

粉末工法によるCu-Ni-Fe (クニフェ) 合金線材の製造

柳谷 彰彦*

Cu-Ni-Fe Semi-hard Magnetic Rods by Powder Metallurgical Process
Akihiko Yanagitani

Synopsis: Cu-Ni-Fe alloy is the practical semi-hard magnetic material with nominal composition of 60%Cu, 20%Ni and 20%Fe(mass%) and it shows spinodal decomposition at 773K (500°C). This alloy has been usually produced by casting process or powder metallurgical process using water atomized powder and used for magnetic scales. These two conventional processes, however, should be improved because they needs complicated steps to manage both good magnetic properties and yield. The powder metallurgical process using rapidly solidified gas atomized powder was investigated and developed in this work.

Key words: magnetic, spinodal decomposition, gas atomization, powder metallurgy, hot-extrusion,

1. はじめに

Cu-Ni-Fe (クニフェ) 合金はCu-60mass% , Ni-20mass% , Fe-20mass%の組成で代表される実用の半硬質磁性材料¹⁾で、古くから磁気式スケール材^{2),3)}として使用されてきた。Cu-Ni二元系平衡状態図はFig.1に示すように全率固溶型⁴⁾で、Ni-65mass% , 350 近傍でスピノーダル分解⁵⁾⁻¹⁰⁾する系であり、クニフェ合金はこれにFeを添加したものである。つまり、このクニフェ合金はFig.2に示すように、高温でfcc単相 (γ) 領域があり、600 近傍で時効処理すると γ 相はNiFe-richの強磁性 γ_1

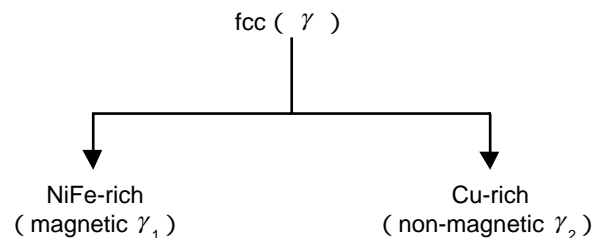


Fig.2 Schematic diagram of spinodal decomposition of Cu-Ni-Fe alloy.

相とCu-richの非磁性 γ_2 相の2相に分離し、その際にスピノーダル分解によって反応が進行することを利用したものである。そしてスピノーダル分解後の冷間加工により強磁性の γ_1 相を細長く延ばし、保磁力および角形性を向上させるものであり、実用的には磁気式スケール材、磁気式表示板などに使用されている。

この材料は、古くは鑄造法²⁾によりインゴットを作製し、溶体化処理した後、熱間圧延加工により棒状試料を作製し、その後冷間引き抜きあるいはスウェージングにより直径数mmの線材に加工することにより形状異方化し、その後時効処理し、所望の磁気特性を発現させていた。また鑄造法によるインゴットを作製する方法をとらずに、粉末工法による製造方法¹¹⁾もあった。これは水アトマイズ法により目的組成の合金粉末を作製し、還元熱処理を行なった後、金属製容器に充填し、所定の温度に加熱し、熱間押しに

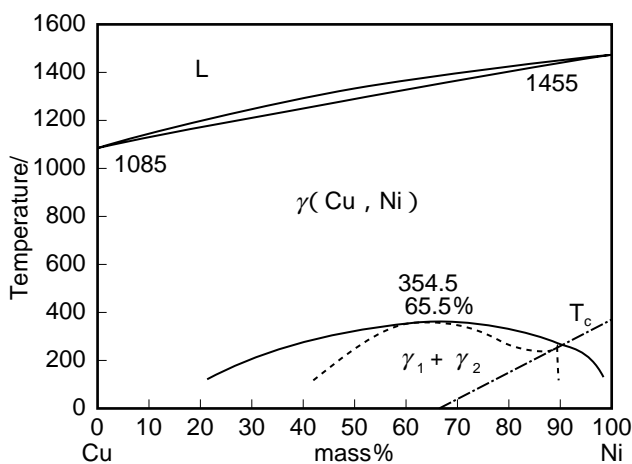


Fig.1 Equilibrium phase diagram of Cu-Ni alloy.

