研 究

焼結接合法によるフェライト部品の作製

沖本 邦郎^{☆1}, 和泉 克尚^{☆2}, 佐藤 富雄^{☆3}, 豊田 幸夫^{☆4}, 細川 誠一^{☆4}

^{☆1}摂南大学, 〒572-8508 寝屋川市池田中町 17-8. ^{☆2}摂南大学大学院工学研究科, 〒572-8508 寝屋川市池田中町 17-8.
^{☆3}九州工業技術研究所, 〒841-0052 佐賀県鳥栖市宿町. ^{☆4}住友特殊金属(株), 〒618-8555 大阪府三島郡島本町江川 2-15-17.

Sinter Joining Properties of Ferrite Magnets

Kunio Okimoto^{☆1}, Katsuhisa Izumi^{☆2}, Tomio Satoh^{☆3}, Sachio Toyota^{☆4} and Seiichi Hosokawa^{☆4}

^{☆1}Setsunan University, 17-8 Ikeda-nakamachi, Neyagawa 572-8508. ^{☆2}Graduate School, Setsunan University, 17-8 Ikeda-nakamachi, Neyagawa 572-8508. ^{☆3}Kyushu National Industrial Research Institute, Shuku-machi, Tosu 841-0052. ^{☆4}Sumitomo Special Metals Co.Ltd., 2-15-17 Egawa Simamoto-cho Mishima-gun, Osaka 618-8555.

Received March 6, 1998

SYNOPSIS

For the purpose of fabricating ferrite part with a complicated shape which has different orientation of the ferrite, joining of pre-formed green compacts was studied, and in particular the feasibility of combined sinter joining method was investigated. As the first step, two simple compacts of disk and ring shape have been individually produced under the non-magnetic field condition. The two compacts was assembled into a unit and then sintered at 1150°C and 1225°C. Effect of addition agent and sintering temperature on the joint strength of the sintered compacts has been studied. The joint strength of the compacts sintered at 1225°C was about 2 times of that of the compacts sintered at 1150°C. The maximum joint strength was obtained when an inner disk with 0.75mass%CaO and an outer ring with 0.75mass%CuO was joined at sintering temperature of 1225°C.

KEY WORDS

ferrite, sinter joining, sintered magnet, orientation, alignment, powder metallurgy, joint strength.

1 緒 言

フェライト焼結磁石の金型成形法は、ニアネットシェイプで安価に、かつ大量に永久磁石を作製することができる。しかし、通常の金型成形法の場合、部品形状によっては一工程で意図した形状が得られず、別々に作製した部品を接合して一つの部品としたり、粉末射出成形法¹⁾を用いたりする必要がある。

また、最近ではFig.1のように、部品の部位によって配向の向きが異なる磁性体が、例えば制御モータの駆動と回転速度の検出に用いられている。このような部品を作製する手段としては、複雑な向きの配向磁界の中で射出成形²⁾を行ったり、個々に配向成形した焼結体を接着する方法が考えられている。しかし、前者は配向・成形のための設備が複雑で、後者は接着の工程に余計な手間がかかる。そこで著者らは、複雑な配向と入り組んだ形状を持ったフェライト磁性体を比較的容易に作製する手段として、予備成形した単純な形状の圧粉体を組み立てた後に焼結接合する方法^{3,4)}に着目した。

この焼結接合法を適用しようとする場合、最も問題となるのは接合強度である。そこで、本研究ではFig.1のような配向方

向の異なる磁性体を作製するための第一段階として、Fig.2のような円柱形のインナーとリング形のアウターからなる無配向の接合体のせん断強度試験を行い、接合強度の点からこの手法の可能性について検討した。また、焼結体の磁気特性についても測定を行った。

2 実験方法

実験に用いた磁性粉末は住友特殊金属(株)のストロンチウム系フェライト粉末で、焼結助剤として0.89mass%CaCO₃と0.40mass%SiO₂が配合されている。この原料粉末の平均粒径は0.75μmである。

インナーとアウターの成形圧力 σ_i , σ_o は、それぞれ $\sigma_i = 300\text{MPa}$, $\sigma_o = 100\text{MPa}$ とした。 σ_o を σ_i よりも低くしたのは、焼結収縮に伴う焼きばめ効果を期待したためである。しかし、フェライト粉末の焼結緻密化の度合いは、Fig.3 から分かるように50MPa程度以上では成形圧力を変えてもさほどの変化はなく、上記の成形圧力では余り高い接合強度は得られないと考えられる。接合強度を高めるためには σ_o を50MPa以下に設定

Fig.1 Magnet having a complicated magnetic orientation.

