

## (152) 超音波ジャックハンマーによる 鋼中の非金属介在物の抽出

(鋼中の非金属介在物の研究—Ⅲ)

金属材料技術研究所

○内山 郁・野村 稔・工博 上野 学

Extraction of Non Metallic Inclusions  
in Steels by an Ultrasonic Jack Hammer.

(Study on non metallic inclusions in steels.  
—Ⅲ)

Iku UCHIYAMA, Minoru NOMURA  
and Manabu UENO.

### I. 緒 言

鋼中の非金属介在物の組成あるいは構造を調べる試みは、光学顕微鏡、電子顕微鏡、X線回折装置などを用いて数多くなされ、報告されてきている。しかし、いずれも一長一短で、とくに非金属介在物を試料から取り出す点において多分に問題が残されている。本報告では、超音波を針に伝えて、顕微鏡で観察しながら目的物だけを取り出す方法すなわちジャックハンマー装置を用いて非金属介在物を機械的に抽出し、その個々の介在物の同定を試みたので、その方法と結果について述べる。

### II. ジャックハンマー装置

Brinkmann Instruments Inc. (U.S.A.) 製のもので、概観を Photo. 1 に示す。装置はつぎの5つの主要部からなっている。

- (1) 超音波同調発振部 (チタン酸バリウム使用)
- (2) 金属製ホーン (直線的超音波振動を伝える)
- (3) 針 (材質: 炭素工具鋼, 約 1.1mm φの線)
- (4) 直立型光学金属顕微鏡 (オリンパス製, MF型)
- (5) マニピュレーター2台 (ホーンの支持用と抽出物回収用)

超音波の周波数は 47kc/s で、抽出のさいの観察倍率は約 240 倍である。

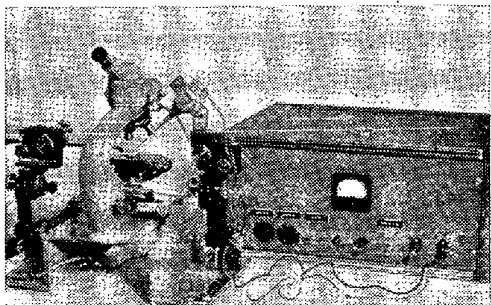


Photo. 1. Ultrasonic Jack hammer apparatus.

### III. 実験試料

各種軸受鋼および構造用鋼中の非金属介在物および地キズ

### IV. 実験方法

#### (1) 試料の準備および抽出

試料は、エメリー紙およびバフで光学顕微鏡観察の場合と同様に研磨仕上げる。介在物の所在、形状、大きさ着色状態などをあらかじめ対物レンズ ×48 と接眼レンズ ×20 を用いて観察した。つぎに抽出すべき介在物に焦点を合せ、マニピュレーターを操作して針の先端をそこに位置させる。針のさきは、油砥石で研磨し、できるだけ尖鋭にした。抽出のさいには、対物レンズ ×12 を用いるので (作動距離の関係による) 観察は約 240 倍となる。つぎに、超音波の発振部を操作して、針に正確な縦方向直線振動を与え抽出を行なう。抽出時間は、介在物の大きさ、種類などにより異なるが、約 10s~1mn である。

#### (2) 抽出物の回収

抽出物をX線回折に供するさいには、ガラス繊維にグリ素をつけ、顕微鏡で見ながら、マニピュレーターを操作して、それに付着せしめる。電子線回折その他に供するさいには電子顕微鏡用レプリカ膜作成法に準じてつぎのごとく行なつた。

##### イ. 抽出した個所に目印をつける。

ロ. 目印の個所にアセチルセルローズ膜を貼りつけ、乾燥後、はがし取ると抽出物は膜の上に移される。

ハ. この膜の抽出物のある側にカーボンを真空蒸着する。

ニ. 電子顕微鏡用メッシュの穴の所に、抽出物を確実に位置させるために、エポセメントを利用した。すなわちエポセメントで膜をメッシュに密着させ、そのままアセチルセルローズ膜をとかし去り、抽出物の存在するカーボン膜のみをメッシュに残し、これを観察に供した。

#### (3) 抽出物の観察と解析

電子顕微鏡で抽出物を透過観察し、透過電子線回折 (加速電圧: 50kV, 100kV) を行なつた。X線回折も行なつた。

### V. 観察および解析結果

抽出結果の例をつぎに示す。Photo. 2 は、フーバー製の高炭素低クロム軸受鋼中に存在した硫化物系介在物で、光学顕微鏡的には、明る味を帯びた灰色をしている。ジャックハンマーで抽出を行なつたのちの状況は (b) のように、ある程度粉末状になつて試料上に分散し

