

ばすことは広く知られている。炭素と窒素は水素中焼鈍で容易に取り除くことができ、その影響は詳細に調べられてきた。しかし、酸素は必ずしも容易には取り除かれないため、酸素の影響に関しては十分な研究はなされていない。本研究では水素中で帯溶解して酸素を取り除いた試料と酸素を含む試料の挙動を比較することにより、侵入型元素、特に酸素が鉄の機械的性質にどのような影響を及ぼすかを調べた。

試料：本研究で用いた素材は、公称 99.9% の MRC 社製 VP 鉄と、Johnson-Matthey 社製公称 99.99% の鉄である。試料の処理方法などを以下の表に示す。

試料	素 材	水 素 中 帯 溶 融	焼 鈍	RRR	濃 度 (at. ppm)		
					C	N	O
1	MRC-VP	な し	真 空 中	—	30	56	(>120)
2	MRC-VP	な し	水 素 中	30	(2.6)	(2.3)	120
3	MRC-VP	> 3 回	水 素 中	100	2.6	2.3	3.5
4	J-M	5 回	水 素 中	960	(2.6)	(2.3)	(3.5)

帯溶解は水素プラズマ中で行った。濃度は放射化分析による値で、カッコ内のものは他の試料の測定値からの予想値である。試料 1 はすべての侵入型元素を含み、試料 2 は酸素のみを含んでいる。試料 3 と 4 はいずれも極低濃度の侵入型元素しか含まないが、残留抵抗比 RRR の値からすると、試料 4 は 3 より 1 桁少ない置換型不純物を含んでいる。

結果：本研究によつて、以下のことが明らかになった。

A) 非熱活性化応力

鉄の降伏応力は温度の上昇と共に低下し、室温付近で温度依存性を示さなくなる。この応力レベルすなわち非熱活性化応力は転位に対する障害物の数が少ないほど低くなる。水素中带溶解鉄の非熱活性化応力は、真空中帯溶解した高純度鉄 (RRR > 5 000 ではあるが、酸素を含むと考えられる) の報告値の半分しかない。この結果は、水素中带溶解した鉄の方が、転位運動の障害物の数が少ないことを示しており、これは水素中で帯溶解することにより、有効に酸素が取り除かれたためと考えられる。

B) 降伏応力の温度依存性

鉄の低温における降伏応力の温度依存性の特徴として、200-300 K に“こぶ”があることが真空中帯溶解した高純度鉄を用いた実験で報告されている。水素中带溶解鉄の降伏応力は RRR によらない。また 180 K 以下では真空中帯溶解高純度鉄の値とも一致する。しかし、180 K 以上では差異が見られ、水素中带溶解鉄には“こぶ”は見られない。このことは、真空中で帯溶解した高純度鉄で見られたこぶが酸素の存在と関係している可能性を示唆する。

C) 低温での粒界破壊

すべての侵入型不純物を含む試料 1 では、炭素による粒界強化のために、大きな延性を示す。これに対して酸素のみを含み、炭素が取り除かれた試料 2 は、脆く粒界

破壊する。しかし、更に酸素も取り除いた試料 3、4 では、延性が回復し 100% の断面収縮を示す試料も見られるようになる。従つて、酸素は重要な粒界脆化元素であると考えられる。

D) 中間温度域での繰返し硬化

鉄鋼材料を中間温度域 (300°C 付近) で低サイクル疲労 (歪み制御) すると大きな繰返し硬化を示し、破断繰返し数の低下を引き起こす。これは侵入型元素による動的歪み時効のためである。炭素と窒素を取り除いた試料 2 では、まだ動的歪み時効現象が見られる。しかし酸素も取り除くと、侵入型元素による動的歪み時効はまったく消失する。このことは、炭素や窒素と同様に酸素も動的歪み時効に寄与することを示している。

