

ージから造塊された鋼塊間ではリミングアクションの強目な鋼塊、蓋置きが遅くリミングアクション継続時間の長い鋼塊の介在物量が少なく、蓋打ちによつてリミングアクションが強制的に抑制されるメカニカルキヤップド鋼塊の介在物量は著しく多い。

このようにリムド鋼塊底部の大型スラグ介在物量がリミングアクションによつて影響されることが明らかとなつたが、リミングアクションの強さを定量的に把握することが困難であるため大型介在物量とリミングアクションとの関係を正確に論ずることはできない。

しかし、リミングアクションの継続時間はリム層の厚さと対応すると考えられるので、供試鋼の底部 15% の試料のリム層厚さを測定し、底部のスラグ介在物量との関係を求めた。結果は Fig. 2 に図示するとおりで、全供試鋼塊を通じて一義的な関係はないが、同一チャージの鋼塊間(実線で結んでいる)ではリム層厚さが増すと介在物量が低下している。

## 5. 結 言

リムド鋼塊の性状とリミングアクションとの関係を系統的に把握するための第一段階として、鋼塊底部の大型スラグ介在物に対するリミングアクションの影響を調べた。

注入終了後の各時間ごとの浮上スカムおよび鋼塊底部の大型介在物を比較すると、(i) スカムおよび介在物はともに FeO, MnO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> からなつておらずとくに初期スカムと介在物が極めてよく類似している。(ii) スラグ介在物がリミングアクションによる溶鋼流の弱い鋼塊底部に集積している、などの点からこれら大型介在物はスカム成分の一部が浮上しきれずに底部にトラップされたものであると結論された。ZrO<sub>2</sub> トレーサーによる試験では一たん浮上したスカムの巻き込みは無視できる。

スカムおよび介在物中の FeO, MnO の大部分は溶鋼の凝固前面での Mn 脱酸生成物であり、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> は脱酸剤として投入した Al の反応生成物である。SiO<sub>2</sub> や Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の一部は溶鋼による造塊用耐火物の溶損物とみなされる。

このように上注ぎリムド鋼塊底部の大型スラグ介在物はスカム成分が浮上しきれないで残留したものであるから、その分布はリミングアクションによつて影響される。

転炉リムド鋼 6 チャージ 10 鋼塊および平炉リムド鋼 1 チャージ 2 鋼塊について底部大型介在物を調べた結果によると、0.05% C のチャージの鋼塊では、0.06~0.08% C のチャージの鋼塊に比べて、リミングアクションが弱いために大型介在物が多い。同一チャージの鋼塊を比較するとリミングアクションの強目な鋼塊、蓋置きが遅く、リミングアクションの継続の長い鋼塊の方が大型介在物量が少ない。

## 文 献

- H. HOFF, H. LESSIG, G. MASING: Stahl u. Eisen, 76 (1956), p. 1442.
- H. HOFF, G. v. d. DUNK, H. LESSIG: Stahl u. Eisen, 77 (1957), p. 1290.
- 森永, 大庭, 伊藤: 鉄と鋼, 49 (1963), p. 1663.
- K. MORINAGA, S. IZUMI, H. HIROTANI, Y.

Ito: Tetsu-to-Hagané Overseas, 4 (1964), No. 1.

- 森永, 大庭, 伊藤: 鉄と鋼, 49 (1963), p. 1423.
- W. CRAFTS, D. C. HILTY: Proceedings of Electric Furnace Steel Conference, (1953), p. 121.
- R.-D. BAARE, E. BOECKERS, W. SPIEKER, H. BECK: Stahl u. Eisen, 82 (1962), p. 1500.
- 森, 松尾, 繩田, 柳原, 増本: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 1848.

