

論文

UDC 669.14-412 : 536.421 : 548.7 : 620.183.255

キルド鋼塊における底部等軸晶帯の生成モデル*

川和高穂**・今井奈一郎***

国定泰信****・田口喜代巳*****

Model for Formation of Equi-axed Crystal Zone in the Killed Steel Ingots

Takahiro KAWAWA, Ryōichirō IMAI,
Yasunobu KUNISADA, and Kiyomi TAGUCHI

Synopsis:

A fairly simple model is proposed, which explains the formation mechanism of equi-axed crystals and predicts the profile of equi-axed zone in ingots. The validity of the model is proved by comparing the results of the experiments with that of the calculation according to the model.

The results are as follows:

(1) Profiles of equi-axed crystal zone in ingots, calculated by the above model, well coincide with that observed on the macro solidification structure of ingots.

(2) The model is based on the assumption that the rate of equi-axed crystal formation is proportional to the volume of liquid/solid zone (interdendritic zone).

(3) Therefore, equi-axed crystals in ingot are formed mainly at solidification front (liquid/solid zone) and sediment to the bottom of ingot to form equi-axed crystal zone, when the pouring temperature of steel is high enough and the steel meniscus is well covered with the exothermic powder, which excludes "showering" from the meniscus.

1. 緒言

鋼塊の底部には、一般に沈澱晶帯と称される等軸晶領域が形成される。実用大型鋼塊においては、この底部等軸晶帯に酸化物系非金属介在物が集積し、しばしば、製品での超音波探傷不良の原因となる。また、この領域では成分の負偏析が発生し、製品での機械的強度不足を引き起こすことがある。

このような問題に対処するためには、底部等軸晶帯の生成機構を解明することが必要であり、従来より種々の研究¹⁾²⁾がなされている。铸塊における底部等軸晶帯の生成機構に関しては、組成的過冷による不均質核生成説³⁾、自由チル晶説⁴⁾⁵⁾、デンドライトアームの再溶解説⁶⁾、鋼塊頭部からのシャワリング説⁷⁾⁸⁾等が考えられているが、

これらはいずれも、有機物あるいは非鉄系合金での研究例であり、鋼塊での研究例は少ない。また、これらのうちの多くは定性的な取り扱いであり、定量的な取り扱いをしたもののは少なかつた。

最近では、底部等軸晶帯の生成機構に関する定量的な報告もいくつか見られ^{9)~11)}、等軸晶の生成場所として、頭部自由表面あるいは側壁凝固界面が有力であろうと考えられている。

著者らは、これらの考えとは別の観点から底部等軸晶帯の生成モデルを考え、実用鋼塊の等軸晶帯のプロファイルについて検討した。本報告は、そのモデルに基づく計算結果と、実用鋼塊での底部等軸晶帯の形状に関する測定結果とを対応させ、モデルの妥当性について検討したものである。

* 昭和53年4月本会講演大会にて発表 昭和54年7月16日受付 (Received July 16, 1979)

** 日本鋼管(株)技術研究所福山研究所 工博(現: ニューヨーク事務所) (Fukuyama Laboratories, Technical Research Center, Nippon Kokan K. K., Now New York Office)

*** 日本鋼管(株)技術研究所福山研究所 (Fukuyama Laboratories, Technical Research Center, Nippon Kokan K. K.)

**** 日本鋼管(株)技術研究所福山研究所(現: 技術研究所) (Fukuyama Laboratories, Technical Research Center, Nippon Kokan K. K., Now Technical Research Conter., 1-1 Minamiwatarida-cho Kawasaki-ku Kawasaki 210)

***** 日本鋼管(株)福山製鉄所 (Fukuyama Works, Nippon Kokan K. K.)

Table 1. Chemical composition of the ingot (%).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	sol. Al
0.12~0.14	0.16~0.34	0.57~1.32	0.010~0.017	0.007~0.019	0~0.18	0~0.008	0.010~0.052

Table 2. Dimensions of ingot mold.

