

氏名	川崎 宏一
学位（専攻分野）	博士（学術）
学位記番号	総研大甲第7号
学位授与の日付	平成4年 3月16日
学位授与の要件	数物科学研究科 放射光科学専攻 学位規則第4条第1項該当
学位論文題目	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
論文審査委員	主査 教授 安藤 正海 教授 岩崎 博 教授 松下 正 教授 入戸野 修（東京工業大学） 助教授 大隅 一政 助教授 雨宮 慶幸

## 論文内容の要旨

### (研究の狙い)

現代の工業を支える「材料」はそれが素材の状態から出発し、圧延、成形、加熱などの工程を経て実用の段階に到達するのであるが、この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。例えば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（1233 K）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。ただTannerらにより放射光を用いるX線トポグラフィによる再結晶過程の観察が行われた例があるが、X線フィルムによる検出法を採用したため、満足すべき結果を得るに到らなかった。従って依然として電磁鋼板の高温再結晶過程は不明のまま残されており、巨大粒化および結晶方位集中化という特異な現象に対し、間接的、断片的情報をもとに諸学説が提案されていて混沌とした状況にあるといえる。

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、それを用いてミ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。このような観察により電磁鋼板の巨大粒化および結晶方位集中化過程が把握され、工程制御による材料特性改善の可能性が開けて来る。また金属材料の製造工程における組織変化の研究のための新しい手法を導入することも本研究の狙いの一つである。

### (研究の方法)

実用材料であ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  
と形の変化、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ミク  
ロな実態が総合的に捉えられることになる。

(新しい知見)

#### ☆手法開発

##### ○動的観察用加熱炉

高温加熱が可能(最高1573 K)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線の吸収が小さい加熱炉を開発した。温度均一性及び温度  
追従性を改善するため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」を考案した。温度  
の均一性は5 mm×5 mmの領域で1233 Kにおいて±2 K以内、温度追従性は  
2 K/sである。窓材は入射側はベリリウム箔、出射側はカーボン板とした。

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。これはパルスモーターと減速歯車によりチャックを一定速度で移動させる  
機構を持っている。

##### ○放射光極点図動的測定法

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試料の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。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。実験は高エネルギー物理学研究所放射光実験施設の  
BL-3Aにおいて行った。放射光をモノクロメータで0.06 nmの波長に  
単色化し、モノクロメータ結晶を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40 sであった。

## ☆電磁鋼板の高温再結晶過程

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

1. 1233 K に加熱直後から著しい再結晶が観察されるまでの間に潜伏期間が存在する。
2. 潜伏期間では結晶粒が生滅する“ゆらぎ現象”が存在する。
3. 潜伏期間を経て(110)[001]方位粒が爆発的に成長する。
4. 試料に引張歪を加えると(110)[001]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

1. 高温再結晶過程において最初に出現するのは(110)[001]方位粒であるが、それに遅れて他の方位の結晶粒が現れる。
2. 結晶粒の形は不規則である。
3. (110)[001]方位粒の成長速度は直径に換算し約0.01 mm/s と他の方位の粒の速度の約2倍である。
4. 引張歪を附加した場合は(110)[001]方位粒は他の方位の粒より遅れて出現する。

### ○放射光動的顕微トポグラフィ

1. 再結晶界面は凹凸が多い。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する。
2. 次の3種類の典型的移動挙動がある。1)移動速度0.05~0.2 mm/s の爆発的移動、2)移動速度0.01~0.02 mm/s の定常的移動、3)停滞。

☆(110)[001]方位粒はゴス方位粒とも呼ばれるが、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。

## 論文の審査結果の要旨

川崎宏一君の論文は放射光 X 線の高輝度性を生かして電磁鋼板の高温における再結晶過程の動的観察を回折法により行った研究をまとめたもので、大別して研究法の開発の叙述とそれによって得られた成果の叙述の 2 つの部分より成る。

電磁鋼板は発電機、変圧器などの鉄心材料として広く用いられており、その性質は 1 2 3 3 K の温度で加熱することにより著しく改善されることが知られているが、この加熱過程において材料内におこるマイクロ構造的変化のメカニズムは不明のまま残されていた。そこで本研究においてはまず材料を高温に保持し、放射光 X 線回折実験が効率良く行えるための高性能加熱炉を製作した。この炉は試料全体にわたる温度の均一性に優れており、加熱中に試料に引張り応力を加えることのできる機構も備えている。さらに電磁鋼板の結晶粒方位分布の変化を追跡するための放射光極点図動的測定法を開発した。これは 4 軸回折計の試料ステージに上記の高性能加熱炉を取り付け、試料を一定角度にわたり回転させ、それからの特定のブラッグ反射、たとえば 2 0 0 反射、を回転に同期して平行移動する高感度面積型 X 線検出器、イメージングプレート、に記録することにより、極点球上の二次元的方位分布を測定するもので、従来の極点図測定法に比べて 4 桁も短い時間で目的を達成することができる。試料の回転運動を繰り返し、検出器の平行移動を連続させることにより、方位分布の時間変化の追跡が可能である。

この方法と放射光ラウエトポグラフ法を併用することにより以下のような知見を得た。1 2 3 3 K に昇温しても、電磁鋼板の結晶方位分布には直ちに変化が生ぜず、小さな結晶粒が生滅を繰り返す、いわゆる「ゆらぎ」現象が存在する。約 2 0 0 秒経過すると急激な結晶粒の集中化が始まり、(1 1 0) [0 0 1] 方位をもつ結晶粒が成長する。それに遅れて他の方位の結晶粒も成長を始めるが、前者の方位の結晶粒の成長速度が大きく、材料体積内で優位を占めて

再結晶が終わる。(110) [001] 方位結晶粒の平均成長速度は0.01 mm/秒である。結晶粒の形は一般に不規則で、突出部の方が成長速度が大きい。加熱と同時に試料に引張り応力を加えると、(110) [001] 方位結晶粒の成長が著しく抑制される。これは電磁鋼板の性質改善の要因となっているこの結晶粒の優先成長の駆動力には応力が関係していることを示唆している。

以上の研究は数物科学研究科放射光科学専攻の博士学位論文としての内容に値し、さらに新しい研究法の開発、材料の組織変化のミクロなメカニズムについての新しい知見の獲得と専門的にも総合的にも極めて優秀な研究業績を挙げていると判断した。