

軸受鋼の鋼中介在物の評価技術

(極値統計法の評価の問題点と高周波超音波法による大型ミクロ介在物の評価技術開発)

加藤 恵之*¹・佐藤 海広*¹・平岡 和彦*¹・塗 嘉夫*²

Recent Evaluation Procedures of Nonmetallic Inclusions in Bearing Steels
(Statistics of extreme value method and development of higher frequency ultrasonic testing method)
Yoshiyuki Kato, Kaiko Sato, Kazuhiko Hiraoka and Yoshio Nuri

Synopsis: Large microscopic inclusions from 20 to 100 (μm in diameter) has recently been paid attention from the view point of fatigue strength of steel products. As the inclusion detection capability, or probability, is practically limited in conventional optical microscopy, however, the evaluation of the distribution of these inclusions used to be feasible only by extraction method such as acid-solution procedure. It has been found that ultrasonic testing with 50 to 125 MHz frequency, focus-type transducers is suitable to evaluate the inclusions where echo intensity is proportional to inclusion diameter. This testing procedure was applied to evaluate large volume with 20 to a few 100 g with various conditions to correct echo intensity. This ultrasonic system evaluates globular oxide inclusions of approximately 20 μm or larger diameter, where the number, diameter distribution and three-dimensional locations of the inclusions are examined by a plane scanning method. In addition, the system was automated to allow long-time operation for the examination of large volume. This paper will describe recent inclusion evaluation procedures and, as a main body, the results of the application of the new ultrasonic testing system. Included are:

* Relationship between oxygen content in steel and maximum inclusion diameter in steel predicted by statistics of extreme value with the aid of microscopic image analysis,

* Inclusion diameter distribution that measured directly by the ultrasonic testing.

The inclusion evaluation of this ultrasonic method, however, is not perfect at present as long as the treatment of "Outlying observations", which occur unexpectedly, is not established. For this reason, the development of more sensitive probes and detectors to examine larger volume efficiently and so on will be the next subject.

Key words: non-metallic inclusion, bearing steel, cleanliness, ultrasonic testing, micro inclusion, oxygen content, SAE 52100, statistics of extreme values, outlying observation

1. 緒言

自動車技術における軽量化，低燃費化の問題は材料の高強度化，部品の長寿命化の技術改善の引き金となった。製鋼工程の操業改善は清浄度水準の向上とともに高強度鋼の生産に著しく大きく寄与した。ところが回転曲げ疲労試験片の破面に見られる，いわゆるFish eyeの中心の中大型の介在物は（主として耐疲労性に）有害な影響があるとみなされている（文献1，2）。従来の光学顕微鏡法，酸溶解法介在物などの評価法はとくに大型といわれる粒径サイズ20 - 100 μm のミクロ介在物について十分な情報を与えるものとは言えない。Fig.1に示すように従来法では十分に評

価されない領域があり，信頼度の高い定量的な検出評価と迅速な評価技術が望まれている。

軸受鋼の介在物評価に関わる技術の最近の進展をみると，発光分光分析法（Spark Emission Spectroscopy）による介在物粒径評価・組成分析，2段階酸素分析法による附着酸素と内部酸素の分離評価，コンポジット探触子など超音波検査機器の進歩が挙げられる。まず，発光分光分析法による介在物評価法はAlやTiなどの酸化物系介在物に放電が起ると，これら介在物形成元素および酸素の非常に強い発光（異常発光）が生じる現象を利用するものである（文献3-4）。この異常発光を生じる元素およびその強度を解析した結果，各々鋼中に存在する介在物の組成および粒径と

*1 技術研究所

*2 技術研究所，工博

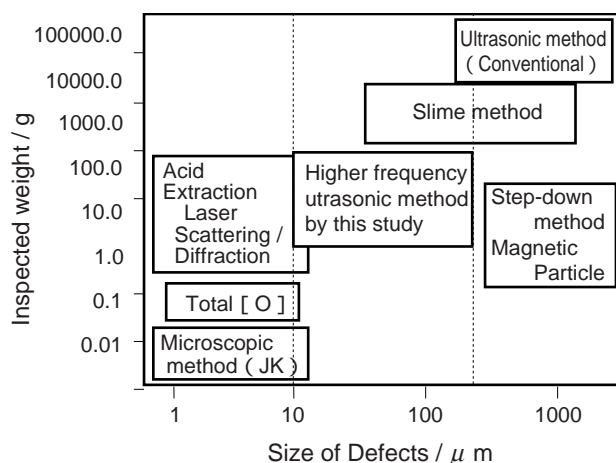


Fig. 1. Size of defects and evaluation method.

対応したものであることが見出され、発光分光分析による迅速な介在物の組成および粒径分布の分析法が開発されてきた（文献5）。Al, Ti以外の介在物についても定量分析が可能であり、精錬期および最終製品における複合介在物を含む介在物組成分析の迅速化が期待される（文献6-8）。

酸素分析法（文献9）は、筆者らのグループにより、酸素分析時に化学研磨や電解研磨などの前処理を施すことなく、試料の表面汚染酸素と母材中の酸化物系介在物の酸素を分離する目的で、加熱パターンを低温域で行なう加熱段階-Iと高温域で試料を融解する加熱段階-IIの二段階に分ける加熱条件が検討された。標準試料SS-GS6a（[O] = 3.4 ± 0.6ppm）を用いて行われ、表面汚染酸素値は約1.28 ~ 1.88ppm、鋼中内部酸素値は約1.52 ~ 2.12ppmと見積もられた。荷電粒子放射法による分析結果からの推定で[O] = 1.7ppmであり（文献10）妥当な値であると考えられた。

さらに、この分析方法はISOの国際標準分析法を目指して、表面汚染を除去した鋼中微量酸素分析法の比較分析法の一つとして、日本国内で共同実験が行われており、新しい標準分析法の規格化の準備が行われている。高炭素軸受鋼の酸素値は近年5ppm以下に達し、超高清浄鋼では分析下限値（= 3.4ppm）に近い3-4ppmに達している。この水準から表面汚染酸素約1-1.5ppmを差し引くことにより内部酸素の2ppm台のheatが溶製されていることが伺える。

