

鉄粉の焼結による軟質磁性材料の研究

Soft Magnetic Materials Consisting of Sintered Iron

竹内久祐* 戸田忠俊* 森岡 健**
Hisasuke Takeuchi Tadatoshi Toda Takeshi Morioka

内 容 梗 概

鉄粉を圧縮成形したのち水素気中で焼結する工程によって小形機器の磁性体を製造する方法を研究し良好な結果をうることができた。この粉末冶金法が、鍛造品あるいは鋳造品に替わって各種磁性材料および機械部品への応用を次第に開拓する機運にあるので、鉄系焼結材料の基礎的性質ならびに実用試験結果の一端をここに紹介する。

1. 結 言

欧米では、小物の機械部品を多量製造する際、原価低減の見地から粉末冶金法を採用する場合が珍しくなく、これと呼応して各種用途別に調合された原料鉄粉が次第に安価かつ安定した品質で供給されている。近年わが国において鉄系で焼結法に切替える対象となったものは、おもに構造用部品であるが、磁性材料もまた着目され、焼結磁石のごときは鋳造品に対抗してすでに相当進出している。次に直流機のポールコア、そのほか直流用鉄心などの軟質磁性材料も圧延材を機械加工するかわりに、鉄粉を最終形状に成形し焼結する方法が可能であるが、これについては一、二の外国文献⁽¹⁾⁽²⁾に紹介記事をみる程度である。よって筆者らは小形直流発電機に用いるポールコアを試作し、好成績を得たので、以下に特性の概略を報告する。

2. 焼結鉄の磁氣的性質

2.1 原 料

わが国で容易に入手しうる工業鉄粉としては下記のようなものがある。

- (a) ヘガネス鉄粉 鉄鉱石を直接還元してえられる海綿鉄を粉砕したもので、スウェーデンの Höganäs 社が製造している。
- (b) RZ鉄粉 ドイツの Mannesmann の方法で、熔銑を噴霧して球状粒子を作りこれを再加熱し脱炭させたものである。
- (c) 電解鉄粉 電解により鉄を粉末状に折出させたもので、スウェーデンの Husquvarna そのほかのメーカーがある。
- (d) 搗碎粉 軟鉄を機械的に粉砕したもの。

このうち価格の安い(a)(b)と、比較の意味で純度のよい電解鉄搗碎粉末とを実験に使用した。第1表は供試粉末の化学組成、フルイ分析値、見掛密度を示す。第1図は粉末の顕微鏡写真である。

2.2 試験片の作成

ポールコアは機械的強度をさほど問題にしないが、軟質磁性材料としての磁化特性はきわめて重要である。これには焼結体に残存する空孔の量が大いに影響するに違いないが、一方原料^{(3)~(6)}の純度とか空孔の形⁽⁷⁾⁽⁸⁾などによっても磁性が変化するということがすで

に論じられている。また一般の圧延材においても熱処理法や結晶粒度により磁気特性が変わるということが常識であるから、焼結鉄の場合に組成や密度が同一であっても、圧縮圧力、焼結の温度およびふんい気などの製造条件の差異によって磁性が異なるということも予想されよう。

しかし本報告では工業的な焼結炉を使用することを前提とし、前記3種類の原料について、次に示す一定の製造条件で作成した焼結体の特性を比較するにとどめる。

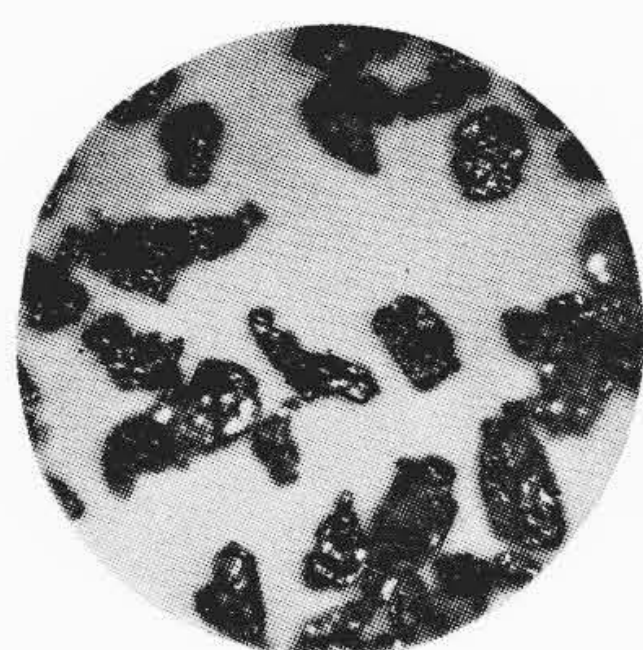
- (a) 成形 磁気測定用試料は $50\phi \times 36\phi \times 8\text{ mm}$ のリング状に、引張試験用試料は M. P. A. 規格⁽⁹⁾に準じた、標点距離 25 mm, 平行部の幅 5.7 mm, 厚さ 4 ~ 5 mm の試験片形状に、それぞれ 3 ~ 6 t/cm² の圧力で成形した。鉄粉に特に潤滑剤を加えなかったが、電解鉄は搗碎したままでは硬化していて成形しにくいので、いったん 650°C で1時間水素焼鈍してから圧縮した。
- (b) 予備焼結 水素気流中で 1,000°C × 1 時間加熱した。
- (c) 再圧縮 予備焼結したものをふたたび金形に入れ 6 t/cm² で加圧した。後述の製品を扱う場合は、再圧縮の操作により所定の形状寸法を作りだすのでこれをコイニングとも呼ぶ。
- (d) 本焼結 モリブデン抵抗炉により水素気中で 1,200°C × 1 時間焼結し徐冷した。水素は純度 99.96% 以上、D. P. -10°C 程度に精製した電解水素である。

以上のような2段の加圧を行わずに、成形後1度焼結（たとえば 1,200°C で）しただけだと密度が 70 ~ 80% ぐらいにとどまり磁性の点で不満足なことが多い。また上記の工業鉄粉では、1,000 ~ 1,200°C の加熱によってごくわずかだけ収縮し、密度の上昇は加圧のときだけに起るような粒度をもっているのである。したがって再加圧によって密度を 80 ~ 90%, さらに焼鈍後3回目の加圧で 90 ~ 95% というふうに密度を高められるが、その際中間の加熱は必要以上の高温にするには及ばないので、本実験では 1,000°C を選んだ。また寸法と機械的強度を問題にするだけの用途ならば高温焼結後コイニングしたままで使用することが多いが、磁性材料ではコイニングという冷間加工によりひずみを与えた状態は好ましくなく、最後にひずみ除去のための加熱を欠かすことができない。ゆえにその温度を高くして 1,200°C をとってよいわけである。

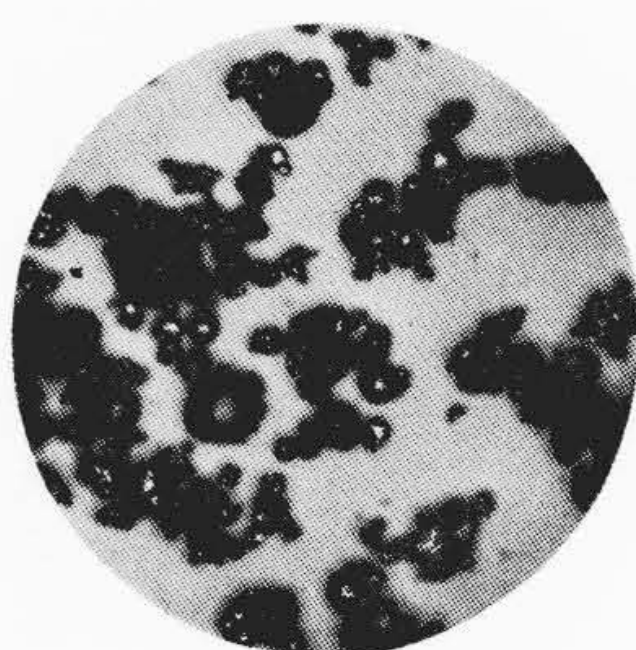
第1表 供試鉄粉の分析値および性質

種 類	化 学 分 析 値 (%)						見 掛 密 度 (g/cc)	流 動 度 (s/50g)	フ ル イ 分 析 値 (重量%)					
	T. C.	Si	Mn	P	S	Cu			+100	100~150	150~200	200~250	250~325	-325 (メッシュ)
ヘガネス鉄粉 MH 100	0.06	0.26	0.03	0.006	0.005	—	2.46	39.5	0	18.9	26.8	13.3	17.3	23.7
マンネスマン鉄粉 RZ 300	0.09	0.04	0.28	0.028	0.069	0.09	2.59	36.6	0.1	40.8	11.7	13.9	14.5	16.6
電 解 鉄 搗 碎 粉	0.01	0.07	0.01	0.010	0.008	—	2.43	—	1.0	0.6	0.5	0.5	25.7	71.7

