HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	磁気トルク計の試作とその集合組織解析への応用
Author(s)	中江, 仁; 浜田, 弘一; 成田, 満
Citation	北海道大學工學部研究報告, 90, 47-52
Issue Date	1978-11-29
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/41518
Type	departmental bulletin paper
File Information	90_47-52.pdf

Hokkaido University Collection of Scholarly and Academic Papers : HUSCAP

北海道大学工学部研究報告
第90号（昭和53年）

Bulletin of the Faculty of Engineering,
Hokkaido University, No. 90 (1978)

磁気トルク計の試作とその集合組織解析への応用

中江　仁*　浜田弘一*　成田　満**

（昭和53年6月30日受理）

Design of a Concise Torque Magnetometer and Its Application to Texture Analysis

Hitoshi NAKAE, Koichi HAMADA and Mitsuru NARITA

(Received Jene 30, 1978)

Abstract

A recording torque-magnetometer to meet the requirement of handiness and low cost in construction was designed by simplifying the costituent elements using a permanent magnet.

It was then applied to the analysis of the phenomena involved in the recrystallization and texture formation in cold rolled ferromagnetic materials by utilizing its quantitativeness and of which some significant results were obtained.

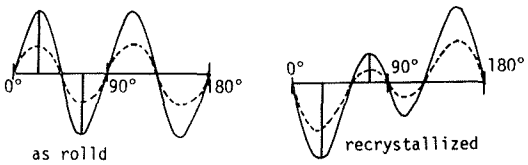
1. はじめに

強磁性物質の結晶方位による磁気異方性エネルギーの変化は，正常磁化曲線ならびに磁気トルクによって求めることができる。またこれらの測定から，多結晶強磁性体の方向性，即ち集合組織の成分結晶およびその集積度を知ることができる。しかし特に後者の方法は測定器の精度による制約から，その磁気異方性定数が鉄程度のものが測定に最も適している。

磁気トルク曲線の解析の原理は Fig. 1 に示す様に，強磁性の円板試料で，特定の方向を持った結晶粒が優位に存在するときは，必ずそれに対応した単結晶のそれに類似した磁気トルク曲線を示すという事実に基ずいている。これを最初に測定に用いたのは，Wever[1] で Akulov と Briichatov[2], Bitter[3] 等はそれから得られる数値を用いて解析的に，成分結晶を求める方法を与え，後に Tarasov[4] が更にその方法を厳密なものとした。

また磁気トルク計を用いて種々の鉄基合金の圧延ならびに再結晶組織を求めたのは，Dahl および Pfaffenberger[5] 等であった。

磁気トルク計法を方向性珪素鋼板の集合組織の測定に始めて応用したのは，方向性珪素鋼板の発明者 Goss[7] である。それ以来この分野の研究に最も盛んに用いられている。



(a) (100) [011] Single crystal　(b) (110) [001] Single crystal

Fig. 1 Typical torque curves of cold rolled and recrystallized states and those of correspondind single crystals

* 精密工学科　物理工学講座
** 精密工学科　大学院

先に述べた様に磁気トルク曲線を解析することにより，集合組織を形成するそれぞれの結晶の方向成分および配向率を求めることができるが，これは間接的であって，その解釈も多様である。

これに対してX線または光学的方位ピット法によって極点図を求める方法は直接的であるが，定量性に難点がある。したがって，磁気トルク曲線とX線またはエッチピット法による極点図を比較検討するのがより効果的であり，また実際に行われている。

磁気トルク計法を用いて各温度領域についてトルク曲線の変化を定量的に用いて再結晶過程における種々の現象の変化を推測することができると思われるが，その様な試みはこれまでに行われていない。この様な目的に用いるために磁気トルク計の試作を行なった。

これまでの磁気トルク計の改良方向は，強磁性の磁気異方性エネルギーを高い精度で決定するためのものと，能率的に多くの測定を行うための自動化が求められ，現在の機器はこの二つの要求を同時に満足する様なものとなっている。しかし，そのためには，たとえば高磁場を得る大型の電磁石とその駆動機構，また高感度の自動化記録装置を具えたものとなり極めて高価な重装備の装置とならざるを得ない。

