

鋼中介在物自動測定装置の紹介

Introduction of Scanning Electron Microscope Equipped
with Automated Inclusion Analyzer

井手口 貴弘*

Takahiro IDEGUCHI

1. はじめに

当社は年間約100万トンの特殊鋼を製造しており、その32%が軸受鋼である（2018年度）。軸受鋼は非常に苛酷な環境下で使用されるため、高い清浄度、すなわち、鋼中の介在物を低減および小径化することが求められる¹⁾。当社では鋼材の更なる高純度化および信頼性向上のため、製鋼精錬における操業条件と溶鋼中の介在物との対応を明確化するべく、製鋼プロセスごとに鋼中介在物の組成構成の推移について調査している。鋼中介在物の組成構成の推移の調査には、自動で介在物を測定できる走査型電子顕微鏡（SEM：Scanning Electron Microscope）とエネルギー分散型X線分析装置（EDX：Energy Dispersive X-ray Microanalyzer）を活用しており、これまで、粒径が1 μ m以上の大きさの介在物を測定対象に調査を実施してきた。現在、操業条件と溶鋼中の介在物との対応をより明確化するため、粒径が1 μ m未満の更に微小な介在物についても着目している。鋼材の更なる高純度化に向け、これら微小な介在物の組成変化等の挙動を知ることは、より精錬の初期段階からの操業条件の適正化に繋がると考えている。そこで、粒径1 μ m未満の更に微小な介在物の自動検出・自動測定を行う能力を有する、鋼中介在物自動測定装置（日本電子株式会社：JSM-IT500HR/LV + オックスフォード・インストゥルメンツ株式会社：AZtec Energy Automated X-Max^N150）を新規に導入した。本報では、その特徴と装置の概要および測定事例を紹介する。

2. 鋼中介在物自動測定装置の特徴

鋼中介在物の自動測定では、鋼材の反射電子像の輝度から鋼素地と介在物を識別し、検出された介在物に対して自動で粒径の測定と組成分析を行う。今回、新規に導入した鋼中介在物自動測定装置が自動で測定可能な介在物の粒径は最小で0.1 μ mである。鋼中に存在する微小な介在物を

安定的に検出し測定するためには高い分解能とエネルギー収集能力が必要である。導入した装置は下記の特徴を有する。

2.1 電界放出型電子銃の搭載

導入した装置は電界放出型電子銃を搭載した低真空SEMである。そのため、高い分解能の反射電子像を撮影でき、微小な粒子を安定し検出することが可能である。

2.2 大面積SDD (Silicon Drift Detector) の搭載

本装置は150mm²の大面積素子を有するSDDを搭載しており、検出立体角が大きくエネルギー収集能力が高い。そのため、加速電圧が低い条件や、ビーム電流が低い条件でも、分析に有効なカウントレートを短時間で得ることができる。

3. 鋼中介在物自動測定装置の概要

本装置の外観および概要を図1、表1に示す^{2,3)}。本装置は介在物の自動測定以外にも点分析、線分析、面分析の機能を有している。

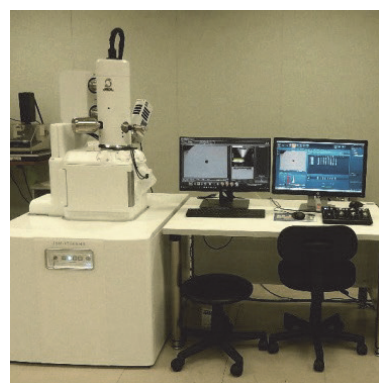


図1 鋼中介在物自動測定装置の外観

* 研究・開発センター 基盤研究室 プロセス研究グループ

4. 鋼中介在物自動測定の事例

本装置での測定事例として、製鋼プロセス中に採取した溶鋼サンプルの鋼中介在物自動測定結果を示す。図2に自動測定された介在物構成をCaO-MgO-Al₂O₃ 3元系図にプロットした例を示し、図3に自動測定した介在物を個別に観察した例を示す。自動測定により検出された介在物は位置情報が記録されており、自動測定後に各介在物に対し詳細な観察を実施することが可能である。