Mold	Inner dimension at 1/2 height		Height (H) (mm)	$\left(\frac{D_T - D_B}{H} \right) \times 100$ (%)	Type
	Narrow face (D) (mm)	Wide face (W) (mm)			
K10	585	1 546	1 900	-1.6	Big end down
K12	615	1 645	2 200	-1.4	"
K15A	725	1 645	2 200	-1.4	"
K15B	725	1 645	2 200	-1.4	"
K21	763	1 749	2 350	-3.2	"
K25	815	1 750	2 700	+3.7	Big end up
K30A	818	2 100	2 700	-3.1	Big end down
K30B	800	2 050	2 700	-3.0	"

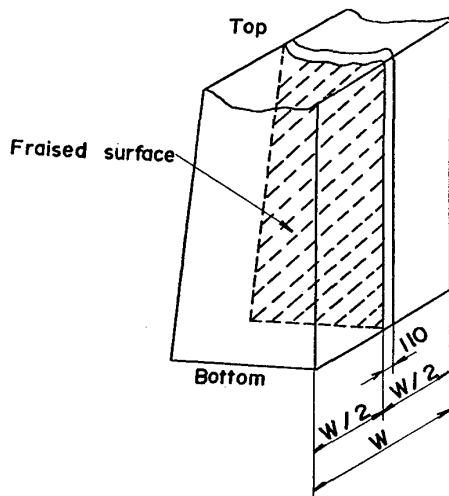


Fig. 1. Position of the cross-section for investigating solidification structure of ingots.

2. 実験方法

2.1 供試鋼塊

180 t LD 転炉で溶製した Table 1 に示す取鍋成分の溶鋼を、下注造塊法により、10~30 t (下広および上広) の扁平鋳型に鋳造した。使用鋳型の主要諸元を Table 2 に示す。溶鋼の取鍋ノズル下温度は平均で 1 571°C, 鋳込速度は 131~176 mm/min である。また、押湯枠は内装式とし、鋳造末期に発熱保温剤を投入し、鋼塊頭部からの放熱を防止した。

上記鋼塊が完全凝固した後、型抜きして常温まで大気放冷し、Fig. 1 に示すように鋼塊の軸心を含み短辺面に平行な試験片を切り出した。試験片は表面 (軸心側) を△△△に機械切削した後、サルファープリントおよびマ

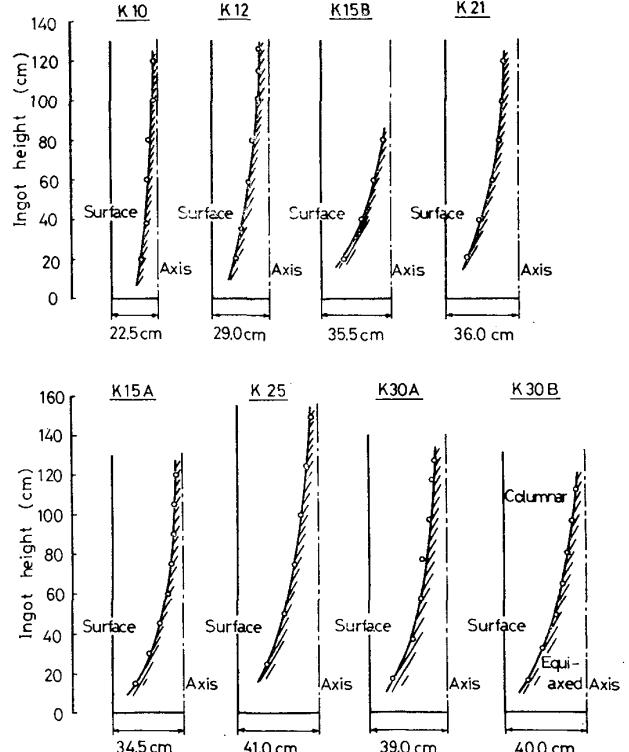


Fig. 2. Profiles of equi-axed crystal zone observed on the cross-section of ingots.

