

で働く。Zr と B は効果が認められなかった。

(2) 必要添加量は $Ti \geq 0.04\%$, $V \geq 0.07\%$, $Nb \geq 0.02\%$ で Ti , V は 0.1% , Nb は 0.03% 添加が望ましい。Al は Sol. $Al \geq 0.015\%$ が必要である。

(3) 不純物の 2 次再結晶温度域における溶解度積を推定し、 $10^{-5} \sim 10^{-8}$ 程度の不純物が (110)[001] 集合組織をつくるのに有用なものであることがわかった。

(4) 熱間圧延板の熱処理は不純物の分布をはなはだしく変えない程度の温度ならさしつかえない。

文 献

- 1) FIEDLER: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 221 (1961), p. 1201
- 2) FIEDLER: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 227 (1963), p. 776
- 3) 田口, 坂倉: 特許公報, 昭 33-4710
- 4) 田口, 坂倉, 安成: 特許公報, 昭 35-17207
- 5) 田口, 坂倉, 高島: 特許公報, 昭 40-15644
- 6) 田口, 坂倉: 特許公報, 昭 40-16769
- 7) 西原, 平野, 吉田, 高橋, 楠岡: 特許公報, 昭 39-23082
- 8) 西原, 平野, 吉田, 高橋, 楠岡: 特許公報, 昭 39-23083
- 9) 西原, 平野, 吉田, 高橋, 楠岡: 特許公報, 昭 39-23084
- 10) 菅野, 平野, 八木, 吉田, 楠岡: 特許公報, 昭 40-7662
- 11) 菅野, 平野, 八木, 吉田, 楠岡: 特許公報, 昭 40-7663
- 12) FIEDLER and PRY: U. S. P. 2,939,810, 特許公報 昭 40-26162
- 13) 沢村, 盛: 鉄と鋼, 41 (1955), p. 1082
- 14) 沢村, 盛: 鉄と鋼, 43 (1957), p. 31
- 15) FOUNTAIN and CHIPMAN: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 212 (1958), p. 738
- 16) FOUNTAIN and CHIPMAN: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 224 (1962), p. 599
- 17) Smith: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 224 (1962), p. 190
- 18) 盛, 時実, 中島, 佐伯: 鉄と鋼, 51 (1965), p. 2031
- 19) DARKEN, SMITH and FILER: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 119 (1951), p. 1174
- 20) ANSLIE and SEYBOLT: J. Iron and Steel Inst. (U.K.), 194 (1960), p. 341
- 21) 斎藤: 金属学会誌, 27 (1963), p. 191

(257) 珪素鋼板の 2 次再結晶に影響する不純物の電子顕微鏡観察

(方向性珪素鋼板の研究—II)

住友金属工業, 中央技術研究所○松岡 孝
Electron-Microscopic Observation of Impurities in Promoting the Secondary Recrystallization of Silicon Iron.

(Studies on single oriented silicon iron—II)

Takashi MATSUOKA.

1. 緒 言

珪素鋼板の (110) [001] 2 次再結晶粒の成長に有効に働く不純物には TiC, VN, NbC, AlN などがあり, それらは 2 次再結晶温度域において $10^{-3} \sim 10^{-5}$ 程度の溶解度積を有するものであることを報告¹⁾した。しかしこれらの不純物を必要量含んだとしても, その大きさ, 分布が適当でなければ 2 次再結晶は起こらないと考えられる。すなわち前報¹⁾のように 2 次再結晶のよく起こる原板である熱間圧延板を高温で熱処理すると, 2 次再結晶が起こらなかつた。

このように 2 次再結晶の起こる条件としては不純物の種類や量のみならず, 大きさと分布が大きな影響を持っているようである。したがって今回は熱間圧延板および第 2 回冷間圧延板の不純物を観察し, 2 次再結晶との関係を調べた。

2. 供試材と実験方法

供試材は前報¹⁾の T15 (0.06% C-3% Si-0.15% Ti), V8 (0.06% C-3% Si-Fe-0.08% V) および NC3 (0.06% C-3% Si-Fe-0.03% Nb) である。圧延熱処理工程は前報と同じである。

不純物の電子顕微鏡観察は抽出レプリカ法を用いて行なつた。抽出レプリカ作成の試料の面は熱間圧延板では圧延縦断面, 第 2 回冷間圧延板では圧延面である。抽出レプリカ作成中の 1% プロムアルコール腐食時間は約 10 sec というきわめて短時間とし, 5% nitral 中での電解研磨で膜を剝離し, 抽出物の分解を避けた。

3. 実験結果

添加不純物に関係なく熱間圧延板は圧延状態において加工組織を示している。また表面層と中心部とは異なり 2 相に分けられる。熱処理温度を 800 から 950°C に上げると再結晶して圧延方向に伸びた伸長粒となる。さらに 1100°C まで高めると丸味をおびた再結晶粒となる。

