UDC 620.191/.192 : 620.186.14
669.14.018.24 : 669.15'26-194.2

鋼中非金属介在物の顕微鏡的測定方法について

門 脇 亮*
池 谷 正*

On the New Microscopic Testing Method for the Non-Metallic Inclusions in Steel

Ryô Kadowaki and Tadashi Iketani

【概 要】

鋼中の非金属介在物を顕微鏡的に測定するために、従来の方法の欠点を補った新しい方法について考案し、実験により次の結果を得た。

- (1) 新測定方法では介在物を種類別に形状、数、分布および面積率が同時に測定できる。
- (2) 新測定方法と一般に用いられている JIS 法により介在物の面積率を測定比較したところ、新測定方法の値は JIS 法の値の危険率 5% の時の誤差範囲内にはほとんど納まっており、十分 JIS 法の代用になることが確認された。
- (3) 新測定方法で 100 視野測定した値は JIS 法の 200 視野と同等の精度をもっていることが判明した。
- (4) 新測定方法による測定時間は JIS 法の約 2 倍となるが、JIS 法では明らかにされない介在物の状況が把握できる。

1. 緒 言

鋼中非金属介在物の測定方法は JIS 法を初めとし、ASTM 法等、各種の方法があるが、これらはそれぞれ一長一短があり、各方法単独では介在物の全貌を知るのに十分ではない。そこで清浄度判定の要素となる介在物の種類、量、形状および分布を同時に測定する新しい方法について、軸受鋼第 2 種の大気溶解材と脱ガス処理材を試料にえらび検討を行なった。

以下その結果について報告する。

2. 現在使用されている各種測定方法の説明

現在国内、国外で用いられている鋼中非金属介在物の顕微鏡的測定方法の主なるものを Table 1 に示し

た¹⁾³⁾。

なお、これらの測定方法以外にも各種の測定方法があるが、介在物全体の様相を把握するためには満足できない。

3. 試 験 方 法

3.1 試 験 材

試験に用いた試料の明細を Table 2 に示す。試料は軸受鋼第 2 種で大気溶解による 2 チャージと RH 脱ガス処理を行なった 2 チャージで、いずれも Al 含有量の多いもの、少ないもの各 1 チャージずつである。鋼中の酸素量は脱ガス処理材の方が大気溶解材に比べて相当少ない。硫黄の量は各チャージ間に特に差は認められない。

昭和43年 4 月17日受付

* 大同製鋼(株)中央研究所

Table 1. Comparison of different testing methods for the non-metallic inclusions.

Testing method	Procedure	Character of testing method				
		distribution	number	size	area ratio	reappearance
ASTM-Method A	Showing for average of worst field for each inclusion type. (Jernkontoret method)	×	×	△	×	◎
ASTM-Method B	Measurement in detail about long inclusions. Other inclusions show by back ground classification.	×	×	□	×	◎
ASTM-Method C	Showing by micrographic classification about long inclusions.	×	×	□	×	◎
ASTM-Method D	Showing for each inclusion type. It's severity more than ASTM-method A	×	×	△	×	◎
J.S.P.S. — Method 1	This method is similar to ASTM-B	×	×	□	○	◎
J.S.P.S. — Method 2	Showing for area ratio on series of inclusions.	×	×	△	○	◎
J.S.P.S. — Method 3	Point counting method for lattice line on glass plate (JIS method)	×	×	×	○	◎

Remark : ◎ fairly, ○ possible, △ nearly, □ partially, × useless.

Table 2. Chemical composition of specimen.

