研究論文

MIMによるFe-Cr系軟磁性材料の磁気特性に及ぼすCr量の影響

佐野 陽平¹, 長田 稔子^{2*}, 工藤 健太郎², 津守 不二夫², 三浦 秀士², 田家 真紀子^{1,3}, 田中 茂雄³¹九州大学大学院工学府機械工学専攻, 〒819-0395 福岡市西区元岡 744.²九州大学大学院工学研究院機械工学部門, 〒819-0395 福岡市西区元岡 744.³太盛工業株式会社, 〒572-0073 寝屋川市池田北町 26-1.

Effect of Cr Content on the Magnetic Properties of Fe-Cr Soft Magnetic Material by MIM Process

Yohei SANO¹, Toshiko OSADA^{2*}, Kentaro KUDO², Fujio TSUMORI²,Hideshi MIURA², Makiko TANGE^{1,3} and Shigeo TANAKA³¹Dept. Mechanical Engineering, Graduate School of Kyushu University, 744 Motoooka, Nishi-ku, Fukuoka 819-0395, Japan.²Dept. Mechanical Engineering, Kyushu University, 744 Motoooka, Nishi-ku, Fukuoka 819-0395, Japan.³TAISEI KOGYO Co., Ltd., 26-1 Ikedakitamachi, Neyagawa 572-0073, Japan.

Received April 14, 2015; Revised May 25, 2015; Accepted June 7, 2015

ABSTRACT

In recent years, the soft magnetic material parts have been widely used in the fields of industrial equipments, consumer electronics, automobiles, and so on. To fabricate these soft magnetic material parts, electrical steel and P/M method is normally used. With the increase of fabricating complex shaped parts, processing method with more flexibility in design also be needed. For this reason, MIM process is hoped to be a near-net-shape, cost reduction and mass production method which can fabricate three-dimensional complex shaped parts. Fe-Cr-based soft magnetic material is developed in 1960s~1970s to be used in corrosive environments. Because it is less expensive than the PB permalloy. Mainly composition comprising a 13 %Cr or higher is used to make material stable. However, the maximum magnetic flux density of material decreases with increase of Cr content. In this research, the effect of Cr content on the magnetic properties under DC and AC magnetic field were investigated by mixing SUS430L alloy powder and iron powder.

KEY WORDS

metal injection molding, soft magnetic properties, Fe-Cr alloys

1 緒 言

近年多くの産業機器、家電、自動車等には電磁駆動、電子制御機構が導入されている。これらの機構に組み込まれる軟磁性材料部品には、主に電磁鋼板の積層材やP/Mプレス成形品等が用いられるが、多様な用途への導入に伴い部品形状は複雑化し、より形状対応の自由度が高い加工法が求められている。金属粉末射出成形（Metal Injection Molding, MIM）は三次元複雑形状部品をニアネットシェイプ成形可能であるため、複雑形状部品の加工コスト低減や大ロット生産に適した加工法として期待される。

Fe-Cr系軟磁性材料は、腐食環境下における軟磁性材料として1960年代から1970年代にかけて開発され¹⁻³⁾、PBパー

マロイ等に比べ安価であることから、広く用いられるようになった。これらの材料は、Cr量が多いほど不動態被膜が安定化するため、主に13 %Cr以上の組成が用いられている。特に、Fe-Cr系軟磁性材料では、低炭素化および少量のSiもしくはAlの添加を施すことで、フェライト相を安定化させたFe-13Cr-2Siなどがベースとなっている。

これまでに、上記ベース鋼の組成をもとに、快削性の付与についての調査⁴⁾や、高周波数域への適用のため添加元素の調整や熱処理条件についての検討がなされている^{5,6)}。また、これらの組成の合金粉を用いたP/M法による焼結Fe-Cr合金鋼の研究も過去に実施されており、中周波数域、低磁束密度への適用については一定の成果が得られている⁷⁾。一方、Cr量が多いものほど最大磁束密度が低下することも知られている。

*Corresponding author, E-mail: osada@mech.kyushu-u.ac.jp

そこで本研究では, これまで検討されていないCr量12%以下の組成に着目し, SUS430L (Fe-17Cr) 合金粉と鉄粉との混合比によりCr量を調整後, 直流および交流磁界下における磁気特性を測定し, Cr量低減による磁気特性への影響について調査検討を行った。

2 実験試料ならびに作製方法

2.1 原料粉末および比較材

Table 1に原料粉末および比較材の化学組成を示す。原料粉末としては, 水アトマイズ法により製造されたSUS430L合金粉(代表組成Fe-17Cr, 平均粒径18.6 μm , エプソンアトミックス株式会社)とカーボニル法によって製造された鉄粉(平均粒径3.6 μm , 福田金属箔粉工業株式会社製, FE-OM)を使用した。SUS430L合金粉は炭素量が0.030 mass%と低い, 鉄粉は炭素量が0.76%と比較的高い粉末である。そのため, 鉄粉の配合比率が高いほど混合粉末の炭素量は高くなる。

