

## 抄 録

## —燃料および熱—

## コークスの顕微鏡観察法の工場での利用

(J. L. BAYER and G. H. DENTON: Blast Furn. & Steel Plant, 54 (1966) 12, p. 1133~1142)

Youngstown Sheet & Tube Co. では主として自社製のコークスを試料として、コークスの顕微鏡組織とコークス品質との関係を検討してきた。その結果、他の試験法では得られない情報が顕微鏡組織の観察により得られることがわかった。

大塊コークスは 1/2" の厚さに切断しエポキシ樹脂を滲透させたもの、粉コークスは等量のエポキシ樹脂で固め研磨したものを試料として用いる。7~80 倍の実体顕微鏡によつて、亀裂、気孔、セル壁の状態を測定し、偏光顕微鏡で油浸法によつて屈折率を測定して得た結果を以下に述べる。

1. 石炭炭化度と流動性; 一般に炭化度の上昇によりセル壁の等方性が失なわれ、非等方性となる。同一揮発分の石炭では流動性の低下にともないセル壁の非等方性は増大する。
2. 石炭混合程度と混合効果; 混合不良の配合炭から製造したコークスは均質でなく、単味原料炭のみから生成した部分が所々みとめられる。
3. 石炭の相性; 流動範囲の重なる石炭との相性は良いと言われているが、顕微鏡観察の結果からも確認された。
4. 石炭中の不活性物質の影響; 大粒径の不活性物質は亀裂の原因となるが、適切な粒径の不活性物質はセル壁の中に融合しセル壁を強固にしている。
5. 石炭酸化の影響; 石炭粒子は乾留後もその原型をとどめるものであるが、酸化した石炭配合のコークスは酸化石炭表面の相当部にはつきりしたリムを作り、結合を弱めていることが認められる。
6. 石炭以外のカーボン源の添加効果; 石油コークス、チャーなどの添加効果は顕微鏡観察のみによつてはつきりわかる。
7. 膨張圧との関係; 石炭 Vitrinoid, 装入時高密度から乾留中の膨張圧を推定することができる。

(小泉哲人)

## —製 鉄—

## 高炉炉内におけるガスと鉱石間の物質移動について

(H. J. ENGELL and P. BEER: Arch. Eisenhüttenw., 37 (1966) 10, p. 771~773)

炉内装入物の鉱石のガス境界層での圧力分布、さらに粒度、還元率および還元ガスの流量比の影響について述べている。高炉炉内の鉄鉱石の還元については炉内ガスの CO, H<sub>2</sub> と固体表面との境界状態が問題となる。物質のモル流量  $J_i$  は (1) 式のように表わされるが、さらに (2) 式のごとく変形され、還元反応におけるガス

分圧の比として (3) 式が導かれる。

$$J_i = \beta_i \cdot \Delta p'_i / RT \dots\dots\dots (1)$$

$$v = 1/F \cdot dn_o/dt = k_i \cdot \Delta p'' / RT \dots\dots\dots (2)$$

$$\Delta p'_i / \Delta p_i = k_i / k_i + \beta_i \dots\dots\dots (3)$$

ここで  $\beta_i$ : 物質移動係数,  $R$ : ガス定数,  $T$ : 絶対温度,  $v$ : 還元速度,  $n_o$ : 単位時間当り脱酸量,  $k_i$ : 反応速度定数,  $\Delta p'_i = p_i^\infty - p_i^o$ ,  $\Delta p_i = p_i^\infty - p_i^x$ ,  $\Delta p'' = p_i^o - p_i^x$ ,  $p_i^\infty$ : 自由ガス流れにおける分圧,  $p_i^x$ : 反応状態における等価分圧,  $p_i^o$ : 還元ガスの鉱石表面における分圧, である。炉内におけるガス流れは  $Re$  数支配と考えられ,  $Nu$  数,  $Sh$  数とともに装入物の空隙率の関数として (4) (5) (6) 式のごとく与えられ, それらの間には一定の関係が成り立っている。

$$Re = (w \cdot d / \nu) \cdot (1 / 1 - \epsilon) \dots\dots\dots (4)$$

$$Nu = (\alpha \cdot d / \lambda) (\epsilon / 1 - \epsilon) \dots\dots\dots (5)$$

$$Sh = (\beta \cdot d / D) (\epsilon / 1 - \epsilon) \dots\dots\dots (6)$$

ここで  $\alpha$ : 熱伝達率,  $\lambda$ : 熱伝導率,  $\epsilon$ : 空隙率,  $d$ : 粒子径,  $w$ : ガス流速,  $\nu$ : 動粘度,  $D$ : 拡散係数を表わす。これらの関係を主体に、物質移動、反応速度を分圧比  $\Delta p'_i / \Delta p_i$  として表わし、それに対するガス流速、鉱石粒度の影響を 40% CO 60% N<sub>2</sub> 900°C, 100% CO 900°C, 100% H<sub>2</sub> 900°C の還元ガスを用いて、ベネズエラ、キルナ、マルコナの各鉱石について実験した。その結果、3 銘柄とも同じ傾向を示すが、ベネズエラとキルナの間には粒度による差が比較的大きく表われた。これらの結果から  $\beta_i \gg k_i$  とすれば、次のような関係が得られる。

