

異方性珪素鋼板の焼鈍法について

Annealing Methods of Crystal Oriented Silicon Iron Plate

小柴定雄* 重本暢正** 原田英樹**
 Sadao Koshiba Nobumasa Shigemoto Hideki Harada

内 容 梗 概

異方性珪素鋼板の試作に関して、巻鉄心を整形する際用いる剥離剤の影響、およびひずみ取り焼鈍についてまとめた。適当な剥離剤を選択するため、各種の Al_2O_3 および MgO の高温 H_2 中における強度を重量変化率からもとめた。変化率は一級および工業用 Al_2O_3 が最も少なかったが、これらの試薬を用いて整形した巻鉄心の磁性は一級 Al_2O_3 の場合が最もすぐれている。 MgO を用いると珪素鋼表面が侵され、交流特性および $\delta\left(\frac{Br}{B_{10}}\right)$ の低下をまねく。

まげまたは切断ひずみにより磁性、中でも Br の低下は著しいが、これは純化 H_2 中 $800^\circ C$ 3時間以上の焼鈍で完全に回復し、くり返し、保持時間および温度の影響はほとんどうけない。

1. 緒 言

異方性珪素鋼板は圧延方向に磁化容易軸をもつため、巻鉄心として使用されることが多く、磁気増幅器用鉄心などに用いられる 0.1 mm 厚さ程度の小型巻鉄心にあつては、一つ一つを規定寸法に整形後 $1,200^\circ C$ 程度の高温 H_2 中焼鈍が行われるのが普通である。そのため、焼鈍に際して鉄板間で癒着が起らぬよう、整形にあつて剥離剤を用いる^{(1)~(3)}。この剥離剤は焼鈍完成後表面絶縁剤となるものであり、同時に鉄心の占積率を増すため、でき得るかぎりうすいことが望ましい。このような点から、この薬剤の選択は重要である。また生産者側においても、高温 H_2 中焼鈍の完成後巻鉄心に加わつたひずみを除去する有利なひずみ取り焼鈍方法を完成しておくことは必要である。

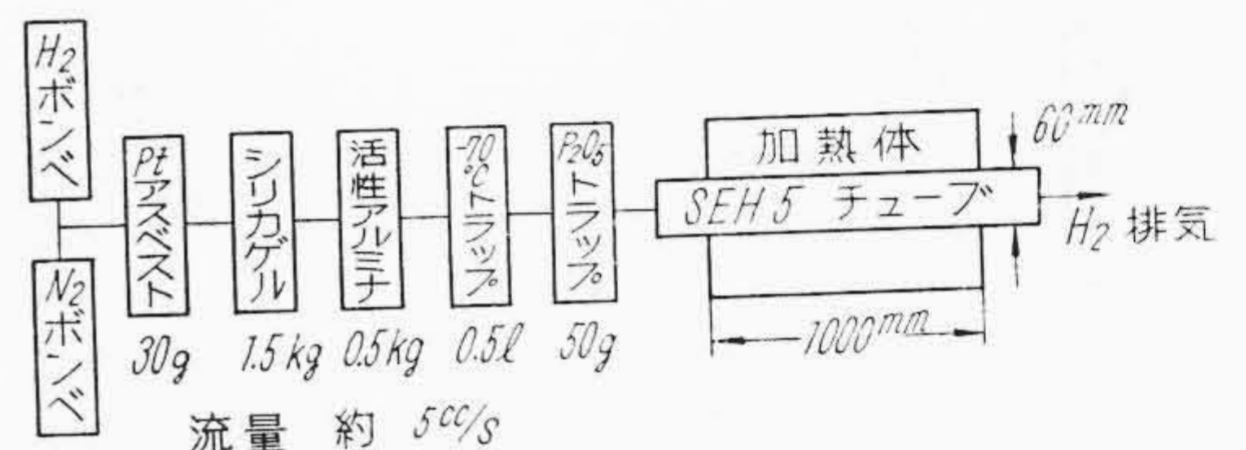
2. 剥離剤について

2.1 実験方法

$1,000^\circ C$ 以上の H_2 中でも安定と考えられる安価な Al_2O_3 および MgO を C 分析用ボートに 2 g 程度秤量し、重量変化率より H_2 中における強度を調べた。同時に珪素鋼板およびそのスケールとの反応を推定し、剥離剤による磁性の差を検討した。 H_2 の流量は約 5 cc/s で、実験用 H_2 炉および H_2 純化経路を第1図に示す。実験に用いた珪素鋼板の H_2 焼鈍前の化学分析値を第1表に示す。磁気測定は巻鉄心の方法⁽⁴⁾によつた。

2.2 実験結果

第2,3図は表示温度と保持時間の H_2 中



第1図 H_2 純化経路

焼鈍を行つた際の薬品の重量変化を示している。特級 Al_2O_3 は $400^\circ C$ にても炉内水分を吸収して、プラスの変化を示している。一級および工業用 Al_2O_3 はほとんど重量変化を示さないが、工業用 Al_2O_3 は第2表にも示すようにやや固化している。第3図は第3表のスケールを 0.25 g 共存させ、次式にしたがつて計算し図示したものである。

$$\frac{W_{t_0} - W_b - W_t + 0.25\rho}{W_{t_0} - W_b} = \text{試薬重量変化率}$$

ここで W_{t_0} : 炉に入れる前の全重量

第1表 化学分析値 (%)

