

© 1984 ISIJ

# 微量 Mo 添加一方向性珪素鋼の Goss 粒核発生状況

論 文

井口 征夫\*・前田千寿子\*<sup>2</sup>・伊藤 庸\*<sup>2</sup>

## Formation of the Goss Texture in Grain Oriented Silicon Steel Containing a Small Amount of Molybdenum

Yukio INOKUTI, Chizuko MAEDA and Yo ITO

## Synopsis :

Transmission KOSSEL(TK) technique has been applied in an attempt to elucidate the origin of the potential nuclei of the celebrated (110)[001] secondary grains in hot-rolled sheets of high induction grain oriented silicon steel with or without a small amount of Mo. In the microstructure in the vicinity of the surface of the hot-rolled sheets, the development of the recrystallized grains is much more noticeably retarded and the polygonized{110}⟨001⟩ grains elongated to the rolling direction are more preferentially formed in Mo added steel than in that of free from Mo. By TK measurement, two kinds of polygonized{110}⟨001⟩ grains are found at the 1/10 depth ; large polygonized(110)[001] grains containing the highly oriented (110)[001] areas with sharpened TK patterns and small polygonized{110}⟨001⟩ grains with all the diffused TK patterns. The potential nuclei of (110)[001] secondary grains can be inherited by the structure memory from the highly oriented(110)[001] areas within the former large polygonized (110)[001] grain. The frequency of generation and the rate of occupation of (110)[001] secondary nuclei of the hot-rolled sheet containing a small amount of Mo are approximately three times larger than those of free from Mo. It is considered that grain oriented silicon steel containing a small amount of Mo is more effective in the development of (110)[001] secondary grains having small grain sizes.

### 1. 結 言

一方向性珪素鋼板における2次再結晶粒の(110)[001]方位への集積度は、製品板の磁気特性に非常に大きな影響を与える。このため(110)[001]方位2次再結晶粒の核発生および優先成長の機構の解明は、従来より学問的にも興味深いうえに工業的にも重要な研究課題である。今日までに1次再結晶粒成長抑制剤(インヒビター)の発見を含めて種々の製造工程上の改良が行われた結果、高磁束密度一方向性珪素鋼板の工業的生産が可能となっている。現在主に用いられている製造工程としては、(a) AlN および MnS をインヒビターとする1回強冷延法<sup>1)2)</sup>、(b) B および固溶 S を用いた1回冷延法<sup>3)</sup>、(c) MnSe および Sb をインヒビターとする2回冷延法<sup>4)</sup>がある。これらの高磁束密度一方向性珪素鋼板の2次再結晶粒の[001]軸は、圧延方向からのずれが平均3~4°で従来の一方向性珪素鋼板の7~10°に比べてきわめて高度に集積している。

ところで1973年に始まったエネルギー危機以来電力エネルギー節約の動きが高まり、高い磁束密度を有する

だけでなくより低い鉄損値を有する電磁鋼板が強く要求されるようになった。これに答える一つの方法として、珪素鋼中の Si 量高めるとともに従来からのインヒビターである MnSe および Sb に加えて微量の Mo を複合添加した低鉄損高磁束密度一方向性珪素鋼板が製造されるようになった<sup>5)6)</sup>。そこで Mo を添加した一方向性珪素鋼板の2次再結晶粒の核発生状況を明らかにすることは、磁気特性向上の要因をさぐる有力な方法であると考えられる。著者らは最近熱延板の結晶方位とひずみを透過コッセル法で詳細な測定を行って、鋼板表面近傍の(110)[001]方位の伸長粒内部に2次再結晶粒の核発生源が存在することを述べている<sup>7)</sup>。

本報では Mo 添加一方向性珪素鋼熱延板の集合組織を透過コッセル法を用いて測定することにより、(110)[001]方位2次再結晶粒の起源を明らかにするとともに、従来の Mo 無添加材<sup>7)</sup>と比較検討を行つた。

### 2. 供試材および実験方法

試料として Si 3.35 wt%, Mn 0.07 wt%, Se 0.020 wt%, Sb 0.025 wt%, および Mo 0.013 wt% を含む高

昭和 58 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 59 年 3 月 5 日受付 (Received Mar. 5, 1984)

\* 川崎製鉄(株)技術研究所 工博 (Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp., 1Kawasaki-cho Chiba 260)

\*<sup>2</sup> 川崎製鉄(株)技術研究所 (Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp.)

磁束密度一方向性珪素鋼の熱延板 (板厚 2.7 mm) を用いた. この Mo 添加材の製鋼<sup>5)</sup>, 加熱および熱延条件<sup>6)</sup> は Mo を添加しない場合と同様の条件で行った. Mo 添加一方向性珪素鋼の熱延板は Mo 無添加材<sup>7)</sup> と同様, 結晶組織および集合組織が板厚方向にわたって不均質であるため, まず光学顕微鏡による断面観察と X 線逆極点図法による鋼板表面層から板厚方向の集合組織 (面強度) 分布の測定を行った. 次に熱延板表面層近傍の (110) 面強度が最大の位置 (板厚の 1/10 深さ) と中心層から採取した薄膜試料は, 透過コッセル法により結晶方位, ひずみ分布の詳細な測定を行った.

