

当社高 cleanliness 鋼の研究開発を支える cleanliness 評価技術

Cleanliness Evaluation Methods Indispensable for Research & Development in More Confident Steels

濱野 利幸*

HAMANO Toshiyuki

1. 緒言

地球規模でのCO₂削減や再生可能エネルギーのさらなる活用が求められるなか、風力発電の拡大や自動車の電動化の流れが加速している。これらのエコプロダクト（環境配慮製品）に使用される軸受部品には、設備や機械の性能を安定的に発揮させる高い寿命信頼性が求められ、一方で、さらなる小型・軽量化の要求も根強い。寿命に関しては、想定した部品の寿命よりも短い期間での突発的なはく離の抑制が特に重視されている。

上記のニーズに対し、当社は、顧客の信頼に応えうる高 cleanliness 鋼の開発、製造、販売を担っている。本稿の言う高 cleanliness 鋼とは鋼中の酸素含有量の低減により、非金属介在物（以下、介在物）の含有量を極限まで低減させ、かつその大きさを可能な限り小径化した鋼である。軸受部品の転がり疲れ寿命には介在物の大きさが影響を及ぼすため、その小径化は極めて重要である。今日当社が製造している高 cleanliness 鋼は、酸素量が約5 ppm以下程度にまで低減されていることで、短寿命に関与しうるような大型の介在物の存在頻度は極めて低い。そのため、規格化されている顕微鏡を用いた一般的な介在物評価方法では差別化が困難なレベルに到達している。よって今後さらなる鋼の high cleanliness 化を図っていくにあたり、製鋼技術の洗練化とともに、その製品品質を見極めるための高度な評価技術の開発も不可欠である。その評価技術に対しては、検出されることが稀な比較的大型の介在物をも正確にかつ可能な限り迅速に定量評価可能であることが求められている。

本稿では、製品の品質や製鋼プロセスの改善のための研究の基盤技術として開発された高 cleanliness 鋼の cleanliness 評価技術について、事例とともに紹介する。紹介する評価技術は、(1)光学顕微鏡観察と極値統計法の組合せによる一定面積中の最大介在物径の予測技術、(2) SEMとEDXを組み合わせた装置による介在物の自動組成分析技術、(3)水素チャージと超音波疲労試験を組み合わせた大体積中の大型介在物評価技術である。

2. 極値統計法による最大介在物径予測技術¹⁻³⁾

2.1 概要

本方法は光学顕微鏡を利用した介在物評価技術の一種である。従来、介在物を光学顕微鏡にて直接観察する評価法として、米国のASTM E45や、日本のJIS G0555(附属書1)の点算法等がある。これらの方法では、光学顕微鏡を用いて介在物の種類、形態、大きさ、分布等を評価する。ただし、高 cleanliness 鋼では介在物の総量が少なくかつ小径化しており、これらの方法により cleanliness の違いを評価することは困難となっている。そこで、高 cleanliness 鋼の評価に適した方法として、光学顕微鏡観察結果をもとに極値統計法を適用して任意面積中の最大介在物径を定量的に予測する評価技術について紹介する。

極値統計に用いる介在物径のデータを得るための試験片作製と観察要領のイメージを図1に示す⁴⁾。評価用の試料は、鍛伸又は圧延された鋼材の延伸方向に平行な面が被検面になるように切出す。一つの試料の大きさ（観察面積）は極値統計処理の検査基準面積 S_0 とし、試料数を全体で n 個とする。切出した n 個の試料は、鏡面に研磨してから光学顕微鏡観察に供する。観察においては、検査基準面積 S_0

