



PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類6 G01N 1/02, 33/20, 21/63, 21/89	A1	(11) 国際公開番号 WO96/42005 (43) 国際公開日 1996年12月27日(27.12.96)
(21) 国際出願番号 PCT/JP96/01585 (22) 国際出願日 1996年6月12日(12.06.96) (30) 優先権データ 特願平7/170239 1995年6月12日(12.06.95) JP (71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 日本鋼管株式会社(NKK CORPORATION)[JP/JP] 〒100 東京都千代田区丸の内一丁目1番2号 Tokyo, (JP) (72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) 望月 正(MOCHIZUKI, Tadashi)[JP/JP] 佐藤重臣(SATO, Shigeomi)[JP/JP] 秋吉孝則(AKIYOSHI, Takanori)[JP/JP] 坂下明子(SAKASHITA, Akiko)[JP/JP] 石橋耀一(ISHIBASHI, Yohichi)[JP/JP] 〒100 東京都千代田区丸の内一丁目1番2号 日本鋼管株式会社内 Tokyo, (JP) (74) 代理人 弁理士 潮谷奈津夫(SHIOTANI, Natsuo) 〒105 東京都港区芝二丁目17番11号 パーク芝ビル4階 Tokyo, (JP)		(81) 指定国 CN, KR, US, 欧州特許(DE, FR, GB, IT, SE). 添付公開書類 国際調査報告書
(54) Title : METHOD OF DETERMINING CAUSE OF DEFECTS ON STEEL MATERIAL SURFACE (54) 発明の名称 鋼材表面に存在する異常部の原因検出方法 (57) Abstract A pulse laser beam is focused to irradiate areas including defects on the surface of a steel material. The energy density of the pulse laser beam on the steel surface is limited to the range of 10 kW/mm ² to 100 MW/mm ² . The pulse laser beam is moved in a zigzag in a region including defects to evaporate the steel material and form fine steel particles, which are collected for continuous analysis so as to detect the cause of the defects occurring on the steel material.		

(57) 要約

パルスレーザー光を集光し、そして、このように集光されたパルスレーザー光を、鋼材表面上に存在する異常部およびその周辺に照射し、鋼材表面上のパルスレーザー光の照射点におけるパルスレーザー光のパルスエネルギー密度を、10 KW/mm²から100 MW/mm²の範囲内に限定し、パルスレーザー光の照射点を、異常部およびその周辺を含む領域にわたってジグザグ移動させて、照射点の移動領域内における鋼材表面を蒸発させ、そして、微粒子化させ、もって、鋼材表面上の異常部およびその周辺の試料を微粒子の形で採取し、そして、このようにして採取された微粒子の形の試料の成分組成を連続的に分析して、鋼材の表面に生じた異常部の原因を検出する方法。

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願をパンフレット第一頁にPCT加盟国を同定するために使用されるコード

AL	アルバニア	DE	ドイツ	LI	リヒテンシュタイン	PL	ポーランド
AM	アルメニア	DK	デンマーク	LC	セントルシア	PT	ポルトガル
AT	オーストリア	EE	エストニア	LK	スリランカ	RO	ルーマニア
AU	オーストラリア	ES	スペイン	LR	リベリア	RU	ロシア連邦
AZ	アゼルバイジャン	FI	フィンランド	LS	レソト	SE	スウェーデン
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	FR	フランス	LT	リトアニア	SG	シンガポール
BB	バルバドス	GA	ガボン	LU	ルクセンブルグ	SI	スロヴェニア
BE	ベルギー	GB	イギリス	LV	ラトヴィア	SK	スロバキア
BF	ブルキナ・ファソ	GE	グルジア	MC	モナコ	SN	セネガル
BG	ブルガリア	GN	ギニア	MD	モルドヴァ共和国	SZ	スワジランド
BJ	ベナン	GR	ギリシャ	MG	マダガスカル	TD	チャド
BR	ブラジル	HU	ハンガリー	MK	マケドニア旧ユーゴスラ	TG	トーゴ
BY	ベラルーシ	IE	アイルランド		マリ共和国	TJ	タジキスタン
CA	カナダ	IL	イスラエル	ML	モリタニア	TM	トルクメニスタン
CF	中央アフリカ共和国	IS	アイスランド	MN	モンゴル	TR	トルコ
CG	コンゴ	IT	イタリア	MR	モーリタニア	TT	トリニダード・トバゴ
CH	スイス	JP	日本	MW	マラウイ	UA	ウクライナ
CI	コート・ジボアール	KE	ケニア	MX	メキシコ	UG	ウガンダ
CM	カメルーン	KG	キルギスタン	NE	ニジェール	US	アメリカ合衆国
CN	中国	KP	朝鮮民主主義人民共和国	NL	オランダ	UZ	ウズベキスタン
CU	キューバ	KR	大韓民国	NO	ノルウェー	VN	ヴェトナム
CZ	チェッコ共和国	KZ	カザフスタン	NZ	ニュージーランド		

明 細 書

発明の名称

鋼材表面に存在する異常部の原因検出方法

技術分野

この発明は、鋼材の表面に存在する異常部の原因を、迅速且つ適確に検出するための方法に関する。

背景技術

鋼材の表面には、圧延工程等において機械的につけられた疵による異常部のほかに、鋼中の非金属介在物、連続 casting 時に casting 内の溶鋼に添加されたパウダー、混入した煉瓦屑、または、未脱離のスケール等が原因となって生じた異常部が発生することがある。このような異常部が発生するのを防止するためには、その異常部の原因を迅速適確に検出して、その原因を速やかに除去することが必要である。

鋼中の非金属介在物に起因する異常部は、鋼中に存在する非金属介在物等が、圧延によって、鋼材の表面に到達し、そして、圧延方向に線状に延伸されて、鋼材表面に発生する。この異常部が発生した原因は、異常部の成分組成と、そして、その周辺にある正常部の成分組成との間における相違を調べ、それに基づいて明らかにすることができる。

即ち、鋼材表面に生成された、圧延方向に線状に伸びた異常部およびその周辺の正常部の成分組成を、それを横切るように線分析を行い、異常部と、その周辺の正常部との間における成分組成を比較

