

© 1985 ISIJ

## フィルターによる介在物の付着分離効果

技術報告

市橋 弘行\*・川島 康弘\*・池田 隆果\*<sup>2</sup>

## Decreasing of Inclusions by Adhesion Separation with Filter

Hiroyuki ICHIHASHI, Yasuhiro KAWASHIMA and Takami IKEDA

## Synopsis :

To separate inclusions from molten steel, a new method by filtration which is different from conventional ones based on floating-out of inclusions was investigated. Since filters with pores smaller than the diameter of inclusion are considered not to be applicable to molten steel, ceramic filters with many small holes were used with expectation of getting inclusions adhered on them.

As the first step the influences of filter shape design and deoxidation of steel on the filtration of inclusions were investigated.

Results obtained are summarized as follows :

(1) The inclusions filtered are only of alumina type and therefore this filter is effective for removal of inclusion in aluminum killed steel.

(2) Inclusions adhere at first on the edge of a filter pore where the flow of molten steel changes and grow to cover on the top surface of the filter and fill up the inner part of the pore. When the layer of adhered inclusions on the filter becomes thick, the molten steel can not go through the filter.

(3) From the reason mention above, the increase of thickness of the filter dose not improve removal of inclusions.

## 1. 結 言

鋼中非金属介在物のうち、非延性の酸化物系介在物については鋼を薄鋼板や極細線に加工する際に材料断面積に占める介在物粒径の割合が相対的に大きくなり介在物が表面疵や断線などの各種の欠陥の原因となることがある。特に深絞り用の冷延鋼板やぶりき用の DI 缶では微細な酸化物系介在物が深絞り加工時の表面疵、あるいは割れの原因となる<sup>1)</sup>。また、タイヤ用スチールコードでは冷間線引時に介在物を起因として断線する<sup>2)</sup>。これらの介在物の減少除去方法として、取鍋内のガスバブリングをはじめとする取鍋精錬技術の利用と連続铸造において各種対策がこれまで実施されている。例えば、取鍋-タンディッシュ間のシール<sup>3)</sup>、タンディッシュの大容量化<sup>4)</sup>、タンディッシュ内の堰の設置、タンディッシュ上ノズルからの Ar ガスの吹き込み、タンディッシュ浸漬ノズルの形状変更等<sup>5)~7)</sup>が採用されている。これらの対策はそのほとんどがメタルと介在物の比重の差を利用した介在物の浮上分離を目的としている。介在物の浮上には当然のことながら、介在物が大きい方が有利であり、微細な介在物は衝突による凝集肥大化も浮上分離もむず

かしい。

一方、浮上分離とは全く異なる機構の介在物の吸着除去を目的としたフィルターの採用がアルミニウム精錬で古くから行われており<sup>8)</sup>、特にアルミ箔の製造には不可欠とされている<sup>9)</sup>。アルミニウム精錬で使用されるフィルターは数 mm 前後のアルミナ粒を積み重ねたものが主体であり、この時の介在物の除去機構については APÉLIAN ら<sup>10)</sup>が詳述している。フィルターによる除去方法をアルミニウムより更に高温の溶湯に採用しようという動きが近年活発化している。Ni 基合金への適用については米国で格子状のフィルターが開発されており、また、上述の APÉLIAN らはアルミニウムでの研究の延長線上として、この種のフィルターを鋼に適用した研究を行つている<sup>11)</sup>。同じく Ni 基合金については SUTTON<sup>12)</sup>がフィルターの使用を記述している。著者らは鋼への適用の第一歩として、小径多孔の耐火物フィルターを用い、介在物付着分離の効果を調べた。

## 2. 実 験 内 容

## 2.1 実験方法

実験には 200 kg の高周波大気溶解炉を用い、Fig. 1

昭和 58 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 58 年 10 月 14 日受付 (Received Oct. 14, 1983)

\* 住友金属工業(株)中央技術研究所 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Nishinagahondori Amagasaki 660)

\*<sup>2</sup> 住友金属工業(株)中央技術研究所 工博 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

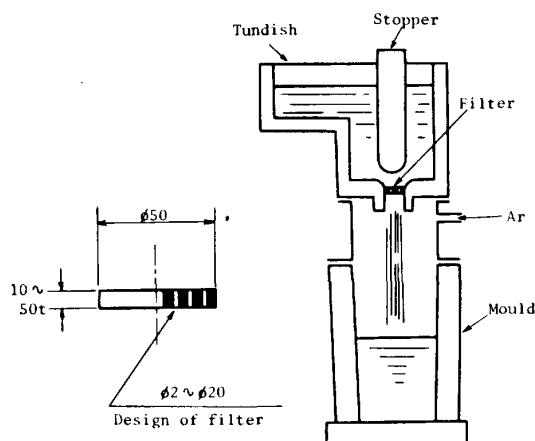


Fig. 1. Testing procedure.

