3 mass%Si 鋼の析出相分散に及ぼす Sn 添加の影響

中島正三郎* 高嶋邦秀* 原勢二郎*

J. Japan Inst. Metals, Vol. 56, No. 5 (1992), pp. 592-599

Effect of Sn Addition on Dispersion of Precipitates in 3 mass%Si Steel

Shozaburo Nakashima*, Kunihide Takashima* and Jiro Harase*

R&D Laboratories-III, Steel Research Laboratories, Nippon Steel Corporation, Kitakyushu.
Present address: Electromagnetic Materials, Steel Research Laboratories, Nippon Steel Corporation, Futtsu

A study was made on the effect of Sn addition to 3 mass%Si steel containing MnS or AlN on the dispersion of precipitates and the grain growth of recrystallized grains. Following conclusions were obtained.

1. Specimen with MnS

(1) Sn addition promotes largely the precipitation of MnS in the courses of hot-rolling, annealing of hot-band and decarburizing annealing after cold-rolling, and as the results, enlarges the Zener factor after decarburizing annealing.

(2) By Sn addition, the average size of recrystallized grains decreases after decarburizing annealing. Some grains in the Sn added specimen become remarkably large in the heating stage of final annealing.

2. Specimen with AlN

(1) Sn addition changes the dispersion of AlN little.

(2) The change by Sn addition in the size of recrystallized grains in the specimen with AlN is similar to that in the specimen with MnS. Generally, the average grain size in the specimen with AlN is larger after decarburizing annealing and smaller in the heating stage of final annealing than that in the specimen with MnS.

3. Main effect of inhibitors and Sn addition on the growth of recrystallized grains

It is considered that MnS decreases the size of primarily recrystallized grains after decarburizing annealing, and that AlN restrains matrix-grains from growing until the high temperatures in the heating stage of final annealing and gives specially oriented grains an advantageous condition to grow. Sn has an effect on promoting the growth of specially oriented grains.

(Received June 20, 1991)

Keywords: iron-3%silicon steel, grain-oriented electrical steel, single-stage cold rolling process, tin addition, dispersion of MnS or AlN, grain growth of recrystallized grains

I. 緒 言

一方向性電磁鋼板は、主としてトランスの鉄芯材料として用いられ、磁化特性が優れていること、鉄損が低いことが重要である。一方向性電磁鋼板は、Si 約 3 mass% を含有し⁽¹⁾、2 次再結晶により、圧延面に{110}面を、圧延方向に<001>軸を揃えた、いわゆる Goss 組織⁽²⁾⁽³⁾とすることにより製造される。

一方向性電磁鋼板の 2 次再結晶については、1 次再結晶の組織、集合組織⁽⁴⁾とともにインヒビター⁽⁵⁾が重要である。

筆者ら⁽⁶⁾⁽⁷⁾は、先に、MnS および AlN を主インヒビターとして使用する 1 回冷間圧延(冷延)法による一方向性電磁鋼板⁽⁸⁾(1 回冷延法一方向性電磁鋼板)について、Sn 等の添加により、1 次再結晶焼鈍後の析出分散相が微細、

均一化することを報告した。Sn 等添加の析出分散相に及ぼす影響については、その後、一、二⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾報告されているが、いずれも MnS と AlN を共有する場合についてである。

筆者らの最近の研究結果⁽¹¹⁾では、MnS と AlN を共有する場合は、MnS と AlN の複合析出物が多く生成し、MnS または AlN を単独に含有する場合に比べ、MnS または AlN の析出挙動のみならず、1 次再結晶の粒径および集合組織についても差異が生じることが明らかになった。

Sn を添加した 1 回冷延法一方向性電磁鋼板の磁気特性をさらに向上させるためには、Sn 添加の作用に関する正確な理解が必要である。すなわち、インヒビター無添加材、MnS 単独含有材、AlN 単独含有材および MnS、AlN 共有材ごとに Sn 添加の作用を調査、分析し、総合的に比較検討することが重要と考えられる。今回は、MnS 単独含有

* 新日本製鉄(株)第三技術研究所、現在：同社技術開発本部電磁材料研究部

材, AlN 単独含有材における析出分散相および 1 次再結晶粒の粒成長に及ぼす Sn 添加の作用について報告する. なお, インヒビター無添加材および MnS, AlN 共有材に関する Sn 添加の作用については, 別途報告の予定である.

