

異方性珪素鋼板の結晶成長について

Crystal Growth of Grain Oriented Si-Fe Plate

小 柴 定 雄* 原 田 英 樹**
Sadao Koshiba Hideki Harada

内 容 梗 概

異方性珪素鋼板の需要面も著しく拡大し、使用目的により特色ある磁性が要求されるようになった。これらの磁性は異方性と結晶粒度とに関係が深い。なかでも、磁気増幅器用鉄心には、 μ_m , B_{10} などの高いことと同時に、角形ヒステリシスが要求され、単純な結晶粗大化の加工法をとることはできない。張力ひずみ一焼鈍の加工法によつては、高温 H_2 焼鈍後 1 cm あたり数個の粒界が圧延方向にあるとき、 δ および H_c に調和のとれたものが得られた。なお高温焼鈍前の主方位は (111)-[11 $\bar{2}$] であり、焼鈍後 (110)-[001] となるものが有利である。また 70% 強冷圧したものは、550°C 10 時間以上で一次再結晶を、1,000°C 2 時間以上で二次再結晶をほとんど完了する。

1. 緒 言

最近の異方性珪素鋼板の需要は、要求される磁性の上から、次の三つに大別できる。最も需要の大きいものとしてトランス用鉄心が考えられるが、これは μ_0 , μ_m , B_{10} , H_c などのすぐれていることが重要で、 B_r の値は問題ではなく、どちらかというとかえつて低い方が望ましい場合もある⁽¹⁾。次に磁気増幅器、記憶装置などの鉄心が考えられるが、これは角形ヒステリシスが問題であり、 H_c , μ_m , B_{10} などのすぐれていると同時に δ ($\frac{B_r}{B_{10}}$) の高いことが要求される⁽²⁾。また、交流ケーブルの遮蔽用テープにも利用され始めているが、これは巻き付けてひずみの加わつた状態での μ_m , B_1 などのすぐれていることが望まれる⁽³⁾。これらの使用目的によつて要求される種々の磁性は、結晶異方性と結晶粒度とを管理すれば容易に得られよう。たとえばトランス用鉄心には打ち抜きまたは巻鉄心加工に支障のないかぎり結晶粒は成長させてもいいのであり、結晶粒が 1~3 cm の大きなものも市販されている。しかし遮蔽用テープには、できるだけ結晶の小さいものがひずみに対して劣化が少ないので、異方性の強い、粒の小さいものが要求されよう。このように異方性珪素鋼板の磁性には異方性と同時に、結晶粒度との関係が重要である。

著者らは磁気増幅器用鉄心を目的とした 0.1 mm 厚さの異方性珪素鋼板を研究する途上、この結晶成長について異方性および磁性との関係を研究したので、ここに報告する。

2. 異方性の発生と結晶成長

2.1 実験方法

磁気異方性の発生を調べるため、種々の研究から決定された製造工程の各段階で、20×50 mm の試料を採取

第 1 表 実験用試料の取鍋分析値

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Al	O	N	H
0.02	3.41	0.02	0.019	0.014	Nil	0.04	0.02	0.05	0.01	0.01	0.0003

第 2 表 異方性珪素鋼巻鉄心の製造概要

熔 解	鍛 錬	熱間圧延	冷間圧延	整 型	H_2 高温焼鈍
1t 高周波炉	鋼塊 → ビレット	ビレット →フープ	2.2→0.10 mm 厚さ	Al_2O_3 1 級の利用	1,150°C 以上 露点 -70°C 以下 の H_2 中

し、特殊な酸またはボゾルスの電解液⁽⁴⁾で、0.1~0.2 mm 厚さにし、X線および顕微鏡用試料とした。ひずみ量の少ない場合、腐蝕により減厚しても厚みによるひずみ量の変化が大きいので、そのような箇所は減厚しなかつた。X線による極点図の作成はラウエカメラによる平面デバイ写真から行い⁽⁵⁾、対陰極は Mo, β フィルタに Zr を用い、電圧 50~55 kV 電流 6~10 mA 20~60 分の露出である。作図には圧延方向に垂直および平行に 5~10 度間隔に試料を回転して撮つた 14~17 枚の写真の (110) 環を用い、濃度の判定には板内の吸収を角度により補正して行つた。磁性は 0.35 mm 厚さ以上の場合には N. S. 導磁率計を用い、これより薄い場合は巻鉄心の方法⁽⁶⁾によつた。試料の化学成分を第 1 表に示す。

2.2 実験結果および考察

製造工程の概要を第 2 表に示す。フープ、冷間圧延途中の一工程および高温 H_2 焼鈍前の極点図、粒度および磁性を第 1~3 図および第 3 表に示す。

フープは第 1 図の極点図にも示すように、非常に分散が激しく、極はほとんど全面をおおっている。これに冷間圧延を行つていくと、[110] ± 10 度の方向に集積が大きくなり、第 2 図のように極点図を示す。この工程までは粒度の変化は少なく、磁性は H_c , μ_m , B_{10} などフープに比べかえつて悪化している。さらに冷間圧延を続けていくと H_2 焼鈍前に第 3 図のような極点図を示し、(111)-[11 $\bar{2}$] 方位の多いものとなる。この際の粒度ははるかに小さくなつている。しかし高温 H_2 焼鈍後は数ミリメー

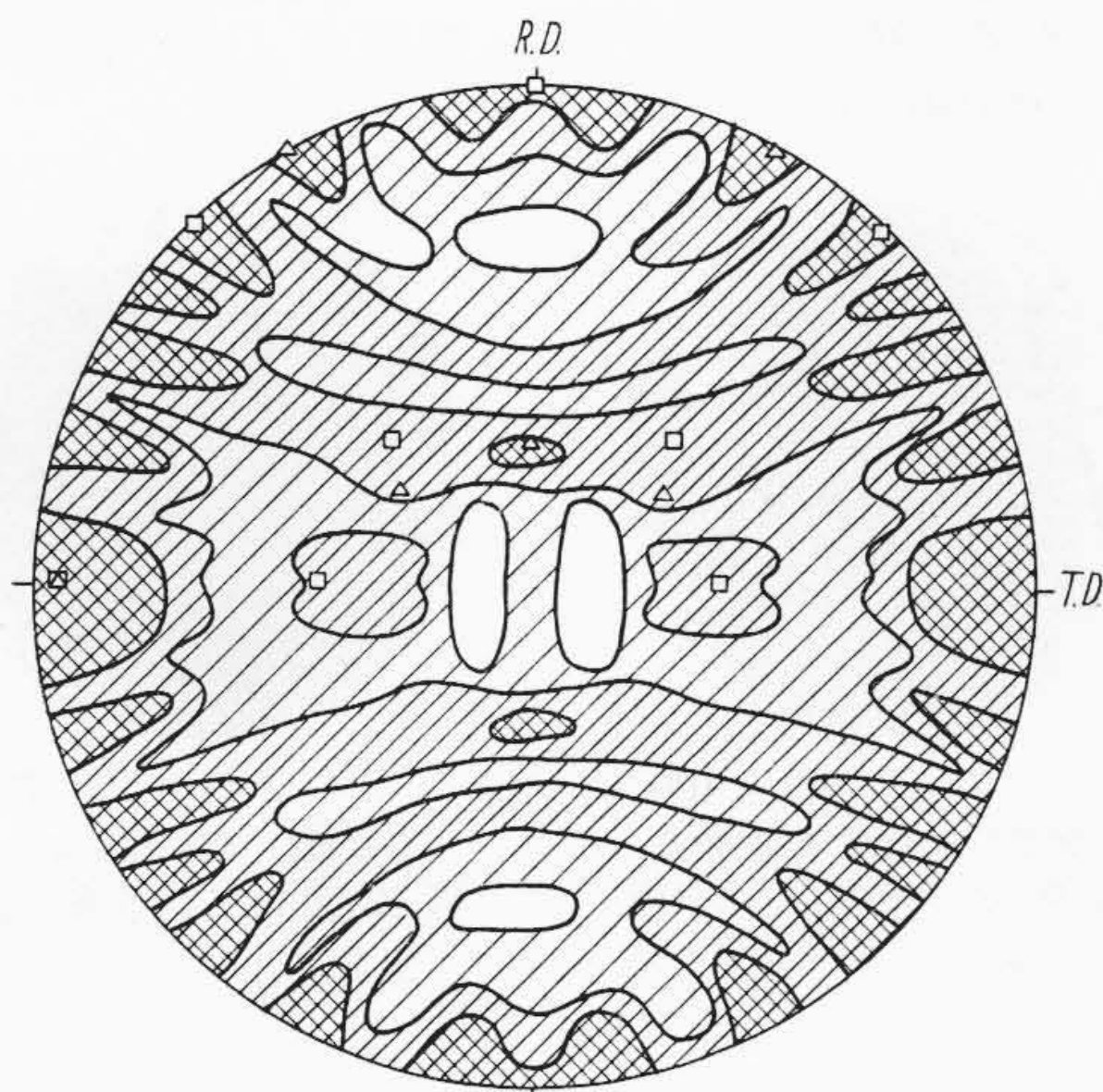
* 日立金属工業株式会社安来工場 工博

** 日立金属工業株式会社安来工場

第3表 製造各工程における磁性 (1,200°C 1時間 H₂ 焼鈍)

