新技術・新製品

固液界面エネルギー低減による鋼板表面すじ模様の抑制技術の開発

水上英夫[*1)]　林　宏太郎[*2)]　松本　篤[*3)]
桝野　有[*4)]　山中章裕[*5)]

1. はじめに

連続鋳造鋳片の品質が最終製品の特性に対して影響を与える事例が鉄鋼材料の高性能化につれて増加しており，凝固組織微細化の重要性が高まっている．特に，圧下比の確保が困難な極厚製品の内部品質の向上，粗大γ粒を初期組織とする直送圧延材の表面品質の向上，凝固時のミクロ偏析をともない晶出する微小介在物の分散化等が注目されている．これらの課題を解決するためには，鋳片の凝固組織の微細化，ミクロ偏析の軽減が必要であり，凝固組織制御に関する研究が急務となっている．

ところで，最近のデンドライト成長モデル[(1)]やフェーズフィールド法[(2)]の進展により，デンドライト成長の定量的な予測が可能になってきた．正確なモデリングには高精度な物性値が必須であるが固液界面エネルギーの値は，高温での測定が難しいため十分に評価されていない．そこで本研究では，デンドライト成長モデルを基に一方向凝固実験で測定したデンドライト一次アーム間隔から固液界面エネルギーを求めた．最終的な目的である鋼板表面のすじ模様抑制に対して，固液界面エネルギー低減によるデンドライト組織微細化に着目しその効果を検討した．

2. 一方向凝固実験

凝固過程における固液界面エネルギーをデンドライト成長モデルに基づいて評価するには，温度勾配と成長速度を規定した条件でデンドライトを定常状態で成長させ，デンドライト一次アーム間隔を測定する必要がある．これには一方向凝固実験が適しているので，本手法を採用し，鋼の固液界面エネルギーを求めた．

図1に示すように，密閉系容器にて，アルゴンガス雰囲気下で試料を溶融および一方向凝固させた．高周波誘導コイルの内側に黒鉛発熱体を配置して，黒鉛を発熱させる間接加熱方式を採用した．その内側には，アルミナ製パイプを配置しその内部に外径 1.0×10^{-2} m，長さ 2.0×10^{-1} m の試料（0.12 mass％C−1.4 mass％Mn 鋼）を挿入した．加熱部を速度 6.7×10^{-5} ms^{-1} で 4.0×10^{-2} m 移動させた後，真空容器の下部にあるシャッターを開け，試料とアルミナ製パイプを固定している治具を開放して，凝固途中にある試料を冷却槽内に落下させた．

デンドライト一次アーム間隔の測定は，試料の成長方向に平行な縦断面での組織から固液界面位置を特定し，この界面から 5.0×10^{-4} m 下方の横断面の組織を基に算出した．デンドライトが正方配置しているものと仮定し，観察した面積当たりのデンドライトの本数から算出した．

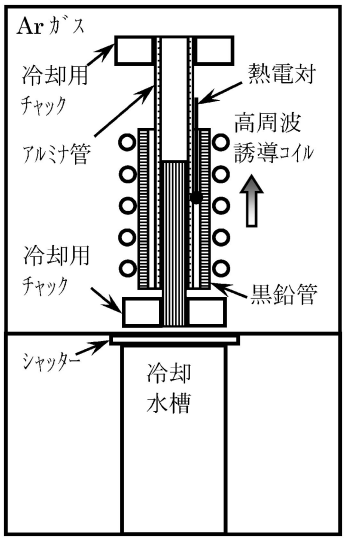

図1　一方向凝固実験装置．

＊ 新日鐵住金株式会社
技術開発本部：1)一貫プロセス研究開発部主幹研究員
2)基盤メタラジー研究部主幹研究員
5)製鋼研究開発部上席主幹研究員
鹿島製鉄所：3)製鋼技術室主査　4)薄板管理室主査
Suppression of Surface Defect by Decreasing the Solid-liquid Interfacial Energy of Molten Steel; Hideo Mizukami, Koutarou Hayashi, Atsushi Matsumoto, Tamotsu Masuno, Akihiro Yamanaka (Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation)
2012年10月30日受理