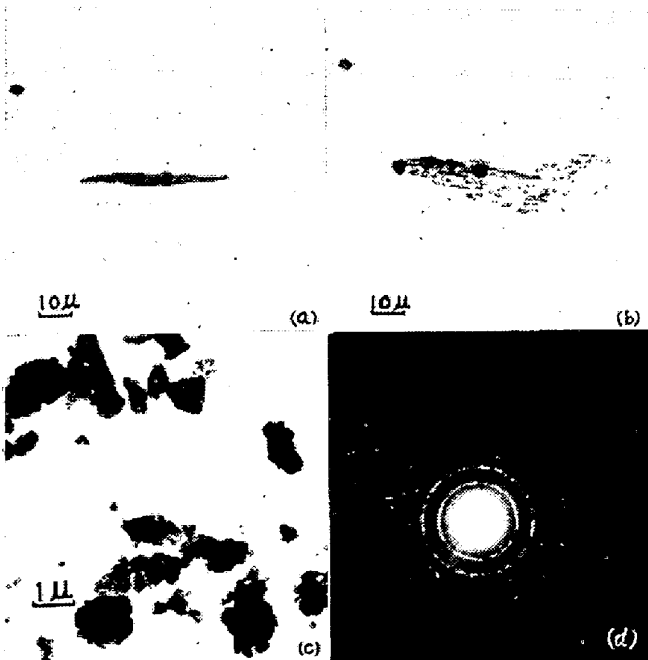
ている。これをカーボン膜上に移し取つて観察し[(C)]電子線回折を行なつた所、 $\alpha$ -MnS という結果が得られた。この場合、加速電圧 50 kV でもある程度回折線が認められたが、その解析は困難であつた。100kVにおけるその解析結果を Table 1 に示す。

Table 1. Results of analysis.

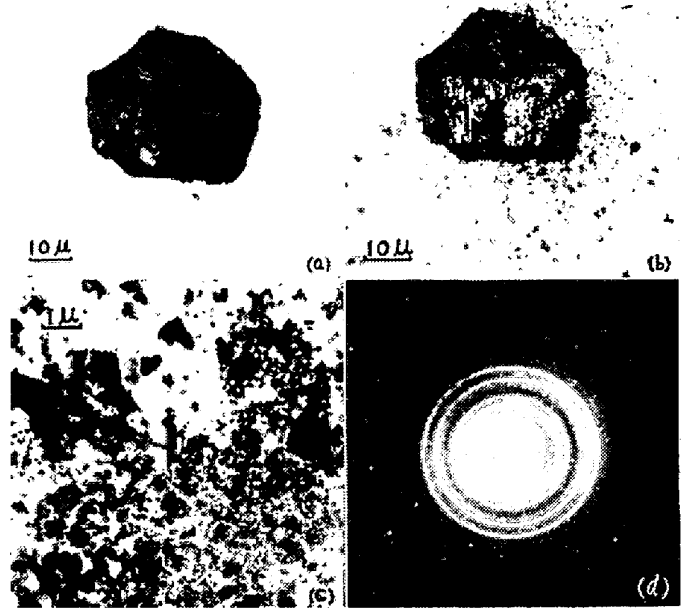
Observed values.		$\alpha$ -MnS (From A.S.T.M. Data)	
$d$ (Å)	Int.	$d$ (Å)	Int. (I/I <sub>0</sub> )
3.02	M	3.015	13
2.62	S	2.612	100
1.85	MS	1.847	48
1.57	W	1.575	6
1.51	M	1.509	19
1.32	W	1.306	8
1.17	M	1.168	19
1.07	M	1.066	15

このような硫化物系の介在物は、軟く、針のさきを接触させて、発振させなくとも、マニピュレーターで針を移動させるだけでも削り取ることも可能であつた。Photo. 2(a)の介在物には、伸びた介在物の中に褐色味を帯びた紫色の酸化物と思われる在介物が見られるが、この場合にはそれを除外して抽出したので確認はしていない。

Photo. 3 は、ドイツの FAG 製の高炭素低クロム軸受鋼中の酸化物系と思われる介在物を抽出した例で、光



(a) Optical micrograph.  
 (b) After extraction. Optical micrograph.  
 (c) Electron micrograph.  
 (d) Electron diffraction pattern.(100kV).  
 Photo. 2. Sulfide in bearing steel.



(a) Optical micrograph.  
 (b) After extraction. Optical micrograph.  
 (c) Electron micrograph  
 (d) Electron diffraction pattern.(100kV).  
 Photo. 3. MnO·TiO<sub>2</sub> in bearing steel.

Table 2. Results of analysis.

