

## 抄 録

## — 製 銑 —

## 重油とブタンの混合物の高炉への吹き込み

(H. SPRINKE, et al.: Stahl u. Eisen, 99 (1979) 20, pp. 1093~1097)

1973 年以前では、価格面から燃料比に占める重油量を増加させることは、目的にかなっていた。しかし、100 kg/t 以上に増加させることは、ガス清浄機中に煤の堆積を促進して操業に支障をきたすため、困難であった。1972 年 Deutsche Shell 社が、煤の発生を押さえることを目的として開発した重油とブタンの混合物を吹き込むプロセスを Peine-Salzgitter 社の高炉に、1974 年から実機テストする協定を両社は結んだ。重油にブタンを添加することで重油の粘性を下げるができる。このため、多量の微細な重油滴を生み出し、滴の総表面積を増加させることができる。これがブタンの持つ意味である。ブタンの気化特性を向上させるため、新開発の重油ランスを使用した。ランスのノズル形状は、円形であり、放物状の噴霧特性を再現できる。このため、重油滴の密度を均一にできる。重油とブタンの吹き込み量は、150 kg/t 以上で、ガス清浄機に支障のない程度に煤の発生を押さえ、かつ、経済的理由から、できる限りブタンの消費量を少なくすることを目的として、テストを行った。重油とブタンの混合比を種々に選んでテストした結果、重油に対して、ブタンを、8~10(%) 添加する必要があることを確認した。ガス清浄機に対する煤の影響を調べるため、120 kg/t と 148 kg/t の吹き込みを行った。100 kg/t の吹き込みの場合と比較して、煤の発生量に大きな違いは認められなかつた。60 kg/t 以上の吹き込みを行うと、炉内ガスの通気抵抗が上昇し、ガス量の不足をきたした。このため、148 kg/t の吹き込みを行った場合には、26% の酸素を富化することでガス量の不足を補った。(小林一彦)

## 炉床径 10m の高炉のベルレス炉頂装置とステーブクローラーでの操業

(A. HAMILIUS, et al.: Stahl u. Eisen, 99 (1979) 22, pp. 1199~1203)

Sidmar A 高炉は 1974 年 12 月に火入れされ、炉床径 10 m, 内容積 2018 m<sup>3</sup> である。炉頂装入設備はベルレス方式であり、炉体冷却にはソビエト式の 13 列のステーブクローラーが設置された。炉壁レンガは 1975 年 4 月から 11 月の間になくなり、それ以来、保護耐火物なしのステーブクローラーで操業されている。

高炉の熱負荷への装入物分布の影響を調査するために、プロセス計算機が設置され、ステーブクローラーに設置された熱電対のデータの処理が行われた。巡回シュートによる装入物分布のシミュレーションでは、高炉は円筒として表され、装入物の形状、幅、位置、装入方法などにより、装入物、コークスの半径方向分布が計算され、その分布を特徴付ける指標として、高炉の端から 20 cm の幅のリング内のコークスの体積と全体積の比である K20 値と、半径方向のコークス分布の不均一性の尺

度である  $\zeta$  値が用いられた。

いろいろな装入プログラムにより行われた 6 つの操業実験のデータから、計算された装入物分布と高炉操業との関係が得られ、 $K20=26\%$ ,  $\zeta=19\%$  を目標値とした装入プログラムにより 1976 年 1 月には日産 4600 t-銑を達成した。またアーマーが設置され装入物の落下挙動は変化し、長さ 3.0 m のかわりに 3.4 m の巡回シュートが設置され V 型分布のよい結果が得られた。さらに種々の装入プログラムで装入物分布、混合の様子が調査され、 $K20=14.7\%$ ,  $\zeta=25.2\%$  において望ましい装入物分布が達成された。

Sidmar A 高炉では 1978 年 11 月までに 450 万 t の銑鉄を生産した。(月橋文孝)

## 高炉のガス分配板としての軟化融着帯

(H. W. GUDENAU, et al.: Stahl u. Eisen, 99 (1979) 22, pp. 1204~1211)

