

© 1988 ISIJ

 ///////////////  
 論 文  
 ///////////////

# 鉄基高合金 A 286 の逆 V 偏析と脆化相の生成条件

 桜井 隆\*・山田人久\*・北村和夫\*<sup>2</sup>・竹之内朋夫\*<sup>3</sup>

## Conditions for the Formation of "A" Segregation and Precipitating Phases in iron-base superalloy A 286

Takashi SAKURAI, Hitohisa YAMADA, Kazuo KITAMURA and Tomoo TAKENOUCI

### Synopsis:

Iron-base superalloy A286 has been increasingly used for such application as components for power industry because of its high strength at high temperatures. In the ingot of this material, however, heterogeneities such as "A" segregation and Laves phase are easily formed to deteriorate the properties of the products.

In this study, therefore, an ESR ingot 1 000 mm in diameter was produced and examined in search for measures to reduce these heterogeneities. By being based on the result, laboratory experiments were carried out reproducing "A" segregation in a small ingot. The result revealed that lowering Si and Ti contents and making liquid pool angle smaller, which corresponded to shallow liquid pool in actual ESR ingot, were favorable for reducing "A" segregation. From another series of experiments it was made clear that lowering Si and Ti contents was also favorable for reducing Laves phase which tended to appear in micro-segregated interdendrite.

**Key words:** superalloy; solidification; A286; segregation; Laves phase; electroslag remelting.

## 1. 緒 言

エネルギー産業や化学産業などに使用される鉄鋼材料は使用条件がますます苛酷化しているため、しだいに高合金化の方向に変化している。例えば火力や原子力発電では発電効率向上の点から従来よりも高温で、また超電導発電では極低温で使用され、これまでの低合金鋼では使用に耐えられず、Fe 基あるいは Ni 基の高合金(鋼)が必要となる。

これらの高合金(鋼)は高強度化のために Ti や Al を多量に含有する場合が多く<sup>1,2)</sup>、大型鋼塊になると逆 V 偏析や脆化相が凝固中に生成して製造時に割れの原因になったり、最終製品の品質に悪影響を及ぼすことが予想される。しかしながら、大型高合金鋼の凝固特性に関する研究はこれまでにほとんど行われていない。そこ

で、鉄基高合金鋼 A 286 の実用 ESR 鋼塊の内部性状を調査して問題点を把握するとともに、逆 V 偏析や脆化相を低減するための ESR 時の凝固条件および化学成分のうち Si と Ti の影響を実験室的に検討した。

## 2. 実用 ESR 鋼塊の内部性状調査

### 2.1 鋼塊の製造条件と調査要領

調査に供した鋼塊は、VOD により溶製した Table 1 に示す組成の 520 mmφ の電極を ESR した約 6 t の 1 000 mmφ 鋼塊である。本 A 286 鋼は多量の Ti を含有しており、ESR 中の含有量の低下を防止するために 10 % の TiO<sub>2</sub> を含むスラグにより ESR を行つた。

鋼塊は縦断および横断して塩化第二銅アンモニウム飽和水溶液により腐食するとともに、縦断面の縦および横方向から小試料を採取して、化学成分の分析、ミクロ組

Table 1. Chemical composition of A286 ESR electrode.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Al	Ti	B	N
0.014	0.56	1.15	0.020	0.018	25.04	14.52	1.40	0.24	0.34	2.49	0.0032	0.0046

昭和 58 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 63 年 2 月 24 日受付 (Received Feb. 24, 1988)

\* (株)日本製鋼所 室蘭研究所 (Muroran Research Center, The Japan Steel Works Ltd., 4 Chatsumachi Muroran 051)

\*<sup>2</sup> (株)日本製鋼所 開発技術本部 (Research & Development Division, The Japan Steel Works Ltd.)

\*<sup>3</sup> (株)日本製鋼所 室蘭研究所 工博 (Muroran Research Center, The Japan Steel Works Ltd.)

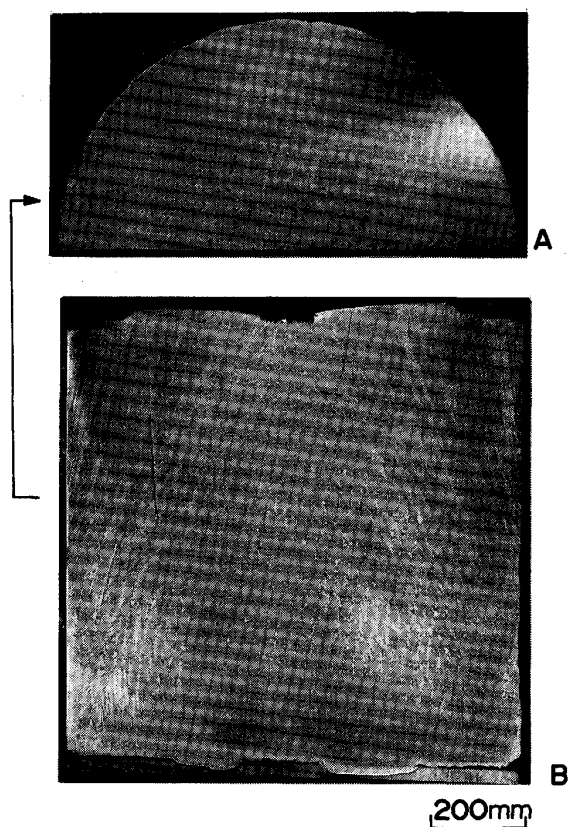
織の観察、析出相の同定と量の測定、およびデンドライトアーム間隔の測定を行った。

2.2 調査結果

鋼塊縦断面および横断面の腐食組織を Photo. 1 に示す。縦断面にはストリーク状の逆 V 偏析が発生しており、その発生領域は横断面で表層から約 100~340 mm

の範囲である。一方、鋼塊内の各元素の偏析は小さく、ほぼ均一に分布している。また、ESR 前後の Ti の歩留りは約 92 % と高い値が得られた。なお、鋼塊の酸素量は 10~15 ppm と低かつた。

次に、マイクロ組織の観察結果の一部を Photo. 2 に示す。このように、デンドライト間隙には析出相が生成しており、特に逆 V 偏析内では網目状に多く見られる。また、析出相は鋼塊の中心ほど、また頭部に近いほど多く発生しており、凝固条件の影響が大きいことがわかる。



A : Transverse section  
B : Longitudinal section

Photo. 1. Macrostructure of 1000 mm $\phi$  ESR ingot.

