

鐵 と 鋼 第二十七年 第三號

昭和十六年三月二十五日發行

論 說

學振 19 小委 第 6 號

鋼 の 結 晶 粒 度 測 定 方 法

俄 國 一 *

RECOMMENDED METHOD FOR THE DETERMINATION OF GRAIN SIZES IN STEEL
IN REPORT NO. 6 OF THE 19TH. SECTIONAL COMMITTEE OF THE JAPAN
SOCIETY FOR THE PROMOTION OF SCIENTIFIC RESEARCH.

Kuniichi Tawara.

SYNOPSIS:—The method recommended by the Sectional Committee consists of the following processes:

(1) Revealing the grain structure of steel.

Carburizing at 925°C for 6 hrs. (in accordance with McQuaid-Ehn's method) is adopted as standard. If necessary, "gradient-quench method" (in accordance with Vilella-Bain method) and "double-quench method" (in accordance with Tomikawa's method) may be also employed.

(2) Determination of the grain size.

Grain structure thus revealed should be examined microscopically at the magnification of 100 in diameter and a grain-size-index-number determined which corresponds to the strictly prepared Grain Size Chart. The Grain Size Chart consists of the 8 photomicrographs of hyper-eutectoid structure of steel, each denoting the index-numbers 1 to 8 progressively. The index-numbers are arranged to conform to the geometrical ratios, in which for instance No.1 signifies the existence of 16 grains per mm² actually, No.2 32 grains/mm², No.3 64 grains/mm² and so on.

The present method is the outcome of about one and half year's earnest efforts in which a number of specialists have cooperated. The author certainly believes in that the present method will be useful for the study of steel-making and further treatments of steel so far as the steel quality concerns.

1. 緒 言

日本學術振興會第 19 小委員會に於ては、昭和 14 年初めより鋼の結晶粒度測定方法に就て研究を進め、去る昭和 15 年 3 月 16 日其の粒度標準圖を決定し、更に同年 10 月 7 日に其の現出方法並びに判定方法を決定し、之を學振 19 小委第 6 號として公にするに至るので、茲に紹介する次第である。

鋼の結晶粒度に就ては去る昭和 14 年 3 月に東京に於ける鐵鋼協會講演會に於て前田六郎氏が講演をなし、その詳細は雑誌鐵と鋼の同年 6 月號に發表されてゐる。私は日本學術振興會第 19 小委員會に於て此の問題を取上げて審議し決定に至りし手続き等を述べる。第 19 小委員會第 1 分科會に於ては昭和 14 年 2 月 16 日に初めて本問題を研究

する事に決し、7 回の會議を経て 15 年 10 月 7 日に終結を見た。尙研究すべき事項も多いが、一先づ之に依て測定を行ひ他日一層進捗を見た上は更に増補改訂をなすべき事と考へる。

鋼材の性質を吟味する場合に屢々遭遇する事は同一化學成分を有するも、特に高炭素鋼の場合には、種々異なる性質を示すことである。鋼材の粒度を測定することは此の疑問を解決する一つの手段であり、製鋼上又は鋼加工上に寄與する所は尠くない。

鋼の結晶粒度と鋼質との關係を簡単に述べると先づ焼入の場合、炭素鋼、低合金鋼に於ては一般に細粒鋼は粗粒鋼に比して臨界冷却速度が著しく大で焼入の程度が浅いのである。粗粒鋼は焼が鋼の内部迄入り又變形膨脹多く焼割を生じ易い。

鋼を高温に熱すると粗粒鋼は容易に粒の成長をなすも、

* 日本學術振興會第 19 小委員會

細粒鋼は相當高温で安定である。鋼の過熱に依り結晶粒の粗大となつたものは變態點以下に冷却し、再加熱して粒を調整する場合、速かに細粒化するものがあり、然らざるものがある。