高炉融着帯内の通気性を改良するためには、高温域における融着帯の形成機構を明らかにすることが有効である。鉱石の軟化溶解性状を最適化することによる、炉下部の通気性の改良の可能性について研究した。

実験は 13 種の焼結鉱と 3 種のペレットについて、初期スラグ化温度、量、鉄の溶融温度、還元率、圧力損失、滴下物の化学組成などを調べた。軟化の進行とともに空隙率が大きく減少するので、融着帯の通気性は悪くなる。融着性を表わす指数  $\eta$  が 0.4 となると融着帯内にガスは流れなくなり、この温度が融着の開始とみなされる。通気性には初期スラグ量が重要であり、多くのマグネシアを含有する焼結鉱は全溶融量の 8% であるが、塩基性焼結鉱では 25% に達する。実験室で高炉に準ずる条件下で得られた圧損-温度曲線から抵抗係数が求められ、実際の高炉条件に適用される。それによると、炉下部の圧損は通気性のない層の位置、幅と関係し、融着帯はガス分配作用をしている。各融着帯の形状により通過ガス量は影響され各層間に水平方向の流れが存在しているようである。

これらガス流を調べるため電氣的相似モデルを用いて研究した。それにより、種々の軟化溶解性状を基にして融着帯のプロファイルがシミュレートされ、融着開始温度、鉱石の性状などの通気性への影響が明らかになった。さらに低温崩壊強度のガス分配への影響を検討し、また高炉壁からの圧力測定による融着帯の位置の決定が可能であることが示された。(月橋文孝)

## — 製 鋼 —

## 炭酸ガスによる溶融 Fe-C 合金中の炭素の酸化速度について

(Yu. A. SHCHIPAKIN, et al.: Izv. Akad. Nauk SSSR Metaly, (1979) 5, pp. 35~40)

CO<sub>2</sub> ガスにより溶鉄中の C の酸化速度を測定した 2, 3 の研究結果の誤差を解析し、合理的な速度式を導いた。

溶鉄表面上 5~6 mm の距離で直径 3 mm のノズルか

ら、CO<sub>2</sub> を流して脱炭したデータを用い、次の脱炭速度式を解析した。

$$v = k_0 \exp \{-E/RT\} C^m P^n \quad (\text{g} \cdot \text{at}/\text{cm}^2 \cdot \text{s}) \quad \dots (1)$$

ここで  $C$  は炭素濃度、 $P$  は CO<sub>2</sub> の分圧を示す。  $P$  を最終分圧にとると、 $E = 156.2 \pm 11.6 \text{ kJ}$ ,  $k_0 = 0.045 \pm 0.022$ ,  $m = 0.984 \pm 0.060$ ,  $n = 0.711 \pm 0.053$  となるが、  $P$  を初期分圧にとると、 $E = 76 \pm 25 \text{ kJ}$ ,  $k_0 = 0.00058 \pm 0.00079$ ,  $m = 0.465 \pm 0.162$ ,  $n = 0.465 \pm 0.126$  となり、大きく異なつた。

酸化性ガスの拡散抵抗を考慮した次の速度式を同じデータにより検討した。

$$v = (KP) / \{K_d + bw + \exp(E/RT)\} / C \quad \dots (2)$$

ここで  $b$  はガス速度を考慮した常数、 $w$  はガス速度、 $K_d$  は拡散速度を表す。計算の結果、 $E = 143 \pm 11.4 \text{ kJ}$ ,  $K_d = -475 \pm 329$ ,  $b = -0.42 \pm 1.4$ ,  $K = 16.8 \pm 14.4$  となつた。  $K_d$  が負となるのは反応域の CO<sub>2</sub> 分圧が出口より高いことを示す。

(1) と (2) を同時に解いて得た速度式からは  $E = 172 \text{ kJ}$ ,  $m = 0.83 \pm 0.16$ ,  $n = 1.14$  の値が得られた。

これまで用いたデータの他に、二つの研究結果を加え、誤差を考慮した加重平均値から次の速度式を得た。

$$v = 0.121 \exp(-18360/T) c P^{0.7} (\text{g} \cdot \text{at}/\text{cm}^2 \cdot \text{s})$$