II. 実験方法

Table 1 に示す成分を含有する鋼を真空溶解した. 試料 A および試料 B, 試料 C および 試料 D は, それぞれ, 同一チャージで溶解し, Sn 添加の有無ごとに 50 kg インゴットに分注した. **Table 2** に示す実験条件で各工程を処理した.

熱間圧延(熱延)後, 熱延板焼鈍後, 脱炭焼鈍後および仕上焼鈍昇温過程の試料について, 適宜, 析出物, 成分およびミクロ組織を調査した. 析出物については, MnS および AlN の含有量を分析し, 分散状況を観察し, 体積分率, 平均粒子径および Zener 係数を求めた.

MnS の析出量については, 試料を定電位電解法により溶解, 濾過し, 残さを HCl と HNO₃ の混合溶液で溶解, 濾過した後, 濾過液中の Mn 量を ICP 法で定量して求めた.

AlN の析出量については, 試料をヨウ素メタノール溶液で溶解, 濾過し, 残さを NaOH 溶液で溶解, 濾過した後, 濾過液中の Al 量を ICP 法で定量して求めた.

分析された MnS および AlN の量から析出物の体積分率を求めた. この場合, MnS, AlN の密度を, それぞれ, 4.0 g/cm³, 3.3 g/cm³(¹²)として計算した.

Table 1 Chemical composition of specimens.

Chemical compositions(mass%)							
Specimen	C	Si	Mn	S	sol. Al	N	Sn
(A)	0.06	3.0	0.07	0.024	0.0004	0.0009	<0.001
(B)	0.06	3.0	0.07	0.024	0.0004	0.0009	0.15
(C)	0.07	3.0	0.07	0.0007	0.028	0.010	<0.001
(D)	0.07	3.0	0.07	0.0007	0.028	0.010	0.15

Table 2 Experimental procedures.

- (1) Melting : 300 kg vacuum furnace, →50 kg ingots.
- (2) Slab making : 1250°C-60 min, →40 mm(*t*).
- (3) Hot rolling : <Heating> 1350°C-90 min.
<Extraction to start of rolling> 1350→1300°C, in 40 s. <Rolling> 40→2.3 mm in 6 passes, 1300→1100°C, in 20 s. <Cooling> 1100→550°C, in shower, in 5 s. <Cooling> 550°C→RT, in natural air.
- (4) Annealing of hot-band : 1120°C-120 s, → air cooling to 900°C, →100°C water quenching.
- (5) Cold rolling : 2.3→0.285 mm(*t*), Aging ; 250°C-10 min-5 times(1.6, 1.2, 0.8, 0.6, 0.4) mm(*t*).
- (6) Decarburizing annealing : 75 vol% H₂+25 vol% N₂, Dew point 63°C, 850°C-210 s.
- (7) MgO coating : 95 mass% MgO+5 mass% TiO₂.
- (8) Final annealing : 75 vol% H₂+25 vol% N₂, 15°C/h, to 1100°C.

析出物の分散状況については, 板厚の1/4の深さにおける部分を Selective Potentiostatic Etching by Electrolytic Dissolution Method(SPEED 法)により電解し, 電解面に露出した析出物をアセチルセルローズフィルムを貼ってはぎ取って抽出レプリカを作成し, 透過電子顕微鏡で観察した.

析出物の平均粒子径については, 透過電子顕微鏡で, レプリカの 6 μm×8 μm の部分を一万倍に拡大して観察し, 代表的な 8 視野を撮影し, 画像解析法により求めた. この場合, 粒子像を等面積の円とみなし粒子径を計算した. また, 各サイズの析出物は, 粒子径の1/2に相当する試料の厚みから抽出されたものとした.

析出物の体積分率(ρ)および平均粒子径(d_{ia})から, Zener 係数 $\{(3/2) \times (\rho/d_{ia})\}^{(13)}$ を計算した.

