

Title	難加工性材料の双ロール法急冷薄帯製造プロセスに関する研究
Author(s)	行本, 正雄
Citation	大阪大学, 1997, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.11501/3129278
rights	
Note	

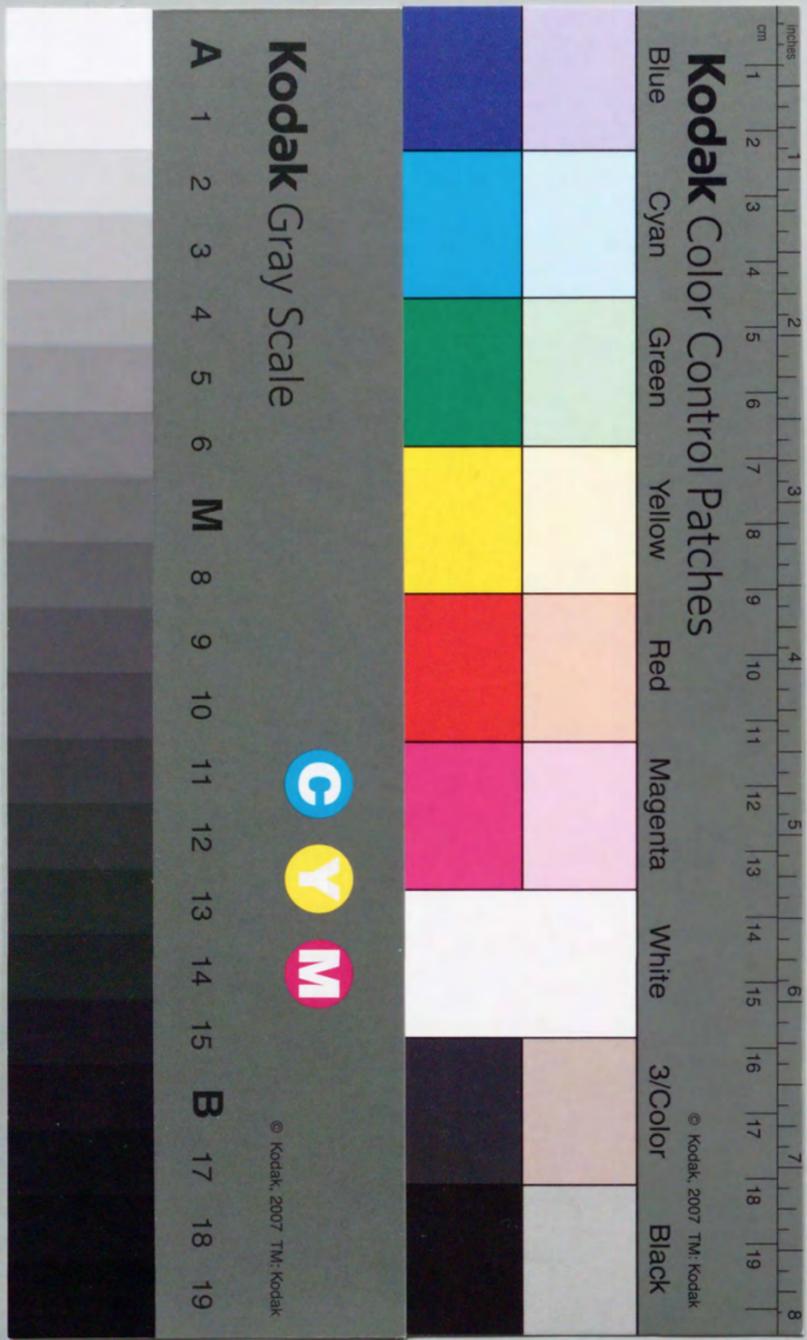
Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

難加工性材料の双ロール法急冷薄帯
製造プロセスに関する研究

行本正雄



①

難加工性材料の双ロール法急冷薄帯
製造プロセスに関する研究

平成8年10月

行本正雄

目次

	頁
第1章 序論	
1-1 研究の背景	1
1-2 研究の目的	2
1-3 論文の構成	3
参考文献	6
第2章 双ロール法急冷薄帯凝固プロセスの基礎的検討	
2-1 緒言	7
2-2 実験方法	8
2-3 板厚、板幅に及ぼす casting 条件の影響	9
2.3.1 パドルの直接観察	
2.3.2 溶湯温度の影響	
2.3.3 ロール周速の影響	
2.3.4 圧下力とロールギャップの影響	
2.3.5 スリット間隔と射出圧力の影響	
2.3.6 ロール材質の影響	
2-4 凝固組織に及ぼす casting 条件の影響	17
2.4.1 薄帯の断面組織	
2.4.2 薄帯の表面組織	
2.4.3 粒径と周速、ロールギャップの関係	
2-5 熱伝達係数と冷却速度の評価	22
2.5.1 熱伝達係数の定義	
2.5.2 推定方法と計算結果	
2.5.3 デンドライトアーム間隔と冷却速度の関係	
2-6 結言	26
参考文献	27

	頁
第3章 双ロール法急冷薄帯の製造設備と要素技術	
3-1 緒言	29
3-2 双ロール設備の概要と運転方法	31
3.2.1 設備仕様と能力	
3.2.2 運転方法	
3.2.3 熱履歴	
3-3 溶解・注湯系	35
3.3.1 温度制御	
3.3.2 加圧式注湯制御	
3.3.3 スライディングノズルによる流量制御	
3.3.4 幅方向均一注湯制御	
3-4 冷却ロール系	44
3.4.1 冷却ロール構造と熱伝達の評価	
3.4.2 冷却ロールのクラック防止	
3.4.3 油圧圧下制御とミスアライメント制御	
3.4.4 ロールクラウン制御	
3.4.5 ロール偏芯防止	
3.4.6 サイドダム	
3-5 搬送、巻取系	66
3.5.1 先端通板	
3.5.2 張力制御	
3.5.3 蛇行制御	
3.5.4 分割巻取	
3-6 結言	74
参考文献	76

	頁
第4章 難加工性材料急冷薄帯の凝固技術と材料特性	
4-1 高珪素鋼急冷薄帯の凝固特性と材料特性	78
4.1.1 緒言	
4.1.2 凝固組織と析出物制御	
4.1.3 高珪素鋼薄帯の磁気特性と集合組織の関係	
4.1.4 高珪素鋼薄帯の機械的特性	
4.1.5 モーターコアへの適用	
4.1.6 結言	
4-2 高Crステンレス鋼急冷薄帯の凝固特性と材料特性	89
4.2.1 緒言	
4.2.2 鑄造条件と合金組成	
4.2.3 薄帯の外観、厚みおよび凝固組織	
4.2.4 二次冷却による析出物制御	
4.2.5 溶接フープ材の品質特性	
4.2.6 結言	
4-3 Ni基超合金急冷薄帯の凝固特性と材料特性	100
4.3.1 緒言	
4.3.2 合金組成と薄帯の凝固組織	
4.3.3 ミクロ組織の観察	
4.3.4 表面および内部欠陥の低減	
4.3.5 薄帯の機械的特性	
4.3.6 結言	
参考文献	114
第5章 総括	116
謝辞	119

第1章 序論

1-1 研究の背景

溶融金属から急速凝固によって直接薄帯を得る、いわゆる急冷薄帯 casting はアイデアとしては100年以上の歴史を持つが、鉄鋼分野ではまだ実用化するには至っていない。しかし近年、各企業において実証機規模での開発が盛んに行われるようになり、技術的障害は多いもののいずれは実用化されるものと見られている。また、昭和30年代前半に導入された連続 casting 技術が既に成熟の域に達しつつあり、さらにコストを低減するとともに、より優れた材料を創り出していくための新たな対応が望まれており、その1つとして急冷薄帯法が注目されている。

急冷薄帯技術の利点としては、第1には工程省略による低製造コスト化や短納期化があるが、現時点あるいは近い将来における利点は、従来プロセスでは製造困難な難加工性材料や急速凝固によって特性向上が期待される高付加価値材料の薄帯製造が可能な点にある。

一方、もう1つの流れとして1960年にDuwezら²⁾が発表したガン法を用いたスプラット冷却によるAg-Cuの単一相及びAu-Siのアモルファス相の出現は、金属材料分野に新しい展開を与え、以来急冷凝固に関する論文、特許の数は増加の一途をたどった。アモルファス合金薄帯の作製技術は、1969年にPond³⁾によって回転冷却体法が開発され、連続的な薄帯として作製が可能となった。更に、Fe-B-Si系アモルファス合金薄帯がトランス用軟磁性材料として優れ、省エネルギーに有効である事がLuborsky⁴⁾によって発表され、この分野での研究活動がより活発となった。1980年以降鉄鋼関係では、鉄鋼の急速凝固部会や米国のD.O.Eプロジェクト、AIMEやI&SでのNear-Net-Shapeシンポジウム等の組織的な研究活動が起こり、従来のBessemer式直接製板技術の思想と合流して日本、米国、欧州の鉄鋼メーカーを中心とする今日の各企業のストリップキャスターの研究開発の方向づけがなされた。本研究もこの頃開始し、菅、行本ら^{5),6)}は双ロール法による6.5%Si-Fe合金急冷薄帯の製造技術について報告している。

一般に、薄帯は厚さ10~100 μ mのアモルファス合金薄帯、厚さ20 μ m~数mmの結晶質急冷薄帯に分類され、いずれも回転ロールを利用した固体接触冷却により作製される。プロセスとして単ロール法と双ロール法が代表的で、他にもドラムの内側や電磁力、移動ベルトを用いた方法も開発されているが、現時点で工業規模もしくはこれに準ずる実証機規模での成功例はアモルファス合金薄帯を製造する単ロール法、特にPFC法(Planar Flow Casting)⁷⁾と数mm厚みのステンレス鋼薄帯を製造する双ロール法⁸⁾が知られている。

PFC法はスリットノズル先端と冷却ロール表面とのギャップを1mm以下に設定し、溶湯の自由ジェットを形成せず、安定なパドルを保持する方法で、このPFC法を用いて1980年以降Allied社、日立金属、Vaccumshmelz社等を中心に広幅アモルファス合金薄帯が製造販売されている。米国ではArmco/WestinghouseがPFC法を数mm厚の鋼のストリップまで発展させる開発がD.O.Eプロジェクト⁹⁾の1つとして行われた。この開発は薄帯の自由面側の平坦度が得られず、凝固完了までの抜熱不足や幅(75mm)の限界等の問題

から5年後に中止された。しかし、同時期に開発に着手した Allegheny 社のメルトドラッグ法¹⁰⁾や Ribbtec 社のメルトオーバーフロー法¹¹⁾は実証機もしくは実用機として稼働中で、例えば SUS304、Ni₃Al 広幅薄帯の 10ton 規模鑄造や Ti、Ti-Al 合金薄帯、コンクリート用 SUS ファイバーの商業化が報告されている。このように米国におけるストリップキャスターの開発は単ロール法に力を入れてきたが、1992 年以降は Nucor 社の薄スラブキャスター¹²⁾の成功により米国政府と鉄鋼各社の開発は中断していると聞く。

一方、国内では双ロール法が中心で、早大草川ら¹³⁾の傾斜双ロールによる鑄鉄、ステンレス鋼の鑄造実験に始まり、神鋼吉田ら¹⁴⁾の研究や日金工/Krupp 社の実証機規模の傾斜双ロールの報告¹⁵⁾がある。垂直式双ロールの開発は 1980 年前半に川鉄¹⁶⁾、新日鉄¹⁷⁾、日本冶金¹⁸⁾、NKK 社¹⁹⁾が実験室規模の装置を用いてステンレス鋼、高珪素鋼薄帯を作製し、その材料特性を報告した。その後、各社は ton オーダーでの鑄造実験を試み、板幅も数 100mm からメートル幅へと開発が進み、最終段階に達していると思われる。実用化技術の最大の課題は鑄造の安定化と鑄片の表面及び内部品質の向上である。前者は注湯の幅方向均一化、サイドダムのシール強化、鑄造開始時の搬送、巻取方法、ロールの形状制御法等の技術項目があり、後者は表面割れ、引け巣、ミクロ偏析、結晶組織等の問題解決である。各社とも SUS304 を中心とした冷延後製品品質に関する研究を報告しているが、未だ実用化されていない^{20)~23)}。

本研究は以上に述べた現状の鋼を中心としたストリップキャスターが持つ問題点を解決し、近い将来の本格的な双ロール法急冷薄帯製造プロセスの商業化の一助とするため、特に板厚 1mm 以下の難加工材の直接製板技術について実施したものである。

1-2 研究の目的

本研究は難加工材料の双ロール法急冷薄帯製造プロセスに関して現状の鑄造技術や鑄片の品質がもつ問題点を解決し、近い将来の本格的な実用化の一助とする事を目的になされた研究で、垂直式双ロール装置の設計からその操業条件、制御方式まで設備全般と板厚 1mm 以下の急冷薄帯の品質に関する材料特性と商品化について研究した。本研究の課題をより具体的に示すと下記の 3 つに分類される。

第 1 の課題は、急冷薄帯の性質を決める板厚、凝固組織、冷却速度と鑄造条件との関係を明らかにする事である。従来から板厚とロール周速の関係については多くの報告^{24)~26)}があるが、本研究では更に溶鋼流量、溶鋼温度、ロール圧下力、ロール材質等に対してより系統的な検討を加え、凝固組織、冷却速度との関係に実験と数値計算により定量的な考察を加えた。

第 2 の課題は、ton オーダー規模での実証機の設備設計とその要素技術の開発である。従来、垂直型、傾斜型、水平型及び異径型等の双ロールキャスターの研究開発が盛んであり、ステンレス鋼、電磁鋼等の量産材や非鉄合金等に関してプロセスの概要や操業条件、鑄片品質に関する報告は多い^{27)~36)}。しかし、実証機規模での溶解、鑄造、搬送、巻取までの一連の装置仕様や設計思想等詳細な報告は見当たらない。また、3mm 以上の板厚を製造する場合、鑄造速度は通常毎分 m~数十 m 程度で既存連鑄機や熱延ミルの技術の延長線上にあるが、本研究が対象とする板厚 1mm 以下の双ロール装置ではその鑄

造速度は毎秒数 m と速く、高度な設計と操業が要求される。そこで、急冷薄帯プロセスの鑄造安定化と鑄片品質の向上のため、注湯系から巻取系まで双ロール装置に要求される基本性能を明らかにし、計測と制御を中心とした要素技術の確立を本研究の主要な目的の一つとした。

第 3 の課題は、広幅急冷薄帯の品質、特に様々な合金組成での健全な急冷凝固組織を得る製造技術と材料特性評価及び実用化の可能性の検討である。従来、双ロール法による SUS304 急冷薄帯の凝固組織及び冷延後の鑄片品質、材料特性に関する報告は多い^{20)~23)、28)、32)、37)~44)}。しかし、急冷薄帯製造プロセスの最大の利点は難加工材の薄板化であり、小ロット多品種のニーズに対応するには通常工程では圧延できない特殊材急冷薄帯の製造技術の確立が望まれる。本研究では通常圧延不可能な 4.5%~6.5%Si-Fe 合金、30%Cr-14Ni に代表される高 Cr ステンレス鋼、熱間加工性が悪い Ni 基超合金薄帯に関する凝固組織や材料特性に関して詳しい検討を行い、各合金組成での品質上の問題点とその解決方法、更にはサンプル評価まで総合的に実用化の可能性を探る事をもう 1 つの目的とした。

1-3 論文の構成

本論文の構成は次の通りである。

第 1 章では日米、欧州の急冷薄帯法の研究動向を中心に本研究の背景と目的、構成について述べる。

第 2 章では双ロール法急冷薄帯凝固プロセスの基礎的検討について板厚、凝固組織、冷却速度と鑄造条件との関係を述べる。溶湯温度、ノズルスリット、射出圧力、ロール周速、ロール圧下力、ロールギャップ、ロール材質といった鑄造条件の板厚、板幅に及ぼす影響について研究する。また、これらの鑄造条件に対する凝固組織の観察、結晶粒径や dendrite アーム間隔の測定を行い、熱伝達係数と冷却速度を評価する。

第 3 章では双ロール法急冷薄帯の製造設備と要素技術について述べる。実証機規模での垂直式双ロール装置の設備概要と運転方法ならびに溶解・注湯系、製板系、搬送・巻取系の各要素技術に関して研究する。また、板厚偏差、幅方向均一注湯制御、冷却ロールの圧下制御、クラウン制御、サイドダムに関するメカニズムまたは具体的な計測、制御技術について研究する。板厚 1 mm 以下の高速鑄造技術、特に先端通板、低張力制御、蛇行制御及び 3 ton 規模連続鑄造のため、ノズル、ロールの長寿命化や連続コイル巻取(分割、複数コイル処理)技術について詳細に述べる。

第 4 章では難加工性材料急冷薄帯の凝固特性と材料特性について述べる。まず、高珪素鋼急冷薄帯の凝固特性と材料特性に関して、凝固組織と析出物の関係、薄帯の集合組織と磁気特性の関係、薄帯の機械的特性の結果について述べる。更に、これらの研究結果に基づき、4.5%Si-Fe 薄帯をモーターコアに適用し、その結果を述べる。

続いて、高 Cr 鋼ステンレス鋼急冷薄帯の凝固特性と材料特性に関して、溶接フープ材の各合金組成と凝固組織の関係、析出物の形態解析、冷却速度制御による析出物制御について述べる。

続いて、Ni 基超合金急冷薄帯の凝固特性と材料特性に関して、各合金組成での凝固組

織, 転位組織を観察した結果について述べる。更に, 鋳片の表面, 内部欠陥の発生メカニズムを解析し, これを低減するための操業条件の最適化や溝ロールによる均一凝固技術について述べる。材料特性は高温強度を測定し, 耐熱強度部材への適用の結果について述べる。

第5章では本研究の総括を述べる。

参考文献

- 1) H.Bessmer, Annual Meeting of The Iron and Steel Institute, Oct. 6 th (1981).
- 2) P.Duwez and R.H.Willens : Trans. TMS. AIME, 227(1963), 362.
- 3) R.Pond,Jr. and R.Maddin : Trans. TMS. AIME, 245(1969), 2475.
- 4) F.E.Luborsky : Amorphous Magnetism, Vol.2(1977),345.
- 5) T.Kan, Y.Ito and H.Shimanaka : J. Magn. Mater., 26(1982), 127.
- 6) M.Yukumoto, K.Shibuya, T.Kan and Y.Ito : Rapidly Quenched Metals, ed. S.Steeb and H.Walimont, (1985), Vol.1, 67.
- 7) S.K.Das, N.J.Decristofaro and L.A.Davis : Rapidly Quenched Metals, ed. S.Steeb and H.Walimont,(1985), Vol.1, 1621.
- 8) S.Pimputkar, R.S.Carbonara, J.J.Raynent and J.L.McCall : Rapidly Quenched Metals, ed. S.Steeb and H.Walimont,(1985), Vol.1, 95.
- 9) R.S.Williams : Technology Development of Thin Strip Casting, Final report (1984).
- 10) D.B.Love and J.D.Nauman : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988), 597.
- 11) T.Gasper and L.E.Hackman : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988), 613.
- 12) F.K.Iverson and K.Busse : Stahl u. Eisen, 111(1991) 1, 37.
- 13) 草川隆次, 岡村隆之, 井上達也, 小町友則 : 材料とプロセス, 1 (1988) , 1348.
- 14) 吉田千里, 谷口一幸, 須藤正俊, 野崎輝彦 : 鉄と鋼, 71 (1985) , A237.
- 15) 松木亮, 大野康一, 梅田員由, 田中博孝, 佐々木庸夫 : 材料とプロセス, 5 (1992) , 321.
- 16) 小菊史男, 小沢三千晴, 渋谷清, 宍戸浩, 菅孝宏 : 鉄と鋼, 71 (1985) , A229.
- 17) 宮沢憲一, 大橋徹郎, 笠間昭夫, 梶岡博幸 : 鉄と鋼, 71 (1985) , S768.
- 18) 芝田耕治, 戸塚覚, 丸山哲男, 天野景博, 峠竹弥 : 材料とプロセス, 3 (1990) , 1162.
- 19) 西岡信一, 土田裕, 北川融, 藤田米章, 佐藤博明, 大槻政明 : 鉄と鋼, 71 (1985) , A241.
- 20) 末広利行, 住友秀彦, 高橋秀光, 上田全紀, 阿部雅之, 寺岡慎一 : 材料とプロセス, 3 (1990) , 214.
- 21) 寺岡慎一, 上田全紀, 末広利行, 竹内英磨, 鈴木茂 : 材料とプロセス, 4 (1991) , 997.
- 22) 月ヶ洞稔, 坂口治男, 佐々木万晶, 毛利勝一, 谷川雅之, 山田桂三, 渡部十四雄, 西前年 : 材料とプロセス, 5 (1992) , 1022.
- 23) 宅田裕彦, 菊池潮美, 藤本仁, 八田夏夫 : 材料とプロセス, 4 (1991) , 54.
- 24) 高山新司, 大井徹 : 日本金属学会誌, 44 (1980) , 113.
- 25) 宮沢憲一, 長隆郎 : 日本金属学会誌, 47 (1983) , 8, 717.
- 26) 富田貞美, 鈴木秀夫 : 日本金属学会誌, 48 (1984) , 2, 202.
- 27) 松本正人, 谷口一幸, 安中弘之, 十代田哲夫 : 材料とプロセス, 4 (1991) , 1002.
- 28) 福田義盛, 田中重典, 水地功, 宮寄雅文, 竹内英磨, 山本恵一 : 材料とプロセス, 6 (1993) , 255.
- 29) 新井貴士, 山田衛, 桐原端史, 中島啓之, 竹内英磨, 山上靖弘, 山本恵一, 佐々木邦政 : 材料とプロセス, 6 (1993) , 254.

- 30) 佐々木均, 中谷孝司, 天野景博, 峠竹弥, 丸山哲男, 松井正之: 材料とプロセス, 6 (1993), 1139.
- 31) 丸山哲男, 天野景博, 峠竹弥, 加瀬政夫, 江波戸和男, 横田孝三: 材料とプロセス, 3 (1990), 1163.
- 32) 塙武志, 福井克則, 松永滋, 木村智明, 西野忠, 平野稔: 材料とプロセス, 3 (1990), 1161.
- 33) 松木亮, 大野康一, 梅田員由, 田中博孝, 佐々木庸夫: 材料とプロセス, 4 (1991), 52.
- 34) 吉村裕二, 新井貴士, 下村健介, 中島啓之, 竹内英麿, 山上靖博, 柳謙一, 佐々木邦政: 材料とプロセス, 4 (1991), 993.
- 35) 山田桂三, 渡部十四雄, 西前年, 月ヶ洞稔, 坂口治男, 古川哲郎, 鈴木暁, 加藤剛: 材料とプロセス, 5 (1992), 1021.
- 36) 井上健, 谷口一幸, 安中弘行: 材料とプロセス, 5 (1992), 1018.
- 37) 大野康一, 松木亮, 梅田員由, 田中重典, 佐々木庸夫: 材料とプロセス, 6 (1993), 257.
- 38) 及川雄介, 田中重典, 竹内英麿: 材料とプロセス, 6 (1993), 1137.
- 39) 田中重典, 梶岡博幸, 松村省吾, 竹内英麿, 佐々木邦政, 山本恵一: 材料とプロセス, 3 (1990), 213.
- 40) 月ヶ洞稔, 坂口治男, 佐々木万晶, 毛利勝一, 山田桂三, 東洋幸, 西前年, 河原木武志: 材料とプロセス, 3 (1990), 211.
- 41) 小北雅彦, 谷口一章, 安中弘行, 小山伸二, 仲山公規: 材料とプロセス, 3 (1990), 210.
- 42) 山田桂三, 三塚匡彦, 西前年, 河原木武志, 月ヶ洞稔, 坂口治男, 毛利勝一, 佐々木万晶: 材料とプロセス, 3 (1990), 1164.
- 43) 山内隆, 森川広, 長谷川守弘: 材料とプロセス, 4 (1991), 56.
- 44) 月ヶ洞稔, 坂口治男, 佐々木万晶, 毛利勝一, 山田桂三, 三塚匡彦, 西前年, 河原木武志: 材料とプロセス, 4 (1991), 55.
- 41) 芝田耕治, 長島信一, 丸山哲男, 戸塚覚, 天野景博, 峠竹弥: 材料とプロセス, 4 (1991), 53.
- 42) 末広利行, 寺岡慎一, 上田全紀, 大野耕作, 林征夫, 中島啓之: 材料とプロセス, 4 (1991), 996.
- 43) 福田義盛, 田中重典, 水地功, 竹内英麿, 中島啓之, 山本恵一: 材料とプロセス, 4 (1991), 995.
- 44) 福元成雄, 田中重典, 竹内英麿, 福田義盛: 材料とプロセス, 5 (1992), 1024.

第2章 双ロール法急冷薄帯凝固プロセスの基礎的検討

2-1 緒言

急冷薄帯プロセス或は鋼のストリップキャスターについては, 省工程・省設備, 難加工材の直接製板, 及び急冷による材質向上や新材料の創出を狙った研究が盛んで, 単ロール法ではアモルファス合金薄帯製造技術の高精度化, 薄帯の厚みや幅の限界値の拡大, 微細結晶質材や鉄鋼材料への応用が報告されている^{1)~7)}。一方, 双ロール法では鉄鋼材料の現行連铸プロセスの代替として高生産速度を狙った技術開発, 及び鑄造技術の他合金系への応用が試行されている^{8)~12)}。これらのプロセスでは, ロール等の移動する冷却固体を通しての抜熱によって, 溶湯を凝固させる。薄帯の厚みと鑄造速度に関しては数多くの報告がなされており, 一般には板厚は鑄造速度の増加に伴って薄くなる。

例えば, 単ロール法, 中でもPFC法に関してFiedlerら^{3), 13)}は20~100 μm 厚のFe基及びCo基アモルファス薄帯の板厚とロール周速, 射出圧, スリット間隔の関係を実験により得た。又, Yu¹⁴⁾は150~850 μm 厚の純Al薄帯に関して理論的に板厚とロール周速, ロール・ノズル間ギャップの関係を求め, パドルの不安定性や自由面の筋発生の原因を解析した。メルトドラッグ法に関しては, Papaiら¹⁵⁾が薄帯とロールの二次元熱伝導を考慮した熱移動モデルを使って, 炭素鋼薄帯の凝固伝熱過程を解析し, 板厚は主にロールと溶湯の接触時間によって決まるとした。Laveら¹⁶⁾, Carbonara¹⁷⁾も同様に凝固組織, 板厚, 表面性状と鑄造因子の関係について報告している。

双ロール法では板厚数10 μm ~数100 μm の薄帯を鑄造する場合, 通常ロールの側面にサイドダムを使わないで, 溶湯をロール間に供給する。この場合, 板厚を決める主な変数として, ロール周速, ロールと溶湯間の接触距離, 溶湯流量, ロールギャップ, ロール圧下力等がある。宮沢ら¹⁸⁾はPb-Sb共晶合金の丸ノズルを用いた実験でロール周速(V)が約1m~10m/sの範囲で, 板厚(D)は $V^{0.2}$ に比例すると報告した。行本ら¹⁹⁾は4.5~6.5%Si-Fe合金のスリットノズルの実験において板厚とロール周速の関係を報告した。このようにプロセスに依らず板厚はロール周速の指数乗に反比例し($D \propto V^{-n}$), 接触時間が板厚の重要な因子となるが, パドルの支持方法, ロール圧下機構や合金組成によりこの指数n値は異なり, 熱伝達係数等の影響が大きくなる。

しかしながら, 双ロール法急冷薄帯における板厚, 凝固組織に及ぼす鑄造条件の影響や冷却速度と熱伝達の関係については, 定量的に明らかにされていないのが現状である。そこで, 本研究では実証機規模双ロールの開発に先駆けて, 実験室規模の小型装置を用いて, 溶湯温度, ノズル形状, ロール周速, ロール圧下力, ロールギャップ, ロール材質等の鑄造条件に対する薄帯のリボン厚み(D), リボン幅(L)に及ぼす影響を総合的に明らかにする。凝固組織を観察し, デンドライトアーム間隔から冷却速度を求め, 伝熱凝固計算から熱伝達係数の評価を行う。また, 双ロール法と比較するため一部プロセス因子に関しては単ロール法による実験を行った。

2-2 実験方法

実験装置の模式図を図2-1、実験条件を表2-1に示す。試料として4.5~6.5wt%Si-Fe合金およそ60gを内径26mmの石英管内で高周波溶解し、Arガスを用いて0.1~1.0MPa(常用0.2MPa)で射出した。ノズルは表2-2に示す3種類を用い、双ロール法(以下DRMと称す)ではロール径100mm, 単ロール法(以下SRMと称す)ではロール径280mmの銅ロールを用いて、ロール周速(V)2~40m/sでリボン状試料を作製した。ノズルの位置は単ロール法ではロール表面上から0.25~1.0mm, 双ロール法ではロールキス点から20~30mmにセットした。ロール荷重はロードセル, ロールギャップは差動トランスで測定した。圧下力(P)は0.98kN(100kgf)~4.9kN(500kgf), ロールギャップ(G)は0~0.1mmの範囲で設定した。パドル(ノズルとロール間の溶湯溜まり)は高速度ビデオ(200フレーム/秒)を用いて観察し、鑄造時間及びパドル長さを測定した。

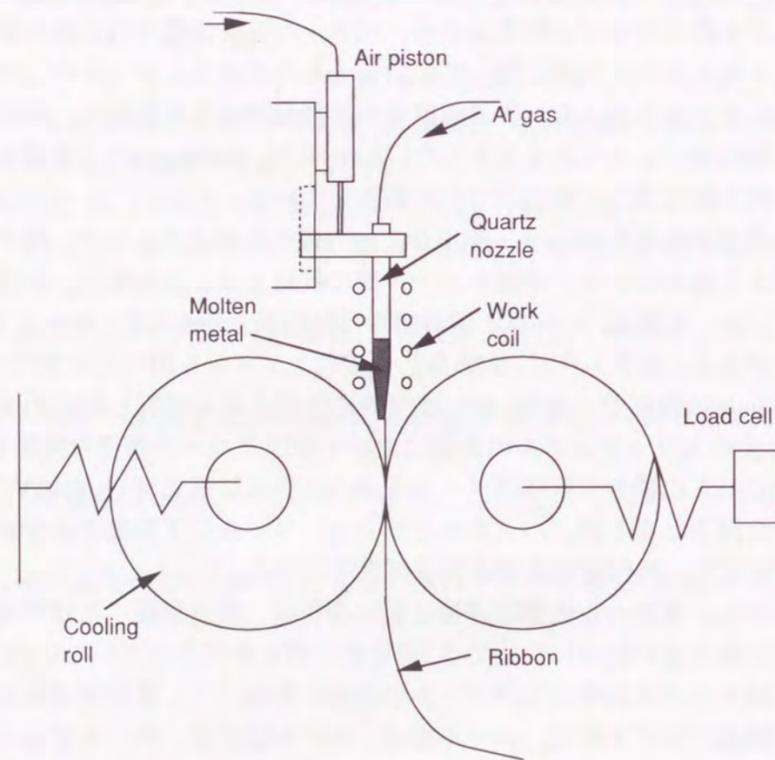


図2-1. 実験室規模の小型双ロール装置

表2-1. 実験条件(双ロール法)

Roller	Copper 100mm diameter 50mm width
Nozzle	Fused quartz
Specimen	4.5wt% Si-Fe
Casting condition	Roll speed (V) 1~5 m/s Roll force (P) 0.98~4.9kN Roll gap (G) 0~0.1mm Ejection pressure (Q) 0.2MPa

表2-2. ノズル形状

Type	Nozzle shape
X	0.5×20mm 32mm φ
Y	0.5×10mm
Z	1.4mm φ

2-3 板厚、板幅に及ぼす鑄造条件の影響

2.3.1 パドルの直接観察

単ロール法、双ロール法でのパドルの直接観察結果を写真2-1, 2-2に示す。単ロール法ではロールとノズル間のギャップ内の湯溜り部(パドル)形態は時間とともに変化する。まず、パドルはノズル後方に伸び、さらにギャップの外に溶湯が後方に飛散する現象(以下パドルブレイクと称す)が発生する。この現象は射出圧力が大きく、ロール周速が遅く、ギャップが大きい程顕著である。双ロール法では2つのロール間のキス部での湯溜り部(パドル)の形態は比較的安定で湯面高さの時間変化も少ないが、射出圧力が大きいと溶湯の飛散や湯面変動の問題があり、通常両者とも射出圧力は0.2MPaとした。写真2-2から双ロール法の湯面高さは約18~20mmと観察されるが、単ロール法のパドル長さは明確ではない。

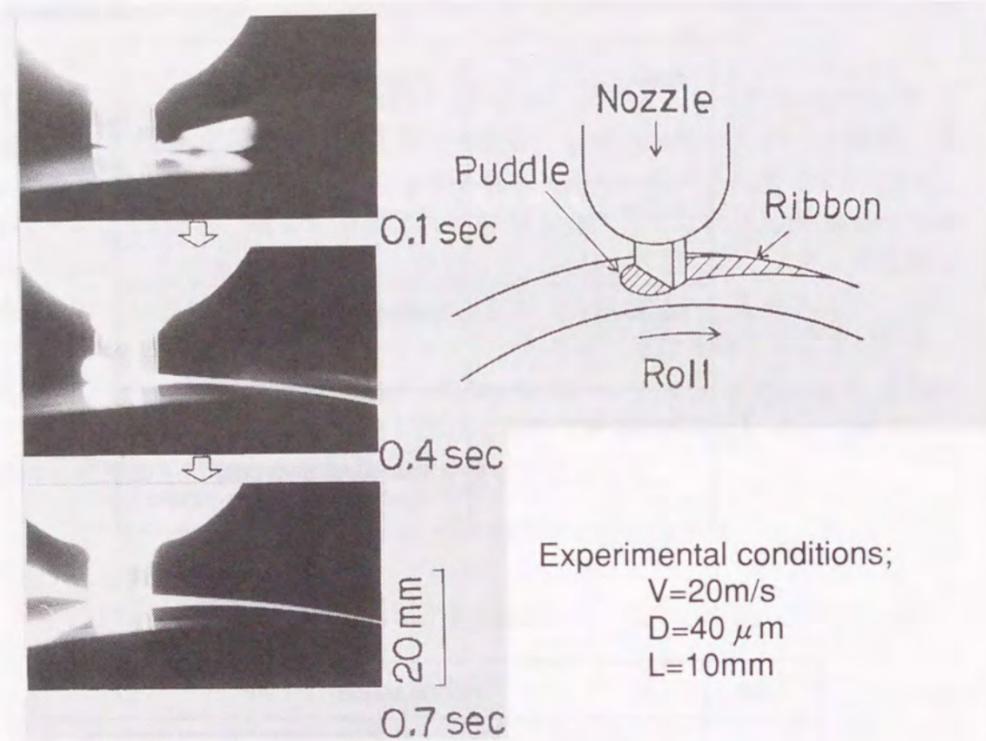


写真2-1 パドルの観察結果 (単ロール)

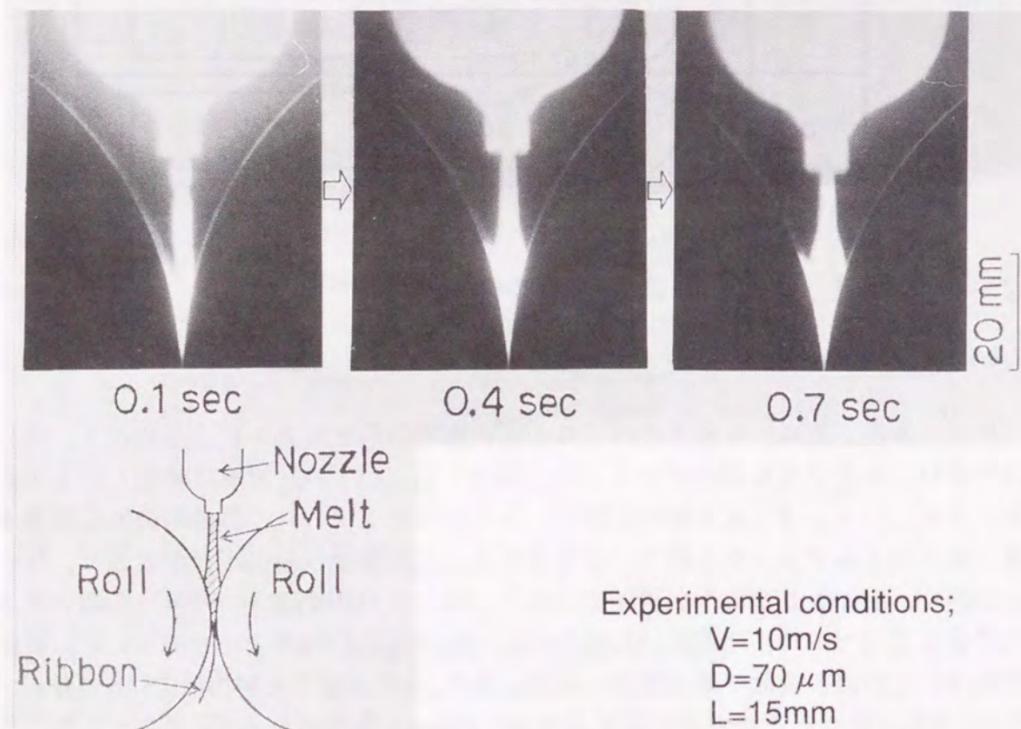


写真2-2 パドルの観察結果 (双ロール)

2.3.2 溶湯温度の影響

溶湯温度は通常液相線温度 (融点) に 10~100K の過熱度を加えた温度である。図 2-2 に示す Fe-Si 合金の状態図²⁰⁾ から 4.5%Si-Fe 合金の液相線温度は 1743K であり、溶湯温度を 1773~1873K に変化させ、鑄造実験を行った。写真 2-3 に代表的な双ロール法で作製した薄帯の断面写真を示す。1823K では微細な柱状晶が観察されたが、1773K では薄帯中央部に等軸晶が観察され、1873K で粗大な再結晶粒が一部観察される。これは過熱度が大きく、凝固終了後に再結晶が起こったものと考えられる。西岡ら²¹⁾ は過熱度が大きい場合、ロールギャップから液相が絞り出され、負偏析が観察されると報告している。また、森川ら²²⁾、小菅ら²³⁾ の報告によれば過熱度が小さい場合、凝固時の冷却速度の増加により等軸晶が増加するとしており、本実験結果と一致する。そこで、溶湯温度はノズル詰まり、パドルブレーク、スプラッシュ、薄帯組織等の点から本研究では常用 1823K とした。

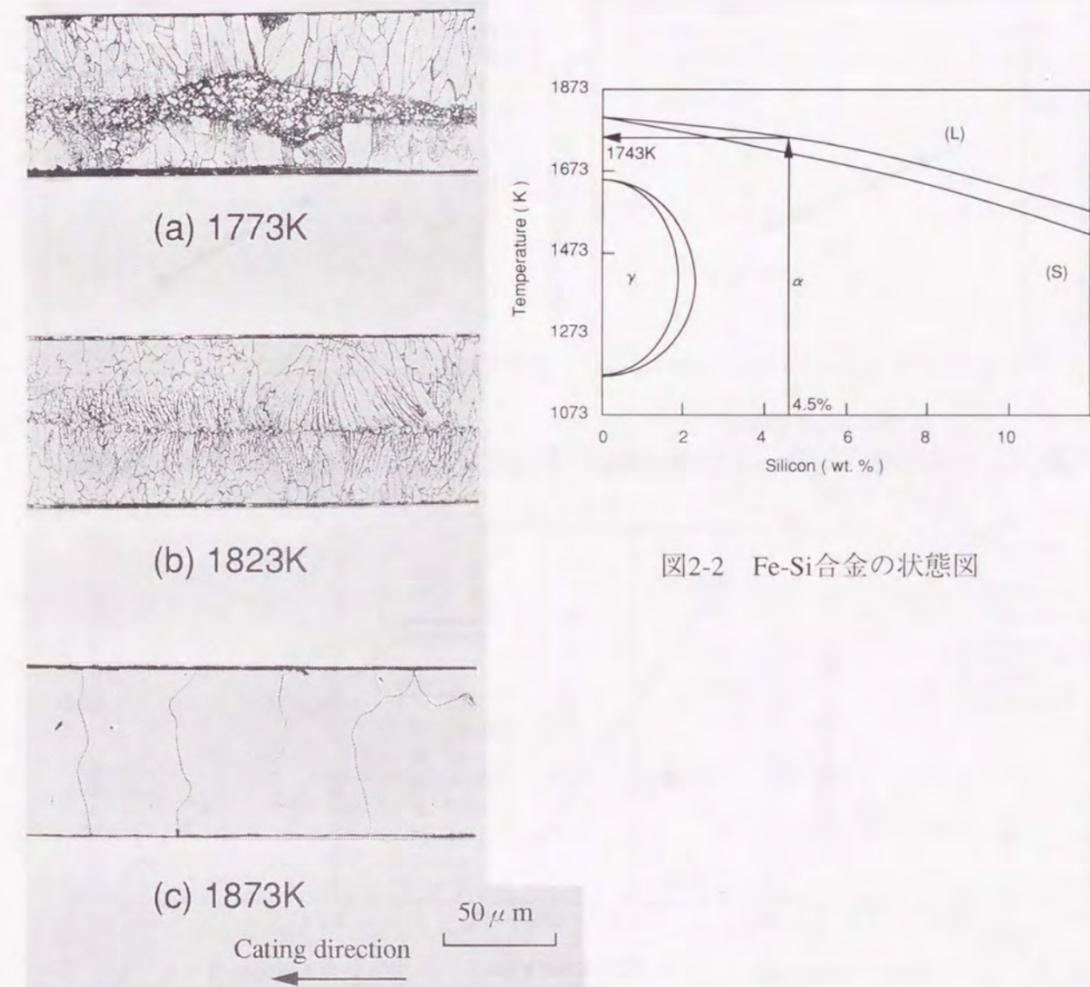


写真2-3 薄帯の断面組織に及ぼす溶湯温度の影響

図2-2 Fe-Si合金の状態図

2.3.3 ロール周速の影響

双ロール法と単ロール法によって作製された4.5%Si-Fe合金薄帯のリボン厚み(D)とロール周速(V)の関係を図2-3, 2-4に示す。双ロール法では圧下力(P) 4.9kNを負荷し、単ロール法ではロール、ノズル間ギャップ(g)を0.5mmに設定した。ノズルは表2-2に示した幅10mm, 間隔0.5mmのスリットを有するY型を用いた。リボン厚みDはロール周速Vに依存し、その関係式は式(1), (2)で表される。

$$\text{双ロール法 (DRM): } D \propto V^{-0.5} \quad \text{----- (1)}$$

$$\text{単ロール法 (SRM): } D \propto V^{-0.8} \quad \text{----- (2)}$$

これらの実験結果は従来報告されている板厚とロール周速の関係式($D \propto V^n$)における指数nの値とほぼ一致している^{24)~27)}。

一方、リボン幅(L)とロール周速(V)の関係を図2-5に示す。双ロール法ではロール周速の低下に伴い、ロールキス部においてパドルが幅方向に拡がり、リボン幅は増加するが、単ロール法ではロール周速に依存せず、スリットノズルの場合ではスリット幅がそのままリボン幅となる。

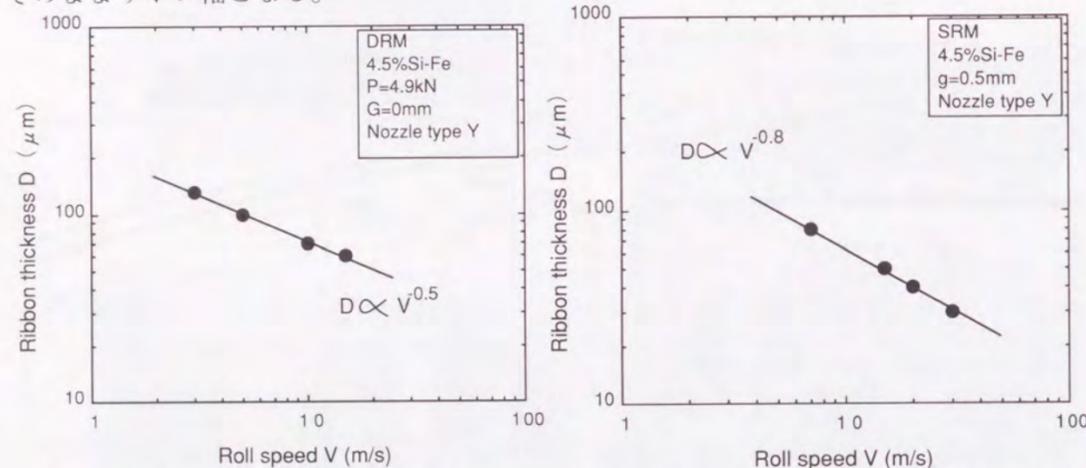


図2-3. リボン厚みとロール周速の関係 (双ロール法)

図2-4. リボン厚みとロール周速の関係 (単ロール法)

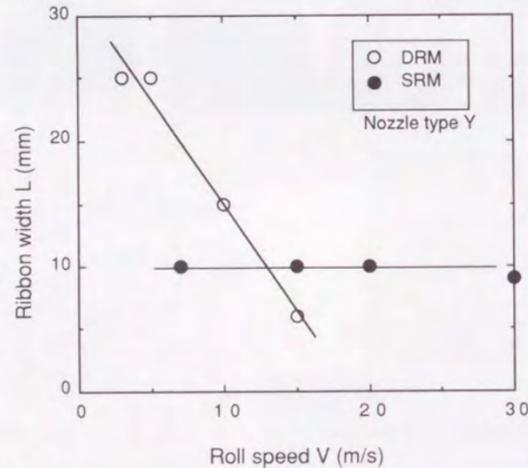


図2-5. リボン幅とロール周速の関係 (双ロール法; P=4.9kN, G=0mm、単ロール法; g=0.5mm)

2.3.4 圧下力とロールギャップの影響

双ロール法で作製した4.5%Si-Fe合金薄帯のリボン厚み(D)とロール圧下力(P), ロール周速(V)の関係を図2-6に示す。ノズルは表2-2に示したスリット間隔0.5mm, 幅10mmのY型を用い、ロール径100mmの銅ロールを用いて、ロール周速(V) 2.5-30m/secに設定した。作製したリボン厚み(D)はロール周速(V)に依存するが、圧下力(P)により若干その傾向が異なる。さらに、リボン幅(L)とロール周速(V)の関係を図2-7に示す。リボン幅はロール周速の低下に伴い、増加する。一方、圧下力が小さくなるとロールキス部でのパドルの幅拡がり抑制され、若干板幅が減少する。これらの傾向は予めロールを圧下した場合(以下キスロールと称す)より予めロールを開いた場合(以下オープンロールと称す)で顕著で、図2-8, 2-9に4.5%Si-Fe合金薄帯のリボン厚み(D), 幅(L)とロールギャップ(G)の関係を示す。リボン厚みは設定ロールギャップより小さくはないが、同じロール周速ではロールギャップが大きくなるに従い、パドルの幅拡がりの抑制のためリボン厚みは若干厚くなる。リボン幅はロール周速の低下、ロールギャップの拡がりと共に狭くなる。

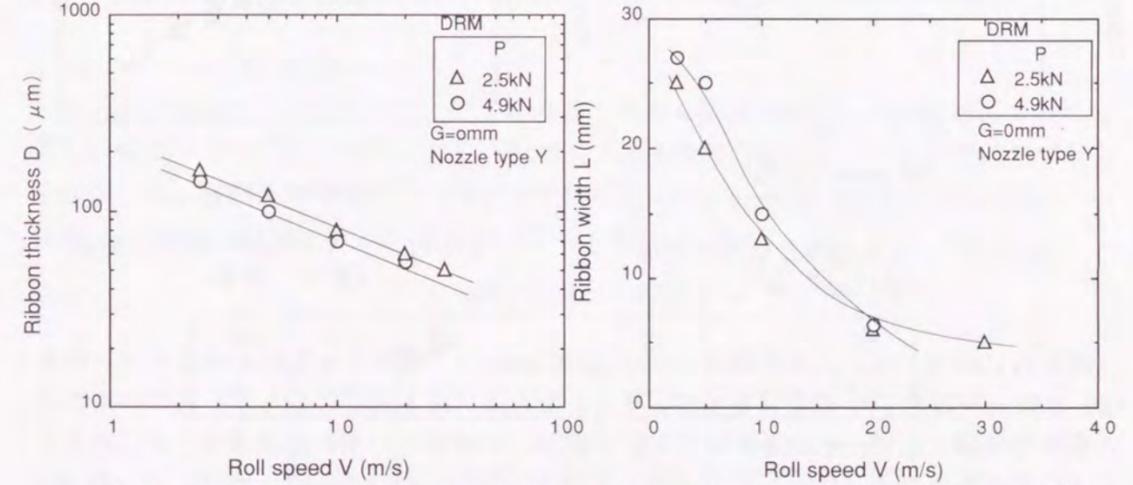


図2-6. リボン厚みに及ぼす圧下力の影響 (双ロール法)

