



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105637601 B

(45)授权公告日 2018.03.16

(21)申请号 201480052581.1

藤井泰彦

(22)申请日 2014.09.30

(74)专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限公司 11322

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 105637601 A

代理人 龙淳 王磊

(43)申请公布日 2016.06.01

(51)Int.Cl.

(30)优先权数据
2013-207305 2013.10.02 JP

H01F 1/11(2006.01)

G01G 49/00(2006.01)

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2016.03.24

H01F 1/113(2006.01)

H02K 15/03(2006.01)

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2014/076066 2014.09.30

(56)对比文件

CN 101894648 A,2010.11.24,

CN 1540687 A,2004.10.27,

(87)PCT国际申请的公布数据
W02015/050119 JA 2015.04.09

JP S62273573 A,1987.11.27,

JP 2000357606 A,2000.12.26,

(73)专利权人 户田工业株式会社
地址 日本广岛县

JP S61191004 A,1986.08.25,

CN 102388423 A,2012.03.21,

(72)发明人 西尾靖士 樱井洋光 福品德浩

审查员 万琦萍

权利要求书1页 说明书12页

(54)发明名称

粘结磁体用铁氧化物颗粒粉末、粘结磁体用树脂组合物以及使用它们的成型体

(57)摘要

本发明提供能够得到抗张伸展率良好、成型品的磁特性优异的粘结磁铁成型体的粘结磁体用铁氧化物颗粒粉末、粘结磁体用树脂组合物以及使用了该组合物的转子等粘结磁体成型体。本发明涉及容积密度为 $0.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上且低于 $0.6\text{g}/\text{cm}^3$ 并且压缩度为65%以上的粘结磁体用铁氧化物颗粒粉末、使用了该粘结磁体用铁氧化物颗粒粉末的粘结磁体用树脂组合物以及成型体。

1. 一种粘结磁体用磁铁铅矿型铁氧化物颗粒粉末,其特征在于:
根据JIS K 5101-12-1测定的容积密度为 $0.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上且低于 $0.6\text{g}/\text{cm}^3$,压缩度为65%~75%,
所述压缩度 = (振实密度 - 容积密度) / 振实密度 $\times 100$ (%)。
2. 如权利要求1所述的粘结磁体用磁铁铅矿型铁氧化物颗粒粉末,其特征在于:
平均粒径为 $0.9\sim 3.0\mu\text{m}$ 。
3. 一种粘结磁体用树脂组合物,其特征在于:
含有83重量%~93重量%的权利要求1或2所述的粘结磁体用磁铁铅矿型铁氧化物颗粒粉末,且含有7重量%~17重量%的有机粘合剂成分。
4. 一种成型体,其特征在于:
使用了权利要求1或2所述的粘结磁体用磁铁铅矿型铁氧化物颗粒粉末或权利要求3所述的粘结磁体用树脂组合物的任一种。
5. 如权利要求4所述的成型体,其特征在于:
成型体为转子。

粘结磁体用铁氧体颗粒粉末、粘结磁体用树脂组合物以及使用它们的成型体

技术领域

[0001] 本发明涉及能够得到抗张伸展率良好的粘结磁铁成型体的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末以及粘结磁体用树脂组合物,且涉及使用了上述铁氧体颗粒粉末或上述组合物的转子等粘结磁体成型体。

背景技术

[0002] 众所周知,粘结磁体与烧结磁体相比,具有轻质、尺寸精度高、也能够容易地批量生产复杂的形状等优点,因此,被广泛用于玩具用、办公设备用、音响设备用、发动机用等各种用途。

[0003] 作为用于粘结磁体的磁性粉末,已知有以Nd-Fe-B系为代表的稀土类磁体粉末或铁氧体颗粒粉末。稀土类磁体粉末具有高的磁特性,然而,价格也高,限制了可以使用的用途。另一方面,铁氧体颗粒粉末与稀土类磁体粉末相比,在磁特性的方面差,但廉价,化学性稳定,因此,可以用于广泛的用途。

