

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

100~150mm φ の地疵と出鋼前酸素量，氧化物系介在物の面積比および巨大介在物 (>20 μ) 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ったが，出鋼前の酸素量を除いては有意な関係が認められなかった。出鋼前酸素量と 100~150mm φ 第 1 段の地疵 (100×100mm² 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，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%~0.0070% (ポンプ法) よりは高く，0.0050%~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っているが，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った。

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) 梶山: 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. 結 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¹⁾，第 2 報²⁾ および第 3 報³⁾ 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 (≒1 μ) 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日まで次のような研究がなされている。すなわち，J. J. GILMAN⁴⁾ は LiF 結晶に衝撃応力波を与えた場合，すべり帯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 al⁵⁾ 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 al⁶⁾ は分散強化型合金に圧延を施した際，強化剤 Al₂O₃ 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 al⁷⁾ あるいは J. R. PATEL らも析出

Table 1. Chemical composition of specimens.

	C	Si	Mn	P	P	Al
SH 1	0.005	0.002	n. d.	0.006	0.002	n. d.
SL 1	0.007	0.002	n. d.	0.001	0.004	n. d.

物を転位源として考えている。以上の文献から介在物は転位源および転位の運動に対する抵抗物として作用すると思われる。しかし鋼中介在物と転位との関係を示すデータはほとんど見当たらない。そこでまず、鋼中介在物周辺の転位分布状態は熱間圧延、冷間圧延、焼鈍などによりどのように異なるかを調べたので、その結果を報告する。

2. 研究 方法

2.1 供試材

電解鉄を高周波電気炉により大気中で溶解し、Si を 0.02% 添加した 5kg 鋼塊を 2 本作った。その化学組成を Table 1 に示す。試料記号 SH 1 を圧延温度 1250°C~1000°C、圧延比 9 に、そして試料記号 SL 1 を圧延温度 1000°C 以下、圧延比 9 になるように棒材に熱間圧延した。as cast 試料はそれぞれの鋼塊頭部から圧延前にとった。なお SH 1 および SL 1 の介在物面積率は約 0.50% であつた。

2.2 薄膜作製法

棒材および as-cast 部から単結晶切断機により厚さ 0.5~0.8mm、巾 15mm×10mm の板を切りだし、それを平らなもの（試料埋込用フェノール樹脂）にセメダインで貼りつけた後エメリー紙で研磨して厚さ 0.10~0.15mm にした。さらにそれを化学研磨液で 0.05mm

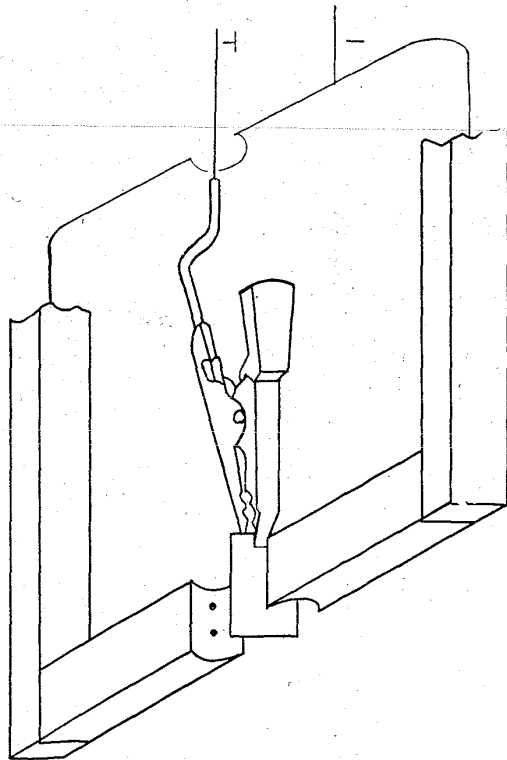


Fig. 1. Apparatus for making steel foil by electropolishing.

前後まで研磨した。この液の成分は HF 5cc, H₂O₂ 250 cc および H₂O 30cc である。

次に BOLLMAN⁹⁾ の尖端陰極法を若干改良した方法で電解研磨を行なつた。電解液の組成は無水クロム酸 150 g, 氷酢酸 800 cc および水 42 cc である。装置の略図を Fig. 1 に示す。陰極には白金線を用い、電圧は 20~25V, 電流密度は 0.1~0.15 A/cm² の条件で電解した。陰極と試料との距離は約 5 mm とし、電解により生じた 2 つの穴がつながる直前で電解研磨を止め、その部分を電顕観察に供した。

