永久磁石に對する冷間加工の効果*

三島 徳七** 太刀川恭治** 大矢 龍夫**

Tokushichi Mishima, Kyôji Tachikawa and Tatsuo Ôya : The Effect of Cold Work Upon the Properties of Permanent Magnet Alloys. The effect of cold work upon the magnetic properties of cold workable permanent magnet alloys, such as Co-Fe-V, Co-Fe-Cr, Fe-Ni-Cr and Co-Fe-Cr-V, have been studied. The transformation from γ -phase to α -phase during cold work in these alloys is accompanied by linear increase of saturation induction value. When severely cold worked, the magnetic anisotropy appears, and the squareness of hysteresis curve becomes sharp so that the value of energy product increases considerably (See Fig. 2). However, no apparent effect can be recognized on coercive force as far as cold work alone is applied. When these alloys are aged at a suitable temperature after cold work, hardening is caused by the dispersion of the γ phase within the α -phase. The coercive force of these alloys is found to increase extremely by a slight degree of cold work, after the above aging treatment (See Table II and Fig. 3). On the contrary, the hardness decreases in this cold work. The cold work after aging causes remarkable magnetic anisotropy within the alloy, and the energy product value in the rolling direction tremendously increases at a few percent of cold reduction (See Fig. 6). In this cold work, the once dispersed γ -phase will redissolve into the α -phase and thus the softening will occur. A state of high coercivity and anisotropy, however, seems to be attained during the resolution processes.

(Received December 16, 1953)

I. 緒 言

著者等は Co-Fe-V, Co-Fe-Cr, Fe-Ni-Cr, Co-Fe-Cr-V その他の冷間加工が可能な永久磁石合金について研
究したが、その結果から永久磁石に對する冷間加工の一般
的な効果を明らかにして本報告とする。第 II 章では冷間
加工のみの影響について第 III 章では析出後冷間加工する
場合の効果について報告する。本研究の結果、冷間加工を
加えることにより永久磁石としての性能が著しく向上する
ことが明らかにされたが、特に析出硬化後冷間加工する際
は、わずかの加工によつて抗磁力が飛躍的に高まり興味あ
る現象がみられる。実験方法は高周波誘導爐により試料を
熔解し、金型鑄造後高温にて鍛造を加えて角材を作り、

Table 1 Composition of some of the specimens.

Elements	Co	V	Cr	Ni	Fe
Alloys					
Co-Fe-V	52	14	—	—	bal.
Co-Fe-Cr-V	52	6	7	—	bal.
Co-Fe-Cr	55	—	10	—	bal.
Fe-Ni-Cr	—	—	18	8	bal.
Fe-Ni-Cr	—	—	13	13	bal.

これを研磨後常温にて壓延して冷間加工の影響を調べた。
本実験に用いた試料の成分例は Table 1 に示す如くであ
る。

II. 冷間加工のみの影響

1. 冷間加工に伴う變態とその影響

** 東京大學工學部冶金學教室

* 1953 年 10 月本會仙臺大會に發表。

前記諸合金の永久磁石として最も適當な成分範圍では、
高温では面心立方の γ 相 (非磁性) が安定で、低温では
體心立方の α 相 (強磁性) が安定であるが、 γ 相域から

冷却すれば γ 相がそのまゝ常温まで残留する
従つて鑄造後や鍛造
後はほとんど γ 相の状
態であるが
いずれの合
金において
もこの γ 相
は冷間加工
に伴い α 相
に變態する
ことが X線
組織の變化
により明瞭
に認められ
る。この變

態のために冷間加工に伴つて飽和磁束密度 B_s ($4\pi I_s$) が
顯著に増加する。

Fig. 1 には各加工度における 残留磁束密度 B_r および
 B_s の値を示した。 B_s は加工前にはほとんど零の状態
であるが、加工度に比例して増加し 95% 加工で 14.0×10^3
gauss (Co-Fe-V 合金) に達する。 B_r は B_s よりも加工

Fig. 1 Effect of cold work upon the magnetic properties (B_s , B_r , H_c) and Vickers hardness (H_V) of permanent magnet alloys.