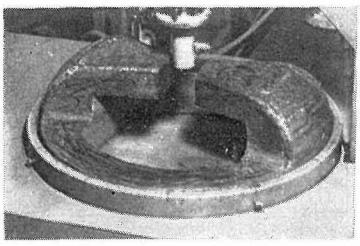
しかし，単なる定量値の比較によって現象の変化を見い出そうという立場では，それ程高い精度を必要としない様に思われる。

この研究では，集合組織の解析に，光学的またはX線による極点図と照し合せて用いる様なもので，また再結晶過程における集合組織の変化を定量的に比較することを目的とした，簡便な自動記録式の磁気トルク計の製作を試みた。さらにそれを用いて珪素鋼板の回復，再結晶および結晶粒成長に伴う集合組織の発達過程を追録し，その間に行われる諸現象の性格，温度等を求めることとした。

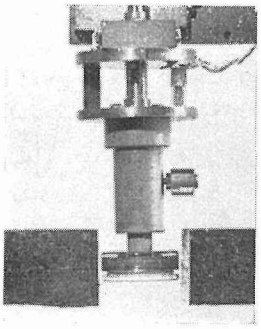
2. 試作磁気トルク計の諸要素

磁気トルク計を構成する主要な要素部は，磁石部，試料保持部と磁場との相対方位ならびに，その方位を与える機械的トルク機構，さらに，トルクを検出する機構より成ると考えられる。いまこれまでの一般的磁気トルク計のこれらの要素部と，試作した機器のそれ（※で表す）とを比較する。

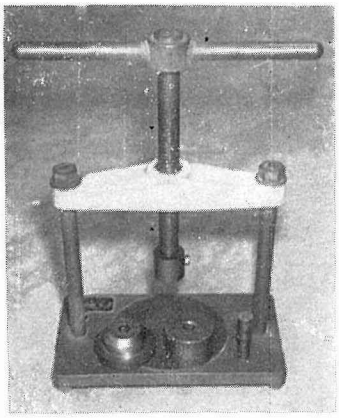
(1)，磁石　　電磁石，2,000ガウス以上



(a)



(b)



(c)

Fig. 2 Views of magnet (a), torsion balance and specimen holder (b), and press and die (c)

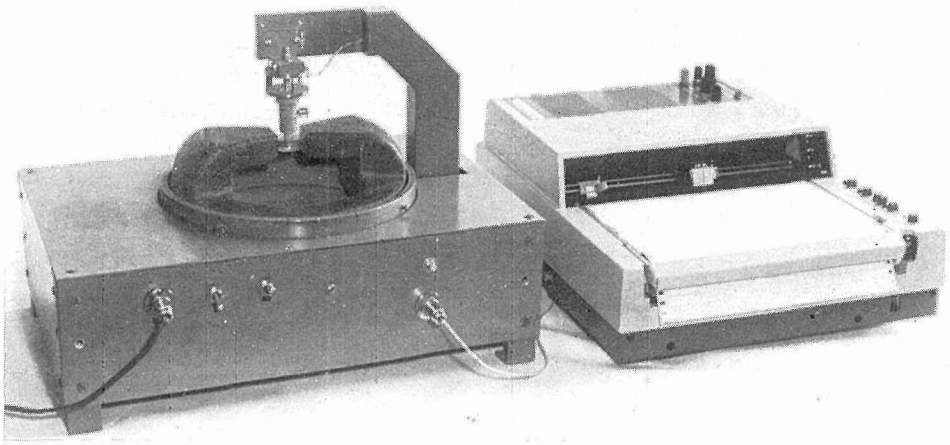


Fig. 3　Whole view of the torque magnetometer

※永久磁石，約 1,500 ガウス

(2)，試料対磁場相対方位　試料部の電磁場内での回転，または電磁石の回転

※永久磁石の回転

(3)，磁気トルク検出機構　剛体振りスプリング

※合金リード板の機構とストレンゲージ

(1) の磁場の強さは 2,000 ガウス以上あれば充分なことが証明されているが[8]，ここでは，slnico 系永久磁石 (Fig. 2 a) を用いたがその磁場は約 1,500 ガウスに止まった。しかし，この実験の目的の様に相対的変化を定量的に比較する様な場合には余り支障はない様である。

また永久磁石にしたことにより極めて小型簡便で，直流電源を必要とせず，その結果 (2) の磁石の回転は簡単な機構で容易に行うことができた。その駆動は減速付誘導モーターにより，試料の回転の位相を磁気トルク曲線の横軸の試料の方位回転角の入力とした。磁気トルクの検出は三方を支えた燐青銅板のよじれを貼付型ストレンゲージで電気指示に変換する機構で原理的には Albeukarup[9] 等の device と同じものを用いた (Fig. 2 b)。これを曲線の従軸の入力とした。