2.3 観察試料

次の各条件で処理した試料について観察を行なつた。

- as-cast 試料
- as-cast 試料を 1200°C で 100min 真空焼鈍した試料。
- 圧延温度 1200°C~1000°C、圧延比 9 の試料
- 圧延温度 1000°C 以下、圧延比 9 の試料。
- 熱間圧延後 1200°C で 100min 真空焼鈍した試料。
- 1200°C~1000°C で熱間圧延後圧延比 3 に冷間圧延した試料。

2.4 使用電子顕微鏡

検鏡および写真撮影のために使用した電子顕微鏡は JEM-6A 型、加速電圧 100kV である。

3. 結果および考察

a) as-cast 試料……介在物近辺の転位の分布は他の部分に比較して多く、これは主として介在物と基地鉄の膨張係数の相違に起因して生じる熱歪みによると考えられる。同試料の各部に Photo. 1 に示すような樹枝状の析出物が存在しているが、これは試料の化学組成から考えて W. C. LESLIE¹⁰⁾ が述べているように凝固過程で生じた転位のまわりに C が拡散してきて附着し炭化物を析出したものと考えられる。同写真にみられるすべり線は析出物が試料取扱いの不備により生じた応力のためにすべつたものであり、細いひも状の転位は常温に達した後応力をうけて生じたものと思われる。この細い転位は LESLIE¹⁰⁾ が述べているように析出物から発生しているようである。なお、樹枝状析出物は鋼塊頭部以外の部分にそれほど多く存在していないことから察して、鋼中に存在するほかの不純物とも関係があると思われる。

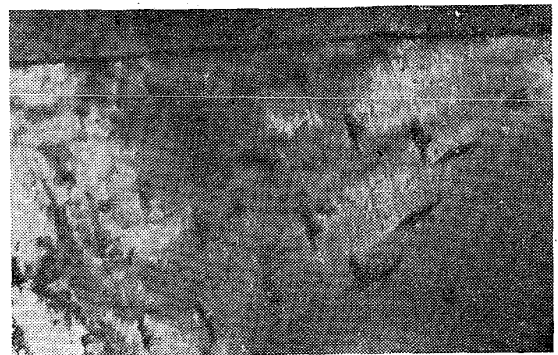


Photo. 1. Dendritic carbides precipitated during cooling of as-cast specimens, slip lines of carbides and fine dislocations induced from carbides. ×20,000 (2/5)

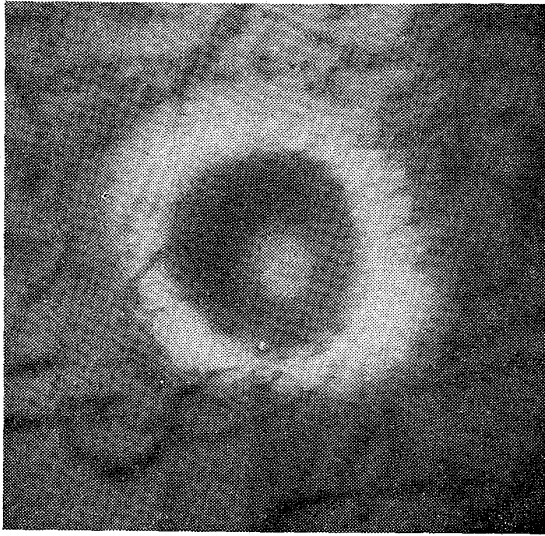


Photo. 2. Dislocations in matrix around small inclusion hole which was rolled during 1200°C~1000°C. $\times 20,000$ (2/3)



Photo. 3. Dislocations in matrix around small inclusion which was annealed at 1200°C for 100min after hot rolling during 1200°C~1000°C. $\times 20,000$ (2/5)

b) 1200°C~1000°Cで熱間圧延した試料…… Photo. 2 に介在物のぬけた跡と思われる穴とその周辺部を示す。熱間加工の転位分布への影響は認められず、熱間加工時に生ずると考えられる加工硬化あるいは介在物と基地鉄との変形能の相違による変形抵抗の影響は再結晶により除去されており、介在物の周辺には試料の冷却途中における熱歪みにより生じたと思われる転位が多数認められる。鋼塊頭部の as-cast 試料に多くみられた析出物は所々に見られるが、介在物周辺にはほとんど存在していないようである。さらに、直線的に配列した転位により構成されている subboundary が認められた。

1000°C 以下で熱間圧延した場合、一部圧延の影響が残っているようであるが、1000°C~1200°Cで圧延した試料と比較した結果、顕著な相違はみられなかった。これに関してはさらに検討中である。

c) 1200°C~1000°Cで熱間圧延後 1200°C 100min 焼鈍した試料……焼鈍前と焼鈍後の試料中の介在物周辺の転位分布状態を比較した結果、ほとんど相違は認められなかった。Photo. 3 に示すように焼鈍後の転位は熱

