

## 技術論文



Technical Paper

# 8%Cr ダイス鋼の1次炭化物およびポロシティ形成に及ぼす凝固条件の影響

鷲見芳紀<sup>\*1</sup>, 千羽克征<sup>\*2</sup>, 宮原広郁<sup>\*2</sup>

## Influence of Solidification Conditions on Formation of Carbides and Shrinkage Porosity in 8%Cr Type Die Steel

Yoshinori SUMI, Katsumasa CHIBA and Hirofumi MIYAHARA

### Synopsis

Cold tool steels contain relatively larger amount of C and Cr to utilize carbide for increase of hardness and wear-resistance. However, in the large-scale ingots, coarsening of carbides caused by microsegregation would degrade steel properties. Also, micro-porosity generated during ingot casting affects the risk of cracking and the occurrence of unclosed defects in the subsequent forging process. Therefore, it is important to predict and control its occurrence. In order to investigate the effect of solidification conditions on the formation of carbides and micro-porosity of 8Cr type tool steel (Fe-1C-8Cr-2mass%Mo), unidirectional solidification experiment with different solidification conditions were conducted. As a result, primary carbides in the interdendritic zone were formed and estimated to be  $M_7C_3$  and  $M_6C$ . The distribution coefficients were analyzed using random sampling method. The solid fraction, at which dendrite growth terminated and carbides began to crystallize, changed to higher solid phase fraction as the pull-down speed decreased.  $G/\sqrt{R}$  was calculated using the temperature gradient  $G$  and cooling rate  $R$ , and the relationship between the micro-porosity area fraction was investigated. The results showed that porosity occurrence was minimal in the range of 1.6 to 7.0 (K-s)<sup>1/2</sup>/mm. In the larger range of  $G/\sqrt{R}$ , the porosity formation is considered to be caused by insufficient supply of liquid phase due to higher solid phase ratio and lower permeability to the final solidification zone when the eutectic phases start to crystallize.

## 1. 緒言

冷間工具鋼は鋼板の冷間プレス成型用金型や各種冷間加工用刃物などの材料として広く用いられている。冷間工具鋼材の特徴としては1 mass%以上の炭素を含有し、CrやMoなどの炭化物形成元素を添加して炭化物を析出させることで工具としての硬さや耐摩耗性を付与している。そのなかで、8%Cr鋼(Fe-1%Cr-8%Cr-2%Mo

(mass%を%と略記する))はJIS SKD11(Fe-1.5%Cr-12%Cr-1%Mo)を改良した合金であり、韌性と硬さのバランスに優れ、SKD11と共に合金工具鋼として普及している<sup>1-3)</sup>。8%Cr鋼はSKD11と比較してCおよびCr量を低減しており、粗大な1次炭化物の生成を抑制した合金設計となっているが、大型インゴットの凝固の遅い領域ではマイクロ偏析により炭化物が粗大化し特性を損なう懸念がある。また、インゴット casting において発生する

2025年3月21日 受付

\* 1 大同特殊鋼(株)技術開発研究所, 工博(Dr. Eng., Corporate Research &amp; Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

\* 2 大同特殊鋼(株)技術開発研究所(Corporate Research &amp; Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

\* 3 九州大学大学院工学研究院(Faculty of Engineering, Kyushu University)

ポロシティは、その後の鍛造工程での割れの起点や未圧着部の発生リスクに影響を与えるため、製品品質安定化の観点からその発生の予測と制御が重要である。著者らは小型鋳型の一部に冷却を強化したチルを設け、意図的にブリッジングを誘発させる実験により8%Cr鋼におけるマクロ偏析挙動を調査し、ブリッジング部を介した液相の透過性がインゴット内の凝固収縮に対する液相の供給やその結果として生成する空隙欠陥に影響することを示した<sup>4)</sup>。凝固収縮とそれに伴うマイクロポロシティの発生予測における有力なパラメータとして、温度勾配  $G$  と冷却速度  $R$  によって  $G\sqrt{R}$  で表される新山パラメータが知られており、鋳造品の欠陥予測への適用事例が報告されている<sup>5)</sup>。しかし、Niyamaらのモデルは基本的に一様なデンドライト凝固を仮定しているが、本合金のように凝固末期にマイクロ偏析により1次炭化物が共晶を生成する合金系への適用については、十分に分かっていない。

そこで本研究では、8%Cr鋼において引抜速度を変化させた一方向凝固実験を行い、組織形成機構を調査すると共に、マイクロ偏析による1次炭化物の生成とポロシティ生成におよぼす凝固条件の影響を調査し、比較的高い炭素濃度を有する鋼のインゴット鋳造における新山モデルの適用範囲やポロシティ生成しきい値を考察した。

## 2. 実験試料および方法

Table 1 に本研究で用いた供試材の化学成分を示す。30 kg の供試材を真空誘導炉にて溶解し、インゴットに鋳造したものを母材として用いた。インゴットから顕著なマクロ偏析の無い部位を選び、約 700 g の試料を切り出して後述の一方向凝固試験に供した。Fig. 1 に一方向凝固試験装置を模式的に示す。誘導加熱された黒鉛ヒーターの内側にセットした内径 34 mm の MgO 坩堝に 700 g の試料を装入し、完全溶解した後、ヒーター内の温度を融点より 30 K 高い温度に保持したまま、Table 2 に示す通り 0.3 ~ 36 mm/min の速度で坩堝を引き下げた。溶解および鋳造中の温度は内坩堝の外側表面に高さ方向に坩堝下端から 15 mm 間隔で 3 か所に貼り付けた熱電対で測定した。凝固後の試料から、測温した高さに相当する位置の縦断面、および横断面を切り出し、ピレラ液で腐食させてマイクロ組織を観察した。また、EPMA によ

Table 1. Chemical composition of master ingot (mass%).

	Fe	C	Cr	Mo	V
Master ingot	Bal.	1.0	8.0	1.8	0.2

り各測温高さにおける縦断面試料の組成分布を解析し、デンドライトおよび炭化物構成相を推定した。EPMA は 2 mm × 2 mm の範囲で 5 μm 間隔で 160000 点の分析を行った。EPMA の測定結果のうち 50 μm 間隔の測定点 1600 点を抽出し、各測定点における組成をその位置における合金元素濃度とし、ランダムサンプリング法<sup>6-8)</sup>を用いて固相率の推定を行った。ランダムサンプリング法において、オーステナイト単相で凝固する場合は各元素の分配係数に応じてマイクロ偏析が起こり、正偏析元素であれば昇順、負偏析元素であれば降順に並び替えることで低固相率から順に並べることが出来るが、本合金では複数の晶出炭化物が凝固後期に生成し、Cr や Mo などの炭化物形成元素の分配係数がオーステナイト相と炭化物で異なるために全ての相で並べ替えを行うと固相率の順にソート出来ない。そこで本研究では、EPMA のマッピングデータをデンドライト内と樹間に生成した炭化物相に分け、それぞれの組織においてソートした。平衡状態図は市販の CALPHAD 法を用いた熱力学平衡計算ソフト Thermo-Calc により、Fe ver.9.1 の熱力学データベースを用いて解析した。

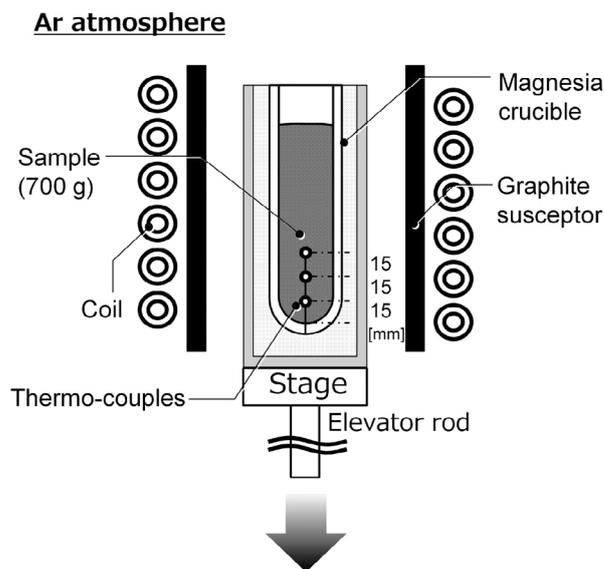


Fig. 1. Schematic drawing of directional solidification furnace.

