

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-71872

(P2010-71872A)

(43) 公開日 平成22年4月2日(2010.4.2)

(51) Int.Cl.
GO 1 N 21/63 (2006.01)F 1
GO 1 N 21/63テーマコード (参考)
2 GO 4 3

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2008-241187 (P2008-241187)
(22) 出願日 平成20年9月19日 (2008.9.19)(71) 出願人 000006655
新日本製鐵株式会社
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号
(74) 代理人 100078101
弁理士 綿貫 達雄
(74) 代理人 100085523
弁理士 山本 文夫
(74) 代理人 100154461
弁理士 関根 由布
(72) 発明者 内山 ▲徳▼彦
東京都千代田区大手町二丁目6番3号 新
日本製鐵株式会社内
(72) 発明者 坂本 康裕
東京都千代田区大手町二丁目6番3号 新
日本製鐵株式会社内

最終頁に続く

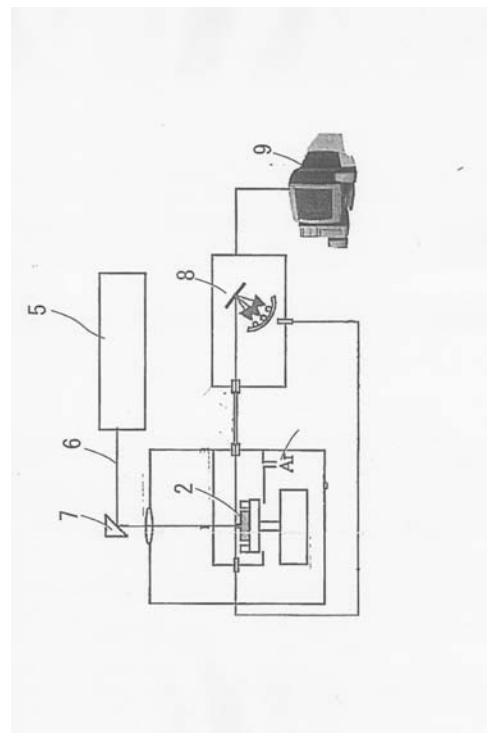
(54) 【発明の名称】 鋳片の偏析分析方法

(57) 【要約】

【課題】 鋳片サンプル断面を研磨加工することなく偏析度の分析を行うこと可能であって、かつ、連続鋳造工程から圧延工程へ移行するまでの短時間（約2～4時間）の間に偏析度の分析を可能とする技術の提供。

【解決手段】 連続鋳造機出側で、鋳片の厚み方向中心付近に生じる中心偏析部4を含むように溶断された鋳片サンプル2を、表面研磨することなく、そのまま分析サンプルとし、この分析サンプルの表面に設定された各照射ポイント3に対して、同一ポイントにレーザー光を複数回繰り返して照射することにより、表面に形成されたスケールを溶融しながらレーザー発光分光分析を行う。

【選択図】 図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

連続鑄造機出側で、鑄片の厚み方向中心付近に生じる中心偏析部を含むように溶断された鑄片サンプルを、表面研磨することなく、そのまま分析サンプルとし、

この分析サンプルの表面に設定された各照射ポイントに対して、同一ポイントにレーザー光を複数回繰り返して照射することにより、表面に形成されたスケールを溶融しながらレーザー発光分光分析を行うことを特徴とする鑄片の偏析分析方法。

【請求項 2】

発光分光分析の光源は、波長が 700 ~ 2500 nm のレーザー光であって、

時間幅が 0.05 ~ 0.10 秒のパルス光を照射することを特徴とする請求項 1 記載の鑄片の偏析分析方法。 10

【請求項 3】

鑄片サンプルの表面をフライス加工して凹凸を除去し、表面研磨することなく分析サンプルとすることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の鑄片の偏析分析方法。

【請求項 4】

レーザー光のビーム径は、0.5 ~ 1.0 mm とし、

レーザーの照射ポイントは、鑄片の厚み方向中心付近に 0.5 ~ 1.0 mm ピッチで 10 ~ 20 点とすることを特徴とする請求項 1 ~ 3 の何れかに記載の鑄片の偏析分析方法。

