メカニカルアロイング法と放電プラズマ焼結法で作製した
アルミニウム基磁性材料の特性

青木 翔*・久保田 正広**

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 59, No. 12 (2009), pp. 666-671

Properties of aluminum based magnetic materials produced by
mechanical alloying and spark plasma sintering

Sho AOKI* and Masahiro KUBOTA**

Air-atomized pure aluminum powder together with $\text{Fe}_2\text{ZnNiCuO}_6$ (FR) powder was mechanically alloyed (MAed) using a vibrational ball mill, and the MAed composite powders were consolidated into bulk materials by spark plasma sintering (SPS) in order to fabricate the Al-based composite materials having magnetic properties. Changes in hardness, constituent phases and soft magnetic properties of both the MAed powders and SPS materials were examined by microhardness measurements, X-ray diffraction (XRD) and vibrating sample magnetometry (VSM), respectively. The Vickers microhardness of the MAed powders increased by both increase in MA time and the amount of FR powder addition. No solid-state reactions could be detected in the MAed powders. The saturation magnetic flux density for the MAed powders were found to depend only on the amount of the FR powder present. The coercive force was suppressed by MA processing for FR powder with the present of aluminum. FR was decomposed to ZnO when the MAed powder was SPSed at 673 K and 773 K, whereas $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ and Al_4C_3 were detected when the MAed powder was SPSed at temperatures above 873 K. Therefore, magnetic properties with the SPS material fabricated at 773 K was shown. In fabricating aluminum based composite materials having magnetic properties, the best SPS condition was showed at 773 K.

(Received April 24, 2009 Accepted August 4, 2009)

Keywords: mechanical alloying, spark plasma sintering, aluminum, ferrite, magnetic properties

1. 緒 言

磁性を有するフェライトには、硬磁性を示すハードフェライトと軟磁性を示すソフトフェライトがあり、いずれも酸化鉄 (Fe_2O_3) を主成分とする複合酸化物で構成されている。ソフトフェライトはヒステリシスループにおいて飽和磁束密度や透磁率が大きく、保磁力が小さい磁気特性を有し、スイッチング電源や DC-DC コンバータ用の平滑用、昇圧用チョークコイル、モーターコア、電磁波吸収磁性シートなどに用いられている。しかし、ソフトフェライトは酸化鉄をベースとしているために密度が高く、また脆性で成型品の角や表面が欠けやすいという欠点がある。そこで、高い延性を有し軽量のアルミニウムと複合化することができれば、アルミニウムとソフトフェライトのそれぞれの特性をいかしたアルミニウム基磁性材料の創製が可能となる。

磁性を有するアルミニウム複合体の研究は、ストロンチウムフェライトなどの磁性材料のプリフォームにアルミニウム溶湯を加圧鋳造により含浸させる加圧含浸法による作製が報告されている¹⁾。溶解鋳造法をベースとしたこの作製方法は、磁性材料が均一に分布できる利点を有しているが、作製工程

がかさむという欠点もある。一方、粉末冶金法を適用してアルミニウム基磁性材料を作製した報告例は少なく、その特性の詳細は明らかにされていない²⁾。粉末冶金法による磁性アルミニウム複合体の作製において、磁性材料を母材中に均一に分散させることが重要である。そこで、アルミニウム粉末中にフェライト粉末が均一に分布した複合粉末の作製の観点でメカニカルアロイング (MA: Mechanical Alloying) 法に注目した。

MA 法は、固相状態で異種金属の粉末を混合・粉砕して機械的に合金化させ、過飽和固溶体や非晶質だけでなく微細なセラミックス粒子を母材中に均一に分散させることが可能である。特に、融点や沸点、比重に依存せずほぼすべての合金系に対して常温で適用が可能であり、急冷凝固法よりも広い範囲にわたって過飽和固溶体や非晶質が得られるという特徴をもっている³⁾。また、粒子サイズが均一になるため、固化成形しやすくなる利点もある。MA 法で得られる複合粉末の固化成形プロセスとして、短工程かつ短時間でバルク化が可能な放電プラズマ焼結 (SPS: Spark Plasma Sintering) 法に注目した。

SPS 法は、粉末間に放電現象を起こさせ表面の酸化皮膜を

* 日本大学大学院生産工学研究科機械工学専攻 (〒 275-8575 千葉県習志野市泉町 1-2-1)。Postgraduate student, School of Industrial Technology, Nihon University (1-2-1 Izumi-cho, Narashino-shi, Chiba 275-8575).

