研 究

フェライト系 PM ステンレス鋼の交流磁気特性に及ぼす残留気孔の影響

草加 勝司^{☆1}, 鈴木 智也^{☆1}, 近藤 鉄也^{☆2}^{☆1}大同工業大学, 〒457-0811 名古屋市南区大同町 2-21. ^{☆2}大同特殊鋼(株), 〒457-0811 名古屋市南区大同町 2-30.

Effect of Residual Pores on AC Magnetic Properties of PM Ferritic Stainless Steels

Katsushi Kusaka^{☆1}, Tomoya Suzuki^{☆1} and Tetsuya Kondo^{☆2}^{☆1}Daido Institute of Technology, 2-21 Daido-cho Minami-ku Nagoya 457-0811.^{☆2}Daido Steel Co., Ltd., 2-30 Daido-cho Minami-ku Nagoya 457-0811.

Received June 9, 1998

SYNOPSIS

A fundamental study was made on the AC magnetic properties and core loss of the two PM stainless steels with some residual pores. In this case, powder particle size and sintering conditions (1373~1573K × 20~240min) were employed as parameters to the residual pore morphologies of sintered materials, as seen in the previous report.

The results were summarized as follows:

- (1) The maximum flux density (B_m) and specific permeability (μ_a) wholly depend on the frequency ($\propto f^{-1/2}$), owing to the penetration depth of field.
- (2) As for a given frequency, μ_a complicatedly varies with sintered density under the reciprocal influence of DC magnetic properties and electrical resistance.
- (3) The DC relationship between the maximum permeability (μ_m) and sintered density is fairly held on the AC one in the low frequency region, as a function of powder particle size and sintering conditions.
- (4) At higher frequency, μ_a and B_m (almost directly proportional to μ_a) show the maximum value in the critical sintered density, as the case may be.
- (5) The core loss behaves apparently as well as μ_a in the relation to sintered density and, consequently, is enhanced with the increase of B_m and reduced with the increase of electrical resistivity (ρ).

KEY WORDS

magnetic properties, ferritic stainless steel, residual pore, frequency, electrical resistivity

1 緒 言

各種ステンレス鋼は高強度・高耐食性の構造材料として広く利用されている。その内、低炭素のFe-Cr系ステンレス鋼は強磁性体で、ソフト磁性材料としても使用可能¹⁾であり、粉末冶金法によっては複雑形状や材料歩留まりの特徴が生かされ、腐食環境下での直流、交流用の焼結電磁部品^{2,3)}として使用されつつある。しかしソフト磁性材料は一般に構造敏感⁴⁾なため、焼結電磁部品として使用する場合、残留気孔が磁気特性に影響⁵⁾することが予想された。

そこで著者らはFe-Cr系ステンレス鋼焼結体中の気孔モロロジーを粉末粒径や焼結条件により変化させ、直流磁気特性、電気抵抗等への影響を確認⁶⁾したが、続いて交流磁気特性との関係について検討することとした。

2 試料および実験方法

高周波誘導炉により溶解し、水噴霧することにより2種類の低炭素Fe-Cr系の合金粉末を製造し、-100メッシュに分級した。

Table 1に粉末の化学成分を示す。両粉末とも150/75, 75/40, 40 μ m以下に再分級した。

これら粉末をプレス成形し、環状試験片(45 ϕ ×33 ϕ ×6mm)の形の圧粉体を作製した。この際、成形圧力は490MPa一定とし、1%ステアリン酸亜鉛による混合潤滑法を採用した。これら圧粉体は脱ろう後、1373~1573Kで20~240minの範囲内で真空焼結を施し、焼結密度を測定した。

交流磁気測定はB-Hアナライザー(岩崎通信製)を使用し、印加磁界は240A/m⁷⁾(30e)に設定した。この際、周波数は60Hz, 1~100kHzとし、交流磁界におけるB-H曲線より最大磁束密度

B_m, 振幅比透磁率 $\mu_a (=B_m/H_m \cdot \mu_0$: 以後比透磁率と略称) 保磁力 H_c を読み取り, さらにコア損失も測定した。

また引張試験片の平行部を用いて, 四端子法による電気抵抗率(印加電流: 0.3A)を測定し, 画像解析による気孔形態の数値化と併せて, 参考資料とした。

Table 1 Chemical compositions of powders.

Type	wt. %							
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
A : ●	0.008	0.87	0.23	0.020	0.005	0.12	17.84	1.85
B : ○	0.014	2.06	0.19	0.015	0.005	0.09	18.00	2.12

Fig.1 Example of B-H curves (B-type, 75/40μm).

