

昇もさることながら、下流住民の土砂流出に対する反対、補償問題、残された緑を守るための国土保全という要望がますます強くなることが考えられるからである。

しかしながら、かつてたたらが、歴史のある段階に日本人自身の手によつてつくられたユニークな技術であるという事実はすこしも変わらないばかりか、長く伝承されるべきものである。とくに将来、自主技術の創造を考える場合、その精神的支柱としての、史蹟の発掘と保存、その操業の科学的解明が意欲的に進められなければならない。

文 献

- 1) 工学会編, 明治工業史一鉄鋼編, (1929), p. 61
- 2) 工学会編, 明治工業史一鉄鋼編, (1929), p. 61, 63
- 3) 野呂: 本邦製鉄事業の過去および将来, 鉄と鋼, (1915) 2, p. 148
- 4) 同上
- 5) 工学会編, 明治工業史一鉄鋼編, (1929), p. 79
- 6) 朝日新聞社編, 日本科学古典全書一日本鉱山編一クルト・ネットウ, 9, p. 39
- 7) 釜石製鉄所編, 近代鉄産業の成立一釜石製鉄所前史, (1957), p. 60
- 8) 野呂: 本邦製鉄事業の過去および将来, 鉄と鋼 (1915), p. 149
- 9) 黒岩: スウェーデンの科学技術の特徴, 資源, 105(1961), p. 12
- 10) 朝日新聞社編, 日本科学古典全書一坑道法律, 9, p. 66

620. 192.45 : 621.971.916.2
: 669.144

(227) 鋼中酸化物系介在物の熱間圧延中における挙動

鉄鋼短期大学

工博 伊佐重輝・○岩井彦哉・辻野文三

Behavior of Oxide Inclusions in Steel during Hot Rolling

Dr. Shigeteru ISA, Hikoya IWAI
and Bunzo TSUJINO

1. 緒 言

前報¹⁾において述べた実験結果から、比較的低融点の MnO-SiO₂ 系非金属介在物が wustite(FeO) と共存するような鋼塊を、1250~800°C の温度範囲で熱間圧延すると、両者が結合して結晶質あるいは非晶質の Fe-Mn silicate に変質し、またしばしば wustite か Manganowüstit が核部になるような heterogeneous な介在物を生成すると、その変形度にある程度の影響をおよぼすことが明らかになった。

そこで筆者らは鋼中非金属介在物として高融点を有する純粋の Al₂O₃, TiO₂, SiO₂, MnO などが同様に wustite と共存する場合、熱間圧延の過程でそれぞれ結合して, Hercynite (FeO·Al₂O₃), Ilmenit (FeO·TiO₂) Fayalite (2FeO·SiO₂), Manganowüstit (FeO-MnO 固溶体) などに変質するかどうかということに大きい興味を持った。

本報告はこの点について実験を行なったのでこの結果について簡単に述べる。

2. 実験方法

2.1 各種介在物の実験室的調成準備

本実験に供した人工介在物は α -Al₂O₃, TiO₂, amorphous SiO₂, MnO で、TiO₂ 以外のものについてはその調成準備の方法を前報¹⁾において述べたので省略する。

TiO₂ は石原産業製 (E-100) を用いた。粒度は 44 μ 以下で X 線回折の結果 anatase であることを確認した。

2.2 圧延用試料の作成

前述の人工介在物のうち α -Al₂O₃ と amor. SiO₂ とは粉碎、篩分けして 105~74 μ に粒度調整したが、TiO₂ と MnO は入手した試料粉末そのものの粒度が小さく、いずれも 44 μ 以下のものを使用した。また基地鉄に用いた鉄粉は電解鉄粉 (福田金属製) で、この中にそれぞれ人工介在物を一定の配合比 (介在物含有量 3mg/g) でよく混合し、粉末冶金法を適用して所定の寸法、形状の圧延用試料を作成したが、その詳細については前報¹⁾に述べたので省略する。試料断面の顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。

