

# 水素チャージした超音波疲労試験片を用いた 大体積中の鋼中介在物評価方法の開発

Development of a New Evaluation Method for Relatively Large Inclusions in Steel by Using the Large Volume Hydrogen-Charged Ultrasonic Fatigue Specimen

杉本 隼之\*1 藤松 威史\*2

SUGIMOTO Toshiyuki and FUJIMATSU Takeshi

# 1. 緒言

安定した寿命の発揮が求められる軸受等の機械部品において、鋼中に不可避的に含有される酸化物や硫化物などの 非金属介在物(以下、介在物と略す)が破損起点になる場 合がある<sup>1)</sup>。それを回避するためには介在物の大きさや個 数を低減することが有効と考えられている。軸受の転がり 疲れによるはく離に関しては、特に酸化物が有害と考えら れてきた<sup>1)</sup>。これに対して当社では鋼中酸素量を低減する 高清浄度鋼の製造技術を確立して酸化物の有害性の軽減を 図っており、近年では軸受鋼中の酸素含有量は数ppmレ ベルにまで低減されるに至っている<sup>2)</sup>。

一方で、近年の自動車電動化の進行や風力発電の拡大といった時流から、使用される軸受部品の使用環境の過酷化が見込まれ、軸受用鋼のさらなる高信頼性化が求められている。そのニーズとしては、平均寿命の向上を追求することよりも部品の信頼性を左右する短寿命はく離を抑制することが重視されつつある。その実現にあたり、鋼中酸素量をさらに大幅に低減するのは困難とみれば、短寿命はく離に関与する可能性がある数十µm級以上の比較的大型の介在物の低減に焦点を当てた鋼の作り込みが重要になるとみられる。そして、その鋼の出来栄えを従来鋼と比較検証しようとすれば数十µm級の介在物の大きさを定量的に評価する手段が必要になる。その際、高清浄度鋼に含まれる大型介在物の頻度は低いことから、必然的に大体積を評価することで大型介在物が含まれやすくする工夫が求められる。

介在物評価のために従来から用いられてきた鋼材断面 の顕微鏡観察を主体とする方法は、観察範囲が限られ大 型介在物が偶発的に観察される可能性は低く、大型介在 物に対する定量評価の方法としては活用しにくい。一 方、比較的大きな介在物の大きさや種類を評価する方法 に注目すると、疲労試験を行って破面起点に介在物を現

\*1 研究・開発センター 基盤研究室 材料研究グループ 博士(理学) \*2 研究・開発センター 基盤研究室 材料研究グループ長 博士(工学) 出させる方法<sup>31</sup>や、スライム法と呼ばれる鋼中の介在物を 電解抽出する方法<sup>41</sup>が知られるが、評価に長時間を要する という課題があった。また、超音波探傷法(Ultrasonic testing: UT)は大体積評価に適しているが、非破壊検査 であるために介在物の大きさや種類を正確に特定できない という点で課題が残る。

他方で、超音波疲労 (Ultrasonic Fatique: USF) 試験を 利用した評価方法<sup>5,6)</sup>や、水素脆化を利用する評価方法<sup>7)</sup>も 報告されている。前者の方法は、20kHz (負荷サイクル数: 20000回/秒)の高速度で繰り返し疲労を行って試験片を 破断させ、破断面に現出した介在物を評価するものであり、 従来の疲労試験機(負荷サイクル数:数十回/秒程度)を 用いる場合に比べて迅速な破断が期待される。また、同方 法による破断起点近傍は平滑であり、破断のダメージが抑 えられやすい特徴もある。ただし、多くの報告例<sup>8,9)</sup>にお いて超音波疲労試験片1本あたりの評価体積は数十mm<sup>3</sup>程 度に過ぎず、大体積評価とはなっていない。あるいは試験 片の評価体積を大型化した結果、試験機で負荷可能な応力 の制約から試験に長時間を要していた。後者の水素脆化を 利用した評価方法では、水素チャージを行ってから引張試 験を行うことで介在物からの破断を容易にすることを狙っ ている。報告によると引張試験片1本あたりの評価体積は 数百mm<sup>3</sup>に達し、先の超音波疲労法に比べて評価体積の 大幅アップが可能な有力な方法である。ただし、引張試験 を行うことから破断過程において介在物周囲でボイドが形 成されやすく、それを通じて介在物周囲の状態に変化が生 じる可能性があった。

