
X 線透過写真法による薄鋼板中の介在物の形態解析

X-Ray Analysis of Nonmetallic Inclusions in Thin Seets by Contact Miro-Radiography

小石 想一(Soichi Koishi) 荒木 正和(Masakazu Araki) 入谷 正夫(Masao Iritani) 長久
薫(Kaoru Nagahisa)

要旨：

薄鋼板（0.3～3.2mm 厚）の微細な非金属介在物を精度よく検出測定する方法として X 線透過写真法に着目し，介在物調査に必要な検出精度を得るための試験条件および介在物の形態解析方法を検討した結果，写真影像から介在物の詳細寸法，体積を容易に測定でき，また，形状の分類も可能になった。さらに本法を適用して冷延鋼板に存在する種々の介在物形態を予め同定し，それらが塑性加工時に表面割れの発生に及ぼす影響を調査した。その結果，介在物の形状，サイズおよび深さと表面割れが発生するひずみ量の関係が明らかになり，特に扁平介在物は有害度が小さいことが分かった。また，介在物の変形性と組織成分は明瞭な関係が認められた。

Synopsis：

As one of the accurate methods to detect and measure minute nonmetallic inclusions in sheets of 0.3 to 3.2mm in thickness, X-ray contact micro-radiography was taken up. Its testing conditions were investigated for ensuring detection sensitivity and its method was examined for determining the shape and size necessary for inclusion studies. Observation of the film image enabled the measurement of detailed dimensions, volume of inclusions, and classification of inclusion shapes. Furthermore, this method was applied to investigating the effects of various shapes and sizes of inclusions which were determined by optical microscopy of the radiograph concerning the occurrence of surface fractures on plastic deformation. It clearly indicated the relation between the deformation to cause surface fractures and the size, shape and depth of inclusions, and particularly it proves that crushed thin type inclusions are not the cause of surface fractures.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

本文は次のページから閲覧できます。

X線透過写真法による薄鋼板中の介在物の形態解析 X-Ray Analysis of Nonmetallic Inclusions in Thin Steel Sheets by Contact Miro-Radiography

小 石 想 一*

Soichi Koishi

荒 木 正 和**

Masakazu Araki

入 谷 正 夫***

Masao Iritani

長 久 薫****

Kaoru Nagahisa

Synopsis:

As one of the accurate methods to detect and measure minute nonmetallic inclusions in sheets of 0.3 to 3.2mm in thickness, X-ray contact micro-radiography was taken up. Its testing conditions were investigated for ensuring detection sensitivity and its method was examined for determining the shape and size necessary for inclusion studies. Observation of the film image enabled the measurement of detailed dimensions, volume of inclusions, and classification of inclusion shapes.

Furthermore, this method was applied to investigating the effects of various shapes and sizes of inclusions which were determined by optical microscopy of the radiograph concerning the occurrence of surface fractures on plastic deformation. It clearly indicated the relation between the deformation to cause surface fractures and the size, shape and depth of inclusions, and particularly it proved that crushed thin type inclusions are not the cause of surface fractures.

1. 緒 言

D I 缶など厳しい塑性加工を受ける薄鋼板に要求される清浄性は、近年、製鋼脱ガス技術や連続鑄造技術の進歩によってかなり高いレベルが達成できるようになった。しかし、年々厳格さを増してゆく需要家の品質要求に対応するためには非金属介在物の状態と加工有害性を明確にした上での介在物対策が必要であり、そのためには鋼板中での微細介在物の実態を明らかにできる検出方法と解析方法が必要である。

従来、鋼中の介在物の量と大きさを調査する手段としてはスライム抽出法が、また、薄板中の介

在物分布を調査する手段としては磁粉探傷法¹⁻³⁾などが一般に用いられている。しかしスライム抽出法では介在物の同定が著しく非能率である上、圧延製品中の介在物の存在位置を求めることができない。また、磁粉探傷法では介在物の形状および位置によって検出精度が著しく左右されるだけでなく、最近問題となっているような微細な介在物を精度よく検出することが困難である。

深絞り加工やD I加工によって薄鋼板に発生するプレス割れやフランジ割れと介在物の因果関係はこれまでも多くの調査¹⁻⁷⁾がある。それらの結果によれば、例えば、D I缶の場合、フランジ割れを惹起する介在物の限界大きさは50~100 μ mのAl₂O₃とCaOの複合介在物で起り、また、張出加

