

ポーラスプラグの X 線 CT による三次元構造解析

Three-dimensional Structure Analysis of Porous Plug using X-ray CT

山田啓介*, 大石高史**, 松本成史*, 大内龍哉***, 合田広治****, 森川勝美*****

Keisuke YAMADA*, Takafumi OISHI**, Shigefumi MATSUMOTO*, Tatsuya OUCHI***,
Koji GODA**** and Katsumi MORIKAWA*****

1 緒言

製鋼プロセスにおける二次精錬工程では、脱ガス、介在物の除去、温度の均一化のために、ポーラスプラグを用いた Ar ガス吹き込みによる溶鋼の攪拌が行われる。しかし、ポーラスプラグの使用に際して、溶鋼が気孔へ浸潤して通気阻害が引き起こされるという問題がある。これを解決するために、酸素洗浄によって、気孔への浸潤層を取り除くが、この処理は浸潤層に加えて、耐火物本体を過剰に損傷させてしまう。それゆえに、酸素洗浄がポーラスプラグの寿命を短くする原因となる。

ポーラスプラグの耐用向上には溶鋼浸潤の抑制が重要であり、ポーラス耐火物が持つ気孔と耐溶鋼浸潤性についての関係性を明らかにする必要がある。Li¹⁾ら及び松下ら²⁾は、圧力 P と浸潤限界の気孔直径 D の関係が (1) 式で表される Washburn の式³⁾に基づいて、ポーラス耐火物が持つ気孔径と気孔径分布が溶鋼浸潤に与える影響を調査している。

$$P = -\frac{4\gamma}{D}\cos\theta \quad (1)$$

ここで、 γ は溶鋼の表面張力、 θ は溶鋼と耐火物との接触角である。実炉においては、溶鋼静圧がかかると考えられるので、圧力 P は

$$P = \rho g H \quad (2)$$

と表される。ここで、 ρ は鋼の密度、 g は重力加速度、 H は取鍋中の溶鋼深さである。圧力が溶鋼静圧のみであるとする式 (1)、(2) より

$$D = -\frac{4\gamma}{\rho g H}\cos\theta \quad (3)$$

1 Introduction

In secondary refining process on steel making, argon gas injection through the porous plugs into the molten steel ladle makes it possible to stir the steel melts to promote degassing, floating inclusions and homogenizing temperature. On the usage of the porous plug, however, there is problem on clogging of the pores in the plug by penetrating the molten steel and resulting in the restrain of the gas injection. Although the oxygen cleaning treatment is usually conducted to remove the steel penetrating the pores, the treatment removes excessively the plug refractories body in addition to the steel. Thus, it became apparent that the oxygen cleaning shortens the life of the porous plugs.

In order to improve the durability of the porous plug, it is important to prevent molten steel penetration. For the purpose, it is useful to reveal the correlation between some pore characters and the penetration phenomenon. Li et al.¹⁾ and Matsushita et al.²⁾ have investigated the influence of the pore size and pore size distribution of the porous plug on the penetration resistance to molten steel based on the Washburn equation³⁾. The relationship between pressure P and pore diameter D is as follows:

$$P = -\frac{4\gamma}{D}\cos\theta \quad (1)$$

γ is the surface tension of molten steel, θ is the contact angle of molten steel with alumina. In actual ladle, it is considered that static pressure is applied to molten steel, so the pressure P is established as:

$$P = \rho g H \quad (2)$$

ρ is the density of the molten steel, g is the gravitational acceleration, and H is the molten steel depth in the ladle. Assuming that the pressure is only the ferrostatic pressure, equations (1) and (2) can be transformed as:

$$D = -\frac{4\gamma}{\rho g H}\cos\theta \quad (3)$$

* 技術研究所 共通基盤研究センター アシスタントマネージャー Assistant Manager, Fundamental Research Center, Technical Research Labs.
** 機能性製造事業部 SN工場 Slide Gate Refractories Plant, Flow Control Refractories Div..
*** 技術研究所 製品プロセス研究センター マネージャー Manager, Product R&D Center, Technical Research Labs.
**** 技術研究所 共通基盤研究センター センター長 General Manager, Fundamental Research Center, Technical Research Labs.
***** フェロー, 技術研究所 所長 Fellow, Senior General Manager, Technical Research Labs.