Table 2. Condition of directional solidification experiment.

Sample	Pull down speed [mm/min]
A	0.3
B	0.6
C	2.4
D	36.0

### 3. 実験結果および考察

#### 3. 1 デンドライト間隔および炭化物形態

本供試材のC以外の元素濃度を固定した擬二元系において熱力学平衡計算ソフトを用いて計算した状態図を Fig. 2 に示す。本供試材組成の平衡状態での液相線および固相線温度はそれぞれ 1691 K および 1493 K であった。そこで、この温度範囲を含めた冷却過程を調査するため、Fig. 1 に示した 3 か所のうち中央部に設置した熱電対により、各冷却条件における温度と時間の関係を求め、Fig. 3 にまとめて示した。引抜速度を 0.3 から 36 mm/min の間で変化させた試料において、引抜速度の低下に伴い冷却速度が低下し、平衡状態図計算から推定した液相線温度と固相線温度間の平均冷却速度は 0.025 から 0.411 K/s の間で変化した。さらに、Fig. 1 に示したとおり高さ方向に 15 mm 間隔で 3 か所設置した熱電対を用いて、3 点間の温度勾配を測定し、その時間推移を解析したところ、Fig. 4 に示す通り凝固初期すなわち  $T_L$  近傍では小さいが、引き下げの進行とともに単調増加し、液相線 ( $T_L$ )—固相線間温度 ( $T_S$ ) において 1 から 4.5 K/mm の間であった。Fig. 5 に試料下端から 30 mm 位置における、試料中心を通る縦断面および試料長手方向に垂直な面の横断面のエッチング組織を示す。縦断面では一方向凝固方向とおおよそ平行に長く伸長した 1 次デンドライトと、その直交方向に伸びた 2 次デンドライトアームが観察された。横断面試料では直交する 4 方向に側枝が伸びた 1 次デンドライトが観察された。また、1 次および 2 次デンドライトいずれも冷却

速度の増加とともにその間隔は緻密になっていた。そこで、デンドライト 1 次アーム間隔  $\lambda_1$  [ $\mu\text{m}$ ] とデンドライト 2 次アーム間隔  $\lambda_2$  [ $\mu\text{m}$ ] を測定し、Fig. 6 にまとめて示した。一般に、デンドライト 1 次アーム間隔は凝固速度  $V$  [ $\text{mm/s}$ ] および温度勾配  $G$  [ $\text{K/mm}$ ] との関係で整理されるが、本実験では一般によく用いられる Kurz and Fisher の関係式<sup>9)</sup>を用いて整理すると、1 次アーム間隔は式 (1) で近似できる。

$$\lambda_1 = 893.3V^{-0.25}G^{-0.5} \dots\dots\dots (1)$$

なお、今回の実験では上部ヒーター内温度を一定に保ちながら試料下部を引き抜いているため、温度勾配は Fig. 3 に示す通り引抜の進行とともに単調増加したが、デンドライトは一様に成長するので、ここでは液相線—固相線間の平均値とした。また、凝固速度は各測温点間の温度差と冷却速度から算出した。Fig. 6 (a) に式 (1) 右辺で示した  $V^{1/4}G^{-1/2}$  を横軸に、測定した 1 次アーム

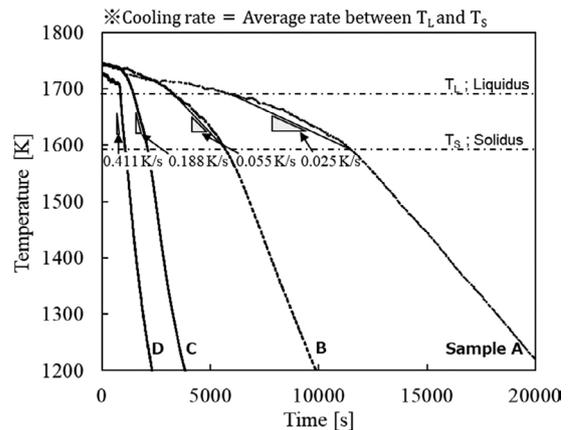


Fig. 3. Measured temperature during solidification.

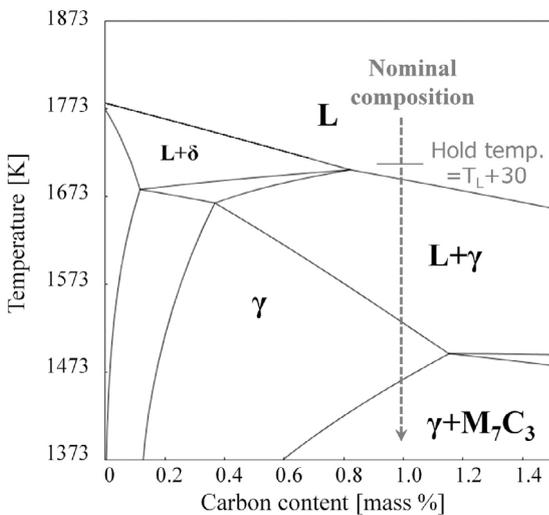


Fig. 2. Calculated phase diagram of nominal composition.

