

論文 / 著書情報  
Article / Book Information

題目(和文)	鉄酸化スケールの熱伝導率/熱拡散率の決定およびその推算
Title(English)	Thermal Conductivity/Diffusivity Determination and Prediction for Iron Oxide Scale System
著者(和文)	李沐
Author(English)	Mu Li
出典(和文)	学位:博士(工学), 学位授与機関:東京工業大学, 報告番号:甲第10948号, 授与年月日:2018年9月20日, 学位の種別:課程博士, 審査員:須佐 匡裕,史 蹟,木村 好里,林 幸,上田 光敏
Citation(English)	Degree:Doctor (Engineering), Conferring organization: Tokyo Institute of Technology, Report number:甲第10948号, Conferred date:2018/9/20, Degree Type:Course doctor, Examiner:,,,,,
学位種別(和文)	博士論文
Category(English)	Doctoral Thesis
種別(和文)	審査の要旨
Type(English)	Exam Summary

## 論文審査の要旨及び審査員

報告番号	甲第		号	学位申請者氏名		李 沐	
論文審査 審査員		氏名		職名		氏名	職名
	主査	須佐 匡裕		教授	審査員	上田 光敏	准教授
	審査員	史 蹟		教授			
		木村 好里		教授			
林 幸			准教授				

## 論文審査の要旨 (2000 字程度)

本論文は、「Thermal Conductivity/Diffusivity Determination and Prediction for Iron Oxide Scale System (鉄酸化スケールの熱伝導率/熱拡散率の決定およびその推算)」と題し、7章より構成されている。

Chapter 1「Introduction」では、鋼の熱間圧延後の水冷却工程において、鋼表面に不均一に生成した酸化鉄スケール(以下、スケール)が鋼の不均一冷却を引き起こし、表面疵などの製品欠陥の原因となっているという本研究の背景を述べている。この問題を解決するために、その第一歩として、スケール厚さの不均一性の許容範囲などを水冷却工程のシミュレーションで予測することが必要であり、その入力データとしてスケールの構成相である FeO や Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> の熱伝導率/熱拡散率の値が必須であると述べている。さらに、既往の研究を概観して、FeO や Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> の報告値の多くはそれらの単体の焼結体についての測定値であること、また鉄の熱酸化により作製した試料についてレーザーフラッシュ測定は行われてはいるものの、昇降温における FeO の共析変態を考慮に入れていないこと、さらにスケール/Fe 界面の熱抵抗が補正されていないことなどの問題点があることを指摘し、これらを十分考慮した測定が必要であると強調するとともに、測定データに基づいて Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/FeO 多層スケール(以下、多層スケール)の熱伝導率推算式を提案することが重要であるとして、本研究の意義と目的を述べている。

Chapter 2「Temperature Dependence of Thermal Diffusivity/Conductivity of FeO Scale using Laser Flash Method」では、純度 99.99mass% の Fe 基板について室温から約 1200 K の温度範囲、全圧 1.2 Pa においてレーザーフラッシュ測定を行い、Fe 基板の熱拡散率/熱伝導率を決定している。また、同基板を熱酸化させ、約 40~100 μm の 4 水準の厚さに形成した FeO スケールに対しても同様にレーザーフラッシュ測定を行い、ISO18755 で定められた解析法を用いて FeO スケールの見かけの熱拡散率を算出し、さらに比熱および密度の値を用いて見かけの熱伝導率に換算している。Fe 基板の熱拡散率は室温で約  $2.3 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$  であり、温度上昇とともに低下し、約 1000 K で  $0.3 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$  となり、その後上昇しており、この結果は Fe に関する文献値と定量的に良く一致していると述べている。一方、FeO スケールの見かけの熱拡散率/熱伝導率は、スケールが厚いほど大きくなり、厚さ約 100 μm の FeO スケールの場合、室温においてそれぞれ約  $4.7 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$ 、1.9 W/mK であり、昇温測定および降温測定でヒステリシスを描くことを明らかにしている。さらに、これらの挙動はそれぞれ、FeO/Fe の界面熱抵抗と FeO の共析変態によると考察している。

