

# ゴス方位珪素鋼単結晶にコーティングしたTi膜の 塑性変形後の形態観察

井口 征夫\*

Observation of Morphologies in Ti Films after Deformations of Ti-coated  
(011)[100] Si-steel Single Crystals

Yukio INOKUTI

**Synopsis :** In order to clarify the crack morphology after 180° bend-forming and bulge press-forming of Ti films deposited on (011)[100] single crystal of silicon steel, Ti coating by the hollow cathode discharge (HCD) method was done on polished single crystal sheets, and then the Ti-coated samples were 180° bend-formed or bulge press-formed, and then observed by the scanning electron microscope .

Ti-coated silicon steel of (011)[100] single crystal sample showed no distinctive crack in Ti films on steel sheet, on which slip lines at intervals of 1~5 μm to the [1210]<sub>Ti</sub> direction could be observed in a rectangular-like morphology 10~25 μm in width and 15~60 μm in length.

The slip morphology of bulge press-forming of Ti films was different from that of 180° bend-forming; the former process produced slips and kinks but no distinctive cracks due to the creation of a complicated slip systems arising from areal deformation, and the latter process produced fine single slips due to the creation of a single system arising from unidirectional deformation.

**Key words:** single crystal of silicon steel; (011)[100]; Ti film; crack morphology; bulge press-forming; 180° bend-forming; slip line; [1210]<sub>Ti</sub> orientation; coherency.

## 1. 緒言

(011)[100]方位の珪素鋼単結晶とフェライト系ステンレス鋼板上にTiをコーティングした後、180°曲げ変形したときのTi膜のクラック状況を走査型電顕により観察した結果を報告した<sup>1,2)</sup>。すなわち、

(1) 珪素鋼単結晶の試料では、Ti膜の明瞭なクラックが観察されず、長さ約20~60 μm、幅約10~25 μmの長方形形状中に1~5 μm間隔で[1210]<sub>Ti</sub>にスベリ線が観察された。さらに、Ti膜の[1210]<sub>Ti</sub>に直角方向、すなわち[0001]<sub>Ti</sub>に約50~200 nmの微細なスベリ線も観察された。

(2) ステンレス鋼板の試料では、筋状に曲がりくねった長さ約10~50 μmのTi膜のクラックが数多く観察された。その状況は、Ti膜が若干延伸されてクラックに至った。

上記の実験結果は、Tiコーティング後の180°曲げ変形、すなわち、一方向に塑性変形を加えた場合のコーティング膜におけるクラック形態の観察である。しかし、鋼板にコーティングした場合には、バルジ成形処理のような2方向の塑性変形(平面上の引張変形)後のコーティング膜におけるクラック形態の観察が重要である。

本報では、(011)[100]方位の珪素鋼単結晶表面にTiをコーティングした後、180°曲げ変形およびバルジ変形した

ときのTi膜の形態を走査型電顕により観察した結果について報告する。さらに、180°曲げ変形とバルジ変形処理との相違について考察する。

## 2. 実験方法

(011)[100]方位の珪素鋼単結晶板は次の方法で処理した。

まず、(011)[100]方位の珪素鋼単結晶は、0.23 mm厚の一方方向性珪素鋼板の製品板 [この素材成分はC: 0.043 mass%, Si: 3.31 mass%, Mn: 0.072 mass%, Se: 0.019 mass%, Sb: 0.023 mass%, Mo: 0.012 mass%] から採取した。この製品板は0.23×30×300 mmに切断し、その後1073Kで7.2 ksの歪み取り焼鈍を行った後、SST (Single Sheet Tester, 単板試験機)で磁気特性の測定を行った。この実験においては、出発素材の磁束密度が、二次再結晶粒の方位集積度と密接に関連しているため、まず磁束密度を測定して、 $B_g$ が1.93 T以上の試料を選別した。ここでの磁化特性は、磁化力800 A/mにおける磁束密度( $B_g$ ; T)を測定した。

これら珪素鋼板の絶縁被膜は、溶融NaOH中に浸漬して除去し、さらに10% HCl (353K)中に浸漬してフォルステライト下地被膜を除去した。この処理後においては二次再結晶粒の形状の判別が不可能であるため、磁気特性を測定した後、以下に示す処理により試料を特別に選別して本実験

