

挿し難い。況や貧鑛を以てする場合の採算價値は全々認められ得ないものである。

(2) 軽石鐵は不生產的製品であつて、回轉爐操作の最も至難なものであるばかりでなく何等の特徴を認め得ず。而して到底製鋼主原料たり得ない半製品である。

(3) 粒鐵の生産は回轉爐製鐵法中最も合理的にして然も製鍊操作の最も容易なものと云へる。而して好ましき條件のもとに完全なる製造過程を経て生産される粒鐵は製鋼主原料として何等の缺點を有せざるものであつて、屑鐵に

依存せざる原鐵として他の追随を許さざるものがある。

粒鐵生産上最終的製品々位は、一に懸つてその製造方法に依て決せられるものである。從來の粒鐵に對し馨しからざる世評は技術的に容易に解決される可き問題に過ぎない。

今や粒鐵生産技術は量的に且質的に日進月歩を示しつゝある今日、更に一段の向上飛躍に向つて敢て粒鐵成分規格の設定を希望するものである。

## 鋼のオーステナイト結晶粒度に就て（第一報）

（日本鐵鋼協會第24回講演大會講演、昭和15.10）

河合正吉\*

UEBER DIE AUSTENIT-KORNGRÖSSE DES STAHLES

*Masayosi Kawai*

*SYNOPSIS:*—Die Austenit-Korngrösse ist eine wichtige Moment der Eingenschaften des Stahles. In den letzten Jahren, so sind manche Untersuchungen auch in Japan geleistet geworden. Aber als die Darstellung der Korngrösse, die uns den Anhalt der Untersuchung geben und das Resultat des Experimentes quantitativ zeigen soll, hat man bis jetzt verschiedene Methoden aufgenommen, aber gab es keine bestimmte Resultat. In diesem Berichte, deshalb handelt der Verfasser erstens statistisch diejenige Darstellung ab und gibt eine rationale Methode an. Zweitens vergleicht er vier Austenit-Korngrösse entwickelnde Methoden (zum Beispiel, Einsatz-, der Oxidations-, der Salzbades-, und Doppelhärtungsmethode) und äussert ihre Stärken sowie Schwächen.

### I. 緒 言

鋼のオーステナイト結晶粒度の問題は、既に18世紀に佛蘭西の Réaumur に依て研究されたが、その後は20世紀に到る迄殆ど顧られなかつた。1922年 H. W. Mc Quaid-E. W. Ehn に依り滲炭鋼の異常性と粒度との間に一定の關係ある事が報告され、瑞典に於ける工具鋼の破面試験の發達と相俟つて、鋼に於けるオーステナイト結晶粒度の研究が重要視されるやうになり、更に米國に於ける自動車工業の發展は、鋼の性質の一様性、特に熱處理感受性の一様性を極度に要求し、盛に結晶粒度の研究及びその實際的な應用が行はれるやうになつた。

我が國に於ても、其の研究の重要性が痛感せられ、1939年の初頭より、日本學術振興會第19小委員會第一分科會に於て、各所の共同研究が開始せられ、現在の處その粒度

標準圖及び標準顯出法等が決定されるに到つた。本報告は長崎製鋼所より學振に提出された研究結果の綜合報告である。

### II. 結 晶 粒 度

鋼のオーステナイト結晶粒度とは、鋼が  $A_3$  點以上の一定溫度に一定時間加熱された際のオーステナイトの狀態に於ける粒度を意味するもので、これを常温で再検出する爲に種々の方法が講じられてゐる。結晶粒度に關しては、勿論各結晶粒の體積が求められ、その體積頻度が明かにされば充分であるが、實際上不可能である。一般に不透明な媒體中に多數の粒子が散在する場合には、媒體中の任意の面に現れる粒子の斷面積の大きさからその粒度を判定する。以下此の方法がどの程度に妥當であるかを統計論を適用して數學的に吟味する事とする。

\* 三菱重工業株式會社長崎製鋼所

### III. 表示法の吟味

統計論を適用する爲には、粒子の形狀に一定の制限を與へなければならない。最も簡単な場合として、球状粒子に就てのみ議論する。

1. 粒子の半径が凡て  $r$  に等しい場合 先づ單位體積内の粒子の總數  $N_r$  は充分大なるものとする。然る時媒體中の任意の面上に現れる粒子の圓形斷面に對して、その半徑  $\rho$  を統計的標識に取れば、面上の  $\rho$  の統計的分布は、宛も半徑  $r$  なる球を、 $2r/N_r$  なる間隔を有する  $N_r$  個の平行平面群で截つた場合に生ずる斷面の半徑  $\rho$  の分布と同一である。

即ち第1圖の如く坐標を取れば、 $x$  と  $x+dx$  との間にある平行面の數は

$$dN_r^x = N_r dx / 2r \quad \dots \dots \dots (1)$$

一方

$$\rho^2 = r^2 - (r-x)^2$$

$$\therefore dN_r^x = N_r \rho d\rho / 2r (r^2 - \rho^2)^{1/2} \quad \dots \dots \dots (2)$$

然るに  $\rho$  は  $x$  に對して 2 倍であるから、半徑が  $\rho$  と  $\rho + d\rho$  との間にあるものゝ數は(2)の 2 倍である。依て(2)より

$$dN_r^\rho = dN_r^x \times 2 = N_r \rho d\rho / r(r^2 - \rho^2)^{1/2} \quad \dots \dots \dots (2')$$

從て  $\rho$  に對する頻度函數は

$$f(\rho) = N_r \rho / r(r^2 - \rho^2)^{1/2} \quad \dots \dots \dots (3)$$

で與へられる。又斷面積  $S$  に對する頻度函數は、(2')より變數變換を行ひ

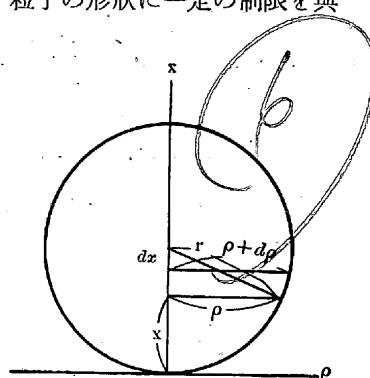
$$g(S) = N_r / 2 \{ \pi r^2 (\pi r^2 - S) \}^{1/2} \quad \dots \dots \dots (4)$$

