

次に添加鉍石の種類を変え、その影響を観察した。添加量がそれぞれ 15% の場合を比較した。キリブルおよびインド産の赤鉄鉍を添加物として使用する場合には市販の  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  と大体同様の傾向を示すが、whisker の形成がやや減少している。これに反しネパタ産磁鉄鉍は赤鉄鉍に比較し、whisker の生成量が著しく少なくなり、whisker の長さ、太さがきわめて短かくまた細くなっている。

つぎに使用したポートおよび添加物の種類と whisker の化学成分との関係を Table 2 に示した。これによれば  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ポートの場合にはいずれも Cr が約 5 ppm 含有されているが、鉄製ポートの場合のそれは 2 ppm 以下である。Ti の含有量はいずれも少ないが、Cu 含有量は比較的多く、変動も大きい。

還元ガス流量の影響は、流量の増減によって whisker の径の大小を左右した長短を左右することが観察された。流量が比較的大なる場合に細い whisker が製造された。whisker の形は一定しないが、大体断面が 4 角形、6 角形、を形成し中には 3 角形を呈するものもあつた。

形成された whisker の写真を Photo. 1 に示した。Photo. 1 (a) の whisker の長さは約 8 cm であり、これは鉄 whisker としては長大なものである。

#### 4. 実験結果の考察

以上の実験結果によれば、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  ポートを使用する場合には、添加物 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) を加えなければ whisker は形成されない。しかし、鉄製ポートを使用すれば添加物を加えなくても  $\text{FeCl}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  単身でもよく whisker を形成する。

以上の点から鉄の存在が whisker の形成の起点になっていると考えられる。したがって鉄製ポートの場合には添加物 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) の添加量に関係なく、つねに whisker の形成傾向がよい。

$\text{Al}_2\text{O}_3$  ポートの場合には、添加物 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) の添加量の増大ともない、還元鉄量が次第に多くなり、それにしたがって whisker の形成傾向が大きくなり、ついに鉄製ポートの場合の whisker 形成傾向に近づいている。しかし、さらに添加物 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) の添加量が多くなると、逆に whisker の形成傾向が減少している。

著者らの考えでは、塩化鉄のガス還元による鉄 whisker の形成のさいに、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  の添加物が果す役割は、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  そのものの存在が重要なのではなく、鉄の存在が必要なのであり、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  が還元されて生じた鉄が whisker の形成の起点としての役割を果すものと思われる。

本実験では、赤鉄鉍の場合には、whisker 形成傾向の最大になる  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  の添加量は 15% である。磁鉄鉍を添加した場合には同一添加量 (15%) の場合でも、whisker の形成傾向が小さくなっている。これは磁鉄鉍の還元性が悪いために還元鉄の形成がおくれているためと考えられる。

使用したポートおよび添加物の種類と whisker の化学成分の関係が Table 2 に示されているが、Cr および Ti 含有量は主としてポートの性質により、また Cu 含有量は主として原料の性質により左右されていると考えられる。いずれにしても鉄 whisker に、かなりの量の不純物が含まれる点とはくに注目される。

whisker の形状は Photo. 1 に示すように各種のものができる。ガス流量によつても異なるが、ポート中の位置によつても異なっている。1 本の whisker が、先で 2 本にわかれているものや、先が多数に分岐しているものもできる。キックして直角に曲つているものもある。whisker 形成の条件を適当にすれば、5 cm 以上の比較的長い whisker も比較的容易につくることができる。

#### 5. 結 言

1)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  系ポートと鉄板ポートの実験により明らかになったことは、ガス還元による鉄 whisker の生成には、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  の存在が必要ではなく、Fe の存在が重要である。

2) 本実験条件においては、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  の添加量は 15% が最良である。