* 水島製鉄所管理部検査課課長
*** 水島製鉄所管理部検査課掛長

** 水島製鉄所管理部検査課課長補
**** 水島製鉄所管理部検査課

工による割れは $300\mu\text{m}$ 以上の不定形アルミナが主因とされている⁴⁾。しかし、これらの結果はいずれも断片的であり定性的な範囲をあまり越えていない。

加工割れを起すひずみ量と介在物形態の関係を定量的に把握するためには、鋼板に内在する介在物の形状、寸法を予め検出した上で加工実験を行なわねばならないが、これまでにはそれを可能にする介在物の検知方法は報告されていない。

本報では、 $0.3\sim 3.2\text{mm}$ 厚さまでの薄鋼板の微細な介在物を精度よく検出する方法として、低エネルギーのX線による透過写真法に着目した。そして薄鋼板の介在物を精度よく検出するための試験条件とその形態解析方法を検討した。さらに本法を適用して自動車用冷延鋼板に存在する種々の介在物を予め同定したのち、その鋼板に加工ひずみを与え、介在物の形状やサイズ、存在位置と加工割れの関係を調査した。

2. 透過写真の撮影条件

放射線透過試験法は溶接部などの内部欠陥の検査に広く用いられており、欠陥検出精度を向上させるための試験条件に関する研究結果は多く発表されているが、いずれも厚鋼板を対象としたものであり、冷延鋼板に適用した例はない。

この実験では $0.3\sim 3.2\text{mm}$ 厚さの薄鋼板に存在する微細介在物を精度よく検出するためにX線の線質、焦点寸法、幾何学的な半影、散乱線、フィルム濃度および粒状性、フィルム観察条件などの影響因子を考慮し乍ら最適の試験条件を求めた。以下に本実験に採用した主な撮影条件について述べる。

2.1 X線線源

試験精度を上げるには透過写真のコントラストを高める必要がある。実用範囲で線質が軟いほど、つまり被検材に対するX線の吸収係数が多いほどコントラストは高くなるので低エネルギーX線の利用が可能な軟X線発生装置を用いた。Table 1にX線装置の概要を示す。この装置ではX線が自己吸収の小さいベリリウム窓(^9Be)を通して照射されるので、通常のガラス窓を通したものより軟X線成分が多く、高い写真コントラストが期待できる。また、この装置は線源の実焦点が小さいため影像がシャープである。Photo 1にピンホール法により撮影した実効焦点の例を示す。

2.2 撮影配置

Fig. 1に撮影配置の断面を示す。撮影は直接撮影法によって行なったが、鮮鋭でコントラストの良い透過写真を得るために次の工夫を行なった。

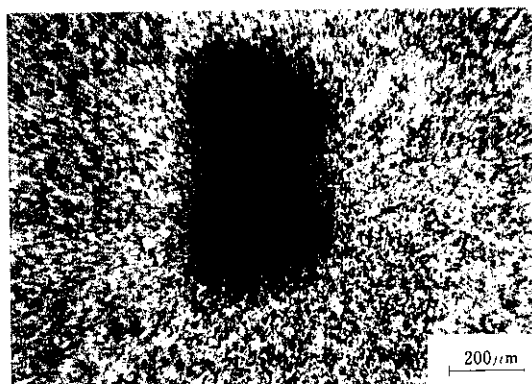


Photo. 1 Typical pinhole picture of the focal spot of PHILIPS MG 160 (MCN 166, small focus)

Table 1 Specification of X-ray machine

Manufacturer/Type	PHILIPS MG-160 (MCN166)
Focal spot size	$0.4\times 0.4\text{mm}$ (small focus), $1.5\times 1.5\text{mm}$ (large focus)
Tube voltage	$16\sim 160\text{kV}$
X-ray quality	Soft X-rays (1 mm thick beryllium window tube)
Tube current	$10\text{mA}/160\text{kV}$ (large focus), $4\text{mA}/160\text{kV}$ (small focus)
Power supply	Constant potential