## (89) 出鋼前溶鋼の巨大介在物および酸素含有量

(地疵の研究—IV)

愛知製鋼、研究開発部

小田昭午・堀 英世・○久利登一  
Large Inclusions and Oxygen Contents  
in Molten Steel before Tapping.  
(Study on the streak flaw—IV)

Syōgo ODA, Hideyo HORI and Norikazu KURI

## 1. 緒 言

地疵の生成原因については、従来幾多の研究が行なわれているにもかかわらず、その生成原因は明確となつていらない。当社においても地疵の研究の一環として、取鍋耐火煉瓦をロウ石質、シャモット質、アルミナ質などとして、地疵におよぼす影響を調査した結果、これら耐火煉瓦が地疵におよぼす影響は認められなかつたり。また、溶鋼の空気酸化の影響については、真空脱ガス用タシクを用いて N<sub>2</sub> ガス雰囲気中にて造塊した結果、空気酸化の地疵生成におよぼす影響は認められなかつたり。したがつて地疵生成原因として脱酸生成物があげられるが、一方特殊鋼部会第2小委員会において、肌焼鋼製鋼時の出鋼前、取鍋中、注入各期に 3 kg 鋼塊を採取し、加工比 4 に鍛造後地疵試験を行なつた結果、炉中、取鍋中では地疵は少なく、鋳型に注入すると大きな地疵が生成することから、炉内の溶鋼は清浄であると報告している<sup>3)</sup>。この場合の清浄とは、3 kg の鋳型にスプーンで汲み取り、鋳込んだ後鍛圧比 4 に鍛造して、地疵が発生しなかつたと云うことであり、出鋼および鍛造時の攪拌による介在物の凝集肥大および浮上分離なども考慮に入れた実験ではない。一方地疵にチャージ性の存在することは明らかであり、チャージ単位で操業し得るどこかに大きな要因があることは間違いない。この点に着目し、出鋼前溶鋼の性状を調査し、あわせて、圧延材の地疵との相関々係を調べた。

## 2. 実 験 要 領

10 t 塩基性電気炉を使用し、肌焼鋼の出鋼前、Al 投入直前の鋼浴より No. 1 電極および No. 2 電極の中間、操業口より約 50 cm、鋼滓下約 15 cm 附近の溶鋼を真空採取法<sup>4)</sup>により採取し、また同位置にバールを挿入し、溶鋼をバール先端に付着させ採取した<sup>5)</sup>。さらに、同位置からスプーンで溶鋼を汲み出し 5 mm f の石英管でスピード吸上を行なつた<sup>6)</sup>。各試料について以下の調

Table 1. Chemical composition and temperature before tapping.

JJS. Spe.	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Temp.
SCR 22	0.20 ~0.17	0.20 ~0.12	0.82 ~0.68	0.017 ~0.013	0.021 ~0.011	0.18 ~0.14	0.14 ~0.06	1.23 ~0.91	0.02	1650 ~1631
SCM 21, 22	0.20 ~0.16	0.21 ~0.12	0.99 ~0.66	0.024 ~0.014	0.020 ~0.011	0.16 ~0.13	0.10 ~0.07	1.53 ~1.03	0.35 ~0.19	1656 ~1617
SNCM 23	0.20 ~0.17	0.17 ~0.12	0.69 ~0.58	0.021 ~0.014	0.017 ~0.013	0.36 ~0.14	1.95 ~1.75	0.74 ~0.55	0.23 ~0.17	1632 ~1629
SNC 21	0.15 0.11	0.12 0.08	0.56 0.38	0.018 0.013	0.013 0.018	0.16 0.15	2.34 0.07	0.38 0.09	0.02 0.01	1630 1639
S15CK										

査を行なつた。

#### 2.1 清浄度

JIS 点算法により各試料の酸化物系介在物の面積率を算出した。

#### 2.2 巨大介在物の個数測定

光学顕微鏡を使用して各試料中に含まれる介在物を  $>100 \mu$ ,  $100\sim50 \mu$ ,  $50\sim20 \mu$  の大きさ別個数を測定した。検鏡条件は 100 倍における 4 面 60 視野にて行なつた。

#### 2.3 酸素分析

真空採取、吸上採取の各試料について、真空溶融法により酸素を分析した。

#### 2.4 抽出介在物調査

各試料を電解液  $0.5N \cdot HCl$ , 電流密度  $40mA/cm^2$  にて陽極電解し、実体顕微鏡下で介在物の大きさ別の個数を測定した。さらに、組成、形態についてもあわせて調査した。

#### 2.5 圧延材の地疵試験

各チャージは 1t 上注鋼塊に造塊し、100~150mm  $\phi$  に圧延し、Top. 部より 300mm の地疵試験片を採取した。試験法は JIS G0556, 鋼の地キズの肉眼試験方法によつた。

