

異方性珪素鋼板の磁場中冷却処理について

Cooling Treatment in Magnetic Field for Oriented Silicon Steel Plate

小柴定雄* 重本暢正** 西沼輝美** 原田英樹**

内 容 梗 概

3%内外の Si を含む珪素鋼板の磁性に対する磁場中冷却処理の効果は Goldmann らが指摘しているように、パーマロイや Fe-Ni-Al-Co 合金などにみられるほど顕著ではない。しかし多少改善されることを予期し、異方性珪素鋼板に磁場中処理を行なった。実験はおもに直交配列法を用い、冷却速度、磁場の強さ、磁場冷却開始温度および終了温度の磁性におよぼす影響を調べた。磁場冷却は μ_m, B_r, H_c および $H \leq 1.0 \text{ Oe}$ に対する B に効果がある。冷却速度はおそい方が、また終了温度は低い方がよく、磁場の強さは $H_{ex} \approx 20 \text{ Oe}$ ですでに効果があらわれ、また開始温度は 650°C 以上にて磁場をくわえるとほとんど差が認められなかつた。 $\mu_m = 32,000$ の約 3% Si の異方性珪素鋼板はこの処理により最高 $\mu_m \approx 50,000$ の値を示す。またこの磁場中冷却でえられた効果は約 500°C 以上の再加熱で漸次消え、 600°C で完全に失われる。

[I] 緒 言

磁性材料を磁場中冷却処理すると磁性に好ましい効果のあることは古く 1934~5 年に Fe-Ni-Co および Fe-Ni 合金について、Kellsall⁽¹⁾ および Dillinger & Bozorth⁽²⁾ によつて知られた。当時すでにこの処理法はたゞちに珪素鋼板にも利用され、1937年にはその効果が発表されている⁽³⁾⁽⁴⁾⁽⁵⁾。最近 Si 6%以上の珪素鋼の磁場冷却に研究が進展しているようであるが⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾⁽⁹⁾、いずれの場合も系統的にこの処理効果をしらべていないようである。

本実験は約 3% Si を含む非常にすぐれた磁性を示している 0.35 mm 厚異方性珪素鋼板にどのような磁場中冷却処理がもつとも有効かを調べたものである。

[II] 実 験 方 法

(1) 実験装置および試料

実験装置および回路を第 1 図に示す。常に酸化を防ぐため H_2 中で処理できるようにし、冷却速度はブローアと直流による加熱で制御した。加熱に利用した直流は方向に注意し加熱コイルの巻数から加熱しなかつたときと同じ磁場の強さとなるよう磁化コイル中の電流を加減した。炉内磁場の強さは大略 (1) 式で示され、中央部に 380 mm の均一部分を持つていた。

$$H = 0.4\pi(n_c i_c + n_h i_h) = 11.4 \times (i_c + 0.16 i_h) \dots (1)$$

ここで n_c : 磁化コイル 1 cm 当の巻数 (=9.1)

n_h : 加熱コイル 1 cm 当の巻数 (=1.45)

i_c : 磁化コイル内電流 (A)

i_h : 加熱コイル内電流 (A)

