



(10) **DE 11 2016 006 051 T5** 2018.09.06

(12)

## Veröffentlichung

der internationalen Anmeldung mit der  
(87) Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2017/110545**  
in der deutschen Übersetzung (Art. III § 8 Abs. 2  
IntPatÜG)  
(21) Deutsches Aktenzeichen: **11 2016 006 051.3**  
(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/JP2016/086867**  
(86) PCT-Anmeldetag: **12.12.2016**  
(87) PCT-Veröffentlichungstag: **29.06.2017**  
(43) Veröffentlichungstag der PCT Anmeldung  
in deutscher Übersetzung: **06.09.2018**

(51) Int Cl.: **H01F 1/20** (2006.01)

**B22F 1/00** (2006.01)

**B22F 1/02** (2006.01)

**B22F 3/00** (2006.01)

**H01F 1/24** (2006.01)

**H01F 1/33** (2006.01)

(30) Unionspriorität:

**2015-251107**      **24.12.2015**      **JP**

**2016-103244**      **24.05.2016**      **JP**

(71) Anmelder:

**DENSO CORPORATION, Kariya-shi, Aichi-ken, JP**

(74) Vertreter:

**KUHNEN & WACKER Patent- und  
Rechtsanwaltsbüro PartG mbB, 85354 Freising,  
DE**

(72) Erfinder:

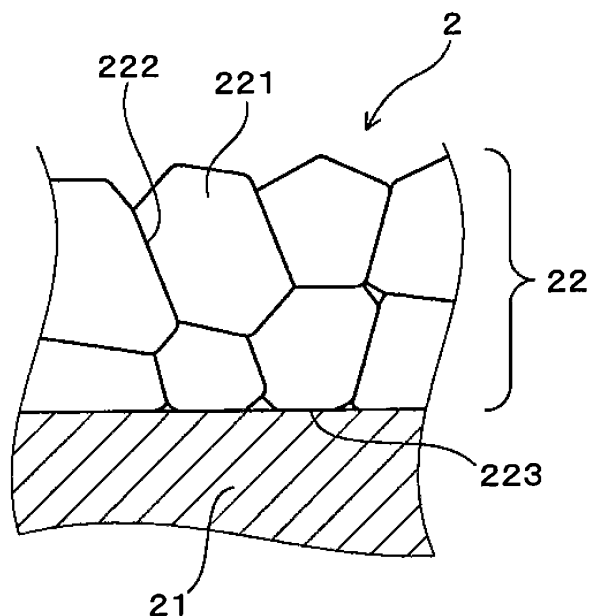
**Matsubara, Ken, Kariya-shi, Aichi-ken, JP;  
Hwang, Jung Hwan, Nagakute-shi, Aichi-ken, JP;  
Utsuno, Seishi, Nagakute-shi, Aichi-ken, JP**

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.**

(54) Bezeichnung: **Pulver für Massekerne, Verfahren zum Herstellen desselben, Massekern und Verfahren zum Herstellen des Massekerns**

(57) Zusammenfassung: Ein Pulver (1) für Massekerne weist eine Ansammlung von weichmagnetischen Partikeln (2) auf, von welchen jedes ein weichmagnetisches Metallpartikel (21) und einen Ferritfilm (22) aufweist, welcher eine Oberfläche des weichmagnetischen Metallpartikels (21) bedeckt und Ferritkristallkörner (221) aufweist, welche eine Spinel-Struktur haben. Ein Diffraktions-Peak (101), welcher von den Ferritkristallkörnern (221) abgeleitet wird, existiert in einem Pulver-Röntgendiffraktionsmuster (10). Durch ein Verfahren zum Herstellen eines Pulvers (1) für Massekerne wird ein Rohmaterialpulver (3), welches eine Ansammlung von weichmagnetischen Metallpartikeln (21) aufweist, bereitgestellt. Ferner werden viele feine Ferritpartikel (220) auf einer Oberfläche jedes der weichmagnetischen Metallpartikel (21) des Rohmaterialpulvers (3) gebildet. Zusätzlich werden die feinen Ferritpartikel (220) grobkörnig durch eine Wärmebehandlung kristallisiert, um einen Ferritfilm (22), welcher Ferritkristallkörner (221) aufweist, welche eine Spinel-Struktur haben, auf der Oberfläche jedes der weichmagnetischen Metallpartikel (21) zu bilden.



**Beschreibung****QUERVERWEIS AUF  
VERWANDTE ANMELDUNGEN**

**[0001]** Diese Anmeldung ist auf der japanischen Patentanmeldung Nr. 2015-251107, welche am 24. Dezember 2015 eingereicht wurde und der japanischen Patentanmeldung Nr. 2016-103244, welche am 24. Mai 2016 eingereicht wurde, basiert, deren Offenbarungen hierin durch Bezugnahme mit eingebunden sind.

**TECHISCHES GEBIET**

**[0002]** Die vorliegende Offenbarung bezieht sich auf Pulver für Massekerne, ein Verfahren zum Herstellen des Pulvers, einen Massekern und ein Verfahren zum Herstellen des Massekerns.

**STAND DER TECHNIK**

**[0003]** Ein Massekern wurde bisher für einen Motor, eine Zündspule oder dergleichen verwendet. Als ein Material, welches für einen Massekern verwendet wird, ist ein ferritbeschichtetes Pulver, welches durch ein Beschichten von weichmagnetischen Metallpartikeln mit einem Ferritfilm gebildet wird, in beispielsweise Patentdokument 1 offenbart. In dem Dokument ist ein Verfahren zum Bilden solch eines Ferritfilms durch ein Sprühen einer Bearbeitungslösung, die ein metallisches Element enthält, über die Oberflächen von erwärmten weichmagnetischen Metallpartikeln und dann ein Sprühen einer basischen Lösung beschrieben.

**STAND-DER-TECHNIK DOKUMENT****PATENTDOKUMENT**

**[0004]** Patentdokument 1: JP 2014-183199 A

**[0005]** Ein Massekern, welcher durch ein Verdichten eines herkömmlichen Pulvers für einen Massekern gebildet wird, erhöht jedoch einen Wirbelverlust bzw. Wirbelstromverlust in großem Maße und ist in der Wärmewiderstandsfähigkeit schwächer wenn eine Belastung, welche durch das Pulververdichten verursacht wird, durch ein Ausheilen bzw. Tempern beseitigt wird, um einen Verlust in einem Niederfrequenzbereich zu verringern.

**KURZFASSUNG DER ERFINDUNG**

**[0006]** Die vorliegende Offenbarung adressiert die obigen Tatsachen. Demnach ist es eine Aufgabe der vorliegenden Offenbarung Folgendes vorzusehen: einen Massekern, welcher es erlaubt, dass ein Wirbelverlust bzw. Wirbelstromverlust, welcher durch ein Ausheilen bzw. Tempern nach dem Pulverver-

verdichten verursacht wird, daran gehindert wird, zu zunehmen, und einen Wärmewiderstand zu verbessern; ein Verfahren zum Herstellen des Massekerns; ein Pulver für die Massekerne, welches geeignet ist, um den Massekern zu erhalten; und ein Verfahren zum Herstellen des Pulvers für die Massekerne.

**[0007]** Um die Aufgabe zu erreichen, weist ein Pulver für Massekerne in einem ersten Aspekt der vorliegenden Offenbarung eine Ansammlung (aggregate) von weichmagnetischen Partikeln auf, von welchen jedes ein weichmagnetisches Metallpartikel und einen Ferritfilm bzw. eine Ferritschicht aufweist, welcher eine Oberfläche des weichmagnetischen Metallpartikels bedeckt und Ferritkristallkörner aufweist, welcher eine Spinell-Struktur haben. Ein Beugungs- bzw. Diffraktions-Peak, welcher von den Ferritkristallkörnern abgeleitet wird, existiert in einem Pulver-Röntgendiffraktionsmuster.

**[0008]** Um die Aufgabe zu erreichen, wird gemäß einem Verfahren zum Herstellen eines Pulvers für Massekerne in einem zweiten Aspekt der vorliegenden Offenbarung ein Rohmaterialpulver, welches eine Ansammlung von weichmagnetischen Metallpartikeln aufweist, bereitgestellt. Ferner werden viele feine Ferritpartikel auf einer Oberfläche jedes der weichmagnetischen Metallpartikel des Rohmaterialpulvers gebildet. Zusätzlich werden die feinen Ferritpartikel grobkörnig durch eine Wärmebehandlung kristallisiert, um einen Ferritfilm, welcher Ferritkristallkörner aufweist, welche eine Spinell-Struktur haben, auf der Oberfläche jedes der weichmagnetischen Metallpartikel zu bilden.

**[0009]** Um die Aufgabe zu erreichen, ist ein Massekern in einem dritten Aspekt der vorliegenden Offenbarung ein Pulverpresskörper des Pulvers für Massekerne und hat seine Belastung bzw. Verspannung beseitigt.

**[0010]** Um die Aufgabe zu erreichen, weist ein Verfahren zum Herstellen eines Massekerns in einem vierten Aspekt der vorliegenden Offenbarung einen Pulververdichtungsprozess zum Verdichten des Pulvers für Massekerne auf, um einen Pulverpresskörper zu erhalten, einen Ausheilprozess zum Ausheilen bzw. Tempern des erhaltenen Pulverpresskörpers und einen Umwandlungswärmebehandlungsprozess zum Re-Ferritisieren von FeO, welches teilweise in dem Ferritfilm erzeugt wird, welcher in dem ausgeheilten Pulverpresskörper enthalten ist, durch eine Wärmebehandlung.

**[0011]** Ein Grund, warum ein Wirbelverlust im Stand der Technik zunimmt, wird abgeschätzt wie folgt zu sein. In einem herkömmlichen Pulver für einen Massekern wird ein Ferritfilm durch eine Reibung zwischen den Ferritfilmen und eine Verformung von weichmagnetischen Metallpartikeln während des Pul-

ververdichtens beschädigt. Zu der Zeit nach dem Pulververdichten und vor dem Ausheilen werden Isoliereigenschaften durch einen Freiraum bzw. Spalt, welcher durch Luft verursacht wird, in einem gewissen Ausmaß aufrechterhalten, auch wenn ein Ferritfilm in einem Massekern beschädigt ist. Durch ein Ausheilen nach dem Pulververdichten jedoch berühren benachbarte weichmagnetische Materialpartikel einander und sintern an dem beschädigten Teil in einem Ferritfilm. Als ein Ergebnis verschlechtern sich in einem Massekern nach dem Ausheilen die Isoliereigenschaften des Ferritfilms und ein Wirbelverlust nimmt zu. Insbesondere ist ein Ferritfilm, welcher durch Sprühen gebildet wird, in dem Zustand des Abscheidens von feinen Ferritpartikeln über die Oberflächen von weichmagnetischen Metallpartikeln und ist nicht dicht. Als ein Ergebnis ist es wahrscheinlich, dass ein Wirbelverlust zunimmt.

**[0012]** Im Gegensatz dazu weist in einem vorstehend erwähnten Pulver für einen Massekern ein Ferritfilm, welcher die Oberflächen von weichmagnetischen Metallpartikeln bedeckt, Ferritkristallkörner auf, welche eine Spinell-Struktur haben, und ein Beugungs- bzw. Diffraktions-Peak, welcher von den Ferritkristallkörnern abgeleitet wird, existiert in einem Pulver-Röntgendiffraktionsmuster. Aus diesem Grund führt das Pulver für einen Massekern dazu, dass die Festigkeit des Ferritfilms durch die Ferritkristallkörner zunimmt, welche zu dem Ausmaß der Existenz des Diffraktions-Peaks grobkörnig gebildet sind. Als ein Ergebnis kann das Pulver für einen Massekern verhindern, dass der Ferritfilm durch eine hohe Belastung während der Pulververdichtung beschädigt wird. In dem Pulver für einen Massekern kann demnach, auch wenn Ausheilen nach einem Pulververdichten angewandt wird, der Ferritfilm verhindern, dass benachbarte weichmagnetische Metallpartikel sintern. Demnach kann das Pulver für einen Massekern verhindern, dass ein Wirbelverlust, welcher durch ein Ausheilen nach dem Pulververdichten verursacht wird, sich erhöht, und ist geeignet, einen Massekern zu erhalten, welcher eine verbesserte Wärmewiderstandsfähigkeit hat.