Table 1. Experimental condition.

Steel	Al, Si-Al, Si, Al-Ca killed steel
Material of filter	Alumina ceramics ( $\text{Al}_2\text{O}_3 > 99.5\%$ )
Pore diameter in filter (mm)	2, 3, 4, 5, 7, 9, 14, 20, 40
Thickness of filter (mm)	10, 20, 30, 40, 50
Velocity of molten metal through filter (cm/s)	18, 21, 33, 59

Table 2. Chemical composition of materials(%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	sol. Al	Ca
Si-Al killed	0.15	0.25	1.00	0.015	0.015	0.030	—
Al killed	0.04	0.001	1.17	0.011	0.007	0.060	—
Al-Ca killed	0.15	0.25	1.00	0.015	0.015	0.003	0.030
Si killed	0.14	0.30	1.00	0.015	0.015	—	—

に示す方法でテストした。介在物よりも小さい孔のフィルターを溶鋼に適用するのは困難と思われるので付着分離を主体において  $2\text{ mm } \phi \sim 20\text{ mm } \phi$  の小径多孔を有する円板状の耐火物を用いた。耐火物材質としては強度、耐火度を考慮して  $\text{Al}_2\text{O}_3 > 99.5\%$ 、比重 3.92 という緻密なアルミナセラミックスを選んだ。上ノズルにはストッパーを取り付け、溶鋼ヘッドを一定としてから鋳込みを開始する。鋳込みスタート後にはストッパーの開度を調整せず、溶鋼ヘッドが一定となるように溶解炉からの注入量を調整した。タンディッシュと鋳型の間は Ar ガス雰囲気となっており鋳込み流の酸化は防止されている。実験条件および、対象鋼種をそれぞれ、Table 1, 2 に示す。フィルターの介在物除去能力におよぼす脱酸方法、フィルター孔径および厚さ、フィルター通過流速の影響を調べた。フィルター通過時の流速を変える実験で

はフィルター孔径  $3\text{ mm } \phi$ 、厚さ  $10\text{ mm}$  の同一形状のフィルターを用い、溶鋼ヘッドを変えることは実験上むずかしいので、フィルター直下のノズル径を絞ることで対処した。流速は通過溶鋼量を通過時間とフィルター孔総面積で割ったテストヒートの平均流速で示している。

タンディッシュにフィルターを取り付けた後、 $1100 \sim 1200^\circ\text{C}$  にタンディッシュを予熱し、脱酸を終了した溶鋼を注入する。タンディッシュ内の溶鋼温度は  $1600 \pm 10^\circ\text{C}$  に調整した。なお、フィルターへの介在物の付着状況を調べるために一部の実験ではストッパーを用いて強制的にフィルターへの溶鋼の流入を中止させ、そのまま凝固させた。

## 2.2 調査方法

フィルターの効果を調べるためにフィルター通過前後の Total O、介在物の変化および鋳込み後のフィルター部のマイクロ調査を行った。Total O と介在物のマイクロ調査はタンディッシュ内溶鋼より採取したサンプルと鋼塊内で介在物浮上の機会の最も少ない表皮から切り出したサンプルを比較して行った。介在物に関してはマイクロ観察以外にタンディッシュ内残溶鋼と鋼塊より採取した  $15\text{ mm } \phi \times 150\text{ mm } L$  の試片からスライム法 (13 wt% 塩化第一鉄水溶液, 6 A 定電流溶解) により介在物を抽出し、実体顕微鏡により形態の観察と個数の測定を行った。