当社の基盤研究において、軸受の転がり疲れ寿命に対し て介在物の大きさのみが影響因子になるのではなく、介在 物-母相間の界面状態の違いも寿命を変化させることが判 明している<sup>10)</sup>。それによれば、介在物周囲に隙間が有る と短寿命化することが明らかになっている。従って、単に 介在物の大きさや種類を評価するだけでなく、介在物-母 相間の界面状態を検証することをも可能にするためには、 破断に伴う介在物周辺でのボイド発生等のダメージが極力 少ない評価方法が望まれる。

そこで、既存の評価方法の長所を取り入れつつ、鋼中の 比較的大型の介在物を迅速に、かつ介在物周囲のダメージ を抑えて現出評価することが可能な方法の確立に取り組 み、平行部を有する大体積試験片に水素チャージを行った のち超音波疲労試験を行うという方法を開発した<sup>11)</sup>。本 報では、同方法の開発に関して詳細を示すとともに、その 有用性を示すために同方法および従来の顕微鏡観察法を用 いて同ーチャージの鋼材中の介在物を評価した結果につい て報告する。

# 2. 比較的大型の鋼中介在物を迅速評価するための 手段の選定

従来研究に基づき、鋼中介在物の大きさを定量的に評価 する方法として介在物を破壊起点として作用させ、破面に 現出させて評価する方法が適している。また、冒頭で述べ たようにその評価にあたり、破断前の介在物周囲の状態を 可能な限り保全して評価を行えるようにする必要がある。 そこで一発破壊による方法に比べて起点介在物付近のダ メージが少ないと期待される疲労試験を用いた方法に活路 を求めた。特に評価の迅速化の観点で試験片破断に要する 時間を極力短くするため、実用手段のなかで最も高速での 疲労試験が可能な超音波疲労試験を活用することとした。

超音波疲労試験を活用する場合の課題として、介在物評価の実施例が報告されている試験片形状は評価部分の直径が3~4mm程度の砂時計型形状(R形状)<sup>8,9)</sup>を有し、その評価部分の体積は30~50mm<sup>3</sup>程度と比較的小さいサイズに留まっていた。これは、大型の試験片を供した場合、市販の超音波疲労試験機に搭載されている超音波発振器の出

カレベルでは、試験片の破断に必要な応力を発生できない ことが制約となるためである。そこで、大型の介在物が含 まれる可能性を高めるために、試験片への水素チャージに よる水素脆化を利用して破断応力を低下させることを前提 として、可能な限りの試験片の大体積化を図った。

# 3. 介在物評価方法の開発

## 3.1. 大体積試験片の設計

標準的な超音波疲労試験片は評価部分が砂時計型に設 計されていることで、そのR部分に応力が集中する形状と なっている。そのために試験片軸方向の破断箇所は試験片 中央付近(最小径部)に限定されてしまい、評価体積の増 大の妨げとなっている。そこで新たに超音波疲労試験片 を設計するにあたり、試験片中央部に平行部を設けるこ とによる評価部分の大体積化を指向した。Fig.1に一般的 に用いられている砂時計型の超音波疲労試験片、および 今回設計した大体積超音波疲労試験片とその形状図面を それぞれ示す。新規設計した試験片は中央部に直径7mm で長さ20mmの平行部を有し、当該部分の計算上の体積 は770mm<sup>3</sup>である。この形状の試験片を代表的な軸受鋼 であるSUJ2鋼の焼入焼戻材(硬さ62HRC)で作製した 場合、当社保有の超音波疲労試験機(島津製作所製USF-2000)では、定格出力範囲で当該試験片に負荷可能な最 大応力(910MPa)で破断させることが出来ない。そこ で、前述したように水素チャージによる鋼材の水素脆化を 援用して破断を促進させている。

