電子顕微鏡による熔着金属中の非金属介在物の研究 (第 6 報)*

— アルミニウム脱酸の場合 —

榊 鳳 千 代**

Studies of Non-Metallic Inclusions in Basic Weld Metal (Report 6)*

— Aluminum Deoxidized —

By H. Sakaki**

Abstract

Aluminium is the most powerful deoxidizer and can reduce silicon and titanium from the basic slags. In this report aluminium have been used as single deoxidizer in the straight lime basic electrodes.

The weld metal was obtained by hand welding. Inclusion on the weld metals, being transferred to the carbon replica, have been investigated by the electron microscope.

As the result of studies hercynite inclusions are found in the lesser deoxidized weld metals, but the most popular inclusions are small α -alumina.

1. 緒 言

アルミニウムは珪素、チタンと同程度またはそれ以上の強脱酸剤で製鋼方面に広く用いられている。その酸素との親和力の強いため、porosity のない健全な熔着金属を得ることが可能である。

この報文においては被覆剤に単一脱酸剤の Fe-Al を含む石灰—螢石型の熔接棒を用い、種々の脱酸状態の熔着金属を得た。

次にこの熔着金属を研磨して試料を作り、extraction replica を作成し、電子顕微鏡にて観察するとともに、回折像からその組成の判定を行なった。

使用電子顕微鏡は日立の HU-10 型である。

2. 試料作成法

心線は電気炉で熔製した 1 ton のリムド鋼塊を分塊、圧延し線材とし、さらに冷間線引を行なって 4 mm 径にしたもので、その組成は Table 1 に示す。アルミニウムを単一脱酸剤として含んだ石灰—螢石型の被覆剤を塗装して供試棒とした。用いたフェロアルミニウムの分析値を Table 2

Table 1 Chemical Composition of the Core Wire, %

	C	Mn	Si	P	S	O
Core wire	0.022	0.01	tr	0.003	0.028	0.110

Table 2 Chemical Composition of Ferro-Aluminium %

	C	Mn	Si	P	S	Al
Fe-Al	0.05	1.42	0.16	0.006	0.008	73.12

* 原稿受付, 昭和34年 2月19日

**正員, KK 神戸製鋼所 Member, Kobe Steel Works Co., Ltd.

に示す。

熔着金属の作成は前 5 報と同じく JIS 引張試験片に熔接し後バックリングを外し、熔着部のみを切断加工して得たものである。熔接方向と直角の断面を研磨し、第 1 報と同じ方法で carbon の replica 膜を作り電子顕微鏡の試料とした。

3. 熔着金属の化学組成

熔着金属の組成を Table 3 に示す。被覆剤中の Fe-Al の量を段階的に増加して少ないものより IA-1~6 までの番号をつけた。Fe-Al の量が増すとともに珪素、チタン等の含有量が増加する。これはほとんど slag より還元されたものである。酸素も減るが IA-3~6 まで大差はない。porosity は完全になくなる。チタンと珪素の還元される割合は同じでなく、珪素は IA-6 で 0.472% になるがチタンは 0.128% に過ぎない。Sloman と Evans¹⁾ はアルミニウム脱酸の場合に生ずる介在物を研究しているが、アルミニウムを過剰に加えると主としてアルミナ (Al_2O_3) となり、小さな不規則な形を呈し色は無色から暗灰色にまたがり、cluster を呈し易いという。もし残留酸素の多い場合、大部分は hercynite の spinel となる。

アルミニウムによる脱酸平衡は

この反応の平衡恒数は

$$K = \frac{[a_{Al}]^2 [a_O]^3}{(a_{Al_2O_3})}$$

この式では a 活量を表わす

6 個の試料でアルミニウムの含有量が増加するに拘わらず、酸素は増加しないので、K の値は上昇する傾向にある。これは脱酸生成物として alumina のみならずこれに

Table 3 Chemical Composition of the Weld Metals (%)

	C	Mn	Si	P	S	N	O	Al	Ti
IA-1	0.049	0.067	0.059	0.005	0.009	0.012	0.078	0.018	0.019
IA-2	0.057	0.138	0.137	0.006	0.009	0.007	0.052	0.024	0.039
IA-3	0.058	0.201	0.219	0.005	0.008	0.007	0.043	0.078	0.052
IA-4	0.058	0.328	0.333	0.005	0.007	0.004	0.049	0.088	0.066
IA-5	0.051	0.417	0.431	0.005	0.006	0.003	0.045	0.118	0.121
IA-6	0.056	0.230	0.472	0.007	0.006	0.003	0.048	0.147	0.128