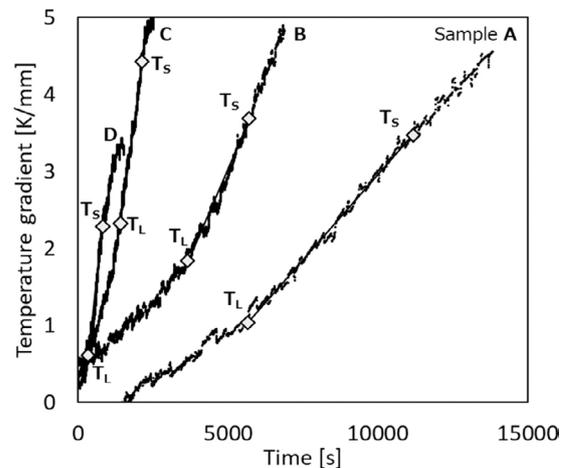
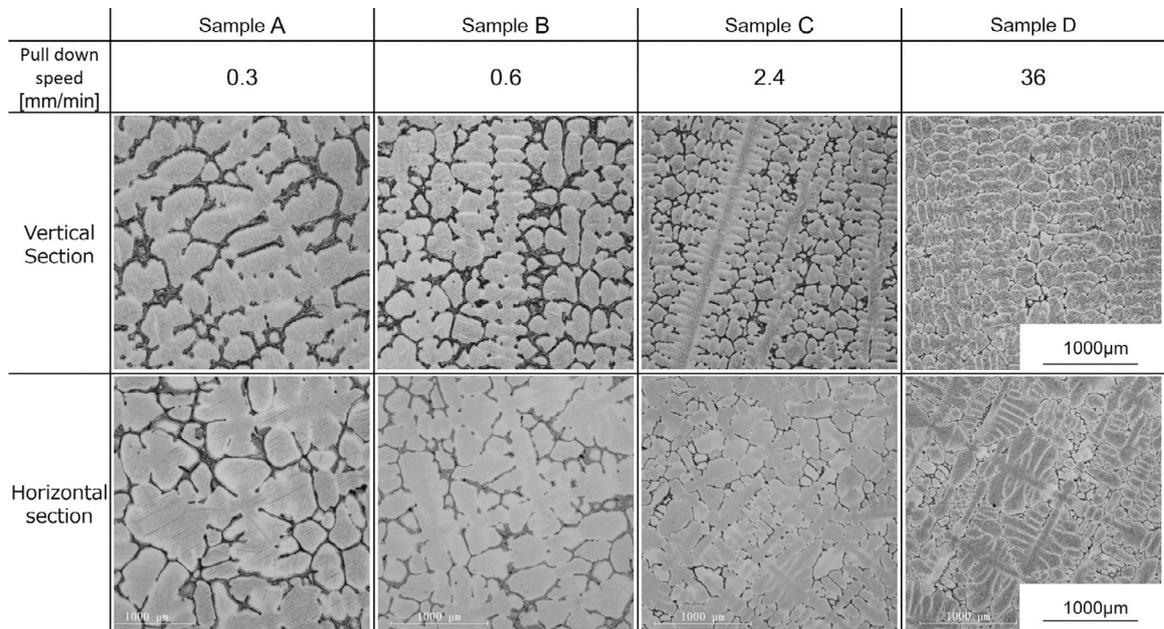


Fig. 4. Temperature gradient changes during solidification.

間隔を縦軸にプロットしたが、線形でよく回帰でき式(1)の関係が成り立つことが示された。また、2次デンドライトアームは冷却速度との関係で一般に整理できることが知られているので、Fig. 6 (b) に示すように液相線—固相線間の平均冷却速度  $R$  [K/s] と2次アーム間隔をプロットした。2次デンドライトアーム間隔は本実験においては式(2)にて表記され、冷却速度の約-0.4乗に比例し、本合金と組成が比較的近い Fe-1%C-7%Cr 合金における Okamoto らの測定結果 (0.6 ~ 3.7 K/s) と冷却速度範囲は異なるものの外挿同士の比較では近い結果となった<sup>10)</sup>。

$$\lambda_2 = 53.9R^{-0.4} \dots\dots\dots (2)$$

なお、本実験の供試材は、Fig. 2 のとおり平衡状態図上では晶出炭化物が生成しない合金であるが、本実験の凝固条件ではデンドライト樹間に1次炭化物が晶出しており、冷却速度の低下に伴い、デンドライト間隔が増加し、樹間の炭化物は粗大となった。炭化物の組成を同定するため、EPMAによる元素マッピングを各試料について実施した。一例として冷却速度 2.4 mm/min で凝固させた供試材 C について面分析した結果を Fig. 7 に示す。樹間に生成した炭化物は Cr と Mo の濃度比が大きく異なる2種類からなっており、Cr を比較的多く含む相 (Carbide A と表記) と Mo を多く含む相 (Carbide B と表記) が観察された。そこで、各炭化物の EDS 点分



Vertical position : 30mm from bottom

Fig. 5. Microstructures of vertical and horizontal section (etching: Vilella reagent).

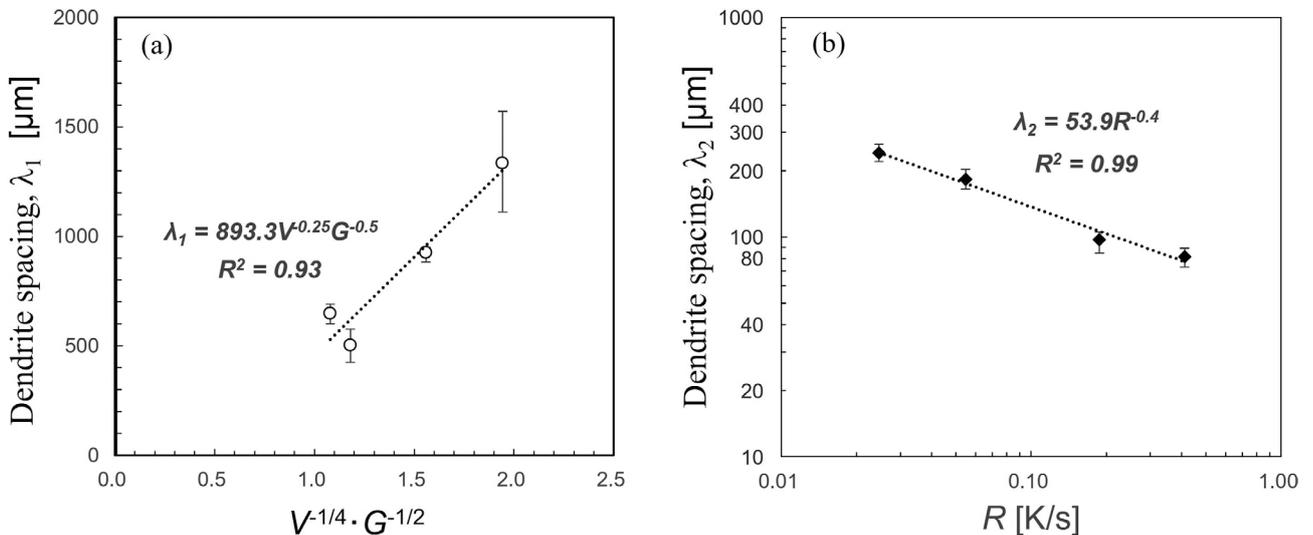


Fig. 6. Influence of solidification condition on development of primary (a) and secondary (b) dendrite arm spacings.

析を行った結果も表にして Fig. 7中に示した. それぞれの炭化物について, 金属元素 M と炭素 C の原子比 M/C は, Cr リッチな炭化物 A の M/C はおよそ 2 であり, Mo リッチな炭化物 B の M/C はおよそ 6 であった. これらはそれぞれ  $M_7C_3$  と  $M_6C$  と推定した. さらに, Fig. 8 に同一視野の Cr および Mo の元素マッピングをそれぞれ赤色と緑色のカラーコンター図とし, 画像上で統合したものを示す. Cr リッチな炭化物:  $M_7C_3$  と Mo リッチな炭化物:  $M_6C$  は dendrite 樹間の異なる領域に偏在しており,  $M_7C_3$  はその形態から  $\gamma$ -オーステナイト相とのラメラ共晶になっていると推定され, dendrite の 3 重点樹間に分布している. 一方,  $M_6C$  は単相で観察され, dendrite 樹間の根本に局在している. そこで, これらの炭化物の生成はマイクロ偏析によるものと考えられ, 次にその解析を試みた.

