

微量添加元素による電磁鋼板用 Fe-高 Si 系合金の 高靱化機構解明

愛媛大学 大学院理工学研究科 物質生命工学専攻
准教授 水口 隆
(平成 27 年度 一般研究開発助成 AF-2015005)

キーワード：電磁鋼板，靱性，活性化体積

1. 研究の目的と背景

モータの鉄心材料として実用化されている電磁鋼板の多くは、6~6.5at%程度 Si を添加した Si 鋼である。モータの省エネルギー化には、さらなる Si 添加による低鉄損化と高透磁率化が必要である。しかしながら、7at%以上 Si を添加した高 Si 鋼では、脆化により 2 次加工性どころか圧延による製造自体が困難となっている。2 次加工性も高い高機能な電磁鋼板を製造するには、まずは Fe-高 Si 合金の高靱化と塑性変形挙動に関する知見が必要である。

Narita and Enokizono¹⁾は、種々の Mn 量を添加した Fe-6.5wt%Si 合金において、引張試験による延性について調査し、Mn 添加量が約 0.1wt%の場合に最も延性が向上することを見出した。この報告から、Mn の微量添加による Fe-Si 合金の高靱化とその機構解明を試みることにした。高靱化機構解明のためには、試験片破断に至るまでの塑性変形挙動の解明が必要である。しかしながら、この Mn 添加が Fe-Si 合金の塑性変形に与える影響については解明していない。BCC 構造を有する多結晶 Fe-Si 合金の室温引張変形においては、溶質元素とらせん転位の相互作用により kink 対が形成され、塑性変形が進行する。この場合、kink の幅方向の進展と double kink の形成が塑性変形の支配因子になると考えられている。Uenishi and Teodosiu は、純鉄への Si 添加による活性化体積の増加を報告しており²⁾、溶質元素添加による塑性変形の支配因子の変化は活性化体積の変化となって現れる。

本研究では、Fe-Si 合金への微量の Mn 添加を利用した高靱化を試みることにした。また、Fe-Si 合金への Mn 添加による活性化体積の変化について調査し、Fe-Si 合金への Mn 元素添加による塑性変形の支配因子の変化に関する知見を得ることも目的とした。

2. 実験方法

2.1 合金溶解と焼鈍材の作製

本研究では、真空溶解により溶製した Fe-4at%Si 合金、Fe-4at%Si-0.5at%Mn 合金および Fe-4at%Si-1at%Mn 合金を使用した。使用した Fe-Si-Mn 合金の化学組成を表 1 に示す。後述するが、本研究では、引張試験中での変形双晶発生を防止するため、Si 添加量を 4at%に設定した。溶解後に得られたインゴットに対して熱間圧延と温間圧延を施し、厚さ 5 mm を有する温間圧延材を受け入れた。この圧

延板に対し、熱処理炉(ヤマト科学社製 F0300)を用いて種々の条件で Ar 雰囲気中での焼鈍を行い、ほぼ同一の結晶粒径を有する完全再結晶組織を得た。これは、結晶粒径の違いが衝撃吸収エネルギー、応力-ひずみ曲線および試験片破断時の破壊形態に与える影響を除外するためである。

2.2 シャルピー衝撃試験方法

再結晶焼鈍後の圧延材から、JIS Z 3111 に基づいてシャルピー衝撃試験片を切り出した。図 1 にシャルピー衝撃試験片の寸法を示す。受け入れた圧延材の厚さが 5 mm であったため、衝撃試験には JIS Z 2242 に規定されているサブサイズの V ノッチを有する試験片を用いた。シャルピー衝撃試験による吸収エネルギーは、株式会社東京衡機試験機社製 500J を用いて測定した。試験温度は 20 °C とし、

表 1 Fe-Si-Mn 合金の化学組成

	C	Si	Mn	P	S	solAl	N	Fe
0Mn	≒0.0005	2.03	<0.01	0.001	0.0005	<0.001	0.0007	Bal.
0.5Mn	≒0.0005	2.02	0.50	<0.001	0.0007	<0.001	0.0008	Bal.
1Mn	≒0.0005	2.01	1.00	<0.001	0.0007	<0.001	0.0008	Bal.