となる。

次に單位體積内の粒子の總數を  $C_r$  とすれば、 $C_r$  と  $N_r$  の間には次のやうな關係がある。今單位立方體中に一面に平行で、而も間隔  $2r$  なる平行面群を考へる。然る時一つの粒子を過ぎる面は唯一つあって唯一つに限る。然るに各面の過ぎる粒子の數は統計的に凡て  $N_r$  個に等しい。從て

$$C_r = N_r \times 1/2r = N_r / 2r \quad \dots \dots \dots (5)$$

從て



第1圖 坐標

$$f(\rho) = 2\rho C_r / (r^2 - \rho^2)^{1/2}$$

2. 粒子の半径の異なる場合 單位體積内の粒子の半径  $r$  に對する頻度函數を  $V(r)$  とすれば、半径が  $r$  と  $r+dr$  との間にある粒子數は

$$dC_r = V(r) dr \quad \dots \dots \dots \dots \dots (6)$$

他方斷面の半径が  $\rho$  なるものゝ總數は、 $r \geq \rho$  なる粒子の斷面の和である。其の中で半径が  $r$  と  $r+dr$  との間にある粒子に依て生ずる斷面の數は

$$dN_r^\rho = 2\rho d\rho dC_r / (r^2 - \rho^2)^{1/2} = 2\rho V(r) d\rho dr / (r^2 - \rho^2)^{1/2}$$

故に斷面の半径が  $\rho$  と  $\rho + d\rho$  との間にあるものゝ總數は上式を積分して

$$dN_r^\rho = \int_\rho^{r_{\max}} dN_r^\rho = d\rho \int_\rho^{r_{\max}} 2\rho V(r) dr / (r^2 - \rho^2)^{1/2}$$

從て  $\rho$  に對する頻度函數は

$$F(\rho) = 2\rho \int_\rho^{r_{\max}} V(r) dr / (r^2 - \rho^2)^{1/2} \quad \dots \dots \dots (7)$$

で與へられる。茲に  $r_{\max}$  は最大粒子の半径とする。

儲て實際に觀測されるものは  $F(\rho)$  で、是より完全なる粒度表示たる  $V(r)$  を求めんとすれば、(7)式は  $V(r)$  に對する積分方程式となる。

先づ

$$\varphi(r) = V(r) / 2r \quad \dots \dots \dots \dots \dots (8)$$

と置き、(7)の兩邊に  $1/(\rho^2 - x^2)^{1/2}$  を乗じ、 $\rho$  に關して  $x$  より  $r_{\max}$  違積分する。即ち

$$\int_x^{r_{\max}} F(\rho) d\rho / (\rho^2 - x^2)^{1/2} = \int_x^{r_{\max}} 2\rho d\rho / (\rho^2 - x^2)^{1/2} \\ (\rho^2 - x^2)^{1/2} \int_p^{r_{\max}} 2r \varphi(r) dr / (r^2 - \rho^2)^{1/2}$$

更に

$$\sigma = \rho^2 \quad \xi = r^2$$

$$\Phi(x) = \int_x^{r_{\max}} F(\rho) d\rho / (\rho^2 - x^2)^{1/2} \quad \dots \dots \dots (9)$$

と置けば、

$$\Phi(x) = \int_{x^2}^{\xi_{\max}} d\sigma / (\sigma - x^2)^{1/2} \int_\sigma^{\xi_{\max}} \varphi(\xi^{1/2}) d\xi / (\xi - \sigma)^{1/2}$$

積分の順序を變換して

$$\Phi(x) = \int_{x^2}^{\xi_{\max}} \varphi(\xi^{1/2}) d\xi \int_{x^2}^\xi d\sigma / \{ (\sigma - x^2)(\xi - \sigma) \}^{1/2} \\ = \pi \int_{x^2}^{\xi_{\max}} g(\xi^{1/2}) d\xi$$

次に兩邊を  $x^2$  で微分すれば(8)より

$$\pi \varphi(x) = -d\Phi/d(x^2)$$

$$\therefore V(x) = -1/\pi \cdot d\Phi(x)/dx$$

變數を  $r$  に變換して

$$V(r) = -1/\pi \cdot d/dr \left( \int_r^{r_{\max}} F(\rho) d\rho / (\rho^2 - r^2)^{1/2} \right) \quad (10)$$

なる解を得る事が出来る。

猶應用として、粒子の總數を  $C$  とすれば、

$$C = \int_0^{r_{\max}} V(r) dr = -1/\pi \cdot \left[ \int_r^{r_{\max}} F(\rho) d\rho / (\rho^2 - r^2)^{1/2} \right] \quad (11)$$

即ち單位體積内の粒子數は、單位平面上に現れた斷面の數に、其の半徑  $\rho$  の大きさに従て、 $1/\pi\rho$  なる質量を乗じ、之等を加合せて求め得る事が知られる。

#### IV. 實用表示法

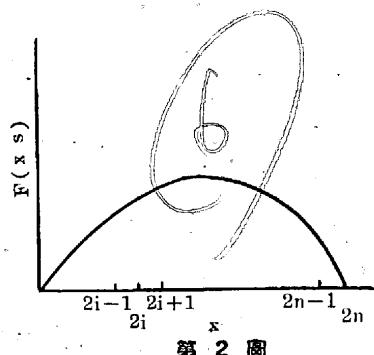
倘て次に(10)式の  $F(\rho)$  に實測値を代入して、 $V(r)$  を求めるべき計算法を考慮しなければならない。今  $F(\rho)$  の實測値を第2圖で表はすものとする。次に  $s$  を單位に取り、

$$\rho_{\max} = 2ns$$

$$= r_{\max}$$

$$\rho = xs$$

とすれば、計算を簡易化する事が出来る。即



第2圖

依て  $r = ys$  と置けば

$$V(r) = -1/\pi s \cdot d\Phi/dy \quad (10')$$

となる。從て計算の第一段として、 $\Phi$  を求めなければならぬ。これが爲には  $0 < y < 2n$  で、幾個かの  $y$  に對する  $\Phi$  の値を求めて、これ等の値を内挿法に依て聯結すればよい。

即ち  $y$  の代表値として

$$y = 2i-1 \quad (i=1, 2,$$

$\dots, n)$

を選んで見る。

一方

$$N_i = F(i)$$

とし、(9')なる積分を行ふ際  $N_i$  のみが既知として  $2n > x > 2i$  なる領域に對しては Simpson の法則を適用し、

$2i > x > 2i-1$  に對しては

$$F(xs)/(x^2 - y^2)^{1/2} = \{ (N_{2i} - N_{2i-1})x + 2iN_{2i-1-(2i-1)}N_i \} / \{ x^2 - (2i-1)^2 \}^{1/2}$$

