研究速報

ハードフェライト粉の圧縮成形過程における保磁力の低下に及ぼす圧力の作用状態の影響

沖本 邦郎^{☆1}, 黒田 智孝^{☆2}, 細川 誠一^{☆3}, 豊田 幸夫^{☆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} 住友特殊金属(株), 〒618-8555 大阪府三島郡島本町江川 2-15-17.^{☆4} 住友特殊金属(株), 〒849-2204 佐賀県杵島郡北方町大崎 2738.

Influence of Compacting Pressure Conditions on Reduction in Coercive Force of Hard-Ferrite Powder in the Compacting Processes

Kunio Okimoto^{☆1}, Tomotaka Kuroda^{☆2}, Seiichi Hosokawa^{☆3} and Sachio Toyota^{☆4}^{☆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 Shimamoto-cho, Mishima-gun, Osaka 618-8555.^{☆4} Sumitomo Special Metals Co.Ltd., 2738 Ohsaki kitakata-machi, Kishima-gun, Saga 849-2204.

Received March 19, 2002

SYNOPSIS

It is well known fact that decrease in the coercive force of hard-ferrite powder occurs during its pulverizing and compacting processes. This study aims to elucidate the mechanism of this phenomenon. For this purpose, a strontium ferrite powder was compacted by a dry die compaction or a dry cold isostatic pressing (CIP) process. In addition, a wet CIP compaction was conducted for the powder preliminarily pulverized in a mechanofusion (MF) mill, which could introduce immediately larger shear stresses and strains into the particles of the powder. The magnetic properties of these compacted powders were measured as a function of the compacting pressure.

The experiments result suggests that decrease in the coercive force of the powder is caused by the internal strain in its particles due to solid contacts between them in the compacting process and the degree of the decrease is hardly affected by the utilized compacting process, namely, the dry die compaction, or the dry CIP compaction.

KEY WORDS

Powder forming, orientation forming, magnetic powder, magnetic characteristics, coercive force, ferrite powder, closed-die compaction, cold isostatic pressing

1 緒 言

ボンド磁石は焼結磁石に比べて磁気特性が低く、特に保磁力は圧縮成形前に比べてかなり低下する¹⁻⁶⁾。著者らは、「Srフェライト粉末を用いたボンド磁石の磁気特性に及ぼす成形条件の影響」を研究⁷⁾した際に、コンパウンドの混練時に保磁力が低下する現象が見られた。この保磁力低下の原因の1つは混練時のせん断力により、粉末にひずみが導入されたためと推察された。また、この時の状況を金型成形と冷間静水圧成形(CIP)で比較し、Fig.1に示すように金型成形の方が保磁力低下の程度が大であることを報告した。ただし、この実験の場合、金型成形ではFig.2(a)に示すようにSrフェライト粉と4mass%のエポキシ樹脂粉との混合粉を使用したのに対して、CIP成形では(b)のように水を加えたスラリー状のSrフェライト粉を使用しており、粉末の使用環境が同一でない。そのため、保磁力の低下度合いが異なった原因は、「成形法の相

違によって磁性粉に作用する圧力形態が異なる(金型成形においてはせん断応力成分がある)ためである」とは直ちに結論することができず、「加圧時の粉末粒子同士の固体接触による変形が、金型成形において多かったためである」という可能性も考えられる。

そこで、今回はFig.1に示した実験結果に着目し、硬磁性粉の圧縮成形過程における保磁力低下の成形工学的な原因を究明することを目的として、Srフェライト粉を用いてこれを解明するための実験を行った。その結果、磁性粉同士が加圧接触することがその原因であることが推定されたので、これについて報告する。

2 実験方法

前報⁷⁾ではボンド磁石の状態で行ったが、今回は圧縮成形過程における保磁力の低下に及ぼす因果関係を明確に

Fig.1 Relationship between the coercive force of Sr-ferrite powder and the compacting pressure⁹⁾.

Fig.2 Schematic illustration of the compacting processes.

するために、バインダを入れない次の3種類の実験を行った。まず、(1)粉末に大きなせん断応力とせん断ひずみを付与することができるメカノフュージョン(MF)装置¹⁰⁾を用いてSrフェライト粉(平均粒径 $3.84\mu\text{m}^{11)}$ を5, 10, 30 min 処理して保磁力を低下させる。処理時間以外の条件は前報¹¹⁾と同じである。その後、処理したSrフェライト粉30gに対して純水 30cm^3 を加えてスラリーとし、スラリー中の気泡を真空中で除去した。次に、Fig.2(b)に示すようにスラリーをポリ袋に入れてCIP処理(圧力100~500 MPa)し、保磁力などを測定する。この湿式CIPでは、粉末粒子同士は直接接しない。なお、前記のように脱泡を行ったのであるが、フェライト粒子が小さいためか、CIP後において少しばかり気泡が残存していた。(2)MF処理を

Fig.3 Effect of the compacting pressure conditions on the coercive force of Sr-ferrite powder.