### 3. 2 ランダムサンプリング法による分配係数の推定

Fig. 2 に示す通り, 本合金は平衡凝固では 1 次炭化物は生成しないため, これら炭化物はマイクロ偏析によって生成したと考えられる. 凝固中における合金元素の分配係数に及ぼす凝固速度の影響を調べるため, ランダムサンプリング法を用いて dendrite 内の合金元素分布測定を実施した. 2 mm × 2 mm の範囲の各合金元素の点分析値を 1600 点抽出し, Fe の濃度が降順となるように並べた後, 各固相率における液相組成を, その点よりも高固相率側の分析点全部の平均として計算した. 合金元素のうち, C, Cr および Mo についての解析結果を各引抜速度についてまとめたものを Fig. 9 に示す. ここでは, 最終凝固部で生成する炭化物との共晶によって生成する

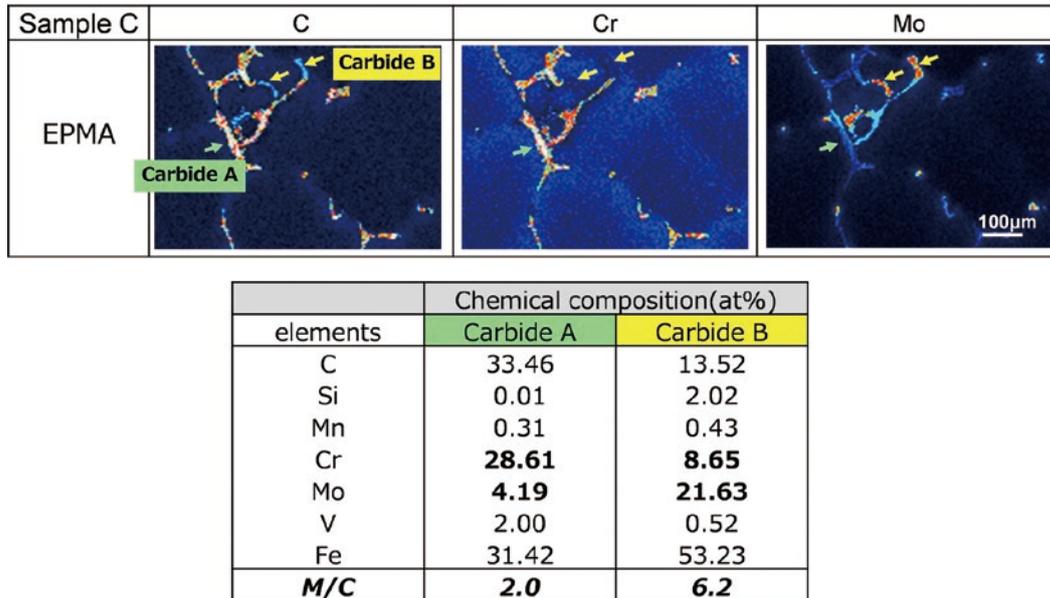


Fig. 7. Compositions of two types of carbides formed inter-dendritic region.

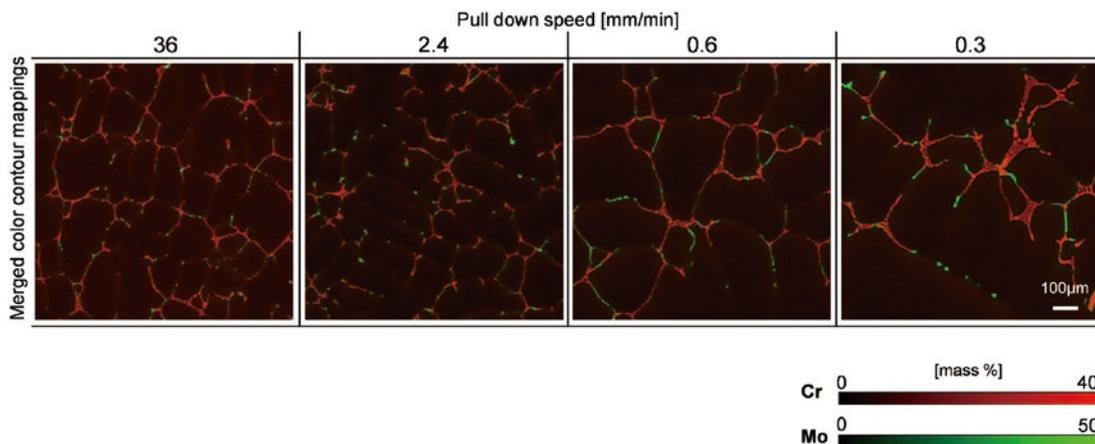


Fig. 8. Cr and Mo concentration in two types of carbides, formed inter-dendritic region.

γ相と、デンドライト成長するγ相を区別するため、ランダムサンプリングによって抽出する点はデンドライト、晶出炭化物および共晶γ相を区別し、Fig. 9にはデンドライト内の分析点のみを抽出し並べている。炭化物構成元素のC, Cr, およびMoのいずれも、固相率の上昇と共にだらかに濃度が増加する傾向であったが、デンドライト成長が完了する固相率は、引抜速度により差が見られた。そこで、デンドライト成長完了固相率と引抜速度の関係を整理したところ、Fig. 10に示す通り、デンドライト成長が終了し炭化物が晶出し始める固相率は、引抜速度の低下と共に高固相率側へと変化した。炭化物の生成は、液相へC, CrおよびMoが濃化し、その濃度がデンドライト樹間部において炭化物の晶出開始温度に達することで開始すると考えられるが、その生成開始固相率が変化したのは、凝固中における固相/液相間の合金元素の分配が変化したためと考えられる。そこで、ランダムサンプリング法により得られた初晶デンドライト内の合金元素分布を用いて、Yamamotoらの手

法<sup>11)</sup>を参考に、各合金元素の分配係数の算出を試みた。各合金元素のマスバランスが成立し、さらに固相内の合金元素分布が液相内完全混合および固相内無拡散として定義されるScheilモデル<sup>12)</sup>に従うとすると、固相内の合金元素分布は式(3)で与えられる。

$$C_s = kC_0(1-f_s)^{(k-1)} \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 $C_s$ : 固相濃度[mass%],  $C_0$ : 初期濃度[mass%],  $k$ : 分配係数,  $f_s$ : 固相率および  $f_L$ : 液相率とする。式(3)の両辺を対数変換し、液相率  $f_L = 1 - f_s$ を代入すると式(4)が得られる。

$$\ln(C_s/C_0) = \ln k + (k-1)\ln(f_L) \dots\dots\dots (4)$$

例として引抜速度 0.3 mm/minの条件におけるC, CrおよびMoのデンドライト固相および液相の合金成分分布を用いて、 $\ln(f_L)$ に対する $\ln(C_s/C_0)$ の関係をプロットしたものをFig. 11に示す。Cの場合は全ての $\ln(f_L)$ 値に対して $\ln(C_s/C_0)$ 値は一様かつ直線的に変化した。Crおよび

