

Fe系微細結晶材料への磁場中熱処理の検討

日大生産工(院) ○佐久間 穂崇 日大生産工 矢澤 翔大 新妻 清純
東静工業(株) 渡邊 洋

1. まえがき

近年、電動自動車、ドローン、モバイル機器などに搭載される磁性部品にはこれまで以上に小型化、高効率化、高信頼性が求められている。磁性部品の小型化は駆動周波数を高周波化することにより行われているが、一方、高周波化により軟磁性材料における透磁率の低下、磁心損失の増大およびこれによる部品の温度上昇、等の問題が生じてくる。このような背景から、高周波でも優れた軟磁気特性を有し、多様な磁性部品への適用が進められているナノクリスタル材料^{1),2)}に着目した。

代表的なナノクリスタル材料は Fe-Si-B系アモルファス合金にNbとCuを複合添加した材料である。優れた軟磁気特性の発現は初期のアモルファス状態を熱処理によりナノ結晶化することで生成結晶が持つ結晶磁気異方性が極めて小さくなることが主因であると報告されている^{3),4)}。

ところでナノクリスタル材料は磁場中熱処理により薄帯の幅方向にわずかに誘導磁気異方性を付与することで低角型比のB-Hループが得られ、高周波特性が改善されることが報告されている^{5),6)}。

しかし、ナノクリスタル材料の薄材において、アモルファス状態から磁気特性が劣化するまでの広範囲温度域での磁場中熱処理の効果についての報告は非常に少ない。

本報告では、Fe-Si-B-Nb-Cu非晶質合金に磁場中熱処理を行い非晶質状態からナノ結晶が生成した状態およびナノ結晶とFe-B系化合物の混在する幅広い熱処理温度範囲で磁場中熱処理を行い検討した。これについて報告する。

2. 実験方法

厚さ約14 μm、幅5 mmのFe₇₄Si₁₅B₇Nb₃Cu₁(at%)のナノクリスタル材料の薄帯から外径8.9 mm、内径6.5 mmのトロイダル状の巻磁心を作製した。無磁場および磁場中熱処理とも大気中雰囲気で行った。磁場中熱処理は、昇温から熱処理温度および室温への冷却の間で薄帯の幅方向に5 kOeの磁場を印加した。本報告では、磁場印加の有無を区別するため、図中に

磁場中熱処理は5 kOe、無磁場熱処理は便宜的に0 kOeと表記した。熱処理温度は460 °C-660 °Cの範囲で行い保持時間は30分とした。

結晶構造はXRDにより解析、比透磁率 μ_r はインピーダンスアナライザによりインダクタンスLの実数部より算出した。磁場中熱処理における誘導磁気異方性の付与の判別は直流B-Hループの角型比($Br \cdot B_{800}^{-1}$)を無磁場熱処理と比較して行った

3. 実験結果

3.1 磁場中熱処理後の構造の変化

Fig.1に磁場中熱処理温度460 °Cから700 °CまでのX線回折パターンを示す。図より、460 °Cの熱処理では結晶化は認められず非晶質状態であることが確認できる。熱処理温度の上昇とともに非晶質構造から結晶化が認められ550 °Cではbcc Fe結晶の基本格子反射ピークが認められる。660 °Cでは僅かではあるが 2θ 40 °付近にFe-B系化合物($F_{23}B_6$, Fe_3B)などの反射ピークが確認される。磁場中熱処理による配向性などの構造的変化は観察されなかった。

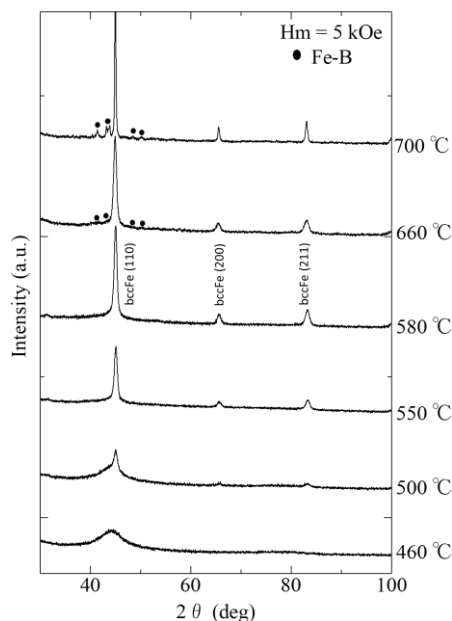


Fig. 1 XRD spectra of nanocrystalline Fe₇₄Si₁₅B₇Nb₃Cu₁ alloy annealed at 460-660°C.

