

黒心可鍛鑄鉄に於ける予備加熱の研究

西 村 功* 藤 井 恒 彌*

Preheating in Malleable Annealing

By Isao Nishimura and Tsuneya Fujii

Fukagawa Works, Hitachi, Ltd.

Abstract

According to Dr. S. W. Palmer's study, the acceleration of graphitization in malleable annealing depends much upon the heating rate of annealing. For instance, in the case of black heart malleable cast iron, if the following two cases, i.e. one 930°C, are hours, the other 45 hours for raising the temperature from 500°C to requiring six compared under the same annealing cycles to be followed, the latter case contains finer and more graphite nodules than the former. The writer confirmed this effect especially in annealing of low Si contented (less than 1.0%) white cast iron by the several preliminary experiments.

In order to examine the effect of heating rate quantitatively, the preheating method under the constant temperature was adopted for the purpose of determining the temperature and preserving time. And then the diminution of the 1st and 2nd stages of graphitization under this method was measured.

〔I〕 緒 言

1947 年 S.W. Palmer が白心および黒心マレブルの焼鈍に於て、その焼鈍温度への加熱速度が非常にその焼鈍の難易に影響をもつことを示した。即ち特に黒心マレブルに於て 500~930°C 迄の昇温時間が 6 時間のものと 45 時間のものを、あとに続く焼鈍サイクルを同じにして比較した所、この二つのサイクルで出来たマレブルの顕微鏡観察で後者が前者に比して黒鉛粒数が著しく微細化し、その数を増し、これに伴い共折セメンタイトの黒鉛化が前者より後者がはるかに進行していることを確認し、黒心マレブルが焼鈍温度への加熱速度に非常に敏感なことを示した。当工場としてもこの問題について行つた二・三の予備試験より、この加熱速度が特に黒鉛化の遅い 1% 以下の低 Si の白鉄に著しい効果があることを認めたので、工場現場焼鈍に応用すべくこゝに検討を行つた。実験方法として、加熱速度の影響を定量的にしらべる為に一定温度に於ける予備加熱の方式をとり、その温度および保持時間の決定を行い、次にこの処理による一段および第二段黒鉛化時間の短縮を測定した。

* 日立製作所深川工場

〔II〕 実験測定

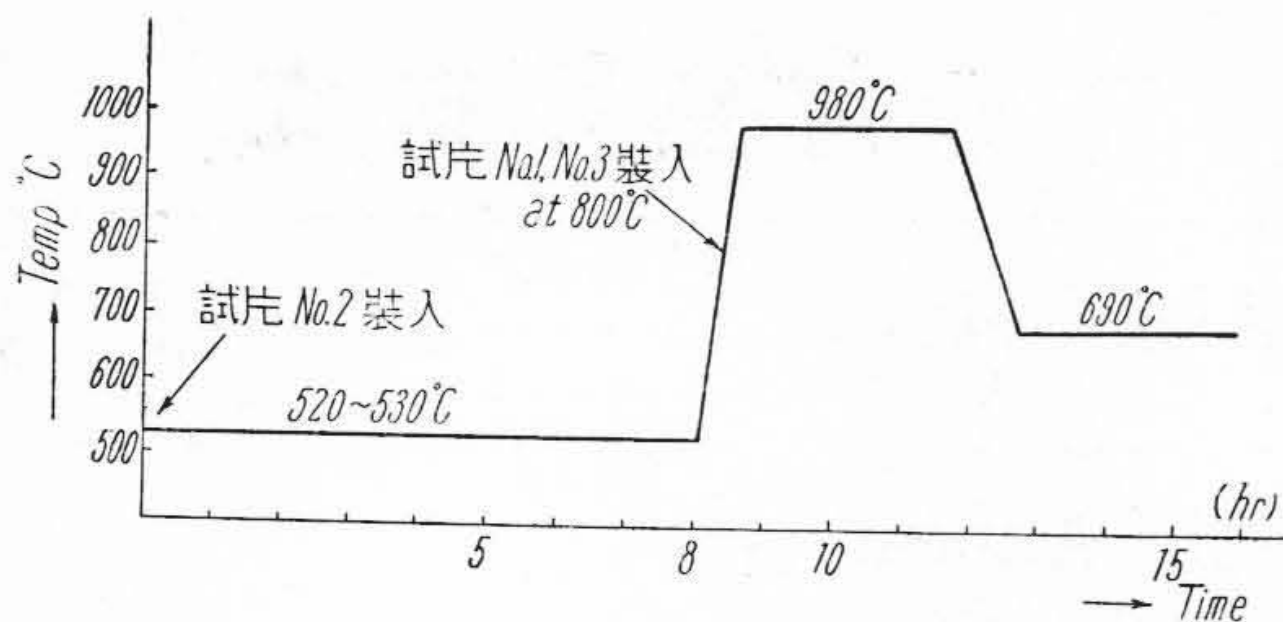
(1) 予備加熱と焼鈍サイクルとの連続、不連続の検討
従来この問題は或る温度範囲内の加熱速度として扱われ、焼鈍サイクルに連続な場合についていわれて来たが、本実験では予備加熱温度、保持時間の決定に際して、温度、時間を変えた種々の予備加熱した試験片を黒鉛化速度比較の為に全く同一焼鈍サイクルで焼鈍を行う必要があり、この為に本処理を焼鈍サイクルから切り離して行つた。この際に予備加熱処理後、一旦常温に冷却するので、こゝに本処理と焼鈍サイクルとが連続な場合と不連続な場合とで、その効果に差異があるかどうかを確かめる意味で検討を行つた。尚このことは現場に実施する際にも予備加熱後の温度変化が本効果に影響をもつかどうかにも関連のある問題である。

(A) 試験試料 大きさ 10×15×30 (mm)

化学成分 2.61% C, 0.91% Si, 0.31% Mn,
0.096% S, 0.02% Cr

(B) 試験法

上記試料 3 箇につき、そのうち一つを No. 1 として前もつて 520°C に 8 時間予備加熱し、これを他の試料 No.