2.3 試料の熱間圧延

熱間圧延の方法および手順は前報¹⁾の場合とほとんど同様である。すなわち介在物種別に同一試料を 2 コずつ用意し、第 1 の試料 (試料記号 A1, T11, S11, M1) はすべて 1250~1000°C の温度範囲で圧延したが、第 2 の試料のうち α -Al₂O₃ および TiO₂ を挿入したもの (試料記号 A2, T12) については 1350~1100°C、そして amor. SiO₂ および MnO を挿入したもの (試料記号 S12, M2) は 1000~800°C の温度範囲でそれぞれ圧延した。

2.4 熱間圧延後の介在物に対する処理および検査

前報¹⁾において説明した方法とまったく同様の方法で行なった。

3. 実験結果および考察

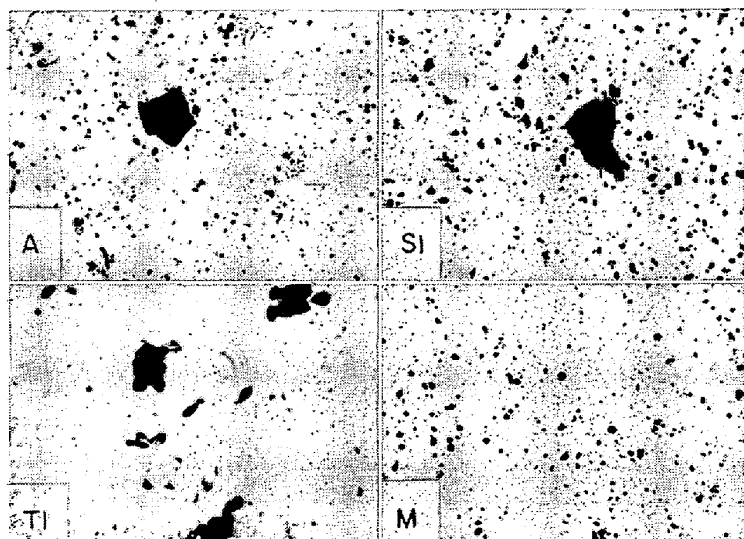
3.1 圧延試料断面の顕微鏡観察 および介在物の変形度測定

各圧延試料の圧延方向に平行な断面の顕微鏡組織を Photo. 2 に示した。

α -Al₂O₃ を含有している試料 A については A1, A2 ともに挿入した α -Al₂O₃ の塑性変形は認められない。そして全然変形していないものと若干脆性破壊して碎片が圧延方向に並んでいるものとが混在している。なおこの脆性破壊の傾向は A2 の方が大きくまた個数も多いが、これは圧延温度の影響と考えられる。

TiO₂ を含有している試料 T1 は T11, T12 ともに挿入した TiO₂ の変形が認められない。ただし T12 試料の表面近くには Photo. 2 の T12 に示すように著しく塑性変形して紐状に伸びた介在物が多数存在していた。またこの種の介在物は一般に heterogeneous で内部に樹枝状の核部を有している。そこでこの介在物について前報¹⁾(1)式の定義にしたがつてその変形指数 ν を計算すると 0.963 であった。

amor. SiO₂ を含有している試料 S1 については Photo. 2 を観察すると、S11, S12 ともに Photo. 1 と比較して圧延後の試料中に含まれる介在物は著しく小さくな



A: α - Al_2O_3
TI: TiO_2

SI: amor. SiO_2
M: MnO

Photo. 1. Microstructure of sintered specimens containing the different inclusions. $\times 100$ (4/5)

