

就いてその鋼塊内に於けるサンド及び肉眼的砂疵の分布状態を調査し、三の考察を述べたが実験数少く、本結果のみから一概に確言し得ない点も多くあるが砂疵或いは介在物の軽減法についても報告し度い。

### (84) 温硫酸法によるクロム鋼中のサンド定量法に就いて

(On Determination of Non-metallic Inclusions in Chromium Steel by the Hot-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Method)

日本製鋼所室蘭製作所研究部 前川 静 彌  
○海老原 三代重

#### I. 緒 言

高炭素鋼、クロム鋼等のサンド分析法としては主に温硫酸法が実用に供され且つその方法に就いては学振にも制定されているが、これ等の鋼種は焼入をせずにその儘分析を行うと KMnO<sub>4</sub> 等の酸化剤によつても分解し難い炭化物を析出してその分析を著しく困難且つ不正確ならしめる。而るに従来の操作規定によると、唯単に炭化物の析出が多い試料では予め焼入して分析を行うとか又は削試料の場合は予め真空焼入を行う等の簡単な註が示されているのみで何等具体的な操作が示されていないため、試料の調製と焼入との関連性に就いては少なからぬ不便を感じていたので筆者等はこの点を確認すると共に Cr 鋼中の Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の生成挙動を究明するために Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の完全な定量法が必要となつたので温硫酸法による Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の溶解度に検討を加えて Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の定量可能限を探究した。

茲にはその結果の概要を取纏めて報告する。

#### II. 温硫酸法による Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 定量法の検討

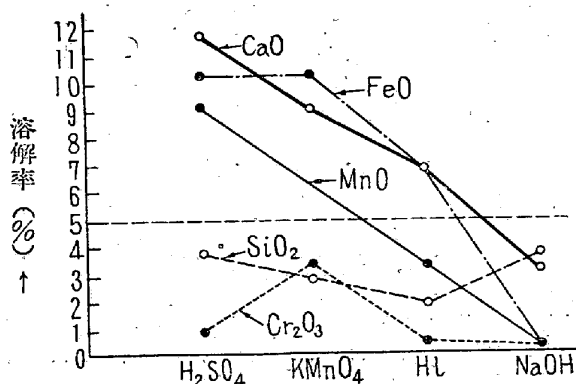
##### (1) Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の溶解度

先ず純粋の Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試薬を用いて温硫酸法による操作

の各段階に於ける溶解度を試験した。その結果は第 1 表に示す如く高温に処理した Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の溶解度は僅少にして温硫酸法を充分適用し得ることが認められる。(但し Carbide 分解のための KMnO<sub>4</sub> 処理は本操作中に於いて最も Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を侵し易いので、この処理回数を多く行うことは努めて避けるべきで、そのためにも試料の焼入を予め行うことが必要である。

##### (2) 各種酸化物の溶解度

次に鋼中のサンドと略々類似の成分である Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含有酸性鋼滓に就いて前記同様に溶解度を実験した。その結果は第 1 図に示す如く Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の溶解度は他成分に比して著しく僅少であることが認められる。



→ 温 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 法の各処理段階  
第 1 図 各種酸化物の溶解率

##### (3) 低炭素 Cr 鋼中の Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 定量結果

以上の基礎実験から温硫酸法によつて Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が侵されず定量し得ることを認めたので実際クロム鋼中の Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量を確認するために、先ず温硫酸法の処理中最も Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を侵す虞のある KMnO<sub>4</sub> 処理 (即ち Carbide 処理) を容易に遂行し得る試料として低炭素クロム鋼、及びステンレス鋼の定量を行つた。

その結果前者は介在物組成中の Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量が他成分に比して僅少であり、後者には明らかに多量の Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量が認められた。

第 1 表 酸化クロムの溶解試験結果

試料	H <sub>2</sub> O のみ (320cc) 90°C 3hr	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (1:7) (320cc) 90°C 3hr	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (1:7) 160cc HNO <sub>3</sub> (1:42) 5cc 10min 加温後 KMnO <sub>4</sub> (Sat.) 10cc 80°C 15min	HCl (1:1) 10cc + H <sub>2</sub> O 150cc 80°C 15min	10% NaOH 10cc + H <sub>2</sub> O 100cc 80°C 15min	温硫酸法の一連操作を行つた。
純 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 試薬を約 1000°C に灼熱 0.1gr 秤量	0.0990g	0.0990g	0.0925g 濾液から Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 定量 0.0061g	0.0990g	0.0990g	0.0940g
上記各操作処理後の Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> を集め一連の操作を行つた。						0.0988g 0.0988g