第1図 試料の焼鈍サイクル

Fig. 1. Annealing Cycle of the Specimens

2 の同一予備加熱後これに連続させた焼鈍サイクルへの昇温途中の 800°C で、予備加熱せざる No. 3 と共に挿入し、迅速焼鈍を行い、その黒鉛化の進行度で三者の比較を行つた。この加熱曲線を第1図に示す。

(C) 試験結果

試料 No. 1 と No. 2 の迅速焼鈍後の顕微鏡組織を第2図に示す。又黒鉛化度比較の為に付したブリネル硬度は No. 1 で 187, No. 2 で 179 で、少々不連続の場合の方が、予備加熱の黒鉛化への効果が劣ると解せられるが、この差も予備加熱せざる No. 3 の 255 に比すれば、顕微鏡組織同様に大差なきものと見做し得る。即ち予備加熱の効果は処理後、一旦冷却しても、その焼鈍への効果は変りない。

(2) 予備加熱温度

予備加熱温度は今迄に発表された文献⁽¹⁾では 400°C~600°C の温度範囲が示されているが、この著者等によつて示された如く、H₂ の吹込みを行つた白鉄では、その最も効果的である温度が従来の 500°C 附近より 400°C 附近に迄下るといふ事実から、予備加熱の最適温度がすべ

第1表 試料の化学成分

Table 1. Chemical Compositions of Specimens

試験片ヒート番号	C	Si	Mn	S	Cr
5E~1594	2.52	0.87	0.22	0.071	0.02
5E~1586	2.56	0.92	0.29	0.068	0.03
5E~1562	2.58	1.17	0.30	0.091	0.03
3E~444	2.54	1.39	0.36	0.093	0.02

ての白鉄を通じて一定でなく、白鉄の原材料、成分、熔解条件により変動することも考えられるので、ここに当工場の日常の操業で作られている白鉄につき、予備加熱の基準となる最適予備加熱温度の決定を行つた。

(A) 試験試料 大きさ 8×14×45 (mm)

化学成分 第1表に示す。

(B) 試験法

上記4ヒートの各々につき試片5箇宛作り、それぞれを ① 380°C, ② 430°C, ③ 480°C, ④ 530°C, ⑤ 580°C に5時間予備加熱した後 3E~444 は 980°C×2.5 hr 680°C×1 hr, 他のヒートは 980°C×3hr, 680°C×3.5hr の迅速焼鈍を行つて、それぞれの黒鉛化進行度より各ヒートの最も効果的な温度をしらべた。黒鉛化進行度は試料の比重測定より黒鉛化 C% を算出し、更にブリネル硬度測定によりこれを確めた。

(C) 試験結果 測定結果を第2表に示す。

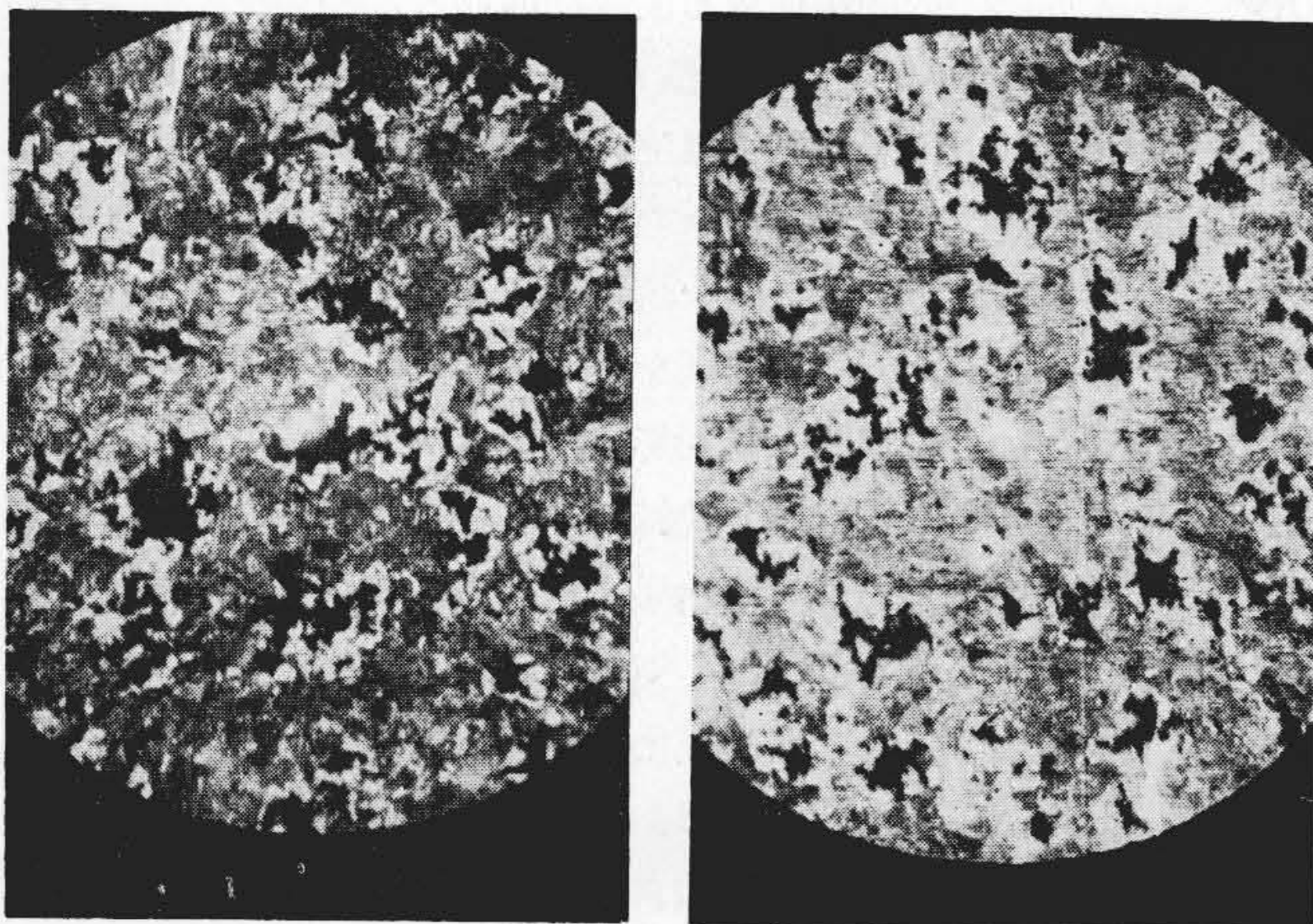
尚黒鉛化 C% の算出は次式によつた。

$$C\% = \left(\frac{\rho - \rho'}{\rho'} \times \frac{1}{2.085} \right) \times 100 \quad \begin{array}{l} \rho : \text{白鉄時比重} \\ \rho' : \text{焼鈍後比重} \end{array}$$

第2表 予備加熱温度の影響

Table 2. Effect of Preheating Temperature

ヒート番号	黒鉛化 C%	硬度 (ブリネル)
5E~1594 ①	2.04	167
②	1.92	170
③	2.23	167
④	2.42	137
⑤	2.33	149
5E~1586 ①	1.53	223
②	1.80	187
③	1.81	187
④	2.22	167
⑤	2.25	170
5E~1562 ①	2.17	174
②	1.92	170
③	2.00	179
④	2.32	149
⑤	1.91	170
3E~444 ①	2.37	159
②	2.16	163
③	2.09	—
④	2.12	163
⑤	2.00	174