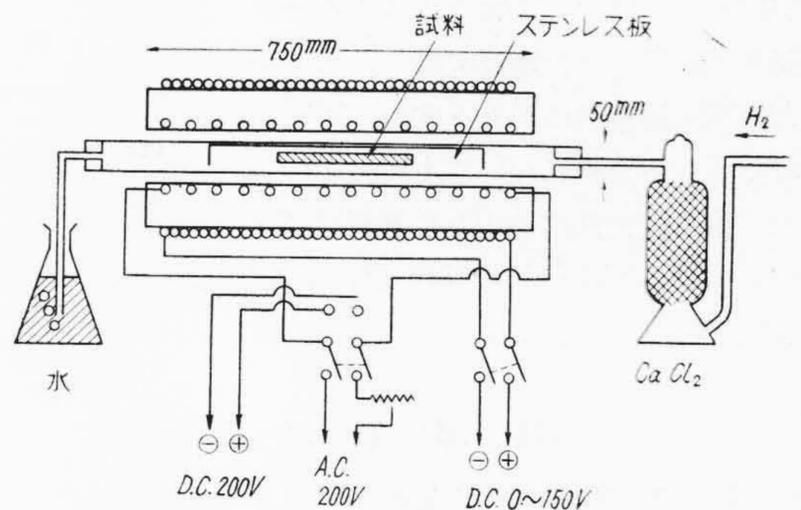
磁性の測定は 25 cm N. S. 導磁率計を使用した。

試料の化学成分を第 1 表に示す。なお脱炭処理、最終

* 日立金属工業株式会社安来工場 工博

** 日立金属工業株式会社安来工場

焼鈍を行い、 $0.35 \times 10 \times 260 \text{ mm}$ にした異方性珪素鋼板で、寸法比を小さくし、有効磁場をますよう N. S. 導磁率計で測定できる最低枚数 8 枚を一組とした。さらにこ



第 1 図 磁場冷却実験装置および回路
Fig. 1. Experimental Apparatus and Circuit of Magnetic Cooling

第 1 表 試料の化学成分 (%)
Table 1. Chemical Composition of Samples (%)

試料	C	Si	Mn	P	S	Cu	Al	N ₂	O ₂
No. 011	0.006	3.25	0.04	0.013	0.008	0.02	0.04	0.003	0.007
No. 012	0.006	3.25	0.04	0.013	0.008	0.02	0.04	0.003	0.007
No. 211	0.009	2.70	0.08	0.013	0.007	0.03	—	0.003	0.010

第 2 表 炉内磁場の強さ
Table 2. Magnetic Field in Furnace

$i_c + 0.16 i_h$ (A)	H_{em} または 765°C^* 以上の H_{eff} (Oe)	室温における H_{eff} (Oe)
1	11.4	—
2	34.3	—
5	57.2	13.0
7	80.0	37.0
9	102.8	—

* 765°C は約 3% Si 鋼のキューリー点

れを 18-8 ステンレスで4枚ずつにわけ、 $2.5 \times 10 \times 250$ mmの電磁軟鋼板で両端をしめつけ、試料の変形を防ぐとともに反磁場を小さくするようにした。

このような試料に上記の外部磁場 H_{ex} を作用させた場合の特に高温における有効磁場の強さ H_{eff} が当然問題になるが、本報においては常温における H_{eff} のみを実測し第2表に示した。ただし実測の方法は N.S. 導磁率計にて測定した磁化曲線より H_{eff} を逆算したものである。さらに試料は種々の磁場中冷却処理を行なつたのち、約 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ の炉冷を行い、 100°C 前後にて空中に取り出した。

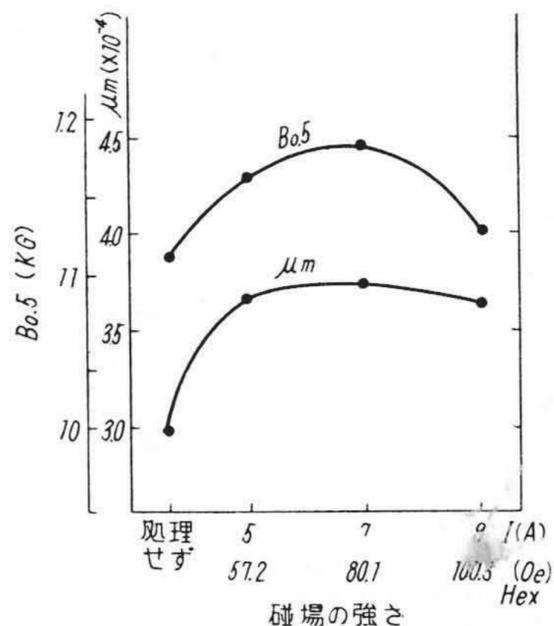
(2) 実験計画

第3表のごとき予備実験を行い、それから磁場冷却処理効果が現われる可能性ある条件として磁場を加えている間の冷却速度、磁場の強さ、磁場冷却開始温度および終了温度の4要因をとり、各々3水準をもつ直交配列法で実験をすゝめた。実験計画は第4表の通りである。また確認実験の意味で冷却速度を連続的にかえ、成分、圧延工程の異なる資料についても実験を行つた。直交配列法に使用した試料は No. 011, 成分および圧延工程を異にする試料は No. 011 および No. 012 である。

