

回転対称配向電磁鋼板の創製 -原理の探求と製造法への発展-

横浜国立大学 工学研究院 機能の創生部門

教授 福富洋志

(平成 23 年度一般研究開発助成 AF-2011026)

キーワード: {001}繊維集合組織、高温加工、磁気特性

1. 研究の目的と背景

電気エネルギーは二酸化炭素の排出削減のために今後ますます使用量が增大すると考えられる。ガソリンエンジン車に替わる電気自動車の利用も進みつつあり、電気エネルギーの損失を低減したモーターの開発が急務となっている。

電気モーターの素材として Fe-Si に第三元素を添加した電磁鋼板が使用されている。この材料の磁化特性には異方性があるために<100>が回転対称配向した素材が実現できれば、モーターのステーターやローターの性能が飛躍的に向上することが知られている。しかし、この集合組織を実現する技術が存在しないため、現在は磁化特性を損ねる<111>を避けることを優先した、いわゆる無方向性電磁鋼板の開発が進んでいる。本研究は申請者が見出した高温塑性加工中の集合組織形成機構を Fe-Si 合金に適用し、モーター用の電磁鋼板として理想的と考えられている<100>が回転対称配向した集合組織を付与することを目的としている。

2. 実験方法

供試材はFe-2.0、3.0、4.5mass%Si合金である。熱間圧延板を母材として単軸圧縮加工用の円柱形の試料(Φ 8.0×12mm)および平面ひずみ圧縮加工用試料(30mm(RD)×20mm(TD)×10mm(ND))を放電加工により作製した。熱処理(1173K, 30min)によりランダムな結晶方位分布を有する等軸な結晶粒組織(平均結晶粒径は単軸圧縮加工用試料では426 μm、平面ひずみ圧縮加工用試料では573 μmであった。)とした。試験温度はいずれの試験においても1093Kおよび1173Kとした。ひずみ速度は単軸圧縮加工では $10^{-5}\text{s}^{-1}\sim 10^{-1}\text{s}^{-1}$ 、平面ひずみ圧縮加工では $10^{-5}\text{s}^{-1}\sim 10^{-3}\text{s}^{-1}$ である。最大で真ひずみが-1.5までの範囲で圧縮加工ならびに平面ひずみ圧縮加工を行った。本稿ではFe-3.0mass%Si合金についての研究成果を報告する。

試験では所定のひずみまで加工した後、ただちに治具ごと水冷して変形後の組織の変化を抑制した。この試料を圧縮面と平行に切断して板厚中心部を取り出し、機械研磨、電解研磨を施した上で、MoKa線を用いたSchulzの反射法によるX線集合組織測定を行った。測定した極

点図から結晶方位分布関数(Orientation Distribution Function, ODF)を定め、逆極点図あるいはODFの φ_2 断面を描いて集合組織を評価した。

3. 集合組織の制御原理(優先動的結晶粒成長機構)

図1はAl-3.0mass%Mg固溶体合金における高温単軸圧縮変形下での集合組織の形成過程を調べた結果の一例

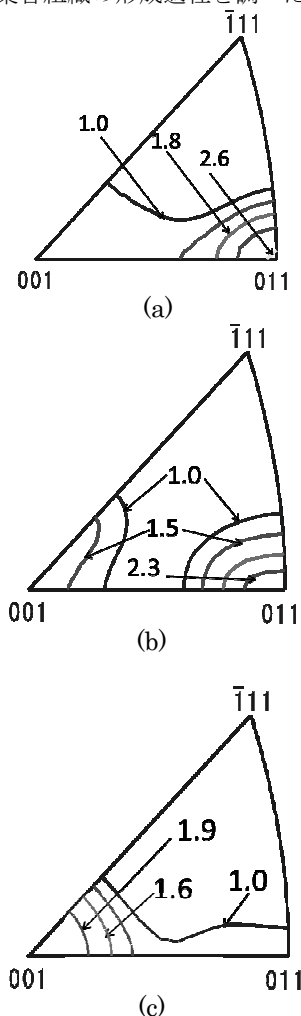


図1 Al-3.0mass%Mg合金における高温変形下での集合組織の発達過程

で、圧縮軸の軸密度分布が示されている¹⁾。平均軸密度を1としてその倍数で軸密度の分布が等高線で示されている。温度723K、ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の条件でひずみを変えて調べている。(a)は真ひずみ-0.58、(b)は真ひずみ-0.99、(c)は真ひずみ-1.4まで変形した結果である。(a)では軸密度の集積が<011>に認められるが、(b)では<011>と<001>の二カ所に軸密度の集積が現れ、さらに変形を続けた(c)では<001>にのみ軸密度の集積が認められる。すなわち、{001}が圧縮面に平行に配向する集合組織が形成されている。正極点図では極密度は同心円状に分布しており、繊維集合組織が形成されていることが判明した。