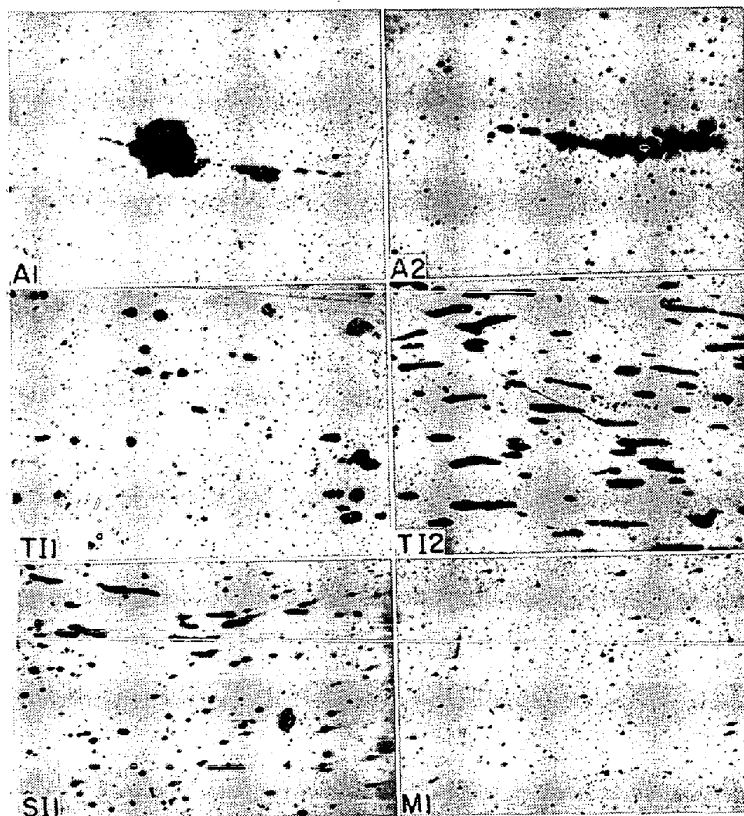


Photo. 2. Microstructure of hot rolled specimens. $\times 100$ (4/5)

り、かつある範囲に広がっている。これは熱間圧延中に大きく脆性破壊してその碎片が分散したものと推察する。しかも SI1 試料の方は小さくなった碎片個々が塑性変形して圧延方向に延びている。そこでこの介在物について ν の平均値を求めると 0.867 であつた。この値は前報¹⁾の試料 M3 中の熱間圧延後大部分 Fayalite に変質していたところの介在物の変形度とほとんど一致している。なお SI2 試料中の介在物にも塑性変形の傾向

は若干認められた。このような観察からこの試料についても熱間圧延中に生成共存した FeO と挿入した SiO_2 が結合して、Fayalite に変質したのではないかと推察することができる。

MnO を含有している試料 M については M1, M2 とともに顕微鏡組織的には挿入した介在物らしきものが観察できなかつた。

3.2 電解抽出法にもとづく介在物の変質の検討

圧延後の各試料を前報¹⁾の方法および条件で電解し、抽出した残渣の組成を化学分析および X 線回折により調べ変質の状態を検討した。その結果を Table 1 に示す

試料 A1 から抽出して残渣の X 線回折像をみると、やや強い Hercynite のピークと強度がその 1/2 くらいに相当する wustite のピークとが認められた。ところで供試の α - Al_2O_3 粒子は比較的大きく、また Photo. 2 に示したように熱間圧延にもとづく変形、破碎も少ないので、各粒子の表面のみが Hercynite に変化したのではないかと考え、抽出残渣をできるだけ細かく粉碎し、再び X 線回折を試みたがパターンにはまったく変化がなく、 α - Al_2O_3 のピークは全然認められなかつた。試料 A2 の方は A1 とは逆に wustite のピークが Hercynite のそれよりもむしろ強く現われたが、さらに高温の圧延によつて酸化が著しくなり試料内部に多量の FeO が発生したためと考えられる。

試料 TI1 については抽出残渣の X 線像中に、A.S.T.M. card では同定できないところの比較強いピーク（この物質を仮りに X と名づける）と Ilmenite の弱いピークとが認められた。この X のピークは Fe_3O_4 のピークに対してわずかにずれ、ピークの位置およびそれぞれの比強度は $\text{MnO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ のそれにきわめて類似している。