Fig. 1 Light micrograph of weld metal (IA-3)

Fig. 2 Separated residue by iodine method (IA-3)

Fig. 3 Extraction micrograph of aluminium deoxidized weld metals

hercynite が混在するためと思われる。

4. アルミニウム脱酸したときの介在物

Fig. 1 は IA-3 の研磨面の介在物を1000倍に拡大したものである。数 μ の巨大な介在物とともに1 μ 程度の微細な介在物が点々と存在するが光学顕微鏡の解像力の少ないため明瞭に認識することができない。また研磨面に生ずる pitting との区別もむずかしい。

Fig. 2 はヨードアルコール法によって抽出した残渣の写真で上から光を当てて光学顕微鏡でとったものである。

介在物の形状は球形のもの角型や細長いもの等種々あり、色も黒色から淡灰色まで色々ある。この写真は割合大きなものを集めたものである。

Table 4 は IA-1~IA-3 までの抽出した残渣の分析値を示しているが IA-1 では介在物の FeO と MnO の量が他よりも多い。IA-2 と IA-3 はほとんどが Al_2O_3 から成っている。このことは IA-1 で α -alumina に hercynite の混在が多いことを示している。

IA-4~IA-6 は地鉄中の Al の多いためか、ヨードでは仲々にけず温硝酸法で試料を溶解した。 Al_2O_3 の値は IA-4, 0.084% IA-5, 0.077% IA-6, 0.082% を得た。

5. 介在物の電子顕微鏡による観察

研磨した熔着金属の円筒形 ($15^4 \times 20$) の断面を 3% のブロムの醋酸メチル溶液で etch し, carbon を蒸着せしめ replica 膜を作り, この膜を再びブロム液ではがしとり, メッシュですくって検鏡した. 各試料より 2 個宛 2000 倍に撮ったのが Fig. 3 および Fig. 4 である. 介在物中の FeO の多い IA-1 の写真では比較的大形の介在物が多いが, これは hercynite と思われる. IA-1 の介在物は cluster 的にかたまり易く, 1μ 以下の小さな介在物が 3~10 個集中的に密集しているのがしばしば見られる.

IA-2~IA-6 は介在物はほとんどアルミナ (Al_2O_3) で熔着金属中の Al の多くなるほど, 形状も不規則な角型になってくる. 介在物の大きさは 1μ 以下のものが多い. shadow

Fig. 4 Extraction micrograph of aluminium deoxidized weld metals

Table 4 Chemical Composition of Inclusions
Obtained by Iodine Method (%)

Samplés name	FeO	MnO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Vacuum fusion method O
IA-1	0.025	0.040	0.013	0.116	0.078
IA-2	0.008	tr	0.019	0.101	0.052
IA-3	0.008	tr	0.022	0.098	0.043

効果をだすため carbon を斜から蒸着せしめている. 結晶粒度は一般に細い.

6. 介在物の制限視野電子回折

Fig. 5, Fig. 6 は介在物の 10000 倍に拡大した写真で, その下に回折像がでている. Fig. 5 IA-1 の左側の写真の介在物は henynite ($FeO \cdot Al_2O_3$) で球状を為している.

Fig. 5 Extraction micrograph of inclusions and its diffraction pattern

Fig. 6 Extraction micrograph of inclusions and its diffraction pattern

右側の非常に小さい介在物はアルミナ ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) である, IA-2 も左側の写真の真中の丸い介在物は hercynite で, 右側の写真の右肩の角型の介在物は alumina である. 一般に球状のものは hercynite が多く, 小さな異形のものは alumina が多い.

Fig. 6 の左端の IA-3 の真中の介在物は hercynite である. IA-4 の四角な介在物は両方共 alumina, IA-5, IA-6 の異形の介在物は何れも alumina である. このように脱酸剤の Al の増加とともに生ずる介在物はほとんど $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ となる.

7. 結 言

アルミニウムは強力な脱酸剤で, 熔着金属中の酸素量を

porosity のない程度まで下げることができる. またこのとき slag 中より珪素, チタンは還元される. 脱酸生成物は hercynite と alumina で酸素量の多い場合 hercynite が多くなる. hercynite は球形をしたものが多く, alumina は不規則な形状をしており 1μ 以下の微細なものが多い.

文 献

- 1) H. A. Sloman and E. Ll. Evans, Journal of Iron & Steel Institute, 1950, Vol. 165, 81