機械的性質に就ては抗張力、伸、絞等細粒鋼が多少優れてゐる様であるが其の差は尠い。併し衝撃値に於ては斷然細粒鋼が優秀であり何割、多きは2~3倍の値を示してゐる。

鋼の粒度は何に依て附與されるかと云へば、其の鋼の原料又は之を熔解する時の狀況に依て定まるものである。熔鋼を常法の如く珪素、マンガン等にて脱酸し、更にアルミニウムを加へ、その量が0.01~0.04%の如き場合に細粒鋼が得られる。又バナヂウム、チタニウム等を加へても細粒化するのである。

何故にアルミニウムに之の作用があるかに就ては多くの議論がある。機械的な説明としては脱酸生成物たるアルミナが凝集せず極めて微細に分散し、之が結晶粒の成長を遮げて細粒ならしめ、核發生の根源となつて變態速度を大ならしめるから焼入効果が少いと言ふ。又或る人はアルミニウムが鐵に固溶して其の變態速度に影響を與へると説明してゐる。

斯く鋼材の結晶粒度は鋼質に極めて關係が深い。米國にては需要者が粒度何番の鋼材をと注文する位であるから、製鋼業者は自由に所要の粒度を有する鋼を作り得ると云ふ

ことである。

従て學振第19小委員會に於ても此の問題を捕へて先づ本邦の標準を決定し、進んでは製鋼作業を如何にせば細粒或は粗粒鋼材を任意に製造し得るかを研究せんと企圖したのである。

2. 鋼の結晶粒度測定方法の實例

鋼材の結晶粒度と最も關係の深いのは鋼の焼入性であるが1922年にMcQuaid及Ehnの兩氏が滲炭法に依り粒度を明かにしたに始まり、粒度測定的重要性が認識されたのである。米國にては1933年ASTMで之の標準法を定めた。瑞典でも1926年に破面検査標準を決定した。其の後その表示方法に就て多くの研究があり、本委員會に於ても各所で粒度測定の研究が行はれた。

元來粒度測定方法は2つに分れる。1は結晶粒度を現出する方法で、2は之を判定し表示する方法である。粒度現出には最初のMcQuaid Ehnの滲炭法の外其の後種々の方法が發表せられたが、何れも利害得失がある。

判定方法は古くは之を實測して單位面積内の結晶粒の數を以て表示し、或は粒の平均斷面積を示す方法等種々あるが、頗る手数を要し煩雜を免れない爲、之を避けて一定の標準圖を作り、之を基として比較し粒度番號を定めるものを採用する。或は稀に所定温度より焼入して其の破面を標準

第1表 主なる鋼の結晶粒度測定方法

(*印は學振法中に採用)

種別	名稱	現出方法	判定方法 (粒度標準又は標準破面と比較す)	發表者
滲炭	1. 滲炭法* (McQuaid-Ehn法)	(1) 900~925°C×3~4h (2) 925°C×6h	過共析及亞共析部を網狀組織より判定 同上	McQuaid & Ehn 1922 ASTM 1933
	高温腐蝕	2. 酸化法 (Herasymentko法)	(3) 高真空中に熱し10~15分間空気を導入し酸化後水焼入 (4) 酸化剤、旋削屑と共に加熱	酸化されたオーステナイト粒界を腐蝕し判定 同上
3. 鹽浴法		(5) 鹽浴中に適當時間浸漬後水冷	腐蝕されたオーステナイト粒界より判定	Tobin & Kenyon 1938 Shempp & Shapiro 1937
4. 鹽素法		(6) 高真空中に熱し數分間鹽素ガスを導入	同上	O'Neill 1937
熱處理		5. 燒準法	(7) 炭素量に依り注意深く燒準	セメントタイト又はフェライトの網狀組織より判定
	6. 一端燒入法	(8) 細長い試験片の一端のみ水焼入	セメントタイト、フェライト又はツルスタイトの網狀組織より判定	Vilella & Bain 1936
	7. 不完全燒入法	(9) 共析鋼はA ₁ 下50~100°Cの鉛浴に燒入、少時後水冷	同上	Davenport & Bain 1934
	8. 二回燒入法*	(10) 第1回水焼入後一端をA ₁ 直上の鹽浴又は鉛浴に浸漬後全體水焼入	ソルバイトを含むマルテンサイトの網狀組織より判定	富川直正 1939
焼入組織の腐蝕	9. 燒入腐蝕法	(11) 硝酸1%,ピクリン酸1%のアルコール液にて腐蝕	オーステナイト粒界明瞭となる之より判定	Grossmann 1930
		(12) ピクリン酸1g,鹽酸5cc,アルコール95ccにて腐蝕	同上	Vilella & Bain 1936
破面	10. 破面法	(13) 特定温度より水焼入	標準破面に比較し此の相當番號より判定	Arpi (Jernkontoret) 1931
		(14) 同上	同上	Shepherd 1934

