



三次元観察に基づく非金属介在物の極値統計評価

周 世栄*・村上 敬宜**・福島 良博**・Stefano Beretta***

Statistics of Extremes Analysis of Nonmetallic Inclusions Based on 3D Inspection

Shirong ZHOU, Yukitaka MURAKAMI, Yoshihiro FUKUSHIMA and Stefano BERETTA

Synopsis : It is well known that the scatter of fatigue strength of high strength steels is caused by nonmetallic inclusions. The lower bound of the scatter of fatigue strength can be predicted by considering the maximum size of nonmetallic inclusions. Thus, it is of practical importance to estimate the maximum size of nonmetallic inclusions by appropriate inclusion rating methods. Most rational and convenient method to predict the maximum size of inclusions is the one based on the statistics of extremes. Therefore, recently the inclusion rating based on the statistics of extremes has been used by many industries, though the rating methods are mostly two-dimensional (2D) optical methods. It is known that the accuracy of the 2D method is lower than the exact 3D method. In addition, when multiple type inclusions having different chemical composition are contained in a material, the statistics of extremes distribution does not necessarily become a single straight line but become a bilinear line. The objectives of the present study are (1) to clarify the validity of the 2D method and (2) to establish the method to predict the maximum inclusion size when the statistics extremes distribution becomes bilinear. The results obtained show that the 2D method is basically correct as predicted by the computer simulation. When a bilinear distribution is obtained, it is necessary to determine the minimum inspection area S_{crit} for predicting the maximum size of the larger type inclusions, which become the fatigue fracture origins of components.

Key words: nonmetallic inclusion; inclusion rating; statistics of extremes; multiple type inclusions; inspection area; inspection volume; fatigue.

1. 緒言

鉄鋼材料中に含まれる介在物が高硬さ鋼の疲労破壊起点となることがはじめて報告されたのは1950年代である¹⁾。介在物が疲労破壊の原因になる場合には、疲労強度と静的強度の間のよく知られた経験則 ($\sigma_w \approx 1.6HV$) は当てはまらない^{2,3)}。最近の鋼は清浄度が著しく改善され、介在物の数も少なくなり寸法も小さくなつたが、上記の問題は本質的には変わっていない。

介在物の測定法には各国で種々のものが提案されており材質の評価や識別に利用されている⁴⁾。しかし、これらの方法によって定義された介在物指数と疲労強度との間には必ずしも明確な関連がないことが指摘されている⁵⁻⁸⁾。

疲労強度に及ぼす介在物の影響は破壊力学を取り入れた疲労研究の発展によってクローズアップされてきたいわゆる「微小き裂の問題」と等価と見なす観点からの研究が進んでいる。その代表的なものは、介在物を最大主応力方向に投影した面積の平方根である $\sqrt{\text{area}}$ というパラメータに注目する方法である⁹⁾。 $\sqrt{\text{area}}$ を用いると極値統計法によつて介在物の最大寸法を評価することによって材質の評価が容易になるとともに、介在物が原因となる高硬さ鋼の疲労限度のばらつきの下限値を予測することが可能になるのである⁹⁻¹⁶⁾。

このような意味で鉄鋼材料中に含まれる介在物の最大寸法 $\sqrt{\text{area}_{\max}}$ を推定することは実用上極めて重要であり、極値統計法¹⁷⁾による介在物評価は $\sqrt{\text{area}_{\max}}$ を定量的に予測できる最も合理的な介在物評価法として各国で研究が盛んになりつつある¹⁸⁻²³⁾。顕微鏡検査に基づいた二次元的極値統計法の理論と応用はほぼ定着しつつあるが、二次元的検鏡で介在物の三次元的最大寸法を推定すると誤差を伴うことがある²⁴⁻²⁶⁾。その典型的な例は介在物寸法の極値分布が直線にならず曲がる場合に起こる²⁷⁾。極値分布が直線になることは原分布（母集団分布）の裾野が指数分布になっていることが一つの条件である。この条件は多くの鋼の介在物分布で近似的に満たされていると考えてよいであろう²⁸⁻³¹⁾。しかし、最近、この条件が満たされていると考えられる場合でも極値分布が曲がる例が注目されるようになってきた。このような極値分布の曲がりの傾向は、小さい検査面積の検査数が増加するとともに大きい勾配から小さい勾配へと移行することである。この傾向は $\sqrt{\text{area}_{\max}}$ の過小評価すなわち疲労強度の過大評価（危険側の推定）をもたらすことになる。

本研究では、試料を連續的に研磨しながら、研磨面に現れる介在物の三次元的断面変化に注目することにより二次元的検査誤差の原因を明らかにする。

平成13年2月26日受付 平成13年9月13日受理 (Received on Feb. 26, 2001; Accepted on Sep. 13, 2001)

* 九州大学大学院工学府 (Graduate School of Engineering, Kyushu University, 6-10-1 Hakozaki Higashi-ku Fukuoka 812-8581)

** 九州大学大学院工学研究院 (Graduate School of Engineering, Kyushu University)

*** ミラノ工科大学 (Politecnico Di Milano)

2. 実験方法

2·1 研磨試驗方法

研磨試験に用いた材料はクロムモリブデン鋼SCM435浸炭窒化・焼入れ焼戻し材である。Table 1に供試材の化学成分を示す。

まず、従来の手順方法に従って供試材の二次元の極値分布を評価した。試料研磨には、METASERV2000研磨機を使用した。研磨した試験片表面を検査基準面積 $S_o = 0.384 \text{ mm}^2$ として 40 箇所について最大介在物の面積 $\sqrt{\text{area}}_{\max,j}$ ($j=1 \sim 40$) を画像処理装置で測定した。その際、40 箇所でそれぞれの最大介在物の化学成分をエネルギー分散形 X 線分析装置で調べた。