3 実験結果および考察

Fig.1 に 75/40μm の B 粉末圧粉体を 1373~1573K で 60min 真空焼結した焼結体の B-H 曲線の測定例を示す。ここで B-H 曲線, すなわちヒステリシスループは外側より 60Hz, 1, 10, 100kHz の順であり, 全体的に周波数が高くなるにつれ縦につぶれ最大磁束密度 B_m が低下している。また各周波数とも焼結温度により B-H 曲線が若干変化し, 例えば B_m: 60Hz では

Fig.2 Change of Max. flux density (B_m) with frequency (75/40μm).

Fig.3 Change of specific permeability (μ_a) with frequency (75/40μm).

1373→1573Kで50%程度増加するが、前記周波数による変化の方が遥かに大きい。そこで交流磁気特性 B_m , μ_a およびコア損失 P_{cv} の周波数依存性について検討した。

Fig.2,3 に Fig.1 に対応する (A, B 両粉末の) 試料の磁気特性と周波数の関係を示す (両対数目盛)。最大磁束密度 B_m , 比透磁率 μ_a とも周波数と共にほぼ直線的に減少し、本実験の印加磁界 (240A/m) 内では両者は比例関係⁷⁾にあると見られる。

Fig.4 Change of Max. flux density (B_m) with frequency (1473K).

Fig.5 Change of specific permeability (μ_a) with frequency (1473K).

また各周波数での焼結温度による B_m , μ_a 両特性の変化は周波数依存性に比べて小さいが、低周波数側では若干値が分散する傾向⁸⁾が見られる。

Fig.4-6 に各粉末粒径の圧粉体を 1473K で 60min 真空焼結した焼結体の磁気特性、コア損失と周波数の関係を示す。Fig.2,3 と同様、A, B 両試料ともに最大磁束密度 B_m , 比透磁率 μ_a は周波数と共に減少する 1 つの直線に載り、各周波数でのもとの粉末粒径による影響度は焼結温度の場合に比べ、より小さいことが分かる。総じて B_m , μ_a 両特性とも製造パラメータに関係なく、ほぼ周波数 f の $1/2$ 乗に反比例して減少すると見られる。

周知のように交流磁界中では過電流により生じる磁界の作用で、試料表面から内側に入るにつれ (指数関数的に) 磁束密度が減衰し、いわゆる表皮の厚さ $S_{1/e}$ ⁴⁾ は

$$S_{1/e} = \sqrt{\rho / \pi f \mu}$$

ρ, μ : 材料の電気抵抗率と透磁率 ($=\mu_a \cdot \mu_0$)

で与えられる。因に A, B 両粉末の 1473K 焼結体について、60Hz での磁界の浸透深さ $S_{1/e}$ はそれぞれ 2.0, 2.3mm と計算され、試料サイズから推して既に表皮効果の影響内に入り、前記周波数 f の $1/2$ 乗に反比例する形で (磁性体としての) 実効断面積が減少したものである。このように最大磁束密度 B_m の周波数依存性は磁化の表皮効果の観点⁴⁾から説明され、また B_m とほぼ比例関係⁷⁾にある比透磁率 μ_a も類似的周波数依存性をもつと考えられる。

一方、Fig.6 では A, B 両試料とも右上がりの、それぞれ 1 つの直線に載り、単位体積当たりのコア損失 P_{cv} はほぼ周波数 f の $1/2$ 乗に比例して増加する傾向が見られる。ここにコア損失

Fig.6 Change of core loss (P_{cv}) with frequency (1473K).

は交流磁界中の磁芯に消費される電力と定義され、主にヒステリシス損失と過電流損失の和⁹⁾とされる。しかし前述のように表皮の厚さ $S_{1/2}$ が試料サイズに比べて小さく、かつ低磁界(240A/m)中のため磁壁の移動エネルギーも比較的小さい⁹⁾ことより、過電流損失($f^{1/2}/\rho$, H_m =一定⁴⁾)への依存度が大きいと推測される。

一般に焼結体特有の気孔、つまりエアギャップは直流磁界より交流磁界中、特に高周波数側の方が影響しにくいとされる⁸⁾が、交流磁気特性では周波数依存性が大きすぎるため、各周波数における微細構造とでもいうべき磁氣的挙動について検討した。

Fig.7,8に1373~1573Kで60, 240min真空焼結した焼結体の比透磁率 μ_a を焼結密度との関係で整理し、各周波数ごとに区分けして示した。この際、交流磁気特性は、前述の最大磁束密度 B_m との関係を考慮して、比透磁率 μ_a で代表させた。また各粉末粒径を結ぶ曲線上、左側より1373, 1473, 1573K焼結材の特性プロットに対応するが、Fig.7→8と焼結時間を延長するとプロット全体が右方へずれ、当然ながら焼結体は高密度化することが分かる。