超音波探傷技術の最近の進歩について、新しいタイプのコンポジット探触子がある。この探触子は複数のセラミックス素子をポリマーで包み込んだ新しい複合振動子で、試験体への音響エネルギーを伝導し易くし、高感度、高S/N比により欠陥の識別を大幅に改善した。コンポジット探触子とデジタル探傷器とを組合わせた方法でライン検査の中でテストが行われ高S/N比が得られている。（文献11）

また、収束型高周波探触子（10-15MHz, PF = 145mm）による大型介在物の評価の規格化の動きがある。現在ASTM小委員会において超音波探傷法（10MHz）に関して、

ASTM E588にかわる新しい規格が検討されている。これは肌焼き、あるいははず焼きベアリング鋼などの高清浄度を要求する鋼の非金属介在物を高周波超音波により探傷を行うものである。DAC方式により補正された介在物の大きさと個数から定量的評価が期待できる。さらに、数年前からより高い周波数の、焦点距離の短い探触子を用いて介在物を評価する収束型高周波超音波法（Higher-frequency Ultrasonic Testing Method）がヨーロッパ、アメリカ、日本で積極的に取り組まれている。50-125MHz収束型高周波探触子（PF = 6.5-12.5mm）による大型マイクロ介在物の評価の検討が行われ、10 μmの介在物検出の報告もあり画期的な評価法として注目されている。（文献12, 13）

本報では、まずこれまで行われてきた2次元極値統計法における極値予測回帰式のパラメーター（傾きと切片）と予測最大介在物径の分布について述べ、極値統計法の問題点について触れる。次に、焦点型高周波超音波探傷法による反射強度から介在物径を評価する新しいシステムの概要を述べ、介在物評価におけるCスコープ画像表示による分布の直接観察、検査面積増大による外来性大型介在物の検出の可能性、及び距離振幅補正による粒径分布測定について述べる。

2. 計算手順、および実験手順

2.1 極値統計法のパラメーターと予測最大極値

実験供試材はφ167鋼片から鍛造によって作られたφ65の丸棒である。材料の中間部から長さ10mm × 巾10mm × 厚み10mm試料が30個切り出され、平面研磨と仕上げ研磨介在物の後、顕微鏡により研磨面の測定が行われた。各々の試料について3 μm以上の介在物の総個数と、その最大介在物の大きさが測定し、極値統計法により最大介在物の予測計算を行った。

極値分布は基本分布関数に従うデータの中から一定の数のデータの集合をとり出したとき各集合の最大値や最小値が従う分布である。（基本分布が正規分布や指数分布であってもその極値分布は基本分布と異なった分布となる。）この分布の解析を極値統計という。この極値分布関数への近似的な適用についてはグンベル（文献14）によって（1）式が与えられている。累積分布関数は次式の二重指数関数で与えられる。

$$G(z) = \exp(-\exp(-(z - \lambda)/\alpha)), \quad (1)$$

ここで、 $G(z)$ は最大介在物が z に限りなく近い最大介在物の存在確率を示し、 α と λ はそれぞれ「尺度パラメーター」と「位置のパラメーター」である。

村上らの方法（文献15）では、検査基準面積 S_0 （mm²）が定義される。そしてその検査基準面積 S_0 の中における最大介在物の面積が測定される、その最大介在物の面積の平方根 $\sqrt{area_{max}}$ が計算される。この検査基準面積 S_0 について

測定がN回繰り返され、i番目の最も大きな最大介在物の大きさ $z(i)$ がそれぞれ次式によって計算される。

$$G(z_{(i)}) = i/(N + 1) = \exp(-\exp(-(z_{(i)} - \lambda)/\alpha)), \quad (2)$$

ここで、 $z_{(i)}$ は $\sqrt{\text{area}_{\max,i}}$ の順番におけるi番目をあらわす。仮に式(1)の分布が正しいものとして、介在物の大きさ $z_{(i)}$ に対する $-\ln(-\ln(i/(N+1)))$ をプロットすれば縦軸に対して傾き α 、切片 λ の近似直線が得られる。また、大きな測定評価面積Sの介在物の大きさ分布の評価を行うために、(3)式に示されるような再帰期間Tが定義される。ここでは再帰期間Tは測定評価面積Sと検査基準面積 S_0 との比で示される。

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

次に測定評価面積S中における予測最大介在物径 Z_s を求める。(測定評価面積Sにおいて初めてその大きさの介在物を超えることが期待される確率)

ここで、 Z_s は、次の式を解くことによって定義される。 $G(Z_s) = 1 - 1/T$ が与えられて式(4)を得る。

$$(z_v - \lambda)/\alpha = -\ln(-\ln(T-1)/T), \quad (4)$$

予測 $\sqrt{\text{area}_{\max}}$ (S_0, S, N)の計算条件表示：本報における予測 $\sqrt{\text{area}_{\max}}$ の計算条件は $S_0 = 100\text{mm}^2$, $S = 30000\text{mm}^2$, $N = 30$, とした。

2・2 収束型高周波超音波探傷法による酸化物系介在物の評価

2・2・1 基本条件

鋼中の大型マイクロ介在物の超音波探傷による実測評価の可能性について検討した結果、100MHzの探触子で大きさ $25\mu\text{m}$ 以上、あるいは50MHzで大きさ $30\mu\text{m}$ 以上の酸化物系介在物の粒径評価が可能となった。装置の模式図をFig.2.に示す。以下にこれまで筆者らのグループが開発してきた高周波探傷法の手順と概要を述べる(文献16)。

