

引張変形した実用鋼における磁気特性の転位密度依存性

八重樫 光*

Dependence of Magnetic Properties on Dislocation Density in Commercial Steels Deformed in Tension

Kou Y AEGASHI

Synopsis : Dependences of two magnetic parameters, coercive field H_c and coefficient c , on dislocation density were investigated in tensile deformed Fe polycrystal and SFVQ-1A commercial steel. The dislocation density was measured by using transmission electron microscope (TEM). Magnetic parameters were analyzed from hysteresis loops. Coercive field H_c and coefficient c were proportional to $\rho^{1/2}$ and ρ , respectively. These parameters have simple dependences on dislocation density, and would be useful for nondestructive evaluation of dislocation structure in commercial steel.

Key words : coercive field; coefficient c ; dislocation density; nondestructive evaluation; commercial steel.

1. はじめに

FeやNiなどの強磁性金属は磁壁移動と磁化回転によって磁化される。磁壁移動に関係する磁気パラメータの保磁力 H_c 、磁化回転に関係する磁気パラメータの飽和漸近領域における磁化率 χ_s が、磁性体内の格子欠陥から強い影響を受けることが、これまでの研究によって明らかにされている。格子欠陥のなかで、特に転位がこれらの磁気パラメータに与える影響について、Kronmüllerらによって詳細に研究されている^{1,2)}。転位はその周囲の応力場によって磁壁をピン止めするので、転位密度が増加すると保磁力が増加する。また、転位の応力場から影響を受ける磁気モーメントは、磁気弾性相互作用によって容易磁化方向又は外部磁場方向からそれる。このような磁気モーメントが飽和漸近領域で磁化回転するので、転位密度が増加すると磁化回転する磁気モーメントの数が増え、これによって χ_s が増加する。 χ_s は外部磁場 H と

$$\chi_s = \frac{c'}{H^3} \dots\dots\dots (1)$$

の関係にあり、係数 c' は転位密度に対して依存性を持つ。引張変形したNi, Fe, CoおよびNi-20%Co合金単結晶の加工硬化第2領域におけるせん断応力 τ と磁気パラメータの関係は、

$$H_c \propto \tau \quad (\text{Fe, Ni, CoおよびNi-20\%Co合金})$$

$$c' \propto \tau^2 \quad (\text{Ni, CoおよびNi-20\%Co合金})$$

に従うと報告されている^{1,2)}。せん断応力と転位密度の関

係は一般に $\tau = \alpha \mu b \rho^{1/2}$ と表すことが出来るので、 $H_c \propto \rho^{1/2}$ および $c' \propto \rho$ 関係が成り立つ。彼らはこの関係を理論計算からも導き出している。

また、最近Takahashiらは、鉄単結晶、多結晶FeやASTM A533B鋼において、100 Oe程度の磁場で、磁化率は(1)式と同様に

$$\chi_c = \frac{c}{H^3} \dots\dots\dots (2)$$

となると報告している³⁾。(2)式の係数 c は塑性変形によって増加し、係数 c と変形応力の間には簡単な相関があることが見出されている。このことは、係数 c が転位密度に対して依存性を持つことを示唆している。この依存性を利用して、磁気測定によって金属材料の内部組織を非破壊検査する手法が提案されている^{3,4)}。しかし、係数 c と変形応力、または転位密度の関係を実験的に求めた研究例はない。

そこで本研究では、多結晶Feと低合金実用鋼において、引張変形による転位組織の変化を電子顕微鏡観察を用いて直接観察し、保磁力と磁化率の係数 c の転位密度に対する依存性を検討した。

2. 実験方法

試料は純度99.8 wt%の多結晶Feと、JIS SFVQ-1A鋼を用いた。SFVQ-1A鋼は、压力容器に使用される低合金鋼である。それぞれの化学組成をTable 1に示す。多結晶Feは993Kで1h焼きなまし、加工ひずみを除去した。SFVQ鋼は1133~1163Kでオーステナイト化した後急冷し、その後

平成17年3月25日受付 平成17年5月13日受理 (Received on Mar. 25, 2005; Accepted on May 13, 2005)

* 岩手大学工学部附属金属材料保全工学研究センター (現: (株) 淀川製鋼所) (NDE and Science Research Center, Faculty of Engineering, Iwate University, now: Yodogawa Steel Works, Ltd., 9 Showa-cho Kure 737-0027)

Table 1. The chemical compositions of Fe polycrystal and SFVQ-1A steel.