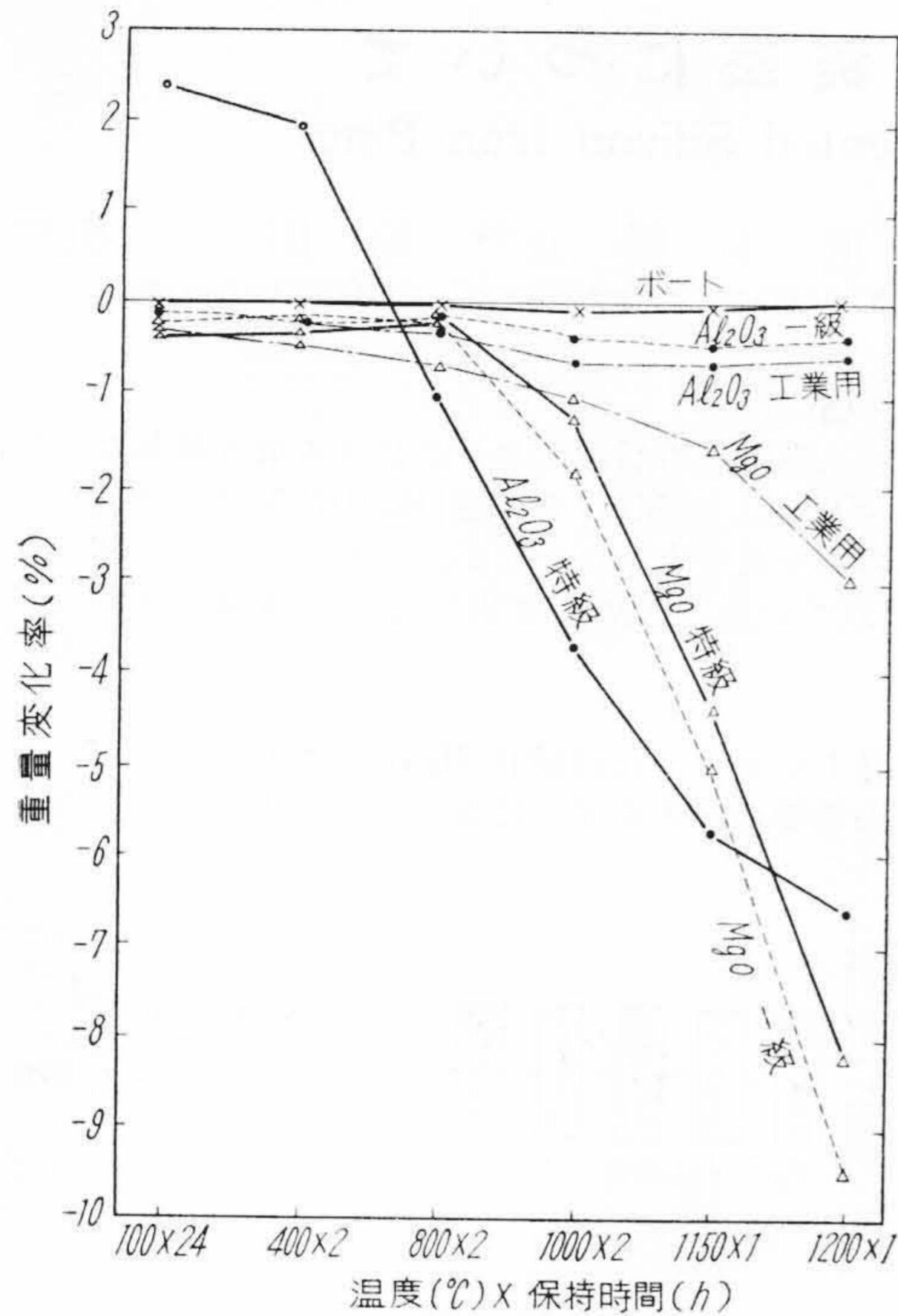
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Al	Cu	O ₂	N ₂
取鍋分析値	0.03	3.42	0.08	0.019	0.009	0.03	0.04	0.02	0.009	0.010