図2-7. リボン幅に及ぼす圧下力の影響 (双ロール法)

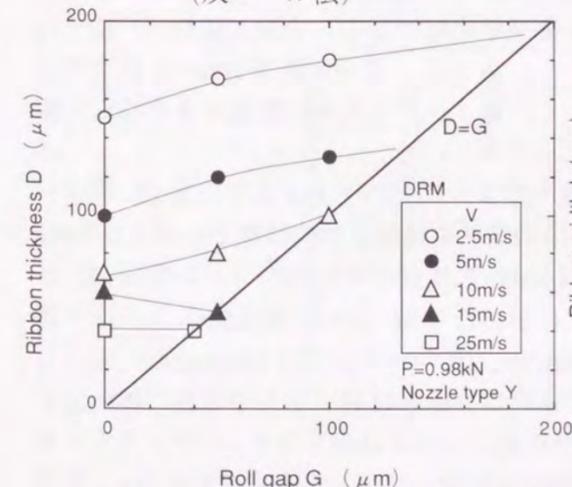


図2-8. ロールギャップと板厚の関係 (双ロール法)

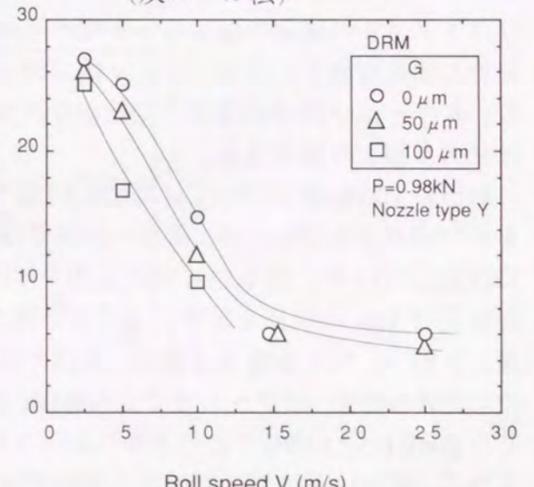


図2-9. リボン幅とロールギャップの関係 (双ロール法)

2.3.5 スリット形状と射出圧力の影響

表2-2に示すX,Y,Z型の3種類のノズルを用いて4.5%Si-Fe合金薄帯を作製した。この時、射出圧力は0.2MPaと一定である。図2-10に圧下力4.9kNでの双ロール法におけるリボン厚み(D)とロール周速(V)の関係を示す。いずれのノズルにおいてもロール周速の増加に伴い、リボン厚みは低下する。その関係は式(1)に従う。また、ノズル幅が広くなるに従い、溶湯流量が増加し、湯面高さが高くなり、リボン厚みは厚くなる。

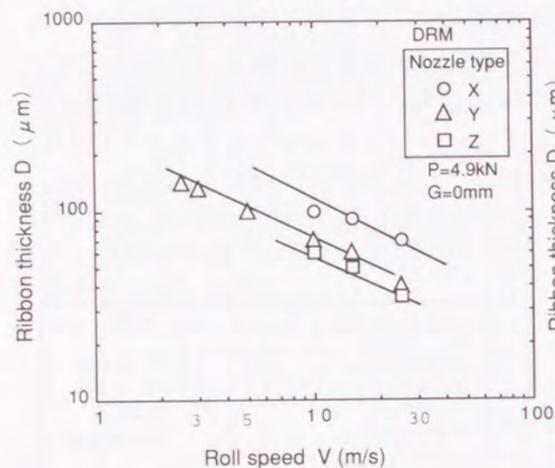


図2-10 ノズル形状と板厚の関係 (双ロール法)

図2-11にはロール、ノズル間ギャップ(g) 0.5mmでの単ロール法におけるリボン厚み(D)とロール周速(V)の関係を示す。リボン厚みはノズル形状に依らず、各ロール周速の条件ではほぼ一定で、その関係は式(2)に従う。いずれもパドル形状は同じで、パドル長さに差がないため、リボン厚みはロール周速に依存している。図2-12にリボン幅(L)とロール周速(V)の関係を示す。単ロール法ではリボン幅はロール周速に依存せず、スリットノズルの場合はスリット幅がそのままリボン幅となる。一方、双ロール法ではロール周速の低下に伴い、リボン幅は増加する。しかし、ロール周速10m/sec以上ではロールギャップ内での湯面の幅拡がりも少なく、スリットノズルの縮流によりリボン幅はノズル幅より狭くなる。

射出圧力の影響については既に2.3.1節で述べたように射出圧力が大きい場合、単ロール法ではパドルブレイク、双ロール法では溶湯の飛散や湯面変動の問題から通常0.2MPaに設定している。図2-13に射出圧力を0.1~1.0MPaに変化させた時のリボン厚み(D)と射出圧力(Q)の関係を示す。ノズルは表2-2に示したY型(10mm幅0.5mmスリット間隔)を用い、ロール周速は単ロール法では20m/sec、双ロール法では10m/secと一定とした。実験の結果、単ロール法では0.2MPaまではリボン厚みは射出圧力の増加に伴い大きくなるが、0.5,1.0MPaではパドルブレイクのため逆にリボンは薄くなり、バラツキも大きくなる。双ロール法では湯面高さは殆ど変化しないため、リボン厚みも変わらない。射出圧力の違いによる注湯量の差はリボン厚みよりむしろリボン幅の変化に反映されている。

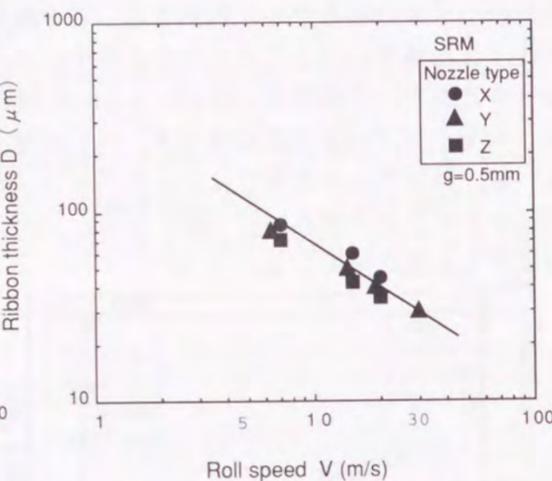


図2-11 ノズル形状と板厚の関係 (単ロール法)

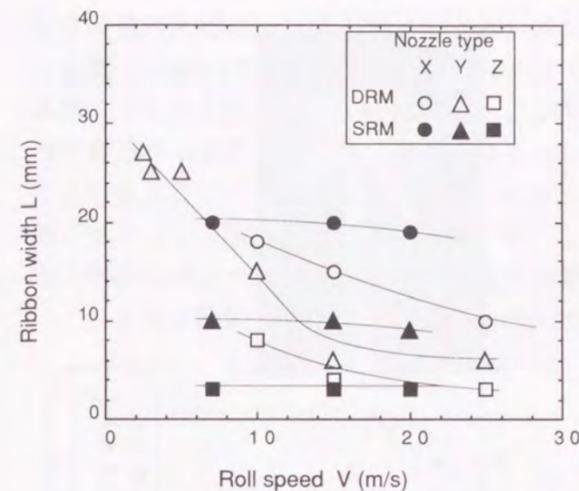


図2-12 ノズル形状と板幅の関係 (双ロール法; P=4.9kN, G=0mm, 単ロール法; g=0.5mm)

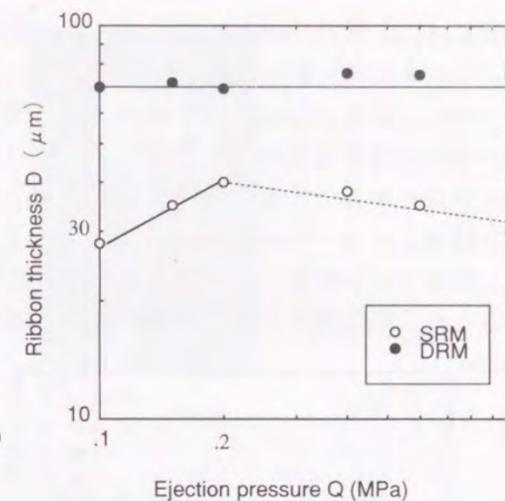


図2-13 射出圧力と板厚の関係 (双ロール法; P=4.9kN, G=0mm, V=10m/s, 単ロール法; g=0.5mm, V=20m/s)

2.3.6 ロール材質の影響

ロール材質は冷却能、濡れ性に影響を及ぼす重要な因子であり、その影響について報告した例は少ない。本研究ではまず、表2-3に示す4種類の銅合金ロールを用いてリボンを作製した。図2-14には銅合金の硬度と熱伝導率を示す。通常、実験室規模の双ロール装置では純銅(記号D)製ロールを用いている^{3)~5),19)}。

表2-3 銅合金ロールの材質 (wt. %)

Type	Cu	Be	Ni	Zr	Cr	Co
A	bal.	2.0	—	—	—	0.3
B	bal.	0.15	1.0	0.25	—	—
C	bal.	—	—	0.15	0.55	—
D	99.9	—	—	—	—	—

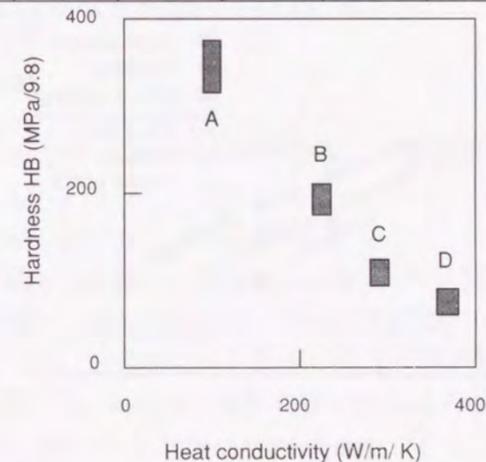


図2-14 銅合金の材料特性

図2-15に圧下力0.98kNでの各ロール材質におけるリボン厚みとロール周速の関係を示す。リボンのロールへの巻き付きやブレイクアウトを防ぐため、圧下力0.98kNを採用した。リボン厚み(D)はロール周速(V)に依存し、その関係は式(1)に従う。また、厚みにバラツキはあるものの熱伝導率の大きいロールDで作製したリボン厚みは熱伝導率の小さいロールAで作製したリボン厚みより大きい。図2-16には各ロール材質におけるリボン幅(L)とロール周速(V)の関係を示す。リボン幅はロール周速に依存し、リボン厚みと同様ロール材質により異なる。溶湯流量が一定でリボン厚みがロール熱伝導率に律するため、熱伝導率の小さいロールでの幅方向の湯面拡がり大きい傾向にある。

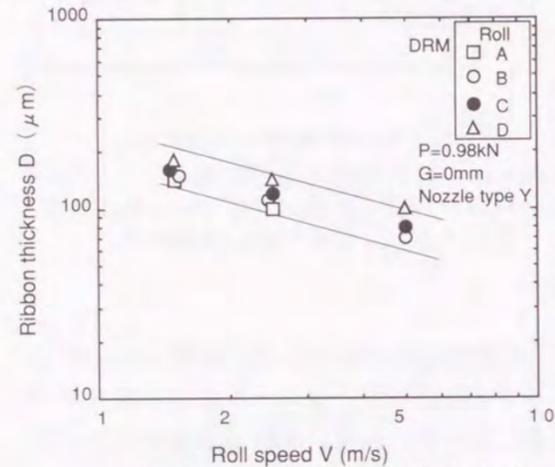


図2-15 ロール材質と板厚の関係 (双ロール法)

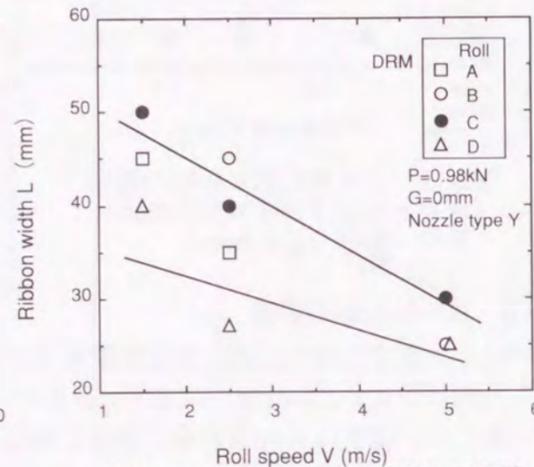


図2-16 ロール材質と板幅の関係 (双ロール法)

次に、銅ロール表面にクロムメッキ、セラミックス溶射により被覆し、ロール表面材質の効果を調べた。図2-17には圧下力(P)0.98kNにおける双ロール法により作製したリボン厚み(D)とロール周速(V)の関係を示す。図2-15と同様表面被膜の熱伝導率の差にリボン厚みは依存し、クロムメッキや溶射ロールでは写真2-4のようにロールへの巻き付きが発生しやすく、周速10m/sec以上ではリボンとロールの間で焼き付きが生じ、ブレイクアウトしている。

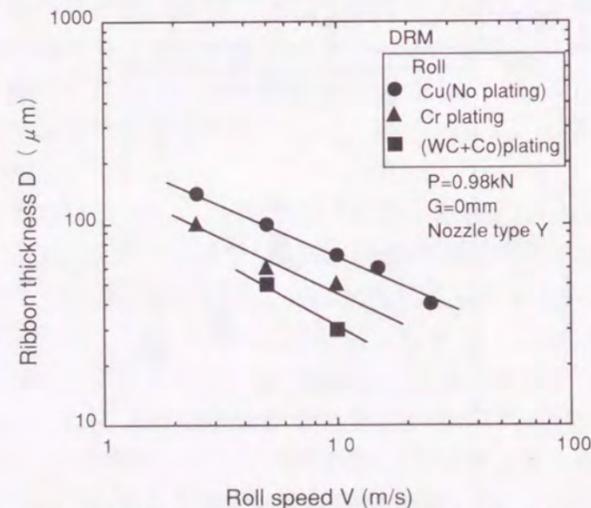
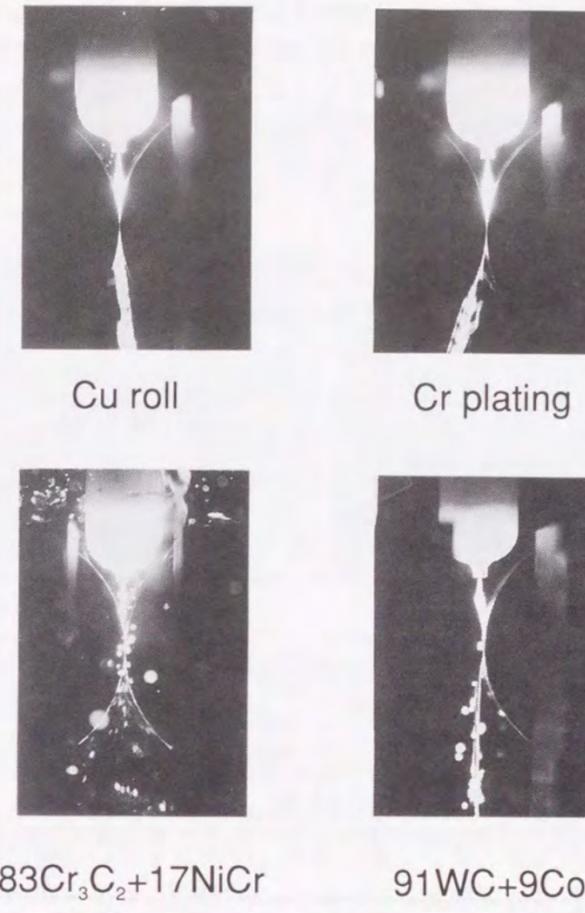


図2-17 鍍金、溶射コーティングによる効果 (双ロール)



DRM
V=7.5m/s
P=4.9kN
G=0mm
Nozzle type Y

20mm

写真2-4 リボンの冷却ロールへの巻き付き状況 (双ロール法)

2-4 凝固組織に及ぼす鋳造条件の影響

2.4.1 薄帯の断面組織

写真2-5に単ロール法および双ロール法で作製した薄帯の鋳込方向断面組織を示す。単ロール法で作製したリボンはロール面から自由面に向かって微細柱状晶が成長し、その方向が鋳込方向に対して20~30°の傾きを有している。一方、双ロール法で作製したリボンは柱状晶が両表面から成長し、板厚中央では部分的に等軸晶が観察される。これらの凝固組織はリボン厚み、幅と同様に鋳造条件の影響が大きい。

写真2-6は圧下力4.9kN一定でのロール周速の変化に伴う双ロール法で作製した薄帯の断面組織の変化を示す。ロール周速の増加に伴い柱状晶の微細化が観察された。一方、写真2-7にはロール周速一定での圧下力、ロールギャップの変化に伴う薄帯の断面組織の変化を示す。圧下力の低下に伴い、柱状晶の粗大化が観察され、ロールギャップの増加に

伴い、さらに粗粒化が進んでいる。キスロールでは柱状晶組織（デンドライト組織）が観察されたのに対して、オープンロールでは再結晶により柱状晶組織は観察されない。これらはロール圧下力、ギャップの設定によりリボンとロールの間の熱伝達率に差異があり、冷却速度の違いによる凝固組織の変化を示している。

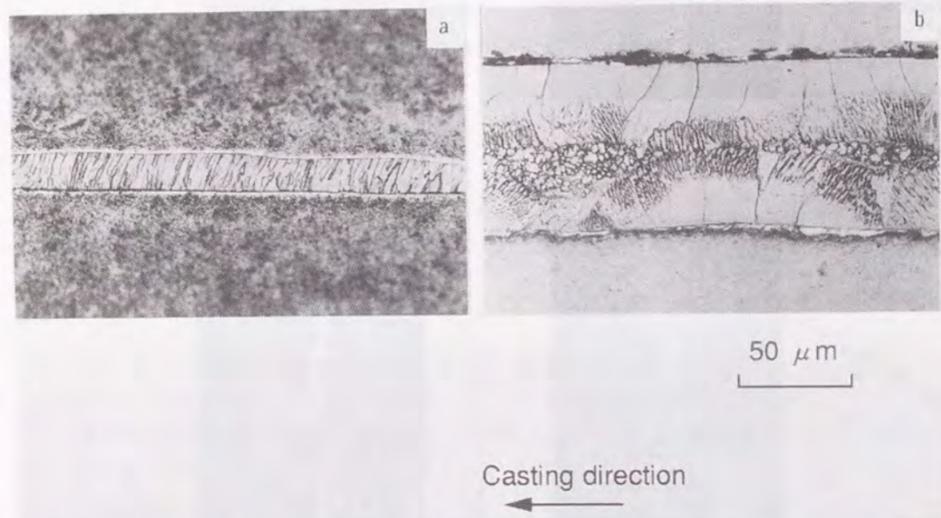


写真2-5 4.5%Si-Fe薄帯の断面凝固組織
(a: 単ロール法, V=30m/s, g=0.5mm, b: 双ロール法, V=10m/s, P=4.9kN, G=0mm)

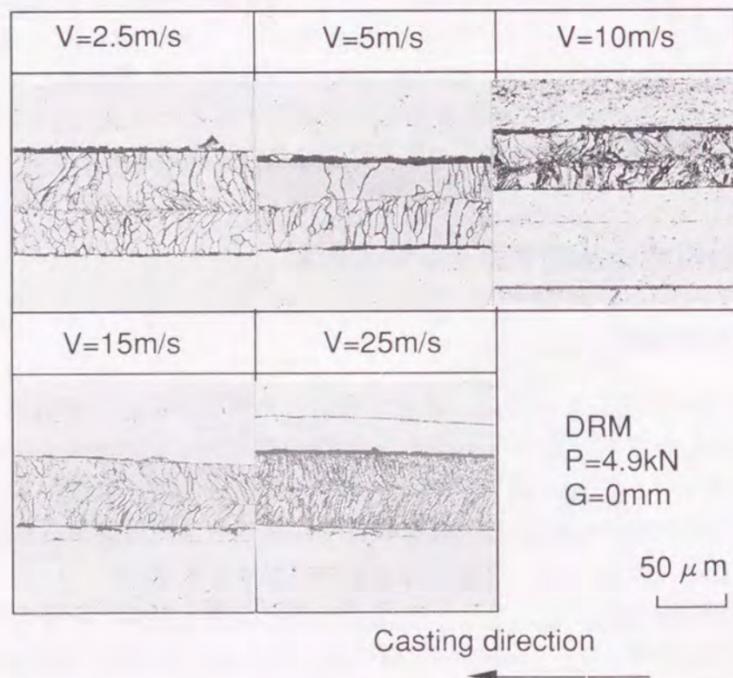


写真2-6 薄帯の断面組織に及ぼすロール周速の影響
(双ロール法)

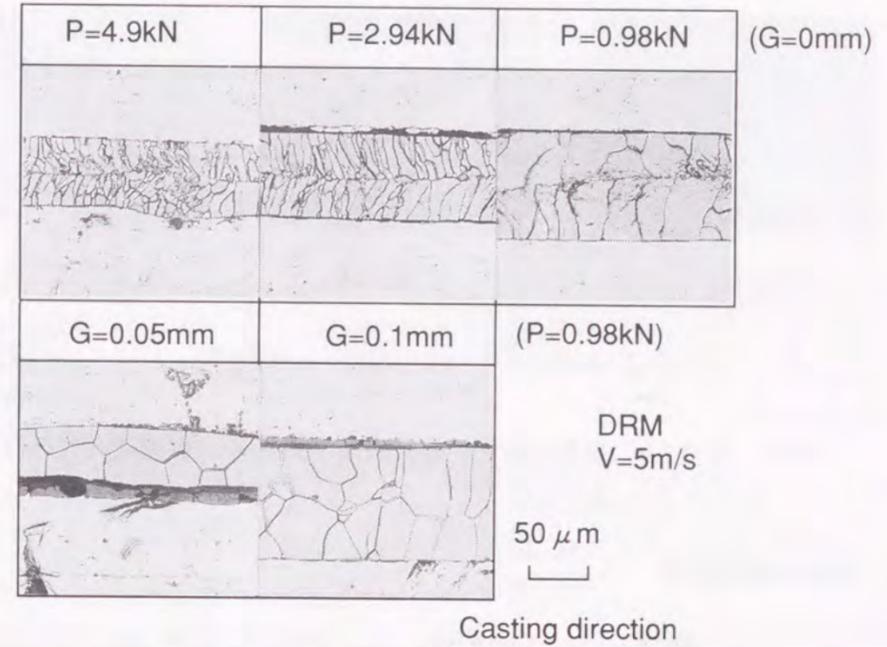


写真2-7 薄帯の断面凝固組織に及ぼす圧下力、
ロールギャップの関係 (双ロール法)

一方、2.3.6節で述べたロール材質（熱伝導率の異なるロール）の違いによってもリボンの断面組織は異なる。写真2-8にはA～Dの4種類のロール材質で作製したリボンの断面組織を示す。熱伝導率の低下に伴い、板厚は薄くなり、柱状晶は粗大化し、中央部には等軸晶が観察される。更に、写真2-9にはメッキ、被膜溶射したロールで作製したリボンの断面組織を示す。熱伝導率の更なる低下により板厚は薄く、組織は再結晶している。このように微細なデンドライト組織を得るためには、高い熱伝導率を有する銅合金ロールが必要で、熱伝達率を確保するため適切な圧下力を確保する事が望ましい。

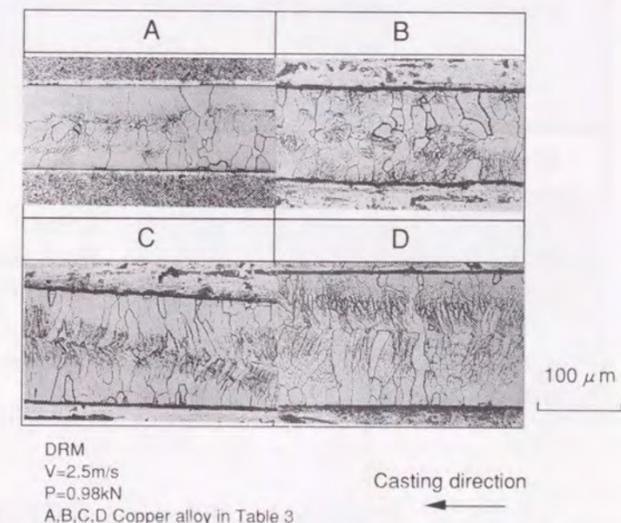


写真2-8 薄帯の断面組織に及ぼすロール材質の影響
(双ロール法)

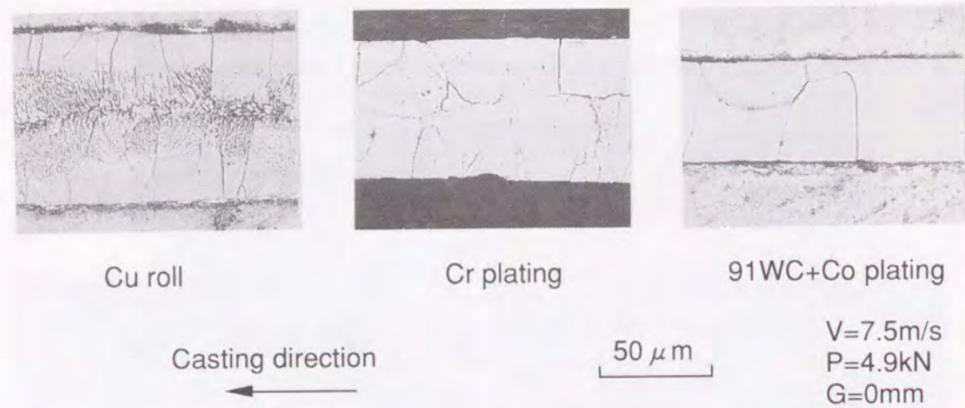


写真2-9 薄帯の断面組織に及ぼすメッキ、溶射被膜の影響 (双ロール法)

2.4.2 薄帯の表面組織

写真2-10,2-11には双ロール法で作製したリボンの表面組織を示す。写真2-10は圧下力 (P) 4.9kN一定にしてロール周速を変えた場合で、写真2-6と同様に周速の増加に伴い、組織は微細化している。写真2-11はロール周速 (V) 10m/sec一定での圧下力 (P), ロールギャップ (G) の影響を観察しており、写真2-7と同様に圧下力の低下に伴い、結晶粒は粗大化している。特に、圧下力の小さいロールギャップ (G) 0.05, 0.1mmでは再結晶粒が観察される。

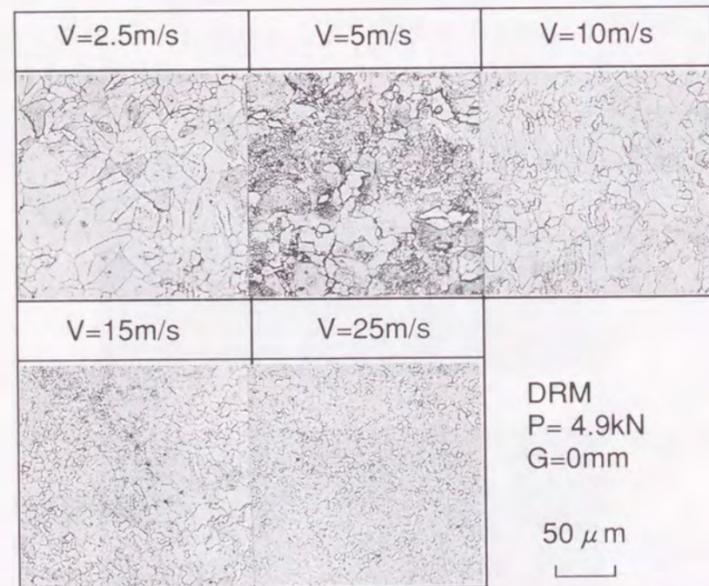


写真2-10 表面組織に及ぼすロール周速の影響 (双ロール法)

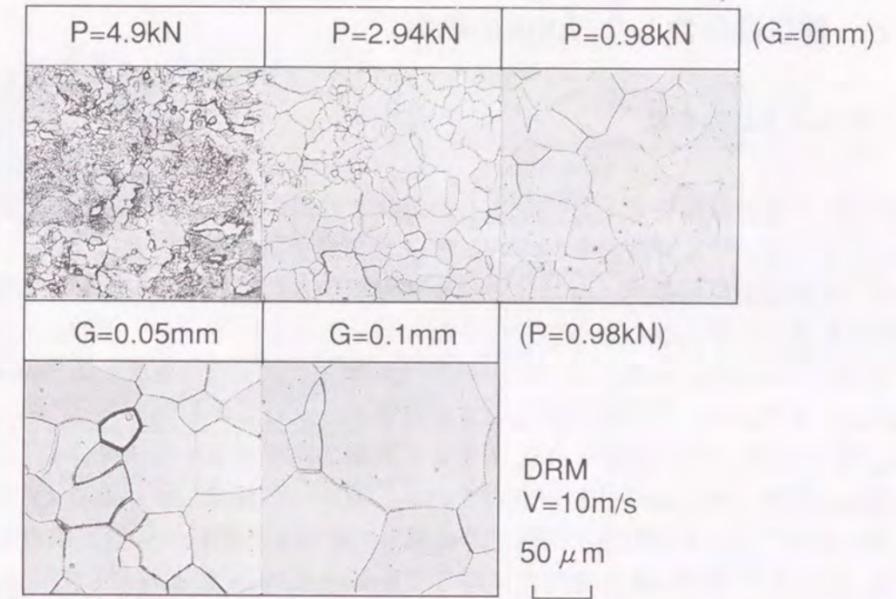


写真2-11 表面組織に及ぼす圧下力、ロールギャップの影響 (双ロール法)

2.4.3 粒径と周速、ロールギャップの関係

これらの表面写真からリボンの粒径を求めた。図2-18はロール周速 (V), 圧下力 (P), ロールギャップ (G) に対するリボン表面の平均結晶粒径の関係を示す。キスロールで作製したリボンは粒径 $50 \mu\text{m}$ 以下で柱状晶組織が観察される。一方、ロールギャップが大きくなるに従い、粒径は大きく、リボン厚みを越える再結晶粒が観察される。また、ロール周速の増加に従い、平均粒径は小さく、ロール周速 25m/sec では粒径 $5 \mu\text{m}$ 以下の微細粒が観察される。これらの結晶組織を図2-19に示す双ロール凝固形態に照らしあわせるとロールギャップを開けて作製したリボンは凝固シェルがキス点で凝固完了せず、板厚中央部の未凝固部の再熱効果により柱状晶が粗大化しており、未凝固型と称す。一方、凝固完了点がキス点もしくはその上側にある場合、微細な柱状晶組織が観察され、理想型や圧延型と称されている。

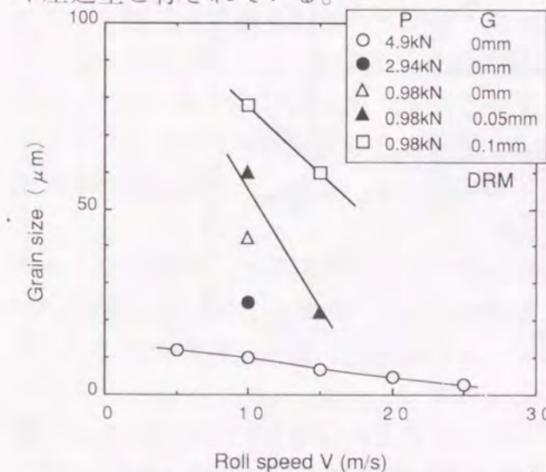


図2-18 結晶粒径とロール周速の関係 (双ロール法)

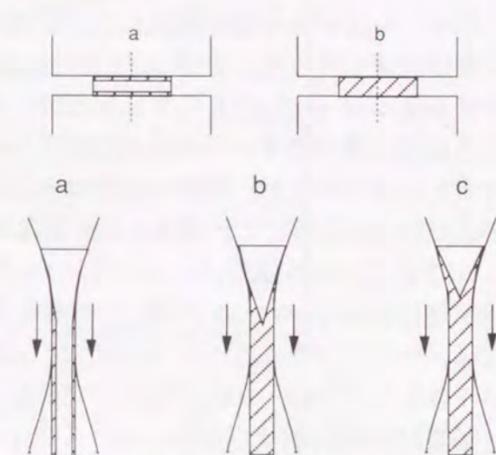


図2-19 双ロール法における凝固モデル a; 未凝固型、b; 理想型、c; 圧延型

2-5 熱伝達係数と冷却速度の評価

2.5.1 熱伝達係数の定義

溶融金属を急凝固させる時の金属と冷却体との間の熱伝達係数に関しては、さまざまな超急冷方法に対して検討されている²⁸⁾。熱伝達係数に影響を及ぼす因子としてロール周速、冷却体の表面粗度、冷却体の曲率等が報告されているが、おおむね薄い薄帯の凝固時は大きく、厚くなると小さくなる傾向が見られる^{21), 26), 29)}。単ロール法で作製したリボン厚みは $100\ \mu\text{m}$ 以下が多く、熱伝達係数はデンドライトアーム間隔から冷却速度を推定する方法^{30)~32)}や光温度計による測定から求めている例^{33), 34)}が多い。例えば、Bewlayら³⁵⁾は $35\sim 95\ \mu\text{m}$ 厚の316Lステンレス鋼薄帯を単ロール法で作製した時の熱伝達係数 $hm=62.8\sim 209.3\text{kW/m}^2/\text{K}$ を求めている。双ロール法で $100\ \mu\text{m}$ 以上のリボン厚みになると板厚について実測値と伝熱計算結果との比較から熱伝達係数を求める例が多く、例えば、宮沢ら³⁶⁾はPb-Sb合金薄帯に対して $hm=41.9\text{kW/m}^2/\text{K}$ と報告している。さらに、板厚の大きい薄帯の急凝固ではBiratら⁹⁾が双ロール法で作製した5mm厚の薄帯に対して $hm=5.87\text{kW/m}^2/\text{K}$ 、10mm厚の薄帯に対して $hm=2.93\text{kW/m}^2/\text{K}$ 、メルトオーバーフロー法により作製した1mm厚前後の薄帯の場合に $hm=8.38\sim 20.95\text{kW/m}^2/\text{K}$ の熱伝達係数を求めている。一方、Tenwickら³⁷⁾はCu合金リボンを単ロール法で作製し $70\ \mu\text{m}$ 厚の場合、凝固中の熱伝達係数は $25.1\text{kW/m}^2/\text{K}$ であるのに対し、完全凝固後では $21\text{kW/m}^2/\text{K}$ と小さくなる事を示した。この結果から固相状態での接触は熱伝達係数を小さくする傾向がある。これは凝固シェルの収縮によって生じたロールとのエアギャップのため伝熱抵抗が増加する事が原因と思われる。すなわち、板厚の大きい薄帯ほど冷却体との接触表面が凝固してから薄帯の凝固完了までの時間が長く、その間冷却体との接触は凝固シェル表面の固相状態で行われ、平均の熱伝達係数は小さくなるものと考えられる。

2.5.2 推定方法と計算結果

双ロール法による急凝固の冷却速度、ロールと溶鋼との熱伝達係数を評価するために凝固計算を行った。計算は冷却ロールと溶鋼を含むモデルで、ロールの回転に従って計算を進める一次元の非定常伝熱凝固計算モデルである。図2-20に示すように、ロールの各位置で異なるメッシュを使用し差分法により計算した。宮沢ら¹⁸⁾が用いた圧下力を考慮したロール変形、溶鋼の流動は本モデルでは考慮せず、またロール周方向の熱伝導および過冷は無視した。表2-4に計算条件を示す。

図2-21にシェル温度、シェル厚、ロール表面温度の計算結果を示す。溶湯とロールの熱伝達係数 $h=70\text{kW/m}^2/\text{K}$ の場合、計算結果と実測値がほぼ一致する。なお、 h の値については大中ら²⁸⁾が報告しているように、溶鋼とロールの濡れ性、製造条件の差によりバラツキはあるが、 $10\sim 100\text{kW/m}^2/\text{K}$ の範囲にある。

図2-22は凝固開始点近傍におけるシェル厚み、ロールとの接触点におけるシェルの温度の計算結果を示す。凝固開始時間は $t1=0.3\text{ms}$ 、この時のシェル内の冷却速度は $10^5\sim 10^6\text{K/s}$ である。

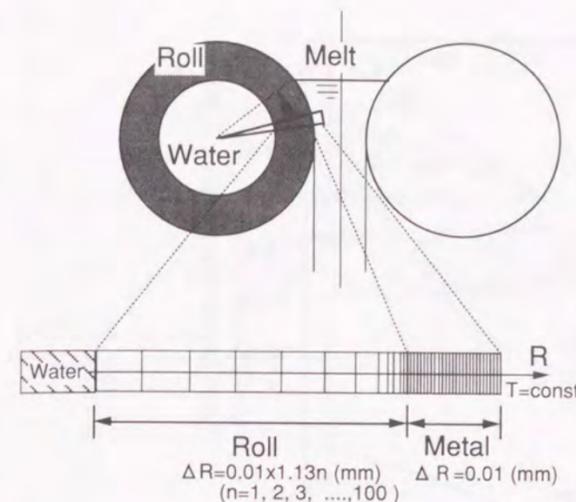


表2-4. 計算条件

Puddle height	H=20mm
Roll speed	V=5m/s
Melt temperature	1823K
Melting point	1723K
Specific heat	c=0.42kJ/kg/K
Thermal conductivity	Kl=29W/m/K
	Ks=290W/m/K
Latent heat	L=252kJ/kg
Heat transfer coefficient between melt and roll	h=70kW/m ² /K

図2-20 一次元凝固伝熱計算モデル

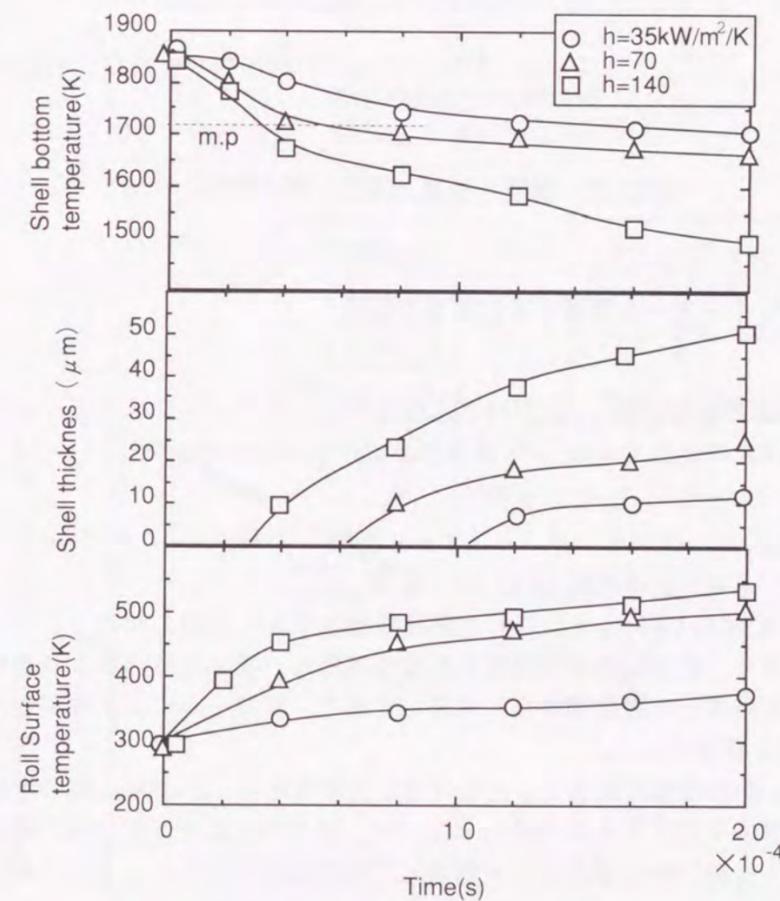


図2-21 ロール・凝固シェル間熱伝達係数の効果 (但し、実験条件V=5m/s, P=4.9kN, G=0mm)

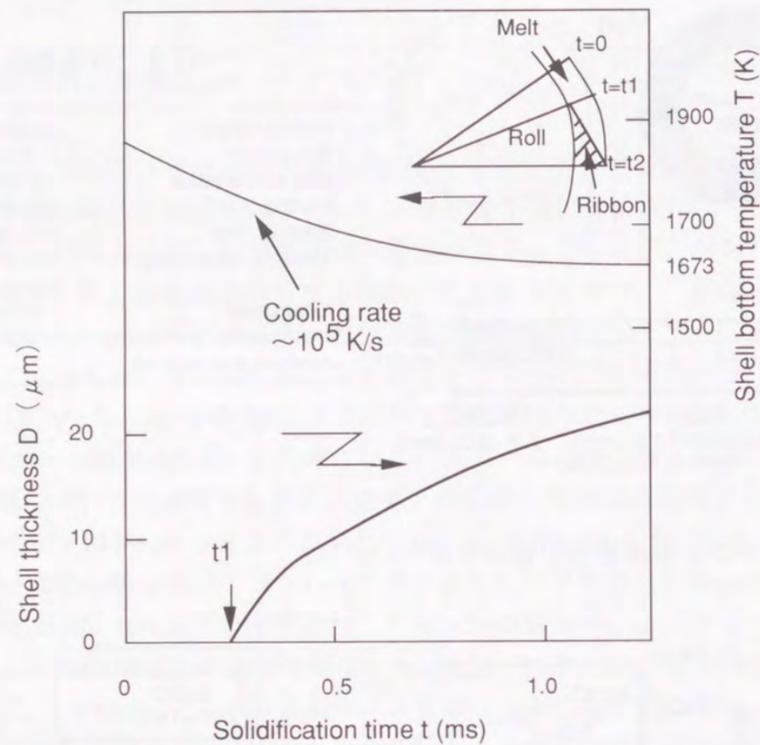


図2-22 板厚、板温と凝固時間の関係

2.5.3 デンドライトアーム間隔と冷却速度の関係

2.28~8.87%Si-Fe合金に対し、凝固時の冷却速度と一次デンドライトアーム間隔の関係は冷却速度 $\sim 1\text{K/s}$ の範囲で岸武ら³⁸⁾が求め、式(3)で表している。

$$d_1 = C \times R^{-0.5} \quad (3)$$

但し、 d_1 : デンドライト一次アーム間隔 (μm)

R : 冷却速度 (K/s), C : 定数

図2-23には4.5%Si-Fe合金薄帯の断面組織観察結果から板厚方向のデンドライト一次アーム間隔を求め、式(3)により計算した冷却速度と一次元伝熱計算より求めた冷却速度を示す。計算結果と実験結果は良く対応しており、双ロールによる本実験の冷却速度は 10^4K/s 前後と推定される。

一方、式(3)が急凝固領域でも適用可能か見積るため、3~20mm厚の水冷銅モールドに高珪素鋼溶湯を注入する実験を行った^{39),40)}。注入時にはモールド内に熱電対を挿入しておき、注入後凝固中の温度変化を測定して冷却速度を求めた。さらに凝固後の試料から凝固組織を観察し、一次デンドライトアーム間隔を測定した。これらのデータを式(3)と比較し、図2-24に示す。本研究のような急凝固の範囲でも一次デンドライトアーム間隔と冷却速度の関係は式(3)と良く一致する。

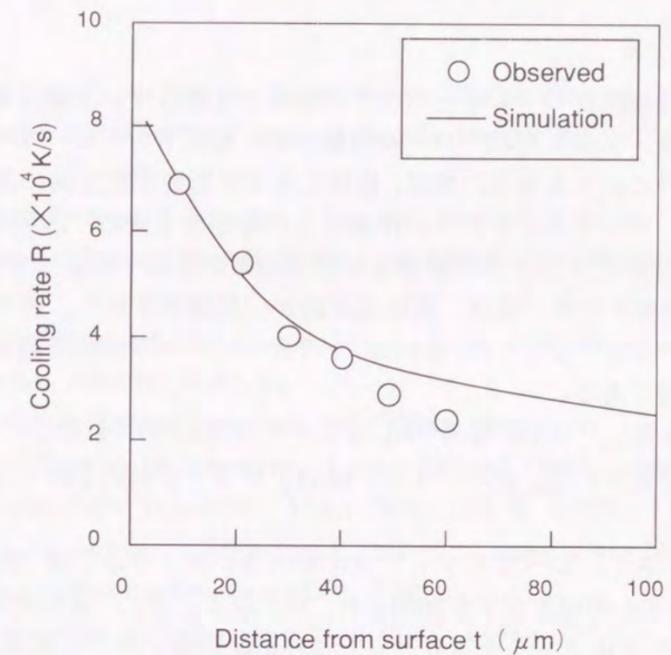


図2-23 冷却速度の伝熱計算結果(実線)とデンドライトアーム間隔から求めた値(○印)の比較
但し、鑄造条件; $V=5\text{m/s}$, $P=4.9\text{kN}$, $G=0\text{mm}$

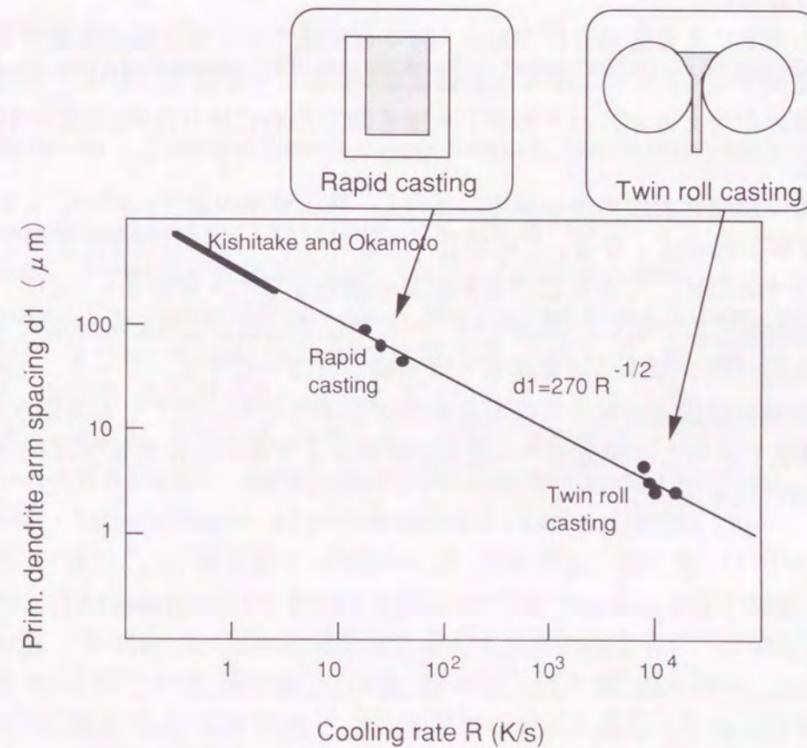


図2-24 デンドライトアーム間隔と冷却速度の関係

2-6 結言

本研究では実証機規模双ロールキャスターの開発に先駆けて、実験室規模の小型装置を用いて、溶湯温度、ノズル形状、ロール周速、ロール圧下力、ロールギャップ、ロール材質等の casting 条件に対する薄帯の板厚、板幅に及ぼす影響を総合的に調査した。また、凝固組織を観察し、デンドライトアーム間隔から冷却速度を求め、伝熱凝固計算から熱伝達係数の評価を行った。以上の実験および計算結果から以下の結論を得た。

- (1) 溶湯温度は加熱度が大きい場合、再結晶組織が一部観察された。加熱度が小さいとノズル詰まりが問題となるため、4.5%Si-Fe合金の双ロール法 casting 実験では溶湯温度は1823Kが適切である。
- (2) 双ロール法で作製したリボン厚み(D)はロール周速(V)に依存し、その関係式は、 $D \propto V^{-0.5}$ で表される。逆に、リボン幅(L)はロール周速(V)の低下に伴い、増加する。
- (3) 圧下力(P)が小さく、ロールギャップ(G)が大きい程、リボン厚(D)は増加し、リボン幅(L)はパドルの幅拡がり抑制され、狭くなる。特に、凝固組織への影響は大きく、予めロールを圧下したキスロールでは柱状晶組織でロール周速、圧下力の増加に伴い、微細な組織となるが、予めロールを開いたオープンロールでは再結晶による結晶粒の粗大化が顕著である。
- (4) ノズル形状は溶湯流量に影響し、双ロール法では断面積の大きいノズルではリボン厚みも増加する。一方、単ロール法ではノズル幅がリボン幅となるため、大きなリボン厚みの変化はない。
- (5) 射出圧力の増加により溶湯流量が増え、双ロール法ではリボン幅が増加するが、湯面高さに変化が少なく、リボン厚みに影響はない。単ロール法では射出圧力の増加によりリボン厚みが増えるが、パドルブレイクを防ぐためには0.2MPa程度の射出圧力が適切である。
- (6) ロール材質の影響は表面の熱伝導率に依存し、熱伝導率の低下に伴い、リボン厚みは小さく、リボン幅は広がる。この場合、リボンのロールへの巻き付きやブレイクアウトが発生するため、できるだけ高熱伝導の銅合金ロールが望ましい。
- (7) 一次元伝熱凝固計算で用いた溶湯とロールの熱伝達係数は $h=70\text{kW/m}^2/\text{K}$ であり、これにより求めたリボン厚みの計算結果と実測値がほぼ一致する。一方、4.5%Si-Fe合金薄帯の断面組織観察結果から板厚方向のデンドライト一次アーム間隔を求め、岸武ら³⁰⁾の計算式で求めた冷却速度と一次元伝熱計算より求めた冷却速度は 10^4K/s のオーダーでほぼ一致する。

参考文献

- 1) R.E.Maringer : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988), 351.
- 2) M.C.Narasimhan : Continuous Casting Method for Metallic Strips. U.S. Patent 4, 142, 571 (1979).
- 3) H.Fiedler, H.Muhlbach and G.Stepani : J. Mat. Sci., 19 (1984), 3229.
- 4) W.A.Heinemann : Rapidly Quenched Metals, ed. S.Steeb and H.Walimont, (1985), Vol.1, 27.
- 5) S.Arakawa, Y.Arai, Y.Sawada, T.Miyazaki and T.Masumoto : Proc. 4th Int. on Rapidly Quenched Metals, (1982), Vol.1, 89.
- 6) R.K.Pitler : Nicholas J. Grant Symposium MIT (1985) June.
- 7) Y.Yoshizawa, S.Ogura and K.Yamauchi : J. Appl. Phys. 64 (1988), 6044.
- 8) N.Shiga, F.Kogiku and M.Yukumoto : Mater. Trans., JIM, 36 (1995), 939.
- 9) J.P.Birat, P.Blin, J.L.Jacquot, P.V.Riboud and B.Thomas : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988), 737.
- 10) 上島良之, 溝口利明, 宮沢憲一, 西村哲, 山田晶 : 材料とプロセス, 7 (1994), 318.
- 11) 天田克巳, 上島良之, 溝口利明, 宮沢憲一 : 材料とプロセス, 3 (1990), 1684.
- 12) 石丸淳一, 森川広, 山内隆, 長谷川守弘 : 材料とプロセス, 4 (1991), 1001.
- 13) S.C.Huang and H.C.Fielder : Mater. Sci., 51 (1981), 39.
- 14) H.Yu : Metall. Trans., 18B (1987), 557.
- 15) J.P.Papai and C.E.Mobley : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988), 51.
- 16) D.B.Love and J.D.Nauman : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988), 597.
- 17) R.S.Carbonara : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988), 169.
- 18) K.Miyazawa and J.Szekely : Met. Trans., 12A (1981), 1047.
- 19) 行本正雄 : 第104回塑性加工学会シンポジウム講演会 (1986), 1.
- 20) M.Hansen : Constitution of Binary Alloys, McGraw-Hill Book Company, 2nd Ed. (1958).
- 21) 西岡信一, 土田裕, 北川融, 藤田米章, 佐藤博明, 大槻政明 : 鉄と鋼, 71 (1985), A241.
- 22) 森川広, 山内隆, 長谷川守弘 : 材料とプロセス, 4 (1991), 1000.
- 23) 小菅健司, 塗嘉夫, 塩崎守雄, 梅沢一誠 : 材料とプロセス, 7 (1994), 1823.
- 24) J.H.Vincent, H.A.Davies : Solidification Technology in Foundry Cast House (1983), 153.
- 25) S.Kavesh : Metallic Glasses, ed. J.J.Gilman and H.J.Leamy, (1978), 36.
- 26) 笠間昭夫, 溝口庄三, 宮沢憲一, 井藤三千寿, 須貝哲也 : 鉄と鋼, 71 (1985), A225.
- 27) J.A.Burgo, T.J.Conarly and J.W.Hlinka : Iron and Steel Engineer, July (1990), 51.
- 28) 大中逸雄 : 第110・111回西山記念技術講座 (日本鉄鋼協会), (1986), 236.
- 29) 小菊史男, 小沢三千晴, 渋谷清, 宍戸浩, 菅孝宏 : 鉄と鋼, 71 (1985), A229.
- 30) 郡司好喜, 安元邦夫, 富田俊郎 : 急冷凝固プロセスの基礎と応用 (日本鉄鋼協会), (1989), 59.