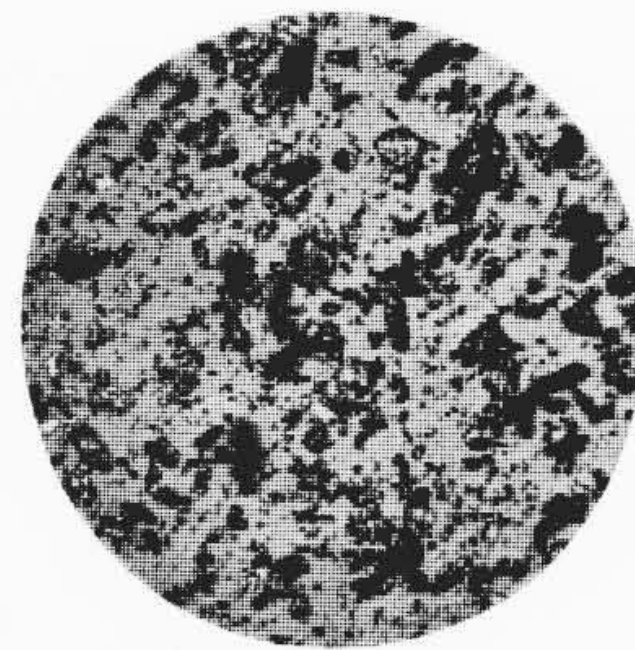
* 日立製作所日立研究所
** 日立製作所多賀工場



(a) ヘガネス鉄粉 MH 100



(b) マンネスマン鉄粉 RZ 300

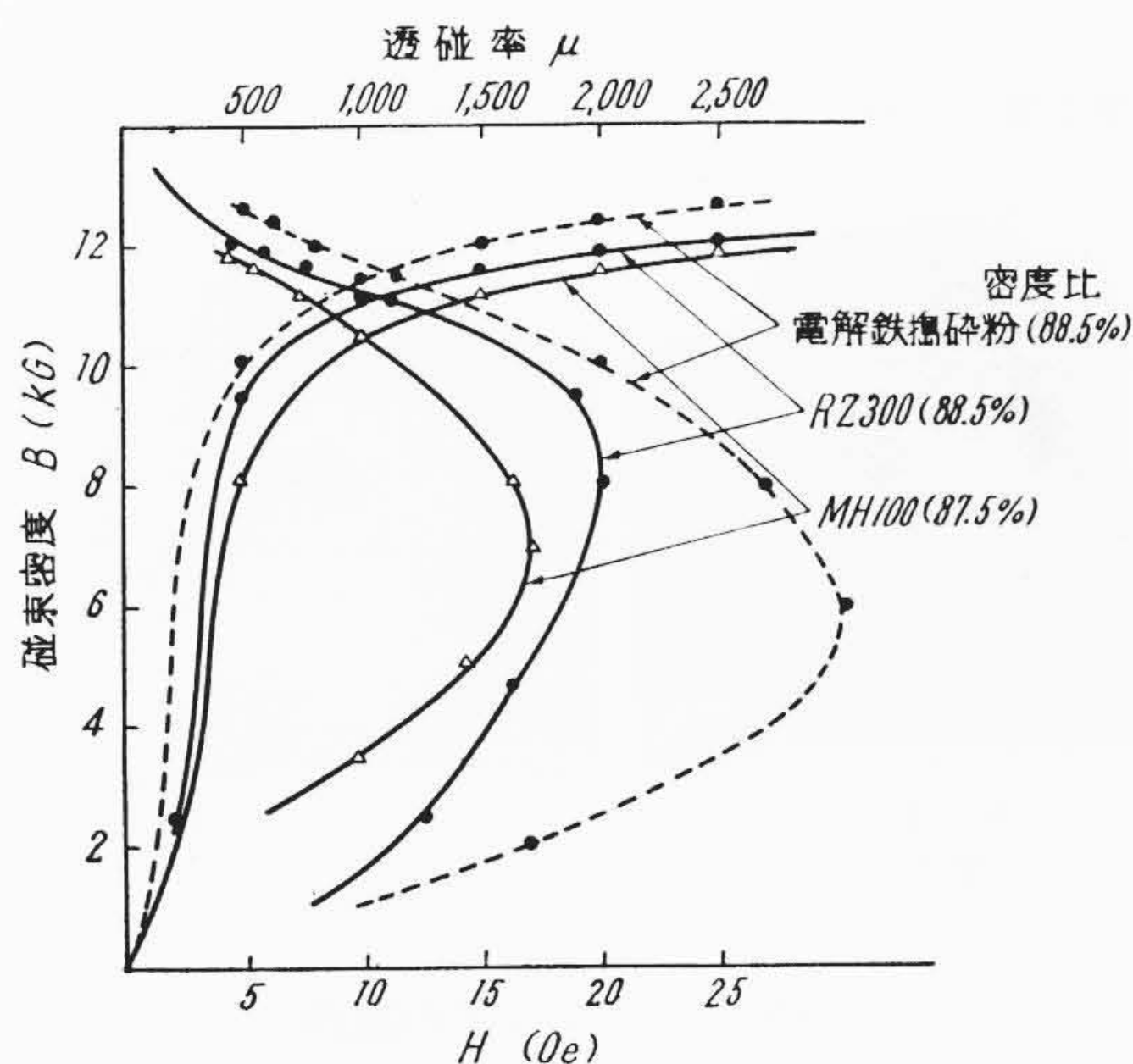


(c) 電解鉄搗砕粉 250 メッシュ

第1図 供試鉄粉の顕微鏡写真 (×100)

第2表 焼結体の磁化特性

原料鉄粉	リング状試料 密度比 (%)	最大透磁率 $\mu_{\max}$	B for $\mu_{\max}$ (G)	H for $\mu_{\max}$ (Oe)
MH 100	87.5	1,680	7,000	4.2
RZ 300	88.5	2,380	7,000	3.0
電解鉄搗砕粉	88.5	2,640	8,000	3.0

(B-H および μ -B の関係)