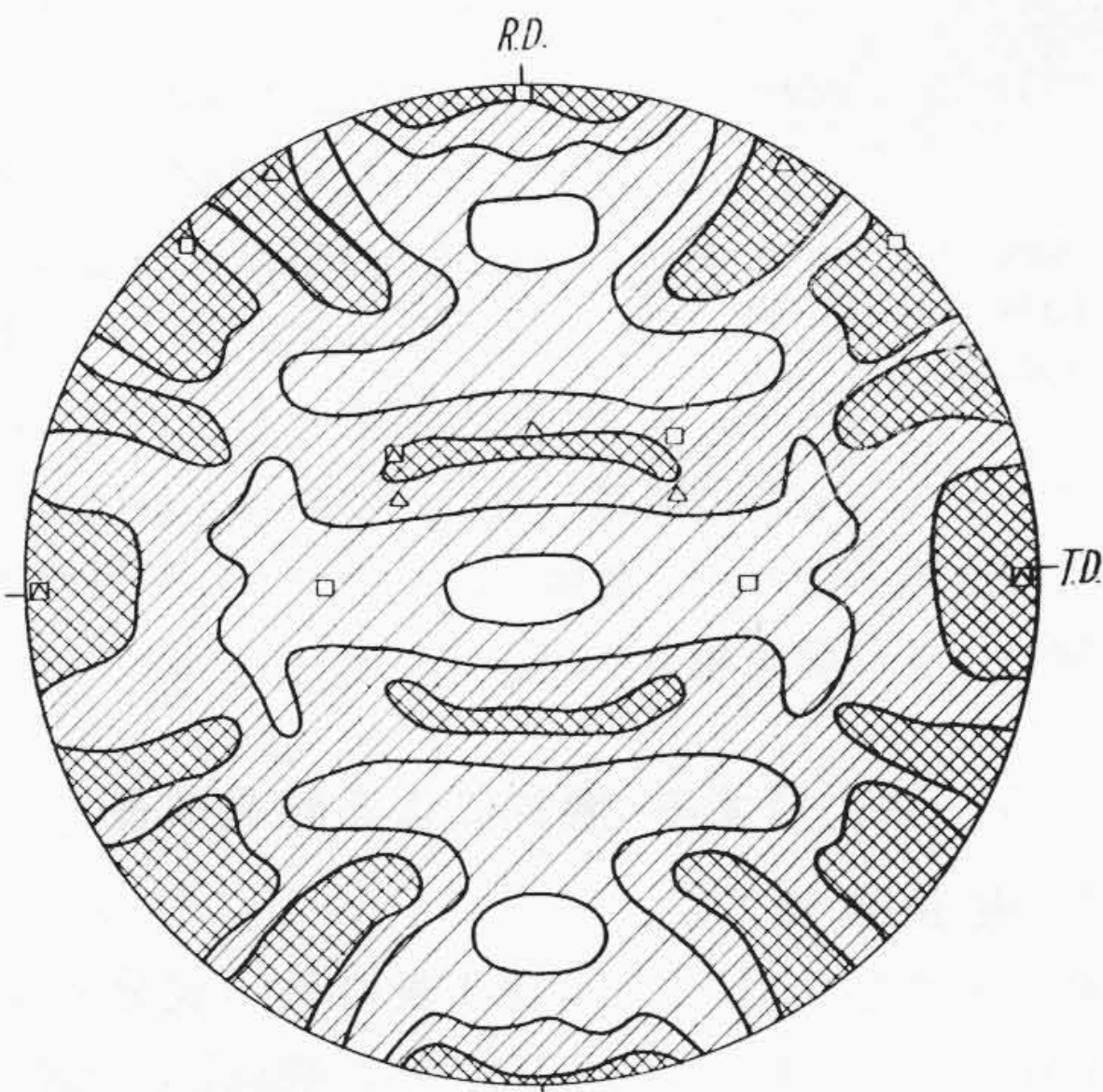
試料	μ_m	$B_{0.2}$ (KG)	B_1 (KG)	B_{10} (KG)	B_r (KG)	H_c (Oe)	δ (%)	$T_m \left(\times 10^{-4} \frac{\text{dyne} \cdot \text{cm}}{\text{cm}^3} \right)$		粒 度	
								焼鈍前	焼鈍後	焼鈍前	焼鈍後
フープ (2.2mm)	22,000	0.75	13.7	15.4	9.8	0.18	63.6	—	1.5	4	4
冷間圧延途中 (0.5mm)	13,200	0.70	10.7	14.6	12.6	0.34	86.3	2.5	2.0	5	5
完成品 (0.1mm)	22,500	2.57	14.6	17.2	15.5	0.27	90.0	4.2	15.5	7	<1
結晶粗大化処理を行ったもの	24,000	2.70	13.6	16.5	13.6	0.24	82.4	5.5	13.1	4	≪1

* 粒度は学振法



極の濃度は ● → ⊙ → ○ と4段階
にわけた △: (111) - [11 $\bar{2}$] □: (100) - [011]

