



Title	板状非金属介在物の分布, 形態, 挙動 : 鋼中の板状非金属介在物. 第1報
Author(s)	萩原, 巖; Hagiwara, Iwao; 松原, 嘉市 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 26, 1-8
Issue Date	1961-07-30
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/40684
Type	departmental bulletin paper
File Information	26_1-8.pdf



板状非金属介在物の分布, 形態, 挙動

(鋼中の板状非金属介在物 第1報)

萩原 巖*

松原 嘉市*

Distribution, Shape and Behaviour of the Plate-like Inclusion

(The Plate-like inclusion in steel Report 1)

Iwao HAGIWARA

Kaichi MATSUBARA

Abstract

It has been known that there are the plate-like inclusions in steel, but the detailed study has not yet advanced.

At first, the distribution of the plate-like inclusions in a 75 t Ni-Mo-V ingot was microscopically investigated, and the shape of the inclusions on fractured specimens was observed.

Secondarily, a plate-like inclusion with the form similar to the inclusions in large-scale industrial ingots was produced in our laboratory in order to make a small and homogeneous specimens.

The results obtained from the investigation are as follows:

(1) The plane of precipitation of the plate-like inclusion is oriented in the plane $\{100\}$ of the austenite grain.

(2) The temperature of precipitation of the plate-like inclusion is in the range between 850 and 1200°C.

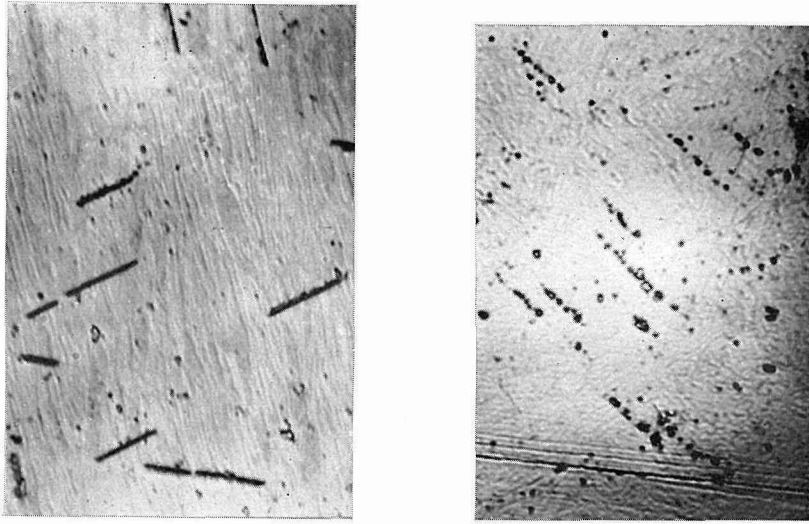
(3) The plate-like inclusion is precipitated when the cooling speed is less than 50 °C/min.

1. 緒 言

ここでいう鋼中の板状非金属介在物とは Photo. 1 に示すような Widmanstätten 組織状に分布した直線状および点線状介在物を指す。

戦前蒔田宗次氏¹⁾は種々の鋼塊中に直線状介在物を発見し, また小林佐三郎氏²⁾は 40 t の Ni-Cr 鋼塊中に同様の介在物を認め冷硝酸で抽出したことがある。戦後 Preece と Irvine³⁾,

* 冶金工学科



× 890

Photo. 1. The plate-like nonmetallic inclusions in Ni-Cr steel.

Ko と Hanson⁴⁾, Wheeler, Kondic および Ko⁵⁾, 最近では河合正吉氏⁶⁾ がそれぞれ直線状介在物の存在を指摘し硫化物であるとしているが、いずれもそれに関する詳細な研究はいまだ行なわれていない。著者の一人は戦前実験室的現模の小鋼塊を熔製後徐冷して、これに大鋼塊に発生したものと同様な Widmanstätten 組織状の非金属介在物の得られることを見出しており、さらに最近小鋼片を高温度に加熱後徐冷することによつてもまったく同じものを作り出すことに成功したので、主としてこれらについて研究を行い、板状非金属介在物の挙動、形態、分布などを明らかにしたので報告する。