2・2・2 高周波超音波探傷の条件

・探触子と欠陥検出能

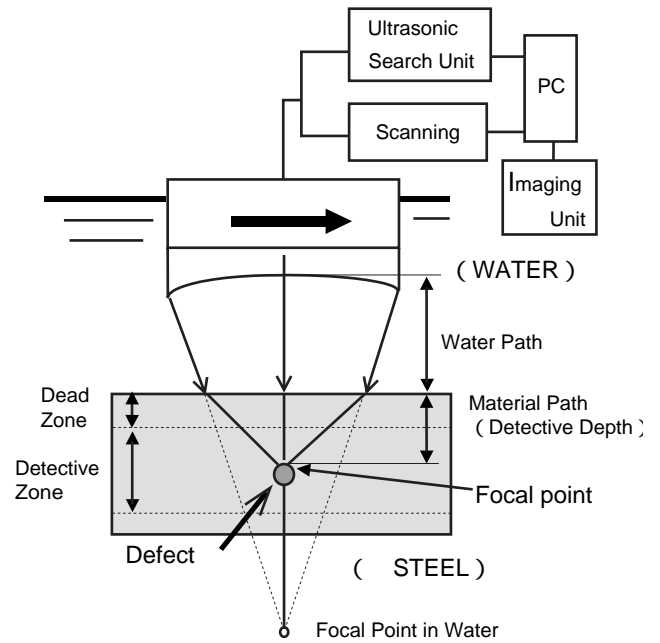
焦点型高周波探触子 (PF = 12.5mm, 周波数50, 80, 100 and 125MHz)の検出能は、大よそ波長の1/4である。

・探傷の基本走査(2段階走査)

基本走査は平面走査である。走査ピッチは通常ビーム径より小さい $30 \sim 100\mu\text{m}$ にセットされる。まず粗探傷では介在物の座標(x, y)を求め、つぎの精密探傷では粗探傷で求めた介在物の真上で軸方向の反射波強度を求める(2段階走査探傷)。通常粗探傷走査では介在物は探触子中心軸の真下にはこない。さらに探触子のビーム半径は $100 \sim 200\mu\text{m}$ と狭く、半径方向には減衰が大きいので反射強度の補正式を与えることが困難であり、したがって介在物の真上に探触子を移動し測定評価することが必要である。

・軸方向の反射強度の補正と深さ方向の探傷巾(文献17)

探触子軸方向の介在物の位置(z)はビーム路程から求め



	50	80	100	125
Focal Point in Water (mm)		12.5		
Water Path (mm)		6.5		
Dead Zone (mm)		0 to 0.5		
Gate Range Below Surface (mm)	1.0 to 2.0 or 1.0 to 1.5			
Focal point Below Surface (mm)	1.0 to 1.5			
Detectability *1)				
1/2-Wavelength (μm)	59	37	30	24
1/4-Wavelength (μm)	30	18	15	12

*1) Wavelength = Sound velocity / Frequency (Hz) $\times 10^6$
(Sound velocity = 5900m/sec in steel)

Fig. 2. Immersion transducer and condition of ultrasonic detection.

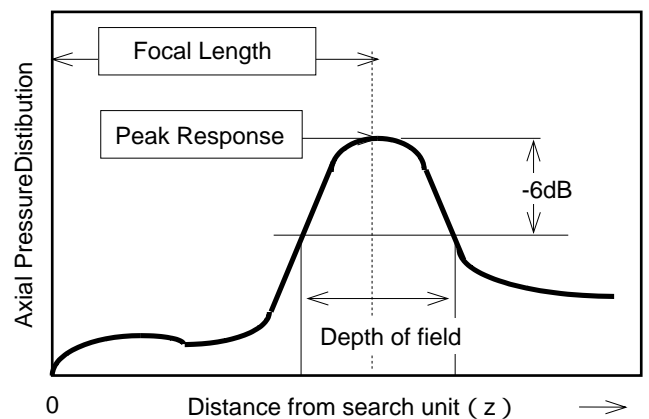


Fig. 3. On-axis profile parameters from focused search unit.

ることができるが、Fig.3に示すように軸方向の反射強度は焦点位置で最大値を示し、焦点位置の前後の領域において反射波は減衰する。軸方向の減衰の補正はその焦点位置をゼロ点とした二次式が適用される(距離振幅補

正 / Distance Amplitude Correction)。検出確率の低い中大型の介在物を検出するためには大きな検査体積の測定が必要であり、検査面積を大きくとるか、測定深さ（z方向）を大きくすることの二つの方法がある。収束型探触子の場合、減衰の問題から深さ方向（z）の探傷範囲が狭いため、このため走査面積を大きくせざるを得ない。

・熱処理の影響とその補正

超音波の反射強度は鋼の組織に依存する。焼入材の反射強度が最も高く、焼入材に比べ焼なまし材、焼ならし材は反射強度が低くなる（10-20%減）。圧延のままの状態では反射強度は更に低下し（約50%減）介在物の反射強度の測定には適さない。ここでは焼入れ材の反射強度を基準とし、反射波強度の補正を行っている。

・表面粗さ及び試料面の傾斜

表面粗さは最大粗さ（ R_{max} ）で5 μ m以下とした。さらに走査方向に対し試料面が並行であることが必要である。なぜならば試料面の傾斜により鋼中の焦点位置が変動するため、ビーム路程が変動し距離補正に大きな誤差を与えるからである。このため走査面に対する上下面の平行度は十分チェックした。測定する試験片の始点から終点に至る全測定範囲について測定範囲（ゲート巾）の中心に正しく焦点位置を合わせることに注意した。

・欠陥径と反射強度の関係

超音波試験片について超音波探傷を行う。次に超音波探傷を実施した領域の部分（小平板片10×20×0.5）を切出す。介在物からの欠陥信号に対して各々座標深さ位置（z）から軸方向反射波強度補正を行い、一方でこの小平板片を酸溶解により介在物を抽出してSEM観察により介在物径を求め、反射波強度と介在物径の関係の検量線を求めた。また発生頻度の少ない150 μ mを超える中型 - 大型の介在物は探傷後、顕微鏡法により追込み研磨を繰返して最大径を求め、反射波強度との関係を調査した。