[III] 実験結果

(1) 直交配列法による結果

実験内容および磁性の変化率を一括して第5表に示す。この結果より μ_m , B_r , H_c , $B_{0.5}$ および B_1 に関して分散を計算して第5表に示した。この値より測定値の平



第2図 磁場の強さの影響
Fig. 2. Effects of Magnetic Field to Magnetic Properties

第3表 予備実験
Table 3. Preparatory Experiments

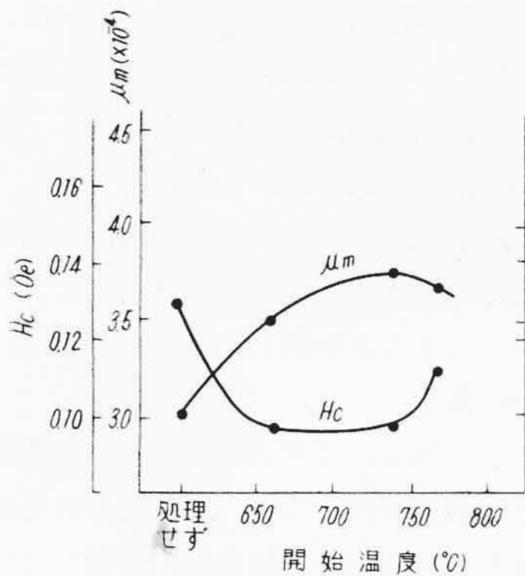
試料	H_{ex} (Oe)	冷却速度 ($^\circ\text{C}/\text{min}$)	磁場冷却開始温度 ($^\circ\text{C}$)	磁場冷却終了温度 ($^\circ\text{C}$)	処理前の μ_m	処理後の μ_m
011	57	7	750	630	30,000	31,500
011	57	9	700	470	30,000	36,000
011	80	10	750	450	30,000	38,000
012	34	5	660	550	31,000	39,000

第4表 実験計画, 要因および水準
Table 4. Experimental Plan, Factors and Levels

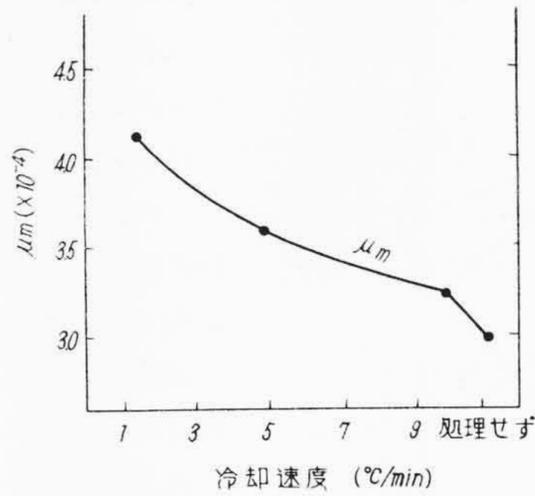
要因水準	磁場冷却終了 ($^\circ\text{C}$) A	磁場冷却開始 ($^\circ\text{C}$) B	H_{ex} (A) C	磁場冷却速度 ($^\circ\text{C}/\text{min}$) D
0	450	660	5	10
1	500	740	7	5
2	550	770	9	1.5

