

琉球大学学術リポジトリ

無方向性珪素鋼板の磁気特性改善に関する研究

メタデータ	言語: 出版者: 黄柏英 公開日: 2021-12-15 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 黄, 柏英, Kou, Hakuei, B.Y, Huang メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/20.500.12000/25355

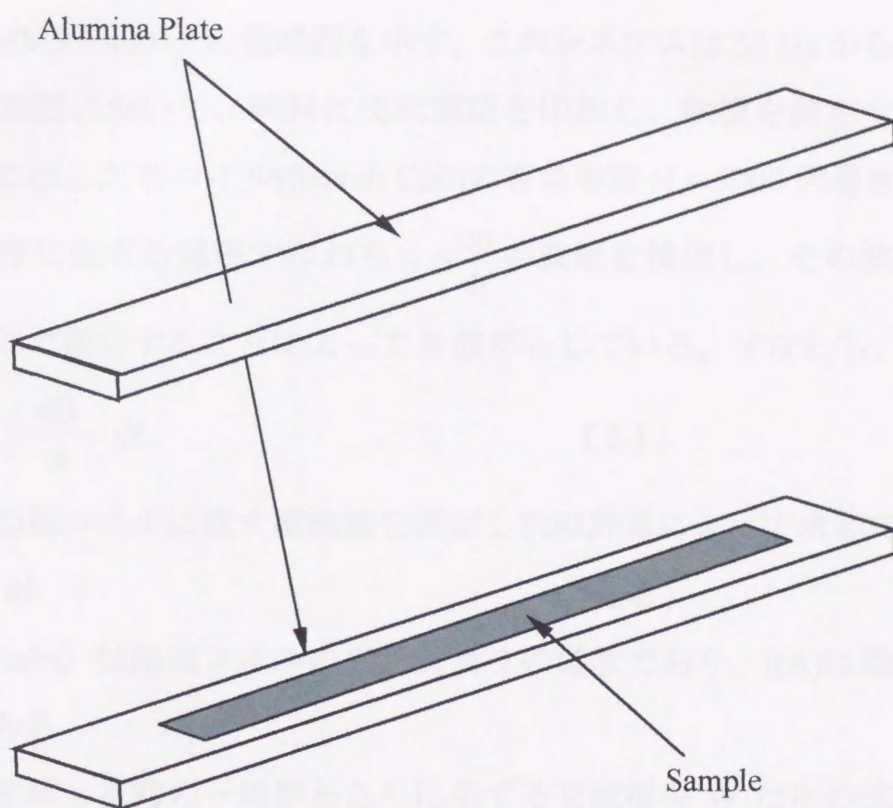


Fig.2-2 The alumina plate holder and annealing sample.

2-2 磁気特性の測定法

2-2-1 交流磁気特性

交流磁気特性では交流磁気損失を測定した。Fig.2-3 に交流磁気測定装置（凌和電子社製：MMS-4001）の概略図を示す。このシステムは 50 Hz から 1 MHz までの周波数範囲において、試料に交流電圧を印加し、鉄損を測定する装置である。同図に示した B コイル(Search Coil)の有効巻数 $N = 3000$ 回巻きの磁化検出コイル両端に生ずる電圧すなわち $N \cdot S \frac{dB}{dt}$ の波形を検出し、その波形をコンピュータ内部で積分することによって B 波形としている。すなわち、

$$B = \int \frac{dB}{dt} \cdot dt \quad (2-1)$$

磁界 H は、励磁コイルに流す電流値を測定し次の計算によって求めている。

$$H = ni \quad (2-2)$$

ここで n (turns/m) は励磁コイルの単位長当りの巻数であり、 i (A)は励磁コイルの電流値である。

周波数 f で励磁した時の一周あたり生ずる交流損失 W は次の式で求められる。すなわち、

$$W = \frac{1}{T} \int_0^T H \cdot dB = \frac{1}{T} \int_0^T H \frac{dB}{dt} \cdot dt \quad (2-3)$$

