



溶湯性状数値化のための 熱分析装置の開発

株式会社マツバラ 川島 浩一

1 緒言

キューボラは鉄の溶解のみならず精錬効果も有し、溶湯性状も誘導炉のそれとは異なっていると言われている。(一社)日本鑄造協会 技術部会のキューボラ操業研究委員会では、キューボラ溶湯と電気誘導炉溶解による溶湯の性状を数値化すべく共同研究を開始した。

現在、溶湯中のC%、Si%を迅速に測定するための分析装置としてCEメーターによる熱分析が一般に行われている。しかし、その冷却曲線は、Si%を正確に測るためカップ内にテルル等を入しセメント共晶温度で凝固までを計測するだけのアナログデータが主であるので、溶湯そのものの冷却曲線をデジタル的に分析することができない。市販の熱分析装置では、過冷度等を測定できる装置はあるが高価であり、またデータの処理等個々の鑄造メーカーの実態に合わせたカスタマイズは困難である。

そこで、IoTが話題になっている昨今、キューボラ操業研究委員会で、溶湯性状の数値化をするための安価なデジタルの熱分析装置を自主開発することとし、その初号機が完成したので報告する。

2 装置概要

データロガーは、冷却曲線の微分値を少ないノイズで捉えたいので、分解能20bitのものを選定した。また、①セメント共晶凝固曲線 ②グラファイト共晶凝固曲線 ③接種直後の曲線 ④同じ溶湯におけるフェーディング後の曲線等を記録するため、最低4チャンネルが同時に記録できるものとした。データ収集用PCはデータロガー用ソフトを動かすためWindowsマシンとし、コンパクトながらWi-Fi、Bluetooth、HDMI等必要なインターフェースを兼ね備えたスティックPCを選定した。ディスプレイは視認性と可搬性及びコストのバランスを考え10インチとし、スティックPCから直接出力できるHDMI入力を備えたものとした。

開発装置はコストを抑えるためデータロガーを含め各種部品を個別に購入した。可搬性を考慮して、データ収集用スティックPC、ディスプレイ、データロガーともに市販のアルミアタッシュケースにすべて組込み、カスタマイズが必要な各部品を固定するパーツは3Dプリンタで造形した。表1にデータロガー及びその他装置の仕様、図1に装置写真を示す。

冷却曲線計測用カップは、計測の安定性、入手のし

やすさ、コスト等を考慮し現在国内で広く使われているφ30のカップを採用した。通常の冷却曲線用にはグラファイト共晶用カップ(-G)、C%、Si%を得るためにはテルル入りのセメント共晶用カップ(-W)を使用する。図2にカップの詳細図を示す。

表1 データロガー PC仕様

品名	Pico TC-08(USB)
チャンネル数	8チャンネル
測定温度範囲	-270°C~1820°C
分解能	20Bit(ノイズフリーBit数16.25)
読込速度	100ms/チャンネル
インターフェース	USB1.1 (専用電源不要)
O.S.	Windows10 Home 32Bit
メモリー/ストレージ	2 GB / 32GB
モニター	10インチ/HDMI
その他	WiFi, Bluetooth

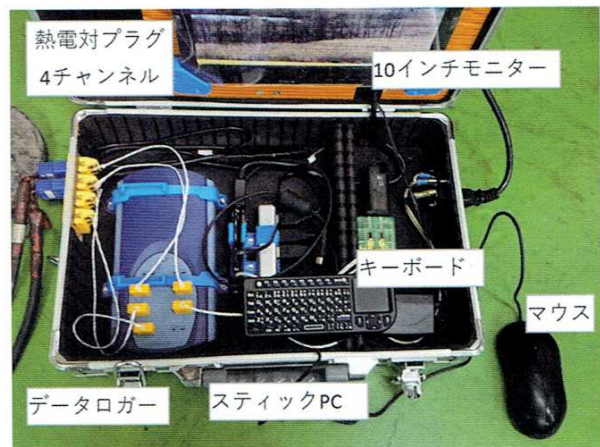


図1 熱分析装置内部

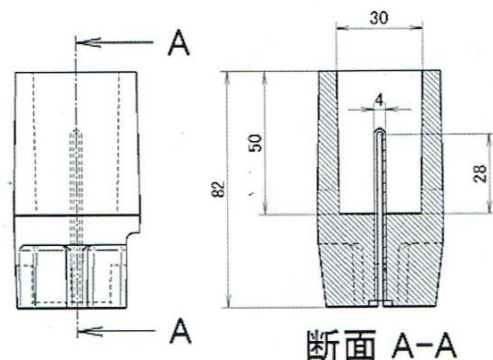


図2 冷却曲線計測用カップ詳細図

3. 冷却曲線の解析

3.1 冷却曲線の変曲点の算出

データロガーソフトは、測定データを時間とともにMS-EXCELで読み込み可能なCSV形式で出力できる。このCSVデータをエクセルに取り込み、グラフ作図機能でチャンネルごと（例えば、グラファイト共晶凝固、セメントイト共晶凝固）に冷却曲線グラフを表示することが可能である（図3参照）。また、セメントイト凝固曲線からは、初晶温度及びセメントイト共晶温度（ T_{EC} ）が求められ、その初晶温度よりCE値、初晶温度、共晶温度の多項式からC%、Si%が得られる。このC%、Si%からは、式（1）によりグラファイト共晶温度（ T_{EG} ）を求めることができる。今回は菅野らの実験結果¹⁾を引用した。

