6.5% Si-Fe 合金の冷間圧延と磁気特性*

石坂哲郎** 山部恵造** 高橋俊夫**

Tetsuro Ishizaka, Keizo Yamabe and Toshio Takahashi : Cold-Rolling and Magnetic Properties of 6.5% Silicon-Iron Alloys. It is well known that in silicon-iron alloy about 6.5% silicon-iron alloys has the highest permeability but the alloys containing above 5% silicon are very hard and brittle, and cannot be cold-rolled. Therefore, to prepare thin plates, the has warm-rolling method been employed. To enable the alloys containing up to about 6.5% silicon to be cold-rolled, the authors investigated the effects of hot-rolling conditions on the cold workability of these alloys.

The samples were melted by the high frequency furnace in open atmosphere and hot-rolled in various conditions and the mechanical properties and cold workability were measured. After hot-rolling at 1000°C, the tensile strength and elongation fell rapidly above 5% and 4.5% silicon respectively, but when the rolling temperatures were lower the peak of strength sifted to the higher silicon side and the elongation of the higher silicon alloys increased. The tensile strength of the 6.45% silicon alloy, hot-rolled by 91% at 750°C, was 120 kg/mm² and the elongation was 1%, and by the bending test some ductility was observed in the rolling direction. This is because the crystal grains were elongated in the rolling direction by the hot-rolling. Thus the alloys containing up to about 6.5% silicon could be cold-rolled from 1 mm to less than 0.3 mm by the hot-rolling above 70% at 600~750°C and the slitting of the side edges.

Magnetic properties of the 0.3 mm thick 6.45% silicon alloy were as follows: The initial permeability $\mu_0 = 1460$, the maximum permeability $\mu_m = 22500$, the coercive force $H_c = 0.15$ Oe and the watt loss $W_{10/50} = 0.58$ watt/kg.

(Received December 13, 1965)

I. 緒 言

Si-Fe 合金は飽和磁化，透磁率，電気抵抗が比較的高く，しかも低価格であるために電力用の磁心として非常に大量に使用されている。この系の合金中，容易磁化方向の磁歪が Si 量約 6.5% で 0 となり⁽¹⁾⁽²⁾，その組成で最大透磁率が最高となることは比較的古くから知られている⁽³⁾⁽⁴⁾。しかし Si 量が増加するとともに硬さが増加するばかりでなく，引張強さ，伸びは 4.5% Si 以上で急激に低下する⁽⁵⁾。このため 5% Si 以上を含む合金では通常の冷間圧延は不可能であつて，薄板を得るのには温間圧延法⁽⁶⁾⁽⁷⁾が用いられている。

この報告では，Si 6.5% 付近までを含む合金について，熱間圧延条件の変化による機械的性質，顕微鏡組織の変化から，冷間圧延を可能にする熱間圧延条件を明らかにし，あわせて得られた薄板の磁気特性の特徴をのべる。

II. 実 験 方 法

まず予備実験として，少量の第 3 元素の添加の熱間圧延性と磁気特性に対する影響を求めた。原料として電解鉄と金属珪素を用い，タンマン炉で 6.5% Si-Fe 合金を 400 g 溶解し，鑄造の直前に Ca, Ti, Zr, V, Cr, Mo, Ni, Cu, Al を 0.1~1.5% 投入した。インゴットを熱間鍛造後厚さ 10 mm から 1 mm まで熱間圧延して圧延性を判定し，圧延できた板について磁気特性を測定した。酸素，窒素，硫黄に対し，Fe より化学親和力の小さい Ni, Cu は，熱間圧延性をいちじるしくそこない，これらの 0.5% の添加で熱間圧延はほとんど不可能になる。Ti, Cr, Mo は熱間圧延性を改善するが，磁気特性をやや害する。0.5% 以下の Mn, Al, V, Ca の添加は磁気特性を害せずに圧延性を改善する。Ni, Cu 以外の元素を添加した場合，結晶粒界が清浄化されることが確かめられた。しかしこれらの元素を添加したもので 900~1000°C での熱間圧延の後では冷間圧延は困難であつた。以上の結果から熱間圧延条件を主に調べることにした。