第5表 直交配列法による実験結果
Table 5. Experimental Results by Orthogonal Design

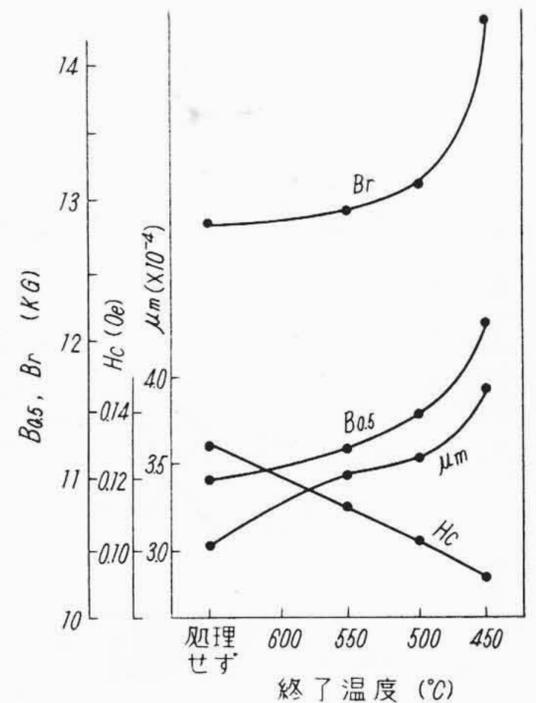
実験順序	要因				μ_m	B_r	H_c	$B_{0.5}$	B_1	B_{10}
	磁場中冷却処理前				30,000	12,800 (G)	0.13 (Oe)	11,000 (G)	13,600 (G)	16,800 (G)
	A	B	C	D						
	終了温度	開始温度	磁場の強さ	冷却速度						
1	0	0	0	0	15 (%)	7 (%)	-31 (%)	8 (%)	2 (%)	0 (%)
2	0	1	1	1	37	15	-32	15	5	0
9	0	2	2	2	45	14	-26	4	0	0
7	1	0	1	2	30	4	-20	3	2	0
5	1	1	2	0	6	1	-28	2	2	0
6	1	2	0	1	13	2	-15	4	4	1
3	2	0	2	1	5	-1	-28	-2	0	0
8	2	1	0	2	35	2	-15	2	1	0
4	2	2	1	0	7	0	0	2	3	0



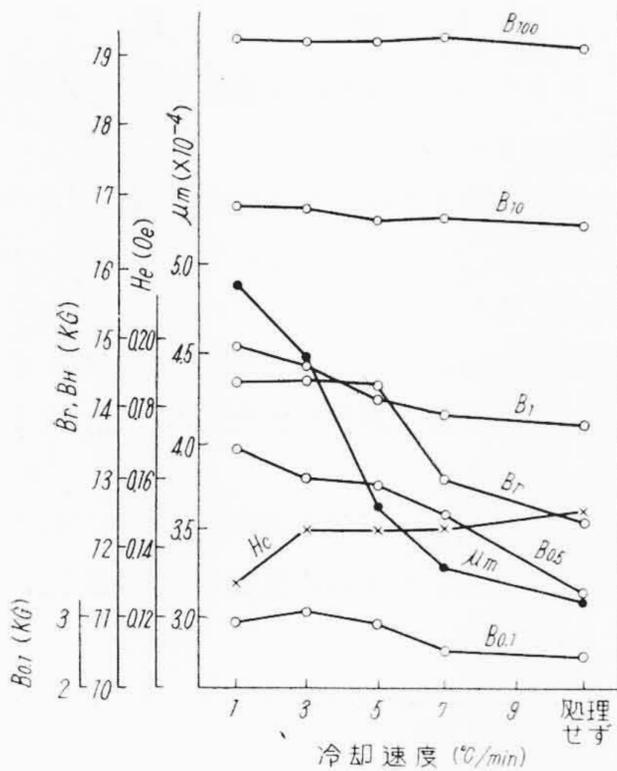
第3図 磁場冷却開始温度の影響
Fig. 3. Effects of Starting Temperature for Magnetic Cooling to Magnetic Properties



第4図 冷却速度の影響(その一)
Fig. 4. Effects of Cooling Velocity to Magnetic Properties (Part 1)



第5図 磁場冷却終了温度の影響
Fig. 5. Effects of Ending Temperature for Magnetic Cooling to Magnetic Properties