試料を $1\text{ }\mu\text{m}$ ずつ研磨し、介在物の寸法を三次元的に調べることにより三次元極値分布（以下3D極値分布と称する）を測定するとともに、化学成分を調べた。

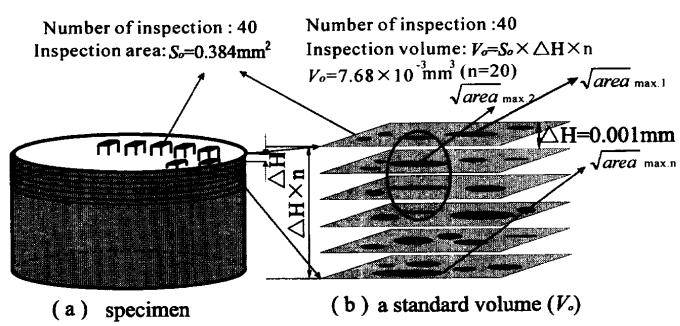
具体的には、Fig. 1に示すように研磨した表面上の40箇所について基準面積 S_o (0.384 mm^2)として、それぞれの基準面積中の最大介在物面積を測定する。次に、 $1\mu\text{m}$ の厚さを研磨し、元の各40箇所についてそれぞれの最大介在物を探し、その面積を測定する。この作業を繰返して $20\mu\text{m}$ の厚さまで研磨して最大介在物の最大断面積を測定する。最終的に40箇所の基準体積($V_o=S_o\times\Delta H$, $\Delta H=20\mu\text{m}$)に含まれるそれぞれの最大介在物の最大断面積平方根 $\sqrt{area_{max,j}}$ を決定した。したがって、この手順では、検査基準体積の値は $V_o=7.68\times10^{-3}\text{ mm}^3$ と定義される。この極値分布は、供試材の小さい体積中に存在する介在物の3D極値分布であると考えてよい。

2・2 疲労試験データ

本研究では、村上らの疲労試験データを引用する³²⁾。供試料は研磨試験に用いたものと同じ熱処理した材料SCM435である。試験片の表面硬化層を残すために電解研

Table 1. Chemical composition of SCM435.

(wt%)									
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	O(ppm)
0.36	0.19	0.77	0.014	0.006	0.08	1.0	0.15	0.13	8



$$\sqrt{area}_{\max}(V_0) = MAX\{\sqrt{area}_{\max.1}; \sqrt{area}_{\max.2}; \dots; \sqrt{area}_{\max.n}\}$$

Fig. 1. Measurement of 3D extremes distribution.

磨などは行われていない。Fig. 2に試験片の形状を示す。試験方法は、応力比 $R=-1$ 、繰返し速度30~80Hzの引張圧縮疲労試験で、最大の繰返し数は $N=5.0\times 10^8$ である。

表面硬化層が残っているために、試験片断面のビッカース硬さ HV の分布は、表面が高く ($HV=750$)、内部が低い ($HV=560$)。試験片直径は 7 mm であるが、内部の低硬さ部分の直径は 3.6 mm であるので、疲労破壊の起点となりうる危険部分体積 V は 204 mm^3 として取扱う。

3. 介在物のための極値統計法

3.1 基準サンプルが異なる場合の介在物の極値分布

基準サンプルとは検査基準面積 S_0 または検査基準体積 V_0 内の介在物を意味する。ここで基準体積 V_0 の場合を検討する。

試験片中に含まれる介在物の基本分布の分布関数を $F(x)$ (x を超えない非超過確率関数) とするとき, Fig. 3に示すように一つの基準サンプル内で N 個の独立した介在物寸法データが測定されるとすると, 極値分布関数 $F_f(x)$ は $F(x)$ を用いて次式で表現される。

極値分布の最大値分布としてよく使用される二重指数分布の最大値分布（Gumbel分布）の分布関数は次の形が用いられる。

α : 尺度パラメータ

λ ：位置パラメータ

ここで、基準サンプルの体積（基準体積）が V_a と V_b の場合を比較してみる。 V_a と V_b 中でそれぞれ N_a 個と N_b 個の介在物が測定されると、近似的に $V_b/V_a = N_b/N_a$ と見なすこと

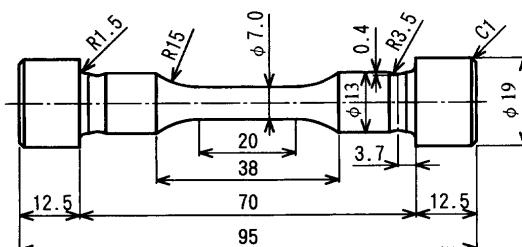


Fig. 2. Shape and dimension of the test specimen (mm).

N: Number of inclusions contained in V_n

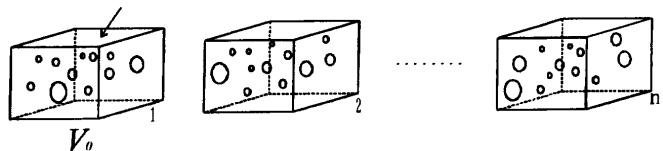


Fig. 3. Inclusions contained in the standard volume V_o .

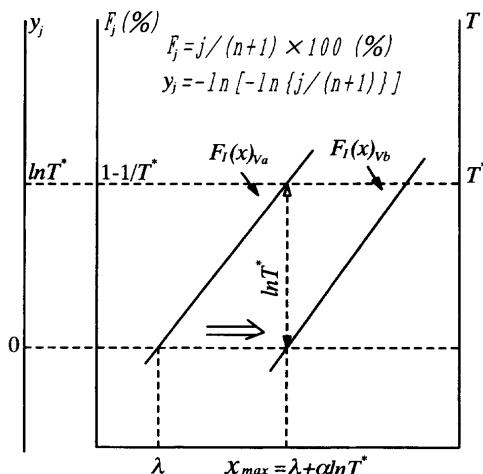


Fig. 4. Extremes distribution for different control volume.

