

第8会場 (性質・分析)

(176) 純鉄の常温における脆性について

(純鉄の研究—VIII)

早稲田大学, 理工学部

工博 草川 隆次・○大谷 利勝

Embrittlement of Pure Iron at Room Temperature.

(Study of pure iron—VIII)

Dr. Takaji KUSAKAWA and Toshikatsu OTANI.

1. 緒 言

純鉄は精錬方法, 微量不純物などにより常温で脆くなることがある^{1)~6)}. 本研究ではこれまで純鉄を精錬してその性質を調べてきたが, 精錬方法および添加する脱酸剤によつてしばしば脆くなるものがあつた^{1)~4)7)9)}. すなわち, 比較的高純度の鉄を真空溶解した場合, および Mg, Fe-Si-Mg, misch metal などを真空中で添加したもののうち常温で脆くなるものが生じた. 本報ではこれらの試料に比較のため延性に富む Ti 脱酸したものを加えて常温における脆性を検討した.

純鉄は高温において脆性を示すことがある. そのため本報では前報までと異なり, 熱間加工を受けない状態で試験を行なつてこの脆性が熱間加工に基づくものであるかどうかを調べた.

また, これまで比較的高純度なものの中に脆性を示すものが出ているので, zone refining を行なつてさらに高純度の鉄を造り, その機械的性質をあわせて検討した.

2. 実験方法, 実験結果および考察

実験に供した純鉄の製造方法および化学組成を Table 1 および Table 2 に示す. 試料は真空溶解したものと zone refining したものとより成る.

2.1 試料調製

2.1.1 真空溶解

真空高周波電気炉により再電解鉄, および電気炉により製造された純鉄を溶解した. また転炉により製造された純鉄に表中に示すように真空中で Mg, Fe-Si-Mg, misch metal, Ti をそれぞれ表示の量だけ添加した. この場合の試料 C, D 中の Mg, 試料 E, F 中の Ce はいずれも 0.01% 以下, 試料 H 中の Ti は 0.075% となつた. 溶解および添加の方法は前報までの場合と全く同様である. 原材料の純鉄の化学組成を Table 2 に示す.

2.1.2 zone-refining

15 kW, 4MC 高周波内熱式 floating zone refining 装置を用いた. 試料の直径は 8 mm ϕ , 長さは 270 mm とした. 素材として C の低い Puron と比較的高い転炉により製造された純鉄を用いた. 試料は切断して上下

Table 1. Chemical composition of pure irons (%).

Specimen	C	Si	Mn	P	S	O	N(sol)	N(insol)	remarks
A) Reelectrolytic iron*-vacuum melt	0.0033	0.004	0.003	0.002	0.004	0.0450	0.0025	0.0010	brittle
B) Pure iron**-vacuum melt	0.008	0.007	0.008	0.002	0.004	0.0540	0.0062	0.0023	
C) Pure iron***-0.1% Mg added under vacuum	0.011	0.006	0.016	0.008	0.013	0.0430	0.0055	0.0025	
D) Pure iron***-0.15% Mg added under vacuum	0.010	0.006	0.017	0.009	0.014	0.0410	0.0053	0.0017	
E) Pure iron***-0.1% Fe-Si-Mg added under vacuum	0.009	0.024	0.015	0.008	0.013	0.0233	0.0060	0.0012	
F) Pure iron***-0.2% misch metal added under vacuum	0.010	0.006	0.016	0.008	0.013	0.0290	0.0060	0.0020	
G) Pure iron***-0.3% misch metal added under vacuum	0.009	0.006	0.014	0.008	0.012	0.0190	0.0058	0.0017	
H) Pure iron***-0.5% Ti added under vacuum	0.009	0.006	0.016	0.008	0.013	0.0042	0.0024	0.0078	ductile
I) Puron	0.0019	0.008	0.002	0.001	0.004	0.0084	0.0035	0.0010	zone refined
J) Puron-zone refined	0.0018	0.008	tr.	tr.	tr.	<0.0005	<0.0010		
K) Pure iron (initial)	0.038	0.018	0.04	0.013	0.007	0.0430	0.0062	0.0030	
L) Pure iron-zone refined (1 pass)	0.033	0.018	0.01	0.007	0.003	0.0051	0.0021	0.0014	
M) Pure iron-zone refined (2 passes)	0.030	0.018	tr.	0.002	0.001	0.0005	<0.0010		

Reelectrolytic iron*: Shown in Table 2.