Fe polycrystal						
Elements	C	Si	Mn	Cr	N	Fe
wt. %	0.08	0.002	0.002	0.001	0.005	bal.

SFVQ-1A steel									
Elements	C	Si	Mn	P	S	Ni	Mo	Cr	Fe
wt. %	0.18	0.18	1.50	0.004	<0.001	0.89	0.12	0.12	bal.

923~938Kで焼き戻した。試料の結晶粒径を測定するため、5%ナイトールで腐食して光学顕微鏡で観察した。磁気パラメータと転位密度との関係を明らかにするため、降伏応力から引張り強さの範囲で応力を変えて引張変形した。引張変形は、Fig. 1(a)に示した形状の試験片を、インストロン型試験機を用いて室温においてひずみ速度0.2%/minで行った。引張変形した試料から放電加工機を用いて直径3mmの円盤型試料と額縁型(Fig. 1(b))の試料を切り出した。円盤型試料は、過塩素酸10%と酢酸90%の混合液で電解研磨した後、加速電圧300kVの透過型電子顕微鏡(TEM)で転位組織を観察した。額縁型試料には、1次コイル100回、2次コイル70回巻きつけ、室温で直流磁化曲線を測定した。それぞれ異なる応力で引張変形した試料について、磁化曲線から保磁力と係数 c を求め、これらと転位密度との関係について調べた。

3. 実験結果

3.1 応力ひずみ曲線と金属組織

変形前の試料の結晶粒径を測定したところ、多結晶Feは20 μ m、SFVQ鋼は10 μ mだった。これらを引張変形して得られた公称応力-公称ひずみ曲線をFig. 2に示す。多結晶Feの降伏応力は270 MPa、SFVQ鋼は450 MPaだった。降伏応力から引張り強さの範囲内で、図に示した各点の応力で引張変形した。変形後の断面積から真応力を計算によって求めた。多結晶Feにおける引張変形による転位組織変化を観察したTEM写真をFig. 3に示す。変形前では転位は広い範囲で均一に分布しており、所々に密度が高いところが観察された。析出物は無く均一な組織だった(Fig. 3(a))。これを降伏応力よりも僅かに大きい280 MPaで塑性変形すると、転位が大きく増殖し転位同士が絡み合っている個所が所々に観察された(Fig. 3(b))。更に大きい応力で変形すると、転位が増殖するとともにセル壁が形成され、変形によってセルが微細化した(Fig. 3(c)~(d))。

次に、SFVQ鋼のTEM観察結果をFig. 4に示す。多結晶Feと同じように、変形前は転位が広い範囲で均一に分布していて、所々に密度が高いところが観察された。また球状の炭化物が観察された(Fig. 4(a))。炭素量0.18wt%で焼入れをしているためである。塑性変形による転位組織の変化は、多結晶Feの場合と同様に転位の増殖とセル壁の形

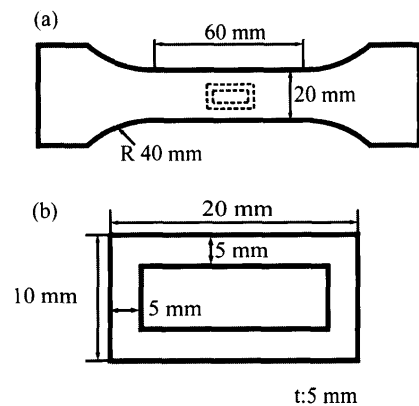


Fig. 1. The shape of samples for (a) tensile deformation and (b) magnetic measurement.

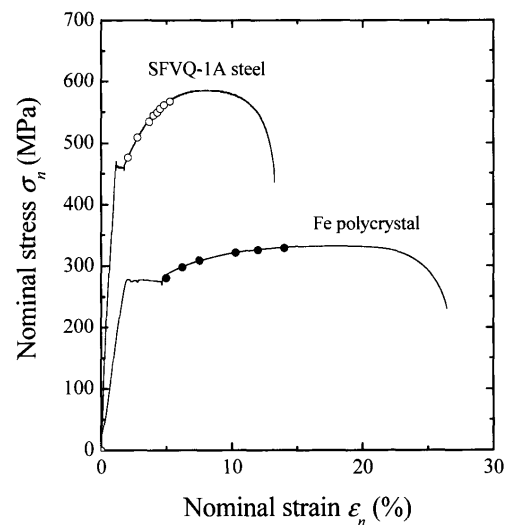


Fig. 2. Nominal stress-strain curves of Fe polycrystal and SFVQ-1A steel at room temperature at a strain rate of 0.18%/min.

