極薄珪素鋼板の結晶粒径と磁区幅

Grain Size and Domain Width of a Very Thin 3% Si-Fe Sheet

金 栄学・大川将直・石山和志・荒井賢一

東北大学電気通信研究所, 仙台市青葉区片平 2-1-1 (〒980)

Y. H. Kim, M. Ohkawa, K. Ishiyama and K. I. Arai

Research Institute of Electrical Communication, Tohoku University, 2-1-1 Katahira, Aoba, Sendai 980

Thin (less than 0.1 mm) grain-oriented silicon steels are known to have lower iron loss than iron-based amorphous materials. It is possible to reduce the iron loss of thin grain-oriented silicon steels further by applying new magnetic-domain refining techniques. One method for magnetic-domain refining is to control the grain size. We observed the magnetic-domain and measured the iron loss of thin grain-oriented silicon steels with small (less than 1 mm) grains. This experiment showed that the magnetic-domain can be made narrower by decreasing the grain size, which reduces the eddy current losses. On the other hand, materials with larger grain sizes have lower H_c and lower hysteresis losses.

Key words: 3% Si-Fe, tertiary recrystallization, iron loss, grain size, magnetic-domain

1. はじめに

昨今の地球環境問題などを鑑み、省エネルギー化への努力が多数なされている。そのなかで、送配電系統中の電力損失の低減化は極めて重要である。これは発電効率を考えると、低下した電力損失の約3倍のエネルギーに相当する化石燃料を節約することになるためである。近年、筆者らは市販の方向性珪素鋼板に適当な圧延、熱処理を施すことにより、優れた磁気特性を有する極薄方向性珪素鋼板が作製できることを見だし、これが変圧器用鉄心材料として広く使われている方向性珪素鋼板に比べ大幅に鉄損値が低いことを報告した^{1), 2)}。インヒビターを用い、粒界エネルギーを主たる駆動力として(110)[001]方位粒を選択的に成長させる二次再結晶法^{3), 4)}によって作製される従来の方向性珪素鋼板と異なり、清浄表面において表面エネルギーが最も低くなる⁵⁾(110)面をもつ結晶粒が、他の結晶面との表面エネルギー差を駆動力として三次再結晶粒成長⁶⁾することを利用して作製する極薄方向性珪素鋼板では、板厚の薄い材料でも高集積度の(110)[001]組織の付与が可能であり、極めて低鉄損の材料が実現できる。

これに加え、この極薄方向性珪素鋼板に張力印加およびスクラッチなどの磁区細分化処理を施すことで、さらに鉄損が低減することが報告されている⁷⁾。これは、磁壁枚数の増加による渦電流損失の減少によるものである。しかし、これらの付加技術を導入することは、製造工程数の増加を招くものになってしまう。これに対処して筆者らは、付加技術を用いずに鉄損を低減させるために、結晶粒径の制御によって磁区幅を変化させ渦電流損失を低減させる方法を報告した⁸⁾。この報告の中で得られた最小の結晶粒径は約1 mm程度であったが、さらに結晶粒径を小さくすることでさらなる鉄損低減が期待できる結果が示されている。

そこで我々は、さらに熱処理条件の検討を進めることにより、より広い範囲で結晶粒径を制御し、1 mm以下の結晶粒径を有する極薄方向性珪素鋼板を作製し、その磁気特性の測定と磁区の観察を行った。本論文は、極薄方向性珪素鋼板の結晶粒径を1 mm以下に及ぶ範囲で制御でき、それにより磁区幅の制御が可能であり、その結果渦電流損失を低減できることを報告するものである。

2. 実験方法

母材には純化焼鈍によってCu含有量を20 ppm以下にまで除去⁹⁾した高磁束密度方向性珪素鋼板(板厚260 μm)を用いた。これをワークロール径20 mmの4段圧延機を用いて、板厚33~35 μm まで冷間圧延した後、幅5 mm、長さ100 mm程度に切断し、試料とした。熱処理は1423 Kに加熱された赤外線集中加熱炉中に試料を挿入し、三次再結晶粒成長が完了するまで行った。この際試料の挿入速度を変化させることで結晶粒径の異なる試料が作製できた。熱処理雰囲気は約 1×10^{-3} Paの真空中とした。試料の直流磁気特性は直流B-Hループトレーサ、鉄損値は単板試験器を用いて測定した。また磁区観察はローレンツSEM法¹⁰⁾によって行い、再結晶組織はエッチピットを観測することによって評価した。

3. 実験結果ならびに考察

3.1 結晶粒径の異なる試料の直流磁気特性

はじめに結晶粒径の異なる極薄方向性珪素鋼板を作製し、結晶粒径の直流磁気特性への影響を調べた。結晶粒径の制御は前項に述べたとおり、試料の均熱範囲への挿入速度を変化させて行った。挿入速度 0.17~300 mm/s の範囲で試料を作製したところ、挿入速度の増加に伴い結晶粒径は減少し、0.26~0.74 mm の結晶粒径をもつ試料が得られた。この結晶粒径の変化は過去の検討⁹⁾と同様、三次再結晶粒の核の成長開始温度や成長速度がそれぞれの核により異なっていることに起因するものと考えられる。すなわち挿入速度が速くなると昇温速度が速くなり、より多くの三次再結晶の核が成長するため、結晶粒径が減少するのである。