2. 実験結果

2.1 分布

工業用鋼塊における板状非金属介在物の分布について、蒔田氏¹⁾の報告によれば酸性、塩基性の平炉、電気炉、高周波炉製の C 鋼、低合金鋼の 500 kg から 160 t に及ぶ金型鋼塊、30 kg 以上の砂型鑄鋼品に存在すると述べている。また石塚寛氏⁷⁾の報告では JIS の C 鋼鑄鋼品の試験材 (約 25 kg) に多数の板状介在物を確認し、その発生量と Mn/S 比との関係が有意であり、取鍋分析値による Mn/S 比が 20~90 の範囲にわたつて板状介在物が存在していると報告している。以上のように工業用鋼塊には板状非金属介在物が多量に存在していることがうかがわれる。

(1) 鋼塊内分布 鋼塊のマクロ組織と板状非金属介在物との関係を、酸性平炉熔製の 75 t, Ni-Mo-V 金型鋼塊 (0.31% C, 0.35% Si, 0.55% Mn, 0.018% P, 0.019% S, 3.12% Ni, 0.09% Cr, 0.42% Mo, 0.07% V, 0.03% Cu で 2000~1750 mm 径×2270 mm 高) について調査を行

つた。この鋼塊の熱履歴は Fig. 1 のように、鑄込後オーステナイトの高温域で鑄型から引抜かれ、高温保持の加熱炉に引続き装入されて軟化焼鈍を行ったものである。試料の採取方法は鋼塊本体を頂部、上部、

Into furnace

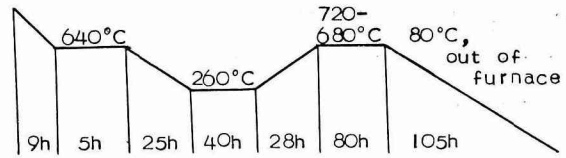
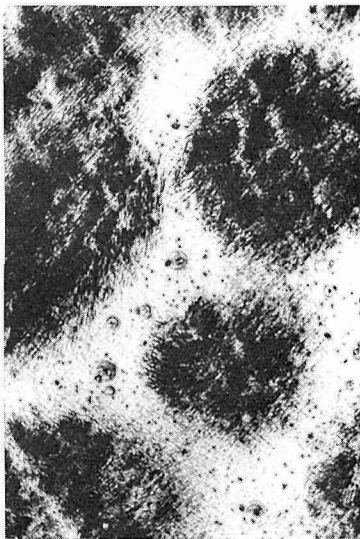


Fig. 1. Heat treatment of the 75 t-ingot

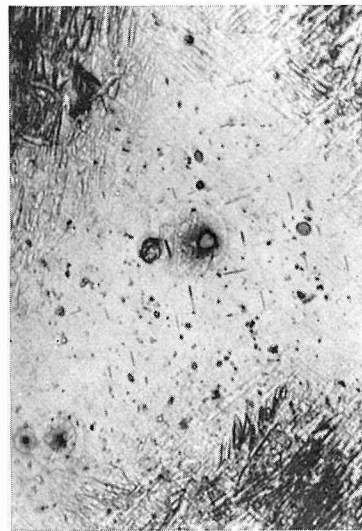
下部、底部の4横断面で切断し、各切断面毎に中心に向つて半径方向に8 cm 等間隔で12~13個の試料を15 mm 径のコアドリルで採取し、各試料を約7 mm 角に仕上げた。各試料中の板状非金属介在物算定の方法としては、試料の上面(鋼塊の頂部から底部の方向を見た面)を研磨後、3% ピクラルで軽く腐蝕し、370 倍の倍率下で重複をさけながら無秩序に60 視野検鏡して総個数を求めた。Table 1 にその結果を示してあるが、鋼塊のマクロ組織と関連させて各マクロ組織部における一試料当りの平均値も載せてある。鋼塊上下の分布は、頂部が一番少く、

Table 1. Distribution of the inclusion in the 75 t-ingot

Position of the ingot body	Total count	Counts (Mean value)			
		Columnar crystal zone	A-Segregation zone	V-Segregation zone	Negative segregation zone
Top	732	12	121	37	
2/3 height	1796	7	183	208	
1/3 height	1261	28	132	101	
Bottom	1973	202			175



×360 (×2/3)



×672 (×2/3)

Photo. 2. Microstructure of Ni-Cr steel (Ingot No. 4)
Etchant-Oberhoeffers' reagent

