# 強圧下冷間圧延された純Fe、Fe-0.3mass%Si合金、Fe-0.3mass%Al合金の再結晶挙動と集合組織形成に関する研究

# 強圧下冷間圧延された純 Fe、Fe-0.3mass%Si 合金、Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶挙動と集合組織形成に関する研究

Study on recrystallization behavior and texture development of severely cold-rolled pure Fe, Fe-0.3mass%Si alloy, and Fe-0.3mass%Al alloy

金沢大学大学院　自然科学研究科

機械科学専攻

冨田　美穂

要約

The mechanism of recrystallization texture development is well known to depend on the chemical composition of materials, cold-rolling reduction, and annealing conditions. This study places a focus on discussing recrystallization behavior and the development of recrystallization texture for severely cold-rolled pure Fe, Fe-0.3mass%Si alloy, and Fe-0.3mass%Al alloy. In severely cold-rolled pure Fe with 99.8% reduction, recover and recrystallize commenced from a low temperature. After recrystallization completed, the resulting recrystallization texture was similar to that of the original cold-rolling texture. During grain growth stage, the recrystallization texture changed into the strong {100}<012> component presumably by the selective growth of recrystallized grains governed by the size effect. In Fe-0.3mass%Si alloy, recovery hardly progressed, and recrystallized grains with {411}<011> and {411}<148> preferentially nucleated at an early stage of recrystallization. The {411}<148> texture significantly increased at the expense of recrystallized grains with other orientations during normal grain growth. In Fe-0.3mass%Al alloy, recovery started from a low temperature, similar to the case of pure Fe. With the progress of recrystallization, {100}<012> and{111}<112> orientations were intensified. In the following normal grain growth, {100}<012> texture further increased. The simultaneous exploitations of X-ray line profile analysis and Transmission Electron Microscopy revealed that these differences in recovery and recrystallization behaviors between pure Fe, Fe-Si and Fe-Al alloys are inferred that Si and Al hindered the movement of screw dislocation by suppressing cross slip. Moreover the effect of Si is more enhanced than that of Al presumably due to the strong interaction between Si and dislocation/vacancy.

従来の研究において検討例の少ない圧下率 99.8%の強圧下の冷間圧延した純 Fe、Si 添加鋼、Al 添加鋼の再結晶挙動と集合組織形成について、系統的に取り組みまとめた。

強圧下冷間圧延された純 Fe の再結晶集合組織の形成過程を詳細に調べた結果、圧下率 99.8%材の冷間圧延集合組織は強いα-繊維状集合組織(RD//<011>)であり、その加工組織は通常の圧下率の場合と異なり、高ひずみ状態であることを明らかにした。この高ひずみ状態のα-繊維状集合組織は極めて低温から回復が進行し、再結晶初期の段階からα-繊維状集合組織に属する{100}, {211}, {111}, および{411}方位を有する再結晶粒が、加工組織中に比較的ランダムな位置に発生した。再結晶完了直後は冷間圧延集合組織と同じα-繊維状集合組織が維持されており、再結晶の進行に伴って結晶方位が変化しない連続再結晶的な組織変化を示した。このα-繊維状集合組織は、その後の再結晶粒の正常粒成長過程において、方位選択的な成長により{100}<012>方位が発達した。

再結晶集合組織形成に及ぼす Si や Al の影響を調べるため、99.8%の強圧下冷間圧延された Fe-0.3mass%Si 合金および Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶挙動と集合組織の発達について調べた。

Fe-0.3mass%Si 合金では回復が抑制され、再結晶の開始によりビッカース硬度が大きく低下した。再結晶初期の段階には{411}<011>～{411}<148>方位を有する再結晶粒が多く見られ、配向核生成機構によって再結晶集合組織が形成されたと考えられる。その後の再結晶粒の正常粒成長により、{411}<148>方位が方位選択的に増加することが明らかになった。

Fe-0.3mass%Al 合金では回復初期においてラス状組織からサブグレインの粗大化とその等軸化が進行した。この挙動は強圧下冷間圧延された純 Fe と類似していた。再結晶初期の段階では再結晶核は比較的多様な方位を有しており、Si 添加鋼よりも配向核生成の傾向は弱いと考えられる。再結晶の進行に伴い、{100}<012>と{111}<011>～{111}<112>方位への集積が見られ、その後の再結晶粒の正常粒成長過程では{100}<012>方位が方位選択的に成長した。