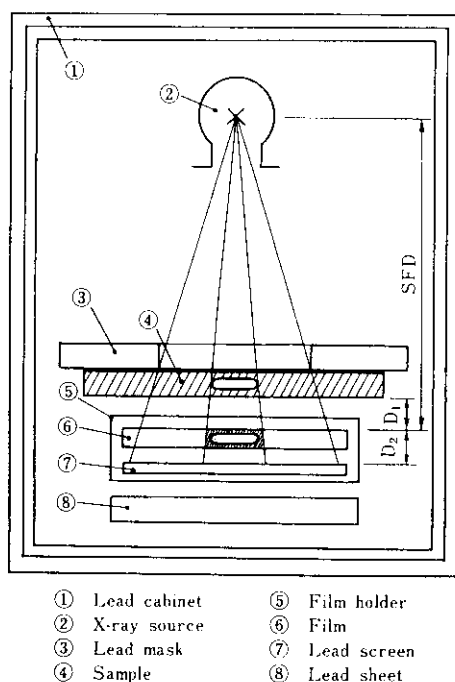


Fig. 1 Radiographic exposure arrangement

(1) 透過写真の像質を悪くする散乱線を低減するために照射箱は全面鉛内張りを行なうとともに、十分な鉛マスクと後方遮蔽を行なった。

(2) 鮮鋭な影像を得るために試験体とフィルム間距離 (D_1) およびフィルムと増感紙間距離をできるだけ小さくし、フィルムホルダーには薄い黒紙製のものをを用いた。

(3) 線源とフィルム間距離 (SFD) はできるだけ大きくとる方が半影が小さくなり鮮鋭な影像が得られる。本実験では SFD を 600mm と大きくした。

これら撮影の幾何学的な条件とピンホール法で測定した実効焦点寸法をもとに半影寸法を求めて、介在物の影像拡大率を計算すると介在物幅が $50\mu\text{m}$ の場合に 1.08 倍程度となり、影像の寸法精度が高いことが分る。

2・3 露出条件

露出線図とフィルム特性曲線をそれぞれ Fig. 2 と Fig. 3 に示す。

X 線フィルム Fuji # 50 と # 80 の 2 種類についてそれぞれの欠陥検出能を比較検討したところ、粒状性の良い Fuji # 50 がかなりすぐれていた。フ

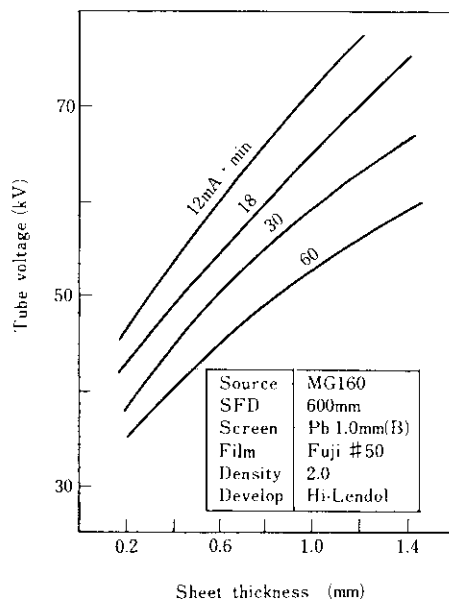


Fig. 2 Optimum exposure chart for detecting nonmetallic inclusions in steel sheet

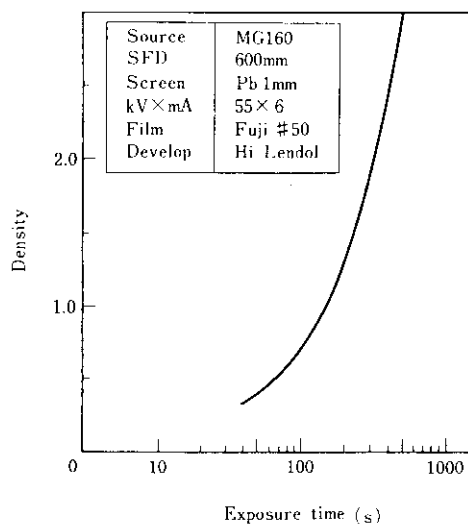


Fig. 3 Characteristic curve of the X-ray film

イルム濃度は試験精度を向上させるために、仙田らの報告⁸⁾に従って 1.8~2.4 の濃度範囲とした。

管電圧は上記のフィルム濃度が得られる範囲のできるだけ低いところを用いた。

2・4 欠陥検出能

0.3~3.2mm 厚の薄鋼板に種々の厚みの角溝入

工きずと介在物が存在するときの欠陥検出限界を Fig. 4 に示す。例えば 0.8mm 厚の鋼板の場合、人工

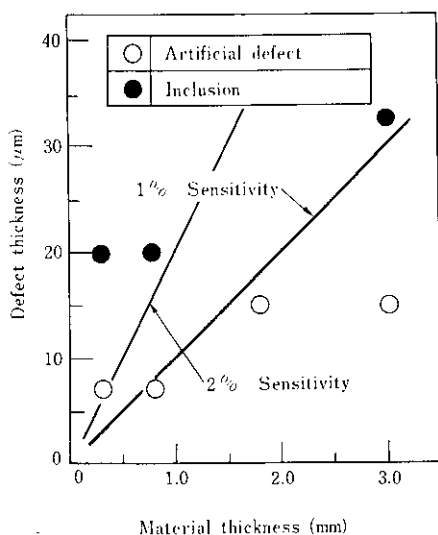


Fig. 4 Detectability of the artificial defect and inclusions by radiographic method