・気泡と介在物の識別

超音波法でもっとも重大な問題は微小欠陥の形状の識別と気泡と介在物の区別が難しいことである。一つ目の問題は最小探傷ピッチ（5 μ m）の格子単位の反射波強度の映像データを介して介在物の大きさを判断するため、マイクロ介在物の形態の正確な識別ができない。二つ目の問題は気泡と介在物の識別である。村井ら（文献18）により鉄 - 気泡界面からの反射波の位相が反転することが報告され、指標P/A（= 反射波位相の正反射波強度/全反射波強度）から識別が可能となった。P/A 0.45のとき介在物を示し、P/A 0.55は気泡を示す。しかし、中間領域P/Aが0.45-0.55の間において気泡、介在物の正確な区分けは難しい。ポイドと介在物の共存などの場合探傷範囲を狭め探傷ピッチを小さくして（すなわち欠陥を拡大した映像にして）評価することが必要である。本報告ではP/A > 0.45は気泡とみなした。

3. 介在物評価結果

3.1 光学顕微鏡法による介在物の評価

・鋼中酸素値と介在物個数の関係

介在物個数は酸素値の上昇とともに増加する。酸素値は従来より鋼の清浄度の管理指標として使われてきたが、顕微鏡で観察される介在物の総個数ともよい相関がある（Fig.4）。

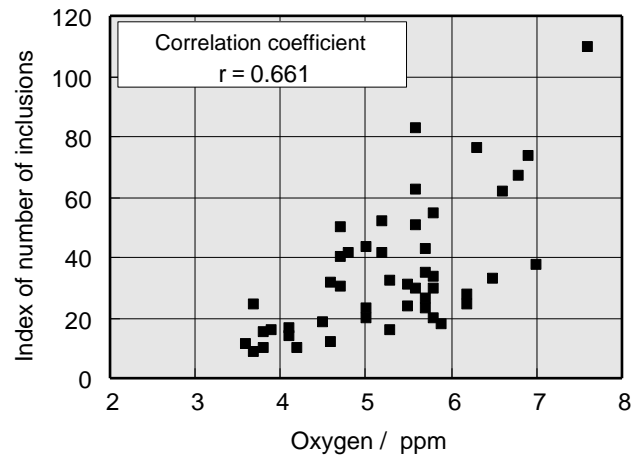


Fig. 4. Relationship between oxygen content and the number of inclusion detected by microscopy (Inclusion diameter 3 μ m , SAE52100).

・極値統計法における予測最大介在物径 $\sqrt{area_{max}(100, 30000)}$ 分布と酸素値、パラメータ α , λ の関係

以下、予測 $\sqrt{area_{max}}$ あるいは予測 $\sqrt{area_{max}(100, 30000)}$ と表す。回帰線は次式： $y = (x - \lambda) / \alpha$ で表される。これから予測 $\sqrt{area_{max}}$ は、 $\sqrt{area_{max}} = \alpha y + \lambda$ (α : 傾きの逆数、 λ : 基準化変数 $y = 0$ のときの x 切片) により求められる。TP採取位置（中間部）で行われた。ここで軸受鋼について極値統計のデータを見ると、離散値（outlying observation : 突発的に発生する異常観測値、離れ島）の影響が目される。5 μ m以上離れた観測値（すなわち最大値 m 番目と同 $m-1$ 番目の差、最大値 $m-1$ 番目と同 $m-2$ 番目の差が5 μ m以上有るもの）について注目すると、Fig.5に示すように予測 $\sqrt{area_{max}(100, 30000)}$ の値は酸素値と相関が見られるが、離れ島のあるチャージと離れ島の無いチャージとは予測 $\sqrt{area_{max}}$ 値の分布は異なっている（層別される）。

・パラメータ α (傾きの逆数) と λ ($y = 0$ の x 切片) の関係について

切片 λ は回帰線の $y = 0$ における交点を示し、縦軸との離れ度合を示す。 $\sqrt{area_{max}}$ は α に比例する。Fig.6に示すように、 α と λ の関係においても離散値の影響は大きい。極値 Z が与えられたとき一次不等式で表される $y_T \cdot \alpha z - \lambda$ の領域にする必要がある。たとえば極値

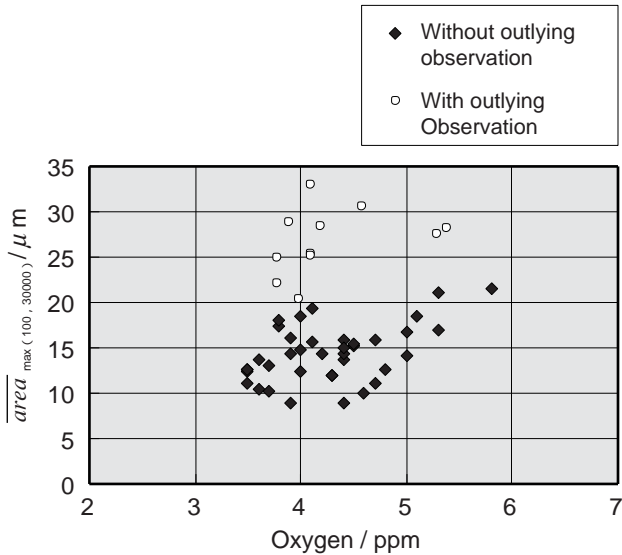


Fig. 5. Relationship between oxygen content and $\sqrt{area_{max}}$ (μm) of SAE52100.

