

凝固過程における炭素鋼の高温変形挙動

/////////
論文
/////////

申 健*・梶谷敏之*²・鈴木俊夫*³・梅田高照*³

Mechanical Properties of Carbon Steels during Solidification

Geon SHIN, Toshiyuki KAJITANI, Toshio SUZUKI and Takateru UMEDA

Synopsis :

A technique for tensile tests has been developed for the investigation of mechanical properties of carbon steels during solidification. The equipment enables the test piece to melt and solidify without a crucible at a predetermined cooling rate. The tensile strength and ductility of Fe-C-1 mass% Mn samples have been measured during and after solidification. Temperature Range of Strength Generation (TRSG) during solidification is determined. It has been verified that ZST (Zero Strength Temperature), the maximum temperature showing the strength of sample by the tensile loading is different from ZDT (Zero Ductivity Temperature), the temperature showing the brittle-ductile transition. These mechanical properties of steels have been examined in relation with solid fraction which is evaluated from numerical analysis for micro-segregation during solidification. TRSG is the temperature range where solid fraction is 0.6-0.8, ZST is the temperature at which the solid fraction 0.6-0.7, and ZDT is about 1. The influence of carbon contents on the tensile strength of sample has also been studied.

Key words : tensile strength; ductility; carbon steel; solidification.

1. 緒 言

近年、連続鋳造の高速化、軽圧下および高圧下操業に伴い、鋳片の内部割れ発生が再び重要な問題になっている。連続鋳造における内部割れの発生条件に対しては昔から数多くの研究が行われている。これらの研究より、割れ発生およびその限界歪みにおよぼす鋼の成分¹⁾²⁾、凝固組織³⁾、鋳造条件⁴⁾、歪み速度⁵⁾⁶⁾、歪み履歴の影響¹⁾⁷⁾などが報告されている。しかし、その結果は測定法、実験条件、適用連続鋳造機などにより大きく異なり、冶金学的な因子も十分に明らかにされておらず、割れ感受性が高い材料での健全な鋳片を得る定量的な指針が困難となっている。

連続鋳造時に発生する内部割れを低減させるためには、鋳片の高温における力学的な物性値が必要になるが、それに関するデータの数が少ないため、防止対策も経験と試行錯誤によるところが多い。特に、固液共存領域での凝固条件に対応したマイクロ偏析と固相率の関係⁸⁾、固相率と強度および延性の関係に対してはほとんど知られていないのが実情である。

そこで、本研究では鋳片の内部割れ発生に関する基礎

的な知見を得ることを目的にし、液膜脆化とも言われている固液共存領域での鋼の変形挙動に対して実験を行った。高温引張試験機を用い、凝固区間における炭素鋼の強度と変位を測定した。固相内拡散および包晶反応を考慮したデンドライト内での溶質のマイクロ偏析を計算し、温度と固相率の関係を求めた結果⁸⁾から、固液共存領域での強度および延性と固相率の関係を明らかにした。さらに、強度および延性におよぼす炭素量の影響も検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材料

本実験に用いた試料は Fe-C-Mn 3 元系で、包晶反応が生じる組成範囲を中心に、炭素量を 0.06, 0.13, 0.18, 0.27, 0.40, 0.60 mass% に変化させ、マンガン量は 1 mass% 一定とした。なお、他の成分の影響を減らすため、シリコンは 0.015 mass% 以下、りんと硫黄は 20 ppm 以下にした。試料の化学組成を Table 1 に示す。なお、これらの試料は電解鉄と合金鉄を真空溶解して得た鋼塊を熱間鍛造し、作製した。

平成 2 年 4 月本会講演大会にて発表 平成 3 年 4 月 1 日受付 (Received Apr. 1, 1991)

* 東京大学大学院 工博 (Graduate School, The University of Tokyo)

*² 東京大学大学院 (Graduate School, The University of Tokyo)*³ 東京大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku, Tokyo 113)

Table 1. Chemical composition of samples (mass%).