Pure iron**: Pure iron manufactured in electric furnace.

Pure iron***: Pure iron manufactured in converter.

Table 2. Chemical composition of reelectrolytic iron, pure iron manufactured in electric furnace and pure iron manufactured in converter shown in Table 1 (%).

Pure iron	C	Si	Mn	P	S
Reelectrolytic iron	0.004	0.004	0.004	0.002	0.004
Pure iron manufactured in electric furnace	0.011	0.007	0.011	0.006	0.007
Pure iron manufactured in converter	0.015	0.006	0.02	0.008	0.013

Table 3. Spectroscopic analyses for impurities in zone refined iron (Intensity ratio).

Pure iron	Cu	Al	Ni	Co	Cr	Sn
I) Puron	2	tr.	tr.	—	—	—
J) Puron-zone refined	1	tr.	tr.	—	—	—
K) Pure iron (initial)	9	5	6	5	1	2
L) Pure iron-zone refined (1 pass)	8	5	6	5	1	1
M) Pure iron-zone refined (2 passes)	5	5	5	5	1	tr.

別々に保持し、下側を回転させながら下側の上端より加熱して溶着させる方法を採用した。zone の移動速度は試料 L の場合が 5 mm/min, 試料 J および M の場合 2 mm/min とした。雰囲気は真空とし、炉内圧力は開始後 0~10 sec 間を除き $1\sim 8 \times 10^{-5}$ mmHg に保った。各試料とも 3 本づつ造って引張試験、分析、組織検査に供した。

2.2 化学組成

全試料について C, Si, Mn, P, S, O, N の分析を行なった。分析試料は真空溶解の場合にはインゴットの上から約 1/4, 表面から約 1/3 中心に入った位置より、また zone refining したものは中央部より採取した。zone refining した試料についてはその他, Cu, Al, Ni, Co, Cr, Sn について分光分析を行なった。その結果を Table 3 に示す。これによると zone refining による脱酸, 脱窒効果はきわめて大である。また P, S, Mn, Cu, Sn は減少しているが C はごくわずかに減少しておらず, Si, Ni, Co, Cr などはほとんど減少していない。分配係数の値からみると¹⁰⁾, P, S, Mn は低い値であるので除去されやすいためと考えられるが, Cu, Sn は Ni, C などよりも大なる値であるので移動速度が大であることを考慮にいれると, zone refining 効果によるよりも蒸発

精錬効果によるものと思われる。なお Mn は蒸気圧も高いので除去しやすい元素といえる。

2.3 機械的性質

真空溶解したものからは分析試料を採取した下側の隣接する部分より、また zone refining したものについては中央部より採取した試料を削って JIS 変形 4号 ($d = 5$ mm ϕ) の引張試験片を各試料とも 2 本づつ造った。機

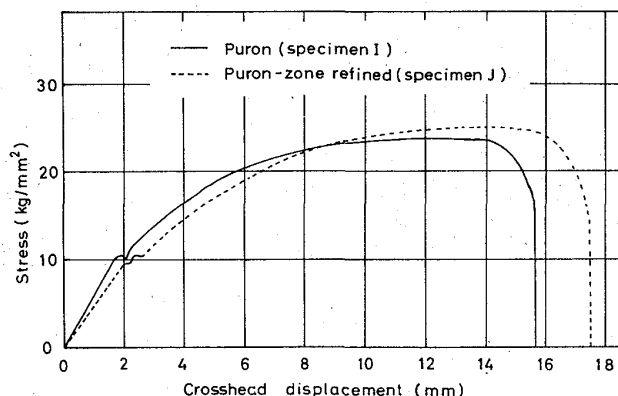


Fig. 2. Stress-strain curves for puron (annealed 940°C x 1hr).

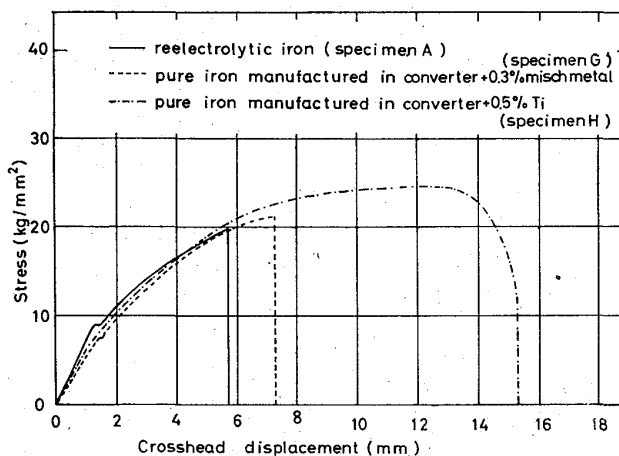


Fig. 1. Stress-strain curves for vacuum melted pure iron (annealed 940°C x 1hr)