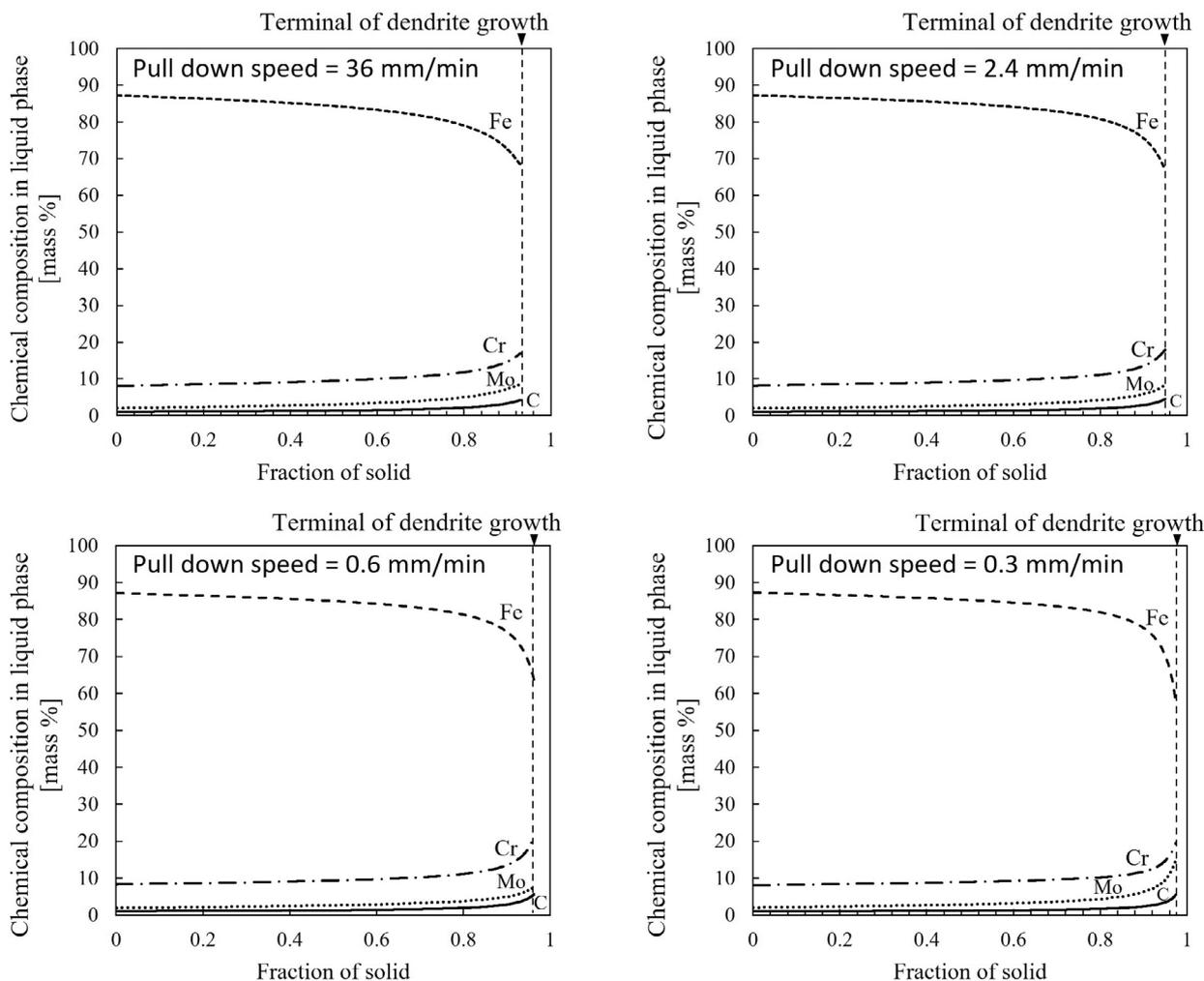


Fig. 9. Distributions of alloy elements in liquid phase of samples pulled at the velocity from 36 to 0.3 mm/min.

び Mo の場合も  $\ln(f_L) = 0$  近傍でごくわずかに  $\ln(C_S/C_0)$  値が低下したが、ほぼ全ての  $\ln(f_L)$  値に対して直線的に変化した。そこで、グラフを直線回帰し、傾きおよび切片から式(4)により推定した分配係数  $k$  を、液相線から固相線間の平均冷却速度と比較したものを Fig. 12 に示す。図中に示したいずれの合金元素も、冷却速度が大きくなると分配係数が小さくなる傾向が見られた。Mo の分配係数は冷却速度が 0.2 K/s まではわずかな変化であったが、0.4 K/s では大きく低下した。これは、冷却速度が大きくなると固相内の拡散がデンドライト成長に対して相対的に遅くなり、固相内拡散が十分に行われずに凝固が進行するためと考えられる。よって、冷却速度が増大すると、液相への溶質元素の分配が大きくなり、より低固相率側で液相の溶質濃度が炭化物の晶出開始濃度に到達したため Fig. 10 に示す結果が得られたと考えられる。

### 3. 3 ポロシティ欠陥生成に及ぼす凝固条件の影響

各条件で凝固させた試料の縦断面を鏡面研磨し、光学顕微鏡により観察したものを Fig. 13 に示す。エッチング処理をしていないが、炭化物とオーステナイト母相の硬さの差に起因して研磨仕上がりに差が出来るためデンドライト樹間の炭化物が識別できる。また、供試材下部から 15, 30 および 45 mm の位置は、供試材全体の Fig. 1 に示した熱電対設置位置に相当し、後に冷却速度と温度勾配との関係を解析する。引抜速度 2.4 mm/min の試料では、供試材のどの位置でもデンドライト間隙に目立ったポロシティは観察されなかった。一方、引抜速度が 2.4 mm/min より大きい条件でも小さい条件でも、供試材全域のデンドライト樹間にマイクロポロシティが観察された。凝固収縮とそれに伴うマイクロポロシティ形成に関して、Niyama らは以下の 1) ~ 4) の仮定が成り立つと

して、その発生条件を凝固中の温度勾配と冷却速度で整理したモデルを提唱している<sup>5)</sup>。

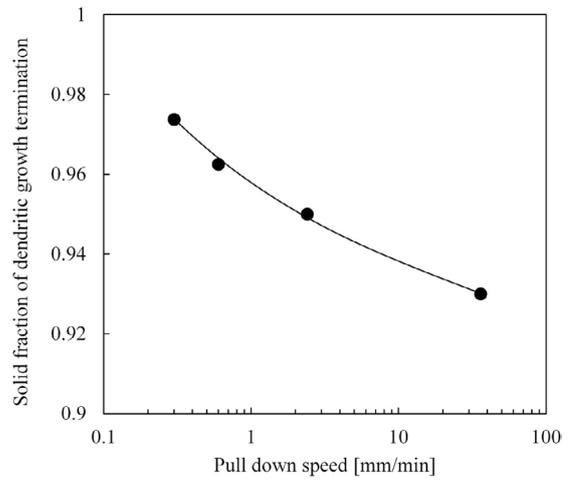


Fig. 10. Solid fraction of dendritic growth termination.

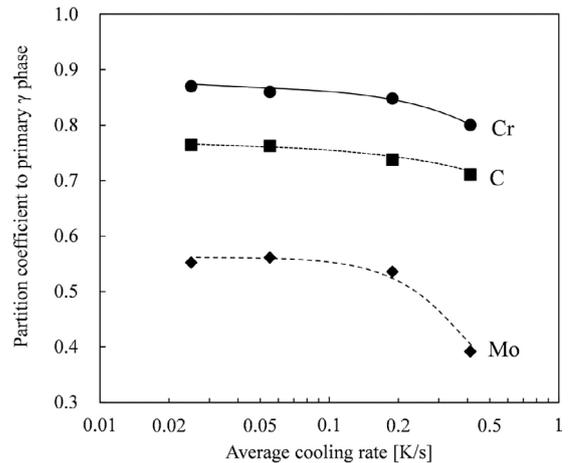


Fig. 12. Relationship between partition coefficient and cooling rate.