【請求項 5】

偏析分析は、同一の照射ポイントに複数回行う照射のうち、鑄片サンプル表面に形成されたスケール成分溶融後の照射により得られた発光を分光分析し、分析対象元素の発光強度を求めた上で、全照射ポイントについて前記発光強度を比較して、下記(1)式の偏析度として分析することを特徴とする請求項 1 ~ 4 の何れかに記載の鑄片の偏析分析方法。 20

偏析度 = 評価対象元素発光強度の最大値 ÷ 評価対象元素発光強度の最小値・・・(1)

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はレーザー発光分光分析による鑄片の偏析分析方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】 30

鋼の連続鑄造鑄片において、鑄片厚さ方向の中心部に C、S、P、Mn といった不純物成分や合金成分が濃縮した偏析帯である中心偏析、または上記の成分が等軸晶間に濃縮して存在する粒状の偏析は、厚板製品における機械特性低下の原因となる重大な鑄造欠陥の一つである。これらの欠陥は、鑄造末期の未凝固相における残溶鋼が凝固するときに収縮して負圧状態となり、デンドライト樹間に微細に濃化したミクロ偏析をとまなう溶鋼が吸い出されてデンドライト樹間から流出し、局所的に凝固組織が凝着した閉空間内に集積して凝固することにより、マクロ的な偏析となるものである。

【0003】

なお、偏析の程度(以下、偏析度という)の検査は、圧延前の鑄片段階において行われる。これは、鑄片圧延後の検査では、偏析度が大きい鑄片から製造された製品でも、サンプルの採取位置によっては偏析が検出されないことがあり、よほど多数のサンプルを採取して代表性を確保しない限り、偏析度が大きい鋼板を偏析に厳格な用途向けに出荷してしまう危険性があることによる。 40

【0004】

従来、中心偏析分析方法としては、圧延前の鑄片段階において、鑄造方向に比較的短い(数百 mm 程度)の鑄片サンプルを採取し、エッチプリント法やドリル分析法、EPMA 法などが採用されてきた。これらの方法では、いずれも事前に鑄片サンプル断面を研磨加工する準備工程が必要となり、偏析度の分析の準備工程に手間と時間がかかる問題があった。

(エッチプリント法)

エッチプリント法とは、例えば特許文献 1 に記載されるように、鋳片から採取した試験片（以下、鋳片サンプルという）の切断面を研磨して、偏析部が優先的に腐食されるピクリン酸等の腐食液により腐食させ、腐食部にインク等を染み込ませた後、一旦表面のインクを拭き取り、腐食部に残ったインクをセロハン紙に写し取る等の方法により、偏析の発生状況を可視化して分析する方法である。

（ドリル分析法）

ドリル分析法とは、鋳片サンプルの縦断面からマクロプリントを採取して中心偏析領域を特定し、この中心偏析領域上の多数の分析点から、直径 5 mm 程度のドリルによって切粉サンプルを採取し、各分析点の切粉サンプル中の微量元素濃度を、燃焼 - 赤外線吸収法や、ICP 発光分析法により分析することにより、偏析度を定量的に分析する方法である。

10

（E P M A 法）

E P M A（電子線プローブ X 線マイクロアナライザー）法とは、電子線プローブ X 線マイクロアナライザーによるマッピング分析を利用する方法であり、鋳片サンプル全面を検査すれば、偏析のマクロ観を把握できると共に、結果も数値化できる利点がある。

【0005】

完成した鋼材に求められる強度は、その用途により異なるため、圧延前の鋳片段階において、偏析度を正確に分析して、各用途先ごとに要求される機械特性を満足する鋼材を、それぞれの要求基準ごとに適宜振り分けて出荷できるようにする技術への要求がある。特に、近年、連続鋳造工程で製造された鋳片を冷却せず、そのまま圧延工程へ送る生産フローが主流となっており、このようなフロー下で連続鋳造工程から圧延工程へ移行するまでの短時間（約 2 ～ 4 時間）の間に、偏析度を迅速に分析して、鋼材の用途先を速やかに決定できる技術への需要がある。