ミクロ組織については, 板面に垂直で圧延方向に平行な面(L断面)を光学顕微鏡で観察した. また, この場合の結晶粒の平均粒径を求めた. 平均粒径は, 結晶粒の断面を等面積の円とみなし, 画像解析法により求めた.

脱炭焼鈍後の表面層の成分は, グロー放電発光分析法(GDS 法)により分析した.

III. 実験結果および考察

1. MnS 含有材(試料 A, 試料 B)

(1) MnS 析出量

Fig. 1 に, 各工程における MnS 析出量の変化の様子を示す.

熱延後に素材の含有する S の半量以上が MnS として析出している. MnS の析出量は, 熱延後から熱延板焼鈍, 脱炭焼鈍後さらに仕上焼鈍昇温過程の初期まで各工程ごと

Fig. 1 Contents of MnS in specimens A and B in each stage.

に増加する．Sn 無添加材に比べ Sn 添加材では，熱延板焼鈍時に MnS の析出が促進され，その後の各工程における MnS 析出量が高目に推移する．MnS 析出量は，Sn 添加材では，仕上焼鈍昇温過程の 900℃で最大となり，以後温度の上昇につれて減少傾向にあるが，Sn 無添加材では，1100℃まで増加し続ける．

Wriedt と Hu⁽¹⁴⁾ によれば，3 mass%Si 鋼における MnS の溶解度積は， $\log \{[\text{Mn mass\%}] \times [\text{S mass\%}]\} = -10, 590/T(\text{K}) + 4.092$ で表される．上式から，試料 A および試料 B (Mn; 0.07, S; 0.024 mass%) における MnS の完全溶体化温度は 1269℃と計算される．本実験において，1350℃で均熱 90 min のスラブ加熱で，MnS が溶体化するとすれば，熱延後の MnS は，熱延中に析出したものと考えられる．本実験では，熱延において，素材の含有する S に対し，Sn 無添加材で 54%，Sn 添加材で 59% の S が MnS として析出している．Iwayama ら⁽⁹⁾ は，3 mass%Si 鋼に Sn を添加すると硫化物の析出が遅延すると報告している．この場合の析出条件は温度変化のみであるが，本実験では，温度変化に変形(圧延)が加わっている．このため，両者の結果に差異が生じたものと推定される．

(2) 析出物の分散

Fig. 2 に，各工程における析出物の分散状況を示す．Sn 無添加材に比べ Sn 添加材では，各工程において析出物の分散が微細，均一である．熱延後および熱延板焼鈍後では，短径と長径の差が小さい．脱炭焼鈍後では，細長いものや，析出物同士の連結したものが多くみられる．これは，冷延による析出物の変形等の影響が現れたものと考えられる．析出物のサイズについては，熱延後から脱炭焼鈍後までは，差異が小さく，仕上焼鈍昇温過程の 1000℃で，粗大化が認められるが，Sn 添加材の粗大化の程度が小さい．Sn 添加により析出分散相が微細，均一化する理由として，MnS の析出サイトの増加，S の拡散速度の減少，あるいは，MnS の周囲への Sn の偏析による粗大化の抑制等が考えられるが，いずれも確認されておらず，今後の検討が必要である．

筆者ら⁽⁶⁾⁽⁷⁾は，先に，MnS と AlN が共存する 1 回冷延法一方向性電磁鋼板について，Sn 等の添加により脱炭焼鈍後の析出分散相が微細，均一化すると報告した．小松ら⁽¹⁰⁾は，同じく，Cu を含む材料について，Sn 添加により熱延後および熱延板焼鈍後において微細な硫化物の数が増加し，これを核として AlN が微細析出し，脱炭焼鈍後まで継承されると報告している．本実験から，MnS のみを含有する材料について，Sn 添加により，熱延後の MnS 析出量が増加し，熱延板焼鈍後および脱炭焼鈍後に MnS 析出量がさらに増加し，脱炭焼鈍後の析出分散相が微細，均一化することが明らかになった．

(3) Zener 係数

Fig. 3 に，脱炭焼鈍後および仕上焼鈍昇温過程の

Specimen ;

(a)~(d) A

(e)~(h) B (with Sn)

Stage ;

(a) (e) After hot rolling

(b) (f) After hot-band annealing

(c) (g) After decarburizing annealing

(d) (h) Extracted at 1000°C on heating during final annealing

Fig. 2 Dispersions of precipitates in specimens A and B in each stage (70 μm inside from surface).