設計した大型試験片の平行部に応力が均一に負荷される ことの確認はCAE解析により行った。そのために非線形 構造解析ソフトウェアDEFORM-3D<sup>12)</sup>を用いて、引張荷 重が負荷された場合の試験片内部及び表面における相当応 力の分布を確認した。



Fig.1 Shape of the ultrasonic fatigue specimen. (a) conventional, (b) newly-designed, (c)dimension of newly-designed specimen

### 3.2 評価方法の設計

大体積超音疲労波試験片を用いた一連の介在物評価のフローをFig.2示す。以降では、そのフローに沿って本開発方法の詳細を説明する。



Fig.2 Flow chart of evaluation process.

#### 3.2.1 試験片の作製

実際の試験片作製は次のように行った。まず、試験片母 材としてTable1に示す化学成分のSUJ2鋼のφ65mm圧 延材を用意した。この鋼材に865℃で1時間保持後に空冷 する焼ならしを行った後、800℃での加熱保持後に徐冷す る球状化焼なましを施した(Fig.2の工程①)。それに続く 大体積超音波疲労試験片の作製(Fig.2の工程2~④)にあ なるようにFig.1の超音波疲労試験片を採取した。試験片 の粗加工時点では仕上げ加工時の削り代として0.8mmの 余肉を設けておき、試験片の焼入焼戻し(830℃-30min 保持後油冷→180℃-90min保持後空冷)で62HRC程度 の硬さに調整したのち、仕上げ加工を行った。仕上げに際 し、焼入れ時の酸化スケールを旋削加工で除去してから、 試験片の評価体積部分(φ7の平行部)の表面をRaで1.6 μm以下になるように研磨した。この加工は、超音波疲労 試験において試験片表面から破壊することを防止する目的 で行った。

続いて作製した試験片が超音波疲労試験での共振条件を 満たしていることを確認した。使用試験機による共振周波 数の目安である20,000Hz±30Hzの範囲内であることを 確かめた(Fig.2の工程⑤)。

#### Table 1 Chemical composition of steel (O, N : ppm, other : mass%)

Steel grade	С	Si	Mn	Р	S	Ni	Cr	0	Ν
SUJ2	0.99	0.25	0.38	0.011	0.006	0.08	1.37	4	100

#### 3.2.2 試験片への水素チャージ

試験片への水素チャージにより、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容易とすることで、超 音波疲労試験での大体積試験片破断に要する時間を大幅短 縮させている。

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<sup>13)</sup>により24hの水素チャージを行った(Fig.2の工程⑥)。この方法は酸浸漬試験<sup>13)</sup>による水素チャージ法に比べて試験片表面の腐食が抑えられることから、試験片の表面からの破断を防止するために採用した。また、本開発方法では試験のさらなる高効率化を図る目的で、複数の試験片への同時水素チャージを行った。それを可能にするため、複数チャンネルの同時制御が可能な電気化学アナライザー(ALS社製ALS-1000C、印加可能電圧範囲±10V、負荷可能電流値範囲±10mA)を導入している。

なお、陰極チャージは、作用極に超音波疲労試験片、対 極にPtメッシュ電極、参照電極にカロメル電極(BAS社製 RE-2BP)を配置し、上記の電解液を使用し、定電位制御 により行った。なお、発生した水素が参照電極内に侵入・ 蓄積すると回路を遮断する場合があるため、水素の侵入を 防止可能なものを用いた。また、上記した試験片に印加可 能な電圧、電流の範囲を考慮して、試験片の全体ではなく、 試験部位付近に限定してチャージされるようにした。

