FeCr 系磁性合金の熱処理による交流磁気特性の変化

Changes in the AC Magnetic Properties of an Iron Chromium Magnetic Alloy as a Result of Annealing

加藤哲男・吉野修司・加藤綱紀

大同工業大学, 名古屋市南区大同町 2-21 (〒457)

T. Kato, S. Yoshino, and T. Kato

Daido Institute of Technology, 2-21, Daido-cho, Minami-ku, Nagoya 457

Changes in the magnetic property of an iron-chromium magnetic alloy containing 13% chromium with the temperature of heat treatment were studied in an alternating field. The magnetic property in an alternating field decreased at higher annealing temperatures, whereas it increased with the temperature in a direct field. The inclination became more pronounced as the thickness of the specimen was increased. These changes in the magnetic property depend on the crystal size, and therefore they increase the eddy current.

Key words: soft magnetic material, alternating magnetic field, Fe-Cr alloys, hysteresis curve, annealing temperature, crystal size, eddy current

1. はじめに

約 13% の Cr を含有する Fe 合金^{1), 2)}は少量の Si または Al 成分を添加することによってフェライト相の安定化が進み電磁純鉄に近い保磁力が得られるようになる。それによって初め、耐蝕性に優れる材料として開発が進められた^{3), 4)}。その後、電子式燃料噴射装置の開閉弁に使用されるようになってから、パルス応答性に優れることが知られて^{5), 6)}、交流用の軟質磁性材料として注目され、多量の製造も行われるようになっていく。

そのため、これまでに基本となる FeCr 系磁性合金の交流磁気特性について実験研究を行い、その特性について明らかにしてきた^{7), 8)}。また、この交流磁気特性には材料の抵抗率が大きく依存していることが明らかとなったことから、抵抗率の増大を目的として Al 成分の添加を行い、その直流および交流磁気特性に及ぼす影響についての実験研究も行ってきた^{9), 10)}。このような状況を踏まえ FeCr 系磁性合金の交流磁気特性に及ぼす熱

処理の影響について検討し、結晶粒との関係などについて調べる実験研究を進めることとした。

2. 試料および実験方法

Table 1 は実験に使用した試料の化学成分で、低炭素の 13%Cr-Fe 合金に少量の Al 成分を添加した組成からなっている。試料形状は外径 35 mm, 内径 25 mm の環状で、厚みは 0.2, 0.4, 0.5, 0.6, 1.0, および 2.0 mm の 6 段階に変化させた。これらの試験片について Table 2 に示す 850~1250℃ の 5 段階の条件により真空中熱処理を行った。これについて直流および交流の磁気特性を測定した。交流磁気特性は周波数 f を 0.5~100 kHz の範囲で、また、印加磁界の強さを 1, 3, 5, 7, および 10 Oe の 5 段階においてそれぞれ測定し、ヒステリシス曲線、各印加磁界ごとの最大磁束密度および振幅比透磁率などを求めた。結晶粒の観察には、磁気特性測定用の試料と同様の厚さで、10 mm 角の試料片を用い同様の熱処理を行った試料を使用し JIS-G0552 の方法に従って粒度番号の測定を行った。

3. 実験結果および考察

初めに、直流磁気特性の測定を行い磁化およびヒステリシス曲線を求めた。Fig. 1 に磁化曲線を示す。0.5~3 Oe の低磁界側において熱処理温度による磁束密度の変化が見られる。最大磁束密度はあまり変わらない。Table 3 に直流磁気特性の測定値を示す。熱処理温度が高くなるに伴い保磁力は小さくなり、最大透磁率は高くなって直流特性は向上している。

ついで、交流磁気特性の測定を行った。Fig. 2 は印加磁界の強さ 3 Oe におけるヒステリシス曲線である。熱処理温度 850

Table 1 Chemical composition of a specimen

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Al	Pb
0.007	0.03	0.23	0.008	0.009	0.2	0.3	13.21	0.08	0.66	0.09

Table 2 Annealing temperature

Annealing conditions		
850℃	×	4 hr
950℃	×	4 hr
1050℃	×	2 hr + 850℃ × 1 hr
1150℃	×	2 hr + 850℃ × 1 hr
1250℃	×	2 hr + 850℃ × 1 hr

および 1250℃ を取り上げ、周波数 1, 10, 40, および 100 kHz の場合について示している。このうち (a) および (b) はそれぞれ試料の板厚 0.2 および 1.0 mm の場合である。まずすべての図において周波数が高くなると磁束密度の変化が減少し、ヒステリシス曲線が縦方向に潰れている様子が見られる。このうち板厚が 0.2 mm の (a) 図の場合、最大磁束密度の比較では、周