- 31) 江坂久雄, 溝口庄三, 梶岡博幸, 千田 裕美: 材料とプロセス, 1 (1988), 268.
- 32) 岡本平: 鉄鋼の凝固 (日本鉄鋼協会), (1977), 付-3.
- 33) 水上英夫, 鈴木俊夫, 梅田高照: 鉄と鋼, 77 (1991), 1672.
- 34) 水上英夫, 鈴木俊夫, 梅田 高照: 東京大学工学部総合試験所年報, 50 (1991), 181.
- 35) B.P.Bewlay and B.Cantor: Int. Jour. of Rapid Solidification, 2 (1986), 2, 107.
- 36) 宮沢憲一, 長隆郎, 井上道雄: 日本金属学会誌, 46 (1982), 1102.
- 37) M.J.Tenwick and H.A.Davies: Rapidly Quenched Metals, ed. S.Steeb and H.Walimont, (1985), Vol.1, 67.
- 38) 岸武晴彦, 岡本平: 鉄と鋼, 63 (1977), 3, 425.
- 39) 嶋中浩, 伊藤庸, 菅 孝宏: 第24回応用磁気講習会 (応用磁気学会), (1982), 1.
- 40) F.Kogiku, M.Yukumoto, K.Shibuya, H.Shishido and T.Kan: Mat Res. Soc. Symp. Proc., 58 (1986), 15.

第3章 双ロール法急冷薄帯の製造設備と要素技術

3-1 緒言

省工程,あるいは材料特性の向上を目的とした実験室規模での急冷薄帯の鑄造技術開発が1980年代に各社で進められ,その後1990年代には日米の企業によりtonオーダー規模のキャスター開発が報告されている⁹⁾。渋谷⁹⁾は日米でのストリップキャストイング技術開発の傾向を図3-1にまとめている。日本では双ロール法が中心で,米国では単ロール法が中心に開発が進められており,薄帯の厚み10mm以下(熱延ミル出側板厚)で鑄造され,冷延工程で最終製品に加工される。小ロット,多品種という観点からレードル或いは,溶解炉の容量は10ton以下の容量で,その代表的な鋼種はSUS304と報告している。一方,大中¹⁰⁾は最近の日本でのストリップキャストの開発動向を表3-1に報告している。中でも,10tonヒートサイズ,1m幅以上の実証機規模の開発が新日鉄-三菱重工^{4),6),13)},太平洋金属-日立造船^{5),14)}で進められ,その品質が通常のSUS304材と同等であるとしている。

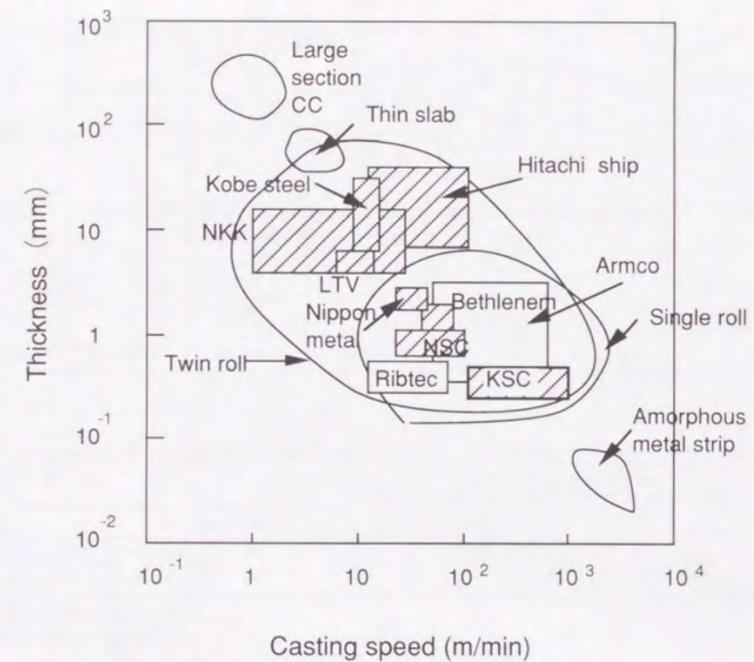


図3-1 各社の開発動向

これらの開発の中で従来明らかになっていない工学的問題点は第一にキャスターの各装置の機能や安定操業に関する要素技術の解析例が稀で,第二に薄帯の品質に関して断片的な報告が多く,設備,操業の両面からの詳細な検討が為されていない点である。そこで,以下にtonオーダー規模での実証機レベルの双ロールキャストの注湯系から巻取系までの設備設計とその要素技術について詳細に述べる。図3-2には具体的な開発期間での鋼種及び主要課題と最大ヒートサイズを示す。我々は1986年までは高珪素鋼薄帯

を中心に、高速搬送・連続巻取技術や鋳造ロールの長寿命化技術を確立し、ヒートサイズ 1ton を達成した^{15)~17)}。さらに、1987年以降は高Crステンレス鋼やNi基超合金薄帯等の難圧延材特に、高温強度の弱く、鋳造欠陥の多い材料を対象に、サイドダム、注湯制御、溝ロール等の品質向上技術と二次冷却、張力制御、蛇行制御といった安定巻取技術の確立を図り、3ton ヒートサイズの完鋳を達成した^{18)~23)}。半製品として高Crステンレス鋼等の溶接フープ材の実用化を目指したが、一部出荷したのみで採算性の問題から1991年以降開発は中断した。

表3-1 国内の急冷薄帯プロセスの開発状況

Organization Items	NSC-MHI	PM-HZ	Nippon Metal	Nippon Yakin	Nisshin Steel	KSC
Strip width(mm)	800(1300)	1030	650	600	540	500
Strip thickness (mm)	1.6-5	2-5	1-5	1-3	2-5	0.3-0.8
Casting speed (m/s)	0.3-2.2	0.3-0.9	0.1-0.8	0.8-2.5	0.3-0.8	2-6
Roll width(mm)	1500	1050	u:650 l:1000	600	600	500
Roll diameter(mm)	1200	1200	u:400 l:1400	800	800	800
Roll material	Cu+Ni (1-2mm)	Steel overlayed with SUS	u:mild steel l:SUS	Cu	Cu	Cu
Nozzle type	not disclosed	submerged type	submerged type	submerged type	not disclosed	multi-hole type
Casting capacity(ton)	10	10	7	1.3	1	3
Tundish capacity(ton)	1.6	0.8	7	0.8	1	0.5
Coiler type	Up-coiler	Down-coiler	Up-coiler	Up-coiler	Up-coiler	Down-coiler

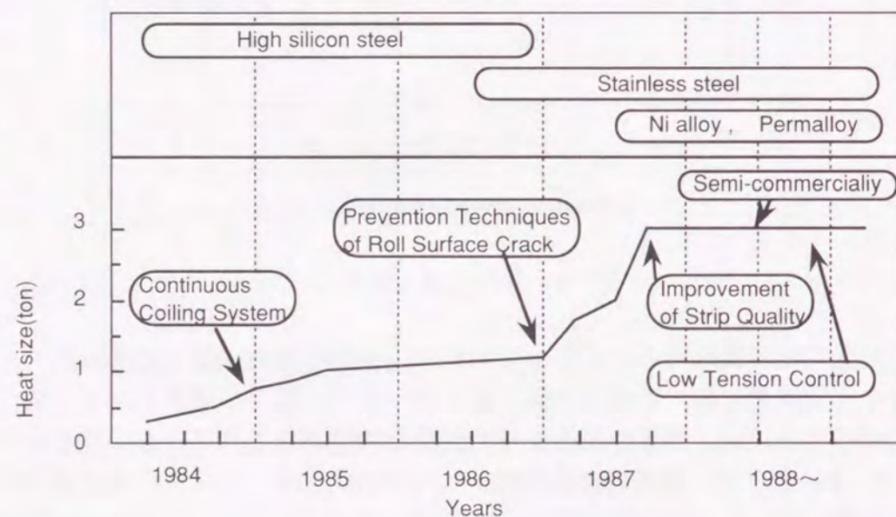


図3-2 双ロール急冷薄帯の開発まとめ (川崎製鉄)

3-2 双ロール設備の概要と運転方法

3.2.1 設備仕様と能力

図3-3に双ロール設備の全体概要を示す。溶鋼は容量5tonの保持炉を介して、タンディッシュに注入する。この時、スライディングノズルにより一定の溶鋼流量に制御し、タンディッシュ下部のスロットあるいは多孔ノズルよりロールキス部に注湯する。冷却ロールの端面にはサイドダムが取り付けられ、パドル内の湯面を平坦にしている。冷却ロールのスリーブは銅合金製で内部を水冷しており、ロールの外径は500~800mmで幅は最大で500mmである。ロール周速は1~7m/sで、鋳造前に圧下力10~30kNの一定値でキスロール制御し、鋳造中は各々両側のギャップを一定に制御し、鋳造の安定化を図っている。鋳造後の薄帯は二次冷却帯を通過し、一定張力で巻き取る。板厚は厚み計で測定し、ピンチロールにより上流側と巻取り側の張力を分断する。表3-2に3ton規模双ロールキャスターの設備仕様を示す。薄帯は板厚0.2~0.8mm、幅250~500mmで高珪素鋼、パーマロイ、ステンレス鋼、ニッケル基超合金等の材質を作製した。

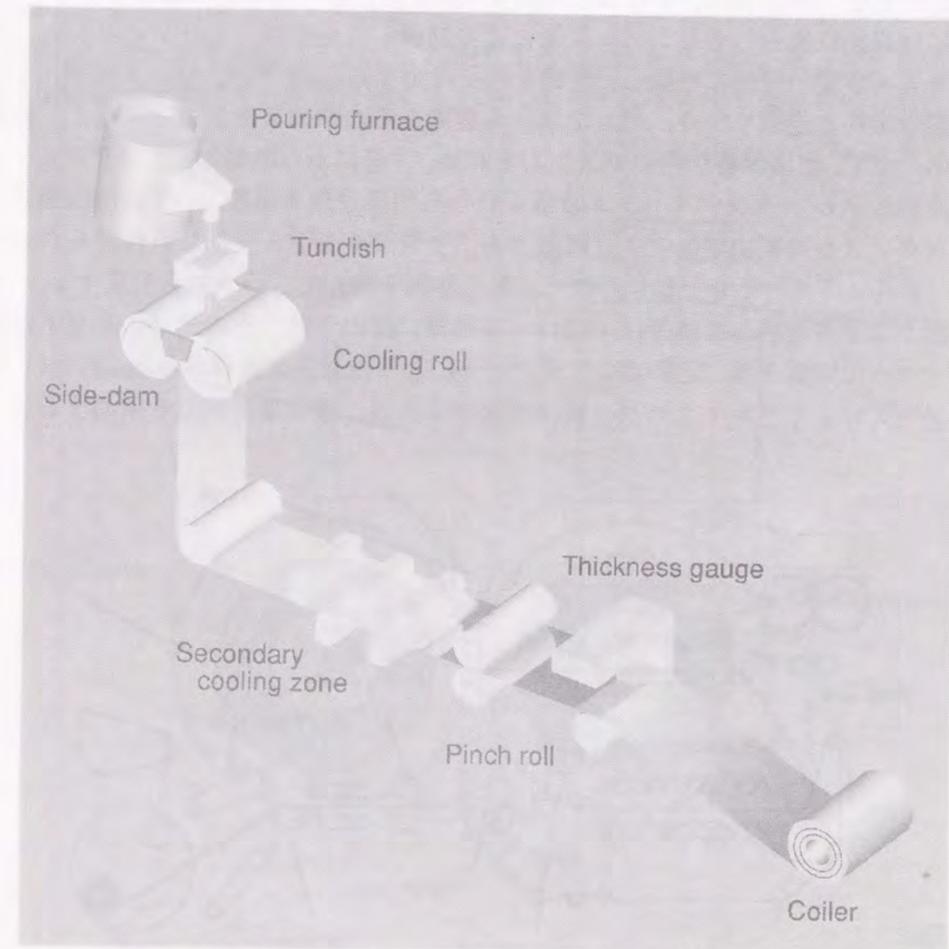


図3-3 双ロールキャスターの概略

表3-2 双ロール設備の仕様

Heat size :	3ton
Casting rate :	2 - 10kg/s
Casting speed :	1 - 7m/s (60 - 420m/min)
Roll diameter :	550 - 800mm
Roll width :	500mm
Strip thickness :	0.2 - 0.8mm
Strip width :	250 - 500mm
Coil weight :	500kg
Cast materials :	
	(1) High silicon steels, Permendur alloys, Permalloy alloys (for magnetic material)
	(2) Stainless steels, Inconel alloys (for overlay welding hoop)

3.2.2 運転方法

母溶湯溶製は5ton真空溶解炉を用いて行い、取鍋を介して図3-3に示す5ton保持炉に溶鋼を供給する。溶湯保持炉では温度調整及び合金材添加による成分調整を行っている。運転時には自動位置合わせをシーケンサにより制御し、保持炉、タンディッシュ、冷却ロールを各々所定の位置に移動し、準備条件を設定する。圧下力、ロール周速、予熱温度等の製板条件と巻取りロール、ピンチロール等搬送系の準備条件が成立すると、操業を開始する。まず、溶湯保持炉内のガス圧力を高め、注湯口から出湯し、タンディッシュ内に溶鋼を供給する。タンディッシュ重量変化から出湯速度を演算し、注湯口出側のスライディングノズルの開閉制御により調節する。タンディッシュ下部に取付けられた注湯ノズル（多孔ノズル）を介して、双ロール間に溶鋼を供給し、パドルを形成する。冷却ロール面上で急凝固した薄帯は冷却ロール出側に排出され、その先端の非定常部はクロップシャーで切断され、定常部はクランパーにより搬送系に誘導される。図3-4に示す搬送コンベアによりベルトラッパ式コイラーに誘導、薄帯は巻取りを開始する。

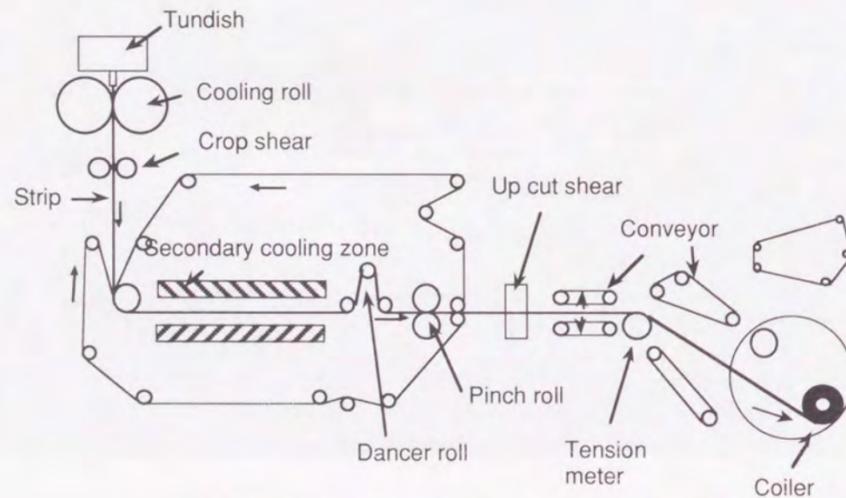


図3-4 双ロールの搬送・巻取装置

巻取り開始直後にピンチロール圧下、ダンサーロール調整、板厚計作動、コンベア開放等安定操業モードに入る。1コイルは約500kgのため引き続き分割モードに入り、コンベア圧下、分割シャー作動、カラーゼリール反転により2コイル目の巻取を開始し、分割後の1コイルは自動排出される。この動作を繰り返し、6コイルを連続巻取する。(3tonヒートサイズ完铸) なお、板厚はγ線厚み計により測定し、注湯速度に反映する。薄帯の張力、蛇行を計測、制御し、操業の安定化を図っている。また、薄帯の表面温度測定と冷却水の吹き付けによる二次冷却制御を用いた薄帯の組織の劣化、酸化抑制も同時に行っている。

3.2.3 熱履歴

他の研究者らのストリップキャスターと比較して熱履歴の観点から最終板厚が磁性材の場合、0.2~0.8mm、溶接フープ材の場合、0.45~0.6mmと薄く、铸込み速度が1~7m/sと約5倍大きいのが本研究の特徴である。

図3-5に定常状態での双ロール铸造の模式図を示す。この時、凝固は溶湯プールの表面から開始し、ロールキス部にて完了する理想型とし、溶湯プール高さ、ロール径、抜熱量は铸造中は一定で、ロール間に働く圧下力により圧延は発生しないものとした。

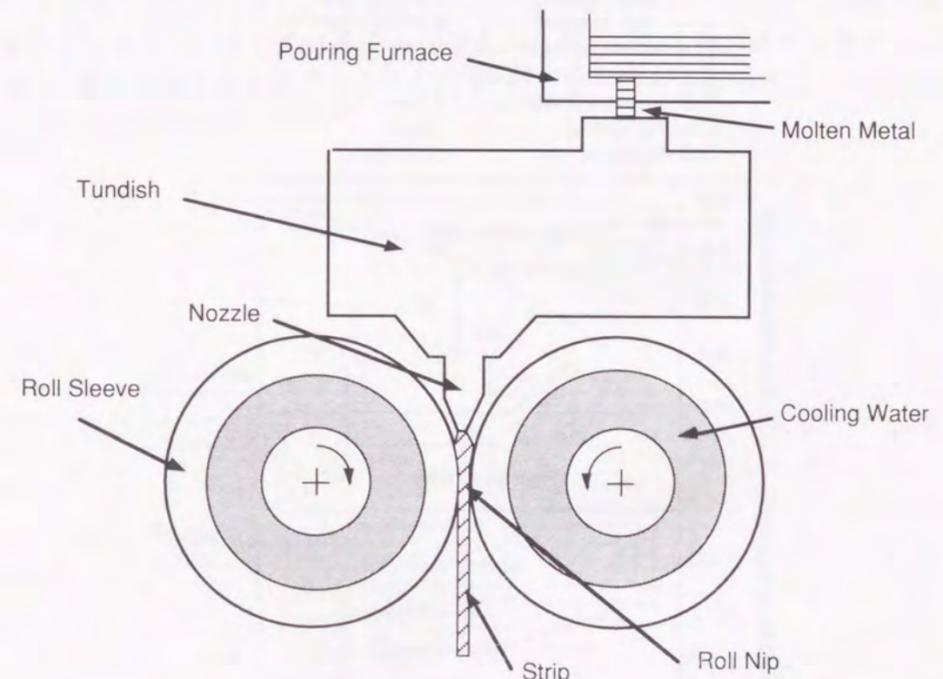


図3-5 定常時の双ロール铸造状況

表3-3に示す熱計算データを用いて、キャストの熱履歴を計算した。計算に用いた条件は典型的な鋳造条件で、計算は第2章で述べた一次元伝熱凝固計算を用い、出側板厚と板温を計算した。図3-6に計算結果を示す。図3-6 (a) から最大板厚0.8mmでは溶湯プール高さ195mm、ロール周速2m/s、最小板厚0.2mmでは溶湯プール高さ60mm、ロール周速5m/sの鋳造条件が計算された。他のストリップキャストの湯面高さが約400mmであるのに対して、60~195mmの湯面高さは比較的低い。従って、溶湯プールの湯面制御が重要な技術となる。又、図3-6 (b) で示すように出側板温は1470K以上と高温で、脆化を示す析出相や再結晶を示す合金系では二次冷却が重要となる。二次冷却では冷却水を用いたスリットラミネータ法が有効で、冷却帯出側で約800K以下の板温に冷却し、幅方向にも均一に冷却制御できる。巻取り後のコイル温度は700K以下で後工程でのハンドリング上問題はない。具体的な例として高Crステンレス鋼薄帯の二次冷却の効果について第4章で述べる。

表3-3 凝固伝熱計算の計算条件

Liquidus temperature :	1823K
Solidus temperature :	1723K
Latent heat :	252 kJ/kg
Thermal conductivity	
alloy (steel) :	29W/m/K
roll (copper) :	290W/m/K
Heat transfer coefficient	
alloy and roll :	45.5kW/m ² /K
roll and water :	16.8kW/m ² /K
Density	
alloy (steel) :	7.8x10 ³ kg/m ³
roll (copper) :	8.9x10 ³ kg/m ³
Thermal expansion coefficient :	16.4x10 ⁻⁶ /K
Young modulus :	13.5GN/m ²
Roll-sleeve thickness :	25mm
Casting speed :	5m/s
Roll diameter :	550mm

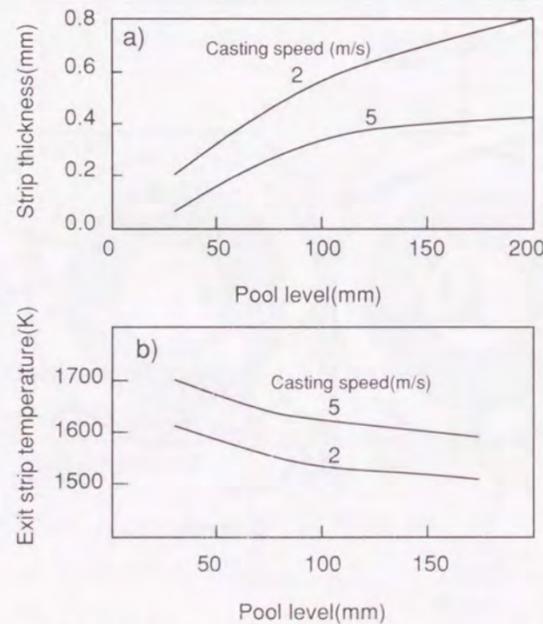


図3-6 凝固伝熱計算結果；(a)板厚、(b)板温

3-3 溶解・注湯系

3.3.1 温度制御

誘導炉にはるつぼ形炉と溝形炉とがある²⁴⁾。るつぼ形誘導炉が鉄心のない変圧器であるのに対し、溝形誘導炉は鉄心のある変圧器の形で、誘導コイルからのエネルギーが金属溶湯に伝達される。溝形炉は2次コイルが1ターンで、しかも短絡されている変圧器であるから、2次コイルである溝には、数万アンペアの電流が流れ、これによるジュール熱が発生している。

溝形炉の構造はバスと称される湯室（炉本体）とインダクタと呼ばれる発熱部で構成されている。注湯炉はこの溝形炉を採用し、図3-7に示す容量5tonのインダクター方式溶鋼保持炉である。その構造は炉本体は縦形円筒形状で受湯口、注湯口はサイフォン式となっており、炉体及びインダクターケースは耐火物ライニング、水冷構造となっている。炉体は放熱を抑えるため、表面積の少ない形状に設計され、受湯口や出湯口は炉体の底部からノズルを出したティポット形で、これは炉内への空気の流入を避けたいと、溶湯と空気との接触で、炉内に大量のスラグが発生するからである。従って、炉蓋も密閉形となっている。

炉体とインダクタとは、スロートと呼ばれる狭い通路で連結されている。この部分では耐火物の厚さも限定されるので、耐火物を水冷している。インダクタは炉体の下部に取り付けられ、インダクターケース、鉄心、コイル、耐火物から構成され、その耐火物の中に溶湯で満たされた1ターン、すなわち2次溝が形成されている。この溝には短絡電流が流れているので、インダクタの入力が大きくなればなる程、溝中に発生する電流も大となり、溝中の温度も上昇する。その結果、耐火物の寿命を縮めることになるので、コイル入力には限界がある。

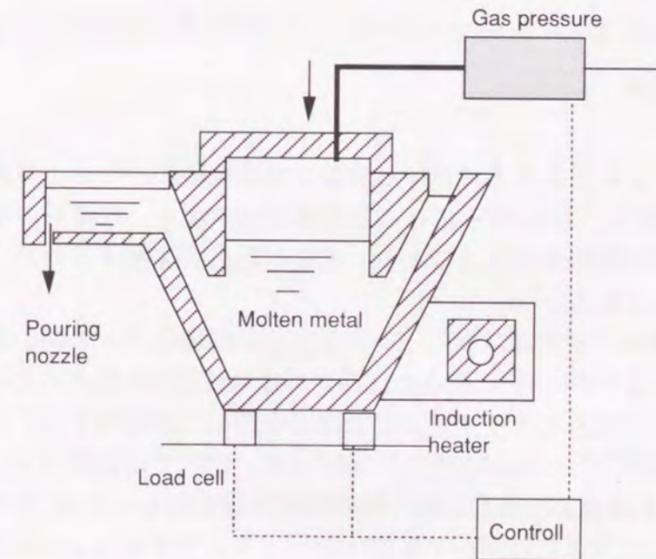


図3-7 加圧式注湯炉の概要

インダクタは50Hz, 550V, 入力200KWの能力を持ち, 例えば保温電力は1673Kで126KW, 昇温能力は鋳鋼の場合で1723~1823Kで2.5ton/h, 71KWH/tonとなる。溶湯温度の計測はイメージン熱電対温度計 (B形熱電対) 及び放射温度計 (1473~2273K, 水冷保護管付き) を用いた。

図3-8には4.5%珪素鋼での平均使用電力と保持溶湯温度の関係を示す。約1ヵ月間の温度変化と使用電力はほぼ比例関係にあり, 特に製板実験の操業日には±10Kの溶湯温度管理が可能である。

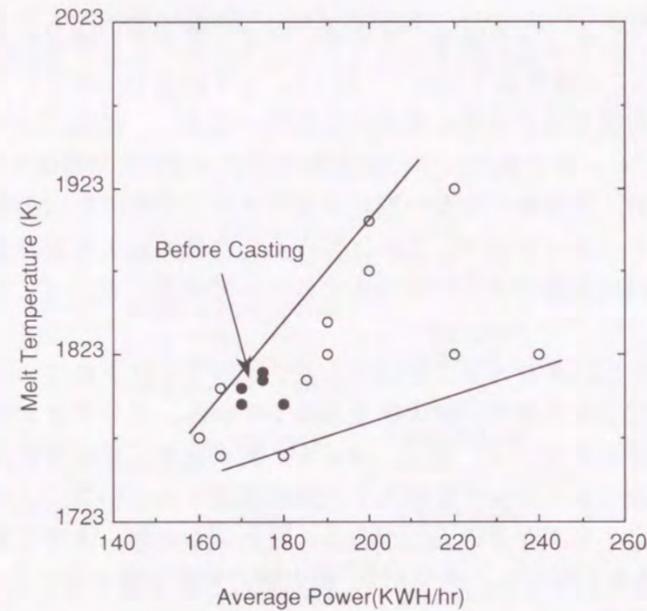


図3-8 注湯炉の温度制御例

3.3.2 加圧式注湯制御

双ロールストリップキャスターにおける重要な操業技術の一つとして流量制御が報告されている^{25), 26)}。特に, 1mm厚み以下の急冷薄帯法の場合, 注湯系の湯面レベルの変動やノズル孔の溶損, 閉塞等の原因により, 流量が相当量変動するため, 長手方向の板厚偏差が極めて大きくなる。

流量制御には溶鋼ヘッドをコントロールする方法と出側ノズルの開口面積を変化させる方法が知られている^{24), 27) ~ 29)}。前者の注湯炉の原理は図3-8に示すように炉内の溶湯にガス圧をかけ, その圧力でサイフォン部の溶湯を押し上げ注湯する。この方式はアルミや鋳鉄の自動注湯炉として1975年代から紹介され, 国内では鋳鉄用として数十台が稼働している²⁴⁾。我々は鋼用の高寿命耐火物の開発課題が残るものの, 世界で初めてこの設備を導入した。加圧ガスにはベース圧力とショット圧力があり, ベース圧力は注湯量に比例してフィードバック制御する。炉体下の計重台の4点式ロードセルで溶鋼重量を検出し, 重量を電圧に変換する。その電圧をA/D変換し, ベース圧力の算出をしてフィー

ドバックする。一方, ショット圧力はデジタル入力後, D/P変換後圧力信号に変え, バイアスリレーを通してポリウムプースターで指定のガス圧力まで炉内にガス供給する。これにより一方で注湯しながら他方で注湯量の検出を行う連続操業が可能となる。このプリレベル制御方式を具体的に図3-9に示す。これは炉内溶湯量の増減に対して炉内圧力を増減させ, 図中 (a) のように, 溶湯レベルを注湯待機の湯面状態に, 常に保持させる方法である。このプリレベル保持のための圧力をベース圧力 (P) と呼び, 注湯時にはこのベース圧力 (P) に更に0.01~0.02MPaのショット圧力 (ΔP) を加算すると, 図中 (b) のごとく出湯状態となる。いま一定速度で注湯しようとするれば, ΔP を一定に保ちながら, 湯量に応じてPを上昇させればよい。

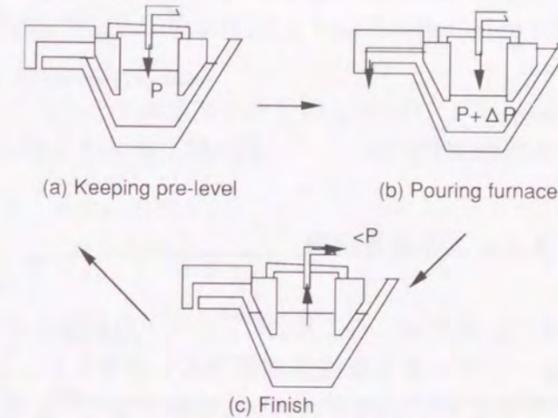


図3-9 炉内圧力と湯面の状態

図3-10はベース圧力設定用校正データの1例で, プリレベル制御パターンとして8.75kPa/tonを示す。図3-11はガス圧と注湯量の測定結果を示す。プリレベル設定後, $\Delta P_1=0.02$, $\Delta P_2=0.025$ MPaのショット圧力が負荷され, 注湯速度4.4kg/s一定で制御している。図3-12には4.5%シリコン鉄合金溶湯での注湯用丸ノズル径と注湯速度の関係を示す。ショット圧力 $\Delta P=0.02$ MPaで設定湯面レベル $h=200$ mmの場合の計算値と実測値が良く一致している。

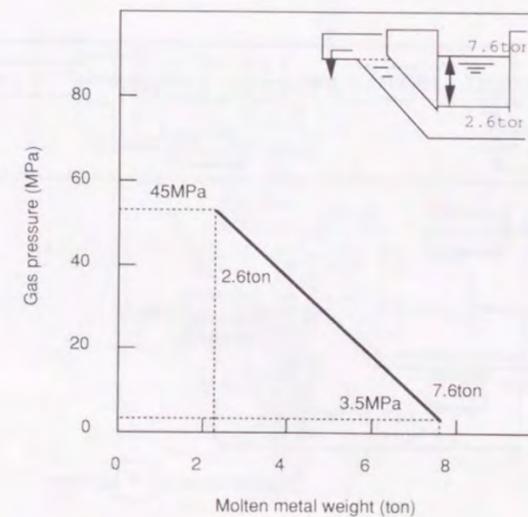


図3-10 プリレベル制御の例

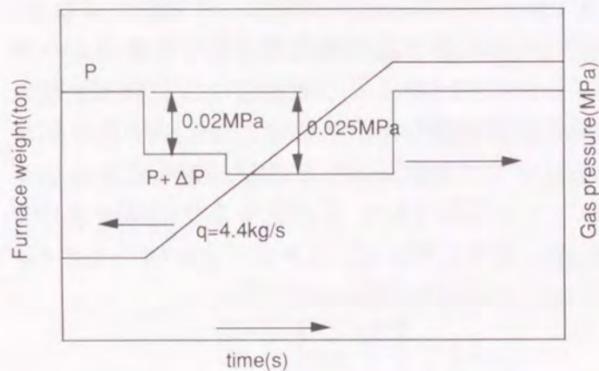


図3-11 注湯量とガス圧の変化の例

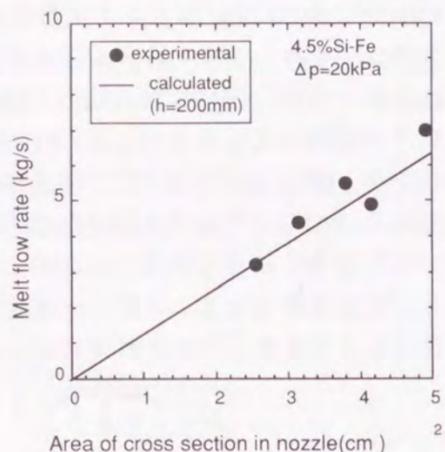


図3-12 ノズル形状と注湯速度の関係

3.3.3 スライディングノズルによる流量制御

溶鋼流量の制御範囲拡大と応答性向上のため、前記ガス圧力制御とスライディングゲートノズル (S/N) 制御の2ループから成る新注湯制御方式を研究した。図3-13にこの制御システム系統図を示す。ガス圧ループはプログラム制御を採用し、湯面レベル h が一定となるよう予め設定された関係式に基づいて重量 W とガス圧 P で補償している。一方、S/NループはPI制御を採用し、流量目標値 SV と実測値 PV の差に応じてS/Nが開閉する。さらに、板厚 d を下流の γ 線厚み計でオンラインモニターし、必要に応じてS/Nループの SV 値を変更している。このように外乱に強いプログラム制御と変動追従性に優れたPI制御の組み合わせにより、広範囲にわたって精度良い流量制御が可能となった。

具体的な操業ではノズル詰まり対策のためノズル径の変更と樋の取り付けを、溶鋼流量制御のハンチング防止のためPI値のパラメータチューニングを実施した。その結果、

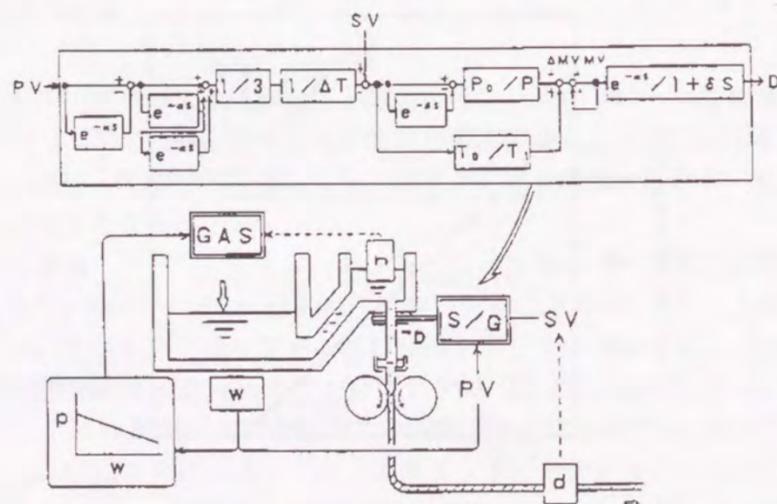


図3-13 加圧及びスライディングノズルによる流量制御の概要

S/N ノズル径は $30\text{mm } \phi$ 、樋高さ 60mm とし、制御変数は $P=600\%$ 、 $I=4\text{s}$ を最適値として選定した。

図3-14はステンレス鋼の注湯実験の例であるが、初期開度及び規定開度を経て、注湯開始20秒後より流量は目標値 5.0kg/s 近傍に安定し、板厚変化も $460\ \mu\text{m} \pm 20\ \mu\text{m}$ 以内に抑えられている事が分かる。20 μm 以内の細かな変動は主にロール回転に伴うパドル振動によるものと考えられる。最終的には45s後に目標値の $\pm 0.2\text{kg/s}$ に制御でき、その範囲も最大 10kg/s まで可能である。

双ロール法における湯面変動が板厚に及ぼす影響について三宅ら³⁰⁾は図3-15に示すマス・フローモデルを用いて解析している。解析の結果、制御周期の増加に伴い、湯面振動も増加、板厚変動も増加し、制御周期が 3.6s で目標の湯面変動 $\pm 0.2\text{kg/s}$ に制御できると報告している。

以上の結果からガス圧とS/N開閉の2段流量制御により 1mm 厚以下の急冷薄帯の長手方向厚み偏差 $\pm 5\%$ 以内が可能となった。

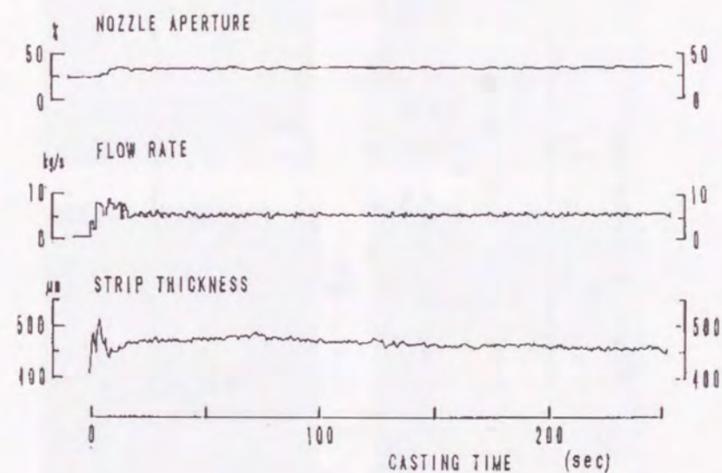


図3-14 鑄造方向の板厚偏差に及ぼす流量制御の効果

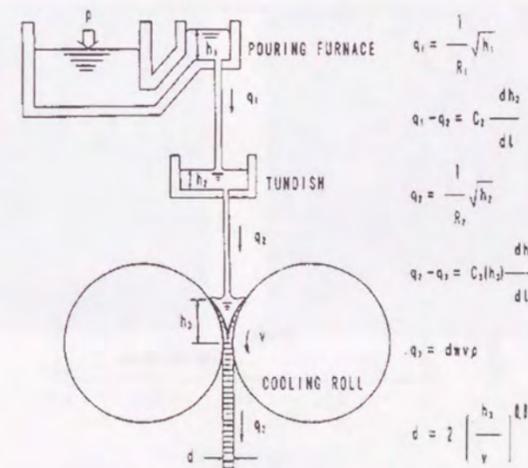


図3-15 双ロール湯面変動計算モデル

3.3.4 幅方向均一注湯制御

双ロール法において、ロール幅方向に均一な溶鋼の供給を行う事が板厚偏差低減に対し重要である^{25)~31)}。長時間の注湯を行う場合、ノズルの変形等により均一注湯が困難となる。一方、板厚1mm以下の薄帯を鋳造するためには、ロール間溶鋼溜まりの高さが低くなり、ノズル位置でのロールの間隔が小さくなるため浸漬型のノズルを使用する事が難しい。そこで本実験では多孔ノズルを用いて注湯を行った。

ノズル溶損は注湯流の幅方向不均一を招き、薄帯の孔あきやブレークアウトを生じ、製品品質に大きな影響を与える。例えば、4mmφ、10mmピッチの孔をあけた溶融シリカ製ノズルを用いて、ステンレス鋼を4~5kg/sで注湯した場合、注湯量とともにノズル溶損は進行し、溶損が進行した孔からの溶鋼流量が増加するとその近傍のノズル孔からの流量が減少し、ノズル閉塞が発生する。図3-16にはこの時の全孔数に対する閉塞していない孔数の率を時系列で示す。注湯開始後10minには75%程度の孔が閉塞している。

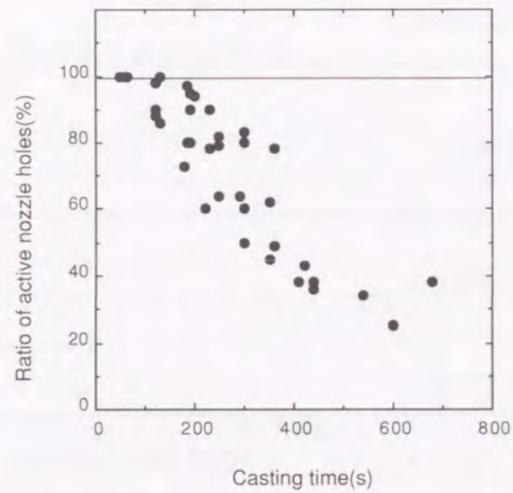


図3-16 多孔ノズルのノズル詰まりの進行状況 (φ4-10mmピッチ)

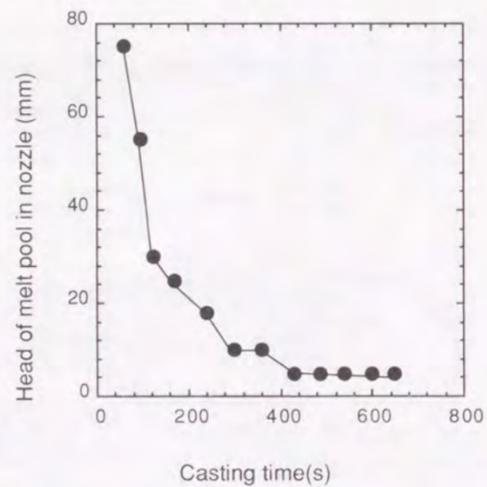


図3-17 湯面高さと鋳造時間の関係 (φ4-10mmピッチタイプノズル)

一方、図3-17に示すようにT/D内の湯面高さは約1/10と低く、溶損の進行が伺える。写真3-1は240s後に回収したノズルの断面を観察した結果で、初め4mmφの孔が6mmφになっており、界面はMn,Crの酸化物が生成し、これらの低融点酸化物の生成が溶損を促進している事が推定される。

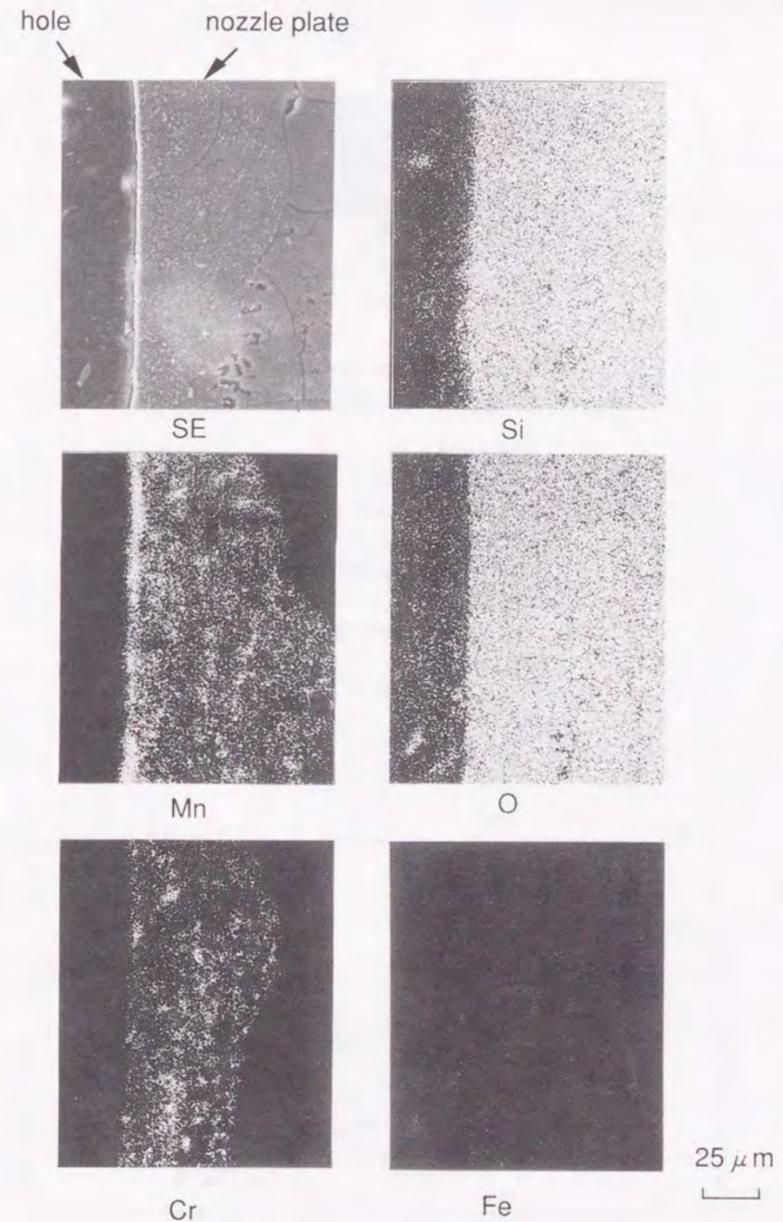
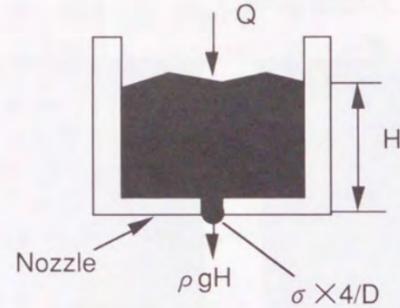