[0004] 一般而言,粘结磁体是通过将橡胶或塑料材料与磁性粉末进行混炼后,在磁场中成型或利用机械方法成型来制造的。

[0005] 近年来,随着包括各种材料及设备的可靠性提高的高功能化,要求包括所使用的粘结磁体的强度提高、磁特性提高的高性能化。

[0006] 即,通过注塑成型等而得到的粘结磁体的成型体在各用途的使用中要求可承受严酷的使用条件的机械强度。

[0007] 例如,发动机中使用具有旋转轴、进行旋转的转子,但加工成大小复杂的形状的转子由于嵌入旋转轴,因此,强烈要求抗张伸展率特性高。另外,作为得到高性能的发动机特性的重要的要素技术,特别要求转子的磁特性中的表面磁力的高磁力化,并且要求在发动机内,由向线圈供给的电流所产生的磁场引起的退磁程度小。

[0008] 因此,用于粘结磁体的铁氧体颗粒粉末以及包含铁氧体颗粒和有机粘合剂的粘结磁体用树脂组合物中也要求满足上述要求的材料。

[0009] 迄今为止,对粘结磁体用铁氧体颗粒粉末以及包含铁氧体颗粒和有机粘合剂的粘结磁体用树脂组合物进行了各种改良,例如,已知有:将碱金属化合物或碱土金属化合物作为熔剂使用,制造铁氧体颗粒粉末的方法(专利文献1);控制铁氧体颗粒粉末的粒度分布的方法(专利文献2);使用以碱土金属作为构成成分、平均粒径为 $1.50\mu\text{m}$ 以上且熔体流动值为 $91\text{g}/10\text{分钟}$ 以上的铁氧体磁性粉末,形成粘结磁体的方法(专利文献3);使平均粒径为 $2.5\mu\text{m}$ 以下、比表面积为 $1.25\text{m}^2/\text{g}$ 以上后,进行退火,进而压缩,在该压缩得到的烧制粉末中,将通过干式空气分散激光衍射法测得的平均粒径设为 $R_a(\mu\text{m})$ 、通过空气透过法测得的比表面积直径设为 $D_a(\mu\text{m})$ 时,控制为 $R_a < 2.5\mu\text{m}$ 且 $R_a - D_a < 0.5\mu\text{m}$ 的方法(专利文献4);在氯化物的饱和蒸气压下将以 1050°C 至 1300°C 的温度烧制得到的铁氧体与粒径小的微粉铁氧体粉混合,在 800 至 1100°C 的温度进行退火,由此得到为粒径大、纯净的结晶且即使加压、矫顽磁力

下降也低的具有 2.0MG0e 以上的磁能积的铁氧体的方法(专利文献5)等。

[0010] 现有技术文献

[0011] 专利文献

[0012] 专利文献1:日本特开昭55-145303号公报

[0013] 专利文献2:日本特开平3-218606号公报

[0014] 专利文献3:日本特开2005-268729号公报

[0015] 专利文献4:日本特开2007-214510号公报

[0016] 专利文献5:日本特开2010-263201号公报

发明内容

[0017] 发明所要解决的课题

[0018] 目前特别要求满足上述要求的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末和/或粘结磁体用树脂组合物,但还未得到充分满足上述要求的物质。

[0019] 即,难以说上述专利文献1~5所记载的铁氧体颗粒粉末或使用了粘结磁体用树脂组合物的粘结磁体成型品在高磁力、对外部磁场的退磁耐性、机械强度的各方面全部优异。

[0020] 因此,本发明的技术课题在于,获得可得到高磁力、对外部磁场的退磁耐性、机械强度优异的粘结磁体的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末以及粘结磁体用树脂组合物。

[0021] 用于解决课题的方案

[0022] 上述技术课题能够通过如下的本发明实现。

[0023] 即,本发明为一种粘结磁体用铁氧体颗粒粉末,其特征在于,容积密度为 $0.50\text{g}/\text{cm}^3$ 以上且低于 $0.60\text{g}/\text{cm}^3$,压缩度为65%以上(本发明1)。

[0024] 另外,本发明为本发明1所述的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末,其中,平均粒径为 $0.9\sim 3.0\mu\text{m}$ (本发明2)。