破面に比較して定むることに概ね一致してゐる。

従て是等の方法には最も妥當な粒度標準圖を準備する事が大切である。

3. 學振所定の鋼の結晶粒度測定方法

附録に示すものが之である。此の爲には 13 種に亘る炭素鋼並に特殊鋼の同一試料を各所に配布し、各種の方法に就て粒度現出、判定を行ひ、更に各方法の比較研究をなし、各會議にて審議を重ね、約 1ヶ年半を費して最も有效な方法を決定したのである。

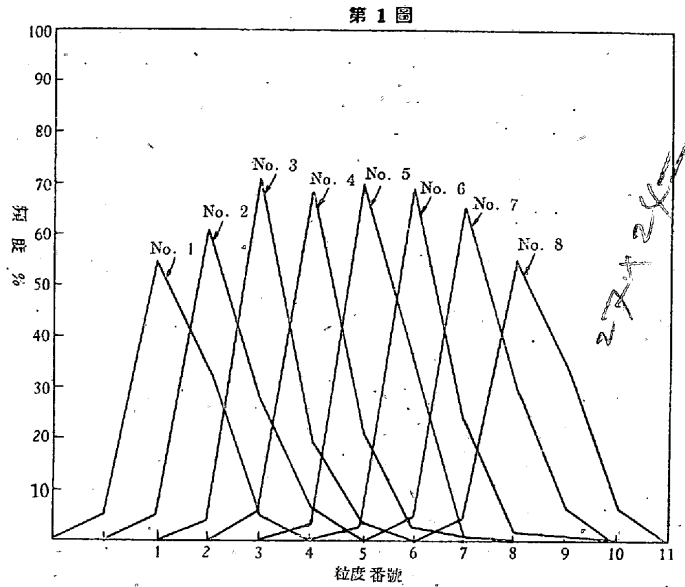
滲炭法は米國に於て最も早くより標準現出法として採用され、本邦の工場でも相當應用せられてゐる。極めて有效な方法であり、同時に異常組織も明かとなし得る利點があるので之を學振法の標準として採用することに決定し、滲炭の溫度を 925°C、時間を 6 時間と規定した。

元來鋼が加熱溫度、時間に依り結晶粒の成長を來すことは共通の現象であるが、その程度は鋼の種類に依り異なる。従て理想としては丁度鋼材の疲勞試験結果を表示する如く加熱溫度と粒度との關係曲線を示すことであらうが、煩雜であるから疲勞試験が 10⁷ 回の負荷と暫定する如く、925°C 6 時間と規定して米國の方法との合致を計たのである。ASTM の新規格に依れば、其の鋼の取扱はるべき溫度並に時間にて處理することゝなつてゐるが、學振では一先づ 925°C と定めた。此の結果は G の記號を附して表示することゝした。

此の外一端焼入法及二回焼入法も都合に依り採用し得る事とし、此の場合現出された粒度は大體滲炭法と一致するが、然らざる場合のあることを顧慮して、この結果は夫々 Gg, Gd の記號を附すことに規定した。

