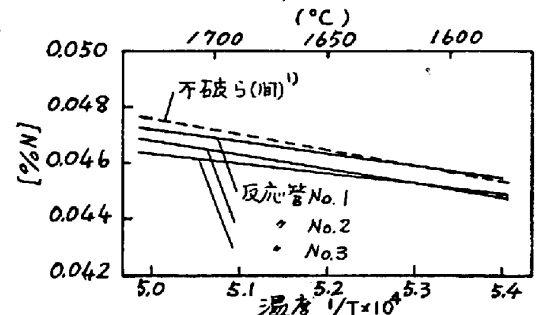


図1 溶鉄の窒素溶解度

文献1) 不破, 萬谷, 石井: 鉄と鋼, 51(1965) 1834