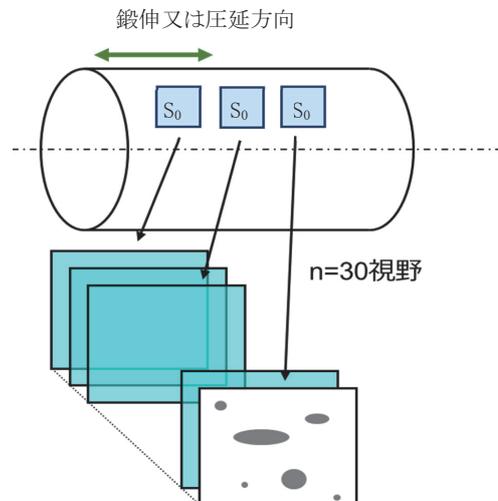


図1 試験片作製と観察要領のイメージ図⁴⁾

* 研究・開発センター 研究開発企画室 企画グループ

の中で最大径の介在物を特定し、その介在物径を測定・記録し、これをn個分繰り返す。ここで介在物径は介在物の長径aと短径bを用いて $\sqrt{a \times b}$ (以後 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ と示す)から求められる。

極値統計処理では、n個分のそれぞれの観察視野における最大介在物径のデータを使用し、極値統計グラフを作成する。その横軸は介在物径 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ とする。また、縦軸は累積分布関数 F_j もしくは基準化変数 y_j であり、 $j=1 \sim n$ として次の(1)式もしくは(2)式で示される。

$$F_j = j / (n + 1) \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$y_j = -\ln[-\ln\{j / (n + 1)\}] \quad \dots\dots\dots (2)$$

予測を行う面積Sにおける最大介在物径 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ は、測定結果のプロットから得られた近似直線に基づき算出される。ここで予測を行う再帰期間(再現期間とも呼ばれる)Tは、(3)式から計算される。

$$T = (S + S_0) / S_0 \quad \dots\dots\dots (3)$$

2.2 極値統計法を活用した評価事例⁵⁾

本評価法を用いて高清浄度グレードの高炭素クロム軸受鋼SUJ2を評価した事例を示す。素材はSUJ2の鋼片(当社中間製品)を鍛伸した $\phi 65$ mmの鋼材である。実際の評価において、観察する検査基準面積 S_0 は縦10 mm×横10 mmの100 mm²とした⁴⁾。観察視野数nは30とし、30個分の試料を鋼材の所定の部分から切出した。切出した試料を鏡面に研磨した後、400倍の倍率での光学顕微鏡観察を行い、30個分の試料それぞれの観察範囲(S_0 内)における最大介在物径を特定し、その $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ を算出した。

図2に30個分の各視野中の最大介在物を示す⁵⁾。aは介在物の長径、bは短径であり、 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ は $\sqrt{a \times b}$ から

