

論 文

UDC 621.746.01 : 620.184.4 : 620.186.2 : 620.192.43 : 536.5

ダンプテストによる逆V偏析の直接観察*

鈴木 是明**・宮本 剛 汎***

Direct Observation of "A" Segregation by Dump Test

Koreaki SUZUKI and Takehiro MIYAMOTO

Synopsis:

A direct observation of "A" segregation in 4 ton sand cast ingots, which had been dumped at 40 and 120 min after pouring respectively, was made to discuss the formation mechanism of "A" segregation with the result of temperature measurement into consideration.

The results obtained are as follows:

- 1) The "A" segregation was found to be formed at the solidification front where the fraction solid was between 0.3 and 0.35, or in the region of lower fraction solid.
- 2) The interdendritic enriched liquid metal could flow into the strings, even when the fraction solid of the neighborhood was 0.7.
- 3) The transition of "A" segregation zone to "V" segregation zone in an ingot is caused by a suction effect.
- 4) The growing direction of primary dendrites in the strings was reverse to the solidification wave in an ingot; i.e., solidification in the strings proceeds outwards from the inside of an ingot.

1. 結 言

大型鋼塊に特徴的な現象である逆V偏析は化学成分の不均一性やシュリンケージキャビティーを伴い品質上大きな問題であると同時に、機械的性質にも重要な影響をおよぼすのでその軽減が強く望まれている。この逆V偏析の生成に関して従来から種々の理論が提出されておりそれらは i) 濃化溶鋼の浮上^{1)~8)}, ii) 鋼中のガス⁹⁾¹⁰⁾, iii) 凝固過程のクラック^{11)~13)} とする3種類に大別される。しかしながらこれらの理論の基本になつてゐるデータは主に凝固完了後のマクロ組織の観察であつて、直接に生成過程を明らかにした研究はきわめて少ない。したがつて逆V偏析の生成していく具体的な過程や生成する条件などについてはほとんど解明されておらず、いずれの理論が正しいかという証明も十分に行なわれていない。今後さらに逆V偏析の生成機構を明らかにし、その制御技術を開発するためには従来のようなマクロ組織の観察から脱却し、逆V偏析の生成されていく過程を直接調べる研究が行なわれなければならない。

筆者らは上記の考え方にに基づき、逆V偏析の生成機構を明らかにする第1段階として、ダンプテストを行なつて逆V偏析の生成過程を直接観察するとともに、鋼塊内

の温度測定を行ない、両者を比較することにより逆V偏析の生成過程を明らかにした。

2. 試 験 方 法

供試鋼塊は本体 400×400×1200 mm, 押湯 600×600×600 mm の珪砂乾燥鑄型に Table 1 に示す化学成分の溶鋼を 1550°C で下注ぎにより鑄込んだ。No. 1 鋼塊では Fig. 1 に示すように鋼塊内に 8 本の Pt-Pt-13% Rh 熱電対を挿入し、縦方向および横方向の温度測定を行なつた。測温用保護管としては、表面から 20 mm および 40 mm の位置で内径 4 mm φ, 外径 9 mm φ の透明石英管を使用し、他の位置では Fig. 2 に示すように内径 4 mm φ, 外径 6 mm φ のアルミナ管の片面に 2 mm 厚さにアルミナ粉末をコーティングした保護管を内径 12 mm φ, 外径 16 mm φ の不透明石英管に挿入して使用した。また No. 2 および No. 3 鋼塊ではそれぞれ鑄込み後 40 min および 2h 経過した時点で鑄型を反転して未凝固部を排出した。No. 2 および No. 3 鋼塊は軸心を含む面で縦切断してマクロ組織を調べ、また露出した凝固層の前面(以後凝固前面と呼称する)内に認められる逆V偏析の痕跡を調べた。

* 昭和48年4月本会講演大会にて発表 昭和51年4月2日受付 (Received April 2, 1976)

** (株)日本製鋼所室蘭製作所研究所 工博 (Muroran plant The Japan Steel Works, Ltd.)

*** (株)日本製鋼所室蘭製作所 (Muroran plant The Japan Steel Works, Ltd., 4 Chatsu cho Muroran 051)

Table 1. Characteristic data of experiments.

No.	Chemical composition (wt%)					Experiment
	C	Si	Mn	P	S	
1	0.26	0.43	0.61	0.011	0.008	Temperature measurement
2	0.26	0.30	0.71	0.006	0.021	Poured out at 40 min after pouring
3	0.26	0.30	0.71	0.006	0.021	Poured out at 2hr after pouring

Pouring temperature : 1550°C

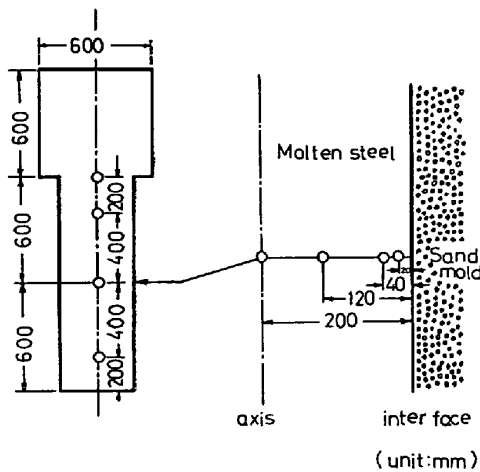


Fig. 1. The locations for temperature measurement in an experimental ingot.

