微細粒二方向性電磁鋼板と立方体方位発達機構

富田 俊郎 上野谷繁雄 佐野 直幸

住友金属工業株式会社総合技術研究所

J. Japan Inst. Metals, Vol. 66, No. 9 (2002), pp. 950-957
© 2002 The Japan Institute of Metals

Fine-Grained Doubly-Oriented Electrical Steel Sheets and Mechanism of Cube Texture Development

Toshiro Tomida, Shigeo Uenoya and Naoyuki Sano

Corporate Research & Development Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., Amagasaki 660-0891

Cube texture development in 3%Si steel and doubly-oriented electrical steel sheets by oxide-separator-induced decarburization have been investigated. Decarburization anneal of 3%Si-1%Mn-0.05%C steel sheets by using a SiO₂-containing separator led to a remarkable development of the cube texture {100}<001>. More than 90% of grains in the decarburized material well aligned to the cube orientation, and the grain size was about 0.4 mm. Cube-oriented nuclei emerged during primary recrystallization after a proper double-stage cold-rolling prior to the decarburization, and they selectively grew in decarburized α -ferrite layers. The doubly oriented Si-steel sheets by this process showed a large magnetic induction, low core losses and a low magnetostriction in the rolling and transverse directions. The mechanism of the cube texture evolution is discussed.

(Received March 26, 2002; Accepted July 22, 2002)

Keywords: cube texture, decarburization, silicon dioxide, doubly oriented, silicon steel

1. 緒 言

鋼の特性の多くは結晶方位依存性を持つために、集合組織の影響を受ける。磁性や塑性はこれに大きく影響される特性であり、それらに関連した{110}<001>(Goss方位)や{111}面方位について多くの研究¹⁻³⁾が行われている。それに比較して、立方体方位{100}<001>に関する研究は少ない。Cu, Al, Fe-Niなどのfcc金属は圧延と焼鈍によって比較的容易に立方体方位となるが¹⁾、鋼などのbcc金属をこの方位へ配向させることは容易ではない。さらに、工業における応用上の問題もあり、それらが研究を少なくする要因となっている。

鋼における立方体方位の重要性はその磁性にある。bcc Feの磁化容易方向は<100>方向であり、圧延面に{100}、圧延方向に<001>方向が配向すると、圧延方向と板幅方向の磁化が極めて容易になる。そのため、1950年代後半から変圧器などの鉄心材料を目的とした珪素鋼板の立方体方位(二方向性電磁鋼板)に関する研究が行われた。Assumus *et al.*⁴⁾は3%Si-Feを0.04 mm厚の薄鋼板に圧延した後、高温で焼鈍すると立方体方位が顕著に発達することを報告した。後に、これが表面自由エネルギーを選択的駆動力とした二次再結晶であることや、立方体方位の核は冷間圧延後の一次再結晶によって{110}<001>マトリックス中に少量生成することなどが明らかにされた^{5,6)}。これとはほぼ同時期に、田口と坂倉⁷⁾はAlNを含有する3%Si鋼を交差圧延した後高温で熱処理すると同様に立方体方位の二次再結晶粒が生じることを見だしている。この場合の粒成長の駆動力は粒界エネルギーであ

り、立方体方位粒は{632}<9 15 5>組織中を優先成長すると報告されている⁸⁾。

これらの研究によって、立方体方位生成の困難さのみならずこの方位が持つ磁性上の問題点も明らかにされた。前者に関しては、立方体方位の発達が板厚に強く依存すること⁹⁾や、あるいは特殊な圧延を必要とすることなどがあり、後者に関しては、磁気損失(鉄損)と変圧器の騒音の主原因となる磁歪が大きかったことがある^{10,11)}。大きな鉄損の原因は結晶粒が20 mmを越えて粗大であったこと¹⁰⁾と、90°磁壁の運動に関係し¹²⁾、一方、磁歪は直交方向の磁区の存在が原因であると考えられている¹¹⁾。

