

## 真空溶解における軸受鋼におよぼす坩堝材の影響\*

鈴木 朝 夫\*\*

Tomoo Suzuki: Effect of Crucible Materials on the Bearing Steel During Vacuum-Melting. By using the chamotte-, high-alumina-, alumina-and magnesia-crucibles the bearing steel (JIS SUJ 2) was melted in vacuum, and the change in the degree of vacuum during melting, the change of the chemical composition of the melted steel and the structures of the used crucibles were observed. Then the interrelation between the crucibles and the melted steel was studied, and the results were obtained as follows: (1) When the steel was melted in vacuum in chamotte- or high-alumina-crucibles, the lowering of the degree of vacuum during melting was remarkable, and C in steel was markedly decreased more than the case of melting with other crucibles, while Al and Si in steel were increased. Moreover, it was observed that the  $\text{SiO}_2$  contained in the crucible was decreased on the inner surface in contact with the molten steel. (2) When the steel was melted in alumina-crucibles, C in steel was decreased, while Al in steel was increased. (3) When steel was melted in magnesia-crucibles, little lowering of the degree of vacuum during melting was observed and C was little decreased. In this case, however, the magnesia-crucibles cannot be used again because of cracks.

(Received December 18, 1962)

## I. 緒 言

鋼の真空溶解過程において問題となることがら脱酸、脱ガス、成分元素の歩留りなどであつて、真空誘導炉において軸受鋼を溶解した場合のこれらの挙動については先に報告<sup>(1)</sup>した。そのさい、使用した坩堝に原因して溶製鋼中に Si, Al の増加することなどが認められた。このように真空溶解にさいして如何なる坩堝を使用するかは、溶製鋼の性質に著しい影響を与えることが推察された。

この報告においては真空溶解においてアルミナ系およびマグネシヤ系の坩堝を使用して軸受鋼を溶解するさいの真空度、真空溶解鋼の成分ならびに坩堝材質の変化について調べたものである。

## II. 実 験 方 法

本実験に使用した坩堝はシャモット質、高アルミナ質、アルミナ質のもの各 1 種およびマグネシヤ質のもの 2 種の計 5 種類であり、その化学分析結果を示せば Table 1

Table 1 Crucibles used.

Crucible		Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	MgO (%)
Chamotte	NC	0.22	21.04	77.74	—
High-alumina	DA	0.35	17.18	81.93	—
Alumina	NA	0.04	3.62	95.99	—
Magnesia	RM	0.13	0.86	0.34	98.24
〃	NM	0.20	0.13	4.91	92.35

のようである。溶解原料としては 55 mmφ 市販軸受鋼(JIS SUJ 2, C 0.98%, Si 0.30%, Mn 0.44%, P 0.029%, S

\*\* 東京工業大学精密工学研究所 (Tokyo Institute of Technology, Research Laboratory of Precision Machinery and Electronics, Tokyo)

\* 1960 年 10 月本会札幌大会に発表。

(1) 鈴木: 本誌, 27(1963), 236.

0.006%, Cr 1.56%, Al 0.019%) を用い、これを真空中において再溶解を行なつた。真空溶解炉は 35 KVA 高周波炉を利用した容量 2 kg のものであつて、溶解にさいしては前記溶解原料を約 1.8 kg 切りとり、表面黒皮を落としたのち炉に装入して、排気後なるべく一様な条件で加熱溶解するようにした。溶け落ち後はそのまま約 1600°C に 10, 20, 40, 60, 80 min それぞれ真空中に保持したのち、50 mmφ 水冷金型に铸造した。またこの間の真空度変化はピラニーゲージ、電離真空計により記録した。なお坩堝は 1 溶解に 1 個とし、つねに新しいものを使用した。このようにして得られた鋼塊は 10 mmφ の丸棒に鍛伸し各種の試料とし、これらについては化学成分、ガス成分、非金属介在物、結晶粒度を調べた。また未使用の坩堝および真空中に 80 min 保持した場合に使用した坩堝について薄片をとり、坩堝の材質の変化を顕微鏡下に調べ、前記結果と対比した。

