Ni-Fe-Nb 系高透磁率合金「Hardperm」の磁気的特性について*

増本 量** 村上雄悦** 比内正勝**

Hakaru Masumoto, Yüetsu Murakami and Masakatsu Hinai : Magnetic Properties of High Permeability Alloys "Hardperm" in the Ni-Fe-Nb System. Magnetic properties, electrical resistivity and hardness were measured with vacuum-melted Ni-Fe-Nb alloys heated in H_2 over a temperature range 950 to 1350°C and then cooled at various rates from temperatures above the order-disorder transformation points. It has been found that the highest values of initial and maximum permeabilities in each alloy increase, reach a maximum at about 9% Nb and then rapidly decrease with increasing Nb content. An alloy of 79.27% Ni, 11.76% Fe and 8.97% Nb shows the highest initial permeability of 125000 when cooled at a rate of 300°C/hr after annealing at 1150°C for 2 hr. An alloy of 79.19% Ni, 12.16% Fe and 8.65% Nb exhibits the highest maximum permeability of 580000 when cooled at a rate of 400°C/hr after annealing at 1250°C for 1.5 hr. The former shows a coercive force of 2.3 m Oe, and a hysteresis loss of 2.7 erg/cm³/cycle for the maximum magnetic induction of 5 kG. The electrical resistivity of this alloy is 74.8 $\mu\Omega$ -cm, its Vickers hardness being 207. These alloys have been named "Hardperm". The high permeability of Ni-Fe-Nb alloys appears to be due to the low value of magnetostriction with the purification, homogenization and grain growth by annealing, and the proper ordering state resulting from the effect of cooling.

(Received August 1, 1973)

I. 緒 言

前報⁽¹⁾において、強磁性規則格子 $Ni_3(Fe, Nb)$ が存在すると考えられる⁽²⁾組成範囲の Ni-Fe-Nb 系合金についてこれを先ず大気中で溶解し、つぎに水素雰囲気中で 1100°C, 3 hr 加熱後、規則格子変態点以上の温度から適当な速度で冷却すると、高透磁率が得られることを報告しておいた。しかし一般に、高透磁率合金の磁気的性質はその組成ばかりでなく、組織の均一性にも強く依存するものであるから、著者らはさらにこれらの合金に水素雰囲気中における高温溶解および純化処理を施して、その磁気的特性について詳細な研究を行なった。

II. 試料および実験方法

合金の原料としては電解 Ni, 電解 Fe および金属 Nb が用いられたが、その純度は前報⁽¹⁾と同様である。試料を造るには、まず全重量 800 g の原料を高周波誘導電気炉によって真空中で溶解し、これに Mn 約 0.2% を加えて脱酸を行なった。つぎに、これを鉄型に注入し、得られた鋳塊を鍛造と熱間および冷間圧延とにより最終厚さ 0.3 mm の薄板とした。さらにこれより内径 33 mm, 外径 45 mm の環状板を打ち抜き試料とした。試料は真空中で予熱後、送入露点 -70°C の水素を電気炉に流しておき、その雰囲気中において、焼鈍温度および時間を種々変えて焼鈍した後、短範囲の規則格子の生成⁽²⁾の度合を制御するために規

則格子変態点以上の温度から、2800~100°C/hr の速度で常温まで冷却した。試料は Ni 77.69~80.95%, Fe 10.10~13.95% および Nb 7.06~9.94% の組成範囲の合金 25 種であるが、特性の測定法は前報⁽¹⁾と同様であるのでここには省略する。

III. 実験結果および考察

実験結果は Figs. 1~8 および Table 1 にまとめてある。Fig. 1 および Fig. 2 には、Ni-Fe-Nb 系合金について、水素雰囲気中 950~1350°C の温度範囲において時間を変えて加熱し、規則格子変態点以上の温度から速度を種々変えて冷却した後 20°C で測定された初透磁率 μ_0 および最大透磁率 μ_m のうち合金毎にその最大値をとり、組成に対してひかれた等値曲線が示してある。そして Fig. 3 にはおのおの合金に μ_m の最高値を現わす熱処理を施して得られた最大磁束密度 5 kG に対する保磁力 H_c が組成に対して等値曲線で示してある。図に見られるように μ_0 および μ_m は Nb 量の増加とともに増大して Nb 約 9% で最高値に達し、ついで急速に減少する。また H_c は Nb 添加量とともに減少し、Nb 約 9% で最小値に達した後急速に増大する。そして μ_0 および μ_m の最高値はそれぞれ Ni 79.27%, Fe 11.76%, Nb 8.97% からなる合金 No. 16 の 125000 および Ni 79.19%, Fe 12.16%, Nb 8.65% からなる合金 No. 10 の 580000 であり、 H_c の最小値は Ni 79.59%, Fe 11.58%, Nb 8.83% からなる合金 No. 18 の 1.8 m Oe である。これ

