曲線の極大点は α_2 相のキュリー温度に対応しており、この合金では時効処理を変化することにより、その室温付近における温度係数をかなりの範囲で調整しうることが推論された。

本研究にあたり数々の御指導および御援助を賜りました名古屋大学工学部 岩間義郎教授に深く感謝致します。

文 献

(1) 宮本毅信：日本金属学会誌，**40**(1976)，1111.

- (2) 山川和郎，小西芳吉：金属材料技術研究報告，**1**(1958)，80.
 (3) R. J. Parker and R. J. Studders : *Permanent Magnet and Their Applications*, John Wiley & Sons, Inc., New York, London, (1962), 345.
 (4) R. K. Tenzer : *J. Alpp. Phys. Sup.*, **30**(1959), 115.
 (5) M. McCaig : *IEEE Trans.*, **Mag-11** (1975), 1443.
 (6) Y. Iwama : *Trans. JIM*, **8**(1967), 18.
 (7) V. Sergeyev and T. Y. Bulygina : *IEEE Trans. Mag.*, **Mag-6**(1970), 134.

Ni-Fe-Nb 系 Hardperm の特性に及ぼす板厚 および熱処理の影響*

増本 量** 比内正勝** 村上雄悦**

Hakaru Masumoto, Masakatsu Hinai and Yûetsu Murakami : Influence of Sheet Thickness and Heat Treatment on the Magnetic Properties of Hardperm Alloys in the Ni-Fe-Nb System. Ni-Fe-Nb alloys were heated in purified H_2 gas at temperatures ranging from 750 to 1150°C for 1 h. The effects of sheet thickness and heat treatment on the magnetic properties of the alloys was investigated. Increasing the heating temperature resulted in increases in initial permeability μ_0 and maximum permeability μ_m and a decrease in coercive force H_c . In the case of thin sheet thicknesses of less than 0.05 mm, the alloys showed small values of μ_0 and μ_m and a large value of H_c .

The effective permeability μ_e showed a peak as a function of magnetic field H . The peak value decreased and finally disappeared with increasing frequency. The critical frequency at which the peak value disappeared increased with decrease in sheet thickness. With increasing frequency, μ_e at $H=0.4$ A/m first decreased gradually and then sharply. The frequency range where a gradual decrease in μ_e occurred became much wider with decreasing sheet thickness and lowering heating temperature. In the frequency range where the sharp decrease took place, however, the decrement in μ_e became smaller.

(Received May 12, 1977)

I. 緒 言

著者らは先に Ni-Fe-Nb 系合金が極めて高い透磁率および高い硬度を有することを見出し、これを Hardperm と称した⁽¹⁾⁽²⁾。したがって Hardperm は耐摩耗性を必要とする磁気記録再生ヘッドの磁心として好適であり、現在 Permalloy 系合金に代って広く使用されている。もちろん磁気ヘッドは交流磁場の下で作動するので、その磁心には高周波損失を少なくするために積層した薄板が用いられている。従来高透磁率合金の薄板の動的に関する研究⁽³⁾⁽⁴⁾はかなり発表されておるが、静的および動的特性におよぼす板厚および熱処理の影響に関する詳細な研究は数少ない⁽⁵⁾。

よって著者らは Ni-Fe-Nb 系 Hardperm の直流および交流磁場における特性におよぼす板厚および熱処理の影響について詳しく研究することにした。

II. 試料および実験方法

試料の原料としては純度 99.8% の電解 Ni, 99.9% の電解 Fe および 99.9% の金属 Nb を使用した。試料を造るには全重量 3.2 kg の原料を真空中で溶解し、これに Mn 0.2% を加えて脱炭脱硫を行なった。つぎにこれを鉄型に注入して得た 50 mm 角の鋳塊を鍛造によって厚さ 10 mm, 幅 100 mm とした後、厚さ 4 mm まで熱間圧延した。さらに厚さ 4→1→0.3→0.2→0.1 mm の段階で冷間

** 財団法人電気磁気材料研究所 (The Research Institute of Electric and Magnetic Alloys, Yagiya-Minami 2, Sendai)

* 1975年10月日本金属学会札幌大会に発表；財団法人電気磁気材料研究所研究報告第104号

圧延を施したが、厚さ1 mm および0.3 mm の段階では900°C, 1 h の中間焼鈍を行った。特に、Table 1 に示した最高の初透磁率を示す組成の試料 No. 5 については、厚さ0.1 mm で900°C, 1 h の焼鈍後冷間圧延によって厚さ0.05, 0.025, 0.0125 mm の3種の薄板を得た。

Table 1 Chemical compositions of specimens.

