研 究

ソフト磁性材料の材料欠陥と強磁性粉末による修復効果

草加 勝司, 木村 大輔

大同工業大学, 〒457-0811 名古屋市南区大同町 2-21.

Geometrical Defect of Soft-Magnetic Material and Its Magnetic Restoration by Ferromagnetic Powder

Katsushi Kusaka and Daisuke Kimura

Daido Institute of Technology, 2-21 Daido-cho Minami-ku, Nagoya 457-0811.

Received January 7, 1999

SYNOPSIS

The objective of this study is firstly to elucidate the effect of geometrical defect (artificial semi/full slit) on magnetic properties and secondly to evaluate the magnetic restoration by ferromagnetic paste filling to slit for the 4-types of soft magnetic materials. In this case, ferromagnetic pastes consist of the mixture of water-atomized powder of almost the same type (as specimen) and binding agent.

The results obtained were summarized as follows:

- (1) DC magnetic properties are more or less degraded by semi/full slit, where magnetic induction (B) are less degraded in comparison with maximum permeability (μ_m), especially for high- μ permalloy.
- (2) AC magnetic properties, especially, specific permeability (μ_a) are degraded nearly in the same way as DC ones in low frequency range and less degraded at higher frequency (degradation ratio $\Delta\mu_a/\mu_a < 0.1$, 100kHz).
- (3) As for DC magnetic properties, magnetic induction (B) tends to be more restored than maximum permeability (μ_m) by ferromagnetic paste filling to slit, although fairly plot-scattered.
- (4) AC magnetic properties at 60Hz also are enhanced upto restoration ratio $\Delta\mu_a'/\Delta\mu_a \sim 1/2$ roughly by ferromagnetic paste filling to full slit, almost irrespectively of material type and slit width.
- (5) This ferromagnetic paste method is more effective in DC or low frequency range due to the result that $\Delta\mu_a/\mu_a$ is fixed small for semi slit and linearly decreases for full slit with rise of applied frequency.

KEY WORDS

magnetic properties, geometrical defect, ferromagnetic paste, magnetic degradation, magnetic restoration

1 緒 言

ソフト磁性材料は電子機器類を中心に家電、自動車等の各種分野で使用され、最近では過酷な環境条件下で利用される場合も多くなっている。例えば各種電磁弁や駆動系のヨーク類、センサー類などではDC/AC磁気特性以外に耐磨耗性や耐腐食性が磁性材料の選定要因¹⁾となりうる。ところで、通常ソフト磁性材料と称されるFe-Si, Fe-Cr, Fe-Niなどを基本組成とした磁性合金は構造敏感²⁾で、材料欠陥や応力歪み等の外的要因により本来の磁気特性が損なわれやすい。

そこで、代表的なソフト磁性合金を対象に材料欠陥を人為的に入れ、材料欠陥(疵)に伴うDC/AC磁気特性の劣化を定量的に評価するとともに、その欠陥箇所に同材質の強磁性粉

末ペーストを充填・修復することにより、本来の磁気特性がどの程度回復可能か、基本的モデルについて検討することとした。

2 試料および実験方法

電気炉溶解し、低炭素化して得たインゴットを鍛造・圧延することにより4種類の棒材: 電磁純鉄(A), 電磁ステンレス鋼(B, C), PCバーマロイ合金(D)を製造した。

Table 1に棒材の化学成分を示す。この内、電磁ステンレス鋼はFe-13Crを主成分とする³⁾が、Cは基本鋼種BのAlを1%に増量し、電気抵抗の増大による交流・実効透磁率を改良⁴⁾し、可動部分に適用したものである。

これら棒材より一般的で反磁界²⁾のない巻鉄芯³⁾を想定した環状試験片(45φ×33φ×5mm)を切り出し、真空加熱炉中、A～C試料は1173K、D試料は1373Kで60min徐冷の磁気焼鈍⁴⁾を施した。続いてワイヤーカットにより環状試験片の一部に0.3, 0.6, 1mm幅⁵⁾並びに0.3(mm幅:以後省略)/2, 4, 6mm深さ(6mmは貫通孔)の空隙を入れた。

Fig.1にこれら疵モデルの形状と寸法を明示した。直流(AD)磁気測定はB-Hカーブ・トレーサー(理研電子製)を使用し、最大印加磁界はもとの磁化曲線が十分飽和するA～C試料で2000A/m(250e), 高透磁率系³⁾のD試料で800A/m(100e)に設定した。また交流(AC)磁気測定はB-Hアナライザー(岩崎通信製)を使用し、最大印加磁界は240A/m⁷⁾(30e)とし、60Hz～100kHzの周波数領域で測定した。以上の測定結果から、空隙による磁気特性Xの変化(劣化率= $\Delta X/X$)を算出した。