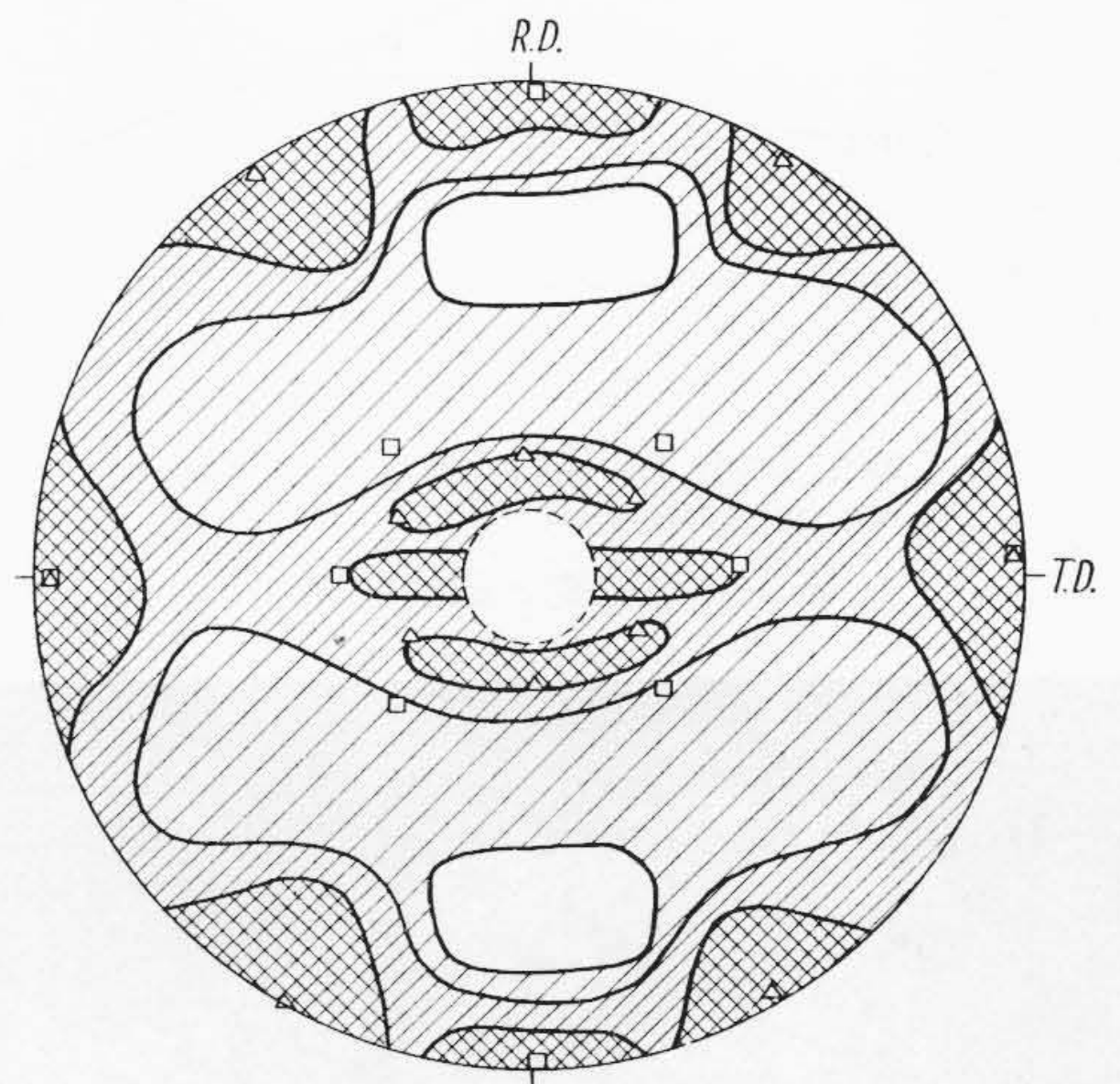
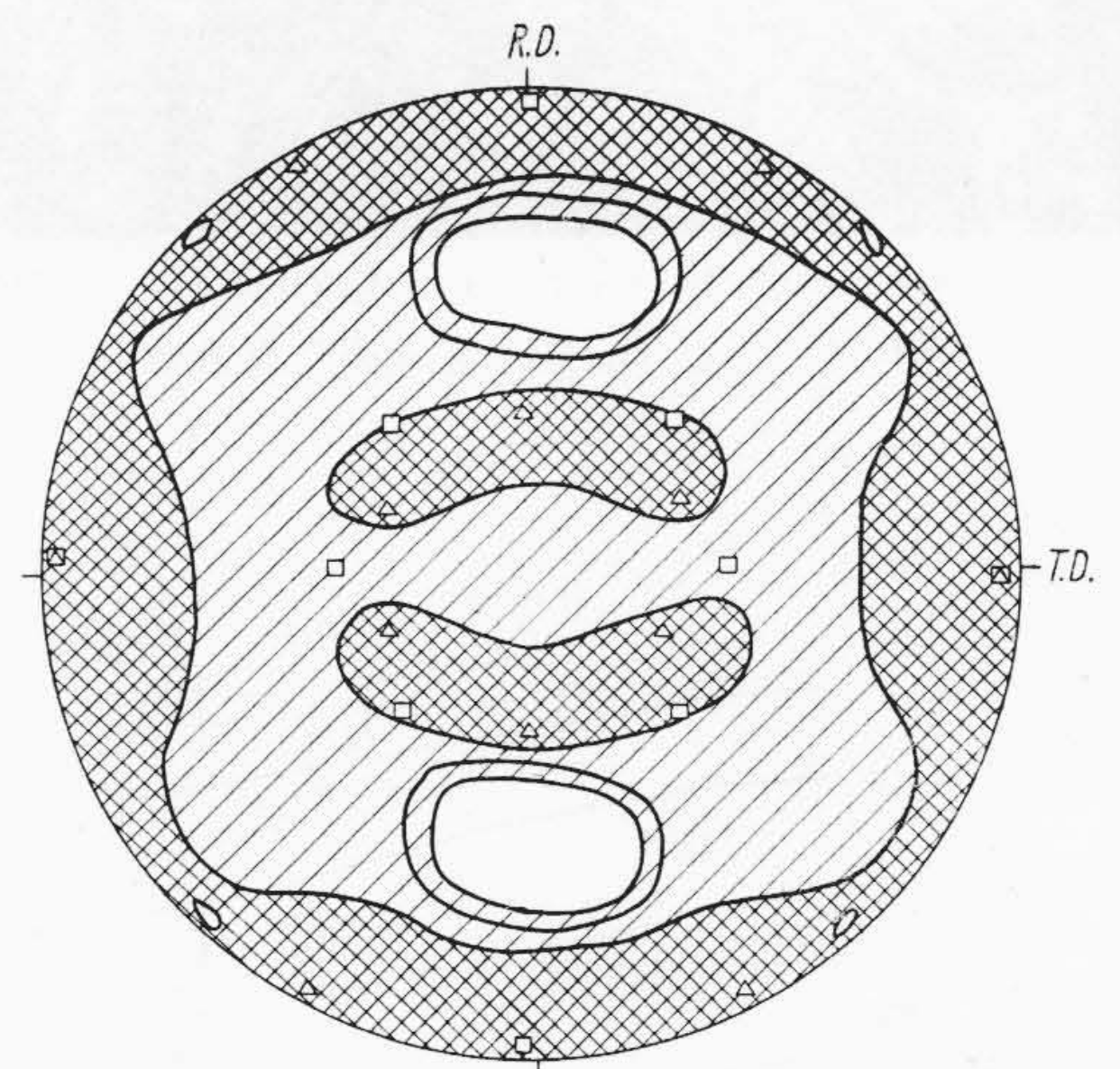
第1図 フープの (110) 極点図



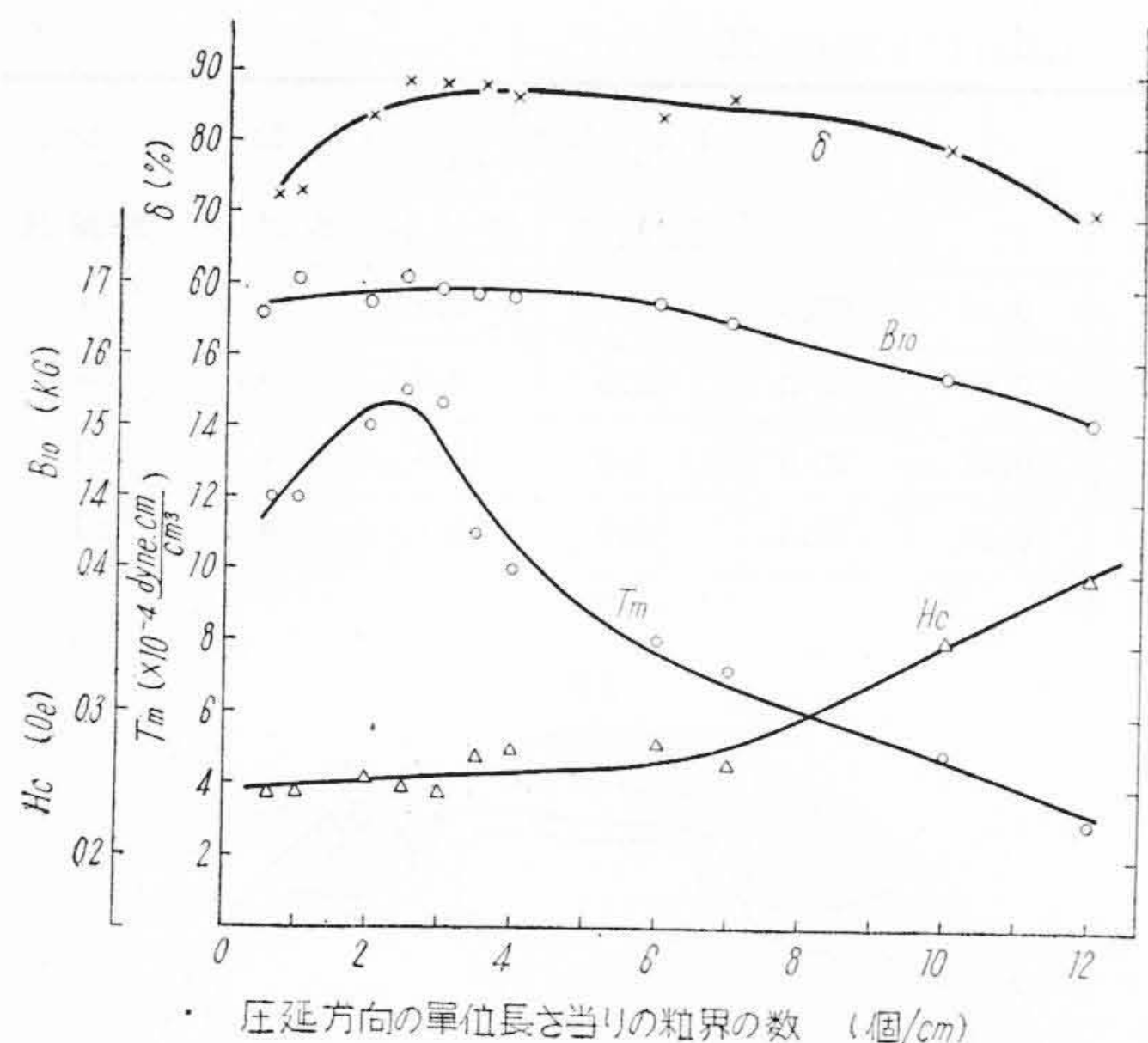
第2図 冷間圧延工程途中の (110) 極点図

トルの大きさにそろった、三重点の多い組織となり、その方位は (110) - [001] を示す。磁性も急激に異方性の特長である高い μ_m , B_{10} および δ を示すようになる。