$$T_{EG} = 4.7 \times Si\% + (1417 - 273) \quad (1)$$

またグラファイト共晶曲線から一次微分曲線を求め、得られる変曲点より共晶開始時間（ t_{Es} ）、過冷最低温度（ T_{SC} ）、再輝温度（ T_{EM} ）、共晶凝固終了時間（ t_{Ee} ）及びその時の冷却速度（ V_{Ee} ）をそれぞれ求めることができる（図4参照）。

各々の冷却曲線から求めた T_{SC} 、 T_{EC} 、 T_{EG} を使って、式（2）から黒鉛化度²⁾の算出も可能である。

$$\text{黒鉛化度} = (T_{SC} - T_{EC}) / (T_{EG} - T_{EC}) \quad (2)$$

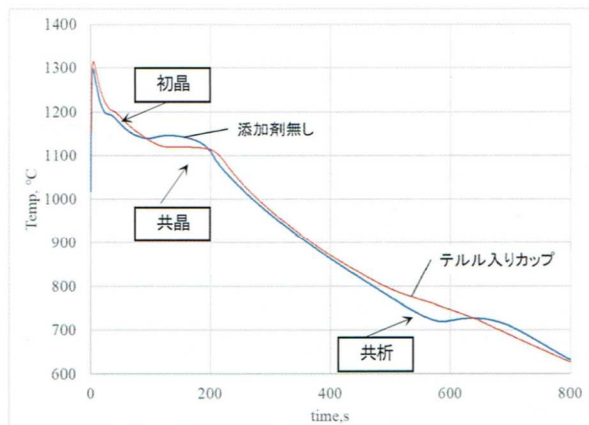


図3 冷却曲線測定結果

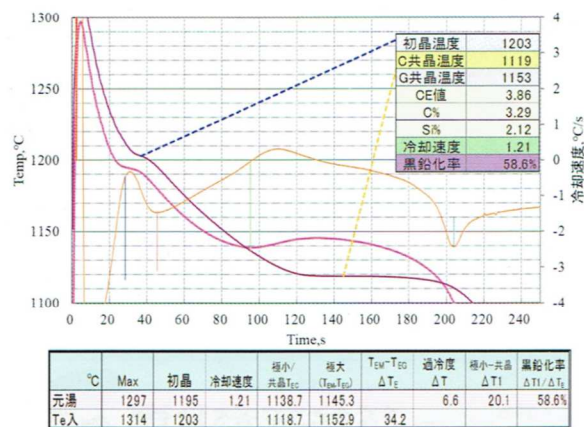


図4 一次微分曲線と各変曲点温度計算結果

3.2 晶出相の無い場合の冷却曲線

通常得られる冷却曲線は、系の自然冷却と晶出時に放出された潜熱とを足し合わせたものであるが、これまでの装置では区別できなかった。

溶湯の性状を評価する場合、潜熱の放出タイミング及びその量が大きな要因であると考えられる。そこで晶出相の無い場合の冷却曲線を微分した冷却速度曲線（ゼロカーブ³⁾）を求めた。

$$dT/dt = -A \cdot B \cdot \text{Exp}(-B \cdot t) \quad (3)$$

式（3）のA、Bは、熱分析曲線の相変態が無い部分（共晶凝固以降）の2点から求める。

溶湯の冷却曲線及びゼロカーブそれぞれの微分曲線の差を時間で積分した値（面積）が、潜熱の放出量を示している。溶湯の冷却曲線の微分曲線、ゼロカーブの微分曲線及び各変曲点間の凝固潜熱放出量（面積）を計算したグラフを図5に示す。初晶、共晶、黒鉛晶出等の各々の晶出に使われた潜熱の比率から、凝固形態の推定が可能と思われ今後の研究課題とする。

4 試験片の作製

溶湯の性状を測定するにあたり、同じ条件のもと組織、硬さ等製品の出来栄も評価する必要がある。そこで、 $\phi 30 \times L100$ 試験片及び階段試験片が同時に铸造可能な、方案付きの模型を設計し、3Dプリンタで造形後、 CO_2 鋳型を製作した。図6に方案付きの試験片の図面を示す。