ができるので、 $N_b/N_a = T^*$ とおくと次式が得られる。

$$\begin{aligned} F_I(x)_{V_a} &= \exp\{-\exp[-(x-\lambda)/\alpha]\} = F(x)^{N_a} \\ F_I(x)_{V_b} &= F(x)^{N_b} = F(x)^{T^* N_a} \\ &= \exp\{-\exp[-(x-\lambda-\alpha \ln T^*)/\alpha]\} \end{aligned} \quad (3)$$

ここでは、 $F_I(x)_{V_a}$ ：基準体積 V_a に対する分布関数

$F_I(x)_{V_b}$ ：基準体積 V_b に対する分布関数

指数タイプの母集団を持つ介在物の極値分布は n 個サンプルを測定し、横軸に確率変数（介在物のサイズ $\sqrt{\text{area}_{\max}}$ ）を、縦軸に累積頻度分布 F_j と基準化変数 y_j ($j=1 \sim n$)

$$F_j = j/(n+1) \times 100 \quad (\%) \quad (4)$$

$$y_j = -\ln[-\ln{j/(n+1)}] \quad (5)$$

を取ることによって、極値確率紙にプロットすると、直線になる。基準体積が異なる場合のデータは、Fig. 4 に示すように平行移動した直線として表現される。このような表現によると、異なる複数の基準サンプルから得られる極値分布のデータを一つの基準サンプルの基準体積を基に変換して評価できる。このとき再帰期間 T という量を定義してデータの変換または外挿を行う。再帰期間 T は予測最大値 x_{\max} を一度超えるために必要な検査基準体積数の期待値（平均値）を意味し、次式で定義される。

$$T \equiv 1/[1 - F_I(x_{\max})] \quad (6)$$

基準サンプル V_o から得られる極値分布における再帰期間 $T=T^*$ での介在物の予測最大値 x_{\max} の $F_I(x_{\max})_{V_o}$ は

$$\begin{aligned} F_I(x_{\max})_{V_o} &= \exp\{-\exp[-(x_{\max}-\lambda)/\alpha]\} \\ &\equiv 1 - 1/T(x_{\max}) = 1 - 1/T^* \end{aligned} \quad (7)$$

と示される。基準体積 V_o を V_a にすると、基準体積 V_b に対する $F_I(x_{\max})_{V_b}$ は、式(3)によると、

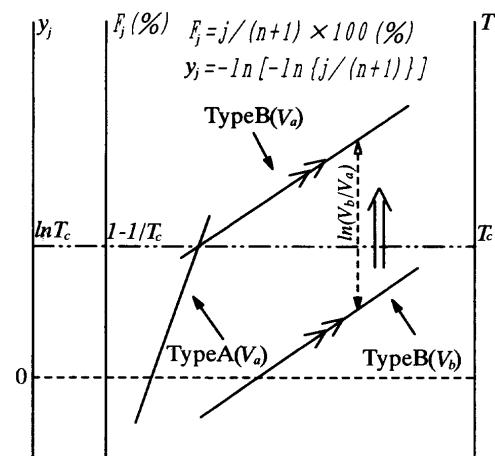


Fig. 5. Extremes distributions for different inclusions.

$$F_I(x_{\max}) = \exp\{-\exp[-(x_{\max}-\lambda-\alpha \ln T^*)/\alpha]\} \quad (8)$$

と定義できる。 $F_I(x_{\max})_{V_b}$ を 1 回微分すると、基準サンプルを V_b とした確率密度関数が得られる。この確率密度関数が極大になる条件を求めるために、確率密度関数をもう 1 回微分した式を 0 とおけば、次式が得られる。

$$x_{\max} \equiv \lambda + \alpha \ln T^* \quad (9)$$

言い換えると、Fig. 4 に示すように基準サンプルを V_a として得られる極値分布による再帰期間 $T=T^*$ ($T^* \geq 20$) における介在物の予測最大値 $x_{\max}(\sqrt{\text{area}_{\max}})$ は、体積 V_a の T^* 倍の体積 $V_b = T^* V_a$ を基準サンプルとして得られる極値分布の最頻値である。

3.2 異種介在物の極値分布

3.1 節に述べたように、異なる基準サンプルから得られた同じ種類の介在物の極値分布は平行になる。このことから、異種介在物の極値分布は平行にはならないと考えられる。

例えば、Fig. 5 に示すような基準体積 V_a と V_b から得た介在物の極値分布は Type A と Type B の異種介在物のものと定義する。Type B の介在物は基準体積 V_a を基に変換して評価すると Type A の直線の延長線ではなく、折線になる。折れ点の再帰期間 $T=T_c$ によって決まる体積 $T_c V_a$ 以上の体積を検査基準体積として測定すれば、得られる極値分布は主として、Type B の介在物によるものになる。

4. 実験結果と考察

4.1 研磨法による介在物の極値統計分布と化学成分

研磨試験片の表面上 40 個の基準面積 S_o (0.384 mm^2) 中で、それぞれの最大介在物の化学成分を調べた (2D 極値分布)。40 個中の 38 個の介在物では Al, Ca, Mn, S が検出され、残り 2 個の介在物は Mn, S のみ検出された。Fig. 6 に検出された介在物を 4 例示す。黒っぽく見える部分には Al が

