(1) 溶体化試料を 90% 冷間圧延し続いて 450°C で時効すると, Zr 添加合金において抗張力約 1100 MPa が得られた. また Zr 添加合金では加工後の時効による軟化が Cu-4%Ti 合金に比べ抑制され, 同時に平衡相への変態も抑制された.

(2) Cu-4%Ti 合金および Zr 添加合金とも 450°C で種々の程度に時効した後 90% の冷間圧延を施し, 続いて短時間の加熱をすると強度は著しく上昇し抗張力約 1300 MPa に達した.

この短時間加熱による硬化量は加工度と共に増し, 加工による硬化量との間に直線関係が存在した.

また短時間加熱による硬化量は前時効時間とともに一旦減少し再び増加した. そしてその最大値は前時効によりほとんど Ti の残存過飽和量の無い試料において得られた.

4%Ti 合金においては加工後の加熱温度が低くなるとともに最高硬度に達する時間が長くなった.

文 献

- (1) W.E.Duckworth : J. Metals, **18**(1966), 915.
- (2) 村上陽太郎 : 日本金属学会会報, **13**(1974), 479.
- (3) J.M.Oblak and W.A.Owczars : Met. Trans., **3**(1972), 617.

- (4) 佐治重興, 浅野和之, 堀 茂徳 : 日本金属学会誌, **38**(1974), 591.
- (5) 池野 進, 佐治重興, 堀 茂徳 : 日本金属学会誌, **40**(1976), 1105.
- (6) 池野 進, 佐治重興, 堀 茂徳 : 日本金属学会誌, **38**(1974), 446.
- (7) E. G. Nesterenko and K. V. Chuistov : Fiz. Metal. Metalloved., **9**(1960), 415.
- (8) N. Karlson : J. Inst. Metals, **79**(1951), 209.
- (9) 池野 進, 佐治重興, 堀 茂徳 : 日本金属学会誌, **38**(1974), 1186.
- (10) 斎藤一男, 渡辺亮治, 飯田恵一 : 日本金属学会誌, **31**(1967), 641.
- (11) 宮崎 亨, 矢島悦次郎, 須賀久明 : 日本金属学会誌, **34**(1970), 1184.
- (12) W.E. Krull, E.A. Stark and R.W. Newman : Mater. Sci. Eng., **9**(1972), 211.
- (13) A. Datta : Acta Met., **24**(1976), 987.
- (14) 根岸 朗 : 金属, **24**(1962), 36.
- (15) 佐治重興, 池野 進, 堀 茂徳 : 日本金属学会誌, **42**(1978), 63.
- (16) R. W. Cahn and R. G. Davies : Phil. Mag., **5**(1960), 1119.
- (17) J. M. Popplewell and J. Crane : Met. Trans., **2**(1971), 3411.
- (18) M. Buder, G. T. Eldis and H. Warlimont : Met. Trans., **7**(1976), 249.
- (19) 篠田軍治 : 金属物理, **4**(1958), 186.
- (20) K. Schubert, A. Raman and W. Russteusher : Naturwissenschaften, **5**(1964), 507.

Fe-Ta系半硬質磁性合金「Recalloy」の特性について*

増 本 量** 村上雄悦** 中村直司**

Hakaru Masumoto, Yuetsu Murakami and Naoji Nakamura : On the Properties of Semihard Magnetic Alloys "Recalloy" in the Fe-Ta System. Magnetic properties, electrical resistivity, hardness and microstructure have been studied for the Fe-Ta alloys containing less than 7% Ta. The alloys are water-quenched from various temperatures over the α - γ transformation point, cold-drawn by more than 50% reduction in area and then reheated at 400~1000°C for less than 5 h.

The magnetic properties of those alloys depend remarkably on the reduction rate, reheating temperature and reheating time after solution treatment. An Fe-2.9% Ta alloy reheated at 700°C for 30 min after water-quenching from 1050°C and cold-drawing of 97.2% reduction exhibits the following excellent properties: magnetic induction at 8 kA/m $B_s=1.78$ T, residual induction $B_r=1.59$ T, coercive force $H_c=0.95$ kA/m, squareness ratio $B_r/B_s=0.89$ and squareness $\sqrt{(BH)_{\max}/B_r H_c}=0.92$. The electrical resistivity and Vickers hardness of this alloy are $0.127 \mu\Omega \cdot m$ and 209, respectively.