透過コッセル法に用いた薄膜試料は次の手順で作成した. まず厚さ 2.7 mm の熱延板を  $30 \times 40 \text{ mm}^2$  に切断し, 表層試料は片面を 0.2 mm, その裏面を 2.35 mm それぞれ機械研削し, 一方中心層の試料は両面とも各 1.27 mm ずつ機械研削することにより, いずれも 0.15 mm 厚の試験片とした. これらを (HF 3% +  $\text{H}_2\text{O}_2$  97%) 溶液で化学研磨して約  $15 \mu\text{m}$  厚の薄膜とした後, 3% ナイタルでエッチングした. 薄膜試料は光学顕微鏡により結晶組織を観察した後, 対象領域の集合組織を透過コッセル装置<sup>9)10)</sup> により詳細に測定した. Mo 添加熱延板の (110) [001] 方位集合組織の発生源を調査するため, (110) [001] 方位とこの方位に近い未再結晶伸長粒については, 次のようにして個々の結晶粒のひずみの分布を測定した. すなわち 10 倍の拡大鏡を用い X 線フィルムを中心付近の 4 本の 110 回折線  $\{(101), (10\bar{1}), (011), (01\bar{1})\}$  と 2 本の 200 回折線  $\{(200), (020)\}$  の  $\text{FeK}_{\alpha 1}$  線の積分線幅を測定し, ライン・ブロードニングの量としてそれぞれの平均値を求め, 結晶粒のひずみの量がこれらの相対値に対応するものとして比較した.

### 3. 実験結果

#### 3.1 Mo 添加熱延板の断面組織および板厚方向の集合組織

Fig. 1(A) は Mo 添加熱延板の表層から中心層まで板面に平行な (110), (200), (222) 面強度変化と断面組織写真を示す. また比較のために Fig. 1(B) としてすでに報告した Mo 無添加材<sup>7)</sup> における同様の結果を示す. Fig. 1(A) から (110) 面強度は鋼板表面直下よりむしろ板厚 1/10 深さの位置を最大として, 約 1/5 深さまでの表層に集積している. これに対し (200), (222) 面強度は板厚の約 1/5 深さ位置から中心層にかけて集積している. 各面強度分布の位置は Fig. 1(B) の Mo 無添加材とよく一致するが, (110) 面強度の最大値は Mo 無添加材の約 2 倍である. 一方 Fig. 1(A), (B)

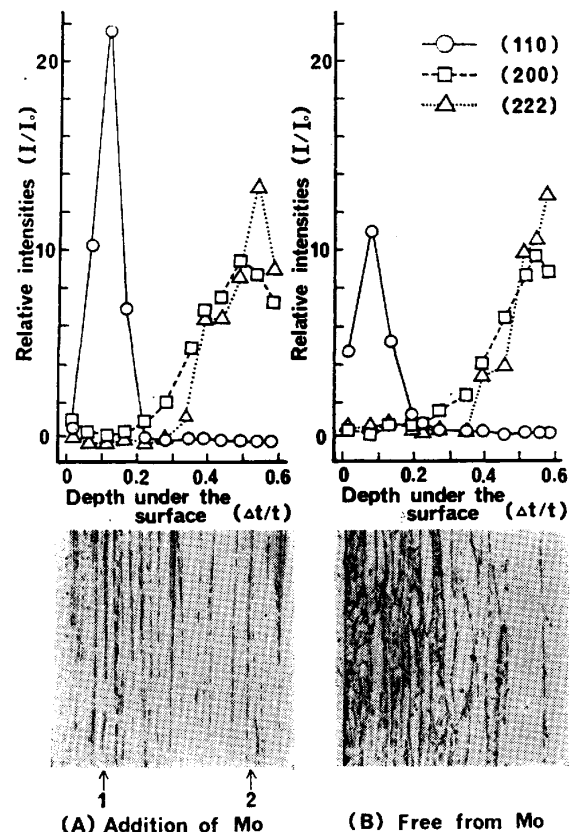


Fig. 1. The microstructures of the cross-section and the variations of intensities of (110), (200) and (222) planes through the thickness under the surface to the center of the hot-rolled sheet (A) containing a small amount of Mo and (B) free from Mo. The numbers of 1 and 2 of the micrograph indicate the layerwise positions analyzed by X-ray SCHULZ method and TK technique.

の断面組織において, Mo 添加熱延板の表層近傍は Mo 無添加材に比べて再結晶粒の生成が抑制され, 圧延方向に長く伸びた未再結晶伸長粒が多い. Fig. 2(1), (2) は Mo 添加熱延板の表面から板厚の 1/10 深さと中心層における (200) 極点図を示す. 図中の (1), (2) は Fig. 1(A) の断面組織の下部に矢印で示した位置 1, 2 に相当する. Fig. 2 から鋼板表面から板厚の 1/10 深さの位置における主方位は  $\{110\}\langle 001 \rangle$  方位である. これに対し中心層では  $\{100\}\langle 011 \rangle$  から  $\{511\}\langle 011 \rangle$  を経て  $\{111\}$  へ至る  $\langle 011 \rangle$  繊維組織である. しかしながら以上の X 線回折法による結果からは, Mo 添加熱延板と従来の Mo 無添加材の集合組織に顕著な相違は認められない.