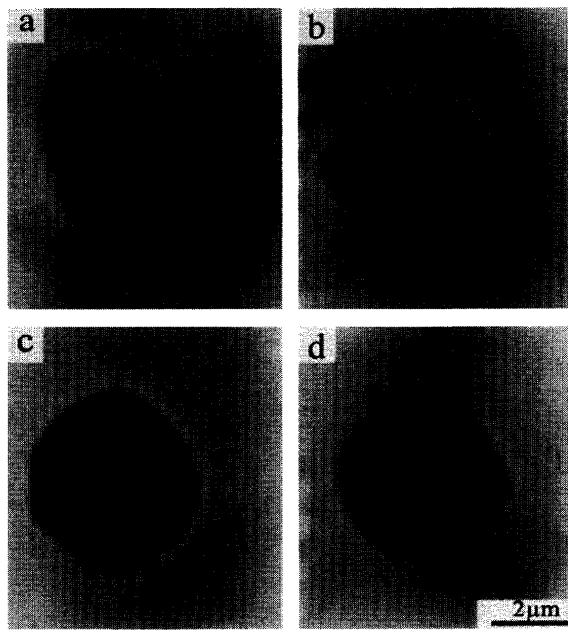


Fig. 6. Examples of maximum inclusions detected on polished inspection areas S_o (0.384 mm^2).
(a): $\sqrt{\text{area}}_{\max} = 4.50 \mu\text{m}$; (b): $\sqrt{\text{area}}_{\max} = 3.38 \mu\text{m}$;
(c): $\sqrt{\text{area}}_{\max} = 3.94 \mu\text{m}$; (d): $\sqrt{\text{area}}_{\max} = 3.67 \mu\text{m}$

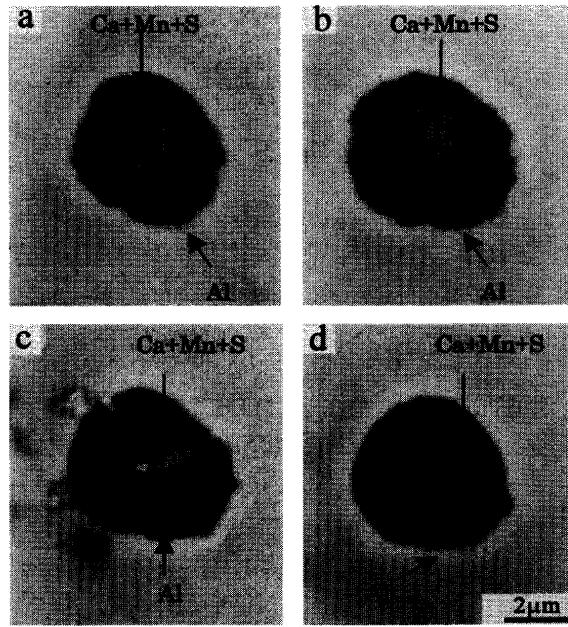


Fig. 7. One example of the maximum inclusion detected in an inspection volume V_o ($7.68 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$), (a)~(d) correspond to the sections $\sqrt{\text{area}}$ No. 1~ $\sqrt{\text{area}}$ No. 4 in Fig. 8.

検出されたので、Alの酸化物と考えられる。他の部分にはCa, Mn, Sが検出されたが、Alは検出されなかった。

次に、研磨試験による3D極値分布を調べる過程で、一つの検査基準体積 V_o 中に含まれる最大介在物に注目して、三次元的寸法と化学成分分布を調べた。化学成分はAl, Ca, Mn, Sが検出された。Fig. 7に注目した介在物の断面図を示す。Fig. 7中の(a)~(d)は、Fig. 8に示す三次元構造の各断面 $\sqrt{\text{area}}$ No. 1~ $\sqrt{\text{area}}$ No. 4での観察を示す。

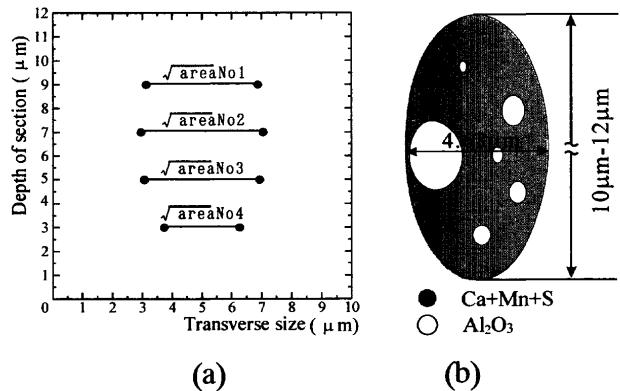
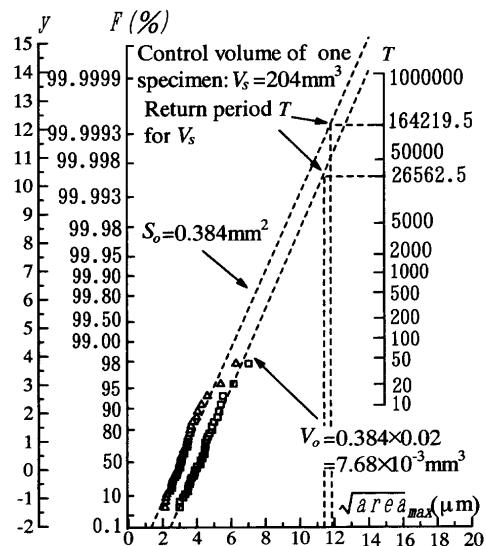


Fig. 8. The 3D size and structure of the inclusion in Fig. 7.
(a): 3D size at different sections; (b): 3D structure model.
 $\sqrt{\text{area}}$ No. 1 = $3.74 \mu\text{m}$; $\sqrt{\text{area}}$ No. 2 = $4.10 \mu\text{m}$;
 $\sqrt{\text{area}}$ No. 3 = $3.86 \mu\text{m}$; $\sqrt{\text{area}}$ No. 4 = $2.54 \mu\text{m}$