No.	Size (mm)	Chemical composition (%)												Remarks
		C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Al			O (ppm)	
										T	S	I		
5132A	55 ^D	1.00	.28	.43	.016	.008	.10	.05	1.42	.044	.043	<.002	47	air melt
6126A	49 ^D	1.02	.31	.35	.016	.005	.12	.05	1.42	.025	.024	"	51	
4475A	55 ^D	.98	.25	.39	.018	.008	.08	.03	1.38	.039	.038	<.002	22	vacuum degass- ing
5771C	49 ^D	1.00	.26	.40	.020	.006	.09	.04	1.44	.016	.015	"	21	

3.2 新測定方法の説明

新測定方法は介在物の種類別に個々の介在物の大きさ, 数, 分布および面積率が同時に測定できるよう考えられたもので, その詳細は次の通りである。

- (1) 検鏡倍率 400倍
- (2) 視野数 200
- (3) 測定要領

格子板内の介在物について種類別に大きさ (長さ, 巾) 個数を記録する。(Fig. 1)

Fig. 1. Counting point on microscope.

(4) 介在物の種類

(5) 面積率の求め方

伸びたもの……長さ($\bar{x}$)×巾($\bar{y}$)×補正值(A_1, A_2 のみ0.8倍)×個数/
測定面積($7.22mm^2$)×100%

球状のもの……巾($\bar{x}$) $^2 \times \frac{\pi}{4} \times$ 個数/
測定面積($7.22mm^2$)×100%

(6) 結果の表示

介在物の種類別に介在物の大きさをヒストグラムで表わすとともに面積率も表示する。

(7) 備考

面積率を求める場合、 A_1, A_2 系は長さ×巾、すなわち長方形の面積を出しているが、実際に認められる形状はダ円形に近く、その場合の面積は長方形の0.785倍である。したがって、実面積を求めるには計算面積(長さ×巾)×0.8倍(補正值)にしなければならない。

なお、その外の球状や角形のものについては計算

面積をそのまま用いることとした。

4. 試験結果

4.1 新測定方法による測定結果および検討

前記の試験材を用いて日常測定を行なっているJIS法と新測定方法による介在物面積率の測定結果を比較した。Table 3 にその結果を示し、Fig. 2 に測定した介在物の大きさおよび分布状況をヒストグラムで示した。また、Photo. 1 は溶製法による代表的な介在物の状況を示したものである。

同一試料の同一視野においてJIS法と新測定方法に

Table 3. Comparison of testing result on JIS method and new method.

(field number : 200)

Area ratio of non-metallic inclusion Specimen and testing method		Area ratio (%)							Error limit for JIS method
		d	A_1	A_2	B	C	Ti ($A+C$)	A_1+C	Danger ratio 5%
Air melt	5132A	JIS method	0.08 ₈	0.01 ₈	0.00 ₁₃	0	0.02 ₈	0.02 ₆	±0.02 ₁
		new method	0.09 ₂	0.01 ₈	0.00 ₁₄	0	0.04 ₂	0.02 ₄	
	6126A	JIS method	0.07 ₄	0.00 ₅	0.00 ₁₃	0	0.05 ₁	0.01 ₄	±0.01 ₉
		new method	0.09 ₀	0.01 ₃	0.00 ₁₀	0	0.05 ₄	0.01 ₈	
Vacuum degassing	4475A	JIS method	0.03 ₄	0.02 ₃	0	0	0.00 ₅₀	0.00 ₅₁	±0.01 ₃
		new method	0.02 ₉	0.02 ₂	0.00 ₁₀	0	0.00 ₂₉	0.00 ₃₀	
	5771C	JIS method	0.03 ₀	0.01 ₀	0	0	0.00 ₈₈	0.00 ₁₈	±0.01 ₂
		new method	0.03 ₀	0.02 ₄	0.00 ₁₀	0	0.00 ₄₇	0.00 ₀₈

Fig. 2. Frequency table of non-metallic inclusions by new testing method.

C type inclusion found in air melted steels frequently.

A₁ type inclusion found in degassing steels frequently.

Photo.1. Figure of non metallic inclusion on different melting method.