** 日本大学生産工学部機械工学科 (習志野市)。Department of Mechanical Engineering, College of Industrial Technology, Nihon University (Narashino-shi, Chiba). E-mail: kubota.masahiro@nihon-u.ac.jp

除去し、ジュール熱によって粒子間接合を行うバルク材作製法である。粉体試料内部からの自己発熱作用を積極的に利用し、従来のホットプレス法や熱間静水圧法よりも低温域・短時間での焼結あるいは焼結接合を可能とすることができる。また、放電による直接発熱方式のため極めて熱効率に優れ、その放電点の分散による均等加熱で、均質高品位の焼結体が容易に得られる特徴を持っている^{4),5)}。したがって、SPS法は低温域・短時間でバルク材を作製でき、粉末の持つ優れた特性を損わずに固化成形が可能である。

本研究では、MA処理によりアルミニウム粉末中にフェライト粉末が均一に分布した複合粉末の作製を試みた。得られた複合粉末は短工程かつ短時間でバルク化が可能なSPS装置で固化成形し、アルミニウムの機械的特性と加工性を損わず、かつ磁性を有するアルミニウム基複合材料の創製を目的とした。作製したMA粉末およびSPS材の機械的特性や軟磁気特性を評価し、アルミニウム基磁性材料を作製するための最適プロセス条件を提案する。

2. 実験方法

2.1 供試材の作製

Table 1 に本研究で用いた供試材の材料記号、配合組成、MA処理時間を示す。純アルミニウム粉末は純度99.9%、平均粒子径 $25\mu\text{m}$ 、フェライト (FR) 粉末の組成は $49.41\text{Fe}_2\text{O}_3$ – 32.09ZnO – 12.71NiO – 5.79CuO (at%) で平均粒子径 $1.8\mu\text{m}$ の粉末を用いた。これらの原料粉末をTable 1に示したように10, 30, 50 mass% フェライトになるように秤量した。混合粉末10gおよび助剤としてステアリン酸 ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$) 0.25gをArガス雰囲気中で工具鋼製ボール70gとともに工具鋼製容器内に装入した。MA処理は、振動型ボールミルを用いてそれぞれの配合組成に対して2, 4, 8h行った。得られたMA粉末は黒鉛ダイス (外径: 50 mm, 内径: 20.1 mm, 高さ40mm) に5g充填し、SPS装置で固化成形した。焼結条件は真空度30Paのチャンバ内で焼結温度673~1073Kまでそれぞれ10minで昇温後、温度を保持し圧力49MPaで1h加圧保持した。温度が473Kまで降下後、負荷を除去しSPS材を作製した。

2.2 材料評価

MA粉末は樹脂に埋込み、エメリー紙で研磨後、バフ研磨

で鏡面仕上げした面を測定面とし、マイクロビッカース硬さ試験機 (荷重0.098N, 保持時間15s) で15ポイント測定した。SPS材は、エメリー紙で研磨した後、バフ研磨で鏡面仕上げした面を測定面とし、ビッカース硬さ計 (荷重9.8N, 保持時間20s) を用いて5ポイント測定した。X線回折装置を用いてMA粉末およびSPS材の化合物相の同定を行った。測定は40kV, 60mAの強度で $\text{CuK}\alpha$ 線を用いて回折速度 $1.66\times 10^{-2}^\circ/\text{s}$, 回折角度 $2\theta=20\sim 80^\circ$ の条件で行った。回折ピークの半価幅からScherrerの式⁶⁾により粉末の結晶子サイズを算出した。MA粉末およびSPS材の飽和磁化 (Wbm/kg) および保磁力 (A/m) は、振動試料型磁力計 (VSM: Vibrating Sample Magnetometer) を用いて800または40kA/mの磁界中で測定した。MA粉末の測定では5mgの粉末を用い、SPS材は $6\times 4\times 1\text{mm}$ に機械加工した試験片を測定に供した。測定した飽和磁化に密度をかけて飽和磁束密度 (Wb/m^2) を算出した。アルキメデス法によってSPS材の密度を求め、実験値と理論密度との比から相対密度を算出した。