20

【0006】

しかし、前記のエッチプリント法では鋳片の切断面研磨時間や、腐食時間が必要となり、中心偏析度を前記約 2 ～ 4 時間では分析できない。また、ドリル分析法では、偏析度を定量的に分析できるという利点を有するが、切粉採取位置を決定するために、事前に酸による腐食やマイクロプリントによって中心偏析の位置を特定した後、切粉を採取してから分析を行なうので、分析結果が出るまでにマクロプリント法よりも更に長時間を要することになる。更に、E P M A 法でも、用いるビーム径は中心偏析のようなマクロ偏析の偏析粒径に比べて、極めて小さいので、マクロ偏析を分析するには、極めて多数の分析点について分析を行なわざるを得ず、例えば鋳片サンプル断面が 50 mm × 250 mm というように広い面積を分析するには、20 時間以上の長い分析時間を要することになってしまう。また分析時間を短縮するために、検査面積を小さくすると、検査結果に対する代表性が低下し、大きな偏析粒を見逃してしまうという問題もある。

30

【特許文献 1】特開 2002 - 361381 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明の目的は前記の問題を解決し、鋳片サンプル断面を研磨加工することなく偏析度の分析を行うこと可能であって、かつ、連続鋳造工程から圧延工程へ移行するまでの短時間（約 2 ～ 4 時間）の間に偏析度の評価を可能とする技術を提供することである。

40

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記課題を解決するためになされた本発明の鋳片の偏析分析方法は、連続鋳造機出側で、鋳片の厚み方向中心付近に生じる中心偏析部を含むように溶断された鋳片サンプルを、表面研磨することなく、そのまま分析サンプルとし、この分析サンプルの表面に設定された各照射ポイントに対して、同一ポイントにレーザー光を複数回繰り返して照射することにより、表面に形成されたスケールを溶融しながらレーザー発光分光分析を行うことを特徴とするものである。

50

【 0 0 0 9 】

請求項 2 記載の発明は、請求項 1 記載の鋳片の偏析分析方法において、発光分光分析の光源は、波長が 7 0 0 ~ 2 5 0 0 nm のレーザー光であって、時間幅が 0 . 0 5 ~ 0 . 1 0 秒のパルス光を照射することを特徴とするものである。

【 0 0 1 0 】

請求項 3 記載の発明は、請求項 1 または 2 記載の鋳片の偏析分析方法において、鋳片サンプルの表面をフライス加工して凹凸を除去し、表面研磨することなく分析サンプルとすることを特徴とするものである。

【 0 0 1 1 】

請求項 4 記載の発明は、請求項 1 ~ 3 の何れかに記載の鋳片の偏析分析方法において、レーザー光のビーム径は、0 . 5 ~ 1 . 0 mm とし、レーザーの照射ポイントは、鋳片の厚み方向中心付近に 0 . 5 ~ 1 . 0 mm ピッチで 1 0 ~ 2 0 点とすることを特徴とするものである。

【 0 0 1 2 】

請求項 5 記載の発明は、請求項 1 ~ 4 の何れかに記載の鋳片の偏析分析方法において、偏析分析は、同一の照射ポイントに複数回行う照射のうち、鋳片サンプル表面に形成されたスケール成分溶融後の照射により得られた発光を分光分析し、分析対象元素の発光強度を求めた上で、全照射ポイントについて前記発光強度を比較して、下記 (1) 式の偏析度として分析することを特徴とするものである。

偏析度 = 評価対象元素発光強度の最大値 ÷ 評価対象元素発光強度の最小値 (1)

【 発明の効果 】

【 0 0 1 3 】

鋳片サンプルの切断面表面には酸化鉄等のスケール成分が形成され、当該スケール成分は偏析分析の妨げとなるため、従来法では、鋳片サンプル断面を研磨加工し、スケール成分を除去する必要があった。これに対し、本発明のレーザー発光分光分析による鋳片の偏析分析方法では、鋳片分析サンプルの表面に設定された各照射ポイントに対して、同一ポイントにレーザー光を複数回繰り返して照射することにより、表面に形成されたスケールを溶融しながらレーザー発光分光分析を行うことにより、分析前のサンプル研磨加工に要する時間と手間が不要となり、更に、パルス光を照射して得られる発光強度を分析するレーザー発光分光分析を採用することにより、連続鋳造工程から圧延工程へ移行するまでの短時間 (約 2 ~ 4 時間) の間に、迅速に偏析度の分析をすることが可能となった。

