

論 文

UDC 669.14.018.5 : 536.421.4 : 620.18 : 620.192.43 : 620.192.45

薄い偏平鋳片からの一方向性珪素鋼板の試作工程における
MnS 粒子の性状*

小泉 真人**・菊池 勁***・板東誠志郎****

Characteristics of MnS Particles in the Unique Processing
of Grain Oriented Silicon Steel from their Cast Slabs

Mahito KOIZUMI, Tutosi KIKUTI, and Seisiro BANDO

Synopsis:

In an attempt to produce grain oriented silicon steel sheets without conventional high temperature slab reheating and hot rolling processes, series of experiments were carried out using two types of cast slabs of 5 mm and 40 mm thick. Relationship between the magnetic properties and the morphology of MnS was investigated for various processing conditions.

In the cast slab of 40 mm thick, the changes in magnetic properties were examined after processing without reheating to an exceedingly high temperature for solution of MnS.

In the cast slab of 5 mm thick, good magnetic properties were obtained without slab reheating or hot rolling. This is due to the fine MnS particles distributed uniformly in the matrix by rapid cooling in the solidification process. In the conventional casting, coarse MnS particles and segregation bands are formed due to the slow cooling rate in the solidification process which necessitates a high temperature slab reheating to dissolve these particles.

1. 緒 言

前報¹⁾ではインゴットや連鋳材を出発素材としたとき
の二、三の問題点とその検討結果を述べた。

本研究では、現在の製造工程を離れ、理想的な素材を
求め、順次厚さを薄くした偏平鋳片を素材とした場合の
製造工程における MnS 粒子の大きさ、分布、形態の変
化の状態を検討した。前報¹⁾で述べたように鋳片の中
心濃厚偏析帯の MnS は利用しなくともよいと考えるこ
ともできるが、正常粒成長の抑制に有効な MnS 粒子の
数はそれだけ減る。また磁性のよりよいものを作るため
に、Mn と S の含有量を増せば、Fig. 1²⁾ から明らかな
ように MnS の固溶限温度は高温側へ移る。そして鋳造
のままの偏平鋳片を加熱するときは、鋳片の結晶粒粗大
化の起こる心配のない目安としている 1250°C³⁾ より高
くなる。Mn と S の含有量を増加せず、むだな中心偏析
帯の MnS を作らず、すべての MnS をインヒビター

(inhibitor)として有効とすることができれば好ましい。
従来の技術³⁾では中心偏析帯の MnS の存在する鋳片の
場合、高温加熱によりそのような MnS を固溶、拡散さ
せるか、溶湯の電磁攪拌で分散させるしかない。従つ
て、残された考えられる方法は、偏平鋳片スラブの厚さ
を薄くする方法である。一般に凝固厚さ d と凝固時間 t
は $d = k\sqrt{t}$ の関係にあるが、現在の鋼の連続鋳造設備
では薄い偏平鋳片を速く引き抜くことは構造上困難であ
る。しかし、もし HAZELETT タイプ⁴⁾や最近試作されつ
つある高速連鋳機等を使用すれば、厚さ 40 mm, 80 mm
の偏平鋳片も生産性を落とさず製造できると考えられ
た。このような厚さの鋳片では中心濃厚偏析がなく、多
くの MnS 粒子が細かく分散するから、このような鋳片
を素材として、すべての MnS を利用することにより、
MnS の溶体化処理を兼ねた熱間圧延前の加熱温度を下
げることも可能と考えられ、結晶粒粗大化等の多くの問
題点が避けられる。また溶湯の直接圧延法のシミュレー

* 昭和 52 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 54 年 10 月 8 日受付 (Received Oct. 8, 1979)

** 新日本製鉄(株)生産技術研究所(現: 広畑電磁鋼センター(株))工博 (Process Technology R & D Laboratories, Nippon Steel Corp., Now Hirohata Denjikô Center Co, Ltd.)

*** 新日本製鉄(株)生産技術研究所 (Process Technology R & D Laboratories, Nippon Steel Corp., 1-1-1 Edamitsu Yawatahigashi-ku Kitakyushu 805)

**** 新日本製鉄(株)製品技術研究所 (Products R & D Laboratories, Nippon Steel Corp.)

ジョンとして、厚さ 5 mm の薄い鉄片を出発素材とした場合を検討した結果、薄い鉄片は MnS の中心偏析がまったく無く、組織も緻密で、微細に分散した MnS 粒子を含み、通常の一方向性珪素鋼板の製造方法¹⁾における熱延板の中でよい結果の得られるものによく似ている。そしてこのような素材を利用すれば、途中工程で MnS を固溶するため高温に加熱する必要もなく、従来と同じ化学成分組成を使い、同じ磁気特性を持った製品を作り得ることを認めた。

2. 実験方法

2.1 厚さ 40mm, 80mm の偏平鉄片を素材とした試料

化学成分組成は 1 250°C に加熱して MnS が地に固溶するようにするため、Fig. 1 に示した WRIEDT, HU

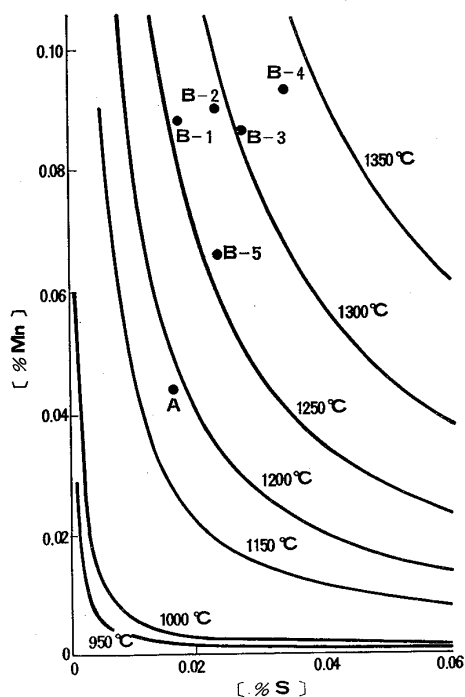


Fig. 1. Equilibrium solubility of Mn and S in ferrite phase, which was calculated from wriedt's equation for solubility product of MnS in 3% silicon iron as $\log[\% \text{Mn}] \cdot [\% \text{S}] = \frac{-10590}{T} + 4.092$

Table 1. Chemical composition of steel A, which was cast into slab with a thickness of 40 mm or 80 mm (wt%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	Sol Al	Total O
A	0.0250	2.96	0.044	0.003	0.016	0.004	0.0048

の式²⁾から求めた Mn%, S% の値をとり、通常の組成よりも Mn, S 共に低い Table 1 の Steel A とした。そして一貫して低い温度で処理した Table 2 の製造工程の途中の試料で、電子顕微鏡で MnS を観察しやすくするため、Fe₃C も少なく、α 単相に近い組織となるよ

Table 2. Processing for steel.