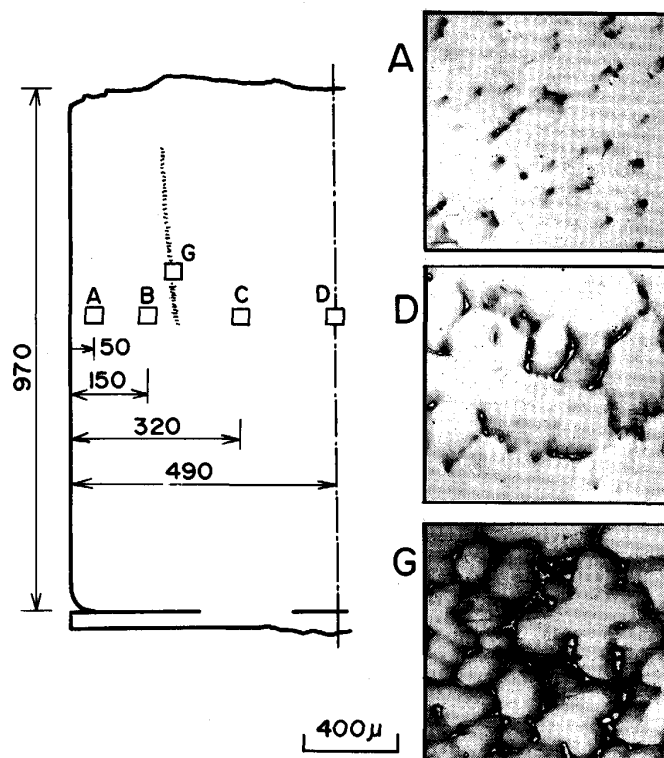


Photo. 2. Microstructure of 1000 mm $\phi$  ESR ingot.

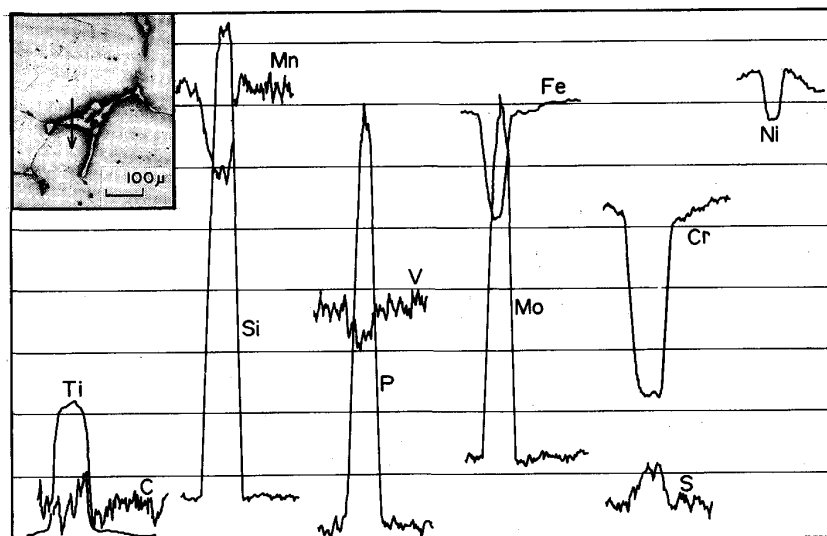


Fig. 1. Result of EPMA line analysis on precipitates.

この析出相の組成を調べるため、EPMA による同定を行つた結果を Fig. 1 に示す。図から、析出相ではマトリックスと比較して Ti, Si, P, Mo が濃化し、Mn, V, Cr, Fe, Ni が減少していることがわかる。また、析出相を電解抽出して行つた X 線回折の結果から、析出相は Ti, Mo を A 元素、Fe, Cr, Mn, Si, P を B 元素とする AB<sub>2</sub> 型化合物であることがわかつた。この析出相は後述するように Laves 相と呼ばれる脆化相であり、網目状に存在すると熱間加工時の割れの原因となるため、極力低減する必要がある。

次に、採取した小試料についてデンドライト 2 次アーム間隔 S<sub>II</sub> を測定した結果を Fig. 2 に示す。これより、S<sub>II</sub> は冷却速度が小さい鋼塊内部ほど粗くなつていくことがわかる。なお、図中の縦軸には後述する一方向凝固鋼塊で得られた S<sub>II</sub> と平均冷却速度  $\bar{\epsilon}$  の関係から求めた  $\bar{\epsilon}$  を示した。

2.3 実用鋼塊の凝固時の問題点

以上の調査結果から、実用大型 A 286 鋼塊では冷却速度および凝固速度の小さい内部に逆 V 偏析と脆化相が生成することがわかつた。これらは熱間加工性を害するばかりではなく、製品の靱性等を劣化させるので大きな問題である。

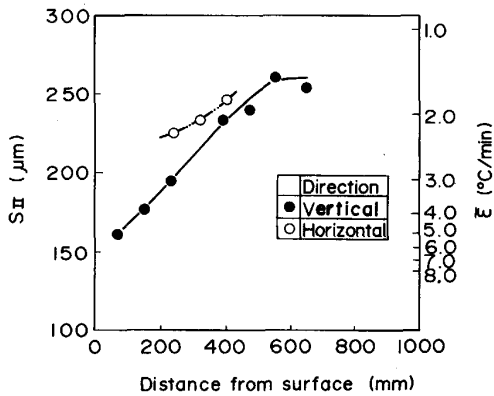


Fig. 2. Result of the measurement of secondary dendrite arm spacing in 1 000 mmφ ESR ingot.