もつとも正確な値として、 $E = 153 \pm 10.6 \text{ kJ}$ ,  $m = 0.95 \pm 0.069$ ,  $n = 0.68 \pm 0.066$ , 及び  $1600^\circ\text{C}$  における  $P = 1$ ,  $C = 1 \text{ at}\%$  での速度恒数  $k_t = 4.5 \times 10^{-6} \pm 12 \cdot 10^{-6}$  が得られた。(郡司好喜)

#### アルミナ介在物のクラスターリング

(T. B. BRAUN, et al.: Met. Trans., 10B (1979) 2, pp. 171~184)

脱炭凝固時のアルミナ介在物のクラスターリングに対する溶解材料中の酸素の含有量、Al 脱炭後の保持時間、溶鋼の攪拌条件および凝固速度等の影響を調査するため Fe-10%Ni 合金を用いて研究した。

実験の供試材は精製した Fe, Ni, および鉄の酸化物粉末を Ar ガス中  $1600^\circ\text{C}$  で溶解、0.1% Al で脱炭し、誘導攪拌、機械攪拌、凝固速度および Al 添加後の保持時間等を変化させて溶製し、それぞれの試料についてアルミナ介在物およびクラスターの体積百分率、単位面積当りの個数およびサイズ等について定量的な測定を行った。

実験の結果クラスターは通常炉壁ぞいおよびインゴットのトップ表面に偏存しその形状は樹枝状、ファセット状、枝状、球状およびクラスターの5種類に分けられ、溶解条件の介在物およびクラスターに与える影響は次のとおりである。

1. Al 添加後の保持時間はクラスターの生成、形状、組成に影響し保持時間が長いと巨大なクラスターが炉壁ぞいおよびインゴットのトップ表面上に存在し、また形状に対する効果は 60 s 以下でファセット状、30 s 以下で樹枝状、1 s 以下で球状介在物が発生する。

2. 溶鋼の攪拌条件は炉壁ぞいおよびトップ表面での巨大なクラスターの生成に強い影響を示し、攪拌速度が大か長時間の場合すべての介在物はクラスター内に認められ、しかもクラスター内の介在物は成長速度が大きいことが認められた。

3. 原料中の酸素レベルは介在物の形状に強い効果をし低い酸素レベルで樹枝状、および板状、高いレベルで球状に変化する。

アルミナクラスターの生成は溶鋼の対流によつて生じる各々の介在物の衝突や合同によるもので、2つの介在物が接触すると表面エネルギーが接触を維持する力として働き、介在物の成長は表面積の縮少を推進力として生じることがわかった。(岡部 功)

#### 溶鉄およびいくつかの溶融 Fe-Al, Fe-Si, Fe-Ti, Fe-V 合金による酸素ガス吸収

(R. H. RADZIŁOWSKI and R. D. PEHLKE: Met. Trans., 10B (1979) 9, pp. 341~348)

溶融金属と酸化性ガスとの間での酸化過程を基礎的に理解し、様々な実験手段で行われた従来の同種の研究を関連づける目的で、溶鉄およびいくつかの溶融 Fe-( $\leq 9\%$ Al), Fe-( $\leq 6\%$ Si), Fe-( $\leq 1\%$ Ti), Fe-( $\leq 1\%$ V) 合金への酸素の溶解初期速度の実験的研究を純酸素雰囲気下で行つた。

実験手段として、改良定積 Sieverts 法と落下液滴法の二つの実験法を用いた。純酸素ガス吸収における合金組成の関数としての、溶融鉄基合金の酸化挙動はこの二つの方法で同様であった。さらに酸素吸収機構をよりよく理解するために、急冷試料の表面層と介在物を X線マイクロアナライザーおよび X線回折により調べた。

Fe-Al および Fe-Si 合金については、合金の初期組成がそれぞれ 6%Al および 3%Si に達すると酸素吸収速度が著しく低下することを観察した。この挙動は、燃焼型から不働型への酸化様式の変化を示している。初期濃度 1% までの Fe-Ti および Fe-V 合金は溶融純鉄の場合と同様の燃焼型の酸化挙動のみを示した。

