50 % Fe-Ni 合金箔に関する研究 (第 1 報)* 磁氣的性質と圧延条件の關係について

田 中 英八郎** 加 藤 春 男**

Eihachirô Tanaka and Haruo Katô: Study on Ultrathin Tapes of 50 % Fe-Ni Alloy (1st Report). Relation between the Magnetic Properties and the Rolling Condition of the Tapes. Ultrathin tapes of 50 % Fe-Ni alloy were rolled down to 0.006mm in thickness. This study were restricted chiefly to the relation between the magnetic properties and degree of the reduction of the final cold rolling. (1) Then magnetic properties (H_c and B_r/B_m) of the tapes more than 0.025 mm in thickness were improved with decrease of the thickness. (2) The magnetic properties (H_c and B_r/B_m) of the tapes less than 0.0125 mm thick deteriorated with decrease of the thickness. (3) The factor causing the H_c and B_r/B_m of the tapes less than 0.0125 mm thick to become inferior to those of the tapes more than 0.0125 mm thick is not the surface contamination of the tapes but their thickness itself.

(Received June 20, 1957)

I. 緒 言

角型履歴曲線を示す 50 % Fe-Ni 合金は近年磁心として多く用いられるようになったが、その磁氣的性質と聚合組織に関しては古くから多くの研究がなされている。最近

まで電磁材料として実際に使用している板厚は 0.05 mm 以上であつた。磁心の渦流損失は板厚が薄くなるに従つて減少するものであるからこの合金も出来る限り薄くすることが望まれていた。薄箔の圧延は最近まで 0.025 mm を実用上の限度としていたが、多段圧延機の発達に伴い 1950 年

** 東北大学金属材料研究所

* 1956 年 10 月本会広島大会 および 1957 年 4 月 東京大会に発表

(1) F. Pawlik: Z. Metallk., **27**(1935), 160.

(2) G. Wassermann: Z. Metallk., **28**(1936), 262.

(3) O. Dahl, u. F. Pawlek: Z. Metallk., **28**(1936), 230.

頃から 0.025 mm 以下の極薄箔ができるようになった。従つて 0.025 mm 厚さ以下の箔の磁気的特性に関する研究は二三⁽⁴⁾⁽⁵⁾⁽⁶⁾にとどまる。またその結果も詳細な加工履歴と磁気的性質の関係については発表されていない。よつて著者らは先年金研に設置された Sendzimir 20 段圧延機 (Z_R 32-4) を使用して厚さ 0.005 mm までの 50/50 Fe-Ni 箔をつくりその磁気的性質と圧延条件との関係について研究を行つた結果を報告する。

II. 実験方法および試料

実験に供した試料の分析値は 0.23 % Mn, 41.41 % Ni, 残りが Fe 程度の純度のものであり、真空溶解した鋳塊を熱間圧延により 16, 11 および 6 mm 厚さにし、最終冷間圧延直前の結晶粒度を揃えるため最終の冷間圧延直前までの (Table 1 に示す) 各段階における焼鈍ならびに圧延率は同一条件で行つてい。冷間加工ならびに水素焼鈍 (850°×3 hr) を繰返して最終冷間圧延直前の板厚を 8, 3, 1 および 0.35 mm の 4 種とした。最終冷間圧延において厚さ 3 mm までは 2 段圧延機、厚さ 3~0.16 mm 間は 4 段圧延機、これ以下の厚さは Sendzimir 圧延機 (Z_R-32-4) を使用した。最終冷間圧延直前の結晶粒度は 0.03~0.06 mm であった。

Table 2 に各 4 種について Sendzimir 20 段圧延機を

Table 1 The Rolling schedule of specimens.

N. B. Annealed 3 hrs at 850° in H₂ in the each stage of reduction. (units: mm)

Table 2 Cold rolling process of the Sendzimir 20 Hi mill for specimens its thickness having 0.16 mm.

Pass No.	Back tension (kg/mm ²)	Front tension (kg/mm ²)	Total rolling Road (ton)	Thickness (mm)	Each pass red. (%)	Total red. (%)
1	16.3	20.8	0.5	0.124	23.4	87.6
2	20.3	27.0	0.75	0.070	43.5	93.0
3	27.0	25.7	2.0	0.052	24.0	94.8
4	26.9	44.0	2.0	0.025	52.0	97.5
5	44.0	53.2	1.25	0.015	40.0	98.5
6	51.0	55.6	1.75	0.010	33.3	99.0
7	55.5	53.8	2.5	0.009	10.0	99.1
8	55.6	37.2	3.96	0.008	11.1	99.2
9	46.0	42.2	—	0.0075	6.26	99.3
10	42.2	38.9	2.95	0.007	6.7	99.3
11	39.7	40.8	3.3	0.006	14.3	99.4
12	40.4	40.4	3.3	0.0055	8.33	99.5