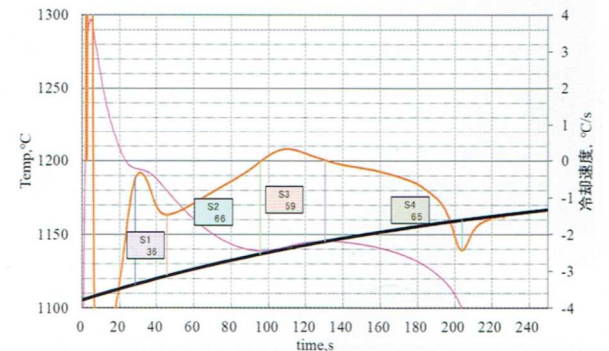


図5 ゼロカーブ微分値による凝固潜熱放出量の計算

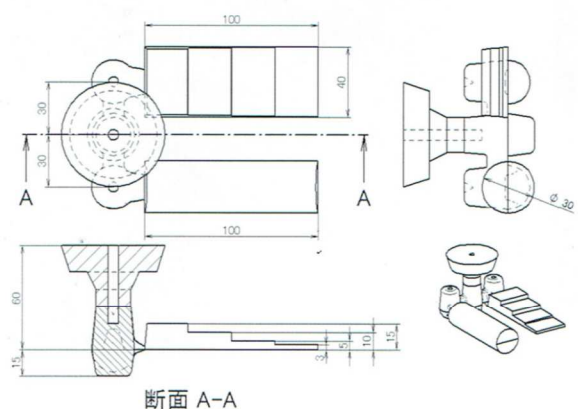


図6 3Dプリンタで造形する方案付きの試験片

図7に3Dプリンタで造形した模型による鋳型と铸造した試験片を示す。必要最小限のサイズとしたため、必要溶湯量も少なく(1kg程度)、また鋳型価格も低く抑えることができた。

5 試験結果

量産工程内で本装置により溶湯の凝固曲線を実測し、その精度を確認した。

5.1 溶湯冷却曲線の測定

キュボラ溶湯を各ラインに配湯するため、前炉(昇温機能無し)の溶湯を配当取鍋に移し替える。この時一次接種として黒鉛系接種剤を0.15%添加する。この溶湯を元湯として、添加剤無しのカップ及びテルル入りカップに注ぐ。その後、配湯取鍋から注湯取鍋に溶湯を空け替えるタイミングで二次接種としてFe-Si75%を0.15%添加する。この時、接種直後、5分後及び10分後の溶湯をそれぞれ添加剤無しのカップに注湯し、0.5秒のサンプリング間隔で冷却曲線を計測した。図8に計測中画面を示す。

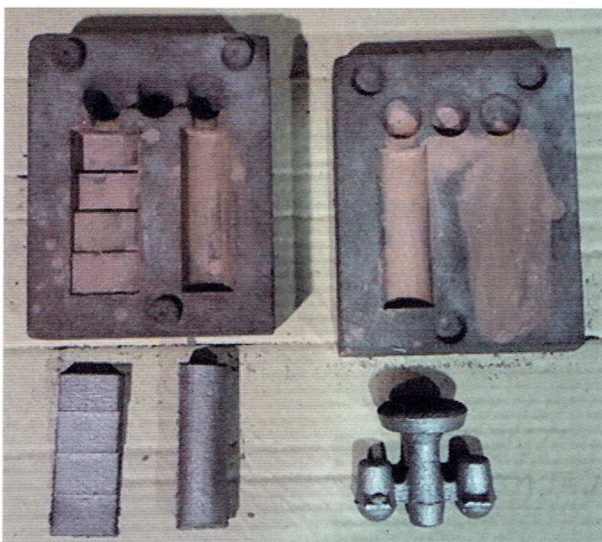


図7 3Dプリンタで造形した模型によるCO2鋳型と铸造試験片

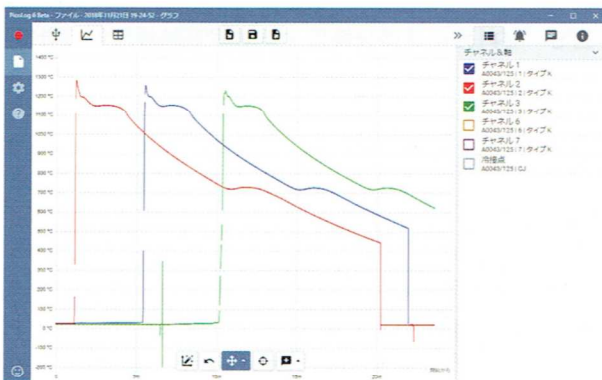


図8 測定中画面(グラフ表示)