3. 凝固組織の微細化

図 2 に一方向凝固時の組織を示す．成長方向と平行な面で固液界面近傍の組織および固液界面から 5.0×10^{-4} m 離れた固相側の位置で成長方向と垂直な面の組織を示す．Bi を添加しても凝固組織形態はデンドライト状であり，Bi 添加するとデンドライトは微細化することが分かる．垂直な面のデンドライト一次アームは規則的に配列しており定常状態で成長したことが分かる．

図 3 に Bi 濃度とデンドライト一次アーム間隔の関係を示す．デンドライト一次アーム間隔は微量の Bi 添加でも濃度に依存して変化し，Bi 濃度の高いほど一次アーム間隔は小さくなる．

図 4 にデンドライト成長モデルを用いて算出した固液界面エネルギーと Bi 濃度の関係を示す．本研究の範囲内において Bi 濃度の増加につれて固液界面エネルギーは低下する．図 3 の結果を併せて考えると，微量の Bi の添加でも固液界面エネルギーを低下させることができ，デンドライト一次アーム間隔の短縮が可能であることが明らかになった．

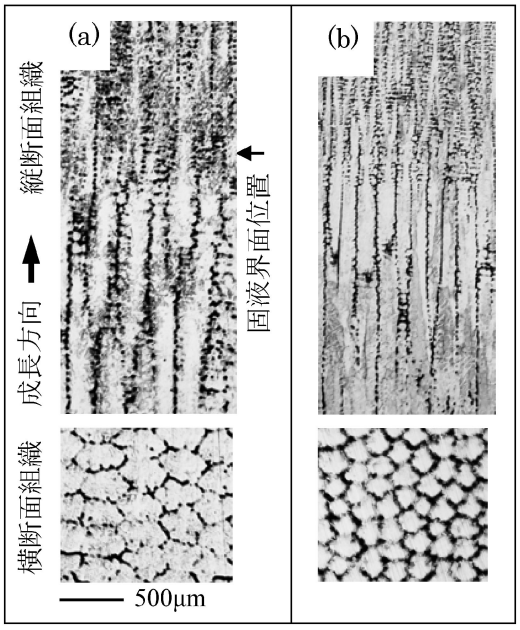

図 2　一方向凝固組織．(a) Bi 無添加，(b) 30 ppmBi.

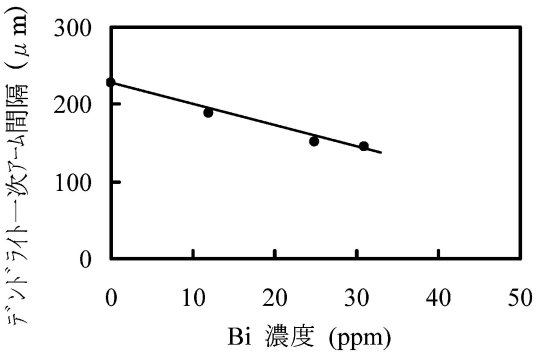

図 3　デンドライト一次アーム間隔と Bi 濃度の関係．

4. 凝固組織の微細化効果

凝固組織を微細化しミクロ偏析を軽減すると製品の機械的特性の向上が期待できることから，従来から多くの研究が進められてきた[(3)(4)]．凝固組織を特徴付けるデンドライト一次アームはミクロ偏析を解析する際の代表長さであり，ミクロ偏析の挙動を支配する．

本研究では，微量の Bi の添加によって一次アーム間隔が短縮することを明らかにした．そこで，デンドライト一次アーム間隔の短縮によるミクロ偏析への影響を特定するため，凝固過程および凝固後の相変態過程におけるミクロ偏析の挙動について溶質再分配の解析を行った．

図 5 (a)，(b)に，デンドライト一次アーム間隔(λ_1)を 2.0×10^{-6} m，この0.75倍の 1.5×10^{-6} m とした場合の Mn の濃度分布を示す．ここでは Mn 濃度の時間変化を検討する

