

**(109) 学振第 19 委員会非金属介在物協議会における鋼中非金属介在物判定法の研究**

The Study on the Microscopic Determination of the Inclusions Content in Steel by the Non-Metallic Inclusions Sub-Committee of the 19th Committee of Japan Society for Promotion of Science

Takeshi Akutagawa, Dr. Eng.

東京大学教授 工博 芥川 武

さきに学振第 19 委員会では非金属介在物による鋼品位判定法を決定し(昭和 14 年 10 月), 爾来本邦ではこの方法が学術的ならびに實際的に広く採用されている。しかしこの方法で実際の鋼材を検査した場合に考えられる個人誤差, 測定場所による誤差及び試料誤差を再検討する問題が下川氏によつて提案せられたので, 高炭素鋼及び軸受鋼の 2 種類各 8 試料を日本特殊鋼, 神戸製鋼, 住友鋼管, 日本鋼管, 八幡製鉄, 日本製鋼, 日立(安来) 及び住友製鋼の 8 工場に配布して学振法による清浄度判定を依頼した。その結果は Table 1 に 1 例(炭素鋼の B 系介在物の清浄度及び平均厚を示す)を示す如く, 驚くべき不一致な結果を得た。

即ち清浄度判定において最小 1.0 から最大 9.4 のばらつきがある。同一測定箇所内では比較的個人差は少ないが, 測定箇所間の変動は非常に大きいのである。

そこで第 3 分科会内に非金属介在物協議会をつくりこの問題を更に共同研究し, 信頼性のある判定法を確立することとなつた。本講演はこの協議会で研究審議せられた結果の中間報告である。

協議会でとりあげた問題の項目は次の如くである。

1. 同一の写真を各所に配布してその清浄度及び平均厚を判定したところ清浄度については大部分  $\pm 1$  の誤差で一致するが平均厚については  $\pm 2.5\mu$  程度のばらつきを示すものが多い。一般に平均厚を小さく判定する人は清浄数値を高くする傾向がある。

2. 試片の研磨及び琢磨方法の不良による誤差が非常

に大きいと思われたので研磨紙及び琢磨粉について検討を行つている。要するに粒子のそろつた研磨紙を用い, 琢磨粉は  $5\mu$  以下の微細なものを 0.1% 程度の薄い液として使用し, 出来るだけ短時間に仕上げ, 速やかに判定することである。このため琢磨を酸化クロムとアルミナの 2 段に分けて好い結果を得ているところもある。

3. 検鏡をピントグラス上で行つているところと直接接眼鏡下で行つている工場とある。両者それぞれ一長一短をもっているが, 結果は一致しないことが多い。

4. 試験片を  $800^{\circ}\text{C}$  以上の高温度から急冷すると A 型, B 型介在物の清浄度数値ならびに平均厚が大となる報告が発表せられたけれども, 通常の熱処理温度では変化しないとする報告も多く, 今後尙検討すべき問題である。

5. 介在物の分類は従来の学振法と A. S. T. M. 法とを折衷し A 系(加工によつて粘性変形するもの), B 系(加工方向に集団をなして不連続的に列んだもの)及び C 系(粘性変形せず不規則に分散するもの)の 3 種類に分けた。100 倍程度の倍率では硫化物と硫酸塩を判然と区別し得ないことが多いからである。

6. 顕微鏡検査の方法は次の 3 種類について検討中である。(i) は簡便法ともいふべきもので A. S. T. M. の B 法(又は S. A. E. 法)に該当する。0.1mm 以上の長さをもつ介在物の個数及び長さを測定し。又 0.1mm 以下の介在物については標準写真を基準として清浄度を甲, 乙, 丙, 丁の 4 階級の何れかに判定する方法である。

(ii) は従来の学振法に相当するもので標準図と対照して顕微鏡各視野の介在物番号を判定し, 全視野の比分布平均値を算出してこれを清浄度とする方法である。(iii) は点算法(point-counting method)によつて各種介在物の面積百分率, 単位面積当りの平均介在物数ならびに介在物の平均大きさを求める方法で新たに考案せられたものである。

7. 上記(ii)の方法に採用する標準図については従来の学振法では同じ B 型介在物のアルミナ系のものと同分散酸化物系のもの面積率に基だしい差があり, 有害と考えられる前者の方が同一清浄度番号にして後者の 3~4 倍の面積率をもっている。又硫化物及び分散酸化物の

Table 1.

Specimen No.	1	2	3	4	5	6	7	8
Inclusion count.	1.6(8.3 $\mu$ )	5.5(4.8 $\mu$ )	2.0(4.9 $\mu$ )	1.8(4.4 $\mu$ )	1.3(6.5 $\mu$ )	1.8(6.1 $\mu$ )	2.5(5.6 $\mu$ )	3.2(8.1 $\mu$ )
	1.9(5.9 $\mu$ )	6.0(5.3 $\mu$ )	1.6(5.3 $\mu$ )	0.9(7.1 $\mu$ )	1.3(6.0 $\mu$ )	2.0(6.4 $\mu$ )	2.6(5.2 $\mu$ )	3.9(7.0 $\mu$ )
	1.4(4.9 $\mu$ )	4.9(4.8 $\mu$ )	3.3(6.6 $\mu$ )	1.8(3.0 $\mu$ )	2.1(4.5 $\mu$ )	1.9(6.0 $\mu$ )	4.0(6.0 $\mu$ )	4.7(7.4 $\mu$ )
	3.3(5 $\mu$ )	6.1(3.9 $\mu$ )	3.6(5.9 $\mu$ )	1.8(5.0 $\mu$ )	1.5(5.6 $\mu$ )	1.0(5.0 $\mu$ )	4.2(7 $\mu$ )	1.7(4.5 $\mu$ )
	3.4(6 $\mu$ )	9.4(4.0 $\mu$ )	3.2(6.0 $\mu$ )			2.2(4.8 $\mu$ )		1.1(5.9 $\mu$ )

