

て、La 脱酸生成物や各種のスラグ系介在物について定量的に検討したところ、常識から予想された溶鋼温度や取鍋保持時間の効果の他に、出鋼時間の影響が著しかったことは、注目すべきことと考えられる：

文 献

- 1) 森, 他: 鉄と鋼, 51 (1965), p. 1930
- 2) 森, 他: 同上, 52 (1966), p. 1552
- 3) 森, 他: 同上, 50 (1964), p. 442
- 4) 例えば N. L. SAMWAYS and T. E. DANCY: J. of Metals, 12 (1960), p. 331
- 5) 平岡, 他: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 1750
- 6) 大久保, 他: 同上, 52 (1966), p. 440
- 7) 例えば, 宮下, 他: 同上, 52 (1966), p. 1454

(116) 大型リムド鋼塊内の非金属介在物の分布について

(リムド鋼塊の非金属介在物に関する研究—I)

富士製鉄, 広畑製鉄所

浅野鋼一・大橋徹郎・〇塗 嘉夫

On Distribution of Nonmetallic Inclusions in Large Rimmed Steel Ingot

(Study on nonmetallic inclusions in rimming steel ingot—I)

Kōichi ASANO, Tetsurō ŌHASHI and Yoshio NURI

1. 緒 言

低炭素リムド鋼は冷延鋼板をはじめとして、熱延中薄板にまで広く用いられている。このリムド鋼板の特質が清浄なリム層を有するために、その加工性が良好で、かつ成品表面が美麗である。

しかし、最近加工技術の進歩とともに高度の加工が要求され従来あまり問題とされなかつた諸欠陥がクローズアップされてきており、それらの欠陥の多くが非金属介在物に起因するすのであるといわれている。従来、リムド鋼塊の非金属介在物に関しては 2, 3 の研究があるが^{1)~3)}、いまだ不明な点が多い。特に、リムド鋼の非金属介在物の研究を困難にしている理由の 1 つに適切なる定量方法が確立されていないことがある。

著者らは主として、スライム法により大型介在物を抽出し、鋼塊凝固組織と関連させてその分布を詳細に調べたのでその結果を報告する。

2. 実験方法

転炉溶製極軟リムド鋼を大型鑄型に注入し、試験鋼塊を作成した。試験鋼塊の製鋼造塊条件および鑄型の主要寸法を Table 1 に示す。試験鋼塊は冷塊後、鋼塊の縦方向の中心線を通つて 1/4 を削り落とし、その切削面について各種位置から試料を採取した。試料採取位置は Photo. 1 のマクロエッチ写真上に示した。リム層で頭部、中央部、底部と 3 個採取し、リム層とコア部の境界で同じく 4 コ採取しコア部。センター部では濃厚偏析帯を含めて 9 コ、合計 16 個の試料を採取し、スライム用の試料とした。また同時に酸素分析用試料を鋼塊頭部、

Table 1. Teeming conditions and mold dimensions of tested ingot.

Tap temperature (°C)	1580	
Ladle analysis (%)	C	0.07
	Mn	0.30
	S	0.017
Mold addition of Al (g/t)	67	
Capping time (min)	27	
Mold dimensions	Width (mm)	1860
	Thickness (mm)	850
	Height (mm)	2200
Ingot weight (t)	22.0	