する。その結果、例えば、異常部において、非金属介在物を形成するCaおよびAl等の元素のみが高い濃度で存在することが検出される時には、異常部の発生は、 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaO}$ 複合非金属介在物の存在に起因していると推定することができる。これに対して、異常部において、高い濃度の特定の元素が検出されない時には、異常部の発生は、スケールの未脱離または圧延等に起因すると推定することができ、スケールの脱離または圧延等の工程を調査することによって、異常部が発生する原因を除去することができる。

上述した線分析は、従来、電子線照射蛍光X線分析(XMA)または電子顕微鏡観察の方法によって行われていた。しかしながら、このような従来の方法による分析は、分析装置に試料を組み込むための試料の切断加工、および、観察のための試料の表面調整等の前処理を必要とするので、分析結果を得るまでに長時間を要するという問題点があった。更に、電子顕微鏡観察の場合には、ミクロ観察となるために、観察が偏り、電子顕微鏡の視野外に存在する非金属介在物等(以下、“起因物”という)を見落とすことが避けられないという問題点があった。

上述した問題点を解決する手段として、放電発光分光分析法が提案されており、例えば、1987年7月18日付日本特許公開公報No. 62-162947には、電極と鋼板表面との間で放電を行い、鋼板表面を、その正常部から異常部に向けて連続的に放電走査し、このように放電走査によって得られた正常部の発光スペクトルの強度と異常部の発光スペクトルの強度とを対比することによって、異常部の原因を検出する方法(以下、“先行技術”という)が開示されている。

先行技術の放電発光分光分析法には、次のような問題点がある。

即ち、放電は、走査する電極と鋼板表面との間で行われるが、放電発光による分光分析は、鋼板表面の導電性および／またはその表面形状によって影響されるので、放電発光分光分析によって、鋼板表面各部における正確な成分組成を把握することが困難である。更に、放電によって、鋼板の表面上の元素を励起することはできるけれども、鋼板表面から数10 μm 程度の深さに位置する元素を励起することはできない。従って、異常部の原因を正確に検出することができない。更に、放電面積（即ち、アークの径）が大きいので、位置分解能が劣る。従って、幅の狭い線状の異常部の成分組成およびその原因を検出することができない。

従って、この発明の目的は、上述した従来の問題点を解決し、鋼材表面の導電性やその表面形状に影響されることなく、鋼材の表面に存在する異常部の原因を、迅速且つ適確に検出することができ、更に、鋼材表面から深い位置に存在する、異常部の原因に関する物質の成分組成も検出が可能で、位置分解能に優れ、一定の方向に関してその成分組成の変化を把握する線分析を適確に行うことができる方法を提供することにある。

発明の開示

この発明の特徴の1に従って、下記ステップからなる、鋼材表面上に存在する異常部の原因検出方法が提供される：

パルスレーザー光を集光し、そして、このように集光されたパルスレーザー光を、鋼材表面上に存在する異常部およびその周辺に照射し、前記鋼材表面上の前記パルスレーザー光の照射点における前記パルスレーザー光のパルスエネルギー密度を、10 KW/mm^2 から100 MW/mm^2 の範囲内に限定し；

前記パルスレーザー光の前記照射点を、前記異常部およびその周

辺を含む領域にわたってジグザグ移動させて、前記照射点の前記移動領域内における鋼材表面を蒸発させ、そして、微粒子化させ、もって、前記鋼材表面上の異常部およびその周辺の試料を微粒子の形で採取し；そして、

このようにして採取された微粒子の形の前記試料の成分組成を連続的に分析して、前記鋼材の表面上に存在する異常部の原因を検出する。

この発明の他の特徴に従って、下記ステップからなる、鋼材表面上に存在する異常部の原因検出方法が提供される：

前記パルスレーザ光の前記移動領域は、前記パルスレーザ光のジグザグ移動の振幅によって形成される2 mm以上の幅と、そして、前記パルスレーザ光のジグザグ移動が進む距離を長さとする矩形からなっており、そして、前記照射点の前記移動範囲内における前記試料の採取深さは、20～200 μm の範囲内である。

図面の簡単な説明

第1図は、照射領域の幅が小さい場合の、幅と点在する起因物の位置との関係を示す説明図である。

第2図は、照射領域の幅が大きい場合の、幅と点在する起因物の位置との関係を示す説明図である。

第3図は、鋼材に対する試料の採取深さが表面から30 μm である場合の検出強度曲線の例を示す図である。

第4図は、鋼材に対する試料の採取深さが表面から10 μm である場合の検出強度曲線の例を示す図である。

第5図は、鋼材に対する試料の採取深さが表面から150 μm である場合の検出強度曲線の例を示す図である。

第6図は、鋼材に対する試料の採取深さが表面から230 μm で

ある場合の検出強度曲線の例を示す図である。

第7図は、本発明の方法による試験例No. 3の場合のAlの検出強度曲線を示す図である。

第8図は、従来法による試験例の場合のAlの検出強度曲線を示す図である。

発明を実施するための最良の形態

上述した観点から、鋼材表面の導電性やその表面形状に影響されることがなく、鋼材の表面に生じた異常部の原因を、迅速且つ適確に検出することができ、更に、鋼材表面から深い位置に存在する、異常部の原因となる物質の成分組成も検出が可能で、位置分解能に優れ、一定の方向に関してその成分組成の変化を把握する線分析を適確に行うことができる方法を開発すべく、鋭意研究を重ねた。

その結果、次の知見を得た：

パルスレーザー光を集光し、そして、鋼材表面上に存在する異常部およびその周辺に照射するとき、鋼材表面上のパルスレーザー光の照射点におけるパルスレーザー光のパルスエネルギー密度を 10 KW/mm^2 から 100 MW/mm^2 の範囲内に限定すると、異常部およびその周辺の試料が効果的に採取でき、このように採取された試料の成分組成を連続的に分析することによって、鋼材の表面上に存在する異常部の原因を検出できることが判明した。更に、採取する幅（即ち、パルスレーザー光の照射領域の幅方向の長さ）を、 2 mm 以上、採取深さを、 $20\sim 200\text{ }\mu\text{m}$ の範囲内にすると、より効果的な試料の採取ができることが判明した。