△: Distribution obtained by the inspection areas S_o
□: Distribution obtained by the inspection volumes V_o

Fig. 9. Comparison between 2D and 3D inspection.
Inspection area $S_o = 0.384 \text{ mm}^2$; Inspection volume
 $V_o = 7.68 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$

Fig. 9は2D極値分布直線と3D極値分布直線を比較したものである。2つの極値分布直線はほぼ平行であり、それぞれの直線は $y = 1.34\sqrt{\text{area}} - 3.78$ (2D極値分布) と $y = 1.37 - 5.38$ (3D極値分布) で表される。2つの極値分布直線が平行になる理由は村上らによってコンピュータシミュレーションで指摘されている²⁵⁾。

2D極値分布直線によって危険体積中の予想最大介在物を予測するために、検査基準面積($S_o = 0.384 \text{ mm}^2$)に厚さ h を付与した。具体的な方法は、2D検査によって測定した介在物の $\sqrt{\text{area}}_{\max,j}$ の平均値を求めて、その値を観察領域の厚さ h にする。すなわち、検査基準面積 $S_o = 0.384 \text{ mm}^2$ に厚さ h を付与し、2Dに相当する検査基準体積を定義した¹⁰⁾。実際には、Fig. 9における平面に付与した厚さ h は

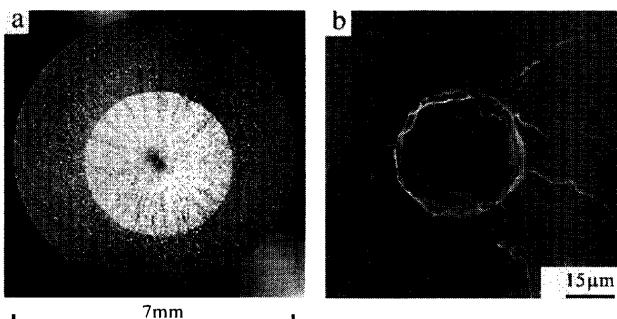


Fig. 10. Fish-eye topography and the inclusion at fatigue fracture origin, $\sigma=702 \text{ MPa}$, $N_f=5.83 \times 10^6$, $\sqrt{\text{area}}=35.4 \mu\text{m}$.

(a): Fish-eye topography; (b): Inclusion at fatigue origin

$$h = \sum \sqrt{\text{area}}_{\max,j} / n = 3.235 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$$

となり、2Dに相当する基準体積 V_o' は

$$V_o' = S_o \times h = 1.24224 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$$

となる。この近似的方法の妥当性は、高橋らの研究によつて支持されている^{22,23)}。

2つの極値分布直線によって疲労試験片の危険体積中 ($V_s=204 \text{ mm}^3$) の予想最大介在物寸法を評価すると、2D極値分布によれば $\sqrt{\text{area}}_{\max}=11.80 \mu\text{m}$ 、3D極値分布によれば $\sqrt{\text{area}}_{\max}=11.34 \mu\text{m}$ となり両者の差は小さい。しかし、これらの値は実際に疲労試験で破壊起点となる介在物の寸法よりはるかに小さい。この理由は後述する。

4・2 疲労破壊起点となった介在物の化学成分と極値統計分布

疲労破壊起点はすべて試験片内部であり、表面から深さ 1.7 mm 以上であった。破壊起点となった介在物の寸法は試料を研磨して顕微鏡観察で見つかる介在物よりはるかに大きい。Fig.10 に疲労破壊起点となった介在物の例を示す。SEM-EDS で介在物の化学成分を分析した結果、球状の介在物では Al, Ca, Mn, S が検出された。介在物を構成する Ca は、 Al_2O_3 がクラスターになるのを防ぐために添加したものである。これらの成分は研磨試験で検出された介在物 (Fig. 6) の化学成分と極めて類似であるが、SEM-EDS では X 線の広がりが生じるので、検出された成分がすべて介在物の組成から生じるものかどうか確実なことはいえない。しかし、破壊起点となった介在物はほぼ球状であるが、研磨試験で検出された介在物は圧延方向にやや長い回転楕円体状であり、三次元の形状も若干異なる。このことから、Fig. 6 の介在物と疲労破壊起点の介在物は組成が異なることが考えられる。そこで、試験片の破壊断面に残された介在物を少しづつ研磨して化学成分を分析してみた。Fig.11 に示すように介在物の中心に大きな Al と Ca 核 ($\text{Al}_2\text{O}_3(\text{CaO})_x$ と考えられる) が存在することがわかった。外側の硫化物部分の中に Al が検出されたが、これも分析方法の限界の

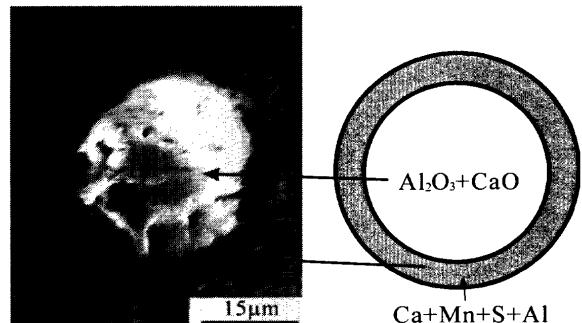
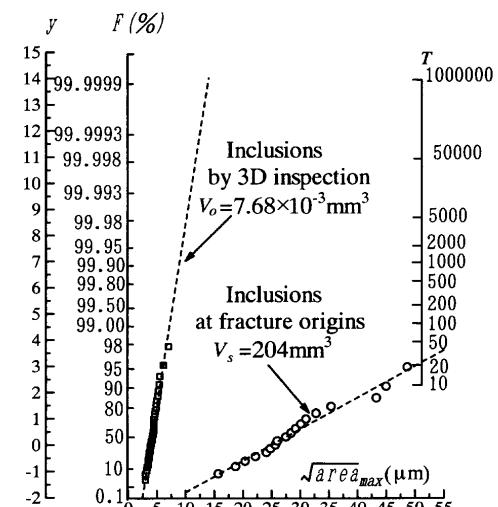


Fig. 11. The section topography and section structure model of the inclusion at fatigue fracture origin in Fig. 10.