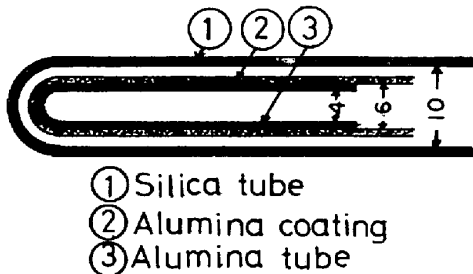


Fig. 2. Protecting tube used for temperature measurement.

3. 試験結果と検討

3.1 温度と固相率の関係

測温結果ならびにダンプテストの結果から逆V偏析の生成過程を検討する場合、本試験を用いた鋼種に限らず一般的な鋼種にまで拡大して検討する必要がある。したがって、測温結果から固液共存層内の温度を固相率に変換して、固相率からダンプテストの結果を検討するための次のような方法で温度と固相率の関係を求めた。

固相率と dendrite 樹間の濃度の関係は仮定する条件によつて次式で与えられる。

A) 平衡凝固の場合

$$C_L = C_0 / [1 - (1 - k_0) f_s] \dots\dots\dots (1)$$

B) 固体内拡散を考慮せず、 dendrite 樹間の混合は十分であると考えると¹⁴⁾

$$C_L = C_0 (1 - f_s)^{k_0 - 1} \dots\dots\dots (2)$$

C) 固体内拡散を考慮し、凝固が時間の平方根にしたがつて進行する場合¹⁵⁾

$$C_L = C_0 [1 - (1 - 2\alpha k_0) f_s]^{(k_0 - 1) / (1 - 2\alpha k_0)} \dots\dots\dots (3)$$

ここで

- C_L : 液相濃度
- C_0 : 初期濃度
- D_s : 固相率
- α : $D_s \theta_f / l^2$
- f_s : 固体内拡散係数
- θ_f : 部分凝固時間
- l : Volume element 長さ
- k_0 : 平衡分配係数

また所定の化学成分に対し、その液相線温度は平居ら¹⁶⁾により次式で与えられる。

$$T_L = 1538 - f([\%C]) - 13[\%Si] - 4.8[\%Mn] - 1.5[\%Cr] - 4.3[\%Ni] \dots\dots\dots (4)$$

$$\text{ただし } f([\%C]) = 55[\%C] + 80[\%C]^2$$

固液共存状態において固相率が f_s である位置の温度を $T_L f_s$ とする。もし温度が $T_L f_s$ よりも下がると f_s は増大し、 $T_L f_s$ よりも上がると f_s は減少する。すなわち $T_L f_s$ は固相率が f_s の状態における固相の晶出する温度を示すと考えられる。

いづれ固相率 f_s の状態で固相が晶出する温度は、固相率 f_s での dendrite 樹間に濃化した溶鋼の液相線温度と考えられる。したがって、溶質の固液分配に溶質相互間の影響がないと仮定すると、(1)~(3)式のいずれかを用い与えられた C_0, k_0, D_s, θ_f に対し f_s を決めて C_L を求め、これを(4)式に代入して求められる温度があらかじめ定めた f_s に対する $T_L f_s$ となる。

(1)~(3)式を用い No. 1 鋼塊の化学成分について C_L と f_s の関係を計算した結果、(3)式による計算結果は(1)式と(2)式による計算結果の中間の値が得られたので、図の簡明を期するために(1)式と(2)式による計算結果のみを Fig. 3 a) b) に示す。なお計算結果に用いた k_0 は Table 2 に示す値を使用した。

計算結果では固相率が 0.6 以上で(1)式と(2)式の差が急激に大きくなるが、それ以下ではほとんど差は認め

Table 2. Equilibrium distribution coefficients of C, Si, Mn, P and S. ¹⁷⁾

C	Si	Mn	P	S
0.3	0.5	0.75	0.06	0.05

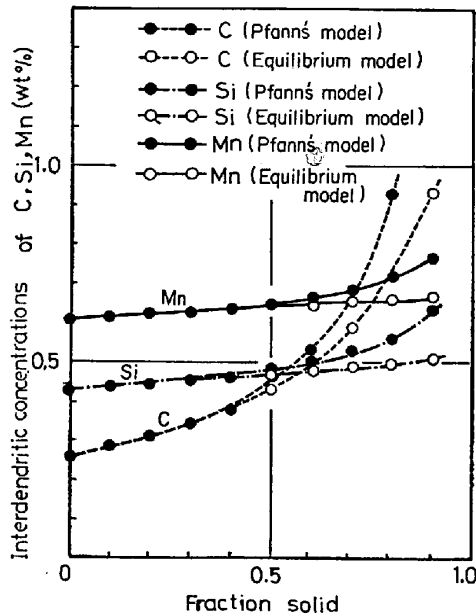


Fig. 3. a) Relation between interdendritic concentrations of C, S, Mn and fraction solid.