また本実験では, 鉄粉末混合の影響を検討するため, SUS410L合金粉(代表組成Fe-13Cr, 平均粒径12.2 μm , エプソンアトミックス株式会社)単体の焼結体も同様に作製した。さらに, 溶製材Fe-13Cr-2Si(東北特殊鋼株式会社)を比較材として準備した。また, Fig. 1に原料粉末のSEM画像を示す。SUS430L合金粉は不規則形状で粒径が不揃いであるのに対し, 鉄粉は球形で比較的微細な粉末である。また, SUS410L合金粉も球状で, 粒径のばらつきは少なく, SUS430Lに比較してやや微細な粉末である。

2.2 試験片作製方法

2.1で示したSUS430L合金粉と鉄粉をCr量5%, 8%, 11%, 14%となるよう調整した混合粉末を準備した。これらの混合粉末およびSUS430L合金粉をそれぞれFe-5Cr, Fe-8Cr, Fe-11Cr, Fe-14Cr, Fe-17Crと呼称する。準備した粉末をバインダと加熱混合し, 冷却後粉碎してペレットとした。これらのペレットから射出成形により外径45 mm, 内径30 mm, 厚さ1.1 mmの円環状の成形体を作製した。成形体はヘプタン雰囲気中でワックス成分を抽出した後, 600 $^{\circ}\text{C}$ で3.6 ks (1 hr) 加熱脱脂を行い, 1350 $^{\circ}\text{C}$ にて10.8 ks (3 hr) 焼結して試験片を作製した。なお, 加熱脱脂および焼結は水素雰囲気中に行った。これは, できるだけ炭素を低減させるためである。

3 結果ならびに考察

3.1 焼結体特性

鉄系軟磁性材料の磁気特性は, 炭素量や微細組織に強く影響を受ける。不純物や結晶粒界は磁壁の移動をピン止めし磁気特性の低下につながるため, 低炭素量かつ大結晶粒であるほど保磁力等の磁気特性は改善されることがわかっている⁸⁾。Fig. 2にMIMにより作製した試験片の炭素量を示す。前述したように, 鉄粉の混合量によって原料粉末の炭素量には差があったが, いずれの試験片の炭素量も0.002%以下となっており, 非常に低い値まで低減されていた。またFig. 3に示すように, いずれの試験片も相対密度98.5%以上まで緻密化していた。Fig. 4に各試験片の顕微鏡観察組織をそれぞれ示す。水素雰囲気による炭素量低減の結果, いずれの試験片も

Table 1 Chemical composition of powders and the wrought material.

(mass %)	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	Fe	O	C	P	S
SUS430L	0.82	0.82	0.15	16.49	0.02	0.03	Bal.	0.33	0.030	0.014	0.008
Iron	—	—	—	—	—	—	Bal.	0.30	0.76	—	—
SUS410L	0.45	0.49	0.10	12.45	0.01	0.01	Bal.	0.21	0.016	0.010	0.004
Fe-13Cr-2Si (Wrought)	2.06	0.27	0.25	13.42	—	—	Bal.	—	0.030	0.025	0.023

Fig. 1 SEM images of powders: a) SUS430L, b) Iron and c) SUS410L.

Fig. 2 Carbon content of specimens.

Fig. 3 Relative density of specimens by MIM.

Fig. 4 Microstructure of specimens: a) Fe-5Cr, b) Fe-8Cr, c) Fe-11Cr, d) SUS410L (Fe-13Cr), e) Fe-14Cr, f) Fe-17Cr and g) Fe-13Cr-2Si (Wrought).

フェライト単相組織を呈しており、析出物などは確認されなかった。また、Cr量が少ない条件ほど結晶粒が大きく成長していた。これは、Cr量が少ない条件のものほど微細な鉄粉の比率が高く、焼結性の向上に寄与したものと考えられる。

3.2 直流磁気特性試験

測定には高周波磁気測定装置（横河電気社製）を用いた。焼結材に1次コイルと2次コイルをそれぞれ100回ずつ巻き準備した。1次コイルに電流を流し印加磁界を発生させ、それにより焼結材に誘起される磁束密度を2次コイルで検出することで、磁化曲線を得た。なお、1次コイルへの印加磁界強度は796 A/mとした。

印加磁界796 A/mにおける初磁化曲線および磁化曲線をそれぞれFig. 5およびFig. 6に示す。Cr量の少ない条件ほど、高い最大磁束密度を示した。これは、Cr量低減により材料の磁気モーメントが増大したためである。また初磁化曲線から、低Cr量のものほど印加磁界に対する磁束密度の立ち上がりが早く、より高い透磁率を示すことがわかった。磁化曲線の形状は、低Cr量ほど細いループとなっており、低保磁力となっていた。特に、Fe-5Crは他の2条件に比べ著しく優れた直流磁気特性を示した。これは、Cr量低減による影響に加え、結晶粒成長による粒界の減少が寄与した結果であると考えられる。

Fig. 5 Initial magnetization curves of specimens by MIM.

Fig. 6 Magnetization curves of specimens by MIM.