クロ腐食用に供した。

2.2 等軸晶帯の形状の測定方法

上記試験片のサルファープリントまたはマクロ腐食面上で、柱状晶帯 (分岐柱状晶帯も含めて以下柱状晶帯と呼ぶ) から等軸晶帯への遷移点の形状を実測した。

鋼塊切断面のマクロ凝固組織を Photo. 1 に、また等軸晶帯の形状の実測結果を Fig. 2 に示したが、等軸晶

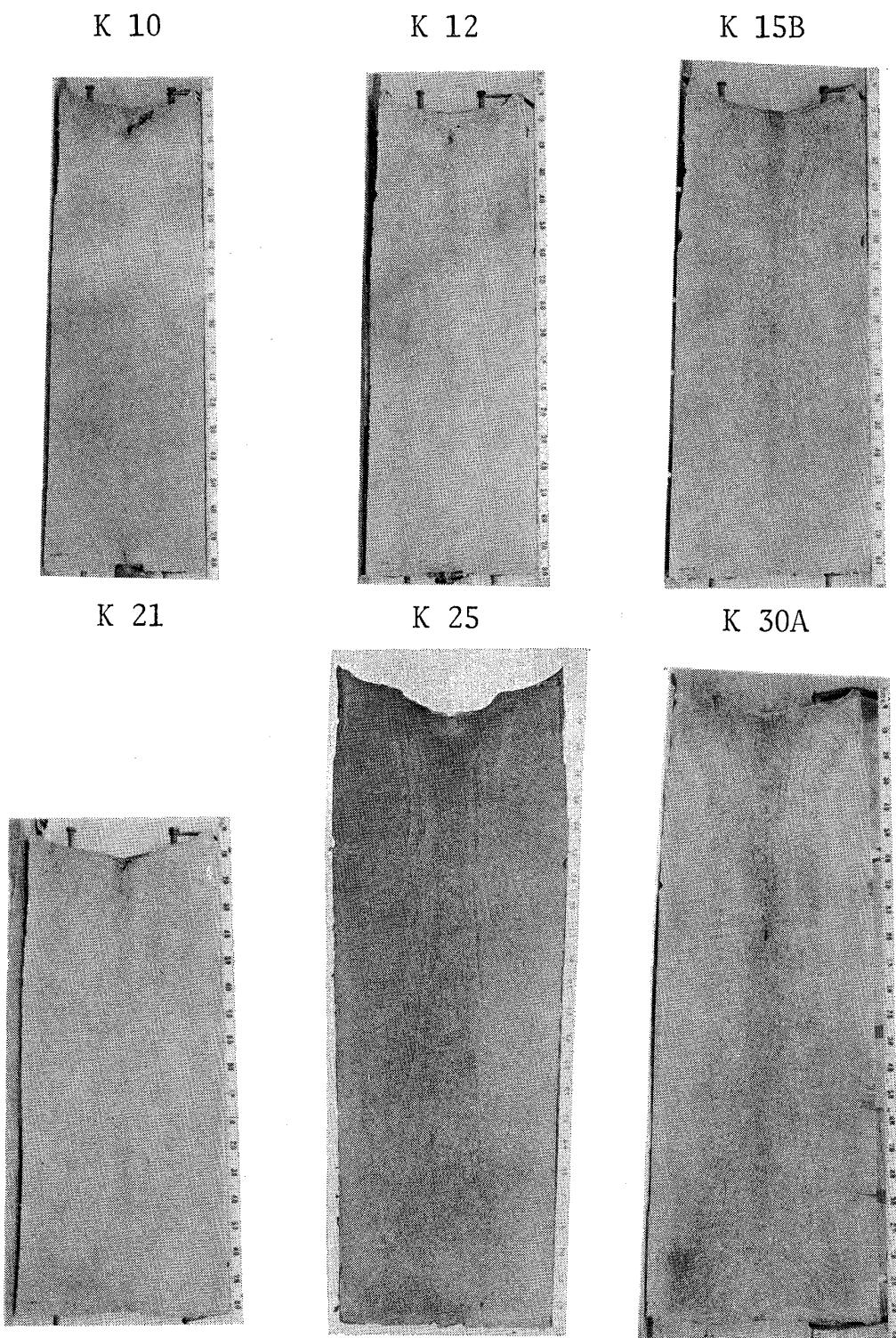


Photo. 1. Macro-structure of investigated ingots. ($\times 1/30$)

帶の高さおよび堆積形状は、鋼塊の形状によつて異なる。ている。

3. 解析および実験結果

3.1 等軸晶帯の生成モデル

鋼塊の底部には、Fig. 3 に示したような等軸晶帯が形

成される。この等軸晶帯を形成する結晶が発生するためには、発生する場所の温度が液相線温度以下であるという条件が必要であり、その場所として、鋼塊頭部が十分保温されている場合には、鋳型壁より横方向に成長しつつある柱状晶先端の凝固遷移層が最も有力であると考えられる。

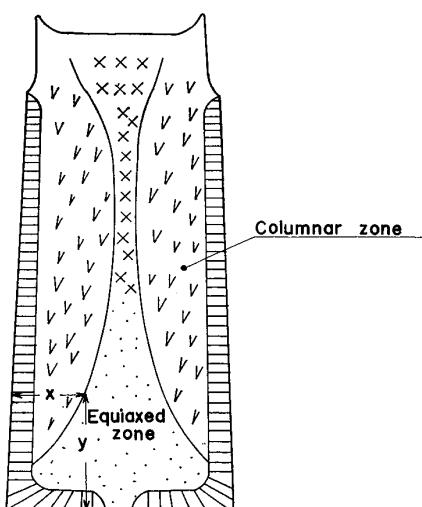


Fig. 3. Typical solidification structure of a ingot.