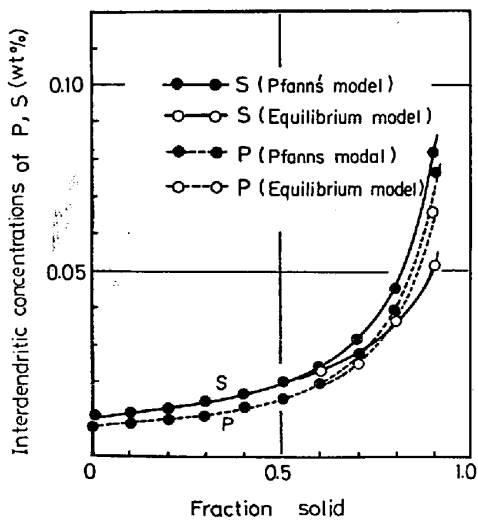


Fig. 3. b) Relation between interdendritic concentrations and fraction solid.

られない。したがって(4)式を用いた $T_L f_s$ の値も 0.6 以下ではほとんど計算式による差はないので以下では(2)式を使用することとする。Fig. 3 で求められた f_s と C_L の関係から(4)式を用いて $T_L f_s$ と f_s の関係を求め Fig. 4 に示す。本鋼種の(4)式を用いた液相線温度の計算値は 1509°C で Fig. 5 の熱分析曲線による実測値は 1500°C であるため、得られた温度と固相率の

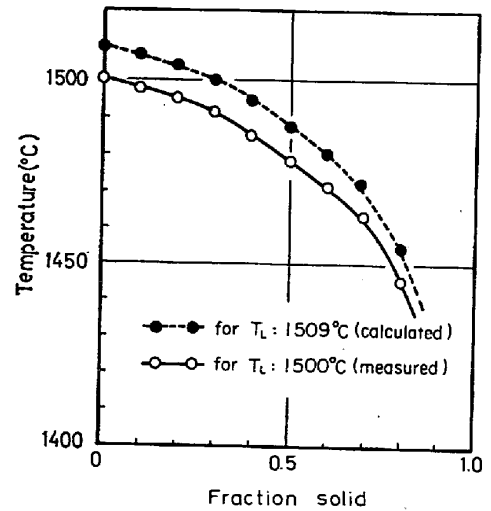


Fig. 4. Relation between temperature and fraction solid.

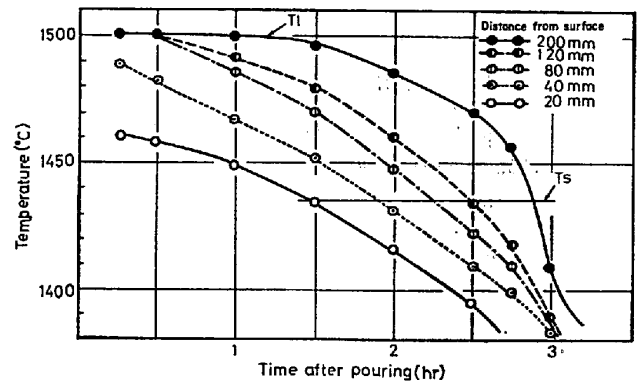


Fig. 5. The result of temperature measurement at each position of the cross section.

関係を 9°C 低温側に平行移動してこれを本鋼種における温度と固相率の関係として Fig. 4 に実線で示す。

3.2 鋼塊の横方向温度測定結果とダンプレテストの比較

No. 1 鋼塊の横方向温度測定結果を Fig. 5 に示す。温度測定結果によると、鋼塊内温度は軸心を除いた逆V偏析の発生領域では液相線と固相線の間を徐々に降下してゆくのに対し、軸心のV偏析領域では液相線温度に滞留する時間が長く、1480°C までは徐々に温度降下し、それより低温ではきわめて急速に降下することが判明した。

また Fig. 5 よりダンプレテストを行なった時刻(鑄込み後 40 min および 2h)での鋼塊内の温度分布を Fig. 6 に示す。この温度分布とダンプレテストを比較しながら以下に逆V偏析の生成過程について述べる。

(1) 鑄込み後 40 min でダンプレテストを行なった鋼塊 (No. 2 鋼塊)