3.3 交流磁気特性試験

交流磁気特性の測定には、B-Hアナライザ（岩通計測（株）、SY-8219）を用いた。試験片に1次コイルと2次コイルをそれぞれ50回ずつ巻き準備した。1次コイルに電流を流し周波数100 Hzから1000 Hzの交流印加磁界を発生させ、それにより焼結材に誘起される磁束密度を2次コイルで検出することで、各周波数におけるB-Hループを測定した。1次コイルへの印加磁界の強さを796 A/m, 398 A/mとして、最大磁束密度 B_m (T)を測定した。

交流印加磁界における最大磁束密度の測定結果をFig. 7に示す。印加磁界796 A/mでは、周波数100 Hzから500 Hz程度の範囲において、Cr量低減による磁束密度の向上が確認された。低周波数ほど明確に磁束密度が向上しており、100 HzではFe-17Crに比べFe-5Crは最大で約50%特性が向上していた。しかしながら、低Cr量の条件ほど周波数増大による磁束密度の低下が顕著であり、周波数1000 Hzにおいてはいずれの条件も変わらない値となった。また、印加磁界強度を398 A/mに下げた場合には、796 A/mの場合に比べ、高Cr量の試験片ほど磁束密度が低下し低Cr量の試験片ほど高い磁束密度を維持していた。高周波数域では、印加磁界796 A/mの場合と同様に、いずれの条件も変わらない値となった。

さらに、Fig. 8に鉄損と周波数の関係を示す。低周波数域においてはCr量の低減により鉄損の減少が確認された。一方高周波数域では鉄損の値はいずれの条件でも変わらない値となった。鉄損をヒステリシス損と渦電流損から成るとし、これらを分離すると、Cr量とヒステリシス損失係数および渦電流損失係数の関係はFig. 9のようになった。この結果より、低Cr量ではヒステリシス損は小さいが、渦電流損が大きいことがわかる。

低周波数域における磁束密度の向上には、直流磁束密度の向上および保磁力低下によるヒステリシス損の低減が影響しているものと思われる。一方で高周波数域における特性低下に関しては、Cr量低減による材料の電気抵抗値の低下が影響している。交流印加磁界下では、高周波数ほど材料中に渦電流が誘起されやすく損失が増大する。電気抵抗値の低下により渦電流損失の影響を受けやすくなったため、高周波数ほど特性が低下したと考えられる。

4 まとめ

MIMによりFe-13Cr材のCr量を低減させた試験片について、磁気特性を測定した結果、以下の知見を得た。Cr量の低減とともに、直流印加磁界においては明確な磁束密度の向上、応答性の改善がみられた。一方、交流印加磁界においては、低Cr量のものほど磁束密度の向上および応答性の改善が確認されたが、高周波数域では渦電流の影響で低Cr量のものほど特性が低下し、Cr量低減による特性向上効果は打ち消された。これらの結果から、周波数500 Hz以下の領域で使用するデバイスにおいては、Cr量を低減することでより磁束密度に優れる特性が得られ、製品の小型化、高出力化や省エネルギー化につながることが期待できると示唆された。

a)

b)

Fig. 7 Maximum flux density in AC of specimens by MIM: a) 796 A/m and b) 398 A/m.

Fig. 8 Iron loss in AC of specimen by MIM.

Fig. 9 Hysteresis loss coefficient and eddy current loss coefficient of each Cr content.

文 献

- 1) T. Kato, T. Tomioka: "Magnetic Properties of Chromium Stainless Steels", Denki Seiko (Electr. Furn. Steel), **37** (1966) 265-272.
- 2) T. Kato, I. Sekio, K. Kusaka: "Free-Machining Magnetic Core Stainless Steel", Denki Seiko (Electr. Furn. Steel), **41** (1970) 127-132.
- 3) T. Kato, I. Sekio: "Effects of Silicon and Aluminum Contents on Properties of Free-Machining Magnetic Core Stainless Steel", Denki Seiko (Electr. Furn. Steel), **42** (1971) 41-54.
- 4) T. Kato, T. Kato: "Properties of 17% Chromium Free-Machining Magnetic Core Stainless Steel Sheet", Denki Seiko (Electr. Furn. Steel), **45** (1974) 161-167.
- 5) T. Kato, S. Yoshino, H. Kanazawa, Y. Oshima, S. Yahagi: "Influence of Aluminum Composition on the Magnetic Properties of Iron-Chromium Magnetic Alloy in an Alternating Magnetic Field", Journal of the Magnetics Society of Japan, **18** (1994) 453-456.
- 6) T. Kato, S. Yoshino, T. Kato: "Changes in the AC Magnetic Properties of an Iron Chromium Magnetic Alloy as a Result of Annealing", Journal of the Magnetics Society of Japan, **19** (1995) 441-444.
- 7) T. Kato, T. Tomio, M. Kawamura, Y. Nakajima: "Magnetic Properties of FeCr System Alloys in Direct and Alternating Field", J. Jpn. Soc. Powder Metallurgy, **40** (1993) 1246-1252.
- 8) M. Chiba: "Development Trends of Soft Magnetic Iron", Kobe Steel Engineering reports, **61** (2011) 57-61.