上部がその2.5倍、下部が1.8倍、底部が2.9倍となっている。マクロ組織との関係について見れば、底部を除いて柱状晶帯には一般に板状介在物がきわめて少く、頂部のV偏析帯も僅しか存在しない。一方底部の負偏析帯には比較的多量に存在し、底部の柱状晶帯には非常に大量に分布しているのが注目される。

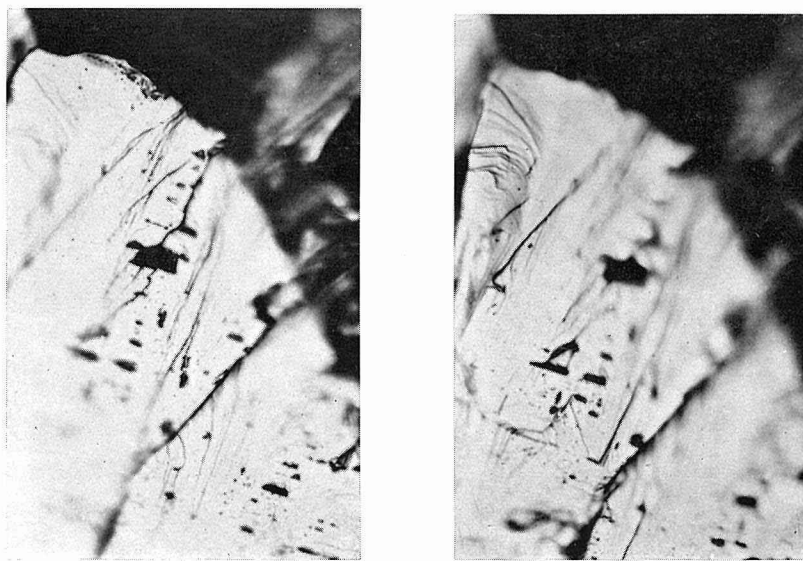
(2) ミクロ分布 結晶粒内における板状非金属介在物の分布を調べるため Oberhoffer 液を用いて検鏡した。Photo. 2 に示されるように、板状非金属介在物は樹枝部根幹には認められず、常に枝と枝の間、いわゆる谷の部分、あるいは樹枝部相互間の結晶粒界近傍に存在しており、P、S のミクロ偏析部に偏在することが明らかとなった。

2.2 析出面

板状非金属介在物は検鏡下において一定の方向性をもつて析出しているのが大きな特徴であるが、詳細に観察すると板状非金属介在物が析出する時のオーステナイト結晶粒内に2ないし3方向に規則正しく配列され、いわゆる Widmanstätten 組織状に析出している。この介在物の析出面を決定するため15個の試料の顕微鏡写真からステレオ投影の try and error 法を用いて、板状介在物はオーステナイト結晶粒の $\{100\}$ 面に析出することが知られた。これは Ko と Hanson⁴⁾ の指摘せる硫化物と一致する。

2.3 破断面における形態

板状非金属介在物は検鏡下において見かけの幅約1ミクロン、長さ8~30ミクロンの直線状を呈しているが、 $\{100\}$ 面の析出から考えて検鏡面(あるいは研磨面)に平行か、それに近い面で析出する板状非金属介在物が当然存在するはずであるが、余りに薄いため研磨中に脱落す



× 530

Photo. 3. The plate-like nonmetallic inclusions on the fractured specimen

るのか観察されたことがない。そこで板状非金属介在物の真の形態を知るために、試料に切欠を入れて破断し、比較的平坦な面を直接検鏡した。Photo. 3 に見られるようにきわめて薄い不規則な形をした板状介在物が平行に配列している。その近傍に研磨面で普通観察されるような板状介在物が2個ほぼ直角をなして存在している。この点から今観察している破面は{100}面から僅かずれた面であつて、これら板状の介在物が板状非金属介在物の真の形状を示すものと考えられる。

2.4 析出に対する予備実験

従来板状非金属介在物の大量に発見されている鋼種は Ni-Cr 鋼であるので、小鋼塊による予備実験には Ni-Cr 鋼をタンマン炉で約 500 g 熔製した。またこの介在物が鉄珪酸塩⁵⁾あるいは硫化物³⁾⁻⁶⁾とされているので、鋼浴中に Si が 0.2~1.8%, S が 0.04% 程度歩留るように珪素、硫化鉄を添加した。熔解坩堝は内径 38 mm, 高さ 145 mm の高アルミナ坩堝で、熔解粗材は塩基性高周波炉製の 25 mm 径棒の Ni-Cr 鋼, 電解鉄, 硫化鉄, マンガン, 珪素を使用した。凝固後の徐冷によつて板状非金属介在物の生成することが著者の一人によつて明らかにされているので、熔鋼中に内径 15 mm のシャモット製タンマン管を投入し、その中に高アルミナ保