**[0013]** Gemäß einem vorstehend erwähnten Verfahren zum Herstellen eines Pulvers für einen Massekern werden viele feine Ferritpartikel über die Oberflächen von weichmagnetischen Metallpartikeln in einem Rohmaterialpulver gebildet, und ein Ferritfilm, welcher Ferritkristallkörner aufweist, welche eine Spinell-Struktur haben, wird durch ein Kristallisieren der feinen Ferritpartikel grobkörnig durch eine Wärmebehandlung gebildet. Als ein Ergebnis macht es das Verfahren zum Herstellen des Pulvers für einen Massekern möglich: zu verhindern, dass ein Wirbelverlust, welcher durch ein Ausheilen nach dem Pulververdichten verursacht wird, zunimmt; und das Pulver für einen Massekern herzustellen, welches in der La-

ge ist, einen Massekern zu erhalten, welcher eine verbesserte Wärmewiderstandsfähigkeit hat.

**[0014]** Ein vorstehend erwähnter Massekern ist ein Pulverpresskörper, welcher das Pulver für einen Massekern aufweist und in welchem Belastung entfernt ist. Als ein Ergebnis wird ein Massekern erhalten, welcher eine herausragende Wärmewiderstandsfähigkeit, eine hohe Magnetfluss-Sättigungsdichte und einen niedrigen Verlust hat.

**[0015]** Ein vorstehend erwähntes Verfahren zum Herstellen eines Massekerns weist einen vorstehend erwähnten Umwandlungswärmebehandlungsvorgang auf. FeO ist eine Substanz, welche einen kleineren spezifischen Volumenwiderstand hat als Ferrit. Der spezifische Volumenwiderstand eines Ferritfilms, welcher FeO enthält, verringert sich demnach. Gemäß dem Verfahren zum Herstellen eines Massekerns ändert sich eine Filmstruktur durch ein Ausheilen zum Entfernen einer Belastung bzw. Spannung in einem Pulverpresskörper und auch wenn FeO teilweise in einem Ferritfilm erzeugt wird, wird FeO wiederum durch eine Umwandlungswärmebehandlung ferritisiert. Als ein Ergebnis macht es das Verfahren zum Herstellen eines Massekerns möglich, einen Massekern zu erhalten, welcher eine herausragende Wärmewiderstandsfähigkeit, eine hohe Magnetfluss-Sättigungsdichte, einen niedrigen Verlust und einen hohen Widerstand hat.

#### Figurenliste

**[0016]** Das Obige und andere Aufgaben, Merkmale und Vorteile der vorliegenden Offenbarung werden aus der folgenden detaillierten Beschreibung, welche unter Bezugnahme auf die beigefügten Zeichnungen gefertigt ist, offensichtlicher. In den Zeichnungen:

**Fig. 1** ist eine erklärende Zeichnung, welche schematisch ein Pulver für einen Massekern gemäß einer ersten Ausführungsform zeigt;

**Fig. 2** ist eine erklärende Zeichnung, welche schematisch einen Schnitt eines Ferritfilms in einem Pulver für einen Massekern gemäß der ersten Ausführungsform zeigt;

**Fig. 3** ist eine erklärende Zeichnung, welche schematisch ein Pulver-Röntgendiffraktionsmuster eines Pulvers für einen Massekern gemäß der ersten Ausführungsform zeigt;

**Fig. 4** ist eine erklärende Zeichnung, welche schematisch einen Fluss eines Verfahrens zum Herstellen eines Pulvers für einen Massekern gemäß einer zweiten Ausführungsform zeigt;

**Fig. 5** ist eine erklärende Zeichnung, welche schematisch einen Massekern gemäß einer dritten Ausführungsform oder einer vierten Ausführungsform zeigt;

**Fig. 6** ist ein TEM-Schnittbild eines ferritbeschichteten Pulvers, betrachtet durch ein Transmissionselektronenmikroskop, erhalten im experimentellen Beispiel 1;

**Fig. 7** ist ein TEM-Schnittbild eines Pulvers für einen Massekern in Probe 1, betrachtet durch ein Transmissionselektronenmikroskop, erhalten im experimentellen Beispiel 1;

**Fig. 8** zeigt Pulver-Röntgendiffraktionsmuster eines ferritbeschichteten Pulvers, eines Pulvers für einen Massekern in Probe 1 und eines Pulvers für einen Massekern in Probe 2, erhalten im experimentellen Beispiel 1;

**Fig. 9** ist ein Graph, welcher einer Beziehung einer Druckfestigkeit und einer Schrumpfrate eines Ferritfilms mit einer Wärmebehandlungstemperatur zeigt, wenn ein Pulver für einen Massekern hergestellt wird, erhalten im experimentellen Beispiel 2;

**Fig. 10** ist ein Graph, welcher eine Beziehung zwischen einer Ausheiltemperatur und einem Wirbelverlust in einem Massekern zeigt, erhalten im experimentellen Beispiel 3;

**Fig. 11** ist ein SEM-Schnittbild eines Massekerns (nach dem Ausheilen bzw. Tempern) aufweisend ein ferritbeschichtetes Pulver, erhalten im experimentellen Beispiel 3;

**Fig. 12** ist ein SEM-Schnittbild eines Massekerns (nach dem Pulververdichten und vor dem Ausheilen) aufweisend ein Pulver für einen Massekern in Probe 1, erhalten im experimentellen Beispiel 3;

**Fig. 13** ist ein SEM-Schnittbild eines Massekerns (nach dem Ausheilen), aufweisend ein Pulver für einen Massekern in Probe 1, erhalten im experimentellen Beispiel 3;

**Fig. 14** ist ein erklärender Graph, welcher spezifische Volumenwiderstände von jeweiligen Ferritfilmen in Testexemplar 2 (600 °C ausheilen), Testexemplar 2-1 (130°C-Ausheilen) und Testexemplar 2-2 (400°C-Ausheilen) im Gegensatz zu einem spezifischen Volumenwiderstand eines Bulk-Körpers eines Ferritpulvers zeigt, erhalten im experimentellen Beispiel 4;

**Fig. 15A** ist ein SEM-Schnittbild von Testexemplar 1 (vor dem Ausheilen), erhalten im experimentellen Beispiel 4, und **Fig. 15B** ist ein SEM-Schnittbild von Testexemplar 2 (nach 600°C-Ausheilen), erhalten im experimentellen Beispiel 4;

**Fig. 16** ist ein Ergebnis einer Elementenkartierung bzw. Elementenzuordnung des Testexemplars 1 (vor dem Ausheilen), erhalten im experimentellen Beispiel 4;

**Fig. 17** ist ein Ergebnis einer Elementenkartierung bzw. Elementenzuordnung des Testexemplars 2 (nach 600°C-Ausheilen), erhalten im experimentellen Beispiel 4;

**Fig. 18** zeigt Pulver-Röntgendiffraktionsmuster von Testexemplar 1 (vor dem Ausheilen) und Testexemplar 2 (nach 600°C-Ausheilen), erhalten im experimentellen Beispiel 4;

**Fig. 19** ist ein Ergebnis einer Elementenkartierung des Testexemplars 3 (nach einer 500 °C-Umwandlungswärmebehandlung), erhalten im experimentellen Beispiel 4; und

**Fig. 20** zeigt Pulver-Röntgendiffraktionsmuster von Testexemplar 2 (nach einem 600 °C-Ausheilen) und Testexemplar 3 (nach einer 500 °C-Umwandlungswärmebehandlung), erhalten im experimentellen Beispiel 4.

## AUSFÜHRUNGSFORMEN ZUM AUSFÜHREN DER ERFINDUNG

### (Erste Ausführungsform)

**[0017]** Ein Pulver für einen Massekern gemäß einer ersten Ausführungsform wird unter Bezugnahme auf die **Fig. 1** bis **Fig. 3** erklärt. Wie in den **Fig. 1** bis **Fig. 3** beispielhaft dargestellt ist, ist ein Pulver für einen Massekern **1** gemäß der vorliegenden Ausführungsform eine Ansammlung bzw. ein Aggregat von weichmagnetischen Partikeln **2**. Ein weichmagnetisches Partikel **2** hat ein weichmagnetisches Metallpartikel **21** und einen Ferritfilm bzw. eine Ferritschicht **22**, welcher die Oberfläche des weichmagnetischen Metallpartikels **21** bedeckt. Der Ferritfilm **22** weist Ferritkristallkörner **221** auf, welche eine Spinell-Struktur haben. Ein Diffraktions-Peak **101**, welcher von den Ferritkristallkörnern **221** abgeleitet wird, existiert in einem Pulver-Röntgendiffraktionsmuster **10** des Pulvers für einen Massekern **1**. Details sind untenstehend erklärt.

**[0018]** Als ein weichmagnetisches Metallpartikel **21** können ein reines Eisenpartikel, ein Fe-basiertes Legierungspartikel oder dergleichen beispielsweise aus den Sichtpunkten des Verbesserns einer Sättigungsmagnetflussdichte und dergleichen verwendet werden. Als die Fe-basierten Legierungen können beispielsweise eine Fe-Si-basierte Legierung, eine Fe-Co-V-basierte Legierung, eine Fe-Si-Al-basierte Legierung und andere beispielhaft genannt werden.

**[0019]** Die Partikelgröße eines weichmagnetischen Metallpartikels **21** kann vorzugsweise 25 µm oder mehr sein, weiter vorzugsweise 50 µm oder mehr oder noch weiter vorzugsweise 75 µm oder mehr aus dem Sichtpunkt der Formbarkeit, der Verringerung des Hystereseverlusts und dergleichen. Ferner kann die Partikelgröße eines weichmagnetischen Metallpartikels **21** vorzugsweise 300 µm oder weni-

ger, weiter vorzugsweise 200 µm oder weniger oder noch weiter vorzugsweise 106 µm oder weniger aus dem Sichtpunkt der Verringerung eines Wirbelverlusts und dergleichen sein. Indes ist die Partikelgröße eines weichmagnetischen Metallpartikels **21** ein Wert, welcher durch ein Subtrahieren der Dicke eines Ferritfilms **22**, welcher später beschrieben werden wird, von einer Partikelgröße (Durchmesser) d50 erhalten wird, welcher: in einem trockenen Zustand durch eine Verwendung eines Laserdiffraktions-Partikelgrößenanalysators („ParticalA-950v2, gefertigt durch HORIBA, Ltd.) für ein Pulver für einen Massekern **1** gemessen wird; und 50 % in einer kumulativen Frequenzverteilung auf einer Volumenbasis repräsentiert.

**[0020]** Ein Ferritfilm **22** bedeckt vorzugsweise die gesamte Oberfläche eines weichmagnetischen Metallpartikels **21** aus dem Sichtpunkt des Erleichterns, Isoliereigenschaften zwischen weichmagnetischen Metallpartikeln **21** in einem Massekern **4** und dergleichen sicherzustellen. Hier kann, solange die vorstehend erwähnten betrieblichen Vorteile erlangt werden, ein Teil der Oberfläche eines weichmagnetischen Metallpartikels **21** nicht mit einem Ferritfilm **22** bedeckt sein.

**[0021]** Die Größe eines Ferritkristallkorns **221** in einem Ferritfilm **22** kann 10 nm oder mehr sein. Bei dieser Gelegenheit wird die Verbesserung der Festigkeit des Ferritfilms **22** sichergestellt, es kann verhindert werden, dass ein Wirbelverlust, welcher durch ein Ausheilen bzw. Tempern nach dem Pulververdichten verursacht wird, zunimmt, und es ist wahrscheinlich, dass ein Massekern **4**, welcher eine verbesserte Wärmewiderstandsfähigkeit hat, erhalten wird.