写真3-1 ノズル断面のEPMA元素分析

そこでこの溶損速度を図3-16の実測値から求め、図3-18に示す表面張力と溶鋼静圧がバランスする簡単なモデルで計算し、ノズル径及び湯面高さの変化を求めた。図3-19には4mm φ -10mm ピッチノズルと6mm φ -23mm ピッチノズルの溶損状況を比較した。孔径6mm φでピッチ23mmのノズルでは10分間注湯が可能である。2つのノズルを用いたノズル詰まりの状況の比較を図3-20に、それぞれの铸造した薄帯の幅方向板厚偏差の時間変化を図3-21に示す。S/N流量制御と溶損、閉塞の影響を受けにくい適切な多孔ノズルの孔径と孔ピッチの選択により、長時間安定して均一注湯が達成でき、これにより板厚偏差を2/3に低減した。



σ : surface tension
 g : gravitational acceleration

flow rate
 $Q=4.0 \text{ kg/s (constant)}$
 average erosion rate (measured)
 $v=4.17 \times 10^{-6} \text{ m/s}$
 diameter of nozzle hole
 $D=D_0 + 2vt$
 (t : casting time)
 equation
 $\rho gh = \sigma \times 4/D$

図3-18 ノズル詰まりのメカニズム

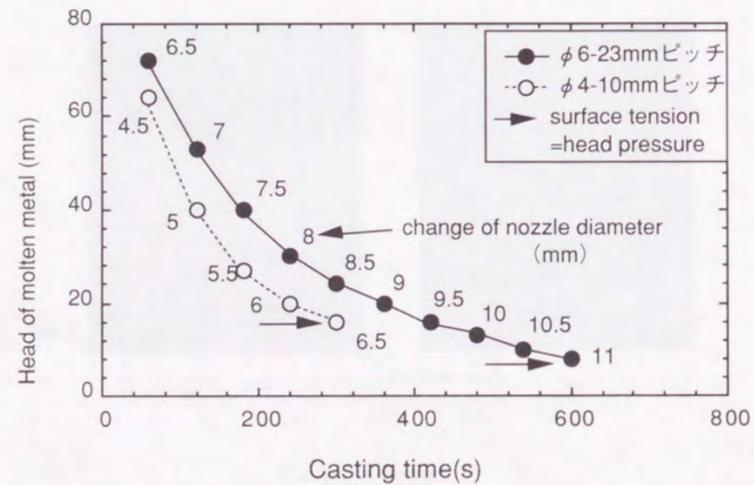


図3-19 湯面高さとノズル径の変化 (計算結果)

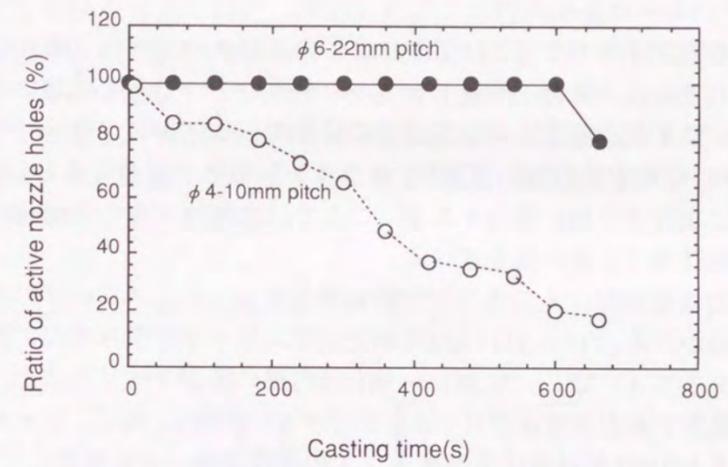


図3-20 ノズル詰まりと铸造時間の関係

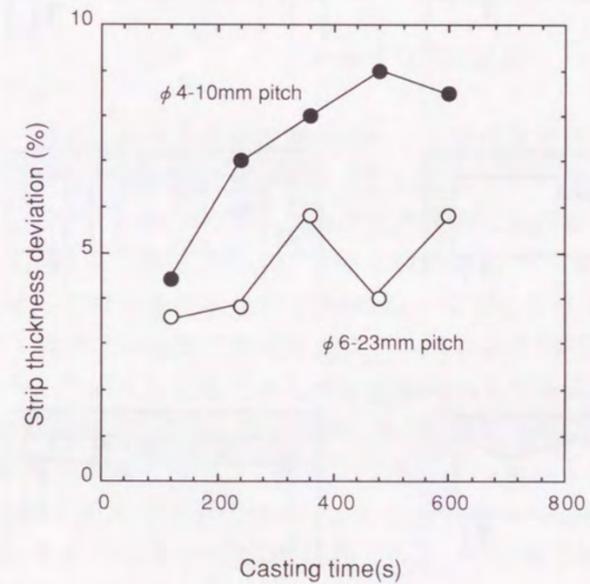


図3-21 幅方向板厚偏差の改善

3-4 冷却ロール系

3.4.1 冷却ロール構造と熱伝達の評価

冷却ロールの構造設計のポイントは第1に薄帯の板形状の均一化（未凝固部の排除と板厚偏差の低減）であり、第2に操業トラブルの要因の1つである冷却ロール表面のヘアクラックの防止である。前者については主に発生するヒートクラウン（熱膨張差）を小さくするために、冷却水溝形状の最適化、クラウン制御等が課題である。後者のクラック防止に関しては次節で詳細に報告するが、ここでは冷却ロールの表面及び内部温度の実測ならびに伝熱計算による評価を述べる。

図3-22に代表的な冷却ロールのスリーブ断面構造を示した。スリーブの構造は大きく2つのタイプに分かれる。(1)～(3)は内部が空洞でスリーブの厚み方向に凹凸がある緩冷却型ロール（タイプA）で、一方(4)～(6)は内部の溝がラベリン型、スパイラル型、スリット型構造である強冷却型ロール（タイプB）である。特に、ロールクラック防止技術が確立できた1987年以前は主にタイプAの緩冷却ロールを使用していた。

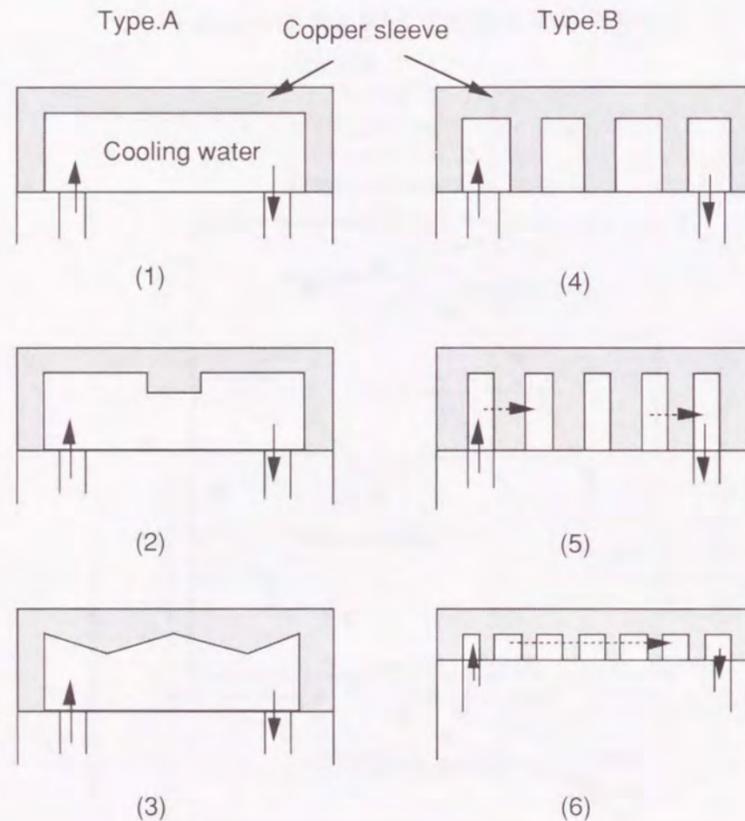


図3-22 冷却ロールの構造
(緩冷却型と強冷型スリーブ)

そこでタイプAのロールの熱伝達を解析するため、鋳造中にロールの表面温度及び内部の温度を測定した。鋳造中の冷却ロールの熱履歴に関しては溝口ら³²⁾、平野ら³³⁾がSUS304の鋳造データを用いて、熱伝達係数を算定し、一次元伝熱計算により考察しており、本研究でも同様な方法で測定、評価した。この時の鋳造ロールは外径550mm、幅500mm、肉厚（スリーブ厚み）25mmで、材質はCu合金であり、図3-23に示すようにスリーブ内側に冷却水を流している。ロール表面温度は接触式表面温度計をロール反キス点に押し当てて測定し、内部温度はロール内面3mm深さに埋め込んだ0.5mmφシース熱電対をスリップリングを通してロール外に取り出し、測定した。ロール内冷却水温度は同じくシース熱電対によって測定した。

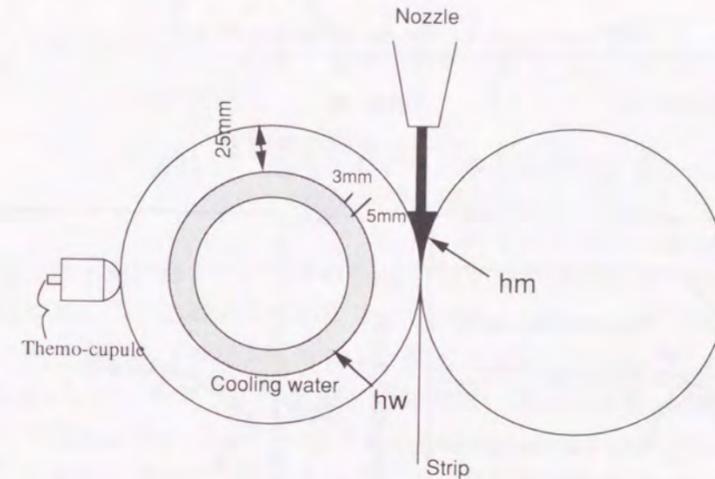


図3-23 ロール温度の測定状況

図3-24に冷却ロールが1サイクルする間のロール表面温度変化の一次元伝熱計算結果を示す。計算は3.2.3節で用いた熱計算データ（表3-2）および一次元非定常伝熱凝固計算モデル（図2-20）を用いた。図中のプロットは反キス点におけるロール外表面温度の測定値である。この温度はロール周速5m/sにおいて約550Kであるが、これらの測定値と計算結果を重ね合わせるとロールキス点では700K近い温度になっていると推定される。

図3-25にはロール周速2.1m/s時に測定したロール外表面と内部の温度変化を示す。注湯開始時には外表面、内面とも15Kであるが、注湯開始とともに温度が上昇する。注湯開始後50sでロール外表面、内部とも定常状態になり、双ロール反キス点における外表面で480K、内部では375～390Kとなっている。また内面から3mmと5mmの位置では約10Kの温度差があり、内面に近いほど温度は低い。また、スリーブ内部で測定される1サイクル中の温度変化は極めて小さく、1～2K程度であり、外表面で推定される150K近い温度変化の影響は殆どなくなっている。

図3-26にロール周速2.1m/sでのロールスリーブ内温度分布の計算結果を示す。図中のプロットは図3-25で求めた実測温度である。表面、内部とも計算値とよく一致する。計算結果からロールスリーブ内面側はロールキス点でも反キス点でも温度に大きな変化はなく、外表面から4mmの位置までが温度変化の大きい領域になっている。

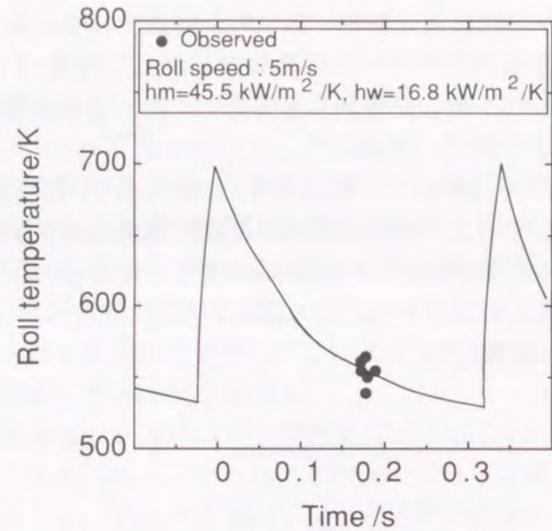


図3-24 ロール表面の熱履歴

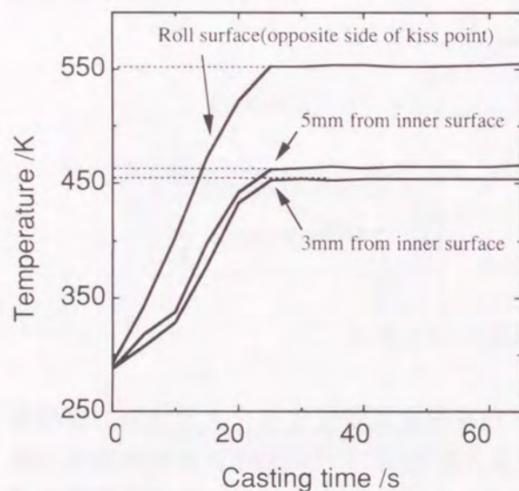


図3-25 鋳造時のロール温度の測定結果

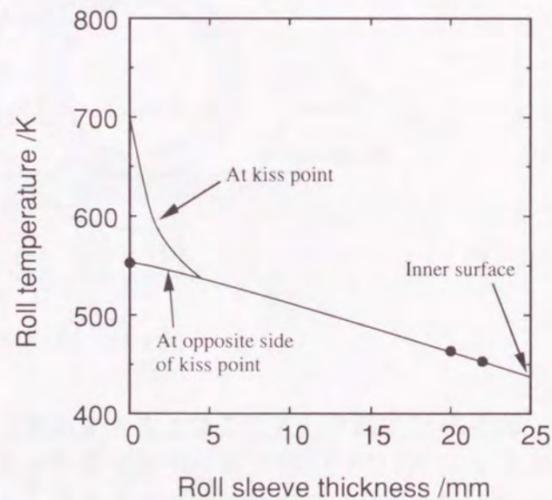


図3-26 冷却ロールの半径方向の温度分布

一方、図3-27に示すように鋳造中の冷却ロールは熱負荷によってロール幅方向中央部が凸になるように変形する。図中はロール反キス部の実測値（光学式距離センサー）で、ロール構造の異なる2つの例を示している。図中縦軸はロール径に対する膨張比（%）で示している。タイプAが主として本解析に使用した冷却ロールで、熱膨張が大きく、薄帯端部のロールギャップが中央に較べて大きく、未凝固部のブレイクアウトが生じやすい。このような熱膨張を抑止するため、冷却能を高めたロール構造を有するタイプBのロールを設計した。これはタイプAでは平均1.5m/sの冷却水流速だったものをタイプBでは8m/sに増速して冷却を強化したものである。冷却強化によってタイプBの熱膨張はタイプAの1/4に減少し、薄帯端部のブレイクアウトを大幅に低減できた。その結果、350～500mmの広幅薄帯の安定鋳造を達成し、幅方向の薄帯厚み偏差を±7%以下にすることが可能となった。

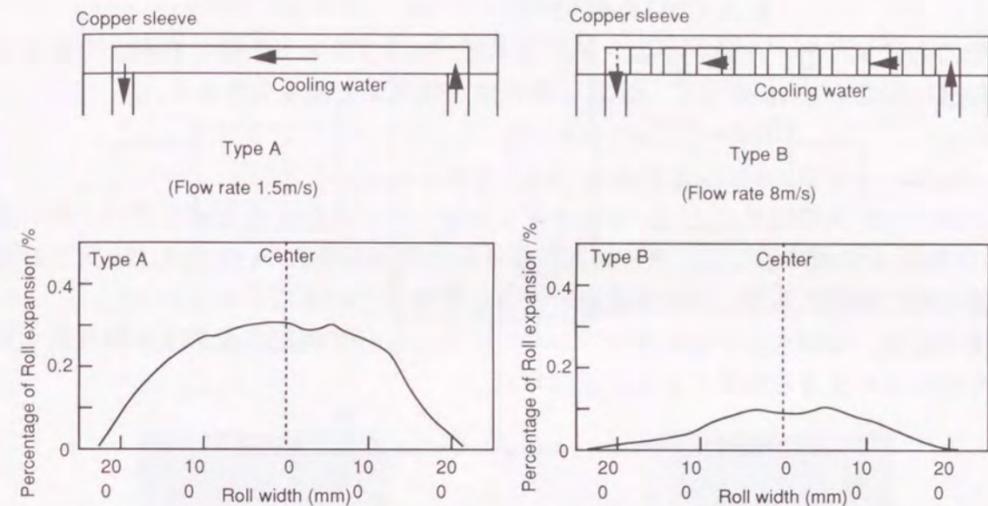


図3-27 鋳造中のロール熱膨張測定結果
(緩冷却型と強冷型の比較)

この2種類のロールで鋳造した時の熱伝達係数を薄帯厚みとロール表面温度から推定した結果を図3-28に示す。本図はロールスリーブ厚17～23mm、湯面高さ55～65mmの実験条件における実測値をプロットしている。タイプA,Bのロールともhmは46kW/m²/K前後で同じであるが、ロールスリーブ内面と冷却水間の熱伝達係数hwは明瞭な差が見られる。タイプAではhw=12.6～21kW/m²/Kであるのに対し、タイプBではhw=29.3～62.9kW/m²/Kとより大きな熱伝達係数となっている。この熱伝達係数の差はロールの内部冷却水の流速の差によるものと推定される。ロールスリーブ内面における冷却水との熱伝達を平板の乱流熱伝達モデルで表すことができると仮定すると、ロールスリーブ内面と冷却水間の境界における熱伝達は(4)式で表される。³⁴⁾

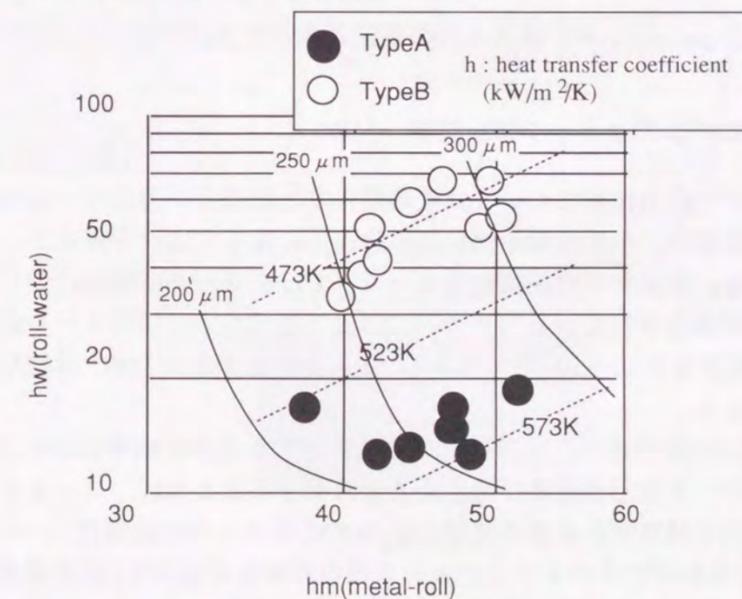


図3-28 熱伝達係数の算出

$$Nu = 0.037 Re^{0.8} \cdot Pr^{1/3} \text{----- (4)}$$

ここで、Nuはヌッセルト数、Reはレイノルズ数、Prはプラントル数である。境界における冷却水の温度を333Kとして(4)式に物性値を代入して簡素化すると、

$$hw = 0.15 u^{0.8} \text{----- (5)}$$

が得られる。ここで、uは冷却水流速(m/s)である。

図3-29に(5)式の関係を示す。図中タイプA,Bロールの冷却水流速と求めた熱伝達係数hwの関係を示した。タイプA,Bロールの熱伝達係数hwの差は(5)式で計算される差と同じ傾向にあり、冷却水流速が大きく影響していることがわかった。

以上の結果、冷却水量を増加させ、かつロールスリーブ内部の溝形状を最適化する事により板形状の改善と操業の安定化が図れた。

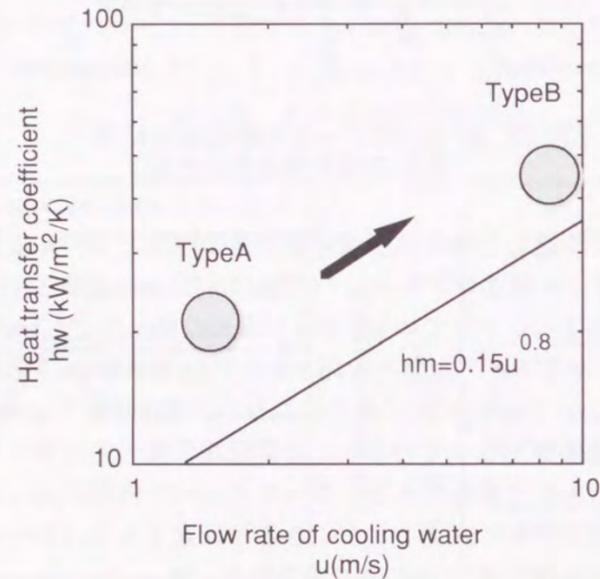


図3-29 ロールと冷却水間の熱伝達係数に及ぼす冷却水流速の影響

3.4.2 冷却ロールのクラック防止技術

トンオーダー casting 技術においては長時間の安定 casting 及び薄帯の寸法精度や表面品質確保のため、冷却ロールの長寿命化、特に casting 中に発生するロールクラックの防止が重要な課題である。従来から連続 casting 用モールドではクラックや磨耗に対しては表面処理技術等の改善が報告されている³⁵⁾³⁶⁾が、3.2.3節で述べたように双ロール casting は連続 casting に比べて、 casting 速度が10~100倍と大きく、圧延負荷もかかるため、詳細な冷却ロールの設計が必要となる。

そこで、3.4.1節で述べた冷却ロールの熱サイクルの計算結果に基づき、二次元有限要素法によりロール変形挙動及び発生応力を評価するとともに、ロールクラック防止技術として、本節ではロール材質の見直しとNi/Cr2層メッキの最適化について述べる。

写真3-2に冷却ロールのカラーチェック後の外観写真を示す。 casting 量が1tonを越えると双ロールの冷却ロール表面に微細なクラックが発生する。

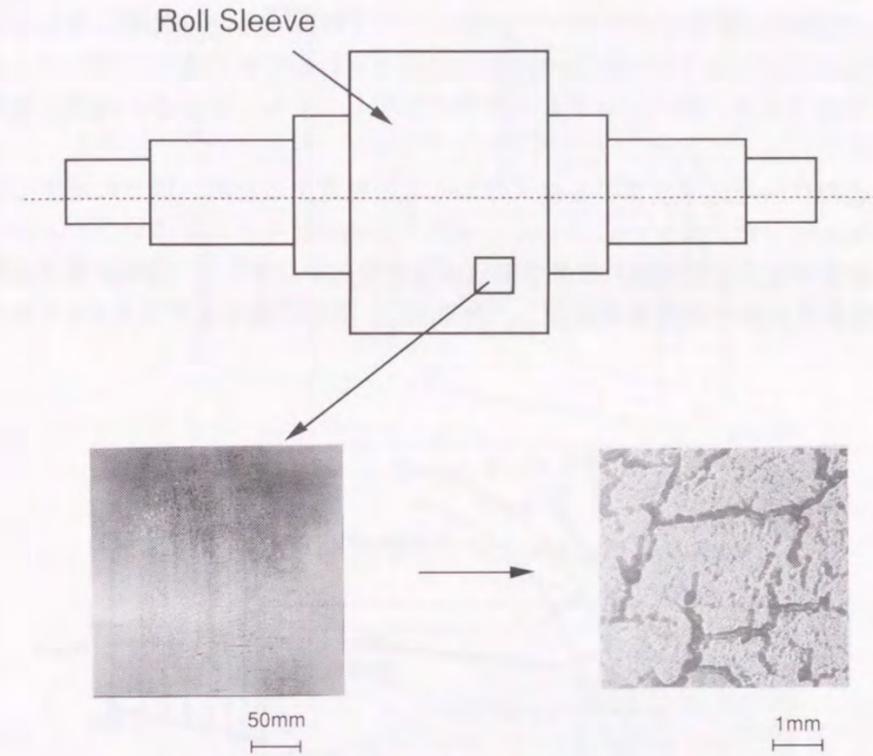


写真3-2 冷却ロール表面の微細なクラック

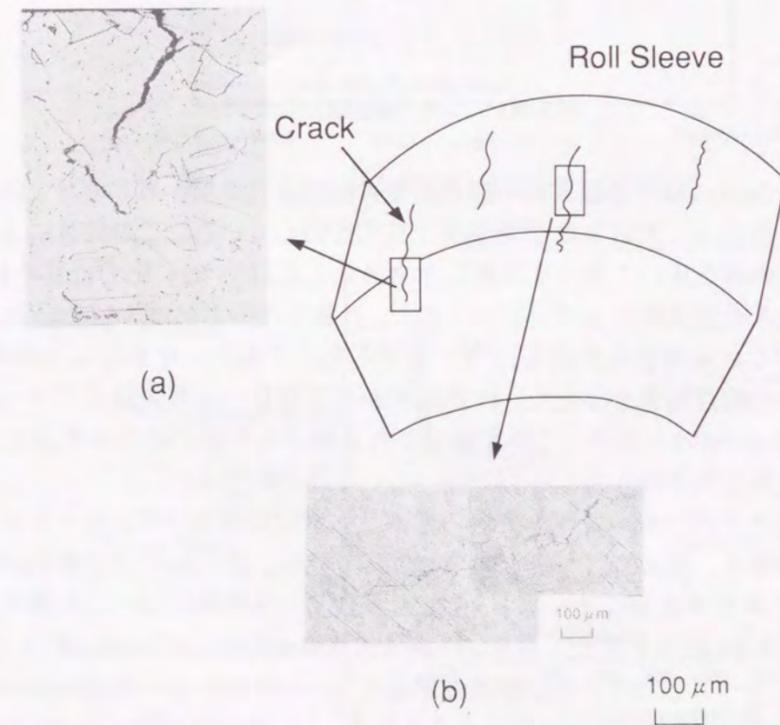


写真3-3 ロールスリーブの組織観察

写真3-3に実験後に採取した冷却ロールのスリーブ断面の光学顕微鏡写真を示す。クラックは主として銅合金ロール表面の幅方向にほぼ平行な割れであり、深さは大きいもので0.5mm程度である。割れはいずれも粒界で発生しており、表面から内部に亀裂が進行している。

そこで、このロールクラックの発生メカニズムを推定するため、以下に示す二次元非定常伝熱計算を行った。図3-30に示した半無限円筒軸対称モデルを用い、ロールの回転はメッシュ要素の境界条件移動により各節点の温度変化を計算した。伝熱計算は凝固を含まず、凝固潜熱を含めた熱流束を仮定し、内部水冷、空冷の境界条件は表3-3の値を用いた。

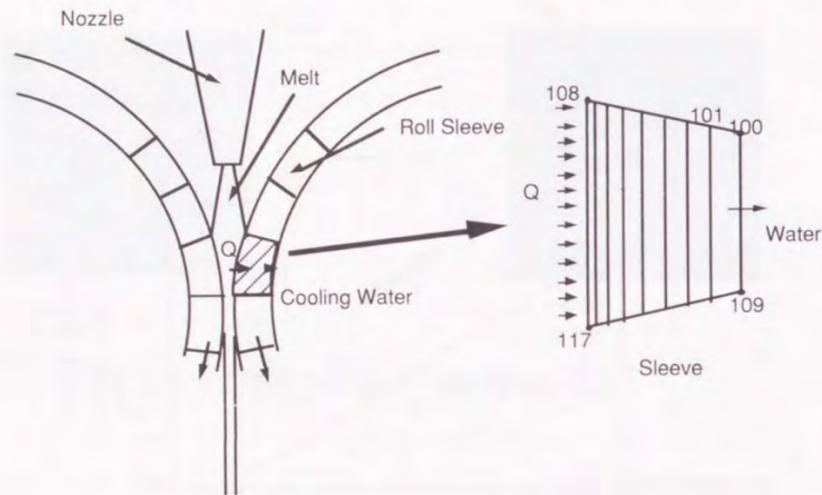


図3-30 二次元凝固伝熱モデル

ロール周速5m/sにおける最表面の節点温度の温度変化を図3-31に示す。各節点での温度変化は図3-24に示した計算及び実測値と良く対応している。この計算により求めたスリーブ内温度分布を用いて発生する熱応力を計算した。図3-32に应力計算の結果を示す。円周方向应力を全周にわたってプロットした。計算した应力は焼きばめ应力、圧延应力、熱应力およびこれらの合成作用应力（フープ应力）である。圧延力は9800N/500mm (=19.6N/mm)の節点荷重を与えた。計算結果から冷却ロール最表面でのフープ应力として、キス部で-390MPaとなり、これが解放されて再びキス部に達する手前で+210MPaとなっており、典型的な繰り返し应力が働いている事がわかる。

図3-33にはキス部のロール厚み方向の应力分布計算結果を示す。ロール表面層では最大圧縮应力が働き、内部では引張り应力が生じている。図3-34には市販Cu-0.3%Be合金の0.2%耐力と伸びの高温特性を示す。上記計算結果から静的にはキス部最大应力が銅合金スリーブの0.2%耐力を越えており、圧縮降伏現象が発生している。更に、図3-32に示した繰り返しフープ应力により圧縮疲労が進行し、パウジンガー効果により引張り側の降伏強度が低下し、鑄造量が1tonを越えると写真3-2に示したヘアークラックがロール表面に発生したものと推定される。

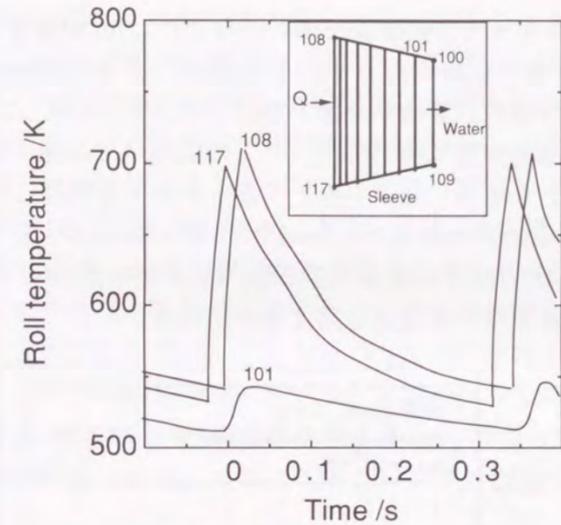


図3-31 各メッシュでの熱履歴計算結果

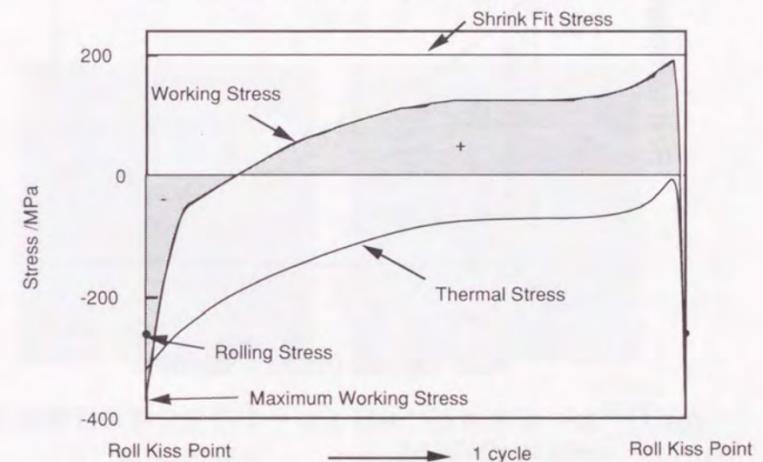


図3-32 ロール表面での作用应力の概念図

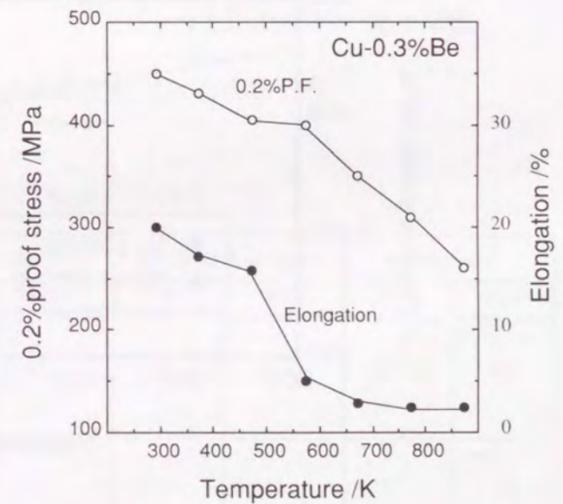
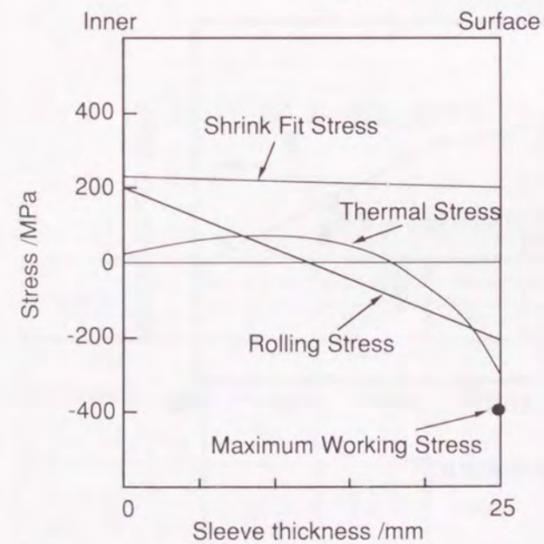


図3-33 ロールスリーブ内の発生应力の分布 図3-34 銅合金材料の高温耐力、伸び特性

そこで、冷却ロールのスリーブ表面温度を下げるため、Ni/Cr2層メッキを施工した。冷却ロール表面にNiメッキを0.2mm厚、その上にCrメッキを0.03mm厚で被覆した際のロールスリーブ内温度分布の計算結果を図3-35に示す。メッキ無しでは冷却ロール60周目におけるロールキス部の温度は約750K近く、この温度域では図3-34に示すように従来の銅合金の強度、伸びとも極端に低下する。一方、メッキを被覆した場合、図3-35からメッキ層と母材界面の温度が700K以下に抑制でき、図3-36に示すように母材界面の最大発生応力が母材の0.2%耐力以下になる。この時、Crメッキ、Niメッキの高温強度が母材銅合金より高いため、クラックの発生を防ぐ事ができる。

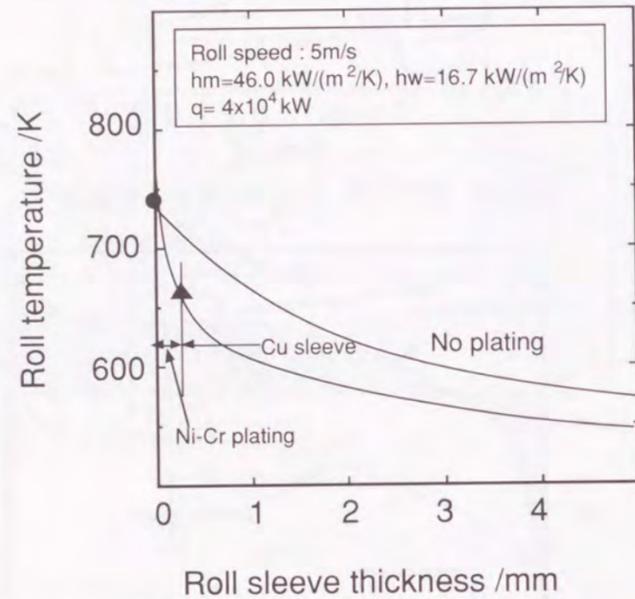


図3-35 ロールキス点におけるロール温度分布の計算結果

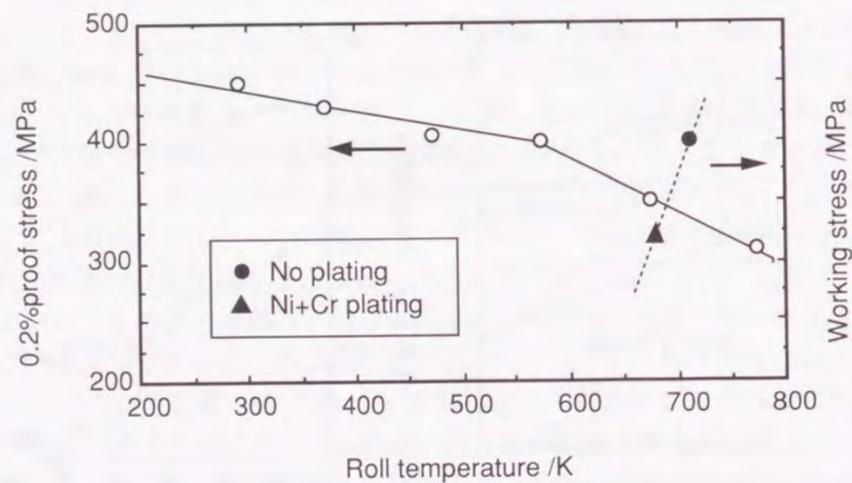
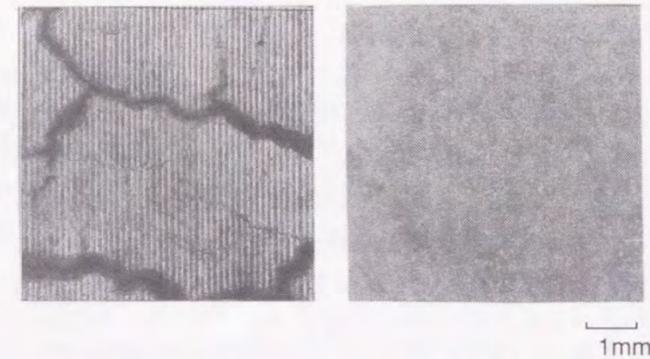


図3-36 発生応力の評価 (メッキ効果)

写真3-4に実験後の冷却ロールの表面外観を示す。写真(a)は鋳造量1tonでのメッキ無しの場合で深く大きなクラックが観察された。一方、写真(b)は鋳造量3tonでのNi/Cr2層メッキしたロール表面で全くクラックの発生は観察されなかった。

一方、3.4.1節で述べたように冷却ロールの表面温度は冷却水の単位面積当たりの流速を増加する事により大幅に低下することが可能で、例えば冷却水流速を1.5m/sから8m/sに増加させる事により、熱伝達を約2.5倍向上させ、温度を約80K低下させる事ができる。そこで、表3-3に示す市販の高強度高熱伝導性新合金スリーブを用い、かつ冷却ロールの構造を図3-22のようにラベリンズ構造に変更して冷却水の単位面積当たりの流速を増加させ、表面での最大発生応力を下げ、また母材の高温強度を向上する事により、ロールクラックを防止した。写真3-5は鋳造量3tonにおける実験後の冷却ロール表面の観察結果である。写真(a)は従来材ロールでの冷却水線速度8m/sの場合で、写真3-4(a)に較べて、クラックの発生は軽度である。一方、写真(b)ではクラックの発生が全くなく、表面の凹凸も小さかった。

以上の冷却ロールの長寿命化により連続鋳込み3ton/チャージを達成した。



(a) Cu-0.3%Be (u=1.5m/s)

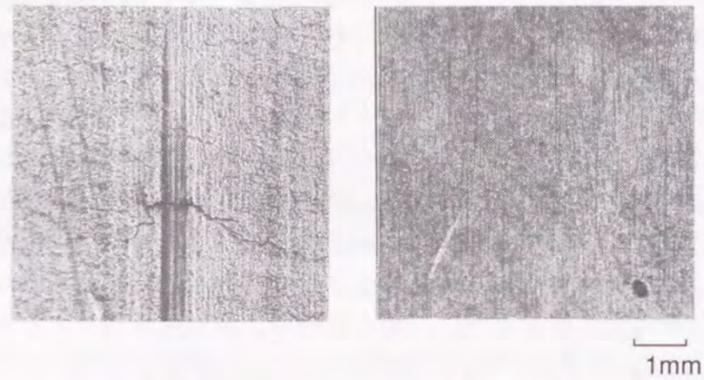
(b) Ni-Cr plating

u : Flow rate of water

写真3-4 実験後のロール表面の比較 (メッキの効果)

表3-4 銅合金材料の機械的特性の比較

Cu alloy	Vickers hardness / $\frac{\text{MPa}}{9.8}$		Tensile strength /MPa		0.2%proof stress /MPa		Elongation /%	
	RT	673K	RT	673K	RT	673K	RT	673K
Cu-0.3%Be	200	160	600	430	450	360	20	4.5
Cu-Cr-Zr alloy	220	170	660	480	530	440	15	7.5



(a) Cu-0.3%Be
(u=8m/s)
(b) Cu-Cr-Zr alloy
u : Flow rate of water

写真3-5 3ton鑄造実験後のロール表面

3.4.3 油圧圧下制御とミスアライメント制御

双ロール法では注湯初期から一定のロール間隔を設けておくオープンロール方式と最初からロール同志押し付けておくキスロール方式に大別されるが、結晶質急冷薄帯製造プロセスでは後者が多い。この時、ロール間距離の制御、パドルの保持が必要で、マクロ偏析が起こる恐れがある。正常な薄帯を得るには、単ロール法以上に高度な設計、操業が要求される^{14), 37) ~ 39)}。

例えば、図3-37に示すようにロール軸のミスアライメント（平行度）や熱膨張によるヒートクラウンが発生すると、板厚の厚い部分の凝固が遅れ凝固組織が不均一になるばかりでなく、場合によってはマクロ偏析、破断などが発生する。図中 (A) はギャップが幅方向均一で良好な凝固形態である。(B) はロール軸の平行度がずれたミスアライメント、(C) は熱負荷によるロールのヒートクラウン、(D) は内部水冷を行っているロールスリーブが圧下力によって変形するロール凹みが発生した際の凝固形態を示す。このロール間ギャップ制御の精度は鑄片の要求板厚偏差からも決まり μm オーダーの計測と制御が必要である。さらに最終凝固位置も重要となる。

図3-38は圧下力制御の概念図で、理想的には凝固完了位置が図中 (b) に示したようにロールキス部と一致する理想型である。一方、自由ギャップ方式等圧下力制御のない場合や制御性の悪い場合には次のような現象が発生する。(a) は両方の冷却面から発達した凝固シェルを密着する適切な圧下力がない時に見られる現象で凝固完了位置がロールキス点より下になるために、冷却ロールから離れた後に復熱による表面酸化や凝固シェルのブレイクアウト等が発生する未凝固型である。(c) はロールキス部より前で凝固が完了する場合で、過大な圧下力が発生する圧延型である。アルミニウム合金の薄板鑄造圧延では実用化されているが、鉄鋼ではこの場合にはロールキス部での溶湯絞り出しによる負偏析等の組織異常やロール表面の肌荒れ、ヒートクラックの発生が起こり好ましくない。

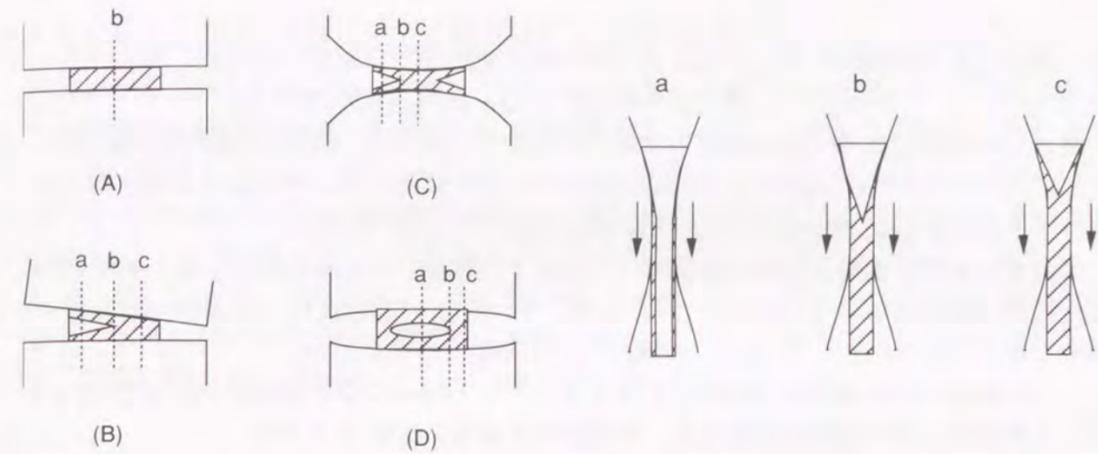


図3-37 双ロール法の凝固形態
(A)理想型、(B)ミスアライメント型
(C)ヒートクラウン型、(D)ロール変形型

図3-38 双ロール法の凝固形態
a ; 未凝固型、b ; 理想型、c ; 圧延型

この2つの現象は関連があって、図3-37のギャップ異常の図 (B), (C), (D) を図中の b,c断面で見ると部分的に圧下力異常と同様な形態が見られるが、これらの現象は薄帯の組織や冷却ロールの出側観察等で実験的に確認されている。

さてこのロールミスアライメント制御は具体的には図3-39に示す油圧圧下サーボ装置を用いている。冷却ロール1は固定で、冷却ロール2は駆動側および操作側の軸受箱4,5に連結された油圧シリンダー3により移動可能である。固定側軸受箱4と移動側軸受箱5間のギャップは油圧シリンダー3の端部に設置したマグネスケール6,7で測定する。ロールギャップ実測値 $L1, L2$ からギャップ差 $\Delta L (=L1-L2)$ を演算器8により求め、補正圧下力 ΔP を演算器9により決定する。例えば、制御ロジックは以下の通りである。

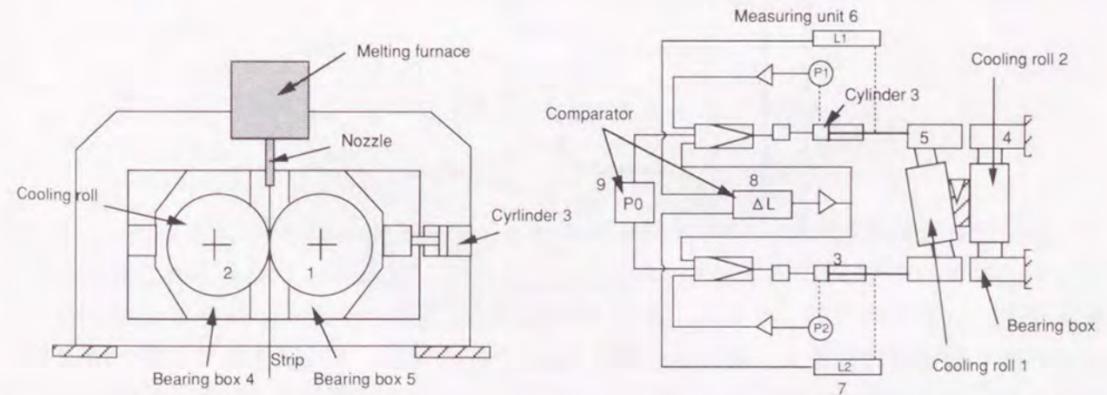


図3-39 双ロール法の圧下制御装置

$$\Delta L = L1 - L2 \quad \text{----- (6)}$$

$$\Delta P = B \cdot \Delta L \quad \text{----- (7)}$$

$$L1 - L2 = \Delta L > 0 \text{ の場合} \quad P1 = P01 + \Delta P, \quad P2 = P02 - \Delta P \quad \text{---- (8)}$$

$$P = A \cdot W + F1 + F2 = P01 + P02 \quad \text{となる。}$$

但し、Pは全荷重、Wは薄帯幅、Aは単位幅当たりの油圧力、F1,F2は軸受箱の摩擦力、Bはギャップ-圧下力変換係数、Aは凝固完了点を適正位置にするのに必要な単位幅当たりの圧下力である。P0,P1は予めロール間に与えた圧下力である。

このギャップ差を零とするCPR制御（一定圧下力制御）の実施例を図3-40に示す。(a)は比較例で制御ない場合、(b)は制御ある場合で、ギャップ差 $\Delta L (=L1-L2) = 20 \mu m$ の発生も0.1秒後に修正している。この時の $\Delta P = 15kg$ であった。