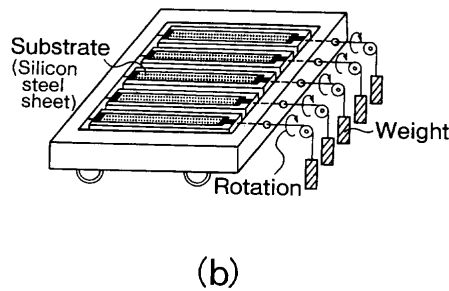
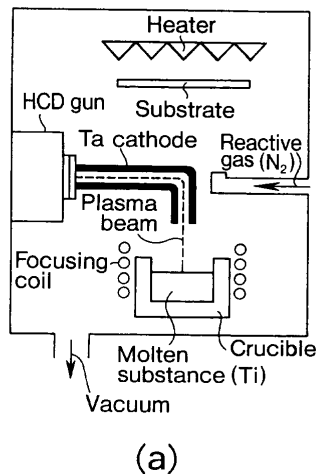


Fig. 1. Schematic diagram for (a) HCD ion plating apparatus and (b) holder for tension force.

に使用した。すなわち、珪素鋼板中に成長した大きな二次再結晶粒は、全自動単結晶方位測定装置<sup>3)</sup>を使用して、その方位が(011)面方位からの角度のずれが $ND < 1^\circ$ 以内、[100]軸方位からの角度のずれが $RD < 1^\circ$ 以内で、且つそのときの二次再結晶粒の粒径が20~30 $\mu\text{m}$ に大きく成長した理想的なGoss方位二次再結晶粒を有する試料のみを選別して、以後の実験に使用した。その後試料は、3% HFと97%  $\text{H}_2\text{O}_2$ で化学研磨して表面を平滑にした。なお、化学研磨後の試料表面は平滑で光沢のため二次再結晶を判別することは不可能となる。よって、化学研磨の前には二次再結晶粒の形状を記憶しておく必要がある。

化学研磨後の大きな(011)[100]方位の珪素鋼単結晶表面には、Fig. 1(a)の模式図に示すHCD法を用いてTiをコーティング(約1 $\mu\text{m}$ 厚)した。このときのHCDのコーティング条件は、投入パワー：20kW、真空度：0.035 Pa、バイアス電圧：-100 V、基板温度：673Kで行った。さらに、このTiのコーティングに際しては、Fig. 1(b)の模式図に示すように、試料に3.5 MPaの引張張力を付加し、且つ試料の表・裏面が均一に成膜できるように、一軸回転しながらコーティングできる治具を新たに作成して用いた。

Tiのコーティング後の試料は、Fig. 2の外観写真(a)に示すように、 $\phi 1.5\text{ mm}$ の丸棒状で180°の曲げ変形を行った。また、Fig. 2の外観写真(b)は、エリクセン試験機(島津製作所(株)製)を用いてバルジ成形処理した。この場合の成形高さは、前報の報告<sup>4,5)</sup>と比較するため、同じ塑性変形量になるように行った。その後のTi膜のクラックの電顕観察は、電界放出形電子顕微鏡(Hitachi S-4100)を用いて、加速電圧：15kV、電流：0.05 nAで観察した。

また、Tiコーティング後の一部の試料は、SSD付全自動正極点図測定装置を用いて、Tiの{1010}極点図とFeの{100}極点図を同時に測定した。なお、このときの試料の測定装置および方法は、前回の報告<sup>6)</sup>と同じ方法を用いた。

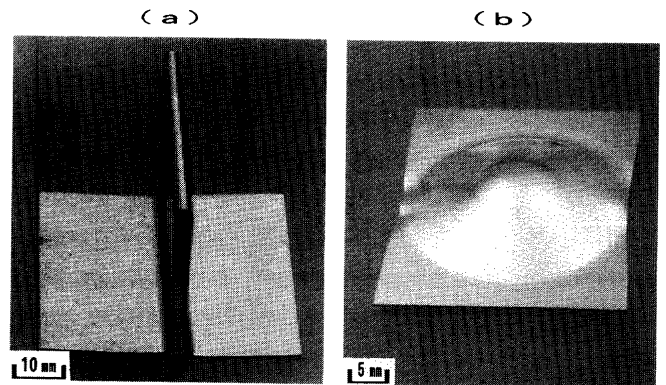


Fig. 2. Appearance of Ti-coated (011)[100] single crystal of silicon steel samples after (a) 180° bend-forming and (b) bulge press-forming.