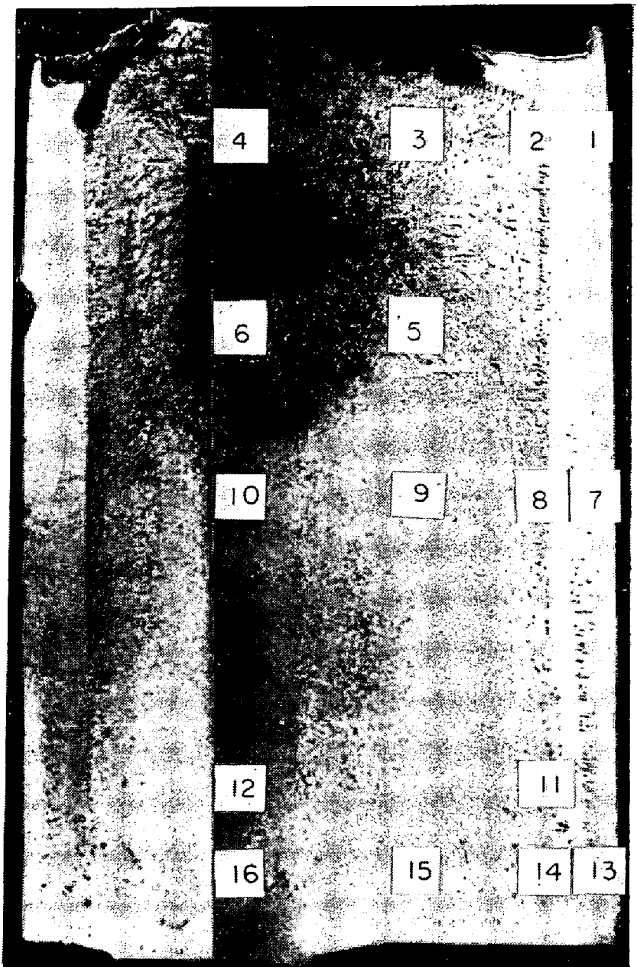


Photo. 1. Position of samples for slime-method.

中央部、底部にて巾方向に連続的に採取した。

スライム法については、すでに 2, 3 報告されているが以下にその操作要領を示す¹⁾⁴⁾⁵⁾。

鋼塊より切り出した試片(約 5 kg)を陽極とし 10~15% 塩化第 1 鉄水溶液を電解液とし数連直列で 10~20 V, 10~15 A の条件で 30 日~40 日間通電して電解をおこなつた。陰極には 3 mm 目, 0.7 mm φ の金網を使用し、電解中陰極からの電解鉄片の脱落を防止するた

めに 3~4 回陰極を交換した。電解温度は 40°C 以上にならないように注意して電解した。

電解終了後電解槽の底部に集積された残渣より介在物を分離した。この残渣は塩基性鉄塩、炭化物、陰極から脱落した電解鉄片および非金属介在物からなっており、先づ傾斜法または水簸法で塩基性鉄塩などのスライムを除き、次いで湿式磁選機によつて磁性物を分離し、非磁性物より低倍率の双眼実体顕微鏡を用い介在物を分離した。

3. 酸素分析結果

鋼塊各部より試料を切出し真空溶融法による酸素分析をおこなつた。その結果を Fig. 1 に示す。リムド鋼塊には多くの気泡があるため健全な分析試料を得ることは、むづかしく、しばしば異常な値が得られた。ここに示した結果は、極端に異常な値は再分析をおこなつて得た値である。

一般的な傾向としては、チル層では酸素が高くリム層内に入ると次第に低くなり、やがてリム~コア境界部で

は最小値をとりコア部に入ると再び増加する。また、鋼塊位置別にみると、リム層内では鋼塊底部の方が頭部よりも高くなつてゐるが、コア部に入ると鋼塊底部では、殆んど酸素の増加がみられないのに反し頭部では急激に増加している。一方中央部ではこの中間的な変化を示している。リムド鋼試料は多孔質であるため分析が困難であり従来諸文献に示されている分析値にもかなりのバスキが見られている。すなわち D. BINNIE⁶⁾ が調査した結果は、われわれの調査結果と良く一致しており、リム層では頭部の方が酸素は低く、コア部では逆に底部の方が酸素が低くなつてゐる。また、H. RELLERMAYER, R. HAMMER⁷⁾ らの鋼塊頭部断面での結果をみると、やはり今回の結果のごとく、コア部になると急激に増加している。しかしわれわれの結果よりもかなり酸素が高目になつてゐる。これに反し、E. SCHÜRMAN⁸⁾, M. WAND⁹⁾ らは逆に、鋼塊底部の方が酸素が高いという結果を示しており必ずしも研究者によつて一致した傾向は見られない。しかし、後に述べるスライム法による抽出介在物の分布から考察して、著者らの得た結果はほぼ妥当なものと考えられる。