□ : 3D distribution of inclusions rated by polishing
○ : 3D distribution of inclusions at fatigue fracture origin

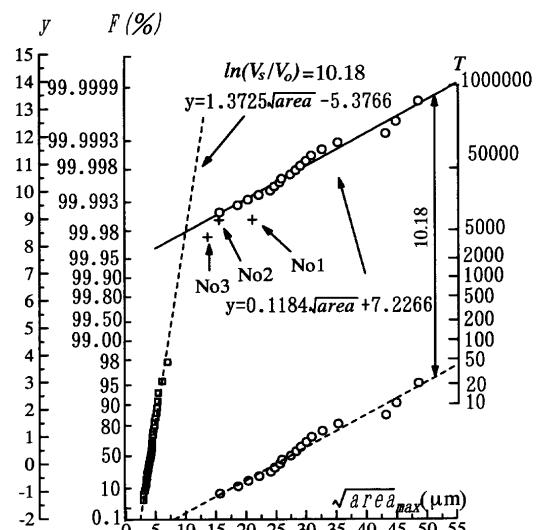
Fig. 12. 3D extremes distribution of the inclusions contained in the fatigue specimens.

ため、現阶段では確実なことはいえない。

疲労破壊起点となった介在物の極値分布は Fig.12 に示すようになり、研磨試験の小さい体積中に含まれる介在物の極値分布と平行にはならない。このことは、顕微鏡測定によって得られた 2D 極値分布を用いて疲労限度の下限値を推定する際に危険側の推定をもたらす原因になる。

4・3 極値統計分布直線の折れ曲がりの原因とその重要性

疲労試験で疲労破壊起点となった介在物の極値分布直線は、研磨試験から得られた極値統計直線の基準体積 V_o ($7.68 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$) を基に変換すれば、Fig.13 に示すようになる。 V_s (204 mm^3) は疲労試験片一本あたりの危険体積である。極値分布が折線になる理由は研磨試験から得られた介在物と疲労破壊起点の介在物母集団分布（原分布）が異なるためと考えられる。すなわち、両者の原分布の模式図を描くと Fig.14 のようになっているものと考えられる。このことは折れ点の再帰期間 T_c に達するまで十分多数研磨試験で検査していくと、破壊起点種類の介在物を検出できることを示唆している。再帰期間 $T (=4500)$ から換算すると



○ : 3D distribution of inclusions at fatigue fracture origin
 □ : 3D distribution of inclusions rated by polishing
 + : Inclusions found by polishing
 V_o : Control volume of one 3D inspection polishing
 V_s : Control volume of one fatigue specimen

Fig. 13. Bilinear statistics of extremes based on V_o ($7.68 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$).

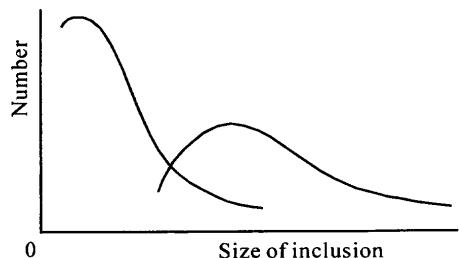


Fig. 14. Two parent distributions of inclusions contained in a material.

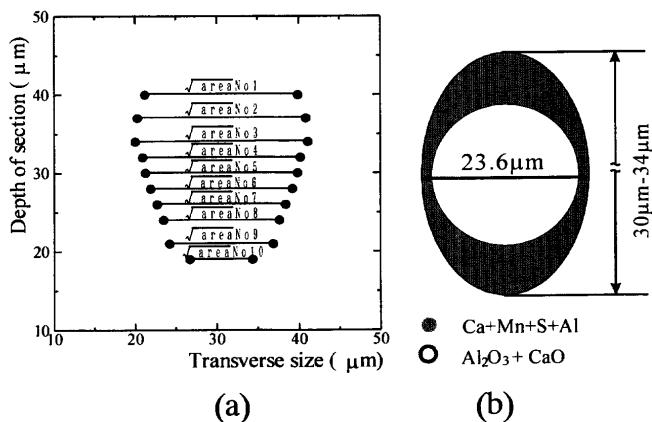


Fig. 15. The 3D size and structure of inclusion No. 1 in Fig. 13.

(a): 3D size at different sections; (b): 3D structure model. $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 1=18.69 \mu\text{m}$; $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 2=20.55 \mu\text{m}$; $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 3=21.10 \mu\text{m}$; $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 4=19.24 \mu\text{m}$; $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 5=18.57 \mu\text{m}$; $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 6=17.31 \mu\text{m}$; $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 7=15.67 \mu\text{m}$; $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 8=14.12 \mu\text{m}$; $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 9=12.64 \mu\text{m}$; $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 10=7.65 \mu\text{m}$