成、およびセルの微細化が観察された(Fig. 4(b)~(d))。観察されたセルのサイズは多結晶Feよりも小さかった。

これらのTEM写真において、Kehの方法⁵⁾により転位密度 ρ を算出した。Kehの方法とは、TEM写真にメッシュをかけ、メッシュの線と転位線との交点の数から次式を用いて転位密度を算出する手法である。

$$\rho = \frac{n_1/l_1 + n_2/l_2}{t} \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 l_1 と l_2 はメッシュの線の長さ、 n_1 と n_2 は転位線と

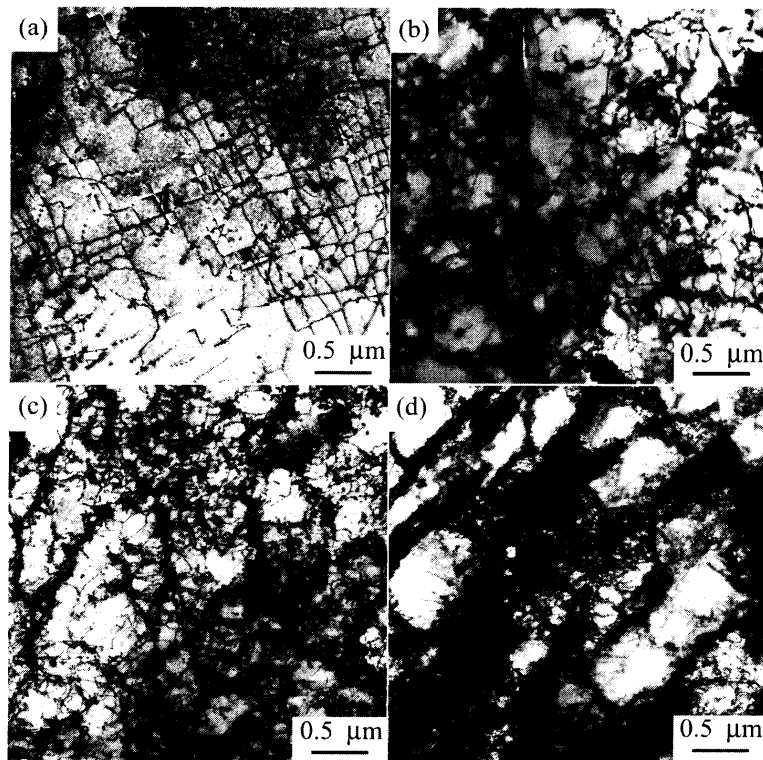


Fig. 3. TEM micrographs of Fe polycrystal (a) without deformation, deformed at (b) 290, (c) 340 and (d) 370 MPa true stress.