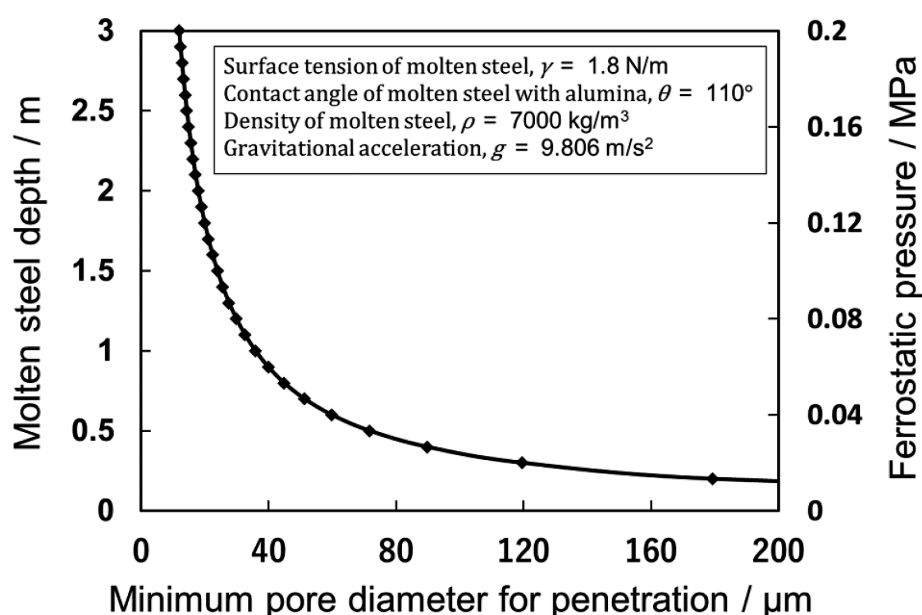


Fig. 1 Calculated minimum pore size into which molten steel can penetrate at each molten steel depth in the ladle.

となり、浸潤が起こる気孔直径 D と溶鋼深さ H の関係が決まることになる (図 1)。

X 線 CT は三次元モデルを用いた計測や、非破壊で内部構造を評価できる利点があり、多孔質材料の気孔情報を解析するには有用な手法である^{4) 5)}。しかしながら、ポーラス耐火物に X 線 CT を活用した報告はほとんど見られない。そこで、本研究では、4 種類のポーラス耐火物の気孔構造を X 線 CT で三次元的に解析し、ラボでの溶鋼浸潤試験結果と合わせて検証した。

2 実験方法

2・1 試験サンプル

表 1 には各試験で用いた球状アルミナ質ポーラスプラグサンプルの各種物性値を示している。サンプル 1 は高強度、低気孔率であり、他のサンプルよりも大きな粒径を用いている。サンプル 2, 3, 4 は同程度の見掛け気孔率であるが、2 と 4 は高強度であり、3 は低強度のサンプルである。この 4 種類のサンプルを用いて、ラボでの溶鋼浸潤試験と X 線 CT による気孔構造の可視化と解析を行った。

From equation (3), the relationship between the pore diameter D where molten steel penetration occurs and the depth H of the steel in the ladle is determined (Fig. 1).

X-ray computed tomography (CT) has the advantages of being able to detect the internal structure using a three-dimensional model to visualize the structure nondestructively, and is a useful method for analyzing pore information of porous materials^{4) 5)}. However, there are almost no reports of using X-ray CT for porous plugs.

In this study, we three-dimensionally analyzed the pore structure of 4 types of porous plug by the X-ray CT, we have discussed the relationship of these results to the actual molten steel penetration test.