Fig. 1 に 800 A/m 印加時の磁束密度 B_8 と保磁力 H_c の結晶粒径依存性を示す。いずれの結晶粒径の試料も B_8 の値は 1.95 T 以上の極めて高い値を示す。使用した母材が高集積度の (110)[001] 組織を有しているため、配向性の高い (110)[001] 粒のみが三次再結晶の核として存在し、それが成長するため、結晶粒径が小さくなり結晶粒の数が増しても配向性の著しく悪い結晶粒が現れないものと考えられる。一方同図より、 H_c の値は結晶粒径の減少に伴い増加していることがわかる。結晶粒径が減少することによって相対的に結晶粒界の面積が増大し、そのため磁壁の移動が妨げられるためと考えられる。前報⁹⁾において、結晶粒径 1 mm 以上の範囲で H_c は結晶粒径によらず一定であったが、結晶粒径が 1 mm 以下の範囲では結晶粒径の減少に伴い H_c が増大することが明らかとなった。

3.2 磁区観察

結晶粒径の鉄損への影響を明確にするために、これら

Fig. 1 Grain size dependence of B_8 and H_c .

1 mm 以下の結晶粒径をもつ試料に関して磁区観察を試みた。従来より方向性珪素鋼板の磁区と損失の関係について、90°磁壁の発生、消滅が極めて重要であるとされてきた¹¹⁾。しかしながら磁区観察の結果、今回取り上げた 1 mm 以下の結晶粒径を有する極薄方向性珪素鋼板においても、1 mm 以上の結晶粒径をもつ極薄方向性珪素鋼板と同様⁹⁾、90°磁壁は全く観察されず、すべて 180°磁壁を有する磁区によって構成されていた。これは試料の板厚が非常に薄く、かつ [001] 軸の集積度が高いためと考えられる¹²⁾。

Fig. 2 に励磁周波数をパラメータとして、磁壁枚数の結晶粒径依存性を示す。結晶粒径の減少に伴い磁壁枚数が増加していることがわかる。これは結晶粒径が小さくなることで結晶粒界の面積が相対的に増大し、結晶粒界でのミスオリエンテーションによって静磁エネルギーが高まるため、磁区が細分化するものと考えられる。

次にそれぞれ 0.26 mm, 0.44 mm, 0.74 mm の結晶粒径をもつ三つの試料について、周波数を変化させ励磁した際のそれぞれの磁壁枚数 N_d を消磁状態での磁壁枚数 N_s と比較して調べた。Fig. 3 は励磁による磁壁の増加枚数 ($N_d - N_s$) の周波数依存性を示したものである。結晶粒径が 0.74 mm の試料においては、100 Hz で励磁することで 50 Hz で励磁した際に比べ磁壁枚数が増加している。それに対し結晶粒径 0.44 mm の試料では 200 Hz 以上、0.26 mm の試料では 400 Hz 以上で励磁するまで磁壁枚数の増加が見られなかった。しかし、いったん磁壁枚数が増加し始めると結晶粒径の小さい試料ほど急激に磁壁枚数が増加し、800 Hz においては結晶粒径が小さい試料ほど増加枚数が多くなった。これより、結晶粒径が小さいほど、高い周波数において磁壁枚数が増加しやすく、磁区細分化に効果的であることが理解できる。

以上のように本節では、結晶粒径の減少が磁区の細分

Fig. 2 Grain size dependence of the domain wall number.

Fig. 3 Frequency dependence of the increase in the domain wall number.

Fig. 4 Grain size dependence of losses at 50 Hz.

Fig. 5 Grain size dependence of losses at 800 Hz.

Fig. 6 Frequency dependence of the grain size for the lowest iron loss.

化に大きく寄与し、また周波数が高いほど結晶粒径減少の効果が大きいことが明らかとなった。

3.3 結晶粒径の異なる試料の鉄損値

前節において、結晶粒径の減少に伴い磁区幅が狭くなることが明らかとなった。そこで本節では、磁区細分化に伴う鉄損値の変化を調べることを目的として、鉄損 W_t 、渦電流損失 W_e 、ヒステリシス損失 W_h の結晶粒径依存性に関する検討を行った。

励磁周波数 50 Hz、800 Hz における各損失および磁壁枚数の結晶粒径依存性をそれぞれ Fig. 4, 5 に示す。ただし、 W_t 、 W_e 、 W_h はそれぞれ 1 周期当たりの損失である。どちらの周波数においても結晶粒径の減少に伴いヒステリシス損失が増大している。これは結晶粒径の減少に伴う H_c の増大と同様の傾向であり、結晶粒径の減少に伴う相対的な結晶粒界の面積の増大が要因となって、磁壁の移動が妨げられるためと考えられる。一方、渦電流損失は結晶粒径の減少に伴い低減する傾向が見られる。前項にも述べたように、いずれの結晶粒径をもつ試料においても 90° 磁壁を有する磁区は存在していないため、結