と置く。然る時 (9') は簡単な計算に依り

$$\begin{aligned} \Phi(2i-1) &= 1/3 \cdot [ (N_{2i}/\{(2i)^2 - (2i-1)^2\}^{1/2}) \\ &\quad + 4 \cdot \{ (N_{2i+1}/\{(2i+1)^2 - (2i-1)^2\}^{1/2}) + \dots \\ &\quad + (N_{2n-1}/\{(2n-1)^2 - (2i-1)^2\}^{1/2}) \} ] \\ &\quad + 2 \cdot \{ (N_{2i+2}/\{(2i+2)^2 - (2i-1)^2\}^{1/2}) + \dots \\ &\quad + (N_{2n-2}/\{(2n-2)^2 - (2i-1)^2\}^{1/2}) \} ] \\ &\quad + (N_{2i-1} - N_{2i-1}) \{ (2i)^2 - (2i-1)^2 \}^{1/2} \\ &\quad + \{ 2iN_{2i-1} - (2i-1)N_{2i} \} \log([2i - \{ (2i)^2 - (2i-1)^2 \}^{1/2}] / (2i-1)) \end{aligned} \quad (i=1, 2, \dots, n) \quad (12)$$

斯くして得られた  $\Phi(x)$  を圖上微分すれば、 $V(r)$  を求める事が出来る。猶上述の方法は E. Scheil の方法<sup>1</sup>)と類似するが、 $n$  に對する收斂性が良好であり、普通の計算では  $n=10$  とすれば充分である。依て  $n=10$  なる場合  $N_i$  等にかかる係數を計算して置けば、 $F(\rho)$  より  $V(r)$  への變換が容易に行はれる。これを第1表及び第2表に示す。

第1表  $1/(n^2 - m^2)^{1/2}$

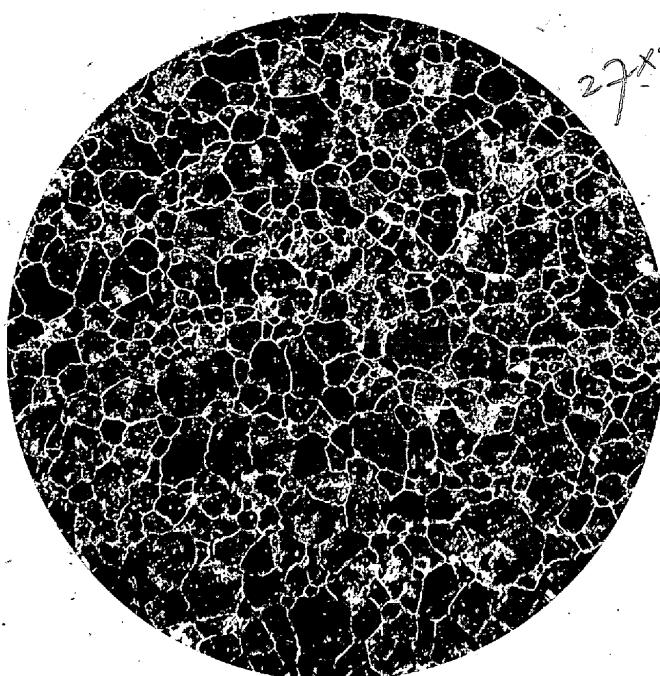
$m \backslash n$	1	3	5	7	9	11	13	15	17
2	0.577	—	—	—	—	—	—	—	—
3	0.354	—	—	—	—	—	—	—	—
4	0.258	0.378	—	—	—	—	—	—	—
5	0.204	0.250	—	—	—	—	—	—	—
6	0.169	0.192	0.302	—	—	—	—	—	—
7	0.144	0.158	0.204	—	—	—	—	—	—
8	0.126	0.135	0.160	0.258	—	—	—	—	—
9	0.112	0.118	0.134	0.177	—	—	—	—	—
10	0.101	0.105	0.115	0.140	0.229	—	—	—	—
11	0.091	0.094	0.102	0.108	0.158	—	—	—	—
12	0.083	0.086	0.092	0.103	0.126	0.209	—	—	—
13	0.077	0.079	0.083	0.092	0.107	0.114	—	—	—
14	0.072	0.073	0.076	0.082	0.093	0.115	0.192	—	—
15	0.067	0.068	0.071	0.075	0.083	0.098	0.134	—	—
16	0.063	0.064	0.066	0.070	0.076	0.086	0.107	0.180	—
17	0.059	0.060	0.062	0.065	0.069	0.077	0.091	0.125	—
18	0.056	0.056	0.058	0.060	0.064	0.070	0.081	0.101	0.169
19	0.053	0.053	0.055	0.057	0.060	0.065	0.072	0.086	0.118

第2表

i	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\log\{2i + \{(2i)^2 - (2i-1)^2\}^{1/2}\} / (2i-1)$	1.3216	0.7952	0.6222	0.5283	0.4668	0.4232	0.3900	0.3622	0.3415	0.3228
$\{(2i)^2 - (2i-1)^2\}^{1/2}$	1.732	2.646	3.317	3.873	4.359	4.796	5.196	5.568	5.916	6.245

次に上述の結果を第3圖の如き實例に適用すれば、第4

<sup>1</sup>) Scheil, E.: Zeits. f. Metallkunde 27 (1935) 199

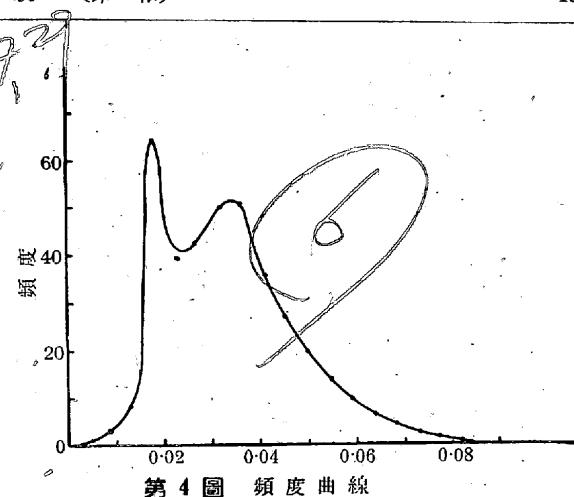


### 第 3 圖

圖の如き  $V(r)$  曲線が得られる.

## V. 簡略表示法

結晶粒度の厳密なる表示を與へんとすれば、上述の如き方法に従はなければならぬ。然しこれを各場合に就て實行する事は甚だ面倒である。依て種々の簡略法が考案されてゐる。米國の A. S. T. M. では平面上に現れる結晶粒の断面積が 100 倍の擴大に於て