ここで T (s)は B-H ループの一周に要する時間であり、 $T = 1/f$ である。

先に述べた方法で得られた $\frac{dB}{dt}$ 波形と H 波形の各時間における積の一周分の和を求め、B-H ループの面積を求めて磁気損失としている。

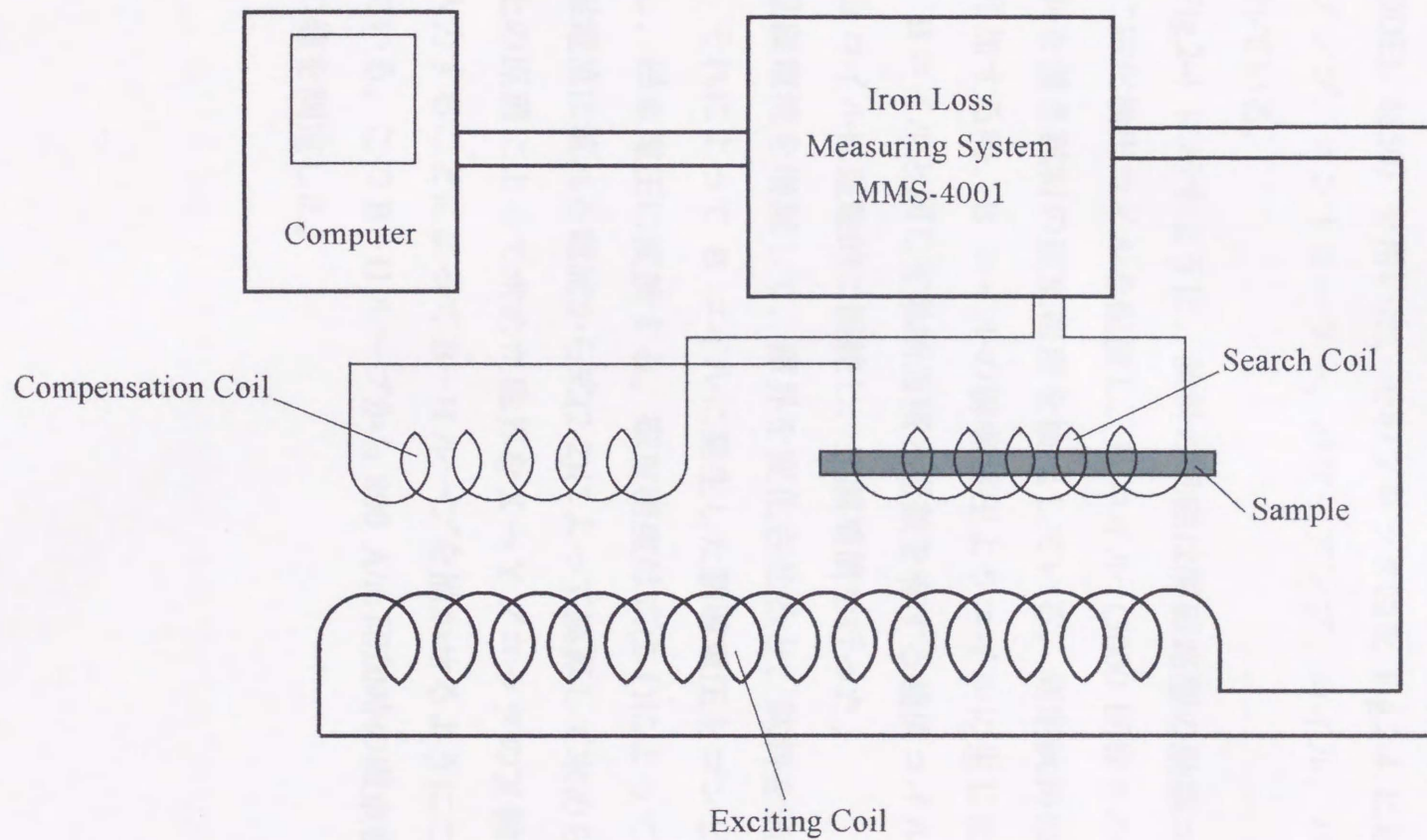


Fig.2-3 The measuring apparatus for AC magnetic properties.