- Melting in air
- Casting: Plate casting with a thickness of 40 mm or 80 mm
- Scarfig: Both side shaving about 3 mm thick
- Hot rolling:
 - Prerolling: 34 or 74 mm → 10 mm slab
 - (H) Reheating 1 250°C × 20 min
 - (L) Reheatings 950°C × 10 min
 - Finish rolling: 10 mm → 2.3 mm hot band
 - (I) Solution treatment 1 350°C × 1h
 - (II) Non-Solution treatment
 - Finish hot rolling at 950°C
- First stage cold rolling: 2.3 mm → 0.75 mm (67% reduction)
- Intermediate annealing: 850°C × 5 min in dry H₂
- Second stage cold rolling: 0.75 mm → 0.35 mm (53% reduction)
- Decarburizing: 830°C × 5 min in wet Ar (dew point + 30°C)
- Coating of annealing separator: MgO
- Final anneal: 1 170°C × 15 min in dry H₂

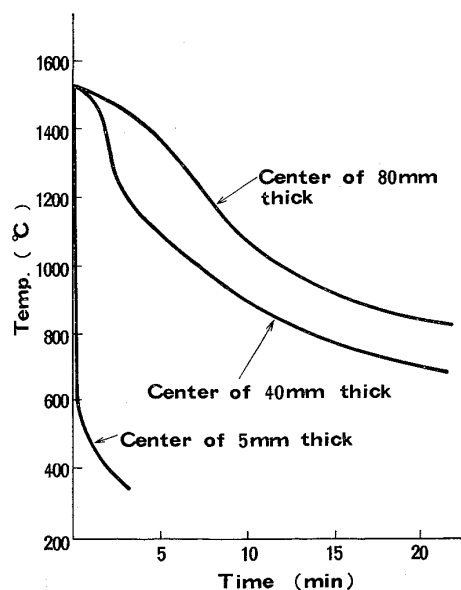


Fig. 2. Comparison of cooling curves in the plate castings with various thickness of 3% silicon steel.

うに炭素含有量も 0.025% とした。試料は Table 2 のように大気溶解し, Ar ガスふんい気中で二枚に分注し, 厚さ 40 mm, 80 mm の偏平鋳片とした。鋳片の冷却曲線を Fig. 2 に示した。熱間圧延以後は Table 2 の四通り (H-I, H-II, L-I, L-II) の工程について各途中工程で試片を採り, MnS の状態を電子顕微鏡で調べ, 粒子サイズと分散状態を調べ, さらに X 線極点図により板の集合組織の変化を調べた。厚さ 0.35 mm まで冷延した後は通常の製造工程と同じように脱炭焼なまし, MgO 塗布, 仕上焼なましの各工程を通し, 最終製品の磁性を測定した。

2.2 溶湯の直接圧延をシミュレートした急冷薄鋳片を素材とした試料

素材は Table 3 のように真空溶解して, 鋼製鋳型または水冷銅鋳型に真空中で鋳造して, 厚さ 5 mm の薄い急冷鋳片を作った。鋳片に偏析とか, 粗大介在物の生成を配慮する必要がないから, 微細な MnS の十分な量を含ませるため, 化学成分組成は Mn, S をともに高くし, Table 4 に示した Steel B とした。また鋳造組織は細かいが途中工程の焼なましで α - γ 変態を利用して, さらにフェライト粒を微細化するため, 炭素含有量は後工程での脱炭を困難にしない程度に高く, 0.05% を目標とした。次に Si 含有量は鋳片を脆くしないため, 通常の 3% Si 鋼より低めを目標とした。厚さ 5 mm の鋳片は電子顕微鏡と EPMA で鋳片断面の MnS を調べ, 次に鋳片の両面を少し削り, 厚さ 4.5 mm の試料とした。鋼鋳型に鋳造したときの冷却速度を Fig. 2 に示したが, 約 600°C まではきわめて速い, 80°C/s 程度で冷却され, それ以後は遅くなることがわかる。水冷銅鋳型の場合は, 600°C 以下も急冷され, 細かい割れが生じ, 圧延ができなかつた。しかし, 高温から最も急冷された試料として MnS の生成過程の考察に利用した。素材の薄い鋳片は直ちに冷間圧延して厚さ 2.2 mm とし, 次に軟化焼なましを兼ねて 1150°C または 1050°C の二通りの温度で MnS の析出処理を行い, 以後は二次冷間圧延で 2.2 mm から直ちに製品厚さ 0.3 mm としたものと, 厚

さ 0.75 mm で中間焼なましをはさみ三次冷延を行い 0.3 mm としたものと二通りに分け, 析出処理条件と合わせて四通りの工程について比較した。厚さ 0.3 mm まで冷延した後は Table 3 のように通常の製造工程と同じく脱炭焼なまし, MgO 塗布, 仕上焼なましの各工程を通し, 最終製品の磁性を測定した。

3. 実験結果および考察

3.1 厚さ 40mm, 80mm の偏平鋳片を出発素材とした場合

Steel A の化学成分組成で, 厚さ 40 mm と 80 mm の偏平鋳片と, Table 2 に示した H-I, H-II, L-I, L-II の四通りの製造工程について各途中工程の試料中の MnS の状態を電子顕微鏡で調べた結果は Photo. 1~6 のようである。鋳片の冷却はかなり速く, 鋳片断面のマクロ組織は細かく, 中心偏析も少なく, 厚さ方向の位置による MnS 粒子の大きさ, 分散状態の違いはほとんどない。鋳片には Photo. 1 のように 1~2 μ 以下の細かい MnS 粒子が分散していて, 1000 Å 以下のものも多

Table 3. Processing for Steel B.