第2表 H_2 中高温加熱による試薬性質の変化

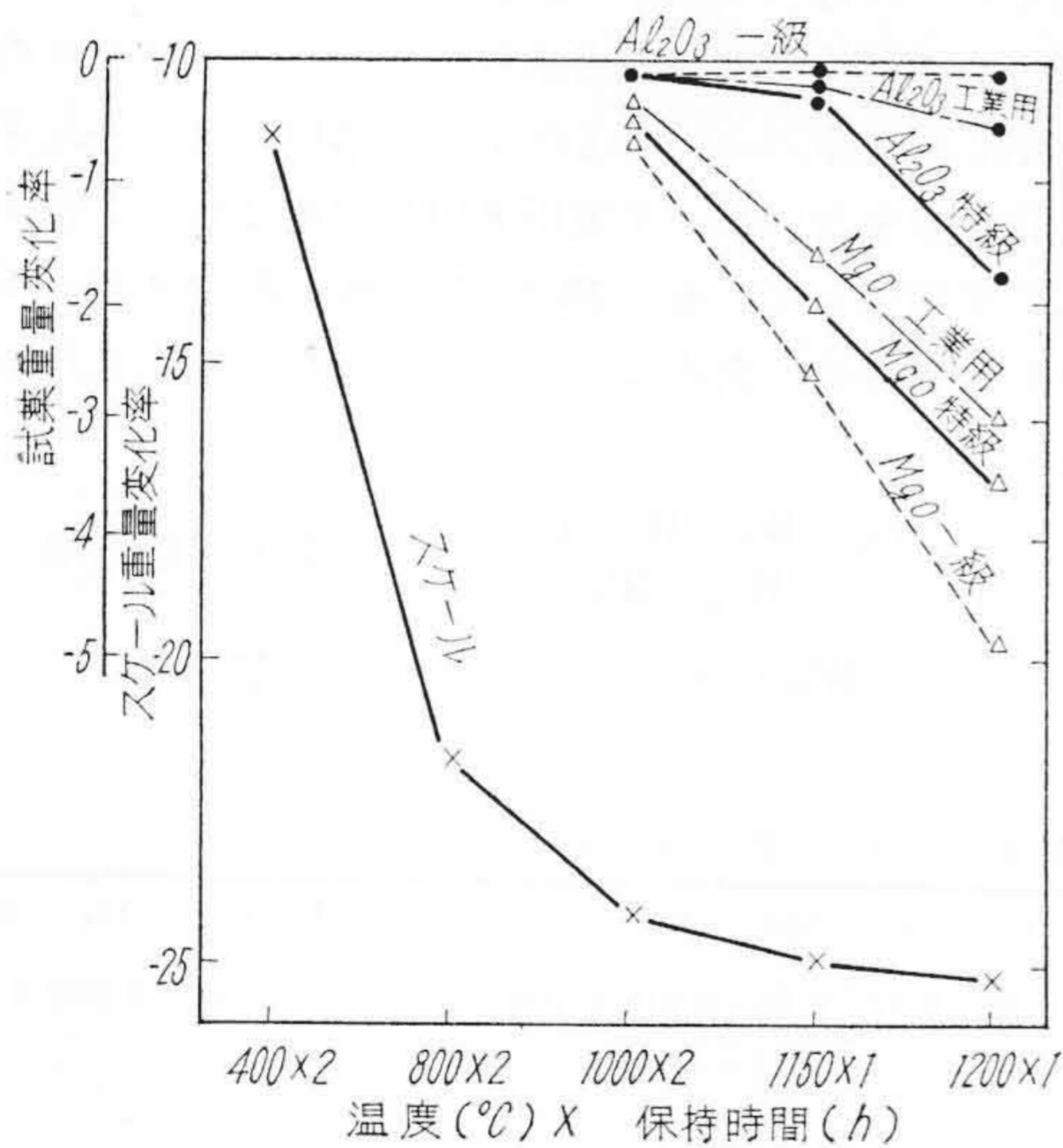
試 薬	1,000°C×2 時間			1,200°C×2 時間		
	色	性 質	共存スケールの色	色	性 質	共存スケールの色
工業用 Al_2O_3	白	粉末 20 M*	黒	白	やや固化 5 M	青
特 級 MgO	白	粉末 75 M	黒	白	やや固化 10 M	黒
一 級 MgO	白	粉末 125 M	黒	白	やや固化 10 M	黒
工業用 MgO	茶 褐	粉末 50 M	黒	灰 白	固 化	灰

* 全部がとおりぬける最高メッシュ

* 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



第2図 H₂ 雰囲気内での重量変化率



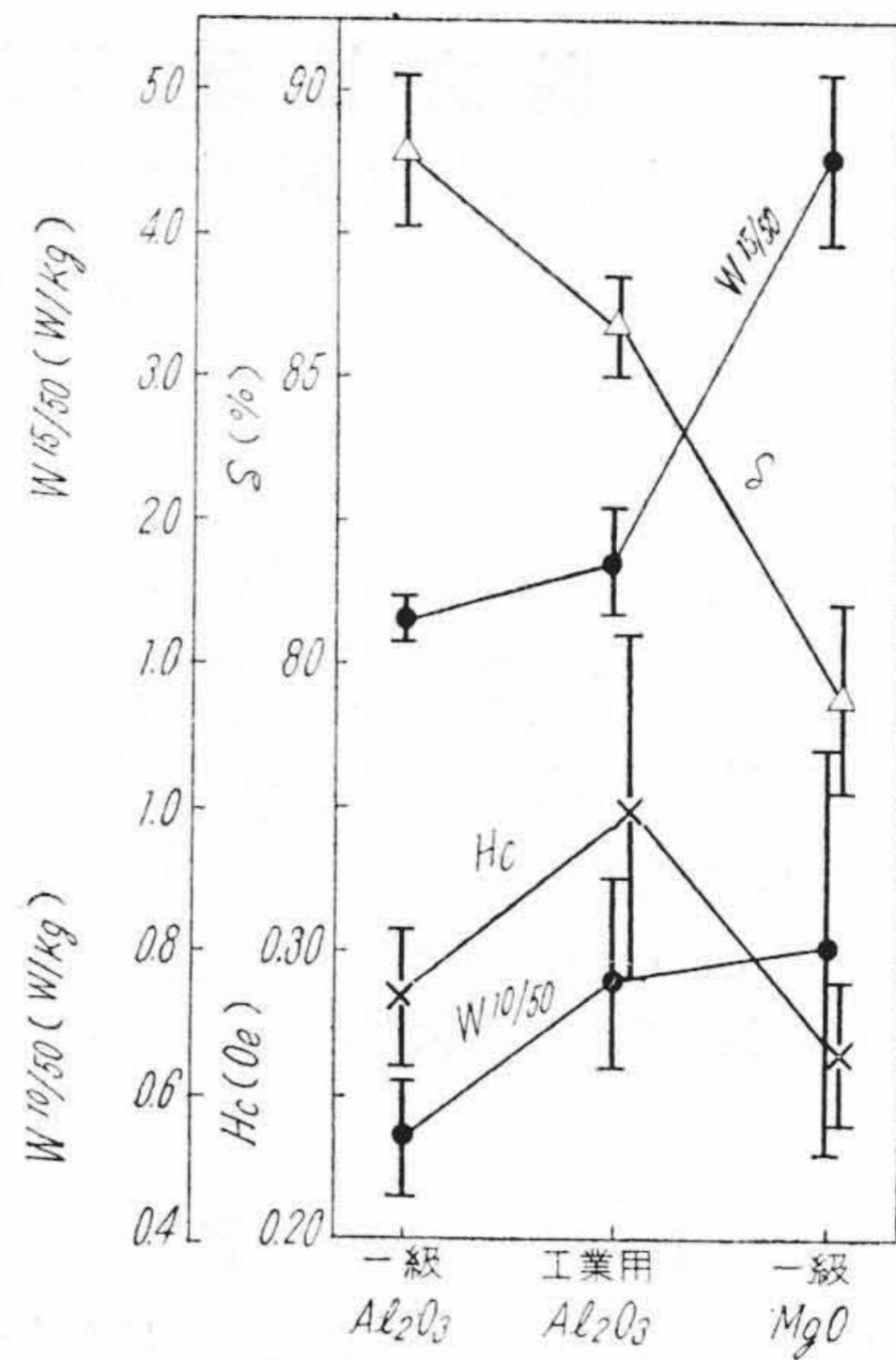
第3図 珪素鋼スケール 0.25 g を混入した場合の H₂ 雰囲気内での重量変化率