3. 逆 V 偏析と析出相の生成条件に関する実験

A 286 鋼塊は、内部性状を改善するために ESR などの 2 次溶解法により製造される場合が多く、逆 V 偏析の生成は特に溶鋼のプール形状に影響されると考えられる。そこで逆 V 偏析についてはプール形状をシュミレートする試験を行つた。一方、逆 V 偏析と Laves 相の生成は合金の構成元素の影響を受けるので、ここでは Laves 相の主要な構成元素であり逆 V 偏析の生成にも大きな影響を及ぼすと思われる Si と Ti について実験を行つた。

3.1 実験方法

逆 V 偏析の生成に関する試験は既報<sup>3)</sup>の横型一方向凝固炉を用いて行つたが、ESR のプール形状をシュミレートするために、Fig. 3 に示すように冷却体の角度  $\theta$  を 30~90°C の範囲で変化させた。実験は高周波炉により大気溶解した約 14 kg の溶鋼を 1 420°C に保持した 60 mm t × 170 mm w × 235 mm h のアルミナ製するつばに鑄込み、冷却体に 50~200 NI/min の流速で空気を流して冷却体に垂直方向に一方向凝固させた。実験中は冷却体と

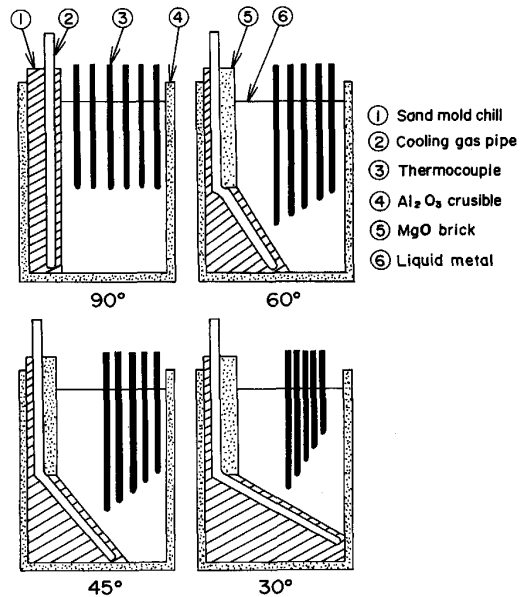


Fig. 3. Arrangements for unidirectional solidification experiments.

Table 2. Experimental conditions and ladle analyses of unidirectionally solidified ingots.

	Angle $\theta$	Flow rate	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Al	Ti	B	N
A	90	130	0.011	0.49	1.21	0.020	0.008	24.81	14.10	1.32	0.25	0.195	2.51	0.0024	0.0052
B	90	200	0.018	0.56	1.20	0.015	0.005	25.13	14.61	1.42	0.24	0.178	1.87	—	0.0105
C	90	200	0.008	0.18	1.19	0.019	0.008	25.07	14.28	1.36	0.25	0.155	2.16	0.0024	0.0061
D	90	200	0.012	0.03	1.15	0.015	0.006	24.92	14.29	1.41	0.25	0.180	2.25	0.0022	0.0061
E	90	80	<0.003	0.05	1.22	0.019	0.004	24.81	13.98	1.36	0.25	0.232	2.44	—	0.0077
F	60	100	0.009	0.56	1.25	0.019	0.007	25.12	14.22	1.40	0.26	0.23	2.42	—	0.0185
G	60	50	0.012	0.05	1.27	0.020	0.005	26.18	14.54	1.46	0.26	0.24	2.48	—	0.0051
H	45	100	0.006	0.55	1.34	0.021	0.006	25.03	14.18	1.38	0.25	0.24	2.44	—	0.0184
I	45	50	0.009	0.08	1.22	0.020	0.008	24.92	13.86	1.38	0.25	0.16	2.32	—	0.0083
J	30	60	0.005	0.53	1.20	0.021	0.004	25.05	14.21	1.40	0.25	0.196	2.28	—	0.0067

直角方向にセットした数本の熱電対により測温を行い、各位置の凝固条件を計算した。実験条件と鋼塊の化学成分を Table 2 に示す。なお、本鋼種の液相線温度  $T_L$  と固相線温度  $T_S$  は組成により若干変化するが、示差熱分析の結果からそれぞれ  $1390^{\circ}\text{C}$  と  $1293^{\circ}\text{C}$  とした。得られた鋼塊は切断して塩化第二銅アンモニウム飽和水溶液に塩酸とアルコールを加えた溶液により腐食して逆 V 偏析を現出させた。なお、鋼塊のうち  $\theta=90^{\circ}$  の A, C および D 鋼塊についてデンドライトの 1 次および 2 次アーム間隔  $S_I, S_{II}$  ならびに Laves 相の面積率を測定した。

一方、Laves 相の生成量に及ぼす Si 量と Ti 量の影響を調べるため、Si と Ti の含有量を変えた 12 チャージの溶鋼 4.5 kg を  $1450^{\circ}\text{C}$  に保持した  $60\text{mm}\phi \times 225\text{mmh}$  のるつばに鑄込み、約  $0.8^{\circ}\text{C}/\text{min}$  の速度で  $600^{\circ}\text{C}$  まで冷却後空冷した。得られた鋼塊は高さ方向の中心で横断し、王水アルコールで腐食して Laves 相の面積率を測定した。

