粉末冶金法による Fe-Si 合金の磁気特性について*

前川原 英 明**・川 瀬 豊***
中 村 豊太郎****・江 島 一 之****

Magnetic Properties of Fe-Si Alloy by Powder Metallurgy

Hideaki MAEKAWARA, Yutaka KAWASE
Toyotaro NAKAMURA, Kazuyuki EJIMA

1. 緒 言

Fe に Si を添加した合金は、純 Fe に比べ、保磁力が小さく、また電気抵抗が大きいことから鉄損が少なく、軟磁性材料として優れていることは知られている。また合金中の Si の比率が多くなるに従い、軟磁性材としての特性は向上するが、硬くかつ脆くなり、加工性が悪化するため、複雑形状部品を製造する際、加工技術上・コスト上で問題がある。そこで量産性があり、後加工が少ないという特徴のある粉末冶金法による焼結 Fe-Si 軟磁性材料の検討を行った。

焼結 Fe-Si 合金を得る場合、Fe-Si 母合金粉と Fe 粉を出発原料とする方法¹⁾ (以下、母合金法と称す。)と Si 粉と Fe 粉を出発原料とする方法 (以下、金属珪素法と称す。)がある。母合金法で、例えば Fe-17%Si 合金を使用した場合、Fe-3%Si 焼結合金を得るためには、高価な合金粉を18%程度も配合する必要がある。このことから相対的に安い Si 粉を使用し、実験を行うことにした。

本報では、金属珪素法で Si 濃度を 0~5%変化させて得られた、Fe-Si 焼結体の磁気特性について報告する。

2. 実 験 方 法

2-1 試料の作製

本実験で使用した原料粉は、-350メッシュの Si 粉と -100メッシュのアトマイズ Fe 粉で、これらの粉末の SEM 写真を Fig.1 に示す。また試料の作製フローを

* 昭和63年11月16日本会第81回例会において発表
本報の内容の一部を昭和63年資源・素材学会秋季大会において発表

** 東邦亜鉛鋅技術研究所

*** 〃 開発部

**** 〃 粉末冶金事業部

昭和63年10月7日受理

Fig. 1 原料粉の SEM 写真

- (a) Si 粉
(b) アトマイズ Fe 粉

Fig.2 に示す。

原料粉の混合は、Si の比率が0, 1, 2, 3, 4, 5%となるように行い、さらに潤滑剤を加えてよく混合した。成形は 6.5 t/cm² の圧力で行い、形状は磁気特性測定用として、外径 45 mm・内径 33 mm・高さ 3 mm のリング、

Fig. 2 試料作製フロー

また体積抵抗率測定用として幅 10 mm・長さ 75 mm・高さ 5 mm の角形のものを作製した。得られた成形体の脱ろうは、予備焼結を兼ねて、アンモニア分解ガス雰囲気中で $850^{\circ}\text{C} \cdot 60$ 分加熱して行った。次に $10^{-1} \sim 10^{-2}$ mmHg の真空中で $1300^{\circ}\text{C} \cdot 60$ 分焼成し、本実験の試料とした。

比較材として、電解鉄(商品名「マイロン」東邦亜鉛)と Si 塊を加熱溶解して作った、Fe-3%Si 合金塊から切り出したもの(以下、溶製材と称す。)を用いた。

2-2 測定方法

直流の磁気特性は B-H トレーサーを用い、残留磁束密度 B_r , 10^5 Oe における磁束密度 B_{10} , 保磁力 H_c を求めた。

鉄損は、JIS C 6442 (カット・コアの鉄損測定法)に準拠し測定した。

体積抵抗率の測定は、4 端子法で行った。

焼結体の密度は、JIS Z 2505 (焼結密度の測定法)に準拠し、水中法によって測定した。

3. 実験結果

得られた焼結体の Si が 3% のものを切断し、その断面を EPMA で観察し、Si の拡散状態を調べた結果を Fig. 3 に示す。面分析では Si が全体に均一に分布しており、また線分析の結果も、空孔の部分で若干の乱れがあるが、均一な拡散状態を示している。

このことから、密度差の大きい Si 粉とアトマイズ Fe 粉を原料とした圧粉体を、真空中・ $1300^{\circ}\text{C} \cdot 60$ 分焼結することにより、Si が均一に拡散した焼結合金が得られることが確認された。

3-1 焼結体の密度

一般に、焼結部品は密度の高いものが好まれる。特に軟磁性材料では、磁気特性は密度に影響され、焼結体の密度が高い程、良い特性が得られる。

(注1) 零と区別するためアルファベットの O を $\bar{O}$ と表現する。

Fig. 3 Si の拡散状態

- (a) 面分析
(b) 線分析

そこで本焼結体の密度測定を行い、Fig. 4 に示されるような結果を得た。

Si を 2~5% 添加したものは、圧粉体密度が $6.8 \sim 6.0 \text{ g/cm}^3$ にもかかわらず、焼結体密度は 7.3 g/cm^3 以上となり、Si が 2% の場合が最も高く、更に Si 量が多くなるとわずかではあるが減少する。Si が 0% (純 Fe) 及び 1% では 7 g/cm^3 程度で、圧粉体と同様の密度であった。