Table 1. The variation of distribution density of impurities in final gage strips. The strips were processed from the hot-rolled bands which were annealed for 50 min at indicated temperatures. (No./ μ^3)

Annealing temperature of hot-rolled band (°C)	Heat		
	T15	V8	NC3
800	14	2	8
950	2	0.5	1
1000	1	0.5	0.4
1100	0.1	0.01	0.02

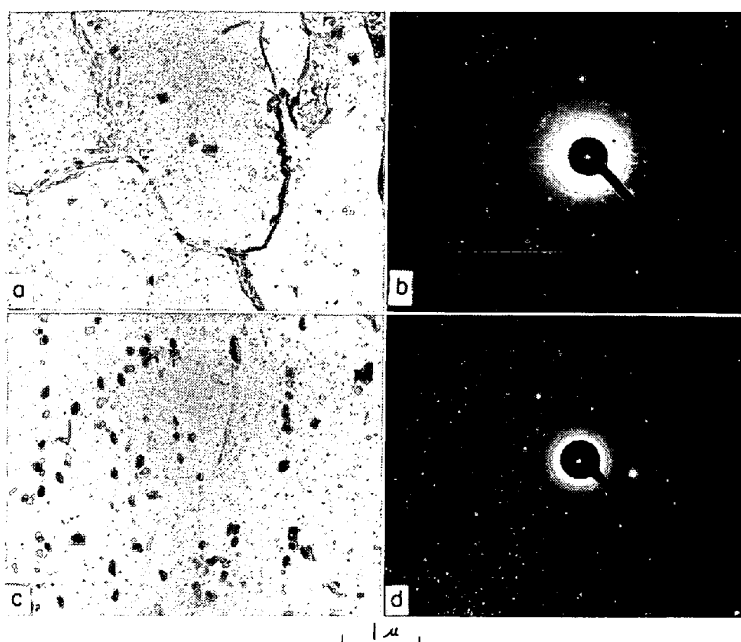


Photo. 1. Electron micrographs and diffraction patterns showing TiC. Hot-rolled band of heat T15. Extraction replica.

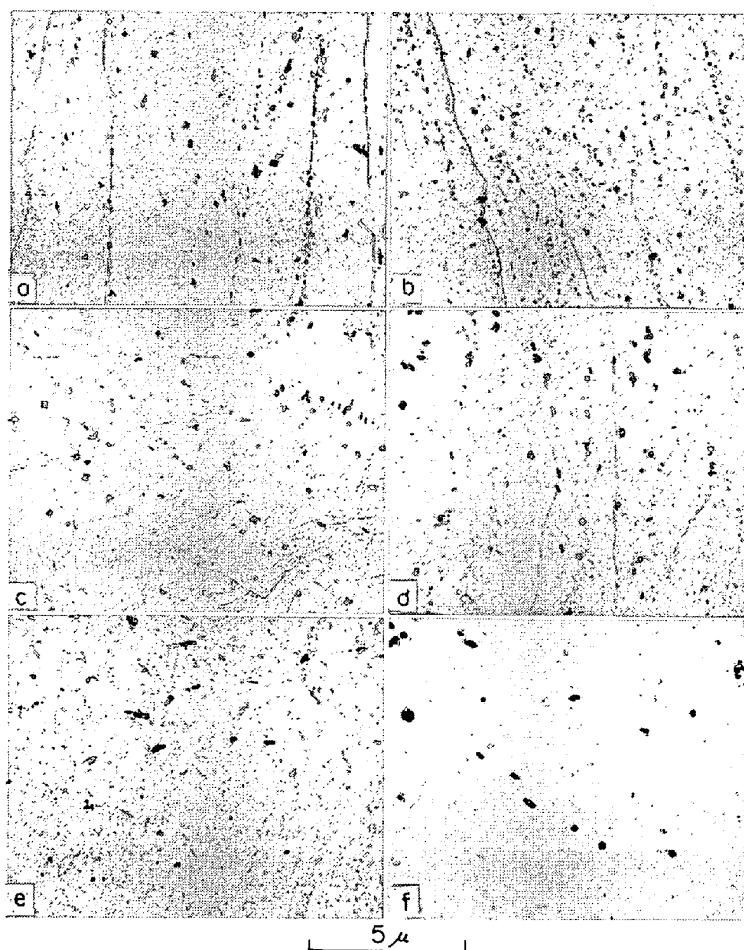


Photo. 2. Impurity TiC in hot-rolled bands; (a) as-rolled, annealed for 50 min at (a) 650°C (b) 800°C (c) 950°C (d) 1000°C and (f) 1100°C respectively. Extraction replica.