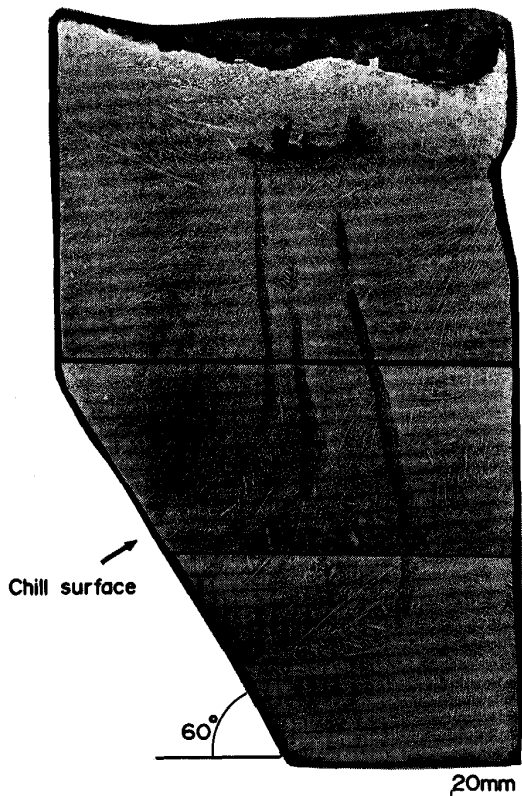


Photo. 3. "A" segregation produced in ingot G.

また、Laves 相の生成はデンドライト樹間での元素の濃化と強い相関があるので、マイクロ偏析指数  $I_S$  を測定した。測定試料は SiC 抵抗炉により  $17\text{mm}\phi$  のアルミナるつば中で Table 3 に示す組成の母材 100 g を溶解し、 $1450^{\circ}\text{C}$  に 30 min 保持したのち固相線温度である  $1293^{\circ}\text{C}$  まで  $0.5\sim 7.0^{\circ}\text{C}/\text{min}$  の速度で冷却のち急冷した。各元素の  $I_S$  は得られた試料を EPMA により線分析し、最大値と最小値の比から求めた。

3.2 実験結果

3.2.1 逆 V 偏析の生成状況

一方向凝固により再現した逆 V 偏析のうち、 $\theta=60^{\circ}$  の G 鋼塊に現れたものを Photo. 3 に示す。このように、冷却面から 40 mm の位置から 3 本の逆 V 偏析が発生している。なお、横断面の腐食組織からこれらは冷却体に最も近い位置のものであることを確認している。

これまでに行つた  $\theta=90^{\circ}$  での研究結果から、逆 V 偏析の生成臨界条件は (1) 式で表されることが知られている<sup>3)</sup>。

$$\epsilon \cdot R^{1.1} \leq \alpha \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 $\epsilon$  および  $R$  は固相率が 0.3 の凝固前面における冷却速度 ( $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) および凝固速度 ( $\text{mm}/\text{min}$ ) であり、 $\alpha$  は溶鋼組成に依存する定数である。そこで、各鋼塊について腐食組織と測温結果から逆 V 偏析の生成し

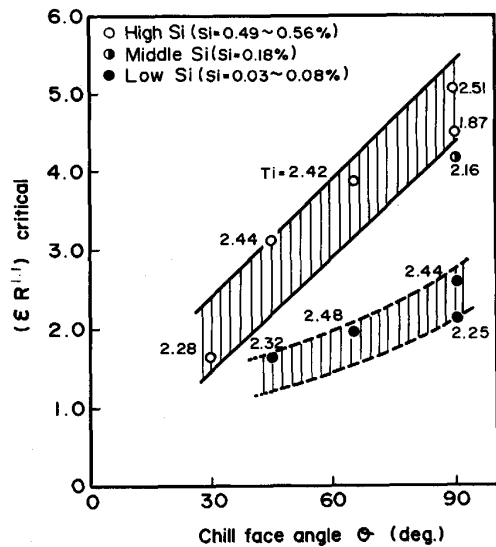


Fig. 4. Effect of chill face angle  $\theta$  on the formation of "A" segregation.

Table 3. Chemical composition of 100g specimens used for the measurement of microsegregation.

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Al	Ti	B	N
Low-Si specimen	<0.003	0.02	1.20	0.019	0.003	26.00	14.24	1.47	0.24	0.24	2.37	—	—
High-Si specimen	<0.003	0.50	1.23	0.018	0.003	25.09	13.93	1.48	0.24	0.27	2.30	—	—

始める臨界の  $\varepsilon \cdot R^{1.1}$  値を求めた。この結果を溶鋼プールの傾き角  $\theta$  との関係において Fig. 4 に示す。このように、 $\theta$  が小さいと、すなわち ESR では溶鋼プールが浅いと逆 V 偏析が生成しにくくなることがわかる。また、化学成分に着目すると逆 V 偏析は Si 量の低下により生成しにくくなり、Ti 量の低下によつてもやや生成しにくくなる。

### 3.2.2 Laves 相の生成状況

一方向凝固鋼塊のうち  $\theta=90^\circ$  の A, C および D 鋼塊の各位置における Laves 相の面積率を学振法第 3 法で測定した結果を平均冷却速度  $\bar{\varepsilon}$  との関係で Fig. 5 に示す。実用 ESR 鋼塊の場合と同様に  $\bar{\varepsilon}$  が小さくなると面積率が增加する傾向にある。また、Si 量の影響も顕著であり、Si=0.03% の場合には  $\bar{\varepsilon}$  が小さくても全く生成していない。