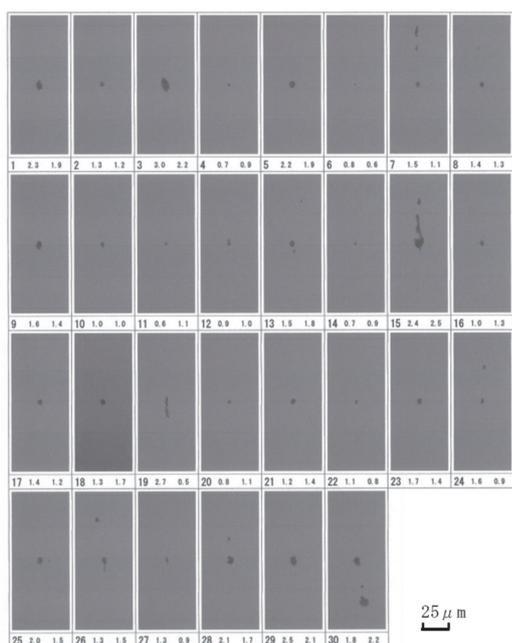


図2 30個分の各試料で観察された最大介在物

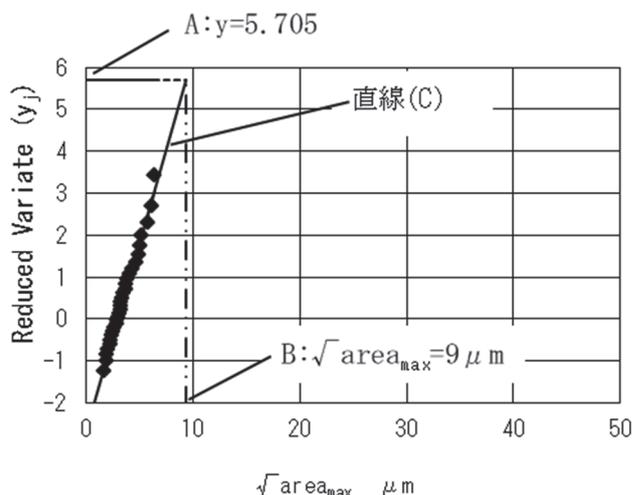


図3 介在物径 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ の極値統計分布

求めた。また、図3に介在物径 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ の極値統計分布を示す。図中直線Aの値($y=5.705$)は、検査基準面積 S_0 を100 mm²とし、予測を行う面積Sを30,000 mm²とした場合の再帰期間 $T=(S+S_0)/S_0=301$ に対応する基準化変数 $y=-\ln[-\ln\{(T-1)/T\}]$ を示したものである。図3の各プロットは、30個分の $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ を小さい方から順に並べており、縦軸の座標は基準化変数を求める(2)式においてjを1~30として求めている。直線Cは、全プロットに基づいて算出した近似直線であり、図中B点が、予測を行う面積 $S=30,000$ mm²における $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ の推定値を示す。本供試材の場合 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ の推定値は、9 μm ($S_0=100$ mm², $n=30$, $S=30,000$ mm²)と定量的に予測された。さらに本方法により複数の鋼材に対して $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ の推定値を評価することにより、鋼材の清浄度を比較することも可能である。

極値統計法を利用する本評価技術は、高清浄度鋼の介在物の定量評価の重要な基盤技術であり、製品の品質のみならず操業に関する評価にも活用している。

3. 鋼中介在物の自動組成分析技術⁶⁾

3.1 概要

当社は鉄スクラップ原料を電気炉(EF)で溶解・酸化精錬し、次いで取鍋精錬炉(LF)、RH真空脱ガス炉で還元精錬した溶鋼を連続 casting 法(CC)または造塊法(IC)にて鑄造することにより鋼材を製造している。製品の高い清浄度を実現するためには、溶鋼段階での品質造り込み技術が重要であり、溶解・精錬・鑄造の一連の工程における介在物の量や大きさのコントロールが高清浄度化のキーテクノロジーとなる。

LFからRH終了までの溶鋼二次精錬工程において、溶鋼中に存在する介在物は随時その量および大きさを変化させる。この変化の程度には、溶鋼中での介在物の凝集体、浮上分離挙動が関与しており、さらに、これら挙動に

対しては介在物の組成（溶鋼との界面特性に関与）が大きく影響していることが知られている。このことから、二次精錬中における介在物の組成変化挙動を定量的に捉えることは、溶鋼中介在物の量や大きさ、ひいては鑄造の安定化や鋼材の纯净度のコントロールにおいて重要となる。そこで本章では、介在物組成の自動測定装置であるASPEX Explorer(Aspex Corporation 社製、現 Thermo Fisher 社製)を活用した介在物の自動組成分析技術を紹介する。

ASPEX Explorerは、走査型電子顕微鏡 (SEM) とエネルギー分散型X線分析装置 EDX (EDSとも言う) が組み合わせられており、範囲設定した観察領域全面に対し、自動で介在物検出と組成分析を実行する機能を備えた装置である。また、走査する面積および測定対象とする介在物の最小径は任意に設定可能である。一般的に、Alキルド鋼の二次精錬工程では溶鋼中の酸素ポテンシャルが十分に低いため、脱酸初期の非金属介在物の組成は Al_2O_3 から始まり、やがて $MgO \cdot Al_2O_3$ や $CaO \cdot Al_2O_3$ へと変化する。このことから、二次精錬中に適宜サンプリングした試料に対してASPEX Explorerを適用し、得られた介在物組成情報をCaO-MgO- Al_2O_3 の3元系状態図にプロットすることで、介在物組成構成の変化を可視化することができる。

3.2 鋼中介在物組成分布の評価事例

本事例では、二次精錬過程のLFからRH工程にかけて溶鋼サンプルを所定のタイミングで採取し、ASPEX Explorerにより評価した結果を紹介する。調査に供した試験片は、採取した溶鋼サンプルを冷却し、機械加工および