1. Melting in vacuum
2. Casting: Thin plate casting
(Steel mould or water cooled copper mould)
3. Scarfing: Both side shaving 0.25 mm thick
4. First stage cold rolling:
4.5 mm $\rightarrow$ 2.2 mm (51% reduction)
5. Precipitation anneal: 1150°C, 1050°C
5 or 10 min
6. Final cold rolling (Secnod stage cold rolling):
2.2 mm $\rightarrow$ 0.3 mm (86% reduction)
(2.2 mm $\rightarrow$ 0.75 mm, 65% reduction)
Intermediate anneal: 950°C, 5 min in dry H₂
(Third stage cold rolling:
0.75 mm $\rightarrow$ 0.3 mm, 60% reduction)
7. Decarburizing: 850°C 2 min in wet gas
(N₂: 25%, H₂: 75%, dew point 30°C)
8. Coating of annealing separator: MgO
9. Final anneal: 1200°C $\times$ 20 hours in dry H₂

Table 4. Chemical compositions of steel B used for the thin plate casting (wt%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	Sol Al	Total N	Total O	Note
B-1	0.056	2.92	0.088	0.003	0.017	0.010	0.0017	0.0010	Cast into steel mould
B-2	0.049	2.92	0.090	0.003	0.023	0.007	0.0015	0.0010	
B-3	0.055	2.90	0.087	0.003	0.027	0.004	0.0013	0.0010	
B-4	0.053	2.95	0.093	0.003	0.034	0.004	0.0012	0.0010	
B-5	0.049	3.14	0.066	0.003	0.023	0.013	0.0016	0.0096	Cast into copper mould with water jacket

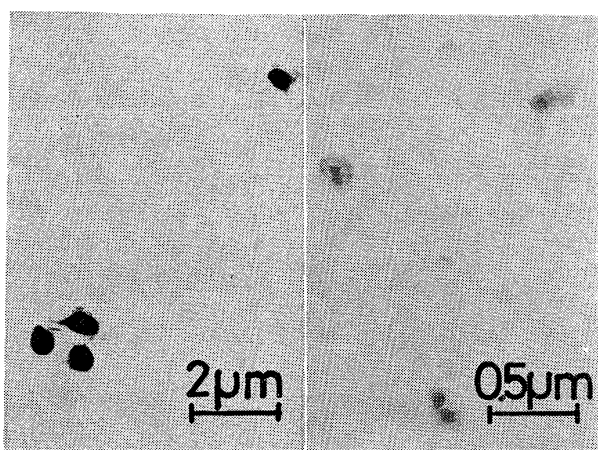


Photo. 1. Transmission electron micrographs showing distribution and shape of MnS extracted from the specimen, which was cast as a plate casting of 40 mm thick.

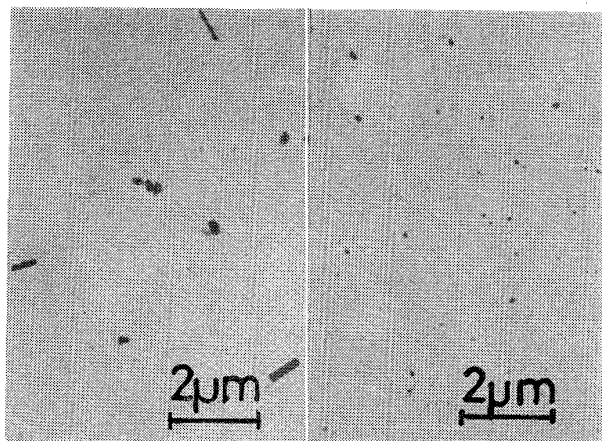


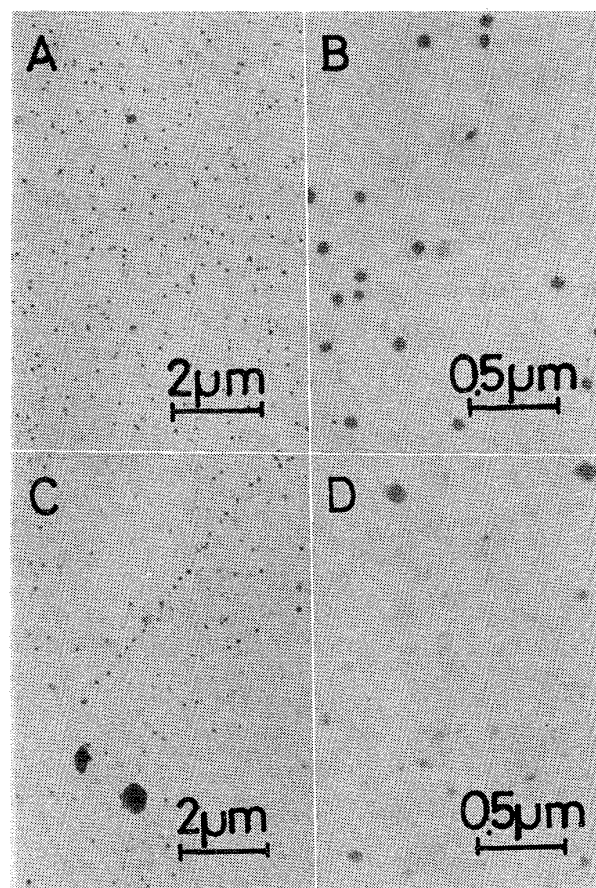
Photo. 2. Transmission electron micrographs, showing distribution and shape of MnS extracted from the specimen, which was hotrolled from 40 mm to 10 mm at 1250°C.

い。しかし、前報⁷⁾の厚さ 200 mm の連続铸造スラブ内の MnS 粒子よりもむしろやや大きめである。このことは酸素分析値からわかるように、酸化物が多いときは酸化物を核とした MnS の析出が促進され、大きめの MnS が多くなることを示している。本実験では鋳片の厚さが 40 mm でも、80 mm でも MnS の状態はほとんど同じで、その後の製造工程の各途中工程でもほとんど差異がないため、以下にはすべて厚さ 40 mm の鋳片に関する実験結果について述べる。

3.1.1 鋳片を 1250°C で粗熱延した場合

Photo. 2 は 1250°C に鋳片を加熱し、厚さ 10 mm の偏平鋼片まで粗熱延した後の MnS の状態である。Fig. 1 から考えると Steel A の MnS は粗熱延温度で一度地に完全に固溶して、冷却の際に細かく析出するように思われる。そして Photo. 2 では 500Å 以下のきわ