前報¹³⁾において、珪酸化物を用いた珪素鋼板の脱炭と{100}<012>方位の発達について報告した。SiO₂を含有する焼鈍分離材を用いて低炭素の珪素鋼板を減圧下で積層焼鈍すると脱炭が生じ、表面から発達する脱炭柱状粒のほぼ全てが{100}<012>方位から10°以内の角度に配向した。脱炭はSiO₂+2C→Si+2COなる熱化学反応により生じ、集合組織は表面自由エネルギーによって発達すると考えられている。本研究では、珪酸化物を用いた脱炭による柱状粒の優先方位に及ぼす脱炭前の圧延や熱処理の影響について検討を行った。その結果、適切な条件の(焼鈍を間に挟んだ)二回の冷延を施すことで、優先方位が立方体方位となることを見いだした。本稿では、この立方体方位の発達とその機構、さらに、それによって得られる比較的微細な結晶粒の二方向性電磁鋼板について述べる。

2. 実験方法

Table 1 に示す前報¹³⁾とほぼ同じ化学組成の鋼塊を、真空中溶解により作製した。この鋼塊を熱間で鍛造した後、約 3 mm の厚さまで熱間圧延した。酸洗の後、0.6 から 1.5 mm の所定の厚さまで冷間圧延し、その後 1023 から 1323 K の所定の温度で 30 s 焼鈍した。さらに 0.35 mm の最終厚さまで冷間圧延した後、それらの板から 150 mm 角(steel A)もしくは 180 mm×500 mm(steel B)の板を切り出して、以下に記す焼鈍実験に供した。

下記の珪酸化物を含有する焼き付き防止材を間に挟み、鋼板を積層した。steel A の場合、52 mass% の SiO_2 と 48 mass% の Al_2O_3 を含有する繊維を約 0.5 mm 厚さの紙状に成型(抄紙)したものを使用し、2 枚の繊維紙の間に約 40 g/m² の密度で TiO_2 (Anatase 型結晶構造、純度 99%) の粉末を散布して、これらを鋼板の間に挿入した。紙状に成型する段階で混入する有機物を除去するため、繊維紙はあらかじめ大気中において 1273 K で 1 h 焼成されている。これは、前報¹³⁾の方法と同じである。steel B の場合は、上記の繊維と TiO_2 粉末の混合物を約 0.3 mm 厚の紙状へと直接成型したものを用意し、これを鋼板間に挿入した。繊維および TiO_2 粉末の挿入量は各々約 40 および 30 g/m² である。この場合は、成型段階で混入する有機物を除去せず挿入した。

積層した鋼板を炉内に挿入し、約 10^{-3} Pa の圧力まで排気した後昇温した。steel A の場合、1 K/min の速度で 1348 K まで昇温した後、16 h 以下の所定の時間等温保持した。一方、steel B については、まず 2 K/min の速度で 773 K まで昇温した後、繊維紙中の有機物を除去するため 5 h 等温保持し、その後さらに 2 K/min の速度で 1378 K まで昇温し、20 h 等温保持した。一部の試料については、上記焼鈍の途中から冷却した。

上記の各段階の試料について、組成分析、集合組織解析、断面及び表面の組織観察を行った。集合組織解析には、Co もしくは Mo をターゲットとした X 線回折装置、および EBSP (Electron Back Scattering Pattern) 解析機能を持つ SEM (Scanning Electron Microscope) を用いた。特に記さない限り、X 線および EBSP による測定的位置は、各々試料表面および表面から 20 から 30 μm の深さである。組織観察には光学顕微鏡、もしくは EBSP の OIM (Orientation Imaging Microscopy) 機能を用いた。

また、積層焼鈍後の試料から 100 mm×30 mm の短冊を切り出し、1173 K における 2 h の真空中焼鈍によって歪みを除去した後、磁気特性と磁歪の測定を行った。磁気特性は、単板磁化測定装置を用いて 50 ないし 60 Hz の磁束正弦波条件下で測定した。磁歪は、レーザードップラー法を用い