Specimens (No.)	Compositions (Rest Ni, wt%)	
	Fe	Nb
1	20.35	0
2	17.60	2.97
3	15.41	5.02
4	13.36	7.06
5	11.19	8.96
6	10.74	9.92

最後に種々の厚さの薄板から磁性測定用として内径33 mm 外径45 mm のリングを、結晶粒の大きさの測定用として直径33 mm の円板を打ち抜き、750~1150°C の温度でそれぞれ1 h 高純度 H_2 中で焼鈍後、600°C まで炉中冷却し600°C から室温まで600 および240°C/h の速度で冷却した。これらのリングは5枚1組として保護ケースに入れこれに磁化コイルを90回、サーチコイルを試料の断面積の大小に応じて300~2400回巻き、弾動検流計法で初透磁率および最大透磁率を、自記磁束計によって保磁力を求めた。実効透磁率の測定はリングの層間を電気的に絶縁し、その上に30あるいは40回コイルを巻いたものについてマクスウェルブリッジ法により0.3~500 kHz の周波数で行なった。結晶粒の大きさは円板を王水-塩化第一銅飽和溶液で腐食し、光学顕微鏡で測定した。

III. 実験結果および考察

Fig. 1 には板厚が0.1 mm の試料 Nos. 1~6 について1150°C, 1 h の H_2 気中焼鈍後600°C から600 および240

Fig. 1 Effect of Nb content on initial permeability μ_0 , maximum permeability μ_m and coercive force H_c of alloy cooled at 600 and 240°C/h from 600°C after heating at 1150°C for 1 h.

°C/h の2種類の速度で冷却したときの直流特性と Nb 量との関係が示してある。初透磁率 μ_0 および最大透磁率 μ_m は600°C/h に対する μ_0 曲線を除き、先に報告した板厚0.3 mm の場合と同様に Nb 約9% (試料 No. 5) の組成で極大値を示し、保磁力 H_c は極小値を示している⁽⁴⁾。また μ_0 , μ_m および H_c は前報におけると同様に冷却速度によって大きく変化する。

Fig. 2 には試料 No. 5 について750~1150°C の温度で1 h 焼鈍した後240°C/h で冷却したときの μ_0 , μ_m および H_c と板厚 t との関係が示してある。図でみるように板厚が約0.1 mm までは μ_0 および μ_m は一般に板厚とともに急に増大し、 H_c は減少するが、板厚がこの値を越えるとあまり変らなくなる⁽⁶⁾。

Fig. 2 Effect of sheet thickness t on initial permeability μ_0 , maximum permeability μ_m and coercive force H_c of alloy No. 5 cooled at 240°C/h after heating at various temperatures for 1 h.

Fig. 3 Effective permeability μ_e plotted as a function of magnetic field H of 0.3, 1 and 10 kHz for alloy No. 5 cooled at 240°C/h after heating at 1050°C for 1 h.

Fig.3 は板厚 0.1 および 0.05 mm の試料 No.5 について 1050°C, 1h の焼鈍後 240°C/h で冷却したときの実効透磁率 μ_e の磁場 H による変化を示す。測定周波数 f が 0.3 kHz のときにはいずれの場合にも μ_e は磁場に対して極大を示すが、周波数が高くなるにつれて極大値は小さくなり、周波数が 10 kHz では消失する、このように μ_e の極大が消失する周波数は板の薄いものほど高い。

Fig.4 は板厚 0.1 mm の試料 Nos.1~6 について 1050°C, 1h の焼鈍後 600°C から 600°C/h で冷却したときの $H=0.4$ A/m (5mOe) における μ_e と周波数との関係を示している。 μ_e はいずれの合金の場合にも周波数とともにはじめ比較的緩やかに減少するが、1 kHz を越えたとほとんど直線的に急激な減少を示すようになる。また μ_e の Nb 量による変化は数 kHz 以下の低周波領域においては Fig.1 に示す μ_m の変化と同じ傾向を示すが、10 kHz 以上の高周波領域では Nb 量の増加とともに増大し、Nb 添加の効果が顕著にあらわれている。

さらに Fig.5 および Fig.6 には板厚と焼鈍温度を種々

Fig.4 Variation in effective permeability μ_e at a magnetic field of 0.4 A/m with frequency f for alloys cooled at 600°C/h after heating at 1050°C for 1 h.

Fig.5 Variation in effective permeability μ_e with frequency f for alloy No.5 of 0.3 and 0.1 mm sheet thickness cooled at 240°C/h after heating at various temperatures for 1 h.

Fig.6 Variation in effective permeability μ_e with frequency f for alloy No.5 of 0.05 and 0.0125 mm sheet thickness cooled at 240°C/h after heating at various temperatures for 1 h.

に変えた試料 No.5 について μ_e と周波数との関係が示してある。 μ_e は周波数の低い範囲では焼鈍温度が 950°C のときに極大値を示し周波数が高い範囲では焼鈍温度が低いときに大きな値を示している。そして μ_e は板が薄くなるにつれて一般に大きくなり、特に周波数の高い範囲で著しい。Fig.7 には 1050°C, 1h の焼鈍後 240°C/h で冷却した試料 No.5 について周波数を種々に変えた場合の μ_e と板厚との関係が示してある。この図から知られるように、周波数が 10 kHz 以下では、 μ_e は板厚に対して極大を持っている。

Fig.8 には板厚 0.1 mm の試料 Nos.1~6 について 1050°C および 1150°C で 1h 焼鈍したときの結晶粒の平均断面積 S と Nb 量との関係が示してある。一般に S は Nb 量の増加とともに減少し、Nb 量に強く依存する。さらに Fig.9 には試料 No.5 について S と板厚ならびに焼

Fig.7 Effect of sheet thickness t and frequency f on effective permeability μ_e of alloy No.5 cooled at 240°C/h after heating at 1050°C for 1 h.