## 3. 調査結果

### 3.1 ブランクテスト

Fig. 1 の実験方法ではタンディッシュ内および鋳型内で介在物が浮上等により自然に減少することが懸念される。この点を検討するため、フィルターをセットせずに上ノズルのままで鋳込み、Total O の変化を調べた。対象鋼種は Si-Al キルド鋼である。結果を脱酸の影響を調べた Fig. 2 中に併記する。フィルターを使用しない場合でもタンディッシュから鋼塊にかけて Total O は減少しており、しかもその値はフィルター通過前の Total O 値が高いほど大きい。フィルターによる介在物の除去能力を評価する場合、このブランク値で補正する必要がある。従つて、Total O の減少率を求める場合はタンディッシュ内の Total O 値からブランク値を除いた値を基にして次式で計算した。

$$\text{酸素減少率} = \frac{(O_i - O_b) - O_f}{(O_i - O_b)} \times (100\%)$$

$O_i$  : フィルター通過前の Total O

$O_b$  : ブランクの Total O

$O_f$  : フィルター通過後の Total O

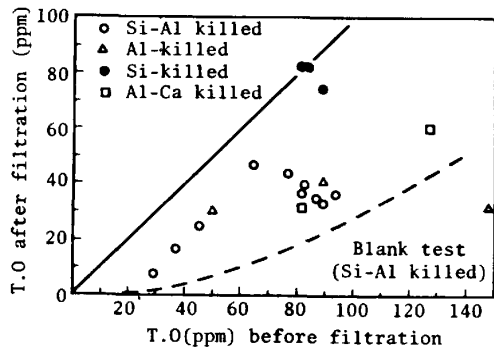
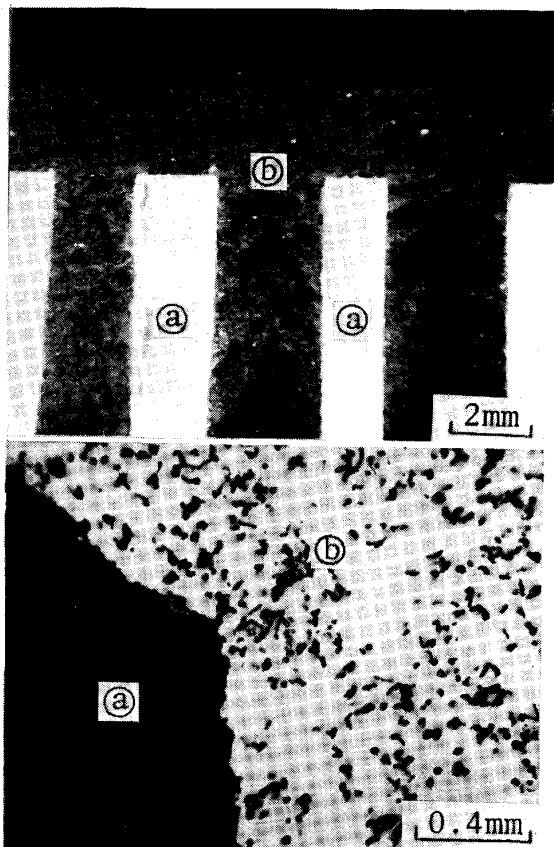


Fig. 2. Effect of filtration for each kind of steel.



Ⓐ Filter, Ⓑ Alumina cluster

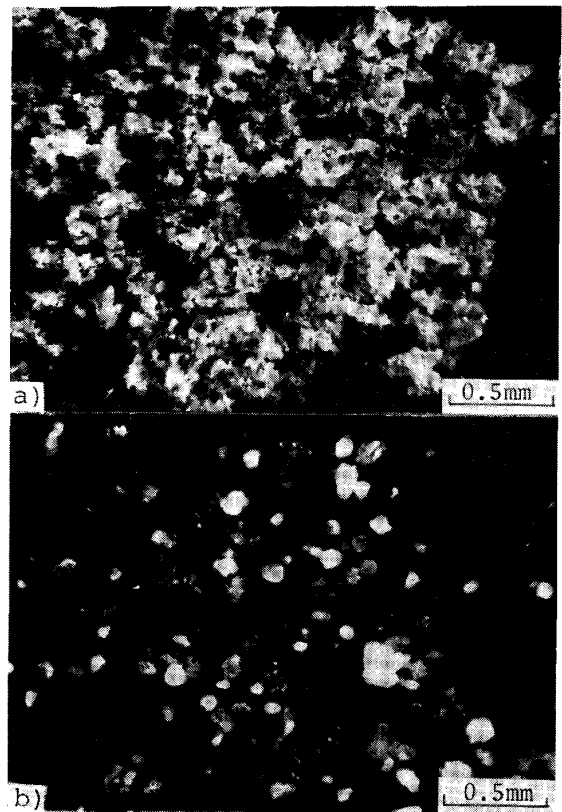
Photo. 1. Microstructure of the filter after filtration. (Si-Al killed steel)