この発明は、上述した知見に基づいてなされたものである。以下に、この発明の方法を詳細に説明する。

パルスレーザー光を光学機材によって集光し、そして、鋼材の表

面上に照射すると、照射点におけるパルスエネルギー密度が非常に大きくなるので、照射点における鋼材は、高温になり蒸発して飛散する。飛散した試料は凝固して微粒子になる。この現象は、鋼材に限らず、セラミックスのような沸点の高い物質でも同様に生ずる。従って、鋼材表面に非導電性の起因物が密集している場合でも、パルスレーザー光によって、それに対してエネルギーを投入することができるので、導電性の有無にかかわらず、検出しようとする鋼材の試料を確実に採取することができる。また、パルスレーザー光の照射点は、光の進行方向によって決まるので、放電点のように、鋼材の表面形状によって影響されることはない。

異常部の原因を推定するときには、成分濃度を根拠として使用する。根拠として使用する成分には、Na, Ca, Al, Mg, Si等があるが、これらの成分は、酸化物、窒化物または炭化物等の化合物として存在することが多い。従って、沸点が高い上述した化合物を分解または蒸発させるためには、照射点におけるパルスレーザー光によるパルスエネルギー密度を 10 KW/mm^2 以上にすることが必要である。

照射点におけるパルスレーザー光によるパルスエネルギー密度が大きいほど、鋼材成分の蒸発量は増加するが、パルスエネルギー密度が 100 MW/mm^2 を超えると、パルスレーザー光が鋼材表面に到達する前に、雰囲気電離してプラズマを発生させるいわゆるブレークダウン現象が生ずる。このようなブレークダウン現象が生ずると、パルスレーザー光のパルスエネルギーが雰囲気によって消費されて、鋼材に投入されなくなる。従って、鋼材表面から試料を採取することが不可能になる。従って、照射点におけるパルスレーザー光によるパルスエネルギー密度は、 100 W/mm^2 以下に制限することが必要である。

上述した理由により、この発明においては、パルスレーザー光を集光し、そして、鋼材表面上に存在する異常部およびその周辺に照射するに際して、パルスレーザー光の照射点におけるパルスエネルギー密度を 10 KW/mm^2 から 100 MW/mm^2 の範囲内に限定することが重要である。

上述した範囲内のパルスエネルギー密度で鋼材の表面に照射される、集光されたパルスレーザー光の照射点を移動させて、鋼材表面の正常部と異常部との間の境界を通過させると、採取される試料の蒸発物は、境界の通過点において、次のように変化する。即ち、正常部の成分が蒸発した後、異常部の成分が蒸発する。または、正常部の成分が蒸発した後、異常部の成分が蒸発し、そして、再び正常部の成分が蒸発する。蒸発した試料は、上述したように、凝固して微粒子となる。従って、この正常部および異常部からの微粒子の形の試料を採取し、これを測定器に搬送してその成分を連続的に分析することにより、パルスレーザー光の照射点位置に対応した成分濃度が得られる。その結果、異常部で濃度が急変する成分があれば、その成分が異常部の原因と深い関係にあることが判明する。

第1図および第2図に、パルスレーザー光の照射点の移動領域（即ち、照射領域）の幅と点在する起因物の位置との間の関係を示す。第1図は、照射領域の幅が小さい場合、例えば、パルスレーザー光のビーム径の幅を直接照射領域の幅とする場合のように照射領域の幅が小さいときの状況を示している。第1図において、1は鋼材の試験片、2は照射領域の幅、3は点在する起因物を示す。第2図は、照射領域の幅が大きい場合を示す。第2図において、1は鋼材の試験片、2は照射領域の幅、3は点在する起因物、4はパルスレ

レーザー光の照射点の概略のジグザグ移動の軌跡を示す。実際のパルスレーザー光の照射点の移動は、検出しようとするエリアを隙間を生じることなくジグザグの線によって覆うように行われ、結果として、照射点の移動領域（即ち、照射領域）は、パルスレーザー光のジグザグ移動の振幅によって形成される2 mm以上の幅と、パルスレーザー光のジグザグ移動が進む距離を長さとする矩形からなっている。

鋼材中の起因物は、異常部の全体にわたり均一に存在するとは限らず、点在する場合がある。従って、線分析の線幅（即ち、照射領域の幅）が小さい場合には、点在する起因物を見逃す場合があり、このような見逃しは、異常原因の推定を誤る。特に、細い線状の異常部が存在する場合には、これを見逃すおそれが多い。

上述した細い線状異常部を見逃すことなくこれを適確に検出するためには、線分析の線幅（即ち、照射領域の幅）を広げればよい。上述したように、第1図に示すように、試験片1における照射領域の幅が小さい場合には、照射点は、起因物3上を通らない。従って、原因となる成分を採取することができない。

これに対して、第2図に示すように、照射領域の幅2を広げれば、照射点は、起因物3上を通るので、起因物3を確実に採取することができる。本発明者等による多くの試験の結果、照射領域の幅2を2 mm以上とすれば、起因物の採取が確実にすることが判明した。従って、照射領域の幅2は、2 mm以上にすることが好ましい。一方、照射領域の幅が10 mmを超えると、採取時間が長くなって、分析作業効率上問題が生ずる。従って、照射領域の幅の好ましい上限を10 mmに制限する必要がある。

このように、照射領域の幅を広くするためには、必ずしも照射点の径即ちレーザービーム径を大きくする必要はなく、ビーム径は小さくても、図 2 に示すように、ビームをジグザグ状の軌跡 4 を辿らせて移動して照射してもよい。この場合、ジグザグ状の軌跡の折り返し点において形成される角度が小さいほど、位置分解能が高くなり、まばらに点在する起因物も捕捉することができる。

起因物の存在状態について注意しなければならないのは、起因物が介在物の場合には、鋼材の表面に達していない線状異常部が存在することである。即ち、極めて薄く圧延された鋼板の場合には、表面から比較的浅い位置に介在物が存在するが、肉厚が比較的厚い鋼板の場合には、表面から $20 \sim 200 \mu\text{m}$ の深さの間に介在物が分布する傾向がある。