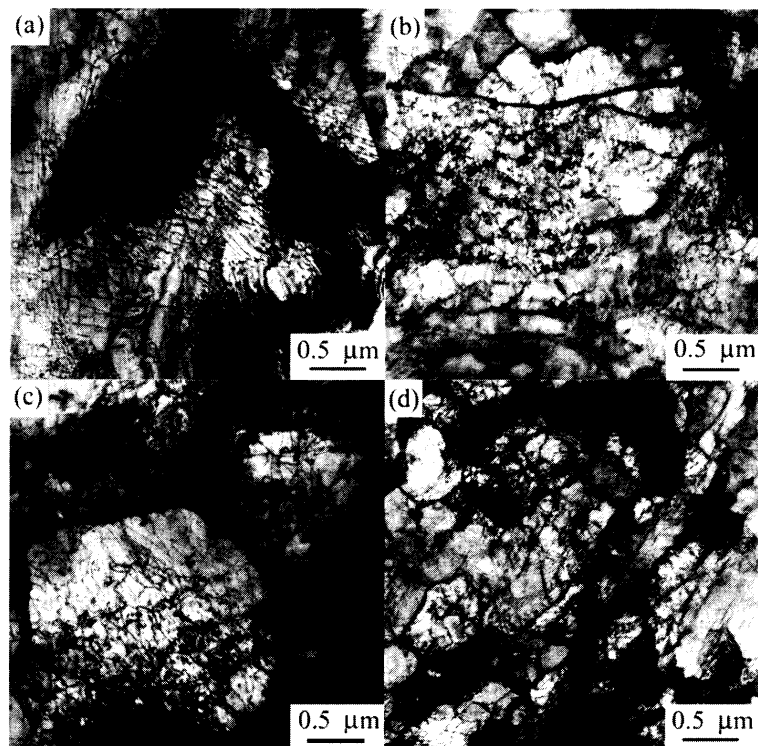


Fig. 4. TEM micrographs of SFVQ-1A steel (a) without deformation, deformed at (b) 480, (c) 510 and (d) 540 MPa true stress.

メッシュの交点の数, l は試料厚さである。試料厚さは、等厚干渉縞から 200 nm と算出した。引張変形した多結晶 Fe と SFVQ 鋼の転位密度と真応力の関係を Fig. 5 に示す。変形前の転位密度は、多結晶 Fe は $6.3 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ 、SFVQ 鋼は $6.8 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ だった。転位密度がほぼ同じなことから、

SFVQ 鋼の降伏応力が大きいのは、微細な結晶粒と析出物によると考えられる。試料を引張変形すると図に示したように真応力の増加とともに転位密度が増加した。この図において、応力と転位密度の関係は Bailey-Hirsch の式

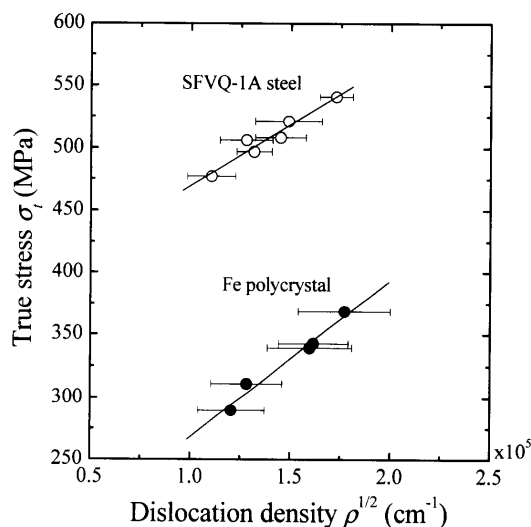


Fig. 5. Dislocation density in tensile deformed Fe polycrystal and SFVQ-1A steel.

$$\sigma = \sigma_0 + \alpha \mu b \rho^{1/2} \dots \dots \dots (4)$$

によって整理することができた。多結晶FeとSFVQ鋼のそれぞれについて、(4)式の α を算出した。計算には、Feの値（剛性率、 $\mu = 8 \times 10^4$ MPa，バーガースベクトルの大きさ $b = \sqrt{3}a/2 = 2.482 \times 10^{-8}$ cm）を用いた。結果は以下のようになった。

$$\sigma = 1.3 \times 10^{-3} \rho^{1/2} + 140 \quad \alpha = 0.63 \quad (\text{多結晶Fe})$$

$$\sigma = 0.9 \times 10^{-3} \rho^{1/2} + 390 \quad \alpha = 0.43 \quad (\text{SFVQ鋼})$$

SFVQ鋼の σ_0 が大きいのは、降伏応力と同じように、析出物と結晶粒界が転位の運動の障害になっているためである。SFVQ鋼の α 値は、多結晶Feよりもやや小さかった。 α は一般に0.1から1の間の定数と言われており、本研究で得られた値もこの範囲内だった。

3・2 磁化曲線と磁気パラメータ

多結晶Feの変形前、290および390 MPaで引張変形した試料の磁化曲線をFig. 6に示す。引張変形した試料の磁化曲線では、保磁力の増加と低磁場（～5 Oe）での磁化率の減少と、高磁場での磁化率の増加（10～50 Oe）が観察された。引張変形したSFVQ鋼についても同様の傾向が観察された（Fig. 7）。これらの磁化曲線から保磁力と係数 c を解析した。