より測定した結果、両法とも測定値は非常によく似た値を示し、新測定方法の全面積率 d の値は通常 JIS 法の全面積率 d の値に対する危険率 5% の誤差範囲内に納まっている。また、介在物の種類別による面積率の値も同様に検定を行なったところ×印の 2 点のみ誤差範囲より多少外れているが、他のものはいずれも誤差範囲内に納まっていることが判明した。これらの結果、新測定方法は十分 JIS 法の代りになることが確認された。なお、誤差範囲の検定に使用した計算式およびおのの面積率に対する誤差範囲の値を Table 4 に示した⁴⁾。

4. 2 測定視野数の軽減

新測定方法で面積率を測定する場合、作業能率の向上をはかる意味から測定視野数をできるだけ少なくし

Table 4. Error limit of measurement of area ratio. (danger ratio 5%)

Formula of error limit	Error limit for area ratio ^o			
	area ratio (%)	error limit (%)	area ratio (%)	error limit (%)
$(m \pm 1.96\sqrt{\frac{m}{n}}) \times \frac{100}{400}$	0.10	± 0.02 ₂	0.04	± 0.01 ₄
m : average number of non-metallic inclusions on lattice point in microscopic view	0.09	0.02 ₁	0.03	0.01 ₂
n : number of microscopic field	0.08	0.02 ₀	0.02	0.00 ₉₈
400 : lattice point number on glass plate.	0.07	0.01 ₈	0.01 ₅	0.00 ₈₅
100 : %	0.06	0.01 ₇	0.01	0.00 ₆₉
	0.05	0.01 ₆	0.00 ₅	0.00 ₄₉

たいという意図から、視野数の軽減が判定精度におよぼす影響について検討を行なった。

その手順は

(1) 各試料とも200視野測定中より乱数表を用いて100視野および50視野の測定値をそれぞれ10回づつ抽出し、面積率($\bar{x}$)および標準偏差(σ)を求めた。その結果を Table 5 に示す。

(2) Table 5 に示された種類別の面積率と標準偏差の関係を Fig. 3 に示し、各面積率に対する誤差範囲の関係を調べた。誤差範囲の値は危険率5%の場合1.96 σ である。なお、比較に用いた×印の点線は JIS 法による危険率5%の時の測定視野数に対する介在物面積率と誤差範囲の関係を示したものである。

測定視野数について検討を行なった結果、新測定方

Table 5. Standard variation for area ratio at various microscopic view numbers.

Area ratio of various inclusions			Area ratio (%)						
Specimen		Microscopic view number	<i>d</i>	A ₁	A ₂	B	C	Ti(A + C)	A ₁ + C
Air melt	5132 A	200	0.09 ₂	0.01 ₈	0.00 ₁₄	0	0.04 ₂	0.02 ₄	0.00 ₈₅
		100	0.09 ₆ (0.01 ₁)	0.01 ₉ (0.00 ₃)	0.00 ₀₇ (0.00 ₀₈)	0	0.04 ₃ (0.00 ₆)	0.02 ₇ (0.00 ₇)	0.00 ₇₀ (0.00 ₁₉)
		50	0.09 ₉ (0.01 ₄)	0.02 ₁ (0.00 ₅)	0.00 ₂₁ (0.00 ₂₅)	0	0.04 ₆ (0.00 ₅)	0.02 ₁ (0.00 ₆)	0.00 ₇₁ (0.00 ₄₂)
	6126 A	200	0.09 ₀	0.01 ₃	0.00 ₁₀	0	0.05 ₄	0.01 ₈	0.00 ₄₃
		100	0.08 ₈ (0.01 ₁)	0.01 ₄ (0.00 ₂)	0.00 ₁₂ (0.00 ₀₈)	0	0.05 ₆ (0.00 ₆)	0.01 ₆ (0.00 ₅)	0.00 ₁₀ (0.00 ₀₉)
		50	0.08 ₄ (0.00 ₅)	0.01 ₄ (0.00 ₄)	0.00 ₁₁ (0.00 ₁₀)	0	0.04 ₉ (0.00 ₆)	0.01 ₉ (0.00 ₅)	0.00 ₁₃ (0.00 ₁₆)
Vacuum degassing	4475 A	200	0.02 ₉	0.02 ₂	0.00 ₁₀	0	0.00 ₂₈	0.00 ₃₀	0.00 ₀₁
		100	0.03 ₄ (0.00 ₃)	0.02 ₄ (0.00 ₆)	0.00 ₁₄ (0.00 ₁₃)	0	0.00 ₃₀ (0.00 ₀₃)	0.00 ₅₃ (0.00 ₁₈)	0.00 ₀₀₂ (0.00 ₀₀₄)
		50	0.02 ₇ (0.01 ₃)	0.01 ₉ (0.01 ₁)	0.00 ₀₇ (0.00 ₁₅)	0	0.00 ₃₅ (0.00 ₀₇)	0.00 ₄₃ (0.00 ₄₉)	0.00 ₀₀₃ (0.00 ₀₀₉)
	5771 C	200	0.03 ₀	0.02 ₄	0.00 ₁₀	0	0.00 ₄₇	0.00 ₀₆	0
		100	0.02 ₃ (0.00 ₄)	0.02 ₁ (0.00 ₃)	0.00 ₀₉ (0.00 ₀₅)	0	0.00 ₅₇ (0.00 ₁₃)	0.00 ₀₅ (0.00 ₀₃)	0
		50	0.02 ₃ (0.00 ₉)	0.02 ₁ (0.00 ₃)	0.00 ₀₈ (0.00 ₀₈)	0	0.00 ₅₆ (0.00 ₁₅)	0.00 ₀₃ (0.00 ₀₃)	0