$dR/dt = \text{const}$  に対して  $\Delta p'_i / \Delta p_i \approx r_0^{-3}$ ,  $dR/dt \approx 1/r_0$  に対して  $\Delta p'_i / \Delta p_i \approx r_0^{-3}$ ,  $dR/dt \approx 1/r_0^2$  に対して  $\Delta p'_i / \Delta p_i \approx r_0^{-0.7}$  ここに  $R$ : 還元率,  $r_0$ : 粒子の半径,  $t$ : 反応時間を意味する。以上のように炉内鉱石表面のガス境界層での還元ガス分圧の差が求められ、それによつて装入物に対する物質移動係数を適用することにより、還元速度が得られる。ガス境界層において形成される分圧比は反応条件の不利な場合で還元ガスの有効分圧の 10% となる。(佐野和夫)

## 低シャフト電気炉による鉄の脱硫と吸炭に関する研究

(H. SCHENCK, M. G. FROBERG and J. GLÜCKSMANN: Stahl u. Eisen, 86 (1966) 23, p. 1530~1534)

本論文では低シャフト電気炉について、1360, 1420, 1460°C の各温度における脱硫を調査し、反応における平衡からのズレについて検討している。高炉における脱硫については多数の基礎研究がすでに確立されているが、低シャフト電気炉においてはこれまで溶鉄とスラグ間の反応度合を数量的に捕えうる形態で、実際に使用しうるような詳細な追求がなされていない。著者らはこうした過去の研究、および脱硫に関する平衡理論を低シャフト電気炉に適用する場合について調査している。試験はノルウェーの A/S Norsk Jernverk の製鉄工場で実施された。試験期間中の 1 日の出鉄量は 200~250 t, 平

均電力負荷は 20M·W, 24hr の平均出銑回数は 5~6回, 1 回当たり出銑量は 31~50 t である. 温度測定は信頼度を高めるため 3 つの形式の温度計を使用した. すなわち浸積熱電対, 色彩温度計, および光温度計である. 実験の結果炭素の活量は, 1420°C で 0.9 附近に達し, これより高い温度域ではほとんど変化しないが, 1420°C より低い温度域では著しい低下を示し, 0.65 附近にまで達する. このような現象の起こる理由は低シャフト電気炉では, 高炉に比べて下降距離が短かく, その時間は温度の上昇に伴って早くなるので鉄は還元と同時に炭化し, しかも急速に高温に達するので炭素飽和に達しえないものと考えられる. さらに低シャフト電気炉の脱硫を進行させるための重要な条件はスラグの流動性である. これらの関係については,  $\text{SiO}_2\text{-CaO-MgO-Al}_2\text{O}_3$  4 元系について従来の研究よりさらに低い温度域とスラグ組成範囲を拡大して実際の使用に対する便宜を計っている. 鉄-スラグ間の硫黄の分配に関する Si の影響に関する調査では塩基度一定として, 炭素飽和量の変化を考慮して従来の平衡と比較している. 1450°C 以上の領域では次の平衡を維持することが確認された.  $[\text{S}] + (\text{CaO}) + [\text{C}] = (\text{CaS}) + \{\text{CO}\}$  1420°C 以下では平衡状態から相当にかけ離れていることを示している. 平衡からのこのようなズレは温度の低下によつて飽和に対する炭素量の不足が増加し, 全体として分配反応速度が遅くなり, とりわけスラグ層の流動性の低下が大きく影響することが明らかとなった. したがって低シャフト電気炉の操業では, 1420°C 以下では脱硫の進行に不都合でありこれより高い温度で操業することが望ましい. 出銑温度はスラグ組成によつても変化しアルミナの増加は大きな温度低下をもたらす. 酸性の範囲では高い出銑温度がえられ硫黄の活量が増加して鉄中の S は著しく低下し Si の含有量は増加する. (桐林武彦)

#### 高炉のライニングの侵蝕状況調査

(L. J. GAFFNEY and M. O. HOLOWATY: Iron & Steel Eng., 43 (1966) 12, p. 121~127)

Inland Steel 社では, 4 基の高炉について吹卸後, ライニングの侵蝕状況を調査し, 侵蝕の原因および対策について検討した.

1. 侵蝕状況……ライニングを高さ方向に 7 部分に分けて, 各部の侵蝕状況の特徴を調べたところ, 炉口部からシャフト上部にかけては, 装入物による磨耗で損傷しシャフト中部では煉瓦の厚さは建設時とあまり変わらないが, 変色, 析出炭素の浸透があり, シャフト下部から朝顔にかけては, 煉瓦の侵蝕が著しく, 湯溜部では炭素およびセラミックの煉瓦のいずれもが, 同様な機構で侵蝕が進んでおり, また炉底部では, 高温, 高圧のためサラマンダーに接触していた部分はガラス化するほどのげいし変質が行なわれていることがわかった.

2. 侵蝕の原因……①析出炭素による崩壊は, 煉瓦中の鉄分が触媒となつて,  $2\text{CO} \rightarrow \text{C} + \text{CO}_2$  の反応を促進して, 増大した内部応力が煉瓦の抗張力を上廻ることによつて行なわれる. ②アルカリによる侵蝕は, 装入物中に微量に含まれているアルカリ分が, 次第に蓄積され, その蒸気がレンガ中に浸透することにより崩壊にまで発展する. ③装入物中に珪酸塩や酸化鉄と結合した形で存在

する亜鉛分も, 炉内ではアルカリと同様な挙動を示し, 気化した亜鉛の蒸気がレンガ中に浸入して,  $2\text{ZnO} + 2\text{FeO} \cdot \text{SiO}_2 \rightarrow 2\text{ZnO} \cdot \text{SiO}_2 + 2\text{FeO}$  なる反応を起こさせ, 分解, 生成した FeO は炭素析出を助長させるはたらきをする.

