

粉末冶金法による新材料創製に関する研究

－パルス通電焼結法を用いた磁性を有する高比重材料の開発（第3報）－

材料環境部

川上雄士

環境への負荷が大きい鉛の代替材料を開発するために、粉末冶金の手法を用い Fe46Ni-W 粉末を原材料として研究を行ってきた結果、密度が鉛以上で炭素鋼並みの機械的特性をもち磁石に付く材料を開発することができたことを前報までで報告している。今年度の研究では、自らが磁石となる発磁性のある高密度材料を作製することを目標として、アルニコ磁石粉末と W 粉末の混合材料系でパルス通電焼結法を用いて実験を行った。その結果、パルス通電焼結法によりアルニコ-W 系鉛代替磁性材料を得ることができた。磁気特性を測定した結果、永久磁石としての特性を有する材料が得られた。また、W 添加量に応じて密度・磁気特性が変わることが分かり、目的に応じた材料の設計ができることが分かった。あわせて、(財)佐賀県地域産業支援センターの「事業化可能性マーケティング調査事業」で磁性を有する高密度材料に関する市場調査を行った。

1. はじめに

環境へ及ぼす影響から使用が制限される鉛に代わる高密度（比重）材料の開発に関する研究を行っている。これまでに、W（タングステン）と FeNi（鉄-ニッケル合金）の金属原材料粉を用いて密度が高く、磁石に付く材料を開発することができた¹⁾²⁾。しかしながら、本開発材料は、磁石に付くものの、自らが磁石として働くための十分な特性をもっておらず、磁性材料としての用途が限られていた。そこで、密度が高く永久磁石としての特性をもつ材料の開発を目的として今年度の研究を行った。具体的には、実験方法に述べるように、密度を高めるために W 粉末（密度 17.8 g/cm³）を、磁気特性を向上させるためにアルニコ磁石粉末（AlNiCo）を用いて実験を行った。焼結には短時間で緻密化が期待されるパルス通電焼結（PCS）法を用いて行った。焼結体の評価としては、これまで評価ができていなかった磁気特性の評価を行った。また、平成12年度からの研究で得られた技術・成果を実用化するために、市場調査を行った。市場調査は、(財)佐賀県地域産業支援センターの「事業化可能性マーケティング調査事業」を活用して行った。

テン粉末 W-6（新日本金属製）を用いた。これら供試原材料の化学成分等を表 1 に示す。

表 1 原材料粉の化学成分 (wt%) と平均粒径 (μ m)

化学成分	アルニコ	W-6
C	0.011	
Si	0.26	
Mn	0.04	
P	0.006	
S	0.004	
Ni	25.70	
Cr	0.09	
Mo	0.01	0.010
Cu	4.05	
Co	1.56	
Al	12.15	0.010
Fe	Bal.	0.015
W		99.9
O		0.10
N. V. R		0.010
平均粒径		8.9

2. 実験方法

2.1 供試原材料粉材

実験に供した、原材料は磁性材料用の粉末アルニコ（アトミックス製）と密度を増すためのタングス

2.2 粉末混合条件

高密度と磁性を両立させるために、表 1 に示した粉末原材料を、アルニコと W-6 の重量比が、8:2、6:4、4:6、2:8 となるように秤量し、混合した。混練

にはアルミナ製の自動乳鉢を用い7.2ks 混練を行った。今回の実験では、パルス通電焼結時にグラファイト製の型を用いるので、型潤滑剤は添加していない。

2.3 成型、焼結条件

上記の条件で混練した原料粉末を、住友石炭鉱業㈱製放電プラズマ焼結機 SPS-3.20MK-IVを用いて、 $\phi 20\text{mm}$ のタブレット形状に40MPa の荷重で成形した。焼結時の荷重は40MPa のまま、真空中でダイ外周温度を1073, 1173, 1273K で5分間保持を行った。

パルス通電焼結 (PCS:Pulse Current Sintering) 法は、粉体粒子間に直接パルス状の電気エネルギーを投入し、粉体試料内部からの自己発熱作用を利用した新しい焼結法であり、佐賀県工業技術センターに導入された設備は、このパルス通電焼結法の一つである放電プラズマ焼結 (SPS: Spark Plasma Sintering) 機である。図1にパルス通電焼結法の原理図を示す。