3) 添加物としては磁鉄鉍より赤鉄鉍が良い。

4) ポートないしは原料から impurity が whisker に入る。

5) 還元ガス流量により whisker の長いもの (8 cm) もできる。

6) 生成した whisker の断面形状は 3 角形、4 角形、6 角形を呈している。

終りに whisker の分光分析の労をお引受け下さつた八幡製鉄東京研究所に感謝致します。なおこの研究の 1 部は文部省各個研究費によるものである。

#### 文 献

- 1) Z. GYULAI: Z. Physik, 138 (1957), p. 317
- 2) S. S. BRENNER: J. Appl. Phys, 27 (1956), p. 1484
- 3) "Silicon whisker go Commercial": Iron Age, Feb. 4. (1965), p. 72
- 4) S. S. BRENNER: J. of Metals, Nov. (1962), p. 809
- 5) エゴーロフ著「強さとかたち」東京図書, 1965
- 6) ラビノヴィチ著「金属の構造と強さ」東京図書, 1965
- 7) 橋口: 固体物理 I, p. 12, 1月, 1966 年
- 8) P. D. GORSUCH: A.I.M.E. Physical Chemistry of Proces Metallurgy, (1959), p. 771
- 9) A. W. COCHARDT and H. WIEDERSICH: Naturwissenschaften, 42 (1955), p. 342

### (196) オーステナイト結晶粒度におよぼす加熱温度の影響について

(鋼の結晶粒度に関する研究—IV)

千葉工業大学 工博○岡田厚正

千葉工業大学大学院 桑野敢一

Effect of Heating Temperature on the Austenite Grain Size of Steel

(Study on grain size of steel—IV)

Dr. Atumasa OKADA and Kanichi KUWANO

#### 1. 緒 言

鋼をオーステナイト領域の高温に加熱したときの結晶粒の成長については、従来よりきわめて数多くの研究が

おこなわれている。しかし、高温に加熱した鋼の結晶粒に生ずる混粒の粒度変化については、いまだ定量的な検討がなされていない。結晶粒が混粒の場合には、共存する結晶粒のそれぞれが該当する粒度番号ならびにそれらの粒の占める占有面積比を判定することが工業的にも必要と思われるが、学振標準図を用いて従来の肉眼判定法では混粒の判定に正確を期し難く、また最近改訂された学振法の混粒判定法によっても、混粒の面積比を判定することはできない。

しかるに前報告<sup>1)~3)</sup>で明らかにした粒度判定法によれば、混粒に含まれる粒の面積比の判定が可能となり、高温に加熱した鋼に生ずる粒度変化が従来より一そう詳細に判定できるので、ここでは本判定法を用いてオーステナイト領域の高温に加熱した鋼の結晶粒度を判定し、結晶粒度におよぼす加熱温度の影響を研究した。

## 2. 試料および実験方法

実験に用いた試料はキルド圧延鋼材より採取した0.15~0.22% Cの範囲のもの、ならびに機械構造用炭素鋼および炭素工具鋼のうちから採取した0.10~0.65% Cの範囲の一連の実用炭素鋼である。

各試料は925~1200°Cの間の一定温度にそれぞれ6hr加熱浸炭したときの浸炭粒度を本粒度判定法により測定し、結晶粒中に共存する異なる粒度番号の粒の占有面積比を正確に判定した。JISの規定によれば、肉眼判定により粒度番号が3番位以上異なる粒が面積比にて20%以上偏在する場合を混粒とする。本判定法によれば共存する粒群の粒度番号ならびに面積比の正確な判定が可能であるから、本判定法にしたがい粒度番号の差が3番位、面積比が20%を限界として「整粒に近いもの」と「混粒」に分類した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 加熱による結晶粒度の変化

キルド圧延鋼板より採取した0.15~0.22% Cの炭素鋼について、オーステナイト領域に加熱した後の結晶粒度をしらべたところ、これらの試料は学振法における規定の浸炭温度、925°Cにおいて6hr浸炭をおこなった場合はいずれも整粒に近いものと判定された。加熱温度が1000°Cの場合も整粒に近いものと判定されたが、平均粒度はわずかに低下した。しかるに1000°Cをこえると平均粒度の急激な低下を示し、結晶粒は混粒に変化した。このような粒度変化の1例をFig. 1に示した。Fig. 1は0.19% Cの試料の場合である。図中の実線は平均粒度の変化を示すもので、本判定法を用いて明らかにした結晶粒度すなわち共存する各粒の粒度番号とそれらの面積比(%)は実線の上下に示してある。図中の括弧の位置が粒度番号を示し、括弧内の数字が面積比(%)である。なお実線上の白丸は整粒に近いものの場合をあらわし、黒丸は混粒の場合をあらわしている。Fig. 1によれば加熱温度が925°Cから1000°Cに上昇した場合は共存する粒のうち粗粒の面積比が増加するがいずれも整粒に近いものと判定され、この温度範囲における平均粒度の低下はきわめて小さいことがわかる。しかるに加熱温度が1000°Cをこえると平均粒度は急激な低下を示し、本判定法にもとづく判定結果によれば、この温度範囲における結晶粒は混粒に変化し、温度の上昇とともに