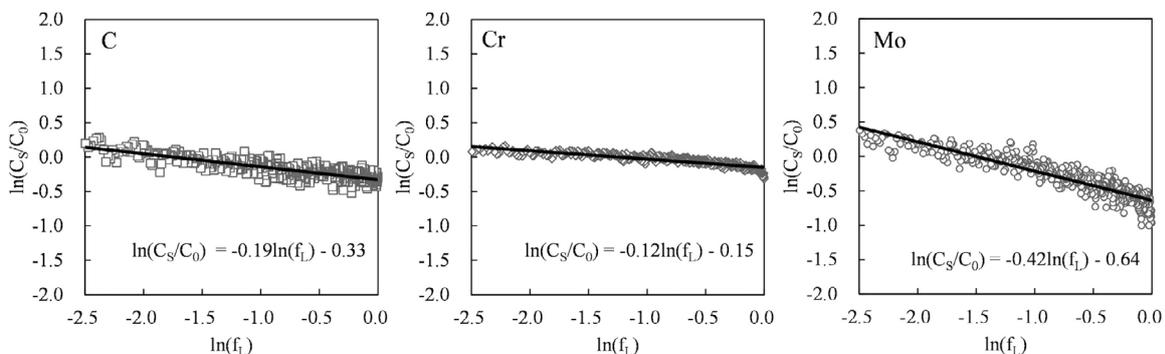


Fig. 11. Relationships between alloy partition ( $\ln(C_S/C_0)$ ) and liquid fraction ( $\ln(f_L)$ ) in Sample A (Pull down speed = 0.3 mm/min).

- 1) 凝固が定常に行進している。
- 2) 液相率  $f_L$  が 1次 dendrite の根元からの距離に比例する。
- 3) dendrite 樹間の液相流れに Darcy則が成り立つ。
- 4) dendrite 間隙における液相の透過率は液相率  $f_L$  に比例し、液体内の圧力は dendrite 先端から根元に向かって雰囲気圧力から減少していく。

Darcy 則に従うとすれば、 dendrite 間隙の圧力勾配は樹間を流れる液相の流速  $v$  [m/s]、液相の粘度  $\mu$  [m<sup>2</sup>/s]、透過率  $K$  [m<sup>2</sup>]、および dendrite 長さ  $L$  [m] を用いて式 (5) で表される。

$$\frac{dP}{dx} = -\frac{\mu f_L}{K} \cdot K \cdot v \dots\dots\dots (5)$$

dendrite 根元からある距離  $x_c$  において雰囲気圧力と釣り合っていると仮定し、その点から dendrite 根元までの圧力降下  $\Delta P$  は式 (6) で表される。

$$\Delta P = \int_0^{x_c} dP = -\frac{\mu f_L}{K} \cdot v \int_0^{x_c} dx \dots\dots\dots (6)$$

dendrite 間隙を流れる流速は一様であり、凝固速度  $V$  [m/s] と凝固収縮率  $\beta$  を用いて式 (7) で表される。ここで、 $\beta' = \beta / (1 - \beta)$  である。

$$v = -\beta' V \dots\dots\dots (7)$$

式 (6) に式 (7) を代入し、式 (8) を得る。

$$\Delta P = \frac{\mu f_L \beta' V}{K} \cdot x_c \dots\dots\dots (8)$$

ここで温度勾配  $G$  を任意の点  $x_c$  における温度  $T_c$  [K] と固相線温度  $T_s$  [K] で表すと式 (9) になる。

$$G = \frac{(T_c - T_s)}{x_c} \dots\dots\dots (9)$$

凝固速度  $V$  は温度勾配  $G$  と冷却速度  $R$  を用いて式 (10) で表される。

$$R = VG \dots\dots\dots (10)$$

よって、式(8) は式(11) のように書き換えられる。

$$\Delta P = \frac{\mu f_L \beta' (T_c - T_s)}{K} \cdot \frac{R}{G^2} = \frac{\mu f_L \beta' (T_c - T_s)}{K} \cdot \left(\frac{G}{\sqrt{R}}\right)^2 \dots\dots (11)$$

このように、凝固収縮による dendrite 間隙の内圧降下により生じるマイクロポロシティの生成には  $G/\sqrt{R}$  が大きく関与している。そこで、本実験の試料各点の温度勾配  $G$  と冷却速度  $R$  を用いて  $G/\sqrt{R}$  を算出し、各視野のマイクロポロシティ面積率との関係を Fig. 14 に示す。なお各観察位置における温度が、平衡状態図から予測される液相率  $f_L$  が 0.1 となる時点 (1589 K) における  $G$  および  $R$  を使用して算出した。なお、前節までの液相線-固相線間の平均値を用いた温度勾配と冷却速度とは異なることを注記する。一般的には  $G/\sqrt{R}$  がある閾値以上でポロシ

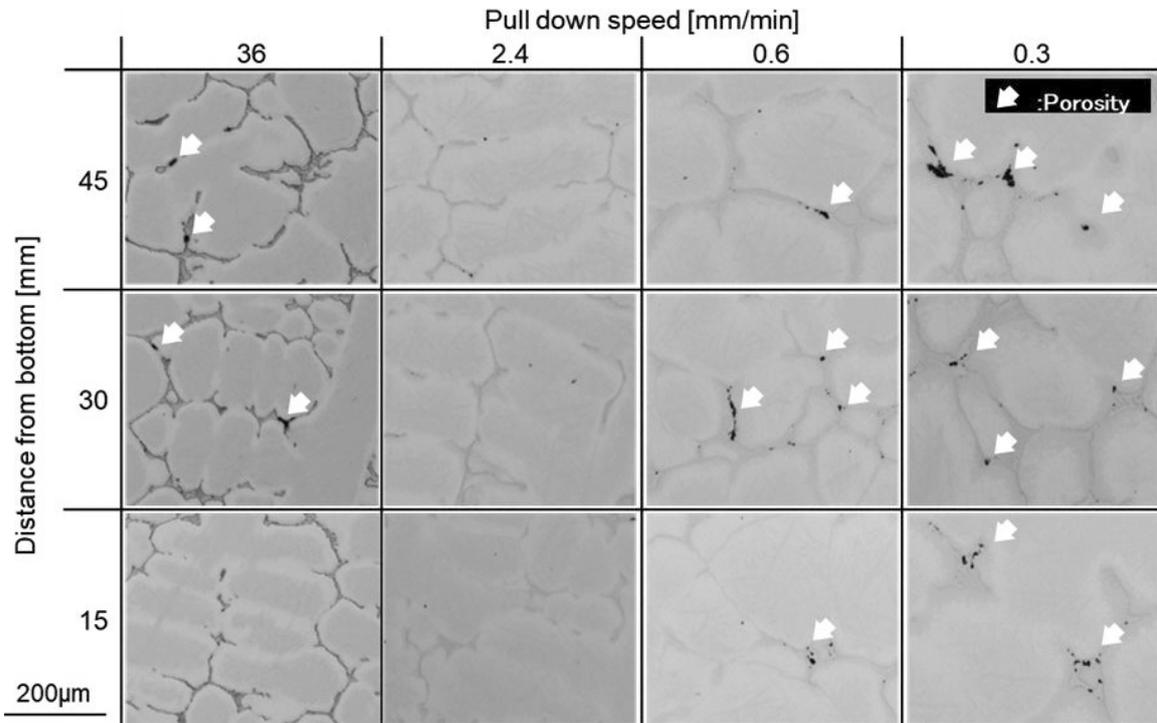


Fig. 13 Microstructures and micro-porosities in various pulling down conditions.