T15 の熱間圧延板からえられた電子回折が、Photo. 1 である。同定の結果 TiC であつた。その形態には 0.1μ 程度の大きさで立方晶の形を見せているものと、マトリックス中に 0.01μ ぐらいの大きさで一樣に分散しているものがある。回折図も立方晶の形を見せる場合もリングになる場合もある。

熱処理に伴う熱間圧延板の不純物の配列の変化を Photo. 2 に示した。圧延状態では 0.01μ 程度の TiC が列状に並んでいる。マトリックス中の 0.1μ もの小さい TiC は熱処理で凝集を始め、また 0.1μ ぐらいの TiC も大きくなっていく。逆に分布密度は減少し始める。この傾向は、 800°C ぐらいまでは大きくないが、 950°C をこえると著しくなり、 $1000, 1100^\circ\text{C}$ でとくにはなほだしい。

第 2 回冷間圧延板から抽出された不純物もやはり TiC である。その分布の様子は熱間圧延板の状態をかなりよく受けついでいる。しかし熱間圧延板に見られた 0.01μ もの小さな TiC は観察できなかった。それでも熱間圧延板熱処理 800°C まではかなり小さい析出物が多く、 950°C 処理でやや分布密度が下る。さらに 1100°C まで高くなると分布密度は非常に下がる。

V8 や NC3 の様子も T15 とよく似ている。熱間圧延板中の VN や NbC の微細な分布は T15 よりさらに細かく、圧延方向に並んでいる。熱処理による VN の変化は TiC よりやや低温で現われるが、本質的に大きな変化は $1000, 1100^\circ\text{C}$ においてで、T15 の場合と同様である。第 2 回冷間圧延板の VN, NbC とも熱間圧延板熱処理が 1000°C 以上でその分布状態がよく変化している。

第 2 回冷間圧延板で観察される 0.1μ 程度の大きさの不純物の分布密度を求めたのが Table 1 である。これを見ると熱間圧延板の熱処理温度が 1000°C 以下なら分布密度が約 $1/\mu^3$ 以上であるが、 1100°C ではその $1/10$ ないし $1/100$ まで低下する。このように熱間圧延板の熱処理が第 2 回冷間圧延板の不純物の分布を大きく左右している。

4. 考 察

今回実験に用いた T15, V8, NC3 とも熱間圧延板熱処理温度が 1000°C 以下なら 2 次再結晶の起こつた材料である。しかし、これも 1100°C 処理では 2 次再結晶が起こり難かつた。この事実と第 2 回冷間圧延板の不純物の分布密度とを対比すると、分布密度に大きな差がある。すなわち熱間圧延板熱処理が 1000°C 以下では分布密度が $1/\mu^3$ 程度以上なのに 1100°C ではその $1/10$ から $1/100$ に下がっている。このことは不純物の分布密度がある程度以下に下がると 2 次再結晶しなくなることを示している。そして、この限界が $1/\mu^3$ ということになる。