A, B両試料とも60Hzでの比透磁率 μ_a (の焼結温度のタイライン)は右上がりの直線群となり、全体的にB試料の特性レベルが高いなど、先の直流磁気特性⁶⁾における最大透磁率 μ_m と焼結密度の関係が傾向として残されている。しかし1→100kHzと周波数が高まるにつれ、比透磁率 μ_a の特性レベルが低下するほか、特性プロットは直線から外れ、最大値をもつ¹⁴⁾曲線群となり、特にB試料の高周波数/長時間焼結側で

は、逆に右下がりの直線群になる傾向すら見受けられる。

この間の比透磁率 μ_a の挙動は、焼結密度の増加=エアギャップの減少に伴う直流磁気特性の向上効果¹¹⁾が寄与するが、逆に電気抵抗率 ρ の低下⁶⁾を誘い、過電流の抑制作用が減少⁹⁾するため、特性プロットは右上がりの直線から外れ、条件によっては最大値をもち、右下がりにもなりうる。総じて、交流磁気特性(B_m , μ_a)は残留気孔に左右され、過度の焼結密度の上昇や低下は高周波数側での比透磁率 μ_a の劣化に繋がり、また最大値をもつ条件は直流磁気特性や表皮効果の決定因子(ρ , $f^{1/2}$)の影響を受け、これらが錯綜した状態にあるものと考えられる。

Fig.9,10にそれぞれFig.7,8に対応する試料のコア損失 P_{cv} と焼結密度との関係を示す。ただし、各粉末粒径を結ぶ曲線上、左側より1373, 1473, 1573K焼結材の特性プロットに対応するが、本実験では必ずしも高温/長時間焼結がコア損失 P_{cv} の低減¹²⁾に繋がってはいない。A, B両試料とも60Hzでのコア損失 P_{cv} (の焼結温度のタイライン)は右上りの直線群となり、1→100kHzと周波数が高まるにつれ、 μ_a -焼結密度曲線と類似の変化を示すが、損失レベルは増大して、100kHzの P_{cv} は60Hzの50倍近くに達する。ここで各周波数ごとのコア損失 P_{cv} の挙動を見ると、Fig.7,8の比透磁率 μ_a に追従して P_{cv} も増減する傾向があり、交流磁気特性(B_m , μ_a)への依存度が大ききと見られる。実際、コア損失の内、ヒステリシス損失は $B_m^{1.6}$ に、過電流損失は B_m^2/ρ に比例¹³⁾(f , 幾何学的因子は一定)し、後者は焼結密度にも関係¹⁴⁾し、熱エネルギーなどの形で消費される。

Fig.7 Specific permeability (μ_a) plotted to sintered density at every frequency (60min).

Fig.8 Specific permeability (μ_a) plotted to sintered density at every frequency (240min).

Fig.11,12に周波数 60Hz, 100kHzのコア損失 P_{cv} を、焼結時間 60, 240min の場合を併せ、最大磁束密度 B_m との関係で例示した。若干特性値はばらつくが、コア損失 P_{cv} は A, B 両試

料とも右上がりの1つのバンド内に入り、低/高周波数とも最大磁束密度 B_m 、従って比例関係にある μ_a に依存することが分かる。

同様に、Fig.13,14に周波数 60Hz, 100kHzのコア損失 P_{cv} を、焼結時間 60, 240min の場合を併せ、電気抵抗率 ρ との関係で例示した。A, B 両試料ともコア損失 P_{cv} は、60Hz では右下が

Fig.9 Core loss (P_{cv}) plotted to sintered density at every frequency (60min).

Fig.10 Core loss (P_{cv}) plotted to sintered density at every frequency (240min).

Fig.11 Relationship between core loss (P_{cv}) and Max. flux density (B_m) (60/240min, 60Hz).

Fig.12 Relationship between core loss (P_{cv}) and Max. flux density (B_m) (60/240min, 100kHz).