2-2-2 直流磁気特性

直流磁気特性の測定装置は、B-H Loop TRACER (テスラ株式会社製 : MODEL 4850) を用いた。そのブロック図を Fig.2-4 に示す。この装置はヘッドアンプ、コントローラー、パワーアンプ、コイル、パソコンによって構成されている。

Fig.2-4 に示すように、試料の励磁は開磁路型の励磁コイルを用いた。その中に磁化検出コイルを配置し、B コイル (3000 回巻きの Search Coil) の中に試料を置き試料の磁束密度を検出している。測定試料の挿入前に、励磁磁界を印加する時、B コイルの誘導電圧よりコイルに生じた起電力を補償するため、B コイルと同じ有効断面積×巻数を有する補償コイル (Compensation Coil) を B コイルに差動的に接続し、空隙補償を行った。

励磁電流を増減して、磁界を変化させると、試料を通る磁束に変化が生じる。それによって B コイルに発生した誘導電圧をコンピュータ内部で積分演算し、磁束電圧に変換する。磁束密度は式(2-1)によって求められる。磁界は励磁電流に流れる電流から式(2-2)によって換算して求められる。

上の原理によって求めた磁界を X-Y プロッタの X 軸に、磁束電圧を Y 軸に入力することによって B-H ループを描かせるようにこのシステムは構成されている。この B-H ループから 800 A/m 印加時の磁束密度 B_8 及び保磁力 H_0 等の値を測定した。

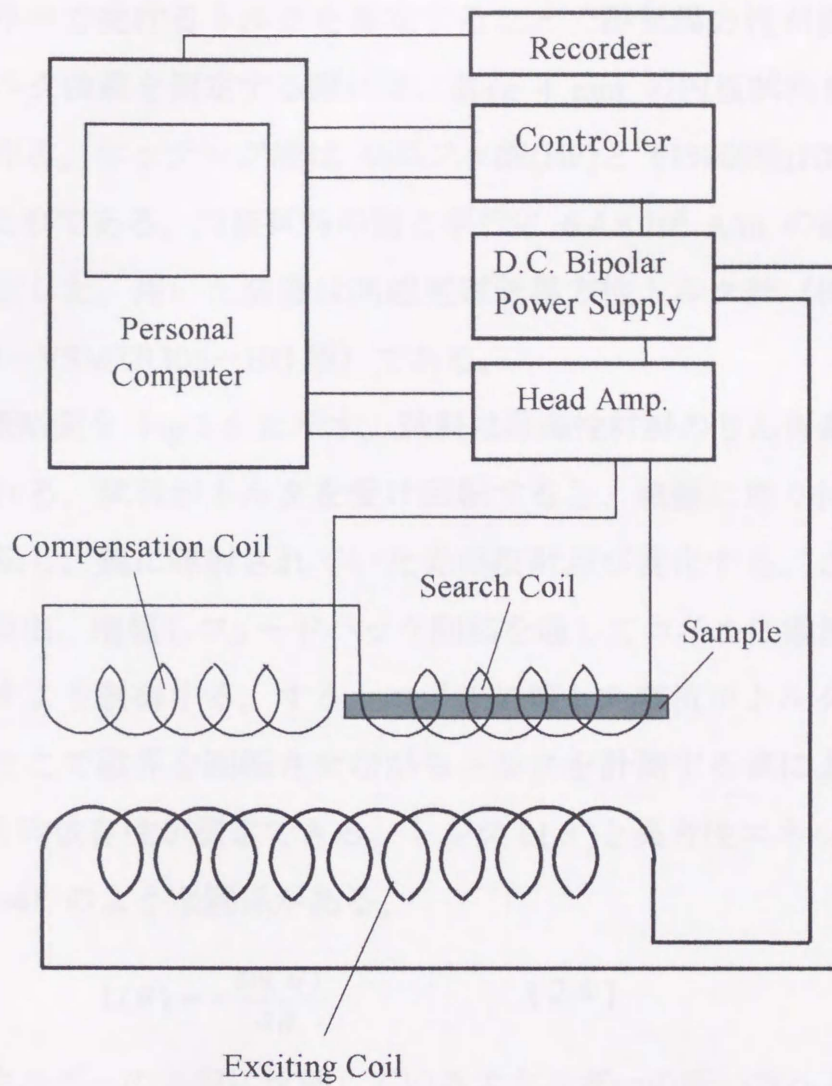


Fig.2-4 The measuring apparatus for DC magnetic properties.

