論文の内容の要旨

論文題目 方向性電磁鋼板における二次再結晶機構の モデル化とその実証

氏 名 本 間 穂 高

本研究は、方向性電磁鋼板の製造工程で発現する二次再結晶現象の発生機構および原理を、モデル実験によって実証する事を目的として為された。長年に渡って、異常粒成長の一つである二次再結晶が核配向機構に基づくものなのか、選択成長機構に基づくものなのか、いずれかを証明し、あるいはいずれかを否定しうる研究は成され得なかった。また、近年有力となってきた選択成長機構説についても、その選択性をもたらす物理パラメータについて研究者間の合意が得られているものはない。本研究は、二次再結晶発現が選択成長機構であるとの立場に立ち、これをモデル実験で証明するとともに選択性を定量評価し、その帰結として低エネルギー粒界説が妥当な理論である事を導いている。第三章、第四章、第五章がこれを詳細に論じている。

この研究に先立ち、電磁鋼板の磁性材料としての性能に、結晶方位制御がいかに重要であるかを、本研究を通じて開発した 6.5%Si 鋼の磁気特性を磁区構造解析することで明らかにした。従来 3%Si 鋼で構築されてきた磁区理論は磁気物性定数の違いを当てはめる事で十分成立し、即ち鉄損のうち直流損を低減させる要因である事を確認した。第二章でこの解析を行っている。

また、第六章、第七章では、明らかになった粒界の選択移動を誘発する、被 蚕食組織の結晶方位制御について研究を行った。一回圧延法で現れる強冷延材 の再結晶集合組織は、2つの主方位、即ち $\{111\}$ < $\{112\}$ >と $\{411\}$ < $\{148\}$ がいずれも Goss の Σ 9 対応方位関係にある。再結晶をもたらす不均一変形組織を、世界最新 鋭の走査電子顕微鏡と EBSP 解析装置で解析し、 $\{111\}$ < $\{112\}$ が高歪組織、 $\{411\}$ < $\{148\}$ が低歪組織から生成される事を実証した。

以下に、本論文内容を要約する。

(1) 方向性 6.5%Si 電磁鋼板の磁気特性解析

本研究を通じて世界で初めて開発された方向性 6.5%Si 電磁鋼板を、これまでに史上最高透磁率が報告されている 6.5%Si-Fe の{100}<001>単結晶と比較した。方向性材の磁性は単結晶材特性に至らなかったが、その理由を鉄損分離を行う事で明確にした。交流鉄損が、高電気抵抗から予測されるより大きかったが、これは磁区幅が 3%材と比べて極端に大きく、異常渦電流損が増大したためである。異常渦電流損低減の手法として、3%Si 材で用いられる歪導入法は、極低磁歪のため効果が得られなかったが、溝形成法を用いれば磁区細分化が可能である。しかしながら全鉄損から渦電流損を差し引いた直流鉄損も大きかった。その理由は結晶方位が十分先鋭化されていなかったからである。即ち、鉄損低減のために、結晶方位の先鋭度を高める事は、磁区細分化技術とともにもう一つの重要な制御技術である事を明確にした。

さらに、結晶方位が市販の高性能方向性電磁鋼板並みに揃った場合、0.15mm 厚みで磁区細分化を施せば、アモルファス合金しのぐ軟磁気特性が得られる事 を提示した。

(2) 二次再結晶発現に対する、選択成長機構の証明および低エネルギー説の証明 2-1 選択成長説と核配向説

円筒形状に加工された一次再結晶板で二次再結晶を発現させると、円筒円周 方向に粒成長するにつれて、成長粒の結晶方位と被蚕食組織の集合組織との方 位関係が、粒成長量に比例して分散する。分散量がある値に達したとき、二次 再結晶の進行は停止する。即ち、被蚕食粒から見て事実上無限大の大きさを持 つ二次再結晶粒が、適切な方位関係を失う事で成長能力を失う事が示された。 核配向説に依れば、初期粗大であった Goss 粒が粒径差を利用して成長するとし ているが、この理論が実験的に否定された事になる。

2-2 移動駆動力機構と易動度優先機構

選択成長の機構について、粒界移動パラメータには、外的因子である駆動力と内的因子である粒界易動度がある。易動度が支配的であるとした場合、適切な方位関係が失われた事によって粒界移動速度は低下はしようが、停止する事はありえない。易動度がゼロになるのは小角粒界のみであるからである。従っ