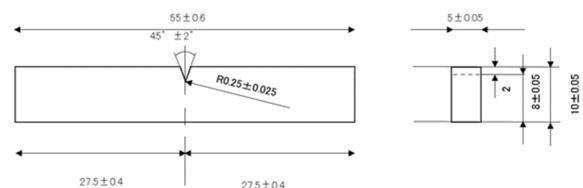


図 1 シャルピー衝撃試験片の形状

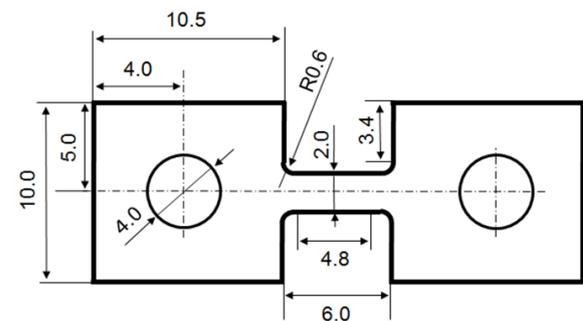


図 2 引張試験片の形状

3回試験を行った。その後、得られた試験片の破断面を走査電子顕微鏡 (Electron Microscope: SEM, 日本電子製 JMS-5310) で観察を行った。

2・3 引張試験方法

前述の温間圧延材に対し、冷間圧延と再結晶焼鈍を施し、厚さ 2 mm の完全再結晶組織を有する圧延再結晶材を作製した。得られた再結晶材より、ワイヤ放電加工機により引張試験片を切り出した。図 2 に引張試験片形状と寸法を示す。試験片を切り出す際、圧延材の圧延方向 (Rolling Direction: RD) と引張軸方向が平行になるようにした。切り出した引張試験片のつかみ部に、放電加工機 (三共エンジニアリング社製 DE50-3T) を用いて、引張試験片を試験機にピンで固定するための穴あけ加工を施した。引張試験片の表面研磨を施したのち、検力ブロック式高速材料試験機 (驚宮製作所株式会社製 TS-2000 型) を用いてハンマー速度 0.006 mm/s から 6 mm/s (初期ひずみ速度 10^{-3} s^{-1} から 10^0 s^{-1}) までの範囲で破断するまで室温引張試験を行った。引張試験によって得られた公称応力と公称ひずみのデータから、以下の式を用いて公称塑性ひずみ ε_p を算出し、公称応力-公称塑性ひずみ曲線を得た。

$$\varepsilon_p = \varepsilon_n - \frac{\sigma_n}{E}$$

ここで、 ε_n 、 σ_n および E はそれぞれ公称応力、公称ひずみおよびみかけのヤング率である。

2・4 活性化体積の評価

前節で得られた公称応力-公称塑性ひずみ曲線から、降伏時、5%塑性ひずみ時および 10%塑性ひずみ時の変形応力を読み取った。その後、図 3 に示すように、この変形応力

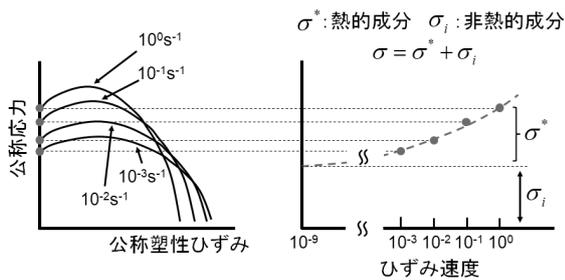


図 3 熱的応力算出の説明図

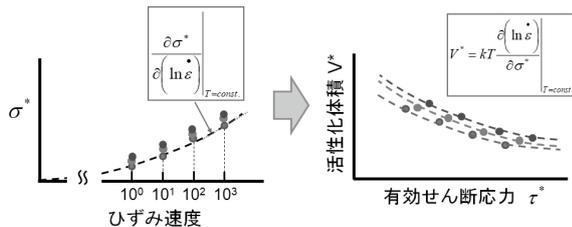


図 4 活性化体積の算出方法の説明図

のひずみ速度依存性から熱的成分と非熱的成分を求めた。

活性化体積は、図 4 に示すように、ひずみ速度と熱的せん断応力の関係を示す曲線の傾きを用いて以下の式を用いて評価した。

$$V_t^* = kT \frac{\partial(\ln \dot{\varepsilon})}{\partial \tau^*}$$

ここで、 k はボルツマン定数、 T は絶対温度、 $\dot{\varepsilon}$ はひずみ速度である。また、 τ^* は熱的せん断応力であり、以下のように熱的成分 σ^* をテイラー因子 M で除することにより算出した。

$$\tau^* = \frac{\sigma^*}{M}$$

ここでは、テイラー因子の値として 2.0 を使用した。本研究では、上記のようにして評価された活性化体積の値の Mn 添加量依存性を検討した。

3. 実験結果および考察

3・1 光学顕微鏡組織

図 5 に、Fe-4at%Si 合金 (a)、Fe-4at%Si-0.5at%Mn 合金 (b) および Fe-4at%Si-1at%Mn 合金 (c) の焼鈍後の光学顕微鏡組織を示す。図中には、各合金における熱処理条件と結晶粒径と図中に併せて示す。合金の組成により熱処理条件を変化させることで 3 種類の合金の結晶粒径をほぼ同一にすることができた。熱処理温度は、Mn 添加量が多いほど高温となっていることがわかる。このことから、Mn 添加によって結晶粒の粗大化が抑制されていると判断された。

