

Ni-Fe-Ta 系高透磁率合金 Hardperm の特性について*

増本 量** 村上雄悦** 比内正勝**

Hakaru Masumoto, Yûetsu Murakami and Masakatsu Hinai : Properties of High Permeability Alloys Hardperm in the Ni-Fe-Ta System. Ni-Fe-Ta alloys were vacuum melted in hydrogen atmosphere over the temperature range 1050 to 1350°C and then cooled at various rates of 100 to 8100°C/hr from a temperature above their order-disorder transformation points. Magnetic properties of the alloys were improved by high-temperature heating in hydrogen atmosphere. The highest values of 75000 in initial permeability and 650000 in maximum permeability are obtained for the alloy of 73.00% Ni, 11.60% Fe and 15.40% Ta when cooled at the rate of 800°C/hr after heating at 1250°C for 0.5 or 2 hr, respectively. The latter heat-treated alloy shows a coercive force of 2.9 m Oe and a hysteresis loss of 3.9 erg/cm³/cycle for a maximum magnetic induction of 5 kG. The electrical resistivity of this alloy is 70.1 $\mu\Omega$ -cm, with Vickers hardness 211. The high permeability of Ni-Fe-Ta alloys appears to be due to the removal of impurities, homogenization of alloys and grain growth by high-temperature heat treatment and also to the low value of magnetostriction in the proper ordering state of the alloys.

(Received April 2, 1974)

I. 緒 言

著者らは前報⁽¹⁾において、Ta 3.20~23.90% を含む Ni-Fe-Ta 系合金を真空中で溶解し、酸素雰囲気中で 1150°C、

3 hr 加熱後、規則格子変態点以上の温度から適当な速度で冷却すると、高い透磁率が得られることを報告した。しかし一般に、高透磁率合金の磁気的特性はその組成ばかりでなく、熱処理法にも強く依存するものであるから、著者ら

** 財団法人電気磁気材料研究所 (The Research Institute of Electric and Magnetic Alloys, Higashi-hachibancho, Sendai)

* 1973 年 10 月金属学会福岡大会に発表; 財団法人電気磁気材料研究所研究報告第 81 号

はさらにこれらの合金に水素雰囲気中で温度を変えて溶体化処理を施し、その磁気的特性について研究した。

II. 試料および実験方法

試料の組成は前報⁽¹⁾で特に高い透磁率を示した Ni 70.03 ~ 77.41%, Fe 9.50 ~ 15.96% および Ta 9.57 ~ 17.80% からなる合金 33 種類で、その合金番号は前報と同様である。試料を造るには前報⁽¹⁾で用いた铸塊の一部を鍛造、熱間および冷間圧延により最終厚さ 0.3 mm の薄板とし、これより内径 33 mm, 外径 45 mm の環状板を打ち抜いた。つぎにこれを送入露点 -70°C の水素雰囲気中において、 $1050\sim 1350^{\circ}\text{C}$ の温度で、時間を 0.5 ~ 20 hr の間で種々変えて加熱した後規則格子変態点以上の温度から $8100\sim 100^{\circ}\text{C/hr}$ の間の種々な速度で常温まで冷却した。磁性は弾動検流計法および自記磁束計法、磁気変態点は磁気天秤法、磁気歪みは光学的ローラー法、比電気抵抗は電位差計法および硬度はマイクロビッカース硬度計によって測定された。

III. 実験結果および考察

実験結果は、Figs. 1~7 および Table 1 にまとめてある。Fig. 1 および Fig. 2 には、水素雰囲気中 $1050\sim 1350^{\circ}\text{C}$ の温度範囲において時間を変えて加熱し、規則格子変態点以上の温度から種々な速度で冷却した後、 20°C において測定された Ni-Fe-Ta 合金の初透磁率 μ_0 および最大透磁率 μ_m のうち、各合金毎にその最大値をとって組成に対して統計的に引かれた等値曲線が示してある。図に見られるように μ_0 および μ_m は Ta 量の増加とともに増大して Ta 約 15% で最高値に達し、ついで徐々に減少する。そして μ_0 および μ_m の最高値は Ni 73.00%, Fe 11.60%, Ta 15.40% からなる合金 No. 40 を 1250°C でそれぞれ 0.5 ある