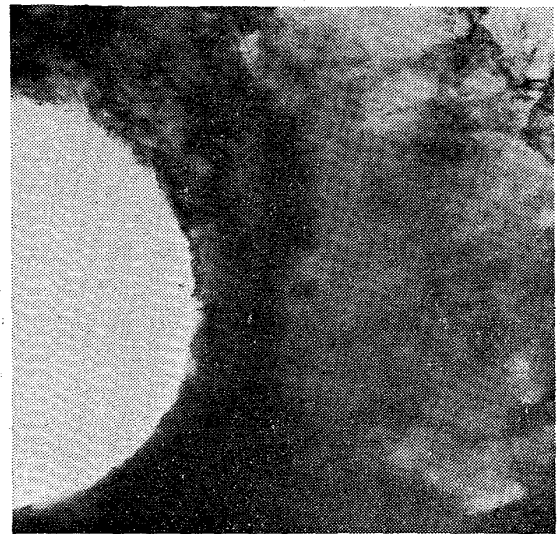


Photo. 4. Tangled dislocations and cell structure in matrix around small inclusion hole which was cold rolled at rolling ratio 3 after hot rolling.

$\times 30,000$ (2/3)

間圧延の場合と同様に熱歪みによるものと思われる。介在物周辺は研磨により非常に薄くなっている。

d) 熱間圧延後圧延比3に冷間圧延した試料……第3報³⁾に冷間圧延した際の介在物周辺に変形能の差に原因する加工歪みを認めたことを報告したが、これを薄膜により調べた結果、変形量の増加とともに試料全体に転位密度が増加し、Photo. 4 に示すように冷間圧延比が高い場合、転位は tangle してセルを形成しており、特に介在物周辺は転位密度が高くなっているようである。

4. 結 言

以上の結果を要約すると次のとおりになる。

(1) 主として炭化物と思われる樹枝状析出物は転位源となり、この種の析出物は不純物の多いと考えられる鋼塊頭部に多く存在している。

(2) 熱間圧延により生じた加工硬化および介在物と基地鉄間の変形能の違いにより生じた変形歪みは再結晶により除去され、介在物周辺の転位は膨張係数の違いによる熱歪みにより生じたものと思われる。

(3) 熱間圧延した試料および熱間加工後真空焼鈍した試料間の介在物周辺の転位分布状態の有意差は認められぬ。

(4) 冷間圧延した試料中の介在物周辺の転位密度はほかの部分に比較して高い。

文 献

- 1) 内山, 角田: 鉄と鋼, 49 (1963) 10, p. 1468.
- 2) 内山, 角田: 鉄と鋼, 50 (1964) 3, p. 496.
- 3) 内山, 角田: 鉄と鋼, 50 (1964) 11, p. 1870.
- 4) J. J. GILMAN: Journal of Applied Physics, 30 (1959), p. 1584.
- 5) L. M. HOWE et al: Acta Met., 10 (1962) p. 773.
- 6) R. S. GILCHRIST et al: Acta Met., 12 (1964), p. 1098.
- 7) K. H. WESTMACOTT et al: Phil. Mag., 7

669.15' 775-194; 536.421.4 : 620.192.45
: 546.221

- (1962), p. 1585.
 8) J. R. PATEL et al: Journal of Applied Physics, 33 (1962), p. 2223.
 9) W. BOLLMANN: Phys. Rev., 103 (1956), p. 1588.
 10) W. C. LESLIE: Acta Met., 7 (1959), p. 632.
 11) W. C. LESLIE: ibid 9 (1961), p. 1004.

(91) 含硫鋼の凝固速度と硫化物系介在物の生成についての予備実験

(鋼の凝固速度と鋼塊組織に関する研究-I)

金属材料技術研究所

○平井 春彦・工博 荒木 透
 八幡鋼管, 研究部 松 隅 茂
 愛知製鋼, 研究開発部 小島 是彦

Preliminary Experiments on the Solidifying Rate and Formation of Sulfide Inclusions in Resulfurized Steels.