#### 3.2 透過コッセル法による結果

3.2.1 Mo 添加熱延板の表面から板厚の 1/10 深さの位置における結晶組織および集合組織  
Photo. 1 は Mo 添加熱延板の表面から板厚の 1/10

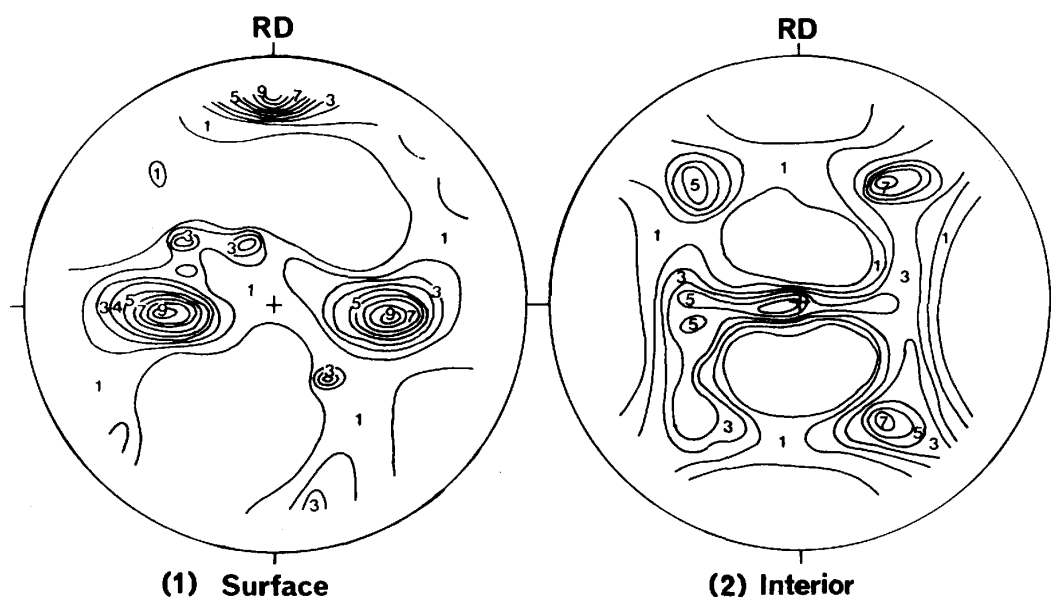


Fig. 2. (200) pole figures of (1) 1/10 depth under the surface and (2) the interior of the hot-rolled sheet containing a small amount of Mo.

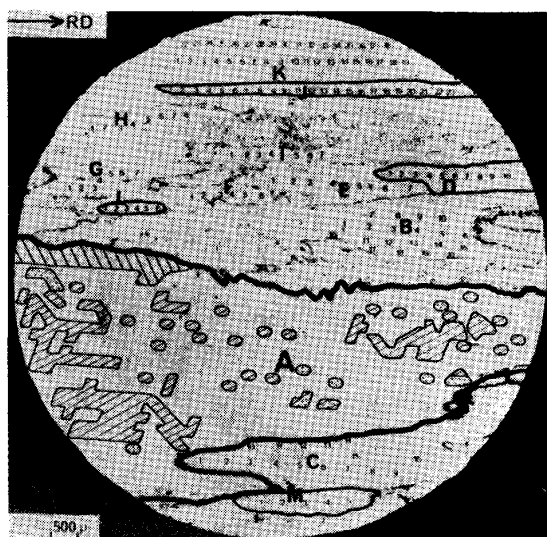


Photo. 1. An optical micrograph at 1/10 depth under the surface of the hot-rolled steel containing a small amount of Mo. The schematic illustration in the polygonized (110) [001] grain (A) and {110} <001> grains (D), (J), (L) and (M) shows the analyses of the line broadening of TK patterns.

深さの位置における結晶組織を示す。この位置は (110) [001] 方位の強度が最大で Fig. 1 の断面組織に示した矢印 1 の深さに相当し、未再結晶伸長粒 (A)~(M) と部分的に再結晶した組織が混在している。未再結晶伸長粒のうち (A) は Photo. 1 全体の約 1/2 を占める粗大結晶粒であるが、他の (B)~(M) は (A) と比べてきわめて小さい。また未再結晶伸長粒 (C), (E), (F) 内には再結晶粒が存在する。さらに未再結晶伸長粒 (D), (J), (K) 内には変形帯が存在する。次に透過コッセル

法から得られた個々の未再結晶伸長粒の集合組織の詳細について述べる。

#### (1) 未再結晶伸長粒 (A) の集合組織

Photo. 2 は Photo. 1 の粗大な未再結晶伸長粒 (A) の一部を拡大したものである。Photo. 2 中の番号は透過コッセル法による測定位置を示す。(この結晶粒のみで約 1000 枚のコッセル回折像の解析を行った。) この未再結晶伸長粒 (A) は (110) [001] 方位であり、コッセル線がライン・ブロードニングを示すことから結晶粒中にひずみの存在することがわかる。しかし透過コッセル法による詳細な測定の結果、この (110) [001] 方位の未再結晶伸長粒 (A) は Mo 無添加材と同様単結晶から得られるのと同程度の鋭いコッセル像 (コッセル線のうち  $FeK_{\alpha 1}$  線と  $FeK_{\alpha 2}$  線がともに明瞭に観察される。) の得られる領域も存在することがわかった。本報ではコッセル像のライン・ブロードニングの量について、110 と 200 回折線の線幅の平均値がそれぞれ 0.60 mm, 0.90 mm 以内のものを先鋭なコッセル像 (ひずみの存在しない鋭いコッセル像)、それ以上をライン・ブロードニングを示すコッセル像 (ひずみの存在するコッセル像) とに分類した。そして Photo. 2 の (110) [001] 方位の未再結晶伸長粒 (A) の中で黒い番号はライン・ブロードニングを示すコッセル像が得られた位置であり、白い番号は先鋭なコッセル像が得られた位置を示す。Fig. 3 は透過コッセル法により求めた (200) 極点図で Photo. 2 の (A) は黒い番号、(B) は白い番号を付けた位置の方位を示す。この図からわかるように未再結晶伸長粒 (A) は、一部の領域を除いて (110) [001] 方位から  $10^\circ$  以