## III. 実 験 結 果

## 1. 溶解中の真空度の変化

Fig. 1 に溶解中の真空度変化の一例として各坩堝について、溶け落ち後 80 min 真空中に保持した場合を示した。また図中にはそのさいの加熱時間と溶解原料の温度上昇との関係を知るために、真空中でこれら溶解の場合と同じ条件により加熱を行ない、溶け落ち直前まで熱電対によつて溶解原料の温度上昇を調べた結果も併せ記してある。なお溶け落ち後 10, 20, 40, 60 min 保持の場合、その真空度変化は同種坩堝ではそれぞれの時間までは Fig. 1 の例とほぼ同様の推移を示している。Fig. 1 によればいずれの坩堝によるものも、高周波電流を通じ原料の温度が上昇するとともに真空度は低下しはじめるが、溶解作業開始から 8~10 min でふたたび真空度は良くなつている。これはこ

の時の溶解原料の温度が 700°~750°C を示していることから、変態にもなる溶解原料のガス放出量の変化にもと

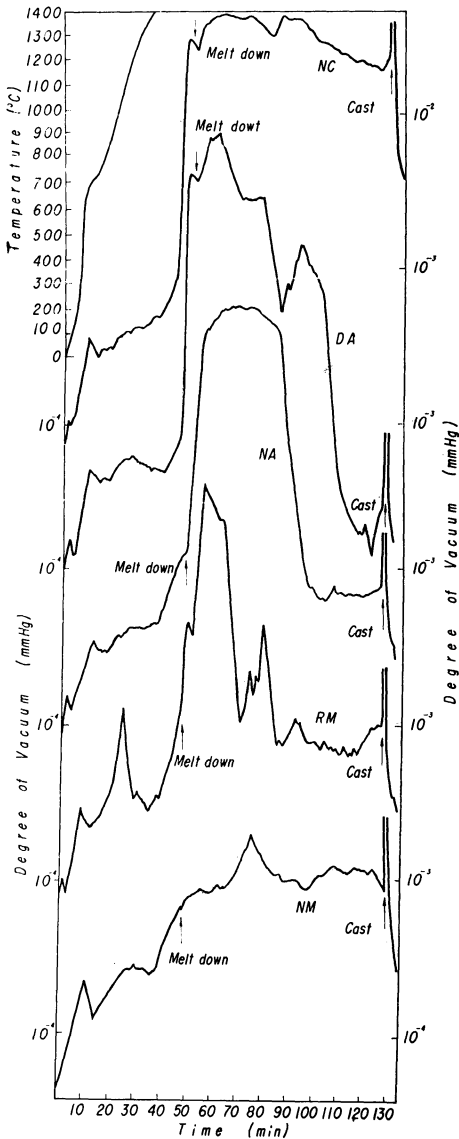


Fig. 1 Change of degree of vacuum and temperature during melting.

づくものと考えられる。その後溶け落ちまでは急な真空度の変化は見られないことはいずれの坩堝にもおおよそ共通しているが、マグネシヤ坩堝 (RM) においては 25 min 経過した頃、溶解原料の温度が 1100°~1200°C に達したときに真空度の急な低下、そしてその回復が見られる。その理由としては坩堝の製造から使用にいたる間に坩堝表面にマグネシヤの水和が生じ、この加熱過程において坩堝温度が 400°~500°C になったとき、この水酸化マグネシウムの分解が起つたためと考えられる。

シャモット坩堝 (NC)、高アルミナ坩堝 (DA) では装入原料の一部の溶解が始まると急激に真空度は低下し始め、全体の溶け落ちにより 10<sup>-2</sup> mmHg 台になり、その後やや回

復するのが認められる。これにたいしてマグネシヤ坩堝においては原料が完全に溶け落ちてそれほど真空度は低下せず、ガス発生は少なく、その後の保持によつてもあまり真空度の低下は見られない。これらのことはシャモット坩堝、高アルミナ坩堝の場合には、原料の一部分の溶解によつてすでに溶鋼・坩堝間に反応がかなりはげしく起ることを示すものと考えられ、またこれは後述の溶製鋼の成分の変化、および坩堝材質の変化からも考えられることである。これにたいしてマグネシヤ坩堝使用のさいは他の坩堝に比して溶解中の真空度は高く保たれ、したがつて坩堝材よりのガス発生が少なく、また後述するガス分析結果を他の坩堝使用のさいと比較すると、いずれの溶製鋼のガス含有量もほとんど同程度であることから、マグネシヤ坩堝においては溶鋼との反応によるガス発生もまた少ないものと思われる。