2 Experimental Procedure

2・1 Materials

We used 4 types of porous plug in this study. The physical properties of them are shown in Table 1. Sample 1 is high strength and low porosity made of larger particle size than the other samples. Samples 2, 3 and 4 have similar value of the apparent porosity, however the samples 2 and 4 have higher strength than the sample 3.

Table 1 Properties of porous plug samples.

Sample No.	1	2	3	4
Bulk density / $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	3.01	2.57	2.51	2.57
Apparent porosity / %	20.2	29.6	30.7	29.5
Compressive strength / MPa	183	78	40	87

2・2 溶鋼浸潤試験

試験の概略図を図 2 に示す。ポーラスプラグサンプル ($\phi 20$, 150 mm) は側面を耐火材でコーティングすることによってシールし, 上部を真空ポンプと接続することで, サンプル内部を真空引きできるようにして, 底面からのみ溶鋼が浸潤するようにした。高周波誘導加熱炉を用い, 1620 °C で鋼をるつぼ中で熔融させ, 真空引きを行いながら, サンプルを浸漬させ, 溶鋼を浸潤させた。浸漬深さ, 浸漬時間は全ての試験で同じになるようにした。浸漬中は真空引きを連続して行うことで, サンプル内部を真空状態 (1.5 m の溶鋼静圧に相当し, 限界気孔直径は約 24 μ m) に保った。浸漬終了後, サンプルをるつぼから引き上げ, 固定し, 自然冷却し, 断面観察を行った。

2・3 X 線 CT を用いた気孔構造解析

各サンプルについて X 線 CT による断層画像の撮像を行った。図 3 には X 線 CT システムの概念図を示す。断層画像はターゲットから放出された X 線が回転ステージ上のサンプルを透過し, 後方に置かれた X 線検出器に 2 次元の投影像を投射することで取得する。得られた断層画像を元に気孔部分を抽出して三次元構成を行うことで, 気孔構造の可視化を行った。

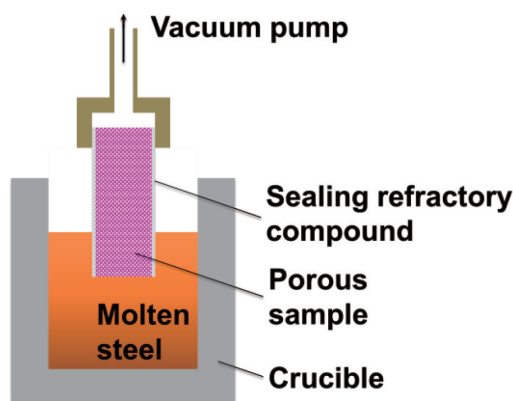


Fig. 2 Scheme of experimental set-up for molten steel penetration test.

2・2 Molten Steel Penetration Test

We show the scheme of molten steel penetration test in Fig. 2 in which porous sample ($\phi 20 \times 150$ mm) was sealed with pasted ultra-fine powder of alumina in the side face so that molten steel could only penetrate it thorough from the bottom face. In addition, it was connected to vacuum pump in order to evacuate the porous material. After melting the steel in the crucible by high-frequency induction furnace and adjusting the steel temperature to 1620°C, we started to dip the sample into the molten steel while drawing in vacuum. During penetration test, the inside of the sample was kept under vacuum (corresponding to molten steel depth of 1.5 m and a critical pore diameter of about 24 μ m). The penetration depth and time were the same in all the tests. After the penetration test, we pulled up the sample which molten steel had penetrated into from the crucible. After it was calm down, we retrieved only part of porous material and cut it in longitudinally and observed the cross section to investigate the behavior of molten steel penetration.

2・3 Pore Structure Analysis by X-ray CT

We acquired tomographic images of each sample. Fig. 3 shows the scheme of an X-ray system. The tomographic image was acquired by transmitting X-rays emitted from the target through the porous sample on the rotating stage and projecting a two-dimensional image on the X-ray detector placed behind. The pore structure was visualized by extracting the pore area based on the obtained tomographic image and performing three-dimensional configuration.