この工程とは別に、単純なひずみ焼鈍の結晶粗大化処理⁽⁷⁾⁽⁸⁾を行うと、冷圧率3%付近で最も大きい結晶を

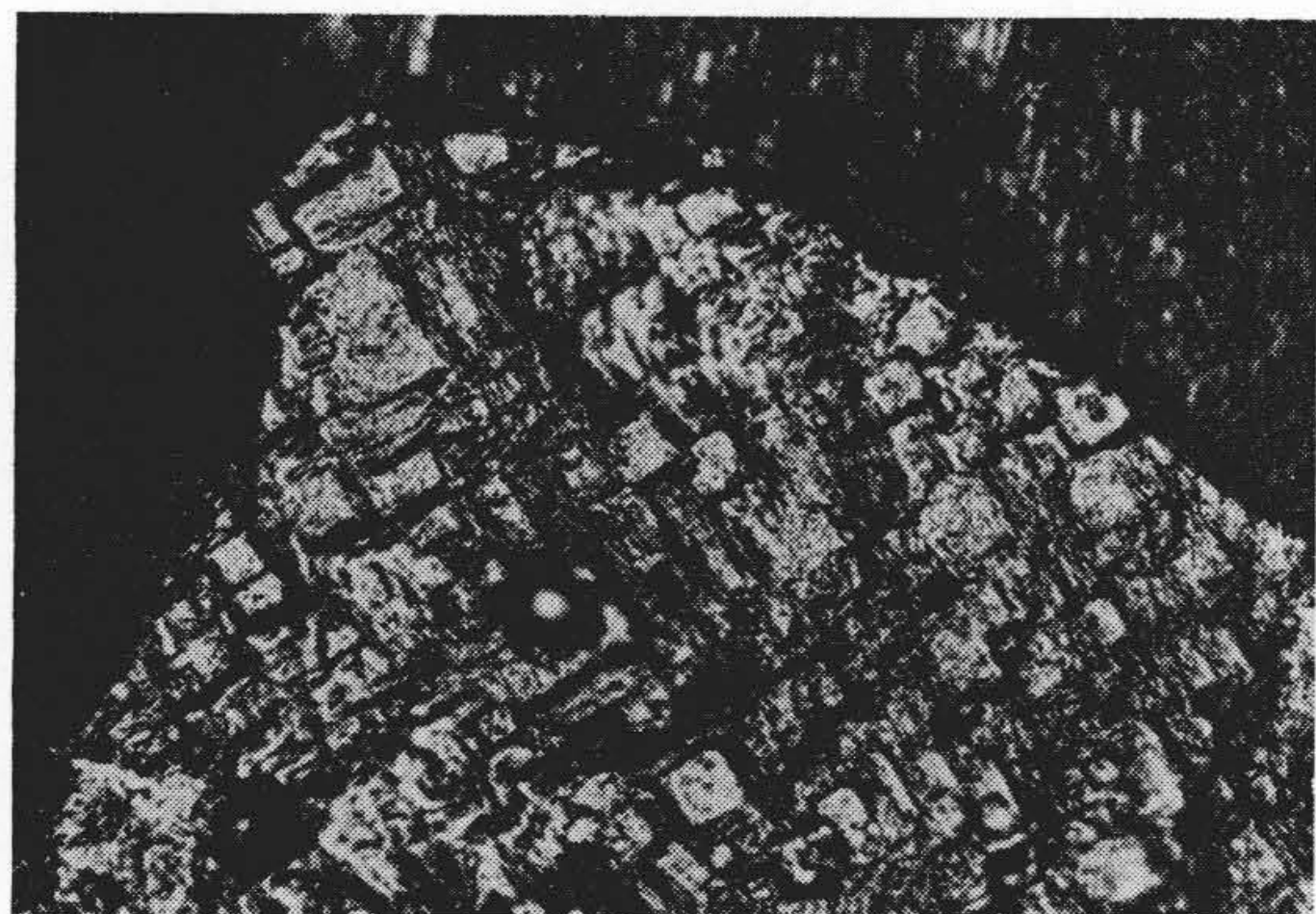
第3図 高温 H₂ 焼鈍前の (110) 極点図第4図 ひずみ焼鈍法による高温 H₂ 焼鈍前の (110) 極点図

得る。しかしこの際の H₂ 焼鈍前の極点図は第4図に示すとおりふたたび (111) - [11 $\bar{2}$] 方位より分散を始め H₂ 焼鈍によつて (120) - [001] の多い方位となり、第3表に示すように、 δ および T_m (磁場内最大回転力) が低下する。しかし H_c そのほかの磁性に変化は少ない。この粒度による変化を第5図に示す。ひずみは圧延により