判定方法は便宜上粒度標準圖を用ひ、之と比較するを原則とした。此の標準圖は從來本邦に於て既に可なり廣く使用せらるゝ彼の米國の標準と餘り差違のない粒度番號を採用し、米國の吋單位をメートル法に變へ附録第 4 條の表に示す如く $n = 2^{n+3}$ (n は 1mm² に於ける結晶粒數, N は粒度番號) で一層理論上良いものとなつた。この標準圖は三菱長崎製鋼所の提出に係るものである。圖中の各粒の面積を正確に測られて頻度曲線を提出せられた。之は第 1 圖の如くである。即ち概ね其の 70% は基準とする粒度のものより成る。之は彼の米國の標準圖に優たものと考へる。

鋼に依り結晶粒の著しく大なるもの或は極めて小なるものがあつて、夫等が規定の 100 倍にて検査困難なときは



粒度番號	1	2	3	4	5	6	7	8	9
面積	875	438	219	109	55	27	13	7	3.5
mm ² × 10 ⁻³	438	219	109	55	27	13	7	3.5	1.7

50 倍又は 200 倍を以て検査するは差支へない。但し此の結果を表示する際は之を 100 倍の場合に換算する爲に、相當する粒度番號を 2 番號だけ低位又は高位に移すことが必要である。

或は鋼に依り同一視野内に細粗粒共存してゐることがある。之は優良鋼には少いが不良鋼に多い。此の場合は各々の大略の占有面積に應じて%にて表示する。但し之より平均粒度番號は求めない。

數回に互て判定を行ひその鋼の粒度番號を求めるときは各視野に就ての判定結果を綜合し、平均粒度番號を求めらる。此の算出方法も規定したのである。

4. 結 言

以上に述べた本委員會所定の方法は本邦の主要製鋼工場の技術者並に製鋼關係の有力なる専門家の多數を網羅した委員會で決たもので、約 2ヶ年に近い日數を費した。各位は熱心に種々の鋼材に就て各種の方法を研究され、検討されて或は報告を提出し、會議に於て審議されたもので、報告書も 90 餘篇に達してゐる。之に據て鋼の粒度を定むるは、少しく習熟すれば容易に出来るから、一先づ本決定方法に従て粒度を定め、鋼材の性質を知り、他方では製鋼法改良の一助となさんことを切望する。

以上を決定する爲には日本學術振興會第 19 小委員會の委員は勿論、委員外の多數の人々が協力された。此等多數の方々に対して深甚の謝意を表す。又標準圖の作製に對し三菱長崎製鋼所の方々にお禮を申上げる。尙海外の實例を調査された前田六郎氏に深謝する。

【附 録】

鋼ノ結晶粒度測定方法

(昭和15年10月7日決定)

第1章 總 則

第1條 本法ハ鋼ノ結晶粒度測定方法ニ之ヲ適用スル。

第2章 鋼ノ結晶粒度測定方法

第2條 結晶粒度ノ現出方法ハ次ノ通りトスル。

試験片ハ直徑 5mm 乃至 20mm 長サ 10mm 乃至 30mm 或ハ之ニ準ズル角型トシ、表面ノ銹ヲ除キ、アルコールヲ洗滌スル。之ヲ滲炭剤ト共ニ函中ニ密閉シ、電氣爐其ノ他適當ナ加熱爐ニ装入シテ加熱シ、約2時間ニテ約 925°Cニ達セシメ、此ノ溫度ニ約6時間保持シテ後徐冷スル。試験片ハ 400°C 以下ニ冷却シテ後取出シ、成ルベク中心線ニ沿フテ切斷スル。此ノ面ヲ常法ノ如ク研磨仕上シ、ピクリン酸アルコール液又ハピクリン酸ソーダ液ニテ腐蝕シ、過共析部分ヲ顯微鏡検査スル。

