

文 献

- | | |
|---|--|
| <p>1) 中島: 鉄と鋼, 46 (1960), 967~972
 2) 中島: 鉄と鋼, 47 (1961), 22~27
 3) H. SCHOTTKY, K. SCHICHEL & R. STOLLE:
 Arch. Eisenhüttenw., 4 (1930~1931), 541~547
 4) R. EBORALL & P. GREGORY: J. Inst. Metals,
 84 (1955~56), 88~90</p> | <p>5) W. D. ROBERTSON: J. Metals, 3 (1951),
 1190~1191
 6) C. S. SMITH: A.I.M.I. Institute of Metals
 Division, (1948), 15~51
 7) D. MCLEAN: Grain Boundaries in Metals.
 Oxford at the Clarendon Press, (1957),
 99~100</p> |
|---|--|

γ型 Fe-Co-Cr-Ni 基耐熱合金, LCN-155 の 焼戻による物理的性質の変化*

(γ型耐熱合金の焼戻過程に関する研究—I)

今 井 勇之進** · 増 本 健**

Change in Physical Properties during Tempering of Gamma Type Fe-Co-Cr-Ni Base Heat-Resisting Alloy, LCN-155.

(Studies on tempering process of γ-type heat-resisting alloys—I)

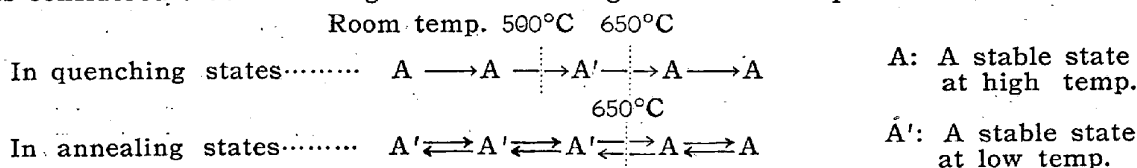
Yūnoshin IMAI and Tsuyoshi MASUMOTO.

Synopsis:

The tempering process of the solution-treated γ type heat-resisting alloy consisting mainly of Fe, Co, Cr and Ni, and the effects of solution-treating temperatures and the additional elements (C, N, Mo, W and Cb) on its process were investigated by measurements of dilatation, specific heat, electrical resistance, and hardness.

These results were summarized as follows:

1. The tempering process of this alloy quenched in water from an elevated temperature was divided into two distinct stages about at 500° and 750°C.
2. At the first stage, an increase of electrical resistance, an evolution of heat, a contraction of the length, and no marked change of hardness were observed. It was considered that the change in properties during the first stage of tempering was not due to a precipitation of carbide or nitride but due to an unknown change in the Fe-Co-Cr-Ni quaternary alloy containing of no additional elements.
3. At the second stage, a decrease of electrical resistance, an evolution of heat, a contraction of the length, and remarkable change of hardness were observed. The change in properties during this second stage of tempering was obviously due to the precipitation of carbides, nitrides, and intermetallic compounds. The amount of these precipitates and the velocity of precipitation were remarkably affected with the additional elements and the solution-treating temperatures.
4. It was considered that the change of the first stage advanced in processes as follows:



* 昭和 31 年 10 月本会講演大会にて発表 ** 東北大学金属材料研究所 工博

I. 緒 言

一般に耐熱合金は高温で長期にわたって使用に耐えねばならないことからその高温クリープ性が重視せられるが、このためにいろいろの微量元素を添加して母地を強化し、さらに時効析出せしめてクリープ性を改良している。しかしながらこれらの耐熱合金に関する研究はおもに実用的方面の性質についてのみで、熱処理の基礎ともいべき焼戻過程、時効現象についてはほとんど系統的に行なわれていない。組織が安定であることが耐熱合金の性質として重要なことであるし、また使用する場合の熱処理操作によりいちじるしく性能が変化することから耐熱合金の基礎として焼戻過程や時効現象を研究することは重要な課題と考えられる。

本研究の対照となる Fe-Co-Cr-Ni 基耐熱合金のうち LCN-155 合金は代表的耐熱材料の一つで、C, N, Mo, W, Cb などの多くの微量元素を含んでいる。この合金に関する研究は 1950 年頃から内外においておもに合金成分と機械的性質の関係、加工および熱処理の効果などを中心に行なわれた^{1)~14)}。しかし各添加元素の効果は複雑で、その個々および複合の効果については推測の域を脱しておらず、また本材料の高温強度が加工や熱処理によつていちじるしく影響されることなど多くの問題が残されている。また最近 HAGEL および BEATTIE¹⁵⁾によつても本合金の時効過程が複雑であることが報告されている。