使用して 0.16 mm から 0.0055 mm 厚さまで冷間加工した際の圧延工程の一例を示す。

実験に供した各 4 種の試料の板厚と圧延率を Table 3 に示す。箔を圧延後特殊な切断機にかけ巾 10 mm のテープにし、重量 5~10 g のテープをマグネシアの粉で絶縁後内径 28 mm の環状にし真空焼鈍または水素焼鈍を行い磁気測定用試料とした。測定は直流弾動電流計法によつた。

焼鈍方法は次の三つの方法をとつてゐる。第 1 は真空中で 20°/min の加熱速度で 1100° とし 1 hr 保持後 600° までは炉冷し後真空中で急冷、第 2 は 1080°×1 hr 水素中における焼鈍、第 3 は真空中で各温度共 2 hr 保持の急熱急冷である。この場合加熱速度を比較的遅くしてゐるのは 1000° 以上において急熱すると 2 次再結晶が生じやすく従

Table 3 The thickness and reduction of specimens used.

8 mm		3 mm		1 mm		0.35 mm	
Thick. (mm)	Red. (%)	Thick. (mm)	Red. (%)	Thick. (mm)	Red. (%)	Thick. (mm)	Red. (%)
0.098	98.8	0.10	96.7	—	—	—	—
0.049	99.4	0.050	98.3	0.045	95.5	0.047	86.5
0.0205	99.7	0.021	99.4	0.024	97.6	0.024	93.2
0.0126	99.8	0.015	99.5	0.013	98.3	0.017	95.2
0.0074	99.9	0.007	99.7	0.0062	99.4	0.007	98.0

つて立方体組織が崩れ磁気特性が悪くなるためである。(このことについての詳細は後報において報告する)

III. 実験結果

Fig. 1 および Fig. 2 は第 1 および第 2 の熱処理を行つたものについて得られた B_r/B_m (% , $H_{max}=10$ Oe) と H_c である。横軸には冷間圧延率 $[(1-h/h_0) \times 100$ および $\ln(h_0/h)$] をとつてある。各 4 種の系列共にいずれも圧延率の増加と共に B_r/B_m は初め上昇しある圧延率から減少する。また B_r/B_m の最大の点は最終冷間圧延直前の板厚が大となる程高圧延率側によりかつその絶対値も大きい。 H_c は一般的に冷間圧延率の増大と共に減少して行く

が、さらに冷間圧延率が大きくなると H_c は逆に増加して行く。すなわち B_r/B_m および H_c の増減は冷間圧延率だけで一義的に説明しえないのである。最終冷間圧延直前の板厚が 0.35 mm のものは一般的に磁気特性値が劣つてゐるのは焼鈍前の圧延率が低いため鮮鋭な立方体組織を示さ

ないためと考えられる。

次に板厚を横軸に取り、 B_r/B_m および H_c を縦軸にとつて図示すると Fig. 3 および Fig. 4 の如くなる。これらの図から知られるように各 4 種の系列共 0.025 mm 厚さ

(4) S. Spachner, W. Rostoker: J. Metals, 7 (1955), 921.

(5) M. F. Littmann: J. Metals, 8 (1956), 593.

(6) M. F. Littmann: Elect. Eng., 71 (1952), 792.

位に B_r/B_m の極上, H_c の極小がある. すなわち冷間圧延率の如何にかかわらず 0.025 mm 厚さの試料の特性は厚いものよりもまた薄いものよりも優れている.

Fig. 1 Relation between B_r/B_m and final cold rolling degree of topes. Annealed 1 hr at 1100° in vacuum or hydrogen.

Fig. 2 Relation between H_c and final cold rolling degree of topes. Annealed 1 hr at 1100° in vacuum or hydrogen.

Fig. 3 Relation between B_r/B_m and final thickness of topes. Annealed 1 hr at 1100° in vacuum or hydrogen.

上述の如く薄箔になると, 厚さが B_r/B_m および H_c に大きく影響してくることがわかった. さらにこのことを確かめるために Fig. 1, 2 から最終冷間圧延率 99.4 % である

4 種の厚さをもつ試料の B_r/B_m , H_c を厚さに対して図示すれば Fig. 5 が得られる. 図に示す如く板厚の減少と共に B_r/B_m は減少し, H_c は上昇している. また上のことは真空, 水素焼鈍の如何によらず同じ傾向を示している.

Fig. 4 Relation between H_c and final thickness of topes. Annealed 1 hr at 1100° in vacuum or hydrogen.

Fig. 5 Relation between final thickness, B_r/B_m and H_c of topes on the same cold rolling degree (99.4 %). Annealed 1 hr at 1100° in vacuum or hydrogen.