() standard variation

Fig. 3. Relation between area ratios of non-metallic inclusion and error limit of measurement (danger ratio 5%).

法の100視野はJIS法の200視野と同等の精度をもっておりそのバラツキも少ない。これに対して新測定方法の50視野はJIS法の100視野と同等の精度をもっているがバラツキがやや多く認められ特に面積率の少ない方はその傾向が大である。この原因として鋼中における介在物の個数ならびに面積率が少ない場合、測定視野数が少ないと面積率に対する誤差範囲がかなり多くなるのでこのようなバラツキを生ずるものと思われる。したがって、測定結果を十分信頼するには新測定方法で100視野測定すればよいと考える。

4.3 E.P.M.Aによる介在物の確認

通常顕微鏡により介在物の種類を判別するには介在

物の色調および形状により判断される。たまたま今回の実験に使用した試料の代表的な介在物について E. P. M. A (X 線マイクロアナライザー) により定性定

量を行なったので検鏡による判定結果と比較を行なった。結果を Table 6 に示す。

顕微鏡および E. P. M. A による判定結果を比較する

Table 6. Judgment on non-metallic inclusion by microscope and Electron probe micro-analyzer (E.P.M.A)

Shape of non-metallic inclusion
	gray (long)		black (globosity)		yellow (square)	
Judgment by microscopic test	A ₁ Type		C Type		intermetallic compound of Ti	
Judgment by E. P. M. A	Consequence of measurement (wt%)		Consequence of measurement (wt%)			
	Presumed chemical composition		Presumed chemical composition		intensity	
	Mn	57.2%	MnS	90.8%	Ti	65.6
	S	37.1 "	FeS	6.8 "	Fe	8.8
	Fe	4.3 "	Total	97.6%	Cr	5.4
	Ca	0.5 "				
	A ₁ Type (Mn, Fe) S		B Type $\text{Al}_2\text{O}_3 + 3\text{CaO} \cdot 5\text{Al}_2\text{O}_3$		intermetallic compound of Ti	

と, A₁ 系介在物は両方法とも予想されたとおり (Mn, Fe) の硫化物であった。検鏡により C 系と判断された介在物は E. P. M. A によれば Al₂O₃ 系 (B 系) の介在物であるが, これは検鏡時に球状で不規則に分布しており B 系介在物独特の連鎖状が見られないため, このように判断されたものである。Ti 化合物は両方法とも同一結果を示しているがその化合形態は明瞭ではない。

5. 結 言

軸受鋼第 2 種 (RH 脱ガス処理材と大気溶解材) を使用して, 鋼中非金属介在物の新しい測定方法につい

て種々検討を行なった結果, つぎのことが判明した。

(1) 新測定方法が従来の測定法と相違する点は, 介在物の種類別にその大きさと面積率が同時に測定できる点である。

(2) 新測定方法と通常用いられている JIS 法について介在物の面積率を測定比較したところ, 新測定方法と JIS 法の測定値は非常によく似た値を示した。また, 新測定方法の値は JIS 法の値の危険率 5% の時の誤差範囲内にほとんど納まっており, 十分 JIS 法の代用になることが確認された。