**[0022]** Die Größe eines Ferritkristallkorns **221** kann vorzugsweise 30 nm oder mehr sein, weiter vorzugsweise 40 nm oder mehr, noch weiter vorzugsweise 50 nm oder mehr, noch weiter vorzugsweise 60 nm oder mehr oder noch weiter vorzugsweise 70 nm oder mehr aus dem Sichtpunkt des weiteren Sicherstellens der obigen Effekte. Ferner kann die Größe eines Ferritkristallkorns **221** gleich oder kleiner als die Dicke eines Ferritfilms **22** sein. Insbesondere kann die Größe eines Ferritkristallkorns **221** vorzugsweise 1000 nm oder weniger, weiter vorzugsweise 200 nm oder weniger oder weiter vorzugsweise 100 nm oder weniger aus den Sichtpunkten der Formbarkeit, des Verhinderns, dass ein Ferritfilm abblättert, des Verhinderns, dass ein Ferritfilm bricht, und dergleichen sein. Indes ist die Größe der Ferritkristallkörner **221** ein Durchschnittswert der jeweiligen maximalen Durchmesser von 10 Ferritkristallkörnern **221**, welche in einem Ferritfilm **22** in einem weichmagnetischen Partikel **2** enthalten sind, welche durch ein Verwenden eines DEM-Schnittbildes eines Pulvers für einen Massekern **1** gemessen und erhalten werden.

**[0023]** Ein Ferritfilm **22** kann konfiguriert sein, um einen Teil zu enthalten, in dem eine Grenzfläche **222** zwischen Ferritkristallkörnern **221** eine geradlinige Form in einer Schnittansicht hat. Bei dieser Gelegenheit verringert sich ein Spalt zwischen benachbarten Ferritkristallkörnern **221**, und ein dichter Film wird gebildet. Als ein Ergebnis wird bei dieser Gelegenheit die Verbesserung der Festigkeit des Ferritfilms **22** sichergestellt, es kann verhindert werden, dass ein Wirbelverlust, welcher durch ein Ausheilen nach dem Pulververdichten verursacht wird, zunimmt, und es ist wahrscheinlich, dass ein Massekern **4**, welcher einer verbesserte Wärmewiderstandsfähigkeit hat, erhalten wird. Hier ist die Schnittansicht auf einem TEM-Schnittbild basiert.

**[0024]** Die chemische Zusammensetzung eines Ferritfilms **22** ist  $M_xFe_2O_4$ . Hier kann M wenigstens ein Metallelement sein, ausgewählt aus der Gruppe, welche Fe, Cu, Mg, Ni, Zn und Mn enthält; und X kann den Ausdruck  $0 < X \leq 1$  erfüllen. Hier erfüllt, wenn M zwei oder mehr Metallelemente enthält, jedes Metallelement den Ausdruck  $0 < X \leq 1$ . Hier ist die Summe der Wert von X der jeweiligen Elemente **1**. Bei dieser Gelegenheit wird ein Pulver für Massekerne **1**, welches ein gutes Gleichgewicht zwischen einer Sättigungs-Magnetflusddichte und einem spezifischen Volumenwiderstand hat, erhalten.

**[0025]** Genauer kann das Metallelement M konfiguriert sein, um Mn und Zn oder Ni und Zn zu enthalten. Bei dieser Gelegenheit ist es wahrscheinlicher, dass ein Pulver für Massekerne **1**, welches ein gutes Gleichgewicht zwischen einer Sättigungs-Magnetflusddichte und einem spezifischen Volumenwiderstand hat, erhalten wird.

**[0026]** Die Dicke eines Ferritfilms **22** kann beispielsweise in dem Bereich vom 20 nm bis 600 nm sein. Bei dieser Gelegenheit ist es wahrscheinlich, dass Isoliereigenschaften zwischen weichmagnetischen Metallpartikeln **21** sichergestellt sind, und es ist wahrscheinlich, dass ein Massekern **4**, welcher zum Verbessern einer Sättigungs-Magnetflusddichte vorteilhaft ist, durch eine angemessene Dichte erhalten wird. Die Dicke eines Ferritfilms **22** kann vorzugsweise 10 nm oder mehr sein, weiterhin vorzugsweise 50 nm oder mehr, oder noch weiter vorzugsweise 100 nm oder mehr aus den Sichtpunkten des Sicherstellens von Isoliereigenschaften und dergleichen. Die Dicke eines Ferritfilms **22** kann vorzugsweise 1000 nm oder weniger, weiter vorzugsweise 200 nm oder weniger, oder noch weiter vorzugsweise 100 nm oder weniger sein aus den Sichtpunkten der Verbesserung einer Sättigungs-Magnetflusddichte, der Zunahme einer Dichte und dergleichen. Indes ist die Dicke eines Ferritfilms **22** ein Durchschnittswert der jeweiligen Werte, welche erhalten werden durch: ein Verwenden eines TEM-Schnittbildes eines Pulvers für einen Massekern **1**; und ein Messen der Dicken des

Ferritfilms **22** in einer Richtung rechtwinklig zu einer Grenzfläche **223** zwischen einem weichmagnetischen Metallpartikel **21** und dem Ferritfilm **22** an drei Punkten in einem weichmagnetischen Partikel **2**.

**[0027]** Ein Pulver-Röntgendiffraktionsmuster eines Pulvers für einen Massekern **1** wird durch ein Verwenden eines Pulver-Röntgendiffraktometers („RINT 2000“ gefertigt durch Rigaku Corporation) unter Verwendung einer Cu-Röhre als einer Röntgenquelle oder einer Messvorrichtung äquivalent zu dem Pulver-Röntgendiffraktometer gemessen. Ein Messbereich eines Pulver-Röntgendiffraktionsmusters **10** ist eingestellt, um einen Bereich von  $34$  bis  $37^\circ$  in  $2\Theta/\Theta$  einzuschließen, wo es wahrscheinlich ist, dass die Spinell-Struktur eines Ferritkristallkorns **221** klar gesehen wird. Ein Diffraktions-Peak, welcher von Ferritkristallkörnern **221** abgeleitet wird, welche eine Spinell-Struktur haben, wird bei  $2\Theta/\Theta = 35,5^\circ$  gesehen.

**[0028]** Indes wird solch ein Diffraktions-Peak **101** in einem ferritbeschichteten Pulver nicht gesehen, welches durch ein Abscheiden von feinen Ferritpartikeln über die Oberflächen von weichmagnetischen Metallpartikeln gebildet wird. Die Regel „ein Diffraktions-Peak **101**, welcher von Ferritkristallkörnern **221** abgeleitet wird, existiert“ in einem Pulver für einen Massekern **1** bedeutet demnach, dass das Pulver für einen Massekern **1** einen Ferritfilm **22** unterschiedlich von einem Film, welcher durch ein Abscheiden von feinen Ferritpartikeln gebildet wird, hat.

**[0029]** Genauer kann ein Pulver für einen Massekern **1** konfiguriert sein, so dass eine Halbwertsbreite eines Diffraktions-Peaks **101** gleich  $0,5^\circ$  oder weniger sein kann. Bei dieser Gelegenheit kann verhindert werden, dass ein Wirbelverlust, welcher durch ein Ausheilen nach dem Pulververdichten verursacht wird, zunimmt, und es ist wahrscheinlich, dass ein Massekern **4**, welcher eine verbesserte Wärmewiderstandsfähigkeit hat, erhalten wird. Hier bedeutet die Halbwertsbreite eine Halbwertsbreite eines Diffraktions-Peaks **101** bei  $2\Theta/\Theta = 35,3^\circ$ .

**[0030]** Eine Halbwertsbreite kann vorzugsweise  $0,45^\circ$  oder weniger sein, weiter vorzugsweise  $0,4^\circ$  oder weniger, noch weiter vorzugsweise  $0,35^\circ$  oder weniger oder noch weiter vorzugsweise  $0,3^\circ$  oder weniger. Hier kann eine Halbwertsbreite  $0,18^\circ$  oder mehr sein.

**[0031]** Ein Pulver für einen Massekern **1** kann ein Schmiermittel (in einer Figur nicht gezeigt) zusätzlich zu weichmagnetischen Partikeln **2** enthalten. Bei dieser Gelegenheit ist es wahrscheinlich, dass Verschleiß oder dergleichen, verursacht durch Reibung zwischen Ferritfilmen **22**, sich während des Pulververdichtens verringert. Bei dieser Gelegenheit ist es demnach wahrscheinlich, dass Isoliereigenschaften durch einen Ferritfilm **22** nach dem Pulververdichten

sichergestellt sind. Als ein Schmiermittel können beispielsweise Zinkstearat, Lithiumstearat, Stearatsäureamid oder dergleichen genannt werden.

**[0032]** In einem Pulver für einen Massekern **1** weist ein Ferritfilm **22**, welcher die Oberflächen von weichmagnetischen Metallpartikeln **21** bedeckt, Ferritkristallkörner **221** auf, welche eine Spinell-Struktur haben, und ein Diffraktions-Peak **101**, welcher von den Ferritkristallkörnern **221** abgeleitet wird, existiert in einem Pulver-Röntgendiffraktionsmuster **10**. In dem Pulver für einen Massekern **1** verbessert sich demnach die Festigkeit des Ferritfilms **22** durch die Ferritkristallkörner **221**, welche in dem Ausmaß grobkörnig sind, dass der Diffraktions-Peak **101** existiert. Als ein Ergebnis wird in dem Pulver für einen Massekern **1** verhindert, dass der Ferritfilm **22** durch eine hohe Belastung während des Pulververdichtens beschädigt wird. In dem Pulver für einen Massekern **1** kann demnach der Ferritfilm **22** verhindern, dass benachbarte weichmagnetische Metallpartikel **21** sintern, auch wenn ein Ausheilen nach dem Pulververdichten ausgeübt bzw. angewandt wird. Als ein Ergebnis kann ein Pulver für einen Massekern **1** verhindern, dass ein Wirbelverlust, welcher durch ein Ausheilen nach dem Pulververdichten verursacht wird, zunimmt, und es ist geeignet zum Erhalten eines Massekerns **4**, welcher eine verbesserte Wärmewiderstandsfähigkeit hat.

#### (Zweite Ausführungsform)

**[0033]** Ein Verfahren zum Herstellen eines Pulvers für einen Massekern gemäß einer zweiten Ausführungsform wird unter Bezugnahme auf **Fig. 4** erklärt. Hier repräsentiert in den Bezugszeichen, welche in der zweiten Ausführungsform und den nachfolgenden Ausführungsformen verwendet wird, ein Bezugszeichen identisch zu einem Bezugszeichen, welches in einer vorangehenden Ausführungsform benutzt wird, eine konstituierende Komponente oder dergleichen identisch zu einer konstituierenden Komponente oder dergleichen, welche in der vorangehenden Ausführungsform verwendet wird, solange nicht anderweitig spezifiziert.

**[0034]** Wie in **Fig. 4** beispielhaft erläutert ist, wird in einem Verfahren zum Herstellen eines Pulvers für einen Massekern gemäß der vorliegenden Ausführungsform ein Rohmaterialpulver **3**, welches eine Ansammlung von weichmagnetischen Metallpartikeln **21** aufweist, bereitgestellt. Ferner werden viele feine Ferritpartikel **220** über die Oberflächen der jeweiligen weichmagnetischen Metallpartikel **21** in dem Rohmaterialpulver **3** gebildet. Ferner werden die feinen Ferritpartikel **220** grobkörnig durch eine Wärmebehandlung kristallisiert und ein Ferritfilm **22**, welcher Ferritkristallkörner **221** aufweist, welche eine Spinell-Struktur haben, wird über die Oberflächen der weichmagnetischen Metallpartikel **21** gebildet.

**[0035]** Ein Rohmaterialpulver **3** kann bereitgestellt werden durch ein Zerstäubungsverfahren bzw. Atomisierverfahren, ein mechanisches Schleifverfahren bzw. ein mechanisches Zerkleinerungsverfahren, ein Reduktionsverfahren oder ein anderes Verfahren beispielsweise. Als Zerstäubungsverfahren können beispielhaft ein Wasserzerstäubungsverfahren, ein Gaszerstäubungsverfahren, ein Gas-Wasser-Zerstäubungsverfahren und andere Verfahren genannt werden. Hier kann ein Material, welches in der ersten Ausführungsform beschrieben ist, ebenso für ein Material der weichmagnetischen Metallpartikel **21** in dem Rohmaterialpulver **3** angewandt werden. Indes ist die Partikelgröße eines weichmagnetischen Metallpartikels **21** in einem Rohmaterialpulver **3** eine Partikelgröße (Durchmesser) d50, welcher: in einem trockenen Zustand durch ein Verwenden eines Laserdiffraktions-Partikelgrößenanalysators („ParticaLA-950v2“ gefertigt durch HORIBA, Ltd) für das Rohmaterialpulver **3** gemessen wird; und 50 % in einer kumulativen Frequenzverteilung auf einer Volumenbasis repräsentiert.