Photo. 1 に No. 2 鋼塊の縦断面のマクロ組織を示し、Photo. 2 には残溶鋼を排出することによって現出する凝

固前面の状況を示す。この鋼塊の本体部に残存する凝固厚さは60~70mmであり、Fig. 6よりこの位置は1487°C~1493°Cである。したがってFig. 4より凝固前面は固相率にして0.3~0.35に相当する。また凝固前面は dendrait先端が露出しているが、マクロ的にはかなり平滑である。一般に鋼塊中では dendraitが成長しながら凝固が行なわれるとされているが、このように平滑な面が存在するのはきわめて注目される。

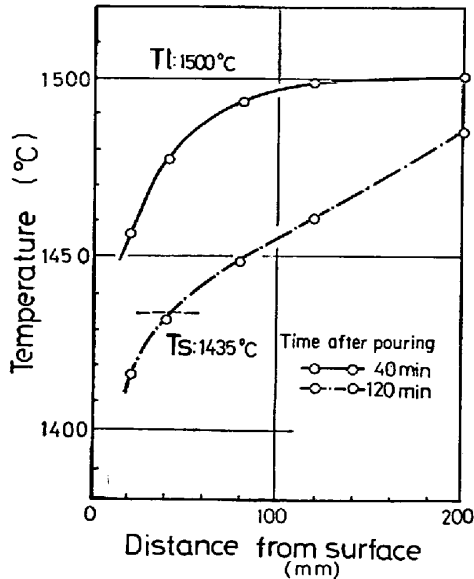


Fig. 6. Temperature distribution at the time poured out.

固液共存層を高橋ら¹⁹⁾のモデルにしたがつて考えると液体中に固体が分散したq層と固体中に液体が分散したp層に分けられ、q層はさらに dendraitが網目を有するq₁層と遊離した固相からなるq₂層に分割される。ダンプテストでは、液体に近い状態と考えられるq₂層も残溶鋼とともに排出されると考えられるので、本試験によつて認められる凝固前面はq₁層とq₂層の境界と考えられる。通常のバーテストで知ることのできる凝固前面も液体と考えられる領域と固体と考えられる領域の境界を示すものであり、ダンプテストによつて知ることのできる凝固前面と同じと考えられる。

逆V偏析はPhoto. 1に示す縦断面では、矢印I, II, IIIおよびIVで示すように紐状の空孔として観察される。また凝固前面内では、Photo. 2矢印I, II, IIIで示すように紐状に伸長した痕跡が多数認められる。逆V偏析は固液共存層内のすべての位置で生成するのではなく、生成しやすい条件を持つ固液共存層内の特定の位置で生成すると考えられる。本実験のように凝固前面で長く伸長した逆V偏析が多数認められるのは、逆V偏析は凝固前面よりも高い固相率の位置で生成するのではないことを示している。すなわち、逆V偏析は凝固前面で生成したかもしくはそれよりも低固相率の位置ですでに紐状になったものが凝固前面に捕捉されたのかいずれかであることを意味している。