次にA, B(C), D試料とほぼ同じ3種類の噴霧粉末(Table 2)に塩ビ酢ビ共重合樹脂(ソルバインA: 日信化学工業製)2wt%と溶剤を混入して強磁性ペーストを調整し、欠損箇所に圧入・乾燥し、もとの環状試験片の形にした。これら4種類のA～D補修試料について、前記と同じ手段で直流・交流磁気測定を行い、磁気特性の回復率($=\Delta X'/\Delta X$, =1で100%回復)を算出した。この際使用した強磁性粉末は水噴霧法⁸⁾により製造され

た合金粉末を350メッシュ(～40μm)以下に篩分けたもので、粉末粒形は走査型電子顕微鏡により観察した。ただし、純鉄粉はヘガネス社製のABC100・30を使用した。

3 実験結果および考察

3.1 材料欠陥の影響

Fig.2にフェライト系ステンレス鋼のC試料と、それに0.3/

Table 2 Chemical compositions of Powders.

Type	wt%							
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
A	0.001	0.01	0.05	0.003	0.003	0.02	0.01	0.01
B(C)	0.013	0.80	0.18	0.021	0.005	0.09	12.35	—
D	0.002	0.97	0.01	0.001	0.002	79.62	—	4.20

A: Haganas ABC100.30

Table 1 Chemical compositions of specimens.

Type	wt. %									
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Al	
A	0.002	0.10	0.16	0.008	0.001	0.03	0.04	0.01	0.01	
B	0.013	0.84	0.28	0.020	0.014	0.11	13.05	0.02	0.25	
C	0.006	0.06	0.12	0.021	0.001	0.07	12.90	0.01	1.04	
D	0.010	0.10	0.57	0.004	0.001	77.97	0.05	4.33	0.01

Fig.1 Illustration of geometrical defect model.

Fig.2 Example of DC B-H curves (C-type).

4, 6mm 深さの空隙を入れた場合の直流磁界中での B-H 曲線の測定例を示す。もとの試料の B-H 曲線に比べ、空隙を入れるとヒステリシス曲線が撫肩になり、曲線の立上がりが遅く、磁束密度 B が飽和しにくくなる傾向が見られる。さらに 0.3mm 幅の貫通孔に至っては、エアーギャップにおける磁気抵抗⁹⁾が急増し、B/H がほぼ一定の常磁性的な挙動をとる。そこで A~D 試料の直流→交流磁気特性と空隙パラメーター(幅, 深さ)との関係について検討した。

Fig.3, 4 に A~D 試料のもとの磁束密度 B, 最大透磁率 μ_m に対し、空隙を入れたときの特性の劣化率 $\Delta B/B$, $\Delta\mu_m/\mu_m$ と空隙パラメーターとの関係を示す。ただし、以後磁束密度 B は A~C 試料で 2000A/m, D 試料で 800A/m の印加磁界における読取り値とした。各試料とも、磁束密度 B は空隙の幅が広がるにつれ漸減し、1mm 幅で $\Delta B/B \sim 1/2$ 近くまで劣化するが、Fig.3 の下図(0.3mm 幅)から $\Delta B/B$ と深さとの関係は直線的で、比較的变化は小さいことが分かる。他方、Fig.4 の最大透磁率 μ_m は空隙の幅、深さに対し敏感に変化し、貫通孔の場合、0.3mm 幅で既に $\Delta\mu_m/\mu_m$ は 0.8 以上に達する。また Fig.4 の下図から、前記磁束密度 B とは異なり、 $\Delta\mu_m/\mu_m$ は深さに対し上にやや彎曲した曲線となり、特に高透磁率材料として知られる¹⁾ D 試料での特性劣化が目立つ。なお保磁力 H_c に関して

は、Fig.1 から予測される反磁界の影響²⁾で見掛け上 $\Delta H_c/H_c < 1$ となるが、数値化は意味がないため検討対象から外し、最大/比透磁率(後出)で代表させた。

Fig.5 に Fig.2 と同じ C 試料と、それに 0.3/4, 6mm 深さの空隙を入れた場合の交流磁界中での B-H 曲線の測定例を示す。ここで B-H 曲線、つまり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 が低下しているものの、0→4mm 深さでは変化は小さい。しかし 0.3mm の貫通孔になると、ヒステリシスループの変化が目立つ(縦軸の単位が異なる)。