りて、電気抵抗率 ρ が增大するにつれ減少傾向を示すが、100kHzでは ρ への依存性は明らかではない。これはFig.7,8の比透磁率 μ_a に関して触れたように、高周波数側では条件によっては μ_a は焼結密度に対して最大値をもち、その両側で逆相関をもつことから、電気抵抗率 ρ の増加よりも直流磁気特性の向上効果の方が過電流損失 ($\rho \times$ 焼結密度に反比例¹⁴⁾) の抑制効果が大きい場合¹⁵⁾ があるためと推定される。

総じて、粉末焼結体の直流磁気特性 (μ_m, H_c) に比べ、交流磁気特性やコア損失においては製造パラメーターの影響は小さく¹⁶⁾、残留気孔の形状や結晶粒度の制御はあまり効果的とはいえない。

4 結 言

Fe-Cr系のソフト磁性材料を対象に、粉末焼結体の交流磁気特性やコア損失と残留気孔との関係を追究した。その結果、交流磁気特性は最大磁束密度 (Bm)、比透磁率 (μ_a) とともに、表皮効果に起因する周波数依存性が大きく、コア損失も含め製造パラメーターの影響は相対的に小さくなる。これを各周波数ごとに考察すると、60Hzでの μ_a -焼結密度の関係には、先の直流磁気特性と同様、焼結条件などによる気孔形態の影響が残るが、高周波数側になると μ_a は電気抵抗率 (ρ) との関係で焼結密度に対し最大値をもつなど、一見複雑な挙動を示す。従って、コア損失も、この交流磁気特性の影響下にあり、主に過電流損失の支配因子 (Bm- μ_a, ρ) に連動した形で変化する。

Fig.13 Relationship between core loss (Pcv) and resistivity (ρ) (60/240min, 60Hz).

以上、粉末焼結体の交流磁気特性、コア損失ともに類似の焼結密度依存性をもつが、製造パラメーターの影響は小さく、特に高周波数側では気孔率以外、気孔形態や結晶粒径の制御効果はあまり期待できないことが分かった。

最後に本研究を進めるにあたりご助言頂いた元大同工業大学加藤哲男教授、またご協力を頂いた同大学尾畑智光氏、大同特殊鋼(株)技術開発研究所粉末材料研究チームおよび粉末事業部の方々に深く謝意を表する。

文 献

- 1) 長谷川正義ほか：ステンレス鋼便覧，第3版，日刊工業新聞社，(1994)165.
- 2) 草加勝司："高合金粉末の製造技術とその応用"，粉体および粉末冶金，33(1986)387-397.
- 3) K.H.Moyer and J.B.Ryan: "Emerging P/M Alloys for Magnetic Applications", Mod. Develop. Powder Met., 18(1988)757-772.
- 4) 近角総信ほか：磁性体ハンドブック，朝倉書店，(1975)926, 932, 1069.
- 5) 加藤哲男，草加勝司，加藤俊宏："Fe-Cr焼結合金の磁気特性について"，電気製鋼，48(1977)144-150.
- 6) 草加勝司，鈴木智也，近藤鉄也："フェライト系PMステンレス鋼の磁気特性に及ぼす残留気孔の影響"，粉体および粉末冶金，45(1998)685-691.
- 7) 加藤哲男，金沢洋忠，川村 誠，河野富夫，草加勝司："12.5Cr-Fe焼結磁性合金の交流磁気特性"，電気製鋼，65(1994)126-134.

Fig.14 Relationship between core loss (Pcv) and resistivity (ρ) (60/240min, 100kHz).

- 8) Y.Itoh, T.Takeda and N.Kuroishi: "AC Magnetic Properties of New Fe-Si Sintered Alloy", MPR., 41(1986)429-435.
- 9) C.G.Oliver and H.G.Rutz: "Powder Metallurgy in Electromagnetic Applications", Mod. Develop. Powder Met., 3 (1995)11.87-11.102.
- 10) 加藤哲男, 倉田規義, 富岡 雄, 草加勝司: "焼結 18Cr-2Mo-Fe 合金の交流磁気特性", 粉体および粉末冶金, 43(1996) 72-77.
- 11) K.H.Moyer: "The Magnetic Properties (DC) of Atomized Iron Powder Cores", Mod. Develop. Powder Met., 11(1977)371-384.
- 12) J.Kaczmar and B.Weglinski: "Optimization of Sintering Process of Fe-P Magnetic Materials", Adv. Powder Met., 2(1989)503-516.
- 13) 日野太郎ほか: 電気・電子材料, 森北出版(株), (1991)218.
- 14) P.Lindskog J.Tengzelius and S.A.Kvist: "Phosphorus as an Alloying Element in Ferrous P/M", Mod. Develop. Powder Met., 10(1977)97-128.
- 15) 酒井武明, 佐藤武彦, 辺見善三: "Fe-3mass%Si 焼結合金の磁気的性質と組織", 日本金属学会誌, 52(1988)434-439.
- 16) J.Kaczmar and B.Weglinski: "Influence of Processing Parameters on Magnetic Properties of Fe-0.8P Sintered Materials", Powder Met., 27(1984)9-13.