つぎに本体部と押湯部における逆V偏析の差について

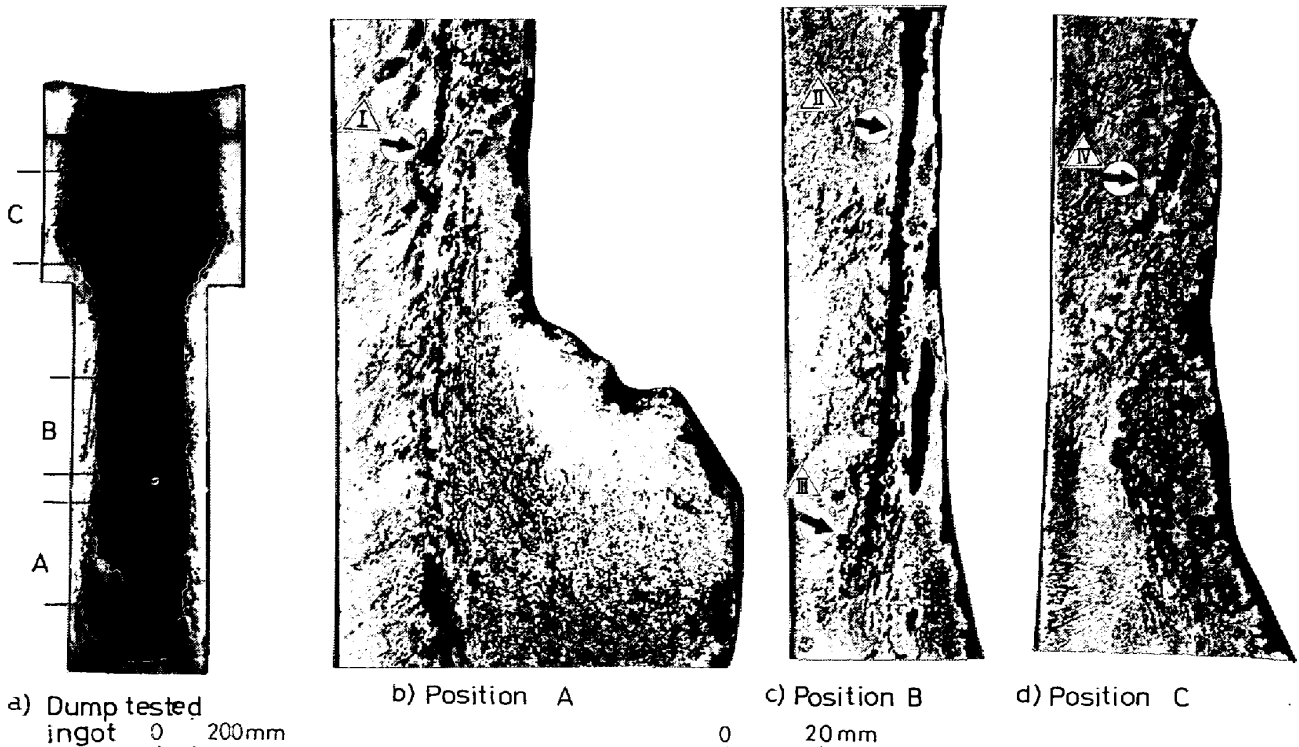


Photo. 1. Macrostructure No. 2 ingot poured out at 40 min after pouring.

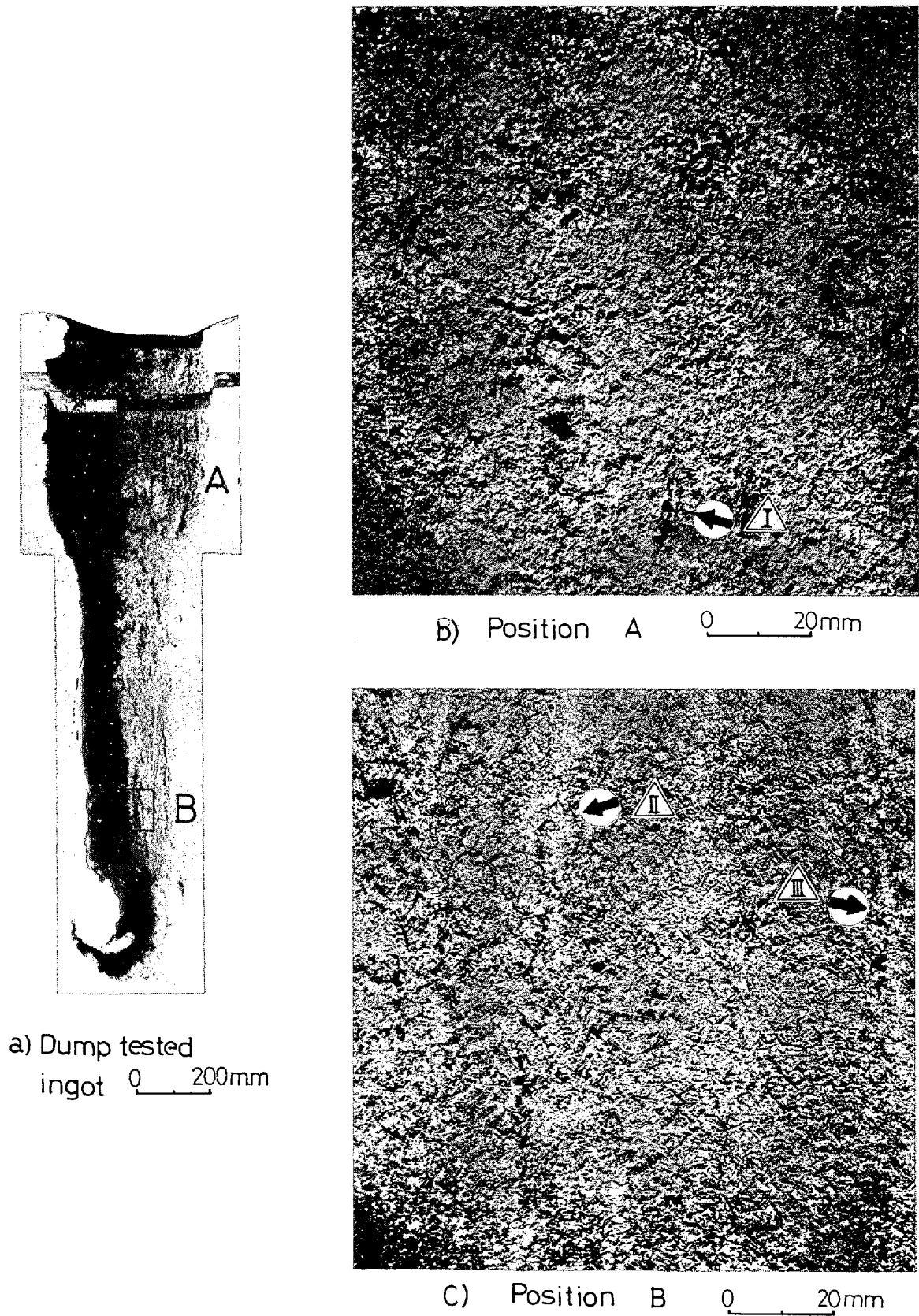


Photo. 2. Solidification front revealed by dump test.