初期に形成される<011>はFCCの単軸圧縮変形における安定方位として知られているものであるので、ここで見出された{001}繊維集合組織は変形の安定方位を經由して形成されていることがわかる。この事実と、図2に一例としてAl-10mass%Mgでの結果を示すように、真ひずみ-1.0まで圧縮変形しても断面での結晶粒組織はほぼ等軸であることから粒界移動によって{001}繊維集合組織が発達したと考えられること、高温で単軸圧縮変形しても純アルミニウムでは<011>のみが形成されることから、溶質原子雰囲気をはきずる転位の運動が変形を律速している加工条件で、転位が下部組織を形成しにくいために蓄積エネルギーの結晶方位依存性が増大し、その結果蓄積エネルギーが低い{001}方位結晶粒が成長したことにより、{001}繊維集合組織が形成されたと結論した。このような推論に立脚すると、変形初期に認められる<011>は{001}方位結晶粒の優先的な成長をもたらす結晶粒界移動に必要な蓄積エネルギー差が結晶内に生ずるまでの変形で、変形の安定方位に向かう結晶回転が生じて形成されたと解される。結晶粒内の蓄積エネルギーが結晶粒内でのすべり系の活動度に関係しているとする、蓄積エネルギーの大小はTaylor因子の大きさと関係があると考えられる。

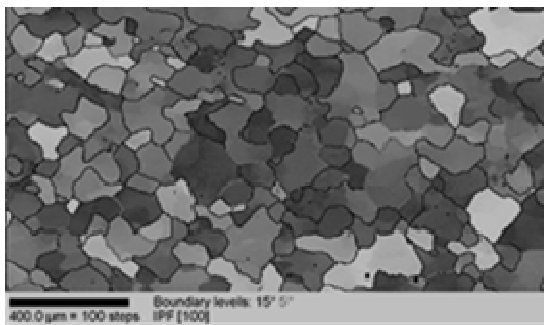


図2 Al-10mass%Mg合金を温度723K、ひずみ速度 $5.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の条件で、真ひずみ-1.0まで圧縮変形した後断面をEBSD測定して調べた結晶粒組織。上下方向が圧縮方向である。図中の太線は方位差 15° 以上の大角粒界を示している。

図3は{111}<011>をすべり系として単軸圧縮変形におけるTaylor因子を定めた結果である²⁾。図からFCCにおける変形集合組織の主成分である<011>のTaylor因子は最大値であること、<001>での値は最小値ではないものの最小値に近い値であることがわかる。蓄積エネルギー

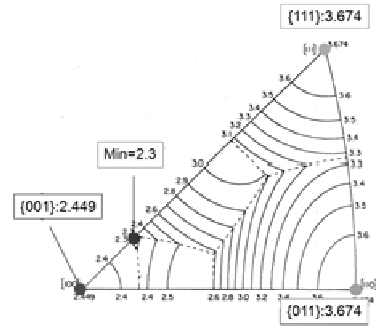


図3 Taylor因子の結晶方位依存性²⁾

差による粒界移動のみで集合組織の主成分が定まるのであれば、{001}から10度程度離れた位置の結晶方位が集合組織の主成分になることになる。しかし、見出された集合組織は高温変形中に発達したものであり、蓄積エネルギーが低いだけでなく、変形に対して安定でなければ一旦形成されてもその後の変形で結晶方位が変化することになる。その点から見ると、{001}方位は安定方位ではないが、対称性の高い結晶方位であるために、形成されるとその後の変形で方位変化が困難な準安定方位であると考えられる。このように考えると、高温変形中の集合組織の発達を理解できることになる。これが申請者等が提唱する”優先動的結晶粒成長機構”である。