### 3.2 フィルターの効果

#### 3.2.1 フィルター効果におよぼす鋼種の影響

2 mm φ ~ 5 mm φ の孔径のフィルターを用い、Si キルド、Si-Al キルド、Al キルドおよび Al-Ca キルド鋼を対象にしてフィルター効果を調べた。結果を Fig. 2 に示す。Si キルド鋼ではフィルター詰まりは生ぜず、タンデッシュに注入した溶鋼がすべてフィルターを通過するが、通過前後での Total O の減少は見られない。他の 3 鋼種ではフィルター通過後に Total O はほぼ半

減している。ただし、図中のデータはブランク値の補正がなされていない。Total O の減少率としては 30~60% 程度であり、またフィルター孔径の小さい場合にはフィルター詰まりが生じ、必ずしも溶鋼全量がフィルターを通過していない。フィルターでの介在物除去状況を確認するため、溶鋼が充填されているフィルター部を切り出して調べた。Photo. 1 に示すようにフィルターの孔壁および、上面には介在物が堆積しており、溶鋼の通過を妨げている。堆積介在物は EPMA によればアルミナであり、10% 硝酸-アルコールで強腐食したところアルミナクラスターがからみあつて成長していた (Photo. 5)。フィルターによつて Total O が半減している 3 鋼種を対象にフィルター通過前後の介在物の変化を清浄度測定とスライム法で調べた。スライム法で抽出した代表的な介在物の写真を Photo. 2 に、また、これらの介在物の個数の変化と清浄度測定結果を Table 3 に示す。フィルター通過後にはアルミナクラスターが 1/10~1/100 と大幅に減少しており、Total O の減少の主体がアルミナの除去にあることがわかる。ただし、一部のヒートでは塊状、球状の介在物が増加した結果となつているが、これは Photo. 2 に示されるようにフィルター通過前にはアルミナクラスターが多数存在するのでその他の



a) Before filtration, b) After filtration

Photo. 2. Morphology of inclusions extracted by the slime method. (Si-Al killed steel)

Table 3. Results of filtration.

Steel type	Total O (ppm)	Cleanness (%)	Number of inclusions extracted by slime method (/10 kg)			
			Alumina cluster	Lump	Globule	Total number
Si-Al killed	80	0.079	111 000	2 900	0	113 900
	40	0.054	770	2 362	64	3 196
Al killed	59	0.058	24 440	50	0	24 490
	30	0.042	94	785	356	1 236
Al-Ca killed	81	0.042	10 489	43	43	10 574
	32	0.021	1 604	229	104	1 937

Before filtration  
After filtration

介在物を正確に測定することがむずかしく、測定誤差も考えられる。

### 3.2.2 フィルター形状および流速の影響

Si-Al キルド鋼を対象に介在物除去率におよぼすフィルター形状、流速の影響を孔径、厚さ、流速を変えて調べた。Si-Al キルド鋼を選んだ理由は小型溶解炉では低炭 Al フルキルド鋼の成分調整がむずかしいことと、著者らの実験結果ではフィルター効果に対して Al キルド鋼とほとんど差がなかったためである。