第3表 混入スケールの成分

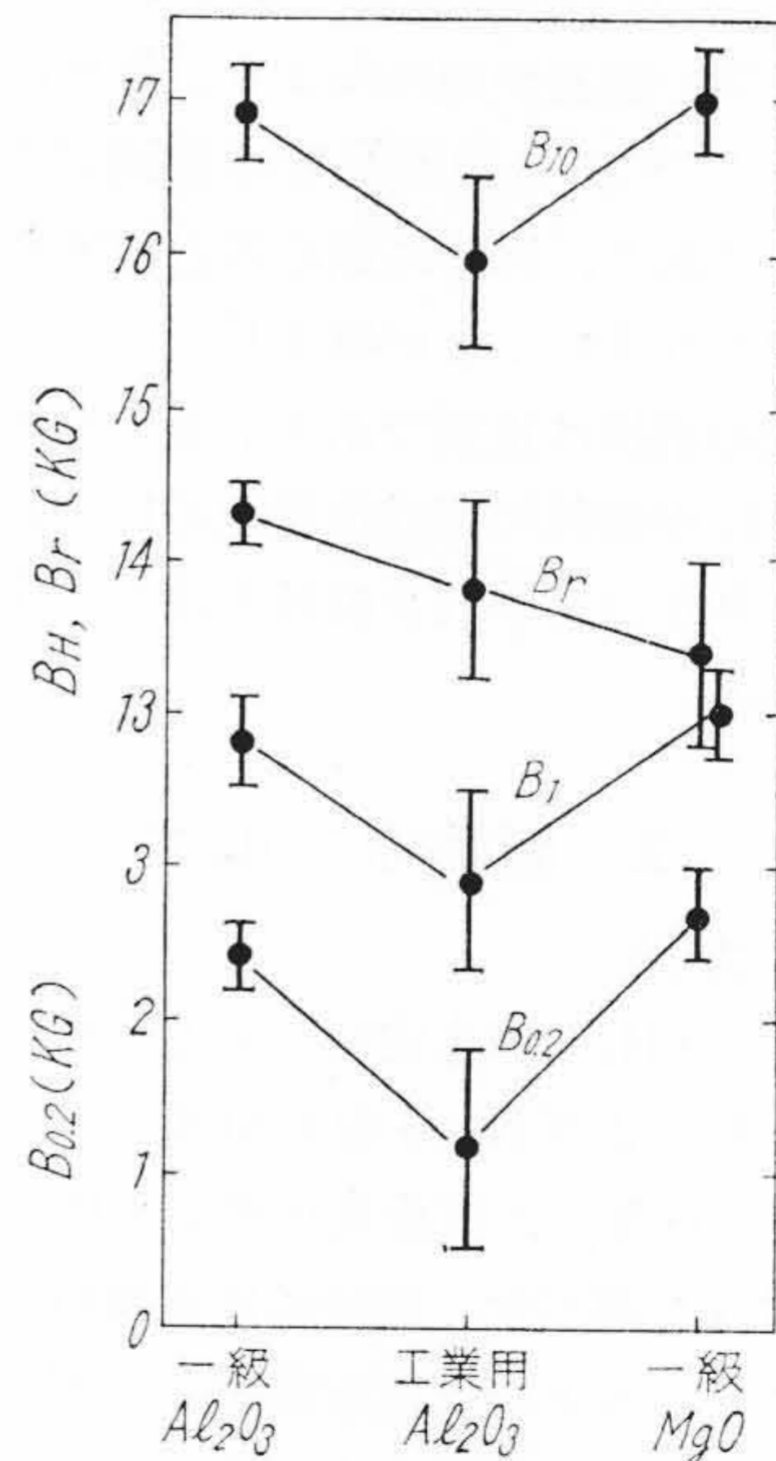
試料	Fe	Si	SiのFe比
未酸化素材	96.70	3.32	3.44
900°C×24時間* 炉中酸化スケール	71.24**	2.55	3.55
スケールをのぞいた素地	94.34	3.17	3.35

* 両端を開放した電気炉

** Fe₃O₄ の原子比率にほぼ一致する



第4図 剥離剤による磁性の差 (厚み 0.1, 幅 40, 内径 80, 外径 150 mm の巻鉄心 5 個の平均値 範囲は 95% 信頼区間)



第5図 剥離剤による磁性の差 (厚み 0.1, 幅 40, 内径 80, 外径 150 mm の巻鉄心 5 個の平均値 範囲は 95% 信頼区間)