- Magnetic Properties of Fe-Based Nano-crystalline by Heat Treatment in Examination of Magnetic Field -

Hotaka SAKUMA, Shota YAZAWA, Kiyozumi NIIZUMA, Hiroshi WATANABE,

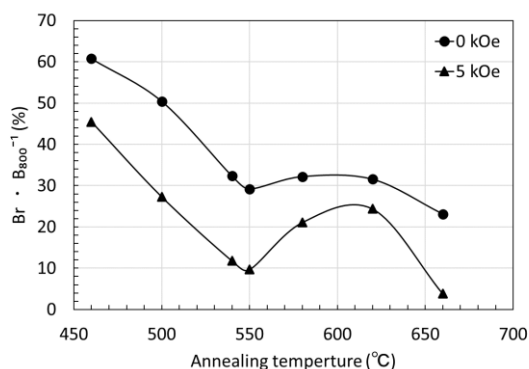


Fig. 2 Field annealing temperature dependence of $Br \cdot B_{800}^{-1}$ for a nanocrystalline $Fe_{74}Si_{15}B_7Nb_3Cu_1$ alloy.

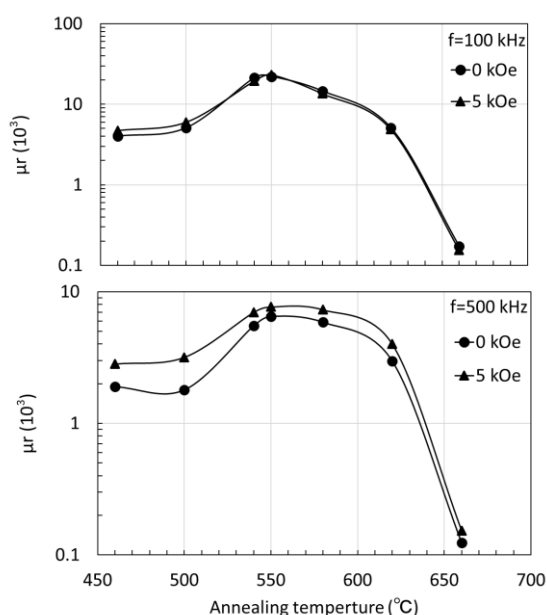


Fig. 3 Field annealing temperature dependence of μ_r for a nanocrystalline $Fe_{74}Si_{15}B_7Nb_3Cu_1$ alloy.

3.2 磁場中熱処理温度依存性

本組成において、誘導磁気異方性を付与できる熱処理温度を明らかにする目的で検討を行った。印加磁場5 kOe、熱処理温度を460 °Cから660 °Cと変化させ熱処理を行った。Fig.2に磁場中熱処理後の角型比、の熱処理温度依存性を示す。角型比 ($Br \cdot B_{800}^{-1}$) は熱処理温度の上昇に伴い低下していき、550 °C付近では9 %の値を示す。660 °Cの高温で $Br \cdot B_{800}^{-1}$ が2 %と極めて低い値を示した。これはFig.1で見られるFe-B化合物の影響により B_{800} でも飽和が見られず、磁化曲線がマイナーループを描いたことによるものである。しかしながら、磁場中熱処理により、460 °Cから660 °Cの全ての温度において無磁場熱処理より $Br \cdot B_{800}^{-1}$ が低下した結果、誘導磁気異方性が付与されたことがわかった。

Fig.3に周波数100 kHz, 500 kHzにおける磁場中熱処理後の比透磁率 μ_r の熱処理温度依存性を示す。熱処理温度上昇とともに比透磁率が增加しFig.2で低角型比であった550 °Cで最大となった。550 °C以上の熱処理温度では比透磁率が減少していき、同じく低角型比であった660 °Cで比透磁率が最も低い値となった。これはFig.1のFe-Bが影響していると考えられる。100 kHzでは磁場印加による改善効果は少ない。100 kHzより高周波である500 kHzでは、460 °Cから660 °Cの全ての温度範囲において磁場中熱処理による比透磁率の改善効果が認められる。

4まとめ

$Fe_{74}Si_{15}B_7Nb_3Cu_1$ (at%)のナノクリスタル材料において、薄帯幅方向に5 kOeの磁場を印加し磁場中熱処理の磁心の軟磁気特性を検討した。結果、熱処理温度550 °C、熱処理時間30分の磁場中熱処理を行うことで角型比9 %と低角型比を示し、500 kHzでの比透磁率 μ_r は9000、と優れた軟磁気特性が得られた。本合金では磁場中熱処理温度460 °Cの非晶質構造から660 °Cの α -Fe (Si)とFe-B化合物の混在するすべての温度域で誘導磁気異方性を付与することができることを明らかにした。

参考文献

- 1) Y.Yoshizawa,S.Oguma and K.Yamauchi,J.Appl.Phys.64,(1988) 6044
- 2) Y.Yoshizawa, and K.Yamauchi,J.Japan Inst.Metals,Vol.53,No.2(1989),pp241-248
- 3) G.Herzer : IEEE Trans. Magn. Vol.26.No.5 (1990) P1397-1402
- 4) G.Herzer : Materials Science and Engineering,A133,1-5(1991)
- 5) Y.Yoshizawa,H.Mori,S.Arakawa, and K.Yamauchi : Journal of the Magnetism Society of Japan19,457-460 (1995)
- 6) Y.Yoshizawa, : K.Yamauchi : Journal of the Magnetism Society of Japan 14,193-196(1990)