1000℃における析出物の体積分率，析出物の平均粒子径および Zener 係数を示す．体積分率は，脱炭焼鈍後より仕上焼鈍の昇温過程で増大し，Sn 添加材の方が大きい値を示す．

平均粒子径も，脱炭焼鈍後より仕上焼鈍の昇温過程で増大する．Sn 無添加材に比べ Sn 添加材の方が粒子径がやや小さい．ここで示した値は平均値であり，Sn 無添加材では粗大な粒子と微細な粒子が混在していることが平均値として余り変わらない結果になったものと思われる．

Zener 係数は，脱炭焼鈍後より仕上焼鈍の昇温過程で減少し，Sn 無添加材に比べ Sn 添加材の方が大きい．

Fig. 3 Volume fractions (ρ), average diameters (d_{ia}) and Zener factors $(3/2) \times (\rho/d_{ia})$ for precipitates in specimens A and B after decarburizing annealing and extracted on heating during final annealing (Volume fractions were calculated from chemical analysis of MnS and the average diameters were calculated by the image analysis method).

微粒子による粒界移動抑止力(f)は、 $f = \sigma z^{1/3}$ で表される。ここに、 σ は界面エネルギーであり、 z はZener係数である。 σ を一定とすれば、粒界移動抑止力は、Zener係数に比例する。Zener係数が大きいほど、1次再結晶マトリックス粒の粒成長が抑制され、Goss方位の2次再結晶が発現し易くなるとすれば、Sn添加により2次再結晶が容易化すると推定される。

(4) 再結晶組織

Fig. 4に、脱炭焼鈍後の試料および仕上焼鈍昇温過程の各温度で引き出した試料の L 断面におけるマイクロ組織を示す。脱炭焼鈍後の粒径分布はほぼ均一で、粒径は、Sn無添加材に比べSn添加材の方がやや小さい。仕上焼鈍昇温過程の900°Cでは、脱炭焼鈍後に比べ粒径の粗大化が認められる。Sn添加材では、周囲の粒は比較的小さい状態で保持される中で、特定の粒が粗大化する傾向が認められる。この傾向は、1000°Cでも継承される。1100°Cでは、Sn添加材の方が、全般的に大きい粒となる。

Fig. 5に、画像解析法により定量的に求めた脱炭焼鈍後および仕上焼鈍昇温過程の1000°Cにおける結晶粒の平均粒径を示す。平均粒径は、脱炭焼鈍後では、Sn無添加

Specimen ;

(a)~(d) A

(e)~(h) B (with Sn)

Stage ;

(a), (e) After decarburizing annealing

Others ; Extracted on heating during final annealing

(b) (f) at 900°C, (c) (g) at 1000°C

(d) (h) at 1100°C

Fig. 4 Microstructures of specimens A and B after decarburizing annealing and extracted on heating during final annealing.

材の方が大きい、仕上焼鈍昇温過程の1000°Cでは、逆に、Sn添加材の方が大きい。仕上焼鈍昇温過程の1000°Cにおいては、Sn添加材の方が、Zener係数がわずかであるが大きい(Fig. 3)にもかかわらず、結晶粒の平均粒径が大きい。これは、Sn添加材においては「一般粒」に対する「特定方位粒」の相対的粒成長速度が大きく、「特定方位粒」が粗大化したためと推定される。

AustとRutter⁽¹⁵⁾は、高純度PbへのSn添加により、一般粒界に対する特殊粒界の相対的粒成長速度が増大する

Fig. 5 Average diameters of recrystallized grains for specimens A and B after decarburizing annealing and extracted on heating during final annealing (calculated by the image analysis method).