図の介在物番号が規定せられている比分布と全く異なつた比率を示している。これらの点を考慮して新しい合理的な標準図を作成すべく努力している。

尙これらの研究は今後鋼に及ばず非金属介在物の影響の定量的研究の予備段階として行われているもので委員会(八幡、富士、鋼管、住友、神戸、日本製鋼、日特及び日立)ならびに委員各位の御協力を深謝すると共に広く専門家の御援助を御願ひする次第である。

### (110) Point Counting 法による非金属介在物標準図の定量的検討

(On Quantitative Considerations of Standard Chart of Non-metallic Inclusions in Steel by Point-Counting Method.)

Koji Tasaka, Lecturer, et alii.

住友金属工業 K. K. 製鋼所技術部研究課

工 河井泰治・工〇田坂鋼二・工 田辺政三

#### I. 緒 言

鋼中非金属介在物の顕微鏡による測定は、学振法あるいは ASTM にて規定せられているように、その形状、分布、並びに厚さにより定められた標準図と比較対照して評価を行うのであるが、最近この方法について日本学術振興会第 19 委員会第 3 分科会において検討せられた結果、同一試料に対する観察結果が著しい個人誤差を伴い、再現性が至つて乏しいことが判明し、現在同分科会に非金属介在物協議会が制定せられ、学振法標準原案の再検討と共にこれに代るべき新測定法の確立に対して検討が行われつつある。

非金属介在物の判定に対しては、従来の形状、分布、厚さと共にその占める面積率の大小をも考慮に入れねばならないが、本報告はこれらの諸点を加味した合理的な標準制定のための参考資料とする目的で、まず従来の学振法及び ASTM に定められている標準図について非金属介在物面積率を測定し、その各等級の分類が如何なる数量的関係にあるかを定量的に検討したものである。

#### II. 測定方法

面積率の測定には point-counting 法を用いた。この方法は lineal analysis 法<sup>2)3)</sup>と共に、金属組織に対して利用せられ、その精度もかなり良好なことが示されている<sup>2)</sup>が非金属介在物の如き面積率の小さなものではあまり高い精度は期待出来ない。しかし本法は簡便且つ能率的であり、限られた視野中の面積率の測定には適す

るのでこれを用いることにした。測定方法は手札乃至は 4 つ切写真乾板上に 2.5 mm 間隔の網目を作り、これを標準図の上におき介在物上にのせた網目の交点の数をかぞえ、これを視野全体に含まれる交点の数で割れば介在物の面積率が求められる。このような測定を一つの視野について網目を無作為的において 10 あるいは 20 回繰返し、その平均値を求め、測定値が正規分布するものとして標準偏差及び精度の算出を行つた。尙学振法及び ASTM-A 法の標準図について同一人が 10 回の測定を行い、ASTM-B 法の標準図については 3 名が夫々 20 回宛別個に測定した。

#### III. 測定結果とその考察

学振法及び ASTM (A 法及び B 法) 制定標準図中の各介在物 type の各番号について、求められた面積率の平均値と番号との関係についてみると、面積率を対数目盛、番号を等尺目盛でプロットしてみると、Fig. 2~3 に示す如く極めて高い有意水準で直線相関関係が成立し、同図中に附記した回帰方程式が得られた。これらの相関係数は 0.95~0.99 の範囲内である。

##### 1. 精度の検討

標準誤差 ( $\pm Sx/\sqrt{n}$ ) と面積率平均値 ( $\bar{x}$ ) との比を相対誤差と仮称し、これと面積率平均値との関係を両対数グラフで示すと、Fig. 1 の如く直線関係にあり高度に有意な回帰直線が求められる。これより知られる如く面積率の少ない場合は、相対誤差がかなり多く精度が悪いが、面積率が大きくなると共に精度は向上し、10 回の測定では面積率 0.2~0.6% のところで相対誤差 10~20% 程度となりこれが 1% 以下になるには面積率

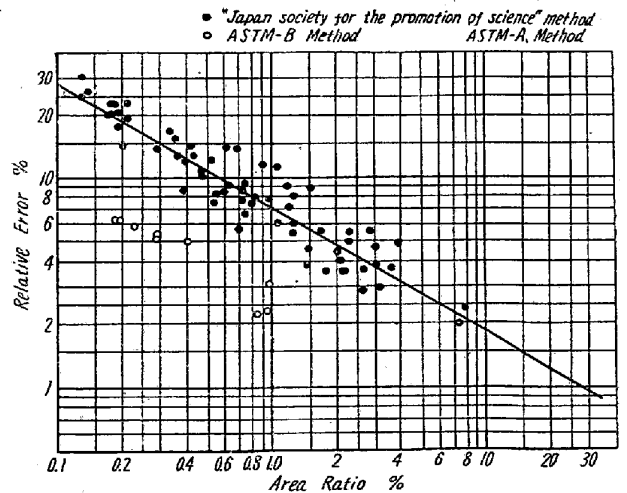


Fig. 1. Relation between area ratio obtained and relative error

$$\left[ \text{Relative error} = \pm \frac{Sx}{\sqrt{n}} / \bar{x} \times 100(\%) \right]$$