することが望ましいと考えられるが、その一方で、フェライト圧粉体は脆いために σ_0 を低くしすぎると組立が困難になる。そこで本研究では、原料粉末にCuOやCaOの粉末を0.50~0.75mass%添加し、インナーとアウトターの寸法収縮の差をより大きくする方法を試みた。

本実験での添加剤の配合割合と配合の組み合わせを(インナー, アウター)の順に示すと、以下の3種類である。

No.1; (原料粉末のみ, 原料粉末のみ)

No.2; (原料粉末のみ, 0.50mass%CuO添加)

No.3; (0.75mass%CaO添加, 0.75mass%CuO添加)

また、アウターには成形助剤として5.0mass%のポリビニルアルコール水溶液を、フェライト粉末6.0gに対して0.5cm³の割合で加えた。

円柱状インナーを成形するには直径 d_i が $\phi 11.00 \pm 0.01$ mmの超硬合金製金型を、リング状アウターを成形するには内径 d_{oi} ×外径 d_{oo} が $(\phi 11.08 \pm 0.01\text{mm}) \times (\phi 20.00 \pm 0.01\text{mm})$ の超硬合金製金型を用いた。したがってアウター内径 d_{oi} とインナー直径 d_i との両側クリアランス $\Delta e (=d_{oi}-d_i)$ は0.08mmで、これをインナー直径 d_i との比で表すと $\Delta e/d_i=0.0073$ である。なお、成形体の高さ h_0 については、アウターが7.0mm、インナーが16.0mmになるように粉末重量を調節した。

Fig.3 Effect of compacting pressure on density of green and sintered compacts prepared with raw powder.

焼結(焼成)は大気中で360°C/hで昇温し、1150°Cまたは1225°Cの2種類の温度で1h保持した後、炉冷するという手順で行った。

接合強度 τ_s はせん断試験によって、 $\tau_s = P_{\max} / (\pi \times D_i \times H_i)$ [MPa]から求めた。ここで、 $P_{\max}$ は接合強度試験における最大荷重、 D_i と H_i は焼結接合体のインナー直径と接合面の高さである。

3 実験結果および考察

3.1 焼結時の収縮率 ε_θ およびその差 $\Delta\varepsilon_\theta$

まず、Fig.4に原料粉末のみで作製したインナーの成形圧力と焼結による直径の収縮率 $\varepsilon_\theta = 1 - \ln(\text{焼結体直径 } D_i) / (\text{圧粉体直径 } d_i)$ との関係について示した。Fig.3の説明でも触れたように、接合強度を高めるためには、 σ_i を σ_0 よりも高く設定す

Fig.2 Shape of green compacts and sinter joined compact.

Fig.4 Dependence of compacting pressure on shrinkage ϵ_θ of raw powder compact sintered at 1150°C for 1h.

るなどして、アウターとインナーの ϵ_θ の差、すなわち $\Delta\epsilon_\theta$ を大きくする必要がある。しかし、例えば $\sigma_i=300\text{MPa}$ 、 $\sigma_o=50\text{MPa}$ で成形したとしても $\Delta\epsilon_\theta$ はFig.4より、 $\Delta\epsilon_\theta=\epsilon_{\theta 1\sigma_o=50}-\epsilon_{\theta 1\sigma_i=300}=0.028$ に過ぎない。そのため、成形圧力に差を設けるだけでは接合強度の向上に及ぼす効果が薄いと判断される。そこで、本実験では添加剤の使用を考えた。

Fig.5(a),(b)には、各種の添加剤が焼結体密度と ϵ_θ に及ぼす影響について示した。本実験の場合、CuO添加では焼結体が緻密化し、逆にCaO添加は緻密化を緩和する傾向にある。この二つの図を参考にしてNo.1~No.3の配合割合を決定した。また、Fig.5にはSiO₂を配合した場合についてもデータがプロットされている。グラフから判断すると、より高い $\Delta\epsilon_\theta$ を得るためには、インナーにCaOを添加するよりもSiO₂を添加した方が有効であると考えられる。しかし、SiO₂を用いて組み合わせ焼結を行うと、アウターにFig.6のようなクラックが生じることが多かったため、今回は使用を見送った。

3.2 接合強度

No.1~No.3の条件で作製した接合体について接合強度試験を行った結果をTable 1に示す。Table 1を見ると、接合強度の

(a) Sintered density

(b) Shrinkage ϵ_θ

Fig.5 Variation in density and shrinkage of compact with addition agent sintered at 1150°C for 1h.