*粉末事業部 営業グループ長, 工博

より棒状材料を作製し、冷間引き抜きあるいはスウェーディングにより直径2～3mmの線材に加工することにより形状異方化し、その後時効処理し、所望の磁気特性を発現させていた。さらに新しい試みとして、単体粉末からメカニカルアロイング法により合金化させる方法^{12)～14)}も報告されている。

しかしながら従来から工業的に用いられてきた上記のいずれの方法も、量産工程としてはいくつかの問題点があり、長く改善が求められてきた。その問題点というのは、鑄造法の場合、作製されたインゴットは結晶粒および成分偏析が大きく、これに起因して鑄造後の熱間加工および冷間加工時に割れが生じたり、磁気特性の劣化を招くことである。水アトマイズ粉を使用した粉末工法¹¹⁾の場合には、合金粉末の酸化は避けられず、還元熱処理する必要があり、還元熱処理時に粉末が焼結してしまい、粉碎工程を入れなければならないという問題があった。

著者は、ガスアトマイズ粉末および熱間押し法を使用した粉末工法を用いることにより、従来工法での問題を引き起こすことなく、良好な特性のCu-Ni-Fe (クニフェ) 合金線材を作製できたので報告する。

2. 実験方法

粉末工法によるCu-Ni-Fe合金線材の製造方法をFig. 3に示す。

Gas atomizing
Canning
Hot extrusion
Hot rolling
Drawing
Aging
Drawing
Aging

Fig. 3 Process flow of Cu-Ni-Fe rod alloy.

2・1 粉末作製方法

合金粉末の作製方法には様々な方法が用いられているが、酸化や凝固偏析を嫌う磁性材料をはじめとする各種機

能材料の粉末作製においては、真空溶解および不活性ガスを用いたガスアトマイズ法が有利であり、センダスト系の軟磁性材料¹⁵⁾、MnAlC磁石材料¹⁶⁾などで実用化されてきた。本研究では、真空誘導溶解ならびにアルゴンガスを用いたガスアトマイズ装置により、合金粉末を作製した。作製した合金の組成をTable 1に示す。

Table 1 Chemical composition of Cu-Ni-Fe alloy.

Cu	Ni	Fe
Bal.	20.0	8.0

2・2 固化成形方法

合金粉末の固化成形法には、焼結法、ホットプレス法、熱間等方プレス法、熱間押し法およびアップセット法¹⁵⁾など、その目的に応じて適切な固化成形方法が用いられている。本報では、最終形状として線材を作製することを考慮し、熱間押し法を用いた。

ガスアトマイズ法により作製した粉末を金属製 (S10C) の容器に充填し、ロータリーポンプを用いて1Pa以下の真空度まで真空脱気したのち、脱気孔を封入し、ピレットを作製した。このときの充填密度は約65%であった。作製したピレットの大きさは、外径185mm、長さ600mmであった。

作製したピレットを雰囲気加熱炉の中で、950℃まで2時間加熱し、2時間保持した後、炉から速やかに取出し、ユージンセジュールネ式押しプレス機により、直径65mm丸棒に押し出した。押し出し後の材料は空冷により冷却した。

押し出し後、棒材の表面をガラス取り酸洗した後、矯正を行い、さらにピーリング加工し、缶材を除去した。この棒材を1mの長さに切断し圧延素材とした。この圧延素材を1050℃の加熱炉に入れて保持し、直径63mmの棒材から直径9.5mmまで熱間圧延を行い、コイル状に巻き取った。このコイルの状態を熱間圧延後1030℃～1.5時間で溶体化処理し、水冷により冷却した。溶体化後の直径9.5mmの線材を直径5.5mmまで冷間引き加工を行い、真空炉で600℃～4時間一次時効の熱処理を行った。さらにこの直径5.5mmの線材から直径2.2mmまで冷間引き加工を行った。直径2.2mmにおいて、アルゴンガス雰囲気中で540℃～600℃の温度で、2時間二次時効処理を行った。その後直線化処理およびセンタレス加工により、直径2.0mmに仕上げ、直線材を作製した。