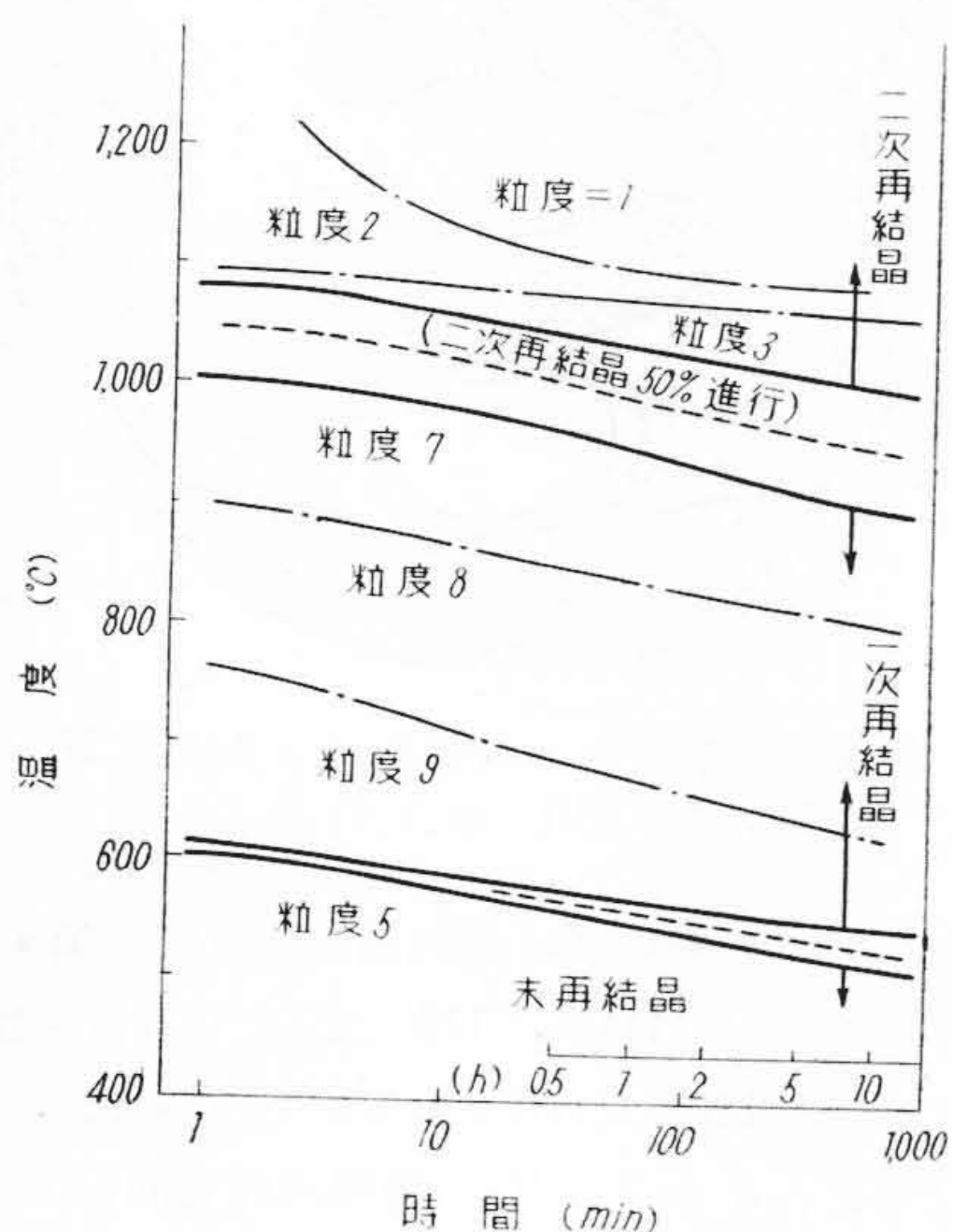
1,200°C 1時間 H₂ 中焼鈍粒度は圧延方向1cmを当りの粒界の数で示す

第5図 粒度と磁性の関係



(110)–[001] 方位を示す。(1:8 H₂SO₄dil 3分) ×400

第6図 高温 H₂ 焼鈍完成後の腐蝕像

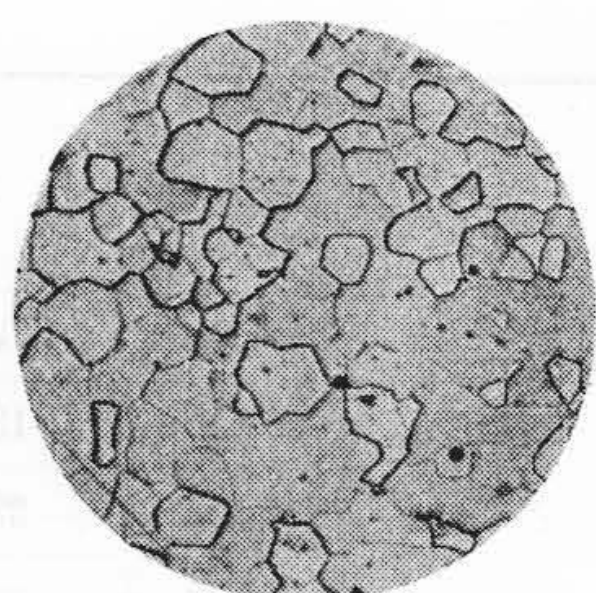


第7図 焼鈍温度および時間による再結晶および粒度の変化 (70%強冷圧試料)



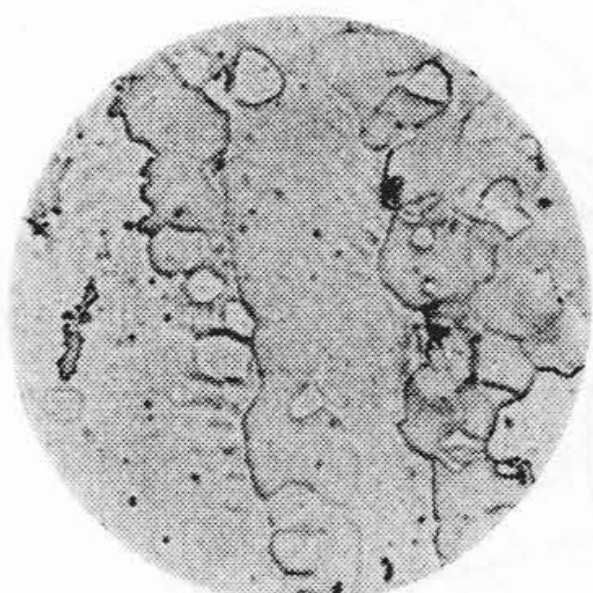
×125

粒度5 強冷圧集合組織を示す
第8図 70%強冷圧試料の顕微鏡写真



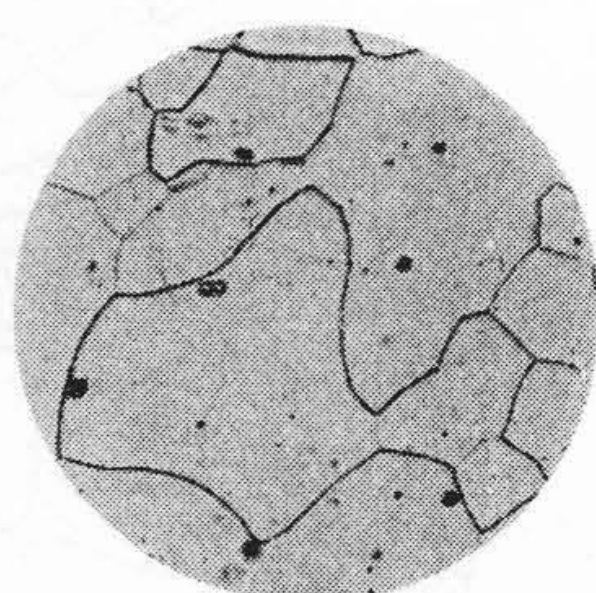
×125

900°C 3分 粒度7
第11図 一次再結晶粒の成長



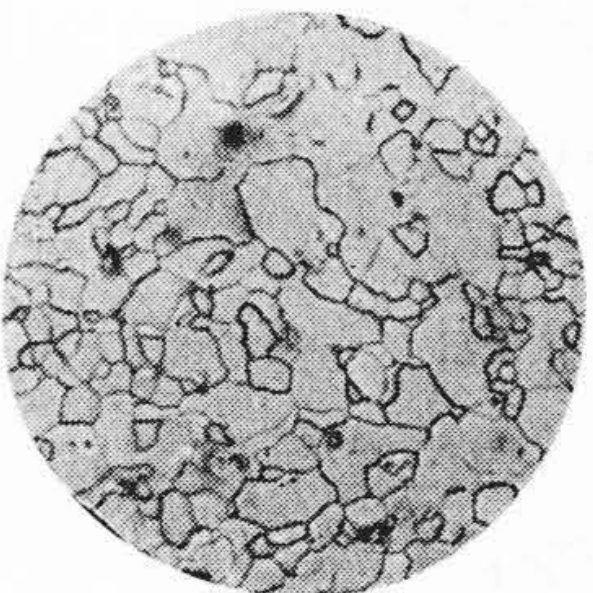
×400

600°C 1分 焼鈍 粒度5–9
第9図 部分的な一次再結晶



×125

1,100°C 3分 粒度2
第12図 二次再結晶の生起



×125

700°C 3分 粒度8–9
第10図 完成した一次再結晶

与え、1~7%, 焼鈍温度は850°Cとした。このように結晶粒を成長させることはすぐれた磁性を得るためにも重要であるが、二次再結晶の方位が(120)–[001]にならない程度に止めることが、磁気増幅器用鉄心のようにならぬ問題となる鉄心には必要である。なお、数