行わないSrフェライト粉を、Fig.2(c)に示すように乾式の金型成形によって成形圧力100~500 MPaで圧縮成形する。この場合は加圧時に粉末粒子同士が固体接触する。この際、圧粉体とダイ表面(超合金製)との摩擦を少なくするためにステアリン酸亜鉛をアセトンで溶解した液をダイに塗布した。(3)MF処理を行わないSrフェライト粉をFig.2(d)に示すように乾式でCIP処理し、保磁力などの測定を行う。この場合も加圧時に粉末同士が固体接触する。

磁気特性は振動試料型磁力計(VSM)を用いて粉末の状態で測定した。なお、測定磁界強度は $1.2\text{MA}\cdot\text{m}^{-1}$ で行い、これを飽和磁化と定義した($J_s=1.2\text{MA}\cdot\text{m}^{-1}$)。上記の(2)の場合には圧粉体が固化したので、これを解砕して粉末状とした。金型成形した圧粉体の強度は単軸圧縮試験と圧裂試験(JIS A1113)により測定し、試験速度は $0.5\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ で行った。

3 結果および考察

Fig.3は、上記の(1)~(3)の各実験で加圧した磁性粉の保磁力を測定し、その結果を示したものである。この図において、(2)と(3)の実験に相当する供試原料粉を乾式状態で金型成形およびCIP成形した成形体の保磁力は、圧力が增大するにつれて低下する。しかし、乾式の金型成形とCIPにおける保磁力の差は、当初、予想したものよりも少なかった。一方、前記の(1)の場合に相当するMF処理によって保磁力が低下したSrフェライト粉をスラリー状態でCIP処理しても、保磁力はほとんど低下しないことが分かる。湿式CIPでは保磁力が低下しなかったのに対して、乾式CIPでは保磁力が低下したことから、①Srフェライト粉に流体的な等方圧力が作用しても

保磁力は変化しないと言える。乾式金型成形の結果も併せて判断すると、②保磁力の低下には粉末粒子同士の接触が大きな影響を及ぼす、③保磁力の変化に及ぼす成形圧力の作用形態(金型成形, CIP)の影響は予想したものよりも少ないが、CIPより金型成形した時の保磁力がやや低くなる傾向にある。なお、保磁力の低下に粉末粒子同士の接触が影響するという事実は、磁性粉の圧縮成形の工程に限定されるものでなく、粉碎工程や混練工程においても同様に成立するものと判断される。

「湿式CIPを行った磁性粉の保磁力が成形圧力によってほとんど変化しないのは、MF処理時間5minで保磁力が定常状態まで低下しているためである」とも考えられるが、これは成立しない。何故ならば、前報⁹⁾に示したMF処理を施していない磁性粉の湿式CIPにおいても、Fig.1に示すように成形圧力による保磁力の変化が生じていないためである。

Srフェライト粉における保磁力の低下は粉末粒子同士の固体接触によるものであることが分かったが、それでは粉末粒子同士の固体接触によって保磁力の低下する機構が問題となる。NdFeB磁性粉の場合における保磁力低下は粒子表面の損傷によるニュークリエーション¹⁾によるものとされている。田口ら⁷⁾は、乾式ミルにより粉碎したサブミクロンサイズのSrフェライト粉の保磁力を測定し、その低減化の原因は粉碎時に導入された結晶ひずみ(塑性的なひずみ)であると述べている。これを基に本実験の結果を考察すれば、湿式CIPにおいては粉末の粉碎が生じないため、弾性的なひずみが導入されたとしても保磁力低下をもたらさないと判断される。したがって保磁力が低下する原因は、粉末粒子同士の固体接触による表面損傷(不均一な塑性ひずみ)の可能性が大きい、この点に関しては今後の検討課題である。

なお、今回の実験ではMF処理を行い易くするために微粉碎する前の平均粒径 $3.84\mu\text{m}$ のSrフェライト粗粉を用いたが、前回⁹⁾の研究で用いた平均粒径 $0.74\mu\text{m}$ の実験結果と併せて考えると、上記の①～③で示した結果はSrフェライト粉の粒径に無関係に成立するものと判断される。

Fig.4 Mechanical strength of the green compact prepared by the closed-die compaction.