** 財団法人電気磁気材料研究所 (The Research Institute of Electric and Magnetic Alloys, Higashi 8-bancho, Sendai)

* 1972 年 10 月金属学会名古屋大会に発表; 財団法人電気磁気材料研究所研究報告第 79 号

Fig.1 Highest initial permeability μ_0 in each of Ni-Fe-Nb alloys cooled at various rates from a temperature above order-disorder transformation points after annealing at various temperatures.

Fig.2 Highest maximum permeability μ_m in each of Ni-Fe-Nb alloys cooled at various rates from a temperature above order-disorder transformation points after annealing at various temperatures.

Fig.3 Coercive force H_c in Ni-Fe-Nb alloys heat-treated to develop the highest maximum permeability.

らの値は前報⁽¹⁾において、大気中で溶解した後、水素雰囲気中で 1100°C、3 hr 焼鈍して得られた μ_0 の最高値 42300 および μ_m の最高値 179000 に比較すると著しく大きく、また H_c の最小値 11.2 mOe に比べて非常に小さい。

つぎに測定した 25 種の合金のうち代表的なものを選び、その磁気的、電気的特性および硬度を掲げると **Table 1** のようになる。ここで μ_1 は磁場 1 mOe における透磁率、 W_h および B_r はそれぞれ最大磁束密度 5 kG に対する磁気履歴損失および残留磁束密度、 $4\pi I$ および λ はそれぞれ 1 kOe の有効磁場における磁束密度および磁気歪み常数、 ρ は比電気抵抗および Hv は荷重 500 g におけるピッカース硬度である。表からわかるように Ni-Fe-Nb 系合金は極めて高い透磁率を有するばかりでなく、 ρ および Hv もかなり大きい。また **Fig. 4** および **Fig. 5** はそれぞれ μ_0 および μ_m の最高値を示した合金 No.16 および No.10 について種々な高温の水素雰囲気中で焼鈍した後、それぞれ 300°C/hr および 400°C/hr の速度で冷却した場合の μ_0 お

Table 1 Characteristics of typical Ni-Fe-Nb alloys.

Alloy No.	Composition (Rest Ni)		Annealing		Cooling rate (°C/hr)	μ_0	μ_1	μ_m	W_h (erg/cm ³ /cycle)	B_r (kG)	H_c (mOe)	$4\pi I$ (kG)	λ (× 10 ⁻⁶)	ρ ($\mu\Omega$ -cm, 20°C)	Hv (Vickers hardness)
	Fe (%)	Nb (%)	Temp. (°C)	Time (hr)		(× 10 ⁴)									
1	13.69	7.06	1150	3	1400	4.4	5.0	15.2	16.6	3.3	12.7	7.2	1.05	65.7	184
2	13.52	7.11	1250	4.5	800	2.0	2.3	27.5	13.3	4.3	7.7	7.0	—	—	—
7	12.14	8.31	1150	3	800	7.8	10.2	35.9	5.6	2.8	3.8	6.5	0.70	—	191
7	12.14	8.31	1150	4	600	6.1	8.8	43.5	6.4	3.5	3.9	—	—	—	—
10	12.16	8.65	1050	7	300	10.3	13.6	35.5	3.8	2.2	3.7	6.3	0.35	74.1	204
10	12.16	8.65	1150	3.5	400	10.3	13.9	42.4	4.8	2.8	3.3	—	—	—	—
10	12.16	8.65	1150	4	300	8.5	11.7	55.7	4.2	3.2	2.6	6.3	0.35	—	—
10	12.16	8.65	1250	2	400	5.6	10.4	58.0	4.9	3.2	2.4	—	—	—	—
11	12.00	8.55	1150	4	300	11.4	16.8	53.5	3.8	2.9	2.2	6.3	0.35	—	204
11	12.00	8.55	1250	1.5	300	10.6	13.6	43.7	4.2	2.8	2.6	—	—	—	—
11	12.00	8.55	1300	0.5	400	9.0	13.2	54.6	3.9	2.9	2.1	—	—	—	—
16	11.76	8.97	1150	2	300	12.5	16.8	49.1	2.7	2.2	2.3	6.0	0.35	74.8	207
16	11.76	8.97	1150	3.5	300	8.8	14.2	55.5	4.5	2.7	2.3	—	—	—	—
16	11.76	8.97	1250	0.5	400	9.3	12.8	50.9	3.8	2.7	2.2	—	—	—	—
18	11.58	8.83	1150	2	240	10.7	15.0	43.6	4.1	2.5	2.2	5.9	0.35	74.6	206
18	11.58	8.83	1300	0.5	300	9.9	15.3	46.1	4.4	2.4	2.3	—	—	—	—
18	11.58	8.83	1300	0.5	240	8.8	16.5	53.0	4.2	2.6	1.8	—	—	—	—
22	11.23	9.42	1150	1.5	200	7.4	8.4	28.9	7.3	2.7	4.9	5.8	0.70	75.9	211
22	11.23	9.42	1250	0.5	200	7.4	8.5	31.3	7.5	2.7	3.7	—	—	—	—