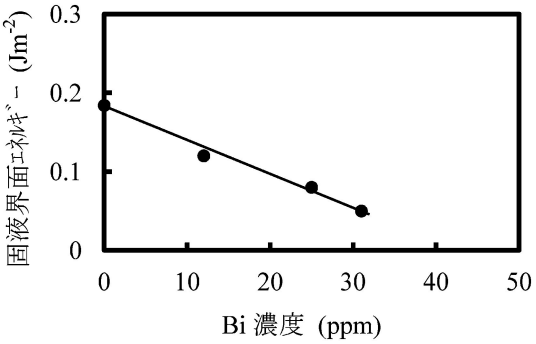

図 4　Bi 添加による固液界面エネルギーの低減．

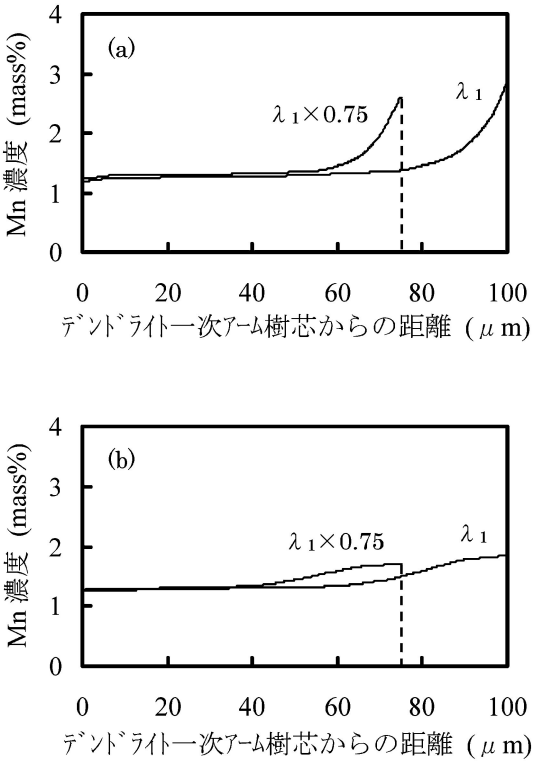

図 5　Mn ミクロ偏析の解析結果．
(a) 凝固完了時，(b) 凝固後 7.2×10^{2} s 間 1473 K で保持．

ため，凝固完了時および凝固後の1473 K で 7.2×102 s 間保持した場合の結果を示す．なお，解析ではデンドライト一次アームの対象性を考慮し，一次アーム間隔の 1/2 領域を解析対象とした．

凝固完了時の Mn 濃度はいずれの一次アーム間隔の場合も，デンドライト樹間部で濃化し，溶質再分配により樹芯部で最低濃度を示す．最大値を示す樹間部の Mn 濃度を比較すると，一次アーム間隔が短い1.5×10^{-6} m の方が小さいことが分かった．

次に，凝固完了後に一定温度で保持した場合の Mn 濃度分布を見ると，いずれの一次アーム間隔の場合もデンドライト樹間部の Mn 濃度が凝固完了時よりも低下している．これは濃度の高い樹間部から濃度の低い樹芯部に向かい，Mn が拡散したことによる．この場合も一次アーム間隔が小さい方が最高 Mn 濃度が低くなりデンドライト内で Mn 濃度が均一化し易いことが分かる．

ミクロ偏析の低減には，デンドライト一次アーム間隔の短縮が有効である．拡散の程度を表す指標として Fourier 数 ($\mathrm{Fr}=D\times t/L^2$) があり，この値が大きいほど拡散が進行し易いことを表す．ここで，D は拡散係数，t は時間，L は代表長さである．ミクロ偏析を考える場合，Fourier 数の代表長さ L はデンドライト一次アーム間隔と等価である[5]．そのため一次アーム間隔の 2 乗に反比例し，一次アーム間隔の短縮による Fourier 数の増大効果は大きい．従来，Fourier 数を高くするために時間 t を長くするか，あるいは温度を高め拡散を速くする手段が用いられているが，本研究では一次アーム間隔に着目しその効果を確認した．