3. 対策……①アルカリや亜鉛の浸入を防ぐために, 煉瓦の気孔率 (現在は 14~20%) を下げることが望ましい. ②特定部分には, 熔融煉瓦の使用, また施工の容易さの点からキャストブルの使用. ③アルカリによる侵蝕がひどいので, 装入物中からアルカリ分を極力減らす. ④亜鉛は高炉口内における大きな有害元素の一つであり, その除去に努力することが必要である.

(山田幸夫)

### — 製 鋼 —

#### 1% C, 1 1/2% Cr キルド鋼塊の凝固とマイクロ偏析に関する研究

(R. D. DOHERTY and D. A. MELFORD: J. Iron and Steel Inst. (U.K.), 204 (1966) 11, p. 1131~1143)

1% C, 1 1/2% Cr 鋼を用いてキルド鋼塊の凝固機構およびマイクロ偏析について検討している. 実験は 60lb インゴットおよび 2 1/2 t インゴットを用い大型インゴットの凝固と関連づけて行なつた.

等軸晶部の初晶デンドライトの成長機構を調べた結果一定組成の固相を形成しながら等温的に成長し, その進行界面の前面に溶質に富む融液層を生じていることがわかった. インゴットに溶湯を満たしたとき, 過熱は急速に失なわれ, 融液内にほとんど温度勾配はなくなる. これは融液が激しく混合されるためであつて, 放射性同位元素を用いた他の研究とも一致している. 過熱が大きいとそれだけ柱状晶の長さが増すことがわかったが, これは Biloni-Chalmers の等軸晶の核は鑄込み時に形成されるという説を支持している.

XMA を用いてマイクロ偏析を調べ, 偏析係数  $I_s$  を求めたところ, インゴットと同じ領域で柱状晶成長にくらべて等軸晶成長部の方がはるかに大きい値を示すことがわかった.

凝固速度を増すと  $I_s$  は減少し, その効果は 2% C よりも 1% C の方が著しい. Fe-1.5% Cr 合金に C を加えると  $I_s$  は次第に増加し, 1.5% C で最大となり, その後ふたたび減少する. デンドライト凝固後の Cr の分布をみると等軸デンドライトアーム内ではほぼ一定値を示し, 平均組成よりも小さい値である. 一方デンドライトの間隙には共晶炭化物の形で溶質が濃化している. Bolling と Tiller による定常状態のデンドライト成長では界面の融液中に溶質の富化層が生じるという説と Flemings の完全混合融液モデルの二つの考え方を用いると, これらの実験結果にみられるデンドライトアームの組成およびデンドライト間の溶質分布の説明ができる. (渡辺靖夫)

### — 加 工 —

Youngstown 社の 80 インチ冷間圧延装置について (J. C. SIADAK: Blast Furn. & Steel Plant, 54 (1966) 12, p. 1143~1146)

1965年 5 月から 8 月にかけて Youngstown Sheet and Tube Company は 80 inch 冷間圧延工場を完成し操業

を開始した。この設備は最も近代的であり、高品質の鋼板を製造できる。本報においてはその一般的なレイアウトおよび各設備について報告している。

工場はミシガン湖畔にあり、9棟の建屋から成っている。工程は酸洗後、5基連続冷間圧延機、2基の焼戻し圧延機を通し、矯正圧延機を通して均一で平らな板にする。

冷間圧延工場は長さ750ftの建屋にあり80inch圧延機5基およびその付帯設備を備えている。その仕様の一部をあげるとバックアップロール80inch×60inch、ワークロール80inch×26inch、送り速度5250fpm、板幅18inch~74inchである。この圧延機の漸新な面はロールの交換にあり迅速に新しいロールと取り換えることができる。ロールの冷却は圧延オイルと水を循環して使用している。

焼鈍炉は5基の圧延機に隣接しておかれ、外径90inch高さ180inchのコイルが入る管状炉より成っている。

焼戻し圧延機は2基であり、その仕様はバックアップロール80inch×60inch、第1ワークロール24~26inch×8inch、第2ロール26inch×80inch、速度4500fpm、コイル幅1~74inchである。

その他に最終仕上げ設備として切断ライン、分割せん断、仕上げ検査、包装を行なう建屋を備えている。

#### 鋼板の焼入れ設備および操業法の発展について

(G. F. MELLOY, et al.: Blast Furn. & Steel Plant, 55 (1967) 1, p. 21~25)

現代の建築設計においては強度が大きいだけでなく、切欠きに強くしかも溶接性の良い鋼板が要求されている。単に合金元素を添加し、焼入れ焼戻しを行なっただけでは得られる性質に限度があり、しかも経済的にも引き合わない。また従来のように焼入れを行ない焼戻しによつて適当な強度を得る方法は、小型で薄肉、高合金の鋼板には有効である。しかし、この方法ではかなり歪が生じるのでその矯正が必要になる。

1953年頃からパッチ式の加圧水冷焼入れ法が用いられるようになった。この方法の欠点となるのは1) 焼入れ開始までの時間の遅れがかなり長く45secあるいはそれ以上になること。2) 変態、熱膨張による体積変化が生じた時に鋼板表面に割れを生じること。3) バルブを開いて焼入れをした時、鋼板の全面にわたつて同時に均一な冷却水を散布しにくいことなどがある。