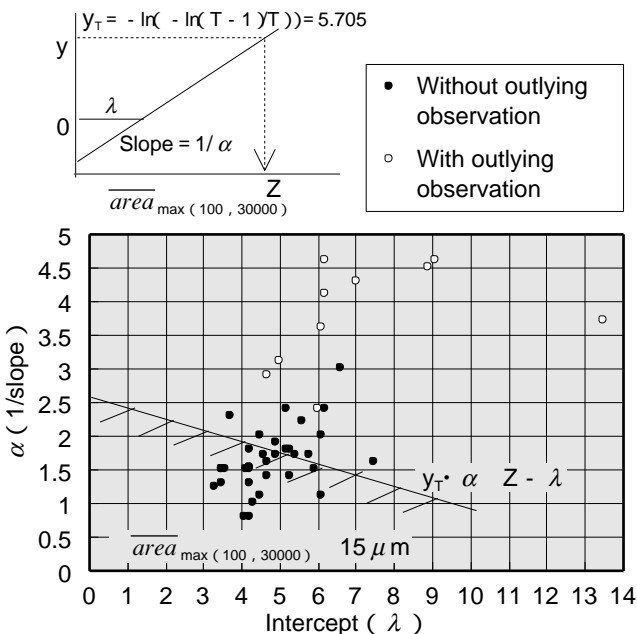


Fig. 6. Relationship between α (reciprocal of slope) and λ (intercept at $y = 0$) in the estimation of statistics of extreme values of SAE52100.

$\sqrt{area_{max(100, 30000)}}$ 15 μm (目標) とすれば、回帰線実績から α 2.0, λ 5.0が望ましい領域と考えられた。

・極値統計法の評価条件

回転曲げ疲労試験などで大きさ50 μm 以上の大型介在物が見られることがある。このクラスの鋼中最大介在物径を推定するために必要な基本条件 (S_0, S, N) は求められていない。基準検査面積 S_0 と予測 $\sqrt{area_{max(S_0, 30000)}}$ の関係の一例をFig.7示す。 $S_0 = 100mm^2$ における最大介在物測定を120回繰り返し (合計総検査面積12,000 mm^2) , 120個のデータをそれぞれ $N = 120, 60, 40, 30, 24,$

20, 15, 12及び10のグループに分け基準検査面積とした (それぞれ $S_0 = 100, 200, 300, 400, 500, 600, 800, 1000$ 及び1200 mm^2 である) 場合, S_0 が400 mm^2 を超える時点から予測 $\sqrt{area_{max}}$ が飽和し始め, $S_0 = 500mm^2$ 以上で一定値に近づくことがわかった。この基準検査面積でも依然として離散値の影響を受け, 極値がばらつくことが確認された。検査面積が足りないと考えられた。試料数についても検討が行われ, $S_0 = 500mm^2, N = 5$ 以上で評価を行ったがバラつきの大きい結果となった。安定した極値を得るためには, 試料数は少なくとも $N = 20 \sim 30$ 個必要である。

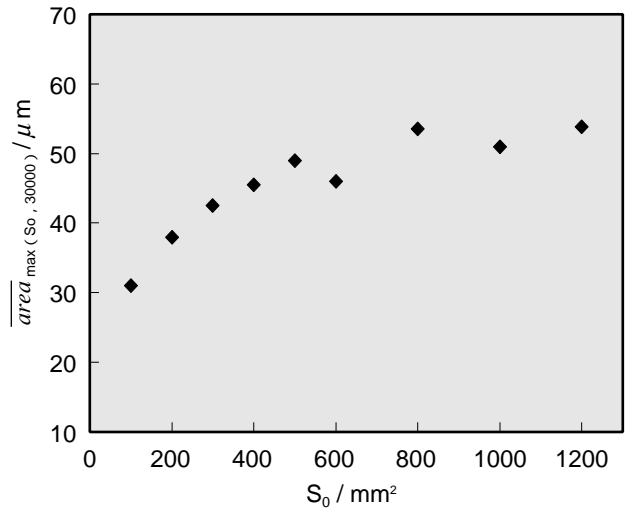


Fig. 7. Relationship between S_0 (mm^2) and $\sqrt{area_{max}}$ (μm)

3・2 焦点型高周波超音波による介在物粒径分布の評価 (光学顕微鏡法と超音波法の介在物検出個数比較)

Fig.8に光学顕微鏡法及び超音波法による介在物粒径分布の関係を示す。前者の被検面積は200 mm^2 , 後者の走査による体積は200 $mm^2 \times 0.5mm = 100mm^3$ である。二次元平面

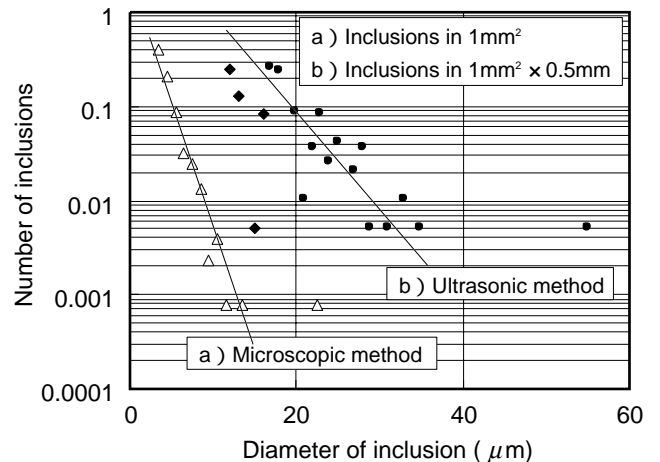


Fig. 8. Comparison of number of inclusions by between image analysis (2D) and UST method (2D) .