て、50 Hz の周波数で測定した。

3. 実験結果

3.1 立方体方位の生成条件

1348 K で積層焼鈍を行った後の化学組成を Fig. 1 に示す。C の含有量は約 4 h で半減し、16 h では約 10 ppm に減少する。Mn 含有量も減少し、脱炭が終了するまでにほぼ半量になる。一方、Si 含有量は 0.1% 程度であるが微増する。これらの化学組成の変化は前報¹³⁾の結果に一致し、前報で述べたように、下記の脱炭反応と Mn の蒸発によって説明できるものである。

ここで、 $\langle \rangle$ は固体、 $()$ はガス、 $[]$ は固溶状態を示す。

Fig. 2 に 1348 K で積層焼鈍した試料の板厚全体にわたる断面光学顕微鏡組織を示す。表面から脱炭柱状晶が発達することがわかる。本鋼は約 1000–1400 K の温度域でフェライト (α) とオーステナイト (γ) の二相共存状態となる¹³⁾ので、 α 柱状粒の成長端の前方には α と γ の二相混合組織が観察される (Fig. 2(a) から (c))。暗く観察される粒子が焼鈍後の冷却中に γ から変態して生成したパーライトである。約 4 h で両表面から発達した α の脱炭層が板厚中心で衝突した組織となり、 α/γ 二相共存組織はほぼ消失する。その後、結晶粒の一部は板厚方向に貫通するまで成長する。この組織の変化も前報¹³⁾の結果に一致している。

冷間圧延条件の脱炭集合組織に及ぼす影響を調べるために、種々の条件で冷間圧延した試料を 1348 K で 12 h 脱炭し、圧延方向 (RD) の B_8 (800 A/m の磁化力における磁束密度) を測定した。 B_8 は電磁鋼板の結晶配向性を表す指標として頻繁に用いられる量であり、3% Si-Fe 単結晶の $\langle 100 \rangle$ 方向では飽和磁化の値 (2.03 T¹⁴⁾) に達し¹⁵⁾、等方性の多結晶試料でその約 70% となることが知られる。得られた B_8 の

Fig. 1 Chemistry change during annealing for the steel A. The soaking temperature was 1348 K.

Table 1 Chemical composition of steels used (mass%).

	C	Si	Mn	P	S	Sol-Al
Steel A	0.049	2.97	1.0	0.0002	0.0005	0.0005
Steel B	0.063	2.80	1.3	0.0002	0.0009	0.0034

Fig. 2 Optical micrographs of cross-sections for the steel A annealed at 1348 K.

Fig. 3 Ratio of B_8 in the rolling direction to 2.03 T as a function of annealing and rolling conditions. The steel A was decarburized at 1348 K for 12 h.

2.03 T に対する比率を、圧延率と二回の冷間圧延間の焼鈍（中間焼鈍）温度に対する等高線として Fig. 3 に示す。中間焼鈍の温度が 1000 K 近傍の場合、圧延率によらず B_8 は飽

和磁化の 70 から 75% で等方性材料と大差ない値を示す。しかし、中間焼鈍の温度を 1200 K 以上とし、さらに前段の冷間圧延率を 70 から 75%、後段の圧延率を 50 から 60% とすると、 B_8 は飽和磁化の 90% 以上になる。これは、圧延方向に磁化容易軸の $\langle 100 \rangle$ 軸が配向することを示している。

B_8 が飽和磁化の 90% 以上となった試料の組織および集合組織を Fig. 4 に示す。この試料の中間焼鈍の温度は 1323 K、前段の冷間圧延率は約 75%、後段の冷間圧延率は約 53%、脱炭焼鈍条件は 1348 K および 16 h である。個々の結晶粒の $\langle 100 \rangle$ 軸の方向をベクトルで 3 次元表示し、さらにそれらを極点図としても表している。集合組織が立方体方位へと強く配向していることがわかる。観察される結晶粒の全てが圧延面から 12° 以内に $\{100\}$ 面を持っており、 $\{100\}$ 面と圧延面の間の平均角度は約 4° であった。RD 方向と板幅方向 (TD) から 10° 以内の方向に同時に $\langle 001 \rangle$ 軸を持つ結晶粒の面積率は 86%、 15° 以内の場合 98% であった。平均結晶粒直径は約 0.4 mm と小さい。