## 2. 真空溶解による含有成分、非金属介在物量、結晶粒度の変化

それぞれの坩堝によつて、溶け落ち後の真空中保持時間

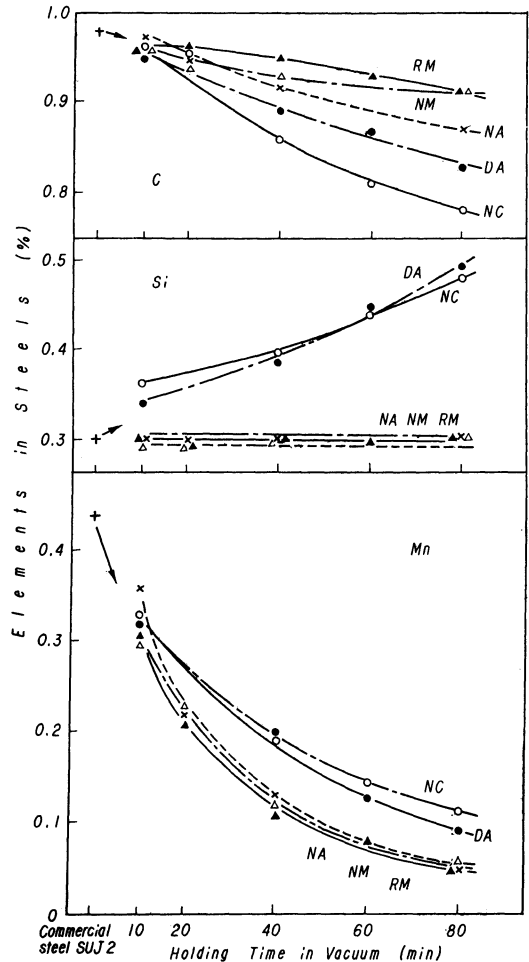


Fig. 2 Change of C, Si and Mn in steel due to vacuum melting in various crucibles.

を変化させて铸造した場合の溶製鋼の化学成分の変化を Figs. 2, 3 に示した。この図から C について見れば、マ

ネシャ坩堝 (RM, NM) 使用のさいはとも に 溶鋼の脱炭量 は少ないの にたいして, シャモット坩堝 (NC), 高アルミ

$Al_2O_3$  が溶鋼中の C によつて還元<sup>(2)(3)</sup> され, このために C の減少が他の坩堝使用の場合に比べて著しくなつたもの

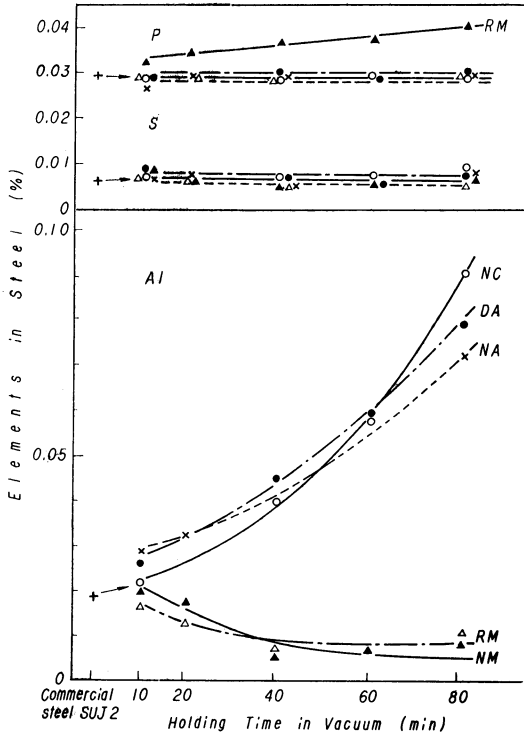


Fig. 3 Change of P, S and Al in steel due to vacuum melting in various crucibles.

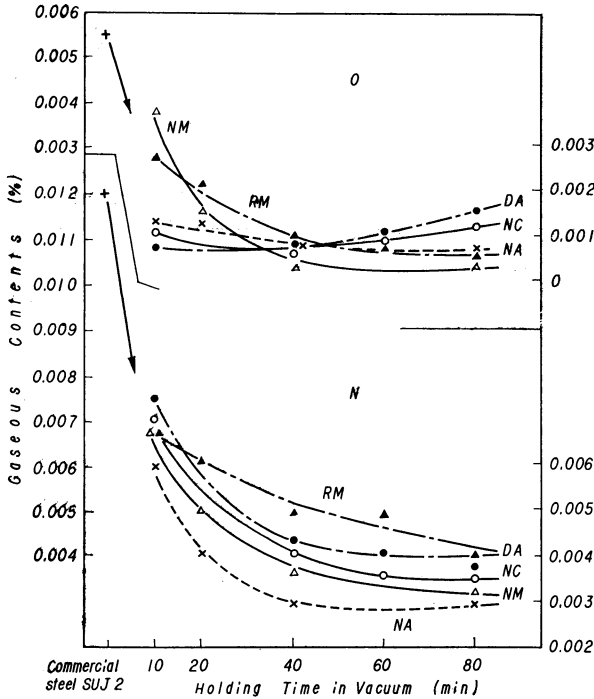


Fig. 4 Change of O and N in steel due to vacuum melting in various crucibles.