### 3. 実験結果

試料採取に供した肌焼鋼 (SCR 22, SCM 21, 22, SNCM 23, SNC 21, S15CK 計 30 チャージ) の製鋼作業は当社製鋼作業標準どおりで、特別に異なる作業は行なつていない。出鋼前の鋼浴組成および温度のバラツキ範囲を Table 1 に示す。

#### 3.1 清浄度および巨大介在物の個数

出鋼前鋼浴中より真空採取法、バール法、スプーン内吸上法により試料を採取し、JIS 点算法で各試料中に存在する酸化物系介在物の面積率を測定した結果を Fig. 1 に示す。バール法により採取した試料中の介在物 ( $0.03\sim0.12\%$ ) が真空採取法 ( $0.03\sim0.07\%$ ), スプーン内吸上法 ( $0.03\sim0.08\%$ ) より高値であつた。

同試料を 100 倍の光学顕微鏡により、介在物の大きさ別の個数を測定した結果は Fig. 2 に示すとく、真空採取法、バール法には  $>100 \mu$  の大型介在物が 0~5 コ,  $100\sim50 \mu$  の中型介在物が 0~7 コ,  $50\sim20 \mu$  の小型介在物が 12~52 コ認められ、これはスプーン内吸上法の場合の  $>100 \mu$  0~1 コ,  $100\sim50 \mu$  0~5 コ,  $50\sim20 \mu$  11~38 コより高値であつた。

#### 3.2 抽出介在物

さらに、各試料を陽極電解し、抽出分離した介在物を実体顕微鏡により、その大きさ別の個数を測定した結果、

真空採取法の場合、 $>100 \mu$  3~6 コ,  $100\sim50 \mu$  1~11 コ,  $50\sim20 \mu$  3~10 コ存在し、バール法、スプーン内吸上法の  $>100 \mu$  0~3 コ,  $100\sim50 \mu$  0~6 コ,  $50\sim20 \mu$  2~5 コに比較して多くなつてゐる。

従来、出鋼直前の溶鋼は C, Si-Mn, Fe-Si などの脱酸剤が添加され、さらに溶鋼と接触している鋼滓が強還元性のため析出および拡散脱酸が十分進行しており、もし仮に脱酸生成物が存在したとしても、 $1600^\circ C$  前後の高温に 60~80min 間保持されているため、ある程度の大きさに凝集肥大した介在物はほとんど浮上分離し、出鋼直前の溶鋼は清浄であると云われていた<sup>3)</sup>。しかるに、本結果によると約  $100 \mu$  にも達する巨大介在物が出鋼前溶鋼中に存在することが確認された。これらの巨大介在物がそのまま圧延材の地疵になるとは考えられないが、このような巨大介在物が多数存在することは、定性的な

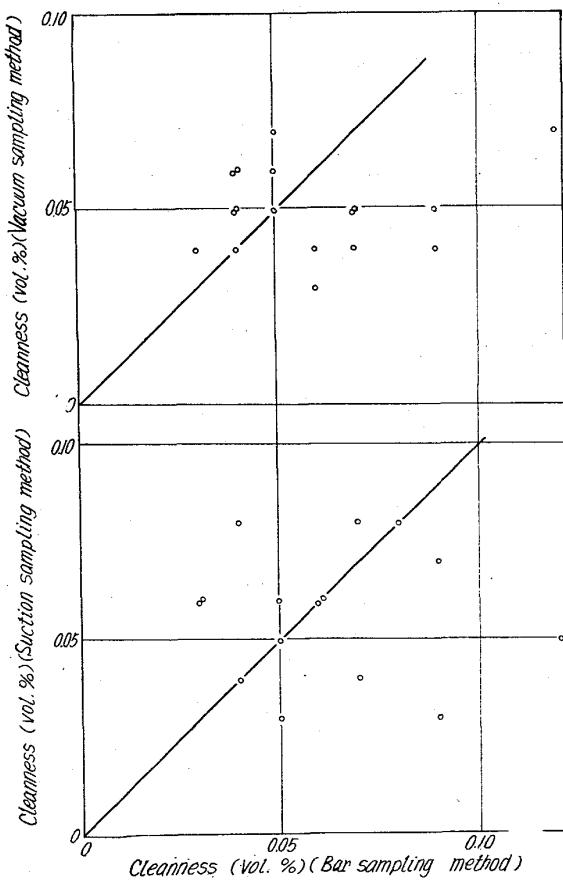


Fig. 1. Comparison of the cleanliness by point counting method.