フィルター孔径を 2 mm から 20 mm まで変化させたが、できる限り流速を一定とするため孔総面積が一定と

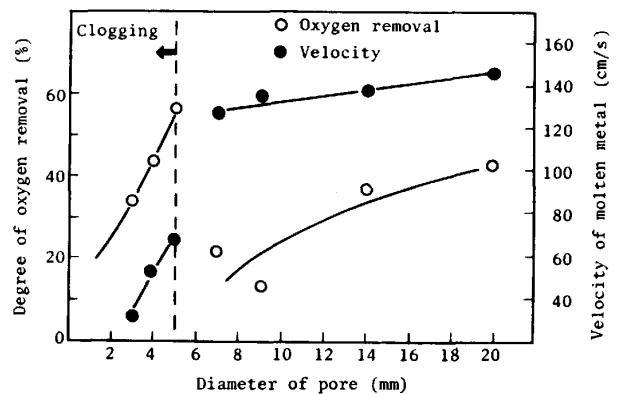
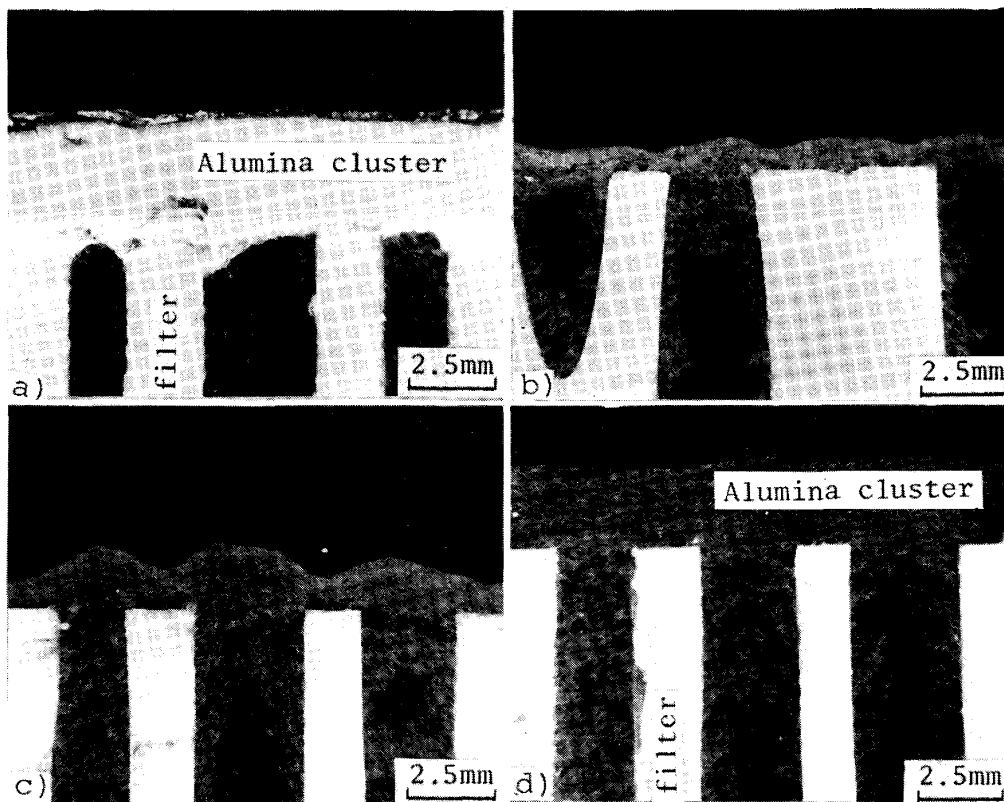


Fig. 3. Influence of pore diameter and filtration.



Velocity and degree of oxygen removal  
a) 18 cm/s 76%, b) 21 cm/s 48%  
c) 33 cm/s 21%, d) 59 cm/s 60%

Photo. 3. Influence of velocity of molten metal on the filtration.

なるように孔個数を選んだ。結果を Fig. 3 に示す。図中には参考のため平均流速の値も併記している。2 mm φ では鑄込不可能であり、5 mm φ 以下ではフィルター詰まりが発生している。フィルター詰まりした方が除去率は高いが、フィルター孔上を覆うアルミナの成長のためか、詰まりのないヒートに比べ著しく流速が低下している。フィルター詰まりのある場合もない場合もそのおのこの範囲では孔径の大きい方が流速が大きく、除去率も高くなる傾向にある。次にフィルター通過流速を変え実験を行った。孔径 3 mm φ、厚さ 10 mm のフィルターをセットし、フィルターの直下のノズル径を12 mm φ まで絞って流速を変えた。結果を Photo. 3 に示す。実

験はいずれもフィルター詰まりを生じており、流速は通過溶鋼体積を通過時間とフィルター孔総面積で割った値で示している。アルミナの付着形態の異なる流速 18cm/s 以外は流速の増加により介在物除去率は増大しており、またフィルター上面のクラスター厚さも厚くなっている。

一方、介在物除去率に占めるフィルター孔壁の役割を明らかにするためにフィルター厚さを 10 mm から 50 mm まで変化させた。結果はフィルター厚さを厚くするほど通過溶鋼量が少なく、フィルターへのアルミナの付着がフィルター上面でのみ生じ、孔内部の厚さ方向にはあまり見られなかった (Photo. 4)。従って Total O の減少量も少なく、厚みを厚くした効果は全くなかった。