て駆動力の差異が支配的である事が示されている。

2-3 高エネルギー粒界モデルと低エネルギー粒界モデル

駆動力を決める粒界物性値は、粒界エネルギーである。ここにおいて低エネルギー粒界が優先性を持つか高エネルギー粒界が優先性を持つかが議論される。低エネルギー説の機構として、析出分散相によるピンニング力の低下がある。また、低エネルギー粒界として対応方位:CSL 関係にある方位間の粒界、対応粒界が指摘されている。高エネルギー粒界説の機構として、析出分散相の高エネルギー粒界接触時の粒界拡散誘起によるピンニング力低下がある。いずれの説においても Goss 方位粒の優先成長を主張するが、それ以外の方位粒の二次再結晶を調査したところ、高エネルギー粒界頻度では説明つかないものが多く現れ、一方ここで得られた全ての結晶方位が適当な成長条件に合致しつつ各種対応方位に一致する事が明らかになった。即ち、対応粒界としての低エネルギー粒界モデルの妥当性が示された。ここで対応方位の中でどのΣ数が選ばれるかを決めるのが易動度であり、この値を支配する温度である。また決まったΣ方位も一つではないが、その中から選ばれる基準は、核として一次再結晶組織中に存在する頻度である。

2-4 極低易動度粒界の挙動

前述の通り対応粒界の移動優先性が証明されたが、然しながら一般には対応 粒界とは移動困難なものと認識されている。そこで、 $\Sigma1$ 頻度の高い二回圧延法 の一次再結晶組織を用い、二次再結晶粒の成長阻害がどのようにあるのかを解 析した。その結果、 $\Sigma1$ 粒界自体は明らかに移動困難であったが、多粒界との相 互作用が弱いため、二次再結晶の進行を阻害する事が少なかった。また移動駆 動力は May と Turnbull のモデルから予測されるよう、一般粒界に対して遜色 なく、易動度がゼロで無い限りいずれは移動するものである事が示された。

2-5 二次再結晶核のありかたについて

工業的に製造される方向性電磁鋼板の Goss 方位集積度は、然しながら優先的 粒界移動だけでは説明のつかないほど高度なものである。同じ Σ 方位であっても 二次再結晶粒として現れるものと現れないものがある理由は、核としての存在 頻度である事を論じた。これに従い、工業材料の二次再結晶核発生状況を解析した。その結果、汎用方向性電磁鋼板ではほぼ一貫して同一の Σ 選択が進行する のに対し、高性能方向性電磁鋼板では核発生時と、二次再結晶進展時で異なる Σ 選択がなされている場合があった。異なる Σ 同士の共有方位は僅少で、極めて先 鋭な Soss のみが両者によって選ばれる方位であった。ここにおいて、工業製品としての方向性電磁鋼板で発現する二次再結晶機構がほぼ一貫過程として理解できた事になる。

(3) 二次再結晶に最適な一次再結晶方位の形成機構

3-1 強圧延材の加工組織および{211}<011>の再結晶

冷延後の加工組織には、その結晶方位に依存して、残留歪の多い組織と少ない組織が歴然と存在する。部分再結晶法により、残留歪の多い組織から {111}<112>、少ない組織から {411}<148>が生成される事が示されたが、この時の高歪組織がどの様に形成されているかを、世界最新鋭の走査電子顕微鏡と EBSP 解析装置で解析した。その結果、剪断帯状に見える微細な不均一組織は、多くが {211} 面 ごりで形成されており、低歪組織と高歪組織で異なるバリアントが選択されていた。即ち、低歪組織ではバリアントの無い一つの {211} 面 が選ばれていたが、高歪組織では ND-TD 大円について対称な 2 つのバリアントがある {211} 面が選ばれていた。この 2 つが交差する事で高歪組織が形成される。いずれの {211} 面が選ばれるかは Schmid 因子で説明がつく。

3-2 α ファイバーからの $\{h,1,1\}$ <1/h,1,2>再結晶

低歪組織は、遅れながらも十分な圧延率が稼げていれば再結晶する。再結晶サイトは粒内ではなく粒界であった。低歪組織では圧延に際して、ジョグの無い滑らかな辷りが進行するが、粒界近傍で不規則な歪が導入されると、平面歪変形における極僅かな残留歪と幾何学的に強く相互作用し、再結晶を誘発する。元の α ファイバーと再結晶後の $\{h,1,1\}$ <1/h,1,2>方位とは<111>軸回りの回転関係にあるが、これが実現されるためには加工時の辷りで生じている複数の $\{211\}$ 面辷りが複合しなければならない。その構成を幾何学的に検討した。