これらの欠点を補ない改良したのが連続ロール間焼入れ式である。この方式では均熱炉のすぐ隣りに装置をおいて下ロールにより鋼板を炉から送り出し、上ロールの間隔を調整することにより板厚を変化させることができる。冷却水圧力は高く、焼入れ開始までの時間は板厚や材質によつて変化させるが、通常は8sec位とする。

この方法の利点としては1) 加熱炉からの距離が非常に短かく、焼入れ開始までの時間が短いのでこれまでの方法にくらべて操業時間が短縮されること。2) 初期焼入れは高圧力、多量の水で行なえるので焼入れ効率がよい。3) 連続的に行なえるので冷却水量は焼入れゾーンに入った板でコントロールできる。4) ロールを用いるため板との接触部が少ない。このため焼入れ不完全部分ができない。

大型鋼板の熱処理には現在最も進歩し、かつ有効な方法であるといえる。(渡辺靖夫)

## 一性 質一

### Ti と Al を含む商用オーステナイト鋼の700°Cでの時効中の析出

(J. M. SILCOCK, et al.: J. Iron & Steel Inst. (U. K.), 204 (1966) ii, p. 1100~1107)

24%Ni-16%Cr-2.5%Ti-0.3%Al 系鉄合金を1250×0.5hr、および980°C×1hr アルゴン雰囲気中で溶体化処理し、油、水および空冷した。この試料およびこれに5%、ならびに10%の冷間加工したもの、1%/minの速度で700°Cで5%、10%の歪を与えた試料を700°Cで6,000hrまで時効した。これらを用いて、硬さ測定、顕微鏡組織、電顕による抽出レプリカと直接観察、X線による格子定数の測定を行なつた。

1250°Cからの焼入れでは、冷却速度による硬さの差はなかつたが、980°Cの場合は、差が認められ、焼入れ中に析出がおこつたと思われる。冷間加工した試料は、曲線の形はあまり違わないが、最高硬さに早く達する。高温で歪を与えた場合は、1hr時効まであまり変化しない。

980°Cで溶体化処理すると、未溶解の球状の大きなTiCおよびG相が不規則に分散しているが、1250°Cではこれらは少なく、焼入れ中に生じた片状のTiCがわずかに存在する。転位密度は1250°Cの方が多し。短時間の時効で、 $\gamma'$ の規則格子反射がみられ、像は、はじめはかすかな斑点として認められるが、時効時間とともにのはつきりしてくる。 $\gamma'$ は球状で、密に広く分散しており、大きさは時効時間のみによつて変わる。1250°Cの場合の時効では、繊維状TiCの析出物が6minで生ずる。16hrではこれが転位上に発達しているとともに、積層欠陥上にも析出する。最高硬さを越えたところでは、針状相がTiCの存在するところ、特に転位上に存在し格子定数は $Fe_2Ti$ に近い。粒界には1250°Cの場合は片状のTiCが形成されG相の格子定数と大体一致する。980°CではTiC、 $Fe_2Ti$ 、G相、 $Ni_3Ti$ がみられた。セラー型 $Ni_3Ti$ とマトリックスとの方位関係は

$$(0001)_{Ni_3Ti} \parallel (111)_\gamma, [11\bar{2}]_{Ni_3Ti} \parallel [110]_\gamma$$

である。加工した試料も同じような析出挙動を示す。TiCと針状相の析出が、 $\gamma'$ 相の析出を加速している。マトリックスの格子定数の減少は、980°Cの場合 $\gamma'$ の形成によるが、1250°Cでは $\gamma'$ とTiCによる。格子定数が1250°Cの方が高いのは、 $\gamma'$ の形成が遅いためである。

120hr以内で、ディスロケーションペアがみられ、120hrでは $\gamma'$ のまわりにループを形成し、これより長い時効では、はつきりと認められる。

$\gamma'$ が成長しても、硬さの急激な変化がないことから、整合ひずみは重要な因子ではない。1250°Cにおける $\gamma'$ の形成が遅いのは、TiCの形成により、この歪によつて空孔が消滅するためである。980°CではTiCはマトリックスにあまり固溶されないため、この現象はおこらない。(沼田英夫)

### Fe-Mn-N 合金における窒化物の析出

(J. D. BAIRD: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 204 (1966) 11, p. 1122~1130)

希薄 Fe-Mn-N 合金に安定な Mn または Fe-Mn 窒化物が存在することが 2, 3 の研究者によつて認められている。本研究は、低 Mn 鉄合金中の窒化物の析出におよぼす過飽和度、時効温度、クリープひずみなどの影響を研究し、電子線回折によつて析出物の構造を調べ、さらに機械的性質におよぼす効果を測定することを目的としたものである。

実験試料は、高純度の 1% および 1.6% Mn-Fe 合金に、窒化処理によつて N を 0.008~0.063% 添加して作成した。時効処理は N の損失を防ぐため、真空中に引いたのち密閉した炉中で行ない、クリープ試験、電顕による直接観察によつて析出挙動を追求し、また同時に熱処理した試料の引張試験を行なつた。