Chapter 3「Evaluation of Interfacial Heat Resistance between Iron Oxide Scale and Iron Substrate」では、純度 99.99mass% の Fe 基板を熱酸化させ、約 20~100 μm の 10 水準の厚さに形成した FeO スケール(Chapter 2 の試料を含む)、同じく 10 水準で形成した多層スケールについてレーザーフラッシュ測定を行い、スケール/Fe 界面の熱抵抗を考慮してスケールの熱拡散率/熱伝導率を決定している。なお、測定温度範囲は FeO スケールについては室温から約 1200 K とし、多層スケールについては室温のみとしている。測定から直接得られた見かけの熱拡散率を見かけの熱伝導率に換算し、スケール厚さを見かけの熱伝導率値で除した値をスケール厚さに対してプロットすると、線形関係が得られ、その傾きよりスケール自体の熱伝導率を、切片よりスケール/Fe 界面の熱抵抗を決定している。その結果、①多層スケール/Fe 界面の熱抵抗は FeO スケール/Fe 界面の熱抵抗と実験誤差内で一致すること、②その界面熱抵抗は概ね負の温度依存性を示すこと、また③多層スケールの熱伝導率は FeO スケールの熱伝導率よりも小さくなることを見出している。さらに①については、界面はいずれも FeO と Fe で形成されていることによる、③については、多層スケール内には酸化物同士の界面が存在することによると考察している。

Chapter 4 「Effect of Transformation Behavior on Thermal Conductivity/Diffusivity of Iron Oxide Scale」では、レーザーフラッシュ測定中の FeO の共析変態挙動を調査するとともに、それにより出現する Fe および Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> の分散相の影響を考慮して、Chapter 3 で得た FeO スケールの熱拡散率/熱伝導率を補正している。すなわち、Chapter 3 で用いた試料と同じ FeO スケールを作製し、それらにレーザーフラッシュ測定と同じ温度履歴を与え、それぞれの測定温度において急冷した試料の断面を走査型電子顕微鏡で観察し、室温から 473 K においては非平衡の FeO 相のみが存在するが、673 K では FeO 相は消失し、Fe と Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> の 2 相となり、また 873 K 以上では FeO 相が母相として存在し、Fe と Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 相が分散していることを確認し、それぞれの相の体積分率を求めている。さらに分散相を有する複合材料の熱伝導率推算式に、これまでに求めた体積分率と Fe の熱伝導率、Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> の熱伝導率の文献値を適用し、FeO 母相の熱伝導率を推定した結果、その値は室温～1200 K において 2.5 W/mK～1.8 W/mK 程度であり、それに対応する熱拡散率は  $5.8 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$ ～ $3.7 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$  であると述べている。

Chapter 5 「Temperature Dependence of Thermal Diffusivity/Conductivity of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Scale」では、純度 99.99mass% の Fe 基板を熱酸化させ、約 18  $\mu\text{m}$  および 40  $\mu\text{m}$  の 2 水準の厚さに形成した Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> スケールを作製し、室温から 1200 K の温度範囲においてレーザーフラッシュ測定を行っている。見かけの熱拡散率/熱伝導率は、それぞれ、温度上昇とともに  $8.1 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$  から  $0.7 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$  へ、また 2.6 W/mK から 0.3 W/mK へと低下し、さらに温度を降下させると、これらの値は別の経路をたどり、初期の値には戻らなかったと述べ、その原因は昇温中に Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> が FeO に還元されたことによると考察している。さらに、界面抵抗を考慮して、以上で求めた見かけの熱拡散率/熱伝導率を補正し、室温～673 K の範囲においては、Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> の熱拡散率/熱伝導率は、それぞれ、 $14.5 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$ ～ $5.1 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$ 、4.7 W/mK～2.0 W/mK の値を取ると述べている。

Chapter 6 「Thermal Conductivity Measurement and Prediction for Iron Oxide Scale」では、室温から 1200 K の温度範囲において Chapter 3 で作製した多層スケールのレーザーフラッシュ測定を行い、さらに界面抵抗を補正したうえで、多層スケールの熱拡散率/熱伝導率の値を決定している。ここで求めた熱伝導率および Chapter 4 と 5 で決定した FeO および Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> の熱伝導率の値とともに、多層構造を有する複合材料および分散相を有する複合材料の熱伝導率推算式をベースに多層スケールの熱伝導率推算式を提案しており、それによる推算値は測定値と 10%以内の誤差で一致すると述べている。

Chapter 7 「Conclusions」では、本論文で得られた結果をまとめている。

以上を要するに、本論文は、鉄表面に生成するスケールの熱拡散率/熱伝導率を、スケールが鉄基板上に存在する状態において、スケール/Fe 界面の熱抵抗を考慮した上で、スケール構成相および温度に対して系統的に決定するとともに、プロセスシミュレーションに必要とされる、多層スケールの熱伝導率推算式を提案したものであって、工学上ならびに工業上貢献するところが大きい。よって、本論文は、博士(工学)の学位論文として十分な価値があるものと認められる。