**[0036]** Als ein Verfahren zum Bilden vieler feiner Ferritpartikel **220** über die Oberflächen von jeweiligen weichmagnetischen Metallpartikeln **21** in einem Rohmaterialpulver **3** kann beispielhaft folgendes Verfahren verwendet werden: Sprühen einer Bearbeitungslösung, welche  $\text{Fe}^{2+}$  und divalente Ionen eines Metallelements M enthält, über das Rohmaterialpulver **3** und ein Sprühen einer pH-Anpassungslösung über das Pulver, über welches die Bearbeitungslösung gesprüht wurde, während einem Erwärmen und Rühren des Rohmaterialpulvers **3**; und nachfolgend ein Waschen und Trocknen des Pulvers oder ein anderes Verfahren. Hier ist es ebenso möglich, eine Bearbeitungslösung und eine pH-Anpassungslösung alternierend und wiederholt während der Zeit vor dem Waschen und nach dem Sprühen der pH-Anpassungslösung zu sprühen. Andernfalls ist es ebenso möglich, das Sprühen einer pH-Anpassungslösung auszulassen durch ein Sprühen einer Bearbeitungslösung, welche auf einen pH von ungefähr 6 bis 10 vorab angepasst wurde. Durch ein solches Verfahren können viele feine Ferritpartikel **220** über die Oberflächen von jeweiligen weichmagnetischen Metallpartikeln **21** in einem Rohmaterialpulver **3** abgeschieden werden.

**[0037]** In einem Verfahren zum Bilden von feinen Ferritpartikeln **220** kann ein Rohmaterialpulver **3** auf 90 °C bis 150 °C in der Atmosphäre beispielsweise erwärmt werden. Ferner kann eine Bearbeitungslösung eine saure bzw. säurehaltige Lösung sein. Ferner kann eine pH-Anpassungslösung eine basische Lösung sein. Ferner kann die Partikelgröße von feinen Ferritpartikeln **220** beispielsweise 5 nm bis 35 nm sein. Die Partikelgröße von feinen Ferritpartikeln **220** ist ein Durchschnittswert der jeweiligen maximalen Durchmesser von 10 feinen Ferritpartikeln

**220**, welche über einem weichmagnetischen Metallpartikel **21** gebildet sind, welche durch ein Verwenden eines TEM-Schnittbildes gemessen und erhalten werden. Indes können all die Inhalte, welche in JP 2014-183199 A beschrieben sind, in die vorliegende Beschreibung durch Bezugnahme inkorporiert werden.

**[0038]** Eine Wärmebehandlungstemperatur von feinen Ferritpartikeln **220** während einer Wärmebehandlung kann beispielsweise in dem Bereich von 400 °C bis 900 °C sein. Bei dieser Gelegenheit ist ein Gleichgewicht zwischen der Wirkung des Verbesserns der Festigkeit eines Ferritfilms **22** durch ein grobkörniges Kristallisieren der feinen Ferritpartikel **220** und der Wirkung des Verringerns der Schrumpfrate des Ferritfilms **22** herausragend. Eine Wärmebehandlungstemperatur kann vorzugsweise 450 °C oder höher sein, weiter vorzugsweise 500 °C oder höher, oder noch weiter vorzugsweise 550 °C oder höher aus den Sichtpunkten, es leichter zu gestalten, die Wirkung des Verbesserns der Festigkeit eines Ferritfilms **22** durch ein grobkörniges Kristallisieren von feinen Ferritpartikeln **220** und dergleichen sicherzustellen. Ferner kann eine Wärmebehandlungstemperatur vorzugsweise 850 °C oder niedriger, weiter vorzugsweise 800 °C oder niedriger, noch weiter vorzugsweise 750 °C oder niedriger, oder noch weiter vorzugsweise 700 °C oder niedriger sein aus den Sichtpunkten des Verbesserns des nahen Kontakts zwischen einem weichmagnetischen Metallpartikel **21** und einem Ferritfilm **22** ohne eine übermäßige Erhöhung der Schrumpfrate des Ferritfilms **22** und dergleichen.

**[0039]** Eine Wärmebehandlungszeit von feinen Ferritpartikeln **220** während der Wärmebehandlung kann beispielsweise in dem Bereich von 0,5 Stunden bis 5 Stunden sein. Bei dieser Gelegenheit ist ein Gleichgewicht zwischen der Wirkung des Verbesserns der Festigkeit eines Ferritfilms **22** durch ein grobkörniges Kristallisieren der feinen Ferritpartikel **220** und der Wirkung des Verringerns der Schrumpfrate des Ferritfilms **22** herausragend. Eine Wärmebehandlungszeit kann vorzugsweise 0,1 Stunden oder länger, weiter vorzugsweise 0,5 Stunden oder länger oder noch weiter vorzugsweise eine Stunde oder länger sein aus den Sichtpunkten des Erleichterns, die Wirkung des Verbesserns der Festigkeit eines Ferritfilms **22** durch ein grobkörniges Kristallisieren von feinen Ferritpartikeln **22** und dergleichen sicherzustellen. Ferner kann eine Wärmebehandlungszeit vorzugsweise 5 Stunden oder kürzer, weiter vorzugsweise 4 Stunden oder kürzer oder noch weiter vorzugsweise eine Stunde oder kürzer aus den Sichtpunkten des Verbesserns des nahen Kontakts zwischen einem weichmagnetischen Metallpartikel **21** und einem Ferritfilm **22** sein, ohne die Schrumpfrate des Ferritfilms **22** und dergleichen übermäßig zu erhöhen.

**[0040]** Eine Atmosphäre von feinen Ferritpartikeln **220** während der Wärmebehandlung kann eine Inertgasatmosphäre, eine Vakuumatmosphäre oder dergleichen sein. Bei dieser Gelegenheit reagiert während der Wärmebehandlung ein Ferritfilm **22** kaum mit einem Atmosphäregas und die Vergrößerung von Ferritkristallkörnern **221** wird beschleunigt. Ferner gibt es Vorteile, dass nicht benötigt wird, dass ein Pulver nach der Wärmebehandlung zerkleinert bzw. gemahlen wird und dergleichen. Als ein Inertgas können beispielsweise insbesondere Stickstoffgas, Argongas oder dergleichen genannt werden.

**[0041]** Ein Druck von feinen Ferritpartikeln **220** während der Wärmebehandlung kann vorzugsweise  $2 \times 10^{-2}$  Pa oder mehr sein, weiter vorzugsweise 10 Pa oder mehr, oder noch weiter vorzugsweise 100 Pa oder mehr aus den Sichtpunkten der Produktivität und dergleichen. Ferner kann ein Druck vorzugsweise 101 kPa oder weniger, weiter vorzugsweise 80 kPa oder weniger, oder noch weiter vorzugsweise 50 kPa oder weniger aus den Sichtpunkten des Aufrechterhaltens eines Sauerstoffelement-Verhältnisses in einem Film und dergleichen sein.

**[0042]** Die Wärmebehandlung von feinen Ferritpartikeln **220** kann angewandt werden entweder nachdem die feinen Ferritpartikel **220** gebildet sind oder gleichzeitig zu einer Zeit, wenn die feinen Ferritpartikel gebildet werden. Ferner kann eine Wärmebehandlung von feinen Ferritpartikeln **220** ebenso in einem Pulververdichtungsprozess während der Herstellung eines Massekerns **4** angewandt werden. Als ein Pulververdichtungsverfahren kann beispielhaft ein Verdichtungsverfahren wie beispielsweise heißes isostatisches Pressen, uniaxiales oder multiaxiales Pressen, Extrusionspressen oder dergleichen genannt werden.

**[0043]** Ein vorstehend erwähntes Verfahren zum Herstellen eines Pulvers für einen Massekern macht es möglich, viele feine Ferritpartikel **220** über die Oberflächen jeweiliger weichmagnetischer Materialpartikel **21** in einem Rohmaterialpulver **3** zu bilden, die feinen Ferritpartikel **220** durch eine Wärmebehandlung grobkörnig zu kristallisieren und daraus resultierend einen Ferritfilm **22** zu bilden, welcher Ferritkristallkörner **221** aufweist, welche eine Spinell-Struktur haben. Als ein Ergebnis macht es das Verfahren zum Herstellen eines Pulvers für einen Massekern möglich, zu verhindern, dass ein Wirbelverlust, welcher durch ein Ausheilen nach einem Pulververdichten verursacht wird, zunimmt, und ein Pulver für einen Massekern **1** herzustellen, welches geeignet ist, einen Massekern **4** zu erhalten, welcher eine verbesserte Wärmewiderstandsfähigkeit hat.

(Dritte Ausführungsform)

**[0044]** Ein Massekern gemäß der dritten Ausführungsform wird unter Bezugnahme auf **Fig. 5** erklärt. Wie beispielhaft in **Fig. 5** dargestellt ist, ist ein Massekern **4** gemäß der vorliegenden Ausführungsform ein Pulverpresskörper, welcher ein Pulver für einen Massekern **1** enthält, und eine Belastung ist beseitigt. In der vorliegenden Ausführungsform kann ein Pulver für einen Massekern in der ersten Ausführungsform als ein Pulver für einen Massekern **1** verwendet werden, welches einen Massekern **4** bildet.

**[0045]** Die Form eines Massekerns **4** ist nicht besonders beschränkt und verschiedene bekannte Formen können eingesetzt werden. Indes kann bestimmt werden, ob eine Belastung beseitigt ist oder nicht, durch ein Messen einer Koerzitivkraft. Eine Koerzitivkraft  $H_c$  kann ein 164 A/m (bei 600 °C-Ausheilen) oder weniger sein, wenn weichmagnetische Metallpartikel **21** beispielsweise reine Eisenpartikel sind. Eine Koerzitivkraft  $H_c$  kann 313 A/m sein (bei 1000 °C-Ausheilen) oder weniger, wenn weichmagnetische Metallpartikel **21** beispielsweise Fe-Si-basierte Legierungspartikel sind. Eine Koerzitivkraft  $H_c$  kann 313 A/m sein (bei 1100 °C-Ausheilen) oder weniger, wenn weichmagnetische Metallpartikel **21** beispielsweise Fe-Co-V-basierte Legierungspartikel sind. Eine Koerzitivkraft  $H_c$  kann 46 A/m (bei 700 °C-Ausheilen) sein oder weniger, wenn weichmagnetische Metallpartikel **21** beispielsweise Fe-Si-Al-basierte Legierungspartikel sind.

**[0046]** Ein Massekern **4** kann beispielsweise erhalten werden durch ein Verdichten und Ausheilen eines Pulvers für einen Massekern **1**. Als ein Pulververdichtungsverfahren können heißes isostatisches Pressen, uniaxiales oder multiaxiales Pressen, Extrusionspressen oder dergleichen beispielhaft genannt werden. Ein Druck während des Pulververdichtens kann beispielsweise insbesondere in dem Bereich von 1000 MPa bis 1568 MPa sein. Ferner kann eine Ausheiltemperatur insbesondere beispielsweise in einem Bereich von 400 °C bis 1000 °C sein.

**[0047]** Ein Massekern **4** hat eine herausragende Wärmewiderstandsfähigkeit, eine hohe Sättigungsmagnetflussdichte und einen niedrigen Verlust, da ein Pulver für einen Massekern **1** verwendet wird.

**[0048]** Ein Massekern **4** kann angemessen für einen Motor, eine Zündspule, einen Kraftstoffinjektor und dergleichen verwendet werden.

(Vierte Ausführungsform)

**[0049]** Ein Massekern gemäß einer vierten Ausführungsform wird unter Bezugnahme auf **Fig. 5** erklärt. In einem Massekern **4** gemäß der vorliegenden Ausführungsform existiert kein Diffraktions-Peak in ei-



nem Pulver-Röntgendiffraktionsmuster, welcher von FeO abgeleitet wird. Indes wird ein Pulver-Röntgendiffraktionsmuster eines Massekerns **4** durch ein Verwenden eines Pulver-Röntgendiffraktometers („RINT 2000“, hergestellt durch Rigaku Corporation) unter Verwendung einer Cu-Röhre als einer Röntgenquelle oder einer Messvorrichtung äquivalent zu dem Pulver-Röntgendiffraktometer für eine Frakturoberflächenprobe des Massekerns **4** gemessen. Andere Konfigurationen sind ähnlich zu der dritten Ausführungsform.