Si 添加鋼および Al 添加鋼で見られた再結晶粒の正常粒成長過程における方位選択

的な粒成長は、必ずしもサイズ効果では説明できなかったことから、今後、粒界易動度や粒界エネルギーの粒界性格依存性を考慮する必要があると考える。

さらに、純 Fe、Si 添加鋼および Al 添加鋼で見られた集合組織形成機構の違いを明らかにするため、再結晶に伴う転位密度および転位組織の変化を X 線ラインプロファイル解析(XLPA)と TEM 観察により調べ、添加元素が転位挙動や回復、再結晶に及ぼす影響を調べた。Si 添加鋼および Al 添加鋼の冷間圧延ままの材料では、純 Fe に比べて刃状転位の割合が高かった。純 Fe では、回復初期に刃状転位、らせん転位ともに大きく低下したが、Al 添加鋼および Si 添加鋼では刃状転位のみが低下した。このことから Al 添加鋼および Si 添加鋼では、回復の初期過程において刃状転位が上昇運動により消滅したと考えられる。一方、回復後期において Si 添加鋼は転位密度がほとんど低下せず、転位組織の変化も小さかった。

純 Fe や Al 添加鋼では、再結晶初期からラメラ状の転位組織中に、周囲の未再結晶粒と同じ方位を有する粗大なサブグレインが形成され、その場再結晶的な挙動を示した。一方、Si 添加鋼では回復が抑制され、不連続再結晶的な挙動を示した。これは Si が転位運動を阻害したことに因ると考えられ、XLPA による転位挙動解析結果とも良く一致する。しかしながら、Si や Al と転位との相互作用の本質については、今後さらなる詳細な検討、例えば転位芯構造の計算材料科学による評価や TEM 観察によるその検証が必要であると考える。

平成２９年２月３日

# 学位論文審査報告書（甲）

１．学位論文題目（外国語の場合は和訳を付けること。）

強圧下冷間圧延された純 Fe, Fe-0.3mass%Si 合金, Fe-0.3mass%Al 合金の再結晶挙動と集合組織形成に関する研究

２．論文提出者 (1) 所　　属　機械科学　専攻

(2) 氏　　名　富田　美穂（ふりがな：とみた　みほ）

３．審査結果の要旨（600～650 字）

当該学位論文に関し，平成２９年２月３日に第１回学位論文審査委員会を開催し，提出された学位論文および関連資料について詳細に審査した．同日に口頭発表の後，第２回学位論文審査委員会を開催し，慎重に協議の結果，以下の通りの判定をした．

本論文は，ハイブリッド車や電気自動車などのモータに使用される無方向性電磁鋼板の高機能化指針を提示することを目的としている．すなわち，前例の殆どない圧下率 99.8%の強圧下冷間圧延を施した純 Fe, Fe-0.3%Si 合金および Fe-0.3%Al 合金の再結晶挙動や集合組織の発達を詳細に研究した．１）純 Fe の場合には，通常の圧下率では再結晶しない圧延方向//<011>領域からも再結晶粒が形成され，再結晶完了までは大きな結晶方位の変化はなく，その場再結晶的な挙動を示した．しかし，その後の正常粒成長で{100}<012>集合組織が著しく発達した．２）Fe-Al 合金は純 Fe に近い挙動を示す．Fe-Si 合金は，{411}<148>の優先方位を持つ再結晶粒が核生成し，再結晶完了後も方位選択的に成長する．３）X 線ラインプロファイル解析と透過電子顕微鏡観察を併用し，加工・回復・再結晶時の転位挙動を調査した．純 Fe への Si 添加は，加工時に交差すべりを抑制し，また焼鈍時に格子欠陥と強く相互作用し回復を抑制することを明示した．

以上のように，本論文はモータのさらなる高機能化への貢献が期待できる貴重な新知見を示すものであり，学術的にも工業的にも価値が高く，博士（工学）の学位に値すると判定した．

４．審査結果　(1) 判　　定（いずれかに○印）　合　格　・　不合格

(2) 授与学位　博　士（　工学　）