3. 実験結果

3.1 混合粉末の特性

純フェライト粉末とAl-FR粉末のMA処理時間の変化に伴う硬さの変化をFig. 1に示す。図はエラーバーが重ならないように、組成ごとにプロットをずらした。ここで、粉末の混合・粉砕プロセスには、単一元素を粉砕するメカニカルミリング (MM: Mechanical Milling) 処理と、二つ以上の元素を混合・粉砕するMA処理がある。以下、Al-FR粉末の合金化処理をMA処理と称し、フェライト粉末のみの粉砕処理をMM処理と称す。純フェライト粉末の硬さは、MM処理による影響はなく、ほぼ一定値の100HVを示した。一方、Al-FR粉末の硬さは、MA処理時間の増加に伴い増加した。また、フェライト添加量が増えるとAl-FR粉末の硬さも増加した。特に58Al FR粉末で275HVを超える値が得られ、純アルミニウム粉末の硬さ44HVと比較して約6倍の値を示した。

Fig. 2にAl-30mass%FR粉末のMA処理時間の変化に対する構成相の変化を示す。MA処理時間を変化させても構成相に変化は認められず、母材中にフェライトが存在していることが示唆された。フェライトの添加量が50 mass%の場合も

Table 1 Designation, starting compositions and mechanical alloying time of test materials

Designation	Material (mass%)		MA time (h)
	Matrix	Compound	
12AlFR 14AlFR 18AlFR	Pure Al	10 Ferrite	2 4 8
32AlFR 34AlFR 38AlFR		30 Ferrite	2 4 8
52AlFR 54AlFR 58AlFR		50 Ferrite	2 4 8

Fig. 1 Change in Vickers microhardness as a function of mechanical alloying time.

30mass% のときと同様の傾向が認められた。

一般的に粒子サイズの減少に伴い保磁力は向上することが知られており、粒子サイズが約 20nm で飽和すると報告⁷⁾されている。粒子サイズの変化は、Scherrer の式より見積もった結晶子サイズの変化と対応させ定性的な評価が可能と考えた。そこで、Fig. 2 のフェライトのピークの半幅幅および回折角度を Scherrer の式に代入し結晶子サイズを見積もり、その結晶子サイズを粒子サイズと仮定することで、粒子サイズの変化と保磁力の変化の相関を検討した。

Al-30mass%FR 粉末の MA 処理時間の変化に伴う結晶子サイズの変化を Fig. 3 に示す。ここで、回折角 2θ が 65° 付近の α -Al(220) と 62° 付近のフェライト ($\text{ZnFe}_2\text{O}_4(440)$, $\text{NiCuO}_2(202)$) の回折ピークを計算に用いた。MA 処理する前のアルミニウム粉末およびフェライト粉末の結晶子は、それぞれ 52nm および 56nm を示した。一方、MA 処理 2h でそれぞれの結晶子サイズは 14nm 程度まで小さくなったが、その後 MA 処理時間が長くなっても、結晶子の微細化は認められなかった。そこで、アルミニウムが存在しない場合に、フェライトの結晶子サイズが MM 処理によって、どのように変化するかを調べるために、回折角 $2\theta=62^\circ$ 付近のフェライト

