

鋼中非金属介在物及びその周囲の隙間の三次元観察方法

Three-Dimensional Observation Method of Inclusions and Cavities in Steel

平嶋 一誠*¹ 島村 祐太*¹ 吉岡 孝宜*² 杉本 隼之*³ 藤松 威史*⁴

HIRASHIMA Issei, SHIMAMURA Yuta, YOSHIOKA Takanori, SUGIMOTO Toshiyuki and FUJIMATSU Takeshi

1. 緒言

酸化物に代表される非金属介在物（以下、介在物と略す）は、鋼中に不可避免的に含有され、機械要素部品の破損起点となりうる¹⁾。そこで、鋼材の酸素含有量を低値に制御することによる介在物低減は、鋼製部品の寿命向上に有効な手段であるといえ、軸受用鋼材では数ppmレベルまでの低酸素値への制御の実現に至っている。一方で、近年の社会的な要求を背景として、例えば風力発電分野においては今後さらなる市場拡大が予想されている。同分野では、発電効率向上の観点から風車の大型化が目指されており、必然的にそれに用いる軸受の大径化が進むと考えられる。これに伴って軸受用鋼材もより大径化が進むと考えられる。鋼材のサイズが大きくなり、より大型の軸受到に用いられるようになれば、部品が使用される際に繰り返し疲労にさらされる体積も増加する。それによる、低頻度ながらも鋼中に存在する比較的大型で有害性の高い介在物が、製品の中に含有される危険性が高まることが懸念される。

このような背景のもと、鋼材に対してはさらなる信頼性向上が望まれており、そのために高纯净化に加えて、介在物の組成や形態の正確な把握を通じ、製鋼プロセスにおける介在物の生成・形成メカニズムを理解し、それを介在物制御に活用していく考えも必要になる。また、鋼材製品中に存在する介在物は製鋼プロセス中に生成した形態のまま留まるとは限らず、圧延時の鋼材の塑性変形に伴って介在物が破碎されたり延伸したりする場合や、介在物と鋼（母相）の境界部に隙間が形成したりする場合がある。このときに形成される介在物と母相間の隙間は、鋼材寿命に悪影響を及ぼすことが示されている²⁾。従って介在物の鋼材への悪影響を抑制しようとするれば、介在物そのものだけでなくその周囲の隙間の形態などを含めた情報を正確に得ることが重要と考えられる。

介在物の調査方法としては、鋼材の研磨断面を観察対象

として光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡で二次元的に観察する方法が広く用いられている。この手法は観察用試料の作製が容易である一方で、得られる情報は介在物断面の形状や化学組成に関するものに留まり、複雑な介在物形態や化学組成を三次元的に把握することは難しい手法であった。

これまでに、介在物組成・形態を三次元的に把握する手法はいくつか開発されている。例えば、電解抽出や、鉄母相の酸溶解法などを挙げるができる³⁾。これらの手法は、いずれも鉄母相を溶解することによって介在物のみをフィルター上に捕捉することで三次元観察を可能としている。しかし、これらの手法では電解や酸溶解時に介在物が部分的に溶出するリスクが避けられず、介在物組成や形態を正しく評価できないという短所も抱えている。また、鉄母相を溶解するという手法であるため、圧延によって破碎が生じた介在物は溶解によって分断されて元の形態情報が失われてしまう。同様に、介在物周囲の空隙についても周囲の鉄母相の溶解により情報が失われてしまう。従って、鋼中介在物の組成・形態や、介在物周囲の隙間の状況を三次元的に捉えたい場合に対し、介在物を現出することができ、なおかつ介在物とその周囲が維持された状態で観察することが可能な手法が望まれていた。

これまで当社では、水素チャージと超音波疲労試験を組み合わせることによって、鋼材中に低頻度で存在する粗大な介在物を迅速に疲労破断させて現出させ、その観察により得られた介在物大きさのデータ群を元に極値統計法を用いて鋼中介在物の最大径を予測する鋼材清浄度評価手法を開発している⁴⁾。本報では、上記の水素チャージと超音波疲労試験を組み合わせた手法を製鋼プロセスでの現象理解に適した手法に改良し、介在物形態と化学組成及びその周囲の隙間を同時に観察する手法として確立した内容を報告する。

*1 研究・開発センター プロセス開発室 製鋼グループ

*2 研究・開発センター プロセス開発室 製鋼グループ長 Ph.D.