**[0050]** Bei dieser Gelegenheit ist FeO, welches einen geringen spezifischen Volumenwiderstand hat, in einem Ferritfilm **22** nicht enthalten und der Ferritfilm weist Ferritkristallkörner **221** auf. Als ein Ergebnis wird bei dieser Gelegenheit ein Massekern, welcher einen hohen Widerstand hat, erhalten. Andere betriebliche Vorteile sind ähnlich zu der dritten Ausführungsform.

**[0051]** Ein Widerstand eines Massekerns **4** kann vorzugsweise  $100 \mu\Omega \cdot m$  oder mehr oder weiter vorzugsweise  $500 \mu\Omega \cdot m$  oder mehr sein. Indes kann ein Widerstand eines Massekerns **4** beispielsweise  $10000 \mu\Omega \cdot m$  oder weniger sein aus den Sichtpunkten der Verringerung einer Magnetflussdichte und dergleichen.

(Fünfte Ausführungsform)

**[0052]** Ein Verfahren zum Herstellen eines Massekerns gemäß einer fünften Ausführungsform wird erklärt. Ein Verfahren zum Herstellen eines Massekerns gemäß der vorliegenden Ausführungsform weist einen Pulververdichtungsprozess, einen Ausheilprozess und einen Umwandlungswärmebehandlungsprozess auf.

**[0053]** Ein Pulververdichtungsprozess ist ein Prozess zum Verdichten eines Pulvers für einen Massekern. Als ein Pulver für einen Massekern können ein Pulver für einen Massekern, welches in der ersten Ausführungsform beispielhaft dargestellt ist, oder ein Pulver für einen Massekern, welches durch ein Verfahren zum Herstellen eines Pulvers für einen Massekern erhalten wird, welches in der zweiten Ausführungsform beispielhaft dargestellt ist, verwendet werden. Hier kann als ein Pulververdichtungsverfahren ein Verdichtungsverfahren wie beispielsweise heißes isostatisches Pressen, uniaxiales oder multiaxiales Pressen, Extrusionspressen oder dergleichen beispielhaft genannt werden. Ein Druck beim Pulververdichten kann beispielsweise insbesondere im Bereich von 1000 MPa bis 1568 MPa sein.

**[0054]** Ein Ausheilprozess ist ein Prozess zum Ausheilen eines erhaltenen Pulverpresskörpers. Eine Belastung, welche in einem Pulverpresskörper während des Pulververdichtens erzeugt wird, wird durch Aus-

heilen beseitigt. Eine Ausheiltemperatur kann vorzugsweise in einem Bereich von 400 °C bis 1000 °C sein. Eine Ausheiltemperatur kann weiter vorzugsweise 450 °C oder höher sein, noch weiter vorzugsweise 500 °C oder höher, und noch weiter vorzugsweise 560 °C oder höher, oder auch noch weiter vorzugsweise 600 °C oder höher aus den Sichtpunkten des Sicherstellens der Belastungsbeseitigung und dergleichen. Eine Ausheiltemperatur kann vorzugsweise 980 °C oder niedriger, weiter vorzugsweise 950 °C oder niedriger, noch weiter vorzugsweise 930 °C oder niedriger, oder noch weiter vorzugsweise 900 °C oder niedriger sein von den Sichtpunkten des Verringerens der Menge von FeO, welches in einem Ferritfilm und dergleichen erzeugt wird.

**[0055]** Ferner kann eine Ausheilzeit insbesondere in dem Bereich von vorzugsweise 0,5 Stunden bis 5 Stunden oder weiter vorzugsweise 0,5 Stunden bis 1 Stunde von den Standpunkten des Sicherstellens einer Belastungsbeseitigung und dergleichen sein.

**[0056]** Ferner kann eine Ausheilatmosphäre eine Inertgasatmosphäre, eine Vakuumatmosphäre oder dergleichen sein. Eine Ausheilatmosphäre kann vorzugsweise eine Inertgasatmosphäre beispielsweise aus den Sichtpunkten des Aufrechterhaltens einer Filmzusammensetzung und dergleichen sein. Als ein Inertgas können insbesondere Stickstoffgas, Argongas oder dergleichen beispielhaft genannt werden.

**[0057]** Ein Umwandlungswärmebehandlungsprozess ist ein Prozess zum Re-Ferritisieren von FeO, welches teilweise in einem Ferritfilm erzeugt wird, welcher in einem ausgeheilten Pulverpresskörper enthalten ist, durch Wärmebehandlung.

**[0058]** Eine Wärmebehandlungstemperatur bei einem Umwandlungswärmebehandlungsprozess (hierin nachstehend wird hierauf zeitweise Bezug genommen als „Umwandlungswärmebehandlungstemperatur“) kann 560 °C oder niedriger sein. Bei dieser Gelegenheit ist es wahrscheinlich, dass eine eutektische Umwandlung von  $4 \text{ FeO} \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{Fe}$  auftritt, es ist wahrscheinlich, dass erzeugtes  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sich in  $\text{M}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  umwandelt und eine Re-Ferritisierung wird beschleunigt. Eine Umwandlungswärmebehandlungstemperatur kann vorzugsweise 540 °C oder niedriger, weiterhin vorzugsweise 520 °C oder niedriger oder noch weiter vorzugsweise 500 °C oder niedriger sein aus den Sichtpunkten des Beschleunigens der Re-Ferritisierung und dergleichen. Eine Umwandlungswärmebehandlungstemperatur kann vorzugsweise 350 °C oder höher, weiter vorzugsweise 370 °C oder höher, oder noch weiterhin vorzugsweise 400 °C oder höher aus den Sichtpunkten des Sicherstellens der eutektischen Transformation und dergleichen sein.

**[0059]** Ferner kann eine Wärmebehandlungszeit bei einem Umwandlungswärmebehandlungsprozess (hierin nachstehend wird zeitweise hierauf Bezug genommen als „Umwandlungswärmebehandlungszeit“) vorzugsweise 10 min oder länger sein, weiter vorzugsweise 0,5 Stunden oder länger, oder noch weiter vorzugsweise 1 Stunde oder länger aus den Sichtpunkten des Sicherstellens einer eutektoiden Umwandlung und dergleichen. Eine Umwandlungswärmebehandlungszeit kann vorzugsweise 3 Stunden oder kürzer, weiter vorzugsweise 2,5 Stunden oder kürzer, oder noch weiter vorzugsweise 2 Stunden oder kürzer sein aus den Sichtpunkten des Verbesserns der Produktivität eines Massekerns und dergleichen.

**[0060]** Ferner kann eine Atmosphäre bei einem Umwandlungswärmebehandlungsprozess (hierin nachstehend wird hierauf zeitweise Bezug genommen als eine „Umwandlungswärmebehandlungsatmosphäre“) eine Wasserdampfatmosphäre oder eine Inertgasatmosphäre sein. Bei dieser Gelegenheit kann eine eutektoiden Umwandlung sichergestellt werden. Wenn eine Umwandlungswärmebehandlungsatmosphäre eine Wasserdampfatmosphäre ist, gelangt Fe, welches durch eine eutektoiden Umwandlung erzeugt wird, dazu,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  zu sein und es ist wahrscheinlich, dass  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sich weiter in  $\text{M}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  umwandelt. Als ein Ergebnis verbleibt Fe, welches einen niedrigen spezifischen Volumenwiderstand hat, kaum in einem Ferritfilm, und dies vorteilhaft beim Erhöhen des Widerstands eines Massekerns. Hier kann als ein Inertgas insbesondere ein Stickstoffgas, Argongas oder dergleichen beispielhaft genannt werden.

**[0061]** Die vorliegende Erfindung wird hierin nachstehend spezifischer durch ein Verwenden experimenteller Beispiele erklärt. Das experimentelle Beispiel 1 wird erklärt. Ein Rohmaterialpulver, welches eine Ansammlung von reinen Eisenpartikeln aufweist, wird durch Verwenden eines Gas-Wasser-Zerstäubungsverfahrens bereitgestellt. Die Partikelgröße der reinen Eisenpartikel, welche durch das Verfahren spezifiziert wird, ist 150  $\mu\text{m}$ .

**[0062]** Nachfolgend wird das Rohmaterialpulver erwärmt und bei 150 °C gerührt und eine Ferrit-bildende Lösung als eine Bearbeitungslösung wird über das Rohmaterialpulver in einem erwärmten und gerührten Zustand gesprüht. Hier wird als die Ferrit-bildende Lösung eine Lösung verwendet, welche hergestellt wird durch ein Anpassen des pH einer wässrigen Lösung, welche Chlorid-Fe, Chlorid-Mn, Chlorid-Zn und Harnstoff mit pH 8 enthält, mit einer wässrigen NaOH-Lösung, um ein Ferritoxid zu bilden, welches die chemische Zusammensetzung von  $\text{Mn}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  hat. Nachfolgend wird das Pulver, nachdem es mit der Ferrit-bildenden Lösung besprüht ist, mit Wasser gespült, mit Ethanol gewaschen und dann gefiltert. Re-

sultierend werden NaCl, ein Rückstand und dergleichen, was über den Oberflächen der Partikel verbleibt, entfernt. Nachfolgend wird das Pulver nach dem Reinigen bei 80 °C getrocknet. Nachfolgend wird das Pulver nach dem Trocknen klassifiziert durch ein Hindurchtreten durch ein Sieb (Maschenweite **106** bis 212  $\mu\text{m}$ ). Ein ferritbeschichtetes Pulver wird durch die Prozesse erhalten. Wie in **Fig. 6** gezeigt ist, werden in dem erhaltenen ferritbeschichteten Pulver viele feine Ferritpartikel **220** über den Oberflächen der jeweiligen reinen Eisenpartikel **210** abgeschieden. Hier ist die Partikelgröße der feinen Ferritpartikel **220** gleich 20 nm.

**[0063]** Nachfolgend wird ein Wärmebehandlungs-ofen verwendet und das ferritbeschichtete Pulver wird bei 600 °C für 1 Stunde unter einem Druck von 80 kPa in einer  $\text{N}_2$ -Gasatmosphäre wärmebehandelt und in dem Ofen abgekühlt. Als ein Ergebnis wird ein Pulver für einen Massekern der Probe **1** erhalten. Wie in **Fig. 7** gezeigt ist, sind in dem Pulver für einen Massekern der Probe **1** die Oberflächen von jeweiligen reinen Eisenpartikeln **210** mit einem Ferritfilm **22**, welcher Ferritkristallkörner **221** aufweist, beschichtet. Die Ferritkristallkörner in dem Ferritfilm sind eine Substanz, welche durch ein grobkörniges Kristallisieren der feinen Ferritpartikel in dem ferritbeschichteten Pulver gebildet werden, bevor sie durch die Wärmebehandlung wärmebehandelt werden. Die Größe der Ferritkristallkörner ist 100 nm und die Dicke des Ferritfilms ist 100 nm. Ferner weist, wie in **Fig. 7** gezeigt ist, der Ferritfilm einen Teil auf, an dem eine Grenzfläche zwischen den Ferritkristallkörnern eine gerade Linienform in einer Schnittansicht hat. Hier ist die Partikelgröße von reinen Eisenpartikeln gemessen durch ein Verwenden eines SEM-Schnittbildes **150**  $\mu\text{m}$ .

**[0064]** Ein Pulver für einen Massekern der Probe **2** wird ähnlich zu der Herstellung eines Pulvers für einen Massekern der Probe **1** erhalten mit Ausnahme dessen, dass eine Wärmebehandlungstemperatur bei 400 °C eingestellt ist. Hier hat das Pulver für einen Massekern der Probe **2** ebenso einen Ferritfilm ähnlich zu dem Pulver für einen Massekern der Probe **1**. Die Größe der Ferritkristallkörner jedoch ist 60 nm und die Dicke des Ferritfilms ist 100 nm.