欠陥では 1% 程度の欠陥識別度（識別欠陥厚さ／試験材厚さ）が得られ、自然欠陥である介在物では 2% 程度の識別度が得られている。

3. 薄鋼板中の介在物の形態解析への適用

3.1 冷延鋼板の介在物形状の分類

連鋳製低炭アルミキルド冷延鋼板(板厚=0.6mm)の代表的な介在物の影像形状を縦断面ミクロ写真と対比して Photo. 2 に示す。介在物の形態は透過写真による平面影像と断面顕微鏡写真から、次の 4 つのタイプに分類できる。

- (1) 扁平型 (A) : 淡い影像で長く伸びた介在物である。圧延によって容易に扁平になる。
- (2) 圧壊型 (B) : コントラストが淡部と一部の濃部から成り幾分長い介在物である。つぶれない部分とつぶれ易い部分の混合組成から成っている。
- (3) 分壊型 (C) : 2 つの円形影像が隣接したもの、実際は球状介在物が圧延によって 2 つの部分に分割されたもので殆んどつぶれていない。
- (4) 球状型 (D) : 円形の影像として観察される。圧延による変形を殆んど受けていない球状の介在

物である。

これらの対比写真から明らかなように介在物影像のコントラストから実体の断面形状を正確に推定することができる。したがって介在物を切断観察するまでもなく透過写真の影像から介在物形状を明確に類別することが可能である。

Fig. 5 はこの方法によって介在物の形状分布を分類した例である。この試料は圧延後も塊状を保つ介在物 (D, C および B 型) が圧倒的に多く、扁平型 (A) は 2 割程度である。

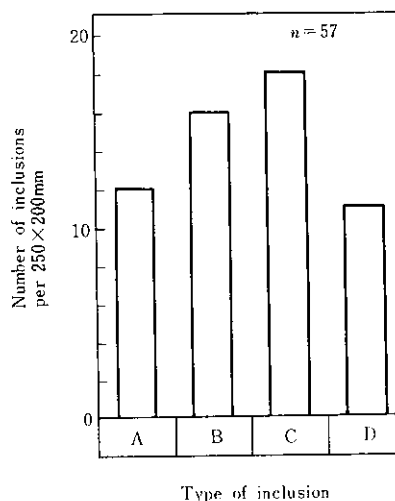


Fig. 5 Distribution of inclusions in 0.6mm thick cold rolled sheet

3.2 介在物寸法の測定

X線写真影像による介在物寸法の測定精度を調べるために、まず、介在物の影像を目盛付拡大鏡を用い Table 2 に示す条件で測定し、次にそれぞれの影像と対応する実際の介在物を切断して実測

Table 2 Measuring method of inclusion size from film image

Equipment	Microscope with calibrated scale
Magnification of stereoscope	×20 and ×70
One division of stereoscope	0.050 μ m (×20), 0.014 μ m (×70)
Viewer intensity	2 2000lx