第2図 鉄粉焼結体の磁化曲線の例

2.3 磁気測定方法および結果

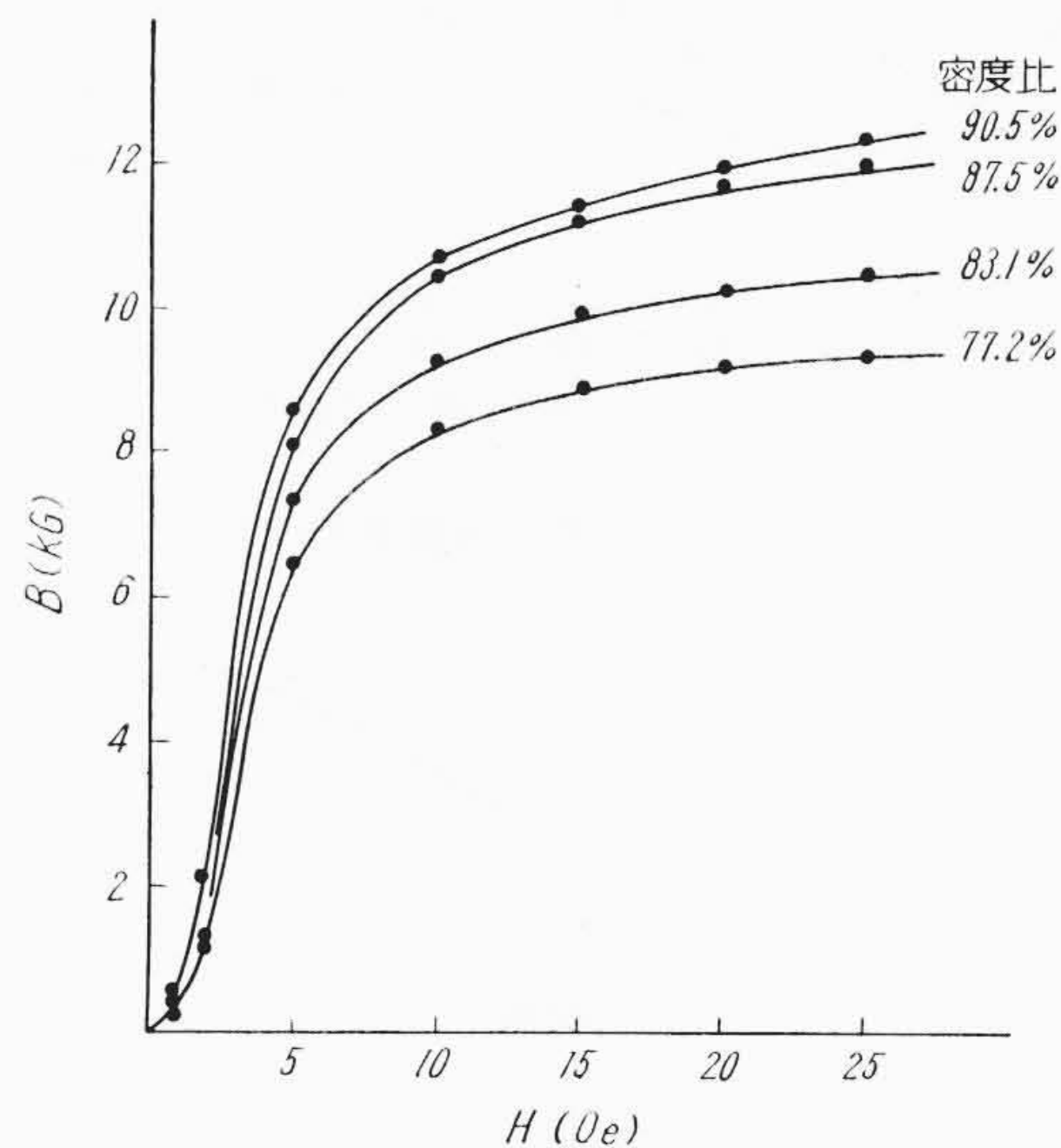
環状焼結体に約100ターンの磁化コイル、約100ターンのサーチコイルを巻き、弾動検流計法により主として25 Oeまでの直流磁化曲線を測定した。

第2図は同一条件で3種類の焼結鉄を作製してその磁化特性を比較したものであるが、各原料粉の圧縮性が異なるため最終密度はヘガネス鉄粉がほかの2者よりもわずかに劣っている。ここで密度比とは、無孔の材料の密度に対する焼結体密度の比を百分率で表わしたもので、すべての焼結試料に対して純鉄の密度 7.85 g/cm^3 を100として計算した。磁束密度は高磁場においてはほぼ密度比に比例した値を示すが、低い磁化力に対しては原料の純度や製造履歴などに由来する差異が現われ、したがって電解鉄粉のような純度の高いものが最大透磁率が大い。第2表はそれらの特性を比較したものである。

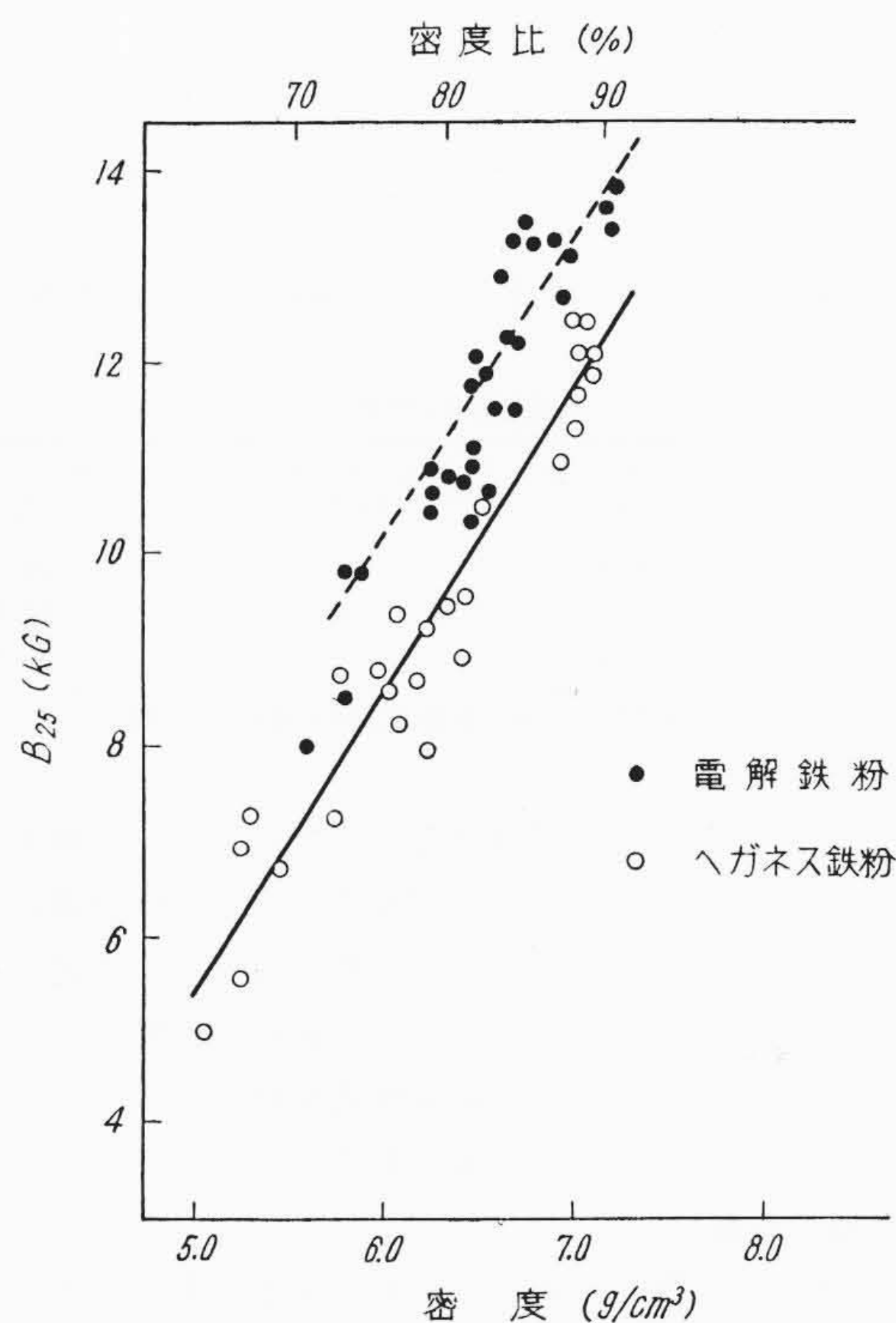
次に同一原料について成形圧力を変えて焼結後の密度を変化させた場合に磁化曲線が種々の形をとるが、その例を示したのが第3図である。焼結製品にいずれの密度を採用すべきかはもちろん個々の設計上の仕様により異なる。