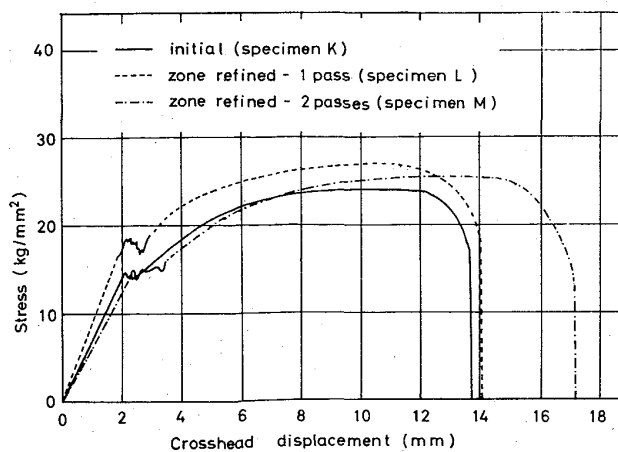
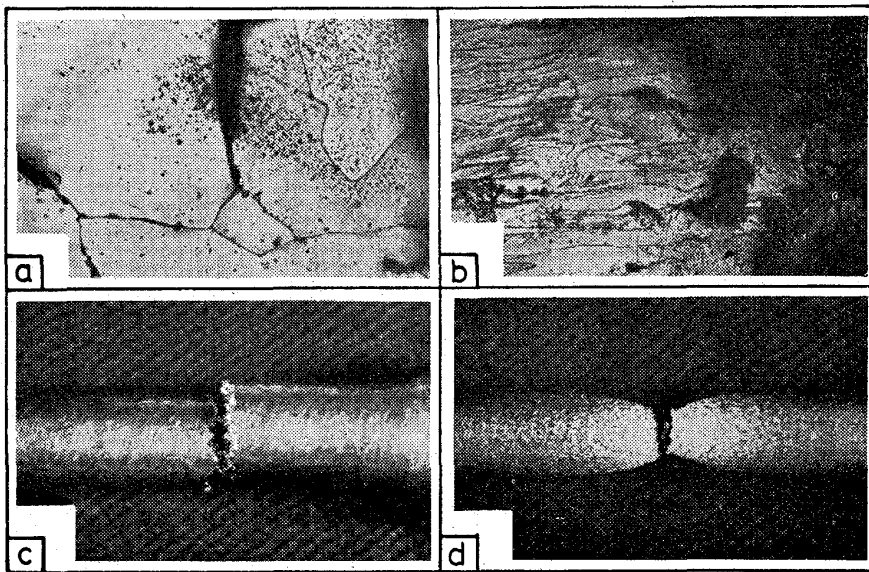


Fig. 3. Stress-strain curves for pure iron manufactured in converter (annealed 940°C x 1hr).

Table 4. Mechanical properties of pure iron.

Specimen	Yield point (kg/mm ²)	Tensile strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Reduction of area (%)	Grain size (grains/mm ²)
A	9.3	18.3	6.1	5.7	9.6
B	8.5	20.8	11.2	11.3	17.1
C	8.1	21.7	10.5	8.2	25.5
D	9.2	26.5	21.1	33.3	29.5
E	8.2	20.5	13.9	14.2	4.7
F	7.1	20.2	10.4	7.8	20.0
G	7.7	21.7	9.1	9.0	12.8
H	—	25.4	46.7	68.9	53.0
I	10.7	24.5	42.8	67.5	42.2
J	10.4	25.5	47.8	68.6	108
K	14.3	25.2	31.1	61.6	111
L	17.9	28.0	36.1	70.8	740
M	14.9	26.3	56.9	79.8	185



Microstructure ($\times 100$, 5% nital etched) (2/3)
 a) 0.3% misch metal added under vacuum (specimen G)
 b) zone refined (specimen M)
 Macrostructure
 c) same specimen as a)
 d) same specimen as b)

Photo. 1. Micro and macro structure of fracture of pure iron.