圧延方向に延びた線状の異常部が存在する鋼板の表面に本発明の範囲内のパルスエネルギー密度でパルスレーザー光を照射して、試料を採取し、試料の成分濃度に基づいて、異常部の原因となる成分を検出する際に、採取深さが検出精度に及ぼす影響を、第 3 図から第 6 図を参照しながら説明する。

圧延方向に延びた線状の異常部を横切るように照射領域を設定する。即ち、照射領域の幅方向が、線状の異常部と平行であり、そして、照射領域の長さ方向の中央部に線状の異常部が位置するように、照射領域を設定する。照射領域幅を 2 mm として、照射点をジグザグ移動して試料を採取した。次いで、採取した試料に基づいて、検出強度比（鉄元素の発光スペクトルの強さを分母とし、そして、試料の元素の発光スペクトルの強さを分子して求めた発光スペクトル

強度比をいう)を求め、それを表す検出強度曲線によって、異常部の原因となる成分を検出した。

第3図から第6図は、鋼材に対する試料の採取深さが表面から所要の深さの場合の検出強度曲線の例を示す図である。図において、線の長さ(照射領域の長さ方向に照射点が進んだ距離)を横軸に、検出強度比を縦軸にとった。

第3図は、鋼材に対する試料の採取深さが表面から $30\mu\text{m}$ である場合の検出強度曲線の例である。第3図に示すように、試料の採取深さが表面から $30\mu\text{m}$ であるとき、線の長さ(照射領域の長さ方向に照射点が進んだ距離)が 0.9mm の付近に大きい検出強度比が現れ、顕著な成分の濃度変化が示されている。即ち、 0.9mm の付近の試料の元素の発光スペクトル強度は、鉄のその約6倍の強度であることがわかる。第4図は、上記試料の採取深さが表面から $10\mu\text{m}$ である場合の検出強度曲線の例である。第4図に示すように、試料の採取深さが表面から $10\mu\text{m}$ であるときには、第3図に示すような検出強度比の顕著な変化は現れず、異常部の原因となる成分を検出することができない。従って、このような位置にある線状異常部は、表面から $20\mu\text{m}$ 未満の深さから試料を採取した場合には、その検出的中率が低下する。

逆に、鋼材表面から $200\mu\text{m}$ を超える深さから試料を採取した場合には、試料の採取量が多くなって、異常部の原因となる成分の濃度が薄くなるので、検出感度が低下する。第5図は、試料の採取深さが $150\mu\text{m}$ の場合の例であり、第6図は、試料の採取深さが $230\mu\text{m}$ の場合の例である。試料の採取深さが $150\mu\text{m}$ である第5図に示す場合には、線の長さ(照射領域の長さ方向に照射点が

進んだ距離) が 0.9 mm の付近に大きい検出強度比が現れ、顕著な成分の濃度変化を示しているのに対し、試料の採取深さが 230 μ m である第 6 図に示す場合には、第 5 図に示す場合よりも、成分の濃度変化の顕著性が低下している。

肉厚が極めて薄い鋼板の場合には、照射されたパルスレーザー光が鋼板を貫通し、鋼板下方に位置する別の材料に到達してこれを検出するおそれが生ずる。従って、パルスレーザー光の照射に当たっては、その照射深さを考慮する必要がある。一般に、パルスレーザー光の照射深さは、測定すべき鋼材の厚さの半分であれば十分である。パルスレーザー光の場合には、このような照射深さ即ち試料の採取深さの制御を容易に行うことができる。

照射深さは次のように制御される。即ち、レーザー光が鋼材を蒸発させる量は、鋼材に投入されるレーザー光のエネルギー量によって決まる。照射深さは、単位面積に投入されるレーザー光のエネルギー量によって決まる。鋼材に投入されるレーザー光のエネルギー量は、レーザー光の平均出力と照射時間との積である。照射面積は、線幅(即ち、照射領域の幅方向の長さ)と線の進んだ距離(即ち、照射領域の長さ方向の長さ)の積である。

従って、レーザー光の照射深さは、レーザー光の平均出力と照射時間との積(即ち、投入されるレーザー光のエネルギー量)を、線幅と線の進んだ距離との積(即ち、照射面積)で除した値で決まる。また、線の進んだ距離は、線速度(即ち、照射領域の長さ方向に進む速度)と照射時間との積であるから、レーザー光の照射深さは、下記(1)式により、平均出力を線幅と線速度との積で除した値によって定まる。

$$(\text{照射深さ}) \propto (\text{平均出力} \times \text{照射時間}) / (\text{線幅} \times \text{線の進んだ距離}) = \text{平均出力} / (\text{線幅} \times \text{線速度}) \dots\dots\dots(1)$$

即ち、平均出力が同じであれば、線速度が速くなるほど採取深さは浅くなり、線速度が遅くなるほど採取深さは深くなる。また、線速度が同じであれば、平均出力が大きいほど採取深さは深くなる。更に、最適な照射深さおよび線速度下において、平均出力を大にして線幅を広げ、位置分解能を高めることもできる。

なお、照射点の移動は、レーザー発振器を固定したまま、光学系の操作により制御することができる。即ち、反射鏡の回転、レーザー光を集光する集光レンズの平行移動、または、これ等の組合せによって照射点を移動させることができる。

実施例

次に、この発明を実施例によって更に説明する。鋼板の表面に存在する多数の異常部について、この発明の方法により試料の採取、分析を行い、その分析結果を評価した。分析および評価のために、0.2 mmから2 mmの厚さを有する鋼板の試験片を使用した。

レーザー発振器として、QスイッチパルスYAGレーザーを使用した。(図示しない)レーザー発振器から発振されたパルスレーザー光を、反射鏡によって方向変換して、鋼板表面に向かって進行させ、次いで、集光レンズによって、パルスレーザー光を集光し、このように集光されたパルスレーザー光を鋼材表面上に照射した。照射領域の長さ方向への照射点(線)の進行は、集光レンズを、その進行方向に移動させることによって行なった。照射点にジグザグ軌道を生じさせる場合には、反射鏡の角度が、照射領域の幅方向に関

