

発達したものと考えられる。この破裂孔は実際にボイラ管にて見られる破裂事故例と非常によく似た外観を示している。Photo 2 はこれらの切欠の部分の顕微鏡組織を示すが、切欠は明らかにオーステナイト粒界に沿って進行しているのが認められる。Photo 3 は破裂面附近の顕微鏡組織であつて、破裂面附近ではオーステナイト粒界の分離が認められる。しかしながら、結晶粒の変形はほとんど見られなかつた。この管状試験片による実験結果について、円周方向の応力とクリープ破断時間との間の関係を対数グラフで整理すると、丸棒試験片による場合と同様直線的な関係がえられた。

IV. 結 語

以上管状試験片を用いたクリープ破断試験装置による破裂例が、実際にボイラ管に起つた破裂事故例とよく似ていることを知つた。今後は丸棒試験片による実験結果との比較を行うと共に、熔接部の高温強度についても実験を進めて行く考えである。

(113) オーステナイト結晶粒度に
およぼすジルコニウムの影
響について

Effect of Zirconium on Austenite Grain
Size in Iron and Steel.

K. Mizukawa, et alii.

大阪大学工学部

工博 足立 彰・○水川 清・平岡 昇

I. 緒 言

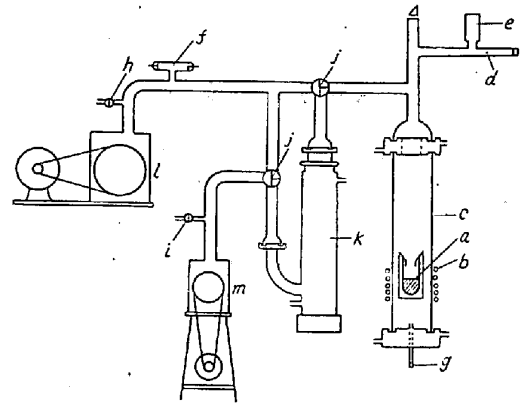
オーステナイト結晶粒度が鋼の性質に大きな影響をおよぼすことはよく知られており、結晶粒度の調整は製鋼技術上の重要な問題である。結晶粒度の調整には一般にアルミニウムが使用されており、これに関する研究も多い。しかし場合によつては砂疵が発生することもあるので、安全に、しかも容易に結晶粒度を調整することは、近年製鋼技術上の重要な問題となつている。昭和 30 年度総合科学研究費の一部を京都大学沢村教授より与えられ、著者等はジルコニウムによる鋼のオーステナイト結晶粒度調整について研究を分担した。

II. 実 験 方 法

電解鉄およびリムド鋼を、真空中、窒素雰囲気中、アルゴン雰囲気中および大気中で熔解し、種々の割合で予め熔製した粒度調整用 Fe-Zr 合金を添加して、結晶粒微細化ならびにその粗大化温度におよぼす Zr の影響を試験した。

i) 実 験 装 置

実験装置の略図を Fig. 1 に示した。熔解は 5 KVA の真空管式高周波発生装置を用いて行つた。真空熔解の場合は、コック g を閉じ、回転ポンプと油拡散ポンプで系内を 10^{-4} mm Hg 以下にしてから温度を上昇せしめた。系内の圧力はアルファトロン真空計およびガイストラ管で測定した。ガス雰囲気中での熔解は系内を真空にした後、コック g を開き、清浄にしたガスを導入し、コック h より系外に排出せしめる。温度はプリズムを通して光高温計で測定した。



- a. Sample.
- d. Induction coil.
- c. Silica tube.
- d. Material tube.
- e. α -iron vacuum gauge.
- f. Geissler tube.
- g. Gas inlet cock.
- h. Gas outlet & leak cock.
- i. Leak cock.
- j. Three way cock.
- k. Oil-diffusion pump.
- l. m. Rotary pump.

Fig. 1. Operating apparatus.

ii) 実 験 試 料

粒度調整用 Fe-Zr 合金は、Fig. 1 の装置を用い、真空中で電解鉄に金属ジルコニウムを添加して熔製した。Fe-Zr 組成は熔融温度の最も低い共晶組成の附近のものを作るようにした。試料の化学組成を Table 1 に記した。

Table 1. Chemical composition of materials.

