

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 28 年 6 月 23 日現在

機関番号：12608

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420789

研究課題名(和文) 酸化物厚膜/金属系の熱伝導度測定法の確立と鋼の圧延工程における冷却制御への応用

研究課題名(英文) Development of thermal conductivity measurement technique for thick oxide film/metal system and application for cooling rate control in rolling process of steel

研究代表者

遠藤 理恵 (Endo, Rie)

東京工業大学・理工学研究科・助教

研究者番号：00372459

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文)：鋼の熱間圧延プロセスにおいて、鋼表面には酸化スケールが形成され、熱伝達に対して影響を及ぼす。鋼の冷却速度の制御は製造上の重要な課題であり、実際には熱流束の計算に基づくシミュレーションが行われている。このためには、酸化スケールや鋼の熱物性値が必須となる。本研究では、酸化スケールを表面に生成した鋼を試料として、酸化スケールと鋼の熱物性値を同時測定することを目的とした。このために、ホットストリップ法を改良し、短時間の測定結果から酸化スケールの熱浸透率、長時間の解析から鋼の熱伝導率を測定した。この方法により得られた熱物性値は、様々な鋼製造についての冷却のシミュレーションに役立てていくことができる。

研究成果の概要(英文)：In a hot rolling process of the steel, an oxide scale is formed on the steel surface and it has an influence for heat transfer from the steel. The cooling rate control of the steel is an important factor in the steel production, and the heat transfer simulation is carried out to produce the high quality steel. Thermophysical properties of the oxide scale and the steel are required for the simulation. The objective of this study was to measure the thermophysical properties of the oxide scale and the steel at the same time, where the sample was provided as a steel plate with oxide scale. Hot strip method was applied and improved to measure thermophysical properties: thermal effusivity of oxide scale can be measured from the analysis at the short measurement period and thermal conductivity of steel can be measured from the analysis at the long measurement period. This technique can be applied for various steels with oxide scales and provides useful thermophysical properties for the simulation of steel production.

研究分野：金属生産工学

キーワード：熱伝導率 熱浸透率 鋼 酸化スケール 圧延

1. 研究開始当初の背景

鋼の熱間圧延プロセスにおいて、鋼表面には厚さ数 10 - 100 μm の酸化スケールが形成され、その厚さや表面粗さによって冷却工程での熱伝達が変化する。一方、鉄はこの間に冷却される上、相変態も起こす。したがって、鋼の冷却速度の制御は製造上の重要な課題であり、実際には、熱流束の計算に基づくシミュレーションが行われている。

図1にスケールがついた鋼の水冷の模式図を示す。このとき、見かけの熱伝達率( $\alpha_{\text{eff}}$ )は、以下の式で表される。

$$\alpha_{\text{eff}}^{-1} = \alpha_{\Delta T_s}^{-1} + d_{\text{sc}}/\lambda_{\text{sc}} \quad (1)$$

ここで、 $\alpha_{\Delta T_s}$ 、 $d_{\text{sc}}$  および  $\lambda_{\text{sc}}$  はそれぞれ、酸化スケールから気相への熱伝達率、酸化スケールの厚さおよび熱伝導率を示している。鋼の水冷却とその熱流束に関してはいくつか報告されているが<sup>1,2)</sup>、いずれも鋼からの見かけの熱伝達率を評価している。より詳細なシミュレーションには $\alpha_{\text{eff}}$ ではなく、式(1)の右辺の各項の評価が必要となる。すなわち、右辺の項のうち、第2項を決定すると、第1項も求めることができる。このためには酸化スケール厚さおよび酸化スケールの熱伝導率を求められればよい。また、冷却シミュレーションでは、鋼中の熱伝導率も重要な値である。

申請者はこれまで、金属の熱伝導率をホットストリップ法により測定してきた<sup>3-6)</sup>。この従来の方法を改良することで、酸化皮膜/金属系の熱物性値を測定できると考えている。