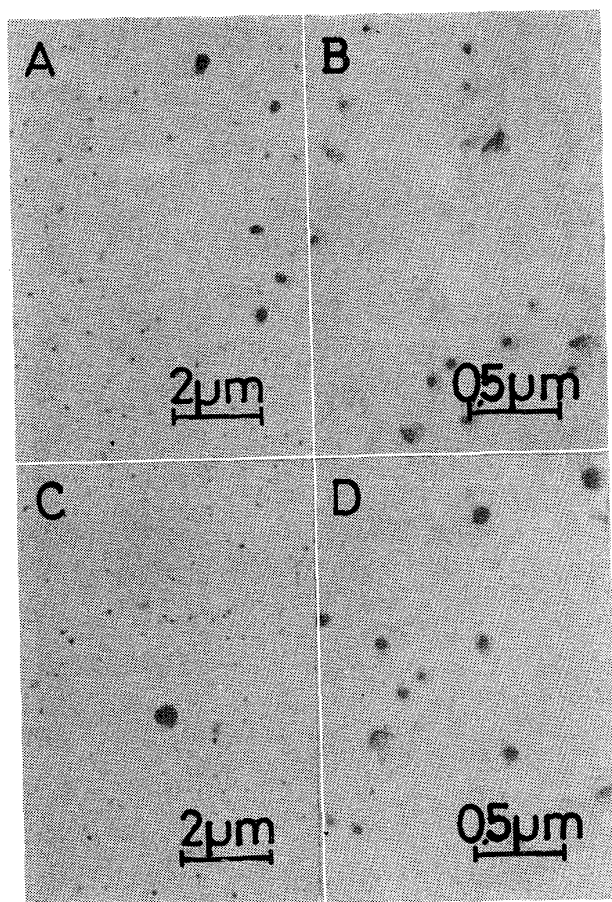
めて微細な MnS もかなり増加しているが、1000Å 程度の粒子が多数混在し、中には粗熱延によつて長さ 2 μ 程度に伸びたものや粗熱延で長く伸びて破断した後、再結晶し、2~3 個ずつ集団になつたと思われる粒子も認められる。従つて、MnS 粒子の全部が一度地に固溶して再析出したものとは考えられない。そこで熱延以後の工程は二通りに分けて、1350°C で溶体化処理し、その後 950°C で仕上熱延した H-I の場合と高温溶体化処理を省略して、粗熱延した偏平鋼片を直ちに 950°C で仕上熱延した H-II の場合とについて調べた。そしてこれらの MnS 粒子の状態を Photo. 3 に示した。さらにこれらの試料を Table 2 に示した製造工程のとおり、一回の中間焼なましをはさみ、二回の冷延を行い、続いて脱炭焼なましした後の MnS 粒子の状態を Photo. 4 に示した。Photo. 3 の H-I では MnS の粒子の形はいわゆる Wulff の平衡形状⁵⁾と思われる完全な球形となつており、サイズもそろつているように見え、分散も均一であつて、従来の一般的な考え方ではよいとする状態⁶⁾に



(A), (B): H-I Solution treatment at 1350°C prior to hot rolling to 2.3 mm

(C), (D): H-II Non-solution treatment

Photo. 3. Transmission electron micrographs, showing distribution and shape of MnS extracted from 10 mm to 2.3 mm at 950°C.



(A), (B) : H-I Solution treatment at 1350°C prior to hot rolling to 2.3mm

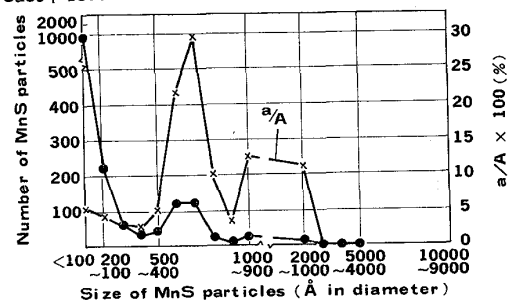
(C), (D) : H-II Non-solution treatment

Photo. 4. Transmission electron micrographs, showing distribution and shape of MnS extracted from the specimen, which was decarburized at 830°C for 5 minutes.

見える。一方、Photo. 3 の H-II ではサイズも不ぞろいで、分散も不均一である。しかし、Photo. 4 のように脱炭焼なまし後、二次再結晶の開始に最も近いときの状態では、I, II とともに MnS 粒子はいろいろなサイズのものが混在している。これは Photo. 3 の H-I ではそろっていた球形の粒子もその後の冷延で破碎され、再結晶により微細化し、そして一部の粒子がオストワルド成

長したためと考えられる。従つて Photo. 4 の状態の MnS も二次再結晶が開始する 900~1100°C までの加熱昇温期には更にオストワルド成長を起こし、約 2 倍の大きさの粒子が生じるものと考えられる。Photo. 4 の状態で I と II のどちらかの状態がインヒビター効果が大いいか、の判断はむずかしい。I, II の比較を製品磁性についてみても Table 5 のようであつて、I, II の間に大差がないことが理解できる。Photo. 3, 4 の状態に対応する MnS 粒子の直径の分布グラフを Fig. 3, Fig. 4 に示す。Photo. 3-I に相当する Fig. 3-I の熱延板では 400~800Å の範囲の粒子が多く、その占める面積が他のサイズよりもかけ離れて多かつたため、粒度もきれいにそろつて、分散も均一であるように見えたものとわか

Case I 1350°C solution treatment (10% in thickness)



Case II Non-solution treatment (10% in thickness)

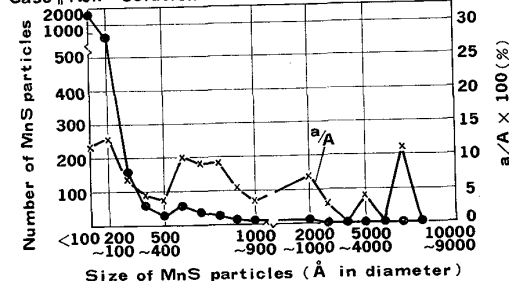


Fig. 3. Number of MnS particles in each size and a/A of MnS particles in the electron micrograph for hot rolled specimen.

a : the area of MnS particles in each size
 A : the total area of MnS particles

Table 5. Relationship between processing condition and magnetic property.

Thickness of casting		40 mm				80 mm			
Processing temperature	1st stage hot rolling	(H) 1250°C	(L) 950°C			(H) 1250°C	(L) 950°C		
	Solution treatment	1350°C	—	1350°C	—	1350°C	—	1350°C	—
	Finishing hot rolling	950°C		950°C		950°C		950°C	
B_{10} (Tesla : Induction at 1000 A/m)		1.73	1.79	1.70	1.75	1.70	1.75	1.74	1.77