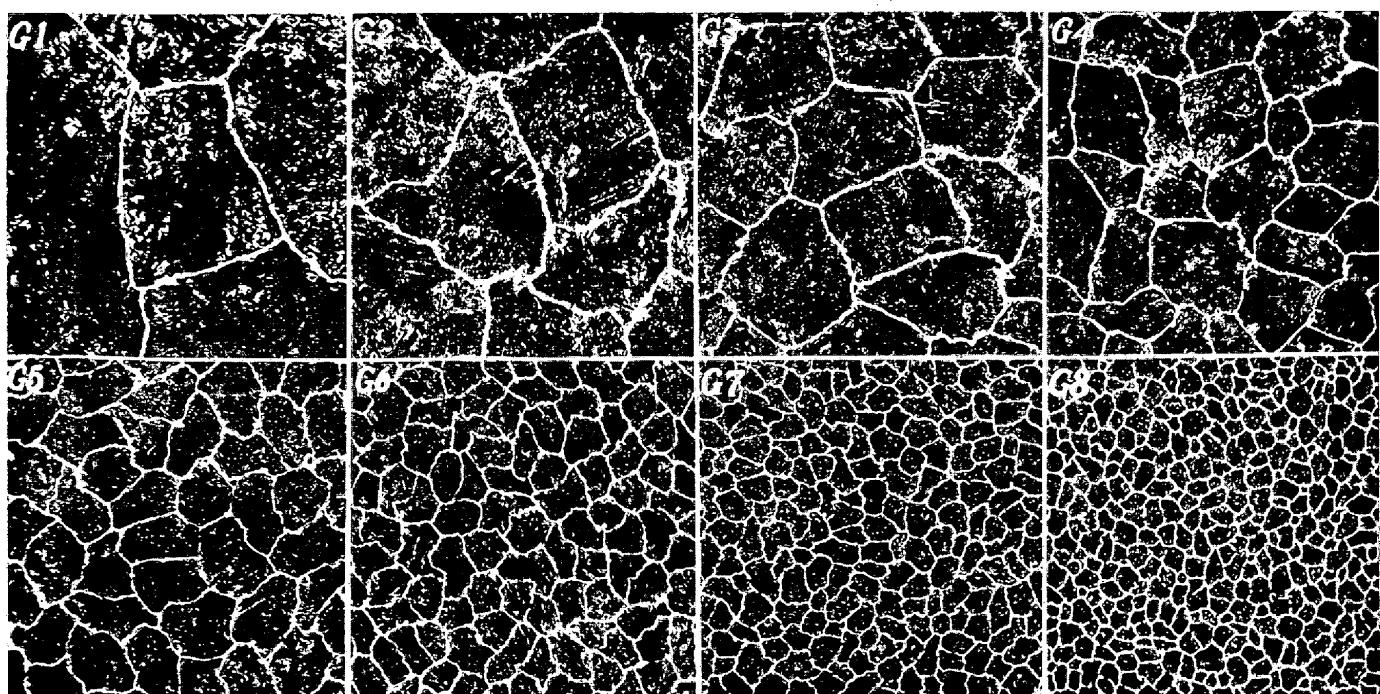
第4圖 頻度曲線

なる平均値を有する時粒度・N なりと稱する。N を求めるには (13) を満足し、而も断面積の略一定なる粒度標準圖を作り、之より比較判定するのである。一方粒度標準としては、總ての結晶粒の半径が同一なる事が合理的である。(3)式に依れば  $r$  は一定でも  $\rho$  は  $0 < \rho < r$  なる範圍に分布する。併し  $\rho$  に對する頻度は  $\rho$  が  $r$  に近付くに従て大となる。依て粒子の半径が  $r$  なる時は、断面の半径  $\rho$  も略  $r$  に等しいものが多く、分布の一様性の近似的に成立する事が想像される。これを確める爲に次のやうな計算を行つて見る。

先づ結晶粒の半径が一定値  $r$  を取る時  $\rho$ ,  $S$  の平均値を求めれば、

$$\bar{\rho} = \pi r / 4 \doteq 0.79 r$$

$$\bar{S} = 2\pi r^2 / 3 \approx 0.67\pi r^2$$



### 第5圖 結晶粒度標準圖 ( $\times 100$ )

次に粒子の半数を占める大粒断面部の下限の半径を  $r_M$  とすれば

$$\int_0^M F(\rho) d\rho / N_r = \frac{1}{2}$$

より

$$r_M = 3^{1/2} r / 2 = 0.87 r$$

となり、之等大粒断面部の占める面積は

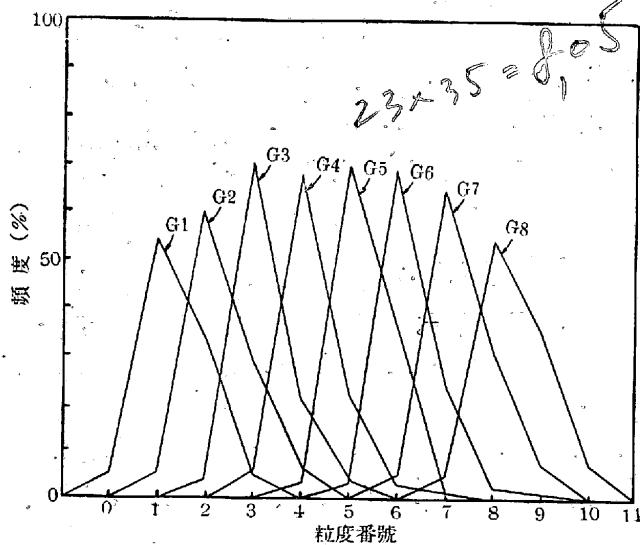
$$\int_{r_M}^r \pi \rho^2 F(\rho) d\rho = 11/16 = 0.7$$

即ち  $0.87 r$  以上の半径を有する断面が全面の 70% を占める。更に  $\rho$  の平均は  $0.79 r$  であるから、半径が  $r$  に近い圆形断面は數に於ては過半数を占め、面積に於ては殆ど全面を占める事が知られる。從て A. S. T. M. の方法は先づ合理的な方法と考へられる。

學振に於ても A. S. T. M. に倣ひ、(13) 式の代りに

$$S_N = (25)^2 / 2^{N-1} \text{ mm}^2 \dots \dots \dots \quad (14)$$

を採用し、昭和 15 年 3 月粒度標準圖が決定された。之を



第 6 圖 粒度標準圖の頻度

第 5 圖に示す。第 6 圖は第 5 圖に就ての断面積の頻度曲線を與へるものである。猶經驗に依れば、オーステナイト結晶粒は略一定の半径を有するか、或は半径に就て幾つかの群をなしてゐる場合が多い。此の事實は上述の簡略法の意義を高めるものと云ふ事が出來やう。

## VI. 粒界現出法

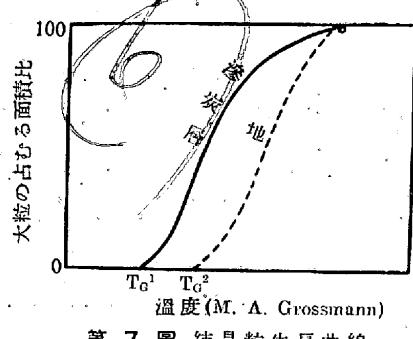
オーステナイト結晶粒界現出法としては歴史的には滲炭法が有名であるが、必要に應じて種々の方法が考案せられてゐる。これ等の方法の中特に滲炭法、酸化法及び長崎製鋼所より學振に提案せる鹽浴法及び二回焼入法に就て述べ