Sample	C	Mn	Si	P	S	Sol.-Al
A1	0.06	1.05	0.008	0.0007	0.0006	0.024
A2	0.13	1.04	0.005	0.0005	0.0006	0.025
A3	0.18	1.06	0.007	0.0006	0.0006	0.026
A4	0.27	1.04	0.015	0.0007	0.0007	0.024
A5	0.41	1.03	0.008	0.0008	0.0005	0.030
A6	0.60	1.06	0.015	0.0009	0.0008	0.026

Ni; 0.002-0.009 Cr; 0.001-0.007 Mo < 0.001 V < 0.001
Cu; 0.001-0.016

2.2 高温変形

Fig. 1 は実験装置の概略図である。装置は高温引張試験機を改造し、高周波誘導コイルにより試料を溶解後、凝固させながら目標温度で引張荷重を加え、荷重と変位を測定した。試料の直径は 10 mm で、溶融部の長さは後述のように 7 mm である。実験はアルゴンガス 1 気圧雰囲気下で行った。

本実験装置には二つの特徴がある。一つはグリーブル試験機など^{9)~12)}で用いられる鋳型の影響を無くするため、1 ターンの円盤型誘導コイルを使用した。すなわち、溶鋼の表面張力のみで試料の形状を維持した。また、固液共存領域での微小な応力が測れるように、容量

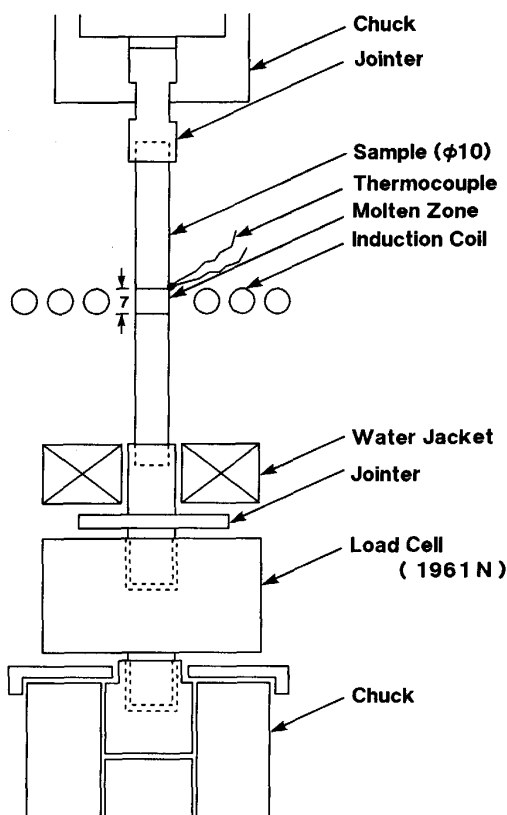


Fig. 1. Schematic diagram of high temperature tensile testing machine used in determining the tensile strength and ductility of samples during solidification.

1961 N (200 kgf) のロードセルを試験片の下に装着した。

温度制御は試料の溶融部直上に取り付けた熱電対により行った。ただし、Fig. 2 のように試料の溶融中心部と制御部に熱電対を取り付け、両者の関係をあらかじめ補正曲線として求めた。溶融中心部と制御部の温度差は低温では約 60 K であった。しかし、その差は温度増加とともに広がり、1773 K 付近での溶融部の温度は制御部より 100 K 程度高い温度を示している。なお、溶融部の温度差は高々 10 K 程度であった。

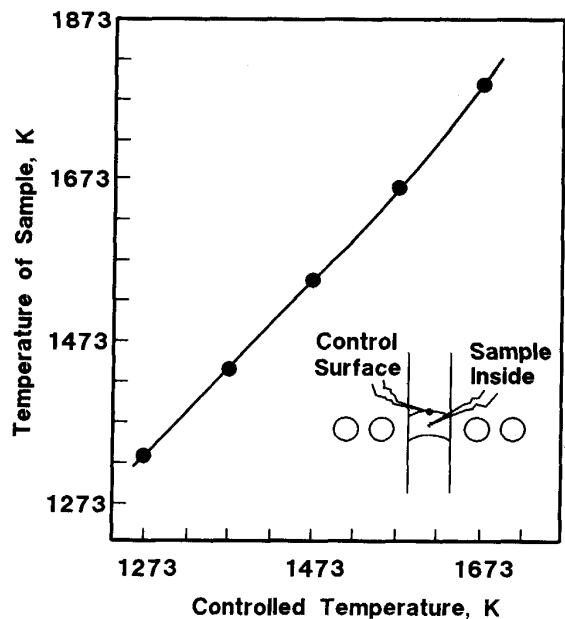


Fig. 2. Temperature difference between the interior and outer surface of a sample where the controlled thermocouple is located, 0.6 mass% C.