4. 抽出介在物の外観

各位置で抽出した介在物の外観写真の 1 例を Photo. 2 に示す。

リム層の抽出介在物の外観 (Photo. 2, a, b) 全体的には小型の介在物が多く底部では大型も見られ、そのほとんどが球状で暗黒色である。

コア部 (濃厚偏析帯を含む) の抽出介在物の外観 (Photo. 2, c, d, e) コア部、センター部では鋼塊頭部には小型ないし中型の介在物が多い。一方濃厚偏析帯 (Photo. 2, e) では非常に微細な介在物が多く、暗灰色のものがほとんどで球状から卵型状または、細く伸びているものもある。これは大部分が硫化物系介在物と考

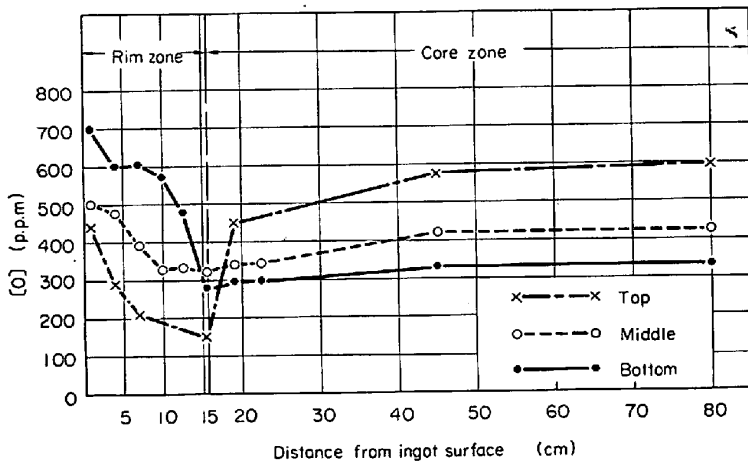
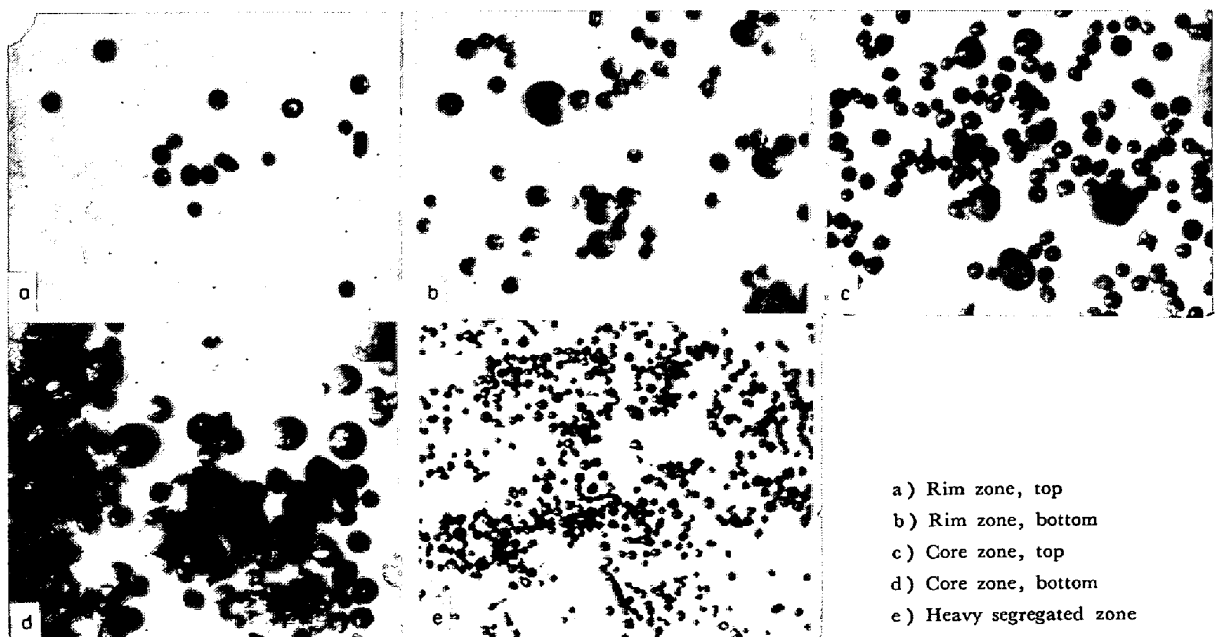


