研 究

紫外線硬化樹脂を用いた磁性粉末の配向成形

沖本 邦郎^{☆1}, 和泉 克尚^{☆2}, 豊田 幸夫^{☆3}, 細川 誠一^{☆3}^{☆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}住友特殊金属(株), 〒618-8555 大阪府三島郡島本町江川 2-15-17.

Anisotropic Forming of Magnetic Powders Mixed with Ultraviolet Resin

Kunio Okimoto^{☆1}, Katsuhisa Izumi^{☆2}, Sachio Toyota^{☆3} and Seiichi Hosokawa^{☆3}^{☆1}Setsunan University, 17-8 Ikeda-nakamachi, Neyagawa 572-8508. ^{☆2}Graduate School, Setsunan University, 17-8 Ikeda-nakamachi, Neyagawa 572-8508. ^{☆3}Sumitomo Special Metals Co. Ltd., 2-15-17 Egawa Simamoto-cho Mishima-gun, Osaka 618-8555.

Received September 17, 1998

SYNOPSIS

For the purpose of solving the limitations such as shape and dimension for magnetic compact fabricated by conventional anisotropic forming under magnetic orienting field, the feasibility of a new magnetic forming process was studied. Ferrite powder mixed with UV resin was compacted in the die mold and followed by alignment under the magnetic field. Effects of viscosity of UV resin and forming condition on magnetic characteristics of the compact was investigated. Maximum degree of alignment for the ferrite powder reached to 0.826. It was predicted that the proposed method had made it possible to fabricate a high performance magnet having the anisotropic alignment of the magnetic powder. The UV resin is desirable to have low viscosity, good properties such as formability and configuration stability for the compact and also parting- ability between the metal mold and the compact.

KEY WORDS

UV resin, orientation, alignment, anisotropic forming, ferrite, magnet, powder metallurgy

1 緒 言

異方性磁石の成形では、通常、磁界配向プレス機が使用されている。これは周知の通り、磁界配向中に成形を行なう方法^{1,2)}である。この方法の場合、磁性体の配向度 B/J は良好であるが、磁極間に金型を配置するため、成形体の形状・寸法に制約が多く、また生産性に問題がある。

そこで著者らは、これらの問題点の解消を目的として、慣用のプレス機を用いて成形した後で磁界配向を行なう新しい方法を提案する。具体的には紫外線(以下、UV と呼称)硬化樹脂を用いる方法、寒天バインダを用いる方法、MIM バインダを用いる方法などである。

本報告では UV 硬化性と熱硬化性を有する樹脂を用いて、磁性体の成形と磁界配向(以後、配向と略称)を別の工程で行う方法の可能性について報告する。この場合、互いに相反する性質である成形体の形状凍結性(保持性)と配向性をいかにして両立させるかが最大の検討課題である。そのため著者らは「表面のみが硬く、内部は流動性を有する」という、いわば「生卵」のような状態の成形体をつくり出すことを目標とした。その考え方の概念図を Fig.1 に示す。このような成形体は

表面が硬くて形状を保持しているが、内部は流動性があるので配向が可能であると予想される。具体的なプロセスは、磁性粉末を UV 樹脂および熱硬化性樹脂と混練してから成形し、これに UV を照射して表面だけを固め、次に配向する。そして配向後に加熱することにより成形体の内部まで固化させる。配向度 B/J などの磁気特性に及ぼす UV 樹脂の粘度や成形条件について調べた。なお、本研究においてはボンド磁石タイプのものを想定し、配向後の脱バインダと焼結は行わない。

2 高粘度の UV 樹脂を用いた配向成形

2.1 実験方法

実験に使用した磁性粉末は、平均粒子径 $0.75\mu\text{m}$ (空気透過法)の焼結磁石用ストロンチウム系フェライト粉末³⁾である。バインダ用樹脂はアクリル/エポキシを主成分とした市販[日本ロックタイト(株)製 3016]のもので、UV 樹脂と熱硬化性樹脂が配合されたタイプである。樹脂の密度は $1.10\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ 、粘度は 25°C の条件下で $5.50\text{Pa}\cdot\text{s}$ である。樹脂と磁性粉末の配合割合は磁性粉末 80, 85, 90, 95wt% (樹脂 20, 15, 10, 5wt%) の 4 種類で実験した。磁性粉末と樹脂の混練物を室温の下でプレス