この優先動的結晶粒成長機構には結晶構造に由来する条件は含まれていないので、固溶体硬化の大きいBCC合金においても成立すると考えられる。

4. 優先動的結晶粒成長機構によってBCC構造のFe-Si合金に形成される集合組織

優先動的結晶粒成長機構により形成される集合組織は、変形に対して安定で、かつ低蓄積エネルギーの結晶方位を主成分とする特徴がある。

BCC金属の変形集合組織に関する研究は数多く行われており、単軸圧縮変形では圧縮面を{111}+{001}とする繊維集合組織が形成されると報告されている³⁾。そこで、{011}、{112}、{123}<111>すべり系を活動すべり系として単軸圧縮変形のTaylor因子を定めた。その結果が図4である。図4からTaylor因子が最小となる方位は{001}付近にあることがわかる。また、BCC構造の金属の単軸圧縮変形の安定方位の一つである{111}はTaylor因子が高く、優先動的結晶粒成長機構に基づくと{001}

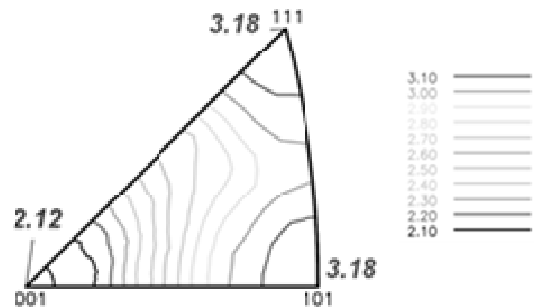


図4 BCC構造の金属における単軸圧縮変形のTaylor因子

方位結晶粒が{111}方位結晶粒を消費して集合組織の主成分になることになる。

5. 実験結果および考察

5.1 応力-ひずみ曲線

図5は1173Kでひずみ速度を変えて調べたFe-3.0 mass%Si合金の応力-ひずみ曲線である。いずれのひずみ速度においてもひずみの増大とともに応力はほぼ一定になっており、動的復旧が進んでいることがわかる。図中のZ(Zener-Hollomon parameter)値は、活性化エネルギーを 310kJmol^{-1} として定めたものである。温度によらず同一Z値でほぼ同一の真応力-真ひずみ曲線となっており、合金の高温変形で認められる一般的な特徴を示している。

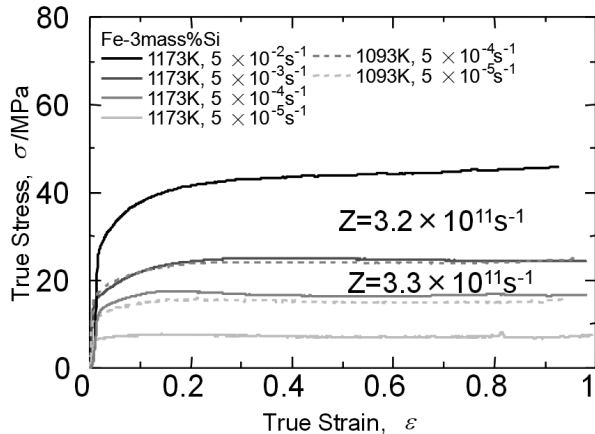


図5 Fe-3.0mass%Si合金の1173Kにおける真応力-真ひずみ曲線

5.2 単軸圧縮変形により形成される集合組織

図6(a), (b)はFe-3.0mass%Si合金を(a)室温で真ひずみ-0.93、ならびに(b)1173Kで真ひずみ-0.98 まで圧縮変形

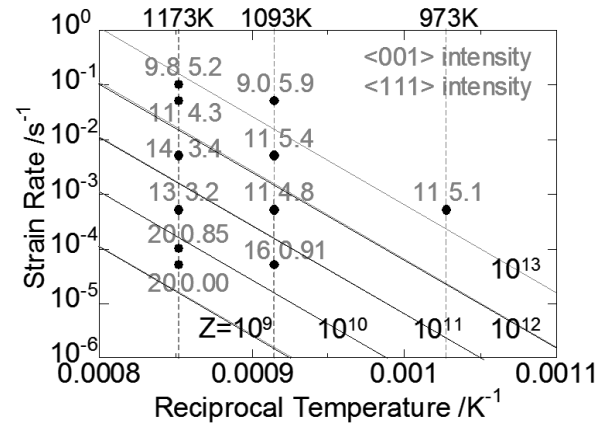
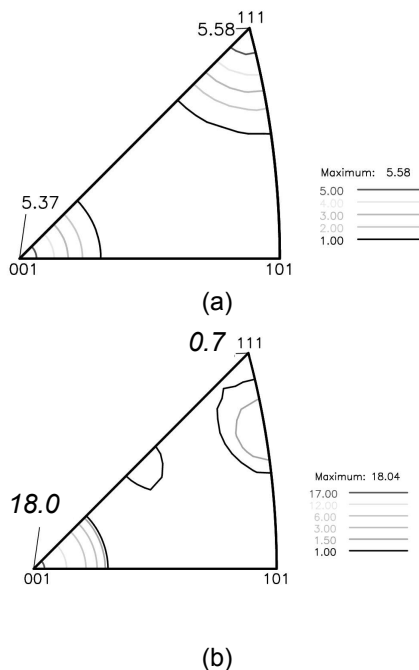


