

学 位 論 文 題 名

Elucidation of formation mechanism of  $\gamma$  grain structures  
in as-cast and semi-solid carbon steels including viscosity  
behavior of the semi-solid steel

（炭素鋼の鋳片  $\gamma$  粒及び再溶融  $\gamma$  粒組織の形成機構の解明とセミソリッド鋼  
の粘性挙動の調査）

学位論文内容の要旨

Control of austenite ( $\gamma$ ) grain structure is of great importance in steel making processes such as Continuous Casting (C.C.) and semi-solid processing, because the productivity in each process is closely related to the size and shape of  $\gamma$  grains. For instance, in C.C. processes, Coarse Columnar  $\gamma$  Grains (CCG) structure forms after the solidification in the vicinity of C.C. slab and this structure decreases hot ductility of the C.C. slab and, eventually, causes surface cracking. Therefore, the prevention of formation of CCG has been one of the most important issues in the field of steel making. Many attempts have been made to clarify the formation mechanism of the CCG structure. It has been considered in earlier studies that the CCG form by continuous grain growth in which the width of columnar  $\gamma$  grains continuously increases during cooling process in  $\gamma$  single phase field. However, there is no direct experimental evidence indicating the formation of CCG due to the continuous grain growth. Moreover, the prediction of as-cast  $\gamma$  grain size based on the continuous grain growth model is often inconsistent with the experimental results. Hence, despite its practical importance, the formation process of CCG remains to be clarified. In this study, detailed investigations into the formation mechanism of CCG are carried out and the refinement methods of as-cast  $\gamma$  grain structure in C.C. process are put forward.

In addition to the C.C. process, the semi-solid processing is considered important process of producing high quality steels. In the semi-solid processing of carbon steels, the viscosity of semi-solid fluid is a factor affecting the mechanical property of final products and it largely depends on the  $\gamma$  grain structure, more precisely, the morphology and volume fraction of  $\gamma$  solid particles in L+  $\gamma$  structure during reheating process. However, the correlation among the morphology, volume fraction of semi-solid steel and the viscosity behavior is not fully clarified. In this study, controlling of L+  $\gamma$  structure in semi-solid processing is attempted and also the viscosity behavior is investigated in detail to clarify the correlation between them.

As described above, the main purpose of this study is the elucidation of formation mechanism of  $\gamma$  grain structures in both the as-cast and semi-solid steels. This thesis consists of 9 chapters and the organization is explained below.

In chapter 1, the importance of control of as-cast  $\gamma$  grain structure was explained in great detail mainly in terms of the occurrence the surface cracking in C.C. process and the control rolling process. Moreover, recently developing semi-solid processing and the problems involved in the application of the technique to steel production were described.

In chapter 2, the high temperature structures in steels such as dendrite, as-cast  $\gamma$  grain and L+  $\gamma$  semi-solid structure were detailed. The previous researches regarding as-solidified  $\gamma$  grain structure were reviewed with some classifications of microstructures according to the

solidification conditions and morphology of  $\gamma$  grain structure. In addition, some methods to fabricate semi-solid raw materials and the development of semi-solid structure in metals were explained.

In chapter 3, the formation mechanism of CCG structure in 0.2C steel was investigated by using the rapid unidirectional solidification equipment. In the formation process of CCG structure, Fine Columnar  $\gamma$  Grains (FCG) always exist ahead of the CCG region. The change from the FCG structure to CCG structure is discontinuous. The minor axis diameter of FCG is comparable to the primary dendrite arm spacing and the FCG region corresponds to the liquid+  $\gamma$  two-phase field. It was found that the CCG structure develops in the direction of heat flow by consuming the FCG structure at the front of CCG. This process should be classified into discontinuous grain growth and is in marked contrast to the continuous grain growth assumed in earlier studies.