機によって縦12mm×横12mm×高さ8~12mmの直方体に金型成形した。UVは出力1kWの装置(東芝電材㈱製)でFig.2のように約200mmの距離から成形体に照射した。成形体の作製パターンは次に示したA, B, Cの3種類である。

- A: 成形→UV照射により全体を硬化。
- B: 成形→配向→UV照射により全体を硬化。
- C: 成形→UV照射により表面硬化→磁界配向→UV照射により全体を硬化。

ここでパターンAは磁界配向を行わない従来からの金型成形に相当する等方性永久磁石の製造方式, パターンBは提案した新プロセスで成形後に磁界配向を行う方式であるがUVによる配向前の表面硬化は行わない場合, パターンCはいわゆる"生卵"の状態の磁性体をつくり出すプロセスである。これらの詳細条件をFig.3に示した。なお, UV照射には, 本来の表面硬化作用と間接的な温度上昇による加熱硬化作用がある。各パターンの最後の工程におけるUV照射は, 後者の成形体内部を含めた試験片全体の加熱硬化用として用いたものである。

2.2 実験結果と考察

Table 1に成形体の密度と磁気特性の測定結果を示す。まず成形体密度について述べる。磁性粉末の配合割合が80wt%以

上では, 配合割合が増えるにつれて密度が低下する傾向にある。これは, フェライトのような硬脆粉末(単味)では高圧力で圧縮成形しても圧粉体密度は真密度の65%($3.3\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)程度に過ぎず, 今の10MPaの成形圧力では $2.5\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ であることに起因する。そのため, 磁性粉末の配合割合が多くなるほど成形体の気孔を埋めるために必要とされるUV樹脂の不足が顕著となり, 成形体密度が低下する。

次に磁気特性であるが, 本研究では配向度 B_r/J_s を評価基準として用いた。 B_r/J_s の最大は配合割合が80wt%であるパターンCのNo.5試験片で, その値は0.682である。値そのものは不十分であるが, 他の成形条件に比べてNo.5が大きくなった理由として, 樹脂の割合が多いために配向時の流動性が良いこと, 配向前のUV照射によって樹脂が加熱され粘度が低下したことなどが考えられる。パターンBとCにおいて磁性粉末が80wt%以上で配向度 B_r/J_s が低下する傾向を示すのは, 配向を促進するための樹脂の絶対量が不足するためである。また, パターンB, Cで作製した試験片には無配向のパターンAの試験片よりも配向度が高いものが多いので, 本研究で行った方法により成形と配向を別々の工程で行える可能性がうかがえた。以上の結果から, 更に高い B_r/J_s を得るためには粘度の低い樹脂が適当と判断し, 次の実験を行った。

Fig.1 Conceptual illustration of proposed anisotropic forming.

Fig.2 Outline of UV irradiation apparatus.

A : Conventional mold compacting method.

B : Proposed method with no UV irradiation before alignment of magnetic powder.

C : Proposed method with UV irradiation before alignment of magnetic powder.

Fig.3 Schematic illustration of forming processes using a high viscosity UV resin and the experimental conditions.

Table 1 Magnetic characteristics of compacts obtained from forming patterns A, B and C.

Pattern	No.	Powder wt %	Density $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	J_s T	B_r T	$(BH)_{max}$ $\text{kJ} \cdot \text{m}^{-3}$	H_{cJ} $\text{kA} \cdot \text{m}^{-1}$	B_r/J_s
A	1	80	3.88	0.150	0.088	1.3	119.0	0.587
A	2	95	3.73	0.182	0.111	2.1	115.4	0.610
B	3	80	3.92	0.161	0.105	1.9	122.7	0.652
B	4	95	3.75	0.175	0.107	1.9	115.4	0.611
C	5	80	3.99	0.157	0.107	2.0	122.3	0.682
C	6	85	4.15	0.173	0.104	1.8	118.5	0.601
C	7	90	4.02	0.175	0.107	1.9	116.6	0.611
C	8	95	3.29	0.178	0.105	1.9	116.7	0.590

3 低粘度のUV樹脂を用いた配向成形

3.1 実験方法

次に1.04Pa.s (25°C)の粘度が小さい樹脂を用いて2.1と同じ

D: Proposed method with UV irradiation before alignment of magnetic powder. (Magnetic powder=80,85 wt%)

E: Proposed method with UV irradiation before alignment of magnetic powder. (Magnetic powder=40,45,50,55 wt%)

Fig.4 Schematic illustration of forming processes using a low viscosity UV resin and the experimental conditions.