Mn 1%, N 0.008~0.028% を含む合金を 450°C または 500°C で 200hr 以上クリープ試験すると、転位上に窒化物の小円板状析出物が観察された。Fe-1.6% Mn 合金では、650°C で窒化し N を 0.025% 以上含有させると粒内とオーステナイト粒界に  $\epsilon$ -Mn<sub>2</sub>N の棒状析出物が見られた。この合金を 580°C で窒化し N を 0.04% 以上にし、450°C または 500°C で時効すると、マトリックス中に細かに分散しフェライトの {100} 面にそつて析出した小円板状析出物が見られた。また特に 500°C で時効したとき不連続析出の領域が観察され、これらはマトリックス析出の高密度領域で急速に進行する。マトリックス析出は N が 0.04~0.05% の範囲では引張強さと硬さを幾分増加させたが、0.05~0.06% の合金では 450°C 時効で 60Hv までも硬さを増した。電子線回折によると、小板円状析出物の面に垂直な  $\langle 100 \rangle$  方向にストリークが見られたが、630°C 時効で直径 1.2 $\mu$  の粒子になつても析出物自体の反射は見えなかつた。これらの析出物は、Fe-N 合金を低温時効したときに {100} 面上に生成される  $\alpha'$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> の構造に等しく、その鉄の一部が Mn で一部置換されたものと思われる。これによつて化学的安定性を増し、同時に析出物の板面の格子定数を大きくし Fe との接合性をより良くするであろう。このことは、析出物の直径が大きくてきわめて薄いという形態を説明するものである。電子線回折によればこれらがゾーンあるいはきわめて薄い析出物、または欠陥を有するいくぶん厚い析出物かのいずれかであることを示している。(青木孝夫)

#### 鉄-炭素、鉄-窒素合金のメスバウアー効果

(P. M. GIELEN and P. KAPLOW: Acta Met., 15 (1967) 1, p. 49~63)

5.8 at% C または 8.2 at% N を含む常磁性体オーステナイトと強磁性体マルテンサイト固溶体をメスバウアー・スペクトルの超微細構造から調べた。

オーステナイトではほとんどの Fe 原子に  $\alpha$ Fe にくらべて -0.1 mm/sec の異性体シフトがみられ、これは Fe の S 電子密度が大きくなつたためと考えられる。最近接侵入原子の寄与は正の異性体シフトで表わされ、N が +0.3 mm/sec C が +0.04 mm/sec である。N の大きいシフトは一次近接 Fe 原子との間に Fe<sub>4</sub>N にみられるような共有結合を生じ Fe 原子がより多くの d

電子を有するためと考えられる。C, N とともに最近接 Fe 原子と電氣的 4 極相互作用を生じるが C のほうがずっと大きい (+0.625 mm/sec) ので強く正にイオン化し、電子が Fe 原子の 4S 伝導帯に寄与していることがわかる。マルテンサイトのスペクトルは  $\alpha$ Fe よりやや大きい有効磁場をもつ主スペクトルと侵入原子により 4 極性効果と減少した有効磁場をもつ副スペクトルの 2 つから成る。後者への寄与は C と N で異なり、C では 4 極性効果が +0.8 mm/sec 主スペクトルの 80% 有効磁場、N では -1.00 mm/sec で有効磁場は C よりやや大きい。原子の波動函数、シールド理論、磁気余効実験結果とメスバウアー効果の結果を総合すると、C は正に N は負に荷電して、有効磁場すなわちスピン分極はマルテンサイトの C 軸方向であり、その方向に Fe-C 間に強い  $\sigma$  結合が働く一方 Fe-N 間に比較的弱い  $\pi$  結合が存在することがわかる。その他の相互作用は推定されてもスペクトルから解析されるほど著しくない。主スペクトル有効磁場が  $\alpha$ Fe よりやや大きいことはマルテンサイトのキュリー点が増大していることを示す。C があると飽和磁化の値は著しく減少すると考えられ、一方マルテンサイト Fe 原子の平均有効磁場は  $\alpha$ Fe と大体同じであるから、より多量の軌道角運動量が急冷により保存されることが推定される。C マルテンサイトの焼もどしにおいて、侵入 C 原子により生じた双極性ひずみに基づく副スペクトル列が消失し  $\alpha$ Fe スペクトルに近くなる。しかし存在が予想される  $\epsilon$  炭化物のピークは認められない。なお Fe<sub>3</sub>C と Fe<sub>4</sub>N のピークは明らかに他と区別され以前に報告された結果と一致する。(橋田 坦)

低炭素リムドおよびアルミキルド鋼における再結晶と結晶組織 (R. H. GOODENOW: Trans. Amer. Soc. Metals, 59 (1966) 4, p. 804~823)

焼鈍中に生ずる組織の変化は比較的純度の高い多結晶合金や単結晶で詳しく研究されているが、工業用材料での同じような研究は種々の理由で妨げられている。そこで工業的につくられたリムド鋼 (0.070% C) とアルミキルド鋼 (0.043% C, 0.041% Sol. Al, 0.0053% N<sub>2</sub>) の焼鈍特性に及ぼす再結晶処理と AlN 析出の影響について研究を行なつた。両鋼とも熱間圧延の仕上温度は 871~899°C で 538°C で巻取つた。冷間圧延率はいずれも 50% の 0.037 inch 厚材である。

両鋼の冷延組織は 0.5~1.0 $\mu\phi$  の平行に並んでやや延伸したセルのグループと 1.0~2.0 $\mu\phi$  の不規則に分布したセルのグループから成つていた。等温焼鈍は塩浴で 427~704°C、鉛浴で 427~871°C について調べ、580°C 以下のアルミキルド鋼では再結晶していないマトリックスの亜粒界に AlN が析出するため再結晶を抑制されるが、それ以外の場合の再結晶率と加熱時間の関係は普通の S 字形の関係に従つた。焼鈍のはじめに回復が非常に早く起こり、時間の増加とともに不均一なサブグレイン組織をもつたポリゴニゼーションが起こる。さらに焼鈍を続けると小さなサブグレインの合体によつてサブグレインの成長が粒内でも粒界でも起こつた。そして再結晶粒は多くの場合元の粒界の近傍にみられ、大傾角で移動できる型の粒界をもち、合体で成長したサブグレインがさらに成長して再結晶核となつている。両鋼と

