

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4870116号  
(P4870116)

(45) 発行日 平成24年2月8日(2012.2.8)

(24) 登録日 平成23年11月25日(2011.11.25)

(51) Int.Cl.	F 1		
C 22 C 33/02	(2006.01)	C 22 C 33/02	G
B 22 F 3/15	(2006.01)	B 22 F 3/15	M
B 22 F 1/00	(2006.01)	B 22 F 1/00	W
C 22 C 38/00	(2006.01)	C 22 C 38/00	3 O 3 S
C 22 C 19/07	(2006.01)	C 22 C 19/07	C

請求項の数 1 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願2008-125524 (P2008-125524)
(22) 出願日	平成20年5月13日 (2008.5.13)
(62) 分割の表示	特願2003-73141 (P2003-73141) の分割 原出願日 平成15年3月18日 (2003.3.18)
(65) 公開番号	特開2008-248392 (P2008-248392A)
(43) 公開日	平成20年10月16日 (2008.10.16)
審査請求日	平成20年5月13日 (2008.5.13)

(73) 特許権者	000180070 山陽特殊製鋼株式会社 兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字 3 O O 7 番地
(74) 代理人	100074790 弁理士 椎名 順
(72) 発明者	相川 芳和 兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字 3 O O 7 番地 山陽特殊製鋼株式会社内
(72) 発明者	西川 俊一郎 兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字 3 O O 7 番地 山陽特殊製鋼株式会社内
審査官	鈴木 翔

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 Fe - Co - V 系合金材料の製造方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

質量 % で、

C o : 4 0 ~ 6 0 %,  
V : 1 . 5 ~ 3 . 5 %,  
B : 1 0 ~ 4 0 p p m,  
S i : 0 . 0 1 ~ 1 . 0 0 %,  
M n : 0 . 0 1 ~ 1 . 0 0 %,  
C : 0 . 1 % 以下、

残部 Fe および不可避的不純物元素からなる Fe - Co - V 系合金を溶製し、この合金をアトマイズ法により粉末に作製し、該合金を HIP または押出し法により固化成形し、該固化成形した合金材料の任意の部位 10箇所 (1 mm × 1 mm) の視野内における結晶粒径の平均値 (D a) がいずれも 5 ~ 1 0 0 μm であり、かつその 10 箇所における D a の標準偏差が 10 個の D a の平均値に対して 10 % 以下であることを特徴とする Fe - Co - V 系合金材料の製造方法。

10

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0 0 0 1】

本発明は、Fe - Co - V 系合金材料の製造方法に関するものである。

## 【背景技術】

20

**【0002】**

従来、Fe-49%Co-2%Vを代表するFe-Co-V合金が飽和磁束密度が得られる合金として知られている。このFe-Co-V合金材は飽和磁束密度が大きいため、分析機としてのTEM、SEM等の対物レンズ、分析計のポールピース等の用途に使用されている。一方、一般的にこれらのFe-Co-V合金材は鋳造法により製造され、一部焼結による検討もされている。しかしながら、鋳造材では磁気特性が部位によってばらつくため製品の精度不良を引起す場合がある。また、結晶粒の粗大化、不均一性に起因して切削加工性に課題が生じる場合があった。また、焼結体では強度不足であり、かつボア等によって磁気特性がばらつく等の問題がある。

**【0003】**

10

上述したような問題を解消すべき、例えば特開2000-45050号公報（特許文献1）が提案されている。この特許文献1は、重量比で、Co 45~55%、V: 1.7~3.0%を含有し、さらにB: 15~50 ppm、N: 100 ppm以下を含有し、残部実質的にFeおよび不可避的元素からなることを特徴とする精密鋳造用Fe-Co系合金、特に鋳造応力に抗するため韌性を改善した鋳造用Fe-Co系合金にある。

**【特許文献1】特開2000-45050号公報****【発明の開示】****【発明が解決しようとする課題】****【0004】**

20

上述した特許文献1は韌性を改善し、割れの発生の少ない精密鋳造用Fe-Co-V系合金であるが、しかしながら、鋳造材であるために、どうしても磁気特性が部位によってばらつくため製品の精度不良を引起す場合がある。また、結晶粒の粗大化、不均一性に起因して切削加工性が十分と言うことができない。そのために、対物レンズ等に用いた場合には、画像精度が落ち、また、分析計に用いた場合には、分析精度が悪くなるという問題がある。