3. 実験結果

3・1 粉末の特性

アルゴンガスや窒素ガスのいわゆる不活性ガスを用いたアトマイズ法で作製される粉末はほぼ球状を示し、流動性

がよく、充填密度が高いことが特徴である。ガスアトマイズ粉末の粒径とアトマイズのパラメーターとの間にはLubanska¹⁷⁾の式(1)がよく知られており、これは粉末の粒径が熔融金属の温度、溶湯の流量、ガス流量、ガス圧、ノズル径などの種々のパラメーターに依存するものである。工業的量产規模のガスアトマイザーで作製した粉末の平均粒径は通常数十μmである。本研究で作製した粉末の平均粒径は、約100μmであった。その外観写真と粒度分布をFig.4およびFig.5に示す。

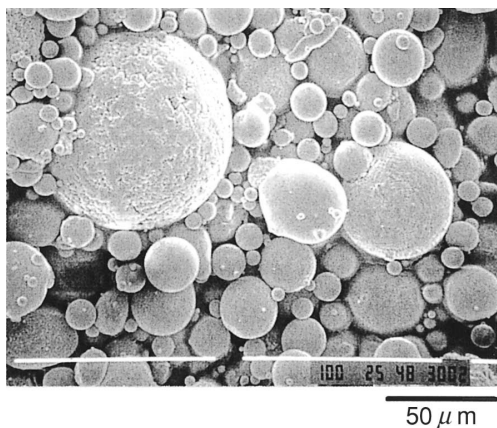


Fig.4 SEM image of Cu-Ni-Fe atomized powder.

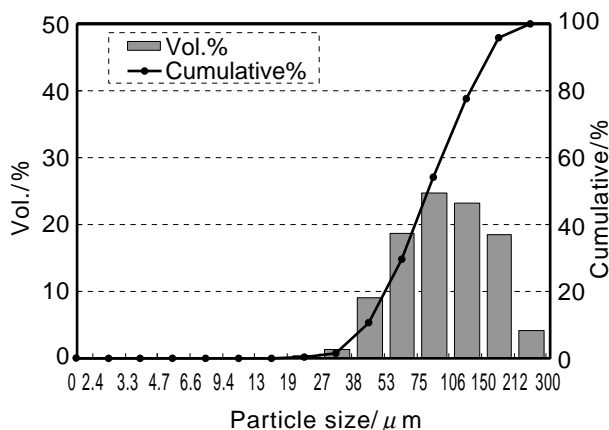


Fig.5 Particle size distribution of Cu-Ni-Fe atomized powder.

$$\chi_m/D = K \left[\frac{v_m}{v_g W} \left(1 + \frac{M}{A} \right) \right]^2 \quad (1)$$

χ_m : 粉末粒径, D : 溶湯ノズル径, K : 定数,
 v_m : 溶湯の動粘性係数, v_g : ガスの動粘性係数,
 W : ウェーバー数 $\rho V^2 D / \gamma$, M : 溶湯の流量,
 γ : 溶湯の表面張力, ρ : 溶湯の密度,
 V : 溶湯に衝突するガス流速,
 A : ガス定数,

粉末の断面の凝固組織写真をFig.6に示す。ガスアトマイズ法により作製された粉末の凝固はニュートン冷却に従うとされており、いわゆる急速凝固が起こっているとされる。¹⁸⁾作製したCu-Ni-Fe合金粉末の凝固組織の大きさは1~5μmであり、本合金粉末も急速凝固されていると考えられる。

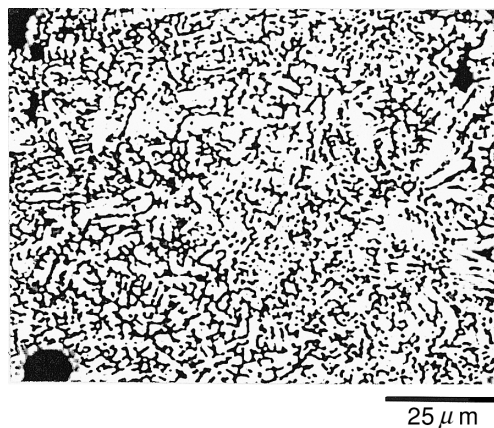


Fig.6 Cross-sectional microstructure of Cu-Ni-Fe atomized powder.