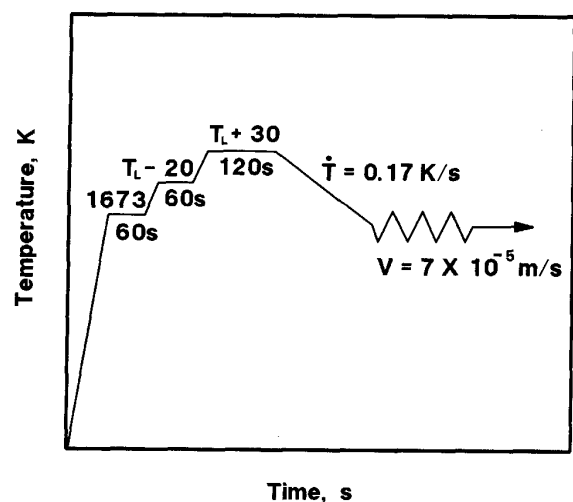


Fig. 3. Experimental conditions for determining the tensile strength and ductility of a sample during solidification.

Fig. 3 は引張実験条件を示している。試料を液相線 +30 K まで 3 段階で加熱し、その温度で 2 min 保持した。その後、連铸鑄片厚みの 1/4 の付近での冷却速度¹³⁾に相当する 0.17 K/s で試料を冷却・凝固させた。目標温度に到達すると (均熱を保証するために 5 s 保持), 引張速度 7×10^{-5} m/s (溶融部の長さを 7 mm とした時の歪み速度: 1×10^{-2} /s) で引張変形を加え、その時の荷重と変位を測定した。なお、引張変形開始時には、溶融部は均熱とみなせることを確認した。

2.3 試料の形状および凝固組織

Photo. 1 は溶解後凝固した試料の縦断面の形状を表す組織写真である。本実験では溶湯の表面張力のみで試

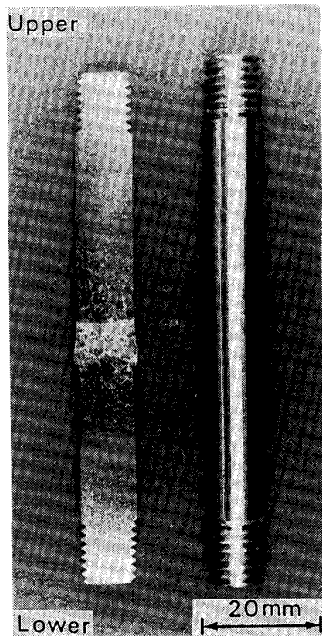
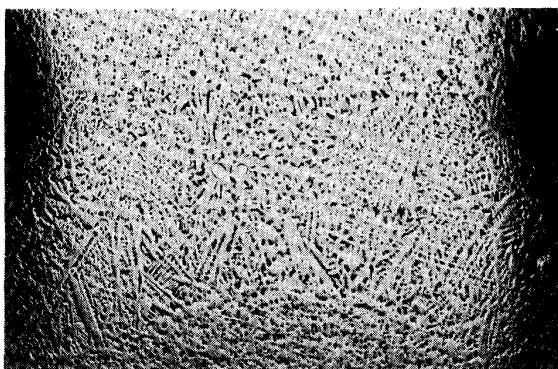


Photo. 1. Photograph showing the original shape and the shape of melted zone in a sample.



C: 0.60 mass% Mn: 1.06 T: 0.17 K/s

Photo. 2. Photomicroscope showing the structure of melted/solidified zone in a sample.