しかし残渣の分析結果からこの両者が多量に含まれているとは考えられないので、後述の E.P.M. の分析結果を考え合わせて目下検討中であるが上記の結果から推定して spinel 構造を有する iron titanium oxide ではないかと考える。いずれにしても挿入した介在物はこの場合も熱間圧延中に FeO との相互作用によつて変質したことは間違いない。

試料 SI に関しては前述のように Fayalite に変質したことを推定したが、抽出残渣の X 線回折結果からこの事実は明らかになつた。なお試料 SI1 および SI2 の抽出残渣の X 線像を比較すると、低温度範囲圧延の SI2 の場合は Fayalite の生成が不十分であつたことがわかる。

試料 M の場合は Photo. 2 に示す顕微鏡観察から予測したとおり、抽出残渣中に挿入した MnO の存在がほとんど認められず、また抽出残渣の量が非常に少なく他の試料の場合と様相を異にしている。この結果からみて当然熱間圧延中に生成すると考えられる FeO が、生成されなかつたのかあるいは抽出できなかつたのか、この点については検討を試みる必要がある。なお試料 M2 の方は

Table 1. Extraction weight and chemical and X-ray analysis, of the residue extracted electrolytically from rolled specimens.

Specimens	Electrolytic weight of specimens (g)	Weight of residue (mg)	Chemical analysis of residue(%)			X-ray diffraction
			FeO	Al ₂ O ₃ , TiO ₂ SiO ₂ , MnO	Total	
A 1	10.3873	95.8	56.25	36.89	93.14	Hercynite**, Wustite*
A 2	9.7615	161.6	74.17	20.27	94.44	Wustite*, Hercynite*
TI 1	9.6732	66.2	56.52	46.84	103.36	X***, Ilmenite*
TI 2	8.4455	136.7	62.38	36.23	98.61	X**, Wustite**
SI 1	10.0155	59.9	72.84	21.05	93.89	Fayalite***
SI 2	10.3018	48.2	71.47	22.55	94.02	Fayalite**, Wustite**, α Cristobalite*
M 1	10.2113	3.6	88.50	tr.	88.50	Magnetite*
M 2	10.0977	2.2	66.47	tr.	—	FeO-MnO S. S.*

*** Strong ** Medium * Weak

Table 2. Analysis of the different inclusions in rolled specimens, examined by means of E. P. M.

Specimens	Inclusions	Composition (%)		Complex oxide
		FeO	Al ₂ O ₃ or TiO ₂	
A 1	a	40.0	31.0	Hercynite
	b	40.0	32.0	Hercynite
A 2	a	40.0	25.0	Hercynite
TI 1	a	51.5	40.0	—
TI 2	a	56.0	29.2	—
	b(matrix)	68.0	2.8	FeO-TiO ₂ S. S.
	b(nucleus)	56.0	23.0	—

残査の X 線回折結果によると FeO のピークが若干 MnO 側にずれていることが認められた。またこの残査の FeO 含有量が 66.5% であることを考え合わせると、熱間圧延中に FeO-MnO 固溶体が生成されたのではないかと推定するが、残査量がきわめて少ないので明確な断定はできない。

3.3 X 線マイクロアナライザーによる介在物の変質の検討

前項に述べた抽出残査の X 線回折結果をさらに明確にするために、試料 A および TI に含まれる数個の介在物について E. P. M. によりその組成分析を行なった。その結果の大略を Table 2 に示す。ただしこの表に示された Al₂O₃, TiO₂ の値は補正を行なっていないので真の値より低くなつていゝと考えられるから、FeO の値でもつて結果を判断した。ただし Ilmenite (FeO·TiO₂) の FeO 含有量は 47.4% であるから、試料 TI 1 中の a 介在物が Ilmenite であるかあるいは spinel X に相当するのかが判定が困難である。また試料 TI 2 中の b 介在物 (塑性変形したもの) のマトリックスは wustite に少量のチタニウム酸化物が固溶したものであり、核部は同試料中の a 介在物と同質のものである。

3.4 介在物の変質機構に対する考察

FeO と α -Al₂O₃ あるいは Fe, Fe₂O₃ と α -Al₂O₃ の混合粉末を、不活性ガス中で加熱したときの Hercynite の生成に関する B. G. BALDWIN²⁾ および 藪輪と山田³⁾ らの