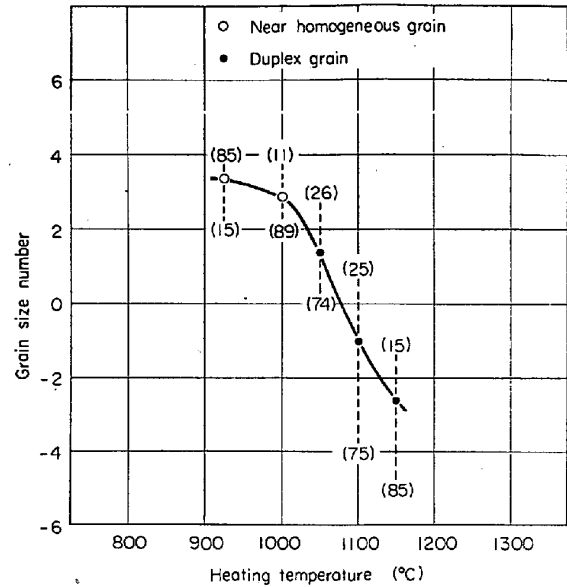


Fig. 1. Grain size number and fraction of occupied area in duplex grain of preheated killed steel (0.19% C).

粒中に共存する粒の粒度番号が低下し、粗粒の面積比が増大してゆく傾向が明らかである。さらに温度が1200°Cに達した時の結晶粒の状態はFig. 1には示されていないが、炭素含有量の異なる試料についてしらべたところ、粗粒のみの整粒に近い状態にかかわることがみられた。つぎに機械構造用炭素鋼および炭素工具鋼から採取した0.10~0.65% Cの試料についてもこれらをオーステナイト化温度に加熱し、加熱温度とオーステナイト結晶粒度との関係をしらべた。これらの一連の試料を925°Cにおいて加熱浸炭した場合は、6種の試料中2試料のみが整粒に近いものと判定されたが、他の4試料はいずれも混粒であり、これらの試料は混粒群と見なされるものであつた。そこでまず925°Cにおいて整粒に近いものと判定された2試料について、925°Cをこえる高温に加熱したときの結晶粒度を判定した。925°Cにおいて整粒に近い状態を呈する試料は加熱温度が1000°Cにおいても整粒に近く、1100°Cに達すると混粒にかわり、1200°Cに加熱したときには再び整粒に近い状態になり、前記のキルド圧延鋼より採取した試料とほとんど同様の粒度変化を示すことがわかつた。

つぎに925°Cにおいて混粒を呈する試料についても上述と同様の加熱による結晶粒度の変化をしらべ、それらの判定結果をFig. 2に示した。Fig. 2は0.45% Cの試料の例であるが、この試料は加熱温度が925°Cから1000°Cに至る間は平均粒度の低下が著しく、1000°Cに達すると混粒から整粒に近い状態に変化している。温度が1100°Cに上昇してもなお結晶粒は整粒に近く、この温度範囲における平均粒度の変化はほとんどみられない。

しかし、温度が1100°Cをこえると平均粒度は再び急激な変化を示し、結晶粒は1200°Cにおいては再び混粒に変化していることがわかる。他の炭素含有量の試料の粒度変化もほとんど同様とみられ、925°Cにおける混粒が加熱温度の上昇とともに整粒に近い状態に変化し、さ

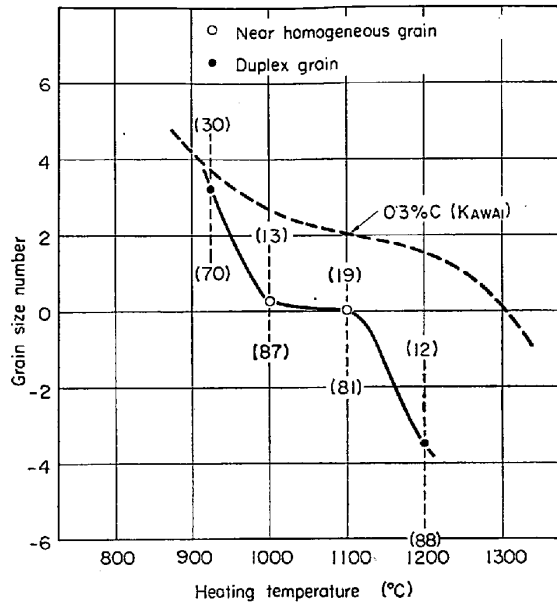


Fig. 2. Grain size number and fraction of occupied area in duplex grain of preheated practical used steel (0.45%C).