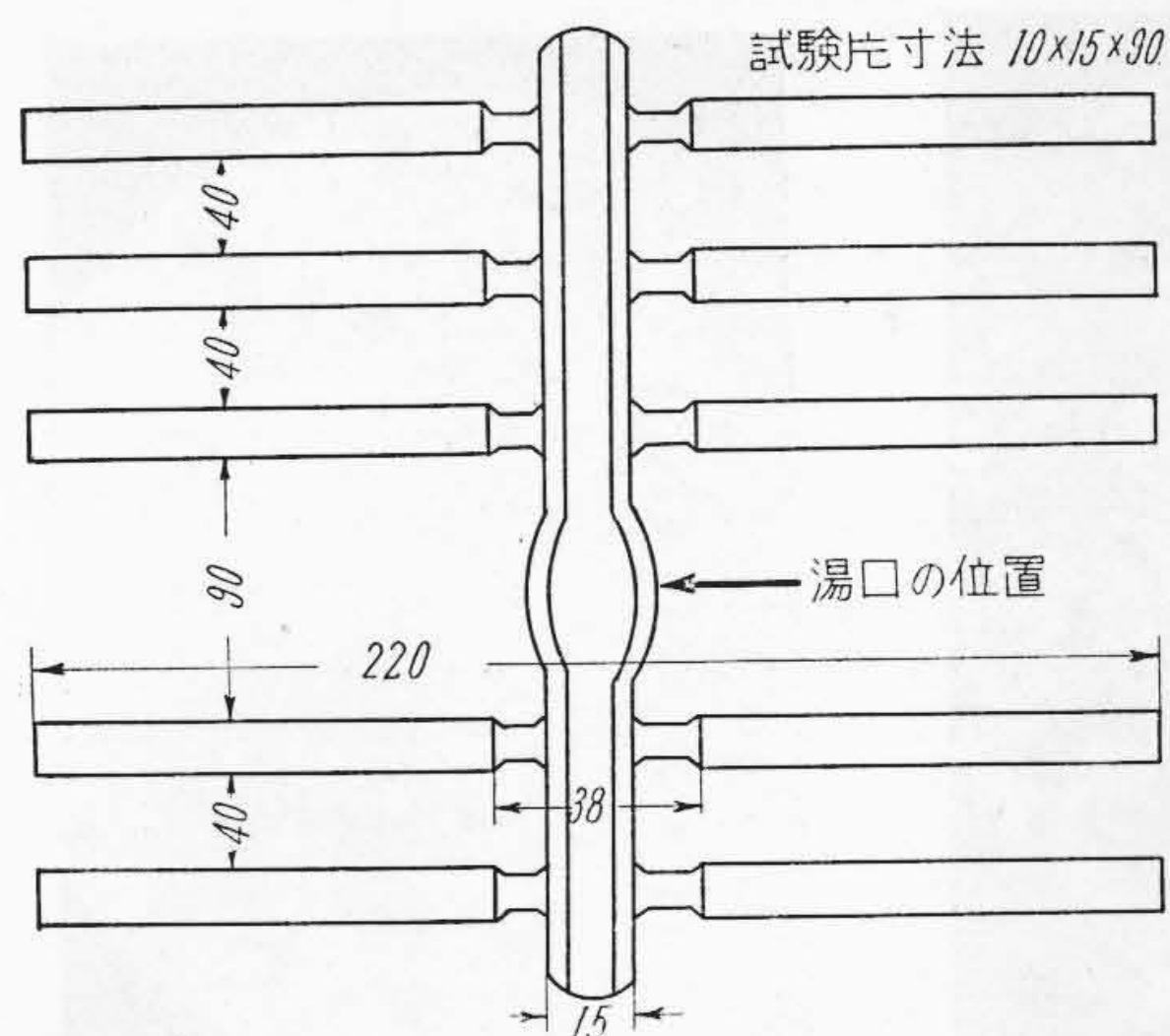


No. 1

No. 2

第2図 試片 No. 1 および No. 2 の基準との焼鈍後の顕微鏡写真 (×115)

Fig. 2. Microstructure of Specimens No. 1 and No. 2 (×115)



第3図 試料の鑄造方式

Fig. 3. Casting Design of Test Pieces

4 ヒート中 3E~444 を除き他はいずれも、予備加熱の最適温度が 530°C 附近であることを示している。即ちこの温度の予備加熱で黒鉛化が最も進んでいる。高 Si の 3E~444 は最適温度が、他のヒートに比べて低く、 380°C 附近となつている。これは例外の一例であるが、他の同様な多くの実験でも最適温度が 530°C 附近のものが一番多い点から、一応こゝに当工場白鉄の最適予備加熱温度を 530°C とした。

(3) 予備加熱時間

予備加熱時間は現場に適用する際に、この加熱時間とこれにより短縮される全焼鈍時間との関連で決められるべきで、この為最適温度に於ける保持時間の黒鉛化への影響の度合をしらべる。

(A) 試験試料 試験片は同一条件の十本の試料を要する為同一熔場で、注湯後大体同じような冷却速度になる如く、第3図に示す如く鑄造製作した。試料は下記の如き標準成分のものをを用いた。

2.50% C, 1.06% Si, 0.26% Mn,
0.088% S, 0.30% Cr

(B) 試験法 予備加熱温度を $525^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ とし、この温度に上記試料を、1, 3, 5, 7.5, 10, 13, 17, 23, 30 の各時間にそれぞれ予備加熱を行い、これ等を予備加熱せざるものと $980^{\circ}\text{C} \times 3 \text{ hr}$, $680^{\circ}\text{C} \times 2.5 \text{ hr}$ の迅速焼鈍サイクルに入れて焼鈍し、その黒鉛化状況を顕微鏡(黒鉛粒数)、ブリネル硬度でしらべて保持時間の影響を求めた。

(C) 試験結果 第3表、第4図(次頁参照)に示す。この結果は黒鉛粒数およびブリネル硬度で3時間迄はその影響は少いが、以後は保持時間に比例して対数曲線の形でその影響の度合が増加している。この黒鉛粒数の増加に伴い、第4図の顕微鏡写真でも明らかに黒鉛化は進行している。現場焼鈍炉に於ける、予備加熱時間の決定