(Studies on the solidification process and structure of steel ingot-I)

Haruhiko HIRAI, Dr. Tōru ARAKI,
 Shigeru MATSUKUMA and Yoshihiko KOJIMA

1. 緒 言

含硫黄鋼塊の製造については技術上偏析, 欠陥, 可鍛性などいろいろの困難点が存在する。われわれは鋼塊の凝固生成過程に関する研究の一環として現場における要因を単純化したモデル的凝固実験によつて, まず高硫黄含有の鋼の凝固組織と凝固条件についての実験を行なつた。

本実験では単純成分系含硫鋼の S 含有量, 脱酸条件および凝固速度を変動し, 硫化物系介在物の偏析, 組成, 形態, 分布などにおよぼす影響の一端を調べて, 鋼塊凝固に関する今後の実験に対する知見を得る目的で行なつた。

2. 実験方法

電解鉄および Fe-C 合金, 電解 Si, Mn を用いて母材を高周波溶解し, 20mm φ の丸棒に加工して実験素材にした。その化学分析値は次のごとくである。C: 0.15%, Si: 0.26%, Mn: 0.53%, O₂: 0.0083%, N₂: 0.0143%。

2.1 溶解装置

実験装置の概略および各試験試料採取位置を Fig. 1 に示す。溶湯の電磁的攪拌を最少限とするため黒鉛円筒で坩堝を包んだものである。

高周波炉……15kV, 100kC, 真空管式。

使用坩堝……高アルミナ質, 内径28mm, 高さ150mm。

溶解材料……上記母材, 試薬硫化鉄, 純 Pyrites, Al。

コイル上昇移行速度……1.5mm/min, 6.5mm/min。

2.2 溶解順序

母材 500g および試薬硫化鉄, または純 Pyrites を坩堝中に装入し高純度アルゴン雰囲気中にて溶解し,

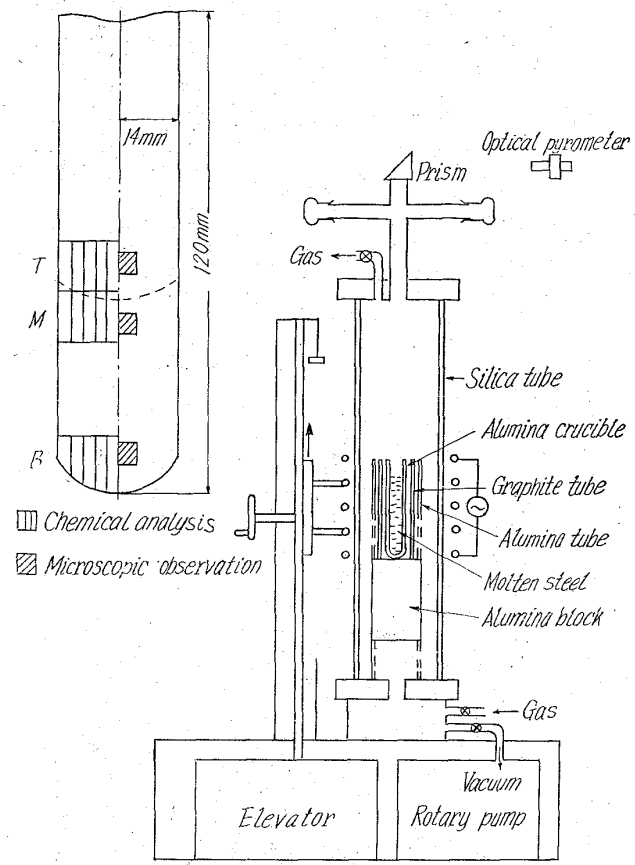


Fig. 1. Experimental apparatus & sampling position of specimens.

1600°C に達して脱酸処理し5分間その温度に保持してのち溶鋼表面の温度を一定に保持しながら高周波コイルを上昇しつつ溶鋼を底部より凝固させる。コイルが 60 mm 移動したところで高周波炉のスイッチを切り残余の溶鋼を急冷した。

また同一方法にて溶鋼の凝固進行速度を別途測定した結果溶鋼の平均凝固速度は本鋼種の場合, コイル移行速度 1.5 mm/min, 6.5 mm/min に対しそれぞれ 0.8 mm/min, 4.8 mm/min であつた。

3. 実験結果

3.1 試料調整

凝固試料 (28 mm φ × 120 mm) を縦割りとし, その一方をマクロ組織観察, S プリント, および電解残渣の X 線回折用とし, 他方を Fig. 1 に示すように化学分析, 検鏡, 介在物面積率測定, X 線マイクロアナライザー測定に供した。試料の各位置における化学分析値を Table 1 に示す。なおシリーズ番号 H は S 添加に際し試薬硫化鉄を添加し, L は Pyrites を添加したものである。しかし A シリーズは硫化鉄鉱によつて S を添加したものを Al により脱酸を行なつたものである。

3.2 マクロ組織および S プリント

A グループのマクロ組織および S プリントを Photo. 1 に示す。移行速度 1.5 mm/min の試料では鋼塊の表面部を除いては縦方向への結晶生長が支配的であるが, 6.5 mm/min の鋼塊においては横方向からの生長が大きく寄与している。特に A 112, A 122 では横方向か