観察の介在物個数と3次元超音波探傷法の個数の比は平面の観察個数と深さ方向の探傷幅（深さd = 0.5mm）内の超音波による検出個数の比に対応する。したがって同じ走査面積とした時、超音波法は顕微鏡法の数百倍の検出能に相当するものと考えられる。

（酸素値と介在物個数の関係）

次に、酸素値と介在物個数（25 μm以上）の関係をFig.9に示す。二次元顕微鏡の画像処理 Microscopic image analysis のデータ（Fig.4）と同様、3次元超音波測定においても鋼中の酸素値の増加に伴って介在物の個数は増加している。またFig.10に示すとおり超清浄鋼と通常鋼の介在物粒径分布に明らかな分布の差が認められた。

3・3 検査体積と最大介在物径の関係

極値統計法の手法を利用してある超清浄鋼のチャージに

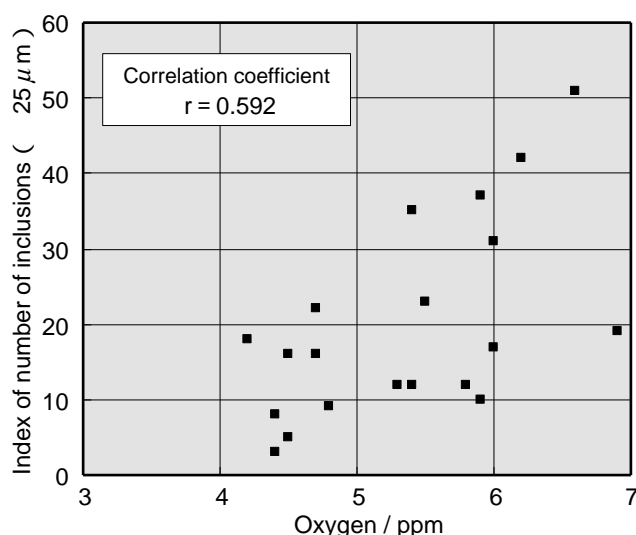


Fig. 9. Relationship between oxygen content and number of inclusions detected by UST. (Inclusion size 25 μm , 50MHz).

ついて、現在の光学顕微鏡法による基準検査面積100mm²の最大介在物径分布（N = 30）と超音波法により大幅に検査体積（検査基準体積を65 × 65 × 0.5 = 2113mm³（設備能力上限）、N = 30）を増加させて介在物の最大径を調査した。Fig.11に極値統計法を利用した介在物の粒径分布を示す。この二つ測定によるデータは離散値を含まず、とくに超音波探傷の結果は一定の大きさに収斂する傾向をも示した。顕微鏡法の基準検査面積S₀ = 100mm²は体積換算のため検鏡1層あたり = 10 μmと仮定すると100 × 0.01 = 1mm³に相当ある。また2113mm³ × 30個（面積換算6339000mm²）における検鏡法による予測 $\sqrt{area_{max}(100, 6339000)}$ は30.8 μmが得られており超音波法による実測最大径29.0 μmに近い値を得た。双方の検査基準体積比は約2100倍に対し、極値統計法による各試験片30個の実測最大介在物径は従来の光学顕微鏡法で5 ~ 15 μm、新しいUST法では実測最大介在物径25 ~ 30 μmと約2倍の値の分布を示した。

また軸受鋼の超清浄鋼と通常鋼について超音波法の検査基準体積の最大介在物径のデータを測定範囲内で上昇順に並べてみると、Fig.12に示すように超清浄鋼については大きな介在物が見られないチャージも多くあり、従来鋼では測定体積を2113mm³ × 30個 = 63390mm³（= 507g）と大きくして評価しているにもかかわらず、さらに大きな離散値（離れ島）が見られたことは注目される。したがって、検査体積をさらに大きくすることが必要である

4 . 考察

4・1 極値統計法の問題点

極値統計法による最大介在物の予測について
離散値の有無の影響、

Heat		Inclusion size (μ m)									Sum
		25-	30-	35-	40-	45-	50-	55-	60-	65-	
Supreme Cleanliness SAE52100	A	5	1	-	-	-	-	-	-	-	6
	B	7	2	-	-	-	-	-	-	-	9
	C	12	2	1	-	-	-	-	-	-	15
	D	8	3	-	-	-	-	-	-	-	11
	E	10	1	-	1	-	-	-	-	-	12
(mean)		(8.4)	(1.8)	(0.2)	(0.2)	-	-	-	-	-	(10.6)
Conventional SAE52100	F	21	4	2	-	1	-	-	-	-	28
	G	31	10	2	1	2	-	-	-	-	46
	H	16	2	3	1	-	-	-	-	-	22
	I	29	8	2	2	1	-	-	-	-	42
	J	50	15	4	2	2	1	-	-	-	74
(mean)		(29.4)	(7.8)	(2.6)	(1.2)	(1.2)	(0.2)	-	-	-	(42.4)
Specimen size : φ 65 , Scanning path interval : 30 μ m Probe : 100MHz , PF = 12.5mm , Normal beam											

Fig. 10. Distribution of inclusions detected by focusing-ultrasonic transducer (100MHz).

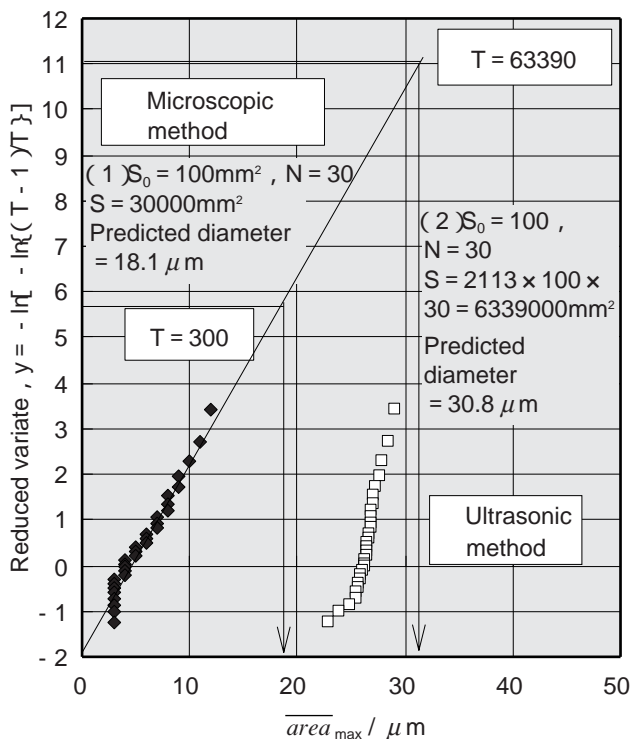


Fig. 11. Comparison of maximum \sqrt{area} (μm) of each inspection area (or volume) by image analysis (2D) and by ultra sonic method (3D).

