

1. はじめに

W 型フェライト磁石は現在普及している M 型フェライト磁石に比べて室温における磁化が 10%程度高く、次世代のフェライト磁石材料として期待されている。しかしながら、高温安定相であることや不安定な第 2 鉄 (Fe^{2+}) を含むため他の結晶構造に分解しやすく、いまだ工業化に至っていない。これまでに、W 型フェライトの焼結体を得る方法として、焼成前に大気中熱処理を行うこと、およびカーボンなどを還元剤として添加することにより W 型フェライト単相の焼結体を得られることが報告されている。しかしながら、実験室レベルにおいて W 型フェライト焼結磁石が得られているが、工業的に安定して W 型フェライトを作製するまでには至っていない。これは、これら熱処理や還元剤の添加が、本焼成中にどのような影響を与えているのかについて、メカニズムが明確にされていないことが大きな要因である。

本在外研究中に行われる研究では W 型フェライトの実用化にむけて、ホスト大学である University of Applied Sciences Jena が保有する厳密な雰囲気酸素濃度制御が可能な電気炉を用いて、雰囲気酸素濃度を詳細に制御して本焼成を行うことにより、焼成中の W 型フェライトの分解条件およびそのメカニズムを明らかにすることを目的として、実験・検討を行った。

2. 実験内容

上記目的を達成するために、以下の実験を行った。

- ・焼結体作製のための W 型フェライト単相粉末の作製
- ・厳密な雰囲気酸素濃度制御下における DTA・TG（熱分析）測定を行い、焼成中の相分解及び結晶相の生成メカニズムを明らかにする。
- ・W 型フェライト単相粉末より作製した圧粉体に対して、厳密な雰囲気酸素濃度制御が可能な電気炉を用いて焼成を行い、焼成中の各温度における結晶相変位を調査した。
- ・温度可変 XRD 測定装置を用いて、in situ 測定による焼成中の結晶相変位を測定。

3. 実験結果並びに考察

3-1 熱分析による本焼成中の反応について

本実験では、120～440℃の間で変化させて焼成前熱処理を行った試料および熱処理を行っていない試料、還元剤であるカーボンを添加した場合（添加量 0～0.5wt.%）及び添加していない場合、ならびに焼結助剤である CaCO_3 及び SiO_2 を添加した場合及び添加していない場合の試料において、酸素濃度 0.1%雰囲気下における DTA・TG を行い、以下の項目が明らかとなった。

- ・焼成前熱処理を行った試料では 300℃以下の領域においてわずかな酸化反応が確認されるのに対し、焼成前熱処理を行った試料は 300℃前後の温度帯にて酸化反応はほとんど発生しない。このことは、焼成前熱処理により試料のごく表面付近の酸化が行われていることを示唆している。
- ・還元剤を添加した場合、800℃付近において燃焼反応が確認された。このことから、1000℃以上で発生しうる M 型相の生成に必要な酸素を除去する効果があると考えられる。

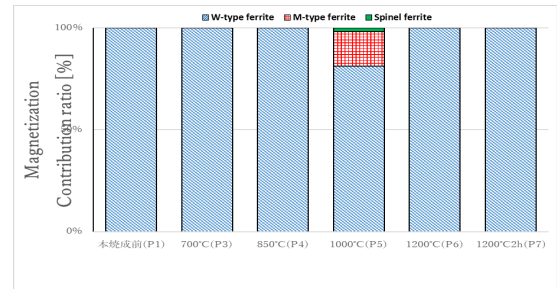
・焼結助剤を添加した試料では、700℃付近で吸熱ピークが観測され、700～800℃付近において CaCO_3 が分解していることが示唆された。