### 3. 実験結果

Fig. 3(a)は、(011)[100]方位の珪素鋼単結晶にTiをコーティングし180°曲げ変形した後の電顕写真である。この写真は、(a')の写真中の $\otimes$ 領域の拡大写真である。

Fig. 3(a)の写真では、ステンレス鋼板、IF鋼板、珪素鋼多結晶板にTiをコーティングした後のバルジ成形処理の観察結果と異なり、Ti膜の明瞭なクラックが観察されず、[0001]<sub>Ti</sub>方向に約50~200 nmの微細なスベリ線が観察された。また、(a')の写真においても、Ti膜のクラックが観察されず、長さ約15~60 $\mu\text{m}$ 、幅約10~25 $\mu\text{m}$ の長方形状中に1~5 $\mu\text{m}$ 間隔で[1210]<sub>Ti</sub>にスベリ線が観察された。

Fig. 4(a)は、Tiをコーティングし、バルジ成形処理した後の同様の電顕写真である。この写真は、(a')の写真中の $\otimes$ 領域の拡大写真である。この場合もFig. 3(a)の写真の180°曲げ変形と同様、Ti膜の明瞭なクラックが観察されなかった。また、この場合のスベリ線の間隔は、Fig. 3(a)の180°曲げ変形と比較して約5倍程度広くなるとともに、黒の矢印で示すようなキンク状の形態も観察された。さらに、