試料は直径 20 mm のディスクとし，これを非磁性材料で製作したねじ込みのチャック式試料保持装置に固定する。試料の製作は Fig. 2 c に示す様な打抜きダイスとプレスを用いる。

装置の全容を Fig. 3 に示す。磁気トルク計法及び最近の装置の概略は，脇山[10]を参照した。

3.　磁気トルク曲線による集合組織の解析

磁気トルク曲線を求めそれより集合組織の解析を行う方法には種々のやり方があるが，ここでは，3%珪素鉄の冷間圧延集合組織および再結晶集合組織の焼鈍温度による変化を追求することとする。

一般に鉄および鉄基合金の圧延ならびに再結晶集合組織は特定の成分結晶からなり，その磁気トルク曲線もそれ等に対応している。これは成分結晶の単結晶の磁気トルク曲線に対比される。(Fig. 1) それによれば (100) [011] 方位単結晶のそれは位相角 π の間で 4 回対称を示し，第一ピークと第二ピークの比の絶対値は 1 である。これは冷間圧延集合組織のそれと対称である。またここに示してないが (100) [001] 方位単結晶のそれは $\pi/4$ だけ進んだ（または遅れた）ものである。曲線と横軸との交点は，0，$\pi/2$，および π にあたり，それらはそれぞれ [011]，[001] および [$0\bar{1}1$] 方位となる。

次に (110) [001] 方位単結晶のそれは，π の間に2回対称を示し，これは再結晶集合組織のそれに対称である。第一ピークと第二ピークの比は，0.43 である。また，第一ピークと第二ピークを結ぶ曲線と横軸の交点は約 55° である。曲線と横軸の交点は，0.55° および $\pi/2$ にあり，それらは，それぞれ [001]，[111] および [011] 方向となる。

集合組織の解析には主にこれらの事実を基礎として，第一ピーク値と単結晶のそれとの比較から，成分結晶の集積度を，第一ピークと第二ピークの比および曲線と横軸との交点の位相から，他の混在成分結晶の寄与を与える。しかしこの様にして得られた磁気トルク曲線から解析的に求められた成分結晶の合成比および集積度は必ずしも一義的にきまらない，即ち求めた集積度がたとえば或る主方位結晶成分の鋭い集積と他の分散した方位結晶成分からなるのか，または比較的分散した主方位成分からなるのか何れかが決定し難い。したがって，X 線等によって求めた極点図と対比して解釈することが望ましい。

4. 回復，および再結晶

磁気トルク計は，回復，再結晶および結晶粒の成長過程を定量的に追随するのに最も適しているが，それは本質的に集合組織を測定しているもので，さらに集合組織を形成する成分結晶の内，磁気トルクに敏感な方位結晶の存在が現れることに注意しなければならない。

3.25% Si-Fe 合金の種々の圧延条件による，冷間圧延組織および再結晶集合組織の発達を磁気トルク・ピーク値対，圧延率について総合的に Fig. 4 に示した。圧延率の増加による圧延集合組織は，X 線による極点図によれば (111) [11$\bar{2}$] および (100) [011] 方位成分より構成されているが，磁気トルク計によれば (100) [011] 方位成分が支配的である。これは (111) [11$\bar{2}$] 成分の磁気トルクへの寄与が小さいからである。図によると主として (100) [011] 成分が圧延率の増加にしたがって強くなっているが，それは 70% を超えると極めて顕著となる。これに対して再結晶集合組織は (110) [001] 成分を主成分とするが，それは，それぞれ，800°，1,000°，1,200°C の焼鈍において，圧延率 70% を境として，それ以上の圧延率では減少している。これは再結晶組織の主成分が (111) [11$\bar{2}$] より成長すると考えられていることから，70% 以上の圧延では，むしろ (100) 成分の増加する代りに，(111) [11$\bar{2}$] 成分が減少することによるのであろう。