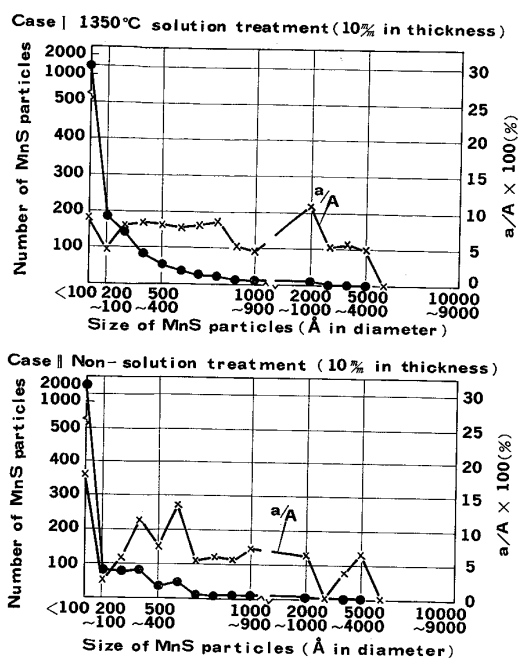


Fig. 4. Number of MnS particles in each size and a/A of MnS particles in the electron micrograph for decarburized specimen.
 a : the area of MnS particles in each size
 A : the total area of MnS particles

つた。Photo. 4 に相当する Fig. 4 ではいろいろなサイズの粒子が混在しており、脱炭焼なまし後の I と II の間には差がないことがわかる。そして、一般にオストワルド成長が起こる場合の粒子直径の定常分布曲線は粒径の大きい方にピークが存在するはずであるから、Fig. 3 から Fig. 4 に移る間の工程で、もし冷間圧延工程が含まれずに焼なまし工程だけであるならば、図のピーク的位置は右にずれるはずである。Fig. 4 で a/A^* の値を示す折線は多少の凹凸はあつてもほぼ平坦といつてよい分布状態を示しており、各サイズの個数を示す折線では右下りとなつていくことがわかる。このような分布状態は冷間圧延による MnS 粒子の圧延破碎、再結晶による微細化、そしてオストワルド成長による粗大化現象の合成された結果と考えられる。そして、二次再結晶を臨界的に起こすために有効な MnS 粒子のサイズが $1000\text{\AA}$ ⁹⁾ 以下であつて、かつ脱炭焼なまし後の段階で $200\text{\AA}$ 前後が適当と考えれば、Fig. 4 の I と II ではインヒビターとしての差は全くないはずである。粒子サイズがそろつて、一つの狭い範囲の粒子サイズのものだけが多い場合、その粒子サイズがインヒビターとして有効なサイズでない限り、何の意味もない。従つて、この実験試料の

* 測定に用いた一定の大きさの一枚の写真の中で
 a : 各直径別の MnS 粒子の占める面積
 A : その写真の中のすべての MnS 粒子の面積の合計

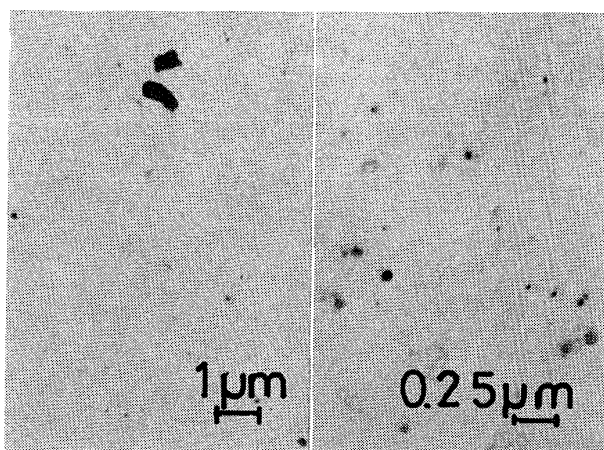
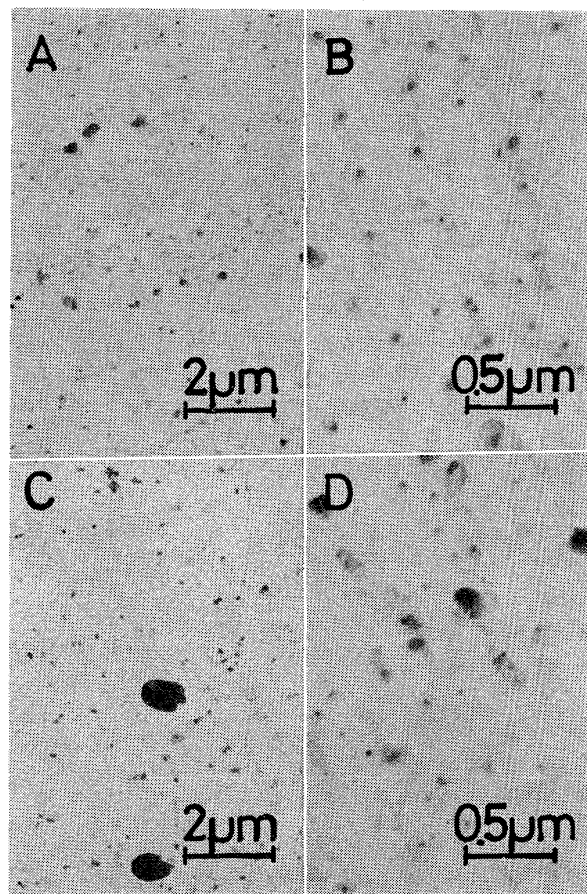


Photo. 5. Transmission electron micrographs, showing distribution and shape of MnS extracted from the specimen, which was hot-rolled from 40 mm to 10 mm at 950°C .



(A), (B): L-I Solution treatment at 1350°C , prior to hot rolling to 2.3 mm
 (C), (D): L-II Non-solution treatment
 Photo. 6. Transmission electron micrographs, showing distribution and shape of MnS extracted from the specimens, which was hot-rolled from 10 mm to 2.3 mm at 950°C .