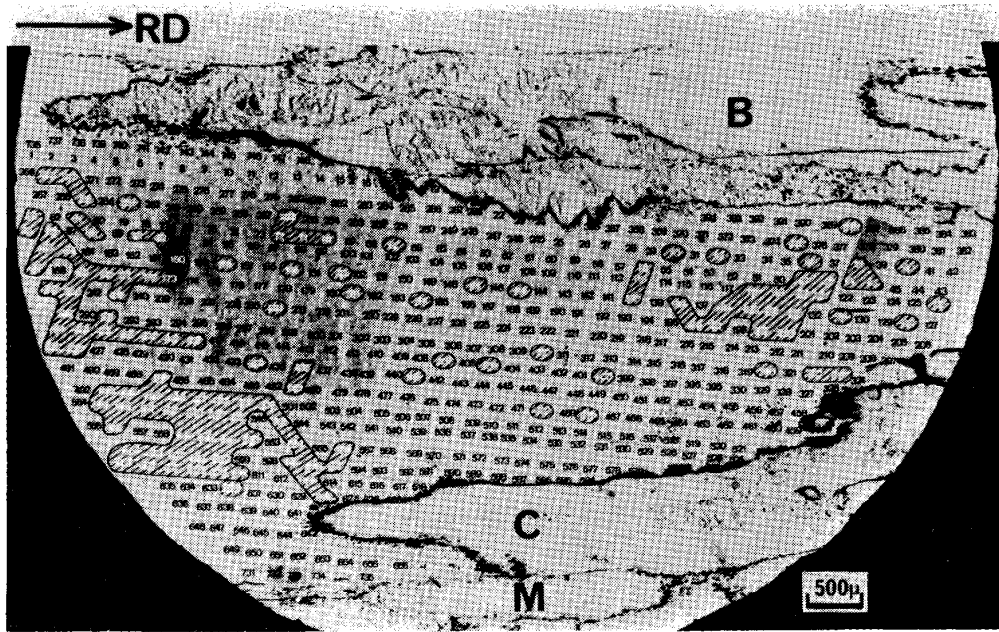


Photo. 2. Micrograph showing the details of the polygonized (110)[001] grain (A) in Photo. 1.

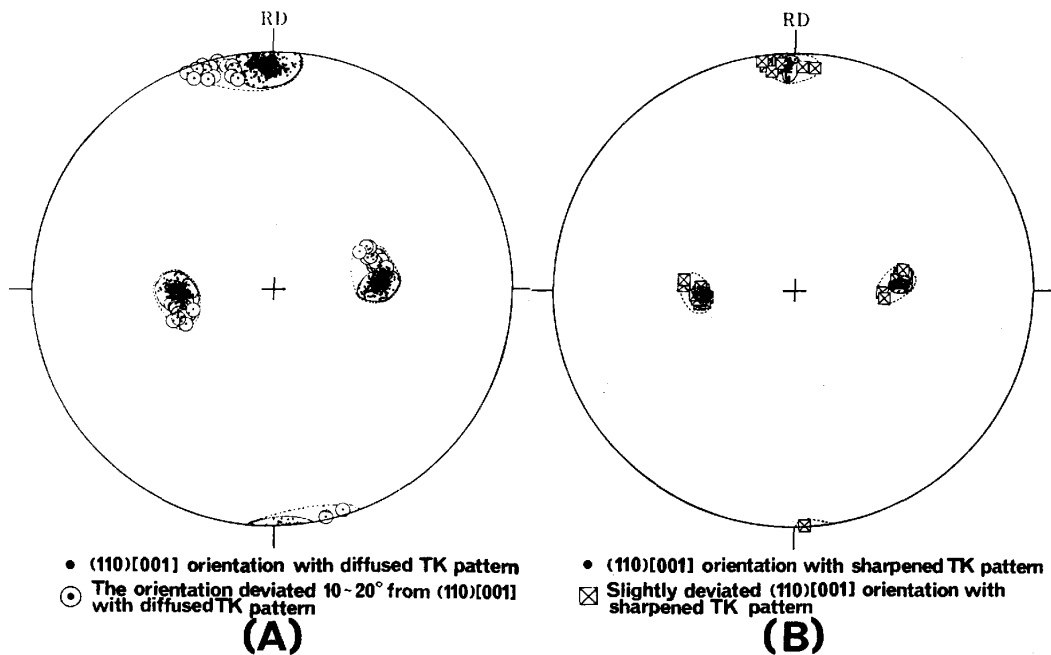


Fig. 3. The stereographic projections of (200) poles obtained from (A) the diffused TK patterns and (B) sharpened TK patterns inside the polygonized (110)[001] grain (A) in Photo. 2.

内に強く集積している。また Fig. 3 の (A) と (B) を比較すると、Mo 添加材についても Mo 無添加材において指摘した<sup>7)</sup> のと同様ひずみの存在しない領域の方がひずみの存在する領域より、さらに強く (110)[001] 方位に集積した領域が多いのが特徴である。

Fig. 4 は (110)[001] 方位の未再結晶伸長粒 (A) の結晶方位とコッセル像のライン・ブロードニングの状況を同時に示す模式図である。またコッセル法による測定結果から、結晶方位ならびにコッセル線幅両条件につ

いて Fig. 4 の模式図下部に示す 4 種類の分類を行った。すなわち (110)[001] 方位の未再結晶伸長粒 (A) において、先鋭なコッセル像の得られた領域 (後述するようにこの領域が (110)[001] 方位 2 次再結晶粒の核発生源である) は斜線部の \* 印ならびに ☒ 印を付けた領域で、これらの結晶方位は Fig. 3(B) の中で • 印ならびに ☒ 印で示されている。さらにこれらの領域は結晶方位および存在状態の点から次の 2 種類に分類される。第 1 は Fig. 4 の中の斜線部の \* 印を付けた領域で、

(110) [001] 方位から 8° 以内と高度に集積しており、結晶方位の分散は 7° 以内である。これらの領域のうち占有体積の大きなもの (Fig. 4 の中の左側の領域に集中している) は圧延方向に 1.6~2.4 mm, 幅方向に 0.1~1.3 mm におよぶジグザグの形状をした領域である。これに対し占有体積の小さなものは圧延方向に 0.1~0.5 mm, 幅方向に 0.1~0.2 mm であり (110) [001] 方位の未再結晶伸長粒 (A) の中にはほぼ均一に多数分布している。第 2 は Fig. 4 の中の ⊠ 印を付けた領域で、Fig. 3(B) からわかるように (110) [001] 方位から 10° 以内に集積しているが、●印の高配向 (110) [001] 方位の領域からわずかにずれている。このため結晶方位の分散は 2~14° と大きい。また Fig. 4 からこの領域の占有体積は圧延方向に 0.07~0.25 mm, 幅方向に 0.07