Si 量 1~7% の合金 5 kg を高周波炉を用い大気中で溶解して 50 mm 角のインゴットに鑄造した。脱酸剤として，30% Ca-Si を 0.2% 加えた。各試料の組成を Table 1 に示す。インゴットを厚さ約 15 mm まで熱間鍛造し，表面を切削して 11 mm 厚とした後，450~1000°C の範囲で温度をかえて 1 mm まで熱間圧延した。試料 19 についてのみ 750°C での圧延率を 33~91% に変化させたが，その他の場合は熱間圧延率はすべて約 91% である。厚さ 1 mm

** 日本電信電話公社 電気通信研究所 (The Electrical Communication Laboratory Nippon Telegraph and Telephone Public Corporation, Tokyo)

* 1963 年 4 月および 1965 年 4 月 本会東京大会に発表

(1) W. J. Carr Jr. and R. Smoluchowski: Phys. Rev., **83** (1951), 1236.

(2) R. C. Hall: J. Appl. Phys., **30** (1959), 816.

(3) 増本，山本：本誌，**1** (1937), 127.

(4) M. Goertz: J. Appl. Phys., **22** (1951), 964.

(5) T. D. Yensen: Bozorth, *Ferromagnetisms* (1951), 77.

(6) R. C. Hall: 特許公報，昭 35-18709.

(7) H. H. Helms: NEVWEPS Rep., 7331, U.S. Naval Ordnance Laboratory.

の熱間圧延板を酸洗後冷間圧延して、割れの発生状況から圧延性[†]を判定し、一方熱間圧延板より、引張り試片を採

る圧延状況を示す。図に見られるように圧延温度と冷間圧延性に関して、Si 量を三つの領域にわけることができ

Table 1 Chemical composition of specimens.

Specimen	Si (%)	C (%)	P (%)	S (%)	Al (%)	Ca (%)
10	0.7	0.0084	0.028	0.009	0.006	trace
11	1.7	0.0086	0.017	0.009	0.008	trace
12	2.41	0.0100	0.030	0.008	0.010	0.04
13	3.5	0.0135	0.015	0.008	0.023	0.01
14	4.4	0.0116	0.028	0.008	0.045	0.01
15	5.05	0.0141	0.029	0.009	0.059	trace
16	5.2	0.0111	0.014	0.008	0.098	0.02
17	5.93	0.0100	0.024	0.005	0.058	0.05
18	6.2	0.0097	0.023	0.005	0.074	0.02
19	6.45	0.0134	0.025	0.008	0.054	0.06
20	7.02	0.0120	0.018	0.009	0.098	0.05
21	7.23	0.0122	0.019	0.006	0.080	0.03

取して機械的性質を測定した。また圧延条件をかえた各試料の顕微鏡観察を行なった。冷間圧延の可能な試料については、0.3 mm まで圧延して外径 30 mm、内径 20 mm のリング試料を打ちぬき、自記磁束計、弾動検流計によって、直流、交流の磁気特性を測定した。

III. 実験結果

1. 熱間圧延条件と冷間圧延性

厚さ 11 mm、巾約 50 mm の熱間鍛造板を 1000°, 850°, 750°, 600°, 450°C と温度をかえて 1 mm まで圧延した。ただし 600°C 圧延の場合 5 mm まで 750°C で、450°C 圧延の場合 5 mm までは 750°C、以後 3 mm までは 600°C で圧延した後、それぞれ所定の温度で圧延した。試料温度が圧延開始温度の約 200°C 下になると炉内にもどし、板厚 1 mm に対して 1 min 間保持して圧延をつづけた。