**【課題を解決するための手段】****【0005】**

30

上述したような問題を解消するために、発明者らは鋭意開発を進めた結果、十分な分析精度と良好な切削加工性を有するための条件として平均結晶粒径ならびにそのばらつきとの相関を見出し、かつアトマイズ粉末を用いることにより、この結晶粒を有する製品を容易に得られ、ばらつきも最小限に抑えることが可能なFe-Co-V系合金材料を提供するものである。

**【0006】**

その発明の要旨とするところは、

質量%で、Co: 40~60%、V: 1.5~3.5%、B: 10~40 ppm、Si: 0.01~1.00%、Mn: 0.01~1.00%、C: 0.1%以下、残部Feおよび不可避的不純物元素からなるFe-Co-V系合金を溶製し、この合金をアトマイズ法により粉末に作製し、該合金をHIPまたは押出し法により固化成形し、該固化成形した合金材料の任意の部位10箇所(1mm×1mm)の視野内における結晶粒径の平均値(Da)がいずれも5~100μmであり、かつその10箇所におけるDaの標準偏差が10個のDaの平均値に対して10%以下であることを特徴とするFe-Co-V系合金材料の製造方法にある。

40

**【発明の効果】****【0007】**

以上述べたように、本発明による平均結晶粒径を5~100μmで、かつばらつきが20%以下に抑えることが可能となり、強度にも優れたFe-Co-V系合金の製造を可能にしたこととは工業上極めて優れた効果を奏するものである。

**【発明を実施するための最良の形態】****【0008】**

以下、本発明に係るFe-Co-V系合金材料の成分組成についての限定理由について

50

述べる。なお、本発明に係る Fe - Co - V 系合金材料の成分組成は特に限定されるものではないが、以下の成分組成のものが望ましい。質量%で、Co : 40 ~ 60 %、V : 1 . 5 ~ 3 . 5 %、残部Feおよび不可避的不純物元素からなり、さらに、微量元素として、B : 10 ~ 40 ppm、Si : 0 . 01 ~ 1 . 00 %、Mn : 0 . 01 ~ 1 . 00 %、C : 0 . 1 %の1種または2種以上を含有させたFe - Co - V系合金材料にある。

#### 【0009】

Co : 40 ~ 60 %

Coは、高い磁束密度を得るFe - Co - V系合金の主要元素であり、40%未満では高い磁束密度を得るに十分でなく、また、60%を超える添加はその効果が飽和することから、好ましくはその範囲を40 ~ 60%とした。より好ましくは45 ~ 55%とする。

V : 1 . 5 ~ 3 . 5 %

Vは、韌性および保持力を向上させる元素であり、そのためには1 . 5 %以上必要である。しかし、3 . 5 %を超えると飽和磁束密度を低下させてるので、その範囲を1 . 5 ~ 3 . 5 %とした。

#### 【0010】

B : 10 ~ 40 ppm

Bは、結晶粒を微細化させ韌性を向上させる元素である。しかし、10 ppm以下ではその効果が十分でなく、40 ppmを超えると結晶粒界に析出物が多くなり、逆に韌性が低下することから、その範囲を10 ~ 40 ppmとした。

Si : 0 . 01 ~ 1 . 00 %

Siは、脱酸剤としての元素である。また、保磁力を低減させる元素でもある。しかし、0 . 01 %未満ではその効果が十分でなく、1 . 00 %を超える添加は飽和磁束密度を低下させてるので、その範囲を0 . 01 ~ 1 . 00 %とした。

#### 【0011】

Mn : 0 . 01 ~ 1 . 00 %

Mnは、Siと同様に、脱酸剤としての元素である。しかし、0 . 01 %未満ではその効果が十分でなく、1 . 00 %を超える添加は飽和磁束密度を低下させてるので、その範囲を0 . 01 ~ 1 . 00 %とした。

C : 0 . 1 %

Cは、0 . 1 %を超えると飽和磁束密度が低下するため、その上限を0 . 1 %とした。

#### 【0012】

上述したような成分組成のもとに、本発明者らは、磁気特性のばらつきと結晶粒径のばらつきの間に相関関係のあることを見出し、ある数値を満たせば磁気特性のばらつきは十分に小さくなることを見出したものである。すなわち、本発明に係る結晶粒径の平均値(D mean)を5 ~ 100 μmとした。結晶粒径の平均値が100 μmを超えると磁気特性のばらつきが大きくなる。また、5 μm未満では保磁力の値そのものが高くなるため不可能である。従って、その範囲を5 ~ 100 μmとした。好ましくは、10 ~ 30 μmとする。