~0.2 mm で前者と比べると小さい。

次にライン・ブロードニングを示すコッセル像の得られた領域について述べる。Fig. 4 においてライン・ブロードニングを示すコッセル像は ●印および ⊙印を付けた領域から得られ、これらはそれぞれ Fig. 3(A) の中で ●印および ⊙印を付けた結晶方位を示す。このうち ⊙印で示した領域は、(110) [001] 方位を圧延面の法線を軸として反時計まわりに 10~20° 面内回転をした {110} <117>~<114> 方位にあり、再結晶領域との粒界近傍に存在する。この領域を除くと (110) [001] 方位の未再結晶伸長粒 (A) は、全体として (110) [001] 方位から 10° 以内に集積している。

Photo. 2, Figs. 3, 4 から、Mo 添加熱延板の表面近傍の (110) [001] 方位の未再結晶伸長粒には Mo 無添加材と同様 (110) [001] 方位に強く集積したひずみのない領域が存在するが、Mo 無添加材と比べて大きいことが指摘される。しかもこれらの領域は、(110) [001] 方位に最もよく集積した領域と (110) [001] 方位からわずかにずれた領域に分かれ、前者には占有体積の大きなものが含まれるが、後者はすべて占有体積が小さいことが注目される。

(2) 未再結晶伸長粒 (B)~(M) の集合組織

Photo. 1 の未再結晶伸長粒 (B)~(M) の中の番号は、透過コッセル法による結晶方位の測定位置を示す。Fig. 5 (A), (B), (C) はそれぞれ未再結晶伸長粒 (B), (C), (D), (F), (L), (M) および (E), (G), (H), (I), (J) および (K) の結晶方位を示す (200) 極点図である。Photo. 1 および Fig. 5 (A), (B), (C) から、未再結晶伸長粒 (B)~(M) は、(110) [001] 方位の未

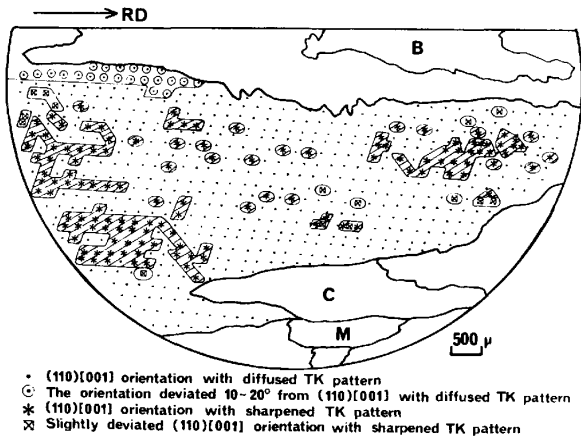


Fig. 4. The schematic illustration of the crystallographic orientations and line-broadening analyses of the microstructure in the polygonized (110) [001] grain (A) of Photo. 2.

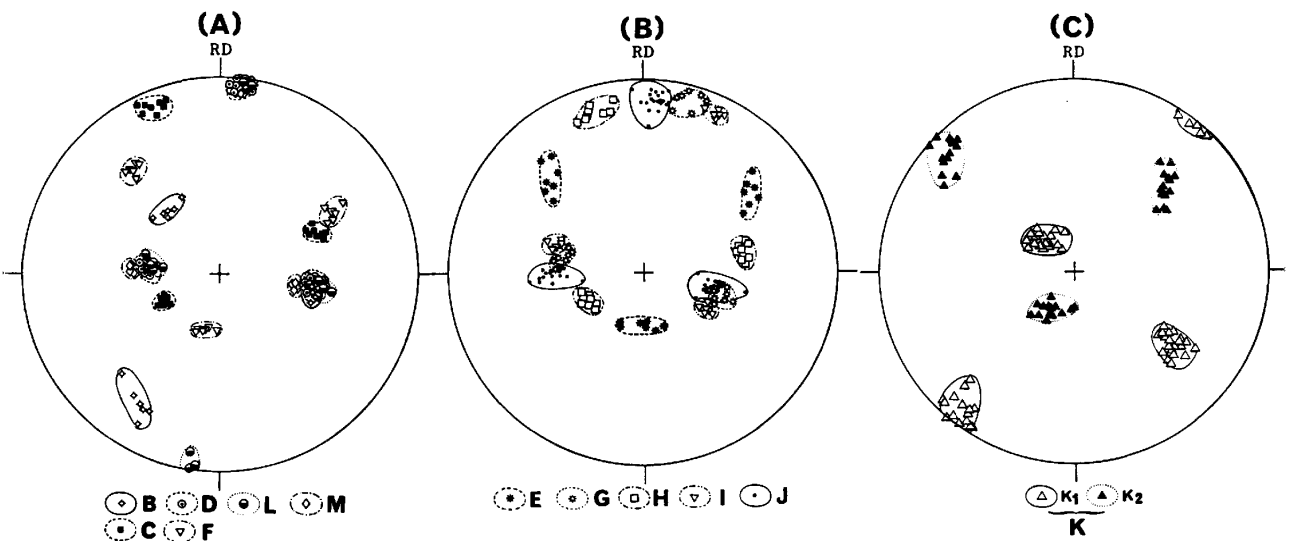


Fig. 5. The stereographic projections of (200) poles obtained from the diffused TK patterns from the polygonized grains (B)~(M) of Photo. 1.