ホットストリップ法の概略図を図2に示す。ストリップヒーターを2つの試料で挟み込み、一定の電流を供給し、そのときのヒーターの温度上昇を計測する。金属試料の場合、ホットストリップから試料への漏れ電流を防ぐことを目的として、試料面とヒーターの間には絶縁皮膜(SiO<sub>2</sub>など)を施す。図3にヒーターに電流を供給後の時間とヒーターの温度上昇( $\Delta T$ 、実際には電圧変化( $\Delta V$ )を測定)の関係を示す。時間 0.5 s 以降では、 $\ln t$  と  $\Delta V$  には直線関係があり、熱伝導率は、この傾きから求められる。一方、時間 0.5 s 以前は、絶縁皮膜の熱伝導率の影響を受けて、この直線よりも低い値を示している。すなわち、図2の計測初期の温度変化を解析することで、皮膜の熱物性値が、後半を解析することで金属

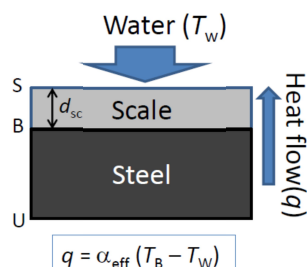


図1 スケールがついた鋼の水冷の模式図

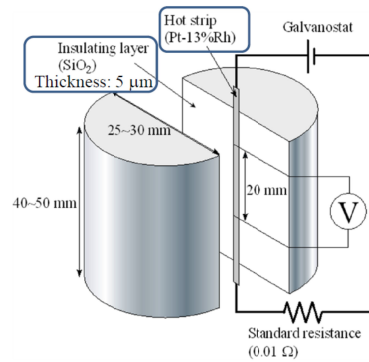


図2 ホットストリップ法による金属の熱伝導率測定概略図

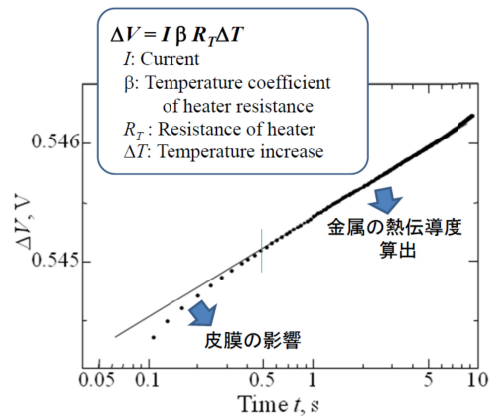


図3 ホットストリップ法による金属の熱伝導率測定時の時間( $t$ )と測定電圧の関係の一例<sup>3)</sup>

の熱伝導率が求められると考えた。しかしながら、このように、皮膜と金属の熱物性値を同時に計測する試みはこれまでなされていない。

- 1) J Wendelstorf, K-H Spitzer, R Wendelstorf; *Int. J. Heat and Mass Transfer*, **51** (2008) 4902-4910.
- 2) J Lee, *ISIJ International*, **49** (2009) 1920-1925.
- 3) R Endo, M Shima, M Susa; *Int J Thermophys.*, **31** (2010) 1991-2003
- 4) R Lan, R Endo, M Kuwahara, Y Kobayashi, M Susa; *J Appl Phys*, **112** (2012) 053712-6
- 5) R Lan, R Endo, M Kuwahara, Y Kobayashi, M Susa; *J. Appl. Phys.*, **110** (2011) 023701 □1 - 11
- 6) R Lan, R Endo, M Kuwahara, Y Kobayashi, M Susa; *Jap. J. Appl. Phys.*, **49** (2010) 078003-1-3

2. 研究の目的

本研究の目的は、酸化スケールが存在する鋼系において、「酸化スケール」と「鋼」の熱伝導率を同一装置を用いて測定する手法を確立することである。これらの熱伝導率は、鋼の熱間圧延プロセスなどの冷却における熱伝達のシミュレーションおよびスケールの機械的特性評価に必要なスケールの気孔率評価に役立てることができる。熱伝導率測定のために、本研究では従来より用いて

きたホットストリップ法を改良し、従来よりも短時間で測定できる装置の開発と解析方法の改良を行う。

### 3. 研究の方法

#### (1)ホットストリップ法の原理

ホットストリップ法による熱物性値の測定原理は、須佐ら<sup>7)</sup>が報告している。

時間  $t$  が小さいとき (熱浸透率)

ヒーターから供給した熱は皮膜 基板へと伝わっていく。熱が基板に到達する前の段階の測定データは1層(皮膜)のみの熱物性を反映していると考えられ、この場合は以下の式より熱浸透率( $e$ )が得られる。

$$e = \left( \frac{Q}{2a\pi^{1/2}} \right) / \left( \frac{d\Delta T}{dt^{1/2}} \right) \quad (2)$$