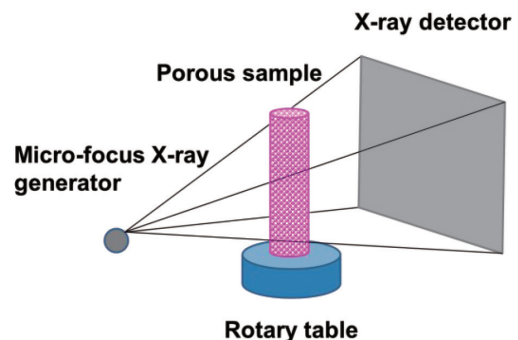


Fig. 3 Schematic image of 3-dimensional X-ray CT.

3 実験方法

3・1 溶鋼浸潤試験

図4に溶鋼浸潤試験後のサンプルの浸潤方向に沿った切断面を示している。サンプル内部に鋼が浸潤している様子（高輝度の斑点が浸潤した鋼）が確認できる。左端と右端を見ると、浸潤していない領域があり、これはサンプル側面部を十分にシールできており、底面からのみの浸潤を示すものである。各サンプルの浸潤状態を比較すると、サンプル2及び3で密に浸潤しているのに対し、サンプル1及び4ではまばらに浸潤していた。これらの違いを調査するために、各サンプルのX線CTによる気孔構造解析を実施した。

3・2 X線CTによる解析

図5(a)にはX線CTにより撮影したサンプル1の断層像を示す。黒い部分が気孔、灰色の部分がアルミナ骨材の存在する部分であり、両者が明確に判別できる断層像を取得できることが分かる。解析に用いる任意の場所を選択し、トリミング処理を行った断層像を(b)に、輝度の違いから閾値を選択し、二値化処理を行うことで気孔部分のみを抽出した画像を(c)

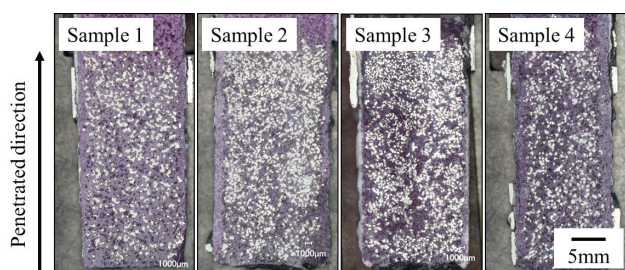


Fig. 4 Cross sectional view of the sample after molten steel penetration test.

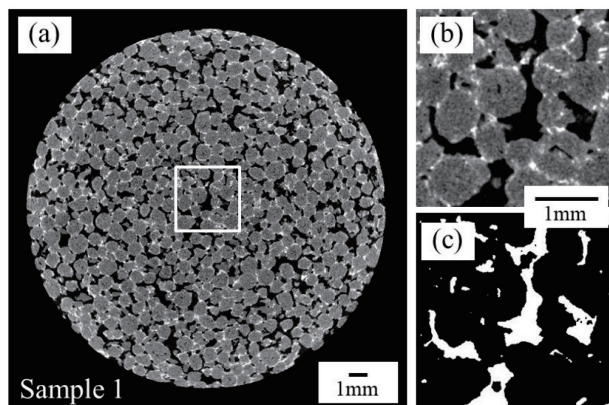


Fig. 5 2D-CT images of porous sample 1, showing raw image (a), cropped image (b), and binarized image (c).

3 Results and Discussion

3・1 Molten Steel Penetration

Figure 4 shows the cut faces of the samples on the vertical section after penetration test. Depicted as the high brightness points, we could confirm that the molten steel penetration occurred in all samples tested. Looking at the left and right ends, there is an area where steel is not penetrated, which indicates that the side of the sample has been sufficiently sealed and that steel is penetrated only from the bottom. When the steel penetration state of each sample is compared, samples 2 and 3 have dense steel penetration in the pores, whereas in samples 1 and 4 pores with no steel infiltration are found and sparse steel penetration. In order to investigate the difference, pore structure analysis by the X-ray CT was performed on the sample before the steel penetration test.

