粉末冶金法で作製した Al-Fe 系磁性材料の特性

日大生産工(院) ○渡邉 隆 日大生産工 久保田 正広

新妻 清純

成形ができるため, MA 粉末の結晶粒組織や 微細な分散粒子を粗大化させることなく, バ ルク材に成形することができる.

日大生産工

本研究で対象とした純鉄は約 1800 K の融 点を有し,かつ約 170 HVの高い硬さを示す. また,2.2 wb/m²と高い飽和磁束密度を有する ため,アルミニウムと複合化できれば高強度 かつ高飽和磁束密度を兼備した材料を創製で きる可能性がある.

著者らは、これまでに粉末冶金法をベース にした MA 法または MM 法と SPS 法を組み 合わせたプロセスを考案した.また、これら のプロセスを用いて純アルミニウムに純鉄を 添加することで磁気特性を付与させたアルミ ニウム基複合材料の特性について報告 ^{5),6}し た.しかし、添加した純鉄が焼結中にアルミ ニウムと固相反応し、その量が減少してしま い、磁気特性が低下した ⁵⁾.そこで、磁気特 性の低下を抑制するために、粉末の作製法を MA 法から MM 法へ変更した結果、アルミニ ウムと純鉄の固相反応を抑制することができ た⁶⁾.

本研究では、さらに固相反応を抑制するた めに、MM 処理を施す材料を純アルミニウム のみに変更し、その後 MM 処理を施していな い純鉄を混合することで混合粉末を作製した. 作製した混合粉末を SPS 装置で固化成形した. 得られたバルク(SPS)材の磁気特性を調べ、出 発原料粉末の違いが磁気特性に及ぼす影響を 明らかにすることを目的とした.

Properties of Al-Fe System Magnetic Materials Produced by Powder Metallurgy Process Takashi WATANABE, Masahiro KUBOTA and Kiyozumi NIIZUMA

1. 緒言

近年、電子機器部品の高性能化、多機能化 および軽量化が強く求められている.これら を達成するために、融点および比重差が原因 で溶解鋳造法では作製が困難な材料でも創製 することのできる粉末冶金法が注目されてい る.これまでに軽量化および機能性の付与を 目的として、純アルミニウムに磁性材料を添 加することで磁気特性が付与されたアルミニ ウム基複合材料に関する研究が報告されてい る ^{1),2),4)-6)}.特にメカニカルアロイング (Mechanical Alloying: MA)法と放電プラズ マ焼結(Spark Plasma Sintering: SPS)法 を組み合わせたプロセス(MA-SPS)による 材料開発が積極的に行われている³⁾⁻⁶⁾.

粉末を撹拌混合するプロセスとして、メカ ニカルミリング(Mechanical Milling: MM)法 および MA 法がある. MM 法は、単一元素を 粉砕混合するプロセスである. 一方、MA 法 は、2 種類以上の粉末を固相状態のまま、攪拌、 混合し合金化する、固相合金化プロセスであ る. 特に、溶融の困難な高融点金属の合金化 および融点差や比重差が大きい金属の合金化 が可能である. これらの方法は、粉末に大き なエネルギーを導入できるため、非晶質、準 結晶、過飽和固溶体、準安定相などの非平衡 状態が形成される. さらにナノレベルの組織 形成が可能である.

SPS 法は, 粉末間に放電現象を発生させて, 粉末表面の酸化膜などの破壊とジュール熱に よって粒子間結合をおこなう方法である.従 来のホットプレス法と比べて, 短時間で固化

2. 実験方法

2.1 供試材の作製

工具鋼製ボールおよび純アルミニウム粉末 10 g, さらに潤滑助剤としてステアリン酸 0.25 gをアルゴンガス雰囲気中で工具鋼製容 器内に装入した. MM 処理には振動型ボール ミル SPEX 8000を用い,2h処理した.純ア ルミニウムに対して純鉄の配合組成は10,30 および50 mass%とし,振動型ボールミルを 用いて0.5h混合処理を施し,混合粉末を作製 した.作製した混合粉末を黒鉛ダイスに5g 充填し,SPS装置を使用して,真空中で15.4 kNを負荷し,焼結温度673 K,773 Kおよび 873 Kで1h保持し,SPS 材を作製した.