さらに温度が上昇すると平均粒度の著しい低下がみられ、結晶粒は著しい混粒にかわる傾向があらわれた。

すでに河合氏の報告<sup>4)</sup>によれば、0.3% C の炭素鋼を加熱した場合の結晶粒度の変化が Fig. 2 中の破線のとおりに示されている。この曲線は従来の粒度判定法にもとづく粒の平均粒度の変化をあらわすものであるが、本実験に用いた試料においても平均粒度の変化は河合氏の曲線と同様の傾向を示し、オーステナイト領域の高温においては平均粒度の低下が著しい温度範囲と平均粒度の変化がゆるやかな温度範囲が存在する傾向が示されている。そこでこのような平均粒度の変化の挙動を本粒度判定法にもとづく上述の判定粒度によつて考察したところいずれの試料においても平均粒度の低下が著しい温度範囲においては結晶粒中に粗粒が混入して混粒を呈し、温度の上昇とともに粗粒の面積比が増大してゆくが、加熱温度が上昇して平均粒度の変化がゆるやかになる温度範囲では共存する細粒が減少してほとんど粗粒のみになり、粗粒の整粒に近付いている。さらに高温において再び平均粒度の低下が著しくなる場合には粗粒のみの整粒に近い結晶粒中にさらに粗大な粒が混入して再び混粒に変化していることがわかった。

3.2 加熱による粒度変化と鋼の炭素量との関係

オーステナイト領域に加熱した鋼の結晶粒度は加熱温度の上昇にともない整粒に近いものから混粒に変化し、混粒は再び整粒に近付き、さらに高温になると再び混粒を生ずることが明らかであった。そこで前節に用いた炭素量の異なる加熱試料の判定粒度を試料の含有炭素量に対応せしめ、加熱による粒度変化と鋼の炭素量との関係を明らかにしようと試みた。加熱試料の判定粒度はすでに前節において「整粒に近いもの」と「混粒」に分類されている。そこで 0.15~0.22% C の範囲の試料についてこれらの判定粒度と炭素量との関係を求めた。Fig. 3 は Fe-C 系状態図の一部にして横軸は炭素量 (%), 縦

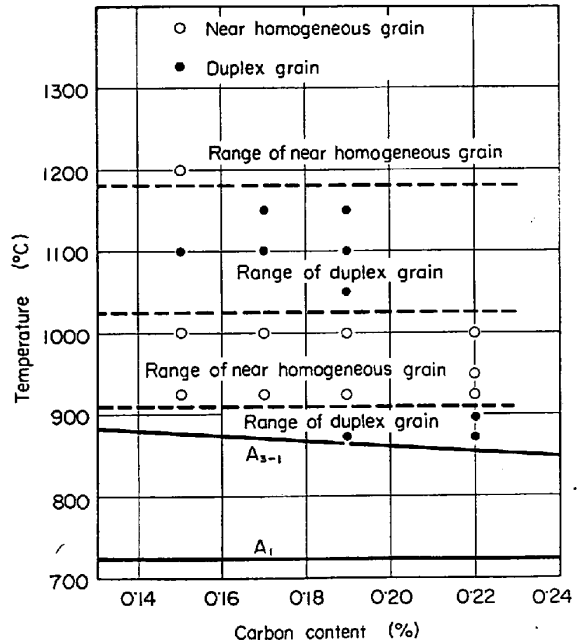


Fig. 3. Transformation of austenite grain at elevated temperature (0.10~0.65%C).