以上の双ロールの油圧圧下制御とミスアライメント制御により図3-37 (a)、図3-38 (b)に示す理想型の凝固形態を実現でき、広幅薄帯を安定して製造できる。

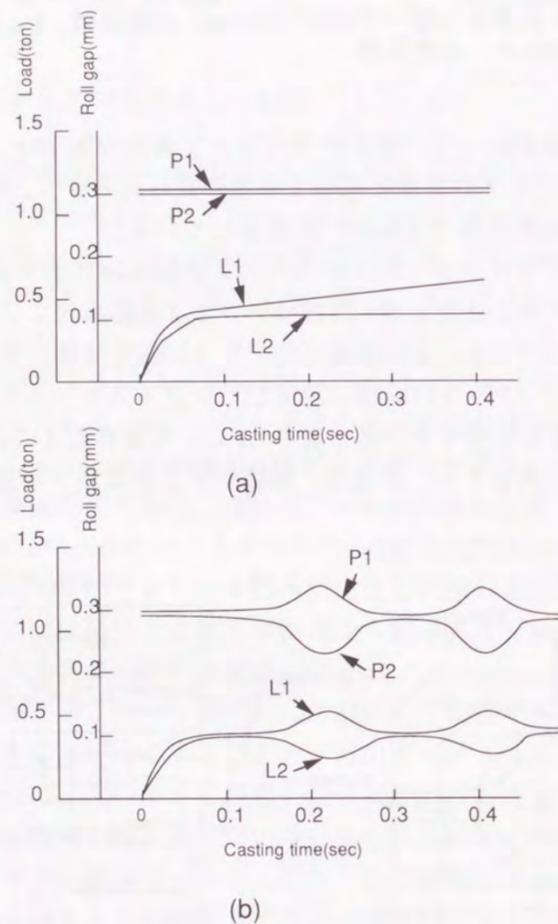


図3-40 油圧圧下制御の実施例
(a)制御なし、(b)制御あり

3.4.4 ロールクラウン制御

前節で述べたように双ロール法では湯面高さだけでなく、ロールの変形も板形状に大きな影響を及ぼす。例えば、山内ら⁴⁰⁾はSUS304薄帯の製造におけるロール材質の差による幅方向の板形状が逆クラウンであることを観察し、銅ロールが幅方向厚み分布に優れていると報告している。銅ロールにおいても図3-22に示したタイプAのロールにおいてはスリーブ厚みによりロール剛性が異なり、凝固時のロール形状が凹凸になる事が考えられる。

図3-41にはスリーブ厚みによる板形状の差の一例を示す。図の(a)は薄肉スリーブの場合で剛性が弱いため、ロールは凹み形状となり、このため薄帯は凸クラウン形状となる。逆に、図の(b)は厚肉スリーブの場合で薄帯は凹クラウンとなる。

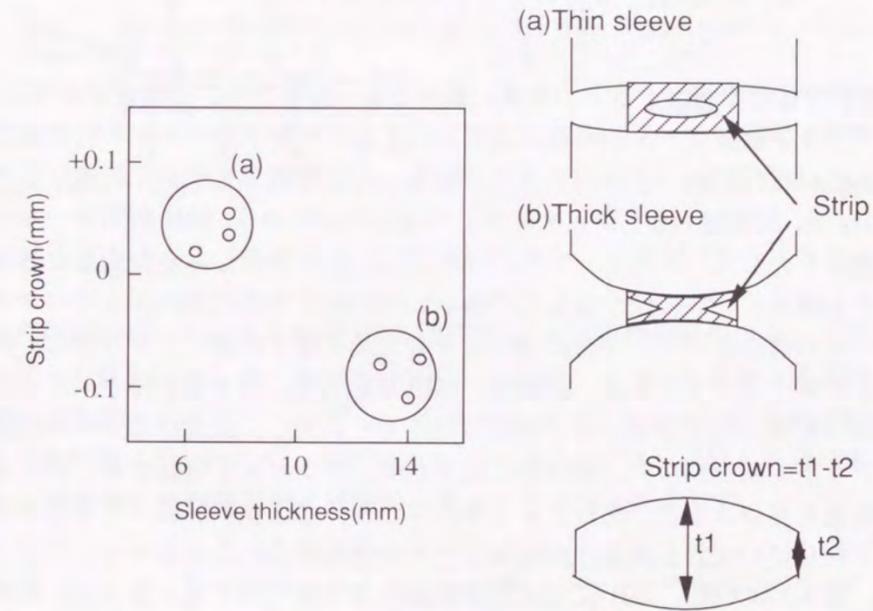


図3-41 ロールスリーブ厚みと薄帯クラウンの関係

一方、図3-42は図3-22に示したタイプBのロールでのロールの熱膨張と板厚分布、クラック発生状況を示す。 casting前にフラット加工されたロール (a) ではロールの凸クラウンに対応して中央にクラックが発生し、図3-37の (C) のように薄帯の端部での未凝固部のブレイクアウトが発生し、板幅が約200mmと狭い。一方、 casting前に予め凹クラウン加工した場合 (ロール中央部幅150mmに凹クラウン150 μm) には中央部の熱膨張を軽減し、 casting中はフラットロールとなるため、理想型の凝固形態が実現される。これによりクラックは少なく、板厚偏差も小さい広幅薄帯が得られる。このヒートクラウンの影響は図3-27で示したように冷却水流速にも大きな影響を及ぼす。

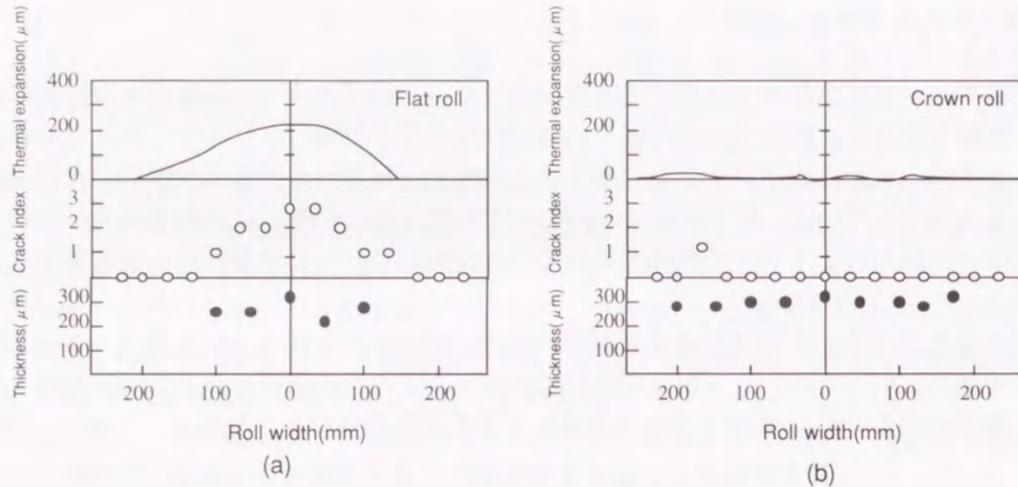


図3-42 ロールクラウンの効果
(a)フラットロール、(b)凹クラウンロール

このように板厚偏差や板クラウンの低減に最適なロールクラウンの選定が有効であり、板圧延でのクラウン制御ロールと同様に油圧力によるロールプロフィール制御装置を設計した。図3-43は油圧制御（ロールクラウン制御）の装置概要を示す。装置は冷却ロール、油圧ユニット、制御盤、油圧ジョイントから構成されている。油圧制御ロールはアーバに設けた油道を介して、鉄スリーブ内の油圧室に圧力を負荷し、その変形を外側の冷却水溝を有する銅スリーブに伝えるものである。図3-44にその代表的な3つのタイプの油圧制御ロールの構造を示す。中央に油圧室をもつ基本型では油圧力を負荷し、発生する凸クラウンをストレートに改削、研磨後、油圧力を下げ、凹み量を得る。その制御パターンの模式図を図3-45に示す。 casting初期は油圧力を負荷し、 casting中のロール熱膨張によるヒートクラウン発生に伴い、油圧力を低下させ、クラウンを軽減する。他にもロール両側に油圧室をもつ3点型、相対する2本のロールの油圧室の位置が異なる非対称型等がある。これらはいずれも casting中の冷却ロールの熱膨張差によるヒートクラウンの影響を軽減し、図3-37の(C)、(D)に示す凝固形態の発生を抑制する。さらに、板幅方向での最終凝固位置をキス点近傍に制御する事ができる。

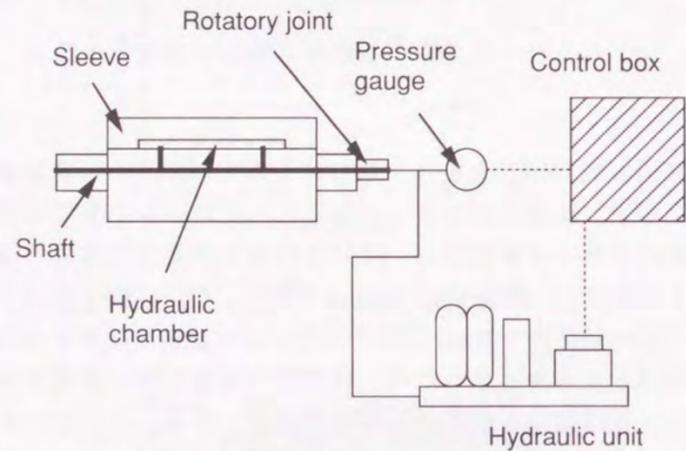


図3-43 油圧力によるロールクラウン制御装置の概略

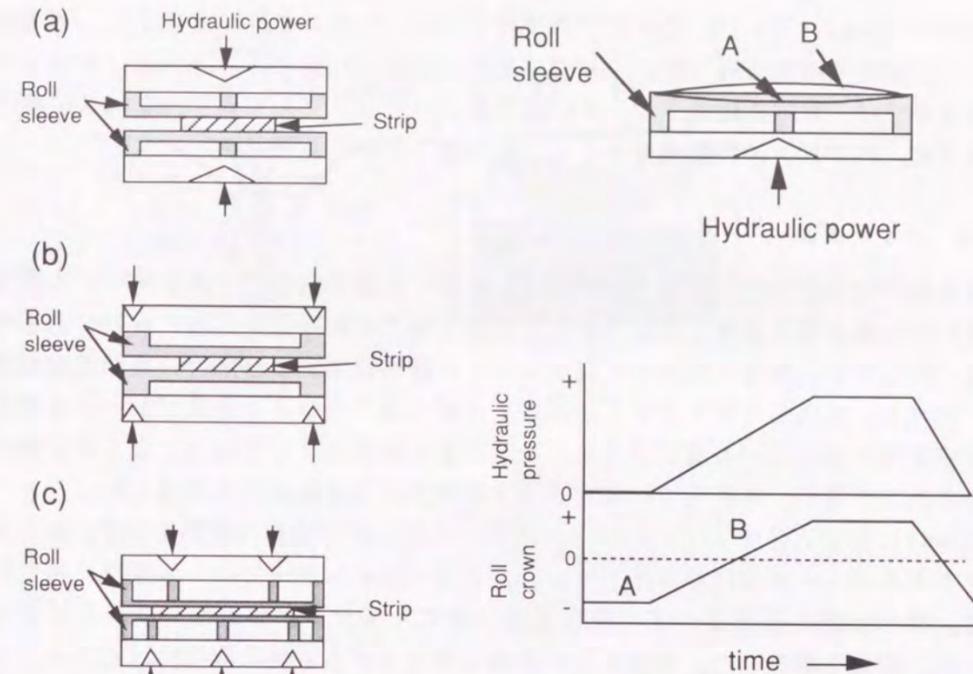


図3-44 3タイプのロールクラウン制御ロール 図3-45 クラウン制御の例

3.4.5 ロール偏芯防止

ロール軸が偏芯していると casting方向に周期的に板厚変動が発生する。これらの対策としてはロール偏芯によるロールギャップ変動を測定し、ロール周速を周期的に変動させる制御が提案されている⁴⁾。しかし、板厚1mm以下の双ロールの周速は数m/sと速く、このような制御は難しいため、以下に示す2つの方法でロール偏芯をほぼ零にした。図3-46に冷却ロールの断面および軸受、チョックの組立図を示す。

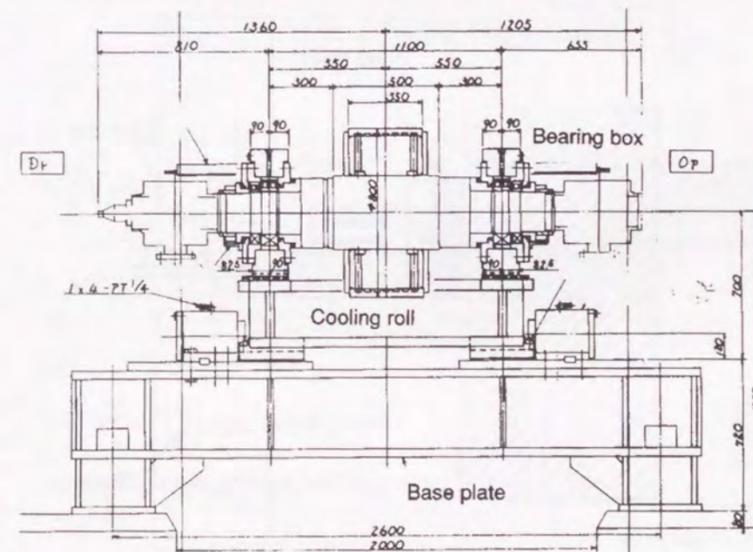


図3-46 冷却ロールと軸受箱の詳細図面

まずロール軸（アーバ）にベアリングのインナーレースを焼バメ加工し、その後銅スリーブ表面と共研磨を行う事により偏芯を $3\mu\text{m}$ 以下に抑える。さらに、チョック内に油圧室を設け、ロール軸をチョックに組込後、ベアリングのアウトレースに油圧力を負荷させ、ベアリングの隙間を狭くし、その偏芯を小さくした。

3.4.6 サイドダム

薄帯幅方向の板厚偏差低減のためには、双ロール間の湯溜まり高さをロール幅方向で一定にする事が最も重要な課題である。本節ではこの板厚偏差低減に有効であるサイドダムに関して装置概要と casting 中の湯面レベルの観察結果および薄帯の端部凝固組織について述べる。従来からサイドダムに関しては耐火物、セラミックスプレートを押し付ける固定式^{13), 21), 42)}とロール端にフランジを設ける可動式および電磁力による非接触式⁴³⁾が報告されているが、本研究では固定式の金属製サイドダム装置を設計した。

図3-47に固定式サイドダムのロール端部への押し付け装置の概略を示す。銅合金製のサイドダムプレートは内部水冷しており、エアシリンダーでロール端部に押し付けている。ロール間の湯溜まり部の観察は図3-48に示すテレビカメラシステムによりモニターし、画像を解析した。湯溜まりの表面はサイドダム近傍に取り付けたステンレス製の鏡を介して小型 CCD カメラで撮影し、湯面高さはサイドダム上のマーカーを 0.33s 毎にビデオ解析した。その一例を写真3-6に示す。 casting 初期は写真 (a) に示すように急激な湯面上昇のためサイドダムに向かって溶湯が流れ込んでおり、湯面は乱れている。30s 後の定常状態では写真 (b) に示すように湯面の変化は少なく、湯溜まり部の表面は非常に安定している。図3-49に詳細なこれらのビデオ解析の結果を示す。 casting 開始 5s では溶鋼流量が増加し、湯面高さも増加しており、その湯面変動は図 (a) に示すようにおよそ $\pm 10\text{mm}$ 程度であるが、 casting 開始 30s と 80s 後では図 (b), (c) に示すように約 $\pm 4\text{mm}$ 以下に低減している。

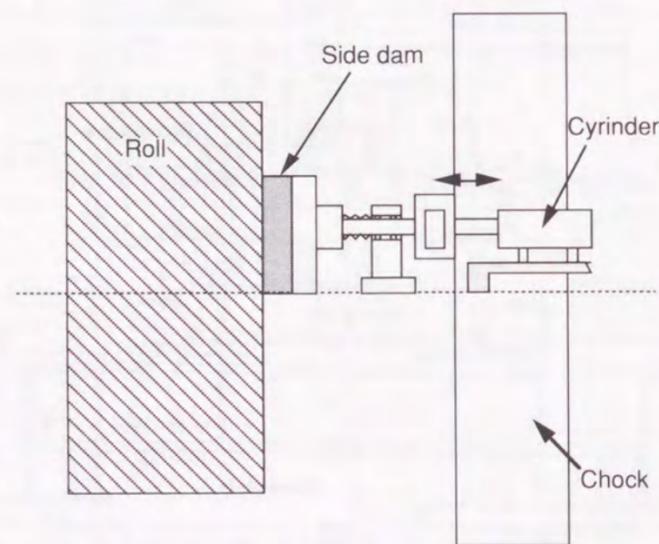


図3-47 サイドダム装置の概要

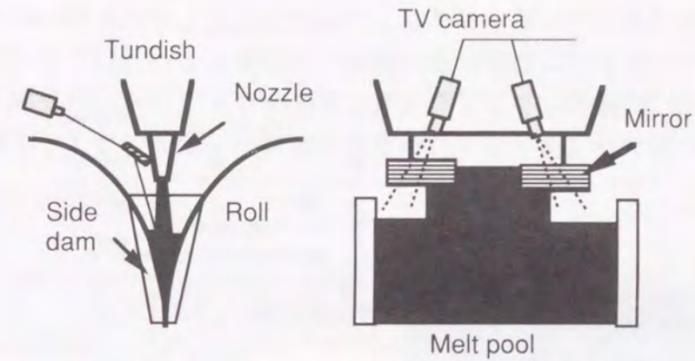


図3-48 サイドダム近くの湯面観察方法

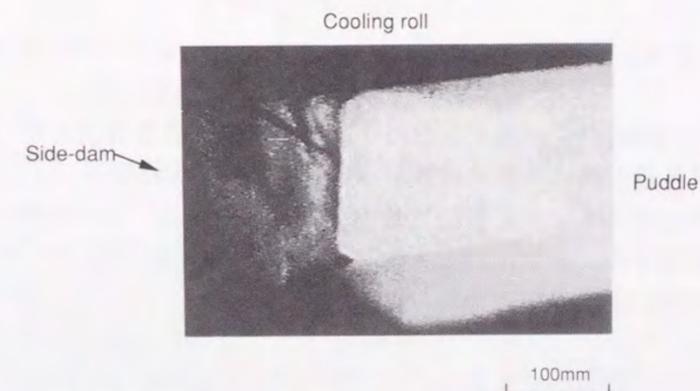
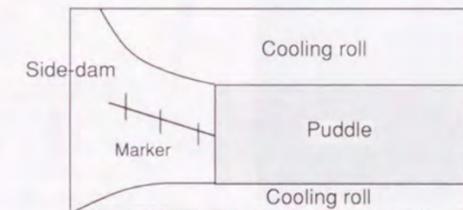


写真3-6 サイドダム付近での湯面の撮影結果

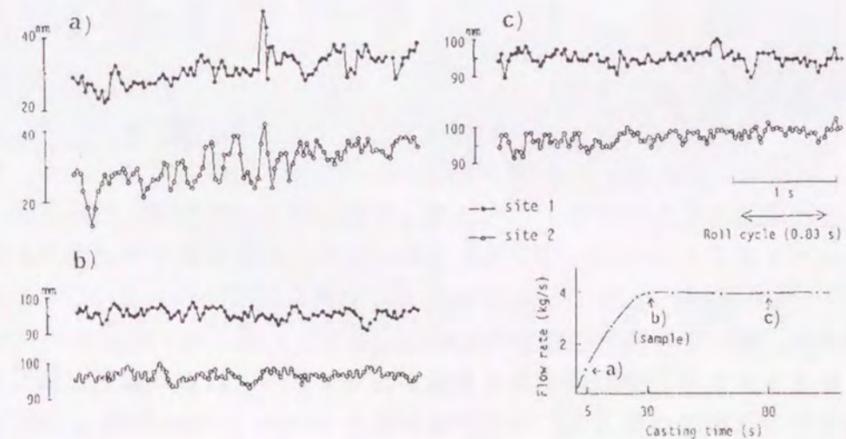


図3-49 サイドダムでの湯面変動の観察結果

一方、固定式サイドダムではサイドダム上で凝固し成長したシェルのロール間への噛込みやロール端部とサイドダム間摺動部の隙間への湯差しといったトラブルが報告されている⁴⁾⁶⁾。写真3-7には薄帯エッジでの3重点欠陥やサイドダム上の凝固シェルのロール間への噛込みによるブレイクアウトの様子を冷却ロール出側のカメラで撮影した結果を示す。

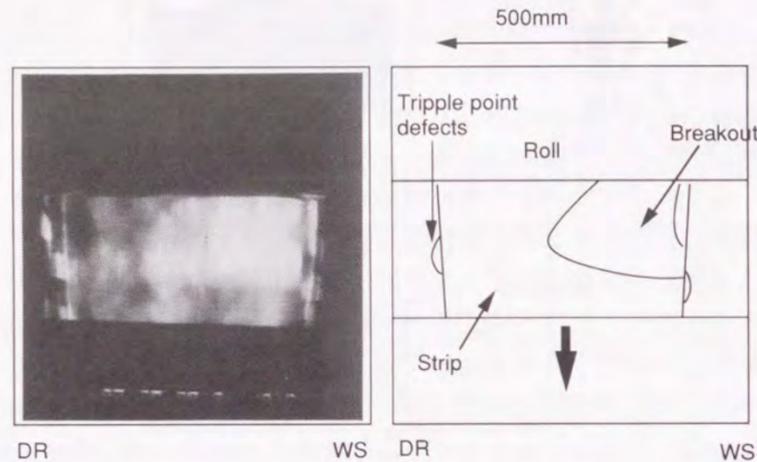


写真3-7 冷却ロール直下での薄帯のブレイクアウト状況

まず、これらの問題点を解決するためサイドダムの材質を研究した。図3-50に各種サイドダムの材質と最大 casting 量の比較を示す。図中に実験結果を示したが、熔融シリカ、セラミックス等ではサイドダム表面に凝固シェルが生成し、ロール間への噛込みやプレート下部の脱落等のトラブルにより casting 量は500kg程度であった。サイアロンや水冷銅板では1ton以上の casting が可能で特に、水冷銅板の使用で3tonヒートサイズの完 casting に成功した。写真3-8、3-9には各種材質のサイドダムの実験後の外観を示す。銅板を使用した場合においても、写真のようにサイドダム下部への凝固シェルの付着、ロール端部との摺動部の磨耗による湯差しといった問題が生じ、これらの対策としてサイドダムの下部をロールキス部よりおよそ20mm高さに取り付けるセミシールド方式や冷却ロール端部の不揃いを防ぐ軸受のスラスト隙間の管理、摺動部の磨耗対策としてサイドダム表面の溶射、鍍金処理、ロール端面の潤滑を実施した²¹⁾。

これらの課題を解決する事によりサイドダムを用いた湯面変動の抑制、安定操業技術が確立された。写真3-10にサイドダムを用いた実験時の改善前、後のコイルエッジの外観を示す。写真3-11にはこれらの薄帯の幅方向断面光学顕微鏡写真を示す。改善前はコイルエッジには何層にも凝固シェルが巻き込まれた様子がわかり、 casting 方向にはこの3重点欠陥により薄帯エッジが一部引きちぎれている。改善後は薄帯端部の凝固組織は正常で板幅も約500mm幅で板エッジも大きな欠落や異常凝固物の付着はない。図3-51にサイドダム有り、無しでの薄帯の幅方向板厚分布を示す。板厚は0.4mmから0.5mmの範囲である。サイドダム無しでの薄帯エッジはブレイクアウトにより幅狭で板厚も薄い。サイドダム有りでは板厚は幅方向に均一で湯面高さ100mm±4mmの場合、板厚偏差±7%以内であった。

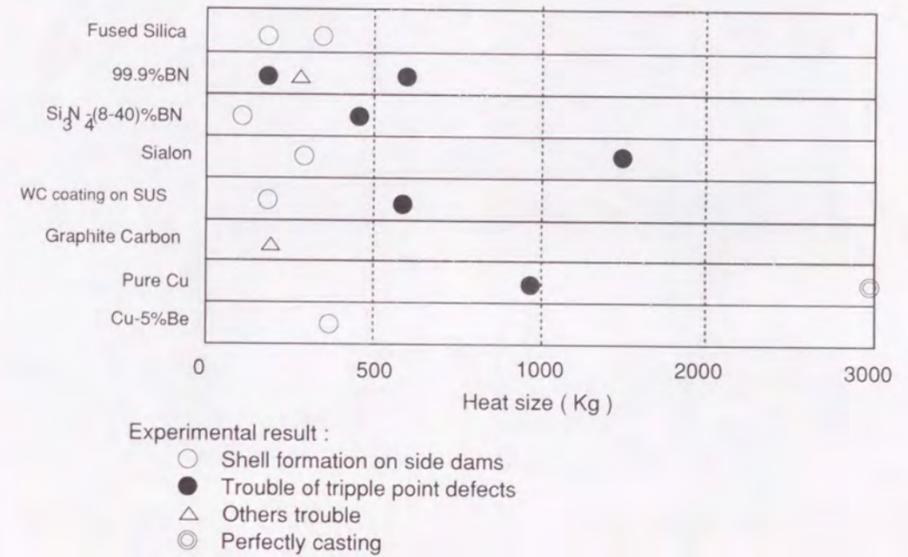


図3-50 サイドダム材質と casting 量の関係

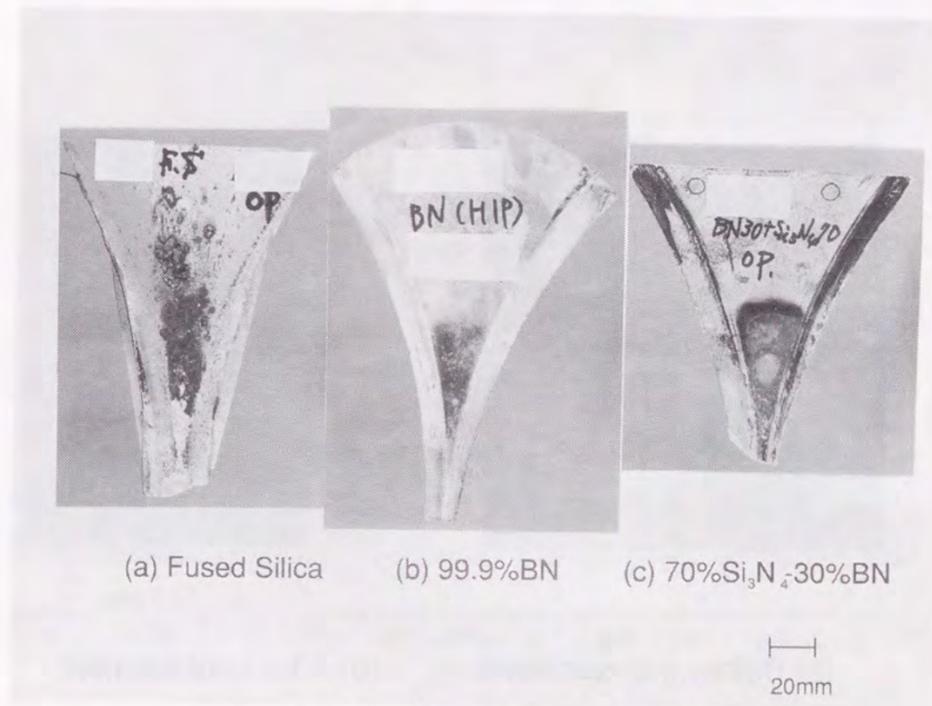
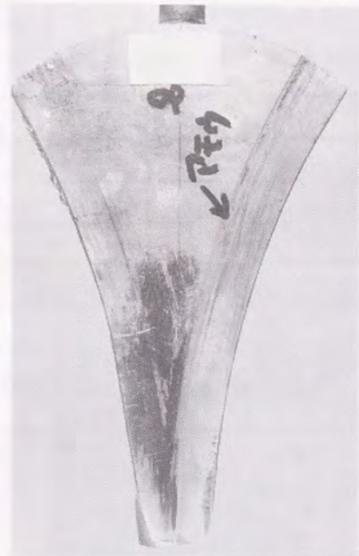
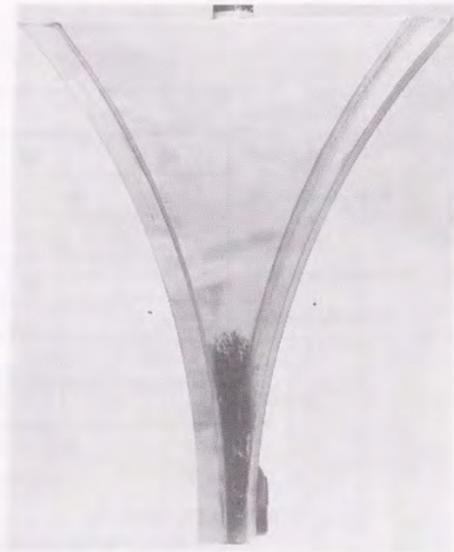


写真3-8 casting 後サイドダムの外観



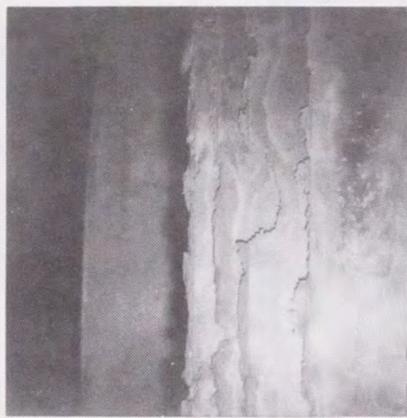
(a) Pure Cu



(b) WC coating on Cu

20mm

写真3-9 鑄造後のサイドダムの外観



(a) Before improvement



(b) After improvement

10mm

写真3-10 薄帯端部の外観

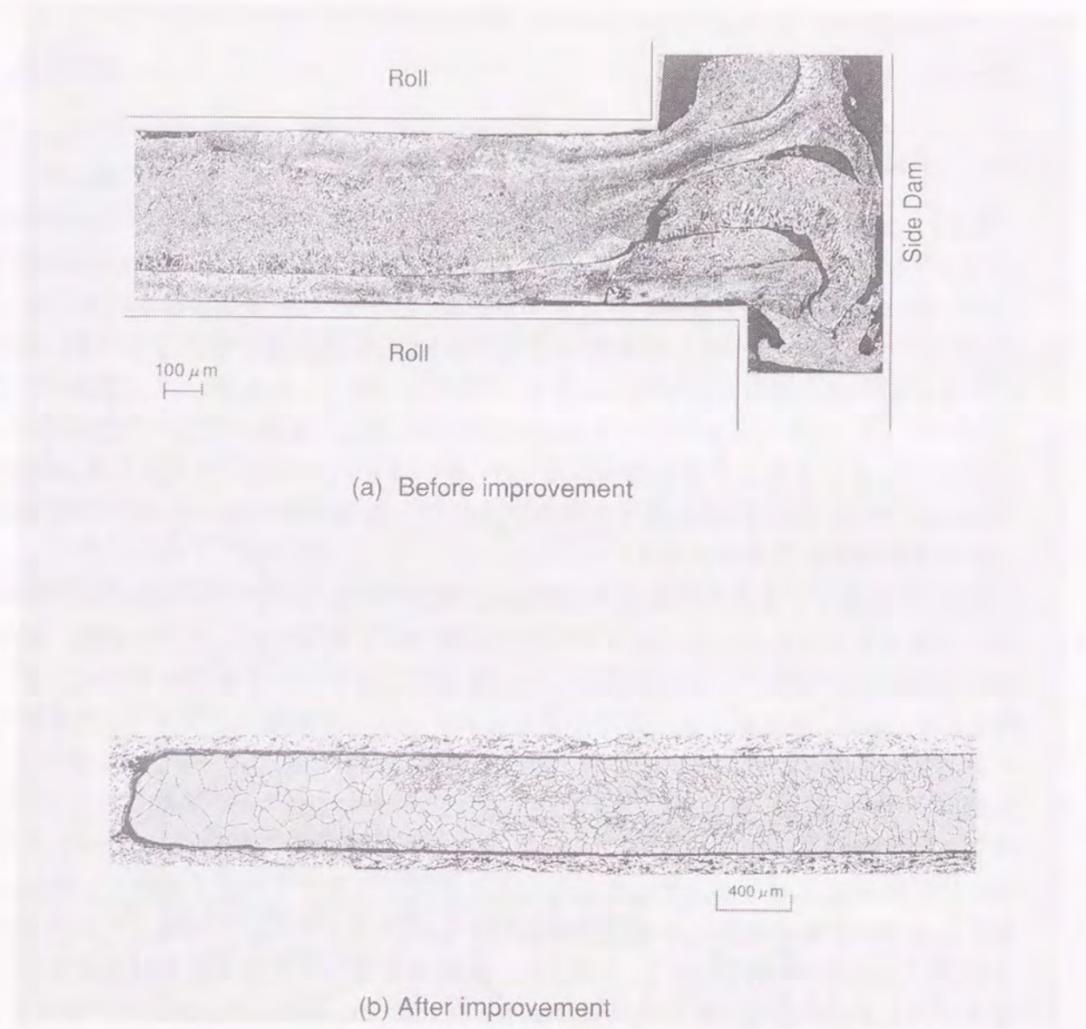


写真3-11 薄帯の端部凝固組織

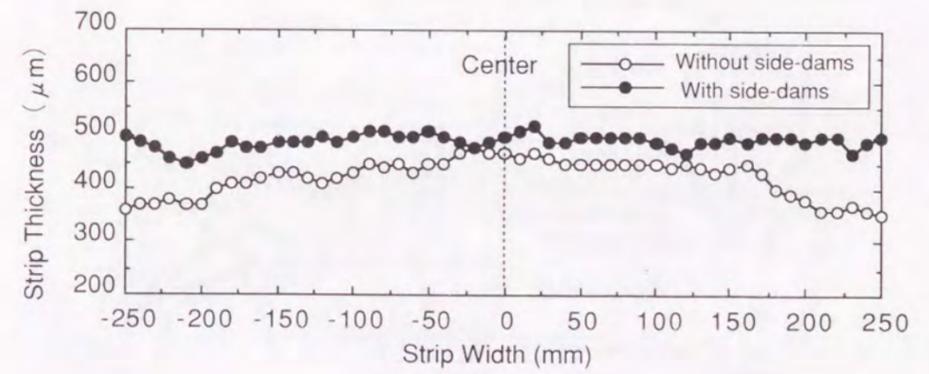


図3-51 薄帯の板厚分布

3.5.1 先端通板

板厚1~5mmのステンレス鋼薄帯を製造する双ロールキャスターの巻取り技術に関する報告は少ないが、竹内ら⁶⁾はルーバーとコイラーの組み合わせによる10ton規模設備を、峠ら⁸⁾はルーバーとテンションブライドル、コイラーの3ton規模設備を、月ヶ洞ら⁹⁾はピンチロール、ローラーテーブルとコイラーの10ton規模設備を報告している。これらはいずれも最大ライン速度が50m/min程度で本研究の双ロールキャスターに較べてその速度が1/3~1/5と遅く、板厚も厚いため比較的簡単に搬送、巻取り可能である。一方、板厚1mm以下の急冷薄帯の巻取り技術には、(1) 非定常部のクロップカットと先端通板、(2) 巻取直前での薄帯温度900K以下までの二次冷却、(3) 板破断防止のための低張力制御の3点の研究課題が考えられる。

特に、先端通板は重要な技術で板厚数mmのストリップキャスターではダミーシート方式⁶⁾や搬送テーブル、コンベアを用いた半自動方式⁹⁾が多いが、ライン速度、板厚の観点から本研究では新たな方法を開発した。図3-52に3トン規模双ロールキャスターの概略を示す。搬送、巻取系は主に薄帯の非定常部クロップを切断するシャー、先端をキャッチングするクランパー、二次冷却帯、張力制御のためのピンチロール、ダンサーロール、分割用シャー、搬送、巻き付け用コンベア、カローゼルコイラーから構成されている。図中の各装置の動きは先端通板時のもので、まず注湯開始信号で制御起動をかけ、冷却ロール下に設置したフォトセンサーの信号によりクロップカット枚数を計算し、所定の枚数切断後クランパーが起動し、薄帯の先端をキャッチングする。この時、ピンチロールおよびダンサーロールは開放し、クランパー出側からコンベア等を介してコイラーに初期巻き付けする。その後、ピンチロール圧下、ダンサーロール上昇、コンベア開放を行い、張力制御モードに入る。

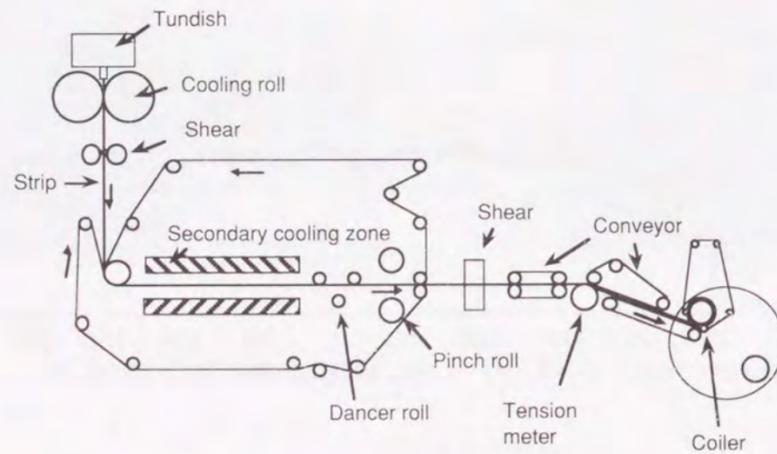


図3-52 先端通板時の搬送・巻取系の概略

3.5.2 張力制御

図3-53に張力制御時の搬送・巻取系の各装置の動きを示す。初期巻き付けではコイラーの速度を铸造速度の10%増でリーディングをとり、速度リミット制御を行っている。また、初期巻き付けの安定化のため、通常ロール周速を2.1m/sと低速铸造を行い、その後目標板厚に従い、ロール周速を増速する。図3-54にはダンサーロール、ピンチロールおよびコイラーの張力制御システムの概要を示す。冷却ロール出側での薄帯温度は約1300Kと高温で、板強度も大幅に低下するため、冷却ロールとピンチロール、ピンチロールとコイラー間の張力を分断し、冷却ロール出側でより低張力搬送し、板破断を防止する。コイラーは電流制御（張力制御）でそれ以外のロールはすべてロール周速に同期する速度制御である。ピンチロールはNo.1テンションメーターの張力値をモニターし、速度補正を行う張力制御で、コイラーはNo.2テンションメーターの張力値をフィードバック制御している。これらの巻取制御に関して高シリコン鉄合金やステンレス鋼では問題なく、安定操業可能だが、高温強度の低いNi基合金やパーマロイ等では巻取り時に板破断が頻発した。

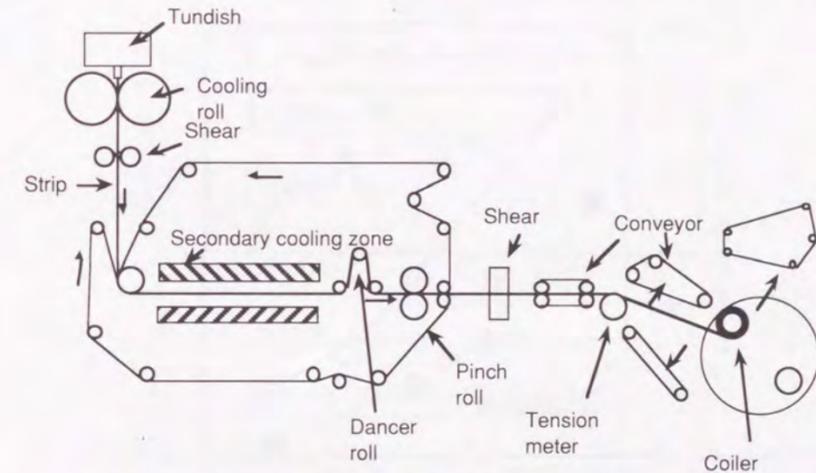


図3-53 張力制御開始時の搬送・巻取系の概略

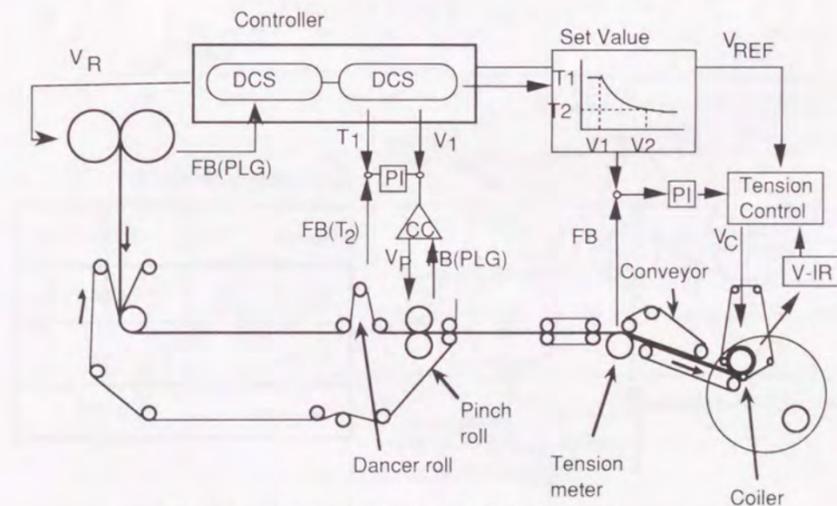


図3-54 搬送・巻取系の張力制御フロー

図3-55にNi基合金 (Ni-16Cr-7Fe) の高温強度の実験結果を示す。従来のステンレス系薄帯の巻取設定張力と比較して、約1/5以下の低張力制御が必要である。このため、薄帯の初期巻き付け時の各装置の摩擦損失やリーディングを考慮し、かつダンサーロールの制御性向上により張力変動を防止した。図3-56はダンサーロールとピンチロールによるルーパー制御システムの概略を示す。ダンサーロールは外径200mm ϕ 、昇降ストロークは $\pm 125\text{mm}$ で重量は80kg、昇降速度(応答)は0.2m/sで、ダンサーロール位置をフィードバックし、ピンチロール速度を制御している。表3-5には従来のピンチロールの張力制御(改善前)とこのルーパー制御(改善後)の張力変動の計算値を比較した。定常時、加速時とも張力変動は1/5に低減している。さらに、図3-57には改善前のNi基合金薄帯の板破断の例を示す。薄帯のコイラーへの初期巻き付け時、ピンチロール圧下後の張力制御中に異常張力発生時に破断している。一方、図3-58はルーパー制御による低張力制御の例を示す。リーディング時間と制御モニター時間を考慮したPID制御により製造後25秒で安定な張力制御を達成し、この時のコイラーの張力は8.5N、ピンチロールの張力は5.2Nであった。

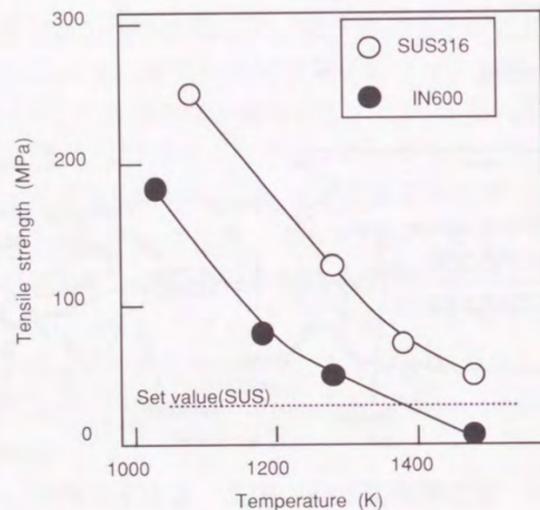


図3-55 薄帯の高温強度

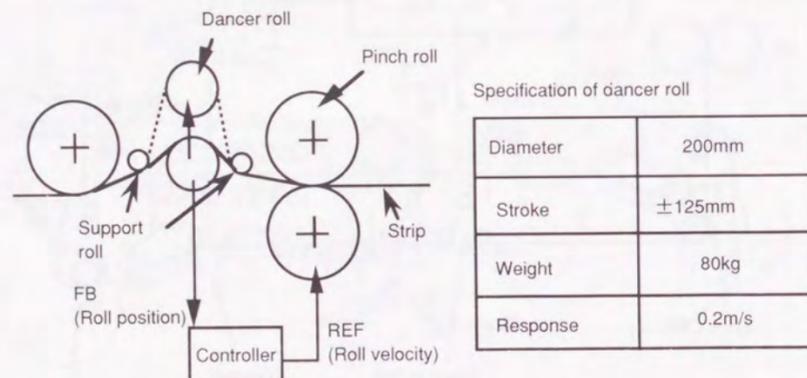
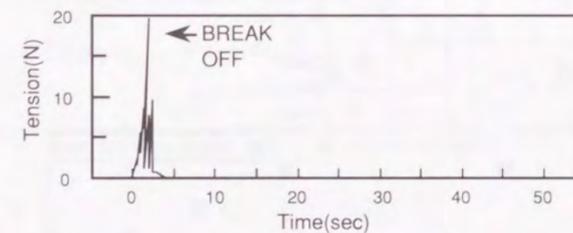


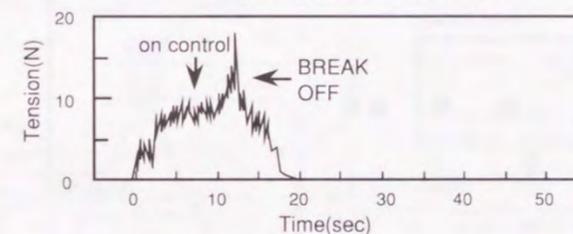
図3-56 ダンサーロールのルーパー制御

表3-5 ルーパー制御の効果 (計算結果)

Experimental condition	Height of dancer roll	Change of tension	
		Before	Improved
(1) Starting on winding	100mm	—	0.22N
(2) Steady state	12.5mm	2.5N	0.5N
(3) Increasing velocity	100mm	6.4N	0.13N

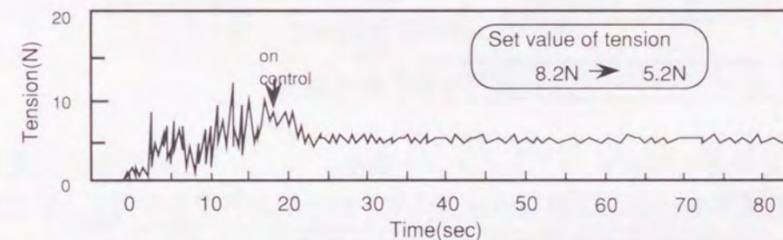


(a) leading the strip to a coiler

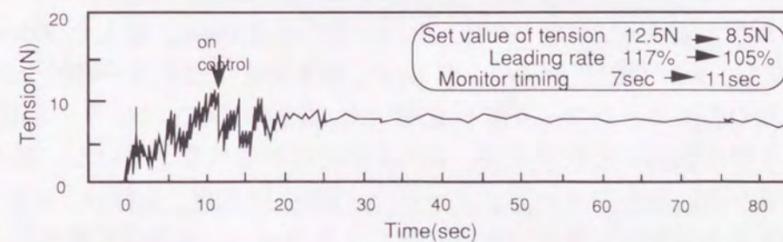


(b) starting to control a tension

図3-57 巻取時の板破断の例



(a) Tension data at pinch roll



(b) Tension data at coiler

図3-58 インコネル薄帯の低張力制御の例

3.5.3 蛇行制御

高速鋳造，板厚が薄い，低張力の巻取り等の原因から薄帯の蛇行が問題となる。蛇行による操業上の問題点は巻取コイルの形状不良，板破断等で特に，板破断は操業継続不可能となる。図3-59に蛇行の状況を示す。蛇行制御なしでは，薄帯は左右に最大150mm蛇行し指向性はない。ほとんどの場合板破断をおこし，実験中止になっている。

蛇行の要因に関しては熱間圧延や連続焼鈍炉の設備において以下のような知見が得られている^{47), 48)}。

- (1) 板に横力が作用する。(薄帯の耳伸び，腹伸び)
- (2) 機械的不具合(設備アライメント不良，ロール偏芯，磨耗等)
- (3) 板形状不良(冷却ムラ，板厚偏差)
- (4) 張力設定，制御不良

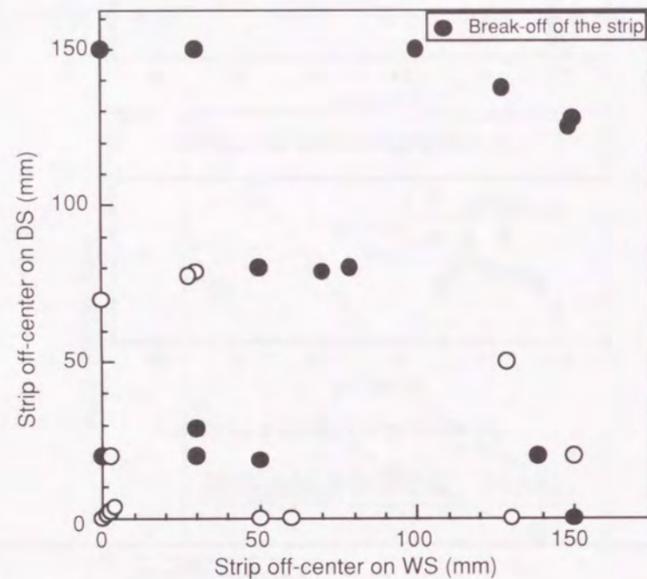


図3-59 薄帯の蛇行状況

本研究でも対策として設備のアライメント調整，ロールの磨耗管理，二次冷却の均一化，板厚偏差低減等の操業改善を行うとともに，蛇行制御装置を設計し，安定制御を図った。図3-60に蛇行制御装置の概略を示す。装置はステアリングロールによるCPC (Center Position Control) 制御方式で，蛇行観察はCCD (Charged Couple Device) カメラを用いた。CCDカメラの配置設計を図3-61に示す。板幅の最小を250mm，最大を500mm，蛇行量を50mmに設定し，カメラ配置を決め，図3-62に示す良好なセンサー特性を得た。また，薄帯は高温のため赤外カットフィルターを用いた。図3-63にCCDセンサーの波形を示す。フィルターありでは波形の乱れがなく，10mmの蛇行が検出できている。図3-60に示すように装置の取り合いからフィードフォワード制御(P制御)を行い，コイラーでの薄帯巻取形状の改善と通板蛇行防止(板破断防止)を図った。制御応答特性の1例を図3-64に示す。このような蛇行対策により写真3-12に示すように巻取時の端部形状を±20mm以下にした。