ミリメートル以上に再結晶したものの極点図は積分によつても作成困難なので、数個の結晶のラウエ写真および第6図のように腐蝕像より判定した。

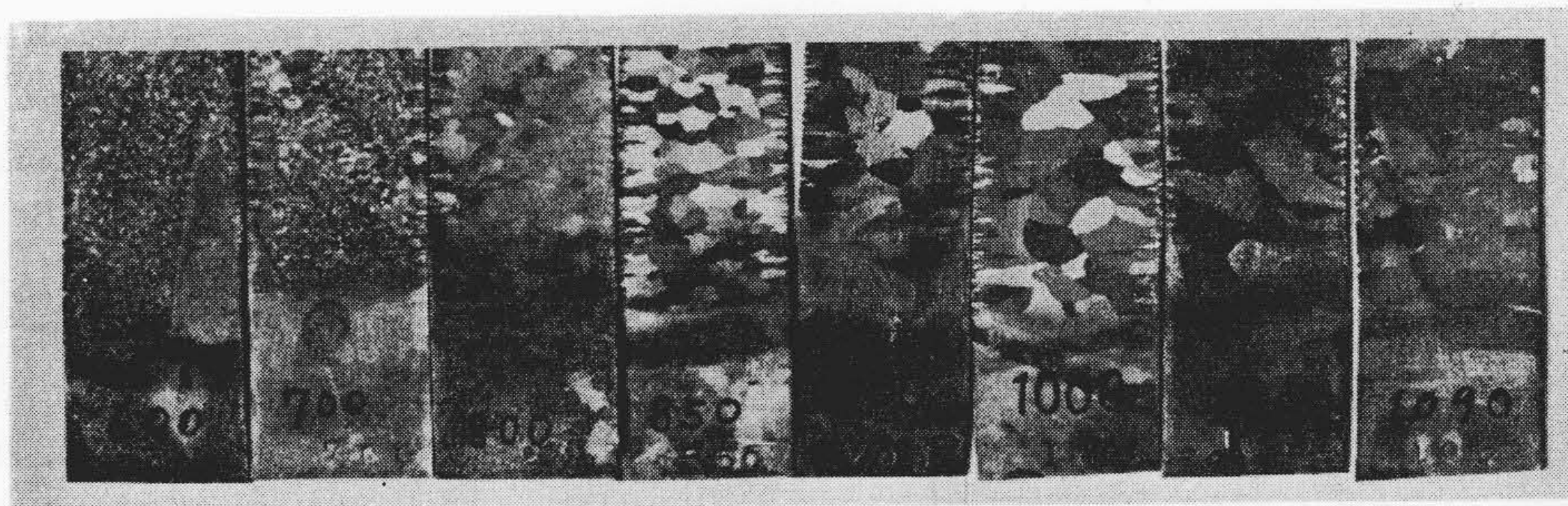
3. 張力ひずみ-焼鈍による結晶成長

3.1 実験方法

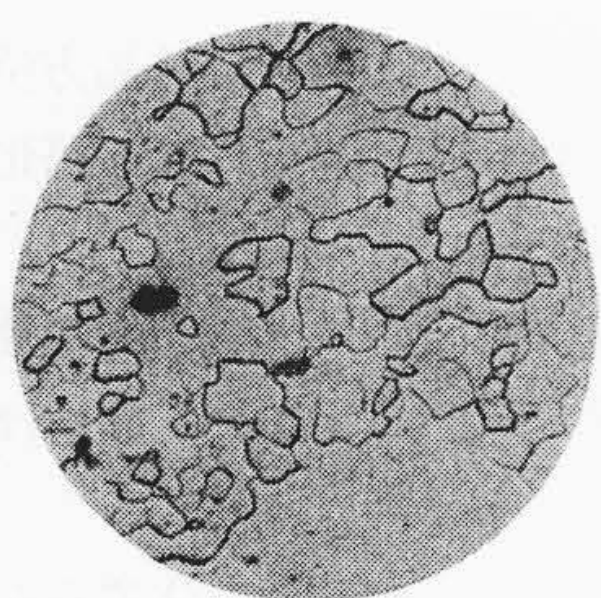
最終冷圧率を70%とした第1表の化学成分をもつ0.35mm厚さの試料を500~1,200°Cに焼鈍し、一次および二次再結晶の起り方を調べた。またこの試験片を平行部分が50×250mmとなるよう仕上げて10tアムスラー試験機により種々の張力ひずみを与えて、結晶成長の変化を調べた。磁性は10×250mmに切断後H₂中焼鈍を行い、N. S. 導磁率計により測定した。

3.2 実験結果および考察

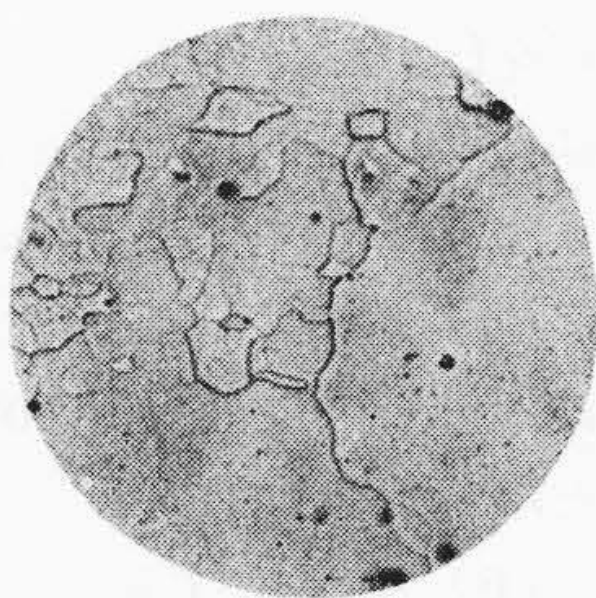
第7図は温度および時間による再結晶粒度の変化を示



表示温度に3分 焼鈍後, 2%伸し, 1,200°C 1時間 H₂ 中焼鈍
第13図 張力ひずみ—焼鈍法による結晶粒度の変化



850°C 3分 2%伸長3回
くり返し ×125
第14図 くり返し加工
による混粒の発生



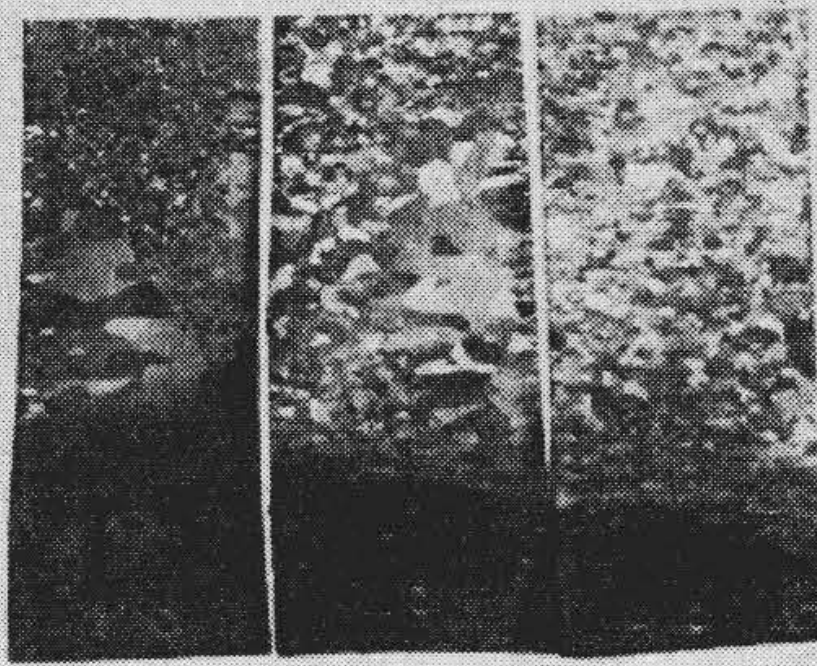
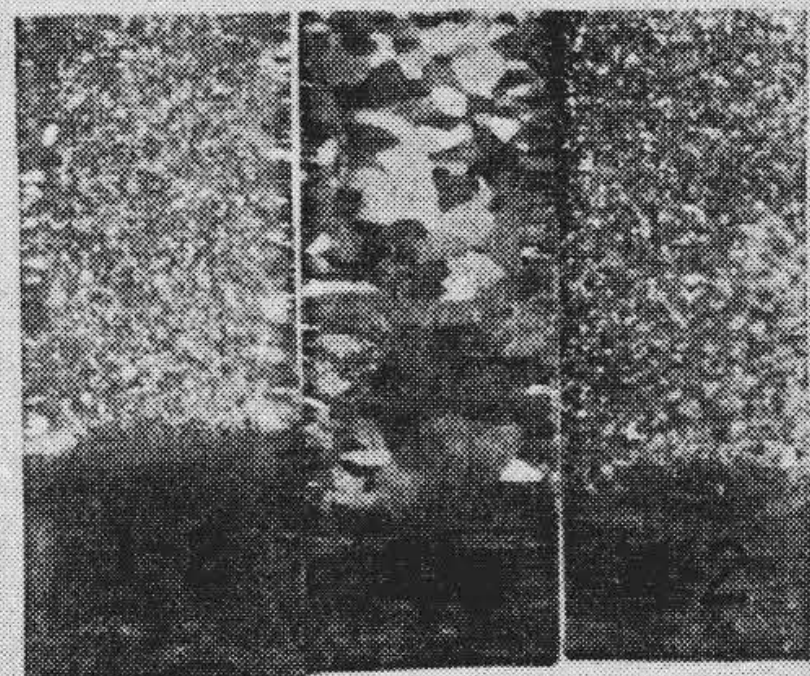
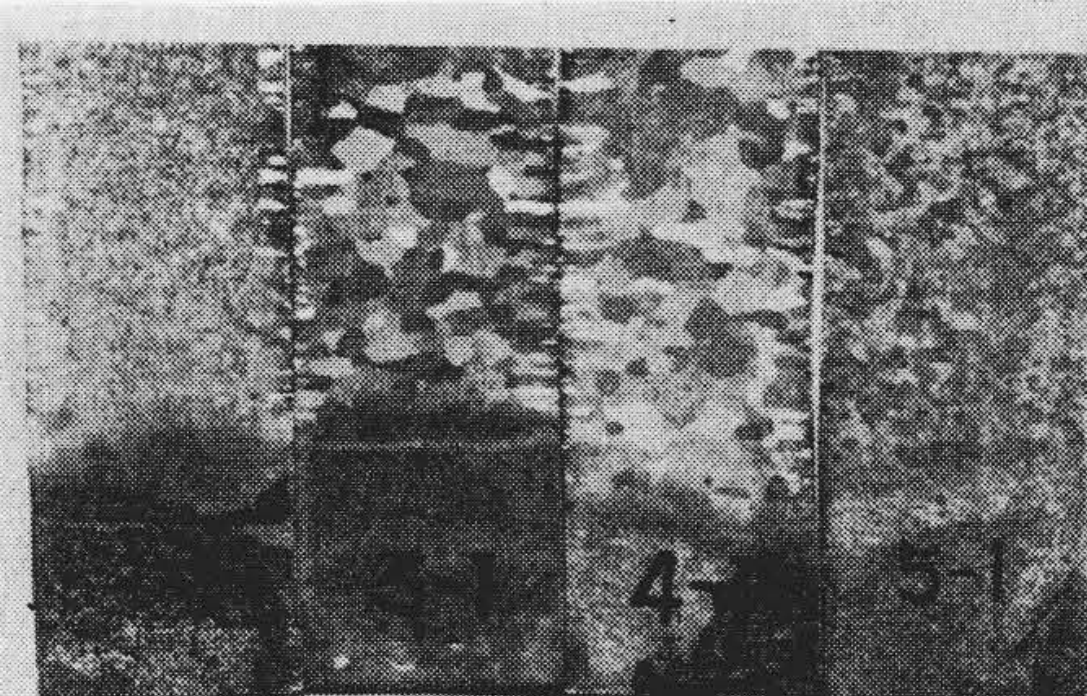
850°C 3分 4%伸長3回
くり返し ×125
第15図 くり返し加工
による混粒の発生