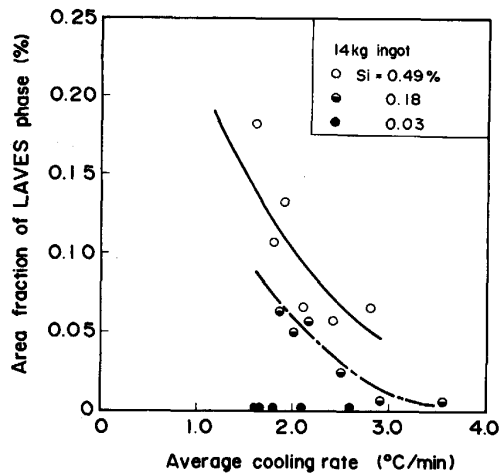


Fig. 5. Area fraction of Laves phase as a function of average cooling rate and Si content.

次に、Si 量と Ti 量を変えて  $0.8^\circ\text{C}/\text{min}$  で冷却した 4.5 kg 鋳塊にみられた Laves 相の面積率を Fig. 6 に示す。このように、面積率は Ti 量の低下とともに減少するが、Si 量が高い場合には皆無にはならない。一方、Si 量が 0.03% と低い場合には Ti が 2.4% 以下の領域で全く生成していない。

### 3.2.3 ミクロ偏析部の濃化状況

$1450^\circ\text{C}$  の液体状態から  $1293^\circ\text{C}$  の固相線温度まで  $0.5\sim 7.0^\circ\text{C}/\text{min}$  の速度で冷却した試料のミクロ偏析指数  $I_S$  の測定結果を Fig. 7 に示す。各元素についてみると  $I_S(\text{Fe})$ ,  $I_S(\text{Cr})$  および  $I_S(\text{Al})$  が 1 以下、その他は 1 以上であり、特に  $I_S(\text{P})$  と  $I_S(\text{Ti})$  が著しく大きな値になっている。このようにデンドライト樹間には Laves 相の主要な構成元素が濃化している。一方、 $I_S$

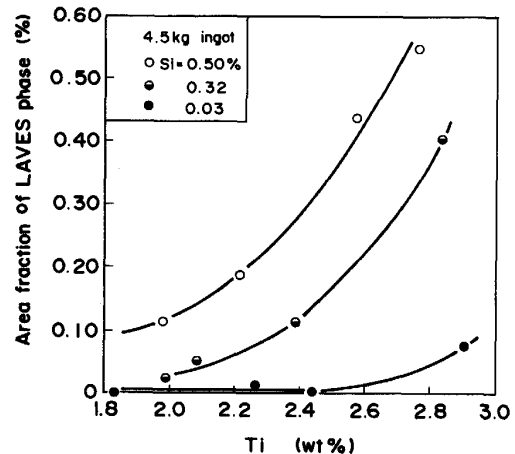
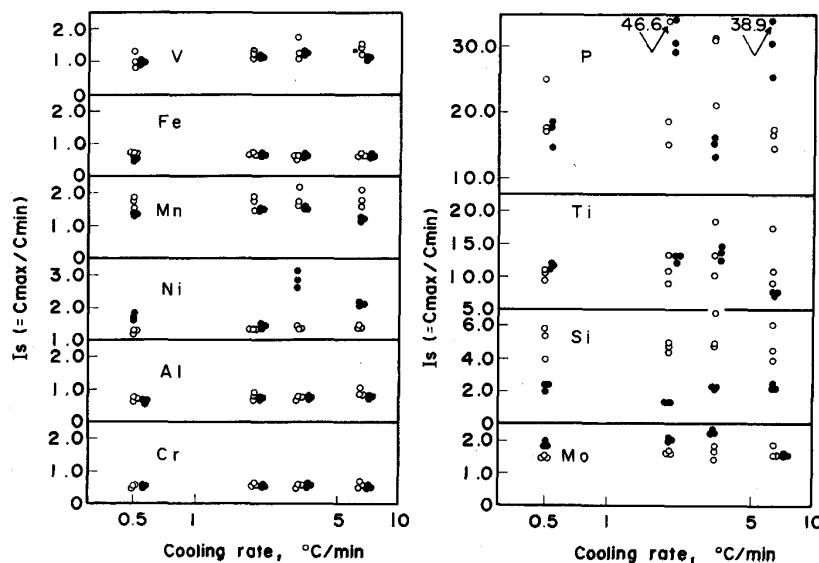


Fig. 6. Area fraction of Laves phase as a function of Ti and Si contents.



○: High Si ●: Low Si  
Fig. 7. Microsegregation index as a function of cooling rate and Si content.

に及ぼす冷却速度の影響は本冷却速度の範囲では認められず、また  $I_S$  に及ぼす Si 量の影響も高 Si 材の  $I_S$  (Si) が低 Si 材の 2~3 倍になる以外は顕著ではない。

### 3.3 考察

以上のように、A 286 鋼には逆 V 偏析および Laves 相が生成し、これらは凝固条件や化学組成に影響されることがわかった。そこで、これらの現象について以下に検討を行う。

#### 3.3.1 逆 V 偏析の生成条件

Fig. 4 に示したように、逆 V 偏析生成の臨界  $\varepsilon \cdot R^{1.1}$  値は低合金鋼の場合と同様<sup>4)</sup>、Si 量の減少により低下して偏析が生成しにくくなることがわかった。一般に、逆 V 偏析は  $f_S=0.3 \sim 0.35$  の凝固前面に沿って浮上する濃化溶鋼が横方向に発達する凝固層に捕捉されて生成すると考えられており<sup>35)</sup>、デンドライト組織が粗いほど<sup>6)</sup>、また濃化溶鋼の密度が小さいほど<sup>7)</sup> 生成が助長されると考えられる。