樹脂埋めした後、鏡面研磨することで作製した。走査面積は 100 mm^2 とし、測定対象とする介在物の大きさは $1 \mu\text{m}$ 以上とした。図4に介在物組成構成の測定結果を三元状態図上にプロットしたものを示す⁶⁾。本事例は、SCM420鋼のLF初期からRH終了までの介在物組成の変化の推移を示している。このように、LF初期におけるAl脱酸の後からRH終了までの工程での介在物の組成変化挙動を詳細に捉えることができています。さらにこの介在物組成変化挙動は、熱力学的平衡論と溶鋼からの介在物の被除去性を組み合わせて考えることで解釈ができています⁶⁾。このように、ASPEX Explorerを用いた介在物自動評価技術を用いることにより、二次精錬中における介在物の複雑な組成変化挙動を定量的に把握し、また、その過程を考察・検討することが可能である。

本評価法は、分析した介在物組成分布から、製鋼プロセスの反応状態を定量的に可視化・評価できる手法である。顧客からの安定した品質要求に応えるべく、今後も本技術を活用して引き続き製鋼研究・技術開発に取り組んでいく。

4. 水素チャージと超音波疲労試験を組み合わせた大体積中の大型介在物評価技術⁷⁾

4.1 開発の背景と概要

カーボンニュートラルの実現が世界的に求められる中で、それに寄与するエコプロダクトの素材となる特殊鋼製品に対し、更なる信頼性向上のニーズがある。これを背景として、製品の疲労破壊の起点となりうる鋼中の介在物の