#### 3.2.3 超音波疲労試験

水素チャージ後、試験片表面からの水素離脱を避けるた めに速やかに超音波疲労試験に供した(Fig.2の工程⑦)。 なお、超音波疲労試験では試験片に高速で繰り返し引張圧 縮応力を負荷する影響によって内部摩擦が発生し、試験片 の発熱が起こる。このとき、発熱により試験片に硬度変化 が生じると共振周波数から外れて試験が停止することか ら、試験中の冷却と間欠運転を行って過熱防止を図った。 本方法の場合、0.4MPaでのコールドエアー吹付け、およ び110ms発振期間と400msの停止期間を交互に繰り返 す間欠運転を行った。なお、本報で用いたSUJ2鋼では試験 片破断のための負荷応力を910MPa(超音波疲労試験中の 試験片端面振幅量をもとにシミュレーションから算定)と して試験を行ったが、機械構造用合金鋼のように炭素含有 量が低く、焼入焼戻しで高硬さが望めない材料を評価する 場合は、超音波疲労試験に伴う内部摩擦による発熱が大き いので、試験片の冷却が追い付かない場合がある。そのよ うな場合、適宜応力を調整して、負荷可能な最大応力を見 極めた上で試験を実施する必要がある。

# 3.2.4 現出介在物の定量評価

上記の方法により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)で観察して起点 介在物の大きさを定量的に評価した(Fig.2の工程⑧)。現 出介在物の大きさとして、長径と短径の積の平方根である √areaを算出した。さらに、複数試験片の評価により得た 介在物径のデータを活用して極値統計評価<sup>14)</sup>を行うこと で、予測体積中に存在する最大介在物径を見積もることが 可能となる(Fig.2の工程⑨)。これにより鋼材間の清浄度 の比較を容易に行うことができる。さらに、SEMに付属し た分析装置(EDS)で組成分析することで比較的大型の介 在物の組成を知ることができ、鋼材の信頼性評価に対して 有益な知見が得られる。

## 3.2.5 本開発方法を用いた介在物の実評価方法

本開発方法を用いて鋼中の介在物に関する実評価を行った。試験片の素材にはTable1のSUJ2鋼(φ65圧延材)を使用した。鋼材の焼ならし、および焼なましについては前述の条件と同様にして行った。また、超音波疲労試験片は、長さ方向が鋼材の圧延方向と平行になるようにφ65圧延材の中周位置から31本分(1本は共振周波数確認用として使用)を採取した。以降、Fig.2のフローに従って大型超音波疲労試験片の作製、水素チャージ(24hの陰極チャージによる)、超音波疲労試験、介在物現出評価(個々の試験片破面観察による起点介在物の√area評価)、およびそのデータを元にした極値統計評価を実施した。

また、本開発方法との比較調査のため、従来方法である 顕微鏡観察による介在物評価を行った。評価に際し、上記 と同一の鋼材の中周位置より角10mmの試験片(観察面は 鋼材圧延方向に平行であり、観察面積は100mm<sup>2</sup>)を150 枚採取した。各試験片について鏡面研磨仕上げをしたのち に鋼材断面の光学顕微鏡観察を行って、試験片毎の最大の 介在物径を求めた(長径と短径の積の平方根である√area として算出)。さらに、そのデータを元として極値統計評価 を実施した。

# 4. 実試験による本開発方法の妥当性検証

## 4.1 妥当性の検証内容とその方法

実評価に先立ち、本報で新たに開発した大型超音波疲労 試験片を用いた介在物評価方法について妥当性検証が必要 であり、具体的には次の2点について検証を行った。

・試験片の平行部全体を評価体積とみなせることの確認

(試験片設計の妥当性)

・試験片に内包される最大介在物の最大径部を起点に破断することの確認(最大介在物検出手段としての妥当性)

ー点目に関して、DEFORM-3Dを使用してCAE解析に よる設計試験片の平行部の応力シミュレーションを行って いる。加えて、応力の分布状態の実状を反映するとみて、 実試験における破断箇所の分散状況(破断箇所が試験片平 行部域内で偏りなく分散しているか)の確認を行った。評 価にはSUJ2製試験片30本分および別途実施した試験片 (SUJ2鋼以外も含む)を含めた合計52本分の結果を使用 した。それらの平行部域内での破断位置について試験片中 央からの距離(試験片中央をゼロとする)をもとにヒスト グラムを作製した。