Fig. 8 Average sectional area of crystal grains S for alloy Nos. 1~6 of 0.1 mm in sheet thickness cooled at 240°C/h after heating at cited temperature for 1 h.

Fig. 9 Effect of sheet thickness t and heating temperature on the average cross-sectional area of crystal grains S of alloy No. 5 cooled at 240°C/h after heating at various temperatures for 1 h.

鈍温度との関係が示してあるが、 S は板が厚いほど、焼鈍温度が高いほど急激に増大する。したがって S が大きいほど μ_0 および μ_m は大きい値を、ならびに H_c は小さい値を示しているから、これらの直流特性は結晶粒の大きさにも密接に関係していることがわかる⁽⁷⁾。

交流磁化の場合、一般に μ_e は Figs. 4~6 に見るように周波数が高くなるに伴いはじめ緩やかに後急激に直線的な減少を示す。この減少は主としてうず電流損失によるものであるが、直流の透磁率 $\mu_{dc} = \mu_e$ をほぼ保つ臨界周波数 f_c はよく焼鈍した合金では

$$f_c = \left[29 \left(\frac{\rho}{\mu_{dc}} \right)^{0.5} \times \frac{1}{t} \right]^{1.5} \quad (1)$$

そして、周波数とともに急激に減少する範囲の μ_e は

$$\mu_e = \left[29 \left(\rho \times \mu_{dc} \right)^{0.5} \times \frac{1}{t} \right] (f)^{-0.7} \quad (2)$$

と Thornley らによって提唱されている⁽⁸⁾。ここで ρ は比電気抵抗 ($\mu\Omega\text{-cm}$) である。Fig. 5 および Fig. 6 における周波数による μ_e の変化は高温で焼鈍したときには式 (1) および式 (2) をほぼ満足するが、焼鈍温度が低くな

るに伴い f_c はより高くなっており、 μ_e の減少の割合は小さくなっている。これらのことはうず電流損失が ρ の小さいほど、また磁化変化の速度および結晶粒の平均断面積が大きいほど多くなることと密接に関係している。

IV. 総 括

Nb 0~9.92% を含む Ni-Fe-Nb 系 Hardperm の直流および交流磁気特性におよぼす板厚および熱処理の影響を調べてつぎの結果を得た。

(1) 初透磁率 μ_0 および最大透磁率 μ_m は焼鈍温度が高いほど大きくなり、保磁力 H_c は小さくなる。また板が 0.05 mm 以下に薄くなると μ_0 および μ_m は急激に小さくなり、 H_c は大きくなる。

(2) 実効透磁率 μ_e は低周波の場合に測定磁場 H に対して極大を示すが、その極大値は周波数が高くなるにつれて小さくなり、遂には消失する。その消失する周波数は板の薄いものほど高い。

(3) $H=0.4 \text{ A/m}$ における μ_e の Nb 含有量に対する変化は 1 kHz 以下の低周波領域においては直流特性の変化の傾向によく類似してあるが、10 kHz 以上の高周波領域では μ_e は Nb 量の増加とともに増大し、Nb 添加の効果が顕著にあらわれる。また μ_e は周波数が高くなるにつれてはじめ緩やかに後急激に減少する。また板が薄いほど、焼鈍温度が低いほど μ_e の緩やかに減少する周波数範囲は広くなり、急激に減少する周波数範囲の μ_e の減少の割合は小さくなる。高い周波数領域の μ_e は板の薄いものならびに焼鈍温度の低いときに高い値を示す。

(4) 結晶粒の大きさは Nb 量の増加とともに小さくなり Nb 量に強く依存する。また結晶粒の大きさは板が厚いほど、焼鈍温度が高いほど急激に大きくなる。結晶粒の大きさは直流および交流磁場における磁気的特性に密接な関係を有する。

文 献

- (1) 増本 量, 村上雄悦, 比内正勝: 日本金属学会誌, **35**(1971), 985; Trans. JIM, **13**(1972), 182.
- (2) 増本 量, 村上雄悦, 比内正勝: 日本金属学会誌, **36**(1972), 63; Trans. JIM, **14**(1973), 242.
- (3) J. E. L. Bishop: Brit. J. Appl. Phys., **17**(1966), 1451.
- (4) J. A. Robey: J. Sci. Tech., **36**(1969), 3.
- (5) V. A. Zaikova, Ya. S. Shur and G. A. Falaleyev: Phys. Met. and Metallog., **13**(1962), 38.
- (6) R. D. Enoch and Anne Winterborn: Magnetism and Magnetic Materials IEE Conf. Publ., **33**(1967), 33.
- (7) 比内正勝: 日本金属学会誌, **40**(1976), 682; Trans. JIM, **17**(1976), 693.
- (8) R. F. M. Thornley and W. D. Kehr: IEEE Trans. Mag., **7**(1971), 672.