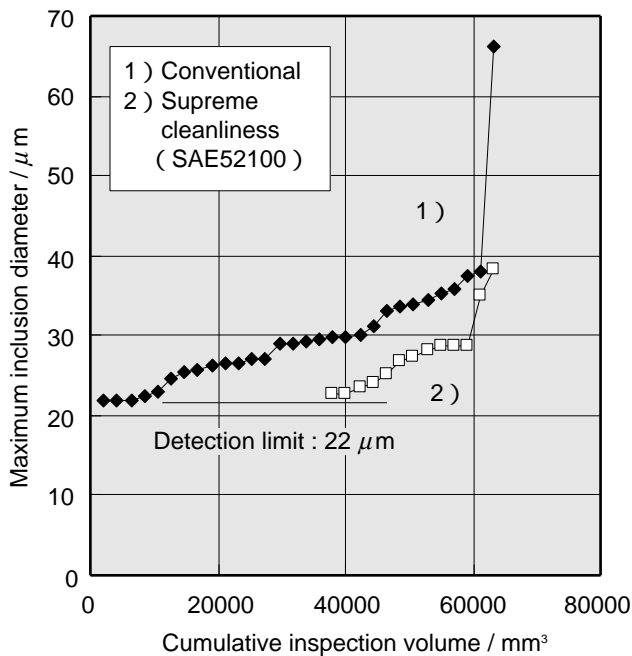


Fig. 12. Relationship between maximum size of inclusion and inspection volume.

計算基本条件として S_0 , S , N の設定, について述べる。

(離散値の有無の影響)

まず, 顕微鏡法による極値 $\sqrt{area_{max(100, 30000)}}$ の分布について, 同じ計算条件, $S_0 = 100$, $S = 30000$, $N = 30$ のも

とも離散値の有無によって極値は影響を受ける。最も大きい $\sqrt{area_m}$ (m 番目が最大とする) が仮に $+5 \mu m$ 大きくなった場合, 予測 $\sqrt{area_{max}}$ はおおよそ $+10 \mu m$ 大きくなる。計算から知られる。回帰線から大きく外れて偏るデータにより, 回帰線の傾き, 及び予測 $\sqrt{area_{max}}$ は大きく影響を受ける。すなわち離散値が大きすぎる場合には特別に管理されるべきである。

また, 回帰線の特徴値をあらわす二つのパラメータ α , λ はそれぞれ酸素値と関係があることから清浄度の指標として小さい値が望ましい。とくに λ は回帰線の縦軸への接近の度合いを示し, 「内生介在物」の分布の程度を表すと考えられる。離散値のない場合, λ は酸素値と共に清浄度の管理指標として十分利用できる。離散値のある場合, 「外来性の介在物の混入」, 「工程内の異常」の危険があり, さらに N 数増しして全体の状況を判断する必要がある。

つぎに, 顕微鏡法による $S_0 = 100$, $N = 30$ の条件では (離れ島) がしばしば現れ, とくに基準検査面積 $S_0 = 100mm^2$ では少ないと考えられる。Fig.11の超音波法によるデータは明らかに顕微鏡とは別の分布を示し, かつある大きさに収斂する傾向が見られた。このことは評価面積 S の値をどこに取るかが問題であるが同じ検査面積で顕微鏡法の離散値のない観測値による予測 $\sqrt{area_{max}(S_0, S)}$ 値と超音波法による実測値の対比ができることを示唆している。一方Fig.12は超清浄鋼と通常鋼の超音波探傷法の各試験片の最大介在物径を上昇順にならべた。検査体積が $60000mm^3$ 以下では $\sqrt{area_{max,i}}$ が漸増しているが体積 $61000mm^3$ (= $480g$) を超えて介在物の多い通常鋼で突然離れ島が表れたことから, 大型の介在物の実績評価において大検査体積が重要であることが認識され, 最大介在物径を直接評価するため焦点位置からの距離振幅補正を取り入れた超音波評価法が重要な方策となりうる事が知れる。

4・2 超音波法による介在物評価

収束型高周波超音波法のシステムの特徴をTable1に示し, 補足説明を以下に述べる

- ・ 反射波強度の補正と検出限界

探傷軸方向では焦点から離れるにしたがって反射強度は減衰して検出感度が下がる。ところが同じ大きさの介在物でも探触子近くの介在物に比べ, 探触子から離れた介在物の反射波強度は低く, 補正前の反射強度が低いため検出限界外れとなり探触子から遠い位置の介在物は評価されないものがある。探傷領域内を同じ存在確率で介在物を評価するため補正範囲を考慮し, 結果として検出限界を $5 \mu m$ 程度 (たとえば $20 \mu m$ $25 \mu m$) 上げざるを得ない。

- ・ 走査時間

走査面積に比例して走査時間は長くなる。長時間走査の場合は夜間無人運転を実施する。

- ・ 気泡と介在物の識別

その識別はそれぞれの欠陥からの反射波形の位相反転有無によっている。とくに気泡からの反射波形の位相反転有無が指標P/Aにおける中間領域（P/A = 0.45 - 0.55）の場合、及び介在物 - ボイド共存の場合の判定は困難な場合がある。P/Aの値に応じた検量線の設定が必要と考えられる。

・ 圧鍛比

同じチャージであっても圧延寸法により介在物の大きさ分布、形態が異なる。これら試験片の圧延条件を揃えることが必要である。またマイクロポロシティは擬似的な介在物波形を示すため、この影響を消すには十分な圧鍛比が必要である。マイクロポロシティの影響が有るときは欠陥個数が異常に多くなり、また圧延方向の欠陥長さが極めて大きな値で示されることがある。

4・3 鋼中大型介在物粒径分布の評価

酸素値とUTによる25 μm以上の介在物個数には相関がある（Fig.9）。介在物分布はFig.10に示すように超清浄鋼と通常鋼では差が認められた。顕微鏡による予測 $\sqrt{area}_{max(100, 30000)}$ と高周波UTによる実測最大介在物径の比較では有意な相関は認められなかった。UT検査体積を最大63390mm³（507g）として大体積評価を行ったが、依然として離れ島の大きな介在物を認めた（Fig.12）。従って