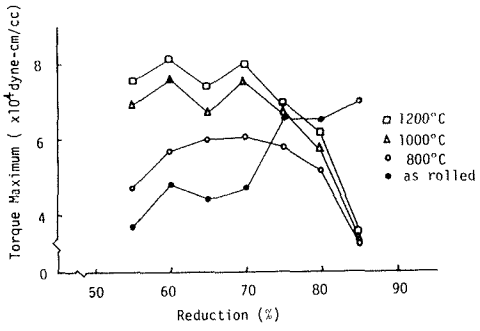


Fig. 4 Torque maxima vs. rolling reductions in as rolled states, and recrystallized states in various annealing temperatures. The signs are reversed in both states

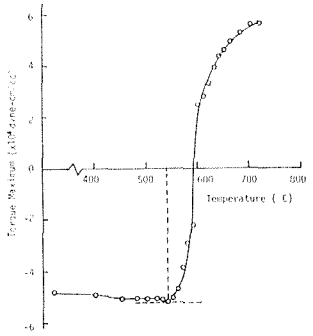


Fig. 5 Torque maxima vs. annealing temperatures in cold rolled 3.25% Si-Fe alloy Transiormation temperature from cold rolled to recrystallized states is defined as a contact point on the curve with lateral tangential

次に前述した70%圧延したものの回復から再結晶初期までの過程を，磁気トルク曲線のピーク値対焼鈍温度曲線について，Fig. 5 に示した。それについては他の所で詳細に述べられているが[11]，回復過程でポリゴニゼーションを示し，また回復から再結晶への明確な転換点を与える。これは図の中で模式的に示されているが最初の核発生温度を与えるものである。これらの温度領域または温度点は50%以上の圧延率では，圧延率に依らないことが知られている。

5. 結晶粒成長と集合組織

一次再結晶以降の結晶粒成長の焼鈍温度領域について，珪素以外の他の2，3の元素と Fe との鉄基二元合金および，3.25% Si-Fe を基合金としてこれに微量元素または微量化合物を添加したものの経過について考察する。それらの元素には Al，Ge，Ce，および Ti がえらばれ，化合物には MnS および AlN がえらばれた。

Fig. 6 (a) および (b) によれば，これらの磁気トルク，ピーク値対焼鈍温度曲線はそれぞれの合金に固有の経過を示しているるのが注目される。

MnS あるいは AlN が結晶粒成長と集合組織形成に及ぼす効果については，他のところで述

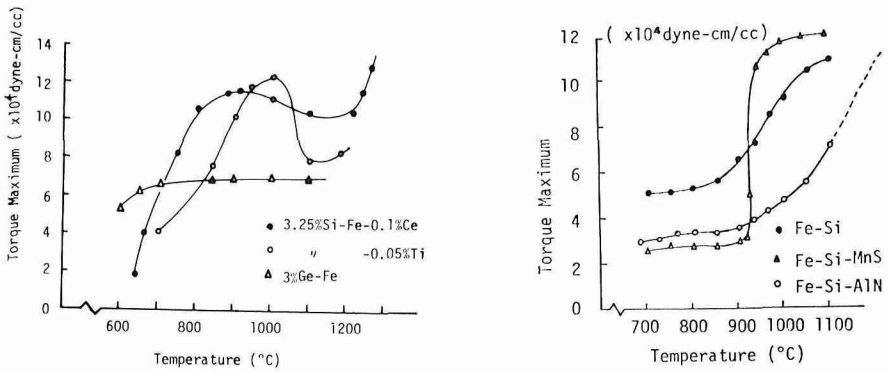


Fig. 6 Torque maxima vs. annealing temperatures in Si-Fe-Ce, Si-Fe-Ti and Ge-Fe alloys, and in 3.25% Si-Fe with MnS and AlN additions

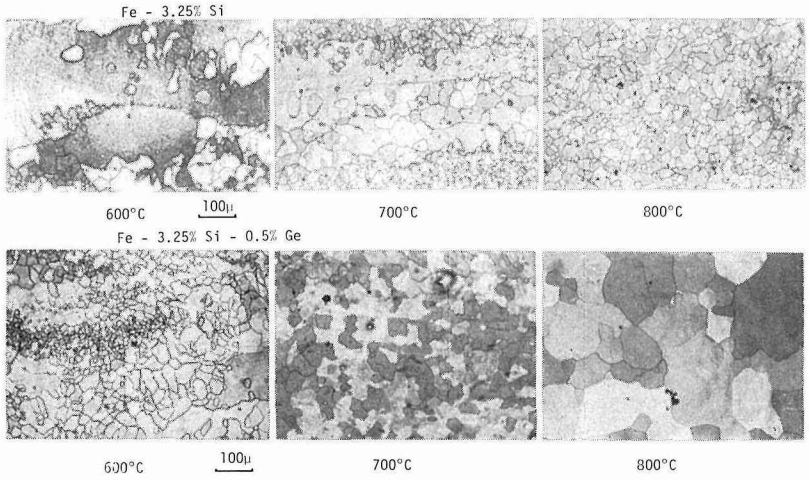


Fig. 7 Micrographs of grain configurations in 3.25% Si-Fe and 3% Ge-Fe alloys at various annealing temperatures