ナ坩堝 (DA), アルミナ坩堝 (NA) は脱炭量はかなり多く, 坩堝 (NC) においてとくに著しい. これは坩堝中の  $SiO_2$ ,

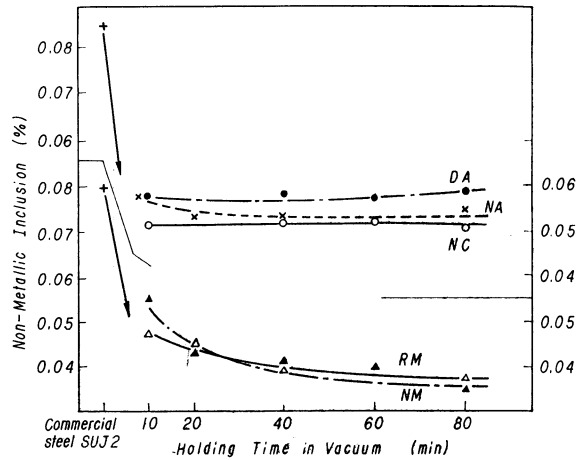


Fig. 5 Change of amount of non-metallic inclusion due to vacuum melting in various crucibles.

と考えられる. つぎにこれを Si について見れば, 坩堝中に  $SiO_2$  を含む シャモット坩堝 (NC), 高アルミナ坩堝 (DA) を使用した溶製鋼では, 真空中保持とともに直線的に増加しており, 前述の C の減少とよく対応している. これにたいしてアルミナ坩堝 (NA), マグネシア坩堝 (RM, NM) においては Si は変化せず, 溶解時間を長くしても一定であることが認められる.

Mn についてはいずれの坩堝によるものも真空溶解によ

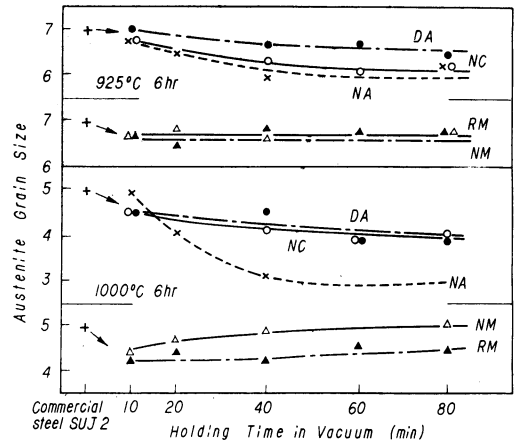


Fig. 6 Change of austenite grain size due to vacuum melting in various crucibles.

り著しく減少を示すが, シャモット坩堝 (NC), 高アルミナ坩堝 (DA) による場合は他に比して減少速度がおそく, 他の反応の影響を受けるものと考えられる. Al は シャモット坩堝 (NC), 高アルミナ坩堝 (DA), アルミナ坩堝 (NA) を使用した溶製鋼においては著しい増加を示

(2) W.A.Fischer & A.Hoffmann: Arch.Eisenhütt., 29(1958), 339.  
 (3) 吉井, 勝藤: 鉄と鋼, 47(1961), 247.

し、C1%程度を含む溶鋼においてはSiO<sub>2</sub>同様に坩堝のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の還元<sup>(2)(4)</sup>が行なわれたことを示すものと考えられ

わめて少ないものと思われる。

Pについては変化なく一定であるが、マグネシヤ坩堝(RM)のみは若干増加する傾向を示している。真空溶解の際のPの挙動についてはFischerらの報告があるが<sup>(6)</sup>、この場合は坩堝(RM)中にPが含まれていたものと思われる。Sについては使用原料鋼のS含有量が極めて少ないため、この実験範囲からはその変化について論ずることはできないが、真空溶解によるSについては他に報告もあり<sup>(7)(8)</sup>、また高アルミナ坩堝(DA)により他の軸受鋼について行なつた場合にSは減少する傾向を示すことはすでに報告<sup>(9)</sup>した。