[0025] 另外,本发明为本发明1或2所述的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末,其为磁铁铅矿型铁氧体颗粒粉末(本发明3)。

[0026] 另外,本发明为一种粘结磁体用树脂组合物,其特征在于,含有83重量%~93重量%的本发明1~3中任一项所述的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末,且含有7重量%~17重量%的有机粘合剂成分(本发明4)。

[0027] 另外,本发明为一种成型体,其特征在于,使用了本发明1~3中任一项所述的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末或本发明4所述的粘结磁体用树脂组合物的任一种(本发明5)。

[0028] 另外,本发明为本发明5所述的成型体,其特征在于,成型体为转子。(本发明6)。

[0029] 发明的效果

[0030] 本发明的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末具有容积密度为 $0.50\text{g}/\text{cm}^3$ 以上且低于 $0.60\text{g}/\text{cm}^3$,并且将压缩度控制为65%以上的粉体特性,由此,为在有机粘合剂中具有优异的分散性的磁性粉末,适于作为粘结磁体用磁性粉末。

[0031] 本发明的粘结磁体用树脂组合物由于可得到含有粘结磁体用铁氧体、有机粘合剂、硅烷偶联剂等,且强度、磁特性优异的成型体,因此,适于作为粘结磁体用树脂组合物。

[0032] 本发明的粘结磁体用树脂组合物的抗张伸展率优异,因此,适于作为转子。

具体实施方式

[0033] 以下,详细说明本发明。

[0034] 首先,对本发明的粘结磁体用铁氧化物颗粒粉末(以下,称为“铁氧化物颗粒粉末”)进行说明。

[0035] 本发明的铁氧化物颗粒粉末的组成没有特别限定,只要是磁铁铅矿型铁氧化物即可,可以是Sr系铁氧化物颗粒粉末,也可以是Ba系铁氧化物颗粒粉末。另外,也可以含有La、Nd、Pr、Co、Zn等不同种元素。

[0036] 本发明的铁氧化物颗粒粉末的容积密度为 $0.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上且低于 $0.6\text{g}/\text{cm}^3$ 。通过将铁氧化物颗粒粉末的容积密度控制成上述范围,使用该铁氧化物颗粒粉末制作的粘结磁体的抗张伸展率优异。工业上难以生产容积密度低于 $0.50\text{g}/\text{cm}^3$ 的铁氧化物颗粒粉末。压缩度为65%以上但容积密度超过 $0.60\text{g}/\text{cm}^3$ 的铁氧化物颗粒粉末虽然在树脂中的分散性优异,但有时矫顽磁力降低。优选的容积密度为 $0.51\sim 0.59\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0037] 本发明的铁氧化物颗粒粉末的压缩度为65%以上。若铁氧化物颗粒粉末的压缩度低于65%,则粉体中所含的空隙较大,因此,配合物不易啮入混炼机,填充性也降低,因此不优选。更优选的压缩度为66~75%。此外,压缩度通过后述的实施例所记载的方法定义。

[0038] 本发明的铁氧化物颗粒粉末的平均粒径优选为 $0.9\sim 3.0\mu\text{m}$ 。在平均粒径为 $0.9\sim 3.0\mu\text{m}$ 的范围以外的情况下,在形成粘结磁体时,不能进行高填充,因此,难以得到具有较高的磁特性的粘结磁体。更优选为 $0.9\sim 2.5\mu\text{m}$,进一步优选为 $0.95\sim 2.0\mu\text{m}$ 。

[0039] 本发明的铁氧化物颗粒粉末的BET比表面积值优选为 $1.4\sim 2.5\text{m}^2/\text{g}$ 。

[0040] 本发明的铁氧化物颗粒粉末的颗粒形状为大致六角板状。以扫描电子显微镜观察,本发明的铁氧化物颗粒粉末的平均厚度优选为 $0.2\sim 1.0\mu\text{m}$ 。在平均厚度为上述范围以外的情况下,在形成粘结磁体时,不能进行高填充,因此,难以得到具有较高的磁特性的粘结磁体。优选为 $0.3\sim 1.0\mu\text{m}$,更优选为 $0.4\sim 0.7\mu\text{m}$ 。