以上の点から著者らは γ 型耐熱合金のうちとくに LCN-155 合金を中心に、その焼戻過程（焼入れ後焼戻による現象）および時効現象（析出物の種類やその変遷および析出形態、成長など）を機械的性質と関連付けながら調べて、上記の疑問の点を解明し、一般の基礎知識

を得るとともに一層高温まで耐えうる適切な合金成分と熱処理方法を見出す一助となることを目的とした。

まず本報はこの研究の基礎として本合金の焼戻過程を物理冶金的性質の測定によつて調べた結果である。

II. 実験方法

使用した試料の化学成分は Table 1 に示す。これらの試料のうち No.1 から No.4 迄は C-Cr-Co-Ni-Fe の基合金に対し Cb および N の組合せを変えた試料で、また No.5 から No.8 まではさらに Mo, W を含む基合金に対し Cb および N の組合せを変えた試料である。残りの 5 種の試料はとくに C を添加しない合金で、実験結果の考察のために熔製したものである。なおこれらの試料中の N は高窒素、低炭素フェロクロム合金によつて添加した。

実験方法はおもに熱膨張測定 (5mm ϕ \times 70mm) を主体とし、その他比熱 (20mm ϕ \times 25mm)、電気抵抗 (1mm ϕ \times 100mm) および硬度 (10mm ϕ \times 5mm) 測定である。なお各測定における加熱、冷却速度は約 3°C/mn である。示差熱膨張用の中性体は、真空熔解し水素焼鈍した No.9 の純 Fe-Co-Cr-Ni 合金、および試験片と同一の試料を 1300°C で 1 時間溶体化処理したのちふたたび 1100°C まで焼戻して徐冷したものである。

III. 実験結果およびその考察

1. 焼戻による諸性質の変化について

Fig. 1 は実用 LCN-155 合金 (No. 8) を 1300°C で 1 時間溶体化処理したのち水冷し、その後焼戻したさいの電気抵抗、比熱、熱膨張、硬度の諸性質の変化を示している。ただ硬度測定および電気抵抗測定 (a) は各温

Table 1. Chemical compositions.

Number of specimens	Weight %								
	Cr	Ni	Co	C	N	Mo	W	Cb	Fe
1	19.87	20.10	19.75	0.11	0.011	—	—	—	Bal.
2	20.71	20.01	19.64	0.13	0.012	—	—	0.92	//
3	19.76	20.00	20.26	0.15	0.085	—	—	—	//
4	19.75	20.11	19.90	0.17	0.080	—	—	1.10	//
5	19.23	20.52	20.24	0.15	0.015	3.83	2.56	—	//
6	19.21	19.79	20.37	0.15	0.008	3.25	2.90	0.76	//
7	20.09	19.74	19.92	0.14	0.068	3.75	2.54	—	//
8	19.63	20.24	19.93	0.15	0.060	3.22	2.52	0.90	//
9**	20*	20*	20*	(<0.01)	(0.01)	—	—	—	//
10	19.26	20.35	20.70	0.01	0.170	—	—	—	//
11	20*	20*	20*	(0.01)	(0.01)	3.5*	2.5*	—	//
12	20*	20*	20*	(0.01)	0.15*	3.5*	2.5*	—	//
13	20.12	19.80	20.01	0.013	0.091	3.05	2.55	1.02	//

* Additions ** Vacuum melting.

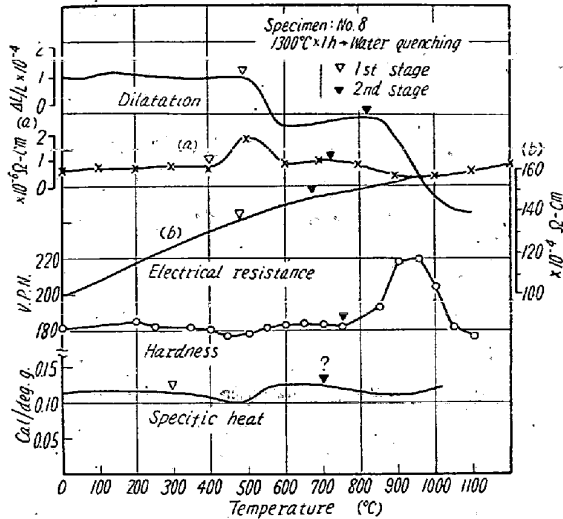


Fig. 1. Change in physical properties of LCN-155 alloy (No. 8) during tempering after solution-treatment.