Fig. 1. Distribution of oxygen in rimming steel ingot.



a) Rim zone, top
 b) Rim zone, bottom
 c) Core zone, top
 d) Core zone, bottom
 e) Heavy segregated zone

Photo. 2. Microscopic appearances of nonmetallic inclusions extracted from various positions of rimming steel ingot. ×50 (4/7)

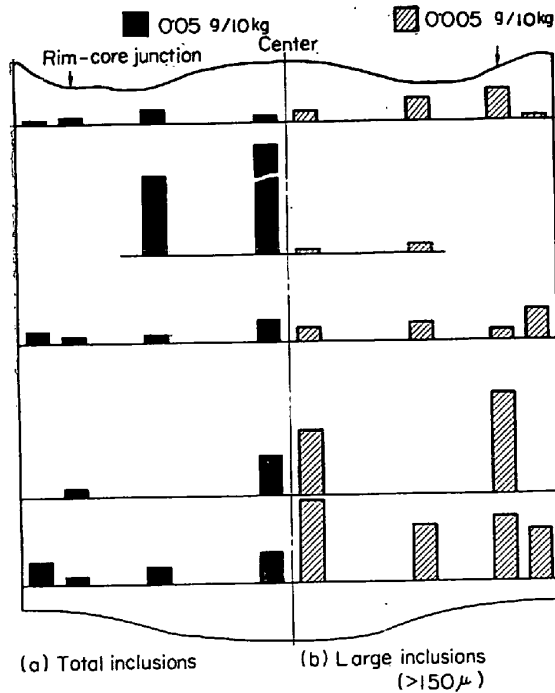


Fig. 2. Distribution of nonmetallic inclusions in rimming steel ingot.

えられる。コア部底部 (Photo. 2, d) では大型介在物が多く、しかも 300μ 以上の超大型の介在物も見受けられ、そのほとんどが暗黒色で球状でにぶい光沢を有している。

5. 抽出介在物の粒度分布

鋼塊各部から抽出された介在物の全量の分布を Fig. 2, a に示す。さらに 150μ 以上の大型介在物についての分布を Fig. 2, b に示す。全介在物の分布は、鋼塊濃厚偏析帯で最も多く、ついで鋼塊底部、頭部に多い。またリム層では、鋼塊底部になるほど介在物は多くなる傾向がある。粒度分布ではかなり様子が異なり、鋼塊の濃厚偏析帯では大型介在物が少なく、150μ 以上の介在物は全介在物中のわずか、1% 以下に過ぎない。

これに対して、鋼塊底部では比較的大型介在物が多く 150μ 以上の介在物は 20~30% 程度になる。

なお、酸素分析結果では、コア層頭部、中央部の方が底部より酸素が高くなっており、スライム法での抽出介在物分布とは異なっているが、これはスライム法の抽出能力によるものである。

一般にスライム法で抽出可能な介在物の最小粒径は、約 10μ ぐらいであるが、鋼塊頭部にはこの程度の小型介在物がきわめて多い。これが酸素濃度に影響しているものと考えられる。