第6図 冷却速度の影響(その二)
(試料 No. 012, 740°→450°C H_{ex}≒80 Oe の磁場冷却)
Fig. 6. Effects of Cooling Velocity to Magnetic Properties (Part 2)
(Sample No. 012, 740°→450°C Magnetic Cooling at H_{ex} 80 Oe)

均を求め、第2図～第5図に示した。

結果はつぎのようにまとめる。

- (a) 磁場冷却効果は分散より見て $H \leq 1$ Oe の B にも効果があり、特に μ_m , H_c , B_r に顕著である。
- (b) 磁場中冷却速度はおそい方がすぐれている。
- (c) 磁場中冷却終了温度は低い方がすぐれている。
- (d) 磁場の強さはこの実験範囲ではあまり顕著でない。
- (e) 磁場中冷却開始温度はあまり顕著ではないが、

第6表 不偏分散の値
Table 6. Values of Variance

要因	磁性	μ_m	B_r	H_c	$B_{0.5}$	B_1
A		267.1	111.8	177.4	55.3	1.45
B		65.5	5.8	145.7	9.8	1.1
C		27.5	5.5	62.4	21.7	4.95
D		582.1	22.5	25.4	5.3	2.6

750°C で最高を示し 770°C ではかえつて低下する。

(2) 確認実験の結果

第6図に磁場冷却速度の影響を別の圧延工程である No. 012 試料で 740°C より 450°C まで $H_{ex} \approx 80$ Oe を加え実験した結果を示した。直交配列法による結果と大差ないが、 B_1 にもわずかに効果が認められる。

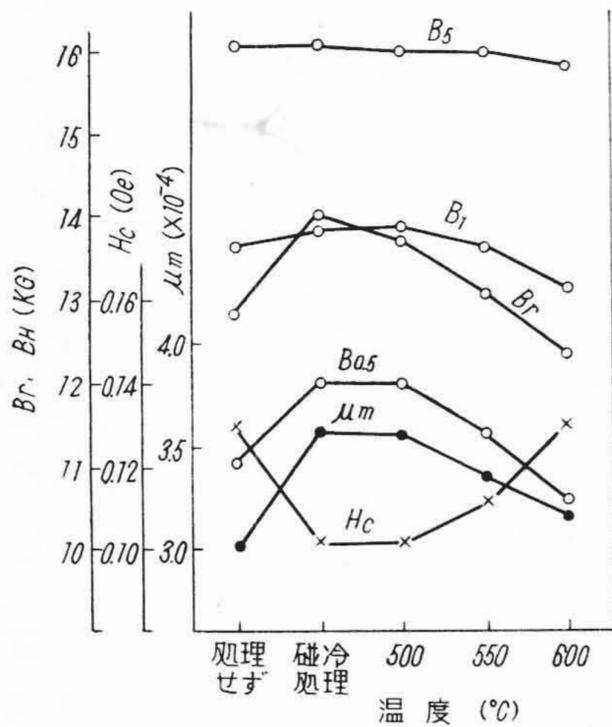
さらに成分の異なる No. 011 試料にも同じような処理を行い、第6表に示すように No. 011 および No. 012 試料とほぼひとしい結果をえた。

(3) 磁場冷却効果の消失

このような磁場冷却でえられた磁性は H₂ 中で再び加熱すると、第7図のごとく減少する。

[IV] 考察

磁場冷却効果の原因は効果の大きい Fe-Al-Ni-Co 合金とパーマロイを中心に研究がつけられている⁽¹⁰⁾。前者の単磁区構造をもつ細長い強磁性析出物の発見⁽¹¹⁾ 後者の規則格子の発見⁽¹²⁾ や規則、不規則相濃度差の検出⁽¹³⁾ など物理冶金学として興味ある問題が多い。珪素鋼の場合は後者と類似の考察がなされよう。本実験の結