る事とする。

1. 滲炭法 滲炭法は甚だ確實な方法であるが、操作が面倒な事、粒度判定に必要な滲炭層厚を得る爲に低温短時間で行難い事等の缺點がある。又タンクステン鋼、高クロム鋼等では網状炭化物を生じないから勿論この方法を適用する事は出来ない。猶 M. A. Grossmann<sup>2)</sup> に依れば、炭素量に依て所謂結晶粒生長開始温度が異なる。例へば 0.15% C 鋼で滲炭層は 912°C から結晶粒の生長を開始したにも拘らず、地は細粒の状態を保持した。その生長度を所謂“Duplex”の状態に於ける大粒の占むる面積比を表すものとすれば、第 7 圖の如き特性曲線が得られた。

2. 酸化法 酸化法は操作は極めて簡単であり、又鋼種を選ばないが、唯表面に現れる特異な現象に災されて、一般に滲炭法よりも細粒を現出する傾向がある。これは要するに粒界を現出すべき酸化層が極めて薄い事に依るものと考へられる。即ちその主なる原因は真空中加熱中の酸素の作用にあるものと考へられるが、粒界を現出すべき表層部は

粒度番号	面積 $\text{mm}^2 \times 10^{-2}$
1	875~438
2	438~219
3	219~109
4	109~55
5	55~27
6	27~13
7	13~7
8	7~3.5
9	3.5~1.7



第 7 圖 結晶粒生長曲線

酸素を吸收し、結晶粒生長の障害された状態を示すものと推論される。第 8 圖は真空中加熱の際の真空度を変化して現出した粒度を示すものである。即ち

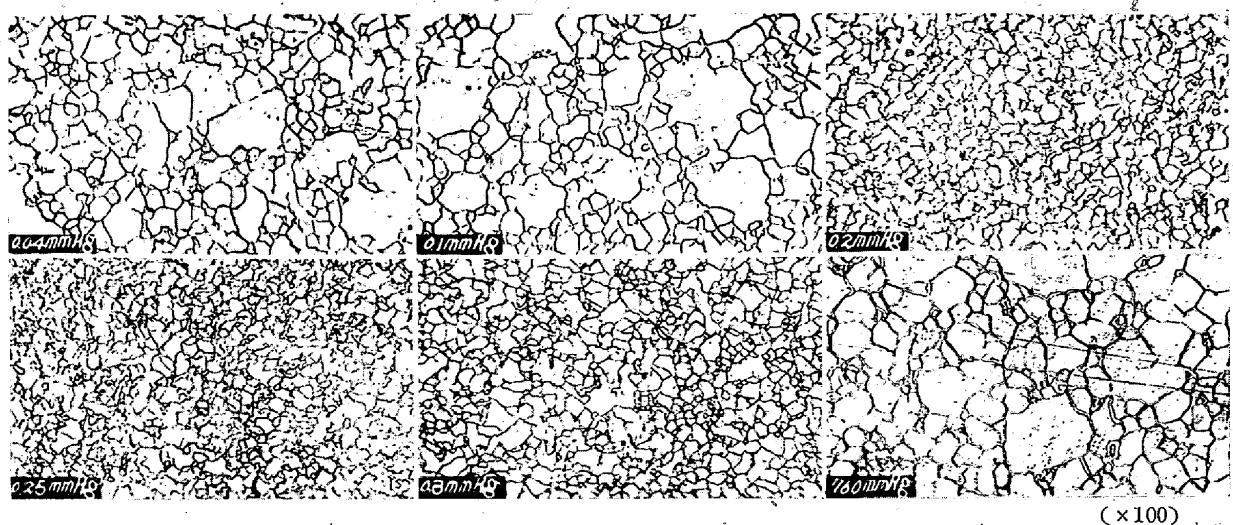
0.1 mm Hg を境として真空度が高ければ“Duplex”となり、低き時は微粒となり真空度の影響は充分見られるが、注目すべき事は常圧で加熱したもののが反つて大粒を示した事である。一方低圧のものは加熱時間を増加するも猶多くの細粒を残してゐるが、真空度 0.25 mm Hg 及び常圧のものは加熱時間と共に大粒となる傾向が著しい。然るに M. J. Day 等<sup>3)</sup> は不活性氣體中の加熱で満足な結果に到達してゐる。これ等の事實より次の如き結論が得られる。上述の如く真空度が不足すれば、試料の表面は酸素を吸収

<sup>2)</sup> Grossmann, M. A.: Trans. A. S. S. T. 21 (1933) 1079

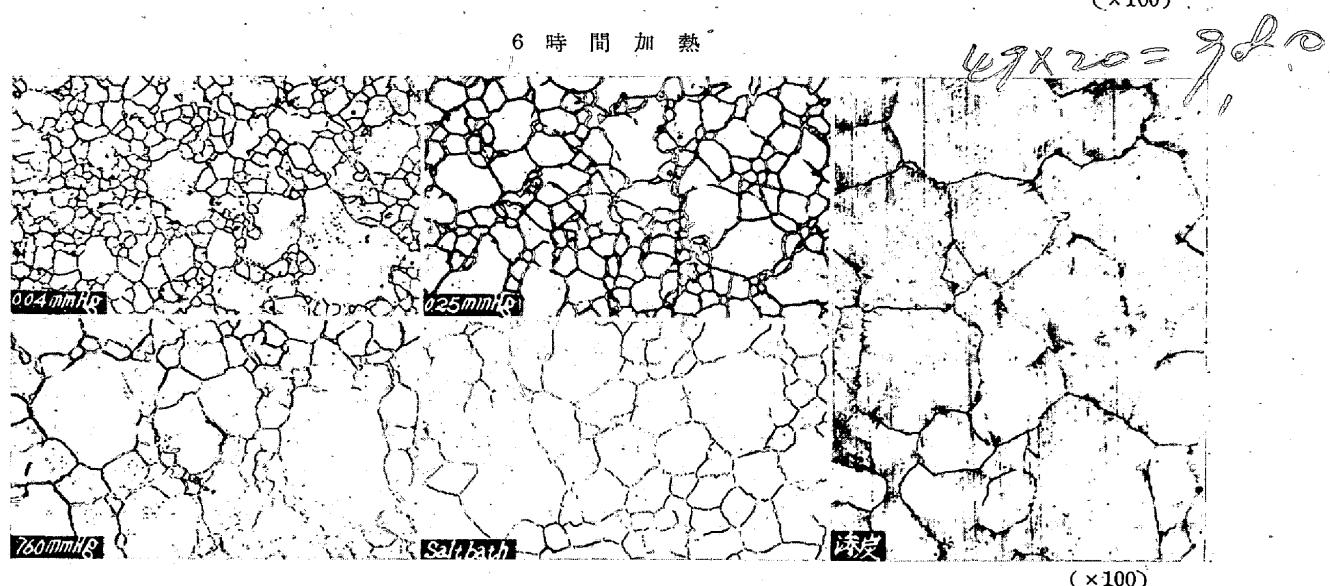
<sup>3)</sup> Day, M. J. & J. B. Austin: Trans. A. S. M. 28 (1940) 354