第3表 予備加熱時間の影響

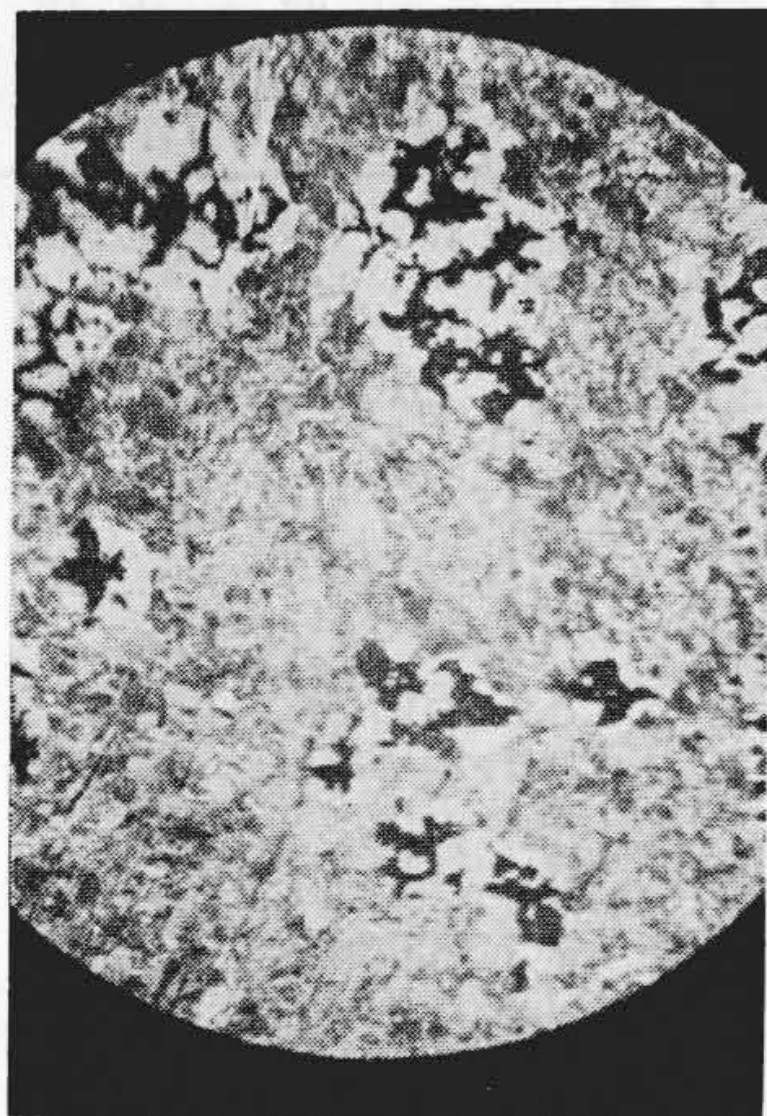
Table 3. Effect of Preheating Time

加熱時間 (時間)	黒鉛粒数 (1 mm^2 当り)				ブリネル 硬 度
	大	小	合計	平均	
0	6.0	3.8	9.6	8.1	217
	5.4	4.8	7.2		
	7.8	1.2	9.0		
	5.4	1.2	6.6		
1	12.0	1.8	13.8	16.8	212
	10.2	6.0	16.2		
	13.8	4.8	18.6		
	9.0	9.6	18.6		
3	9.6	7.8	17.4	19.2	212
	10.8	9.0	19.8		
	10.2	12.0	22.2		
	10.8	8.4	19.2		
5	10.8	16.2	27.0	25.5	201
	10.8	15.6	26.4		
	11.4	13.2	24.6		
	12.0	12.0	24.0		
7.5	13.8	16.2	30.0	31.2	192
	12.6	18.6	30.6		
	15.0	18.0	33.0		
	36.0	14.4	50.4		
10	43.2	43.2	86.4	68.4	174
	57.6	14.4	72.0		
	36.0	28.8	64.8		
	64.8	64.8	129.6		
13	57.6	64.8	122.4	108.0	167
	57.6	43.2	100.8		
	57.6	28.8	86.4		
	64.8	72.0	136.8		
17	72.0	86.4	158.4	141.8	159
	86.4	36.0	142.4		
	93.6	64.8	151.2		
	86.4	79.2	165.6		
23	86.4	72.0	158.4	174.6	143
	100.8	79.2	180.0		
	86.4	108.0	194.4		
	72.0	172.8	244.8		
30	86.4	179.6	216.0	226.8	131
	79.2	172.8	252.0		
	108.0	86.4	194.4		

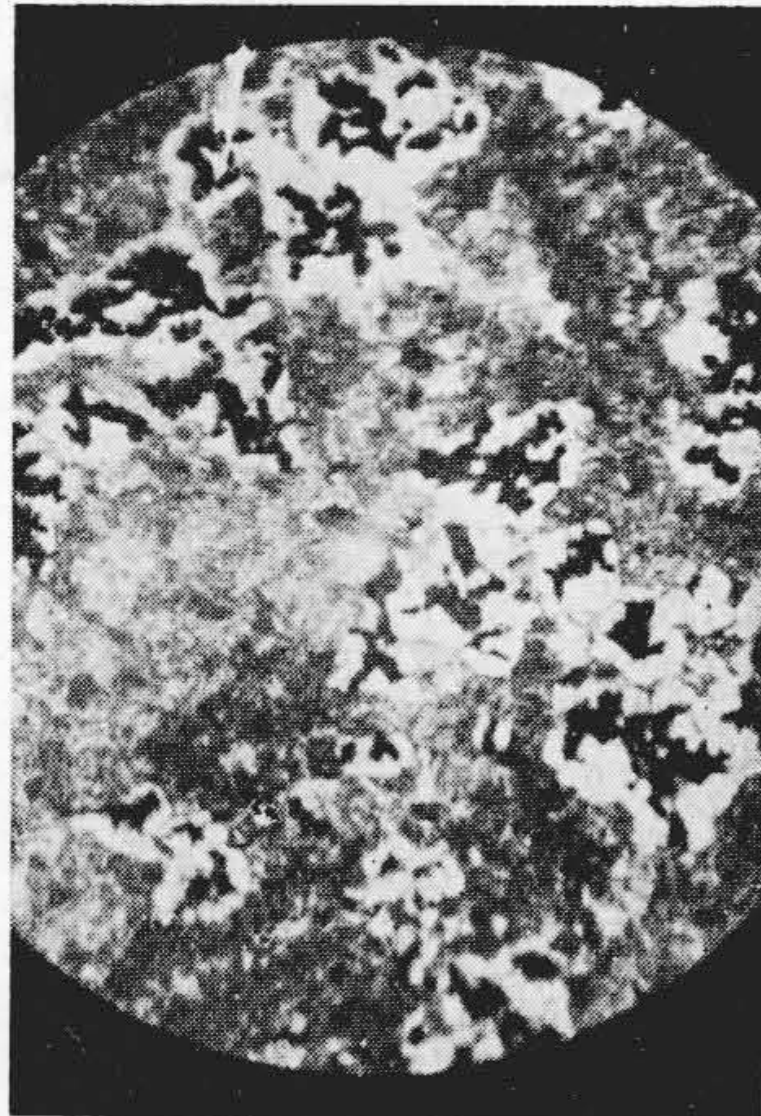
は、前述の如く、1 サイクル全体の所要時間との関連に於てきめられるべきである。この1サイクルの所要時間は、燃焼装置、および炉の容量から言つて、昇温時間、製品の均熱に要する時間、炉冷時間等黒鉛化に必要な時間以外の附加的な時間を含み、これは黒鉛化時間に比して1サイクル中可成りの大きな割合を占めているから、予備加熱処理による現場焼鈍サイクルの短縮にも自ら限度がある。これ等の点を考えに入れて、上記保持時間の実験より、焼鈍黒鉛数が比較的急激に増加している15時間をもつて、一応こゝに当工場焼鈍炉に於ける予備加熱時間の標準とした。