第4図は磁束密度 B_{25} と密度との関係をプロットしたもので、両者の間にかなりよい相関がある。また第5図から知られるように、最大透磁率も密度によって変り、密度比90%をこすと急に増加する傾向がある。

第4図および第5図で同一密度の焼結体を比較すると電解鉄粉の

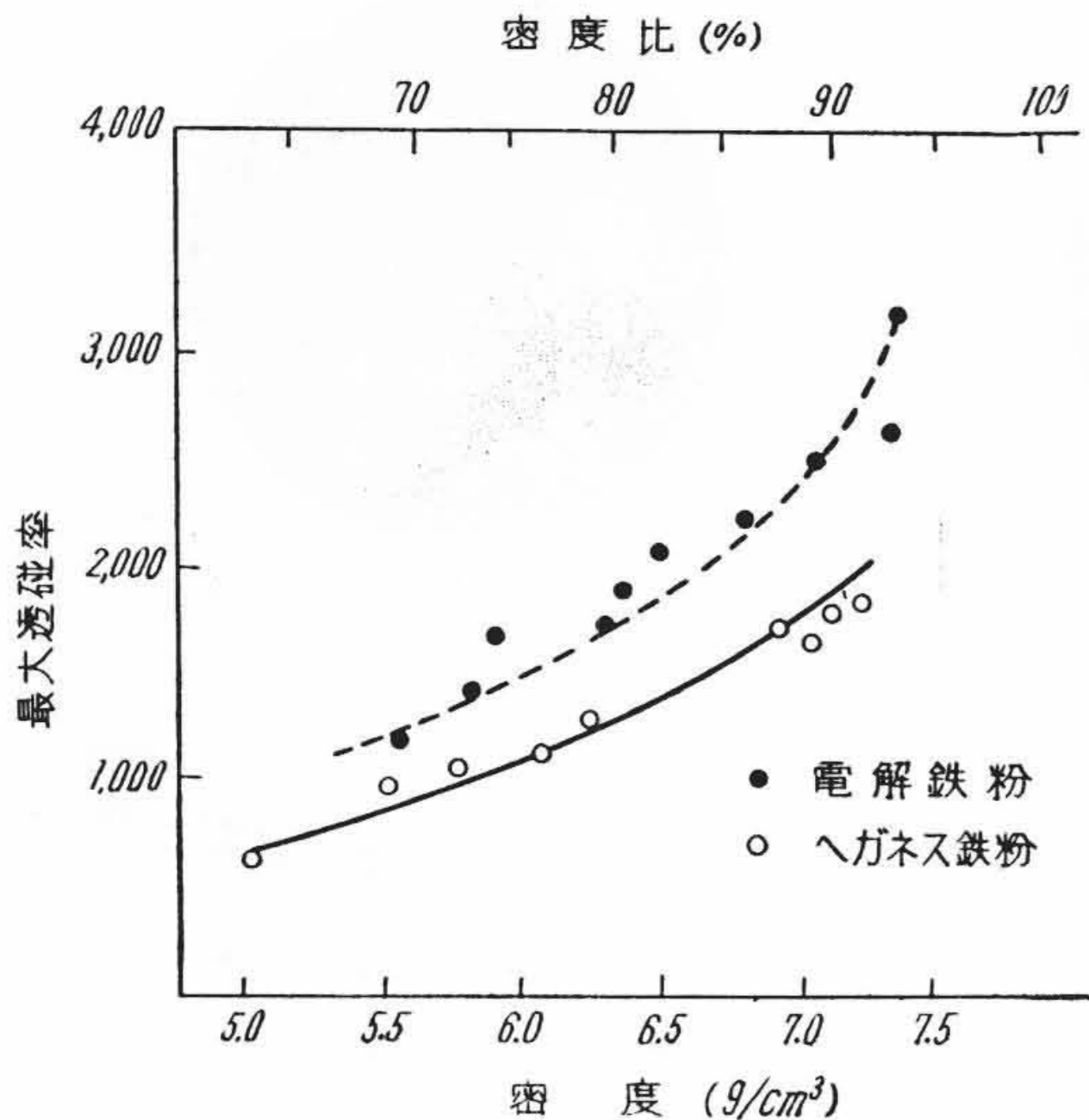


第3図 ヘガネス鉄粉焼結体の磁化曲線の例

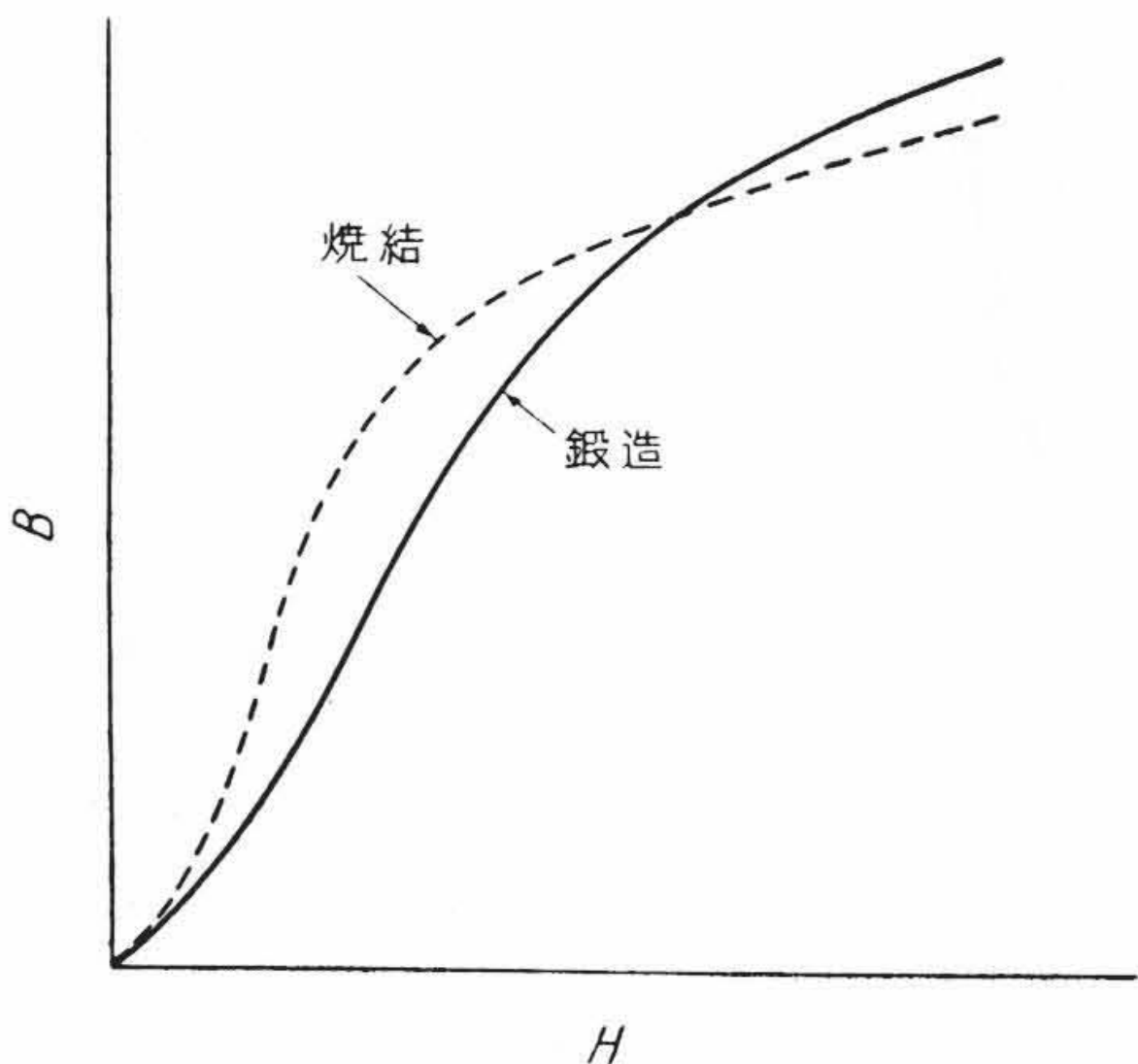
第4図 焼結鉄の密度と B_{25} との関係

ほうが常に磁性がすぐれている。これは還元鉄粉には最初から鉱石質の酸化物が混っており、水素中で焼結後も介在物をもつためと思われる。このことは Jellinghaus 氏らの結果⁽¹⁰⁾ からもうなずかれる。