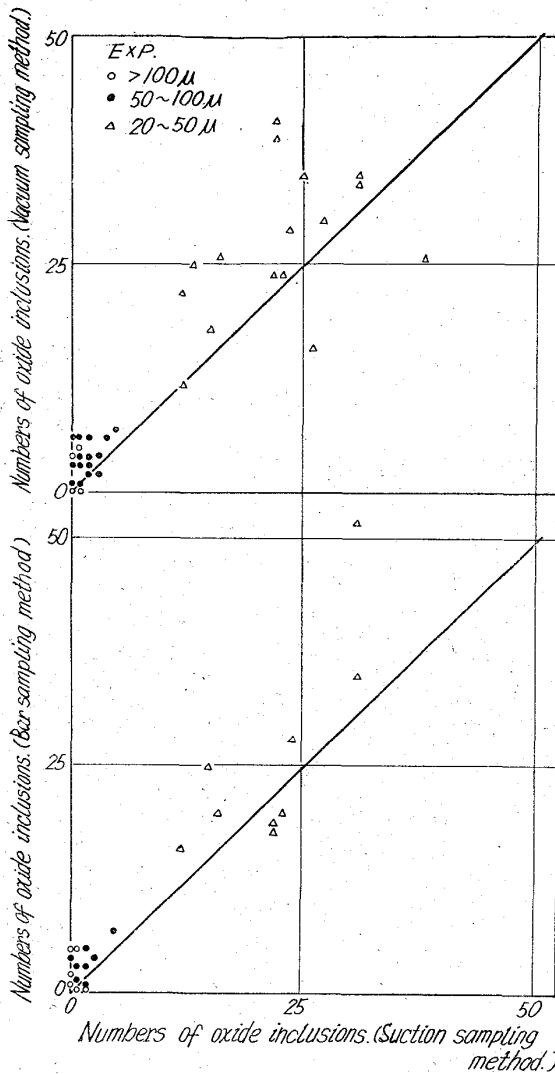


Fig. 2. Comparison of numbers of the large inclusions.

表現であるが、まだ脱酸反応の過程にあるか、あるいは還元中期に添加された合金剤中の酸化物によることが考えられる。

抽出介在物の内、代表的な介在物をメノウ乳鉢で数μに粉碎し、加速電圧 100kV にて高分解能電子線回折を行なつた結果、 $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ,  $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2$ ,  $3\text{MnO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{FeO} \cdot 3\text{SiO}_2$ ,  $2\text{FeO} \cdot \text{SiO}_2$ などが認められた。

さらに、真空採取試料より介在物を抽出し組成分析を行なつた結果、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  3~29%,  $\text{SiO}_2$  44~83%,  $\text{FeO}$  1~17%,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}$  trace であった。これらの値は水簸法および磁気分離で抽出残渣より介在物を分離しているため微細な介在物を完全にとらえることはできず、したがつて十分に正確な値ではない。また、介在物量が 0.8~2mg 程度しか得られなかつたので、分析誤差が大きく影響し組成百分率の合計が 100% に充たぬものや、それ以上になるものがあるが、おおよその組成を知ることができる。すなわち、主成分は  $\text{SiO}_2$  であり、約 70% をしめ、残りは  $\text{Al}_2\text{O}_3$  と  $\text{FeO}$  よりなつている。

### 3・3 酸素含有量

出鋼前鋼浴中より採取した各試料を真空溶融法により

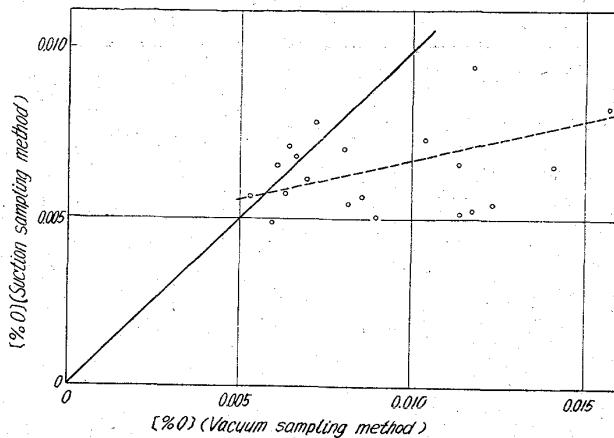


Fig. 3. Oxygen contents.