5.2 一次接種後の溶湯冷却曲線

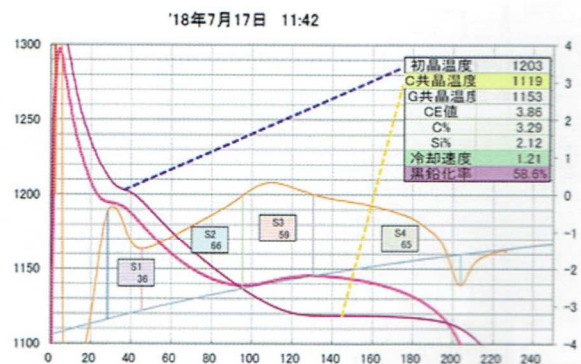
計測された冷却曲線のデータはCSV形式に変換して保存する。その後、データは冷却曲線解析用エクセルシートに読み込む。

一次接種直後のテルル入り、元湯の冷却曲線及び本装置による計測から得られた各種計算値を図9に示す。テルル入りカップの曲線からは、CE値、C%及びSi%を算出する。またその値からグラフィット共晶温度がワークシート上で計算される。元湯のカップの冷却曲線からも過冷最低温度(TEL)等、各変曲点における温度データが算出される。また同時にゼロカーブの微分値も計算、グラフ表示される。また各変曲点間の潜熱の放出量を計算し、グラフ中にS1、S2、S3、S4として表示している。

5.3 二次接種後の溶湯冷却曲線とフェーディング

二次接種後の溶湯も、一次接種後の溶湯同様各種溶湯性状に関するデータが計算される。またカップ内温度が共析温度以下になるまでの約15分間、0.5秒間隔で測定することにより、共析変態時の温度変化も細かく測定できる(図3及び図9参照)。

過冷最低温度(TEL)を比較することで、フェーディングの進み具合が分かる。また、図10のように4つのチャンネルデータを同時に表示することにより、フェーディングの進み具合を「見える化」することができる。



	°C	Max	初晶	冷却速度	最小	最大	T ₀ -T _{0.5}	過冷度	潜熱-共晶	率
元湯	1297	1195	1.21	1138.7	1145.3					
Te入	1314	1203		1118.7	1152.9	34.2		6.6	20.1	58.6%

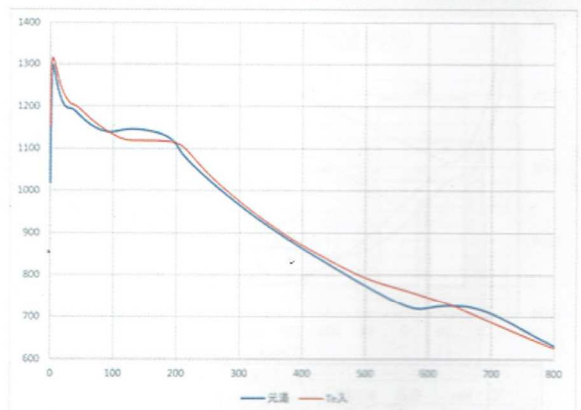


図9 計測結果出力シート

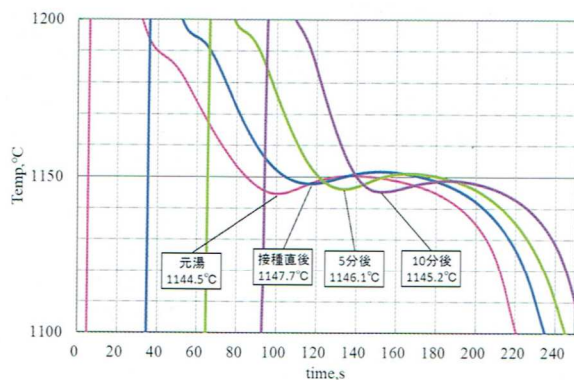


図 10 フェーディングの状況

6 結言

- 1) 市販されている溶湯の熱分析装置は高価であるが、データロガー等市販品の組合せ及び3Dプリンタの活用により安価で精度の高い分析装置を作製した。
- 2) 4つの測定チャンネル数、0.5秒間隔のサンプリングで

約15分間の測定時間が可能になり、自由度の高い装置となった。

- 3) データロガー用ソフトも製品添付の汎用ソフトのため、新たに計測用のソフトを作成する必要もなく、測定チャンネルとCEカップをケーブルでつなぐだけで、簡単に計測を始めることが可能である。
- 4) 今後、試験片や製品の組織、硬さ等と熱分析装置から得られる数値との相関を取り、製品品質向上に役立てたい。

参考文献

- 1) 菅野利猛、葉 椰、森中真行、中江秀雄： 鑄造工学 70 (1998), 465
- 2) 菅野利猛、葉 椰、姜 一求、森中真行、中江秀雄： 鑄造工学 70 (1998), 773
- 3) ノバキャストジャパン ホームページ <http://castiron.m78.com/>