再結晶伸長粒 (A) と比べると粒径は著しく小さいが、個々の伸長粒内における結晶方位の分散は  $7\sim 30^\circ$  と大きい。透過コッセル法による方位測定結果から、(110) [001] 方位に近い未再結晶伸長粒の他に Fig. 2 の (1) では強く現れなかつた異なる方位の未再結晶伸長粒も存在する。

Fig. 5 (A), (B), (C) から未再結晶伸長粒 (B) ~ (M) は結晶方位別に次の 4 種類に分類される。第 1 は (110) [001] 方位に近い結晶粒で、(D), (L), (M), (J) が含まれる。これらのうち Fig. 5(A) に示した未再結晶伸長粒 (D), (L), (M) は (110) [001] 方位から圧延面の法線を軸として時計まわりに  $2\sim 12^\circ$  回転した方位を示す。また Fig. 5(B) に示した未再結晶伸長粒 (J) は  $\{110\}\langle 001\rangle$  方位に分布している。これら  $\{110\}\langle 001\rangle$  方位の未再結晶伸長粒 (D), (L), (M), (J) からのコッセル線はすべてライン・ブロードニングを示し、先鋭なコッセル線の得られる領域は存在しない。第 2 は (110) [001] 方位から圧延面の法線を軸として  $12\sim 28^\circ$  回転した  $\{110\}\langle 115\rangle\sim\langle 113\rangle$  方位の未再結晶伸長粒で、(C), (G), (H), (I) が含まれる。(未再結晶伸長粒 (C) と (H) は厳密には (110) 面をさらに [001] 軸のまわりに約  $10^\circ$  回転した方位に分布している。) 第 3 として  $\{221\}\langle 146\rangle$  方位の未再結晶粒 (B), また第 4 として  $\{221\}\langle 123\rangle$  方位に近い未再結晶伸長粒 (E), (F), (K) が存在する。これらの中で未再結晶伸長粒 (K) には Fig. 5 (C) に示すように  $K_1$  と  $K_2$  の 2 種類の方位をもつマトリックス・バンドが存在する。これらは、それぞれ互いに空間的に等価な (210)  $[\bar{1}23]$  と (210)  $[\bar{1}23]$  方位に近く、ほぼ 1 つおきに並行している。

(3) (110) [001] 方位未再結晶伸長粒 (A) および  $\{110\}\langle 001\rangle$  方位未再結晶伸長粒 (D), (J), (L), (M) のライン・ブロードニング

Photo. 1 における (110) [001] 方位の未再結晶伸長粒 (A) と  $\{110\}\langle 001\rangle$  方位未再結晶伸長粒 (D), (J), (L), (M) から得られたコッセル像について、110 と 200 回折線の線幅測定を行いライン・ブロードニングの量を相対的に比較した。Fig. 6 はこれらの結晶粒の線幅測定結果を示す。図中の横軸および縦軸は各コッセル像の 110 および 200 回折線の線幅の平均値を示す。Fig. 6 から (110) [001] 方位の未再結晶伸長粒 (A) は、110 および 200 回折線の線幅の平均値がそれぞれ  $0.3\sim 2.1$  mm, および  $0.3\sim 2.7$  mm の範囲に分布している。これらのうち○印は先鋭なコッセル像で、結晶粒中にひずみが存在しないことを示している。これに対して

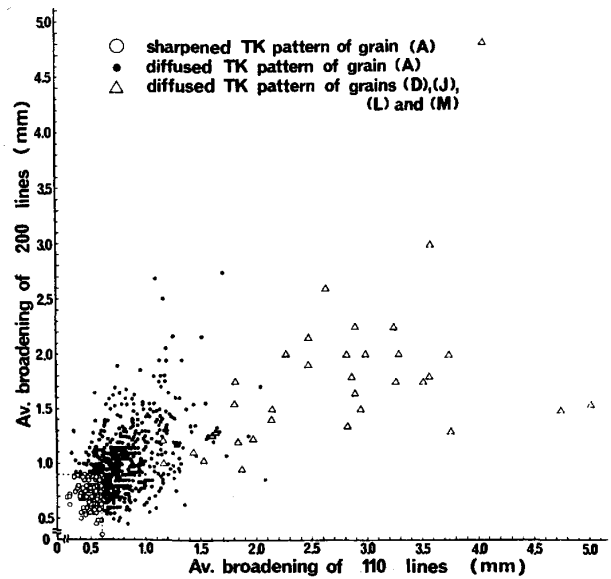


Fig. 6. The degree of broadening of 110 and 200 lines obtained from TK patterns in the polygonized (110) [001] grain (A) and  $\{110\}\langle 001\rangle$  grains (D), (J), (L) and (M) of Photo. 1.

●印はライン・ブロードニングをおこしたコッセル像で、結晶粒中にひずみが存在することを示している。一方  $\{110\}\langle 001\rangle$  方位の未再結晶伸長粒 (D), (J), (L), (M) から得られたコッセル像は、(110) [001] 方位の未再結晶伸長粒 (A) と比べて結晶方位だけでなくライン・ブロードニングに関しても大きく異なっている。Fig. 6 の中の△印で示すように  $\{110\}\langle 001\rangle$  方位の未再結晶伸長粒 (D), (J), (L), (M) から得られたコッセル像には先鋭なものが存在しない。しかも、110 および 200 回折線の線幅の平均値はそれぞれ  $1.1\sim 5.0$  mm および  $1.0\sim 4.9$  mm の範囲まで分布しており、(110) [001] 方位の未再結晶伸長粒 (A) から得られたコッセル像と比べるとライン・ブロードニングの量はきわめて大きい。