Fig. 4 真空中・ $1300^{\circ}\text{C} \cdot 60$ 分焼成した場合の焼結体の密度に及ぼす Si 濃度の影響

一方、相対密度は、Si の添加量が多くなるに従い、高くなった。Si が 2% 以上の焼結体では、その相対密度が 95% 以上となり、本実験の焼結条件で、高い密度を有する焼結体が得られた。

3-2 直流磁気特性

軟磁性材料の直流磁気特性として透磁率の高いもの、即ち、保磁力が小さく、残留磁束密度及び飽和磁束密度が大きいものが望まれている。そこで本焼結体の直流磁気特性を測定し、Si 濃度と保磁力 H_c 、残留磁束密度 B_r 及び 10 Oe における磁束密度 B_{10} の関係を Fig. 5 に示す。

H_c は Si の濃度が高くなるに従い小さな値となり、Si を添加した効果が現われている。Si 2% 以上では、減少率が小さくなるが、ほぼ直線的に下り、5% Si 焼結体では 0.7 Oe に達している。

B_r 及び B_{10} は類似した傾向を示し、Si が 2% のところで急激に上昇し、更に Si が多くなると下ってくる。純 Fe 及び 1% Si では、 B_r 、 B_{10} とも比較的低く、これは焼結体密度が、Si が 2% 以上のものに比べて低いことが影響していると考えられる。

以上のことから、2% 以上の Si を添加することにより、軟磁性材としての直流磁気特性が大幅に改善されることがわかった。

3-3 交流磁気特性及び体積抵抗率

交流磁界中で磁心材として使用する場合、鉄損が問題

Fig. 5 Si 濃度と保磁力 H_c 、残留磁束密度 B_r 及び 10 Oe における磁束密度 B_{10} の関係

Fig. 6 焼結体における Si 濃度と体積抵抗率の関係

となる。鉄損は渦電流損失、ヒステリシス損失及び残留損失の和で表わされ、特に、金属磁心材の場合、渦電流による損失が問題となる。渦電流による電力損失 W_{ef} は、次式で表わされる²⁾。

$$W_{ef} = K \cdot \frac{B^2 \cdot f^2}{\rho}$$

Fig. 7 純 Fe 焼結体、Fe-3%Si 焼結体及び溶製材の鉄損

Fig. 8 純 Fe 焼結体及び溶製材に対する Fe-3%Si 焼結体の鉄損比

ここで p : 電気抵抗, B : 磁束密度, f : 周波数, K : 定数である。この式より, 電気抵抗が大きくなるとそれに反比例し, 渦電流損は減少する。

本焼結体の体積抵抗率の測定結果を Fig. 6 に示す。体積抵抗率は Si 量の増加とともに直線的に上昇しており, Si の添加により渦電流損を小さくすることができる。

次に純 Fe 焼結体, Fe-3%Si 焼結体及び Fe-3%Si 溶製材の鉄損の測定結果を Fig. 7 に示す。各材料とも磁束密度が増加するとともに鉄損は増大しているが, 3%Si 焼結体は純 Fe 焼結体よりは小さく, 溶製材よりは大きな値である。この三つの材料を比較するため, 純 Fe 焼結体及び溶製材の鉄損に対する, 3% Si 焼結体の鉄損の比をとると Fig. 8 に示すようになる。純 Fe 焼結体に対しては, 50 Hz・10 kG で約30%の鉄損で Si 添加の効

果が現われている。一方溶製材との比較では, 磁束密度が増加するに従い溶製材に近づき, 50 Hz・10 kG のとき115%, また周波数の高い 500 Hz・10 kG の場合107%となった。

4. ま と め

Si 粉とアトマイズ Fe 粉を原料とし, 粉末冶金法により得られた Fe-Si 焼結体から, 次のことが明らかとなった。

- (1) 密度差の大きな粉末の混合であるが, 真空中・1300℃・60分焼結することにより, 焼結体に Si を均一に拡散させることができた。また Si を2%以上添加した焼結体の相対密度は95%以上となった。
- (2) 直流磁気特性は, Si の添加が有効で, 特に2%以上添加することにより大幅に改善された。
- (3) Fe-Si 焼結体の体積抵抗率は, Si の濃度に比例し直線的に増加した。
- (4) Fe-3%Si 焼結体の鉄損は, 3%Si 溶製材と比較し, 50 Hz・10 kG のとき115%で大きい, 純 Fe 焼結体と比較し, 50 Hz・10 kG のとき約30%で, 交流磁気特性も大幅に改善された。

以上のことから, Si 粉とアトマイズ Fe 粉を出発原料とした Fe-Si 焼結体は, 良好な軟磁性材料である。また粉末冶金法を用いることから, 経済的有利性があり, 容易に複雑形状部品を製造することができるため, 応用分野の拡大が期待される。

参 考 文 献

- 1) 酒井武明, 佐藤武彦, 辺見善三: 日本金属学会誌第52巻 第4号(1988) p. 434
- 2) 金子秀夫, 本間基文: 「磁性材料」日本金属学会(昭和60)p. 119