3・2・1 保磁力

保磁力は、磁化曲線と横軸との交点から求めた。引張変形前の保磁力は、多結晶Feは1.5 Oeで、SFVQ鋼は6.1 Oeだった。SFVQ鋼の保磁力は微細な結晶粒と析出物によって他結晶Feより大きくなったと考えられる。引張変形した多結晶FeとSFVQ鋼における保磁力と応力の関係をFig. 8に示す。多結晶FeとSFVQ鋼を引張変形すると、変形応力の増加に伴って保磁力は増加した。このときの保磁力と

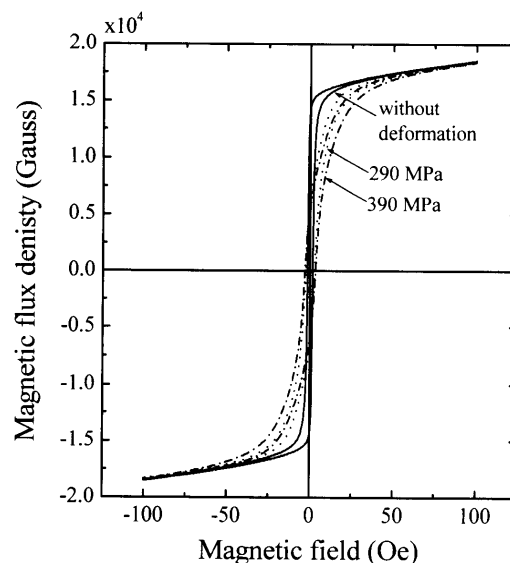


Fig. 6. Hysteresis loops of Fe polycrystal without deformation and tensile deformation at 290 and 390 MPa true stress.

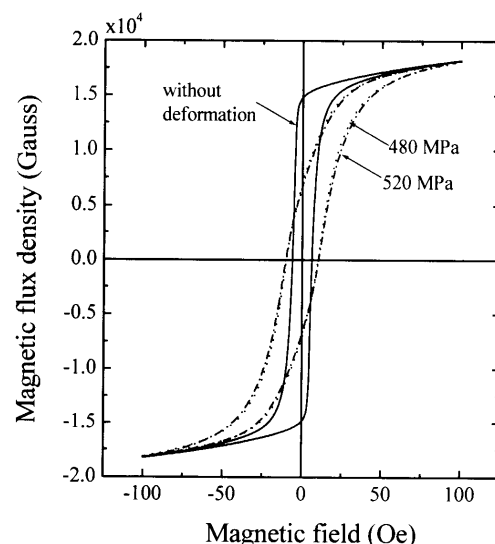


Fig. 7. Hysteresis loops of SFVQ-1A steel without deformation and tensile deformation at 480 and 520 MPa true stress.

応力の関係は、それぞれの試料において

$$H_c = \beta_{H_c} \sigma + H_{c_0} \dots \dots \dots (5)$$

が成り立った。それぞれで得られた関係は以下のようになった。

$$H_c = 5.5 \times 10^{-3} \sigma + 1.0 \quad (\text{多結晶Fe})$$

$$H_c = 7.5 \times 10^{-3} \sigma + 6.5 \quad (\text{SFVQ鋼})$$

両方の試料において β_{H_c} は近い値を示し、SFVQ鋼のほうが僅かに大きかった。 H_{c_0} は、SFVQ鋼の値が多結晶Feよりも5 Oe以上大きく、それぞれの変形前の保磁力に近い値を示した。

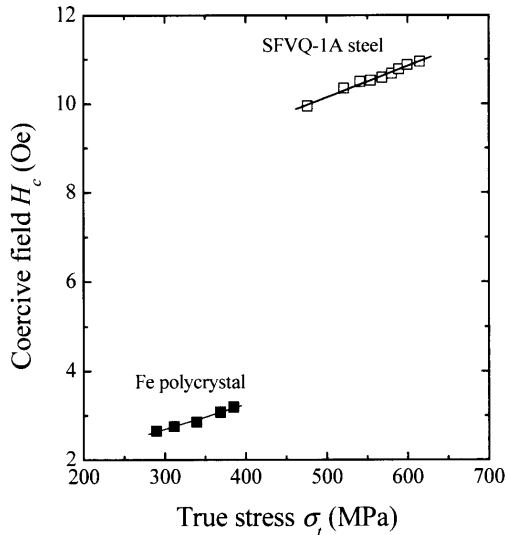


Fig. 8. Relationship between coercive field and true stress in tensile deformed Fe polycrystal and SFVQ-1A steel.