*3 研究・開発センター 新商品開発室 商品開発1グループ 博士 (理学)

*4 研究・開発センター 部長 博士 (工学)

2. 鋼中介在物を三次元観察するための手段

2.1 介在物観察までの手順

大体積を評価できるように設計した超音波疲労試験片を用いる一連の介在物評価のフローをFig.1に示す。以降では、そのフローに沿って本手法の詳細を説明する。

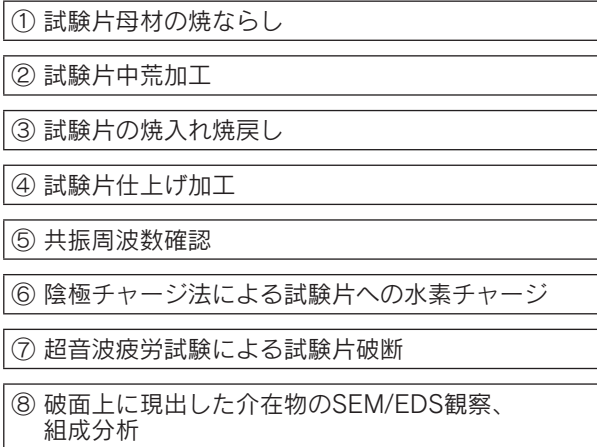


Fig.1 Flow chart of evaluation process.

2.2 試験片の作製

試験片母材としては熱間圧延材を用い、試験片は母材の圧延方向に対して試験片の長手方向が直交するように採取した (Fig.2)。この工夫により、超音波疲労試験による破断面と母材の圧延方向を一致させることができる。これによって、圧延時に生じる介在物の破碎・伸展の様子や、介在物周囲の隙間の形成状況について破面上の起点部

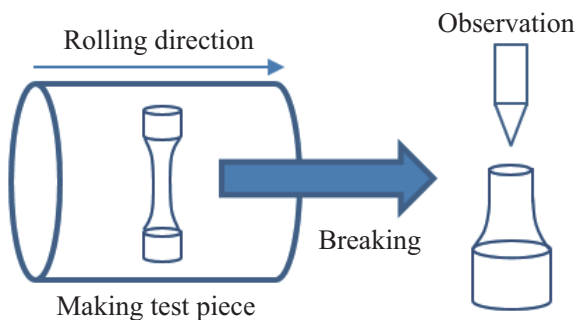


Fig.2 Schematic of sampling location in rolled steel.

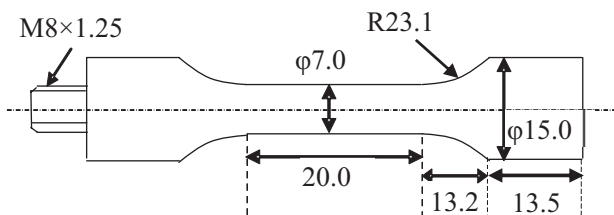


Fig.3 Shape of the ultrasonic fatigue specimen.

観察によって全貌を確認することが可能となる。

超音波疲労試験片の形状をFig.3に示す。試験片用の鋼材に焼ならしを行った後、Fig.3に示す超音波疲労試験片の仕上げ形状に対して余肉を付けた荒加工形状を作製した (Fig.1 ①、②)。荒加工後の試験片に焼入れ焼戻し後に仕上げ加工を行った (Fig.1 ③、④)。このようにして作製した試験片に対し、超音波疲労試験の遂行に必要な共振条件を満たしていることを確認した (Fig.1 ⑤)。

2.3 試験片への水素チャージ

介在物はサイズが大きいものほど鋼材中の存在頻度も低くなることから、そのようなサイズの介在物を調査しようとすれば試験片における評価体積は大きいほど良い。しかし、超音波疲労試験機で負荷可能な応力には限界があるために試験片が大型になると試験片の破断に膨大な時間を要したり、破断が困難になってしまう。このことから、従来の超音波試験片の評価体積は、30~50mm³ほどと比較的小さく^{5, 6)}、超音波疲労試験を用いた介在物観察手法の課題となっていた。そこで本手法では、水素チャージによる試験片の水素脆化を利用することで、市販の超音波疲労試験機で負荷可能な応力では破断が困難な大型の疲労試験片の評価を実現している (Fig.1 ⑥)。試験片への水素チャージは、鋼中の介在物周囲母相からのき裂発生ならびにその伝ばを促進させ、大きな評価体積を有する超音波疲労試験の破断に要する膨大な時間を、数十秒程度まで短縮することができるようになる。これにより、本手法の超音波疲労試験片の評価体積を770mm³に増加させることができている⁴⁾。同試験片は、電解液となる0.3%チオシアン酸アンモニウム、3%塩化ナトリウム、および96.7%純水を混合した水溶液 (チオシアン酸アンモニウム溶液) に浸漬したうえで陰極チャージ法⁷⁾により、水素チャージを行った。

2.4 超音波疲労試験および観察

水素チャージ後、試験片表面からの水素の脱離を避けるために速やかに超音波疲労試験に供した (Fig.1 ⑦)。試験後、介在物を起点に破断した超音波疲労試験片について、走査型電子顕微鏡 (SEM) 及び分析装置 (EDS) を用いて、起点介在物の形態、介在物周囲の隙間形態、介在物の化学組成について三次元的に観察・評価を行った (Fig.1 ⑧)。