ように中心偏析も顕著でなく、微細な MnS 粒子が存在している鋳片から出発するときは高温溶体化処理は必要ないものと考えられた。

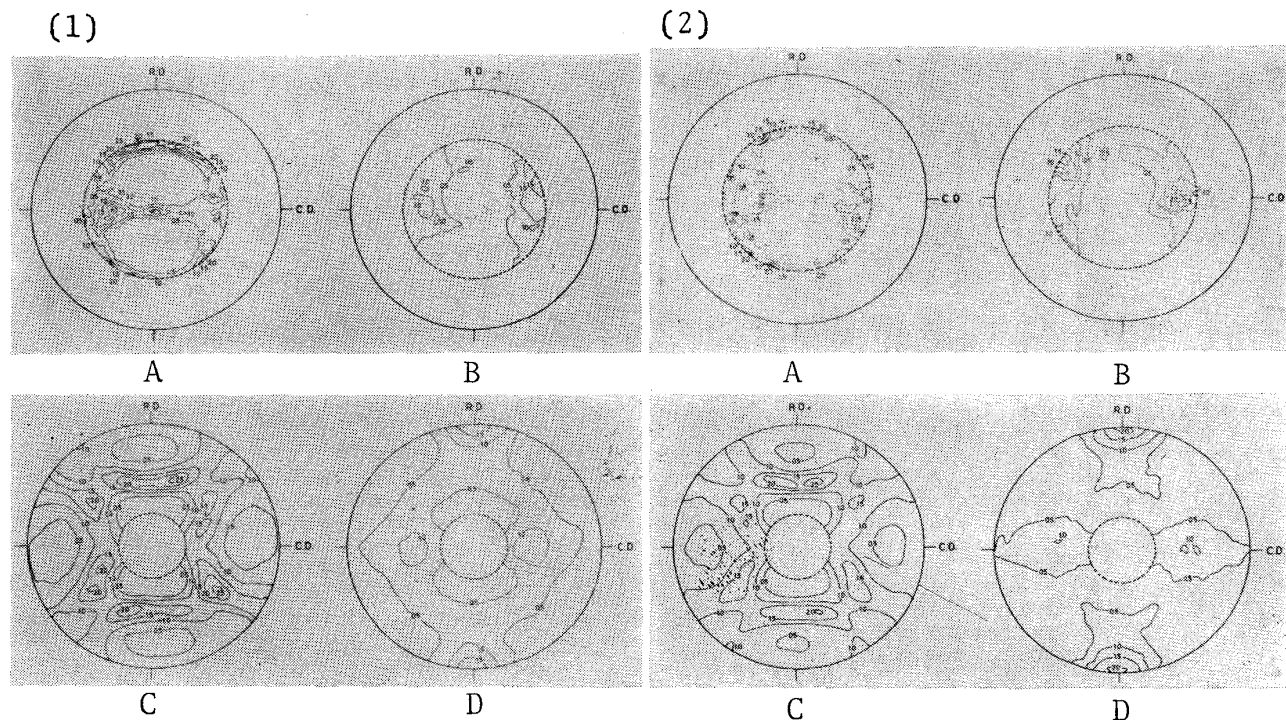
3.1.2 鋳片を 950°C で繰返し粗熱延した場合

Photo. 5 は 950°C に鋳片を加熱し、加熱と圧延を繰り返して厚さ 10 mm まで粗熱延した後の MnS の状態である。この場合は、Fig. 1 から考えると、MnS はほとんど地に固溶せず、MnS 粒子自身の破碎と再結晶によつて微細化したものと考えられ、Photo. 5 の中の大きい MnS 粒子も二つに折れた状態と思われる形をしている。そして、同時に微細な MnS 粒子が分散し、粒度分布は広い範囲にわたっている。この粗熱延した偏平鋼片をもとにして、前述の 3.1.1 の場合と同様に加熱処理条件を L-I と L-II に分け比較した。そのときの熱延板における MnS の状態を Photo. 6 に示す。Photo. 6 の L-I は Photo. 3 の H-I のように球形とならず、粒度も不ぞろいで、圧延方向に並ぶ粒子の列も見られる。粒子のサイズ分布は広い範囲にわたっているが、中間サイズの粒子が少なく、粒子のサイズは両極端にわかれる傾向が見られる。このような状態は低温繰返し熱延の場合の典型的な状態と思われる。しかし、Table 5 からわかるように、製品磁性は他の製造条件のものと大差な

い。Photo. 6, L-II の場合は、さらに Photo. 3, H-II とくらべて粗熱延温度の差が大きく現れるようになる。しかしこのような熱延板から脱炭焼なましまで工程が進んでも、MnS の状態は Photo. 6 とほとんど変わらず、粒子サイズは両極端に別れる。

3.1.3 製造工程中における集合組織の変化

次に、インヒビターのほかに製品磁性に及ぼすもう一つの大きな要因として考えねばならない中間工程における集合組織を検討した。これまで Table 5 の製品磁性と MnS の状態とを一義的に結び付けた考え方は適当であつたかどうか、中間工程における集合組織に目立つた変化は無かつたかどうかを調べた。Fig. 5 がこの実験の熱延板および冷延板および脱炭焼なまし板の (200) 極点図であつて、この製造工程における集合組織の変化は通常の工程の場合と大差ないことがわかつた。熱延板の中心層の極点図は粗熱延温度が 1250°C と 950°C の場合で若干異なるが、いずれも冷延組織に似た圧延方向に〈011〉軸の方向がそろつた繊維組織である。脱炭焼なまし後は、粗熱延温度に関係なく、ともに弱い{110}〈001〉集合組織となつていて、{100}〈011〉成分は全く残つていない。従つて集合組織を考慮せず、Table 5 の磁性の結果を MnS のインヒビター効果の良否の判定に直接結び



(1) First hot rolling after casting at 1250°C, finishing hot rolling at 950°C
 (2) First hot rolling after casting at 950°C, finishing hot rolling at 950°C
 (A) Center portion of the cross section of the hot rolled strip of 2.2mm thick
 (B) 0.5mm inwards from the surface of the hot strip of 2.2mm thick
 (C) Surface layer after final cold rolling
 (D) Surface layer after decarburization annealing

Fig. 5. (200) pole figures of the specimens taken at the following stages of processing.

つけたことは、特に問題はないと考えた。そして本実験試料のような鋳片を出発点とする場合には 1350°C の溶体化処理は必要なく、化学成分組成を考慮して、鋳片を 1250°C 以下で熱延すれば、集合組織にも問題なく、 MnS のみをインヒビターとする材料としては Table 5 のように一応の磁性が得られることがわかった。しかし、よりよい磁性を得るためには炭素含有量を増し $\alpha\text{-}\gamma$ 変態を利用してフェライト粒組織を細かくし、また酸素レベルを下げ、 MnS の析出核となる微細な酸化物を少なくすると同時に MnS 含有量を増加させる必要がある。

3.2 溶湯の直接圧延をシミュレートした急冷薄鋳片を素材とした場合

鋳片は中心偏析が全く無く、フェライト粒組織は Photo. 7 のようにきわめて細かく、急冷によつて MnS の一部は固溶状態に保たれ、析出している MnS 粒子はきわめて微細かつ均一に分散している鋳片であつて、従来よい製品の得られた熱延板に近い状態にある。従つて従来の工程における熱延板の代替えとなり、初期条件の明確な試料であると考えられるため、熱間圧延工程の MnS の挙動を検討する一つの手段としても用いることができた。またこのような薄い鋳片は溶湯の直接圧延をシミュレートしたものとも考えることもできる。