不純物の分布密度を求める時に対象とした不純物の大きさは約 0.1μ のものであつた。この大き

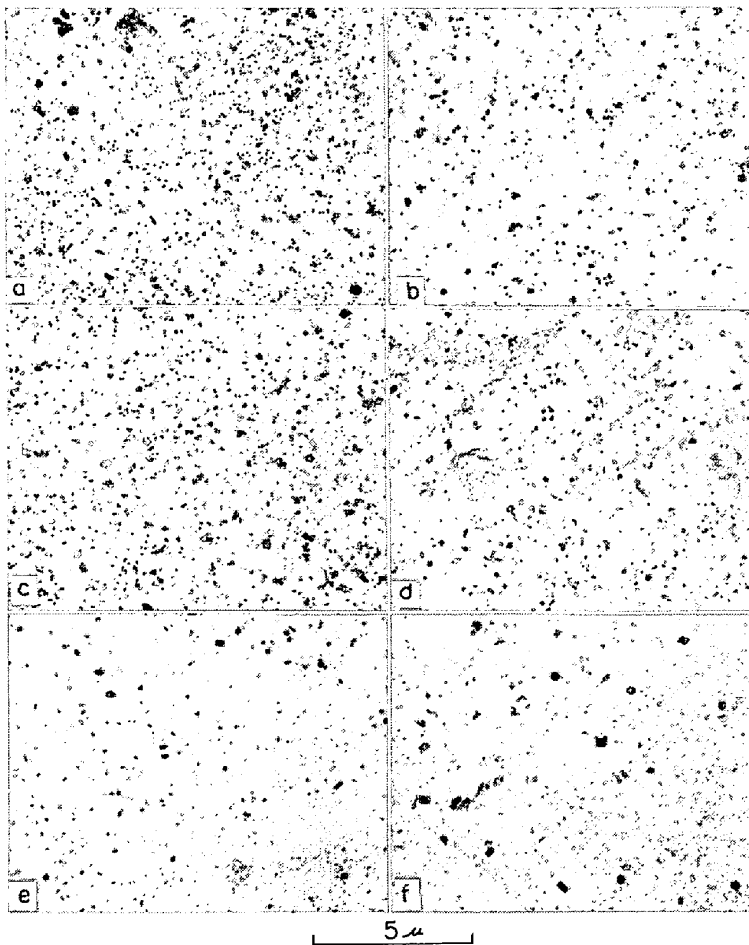


Photo. 3. Impurity TiC in final gage strips, processed from hot-rolled bands; (a) as-rolled, annealed for 50 min at (b) 650°C (c) 800°C (d) 950°C (e) 1000°C and (f) 1100°C respectively. Extraction replica.

さの不純物の分布と2次再結晶とが関連づけた点、2次再結晶に参与する不純物の大きさは 0.1μ ぐらいと推定される。この不純物の大きさに対し阿部²⁾は20から300Å, MAY³⁾は理論的に1から 0.1μ としている。今回の結果はMAYの考え方に近い。

2次再結晶に影響をおよぼしている不純物の大きさを 0.1μ とし、その必要限界量を $1/\mu^3$ とすると不純物量は $0.1\text{ vol}\%$ となる。GOLDSCHMIDT⁴⁾によればTiC, NbCの密度はそれぞれ $4.25, 7.82\text{ g/cm}^3$ である。VNとほとんど同じVCで 5.36 g/cm^3 なのでVNにもこの値を代用する。この値を使い $0.1\text{ vol}\%$ を換算するとTable 2のようになる。これを前報の2次再結晶に必要な量とくらべるとTi, Vはきわめて良好な一致を示している。

Table 2. Estimated content of inclusions necessary for the development of (110) [001] secondary recrystallization texture.

Impurity	vol %	wt %	wt %	Experiment wt %
TiC	0.1 TiC	0.055 TiC	0.044 Ti	0.04 Ti
VN	0.1 VN	0.070 VN	0.055 V	0.07 V
NbC	0.1 NbC	0.102 NbC	0.089 Nb	0.02 Nb

Nb では約4倍の差があるが、オーダー的には良い一致といえよう。

第2回冷間圧延板中の不純物の分布は熱間圧延板のそれをよく受けついでいた。このことは2次再結晶をするような第2回冷間圧延板をつくるにはすでに熱間圧延板の状態において不純物を微細に分散させておかなければならないことを示している。

5. 結 言

添加元素 Ti, V, Nb を含む珪素鋼の熱間圧延および第2回冷間圧延板の不純物TiC, VN, NbCを観察し、2次再結晶との関係を検討して、つぎの結果がえられた。

熱間圧延板は圧延状態で 0.1μ ぐらいの不純物が並んでいるが、その他に 0.01μ もの小さなものもマトリックス全面に分散している。この小さな不純物は熱処理温度上昇とともに凝集する。この時 0.1μ ぐらいの不純物も大きくなり、分布密度が下がる。この傾向は 1000°C をこえるととくに甚しい。

第2回冷間圧延板の不純物は 0.1μ ぐらいのが主であるが、その分布は熱間圧延板のそれに似ている。熱間圧延板熱処理温度が高くなると 0.1μ 程度の不純物の分布密度が下がる。

(110)[001] 2次再結晶集合組織形成に役割を果す不純物の大きさは 0.1μ 程度と推定され、必要分布密度は $1/\mu^3$ ぐらいと考えられる。これは $0.044\%\text{Ti}$, $0.055\%\text{V}$, $0.089\%\text{Nb}$ となり、実験からえられた必要添加元素量にかなりよく一致している。

文 献

- 1) 松岡: 鉄と鋼, 52 (1966), 10, p. 1635
- 2) 阿部: 金属学会会報, 1 (1962), p. 583
- 3) MAY and TURNBULL: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 212 (1958), p. 769
- 4) GOLDSCHMIDT: J. Iron and Steel Inst.(U.K.), 160 (1948), Dec., p. 345

(261) 炭素鋼の強制冷却による冷却速度測定実験について

(鋼材の冷却に関する研究—II)

八幡製鉄, 技術研究所

○島田 道彦・三塚 正志

On Cooling Rate by Forced Water Cooling to Carbon Steel.

(Study on cooling of steel—II)

Michihiko SHIMADA and Masashi MITSUTSUKA.

1. 緒 言

鋼板の強制水冷は広く行なわれているが、水量や水温と平均冷却速度との関係は、あまりよく知られていない。そこで著者らは、多数の細い水流ジェットが鋼板に垂直に衝突する場合の鋼板中央の平均冷却速度を測定し、水量、水温と平均冷却速度との関係を求めた。