(4) 予備加熱の本焼鈍サイクルに於ける効果

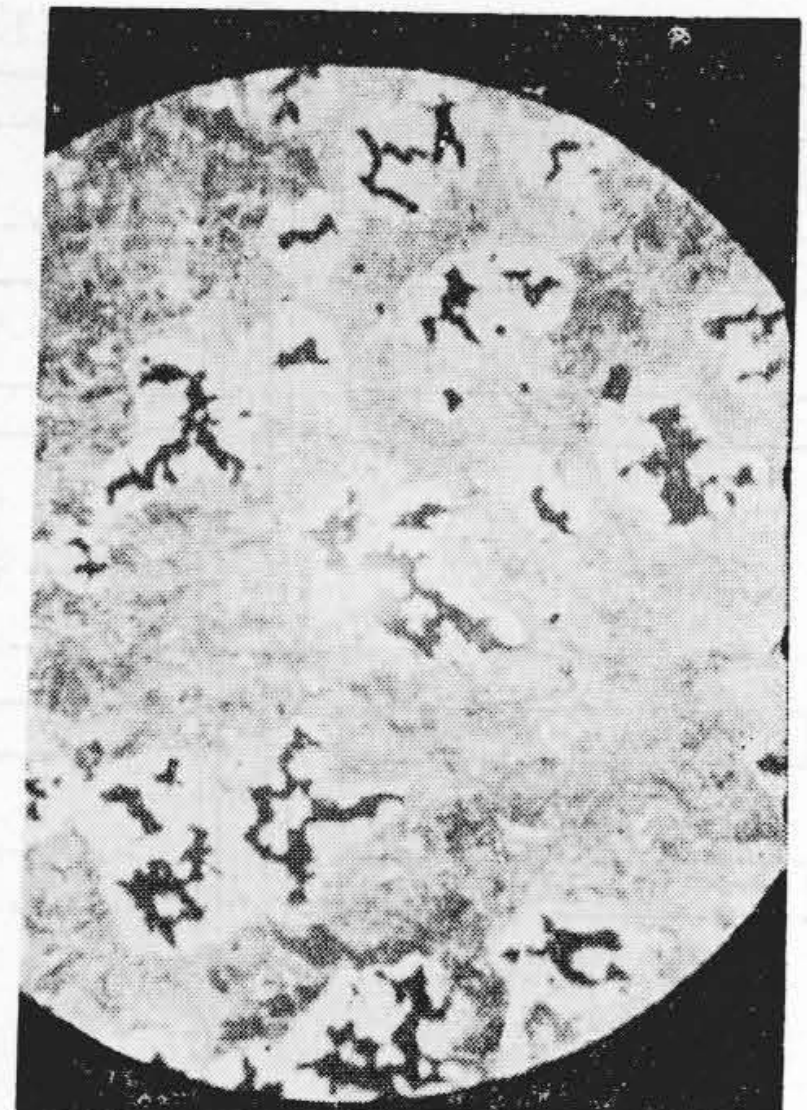
上記実験より焼鈍(現場焼鈍)サイクルに於ける予備加熱処理を $530^{\circ}\text{C} \times 15 \text{ hr}$ とし、この処理により短縮