3・2 Pore Structure

Figure 5 (a) shows tomogram of the sample 1 taken by the X-ray CT. The black colored parts are pores, and the grey parts are alumina. It can be clearly distinguishable between alumina and pores. (b) shows the tomogram that has been cropped by selecting an arbitrary place for analysis. For the image in (b), a threshold was selected based on the difference in luminance, and binarization was performed to extract only the pore. (c) shows an image

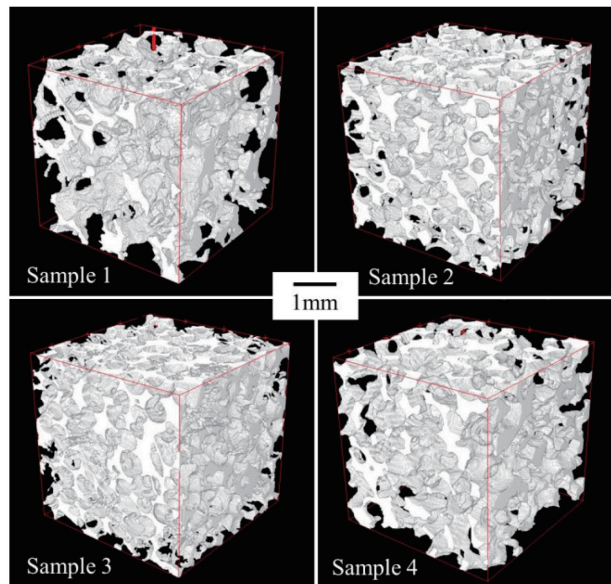


Fig. 6 3D-CT images for porous plug samples 1 to 4.

Table 2 Pore properties by 3D-CT image analysis.

Sample No.		1	2	3	4
Apparent porosity / %		20.2	29.6	30.7	29.5
3D-CT image analysis	Porosity / %	21.2	30.7	31.6	28.5
	Mean diameter of pore / µm	170	135	130	184
	Max diameter of pore / µm	500	318	354	380

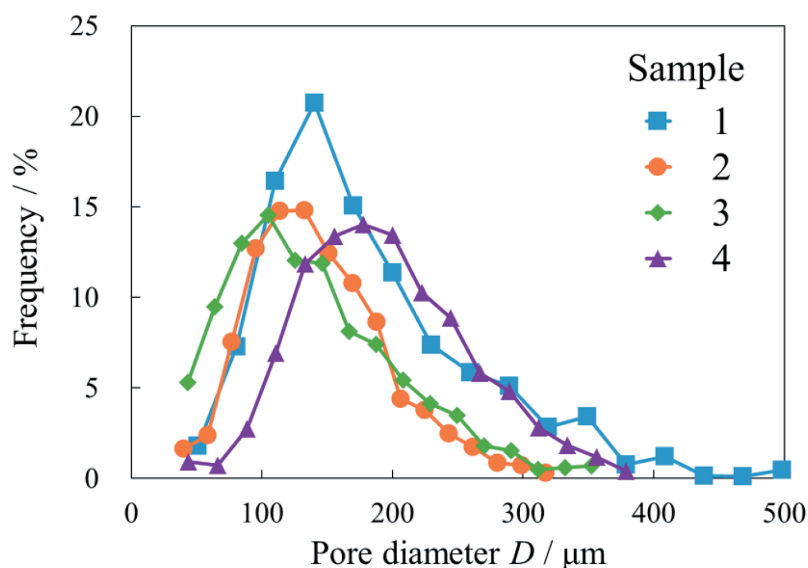


Fig. 7 Pore size distributions determined by 3D-CT image analysis for samples 1 to 4.