第3條 結晶粒度ノ測定ニハ次ニ示ス現出方法ヲ採用スルヲ得ル。此ノ際ハソノ結果ニ採用シテ現出方法ヲ附記スルコトガ必要デアル。

1. 一端焼入法

試験片ハ直徑約 15mm 長サ約 40mm 又ハ之ニ準ズル角型トスル。之ヲ電氣爐其ノ他適當ナ加熱爐ニ装入シテ加熱シ、約2時間ニテ約 925°Cニ達セシメル。此ノ溫度ニ約2時間保持シテ後取出シ、ソノ一端約 10mm ヲ垂直ニ水中ニ入レテ急冷スル。冷却後試験片ノ表面約 5mm ノ深サ迄縦方向ニ削除シ、其ノ面ヲ常法ノ如ク研磨仕上シ、ピクリン酸アルコール液又ハ硝酸アルコール液ニテ腐蝕シ、フェライト、トルースタイト又ハセメントタイトノ網狀ニ現出シテ部分ヲ顯微鏡検査スル。

本法ハ試験片ガ自硬性アル鋼ナルトキハ冷却速度ヲ適宜小ナラシメルヲ要スル。

2. 二回焼入法

試験片ハ直徑ニ比シ長サ數倍ノモノトスル。之ヲ電氣爐其ノ他適當ナ加熱爐ニ装入シ、約2時間ニテ約 925°Cニ達セシメル。此ノ溫度ニ約2時間保持シテ後取出シテ水中ニ焼入スル。次ニ其ノ一端ヲ其ノ鋼ノ變態點 A_1

ヨリ 40°C 乃至 70°C 高イ溫度ニ加熱セル鹽浴又ハ金屬鉛中ニ約 30 分間浸漬保持シテ後試験片全部ヲ水中ニ焼入スル。

焼入シテ試験片ハソノ表面ヲ削除シ、常法ノ如ク研磨仕上シピクリン酸アルコール液ニテ腐蝕シ、マルテンサイトノ網狀ニ現出シテ部分ヲ顯微鏡検査スル。

第4條 結晶粒度判定方法ハ次ノ通りトスル。

1. 判定基準(附圖参照)

鋼ノ結晶粒度ハソノ検査ノ結果最大頻度ヲ有スル粒度ヲ附圖ニ示ス標準圖ノ粒度番號ヲ以テ表示シ、ソノ基準ハ次ノ通りトスル。

粒度番號	結晶粒數/mm ²	結晶粒平均斷面積/mm ²	粒度番號	結晶粒數/mm ²	結晶粒平均斷面積/mm ²
-3	1	1	4	128	0.0078
-2	2	0.5	5	256	0.0039
-1	4	0.25	6	512	0.00195
0	8	0.125	7	1024	0.00098
1	16	0.062	8	2048	0.00049
2	32	0.031	9	4096	0.000244
3	64	0.0156	10	8192	0.000122

2. 判定方法

顯微鏡検査ヲナス場合ハ、検査倍率ハ 100 倍トシ實視野ハ直徑 0.8mm ノ圓トスル。之ヲ適當ニ投影シ検査ヲナス場合ハ像ノ大キサヲ直徑 80mm ノ圓トスル。寫眞撮影ヲナス場合、印畫ノ大キサモ亦同ジデアル。

各視野ハ附圖ニ示ス標準圖ト比較シ、ソノ相當スル粒度番號ヲ判定スル。但シ判定ノ結果、兩粒度番號ノ中間ニ相當スルト認メタトキハソノ低位ノ粒度番號ニ 0.5 ヲ附シテ表示スル。又異ナル粒度番號ニ相當スルモノガ共存スルトキハ、夫々ノ占有面積比ヲ判定シ、%ニテ表示スルヲ得ル。

検査倍率 100 倍ニテ判定困難ナ場合ハ、50 倍又ハ 200 倍ニテ検査スルコト得ル。但シ 50 倍ニテ検査シタトキハ判定結果ノ粒度番號ヲ 2 番號低位トシ、200 倍ニテ検査シタトキハ 2 番號高位トスル。