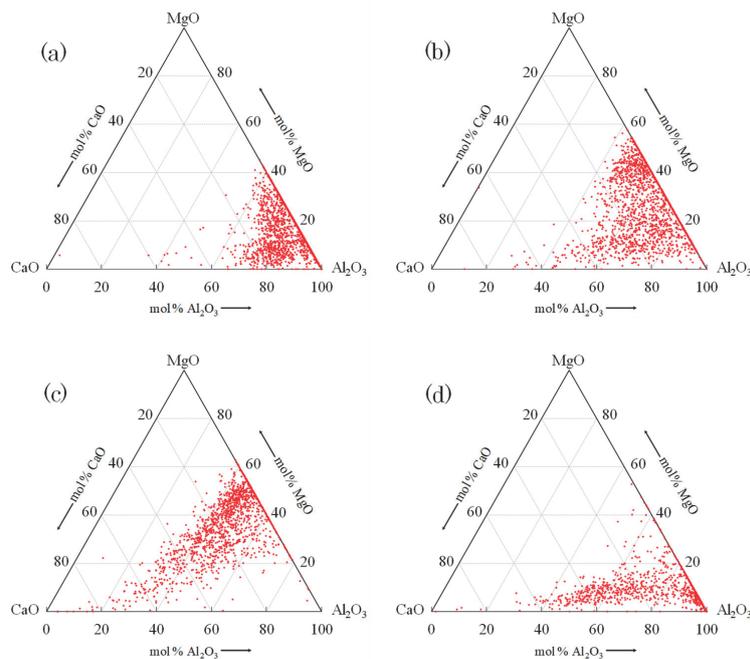


図4 ASPEXによる介在物組成分析事例 (a: LF初期、b:LF中期、c:LF終了時、d:RH終了時) ⁶⁾

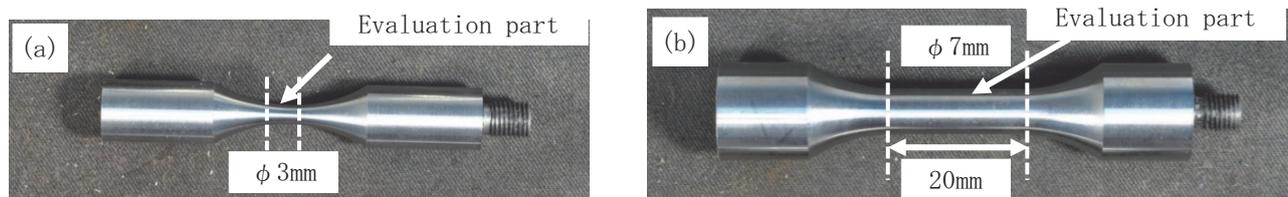


図5 超音波疲労試験片の形状 (a)従来の砂時計型試験片、(b)独自設計の大型試験片⁷⁾

大きさを低減する製鋼技術の開発が求められている。特に重要と考えられるのは、部品の短寿命はく離に關与する可能性がある比較的大型の介在物を低減することである。そして、その改善結果を確かめるための手段として大型介在物の高精度評価技術が必要になる。

しかしながら、従来から介在物 cleanliness 評価方法として広く利用されている顕微鏡観察（検鏡）法や超音波探傷法は、大型介在物の正確な評価には必ずしも適していない。その理由として、検鏡法は二次元観察であり、評価量としてはごく少量に留まるため、高 cleanliness 鋼中の存在頻度の低い大型介在物の検出が困難なことが挙げられる。また、超音波探傷法は大体積の評価に適し、大型介在物を捉えやすい手段であるが、非破壊検査であるために直接的に介在物の大きさや種類を評価できないという課題がある。これら以外に疲労試験を利用して破断面に現出した最大介在物を測定する介在物評価方法（疲労試験法）は高精度評価に適しているが、破断に長期間を要するため効率的ではなかった。それを補うために迅速破断に有利な超音波疲労試験（超音波振動により試験片に最大20 kHzの軸方向引張圧縮疲労を付与可能）を利用しようとした場合、小さな試験片でなければ破断が困難なため大体積の評価ができないという課題があった。

そこで、当社では従来方法の課題を克服し、迅速かつ正確に大型介在物の cleanliness を評価するための方法を新たに開発した。

従来方法の問題を克服するために、当社はサイズを拡大した独自設計の試験片を用い、水素による脆化作用と超音波疲労試験を組み合わせる疲労破壊させる方法を考案し、新たな cleanliness 評価方法として確立した。この方法により、大きな体積を調査対象として鋼中最大介在物を迅速かつ正確に測定することを可能にしている。

開発した方法の概要を紹介する。開発のポイントは最大介在物評価に主眼を置いた試験片形状設計と評価のための試験方法の工夫である。一般に利用される超音波疲労試験片は砂時計型形状で、その最小径部（φ3）付近に応力が集中するために評価体積を大きく取れないという制約がある。当社は、試験片の評価体積部の最小径を7 mmに拡大し、なおかつ長さ20 mmの平行部を持たせた新設計とすることで、評価体積を従来試験片の数十倍に拡大した。図5

に従来試験片と開発方法の試験片を示す。ただし、新設計の大型試験片は、当社を含め標準的に利用されている市販の超音波疲労試験機（島津製作所製USF-2000）では出力制約のため破断させることができない。そこで、試験片に予め水素チャージを行って鋼材の脆化を促す工夫を行ってから超音波疲労試験を行うことにより、短時間（数分程度）で破断することを可能にしている。試験片の破断は、疲労試験であることにより評価体積中の最大介在物を起点として生じる。その起点部をSEMやそれに付帯するEDS等の分析装置で調査することで最大介在物の大きさの精密評価や化学組成の特定が実現される。また、この方法で複数の試験を実施し、得られた測定結果に対して極値統計法を適用することで、より大きな体積中の鋼材に含まれる最大介在物の大きさを従来法以上に高精度に推定することを可能にしている。図6に一連の評価についての概略フローをまとめる。