ここで  $Q$  はヒーターの単位長さあたりの発熱量、 $a$  はヒーターの半幅である。

時間  $t$  が大きいとき (熱伝導率)

$$\lambda = \left( \frac{Q}{4\pi} \right) / \left( \frac{d\Delta T}{d\ln t} \right) \quad (3)$$

$\Delta T$  と  $\ln t$  との傾きから熱伝導率が求められる。

#### (2)試料

試料には、熔融石英(20 x 40 x 10 mm<sup>3</sup>)および酸化スケール付鋼板(20 x 40 x 5 mm<sup>3</sup>)を用いた。熔融石英は、測定条件を検討するために用いた。酸化スケール付鋼板は、極低炭素鋼を酸化して、表面に約 100-200  $\mu\text{m}$  の酸化スケールを生成させたものである。

#### (3)実験

本研究のホットストリップ法の模式図を図 4 に示す。ストリップヒーター (Pt-13%Rh) を 2 つの板上試料で挟む。ヒーターは幅 0.92 mm、厚さ 20 mm のものを使用した。ヒーターに約 1.5-4.5 A の定電流を供給し、端子間の電圧変化( $\Delta V$ )からヒーターの温度変化を抵抗変化として測定する。測定電圧から温度変化は以下の式を用いて算出できる。

$$\Delta T = \Delta V / I \alpha_T R_{273}$$

ここで、 $I$  は電流、 $X_T$  は  $T$  K における単位長さあたりの抵抗、 $R_{273}$  は 273 K における端子間の抵抗および  $\alpha_T$  はヒーターの抵抗の温度係数である。電圧測定はオシロスコープを用いて行った。

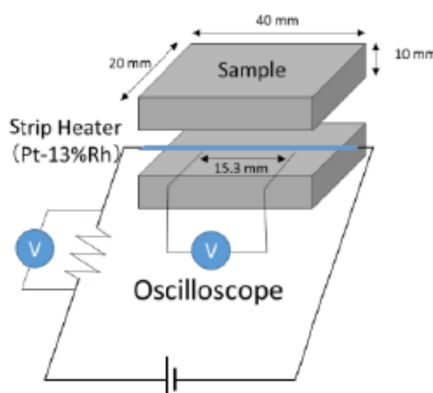


図 4 本研究のホットストリップ法の模式図

#### (4)シミュレーション

実験の解析の妥当性を検証するために、有限要素法による熱伝導のシミュレーションも行った。

7) 須佐匡裕ら, 日本金属学会誌, 51 (1987)651

### 4. 研究成果

#### (1) 熔融石英の測定

図 5 に熔融石英の測定結果(の時間側)を示す。グラフの傾きより、 $d\Delta T/dt^{1/2}$  を求め、熱浸透率を算出した。図 4 は最終的に測定が可能となったときのものである。このような測定をするために供給電流、ヒーター幅を調整した。また、ヒーターと試料間にはグリースを塗布した。解析に供する時間範囲は $\sqrt{Dt}/a < 0.5$  と決定した。測定を繰り返し、 $e = 1.55 \pm 0.09 \text{ kJm}^{-2}\text{s}^{-1/2}\text{K}^{-1}$  を得た。これは、文献値<sup>8,9)</sup>とよく一致する値である。

長時間側の解析からは、 $\lambda = 1.41 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  を得た。従来と同様にデジタルマルチメータを用いての測定も行った。その結果、オシロスコープによる測定は、デジタルマルチメータと測定の際のばらつき範囲内で一致した。デジタルマルチメータの方が電圧の測定精度が高いため、長時間側の測定にはデジタルマルチメータを用いることとした。

#### (2)酸化スケール付鋼板の熱物性測定のシミュレーション

実際に測定したい試料は、表面に酸化スケール

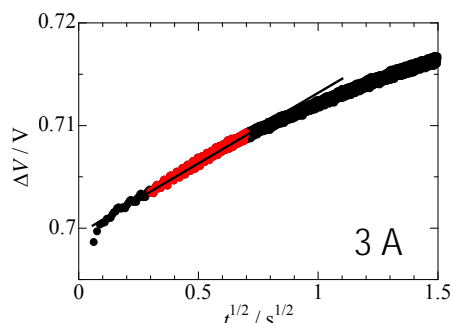


図 5 ホットストリップ法の測定結果(試料: 熔融石英)