第2表 肌焼鋼及び軸承鋼中のサンド組成分析結果

試料	試料調製法	サンド (%)	SiO <sub>2</sub>	FeO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO			
軸承鋼	1 細断試料	0.013	0.0023g 22.66%	0.0015g 14.66%	0.0062g 60.00%	0.0001g 1.60%	0.0001g 1.60%			
	2 削試料	0.0097	0.0030g 30.92%	0.0013g 13.40%	0.0050g 51.55%	0.0001g 1.24%	0.0001g 1.65%			
	3 削試料	0.0169	56.40%	8.18%	26.35%	5.45%	0.79%			
	4 削細断試料	0.0103	41.00%	13.10%	41.00%	1.38%	3.28%			
		0.0101	31.68%	9.09%	55.45%	0.89%	1.58%			
肌焼鋼	5 細断試料	0.0115	20.87%	2.74%	75.78%	0.35%	tr			
	6 削試料	0.0100	14.74%	3.15%	81.05%	0.40%	tr			
	7 削細断試料	0.0088	42.00%	2.60%	14.30%	0.40%	40.20%			
		0.0098	6.10%	1.80%	89.00%	0.30%	2.60%			
成分 (%)		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu
試料番號										
1		0.96	0.35	0.42	0.009	0.004	0.22	1.25	—	0.16
2		0.99	0.31	1.06	0.014	0.010	0.38	1.05	—	0.18
3		0.94	0.29	0.40	0.013	0.013	0.24	1.29	—	0.22
4		0.96	0.16	0.42	0.016	0.018	—	1.14	—	—
5		0.18	0.09	0.62	0.013	0.010	1.82	0.56	0.22	—
6		0.22	0.21	0.56	0.010	0.010	1.77	0.50	0.25	0.19
7		0.17	0.24	0.67	0.013	0.005	1.67	0.56	0.32	0.19

III. 焼入試料の調製

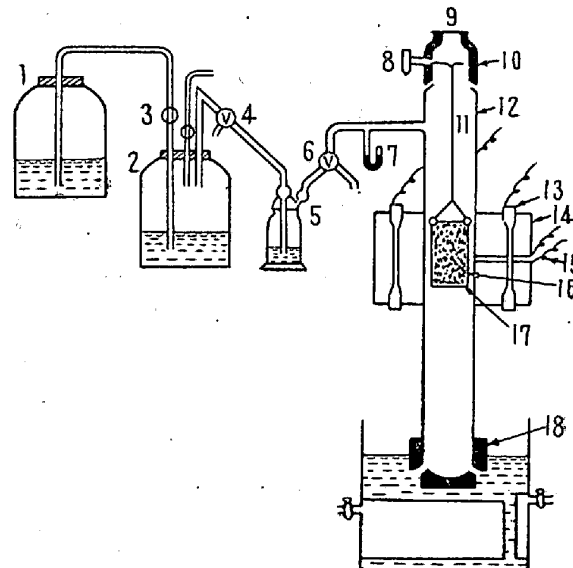
試料の調製法には衆知の如く細断試料と削試料（錐削又は施削）とがあり，又熔鋼試料に就いては学振にも規定されている如く一定の鑄型にて採取しこれを次に示す要領で焼入した。

(1) 細断試料—水焼入

丸型鉄製鑄型（内径 40mm，頂部の内径約 45mm，高さ 130mm）に採取した試料を厚さ約 10mm に輪切りに切出し，これを水焼入して後ハンマーで一片の重量約 20g に破砕して約 100g 以上を取り，表面スケールをグラインダーにて研磨し，次でアルコール，エーテルで洗滌する（但し内部にプロホルの多い試料には適用しない。従つてこの場合には削試料として真空焼入を行う方が適當である。）

(2) 削試料—真空焼入

第2図に示す如き装置を作製して真空焼入を行つた。（操作の説明省略）



1 水槽， 2 瓦斯溜， 3 二方コック， 4, 6 三方コック， 7 マノメーター， 8 落下柄 9 視窓， 10 眞鍮製ソケット， 11 モリブデン線 (0.5mm) 12 石英管， 13 シリケート抵抗體 (電源 200V)， 14 爐體， 15 溫度計， 16 試料入鐵金網， 17 試料， 18 眞鍮製ソケット

第2圖 眞空焼入装置

以上の如く焼入試料を調製することによつて Carbide 処理が容易となり，良結果を得ることを認めたので，更に軸承鋼及び肌焼鋼中のサンドを定量し，その組成中の Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量に就いて調査した結果の一例を第2表に示す。

Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量は SiO<sub>2</sub> 或いは Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量よりも遙かに多い。

V. 結 言

クロム鋼中の Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 介在物の定量法としては温硫酸法が適當で，これに関連して高炭素クロム鋼に対しては試料の調製に當り適切な焼入を施すことによつて Cr Carbide を容易に分解することを認めたが以上の結果を括約すると次の通りである。

1) サンド組成中 Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> は SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> と同様酸に

対して可なり強靱で侵されぬ故温硫酸法によつて充分定量し得る。

2) 軸受鋼, 肌焼鋼中の  $Cr_2O_3$  量は  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$  量に比して僅少であるので砂疵の主成分としては珪酸塩若しくはアルミ酸塩であると考えられる。

尙 C 量と Cr, Ti 又は Mo 含有量による焼入必要範囲に就いても報告したい。

### (85) 非金屬介在物の判定に及ぼす顯微鏡倍率の影響

(Some Effects of Inspecting Magnification on the Results of Estimation of Non-metallic Inclusions)

富士製鐵廣畑製鐵所 工〇高 橋 久  
工 花 井 諭

#### I. 緒 言

鋼材中の非金屬介在物の判定法に就いては多くの研究もあり, 学振法の如き標準調査法も決定されてはいるが, 實際に介在物の清浄度を判定するに當つて常に疑問となることとして, 第一にスクリーン上に 100 倍で投影された介在物の大きさが我々の肉眼で真に介在物の大きさ例えば厚さ  $d$  の 100 倍即ち  $100d$  に映るか否か, と云う問題があり, これは当所の如く製品の殆んど全てが軟鋼或いは極軟鋼であり, 全ての試料の清浄度測定に當つて表面硬化処理を行うことはその煩に耐え得ず従つて軟鋼表面の研磨を実施することの多い場合には地鉄と介在物との間に高低を生ずる危険が多いために特に重要となる。第二に疑問の生ずる点は, 学振法所定の非金屬介在物標準図とスクリーンとを併せて見て清浄度を決定する際仮に介在物の大きさの判定が正確に行われたとしても標準図に記載されていない微細介在物がおびただしい数に上り, これを無視すれば結果的に清浄度は良好となるにしても實際問題として斯かる無数の微小介在物を無視し得るか否か疑問のある場合や, 又介在物番号として何番を採る可きかを 100 倍の倍率でスクリーン上に投影して透明定規で測ることによつて決定する際正確を期し難い場合があることである。

本報告に於いてはセミキルド鋼板を用いて檢鏡倍率を変化せしめて場合の, 倍率とスクリーン上で測定した介在物の大きさとの関係と, 倍率を変えた場合の介在物数判定結果に就いて記す。

#### II. 調 査 方 法

供試材は全て当所製セミキルド鋼板(板厚10~25mm, C 0.15~0.21%, Mn 0.56~0.78%, Si 0.070~0.098%, P 0.010~0.016%, S 0.016~0.036%) であつて熱間圧延後空冷の儘を研磨供試した。倍率の変化と測定介在物の大きさとの関係はスクリーン上に投影した介在物の径或いは長さ及び厚さを標線 1mm 間隔で標線の細い透明スケールで測定して判定し, 又倍率の変化と測定介在物数との関係は同様な方法によりスクリーン上の大きさ 1, 3, 6, 10mm を分類基準として大きさ別に算定した。

#### III 調 査 結 果

##### (1) 檢鏡倍率と判定せる介在物の大きさとの関係

檢鏡倍率を 100~1,200 倍として介在物が満足な形態をなしている部分のみを檢鏡対象とした。数多の判定結果より多くの場合に低倍率では高倍率の場合に比して大きさを過大に判定する傾向があつて, この傾向は i) 硫化物の如く研磨中脱落することの多い介在物では比較的小であり, アルミナ系及びその他酸化物の如く研磨中比較的に脱落し易い介在物ではこの傾向が大きい。ii) A 型介在物では厚さ B 型介在物では介在物直径が小さい程低倍率に於いて過大に判定する傾向が大きい。iii) A 型介在物はその長さに比較して厚さを過大に判定する傾向が大きく, 且つ同一系統の介在物に於いては厚さの出入が大である程, 即ち凹凸が激しい程この傾向は大きい。iv) 介在物を過大に判定する傾向は 100 倍では最も大きく倍率の上昇と共に減少し硫化物では略々 200 倍以上,