Fe-Al および Fe-Si 合金の酸素吸収速度の突然の低下について、溶湯中の合金元素の増大による表面酸化物膜の性質(組成および粘性)の変化およびスラグ-メタル系に分配される攪拌エネルギーの見地から議論した。

(尾崎 大)

#### 製鋼工場での酸素測定用ニードルセンサの性能試験

(D. JANKE, et al.: Stahl u. Eisen, 99 (1979) 22, pp. 1211~1215)

以前に報告したニードルセンサの性能を取鍋中にある 110 t の連铸用アルミキルド鋼と、500 g の純鉄とで調査した。純鉄はタンマン炉中で溶解し、アルゴン中で攪拌しながら Al を添加して脱炭した。ニードルセンサは Mo 電極上に Cr-Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ついで CaO 安定化 ZrO<sub>2</sub> あるいは CaZrO<sub>3</sub> を溶射した自家製である。この自家製のセンサと市販の管状固体電解質を有する管状センサと比較を行つた。管状センサの固体電解質は MgO 安定化 ZrO<sub>2</sub> である。キルド鋼の酸素活量は 0.0002 から 0.015, 温度は  $1570 \sim 1625^\circ\text{C}$  であり、純鉄の酸素活量は 0.0005 から 0.08, 温度は  $1600^\circ\text{C}$  である。

性能試験は、ニードルセンサと管状センサを別々に鋼中に浸漬することによつて比較する方法と、2つのセンサを1つのアセンブリにあらかじめ組立てておいて同時に鋼中に浸漬して比較する方法の2つの方法で行つた。

110 t の鋼中の酸素活量を別々に測定して比較した場合、ニードルセンサで測定した酸素の活量は管状センサ

で測定した値よりやや高く出たが、同時に測定した場合には、両者に差は出なかつた。純鉄中で測定した場合にはいずれの場合にも差が出なかつた。

測定成功率はニードルセンサおよび管状センサ共に90%以上であつた。

以上の検討結果から、自家製のニードルセンサは酸素活量 0.0002 から 0.02 の範囲で市販されている管状センサと同じレベルの信頼性を持つて製鋼工場で使用できることがわかつた。(雀部 実)

#### 鋼の硫化物・酸化物清浄度におよぼす取鍋での固体物質吹き込みの効果

(H. KOSMIDER, et al.: Stahl u. Eisen, 99 (1979) 22, pp. 1215~1221)

Klöckner-werke 社の Georgsmarien 工場が開発された、溶鋼の取鍋処理のための吹き込み法および試験操業結果について報告したものである。この吹き込み法は、種々の固体物質 (CaC<sub>2</sub>, Ca-Si, CaO+CaF<sub>2</sub>, 高炉スラグなど) を、わずかな量の Ar ガスとともに溶鋼中へ吹き込むもので、鋼の硫化物・酸化物清浄度を飛躍的に改善する。

本吹き込み設備は、支柱から懸吊したランスと、これとは別に設置した加圧容器およびこれらを結ぶ搬送管から成る。このような設備構成は、設備の簡素化、設置場所に対する融通性などの利点を有する。

試験操業結果のうち脱硫については、溶鋼 t 当たり Ca 1 kg に相当する CaC<sub>2</sub>, Ca-Si の吹き込みにより、塩基性ライニング取鍋では 80% 以上の脱硫率が得られ、初期含有量 0.020~0.025% から最終値 0.003~0.004% まで低下する。一方、酸性ライニング取鍋でのそれは約 50% で、添加 Ca 量を増加しても 65~70% にとどまる。これは、前者では耐火物の溶損によつてもスラグの塩基度が低下しないことや、耐火物の酸素ポテンシャルが低いため、溶鋼へ供給される酸素量が少ないことなどによる。

脱硫率は、固体物質の吹き込み速度にも依存し、酸性ライニング取鍋で、溶鋼 t 当たり 1.1~1.4 kg の Ca 相当量を 5~6 min で吹き込んだ場合のそれは 30% 以下であるのに対し、吹き込み時間を倍にすると 60% 以上に達する。この時、Ca の S との反応割合も 7% から 15% に上昇する。なお出鋼時に添加する従来法でのそれは、最大でも 5% にすぎない。また、CaO と溶剤 (CaF<sub>2</sub> など) の混合物によつても、同様に良好な脱硫が行われる。