3.2 立方体方位発達過程

次に、立方体方位が顕著に発達した条件について、板表面近傍の集合組織の発達過程を調査した。X 線を用いて熱延板の表面から 0.1 mm の深さにおいて測定した $\{100\}$ 極点図を Fig. 5 に示す。熱延板の表層部分には比較的散漫な Goss 方位が認められる。一方、熱延板の内部は $\{100\}\langle 011 \rangle$ を主方位としていた。この組織の鋼板を約 75% の圧下率で冷間圧延すると、 $\{100\}$ 面と $\{111\}$ 面方位を主体とする集合組織が生成され、次いで、1323 K で 30 s の中間焼鈍を施すと Fig. 6 に示す集合組織が現れた。Fig. 6(a) に示す $\{100\}$ 極点図からわかるように、中間焼鈍後の集合組織は RD 方向に $\langle 001 \rangle$ 軸、さらに圧延面法線方向 (ND) から TD 方向に約 15° 傾いた方位に $\{100\}$ 面を持っている。これは $\{310\}\langle 001 \rangle$ から $\{410\}\langle 001 \rangle$ 近傍の方位である。Fig. 6(b) に示す結晶方位密度分布からわかるように、結晶方位密度は $\{410\}\langle 001 \rangle$ 付近で最大（無配向の 6.5 倍程度）となり、立方体方位や Goss 方位近傍では無配向のそれに近い。また、副方位として $\{111\}\langle 011 \rangle$ 方位も認められた。

Fig. 7 に、最終の冷間圧延後と続く積層焼鈍の昇温途中、さらに 1348 K での均熱中の試料表面における X 線極密度の変化を示す。最終の冷間圧延後の集合組織は $\{111\}$ 面方位を主方位とする。その後、900 K 近傍に温度が上昇すると圧延組織の再結晶によって $\langle 111 \rangle$ や $\langle 100 \rangle$ 極密度は一旦低下するが、温度が 1200 K を越えるとそれらは再び増加する。1348 K で保持すると $\langle 111 \rangle$ 極密度は再度減少するが、一方、 $\langle 100 \rangle$ 極密度は単調に増加し続ける。8 h 保持すると $\langle 100 \rangle$ 極密度は無配向の 50 倍以上に達し、それ以外の方位成分はほとんど認められなくなる。

923 K まで昇温した直後に冷却した試料の $\{100\}$ 極点図を Fig. 8 に示す。前述したように、この段階での ND 方向の $\langle 100 \rangle$ 極密度は無配向の 2 倍程度でしかない。しかし、立方体方位へ配向が明瞭に認められる。この段階の組織は平均直径が約 10 μm の一次再結晶粒からなる。脱炭柱状粒は観察されていない。

Fig. 4 Crystallographic orientation analyses by EBSD for the steel A annealed at 1348 K for 16 h. (a) Stereogram of $\{100\}$ poles of grains and (b) an OIM image for the analyzed area with 3-D vector representation of orientation of each grain. The vectors represent $\langle 100 \rangle$ axes of each grain.

Fig. 5 $\{100\}$ pole figure of the hot-rolled steel A by X-ray diffractometry.

Fig. 9 から 11 に、立方体方位の発達過程を結晶方位密度分布の変化として示す。前述した一次再結晶の段階、1348 K まで温度が上昇して表面から $60 \mu\text{m}$ 程度の深さまで脱炭柱状粒が発達した段階 (Fig. 2(a) 参照)、およびほぼ完全に脱炭された段階 (Fig. 4 に示す状態) についての立方体方位を中心とする方位領域の密度が示されている。Fig. 9 に示す RD ($\langle 001 \rangle$ 軸) 回りに回転したときの結晶方位密度の変化から、一次再結晶段階の集合組織は Goss 方位の方向に大きな広がりを持っていることがわかる。このときの立方体方位の

Fig. 6 (a) $\{100\}$ pole figure and (b) crystal orientation distribution by EBSD for the steel A after an intermediate anneal at 1323 K. The distribution from $\{100\}\langle 001 \rangle$ to $\{110\}\langle 001 \rangle$ is displayed as multiples of the random distribution.