して、変化するように、反射鏡をジグザグ移動させた。なお、照射領域の幅方向の長さは、反射鏡の角度の上述した変化の最大幅によって定めた。

パルスレーザー光の照射による鋼板表面からの試料の採取は、（図示しない）微粒子採取セルを使用して行った。即ち、微粒子採取セルを鋼板の表面上にシール材を介して密着させて被せ、そして、微粒子採取セル内に、不活性ガス導入口からアルゴンガスを導入して不活性雰囲気とした。微粒子採取セルの天井は、石英ガラスからなっており、集光されたパルスレーザー光が、石英ガラスを通過して鋼板表面に照射点を形成する。パルスレーザー光によって蒸発され、そして、微粒子化した試料は、不活性ガスによって、成分測定器に導かれて、そこで微粒子の成分が分析された。

測定器として、高周波誘導結合プラズマ発光分光分析装置（ICP）を使用した。なお、原因成分が予想される場合には、上記ICP装置に限らず、原子吸光分析装置を使用することができ、また、原因成分量が少ない場合には、質量分析装置を使用することもできる。

第1表に示すパルスレーザー照射条件および試料採取条件で、鋼板の各試験片に対し、パルスレーザー光を照射して、試料を採取し、そして、分析を行い、その分析結果を評価した。

第1表に、本発明の方法による実施例No. 1～11、および、本発明の範囲外の方法による比較例No. 1、2並びに従来法（放電発光分光分析）による比較例における、レーザー光照射条件、試料採取条件、および、分析の評価結果等を示す。

第 1 表

No.		パルスレーザー照射条件					試料採取条件			評価
		平均出力 (W)	周波数 (Hz)	パルス半 値幅 (S)	ビーム 径 (mm)	パルスエネ ルギ密度 (W/m ²)	線速度 (mm/分)	幅 (mm)	深さ μm)	
本 発 明 実 施 例	1	5	10	2.5×10 ⁻⁴	0.45	1.26×10 ⁴	2	2	75	◎
	2	2	10	5.0×10 ⁻⁸	0.20	5.70×10 ⁷	2	2	30	◎
	3	5	1000	1.0×10 ⁻⁷	0.20	3.18×10 ⁶	3	6	20	◎
	4	5	50000	1.5×10 ⁻⁸	0.05	3.40×10 ⁶	2	2	75	◎
	5	10	1000	1.0×10 ⁻⁷	0.25	2.04×10 ⁶	12	2	25	◎
	6	10	1000	1.0×10 ⁻⁷	0.25	2.04×10 ⁶	1.5	2	200	◎
	7	40	2000	1.0×10 ⁻⁷	0.45	1.26×10 ⁶	12	3	67	◎
	8	5	5000	1.5×10 ⁻⁸	0.25	1.36×10 ⁶	6	1	50	○
	9	10	1000	1.0×10 ⁻⁷	0.25	2.04×10 ⁶	12	3	17	○
	10	12	1000	1.0×10 ⁻⁷	0.25	2.04×10 ⁶	1.5	2	240	○
	11	3	5000	1.5×10 ⁻⁸	0.20	1.27×10 ⁶	3	1	15	□
比 較 例	1	3	10	2.5×10 ⁻⁴	0.45	7.55×10 ³	2	-	-	×
	2	2	10	2.0×10 ⁻⁸	0.30	1.40×10 ⁸	2	-	-	×
従来例		放電条件： 電圧:400V、放電頻度:800Hz、 放電点:6mmφ。					30	6	-	×

分析の評価は、電子線照射蛍光X線分析（XMA）によって異常部の原因となる成分が予め確認された異常部について、第1表に示す条件で線分析し、下記に規定する的中率を用いて行った。

的中率：

（第1表に示す方法によって原因成分が確認されたサンプルの数）
／（従来のXMAによって原因成分が確認されたサンプルの数）

的中率の評価基準：

- ◎：平均的中率が90%以上の場合
- ：平均的中率が80%以上、90%未満の場合
- ：平均的中率が70%以上、80%未満の場合
- ×：平均的中率が70%未満の場合

第1表1から明らかなように、本発明実施例の場合には、何れも70%以上の的中率が得られ、特に、幅が2mm以上で深さが20～200μmの実施例No. 1～7の場合には、90%以上の的中率が得られた。幅が2mmに満たない実施例No. 8、深さが20μmより浅い実施例No. 9および深さが200μmよりも深い実施例No. 10の場合には、的中率が70～80%であり、そして、幅が2mmに満たず、且つ、深さが20μmより浅い実施例No. 11の場合には、的中率が70%台であった。その原因は、鋼中の深い位置にある介在物を検出することができなかったからである。

パルスエネルギー密度が本発明の範囲を外れて小さい比較例No. 1においては、殆ど試料を蒸発し採取することができず、パルスエネルギー密度が本発明の範囲を外れて大きい比較例No. 2においては、ブレイクダウン現象が発生して、同じく試料を蒸発し採取する

ことができず、何れも、原因となる成分を検出することができなかった。また、従来法による比較例の場合には、細い異常部および深い部分に分布する介在物を検出することができず、的中率は70%に満たなかった。

第7図に、上記本発明実施例No. 3の場合のAlの検出強度曲線を示し、第8図に、上記従来法による試験例の場合のAlの検出強度曲線を示す。第7図と第8図との比較から明らかなように、第7図の本発明実施例No. 3の場合には、長さ0.9mm付近に顕著に大きい強度を示す山が現出しているのに対し、第8図の従来法による試験例の場合には、上述した第7図の長さ0.9mm付近に対応する、長さ2～3mm付近に現れる筈の山が見られず、Alは検出されていない。

なお、この発明の線分析においては、1回の測定に要する時間が数分乃至数10分であり、迅速分析として十分に評価することができた。

産業上の利用の可能性

以上詳述したように、この発明の方法によれば、鋼材の表面に存在する異常部の原因を、鋼材表面の導電性およびその表面形状に影響されることなく、迅速適確に検出することができ、表面から深い位置に存在する起因物の検出が可能で、位置分解能に優れ、鋼材中に埋もれている介在物および細い異常部に点在する起因物も見落とすことがない等、多くの工業上有用な効果がもたらされる。