Fig.3にガス成分変化について示した。これによれば真空溶解によるOの減少はシャモット坩堝(NC)、高アルミナ坩堝(DA)、アルミナ坩堝(NA)では10min保持で著しく減少を示すが、マグネシヤ坩堝(NM, RM)では減少の速度がおそく、40min保持によつて他の坩堝の場合と同程度になつている。またシャモット坩堝(NC)、高アルミナ坩堝(DA)では保持時間の増加とともにわずかに増加する傾向を示しており、これについてはサンド量、非金属介在物量の同様の増加と関連させて考えられ、その詳細は先に報告したとおりである<sup>(9)</sup>。Nについては坩堝による差はほとんど認められず、40min保持によつていずれも同程度に減少している。

つぎに非金属介在物C系の変化を示したFig.5によれば、真空溶解により一般に急激に減少を示すが、マグネシヤ坩堝によるものは保持時間とともにさらに減少する傾向を示しており、これにたいしてシャモット、アルミナ坩堝では保持時間とともに再びわずかに増加しており、前述したOの結果とよく対応している。A系、B系介在物については原料鋼に極めて少量しか存在せず、ほとんどがC系介在物であつたため、これらの変化については知ることができなかった。

Fig.6に浸炭法によつたオーステナイト結晶粒度の結果を示した。これによればアルミナ系坩堝によるものは真空中保持時間とともに結晶粒はわずかに大きくなる傾向があり、とくにアルミナ坩堝(NA)においてかなり明瞭に認められ、また一方マグネシヤ坩堝ではむしろ保持時間とともにわずかに細くなる傾向を有していることが知られる。

### 3. 溶解による坩堝材質の変化

- (6) W. A. Fischer & A. Hoffmann: Arch. Eisenhütt., 30(1959), 199.
- (7) W. Jäniche & H. Beck: Arch. Eisenhütt., 29(1958), 631.
- (8) W. A. Fischer & A. Hoffmann: Arch. Eisenhütt., 31(1960), 411.

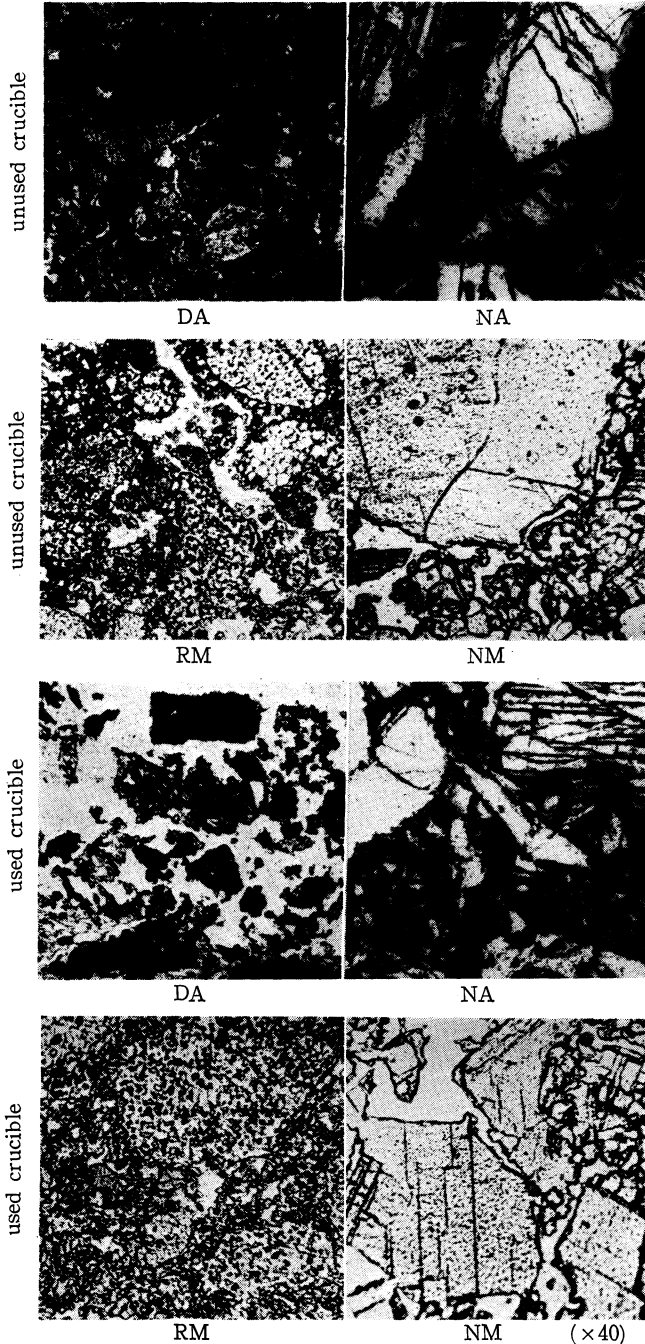


Photo. 1 Microstructure of unused and used crucibles.

