

Table 2. Electron diffraction data.

A		B		$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3^*$		$\text{FeO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3^{**}$		$\alpha\text{-Fe}^*$	
Spacing (Å)	Intensity	Spacing (Å)	Intensity	Spacing (Å)	Intensity	Spacing (Å)	Intensity	Spacing (Å)	Intensity
3.24	M			3.47	50	4.70	20		
2.57	S. Br			2.55	75	2.87	60		
2.43		2.40	VW	2.37	30	2.45	100		
		2.28	M						
2.06	W			2.08	100				
1.99	M	1.99	VS			2.02	80	2.01	100
1.74	VW	1.78	VW	1.74	50				
1.68	VW								
1.61	VW					1.64	16		
1.58	S	1.56	VW	1.59	100	1.56	40		
				1.54	5				
				1.50 ₂	5				
1.43	M	1.43	S	1.40 ₀	40	1.43	80	1.428	15
1.39	M			1.37 ₃	50				
1.23	W	1.23	M	1.23 ₃	20	1.23	12		
		1.17	M			1.17	8	1.166	38

* 久保輝一郎, 加藤誠軌, X線回折による化学分析, 昭和 30 年, 日刊工業新聞社

** ASTM, X-ray powder data file.

に行なつた腐食試験の結果によればフッ酸におかされない結晶が存在し, 酸化アルミニウムあるいはスピネルと判定されたが, これは反射電子回折の結果と矛盾していない。

その他試料調製法, 回折像の解釈などに若干の問題が残されているが, 一応反射電子回折法によつて砂きずを構成する介在物の認定が可能であると考えられる。

文 献

- 1) R. D. Heidenreich, L. Sturkey, H. L. Woods: J. Applied Phys., 17 (1946) 127
- 2) A. L. Tsou, J. Nutting, J. W. Menter: J. Iron Steel Inst., 172 (1951) 163
- 3) 徳光 直: 理研彙報, 21 (1942) 89

(90) クリンガーコッホ法による試作鋼塊の非金属介在物組成について

(鋼中非金属介在物の研究—I)

住友金属工業, 和歌山製造所

工博 下川義雄・理 藤井毅彦・○山本鷹義

On the Composition of Non-Metallic Inclusions in Trial Ingots by Klinger-Koch Method.

(Study of non-metallic inclusions in steels—I)

Yoshio Shimokawa, Takehiko Fujii,

Takayoshi Yamamoto

I. 緒 言

従来鋼中非金属介在物の研究には酸溶解法による分析か, 顕微鏡による検定法が用いられている。しかし酸溶

解法では FeO, MnO などは捕捉することができないし, また顕微鏡による方法は平面的に検査するのみで充分とはいえない。

最近 P. Klinger & W. Koch 両氏により発表された方法は FeO, MnO も抽出可能であり, 非金属介在物を研究するには適当な方法と思われる。

たゞこれによる分析は塩素化の過程においてやはり FeO, MnO がある程度蒸発するので正確な値が得られない。従つてわれわれは Klinger-Koch 法により抽出した非金属介在物を金相学的に研究する方法を採用した。

先づ基礎的な資料を得るために熔解電解鉄に Si, Mn, Al などの脱酸剤を投入して生成する非金属介在物を調べた。

II. 供試材および試験方法

1. 供試材

高周波炉で電解鉄を溶解しそれに C, Si, Mn, Al などの脱酸剤を適量加え, 生成する非金属介在物の形態をかえた。溶鋼を 25 kg あるいは 50 kg の鋼塊に鑄込み冷却後その鋼塊を中央より横断し, 一方は鑄込みのまま他方は 30mmφ に鍛造した後 Klinger-Koch 法により非金属介在物の抽出を行なつた。

試験に使用した鋼塊の組成は Table 1 に示す通りである。

2. 試験方法

Klinger-Koch 法の電解および塩素化処理は次の条件にて行つた。

Table 1. Chemical analysis of samples.

Mark	Deoxidizer	Chemical composition %					O ₂ % (V. F)
		C	Si	Mn	Cr	Sol. Al	
A		0.02	0.01	Tr	0.01	0.0016	0.1560
B	Si	0.02	0.18	0.03	0.01	0.0007	0.0290
C	C, Si	0.12	0.19	0.04	0.01	0.0011	0.0148
D	C, Mn	0.17	0.01	0.22	0.01	0.0021	0.0240
E	Al	0.02	0.01	Tr	0.01	0.0020	0.0607
F	C, Al	0.18	0.03	0.03	0.01	0.0019	0.0204
G	Si, Mn	0.02	0.18	0.31	0.01	0.0006	0.0242
H	C, Si, Mn	0.17	0.14	0.35	0.01	0.0008	0.0162
I	Si, Mn, Al	0.02	0.18	0.43	0.01	0.0061	0.0475

1) 電解条件

試料	20 mm φ × 70 mm ^l
電流密度	20 mA/cm ²
電解時間	20 h
電解液流量	300 cc/h
試料溶解量	20 g
電解液	クエン酸ソーダ 5%
	臭化カリ 1.2%
	沃化カリ 0.6%