デンドライトの粗さに及ぼす Si 量の影響を調べるために  $\theta=90^\circ$  の鋼塊 A, C および D について  $S_{II}$  を測定し、 $\bar{\varepsilon}$  に対して Fig. 8 に示す。このように、 $S_{II}$  は Si 量の減少により小さくなり、逆 V 偏析の低減に効果的なことが確認された。なお、鋼塊 A と C で Si 量が異なっても  $S_{II}$  に差がないのは Ti 量はかなり異なるためと推定される。なお、 $S_I$  についても  $S_{II}$  と同様の傾向が認められた。一方、濃化溶鋼の密度の影響を調べるために、 $f_S=0.3$  における各元素の濃度増加量  $\Delta C_L^i$  を拡散の速い炭素については (2) 式の平衡凝固式、拡散の遅い他の元素については固体内の拡散を無視した (3) 式の SCHEIL の式<sup>8)</sup> から計算し、この  $\Delta C_L^i$  と既報の  $\eta_i$  値<sup>9)</sup> を (4) 式<sup>9)</sup> に代入して  $f_S=0$  と  $f_S=0.3$  の溶鋼の密度差  $\Delta\rho$  (g/cm<sup>3</sup>) を求めた。

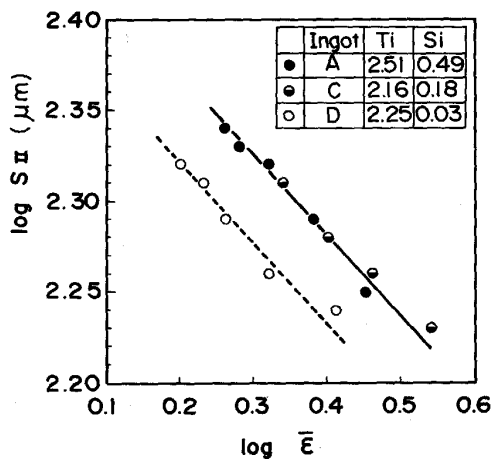


Fig. 8. Relation between secondary dendrite arm spacing and cooling rate for ingots A, C and D.

$$C_L = C_0 / \{1 - (1 - k_0) f_S\} \dots\dots\dots (2)$$

$$C_L = C_0 (1 - f_S)^{k_0 - 1} \dots\dots\dots (3)$$

$$\Delta\rho = \sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial\rho}{\partial T} \cdot \frac{\partial T_L}{\partial C_L^i} + \frac{\partial\rho}{\partial C_L^i} \right) \Delta C_L^i$$

$$= \sum_{i=1}^n \eta_i \Delta C_L^i \dots\dots\dots (4)$$

ここで、 $C_L^i$  はデンドライト樹間の溶質濃度、 $C_0$  は初期濃度、 $k_0$  は平衡分配係数、 $i$  は各元素、 $T$  は温度、 $T_L$  は液相線温度である。なお、 $\eta_{Ti}$  についてはデータがないので便宜的に純 Ti の比重 4.11 g/cm<sup>3</sup> と純鉄の比重 7.2 g/cm<sup>3</sup> から比例的に  $\partial\rho/\partial C_L^i$  を求めて得られた -0.020 を使用した。また、各元素の  $k_0$  は  $\gamma$  凝固の場合の値を使用した。こうして得られた  $\Delta\rho$  と臨界の  $\varepsilon \cdot R^{1.1}$  値の関係を Fig. 9 に示す。図より、臨界  $\varepsilon \cdot R^{1.1}$  値は  $\Delta\rho$  の減少とともに低下し、 $\Delta\rho$  の小さい低 Si 鋼塊では逆 V 偏析が生成しにくいことがわかる。

以上より、逆 V 偏析の生成はデンドライトの粗さと

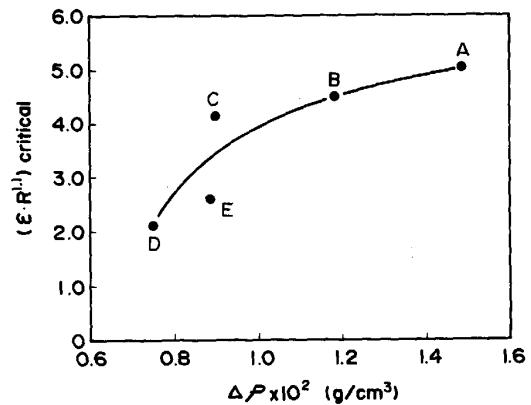


Fig. 9. Relation between critical value  $\varepsilon \cdot R^{1.1}$  and density difference in the liquid  $\Delta\rho$ .

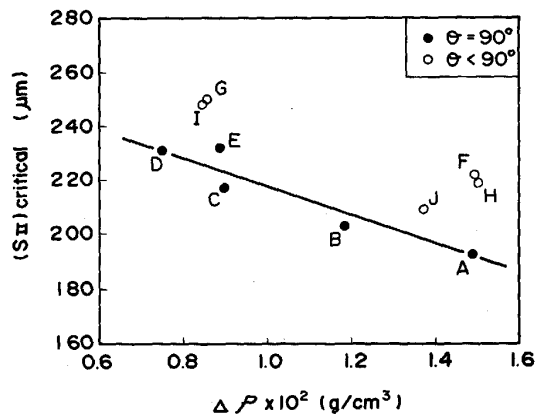


Fig. 10. Relation between "critical" secondary dendrite arm spacing and density difference in the liquid  $\Delta\rho$ .