以上の結果をまとめて、(110) [001] 方位の未再結晶伸長粒 (A) と  $\{110\}\langle 001\rangle$  方位の未再結晶伸長粒 (D), (J), (L), (M) の方位とひずみの分布を Photo. 1 に模式的に書き加えた。Photo. 1 の ⊙ 領域と ⊙ 領域は、(110) [001] 方位の先鋭なコッセル像が得られた領域でひずみが存在しない。これらは Fig. 4 に示す \* 印を付けた斜線部領域および ⊠ 印を付けた領域に相当しており、後者は前者よりわずかに (110) [001] 方位からずれている。Photo. 1 の模式図から明らかなように、Mo 添加熱延板の表面から板厚の  $1/10$  深さの位置には (110) [001] 方位の粗大な未再結晶伸長粒 (A) および  $\{110\}\langle 001\rangle$  方位の未再結晶伸長粒 (D), (J), (L), (M) が優先生成する。また両者のひずみを比較すると、(110) [001] 方位に強く集積している (A) の伸長粒の方が少ない。

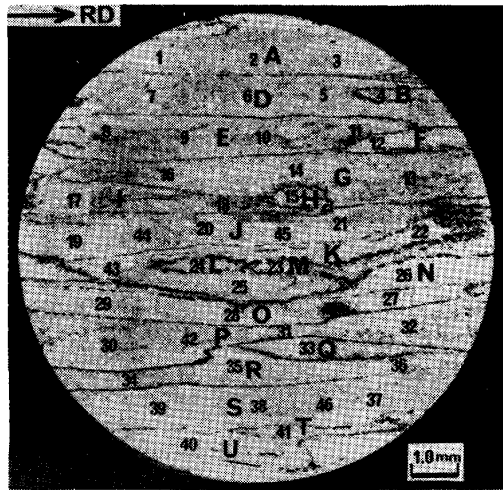


Photo. 3. An optical micrograph taken at the center of the hot-rolled sheet containing a small amount of Mo.

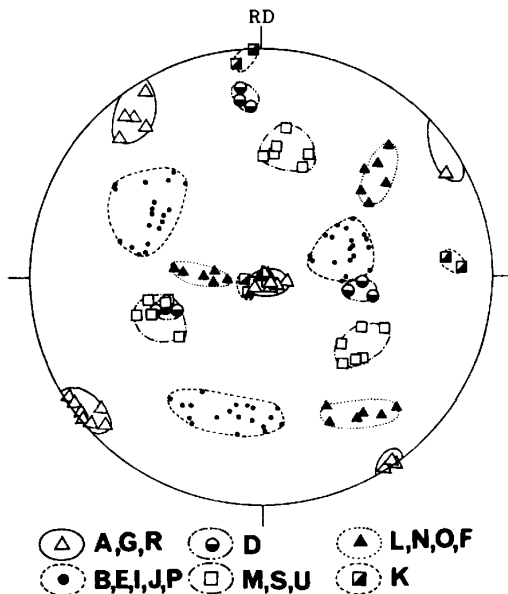


Fig. 7. The stereographic projection of (200) poles obtained from TK patterns from the positions (A)~(U) in Photo. 3.

3.2.2 Mo 添加熱延板の中心層における結晶組織および集合組織

Photo. 3 は Mo 添加熱延板の中心層における結晶組織を示す。また Fig. 7 は Photo. 3 の番号を付けた位置の結晶方位を示す (200) 極点図である。Photo. 3 から中心層の未再結晶伸長粒は圧延方向と直角方向の幅が 0.3~1.0 mm であり、Mo 無添加材の幅と比べると小さいのが特徴である。また中心層の未再結晶伸長粒の内部には、表面から板厚の 1/10 深さの位置と比較すると変形帯が多い。

Fig. 7 から未再結晶伸長粒 (B), (E), (I), (J),

(M), (P), (S), (U) は {223}⟨142⟩ 方位に、未再結晶伸長粒 (F), (L), (N), (O) は {113}⟨110⟩ 方位に近く、また未再結晶伸長粒 (A), (G), (R) は {100}⟨011⟩ 方位に近く、これらは ⟨011⟩ 繊維組織を形成している。透過コッセル法からはこれら以外に {122}⟨411⟩ 方位、{100}⟨001⟩ 方位に近い未再結晶伸長粒 (D), (K) が存在する。しかし {110}⟨001⟩ 方位の未再結晶伸長粒は見出せず、またこれらの未再結晶伸長粒から得られたコッセル像はすべてライン・ブロードニングを示す。

4. 考 察

前報<sup>7)</sup>において一方向性珪素鋼熱延板の表面近傍に形成される (110)[001] 方位の強い集合組織は、(110)[001] 方位の 2 次再結晶粒の核発生および優先成長に大きな影響を与えることが示されている。すなわち Mo 無添加熱延板においては鋼板表面から板厚の 1/10 深さの位置に存在する圧延方向に長く伸びた粗大な (110)[001] 方位の未再結晶伸長粒の内部に、ひずみのない高配向 (110)[001] 方位の小領域が存在する。これが (110)[001] 方位の 2 次再結晶粒の核発生源であり、ここで発生した (110)[001] 方位の 2 次再結晶粒の核は 2 回の冷延と 3 回の熱処理を経て最終の 2 次再結晶焼鈍に至るまで鋼板表面近傍に継承されると考えられる<sup>7)11)12)</sup>。著者らはこの効果をストラクチャー・メモリーと呼んでいる。

本実験において Mo 添加熱延板の結晶組織と集合組織を詳細に測定した結果は Mo 無添加材と同様、鋼板表面から板厚の 1/10 深さの位置に存在する (110)[001] 方位の粗大な未再結晶伸長粒内部に、(110)[001] 方位の 2 次再結晶粒の核発生源としてひずみのない高配向 (110)[001] 方位の領域が存在するが、その生成状況はかなり異なっていることが明らかとなった。Table 1 は (A) Mo 添加と (B) Mo 無添加の熱延板における (110)[001] 方位の 2 次再結晶粒の核発生状況の比較を示した表である。表中の (110)[001] 方位の 2 次再結晶粒の核発生状況は、定量的に比較するために (A) およ

Table 1. Comparison of the state of the generation of (110)[001] nuclei with hot-rolled sheets (A) containing a small amount of Mo and (B) free from Mo.