と報告している。この場合の特殊粒界は、Kronberg と Wilson⁽¹⁶⁾ の提案したコインシデンス境界の関係にある。このような粒界には、不純物元素が入りにくく、粒界の移動に対する不純物元素の引き留め効果が小さいためと考えられている⁽¹⁷⁾。本実験においては、粒界性格と Sn の偏析⁽¹⁸⁾ 程度や粗大粒の関係については調査していないが、本実験結果は、上記の報告に符合していると考えられることができる。1 次再結晶集合組織において Goss 核とマトリックスの主方位である {111}<112> 近傍方位粒は Brandon⁽¹⁹⁾ の対応方位 Z9 に近い関係にある。Sn 添加材について、仕上焼鈍昇温過程の 2 次再結晶発現領域において、一般粒界に比べこの粒界で Sn の偏析が少なく、粒界移動速度が大きいとすれば、この意味においても Sn 添加には Goss 方位の 2 次再結晶を容易化する作用があることが推測される。筆者ら⁽²⁰⁾ の最近の研究で、Si 含有量の高い 1 回冷延法一方向性電磁鋼板に Sn を添加すると Goss 方位の 2 次再結晶が容易になることが明らかになった。これは上記の推測に合致する結果といえる。

2. AlN 含有材(試料 C, 試料 D)

(1) AlN 析出量

Fig. 6 に、各工程における AlN 析出量の変化の様子を示す。AlN は、熱延後ではほとんど認められず、熱延板焼鈍後に素材に含有する N の約 88% が AlN として析出する。冷延後の脱炭焼鈍でわずかに増加し、仕上焼鈍の昇温過程初期でさらに増加するが、高温になると減少する。

Fig. 6 Contents of AlN in specimens C and D in each stage.

Sn 添加の有無にかかわらず熱延後から脱炭焼鈍後までの間での析出量の差異はほとんどないが、仕上焼鈍昇温過程の 900°C において、Sn 添加材での析出量が少ない。

Fig. 7 に、脱炭焼鈍後および仕上焼鈍の昇温過程における N 含有量を示す。N は仕上焼鈍昇温過程前半に増加し、その後減少する。脱炭焼鈍後に対する仕上焼鈍昇温過程での N の増加量は Sn 添加材の方が小さい。仕上焼鈍の昇温過程における N の増加は含素窒素雰囲気から吸着したものである。

Fig. 8 に、脱炭焼鈍後の試料について、GDS による表面層の成分分析結果を示す。スパッタリング速度を約 30 nm/s とすると⁽²¹⁾、最表面から内部 3~5 nm の位置に Si

Fig. 7 Contents of N in specimens C and D in each stage.

Fig. 8 GDS profiles for surface layer of specimens C and D after decarburizing annealing.

のピークがみられ、このピーク値は Sn 添加材の方が大きい。また、最表面から内部 3 nm の位置に O のピークがみられ、このピーク値も Sn 添加材の方が大きい。Sn 添加材の方が仕上焼鈍の昇温過程初期における N 含有量および AlN 析出量の増加量が小さい理由として、Sn 添加によるこれら Si および O の濃縮層の強化により、外部雰囲気に対するシール性が増し、仕上焼鈍の昇温過程における含窒素雰囲気からの吸窒が抑制されることが考えられる。

(2) 析出物の分散

Fig. 9 に、各工程における析出物の分散状況を示す。熱延後では析出物は認められず、熱延板焼鈍後から仕上焼鈍昇温過程の 1000°C までについては、工程間、材料間で

Specimen ;

(a) ~ (d) C

(e) ~ (h) D (with Sn)

Stage ;

(a) (e) After hot rolling

(b) (f) After hot-band annealing

(c) (g) After decarburizing annealing

(d) (h) Extracted at 1000°C on heating during final annealing

Fig. 9 Dispersions of precipitates in specimens C and D in each stage (70 μm inside from surface).