による増加が著しいが、 B_r の増加には次に述べる異方性の影響がプラスされている。

2. 冷間加工による異方性について

低加工度では磁気履歴曲線は特別な形をとらないが、加工度が高くなると加工方向の履歴曲線が段々に角張ってくる。加工に直角な方向では履歴曲線の角張りはなく、従つて冷間加工によつて磁氣的性質に異方性の生ずることが認められる。それ故冷間加工は加工方向の $(BH)_{\max}$ を高めるのに効果があり、 $(BH)_{\max}$ および $P = (BH)_m / B_r H_c$ は Fig. 2 に示した例のように著しく増加する。 P は減磁

Fig. 2 Effect of cold work upon the magnetic properties $(B_r/B_s; (BH)_{\max}; P = (BH)_m / B_r H_c)$ of permanent magnet alloys.

曲線の角張りの程度を表し、この値の高いほど磁石として効率がよい。50% 加工では P は約 30% であるが、強度の冷間加工によつて約 70% にまで達し、Alnico 5 合金とともに磁石合金中で最高の値となる。また B_r/B_s の比も同圖に示す如く冷間加工に伴つて増加するが、これも履歴曲線の角張ることを示している。冷間加工に直角な方向では、強度の加工後は $(BH)_{\max}$ が加工方向の半分以下に過ぎない。また直角方向の B_r, H_c は共に加工方向より少く 90% 加工後で直角方向の B_r は加工方向の値の 70% 程度となり、 H_c は 90~95% となる。45 度方向の磁氣的性質は加工方向と直角方向の間である。この異方性は時効後も Co-Fe-V 合金ではほぼそのまま存続しているが、Fe-Ni-Cr 合金では、ある程度失われる。強度の冷間加工を加えた試料の顕微鏡組織はいづれも細い結晶粒が加工方向に揃っているのが認められる。

3. 抗磁力に對する影響

冷間加工による抗磁力および硬度の變化は Fig. 1 の如くで各合金共にその變化が類似している。冷間加工のみ行つた場合、一般に抗磁力は低加工度でやゝ増加するが、加工度が増すと増加がとまり、さらに強度の加工によつて低下する。抗磁力が増加するのは加工硬化のためとみられるが、加工度が大きくなれば抗磁力を低下させる別の影響が働くものと思われる。 H_c を低下させる原因には次の 2 點があげられる。まずこれらの合金は加工前は γ 相で加工によつて $\alpha + \gamma$ の二相となり、さらに強度の加工によつて α 相となるが $\alpha + \gamma$ の二相の状態が α 相の状態よりも H が高く、従つて $\alpha + \gamma \rightarrow \alpha$ の變化によつて抗磁力が低下すると考えられる。

またたとえば Co-Fe-V 合金では 90% の冷間加工によつて硬度は約 2 倍に増加するが、磁歪はこれより著しく

減少する。この場合析出が関係しないから内部歪と磁歪の積が抗磁力を決定すると考えられるので、強度の加工で磁歪が減少することも H_c を下げる原因となろう。このような H_c を低下させる因子が働くと、加工硬化が著しいにもかかわらず抗磁力が減少する。

4. 總括

以上のように冷間加工のみ行つても強度の加工により履歴曲線が角張り $(BH)_{\max}$ が高まつて磁氣的性質が向上する。この影響は Alnico 合金など⁽¹⁾で、結晶方向を揃えることによる性能の改善と同様であり、同じ原因に基づくものとみられる。しかし抗磁力に對しては冷間加工のみ加えても効果が少ない。