二点目の検証にあたっては、当社開発の介在物人工埋設 手法<sup>15)</sup>を応用して大型介在物を模擬した粒子を試験片平 行部内に埋設した試験片を用いて、当該介在物から破断す ることの確認を行った。そのために、試験片母材に用いた SUJ2鋼の溶製過程で包含されうる介在物よりも大きな粒 子を埋設することを意図して、直径110µmのAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子 を選定し、それをSUJ2製試験片のφ7平行部の中心付近に 配置されるように埋設した。

#### 4.2 妥当性の検証結果

CAE解析による試験片平行部の応力シミュレーション の結果をFig.3に示す。試験片内部および試験片表面での 応力状態からみて、平行部内の全域で概ね同等の負荷応力 (試験片に加わる相当応力の最大値の92%~100%)が 作用することが示された。したがって、平行部全体が評価 体積になることが期待される。次に破断箇所の分散状況の ヒストグラムをFig.4に示す。全試験片の平行部域内にお ける破断位置分散状況からみて、特定箇所で破断が多い様 子は見られない。よって、試験片平行部域内で破断位置の 偏りは無いことが示された。応力シミュレーション結果と 破断箇所の分散状況の実態に基づき、少なくとも平行部全 域が評価領域に含まれていることが確かめられた。した がって、超音波疲労試験片の平行部の計算上の体積である 770mm<sup>3</sup>を実際の評価体積とみなすことが可能である。

続いて試験片中の最大介在物を起点に破断することを確認するために実施した大型介在物埋設試験片の超音波疲労試験後の破面の双方をFig.5に示す。その結果、埋設したAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を起点として破断が生じたことが確認された。さらに起点部のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の脱落痕の直径は事前に判明しているAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の直径と合致した。この結果からみて、本開発方法では試験片平行部内に含まれる最大介在物の最大径部から破断させることが可能であるとみられた。

以上の通り、本開発方法に関して試験片設計の妥当性な らびに最大介在物検出手段としての妥当性が確認された。



Fig.3 Equivalent stress in specimen calculated by CAE analysis.

(a)surface, (b)longitudinal cross section of specimen



Fig.4 Histogram of the fracture point. Zero means fracture at the center of specimen.



Fig.5 Appearance of fracture origin of specimen with an artificially-introduced  $110 \,\mu$  m Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

# 5. 本開発方法を用いた介在物の実評価ならびに考 察

本開発方法により評価したSUJ2鋼について、水素 チャージ後の超音波疲労試験で破断させた試験片の破面 をFig.6に例示する。破断面にはFig.6(a)に示すような フィッシュアイと称される概ね円形状の特徴的な破面領域 が観察され、その中心付近にFig.6(b)に拡大して示す ような $\sqrt{}$  areaで43.4 $\mu$  mの球形に近い介在物が観察され た。これをSEMに付属したEDSにより分析したところ、 CaO-MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系酸化物であることが分かった。今回の



Fig.6 SEM images of (a) fish-eye on the fracture surface and (b) inclusion as fracture origin.

試験片は母材の圧延方向が試験片の長さ方向になるように 採取しているため、現出した介在物の大きさは圧延方向と 直交する面内での最大径となっていると考えられる。同様 にして30本分の超音波疲労試験と破面観察を実施し、各試 験片から現出した介在物の大きさ(√area)を評価した。 Fig.7に本開発法によって破面上に現出した介在物の代表 例を示す。今回の評価において起点の介在物はいずれも酸 化物系介在物となり、窒化物や硫化物(MnS)を起点とす る破壊は見られなかった。続いて、得られた介在物の大き さデータに基づいて極値統計処理を行った。このとき、極 値統計紙上にプロットする際の縦軸(基準化変数軸)の決 定に必要な超音波疲労試験法における基準評価体積(V₀) は、試験片平行部体積である770mm<sup>3</sup>とした。