請 求 の 範 囲

1. 下記ステップからなる、鋼材表面上に存在する異常部の原因検出方法：

パルスレーザー光を集光し、そして、このように集光されたパルスレーザー光を、鋼材表面上に存在する異常部およびその周辺に照射し、前記鋼材表面上の前記パルスレーザー光の照射点における前記パルスレーザー光のパルスエネルギー密度を、 10 KW/mm^2 から 100 MW/mm^2 の範囲内に限定し；

前記パルスレーザー光の前記照射点を、前記異常部およびその周辺を含む領域にわたってジグザグ移動させて、前記照射点の前記移動領域内における鋼材表面を蒸発させ、そして、微粒子化させ、もって、前記鋼材表面上の異常部およびその周辺の試料を微粒子の形で採取し；そして、

このようにして採取された微粒子の形の前記試料の成分組成を連続的に分析して、前記鋼材の表面に生じた異常部の原因を検出する。

2. 下記を特徴とする、クレーム1にクレームした方法：

前記パルスレーザー光の前記移動領域は、前記パルスレーザー光のジグザグ移動の振幅によって形成される 2 mm 以上の幅と、そして、前記パルスレーザー光のジグザグ移動が進む距離を長さとする矩形からなっている。

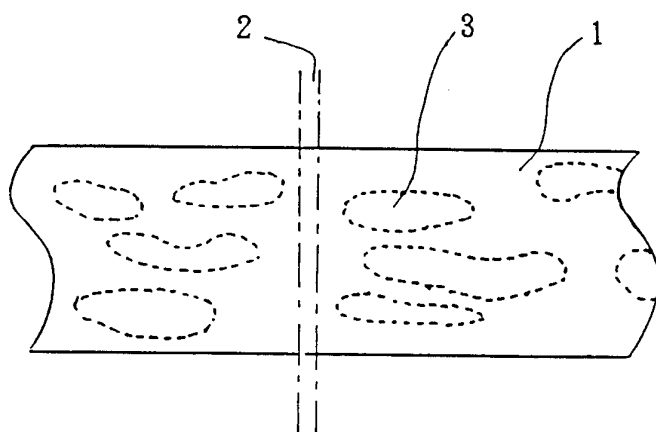
3. 下記を特徴とする、クレーム1または2にクレームした方法：

前記照射点の前記移動範囲内における前記試料の採取深さは、 $20\sim 200\text{ }\mu\text{m}$ の範囲内である。

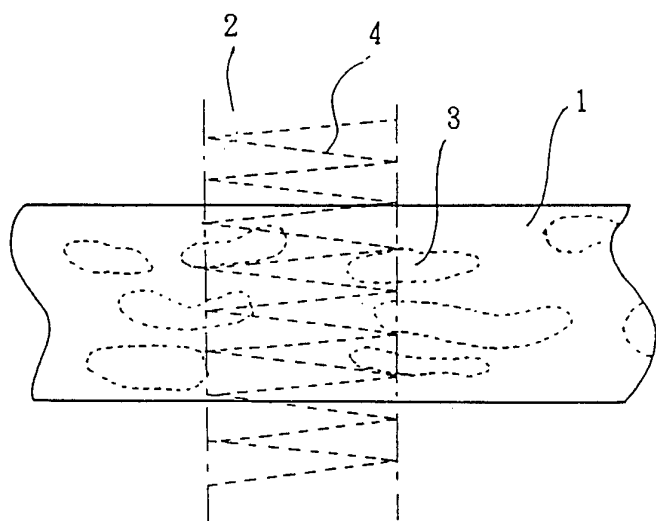
4. 下記を特徴とする、クレーム 1 にクレームした方法：

前記試料の成分組成の前記分析は、予め設定した基準となる成分の発光スペクトル強度と試料の発光スペクトルの強度とを比較して行う。

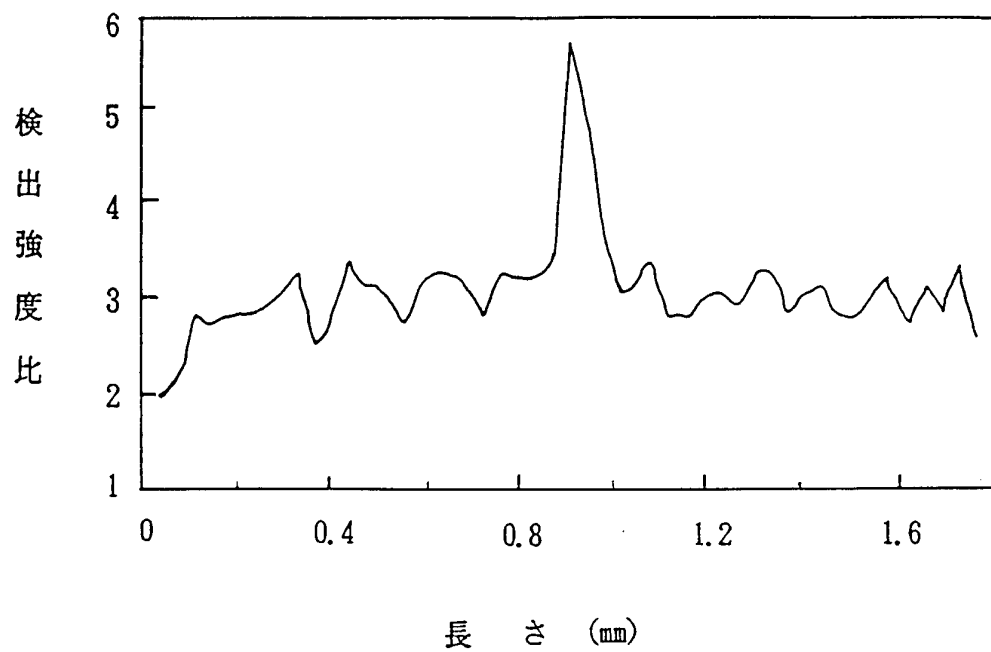
第 1 図



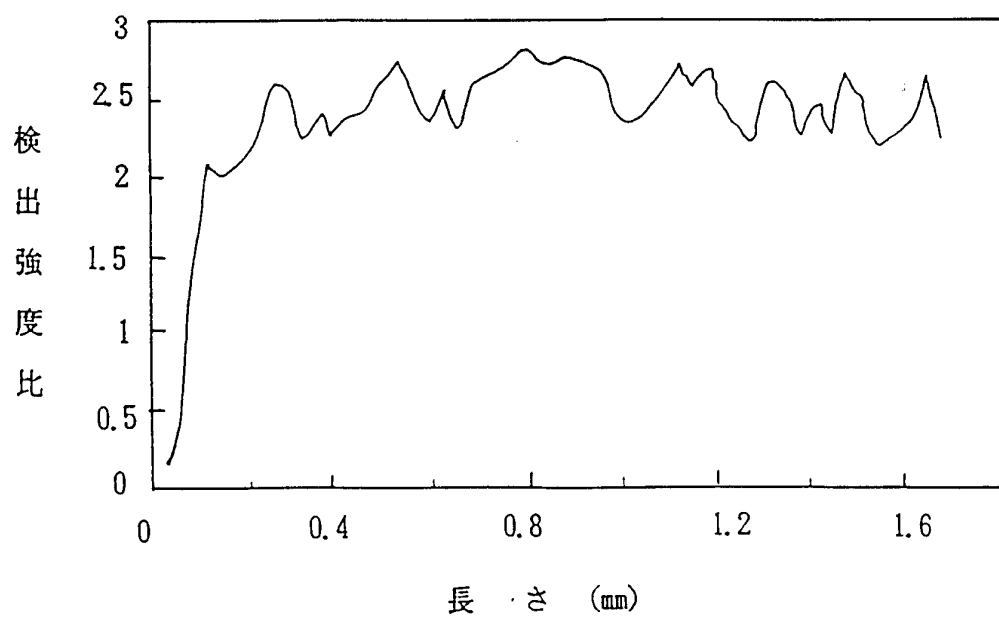
第 2 図



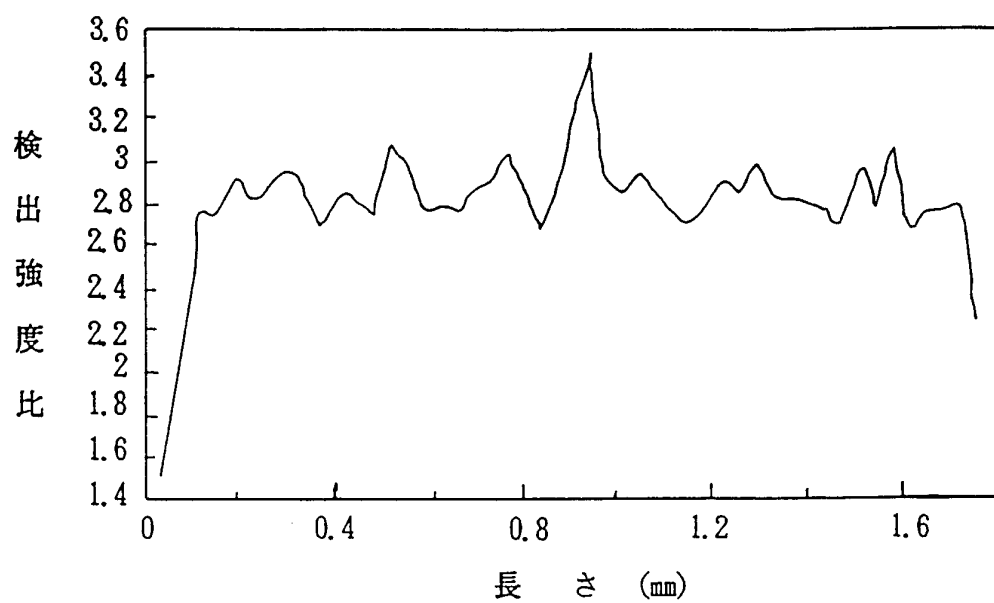
第 3 図



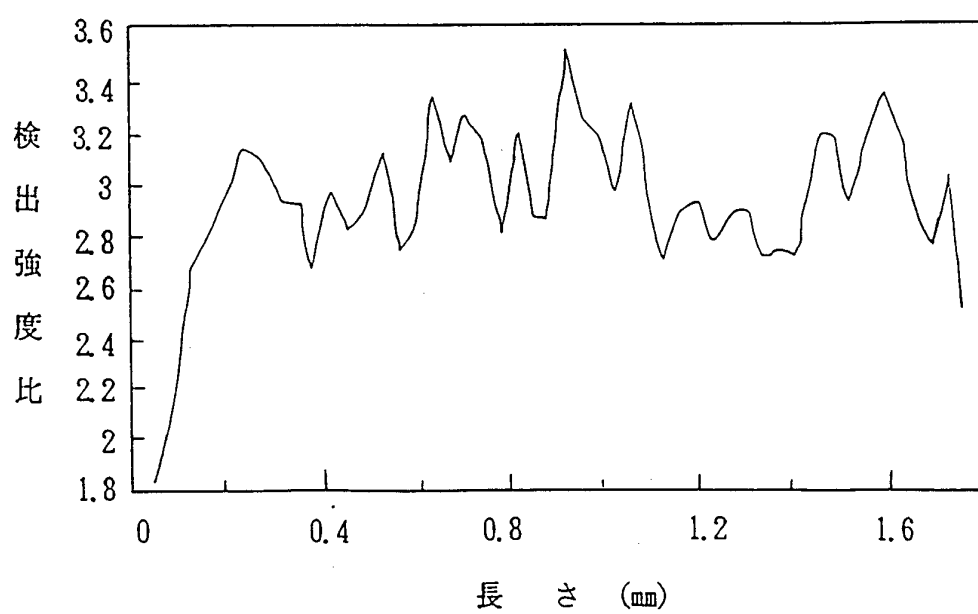
第 4 図



第 5 図

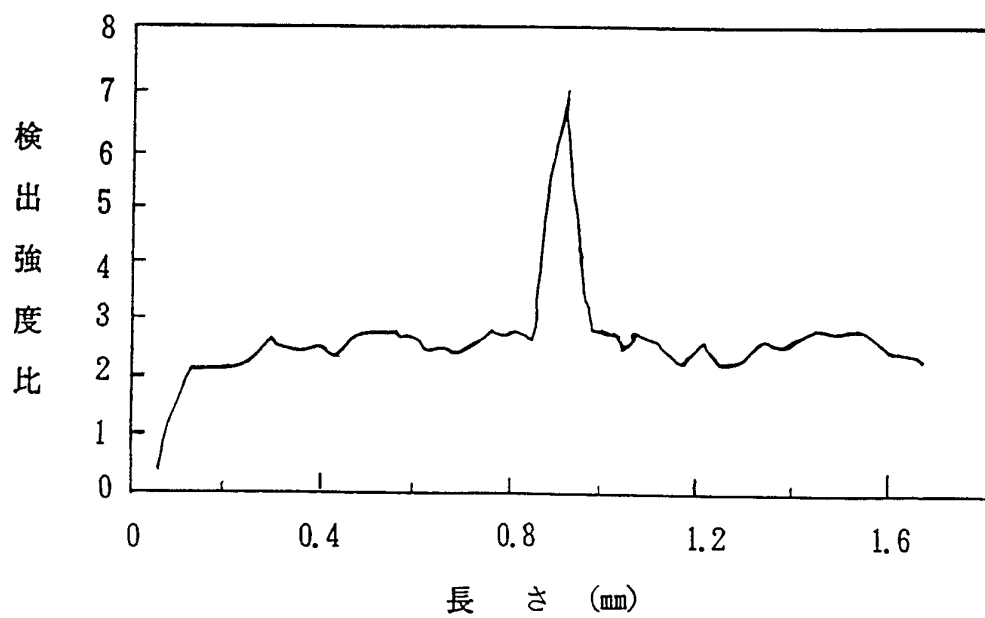


第 6 図

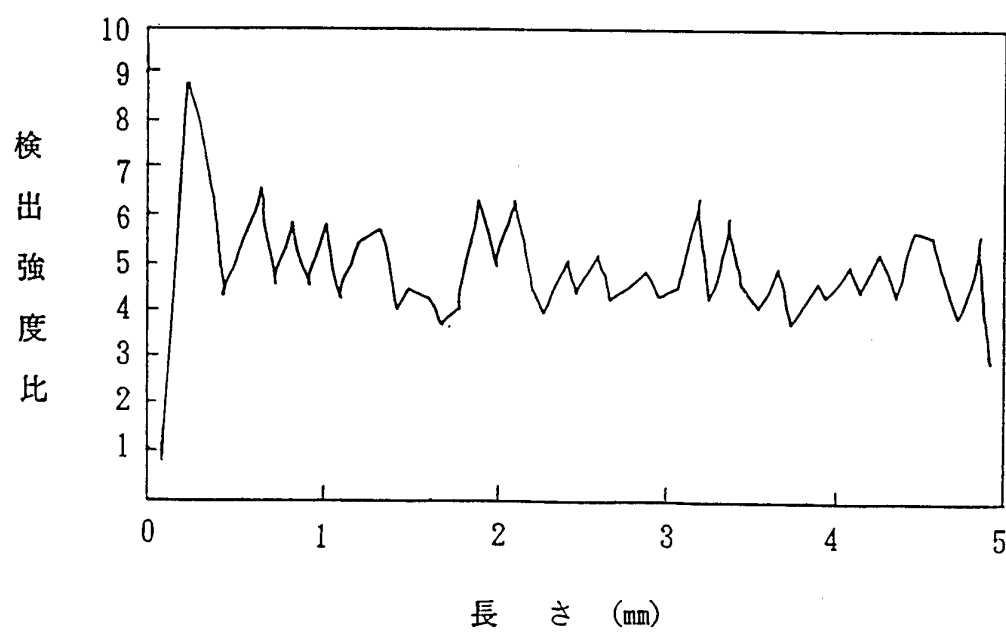