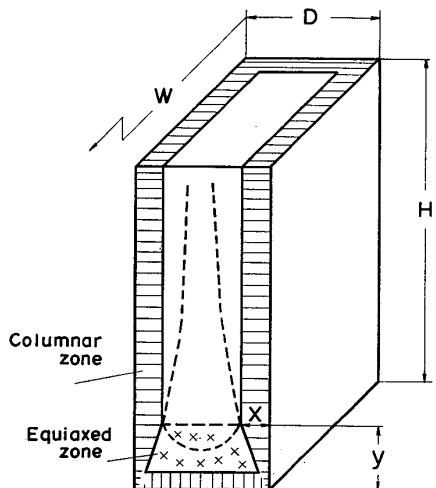


Fig. 4. Nomenclature to calculate the profile of equi-axed zone.

この凝固遷移層で生成した結晶は、すみやかに鋼塊底部に沈降、堆積し、その間の結晶の成長および横方向の凝固速度は無視しうるほど小さいものと仮定した。

Fig. 4 に等軸晶帯の形成状況を模式的に示したが、鋳型壁より成長してきた柱状晶は、堆積した等軸晶によってその成長を止められる。そして、この横方向に成長する柱状晶の凝固速度と等軸晶の堆積速度との関係によつて、等軸晶帯の形状は定まるであろう。

この時点において、等軸晶帯の内部では堆積した等軸晶は溶鋼と共に存しており、等軸晶帯の平均固相率は1未満であろう。その後の凝固の進行とともに、等軸晶は成長を続けるであろうが、横方向の柱状晶の成長はすでに止められているため、堆積した等軸晶の等軸晶帯内の成長により、柱状晶帯-等軸晶帯界面の形状が変化することは無いものと考えた。

形成された等軸晶帯によつて柱状晶の成長が止められる位置の固相率を f_x 、固相率 f_x の界面の凝固厚みを x とすると、ルート則より、時間 t において

$$x = k\sqrt{t} \quad (k : \text{固相率 } f_x \text{ の界面の凝固定数}) \cdots (1)$$

が成り立つことが知られており、本モデルではこの領域での凝固について考える。

本研究で取り扱つた厚鋼板用鋼塊はすべて扁平鋼塊であり、したがつて、凝固プロフィールは Fig. 1 に示した鋼塊の幅(W)中心の断面で代表させることができる。そして、上記の固相率 f_x の界面の凝固厚み x (cm) および x の位置における等軸晶の堆積高さ y (cm) については、Fig. 3 のように実測することができる。

この x と y の関係について以下のようなモデルを考え、実測値との対応関係について検討した。

なお、モデルでは単純化のため、鋳型のテーパーは無視して計算した。

3.1.1 側壁凝固界面での結晶の生成

結晶が側壁の凝固界面で、固液共存相の体積に比例して生成すると仮定する。

A_B : 鋼塊底部から高さ γ での溶鋼断面積 (cm^2)

S : 側壁凝固界面の全面積 (cm^2)

D : 鋼塊厚み (cm)

W : 鋼塊幅 (cm)

H: 鋼塊高さ (cm)

t : 時間 (s)

γ : 固液共存相内で単位時間当たり生成する等軸晶の体積 (cm^3/s)

Δx : 固液共存相の幅 (cm)

ると

したがつて、等軸晶帯の生成のマスバランス式は次式

表される。

$$\omega = \omega_B - (B - B_0) / (W - W_0)$$

$$S = \frac{1}{2} \langle W_{\perp \parallel} \rangle \langle W_{\perp \perp} + D_{\perp \parallel} \rangle$$

また、 $\frac{dy}{dt} = \frac{dy}{dx} \cdot \frac{dx}{dt}$ とし、(1)式に従うとすれば

$\frac{dx}{dt} = \frac{k^2}{2r}$ であるから(4)式は次式のようになる.

$$\frac{dy}{dx} = C \cdot x \frac{(H-y)(W+D-4x)}{(D-2x)(W-2x)} \cdot 4x \quad (C : \text{定数})$$

上二三

$$\ln(H-y) = \alpha_1 f(x) + \ln H - \alpha_1 \left\{ D^2 \left(\ln \frac{D}{2} - \frac{3}{2} \right) + W^2 \left(\ln \frac{W}{2} - \frac{3}{2} \right) \right\} \quad \dots \dots \dots (12)$$

$$\text{ただし } f(x) \equiv D^2 \ln \left(\frac{D}{2} - x \right) - 2 \left(\frac{D}{2} - x \right) \left(\frac{3}{2} D + x \right) + W^2 \ln \left(\frac{W}{2} - x \right) - 2 \left(\frac{W}{2} - x \right) \left(\frac{3}{2} W + x \right)$$