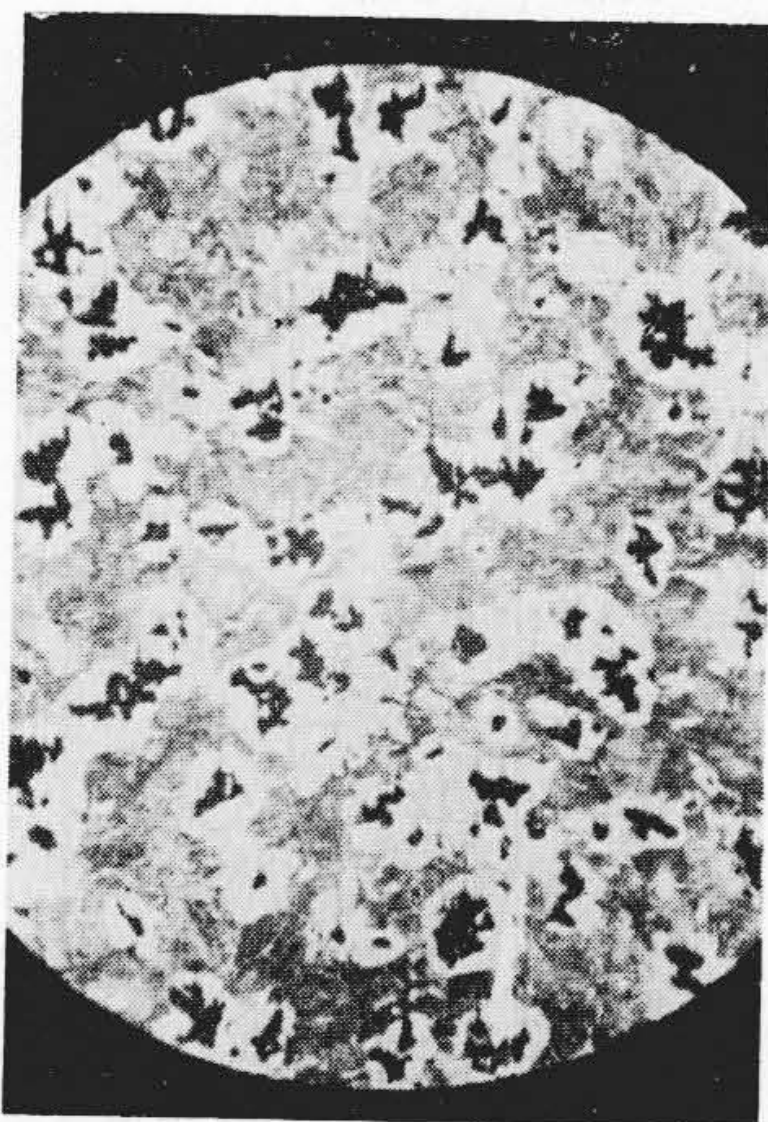
No. 1
予備加熱せず



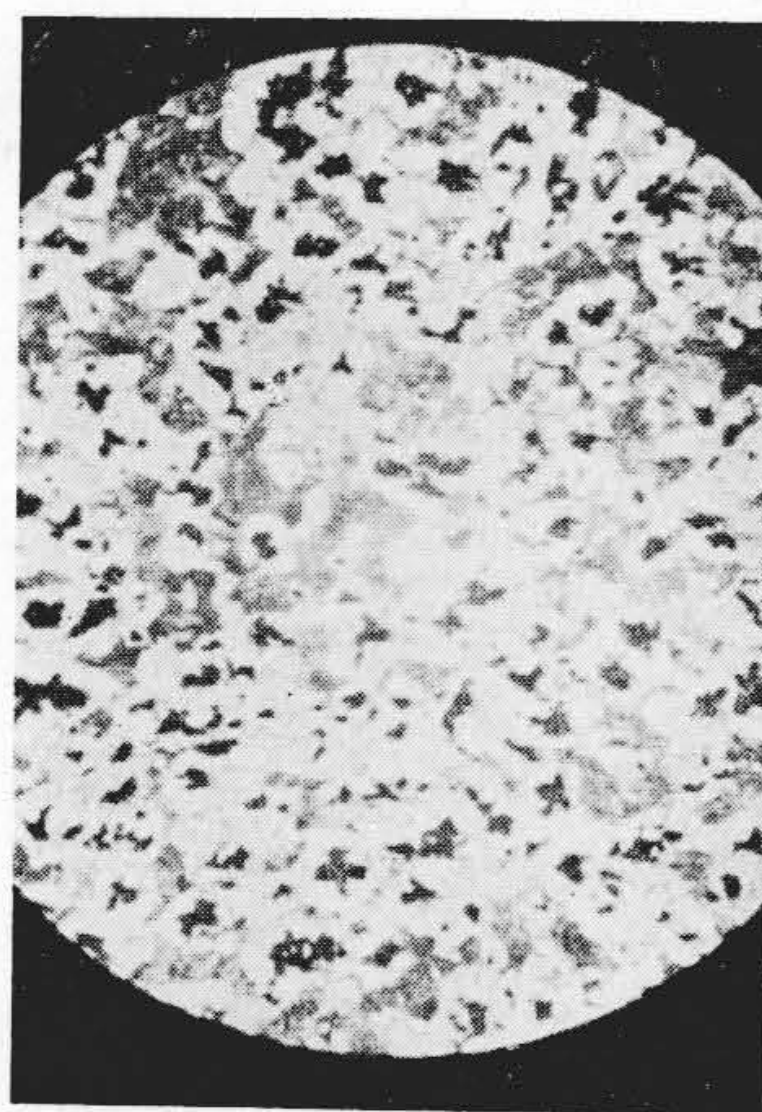
No. 2
予備加熱 3 時間



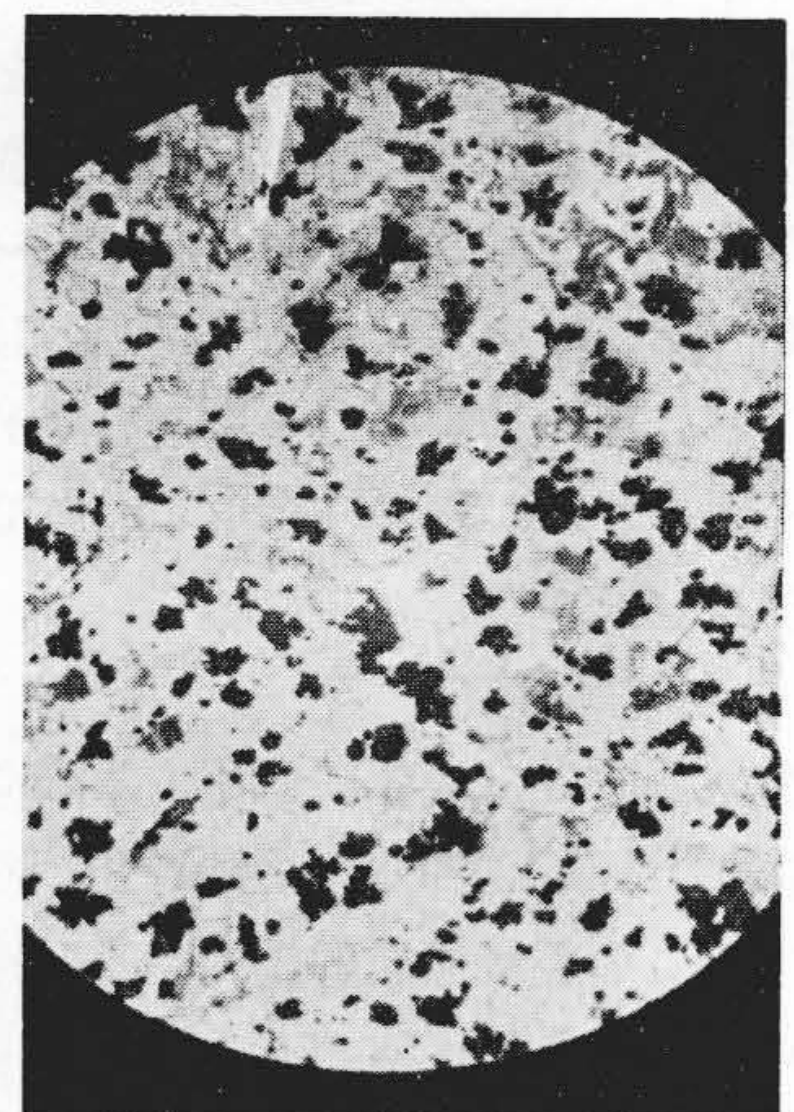
No. 3
予備加熱 7.5 時間



No. 4
予備加熱 13 時間



No. 5
予備加熱 23 時間



No. 6 (×115)
予備加熱 30 時間

第 4 図 予 備 加 熱 時 間 の 影 響 (×115)

Fig. 4. Effect of Preheating Time

第 4 表 試 料 の 化 学 成 分

Table 4. Chemical Compositions of Specimens

ヒート 番 号	C	Si	Mn	S	Cr	グ ル ー プ 別
3E~392	2.67	1.47	0.31	0.088	0.03	Si 1.20% 以 上
5E~1438	2.57	1.23	0.31	0.087	0.03	
5E~1431	2.50	1.08	0.32	0.088	0.05	Si 1.10~ 1.00%
5E~1582	2.57	1.00	0.33	0.074	0.03	
3E~461	2.61	0.95	0.32	0.083	0.03	Si 1.00% 以 下
5E~1586	2.56	0.92	0.29	0.068	0.03	
5E~1446	2.42	0.90	0.29	0.087	0.02	
5E~1593	2.74	0.90	0.24	0.070	0.03	
5E~1448	2.47	0.87	0.29	0.092	0.02	
5E~1594	2.52	0.87	0.22	0.071	0.02	