図6 室温で-0.93、温度1173K、ひずみ速度 $4.6 \times 10^{-5}\text{s}^{-1}$ の条件で真ひずみ-0.98まで圧縮変形した試料の集合組織

図7 真ひずみ-1 まで圧縮変形した場合の変形条件と集合組織の関係

して集合組織を調べた結果で、圧縮軸の軸密度分布を示している。室温での変形では、他者の報告と一致して、<001>と<111>の二カ所に軸密度の集積のある繊維集合組織が形成されている。これに対し、1173Kでの変形では<111>での軸密度の集積度が平均軸密度を下回る一方<001>での軸密度が平均軸密度の18倍に達し、優先動的結晶粒成長機構からの予測と一致している。そこで、温度とひずみ速度を種々変えて単軸圧縮変形を真ひずみ-1まで行って集合組織を調べた。結果を図7に示す。

図中の点は変形条件を、点の左側の数値は<001>における軸密度、右側の数値は<111>における軸密度を表している。図から、高温ほど、またひずみ速度が低くなるほど{001}繊維集合組織が発達する傾向が認められる。また、図中にはZ値が同一となる変形条件が示されている。真応力-真ひずみ曲線の場合とは異なり、同一Z値でも集合組織の先鋭度、二つの成分の相対的な発達度は大きく異なっている。このことは、粒界移動を支配する結晶粒界の移動度の温度依存性が集合組織の発達に大きく影響していることを示唆している。

5.3 優先動的結晶粒成長機構の実験的検証

-平面ひずみ圧縮変形における集合組織の形成-

優先動的結晶粒成長機構では、変形に対する安定性と蓄積エネルギーの水準の二点に基づいて形成される集合組織を予測することができる。そこでこれに着目し、優先動的結晶粒成長機構の妥当性を、変形に対する安定方位が単軸圧縮変形とは異なる平面ひずみ圧縮変形を実施して検証した。

BCC 金属の平面ひずみ圧縮変形では α -fiber とよばれる{hkl}<110>と γ -fiber とよばれる{111}<uvw>の二種類の成分から構成される集合組織が発達することが知られている。そこで、次に平面ひずみ圧縮変形に対する Taylor 因子を定めた。結果を図8に示す。図から α -fiberの Taylor 因子は一般に小さく、(001)[110]で最小になること、これに対して γ -fiber は一般に Taylor 因子が大きいことがわかる。このことから、優先動的結晶粒成長機構が活動し