も 649~871°C での再結晶は加熱速度の増加によつて促進されるが、粒度がわずかに減少した。反転極点図による集合組織は両鋼とも同じであつた。

アルミキルド鋼を 454~510°C で予備加熱して AlN 析出量を調節し、704°C で再結晶を行なわせると小さな等軸の粒から大きな延伸された粒に変わった。この変化にともない、(111) 成分の比強度の増加がみられた。サブグレイン生成中に AlN が析出クラスター化するとすべての方位の核生成速度が減少するが、各方位の核に対して等しく作用せず、(111) 成分はつくられやすいと考えられる。

(斧田一郎)

#### 低炭素鋼における応力-歪の関係におよぼす結晶粒の大きさの影響

(W. B. MORRISON: Trans. Amer. Soc. Metals, 59 (1966) 4, p. 824~846)

C 量 0.005 から 0.20% までの鋼について、1.6 から 400  $\mu$  までの結晶粒をもつ材料を作製して、加工硬化に及ぼす結晶粒の影響を調べた。

$\sigma = K\epsilon^n$  ( $\sigma$ : 真応力,  $\epsilon$ : 真歪,  $K$ ,  $n$ : 定数) の関係は定歪速度、定温ではいずれの試料についても成立した。 $K$  と  $n$  の値は一様歪の全域で一定のもの ("single  $n$ " 材,  $n_a$ ,  $K_a$ ) と 2 種類の値をもつもの ("double  $n$ " 材) とがあり、後者は  $\epsilon < \sim 0.08$  で一定値  $n_b$ ,  $K_b$  をもち、 $\epsilon > \sim 0.08$  で一定値  $n_c$ ,  $K_c$  をもつ。 $n$  と結晶粒の大きさとの関係については、 $n_a = 5/(10+d^{-1/2})$  で、 $n_a$  は C 量に無関係である。0.005 および 0.05% C 鋼では結晶粒の大きさと  $n_b$ ,  $n_c$  との間に相関はなく、 $C > 0.09\%$  の材料では  $n_b \approx n_a$ ,  $n_c \approx 0.21$  である。 $K$  は一般に  $K = A + Bd^{-1/2}$  と表わされ、 $K_b > K_a \approx K_c$  である。 $K$  はまた C 量に大きく依存し、一定の結晶粒 ( $\sim 3 \mu$ ) に対して、 $K_a = 90,000 + 220,000(\%C)$  kg/mm<sup>2</sup> である。さらに  $K$  とパーライト量との間には、 $K = (K_f \cdot V_f + K_p \cdot V_p)$  なる関係が考えられる。ここで  $K_f$  は特定の結晶の大きさと 100% フェライトにおける  $K$ 、 $K_p$  は特定の lamellar 間隔に対する 100% パーライトにおける  $K$  で、 $V_f$ ,  $V_p$  はフェライトとパーライトの体積率である。 $\sigma = K\epsilon^n$  と  $\sigma = \sigma_f + kd^{-1/2}$  とから、 $k = \partial\sigma/\partial d^{-1/2} = B\epsilon^{5/(10+d^{-1/2})} - 5(\ln \epsilon) \cdot \epsilon^{5/(10+d^{-1/2})} (A + Bd^{-1/2}) (10 + d^{-1/2})^{-2}$  が得られる。この  $k$  の値と Petch の式によつて求めた値とを比較することにより流動応力に関する Petch の式はある限られた範囲の結晶粒の大きさか、または同じ型の加工硬化特性を示す材料についてのみ成立することを確かめた。下降伏応力に関する式は  $d = 1.6 \sim 400 \mu$  の全結晶粒域において成立する。この場合の傾きは 1.84 kg/mm<sup>5/2</sup> で、切片は 8.96 kg/mm<sup>2</sup> であつた。Hall-Petch の式の  $S_0$  (摩擦力) を応力-歪曲線から外挿法で求める方法は少なくとも低炭素鋼には適応できない。同一材料の引張と圧縮による加工硬化特性は  $\epsilon \approx 0.1$  までは異なっているが、これ以上の歪量では非常によく似ている。"single  $n$ " 材と "double  $n$ " 材とにおける加工硬化特性は変形された材料の中の転位の配列状態の相異と関係があり、集合組織とは無関係である。極細粒鋼を除いて一般にオーステナイト領域で熱処理された材料はすべて "double  $n$ " 材となる。このように所要の結晶粒を得る過程での熱処理が粒界の転位源をわからせる応力、また

はその転位源密度に影響を及ぼしたと考えられる。

(渡辺忠雄)

#### 18% Ni マレージング鋼の内部摩擦

(R. E. MINER, et al.: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 236 (1966) 11, p. 1565~1569)

内部摩擦は、短範囲の拡散と析出過程に対して著しい感受性を有するので、マレージング鋼の硬化機構を調べるのに便利な道具を提供する。この研究は、18Ni-7Co-5Mo-0.4Ti マレージング鋼の、Co を 0~7wt pct 変化させた 5 試料、および Mo または Ti を除いた 2 試料について、恒温時効中の内部摩擦の変化を測定し、硬化機構を調べようとしたものである。真空溶解した試料を 0.1" 板に鍛圧後、0.037" の針金に引抜いて供試材とした内部摩擦の測定は、ヘリウム雰囲気中に振子を置いたねじれ振子法によつて、1 sec 間 1 サイクルの振動数で行ない、試料は直接通電により急速に加熱し、時効のごく最初から測定を行なつた。