の実験報告によると、配合粉末の粒度その他の条件で若干異なるが、いずれもほとんど 100% の生成に対して 1200°C では 5hr 以上加熱しなければならないと述べている。しかし本実験では前述のように 30~40 min の熱間圧延によつてほとんど完全な Hercynite の生成を見たが、これは圧延時の圧下力の作用と、金属流動にもとづく各介在物粒子間の動的な接触により拡散反応が促進された結果によるものと推察する。

FeO と SiO₂ の混合粉末からの Fayalite の生成に関しては、B. G. BALDWIN²⁾ の実験によると、Fayalite 生成に際して FeO と SiO₂ の拡散速度は非常に遅く、また薄い Fayalite 層が生成されると反応の進行は止まる。したがつて 1100°C まではほとんど加熱時間に関係なくその生成量が少ない。しかし Fayalite の融点 (1205°C) 以上で加熱すると短時間 (15 min) で生成され、生成物は液状になると述べているが、本実験結果も Table 1 に示すようにこれと同じ傾向がみられた。

TiO₂ の変質によつて生成された spinel X については目下検討中であるが、E. L. EVANS と H. A. SLOMAN³⁾ が酸素を富化させた溶鉄の Ti 脱酸において、Ti 添加量が 0.05~0.07% の場合の脱酸生成物として Titanian magnetite と名づける spinel が、抽出した介在物の主体となることを報告している。またこの spinel の X 線回折結果は Magnetite の pattern にきわめて類似し、かつ鉄チタニウム酸化物から成る spinel として現在までに報告されているところの FeO·Ti₂O₃ あるいは 2FeO·TiO₂ のそれとは異なると述べている。

本実験で得られた spinel X はその X 線回折結果からこの spinel と同一のものではないかと推察するが、両者の FeO 含有量が相当に異なるのではなはだ疑問である。

4. 結 言

鋼中非金属介在物として wustite と比較的高融点を有する α -Al₂O₃, TiO₂, SiO₂ などがそれぞれ共存する鋼塊を、1350~800°C の温度範囲で熱間圧延すると、両者が結合してつぎに示すような複合酸化物を生成し、その融点が低い場合には塑性変形して紐状に延びる。

i) α -Al₂O₃ の場合は Hercynite に変質し、粒度の大きい (100 μ 程度) ものは若干脆性破壊するが、比較的小さいものはほとんど変形しない。

ii) TiO₂ の場合は spinel 構造を有すると考えられる

鉄チタニウム酸化物（現段階では完全な同定ができなかつた）と Ilmenite を生成する。また粒度が 44 μ 以下ではほとんど変形しない。

iii) SiO₂ の場合は Fayalite に変質し、塑性変形する。この傾向は圧延温度が高いほど（1250~1000°C）著しい。

文 献

- 1) 伊佐, 岩井, 辻野: 鉄と鋼, 52 (1966), p.1610
- 2) B. G. BALDWIN: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 179 (1955), p. 142
- 3) 養輪, 山田: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 1862
- 4) B. G. BALDWIN: J. Iron & Steel Inst.(U.K.), 177 (1954), p. 312
- 5) E. Ll. EVANS and H. A. SLOMAN: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 174 (1953), p. 318

620.192.45:539.43:669.14

(229) 各種介在物と鋼の疲労

(鋼の疲労性質と介在物に関する基礎的研究—II)

金属材料技術研究所

角田 方衛・工博 内山 郁

東京大学工学部 工博 荒木 透

Various Inclusions and Fatigue of Steel

(Fundamental research on relationship between fatigue properties of steel and inclusions—II)