Table 2. Chemical composition of materials

Materials	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Mo
Ni-Cr steel	0.33	0.23	0.64	0.029	0.016	3.67	0.73	—	tr.
”	0.15	0.19	0.42	0.010	0.024	1.58	0.88	—	tr.
Electrolytic iron	0.02	tr.	tr.	0.003	0.001	tr.	tr.	tr.	—
Silicon	0.038	99.56	0.02	0.066	tr.	—	—	—	—
Manganese	0.94	1.01	96.90	—	—	—	—	—	—
Iron Sulphide				FeS>70%					

Table 3. Chemical composition of ingots

Ingot No.	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
1	0.23	1.05	0.20	0.021	0.042	1.37	0.76
2	0.17	1.27	0.31	0.014	0.032	1.55	0.76
3	0.18	1.80	0.36	0.021	0.034	1.46	0.75
4	0.22	1.43	0.32	0.010	0.040	1.52	0.79
5	0.21	1.61	0.17	0.021	0.046	1.33	0.75
6	0.20	1.10	0.17	0.017	0.044	1.26	0.76
7	0.38	0.30	0.24	0.014	0.026	1.51	0.78
8	0.28	0.56	0.22	0.013	0.055	1.48	0.75
9	0.44	0.46	0.23	0.012	0.027	1.22	0.77
10	0.25	1.20	0.33	0.011	0.040	1.53	0.79
11	0.23	1.23	0.32	0.009	0.034	1.52	0.80
12	0.24	1.06	0.32	0.011	0.035	1.55	0.80
13	0.17	0.17	0.33	0.012	0.031	1.55	0.80

護管中に装着されている Pt-Rh 熱電対を挿入して、凝固直後からタンマン炉中で通電徐冷を行なった。熔解材料の組成を Table 2 に、熔製 Ni-Cr 小鋼塊の組成を Table 3 に示す。

実験方法は凝固後 5°C/mn の冷却速度で通電徐冷し、950°C 以下は電気を切つて炉冷却した。得られた小鋼塊を上、中、下の 3 段に横分割し、その横断面を研磨して 5% ピクラールで軽く腐蝕後検鏡した。その結果熔製鋼塊 No. 1~9 の 9 回の実験でいずれも板状非金属介在物の存在することが認められた。

次に板状非金属介在物の析出温度を求める予備実験を行つた。前述の方法で熔製した Ni-Cr 小鋼塊を凝固後 5°C/mn で徐冷却し、析出温度と思われる温度範囲から水冷し板状介在物の有無によつて析出温度を決定した。熔製鋼塊は No. 10~13 の 4 個で、水冷を開始した温度は 1250, 1200, 1150, 950°C である。水冷したこれらの鋼塊は焼入硬化して鋸切断が不可能なため、630°C×2 h の焼戻軟化処理を行なった後切断して検鏡した。その結果板状非金属介在物の析出温度は 1250~1200°C 附近らしいことが知られた。

以上のように熔製小鋼塊についての実験は、鋸切断の不可能な他に、鋼塊偏析のため個々の試料の組成に不同を来しやすい。これらの点を考えて、鋼塊あるいは鋼材から切出した小鋼片を熔点点近くまで加熱後徐冷して板状非金属介在物を析出させる実験を行なった結果、1400°C 以上に加熱後徐冷するならば、凝固鋼塊とまったく同様な板状非金属介在物の発生することを見出した。それゆえ以後の実験は特記しない限り同一の鋼塊 (500 g) または鋼材 (高周波炉熔製の 50 kg 鋼塊より 18 mm 丸棒に鍛伸) より切出した約 10 g の小試料を、酸化防止のためアルミナ・タンマン管中に 0.3% 木炭粉を混合したアルミナ粉と共に密封し、シリコニット炉で 1405~1450°C に加熱後徐冷する方法によつた。

2.5 析 出

(1) 冷却速度の影響 板状非金属介在物が冷却中に析出するものであることが予備実験から知られたが、冷却速度の大小によつてこの介在物の析出にどのような影響を及ぼすかを知るため実験を行なった。