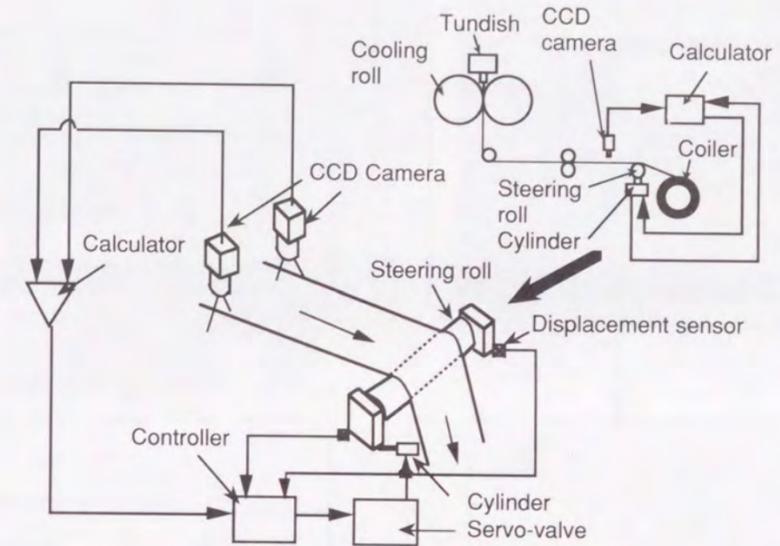


図3-60 蛇行制御装置

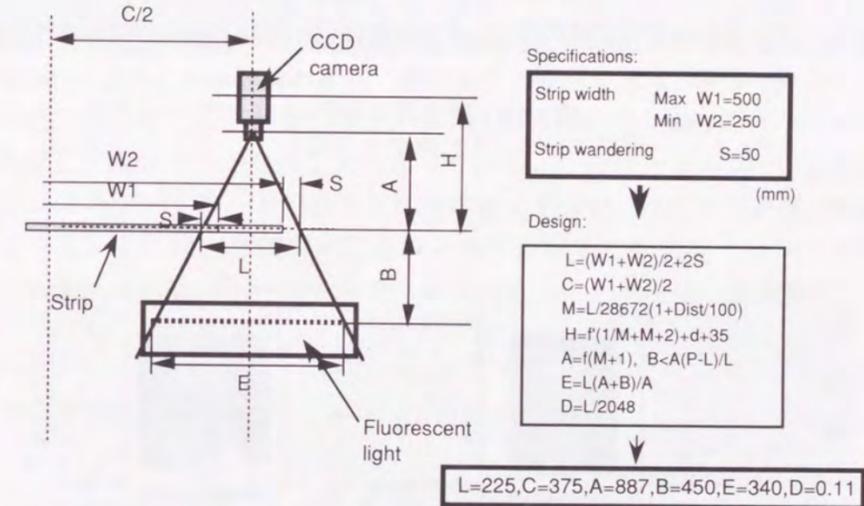


図3-61 CCDカメラの配置設計の例

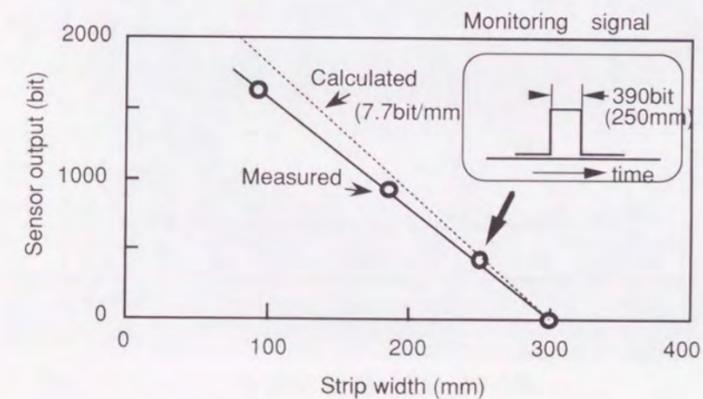


図3-62 CCDカメラの校正データ

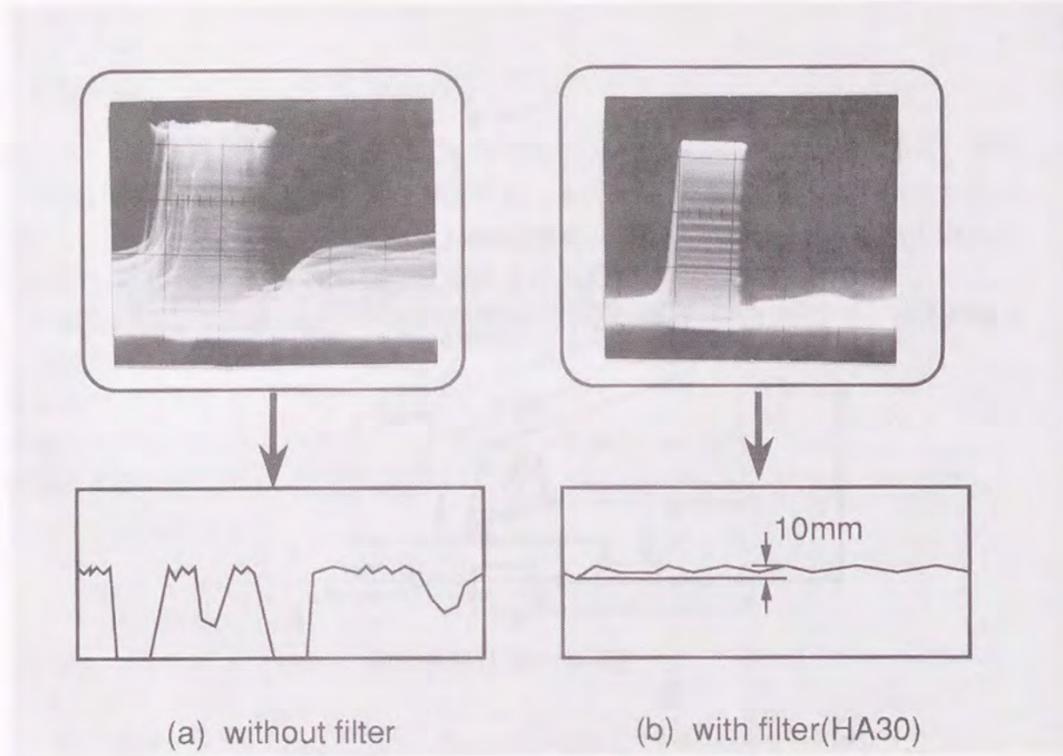


図3-63 鋳造時の蛇行計測の例
(フィルター効果)

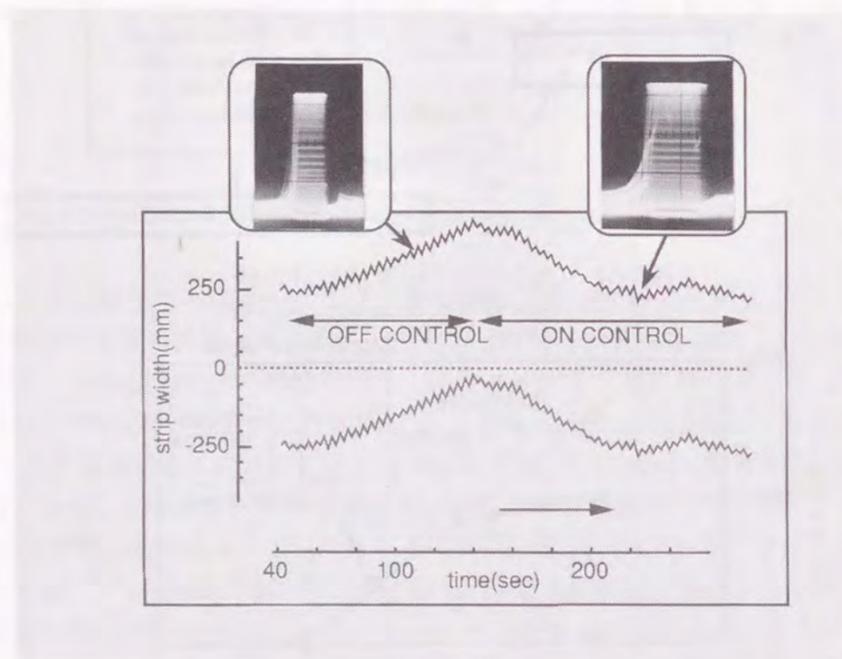


図3-64 蛇行制御の効果

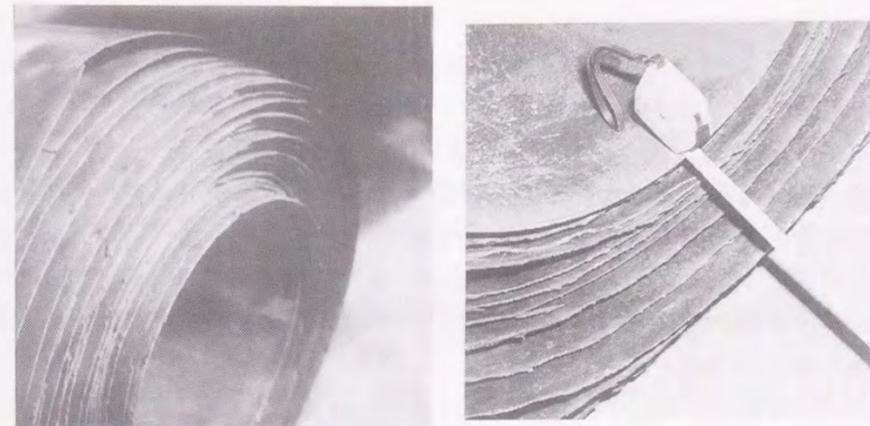


写真3-12 巻取コイルの外観
(薄帯の蛇行状況)

3.5.4 分割巻取

表3-2に示したように3トンヒートサイズの双ロールキャスターにおいてカラーゼルコイラーのコイル単重は500kgのため、鋳造中での薄帯切断、コイル分割巻取の技術が必要となる。図3-4にはコイル分割前の搬送・巻取装置の概要を示す。ダンサーロール、ピンチロールは張力制御を行っており、各コンベアは開放状態で、No.1コイラーが薄帯を巻取ながら回転し、次コイル巻取の準備に入っている。この時、コイラーの回転角度によりNo.2テンションメータロールの巻き付け角度補正を行い、コイラーの張力制御の安定化を図っている。その後、分割直前に各コンベアが圧下し、ピンチロール出側の分割シャーにより薄帯を切断、待機中のNo.2コイラーにベルトラッパ方式で2コイル目が巻き込まれ、再度コンベアが開放し、定常巻取動作となる。この繰り返し動作により最大6コイルのコイルが作製され、3tonヒートサイズでの完鋳が成功する。写真3-13には作製したSUS304の鋳造後の5コイルの外観を示す。



写真3-13 コイル外観 (3tonチャージ完鋳)

3-6 結言

本研究では板厚 1mm 以下の双ロール法の実証機規模での溶解、鑄造、搬送、巻取りまでの一連の装置仕様や基本性能を明らかにし、計測と制御を中心とした要素技術、特に操業の安定化と薄帯の品質向上に関して解析した。また、冷却ロールの熱履歴は伝熱凝固計算を用いて、ロールスリーブ内の熱応力、発生応力は有限要素法を用いて解析し、長寿命で変形の少ない最適なロール形状やその冷却条件を提示した。以上の実験および計算結果から以下の結論を得た。

- (1) 一次元伝熱凝固計算により定常時の熱履歴を計算した結果、本研究での双ロールキャスターの鑄造する最大板厚 0.8mm では溶湯プール高さ 195mm、ロール周速 2m/s、最小板厚 0.2mm では溶湯プール高さ 60mm、ロール周速 5m/s の鑄造条件が計算された。60~195mm の湯面高さは他研究者らのキャスターに較べて低く、溶湯プール内での湯面制御が重要である。
- (2) 注湯系は 5ton 規模インダクタ方式溶鋼保持炉を導入し、流量制御には炉内溶湯量の増減に対して炉内圧力を調整するベース圧制御とスライディングゲートノズル(S/N)開閉制御を組み合わせ、その結果目標注湯量を ±0.2kg/s に制御でき、その範囲も最大 10kg/s まで可能である。
- (3) 板厚偏差低減のため、多孔ノズルによる幅方向均一注湯技術を研究した。特に、長時間注湯の際、発生するノズル溶損現象をモデル化し、その溶損速度から最適なノズル孔径とそのピッチを算出した。例えば、ステンレス鋼溶湯に対しては 6mm φ × 23mm ピッチの多孔ノズルを用いる事により 3ton/チャージ(約 10min)の鑄造に成功した。
- (4) 冷却ロールのスリーブ表面および内部の温度を熱電対を直接埋め込み実測し、伝熱計算により考察した。注湯開始後 50s でロール外表面、内部とも定常状態になり、ロールキス点では約 750K と推定される。ロールスリーブ内面側はロールキス点でも反キス点でも温度に大きな変化はなく、外表面から 4mm の位置までが温度変化の大きい領域になっている。冷却水流速を 1.5m/s から 8m/s に増速し冷却強化したロールでは、ロールの熱膨張を 1/4 に低減し、ヒートクラウンによる板端部のブレイクアウトを防止するとともに、注湯制御やサイドダム技術との組み合わせで幅方向板厚偏差を ±7% 以下にすることが可能となった。
- (5) 冷却ロール表面に発生するクラックを防止するため、冷却ロールのスリーブ構造、スリーブ材質の見直しと Ni/Cr2 層メッキの最適化を行った。また、冷却ロールの熱サイクル計算に基づき、二次元有限要素法の計算を行い、スリーブ内の発生応力と銅合金高温強度を比較した。計算からクラック発生メカニズムとして繰り返しフープ応力による圧縮疲労の進行とバウジンガー効果による限界降伏強度の低下を解析した。
- (6) 双ロール法における 3つの凝固形態を提案し、特に凝固完了点がロールキス部と一致する理想型の凝固を達成するため、油圧圧下制御によるロールミスアライメント制御方法を開発した。また、幅方向での不均一凝固の原因となるロールクラウンに関してスリーブ厚みや冷却水流速の影響を解析し、さらにスリーブ内に油圧室を設

け、油圧力によりクラウン制御を行う鑄造ロールを設計した。鑄造方向の厚み変動の要因となるロール偏芯に対しては軸受のインナーレースと軸との共研磨やチョック内油圧力負荷により軸受のガタを軽減した。

- (7) 固定式で内部水冷した銅合金プレートを押し付けるサイドダム装置を設計した。凝固シェル生成防止や 3重点欠陥の抑制のため、サイドダムの下部をロールキス部より上方に隙間をあけるセミシールド方式やロール端部の不揃いを防ぐ軸受のスラスト隙間管理、サイドダムプレートの鍍金等の対策により長時間の安定鑄造と板厚偏差の改善を図った。
- (8) 双ロールキャスターの搬送、巻取り装置は薄帯の非定常部を切断するクロップシャー、先端をキャッチングするクランパー、二次冷却帯、ダンサーロール、ピンチロール、板厚計、分割シャー、搬送コンベア、CPC蛇行制御装置、テンションメータロール、ベルトラッパー方式コイラー、カラーゼルリールで構成した。これらの装置の中で、特に先端通板、二次冷却、低張力制御が重要である。また、高温強度の低い Ni 基超合金急冷薄帯を約 1/5 以下の低張力で制御し、蛇行も板幅 500mm に対して ±20mm の範囲で制御する事により連続的な分割巻取りが可能となり、3ton ヒートサイズの完鑄を達成した。

参考文献

- 1) D.B.Love and J.D.Nauman : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988) , 597.
- 2) C.C.Gerding and R.Aukrust : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988) , 185.
- 3) J.W.Hlinka,J.A.Burgo and T.J.Conarty : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988) , 115.
- 4) 柳謙一,山本恵一,佐々木邦政,竹内英磨,中島啓之 : 三菱重工技報, 32 (1995) , 3, 207.
- 5) 月ヶ洞稔,坂口治男,佐々木万晶,鈴木暁,加藤剛,谷川雅之 : 日立造船技報, 54 (1993) , 2, 2.
- 6) 竹内英磨,中島啓一,田中重典,山田衛,山上靖博,日高良一 : 新日鉄技報, 351 (1994) , 42.
- 7) 小沢三千晴,山根浩志,三宅苞,行本正雄,菅孝宏 : 川崎製鉄技報, 21 (1989) , 3, 182.
- 8) 峠竹弥,天野景博,佐々木均,中谷孝司,長島信一,轟秀和,丸山哲男,松井正之,荻原浩,戸塚覚 : 日本冶金技報, 3 (1994) , 1.
- 9) K.Shibuya and M.Ozawa : ISIJ Int., 31 (1991) , 7, 661.
- 10) I.Ohnaka : The First Rim Int. Conf. on Advanced Mater. and Processing, 1992, 247.
- 11) K.Shibuya,T.Kan,Y.Shimizu and Y.Ito : The 112th AIME Annual Meeting, 1983, A83.
- 12) S.Miyake,H.Yamane,M.Yukumoto and M.Ozawa : ISIJ Int., 31 (1991) , 7, 689.
- 13) 笠間昭夫,田中重典,水地功,梶岡博幸,伊藤裕雄,山根伍,柳謙一 : 材料とプロセス, 3 (1990) , 212.
- 14) 月ヶ洞稔,坂口治男,佐々木万晶,毛利勝一,山田桂三,東洋幸,西前年,河原木武志 : 材料とプロセス, 3 (1990) , 211.
- 15) 行本正雄,山根浩志 : 鉄と鋼, 83 (1996) , 4, 31.
- 16) 行本正雄,山根浩志,三宅苞,渋谷清,小沢三千晴 : 材料とプロセス, 4 (1991) , 991.
- 17) 行本正雄,山根浩志,小沢三千晴 : 材料とプロセス, 6 (1993) , 256.
- 18) 山根浩志,三宅苞,行本正雄,渋谷清,小沢三千晴 : 材料とプロセス, 2 (1989) , 1299.
- 19) 山根浩志,三宅苞,行本正雄,小菊史男,小沢三千晴 : 材料とプロセス, 1 (1988) , 1346.
- 20) 行本正雄,山根浩志,三宅苞,渋谷清,小沢三千晴 : 材料とプロセス, 4 (1991) , 991.
- 21) 行本正雄,山根浩志,野崎努 : 材料とプロセス, 6 (1993) , 1142.
- 22) 行本正雄,田口整司 : 材料とプロセス, 7 (1994) , 1190.
- 23) M.Yukumoto and H.Yamane : ISIJ Int., 35 (1995) , 6, 778.
- 24) 楯野正雄 : 第114回西山記念講座 (日本鉄鋼協会) , (1986) , 193.
- 25) 草川隆二,井上智弘,柳善博,坂井彰,大迫隆志 : 鉄と鋼, (1987) , S651.
- 26) 水地功,田中重典,笠間昭夫,竹内英磨,佐々木邦政,平井悦郎 : 材料とプロセス, 3 (1990) , 215.
- 27) 山根浩志,行本正雄,三宅苞,小沢三千晴,菅孝宏 : 材料とプロセス, 2 (1989) , 355.
- 28) 山根浩志,行本正雄,三宅苞,小沢三千晴 : 材料とプロセス, 4 (1991) , 51.
- 29) 新出司,大迫隆志,中田正之,小松政美,河井良彦 : 材料とプロセス, 4 (1991) , 989.
- 30) S.Miyake,F.Kogiku,M.Yukumoto,M.Ozawa,T.Kan and A.Momoo : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988) , 621.
- 31) 谷口一章,安中弘行,小山伸二,荒川高治,前田光明,岡村正義 : 材料とプロセス, 4 (1991) , 988.
- 32) 溝口利明,宮沢憲一 : 鉄と鋼, 81 (1995) , 58.
- 33) 平野聡,安田健,児玉英世,木村智明,福井克則,松永滋 : 鉄と鋼, 79 (1993) , 41.
- 34) M.Ozawa,F.Kogiku,M.Yukumoto,S.Miyake and T.Kan : Model Control Cast Weld Process, 4 (1988) , 255.
- 35) 多田吉男,笠井聡,市原晃,大西廣 : 川崎製鉄技報, 19 (1987) , 1, 52.
- 36) 池田圭吾,大西廣,後藤信孝,数土文夫,蓮沼純一 : 材料とプロセス, 3 (1992) , 192.
- 37) 新井貴士,山田衛,中島啓之,桐原端史,吉村裕司,岡秀毅,山上靖博,服部英則,寺戸定 : 材料とプロセス, 6 (1993) , 1136.
- 38) 山田桂三,三塚匡彦,西前年,河原木武志,月ヶ洞稔,坂口治男,毛利勝一,佐々木万晶 : 材料とプロセス, 3 (1990) , 1164.
- 39) 溝口利明,宮沢憲一 : 材料とプロセス, 2 (1989) , 1298.
- 40) 山内隆,長谷川守弘 : 鉄と鋼, (1987) , S649.
- 41) 平野聡,安田健,児玉英世,木村智明,西野忠,福井克明 : 材料とプロセス, 5 (1992) , 1016.
- 42) 新井貴士,山田衛,桐原端史,中島啓之,竹内英磨,山上靖弘,山本恵一,佐々木邦政 : 材料とプロセス, 6 (1993) , 254.
- 43) 河地政行,千代谷一幸,浅井滋生 : 鉄と鋼, 77 (1991) , 1434.
- 44) R.K.Pilter : Casting of Near Net Shape Products, The metallurgical Society (1988) , 381.
- 45) M.Mohri,MTsukigahora,H.Sakaguchi,K.Yamada and N.Nishimae : The First Int. Conf. on Advanced Solidification Processing, 1993, 1.
- 46) J.W.Hlinka,J.A.Burgo,T.J.Conarty,I.G.Saucedo : Steelmaking Proc., 71, Iron and Steel Society Inc.,1988.
- 47) 鍵田 征雄 : 第92回西山記念講座 (日本鉄鋼協会) , (1983) , 231.
- 48) 福島丈雄 : 第88回西山記念講座 (日本鉄鋼協会) , (1983) , 137.

第4章 難加工性材料急冷薄帯の凝固特性と材料特性

4-1 高珪素鋼急冷薄帯の凝固特性と材料特性

4.1.1 緒言

電気機器の省エネルギー要請に対して、電力トランスにおける鉄芯の電力損失低減が唱われ、アモルファス合金を中心として材料開発が進められてきた。一方、鉄芯材料として広く用いられている電磁鋼板の鉄損は鋼板の集合組織と板厚およびSi量によって主として決定される。最近20年間の製造技術の進歩によって高磁束密度方向性電磁鋼板の集合組織はほぼ飽和限界値の近くまで高められたために、これからの鉄損低減は板厚の減少とSi量の増加によって達成されると考えられている。

この内、高珪素鋼合金の研究としてはA.Schulze¹⁾の磁歪の研究や増本ら²⁾のセンダスト合金の発明があり、軟磁気特性についてはW.E.Ruder³⁾が磁歪ゼロである6.25%Siにて極小値をとることが報告されている。また、一柳ら⁴⁾はFe-(4~12%)Si細線を回転水中紡糸法により試作し、良好な機械的特性および磁気特性を報告している。高珪素鋼の製造方法についてはその機械的性質上の困難さから多くの異なった方法が検討されている。6.5%Si-Fe薄板の製造方法としては以下の3つの方法が具体的に工業化が可能と考えられる。

(1) 常温脆性の問題点を合金組成や温間圧延等のより解決し、圧延により薄板にしようとするもの^{5)~6)}。

(2) 急凝固により溶鋼から圧延工程を経ないで一気に薄板にしようとするもの⁷⁾。

(3) 浸珪法のように低Siの状態では薄板としておき、後からSiを富化させるもの⁸⁾。

特に、(2)はアモルファス合金薄帯の製法を発展させた急冷薄帯法で、この方法は常温脆性の問題点を根本的に回避できるものであり、鉄鋼プロセス上も工程が極めて短くなるため実現すれば理想的な方法である。

6.5%珪素鋼急冷薄帯は津屋らおよび成田らの研究グループによって始められた。特に、津屋⁹⁾、荒井ら¹⁰⁾の研究は単ロール法および双ロール法によって精力的に進められ、厚さ60~80 μm 、長さ1~3mの薄帯の製造に成功している。急凝固法の注目すべき点は第一に薄帯の結晶粒径が約10 μm と小さく、冷間圧延が可能なこと、第二に薄帯の熱処理により(100)[0kl]面内無方向の結晶を得ることができる。さらに、荒井ら¹¹⁾はSi量4.5%薄帯の3次再結晶により高い磁束密度を得ている。これらはいずれも数mm幅の狭幅薄帯を用いた研究が多く、広幅薄帯による工業化規模での検討の例は少ない。

そこで、本節では上記高珪素鋼急冷薄帯の材料特性を中心に、広幅薄帯の凝固組織、析出物の観察、薄帯の集合組織と磁気特性の関係、薄帯の機械的性質について研究し、その例としてモーターコアへの適用結果を述べる。

4.1.2 凝固組織と析出物制御

高珪素鋼急冷薄帯の凝固組織については既に2~4節で報告した。すなわち、ロール圧下力、ギャップの設定により凝固シェルとロール間の熱伝達率に差ができ、冷却速度の違いが生じる事による凝固組織、特に柱状晶組織の変化について詳細な解析結果を示したが、ここでは、第3章で述べた実証機規模の広幅急冷薄帯キャスターにより作製した4.5%珪素鋼広幅薄帯の厚みと凝固組織について述べる。

図4-1に薄帯の厚みに及ぼすロール周速の影響を示す。本図はパドル高さ60~65mmのデータで、周速5m/sで目標とする250~300 μm の板厚となっている。板厚はパドル高さと同様にロール周速に大きく影響される。ここで、連铸プロセスで用いられている凝固係数k(mm/min^{1/2})を計算するとk=8.6~10.4となる。この値は従来報告されている連铸法や薄スラブキャスター^{12), 13)}の1/2程度である。

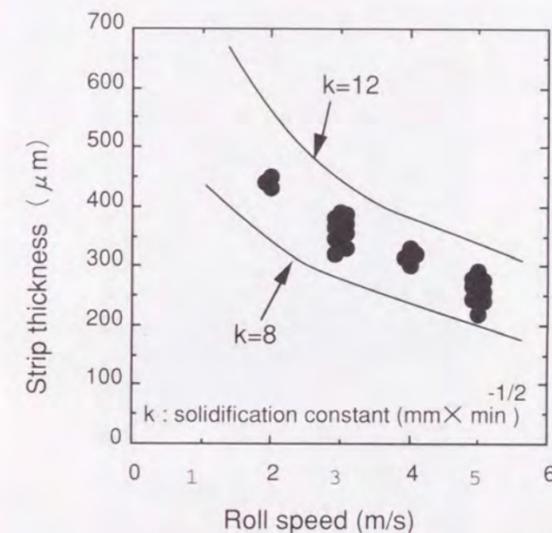


図4-1 板厚に及ぼすロール周速の影響

写真4-1、4-2に典型的な4.5%珪素鋼薄帯の凝固組織を示す。铸造条件はロール周速2.1~5m/sの範囲で、得られた薄帯の厚みは200~500 μm 、板幅は250mmである。写真4-1では柱状晶組織が薄帯表面の両側から成長し、板厚中央部に到達している。一方、写真4-2では柱状晶は板厚中央部まで到達せず、中央には等軸晶が観察される。このような凝固組織の差は第3章で述べた図3-37、3-38に示すロールギャップ形状に依存していると考えられる。すなわちミスアライメント(図(B))やロールヒートクラウン(図(C))によりロールギャップが広くなり、薄帯中に未凝固部の残存がある。キス点凝固完了型の場合、柱状晶は写真4-1のように中央で両側から到達するが、未凝固型の場合、柱状晶は写真4-2のように柱状晶と等軸晶からなる組織となる。

写真4-2をさらに高倍率で観察した光顕写真を写真4-3に示す。エッチングはナイタールを用い、デンドライト組織を明瞭化した。薄帯表面から発達する柱状晶は一次デンドライトアームが明瞭に認められ、その間隔は表面直下で2~4 μm と細かく、内部ほど粗

くなって、表面から $100\ \mu\text{m}$ の位置では $3\sim 7\ \mu\text{m}$ となる。また中央部の粒状組織（等軸晶）の粒径は $5\sim 20\ \mu\text{m}$ 程度でデンドライトは不明瞭である。



写真4-1 4.5%Si-Fe薄帯の凝固組織
(等軸晶組織無し)

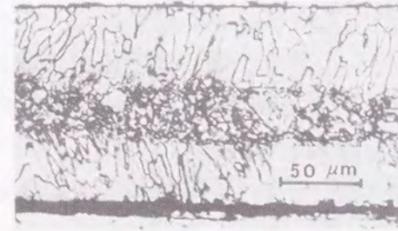


写真4-2 4.5%Si-Fe薄帯の凝固組織
(等軸晶組織有り)

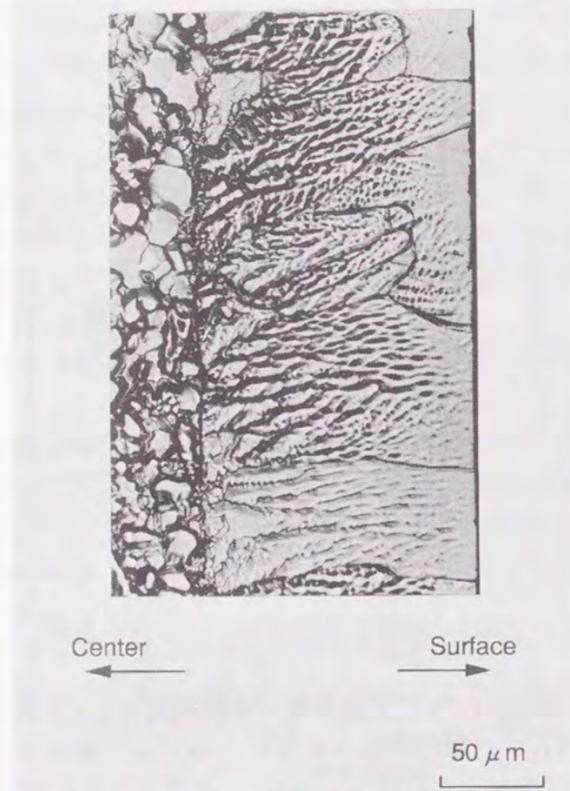
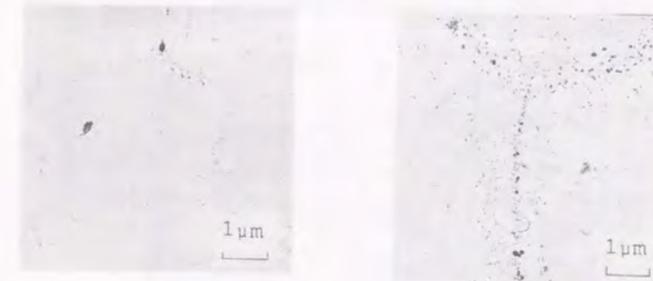


写真4-3 4.5%Si-Fe薄帯の断面凝固組織

広幅薄帯の casting では図3-37 (C) のようにロール幅方向中央部の熱膨張が端部より大きい場合があり、小沢ら⁷⁾ は等軸晶領域は中央部で小さく、端部で大きくなる傾向を報告している。このようなロールを使用した場合、端部での薄帯ブレイクアウトを生じやすい事が報告されており、薄帯がロールキス部を通過後も薄帯端部では未凝固の残溶湯があるものと考えられる。そのような残溶湯部分は薄帯が冷却ロールから離脱することによって冷却速度が低下するため、方向性のあるデンドライト組織にならずに粒状組織になっているものと推定される。冷却速度は第2章で述べた式 (3) のデンドライトアーム

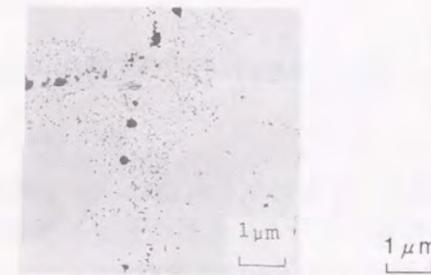
間隔と冷却速度の関係¹⁴⁾ から表面層で $8 \times 10^4\ \text{K/s}$ 、中央で $2 \times 10^4 \sim 6 \times 10^3\ \text{K/s}$ と計算される。

また、このように $10^3 \sim 10^4\ \text{K/s}$ と高い冷却速度では結晶粒界での析出物抑制効果が期待されている。写真4-4はレプリカ法による4.5%Si-Fe薄帯の粒界での析出物のTEM観察結果である。粒径 $40\ \mu\text{m}$ 以下では析出物は殆ど観察されないが、粒径 $70\ \mu\text{m}$ では $0.2\sim 0.5\ \mu\text{m}$ の析出物が粒界に観察される。EDX分析の結果、シリコン酸化物、窒化物であった。これらの析出物は通常の圧延材の $1/10$ 程度と大変小さい。



(a) grain size $8\ \mu\text{m}$

(b) grain size $40\ \mu\text{m}$



(c) grain size $70\ \mu\text{m}$

写真4-4 4.5%Si-Fe薄帯の粒界での析出物
(TEM観察)

4.1.3 高珪素鋼急冷薄帯の磁気特性と集合組織の関係

第2章で述べたように高珪素鋼急冷薄帯の凝固過程は従来から良く知られている冷却速度の小さい場合の凝固メカニズムで良く説明できる。したがって薄帯の結晶組織や集合組織も従来から知られた組織になっている。

例えば、写真2-5に示した単ロール法および双ロール法で作製した4.5%シリコン鉄リボンの集合組織を図4-2に示す。デンドライトのアームの主軸方位は $[100]$ であり、写真2-5でわかるように双ロール法の場合デンドライトは薄帯の表面から内部に成長しているので (200) 極点図ではかなり先鋭な $(100) [0kl]$ 面内無方向組織をもつ。一方、単ロール法ではロール面でやや不鮮明な $(100) [0kl]$ 面内無方向組織となり、自由面で casting 方向に回転した $(100) [0kl]$ 面内無方向組織となっている。これは温度勾配に対応する柱状晶の傾きに依存している。

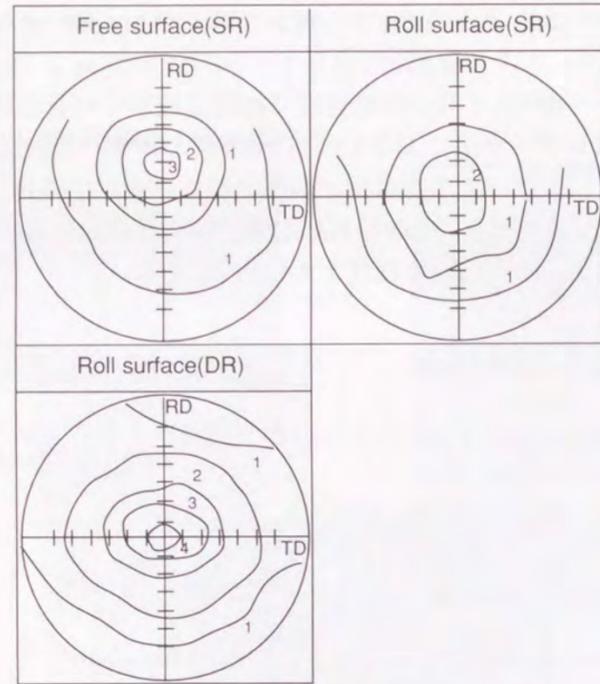


図4-2 4.5%Si-Fe薄帯の(200)極点図

菅ら¹⁵⁾は6.5%珪素鋼急冷薄帯の集合組織について鑄造後の薄帯では鮮明な(100)[0kl]面内無方向組織を観察しており、Fe-Si合金でSi量を6~7%にまで増すと純鉄に較べて結晶磁気異方性は半減するが、やはりまだ大きいので磁気特性は集合組織に依存すると報告している。急冷薄帯は結晶粒が微細で転位密度も高いため磁気特性は悪い。これを1173K、数分間焼鈍すると粒径は板厚の1/2~1倍程度になり、集合組織はやや不鮮明であるが(100)[0kl]面内無方向組織はそのまま持ち越される。

図4-3に4.5%珪素鋼急冷薄帯の焼鈍過程における結晶粒成長に関する実験結果を示す。すなわち、表面は焼鈍により粒成長が遅く、中央の等軸晶が時間とともに粒成長し、表面に近い柱状晶を食っており、焼鈍後は磁化容易軸方向における異方性をもち、(100)[0kl]面内無方向組織となっている。なお、粒径の測定は表面では残存する柱状晶のみ表面から観察し、中央部では研磨により板厚中央部の粒成長を観察した結果である。

図4-4に長手方向に対する回転角と鉄損の関係を示す。4.5%珪素鋼急冷薄帯は方向性電磁鋼板、無方向性電磁鋼板に較べて優れた鉄損の方位依存特性を持ち、そのピーク比は1.06と小さい。なお、商業生産されている高級無方向電磁鋼板のピーク比は1.37である。図4-5には交流磁歪特性を示す。磁歪は通常の無方向電磁鋼板のコイル長手方向の磁歪λ(L)と直角方向λ(C)との中間にある。図4-6はアモルファス合金および4.5%珪素鋼急冷薄帯の磁化曲線を示す。鉄損は無方向性電磁鋼板より優れており、アモルファス合金より飽和磁化が大きい特徴があり、総合特性はアモルファス合金と無方向性電磁鋼板の中間に位置する。

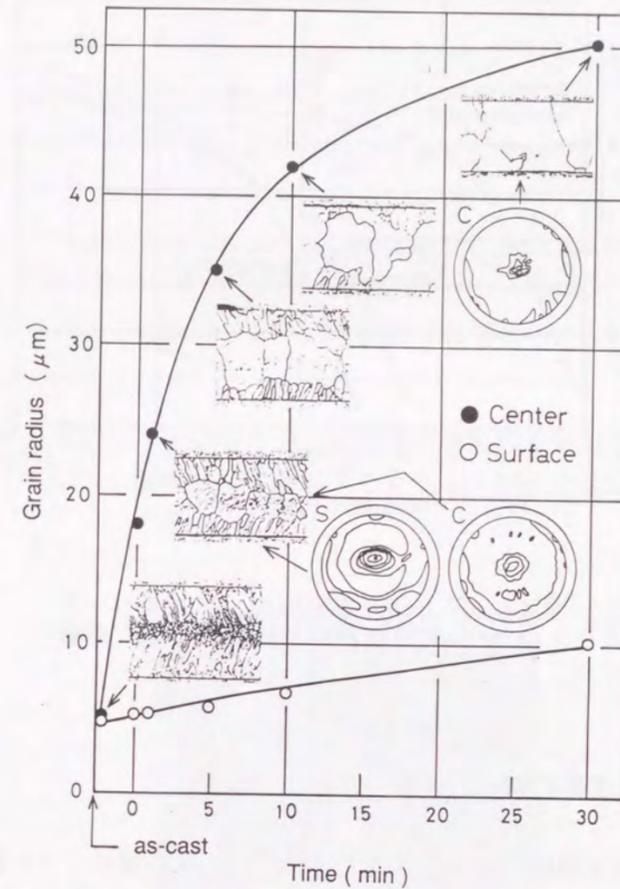


図4-3 4.5%Si-Fe急冷薄帯の粒成長挙動

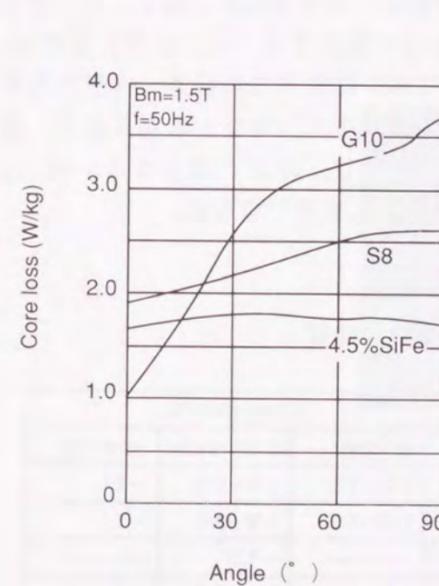


図4-4 鉄損の角度依存性

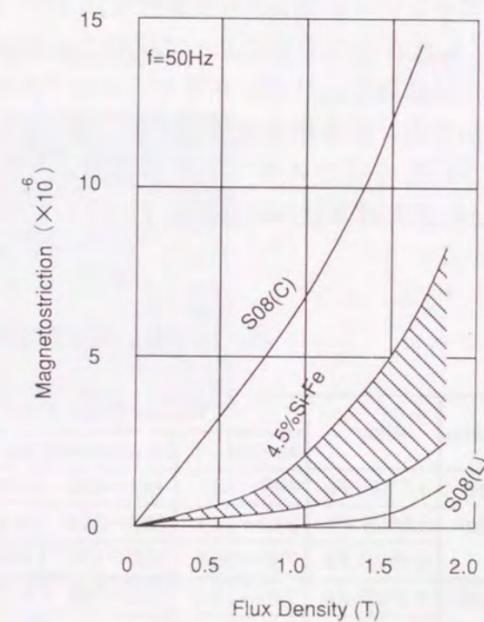


図4-5 交流磁歪特性

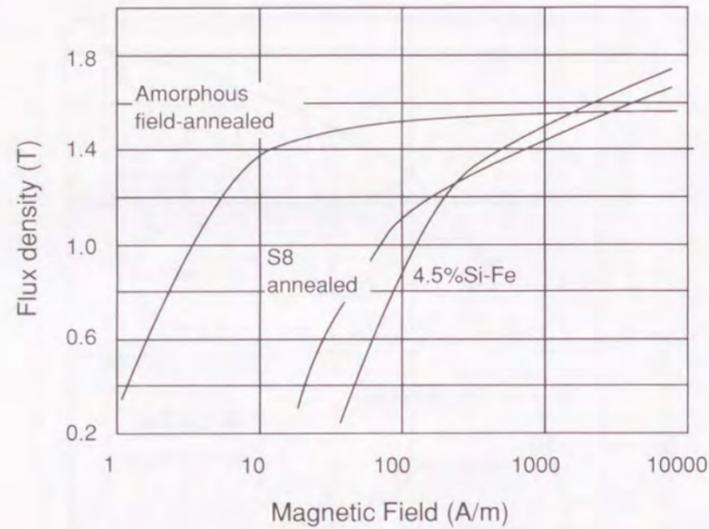


図4-6 無方向性電磁鋼板、アモルファス合金、4.5%Si-Fe急冷薄帯の磁化曲線

4.1.4 高珪素鋼急冷薄帯の機械的性質

第2章で述べた実験室規模での小型装置で試作した高珪素鋼リボンの機械的特性を測定し、単ロール法と双ロール法での比較を行った。表4-1に単ロール法、双ロール法で作製したリボンの抗張力、伸びの測定結果を示す。 casting material, annealed material (1100°C 10min), rolled material (3% reduction skin pass rolling) の各試験片を図4-7に示す幅8mm、長さ50mmに加工した。測定の結果、Si含有量の増加によって抗張力が増加し、伸びが減少する。同じSi含有量では、双ロールで作製したリボンが単ロール法で作製したリボンに比べて抗張力、伸びとも約50%増加する。 casting material を焼鈍処理する事により抗張力が減少し、伸びが増加するが、 casting material を3%圧下率でスキンパス圧延すると抗張力は増加し、伸びが減少する。特に、5.5%、6.5%珪素鋼薄帯の圧延材は1%以下の伸びで通常加工処理できない。

表4-1 高珪素鋼急冷薄帯の機械的性質

Process	Alloy	Tensile Strength(MPa)			Elongation(%)		
		as-cast	as-annealed	as-rolled	as-cast	as-annealed	as-rolled
Single-Roller	4.5%Si-Fe	490~539	441~490	608~667	1.0~1.5	1.5~3.0	~1.0
	5.5%Si-Fe	637~745	559~618	814~981	1.0~1.3	1.3~1.5	~1.0
	6.5%Si-Fe	736~804	539~687	785~921	—	~1.0	—
Double-Roller	4.5%Si-Fe	745~784	539~588	813~843	1.5~3.8	5.0~7.5	1.3~1.5
	5.5%Si-Fe	804~892	618~687	716~1010	~1.0	1.0~1.6	~1.0

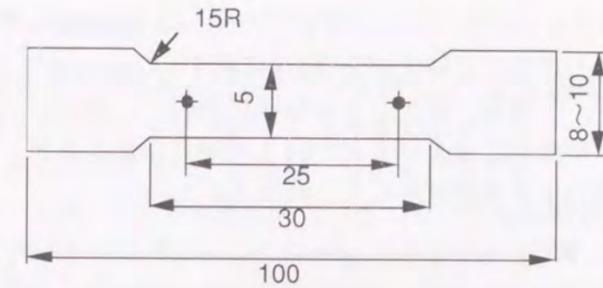


図4-7 引っ張り試験片の形状

4.5%珪素鋼薄帯の双ロール casting material の引張試験後の破面の走査電子顕微鏡観察結果を写真4-5に示す。平均粒径8 μ m程度の結晶組織を有するリボンでは局部的に延性破面が観察された。



(a) Quasi-dimple rupture



(b) Irregular fracture (localized high plastic deformation)

写真4-5 4.5%Si-Fe薄帯の延性破面 (SEM観察結果)

次に、広幅急冷薄帯キャスターにより作製した200mm幅0.25mm厚の4.5%、5.5%珪素鋼薄帯の広幅材の抗張力ならびに降伏力を図4-8に示す。Gensamer⁴⁵⁾、Bozorthら⁴⁶⁾のデータを図中に加えたが、抗張力、降伏力ともSi量に比例し、増加している。図4-9にはSi含有量とビッカース硬度の関係を示す。図4-8と同様にSi量に比例し、硬度が増加しており、高珪素鋼急冷薄帯は高強度材としても期待される。

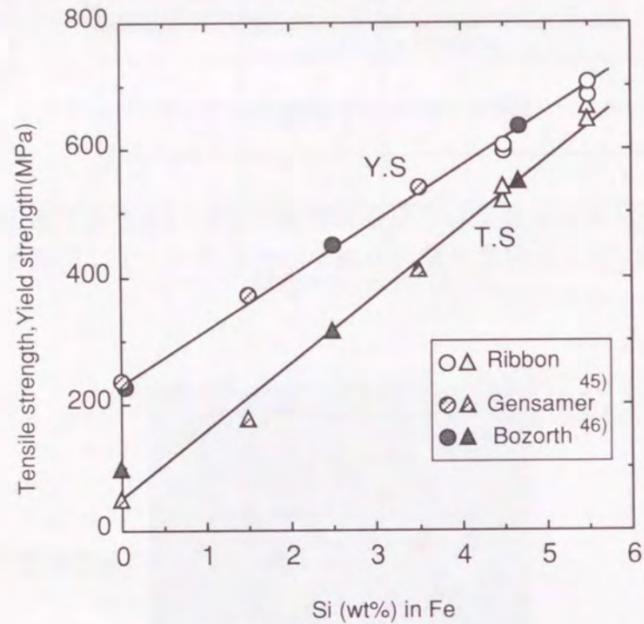


図4-8 抗張力、降伏力とSi添加量の関係

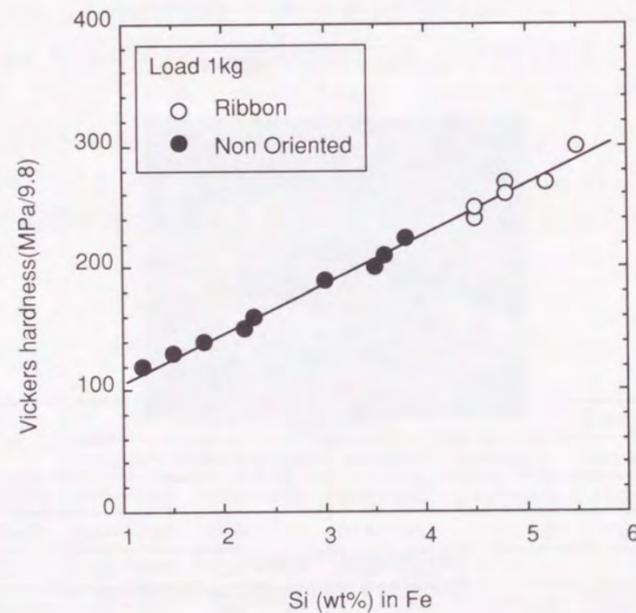


図4-9 ビッカース硬度とSi添加量の関係

4.1.5 モーターコアへの適用

4.5%珪素鋼急冷薄帯の応用開発の一環として電機会社での実機特性試験を1983年～1985年にかけて実施した^{16),17)}。その例として冷蔵庫用ハーメチックモーター、掃除器用整流子モーター、高周波モーター、磁気軸受等があげられる。