【 0 0 1 4 】

さらに、本発明によれば、同一ポイントでの深さ方向における成分分布情報も得ることが可能となる。

【 0 0 1 5 】

請求項 2 記載の発明によれば、発光分光分析の光源として波長が 7 0 0 ~ 2 5 0 0 nm のレーザー光を採用し、時間幅が 0 . 0 5 ~ 0 . 1 0 秒のパルス光として鋳片サンプルに照射するため、当該高エネルギーの光により、照射面を溶融することができる (1 回の照射ごとに 1 ミクロン弱の溶融) 。

【 0 0 1 6 】

請求項 3 記載の発明によれば、鋳片サンプルの表面をフライス加工して凹凸を除去することにより、各照射ポイントに同一回数照射後の溶融面の深さが均一とし、分析の正確性を高めることができる。

【 0 0 1 7 】

一般に中心偏析は鋳片の厚み方向中心付近で 1 ~ 2 mm の部分に発生するため、請求項 4 記載の発明のように、レーザー光のビーム径を、0 . 5 ~ 1 . 0 mm とし、レーザーの照射ポイントは、鋳片の厚み方向中心付近に 0.5 ~ 1.0 mm ピッチで 1 0 ~ 2 0 点とすることにより、中心偏析を効率よく迅速かつ確実に分析することができる。

【 0 0 1 8 】

請求項 5 記載の発明のように、同一の照射ポイントに複数回照射した最終回の照射により得られた発光を分光分析することにより、前記のスケールの影響を確実に排除することができる。また、鑄片の厚み方向中心付近に 0.5 ~ 1.0 mm ピッチで 10 ~ 20 点とった全照射ポイントについて発光強度を比較して、「偏析度 = 評価対象元素発光強度の最大値 ÷ 評価対象元素発光強度の最小値」として鑄片の偏析度を決定することにより、様々な鋼に汎用的に当該技術を適用可能となる。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 1 9 】

以下に、本発明の実施形態を図面を用いて説明する。

10

図 1 には、本発明で分析対象となる鑄片サンプルの説明図を示し、図 2 には本発明を実施するための装置の構成説明図を示している。

【 0 0 2 0 】

図 1 に示すように、本発明で分析対象となる鑄片サンプル 2 は、鑄造中の鑄片 1 から、連鑄機出側で、溶断して採取された鑄片サンプル 2 である。なお、当該鑄片サンプル 2 は、鑄片厚み方向中心付近に生じる中心偏析部 4 を含むように溶断されている。本発明の方法によれば、溶断面を研磨して酸化鉄等からなるスケール成分を除去する必要はなく、そのまま分析することができる。ただし、フライス加工により溶断面の凹凸をなくす処理をしておくことにより、各照射ポイントに同一回数照射後の溶融面の深さが均一となるため、分析の正確性を高めることができる。

20

【 0 0 2 1 】

鑄片サンプル 2 のレーザー照射ポイント 3 は、鑄片の厚み方向中心付近に 0.5 ~ 1.0 mm ピッチで 10 ~ 20 点とすることにより、中心偏析を効率よく迅速かつ確実に分析することができる。なお、レーザー光のビーム径を、0.5 ~ 1.0 mm とすることで、偏析粒径が 5 mm 程度のマクロ偏析のみならず、偏析粒径が 1 mm 程度のセミマクロ偏析についても、効率よく迅速かつ確実に分析することができる。

【 0 0 2 2 】

図 2 に示す装置では、前記の鑄片サンプル 2 にレーザー光を照射し、照射時の発光スペクトルを分析して対象元素含有量を検出するレーザー発光分光分析が行われる。

【 0 0 2 3 】

30

レーザー発振器 5 で発振されたレーザー 6 は、ミラー（反射鏡）7 を介して鑄片サンプル 2 表面に照射され、励起された信号が分光器 8 に取り込まれる。

【 0 0 2 4 】

発光させるためのレーザーは YAG レーザー等の、一般的にレーザー発光分析法に使用されるもので良く、分光器で各成分毎に強度を測定して、成分分析が行われる。このときのレーザー発光分析法は、例えば LIBS 法等の一般的方法を適用することができる。本発明に好適なレーザー仕様の一例を、表 1 に示す。