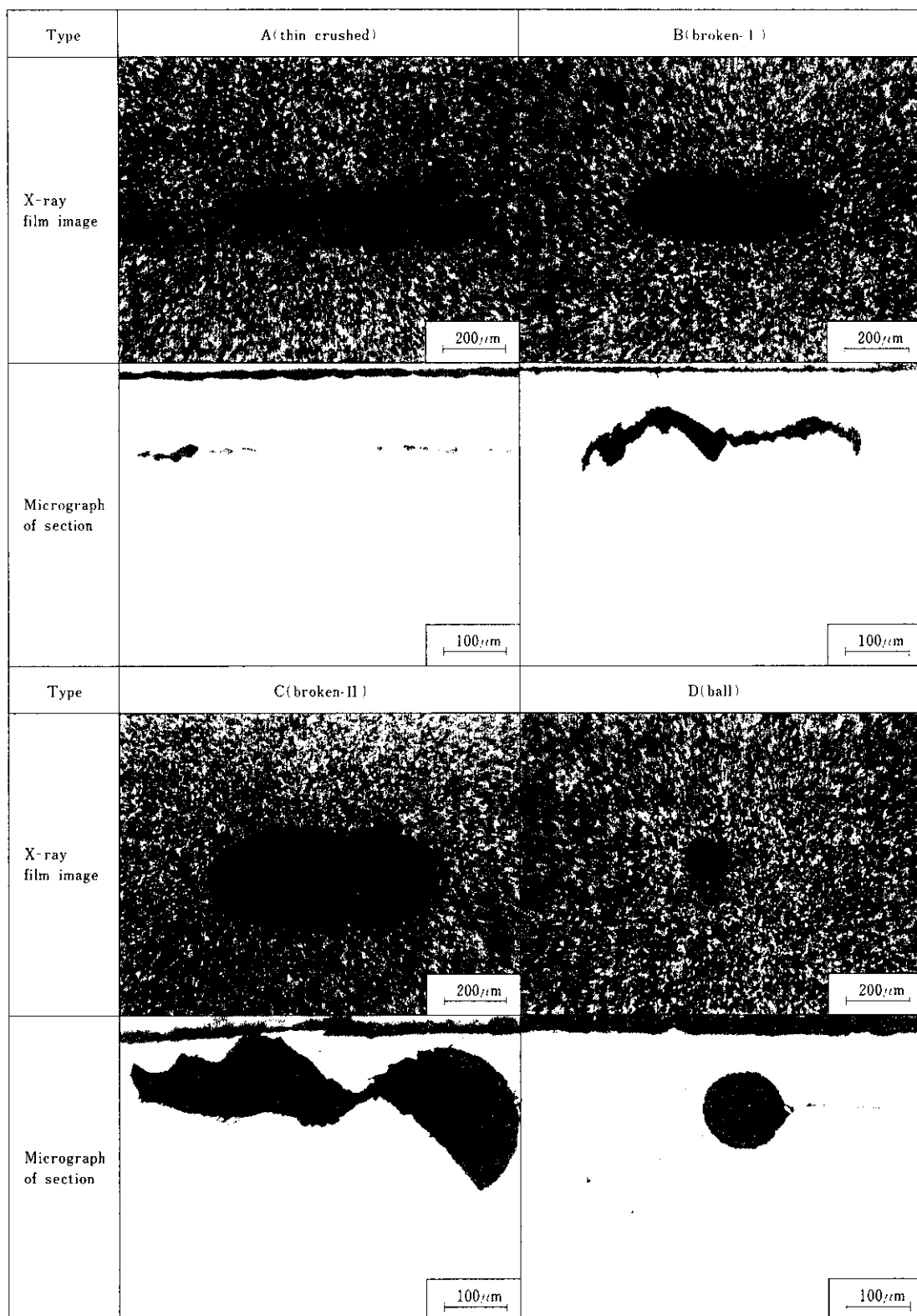


Photo. 2 Classification of inclusion shape by micro-radiography

した寸法と比較した。

Fig. 6に、連鋳製2.8mm熱延鋼板と0.8mm冷延鋼板の介在物影像を拡大率20倍と70倍で測定した結果と実際の介在物寸法との関係を示す。図から明らかなように20倍の拡大では像が小さいため読取誤差が大きいが、70倍拡大鏡を使えば影像測定寸法と切断実測寸法との誤差は $20\mu\text{m}$ 以内となる。

3.3 介在物体積の推定

製鋼における介在物対策を検討するためには鋳片での介在物の大きさを知る必要がある。そこで介在物のX線写真影像から鋳片時の介在物体積を推定する方法を検討した。

連続鋳造した鋳片での介在物はすべて球状であり、圧延後の板幅が鋳片の幅に等しいときには介在物は圧延によって板幅方向に変形しないと仮定すると、単純には介在物体積は圧延後の介在物幅を径とする球体積として計算できる。

そこで、まず写真影像から介在物の長さ W_0 と幅 W_1 を測定し、影像幅を球径とした体積(V_{w1})を求める。次に圧延変形後の介在物を長方形と仮定して、切断実測した介在物の幅および厚みと影像の長さから方形体積(V_{w0})を求めて球体積と比較した。

Fig. 6に用いた0.8mm冷延板と2.8mm熱延板の介在物サイズから推定した球体積と実測方形体積の関係をFig. 7に示す。図から明らかなように推定球体積は実測方形体積と一定の比でよく一致するので介在物体積は影像幅を径とする球体積として実用的な精度で測定できると言える。ここで実測体積が推定球体積に比べて1.5倍程度大きくな

っているのは圧延変形後の介在物を断面寸法の幅、高さ、長さをもつ方形と仮定して計算したためであると考えられる。

4. 冷延鋼板中の介在物の加工時の有害性

4.1 実験方法

連鋳製低炭アルミキルド冷延鋼板(板厚 $=0.6\text{mm}$)を供試材とし、まずX線写真によって介在物を検出し、影像からそれぞれの形を扁平、圧壊、分壊および球状型の4種類に分類した。次に各種介在物を含む供試材から短冊形試験片と正方形試験片を切り出した。短冊形試験片($50\times 200\text{mm}$)には