Chemical composition	C	Si	Mn	P	S	Zr
Electrolytic iron	0.0090	0.00720	0.00280	0.00830	0.0018	—
Metallic Zr	—	—	—	—	—	99.89
Fe-Zr 1	—	—	—	—	—	12.05
Fe-Zr 2	—	—	—	—	—	10.55
Fe-Zr 3	—	—	—	—	—	12.75
Steel No. 1	0.11	0.24	0.46	0.018	0.023	—
Steel No. 2	0.06	0.07	0.26	0.032	0.031	—

iii) 試料の熔解

試料の熔解量はいずれの雰囲気の場合も 100 g で、予め坩堝中に約 20 g、残りを試料貯蔵用枝管内に装入しておき、坩堝内の試料が熔け落ちてから、磁石で枝管内

のものを順次落下せしめて溶解した。ガス雰囲気中の溶解の場合は、ガスの流量は 50 cc/mn とした。

Zr 添加量は、真空溶解とアルゴン雰囲気溶解の場合は、0~4%の間の種々の割合とした。全装入物が溶解した後、その温度で 10 mn 保持した後電流を断ち、常温まで冷却した。これより分析試料および粒度判定試料を切り出した。

iv) 分析および粒度判定

酸素量は真空溶解法により、窒素量は真空溶解法と水蒸気蒸溜法を併用して求めた。ジルコニウム量は光電比色計により求めた。

結晶粒度は J. I. S. の滲炭法および金属拡散法によって 925°C で判定した。また 870~1200°C の種々の温度で結晶粒の粗大化を試験した。

III. 実験結果および考察

電解鉄を真空中、窒素雰囲気中で溶解し、Fe-Zr を種々の割合で添加した場合の 925°C における結晶粒度と Zr、窒素および酸素との関係をそれぞれ Fig. 2, 3 に示す。図から明らかなように、Zr は結晶粒を微細化するが、添加 Zr 量には一定の範囲が存在することがわ

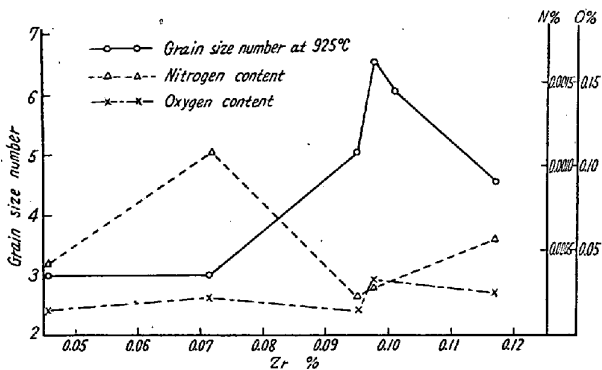


Fig. 2. The relation between grain size and zirconium content in iron melted in vacuum.

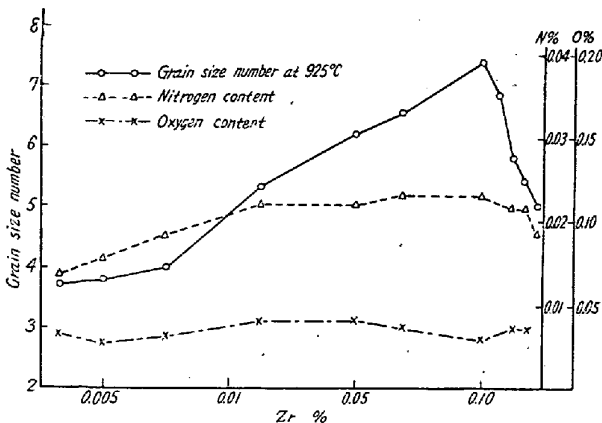


Fig. 3. The relation between grain size and zirconium content in iron melted in nitrogen.