酸素分析した結果は Fig. 3 に示すとく、スプーン内吸上試料(平均 0.0063% O)より真空採取試料(平均 0.0095% O)の方が約 30 ppm 程度高値であった。

真空採取法の最も欠陥として考えられるものに、石英管先端を封する SB ガラスがある。かりに採取器先端封じ込み用ガラス 1mg が試料中に混入した場合、SB ガラス中の酸素量は約 53% であるから、採取した試料重量 7g とすると 0.0076% O<sub>2</sub> の上昇になる。SB 24 ガラスには B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が 12~13% 配合してあり、試料中に混入した場合、抽出介在物中に B が検出されるはずである。各種採取試料の抽出介在物について B 分析を行なつた結果、Table 2 に示すとく、B の検出限度が 2γ であることからして、真空採取試料中の介在物から B が検出されていないことになる。

一方、スプーン内吸上法は炉内鋼浴中にスプーンを挿入した場合、スプーンと接触した溶鋼の局部的冷却による鋼中 [O] の分離、および汲み出して石英管で吸上げる間の温度降下、介在物の浮上などの起ることが考えられる。従来、出鋼前溶鋼のポンプ法による酸素分析結果は、肌焼鋼で 40~70 ppm と考えられて來たが、Fig. 3 に認められるスプーン内吸上法によれば 50~100 ppm と若干高めであり、真空採取法によると 50~150 ppm とさらに高含有量側に範囲が拡がつてゐる。また、真空採取法の酸素量が増加するにしたがつて、スプーン内吸上法の酸素含有量もわずかながら増加し、正相関が認められるようであり、スプーン内吸上法が実際の酸素含有量より低い値を与えていた様子がうかがわれる。

### 3・4 出鋼前の諸性質と地疵の関係

調査対象チャージのうち圧延寸法の比較的揃つてゐる

Table 2. Chemical analysis of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in specimens.

Sampling method	Specimen (g)	Inclusion (mg)	B (γ)	$\frac{\text{B}_2\text{O}_3}{\text{Inclusion}} \times 100$ (%)
Vacuum sampling	6.5	0.50	1	0.54
	"	1.00	0	0
	"	0.40	0	0
	"	0.70	0	0
Suction sampling	6.5	0.50	1	0.64
Bar sampling	17.5	1.60	0	0
S.B. 24 glass		1.10	38	11.1

69.14-122.4; 620.192.45; 548.4

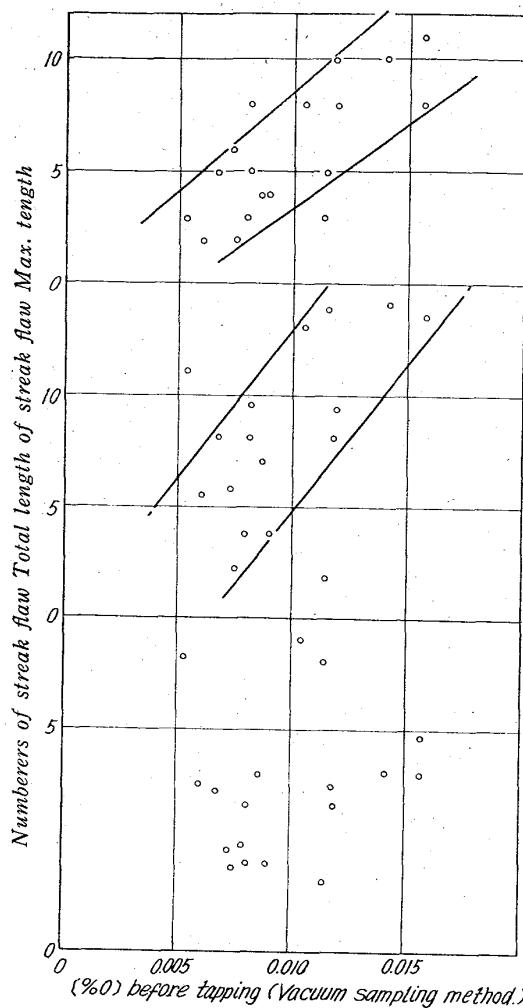


Fig. 4. Relation between [%] before tapping and Macro streak flaw.