第5條 判定結果表示方法ハ次ノ通りトスル。

1. 各視野ノ判定結果表示方法

第2條=依リ顯微鏡検査ヲナシタトキハ次表ノ例=倣ヒ、ソノ判定結果 = G ラ附シテ表示スル。

第3條1 = 依ルトキハ Gg ラ、又第3條2 = 依ルトキハ Gd ラ附シテ表示スル。

判定結果ノ表示	摘 要
G 8	粒度番号8(第2條ノ現出方法=依ル場合)
Gg 7.5	粒度番号7及ビ8ノ中間(第3條1ノ現出方法=依ル場合)
Gd 5	粒度番号5(第3條2ノ現出方法=依ル場合)
G3(70%), 6(30%)	粒度番号3ノモノ 70%, 6ノモノ 30%ガ共存(第2條ノ現出方法=依ル場合)

2. 結晶粒度判定結果表示方法

各視野=就テ結晶粒度ノ判定結果ハ次表ノ例=倣ヒ、之ヲ綜合シテ平均粒度番号ヲ算出シ、之ヲソノ鋼ノ結晶粒度ト呼稱スル。

粒度番号ハ小數點以下1位迄トスル。

(1) 第2條ノ現出方法=依ル例

粒度番号 a	視野數 b	a×b	平均粒度番号 $\Sigma(ab)/\Sigma b$	判定結果
6 6.5 7	2 6 2	12 39 14	65/10=6.5	6.5
計	10	65		

即チ G 6.5 トシテ表示スル。

(2) 第3條2ノ二回焼入法=依ル例

粒度番号 a	視野數 b	a×b	平均粒度番号 $\Sigma(ab)/\Sigma b$	判定結果
8.5 9	7 3	59.5 27	86.5/10=8.7	8.7
計	10	86.5		

即チ Gd 8.7 トシテ表示スル。

備考

- 第2條ノ結晶粒度現出方法=用ヒル滲炭劑ハ木炭約 60 部、炭酸バリウム約 40 部ノ混合物トスル。
- 本方法ハ主トシテ炭素鋼、低合金鋼ノ結晶粒度測定方法=之ヲ適用スル。