Table 3 Magnetic properties of specimens in a direct field

Annealing temperature [°C]	Flux density B [G]*				Residual flux density	Coercive force	Maximum permeability
	B ₁	B ₃	B ₅	B ₁₀	Br [G]	H _c [Oe]	μ m
850	2299	8689	10019	11191	9710	1.157	4258
950	3602	8666	10091	11468	8565	0.785	4299
1050	3859	8955	10252	11589	7859	0.765	4315
1150	4350	9302	10455	11639	7834	0.681	4358
1250	6225	9854	10845	11798	7765	0.394	6427

* B₁–B₁₀: Flux density in a magnetizing field of 1–10 [Oe], $t = 0.2$ [mm]

Fig. 1 Magnetizing curve in a DC magnetizing field.

(a) Thickness of specimen: 0.2 [mm]

(b) Thickness of specimen: 1.0 [mm]

Fig. 2 Hysteresis curves of specimens in an alternating magnetic field at 3 Oe.

波数が 1 kHz では熱処理温度 1250°C の方が 850°C より高い値を示すのに対して、周波数が高くなるに伴い縦方向に潰れる割合が大きく、10 kHz 以上で逆に 850°C の値の方が高くなっている。板厚 1.0 mm の (b) 図の場合、すべての周波数においてほぼ左側の 850°C の最大磁束密度の値が上回るようになっている。

Fig. 3 Frequency dependence of the maximum magnetic flux density in an applied AC magnetizing field of 3 Oe. (Thickness of specimens: 0.2 [mm].)

Fig. 4 Change in the maximum flux density with the thickness of specimen. (Magnetic field: 3 [Oe].)

そこで、次に周波数による最大磁束密度の変化について求めた結果を Fig. 3 に示す。試料の厚さが 0.2 mm、印加磁界の強さが 3 Oe の場合で、上図は周波数 0～10 kHz、下図は周波数

Fig. 5 Change in the maximum flux density with the annealing temperature. (Thickness of specimens: 0.2 [mm].)

Fig. 6 Change in the amplitude-relative permeability with the annealing temperature. (Thickness of specimens: 0.2 [mm].)

Fig. 7 Change in the optical micro-structures of specimen alloys with the annealing temperature.

1~100 kHz である。周波数が0 (直流状態) から0.5 kHz までは、変化は小さく、それから周波数が高くなると最大磁束密度は低下し始め、若干の測定誤差はあるが熱処理温度が高くなるほどほぼその割合が大きくなっている。

Fig. 4 は試料の板厚に対する最大磁束密度の変化を示す。図は印加磁界の強さが3 Oe で、(a) および (b) はそれぞれ熱処理温度 850 および 1250°C の場合である。すでに知られているように^{7), 8)}、試料の板厚が厚くなると交流特性は劣化し、最大磁束密度は低下しているが、熱処理温度が高くなると、その傾向は大きくなる様子が見られる。次に、熱処理温度と最大磁束密度の関係を直流特性 (0 kHz) と併せて Fig. 5 に示す。試料の板厚が 0.2 mm で、(a) および (b) はそれぞれ印加磁界の強さ 1 および 3 Oe の場合である。まず (a) の図の場合について見ると、直流状態では熱処理温度が高くなるに伴い最大磁束密度は増大する。しかし、周波数 1 kHz においても同様の傾向が見られる。周波数が高くなるとその傾向は劣化し、100 kHz に至っては熱処理温度 950°C あたりから逆に低下する傾向が見られるよう

になる。(b) 図の場合、周波数 0 および 1 kHz ではやや高くなる傾向が見られるのに対して、周波数が 10 kHz 以上では熱処理温度が高くなるに伴い低下する傾向が見られるようになる。

Fig. 6 はこれまでの研究^{7), 9)}と同様に振幅比透磁率についても求めた結果を示す。熱処理温度に対する振幅比透磁率は、最大磁束密度と同様な傾向の変化が見られた。

そこで、結晶粒との関係を調べるため、それぞれの試料について顕微鏡観察を行った。Fig. 7 はその顕微鏡写真を示す。熱処理温度が高くなるに伴い結晶粒が成長して大きくなっているのが見られる。この熱処理温度による結晶粒の成長を示したのが Fig. 8 である。結晶粒 (粒度番号) は温度に対してほぼ直線的に変化しており、850°C から 1250°C でその大きさは約 100 倍となっている。

結晶粒が大きくなると保磁力が低下し、直流磁気特性が向上する^{11), 12)}ことは広く知られているが、交流磁気特性についてはそのほかにうず電流による影響が考えられるので、その状況について調べるため、これから結晶粒と最大磁束密度の関係を

Fig. 8 Change of the grain size with the annealing temperature.