($\text{ZnFe}_2\text{O}_4(440)$, $\text{NiCuO}_2(202)$) の回折ピークの半幅幅および回折角度を Scherrer の式⁶⁾に代入し結晶子サイズを求めた。Fig. 4 に示すように結晶子サイズは MM 0h で 56nm を示し、MM 処理時間の増加に伴い減少し、MM 8h で 8nm を示した。この結果は、フェライトの結晶子サイズはアルミニウムが存在する状態より存在しない状態の方が MM 処理によって微細化することを示唆している。

Fig. 5 に純フェライト粉末の MM 処理時間の変化に対する X 線回折結果を示す。MM 処理時間が増加しても構成相に変化は認められなかった。また、処理時間の増加に伴いフェライトの回折線強度は低くなり、特に回折角 $2\theta=70.5^\circ$ と 73.5° の回折ピークに顕著なブロード化が認められた。

Fig. 6 に純フェライト粉末と Al-FR 粉末の MA 処理時間の変化に伴う飽和磁束密度 B_s と保磁力 H_c の変化を示す。MM 処理前の純フェライト粉末の飽和磁束密度は 0.36 Wb/m^2 を示した。この値は、Ni-Zn 系フェライトの規格値 0.20 Wb/m^2 ²⁸⁾と比較して高い値を示した。Al-FR 粉末の飽和磁束密度は、MA 処理による影響は認められず、フェライト粉末の添加量が増加するにつれて飽和磁束密度は高くなり、添加量に対応した値が得られた。純フェライト粉末の保磁力は MM 処理前

Fig. 2 X-ray diffraction patterns of Al-30mass% Ferrite powders with different mechanical alloying times.

Fig. 3 Change in the crystallite size for the Al-30mass% Ferrite powders as a function of mechanical alloying time.

Fig. 4 Change in the crystallite size for the pure Ferrite powders as a function of mechanical milling time.

Fig. 5 X-ray diffraction patterns of pure Ferrite powders with different mechanical milling times.

で 1.35 kA/m を示し、MM 処理時間の増加に伴い増加する傾向を示し、MM 8h で 11.14 kA/m を示した。ここで、保磁力の値が増加することは特性が劣化することを意味している。Al-FR 粉末の保磁力は、フェライト粉末の添加量や MA 処理時間の増加に対して顕著な影響は受けず、一定の範囲に収まった。

3.2 SPS 材の特性

Fig. 7 に 38AlFR MA 粉末から作製した SPS 材の焼結温度に対する硬さと密度の変化を示す。ここで、SPS 材の表面はすべての試料で金属光沢が見られ、硬さ試験で得られた圧痕はピラミッド型を示した。また、相対密度の値は固相反応によって分解・生成する化合物を考慮していない理論値で除した値であるため、実際には高い相対密度を有していることが考えられる。MA 粉末の硬さは 200HV を有していたが、焼結温度 773K で固化成形された SPS 材の硬さは 83HV を示した。焼結温度の上昇に伴い SPS 材の硬さは増加し、焼結温度 1073K では MA 粉末より約 5 倍高い 974HV を示した。また、焼結温度 873K 以上のとき、SPS 材の上下面で硬さに大きな差が生じた。SPS 材の相対密度は、焼結温度 773K で 58.8% を示した。焼結温度の上昇に伴い SPS 材の相対密度は増加す

Fig. 6 Change in the saturation magnetic flux density and coercive force as a function of mechanical alloying time.

Fig. 7 Change in the hardness together with relative density for the SPS materials fabricated from 38AlFR MA powder.

るものの、焼結温度 1073K でも 81.6% であった。したがって、焼結条件を検討する必要がある、相対密度が 100% に近づけば、さらに硬さが上昇する可能性がある。