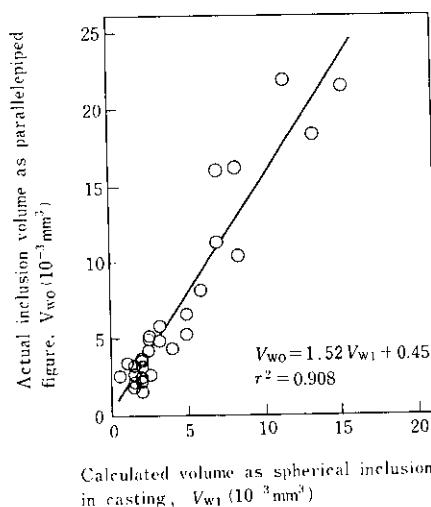


Fig. 7 Relation between actual and calculated volumes of inclusions in cold rolled sheet

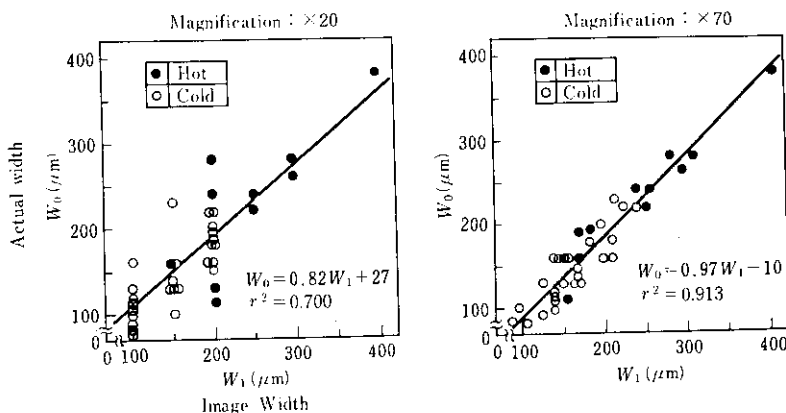


Fig. 6 Relation between actual and film image widths of inclusions

圧延直交方向の単軸引張ひずみを、そして正方形試験片(150×150mm)には等二軸引張ひずみを与え、それぞれ2%伸びごとに表面割れの有無を観察した。またひずみを与えていない別の試験片については、介在物の形状と鋼板表面からの位置(深さ)を調査するとともに、さらに代表的な介在物についてその組成をEPMAで同定した。

4.2 実験結果と考察

4.2.1 介在物形態と加工割れ臨界ひずみ量

冷延薄板に単軸引張変形を与えたときの介在物サイズ、形状と加工割れが起るひずみ量の関係をFig. 8に示す。図から明らかなように加工割れを生じるひずみ量は介在物の表面深さと大きさおよび形状によって変化する。すなわち、鋼板表面から40 μm 以下の浅い介在物は20%ひずみまでにすべて開口し、介在物のサイズが大きいほど小さなひずみ量で割れを発生し易い。また深さ20 μm 以内の介在物が存在する場合には、介在物の直径が100~200 μm の小型介在物でも数%のひずみ量で開口する。なお、扁平(A)型介在物は深さ40 μm 以内の表層部に見当たらないことが注目される。一方、40 μm より深い介在物の加工割れに対する傾向は球状および塊状(D型、C型と一部のB型)介在物では直径が100 μm までの小型介在物は20%までのひずみ量でも殆んど開口しないが、それ以上の大きさの介在物は、その直径が大きくなるにしたがって小さいひずみ量で開口するようになる。

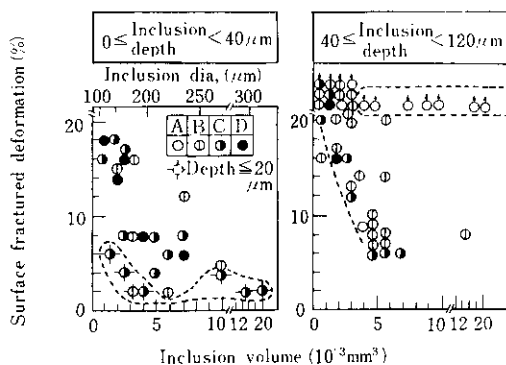


Fig. 8 Relation between surface fractured deformation, and inclusion size and shape in transverse tension test

しかし、深さ40 μm 未満の介在物とは異なり6%以下のひずみ量では開口しない。注目すべきことは、扁平型介在物では直径300 μm 以上の大型でも割れが発生しないことである。