度に1時間保持後急冷した試料について得た値で、1個の試料を繰返し使用した結果を示している。

この図の電気抵抗、比熱、熱膨張の物理冶金的性質の変化から、焼戻中に二段の変化が認められる。図中の白い三角印は第一段の変化、黒い三角印は第二段の変化の開始温度を示している。すなわち同一試料を完全焼鈍したものを中性体として測定した示差熱膨張曲線から判るように500°Cおよび850°C付近に急激な収縮がある。また比熱曲線では約300°C付近より発熱が生じ始め、500°Cで最大値を示し、その後吸熱反応が生じる。さらに700°C付近よりふたたび発熱が生じる。これに対し電気抵抗の高温測定(b)では変化が小さく変化温度をはっきりつかむことができず、500°Cと650°C付近に曲折点が存在するのみである。これはこの変化が非常に小さいためと、温度による抵抗の変化に覆われるためによると考えられるので、電気抵抗測定装置を改良し精度を上げて $10^{-7}\Omega\text{-cm}$ まで測定しうるようにし、また室温に焼戻したのち水冷し常温で測定する方法を採用した結果曲線(a)のように変化することが判った。すなわち電気抵抗は約400°Cより増加し始め、500°Cを最高値として逆に減少する。さらに700°C付近よりふたたび減少する。以上の各測定における二段の変化の温度のずれは測定方法および試料の寸法の大小などによつて生ずるものと思われる。いずれにせよ大体500°Cおよび750°C付近の温度に二段の変化が存在することは確実である。しかし硬度測定では第一段の500°C付近に変化は認め難く、第二段の変化を生じる約750°C付近よりいちじるしい硬化が認められる。

以上のように本合金の焼戻過程は大別して二段階に分

けることができ、第一段階では収縮、発熱、電気抵抗の増加、第二段階では収縮、発熱、電気抵抗の減少とともにいちじるしい硬化が生じる。なお各段階では磁的性質の変化は無い。

上述した硬度の測定結果および顕微鏡組織の検討の結果から、本材料の高温強度を改良する時効析出現象は第二段階に相当する。これに対し第一段階はいかなる現象に起因するものであるか興味ある問題で、いろいろの疑問の点があり、必ずしも析出とはいえない。

なお第一段階の原因については後報¹⁰⁾であらためて考察を加えることにし、本報ではおもに第二段の時効析出を中心に述べることにする。

2. 焼戻過程におよぼす溶体化処理温度の影響

本材料のような時効硬化性合金は一般にまず溶体化処理を行ない、鍛造後の組織の均一化とともに、残留する未溶解物を地に溶解せしめねばならない。この処理は後の時効と深い関連を持つものと考えられ、溶体化温度および時間は重要な因子である。

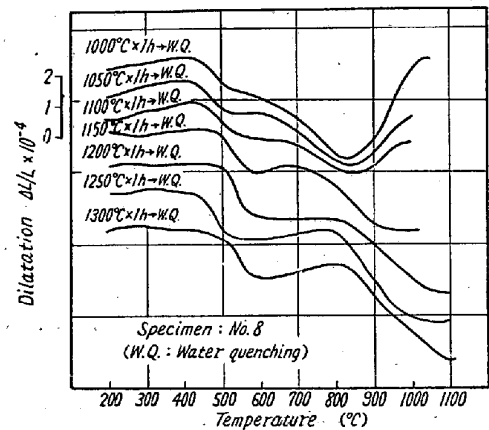


Fig. 2. Differential dilatometric curves during tempering of the specimen (No. 8) solution-treated at various temperatures from 1000° to 1300°C.