第7図 磁場冷却効果の再加熱による消失
Fig. 7. Vanishment of Magnetic Cooling Effects by Reheating

果は約3% Si 珪素鋼板がパーマロイほど磁場冷却効果のいちじるしくないことを示しているが、その理由は磁化機構をある程度表示する第(2)式により説明される⁽¹⁴⁾。

$$\mu_0 = \frac{8\pi I_s^2}{9 \lambda \sigma_i} \dots\dots\dots (2)$$

- ここで μ_0 : 初導磁率
- I_s : 飽和磁気の強さ
- λ : 磁歪定数
- σ_i : 内部応力

異方性定数が大きくとも磁場冷却により磁区を磁場の方向にそろえると、磁化はほとんど180°磁壁の移動で済み、その機構は磁歪と内部応力の関係した第(2)式にて表わされるが、約3%Si珪素鋼では $\lambda \approx 5 \sim 7 \times 10^{-6}$ であるため効果が顕著でない。Si 6~7% となると $\lambda \approx 0$ となり大きな磁場冷却効果のあることが報告されている⁽¹⁵⁾。

180°磁壁の固定のためには結晶主軸に沿っている磁壁を磁場方向にそろえるためある程度以上の強さの磁場をキューリー点以下でできうるかぎり長い間、かつ低温までかけておくことがのぞましく、なるべく低温まで徐冷

するのがすぐれているという実験結果を説明している。磁場冷却により180°にそろった磁壁は再加熱されると以前の位置にある結晶主軸に漸次沿うようになり、磁性は再加熱温度とともに処理前の値にもどる。

$H_{ex} \approx 20 \text{ Oe}$ での効果が磁場のさらに強い場合と大差ないのは、この磁場冷却効果が容易なスピン変換による180°磁壁をそろえるにあることを示し、強磁性析出物が原因する場合と大いに異なっている。

成分および圧延工程が異なれば異方性定数 K , 磁歪係数 λ などすべての物理量に変化するが、第7表の結果はこれらの効果か、または処理前の磁性自体の影響かは判然としない。しかしいずれの場合もこの程度の処理で約30% μ_m を増加することが確認された。なお第6図より処理前の $\mu_m = 32,000$ のものを十分徐冷する磁場冷却を行えば $\mu_m \approx 50,000$ をうるということが推定される。

〔V〕 結 言

- (1) 約3% Si の異方性珪素鋼板にも磁場中冷却処理はある程度有効である。
- (2) 効果の顕著に現われる磁性は $H \leq 1.0 \text{ Oe}$ に対する B, B_r, H_c および μ_m であり、なかでも μ_m はもつともいちじるしい。
- (3) 磁場中冷却速度はかなり顕著に(2)に示す磁性および B_i にも若干影響をあたえる。遅い方がすぐれている。
- (4) 磁場の強さは $H_{ex} > 20 \text{ Oe}$ であればほとんど差がみられない。しかしさらに重要なのは高温における H_{eff} であろう。
- (5) 磁場中冷却開始温度はキューリー点直下の場合がもつともよい。
- (6) 磁場中冷却終了温度は低い方がすぐれている。
- (7) 磁場中冷却によりえられた磁性は約500°C以上の再加熱で漸次失なわれ、600°Cで完全に消失する。
- (8) (1)~(7)の結論は磁壁の方向性にこの磁場冷却効果がある点で理論と一致している。
- (9) 以上の結論にしたがつて処理すれば約3% Si, $\mu_m \approx 30,000$ 程度の異方性珪素鋼板を $\mu_m \approx 50,000$ まであ

第7表 確認実験結果
Table 7. Experimental Results of Confirmation

試料	H_{ex} (Oe)	冷却速度 (°C/min)	磁冷開始 (°C)	磁冷終了 (°C)	処理前の μ_m	処理後の μ_m
012	80	5	740	450	31,000	41,000
211	80	5	740	450	28,500	36,000
012	23	1	700	500	31,000	49,000
211	23	1	700	500	28,500	42,000