Fig. 7 Axis density change measured by X-ray diffractometry for the steel A during (a) heating and (b) soaking of the annealing at 1348 K. The density is displayed as multiples of the random distribution.

Fig. 8 {100} pole figure by EBSD for the steel A heated to 923 K after final cold-rolling.

密度は無配向の約 10 倍である。脱炭柱状粒が発達し始めると、Goss 方位側への広がり急速に小さくなり、立方体方位への集積が高まる。完全に脱炭されると立方体方位から 10° 以上回転した成分はほとんど消失する。Fig. 10 に示すように、TD 回りの回転の場合、RD 回りの回転に比較して一次再結晶の段階から集合組織の広がり小さく、脱炭が始まると、この広がりより減少する。立方体方位から 20° 以上回転した成分は 1348 K に昇温した段階でほぼ消滅する。一方、Fig. 11 に示すように、ND 回りの回転の場合、脱炭による分布幅の変化が小さい。一次再結晶段階での広がり TD 回りのそれとほぼ同じであるが、1348 K に昇温しても集合組織の分布幅はほとんど変化していない。この回転方向

Fig. 9 Normalized orientation distribution functions from {100}<001> to {110}<001> for the steel A heated to (dotted) 923 K and (dashed) 1348 K, and (solid) soaked for 16 h at 1348 K. The numbers within the parentheses are the density at {100}<001> as multiples of the random distribution.

の立方体方位への集積が顕著になるのは、脱炭の後期である。脱炭がほぼ終了する時点になると、 20° 以上回転した成分はほとんど認められなくなる。

3.3 磁気特性

1373 K で 20 h 積層焼鈍した試料 (steel B, 板厚 0.35 mm) の磁束密度と鉄損を RD からの角度の関数として Fig. 12 に示す。前段と後段の冷間圧延率は各々約 75 および

Fig. 10 Normalized orientation distribution functions from $\{100\}\langle 001 \rangle$ to $\{110\}\langle 110 \rangle$ for the steel A heated to (dotted) 923 K and (dashed) 1348 K, and (solid) soaked for 16 h at 1348 K. The numbers within the parentheses are the density at $\{100\}\langle 001 \rangle$ as multiples of the random distribution.

Fig. 11 Normalized orientation distribution functions from $\{100\}\langle 001 \rangle$ to $\{100\}\langle 011 \rangle$ for the steel A heated to (dotted) 923 K and (dashed) 1348 K, and (solid) soaked for 16 h at 1348 K. The numbers within the parentheses are the density at $\{100\}\langle 001 \rangle$ as multiples of the random distribution.

53%であり、中間焼鈍の温度は 1323 K である。焼鈍後の化学組成は、2.9%Si-0.7%Mn-0.0007%C であり、組織は前述の steel A と大差ないものであった。何れの特性も RD から 45° の方向を中心に対称で、立方体方位の特徴が観察される。RD と TD の B_8 はほぼ等しく、各々 1.87 および 1.86 T, RD から 45° の方向のそれは 1.44 T である。RD と TD の 1.5 T および 60 Hz における鉄損 $W_{15/60}$ は約 1.2 W/kg, 50 Hz における鉄損 $W_{15/50}$ は約 0.9 W/kg である。結晶粒径が約 25 μm, RD 方向の B_8 が 1.86 T の 3%Si-Fe 二方向性

Fig. 12 Magnetic induction and core loss of the doubly oriented material as a function of angle to the rolling direction. The steel B of 0.35 mm in thickness was decarburized at 1373 K for 20 h.