に示している。(c)において白い部分が気孔を示している。上記処理を施した任意の連続断層像を用いて、三次元気孔構造を再構成した。

図6には各サンプルにおける気孔部分のみを抽出した結果としてサンプル内部の気孔構造を三次元的に示している。サンプル1では、粗粒アルミナ骨材の径に応じて大きな気孔が多く存在しており、同じ粒度のアルミナ骨材からなるサンプル2～4では、気孔構造が大きく異なり、サンプル2と比較して、3は一部に小さい気孔が、そして4は大きな気孔の存在が観察された。このように、ポーラスプラグサンプルの気孔構造を、X線CTを用いて、三次元的に可視化することができることが確認できた。

得られた三次元気孔構造を解析し、定量化した結果として、表2に気孔率、平均気孔径、最大気孔径を、そして図7に気孔径分布を示している。まず、測定した見掛け気孔率と本解析による気孔率には良好な一致が見られる。次に、気孔径分布においては、サンプル1及び4は、サンプル2、3と比較して、気孔径が大きく、1の最大気孔径は500 μmであり、比較的幅の広い分布を示し、4は同一骨材を用いた2、3よりも大きい気孔が多く存在し、平均気孔径が大きいことを示している。そして2、3がほぼ同様の分布を示すものの、4と比較して3に細かい気孔が多く存在していることなど図6において観察された各サンプルにおける気孔構造の特徴を定量的に示すことができた。

after binarization processing, the white parts are the extracted pores. Three-dimensional pore structure was reconstructed using arbitrary continuous tomograms treated as shown above.

Fig. 6 shows the result of extracting only the pores in each sample. It can be seen that the pore structure inside the sample can be visualized three-dimensionally. Sample 1 had a large diameter of the alumina aggregate, and accordingly, it was observed that a plenty of large pores were present. Samples 2, 3 and 4 used alumina aggregates of the same particle size, but their pore structures were different. When compared with sample 2, it seems that small pores exist in part in sample 3 and large pores exist in sample 4. Thus, it was confirmed that the pore structure of the porous sample can be visualized three-dimensionally by using X-ray CT. We analyzed and quantified the obtained three-dimensional pore structure.

Table 2 shows the porosity, the average pore size and the maximum pore size, and Fig. 7 shows the pore size distribution. It can be seen that the apparent porosity and the porosity calculated from the three-dimensional pore structure show substantially the same value. The pore size distribution shows that the pore structure in each sample is different. As compared with samples 2 and 3, samples 1 and 4 tended to have larger pore sizes. Sample 1 had the maximum pore size of 500 μm and a wide pore size distribution. Sample 4 has the average pore diameter larger than samples 2 and 3 in spite of using the same alumina aggregate, and it can be seen from the pore diameter distribution that many large pores are present. Although samples 2 and 3 have almost the same pore size distribution, it has been confirmed that there are more fine pores in sample 3 compared to sample 4.

3・3 浸潤メカニズム

図7に示した気孔径分布から、ポーラスプラグのような多孔体内部での熔融金属の流れに注目して、各サンプルにおける溶鋼浸潤の違いを考察した。

多孔体における気孔を円管とし、その円管中での熔融金属の流動が層流定常流れであると仮定すると、ハーゲン・ポアズユ流れとして扱うことができ、体積速度 Q は

$$Q = \frac{\pi P D^4}{128 \eta x} \quad (4)$$

となる。ここで、 P は圧力、 D は気孔直径、 η は熔融金属の粘度、 x は浸潤深さである。また円管内の平均速度を u とすると、

$$Q = \frac{\pi D^2 u}{4} \quad (5)$$

と表せ、式(4)及び(5)から、式(6)が成り立つ³⁾。

$$u = \frac{D^2 P}{32 \eta x} \quad (6)$$

つまり、図8に示しているように多孔体内部の熔融金属の平均速度が気孔直径の2乗に比例して増加することが分かる。

ここで、溶鋼浸潤の平均速度を考慮しながら、本研究で得られた気孔径分布と浸潤試験結果を合わせて考察すると、サンプル1及び4では気孔径分布が広く、大きな気孔が多く存在しているため、浸潤が速く、大きな気孔に優先的に浸潤していくと考えられる。よって、試験後のサンプル断面を見ると、鋼がまばらに