### 3.3 フィルター部のミクロ調査

フィルターへの介在物の付着機構を明らかにするために実験後の介在物が付着したフィルターを調べた。付着形態を分類すると Photo. 5 のごとく次の3種類となる。

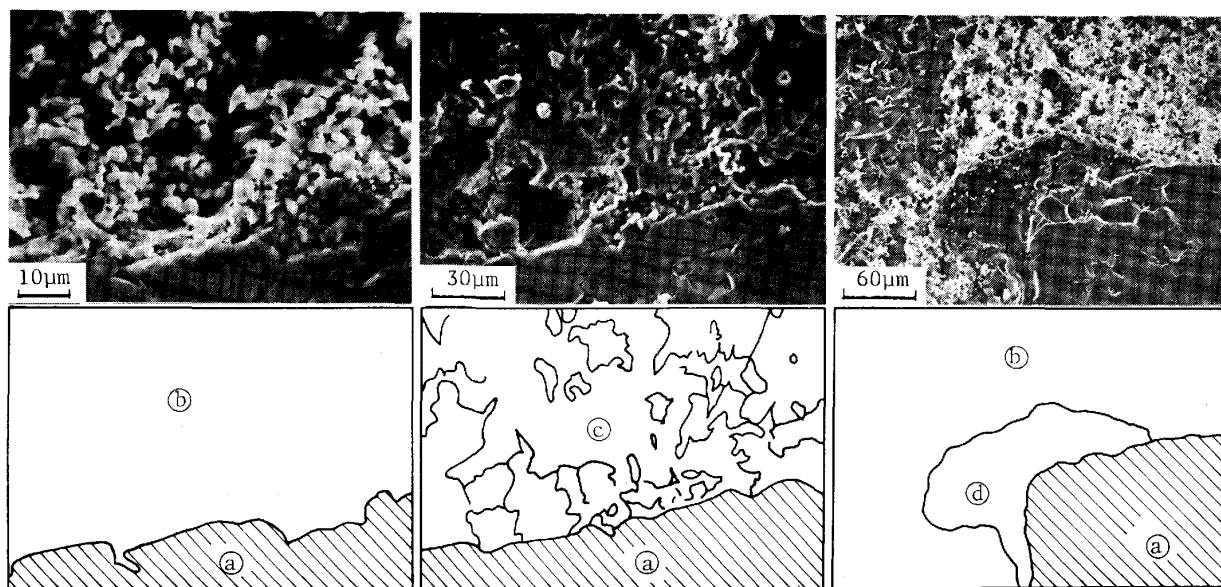
(a) アルミナクラスターが集積し、隆起状に付着している。



Photo. 4. Influence of filter thickness on the filtration. (Filter thickness 30 mm)

Table 4. Chemical composition of adherent material to filter by EPMA.

Steel	Chemical composition
Si-Al killed	Al-Mn-(Si)-(Ca)-O, Fe-O
Al killed	Al-Fe-(Ca)-(Mn)-O
Al-Ca killed	Al-Si-Mn-Ca-O, Al-Mn-(Si)-(Ca)-O, Fe-O



Ⓐ Filter, Ⓑ Alumina cluster, Ⓒ Fused alumina cluster, Ⓓ Adherent material

Photo. 5. SEM observations of inclusion adherent to filter.

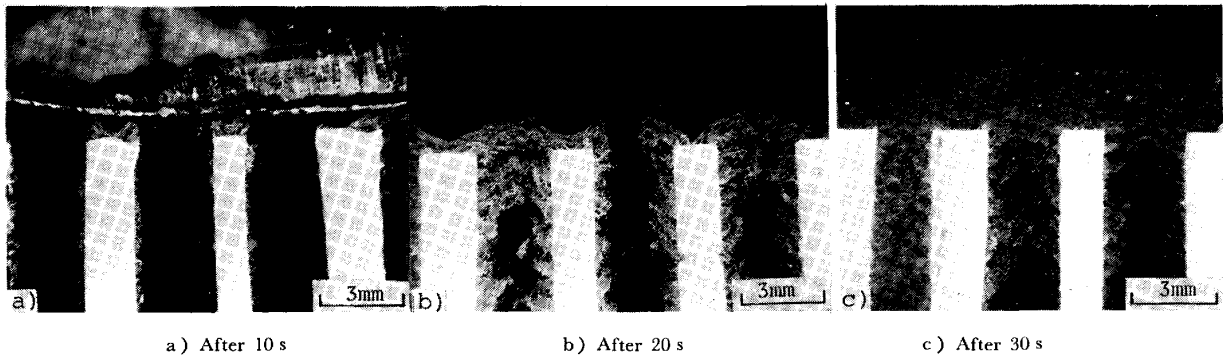


Photo. 6. Growth of inclusion adherent to filter during filtration.