電磁鋼板 (板厚 0.3 mm) について、Foster *et al.*¹¹⁾ は $W_{15/60}$ が 1.74 W/kg であると報告している。したがって、本実験の二方向性電磁鋼板の RD 方向の鉄損は、板厚がより薄く (これは一般に鉄損を減少させる)、結晶粒の大きな二方向性電磁鋼板のそれよりも 30% 以上も小さい。

磁歪の測定結果を Fig. 13 に示す。50 Hz で 1.5 から 1.9 T の間の所定の磁束密度まで磁化したときの伸びと磁束密度の関係が示されている。どの方向に関しても、磁歪の絶対値は 2 から 3×10^{-6} 以下である。RD と TD 方向の振る舞いはほぼ同じで、磁歪は常に正であり、磁束密度の増加と共に増大する。RD から 45° の方向においても、正の磁歪が観察される。一方、RD から 25° もしくは 65° の方向では負の磁歪が観察される。測定角度による磁歪の変化が、立方体方位を反映した回転対称性を示していることもわかる。ここで最も注目される点は、本実験の RD と TD 方向の磁歪が、結晶粒の大きい 3%Si-Fe 二方向性電磁鋼板のそれ¹¹⁾ よりもかなり小さいことである。Foster *et al.*¹¹⁾ は静磁界中で RD 方向に 1.5 T まで磁化したときの二方向性電磁鋼板の磁歪を 22.1×10^{-6} と報告している。したがって、交番磁化と静的磁化の違いはあるものの、本実験の RD 方向の磁歪は Foster *et al.* の報告にある磁歪よりも一桁近く小さい。

4. 議 論

適切な二回の冷間圧延の後に、珪酸化物を用いた脱炭法で脱炭すると微細な結晶粒からなる立方体方位組織が得られることがわかった。また、立方体方位は冷間圧延後の一次再結晶の過程で出現し、脱炭柱状粒の成長と共に顕著に発達した。ここでは立方体方位発達の機構について議論する。

圧延組織の再結晶により発生した立方体方位の核は、脱炭柱状粒の成長の過程で表面自由エネルギーを駆動力として発達すると考えられる¹³⁾。板面方位が $\{100\}$ のときに表面自由

Fig. 13 Magnetostriction loops for the steel B decarburized at 1373 K for 20 h.

Fig. 14 Schematic representation of columnar grain growth.

エネルギーが最低値をとるため、これを駆動力として、Fig. 14 に示すような柱状粒の径方向への選択成長が生じると考えられるのである。この機構は、Fig. 11 に示した ND 回りの回転における集合組織の広がり脱炭初期に変化しなかった事実とも一致する。なぜなら、立方体方位の ND 回りの回転は{100}面を板面と平行に保つために、この方向に回転した成分は表面エネルギーによる駆動力を一樣に受けることになるからである。また、脱炭焼鈍前の冷間圧延を圧下率約 90% の一回の圧延とした場合、同じ脱炭条件下において{100}<012>集合組織が発達したこと¹³⁾もこの機構を支持す

る。

鋼表面の自由エネルギーを考慮すると、Fig. 14 に示す柱状粒の径方向への成長の駆動力 D は、ピン止めの項を除いて概ね以下の式で表せる。

$$D = M[\gamma_b(1/R_{av} - 1/R) + \Delta\gamma_s/t] \quad (2)$$

ここで、 γ_b と $\Delta\gamma_s$ は各々粒界エネルギーと表面自由エネルギー差、 M は粒界の易動度、 R と R_{av} は着目する結晶粒の半径と平均半径、 t は脱炭層厚(柱状粒の軸長)である。一次再結晶組織中で最も強い方位は{111}面方位であるので、ここでの $\Delta\gamma_s$ は{111}面と{100}面の自由エネルギー差と考えて良い。表面エネルギーは雰囲気や表面状態によって変化することが知られるが、Mills *et al.*¹⁶⁾ の 3%Si-Fe の結果によると $\Delta\gamma_s$ は最大で約 180 mJ/m²(表面エネルギーの約 10%)である。また、 γ_b は約 470 mJ/m²¹⁷⁾ であることが知られる。 R_{av} は層厚 t にほぼ等しいとすると、式(2)の第二項(表面エネルギー差の寄与)の第一項(粒界エネルギーの寄与)に対する比率 r は以下の式で表せる。