た場合、 γ -fiber が弱化する一方(001)[110]を主成分とする α -fiber が発達するもの予測される。

温度を 1173K、ひずみ速度を $5.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ として真ひ

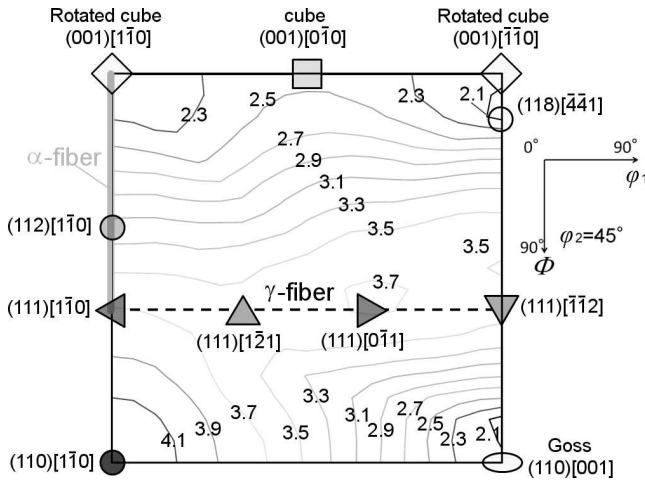


図 8 平面ひずみ圧縮変形における Taylor 因子の結晶方位依存性を表す $\phi_2=45^\circ$ 断面

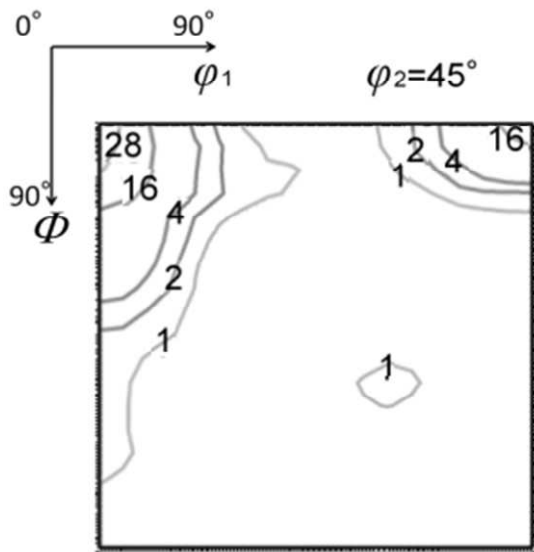


図 9 温度 1173K、ひずみ速度 $5.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ で真ひずみ-1.0 まで平面ひずみ圧縮変形した試料の集合組織

ずみ-1.0 まで平面ひずみ圧縮変形し、この予測を実験的に調べた結果を図 9 で ODF の $\phi_2=45^\circ$ 断面により示した。動的結晶粒成長機構からの予測と一致して、平均方位密度の 28 倍に達する(001)[110]を主成分とする α -fiber が発達している。この結果は、集合組織の制御法としてこれまで確立されてきた冷間加工と焼鈍の組み合わせではない、熱間加工による新しい集合組織の制御原理が存在することを意味している。

5.4 焼鈍との組み合わせによる組織の改善

熱間加工により Fe-Si 合金に付与される組織は、冷間加工と比べると転位密度は低いものの、加工状態にあるため、焼鈍後と比較すると転位密度は高い状態にある。そこで、熱間加工により導入された転位の除去と、付与した集合組織の先鋭化のための焼鈍プロセスを開発することとした。

優先動的結晶粒成長機構による集合組織の形成は、溶質原子雰囲気の効果で転位の下部組織の形成を抑制することによって蓄積エネルギーの結晶方位依存性が増大し、{001}方位結晶粒の優先的な成長が生ずることにある。それゆえ、熱間加工材をそのまま焼鈍すると、通常の回復が生じ、下部組織が形成されて{001}方位とは異なる結晶方位の新粒の生成や{001}方位結晶粒の成長に対する優先性が損なわれる可能性がある。そこで転位の下部組織形成を抑制するとともに転位密度を減少させることを目的に、二段階の加工法を検討した。温度 1173K で、真ひずみ-1.0 程度まで圧縮変形した後にひずみ速度を 10 分の一以下に減じ、さらに弱変形することにより集合組織が先鋭化すること、転位密度が大きく減少することが確認された。

6. 結言

冷間加工と熱処理の組み合わせによらない新しい集合組織制御原理として申請者らが提唱した「優先動的結晶粒成長機構」の妥当性を吟味するとともに、この原理に立脚した、実用的に重要な Fe-Si 合金、いわゆる電磁鋼板の性能向上に寄与する{001}繊維集合組織の付与技術の開発を試みた。

組織観察、EBSD 法による組織解析、X 線による集合組織測定の結果、優先動的結晶粒成長機構の妥当性が確認された。また、この原理に立脚すると、高温加工の工程を改良することで、格子欠陥の密度が低く、かつ配向度の高い{001}繊維集合組織を電磁鋼板に付与できることが判明した。

謝辞

本研究の遂行に当たり、研究資金の一部に公益財団法人天田財団からの支援をいただいた。ここに記して深く感謝する。

引用文献

- 岡安和人、福富洋志: 日本金属学会誌、第70巻、第7号(2006)、562-567.
- G. Y. Chin and W. L. Mammel: Trans. MS-AIME 239 (1967)1400-1405.
- I. L. Dillamore, H. Katoh and K. Haslam: Texture, 1(1974)151-156.