(Received August 5, 1977)

I. 緒 言

著者らはさきに Fe-Nb 系の Fe 側の合金について, γ 相から急冷しついで強冷間加工を施した後, さらに α - γ 変態点以下の温度で適当時間加熱することにより角形性の良

好な半硬質磁性が得られることを見出し, この合金を Recalloy と称した⁽¹⁾. 本報ではさらに進んで Fe-Nb と類似した状態図を示す Fe-Ta 2 元系合金 (Fig. 1 参照) について同様の研究を行ったので, 次にその結果を報告する.

** 財団法人電気磁気材料研究所 (The Research Institute of Electric and Magnetic Alloys, 2-1-1, Yagiyama-minami, 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 107 号

Fig.1 Phase diagram of the Fe-Ta system⁽²⁾.

II. 試料ならびに実験方法

合金の原料は前報⁽¹⁾の場合と同じ純度の電解 Fe および 99.9% 純度の金属 Ta である。試料の製造法および測定法も前報⁽¹⁾と同様であるのでここでは省略する。なお試料は Ta 7.0% 以下を含む Fe-Ta 系合金の 6 種類である。

III. 実験結果および考察

実験は各試料について熱処理条件および冷間加工率を変えていく多くの結果を得たが、つぎにはそのうち重要と思われる代表的結果のみについて述べることにする。

Fig.2 は Fe-2.9% Ta 合金について種々の高温で 1h 加熱した後水焼入れを行い、ついで加工率 99% の冷間線引を施し、最後に 700°C で 30 min 再加熱した場合の焼入温度に対する磁気特性の変化を示す。図にみられるように保磁力 H_c は ($\gamma+\epsilon$) 相範囲 (Fig.1 参照) の 1050°C から水焼入れした場合が最も大きく、有効磁場 8 kA/m に対

Fig.2 The magnetic properties of Fe-2.9% Ta alloy reheated at 700°C for 30 min after water-quenching from various temperatures and cold-drawing by 99.0% reduction.

する磁束密度 B_s 、残留磁束密度 B_r および角形比 B_r/B_s は比較的高い値を示す。また Fe-Nb 合金の B_s および B_r が極大を示したのに対して Fe-Ta 系合金のそれらは極小を示している。

Fig.3 には Fig.2 と同じ合金について 1050°C から水焼入れした後種々な加工率の冷間線引をした場合と、これらをさらに 700°C で 30 min 再加熱した場合における磁気特性とが比較して示してある。図にみるように冷間線引後 700°C で再加熱することによって B_r および B_r/B_s は著しく向上する。そして一般に加工率が約 94% 以上では B_s 、 B_r は小さな極小を示すが、 H_c は急激に増大する。すなわち強度の加工率は磁気特性の向上に著しく寄与しているが、これらの現象は Fe-Nb 系合金の場合と同様に合金の繊維組織の発達と緊密な関係にあるものと考えられる。かようにして加工率約 94% 以上では $B_r > 1.6$ T、 $B_r/B_s > 0.88$ 、 $H_c > 0.8$ kA/m の優れた磁気特性が得られることがわかった。

Fig.3 The magnetic properties of Fe-2.9% Ta alloy reheated at 700°C for 30 min after water-quenching from 1050°C and cold-drawing by different reduction rates.

Fig.4 は Ta 7.0% 以下を含む種々な Fe-Ta 系合金について 1050°C で 1h 加熱後水焼入れし、ついで 97.2% の冷間線引を施し、さらに種々の温度で 30 min 再加熱した場合の磁気特性を示している。 H_c は再加熱温度の上昇とともにはじめ加工歪の緩和が進むにしたがい単調に減少するが、再結晶温度付近で 1 つの極小に達する。ついで H_c は 700°C で 1 つの極大を示し、その値は Ta 量が増すにしたがい漸次増大する。そして H_c の変化の著しい Ta 7.0% の合金では線引状態の約 70% の値に回復する。このように H_c が 700°C の再加熱によって増大するのは過飽

Fig.4 The magnetic properties of Fe-Ta alloys reheated at the different temperatures for 30 min after water-quenching from 1050°C and cold-drawing by 97.2% reduction.