され得る第一段および第二段黒鉛化完了時間を、種々の成分の白鉄試験料について測定した。

(A) 第一段黒鉛化に於ける予備加熱の効果

(a) 試験片 白鉄試験片は 280×22×15 mm の角棒 4 本を同一枠で生砂型に箇铸造し、冷却速度の幾分異なる両端 70 mm を切捨て、中央部よりそれぞれ 35×22×15 mm の試片 16 箇を切り出し、これをもつて同一溶湯の試片とした。試験片の化学成分は Si% で 1.2% 以上、1.10~1.00%, 1.00% 以下の三組に分け、特に Si 1% 以下のものに重点をおいた。これを第 4 表に示す。

(b) 試験法 上記試料 10 ヒートをそれぞれ

①: 530°C×15 hr 予備加熱したもの

②: 予備加熱せざるもの

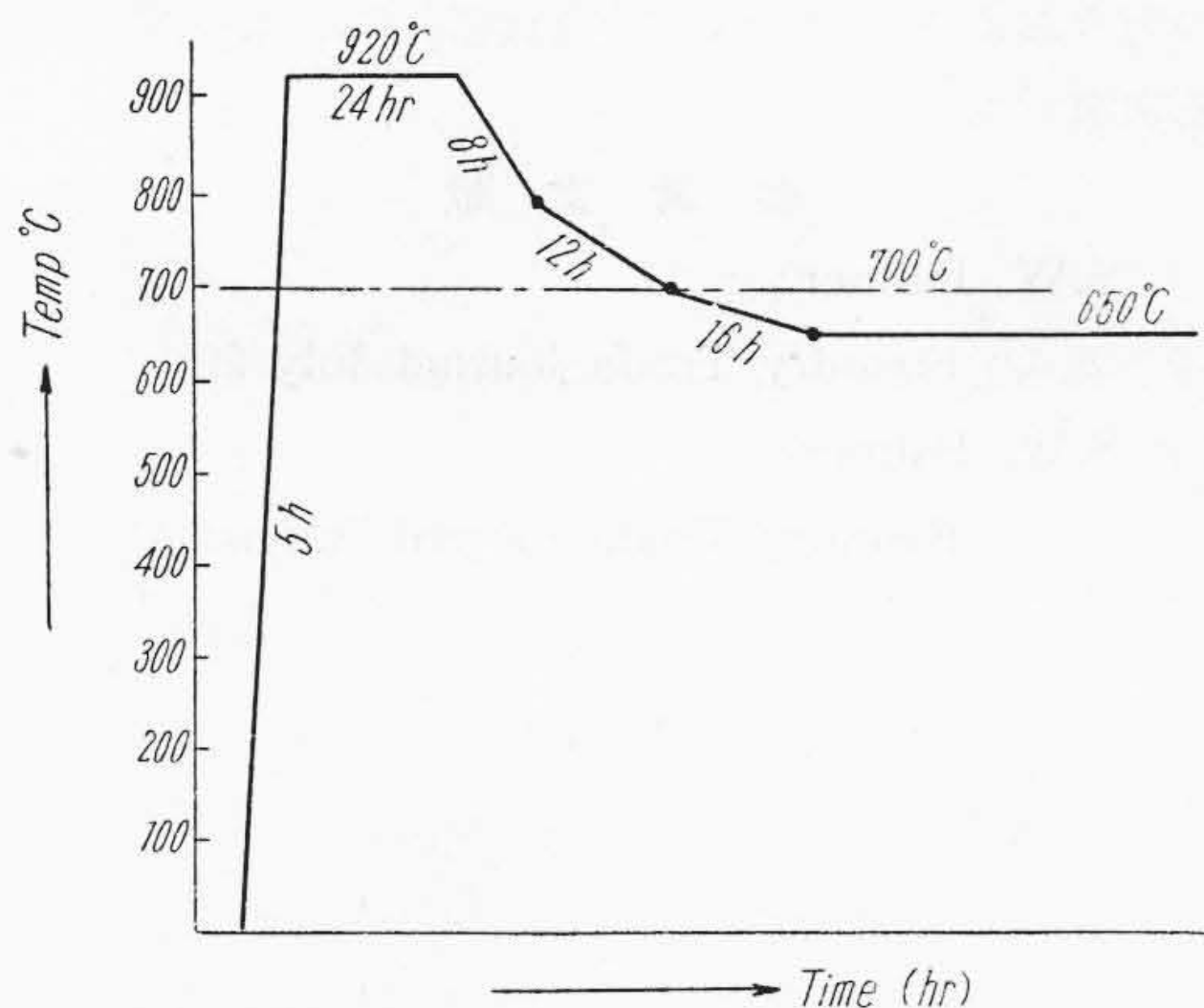
の二種に分ち、これ等を小型ポットに入れ生型砂で目塗りし、電気抵抗式の実験炉に装入、第一段焼鈍の温度を

ヒート番号		6h	8h	10h	12h	14h	16h	18h	24h	平均焼鈍 黒鉛数(1mm ²)	増加率
3E~392 (Si 1.47%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	27.2	1.2
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	21.9	
5E~1438 (Si 1.23%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	23.7	2.7
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	8.8	
5E~1431 (Si 1.08%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	20.2	3.3
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	6.1	
5E~1582 (Si 1.00%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	37.1	1.7
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	22.4	
3E~461 (Si 0.95%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	38.2	3.7
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	10.4	
5E~1586 (Si 0.92%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	29.6	5.6
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	5.3	
5E~1446 (Si 0.90%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	22.8	4.8
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	4.8	
5E~1593 (Si 0.90%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	41.3	2.7
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	15.5	
5E~1448 (Si 0.87%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	25.3	6.7
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	3.8	
5E~1594 (Si 0.87%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	37.5	6.6
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	5.7	

(A) 各炉番共 530°C × 15h 予備加熱したもの ● 第一段黒鉛化完了
 (B) 各炉番共予備加熱を行はなないもの ● セメント残留
 ● 残留量微量

第5図 第一段焼鈍温度における予備加熱の効果

Fig. 5. Effect of Preheating on the First Stage of Annealing



第6図 試料の焼鈍サイクル

Fig. 6. Annealing Cycle of Specimens

現場と同じ 920°C として、5 時間で昇温し、この温度に各々 6, 8, 10, 12, 14, 16, 19, 24 時間保持した後直ちに水中にこの温度より焼入して、焼鈍黒鉛の発生情況並びに初晶セメントの残留情況を検討して黒鉛化完了時間を測つた。