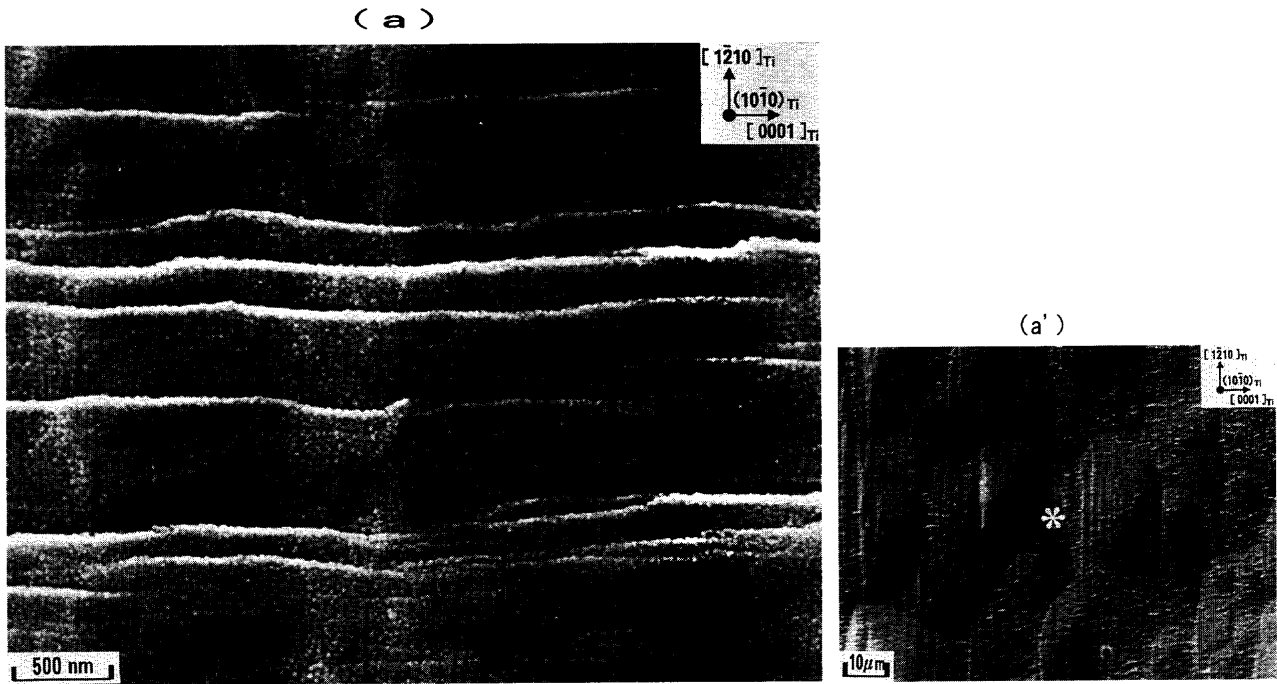


Fig. 3. (a) SEM photograph of the surface of Ti-coated (011)[100] single crystal of silicon steel sample after 180° bend-forming. (a') shows SEM photograph, \* mark of which represents enlarged area of Ti films.

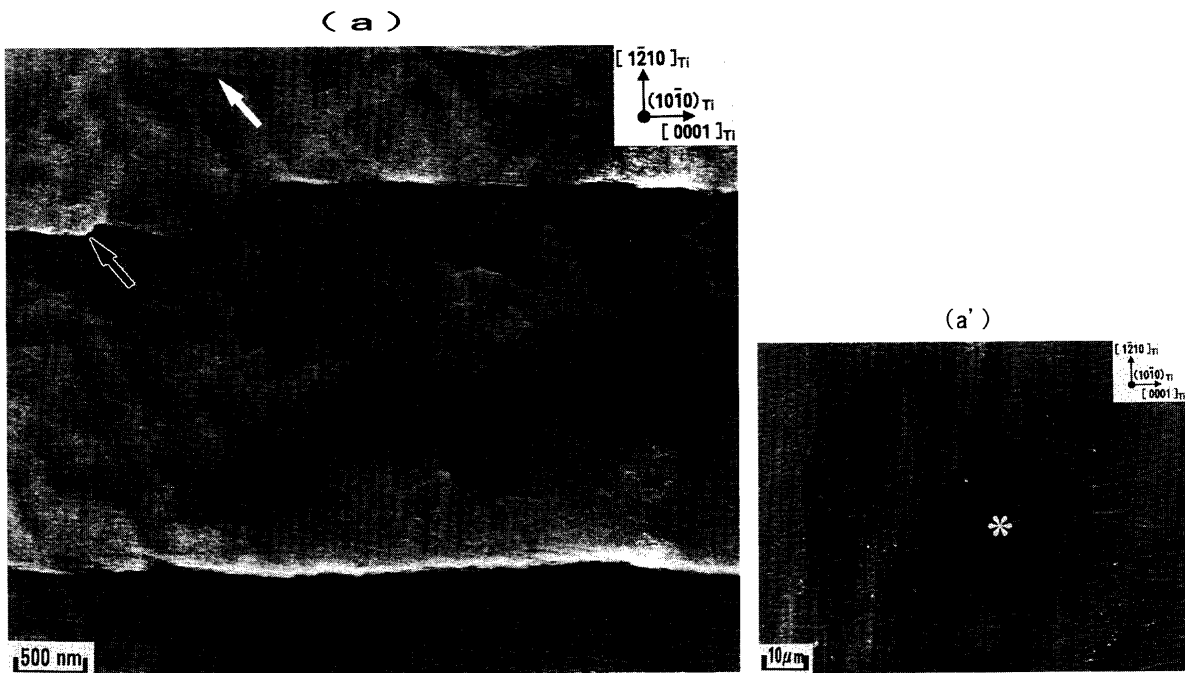


Fig. 4. (a) SEM photograph of the surface of Ti-coated (011)[100] single crystal of silicon steel sample after bulge press-forming. (a') shows SEM photograph, \* mark of which represents enlarged area of Ti films.