げることができる。

最後にこの報告を終るにあたり本実験遂行に種々御助言いただいた日立製作所日立研究所渡辺勇司主任に深謝する。

参 考 文 献

(1) A. Kelsall: Physics 5, 169 (1934)
 (2) S. F. Dillinger, R. M. Bozorth: Physics 6, 279 (1935)
 (3) S. A. Milner: A. P. Kljutschew Shurnal Technichesshoi Fisiki 7, 371 (1937)
 (4) I. Gigoluk: Novosti Tekhniki 6, 29~30 (1937)
 (5) O. Grechow, P. Gluschkowa: Stahl 8, 40

~46 (1938)
 (6) K. Mihara: ATIS No. 3380
 (7) M. Goertz: J. Appl. Phys. 22, 964 (1951)
 (8) H. Fahlenbrach, W. Heister: Stahl u. Eisen, 73, 1644 (1953)
 (9) 白川, 雨宮: 日本金属学会講演集 (1955~10)
 (10) 近角: 物理学会誌 (1956~3)
 (11) E. A. Nesbitt, R. D. Heidenreich: J. Appl. Phys. 23, 3 (1952)
 (12) O. Dahl: Zeit Metallkde, 28, 133 (1936)
 (13) J. M. Hasting: Rev. Mod. Phys. 25, 54 (1953)
 (14) 茅: 強磁性, 131 (1952~5)
 (15) J. E. Goldmann: Rev. Mod. Phys. 25, 53 (1953)

特 殊 鋼

日立金属工業株式会社冶金研究所長 工学博士

小 柴 定 雄 著

B 列 5 判 317 頁 定価 850 円

本書は著者の約 20 年間に於ける特殊鋼にかんする研究と経験を基とし、特殊鋼全般について記述したもので、その内容としては、まづ特殊鋼の製造法、つぎに熱処理にかんする基礎的事項を詳細に述べ、さらに合金元素別により特殊鋼の基本的性質ならびに特に実用特殊鋼の種類、熱処理、性質およびその取扱などに重点を置いて記述されている。

また重要な特殊合金材料についてもその概要を記述し、実際製造上および使用上の参考に資するため鋼塊および鋼材の欠陥とその防止法ならびに試験検査法などについても記述されたものである。

以上の通り本書は特殊鋼の製造者研究者、および使用者などの各機械電気、冶金、化学などそのほかの技術者の好伴侶となるものである。

発行所

東京都千代田区丸の内1の4(新丸ビル)
振替東京 71824

日立評論社

発売所

東京都中央区日本橋通2の6
振替東京 5

丸善株式会社

Vol. 38 日立評論 No. 10

目 次

- ◎日立電気式水車调速機の現地試験
- ◎逆転式熱間圧延機電気設備の自動制御〔1〕
- ◎日立 800 mm ホブ盤について
- ◎油冷式多翼型回転圧縮機について
- ◎日立 GSA-6 型戸ジメ機械について
- ◎車輛における点熔接の活用
- ◎ストロージャスイッチの改良 (その2)
- ◎送信用真空管静特性直視測定装置
- ◎酸化物陰極のスパーク発生機構について
- ◎伸線用 WG ダイスの放電加工
- ◎フェノールノボラックの加熱量特性
- ◎12% Cr 系耐熱鋼の熱処理硬度および高温機械的性質におよぼす W, V, Ti および Mo+V+Nb の影響
- ◎低合金鋳物鋼の研究 (第2報)

誌代 1 ヲ月 ¥ 100 (〒 12)
東京都千代田区丸の内1ノ4(新丸ビル7階)

日立評論社

日 立

Vol. 18 No. 9

目 次

- ◎お部屋に一台づつ
- ◎秋の訪れと共に
- ◎家庭の夢の実現
- ◎ブラウン管のできるまで
- ◎テレビの放送から受像まで (1)
- ◎モートルと生活 (3)
- ◎新しい照明施設 (4)
- ◎ショールーム: 掃除機
- ◎明日への道標: 3,200 HP 圧縮機
- ◎日立だより

誌代 1 ヲ月 ¥ 60 (〒 12)
東京都千代田区丸の内1ノ4(新丸ビル7階)

日立評論社