[0041] 本发明的铁氧化物颗粒粉末的板状比(板面径/厚度)是以扫描电子显微镜观察,测定各铁氧化物颗粒的平均板面径和平均厚度并以其比表示的值,优选为1.0~10。

[0042] 本发明的铁氧化物颗粒粉末的饱和磁化值 σ_s 优选为 $65.0\sim 73.0\text{Am}^2/\text{kg}$ ($65.0\sim 73.0\text{emu}/\text{g}$),矫顽磁力 H_c 优选为 $206.9\sim 279\text{kA}/\text{m}$ ($2600\sim 35000\text{e}$),Br优选为 $160\sim 200\text{mT}$ ($1600\sim 2000\text{G}$)。

[0043] 接着,对本发明的铁氧化物颗粒粉末的制造法进行叙述。

[0044] 本发明的铁氧化物颗粒粉末如下得到,即,以规定的配合比例配合、混合原料粉末,将得到的原料混合粉末在大气中以 $900\sim 1250^\circ\text{C}$ 的温度范围进行预烧制之后,进行粉碎、水洗处理,接着,在大气中、 $700\sim 1100^\circ\text{C}$ 的温度范围内进行退火加热处理,在进行了压缩、磨碎处理后,最终进行破碎处理。

[0045] 作为原料粉末,从形成磁铁铅矿型铁氧化物的各种金属的氧化物粉末、氢氧化物粉末、碳酸盐粉末、硝酸盐粉末、硫酸盐粉末、氯化物粉末等中适当选择即可。此外,如果考虑提高烧制时的反应性,粒径优选为 $2.0\mu\text{m}$ 以下。

[0046] 另外,本发明中,优选在原料混合粉末中添加熔剂进行烧制。作为熔剂,可以使用各种熔剂,例如为 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 MgCl_2 、 KCl 、 NaCl 、 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 。相对

于原料混合粉末100重量份,添加量优选分别为0.1~10重量份。更优选为0.1~8.0重量份。

[0047] 另外,本发明中,在原料混合粉末或烧制后的粉碎粉末中也可以添加、混合 Bi_2O_3 。

[0048] 此外,本发明中,从控制粒度分布和平均体积径的观点来看,也可以混合大颗粒和小颗粒。

[0049] 就压缩、磨碎处理而言,在固定的水平圆盘上使两个较重的辊转动,因此,是利用辊的压缩和磨损作用进行的处理,降低粉体的空隙而制成压紧的凝聚状态。作为处理装置,也可以使用砂磨机或轮碾机、播溃机、辊式研磨机等。

[0050] 最终的破碎处理是以较弱的力分散或消除压缩、磨碎处理中产生的压紧凝聚体那样的破坏凝聚状态的处理,可以使用锤碎机或针磨机等冲击式粉碎机。此外,也可以内置丝网等分级机构。

[0051] 就本发明的铁氧体颗粒粉末而言,为了得到需要容积密度为 $0.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上且低于 $0.6\text{g}/\text{cm}^3$ 并且压缩度为65%以上的这种铁氧体颗粒粉末,在上述铁氧体颗粒粉末的制造方法中,进行压缩、磨碎处理以及压缩、磨碎处理后,进行破碎处理,以达到该范围内。例如,在不进行压缩、磨碎处理处理的情况下,具有不能提高压缩度的倾向。适当组合这些条件并进行调节,使容积密度和压缩度达到本发明的范围内。

[0052] 接着,对使用了本发明的铁氧体颗粒粉末的粘结磁体用树脂组合物进行叙述。

[0053] 本发明的粘结磁体用树脂组合物是以粘结磁体用树脂组合物中的铁氧体颗粒粉末的比例成为83~93重量份且有机粘合剂成分及硅烷偶联剂成分以总量计成为17~7重量份的方式将它们混合混炼得到的组合物。在铁氧体颗粒粉末的比例低于83重量份的情况下,得不到具有期望的磁特性的粘结磁体。在超过93重量份的情况下,树脂组合物的流动性降低,成型困难,并且成型性降低,由此,得不到良好的分散状态,结果磁特性差。