III. 析出硬化後の冷間加工による効果について

Co-Fe-V, Co-Fe-Cr, Fe-Ni-Cr, Co-Fe-Cr-V などの諸合金は冷間加工を行つた後焼戻すると、 α 相の中に高温で安定な γ 相が分散析出し、それに伴つて抗磁力が増加する Co-Fe-V 合金および Co-Fe-Cr-V 合金では 500° 以上での時効で抗磁力が急激に増加し、600° において最高となる。Fe-Ni-Cr 合金では 550° 附近の時効で抗磁力が最高となる。この析出は X 線組織および顕微鏡組織において認められる。

著者等はこれらの諸合金を析出硬化せしめた後に冷間加工すると、冷間加工のみの場合と異なり、わずかの加工によつて抗磁力が著しく高まることを見出した。その變化の例を Table 2 に示したが、5% 程度の加工によつて抗磁

Table 2 Effect of cold work after aging upon the magnetic properties of several alloys.

Treatment		Aged	Aged-5 % red.	Aged-5 % red-aged-5 % red.
Alloys				
Co-Fe-V	H_c (BH) _m	180 1.8×10 ⁶	540 8.0×10 ⁶	700 Oe 10.8×10 ⁶
Co-Fe-Cr	H_c B_r	116 12500	180 12650	—
Co-Fe-Cr-V	H_c B_r	350 2200	750 2500	910 2500 gauss
Fe-Ni-Cr	H_c (BH) _m	190 1.5×10 ⁶	240 3.1×10 ⁶	—
Cu-Ni-Fe	H_c B_r	250 6100	290 6250	—

(All specimens are previously cold rolled 85 %).

力および $(BH)_{\max}$ が急激に増加し、極めて有効な効果がある。本効果が注目すべき點は、(1) 冷間加工によつて抗磁力が著しく高められること。(2) わずかの加工にかゝわらず異方性が急激に増大することなどである。

實驗は 80~90% の冷間加工を行つて製作した試料を適當な温度で析出硬化後、さらに同様な冷間加工を加える。Fe-Ni-Cr, Cu-Ni-Fe 合金は析出後にも冷間加工が容易で

(1) D. G. Ebeling, A. A. Burr, J. Metals, 5 (1953), 537.

あるが、Co-Fe-V や Co-Fe-Cr 合金に本処理を加えるには試料の成分や、本処理前の加工度および時効の温度等を適宜にとる必要がある。また時効後の冷間圧延では 1% の加工を行うにも多く (10 回餘) のロールパスを経た。抗磁力の増加量はロールパスの回数により、影響をうける。

1. 加工度による性質の変化

析出後の冷間加工における加工度による性質の変化は、合金の種類によらずその傾向が全く同様である。一例として Fig. 3 には Co-Fe-Cr-V 合金における変化を示し

Table 3 Increase of H_c by cold work, after aged at various temperatures.

Aging temperature	Coercive force (Oe)			
	After aging	Cold reduction 5% after aging	Amount of increase	Percentage of increase
Before aging	(72)	—	—	—
300°	77	77	0	0%
350°	94	130	36	38%
400°	118	223	105	89%
450°	130	288	158	122%
500°	145	407	262	181%
550°	260	590	330	127%

(Co-Fe-V alloy)

た。抗磁力は前述したようにわずかの加工で急激に増加するが、極大値に達した後徐々に低下する。極大を生ずる加工度は 5~10%Red でこの附近の変化は緩やかである。極大をすぎると抗磁力は下る一方で、加工度が大きくなると時効後の値に戻り、さらに低下して時効前の状態に近づく。

B_r は一般に加工により少しく増加するが、冷間加工のみ行つた時の変化と同様で特別な影響はない。硬度は析出硬化後の加工で H_c と逆に低下する。その低下は 10%までの加工で著しく、以後は緩やかである。Co-Fe-Cr-V 合金の例では硬度の低下量は約 80 (VHN) で、析出による硬化量の約半分ほど軟化する。以上のように抗磁力のみに特別な影響があり、また硬度が抗磁力と逆に加工によつて軟化することが注目される。

Fig. 3 Changes of H_c , B_r , and H_v by cold work after aging. (Co-Fe-Cr-V alloy) (This specimen is previously cold rolled 85%).