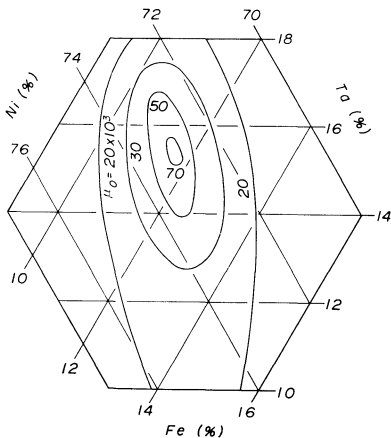


Fig. 1 Highest initial permeability μ_0 in each of Ni-Fe-Ta alloys cooled at various rates from a temperature above order-disorder transformation point after heating several high temperatures.

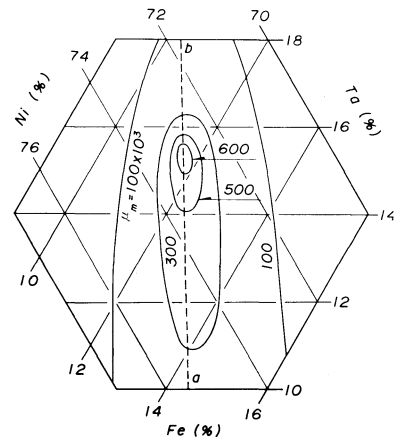


Fig. 2 Highest maximum permeability μ_m of the same alloys as in Fig. 1.

いは 3 hr 加熱の後、 800°C/hr の速度で冷却した場合の 75000 および 650000 であった。これらの値は前報⁽¹⁾において、 1150°C の水素中で 3 hr 加熱して得られた合金 No. 34 の μ_0 の最高値 57300 および μ_m の最高値 428000 に比較するとかなり大きく、これによって μ_0 および μ_m は高温の水素中加熱により著しく改善されることがわかる。

Fig. 3 には、各々の合金について μ_m の最大値を現わす熱処理を施して得られた最大磁束密度 5 kG に対する保磁力 H_c の組成に対する等値曲線が示してある。 H_c は Ta 添加量とともに減少し、Ta 約 15% で最小値に達した後急速に増大する。得られたその最小値は合金 No. 40 を 1250°C , 3 hr 加熱の後 800°C/hr の速度で冷却した場合の 2.9 mOe であり、この値は前報で得られた H_c の最小値 5.2 mOe に比べて非常に小さい。

つぎに測定した 33 種の合金のうち、特に高い透磁率を示した代表的な合金を選び、その磁気的特性、比電気抵抗および硬度を掲げると Table 1 のようになる。ここで μ_1 は磁場 1 mOe における透磁率、 W_h および B_r はそれぞれ

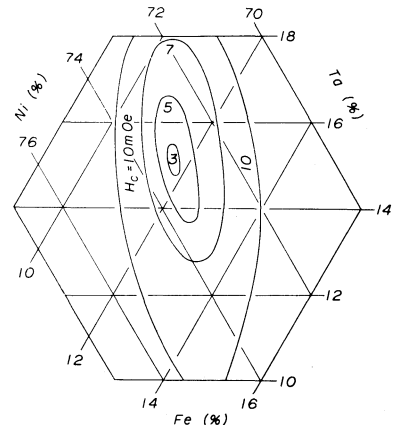


Fig. 3 Coercive force H_c in Ni-Fe-Ta alloys heat-treated to develop the highest maximum permeability.

Table 1 Magnetic properties, electrical resistivity and Vickers hardness of some high permeability Ni-Fe-Ta alloys.