[0054] 作为有机粘合剂,只要是用于现有的粘结磁体的有机粘合剂,就没有特别限制,可以根据用途从橡胶、氯乙烯树脂、乙烯-乙酸乙烯酯共聚物树脂、乙烯-丙烯酸乙酯共聚树脂、PPS树脂、聚酰胺(尼龙)树脂、聚酰胺弹性体、聚合脂肪酸系聚酰胺等中选择、使用,在优先考虑成型体的强度和刚性的情况下,适合为聚酰胺树脂。另外,可以根据需要添加硬脂酸锌、硬脂酸钙等公知的脱模剂。

[0055] 本发明的硅烷偶联剂可以使用作为官能团具有乙烯基、环氧基、氨基、甲基丙烯酸基、巯基中的任一种和甲氧基、乙氧基的任一种的硅烷偶联剂,优选具有氨基和甲氧基或者氨基和乙氧基。

[0056] 本发明的粘结磁体用树脂组合物的剩余磁通密度 B_r 在后述的磁性测定方法中优选为230mT(2300G)以上,更优选为235mT(2350G)以上。矫顽磁力 iH_c 优选为206.9~278.5kA/m(2600~35000e),更优选为214.9~262.6kA/m(2700~33000e)。最大能量积 BH_{max} 优选为 $10.3\text{kJ}/\text{m}^3$ (1.30MG0e)以上,更优选为 $10.7\text{kJ}/\text{m}^3$ (1.35MG0e)以上。

[0057] 接着,对使用本发明的铁氧体颗粒粉末、树脂粘合剂、硅烷偶联剂的粘结磁体用树脂组合物的制造法进行叙述。

[0058] 本发明的粘结磁体用树脂组合物可以通过众所周知的粘结磁体用树脂组合物的制造法得到,例如,通过如下方法得到:在本发明的铁氧体颗粒粉末中添加硅烷偶联剂等进行均匀混合,与有机粘合剂成分均匀混合后,使用混炼挤出机等进行熔融混炼,将混炼物粉碎或切断为粒状、粒料状。

[0059] 相对于本发明的铁氧体颗粒粉末100重量份,硅烷偶联剂的添加量为0.15重量份~3.5重量份,优选为0.2重量份~3.0重量份。

[0060] 接着,对本发明的抗张伸展率评价用的试验片成型体进行叙述。

[0061] 就试验片成型体而言,将粘结磁体用铁氧体磁性粉和有机粘合剂成分等预先均匀混合和/或将它们混合后进行熔融混炼,粉碎或切断直到成为粒料状,制成粘结磁体用树脂组合物,以熔融状态向80℃的模具的模腔中注塑,得到总长175mm、总宽12.5mm、厚度3.2mm的试验片成型体。

[0062] 本发明的粘结磁体用树脂组合物的成型性、特别是注塑成型性优异。通过后述的实施例记载的方法测定的熔体流动速率(MFR)优选为30g/10min以上,更优选为35~100g/10min。成型密度优选为3.00~3.90g/cm³。

[0063] 本发明的粘结磁体用树脂组合物的抗张伸展率优异。通过后述的实施例所记载的方法测定的拉伸强度(树脂为12-尼龙的情况)优选为40~70MPa,通过后述的实施例所记载的方法测定的抗张伸展率(树脂为12-尼龙的情况)优选为3%以上,更优选为6~10%。另外,本发明的粘结磁体用树脂组合物的机械强度也优异,优选即使为通过后述的实施例所记载的方法测得的IZOD冲击强度(树脂为12-尼龙的情况)也不破裂。另外,本发明的粘结磁体用树脂组合物的尺寸稳定性优异,通过后述的实施例所记载的方法测定的收缩率(树脂为12-尼龙的情况)为0.68以下,更优选为0.65%以下。

[0064] <作用>

[0065] 通过将本发明的铁氧体颗粒粉末控制成容积密度为0.5g/cm³以上且低于0.6g/cm³并且压缩度为65%以上,使用本发明的铁氧体颗粒粉末和/或粘结磁体用树脂组合物制作的成型体的抗张伸展率优异,对其原因还不清楚,但本发明人推定如下。