さて、上記の③で示した乾式のCIPよりも金型成形した時の保磁力がやや低くなった原因として、次のことが考えられる。(1)金型成形ではせん断応力が作用するがCIPでは作用しないという圧力形態の相違。(2)金型成形では粉末粒子同士だけでなく金型との接触があるが、CIPではそれが無いこと。(3)金型成形したフェライト粉は圧粉体になっているのに対して、CIPでは加圧後の状態が粉末状である。そのため、金型成形した圧粉体を磁気測定するために解砕して粉末状にしたが、その際に作用する力が保磁力低下に影響すること。そこで、(3)の影響を調べるために、金型成形で得られた圧粉体の先端強度試験である“ラトラ試験”を行った。鉄系焼結部品を作製する際の圧粉体のラトラ値は一般に1%程度以下の値が必要であるとされているが、本実験の場合、すべての圧粉体が所定の回転数である1000rpm前に粉々に崩れ、ラトラ値が100%になった。このことから、本実験における圧粉体の機械的強度は極めて弱く、磁気測定するために解砕して粉末状にする際に作用する力が保磁力低下に及ぼす影響は少ないものと推察される。圧粉体強度を更に定量的に測定するために、圧縮試験と圧裂試験を行った。それらの結果をFig.4に示す。この図より、最大の強度でも10MPa程度であり、成形圧力に比べれば格段に小さいことが分かる。以上の実験結果より、乾式のCIPよりも金型成形における保磁力の低下がやや大きい主因は、上記の(1)と(2)によるものと判断される。

また、磁気特性に関する測定結果の他の一例として、Fig.5に磁氣的配向度 Br/J_s を示す。この図から、 Br/J_s に及ぼす圧力の作用形態の影響、すなわち金型成形とCIPの影響は少ないことが分かる。

Fig.5 Effect of the compacting pressure conditions on the degree of orientation Br/J_s .

4 ま と め

Srフェライト粉の保磁力低下に及ぼす圧縮成形工程の影響について調べた結果, 以下の結論を得た.

- (1) Srフェライト粉に流体的な等方圧力(静水圧力)が作用しても保磁力は変化しない.
- (2) Srフェライト粉における保磁力の低下は, 粉末粒子同士の固体接触によるものである.
- (3) Srフェライト粉の保磁力低下に及ぼす成形圧力の作用状態の相違(金型成形とCIP)の影響は少ない.

謝 辞

本研究を行うに際して, 著者の一人が(財)ホソカワ粉体工学振興財団より研究助成金の交付を受けた. また, メカノフュージョン実験を行うに際してお世話になりましたホソカワミクロン(株)粉体工学研究所長 横山豊和博士, 卒業研究として実験を行った摂南大学工学部機械工学科学生 黒木健児君に感謝します.

文 献

- 1) R.K.Tenzer: "Influence of Particle Size on the Coercive Force of Barium Ferrite Powders", J. Appl. Phys., 34(1963)1267-1268.
- 2) D.V.Ratnam and W.R.Buessem: "On the Nature of Defects in Barium Ferrite Platelets", IEEE Trans. Magnetics, MAG-6(1970) 610-614.
- 3) K.Haneda and H.Kojima: "Effect of Milling on the Intrinsic coercivity of barium ferrite powders", J. Am. Ceram. Soc., 57(1974)68-71.
- 4) 佐川真人: "NdFeB磁石の発表から15年", 粉体および粉末冶金, 46(1999)457-462.
- 5) 増澤清幸, 皆地良彦, 飯田和昌, 田口仁: "ストロンチウムフェライト粒子の湿式磁場成形時の配向性", 粉体および粉末冶金, 46(1999)77-82.
- 6) 田口仁, 武石卓, 諏訪建一郎: "フェライト磁石の高性能化に関する研究", 粉体および粉末冶金, 44(1997)3-10.
- 7) 田口仁, 西尾博昭, 横山雄一, 平田文彦, 武石卓, 森輝夫: "サブミクロンSrフェライト粒子の粉碎歪", 日本応用磁気学会誌, 18(1994)197-200.
- 8) 田口仁, 平田文彦, 武石卓, 横山雄一, 森輝夫: "Srフェライト粒子の粉碎による結晶歪", 粉体および粉末冶金, 39(1992)959-963.
- 9) 細川誠一, 豊田幸夫, 沖本邦郎, 和泉克尚: "Srフェライト粉末を用いたボンド磁石の磁気特性に及ぼす成形条件の影響", 粉体および粉末冶金, 46(1999)72-76.
- 10) ホソカワミクロン(株)粉体工学研究所編著: メカノフュージョン, 日刊工業新聞社, (1989)14.
- 11) 沖本邦郎, 黒田智孝, 豊田幸夫, 細川誠一: "Srフェライト粉末とその成形体の磁気特性に及ぼすメカノフュージョン処理の影響", 粉体および粉末冶金, 49(2002)744-748.