第8圖 結晶粒度に及ぼす真空度の影響

30分間加熱



6時間加熱



して、結晶粒の成長を疎害される。然るに加熱が進むに従てその部分は次第に酸化鐵となり、終に酸素の影響を受けなかつた部分が粒界酸化を受けて、大粒を現出するものと考へられる。 $0.1\text{ mm Hg}$  附近ではこの作用が極めて遅く、 $0.2\text{ mm Hg}$  附近では最初の結晶粒生長の疎害作用は著しいが、爾後の酸化作用が大であり、常壓に於ては更にその作用が好都合に進行するものと考へられる。從て酸化法を適用せんとすれば M. J. Day 等と類似の方法に従ふか、或は簡便法として常壓酸化を採用する事が合理的であらう。

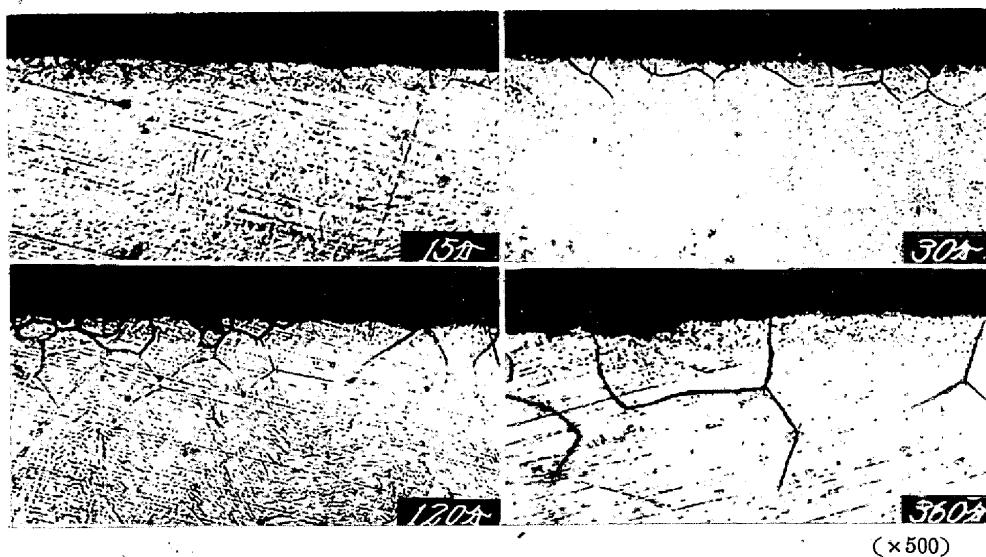
**3. 鹽浴法** 上述の如く酸化法に於ては操作の厳密を期せんとすれば、比較的面倒なる手數を要するものである。

H. Tobin & R. L. Kenyen<sup>4)</sup> は酸化法を施行する際真空加熱の代用として、加熱時の試料の酸化を防ぐ爲に

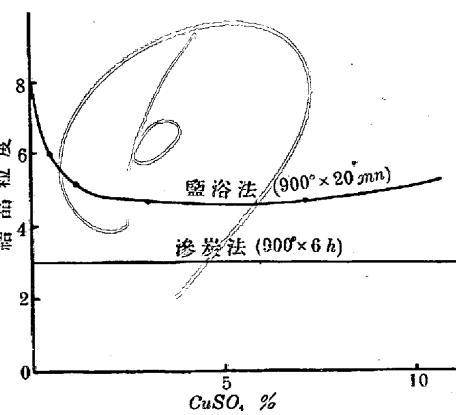
鹽浴を應用してゐる。一般にオーステナイト鋼は鹽に依てその結晶粒界を犯される事が知られてゐる。依てその腐蝕力を利用すれば、鹽浴中加熱後特に酸化を行はなくとも高溫腐蝕に依り結晶粒界を現出する事が出来る。更に鹽浴に依て焼入を行ふ如き製品に對しては、加熱前に製品の一部を研磨して置けば、その儘粒界現出を行ふ事が出来る。又腐蝕層は酸化法に於ける酸化層より厚いから、現出操作も比較的簡単であり、鋼種、加熱温度、加熱時間等に對する制限の小なる事は、鹽浴法が現場的な方法として合理的なる事を示すものである。鹽に依る粒界腐蝕は鹽浴中の酸化性物質例へば  $\text{SO}_4^{2-}$  根等に依る粒界酸化によるものと考へられる。唯その酸化性物質は極めて微量であり、從て粒界に於ける選擇酸化が好都合に進行し、加熱時間と共に徐々に鋼の内部に進行する。第9圖は加熱時間に依る腐蝕進行の状態を示すものである。15mn 加熱したものは

<sup>4)</sup> Tobin, H. & R. L. Kenyen: Trans. A. S. M. 26 (1938)  
133

第9圖 加熱時間と腐蝕進行状態



細粒を示してゐるが、加熱時間と共に結晶粒が成長し、腐蝕が内部に進む状態が見られる。猶注意すべき事實は 120 mn 加熱の際猶表層部に細粒が残存してゐる事である。これより腐蝕機構を次の如く考へる事が出来る。先づ加熱の初期細粒の状態で腐蝕を受け、結晶粒の成長と共に鋼の内部に進行し、結晶粒の成長は小結晶の合一に依て起るから、この際消失する粒界に沿つた腐蝕は停止し、残留粒界に沿つてのみ腐蝕が續けられる。從て粒界を現出する際腐蝕面の研磨が不充分ならば加熱初期の結晶が現れ、又腐蝕は徐々に進行するから特に研磨面を腐蝕粒界の尖端に達せしめて、加熱終了時の粒度を求める事は困難である。依て普通の場合には加熱途中の粒度が求められる事になる。但第二報で述べる如く加熱時間は一定値に達すれば、結晶粒生長は略飽和状態に達するから、上述の誤差は僅少である。又加熱時間が特に短い場合には、酸化法の場合と同様に表面の影響が加はり、細粒を現出する傾向が大となるから、これを速かに除く爲に  $CuSO_4$  の如き酸化性物質を添加する事



第10圖 鹽浴中酸化性物質の影響

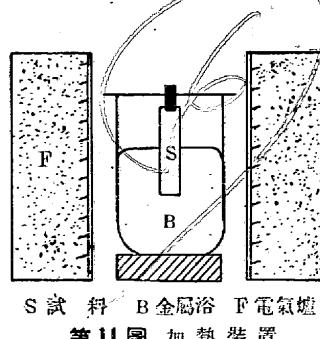
が合理的と考へられる。第10圖はその実験結果を示すものである。即ち 2%  $CuSO_4$  附近が最適と考へられる。然