2-2-3 磁気異方性トルク曲線

磁性体が磁界中で受けるトルクを測定することで磁気異方性が測定できる[1]。異方性トルク曲線を測定する際には、直径 4 mm の円板試料を化学エッチングにより作る。エッチング液は 46%フッ酸(HF)と 61%硝酸(HNO₃)を 2:1 の比で混合した液である。円板試料の面と平行に 6.4×10^5 A/m の磁界をかけてトルクを測定した。用いた装置は高感度磁気異方性トルク計 (株式会社玉川製作所: TM-VSMTR305-HG 型) である。

この装置の概略図を Fig.2-5 に示す。試料は非磁性材料のりん青銅細線で磁界中につるされる。試料がトルクを受け回転すると、細線に取り付けられた鏡も同時に回転し、鏡に照射されていた光の反射点が変わる。この光の偏角を電氣的に検出、増幅しフィードバック回路を通してコイルに電流を流し、回転を元へ戻すよう制御する。するとコイルに流した電流がトルクに比例する事になる。そこで磁界を回転させながらトルクを計測する事により、トルクの磁化印加方向依存性が測定できる。トルク $L(\theta)$ と異方性エネルギー $E(\theta)$ の間には式 (2-4) のような関係がある。

$$L(\theta) = -\frac{dE(\theta)}{d\theta} \quad (2-4)$$

すなわち、エネルギーの勾配に比例しているエネルギーの低い方へとトルクを受けるため、観測されたトルク曲線を積分することにより異方性エネルギーを求めることができる。

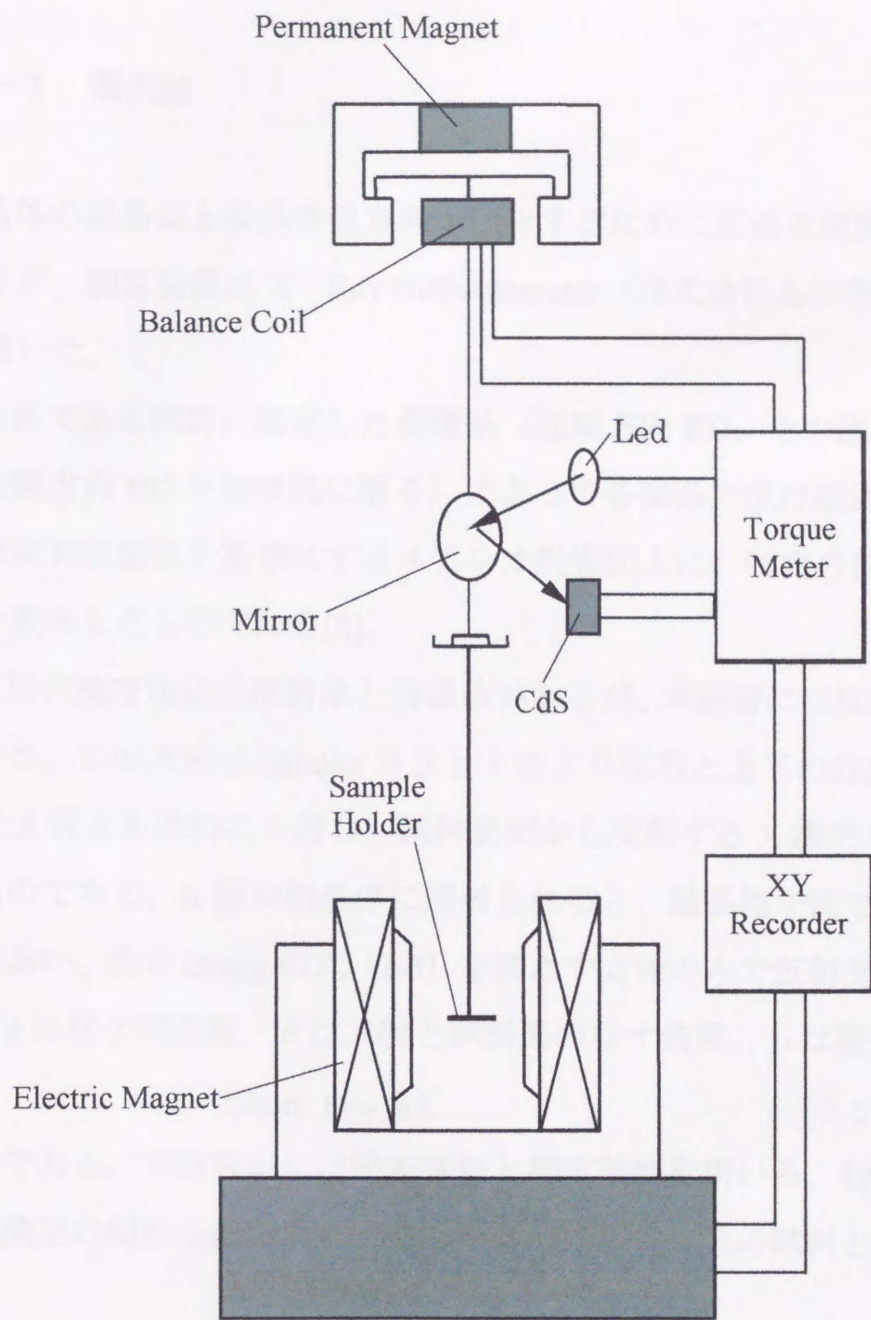


Fig.2-5 The measuring apparatus for torque curves.

2-3 結晶組織の判定法

2-3-1 極点図

多結晶体の結晶面と結晶方位方向を解析するために正極点図測定を行う必要があるが、測定装置は X-Ray Diffractometer (株式会社島津製作所: XD-DI) を用いた。