W_b: ボート重量

W_i: 炉より出した際の重量

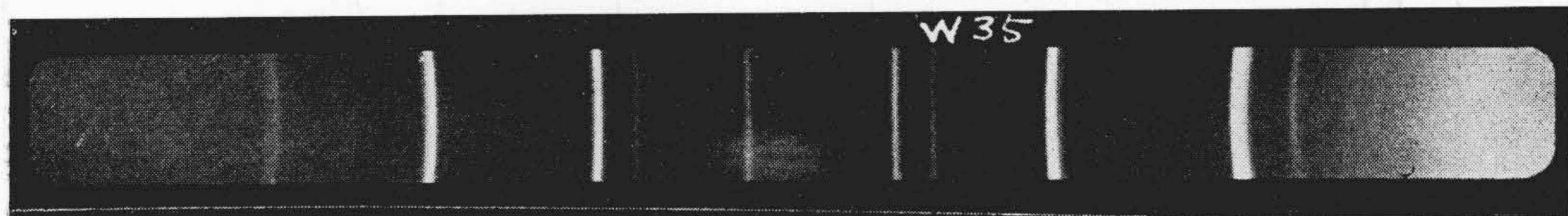
ρ: スケール重量変化率

試薬の重量変化は、著しく減少している。

以上の実験から一級 Al₂O₃, 工業用 Al₂O₃, および一級 MgO を剥離剤として巻鉄心を整形し, 1,200°C×3時間



第6図 特級 Al₂O₃ のX線回折写真 α-Al₂O₃-H₂O を示す (対陰極 Cu, 電圧 45 kV, 電流 10 mA, 露出 60 分, Ni フィルタ)



第7図 一級 MgO の X 線回折写真 (対陰極 Cu, 電圧 45 kV, 電流 10 mA, 露出 60 分, Ni フィルタ)



第8図 一級 MgO を珪素鋼表面に塗付 1,200°C 1時間 H₂ 中焼鈍した場合の珪素鋼表面粉末の X 線回折写真 (対陰極 Cu, 電圧 45 kV, 電流 10 mA, 露出 60 分, Ni フィルタ)

第4表 珪素鋼表面に MgO を塗付し 1,200°C 3時間 H₂ 中加熱した場合の X 線回折

珪素鋼表面の粉末		MgO (一級)	
d (Å)*	強度**	d (Å)*	強度**
2.59	1		
2.42	1	2.42	1
2.09	3	2.10	4
1.61	1		
1.485	3	1.490	3
1.429	1		
1.392	2		
1.269	1	1.270	1
1.216	2	1.215	2
1.053	1	1.050	1
0.941	2	0.940	2
0.901	1		

* d>0.90 以上を表示した

** 強い順に 5, 4, 3, 2, 1 と分類した

の H₂ 焼鈍を行つた際の磁性を第4, 5図に示す。一級 MgO の場合は低磁化力の特性である B_{0.2} および H_c にすぐれるが δ および交流特性が悪く, 工業用 Al₂O₃ は δ をのぞいたすべての磁性が一様に悪化している。

以上の結果から, 磁気増幅器用鉄心のように, δ の値も問題となる場合には, 1,200°C 程度の H₂ 焼鈍を行うに際して, 一級 Al₂O₃ を使用することが有利であることが判明した。

2.3 考 察

特級 Al₂O₃ は第6図の X 線回折写真に示すように,

活性アルミナと同じ α-Al₂O₃-H₂O⁽⁵⁾ の回折線を呈し, 800~900°C に加熱すると漸次水分を放出し, 1,000°C では遷移過程である γ-Al₂O₃⁽⁵⁾ となり, 1,200°C に加熱してはじめて α-Al₂O₃⁽⁵⁾ (コランダム) となる。一級および工業用アルミナは最初から α-Al₂O₃ であり, このような結晶構造の変化から, 第2図の重量変化率が理解される。MgO の H₂ 中加熱による変化は不明であるが, 珪素鋼表面の MgO は第7, 8図に示すように新しい化合物⁽⁴⁾ を生成しており, そのため表面絶縁を悪化し, 珪素鋼表面を侵して交流特性を悪化するものと考えられる。また δ の低下は MgO の還元⁽⁶⁾ による炉内雰囲気悪化によることが雰囲気の研究より明らかになった。なお第8図の回折結果を第4表に示す。