3・2 成形体の熱間加工性

熱間押し加工の予備実験として、100%密度の粉末成形体を粉末据込み法により作製し、グリーンル試験機によりCu-Ni-Fe合金の熱間加工性を検討した。熱間加工性の評価は800 ~ 1125 の温度領域で行った。その結果をFig.7に示す

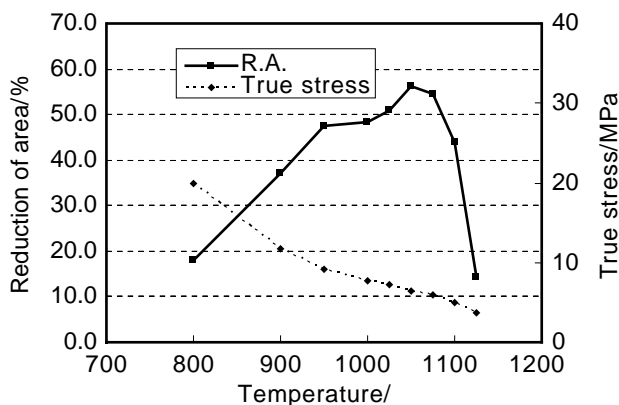


Fig.7 Deformability for Cu-Ni-Fe alloy.

前記グリーンル試験の結果から、この合金は950 で熱間押し加工が可能であると判断し、熱間押しを行った。その結果、950 では熱間押しは良好に行われた。比較のため1000 でも同様に押しを行ったが、押し時に割れが生じた。

このことから熱間押し加工の最適温度は950 であることがわかった。

先のグリーンブル試験結果の伸び・絞りの数値およびコイル圧延時の温度低下を考慮して、熱間圧延時の圧延温度は1050 が最適であると判断した。このデータをもとに、直径63mmの圧延素材から直径9.5mmまで実機で熱間圧延を行った結果、この温度では熱間圧延材は、従来工法材と比較して割れがなく、ヘゲキズのない健全な状態で得られた。

3・3 冷間加工性

先に述べたように、この材料はスピノーダル分解とその後の冷間加工により磁気特性を発現させるものである。したがって、時効処理の前段階つまり熱間加工の最終段階で、いったん溶体化処理を行い、材料を均一にしておく必要がある。

溶体化処理は1030 -1.5時間、水冷で行った。直径5.5mmまで冷間引抜加工を行った後、一次時効を600 -4時間、空冷で行った。この後、直径2.2mmまで冷間引抜加工を行い、二次時効処理として540 ~600 の温度で、2時間二次時効処理を行った。磁気特性におよぼす二次時効処理温度の影響をFig.8に示す。この結果から二次時効の最適温度は、BrおよびbHcが最高値を示す560 であることが明らかになった。

二次時効後の材料はコイル状に巻かれており、実際には直線材として用いられるため、直径2.0mmまでセンターレス加工および直線化を行った。冷間引抜加工、センターレス

加工および直線化加工は良好に行われた。

3・4 磁気特性

先に述べたように、このCu-Ni-Fe合金は、スピノーダル分解を利用し、冷間加工と時効処理により磁気特性を発現させるものである。本研究で作製したCu-Ni-Fe合金線材の磁気特性をTable2に示す。残留磁束密度Brは0.265T、保磁力bHcは65.0kA/mを示し、実機で要求されるレベル¹⁹⁾であるBr 0.235T、bHc 54.0kA/m 以上の値を示した。

Table 2 Magnetic properties of Cu-Ni-Fe rod alloy.