420°C ~ 612°C の種々の温度で恒温時効中測定した結果、約 590°C までの温度で、時効の初期の数 min 間に急速な内部摩擦の減少が生じ (第 1 段階)、引き続いての時効によつて比較的ゆるやかな増加がみられた (第 2 段階)。第 1 段階の最初の高い内部摩擦値は、マルテンサイト変態によつて導入された転位の運動により、また急速な減少は転位の回復によるものであろう。第 2 段階の data は相変態についての古典的な Avrami の関係にしたがつたが、この段階の変化は金属間化合物の析出によるものと考えられる。活性化エネルギーは 45.3 kcal/mol で体積拡散の値よりいくらか低い。

内部摩擦の挙動に対する合金元素の影響を調べた結果 Mo を含まない試料は background が全般的にあがり、かつ第 2 段階の変化が現われなかつた。一方 Ti を含まない試料は、background にほとんど影響なく、第 2 段階をわずかに強めるのみであつた。このことから、Mo は maraging 過程に重要な役割りを有するが、Ti は最初の硬化にほとんど貢献しないであろう。また Co についてははつきりした結果は得られなかつた。

(金尾正雄)

#### 鉄ベース合金の固溶体強化

(R. G. DAVIES and R. C. KU: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 236 (1966) 12, p. 1691~1696)

従来の固溶体強化の研究は歪 ( $\epsilon$ ) が  $10^{-3}$  のようなマクロ的降伏応力でなされたが、 $\alpha$  Cu-Al, Fe-V 合金の研究で固溶体強化が歪依存性があるということから、著者らは Fe に侵入型に固溶し大きな歪を与える C を 0.008~0.02%, 置換型に固溶し原子半径が Fe と似ている Ni を 1~6% 添加した合金で、 $10^{-3} \sim 10^{-6}$  の歪水準での降伏応力測定、およびその透過電顕観察を行ない Fe ベース合金の固溶体強化について調べた。

その結果  $\epsilon = 10^{-3}$  でのマクロ降伏応力は 0.008% C で 10.5 kg/mm<sup>2</sup>, 0.02% C で 21.0 kg/mm<sup>2</sup>, Ni では 1% Ni で 11.2 kg/mm<sup>2</sup>, 6% Ni で 24.4 kg/mm<sup>2</sup> であるのに対し、 $\epsilon = 10^{-6}$  のミクロ降伏応力は 0.008% C で 1.4 kg/mm<sup>2</sup>, 0.02% C で 3.5 kg/mm<sup>2</sup>, Ni では 1%

Ni で  $2.8 \text{ kg/mm}^2$ , 6% Ni で  $2.8 \text{ kg/mm}^2$  とマイクロ降伏応力のほうが合金元素量依存性が小さく, Ni ではほとんど一定である. しかしマイクロ降伏域の応力-歪曲線の勾配は合金元素量が増すと大きくなる. これは電顕観察で合金元素量が少ないとき転位はセル構造を示すが増加にしたがつて無秩序な配列になることから合金元素によつて転位の交叉わりが困難になることによると思われる.

また Fe-3 $\frac{1}{4}$ %Si 合金のマイクロ降伏応力は  $17.5 \text{ kg/mm}^2$  でこれは固着されない転位を動かす応力 ( $19.5 \text{ kg/mm}^2$ ) とほぼ一致するので, マイクロ降伏応力が格子中を自由な転位を動かす力, すなわち固溶強化の良い目安と考えられる. 一方マクロ降伏応力の変化は合金元素の添加により, 1) マイクロ降伏応力の増加, または 2) 応力-歪曲線の勾配, すなわち転位の交叉わり能力の増加として表わされる. C, V, Al と Si はこの 2 つの効果を示し, Ni は 2) のみしか示さない.

Fe ベース合金の固溶体強化は直線的な合金元素濃度依存性があり, Mott, Nabarro の理論値と比較すれば 0.1% C で理論値  $3.7 \text{ kg/mm}^2$  に対し,  $10^{-6}$  での固溶体強化は  $2.4 \text{ kg/mm}^2 \cdot 10^{-3}$  で  $14.7 \text{ kg/mm}^2$ , また 7% Si で理論値  $15.8 \text{ kg/mm}^2$  に対し,  $10^{-6}$  で  $17.5 \text{ kg/mm}^2 \cdot 10^{-3}$  では  $36.3 \text{ kg/mm}^2$  と  $10^{-6}$  のマイクロ歪領域では理論値とよく一致する. (小池一幸)

### —物理冶金—

#### 鉄中の窒化物析出に伴う応力の直接観察

(J. HRIVNÁK: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 204 (1966) 11, p. 1108~1113)

Fe-N 合金の焼入れ時効における急激な硬さの増加は, 鉄窒化物の析出によるものといわれているが, 初期段階における挙動は必ずしも明らかでない. 本研究は, 透過電子顕微鏡によつて時効の初期段階の組織変化を追求したものである.

実験試料は, 99.95% Fe を 1 mm 厚さに圧延し, 乾燥水素で  $1150^\circ\text{C}$  で 3hr 焼きなまして C を 0.01% に下げ, さらに  $0.25 \sim 0.3 \text{ mm}$  に冷間圧延して窒化し, N を 0.1 wt% 含有させたものを用いた. 焼入れ時効は  $700^\circ\text{C}$  で 20 min 加熱後水水中に焼入れ, 室温 ( $25 \sim 25^\circ\text{C}$ ) で時効した. これらの試料の硬さと, 薄膜の透過電顕観察による組織変化を調べた.