In chapter 4, the as-cast  $\gamma$  grain structures and their formation mechanisms in hyperperitectic carbon steels were investigated. In steels with the carbon concentration higher than 0.38mass %, Columnar  $\gamma$  Grains (CG) whose average minor axis diameter is 200-500  $\mu$  m appear near the mold. When the carbon concentration is 0.43mass %, almost the whole structure consists of the CG. The microstructural observation, electron backscattered diffraction analysis suggested that the CG structure was formed by primary or preferential growth of  $\gamma$  dendrite structure. This was also supported by the numerical analysis of dendrite growth.

In chapter 5, the formation mechanism of as-cast  $\gamma$  grain structure in steels with the carbon concentration less than 0.15mass % was investigated. In the steels with the carbon concentration between 0.1 and 0.15 mass %, the CCG structure formed near the surface of the cast ingot. In the steels with the carbon concentration less than 0.1mass %, the CCG and FCG structure were not observed and, instead, Columnar and Equiaxed  $\gamma$  Grain (CEG) structure was observed in the whole observation area. Based on the microstructural observation for furnace-cooled samples, it was considered that the formation of CEG originates from the massive-like partitionless transformation.

In chapter 6, the morphology and formation mechanism of as-cast  $\gamma$  grain structures in carbon steels were summarized. Based on the knowledge for the formation of as-cast  $\gamma$  grain structure thus clarified, directions and practical methods to control as-cast  $\gamma$  grain structures were proposed. The formation of the CCG structure can be avoided by the addition of alloying elements which stabilize pinning phases, such as TiN,  $\delta$  and liquid, at high temperatures.

In chapter 7, the effect of heating rate, holding time and the addition of Nb on the development of semi-solid structure in 100Cr6 steel was investigated by reheating experiment. It was revealed that the size of globular  $\gamma$  grains in semi-solid structure was smaller in Nb added sample especially in the case of a slow reheating condition due to the suppression of  $\gamma$  grain growth by NbN particles dispersed in the matrix.

In chapter 8, the viscosity of 100Cr6 steel in liquid single or liquid +  $\gamma$  duplex phase state was investigated by using high temperature rotational type viscometer. The liquid and semi-solid steel showed non-Newtonian behavior. The viscosity of semi-solid steel dramatically increased with small decrease in temperature. Hence, in practical, the precise control of temperature must be required for the application of semi-solid processing to steels.

Finally, the important findings in this study were summarized in chapter 9.

# 学位論文審査の要旨

主 査 准教授 大 野 宗 一

副 査 教 授 松 浦 清 隆

副 査 教 授 中 村 孝

副 査 教 授 M. Karbowniczek (AGH University of Sci. and Tech.)

## 学 位 論 文 題 名

# Elucidation of formation mechanism of $\gamma$ grain structures in as-cast and semi-solid carbon steels including viscosity behavior of the semi-solid steel