Fig. 4(a)の写真の上部には、白の矢印で示すように微細なスベリ線も観察された。

Fig. 5(a)は、(011)[100]方位の珪素鋼単結晶の Fig. 4と異なる試料のTiをコーティングし、バルジ成形処理した後の同様の電顕写真である。この写真は、(a')の写真中の\*領域の拡大写真である。 $[0001]_{Ti}$ 方向に波状の形態でスベリ線が観察されたが、このようなスベリ形態は珪素鋼単結晶上の凹凸のために観察されたものと考えられる。

Fig. 6に、(011)[100]方位の珪素鋼単結晶にTiをコーティングした後、SSD付全自動正極点図測定装置を用いて、Tiの $\{1010\}$ 極点図とFeの $\{100\}$ 極点図を同時に測定した結果を示す。Fig. 6の(011)[100]方位の珪素鋼単結晶における(A)のTiの $\{1010\}$ 極点図では、中心位置と真上下に3つの強い $\{1010\}$ 極【検出された3つの極は、すべて最強の11のピーク強度である。】が検出された。この極点図の解析から、Tiの優先方位は $(10\bar{1}0)[1\bar{2}10]$ である。一方、(B)の

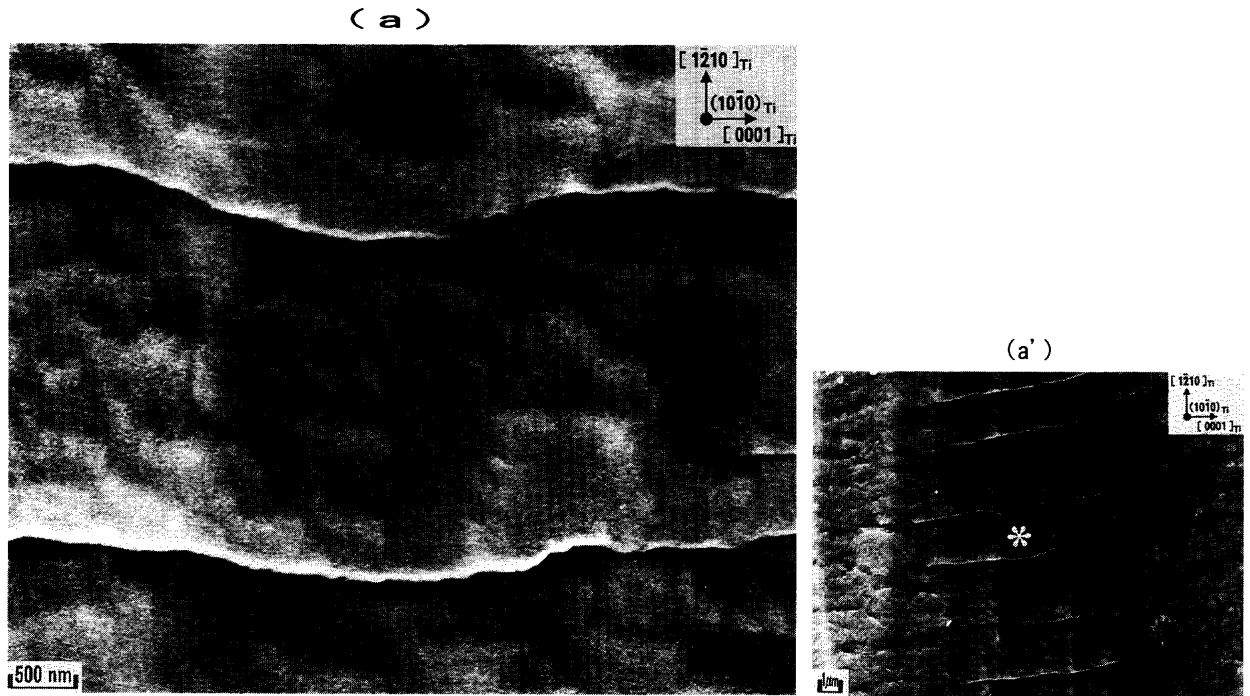


Fig. 5. (a) SEM photograph of the surface of Ti-coated (011)[100] single crystal of silicon steel sample after bulge press-forming. (a') shows SEM photograph, \* mark of which represents enlarged area of Ti films.