和な α 相のマトリックスから新たに球状の ϵ 相が微細に析出することによるものであるが、この極大がFe-Nb系合金に比べて小さいのは、 ϵ 相の析出現象に若干の違いがあるためと考えられる。また B_8 および B_r はFeの場合には650°Cにおいて1つの極小を示すが、その極小はTaを添加すると全く消失する。900~1000°Cにおける B_r および B_r/B_8 の急激な減少は $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態が起るために焼入れおよび冷間加工の効果が消失することによるものと考えられる。

Fig.5は1050°Cから水焼入れした後97.2%冷間線引した合金を600°C×30 min, 700°C×30 minおよび800°C×30 min再加熱した場合におけるTa量と磁気特性との関係を示している。 H_c は一般にTa量の増加とともに漸次増加しているが、とくに冷間線引状態ではTa添加の効果が非常に大きい。これに対して B_8 および B_r はTa量とともにはじめ1%付近までは増加するが、その後は漸次減少する。また B_r/B_8 は600°C×30 minの場合が最も大きく、その値はTa添加量2.9%のとき0.91である。

つぎにFig.5と同じ水焼入れおよび冷間線引を施したFe-2.9% Ta合金について650, 700, 750および800°Cで再加熱した場合の磁気特性がFig.6に示してある。 H_c は各加熱温度において加熱時間が増すにしたがいはじめ主

Fig.5 The magnetic properties of Fe-Ta alloys reheated at 600, 700 or 800°C for 30 min after water-quenching from 1050°C and cold-drawing by 97.2% reduction.

Fig.6 The magnetic properties of Fe-2.9% Ta alloy reheated for various time at 650, 700, 750 or 800°C after water-quenching from 1050°C and cold-drawing by 97.2% reduction.

として再結晶による加工歪の減少とともに小さくなるが、ついで α 相マトリックスからの ϵ 相の析出によって増大し、さらに加熱時間が増すと析出 ϵ 相の凝集化によって再び減少する。この H_c の極大はFe-Nb系合金の場合と同様に再加熱温度が高いほど時間の短かい方へ移動し、 ϵ 相の析出が速いことを示してあるが、800°C再加熱の場合には温度が高いので極大が現われていない。 B_8 , B_r および B_r/B_8 は一般に再加熱時間が2 minまでは増加するが、その後は減少する。

Fig.7 には Fe-2.9% Ta 合金について Fig.5 と同じ水焼入れおよび冷間線引を施した場合と、これをさらに 700°C で 30 min 再加熱した場合の磁気履歴曲線が示してある。冷間線引したままの状態では H_c は大きく B_r は小さいが、これを 700°C で 30 min 再加熱すると角形性が著しく向上し、その B_8 , B_r , H_c , B_r/B_8 および角張率 $\sqrt{(BH)_{\max}}/B_r H_c$ はそれぞれ 1.78 T, 1.59 T, 0.95 kA/m, 0.89 および 0.92 の優れた特性を示すようになる。すなわち高温で溶体化処理後水焼入れを行い、強冷間加工を施した後さらに適当な温度で再加熱することによって角形性の良好な半硬質磁性合金が得られることがわかった。なお磁気特性の良好な Fe-2.9% Ta 合金の 0~40°C の温度における熱膨張係数は Fe-Nb 合金と同じ値 130×10^{-7} が得られた。

Fig.8 には Fig.4 と同じく Ta7% 以下を含む 6 種類の試料について種々の温度で 30 min 再加熱した場合における比電気抵抗 ρ およびビッカース硬度 H_v の変化が示して

Fig.7 Hysteresis loops of Fe-2.9% Ta alloy.
(a) cold-drawn by 97.2% reduction after water-quenching from 1050°C.
(b) reheated at 700°C for 30 min after water-quenching from 1050°C and cold-drawing by 97.2% reduction.

Fig.8 Electrical resistivity and Vickers hardness of Fe-Ta alloys reheated at different temperatures for 30 min after water-quenching from 1050°C and cold-drawing by 97.2% reduction.