Steel B の厚さ 4.5mm の鋳片から Table 3 の製造工程に従つて製品を作り、磁性を測定した結果を Table 6 に示す。これは Table 5 の値に比べて非常によい値である。従来の二回冷延法に相当する本実験の三回冷延法で、とくに析出処理温度が 1050°C の場合は化学成分組成が若干異なつても磁性が安定していることがわかる。従つて Table 3 のこの実験のような製造法では最初の冷延と析出処理を合わせたものを通常の場合の熱延

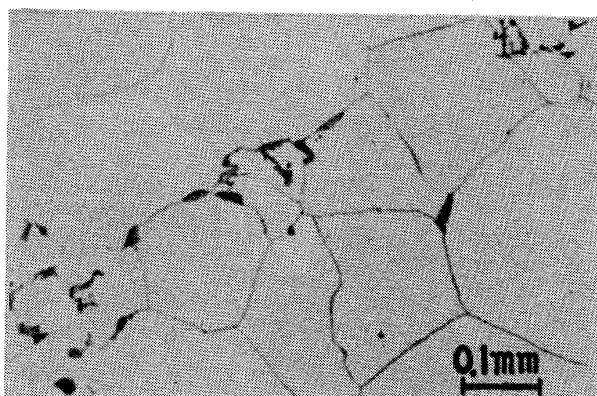


Photo. 7. Solidified structure of thin plate casting of 3% Si steel containing 0.007 wt% aluminium.

工程と同じ状態をもたらしものと見なせば、本実験の製造法は高温溶体化処理を省略し、熱間圧延工程を加熱と加工に置き換えたものとみなすこともできる。本実験では初期条件は溶湯からの急冷により一定にそろい、 MnS はほとんど固溶状態にあると考えた。しかし、これは誤りで、Fig. 6-(1) に示したように、水冷銅鋳型に鋳込み、常温まできわめて速く冷却した場合でも EPMA で検出可能な MnS 粒子が存在していた。また Fig. 6-(2) のように鋼製鋳型に鋳造した場合は、Fig. 2 のように鋳片は 80°C/s 程度の冷却速度で冷却されたが、鋳片断面を EPMA で走査すると、 MnS 粒子が鋳片の中心寄りに散在している。しかし冷却の最も速い表面に近いところでは Photo. 8 に示したような微細な MnS 粒子のみが存在するため、EPMA では検出できなかった。EPMA で検出された MnS は、Photo. 8 に見られる小集団が一個として検出されたものも含まれていると考えられ、光学顕微鏡で観察できるものはなかつた。しかし水冷銅鋳型を用いたときは、Fig. 6-(1) のよう

Table 6. Processing conditions and magnetic properties.

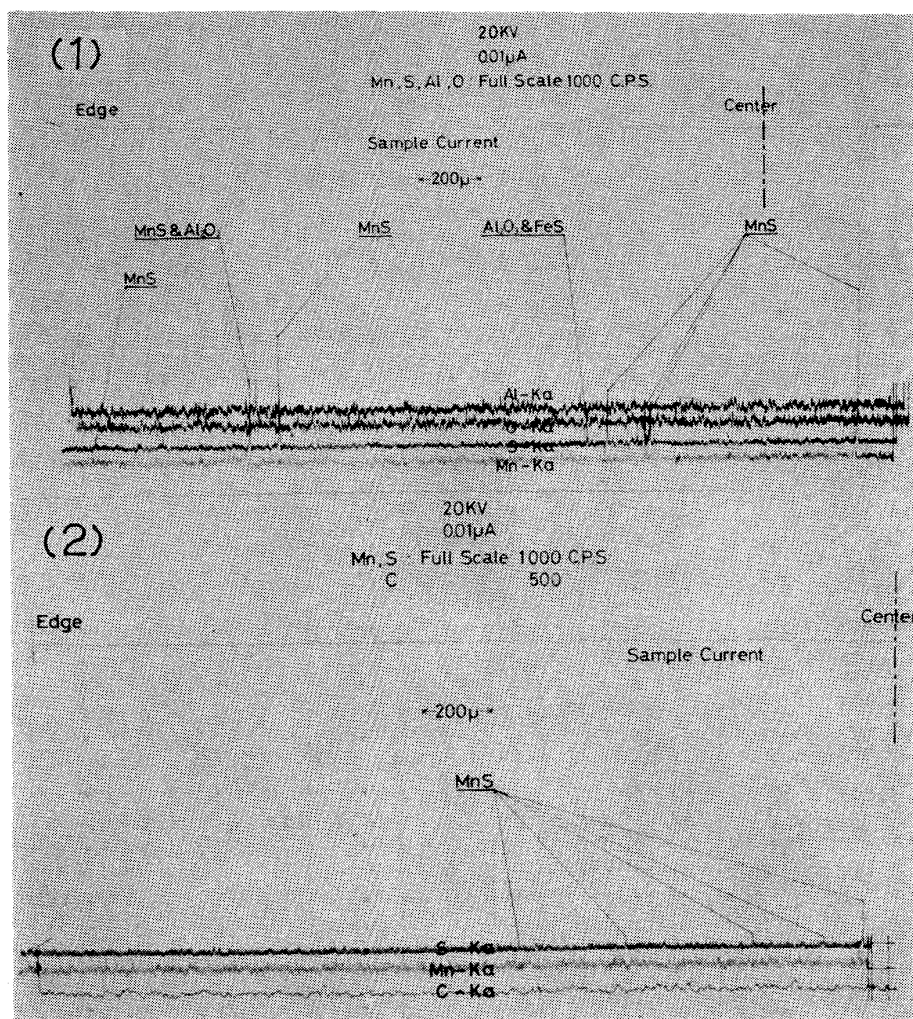
Processing of strip		Two stage method of cold rolling separated by annealing				Three stage method of cold rolling separated by annealing			
		1150°C×5min		1050°C×5min		1150°C×5min		1050°C×5min	
1st stage heat treatment condition									
Magnetic properties (Thickness : 0.30mm)		B ₁₀	W _{17/50}	B ₁₀	W _{17/50}	B ₁₀	W _{17/50}	B ₁₀	W _{17/50}
Steel	B - 1	1.812	1.46	1.836	1.41	1.816	1.46	1.859	1.32
	B - 2	1.816	1.48	1.836	1.38	1.871	1.27	1.866	1.27
	B - 3	1.701	1.87	1.685	—	1.796	1.45	1.874	1.23
	B - 4	1.542	—	1.535	—	1.820	1.35	1.845	1.32

B₁₀ : Induction at 1000 A/m (in T)

W_{17/50} : core loss at 1.7 T (in W/kg)

に、冷却速度の速い板の表面に近いところにも MnS は検出された。これらは Al_2O_3 と共存しているものが多く、試料中のアルミニウムが溶解の際に酸化物として散

在し、これが析出の核となり、MnS の析出を促進したものと思われる。このように微細酸化物が散在するときには溶湯からの急冷ではほとんど MnS の析出を粗止でき



(1) : Copper mould cooled with water (2) : Steel mould in vacuum

Fig. 6. Distributions of inclusions observed by EPMA for the thin plate castings of 3% Si steel containing aluminium of 0.007 or 0.013 wt%.