(b) 半熔融状のアルミナクラスターが付着している。

(c) 溶融物がフィルターに付着し、それらにアルミナクラスターが更に付着している。

次に介在物付着部の組成を調査するため付着界面の組成を EPMA で同定した。フィルターとメタルは鑄込完了後にはメタルの収縮で分離しやすく、付着界面を決定することはむずかしいが調査界面にはアルミナ以外に一部 Table 4 に示すように Al-Mn-O が検出されている。

一方、付着介在物の成長状況を調べるために Si-Al キルド鋼を 3 mm φ の孔のフィルターに鑄込んでいる途中でストッパーを閉じ、フィルター部にメタルを残存させた。実験は 3 ヒート行い、鑄込開始後、おのこの 10, 20, 30 s で鑄込みを中止した。このフィルター部のマイクロ写真が Photo. 6 である。アルミナクラスターがフィルター上面の孔コーナー近傍からしだいに成長し、フィルター上面と孔壁部を覆う状況が明瞭に観察される。

#### 4. 検 討

粒状介在物のベッドからなるフィルターを用いた APÉLIAN らは<sup>10)11)</sup> 介在物の除去機構として、30 μm 以上の介在物は通過を阻止され、それより小さな介在物は耐火物の界面に拡散、衝突、重力ないし表面張力により捕捉されることを提案している。従つて、溶湯流速を増加させることにより介在物がフィルター界面近傍で慣性力により流れから飛び出す機会が増加し、介在物捕捉能力が増大すると述べている。ただし、この場合、介在物がフィルターベッド内に滞留する時間が短くなり捕捉される機会が減少するので介在物の除去率を増すためにはフィルターベッドを長くすることが必要であるとしている。

一方、APÉLIAN らの実験条件とはフィルター形状が大きく異なり、流速が一桁以上も大きい著者らの実験で

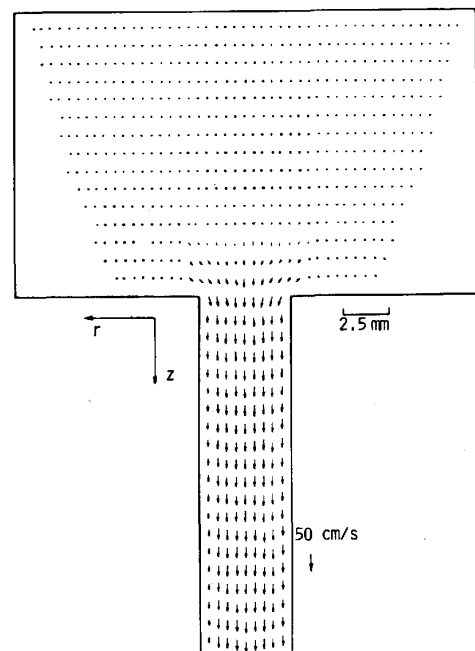
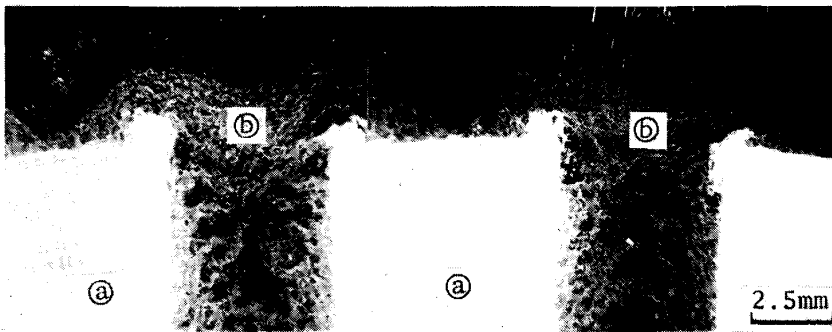


Fig. 4. Computed velocity profiles. (Arrows denote direction of velocity vector.)

はフィルター厚さを厚くしても介在物の除去率は増加していない。この理由はフィルター孔壁の厚さ方向への介在物の付着があまり見られず、付着がフィルター上面および孔上部に集中していたためである。Photo. 6 に示すように介在物の付着は孔コーナー部から始まり、フィルター上面、フィルター孔内へ成長するがフィルター孔上にある厚さ介在物が覆った時点で溶鋼の通過が妨げられてしまう。従つて、フィルター詰まりした実験では結果的には付着場所が充填されるまでの挙動を調べていることになる。

介在物の動きは溶鋼中では浮力と溶鋼の流速に支配されるが流速が浮力による上昇速度に比べて極端に大きい時は流速が支配的となる。そこでフィルター孔周囲の流速分布を推定してみる。計算を簡単にするため Fig. 4 に示すようにフィルター孔は 1 コとして円筒座標とし