述べる。本体部では Photo. 2 c) に示すようになりに
長い逆V偏析の痕跡が認められ、また凝固前面内にはか

なり尖ったデンドライトが露出しているにもかかわらず
痕跡内はきわめて滑らかである。これに対し押湯部では

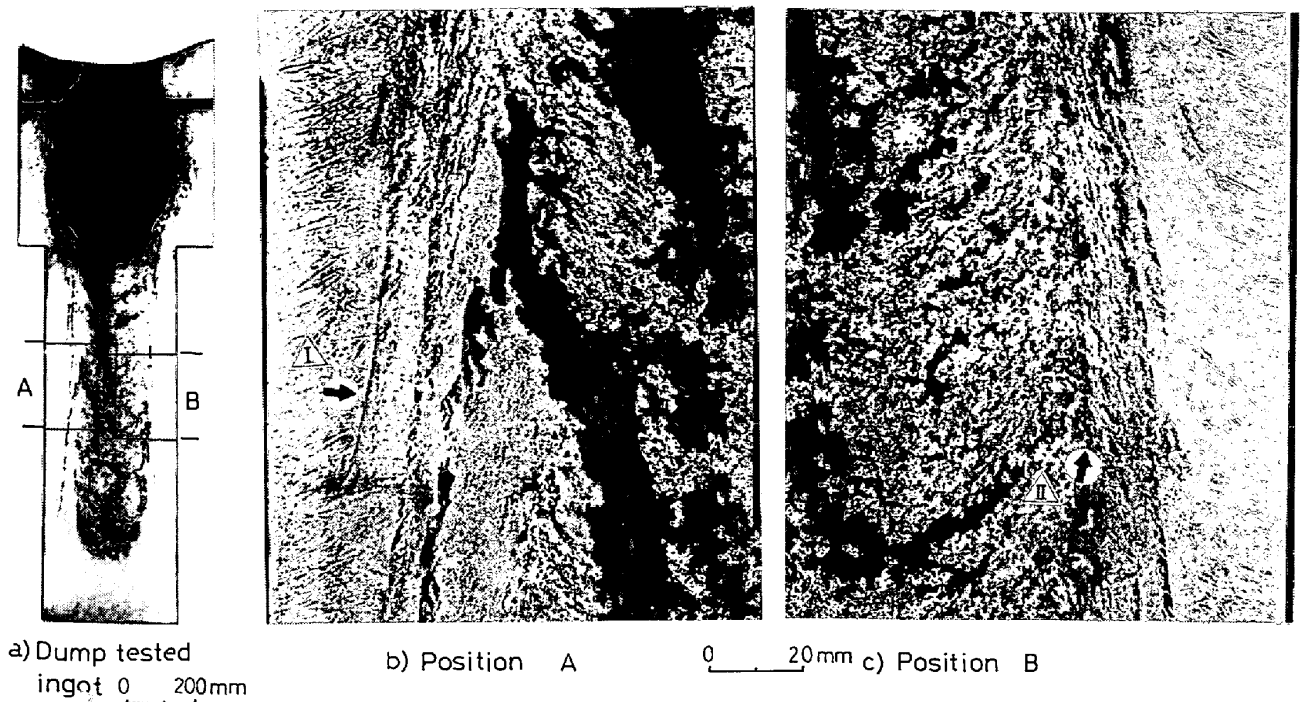


Photo. 3. Macrostructure of No. 3 ingot which poured out at 2hr after pouring.

Photo. 1 a), および Photo. 2 b) に示すように縦断面では短く, また凝固前面内でもほとんど伸長しておらず単なる空孔として観察される部分もある. このような押湯部と本体部の差はそれらの熱容量の差による温度分布や冷却速度の差に起因すると考えられるが, これらについては今後明らかにしてゆく予定である.

また Photo. 1 c) 矢印Ⅱで示される逆V偏析の下部先端に注目すると次のような点が指摘される. この位置は表面から 20 mm 離れており, ダンプテスト実施時での温度は Fig. 4 より 1460°C , Fig. 4 より固相率で 0.7 である. この位置でも周囲の濃化溶鋼は逆V偏析とつながっている. これは周囲の固相率が 0.7 になつても微小な濃化溶鋼が逆V偏析内へ流入していることを示すものと考えられる.