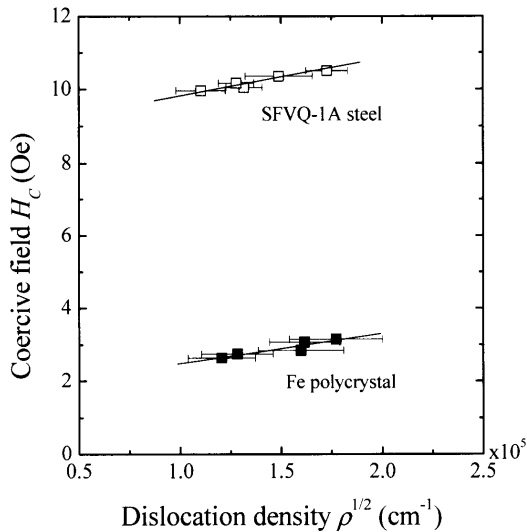


Fig. 9. Relationship between coercive field and dislocation density in tensile deformed Fe polycrystal and SFVQ-1A steel.

次に、保磁力と3・1節でTEM写真から算出した転位密度の関係をFig. 9に示す。保磁力は転位密度の増加に伴って緩やかに増加し、このときの保磁力と転位密度の関係は

$$H_c = \gamma_{H_c} \rho^{1/2} + H_{c_0} \quad \cdots \cdots (6)$$

で整理することが出来る。(7)式はそれぞれの試料において以下になった。

$$H_c = 0.81 \times 10^{-5} \rho^{1/2} + 1.7 \quad (\text{多結晶Fe})$$

$$H_c = 1.0 \times 10^{-5} \rho^{1/2} + 8.8 \quad (\text{SFVQ鋼})$$

多結晶FeとSFVQ鋼における γ_{H_c} の値はほぼ同じで、 H_{c_0} は多結晶FeとSFVQ鋼ともに変形前の保磁力よりもやや大きな値となった。

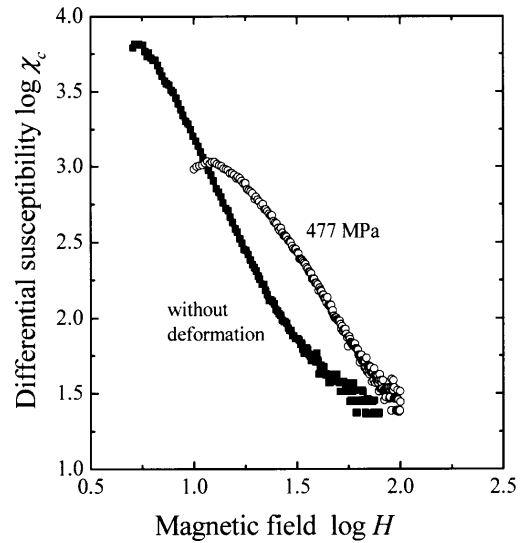


Fig. 10. Differential susceptibility of SFVQ-1A steel without deformation and tensile deformation at 477 MPa true stress.

3・2・2 係数 c

(2)式を用いて係数 c を算出するため、磁化曲線から微分磁化率 χ を計算した。SFVQ鋼の微分磁化率をFig.10に示す。引張変形を加えると高磁場側の磁化率が大きくなる。引張変形によって導入された転位周辺の磁気モーメントは高磁場で磁化回転する。このような磁気モーメントが増えることで、高磁場側の磁化率が大きくなったと考えられる。計算で求めた磁化率において、保磁力付近の低い磁場範囲では磁化過程は主に磁壁移動によるため、(2)式は理論的に成り立たない。磁束密度の変化が少なくなる高磁場では、装置の測定精度の問題より、正確な磁化率を測定できなかった。以上の理由から、中間の限られた磁場範囲で係数 c を求めた。引張変形前の係数 c は、多結晶Feは 0.1×10^6 Gauss Oe²で、SFVQ鋼は 1.6×10^6 Gauss Oe²だった。SFVQ鋼のほうが無変形状態で係数 c が大きいのは、保磁力の場合と同じように結晶粒径が小さく炭化物が析出しているためと考えられる。引張変形した多結晶FeとSFVQ鋼における係数 c と応力の関係をFig.11に示す。多結晶FeとSFVQ鋼を変形すると係数 c は増加する。係数 c と応力の関係は