している。再結晶のまったく起らない領域では第8図のような組織を示し、第9図のように部分的に細かに再結晶を通じ、次第に第10図のように全面に細かく発展する。この結晶粒も温度および時間の増すとともにわずかに成長して、第11図のようになり、さらに温度または時間が増加すると、第12図のような二次再結晶を起す。一次再結晶は 500°C においては10時間保持しても生起せず、550°C では3時間で約半分、5時間でほとんど再結晶を完了する。600°C では1分の保持でも再結晶は開始し、1時間の保持で完了する。二次再結晶は 1,000°C 3分で約 10%, 2時間でほとんど完了する。1,100°C では1分の保持でも二次再結晶組織を示す。

第13図は 600~1,090°C の温度に3分保持し、アムスラー試験機により2%伸ばし、それを 1,200°C に1時間焼鈍したものの肉眼写真である。試験片の大きさは20×50mm であるから粒度の比較ができよう。温度とともに結晶粒は大きく成長していく。

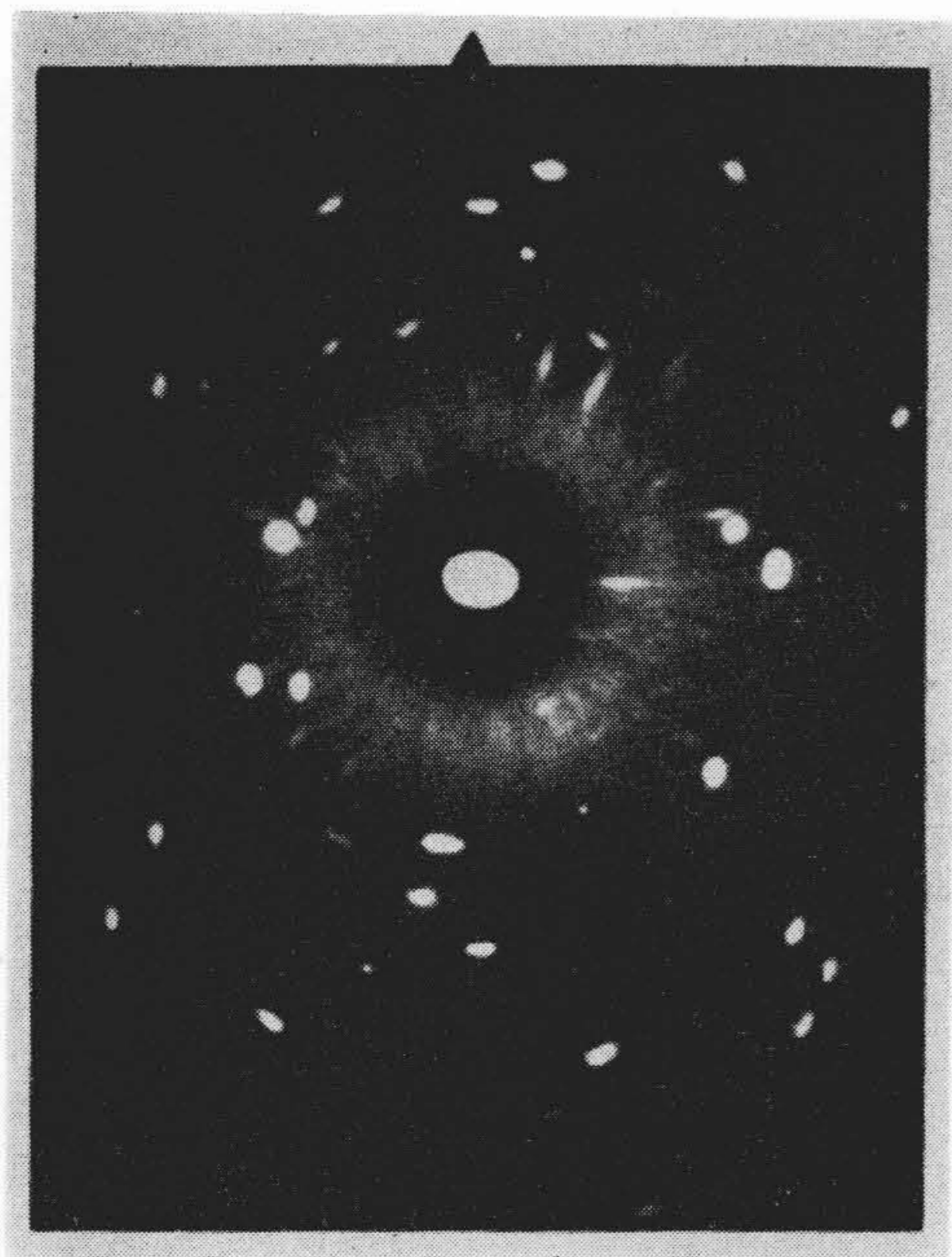
焼鈍—ひずみのくり返しにより第11図のような組織は第14, 15図のように混粒となる。このような加工回数による高温焼鈍後の粒度の変化を第16図に示す。

第14, 15図のような混粒が高温焼鈍前に生じると、その後そろつた大きな結晶とはならない。第14図の大きな再結晶は、第17図のラウエ写真に示すように、ほかの小さい結晶よりも早く内部ひずみを失なつた (110)—[001] 方位に近いものである。この点は焼鈍—加工のくり返しにより、45度ではなく90度を周期とする磁場内回

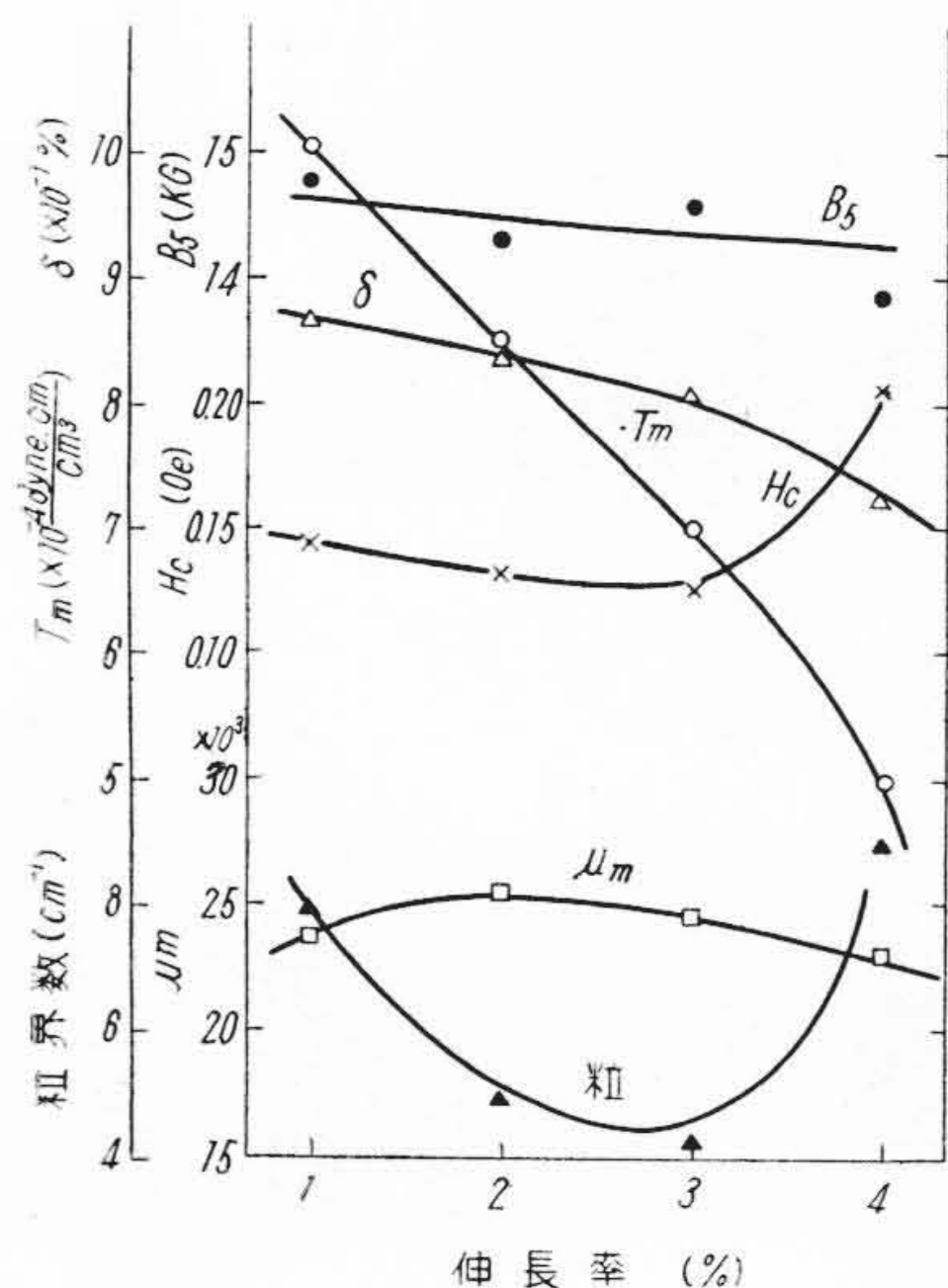


第16図 張力ひずみ—焼鈍のくり返しによる結晶粒度の変化 × 2/3
850°C 3分焼鈍後表示伸長を行い、それを表示数だけくり返し、1,200°C 1時間の H₂ 焼鈍を行つたもの。

