

Previous heat-treatment  
1200°C, W. Q.  
700°C, 6 h

1200°C, W. Q.  
900°C, 6h

1200°C, W. Q.  
1100°C, 6h

Photo. 3. Austenite grain size (925°C, 6hs) of the medium-carbon steel (acid-soluble Al 0.030% and N 0.009%) heated for 6 h at 700, 900 and 1100°C after solution-treatment (1200°C, 0.5 hs, W. Q.).

d) 前熱処理による粒度の変化は、AIN の析出形態の変化と関係があり、AIN を微細に析出させるほど粗大化温度は高くなる。

#### VI. 結 云

オーステナイト粒度におよぼす Al の量、鋼塊の大きさ、高温加工、あるいは熱処理の影響などいずれも、AIN の析出形態によつて説明できることを明らかにした。

従来の研究の結果には、一見相反すると思われる結果もみられたが、それらも統一して整理することができるようである。

Ti, Zr および V の添加も、粒の微細化に有効であり、しかも、粗大化温度はそれらの含有量の増加とともに上昇し、また、熱履歴の影響も少なく、Al の場合と異なっている。これは、第5報<sup>5)</sup>でのべたように、微細化に有効なこれらの諸元素の析出物が、AIN よりは安定であることによるものと思われる。

#### 文 献

- 1) K. BORN and W. KOCH: Stahl u. Eisen, 72 (1952), 1268-1277
- 2) A. B. CHATTERJEA and B. R. NIJHAWAN: Metal Treatment & Drop Forging, 24 (1957), 137, 54-60
- 3) 長谷部: 鉄と鋼, 46 (1960) 3, 332-335
- 4) 益子: 鉄と鋼, 43 (1957) 12, 1307-1312
- 5) 長谷部: 鉄と鋼, 47 (1961) 3, 512-515

### (127) X線マイクロアナライザによる 非金属介在物の同定

(鋼中の非金属介在物の研究—IV)

金属材料技術研究所 内山 郁

#### Identification of Nonmetallic Inclusions by X-Ray Microanalyzer.

(Study on nonmetallic inclusions in steels—IV)

Iku UCHIYAMA

#### I. 緒 言

鋼中の非金属介在物の組成あるいは結晶構造を知ることとは、鋼の品質向上という観点から非常に重要なことである。しかし、未だにその実体は確実につかめていない。これは、その調査方法が一長一短であること及び非金属介在物の組成の複雑性によるものと考えられる。筆者は、前報までに、電子顕微鏡的な方法及び超音波ジャックハンマーで非金属介在物を取り出しそれを同定する方法などを報告した。本実験では、X線マイクロアナライザを用いて、種々の非金属介在物を調べたので、その実験方法及び結果について以下に報告する。

#### II. X線マイクロアナライザ装置について

本実験で使用した装置はフランスのカメラ社製のものでその概要を以下に述べる。先づ CSF 型電子顕微鏡の電子銃を利用して電子線を発生させ、1段電磁コンデンサーレンズで最小  $1\mu$  のスポットに集束し、電磁対物レンズに組込んだ光学顕微鏡レンズ系で観察しながら試料中の非金属介在物のところに投射させる。投射された箇所からは、そこに含まれる組成元素の特性X線が発生す

るので、これを分光結晶で分離し、計数管によりその元素の検出及びその量の測定を行うものである。本装置の主な仕様は下記の通りである。

- (1) 電子線加速電圧…… 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 KV の段階。
- (2) 電子スポットの大きさ……最小  $1\ \mu\phi$
- (3) 分析可能な元素及び使用計数管
  - 原子番号 11(Na)~16(S)……ガスフロー 比例計数管(分光結晶: Mica)
  - 原子番号 17(Cl)~92(U)……ガイガー計数管(分光結晶: Quartz)
- (4) 光学顕微鏡倍率……約 350 倍

III. 観察試料及びその調整

各種の非金属介在物を調べるために、硫黄快削鋼、軸受鋼、ステンレス鋼などの実用鋼及びフェロクロム合金、海綿鉄などの非金属介在物を観察、更に 2, 3 の地キズについても調べた。試料は  $8\text{mm}\phi$  若しくは約  $6\text{mm}$  角で高さ  $3\sim 6\text{mm}$  のものを使用、表面は光学顕微鏡観察の場合と同様にバフ仕上げを行なった、アルミナまたは酸化クロムを研磨剤として用いる時には、その後、超音波洗滌を実施した。ダイヤモンドペーストの使用が好ましい。