**[0065]** Die Pulver-Röntgendiffraktionsmuster eines ferritbeschichteten Pulvers, des Pulvers für einen Massekern der Probe **1** und des Pulvers für einen Massekern der Probe **2** werden unter Verwendung eines Pulver-Röntgendiffraktometers („RINT 2000“ gefertigt durch Rigaku Corporation) unter Verwendung einer Cu-Röhre als einer Röntgenquelle gemessen. Der Messbereich eines Pulver-Röntgendiffraktionsmusters ist in dem Bereich von 34° bis 37° in  $2\theta/\theta$  eingestellt. Wie in **Fig. 8** gezeigt ist, wird in dem Pulver-Röntgendiffraktionsmuster des ferritbeschichteten Pulvers ein Diffraktions-Peak, welcher von Ferritkristallkörnern abgeleitet wird, welche eine Spinal-

Struktur haben, nicht bei  $35,5^\circ$  in  $2\Theta/\Theta$  gesehen. Dies ist der Fall, da das ferritbeschichtete Pulver einen Film hat, welcher durch ein Abscheiden von nicht-großkörnig kristallisierten feinen Ferritpartikeln über die Oberflächen der reinen Eisenpartikel gebildet ist.

**[0066]** Im Gegensatz dazu wird in jedem der Pulver-Röntgendiffraktionsmuster des Pulvers für einen Massekern der Probe **1** und des Pulvers für einen Massekern der Probe **2** ein Diffraktions-Peak, welcher von Ferritkristallkörnern abgeleitet wird, welche eine Spinell-Struktur haben, bei  $35,5^\circ$  in  $2\Theta/\Theta$  bestätigt. Hier ist die Halbwertsbreite des Diffraktions-Peaks in dem Pulver für einen Massekern der Probe **1** gleich  $0,2^\circ$  und die Halbwertsbreite des Diffraktions-Peaks in dem Pulver einen Massekern der Probe **2** ist gleich  $0,42^\circ$ . Aus den Ergebnissen kann gesagt werden, dass ein Ferritfilm, welcher eine schmalere Halbwertsbreite eines Diffraktions-Peaks und einen höheren Grad der Kristallisierung hat, durch eine Wärmebehandlung von  $600^\circ\text{C}$  erreicht werden kann, eher als durch eine Wärmebehandlung von  $400^\circ\text{C}$ .

**[0067]** Das experimentelle Beispiel 2 wird erklärt. Das folgende Basisexperiment wird ausgeführt, um Herstellungsbedingungen zum Verbessern der Druckfestigkeit eines Ferritfilms in einem Pulver für einen Massekern zu studieren.

**[0068]** Die Druckfestigkeit eines Ferritfilms über die Oberflächen von weichmagnetischen Metallpartikeln direkt zu messen ist in hohem Maße schwierig. Aus diesem Grund werden in dem vorliegenden experimentellen Beispiel praktischerweise eine Mehrzahl von gebackenen Körpern, welche durch eine Wärmebehandlung von Ferritpulverpresskörper bei verschiedenen Temperaturen gebildet werden, hergestellt und die Druckfestigkeit und die Schrumpfrate jedes von Ferritfilmen werden durch ein Verwenden der gebackenen Körper ausgewertet. Hier sind die Verdichtungsbedingungen der Presskörper, welche für die jeweiligen gebackenen Körper verwendet werden, eingestellt, um identisch zu sein. Ferner sind die Wärmebehandlungstemperaturen auf den vier Niveaus von  $200^\circ\text{C}$ ,  $400^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  und  $1000^\circ\text{C}$  eingestellt. Die erhaltenen Ergebnisse sind in **Fig. 9** gezeigt.

**[0069]** Wie in **Fig. 9** gezeigt ist, nimmt die Druckfestigkeit eines gebackenen Körpers schnell zu, wenn eine Wärmebehandlungstemperatur  $400^\circ\text{C}$  oder höher erreicht. Aus dem Ergebnis kann gesagt werden, dass der Effekt des Verbessern der Festigkeit eines Ferritfilms durch eine grobkörnige Kristallisation von feinen Ferritpartikeln wahrscheinlich erhalten wird durch ein Einstellen der Wärmebehandlungstemperatur der feinen Ferritpartikel bei  $400^\circ\text{C}$  oder höher während der Wärmebehandlung. Ferner ist es offensichtlich, dass die Schrumpfrate eines gebackenen Körpers zuzunehmen beginnt, wenn eine Wär-

mebehandlungstemperatur  $600^\circ\text{C}$  überschreitet und die Schrumpfrate gelangt zu ungefähr  $-16\%$  bei  $1000^\circ\text{C}$ . Aus den Ergebnissen kann gesagt werden, dass die Schrumpfrate eines Ferritfilms sich nicht übermäßig erhöht und der nahe Kontakt zwischen weichmagnetischen Metallpartikeln und dem Ferritfilm sich wahrscheinlich durch ein Einstellen einer Wärmebehandlungstemperatur von feinen Ferritpartikeln von  $900^\circ\text{C}$  oder niedriger während der Wärmebehandlung verbessert.

**[0070]** Das heißt, dass es aus den Ergebnissen offensichtlich ist, dass das Gleichgewicht zwischen der Wirkung des Erhöhen der Festigkeit eines Ferritfilms durch die grobkörnige Kristallisation von feinen Ferritpartikeln und der Wirkung des Verringerns der Schrumpfrate des Ferritfilms hervorragend ist durch ein Steuern einer Wärmebehandlungstemperatur der feinen Ferritpartikel in dem Bereich von  $400^\circ\text{C}$  bis  $900^\circ\text{C}$  während der Wärmebehandlung. Ferner ist es aus den Ergebnissen offensichtlich, dass das Gleichgewicht insbesondere herausragend ist, wenn die Wärmebehandlungstemperatur um  $600^\circ\text{C}$  herum ist.

**[0071]** Es wird das experimentelle Beispiel 3 erklärt. Ein ferritbeschichtetes Pulver (nicht wärmebehandelt), welches im experimentellen Beispiel 1 hergestellt wird, ein Pulver für einen Massekern (wärmebehandelt bei  $600^\circ\text{C}$ ) der Probe **1** und ein Pulver für einen Massekern (wärmebehandelt bei  $400^\circ\text{C}$ ) der Probe **2** werden bereitgestellt. Eine Mehrzahl von Massekernen wird durch ein Verdichten der jeweiligen Pulver und dann ein Ausheilen derselben bei vorbestimmten Ausheiltemperaturen hergestellt, und Wirbelverluste werden gemessen. Der Zweck des vorliegenden experimentellen Beispiels ist es, die Wärmewiderstandsfähigkeit der Massekerne auszuwerten.

**[0072]** Insbesondere wird ein Schmiermittel von 0,025 Massen-% jedem der Pulver hinzugefügt. Hier wird ein Schmiermittel auf die Dies angewandt, welche für das Pulververdichten verwendet werden. Nachfolgend wird ein Wärmepulververdichten auf jedes der Pulver bei  $130^\circ\text{C}$  und  $1300\text{ MPa}$  angewandt und jeweilige Pulverpresskörper werden erhalten. Hier hat jeder der Pulverpresskörper eine Ringform von 24 mm im Außendurchmesser, 16 mm im Innendurchmesser und 5 mm in der Dicke.

**[0073]** Nachfolgend wird ein Wärmebehandlungs-ofen verwendet und die Pulverpresskörper werden bei vorbestimmten Ausheiltemperaturen für 1 Stunde unter einem Druck von 80 kPa in einer  $\text{N}_2$ -Gasatmosphäre ausgeheilt und in dem Ofen abgekühlt. Hier sind die Ausheiltemperaturen auf den drei Niveaus von  $300^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$  und  $600^\circ\text{C}$  eingestellt.

**[0074]** Nachfolgend werden die ausgeheilten Massekerne mit Drähten (Primärseite: 157 T, Sekun-

därseite: 40 T) umwunden und Wirbelverluste bzw. Wirbelstromverluste werden unter den Bedingungen einer magnetischen Flussdichte  $B_{10k}$  (Magnetfeld **10000 A/m**) von 1 T und einer Frequenz von 800 Hz gemessen. Die Ergebnisse sind in **Fig. 10** gezeigt. Hier bedeutet in **Fig. 10** die Temperatur 130 °C auf der horizontalen Achse die Temperatur während des Wärmepulververdichtens. Ferner bedeuten die Temperaturen 300 °C, 450 °C und 600 °C auf der horizontalen Achse jeweils die Ausheiltemperaturen.

**[0075]** Wie in **Fig. 10** gezeigt ist, nimmt in einem Massekern, welcher ein ferritbeschichtetes Pulver verwendet, welches nicht wärmebehandelt ist, ein Wirbelverlust schnell zu, wenn eine Ausheiltemperatur zunimmt. Der Grund ist wie folgt. In einem ferritbeschichteten Pulver wird ein Ferritfilm durch die Reibung zwischen Ferritfilmen und der Verformung von reinen Eisenpartikeln während des Pulververdichtens beschädigt und benachbarte reine Eisenpartikel berühren einander und sintern an dem beschädigten Teil des Ferritfilms durch das Ausheilen nach dem Pulververdichten. Als ein Ergebnis verschlechtern sich in dem ferritbeschichteten Pulver die Isoliereigenschaften des Ferritfilms und der Wirbelverlust nimmt zu. Tatsächlich werden, wie in **Fig. 11** gezeigt ist, in einem Massekern, welcher ein ferritbeschichtetes Pulver verwendet, welches nicht wärmebehandelt ist, eine Mehrzahl von Isolierspaltteilen **9**, welche durch einen Ferritfilm verursacht werden, bestätigt.

**[0076]** Im Gegensatz dazu ist es in einem Massekern, welcher ein Pulver für einen Massekern der Probe **1** oder Probe **2** verwendet, offensichtlich, dass ein Wirbelverlust kaum zunimmt, auch wenn eine Ausheiltemperatur zunimmt im Vergleich mit einem Massekern, welcher ein ferritbeschichtetes Pulver verwendet. Das heißt, dass es gesagt werden kann, dass in einem Massekern, welcher ein Pulver für einen Massekern der Probe **1** oder Probe **2** verwendet, die Wärmewiderstandsfähigkeit sich im Vergleich mit einem Massekern verbessert, welcher ein ferritbeschichtetes Pulver verwendet.

**[0077]** Insbesondere ist es offensichtlich, dass ein Massekern, welcher ein Pulver für einen Massekern der Probe **1** einer hohen Wärmebehandlungstemperatur verwendet, effektiv verhindern kann, dass ein Wirbelverlust, welcher durch ein Ausheilen nach dem Pulververdichten verursacht wird, zunimmt. Wie in **Fig. 12** gezeigt ist, scheidet sich ein Verschleißpulver eines Ferritfilms, welches durch Pulververdichten verursacht wird, an einem Tripelpunkt A von weichmagnetischen Partikeln nicht ab. Auf diesem Wege ist es offensichtlich, dass in einem Massekern, welcher ein Pulver für einen Massekern der Probe **1** verwendet, die Wirkung des Verbesserns der Festigkeit eines Ferritfilms groß ist. Ferner sintern, da die Wirkung des Verbesserns der Festigkeit eines Ferrit-

films groß ist, wie in **Fig. 13** gezeigt ist, in einem Massekern, welcher ein Pulver für einen Massekern der Probe **1** verwendet, benachbarte reine Eisenpartikel nach dem Ausheilen kaum zusammen und es ist wahrscheinlich, dass ein Isolierspalt zwischen den reinen Eisenpartikeln aufrechterhalten wird.

**[0078]** Das experimentelle Beispiel 4 wird erklärt. Das folgende Basisexperiment wird ausgeführt, um die Wirkung zu studieren, welche erhalten wird, wenn ein Pulverpresskörper nach dem Verdichten ausgeheilt wird und ferner einer Umwandlungswärmebehandlung unterzogen wird.