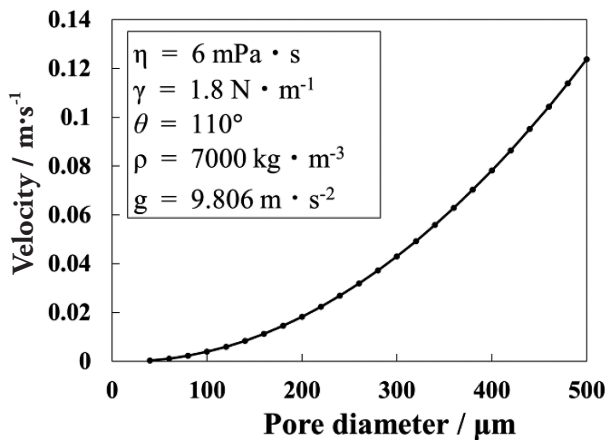


Fig. 8 Relationship between penetration velocity and pore size calculated by Hagen-Poiseuille flow.

3・3 Mechanism of Penetration

From the obtained pore size distribution results, the differences in steel penetration in each sample were discussed, focusing on the steel flow inside the porous plug. Assuming that the pores of the porous plug are circular tubes and that the steel in the circular tubes is a laminar steady flow, Hagen-Poiseuille flow can be treated, and the volume velocity Q is established as:

$$Q = \frac{\pi P D^4}{128 \eta x} \quad (4)$$

P is pressure, D is pore diameter, η is the viscosity of steel, and x is the penetration depth. Also, assuming that the average penetration velocity in a circular tube is u , the volume velocity Q can also be established as:

$$Q = \frac{\pi D^2 u}{4} \quad (5)$$

Equations (4) and (5) can be transformed for the average penetration velocity u , as follows³⁾:

$$u = \frac{D^2 P}{32 \eta x} \quad (6)$$

That is, it can be seen that the average penetration velocity of the steel inside the porous plug increases in proportion to the square of the pore diameter. Under the conditions of the steel penetration test carried out in this study, P in equation (6) is the sum of the vacuum pressure and the capillary force, and the relationship between the average velocity per unit length and the pore diameter is as shown in Fig. 8

We discussed the pore size distribution and the result of steel penetration test, considering the average penetration velocity of steel penetration. Since samples 1 and 4 have wide pore diameter distribution and many large diameter pores exist, it is considered that steel

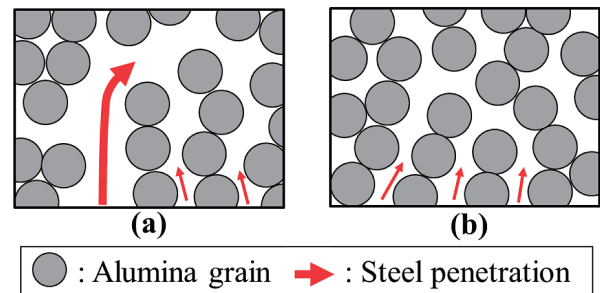


Fig. 9 Schematic image of difference in the steel penetration behavior of the samples, (a) for 1 and 4 and (b) for 2 and 3, respectively.