Observed values.		MnO·Ti <sub>2</sub> O (From A.S.T.M. Data)	
$d$ (Å)	Int.	$d$ (Å)	(I/I <sub>0</sub> )
3.74	M	3.75	30
2.78	V S	2.78	100
2.56	S	2.57	90
2.24	M	2.25	50
1.88	M	1.89	70
1.74	S	1.74	80
1.65	W	1.66	10
1.52}	S	1.52	70
1.49}		1.48	60
1.34	W	1.36	40
1.26	W	1.28	20
1.13	W	1.13	10
1.08	W	1.09	20
0.98	VW	0.97	10

学顕微鏡では、赤味を帯びた紫色をしている。形状は、数多くの棒状のものが集つた角ばつた介在物で、これを抽出すると (b) および (c) で分るのようにやや細かい粉末となつた。これからこの介在物は硫化物などよりも硬いことが分かる。その電子線回折の結果は Table 2 に示すように、MnO·TiO<sub>2</sub> であつた。この介在物の存在は原料によるものか、または特別脱酸剤として Ti を使用しているかのいずれかによるものと推察される。他の諸外国の軸受鋼には見られぬ介在物であり、硫化物とこの MnO·TiO<sub>2</sub> の 2 種類以外の介在物は、この FAG 製品にはほとんど見当たらないことは 1 つの特徴といえよ

う。

その他、現在までの結果をまとめるとつぎのようになる。

#### (1) 硫化物系介在物

明るい灰色をしている伸びた介在物は、軟く、発振することなく抽出可能。マトリックスとの密着性は比較的よい。抽出後の粉末は割合に大きい。電子線は透過しやすい。

#### (2) アルミナ系介在物

暗い灰色をしていて、非常に硬く、抽出のさいには摩擦により青白い光を発するのが見られた。抽出した粉末は割合に細かいが、電子線はやや透過しにくい。この介在物のマトリックスとの密着性は、抽出のさい介在物が飛び散ることがあるところから、あまり良くないと思われる。

#### (3) 酸化物系介在物

シリカのような介在物は、抽出のさいにやはり青白い光を発し、粉末は比較的角状をなしている。電子線は透過しにくい。これは、その結晶構造によるものか、表面状態に左右されるものと思われる。鉄、マンガンおよびチタンの酸化物は割合に抽出しやすい。

なお、抽出可能な介在物の大きさは、介在物の種類、形状および針のさきの太さなどにより異なるが、数 $\mu$ 程度ならば容易である。しかし、その解析にはまだ多分に問題があり、電子回折は 100kV 以上が望まれる。X線回折も実施したが、抽出した量が少ないために、満足な結果は得られていない。地キズの抽出には好適と思われる。

介在物をそのままの形で抽出することは、不可能ではないが、マトリックスが混入することなどの点から、技術的に複雑である。

## (153) 上注および下注造塊法と砂疵との関係について

(鋼中非金属介在物とくに砂疵に関する研究—Ⅳ)

神戸製鋼所中央研究所

工博 高尾善一郎・工博 下瀬 高明

工博○成田貴一・宮本 醇

### On the Relation between the Sand Marks and Top- and Bottom-Teeming Procedures.

(Studies on the non metallic inclusions, especially sand marks in steel—Ⅳ)

Dr. Zenichiro TAKAO, Dr. Takaaki SIMOSE,

Dr. Kiichi NARITA and Atsushi MIYAMOTO.

#### I. 緒 言

前報<sup>1)~3)</sup>に引続き鋼中非金属介在物とくに砂疵に関する研究の一環として、塩基性電気炉溶製のクロム・モリブデン鋼 21 種を対象とし、砂疵発生傾向におよぼす(1)造塊法すなわち上注と下注造塊法、(2)脱酸剤および結晶粒度調整剤、(3)溶鋼の大気酸化、などの影響を見きわめ、かつ(4)砂疵の現出状態におよぼす加工の影響を調査し、(5)製鋼上防止し得る砂疵と防止し得ない砂疵との限界などについて検討中であるが、本報においては脱酸剤としてカルシウム・シリサイドを用い、結晶粒度調整剤としてバナジウムを添加した場合について、サンド量ならびに砂疵発生傾向と上注および下注造塊法との関係について検討をおこなった結果を述べる。

#### II. 供 試 材

1. 鋼種: クロム・モリブデン鋼21種 (SCM 21)
2. 溶解: 10 t 塩基性電気炉
3. バナジウム添加: バナジウム 0.1%を炉中添加した。
4. 造塊条件: 本研究においてはサンドならびに砂疵発生傾向におよぼす上注および下注造塊法の影響を比較するため、上注および下注造塊各 5 チャージを実施し、可及的に造塊条件を一定に保つため、出鋼温度を 1620~1630°C の範囲に統一した。造塊条件の詳細を示すと Table 1 のとおりである。
5. 供試材採取要領: Table 2 (省略) に示した寸法の圧延材より鋼塊の top, middle, bottom 部に相当する部分を切断して供試材とした。

#### III. 実 験 結 果

1. 段削り肉眼試験