3・2 衝撃試験結果

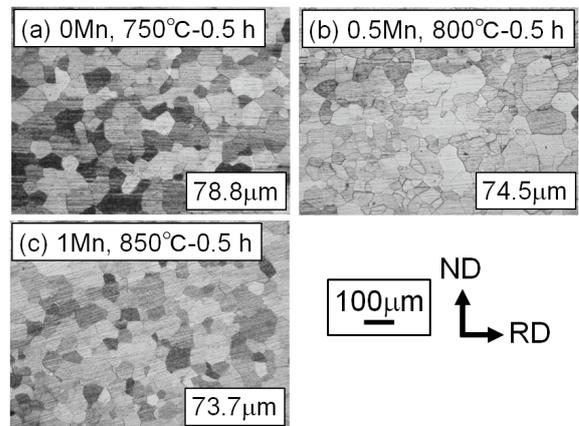


図 5 Fe-Si-Mn 合金冷間圧延材における再結晶焼鈍後の光学顕微鏡組織

(a) Fe-4at%Si 合金 (b) Fe-4at%Si-0.5at%Mn 合金
(c) Fe-4at%Si-1.0at%Mn 合金

図6に、完全再結晶組織を有する各合金に対するシャルピー衝撃試験により得られた破断面 SEM 像を示す。図中には、衝撃吸収エネルギーも併せて示す。いずれの合金においても、衝撃吸収エネルギーは数 J 程度であり、Mn 添加量にはあまり依存しなかった。また、破断面は前面にわたって脆性破面を示しており、衝撃試験片は脆性的に破壊された。既報¹⁾では Mn の微量添加による Fe-Si 合金の高延性化が報告されているが、本研究では Mn の微量添加による高靱化は達成できなかった。Mizuguchi ら³⁾は、完全再結晶組織を有する Fe-4at%Si 合金に対し、ひずみ速度 10^3 s^{-1} での高速域での引張試験を行った。その結果得られた公称応力-公称塑性ひずみ曲線では、降伏後の加工硬化挙動と最大応力到達後の局部伸びの両方が確認された。また破断面は、前面にわたってディンプルパターンを示し、引張試験片は延性的に破断していた。このように、高速域による引張試験とシャルピー衝撃試験では破面形態に大きな違いが見られた。この違いは、試験片形状に起因するものと考えられ、V ノッチを有する衝撃試験はノッチ先端に局部的に応力集中が働いたために脆性破壊に至ったものと考えている。

3・3 引張試験結果

図7に、各 Fe-Si-Mn 合金に対し、初期ひずみ速度 10^{-3} s^{-1} から 10^0 s^{-1} での室温引張試験から得られた公称応力-公称塑性ひずみ曲線を示す。いずれの曲線も降伏後加工硬化して最大応力に到達したのち局部伸びを示して破断した。同一合金・ひずみ量で比較するならば、ひずみ速度が増加するにつれて引張強さと降伏応力は増加し、破断伸びは減少した。このことから、Mn は転位の移動における短距離障害物として作用していると考えられた。なお、公称塑性ひずみ 5%と 10%は、いずれも一様伸びの範囲内にある。

3・4 破断面組織観察結果

図8に、Fe-4at%Si 合金(a)と Fe-4at%Si-1at%Mn 合金(b)における 10^0 s^{-1} と 10^{-3} s^{-1} での引張試験後の破断面 SEM2 次電子像である。どちらの合金・ひずみ速度においても、破断面からは延性破壊の特徴であるディンプルを確認することができた。BCC 構造を有する Fe-Si 合金の場合、塑性変形中に発生する変形双晶が脆性破壊の引き金になると考えられている。本研究では、いずれの合金およびひずみ速度においても延性的に破断したことから、引張試験開始直後から破断に至るまでの塑性変形中に変形双晶は発生しておらず、転位のすべり運動のみで塑性変形が進行していると考えられた。