このことから、離れ島をどう取り扱うかの研究が今後の重要な課題である。超音波法の利点は欠陥の直接観察、粒径分布測定、検査体積を大きくとることができることである。これに対してはより大きな体積を効率よく探傷できる検出能のよい探触子や探傷器などの開発が望まれ、次ステップの課題となると思われる。また反射波強度から直径サイズへ変換する方式で介在物の個々の大きさ、形状を正確に評価するためには細かいピッチの高速走査、高速データ処理が可能な探傷装置の開発を期待したい。

5. まとめ

1. 直接観察により20-100 μmの介在物の粒径分布と3次元位置を評価するため、焦点型超音波探触子により、大きな検査体積中の介在物を評価と長時間走査ができる自動化されたシステムを開発した。
2. 従来の顕微鏡観察による極値統計法は小試験片のためチャージの最大介在物の予測に対して精度的に問題があった。この超音波法の適用により試験体積が100倍～数千倍に増加したことから大型マイクロ介在物の粒径分布の評価が可能となり、評価の精度は大幅に改善された。外来性の大型介在物の検出の可能性がある。

Table1. Operating condition and specimen preparation of ultrasonic testing.

Item	Measurement condition	Item	Measurement condition
Total detection limit	100MHz : 25 μm (PF = 12.5mm) 50MHz : 30 μm (PF = 12.5mm)	Diameter of inclusions	> 100 μm : d = (Size of image dia.) - (Beam dia.) 100 μm : Regression d = ax + b
Heat treatment (Recommended)	Quenched or Quenched & tempered	Frequency	50 to 125MHz
Surface roughness	Rmax. 5.0 μm	Scanning time	100 × 100mm ² : 40 ~ 60minutes/piece
Scanning area x depth	Rough scanning : Max : 100mm × 100mm × (0.5 to 1.0) mm = 5000 to 10000mm ³ (40 g to 80 g/piece) Precise scanning : 1.0 × 1.0 × (0.5 to 1.0) mm ³	Discrimination between voids and inclusions	P/A : P (Positive echoamplitude) A (Total echo amplitude) P/A 0.45 : Inclusion , P/A 0.55 : Void
Focal position	Center of thegate	Calibration	Reference block (φ 0.40mm FBH)
Incline	Less than 0.1mm/100mm	Evaluation (ASTM E45 chart)	A type : impossible B type (cluster) : possible , imperfect . D type (globular oxide) : possible
Distance amplitude correction	Quadratic equation		

3. しかしながら、まだ突発的に発生する離散値の取り扱いの問題があり、より大きな体積を効率よく探傷できる検出能のよい探触子や探傷器などの技術開発が次の課題となるであろう。

文 献

- 1) Y. Murakami, T. Toriyama and E.M. Coudert, Instructions for a New Method of Inclusion Rating and Correlation with the Fatigue Limit, Journal of Testing and Evaluation, 22, (1994), 318-326.
- 2) J.Monnot, B.Heritier and Y.Congne, Relationship of melting practice, inclusion type and size with fatigue resistance of bearing steels, ASTM STP 987 (1986), 149 -165.
- 3) 前川静弥, 鈴木孝範: 分析化学, 14 (1965), 424.
- 4) 小野寺政昭, 佐伯正夫, 西坂孝一, 坂田忠義, 小野準一, 福井勲, 今村直樹: 鉄と鋼, 60 (1974), 2002.
- 5) 松村孝, 山本公: CAMP-ISIJ, 9 (1996), 784.
- 6) Ruby-Meyer and G. Willay, Rapid Identification of Inclusions in Steel by OES-CDI technique, Revue de Metallurgie, CIT, Mars (1997), 94, 3, 367-378.
- 7) F Reinholdsson, A. Lind, R. Nilsson and P. Jonsson, Rapid Determination of Inclusion Characteristics in Bearing Steel Production, Clean Steel S, (1997), 96-106.
- 8) Reinholdsson, R.Jonsson, A. Lind, M. Goransson, B.M. Johansson and R. Nilsson, On-line determination of Inclusion Characteristics in bearing Steels, Steel Time International, March (1998), 22, 2, 27-28.
- 9) T.Ise, Y. Nuri, Y.Kato, T.Oishi and H. Matsunaga, The effect of heating conditions on removal of oxide film on steel surface by inert gas fusion method, ISIJ, 38 (1999), 1362.
- 10) 高張友夫, 安彦兼次, 子鹿原猪一, 今北 毅, 針間矢宜一, 猪熊康夫, 猪股吉晴, 石橋耀一, 田中清之, 富山茂樹, 森本行俊, 伴 弘一, 菊池 正, 大河内春乃, 古谷圭一: 鉄と鋼, 78 (1992), 774.
- 11) 村井純一: Recent trend of nondestructive testing technology for pipe and tube manufacturing process, CAMP-ISIJ, 12 (1999), 918.
- 12) 加藤恵之, 佐藤海広, 塗 嘉夫, 竹本省一: CAMP-ISIJ. Vol. 12. (1999), 473.
- 13) 永山宏智, 那須浩文, 野口貴久, 杉本卓也, 西川友章, 浅井鉦和: CAMP-ISIJ, Vol.11 (1998) 1323.
- 14) E. J. Gumbel: Statistics of extreme. Columbia University Press, New York, (1958).
- 15) 村上敬宜: 金属疲労微小欠陥と介在物の影響, 養賢堂, (1993)
- 16) 加藤恵之, 佐藤海広, 塗嘉夫: 山陽特殊製鋼技報, (2000). 35-48.
- 17) ASTM E1065: Standard guide for evaluating characteristics of ultrasonic search unit, Annual Book of ASTM Standards, Vol.03.03, (2000).
- 18) 村井純一, 井田隆志, 白岩俊男: 非破壊検査47 (1998), 498-503.