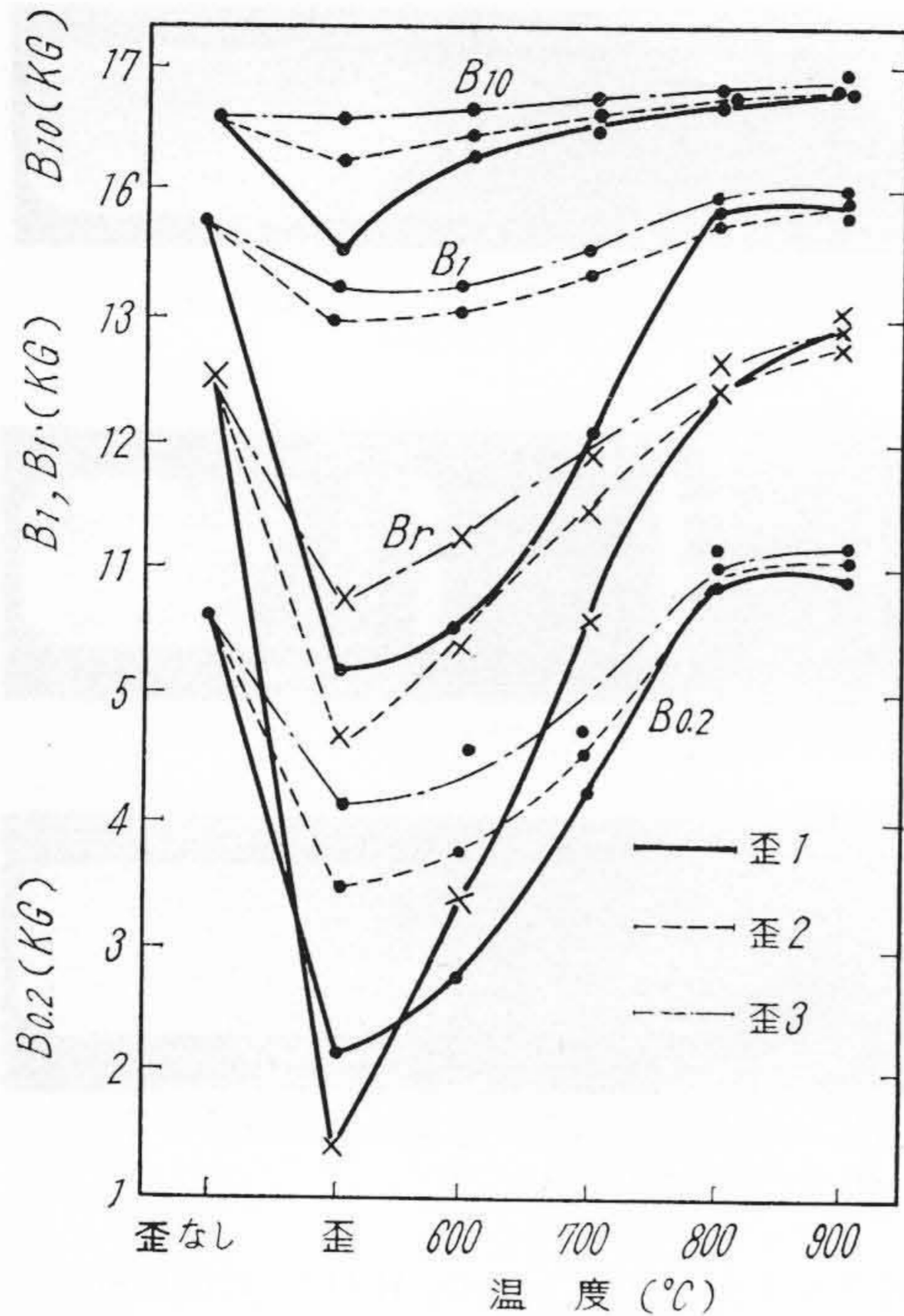
3. ひずみ取り焼鈍について

3.1 実験方法

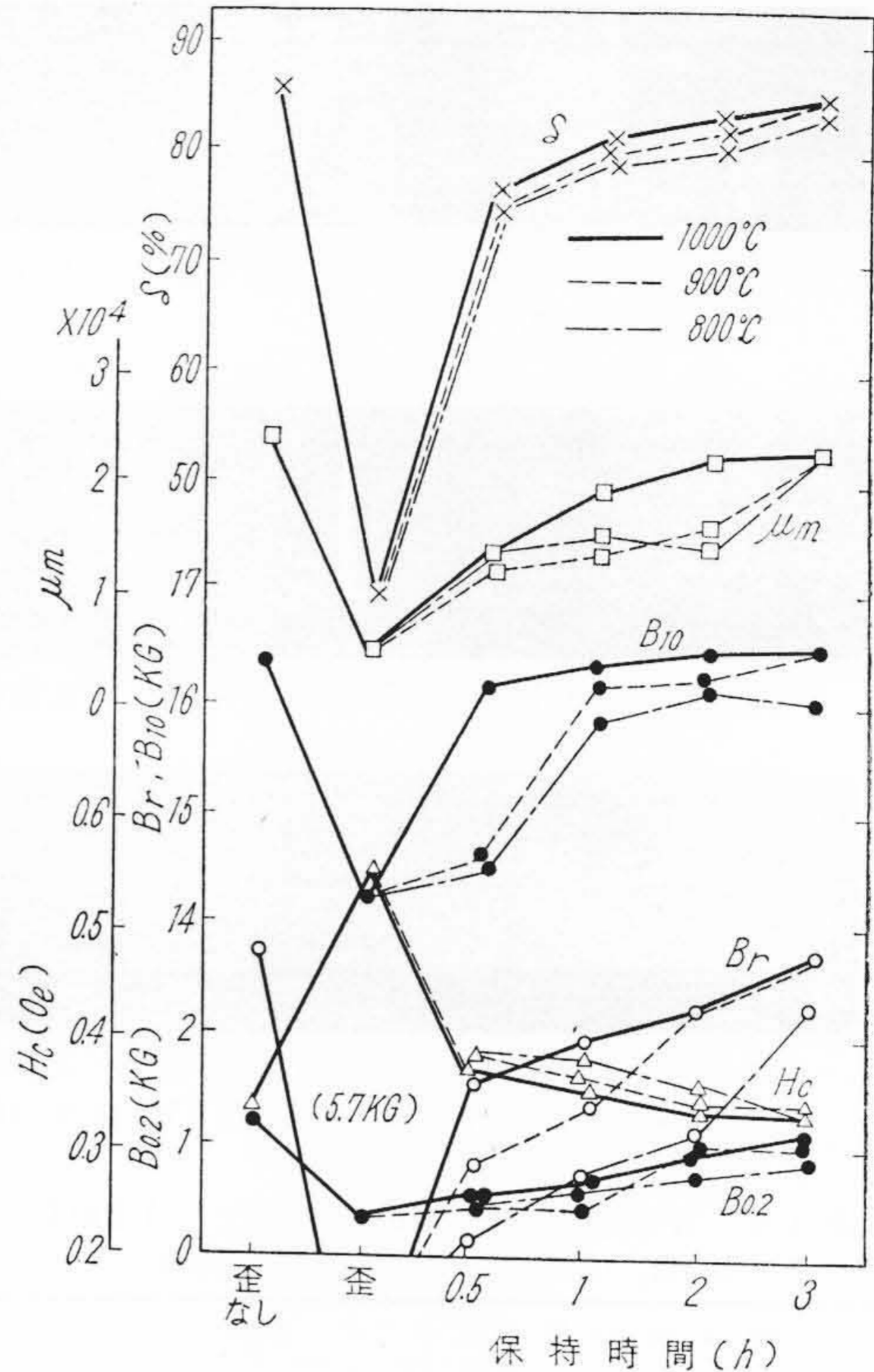
珪素鋼板を真直および 30mmφ の巻鉄心にして 1,200°C に 1 時間焼鈍した材料を種々の半径にまげ, また切断して, 加わつたひずみの回復を調べた。ひずみ取り焼鈍は H₂ 中に行ない, 純化経路は第1図と同じである。使用者側では最近ひずみ取り焼鈍を N₂ または N₂+H₂ 雰囲気中 850°C 以下で行うことが多いので, 雰囲気の影響も調べた。N₂ に H₂ を約 30% 混入して第1図の純化経路をとおり O₂ をのぞいた。流量はともに約 5 cc/s である。