㊤ Filter, ㊦ Alumina cluster  
 Photo. 7. Adherent condition of inclusion to filter. (Si-Al killed, Mulite filter, pore dia.=5mm  $\phi$ , pitch=12 mm)

た。基本方程式は連続の式と運動方程式であり、簡単のため層流の場合について解いた<sup>13)14)</sup>。フィルター内の平均通過流速を実験結果より仮定し、これに見合う様な流速分布を Fig. 4 の上端で与えて境界条件とした。また、管壁では流速を零とした。ただし、実験範囲でのレイノルズ数は 2000~30000 であつた。計算結果を Fig. 4 に示す。管壁コーナー部の滞留域の存在と孔コーナー部の流れの変化、流速の急激な上昇が観察される。この流れの変化する場所が Photo. 6 に示すように介在物の付着が始まる場所とよく一致しており、また、Photo. 6 (b) のフィルター孔間の中央部の介在物の付着が遅れる場所が Fig. 4 の管壁コーナー部の流れのない場所に相当すると考えられる。フィルター孔間隔を 12mm に広げた実験では Photo. 7 に示すように介在物の付着のない部分が更に明瞭になつている。従つて著者らの実験においても、フィルター形状および流速が大きく異なつてはいるが APELIAN らの唱えるように流れの変化するフィルター界面において流れから介在物が飛び出し、フィルターに付着する機構が最も支配的なものと考えられる。

### 5. 結 言

小径多孔の耐火物フィルターを溶鋼に適用し、介在物の付着分離におよぼす脱酸方法、フィルター形状の影響を調べた。その結果、以下に示す項目が明らかとなつた。

1) フィルターに付着する介在物はアルミナであり、従つて、Al 脱酸した鋼の介在物低減には有効である。特にアルミナクラスターの低減には顕著な効果が見られた。

2) 介在物は流れの変化するフィルター孔コーナー部から付着しはじめ、フィルター上面と孔内部を覆う形で成長し、付着介在物層がある厚さ以上となると溶鋼がフィルターを通過できなくなる。

3) 上述の理由から、フィルター厚さを厚くしても介在物の除去率は向上しない。

終わりに本研究の遂行にあたり、終始有益な御指導、御教示を賜つた住友金属工業(株)、常務取締役、中央技術研究所長 西岡邦夫博士、本社チタン事業センター長 梅田洋一氏、ならびに中央技術研究所副所長、行俊照夫博士に厚く感謝致します。

### 文 献

- 1) 松藤和雄, 下村隆良, 小林英男, 黒河照夫, 宮原忍: 日本鋼管技報 (1982) 92, p. 27
- 2) 峰 公雄, 松野淳一, 角山浩三, 原田俊一, 佐藤周三, 中島 力, 佐々木寿毅, 片岡罔彦: 川崎製鉄技報, 11 (1979), p. 621
- 3) 植田嗣治, 丸川雄浄, 豊田 守: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 943
- 4) 大西正之, 岩永侑輔, 日和佐章一, 加藤安功, 大岡秀志: 鉄と鋼, 69 (1983), S211
- 5) 駒村宏一, 久々湊英雄, 小嶋英明, 越川隆雄, 上杉浩之, 児玉正範, 吉井 裕, 垣生泰弘, 江見俊彦: 鉄と鋼, 67 (1981), A133
- 6) 山村 稔, 内田繁孝, 田口喜代美, 宮原 忍, 菅原功夫: 鉄と鋼, 67 (1981), A137
- 7) 小林隆衛, 川崎守夫, 豊田 守, 渡部忠男, 中島敬治: 鉄と鋼, 67 (1981), A141
- 8) L. C. BLAYDEN and K. J. BRONDYKE: Light Metals (1973), p. 493[AIME]
- 9) R. MUTHARASON, D. APELIAN and C. ROMANOWSKI: J. Met., 33 (1981) 12, p. 12
- 10) D. APELIAN and R. MUTHARASON: J. Met., 32 (1980) 9, p. 14
- 11) D. APELIAN: Japan-U. S. Cooperative Science Program Seminar on Solidification Processing, Massachusetts (1983)
- 12) W. H. SUTTON: Proc. 7th ICVM (1982), p. 916
- 13) J. Szekely, 浅井滋生: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 2012
- 14) A. D. GOSMAN, W. M. PUN, A. K. RUNCAL, D. B. SPALDING and M. WOLFSTEIN: Heat and Mass Transfer in Recirculating Flows (1969), p. 231 [Academic Press, London and New York]