酸化物清浄度については、炭素鋼, Mn 鋼とも、従来法に比してきわめて清浄な鋼が得られる。とくに低炭非合金鋼の冷延薄板用鋼の清浄度は飛躍的に向上する。また、ライニングへの依存性も大きく、各鋼種とも塩基性ライニングでは優れた清浄度を示す。(檀 武弘)

#### 製鋼過程の物理化学的解析における表面現象

(S. I. POPEL: Stal, (1979) 4, pp. 260~262)

製鋼プロセスにおける表面現象の役割及びその利用法を検討した。i 成分 ( $A_i$ ) 及び溶媒 ( $A_1$ ) が表面層に引出される時に消費される仕事で決まる  $F_i = \exp [(A_i - A_1)/RT]$  を溶鉄ならびにスラグを構成する諸成分について求めた。さらに溶鉄及びスラグにつき、構成成分のバルクと表面層の濃度差を明らかにした。

溶鉄成分の酸化反応はその表面で起るので、各成分の分配速度の比は

$$v_{Fe}:v_{Si}:v_{Mn}:v_C = K_{Fe}N_F:K_{Si}N_{Si}F_{Si}:K_{Mn}N_{Mn}F_{Mn}:K_CN_C F_C$$

のように平衡恒数  $K_i$  及び各成分の表面濃度の積の比で表わされる。ここで  $N_i$  はバルク内の成分の濃度を示す。生成した酸化物がスラグに移行するときには

$$v_{Mn}:v_{Si} = K_{Mn}(N_{Mn}^o/N_{Mn}^o) : K_{Si}(N_{Si}^o/N_{SiO_2}^o)$$

のように両相の表面濃度の比に比例する。ここで  $\omega$  は表面層を表わす。

また酸化性ガスによる酸化が外部拡散律速から内部拡散律速に変わる臨界濃度の比も同様に次のようになる。

$$N_{C,Cr}:N_{Si,Cr}:N_{Mn,Cr} = K_C F_C : K_{Si} F_{Si} : K_{Mn} F_{Mn}$$

電位差のあるスラグ層中にある溶鋼滴は、低電位側に表面活性成分が集まつて界面張力が大きくなり、溶鋼滴の表面は界面張力の小さい方から大きい方に移動するとともに溶鋼滴そのものは界面張力の小さい高電位側に引かれる。実際、6V/cm の電場をかけたスラグ中での溶鋼滴の脱硫効率 は 30% も向上することが確かめられた。

その他、表面活性剤を加えた熔融金属と酸化物との付着性の増加、付着力を減少させた溶鋼の脱酸法、付着力を増加する被覆剤による鋼表面の被覆、溶融けい酸ほう素と鋼の付着の電場利用による向上など、界面現象を利用した多くの技術が見られる。(郡司好喜)

### 一 性 質

#### 低合金鋼の疲労による $\Delta K_{Th}$ の挙動に対する結晶粒度と降伏強度の影響

(J. P. BENSON: Metal Science, 13 (1979) 9, pp. 535~539)

疲労き裂の成長速度は通常  $\log da/dN$  対  $\log \Delta K$  のグラフで示され、 $\Delta K_{Th}$  領域は疲労寿命にとって重要な意味を持つ。そして  $\Delta K_{Th}$  はあらゆる材料について認められ、材料のマイクロ組織、機械的性質、応力比および環境等の影響を強く受ける。特にマイクロ組織と機械的性質は強い効果を示すが、降伏強度が結晶粒度にも依存するため、それぞれの単独の効果に分けることはむずかしかつたが降伏強度に関係する折出硬化を利用することによつて、結晶粒度と降伏強度をそれぞれコントロールした低合金鋼の使用によつてこの点を克服することができる。本研究は Fe-C-Ti 合金鋼を熱処理によつて結晶粒度と降伏強度を調整し一定粒度下での降伏強度の変化あるいは一定強度下での結晶粒度の変化の  $\Delta K_{Th}$  に与える効果を応力比を変化させて測定した。