その値はほぼ 34.5 mm^3 である。

折れ点以上の体積の検査によって破壊起点となる介在物と同種の介在物が検出できることを確認するために、研磨試料を $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 少しづつ研磨しながら、顕微鏡で観察したところ、3個の大きな介在物が検出された。それぞれの介在物が検出されるまでに研磨した体積は $V_{\text{No. } 1}=28.8 \text{ mm}^3$, $V_{\text{No. } 2}=53.0 \text{ mm}^3$, $V_{\text{No. } 3}=54.1 \text{ mm}^3$ であった。Fig. 15 はその一つの三次元的寸法分布と構造を示している。Fig. 16 はこの介在物の観察断面図を示す。ここでは特に、中心の酸化物を研磨した後、介在物の外側部分($\sqrt{\text{area}} 7 \sim \sqrt{\text{area}} 10$)の化学成分を解析したところ、S, Ca, Mn と Al が検出された。検出された Al はわずかであり、さきに述べたように成分分析方法の限界もあり、実際には周辺の影響によるものかもしれない。他の2つの大寸法介在物も同様な三次元構造を持つ。三つの介在物の化学成分と三次元的構造から判断すると、これらは疲労破壊起点と同じ種類の介在物である。3D 基準検査体積 V_o を基に再帰期間 T で評価すると、介在物 No. 1, No. 2 と No. 3 は Fig. 13 の + 記号で示している

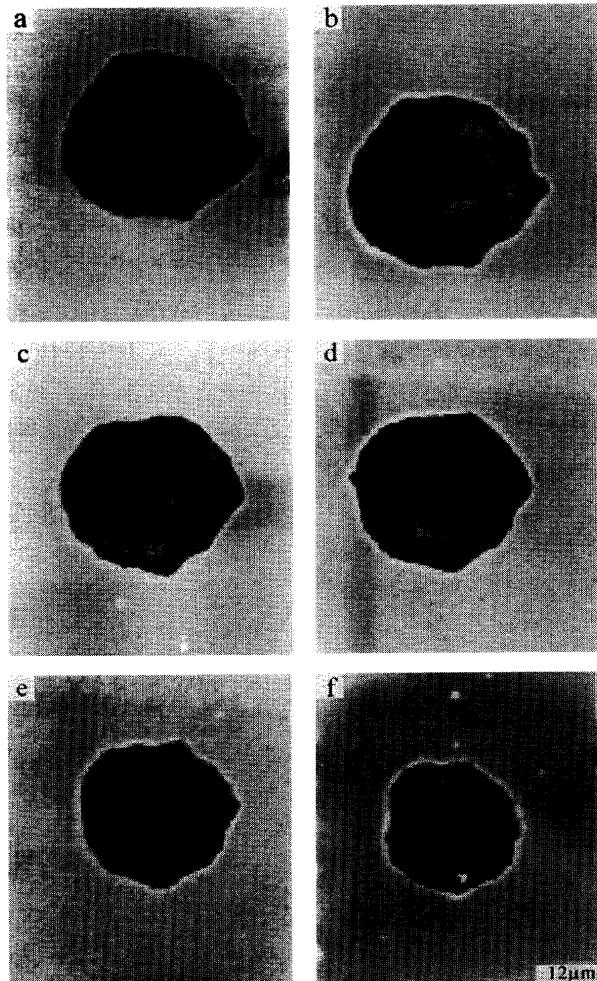


Fig. 16. The section structure of the inclusion No. 1 in Fig. 15.
 (a): $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 2$; (b): $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 3$; (c): $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 4$; (d): $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 5$; (e): $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 6$; (f): $\sqrt{\text{area}} \text{ No. } 7$

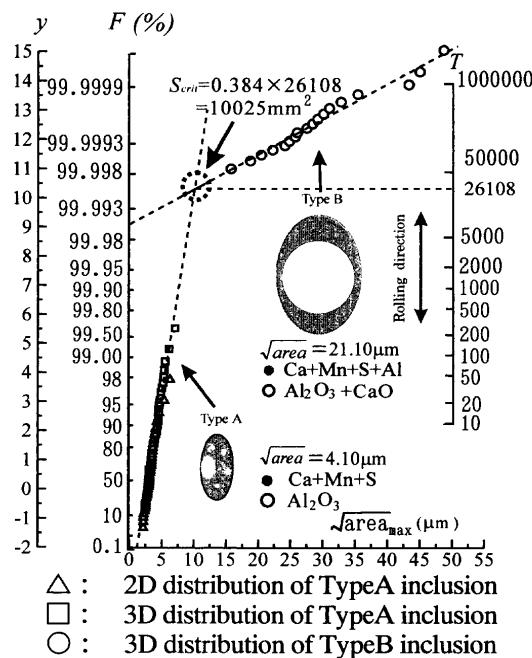


Fig. 17. Bilinear statistics of extremes distribution of inclusions for two different types of inclusions based on S_{crit} (0.384 mm^2).

ところに位置している。このことから折れ点の体積以上を基準検査体積にすれば、疲労破壊起点となった介在物の極値分布を精度よく測定できることが期待される。

4・4 疲労破壊起点となった介在物を検出するための二次元的検査基準面積 S_{crit}

金属中に含まれる介在物の極値分布直線を得るために、疲労試験で破壊起点となる大きい介在物を見つけることは必ずしも容易な作業ではないし、費用もかかる。疲労試験から得られるデータは信頼性が高いが、これに替わる方法を考えておいたほうがよい。現在の検査技術では、基準検査面積 S_{crit} 中に存在する最大介在物の寸法(\sqrt{area})の極値分布を調べるのが実際的である。

破壊起点の介在物 Type B の 3D 極値分布直線と研磨試験の介在物 Type A の 3D 極値分布直線は、Type A の 2D 極値分布を基に変換すれば、Fig.17 に示すような折線を形成する。研磨試験によって得られた Type A の介在物の 2D 極値分布と 3D 極値分布は、ほぼ一つの直線になる。すなわち、さきに述べたように Type A の介在物の 2D 極値分布と 3D 極値分布によって、大きな体積中に含まれる Type A 介在物の最大寸法を推定する場合にはその誤差は小さい。しかし、Type B の介在物の 3D 極値分布と Type A の介在物の 2D 極値分布は同一直線にはなく折線になるので、そのような推定は適用できない。Type B の介在物寸法推定のためには検査面積 S_{crit} をはるかに大きくしなければならない。折れ点は疲労破壊起点になる大きな介在物 Type B を一つの検査面積 S で検出するために必要な最小限の面積の S_{crit} に相当する。本研究の材料 SCM435 では $S_{crit} \approx 10000 \text{ mm}^2$ である。