**[0079]** Ein Ferritfilm von 10 µm in der Dicke wird über der Oberfläche einer Eisenplatte von 0,3 mm in der Dicke (Material SPCC) gebildet. Hier wird als Rohmaterialpulver für den Ferritfilm ein Pulver für einen Massekern (wärmebehandelt bei 600 °C) der Probe **1**, hergestellt im experimentellen Beispiel 1, verwendet. Ferner wird der Ferritfilm durch ein Anwenden von Wärmepulververdichten auf das Pulver für einen Massekern über der Eisenplattenoberfläche bei 130 °C unter 1300 MPa gebildet. Testexemplar **1** wird durch die Prozesse erhalten. Hier wird in einem Testexemplar, welches in dem vorliegenden experimentellen Beispiel verwendet wird, die Anordnung eines weichmagnetischen Metalls, welches ein weichmagnetisches Metallpartikel bildet, und eines Ferritfilms in einem Massekern simuliert.

**[0080]** Nachfolgend wird ein Wärmebehandlungs-ofen verwendet und das Testexemplar **1** wird bei 600 °C für 1 Stunde unter einem Druck von 80 kPa in einer N<sub>2</sub>-Gasatmosphäre ausgeheilt und in dem Ofen abgekühlt. Testexemplar **2** wird durch die Prozesse erhalten. Ferner wird das Testexemplar **2-1** ähnlich zu der Herstellung von Testexemplar **2** erhalten mit Ausnahme dessen, dass die Ausheiltemperatur bei 130 °C eingestellt ist. Ferner wird Testexemplar **2-2** ähnlich zu der Herstellung von Testexemplar **2** erhalten mit Ausnahme dessen, dass die Ausheiltemperatur bei 400 °C eingestellt ist.

**[0081]** Wie in **Fig. 14** gezeigt ist, verringert sich in Testexemplar **2**, welches bei einer Ausheiltemperatur von 600 °C ausgeheilt ist, was höher ist als die anderen Fälle, der spezifische Volumenwiderstand des Ferritfilms durch das Ausheilen. Dann werden, um die Struktur eines Ferritfilms bei einer Ausheiltemperatur von ungefähr 600 °C zu analysieren, die Querschnitte von Testexemplar **1** (vor dem Ausheilen) und Testexemplar **2** (nach 600 °C-Ausheilen) durch ein SEM betrachtet. Die Ergebnisse sind in den **Fig. 15A** und **Fig. 15B** gezeigt.

**[0082]** Wie in den **Fig. 15A** und **Fig. 15B** gezeigt ist, ist in Testexemplar **2** (nach 600 °C-Ausheilen) der Ferritfilm **22** dünner als der Ferritfilm des Testexemplars **1** (vor dem Ausheilen), und eine Zwischen-

schicht **91** ist zwischen der Eisenplatte **90** und dem dünneren Ferritfilm **22** gebildet. Dann werden, um das Material der Zwischenschicht **91** zu spezifizieren, Elementanalysen durch SEM-EDX-Analyse und Kristallstrukturanalyse durch Pulver-Röntgendiffraktion ausgeführt. Die Ergebnisse sind in den **Fig. 16** bis **Fig. 18** gezeigt.

**[0083]** Wie in **Fig. 16** gezeigt ist, verteilen sich vor dem Ausheilen O, Fe, Mn und Zn, welche Elemente sind, welche einen Ferritfilm bilden, über den gesamten Film. Im Gegensatz dazu verschwinden, wie in **Fig. 17** gezeigt ist, nach einem Ausheilen bei 600 °C, obwohl Fe und O bestätigt werden ähnlich an dem Teil, an dem die Zwischenschicht in **Fig. 15B** bestätigt wird, Zn und Mn nahezu. Daraus wird abgeschätzt, dass die Zwischenschicht eine chemische Verbindung ist, welche Fe und O aufweist. Dann werden, wie in **Fig. 18** gezeigt ist, Diffraktions-Peaks von FeO in dem Ferritfilm des Testexemplars **2** beobachtet, nachdem es bei 600 °C ausgeheilt ist. Aus diesen Ergebnissen wird bestätigt, dass die Zwischenschicht, welche teilweise in dem Ferritfilm durch Ausheilen gebildet wird, FeO ist. In anderen Worten gesagt wird bestätigt, dass die Filmstruktur eines Ferritfilms sich teilweise durch Ausheilen ändert.

**[0084]** In diesem Zusammenhang wird ein Verfahren zum Re-Ferritisieren von FeO, welches in einem Ferritfilm gebildet ist, durch Ausheilen studiert. Insbesondere wird eine Re-Ferritisierung von FeO versucht durch ein Anwenden einer Wärmebehandlung bei 560 °C oder niedriger als eine Nachbehandlung nach dem Ausheilen in Bezug auf ein Zustandsdiagramm eines Fe-O-Systems und unter Berücksichtigung der Tatsache, dass FeO ein thermodynamisch instabiles Material ist und sich in  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  und Fe durch eine eutektische Umwandlung von  $4 \text{ FeO} \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{Fe}$  bei 560 °C oder niedriger zersetzt.

**[0085]** Genauer wird eine Umwandlungswärmebehandlung bei 500 °C für 2,5 Stunden in einer Wasserdampfatmosfera auf Testexemplar **2** angewandt, nachdem es bei 600 °C ausgeheilt ist. Dadurch wird Testexemplar **3** erhalten. Nachfolgend werden die spezifischen Volumenwiderstände von Testexemplar **2** (nach 600 °C-Ausheilen) und Testexemplar **3** (nach 500 °C-Umwandlungswärmebehandlung) gemessen. Als die Ergebnisse sind der spezifische Volumenwiderstand von Testexemplar **2** gleich  $6,08 \times 10^3 [\mu\Omega \cdot \text{m}]$  und der spezifische Volumenwiderstand von Testexemplar **3** ist  $4,42 \times 10^5 [\mu\Omega \cdot \text{m}]$ . Daraus wird bestätigt, dass der Widerstand eines Massekerns durch ein Anwenden einer Umwandlungswärmebehandlung wiederhergestellt werden kann, nachdem ein Verspannungsentlastungs- bzw. Belastungsentlastungs-Ausheilen auf einen Pulverpresskörper angewandt ist. Dann werden, um die Filmstruktur eines Ferritfilms vor und nach der Umwandlungswärmebehandlung zu analysieren, ei-

ne Elementenanalyse durch SEM-EDX-Analyse und eine Kristallstrukturanalyse durch Pulver-Röntgendiffraktion auf Testexemplar **2** (nach 600 °C-Ausheilen) und Testexemplar **3** (nach 500 °C-Umwandlungswärmebehandlung) ähnlich zu dem obigen Fall angewandt. Die Ergebnisse sind in den **Fig. 19** und **Fig. 20** gezeigt.

**[0086]** **Fig. 19** wird mit **Fig. 17** verglichen. Wie in **Fig. 18** gezeigt ist, verteilen sich O, Fe, Mn und Zn, welche Elemente sind, welche einen Ferritfilm bilden, über den gesamten Film nach der Umwandlungswärmebehandlung. Ferner werden, wie in **Fig. 20** gezeigt ist, die Diffraktions-Peaks von FeO, welche nach 600 °C-Ausheilen beobachtet wurden, nach der Umwandlungswärmebehandlung nicht gesehen. Aus diesen Ergebnissen wird bestimmt, dass eine Zwischenschicht, welche FeO aufweist, durch eine Umwandlungswärmebehandlung verschwindet und Re-Ferritisierung auftritt. Hier wird abgeschätzt, dass Zn und Mn, welche an einem Teil existiert haben, an dem eine Zwischenschicht, welche FeO aufweist, gebildet wird: einmal in einen dünnen Ferritfilm genommen werden, welcher außerhalb der Zwischenschicht existiert; dann wieder in  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  genommen werden, welches durch eine Umwandlungswärmebehandlung gebildet wird; und sich in  $\text{M}_x \text{Fe}_2\text{O}_4$  umwandeln.

**[0087]** Ferner werden eine Umwandlungswärmebehandlungstemperatur und eine Umwandlungswärmebehandlungszeit geändert und der Widerstand eines Massekerns wird gemessen. Als ein Ergebnis wird, wenn eine Umwandlungswärmebehandlungstemperatur bei 500 °C eingestellt ist und eine Umwandlungswärmebehandlungszeit bei 1 Stunde oder 2 Stunden eingestellt ist, die Wiederherstellung bzw. Erholung eines Widerstandes bestätigt. Ähnlich wird, wenn eine Umwandlungswärmebehandlungstemperatur bei 450 °C eingestellt ist und eine Umwandlungswärmebehandlungszeit bei 1 Stunde oder 2 Stunden eingestellt ist, die Wiederherstellung eines Widerstandes bestätigt. Ähnlich wird, wenn eine Umwandlungswärmebehandlungstemperatur bei 400 °C eingestellt ist und eine Umwandlungswärmebehandlungszeit auf 1 Stunde oder 2 Stunden eingestellt ist, die Wiederherstellung eines Widerstandes bestätigt. Ferner wird der Trend zum Erhöhen des Grades der Wiederherstellung eines Widerstandes gesehen, wenn eine Umwandlungswärmebehandlungszeit zunimmt. Im Gegensatz dazu wird der Trend des Abnehmens des Grades der Wiederherstellung eines Widerstandes gesehen, wenn eine Umwandlungswärmebehandlungstemperatur auf niedriger als 350 °C abfällt. Aus den Ergebnissen kann gesagt werden, dass eine Umwandlungswärmebehandlungstemperatur vorzugsweise 350 °C oder höher ist.

**[0088]** Die vorliegende Offenbarung ist nicht auf die Ausführungsformen und die experimentellen Beispiele beschränkt und kann verschiedentlich in dem Be-

reich modifiziert werden, welcher nicht von dem Tenor der vorliegenden Offenbarung abweicht. Ferner können die Konfigurationen, welche in den Ausführungsformen und den experimentellen Beispielen gezeigt sind, willkürlich kombiniert werden.

**[0089]** Während die vorliegende Offenbarung unter Bezugnahme auf Ausführungsformen davon beschrieben wurde, muss verstanden werden, dass die Offenbarung nicht auf die Ausführungsformen und Konstruktionen beschränkt ist. Die vorliegende Offenbarung ist vorgesehen, um verschiedene Modifikationen und äquivalente Anordnungen zu umfassen. Zusätzlich sind die verschiedenen Kombinationen und Konfigurationen, andere Kombinationen und Konfigurationen, welche mehr, weniger oder nur ein einzelnes Element aufweisen, ebenso innerhalb des Gedankens und Umfangs der vorliegenden Offenbarung.

**ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**Zitierte Patentliteratur**

- JP 2015251107 [0001]
- JP 2016103244 [0001]
- JP 2014183199 A [0004, 0037]

**Patentansprüche**

1. Pulver (1) für Massekerne, aufweisend eine Ansammlung von weichmagnetischen Partikeln (2), von welchen jedes aufweist:

ein weichmagnetisches Metallpartikel (21); und einen Ferritfilm (22), welcher eine Oberfläche des weichmagnetischen Metallpartikels (21) bedeckt und Ferritkristallkörner (221) aufweist, welche eine Spinell-Struktur haben, wobei ein Diffraktions-Peak (101), welcher von den Ferritkristallkörnern (221) abgeleitet wird, in einem Pulver-Röntgendiffraktionsmuster (10) existiert.

2. Pulver für Massekerne nach Anspruch 1, wobei eine Größe jedes der Ferritkristallkörner (221) gleich 10 nm oder größer ist.

3. Pulver für Massekerne nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Ferritfilm (22) einen Teil aufweist, an dem eine Grenzfläche (222) zwischen den Ferritkristallkörnern (221) eine gerade Linienform in einer Schnittansicht des Ferritfilms (22) hat.

4. Pulver für Massekerne nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei eine Halbwertsbreite des Diffraktions-Peaks (10) gleich 0,5° oder weniger ist.

5. Pulver für Massekerne nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei eine chemische Zusammensetzung des Ferritfilms (22)  $M_xFe_2O_4$  ist, wobei: M wenigstens ein Metallelement ist ausgewählt aus einer Gruppe, welche aus Fe, Cu, Mg, Ni, Zn und Mn besteht; und X einen Ausdruck  $0 < X \leq 1$  erfüllt.

6. Pulver für Massekerne nach Anspruch 5, wobei M, welches das wenigstens eine Metallelement ist, Mn und Zn, oder Ni und Zn aufweist.

7. Pulver für Massekerne nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei eine Dicke des Ferritfilms (22) in einem Bereich von 20 bis 600 nm ist.