Table 4. Chemical composition of specimens

Specimen	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
Ni-Cr steel	0.28	0.56	0.22	0.013	0.055	1.50	1.0
Ni-Cr steel	0.14	0.14	0.18	0.017	0.104	1.70	0.4
C steel	0.08	0.24	0.20	0.011	0.055	—	—

試料は Table 4 の Ni-Cr 鋼で、まづ 1450°C に加熱保持後 1200°C まで一定の冷却速度 (約 70°C/mn) とし、1200°C より 1000°C までの間を種々の冷却速度で冷却後水冷して板状介在物の有無を調べた。その結果 72°C/mn 以上の冷却速度では板状介在物は存在せず、55°C/mn 以下の徐冷では生成されていた。

また 43, 36, 22°C/mn の冷却速度で析出した板状介在物は，5, 1°C/mn のきわめて徐冷却したものよりも発生量の増大している傾向が観察され，この介在物の発生にはある最適の冷却速度の存在することがうかがわれる。

(2) 析出温度範囲 正確な決定をするために，Ni-Cr 鋼及び C 鋼 (Table 4) の切出し鋼片について実験を行なった。実験方法は 1450°C に加熱保持後，所定温度まで約 100°C/mn の速度で冷却し，所定温度に 30 mn 保持後水冷し，試料面のスケールをグラインダー研削後検鏡試料を調製した。その結果板状非金属介在物の析出温度範囲は，Ni-Cr 鋼，C 鋼とも 1200~850°C の間であることが確認され，特に 1000°C 以下では直線状と共に点線状介在物が Widmanstätten 組織状に析出することが知られた。

また予備実験において析出温度までの冷却速度は 5°C/mn，今回の実験では 100°C/mn^o であったが，冷却速度による析出温度への影響は認められなかった。

さらに板状介在物 (1100~1050°C) と点線状介在物 (950~900°C) の析出中の保持時間を 10, 50, 250 mn と変化させ，生長，凝集の有無を調べたがいずれの場合も変化が認められなかった。以上から直線状及び点線状介在物の析出はきわめて短時間の内に完了するものと考えられる。また 1200~850°C の析出温度範囲を徐冷した試料には点線状介在物がほとんど存在せず，直線状介在物のみ観察されているから，連続徐冷却の際には 1200~1000°C の間ではほぼ析出が完了するものと推定される。

3. 結 言

鋼中の板状介在物の研究の第一段階として分布調査，析出面の決定，形態観察，析出条件の研究を行なった。

1. 75 t の Ni-Mo-V 鋼塊について板状介在物の分布調査を行い，鋼塊底部の柱状晶帯並びに負偏析帯に最多量に分布することが明らかとなった。

2. Oberhoffer 液を用いてマイクロ分布を調べ，板状介在物は樹枝部には存在せず，燐，硫黄のマイクロ偏析部に相当する谷の部分，あるいは結晶粒界近傍に偏在することが明白となった。

3. 板状介在物は析出時のオーステナイト結晶粒の {100} 面に選択析出し，破断面における形状は薄い板状であることが知られた。

4. 板状介在物の析出条件としては，1400°C 以上の高温から冷却し，析出温度範囲である 1200~850°C の間を 55°C/mn 以下の速度で冷却することが必要である。

終りにのぞみ 75t 鋼塊の資料を提供していただいた株式会社日本製鋼所室蘭製作所に対し厚く御礼を申し上げます。

文 献

- 1) 蒔田宗次：K. K. 日本製鋼所，室蘭製作所，所内報告，**6**-122 (昭 6).
- 2) 小林佐三郎：鉄と鋼，**18**-12 (昭 7).
- 3) A. Preece, K. J. Irvine: *J. Iron & Steel Inst.*, **157**, 336~343 (1947).
- 4) T. KO, D. Hanson: *J. Iron & Steel Inst.*, **164**, 51~62 (1950).
- 5) J. A. Wheeler, V. Kondic, T. KO: *J. Iron & Steel Inst.*, **167**, 301~308 (1951).
- 6) 河合正吉：鉄と鋼，**41**-12, 1234 (1955), **42**-1, 20 (1956).
- 7) 石塚 寛：K. K. 日本製鋼所，室蘭製作所，研究所報告，**34**-24 (昭 34).