[0066] 即,推定通过本发明的铁氧体颗粒粉末通过被控制成容积密度为0.5g/cm³以上且低于0.6g/cm³并且压缩度为65%以上,从而填充性良好的树脂混合体易于啮入混炼机,且恰当地作用初始转矩,由此,在有机粘合剂中成为理想的分散状态。

[0067] 推定通过本发明的粘结磁体用树脂组合物含有83重量%~93重量%的上述的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末,且含有7重量%~17重量%的有机粘合剂成分,铁氧体颗粒粉末和有机粘合剂成为均匀且理想的分散状态。

[0068] 实施例

[0069] 本发明的代表性实施方式如下。

[0070] 本发明的铁氧体颗粒粉末的平均粒径(Ps)使用“粉体比表面积测定装置SS-100”(岛津制作所(株)制)进行测定。

[0071] 本发明的铁氧体颗粒粉末的BET比表面积使用“全自动比表面积计Macsoorb model-1201”(株)Mountech制)进行测定。

[0072] 本发明的铁氧体颗粒粉末的容积密度根据JIS_K_5101-12-1进行测定。

[0073] 本发明的铁氧体颗粒粉末的振实密度根据JIS_K_5101-12-2进行测定。

[0074] 本发明的铁氧体颗粒粉末的压缩度由下式求得。

[0075] 压缩度=(振实密度-容积密度)/振实密度×100(%)

[0076] 铁氧体颗粒粉末的饱和磁通密度Br和矫顽磁力iHc是使用“直流磁化特性自动记录装置3257”(横川北辰电气(株)制)在14kOe的磁场中对压粉磁芯进行测定而求得的,该压

粉磁芯是对颗粒粉末以 $1\text{t}/\text{cm}^2$ 的压力进行压缩而得到的。

[0077] 粘结磁体用树脂组合物的熔体流动速率(MFR)是根据JISK7210,在 270°C 熔融,以10kg负荷测定而求得的。

[0078] 粘结磁体用树脂组合物的成型密度是利用“电子比重计EW-120SG”(株)安田精机制作所制)测定在 $25\text{mm}\phi$ 、10.5mm高度的模具内将粘结磁体用组合物设为熔融状态并成型得到的磁芯而求得的。

[0079] 粘结磁体用树脂组合物的水分是利用带水分气化附属装置EV-6(平沼产业(株)制)的“微量水分测定装置AQ-7”(平沼产业(株)制)进行测定而求得的。

[0080] 粘结磁体用树脂组合物的磁特性(残留磁通密度 B_r ,矫顽磁力 i_{Hc} ,矫顽磁力 b_{Hc} ,最大磁能积 BH_{max})是在 $25\text{mm}\phi$ 、10.5mm的高度的模具内将粘结磁体用组合物设为熔融状态,以 9kOe 进行磁场取向,使用“直流磁化特性自动记录装置3257”(横川北辰电气(株)制)在 14kOe 的磁场中测定而求得的。

[0081] 使用了粘结磁体树脂组合物的注塑成型,使用(株)日本制钢所制的注塑成型机J20MII型,得到总长175mm、总宽12.5mm、厚度3.2mm的试验片成型体。在记录中记下该试验片注塑成型时的注塑压,作为注塑性的判断。

[0082] 拉伸强度和伸展率根据ASTM D638-90标准进行测定。使用(株)日本制钢所的注塑成型机J20MII型得到试验片后,使用岛津制作所(株)制的计算机测量控制式精密万能试验机AG-1型进行测定。

[0083] 弯曲强度根据ASTM D790标准进行测定。使用(株)日本制钢所的注塑成型机J20MII型得到试验片后,使用岛津制作所(株)制的计算机测量控制式精密万能试验机AG-1型进行测定。

[0084] Izod冲击强度根据ASTM D256标准进行测定。使用(株)日本制钢所的注塑成型机J20MII型得到试验片后,使用安田精机制作所(株)制的Izod冲击试验机No.158进行测定。

[0085] 就试验片的收缩率而言,测定试验片的实际尺寸,并算出成型时的相对于模的收缩程度。

[0086] 实施例1:

[0087] <铁氧体颗粒粉末的制造>

[0088] 以摩尔比计成为 $2\text{Fe}:\text{Sr}=5.90:1$ 的方式称量粉末状的 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 和 SrCO_3 ,利用湿式磨碎机混合30分钟后,过滤、干燥。向得到的原料混合粉末中分别添加 SrCl_2 和 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 的水溶液,充分混合后,进行造粒。此时, SrCl_2 和 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 的添加量相对于上述原料混合粉末分别设为2.0重量%、0.2重量%。在大气中以 1120°C 烧制所得到的造粒物2小时。将得到的烧制物粗粉碎后,利用湿式磨碎机粉碎30分钟,进行水洗、过滤、干燥。然后,添加异丙醇和三乙醇胺的混合溶液,进一步利用振动磨粉碎30分钟。此时,添加异丙醇和三乙醇胺相对于上述湿式粉碎干燥品分别为0.2重量%、0.1重量%的量的混合溶液,接着,在大气中以 950°C 对得到的粉碎物进行1.5小时热处理。然后,利用砂磨机以负荷 $30\text{kg}/\text{cm}$ 进行30分钟压缩、磨碎处理,再利用针磨机进行破碎处理。将制造条件表示在表1中,将得到的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末的特性表示在表2中。

[0089] 实施例2:

[0090] 除了使组成、添加剂的种类及添加量、烧制温度等进行各种变化以外,与上述实施

例1同样地制作铁氧体颗粒粉末。

[0091] 将此时的制造条件表示在表1中,将得到的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末的特性表示在表2中。

[0092] 比较例1、3:

[0093] 将上述实施例1、2的热处理后的铁氧体颗粒粉末分别作为比较例1、3。将此时的制造条件表示在表1中,将得到的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末的特性表示在表2中。

[0094] 比较例2、4:

[0095] 将上述实施例1、2的压缩、磨碎处理后的铁氧体颗粒粉末分别作为比较例2、4。将此时的制造条件表示在表1中,将得到的粘结磁体用铁氧体颗粒粉末的特性表示在表2中。

[0096] 实施例3:

[0097] <粘结磁体用树脂组合物的制造>

[0098] 在亨舍尔混合机中加入25000g实施例1中得到的铁氧体颗粒粉末,相对于铁氧体颗粒粉末添加0.6wt%的氨基烷基系硅烷偶联剂,混合20分钟至均匀,再加入相对粘度1.60的12-尼龙树脂3067g后,再混合30分钟,准备粘结磁体用树脂组合物的混合物。

[0099] 向双螺杆混炼机中定量供给得到的粘结磁体用组合物的混合物,在12-尼龙熔融的温度中进行混炼,使混炼物形成为股条状并取出,切断为 $2\text{mm}\phi \times 3\text{mm}$ 大小的粒料状,得到粘结磁体用树脂组合物。

[0100] 将粘结磁体用树脂组合物的制法和特性表示在表3中。

[0101] 实施例4、比较例5~8:

[0102] 除了对使用的铁氧体颗粒粉末进行各种改变以外,与上述实施例3同样地制作粘结磁体用树脂组合物。

[0103] 将得到的粘结磁体用树脂组合物的特性表示在表3中。

[0104] 实施例5:

[0105] <试验片成型体的成型>

[0106] 将实施例3中得到的粘结磁体用树脂组合物以 100°C 进行3小时干燥后,在注塑成型机中,以 300°C 熔融粘结磁体用树脂组合物,以注塑时间0.5秒在设定为 80°C 的模具中注塑成型,准备总长175mm、总宽12.5mm、厚度3.2mm的试验片成型体。将试验片成型体的注塑性和各项特性表示在表4中。

[0107] 实施例6、比较例9~12:

[0108] 使用各种粘结磁体用树脂组合物,与上述实施例5同样地制作试验片成型体。将试验片成型体的注塑性和各项特性表示在表4中。

[0109] [表1]

[0110]