多結晶体である試料に固定した座標系 (圧延方向 RD、その直角方向 TD、圧延面法線方向 ND を座標軸に取る) によって各結晶方位は記述される。正極点図は試料座標系を基準にするステレオ投影図上に、特定の結晶面の極密度分布を表示したものである[2]。

正極点図の測定法には反射法と透過法があるが、本測定には反射法の Schultz 法を用いた。この方法は Schultz スリットにより左右と上下の方向の幅を制限した発散 X 線束を試料に入射し、試料表面から反射する X 線束を計測管で計測するものである。X 線が結晶体に照射されると、結晶格子面で反射し互いに干渉しあい、次の Bragg の式 (2-5) を満たす方向のみで反射光が得られる。ここで、 d は格子間距離、 θ は入射と試料面のなす角度、 n は整数、 λ は X

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2-5)$$

線の波長である。実験試料には粉末試料と測定試料を用いる。粉末試料は、正極点図測定の回折強度の強度を補正するため無配向性の試料として使われている。

極点図を測定する際には、測定試料を 20 mm の正方形に切り、試料表面とサンプルホルダ表面と同一平面に設定する。RD、TD と ND をそれぞれ γ 回転軸、 α 回転軸、 β 回転軸としてセットする。そして α 角は 0° から 70° まで 5° 間隔で回転させ、 β 角は 0° から 360° まで回転させる。測定したデータに対してバックグラウンド補正、無配向性試料の回折強度による極点図の計

算を行い、正極点図を作成した。 $(100)[001]$, $(110)[001]$, $(111)[112]$ と $(112)[110]$ の四つ集合組織が (200) 極点図に分布する位置を Fig.2-6 に示す。



Fig. 2-6 (200) pole figure of the textures.