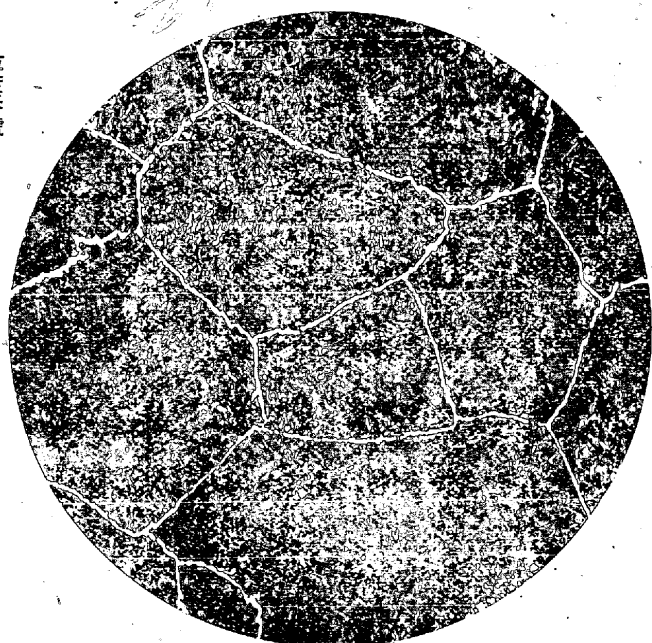
附圖

鋼ノ結晶粒度標準圖

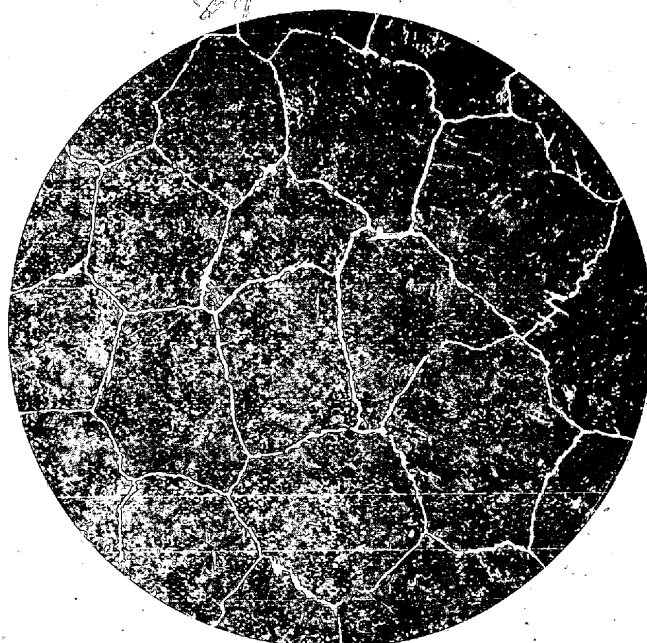
倍率 100

粒度番号

1

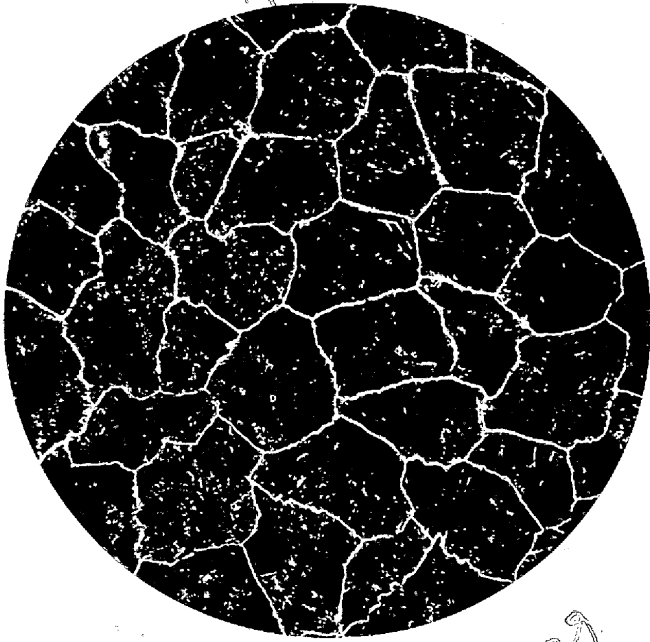


2