Alloy No.	Composition (wt%)		Heating		Cooling rate (°C/hr)	μ_0	μ_1	μ_m	W_h (erg/cm ³ /cycle)	B_r (kG)	H_c (mOe)	$4\pi I$ (kG) ($\times 10^{-6}$)	λ ($\times 10^{-6}$)	T_c (°C)	$(\mu\Omega\text{-cm}, 20^\circ\text{C})$	Hv (Vickers hardness)
	Fe	Ta	Temp. (°C)	Time (hr)												
	Rest Ni															
16	14.53	10.67	1150	11	800	13	15	279	15.1	4.1	9.2	8.2	1.1	—	51.9	177
23	13.40	11.60	1250	2	1400	13	15	315	12.9	4.5	8.7	7.7	0.9	432	55.1	190
29	13.16	13.85	1250	3	1400	35	40	263	11.0	3.6	7.3	—	—	—	—	198
31	12.80	13.80	1150	6	1400	45	50	265	10.9	3.6	6.8	7.4	0.7	395	62.9	197
31	12.80	13.80	1250	2.5	600	26	33	451	7.5	4.4	5.0	7.4	0.7	—	63.7	202
34	12.05	14.95	1250	4	800	60	86	486	6.1	3.5	3.7	7.4	0.5	374	64.2	197
34	12.05	14.95	1250	5	800	54	97	594	5.1	3.6	3.3	7.4	0.5	—	64.2	204
35	11.59	14.66	1300	1	1400	48	53	141	10.6	1.6	7.0	—	—	—	—	—
39	11.88	15.90	1250	3	1400	34	42	242	9.8	3.2	6.7	6.8	0.7	—	70.7	209
40	11.60	15.40	1250	0.5	800	75	102	468	5.3	3.1	3.9	6.6	0.5	380	70.1	216
40	11.60	15.40	1250	3	800	72	116	650	3.9	3.3	2.9	6.6	0.4	—	70.1	211
47	11.10	16.50	1150	3	1400	27	33	227	10.0	3.6	8.5	6.4	0.4	340	75.1	210
48	10.57	16.61	1250	1.5	400	54	59	124	8.4	1.5	6.8	—	—	—	—	226

最大磁束密度 5 kG に対する磁気履歴損失および残留磁束密度, $4\pi I$ および λ はそれぞれ 1 kOe の有効磁場における磁束密度および磁気歪み定数, ρ は比電気抵抗, T_c は磁気変態点および Hv は荷重 500 g におけるピッカース硬度である. 表からわかるように, Ni-Fe 系合金に Ta を添加したこれらの合金は極めて高い透磁率を有し, W_h および H_c も非常に小さい. Fig. 4 は μ_0 および μ_m の最高値を示した合金 No. 40 について種々な高温の水素雰囲気中で加熱した後, 800°C/hr の速度で冷却した場合の μ_0 および μ_m とその加熱温度および加熱時間との関係を示す. μ_0 および μ_m は加熱温度が比較的低い場合には加熱時間に対して一つの極大を示し, その極大を示す加熱時間は加熱温度が高くなるほど短くなるが, 1050°C の場合には極大を示す加熱時間まで達していない. さらに加熱温度が 1300°C の場合には透磁率が低下しているが, 今のところその原因

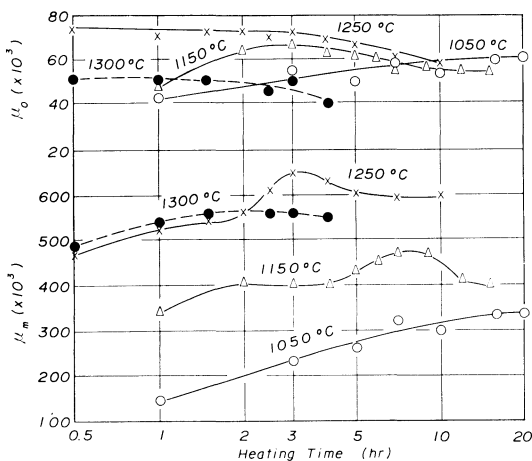


Fig. 4 Effect of the heating temperature and time on initial permeability μ_0 and maximum permeability μ_m for alloy No. 40 (73.00% Ni, 11.60% Fe, 15.40% Ta) cooled at the rate of 800°C/hr after heating at the cited temperatures.