Fig. 9 Change in the maximum flux density with the grain size. (Thickness of specimens: 0.2 [mm].)

求めた結果を Fig. 9 に示す。図は試料の板厚が 0.2 mm で、(a) および (b) はそれぞれ印加磁界の強さ 1 および 3 Oe の場合である。(a) 図の印加磁界の強さ 1 Oe の場合について見ると、周波数 0 kHz (直流状態) および 1 kHz では結晶粒が大きくなるに従い最大磁束密度は増加しているが、周波数が 10 kHz から徐々に劣化し始め、40 および 100 kHz になるといったんピークが見られた後に低下するような傾向となっている。(b) 図の印加磁界の強さ 3 Oe の場合には、結晶粒が大きくなると周波数 0 および 1 kHz ではやや増加する様子が見られるが、10 kHz 以上では明らかに逆に低下する傾向が認められる。振幅比透磁率についても同様に周波数が高くなると結晶粒の増大によって減少するようになることが見られている。これらについて結晶粒の成長に伴ってうず電流の増加が生ずる¹³⁾ことから、

それがこのような交流磁気特性の低下につながっているものと考えられる。このように交流の磁気特性は直流の磁気特性と異なり、熱処理温度の上昇によってかえって悪くなることのあること、および使用される周波数に応じた熱処理条件の選定が重要となる状況が明らかとなった。

4. ま と め

抵抗率が高く交流用の磁性材料として期待されている 13% CrFe 系磁性合金において、熱処理温度による交流磁気特性の変化について調べる実験研究を行った。

(1) 熱処理温度が高くなると、直流磁気特性は向上するのに対して、交流磁気特性は試験片の板厚 0.2 mm において、印加磁界 1 Oe の場合周波数 10 kHz のところで 1050°C を超える高温での熱処理により逆に劣化する傾向が見られ最適熱処理温度の選定が必要となる。周波数が高くなると最適温度は逐次低下するようになる。印加磁界 3 Oe ではさらに低い周波数から低下する傾向が見られる。

(2) この傾向は試料の板厚が厚くなるほど大きくなっている。

(3) このような、熱処理による交流磁気特性の変化は結晶粒の大きさに依存しており、これはうず電流の増加に起因していると思われる。

謝 辞 この研究において試料の調整に協力を頂いた大同特殊鋼(株)技術開発研究所 矢萩慎一郎室長ほかの方々、ならびに測定などに協力された大同工業大学電気工学科 尾畑智光氏、および包 千鶴研究生に厚く感謝申しあげる。

文 献

- 1) H. Fahrenbrach: *Arch. Eisenhüttenw.*, **20**, 293 (1949).
- 2) W. S. Eberly: *Iron Age*, **183**, April **123**, 106 (1959); *ASM Technical Report*, No. **D8-23**, 42 (1968).
- 3) 加藤, 関尾, 草加: *電気製鋼*, **41**, 127 (1970).
- 4) 加藤, 関尾: *電気製鋼*, **42**, 41 (1971).
- 5) 斎藤, 矢萩: *電気製鋼*, **61**, 183 (1990).
- 6) 本蔵, 藤井: *鉄と鋼*, **77**, 840 (1991).
- 7) 加藤, 高瀬, 大島: *電気製鋼*, **79**, 254 (1993).
- 8) 加藤, 吉野, 大島, 尾畑: *大同工業大学紀要*, **30**, 125 (1993).
- 9) 加藤, 吉野, 金沢, 大島, 矢萩: *日本応用磁気学会誌*, **18**, 453 (1994).
- 10) 加藤, 吉野: *大同工業大学紀要*, **31**, 87 (1994).
- 11) E. Adler and H. Pfeiffer: *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-10**, 172 (1974).
- 12) T. Nagashima: *Berichte Arbeitsgem. Ferromag.*, p. 148 (1959).
- 13) M. Shiozaki and Y. Kurosaki: *J. Mater. Eng.*, **11**, 37 (1989).

1994 年 10 月 12 日受理, 1995 年 1 月 20 日採録