Fig. 9は等二軸変形における介在物のサイズ、形状と加工割れひずみ量の関係を示す。この場合にも圧延後に扁平になる介在物は大型であっても加工割れの原因になりにくいことが分る。しかし16%以下のひずみ量で直径100 μm 以下の小型介在物も含めてすべての介在物から割れまたはへこみが発生しており、単軸引張変形に比べて等二軸変形がかなり厳しい加工ひずみ形態であるのが分る。

4.2.2 冷延鋼板介在物の形状と深さの関係

介在物の深さは加工有害性を著しく左右するので冷延薄板の介在物の形状、大きさと深さの関係を調査した。なお、介在物の深さはFig. 10に示すように介在物表面までの深さ(d_s)と介在物中心までの深さ(d_c)とに定義し、両方を測定して整理した。

介在物中心までの深さはFig. 11に示すごとく形状にかかわらずほぼ100 μm を中心にランダムに分布しているのが分る。ところが介在物表面までの深さは扁平型介在物はすべて50 μm より深いものに対して、球塊状型の介在物では自身の変形が少なく、厚みが厚いため相対的に鋼板表面までの距

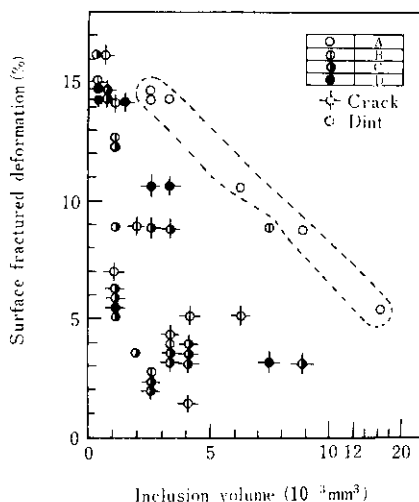


Fig. 9 Relation between surface fractured deformation and inclusion size and shape in equi-biaxial tension test

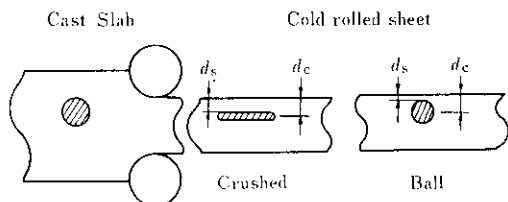


Fig. 10 Schematic diagram of the inclusion depth after cold rolling

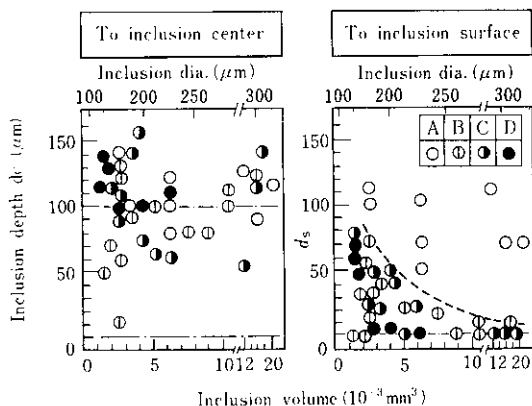


Fig. 11 Relation between the inclusion depth from the sheet surface, and inclusion size and shape.

離が小さくなる。このことも球塊状介在物が加工割れに成り易い原因と考えられる。なお、直径 $200\mu\text{m}$ を超える大型の塊状介在物はいずれも鋼板面までの距離が極めて小さくなっており、これは単軸引張変形における $20\mu\text{m}$ より浅い介在物がわずかのひずみ量で開口した結果と一致している。

4・2・3 介在物の圧延変形性と組成

冷延鋼板の介在物は組織成分によって圧延による変形度合が異なると考えられるので介在物の組成と圧延変形性の関係を調査した。変形度合の異なる介在物断面の代表点について EPMA で求めた組成と変形比の関係を Fig. 12 に示す。ここで介在物の変形比は Fig. 13 に示すように横断面における厚み (T) と幅 (W) を測定して T/W で表した。

圧延によってつぶれない介在物 ($T/W=1$) が、いずれも一定の組成 ($\text{Al}_2\text{O}_3 \approx 55\%$, $\text{CaO} \approx 35\%$) を示すのに対して、扁平な介在物ほど Al_2O_3 の量変動が大きくなり、また、ばらつきはあるが明らかに CaO が減少して MgO が増加する傾向が見ら