2. 本効果におよぼす時効温度の影響

Table 3 には Co-Fe-V 合金について、300~550° に

時効温度を変えて本処理を行つた時の結果を示した。時効温度が高く、加工前の抗磁力が高いほど、次の加工における増加量も増し、従つてより高い抗磁力が得られる。

抗磁力の増加量に大小はあるが、加工度による変化は時効温度が異つても全く類似している。すなわち時効温度の如何によらず、Fig. 3 と似た変化が行われる。また硬度の変化は時効による硬化が大きいほど、次の加工における軟化も著しい。

3. 本処理後焼戻す時の変化

時効後冷間加工せる試料を焼戻す (再時効する) と、冷間加工による効果が失われて、加工により上昇した抗磁力は焼戻温度が高くなるに従つて段々低下する (Fig. 5-B)。はじめの時効において抗磁力が最高になる時効温度を T_M とすると、大體 T_M より上の温度で焼戻せば加工の影響が完全に失われてはじめに時効した時の値にもどる。

(A) : aged at 515°

(B) : aged at 540°

Fig. 4 Change of H_c in repeat of aging and slight cold work (Fe-Ni-Cr alloy).

(A): Changes at cold work after aging.

(B): Changes at tempering after (A) treatment (Co-Fe-V alloy).

Fig. 5 Changes of H_c and B_r in two directions.

時効後の冷間加工で低下した硬度は、焼戻しにおいて再び硬化して加工前 (はじめの時効後) の値に近づく、この

場合も抗磁力と反対の變化が行われる (Fig. 4-A).

4. 繰返して本處理を行う時の變化

時効と冷間加工を繰返して行う時は抗磁力、硬度その他の性質について、1回目の冷間加工における同様な變化が2回目の加工においても繰返される。再時効においては前節に述べたように抗磁力が低下し硬度が増加する。時効溫度が T_M より低くて、加工の効果が残留する時は、2回目の加工で抗磁力がさらに増加する (Table 2, (Fig. 4-A および Fig. 5-A)). しかしこの場合の抗磁力の増加には限度があり、繰返しの回数が増すと Fig. 4-A に示したように抗磁力が一定値に到達する。この抗磁力の上昇限度はその際の時効溫度によつて定まる。また Fig. 4-A と同じ試料で T_M に時効して繰返した時の變化を同圖 B に示すが、 T_M 以上の溫度に再時効して繰返す場合は再時効で性質が完全に復元するため、何回繰返しても1回目と全く同じ變化が繰返される。すなわち、この場合には抗磁力は1回で最も高い上昇限度に達する。

5. 本處理によつて生ずる異方性について

第 II 章の2節には強度の冷間加工によつて異方性が增大することを述べたが、時効後の冷間加工ではわずかの加工によつて加工方向の $(BH)_{max}$ がさらに格段に増加する (Fig. 6).

(1) As cold rolled 85 %. (2) Aged at 500°. (3) 500° Aged-5 % cold work. (Co-Fe-V alloy).

Fig. 6 Changes of demagnetization curves in two directions.

四角い試料を用いて、加工方向および直角方向から磁性を測定して兩方向における變化を比較したが、Fig. 5-A には時効後の冷間加工における變化、B にはその後これを焼戻す時の變化を示した。時効後の冷間加工では、直角方向の抗磁力も増加するが、加工方向における増加が大きいため、抗磁力に著しい異方性が出来る。これを冷間加工のみ行った場合と比較すれば、極めてわずかな加工によつてはるかに著しい異方性が H_c に生ずる。焼戻しでは H_c も B_r も異方性が減じて、 T_M 以上の溫度で焼戻せば異方性はほとんど消失する。なお加工方向および直角方向からとつた減磁曲線の變化は Fig. 6 に圖示した如くである。圖のように時効後のわずかの冷間加工によつて異方性が急激に増して加工方向の減磁曲線が角張るため、抗磁力の増加より更に $(BH)_{max}$ の増加が大きい。

次に 90 % の冷間加工を行った試料を時効後、前と直角

な方向にロールした場合の抗磁力の變化は Fig. 7 の如くである。その説明に示したように時効の前後におけるロー

Fig. 7 Change of H_c at cold work after aging, in various directions.