焼結鉄の磁化曲線と、従来磁性材料に用いられている低炭素鋼のそれとを比較すると第6図のように低磁場においては焼結材がすぐれ、高磁場では熔製鉄のほうがまさっている。この理由を考えるに、同じ組成ならば焼結鉄のほうが空孔がある分だけに全範囲にわたり



第5図 密度と最大透磁率との関係



第6図 鍛造材と焼結材との磁化曲線の傾向の差異

第3表 焼結体の機械的性質

原料鉄粉	密度比 (%)	引張強さ (kg/mm ²)	伸び (%)
MH 100	90.9	22.0	20.7
RZ 300	91.4	22.5	15.8
電解鉄搗砕粉	93.7	23.2	29.7

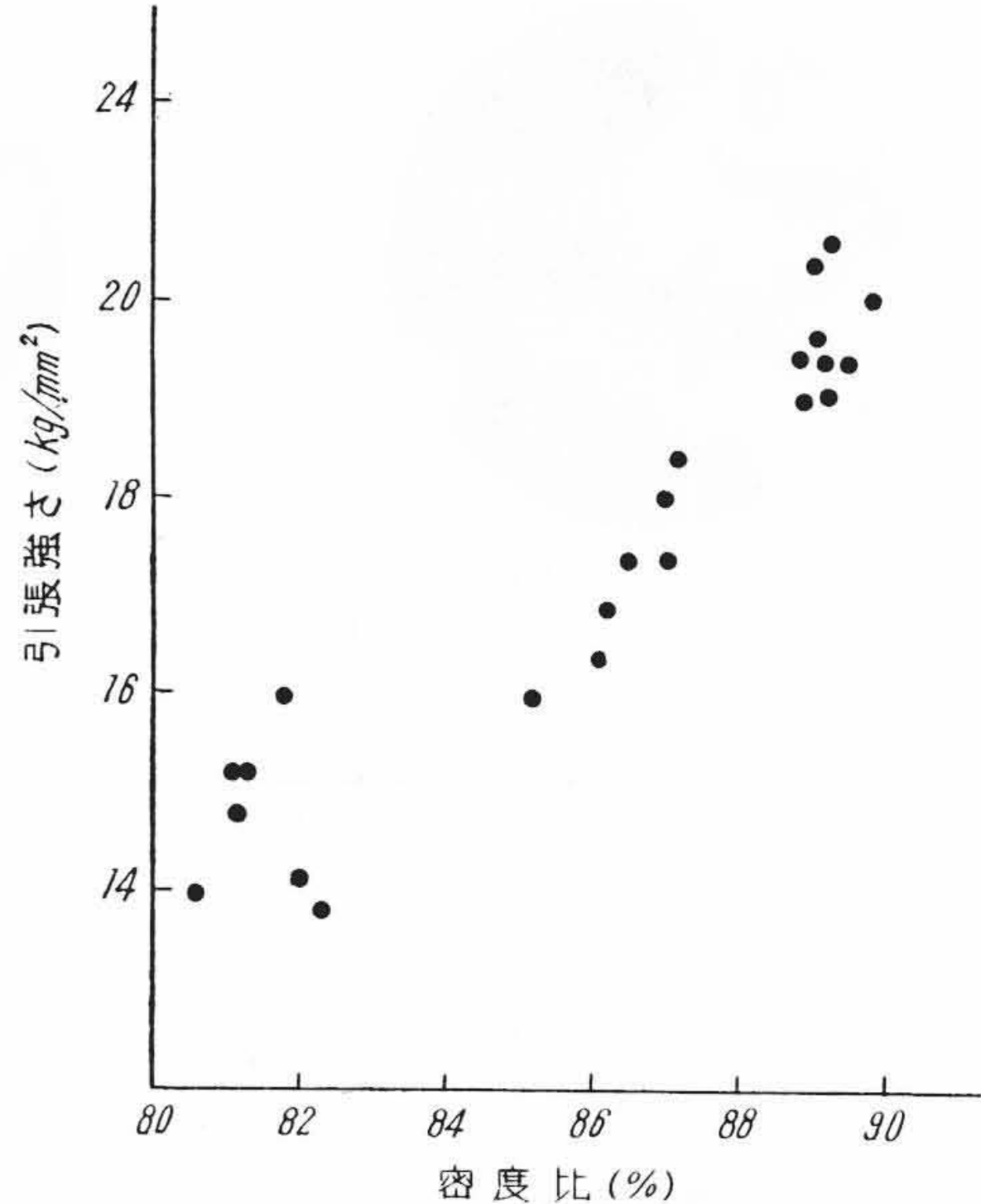
両押成形 1,000°C 予備焼結し、再圧縮後 1,200°C 焼結した状態

比例的に低い値を示しても不思議はないのであるが、加熱を水素中で行ったための純化作用と完全なひずみ除去により低磁場における磁性が改良されたと解釈される。また実際には原料の組成の差異すなわち熔製鉄に含まれる炭素その他の不純物の影響もあるであろう。焼結法においては飽和に近い磁束密度を利用するよりも最大透磁率の高い点を利用するほうが得策である。