5. おわりに

今回、新たに鋼中介在物自動測定装置を導入したことにより、粒径が0.1 μm以上の介在物に対して安定した自動測定ができるようになった。この装置は、更なる清浄度向上のための取組みに対して大いに活躍が期待される。今後ますます多様化、高度化するニーズに対応すべく、研究開発に役立てていく予定である。

表1 鋼中介在物自動測定装置の概要^{2,3)}

メーカー、型番	SEM	日本電子株式会社 JSM-IT500HR/LV
	EDX	オックスフォードインストゥルメンツ株式会社 AZtec Energy Automated X-Max ^N 150
電子銃	電界放出型電子銃	
撮影倍率	5~600000 倍	
加速電圧	0.5~30 kV	
照射電流	1 pA~20 nA	
分解能	1.5 nm(加速電圧 15kV)、4 nm (加速電圧 5kV)	
試料室圧力調整範囲	10~150 Pa	
最大試料サイズ、重量	φ203.2 mm、2 kg	
検出範囲	Be~Cf	
検出器	SDD (150 mm ²)	
測定方法	点分析 (定性・定量)、線分析、面分析、介在物自動測定	

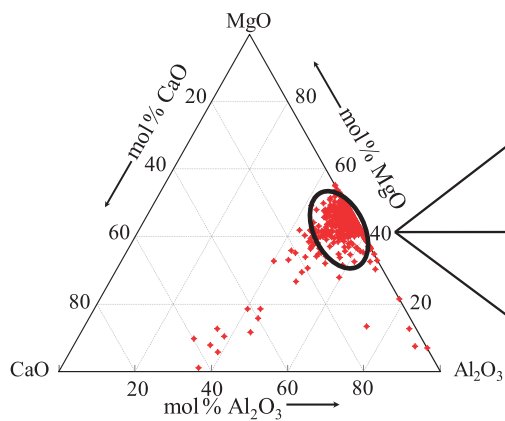
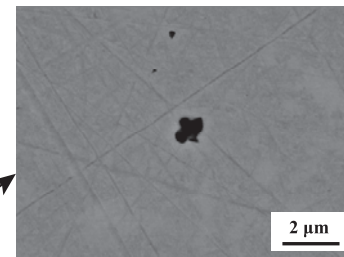
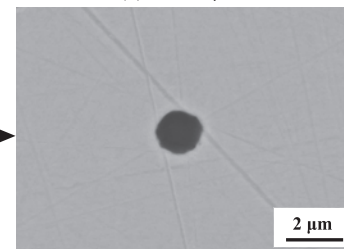


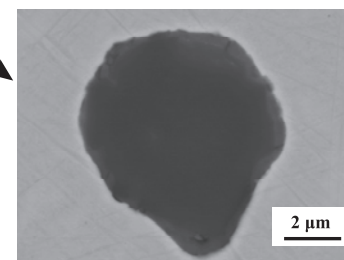
図2 製鋼プロセス中の鋼中介在物組成構成例 (CaO-MgO-Al₂O₃ 3元系図にプロット)



(a)0.1~1μm



(b)1~2μm



(c)5μm 以上

図3 鋼中介在物自動測定により検出した介在物例

参考文献

- 1) 杉本晋一郎, 大井茂博: 山陽特殊製鋼技報, Vol.25, (2018) 1, 50.
- 2) 日本電子株式会社ホームページ
<https://www.jeol.co.jp/products/detail/JSM-IT500HR.html>
- 3) オックスフォード・インストゥルメンツ株式会社
ホームページ
<https://www.oxford-instruments.jp/products/nanoanalysis/eds/eds-for-sem/x-maxn>