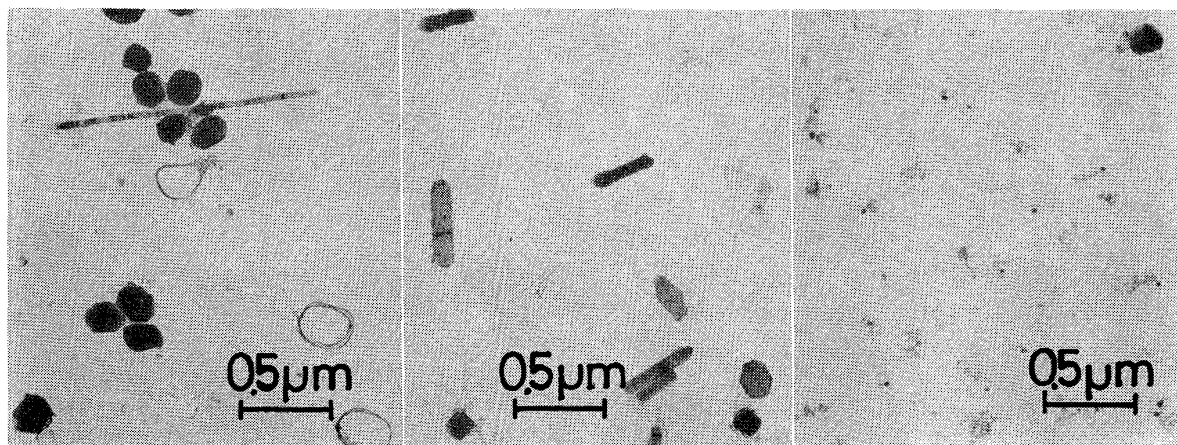


Photo. 8. Transmission electron micrographs, showing distribution of fine MnS inclusions extracted from the thin plate casting of 3% Si steel containing 0.007 wt% aluminium.

ず、他方酸化物の少ない清浄鋼では Fig. 6-(2) のように、鋼鑄型を用いたときの外周部程度の冷却速度があれば EPMA で検出可能なサイズの MnS 粒子の生成は阻止できる。また一部に Al_2O_3 と共存して FeS も、かなり高温で生成したと考えられる。以上の結果から考えて、鑄片に限らず、通常の場合の熱延板でも急冷によって MnS を完全に固溶状態に維持することはきわめて困難である。Photo. 8 のような非平衡状態で生成して、形態やサイズの違う MnS 粒子は生成時期が異なるものと思われ、分析電子顕微鏡により、X線エネルギー分析を行うと、Photo. 8 の粒子は形態に関係なく、ほとんど MnS である。これらの微細な粒子は、溶体化-析出処理を行わなくとも、冷延と 1150°C または 1050°C 程度の焼なましでさらに微細な粒子が増すから、インヒビターとして有効なサイズにまで微細化分散させることが容易と考えられた。さらに α - γ 変態を利用して、フェライト粒組織を細かくし、かつ MnS 粒の微細化分散を促進すると、Table 6 のように MnS のみをインヒビターとした場合の最高の水準の磁気特性が得られた。この結果から厚さ 5 mm の急冷鑄片から出発した製造工程では、非常によい熱延板から出発した場合とほとんど同じ結果が得られることがわかり、鑄片における Photo. 8 の MnS 粒子のようなサイズや形態のばらつきは全く問題ない。またこの結果から通常の熱延板を考えてみると、板の厚さ方向の組織の均一性が重要であることと熱延時の板の冷却速度が重要であることを示している。

4. 結 論

(1) 鑄片を 1250°C 以下で熱間圧延すれば集合組織にも問題はなく、一応の磁性が得られるが、よい磁性を得るためには α - γ 変態を利用してフェライト粒組織を細かくし MnS の分散を促進するため炭素含有量を高めにとらねばならない。

(2) 中心濃厚偏析の少ない厚さ 40 mm の鑄片から出発したときは、MnS を高温で溶体化処理する工程を

省略しても一応の磁性が得られる。製造工程における MnS の状態の変化に及ぼす各処理条件の影響を調べると、まず MnS の完全固溶、析出を行う場合、MnS の粒子サイズが狭い範囲にそろう傾向があり、形も球形となる。一方 MnS を完全に溶体化しない場合、MnS 粒子を圧延と再結晶により微細化すると、粒子サイズは大、小両極端にわかれる傾向がある。粒子サイズがそろっていても二次再結晶に有効なサイズがなければ意味がなく、不ぞろいでも有効なサイズが含まれていれば効果は同じである。

(3) 厚さ 5 mm の薄い鑄片から出発した製造工程では、非常によい熱延板から出発した場合とほとんど同じ結果が得られるから、通常の工程における熱延板の代替えとなり、初期条件の明確な試料として熱間圧延工程の MnS の挙動を検討する手段として用いることができた。また同時にこのような薄い鑄片は溶湯の直接圧延法のシミュレーションとも考えることもでき、省エネルギー、省工程を含む合理的な製造法開発の検討手段の一つとも考えられた。

文 献

- 1) 小泉真人, 菊池 勁, 板東誠志郎: 鉄と鋼, 66 (1980), p. 1113
- 2) H. A. WRIEDT and H. HU: Met. Trans., 7A (1976), p. 711
- 3) M. F. LITTMANN: Met. Trans., 6A (1975), p. 1041
- 4) C. W. HAZELETT: Brit. p. 688575
- 5) 竹山太郎, 諸住正太郎, 渡辺幸健, 渡辺亮治: 合金の析出 (幸田成康監修) (1972), p. 195 [丸善]
- 6) H. C. FIEDLER: Trans. Met. Soc. AIME, 280 (1964), p. 95
- 7) J. W. FLOWERS, Jr. and S. P. KARAS: J. Appl. Phys., 38 (1967), p. 1085
- 8) C. ZENER, quoted by C. S. SMITH: Trans. Met. Soc. AIME, 175 (1948), p. 15
- 9) 松岡 孝: 鉄と鋼, 53 (1967), p. 1526