行なった後、Instron 型試験機にかけて Fig. 1~3 に示すような stress-strain 曲線をとった。試験温度は 25°C、試験機の Crosshead の速度は 0.5 mm/min とした。

その結果、これまでに脆性を示した試料はいずれも Fig. 1 に示すように延性に富む Ti 脱酸した試料 H に比して 1/2 以下の伸びで急激に脆性破断した。これによりこれらの脆性は鍛造などの熱間加工によるものではないということがわかった。一方 zone refining した試料は Fig. 2, Fig. 3 に示すように延性が增大している。とくに転炉により製造された純鉄は zone refining により伸びが著しく増大している。Table 4 に全試料の降伏点、引張強さ、伸び、絞り、および結晶粒度を示す。脆性のあるものはいずれも結晶粒度が大である。

引張試験による破断部の組織の一例を Photo. 1 に示す。左側の試料 G は脆性を示したものであり、右側の試料 M は zone refining により延性を増したものである。脆性を示した試料は Photo. 1 にみられるようにいずれも粒界で破断しており、顕微鏡観察の範囲では試料 M のような結晶の変形はほとんどみられない。これに反して zone refining した試料は結晶粒度が小であるにもかかわらず延性が大きく結晶が著しく変形を受けている。

Fig. 4 は伸びと酸素量の関係をとつたものである。これらの試料のみについてみると酸素量が 100 ppm 以下の試料には脆性はない。酸素量については W. A. Fischer⁴⁾ らも実験しているが、酸素量が高く、延性の大きな純鉄²⁾も造ることができるので、酸素量のみで脆性を扱うのは困難であると考えられる。

3. 結 言

以上再電解鉄、電気炉により製造された純鉄を真空溶解した場合、転炉により製造された純鉄に、Mg, Fe-Si-Mg misch metal を真空中で添加した場合におこる常温での脆性および zone refining した純鉄の機械的性

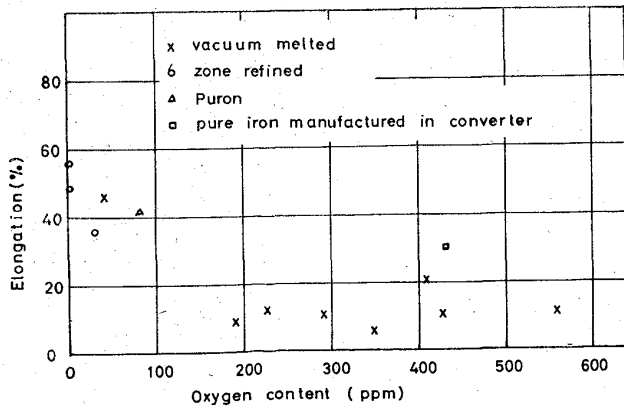


Fig. 4. Relation between oxygen content and elongation of pure iron.

械加工による歪を除くために 940°C \times 1 hr の真空焼鈍を

質を検討した。その結果の要約は次のごとくである。

1. これらの脆性は熱間加工によるものではない。
2. 脆性破断はいずれも結晶粒界でおこっており、顕微鏡観察の範囲では結晶はほとんど変形していない。
3. 脆性破断したものは結晶粒度が大であり、酸素量が高い。酸素量が 100 ppm 以下のものには脆性がみられなかつた。しかしこれは例外もあるので脆性が酸素量のみによると考えるのは困難である。
4. zone refining した純鉄は結晶粒度が小であるにもかかわらず延性に富む。転炉により製造された純鉄を zone refining すると延性の増大が著しい。

文 献

- 1) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 42
- 2) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 1815
- 3) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 51 (1965), p. 1091
- 4) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 51 (1965); p. 1987
- 5) A. HOFFMAN, W. A. FISCHER: Arch. Eisenhüttenw., 35 (1964), p. 45
- 6) G. OGIERMANN, E. SCHMIDTMAN, H. SCHENK: Arch. Eisenhüttenw., 56 (1965), p. 423
- 7) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 504
- 8) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 1812
- 9) 草川, 大谷: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 1815
- 10) C. W. SPENCER, F. E. WERNER: Iron and Its Dilute Solid Solutions.

$$\text{Calculate tensile strength (kg/mm}^2\text{)} = A + \left\{ C\% \times 100 + \frac{(Si-0.25)\%}{0.05\%} + \frac{(Mn-0.50)\%}{0.08\%} + \frac{(Ni+Cr-0.30)\%}{0.08\%} + \frac{(Mo-0.03)\%}{0.03\%} \right\} \times 23 \text{kg/mm}^2$$