晶粒径が減少し 180° 磁壁の枚数が増加したことにより、渦電流損失が低減しているものと考えられる。

ヒステリシス損失と渦電流損失の和である鉄損値は、励磁周波数が 50 Hz と低い場合はヒステリシス損失の鉄損に占める割合が渦電流損失と同等か、あるいはそれ以上であるため、結晶粒径の減少に伴ってヒステリシス損失が増加し鉄損値が増大する。一方、励磁周波数を 800 Hz と高くなった場合には、渦電流損失の割合がヒステリシス損失に比べ大きくなるため、結晶粒径の減少とともに渦電流損失が減少し鉄損値も低下する。

これらの結果より、鉄損値が最小となる結晶粒径は励磁する周波数によって変化するものと考えられる。今回作製した、結晶粒径 0.26~0.74 mm の試料の励磁周波数 50~800 Hz における鉄損の測定を行った結果より鉄損値が最小となる結晶粒径を求め、その周波数依存性を Fig. 6 に示した。この図より、励磁する周波数が高くなるに従い、鉄損値が最低となる結晶粒径が小さくなる傾向が容易に理解できる。周波数が高くなると、渦電流損失の鉄損に占める割合が大きくなり、磁区細分化によ

る渦電流損失の低減の効果が現れるため、より結晶粒径の小さい試料が低い鉄損値を示すことになると考えられる。

以上本節では、結晶粒径の減少が渦電流損失の低減に大きな効果があり、励磁周波数が高くなり鉄損のうち渦電流損失が支配的となるにつれ、鉄損値が最小となる結晶粒径が小さくなることが明らかとなった。

4. ま と め

結晶粒径の異なる極薄方向性珪素鋼板を作製し、その直流磁気特性、鉄損、磁区幅を測定した結果、以下のようない知見を得た。

(1) 極薄方向性珪素鋼板においては、結晶粒径が 1 mm 以下の範囲において、結晶粒径によらず (110) [001] 組織の集積度は極めて高く 1.95 T 以上の高い B_8 を示す。また H_c は結晶粒径の減少に伴い増加する。

(2) 極薄方向性珪素鋼板の結晶粒径が 1 mm 以下の範囲において、結晶粒径を減少させることによって磁壁枚数を増加させることができる。また、励磁周波数が高くなるにつれて増加する磁壁の枚数も結晶粒径が小さいほど多くなり、磁区細分化に効果的となる。

(3) 結晶粒径の減少は、磁区細分化によって過電流損失を低減させるが、一方でヒステリシス損失を増大させる。そのため、ヒステリシス損失が支配的な低い励磁周波数領域の鉄損は、結晶粒径が小さい試料ほど高い値を示す結果となる。しかし、高い周波数領域の鉄損は渦電流損失が支配的になるため、結晶粒径が小さい試料ほど低い値を示す。今回作製した 0.26~0.74 mm の結晶粒径をもつ極薄方向性珪素鋼板において、最小の鉄損を示

す結晶粒径は励磁周波数に依存し、周波数が高くなるほど小さくなることがわかった。

以上の結果より、結晶粒径を制御することで付加技術なしに磁区幅を変化させることが可能であり、これが極薄方向性珪素鋼板の低鉄損化に大変有効な手法であることが明らかとなった。

謝 辞 本実験で母材として用いた高磁束密度方向性珪素鋼板を御提供いただいた新日鐵(株)野沢忠生氏に心より感謝いたします。

文 献

- 1) K. I. Arai and K. Ishiyama: *J. Appl. Phys.*, **64**, 5352 (1988).
- 2) K. I. Arai, K. Ishiyama and H. Mogi: *IEEE Trans. Magn.*, **25**, 3439 (1989).
- 3) 清水, 原勢: 日本金属学会誌, **53**, 571 (1989).
- 4) 原勢, 清水: 日本金属学会誌, **54**, 1 (1990).
- 5) J. K. Makenzie, A. J. Moore and J. F. Nicholas: *J. Phys. Chem. Solids*, **P**, **23**, 185 (1962).
- 6) J. L. Walter and C. G. Dunn: *Trans. Metall. Soc. AIME*, **215**, 465 (1959).
- 7) K. I. Arai, H. Mogi and K. Ishiyama: *IEEE Trans. Magn.*, **26**, 1966 (1990).
- 8) 石山, 荒井, 中野: 電気学会論文誌 A, **112**, 521 (1992).
- 9) K. Ishiyama, K. I. Arai and T. Honda: *J. Appl. Phys.*, **70**, 6262 (1991).
- 10) K. I. Arai, Y. H. Kim and M. Yamaguchi: *J. Appl. Phys.*, **70**, 6256 (1991).
- 11) 田口: 日本金属学会誌, **49**, 899 (1985).
- 12) 山口: 日本応用磁気学会誌, **8**, 201 (1984).

1992 年 11 月 17 日受理, 1993 年 2 月 2 日採録