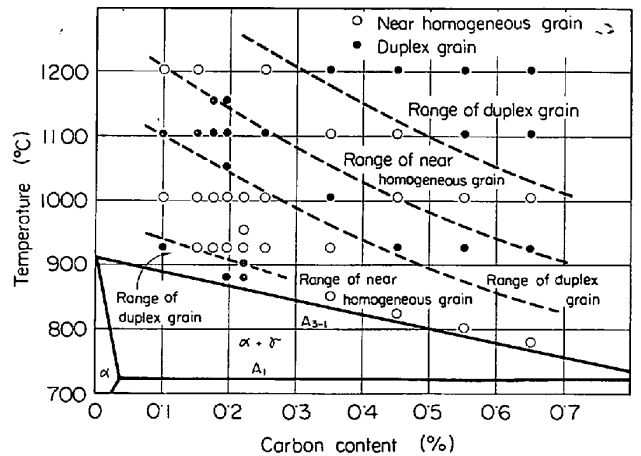


Fig. 4. Transformation of austenite grain at elevated temperature (0.10~0.65%C).

軸は温度 (°C) をあらわし、A<sub>3-1</sub> 変態点と A<sub>1</sub> 変態点の一部が示してある。加熱後の結晶粒に近いものを白丸混粒の場合を黒丸として、この図表上に記したところ、整粒に近い温度域と混粒域とが明りようにあらわれた。しかし、炭素量がこの範囲の試料では各区域は炭素量にかわりなくほぼ一定温度とみられた。そこで 0.10~0.65% C の実用炭素鋼の試料についても上述と同様の方法により系統的な検討を加えた。その結果は Fig. 4 に示すとおりである。Fig. 4 は Fe-C 状態図のうちの亜共析部をあらわすものにして、同図中の 0.15~0.22% C の範囲内には前掲 Fig. 3 と同一のプロットが示してある。なお A<sub>3-1</sub> 変態点直上の判定粒度のうち炭素量が 0.35~0.65% C の範囲内のは浸炭による粒度現出が困難であつたため一端焼入法による現出粒度を用いた。これによれば結晶粒が整粒に近くなる温度および混粒に変化する温度は試料の含有炭素量によつて異なることが明ら

かであり、オーステナイト領域に点線にて図示するがごとく整粒に近い温度域と混粒域に区分することができる。各区域の温度は Fig. 4 のごとく炭素量の広い範囲においては変態線に沿う曲線として示されている。

### 5. 結 言

この報告においては、オーステナイト領域に加熱した鋼の結晶粒度を著者の粒度判定法を用いて判定し、加熱にともなうオーステナイト結晶粒の粒度変化を従来より一そう詳細に示すことができた。その結果は

(1) 炭素量が 0.15~0.22% の範囲内のキルド鋼板試料を学振規定の 925°C に加熱浸炭した場合はいずれも整粒に近いものと判定された。これらの試料を 925°C をこえる高温に加熱浸炭する場合には、細粒中に粗粒が混入して混粒に変化し、温度の上昇とともに共存する粒の粒度番号が低下し、細粒の面積比が減少してほとんど粗粒のみになり、再整粒化の傾向が定量的に示された。

(2) 炭素量が 0.10~0.65% の範囲内の実用炭素鋼から採取した一連の試料は 925°C においては、6 試料中 2 試料のみが整粒に近く、他は混粒と判定された。整粒に近い試料は加熱にともない上述のキルド鋼板試料と同様の粒度変化を示した。925°C に加熱した場合は混粒を呈する試料は 925°C をこえる高温においては整粒に近い状態に変化した。さらに高温に加熱した場合には粗大な結晶粒が混入して再び混粒に変化し、温度の上昇とともに粗大粒の面積比が増大する傾向がみられた。

(3) 炭素量の異なる加熱試料についての上述の粒度変化の挙動を総括すれば、結晶粒が整粒に近い温度域、整粒が混粒にかわる温度域、混粒が再整粒化する温度域はいずれも炭素量の増大とともに低下し、各区域の境界線はほとんど Fe-C 状態図中の  $A_{3-1}$  変態線に沿う曲線として示されることがわかった。

### 文 献

- 1) 岡田: 鉄と鋼, 48 (1962) 4, p. 544
- 2) 岡田: 鉄と鋼, 49 (1963) 3, p. 535
- 3) 岡田: 鉄と鋼, 49 (1963) 10, p. 1505
- 4) 河合: 鉄と鋼, 27 (1941), p. 767

## (197) 鋼質におよぼす混粒の影響について

(鋼の結晶粒度に関する研究—V)