Table 1 Joint strength obtained from sinter joining of ferrite powder compact.

No.	Combination		Shrinkage gap $\Delta\epsilon_\theta$		Joint strength /MPa	
	Inner, 300MPa /Addition agent mass%	Outer, 100MPa /Addition agent mass%	1150°C	1225°C	1150°C	1225°C
1	Raw powder	Raw powder	0.0172	0.0241	4.6	12.5
2	Raw powder	0.50 CuO	0.0546	0.0306	9.5	13.2
3	0.75 CaO	0.75 CuO	0.0503	0.0353	11.9	20.3

Fig.6 Appearance of crack occurred in outer ring after sintering.

Fig.8 SEM fractograph of joined surface after strength test.

(a) Low strength
(Joint strength=4.6MPa) (b) High strength
(Joint strength=20.3MPa)

Fig.7 Appearance of joined compacts after strength test.

Fig.9 Dependence of shrinkage gap $\Delta \epsilon_\theta$ of compact on joint strength ($\Delta \epsilon_\theta = \epsilon_{\theta 0} - \epsilon_\theta$).

結で2.6倍, 1225°C焼結で1.6倍の強度向上である。アウターにCuOを0.50mass%添加したNo.2の接合強度は, No.1とNo.3の中間であった。

Fig.7は接合体の強度試験後の外観を示したものである。接合強度が劣る場合がFig.7(a), 強度が大きい場合がFig.7(b)で, 破壊は接合面で生じるものと母材部で生じるものがあった。Fig.8はFig.7(b)の試験片の接合部をSEMで観察したものであるが, 接合部で拡散が生じていることが分かる。

接合体を実用的な分野に用いるためには, 最低でも10MPaの接合強度が必要であると考えられる。本実験の結果は原料粉末同士を用いたNo.1の場合においても一応, この目標をクリアしているが, 広い分野に応用するためには, 更に強度を高める研究が必要と思われる。

次に, 接合強度を添加剤の有無に関わりなく $\Delta \epsilon_\theta$ との関係としてグラフにまとめたものがFig.9である。Fig.9より, $\Delta \epsilon_\theta$ の

向上に添加剤の使用が有効であることが分かる。同じ焼結温度では, No.3のインナーにCaOを, アウターにCuOをそれぞれ0.75mass%添加した場合が最も高い接合強度を示した。原料粉末のみで作製したNo.1の接合体と比較すると, 1150°C焼

Table 2 Magnetic characteristics of sintered compact (Compacting pressure=300MPa).

Addition agents mass%	Sintering temp. /°C	Sintered density / $\times 10^3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$	Residual flux density B_r /T	Maximum energy product (BH) $_{max}$ / $\text{kJ} \cdot \text{m}^{-3}$	Coercive force H_{cJ} / $\text{kA} \cdot \text{m}^{-1}$
Raw pow.	1150	4.56	0.254	11.1	254
0.50 CuO	1150	4.89	0.277	12.6	231
0.75 CuO	1150	4.91	0.278	12.3	225
0.75 CaO	1150	4.57	0.254	11.1	220
Raw pow.	1225	4.91	0.280	13.4	261
0.50 CuO	1225	4.98	0.280	12.0	199
0.75 CuO	1225	4.98	0.277	11.0	183
0.75 CaO	1225	4.85	0.276	12.8	171

大きい条件で作製した接合体の方が、接合強度が高くなるという傾向にあることが分かる。焼結温度による影響も顕著に現れており、同じ $\Delta\epsilon_0$ では 1225°C で焼結した接合体の方が 1150°C で焼結した接合体の 2 倍近い強度を示した。

本実験においてはフェライト圧粉体の脆さのために、組立に注意を要する場合があった。これに対して、著者らはインナーを 750~1000°C ($\epsilon_0=9.0 \times 10^{-4} \sim 1.4 \times 10^{-3}$) で予備焼結し、少し収縮させてから組立を行ったり、接合面のクリアランスを 0.08mm から 0.25mm に広げるなどの対応策を試みた。しかし、前者の方法では焼結後アウター部に Fig.6 で示したようなクラックが見られることが多く、後者の方法ではクリアランスが大きすぎたためにほとんど接合強度が得られなかった。このため、今後は適正なクリアランスを模索すると共に、成形体の強度を高めるための研究も予定している。