【 0 0 2 5 】

【 表 1 】

レーザー仕様	発振器ヘッド	NG:YAG
	波長	1064[nm]
	出力	800[mJ]
	ビーム径	1[mm]

40

【 0 0 2 6 】

本発明は、表 1 に示すように、高エネルギーのレーザー光を鑄片サンプルの切断面表面に照射して、まず、鑄片サンプルの切断面表面に形成されている酸化鉄等のスケール成分を溶融し、その後、引き続き同一ポイントに照射を繰り返すことにより、スケール成分の影響が排除された発光を分析可能としたことを特徴とするものである。従って、本発明に用いるレーザー光は、鑄片サンプルの切断面表面を溶融可能とするエネルギーを有する

50

ことが必要であり、波長が700～2500nmのレーザー光であって、時間幅が0.05～0.10秒のパルス光であることが好ましい。

【0027】

レーザー照射により誘起された発光は、分光器を介して分光され、各成分含有量に比例した発光強度を示すスペクトルとして検出することができる。本発明では、同一の照射ポイント3に複数回行う照射のうち、鑄片サンプル表面に形成されたスケール成分溶融後の照射により得られた発光を分光分析し、評価対象元素の発光強度を求めた上（参照：図3）で、全照射ポイントについて前記発光強度を比較して、下記（1）式の偏析度として評価することができる。

10

「偏析度＝評価対象元素発光強度の最大値÷評価対象元素発光強度の最小値」・・・（1）

【0028】

具体的には、各々のレーザー照射ポイント3毎に、評価対象元素の平均の発光強度を求める。次に、各照射ポイント3における平均の発光強度のなかで、最大のものを（1）式の評価対象元素発光強度の最大値とし、最小のものを（1）式の評価対象元素発光強度の最小値として（1）式に代入することにより、偏析度を求めることができる。各照射ポイントの発光強度の最大値と最小値との差が小さいほど、即ち（1）式で表される偏析度が1に近いほど評価対象の鑄片は偏析の程度が良好である。

【0029】

20

一般に中心偏析は鑄片の厚み方向中心付近で1～2mmの部分に発生するため、例えば、レーザー光のビーム径を1mmとし、1回の照射時間を60秒とするレーザーの照射ポイントを、鑄片の厚み方向中心付近に、1mmピッチで10点とり、各照射ポイントごとに2回ずつのレーザー照射を行った場合、全照射に要する時間は合計20分である。なお、本発明は、前記のようにサンプルの前処理工程を必要とせず、また、レーザー照射後瞬時に得られる発光データは速やかにコンピュータにより分析可能であるため、本発明にかかる鑄片の偏析分析方法によれば、連続鑄造工程から圧延工程へ移行するまでの短時間（約2～4時間）の間に、迅速かつ確実に偏析度の分析をすることができる。また、各照射ごとに図3に示すような、発光スペクトルが得られるため、偏析元素の定量的な分析も同時にすることができる。