料形状を維持したので、実験前後における試料の形状変化を調べる必要がある。試料の溶融部の長さは直径表面部で 7 mm, 中心部で 6.5 mm であり、直径中心部において溶融帯は短かった。さらに上側においては溶解界面が直線状であるのに対し、下側においては中心部が上方に凸状であった。また、下側が若干膨らんでいるが、これは、溶融上方部の試験片重量と表面張力の釣合いによって生じたと解釈された。しかしながら引張荷重により破壊が生じる位置での断面積の変化はほとんど認められなかった。また、凝固収縮による引け巣は認められなかった。これは溶融時試験片上方部の下方への移動による効果と思われた。

Photo. 2 は実験後試料縦断面の組織写真の一例である。試料の凝固組織は一方向凝固し、エピタキシャルにそれぞれ上下の方向に成長している。

2.4 固相率の評価

固相率は、凝固時の固相内拡散と包晶反応を考慮したマイクロ偏析の数値計算結果⁸⁾から求めた。すなわち、固相率は、一次デンドライトアーム間のマイクロ偏析を計算し固相率と温度の関係から、求められた (付記に固相率と温度の関係を示す)。数値解析で対象とした形状はセル状である²¹⁾。複雑な形態であるデンドライトに対し、しかも Photo. 2 に示すように 1 次デンドライトのばらつきが必ず存在する場合に、数値解析の結果を適用できるかを確認する必要がある。既報の論文⁸⁾によれば、複雑なデンドライトに対しても UESHIMA らのセル形状モデル²¹⁾を適用できることを示している。すなわち、10 個以上の 1 次デンドライトを含む広範囲な領域を微小部濃度分析し、累積等濃度面積率を算出してこれから固相率と濃度の実験的に定めた。上記モデル計算結果はこの実験結果とよく一致した。したがって、複雑なデンドライト形態でデンドライトの粗さにばらつきが存在しても、そのばらつきが認められる均熱部位の広範囲な領域の平均的な固相率が、モデル計算から評価できると考えられた。

3. 実験結果と考察

3.1 凝固時の荷重変化

Fig. 4 は炭素量 0.6 mass% の試料について、冷却時および引張変形時に測定した荷重の変化を冷却時間、すなわち温度と固相率で示したものである。荷重の変化曲線を見ると、引張変形を加える以前の固相率 0.64 で強度が出始めている。このような現象が生じる原因は次のように考えられる。固相率 0.64 を超すと隣接したデンドライト同志が互いに結合する²²⁾。そのデンドライト

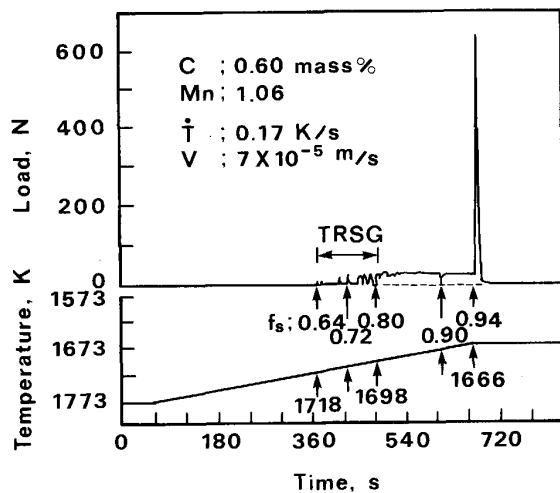


Fig. 4. Schematic diagram showing the change of load and cooling pattern during determining the strength of a sample and the definition of TRSG (Temperature Range of Strength Generation).

には凝固収縮や熱収縮が生じる。しかし、本装置は試験片の両端が固定されている変位制御方式のため、試験片の収縮に伴って生じる応力は凝固部に加わる引張荷重としてロードセルに検出され、その結果表れるピークと思われる。この現象は凝固中の強度と固相率の関係として重要な意味を持つ。

その後、応力緩和と冷却に伴うデンドライトの結合により強度が断続的に出現するが、そのピークは徐々に大きくなっている。固相率 0.8 以上では応力緩和が生じても強度はもはや 0 にならず、ある値以上を示している。次に生じる大きいピークは、目標温度（この場合では 1666 K）で引張った時の荷重である。なお、ここで応力緩和の内容にはデンドライトの破断も含まれると思われるが、その寄与を定量的に評価できる段階ではない。

ここで、引張強度は測定した荷重を試料の初期断面積で割った値とした。一方、冷却中引張変形を加える以前に強度が出始める温度から応力緩和が生じても有限の強度を続けて示す温度までの区間を TRSG (Temperature Range of Strength Generation) と定義し、固液共存領域での機械的性質と共に検討した。