についてはわかっていない.

Fig. 5 は合金 No. 40 を 1250°C, 3 hr 加熱の後, 規則格子変態点以上の温度から冷却した時の μ_0 および μ_m と冷却速度との関係を示している. μ_0 および μ_m は冷却速度に依存してそれぞれ一つの極大を示すが, この極大の現われるのは合金がその冷却速度によって最も磁化し易い規則状態におかれることによるものと思われる. またその極大を現わす最適冷却速度は前報⁽¹⁾にも見られたように Ta 含有量が多いほど小さくなる. そしてこれらの傾向は Ni-Fe 合金に対する Cr, Mo, Cu および Nb 添加の場合とよく類似している^{(2)~(4)}. Fig. 6 には, Fig. 2 における ab 点線上の各合金について μ_m の最大値, その μ_m の最大値を現わす熱処理を施して得られた $4\pi I$, T_c , ρ および Hv と Ta 含有量との関係が示してある. $4\pi I$ と T_c は Ta 量の増加とともに単調に減少し, ρ と Hv は直線的に増加している. Fig. 7 には 1250°C で 3 hr 加熱後 800°C/hr の速度で冷却した合金 No. 40 の磁気履歴曲線が掲げてあり, H_c および W_h がそれぞれ 2.9 mOe および 3.9 erg/cm³/cycle で非常に小さい.

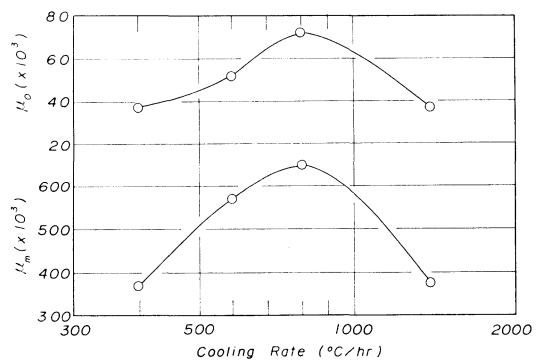


Fig. 5 Variations in initial permeability μ_0 and maximum permeability μ_m with cooling rate for alloy No. 40 (73.00% Ni, 11.60% Fe, 15.40% Ta) heated at 1250°C for 3 hr.

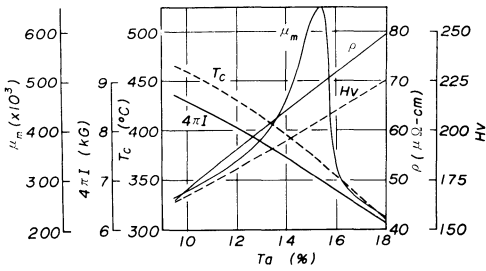


Fig. 6 Highest maximum permeability μ_m for each alloy on a dotted line in Fig. 2, and intrinsic magnetic induction $4\pi I$, magnetic transformation point T_c , electrical resistivity ρ and Vickers hardness H_v when subjected to the heat-treatment to develop the highest μ_m .