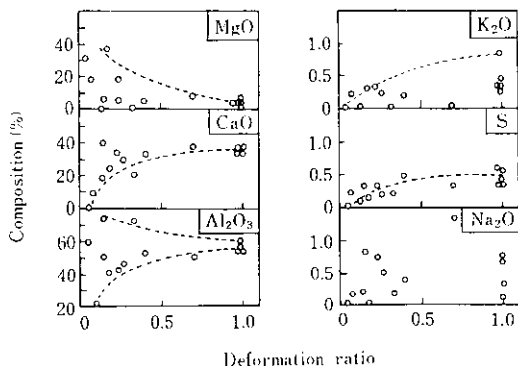


Fig. 12 Relation between chemical composition and inclusion deformability by rolling

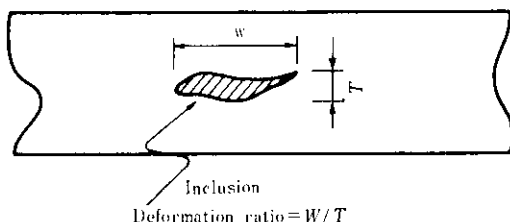


Fig. 13 Definition of deformation ratio of inclusion in cross section of sheet

れる。さらに、微量成分である K_2O , S も若干の傾向があるように見受けられる。

これらの結果から推定すると冷間圧延によってつぶれない球状および塊状型の介在物は組成がほぼ一定の単一組成から成り、また扁平になる介在物は $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{MgO}$ の組成割合が異なる多相混合組織から成ると考えられる。

5. 結 言

DI 缶用あるいは自動車用など厳しい深絞り加工を受ける薄鋼板の介在物対策をさらに進めるために、板に内在する介在物の形態、寸法を詳細に測定、解析する方法として、低エネルギーの X 線による透過写真法を検討した結果、次の手段として有効なことが分った。

- (1) 圧延後の介在物形態の分類
- (2) 誤差 $20\mu\text{m}$ 以内で介在物寸法の測定
- (3) 铸片状態の介在物体積の推定

さらに、本法を適用して冷延板のプレス割れなどの原因となる微細介在物の有害性を介在物の形

状、大きさ、鋼板表面からの位置と加工量の関係から調査して、次のことを明らかにした。

- (1) 介在物は形状により有害性が著しく異なる。球塊状介在物は、形状そのものによる要因と圧延によって、鋼板表面からの位置が相対的に浅くなるために加工割れの原因になり易い。一方、扁平介在物は大きいひずみ量でも割れになり難い。
- (2) 介在物の圧延変形性は組成に関係しており、球形でつぶれ難い介在物は $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$ 系の単相の組成であり、つぶれ易い介在物は $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ 系の複合組織であるらしい。

- (3) 単軸引張変形では $100\mu\text{m}$ 以下の介在物はその形状にかかわらず、20%のひずみ量まで殆んど割れの原因にならないが、等二軸変形では16%以下のひずみ量ですべての介在物から割れが発生したがつて張り出し成形加工などを受ける用途の冷延鋼板では単軸引張変形時にはほとんど問題とならない小型介在物も有害となることがあり得る
- 以上のことからX線透過写真法は薄鋼板の介在物の詳細な測定および解析手段として極めて有用であると言える。今后は介在物対策のための本格的な調査研究に活用されることを期待したい。

参 考 文 献

- 1) 久々湊英雄, 泉山植男, 小野高司, 白石利明, 阿部英雄: 川崎製鉄技報, 12 (1980) 2, 331
- 2) 小舞忠信, 宮村紘, 大崎真弘, 草野昭彦, 山田哲, 島津勲, 佐藤憲夫, 山本知文: 鉄と鋼, 67 (1981) 8, 1152
- 3) 松藤和雄, 下村隆良, 小林英雄, 黒河照夫: 鉄と鋼, 67 (1981) 4, S328
- 4) 平岡照祥, 松永久, 大橋徹郎, 広本健: 製鉄研究, 294 (1978), 12551
- 5) 垣生泰弘, 北岡英就, 寺井裕, 江見俊彦, 飯田義治, 上田典弘: 鉄と鋼, 62 (1976) 14, 1803~1812
- 6) 飯田義治, 上田典弘, 江見俊彦, 垣生泰弘, 阿部英夫, 角南秀夫, 芳賀雄彦, 久々湊英雄: 川崎製鉄技報, 8 (1976) 1, 1
- 7) T. R. Thomson and A. Brownrigg: Metals Forum, 2 (1979) 2, 118
- 8) 仙田富男, 平山一男, 古橋次朗, 奥谷謙: 非破壊検査, 29 (1980) 2, 106