の分散状況の差異は小さい。

(3) Zener 係数

Fig. 10 に、脱炭焼鈍後および仕上焼鈍昇温過程の 1000°C における析出物の体積分率、析出物の平均粒子径および Zener 係数を示す。

体積分率は、脱炭焼鈍後より仕上焼鈍の昇温過程で増大する。Sn 添加有無による体積分率の差異は小さい。

平均粒子径は、脱炭焼鈍後と仕上焼鈍の昇温過程、および、Sn 添加有無によりほとんど変わらない。

Zener 係数は、脱炭焼鈍後より仕上焼鈍の昇温過程で増大し、Sn 添加有無による差異は小さい。

Fig. 10 Volume fractions (ρ), average diameters (d_{ia}) and Zener factors $(3/2) \times (\rho/d_{ia})$ for precipitates in specimens C and D after decarburizing annealing and extracted on heating during final annealing (Volume fractions were calculated from chemical analysis of AlN and the average diameters were calculated by the image analysis method).

(4) 再結晶組織

Fig. 11 に、脱炭焼鈍後の試料および仕上焼鈍昇温過程の各温度で引き出した試料の L 断面におけるミクロ組織を示す。脱炭焼鈍後では粒径分布はほぼ均一で、粒径は Sn 無添加材に比べ Sn 添加材の方がやや小さい。仕上焼鈍昇温過程の 900°C までは脱炭焼鈍後とほとんど変わらない。1000°C では、Sn 無添加材の粒成長は余り進んでいないが、Sn 添加材では一部の粒の粗大化が著しく進んでいる。1100°C では、Sn 添加材の方が全般的に大きい粒となる。これは、先に述べたごとく、Sn 添加材においては「一般粒」に対する「特定方位粒」の相対的粒成長速度が大きく、「特定方位粒」が粗大化したためと推定される。

Fig. 12 に、脱炭焼鈍後および仕上焼鈍昇温過程の 1000°C における結晶粒の平均粒径を示す。平均粒径は、脱炭焼鈍後では Sn 無添加材の方が大きく、仕上焼鈍昇温過程の 1000°C では逆に Sn 添加材の方が大きい。

Sn の添加に関わりのない共通の現象としては、MnS は熱延段階から析出し (Fig. 1)、その Zener 係数は仕上焼鈍時に低下する (Fig. 3)。これに対し、AlN は熱延板焼鈍から析出が起り (Fig. 6)、仕上焼鈍時に Zener 係数が増大する (Fig. 10)。Sn 添加の析出に及ぼす効果をかいつま

Specimen ;

(a)~(d) C

(e)~(h) D (with Sn)

Stage ;

(a), (e) After decarburizing annealing

Others ; Extracted on heating during final annealing

(b) (f) at 900°C, (c) (g) at 1000°C

(d) (h) at 1100°C

Fig. 11 Microstructures of specimens C and D after decarburizing annealing and extracted on heating during final annealing.

でいえば、MnS に対しては平均粒径を余り変化させず、体積分率の増加を通して Zener 係数の増大をもたらす一方 (Fig. 3)、AlN に対しては体積分率、粒径とともにほとんど影響しない (Fig. 10)。これらの効果と結晶粒径との相関をみれば、脱炭焼鈍工程では、MnS 含有材 (Fig. 5) の方が AlN 含有材 (Fig. 12) よりも結晶粒が細かく、かつ Sn 添加により微細になる。しかし仕上焼鈍の昇温過程では、AlN 含有材で Zener 係数の増加があるために粒成長

Fig. 12 Average diameters of recrystallized grains for specimens C and D after decarburizing annealing and extracted on heating during final annealing (calculated by the image analysis method).

が高温まで抑制される。その際「特定方位粒」の成長も遅らせるが、「特定方位粒」の成長そのものを阻害することはない。Sn 添加自体が「特定方位粒」の粒成長をより容易にする効果を持っていると考えられる⁽¹⁵⁾⁽²⁰⁾。

IV. 結 言

Sn を添加した 1 回冷延法一方向性電磁鋼板の磁気特性をさらに向上させるためには、Sn 添加の作用に関する正確な理解が必要である。このための基礎調査の一環として、MnS 単独含有材および AlN 単独含有材について、析出分散相および結晶粒の粒成長に及ぼす Sn 添加の影響を調査し、次のことを明らかにした。