かった。すなわち結晶粒を微細化するための Zr 含有量は真空溶解の場合は 0.07~0.12%, 窒素雰囲気溶解の場合は 0.01~0.18%, アルゴン雰囲気溶解の場合は、0.08~0.13%となっている。

酸素量は結晶粒微細化に直接の影響はないように思われる。

窒素量は結晶粒微細化に相当影響をおよぼすと思われる。特に窒素雰囲気溶解の場合にいちじるしいと考えられる。そこで電解鉄のみを窒素雰囲気中で溶解し、溶解時間を 10~150 mn に変化して全窒素量を変え、結晶粒度に影響をおよぼすかどうかを試験した。全窒素量は、0.0142~0.0289%の範囲になったが、結晶粒度には全く変化なく、電解鉄を真空溶解したのと同じであった。このことから全窒素量のみが結晶粒を微細化するとは考えられない。

しかし ZrO₂, ZrN, ZrC 等の分析法は、現在未だ確立されていないので、明瞭な結果はえられなかつた。

電解鉄を真空中および各種の雰囲気中で溶解し、Fe-Zr を添加した試料について、870~1050°C の範囲で結晶粒生長曲線を求めた。代表的な結果は Fig. 4 に示したようなものである。図から明らかなように、1000°C 附近で結晶粒粗大化が認められる。

註： 図中 Ar とあるは Air の間違い

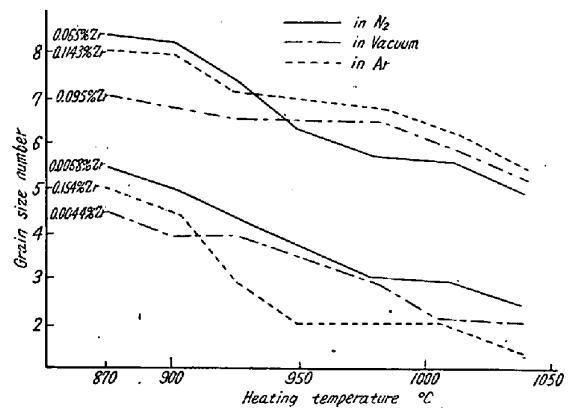


Fig. 4. The relation between grain size and heating temperature.

IV. 結 言

1) Zr はオーステナイト結晶粒度を微細化するが、その含有量には一定の範囲がある。すなわち真空溶解とアルゴン雰囲気溶解の場合は 0.08~0.12%, 窒素ガス雰囲気溶解の場合は 0.01~0.18%である。

2) 全窒素量は直接結晶粒度と関係はないが、Zr と共存する場合には結晶粒度と関係があると思われる。

3) 結晶粒成長曲線と熱力学的データを使用すると ZrN は結晶粒微細化に影響すると思われる。

Zr の形態別定量ができれば、さらに明瞭な結果がえ

られると思う

この報告を終るにあたり、実験に協力された大本裕万君に深く感謝します。

オーステナイト結晶粒度におよぼす影響および AlN との関係等について実験を行ったので、その結果について報告する。

(114) オーステナイト結晶粒度と窒化アルミニウムの関係について (IV)

(結晶粒度におよぼす高温加工および熱履歴の影響)

Relation between Austenitic Grain Size and Aluminium Nitride (IV)

(Effect of hot working and thermal history on austenitic grain size)

G. Kato, et alius.

大同製鋼研究所 工 永田重雄・〇工 加藤剛志

I. 緒 言

鋼のオーステナイト結晶粒度がその前歴から影響を受けることは広く認められている。例えば高温加工が結晶粒の粗大化温度を低くする問題については多くの研究がある。われわれは前報まで、同一条件の下に種々の Al 含有量の鋼を作製して主として熔鋼試料および鍛造試料における結晶粒度と AlN の関係ならびにそれに関連する若干の問題について考察を加えて来たが、今回は実際に現場において成品をうる過程と関連して試料の前歴が