また、鋼材の評価量が少ない場合の介在物大きさについて本開発方法と対比するため、1枚当たりの観察面積が100mm<sup>2</sup>の試験片(基準評価面積( $S_0$ )が100mm<sup>2</sup>)を150枚分調査し、観察された各試験片の最大介在物の大きさ( $\sqrt{area}$ )をもとに極値統計処理を行った。Fig.8に顕微鏡観察法により観察された介在物の代表例を示す。この場合の観察断面は鋼材の長手方向であり、介在物はその長手方向に分散して観察されるものも見られた。

Fig.9、10にそれぞれの方法で評価した介在物の極値統 計プロットを示す。両プロットは試験片1本あたりの基準 評価体積(もしくは1枚あたりの基準評価面積)が異なって いるため、両プロットについて縦軸の値の比較は意味を持 たない。一方、横軸は評価された介在物の大きさを示して いるため両結果の比較が可能である。介在物の大きさに注 目すると、本開発方法の方が明らかに大型の介在物を評価 できていることが分かる。ここで鋼材の評価体積ならびに 評価重量について試算してみると、本開発方法では一本あ たりの評価体積が770mm<sup>3</sup>であるから、30本分の評価体 積の総計は23,100mm<sup>3</sup>である。これは鋼の密度を7.85g/ cm<sup>3</sup>とすると評価重量として約181gである。顕微鏡観察 による評価方法の場合、本来は二次元評価であるが三次元 評価として見た場合の体積を考慮した。今回評価した150 枚分の最大介在物の短径をそれぞれの介在物の厚みとし て、その平均値を求めると8.8μmである。したがって、三 次元的にみて「観察面積100mm<sup>2</sup>×介在物平均厚み×150 枚分」程度の体積を評価していると仮定すると評価体積は



Fig.7 SEM Images of inclusion (a), (b), (c) as fracture origin of ultrasonic fatigue specimen.



Fig.8 Images of inclusion (a), (b), (c) by microscopic observation.



Fig.9 Extreme value statistics analysis of inclusion evaluated by microscopic observation.

132mm<sup>3</sup> (1枚当たり0.88mm<sup>3</sup>) と試算される。これは評価重量としては1gほどになる。今回の評価内容の場合で比較すると、本開発方法は顕微鏡観察方法にくらべてオーダーが2桁大きい体積もしくは重量を実評価していることになり、大型介在物の定量評価方法としてより有効な方法と考えている。

本開発方法の介在物径予測手法としての活用に関して、 その特長を従来の顕微鏡観察による手法と対比して示す。 そのために、両方法による同一体積中の予測最大介在物 径の比較を行った。超音波疲労試験片1本の基準評価体 積(770mm<sup>3</sup>)は、介在物平均厚みを考慮して求めた顕



Fig.10 Extreme value statistics analysis of inclusion evaluated by ultrasonic fatigue testing.

微鏡観察による方法での試験片1枚当たりの基準評価体積 (V<sub>0</sub>=0.88mm<sup>3</sup>)を基準とした場合、875枚分の評価体積 に相当する。そこで顕微鏡観察法による極値統計プロット において試験片875枚分に相当する基準化変数(y=6.78) のところに超音波疲労試験法の極値統計プロットの始点が 来るように基準化変数を調整して、両方法の結果を同一の 基準化変数軸上にプロットした(Fig.11)。まず、本開発方 法は、プロットの直線性が良いことからみて介在物径の予 測に対して高い精度が期待できる。また、基準化変数軸を 両方法で合わせたことにより、それぞれのプロットを直接 対比できることを利用して、仮に基準化変数が15.43(重 量としては鋼材10kg分に相当)のところで予測される√ area maxを比較すると、顕微鏡観察による方法では69μ m、本開発方法では90μmとなり、違いが見られる。本開 発方法による評価では顕微鏡観察法に比べて大型の介在物 を捉えられることから、大体積中の大型介在物の存在状態 を推定する場合においては本方法が適していると考えられ る。