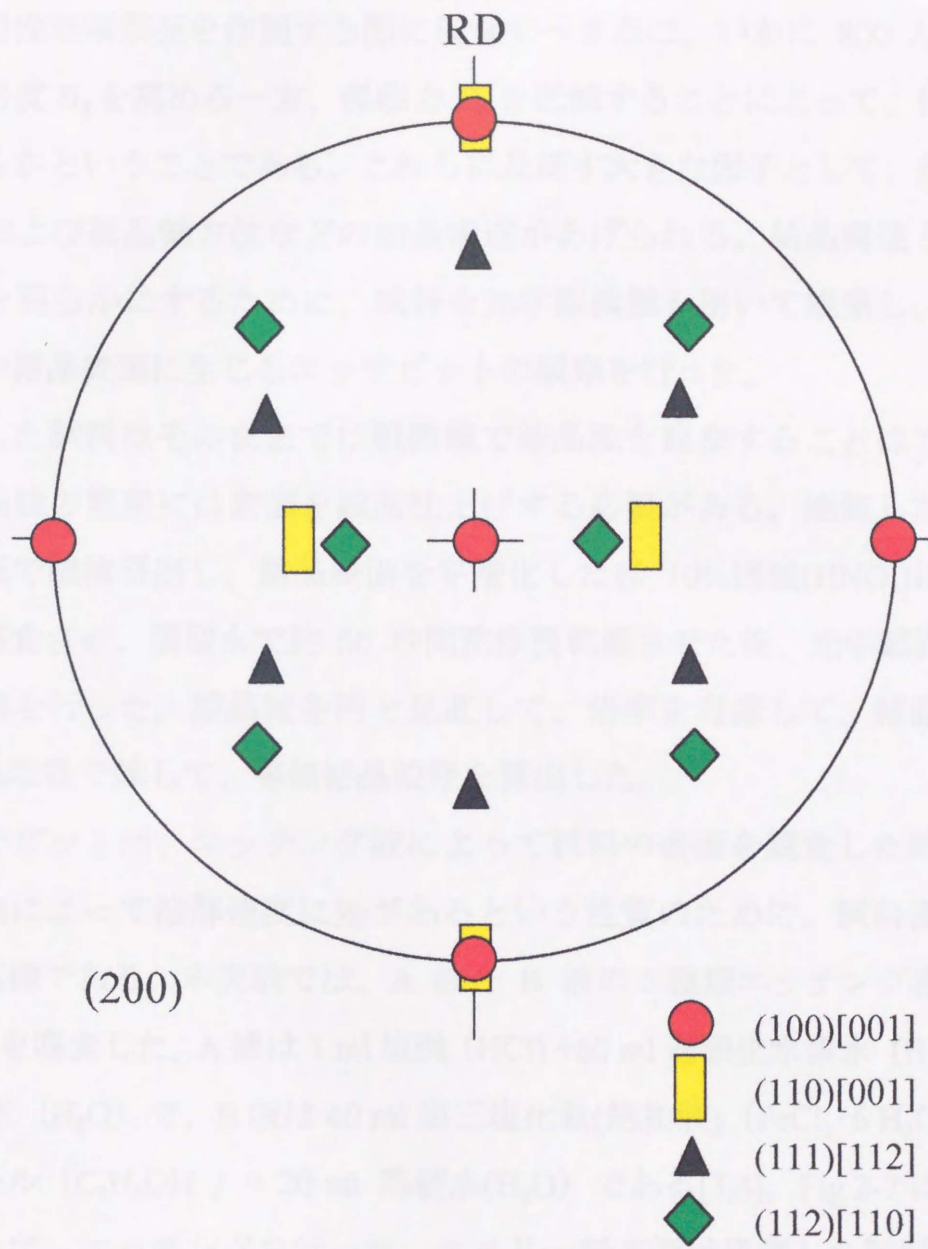


Fig.2-6 (200) pole figure of the textures.

2-3-2 結晶粒とエッチピット観察法

無方向性珪素鋼板を作製する際に留意すべき点は、いかに 800 A/m 印加時の磁束密度 B_0 を高める一方、保磁力 H_0 を低減することによって、低鉄損化を実現するかということである。これらに及ぼす大きな因子として、結晶粒径、結晶面および結晶軸方位などの結晶構造があげられる。結晶構造と磁気特性の関係を明らかにするために、試料を光学顕微鏡を用いて観察し、結晶粒径の測定や結晶表面に生じるエッチピットの観察を行った。