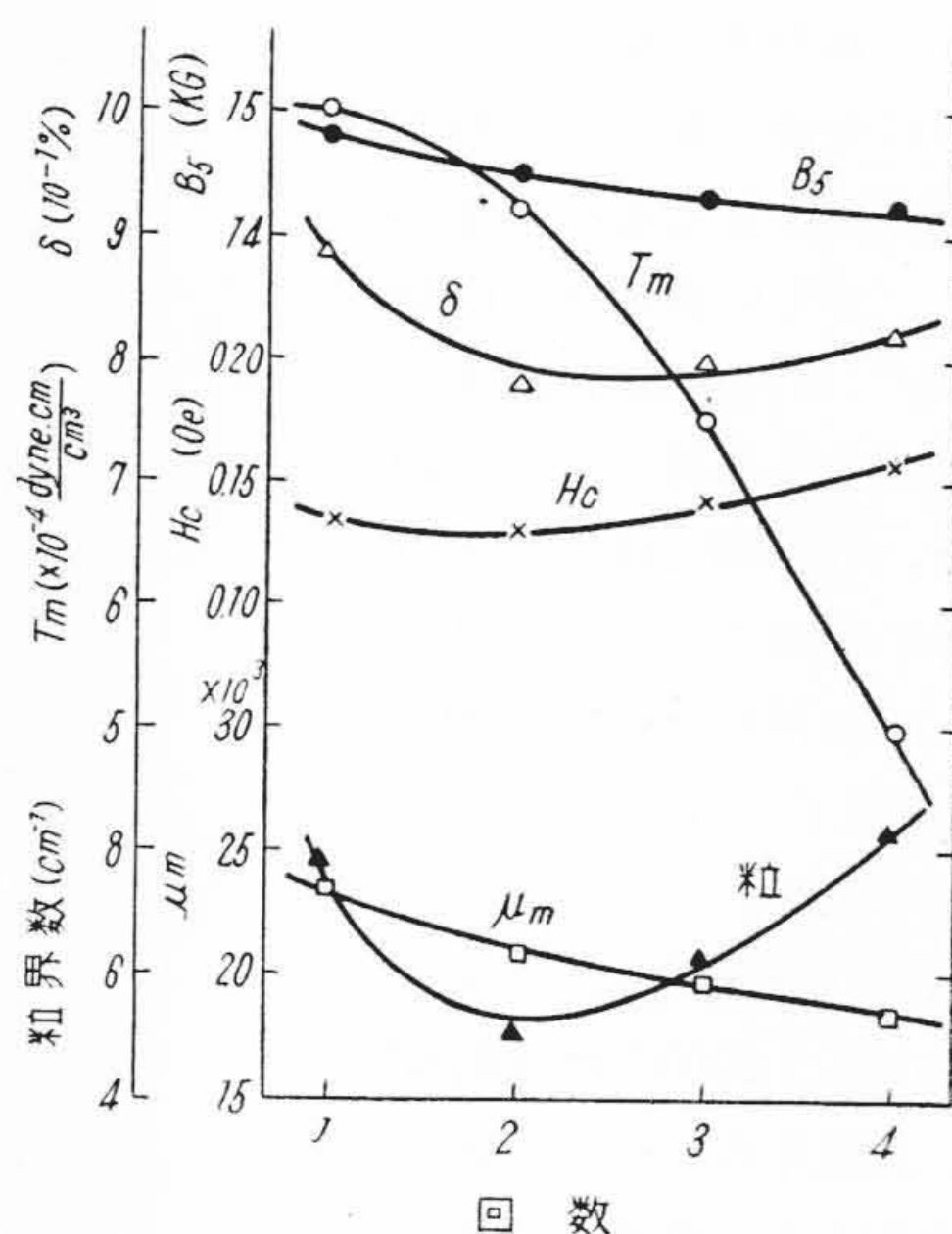
転力の T_m が増すことから理解される。しかし第18, 19図の高温焼鈍後の磁性に示すように、高温焼鈍以前に顕著な磁氣的に有利な (110)—[001] 方位を生じさせることは、この方位の生じた温度以上で、別の、かえつて磁氣的に不利な方位(たとえば (120)—[001] など)の二次再結晶を起させ、 T_m などが低下するのであろう⁽⁹⁾。ただ粒の小さいものに比べては磁性がすぐれ、また Hc



対陰極 W, 電圧 50kV 電流 10mA, 露出 30 分
第 17 図 くり返し加工試料のラウエ写真
(第 14 図の試料)



(加工回数1回)
第 18 図 張力加工率(伸張率)と磁性



(加工率1%の場合)
第 19 図 張力加工回数と磁性

は T_m のように悪化しない点からみて, トランス用鉄心などのように δ の問題でない場合は焼鈍—ひずみの加工法の結晶成長が最もすすむ, 950~1,100°C 焼鈍 1~3% 加工を行い, 高温 H_2 焼鈍を行うのもすぐれた方法であろう。

4. 結 言

(1) 異方性珪素鋼板に要求される磁性は, 使用目的

により三大別できる。(i) μ_0 , μ_m , B_{10} , H_c のすぐれていること。 Br は問題でない。(ii) H_c , μ_m , B_{10} および δ ($=\frac{Br}{B_{10}}$) のすぐれていること。すなわち矩形ヒステリシス。(iii) ひずみを加えた状態で μ_m , B_1 などのすぐれていること。

(2) 前項 (ii) の磁気増幅用鉄心に要求される磁性をうるには, 異方性と結晶粒の管理が重要である。

(3) 異方性は $[110]$ を中心に集積し, 高温 H_2 焼鈍前に, (111) — $[11\bar{2}]$ 方位に強く集まる。焼鈍後は (110) — $[001]$ を示す。

(4) いわゆるひずみ—焼鈍加工による結晶粗大化処理を行うと, (111) — $[11\bar{2}]$ 方位からずれ, 再結晶方位は (120) — $[001]$ が多く, H_c , B_{10} などはそれほど悪化しないが, T_m および δ は悪化する。

(5) 70%強冷圧したものは 550°C 10時間以上の焼鈍で一次再結晶を, 1,000°C 2時間以上で二次再結晶をほとんど終了する。

(6) 張力ひずみ—焼鈍の加工法をとると, ひずみを加える焼鈍温度が高いほど, またひずみ率×回数が約 3 となると, ひずみを加えたあとの, さらに高い温度での焼鈍で最も大きく結晶が成長する。

(7) この張力ひずみ—焼鈍の加工法で, 部分的に大きく結晶の成長したものは, その後の高温焼鈍によってもそろった結晶とならず, 磁性も劣る。

最後に本研究を遂行するにあたり, 試料作成に便宜を図られた日立金属工業株式会社安来工場吹野課長, そのほか関係諸氏に深謝する。

参考文献

- (1) 通信用材料 日刊工業新聞社 (昭 31-4)
- (2) H. F. Storm: Magnetic Amplifiers (1956)
- (3) 萩原, 渡辺: 日立評論 38 (1956-12) 65
- (4) H. J. Williams, R. M. Bozorth, W. Shokley: Physiaal Review 75 155 (1949-1)
- (5) Borretl: Structure of Metals (1952) Mc Graw Hill
- (6) R. M. Bozorth: Ferromagnetism (1952) Bell
- (7) 茅: 強磁性 (1952) 岩波
- (8) ARMCO: 日本特許公報 昭 26 7504
- (9) 五弓, 阿倍: 珪素鋼板 (昭 30-7) コロナ社