Fig. 2は実用 LCN-155 合金 (No. 8) を1000°~1300°Cの各温度に1時間溶体化したのちの焼戻示差熱膨張曲線を示している。すなわちこれらの曲線から判るように溶体化処理によつて焼戻過程が多少変化する。今Fig. 2中の各曲線の第一段および第二段の収縮温度を収縮量の1/2の点の温度として、各収縮温度、量に対する溶体化処理温度との関係を調べるとFig. 3のようになる。すなわち第一段の収縮温度および量は溶体化処理温度によりあまり影響されず、これに対し、第二段の温度および量はいちじるしく上昇し、増加する。とくに1100°C~1250°Cの範囲でいちじるしい。この第二段の収縮量および温度は析出量および析出温度と対応すると考え

られるから、溶体化処理温度の上昇は後の時効性に対し重要な効果を持つものと考えられ、約1150°C以上の温度で溶体化を行なうことが望ましいと思われる。

なお Fig. 2 の中で 1100°C 以下の溶体化処理を行なった試料の焼戻曲線に見られる 850°C 付近からの膨張変化は 1150°C 以上の場合生じないことから 1100°C 以下で溶体化した試料中に 850°C 以上で溶け込み得る析出物が存在するために生じたものと考えられる。1100°C 以下の溶体化処理では鍛造後の残留一次析出物を十分に地に溶け込ませ得ないために、後の焼戻のさい析出する炭化物の組成は 1150°C 以上の溶体化処理した場合と異なり、割合 Cb や Mo, W などの特殊元素の少ないものと予想される。しかしこの点についてはさらに検討が必要であろう。

3. 焼戻過程におよぼす添加元素の効果

Fig. 4 は焼戻過程におよぼす LCN-155 合金中の微量元素 C, N, Mo, W, Cb の効果を調べる目的で 1150°C で 1 時間溶体化処理した 12 種の試料の焼戻示差熱膨張曲線を示している。すなわちこれらの試料のうち No. 9 を除いた試料はいずれも二段の変化を生じるが、

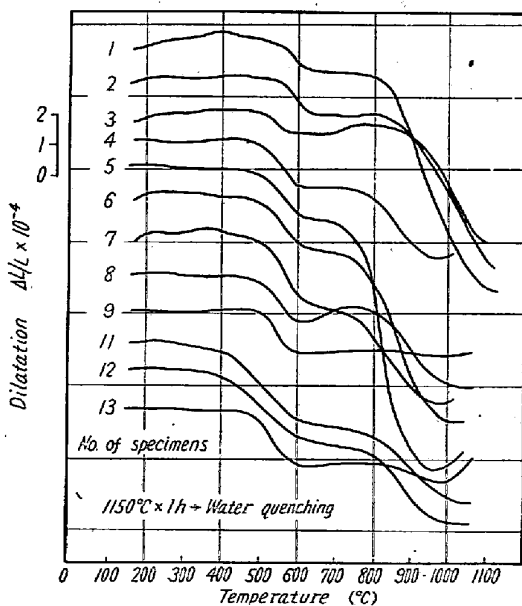


Fig. 4. Differential dilatometric curves during tempering.

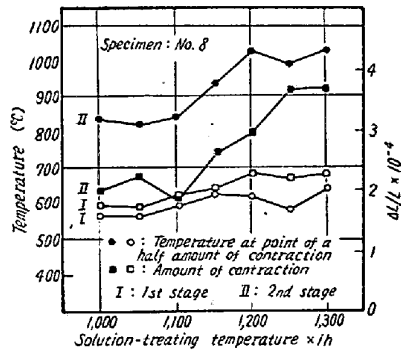


Fig. 3. Co-relations between amounts and temperatures of contraction at two stages, and solution-treating temperature.

第一段の変化は添加元素によつてほとんど変化せず、水素焼鈍した No. 9 の純四元合金でも LCN-155 合金 No. 8 と同程度の収縮がある。これに対し第二段の収縮量は添加元素によりいちじるしく変化し、その添加元素の中で C がもつとも大きい効果を与えている (No. 1, 5)。しかし C を含む合金に Cb または N を添加すると (No. 2, 3, 4, 6, 7, 8) この収縮量は減少し、とくに Cb, N の共存する試料 (No. 4, 8) がいちじるしい。またこれら元素に対し Mo, W の添加はほとんど収縮量に変化を与えない。なお C を添加しない試料 (約 0.02% C) でも Mo, W, Cb を添加した試料は多少の収縮を生じる (No. 11, 12)。