べられており[11]，中間の焼鈍温度領域では粒界移動を妨げる。いわゆる drag 効果を持ち，高温においては，それら化合物の解離ならびに S あるいは N の外部拡散に帰せられ固有の温度となっている[5]。

これに対し，他の微量添加元素は，正常結晶成長の温度領域においても結晶成長を促進する enhancing 効果を示し，高い焼鈍温度領域における効果は極めて固有の性格を示している。

Ge-Fe 合金では再結晶初期に顕著な集合組織の発達が見られるが，700°C 以上では，それが略々終了している。しかし，Fig. 7 の顕微鏡写真によると，結晶粒成長は，Si-Fe のそれと比較すると，むしろ Ge-Fe において 700°C 以上で結晶粒の顕著な成長が認められる。したがって，この結晶粒成長は集合組織の発達を伴わない現象であることがわかる。

また，3.25% Si-Fe に，0.1% Ce または，0.05% Ti を添加したものでは，比較的高温領域に於て極めて複雑な集合組織の発達の傾向を示している。微量添加 Ce の 1,200°C 以上における集合組織の発達促進の現象は実用上の価値があるかも知れない。

磁気トルク計の一応用としての定量的な進尾法は，再結晶ならびに，集合組織の発達を伴う結晶粒成長現象の研究に極めて有効な方法と思われる。そして磁気トルク・ピーク値対焼鈍温度曲線は，夫々の合金について非常に多様で，単なる不純物の粒界移動の drag 効果からのみ推論される結果ではなく，MnS または AlN のそれに於て示唆される様に，粒界における元素や化合物の母金属との位相的変化を考慮しなければならないと思われる。

6. 結　　び

磁気トルク計は，より精密で全自動的な機能を有する装置を目標として発達しつつあるが，それは極めて大型で複雑な，したがって高価なものとならざるを得ない。しかし一般の目的，たとえば冷間圧延した合金の集合組織の発達をチエックし，追尾する様なものでは，むしろ，簡便である程度の信頼性のあるもので充分と思われる。ここでは，磁石部に永久磁石を用い検出部は，三方支持板からのストレンゲージによる歪の読出し，磁石の回転を普通の誘導電動機を用い，これらを記録計に接続した記録式磁気トルク計を試作した。

これにより，鉄基合金の圧延再結晶集合組織の発達過程を，焼鈍温度について定量的にかくことにより，再結晶現象を解析する上での有効な知見を得ることができた。

それらは，回復におけるポリゴーゼーションの温度領域，再結晶の開始点としての核発生温度，また二次再結晶に有効な不純物の作用温度範囲および，その性格の正確な決定および把握などである。

参 考 文 献

1) Wever, F.: Trans. A.I.M.E., **93** (1931), 51.
2) Akulove, N. S. and N. Brüchatov: Ann. Physik, **15** (1932), 587.
3) Tarasov, L. P. and F. Bitter: Phys. Rev., **52** (1937), 353.
4) Bitter, F,: Introduction to Ferromagnetism, McGraw-Hill (1937), 213-222.
5) Tarasov, L. P.: J. Appl. Phys., **9** (1938), 192.
6) Dahl, O. and J. Pfaffenberger: Z. Physik, **71** (1931), 93.
7) Goss, N. P.: Trans. Amer. Soc. Metals, **23** (1935), 511.
8) Williams, H. J.: Rev. Sci. Instr., 8 (1937), 56.
9) Aldenkamp, A. A., C. P. Marks and H. Zijistra: Rev. Sci. Instr., **31** (1960), 544.
10) 脇山：磁性物理の進歩，近角編，アグ社 (1964)，435-442.
11) 中江，成田，浜田：北海道大学工学部報告 90 号 (1978)，215.