表4-2にハーメチックモーターの試験結果を示す。サンプルは幅110mm、板厚0.27mmの焼鈍材(1100℃×15min)で写真4-6に示す10kgコイルである。モーターは入力100W、回転子径50mmφ、界磁子径105mmφ、積層厚40mmである。比較材の無方向電磁鋼板と同等の磁気特性を示した。

表4-2 冷蔵庫用ハーメチックモーター試験結果
(板厚0.27mm、110mm幅、10kg)

sample	frequency (Hz)	ampere (A)	Input power (W)	rotation (rpm)	torque (kg·cm)	core loss (W)	efficiency (%)
Non-Oriented	60	1.13	101.6	3486	6.6	4.8	76.3
		1.89	176.4	3391		4.8	77.1
4.5%Si-Fe	60	1.18	100.5	3487	6.6	5.3	77.1
		1.93	175	3390		5.3	77.7

Upper: Standard
Lower: Over load

表4-3に交流整流子モーターの試験結果を示す。サンプルは幅110mm、板厚0.2mmの焼鈍材(1100℃×15min)で5kgコイルである。モーターは入力500W、回転子径40mmφ、界磁子径66mmφ、積層厚22mmである。全損失、効率とも高珪素鋼急冷薄帯が優れている。いずれの結果も実機特性は良好であったが、板厚偏差が大きく、占積率が83%程度で打抜き性不良および積層時溶接のビード割れの問題があり、実用化には至らなかった。

表4-3 掃除機用交流整流子モーターへの試験結果
(板厚0.2mm、110mm幅、5kg)

sample	input power (W)	rotation (rpm)	torque (kg·cm)	total loss (W)	core loss (W)	efficiency (%)
Non-Oriented	500	30000	3	145	25	71
4.5%Si-Fe	525	30000	1.26	139	20	74



写真4-6 4.5%Si-Fe急冷薄帯（モーターコア用サンプル）

4.1.6 結言

本節では高珪素鋼広幅急冷薄帯の凝固特性と材料特性に関して、凝固組織と析出物の関係、薄帯の集合組織と磁気特性の関係、薄帯の機械的特性について述べた。更に、4.5%珪素鋼急冷薄帯をモーターコアに適用し、その磁気特性の評価を行った。以上の実験結果から以下の結論を得た。

- (1) 高珪素鋼広幅急冷薄帯の厚みはロール周速に依存し、パドル高さ60~65mm、ロール周速5m/sで板厚250~300 μ mの薄帯が得られた。薄帯の断面組織は柱状晶と等軸晶からなり、表面下で一次デンドライトアーム間隔が2~4 μ m、内部で3~7 μ m、中央部の粒状組織は粒径5~20 μ mであり、冷却速度は 10^3 ~ 10^4 K/sと評価できる。
- (2) 高珪素鋼急冷薄帯の集合組織は鮮明な(100)[0kl]面内無方向組織で焼鈍後は磁化容易軸方向の異方性を持たず、鉄損の回転角方位依存性のピーク比は1.06と高級無方向性電磁鋼板より優れた特性を示した。また、鉄損は無方向性電磁鋼板より優れており、アモルファス合金より飽和磁化が大きい特徴がある。
- (3) 珪素鋼薄帯の抗張力、降伏力、硬度はSi含有量の増加に伴い、増加する。高珪素鋼薄帯の圧延材は1%以下の伸びで加工処理できないが、製造後の4.5%珪素鋼急冷薄帯においては結晶粒径8 μ m程度の組織を有するリボンで局部的に延性破面が観察され、焼鈍、スキンパス圧延により加工可能であった。
- (4) 4.5%珪素鋼広幅薄帯を電機会社にてモーターコアの実機特性試験を行い、市販の無方向性電磁鋼板と同等な磁気特性を得たが実用化には至らなかった。その原因としては板厚偏差が大きいため占積率が83%程度で、打ち抜き性が不良である事、積層時溶接のビード割れが発生した事が挙げられる。

4-2 高Crステンレス鋼急冷薄帯の凝固特性と材料特性

4.2.1 緒言

急冷薄帯プロセスは結晶組織の微細化が可能、難加工材の薄板化が可能といった利点を有し、特に従来の量産プロセスでは歩留りが悪く採算の採れないような小ロット、多品種の難加工性の鋼種に有効である。

例えば、長島ら¹⁸⁾は熱間加工性の良好でない高Ni、高Crステンレス鋼(SUSY309L)の板厚2mm薄帯を双ロール法により10ton規模で製造し、冷間圧延後の溶接用材料として供し、品質上問題がないと報告している。森川ら¹⁹⁾はNi基合金の一つで難熱間加工材料であるアロイB(Ni-28Mo-5Fe)を双ロール法で製造し、その冷間圧延後の製品が市販品と同等の特性をもつ事を報告している。

しかしながら、鋼種によっては製造した薄帯を連続して巻取る際に、高温で保持されると再結晶による結晶粒の粗大化や、脆化相の発生により薄帯の特性が劣化する。渋谷ら²⁰⁾は双ロール法により4.5%Si-Fe薄帯を製造するに際し、二次冷却を使用しない場合結晶粒の粗大化が観察され、このために薄帯の機械的特性および磁気特性が劣化すると報告している。

そこで、本節では上記トラブルを防止するのに有効な二次冷却設備を有する双ロールキャスターにより難加工溶接フープ材の一つである高Crステンレス鋼を製造し、薄帯の温度変化とその特性について研究した。また、脆化相(σ 相)のミクロ観察や熱処理による析出条件に関して述べる。

4.2.2 製造条件と合金組成

第3章で述べた表3-2の実験条件および装置を用いて製造した。ロール周速は1~7m/sの範囲で、得られた薄帯の厚みは200~800 μ mである。製造初期には10~30kNの一定の圧下力が双ロール間に負荷され、溶湯の注入後、凝固シェルが冷却ロール表面から成長し、ロールキス点において薄帯を形成する。冷却ロール両端部にサイドダムを押しつけ、双ロール間に湯溜まりを形成している。実験溶湯は難加工材である高Crステンレス鋼を用いた。その製造材の化学成分を表4-4に示す。特に、SUS309Zは溶接フープ新材料であり、通常 σ 相の発生により熱間圧延が困難で製造が不可能であった。

双ロール間で凝固した薄帯は二次冷却帯を通過し、張力一定制御の下でコイラーに巻取られる。この時、双ロール直下、二次冷却帯出口、コイラーに放射温度計を設置し、製造中の薄帯表面温度を測定した。二次冷却には水を使用した。

巻取り後の薄帯の性状を調査するため、板厚分布および断面組織観察を行い、デンドライトアーム間隔から冷却速度を算出した。次に、SUS309Z薄帯の脆化程度を微小硬度測定により、析出物の同定をTEM、X線回折およびEDX分析により行った。また、二次冷却の効果を定量的に把握するため、熱処理温度と時間を変化させ、脆化相の有無を調べ、その判定を180度曲げ試験により評価した。

表4-4 高Crステンレス鋼合金の化学組成 (mass%)

	Si	Mn	Ni	Cr	P	Mo	C
SUS309Z	0.65	1.45	14.0	30.0	0.03	—	0.04
SUS316L	0.5	2.5	12.0	19.0	0.03	2.5	0.02
SUS308M	0.55	1.9	10.0	21.0	0.03	—	0.04

4.2.3 薄帯の外観、厚みおよび凝固組織

薄帯の厚みはパドル高さと同様にロール周速に大きく影響される。図4-10にSUS309Z鋼の薄帯厚みに及ぼすロール周速の影響を示す。パドル高さ90~100mmのデータであるが、周速が増すにつれて板厚は薄くなる。周速2m/sでは約550 μ mの板厚であるが、周速5m/sでは約300 μ mの板厚となっている。これらのデータから得られる凝固定数k (mm/min^{1/2})は10~12の範囲にあり、高珪素鋼薄帯同様に双ベルト式キャスターで得られた薄スラブのk=20¹²⁾や双ロール法で铸造した板厚1~10mm薄帯のk=12~16¹³⁾に比較して小さい。

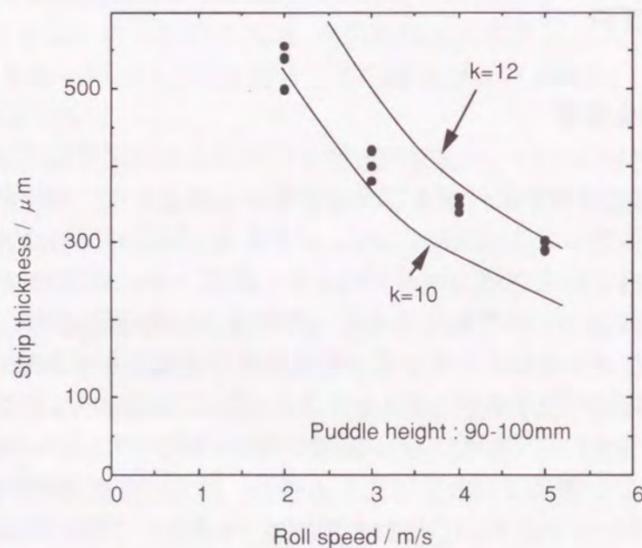


図4-10 板厚とロール周速の関係 (SUS309Z)

図4-11には薄帯の铸造方向および幅方向の板厚分布を示す。板厚は400~500 μ mの範囲で、この時のロール周速は2.1m/sである。板厚偏差はいずれも $\pm 7\%$ 以下であり、铸造方向の板厚のバラツキの改善は注湯制御の改善によるもので、幅方向の板厚分布の改善はサイドダムおよび幅方向均一注湯による湯面レベル制御の向上によるものである^{21)~23)}。

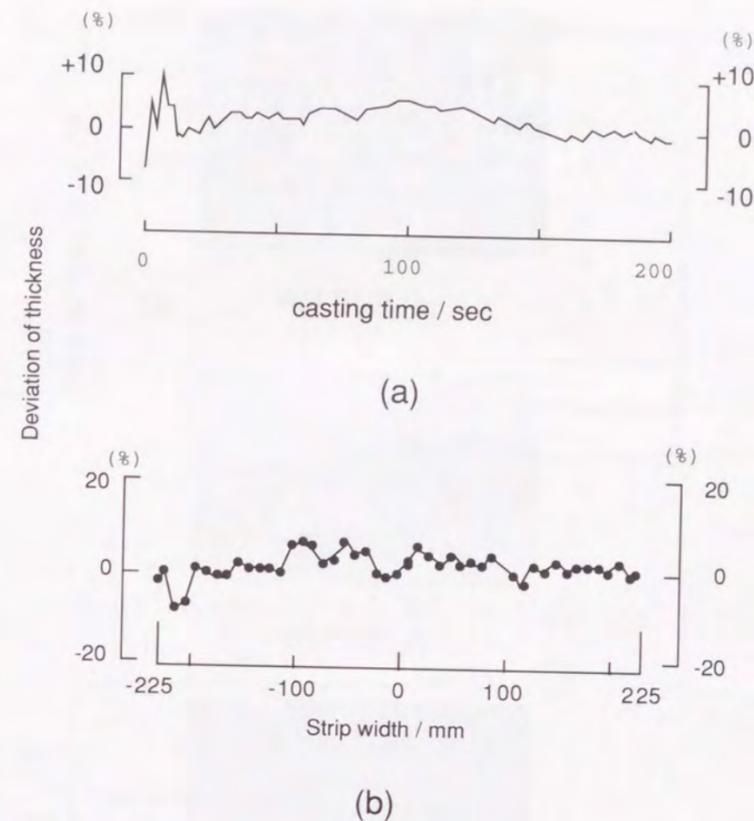


図4-11 铸造方向、板幅方向の板厚分布

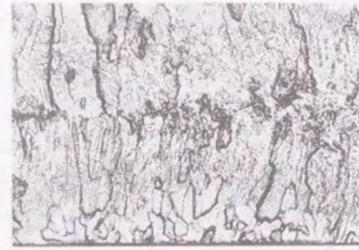
铸造方向に平行な薄帯断面(L断面)における凝固組織を写真4-7に示す。写真(a)はSUS308M、写真(b)はSUS316UL、写真(c)はSUS309Zで、写真(b)は二次冷却により健全なコイルが得られたサンプルの例である。薄帯の両表面から微細な柱状デンドライトが成長しており、薄帯の中心部まで伸びている。薄帯の断面中央では等軸晶も観察される。薄帯の表面層では緻密なデンドライトがランダムな方向に成長しているが、中心に近づく程、二次アームが明瞭に観察される。デンドライトが铸造方向に傾いて成長する事は既に知られているが、本実験でのデンドライトの傾きは約10~30度であった。また、等軸晶の厚みは板厚の約20%であった。

薄帯のL断面におけるデンドライト一次間隔をS1、二次アーム間隔S2とすると、SUS308MではS1=7~8.5 μ m、S2=2.5~3.5 μ m、SUS316ULではS1=10~12 μ m、S2=2.5~3.5 μ m、SUS309ZではS1=14~16 μ m、S2=2.5~3.5 μ mであった。本実験で得られた一次、二次アーム間隔の実測値を使って、式(9)、(10)に示す椋山ら²⁴⁾の実験式に基づき、平均冷却速度Vを求めた。

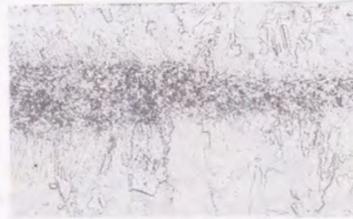
$$S1 = 247 \times V^{-0.34} \text{ ----- (9)}$$

$$S2 = 292 \times V^{-0.48} \text{ ----- (10)}$$

計算の結果、高Crステンレス薄帯の平均冷却速度V=3~8 $\times 10^3$ K/sである。この結果はSUS304薄帯での溝口ら²⁵⁾の報告とほぼ一致する。



(a) SUS308



(b) SUS316



(c) SUS309

写真4-7 高Crステンレス鋼急冷薄帯の断面組織

4.2.4 二次冷却による析出物制御

Cr23%以上のステンレス鋼ではCrとFeの金属間化合物である σ 相が生成される。この極めて脆い σ 相はCr45%を頂点としてCr23%以上の成分のものを773~1073Kの範囲に長時間加熱した場合に析出する。一方、この σ 相は1127K付近からの急冷によって消失する事が報告されている^{26), 27)}。

そこで、本研究では σ 相のないSUS309Z鋼の鋳造板を各温度レベルで所定の時間保温し、その後水焼入れによる急冷した後の薄帯の脆化について調べた。図4-12に800~1100K、1~20分間の保持後の180度曲げ試験結果を示す。図中の○印処理では曲げ変形後も表面にはクラックが観察されず、△印では曲げ変形後に表面にクラックが観察された。●印では曲げ変形時に板はバラバラになった。実験の結果、930Kの温度で5分間保持すると脆化が起こる事がわかった。この脆化相は次に述べるX線回折により σ 相と特定された。図4-13に高Crステンレス鋼のTTT曲線の模式図を示す。図中にはBlower²⁶⁾、Barcik²⁷⁾が報告している25Cr20Ni鋼の σ 相の析出条件を示したが、図4-12から求めた30Cr-14Ni鋼の析出条件とは異なった結果を得た。本図から鋳造時に σ 相を析出させない条件を満たすにはコイル巻取前に二次冷却が必要と考えられる。

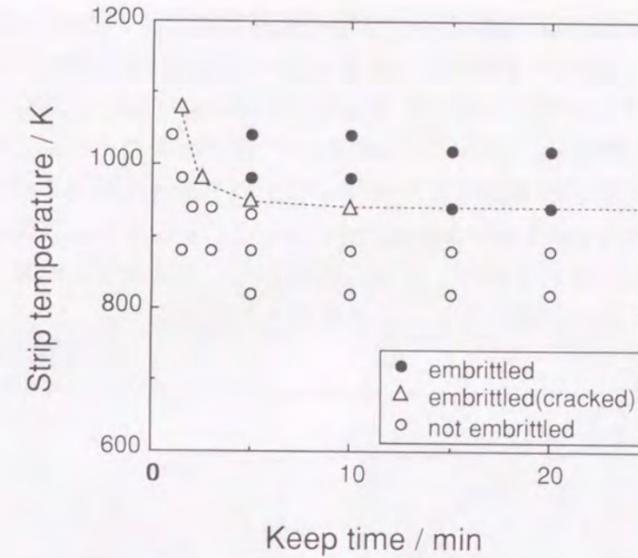


図4-12 SUS309Z材の熱処理条件による脆化の程度

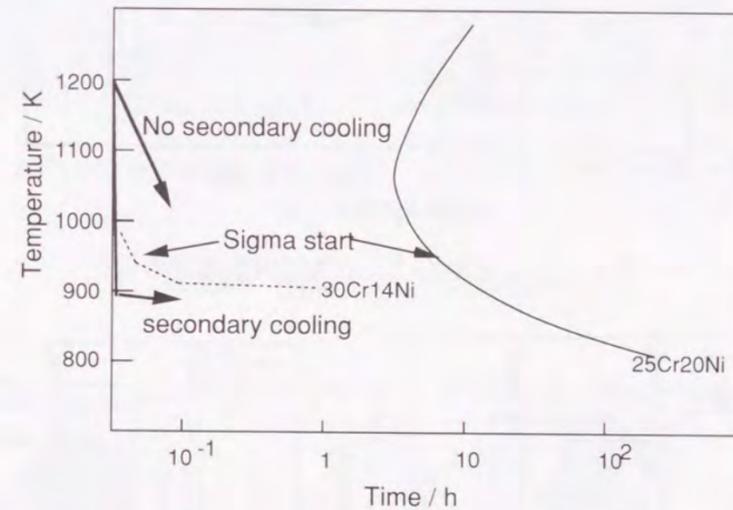


図4-13 高Crステンレス鋼のTTT曲線の概略

一方、高温鋼板の水冷却における伝熱現象は沸騰が伴うために複雑であり、その熱伝達係数は各実験者により相当なバラツキがある。その中でスリットラミナー冷却は一般に熱間仕上圧延後の鋼板の冷却に使用されており、工業的に検討されている²⁸⁾。本研究の双ロールキャスターにおいてはこのスリットラミナー冷却による二次冷却帯を設けた。

図4-14は鋳造中の薄帯の表面温度の計算値、実測値を示す。冷却ロール出側の薄帯温度は約1500Kで赤熱している。薄帯は二次冷却帯を1~2sで冷却搬送される。図中の●印は放射温度計による代表的な薄帯の表面温度を示す。実線は二次冷却を使用した場合の温度変化を、点線は空冷のみの場合の温度変化の計算値を示す。测温データに基づき最小自乗法により二次冷却帯での熱伝達係数を求めると $h=0.6\sim 0.8\text{ kW/m}^2\text{K}$ であった。ま

た、この時のコイル温度は700K以下で薄帯の脆化は観察されなかった。

図4-15にSUS309Z薄帯のX線回折の結果を示す。図(a)は二次冷却を使用しない場合で σ 相の析出が観察される。一方、図(b)は二次冷却を使用した場合で σ 相は観察されず、 γ 相と α 相からなる高クロム二相ステンレス鋼であった。これらの薄帯の断面硬度を測定した結果、二次冷却を使用した場合のビッカース硬度はHvで250(MPa/9.8)で、二次冷却なしでは硬度Hvで350(MPa/9.8)であった。 σ 相等の金属間化合物は鋼の組織に分散して粒界をピン止めすることが知られており、本研究でも粒界での σ 相の析出により硬度が上昇し、脆い組織になっているものと推定される。

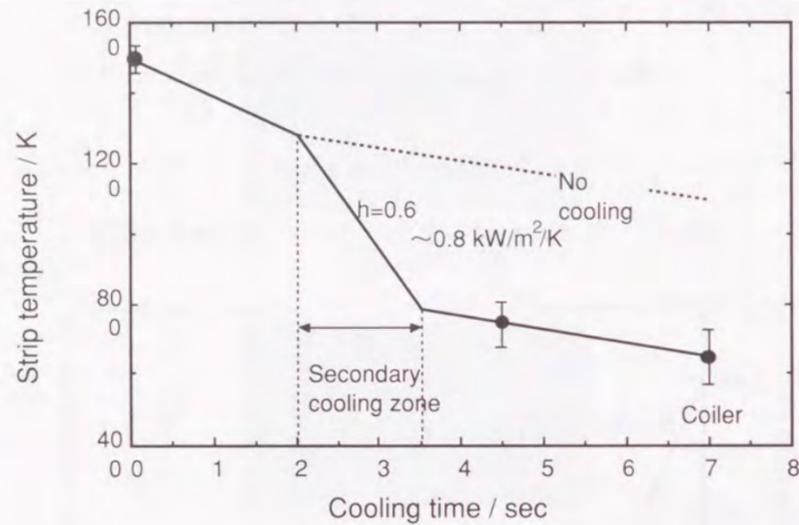


図4-14 二次冷却による薄帯表面温度の変化

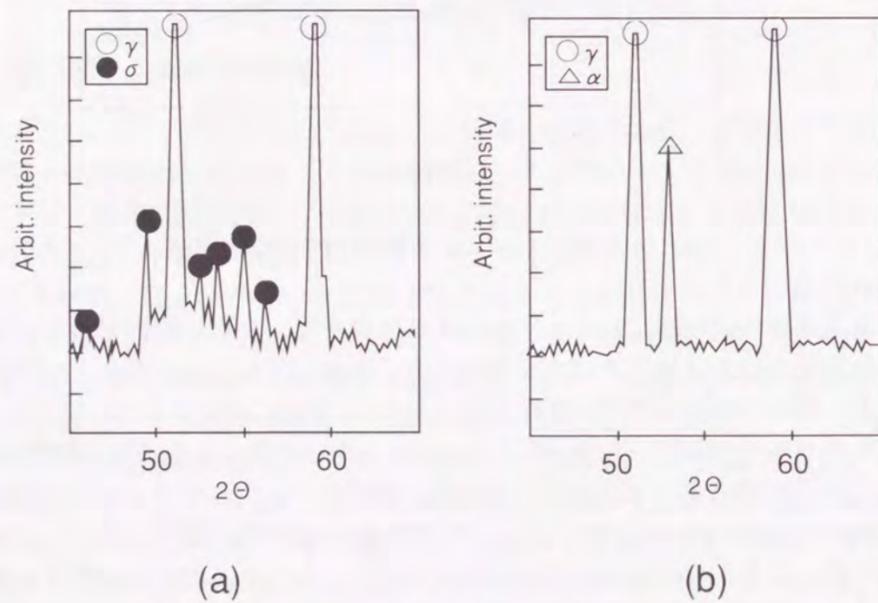


図4-15 X線回折による析出物の比較 (a; 二次冷却無し、b; 二次冷却有り)

写真4-8は抽出レプリカによる薄帯表面の析出物の透過電子顕微鏡観察結果である。写真(a)、(b)とも粒界に析出物が観察される。そこで、析出物を図4-16に示すEDX分析により同定した。その結果、写真(a)はFeCrSi組成の σ 相、写真(b)はFeCrNi組成の α 相と考えられる。これは従来Cr-Ni系ステンレス鋼の溶接部で観察される σ 相²⁹⁾と類似しており、粒界の α 相が母相の γ 相に比べ、Cr濃度が高いため二次冷却を使用しない写真(a)では粒界には σ 相が析出しやすいためであると考えられる。

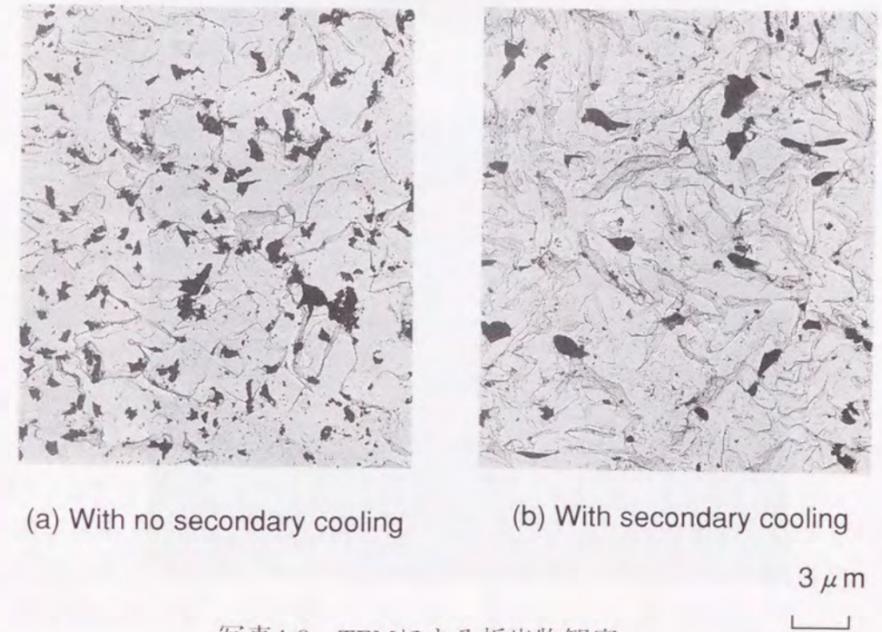


写真4-8 TEMによる析出物観察

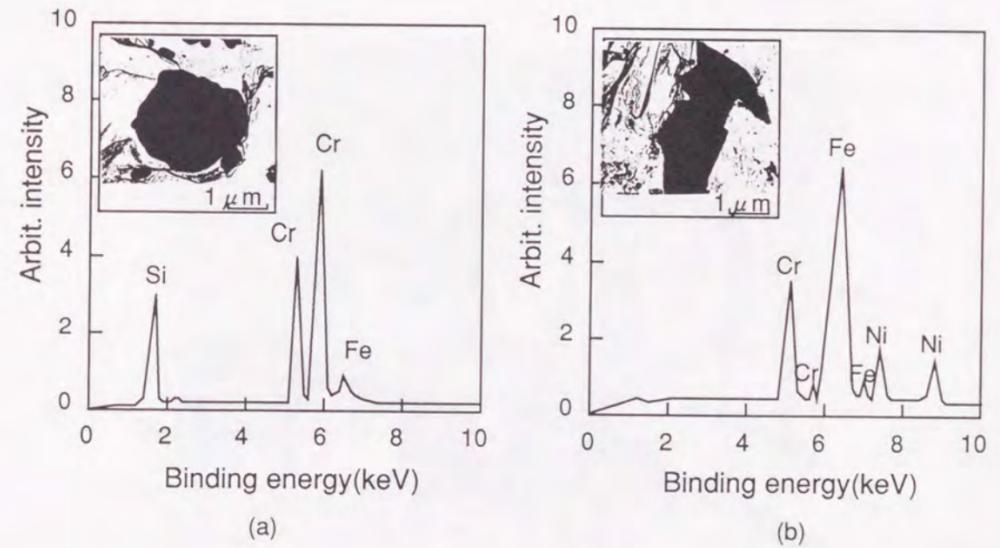


図4-16 EDX分析結果 (a; σ 相、b; α 相)

4.2.5 溶接フープ材の品質特性

铸造した SUS309Z 薄帯の代表的外観を写真4-9に示す。薄帯の表面には、割れ、湯じわ、スカム等の欠陥は無く、良好な外観のコイルが再現性良く得られた。写真4-10には薄帯の両端をトリミングし、両表面をブラシ研磨したコイルの外観を示す。薄帯の表面には約50mm長さのクラックが4か所と約5mm径の孔が3か所観察されたのみである。図4-17に示した欠陥はスリットラインで取り除かれ、その後顧客に溶接フープ材コイルとして出荷された。

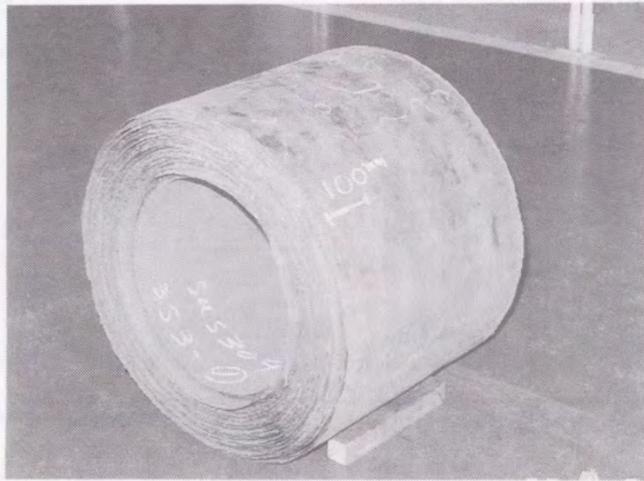


写真4-9 500mm幅铸造コイル外観

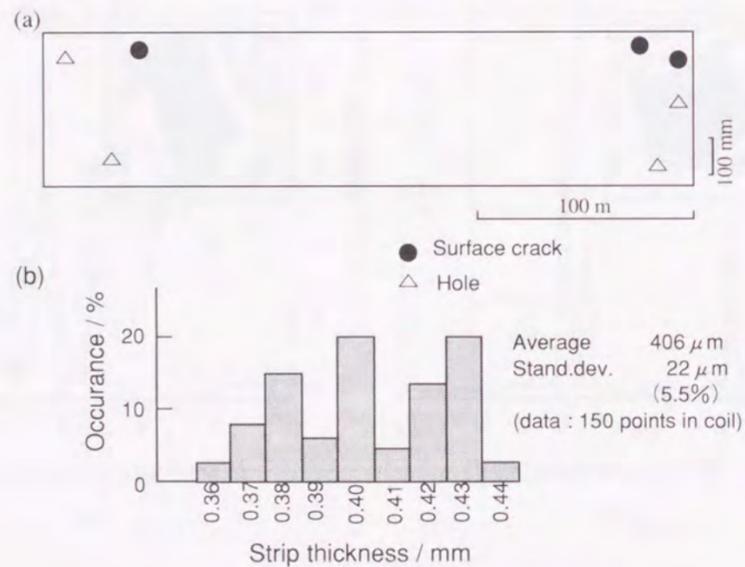


図4-17 SUS309Z溶接フープ材の品質

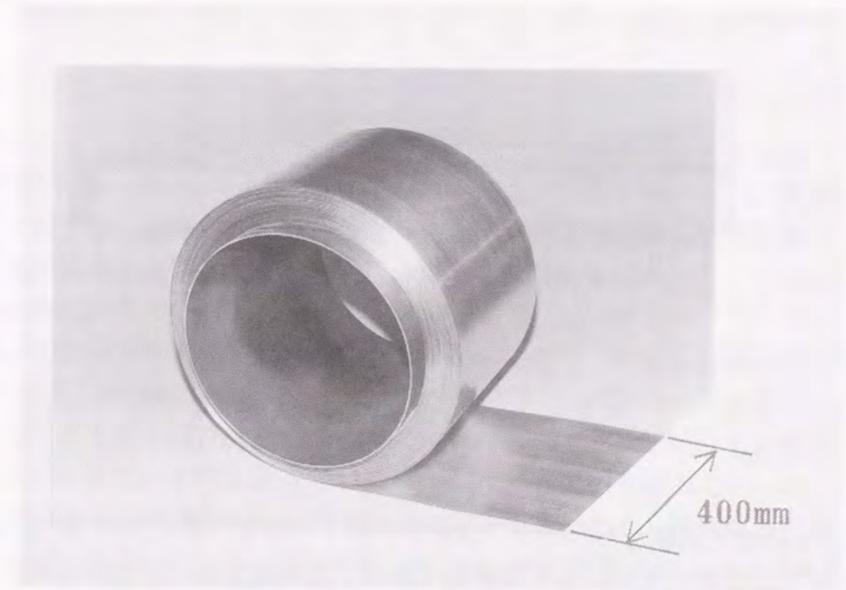


写真4-10 溶接フープ用SUS309コイル外観
(トリミング、ブラシ研磨)

写真4-11に示すように溶接フープコイルをスリット加工にて75mm幅とし、バンド肉盛溶接を行った。写真4-12にバンド溶接後の断面写真を示す。溶接条件は電極幅75mm, 電流1250A, 電圧25V, 送り速度15cm/sでエレクトロスラグ法³⁰⁾により施工した。実験の結果, 溶け込み率9.7%, Cr酸化ロス0.55%と製品上問題はなかった。⁴⁷⁾ なお, 溶け込み率とは溶着金属の内母材に溶け込んだ比率で9~10%が適しており, Cr酸化ロスとは電極表面の酸化物との反応によるCrの歩留まり低下で1%未満で問題ない。



写真4-11 高Crステンレス鋼溶接フープ材

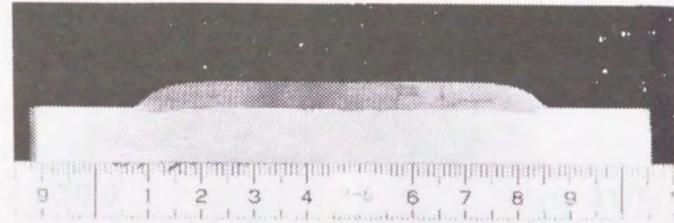


写真4-12 急冷薄帯の溶接試験結果
(溶接ビードの断面観察)

表4-5に本研究で試験した溶接フープ材料のコイル重量，納入時期，結果を示す。試験結果は良好で，小ロットの注文を短納期で納め，実用化された。これらの合金組成を図4-18のFe-Cr-Ni系3元図中に示す。また，図中には実験室規模ならびに半実用規模で製造が可能な組成範囲を示す。従来工程に較べて急冷薄帯法で広範囲の合金組成の薄帯の製作が可能となった。

表4-5 溶接フープ材の試験結果

alloy	coil weight	application	delivery	result
SUS316L	750kg	Rolling roll	62.10-12	Very good
SUS308M	1000kg	Rolling roll	62.10-12	No problem
SUS309Z	800kg	Can	63.1-3	good

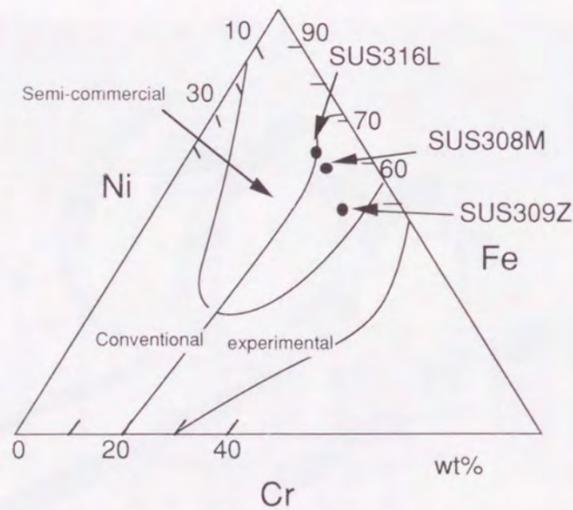


図4-18 Fe-Cr-Ni系3元図
(急冷薄帯の実用化組成範囲)

4.2.6 結言

双ロールキャストの二次冷却の効果を明らかにする目的で，難加工溶接フープ材 SUS309Z (30Cr14Ni) 鋼を中心に高Crステンレス薄帯の铸造実験を行い，薄帯の冷却過程の温度変化を実験と計算により評価した。また，最適な二次冷却条件を得るため，熱処理温度と保持時間の関係を求め，脆化相の析出条件を解析した。以上の実験結果から以下の結論を得た。

- (1) 凝固組織観察からデンドライトの傾きは約10~30度で，等軸晶の厚みは板厚の約20%であった。薄帯のL断面におけるデンドライト一次間隔S1および二次アーム間隔S2を求めると例えば，SUS309Zでは $S1=7\sim16\mu\text{m}$ ， $S2=2.5\sim3.5\mu\text{m}$ で，相山ら²⁴⁾の実験式により，平均冷却速度 $V=3\sim8\times 10^3\text{K/s}$ と計算された。
- (2) SUS309材は焼鈍温度930K，5分間の保持で， σ 相を析出し，脆化がおこる。TTT曲線から二次冷却によるコイル巻取温度の低下は σ 相の析出を防止に有効である。
- (3) スリットラミナーによる水冷却によれば，コイル巻取温度は700K以下で薄帯の脆化は観察されなかった。この時の二次冷却帯での薄帯と水との熱伝達係数 h は $0.6\sim0.8\text{kW/m}^2/\text{K}$ と計算された。
- (4) SUS309Z薄帯のマイクロビッカース硬度 H_v は250 (MPa/9.8)，板厚は $400\mu\text{m}\pm 7\%$ でJIS規格を満足し，薄帯は溶接材料として製品上の問題はなかった。

4-3 Ni基超合金急冷薄帯の凝固特性と材料特性

4.3.1 緒言

超合金は1930年代からのガスタービンの発展に伴って、高温強さの優れた金属材料に対する要求が強まり研究開発されてきたもので、現在までに数百種類以上の超合金が発表または実用化の段階に入っている。超合金はその主要化学成分から、一般にFe基、Ni基、Co基に分類され、いずれも年度が進むにつれ高温強さが逐年向上しており、現在ではNi基超合金が最高位にあり、1.5MPa-100hのクリープ破断強さを与える温度は1323Kに近づいている³¹⁾。Ni基超合金は γ' 相の析出を利用した強析出型合金が多く、化学成分により鍛造合金、鋳造合金に分かれる。用途としては航空機、工業用ガスタービンの翼、ディスク、燃焼室など高温、高負荷にさらされる主要部品やその優れた耐食性から原子炉容器の外壁肉盛材等に広く使用されている。

これらのNi基超合金は非常に難加工性材料で、急冷薄帯法による直接薄板製造の研究も盛んに行われている。例えば、中川ら³²⁾は単ロール法によりMar-M247超合金の急冷薄帯を作製し、この薄帯の押出しにより稠密化したバルク材で1323Kにおける超塑性を確認している。また、安田ら³³⁾は双ロール法によりIN738超合金の急冷薄帯を作製し、高温強度特性と γ' 相粒子径との関係を報告している。これらはいずれも小規模実験に関するもので、品質、特に鋳造欠陥に言及した報告は無い。

さらに、広幅のNi基超合金の急冷薄帯はその製造が難しく、その表面・内部の鋳造欠陥を防止する事が実用化への大きな課題になっている^{34)~36)}。欠陥の形態・程度は鋳造条件や合金種類に大きく依存している。しかし、急冷薄帯プロセスにおける鋳造欠陥に関する報告は少なく、僅かに単ロール法により鋳造された薄帯の凝固遅れ部にポロシティー欠陥が発生する事が報告されている³⁷⁾。このような欠陥を防止するためには、欠陥の発生形態を把握し、その発生機構を解明する事が重要である。

そこで本研究では双ロール法により広幅のNi基超合金薄帯を製造し、各合金組成での凝固組織、ミクロ組織を観察した。また、薄帯の鋳造欠陥の生成状況および発生原因について他鋼種と比較、検討し、その対策として鋳造条件の最適化や溝ロールによる均一凝固技術について研究した。更に、薄帯の高温強度や析出物観察等の結果についても述べる。

4.3.2 合金組成と薄帯の凝固組織

表4-6には双ロール法で作製したNi基超合金薄帯の合金組成を示す。内IN600,IN606は耐食性の肉盛硬化材として、IN617,Mar-M247はメタルハニカム断熱壁、化学容器として期待される材料である。いずれも通常の圧延工程では作製が難しい難加工材である。

写真4-13に薄帯の断面組織を示す。写真(a)では粗い柱状晶が目立ち、一部粒成長が観察される。写真(b),(c)では微細な柱状晶が両表面から中央部へ向かって成長しており、中央部には約10%程度の等軸晶が観察される。写真(d)では微細な柱状晶が両表面から成長し、中央部の等軸晶帯にはキャビティが観察される。写真4-14に薄帯の表面組

織を示す。IN600のみ粗粒と微細粒の混合組織である。表面層のデンドライト組織は数 μ mの粒径でいずれも均一に分散している。

表4-6 Ni基超合金の化学組成 (wt%)

Alloy	Chemical Composition (wt%)											
	Ni	Cr	Co	Mo	W	Nb	Ti	Al	Fe	Ta	Hf	C
Inconel600	bal	17	—	—	—	—	0.3	—	8	—	—	0.08
Inconel606	bal	20	—	—	—	2.5	0.3	—	1.5	—	—	0.08
Inconel617	bal	22	13	9	—	—	—	1	—	—	—	0.07
Mar-M247	bal	8	9.2	0.5	9.4	—	0.7	5.6	—	3	1.4	0.07

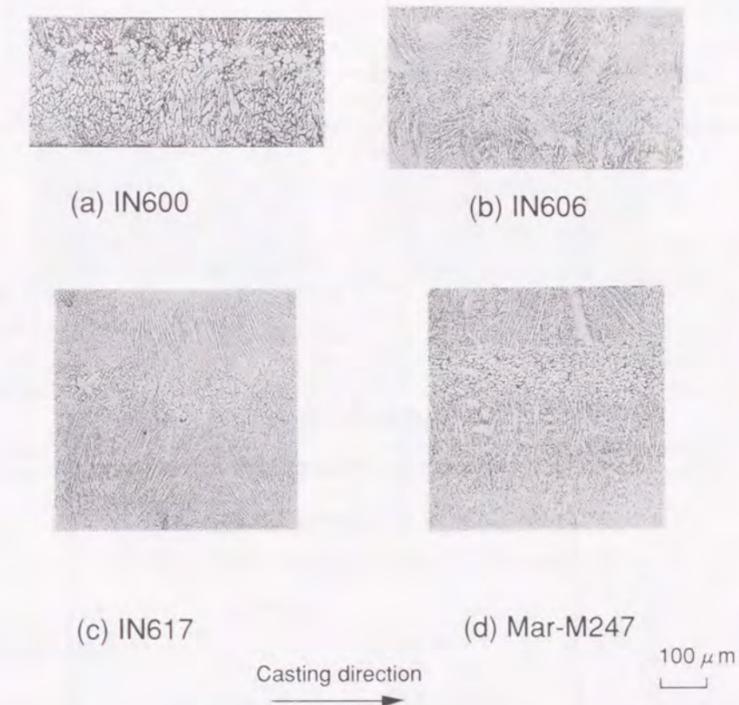


写真4-13 Ni基超合金薄帯の断面組織

写真4-13から表面層での二次デンドライトアーム間隔 S_2 を求めると2.0~3.5 μ mとなる。Mehrabianの式³⁸⁾に基づき、冷却速度 V を求めるとおよそ $1\sim 3 \times 10^3$ K/sと推定される。ここで本研究において双ロール法で作製した薄帯のデンドライトアーム間隔および板厚の関係を図4-19に示す。表4-7には既に前節で紹介した高珪素鋼薄帯、高Crステンレス鋼に加え、Cu合金、Al合金等も含めて各合金組成と一次、二次アーム間隔、板厚、等軸晶率、冷却速度の計算値を示す³⁹⁾。表4-8には計算に用いたアーム間隔と冷却速度

の関係式を示す。図からデンドライトアーム間隔と薄帯の板厚には以下の関係が成立する事が判った。

$$S1 \propto t \text{ ----- (11)}$$

$$S2 \propto t^{1/3} \text{ ----- (12)}$$

但し、S1；一次アーム間隔（ μm ），S2；二次アーム間隔（ μm ），t；板厚（ μm ）である。

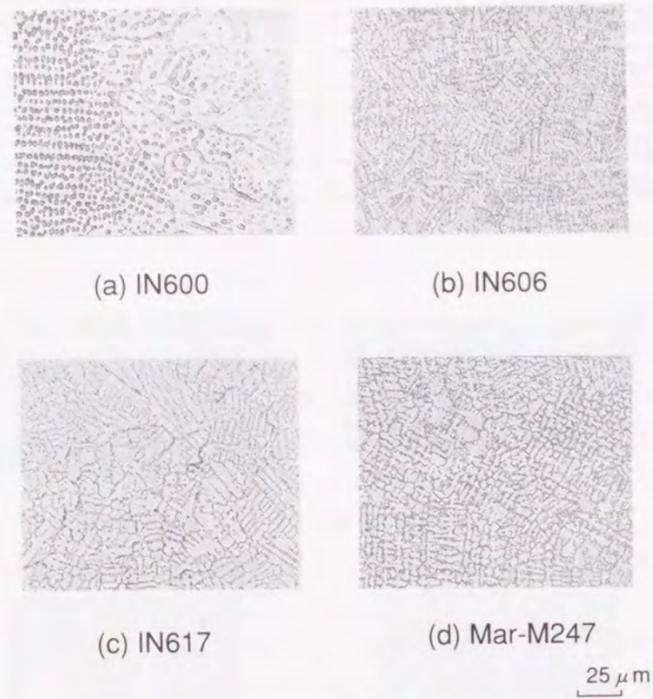


写真4-14 Ni基超合金薄帯の表面組織

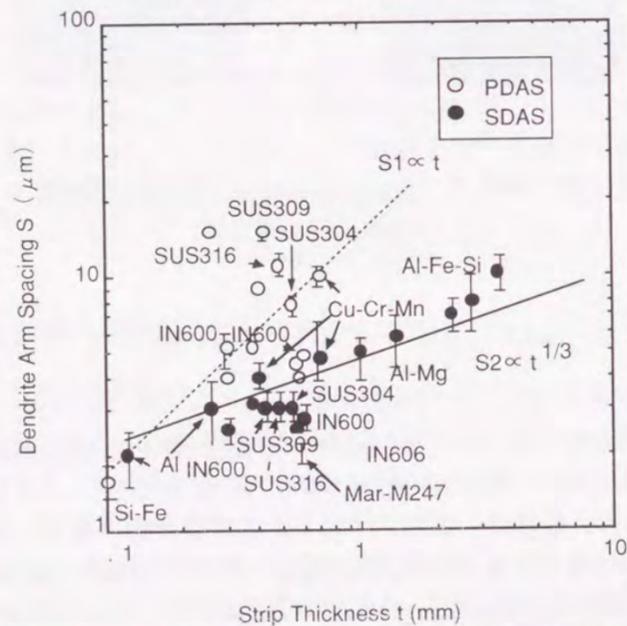


図4-19 板厚とデンドライトアーム間隔の関係

表4-7 デンドライトアーム間隔と冷却速度（計算結果）

Alloys	SDAS (μm)	Cooling rate ($\times 10^3 \text{K/s}$)	FDAS (μm)	Cooling rate ($\times 10^3 \text{K/s}$)	Thickness (mm)	Equiaxed zone ratio (%)
SUS304	2.5~3.5	10.0~20.0	7.0~8.5	20.0~35.0	0.54	20
SUS309	2.5~3.5	10.0~20.0	14.0~16.0	3.0~9.6	0.42	20
SUS316	2.5~3.5	10.0~20.0	10.0~12.0	7.2~12.0	0.48	20
IN600	2.2~2.8	1.6~3.0	4.5~6.0	-	0.3	16.7
	2.5~3	1.3~1.8	4.8~5.0	-	0.6	0
IN606	2.8~3.5	0.8~1.6	4.5~6.0	-	0.38	17.1
IN617	2.0~3.0	1.3~4.3	4.0~5.0	-	0.56	9
MarM247	1.7~2.3	3.0~7.0	3.5~4.5	-	0.58	13.3
Si-Fe	-	-	3.0~5.0	3.0~8.0	0.3	33
	-	-	1.4~1.7	25.0~37.0	0.1	0
Cu-Cr-Mn	4.0~5.5	4.6~10.0	9.0~11.0	-	0.7	5.7
	3.5~4.5	7.5~14.0	8.0~10.0	-	0.4	0
Al	2.0~4.0	1.0~7.7	10.0~20.0	-	0.26	0
	1.5~2.5	4.0~18.0	-	-	0.12	33
Al-Fe-Si	8.5~12.0	0.04~0.11	-	-	3.5	17.1
	6.0~10.0	0.07~0.3	-	-	2.8	0
	6.0~8.0	0.13~0.3	-	-	2.3	17.4
Al-Mg	4.5~7.0	0.2~0.7	-	-	1.4	14.3
	4.0~6.0	0.3~1.0	-	-	1	14

表4-8 デンドライトアーム間隔と冷却速度の関係式

Alloys	Relation between CR and DAS	Reference
Cu alloy	$S2 = 160 \times V^{-0.4}$	Grant equation
Al alloy	$S2 = 42 \times V^{-0.34}$	Spear equation
Ni base alloy	$S2 = 33.85 \times V^{-0.34}$	Mehrabian equation
Stainless steel	$S1 = 247 \times V^{-0.34}$	Sugiyama equation
	$S2 = 292 \times V^{-0.48}$	
Silicon steel	$S1 = 270 \times V^{-0.5}$	Kishitake equation