5. 結言

近年、製鋼法の進歩に伴い、鉄鋼材料の清浄度が改良され、従来の介在物評価法の有効性が失われつつある。極値統計法は清浄度の高い材料の介在物からみた品質評価に適した方法として注目されている。しかし、極値統計法の応用において新たな問題が指摘され始めている。それは従来の顕微鏡的方法によって比較的小さい基準面積 S_{crit} で疲労破壊起点となる介在物の最大寸法を推定すると誤差が大きくなることである。本研究では、その理由を解明し対策方法を示した。結論は以下のようにまとめることができる。

(1) 二次元的顕微鏡法では三次元的に存在する介在物の最大寸法を推定すると誤差を伴うといわれてきた。そこで、試験片を研磨しながら三次元的に検査することにより小さな体積中に含まれる介在物の三次元的極値分布を調べた。結果は数値シミュレーションの結果²⁵⁾と同じであり、誤差は小さい。これによって、極値統計法について従来から指摘されていた一つの問題点を解決できた。

(2) 化学組成が極めて類似な 2 つのタイプの介在物が検出されたが、注意深く調べた結果、両者の組成と構造は微妙に異なる。このような介在物は極値統計の観点から異なる母集団をもつ異種介在物と見なすべきである。母集団が異なる介在物は、極値分布も異なる。

(3) 極値分布が異なる異種介在物が混じっている場合の極値分布は折線になり、二次元的基準面積 S_{crit} が小さすぎると、疲労破壊起点となる大寸法の介在物を検出できない。二次元的検鏡法によって疲労破壊起点となる種類の介在物を精度よく評価するためには、検査基準面積を限界値 S_{crit} 以上にすべきである。本研究の材料 SCM435 では $S_{crit} \approx 10000 \text{ mm}^2$ である。

なお、式(9)の導出に当たっては査読者より貴重な助言をいただいたことを記して感謝を申し上げる。

文 献

- 1) P.H.Frith: *J. Iron Steel Inst.*, **180** (1955), 26.
- 2) M.F.Garwood, H.H.Gensamer, J.T.Zurburg, J.T.Burwell, M.A.Erickson and F.L.LaQue: *Interpretation of Tests and Correlation with Service*, ASM, OH, (1951), 1.
- 3) S.Nishijima: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **29** (1980), 24.
- 4) 第3版鉄鋼便覧IV, 日本鉄鋼協会編, 丸善, 東京, (1981), 432.
- 5) E.Ineson, J.Clayton and R.J.Taylor: *J. Iron Steel Inst.*, **190** (1958), 277.
- 6) M.Atkinson: *J. Iron Steel Inst.*, **195** (1960), 64.
- 7) F.de Kazinczy: *J. Iron Steel Inst.*, **208** (1970), 851.
- 8) J.Monnot, B.Heritier and J.Y.Cogne: *ASTM STP*, **987** (1988), 149.
- 9) Y.Murakami and M.Endo: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **35** (1986), 911.
- 10) 村上敬宜: 金属疲労 微小欠陥と介在物の影響, 養賢堂, 東京, (1993).
- 11) Y.Murakami and M.Shimizu: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **A54** (1988), 413.
- 12) Y.Murakami, S.Kodama and S.Konuma: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **A54** (1988), 688.
- 13) Y.Natsume, S.Miyakawa, Y.Uemura and Y.Murakami: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **38** (1989), 1133.

- 14) Y.Murakami and H.Usuki: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **A55** (1989), 213.
- 15) Y.Murakami: *Tetsu-to-Hagané*, **75** (1989), 1267.
- 16) Y.Murakami and T.Toriyama: *Tetsu-to-Hagané*, **79** (1993), 1380.
- 17) E.J.Gumbel: *Statistics of Extremes*, Columbia University Press, New York, (1957).
- 18) Y.Kusano: *CAMP-ISIJ*, **10** (1997), 702.
- 19) S.Beretta and Y.Murakami: *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, **21** (1998), 1049.
- 20) G.Shi, H.V.Atkinson, C.M.Sellars and C.W.Anderson: *Acta Mater.*, **47** (1999), 1455.
- 21) G.Shi, H.V.Atkinson, C.M.Sellars and C.W.Anderson: *Ironmaking Steelmaking*, **26** (1999), 239.
- 22) R.Takahashi and M.Sibuya: *Ann. Inst. Statist. Math.*, **48** (1996), 127.
- 23) R.Takahashi and M.Sibuya: *Ann. Inst. Statist. Math.*, **50** (1998), 361.
- 24) Y.Murakami, Y.Uemura and K.Kawakami: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **A55** (1989), 58.
- 25) Y.Uemura and Y.Murakami: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **A56** (1990), 162.
- 26) Y.Kusano: *CAMP-ISIJ*, **10** (1997), 1465.
- 27) T.Isono, K.O-nuki, H.Nakahama and Y.Nuri: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 668.
- 28) N.Ishikawa and T.Fujimori: *Tetsu-to-Hagané*, **71** (1985), 893.
- 29) S.Iwakura, M.Shimizu and K.Kawasaki: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **A54** (1988), 1826.
- 30) A.Chino, H.Iwata and M.Ihida: *Tetsu-to-Hagané*, **77** (1991), 2163.
- 31) H.Yasuura: *Bull. Iron. Steel Inst. Jpn.*, **4** (1999), 216.
- 32) Y.Murakami, T.Ueda, T.Nomoto and Ya.Murakami: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **A66** (2000), 311.