$$r = 0.38/(1 - R_{av}/R) \quad (3)$$

この比率は、 $R > R_{av}/2$ で 0.38 よりも大きく、 $R \rightarrow R_{av}$ のときに無限大となる。したがって、この推定は粗いものではあるが、粒界のエネルギーと比較したときに表面自由エネルギーによる駆動力がかなり大きなものになり得ることを示している。

一方、立方体方位発達の後期になると、立方体方位から ND 回りに大きく回転した成分も消失した。この結果は、選択的駆動力として、表面エネルギー以外に粒界のエネルギーの寄与もあることを示唆している。すなわち、これは式(2)の第一項の粒界方位依存性から生じると考えられる。集合組織発達の後期になると、{100}面方位粒の存在確率が大きくなり、脱炭層の中で{100}面方位粒同士が隣接するようになる。このとき、もともと立方体方位近傍の結晶粒が{100}面方位粒の大部分を占めるため、立方体方位から大きく離れた{100}面方位粒(ND 軸回りに回転した粒)は立方体方位粒よりもより高い確率で大角粒界で囲まれる。粒界は高エネルギーの大角粒界を減少させるように駆動力を受けるために、ND 回りに大きく回転した結晶粒が消失して行くと考えられる。既報の{100}<012>集合組織発達の場合においても、(100)[012]と(100)[021]の二つの成分が数 mm の大きさのドメインを形成しながら発達する現象が認められた¹³⁾。これも二種の成分間の大角粒界を減少させるため生じていると考えられている。

次に、より遡って、立方体方位核の発生過程について考える。熱延後の表層部分には散漫な Goss 方位成分があり、一次冷間圧延後の中間焼鈍によって{410}<001>近傍の方位が生成した。また、さらに冷間圧延して一次再結晶させると立方体方位が現れた。すなわち、冷間圧延と再結晶を繰り返すことで、{110}<001>→{410}<001>→{100}<001>なる結晶方位回転が生じたことになる。この結晶方位回転は、立方体方位の二次再結晶の研究で報告された回転に非常に近い。例えば、Varlakov と Romashov¹⁸⁾ は、Goss 方位が発達した 3%Si 鋼板に中間焼鈍を挟んだ二回の冷間圧延を施しその後一次再結晶させると、Goss 方位のマトリックスの中に立方

体方位が生成すると報告した。このときの中間焼鈍後の集合組織は{210}<001>から Goss 方位の間に分布したものである。{210}<001>は{410}<001>から<001>回りに 13°しか回転しておらず、Varlakov と Romashov が報告した結晶の回転は本実験で観察されたものに極めて近い。また、Walter と Hibbard¹⁹⁾ は、{210}<001>方位の 3%Si-Fe 単結晶を圧延した後、再結晶させると、立方体方位成分が現れることを報告し、Detert²⁰⁾ や Aspden²¹⁾ も、一次再結晶組織中に立方体方位成分を生むためには冷間圧延前に{210}<001>から{410}<001>方位を持つことが重要であると述べている。したがって、C や Mn を含有した本鋼種においても 3%Si-Fe と同様な結晶方位回転が生じるとして、本実験の結果を現象論的に理解することができる。

5. 結 論

珪酸化物を用いた脱炭による珪素鋼板の立方体方位と二方向性電磁鋼板について検討した結果、以下の結論を得た。

(1) 0.05%C-3%Si-1%Mn 近傍の組成の鋼に適切な条件の圧延と焼鈍を施した後、珪酸化物を用いた脱炭焼鈍を行うと立方体方位が顕著に発達する。適切な脱炭焼鈍前処理の例は、熱間圧延、70 から 75%の冷間圧延、1250 K 近傍の中間焼鈍、さらに 50 から 60%の冷間圧延である。