#### 【0013】

また、任意の部位10箇所(1 mm × 1 mm)の視野内における結晶粒径の平均値(Da)の標準偏差が10%以下において磁気特性のばらつきが十分に小さくなり、磁気特性のばらつきが飽和することを見出したものである。Daのばらつきが10%を超えると磁気特性のばらつきがそれに応じて著しく大きくなる。また、結晶粒を微細にし、そのばらつきを制御する方法としてアトマイズ法により粉末を作製し、それを固化成形することが有効であることを見出した。アトマイズ法は急冷凝固であるため、組織は微細均一となる。この成形方法としては、HIPもしくは押出し法を用いれば、高圧下で成形できるため、成形後は100%密度となり、組織に欠陥がなくなるため、磁気特性が良好となりばらつきも低減することができる。

#### 【実施例】

#### 【0014】

10

20

30

40

50

以下、本発明について実施例によって具体的に説明する。

表1に示す成分組成Fe-Co-V合金を真空誘導溶解し、アトマイズ法による溶湯ノズル径6mm、出湯温度1773K、噴霧圧4MPaにてArガスを用いて、噴霧量20kg/分にてアトマイズを行い、その後急冷してFe-Co-V系合金粉末を得た。この合金粉末を押出成形の場合は、押出温度：1473K、圧力：430MPa、減面率：6.55(210mm 82mm)で成形した。また、HIP法の場合は、HIP温度：1427K×5hr、圧力：150MPaで成形した。さらに、真空中で結晶粒径を意図的に変化させるため、熱処理：1073K～1373K×3hrで処理した。その時の処理条件とその結果を表2に示す。

【0015】

10

【表1】

表 1

No	成分組成 (mass%) B: ppm							備 考
	Co	V	B	Si	Mn	C	Fe	
1	49.0	2.0	25	0.05	0.10	0.05	残部	本 発 明 例
2	49.0	2.0	10	0.05	0.10	0.05	残部	
3	49.0	2.0	50	0.05	0.10	0.05	残部	
4	49.0	2.0	25	0.01	0.10	0.05	残部	
5	49.0	2.0	25	1.00	0.10	0.05	残部	
6	49.0	2.0	25	0.05	0.01	0.05	残部	
7	49.0	2.0	25	0.05	1.00	0.05	残部	
8	49.0	2.0	25	0.05	0.10	0.10	残部	
9	49.0	<u>1.0</u>	25	0.05	0.10	0.05	残部	比 較 例
10	49.0	<u>4.0</u>	25	0.05	0.10	0.05	残部	
11	49.0	2.0	<u>5</u>	0.05	0.10	0.05	残部	
12	49.0	2.0	<u>60</u>	0.05	0.10	0.05	残部	
13	49.0	2.0	25	<u>0.005</u>	0.10	0.05	残部	
14	49.0	2.0	25	<u>1.5</u>	0.10	0.05	残部	
15	49.0	2.0	25	0.05	<u>0.005</u>	0.05	残部	
16	49.0	2.0	25	0.05	<u>1.5</u>	0.05	残部	40
17	49.0	2.0	25	0.05	0.10	<u>0.2</u>	残部	

注) アンダーラインは本発明条件外

特性調査として、試料採取部位を押し出し材もしくはHIP材の棒材中心部から1mm厚さスライスし、その円盤形状の中心部、中周部、外周部から任意に10箇所、1mm角のブロック形状および外径10mm、内径5mm、厚さ1mmのリング状試験片を採取、ブロック材は結晶粒の大きさおよび密度を測定するために使用、リング材は磁気特性測定用

50

に使用した。また、結晶粒は、光学顕微鏡により結晶粒の大きさを測定、1個の試料の結晶粒径の大きさの平均を  $D_a$  と定義し、10個の試料間の  $D_a$  の平均値 ( $D_{mean}$ ) とその平均値に対するばらつきの割合 ( $\sigma_d$ ) を測定した。

#### 【0016】

また、磁気特性は、上述したリング試料に巻数20T、および10Tで被膜銅線を巻き、B Hトレーサーにより800A/mにおける磁束密度 (B10) を測定し、10個の試料を測定した際の平均値 ( $B_{mean}$ ) と平均値に対する偏差の割合 ( $\sigma_b$ ) を測定した。さらに、密度は、湿式法により各試料の比重を測定し、真比重に対する測定値の割合を相対密度として算出した。

