Fe-Al-Ni-Co-Cu 焼結磁石の二三の性質に対する TiH_2 添加の影響について*

相 山 正 孝** 信 太 邦 夫***

Masataka Sugiyama and Kunio Shida: On the Effect of the TiH_2 Addition of on Some Properties of Sintered Fe-Al-Ni-Co-Cu Magnets. (Study on the Sintered Fe-Al-Ni System Magnets, 6th Report). The effect of TiH_2 addition to sintered permanent-magnet alloy of the MK3 type (11% Al, 18% Ni, 12.5% Co, 6% Cu, residue Fe) has been studied, particularly, in relation to their linear shrinkages, densities, magnetic properties, and pore size distributions. It has been found that the addition of TiH_2 within the range of 0.2~0.5% improves the qualities of Fe-Al-Ni-Co-Cu alloys prepared by sintering in pure hydrogen, but larger addition causes the pore growth and a detrimental effect on the magnetic properties.

(Received March 17, 1960)

I. 緒 言

前報⁽¹⁾において、Fe-Al-Ni-Co-Cu 系の焼結磁石に対する微量な P 添加の効果について研究したが、本論文では同じように焼結活性剤として働くと考えられる TiH_2 の添加の効果について前報⁽¹⁾の補足的な実験をした。Kalischer⁽²⁾は、約 2% の TiH_2 の添加が極めて有効であると述べているが、この添加量は用いた原料粉末および焼結雰囲気の種類によつて違ってくるのではないかという予想のもとに実験を行ったのである。

II. 実験試料および方法

まず、-200 メッシュの電解 Fe 粉末, 48.64% Al-Fe 合金粉末, 水素還元 Ni 粉末, 水素還元 Co 粉末, および電解 Cu 粉末を 11% Al, 18% Ni, 12.5% Co, 6% Cu, 残 Fe であるように配合したものに、 TiH_2 粉末(輸入品)を重量 % で 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 1.0 および 2.0% 添加した。

これらの各混合粉末を、20 t Si の圧力で約 $5 \times 5 \times 50$ mm

の大きさに加圧成形したものを 1350° で 2 時間、前報⁽³⁾⁽⁴⁾で説明した焼結装置を用いて 1 気圧の極純水素⁽³⁾中で焼結し、一定の速度で冷却した(冷却速度については前報⁽⁵⁾で報告した)。なお焼結する時、炉中の試料の位置を乱数表で任意化して位置による変動を均一化した。これらの試料について収縮率(長さ方向)、密度、磁性、および空孔の状態を調べた。なお、磁性および空孔寸法分布測定法は前報⁽⁶⁾⁽⁴⁾に記述してある。

III. 実験結果

Fig.1 は、試料の収縮率並びに密度と TiH_2 添加量との関係を、Fig.2 は試料の抗磁力 H_c および残留磁気 B_r と TiH_2 添加量との関係を、また Fig.3 は空孔の大きさの分布におよぼす TiH_2 添加の影響の一例を示す図である。図中のデータは試料 3 本の平均値を示してある。なお、空孔の分布については、1% および 2% 添加のものが目立つた相違を示すことが認められたので、Fig.3 には 0.5, 1.0, 2.0% 添加についてののみ記載した。

得られたこれらの結果から次のことがいえる。

(1) 試料の収縮率(長さ方向)は 0.3% 添加までほとんど

** 東京大学工学部

*** 東京タングステン株式会社

* 1960 年 4 月本会東京大会に発表; Fe-Al-Ni 系統焼結磁石の研究(第 6 報)

(1) 相山, 信太: 本誌, **23**(1959), 576.

(2) P. R. Kalischer: Trans. AIME (Iron and Steel Div.), **145**(1941), 369.

(3) 信太: 本誌, **23**(1959), 199.

(4) 信太: 本誌, **23**(1959), 315.

(5) 信太: 本誌, **23**(1959), 318.

(6) 信太: 本誌, **23**(1959), 203.

変化しないが、0.5% 添加をこえると急速に低下する。(2) 密度も TiH_2 添加により約 1.5% 程度しか上昇せず大きな

Fig.1 Effect of TiH_2 addition on shrinkage and density of sintered MK magnet alloys.

Fig.2 Effect of TiH_2 addition on magnetic properties of sintered MK magnet alloys.

Fig.3 Effect of TiH_2 addition on pore size distribution of sintered MK magnet alloys.

変化を受けないが、1% 添加をこえると低下の傾向を示している。(3) 残留磁気 B_r は TiH_2 の添加に伴い増大し、0.05~0.2% TiH_2 添加で一つの山を示すが、これ以上添加すると急速に低下する。すなわち、 TiH_2 を添加しない場合に 6,170 gauss の B_r を示すものが、0.05~0.2% TiH_2 添加で 6,550 gauss まで上昇するが、それ以上添加量が増加すると逆に低下し 2% 添加で 5,600 gauss まで減少する。(4) 抗磁力 H_c は、0.3% 添加までほとんど変化し

ないが 0.5~1.0% 添加で一つの山を示す。すなわち、585 Oe のものが 595 Oe まで上昇するが、2% 添加となると 565 Oe まで急減する。(5) B_r および H_c に対する TiH_2 添加の効果を総合して考えると 0.2~0.5% 添加が適当な添加量であると考えられる。(6) 空孔の大きさの分布については Fig.3 に示すように、添加量が 1%, 2% となると 0.5% 添加のものにくらべてはるかに増大した空孔の存在が認められ、この点からいつでも TiH_2 の添加は 0.5% をこえてはならないことを示している。

IV. 結果 に対する 考察

TiH_2 は約 450° で分解して原子状水素を発生するので、焼結磁石に約 2% の TiH_2 添加が有効であるといわれているが⁽²⁾、著者らの行った上記の結果によれば、約 1 気圧の水素中で焼結した場合には、0.5% 以上の添加は避けるべきである。0.5% をこえると分解した原子状水素が多量すぎて空孔を増大させる逆効果を示すものと考えられる。従つて、焼結雰囲気は真空の場合には添加量の限度、および効果が上昇するものと予想される。

V. 総 括

配合組成が 11% Al, 18% Ni, 12.5% Co, 6% Cu, 残 Fe である混合粉末に TiH_2 粉末を添加し、加圧成形後純水素中で焼結した場合について、 TiH_2 添加の効果を調べ、およそ次のような結果が得られた。

(1) 0.5% までの TiH_2 の添加は焼結活性剤として作用し、磁性を改善する。

(2) 0.5% をこえた添加は、焼結体に残存する空孔を増大させ収縮率、密度、および残留磁気を低下させるが、抗磁力は

0.5~1.0% 添加で一つの山を示す。

このことから、磁性を改善するためには 0.2~0.5% 添加が適当な添加量であると考えられる。水素中で焼結する場合には、この系の焼結体に対する TiH_2 の添加量は 0.5% をこえてはならない。

終りに臨み、いろいろと御援助下さった東京タングステン株式会社大村常務並びに実験に協力された伊藤三郎氏に感謝申上げる。