(2) 鑄込み後 2 h でダンプテストを行なつた鋼塊 (No. 3 鋼塊)

鑄込み後 2 h でダンプテストを行なつた No. 3 鋼塊縦断面のマクロ組織を Photo. 3 に示す. この鋼塊では Fig. 4 と Fig. 6 より軸心部の温度は 1485°C , 固相率で 0.4 の時にダンプテストが行なわれている. 軸心での固相率 (0.4) は No. 2 鋼塊で明らかとなつた凝固前面の固相率 (0.3~0.35) よりも大きいため, 本体軸心部の大部分が排出されずに残存している. この鋼塊で注目されるのは逆V偏析内の凝固と軸心部のV偏析の状況および逆V偏析領域からV偏析領域への遷移に関する現

象である.

軸心部では Photo. 3 a) に示すように, すでにV字型の空隙が観察され, また微小な空隙もV字型に並んでいる. これに対し, 逆V偏析領域では微小な空隙はほぼ逆V偏析に平行に存在し, V偏析領域との間には Photo. 3 c) 矢印Ⅱで示されるように明りような境界が存在する. このようにV偏析領域と逆V偏析領域が本試験鋼塊において明りように区別されて観察されるのは, すでに報告したV偏析の生成機構¹⁹⁾²⁰⁾から以下のように解釈される.

V偏析は軸心部の温度が降下して固液共存状態になつた時期に, 下部の凝固収縮を補うための固液共存層そのものの流動であるサクシオンによつて生成する. サクシオンが起きる以前では, 側面からの凝固が進行して固液共存層内で逆V偏析が生成し, 微小な濃化溶鋼も逆V偏析とほぼ平行に上昇する. しかし軸心部の温度が下がり, No. 3 鋼塊のように固相率で 0.4 にもなるとサクシオンが起き, 固液共存層自体が下部へ流動し, 濃化溶鋼も下部へ吸引されるため微小な濃化溶鋼もV字型に並び, Photo. 3 のように明りようなV偏析領域と逆V偏析領域の境界が現出したと考えられる.

また一般に逆V偏析は Photo. 4 に示すように鋼塊の軸心側がぼやけ, 表面側が平滑な輪郭を有するという特徴がある. この現象を本試験結果から以下のように解釈することができる.

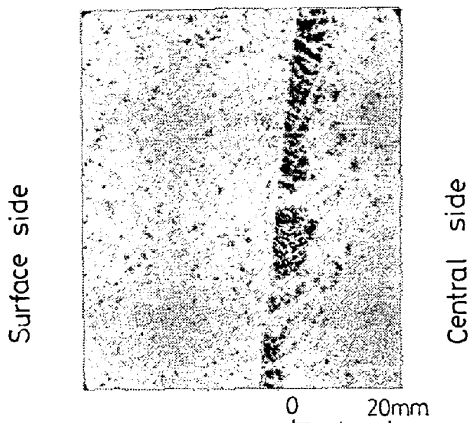


Photo. 4. Macrostructure of A segregation.

Photo. 3 b) 矢印 I で示される逆 V 偏析は鋼塊を反転したために逆 V 偏析内の未凝固部が排出された状態を示すものである。この逆 V 偏析内の黒く観察される部分は未凝固であつたことを示し、その軸心側に隣接した白い部分は逆 V 偏析内ですでに凝固している部分を示すものである。したがって逆 V 偏析内でデンドライトは鋼塊軸心側から成長し、表面側が最終的に凝固することがわかる。

また Photo. 2 c) 矢印 II, III で示される逆 V 偏析の痕跡は逆 V 偏析の表面側を示すものであり、きわめて平滑である。温度が降下して逆 V 偏析内が凝固する際に、表面側は平滑なまま軸心側からデンドライトが成長するために、表面側はなめらかで軸心側はぼやけて観察されると解釈される。このようにデンドライトが逆 V 偏析内で軸心側から成長する理由は明らかではないが、きわめて特異で注目すべきものと考えられる。

3.3 縦方向の測温結果とバーテストの比較

Fig. 7 に軸心部における縦方向の温度測定結果を示す。本体部と押湯部の境界の温度は中川²¹⁾らの結果と同様他の位置よりも低温になる。これは押湯部が濃化し液相線温度が下がつたためと推定される。Fig. 8 には温度測定結果と Fig. 4 から固相率 0.3, 0.4 および 0.5 の等固相率面の進行状況を求め、バーテストと比較して示す。バーテストの結果は固相率 0.35 程度の等固相率面の進行状況とほぼ一致している。No. 2 鋼塊で示したように、凝固前面の固相率は 0.3~0.35 であり、軸心部のバーテストによつて得られる凝固前面の固相率と一致し、バーテストによつて知ることのできる凝固前面はほぼ一致することが判明した。

4. 結 言

4 t 砂型鋼塊内部の温度測定とダンプテストによつて

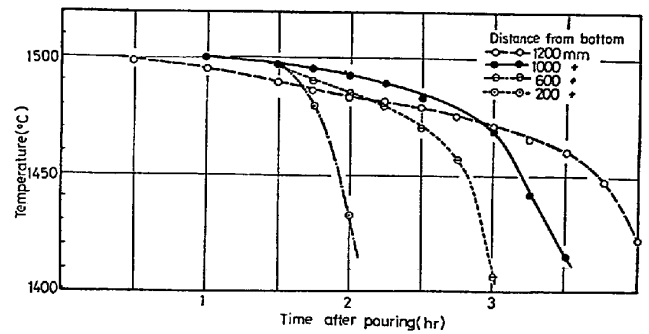


Fig. 7. The result of temperature measurement at each position of the longitudinal section.