以上の結果から第一段の変化は LCN-155 合金中の C, N, Mo, W, Cb などの微量元素とは無関係に生じ、Fe-Cr-Co-Ni 合金中に生じるある現象に起因するものと考えられ、また第二段の変化は添加元素と関連を持ち、おもに C を含む化合物すなわち炭化物の析出に起因すると考えられる。

つぎに第二段の変化の反応速度におよぼす添加元素の効果調べた。

Fig. 5 は 1150°C および 1300°C で溶体化処理した No. 1 から No. 8 迄の 8 種の試料を 700°C で時効した場合の時効時間の対数に対する示差熱膨張変化 (中性体は No. 9 を使用.) を示している。すなわちこの曲線も一般の析出に見られる S 型曲線を示している

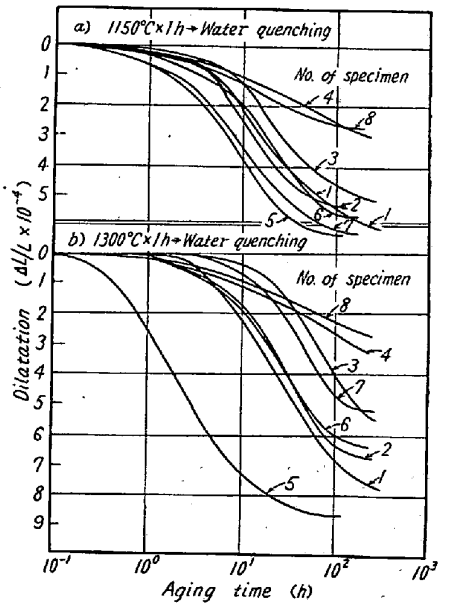


Fig. 5. Dilatometric changes during aging at 700°C with specimens (No. 1~No. 8) solution-treated at 1150° and 1300°C.

が、その曲線は試料の組成や溶体化処理温度によつていちじるしく変化している。反応速度はこの曲線から求めうるが、しかし全収縮量が試料によつて異なるので、今便宜上各曲線の収縮量の 1/2 の点の収縮率 $\Delta l / \Delta t$ から求めた。その結果を Table 2 に示す。

すなわち溶体化処理温度の上昇は Mo, W のみを含む No. 5 の試料を除いて一般に反応を遅らせ (とくに

Table 2. $\Delta l/\Delta t$ at point of a half amount of contraction (at 700°C).

No. of specimens	$\Delta l/\Delta t$ ($\Delta l = \Delta L/L \times 10^{-4}$, $\Delta t = h$)	
	1150°C × 1h → Water-quenching	1300°C × 1h → Water-quenching
1	0.14 ₂	0.14 ₆
2	0.12 ₃	0.15 ₁
3	0.10 ₁	0.056
4	0.098	0.072
5	0.26 ₇	1.7 ₂
6	0.37 ₀	0.14 ₅
7	0.16 ₅	0.076
8	0.14 ₀	0.040

No. 3, 6, 7, 8) る傾向がある。例外として No. 5 のみは逆に促進する。また No. 1 と No. 5, No. 2 と No. 6, No. 3 と No. 7, No. 4 と No. 8 の各試料の比較から, Cb, N の有無にかかわらず Mo, W は反応を促進し, No. 1 と No. 2~4 および No. 5 と No. 6~8 の比較から, Cb および N は逆に反応を遅らせる傾向がある。

この第二段階は析出により生じるものであるから収縮量と析出量, 反応速度と析出速度と対応させようと考えられる。したがって上記の事実からつぎのように考察し得る。

C は析出量にもつとも大きく影響する。Mo, W はこの析出量にほとんど影響せず, 析出速度を増加させる。また Cb, N はむしろ析出量を減少させ, 析出速度を遅らせる。なお溶体化処理温度の影響は, その温度の上昇とともに各試料中の未溶解析出物として残留する炭化物, 窒化物などが地に溶け込むために上記の各元素の効果が現われたと考えられる。

4. 第二段の変化の活性化エネルギー

第二段の変化の活性化エネルギーは熱膨張測定によって得られる時効温度と長さの変化との関係から求められる。一例として Fig. 6 および Fig. 7 に No. 5 の試料について行なった結果を示す。Fig. 7 は任意の収縮量を生ずるに要する時間の対数値と絶対温度の逆数値との関係を示している。その結果, 約 750°C 以上の温度で時効した場合の測定値はほぼ一直線上に並ぶが, 750°C 以下の値はこの直線からずれ, 勾配の異なる別の直線上にのる。熱膨張測定の誤差を考慮してもこのように明瞭な傾向があることは, 約 750°C の温度を境として機構の異なる変化が存在することを示している。高温側の活性化エネルギーは直線 I の勾配の平均から約 60,000 cal/mol であり, 低温では平均 32,000 cal/mol である。また No. 8 の試料では約 670°C を境として低温側で 38,000