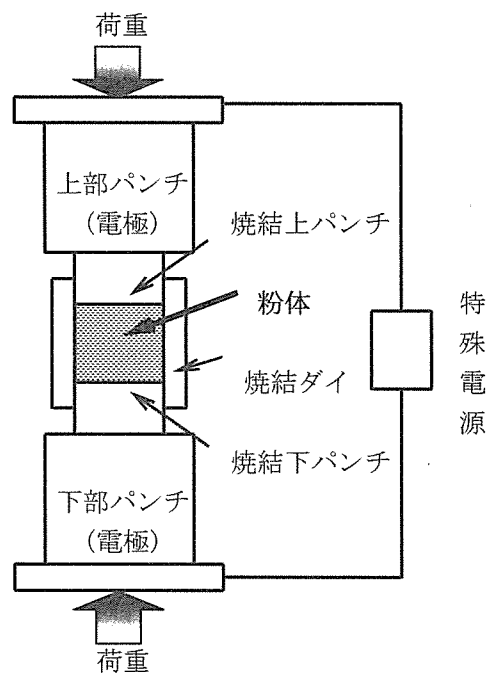


図1 パルス通電焼結法の加工原理

焼結機は、特殊電源装置につながれた上下パンチ(電極)間にグラファイト製の上下パンチ、ダイを型として、その中に被加工物である粉末試料を投入する。これらは密封された水冷チャンバ内に設置され、真空引きを行いおよそ5 Pa の雰囲気中で加熱保持される。今回の実験では、各焼結温度まで1K/s の速度で昇温を行った。

2.4 焼結特性の評価

焼結特性の評価のために、焼結体の寸法と重量から焼結体のかさ密度を求め、理論密度との比を真密度比で表した。焼結体の磁気特性を調べるために、BH トレーサーを用いて評価を行った。なお、磁気特性の測定は、住特フェライト㈱九州事業所の設備を用いて行った。

3. 結果及び考察

3.1 焼結による密度の変化

焼結温度条件の違いによる密度変化を見るために、W 80 wt%-AlNiCo 20 wt%の材料の焼結後のかさ密度と焼結温度の関係を図2に示す。焼結温度が高くなるに連れて密度が上昇し、1273K で最高密度が得られた。

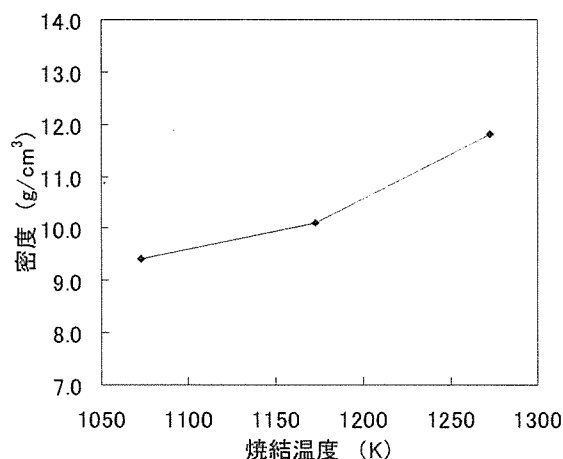


図2 密度と焼結温度の関係

次に、W 添加量と密度の関係を調査した。1273K 焼結の例をとって、その結果を図3に示す。W の添加量が増すに従って密度は高くなっていくが、真密度比は低くなっている。W 添加量が多くなる

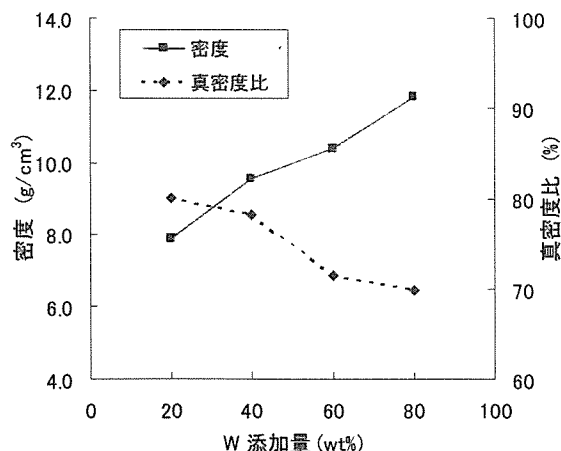


図3 焼結体の密度及び真密度比

と焼結性が悪化していることが分かる。実験の結果得られた最高密度は、W80-AlNiCo20の1273K 焼結品で11.81 g/cm³であった。

3.2 磁気特性の調査

焼結温度1273K の条件で作製した試料について、磁気特性の調査を行った。永久磁石として重要な特性値である最大エネルギー積（BHmax）と W 添加量の関係を図 4 に示す。