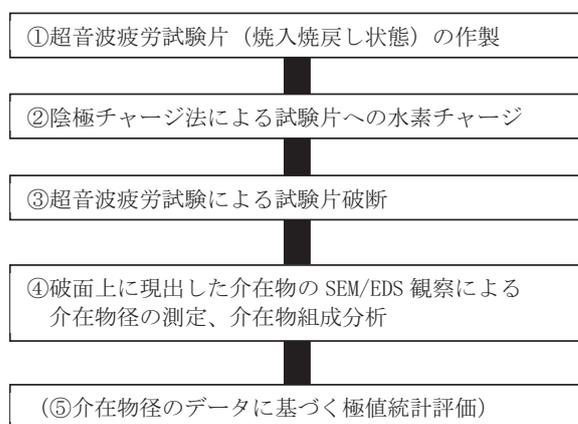


図6 評価方法の概略フロー

4.2 水素チャージ超音波疲労試験による評価事例

本開発方法による評価の一例を示す。図7はSUJ2製の大型試験片を水素チャージ後に超音波疲労により迅速破断させて、それをSEMで観察した例である⁷⁾。破面上にはフィッシュアイと呼ばれる特徴的な円形状破断領域が形成され、その中心付近に破断起点となった介在物が現出している。事例では43.4 μmの球状酸化物（CaO-MgO-Al₂O₃系）である。本開発方法の活用により、特殊鋼製品の更なる cleanliness 向上に向けた製鋼技術の開発や、最大介在物の大

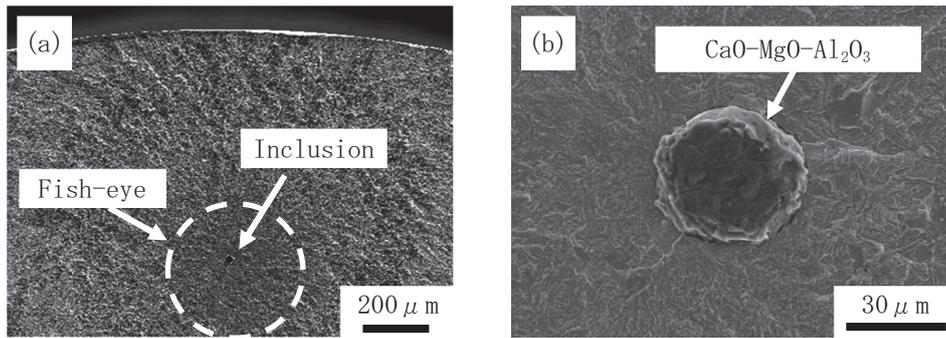


図7 超音波疲労試験片の破面SEM観察結果 (a)フィッシュアイ状破面部、(b)破壊起点となった介在物⁷⁾

きさから導き出される疲労強度の定量的な予測にもとづく部品設計最適化への貢献が期待される。

5. 結言

特殊鋼材の介在物 cleanliness は、製鋼技術の進化を通じて一般的な方法では評価が困難なレベルにまで向上している。したがって cleanliness 評価のための基盤技術は、製鋼技術と並行して高度化する必要がある。本稿で紹介した評価技術は、高 cleanliness 化した鋼の介在物の大きさ、量、組成、形態の評価に加え、存在頻度が稀な大型介在物の迅速な評価をも可能にしている。

今後も製鋼技術と評価技術をともに進化させながら、さらなる高 cleanliness 鋼を顧客に提供できるように研究・開発の深化を進めていく。

参考文献

- 1) 加藤恵之, 佐藤海広, 平岡和彦, 塗嘉夫: 山陽特殊製鋼技報, 8(2001)1, 59-67.
- 2) Y.Unigame, K.Hiraoka, I.Takasu and Y.Kato, "Evaluation Procedures of Nonmetallic Inclusions in Steel for Highly Reliable Bearings" ASTM International, West Conshohocken, PA, 2006.
- 3) 村上敬宜: 金属疲労微小欠陥と介在物の影響, 株式会社養賢堂, (1993), 233-240.
- 4) 長尾実佐樹, 平岡和彦, 雲丹亀泰和: 山陽特殊製鋼技報, 12(2005)1, 38-45.
- 5) 杉本晋一郎, 大井茂博: 山陽特殊製鋼技報, 25(2018)1, 50-54.
- 6) 吉岡孝宜, 中畑憲一郎, 河村崇紀, 大場康英: 山陽特殊製鋼技報, 23(2016)1, 36-46.
- 7) 杉本隼之, 藤松威史: 山陽特殊製鋼技報, 27(2020)1, 82-89.