Masae SUMITA, Dr. Iku UCHIYAMA and Dr. Toru ARAKI

1. 緒 言

鉄鋼材料の疲労強度におよぼす鋼中非金属介在物の影響について、基礎的物性的にかつ系統的に研究を行なっている。前報¹⁾では FeO 系介在物を多量に含む大気溶解材とその量の少ない真空溶解材の両者について繰返し曲げ疲労試験を行ない、FeO系介在物の疲労への影響を調べた。本報においては、MnO 系、SiO₂ 系、Al₂O₃系および MnS 系介在物をそれぞれ単独に含有する試験片を用いて、疲労への影響を前報と同様に取り扱い、さらに各介在物の影響の度合を比較検討したので、その結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材

電解鉄を 10 kg 高周波電気炉で大気中溶解し、Mnを 0.5% 炉内添加して MnO 系介在物を含有する試料を溶製した。以下同様に SiO₂ 系介在物を含有する試料は

0.15%Si を添加、Al₂O₃ 系介在物を含有する試料は 0.2%Al を添加、そして MnS 系介在物を含有する試料は 0.2% S, 1.0%Mn を添加した。各鋼塊を鍛造後、熱間（1200~1000°C）および冷間圧延により約 0.5 mm 厚の板にし、疲労試験用試験片（前報¹⁾の図を参照）を圧延方向に切り出した。また介在物の圧延方向の疲労への影響を調べるために、MnO 系および MnS 系介在物を含む板からは試験片を圧延方向に対し直角方向に切出した。各試験片を 750°C × 100 min 真空焼鈍した。試料の化学組成および介在物面積率を Table 1 に示す。

2.2 疲労試験

試験片表面を水酢酸-クロム酸電解液で電解研磨後、4 kgm シェンク型繰返し疲労試験機により、両振り繰返し曲げ疲労試験を行なつた。

2.3 微小割れ数および長さの測定

前報¹⁾と同じ方法で行なつた。（省略）

3. 結 果

各試験片について高応力レベル（破壊までのくり返し数 < 10⁵）および低応力レベル（破壊までのくり返し数 > 10⁶）で試験を行なつた。破壊にいたるまでの途中の数段階で試験を中断して試料表面の微小割れ数およびその長さを測定した。測定に先だち、短時間の電解研磨を行なっている。介在物と基地鉄との境界は他の個所に比べて電解研磨の影響を受けやすい。そこで、介在物からの割れ発生への電解研磨の影響を慎重に検討した結果、本研究の目的に対してはそれほど大きな影響はないことがわかつた。Fig. 1 の傾向への影響はほとんどないが、しかしながら疲労寿命は試料表面の滑らかさの影響を受けるので、破壊時点は電解研磨しない場合とは多少ずれていると思われる。

(1) MnO 系介在物

本系介在物は圧延により粘性的に変形していわゆる A 系介在物を呈している。高応力および低応力レベルの場合ともに、本系介在物は割れ発生にほとんど影響をおよぼさず、また介在物から発生した割れ長さは介在物と関係のない割れ長さに比べてほとんど変わらないかむしろ短くなつている。（図省略）

(2) SiO₂ 系介在物

本系介在物は SiO₂-2FeO と FeO の共晶であり、鑄込状態では球状を呈しているが、圧延により脆性的な変形をして B 系介在物を呈し、Photo. 1 (a) に示すように同介在物の先端からは割れが優先的に発生している。割れ数および割れ長さを測定した結果（図省略）、高応力レベルの場合、本介在物の疲労への影響は著しいようである。

(3) Al₂O₃ 系介在物

Table 1. Chemical composition of specimens and area proportion of inclusions (%).

	C	Si	Mn	P	S	Al	O	Area proportion of inclusions
S 13	0.005	0.002	0.003	0.001	0.002	0.007	0.127	0.288
S 22	0.002	0.001	0.001	0.001	0.003	0.011	0.037	0.058
S 15	0.007	0.001	0.52		0.150	0.008	0.065	0.46
S 21	0.007	0.003	0.008	0.002	0.004	0.12	0.08	0.22
S 23	0.006	0.004	0.64	0.002	0.005	0.001	0.061	0.26~0.32
S 28	0.005	0.018	0.002	0.001	0.003	0.001	0.096	0.22~0.26