(c) 実験結果 第5図に示す。Si 1.20% 以上のヒートについては予備加熱の効果は余り認められず、共に 6 hr, 8 hr 以内で第一段黒鉛化が完了している。1.10~1.00% Si のものは予備加熱を行つたものゝ所要黒鉛化

ヒート番号		8h	16h	24h	32h	40h	48h	64h	80h	平均焼鈍 黒鉛数(1mm ²)	増加率
3E~392 (Si 1.47%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	44.7	1.5
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	30.7	
5E~1438 (Si 1.23%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	42.1	3.2
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	13.2	
5E~1431 (Si 1.08%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	25.4	4.0
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	6.4	
5E~1582 (Si 1.00%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	42.4	2.6
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	16.5	
3E~461 (Si 0.95%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	48.2	7.8
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	6.3	
5E~1586 (Si 0.92%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	41.9	7.9
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	5.3	
5E~1446 (Si 0.90%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	31.5	5.8
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	5.4	
5E~1593 (Si 0.90%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	47.5	7.8
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	6.1	
5E~1448 (Si 0.87%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	27.5	6.5
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	4.2	
5E~1594 (Si 0.87%)	(A)	●	●	●	●	●	●	●	●	38.2	4.7
	(B)	●	●	●	●	●	●	●	●	8.2	

(A) 各炉番共 530°C × 15h 予備加熱したもの ● 第二段黒鉛化完了
 (B) 各炉番共予備加熱を行はなないもの ● パーライト残留
 ● 残留量微量

第7図 第二段焼鈍温度における予備加熱の効果

Fig. 7. Effect of Preheating on the Second Stage of Annealing

完了時間は予備加熱を行わないものより何れも少く、その差は平均 7~8 時間で、予備加熱により 10 時間以内で第一段黒鉛化は完了している。1.00% 以下の低 Si のものは前述のものよりこの影響は著しく、その平均黒鉛粒数の増加率は平均 5 倍に達し、所要黒鉛化完了時間は何れも 12 時間以内で、この時間の短縮は 13~14 時間に達している。

(B) 第二段黒鉛化に於ける予備加熱の効果

(a) 試験試料 白鉄試料は第一段の場合と同じ

(b) 試験法 第一段の場合同様に予備加熱せるもの(A), せざるもの(B)の二種につき、実験炉に装入し 920°C で 24 時間第一段黒鉛化を完了せしめた後、第6図に示す現場焼鈍炉に於けると同様の炉中冷却を行い、700°C より 650°C に各 8, 16, 24, 32, 40, 48, 64, 80 時間保持して第二段黒鉛化を行い、そのパーライトの残留状況を検鏡した。

(c) 実験結果 第7図に示す如く、Si 1.2% 以上のものは予備加熱せざるものも 8~16 時間で第二段黒鉛化を完了し、Si 1.10~1.00% のものは、焼鈍黒鉛粒数の増加率は平均 3.3 倍、予備加熱による黒鉛化完了時間の差は平均 48 時間以上である。Si 1.00% 以下のものでは、黒鉛粒数の増加率は平均 6.7 倍、黒鉛化完了時間の差は平均 67 時間以上である。

第 5 表 予備加熱の機械的性質に及ぼす影響

Table 5. Effect of Preheating on Mechanical Properties

予備加熱 時 間	抗 張 力 kg/mm ²	伸 び %	平均抗張力 kg/mm ²	平均伸び %
0	34.9 35.8	9.2 14.0	35.4	11.6
1	34.6 34.2	8.8 11.4	34.4	10.2
3	37.8 35.2	14.4 11.6	36.5	13.0
5	36.1 37.4	13.2 14.2	36.8	13.9
7	36.9 34.6	13.0 9.0	35.8	11.0
10	35.8 36.2	11.0 11.0	36.0	11.0

(5) 予備加熱の機械的性質に及ぼす影響

予備加熱により焼鈍黒鉛粒数が予備加熱せざるものに比して増加し、粒の大きさが細くなるが、この黒鉛粒度の変化による機械的性質への影響をしらべた。

(A) 試験棒 実験に使用した試験棒は JES 第 4 号抗張力試験棒で、その化学成分は、2.80% C, 1.10% Si, 0.31% Mn, 0.105% S, 0.04% Cr である。

(B) 試験法 上記試験棒を同一熔湯で 12 本作り、2 本宛一組として各組を 520°C に 1, 3, 5, 7, 10 の各時間実験炉で予備加熱し、これ等を予備加熱せざるものと一緒に同一ポットに装入、現場のバッチ型 10 t 焼鈍炉で焼鈍した。尙この本焼鈍サイクルは、常温より 920°C 迄 26 時間で昇温 (600°C~920°C 迄約 15 時間) 920°C~930°C に 24 時間第一段焼鈍を行い、後 650°C 迄 72 時間で炉冷 (700°C~650°C の第二段保持時間約 45 時間) 650°C で出炉空冷した。

(C) 試験結果 第 5 表に示す。

顕微鏡組織に於ては予備加熱 5 時間以上で黒鉛粒は微細化している。しかるに機械的性質に於ては、抗張力伸び率に於て大した変化はなく、予備加熱による黒鉛微細化の影響は見られなかつた。

〔III〕 結 言

以上の結果を要約すると次の如くなる。

1. 予備加熱の効果は Si 含有量 1.00% 以下の黒鉛化の遅い白銑に於て特に著しい。
2. これ等当工場の白銑を対象とした現場焼鈍における予備加熱処理の基準の温度ならびに保持時間は、530°C, 15 時間がよい。
3. この処理により Si 含有量 0.9% 程度の白銑で、短縮し得る時間は、第一段黒鉛化 920°C では、約 13~14 時間、第二段 700°C~650°C で最低 60~70 時間である。
4. 予備加熱の黒鉛微細化による機械的性質への影響は見られなかつた。

以上本研究は予備加熱の効果を日立製作所深川工場の現場焼鈍に用いる為に必要な事項について行つたものである。尙本研究の遂行に当り、種々助言を賜つた工場幹部の方々および協力された技術員諸兄に、深く謝意を表する次第である。

参 考 文 献

- (1) S.W. Palmer:
Foundry Trade Journal July 28
- (2) S.W. Palmer:
Foundry Trade Journal August 4

高 速 度 鋼

日立製作所冶金研究所長 工 学 博 士 小 柴 定 雄 著

(誠 文 堂 新 光 社)

A 列 5 判 230 頁 美装クロス箱入 定 價 250 円 十 32 円

販 賣

日 立 評 論 社

東京都千代田区丸ノ内1丁目4番地
(新 丸 ビ ル 7 階)