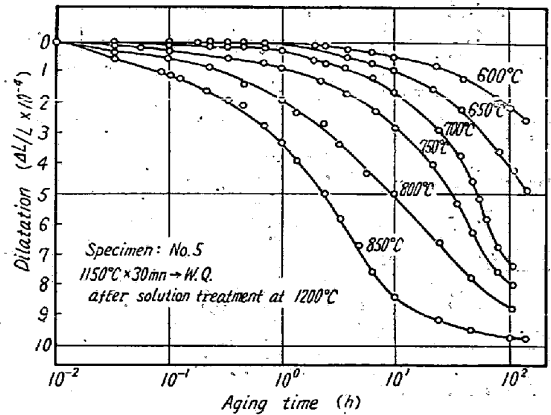


Fig. 6. Dilatometric changes of the specimen (No. 5) solution-treated during aging at various temperatures designated.

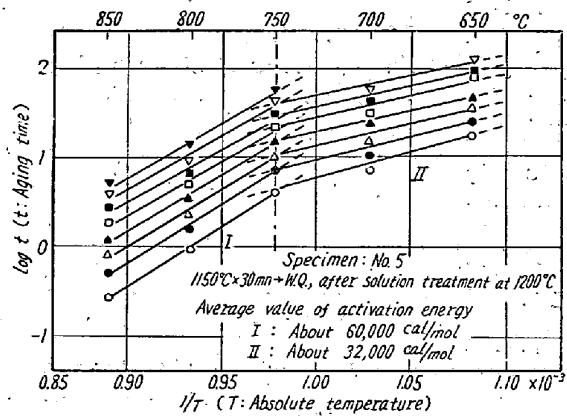


Fig. 7. Co-relation between logarithmic aging time and reciprocal absolute temperature. (Obtained from the results in Fig. 7)

cal/mol, 高温側で 56,000 cal/mol であつた。従来各種元素の自己拡散の活性化エネルギーが数多く報告されているが, この高温側の値は Fe, Co, Ni, Cr などの金属原子の自己拡散の値^{17)~20)}その他と, また低温側の値は γ-Fe 中の C, N²¹⁾²²⁾その他の拡散に要する活性化エネルギーの値と対応する。このことから第二段の変化は低温では C, N の拡散に, また高温では金属原子の拡散に制約せられる 2 つの現象からなると考えられる。すなわち焼戻の初期は C 量の多い析出物に, 後期には金属原子の多い析出物になると推測される。なお第一段の変化の活性化エネルギーについては別報するが, 約 50,000 ~ 60,000 cal/mol の値が得られている¹⁶⁾。

5. 二段の変化の相関性について

第一段と第二段の変化の間になんらかの相関性があるかどうかを知ることは焼戻過程を調べる上に重要なことである。一般に 2 つの現象が存在し, 連続して発生する場合, つぎの 2 つの過程が考えられる。

- 1) A の現象が B の現象に移移する場合

2) Aの現象とは別個にBの現象が生じる場合

Fig. 8は変態の無いCo-Ni合金を中性体とした場合のNo. 8の試料の示差熱膨張による加熱冷却曲線を示す。すなわち水冷した試料を焼戻すと曲線Iのように二段の収縮a, cとその中間に膨張bが認められる。この焼戻した試料を繰返し加熱冷却すると、II, IIIの曲線のように二段の収縮a, cは消失して、600°C付近に可逆変化があらわれる。これはbに相当する。つぎに水冷した試料を焼戻して第一段の収縮aを生じせしめたのちただちに冷却した場合、IVの曲線のように再加熱しても収縮aはあらわれず、600°C以上にbの可逆変化が認められるのみである。またV, VIの曲線から判るようにbの可逆変化は第二段の変化cとは無関係にあらわれる。またFig. 9は1200°Cで1時間溶体化処理したのち水冷したNo. 8の試料をふたたび1050°Cから550°C迄の各温度で焼戻し水冷してその示差熱膨張を測定した結果である。なお中性体は同一試料を完全焼鈍したものである。すなわちd), e), f)の曲線から、第二段の変化cは焼戻温度の上昇とともに減少し、1050°C