2) 塩素化処理条件

塩化温度および時間	100°C × 60mn
昇華温度および時間	800°C × 60mn

以上の抽出残渣について化学分析および顕微鏡試験を行なった。

III. 試験結果

1. 分析結果

Klinger-Koch 法により抽出した残渣を化学分析した結果は Table 2 に示す通りである。

2. 顕微鏡試験結果

鑄込のままおよび鍛造試料の抽出介在物と、鋼片の研磨試料について顕微鏡試験を行なった結果は次の通りである。

抽出介在物の代表的な顕微鏡写真は Photo. 1, 2 に

示す。

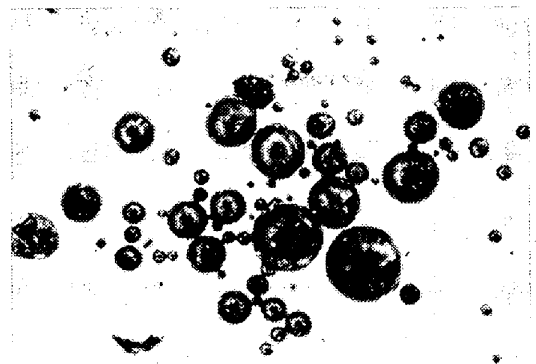


Photo. 1. Extracted inclusions of electrolytic iron ingots. Analysis: 5.5% SiO₂, 4.1% Al₂O₃, 81.0% FeO. ×10 (2/3)

1) 電解鉄より抽出した介在物 (Photo. 1)

(SiO₂ 5.5%, Al₂O₃ 4.1%, FeO 81.0%)

この介在物は電解抽出した残渣から大きいものを選びだしたものである。これは典型的な Wüstite 介在物であり少量の珪酸塩を含有し研磨試料では斑点状を呈している。

2) Si で脱酸した介在物

(SiO₂ 89.2%, Al₂O₃ 0.7%)

球状無色透明の珪酸ガラス介在物である。鍛造により大きいものはわずかに楕円形を示す。

Table 2. Chemical analysis of oxide inclusions.

Mark	Weight of oxide inclusions %	Composition of oxide inclusions %			
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	MnO
A	0.0685	5.5	4.1	81.0	—
B	0.0203	89.2	0.7	—	—
C	0.0246	77.0	1.0	6.7	—
D	0.0354	13.7	0.5	72.1	5.7
E	0.0137	14.9	39.7	29.6	—
F	0.0337	64.5	3.7	19.1	—
G	0.0291	74.6	1.4	3.1	7.2
H	0.0280	75.3	0.5	2.5	9.5
I	0.0435	51.1	5.5	9.0	23.1

3) Mn で脱酸した介在物

(SiO_2 13.7%, Al_2O_3 0.5%, FeO 72.1%,
MnO 5.7%)

Mn で脱酸を行なっているが Mn の脱酸力は弱いから介在物の主成分は FeO である。そして球状 Wüstite 介在物に近い珪酸塩であり, Mn により淡褐色に着色している。そして溶融点が低いから鍛造によりいちじるしく伸びている。(Photo. 2)



Photo. 2. Extracted inclusions of forged steel ingots.

(Deoxidation with manganese)

Analysis: 13.7% SiO_2 , 0.5% Al_2O_3 , 72.1% FeO ,
5.7% MnO $\times 800$ (2/3)

4) Al で脱酸した介在物

(SiO_2 14.9%, Al_2O_3 39.7%, FeO 29.6%)

Fe-Al 珪酸塩介在物で一部無色, 一部有色ガラス状である。 Al_2O_3 の含有量が多いから結晶片が球状介在物粒子より優勢である。鍛造によつてほとんど変化を示さない。

5) Si+Mn で脱酸した介在物

(SiO_2 74.6%, Al_2O_3 1.4%, FeO 3.1%, MnO 7.2%)

Mn の脱酸力は弱いから主成分は SiO_2 であり, MnO, FeO により深褐色の粒状介在物である。そしてガラス状の球の表面には異方性のマンガンを富む結晶粒の小片

の存在が認められる。

6) Si+Mn+Al で脱酸した介在物

(SiO_2 51.1%, Al_2O_3 5.5%, FeO 9.0%, MnO 23.1%)

珪酸ガラスが高金属酸化物含有介在物の周囲を蔽い包み, 多くの小片を吸収してとくに大きくなっている。鍛造によつてこれらは小さい小片に分割される。

3. 組成の検討

介在物の分析結果を SiO_2 - Al_2O_3 - $(\text{MnO}+\text{FeO})$ 系三元図に plot すると Fig. 1(省略) に示す通りである。これより次のことがいえる。

- 1) 溶解電解鉄の介在物は勿論主成分が FeO である。
- 2) Si のみで脱酸する時はもちろん SiO_2 が主成分であり, Mn のみで脱酸する時は $\text{FeO}+\text{MnO}$ である。
- 3) 本実験においては Al のみで脱酸した時に生成する介在物組成は必ずしも Al_2O_3 のみでない。
- 4) 本実験においては Si+Mn で脱酸した時に生成する介在物組成は SiO_2 が主成分である。
- 5) 本実験においては Si+Mn+Al で脱酸した時に生成する介在物には Al_2O_3 はわずかである。

この介在物組成は投入する脱酸剤の投入量, 投入方式によつても異なり, また凝固時間によつても異なるであろうが, 今後実際の鋼塊の非金属介在物を検討する上に興味ある問題と考えられる。

IV. 結 言

鋼中非金属介在物を研究するための基礎資料を得る目的で試作小鋼塊の非金属介在物を調べた。介在物は Klinger-Koch 法, すなわち電解一塩素化処理にて抽出し, その抽出残渣について分析ならびに顕微鏡試験を行なった。

本実験結果はもちろん現場の鋼塊に生成する介在物とは異なるが, この結果をもとにして今後鋼中非金属介在物を研究する予定である。