

(561) 放射光白色X線トポグラフィによる 3%珪素鉄結晶のサブグレイン観察

新日本製鐵(株) 分析研究センター ○ 岡本正幸 松尾宗次

I. 緒言

帯溶融法 (Floating zone melting) により成長させた3%珪素鉄単結晶において、成長方向に平行な条状模様 (striation) が生じることが知られている¹⁾。この模様は結晶成長時にできた副結晶粒界と考えられている。また一次再結晶組織の3%珪素鉄板に温度勾配を与えて高温焼鈍を施すと、二次再結晶粒成長の方位選択性が高まり、(110)[001]方位への集積度が向上する²⁾。これらの優先成長した二次再結晶粒においても、成長方向に沿った条状模様の認められることがある。さらに通常の一方向性電磁鋼板の二次再結晶組織にも、副構造を観察することができる。このような副構造は二次再結晶粒成長の際に形成されたもので、それを解析することは二次再結晶粒成長挙動の解明につながるものと考えられる。副結晶構造の観察法としては種々の手法が用いられているが、bulk材料について内部構造を広い範囲にわたって、場所的対応を保ちながら観察できる方法としてX線トポグラフィ (回折顕微法) が最も適している。本報では、高分解能で同時に多数の回折面について観測可能なシンクロトロン放射光を利用した白色X線 (ラウエ斑点) トポグラフィにより副結晶構造の実態とその形成過程を調査した。

II. 実験方法

(1) 試料: 高磁束密度一方向性電磁鋼板素材を脱炭焼鈍後、被膜なしで実験室において10 deg C/cmの温度勾配下で10 deg C/hrの昇温速度または25 deg C/hrの均一な等速昇温により1080°Cまで加熱した。昇温途中で二次再結晶粒成長過程観察のためのサンプリングを行った。

(2) X線トポグラフィ: 高エネルギー物理学研究所放射光施設において白色X線トポグラフィにより、二次再結晶粒の副結晶構造を観察した。X線ビーム径は6~10mm、回折像は原子核乾板により撮影した。

III. 実験結果

(1) 二次再結晶粒内の局所的な結晶格子の乱れ: いずれの昇温方法によっても、加熱途中の試片ではラウエ斑点は不均一な濃度分布あるいはストリークを示す。とくに二次再結晶初期の一次再結晶粒との粒界近傍、競合成長する二次再結晶粒内、顕著に粗大化した二次再結晶粒周辺の二次再結晶粒内および喰い残り粒周囲において局所的な結晶格子の乱れが大きい。

(2) 二次再結晶粒の成長界面における副結晶境界の形成: 二次再結晶粒の成長にともない局所的な結晶格子の乱れは緩和され、副結晶境界の形成が徐々に進行する。副結晶境界発生の起点は、温度勾配焼鈍では喰い残り粒との粒界、均一昇温焼鈍では相接する二次再結晶粒粒界の局所的に乱れの大きい個所である。

(3) 副結晶境界の発達: 二次再結晶粒の粗大化したがい明瞭な副結晶境界が発達する。温度勾配焼鈍では喰い残り粒粒界近傍の乱れ模様が互いに連結していく。その結果 Fig. 1に示すようにネットワーク状の副結晶境界 (ミスフィット角: 約 0.1~0.2°, 境界間隔: 0.5~5.0mm) ができ、粒内に転位はほとんど残存しない。均一昇温焼鈍では同一温度まで加熱後、副結晶境界間の間隔が広く、ミスフィット角度が小さく、粒内に転位が散在している。

(4) 二次再結晶において、結晶粒は粒内とくに成長界面に多くの局所的な結晶格子の乱れを含みながら成長する。これは焼鈍方法すなわち粒成長挙動によっても異なる。二次再結晶粒成長理論の確立のためには、これらの事実を考慮した検討が必要である。



Fig. 1. Transmission Laue 211 spot of a secondary recrystallization grain grown by temperature-gradient controlled annealing.

文献

- 1) M. Polcarova et al.: J. Appl. Cryst., 13(1980), p.297.
- 2) 牛神義行他: 日本金属学会第96回講演大会講演概要集, p.373