

(298) 定温加熱水素抽出・鋼中フリー窒素定量法におけるコットレル効果の影響

川崎製鉄㈱ 水島製鉄所 工博 遠藤芳秀 畑 俊彦○滝沢佳郎

1. 緒言 前報¹⁾で述べたように定温加熱水素抽出法による鋼中フリー窒素の定量はブロム・エステル法にかわる直接法として有用な方法であるが、サンプリング後長時間試料を放置すると抽出されるフリー窒素量が少くなる現象がある。これについて検討したところ、粉体化された試料中に多くの転位が生じてそこに固溶窒素が固着安定化(コットレル効果)するため加熱抽出時に拡散しにくくなり結果的に抽出フリー窒素量が低下することが明らかになったので報告する。

2. 実験方法 装置は前報と同じくPolaron社製フリー窒素定量装置CA700を用いた。水素ガス流量アルゴンガス流量はともに140ml/minとした。丸棒、板材を金鋸で粉体化した試料を用い、試料粒度を500~250 μ m, 250~177 μ m, 177 μ m以下に分級し、実験に供した。

3. 実験結果及び考察

- (1) 抽出フリー窒素量の低下がコットレル効果によるものか確認するため同一試料をサンプリング後ただちに定量した場合と、サンプリング後不活性ガス中で2時間加熱後定量した場合のフリー窒素抽出曲線の比較結果をFig. 1に示す。試料はA δ N生成を無視できるようにA δ <0.001%のものを用い、抽出温度は450 $^{\circ}$ Cとした。図中の曲線は明らかに異なるが、450 $^{\circ}$ C水素気流中加熱であるからポイズニング効果は考えられず、コットレル効果によるものと思われる。
- (2) コットレル効果の影響をさけるためサンプリング後ただちにフリー窒素抽出をおこない、抽出温度の影響を調べた結果を、Fig. 2に示す。これより400~550 $^{\circ}$ C間では差のない抽出曲線が得られ、サンプリング直後であれば400 $^{\circ}$ C程度の低温でもフリー窒素抽出が可能になったことが明らかになった。
- (3) 抽出温度400 $^{\circ}$ Cで試料粒度とコットレル効果の関係をFig. 3に示す。25日経過した試料は10ppmも低値を示すことがあり粒度間の差よりも大きな差を与えている。
- (4) コットレル効果を定量的に把握するため、Hundyの式： $\log(tr/t) = 4000(1/Tr - 1/T) - \log(T/Tr)$ (tr, t: 温度 Tr, T (Tr<T) で同じ時効を与える時間) を適用したがよい結果は得られなかった。同じ時効を与えるとされた(低温×長時間)と(高温×短時間)では前者の方がより強い時効を与えた。
- (5) 上記実験に用いた全試料についてフリー窒素抽出後ブロムエステル法でA δ Nを定量し、抽出中のA δ N生成を検討したが新たな生成は認められなかった。

4. 結言 定温加熱水素抽出法による鋼中フリー窒素定量においてコットレル効果が影響を与えることを明らかにした。

参考文献 1) 遠藤ら; 鉄と鋼 67(1981)S1100

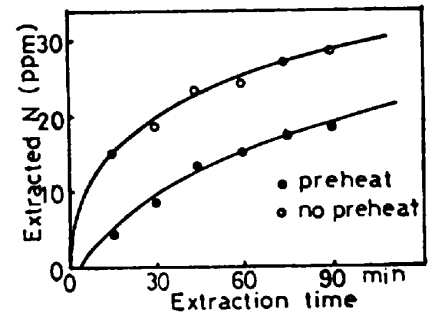


Fig.1 Effect of preheat

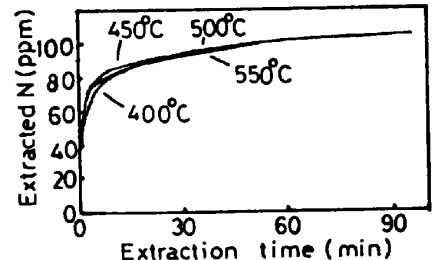


Fig.2 Effect of extraction temperature

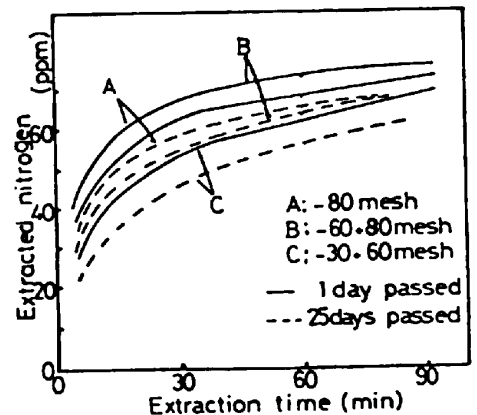


Fig.3 Relation between particle size and extracted Free N