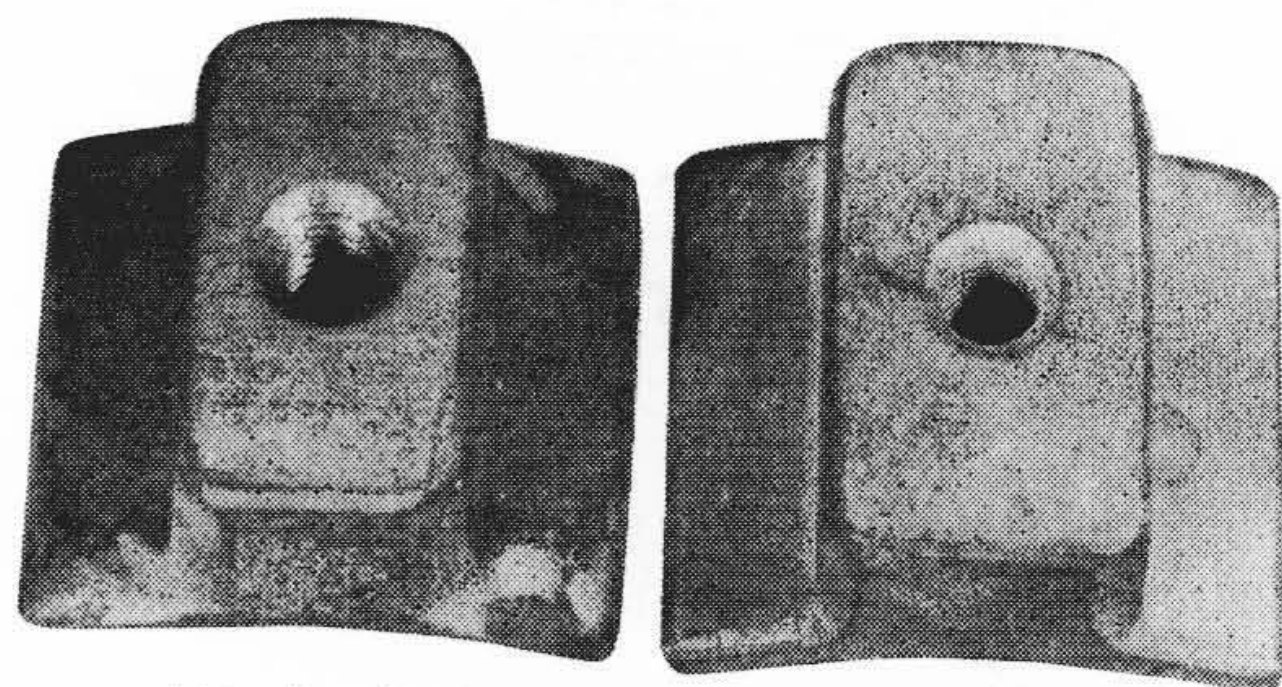
2.4 その他の性質

鉄粉の焼結体は多孔質のためにさびを生ずる問題や機械的強度についての不安がある。そこでまず前節と同様の製造条件に従って引張試験片を作成し試験を行った結果が第3表で、圧力、温度などの条件がリング試料と同じであっても最終密度は多少異なる。そして引張強さと密度との間にほぼ相関があることも第7図から知られる。引張強さは使用される機種によって異なるが、小形機器のときは引張強さが 15 kg/mm² 程度あればまず十分であろう。

次に耐食性については、次章に述べる試作品を圧延材と同様に燐酸塩被膜を施したのち、油脂塗布状態の塩水噴霧試験および大気中長時間放置によりさびの生ずる状況を観察したが、両者に差は認められず、空孔の存在が特に不利な結果を与えることはなかった。



第7図 1,200°C 焼結後の引張強さと密度比との関係



(左) 鍛造品 (右) 焼結品
第8図 小形直流発電機用ポールコア

3. 焼結ポールコアの試作

前述の試験片作製の順序とほぼ同様であるが、潤滑剤を加えて実際の形状の小形直流発電機用ポールコアを試作した。製品は第8図に示すような形であって、コイニングにより最終寸法をうるが、ネジ孔は最後に加工される。単純な試験片と異なり、薄肉部分の成形がややめんどろである。加圧は厚み方向に行うのが普通であるが寸法精度の点で再加圧方法に注意しなければならない。

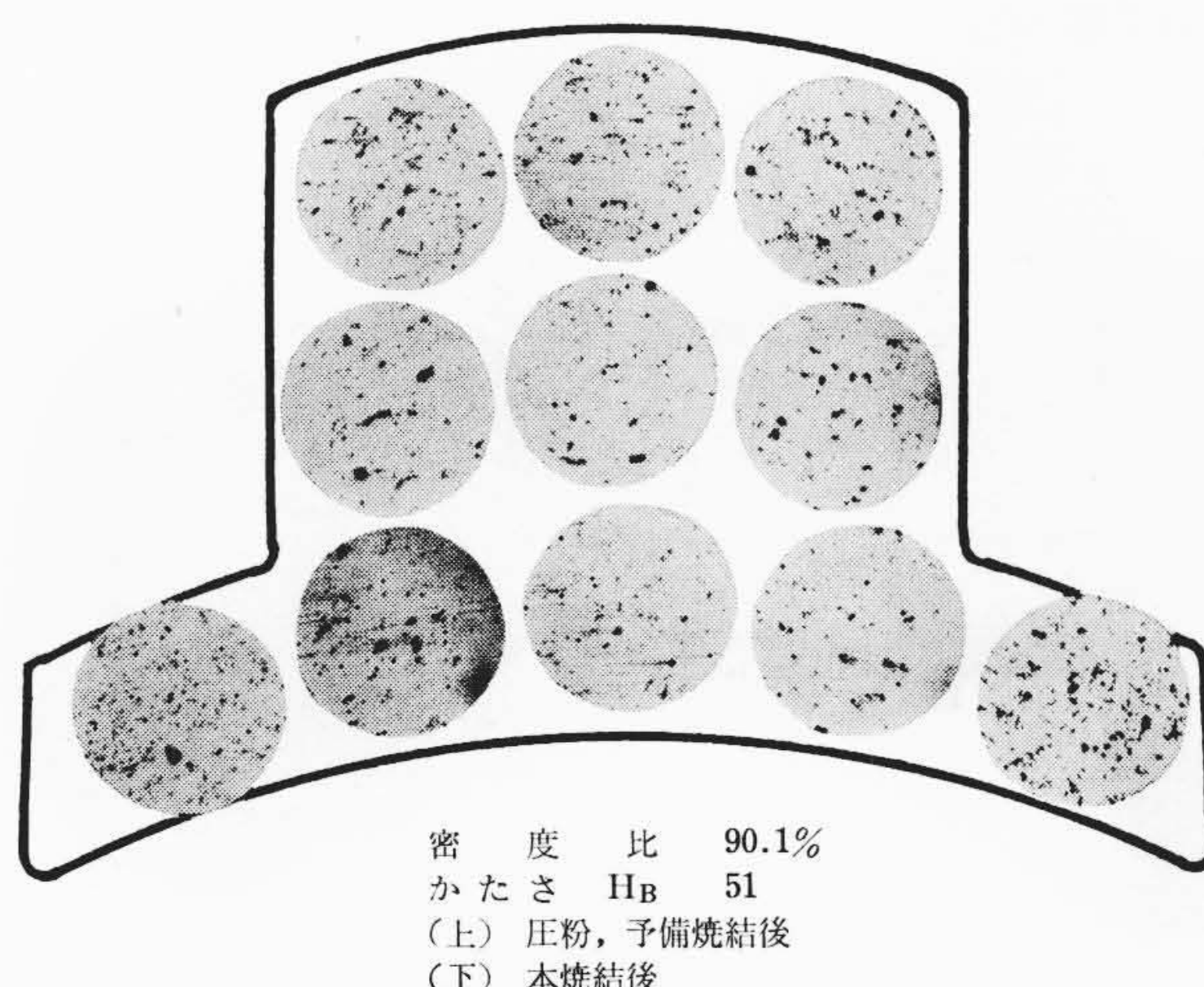
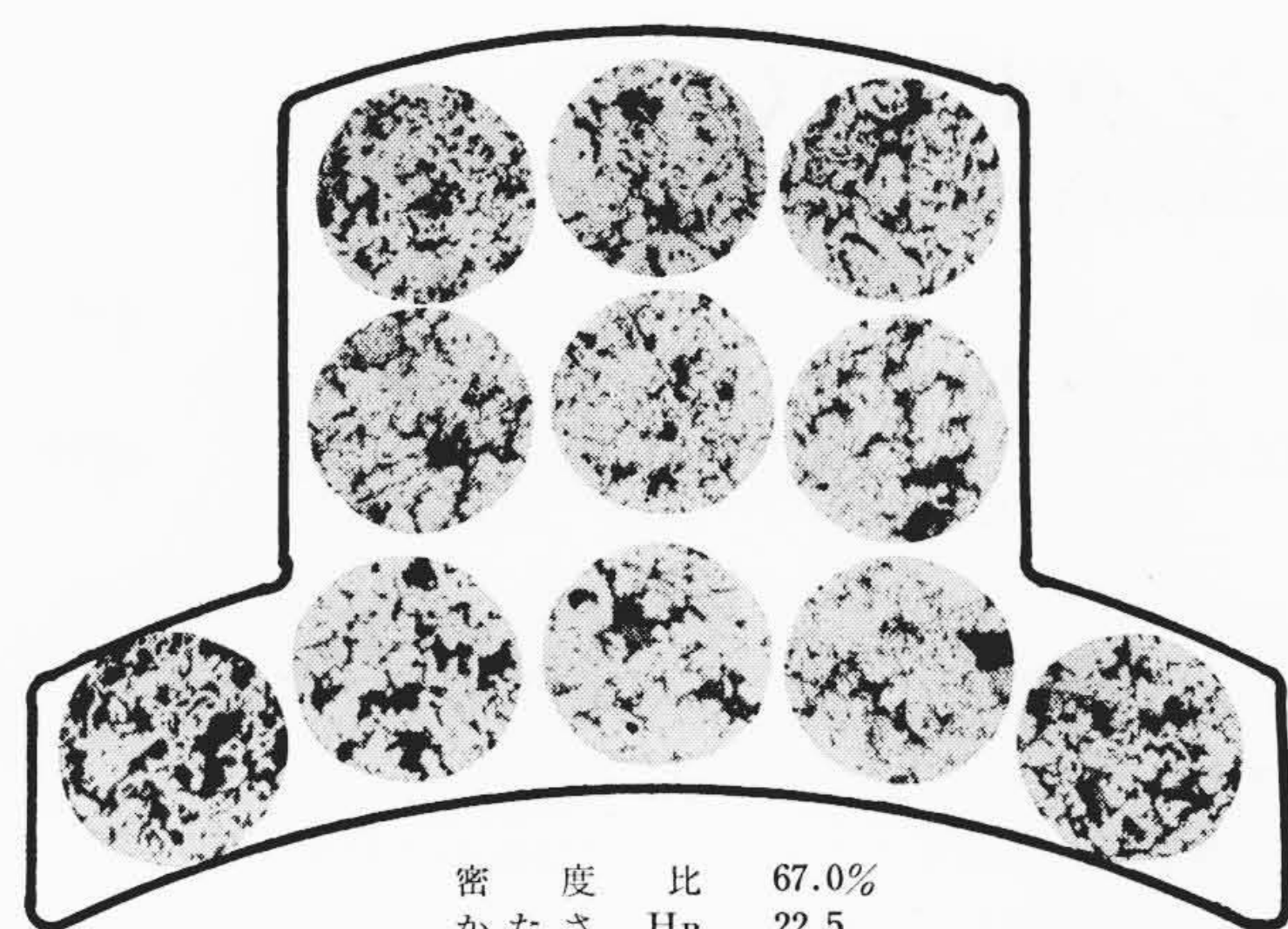
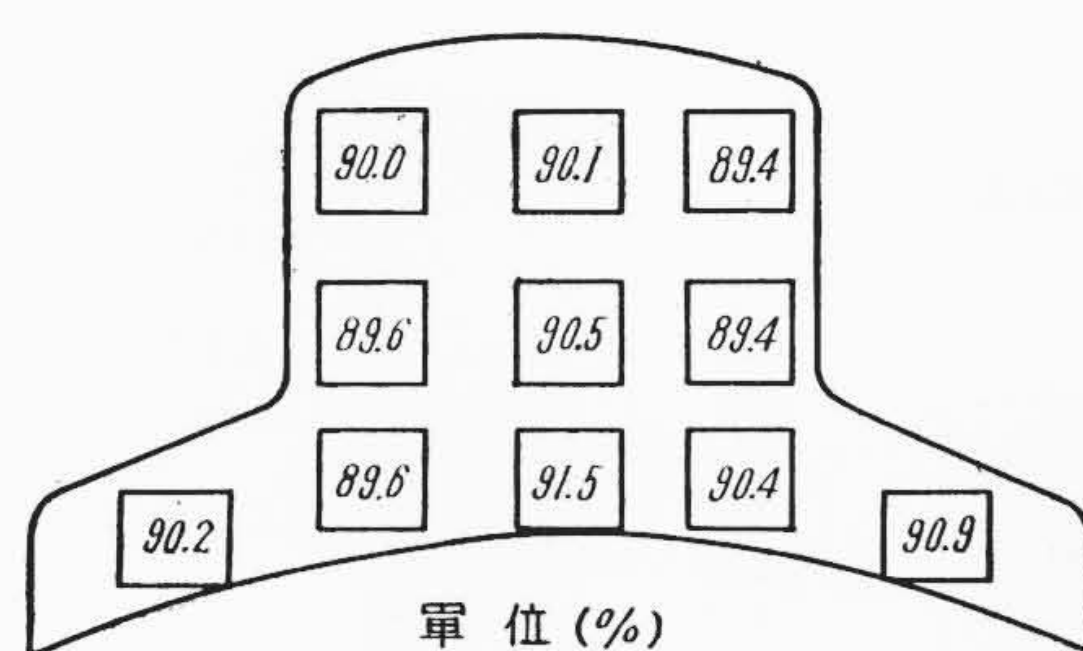
次に試作ポールコアについて粉末成形時の断面組織と、製品のそれとを第9図に示す。圧粉体においてはチップ部が特に多孔質であるが、コイニング後はほぼ一様になり、懸念された密度分布の問題も第10図に示すように、平均密度90%の例について±1%以内の変動にとどまり、この点は解決した。