IV. 観察結果及び考察

以下に観察結果の若干を述べる。

(1) Photo. 1. (a) は、硫黄快削鋼 ( $0.15\% \text{C}$ ,  $1.15\% \text{Mn}$ ,  $0.344\% \text{S}$ ) 中の硫化物で、その中の 1 個について Fe, Mn 及び S の分布状態を調べたのが Fig. 1 である。電子線の加速電圧は  $15\text{KV}$  で、この硫化物の中は  $10\mu$  であった。この結果からは、硫化物の境界附近の各成分の濃度分布を明確に知ることは出来ないが、Mn の他に Fe を少量固溶していることが分かる。更に定量的結果、 $2\sim 3\%$  の Fe を固溶し、 $(\text{Fe}+\text{Mn})=64\sim 68\%$  の  $(\text{Fe}\cdot\text{Mn})\text{S}$  と考えることが出来る。しかし、硫化物系介在物は、細長く伸ばされているものが多いために、マトリックスの影響が混つてきて測定値がかなりバラツクことが分つた。これは又、電子線を照射すると Mn 及び S が蒸発しやすいことによるものと考えられる。この防止法については現在研究中である。

(2) Photo. 1(b) は Mn 脱酸を行つた海綿鉄中に存在した茶褐色の球状介在物で、大きさは  $30\mu$  である。その中心部を通る線上に沿って、波長分析の結果存在すると判明した組成成分 Fe, Mn, Si の各々についての濃度分布をとつたものが Fig. 2 である。定量的結果、Fe  $15.5\%$ , Si  $4.5\%$ , Mn  $24.5\%$  (何れも誤差  $\pm 0.5\%$ )

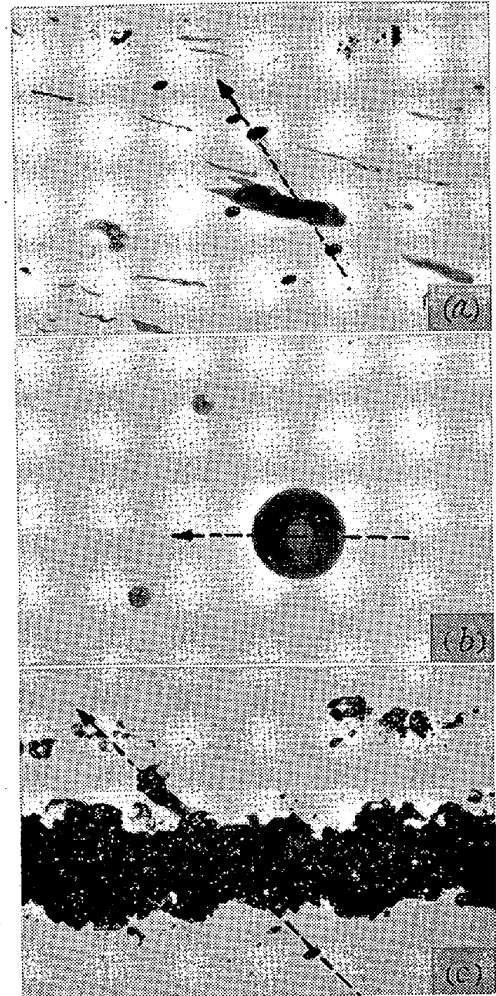


Photo. 1.  $\times 500$  (1/2)

- (a) Sulfide in sulfur-retained free-cutting steel.
- (b) Spheroidal inclusions in sponge iron.
- (c) Sand mark in steel.

The arrow indicates the scanning direction.

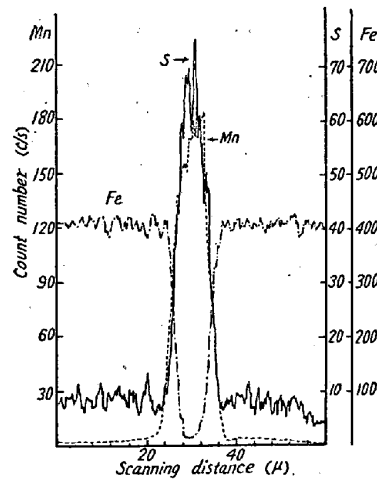


Fig. 1. Concentration distribution in sulfide. Sulfur-retained free-cutting steel.

合計  $44.5\%$  であつた。この化学式については現在検討中である。

(3) Photo. 1C は、Al, Fe-Si 及び Mn-Si で順次脱酸した鋼 ( $0.48\% \text{Si}$ ,  $0.24\% \text{Mn}$ ,  $0.77\% \text{C}$ ) 中にあらわれた地キズで、この組成成分の濃度分布は Fig. 3 のようになる。電子線をあてると、桃色に輝く所と黄色に輝く所があり、その成

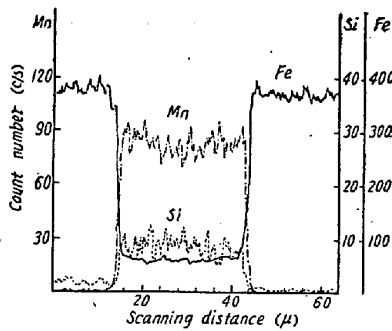


Fig. 2. Concentration distribution in spheroidal inclusions. Sponge iron.