Fig. 8 に 38AlFR SPS 材の焼結温度の変化に対する化合物相の変化を示す。焼結温度 673K では、アルミニウムとフェライトからの回折ピークのほかに ZnO からの回折ピークが検出された。ZnO はフェライトを構成する ZnFe_2O_4 から固相分解によって生成したことを示唆し、この相分解によって磁気特性に影響を及ぼすと推察される。焼結温度が 773K になると、フェライトを構成する NiCuO_2 からの回折ピークが消失した。また、673K で認められた ZnO の存在も確認できた。焼結温度 873K と 973K ではアルミニウムとフェライトと助剤として添加したステアリン酸との間で SPS 焼結中に固相反応が生じ $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ や Al_4C_3 のアルミナ化合物が生成した。したがって、磁性を有するフェライトが存在しないことから、磁気特性を示さない可能性が示された。焼結温度が最も高い 1073K では、 $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ や Al_4C_3 のほかにさらに $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ が生成した。

38AlFR SPS 材の焼結温度の変化に伴う飽和磁束密度 B_s と

Fig. 8 X-ray diffraction patterns of the SPS materials fabricated from 38AlFR MA powder at different sintering temperatures.

Fig. 9 Change in the saturation magnetic flux density and coercive force for the 38AlFR powder and 38AlFR SPS materials.

保磁力 H_c の変化を Fig. 9 に示す。比較のために同組成の粉末の結果も合せて図示した。焼結温度 673 K で作製した SPS 材の飽和磁束密度と保磁力は、それぞれ 0.040 Wb/m^2 と 8.9 kA/m を示し、粉末の値 0.062 Wb/m^2 と 4.4 kA/m よりも低い値を示した。38AlFR SPS 材の飽和磁束密度と保磁力は、焼結温度 773 K で最大値 0.045 Wb/m^2 と 11.2 kA/m を示し、焼結温度の上昇に伴い急激に低下し、焼結温度 873 K では 0.006 Wb/m^2 、973 K では 1.5 kA/m を示した。これらの磁気特性の結果は Fig. 8 に示した X 線回折結果とよい相関が認められた。すなわち、固相反応によってフェライトが存在しなくなると磁気特性は著しく低下した。

38AlFR SPS 材で最も高い軟磁気特性は、焼結温度が 773 K で得られ、飽和磁束密度は Ni-Zn 系フェライトの規格値（飽和磁束密度 0.20 Wb/m^2 ）⁸⁾ の 20% 相当分の値を示した。一方、保磁力は、Ni-Zn 系フェライトの規格値（保磁力 24 A/m ）⁸⁾ の約 450 倍の値を示した。MA 処理時間を変化させて作製した Al-30mass%FR SPS 材の飽和磁束密度は、38AlFR SPS 材とはほぼ同様の傾向が示され、MA 処理時間の影響は少ないことが示された。

4. 考 察

4.1 MA 粉末の特性

純金属粉末を MM 処理すると、一般的に粉末は加工ひずみを蓄積しながら微細に粉砕されることが知られている⁹⁾。本研究で用いたセラミックスのフェライト粉末を MM 処理しても、硬さはほぼ一定値 100HV を示した。これは、フェライト粉末はセラミックスのために MM 処理中に加工ひずみの導入が抑制されていることを示唆した結果となった。したがって、MA 処理によって Al-FR 複合粉末の硬さが高くなる要因としては、アルミニウム粉末が加工硬化することに加え、フェライト粉末の分散による分散強化に起因していると考えられる。

Fig. 2 に示した XRD 結果から、Al-FR 粉末を MA 処理しても固相状態で相変化は生じなかった。この結果は、フェライト粉末の磁気特性を損わずにアルミニウム粉末と複合化できる可能性を示している。また、Fig. 3 と Fig. 4 に示したように、フェライト粉末のみを MM 処理すると粉末は微細化され、これによって保磁力は、劣化する傾向を示した。一方、アルミニウム粉末とともに MA 処理することでフェライト粉末の微細化が抑制され、これによって保磁力の劣化が抑えられた。したがって、延性を有するアルミニウムと磁性を有するフェライトを MA 処理によって複合化する方法は、磁気特性の低下を抑制させながら、複合粉末の硬さを増加させることが可能である。