参考のために、ヨウソメタノール法により分析した全酸化物量の分布を Fig. 3 に示した。この分析法自体にもかなりの疑問点があるが、一応酸素分析結果と、よく似た傾向が得られており、やはりコア層頭部、中央部の方が底部よりも酸化物は多くなっている。

以上の結果を凝固組織と対応させて要約すると、

(1) リム層

鋼塊底部にかけて全介在物量ならびに大型介在物の占める割合が大となっているが全体としては、やはり小型

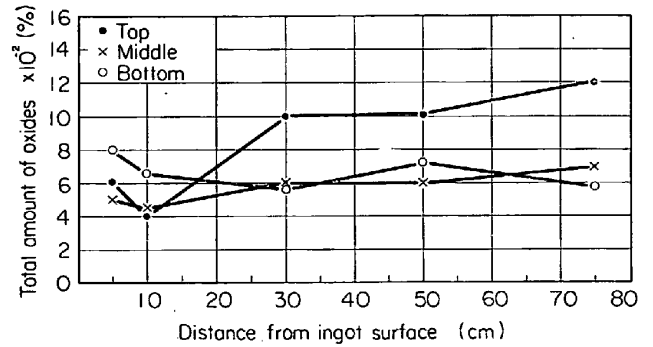


Fig. 3. Distribution of total oxides in rimming steel ingot.

介在物が多い。

(2) リム、コア境界部

介在物量は、きわめて少ないが、その大部分が大型介在物であり、とくに鋼塊底部になると大型が著しく増加する。

(3) コア頭部

介在物が多いが、大型介在物はきわめて少ない。

(4) コア中央部 (濃厚偏析帯も含む)

介在物量はきわめて大であるが大型介在物が少なく、大部分が 50μ 以下の小型介在物であり、しかも硫化物が主体になっている。

(5) コア底部

介在物総量もかなり多いが、大型介在物がきわめて多い。とくに中心軸の底部では、その傾向が著しい。

6. 結 言

大型リムド鋼塊の非金属介在物の分布を酸素分析ならびにスライム法にて調査した結果、以下のことが判明した。

(1) 鋼塊頭部では小型介在物がきわめて多いが、大型介在物は少ない。とくに濃厚偏析帯では、その傾向が著しい。

(2) 鋼塊底部では大型介在物が多くなる。とくにリム、コア境界部からコア層内部にかけて、その傾向が大である。

(3) 酸素分析および酸化物化学分析では、むしろ鋼塊頭部の方が介在物が多くなっているが、これはスライム法にて抽出不可能な小型介在物が多いためである。

文 献

- 1) 森永, 大庭, 伊藤: 鉄と鋼, 49 (1963), p. 1663
- 2) R. D. BAARE and E. BOECKERS: Stahl u. Eisen, 82 (1962), p. 1500
- 3) F. B. PICKERING: Steel Times, 13 (1964), p. 686
- 4) H. HOFF, L. LESSIG and G. MASING: Stahl u. Eisen, 76 (1956), p. 1442
- 5) H. HOFF and G. DUNK: Stahl u. Eisen, 77 (1957), p. 1210
- 6) D. BINNIE: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 171 (1952), p. 71
- 7) H. RELLERMAYER and R. HAMMER: Stahl u. Eisen, 78 (1958), p. 1505
- 8) E. SCHÜRMAN and O. PETER: Arch. Eisen-

hüttenw., 36 (1965), p. 619

9) M. WARD and R. WIDDOWSON: J. Iron & Steel Inst. (U. K.), 203 (1965), p. 486

(117) リムド鋼塊の非金属介在物の組成 ならびに形態について

(リムド鋼塊の非金属介在物に関する研究— II)

富士製鉄, 広畑製鉄所

○浅野鋼一・大橋徹郎・塗 嘉夫

On Chemical Composition and Structures of
Nonmetallic Inclusions in Rimming Steel
Ingot

(Study on nonmetallic inclusions in rimming
steel ingot- II)