焼鈍した試料はそのままでは顕微鏡で結晶粒を観察することはできないため、結晶粒の観察には表面を鏡面仕上げする必要がある。焼鈍した試料をエメリー紙で機械研磨し、結晶表面を平滑化した後 10%硝酸(HNO_3)に浸し結晶粒界を腐食させ、蒸留水で約 60 秒間洗浄後乾燥させた後、光学顕微鏡で結晶粒の観察を行った。結晶粒を円と見直して、倍率を考慮して、結晶写真の面積を結晶粒数で除して、等価結晶粒径を算出した。

エッチピットは、エッチング液によって試料の表面を腐食した時に、結晶の軸方向によって溶解速度に差があるという性質のために、試料表面に観察される模様である。本実験では、A 液と B 液の 2 種類エッチング液を使用して、試料を腐食した。A 液は 1 ml 塩酸 (HCl) + 60 ml 過酸化水素水 (H_2O_2) + 1000 ml 蒸留水 (H_2O) で、B 液は 40 ml 第三塩化鉄(飽和液) ($\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$) + 40 ml エタノール ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) + 20 ml 蒸留水(H_2O) である[3,4]。Fig.2-7 に示した手順に従って、エッチングを行った。エメリー紙で機械研磨した試料をまず A 液に 20 秒~40 秒浸した後に、B 液に 30 秒~50 秒浸す。この操作後にエッチピットが出現する。このとき、B 液のエッチング時間が長すぎると面の判別が困難になり、短すぎると出現するピットの数が少なくなるので、B 液による処理時間には細心の注意を用する。B 液でエッチングした後は試料表面の酸化を防ぐため、速やかに蒸留水及びエタノールで洗浄した。

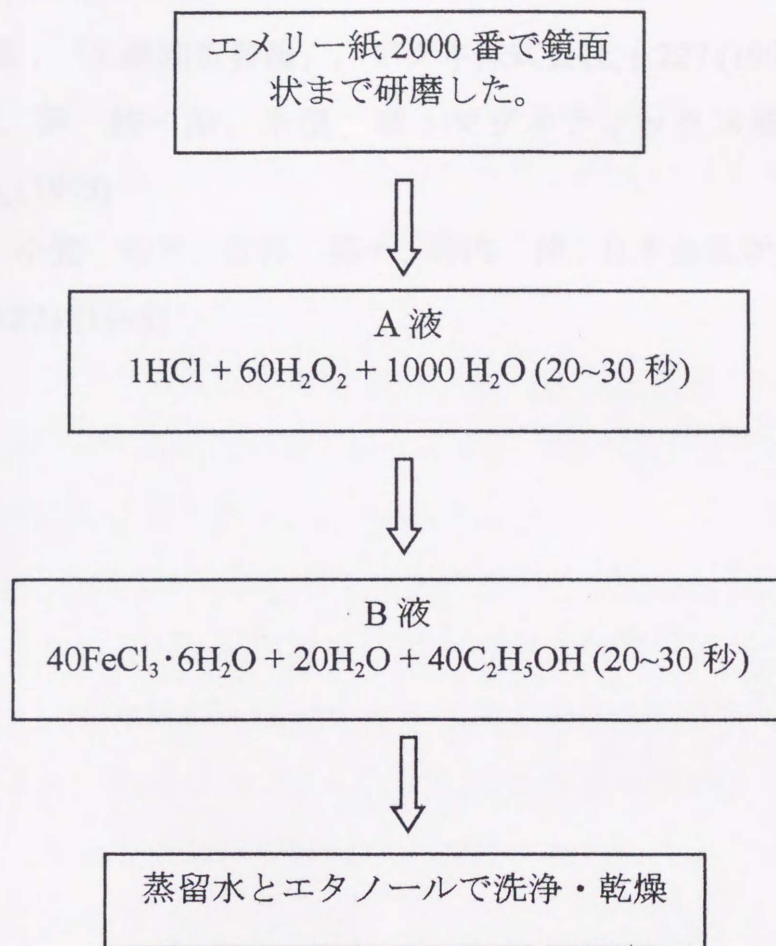


Fig.2-7 The procedure of the etching.