ティ発生が抑制されると言われている。本実験においても  $G/\sqrt{R}$  が 1.6 から 7.0 (K·s)<sup>1/2</sup>/mm の範囲でポロシティ発生が極小となり、それ以下の  $G/\sqrt{R}$  ではポロシティが増加しており、Niyama のモデルで説明が可能であると考えられた。しかしながら、 $G/\sqrt{R}$  が 7.0 (K·s)<sup>1/2</sup>/mm より大きい領域ではポロシティが再び増加する結果となった。そこで、Fig. 14 のような関係が得られた原因について考察した。まず、 $G/\sqrt{R}$  の小さい領域のマイクロポロシティ発生条件について考察する。式(11) を式(12) のように変換すると、ポロシティが生成する臨界の  $G/\sqrt{R}$  は  $T_c - T_s$  の値の 1/2 乗に比例し、 dendrait 内で  $T_c - T_s$  の取り得る値は  $T_c = T_L$  の時に最大となることが分かる。

$$\frac{G}{\sqrt{R}} = \sqrt{\frac{\mu f_L (T_c - T_s) \beta'}{\Delta P K}} \dots\dots\dots (12)$$

本実験で用いた供試材の固液温度幅すなわち  $T_L - T_s$  はおよそ 198 K となっており、一般的な炭素鋼 S45C の 70 K と比較すると、ある  $f_L$  において  $\Delta P$  が等しくなる  $G/\sqrt{R}$  は、本合金は炭素鋼のおよそ 1.7 倍となる。一方、Fig. 14 より本実験で得られた  $G/\sqrt{R}$  が小さい側のポロシティ発生臨界値は 1.7 から 2.8 の間にあると推定される。

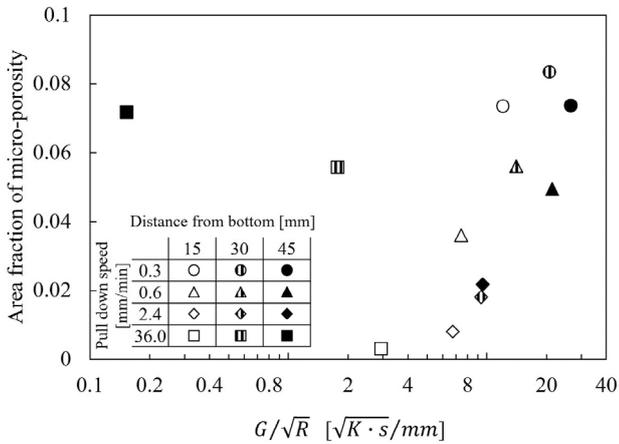


Fig. 14. Relationship between micro-porositities and Niyama parameter  $G/\sqrt{R}$ .

Niyama らは鋼のポロシティ発生の臨界値をおよそ 1 と示唆しており、それと比較すると本合金の臨界  $G/\sqrt{R}$  の大きさは固液温度幅の影響で説明できると考えられる。次に  $G/\sqrt{R}$  の大きい側のポロシティ発生要因について考察する。改めて、Fig. 13 のうち、引抜速度が 36 および 0.3 mm/min の条件で作製した供試材の下部から 15 mm 位置の組織を Fig. 15 に示す。ここでは Fig. 13 では示さなかった dendrait 間隙の共晶組織それぞれの写真について代表的なものに白線で囲んで重ねて示した。いずれもポロシティは共晶状組織に内在しているが、特に引抜速度が遅い 0.3 mm/min の条件の組織ほど dendrait 間に粗大な共晶状の 1 次炭化物が生成している。そこで、共晶炭化物について、 dendrait 樹枝に取り囲まれた領域を一つのユニットとして 1 mm<sup>2</sup> 当たりの個数を個数密度として算出し、それぞれの共晶領域の面積率を測定してその平均を算出した結果とともに引抜速度に対して整理したものを Fig. 16 に示す。引抜速度の低下に伴い、一つ一つの共晶領域サイズが大きくなり、対照的に個数は減少している。これは、引抜速度の低下に伴い dendrait 樹枝一つ一つが大きくなり、 dendrait アーム間隔が大きくなるために、その間隙に囲まれる液相の面積が大きくなるためと考えられる。この dendrait の 3 重点樹間に取り囲まれた最終濃化液相が共晶凝固する際、周囲の dendrait 固相率が高い場合に液相の供給が不十分になり、ポロシティが発生すると推察される。そこでさらに、凝固中の dendrait 間隙の透過率を評価した。Natsume らは dendrait と平行方向の透過率  $K_p$  [m<sup>2</sup>] と dendrait アーム間隔との関係として式(13) を提案し、鋼の凝固解析に用いている<sup>13,14)</sup>。

$$K_p = 0.0194 \left[ \frac{\lambda_2}{1 + (\lambda_2 / \lambda_1)} \right]^2 \frac{f_L^3}{(1 - f_L)^2} \dots\dots\dots (13)$$

本実験で得られた  $\lambda_1$  および  $\lambda_2$  を用いて、式(13) により各  $f_L$  における透過率を計算した結果を Fig. 17 に示す。ここで、 dendrait 成長が終了する固相率、すなわち

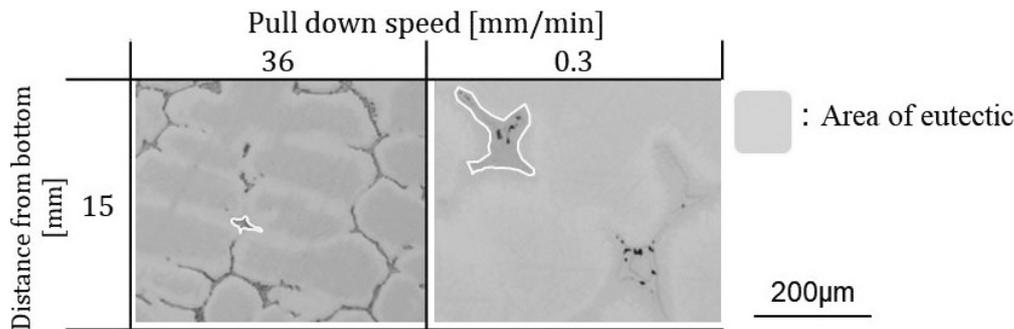


Fig. 15. Comparison of eutectic area in different solidification condition.

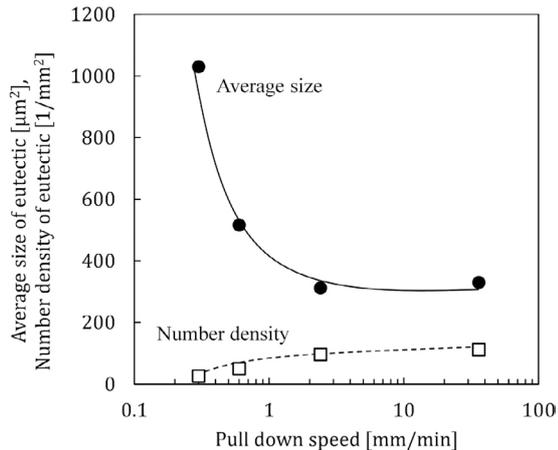


Fig. 16. Average size and number density of eutectic area in different solidification condition.