3.2 実験結果

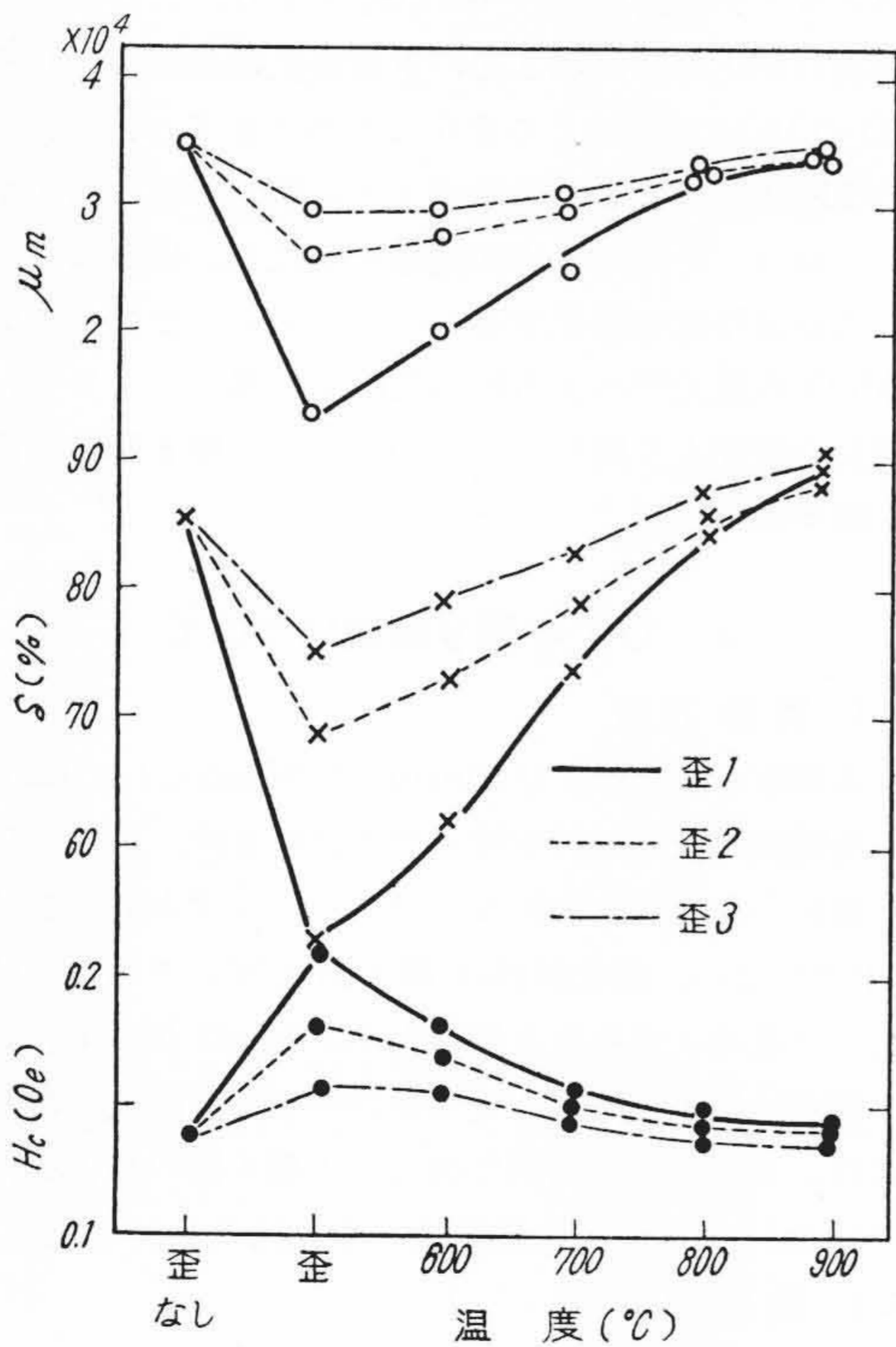
種々のまげひずみにより悪化した磁性の回復のされかたを第9, 10図に示す。ひずみ量の大小にかかわらず, 800°C×3時間の焼鈍で完全にもとの磁性にかえることが



第 9 図 ひずみ取り焼鈍の効果(3時間保持)(厚み 0.35 mm, ひずみ 1: 60 mm ϕ , ひずみ 2: 120mm ϕ , ひずみ 3: 180 mm ϕ にまげたもの)



第 11 図 ひずみ取り焼鈍の保持時間の影響 (厚み 0.1 mm, 30 mm ϕ にまげたもの)



第 10 図 ひずみ取り焼鈍の効果(3時間保持)(厚み 0.35 mm, ひずみ 1: 60 mm ϕ , ひずみ 2: 120mm ϕ , ひずみ 3: 180 mm ϕ にまげたもの)

わかる。ひずみによる磁性の変化は、 B_r および弱磁化力下の磁束密度に大きい。第 11 図にひずみ取り焼鈍の保持時間の影響を示す。800~900 $^{\circ}\text{C}$ においては3時間以上の保持が必要であるが、1,000 $^{\circ}\text{C}$ においては0.5時間にも磁性はかなり回復する。10mm幅を8mm幅に切断した場合も800 $^{\circ}\text{C}$ ×3時間の焼鈍で回復することがわかった。またこのひずみ取り焼鈍のくり返しおよびひずみとひずみ取り焼鈍のくり返しによつて、磁性に顕著な変化はみられない。第 5 表は H_2 および純化 N_2 と H_2 の混合気体中のひずみ取り焼鈍による磁性を示す。試料は約 30m の同一巻鉄心から採取した。 H_c および $B_{0.2}$ に有意差を認める。