濃化溶鋼の密度に影響されることが確認された。そこで両者の影響を関連づけるため、 $\theta=90^\circ$  の鋼塊について逆 V 偏析が発生し始める位置の  $S_{II}$  を測定し、 $\Delta\rho$  との関係を図 10 に示す。なお、図中には後述する  $\theta < 90^\circ$  の鋼塊についても示した。このように、両者には良い相関が認められ、 $\Delta\rho$  が小さい鋼塊では粗いデンドライト組織になる位置で、また  $\Delta\rho$  が大きい鋼塊では細かいデンドライト組織の位置で逆 V 偏析が生成し始めることがわかる。同様の関係は他の Fe-Ni-Cr 系高合金鋼<sup>10)</sup>でも得られており、これにより逆 V 偏析の生成を統一的に表すことができた。

一方、 $\theta < 90^\circ$  の鋼塊 F~J では Fig. 4 に示したように臨界  $\varepsilon \cdot R^{1.1}$  値が  $\theta=90^\circ$  の鋼塊に比べて小さかった。これは、 $\theta < 90^\circ$  の場合には濃化溶鋼の浮上方向が固相率の減少方向と一致してくるので濃化溶鋼が分散しやすく、したがって逆 V 偏析が形成されにくくなるためと考えられる。これまでに、4t 砂型鋼塊の凝固試験<sup>11)</sup>において、鑄込後所定時間経過してから鋼塊を  $25^\circ$  傾斜した場合、生成していた逆 V 偏析がバルク溶鋼中へ分散する現象が観察されているが、本実験の鋼塊 F~J でも類似した現象が生じたものと思われる。この場合、逆 V 偏析の生成は遅れ、冷却速度の低下により固液共存層が広くなりデンドライトが粗くなる冷却面から離れた位置で生成し始めるものと思われる。事実、A~J の鋼塊の逆 V 偏析発生臨界位置の  $S_{II}$  を測定すると Fig. 10 に示されるように  $\theta=90^\circ$  の鋼塊に比べると粗くなっている。

### 3.3.2 Laves 相の生成条件

一般に、オーステナイト鋼には数多くの金属間化合物が生成する可能性があるが<sup>2)13)</sup>、これらの化合物は電子濃度がほぼ一定の電子化合物であり、その生成は(5)式に示す電子濃度に基づいて考えることができる。

$$\begin{aligned} \text{電子濃度} &= \frac{e}{a} \\ &= \frac{\text{構成原子の価電子数の総和}}{\text{構成原子の総和}} \dots\dots(5) \end{aligned}$$

このうち、Laves 相は電子濃度が 8 より小さい場合に生成する<sup>13)</sup> AB<sub>2</sub> 型の構造を有する化合物である。この場合、元素 A, B の原子半径の差は比較的大きく、理論的な原子半径比は  $r_A/r_B=1.23$  であり、複雑な組成の場

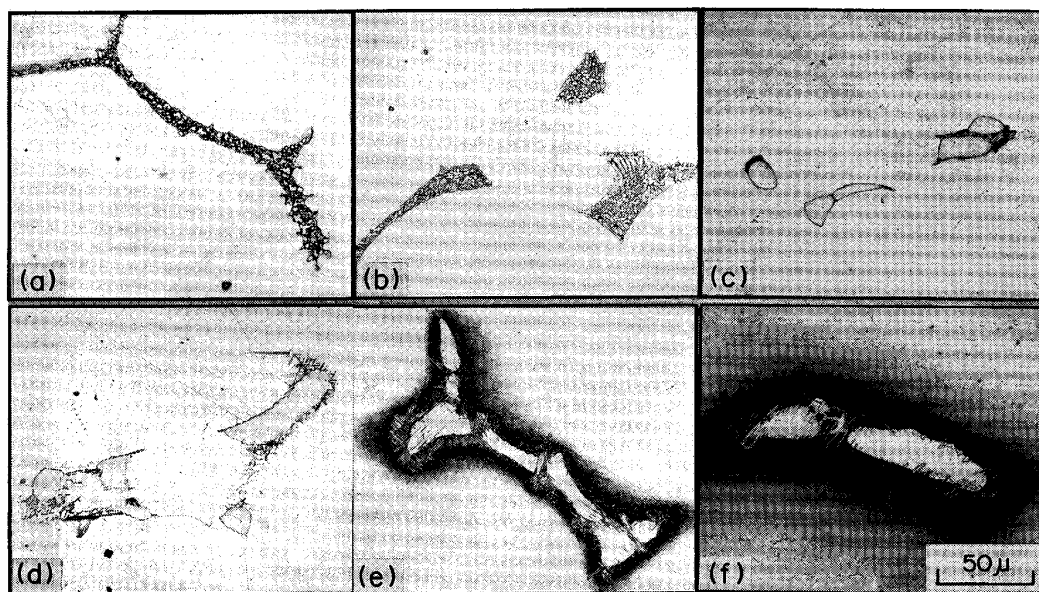
合には 1.10~1.46 の範囲で生成することがある。A 286 鋼の場合には前述のように A 原子としては IV~VI B 属の金属である Ti と Mo が、B 原子としては遷移金属である Fe, Cr, Mn, および Si, P が考えられる。