以上述べて来たことは一定温度において焼鈍せるものの磁氣的性質であつたが, 次に熱処理温度の影響をみるため第 3 の焼鈍方法により試料は最終冷間圧延直前の板厚が 3 mm のもので 0.021 mm, 0.0068 mm 厚さに冷間圧延し 900~1100° 間を 50° 間隔に 2 hr 真空焼鈍を行つた.

Fig. 6 に 1050° 焼鈍の場合の 0.021 mm および 0.006 mm 厚さの履歴曲線を示している. 0.021 mm 厚さの $H_c = 0.06$ Oe, $B_r/B_m = 96.5$ %, 0.0068 mm 厚さのものは $H_c = 0.21$ Oe, $B_r/B_m = 92.5$ % であり薄いものは特性が著しく低下している.

次に Fig. 7 は焼鈍温度を横軸に取り縦軸に B_r/B_m , H_c および μ_{max} を取つたものである. この場合の H_{max} は 1 Oe である. これらの図から知れるように 0.021 mm 厚さに比較して 0.0086 mm 厚さの磁氣的性質はいずれも低下している. 焼鈍温度が高くなるに伴い磁気特性は上昇している. 特に 0.021 mm 厚さのものは 1050° 附近で極大を示している. さらに温度が高くなると逆に劣化の現象が見られる. 板厚は 2 次再結晶の発生の難易に非常に影響し

ており、薄くなるとその発生は非常に困難になる。0.021 mm 厚さの特性が 1100° で低下しているのは 2 次再結晶粒

Fig. 6 Hysteresis curves. Cold rolled to 0.021 and 0.058 mm from 3 mm thickness and annealed at 1050° for 2 hrs in vacuum.

Fig. 7 Magnetic properties-annealing temp. diagram. Cold rolled to 0.021 and 0.0068 mm from 3 mm thickness and annealed 2 hrs at each temp. in vacuum.

の発生が原因していると思われる。0.0068 mm 厚さのものは 0.021 mm 厚さに比較してその絶対値も著しく低いが、1000° 以上の高温においても 2 次再結晶粒を発生せず、熱処理温度に余り影響されていない。

IV. 結果 に対する 考察

以上述べた実験結果から 0.025 mm 厚さまでは板厚の減少に伴い磁気特性は良くなっているが、これ以下の厚さになると最終冷間圧延率が高くても厚さの減少と共に磁気的性質は悪化している。Dynamax⁽⁸⁾について発表されているように同一加工度であると板厚の減少に伴い磁気特性が改善されるということは 0.0125 mm 厚さ以下になると適用出来ないものと考えられる。

第 3 法による熱処理で 0.0068 mm 厚さの B_r/B_m の値が第 1 法によるものに比して高く出ているのは磁場が ($H_{max}=1$ Oe) 低いためである。また第 1 の熱処理法では 1100° の如き高温であるから Fig. 7 から類推すると 2 次再結晶粒を生じ、従つて磁気的性質の低下ということが想像されるが、第 1 および第 2 の熱処理は第 3 の熱処理に比較して、加熱速度が遅くまた焼鈍時間も短く組織的に 2 次再結晶は認められなかつたからそのようなことはない。

また箔の厚さが減少すると単位体積当りの表面積が大きくなるから熱処理中に酸化など表面からの汚染のため磁気特性の低下ということも考えられるが、本実験における焼鈍雰囲気は水素および真空中の両者を採用し、特に真空度の点は充分注意し 10^{-4} mm Hg 程度の真空度を保持した。その磁気特性は水素焼鈍のものに充分匹敵するものであり、この点からも表面からの汚染が原因して磁気特性を低下させるものとは考えられず、板厚のものに原因して結晶学的に何等かの差異が生じるためと考えられる。

V. 結 言

50/50 Fe-Ni 合金を Sendzimir 20 段圧延機で 0.035 mm まで圧延したの結果を得た。

(1) 0.025~0.0125 mm 厚さまでは板厚の減少と共に磁気的性質は良くなる。

(2) 0.0125 mm 厚さ以下の箔になると B_r/B_m および H_c も悪化する。これは箔表面からの汚染に原因するものでなく板厚の絶対値によるものと考えられる。そしてこのことに関しては後報において詳述する。

終りに臨み、本研究遂行に当り終始御懇篤なる御指導を賜つた東北大学故鳥羽安行教授、白川教授ならびに雨宮大二氏に心から感謝いたします。なお研究遂行に際し特別な便宜を与えられた東北金属株式会社ならびに金属工業研究所に対し厚く感謝の意を表すると共に試料作製に御援助いただいた福田武司氏に謝意を表する。

(7) G. W. Raether, J. F. H. Caster: Phillips. Res. Rep., 4(1949), 241.

(8) G. H. Howe: Elec. Eng., 75(1956), 702.