圧延温度が低いために、変形抵抗は当然高くなる。真空アーク溶解した 6.4% Si-Fe 合金について、われわれは、衝撃圧縮試験による平均変形抵抗の値として 1000°C で 24 kg/mm²、750°C で 68 kg/mm²、600°C で 86 kg/mm² を得ている⁽⁸⁾し、Rassmann ら⁽⁹⁾も 6.0% Si-Fe 合金でこれよりやや低い値を報告している。脆性材料では比較的低い温度での衝撃圧縮による変形抵抗の測定は困難なので、常温から 900°C までの温度における硬さを測定した。結果を Fig. 1 に示す。この試料で 11 mm から 1 mm まで圧延するのに要したパス回数は 1000°C で 28 回、750°C で 38 回であった。

このようにして得られた 1 mm 厚の板を酸洗後冷間圧延して、割れの発生の様子から冷間圧延性におよぼす熱間圧延条件の影響を求めた。Fig. 2 に Si 量と熱間圧延温度に

Fig. 1 Hardness of specimen 19 at elevated temperatures.

Fig. 2 Cold-workability of silicon-iron alloys after hot-rolled at various temperatures. ⊙ indicate that cold-rolling is easy, ○ cold-rolling is possible after slitting side edges, △ cold-rolling is unstable, cracks often develop, × cold-rolling is impossible for large clacks.

る。第1の領域は熱間圧延温度に関係なく冷間圧延可能な Si 量約 5% 以下、第2の領域は熱延板の側端部(耳)を剪断すれば圧延温度に関係なく冷間圧延できる Si 量 5% 付近、第3の領域は耳を剪断しても熱間圧延温度が冷間圧延性を左右する Si 量約 6% 以上の範囲である。5% 以上の Si を含む合金は圧延が困難で、ふつうの場合 1 mm から圧延を開始して 0.9 mm まで圧延する間に割れが発生する。割れは耳から発生し、はじめ圧延方向と直角に 10 mm 程度進み、その後板と平行に長く発達することが多く、1回の圧延で 20 cm 以上の大きな割れを生ずることもある。熱間圧延温度の低下は、このような合金に対して有効

† この報告でいう圧延性は、圧延できるかどうかの問題であつて、圧延に要するエネルギーの大小の問題ではない。

(8) 石坂、高橋 他：金属学会講演概要、1964年4月、112。

(9) G. Rassmann and P. Klemm: Neue Hütte, 7 (1963), 403。

であり、とくに 6.5% Si 付近の合金に対しては 600°~750°C 付近が以後の冷間圧延に対するもつとも適当な熱間圧延温度である。

つぎに Si 6.45% を含む 試料 19 について熱間圧延工程をかえて冷間圧延性を調べた。厚さ 11 mm から 1 mm まで 750°C で熱間圧延する以外に、1000°C で 5, 3, 2, 1.5 mm まで圧延して以後 1 mm まで 750°C で圧延する。750°C での圧延率はそれぞれ 80, 66.7, 50, 33.3% である。圧延率 50% 以上で以後の冷間圧延性は改善され、66.7% では安定して冷間圧延が可能となる。

2. 熱間圧延条件による機械的性質の変化

温度をかえて熱間圧延した各試料の引張り強さと伸びを Fig. 3 に示す。Yensen⁽⁵⁾ によれば焼鈍された Si-Fe 合金

Fig. 3 Tensile strength and elongation of silicon-iron alloys, hot-rolled at various temperatures.

の引張り強さは、はじめ Si 量とともに増加するが、約 4.5% Si の 66 kg/mm² を頂点として急減し、6.5% Si では 9 kg/mm² となり、伸びもその成分では 0 になる。1000°C で圧延された試料の引張り強さは Yensen の値と似た傾向を示すが、圧延温度を下げると引張り強さの増加は高 Si 側まで延長され、750°C での圧延では 6.45% Si-Fe 合金の引張り強さは 119 kg/mm² という高い値を示し、同時に伸びも 1% とわずかなではあるが生ずるようになる。

高 Si 側での引張り強さや伸びに与える圧延温度のこのような特異な影響を低 Si 側と対比して見るために、試料 19 (6.45% Si) と 13 (3.5% Si) について、Fig. 3 の値を圧延温度に対してかきなおしたのが Fig. 4 である。一般に圧延温度が下がれば試料の内部応力が増加し、引張り強さの上昇、伸びの低下をとまう。Si 量の低い試料 13 が、引張り強さ、伸びがともに単調に変化するに対して、Si 量の高い試料 19 では引張り強さは圧延温度 750°C をこえると急

落し、伸びはその温度で最大値を示している。このような引張り強さ、伸びの圧延温度に対する曲線の形の変化は、

Fig. 4 Tensile strength and elongation of specimens 13 and 19 as functions of rolling temperature.