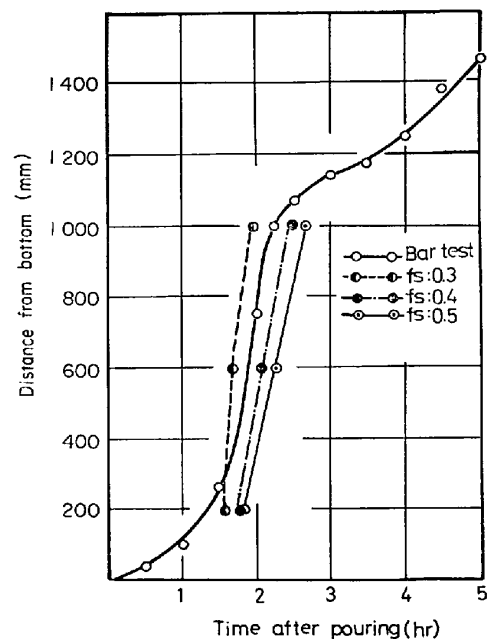


Fig. 8. Comparison of solidification waves obtained by temperature measurement and a bar test.

逆 V 偏析の生成過程を直接観察した。得られた結果を要約すると次のとおりである。

- 1) 逆 V 偏析は固相率 0.3~0.35 の凝固前面か、もしくはそれよりも低い固相率の位置で生成する。
- 2) 逆 V 偏析は周囲の固相率が 0.7 になつても微小な濃化溶鋼とつながっている。これは微小な濃化溶鋼が逆 V 偏析へ流入していく過程を示すものと考えられた。
- 3) 逆 V 偏析領域から V 偏析領域への遷移はサクシオンによつて行なわれる。
- 4) 逆 V 偏析内では鋼塊の軸心側からデンドライトが成長し、表面側が最終凝固となる。

終りに臨み、本研究の発表を許可された(株)日本製鋼所取締役室蘭製作所長榎原昌夫氏に深謝するとともに、いろいろとご助言と御指導を賜つた同所研究所長渡辺十郎博士ならびに直接試験を遂行された同研究所寺島栄

作, 山田久氏に深甚なる謝意を表する.

文 献

- 1) 荻原, 高橋: 鉄と鋼, 53 (1967) 1, p. 27
- 2) 成田, 谷口: 鉄と鋼, 56 (1970) 2, p. 212
- 3) Report on the heterogeneity of steel ingot: **CXIII** (1926), p. 38
- 4) 蒔田: 鉄と鋼, 13 (1927) 12, p. 1001
- 5) 河合: 鉄と鋼, 42 (1956) 1, p. 14
- 6) 田代, 轟木, 木村: 鉄と鋼, 57 (1971) 10, p. 1654
- 7) R. J. McDONALD and J. D. HUNT: Met. Trans., 1 (1970), p. 1787
- 8) R. MEHRABIAN, M. KEANE, and M. C. FLEMINGS: Met. Trans., 1 (1970), p. 1209
- 9) C. SYKES, H. H. BURTON, and C. C. BEGG: JISI, 156 (1947), p. 155
- 10) 平岡: 大阪大学博士論文
- 11) 小平: 鉄と鋼, 18 (1932) 6, p. 548
- 12) A. HULTGREN: JISI, 120 (1929), p. 67
- 13) 大野: 鉄と鋼, 54 (1968), p. 401
- 14) W. G. PFANN: Zone Melting, (John Wiley & Sons, New York), 1958
- 15) H. D. BRODY, M. C. FLEMINGS: Trans. Met. Soc. AIME, 236 (1966), p. 615
- 16) 平居, 金丸, 森: 学振第19委提出資料 8837 凝固 46
- 17) C. E. SIMS: "Electric Furnace Steelmaking" Vol. I, Wiley & Sons, New York (1963), p. 99
- 18) 高橋, 荻原: 日本金属学会誌, 29 (1965) 12, p. 1152
- 19) 鈴木, 宮本: 鉄と鋼, 59 (1973) 3, p. 431
- 20) 鈴木, 宮本: 鉄と鋼, 59 (1973) 12, p. 1540
- 21) 中川, 百瀬: 鉄と鋼, 53 (1967) 13, p. 1477