#### 【0017】

【表2】

表 2

No	粉末成形方法	熱処理温度 (K)	サンプル10個の結晶粒径の最大、最小値 (μm)	平均値 (μm)	$\sigma_d$ (%)	相対密度	サンプル10個の磁束密度の最大、最小値 (μm)	平均値 (T)	$\sigma_b$ (%)	備考
1	押出し	—	10~21	15	5	99.99	1.92~1.96	1.94	1.1	本発明例
2	押出し	1073	60~69	65	8	99.99	1.92~1.97	1.92	1.2	
3	押出し	1173	90~97	93	5	99.99	1.94~1.98	1.91	1.3	
4	H I P	—	9~15	12	3	99.99	1.89~1.92	1.93	1.2	
5	H I P	1073	64~68	66	5	99.99	1.92~1.94	1.90	1.0	
6	H I P	1173	94~98	96	4	99.99	1.92~1.94	1.89	1.1	
7	H I P	1073	64~68	66	5	99.99	1.92~1.94	1.92	1.2	
8	H I P	1173	94~98	96	4	99.99	1.92~1.94	1.95	1.1	
9	铸造材	1073	121~162	142	12	100	1.78~1.87	1.79	1.1	比較例
10	铸造材	1173	151~202	187	19	100	1.68~1.88	1.61	1.8	
11	铸造材	1073	121~162	142	12	100	1.78~1.87	1.61	1.8	
12	铸造材	1173	151~202	187	19	100	1.68~1.88	1.64	1.2	
13	铸造材	1073	121~162	142	12	100	1.78~1.87	1.59	1.1	
14	铸造材	1173	151~202	187	19	100	1.68~1.88	1.43	1.2	
15	铸造材	1073	121~162	142	12	100	1.78~1.87	1.22	1.9	
16	铸造材	1173	151~202	187	19	100	1.68~1.88	1.11	1.7	
17	焼結	—	64~71	68	12	92.2	1.43~1.61	1.22	1.9	

表2に示すように、No. 1~8は本発明例であり、No. 9~17は比較例である。

#### 【0018】

比較例No. 9~16は粉末成形方法が铸造方法によるものであり、また、比較例No. 9はV含有量が少なく、比較例No. 10はV含有量が多い場合である。比較例No. 11はB含有量が少なく、比較例No. 12はB含有量が多い場合である。比較例No. 13はSi含有量が少なく、比較例No. 14はSi含有量が多い場合である。さらに、比較例No. 15はMn含有量が少なく、比較例No. 16はMn含有量が多い場合である。これらいずれも、サンプル10個の  $D_a$  の最大、最小値が大きく結晶粒にばらつきの大きく、かつ、サンプル10個のBの最大、最小値も大きく磁気特性に大きくばらつきのあることが分かる。

#### 【0019】

10

20

30

50

さらに、比較例 N o . 1 7 の場合は粉末成形方法が焼結の場合であり、比較例 N o . 9 ~ 1 6 と同様に、結晶粒径の平均値にばらつきが大きく、磁気特性での磁束密度での平均値に対する偏差の割合が大きくばらつきのあることが分かる。これに対し、本発明例である N o . 1 ~ 8 のいずれも、サンプル 1 0 個の D a の最大、最小の差が小さく結晶粒にはばらつきの小さく、また、サンプル 1 0 個の B の最大、最小も小さく磁気特性にはばらつきの小さいことが分かる。

【 0 0 2 0 】

以上述べたように、本発明による平均結晶粒径を 5 ~ 1 0 0  $\mu\text{m}$  で、かつばらつきが 2 0 % 以下に抑えることが可能となり、特に分析機器としての T E M、S E M 等の対物レンズ、分析計のポールピース等の用途に適した、強度にも優れた F e - C o - V 系合金の製造を可能にしたことにある。

10

特許出願人 山陽特殊製鋼株式会社  
代理人 弁理士 椎名彌

---

フロントページの続き

(56)参考文献 特開2000-045050(JP,A)

特開2000-087194(JP,A)

特開2003-068514(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22C 38/00 - 38/60

C22C 19/07

C22C 33/02

B22F 1/00 - 3/26

H01F 1/04 - 1/08