千葉工業大学

工博○岡田 厚正・北田 昌邦

Effect of Duplex Grain on Properties of Steel

(Study on grain size of steel—V)

Dr. Atumasa OKADA and Masakuni KITADA

### 1. 結 言

オーステナイト結晶粒度の大小が鋼質に与える影響については古くから多くの研究がみられる。しかし、鋼をオーステナイト領域の各温度に加熱して結晶粒の整粒および混粒の粒度変化を明りように判定し、加熱試料の衝撃値とこれらの判定粒度との間の関係を明らかにした報告はみあたらない。ここでは著者の截片法による粒度判定法を適用して鋼質におよぼす混粒の影響を研究した。

すでに明らかにされたように<sup>1)~3)</sup>、本粒度判定法によれば従来の判定法では正確な判定が不可能であったところの混粒中に含まれる異なつた粒度番号の粒のしめる占有面積比が正確に判定でき、高温における結晶粒の粒度変化が従来よりいっそう詳細に判定できるから、オーステナイト領域の高温に加熱した試料についての衝撃値と本判定法にもとづく判定粒度との関係をもとめ、この新しい知見として得られた混粒の状態によつて鋼の衝撃値が著しく異なつて示され、オーステナイト結晶粒度と鋼の性質との間の従来未知であつた関係を明らかにした。

### 2. 試料および実験方法

実験に供した試料はキルド圧延鋼板から採取した 0.15~0.18% C の範囲内のもの、および機械構造用炭素鋼から採取した 0.10~0.55% C の範囲の一連の実用炭素鋼材である。

試料はその一部分をシャルピー衝撃試験片とし、残部は結晶粒度の測定に供した。試験片はあらかじめオーステナイト領域の各温度に加熱して結晶粒度を変化せしめ、同時に結晶粒度測定用試験片を加熱浸炭して粒度を現出せしめた。すなわち、鋼製パイプの内部を軟鋼板によつて 2 室に仕切り 1 室に粗仕上げしたシャルピー衝撃試験片を挿入し、他の 1 室に粒度測定用試験片を浸炭剤とともに充填してパイプを密閉し、堅型エレマ炉を用いて加熱してパイプの 1 室ではシャルピー試験片を脱炭を防止しつつ加熱し、他の 1 室では浸炭粒度現出のための浸炭をおこなつた。加熱温度は 925~1150°C の範囲内の一定温度とし、加熱時間は 6hr に一定にした。加熱後炉冷した試料は JIS 5 号シャルピー衝撃試験片に仕上げ、容量 30 kg·m のシャルピー衝撃試験機により室温において衝撃試験をおこなつた。一方浸炭試料は研摩腐食後著者が確立した截片法にもとづく粒度判定法により結晶粒中に共存する異なる粒度番号の粒の混合率(面積比%)を正確に判定した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 鋼の衝撃値におよぼす混粒の影響

キルド圧延鋼板から採取した 0.15~0.18% C の試料を 925~1150°C の範囲内の各種の温度に加熱したところ、結晶粒の状態が変化した。その 1 例を Photo. 1 に示した。これは試料を 925~1000°C に加熱浸炭した場合の顕微鏡組織の 1 例であるが、著者が前報にのべた粒度判定法によれば整粒と混粒がきわめて明白に判別でき、混粒の場合は混粒中に共存する大きさの異なる粒の該当する粒度番号およびそれぞれの大きさの粒のしめる占有面積比が正確に判定できるから、加熱試料の結晶粒をこの判定法によつて判定し、結晶粒が加熱温度によつて整粒に近い状態から混粒に変化し、さらに粗い粒のみの整粒に近づく傾向を明らかに示した。一方、加熱試料の衝撃値は加熱温度によつてだいたい 12 kg·m/cm<sup>2</sup> から 2 kg·m/cm<sup>2</sup> の範囲内で変動した。そこで衝撃値の変化におよぼす結晶粒の影響をみるために、衝撃値のデータを著者の判定法にもとづく混粒中の粗粒の面積比に対応せしめたところ、Fig. 1 が得られた。これは試料を 925°C および 1000°C に加熱した場合の結果であり、図中の黒丸がこの実験に用いたキルド圧延鋼材についての測定値である。すなわち、Fig. 1 によればこの温度に