30

【図面の簡単な説明】

【0030】

【図1】本発明を実施するための装置の構成説明図である。

【図2】本発明で分析対象となる鑄片サンプルの説明図である。

【図3】各レーザー照射により得られる発光強度データ

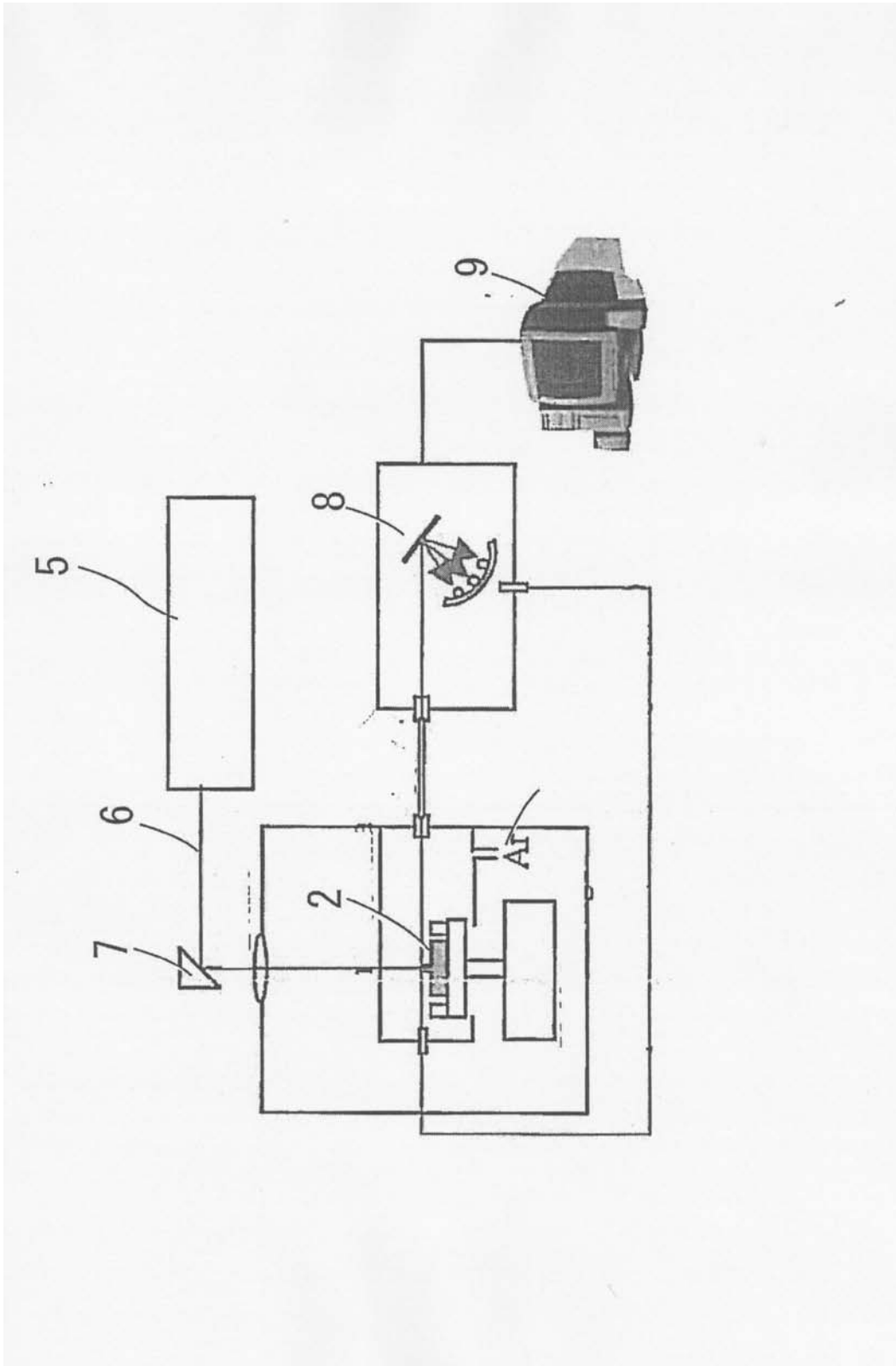
【符号の説明】

【0031】

- 1 鑄片
- 2 鑄片サンプル
- 3 鑄片サンプルのレーザー照射ポイント
- 4 中心偏析部
- 5 レーザー発振器
- 6 レーザー
- 7 ミラー
- 8 分光器
- 9 コンピュータ

40

【図 2】



フロントページの続き

(72)発明者 後藤 修

東京都千代田区大手町二丁目 6 番 3 号 新日本製鐵株式会社内

(72)発明者 宮原 正年

東京都千代田区大手町二丁目 6 番 3 号 新日本製鐵株式会社内

F ターム(参考) 2G043 AA01 AA03 BA07 CA05 DA01 EA10 FA01 FA06 HA02 JA01
KA01 KA08 KA09 MA01 NA01