(2) 立方体方位は最終の冷間圧延後の一次再結晶で発生し、その後、板表面から成長する脱炭層の中で発達する。その発達は、まず、立方体方位から RD と TD 回りに回転した成分の消失によって生じ、その後 ND 回りに回転した成分が消失して完了する。適切な条件下では、脱炭後の鋼板の 90%以上が立方体方位粒で覆われる。そのときの平均結晶粒径は約 0.4 mm である。

(3) この方法によって得られる微粒の二方向性電磁鋼板は、RD と TD 方向に B_8 で 1.87 T 程度の大きな磁束密度を示すと共に、小さな鉄損と磁歪を示す。

(4) 立方体方位発達の主な駆動力は表面自由エネルギーで

あり、さらに粒界エネルギーの寄与も存在すると考えられる。

(5) 適切な条件下の熱間圧延から最終の冷間圧延後の一次再結晶までの間に、分散した{110}<001>方位→{410}<001>近傍→{100}<001>なる結晶方位回転が生じる。

この研究を遂行するにあたり、有益な議論を頂きました西沢泰二顧問(東北大学名誉教授)、住友金属工業㈱総合技術研究所の日野谷重晴博士、前原泰裕博士、ならびに、研究の機会を与えて頂きました同研究所の小林純夫所長(現：エアウォーター取締役)、戸崎泰之所長に感謝いたします。

文 献

- 1) G. Gottstein and K. Lücke (ed.): *Proc. 5th Int. Conf. on Textures of Materials*, (Springer-Verlag, 1978).
- 2) S. Mishra, C. Därmann and K. Lücke: *Acta Metall.* **32**(1984) 2185-2201.
- 3) M. Matsuo: *ISIJ Inter.* **29**(1989) 809-827.
- 4) F. Assmus, K. Detert and G. Ibe: *Z. Metallk.* **48**(1957) 344-349.
- 5) J. L. Walter: *Acta Metall.* **7**(1959) 424-426.
- 6) J. L. Walter: *J. Appl. Phys.* **36**(1965) 1213-1220.
- 7) S. Taguchi and A. Sakakura: *Acta Metall.* **14**(1966) 405-423.
- 8) J. Harase and R. Shimizu: *J. Japan Inst. Metals* **53**(1989) 745-752.
- 9) K. Foster, J. J. Kramer and G. W. Wiener: *Trans. Met. Soc. AIME* **227**(1963) 185-188.
- 10) M. F. Littmann: *J. Appl. Phys.* **38**(1967) 1104-1108.
- 11) K. Foster, J. Seidel and J. W. Shilling: *Magn. Mater.* **2**(1973) 971-975.
- 12) G. W. Wiener, K. Foster and D. S. Shull: *J. Appl. Phys.* **38**(1967) 1102-1103.
- 13) T. Tomida: *J. Japan Inst. Metals* **66**(2002) 824-831.
- 14) R. M. Bozorth: *Ferromagnetism*, (D. Van Nostrand Company Inc., New York, 1951) p. 77.
- 15) T. Yamamoto and T. Nozawa: *J. Appl. Phys.* **41**(1970) 2981-2984.
- 16) B. Mills, M. McLean and E. D. Hondros: *Philos. Mag.* **27**(1973) 361-368.
- 17) E. D. Hondros and L. E. Stuart: *Philos. Mag.* **17**(1968) 711-727.
- 18) V. P. Varlakov and V. M. Romashov: *Fiz. metal. metalloved.* **13**(1962) 671-675.
- 19) J. L. Walter and W. R. Hibbard: *Trans. Metall. Soc. AIME* **212**(1958) 731-737.
- 20) K. Detert: *Arch. Eisenhüttenwesen* **35**(1964) 75-83.
- 21) R. G. Aspden: *Trans. Metall. Soc. AIME* **227**(1963) 905-909.