ル (FeO など) が生成したものである。このような試料に対して、ホットストリップ法を適用したときの伝熱シミュレーションを行った(図 6)。図 7 にその結果を示す。試料が FeO のみで構成されているときと Fe の上に厚さ 100  $\mu\text{m}$  の FeO が生成しているときとは、解析時間範囲( $t^{1/2} < 0.6$ )において一致した温度変化が得られることが分かった。したがって、本測定方法の短時間側の解析により、酸化スケールの熱浸透率が得られることが予測できた。

#### (3)酸化スケール付鋼板の測定

実際に、極低炭素鋼を酸化して、FeO スケール(厚さ 100  $\mu\text{m}$ )を測定した。その結果、図 6 に対応するような温度上昇は観測できなかった。当初、FeO の電気伝導率は金属よりも低いため、ストリップヒーターに供給した電

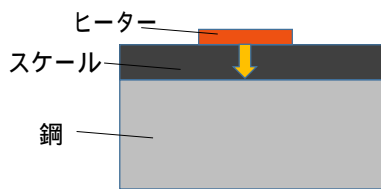


図6 ホットストリップ法の熱伝導シミュレーション

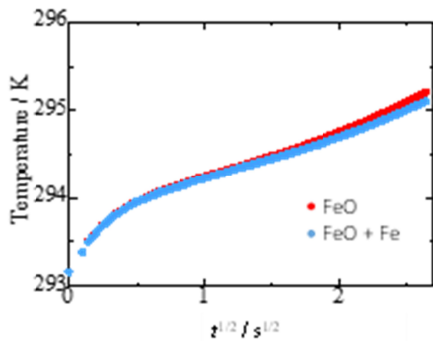


図7 シミュレーション結果

流によって、酸化スケール試料を加熱できると想定していた。しかしながら、実際は、ヒーターに供給した電流は、試料に流れてしまっていたと考えられる。そこで、ヒーター/試料間に絶縁被膜を施すこととした。いくつかの絶縁被膜を検討した結果、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  が良好な絶縁性を示すことが分かった。そこで、極低炭素鋼を大気酸化して、酸化スケールを生成させた。このとき最表面は、厚さ数 $\mu\text{m}$ の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ となっている。このような試料片を2枚準備して、熱物性値測定を行った。酸化スケールの熱浸透率は $4.3 \text{ kJm}^{-2}\text{s}^{-1/2}\text{K}^{-1}$ 、鋼の熱伝導率は $22 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ と得られた。測定に先立って、有限要素法による熱伝導シミュレーションを行い、絶縁被膜が測定に影響を与えないことを確認した。以上より、本研究では、鋼板上に生成した酸化スケールの熱浸透率と鋼板の熱伝導率を同時に測定する方法を確立した。この方法は様々な鋼種と酸化スケールについて適用が可能であり、鋼の冷却シミュレーションおよび冷却の解析に有用なデータを得ることができる。

8) S. E. Gustafsson, E. Karawacki, and M. N. Khan: *J. Phys. D*, Vol. 12, (1979) 1411

9) 日本熱物性学会: 熱分析ハンドブック, 2008, 養賢堂. 東京, p.292.

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表](計2件)

林大起、遠藤理恵、須佐匡裕:”ホットストリップ法による酸化スケールの熱浸透率測定法の検討“、日本鉄鋼協会第171回春季講演大会 2016年3月24日、東京理科大(東京都葛飾区)

林大起、遠藤理恵、須佐匡裕:”ホットスト

リップ法による酸化スケールの熱浸透率測定法の検討“、日本鉄鋼協会第170回秋季講演大会、2015年9月17日、九州大学(福岡県福岡市)

## 6. 研究組織

### (1)研究代表者

遠藤理恵 (ENDO, Rie)

東京工業大学・大学院理工学研究科・助教

研究者番号: 00372459

### (2)研究分担者

なし

### (3)連携研究者

須佐匡裕 (SUSA, Masahiro)

東京工業大学・大学院理工学研究科・教授

研究者番号: 90187691

### (4)研究協力者

林大起(HAYASHI, Hiroki)