II. オーステナイト結晶粒度におよぼす

高温加工の影響

1) 実験試料の調製および実験：前報迄と同じ 20 kg 塩基性高周波誘導炉により、Al 添加量を変え、炭素および Cr-Mo 肌焼鋼を熔製して 20 kg 鋼塊をつくり、その底部より、試料を採取して学振滲炭法により、結晶粒度を測定すると同時に隣接する位置より試料を切出して 925°C で 2 時間、加熱後、水冷してボール盤により、分析試料を削り出し、AlN の分析を行った。さらに残部の鋼塊を 1150°C で 1 時間加熱してから鍛造し、頭部側 (鋼塊よりの鍛造比 1・50) および底部側 (鍛造比 1・14) より試料を採取して鋼塊の時と同様に滲炭粒度と AlN を求めた。次に鍛造後の材料を頭部側から底部側に亘つて 6 等分に切断し、その中から 2 カをとり、鋼塊からの鍛造比が 4 および 48 になるように再鍛造 (加熱温度 1150°C, 加熱時間 30 分) し、同じく滲炭粒度と AlN を求めた。また、別に 10 kg 容量の高周波誘導加熱 (内熱式) 真空炉により、再熔解した炭素、Cr および Cr-Mo 肌焼鋼について鋼塊 (底部、鍛造比 8 (1 回加熱) および鍛造比 30 (鍛造比 8 の材料を再加熱して鍛造) の各試料から滲炭粒度および AlN を求めた。この場合の加熱温度は 1150°C, 加熱時間は 30 分である。以上の結果を Table 1 に示す。

Table 1. G. S. N.-AlN of test specimens.

Kinds of steels	Sample marks	ΣAl (%)	Ingot		One-heat				Two-heat				Remarks				
			G.S.	AlN (%)	F.R. 1.14		F.R. 1.50		F.R. 8		F.R. 4			F.R. 30		F.R. 48	
					N.	(%)	G.S.	AlN (%)	G.S.	AlN (%)	G.S.	AlN (%)		G.S.	AlN (%)	G.S.	AlN (%)
S15CK	540	0.004	*3.9	tr.	1.5	—	1.6	—	—	—	1.3	—	—	—	1.9	—	
"	541	0.440	6.4	*0.219	*3.4	—	*3.3	—	—	—	*3.2	—	—	—	*3.3	—	
"	542	0.100	6.1	*0.246	6.5	—	6.5	—	—	—	6.3	—	—	—	*5.6	—	
"	543	0.013	6.1	*0.041	*5.3	—	*5.1	—	—	—	*2.8	—	—	—	*3.4	—	
SCM21	549	0.540	*2.1	*0.278	*4.7	*0.281	*5.1	*0.281	—	—	*5.0	*0.281	—	—	*4.9	*0.266	
"	550	0.007	*5.1	*0.012	*3.9	*0.013	*3.9	*0.018	—	—	*3.9	*0.018	—	—	*4.1	*0.010	
"	551	0.100	7.2	*0.278	7.3	*0.291	7.5	*0.308	—	—	7.1	*0.319	—	—	6.6	*0.272	
"	552	0.020	7.1	*0.108	6.6	*0.077	6.8	*0.079	—	—	7.3	*0.089	—	—	6.4	*0.097	
S15CK (V.M.)	208	0.041	7.1	*0.040	—	—	—	—	6.9	*0.038	—	—	*6.4	*0.038	—	—	Al ₂ O ₃ crucible
"	236	0.042	*5.7	*0.029	—	—	—	—	7.7	*0.022	—	—	—	—	—	—	"
"	240	0.043	*5.4	*0.011	—	—	—	—	7.3	*0.016	—	—	—	—	—	—	MgO crucible
SCM21 (V.M.)	192	0.009	6.1	*0.045	—	—	—	—	7.3	*0.050	—	—	*5.5	*0.050	—	—	"
"	203	0.046	*5.7	*0.031	—	—	—	—	7.2	*0.038	—	—	6.9	*0.036	—	—	Al ₂ O ₃ crucible
"	224	0.054	*5.6	*0.051	—	—	—	—	7.1	*0.047	—	—	6.8	*0.053	—	—	"
"	229	0.055	*5.4	*0.032	—	—	—	—	7.3	*0.040	—	—	*5.5	*0.047	—	—	"
SCr22 (V.M.)	189	0.017	*4.7	*0.054	—	—	—	—	7.0	*0.057	—	—	7.1	*0.053	—	—	MgO crucible
"	221	0.053	6.7	*0.056	—	—	—	—	*5.2	*0.069	—	—	6.8	*0.061	—	—	Al ₂ O ₃ crucible
"	223	0.054	6.4	*0.035	—	—	—	—	*5.7	*0.041	—	—	*4.8	*0.049	—	—	"

* Mixed grain