3・5 活性化体積算出結果

図9に、非熱的成分の塑性ひずみ量依存性を示す。同一合金で比較するならば、非熱的成分はひずみの増加に従って増加した。また、同一ひずみで比較するのであれば、それは Mn 添加量の増加に従って増加した。このことから、

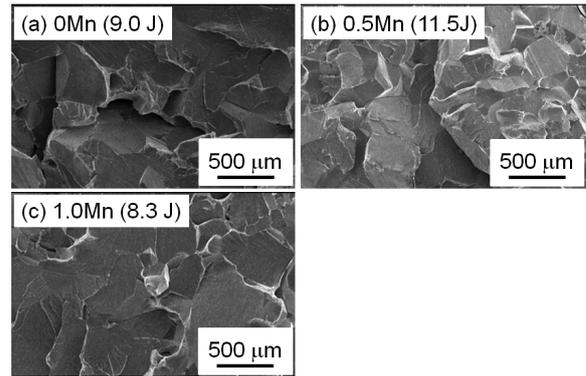


図6 Fe-Si-Mn 合金の室温におけるシャルピー衝撃試験後の破断面 SEM 像
(a)Fe-4at%Si 合金 (b)Fe-4at%Si-0.5at%Mn 合金
(c)Fe-4at%Si-1.0at%Mn 合金

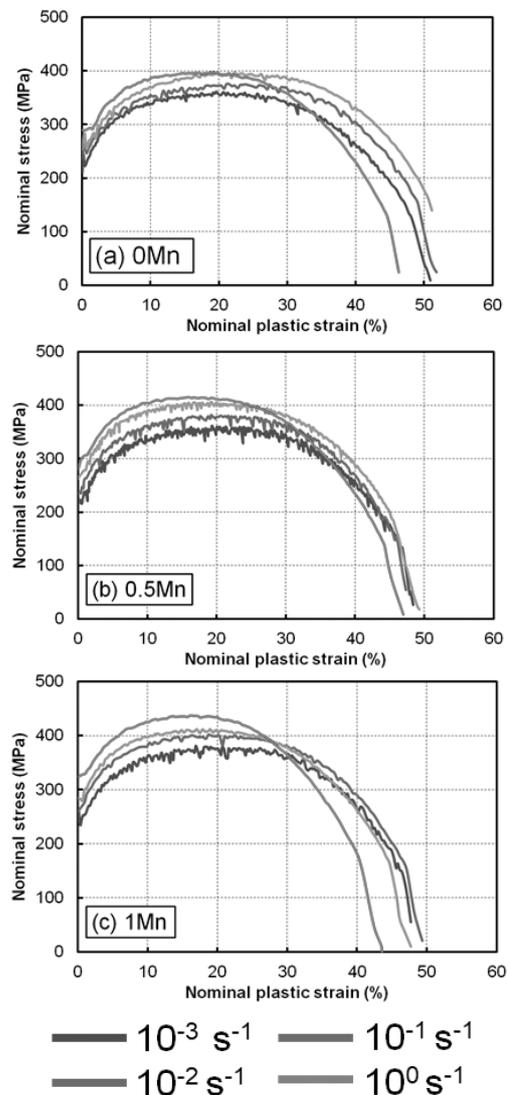


図7 Fe-Si-Mn 合金の室温引張試験により得られた公称応力-公称塑性ひずみ曲線
(a)Fe-4at%Si 合金 (b)Fe-4at%Si-0.5at%Mn 合金
(c)Fe-4at%Si-1.0at%Mn 合金

塑性変形の進行に従ってらせん転位と Mn の相互作用の影響下で転位組織が発達している可能性が示唆された。図 10 に各 Fe-Si-Mn 合金の活性化体積とせん断応力の関係を示す。降伏時では、活性化体積の Mn 添加量の影響は小さい。5%塑性ひずみ時では、活性化体積は降伏時のそれと比べて増加するが、活性化体積における Mn 添加量の影響

