

新博士紹介

1. 氏名 川崎宏一 (現勤務先: 新日本製鐵(株)先端技術研究所)
2. 専攻大学院名 総合研究大学院大学 数物科学研究科 放射光科学専攻
3. 学位の種類 博士 (学術)
4. 取得年月 1992年3月
5. 題目 放射光 X線回折法による電磁鋼板の高温再結晶過程の動的観察

6. アブストラクト

現代の工業を支える「材料」は製造工程において材料の性質を実用の目的に合うように改善するよう工夫がなされている。変圧器やモーターの鉄芯に大量に用いられている電磁鋼板 (Fe-3%Si 合金板) においてはいわゆる鉄損が最小になるような性質が要求されるが、これは合金板を圧延した後の高温再結晶過程において結晶粒の方位を制御することにより実現できることが知られている。このような高温加熱 (1233K) 中にどのような機構で再結晶が起こり、再結晶粒の方位に影響を与える因子は何かを実時間、実環境の条件下で研究する試みはいまだなされていない。本研究は放射光の高輝度性を生かし高温再結晶過程の連続観察を行うための装置・方法を開発し、それを用いてマイクロなスケールで現象の機構を明らかにすることを目的とする。

電磁鋼板を実際の製造工程と同じ条件下に置くための動的観察用加熱炉を開発し、この炉を X 線四軸回折計と高感度二次元検出器に組み合わせて、「放射光極点図動的測定法」を開発し、結晶方位分布の高速変化を測定する。またこの炉とトポグラフィ装置と間接型 X 線 TV カメラを組み合わせた放射光動的ラウエトポグラフィにより、高温状態における結晶粒の大きさや形の変化、異なる結晶粒の競合成長過程を観察する。また直接型 X 線 TV カメラを用いた放射光動的顕微トポグラフィにより、再結晶界面の移動挙動を観察する。極

点図測定法とトポグラフィにより電磁鋼板の高温再結晶過程のマイクロな実態が総合的に捉えられることになる。

高温加熱が可能 (最高 1573K) で、かつ高温での温度均一性、加熱時の温度追従性に優れ、X 線の吸収が小さい動的観察用加熱炉を開発した。ヒーターには高靱性の C/C コンポジット板を用い、セラミックス薄板を介して試料をはさむ「サンドイッチ方式」を考案し、温度の均一性は 5mm × 5mm の領域で 1233K において ±2K 以内、温度追従性は 2K/s を達成した。また高温再結晶過程に及ぼす歪の影響を調べるために引張り歪装置を附加した。

結晶方位分布の高速変化を測定するために X 線四軸回折計の機構を用いて Ewald 球を迅速に回転させ、特定の反射の逆格子点に乗っている極点球との交線を移動させ、極点球上の二次元的分布を高感度二次元検出器イメージングプレートに投影する方式を考案した。模式図を Fig. 1 に示す。結晶方位分布の時間変化はこの Ewald 球の運動を繰り返し、その度ごとに得られる方位分布を二次元検出器の連続移動により検出・記録する。高エネルギー物理学研究所放射光実験施設の BL-3A において実験を行った。放射光をモノクロメータで 0.06nm の波長に単色化し、モノクロメータ結晶を

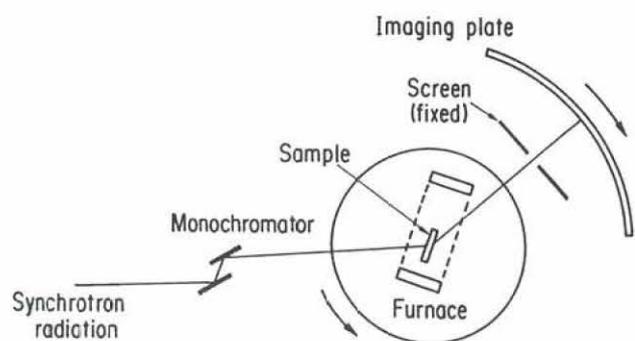


Fig. 1 Schematic layout showing the method of recording of a time change in the pole figure. The sample in the furnace repeats the rotation by a certain angle while a long strip of the imaging Plate is continuously translated in the direction indicated by the arrow.