S1 : Primary dendrite arm spacing

S2 : Secondary dendrite arm spacing

4.3.3 ミクロ組織の観察

図4-20に薄帯表面のX線回折結果を示す。4種類の合金は母相が γ 相単体であるが、IN617, Mar-M247合金では微細な炭化物相が検出されている。写真4-15にはTEM観察結果を示す。 casting後の薄帯には転位があまり観察されず、一部双晶や小傾角粒界が観察されるのみで圧延による塑性変形が軽度である事が伺える。第三章で述べたように本研究で取り扱う双ロールプロセスはほぼキス点凝固完了型であるため圧延によるミクロ組織への影響が少ないためであろう。

写真4-16はMar-M247薄帯のTEM写真である。微細なセル構造で構成され、電子線回折によれば約0.1 μm の γ' 相が観察される。写真4-17には抽出レプリカによるTEM写真を示す。EDX分析によれば粒界にはMC型炭化物や $M_{23}C_6$ 炭化物が観察され、これらの結果はX線回折の結果と一致した。

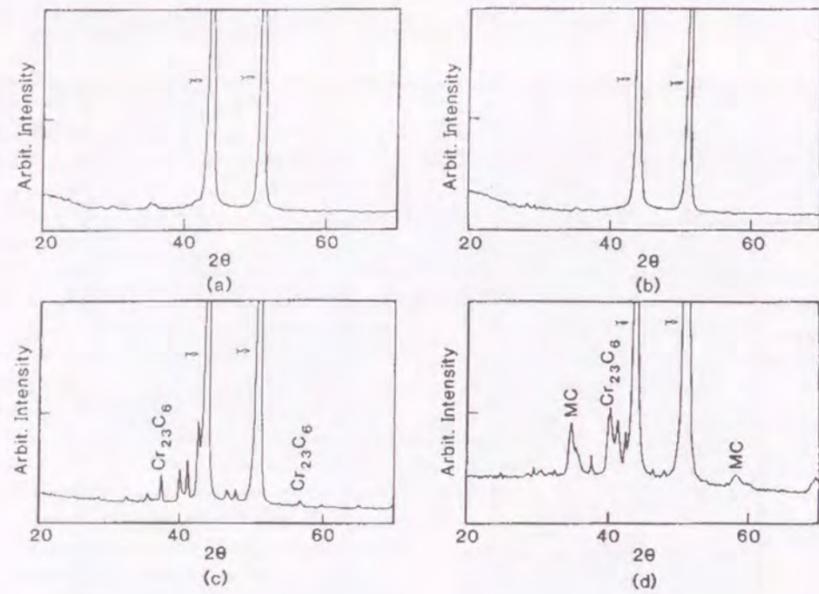


図4-20 Ni基超合金薄帯のX線回折パターン
(a) IN600, (b) IN606, (c) IN617, (d) Mar-M247

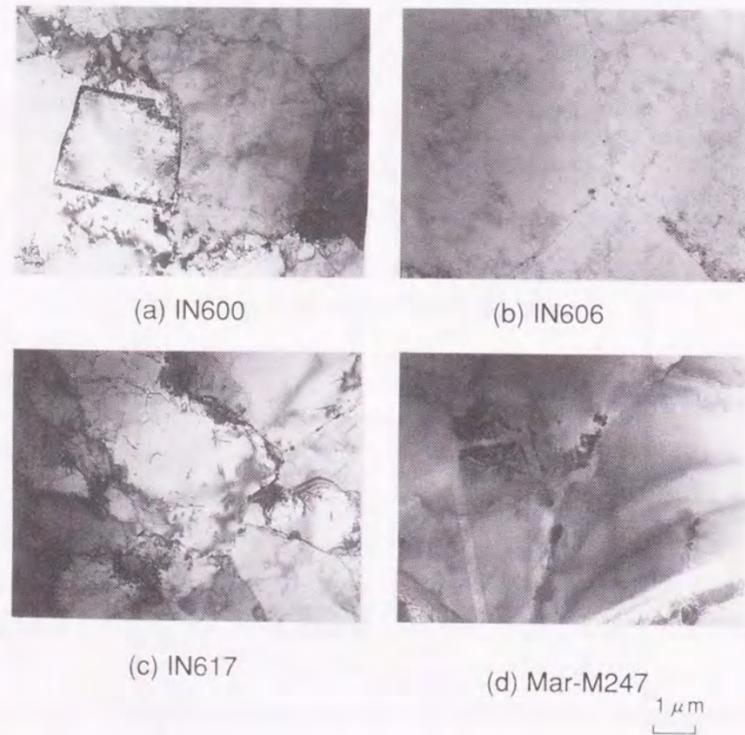


写真4-15 Ni基超合金薄帯のTEM観察



写真4-16 Mar-M247薄帯のTEM観察
(セル構造)

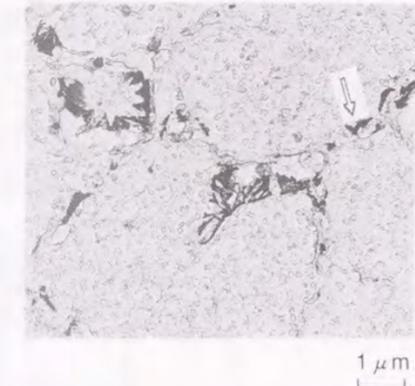


写真4-17 Mar-M247薄帯のTEM観察
(粒界での炭化物析出物)

4.3.4 表面および内部欠陥の低減

Ni基超合金に発生する凝固欠陥は写真4-18に示すように主に引け巣(内部)、割れ、二重肌(表面)に分類され、ステンレス鋼薄帯では殆ど観察されなかった。山根ら^{34) 40)}はIN600とSUS304薄帯の幅方向の铸造欠陥分布を調べ、断面内の欠陥が占める面積率により整理している。IN600ではSUS304の10倍の欠陥が発生しており、サイドダムを使用していないため、パドル高さの低い薄帯の両端部で铸造欠陥が多発していると報告している。

図4-21に示す溝ロールによりIN600薄帯を作製した。写真4-19には铸造後の薄帯の幅方向断面観察結果を示す。写真(a)は平ロールを用いた場合、写真(b)は溝幅0.2mm、ピッチ2mm、深さ0.1mmの縦溝ロールを用いた場合である。平ロールを用いた場合、薄帯の中央部である最終凝固位置に引け巣が観察され、表面にはクラックが発生している。一方、溝ロールでは全く铸造欠陥が観察されなかった。

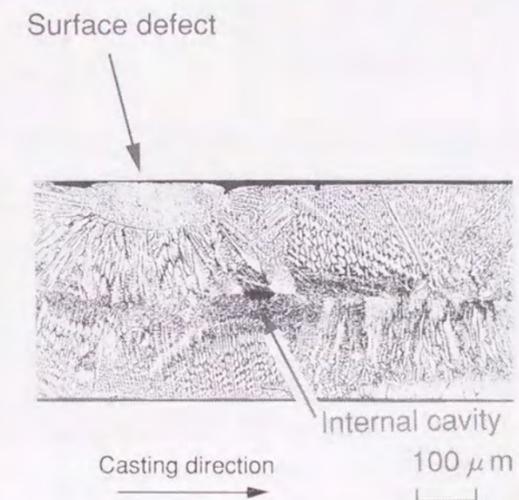
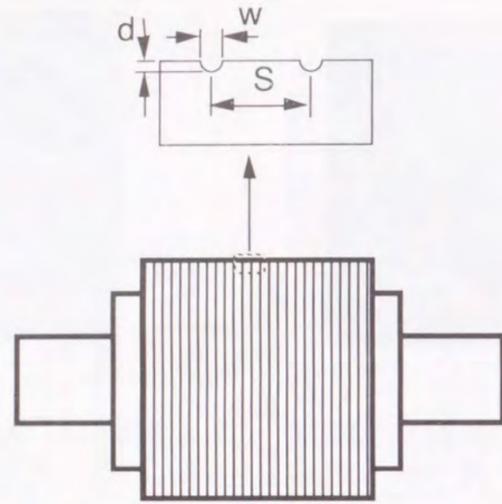


写真4-18 Ni基超合金急冷薄帯の凝固欠陥



Longitudinal groove

Groove interval	S : 1, 2 mm
Groove width	w : 0.15, 0.2 mm
Groove depth	d : 0.05, 0.1 mm

図4-21 溝ロールの仕様

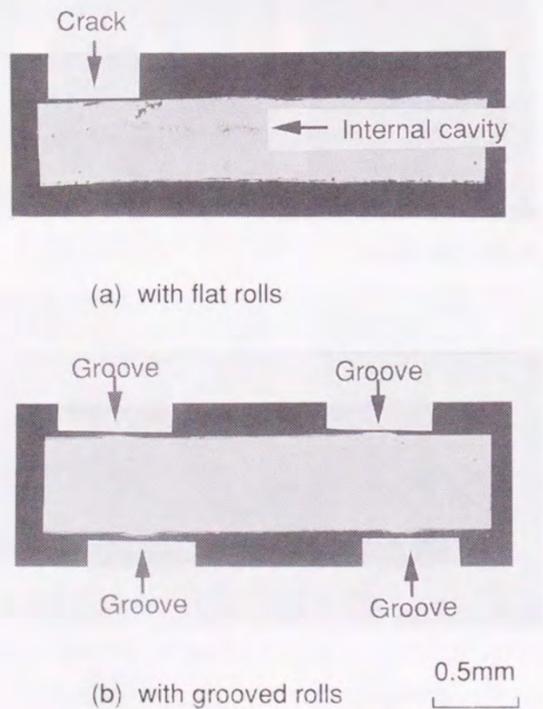


写真4-19 薄帯の幅方向断面形状
(a)平ロールと(b)溝ロールの比較)

このようなNi基超合金の鑄造欠陥、特に引け巣の要因としては、

- (1) 凝固収縮率が高い
- (2) 溶鋼供給不良が生じやすい凝固形態
- (3) 凝固シェルの温度ムラによるシェルの変形

が考えられる。例えば、凝固収縮率^{41), 42)}に関しては表4-9に示すように、Ni基合金はFe基合金に比べて大きい。引け巣発生の容易さと定性的な関連も考えられるが、凝固形態に照らし合わせ考察するため以下に述べる凝固伝熱解析を行った。

表4-9. 金属の凝固収縮率

Material	Shrinkage(%)
Pure Cu	3.8
Pure Al	6.8
Pure Fe	3.0
0.25C-0.25Si-0.6Mn-Fe	3.8
Pure Ni	4.8
98Ni-1.5Si-0.1C	6.1

図4-22にIN600,SUS304薄帯について板厚の平均値とビデオ観察によるパドル高さの関係を示す。更に、第2章で述べた図2-20に示した次元凝固伝熱解析を用いて熱伝達係数を推定した。計算条件を表4-10に示す。計算の結果、溶鋼とロール間の熱伝達係数 hm は平ロールを用いた場合、SUS304では $hm=24.3\text{kW/m}^2/\text{K}$ 、IN600では $hm=16.7\text{kW/m}^2/\text{K}$ となりインコネル合金はステンレス鋼に比べ冷却ロールへの熱伝達が小さい。これは表4-9に示すように凝固収縮率の大きいNi基合金では凝固シェルの変形が大きく、凝固シェルと冷却ロール間にギャップが発生し、熱伝達係数が低下するものと推定される。一方、溝ロールを用いると熱伝達は約30%程度改善され、インコネル合金でもステンレス鋼とほぼ同じ凝固形態が可能となる。

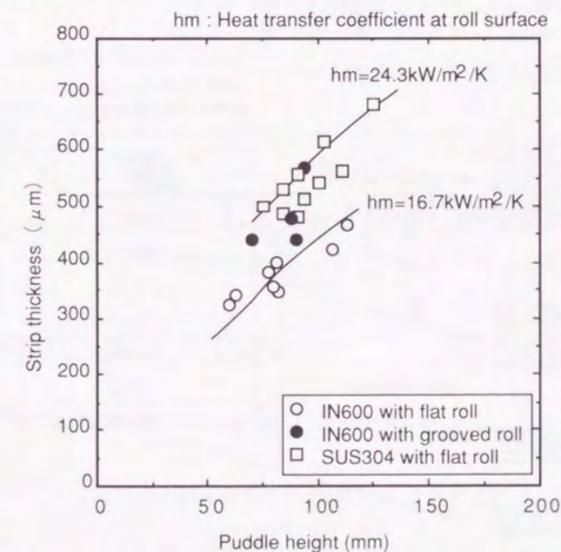


図4-22 パドル高さ と 板厚の 関係 (熱伝達係数の推定)

表4-10 凝固計算に用いた物理定数

Liquidus temperature :	1823K
Solidus temperature :	1723K
Latent heat :	297 kJ/kg
Thermal conductivity	
alloy (steel) :	29W/m/K
roll (copper) :	290W/m/K
Heat transfer coefficient	
alloy and roll :	16.7, 24.3kW/m ² /K *
roll and water :	42kW/m ² /K
Roll-sleeve thickness :	20mm
Casting speed :	2m/s
Roll diameter :	550mm

* Experimentally obtained for Inconel 600 in Fig.8.

次に、冷却ロールでの凝固遅れ部の液相残存形態の差を推定するため直接差分法による二次元凝固伝熱計算を行った。図4-23に計算のモデルを示す。計算条件は以下の通りである。

- (1) 計算はパドルを水平方向に切る二次元平面で行う。
- (2) 冷却ロール上で熱伝達係数は一定とする。
- (3) ロール内の熱伝達計算は行わず、一次元凝固伝熱計算で得られたロール表面温度を時間の関数として与える。
- (4) 凝固シェルはロールから離れた後、対流、ふく射熱伝達で放熱する。
- (5) パドル内でキス点に近づくにつれロール間距離が狭くなり、各断面内の溶鋼量は減少する。よって、二次元断面でロールから最も離れた側のメッシュ列をロール間距離の減少に合わせて除去し、残ったメッシュの温度分布を用いて次のタイムステップを計算する。
- (6) 凝固計算は温度回復法によって行う。

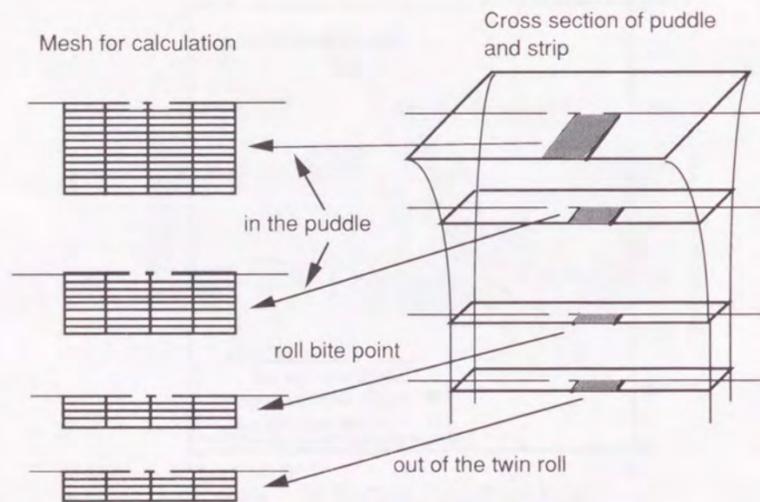


図4-23 計算モデル

以上の条件下で表4-10に示す物性値を用いて平ロール、溝ロールについて計算した。計算はインコネル合金に関してロール径550mm、ロール周速2m/s、パドル高さ75mmで行った。本計算において、抜熱不均一の凝固シミュレーションとするため、図4-24のように熱伝達係数の小さい部分（凝固遅れ部想定）を与えた。この抜熱不良部の熱伝達係数としては、実際に生じた空孔と同程度の未凝固部が計算結果として現われる $hm=11.5kW/m^2/K$ を用いた。計算結果を図4-25に示す。図中のメッシュ内にはロールキス部より下方に出てきた薄帯内の固相率が示してある。平ロールに比べ、溝ロールの方が液相の残存距離が短く、図4-26に示す凝固形態が推定される。ロールでの抜熱不良部が発生すると平ロールではロールキス部から最終液相残存点までの距離が46mmと長くなり、したがって溶鋼の供給が困難になりやすい。これは一つにはロール表面での熱伝達係数が小さい事に起因する事と考えられる。一方、溝ロールでは溝部での凝固が優先的で薄帯のロール表面への拘束となり、局所的な抜熱低下を防ぐとともに、凝固シェルの変形を抑制し、ロール表面での熱伝達係数が増加する。この結果、ロールキス部から最終液相残存点までの距離が6mmと短くなり、その結果溶鋼供給距離が短く、最終凝固位置での引け巣欠陥の発生を少なくしていると推定される。なお、同様な効果は溶鋼湯面高さを150mmに大きくした場合（板厚を厚くする）の計算結果でも報告されている。

すなわち、インコネル合金に発生する凝固欠陥はサイドダムを用いた湯面制御や溝ロールにより防ぐ事はでき、欠陥の少ない高珪素鋼や高Crステンレス薄帯と同等の品質を提供できる。

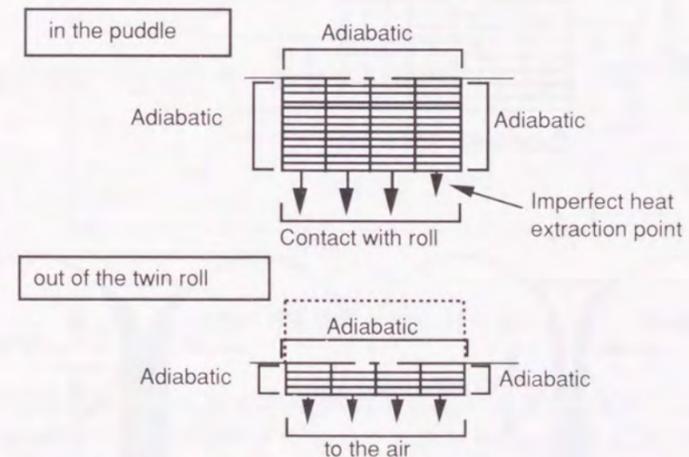


図4-24 境界条件

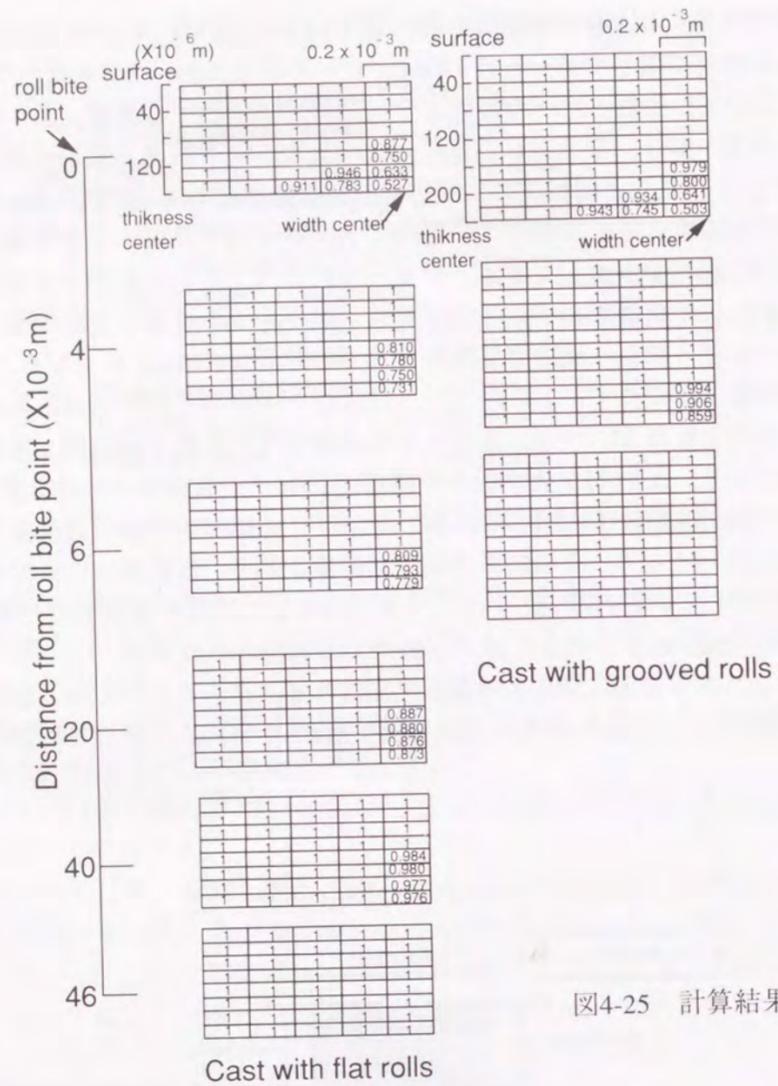


図4-25 計算結果

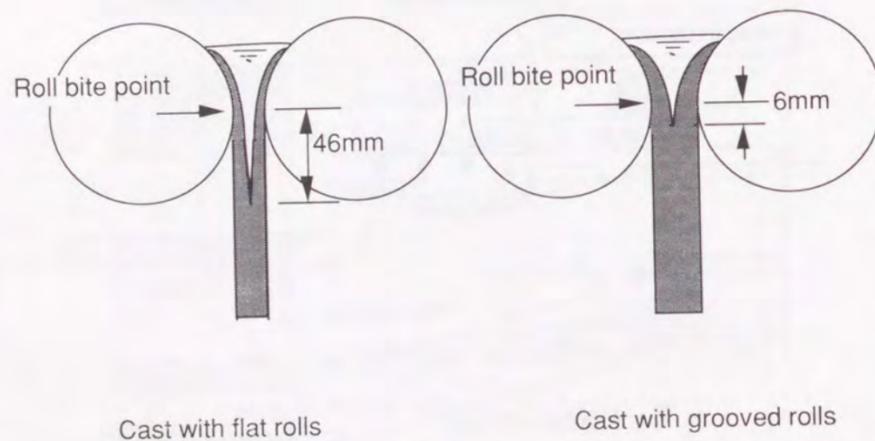


図4-26 最終凝固点位置の計算結果

4.3.5 Ni基合金薄帯の機械的性質

表4-11に常温でのNi基超合金の鋳造方向(L方向),幅方向(C方向)の試験片の引張強さ,伸び,ビッカース硬度を示す。試験片の形状は図4-27に示す。試験片は平行部幅12.5mm,長さ60mmの板状とし,放電加工で表面研磨(ブラッシングと砥石研磨)後の薄帯から切り出し,両表面と側面を#800エメリー紙で研磨した。インストロン型引張試験機により歪速度一定(0.02/min)で種々の温度で試験した。試験結果からいずれもL方向試験片の強度,伸びとも大きい事がわかる。これは双ロール法による鋳造時にロール間の圧下力による薄帯への塑性変形が生じ,加工硬化が発生したものと考えられる。特に,Mar-M247合金は常温において大きな引張強さ,ビッカース硬度を有している。

表4-11 室温におけるNi基超合金薄帯の機械的性質

Alloy	Section	Tensile Strength (MPa)	Elongation (%)	Hardness (MPa/9.8)
Inconel 600	L	450~540	4~7	202~226
Inconel 600	C	290~350	3~6	200~224
Inconel 606	L	650~700	8~10	284~318
Inconel 606	C	470~560	4~6	257~280
Inconel 617	L	540~600	10~12	255~274
Inconel 617	C	530~570	7~11	252~259
Mar-M 247	L	900~1000	0.5~2	524~532
Mar-M 247	C	540~870	0.5~1	520~532

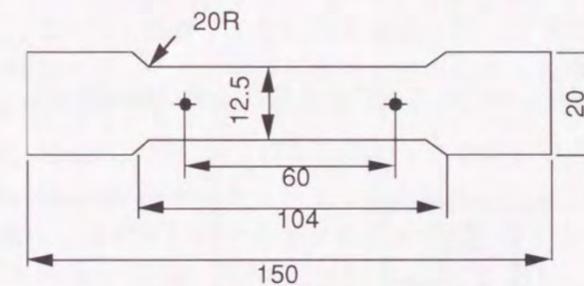


図4-27 引っ張り試験片形状

写真4-20には引張試験片の破断面のSEM観察結果を示す。IN600では板厚中央部のデンドライト間の粗粒部で破断が発生しており,凝固欠陥も観察される。IN606,IN617とも良く似たディンプル破面が観察され,延性を有している。Mar-M247ではシェル状の脆性破断面が観察され,破断は粒内で発生している。

図4-28,4-29に高温での引張試験の結果を示す。図4-28からMar-M247以外はいずれも試験温度の上昇とともに軟化が観察された。図4-29においてもMar-M247以外はいずれも伸びが低下している。一方,Mar-M247は良好な高温強度を示し,1023Kでの伸びの改善が観察された。これは焼鈍によって写真4-15に示した粒界に析出していた炭化物が溶解し,かつ γ 相の粗大化が抑制されたためであると考えられる。

以上、これらのNi基超合金は耐熱材料や溶接材料を試作し、重工メーカー他で肉盛りテストを行ったが、板厚偏差や内部欠陥の問題が残った。しかし、一部耐食性肉盛ロール用材料としてIN606合金を実用化した^{23), 36), 43)}。

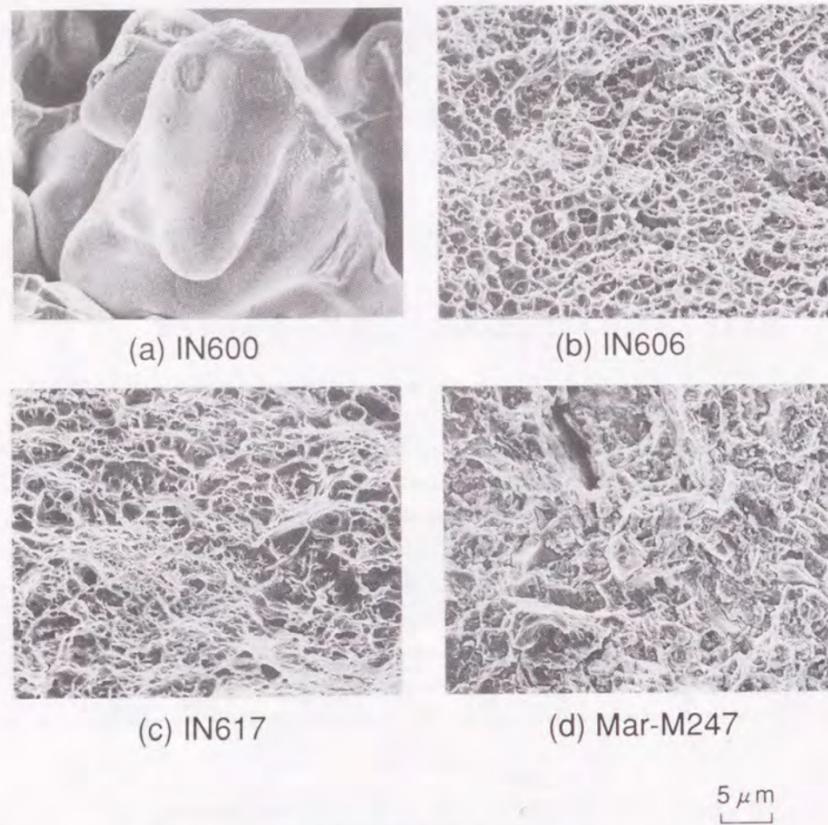


写真4-20 Ni基超合金薄帯の破面 (SEM観察)

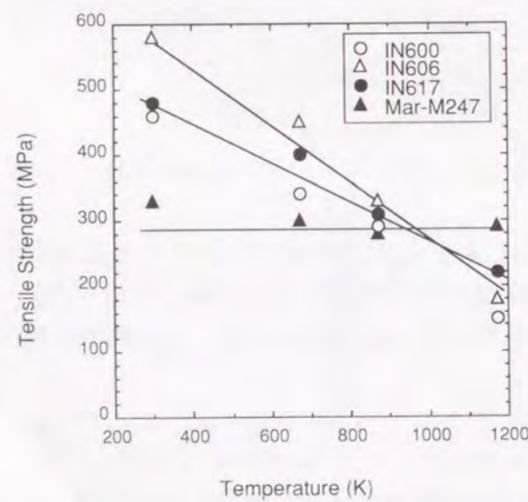


図4-28 Ni基超合金薄帯の高温強度

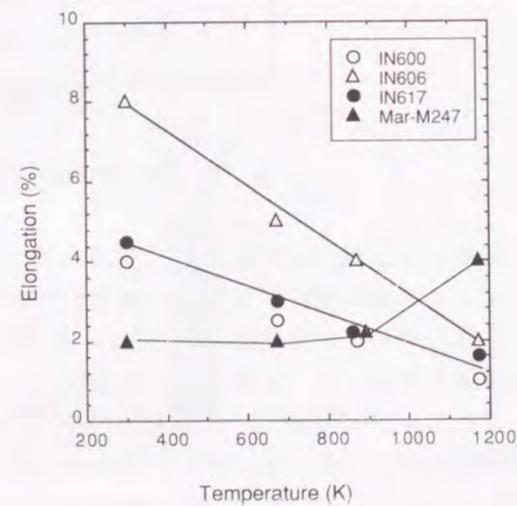


図4-29 Ni基超合金薄帯の高温伸び

4.3.6 結言

本研究ではNi基超合金薄帯の凝固特性と材料特性に関して、各合金組成での凝固組織、ミクロ組織を観察し、薄帯の機械的特性を測定した。また、薄帯の铸造欠陥の生成状況および発生原因について他鋼種と比較しながら比較、検討し、その対策として铸造条件の最適化や溝ロールによる均一凝固技術について述べた。以上の実験および計算結果から以下の結論を得た。

- (1) 双ロール法によりIN600, IN606, IN617, Mar-M247の4種類のNi基超合金急冷薄帯を作製した。これらの薄帯の断面組織はIN600のみ粗い柱状晶が観察されたが、他の合金は微細なデンドライト組織で板厚中央部には等軸晶が観察された。例えば、IN617の表面層の二次デンドライトアーム間隔 S_2 は $2\sim 3\ \mu\text{m}$ で、冷却速度 V は $1.3\sim 4.3 \times 10^3\ \text{K/s}$ と推定される。
- (2) 高珪素鋼、ステンレス鋼、Ni基超合金、Al合金、Cu合金等双ロール法で作製した急冷薄帯の1次、2次デンドライトアーム間隔と板厚の間には式 $S_1 \propto t$, $S_2 \propto t^{1/3}$ の関係が成立する。但し、 S_1 ; 一次アーム間隔 (μm), S_2 ; 二次アーム間隔 (μm), t ; 板厚 (μm) である。
- (3) Ni基超合金に発生する凝固欠陥は主に引け巣、表面割れ、二重肌で、溝幅0.2mm、ピッチ2mm、深さ0.1mmの縦溝ロールを用いる事により大幅に欠陥の発生は低減できる。
- (4) 凝固伝熱計算の結果、溶鋼とロール間の熱伝達係数 hm は平ロールを用いた場合IN600では16.7, SUS304では24.3kW/m²/Kとなる。溝ロールを用いた場合、熱伝達は30%改善され、インコネル合金でもステンレス鋼とほぼ同じ凝固形態が可能となる。
- (5) インコネル合金では熱伝達係数が小さく、抜熱不良部が発生すると凝固遅れ部の液相がステンレス鋼に比べ長く残存する形になり凝固欠陥となりやすいが、サイドダムによる湯面高さの増加や溝ロールにより凝固遅れ部の長さを低減できる。
- (6) 常温での引張強さ、伸び、ピッカース硬度はいずれも铸造方向が幅方向より大きい。破面観察の結果、IN600は粗粒および欠陥部による破断が見られ、IN606, 617は延性破面が観察され、Mar-M247ではシェル状の脆性破面が観察された。
- (7) これらのNi基超合金は耐熱材料や溶接材料を試作し、重工メーカー他で肉盛りテストを行ったが、板厚偏差や内部欠陥の問題が残った。しかし、一部耐食性肉盛ロール用材料としてIN606合金を実用化した^{23), 36), 43)}。

参考文献

- 1) A.Schulze : Z. Physik, 50 (1928) , 448.
- 2) 増本量,山本達治 : 日本金属学会誌, 1 (1937) , 127.
- 3) W.E.Ruder : Proc. I. R. E., (1942) , 437.
- 4) 升田貞和,有泉孝,木村幸雄,藤田文夫,岡見雄二,高田芳一 : 材料とプロセス, 7 (1994) , 829.
- 5) 松本正人,谷口一幸,安中弘行,十代田哲夫 : 材料とプロセス, 4 (1991) , 1002.
- 6) K.Narita and M.Enokizono : IEEE Trans. Mag., MAG-14, (1978) , 258.
- 7) 小沢三千晴,山根浩志,三宅苞,行本正雄,菅孝宏 : 川崎製鉄技報, 21 (1989) , 3, 182.
- 8) 五弓勇雄,阿部秀夫 : 珪素鋼板, (1955) , 164. (コロナ社)
- 9) 津屋昇,荒井賢一 : 固体物理, 13 (1978) , 8.
- 10) K.Narita : IEEE Trans. Mag., MAG_16, (1980) , 517.
- 11) 荒井賢一,堤竹秀樹,大森賢次 : マグネテックス研究会資料, MAG-84-54, (1984) .
- 12) 杉谷泰夫,中村正宣,白井善之,岡壽卓,吉原正裕 : 鉄と鋼, 71 (1985) , A253.
- 13) 竹内英磨 : 第153回西山記念講座(日本鉄鋼協会) , (1994) , 259.
- 14) 岸武晴彦,岡本平 : 鉄と鋼, 63 (1977) , 3, 425.
- 15) T.Kan, Y.Ito and H.Shimanaka : J. Magn. Mater., 26 (1982) , 127.
- 16) F.Kogiku, M.Ozawa, K.Shibuya, H.Yamane and T.Kan : Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 26 (1986) , 141.
- 17) S.Miyake, H.Yamane, M.Yukumoto, M.Ozawa and T.Kan : Proc. 1st Jpn Int. SAMPE Symp. on New Mater. and Processes for the Future, Tokyo, (1989) , 752.
- 18) 長島信一,野田真人,佐々木均,天野景樹,松井正之 : 材料とプロセス, 6 (1993) , 1140.
- 19) 森川広,石丸淳,山内隆,長谷川守弘 : 日新製鋼技報, 67 (1993) , 34.
- 20) K.Shibuya, F.Kogiku, M.Yukumoto, S.Miyake, M.Ozawa and T.Kan : Proc. 6th Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals, Vol.2 (1987) , 25.
- 21) 山根浩志,三宅苞,行本正雄,渋谷清,小沢三千晴 : 材料とプロセス, 2 (1989) , 1299.
- 22) 行本正雄,山根浩志,小沢三千晴 : 材料とプロセス, 6 (1993) , 256.
- 23) S.Miyake, H.Yamane, M.Yukumoto and M.Ozawa : ISIJ Int., 31 (1991) , 689.
- 24) 梶山正孝,梅田高照,松山隼也 : 鉄と鋼, 60 (1974) , 1094.
- 25) 溝口利明,宮沢憲一 : 鉄と鋼, 81 (1995) , 58.
- 26) R.Blower and G.J.Cox : JISI, (1970) , 55, 769.
- 27) J.Barcik : Metall.Trans., A. 4A (1983) , 635.
- 28) 日本鉄鋼協会熱経済技術部会報告 : 鋼材の強制冷却, (1978) , 206.
- 29) 鈴木春義,田村博 : 溶接金属学(産報出版) , (1978) , 225.
- 30) 川崎製鉄カタログ, MAGLAY法.
- 31) 鉄鋼材料便覧, 1 (1988) , 176.
- 32) 中川幸也,吉沢廣喜,寺島久恵 : 石川島播磨技報, 28 (1988) , 1, 1.
- 33) 安田健,岡山昭,児玉英世,諏訪正輝 : 粉体及び粉末冶金, 38 (1991) , 5, 86.
- 34) 山根浩志,行本正雄,三宅苞,小沢三千晴 : 製鋼第19委員会凝固現象協議会 第70回研究会(日本学術振興会) , 1990, 5-1.
- 35) H.Yamane, M.Yukumoto, S.Miyake and M.Ozawa : 10th PTD Conf. Proc., (1992) , 343.
- 36) M.Yukumoto and H.Yamane : Steelmaking Conf. Proc., 78 (1995) , 19.
- 37) 山下庄平,杉谷泰夫,吉田毅 : 材料とプロセス, 3 (1990) , 209.
- 38) R.Mehrabian : Proc.Int. Conf. on Rapid Solidification Processing, (1977) , 9.
- 39) 行本正雄,田口整司 : 材料とプロセス, 7 (1994) , 1190.
- 40) 山根浩志,行本正雄,三宅苞,小沢三千晴 : 材料とプロセス, 5 (1992) , 1682.
- 41) 日本鑄物協会編, 第3版 鑄物便覧, (1973) .
- 42) W.Betteridge, Nickel and Its Alloys, John Wiley and Sons. New York, (1984) , 9.
- 43) M.Yukumoto and H.Yamane : ISIJ Int., 35 (1995) , 6, 778.
- 44) 一柳隆治, 大中逸雄, 立岡秀久, 山内勇 : 日本金属学会誌, 50 (1986) , 10, 927.
- 45) M.Gensamer and C.E.Lacy : Trans., ASM 32 (1944) , 88.
- 46) R.M.Bozorth : Ferromagnetism, van Nostrand Co. (1951) .
- 47) 行本正雄, 山根浩志 : 鉄と鋼, 82 (1996) , 11月号掲載予定

第5章 総括

近年、鉄鋼業を中心として各企業において急冷薄帯鋳造法の実証機規模、例えばトンオーダーでの鋳造実験や板幅も数100mmからメートル幅への開発が報告されている。工程化技術の最大の課題は鋳造の安定化と鋳片の表面及び内部品質の向上であるが、これらの課題の詳細な考察や系統的な研究例は未だ報告されていない。前者は注湯の幅方向均一化、サイドダムのシール強化、鋳造開始時の搬送、巻取方法、ロール形状制御法等の技術課題、後者は表面割れ、引け巣、マイクロ偏析、結晶組織等の研究課題が考えられる。

本研究は以上に述べた鋼を中心とした急冷薄帯法の実用化に関して現状の鋳造技術や鋳片の品質がもつ問題点を解決し、近い将来の本格的な実用化の一助とする事を目的になされた研究で、垂直式双ロール装置の設計からその操業条件、制御方式まで設備全般と板厚1mm以下の急冷薄帯の品質に関する製造技術と材料特性に関する研究を行った。

本研究の結果明らかとなった事項の概要を本論文の内容に沿って記述すると以下のようになる。

第1章では単ロール法および双ロール法を中心とした日本、米国、欧州の急冷薄帯法の研究動向について記述するとともに、工業化規模での双ロール法の要素技術に関する研究の位置づけを行い、本研究の背景と目的、構成について述べた。

第2章では実証機規模双ロールの開発に先駆けて、実験室規模の小型装置を用いて、溶湯温度、ノズル形状、ロール周速、ロール圧下力、ロールギャップ、ロール材質等の鋳造条件に対する薄帯の板厚、板幅に及ぼす影響を総合的に解析した。また、凝固組織を観察し、デンドライトアーム間隔から冷却速度を求め、伝熱凝固計算から熱伝達係数の評価を行い、以下に示す主要な結論を得た。

- (1) 溶湯温度は加熱度が大きい場合、再結晶組織が一部観察され、加熱度が小さいとノズル詰まりが問題となる。4.5%Si-Fe合金の双ロール法鋳造実験の場合、溶湯温度は1823Kが適している。
- (2) 双ロール法で作製したリボン厚み(D)はロール周速(V)に反比例し、その関係式は、 $D \propto V^{-0.5}$ で表される。リボン幅(L)はロール周速(V)の低下に伴い、増加する。
- (3) 圧下力(P)が小さく、ロールギャップ(G)が大きい程、リボン厚(D)は増加し、リボン幅(L)は狭くなる。特に、凝固組織への影響は大きく、予め冷却ロール間に圧下力を負荷した場合は柱状晶組織でロール周速、圧下力の増加に伴い、微細な組織となる。一方、予めロールギャップを開いた場合は再結晶による結晶粒の粗大化が観察された。
- (4) 双ロール法では断面積の大きいノズルを用いるとリボン厚みは大きくなる。一方、単ロール法ではノズル幅とリボン幅が等しいため、ノズル幅によるリボン厚みの変化はない。
- (5) 射出圧力(Q)を大きくすると溶湯流量が増え、双ロール法ではリボン幅(L)が増加するが、湯面高さはほぼ一定で、リボン厚み(D)は変化しない。単ロール法では射

出圧力(Q)の増加によりリボン厚み(D)が増える。パドルブレイクを防ぐためには0.2MPa程度の射出圧力が適切である。

- (6) ロール材質の影響は表面の熱伝達率に依存し、熱伝達率の低下に伴い、リボン厚みは小さく、リボン幅は広がる。この場合、リボンのロールへの巻き付きやブレイクアウトが発生するため、高熱伝達率の銅合金ロールが有効である。
- (7) 溶湯とロールの熱伝達係数が $h=70\text{kW/m}^2/\text{K}$ の場合、リボン厚みの計算結果と実測値がほぼ一致する。一方、4.5%Si-Fe合金薄帯の断面組織に基づく板厚方向のデンドライト一次アーム間隔により計算した冷却速度と次元伝熱計算より求めた冷却速度は 10^4K/s オーダーでほぼ一致した。

第3章では板厚1mm以下の双ロール法の実証機規模での溶解、鋳造、搬送、巻取までの一連の装置仕様や基本性能を明らかにし、計測と制御を中心とした要素技術、特に操業の安定化と薄帯の品質向上について述べた。また、冷却ロールの熱履歴は伝熱凝固計算により、ロールスリーブ内の熱応力、発生応力は有限要素法により計算し、その結果長寿命で変形の少ない最適なロール形状の設計やその冷却条件を解析した。以上の実験および計算結果から以下の主要な結論を得た。

- (1) 5ton規模インダクタ方式溶鋼保持炉において、流量制御は炉内溶湯量の増減に対して炉内圧力を調整するベース圧制御とスライディングゲートノズル(S/N)開閉制御により目標注湯量の $\pm 0.2\text{kg/s}$ に制御でき、その範囲も最大10kg/sまで可能である。
- (2) 発生するノズル溶損現象をモデル化し、その溶損速度から最適なノズル孔径とそのピッチを計算する事によりステンレス鋼溶湯に対しては $6\text{mm } \phi \times 23\text{mm}$ ピッチの多孔ノズルを用いて3ton/チャージ(約10min)の鋳造を行った。
- (3) 冷却ロールのスリーブ表面および内部の温度を熱電対を直接埋め込み実測した結果、注湯開始後50sでロール外表面、内部とも定常状態になり、ロールキス点では約750Kと推定される。冷却水流速を1m/sから7m/sに増速し冷却強化したロールでは、ロールの熱膨張を1/4に低減でき、注湯制御やサイドダム技術との組み合わせで幅方向板厚偏差を $\pm 7\%$ 以下にすることが可能となった。
- (4) 冷却ロールのスリーブ構造、スリーブ材質の見直しとNi/Cr2層メッキにより冷却ロール表面に発生するクラックを防止した。また、冷却ロールの熱サイクル計算に基づき、二次元有限要素法の計算を行い、繰り返し圧縮降伏現象によるクラック発生メカニズムを解析した。
- (5) 双ロール法における3つの凝固形態を解析し、特に凝固完了点がロールキス部と一致する理想型の凝固を達成するため、油圧圧下制御によるロールミスアライメント制御装置、ロールクラウン制御装置を設計した。
- (6) 固定式で内部水冷した銅合金プレートを押し付けるサイドダム装置を設計した。凝固シェル生成や3重点欠陥の発生しない操業技術により長時間の安定鋳造と板厚偏差の改善を図った。
- (7) 先端通板、二次冷却、低張力制御技術により高温強度の低いNi基超合金急冷薄帯を約1/5以下の低張力で蛇行も板幅500mmに対して $\pm 20\text{mm}$ の範囲で分割巻取し、3tonヒートサイズの完鋳を達成した。

第4章では高珪素鋼広幅急冷薄帯の凝固特性と材料特性に関して、凝固組織と析出物の

関係、薄帯の集合組織と磁気特性の関係、薄帯の機械的特性について述べた。さらに、4.5%Si-Fe合金急冷薄帯をモーターコアに適用し、その磁気特性の評価を行った。また、双ロールキャスターの二次冷却の効果を明らかにする目的で、難加工溶接フープ材 SUS309 (30Cr14Ni) 鋼を中心に高Crステンレス薄帯の casting 実験を行い、最適な二次冷却条件を得るため、熱処理温度と保持時間の関係を求め、脆化相の析出条件を確立し、 σ 相の析出を抑制できた。更に、Ni基超合金薄帯の凝固特性と材料特性に関して、各合金組成での凝固組織、ミクロ組織を観察し、薄帯の casting 欠陥の生成状況および発生原因について他鋼種と比較、研究した。その対策として casting 条件の最適化や溝ロールによる均一凝固技術について述べた。得られた結果は第4章のそれぞれの結言で述べているが、総括して以下に主要な知見をまとめた。

- (1) 高珪素鋼急冷薄帯の集合組織は鮮明な(100)[0kl]面内無方向組織で焼鈍後は磁化容易軸方向の異方性を持たず、鉄損の角度依存性のピーク比は1.06と高級無方向性電磁鋼板より優れた特性を示した。また、鉄損は無方向性電磁鋼板より優れており、アモルファス合金より飽和磁化が大きい特徴がある。
- (2) 珪素鋼薄帯の抗張力、降伏力、硬度はSi含有量の増加に伴い、大きくなる。高珪素鋼薄帯の圧延材は1%以下の伸びで加工処理できないが、 casting 後の4.5%Si-Fe合金急冷薄帯においては結晶粒径 $8\mu\text{m}$ 程度の組織を有するリボンで局部的に延性破面が観察され、焼鈍、スキンプラス圧延により加工可能であった。
- (3) 4.5%Si-Fe合金広幅薄帯を電機会社にてモーターコアの実機特性試験を行い、市販の無方向性電磁鋼板と同等な磁気特性を得た。しかし、板厚偏差が大きく、占積率が83%程度で打ち抜き性不良、積層時溶接のビード割れの問題が生じたため、実用化には至らなかった。
- (4) 30Cr14Ni材は焼鈍温度930K、5分間の保持で、 σ 相を析出し、脆化がおこる。TTT曲線から二次冷却によるコイル巻取温度の低下は σ 相の析出を防止に有効である。この時、スリットラミナーによる水冷却によれば、コイル巻取温度は700K以下で薄帯の脆化は観察されなかった。
- (5) 30Cr14Ni急冷薄帯のマクロビッカース硬度Hvは250(MPa/9.8)、板厚は $400\mu\text{m}$ $\pm 7\%$ でJIS規格を満足し、薄帯は溶接材料として製品上の問題はなかった。
- (6) Ni基超合金に発生する凝固欠陥は主に引け巣、表面割れ、二重肌で、溝幅0.2mm、ピッチ2mm、深さ0.1mmの縦溝ロールを用いる事により大幅に欠陥の発生は低減できる。
- (7) 凝固伝熱計算の結果、溶鋼とロール間の熱伝達係数hmは平ロールを用いた場合IN600では16.7、SUS304では $24.3\text{kW/m}^2/\text{K}$ となる。溝ロールを用いた場合、熱伝達は30%改善され、インコネル合金でもステンレス鋼とほぼ同じ凝固形態が可能となる。
- (8) Ni基超合金急冷薄帯の耐熱・耐食材料や溶接フープ材を作製し、重工メーカー他で肉盛りテストを実施したが、板厚偏差や内部欠陥の問題が残った。IN606のみ耐食性肉盛ロール材料として実用化した。

謝辞

研究をまとめるにあたり、常に懇切たる御指導と御教示を賜りました大阪大学 大中逸雄教授に深く感謝の意を表します。

また、有益なる御助言、御指示を頂きました大阪大学 齊藤好弘教授、佐分利敏雄教授に厚くお礼申し上げます。

本研究は、川崎製鉄株式会社技術研究所において行われたものであり、発表を許可された江本寛治社長に厚くお礼申し上げます。本研究をまとめるにあたり、ご指示、ご鞭撻を賜りました今井卓雄鉄鋼開発・生産本部長、技術研究所長 角山浩三博士、専門主幹 中西恭二博士、常にご指導と激励を賜りました技術研究所副所長 菅 孝宏博士、電磁鋼板研究部長 森戸延行博士、田口整司銑鋼プロセス研究部長、川鉄テクノロジー株式会社常務取締役 野崎 努博士に深く感謝の意を表します。

研究の遂行にあたり知的財産部 小沢三千晴主査、宍戸 浩主査、技術研究所企画開発室 三宅 苞主査、エンジニアリング事業部 渋谷 清主査、技術研究所 小菊史男主任研究員、山根浩志主任研究員、後藤聡志主任研究員ほか技術研究所、千葉製鉄所の多くの方々のご協力を頂きました。

ここに記して厚くお礼申し上げます。