4. 実用試験成績

小形発電機のポールコアの材質変更に伴う特性の変化は、発電機単独の無負荷飽和特性の差異により判定が可能である。第11図は、低炭素鋼の鍛造により製作されたポールコアと、焼結ポールコアを小形直流発電機に使用した場合の無負荷飽和特性を比較したものである。第6図に示すように低磁場において、鍛造品よりも焼結品のほうが磁気特性がすぐれ、このため無負荷飽和特性も焼結品のほうがやや高目にてでている。このことは焼結磁性体は低磁場で使用すれば有利であることを示している。

第12図は同じく発電機単独の外部負荷特性を示したもので鍛造ポールコアとほぼ同一の特性を示すことが判明する。

このほか、ポールコア取付時フィールドコイルによってポールコアチップ部に曲げモーメントが加わり、このためにチップ部に変形が生ずる恐れがあるが、その程度も鍛造品に比べ大差なく、またポ

第9図 顕微鏡組織 ($\times 15$)(平均密度 7.07 g/cm³, 平均密度比 90.1%)

第10図 焼結ボールコアの密度分布の一例

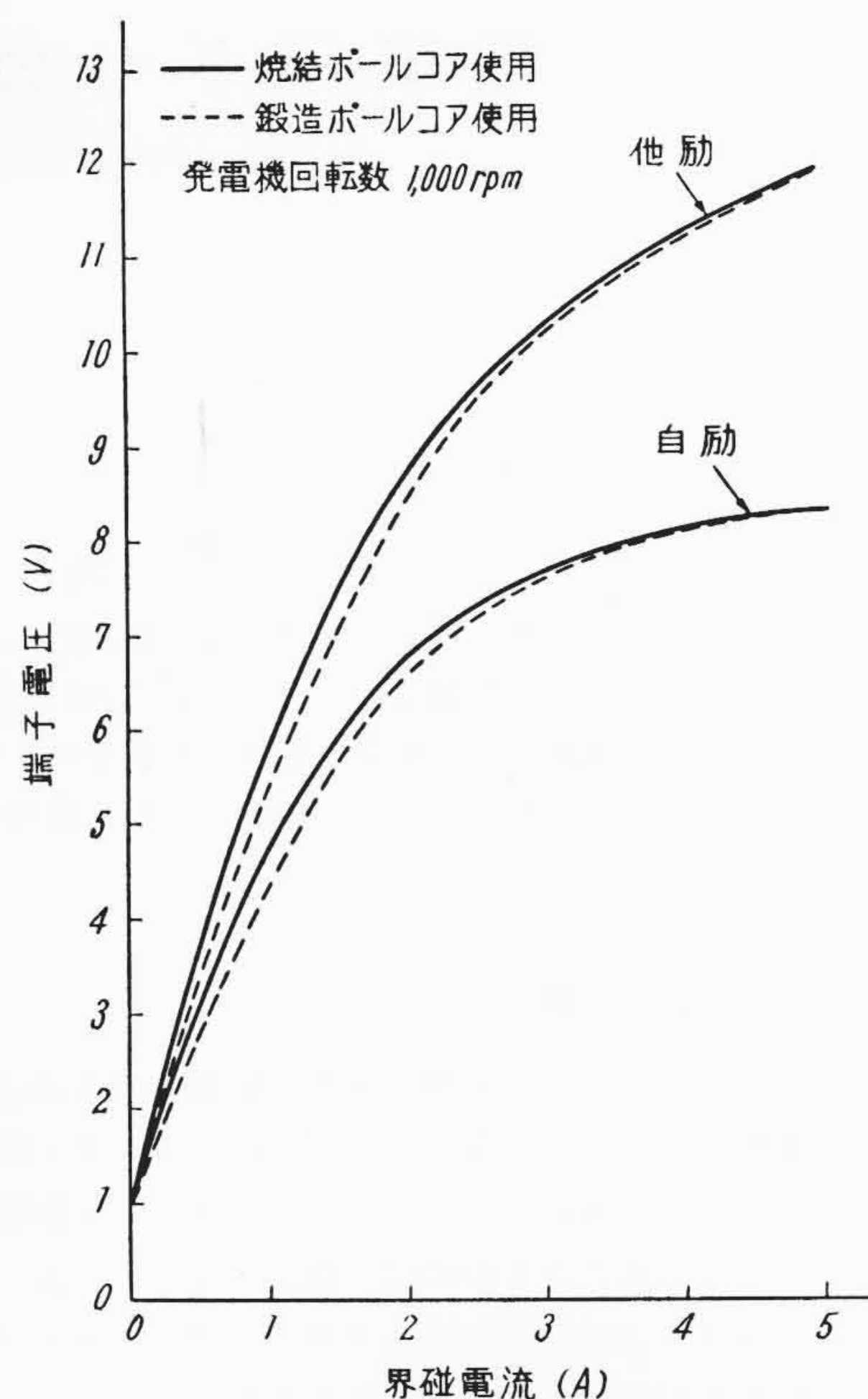
ールコア取付ネジ部の振動によるゆるみなども認められず、機械的にも十分使用に耐えることが判明した。