供試材は 0.05C, 0.26 Ti, 0.41 Mn を含む Fe-Ti-C 鋼で 1250°C でオーステナイト化し、800, 725 および 600°C で恒温変態処理を行い実験に供した。疲労試験は CTS 疲労試験片により大気中室温で一定  $K$  条件、応力比 0.1, 0.3 および 0.5, 振動数 100 Hz で行い、疲労き裂の長さは電位差降下によつて測定した。

実験の結果、熱処理による試料の降伏強さは 368, 411, 581, および 681 MNm<sup>-2</sup>, 結晶粒度は 24  $\mu$ m および 70  $\mu$ m であり、疲労試験の結果は次のように要約できる。

1. 各々の組織に対する  $\Delta K_{Th}$  は応力比の増加と共に増加する。

2. 結晶粒一定で  $R=0$  の場合  $\Delta K_{Th}$  は析出硬化による降伏強度の増加により減少する。
3.  $R=0$  の場合  $\Delta K_{Th}$  は結晶粒の細粒化よつて低下する。
4. 応力比による  $\Delta K_{Th}$  の感受性は降伏強度の増加と共に低下する。
5. 降伏強度と応力比の効果は環境作用からの水素脆性に基づいたモデルに一致する。
6.  $\Delta K_{Th}$  に対するフェライト結晶粒度の効果は十分に説明することはできなかった。(岡部 功)

#### 低合金鋼におけるクリープき裂成長

(R. PILKINGTON: Metal Science, 13 (1979) 10, pp. 555~564)

最近の低合金鋼 (1/2%, 1%Cr-Mo-V 鋼を中心に) の研究をまとめることにより, クリープき裂成長速度から, 破断時間を予見する可能性について述べられたものである。

低合金鋼におけるクリープき裂成長に関して, この 10 年あまりの間に, およそ 4 種の破壊基準変数を中心に研究が進められている。すなわち, 応力集中係数  $K$ , 対称応力  $C^*$ , または  $J$ , き裂開口変位 COD, であるが, 広範囲の組織, 成分, 温度, 試片形状に対して,  $da/dt$  と満足 of いく関数を得るには至っていない。COD は, 実験段階ではクリープき裂成長機構を知る上で重要な役割を果たしているが, 実験の困難さのゆえに, 工業的には制限を受けている。 $K$  は, 脆性域あるいは高歪場の時にしか適用できず,  $C^*$  はその逆の場合にのみ良い一致を見る。この中であつて, 最終的には  $C^*$  が広範囲域での適用に耐え得るものとなるであろうが, 現時点においては, 理論観点から確立させ得るのか, または, 試片形状および組織の点から確立させ得るのか定かではない。すなわち, き裂を誘発する損傷 (多数の空孔型損傷の存在による場合には, 良いき裂発生モデルが得られる) が, クリープ自体による組織的な損傷であるのか, 空孔発生による損傷であるのかの研究が遅れていることと, 破断時間を遅らせる表面近傍温度上昇に対しての考慮が足りないということとである。

試片形状, 成分に依存する組織, 温度などは, クリープき裂成長速度に影響を与える重要な因子である。マルテンサイト/ベイナイト組織では, 脆性的で, き裂成長速度は大きい, フェライト/パーライト組織では, 延性的で破断寿命は長いものになる。脱酸効果も重要な因子であるが, まだ十分な研究が行われていない。

従つて, クリープき裂成長速度から破断時間を予見するためには, 本質的な機構を調べ, 実用条件に適用され得るように研究を進めなければならない。(西脇健一)

#### 焼入れ焼もどし炭素鋼における組織と性質の関係

(K. ONEL and J. NUTTING: Metal Science, 13 (1979) 10, pp. 573~579)

GENSAMER らが 1942 年にパーライト鋼や球状化鋼で, 平均自由フェライト行程の対数値と引張強度, 硬度, 流動応力との線形関係を見出して以来, 組織と性質の関係について多くの研究がなされてきた。本研究では, 0.12%C, 0.34%C, 0.84%C の 3 種類の炭素鋼を用いフェライト粒や, 粒界, 粒内中の炭化物が機械的性質に及ぼす影響を調べている。