Specimen	Areal occupation	Frequency of (110)[001] Nuclei
(A) Addition of Mo	14.7%	1.63 (N/mm <sup>2</sup> )
(B) Free from Mo	5.3%	0.61

び(B)について (110) [001] 方位の未再結晶伸長粒内部のひずみの存在しない高配向 (110) [001] 方位の領域の面積占有率および  $1 \text{ mm}^2$  あたりの存在頻度を示したものである。Table 1 から Mo 添加熱延板は (110) [001] 方位の 2 次再結晶粒の核の占有率, 存在頻度がともに Mo 無添加材より約 3 倍大きいことが注目される。熱延板の表面近傍から発生した (110) [001] 方位の 2 次再結晶粒の核がストラクチャー・メモリーにより継承されると考えると, Mo 添加材は無添加材に比べて微細な 2 次再結晶粒を優先生成させるうえできわめて有利である。今日工業的に製造されている Mo 添加一方向性珪素鋼板は, 従来の製品板に比べて細粒の 2 次再結晶粒であり, 低鉄損化に大きく貢献していることは, Table 1 に示した Mo 添加材の (110) [001] 方位の 2 次再結晶粒の核発生頻度が Mo 無添加材より多いという実験結果と定性的に一致する。さらに本実験においては Mo 添加熱延板の表面から板厚の  $1/10$  深さ位置の (110) [001] 方位の 2 次再結晶粒の核発生源の中には, わずかに (110) [001] 方位からずれた微小領域が存在することが確かめられた。これらはすべて占有体積が小さく (110) [001] 方位からの方位差も小さいため, 2 次再結晶粒の内部に 2 次再結晶粒と微小方位差をもつ孤立粒として残る可能性がある。事実微量 Mo 添加一方向性珪素鋼の製品板では 2 次再結晶粒中に多くの細粒が存在することが確かめられており, 上記の 2 次再結晶粒の細粒化に加えてこのような細粒の存在によつて磁区の細分化にも貢献している。

一方中心層における Mo 添加と Mo 無添加の熱延板の比較では, Mo 添加した場合 {100} <011> 方位の未再結晶伸長粒が比較的少なくなり {113} <110>, {223} <142>, {122} <411> 方位の未再結晶伸長粒が多くなると同時に, 伸長粒の大きさも小さくなるのが指摘される。これらの方位粒の中で {100} <011> 方位の未再結晶伸長粒は (110) [001] 方位の 2 次再結晶粒に最も蚕食されにくい結晶粒であるため, Mo 添加によるこの方位の伸長粒の減少は良好な 2 次再結晶粒を発達させる上できわめて有利であると考えられる。

最後に Fig. 1 に示す (A) Mo 添加と (B) Mo 無添加の熱延板断面組織を比較すると, Mo 添加材では表面層に存在する再結晶粒成長が著しく抑制されているのが認められる。珪素鋼中に添加した微量 Mo が熱延中にどのような働きをするのかについて, 詳細な実験結果

は得られていない。しかしながらフェライト形成元素である Mo の添加により, 熱延途中で起こる局部変態 ( $\alpha \rightarrow \gamma + \alpha \rightarrow \alpha$ ) が抑制され, (110) [001] 方位に強く集積した未再結晶伸長粒が表面近傍に優先生成すると考えられる。その結果 Mo 無添加材に比べて強い (110) [001] 方位の集合組織を優先形成させることが可能である。

## 5. 結 言

微量 Mo 添加一方向性珪素鋼熱延板を透過コッセル法により詳細に調査した結果, 次のような結論が得られた。

(1) Mo 添加熱延板は, Mo 無添加材と比べて鋼板表面近傍の再結晶粒が抑制され, (110) [001] 方位の 2 次再結晶粒の核発生源をもつ圧延方向に延びた (110) [001] 方位の未再結晶伸長粒が優先生成する。

(2) Mo 添加材における (110) [001] 方位の 2 次再結晶粒の核の占有率および発生頻度は, とともに Mo 無添加材より約 3 倍大きい。

(3) Mo 添加一方向性珪素鋼板は微細な (110) [001] 方位の 2 次再結晶粒を発達させ, 結果として低鉄損の製品を得るのに有利であると考えられる。

## 文 献

- 1) 田口 悟, 坂倉 昭, 高島弘教: 特許公報昭 40-15644 号
- 2) 漆山信夫, 田口 悟, 坂倉 昭, 和田敏哉, 植野清: 特許公報昭 46-23820 号
- 3) H. C. FIEDLER: US Patent, 3905843 (1975)
- 4) 今中拓一, 菅 孝宏, 小畑良夫, 佐藤 徹: 特許公報昭 51-13469 号
- 5) 井口征夫, 清水 洋, 嶋中 浩: 特許公報昭 56-4613 号, 昭 57-014737 号
- 6) 井口征夫, 伊藤 庸, 清水 洋, 嶋中 浩: 特許公報昭 58-33215 号, 33298 号
- 7) Y. INOKUTI, C. MAEDA, Y. ITO and H. SHIMANAKA: Trans. ISIJ, 23 (1983), p. 440
- 8) 清水 洋, 小畑良夫, 今中拓一, 飯田嘉明: 特許公報昭 58-33298 号
- 9) 井口征夫, 清水 洋, 嶋中 浩: 川崎製鉄技報, 12 (1980), p. 89
- 10) 岩崎義光, 井口征夫, 嶋中 浩, 藤元克己: 日本金属学会誌, 18 (1979), p. 632
- 11) Y. INOKUTI, Y. SHIMIZU, C. MAEDA and H. SHIMANAKA: Proc. 1st Ris  $\phi$  International Symposium on Recrystallization (1980), p. 71 [Ris  $\phi$  National Lab., Denmark]
- 12) 井口征夫, 前田千寿子: 鉄と鋼, 69 (1983), S 599