Fig. 5 と Fig. 6 に示したように、低 Si および低 Ti 化により Laves 相の生成が抑制されるのは次のように説明することができる。すなわち、Fig. 7 に示したように低 Si 材では  $I_S$  (Si) が小さいためにデンドライト樹間の Si 濃度が高 Si 材に比べて著しく低く、また  $I_S$  (Ti) は Si 量に影響されないことから低 Ti 材のデンドライト樹間の Ti 濃度は高 Si 材より相対的に低くなる。ここで Si と Ti は IV 属の元素であり、価電子数が小さいため、低 Si, 低 Ti 材の樹間では電子濃度が大きくなり、Laves 相の生成が抑制されると考えられる。実際、低 Si 低 Ti 材には電子濃度が 8 以上になると生成する  $\eta$  相 (Ni<sub>3</sub>Ti) が多く認められ、上述の機構の妥当性が裏付けられる。一方、Fig. 5 に示したように Laves 相の生成は冷却速度の影響を受ける。ただし Fig. 7 では試験の実施範囲内で冷却速度がマイクロ偏析に影響を及ぼさないことを示した。したがって、ここで認められた冷却速度の影響はマイクロ偏析を介したのではなく、Laves 相が実際に生成する、より低温領域(後述)での冷却速度の差によるものと思われる。

次に、Laves 相の生成時期を調べるために SiC 炉により Table 4 に示す組成の 100 g の鋼を溶解し、 $1420^\circ\text{C}$  から  $2^\circ\text{C}/\text{min}$  の速度で固相線温度の  $1293^\circ\text{C}$  から  $600^\circ\text{C}$  の間の所定温度まで冷却したのち水冷して Laves 相の変化を観察した。この結果を Photo. 4 に示す。 $1293^\circ\text{C}$  と  $1150^\circ\text{C}$  まで冷却して急冷した試料には若干の濃化溶鋼が樹間に残存しており、微細な Laves 相と思われる析出相が認められるが、完全固相領域まで冷却した試料に見られる Laves 相とは析出状態が全く異なることから、これらは急冷時に生成したものと思われる。一方、 $1100^\circ\text{C}$  から  $600^\circ\text{C}$  まで冷却して急冷した試料には実用 ESR 鋼塊と類似した Laves 相が認められた。ここで Laves 相の面積率は  $1100^\circ\text{C}$  以下の急冷試料ではあまり増加していないことから、Laves 相の生成開始温度は  $1150^\circ\text{C}$  と  $1100^\circ\text{C}$  の間にあると予想される。Fig. 7 に示したように、デンドライト樹間には元素が濃化しており、その  $T_L$  と  $T_S$  は母材より低下し

Table 4. Chemical composition of mother alloy used for the determination of formation temperature of Laves phase.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Al	Ti
<0.003	0.53	1.18	0.017	0.003	26.09	14.51	1.46	0.26	0.26	2.34



(a) 1293°C                      (b) 1150°C                      (c) 1100°C (Laves 0.39%)  
 (d) 950°C (Laves 0.49%)    (e) 800°C (Laves 0.49%)    (f) 600°C (Laves 0.49%)

Photo. 4. Microstructure of specimens quenched from different temperatures during cooling.

ていると考えられる。そこで、Fig. 7 の  $I_S$  と Table 4 の母材成分から樹間の最大濃化溶鋼組成を算出して示差熱分析を行ったところ、 $T_L$  は 1320°C であり、 $T_S$  に相当する共晶の開始と終了温度は 1130°C と 1076°C であった。したがって、Laves 相は 1130~1076°C の共晶温度区間で生成するものと考えられる。なお、1100°C で急冷した Photo. 4 の試料(c)には(a)、(b)と同様の微細な Laves 相が若干残存することから、示差熱分析で得られた共晶の終了温度 1076°C は妥当な値と判断される。

#### 4. 結 言

A 286 の実用 1000 mm $\phi$  ESR 鋼塊に発生する逆 V 偏析および脆化相である Laves 相の発生形態について調査するとともに、その生成条件および低減方法について実験室的に検討した。得られた結果を要約すると次のようになる。

- (1) 実用鋼塊には多くの逆 V 偏析と Laves 相が発生した。
- (2) 一方向凝固試験の結果、逆 V 偏析は Si 量が低いほど、また溶鋼プールの角度が小さいほど発生しにくかった。
- (3) 逆 V 偏析の生成はデンドライトの粗さと濃化溶鋼の密度差に依存し、両者の影響が統一的に説明された。
- (4) Laves 相は Si 量と Ti 量の低下とともに減少し

た。

- (5) Laves 相は樹間の濃化溶鋼の共晶温度区間で生成すると考えられた。

終わりに臨み、本研究の発表を許可された(株)日本製鋼所鉄鋼事業部取締役事業部長吉田良孝氏および室蘭製作所理事所長佐伯俊造氏ならびに本研究の遂行に当たり数々の助言をいただいた室蘭製作所所長代理大西敬三博士に深く感謝する。

#### 文 献

- 1) 今井勇之進, 増本健: 日本金属学会会報, 6 (1962), p. 411, p. 466
- 2) 武田修三, 湯川夏夫: 日本金属学会会報, 6 (1967), p. 783, p. 850
- 3) 鈴木是明, 宮本剛汎: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 53
- 4) 鈴木是明: 日本製鋼所技報, 40 (1981), p. 1
- 5) 鈴木是明, 宮本剛汎: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 45
- 6) 鈴木是明, 宮本剛汎: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 1571
- 7) 山田人久, 桜井 隆, 竹之内朋夫, 鈴木是明: 学振 19 委-No. 10404 (昭和 57 年 5 月)
- 8) E. SCHEIL: Z. Metallkd., 34 (1942), p. 70
- 9) 拝田 治, 岡野 忍, 江見俊彦, 河西悟郎: 鉄と鋼, 67 (1981), p. 954
- 10) 桜井 隆, 乾 勝, 竹之内朋夫: 学振 19 委-No. 10708 (昭和 61 年 2 月)
- 11) 守川平四郎, 小野寺真作, 荒木田豊: 鉄と鋼, 44 (1958), p. 1259
- 12) 湯川夏夫, 村田純教: 学振 19 委-No. 10537 (昭和 59 年 2 月)
- 13) 金子秀夫: 日本金属学会会報, 8 (1969), p. 532