4 / 4

第 7 図



第 8 図



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP96/01585

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl⁶ G01N1/02, G01N33/20, G01N21/63, G01N21/89

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl⁶ G01N1/00, G01N33/20, G01N21/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926 - 1995

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971 - 1995

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 62-162947, A (Nippon Steel Corp.), July 18, 1987 (18. 07. 87), Claim; page 2, upper right column, line 6 to lower right column, line 20 (Family: none)	1 - 4
Y	JP, 7-128237, A (NKK Corp.), May 19, 1995 (19. 05. 95), Claims 1, 2; paragraphs (0011), (0018), (0019), (0023), (0035), (0039), (0041) and Abstract (Family: none)	1 - 4
A	JP, 7-72047, A (NKK Corp.), March 17, 1995 (17. 03. 95), Paragraphs (0003), (0018), (0019), (0025) & EP, 632264, A1	1 - 4
A	JP, 3-118440, A May 21, 1991 (21. 05. 91), Claim (Family: none)	1 - 4

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

August 12, 1996 (12. 08. 96)

Date of mailing of the international search report

August 20, 1996 (20. 08. 96)

Name and mailing address of the ISA/

Japanese Patent Office

Facsimile No.

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. G 01 N 1/02, G 01 N 33/20, G 01 N 21/63, G 01 N 21/89

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. G 01 N 1/00, G 01 N 33/20, G 01 N 21/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1995

日本国公開実用新案公報 1971-1995

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, 62-162947, A (新日本製鐵株式会社), 18. 7月. 1987 (18. 07. 87), 特許請求の範囲、明細書第2頁右上欄第6行~同右下欄第20行 (ファミリー無し)	1-4
Y	JP, 7-128237, A (日本鋼管株式会社), 19. 5月. 1995 (19. 05. 95), 請求項1、請求項2、明細書[0011], [0018], [0019], [0023], [0035], [0039], [0041]及び抄録 (ファミリー無し)	1-4
A	JP, 7-72047, A (日本鋼管株式会社), 17. 3月. 1995 (17. 03. 95), [0003], [0018], [0019], [0025]&EP, 632264, A1	1-4
A	JP, 3-118440, A(), 21. 5. 1991 (21. 05. 91), 特許請求の範囲 (ファミリー無し)	1-4

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

12. 08. 96

国際調査報告の発送日

20.08.96

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

柏崎 康司

電話番号 03-3581-1101 内線 3251

2 J 8310