Fig. 4 Effect of annealing time at 1050, 1150, 1250 and 1300°C on initial permeability μ_0 and maximum permeability μ_m for alloy No. 16 (79.27% Ni, 11.76% Fe, 8.97% Nb) cooled at a rate of 300°C/hr after annealing.

Fig. 5 Effect of annealing time at 1050, 1150, 1250 and 1300°C on initial permeability μ_0 and maximum permeability μ_m for alloy No. 10 (79.19% Ni, 12.16% Fe, 8.65% Nb) cooled at a rate of 400°C/hr after annealing.

よび μ_m と焼鈍温度および焼鈍時間との関係を示す。これらの図からわかるように、 μ_0 および μ_m は焼鈍温度が比較的低い場合には焼鈍時間に対して極大を示し、その極大を示す焼鈍時間は焼鈍温度が高くなるほど短くなる。そして一般に約 1150°C で焼鈍した場合に最高の透磁率が得られる。Fig. 4 および 5 において焼鈍温度が高く、長時間焼鈍すると透磁率が劣化してゐるが、この原因については現在解明されておらず今後の研究に期待したい。

さらに Fig. 6 には Ni 約一定の 79.5% を含む 4 種の合

Fig. 6 Variation of initial permeability μ_0 , maximum permeability μ_m and coercive force H_c with cooling rate of alloys No. 7 (79.55% Ni, 12.14% Fe, 8.31% Nb), No. 10 (79.19% Ni, 12.16% Fe, 8.65% Nb), No. 16 (79.27% Ni, 11.76% Fe, 8.97% Nb) and No. 22 (79.35% Ni, 11.23% Fe, 9.42% Nb) annealed at 1150°C for 2 hr.

Fig. 7 Hysteresis loops of alloy No. 16 (79.27% Ni, 11.76% Fe, 8.97% Nb) cooled at a rate of 300°C/hr after annealing at 1150°C for 2 hr and No. 10 (79.19% Ni, 12.16% Fe, 8.65% Nb) cooled at a rate of 400°C/hr after annealing at 1250°C for 1.5 hr.

金 No. 7 (8.31% Nb), No. 10 (8.65% Nb), No. 16 (8.97% Nb) および No. 22 (9.42% Nb) を 1150°C, 2 hr 焼鈍後規則格子変態点以上の温度から冷却した場合の μ_0 , μ_m および H_c と冷却速度との関係を示した。これらの合金の μ_0 および μ_m

Fig.8 Permeability curves in weak fields for alloy No. 16 (79.27% Ni, 11.76% Fe, 8.97% Nb), Supermalloy (79% Ni, 16% Fe, 5% Mo), Mo-Permalloy (79% Ni, 17% Fe, 4% Mo) and 1040 alloy (72% Ni, 11% Fe, 3% Mo, 14% Cu)