焼結ボールコアは機械加工を省略しうる点にその一特色がある。供試品は2級公差を要求する部分もあるが、寸法上においてもほぼ可能な見通しが得られた。

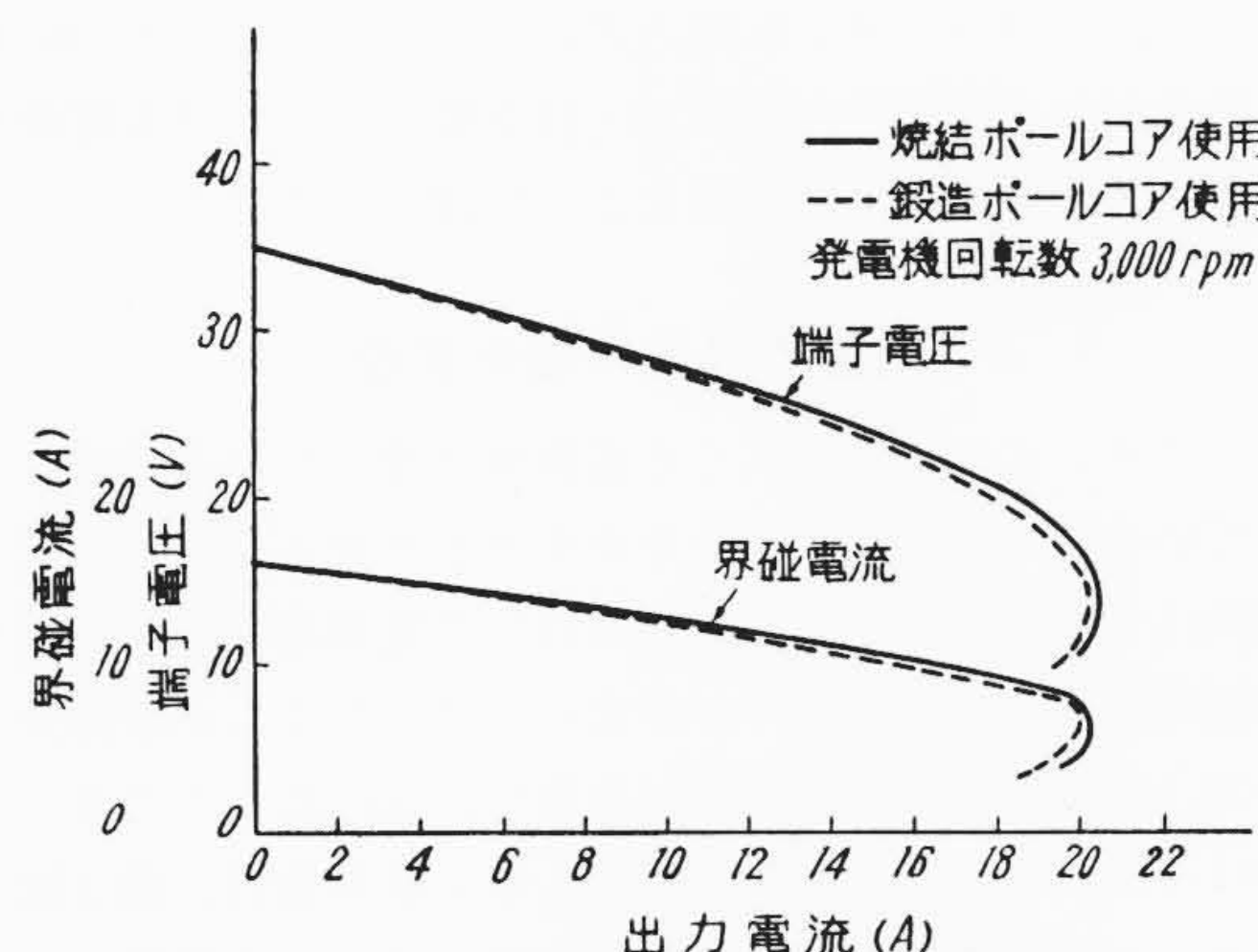
5. 結 言

元来、粉末冶金の特色は寸法の小さいものに対し特に発揮されるものであるが、本報告に例示したものより少々大きくてももちろん製作可能である。また焼結品は機械仕上げを加えないで製品とすることが眼目であるが、寸法公差や角隅部の形状によって製造方式が大いに変わることがあるので、従来の加工寸法を固執することなく焼結品に適した形状を選ぶべきである。

なお軟質磁性材料としては珪素鋼のように合金元素を含むことにより、交番磁界あるいは磁束の変動による鉄損を改善する方法や、焼結を促進させて高密度の製品を作るための添加剤の効果についてさらに検討を加え、別の機会に報告したい。



第11図 無負荷飽和特性



第12図 外部負荷特性 (発電機単独)

終りに本研究試作にあたりご指導を賜った日立製作所日立研究所三浦所長、小野部長、渡辺勇司氏、多賀工場設計部久米部長の方々に厚くお礼申しあげるとともに実験に従事した黒沢端昭氏、今井勝之氏、および多賀工場関係者各位の労に深謝する次第である。

参 考 文 献

- (1) C. G. Goetzel: Treatise on Powder Metallurgy, II, 270 (1950)
- (2) P. Schwartzkopf: Powder Metallurgy, 247 (1947)
- (3) R. Kieffer u. W. Hotop: Pulver Metallurgie u. Sinterwerkstoff, 99 (1948)
- (4) K. Takasaki: The Science Reports of the Research Inst. Tohoku Univ. 5, 365 (1953)
- (5) R. Steinitz: Trans A. I. M. E. 175, 834 (1948)
- (6) K. Takasaki: The Science Reports of the Research Inst. Tohoku Univ. 5, 358 (1953)
- (7) D. Polder & Van Santon: Physica. 12, 257 (1946)
- (8) R. Steinitz: J. of App. Physics, 20, 712 (1949)
- (9) M. P. A. Standard: 10-50 T (1950)
- (10) W. Jellinghaus & T. Shuin: Stahl u. Eisen 78, (7) 426 (1958)