3.2 延性と破断形状

Photo. 3 は炭素量 0.6 mass% の試料について、高温引張試験後の試料破断形状を表した写真である。引張温度 1676 K での破断形状は脆性的で、破面には溶湯がかなり残っていた痕跡が肉眼で確認できる。引張温度 1648 K での破断形状は脆性的で、走査電子顕微鏡を用いて観察した結果、破面には溶湯が残存した痕跡がある。引

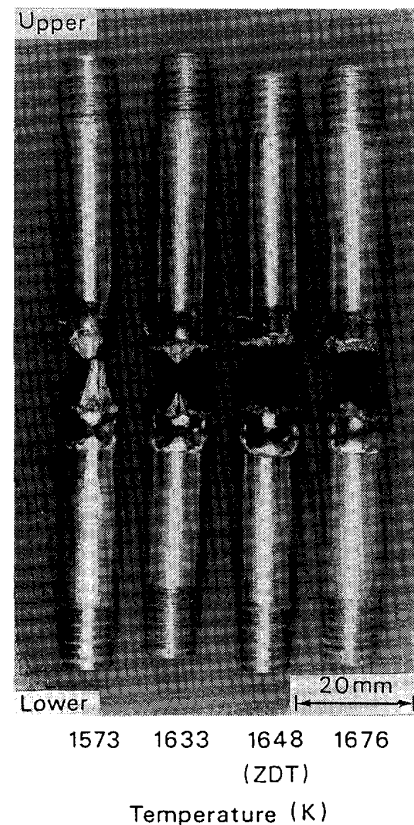


Photo. 3. Photograph showing the fracture shapes of a sample with temperature and the definition of ZDT (Zero Ductility Temperature).

張温度 1633 K では破面中心部に伸びを示した部分が存在し、さらに、1573 K では試料全体が延びている。

ここで、延性の指標としては溶融部の変形量を示す変位のみを用いた。伸び値、断面減少率などは、溶融部の長さ・直径の不均一性から用いなかった。また、引張試験中変位が認められない最低温度を ZDT (Zero Ductility Temperature) と定義し、試料の破断形状および破面観察によっても、その温度を確認した。

3.3 引張強度の温度および組成依存性

Fig. 5 には炭素量 0.60 mass% の試料について、引張試験の各温度で測定した試料の引張強度と変位の結果を示す。引張強度と変位は温度増加に伴ってほぼ直線的に減少している。ここで、引張変形を加えた際、強度が認められる最高温度を ZST (Zero Strength Temperature) と定義した。

従来、炭素鋼における ZST と ZDT は同じ温度という報告¹⁴⁾もあるが、SCHMIDTMANN ら^{15)~18)}の結果から見ると、ZST と ZDT は異なる温度として示されている。本研究の測定結果では、ZDT と ZST は異なり、ZDT は ZST より 60 K 程度低い温度を示している。

なお、図中○印は試料を完全には溶解させず、その後

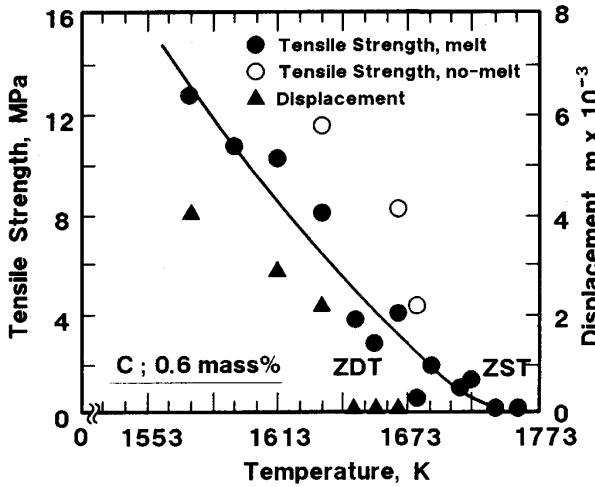


Fig. 5. Change of the tensile strength and displacement of Fe-0.60 C-1 Mn sample with the temperature.