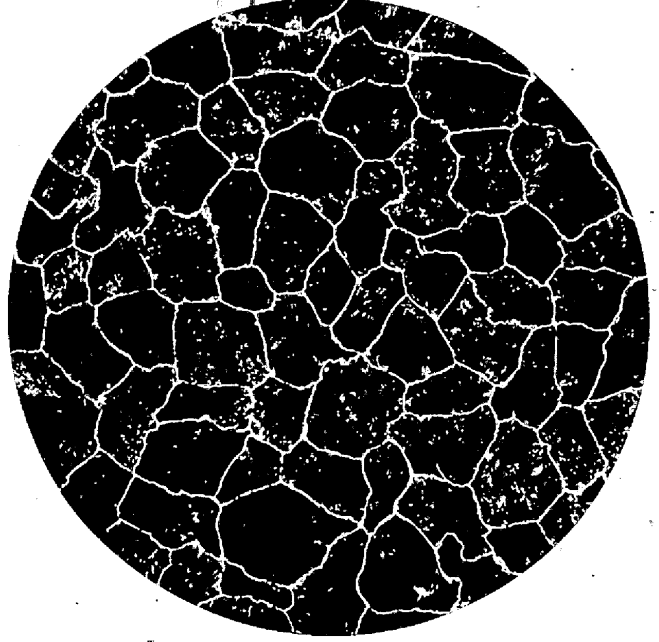


粒度番號

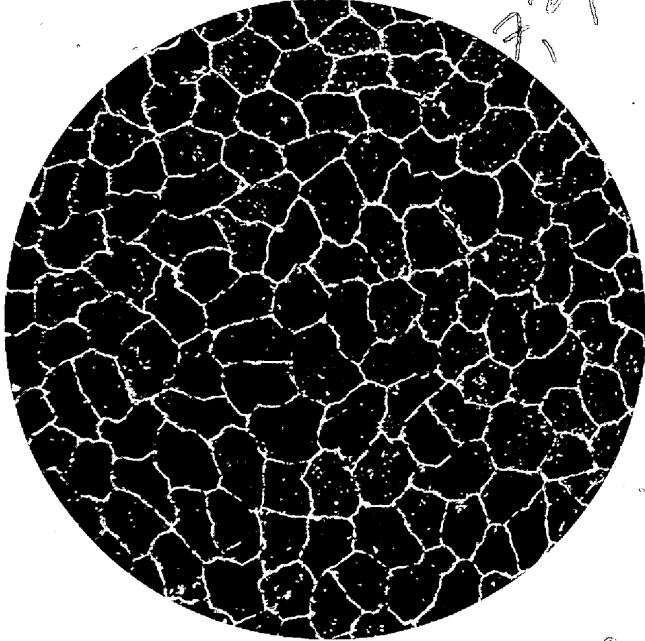
3



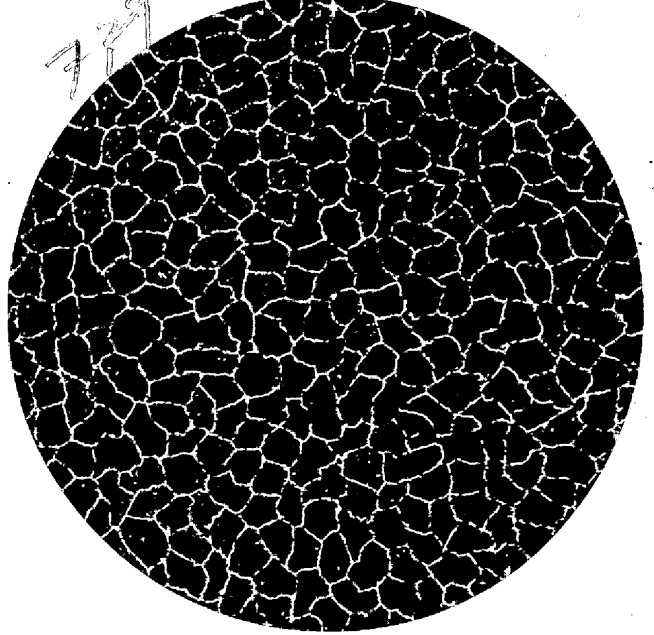
4



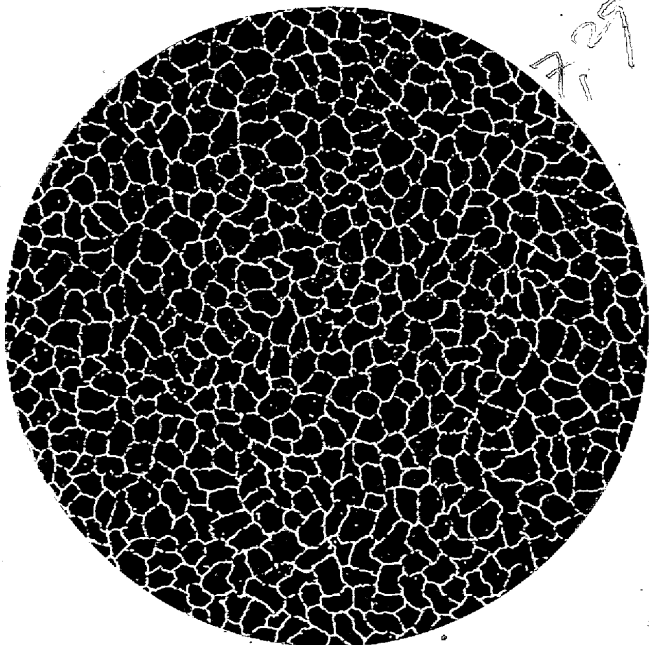
5



6



7



8