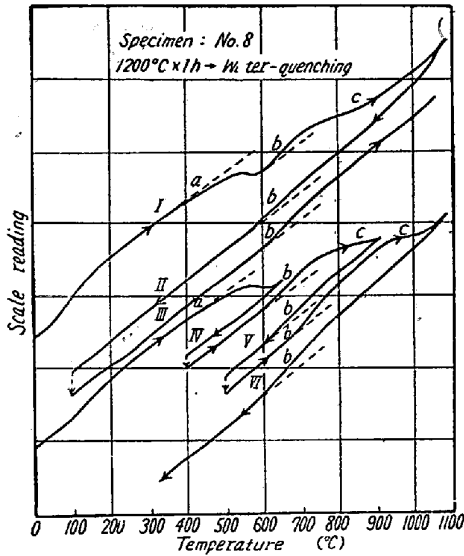


Fig. 8. Differential dilatometric curves during heating and cooling.

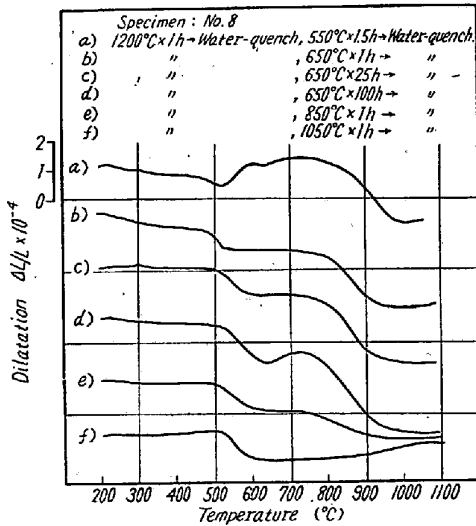


Fig. 9. Differential dilatometric curves during tempering of the specimen (No.8) heated at various temperatures followed by water quenching after solution-treatment.

で完全に消失する。一方第一段の変化aは第二段の変化cとは無関係に650°C以上の温度から焼入れることによりふたたび現われる。

以上の実験結果から急冷した試料ではaおよびcの収縮変化とbの膨張変化があり、この変化のうちaおよびcは焼入れることによつて生じ、bは焼戻状態で可逆変化することが判る。しかしaとbは同一現象により生じるもので、aは650°C以上の温度から急冷されることによりbの変化を起すことなく過冷される。今急冷した試料では第一段の変化aで[A]という状態が[A']の状態に変わるとすると、この[A']の状態は約650°C付近でふたたび[A]の状態に復帰する*。また焼戻試料では650°C付近で加熱冷却によつて[A'] $\xrightleftharpoons[\text{冷却}]{\text{加熱}}$ [A]の可逆変化が生じる。すなわち第一段の変化は第二段の変化とは無関係であると考えられる。

IV. 総 括

焼入れたLCN-155合金の焼戻過程およびそれに対する溶体化処理温度、添加元素の影響などを物理的性質の測定により調べた。その結果はつぎのように総括される。

1. 実用材の焼戻過程は500°C付近と750°C付近の温度の二段に分けられ、これらの温度で物理的性質が変わる。
2. 第一段では時効硬化せず、添加元素とは無関係な純Fe-Cr-Co-Ni系四元合金中の現象と考えられる。
3. 第二段の変化は本材料の時効硬化を生じせしめる炭化物、窒化物などの析出により生じるもので、添加元素および溶体化処理温度の影響をいちじるしく受ける。すなわち添加元素のうち、Mo, Wは析出量にほとんど影響せず、析出速度を増加させ、またCb, Nはむしろ析出量を減少させ、析出速度を減少させる傾向を持っている。溶体化処理温度の効果は温度の上昇とともに析出量を増し(とくに1100°C~1250°Cの範囲でいちじるしい)、析出速度を変化させる。これは未溶解の炭化物、窒化物が地に溶け込むために生じるものと考えられる。
4. 第二段の変化は活性化エネルギーの測定から低温ではおもにC, Nの拡散に、また高温では金属原子の拡散に制約せられると考えられる。
5. 第一段の変化の原因については触れなかつたがこ