Br (T)	0.265
$4\pi Is$ (T)	0.290
bHc (kA/m)	65.0
BHmax (kA/m)	8.30

3・5 機械的性質

本研究で作製したCu-Ni-Fe系合金線材の機械的性質をTable3に示す。0.2%耐力は862MPa、伸びは6.5%が得られ、実機で要求されるレベル¹⁹⁾である0.2%耐力735MPa、伸び4%以上の値を示した。

Table 3 Mechanical properties of Cu-Ni-Fe rod.

Yield stress (MPa)	862
Elongation (%)	6.5
Hardness (HV)	243
Young's modulus (GPa)	134

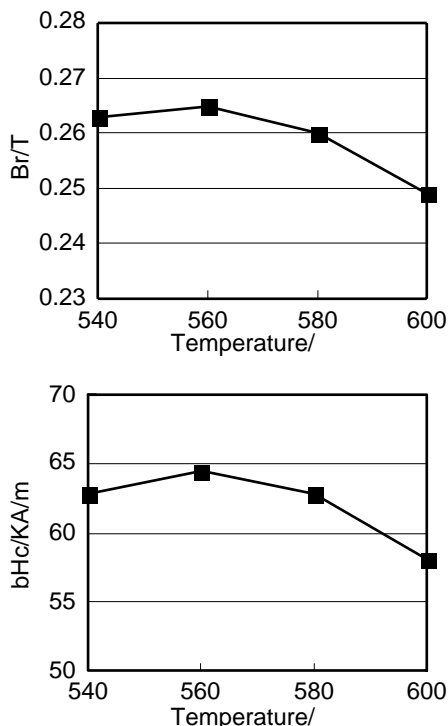


Fig.8 Aging temperature dependence of magnetic properties for Cu-Ni-Fe alloy.

4. まとめ

スピノーダル分解を利用したCu-Ni-Fe系半硬質磁性材料について、従来は鑄造圧延工法または水アトマイズ粉末を用いた粉末工法が用いられていた。本研究では、ガスアトマイズ粉末、熱間押し加工法および冷間引抜加工を組み合わせた新しい粉末工法により、Cu-Ni-Fe系合金線材の作製を試みた。その結果、従来の鑄造圧延工法と比較して熱間圧延時の割れ発生およびヘゲキズの発生が低減でき、また水アトマイズ粉末を使用した粉末工法において必要であった還元処理を省略でき、健全なCu-Ni-Fe系合金線材を作製することができた。

文 献

- 金子秀夫, 本間基文: 磁性材料, 金属工学シリーズ8, (1972), 185.
- 日本国特許, 特公昭55-9814.

3) 日本国特許, 特公昭55-4248.
4) T.B.Massalski : Binary alloy phase diagrams , 2nd.ed. , 2 (1990), 1444.
5) J.W.Cahn : Acta Met.,9 (1961), 795.
6) J.W.Cahn : Acta Met.,10 (1962), 179.
7) J.W.Cahn : J.Chem.Phys.,42 (1965), 93.
8) 平野賢一, 浅野和彦 : 固体物理,1 (1966), 3.
9) 村上正紀, 村上陽太郎 : 日本金属学会会報,10 (1971), 215.
10) 矢島悦次郎, 宮崎 亨 : 熱処理,12 (1972), 139.
11) 日本国特許, 特公平3-61882.
12) J.S.Benjamin : Met.Trans.,1 (1970), 2943.
13) J.S.Benjamin : Met.Trans.,5 (1974), 1929.
14) A.Yanagitani , M.Murakami and Y.Tanaka : Materials Transactions , JIM , 37 , No.5 (1996), 1073.
15) 柳谷彰彦, 村上雅英, 柳本 勝, 田中義和 : 日本金属学会会報,30 (1991), 551.
16) A.Yanagitani , A.Okawa and Y.Tanaka : J.Mat.Sci.Eng.,A181/A182 (1994), 1355.
17) H.Lubanska : J.Metals,22 (1970), 45.
18) H.Matyia , B.C.Giessen and N.J.Grant : J.Inst.Metals,96 (1968), 30.
19) 私信

著者



柳谷 彰彦