である。

それに対して、鋼塊厚み D 、幅 W 、高さ aH の鋼塊においては、 α_1 が両鋼塊で一定であるとすれば

x' ：高さ aH の鋼塊の側壁からの凝固厚み (cm)

y' ：高さ aH の鋼塊の等軸晶の堆積高さ (cm)

として

$$\ln(aH-y') = \alpha_1 f(x') + \ln aH - \alpha_1 \left\{ D^2 \left(\ln \frac{D}{2} - \frac{3}{2} \right) + W^2 \left(\ln \frac{W}{2} - \frac{3}{2} \right) \right\} \quad \dots \dots \dots (13)$$

(12), (13) 式において $x'=x$ のとき

$$\ln(H-y) - \ln H = \ln(aH-y') - \ln aH$$

$$y' = ay \quad \dots \dots \dots (14)$$

となり、 D , W が一定で H が a 倍になれば、等軸晶の堆積高さ y も a 倍になるものと考えられる。

3.2.2 鋳造実験

上記の解析結果を実験的に確認するために、同一形状の鋳型に注入高さのみを変えた 2 本の鋼塊を鋳込み、切断面の等軸晶帯の形状について、比較調査した。

180 t LD 転炉で溶製した Table 3 に示す取鍋成分の溶鋼を、下注造塊法により K 30 A 鋳型に鋳造した。注入高さは A 鋳塊で 2570 mm, B 鋳塊で 1700 mm とし、鋳込速度、押湯比および溶鋼トン当たりの発熱保温剤の投入量 (kg/t) を等しくした。溶鋼の取鍋ノズル下温度は 1565°C であり、通常のチャージよりもやや低めであった。

A, B 両鋼塊より 2.1 で述べた方法で鋼塊試験片を作成し、等軸晶帯の堆積形状について調査した。

試験片のマクロ凝固組織を Photo. 2 に、また等軸晶帯の形状の測定結果を Fig. 7 (実線) にそれぞれ示した。Photo. 2 および Fig. 7 によれば、A, B 両鋼塊の等軸晶帯の高さおよび堆積形状は、注入高さ (すなわち側壁の表面積) によって明らかに異なつておらず、注入高さの高い鋼塊 (A 鋳塊) における等軸晶の生成量が多か

Table 3. Chemical composition of the ingot (%).

C	Si	Mn	P	S	sol. Al
0.15	0.18	0.64	0.021	0.012	0.025

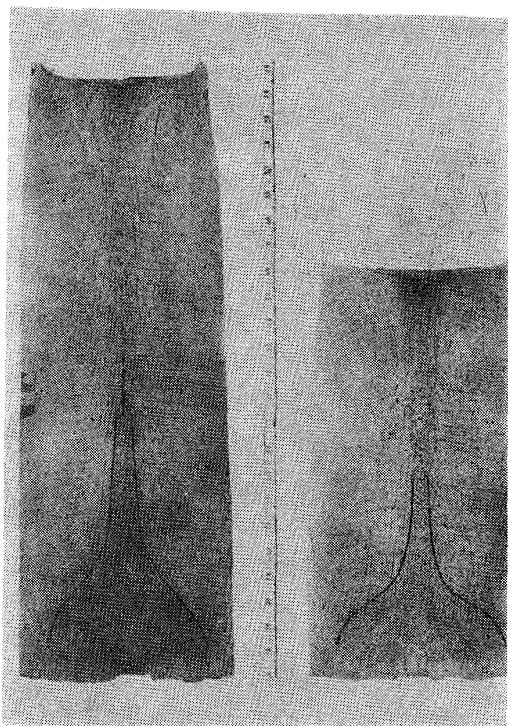


Photo. 2. Macro-structure of Ingot A and B ($\times 1/35$).

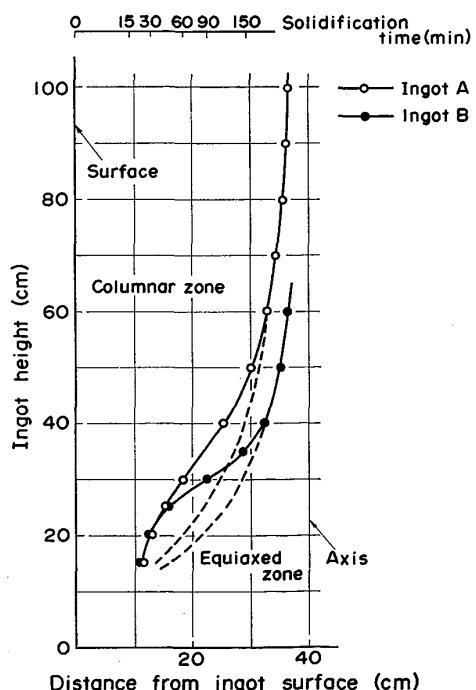


Fig. 7. Profiles of equi-axed zone in Ingot A and B.