前者では Si 量 4.5% と 5% の間、後者では 5.2% と 5.9% の間、いいかえると焼鈍試料において引張り強さが急落する Si 量 4.5%, 伸びが 0 になる 5% の付近で起る。

試料 19 について、750°C での熱間圧延の出発厚さをかえた時の熱間圧延率と引張り強さ、伸びの関係を Fig. 5 に

Fig. 5 Tensile strength and elongation of specimen 19 as a function of reduction of thickness at 750°C.

示す。引張り強さ、伸びとも圧延率とともに増加するが、引張り強さの上昇の度合いは大きい。

引張り試験にさいして、降伏点の正確な測定は行なわなかったが、Si 量 5% 以上では圧延温度に関係なく破断以前の降伏現象は観察されなかった。それらの試料の破断の形状は脆性破壊であつて、低 Si 側の延性破面と非常に異なる破面を示す。破壊は粒界で起ることが多い。

Fig. 2 と Fig. 3, 4, 5 との対比から、熱間圧延板の引張り強さ、伸びと冷間圧延性の相関がかなり大きいことがわかる。とくにあっていどの伸びが保証されたときの引張り強さの大きさが冷間圧延性に大きな影響をもつように見える。

Fig. 6 に熱間圧延温度による硬さの変化を示すが、一般

に圧延温度の上昇による硬さの漸減が見られるのみで、高 Si 側でも引張り強さや伸びのような特異の変化はなく、硬

Fig. 6 Changes of hardness of silicon-iron alloys by hot-rolling temperature.

さはこの場合冷間圧延性に特別の関係がないようである。

3. 磁気特性

0.3 mm まで安定して冷間圧延できた試料 10 ないし 19 について、直流および交流の磁気特性を測定した。熱間圧延温度はすべて 750°C に統一した。焼鈍は乾燥水素気流

Fig. 7 Magnetic properties of 0.3 mm thick silicon-iron alloys after annealed at 1200°C 2 hr in dry hydrogen.

中で 1200°C, 2 hr 行なつた。

Fig. 7 に Si-Fe 合金の直流磁気特性および交流の損失 $W_{10/50}$ を示す。透磁率は Si 量 5% 以上で上昇するが、とくに最大透磁率の立ち上りは鋭く、6.45% Si で 22500 に達する。一方保磁力、損失は Si 量とともに減少し、6.45% Si-Fe ではそれぞれ 0.15 Oe (磁束密度 10000 Gauss より反転させた値)、0.58 watt/kg にまで低下する。**Fig. 8** は磁化曲線の Si 量による変化を示す。Si-Fe 合金の飽和磁化は Si 量とともに減少する。した

がつて高磁化力に対する磁束密度は Si 量の多い試料ほど低い。この実験で最高の透磁率をもつ試料 19 は 1 Oe 以

Fig. 8 Magnetization curves of specimens.

下の小さな磁化力に対しては高い磁束密度を与えるが、それ以上の磁化力に対して磁束密度の増加が少なく、約 3 Oe 以上での磁束密度は全試料中もつとも小さい。試料 19 の優位性は磁束密度についていえば 12000 Gauss までであつて、より高い磁束が求められる場合には低 Si 合金におよばない。試料 13, 19 の直流ヒステリシスループを **Fig. 9** に、交流のループを **Fig. 10** に示す。

Fig. 11 に各試料の保磁力の周波数による変化を示す。図で周波数 0 c.p.s. に対する点は直流の値である。保磁力は直流では最大磁化力 (H_m) 2.5 Oe, 交流では 800 c.p.s. までは H_m 3.2 Oe, 1000, 2000 c.p.s. では H_m 10 Oe から (ただし試料 10, 11 では 800 c.p.s. で H_m 10 Oe から)

Fig. 9 D.C. hysteresis loops of (a) specimen 13 and (b) specimen 19.