(炭素鋼の鑄片  $\gamma$  粒及び再溶融  $\gamma$  粒組織の形成機構の解明とセミソリッド鋼の粘性挙動の調査)

~~~~~

炭素鋼の連続鑄造プロセスにおいて形成するオーステナイト ( $\gamma$ ) 粒組織 (以下、鑄片  $\gamma$  粒組織) は、鑄片の熱間延性に影響を及ぼす重要な組織である。特に包晶組成近傍の鋼種には粗大かつ柱状の  $\gamma$  粒が形成し、その粗大柱状粒組織が表面割れの原因となることが知られている。したがって、鑄片  $\gamma$  粒組織の等軸化及び微細化は、鉄鋼製造プロセスにおける重要課題であり、そのためには粗大柱状  $\gamma$  粒組織の形成機構を明らかにする必要がある。しかしながら、現状において、鑄片  $\gamma$  粒組織の形成機構の理解は不十分であり、これは未だに鑄片  $\gamma$  粒組織の微細化指針が確立されていないことにも表れている。また、連続鑄造法に加えて、鉄鋼材料の新しい製造法であるセミソリッドプロセスにおいても  $\gamma$  粒組織制御は極めて重要な課題である。炭素鋼のチクソフォーミングにおいては、鑄片を加熱し、 $\gamma$  + 液相の二相共存状態とした後、鑄型への充填が行われる。しかしながら、その間の  $\gamma$  粒組織の発達過程やその組織に影響を及ぼす高温物性値、特にセミソリッドの粘性の挙動は十分に明らかにされていない。

本研究は鉄鋼材料の重要な製造プロセスである連続鑄造プロセスとセミソリッドプロセスにおける  $\gamma$  粒組織制御法の発展を目的とし、 $\gamma$  粒組織の形成機構とそれに関わる高温物性値の挙動の解明を試みたものである。本論文は九章から構成されており、各章の概要は以下の通りである。

第一章では、製品の歩留まり向上の観点から、連続鑄造法及びセミソリッド鑄造法における重要課題を説明している。

第二章では、 $\gamma$  粒組織形成・成長過程に関する従来の知見をまとめている。

第三章では、連続鑄造時の冷却条件に極めて近い急速一方向凝固装置を用いて、0.2mass% 炭素鋼における粗大柱状  $\gamma$  粒 (Coarse Columnar  $\gamma$  Grain, CCG) の組織形成機構を調査している。凝固過程において発達する CCG の前方には、デンドライト一次アーム間隔程度の

サイズを有する微細な柱状  $\gamma$  粒 (Fine Columnar  $\gamma$  Grain, FCG) が常に形成することが観察された。そして, CCG はその前方に存在する FCG を蚕食して発達する, いわゆる不連続粒成長によって成長することが明らかになった。したがって, 従来想定されてきた連続粒成長は生じていないことが示された。

第四章では, 0.15~0.45mass% 炭素濃度の過包晶鋼を対象とし, 鑄片  $\gamma$  粒組織の形成機構を調査している。過包晶鋼の鑄片  $\gamma$  粒組織は, 炭素濃度の増加に伴い, CG(Columnar  $\gamma$  Grain) を有する組織へと変化した。組織観察, EBSD, 数値解析の結果, CG 組織は凝固初期における  $\gamma$  デンドライトの優先成長によって形成することが示された。

第五章では, 炭素濃度 0.15mass% 以下の鋼種において, 鑄片  $\gamma$  粒組織形成機構を調査している。低炭素鋼においては, CCG 及び FCG のどちらも異なる等軸・柱状の混粒組織が観察され, この等軸・柱状の混粒組織は, massive-like な  $\delta/\gamma$  相変態によって形成することが示唆された。

第六章では, 炭素鋼の鑄片  $\gamma$  粒組織の形態及びその形成機構を総括し, 鑄片  $\gamma$  粒組織の微細化方法を検討している。CCG 組織の形成防止には, FCG/CCG 境界の移動を抑制することが必要であり, その検証実験として, Ti, Nb 合金元素の微量添加による移動抑制効果を調査した。その結果, CCG 組織が FCG 組織に置き換わる形で組織の微細化が達成された。

第七章では, セミソリッド鑄造法の適用が期待される 100Cr6 鋼を対象とし, 組織の発達挙動を調査している。その結果, 再溶融はミクロ偏析が存在するデンドライト樹間及び  $\gamma$  の結晶粒界で優先的に起こることが示された。再溶融前の  $\gamma$  粒組織の微細化を目的として Nb を添加したところ, NbN の形成により  $\gamma$  粒の粗大化が抑制され, その結果 ( $\gamma$  + 液相) 二相組織における球状  $\gamma$  粒子が微細化することを明らかにした。

第八章では, 第七章で用いた 100Cr6 鋼のセミソリッド組織及び溶鋼の高温粘性挙動を調査した。そのセミソリッド試料はせん断歪速度の上昇に伴う粘性係数の低下, すなわちチキソトロピーを示した。固相が完全に消滅した液相において, 粘性係数がせん断歪速度の増加に伴い低下する非ニュートン性の挙動が示された。

第九章は本論文の総括である。

これを要するに, 著者は, 連続鑄造法及びセミソリッド鑄造法における  $\gamma$  粒組織の形成過程ならびにその制御指針を発展させたものであり, 鉄鋼材料製造プロセスの分野における工学的及び学術的な進歩に貢献するところ大なるものがある。よって著者は, 北海道大学博士 (工学) の学位を授与される資格あるものと認める。