2.2 材料特性の評価

SPS 材の硬さは,加圧面をエメリー紙で研 磨後,ビッカース硬さ試験機を用いて,荷重1 kg,保持時間15sで,7ポイント測定をし, それぞれの最大値,最小値を除き平均値を求 めた.

SPS 材の化合物は、X 線回折装置を用いて 同定した.測定は、CuKa線(λ = 1.54056 Å) を用いて管電流 60 mA,管電圧 40 kV で回折 速度 1.66×10⁻²°/s で回折角度 2 θ が 20~ 80°の範囲で行った.SPS 材は表面を研磨後、 測定に供した.

SPS 材の磁気特性(飽和磁束密度,保磁力) を評価するために,振動試料型磁力計 (Vibrating Sample Magnetometer:VSM)を 用い,800 kA/m または40 kA/mの磁界中で, 飽和磁束密度および保磁力を測定した.試験 片は,SPS 材を機械加工により6×4×1 mm³ とし,磁気測定に供した.

3. 実験結果および考察

Fig. 1 に異なるボールミル処理から得られた Al-30 mass% Fe 粉末を固化成形した SPS
材のX線回折結果を示す.MA粉末および
MM 混合粉末を固化成形することで、アルミ

ナイド化合物(Al₅Fe₂)の生成を確認すること ができた.しかし,本研究で作製した SPS 材 は化合物の生成は認められなかった.この結 果は,原料粉末を作製するプロセスの変更に よって,固相反応が抑制されたことを示唆し ている.

Fig. 2 に異なるボールミル処理から得られ た粉末を焼結温度 673 K で固化成形した SPS 材の硬さを示す. MA 粉末を固化成形した SPS 材は,純鉄添加量の増加に伴い,硬さの 向上が確認できる.一方,MM 混合粉末およ び純アルミニウムのみ MM 処理を施した混合 粉末を固化成形した SPS 材は,純鉄添加量の 増加に対して不規則な変化を示した.これは,



Fig. 1 X-ray diffraction patterns of Al-30 mass% Fe MA powders and MM mixed powder.



Fig. 2 Vickers hardness of Al-X mass% Fe SPS materials fabricated at 673 K (X=10,30,50).

ボールミル処理を変更することにより,粉末 に導入されるひずみの量が異なるためだと考 えられる.

Fig. 3 に異なるボールミル処理から得られ た粉末を焼結温度 673 K で固化成形した SPS 材の磁気特性(飽和磁束密度および保持力)を 示す.一般的に飽和磁束密度は材料組成比に 依存し, 保磁力は結晶構造に依存し, 構造敏 感の性質を示すことが知られている 7.また, 試料として用いた純鉄の飽和磁束密度は、2.2 Wb/m²である.純鉄添加量の増加に伴い,全 ての条件で飽和磁束密度が増加していること を確認できた.ボールミル処理を施していな い混合粉末を固化成形した SPS 材が最も高い 飽和磁束密度を示し,一方,保磁力は最も低 い値を示した. Fig. 1 に示したようにアルミ ナイド化合物の生成が抑制され,磁気特性を 有する純鉄の量が減少しなかったため、高い 飽和磁束密度を示したと考えられる.一方, 保磁力は、不純物や格子欠陥の挙動に敏感で あるため 7, ボールミル処理によって導入さ れるひずみの量が最も少なかったため、最も 低い値を示したと考えられる.

Fig. 4 に異なるボールミル処理を 2 h 施し た粉末を焼結温度 773 K で固化成形した SPS 材の飽和磁束密度および Al₅Fe₂の生成量を示 す. Al₅Fe₂の生成量は, Al₅Fe₂の回折ピーク 強度(相対強度 100)を純アルミニウムの回 折ピーク強度(相対強度 100)で除した値を 回折ピーク強度比として示し,これを Al₅Fe₂ の量と推定した.ボールミル処理を変更する ことで Al₅Fe₂の生成量を制御することができ, それによって飽和磁束密度の低下を抑制する ことが可能であることが認められた.