Fig.6 に A~D 試料のもとの振幅比透磁率 $\mu_a (=B_m/H_m \cdot \mu_0$: 以後比透磁率と略称)に対し、空隙を入れたときの 60Hz 交流磁界中での特性の劣化率 $\Delta\mu_a/\mu_a$ と空隙パラメーターとの関係を示す。この際、交流磁気特性は Fig.4 で劣化率が大きく、かつ B_m と比例関係⁷⁾にある比透磁率で代表させた。前記直流磁気特性(μ_m)と比べ劣化率レベルは低いが、各試料とも空隙が貫通した、つまり Fig.6 の上図でいえば 0.3mm 幅となった時点で比透磁率 μ_a はもとの試料の 1/2 以下に急減している。しかし、Fig.6 の下図の深さによる変化からも、空隙が試料を貫通(右端)しない限り比透磁率 μ_a の劣化程度は小さいことが分かる。

Fig.3 Effect of slit geometry on magnetic induction (B).

Fig.4 Effect of slit geometry on maximum permeability (μ_m).

以上の結果より、直流/交流磁界中での磁気特性は材質・空隙間の相互作用が異なり、周波数依存性が大きいことが想定される。

そこで Fig.7 に A~D 試料に空隙を入れたときの比透磁率 μ_a の劣化率 $\Delta\mu_a/\mu_a$ と測定周波数との関係をまとめた。いずれの試料の比透磁率 μ_a も空隙が試料を貫通した状態では 60Hz → 100kHz と周波数が増加するにつれ劣化率 $\Delta\mu_a/\mu_a$ は漸減し、100kHz では 0.1 以下となる。他方、空隙が試料を貫通しない限り、深さ (0.3mm 幅) による比透磁率 μ_a の劣化は周波数帯によらず全般的に小さい。ただ D 試料では若干 $\Delta\mu_a/\mu_a$ の周波数依存性が見られるが、これは高透磁率材料であり、構造敏感な μ_a の材質的な特徴が残ったものと推定される。

3.2 修復効果

これら材料欠陥による磁気特性の劣化を回復する 1 つの方法として、その欠陥箇所をほぼ同材質の強磁性粉末 (粒径 ≤

40 μ m, Fig.8) で修復することを試みた。この際、水噴霧粉末は粒径が小さいほど球状化傾向が強く⁹⁾、その分強磁性粉末の空隙への充填性⁹⁾ がよいと推定される。

Fig.9, 10 は A~D 試料の磁束密度 B, 最大透磁率 μ_m の修復による回復率 $\Delta B'/\Delta B$, $\Delta\mu_m'/\Delta\mu_m$ と空隙パラメータとの関係を示す。ここで $\Delta B'$, $\Delta\mu_m'$ はもとの試料に対する修復時の特性変化分であり、また便宜上、横軸の左端を $\Delta B'/\Delta B$, $\Delta\mu_m'/\Delta\mu_m=0$ として原点にとって表した。各試料とも磁束密度 B は空隙の幅が広いほど、また深いほど回復率 $\Delta B'/\Delta B$ にやや増加の傾向が見られるものの、測定値のばらつきが大きい。この $\Delta B'/\Delta B$ のばらつきは、粉末ペーストの充填不均一にもよるが、対応する Fig.3 で劣化率 $\Delta B/B$ の値自体が小さいことに起因すると考えられる。いずれにしても、回復率 $\Delta B'/\Delta B$ は、Fig.3 で劣化率 $\Delta B/B$ の大きい 0.6, 1mm 幅の貫通孔に限れば 0.4 以上が得られている。他方、Fig.10 の最大透磁率 μ_m の $\Delta B'/\Delta B$ は A~C 試料 (貫通孔) で 0.3 止り、D 試料では 0.1 と読取れる。これは空隙に充填された強磁性粉末の磁氣的接触が乏しく、孤立した粒子のように振舞うため、直流磁界中では個々の粒子は透磁率 (μ_m)、従って磁束密度 B を減ずる強い反磁界をもつ¹⁰⁾ ためと考えられる。実際、高透磁率材料の D 試料では空隙パ

Fig.5 Example of AC B-H curves (C-type).

Fig.6 Effect of slit geometry on specific permeability (μ_a) at 60Hz magnetic field.