存在している状態であった。一方で、サンプル 2 及び 3 では気孔径分布が狭く、小さな気孔で構成されているため、気孔径の違いによる浸潤速度の相違がほとんどなく、浸潤が一様に進行していくと考えられる。よって、試験後気孔に鋼が密に存在している状態であった。上記のような本研究における溶鋼浸潤の状況をそれぞれ図 9 (a) 及び (b) に模式的に示している。このように、X 線 CT を用いた気孔径分布の解析結果に基づきポーラスプラグ内部の溶鋼浸潤の挙動を考察することにより、実験による浸潤試験において得られた各サンプルにおける鋼の存在状態の違いを説明することができた。

4 まとめ

溶鋼浸潤試験後の鋼の存在状態の違いを明らかにするため、ポーラスプラグの気孔構造について調査した。

実験の結果、

1. X 線 CT を用いて浸潤試験前のポーラスプラグを撮像することにより、アルミナ骨材と気孔を明確に判別できる断層像の取得が可能であり、得られた断層像から気孔構造を三次元的に解析することが可能である。
2. 試験による溶鋼浸潤深さが同程度のサンプルであっても、試験後の鋼の存在状態は密なものと同様なものがあり、サンプル間で違いが見られた。
3. X 線 CT を用いた解析により、試験後の鋼の存在状態の違いが、各サンプルでの気孔径分布の違いに起因したポーラスプラグ内部の浸潤挙動の違いによるものであることが判明した。

以上より、ポーラスプラグにおける溶鋼浸潤挙動は気孔の三次元構造に大きな影響を受けることが明らかとなった。

文 献

- 1) 李祖樹他：耐火物, **53** [10] 577-587 (2001).
- 2) 松下泰志他：耐火物, **54** [5] 242-248 (2002).
- 3) E. W. Washuburn: Phys. Rev., **17** [3] 273-283 (1921).
- 4) P. Iassonov et al.: Water Resour. Res., **45** W09415 (2009).
- 5) S. Schluter et al.: Water Resour. Res., **50** 3615-3639 (2014).

preferentially penetrates into large pores with high penetration velocity. Therefore, when looking at the cross section after the steel penetration test, it is considered that the steel was present sparsely. On the other hand, Samples 2 and 3 have narrow pore size distribution and are composed of small pores, so the difference in the steel penetration rate due to the difference in pore size is small, and it is thought that steel penetration progresses uniformly. Therefore, it is considered that steel was present in the pores densely. Fig. 9 shows a schematic of molten steel penetration. Thus, it is considered that the difference in pore size distribution leads to the difference in the behavior of steel penetration inside the porous plug, and appears as the difference in the existence state of steel after the steel penetration test.

4 Summary

The pore structure of the porous plug was investigated in order to clarify the difference in the steel penetration behavior. The results obtained could be summarized as follows.

(1) By using X-ray CT, it was possible to obtain a tomographic image that could clearly distinguish alumina aggregate and pores, and three-dimensionally analyze the pore structure from the obtained tomogram.

(2) As a result of the steel penetration test, the existence state of the steel was either dense or sparse, and differences were seen among the samples.

(3) It was considered that the difference in the state of steel existence was due to the difference in the steel penetration behavior in the porous plug caused by the difference in pore size distribution in each sample.

In conclusion, steel penetration behavior in porous plug was considered to be largely influenced by pore structure.

References

- 1) Zushu Li et al: Taikabutsu, **53** [10] 577-587 (2001).
- 2) Taishi Matushita et al.: Taikabutsu, **54** [5] 242-248 (2002).
- 3) E. W. Washuburn: Phys. Rev., **17** [3] 273-283 (1921).
- 4) Pavel Iassonov et al.: Water Resour. Res., **45** W09415 (2009).
- 5) Steffen Schluter et al.: Water Resour. Res., **50** 3615-3639 (2014).

This paper is reprinted with some additions and reconstructions to the following papers:

Keisuke Yamada et al.: *Taikabutsu*, **71** [5] 206-210 (2019).
Keisuke Yamada et al.: Proceedings of UNITECR2019 (2019) pp.577-580.

本論文は以下の報文に加筆・再構成して転載したものである。

山田他：耐火物, **71** [5] 206-210 (2019).

Keisuke Yamada et al.: Proceedings of UNITECR2019 (2019) pp.577-580.