F) 再結晶

水素中带溶解した試料 3 と 4 では、酸化物粒子を含まない清浄な材料となる。このような材料では、試料 2 に比べて、再結晶温度の低下が見られた。また、粒成長速度も増大した。これらの結果から、微量の残留酸素のためにできる微細な酸化物粒子が再結晶に大きな影響を及ぼしていることがわかる。ただし、粒成長は試料 3 より 4 の方が大きく、置換型不純物の粒界移動に対する抵抗も無視できない。

以上の結果から、数 10 at. ppm 程度の酸素の存在は、鉄の機械的性質に大きな影響を及ぼすこと、および、その酸素を取り除くと鉄の機械的性質が大きく変化することが結論された。

気-液混相系を含む高温融体中における超音波の挙動

石垣 政裕 (東北大学選鉱製錬研究所)

製錬過程にある熔融金属の内部を直接観察することは製錬プロセスの制御あるいは反応解析上極めて多くの情報をもたらし得る。

特に、熔融金属中にガスまたは粉体を吹き込むインジェクションメタラジの技術には吹き込まれたガスや粉体の動的状態の解明が不可欠である。このためには、より適切なプローブ、センサーの適用、新しい実験方法の検討が必要である。

本研究はこのような内部観察に超音波パルス法を適用でき、しかも定量的測定も同時に行い得る可能性があるという観点から、必要な基礎的実験を行い、その適用の可能性について考察を行った。

実験は以下の三点について行った。

(1) 単一超音波プローブを用いて水、液体金属 (水銀)、熔融金属 (鉛) 内に吹き込まれる気体の分散の挙動について調べた。

(2) 医療用の超音波診断装置を用いてこのようなプローブのガス・インジェクションプロセスへの適用の可能性について研究した。

(3) 気泡塔を用いて気体-液体-固体の混相流の定量的観察への超音波パルス法の適用性について調べた。

以下おのおの実験の方法および結果をのべる。

(1) Fig. 1 に示すような底吹き的气体インジェクションモデルを用いた。気体-液体混合領域を通過する超音波の減衰に注目し、その減衰率の分布を測定することによって、液体中に吹き込まれるガスの分散挙動を推定した。その結果、気泡領域からガスジェット領域に移る流量の範囲、さらにガス分散層の広がりを測定することができた (Fig. 2)。これまで研究が少なかった水銀を用いた場合には、吹き込まれたガスがノズル直上で急激に膨張すること、ジェットへの遷移領域が水の場合に比べてより高流量側にあることが分かった。また、溶融金属に鉛を用いた場合、独自に開発した高温用超音波プローブで測定した超音波の減衰率からその中に吹き込まれた窒素ガスの挙動を推定した。その結果、水銀の場合とはほぼ同様の挙動を示すことが分かった。

(2) 超音波診断プローブを底吹き的气体インジェクションモデル (Fig. 3) に組み込み、液体中に吹き込まれる気体の分散挙動を動的に観察することができること

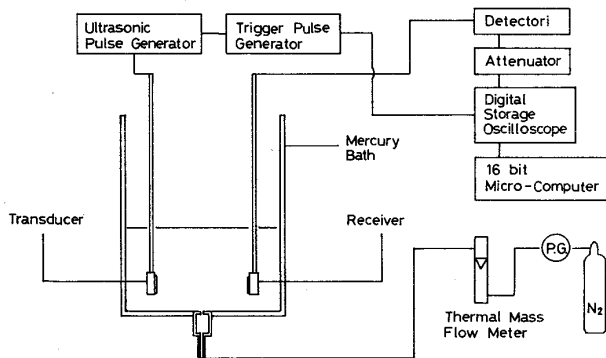


Fig. 1. Schematic diagram of the apparatus with a pair of transducers.

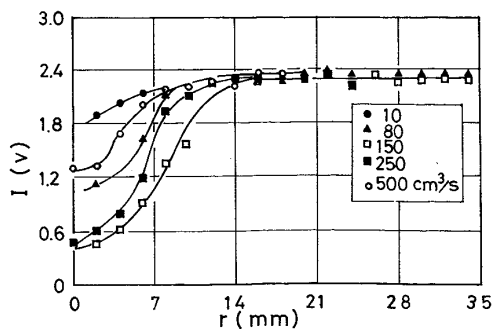


Fig. 2. Distribution of the intensity of received pulse at 10 mm axial distance (Single orifice).