る。これにたいしてマグネシヤ坩堝(RM, NM)においては、いずれの場合にも鋼中のAlは減少を示し、40min真空中保持によつて一定値に達している。しかしマグネシヤ坩堝においてもMgOの解離、鋼中のCによる還元が行なわれる<sup>(4)(5)</sup>が、Mgが不純物として鋼中に残る量<sup>(2)</sup>はき

(4) W. J. Kroll & A. W. Schlechton: Trans. Electrochem. Soc., 93(1948), 247.  
 (5) 斎藤, 川台: 本誌, 24(1960), A-10.

シャモット坩堝(NC), 高アルミナ坩堝(DA), およびアルミナ坩堝(NA)は使用後にほとんど割れを生じないが, マグネシヤ坩堝(RM, NM)はともに使用後多くの割れが見られ, 2回目の使用は全く不可能であつた。とくに鑄造終了後の坩堝冷却中に生ずる割れが多く観察された。つぎに **Photo. 1** に使用前後の坩堝の組織を示した。溶製鋼中に前述したような Si, Al の増加をもたらす高アルミナ坩堝(DA)についてみれば, この坩堝はシリマナイト ( $Al_2O_3 \cdot SiO_2$ ) を主原料としてアルミナ ( $Al_2O_3$ ) を加えて焼成されたもので, 主としてムライト ( $3 Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2$ ) からなり, 他にクリストバライト ( $SiO_2$ ) とコランダム ( $Al_2O_3$ ) の存在する組織となつている。使用後において溶鋼と接触した内面にクリストバライトおよびムライトが減少し, コランダムが多く残つているのが観察されることから, 前述した  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$  の還元が行なわれたことを示すものと考えられる。シャモット坩堝 (NC) については製造原料・方法が坩堝 (DA) とは異なつているが, ほぼ同様のことが観察された。アルミナ坩堝 (NA) は電融アルミナを主体として粘土質とともに焼成されたものと考えられるが, 溶鋼と接触した面に粒間の発達が見られる。マグネシヤ坩堝 (RM) はマグネシヤクリンカーを主体としたもので, 使用後は高温と鉄分の固溶のためマトリックスが発達し, もとのクリンカー粒子がかすかに見られる状態に変化しており, この坩堝の焼成温度が低かつたことを示している。またこの理由で 1. 項で述べた水和が生じやすかつたものと思われる。これにたいしてマグネシヤ坩堝 (NM) においては電融マグネシヤによるもので, 使用後も大きな変化は認められなかつた。

#### IV. 結 言

シャモット坩堝, 高アルミナ坩堝, アルミナ坩堝, マグネシヤ坩堝を用いて, 軸受鋼の真空溶解鑄造を行ない, そのさいの真空度変化, 溶製鋼の性質の変化を調べ, また坩堝の使用前後の状態について観察し, 使用坩堝の溶製鋼におよぼす影響について研究した。得られた結果はつぎのようである。

(1) シャモット坩堝, 高アルミナ坩堝を使用する溶解においては, 溶解中のガス発生が多く, それにともなう真空度の低下が著しく, 溶鋼の C の減少が大であつて, Si, Al の増加が認められた。また使用後の坩堝の溶鋼接触面において脱  $SiO_2$  が観察された。

(2) アルミナ坩堝を使用する溶解においては, 溶鋼の C の減少と Al の増加が認められた。

(3) マグネシヤ坩堝を使用する溶解においては, 溶解中のガス発生ならびにそれにともなう真空度の変化は他に比して少なく, C の減少も大きくない。しかし坩堝は 1 回限りで使用不可能となる。

終りに, 本研究中御指導を賜つた東京工業大学横山均次教授に, 坩堝について種々御助言をいただいた東京工業大学浜野健也氏に厚く御礼を申し上げます。なお本研究に使用した試料の分析は東都製鋼 K K, ガス分析は住友金属工業 K K 製鋼所の御厚意によつたものであり, ここに厚く御礼申し上げます。