最後に各種介在物評価方法の中での本開発方法の位置付 けについて示す。今回の調査結果より、本方法は、各種介 在物評価方法の評価重量とその方法で検出されうる介在物 の大きさとの関係を示した模式図<sup>16)</sup>上でFig.12のように 位置付けられる。従来、介在物を実際に観察して定量評価 することが難しかった評価領域を本方法によってカバーす ることができるとみている。

以上のとおり、本報では比較的大体積の鋼中に含まれる 介在物径の定量評価のために確立した方法と評価の実例に ついて示した。本方法は、従来の顕微鏡観察による方法よ りも大型の介在物の存在状態の実状評価に効果を発揮し、 介在物大きさの実データを元に極値統計評価との組み合わ せによってさらなる大体積中の介在物径の予測手法として も活用できる。また、Fig.13<sup>11)</sup>に示すように起点介在物と 相対する側の破面上には、介在物の脱落した痕跡以外に圧 延鋼材中で介在物と周囲母相の界面に存在していたとみら れる隙間が観察される場合があることを見出している。そ れらの観察を行うことで転がり疲れ寿命の低下要因となる 介在物周囲の隙間の実態に関しても評価が可能になるとみ られ、今後、本方法を応用して鋼中の介在物とその周囲母 相との界面状態を評価することについても取組みを予定し ている。



Fig.11 Comparison of extreme value statistics analysis of both methods.







Fig.13 SEM images of fracture surface pair of hydrogen charged and ultrasonic fatigued specimen<sup>11)</sup>.

# 6. 結言

当社は鋼のさらなる信頼性向上のニーズに対し、鋼中の 比較的大型の介在物について定量的に評価可能な方法の確 立が不可欠と考え、そのための有望方法を新たに開発し た。

- (1)鋼中に低頻度で存在する大型介在物が内包される確率を高めるために大型に設計した試験片を用い、水素 チャージを行って鋼を水素脆化させることで、市販の 超音波疲労試験機の出力範囲内での迅速破断を実現したことにより、大型介在物の現出評価を可能にした。
- (2)SUJ2鋼での評価実例により、従来の顕微鏡観察による方法に比べてより大型の介在物が評価できていることを示した。また、現出評価を行うために介在物の組成に関する情報取得も容易である。さらに取得した介在物径のデータ群を用いた極値統計処理により、さらなる大体積中の介在物径の予測を行うことも可能である。得られたデータは、高清浄度鋼の信頼性評価や、鋼種間の介在物清浄度の比較を行う際に有効に活用できる。

# 参考文献

- 1) 坪田--:鉄と鋼,68(1982)14,2037.
- 2) 川上 潔:第182·183回西山記念技術講座,日本鉄鋼 協会編,東京 (2004),159.
- 3) 村上敬宜:鉄と鋼 75(1989)8,1267.
- 4) 吉田良雄,船橋佳子:鉄と鋼,61(1975)10,2489.
- 5) 古谷佳之, 松岡三郎:日本機械学会論文集(A編), 71 (2005) 709, 1201.
- 古谷佳之:日本機械学会論文集(A編) 73巻732号 (2007),957.
- 7)藤田慎治,松岡三郎,村上敬宜:鉄と鋼, 95(2009)12,870.
- 8) 特開2009-281738号公報.
- 9) 特開2012-73059号公報.
- 10) 藤松威史, 眞鍋亮太: 山陽特殊製鋼技報, 26(2019)1, 41-50.
- 11) 杉本隼之, 藤松威史: CAMP-ISIJ Vol.31(2018), 896.
- 12) J. Walters, S. Kurtz, W. Wu, J. Tang: J. Mat. Proc. Tech., 71, (1997), 64.
- 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)10, 1289.
- 14) 村上敬宜, 鳥山寿之: 鉄と鋼, 79(1993)12, 1380.
- 15) 藤松威史: 山陽特殊製鋼技報, 25(2018)1, 31-37.
- Y. Unigame, K. Hiraoka, I. Takasu and Y. Kato: Journal of ASTM International (STP1465), 3(2007)5, 34-41.