$$c = \beta_c \sigma^2 + c_0 \quad \cdots \cdots (7)$$

で整理することが出来る。それぞれの試料について(7)式は次のようになった。

$$c = 33 \sigma^2 + 0.4 \times 10^6 \quad (\text{多結晶Fe})$$

$$c = 43 \sigma^2 + 1.5 \times 10^6 \quad (\text{SFVQ鋼})$$

β_c の値は2つの試料で近い値になった。また c_0 は変形前の係数 c に近い値だった。この傾向は、(5)式より求めた保磁力と応力の関係と類似している。

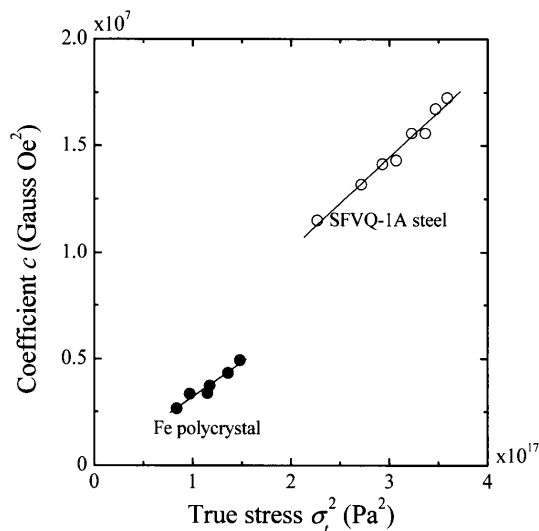


Fig. 11. Relationship between coefficient c and true stress in tensile deformed Fe polycrystal and SFVQ-1A steel.

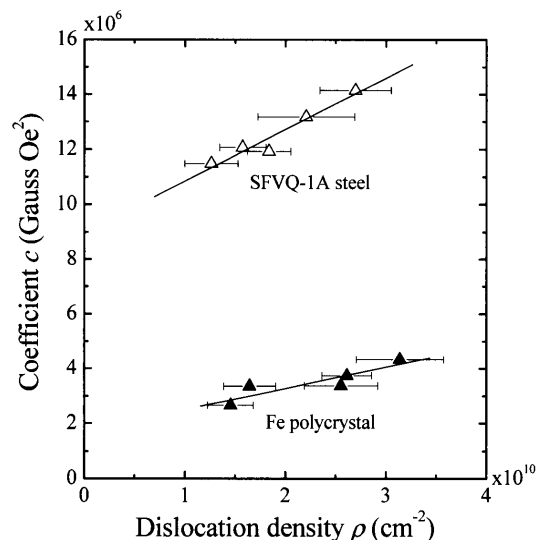


Fig. 12. Relationship between coefficient c and dislocation density in tensile deformed Fe polycrystal and SFVQ-1A steel.