ラメーターによらず、ほとんど回復傾向を示していない。

Fig.11にA~D試料の60Hzにおける比透磁率 μ_a の修復による回復率 $\Delta\mu_a/\Delta\mu_a$ と空隙パラメーターとの関係を示す(表示法はFig.10に同じ)。各試料とも60Hzでの比透磁率 μ_a は貫通した空隙を修復した状態では、回復率は $\Delta\mu_a/\Delta\mu_a \sim 1/2$ とほぼ一定で幅に依存しない。なお、下図の空隙の深さによる回復率が小さいのは、もとのFig.6の劣化率 $\Delta\mu_a/\mu_a$ の影響を受け

ているものと解される。

以上、強磁性粉末ペーストによる空隙の修復効果はあまり材質の影響を受けず、直流磁界中では磁束密度Bで、また60Hzの交流磁界中では比透磁率 μ_a で回復率にして1/2程度が見込める。しかしFig.7から明らかなように、60Hz→100kHzと高周波数域に入るほど空隙による劣化率は小さくなるため、前記修復効果も相対的に小さく、粉末ペースト充填の必要性も減すると判断される。

4 結 言

4種類のソフト磁性合金を対象とした基本モデルにより、材料欠陥(疵)に伴う直流/交流磁気特性の劣化状況を調べ、さらに欠陥箇所に強磁性粉末ペーストを充填・修復した場合の磁気特性(B, μ_m , μ_a)の回復状況について追究した。

基本的モデルの空隙による特性劣化は、直流磁界中では磁束密度(B)に比べ構造敏感な最大透磁率(μ_m)が大きく、特に高透磁率材料での特性劣化が大きい。交流磁界中でも比透磁率($\mu_a \propto$ 最大磁束密度 B_m)は同様の劣化傾向を示すが、高周波数域になるほど劣化率は小さく、100kHzでは0.1以下となる。また強磁性粉末ペーストによる磁気特性の欠損箇所の修復効果は、直流を含む低周波数側では回復率にして1/2程度見込め、かつもとの劣化率自体も大きいため、この修復方法は

Fig.7 Change of specific permeability (μ_a) with frequency of applied field.

A-type
Atomized/reduced powder

B(C, D)-type
Atomized powder

50 μm

Fig.8 SEM-images of ferromagnetic powders ($\leq 40\mu m$).

Fig.9 Effect of paste filling to slit on magnetic induction (B).

Fig.11 Effect of paste filling to slit on specific permeability (μ_a) at 60Hz magnetic field. Fig.10 Effect of paste filling to slit on maximum permeability (μ_m).

Fig.12 Example of extraneous defect of P/M parts.

より有効であると判断される。この種の材料欠陥は通常、粉末冶金や射出成形品にも見られる(例, Fig.12)が、エアーギャップという観点から、本研究では粉末焼結体中の残留気孔と材料欠陥との交絡作用を避けるため、敢えて環状試験片に溶製材を使用した。さらに粉末焼結体に内在する残留気孔を考慮に入れた材料欠陥の、磁気特性の劣化現象への影響についても調査が必要と思われる。

最後に本研究を進めるにあたりご協力を頂いた大同工業大学尾畑智光氏並びに大同特殊鋼(株)技術開発研究所の関係者の方々に深く謝意を表する。

文 献

- 1) 加藤哲男: 技術者のための磁気・磁性材料, 日刊工業新聞社, (1991)193.
- 2) 近角総信ほか: 磁性体ハンドブック, 朝倉書院, (1975)129, 879.
- 3) 加藤哲男, 関尾 勲, 草加勝司: "快削性電磁ステンレス", 電気製鋼, 41(1970)127-132.
- 4) 斎藤章彦, 矢萩慎一郎: "Fe-Cr-Al系電磁ステンレス鋼の特性について", 電気製鋼, 61(1990)183-192.
- 5) 大貫繁雄, 安達三郎: 電気磁気学, 森北出版, (1988)118.
- 6) 本蔵義信, 藤井秀樹: "軟磁性ステンレス鋼のパルス応答性に及ぼすCrおよびAl量の影響", 鉄と鋼, 77(1991)840-847.
- 7) 草加勝司, 鈴木智也, 近藤鉄也: "フェライト系ステンレス鋼の交流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.
- 8) 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.
- 9) H.H.Hausner: "Friction Conditions in a Mass of Metal Powder", Int. J. Powder Met., 3(1967)7-13.
- 10) P.Ruuskanen and O.Heczko: "Mechanical Alloyed Fe-B, Fe-Si and Fe-B-Si Powders", Key Eng. Mater., 81(1993)159-168.