これらのひずみ取り焼鈍を行つた巻鉄心は100, 150 $^{\circ}\text{C}$ および 200 $^{\circ}\text{C}$ における 300 時間の時効では、まったく磁性は変化しない。

4. 結 言

(1) 磁気増幅器用巻鉄心の約 1,200 $^{\circ}\text{C}$ の純化 H_2 中焼鈍に際して用いる剥離剤としては一級 Al_2O_3 が最もすぐれている。この際 MgO を用いると珪素鋼表面で黒色の新しい化合物を生じ、層間絶縁および $\delta \left(\frac{B_r}{B_{10}} \right)$ を悪化させる。

第5表 ひずみ取り焼鈍の雰囲気による影響

熱 処 理	B _{0.1} (kg)	B _{0.2} (kg)	B ₁ (kg)	B ₁₀ (kg)	Br (kg)	δ (%)	Hc (Oe)
H ₂ 中 850°C×3 時間	0.44±0.04	2.5 ±0.2	14.1±0.3	17.4±0.5	13.9±0.3	81.0±3.0	0.245±0.05
N ₂ +½ H ₂ 中 850°C×3 時間	0.45±0.03	1.75±0.3**	14.0±0.3	17.5±0.5	13.8±0.5	80.0±2.5	0.258±0.03**
N ₂ +½ H ₂ 中 950°C×3 時間	0.48±0.05	2.2 ±0.2	13.7±0.3	17.3±0.4	14.0±0.5	80.5±2.5	0.252±0.05

注： 1. B_{0.2} および Hc の ** は95%の信頼度で第1列と有意差あるもの
 2. ± の範囲は95%信頼区間を示す
 3. 試料は 0.1mm 厚さ, 32mmφ の巻鉄心

(2) 特級 Al₂O₃ は低温脱水を行つた際生じる α-Al₂O₃-H₂O であり, かなりの吸水能力を示すから, 剥離剤として用いる際は脱水に注意しなければならない。

(3) 結晶破壊をおこさない程度のまげひずみ, または切断ひずみによる磁性の悪化は純化 H₂ 中 800°C 3 時間以上のひずみ取り焼鈍で完全に回復し, この条件を満足すれば焼鈍温度, くり返しおよび保持時間の影響はほとんどない。

(4) 純化 N₂ 中のひずみ取り焼鈍は, 純化 H₂ 中のひずみ取り焼鈍にややおとり, Hc, B_{0.2} などに有意差を認める。

(5) これらのひずみ取り焼鈍を行つても, 100~

200°C 300 時間の時効では磁性の悪化は認められない。最後にこの研究を遂行するにあたり協力された日立金属工業株式会社安来工場西沼冶金研究所所員, 武部庄延課員そのほか関係諸氏に深謝する。

参 考 文 献

- (1) Westing House Co., Ltd.: フランス特許 924478
- (2) N. P. Goss: Iron Age 171 (1953) 147
- (3) Gould: Electrical Engineering 69 (1950) 544
- (4) R. M. Bothorth: Ferromagnetism (1955-4) D. Van Nostrand Co.
- (5) Encyclopedia of Chemical Technology Vol. 1. 641 (1956-12)
- (6) 河嶋: 耐熱材料 (昭 31-10) 日刊工業

日立製作所社員社外講演一覽

(その4)

(第108頁より続く)

(昭和32年12月受付分)

講演月日	主 催	演 題	所 属	講 演 者
5. 上旬	電 気 四 学 会	アナログ計算機の係数設定回路より生じる誤差について	中央研究所	三浦武雄 永田穰 阿部善右エ門
5. 上旬	電 気 四 学 会	蛍光放電発の電極の電子放出の良否について	中央研究所	中村純之助
4. 2~5	金 属 学 会	可鍛鉄の脆性の電子顕微鏡的研究	中央研究所	奥本武臣
5. 上旬	電 気 四 学 会	むだ時間演算要素	中央研究所	三浦武雄 高見康司
4. 3~6	日 本 化 学 会	酸化物半導体の性質を応用した金属の分析法 (第3報)	中央研究所	二木久夫
5. 上旬	電 気 四 学 会	酸化物陰極の中間層抵抗	中央研究所	嶋原文七
5. 上旬	電 気 四 学 会	HIPACMKI の記憶装置について	中央研究所	萱島興三
5. 上旬	電 気 四 学 会	HIPACMRI の演算制御装置について	中央研究所	大西淑弘
5. 上旬	電 気 四 学 会	HIPACMKI 試作報告	中央研究所	高田昇平
1. 13	日本学術振興会	微量酸化炭素検出装置試作および制御の研究 (第3報)	中央研究所	井上 実
2. 7~9	日 本 学 術 会 議	一定熱出力運転の際の燃料消費および中性子束の変化について	中央研究所	嶋井 章和 長谷川
5. 上旬	電 気 四 学 会	水系制御を加味した AFC 方式について	北陸電力 日立研究所 国分工場 多賀工場	宮崎俊男 小林栄樹 静間数二 小沢重男
12. 7	三 原 市	ポンプの自動運転に関する電気制御	大阪営業所	浜田正夫
12. 11	関 西 電 気 協 会	電動力応用の最近の趨勢	大阪営業所	真柄正昭
12. 7	三 原 市 水 道 部	ブレードレスポンプおよび水道用ポンプについて	大阪営業所	稲田好徳
3. 中旬	日 本 機 械 学 会	機 械 設 備 更 新 の OR	本 社	村 川 武 雄
11. 28~29	日 本 能 率 協 会	設備更新の諸方法と MAPI 方式機械工業 M API 式の応用例	本 社	村 川 武 雄