つたことを示している。

また、等軸晶帯の形状の実測値に基づき、(8)式の妥当性を検討した結果を Fig. 8 に示したが、凝固のごく初期 (鋼塊ボトム) を除けば、いずれも直線性をよく満足しており、しかも、A, B 両鋼塊における直線の傾き

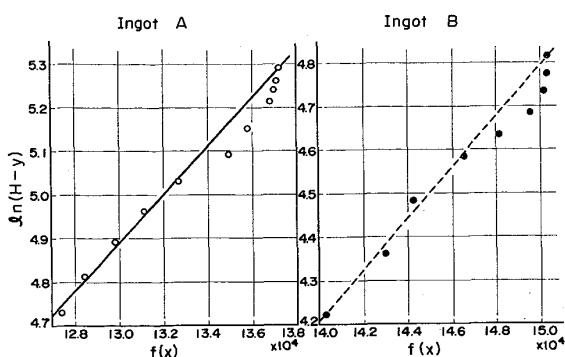


Fig. 8. Comparison of the relation between $f(x)$ and $(H-Y)$ calculated for Ingot A and B.

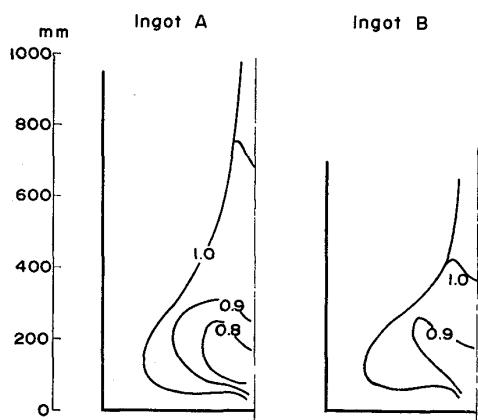


Fig. 9. Segregation pattern of carbon in Ingot A and B.

α_1 は等しい。さらに Fig. 7において、凝固の初期には計算値（破線、Fig. 8 の直線より逆算して求めた値）よりも実測値の方がやや大きくなっているが、大部分の領域で両者はよく一致している。

以上の組織的な観察結果に加えて、濃度分布から等軸晶帯の領域について検討するため、鋼塊底部における負偏析状況について調査した。分析試料は、鋼塊底部の所定の箇所より $10\text{ mm} \phi$ ドリルにて採取し、化学分析を実施した。Fig. 9 は [C] の等偏析度線分布（偏析度 = [鋼塊分析値]/[取錠分析値] とする）を示したものであるが、負偏析の領域は底部等軸晶帯（組織的には粒状晶の領域）と全くよく一致している。さらに、A 鋼塊と B 鋼塊を比較すると、等軸晶帯の広い A 鋼塊で、B 鋼塊よりも低偏析度の領域が広い。

以上の結果から、凝固のごく初期を除けば、著者らの凝固界面における等軸晶の生成モデルによつて、実現象をよく説明できることを確認した。

4. 考 察

等軸晶の生成モデルに基づく解析および実験結果によれば、実用鋼塊における等軸晶の生成場所は、頭部の自由表面よりもむしろ側壁の凝固界面が支配的であると考えられる。そして、凝固界面において生成する結晶の量が固液共存相の体積に比例するとして、実測結果をよく説明することができた。

しかし、等軸晶の生成機構としては、側壁凝固界面での生成の他に、頭部からのシャワリングあるいは初期のチーリングによる生成などが考えられているので、操業条件との関連も含めて若干の検討を行つた。

4.1 G. EBNETH らの式の検討

G. EBNETH ら⁹は、著者らと同様のモデルにおいて、側壁凝固界面での等軸晶の生成速度が、横方向の凝固速度に比例すると考えた。

$$\gamma \propto S \cdot \frac{dx}{dt} = S \cdot \frac{k^2}{2x} \quad \text{の関係を (4) 式に代入する}$$

と

$$\frac{dy}{dx} = \alpha_2 \frac{(H-y)(W+D-4x)}{(D-2x)(W-2x)} \quad (\alpha_2 : \text{定数}) \dots\dots\dots (15)$$

両辺を積分すると (16) 式が得られる。

$$\ln(H-y) = \alpha_2 \{ \ln(D/2-x) + \ln(W/2-x) \} + \text{const.} \dots\dots\dots (16)$$