3-2 厳密な雰囲気酸素濃度制御下における W 型フェライト圧粉体の焼成

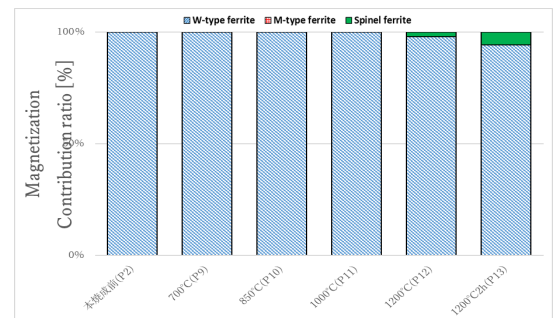
焼成前熱処理および還元剤としてのカーボンの添加は行わず、焼結助剤である CaCO_3 及び SiO_2 を添加した場合と、添加していない場合の試料において、焼成開始時の雰囲気酸素濃度を 0.1%, 0.01%, 0.005% と変化させて本焼成を行った。また、酸素濃度 0.01% とした場合において、焼成中の任意の温度において試料を取り出し、結晶相の分析を行った。Fig.1 に焼成開始時の酸素濃度を 0.01% とし、焼成した試料における、本焼成前後及び本焼成途中で電気炉から試料を取り出し、磁気測定を行い各磁性相が磁化に寄与する割合を算出した結果を示す。得られた知見を以下に示す。

・雰囲気酸素濃度を 0.01% まで下げることにより、焼成前の熱処理や還元剤の添加を行うことなく、W 型相単相の焼結体を作製することができる。なお、1000℃以上の領域における若干の M 型相の生成は発生するが、焼成中に W 型相へ再生成される。

・焼結助剤である CaCO_3 と SiO_2 を添加し、焼成開始時の雰囲気酸素濃度を 0.01% で焼成を行った場合、1000℃以上の領域における M 型相の生成は発生しない。ただし、その後若干のスピネル相が生成される。この結果より、これまで焼結助剤は W 型相のスピネル相や M 型相分解には影響を与えないと考えていたが、若干ではあるが影響を与えている可能性があることがわかった。



(a) 焼結時助剤無し



(b) 焼結時助剤有り

Fig.1 本焼成中の磁化寄与率推移
(焼成開始時雰囲気酸素濃度 0.01%)

3-3 温度可変 XRD を用いた in situ 粉末 X 線回折実験について

University of Applied Sciences Jena が保有する、温度可変 XRD 装置を用いて、in situ 粉末 X 線回折実験を行った。しかしながら、金属に比べて熱伝導性が低いセラミックス材料であるフェライト粉末を用いた場合、測定用の試料量を少なくする必要があり、十分な X 線回折強度を確保することができず、評価に耐えうる実験データを得ることはできなかった。

4. 研究成果について

本在外研究中に得られた成果の一部は、ICM2024 ボローニャにて発表した。また、本在外研究により得られた知見をまとめ、ホスト教員である Jorg Topfer との連名にて、国際会議における発表及び論文誌への投稿を行う予定であり、現在ホスト教員と相談中である。

5. 今後の展望

これまで、W型フェライトの单相焼結体を得ることは非常に難しく、実用化に至っていません。しかし、本在外研究中に行った実験により、本焼成中のW型相の分解メカニズムが明らかとなりつつあり、今後雰囲気酸素濃度制御の厳密化やその他焼成条件の検討により、安定したW型フェライト焼結磁石の作製が可能となると考えられる。W型フェライトは現在実用化されているM型フェライトに比べて10%近く磁化の増大が見込まれるため、W型フェライトの実用化がなされれば、モーターの小型化、高効率化に発展するとともに、低炭素化社会実現に寄与できると考えられる。

6. 教育への効果

ドイツの大学生と触れ合う機会を通して、日本の大学生とドイツの大学生に違いを実体験として認識することができた。最も強く感じたことは「ドイツの大学生は、プロフェッショナルの意識が高い」という事である。

ドイツの学生は、大学で学ぶ教養はもちろんであるが、専門的な学習についての勉強意欲・意識が高いと感じた。つまり学生たちは、自分らが現在大学で学んでいる事柄を武器として、今後社会で活躍するのだ・仕事をするのだ、という意識が強いという事である。これは、プロフェッショナル意識がもともと高いドイツ社会の特色ともいえるが、日本の学生からはほとんど感じる事が無いものである。現在の日本の大学と日本社会の関係性を考えると、ドイツの学生らと同じようなプロフェッショナル意識を日本の大学生に求めることは難しいが、大学教育の現場を預かるものとして、少しでも学生たちの技術者意識やプロフェッショナル意識の醸成を意識した教育を行っていくべきであることを痛感した。また、そのための一つの手段として、国際的な学生間の交流の機会を用意することが重要であると思われる。今後、明治大学学生の国際的な交流に対して、積極的に貢献したいと考えている。