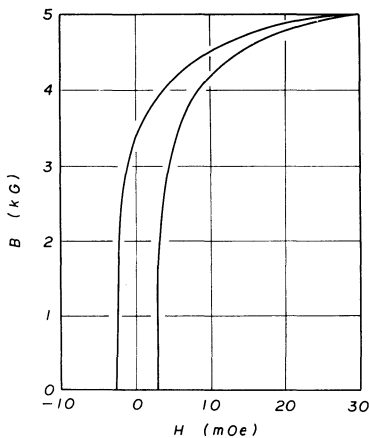


Fig. 7 Hysteresis loop of alloy No. 40 (73.00% Ni, 11.60% Fe, 15.40% Ta) cooled at the rate of 800°C/hr after heating at 1250°C for 3 hr.

Ni-Fe-Ta 系合金が極めて高い透磁率を示す原因としては、高純度水素雰囲気中の高温加熱による組成の均一化、炭素、窒素および酸素などの不純物の減少および結晶粒の粗大化⁽⁵⁾⁽⁶⁾、さらに規則-不規則変態点以上の温度から、冷却速度を制御することによってもたらされた適度な規則状態による微小な磁気歪み定数 (Table 1 参照) および微小な結晶磁気異方性定数⁽⁷⁾などが考えられる。

なお Ni-Fe-Ta 系合金の硬度は Table 1 に見られるようにかかなり高い。たとえば最高の初透磁率を有する合金 No. 40 は 216 の硬度を示し、従来の Permalloy および

Mo-Permalloy の約 120 に比して著しく高い。このように Ni-Fe-Ta 系合金は極めて高い透磁率を示し、且つ高硬度を有するので、著者らはこれらの合金を Hardperm と称した。これは Hard permeable alloy の短縮語である。

IV. 総 括

Ni 70.03~77.41%, Fe 9.50~15.96% および Ta 9.57~17.80% からなる Ni-Fe-Ta 系合金について真空溶解後、鍛造、圧延して環状板を造り、送入露点 -70°C の水素雰囲気中 $1050\sim 1350^{\circ}\text{C}$ の温度範囲において時間を変えて加熱した後、規則格子変態点以上の温度から種々な速度で常温まで冷却し、その磁性、比電気抵抗および硬度を測定してつぎの結果を得た。

(1) Ni-Fe-Ta 系合金の磁気的特性は高温加熱によって改善される。各合金の初透磁率および最大透磁率の最大値は Ta の含有量の増加とともに増大してそれぞれ一つの最高値に達し、ついで徐々に減少する。そしてその最高値は Ni 73.00%, Fe 11.60%, Ta 15.40% からなる合金 No. 40 を 1250°C でそれぞれ 0.5 および 3 hr 加熱後 800°C /hr の速度で冷却した時の 75000 および 650000 である。

(2) 最大磁束密度 5 kG に対する履歴損失および保磁力は一般に非常に小さく、最大透磁率の最高値を示す熱処理を施した合金 No. 40 の値はそれぞれ $3.9 \text{ erg/cm}^3/\text{cycle}$ および 2.9 mOe である。またその比電気抵抗は $70.1 \mu\Omega\text{-cm}$ でかなり大きく、ピッカース硬度も 211 でかなり高い。

(3) Ni-Fe-Ta 系合金は極めて高い透磁率を示し、且つ従来の Permalloy および Mo-Permalloy に比してかなり高い硬度を有する。

文 献

- (1) 増本 量, 村上雄悦, 比内正勝: 金属学会誌, **35** (1972), 63; Trans. JIM, **14** (1973), 242.
- (2) G. W. Elmen: Elec. Eng., **54** (1935), 1292.
- (3) D. J. Snee: J. Appl. Phys., **38** (1967), 1172.
- (4) 増本 量, 村上雄悦, 比内正勝: 金属学会誌, **35** (1971), 985; **38** (1974), 238; Trans. JIM, **13** (1972), 182; **16** (1975), No. 1.
- (5) P. P. Cioffi: Phys. Rev., **39** (1932), 363.
- (6) R. E. S. Walters: Acta Met., **3** (1955), 293.
- (7) I. M. Puzei: Izv. Akad. Nauk USSR, Ser. Fiz., **16** (1952), 549.