

Table 2. Classification of non-metallic substances.

Non-metallic substances	In ingots (Non-metallic inclusion)	Acid-insoluble substances	Spinel ( $MgO \cdot Al_2O_3$ ) $CaF_2 \cdot 5Al_2O_3$ $\alpha$ -Alumina Quartz	In bearing steel ingots
			Calcium silicates Cristobalite Fe-Si	In middle-carbon steel ingots
		Acid-soluble substances	$2CaO \cdot SiO_2$ FeO MnO Carbides Sulfides Nitrides	
	On the surface of ingots	Sand mark	Sea sand	
		Scam patches	Scam & fragments of refractories	
		$\alpha$ -Alumina aggregate	$\alpha$ - $Al_2O_3$	

に少い。α-アルミナは以上の諸物質と異り、D<sub>3</sub>に最も多く、D<sub>2</sub>、D<sub>1</sub>と鋼塊上部に行くにしたがつて少くなつており、またA、B、CよりもDにはるかに多い。この原因はα-アルミナの粒子が非常に細かいため、長時間液状を保つた部分により多く集つたと考えられる。前報告に述べたようにα-アルミナは耐火物破片から生じたものではなく、アルミニウム原子が酸化されて生じたものと考えれば、この結果はよく理解できる。したがつて前報告を再確認したことになる。

VI. アルミニウムを全く用いないで

脱酸を行なつた場合

炉前 Si-Mn 150 kg, 取鍋に Si-Mn 160 kg, Fe-Si



Photo. 1

20 kg, Ca-Si 85 kg を用いて脱酸を行なつた所, Photo. 1 に示すように全く表面にα-アルミナ疵のない鋼塊が得られた。この鋼塊をⅢと同様にけずり、得た試料 a, b, c, d<sub>1</sub>, d<sub>2</sub>, d<sub>3</sub> 中の非金属物質についても報告する。また、平炉から直接採取した試料Hについても詳しく述べる予定である。

(89) 反射電子回折法の砂きずを構成する非金属介在物認定への応用

神戸製鋼所, 神戸研究部

理○成田 貴一・理 森 憲二

Identification of Non-metallic Inclusions Consisting of the Sand Mark by Means of Electron Diffraction.

Kiichi Narita, Kenji Mori.

I. 結 言

鋼の欠陥の1つである砂きずの生成を防止することは製鋼上重要な問題である。砂きずを構成している物質を明らかにし、その結果から砂きずの生因を知ることがで

できれば、この問題の解決への糸ぐちを見出すことができるであろう。

砂きずを構成する介在物を認定するためには、局所的な認定法が必要であり、それには微量化学分析用の特殊な試料採取法の研究、偏光顕微鏡を使用する鉱物学的判定法の利用あるいはエレクトロン・プロウブ・マイクロアナライザーなどの利用が望まれる。

介在物の化学的組成だけでなく、その結晶構造を知ることができれば、介在物のうけた熱的履歴なども知ることができ、砂きずの生因にさらに多くの示唆を与えられるものと考えられる。このような観点から、局所的なX線回折法あるいは電子回折法が要望される。

X線の場合においては、電子線に較べてせまい視野を照射することは困難であり、またマトリックスの影響を受けやすい。この点、すでに Heidenreich, Sturkey, Wood<sup>1)</sup>, Tsou, Nutting, Menter<sup>2)</sup>ならびに徳光<sup>3)</sup>らが明らかにしているように、鋼中に存在する微細な第2相の研究には、反射電子回折法が有利であると考えられる。

著者らは反射電子回折法を砂きずを構成する介在物の認定に用い、その応用の可能性を見出したので、その結果をかたんに報告する。

## II. 実験および結果

実験に用いた鋼材は塩基性電気炉で熔製されたものであり、その一般化学成分は Table 1 のとおりである。鎮静ならびにオーステナイト結晶粒度調整の目的で Al を鋼 1 t あたり A に対しては 227 g, B に対しては 265 g を取鍋中で添加した。

圧延された鋼材を JIS 法にしたがつて段けずりしたのち、肉眼および磁気探傷法により、表面にあらわれた欠陥を検出した。このようにして見出された欠陥部を光学顕微鏡で観察して介在物の存在を確かめたのち、電子回折用試料とした。光学顕微鏡による観察結果によれば、この欠陥は結晶状と無定形状介在物とから構成されているいわゆる混合型砂きずであると考えられる。その一例を Photo. 1 に示す。

砂きず部を 4 mm 角に切断し、5% 硝酸・アルコールを用いて腐食し、介在物をマトリックスから突起させ、電子回折が可能な状態に仕上げた。腐食後、清浄なアル

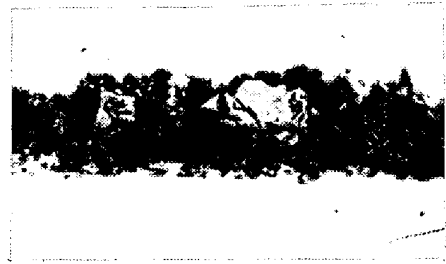
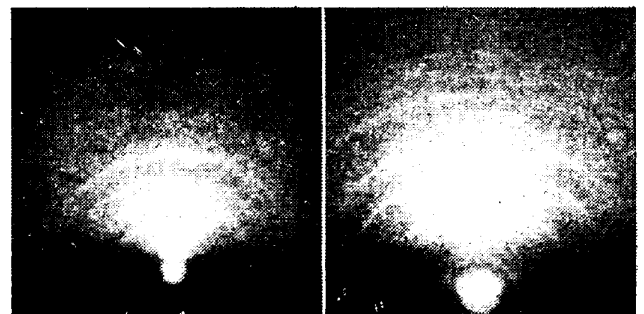