反転した値である。試料 10 については 2000 c.p.s. では他と比較しうるループが描けず、保磁力測定はできなかつ

た、大部分の試料について保磁力は 200 c.p.s. 以上では周波数に対して直線的に増加するが、Si 量の多い試料は

Fig.10 Hysteresis loops at 50 cycles of (a) specimen 13 and (b) specimen 19.

Fig.11 Coercive force of specimens at higher frequencies.

Fig.12 Coercive force as a function of electrical resistance.

ど傾斜が小さい。Fig.12 は増本ら⁽³⁾の値を用いて Fig.11 から得られる各周波数と直流の保磁力の差を電気比抵抗の函数として描いたものである。保磁力の値は損失に対応する量であるが、交流の損失は履歴損と渦電流損にわけて考えられる。簡単のために電気比抵抗 ρ 、半径 r の円柱状試料を考え、試料内に試料と同心の円筒磁壁 1 枚があるとす

ると、渦電流損 P は電気比抵抗 ρ と周波数による磁化の変化の函数として $P=r^2(dI/dt)^2/2\rho$ で示される⁽¹⁰⁾。現実の試料における磁壁の分布、移動は複雑であつて、この式のような簡単な表現では記述できないが抵抗、周波数に対する損失の関係は定性的に上式で説明される。この実験の場合、被測定量は損失でなく保磁力であり、しかも前述のようなある磁化力から反転した値であるので厳密な議論はできないが、保磁力は上式と類似の変化を示し、抵抗が高いほど低く、測定周波数が高いほど高い。

IV. 考 察

12% Al-Fe 合金について著者ら⁽¹¹⁾の一人が指摘しているように、5% 以上の Si を含む Fe 合金においても冷間圧延性は、それが圧延される以前の機械的性質と強く関係している。Si-Fe 合金の焼鈍状態での引張り強さ、伸びがともに 5% Si 付近から急激に低下する理由は不明であるが、750°C 付近での圧延により、強さ、伸びが

(a)
rolling direction →

Photo.1 Crystal grains of specimen 19 after hot-rolled at (a) 1000°C and (b) 750°C. In (b) elongated grains occupy many areas.

(10) 近角: “強磁性体の物理” (1959), 234 (裳華房).

(11) 高橋, 勝野: 本誌, 27 (1963), 271.

増加することが現象的には 6.5% Si-Fe 合金の圧延を可能にする原因となつている。圧延温度が高いと試料は圧延されながら再結晶を起すが、再結晶温度以下またはその付近で圧延されると再結晶が起らず、もしくは十分進行しないため、結晶粒は圧延方向に伸びた伸長粒となる。その様子を試料 19 について Photo. 1 (a), (b) に示す。軟鋼の脆性破壊の強さ σ は結晶粒径 d に対し $\sigma = \sigma_0 + Kd^{-1/2}$ (σ_0, K は常数) で与えられる⁽¹²⁾が、さきにのべたように降伏現象がほとんど見られず、引張り応力により粒界で破断するこの合金の圧延性または圧延のさいの破断に対する抵抗は結晶粒径だけでなく、粒の形とその配列が関係すると思われる。

この点をさらに確めるために脆性試料の変形に対して敏感な曲げ試験を行なつた。巾 4 mm, 長さ 50 mm の試料を熱間圧延の方向と平行および直角に切り出し、徳吉の方法⁽¹³⁾により定速加重を与え、X-Y 記録計により荷重-時間線図(曲げ曲線)をかかせた。Fig. 13 (a), (b), (c) に試料 16,

Fig. 13 Load-time diagrams in bending test of (a) specimen 16, (b) specimen 17 and (c) specimen 19, after hot-rolled at various temperatures.