次に、係数 c と転位密度の関係を Fig.12 に示す。この図から、係数 c は転位密度の増加とともに増加し、

$$c = \gamma_c \rho + c_0 \quad \dots \dots \dots (8)$$

の関係が成り立つことがわかった。この関係は、(5)式と(8)式から類推される関係と一致する。(8)式はそれぞれの試料において以下になった。

$$c = 0.8 \times 10^{-4} \rho + 1.7 \times 10^6 \quad (\text{多結晶 Fe})$$

$$c = 1.9 \times 10^{-4} \rho + 9.0 \times 10^6 \quad (\text{SFVQ 鋼})$$

SFVQ 鋼の γ_c は多結晶 Fe の 2 倍大きかった。また c_0 は両方の試料で変形前の係数 c の値よりも大きくなった。

4. 考察

最初に、結晶粒界と析出物が磁気パラメータに与える影響を考察する。引張変形前の多結晶 Fe と比較して、SFVQ 鋼の保磁力は約 4 倍、係数 c は約 10 倍大きかった。変形前の金属組織を比較すると、転位密度はほぼ同じだが、結晶粒径と析出物の有無が異なっていた (3・1 節)。結晶粒径と保磁力の関係については、Mager⁶⁾ や Goodenough⁷⁾ らによって研究されていて、結晶粒径 d が小さくなると保磁力は大きくなり、 $H_C \propto d^{-1}$ の関係が成り立つことが分かっている。析出物が保磁力に与える影響については、Dijkstra⁸⁾ らが研究を行っている。彼らの研究によれば、様々な合金系において、析出物の体積分率 α と保磁力の関係は $H_C \propto \alpha^n$ ($n=2/3 \sim 1$) に従う。これらのことから、SFVQ 鋼は多結晶 Fe 試料よりも結晶粒径が小さく、炭化物が析出しているために引張変形前の保磁力が大きくなったと言える。係数 c についても同様に結晶粒径と析出物の体積分率が関係していると考えられる。転位のような長範囲応力場を持つ格子欠陥が増えると、磁気弾性相互作用によって係数 c が増加するが、結晶粒界と炭化物は多くの場合長範囲応力場を持たないので、応力場の以外の効果、例えば結晶磁気異方性の効果も考慮する必要があると考えられる。

次に、転位が磁気パラメータに与える影響を考察する。引張変形した試料における保磁力と転位密度の関係は

$$H_C = \gamma_{H_C} \rho^{1/2} + H_{C_0} \quad \dots \dots \dots (6)$$

のようになり、過去の研究と一致する結果が得られた。また、係数 c と転位密度の関係は

$$c = \gamma_c \rho + c_0 \quad \dots \dots \dots (8)$$

のようになった。Takahashi らは文献³⁾で、係数 c は磁化回転する磁気モーメントの数によって決定され、この磁化回転する磁気モーメントの数が交換距離 l_H を用いて $2\pi \rho l_H$ に比例するとして、 $c \propto \rho$ の関係を考察している。本研究ではこの考察と一致する結果が得られた。

これらの式の $\gamma_{H_C} \gamma_c$ とは多結晶 Fe よりも SFVQ 鋼のほうが大きな値を示した。この原因の一つに、セル壁の影響が考えられる。セル壁は転位によって形成される小角粒界で、その周囲に応力場を持つ⁹⁾ので保磁力や係数 c に影響を与えると考えられる。3・1 節において、引張変形によってセルサイズが微細化、つまりセル壁の密度が増加した。このとき SFVQ 鋼のほうがセル壁の密度が高かったために、多結晶 Fe に比べ γ_{H_C} と γ_c の値が大きくなったと考えられる。応力との関係式、(5)式および(7)式から算出した H_C と c_0 は変形前の値とよく一致するが、転位密度との関係式から算出すると変形前の値よりも大きな値が得られた。これについては原因は不明であり、結晶粒界や析出物の影響も考慮した検討が必要と考えられる。

5. まとめ

多結晶Feと実用鋼SFVQ鋼を引張変形し、そのときの転位組織と磁気パラメータを比較した。その結果から、以下の知見が得られた。

(1) 保磁力 H_c と係数 c は、結晶粒の微細化および炭化物の析出によって大きくなった。

(2) $H_c \propto \sigma$ の関係を確認した。また $H_c \propto \rho^{1/2}$ の関係をTEM観察結果から実験的に求めた。

(3) $c \propto \sigma^2$ の関係、および $c \propto \rho$ の関係を実験的に明らかにした。

これらのことから、 H_c 保磁力と係数 c は転位密度に対して簡単な依存性があり、金属組織の非破壊評価に有効と考え

られる。

文 献

- 1) H.Kronmüller: *Int. J. Nondestruct. Test.*, **3** (1972), 315.
- 2) H.Trauble: *Magnetism and Metallurgy*, ed. by A.E.Berkowitz and E.Kneller, Academic, New York, (1969), 612.
- 3) S.Takahashi, J.Echigoya, Z.Motoki: *J. Appl. Phys.*, **87** (2000), 805.
- 4) K.Yaegashi, Y.Kamada, J.Echigoya, K.Ara, Y.Sakai and S.Takahashi: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 61.
- 5) A.S.Keh: *Direct Observations of Imperfections in Crystals*, Interscience, New York, (1961), 213.
- 6) A.Mager: *Ann. Phys.*, **11** (1952), 15.
- 7) J.B.Goodenough: *Phys. Rev.*, **95** (1954), 917.
- 8) L.J.Dykstra: *Magnetism and Metallurgy*, ed. by A.E.Berkowitz and E.Kneller, Academic, New York, (1969), 513.
- 9) A.P.Sutton and R.W.Balluffi: *Interfaces in Crystalline Materials*, Clarendon, Oxford, (1995), 115.