を明らかにした。Fig. 4 に水中に吹き込んだ場合のジェット横断面の超音波映像を示す。その際、いわゆる、底叩き現象も十分観察することができた。また、これまで定点測定に留まっていた液体金属(水銀)中へのガス・インジェクションの挙動を、プローブを移動することにより、初めて三次元的にかつ動的に CRT 上で観察できることを明らかにした。そして、得られた VTR 像を解析し、次のような結果を得た。すなわち液体金属中では吹き込まれたガスがノズル近傍で急激に膨張すること、広がり角は水と同様ほぼ 20° であり、この広がり角は液体の動きに依存し、吹き込みによる浴の振動や回転により見掛け上広がることが分かった。(Fig. 5)

(3) Fig. 6 に示すアクリル製の向流型反応装置を作

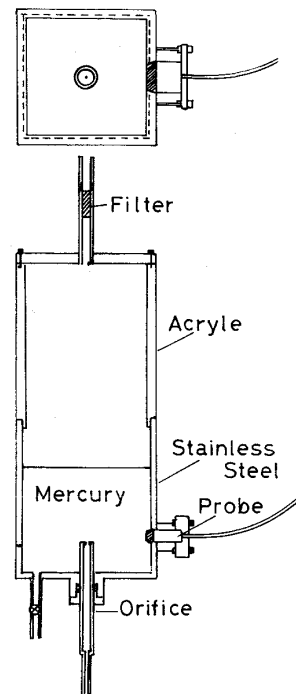


Fig. 3. Schematic diagram of the apparatus with linear scanning probe.

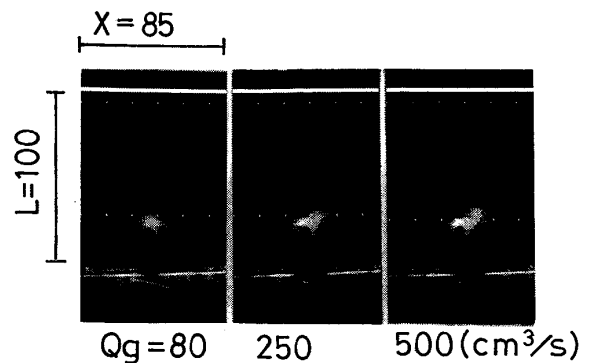


Fig. 4. Echo images of gas jets in water (1 mm dia. orifice).

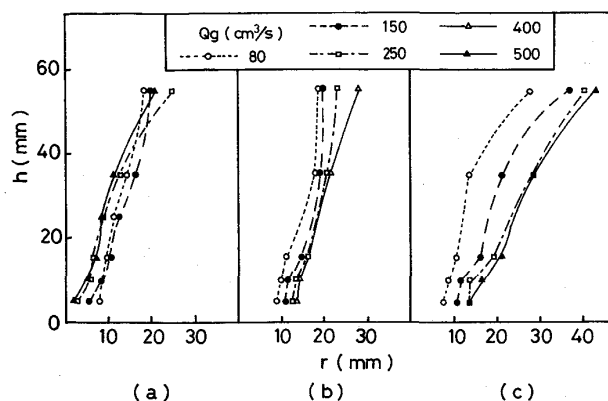


Fig. 5. Distribution of the boundary between gas-liquid mixing and liquid region in water (a) and mercury (b)-(c).