Kōichi ASANO, Tetsurō OHASHI
and Yoshio NURI

1. 緒 言

前報では, 主として, リムド鋼塊内の大型介在物の分布に関して報告したが, 本報ではひきつづいて, その組成, 形態について報告する。

従来から, リムド鋼塊内の非金属介在物の定量法については種々報告されているが^{1)~3)}, まだまだ不確かな点

が多く, これがリムド鋼の介在物に関する研究を困難にしていた。

著者らは, リムド鋼塊内の大型介在物をスライム法にて抽出したが, これらの抽出介在物をヨウソメタノール法にて分別定量するとともに, 電子線回折, X線マイクロアナライザーによる同定を行ない, その組成, 形態を明確にするとともに, 成因に関する若干の考察を試みた。

2. 実験方法

前報にのべた供試鋼塊からスライム法により介在物を抽出した。これらの介在物の一部は樹脂に埋込んで切断し, X線マイクロアナライザーによる同定を行ない, また一部は電子線回折に供した。残りの介在物はヨウソメタノール法による分別定量を行ない, 鋼塊位置別, および介在物粒度別の組成の比較を行なった。

3. 抽出介在物の分別定量結果

3.1 分別定量法

スライム法にて抽出した介在物をヨウソメタノールにて溶解し, 残渣から酸化物を, 母液から硫化物の分別定量を行なう。

各操作条件を以下に示す。

ヨウソメタノール溶解条件……12%のヨウソメタノールにて 35°C で 3 hr 攪拌溶解する。

残渣溶解条件……Na₂CO₃, K₂CO₃, Borax なる溶融合剤で溶解し, クエン酸, 塩酸からなる溶解溶液で溶解

Table 1. Chemical composition of inclusions in various positions of ingot.

Position of ingot		Amount of inclusions (g / 10 kg)	Chemical composition of inclusions (%)						
			SiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	MnO	FeS	MnS	CaO
Rim zone	Top	0.0029	5.0	2.2	6.2	42.1	8.3	33.5	2.7
	Middle	0.0486	9.5	10.8	2.7	58.2	11.7	3.6	4.4
	Bottom	0.0932	17.1	24.9	14.1	32.8	1.8	2.4	8.4
Gore zone	Top	0.0133	8.7	3.0	2.7	12.8	54.7	15.3	3.6
	Middle	0.0441	14.6	6.4	4.6	22.4	26.8	19.7	5.3
	Bottom	0.0479	14.3	22.5	13.3	35.7	4.4	1.2	8.5
Heavy segregated zone		0.4261	3.6	1.6	10.8	3.1	60.0	20.2	0.7

Table 2. Relation between chemical composition of inclusions and its size.

Position of ingot		Size of inclusions (μ)	Amount of inclusions (g / 10 kg)	Chemical composition of inclusions (%)						
				SiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	MnO	FeS	MnS	CaO
Rim zone	Middle	<50	0.0221	8.7	11.5	4.6	58.8	9.3	2.8	4.0
		>50	0.0465	10.4	9.6	1.1	54.7	13.6	4.1	2.1
	Bottom	<50	0.0382	21.6	24.2	3.2	33.1	1.2	1.6	9.2
		50~100 100~200	0.0428 0.0122	12.5 20.0	27.6 17.5	9.4 26.7	42.4 20.0	1.1 1.3	1.4 1.2	5.6 14.2
Core zone	Top	<50	0.0098	3.4	1.0	1.1	15.9	50.1	26.4	1.7
		50~150	0.0035	6.6	2.1	1.2	15.7	41.4	30.1	2.4
	Bottom	<50	0.0143	5.6	23.0	13.1	44.2	5.3	1.2	7.7
		50~100 100~150 150~200	0.0122 0.0083 0.0141	14.3 14.5 21.9	16.3 11.9 13.3	10.0 17.7 21.8	45.1 37.4 26.2	3.1 5.7 7.5	1.8 1.7 1.9	9.3 16.0 13.5