供試鋼は, 焼入れ後 650°C で 1 h 焼もどし後 80% までの冷間加工を行い, 再び 650°C で 10 h までの焼もどしをした。これらについて, ビッカース硬度試験と引張試験 (歪速度  $5 \times 10^{-4} s^{-1}$ ) を行い, また歪 10% までの流動応力を求めた。これらの組織は粒界にセメンタイト粒を持つ微細フェライト粒からなるタイプ I (中・高炭素鋼) と, フェライト粒中に炭化物の存在するタイプ II (低炭素鋼) とに分けられる。

得られた結果は次のとおりである。1) ビッカース硬度, 降伏応力はタイプ I, II 共に焼もどし鋼のフェライト粒径に大きく依存している。2) 摩擦応力  $\sigma_0$  と Hall-Petch の傾き  $K_y$  はタイプ I に比べ, タイプ II 組織の方が高い値を示した。3) 粗粒多結晶鉄では, 降伏応力は明らかにフェライト粒径に依存するが, 高歪での流動応力は, 転位密度と転位構造に影響される。4) 550°C~600°C までの焼もどしを行つた炭素鋼では主にフェライト粒径と炭化物量が機械的性質を決定しており, 従来からの Orowan-Ashly による粒径硬化理論の寄与は比較的小さいと考えられる。5) 350°C 以上の焼もどし温度全域で, 焼もどし中に形成される炭化物より, 元のマルテンサイトの大きさや, 固有の転位密度に機械的性質は支配される。そして焼もどし中に形成される炭化物は主にフェライト粒の成長を支配する。(名村夏樹)

#### M-50 および 18-4-1 高速度鋼の破壊と疲労

(J. A. RESCALVO and B. L. AVERBACH: Met. Trans, 10A (1979) 9, pp. 1265~1271)

M-50 及び 18-4-1 高速度鋼は, ガスタービンの軸受材として広く使われているが, 両鋼の破壊靱性及び疲労き裂伝播抵抗のデータはほとんど報告がない。本研究では両鋼の優劣を比較するために, 引張特性と共に破壊靱性値 ( $K_{Ic}$ ) 及び疲労き裂伝播速度 ( $dc/dN$ ) を焼戻し温度 510°C~590°C の範囲で求めた。

米国及び英国での使用実態に従つて M-50 鋼は真空アーク再溶解材, 18-4-1 はエレクトロslag再溶解材を用いた。微視的組織は著しく異なり, 炭化物含有量は M-50 鋼で 2.6 vol%, 18-4-1 鋼で 15.2 vol% であつた。

平滑試片による引張試験の結果, 2次硬化ピーク (540°C) で引張特性は最高値を示した。また M-50 鋼の引張強さ, 伸びは 18-4-1 よりわずかに高く, 降伏応力は同程度となり, マルテンサイトの炭素濃度から延性が大きいと期待される M-50 鋼が低い靱性を示し, 炭化物状態の引張特性への影響が確認された。

一方, 平面歪破壊靱性  $K_{Ic}$  は, 引張試験で低延性を示した 18-4-1 鋼 ( $21 MPa m^{1/2}$ ) が M-50 鋼 ( $18 MPa m^{1/2}$ ) よりわずかに大きな値を示した。平滑試片とき裂入り試片では破壊形態が異なつていた。

疲労き裂伝播速度は両鋼とも同様の値を示し Paris のべき乗則  $dc/dN = (\Delta K)^m$  の成立する低成長領域では  $m$  は 3 から 4 の値を示した。また  $\Delta K_{Th}$  は得られなかつたが,  $\Delta K = 5 MPa m^{1/2}$  程度の応力状態でもき裂伝播が認められた。両鋼の破壊靱性値, 疲労き裂速度は, 微視的組織が異なり引張性質も大きな差がみられるにもかかわらずとも同様の傾向を示すことから, これらの性質がマトリックスの特性のみに依存し炭化物の状態に影響されないことが知られた。