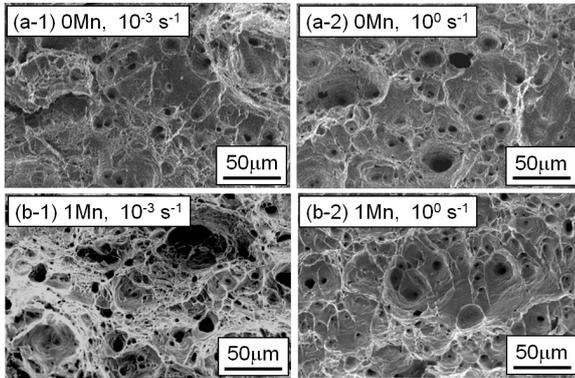


図 8 Fe-Si-Mn 合金における引張試験破断後の破断面 SEM 像
(a) Fe-4at%Si 合金 (b) Fe-4at%Si-1.0at%Mn 合金

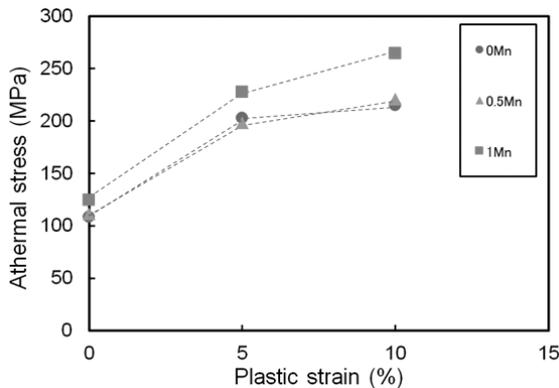


図 9 各種 Fe-Si-Mn 合金における非熱的せん断応力と塑性ひずみとの関係

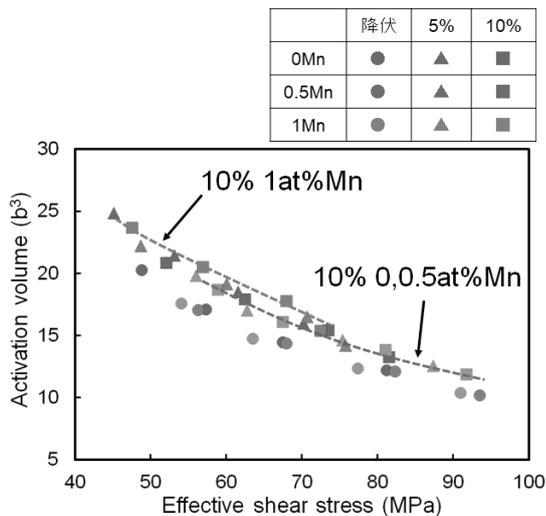


図 10 各種 Fe-Si-Mn 合金における活性化体積の熱的せん断応力依存性

は確認されない。一方、10%塑性ひずみ時では、Mn を 1at% 添加すると活性化体積が増加した。この活性化体積の増加は、Mn 添加量の増加による破断伸びの低下と対応する。この結果から、多結晶 Fe-Si-Mn 合金の室温引張変形では、Mn 添加により引張試験中期段階においてらせん転位の kink 対形成を促進して活性化体積を増加させ、破断伸びを低下させる可能性が考えられた。本研究では、Mn の微量添加による高靱化は達成できていないが、Mn の添加量制御により高靱化が達成できた場合は、活性化体積の低下が予想される。

4. まとめ

本研究では、Fe-Si 合金への Mn 添加による高靱化を試みた。また、塑性変形挙動についての基礎的知見を得るために、Fe-Si 合金への Mn 添加による活性化体積の変化について調査した。得られた結果を以下に示す。

- (1) シャルピー衝撃試験の結果、いずれの Fe-Si-Mn 合金も室温で脆性破壊により破断した。既報では、Mn の微量添加による延性向上が報告されているが、本研究では Mn の微量添加による高靱化は達成できていない。
- (2) Mn 添加量および塑性ひずみの増加に伴う非熱的応力の増加が確認された。これは、引張変形によって形成された転位組織に起因すると考えられた。
- (3) 5%塑性ひずみまでは、活性化体積における Mn 添加量の影響は確認されなかった。しかし、10%塑性ひずみでは、1at% の Mn 添加により活性化体積が増加した。Mn 添加量が少ない場合、Mn 添加は活性化体積に影響を及ぼさないと考えられる。
- (4) Mn の添加量制御により高靱化が達成できた場合は、活性化体積の低下が予想される。

謝辞

本研究は、公益財団法人天田財団平成 27 年度一般研究開発助成 (AF-2015005) の支援を受けて実施された。心より感謝申し上げる次第である。

参考文献

- 1) K. Narita and M. Enokizono : IEEE Transactions on Magnetics, MAG-14 (1978), 258.
- 2) A. Uenishi and C. Teodosiu : Acta Mater., 51 (2003), 4437.
- 3) T. Mizuguchi et. al. : Mater. Sci. Forum, 654-656 (2010), 1303.