し粒度現出の遅れは如何なる鹽に依るも免れ得ないから、厳密を期する場合には、結晶粒成長が多くの鋼種に對し、略 2h で飽和する事を考慮して、加熱時間は大體 2h 程度に取る事が望ましい。

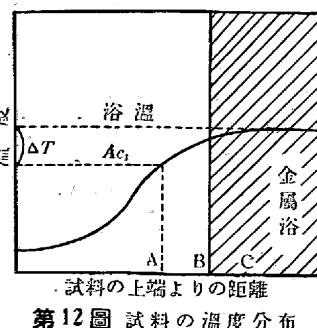
#### 4. 二回焼入法<sup>5)</sup>

この方法は鹽浴法より稍操作が複雑であるが、鋼の内部迄粒度を現出し得る事、時間的遅れの全然現れない事及び既に熱處理済の試料に就てその熱處理の際の粒度を知り得る

事、從て又その熱處理條件を略推察し得る事等の長所を擧げる事が出来る。先づその現出操作に就いて説明する事とする。略 10 mm 角程度の細長い試料を粒度を求めるとする加熱溫度；加熱時間の下に焼入し、これを第11圖の如き裝置に依り約 30 mn 加熱して再び焼入する。この際金属浴と試料の  $Ac_1$  點との溫度差  $\Delta T$  は 40~70°C とする事が適當である。(第12圖参照)然る時試料は加熱の途中に焼戻されてソルバイトとなるが、A より下部に於ては更に  $\alpha \rightarrow \gamma$  變態が行はれる。然るにこの變態は特に第一回加熱の際のオーステナイト粒界より選擇的に開始される。從てこの状態より焼入すれば γ 部はマルテンサイトとなり、ピクリン酸等の腐蝕液で腐蝕すれば、黒いソルバイト地にオーステナイト粒界を表すマルテンサイト網が得られる。さて上述の  $\alpha \rightarrow \gamma$  變態に對するオーステナイト粒界の特異性は結晶粒度の意義に就て重大なる示唆を與へるものと考へられる。 $\alpha \rightarrow \gamma$  變態に於て結晶核は炭化物とフェライトとの接觸面に發生する。ソルバイトの状態では何處も微粒晶の境界をなして居り、特に核發生に對して異常部は



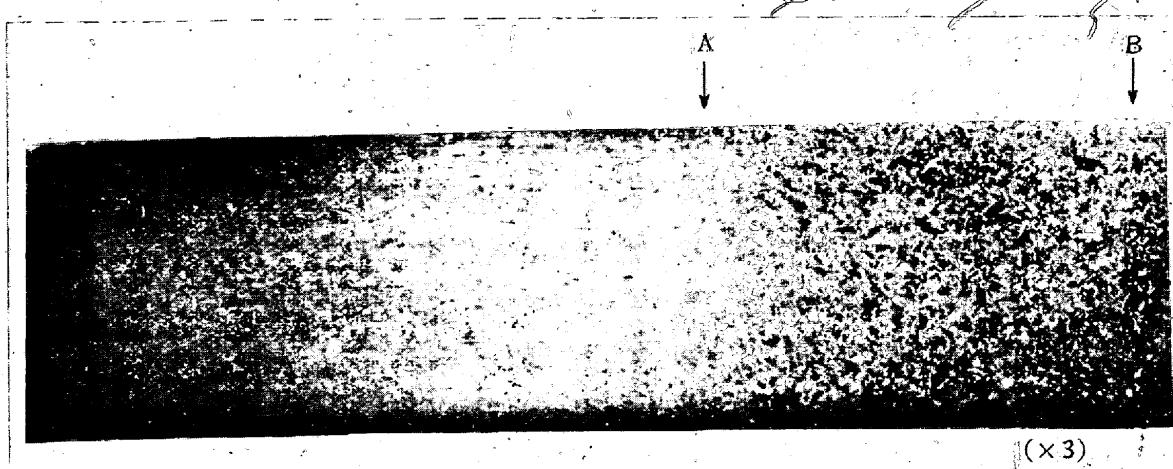
第11圖 加熱装置



第12圖 試料の溫度分布

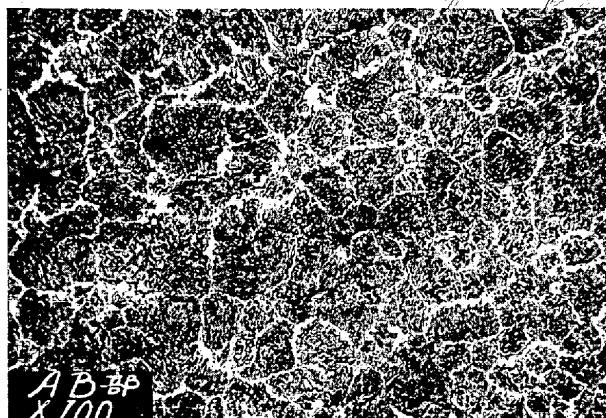
<sup>5)</sup> 富川直正：長崎製銅所研究報告 27 (昭 14) (未公刊)

第 13 圖

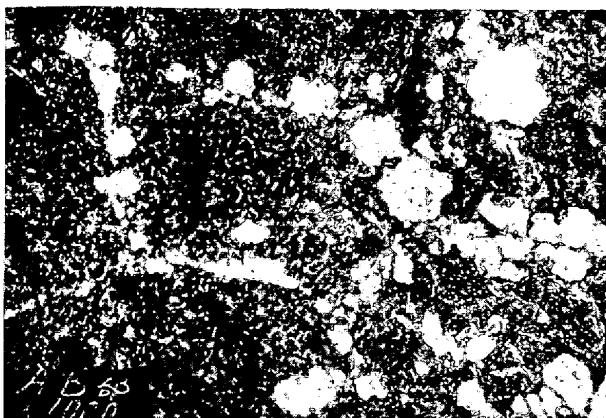


存在しないものと考へられるが、オーステナイト粒界に特異性の現れる事は、或は焼戻脆性に就て論じられる如く、炭化物の粒界凝集、或は更に他の何物かを包含してゐる事が想像される。第 13 圖は二回焼入後腐蝕した試料を示すものであるが、肉眼的にも部分的な組織の差異が明瞭に看取される。第 14 圖は粒界の現出状態を示し、これを更に拡大する第 15 圖に於ては結晶核の発生情況を見る事が出来る。第 16 圖は C 部（第 12 圖参照）を 1,000 倍に拡大したものであるが、結晶核が次第に發達して、所謂初期粒度を呈する状態を示さんとするものである。