MA 処理して得られた Al-FR 複合粉末の飽和磁束密度の値は、フェライトの添加量に比例した結果が得られた。この結果は、磁性を有するアルミニウム基磁性材料の飽和磁束密度の値を設計できることを示唆しており、設計仕様に応じてフェライト添加量を自由に選択し、加工性と磁気特性のバランスを考慮した材料の作製が可能であることを意味している。また、複合粉末の保磁力は、MA 処理時間が増加しても顕著な変化を示さなかった。この結果は、アルミニウム粉末とともに MA 処理することでフェライト粉末の微細化が抑制されたことが主な理由だと考えられる。一方、MM 処理したフェライト粉末は微細化し、これに伴って保磁力が劣化する傾向

を示した。したがって、フェライト粉末をアルミニウム粉末とともに MA 処理することでフェライト粉末の微細化を抑制することが保磁力を劣化させないプロセス設計の指針であることが示された。

4.2 SPS 材の特性

SPS 法による複合粉末の固化成形は、一般的に焼結温度、保持時間および加圧力に大きく依存する。Fig. 7 に示したように焼結温度が上昇するにつれて相対密度が高くなった。しかし、アルミニウムの融点をはるかに越えた 1073 K でも相対密度 100% は得られなかった。したがって、焼結温度以外のパラメータを検討する必要がある。また、焼結温度の上昇に伴い 38AlFR SPS 材の硬さが増加した理由は、Fig. 8 に示した XRD 結果から、焼結温度 873 K 以上ではフェライトが固相分解し $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ 、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 、 Al_4C_3 の 3 つの化合物相が生成したことに起因していると考えられる。また、SPS 材の上下面の硬さに顕著な差が生じた。これは、焼結中にアルミニウムの一部が溶融し、生成した化合物相が偏析したためと考えられる。焼結温度 973 K で作製した SPS 材は 873 K で作製 SPS 材よりも密度が高いが、硬さが低下した理由については、現在検討中である。Fig. 8 と Fig. 9 から磁気特性を有するアルミニウム基磁性材料を作製するには、添加したフェライトが固相分解しない温度で焼結することが必要である。

773 K で焼結して作製した SPS 材では、フェライトからの回折線が認められなかったが、Fig. 9 にも示したように、焼結温度 773 K で作製した 38AlFR SPS 材の飽和磁束密度が最大値を示した。この理由は、673 K よりも緻密化が達成され空洞が減ったことに加え、固相反応によって $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ が生成しなかったためと考えられる。一方、焼結温度 873 K 以上で作製した 38AlFR SPS 材の飽和磁束密度が急激に低下した理由は、固相反応が生じ軟磁性を有するフェライトの量が減少したためと考えられる。保磁力が焼結温度の上昇に伴い低下した理由は、相対密度の増加と転位密度の低下（焼なまし効果）により磁壁移動のピンギングサイトが減少¹⁰⁾ したためと考えられる。焼結温度 773 K で作製した SPS 材の飽和磁束密度は最大値を示したが、MA 粉末よりも低かった。これは、バルク材の密度が低いことに起因していると考えられ、もし、100% 緻密化できれば Ni-Zn 系フェライトの規格値⁸⁾ の 30% 相当分の値を示すと考えられる。したがって、SPS 条件を変えて緻密化することができれば、フェライトの特性を最大限に引出したアルミニウム基磁性材料が創製できることを示唆している。

焼結温度 773 K で作製した 38AlFR SPS 材の保磁力が Ni-Zn 系フェライトの規格値⁸⁾ の約 450 倍の値を示した理由は、本実験で使用したフェライト粉末自体の保磁力が 1.4 kA/m と高い値であることと、緻密化できなかったことが要因として考えられる。

5. 結 言

純アルミニウム粉末にフェライト粉末を添加し MA 法によって複合粉末を創製し、SPS 法によってバルク材の作製を試みた。作製した複合粉末と SPS 材の硬さ、化合物相の同定、磁気特性を調べた結果、以下の知見を得た。