(3) 作業能率の向上をはかるため測定視野数を軽減
(以下 264 頁へ続く)

海外情報

UDC 669.187.2

電気製鋼法の今後25年間の進路

〔Clareuce E. Sims; J. of Metals, 20(1968)2,44〕

現在の製鋼能力は平炉 52%, 転炉 33%, 電気炉 15% の比率であるが, この比率は 1972 年に転炉 59.5%, 平炉 20.5%, 電気炉 20.0% と予想される。このように転炉と電気炉の占める割合は大きくなり, 平炉は次第に消滅し, 転炉と電気炉が共存し, 転炉は溶銑, 電気炉はスクラップを主原料としていくだろう。電気炉による生産性向上が期待できる原因は原料, 超高電力投入 (Ultra High Power = UHP) およびスクラップの予熱などである。電気炉は 100% スクラップ, 50% 以上の溶銑および海綿鉄でも操業でき, Houston の Armco Steel Corp. は 175 t 炉—50% の溶銑装入で, 80~90% t/hr の生産性向上を図り, Steel Co. of Canada は 250 t 炉で, 100% スクラップの 3°25' から海綿鉄高配合により 2°33' まで操業時間を短縮している。現在海綿鉄は T. Fe 90% 以上, M. Fe 85% 以上のものが生産可能である。U.H.P は生産性向上のみならず, 電力原単位, 電極原単位および時間短縮による耐火物損耗さえも低下する。North-western Steel & Wire Co. は 150 t 炉—85000 kVA の変圧器を備え, 7500 kW の高負荷操業で 70 t/hr 以上, Republic Steel Co. は公称 200 t 炉—67000 kVA

の変圧器で約 50~60 t/hr の生産性を確認している。いっぽう 1 ch 当り製品価格の 19~20% を占める電力価格は原子力発電などにより 2/1000ドルが 1975 年には期待される。また製品価格の約 15% を占める電極価格も普通の電極の 5 倍の伝導度をもつグラファイトファイバーの電極製造の可能性, すなわち, 17 in の電極が 24 in の電極と同じ電流を伝導でき, しかも大きな強度をもつことから低減が可能である。さらにスクラップも大きなものは敬遠され, 連続的の追加装入のできる碎片化された細かなスクラップが有利であり, しかもスクラップを予熱することである。天然ガスなどで 1500°F にスクラップを予熱すると溶解時間は約半分に短縮される。いっぽう, 鋳鋼の生産においても電気炉は 10 年以内に独占的地位を占め, 150 万 t/y が予想される。また鋳物の生産においてもキューボラの分野に侵入しつつあり, さらに高級鋼の分野でも真空溶解法の活躍が期待される。また, 計算機制御によるモデル式の作成も検討され, 電気炉の将来は大いに有望視されている。

(林 清英)

(248頁より続く)

する場合, これが判定精度におよぼす影響について検討を行なった。その結果新測定方法で 100 視野測定した値は JIS 法の 200 視野と同等の精度をもっていることがわかり, 実験に使用した程度の面積率を示す鋼の場合は新測定方法で 100 視野測定すればその結果は十分信頼できることがわかった。

(4) 本方法による測定時間は 1 件あたり約 1 時間かかり, JIS 法の約 2 倍となるが JIS 法では明らかにされない介在物の状況が把握できる。

終りに本実験にあたり種々御指導をいただいた加藤

剛志博士ならびに実験に従事された尾崎宏, 早川一の両君に厚く謝意を表します。

【文 献】

- 1) ASTM: ASTM standards (1966), Part 31, 126, ASTM
- 2) 学振: 鋼と非金属介在物 (1957), 山海堂
- 3) 加藤, 山田: 電気製鋼, 38 (1967) 6, 370
- 4) 2) と同じ, 87