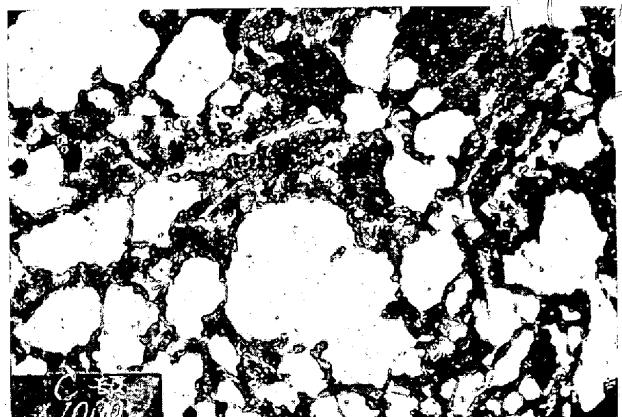
第 14 圖 粒界現出状態



第 15 圖 結晶核発生状態



第 16 圖 結晶核の生長



又完全に焼入された試料ならば、焼戻された状態のものでも二回焼入法に於ける二回目の焼入を施せば、粒度の判定が可能であり、又これより前の焼入條件を推定し得る事は既述の通りである。併し焼入不可能なる低炭素鋼及び焼入後も炭化物の殘留するもの、或は  $Ac_1$  變態機構の複雑なるもの、換言すれば高合金鋼の場合には、オーステナイト網の生成が妨げられて、粒度現出は不可能となる。猶試料の長さは大なる程  $\Delta T$  を小ならしめ、粒界現出部が大となるから、現出操作が容易になる事は注意すべき事柄である。以上の如く現出の明瞭度には、試料の大きさ、第二回目の加熱條件及び腐蝕法等比較的多數の因子が關係するから、この點稍熟練を要し、二回焼入法の短所と見做される。

5. 以上の 4 現出法に依る粒度の比較 以上の 4 現出法に依る粒度現出の結果を加熱時間を變化した際の結晶粒生長情況に就て比較して見る。之を第 17 圖に示す。但酸化法の真空加熱は  $0.1 \text{ mm Hg}$  で行ひ、長時間加熱の際も猶多數の細粒を含んでゐたが、粒度は大粒に就て求める事とし

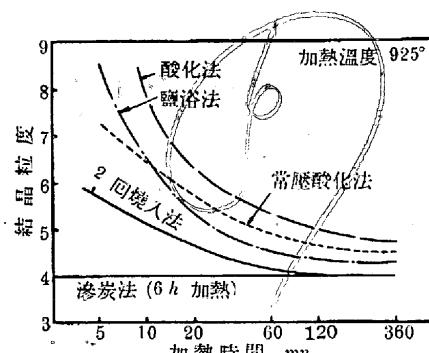
た。6h後には何れの方法に依るも殆ど差異は認められないが、短時間の場合には二回焼入法に比し、特に酸化法の時間的遅れが著しい。又同圖より二回焼入法以外の方法では少くとも1h以下の加熱に依る粒度現出は無意味である。

## VII. 総括

以上の實驗を總括すれば次の通りである。

結晶粒度表示法の嚴密を期せんとすれば、結晶粒の3次元的分布を考へなければならぬ。簡単な模型に就いて統計論を應用すれば、平面上に現れる結晶粒の断面の大きさから其の3次元的分布を求める事が出来る。これは宛て E. Scheil<sup>6)</sup>が  $\gamma \rightarrow \alpha$  變態の研究に對して行つた統計論的考察と略一致するのみならず、更に之よりも好結果を與へる事が知られた。併し此の方法は特に理論的研究以外には操作が繁雑であり、オーステナイト結晶粒度を判定する如き場合には、寧ろ簡略法を選ぶ事が合理的である。この意味に於て從來の A. S. T. M. の方法は理論的にも適切で

<sup>6)</sup> Scheil E.: 前掲; Arch. Eisenh., 11 (1937/38) 93



第17圖 各現出法の比較

あり、學振に於てもこれに倣ひ、更に吟味を加へて結晶粒度標準法を制定したのである。

又オーステナイト結晶粒界現出法として滲炭法、酸化法、鹽浴法及び二回焼入法を吟味した。滲炭法は確實であるが、操作が比較的面倒であり種々の制限を受ける憾がある。酸化法に於ては真空加熱の際の真密度が問題であり、これを缺點無く施行せんとすれば、M. J. Day<sup>7)</sup>等に類似の方法を適用しなければならない。現場的には寧ろ簡便法として真空加熱の代りに常圧酸化法を適用する事が賢明であらう。鹽浴法は操作も簡単であり、又製品に對しては焼入作業の一部に繰り入れる事が出来るから、現場的な方法として推奨出来る。唯腐蝕機構より明かなる如く、時間的遅れの生ずる事に注意しなければならない。二回焼入法は操作が稍複雑であるが、他の方法と異り鋼の内部に於ける粒度現出及び既往に遡つての粒度現出が可能であり、又時間的遅れを生ずる事はないから、特に結晶粒度の本質を知る爲に好個の手段を與へるものと思われる。

終りに臨みこの研究發表に關して指示を與へられた長崎製鋼所の幹部の方に謝意を表すると共に、絶えず御懇篤なる御注意を賜つた富川直正氏、又實驗に從事して多大な努力を拂はれたり地喜市、山口善太郎の二君に深く感謝する次第である。

<sup>7)</sup> Day, M. J. & J. B. Austin: 前掲

## SAE 鋼規格の大修正

1941年 SAE 鋼仕様書によると 1935 年以來最初の一一般的修正が加へられた。即ち修正の(1)は鋼種の減少で 1940 年 SAE ハンドブック中の規格鋼 109 種に對して今回は炭素鋼及び合金鋼で 72 種、不銹耐熱鋼 12 種の合計 84 種であり(2)は第一、第二の兩級を設けたことで第一級は多量に用ふべきもの、第二級は特定の需要者向きの非一般的のものとする。修正に就ては SAE 規格委員會鐵鋼部門に於て自動車工業は勿論のこと、その他工作機械製作者、電機製作者、鐵道等廣く SAE 鋼使用場より資料を蒐めて約 1 年の

研究の成果であり、最終決定は Am. Iron and Steel Inst. の技術委員會との共同の下に再検討された。猶 Am. I. & St. Inst. では最近獨自の觀測を達成したが、結果では兩群に於て一般的並に冀望成分の點で合致したのである。

一方 Am. I. & St. Inst. では製鋼法別——酸性、鹽基性平爐、ベセマー、電氣爐の各製鋼法の別——による標準成分案内書 2 種を發行した。これを SAE の記念法に依ると新系統は幾分紛糾があり、延炭素鋼材に例を取れば SAE 1000 系統例へば 1020 に於ては殆ど 3 倍の品種を抱含する。(Iron Age, June 5, 1941 p. 50 - 51 抄)