マルテンサイト鋼の靱性は炭素量を減ずることによって向上し、オーステナイト化温度を低く保つことで靱性およびき裂伝播抵抗を増すと予想される。したがって軸受材に必要な高硬さレベルでは靱性、き裂伝播抵抗はともに中程度の値である。(石川 忠)

#### 17% Cr ステンレス鋼の鑄造材におけるチタン窒化物の析出

(A. OSTROWSKI and E. W. LANGER: Scand. J. Met., 8 (1979) 4, pp. 156~160)

17%Cr ステンレス鋼の鑄造材で、チタン窒化物と母相の析出機構を、光顕、電顕などの手法を用いて調べた。

光顕観察により、不均一核生成によつて生じたと考えられる析出物がみとめられた。Micro Probe 分析を行ったところ、この析出物は Ti 濃度が高く、中心部には Al が外郭には S が偏在しているのが確認された。透過電顕観察においても、窒化物の中心に異質介在物の存在がみとめられており、TiN が  $Al_2O_3$  などの酸化物を下地として、不均一核生成したものと考えられる。

Ti と N の析出反応は、 $Ti + N = TiN(s)$  に従う。このときの自由エネルギー変化は、均一核生成の場合を  $\Delta G_{hom}$ 、不均一核生成の場合を  $\Delta G_{het}$  とすると、 $\Delta G_{hom} \approx 4\Delta G_{het}$  の関係にあり、平衡状態との溶解度比を  $\alpha (= K/K_{eq})$  とすれば、 $\alpha_{hom} = 2.2 \times 10^7$ 、 $\alpha_{het} = \alpha_{hom}^{1/4} = 68.4$  となる。

これは、非常に過飽和な状態でないかぎり、均一核生成は起こらないことを示している。さらに Ti と酸化物の接触角が小さく安定なこととあわせて、TiN が酸化物上へ不均一核生成していることが理論的に裏づけられている。

また回折パターンから母相と TiN の晶癖面を求めると、それぞれ  $\{311\} \cdot \{100\}$  であつた。面間の歪エネルギーを、格子のずれなどから求めると、これらの晶癖面で最小値を示した。しかし走査電顕などにより、TiN のまわりに TiS の層が観察されている。このため、母相の

析出は、S から影響を受け、その機構は単純ではなく、その解明も難しくなつている。(村上雅人)

### 一 分 析

#### アトム・プローブ・マイクロ分析法

(H. O. ANDRÉN and H. NORDÉN: Scand. J. Met., 8 (1979) 4, pp. 147~152)

マイクロ分析法のうち、走査電顕中の X 線分光器やオージェ分光などの非破壊法の分解能は  $1 \mu m$  程度にすぎず、また、電子線回折法では化学組成を知ることはできない。これに対し、アトム・プローブ・マイクロ分析法は  $2 \sim 3 \text{ \AA}$  の分解能を持つ分析法である。

アトム・プローブ・マイクロ分析器は、簡単に言えば、イオン 1 個程度の感度の質量分析器を持つフィールド・イオン顕微鏡である。試料はすどい針状に作成され、 $100 \text{ K}$  以下の低温で、イメージガスを含む超真空中におかれる。突出原子部には高い電場勾配がかかるため、ガスのイオンが出てスクリーン像を出す。また、さらに高電圧をかけると、試料の表面原子自身がイオン化される。もし、スクリーンにイメージ・スポット程度の大きさの穴をあけておけば、それを通り抜けたイオンを後方の質量分析器に導くことにより、質量/電荷を測定しその原子を同定することができる。このようにして、表面原子層から数千原子層まで調べることができる。

アトム・プローブ分析法の応用例としては、各種の鋼などの微細組織の分析や、フェライトやマルテンサイトなどの粒界もしくは相間の偏析の分析などがある。本研究の装置も、オーステナイト系ステンレス鋼の MC 型析出物の分析に用いられた。この装置は軽元素も重元素も同程度の精度で解析できるという利点を持つが、走査電顕中 X 線分光器に比べて測定に時間を要するため、それと組み合わせて利用するとよい。また、将来は、クラスター、核生成、微細粒子の成長、相間の偏析、合金元素の分配などの解析に有効に利用できよう。

(三宅英徳)