は冷却速度に依存して一つの極大を示し、その極大にほぼ対応して H_c は極小を示している。そして最適冷却速度は Nb 含有量が多い合金ほど小さくなっており、これは Ni-Fe 合金に対する Cr, Cu および Mo の添加の効果とよく類似している⁽¹⁾⁽³⁾。Fig. 7 には μ_0 の最高値を示した合金 No. 16 および μ_m の最高値を示した合金 No. 10 の磁気履歴曲線が掲げられている。前者は 1150°C で 2 hr 焼鈍後 300°C/hr の速度で、後者は 1250°C で 1.5 hr 焼鈍後 400°C/hr の速度で冷却されたものである。

Fig. 8 には合金 No. 16 の弱磁場における透磁率曲線と従来知られている Supermalloy (Ni 79%, Fe 16%, Mo 5%) および 1040 合金 (Ni 72%, Fe 11%, Cu 14%, Mo 3%) のそれ⁽⁴⁾とが比較して示してある。合金 No. 16 の μ_0 は Supermalloy とともに Mo-Permalloy および 1040 合金に比し遙かに大きいことがわかる。

かように Ni-Fe-Nb 系合金が高透磁率を示す原因としては、磁気歪みが Table 1 に示すように非常に小さいことならびに焼鈍による合金の純化、均質化、結晶粒の粗大化および規則格子変態点以上の温度からの冷却によって生ずる適度の規則状態などが考えられる。

なお Ni-Fe-Nb 系合金の硬度は Table 1 に見られるようにかなり高い。たとえば最高の透磁率を示す Nb 約 9%

を含む合金は約 210 の硬度を示し、従来の Permalloy および Mo-Permalloy の硬度約 120 に比して著しく高い。

上記のように Ni-Fe-Nb 系合金は高透磁率を示し且つ高硬度を有するので、著者らはこれらの合金を Hardperm と称した。これは Hard permeable alloy の短縮語である。

IV. 総 括

Ni 77.69~80.95%, Fe 10.10~13.95% および Nb 7.06~9.94% からなる Ni-Fe-Nb 系合金 25 種を真空溶解した後、送入露点 -70°C の水素雰囲気中 950~1350°C の温度範囲において時間を変えて焼鈍し、規則格子変態点以上の温度から種々の速度で冷却して、その磁性、比電気抵抗および硬度を測定してつぎの結果を得た。

(1) Ni-Fe 系合金に Nb を添加すると、各合金の初透磁率および最大透磁率の最高値は Nb の増加とともに増大して Nb 約 9% 付近で最高値に達し、ついで急速に減少する。

(2) Ni-Fe-Nb 系合金の初透磁率および最大透磁率の最高値はそれぞれ Ni 79.27%, Fe 11.76%, Nb 8.97% からなる合金 No. 16 を 1150°C で 2 hr 焼鈍後 300°C/hr の速度で冷却した時の 125000 および Ni 79.19%, Fe 12.16%, Nb 8.65% からなる合金 No. 10 を 1250°C で 1.5 hr 焼鈍後 400°C/hr の速度で冷却した時の 580000 である。

(3) 最大飽和密度 5 kG に対する履歴損失および保磁力は非常に小さく、初透磁率の最高値を示した合金 No. 16 の値はそれぞれ 2.7 erg/cm³/cycle および 2.3 m Oe である。またその比電気抵抗は 74.8 $\mu\Omega$ -cm でかなり大きく、ビッカース硬度も 207 で高い。

(4) Ni-Fe-Nb 系合金は極めて高い透磁率を現わし、且つ従来の Permalloy 系合金に比して高い硬度を有するので、著者らはこれらの合金を Hardperm と名づけた。

この研究の一部は文部省科学研究費によって行われたもので、ここに深く感謝の意を表する。

文 献

- (1) 増本 量, 村上雄悦, 比内正勝: 金属学会誌, **35** (1971), 985; Trans. JIM, **13** (1972), 182.
- (2) V.I. Goman'kov, I.M. Puzey, Ye.V. Kozis, Ye.I. Mal'tsev and V.N. Sigayev: Phys. Met. and Metallog., **33** (1972), 191.
- (3) W.F. Randall: J. Inst. Elec. Eng., **80** (1937), 647.
- (4) O.L. Boothby and R.M. Bozorth: J. Appl. Phys., **18** (1947), 173.