共晶が生成する固相率は、3. 2章におけるランダムサンプリング法の結果から求めた。また、デンドライト成長の終了する液相率における透過率は黒い印(●, ▲, ◆および■)で示した。 $f_L$ が0.7から0.02まで減少するに伴い、透過率はおよそ $3 \times 10^{-9}$ から $1 \times 10^{-14}$ まで著しく低下した。さらに、同等の $f_L$ で比較した場合は引抜速度が小さい条件が透過率は大きい、これはデンドライト間隔が大きくなるためである。しかしながら、デンドライト成長の終了する液相率における透過率は、引抜速度0.3 mm/minの水準(●印)が最も小さくなった。これは、Fig. 12に示すようにC, CrおよびMoの添加元素の分配係数が最も低くなり、それに伴いFig. 9に示すように最も低い液相率までデンドライトが成長したためと考えられる。以上より、 $G/\bar{R}$ の大きい側のポロシティ発生要因は、デンドライト樹間の最終凝固部から共晶が生成する固相率が高くなり、透過率が低下することで、液相の供給が十分に行われず発生したものと推察された。

## 4. 結 言

8%Cr鋼の炭化物形態およびマイクロポロシティ生成条件に及ぼすマイクロ偏析の影響を調査するため、700 gの供試材を溶解した後0.3から36 mm/minの引抜速度で一方凝固を行い、試料のデンドライト1次および2次アームの成長過程を調査すると共に、ランダムサンプリング法を用いたマイクロ偏析の解析および透過率の推定を行い、以下の結果を得た。

(1) 誘導加熱された黒鉛ヒーターなどの工夫により、8%Cr鋼で1次および2次アームが十分発達したデン

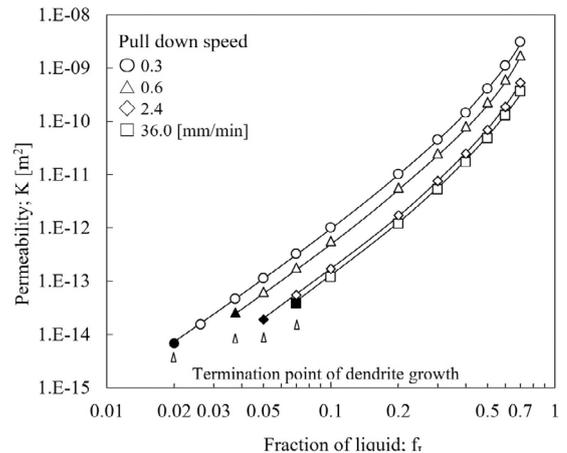


Fig. 17. Relationship between permeability and fraction of liquid.

ドライトからなる一方凝固組織を得ることができた。

- (2) デンドライト樹間部には2種類の1次炭化物が生成し、 $M_7C_3$ および $M_6C$ と推定された。
- (3) ランダムサンプリング法を用いたデンドライト内の合金元素分布の解析より、冷却速度の上昇により添加元素の分配係数の低下が示され、また、炭化物が晶出し始める固相率は引抜速度の低下と共に高固相率側へと変化することが明らかとなった。
- (4) ミクロポロシティ面積率は、温度勾配 $G$ と冷却速度 $R$ による $G/\bar{R}$ が1.6から $7.0(K \cdot s)^{1/2}/mm$ の範囲で極小となった。 $G/\bar{R}$ が小さい場合、マイクロポロシティ発生のしきい値は固液温度幅の大きさと説明が出来ることが分かった。一方、 $G/\bar{R}$ の大きい場合のポロシティ発生要因は、デンドライト樹間の最終凝固部において、共晶が生成する固相率の上昇と共に、透過率が低下することで、液相の供給が断たれやすくなるためと推察された。

## 利益相反に関する宣言

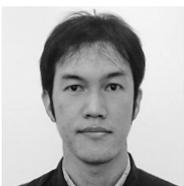
本論文に関して開示すべき利益相反関連事項はない。

(文 献)

- 1) K.Itoh, Y.Hitachi and Y.Matsuda: *Denki-Seiko*, **53**(1982), 256 (in Japanese). <https://doi.org/10.4262/denkiseiko.53.256>
- 2) K.Itoh, K.Sudoh, Y.Hitachi and Y.Matsuda: *Denki-Seiko*, **55**(1984), 248 (in Japanese). <https://doi.org/10.4262/denkiseiko.55.248>

- 3) K.Sudoh, Y.Hitachi and Y.Matsuda: *Tetsu-to-Hagané*, **71**(1985), S1543 (in Japanese). [https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.71.13\\_S1534](https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.71.13_S1534)
- 4) Y.Sumi, S.Narita and M.Yamashita: *ISIJ Int.*, **63**(2023), 1131. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2022-453>
- 5) E.Niyama, T.Uchida, M.Morikawa and S.Saito: *AFS Int. Cast Met. J.*, **7**(1982), No.3, 52.
- 6) M.N.Gungor: *Metall. Trans. A*, **20**(1989), 2529. <https://doi.org/10.1007/BF02666687>
- 7) W.Yang, K.-M.Chang, W.Chen, S.Mannan and J.DeBarbadillo: *Metall. Mater. Trans. A*, **31**(2000), 2569. <https://doi.org/10.1007/s11661-000-0201-4>
- 8) W.Yang, W.Chen, K.-M.Chang, S.Mannan and J.DeBarbarillo: *Superalloys 2000: Proceedings of the 9th International Symposium on Superalloys, Superalloys 2000*, TMS, Warrendale, PA, (2000), 75. ISBN978-0873394772
- 9) W.Kurz and D.J.Fisher: *Acta Metall.*, **29**(1981), 11. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(81\)90082-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(81)90082-1)
- 10) T.Okamoto, S.Matsuo and K.Kishitake: *Tetsu-to-Hagané*, **63**(1977), 936 (in Japanese). [https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.63.6\\_936](https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.63.6_936)
- 11) K.Yamamoto, K.Narikiyo, N.Sasaguri, H.Miyahara, K.Mizuno and H.Todoroki: *Tetsu-to-Hagané*, **103**(2017), 703 (in Japanese). <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2017-032>
- 12) E.Scheil: *Z. Metallkd.*, **34**(1942), 70 (in German). <https://doi.org/10.1515/ijmr-1942-340303>
- 13) Y.Natsume, D.Takahashi, K.Kawashima, E.Tanigawa and K.Ohsasa: *ISIJ Int.*, **53**(2013), 838. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.53.838>
- 14) Y.Natsume: *Tetsu-to-Hagané*, **103**(2017), 738 (in Japanese). <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2017-062>

本論文は「鉄と鋼」110巻(2024)13号, pp.1010-1020に掲載された論文“8%Crダイスの1次炭化物およびポロシティ形成に及ぼす凝固条件の影響”( <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2024-057>)を一般社団法人日本鉄鋼協会の許可を得て転載したものである。



鷲見芳紀



千羽克征



宮原広郁