3. 本手法を用いた介在物とその周囲の隙間の観察結果

3.1 介在物の三次元観察・分析

試験片の破断面の例をFig.4に示す。破断面にはフィッシュアイと称される特徴的な破面領域が形成されており、

その中心にFig.5に示す球状の介在物が観察された。この介在物をSEM-EDSを用いて分析したところ、CaO-MgO-Al₂O₃からなる酸化物相と、その相を覆うように分布するCaS相を観察できた。CaS相は電解法の場合、溶出してしまいうリスクがあるが⁸⁾、本手法では球状介在物の表層に明瞭に観察された。このことから、水素チャージと超音波疲労試験を組み合わせる介在物を現出させる本手法は、介在物の組成や形態といった情報を鋼中での存在状態を保存したまま観察するのに適していることが確認できた。

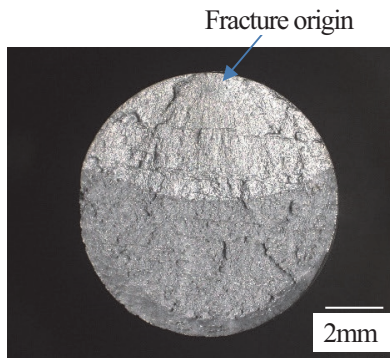


Fig.4 Observation result of a fracture surface.

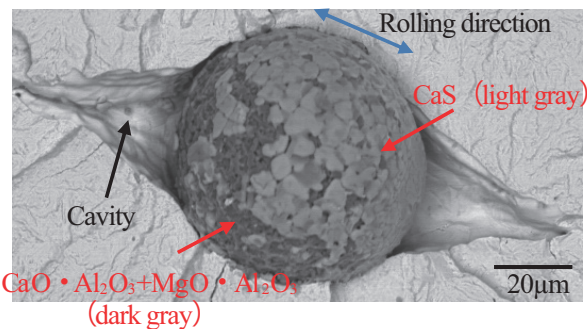


Fig.5 Observation result of an inclusion on a fracture surface⁹⁾.

3.2 介在物周囲の形態観察結果

球状介在物の周囲には特定の方向に伸長した隙間も同時に確認された。隙間が最大となる方向は、試験片の長手方向であり、熱間圧延との関係性が見られている。本手法で用いた超音波疲労試験は、原理上、鋼材の評価体積内に含まれる欠陥のうち、欠陥のサイズ ($\sqrt{\text{Area}} = \sqrt{\text{長径} \times \text{短径}}$) が引張・圧縮型の応力付与方向 (本試験では試験片軸方向) に対して最大となる投影面において破断が生じる。今回のように、圧延方向と破断面の方向を直交させる手法によれば、周囲の隙間も含めた鋼中の介在物の最大サイズとなる断面で破断が生じており、介在物周囲の隙間の程度についても定量的な評価を行うことができる。これは、介在物単体だけでなく周囲の状況を含めて疲労に対する影響を考える上で必要な情報となる。このときの介在物周囲の隙間の状況は、水素による脆化を利用して脆性的な破断を生じさせているため、鋼中での三次元的な形態情報を失う

ことなく現出させることができている。

4. 結言

鋼中介在物の化学組成・形態および介在物周囲の隙間の状態は、さらなる鋼材の高信頼性化に向けて重要な情報であり、その把握には介在物の三次元観察技術の確立が不可欠と考え、そのための手法を新たに開発した。

本手法では、圧延した鋼材から試験片長手方向を圧延方向と直交するように試験片を採取し、水素チャージと超音波疲労試験を組み合わせる介在物を起点に脆性的に破断させる手法を適用した。これにより、圧延時に形成される介在物周囲の隙間を含めて介在物の三次元的評価を行うことが可能となった。今後本手法を活用して介在物に関する知見の深化を図り、研究・開発を進めていく。

参考文献

- 1) 坪田一一：鉄と鋼，68(1982)，2037.
- 2) 藤松威史，平岡和彦，山本厚之：鉄と鋼，94(2008)，13.
- 3) R. Inoue, S. Ueda, T. Ariyama and H. Suito: *ISIJ int.*, 51(2011), 2050.
- 4) 杉本隼之，藤松威史：山陽特殊製鋼技報，27(2020)，82.
- 5) 特開 2009-281738 号公報．
- 6) 特開 2012-73059 号公報．
- 7) 大村朋彦，鈴木啓史，岡村司，山田紘樹，三輪則暁，渡邊義典，多田雅史，齋藤博之，早川正夫，大熊隆次，岩本隆，漆原亘，平上大輔，今出政明，長沢尚三，平下紀夫：鉄と鋼，100(2014)，1289.
- 8) 吉田良雄，船橋佳子，神野義一：鉄と鋼，1(1982)，162.
- 9) 平嶋一誠，島村祐太，吉岡孝宜，杉本隼之，藤松威史：CAMP-ISIJ, 36(2023)，12.