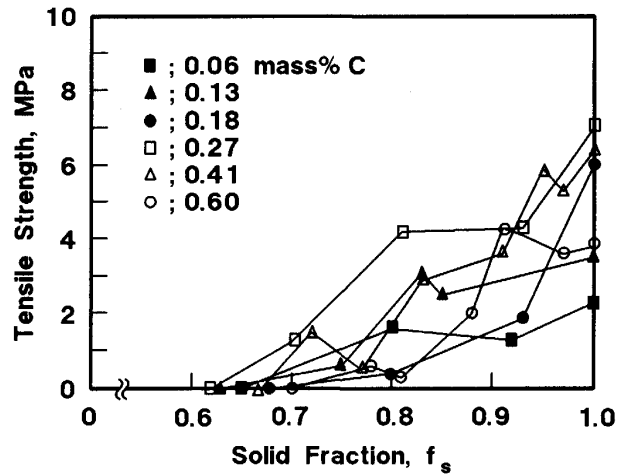


Fig. 7. Change of the tensile strength of samples with solid fraction at various carbon contents.

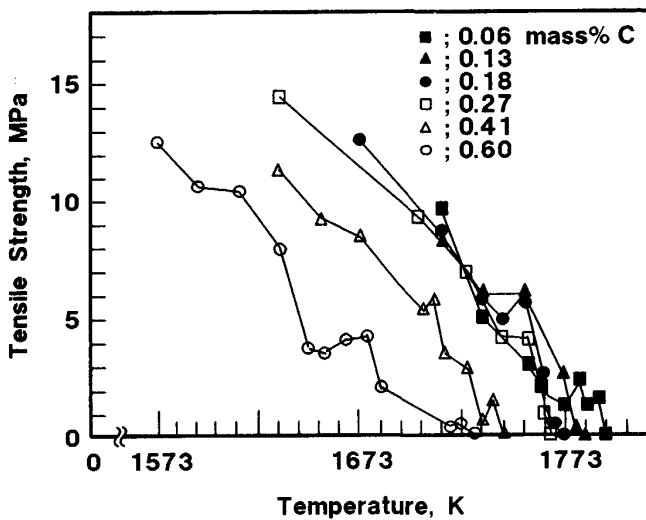


Fig. 6. Change of the tensile strength of samples with temperature at various carbon contents.

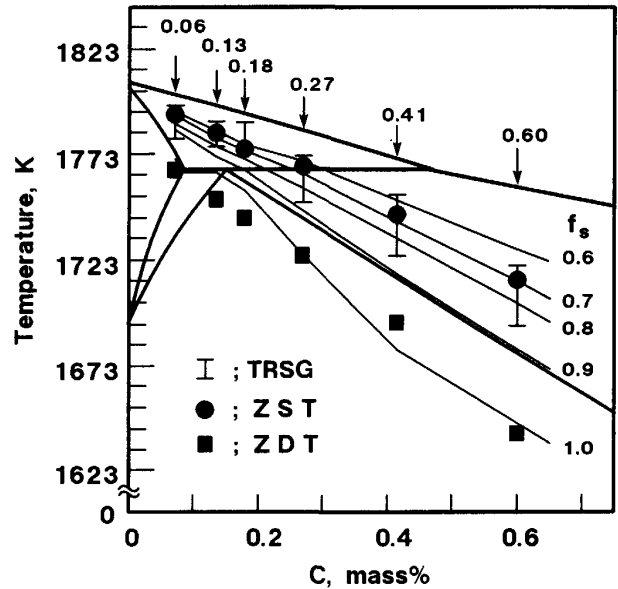


Fig. 8. TRSG, ZST and ZDT of samples on Fe-C-1Mn phase diagram.

冷却中引張変形を加えた時の結果であり、完全溶解して凝固中測定した試料の引張強度と比べ、約2倍の強度を示している。また、不完全溶解試料では Fig. 4 で見出された TRSG は認められなかった。すなわち、引張変形前の冷却途中での引張荷重の増加は、ほとんど認められなかった。

Fig. 6 は、炭素濃度別に測定した引張強度と実験温度との関係を示した結果である。すべての炭素濃度に対して引張強度は試験温度の増加に従ってほとんど直線的に減少している。なお、温度増加に伴う引張強度の変化は炭素濃度によらず、温度のみの関数としてほぼ平行に減少している。

Fig. 7 は固液共存領域で温度増加に伴う引張強度と

固相率の関係を整理した結果である。強度は炭素濃度にかかわらず、固相率 0.6-0.7 の温度区間で生じている。また、固相率の増加に伴う引張強度の変化に対し、炭素量による有意な影響は認められなかった。すなわち、引張強度は炭素濃度によらず、固相率の増加に伴ってある程度のはばを持ち、ほぼ直線的に増加することが分かる。