(1) アルミニウム粉末とフェライト粉末を MA 処理で混合しても、構成相に変化は生じず、フェライト粉末の磁気特性

を損わないアルミニウム基磁性複合粉末が作製できた。また、Al-FR 粉末は MA 処理中、フェライト粉末の微細化は抑制され、保磁力は劣化する傾向を示さなかった。しかし、フェライト粉末のみを MM 処理すると、MM 処理時間の増加に伴い粉末は微細化され、保磁力は劣化する傾向を示した。

(2) Al-FR 粉末の飽和磁束密度は、MA 処理による影響をほとんど受けず、フェライト粉末の添加量に相当した値を示した。また、MA 処理時間の増加に伴う Al-FR 粉末の保磁力に顕著な変化は認められず、MM 処理したフェライト粉末よりも優れた値を示した。

(3) Al-FR 粉末の硬さは、MA 処理時間の増加に伴いアルミニウム粉末に導入される加工硬化に加えフェライト粉末の分散強化によって上昇し、純アルミニウム粉末の硬さと比較して 3~7 倍の値を示した。

(4) 焼結温度 673 K と 773 K で作製した 38AlFR SPS 材は、添加したフェライトの一部分解によって生成した ZnO が認められたが磁気特性に影響を及ぼさなかった。一方、焼結温度 873 K 以上で作製した 38AlFR SPS 材は、固相反応によって $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, Al_4C_3 が生成し、磁気特性は著しく劣化した。

(5) 焼結温度 773 K で作製した 38AlFR SPS 材の飽和磁束密度が、最大値 0.045 Wb/m^2 を示した。38AlFR SPS 材の保磁力は、焼結温度の上昇に伴い低下する傾向を示し、焼結温度 973 K で最良値 1.5 kA/m を示した。

(6) 38AlFR SPS 材の硬さは、焼結温度 773 K で 83HV を示し、焼結温度の上昇に伴い増加し、焼結温度 1073 K で 974HV を示した。

以上の知見から、MA 粉末の磁気特性は MA 処理時間によ

る影響は受けず、硬さは MA 処理時間の増加に伴い上昇したので、MA 8h が磁気特性・機械的特性が共に最も優れる条件であった。SPS 材の磁気特性は、焼結温度 873 K 以上で劣化するので、アルミニウム基磁性材料の作製は焼結温度 773 K 以下で行わなければならない。しかし、焼結温度 773 K では相対密度が低いため、SPS 条件（圧力、保持時間）を検討することで高密度のバルク材を作製できる可能性がある。

謝辞

本研究で使用したフェライト粉末を提供して頂き、かつ有益な助言を頂いた本学電気電子工学科、新妻清純准教授に深く感謝申し上げます。また、本研究における VSM 測定の方法を御教示して頂いた本学電気電子工学科、大学院生 松島弘樹君に深く感謝申し上げます。

参考文献

- 1) 松田健二, 池野 進, 真嶋一彦, 森 克徳, 西村克彦, 佐伯知昭: 磁性アルミニウム複合体, 日本国特許庁, 特開 2006-257513.
- 2) 武田義信, 西本達也: 強磁性アルミニウム系部品の製造法, 日本国特許庁, 特開 1982-51231.
- 3) 徳満和人: ナノメタルの応用開発, (編集井上明久), シーエムシー出版, (2008), 233.
- 4) 鴫田正雄: 新焼結技術 - 放電プラズマ焼結 (SPS) 法, SPS シンテック, (2001), 1-4.
- 5) 鴫田正雄: 粉体工学誌, **30** (1993), 790-802.
- 6) C. Suryanarayana and M. G. Norton: X-Ray Diffraction A Practical Approach, Plenum Press, (1998), 207.
- 7) M. Ma, Y. Wu, J. Zhou, Y. Sun, Y. Zhang and N. Gu: J. Magn. Magn. Mater., 268 (2004), 33-39.
- 8) 小沼 稔: 磁性材料, 工学図書, (1996), 52.
- 9) P. S. Gilman and W. D. Nix: Metall. Trans. A, **12A** (1981), 813-824.
- 10) 前谷敏夫, 植田正輝, 中村尚道: JFE 技報, **7** (2005), 24-28.