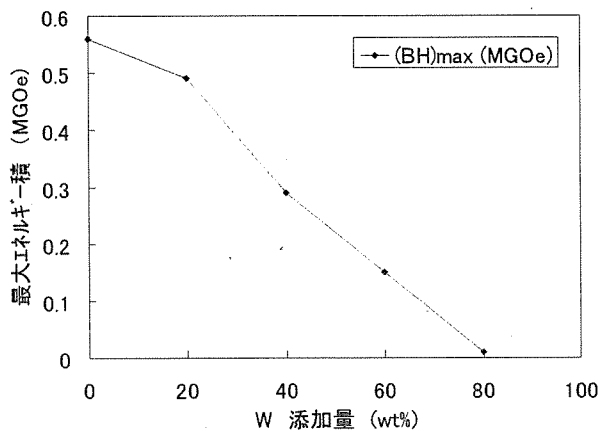


図 4 W 添加量と最大エネルギー積の関係

最大エネルギー積は、W 添加量が多くなるに従って減少して行き、W 添加量80%では、永久磁石としての特性をもたないようになっている。また、その他の磁気特性値の測定結果を表 2 に示す。

表 2 磁気特性測定結果

W (wt%)	Br (G)	Hcb (Oe)	Hcj (Oe)	HK
0	3130	580	650	61
20	2670	608	704	64
40	1760	589	776	60
60	1150	497	745	55
80	176	133	485	30

これらの材料を実際の磁石として使用してみると、W80%のものは永久磁石としては全く着磁せず、W60%以下の添加量でなければ永久磁石としては使用できないと考えられる。ただし、W60%以下であっても、通常の永久磁石と比較すると磁力は弱く、使用用途は限定されるものと思われる。

3.3 市場調査について

(財)佐賀県地域産業支援センター「事業化可能性マーケティング調査事業」において、これまでに開

発された FeNi-W 系の磁性を有する高比重材料についての市場化の可能性を検討するために、アンケート・訪問インタビューの手法を使ってマーケティング調査を行った。調査結果の詳細は、(財)佐賀県地域産業支援センターの報告書³⁾に記載されているが、その主要部分を抜粋して以下に報告する。

調査対象：県外企業1,013社、県内企業214社

対象業種：扱い品 鉛・磁石をキーワードに抽出
アンケート回収：167件（回収率13.8%）

①鉛の代替のニーズ：鉛代替の必要性は感じているものの、コストを含め鉛に限りなく等しい代替品が存在しない限りは鉛の使用を続けざるを得ないのが現実である。鉛代替材の使用は、事業運営の障壁となるほどの切羽詰まった事態に陥るまでは難しい。

②開発材に対する関心：3割以上の事業者が鉛代替材としての当開発材に関心を示し、1/4が自社製品もしくは製品材料への利用が可能と回答した。

③開発材の需要分野：鉛代替の可能性のある用途として、釣り具用途、漁業用具用途、スポーツ用品用途、インテリア用品用途等の分野・製品が抽出された。

④事業化に向けての問題点：コストと加工性が採用条件として重要である。特に W を用いることによる高コスト化が問題である。

⑤その他：磁性をもたせることが本開発材のセールスポイントであるが、今回の調査において磁性を評価した回答企業は1社も無かった。今回の調査結果からは、開発材にもたせた磁性という付加価値はルアー用途以外は、鉛ユーザーにとっては付加価値を見いだすことはできなかった。

4. おわりに

密度が高く、自らが永久磁石となる材料の開発を目指して、W 粉末と永久磁石の材料であるアルニコ系合金粉末を用いてパルス通電焼結法を用い実験を行った結果、以下のようなことが分かった。

(1)パルス通電焼結法により、W-アルニコ系鉛代替磁性材料を得ることができた。

(2)W-アルニコ系鉛代替材料は、W 添加量が60%以下であれば、最大エネルギー積が高く、永久磁石としての特性を有することが分かった。しかしながら、これら開発材の磁力は通常の永久磁石に比べると磁力が弱く、磁石としての使用用途は限定される。

(3)焼結後の密度は、焼結温度が高いほど、W 添加量が増すごとに高くなることが分かったが、W 添加量が増すにつれて焼結性が悪化し、真密度比は小

さくなる結果となった。

(4) FeNi-W 高比重磁性材料について市場調査を行った結果、開発材に対して鉛代替材としての興味を示す企業はあったものの、磁性を評価する企業はなかった。

開発材の磁気特性を測定するにあたり、住特フェライト株式会社 九州事業所 製造部技術課 中島大輔氏、品証部 森満代氏のご協力をいただきました。深く感謝致します。

参考文献

- 1) 川上雄士，山田正，平成12年度佐賀県工業技術センター研究報告書，佐賀県工業技術センター，p. 9, 2001
- 2) 川上雄士，平成13年度佐賀県工業技術センター研究報告書，佐賀県工業技術センター，p. 13, 2002
- 3) (財)佐賀県地域産業支援センター，事業化可能性マーケティング調査事業 磁性を有する高比重材料に関する市場調査ー鉛の代替品ニーズの実態把握および開発材に関する用途分野の探索をテーマとしてー報告書，2003