铁氧化物粉末的制造								
实施例	最终处理	2Fe/Sr	SrCl ₂	Na ₂ B ₄ O ₇	烧制温度	热处理	破碎处理	
比较例		摩尔比 (—)	(wt%)	(wt%)	(°C)	(°C)	有或无	
实施例 1	破碎	5.90	2	0.20	1120	950	有	
实施例 2	破碎	5.90	3	0.30	1140	950	有	
比较例 1	热处理	与实施例 1 相同					—	无
比较例 2	压缩、磨碎	与实施例 1 相同					30	无
比较例 3	热处理	与实施例 2 相同					—	无
比较例 4	压缩、磨碎	与实施例 2 相同					30	无

[0111] [表2]

[0112]

	铁氧体颗粒的各项特性							磁特性		
	容积密度	振实密度	压缩度	Ps	BET	Br		iHc		
	(g/cm ³)	(g/cm ³)	(%)	(μm)	(m ² /g)	(mT)	(G)	(kA/m)	(Oe)	
实施例1	0.51	1.72	70.35	1.08	2.25	175	1750	249.9	3140	
实施例2	0.57	2.00	71.50	1.15	2.09	181	1810	240.3	3020	
比较例1	0.66	1.68	60.71	1.08	2.08	177	1770	257.0	3230	
比较例2	0.67	1.87	64.17	1.17	2.14	175	1750	255.4	3210	
比较例3	0.72	1.92	62.50	1.17	1.95	183	1830	250.7	3150	
比较例4	0.73	2.07	64.73	1.25	2.01	179	1790	248.3	3120	

[0113]

[表3]

[0114]

粘结磁体用树脂组合物各项特性

实施例	铁氧体种类	MFR (g/10min)	成型密度 g/cm ³	水分 ppm	Br		bHc		iHc		BHmax	
					mT	G	kA/m	Oe	kA/m	Oe	kJ/m ³	MGOe
实施例3	实施例1	45	3.52	62	272	2720	201.3	2530	259.4	3260	14.72	1.85
实施例4	实施例2	58	3.53	89	274	2740	195.8	2460	252.3	3170	14.96	1.88
比较例5	比较例1	42	3.53	73	272	2720	203.7	2560	265.0	3330	14.72	1.85
比较例6	比较例2	45	3.52	78	273	2730	202.9	2550	261.8	3290	14.80	1.86
比较例7	比较例3	56	3.53	93	274	2740	196.6	2470	257.8	3240	14.96	1.88
比较例8	比较例4	54	3.52	82	275	2750	196.6	2470	254.6	3200	15.04	1.89

[0115] [表4]

[0116]

实施例 比较例	粘结磁体用树脂组合物	注塑性 注塑压 kg/cm ²	试验片成型体的各项特性				
			抗张伸展率 %	拉伸强度 MPa	弯曲强度 MPa	IZOD kJ/m ²	收缩率 %
实施例5	实施例3	1853	7.21	62	123	NB	0.622
实施例6	实施例4	1744	8.32	63	125	NB	0.671
比较例9	比较例5	1873	4.73	60	119	NB	0.642
比较例10	比较例6	1911	4.95	62	120	NB	0.635
比较例11	比较例7	1778	5.90	60	120	NB	0.683
比较例12	比较例8	1792	5.78	59	118	22.80	0.691

※NB: NotBreak

[0117] 如表4所示可确认到,与比较例的试验片成型体相比,实施例的试验片成型体的抗张伸展率的数值较大,抗张伸展率优异。

[0118] 本发明的粘结磁体用树脂组合物的抗张伸展率优异。如表4所示,拉伸强度优选为40~70MPa,抗张伸展率优选为3%以上,更优选为6~10%。另外,本发明的粘结磁体用树脂组合物的机械强度也优异,如表4所示,优选即使为IZOD冲击强度,也不破裂。另外,本发明

的粘结磁体用树脂组合物的尺寸稳定性优异,如表4所示,收缩率为0.68以下,更优选为0.65%以下。

[0119] 工业上的可利用性

[0120] 使用本发明的铁氧体颗粒粉末和/或粘结磁体用树脂组合物制造的粘结磁体的抗张伸展率大,且弯曲强度、磁特性均优异,因此,适合用作粘结磁体、特别是磁轭用的铁氧体颗粒粉末和/或粘结磁体用树脂组合物。