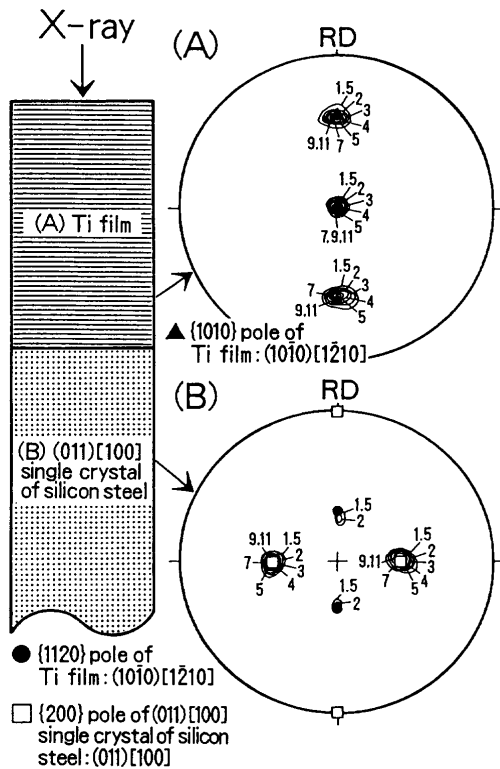


Fig. 6. (A)  $\{1010\}_{Ti}$  pole figures of Ti films and (B)  $\{100\}_{Si-steel}$  pole figures of single crystal of silicon steel.

(011)[100]方位の珪素鋼単結晶の $\{100\}$ 極点図は、2つのFeの強い $\{200\}$ 極【検出された2つの極は、最強の11のピーク強度である。】と2つのTiの弱い $\{1120\}$ 極【検出された2つの極は、2のピーク強度である。】が検出されたが、こ

の場合の珪素鋼マトリックスの優先方位は(011)[100]である。この実験結果は、前報<sup>6)</sup>の結果と同様であった。

#### 4. 考察

##### 4.1 珪素鋼単結晶にコーティングしたTi膜が塑性変形後においてクラックが発生しない理由

Fig. 6の(011)[100]方位の珪素鋼単結晶にTiをコーティングした後、SSD付全自動正極点図測定装置を用いてTiの $\{1010\}$ 極点図とFeの $\{100\}$ 極点図を同時に測定した結果から、両者の方位関係は

$$(10\bar{1}0)_{Ti} // (011)_{Si-steel}$$

$$[1\bar{2}10]_{Ti} // [100]_{Si-steel}$$

を満足すると考えられる。このときのTiとFe原子を整合させた場合の模式図をFig. 7に示すが、 $[1\bar{2}10]_{Ti}$ と $[100]_{Si-steel}$ の整合からの擦れ(ミスフィット)は、3.1%<sup>1,2)</sup>と良好である。

一方、本実験の(011)[100]方位の珪素鋼単結晶にTiをコーティングした後180°曲げ変形やバルジ成形処理した場合、Ti膜のクラックは観察されず、 $[1\bar{2}10]_{Ti}$ に大きなスベリ線とさらにこれと直角方向の $[0001]_{Ti}$ にスベリやキック状の形態が観察されることが注目される。なお、この場合のキック状の形態は、Fig. 4(a)の写真から明らかなように、 $[1\bar{2}10]_{Ti}$ と $[0001]_{Ti}$ は約90°を示している。

Fig. 8に、HCP構造の金属Tiの3つの基本的なスベリ<sup>7)</sup>方

向を模式図で示す。本実験の珪素鋼単結晶上にTiコーティング後、180°曲げ変形やバルジ成形処理した場合、Ti膜のクラックは全く観察されず、2つのスベリ方向、すなわち $[1\bar{2}10]_{Ti}$ と $[0001]_{Ti}$ が観察された。この実験結果をFig. 7の金属Tiの3つの基本的なスベリ模式図にあてはめた場合、(b)の $(10\bar{1}0)[1\bar{2}10]$ を示すと考えられる。この滑り方位