17, 19 の圧延方向試料の曲げ曲線を示す。試料 17, 19 に見られる増加重中の小突起は微小亀裂の発生に対応する。この図の特徴は変形を拡大して見られることであり、そのため引張り試験で観察し得なかつた降伏現象を観察できる。各試料とも圧延温度の低下とともに破断荷重が増加している。また圧延温度に関係なく冷間圧延できる試料 16 では各温度とも降伏現象があらわれ、試料 17 では 600°, 750°C, 試料 19 では 750°C と、冷間圧延に適した熱間圧延温度で降伏現象と大きな変形がみられる。この様子は Fig. 3

とかなりよく一致している。Fig. 14 (a), (b) は試料 15, 19 の圧延方向および直角方向試料の曲げ曲線であるが、熱間

Fig. 14 Load-time diagrams in bending test of (a) specimen 15 and (b) specimen 19, // and ⊥ indicate specimens cut off parallel and perpendicular to rolling direction.

圧延による強さ、変形の異方性をはつきりと示している。直角方向の試料は破断荷重は大きいが変形能は小さい。方向による差は元来脆く硬い試料 19 で伸長粒組織をもつ 750°C 圧延の場合がもつともきわだっている。このことは結晶粒界が変形に対する抵抗体となつていることを示しており、脆性試料の冷間圧延には、外力に耐えて破断を防ぎかつ変形しうる結晶粒形が要求されることを意味している。750°C 付近での熱間圧延の後 6.5% Si 付近の合金が冷間圧延できるのはこの温度での圧延により圧延方向に伸びた繊維状の組織が発達するためである。

5% 以上の Si を含む合金の冷間圧延には、熱間圧延後耳の剪断を必要とする。一般に圧延における応力関係は、長さ方向の引張りと板厚方向の圧縮であるが、平行ロールを用いると、圧延材の端部に引張り応力が現われ⁽¹⁴⁾、割れの原因となることがある。この実験で使用したロールは、熱間、冷間とも平行ロールであるが、わん曲ロールの使用により、耳の剪断を不要とするかどうかは、技術的に興味のある問題である。

V. 総 括

Si-Fe 合金の冷間圧延性におよぼす熱間圧延条件の影響を検討して、6.5% Si 付近までの合金の冷間圧延に必要な条件を明らかにし、また得られた冷間圧延薄板の磁気特性を求めた。

(1) 6.5% Si 付近までの合金は 600°~750°C で約 70%

(12) N.J.Petch: J.Iron Steel Inst., 174 (1953), 25.

(13) 徳吉: 未発表

(14) E.Siebel and W.Leug: Mitt. K-W-I. Eisenforsch., 15 (1933), 3.

以上圧延し、耳を剪断することにより、1 mm から室温で 0.3 mm 以下まで圧延することが可能となる。

(2) 1000°C で圧延した試料では、引張り強さは約 5% Si、伸びは約 4.5% Si を頂点として急落するが、低温での圧延により引張り強さの増加は高 Si 側まで延長され、伸びも若干増加する。750°C で 91% 圧延した 6.45% Si-Fe 合金の引張り強さは約 120 kg/mm²、伸びは 1% である。

(3) 圧延温度を下げた試料は曲げ試験でかなりの異方性を示し、6% Si 以上でも圧延方向では降伏現象とかなりの変形を示す。

(4) これらの原因は、750°C 以下の圧延により、圧延方

向に伸びた結晶粒の繊維状の組織が形成されるためである。

(5) このようにして得られた 6.45% Si-Fe 合金の 0.3 mm 厚の板は 1200°C 2 hr の水素焼鈍後、初透磁率: 1460, 最大透磁率: 22500, 保磁力: 0.15 Oe, 交流損 $W_{10/15}$: 0.58 watt/kg の特性をもち、高い周波数での保磁力の増加も小さい。しかし高磁化力に対する磁束密度は低 Si の試料におよばない。

おわりに本研究に終始ご指導を賜わった当所奈良金属材料技術研究室長に厚くお礼申し上げる。