分は各々下記の如くであつた。即ち  
 桃色部: Fe 13.4%, Mn 9.7%, Si 0.8%, Al 6% その他微量  
 黄色部: Fe 6.4%, Mn 29.1%, Si 3.3%, Al 41% その他微量  
 これをそれぞれ合

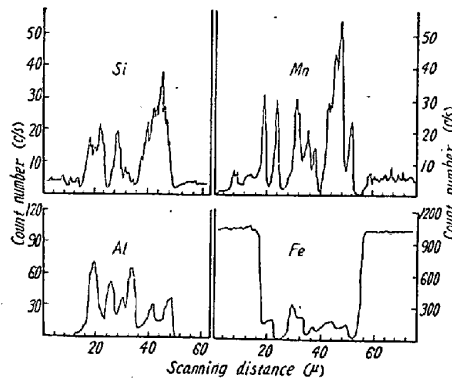


Fig. 3. Concentration distribution on sand marks in steel.

計すると 29.9% 及び 42.9% となる。残りは大部分  $O_2$  と考えても、その化学式は複雑となる。これは、地キズの場合には、種々の型の物質が複化合物として存在するばかりでなく、単なる化合物が混入しているからと考えられ、さらに地キズの表面は起伏があるために、その影響を受けるためと推定される。従つて定性的には適するが、定量となると注意を要する。

#### (4) Mn で脱酸した場合の非金属介在物

3 kg の高周波誘導電気炉で純鉄を溶かし、これに  $Fe_2O_3$  の粉末を添加した後、電解マンガンを加え、鑄造後 10mm 角棒に鍛造した試料を用いた。鍛造の際に割れを生じたので、その近辺にある介在物を調べた。即ち灰色をしたものと濃灰色をしたものがあり、共に若干延びた型をしていた。測定の結果、前者は Mn 約 0.9% を含む  $FeO$  に相当し、後者は約 2% の Mn を含むものであることが分かつた。即ち、さらに褐色がかかるに従い、Mn の量が増加してゆくことが判明した。

(5) その他、ステンレス鋼などの介在物については紙面の都合で、発表当日に示す。

以上をまとめると次のことが言える。

(a) 試料の研磨は普通の場合と同様で差支えない

が、凹凸の多いものは不適當で、特に地キズなどの場合には注意を要する。

(b) 非金属介在物の定性は容易であるが、定量については今後更に検討を要する(本実験では測定値の補正は Castaing の方式及び Wittry の方式の両者を採用した)。

(c) 硫化物の場合には、Fe, Mn 及び S の値にかなりの変動がある。これは Mn 及び S が蒸発し易いことに主要原因があり、更に、介在物自体のマトリクス中への入り込んでいる深さが浅いためにマトリクスの影響を受け易いためと考える。

(d) 電子線のスポットは  $1\mu\phi$  まで絞り得るが調べる対称物の大きさに応じてその大きさを変える方が妥当であろう。

(e) 本装置では、元素分析であること及び O, N, H などの元素は検出出来ないことから、非金属介在物の化学式は構造式は計算によつて推定せねばならない。従つて、組成成分の数の多いもの場合には、決定がむづかしくなることがある。

## (128) 鋼板の超音波探傷図形におよぼす非金属介在物の影響

八幡製鉄所技術研究所

青木 宏一・権藤 永

○日吉 末広・佐々木幸人

Effect of Nonmetallic Inclusions on the Ultrasonic Test Figure of Steel Plates.

Koichi AOKI, Hisashi GONDOH

Suehiro HIYOSHI and Yukito SASAKI

### I. 緒 言

近時超音波探傷法が急速に普及し、従来、鋼材内部欠陥の検出のみに用いられていたのが、定量的に欠陥を判定する段階にいたり、厚鋼板の探傷においては、すでに詳細な研究が行われ、探傷器の特性、探傷条件、探傷図形の分類等については統一した結論に達している。しかし実際の運用にあつては超音波図形の解釈や欠陥の有害性に関してしばしば意見が一致せず、特に商取引に利用される場合、その解決に困難を極めることが多い。

これは超音波探傷法そのものが、欠陥の有害性について一義的なインフォメーションを与えないことに起因するもので、さらに細かくいうと、探傷図形による欠陥の種類判別が不可能なこと、その欠陥の機械的性質に対