接合体に強度をもたらす要因としては、インナー・アウターの焼結時における熱膨張の挙動^{4,5)}や母材強度なども考慮する必要があるが、当面は今回述べた収縮率の差 $\Delta\epsilon_0$ の観点から研究を進める方針である。

現在は、インナー成形体を配向してから組み合わせ焼結を行い、部位によって異なる配向を得ると同時に、配向による焼結寸法の異方性を利用して接合強度の向上を図る研究に着手している。その他にも、(1) 磁性粉末に MIM 用の熱分解性バインダを加えて、圧粉体の強度向上と焼結による緻密化を促進させる、(2) 本実験では用いなかった SiO_2 をインナーに配合して、クラックの生じないようなクリアランスでの焼結接合を行うなどの手段を考えている。

3.3 焼結体の磁気特性の評価

焼結体の残留磁束密度 B_r 、最大エネルギー積 $(BH)_{max}$ および保磁力 H_{cJ} の測定結果を Table 2 に表す。原料粉末は B_r 、 $(BH)_{max}$ および H_{cJ} のバランスがよく、特に 1225°C 焼結において良好である。一方、接合強度を高めるために CuO と CaO を添加した場合には B_r と $(BH)_{max}$ は原料粉末を用いた場合のそれらに比べてそんなにないが、保磁力 H_{cJ} が低下しその度合いは 1150°C よりも 1225°C 焼結の方が大きい。したがって用途によっては接

合強度を向上させるために CuO と CaO を添加するとよいが、保磁力が低下することに注意しなければならない。

4 結 言

クリアランス比が $\Delta\epsilon/d_i=0.0073$ の一定条件の下で、ストロンチウム系フェライト粉末圧形体の組み合わせ焼結接合を行い、接合強度と磁気特性を検討した。得られた結果は以下の通りである。

- 1) 原料粉末のみで作製した接合体においても 1225°C 焼結で 12.5MPa の強度が得られたが、CuO と CaO を添加することにより 20.3MPa に向上させることができた。しかし、これらを添加すると保磁力が低下するので、用途によっては強度と保磁力のバランスを考慮することが必要である。
- 2) 接合強度を向上させるためには、インナー・アウター間における焼結時の収縮率の差 $\Delta\epsilon_0$ を高めることが、一つの有効な手段である。
- 3) $\Delta\epsilon_0$ を高めるためには、インナーとアウターの成形圧力を変えるだけでは不十分で、CuO や CaO などの添加剤を併用すると効果的である。
- 4) 成形条件が同じ場合には、焼結温度を高くした方が接合強度は大きくなる。具体的には焼結温度を 1150°C から 1225°C に高めると、接合強度は 1.4~2.7 倍に増加した。

謝 辞

最後に、本研究の実験に協力していただいた摂南大学工学部機械工学科 1996 年度卒業研究生 山田誉治君、1997 年度卒業研究生 加島孝彦君と山本浩史君(当時)に感謝します。

文 献

- 1) 例えば 山下治: "金属射出成形で作製した Nd-Fe-B 磁石の磁気特性", 粉体および粉末冶金, 42(1995)1073-1078.
- 2) 安保武志, 元根隆博: "制御用モーターの界磁用プラスチック磁石", 特公平 5-37330, (1993.6.2)35-41.
- 3) T.Tabata, S.Masaki, H.Suzuki and B.Q.Zhu: "Bond strength of

- sintered bonded composite preforms", Int. J. Powder Metall., 25 (1989)37-41.
- 4) 浅香一夫: "焼結による鉄系圧粉体の拡散接合(第3報) 拡散接合に及ぼす鉄粉の種類の影響", 粉体および粉末冶金, 44(1997)374-380.
- 5) 浅香一夫, 加賀谷剛: "焼結による鉄系圧粉体の拡散接合(第4報) SUS304 圧粉体の焼結拡散接合", 粉体および粉末冶金, 44(1997)751-756.
- 6) 真崎才次, 沖本邦郎, 小西政成: "焼結接合法によるセラミック部品の製作", 塑性と加工, 36(1995)1331-1336.
- 7) 沖本邦郎, 和泉克尚, 佐藤富雄, 加藤欽之: "粉末冶金法によるステンレス鋼/パーマロイ複合材の製作における粉末粒径の影響", 粉体粉末冶金協会平成9年度春期大会概要集(1997)161.