* Fig. 1の電気抵抗および比熱曲線からもうなずける。なほ熱膨張曲線では中性体が同一試料のため[A']→[A]の変化による膨張は相消されあらわれないと考えられる。

の現象は約 650°C 以上の温度から焼入れることにより生じ、(焼戻状態では可逆変化する。) 第二段の析出現象とは別個に存在すると考えられる。(昭和35年9月寄稿)

文 献

- 1) E. E. REYNOLD, J. W. FREEMAN and A. E. WHITE: NACA Technical Note No. 2449 (1951)
- 2) " : J. Metals, 171 (1952), 4, p. 946~958
- 3) W. O. BINDER: J. Iron & Steel Inst.(U.K.) 167 (1951), 2, p. 121~134
- 4) J. W. FREEMAN, E. E. REYNOLD and D. N. FREY: NACA Technical Note No.1867 (1949)
- 5) J. W. FREEMAN, E. E. REYNOLD and A. E. WHITE: Amer. Soc. Test. Mat., 49 (1949), p. 618~645
- 6) D. N. FREY, J. W. FREEMAN and A. E. WHITE: NACA Technical Note, No.1001 (1950)
- 7) D. N. FREY, J. W. FREEMAN and A. E. WHITE: NACA Technical Note, No.2385 (1951)
- 8) D. N. FREY, J. W. FREEMAN and A. E. WHITE: NACA Technical Note, No.2472 (1952)
- 9) J. W. FREEMAN and H. C. CROSS: NACA Technical Note, No.1230 (1947)
- 10) 出口: 鉄と鋼, 38 (1952), 2, p. 95~101
- 11) " : " , 38 (1952), 3, p. 133~137
- 12) " : " , 40 (1954), 12, p. 1119~1127
- 13) 長谷川, 落合, 桑, 山本: 鉄と鋼, 39 (1953), p. 780
- 14) 武田, 花井, 湯川: 鉄と鋼, 41 (1955), p. 320
- 15) W. C. HAGEL and H. J. BEATTIE: Trans. Amer. Soc. Metals, 49 (1957), p. 978~1004
- 16) 今井, 増本: 日本金属学会講演 (1959) 秋期, (1960) 春期.
- 17) H. W. MEAD and C. E. BIRCHENALL: J. Metals, 8 (1956), 10, p. 1337~1339
- 18) V. LINNENBOM, M. TETENBAUM and C. CHECK: J. Appl. Phys., 26 (1955), p. 491
- 19) R. E. HOFFMAN, F. W. PIKUS and R. A. WARD: J. Metals, 8 (1956), 5, p. 483~486
- 20) H. W. PAXTON and E. G. GONDOLF: Arch. Eisenhüttenw., 30 (1959), 1, p. 55~60
- 21) C. WELLS, W. BATZ and R. F. MEHL: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 188 (1950), 4, p. 553~560
- 22) E. B. PAUL, P. H. DONALD and C. WELLS: J. Metals 8 (1956), 8, p. 686~687

鋼中微量アルミニウムの定量分光分析*

高尾善一郎**・三好敏***

Spectrochemical Determination of Small Amount of Aluminium in Steel.

Zenichiro TAKAO and Satoshi MIYOSI.

Synopsis:

The determination of total aluminium in steel is of essential importance because of its vital basis decisive to a series of problem on structure and composition of steel.

A spectrographic analysis applicable to the minute total aluminium (0.005~0.100%) in steel was established as given hereinunder by means of a combination use of a medium sized quartz spectrograph and a grating spectrograph of Ebert type with an AC intermittent arc source unit.

Precision in the term of coefficient of variance attained to 3~5%, while accuracy thereof showed quite comparable to results obtained by wet chemical analysis.

Austenitic grain size was able to be proved by this method in a few hours after ingot-making which was distinguished to ensure the quality of products.

I. 緒 言

製鋼精錬過程において、アルミニウムは脱酸剤のみならず鋼のオーステナイト結晶粒度調整剤として広く用いられており、その調整効果のいかに鋼質に大きな影響

をおよぼすことは良く知られている。したがって鋼中のアルミニウムを迅速かつ正確に定量し、調整効果を早期

* 昭和34年11月本会講演大会にて発表

** 株式会社神戸製鋼所研究部 工博

*** 株式会社神戸製鋼所研究部分析課