時効時間に対する硬さの変化を見ると, 2 つの段階が認められた. 制限視野電子線回折によると, 最初の段階では析出物からのスポットは見えなかつたが, 透過電顕像にはすでに析出物のまわりの整合ひずみにもとづく回折コントラストが認められた. このコントラストは約  $100 \sim 200 \text{ \AA}$  の板状析出物に対応するものと思われ, 密度は  $10^{16} \text{ cm}^{-3}$  程度であつた. 第 2 の段階ではその大きさが  $500 \text{ \AA}$  ぐらいまで成長し, 密度は 1 オーダー低下した. そして Fe のスポット以外の回折スポットが現われた. 電子線と X 線回折によると析出物は正方晶の  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  で, マトリックスとの方位関係は,  $[100]_{\alpha\text{Fe}} \parallel [100]_{\text{Fe}_{16}\text{N}_2}$ ,  $[100]_{\alpha\text{Fe}} \parallel [110]_{\text{Fe}_{16}\text{N}_2}$ ,  $[100]_{\alpha\text{Fe}} \parallel [100]_{\text{Fe}_{16}\text{N}_2}$  であつた. 時効の第 1 と第 2 段階のモデルを考察するとつぎのようになる.

まず N 原子が時効のはじめに  $\{100\}_{\text{Fe}}$  面に集まり, 0, 0,  $1/2$  の位置を占めると, 規則化  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  に対応する構

造を造る.  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  の C 軸の格子定数は  $6.29 \text{ \AA}$  で, Fe の格子との差は,  $6.29 - 2 \times 2.86 = 0.57 \text{ \AA}$  で, この段階では完全にマトリックスと整合である. 整合ひずみ領域が C 軸の方向に成長すると, C 軸方向の完全な整合性は失われるが, これもまた硬さを増加させるであろう. このように第 1 と第 2 段階を決める因子は, 整合性と整合領域の大きさである. (金尾正雄)

### —その他—

#### 鉄鋼業におけるロードセル秤量機

(P.R.A. BRIGGS and G.B.R. FEILDEN: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 204 (1966) Nov. 104, p. 1081~1086)

鉄鋼業では, ロードセルを使用した秤量機が全般的に採用されており, 過去 5 年間に急増している. 半導体ストレインゲージの出現によつて, 普通ロードセルの直線性は  $\pm 0.1\%$  以上であるが, 設計によつては  $\pm 0.02\%$  に達しうる. 指示装置は円盤スケール指針計が普通で, ほかに  $36 \text{ inch } \phi$  の大きなスケールの指針計, 遠隔指示計重量自動記録計, デジタル指示計がある. 指示機構は自動平衡電位差計を備えた零点平衡機構が普通で, アナログ指示計は要求されていない. 零点平衡すべり線が適する場合もある. 機構的には, ソリッド・ステイトや, ほかの情報(時間, 組, 鋼塊番号)とともに重量の記録も達せられている. すでに作動している代表例を示すと, 炉装入方式: 遠隔指示, 記録を印刷できるテレメーター方式を完成したロードセル天秤車装置がある. 電気炉工場にはロードセルを備えたスクラップ・バスケットの装入法がある. これらの精度は  $0.2\% \sim 0.5\%$  である. スラブ & 鋼塊秤量装置: ローラーテーブル断面で秤量できるが, 容器重量と秤量物重量比が大きくなつて, 精度が悪い. それゆえにローラーの下に昇降突出物を配置し, 被秤量物がこの位置にくると, 上昇しローラーを離れて秤量する. 昇降突出装置に種類がある. スラブ秤量の要求する精度は  $\pm 0.05\% \sim \pm 0.25\%$  間である.

クレーン秤量: 最も簡単なものは, フックにロードセルを備えた形である. または, ロードセルを巻揚げ機あるいは衡桿につけたのがある. フック, 衡桿のロードセルにはケーブル巻胴, また高温鋼の秤量には, スリップリング, 捻れケーブル鋼索が必要である. 揚程に制限されず, 精度は  $\pm 0.1\% \sim \pm 1.0\%$  (クレーン容量) である. クレーン容量 325 t, レードル重量 80 t, 溶鋼重量 200 t で  $\pm 0.15\%$  の実績である. タンクおよびホッパー秤量: 鉍石, 焼結鉍コークスおよび石灰石の秤量に使用される. 3~4 個のロードセル上にホッパーを備えた形式が最も多い. 秤量系統の干渉を避けた連結になつていことが, この種の装置では大切である. 精度は普通  $0.1\% \sim 1\%$  で使用される. ロードセル台秤: 最も普遍化しており機械台秤と比較し確かな利点を得ている. 原理的には, 繋板の安定装置がありセルフアライン形や必要に応じ衝撃吸収性, 自動停止装置を設置する.  $\pm 0.05\% \sim \pm 0.5\%$  の精度に応じる. 機械秤量対ロードセル: 鉄鋼業では多くの場合, ロードセルの方が機構的に好ましい. すなわち機械秤量に比べ運転部分がなく, 製造コストで大きく節減でき, 秤量スピードが速く, 遠隔指示や自在性を有する. 今後ロードセルの使用が急激に増加すると思われる. (大森敏愛)