(16) 式に Fig. 2 の実測値を代入してその直線性を調べた結果を、一例として Fig. 10 に示したが、いずれの鋼塊においても直線性を満足しているとはいえない。その理由としては、 γ が横方向の凝固速度に比例するとした仮定に問題があると考えられ、3.1.1 で述べたように、 γ が固液共存相の体積に比例するとしたほうが妥当であることを示している。

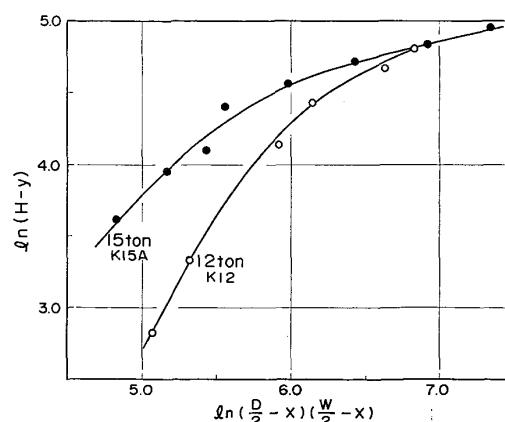


Fig. 10. Relation between $\ln(H-y)$ and $\ln(D/2-x)(W/2-x)$ in Eq (16).

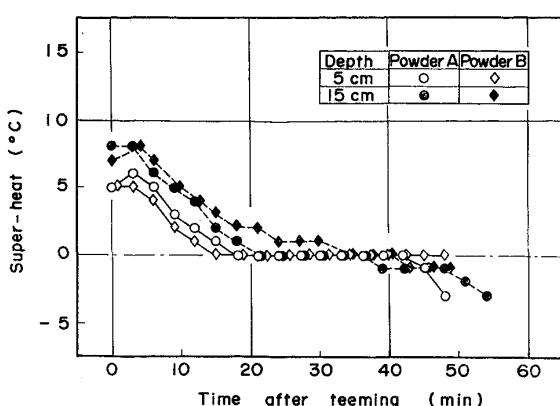


Fig. 11. Variation of steel temperature during solidification of ingots.

4.2 鋼塊頭部測温試験

等軸晶の生成起源として、湯面からのシャワリングの可能性を検討するために、鋳込終了後の鋼塊湯面下溶鋼の測温試験を実施した。ただし、測温により切断鋼塊の頭部での等軸晶生成条件に影響を与えないように、鋼塊切断を実施しない別の鋼塊で測温を行つた。溶鋼の組成は Table 3 に示した組成とほぼ同一であり、鋳型は 25t 鋳型を用いた。測温方法は、アルミナ管で保護した Pt-Pt 13%Rh 熱電対をあらかじめ鋳型上部よりそう入固定しておき、鋳型中心部湯面下 50 mm および 150 mm 相当深さの位置で測温した。

合計 6 チャージにわたり、鋳込終了後約 1 h の連続測温を実施した。いずれのチャージでも同様の結果を得ており、その結果を一例として Fig. 11 に示したように、湯面直下の溶鋼は鋳込終了後 15~20 min までは数度の過熱度を保つており、しかも鋳込終了後 40 min までは、液相線温度よりも低くなることは無い。したがつて、少なくとも鋳込終了後約 40 min までは、頭部湯面で凝固が進行しているとは考えにくく、湯面からのシャワリングの可能性は小さい。しかし、切断鋼塊での等軸晶帶の観察結果によれば、この時期にすでに等軸晶帶が形成され始めていることを証明しており、その起源としては側壁の凝固界面が支配的であろうと考えられる。

また、鋳込終了後 40 min 以前に形成する等軸晶帶に関しては、先に検討したように、側壁凝固界面での生成モデルでよく説明することができる。

垣生ら¹¹⁾は、等軸晶の生成場所としては湯面および側壁の両方が考えられ、湯面の寄与率がかなり高いことを述べている。しかし、上述したように著者らの実験によると、等軸晶の生成場所としては側壁の凝固界面が支配的であると推論できる。両者に差がある理由としては、本実験では鋳込温度が高く、また鋼塊頭部の保温条件が

非常に良好であり、湯面からのシャワリングを防止し得たためであろうと考えられる。シャワリングが発生するためには鋼塊頭部の溶鋼温度が少なくとも液相線温度以下となる必要があるからである。

4.3 注入温度の影響

3.2.2 で述べたように、試験鋼塊 A および B の等軸晶帶の形状に関しては、細部で他の鋼塊（通常操業の鋼塊）とやや異なつており、鋼塊のごく底部（凝固の初期）において実測値と計算値が一致せず、実測値のほうが大きい領域が存在する。