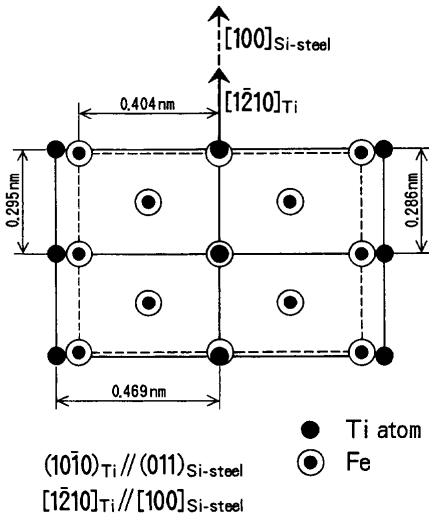


Fig. 7. Schematic diagram showing orientation relationship of Ti films deposited on (011)[100] single crystal of silicon steel.

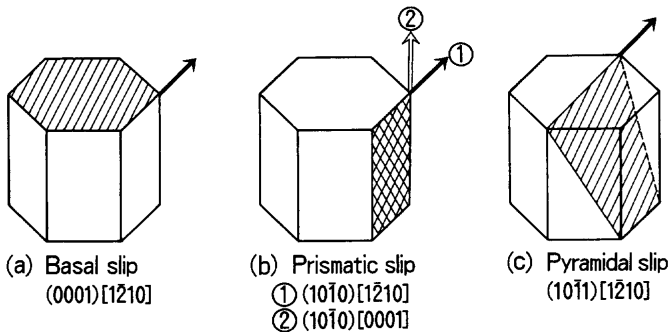


Fig. 8. Schematic diagram showing three basic slip systems of metallic Ti with HCP structure. Note that the notation ↑ in (b) shows  $[0001]_{Ti}$  direction.

に加えて、本電顕観察では、Fig. 6(b)の模式図中の↑で示すように、新たに $(10\bar{1}0)[0001]$ の滑り方位が付加されたと考えられる。すなわち、Ti膜のクラックが観察されない理由は、180°曲げ中にこの2つのスベリ方向が有効に作用したためと考えられる。とくに、Fig. 4(a)の黒矢印で示すキンは、約90°でこの2方向が $[1\bar{2}10]_{Ti}$ および $[0001]_{Ti}$ となっており注目される。また、従来の実験においてこのような $(10\bar{1}0)[0001]$ の滑り方位が観察されなかった理由は、理想的な $(011)[100]$ 方位の単結晶試料の上にTiコーティングを施して、 $(10\bar{1}0)[1\bar{2}10]$ 方位に配向した集合組織を有する実験を行わなかったためと考えられる。

一方、同様の方法でステンレス鋼板にTiをコーティングした後にバルジ成形処理した場合には、180°曲げ変形した場合と同様、Ti膜には無数のクラックが観察されることが明らかになった。Fig. 6のTi膜の集合組織は、珪素鋼単結晶とステンレス鋼板で全く異なることが注目される。これはTiのコーティングマトリックスの相違、すなわち、単結晶と多結晶の相違によるものと考えられる。事実、珪素鋼板の途中工程の多結晶板<sup>8)</sup>【二次再結晶前の脱炭・一次再結晶焼鈍板および圧延板を研磨した後のTiのコーティング処理を行った。】においてステンレス鋼板と全く同様のTi膜のクラックが観察されたことから、本実験の結果は、単結晶と多結晶の相違によると考えられる。

4.2 バルジ成形と180°曲げ変形との相違

Fig. 9は、 $(011)[100]$ 珪素鋼単結晶にTiをコーティングした後、(A)バルジ成形および(B)180°曲げ変形後のスベリ線の微細構造の観察結果の相違を模式的に比較して示したものである。(なお、このとき、Fig. 3(a')およびFig. 4(a')に示すように、低倍率で長さ約15~60 μm、幅約10~25 μmの長形状中に1~5 μm間隔で観察された $[1\bar{2}10]_{Ti}$ のスベリ線は、バルジ成形および180°曲げ変形ともほぼ同じ形態であるため、本考察から除外する。)

バルジ成形処理による塑性変形は、スベリ線が $[0001]_{Ti}$ にキンク状の形態とともに観察され、また、スベリ線の間隔も180°曲げ変形に比較して約5倍程度大きいことが指摘