ある。Fe の ρ は再加熱温度に対してほとんど変化がみられないが、Ta の増加とともに ρ は増大し、約 600~700°C において急激に減少する。また H_v は Ta 添加によって増大するが、約 500~600°C の小さな極大を経た後は主として再結晶により急激に減少する。すなわち ρ および H_v の結果は Fe-Nb 系合金の場合とほとんど同じであった。

Photo.1 (a) および (b) はそれぞれ冷間線引状態および 700°C × 5 h 加熱した試料の縦断面の組織である。冷間線引状態では過飽和な α 相のマトリックスと高温において γ 相から析出した約 1.3 μm 以下の粗大な非磁性 ϵ 相の粒子とからなっているが、これを 700°C で加熱すると過飽和な α 相のマトリックスから新たに約 0.7 μm 以下の微細な球状の非磁性 ϵ 相が分散析出しているのがみられる。なお Fe-Ta 系合金の H_c が Fe-Nb 系合金と比較して多少小さいのは析出粒子の粒径、形状および分布状態に若干の相違があるためと考えられる。

つぎに **Photo.2** は $\text{MoK}\alpha$ 線を用いたラウエ法による透過 X 線回折写真で、その回折パターンは Fe-Nb 系合金のそれと全く同じである。すなわち結晶構造は α -Fe と同様の bcc 型と hcp 型とからなっているが、 hcp ϵ 相の回折線は非常に弱い。デバイ環の回折斑点から計算により求めた繊維軸は $\langle 110 \rangle$ で、試料軸からの偏りは小さい。

Photo.1 Microstructures of the longitudinal section of Fe-2.9% Ta alloy wire. ($\times 1500$)
(a) cold-drawn by 97.2% reduction after water-quenching from 1050°C.
(b) reheated at 700°C for 5 h after water-quenching from 1050°C and cold-drawing by 97.2% reduction.

Photo.2 X-ray diffraction pattern (Mo $K\alpha$ source) of Fe-2.9% Ta alloy reheated at 700°C for 30 min after water-quenching from 1050°C and cold-drawing by 97.2% reduction.

以上のように Ta 7.0% 以下を含む Fe-Ta 合金は半硬質磁性材料としての特性を有することが明らかとなったが、その高い保磁力は主として過飽和な α 相マトリックスからの非磁性 ϵ 相の微粒子の析出により、またその良好な角形性および角張性は線引方向を $\langle 110 \rangle$ とする繊維組織の発達によるもので、Fe-Nb 系合金の場合と同様であると考えられる。

IV. 総 括

Ta 7.0% 以下を含む Fe-Ta 系合金について真空中溶解後、鍛造により丸棒とし、ついで α - γ 変態点以上の溶体化温度から水焼入れし、さらに減面率 50% 以上の冷間線引を施して直径 0.5 mm の細線を造った。つぎにそれを

400~1000°C の温度で最高 5 h 再加熱した後、磁気特性、比電気抵抗およびビッカース硬度を測定してつぎの結果を得た。

(1) Fe-Ta 系合金の磁気特性は溶体化処理条件に大きく依存し、 $(\alpha+\epsilon)$ 相内の温度からの急冷に比べて $(\gamma+\epsilon)$ 相内の温度、特に 1050°C から急冷した場合の方が良好であった。

(2) Fe-Ta 系合金の磁気特性に対する加工率依存性は非常に大きく、加工率約 90% 以上における磁気特性が優れている。

(3) 1050°C から水焼入れし、ついで 97.2% の冷間線引を施した Fe-Ta 系合金をさらに α - γ 変態点以下の温度で再加熱すると、その磁気特性は再加熱温度および再加熱時間に強く依存する。

(4) 1050°C からの水焼入れと 97.2% の冷間線引を施した後 700°C $\times$ 30 min で再加熱した Fe-2.9% Ta 合金の飽和磁束密度 B_s 、残留磁束密度 B_r 、保磁力 H_c 、角形比 B_r/B_s および角張率 $\sqrt{(BH)_{\max}/B_r H_c}$ はそれぞれ 1.78 T, 1.59 T, 0.95 kA/m, 0.89 および 0.92 であった。

(5) Fe-Ta 系合金の比電気抵抗 ρ およびビッカース硬度 Hv は Ta 量の増加とともに増大するが、再加熱温度については ρ は 600~700°C で急激に減少するのに対して、Hv は約 600°C 付近で小さな極大を示した後単調に減少する。

(6) Fe-Ta 系合金の良好な角形性および大きな H_c は X 線観測および顕微鏡観察から、繊維軸 $\langle 110 \rangle$ の α 相地に非磁性金属間化合物 ϵ 相の球状微粒子が分散析出することによって得られるものと考えられる。

文 献

- (1) 増本 量, 村上雄悦, 中村直司: 日本金属学会誌, **41**(1977), 1014.
- (2) A.K.Sinha and W.Hume-Rothery: J.Iron Steel Inst., **205**(1967), 671.