湾曲させて試料上に集光させた。鉄の200反射の極点図を記録するために円弧型の開口部を有するスクリーンを検出器の直前に固定した。極点球上の 10° の範囲の1回の方位分布記録に要する時間は40sであった。

電磁鋼板の高温再結晶過程の動的観察により以下のような新しい知見を得た。放射光極点図動的測定法による測定結果をFig. 2に示す。加熱直後から2個のパターン（等温保持開始後0s及び120s）では加熱前と同じスポットの分布を示し“潜伏期間”と呼べる。しかし、この潜伏期間において結晶粒が生滅する“ゆらぎ現象”を確認した。この潜伏期間を経て3番目のパターン（等温保持開始後240s）においてゴス方位粒((110)[001]方位粒)が爆発的に出現し、成長する様子が示されている。試料に引張歪を加えるとゴス方位粒の成長が抑制される。

放射光動的ラウエトポグラフィにより、高温再結晶過程において最初に出現するのはゴス方位粒であるが、それに遅れて他の方位の結晶粒が現れ、ゴス方位粒の成長速度は直径に換算し0.01mm/sと他の方位の粒の速度の約2倍である、との知見を得た。また放射光動的顕微トポグラフィにより、再結晶界面は凹凸が多く、その移動は不均一かつ不連続で、界面の突出部から優先的に移動し、爆発的、定常的、停滞の3種類の典型的移動挙動がある、との知見を得た。

電磁鋼板の高温再結晶過程に関しては3つの学説、加熱前ゴス方位粒存在説、潜伏期間ゴス方位粒形成説、成長時ゴス方位粒優先説、が提案され

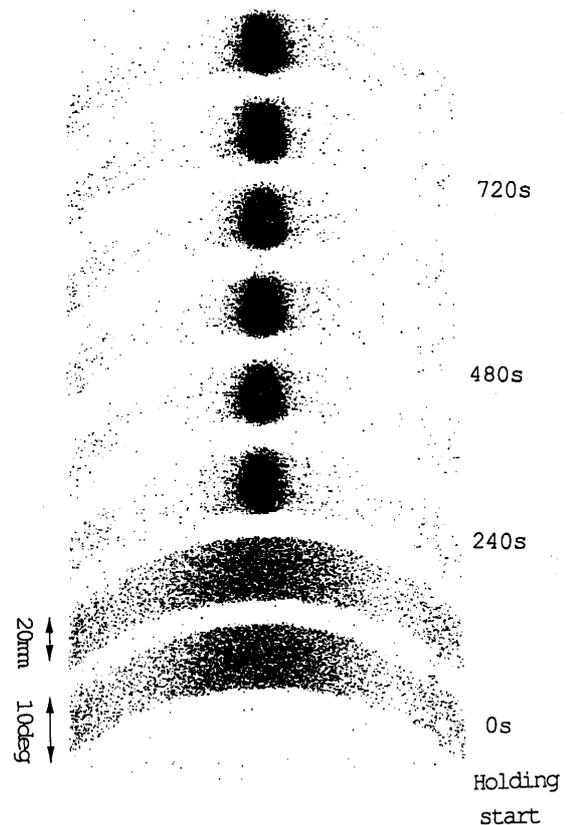


Fig. 2 Time change in the distribution of the [100] poles of the silicon steel sheet during the recrystallization at 1233K. Each pattern shows the distribution over an angle range of 10 deg around the North Pole of the sphere of poles. Time required to record one pattern was only 40s while the time interval between the patterns was 80s.

ている。本研究により第二の学説が正しいということが明らかとなった。

本研究で開発した放射光極点図動的測定法は、金属材料の線材、棒材、板材の加工および高温における組織変化、相変態、析出過程の観察に対しても応用可能である。

(受付番号92003)