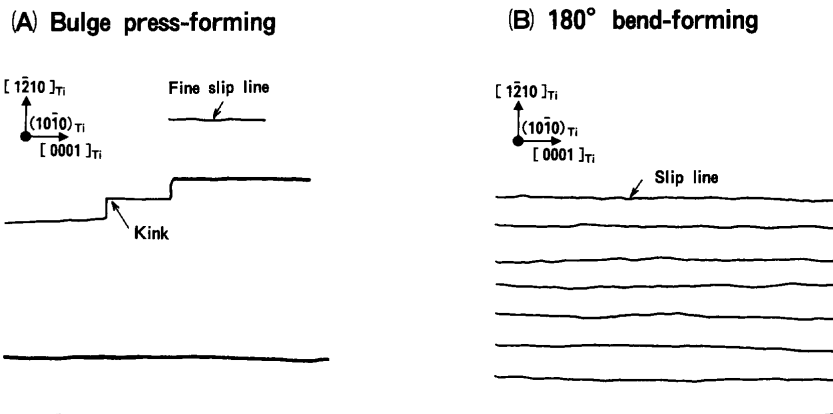


Fig. 9. Schematic diagram showing difference of slip morphology of (A) bulge press-forming and (B) 180° bend-forming.

できる。これに対して、180°曲げ変形後では、スベリ線が $[0001]_{Ti}$ に微細に観察されるのが特徴である。

このようなスベリ線の形態観察の相違は、塑性変形処理の相違によると考えられる。すなわち、バルジ成形処理は二次元の塑性変形（平面上の引張変形）が主体となるのに対し、180°曲げ変形処理では一方向の塑性変形が主体となるため、 $[0001]_{Ti}$ スベリ線のみが微細に観察されたと考えられる。

## 5. 結論

(011)[100]方位の珪素鋼単結晶表面にTiをコーティングした後、180°曲げ変形およびバルジ成形処理を施した後のTi膜のクラック形態の走査電顕観察を行った。その結果、次のことが明らかとなった。

(1) 180°曲げ変形およびバルジ成形処理ともにTi膜の明瞭なクラックは観察されず、長さ約15~60 $\mu\text{m}$ 、幅約10~25 $\mu\text{m}$ の長方形状中に1~5 $\mu\text{m}$ 間隔で $[1\bar{2}10]_{Ti}$ にスベリ線が観察された。

(2) さらに、Ti膜の $[1\bar{2}10]_{Ti}$ の直角方向である $[0001]_{Ti}$ にもスベリ線が観察されたが、その形態は塑性変形処理に

より顕著に異なった。

(3) 180°曲げ変形後では、 $[0001]_{Ti}$ に約50~200 nmの微細なスベリ線が観察された。

(4) バルジ成形処理後では、スベリ線が180°曲げ変形処理と比較して約5倍広くなるとともに、キンク状の形態も観察された。

(5) 珪素鋼単結晶上のTi膜のクラックは、地鉄マトリックスとの方位関係を満足して特定のTi膜の集合組織に優先成長するため、バルジ成形処理を行っても、Ti膜は変形中に特定の方向にスベリが働きクラックに至らないと考えられる。

## 文 献

- 1) Y.Inokuti: *J. Jpn. Inst. Met.*, **63** (1999), 553.
- 2) Y.Inokuti: *Mater. Trans., JIM*, **40** (1999), 548.
- 3) M.Katayama, J.Shimomura, H.Yamashita, T.Kikuchi and Y.Inako: *Materia Jpn.*, **33** (1994), 622.
- 4) Y.Inokuti, K.Suzuki and O.Ohkubo: *J. Jpn. Inst. Met.*, **60** (1996), 1084.
- 5) Y.Inokuti, K.Suzuki and O.Ohkubo: *Mater. Trans., JIM*, **40** (1997), 63.
- 6) Y.Inokuti: *ISIJ Int.*, **36** (1996), 579.
- 7) K.Kimura: *Light Met.*, **18** (1968), 347.
- 8) Y.Inokuti: Unpublished data.