Photo. 1. Mixed type sand mark.  
×400 (2/3)

コールで数回よく洗浄することによつて腐食生成物などによる試料の汚染を防ぐことができる。このようにして調製した試料を入射電子線に対して約 2° の角度に保ち、電子回折を行なつた。砂きず部を電子線が正確に照射しているかどうかは装置ののぞき室から観察して確かめることができる。

以上のようにして得られた回折像を Photo. 2 に示す。前者は鋼材 A, 後者は鋼材 B の砂きず部から得られた像である。回折像より求めた格子面間隔を Table 2 に示す。



(Sample A) (Sample B)  
Photo. 2. Electron diffraction pattern of the sand mark.

回折強度の測定があまり正確でなく、強度に若干の相違が認められるが、A はコランダム ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), B はヘルシナイト ( $\text{FeO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ ) あるいはそれに近い格子常数をもつたスピネルと考えられ、ともにマトリックスと考えられる  $\alpha\text{-Fe}$  回折線があらわれている。その他若干の不明回折線が存在する。

## III. 結 言

上記結果から混合型砂きず中には酸化アルミニウム系の介在物が存在することが認められた。上記実験と同時

Table 1. Chemical compositions of steels tested (%).

Sample	C	Mn	Si	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
A	0.17	0.73	0.27	0.014	0.013	0.18	0.17	1.00	0.25
B	0.17	0.68	0.25	0.015	0.008	0.17	0.11	1.04	0.23

Table 2. Electron diffraction data.

A		B		$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3^*$		$\text{FeO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3^{**}$		$\alpha\text{-Fe}^*$	
Spacing (Å)	Intensity	Spacing (Å)	Intensity	Spacing (Å)	Intensity	Spacing (Å)	Intensity	Spacing (Å)	Intensity
3.24	M			3.47	50	4.70	20		
2.57	S. Br			2.55	75	2.87	60		
2.43		2.40	VW	2.37	30	2.45	100		
		2.28	M						
2.06	W			2.08	100				
1.99	M	1.99	VS			2.02	80	2.01	100
1.74	VW	1.78	VW	1.74	50				
1.68	VW								
1.61	VW					1.64	16		
1.58	S	1.56	VW	1.59	100	1.56	40		
				1.54	5				
				1.50 <sub>2</sub>	5				
1.43	M	1.43	S	1.40 <sub>0</sub>	40	1.43	80	1.428	15
1.39	M			1.37 <sub>3</sub>	50				
1.23	W	1.23	M	1.23 <sub>3</sub>	20	1.23	12		
		1.17	M			1.17	8	1.166	38

\* 久保輝一郎, 加藤誠軌, X線回折による化学分析, 昭和 30 年, 日刊工業新聞社

\*\* ASTM, X-ray powder data file.

に行なつた腐食試験の結果によればフッ酸におかされない結晶が存在し, 酸化アルミニウムあるいはスピネルと判定されたが, これは反射電子回折の結果と矛盾していない。

その他試料調製法, 回折像の解釈などに若干の問題が残されているが, 一応反射電子回折法によつて砂きずを構成する介在物の認定が可能であると考えられる。

文 献

- 1) R. D. Heidenreich, L. Sturkey, H. L. Woods: J. Applied Phys., 17 (1946) 127
- 2) A. L. Tsou, J. Nutting, J. W. Menter: J. Iron Steel Inst., 172 (1951) 163
- 3) 徳光 直: 理研彙報, 21 (1942) 89

(90) クリンガーコッホ法による試作鋼塊の非金属介在物組成について

(鋼中非金属介在物の研究—I)

住友金属工業, 和歌山製造所

工博 下川義雄・理 藤井毅彦・○山本鷹義

On the Composition of Non-Metallic Inclusions in Trial Ingots by Klinger-Koch Method.

(Study of non-metallic inclusions in steels—I)

Yoshio Shimokawa, Takehiko Fujii,

Takayoshi Yamamoto

I. 緒 言

従来鋼中非金属介在物の研究には酸溶解法による分析か, 顕微鏡による検定法が用いられている。しかし酸溶

解法では FeO, MnO などは捕捉することができないし, また顕微鏡による方法は平面的に検査するのみで充分とはいえない。

最近 P. Klinger & W. Koch 両氏により発表された方法は FeO, MnO も抽出可能であり, 非金属介在物を研究するには適当な方法と思われる。

たゞこれによる分析は塩素化の過程においてやはり FeO, MnO がある程度蒸発するので正確な値が得られない。従つてわれわれは Klinger-Koch 法により抽出した非金属介在物を金相学的に研究する方法を採用した。

先ず基礎的な資料を得るために熔解電解鉄に Si, Mn, Al などの脱酸剤を投入して生成する非金属介在物を調べた。

II. 供試材および試験方法

1. 供試材

高周波炉で電解鉄を溶解しそれに C, Si, Mn, Al などの脱酸剤を適量加え, 生成する非金属介在物の形態をかえた。溶鋼を 25 kg あるいは 50 kg の鋼塊に鑄込み冷却後その鋼塊を中央より横断し, 一方は鑄込みのまま他方は 30mmφ に鍛造した後 Klinger-Koch 法により非金属介在物の抽出を行なつた。

試験に使用した鋼塊の組成は Table 1 に示す通りである。

2. 試験方法

Klinger-Koch 法の電解および塩素化処理は次の条件にて行つた。