5. 鋼板表面のすじ模様抑制

図 6 にラボ溶解材を用いて作製した鋼板の曲げ加工試験結果を示す．鋼板の組成は 0.14 mass％C–2.0 mass％Mn 鋼であり，厚みは 1.6 mm である．この鋼板を用いて曲げ半径 1 mm，曲げ角度90度の試験を行った．Bi 添加により固液界面エネルギーを低減しデンドライト一次アーム間隔を短縮すると鋼板表面のすじ模様が抑制できることが分かった．

6. 連続鋳造試験

以上の基礎検討から，鋼板の表面すじ模様の低減には Bi 添加が有効であることが分かった．そこで，実際の連続鋳造が可能であるかラボ連続鋳造試験機を用いて鋳造を行った．

ラボ連続鋳造条件は，鋳片サイズ800幅×100厚，鋳造速度 1.0 m/min である．Bi 添加しても鋳片表面に縦割れなどの欠陥が発生しないことが確認できた．

図 7 にラボ連続鋳造鋳片の表層近傍のデンドライト 1 次アーム間隔の測定結果を示す．一方向凝固実験と同様に，Bi 添加で 1 次アーム間隔が短縮化できることが分かった．

また，実機鋳造試験も行ったが，ラボ連続鋳造と同様に操業上の問題が無く鋳造可能であることも分かった．

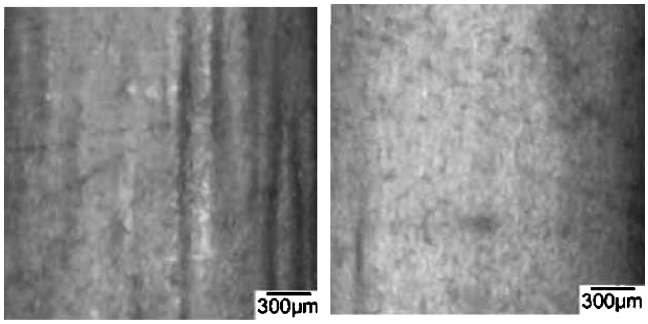

図 6　鋼板の曲げ試験結果．
(a) Bi 無添加，(b) 30 ppmBi.

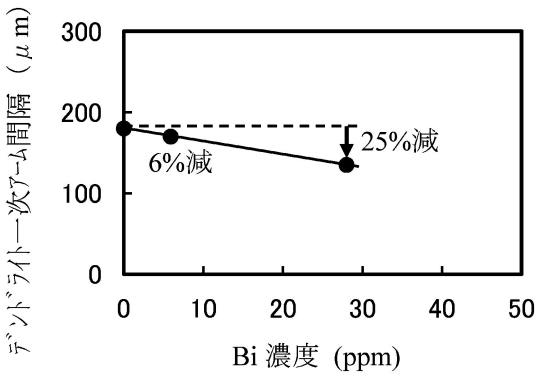

図 7　ラボ連続鋳造試験結果．

7. ま　と　め

以上のように，凝固過程における鋼の固液界面エネルギーを低下させることでデンドライトの一次アーム間隔を短縮できることが分かった．基礎試験結果を基に実機溶鋼中に微量の Bi を添加した試験の結果，連鋳鋳片におけるデンドライト一次アーム間隔の短縮化によりすじ模様の抑制が可能であることを実証した．固液界面エネルギーの低下を目的とした微量の Bi 添加による凝固組織に関する制御技術は，今後更なる鉄鋼材料の高品質化への要求に応え得る製鋼から始まる材料特性の制御技術の一つの新機軸に成り得ると考えられる．また，この技術は今後の進展が期待される高速鋳造化，難鋳造鋼種の連続鋳造化にも応用可能である．

なお，本開発に関連して18件の特許を出願した．

文　　献

(1) W. Kurz, B. Giovanola and R. Trivedi: Acta Metall., **34**(1986), 823–830.
(2) S. G. Kim, W. T. Kim and T. Suzuki: Phys. Rev. E, **60**(1999), 7186–7197.
(3) R. A. Grange: Metall. Trans., B, **2**(1971), 417–426.
(4) G. Krauss: Iron and Steel Technology, **1**(2004), 145.
(5) H. Mizukami, K. Hayashi, M. Numata and A. Yamanaka: Tetsu–to–Hagané, **97**(2011), 457–466.