参考文献

- [1] 電気学会マグネティックス技術委員会編：「磁気工学の基本と応用」，コロナ社, p.31 (1999).
- [2] 松村 源太郎：「X線回折要論」，アグネ株式会社, p.227 (1996).
- [3] 山城 康正、栢 修一郎、米須 章：マグネティックス研究会資料，MAG-95-103, (1995).
- [4] 田岡 忠美、小笠 和男、古林 英一、竹内 伸：日本金属学会誌, vol.30, no. 9, pp.820-824 (1996).

第三章 無方向性珪素鋼板の焼鈍条件による磁気特性の変化

3-1 序論

電気機器を小形軽量化・高効率化するため、鉄心の磁気特性を改善する試みが多くなされてきた[1,2]。回転機ではその性質上、鉄心には無方向性珪素鋼板が主に用いられており、無方向性珪素鋼板を高磁束密度かつ低損失化することが近年特に強く要求されている[3]。

現在、回転機が工場や家庭などの各領域に最も多く使用されている電機器であり、日本全国で一年間の回転機における鉄損は約 500 億 kWh である[4]。その中で小形回転機の占める割合は約 86%であり、非常に多く電力がこれに用いられている。しかしながら、小形モータの効率は 30%にも及んでいない[5]。小形モータの鉄心材料として無方向性珪素鋼板が主に使用されている。従って、高磁束密度で、かつ低磁気損失を有する無方向性珪素鋼板を作製することができれば、小さい励磁磁界で鉄心に高い磁束密度が得られるため、回転機の小形軽量化、高効率化が可能になり、無駄な電力損失も抑えられると考られる。

金属加工の際に加えられる仕事量の大部分は熱に変わり、被加工金属の温度は上昇するが、一部は転移、点欠陥、マクロ的な残留内部応力として金属内に蓄えられる。この残留内部応力は加工歪みとして知られている。加工歪みを与えた金属に対して低温で焼鈍を行うと、まず結晶組織の変化を伴わずに結晶粒中の点欠陥の消滅や転移の再配列が起こり、加工歪みの一部分が解放される。この現象は回復と呼ばれている[6]。

焼鈍温度をさらに上昇させるかあるいは焼鈍時間を長くすると、先に組織中に形成された歪みの少ない組織が増加していき、全面を覆うようになり、

成長した結晶粒は歪みを持たない安定なものとなる。この現象は一次再結晶と呼ばれている。一次再結晶の段階における、結晶成長の駆動力は冷間圧延または加工による歪みエネルギーである。

一次再結晶直後の結晶粒径は小さく、結晶粒界は直線である。引き続きさらに焼鈍温度を上げるかあるいは焼鈍時間を長くした時、結晶内部エネルギーがある限界を超えると、結晶粒の粗大化がさらに進み二次再結晶が起こる。二次再結晶の成長の駆動力は粒界エネルギーであり、この段階では一次再結晶によってできた結晶粒が隣の結晶粒を食って成長し、平均の結晶粒径が増大するにつれて保磁力が減少していく。

以上に述べたように、圧延率や焼鈍条件によって再結晶後の試料の結晶構造は大きく影響を受ける。珪素鋼板においても集合組織によって磁気特性は大きく変化する。一方向性珪素鋼板は高集積度(110)[001]の Goss 組織を持っているため、圧延方向が磁化容易軸となっている。二方向性珪素鋼板は鋼板面と平行になる(100)キューブ組織を持っているため、鋼板面内に互いに垂直な二方向に磁化容易軸を持つ。一方、無方向性珪素鋼板は(100)キューブ組織が鋼板面内でランダムに分布していて、結晶配向がないため磁気異方性は存在しない。

珪素鋼板は発電機や電動機および変圧器などの鉄心材料として多く用いられている。従って、珪素鋼板の特性は電気機器の性能を左右する最も重要な因子の一つである。珪素鋼板を覆う結晶粒組織が最適なものとなるように制御することができれば、鋼板の磁気特性を向上させることができることになる。

電気機器の主要な特性の一つである交流磁気損失は渦電流損失とヒステリシス損失に分類される。一般に、渦電流損失は試料の板厚の二乗に正比例していることが知られている[7]。試料を圧延により薄くすることによって、渦電流損失は減少させることができる。一方、ヒステリシス損失は磁性材料の