3.4 状態図上での変形特性温度

Fig. 8 は引張試験で炭素濃度別に測定した TRSG, ZST, ZDT の結果とマイクロ偏析の数値計算より求めた固相率と温度の関係⁸⁾をまとめて、Fe-C-1 mass% Mn 擬二元系状態図 (Thermo-Calc.¹⁹⁾による計算状態図

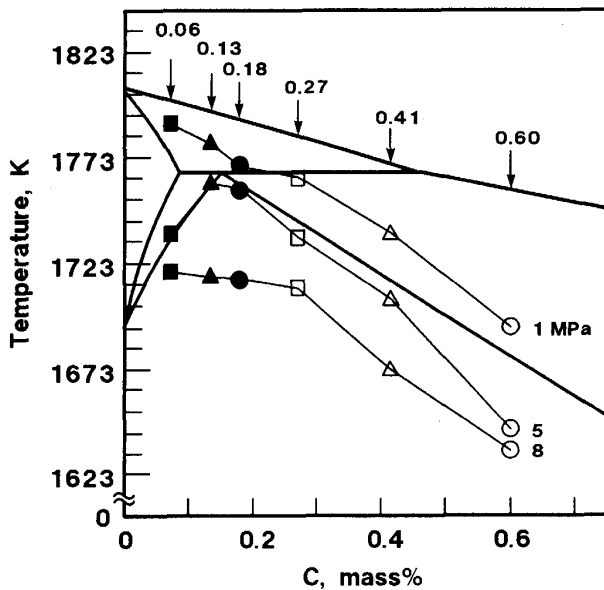


Fig. 9. Iso-tensile strength line with carbon content on Fe-C-1Mn phase diagram.

上に示したものである。TRSGとZSTは両方とも炭素量が0.6 mass%までは濃度によらず、TRSGは固相率0.6-0.8の温度区間、ZSTは固相率0.6-0.7の温度を示している。

一方、ZDTの場合も炭素濃度によらず、平衡状態図での固相線より30-60 K程度低い温度を示し、溶質のマイクロ偏析を考慮した固相率1の温度とほぼ一致している。

Fig. 9は引張強度の測定結果を試験温度の2次関数で近似して求めた等強度線を炭素濃度別に示している。ここで、炭素0.60 mass%の場合を除けば、5 MPaを示す等強度線は平衡状態図での γ 単相になる温度とほぼ一致している。また、一定温度では、 γ 相の引張強度が δ 相のそれより高い値を示している。従来、鋼の引張強度は炭素濃度によらず、温度のみに依存すると報告²⁰⁾されていた。今度の実験結果から見ると、1723 K付近での引張強度は炭素量0.27 mass%まではほぼ一定な値を示している。一方、ZDTと引張強度の関係を調べるため、Fig. 8と9を比較して見ると、ZDTでの引張強度は5-8 MPaとなっている。

4. 結 論

改良した高温引張試験機を用い、Fe-C-1 mass%Mn 3元系合金について、固液共存領域における強度および延性の関係、特にマイクロ偏析を考慮した数値計算結果から求めた固相率との関係について調べた結果、次のような点が明らかになった。

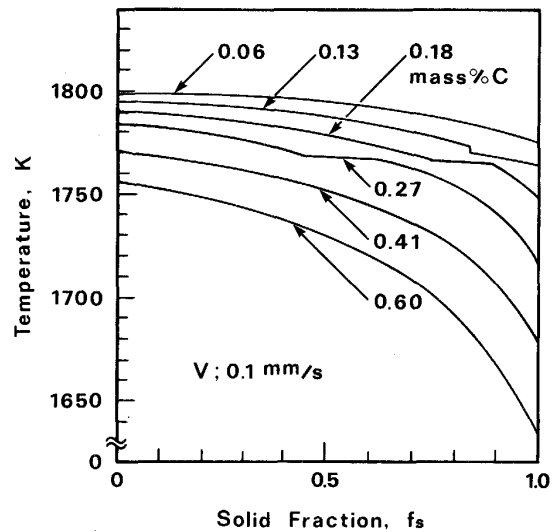


Fig. A1. Relation between the solid fraction and temperature during solidification at various carbon contents (Numerical result).