1. MnS 含有材への影響

(1) Sn 添加により、熱延および熱延板焼鈍において MnS の析出が促進され、仕上焼鈍昇温過程までの MnS 析出量が增大し、大きいサイズのものが減少する。このため析出物の体積分率が增大し、Zener 係数が増大する。また、Zener 係数は Sn 添加の有無に関わりなく脱炭焼鈍後より仕上焼鈍昇温過程で減少する。

(2) Sn 添加により、平均結晶粒径は脱炭焼鈍後では減少するが、仕上焼鈍の昇温過程では一部の結晶粒の顕著な粗大化のために逆に増大する。

2. AlN 含有材への影響

(1) Sn 添加により、仕上焼鈍の昇温過程初期における AlN の析出量が減少する。これは、Sn 添加により、脱炭

焼鈍後の表面層における Si および O の濃化層が強化され、仕上焼鈍の昇温過程における含窒素雰囲気からの吸窒が抑制されるためと考えられる。

(2) Sn 添加による析出分散相の変化は小さい。Zener 係数は Sn 添加の有無に関わりなく脱炭焼鈍後より仕上焼鈍の昇温過程で増大する。

(3) Sn 添加による脱炭焼鈍後から仕上焼鈍の昇温過程にかけての平均結晶粒径の変化は、MnS 含有材と同様の傾向を示す。ただし、平均結晶粒径は MnS 含有材に比べ脱炭焼鈍後では大きく、仕上焼鈍昇温過程では逆に小さい。

3. 結晶粒成長に対する析出物と Sn 添加の主な効果

MnS は脱炭焼鈍時の 1 次再結晶粒の微細化に効果を持ち、AlN は仕上焼鈍時に「一般粒」の成長を高温まで抑制し、「特定方位粒」のみが成長しやすい環境を作る効果があり、Sn 添加は 1 次再結晶粒の微細化と「特定方位粒」の成長を促すものと考えられる。

文 献

- (1) 田口 悟：日本金属学会会報，**13**(1974)，49.
- (2) N. P. Goss: U. S. Patent 1, 965, 559 (1934).
- (3) R. M. Bozorth: Trans. ASM, **23**(1935), 1107.
- (4) C. G. Dunn: Acta Metall., **1**(1953), 163.
- (5) J. E. May and D. Turnbull: Trans. Met. Soc. AIME, **212**(1958), 769.
- (6) S. Nakashima, K. Takashima, K. Kuroki and M. Harada: IEEE Trans. Magn., **MAG-18**, No. 6(1982), 1511.
- (7) 中島正三郎，和田敏哉，黒木克郎，岩山健三：鉄と鋼，**69**(1983)，285.
- (8) 田口 悟，坂倉 昭，高島弘教：日本特許，特公昭 40-15644.
- (9) K. Iwayama, K. Kuroki, Y. Yoshitomi and K. Honma: J. Appl. Phys., **55**(1984), 2136.
- (10) 小松 肇，進藤卓嗣，松本文夫，谷野 満：鉄と鋼，**70**(1984)，417.
- (11) 中島正三郎，高嶋邦秀，原勢二郎：鉄と鋼，**77**(1991)，179.
- (12) 久保亮五，長倉三郎，井口洋夫，江沢 洋：理化学辞典第 4 版，岩波書店，(1987)，785, 1365.
- (13) C. Zener: Quoted by C. S. Smith, Trans. Met. Soc. AIME, **175**(1948), 15.
- (14) H. A. Wriedt and H. Hu: Met. Trans., **7A**(1976), 711.
- (15) K. T. Aust and J. W. Rutter: Trans. Met. Soc. AIME, **215**(1959), 119, 820.
- (16) M. L. Kronberg and F. H. Wilson: Trans. AIME, **185**(1949), 501.
- (17) 長嶋晋一：集合組織，丸善，(1984)，156.
- (18) M. P. Seah: Surface Sci., **53**(1975), 168.
- (19) D. G. Brandon, B. Ralph, S. Ranganathan and M. S. Wald: Acta Metall., **12**(1964), 813.
- (20) 中島正三郎，高嶋邦秀，原勢二郎，黒木克郎：日本金属学会誌，**55**(1991)，1274.
- (21) 滝本憲一，山崎修一，大坪孝至：日本金属学会春期大会講演概要，(1986)，398.