ような実験を行った。この樹脂は変性アクリレート系の一液性樹脂で、密度は $1.07\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ である。磁性粉末はボンド磁石用のストロンチウム・フェライト系粉末を使用した。樹脂と磁性粉末の配合割合は磁性粉末40, 45, 50, 55, 80, 85wt% (樹脂60, 55, 50, 45, 20, 15wt%)の6種類で実験した。成形パターンは以下のD,Eのようである。実験条件の詳細はFig.4の通りである。

D: 成形→UV照射→配向→UV照射&熱湯での加熱により全体を硬化。

E: ポリエチレン容器に充填成形→UV照射→配向→UV照射&電気炉での加熱により全体を硬化。

これらは前述の"生卵"の状態の磁性体を作り出す方式に相当する。なお、パターンEの場合、磁性粉末が40~55wt%と少ないため混練物の流動性が大きすぎ金型成形が困難であるため、プラスチック製容器に混練物を流し込んで無加圧成形したものである。またUVを照射しただけでは熱硬化が十分でなかったため、最後に更に加熱して完全に熱硬化させた。

3.2 実験結果と考察

密度と磁気特性の測定結果をTable 2に示す。磁性粉末の配合割合が40~55wt%の時の成形体密度は、配合割合が多くなるにつれて増大し、複合材料における混合則がほぼ成立する。密度に関する混合則は約80wt%の状態では成立しなくなり、それ以上ではTable 1で述べたように密度は逆に低下する。成形

Table 2 Magnetic characteristics of compacts obtained from forming patterns D and E.

Pattern	No.	Powder wt %	Density $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	J_s T	B_r T	$(BH)_{max}$ $\text{kJ} \cdot \text{m}^{-3}$	H_{cJ} $\text{kA} \cdot \text{m}^{-1}$	B_r/J_s
D	1	80	3.03	0.195	0.161	4.9	295.3	0.826
D	2	85	3.36	0.219	0.166	5.0	291.1	0.758
E	3	40	1.38	0.047	0.041	0.4	306.9	0.873
E	4	45	1.22	0.046	0.042	0.4	308.5	0.927
E	5	50	1.45	0.057	0.051	0.5	304.8	0.886
E	6	55	1.96	0.099	0.091	1.6	306.3	0.910

体密度がピークを有する約80wt%の近傍は、配向を促進させるためのUV樹脂の最適配合割合の状態と関連があるように思われる。この点に関しては今後の検討課題としたい。

次に磁気特性について述べる。磁性粉末80, 85wt%のパターンDの試験片の B_r/J_s はそれぞれ0.826と0.758で、2の実験の場合よりも向上した。パターンEの40~55wt%の場合は0.873~0.927とかなり高い B_r/J_s を示したが、磁性粉末が少ないために、 B_r/J_s 以外の磁気特性が劣る。また、この配合割合は実用的な点からはほとんど意味を持たないと思われる。

F : Conventional mold compacting method.

G : Conventional orientation forming under magnetic field.

H : Proposed method with no UV irradiation before alignment of magnetic powder.

Fig.5 Schematic illustration of experimental procedures for the test in which the specimen is not taken out of the mold.

ここまでの実験を通じて、磁性粉末とUV樹脂の混練時において攪拌を激しく行くとUV樹脂に気泡が発生して成形体に気孔が生じる問題や、成形体を金型から取り出す際の離型性が悪いなどの問題があった。そこで次に、金型から成形体を取り出さずに配向を行う方法を試みた。

4 金型から取り出さない状態での配向成形

4.1 実験方法

この実験に用いた磁性粉末および樹脂は3.1と同じものである。樹脂と磁性粉末の配合割合は磁性粉末85, 90, 95wt% (樹脂15, 10, 5wt%)の3種類で実験した。成形パターンは以下の通りで、その詳細条件をFig.5に示した。