100~150mm  $\phi$  の地疵と出鋼前酸素量、酸化物系介在物の面積比および巨大介在物 ( $>20 \mu$ ) の所有する酸素量など出鋼前操業データについて有意差検定を行なつたが、出鋼前の酸素量を除いては有意な関係が認められなかつた。出鋼前酸素量と 100~150mm  $\phi$  第1段の地疵 ( $100 \times 100 \text{ mm}^2$  に換算) とし相関々係を Fig. 4 に示す。1 点は 1 チャージの平均である。チャージ数が少ないので明確なことはまだ云えないが、Fig. 4 から総長と最大長さとの間に信頼度 95% で相関々係が認められる。

#### 4. 結 言

合金肌焼鋼を中心にして、出鋼前の溶鋼の性状を調査し、そのチャージの圧延材の地疵との関連を調べた。その結果をまとめると次のようになる。

1. 出鋼前溶鋼の酸素含有量は、従来考えられていた  $0.0040\% \sim 0.0070\%$  (ポンプ法) よりは高く、 $0.0050\% \sim 0.0150\%$  (真空採取法) と考えるのが妥当の結果が得られた。

2. 試料採取法について検討した結果、酸素分析試料としてなお不安は残つているが、真空採取法が適当であると考えられた。

3. 出鋼前溶鋼中には地疵となり得るような巨大介在物は存在していた。従来から出鋼前溶鋼は清浄であると

云われていたことは必ずしも正しくなかつた。

4. 出鋼前溶鋼の酸素量と圧延材の地疵総長および最大長さとの間に相関々係が認められている。データー数が少ないのでなおチャージ数を増して明らかにしたい。

#### 文 献

- 1) 木村: 通産省指令第 373 号試験研究終了届出書 (1953. 7. 31).
- 2) 小田、堀、森、加藤: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 1841.
- 3) 特殊鋼部会第 2 小委員会: 鉄と鋼, 38 (1952), p. 1055.
- 4) 日本製鋼所、小林: 学振 19 委 6190 ガス 67 (1961, 4. 2).
- 5) 桜山: 電気製鋼, 25 (1954) 239.
- 6) 日立製作所、重松: 学振 19 委 5477 (1959. 3. 31).

### (90) 小型介在物周辺の転位の挙動について

(圧延の際の鋼中非金属介在物の変形—IV)  
金属材料技術研究所

工博 内山 郁・○角田 方衛  
Behaviour of Dislocations in Matrix around Small Inclusion.

(Deformation of nonmetallic inclusions in steel during rolling of steel—IV)

Dr. Iku UCHIYAMA and Masae SUMITA

#### 1. 緒 言

著者らは基礎的見地から、圧延したさいの介在物の挙動とくに介在物の変形量と圧延温度および圧延比との関係を定量的に扱うことを試みている。第 1 報<sup>1)</sup>、第 2 報<sup>2)</sup>および第 3 報<sup>3)</sup>ではそれぞれ Mn, Si および Si-Mn 各単独脱酸鋼中の介在物について上記の観点について調べた結果を報告した。その結果、介在物の変形量は、介在物の組成、圧延温度、圧延比、介在物の大きさなどにより異なることが判明した。

本報では物性的立場から、小型介在物 ( $\approx 1 \mu$ ) 周辺の転位の分布状態について薄膜試料の電子顕微鏡透過観察を試みた。介在物と転位との関係については今まで次のような研究がなされている。すなわち、J. J. GILMAN<sup>4)</sup> は LiF 結晶に衝撃応力波を与えた場合、すべり帶の星状模様が介在物から発生していることを示している。L. M. HOWE et al<sup>5)</sup> は焼鈍した Zr 結晶中の転位は強い電流により動かされ、その転位の運動は介在物により一時阻止されることを薄膜により直接観察している。R. S. GOODRICH et al<sup>6)</sup> は分散強化型合金に圧延を施した際、強化剤  $\text{Al}_2\text{O}_3$  の周辺部に tangle した転位が生じ、変形量増加とともにその転位は多くなりセル壁形成のための核として作用する、また酸化物により転位の運動は一時阻止されることを示している。K. H. WESTMACOTT et al<sup>7)</sup> あるいは J. R. PATEL らも析出