Material	A	SF 40, SF 45	23kg/mm ²
		SF 50, SF 55	21
		SF 60	19
Cooling condition	Air cool		+1 %
	Fan		+2~3 %
	600°C		+0 %
Tempering condition	610		+0 %
	620		-1 %
	630		-1 %
	640		-2 %
	650		-3 %
	660		-4 %
Size	200mm ^φ		+1 %
	300		+0 %
	400		-1 %
	500		-2 %
	600		-3 %

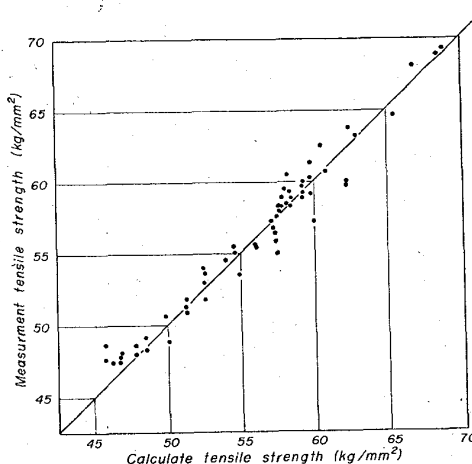


Fig. 1. Calculate method of tensile strength in large steel forgings.

高目にする場合でもたえず引張強さを基準にその鍛鋼品の熱処理を考慮しなければならない。

2.1 質量の大きい炭素鋼鍛鋼品の引張強さの算定法

引張強さの算定に関しては KRAMER らは各合金元素 (C, Si, Mn, Mo, Ti) が単独に増量されるときの増加引張強さを各種冷却速度別に求めた試験例はあるが、3/4 インチの鋼板を試料としたものであつて質量の大きい鍛鋼品にそのまま適用することはできない。SF40~SF60 の炭素鋼鍛鋼品の引張強さの算定に対して Fig. 1 に示す簡易算定方式が適用される。これは合金元素量、焼準時の冷却方法、焼戻温度および製品直径による引張強さの算定方式である。計算値に対し、実績値は大部分±2kg/mm² 以内に入り、±3kg/mm² の精度をみれば実用性は十分であると考えられる。

2.2 化学成分とその熱処理

SF45~SF55の炭素鋼鍛鋼品について標準成分 A のものと Mn を高目にした B 成分のものを分類し、その目標化学成分とその熱処理を Table 1 に示す。いずれも直径 200 mm 以上の大型鍛鋼品を対象としたものであり、エルー式塩基性電気炉製の鍛鋼品である。

3. 試験結果と考察

SF45~SF55 相当材, A, B 2 種類の化学成分の鍛鋼材の材料試験結果を Fig. 2~Fig. 4 に示す。Fig. 2 は引張強さと降伏点の関係を示し、Fig. 3 には引張強さと絞りの関係を示す。また Fig. 4 には衝撃値の度数分布図を示す。これらの試験片はいずれも製品の表層部付近タ

669.14-134:539.52:621.78.01

(177) 靱性におよぼす化学成分とその熱処理について

(大型炭素鋼鍛鋼品の靱性に関する研究—I)

日本製鋼所, 室蘭製作所

○小田豊久・深町喜三郎・柳本竜三

Effects of Chemical Composition and Its Heat Treatment on the Ductility.

(Study on ductilities in large steel forgings—I)

Toyohisa ODA, Kisaburō FUKAMACHI and Ryūzō YANAGIMOTO.

1. 緒 言

大型炭素鋼鍛鋼品の靱性値は、その化学成分、鍛造方法、非金属介在物などにより影響され大きく変動するものである。大型鍛鋼品の場合、ある程度の偏析を考慮した上で熱処理が行なわれなければならない。炭素鋼鍛鋼品の場合、焼準温度その保持時間、冷却速度あるいは焼戻し条件等により組織、結晶粒度などが変化し、おのずと靱性値も変動することは多くの文献で紹介されている事実である。本報告においては大型炭素鋼鍛鋼品の靱性におよぼす化学成分の影響について 2~3 の適用例を紹介し考察を行なったものである。

2. 化学成分と熱処理

炭素鋼鍛鋼品には 0.30%~0.60% の Mn が含まれているのが普通であつて、Mn は鋼の脱酸剤として用いられるばかりか焼入性を高め、フェライトの強靱化をもたらす元素とされている。しかし靱性向上を狙つて Mn を