F: 成形→金型内で加熱。

G: 磁界ON→成形→金型内で加熱→磁界OFF。

H: 成形→磁界ON→金型内で加熱→磁界OFF。

ここでパターンFは従来からの金型成形法に順ずる場合、Gは成形と配向を同時に行う慣用の磁界中配向成形法、Hは成形後に配向を行う本研究で提案した方法である。これらの実験では金型から成形体を取り出さずに配向したため、UV照射は行わなかった。試験片の熱硬化は金型をヒーターで加熱して行った。

4.2 実験結果と考察

Table 3は密度と磁気特性の測定結果である。慣用の磁界中成形法であるパターンGの配向度は0.80以上であったが、パターンHの成形と配向を別々に行う新方式の場合は0.68~0.80である。一方、従来からの金型成形法に相当するFの場合の B_r/J_s は0.64~0.70である。原理的には、提案した方式による配向度 B_r/J_s の値が慣用の磁界配向プレス機を用いた場合の B_r/J_s を上回することは考えられないが、磁性体の成形と配向を別工程で行ってもある程度の B_r/J_s が得られることが判明した。

また、これまでの検討により、良好な成形条件とは配向度 B_r/J_s を維持し、かつ成形体と金型との離型性のよい条件であることが分かった。そこで、今後は配向度 B_r/J_s と成形体の強度や流動性との関係を明らかにすることにより、適切な成形

Table 3 Magnetic characteristics of compacts obtained from forming patterns F, G and H.

Pattern	No.	Powder wt %	Density $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$	J_s T	B_r T	$(BH)_{max}$ $\text{kJ} \cdot \text{m}^{-3}$	H_cJ $\text{kA} \cdot \text{m}^{-1}$	B_r/J_s
F	1	85	3.34	0.208	0.136	3.3	279.1	0.654
F	2	90	3.26	0.236	0.150	4.0	282.7	0.636
F	3	95	3.08	0.215	0.150	4.0	276.7	0.698
G	4	85	3.41	0.245	0.219	9.0	293.5	0.894
G	5	90	3.21	0.235	0.191	6.7	288.6	0.813
G	6	95	3.05	0.222	0.189	6.7	284.1	0.851
H	7	85	3.38	0.230	0.183	6.1	294.3	0.796
H	8	90	3.34	0.226	0.154	4.2	284.3	0.681
H	9	95	3.11	0.216	0.152	4.1	278.3	0.704

条件を探索すると同時に、粉末潤滑材などを添加して配向度 B_r/J_r を改善するための方法について更に検討を加えたいと思っている。

5 結 言

慣用の磁界配向プレス機を用いた成形法には、成形体の形状・寸法などに関する制約がある。これを解消することを目的として、UV樹脂とストロンチウム系フェライト粉末との混練物を用いて、成形した後で磁界配向する新しいプロセスを試みた。得られた結果は以下の通りである。

- (1) 提案した方法によって磁性体の配向を行うことが可能であると判断された。
- (2) しかし、本研究で得られた配向度 B_r/J_r の最高は0.826であり、十分に満足できる値とは言えない。 B_r/J_r を更に向上させるためには、今後、UV樹脂の配合割合や成形温度などの条件の適正化を図る必要がある。

- (3) 本研究用の樹脂としては粘性が小さく、配向性・形状保持性が優れ、かつ離型性が良好で気泡発生の少ないものが望ましい。

最後に、実験に協力していただいた摂南大学工学部機械工学科の1997年度卒業研究学生(当時)中西亮太君、1998年度卒業研究学生 高岡優君に感謝の意を表する。

文 献

- 1) 岸本芳久, 山下 治: "非水系バインダーによるスプレー造粒粉を用いたNd-Fe-B磁石の磁気特性", 粉体および粉末冶金, 45(1998)373-378.
- 2) 高橋 渉, 小原公一, 石垣尚幸: "Nd-Fe-B系磁石粉末のRIP成形挙動", 粉体および粉末冶金, 45(1998)176-181.
- 3) 沖本邦郎, 和泉克尚, 佐藤富雄, 豊田幸夫, 細川誠一: "焼結接合法によるフェライト部品の作製", 粉体および粉末冶金, 45(1998)763-768.