Fig. 5 に異なるボールミル処理から得られ た粉末を焼結温度 673 K で固化成形した SPS 材の飽和磁束密度の複合則との比較を示す. 飽和磁束密度の複合則は,純鉄の飽和磁束密 度 2.2 Wb/m²を体積比 100 とし,純鉄添加量



Fig. 3 Change in the saturation magnetic flux density and coercive force for SPS materials fabricated at 673 K.



Fig. 4 Change in the saturation magnetic flux density and X-ray intensity ratio of Al_5Fe_2/Al for the SPS materials fabricated at 773 K from Al-X mass% Fe powders (X=10,30, 50) produced by different ball milling processes.



Fig. 5 Change in the saturation magnetic flux density and rule of mixture for SPS materials fabricated at 673 K.

を体積分率で算出した.ボールミル処理を変 更することで,アルミナイド化合物の生成を 抑制することができたため,飽和磁束密度の 低下を抑制することができた. MA 粉末を固 化成形した SPS 材の飽和磁束密度は,アルミ ナイド化合物の生成により,複合則で算出し た理論値の約 60%と低い値を示した.しかし, ボールミル処理を変更することで, MM 混合 粉末を固化成形した SPS 材は 70 %,純アル ミニウムのみを MM 処理を施した混合粉末は 80%まで改善することができた.

4. 結言

純アルミニウムと純鉄を MA 処理または MM 処理によって得られた粉末を SPS 装置で 固化成形した.異なるボールミル処理から得 られた粉末を固化成形した SPS 材の特性を評 価し,以下の知見を得た.

- SPS 材を固化成形する際に生成されるアル ミナイド化合物は、純アルミニウムのみを MM 処理することでその生成を抑制するこ とができた.
- 2) 異なるボールミル処理から得られた粉末 を固化成形した SPS 材の硬さは、ボールミ ル処理によって導入されるひずみの導入量 が異なるため、純鉄添加量の増加に伴い不 規則な変化を示した。
- 3) 純アルミニウムのみを MM 処理した混合 粉末を固化成形した SPS 材の飽和磁束密度 は、これまでのボールミル処理で得られた 粉末から作製した SPS 材よりも高い値を示 した.一方、保磁力はひずみの導入量が最 も少なくなったために、最も低い保磁力を 示した.
- 4) 異なるボールミル処理を変更することで SPS 材の飽和磁束密度の低下を改善するこ とができた.このことから原料粉末の作製 プロセスを選定することで,SPS 材の硬さ および磁気特性をコントロールできること

が示唆された.

謝辞:磁気特性の測定および有益な助言を賜 りました本学電気電子工学科大学院生村田利 明君に深く感謝申し上げます.

参考文献

- 米本涼,有田誠,堀田善治:HPT 加工に よる Al/Fe₃O₄ 高強度磁性複合材の作製と 特性評価,軽金属学会第 121 回秋期大会 講演概要,(2011) p. 277-278.
- 2)曽我部岳, 久米祐二, 小橋眞, 金武直幸: アルミニウム基磁性材料の磁気特性に及ぼ す圧縮ねじり加工条件の影響, 軽金属学会 第122回春期大会講演概要, (2012) p. 221-222.
- M.Kubota, "Properties of nano-structured pure Al produced by mechanical grinding and spark plasma sintering", *Journal of Alloys and Compounds.*, Vol. 434-435, (2007), p. 294-297.
- 青木翔,水谷佑平,久保田正広,新妻清純: 粉末冶金法で複合化されたアルミニウム基 磁性材料の特性,軽金属学会第116回春期 大会講演概要,(2009) p. 103-104.
- 5)渡邉隆, 久保田正広: MA-SPS プロセスで 作製した Al-Fe 系磁性材料の特性, 軽金属 学会第 123 回秋期大会講演概要, (2012) p. 339-340.
- 6)渡邉隆,久保田正広:アルミニウム基磁性 材料の磁気特性に及ぼすメカニカルアロイ ング処理およびメカニカルミリング処理の 影響,軽金属学会第124回春期大会講演概 要,(2013) p. 243-244.
- 7)小沼稔:磁性材料,工学図書,(1996) p. 73.