1) 高温引張試験中、デンドライトの凝固および熱収縮に伴って、強度が出始める温度領域TRSGを見出した。その温度は固相率0.6-0.8の温度区間に対応する。

2) ZSTとZDTは異なる温度であり、ZSTは固相率0.6-0.7の温度である。

3) ZDTは固相率1の温度とほぼ一致し、引張強度として5-8 MPaとなっている。

4) 同一温度では、 δ 相の引張強度より、 γ 相の強度が高い値を示した。

最後に本研究を行うに当たりさまざまな御援助をいただいた(住友金属工業(株))研究開発本部鉄鋼技術研究所の安元邦夫博士、(株)日立製作所日立研究所の児玉英世博士に謝意を示す。

Appendix

包晶反応および固相内拡散を考慮してマイクロ偏析挙動を解析し、固相率と温度の関係を決定した。文献(8)の結果をFig. A1に示す。

文 献

- 1) 藤井博務, 織田昌彦, 大橋徹朗, 広本 健: 鉄と鋼, **62** (1976), S 93
- 2) 山中章裕, 川島康弘, 安元邦夫, 市橋弘行, 河嶋寿一: 材料とプロセス, **1** (1988), p. 1229
- 3) 織田昌彦, 大橋徹朗, 藤井博務, 川村浩一: 鉄と鋼, **65** (1979), S 470
- 4) 松宮 徹, 井藤三千寿, 中村 泰, 山口重裕, 梶岡博幸: 連続鋳造における力学的挙動(鉄鋼基礎共同研究会連続鋳造における力学的挙動部会編) (1985), p. 20
- 5) 杉谷泰夫, 中村正宣, 河嶋寿一: 鉄と鋼, **66** (1980), S 193

- 6) 長道常昭, 前原泰裕, 郡司好喜, 鈴木正道: 鉄と鋼, **73** (1987), S 198
- 7) 山中章裕, 安元邦夫, 河嶋寿一, 中島敬治: 材料とプロセス, **2** (1989), p. 277
- 8) 申 健, 鈴木俊夫, 梅田高照: 鉄と鋼, **78** (1992), p. 275
- 9) W. T. LANKFORD, Jr.: *Metall. Trans.*, **3** (1972), p. 1331
- 10) 藤井博務, 織田昌彦, 大橋徹朗, 川村浩一, 浅野鋼一: 鉄と鋼, **64** (1978), p. 2148
- 11) 鈴木洋夫, 西村 哲, 山口重裕: 鉄と鋼, **65** (1979), p. 2038
- 12) 八島幸裕, 行友 勇, 山本厚夫, 福井克則: 材料とプロセス, **2** (1989), p. 278
- 13) 川上公成, 細田義郎, 半明正之: 鉄と鋼, **58** (1972), S 97
- 14) 鈴木洋夫, 中村 泰, 西村 哲: 連続铸造における力学的挙動(鉄鋼基礎共同研究会連続铸造における力学的挙動部会編) (1985), p. 87
- 15) E. SCHMIDTMANN and L. PLEUGEL: *Arch. Eisenhüttenwes.*, **51** (1980), p. 49
- 16) E. SCHMIDTMANN and L. PLEUGEL: *Arch. Eisenhüttenwes.*, **51** (1980), p. 55
- 17) E. SCHMIDTMANN and F. RAKOSKI: *Arch. Eisenhüttenwes.*, **54** (1983), p. 357
- 18) E. SCHMIDTMANN and F. RAKOSKI: *Arch. Eisenhüttenwes.*, **54** (1983), p. 363
- 19) Thermo-Calc. Data Bank, ed. by Royal Institute of Technology, Sweden
- 20) 長崎千裕, 木原諄二, 梅田高照: 連続铸造における力学的挙動(鉄鋼基礎共同研究会連続铸造における力学的挙動部会編) (1985), p. 45
- 21) Y. UESHIMA, S. MIZOGUCHI, T. MATSUMIYA and H. KAJIOKA: *Metall. Trans. B*, **17** (1986), p. 845
- 22) 高橋忠義, 工藤昌行, 市川 洌: 日本金属学会誌, **44** (1980), p. 1089