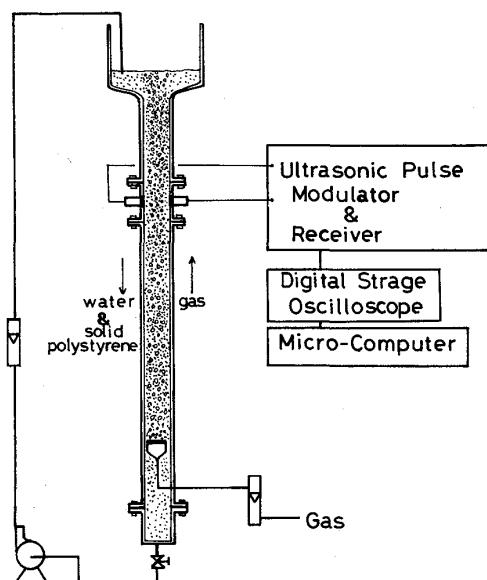


Fig. 6. Schematic diagram of the apparatus.

製の管をながれる三相(気-液-固)の混相流中の超音波パルスの減衰を調べた。その結果、ガスおよび固体粒子の濃度(ホールドアップ)と減衰率との定量的関係を明らかにした。更に、三相中でもガスおよび固体粒子濃度が減衰率におよぼす影響はそれぞれ独立であることが分かった。また、固体粒子径を変えた場合の、減衰率の周波数特性を調べ、周波数特性から固体粒子径を推定できる可能性を示した。

以上、述べてきたように本研究によつて、気-液-固体の混在する製錬過程においては、超音波パルス法の適用が、プロセスの解析に極めて有効であることが分かった。

吹込みジェットの挙動と炉底羽口における鉄凝固相生成との相互関係

小沢 泰久 (名古屋大学工学部)

吹込み精錬においては、吹込みガスの冷却作用により羽口近傍に多孔質の鉄凝固層(マッシュルーム)が生成付着する。この凝固付着層の生成は吹込みガスジェットの挙動に大きな影響をおよぼし、羽口溶損とも密接に関係していると考えられる。

本研究では、凝固付着層の生成機構を基礎的に究明するため、水浴および酢酸浴へ冷却した N_2 または He ガスを底部オリフィスから吹込みモデル実験を行い、付着層の生成開始条件および付着層の生成挙動と吹込みガスジェットの挙動との相互関係について検討した。さらに、オリフィス近傍の熱移動モデルに基づいて付着層生成の臨界条件を検討した。

実験においては、両側壁に採光用のガラス窓を取り付けたステンレス製容器(内寸 $20 \times 20 \times 50$ cm)を用い、容器底部中央に硬質塩化ビニール製板(直径 12 cm, 高さ 4 cm)を固定し、その中心にガス吹込み用オリフィス(直径 0.1, 0.2 cm)を設けた。また、容器底部外側には圧電型加速度計を固定した。

容器にはオリフィス出口位置から 20 cm の高さまで水または酢酸(試薬特級)を入れた。浴温度は、水の場合には 4, 5, 6, 8, $10^\circ C$, 酢酸の場合には 30, $40^\circ C$ とした。なお、冷却ガス吹込みによる浴温度の低下を防ぐため浴中に電熱器を浸漬して加熱し、浴温度を $\pm 0.1^\circ C$ の精度で一定に保持した。

吹込みガスの冷却は、ドライアイスアルコール液中に浸漬した $\frac{1}{4}$ インチ銅管(長さ 11 m)中をガスを通させることにより行つた。この冷却ガスと室温のガスの混合割合を変化させることにより吹込みガス温度を $0 \sim 65^\circ C$ に調節した。吹込みガス流量は N_2 250~1350 Ncm^3/s , He 1200~2300 Ncm^3/s とした。この流量範囲はみかけのマッハ数 M' に換算すると、 N_2 0.5~2.5, He 0.7~1.4 となる。ここで、 M' はオリフィス出口における静水圧およびガス温度について補正したガス流量をオリフィス断面積とガス温度における音速で割った値である。

凝固層付着の臨界条件は、付着層が生成するまで吹込みガスの流量と温度を順次変化させて求めた。なお、実験ではガスの流量と温度の各組合せについて約 5 min 保持して付着層生成の有無を調べた。付着層の生成開始後、所定の時間間隔で写真撮影し、付着層の成長とガスジェットの挙動を検討した。

吹込みガス流速が音速領域にある場合、凝固付着層は