その理由としては、凝固の初期に何らかの条件で生成した結晶が、側壁凝固界面で生成した結晶にプラスされたためと考えられる。試験チャージの操業条件としては、鋼塊頭部の保温状況は通常チャージと同様に良好であり、4.2 で検討した結果からも、湯面からのシャワリングの可能性は小さい。それに対して、試験鋼塊 A, B の鋳造時においては取鍋ノズル下温度が通常操業よりもやや低く、鋳込初期に鋳型内でのチリングにより生成した結晶が残留し、沈降堆積したためと考えられる。

4.4 小括

以上の考察から、側壁凝固界面での等軸晶生成モデルによつて、実用鋼塊における底部等軸晶帶の形成をよく説明でき、凝固界面での等軸晶の生成速度が固液共存相の体積に比例することを明らかにした。

固液共存相内における等軸晶の生成機構に関しては、melt off⁶⁾あるいは break off¹²⁾による機構が考えられているが、今回の検討結果のみではそのどちらによるのかは断定できない。いずれにしても、固液共存相内では等軸晶が生成することは認められている^{6), 12)}。

本モデルでは、鋳型壁より成長してきた柱状晶が、堆積した等軸晶によつてその成長を止められるものと仮定して解析を行つた。M. H. BURDEN ら¹³⁾は、このような機構が、柱状晶先端における成長速度と温度勾配の変化によつて説明されると述べている。本論文では上記の仮定に対する検討は特に行つていないが、本モデルによつて等軸晶帶の生成を説明できたことより、実用鋼塊において M. H. BURDEN らの述べている機構が成立している可能性は十分考えられる。

なお、側壁凝固界面で等軸晶が生成する条件として、注入温度が十分高く、鋳込終了後の鋼塊頭部の保温状況が良好であるとの操業条件が前提であることはいうまでもない。注入温度の条件によつて等軸晶の生成機構が変わることは鈴木ら¹²⁾も述べているとおりであり、操業条件により等軸晶の生成機構が異なる可能性は十分考えられる。

5. 結 言

鋼塊底部に生成する等軸晶帯の生成機構を明らかにするために、簡単な凝固モデルを考え、そのモデルに基づく解析結果と実用鋼塊における底部等軸晶帯の実測結果とを対応させ検討した結果、以下の結論を得た。

(1) 溶鋼の注入温度が十分高く、しかも湯面の保温が良好であるような条件下では、等軸晶の生成場所としては、頭部の自由表面よりはむしろ、側壁の凝固界面が支配的であると考えられる。

(2) 上記の条件下で、鋼塊厚みおよび幅が一定で、高さのみが異なる鋼塊を鋳造し、その等軸晶帯の形状について比較検討した。その結果、等軸晶の量が側壁凝固界面における固液共存相の体積に比例して生成しており、鋼塊高さに応じて等軸晶の堆積高さも定まることが確認された。

(3) 側壁凝固界面での単位時間あたりの等軸晶生成速度が固液共存相の体積に比例するとしたモデルによつて、実用鋼塊における底部等軸晶帯の生成機構をよく説明することができる。しかし、固液共存相内において、いかなる機構によつて等軸晶が生成しているのかについては、不明な点が多く、今後の研究が必要である。

文 献

- 1) 前川静弥、中川義隆、百瀬昭次：学振19委凝固現象協議会、19委8476(1967.4月)
- 2) 満尾利晴、堀籠健男、斎藤昭治、野村悦夫、北村征義、河野六郎：鉄と鋼、57(1971), p. 915
- 3) W. C. WINEGARD and B. CHALMERS: Trans. ASM, 46 (1954), p. 1214
- 4) B. CHALMERS: J. Aus. Inst. Metals, 8 (1963), p. 255
- 5) 鈴木 章、中村実人、坂本敏正：日本金属学会誌 34(1970), p. 802
- 6) K. A. JACKSON, J. D. HUNT, D. R. UHRMANN, and T. P. SEWARD. III: Trans. Met. Soc. AIME, 236 (1966), p. 149
- 7) R. T. SOUTHIN: 同上, 239(1967), p. 220
- 8) 大野篤美、茂木徹一：鉄と鋼, 63(1977), S 105
- 9) G. EBNETH, W. HAUMANN, and K. RÜTTIGER: Arch. Eisenhüttenw., 45 (1974), p. 353
- 10) Y-K. CHUANG and K. SCHWERDTFEGER: 同上 45(1975), p. 303
- 11) 垣生泰弘、江見俊彦、北岡英就：鉄と鋼, 62 (1976), p. 971
- 12) 鈴木 章、中村実人、坂本敏正：日本金属学会誌 34(1970), p. 808
- 13) M. H. BURDEN and J. D. HUNT: Met. Trans., 6A (1975), p. 240