	Direction at 90 % cold work before aging	Direction at slight cold work after aging
(1)	Rolling direction	Rolling direction
(2)	Cross "	Cross "
(3)	Cross "	Rolling "
(4)	Rolling "	Cross "

における抗磁力の増加に対しても大きい影響を與えることがわかる。

6. 本處理における硬度の變化

時効後の冷間加工では抗磁力の變化と逆に時効によつて硬化した硬度が軟化する。壓延面における硬度のこのような變化はすでにグラフに示したが、試料の断面の硬度においても時効後の冷間加工によつて同様な低下がみられる。すなわちマイクロ硬度計によつて加工方向および直角方向の断面の硬度を測定したが、いずれの方向から測定しても時効後の冷間加工により軟化が見られた。従つて全體的に軟化が起きることが明らかである。

たゞし加工方向の硬度の低下は直角方向における低下よりも少く、従つて硬度においても時効後の加工で異方性が增大する。また本處理後焼戻せば再び硬化して時効後の値に戻る。

7. 總 括

時効後の冷間加工における變化を要約すれば (1) 抗磁力が著しく増加する。 (2) 硬度は低下する。 (3) わずかな加工で異方性が急に増大する。 (4) 焼戻し (再時効) で冷間加工による効果が失われる。 (5) 時効と冷間加工を繰返して行えば、同じ變化が繰返えられる。

これらの現象には次のことが影響していると思う。本實驗の試料では冷間加工によつて $\gamma \rightarrow \alpha$ 相の變態が行われ、また時効によつて α 相中に γ 相が分散析出して硬化するが、時効後の冷間加工では時効により析出した γ 相

ルの方向を種々組合せた四つの場合について抗磁力の變化を示した。この結果では (1) が H_c が最も高くなるが、(4) の場合が (3) の場合より H_c が高い値になるの

で、時効前の加工の方向が、時効後の加工に

が α 相に溶體化する現象が起る。この溶體化のために硬度に軟化が起きると考えられる。しかし抗磁力においては分散相の溶體化の途中に、これを著しく高める過程があるのではなからうか。またこの際の變化で析出物が方向性をもつために異方性が急に増大するのであろう。なお過度の加工によつて溶體化がさらに進行すると、Fig. 3その他にみられるように抗磁力が低下すると考えられる。また再びこれを焼戻せば以上の變化が逆行し時効後の状態に戻るため加工の効果が消失する。従つて時効と冷間加工を繰返す時は同様な變化が繰返えされる。

IV. 結 言

第 II 章の結果と第 III 章の結果を比較すると、析出相の有無によつて、冷間加工が磁性に對し非常に異つた影響

を與えることがわかる。第一に冷間加工のみでは抗磁力に對して注目すべき効果がないが、析出後の加工では抗磁力が著しく増加し、Vicalloy などでは冷間加工後時効した從來の値の倍以上となる。次に冷間加工のみでは強度の加工を加えた後に異方性が顯著となるのに對し、析出後の冷間加工ではわずかな加工で異方性が急激に増大する。また冷間加工のみ加える場合は、 B_r のみに大きい異方性が生じ、析出後に冷間加工を加える場合は、抗磁力に特に著しい異方性が生ずる。

終りに、本研究を援助された當教室の各位に對し感謝の意を表する。また本研究に要した費用は主として文部省科學研究費によつて支辨されたことを附記する。