8. Verfahren zum Herstellen eines Pulvers (1) für Massekerne, das Folgendes aufweist:

ein Bereitstellen eines Rohmaterialpulvers (3), welches eine Ansammlung von weichmagnetischen Metallpartikeln (21) aufweist; ein Bilden vieler feiner Ferritpartikel (220) auf einer Oberfläche jedes der weichmagnetischen Metallpartikel (21) des Rohmaterialpulvers (3); und ein grobkörniges Kristallisieren der feinen Ferritpartikel (220) durch eine Wärmebehandlung, um einen Ferritfilm (22), welcher Ferritkristallkörner (221) aufweist, welche eine Spinell-Struktur haben, auf der Oberfläche jedes der weichmagnetischen Metallpartikel (21) zu bilden.

9. Verfahren zum Herstellen eines Pulvers für Massekerne nach Anspruch 8, wobei eine Wärmebehandlungstemperatur während der Wärmebehandlung in einem Bereich von 400 bis 900 °C ist.

10. Verfahren zum Herstellen eines Pulvers für Massekerne nach Anspruch 8 oder 9, wobei eine Atmosphäre während der Wärmebehandlung eine Inertgasatmosphäre oder eine Vakuumatmosphäre ist.

11. Massekern (4), welcher ein Pulverpresskörper des Pulvers (1) für Massekerne ist, welches in einem der Ansprüche 1 bis 7 genannt ist, und welcher eine Verspannung beseitigt hat.

12. Massekern nach Anspruch 11, wobei ein Diffraktions-Peak, welcher von FeO abgeleitet wird, in dem Pulver-Röntgendiffraktionsmuster (10) nicht existiert.

13. Verfahren zum Herstellen eines Massekerns, das Folgendes aufweist:

einen Pulververdichtungsprozess zum Verdichten des Pulvers (1) für Massekerne, welches in einem der Ansprüche 1 bis 7 genannt ist, um einen Pulverpresskörper zu erhalten;

einen Ausheilprozess zum Ausheilen des erhaltenen Pulverpresskörpers; und

einen Umwandlungswärmebehandlungsprozess zum Re-Ferritisieren von FeO, welches teilweise in dem Ferritfilm (22) hergestellt wird, welcher in dem ausgeheilten Pulverpresskörper enthalten ist, durch eine Wärmebehandlung.

14. Verfahren zum Herstellen eines Massekerns nach Anspruch 13, wobei eine Wärmeumwandlungstemperatur in dem Umwandlungswärmebehandlungsprozess 560 °C oder niedriger ist.

15. Verfahren zum Herstellen eines Massekerns nach Anspruch 13 oder 14, wobei eine Atmosphäre in dem Umwandlungswärmebehandlungsprozess eine Wasserdampfatmosphäre oder eine Inertgasatmosphäre ist.

Es folgen 17 Seiten Zeichnungen



FIG. 1

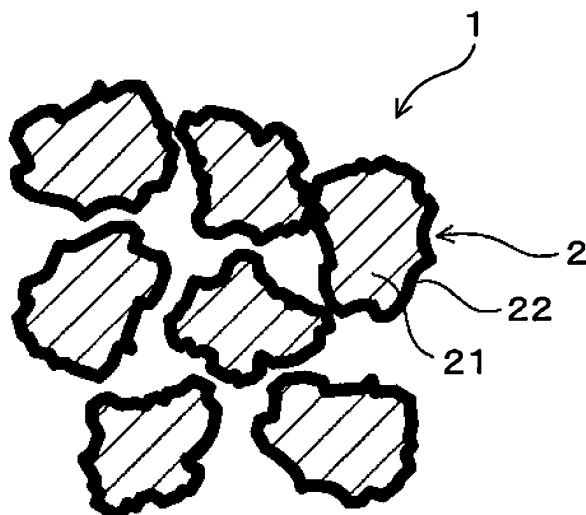
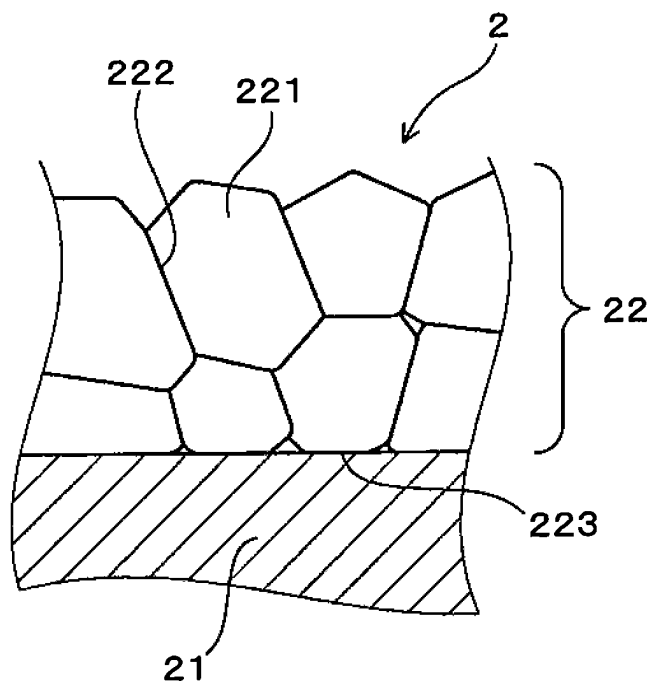
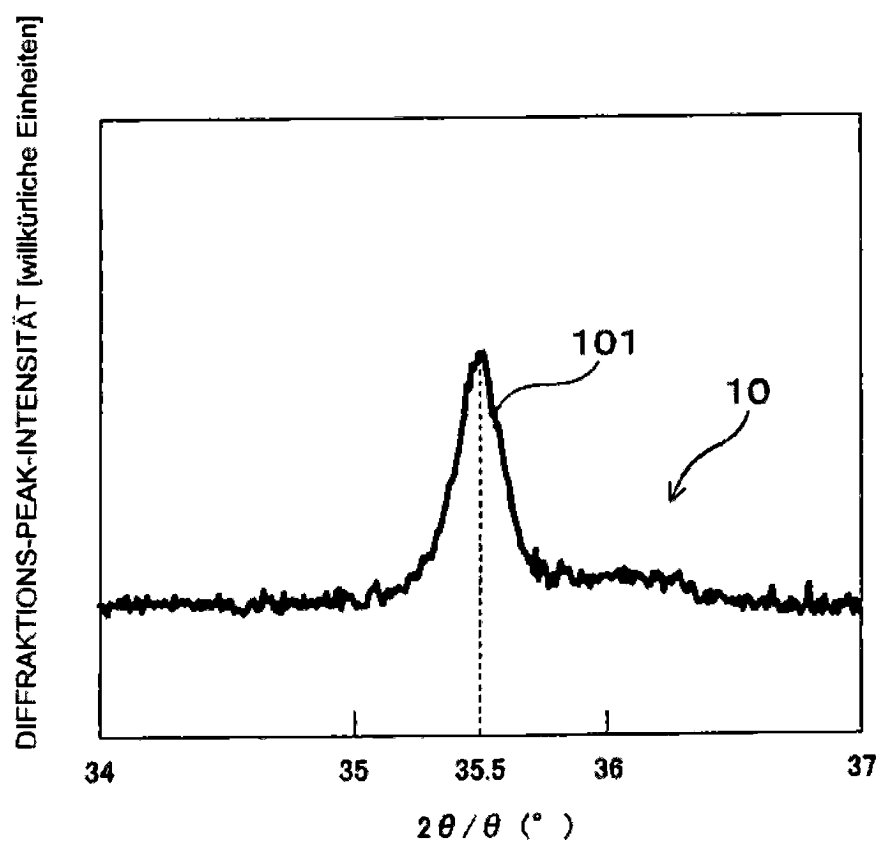


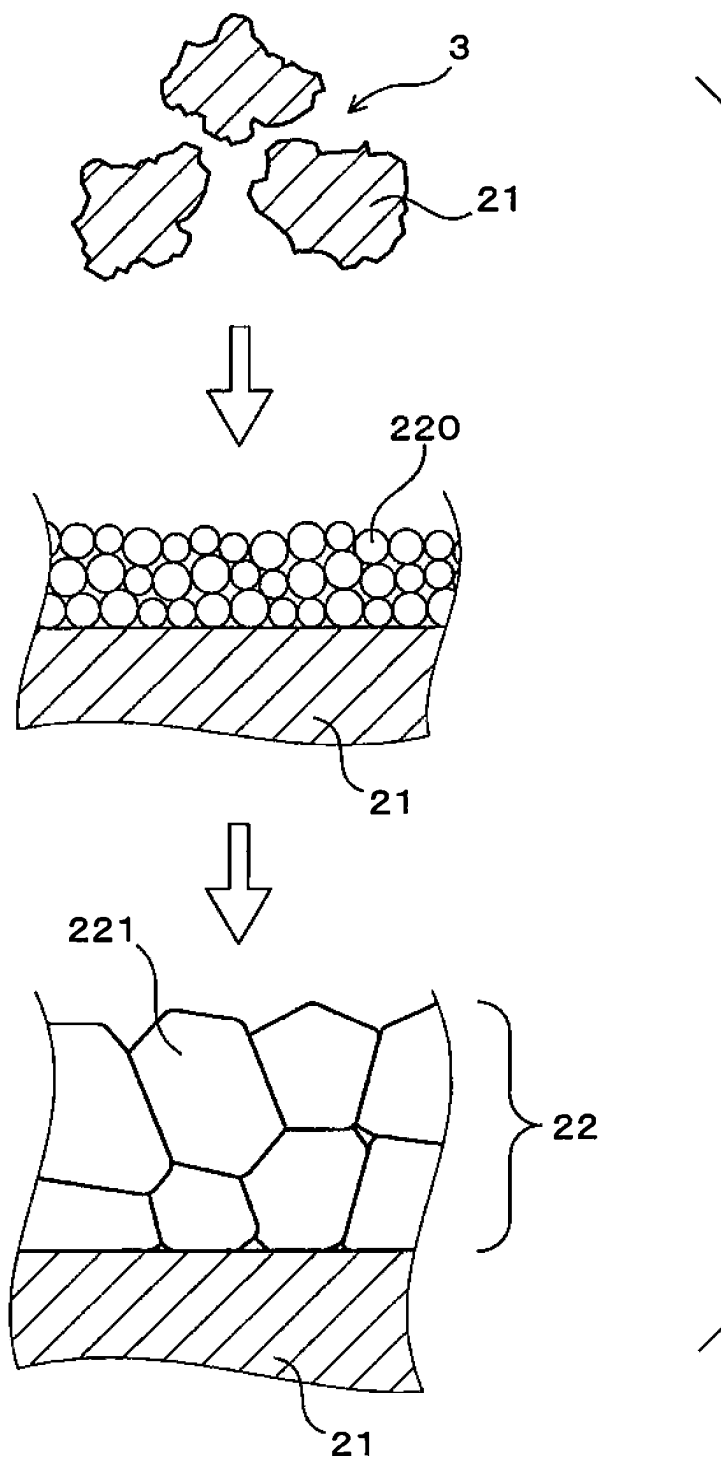
FIG. 2



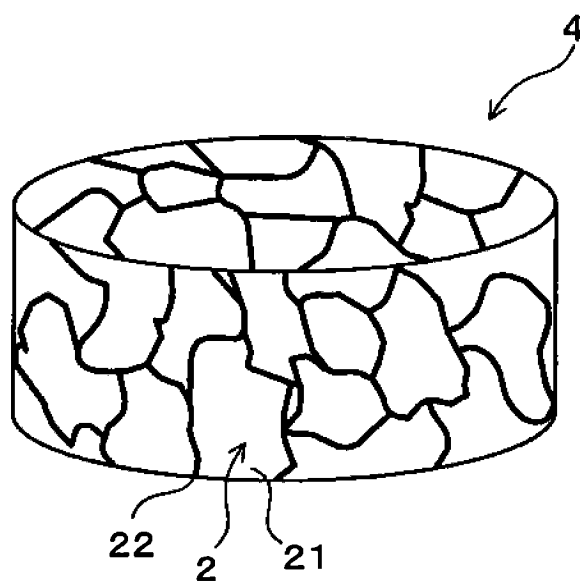
**FIG. 3**



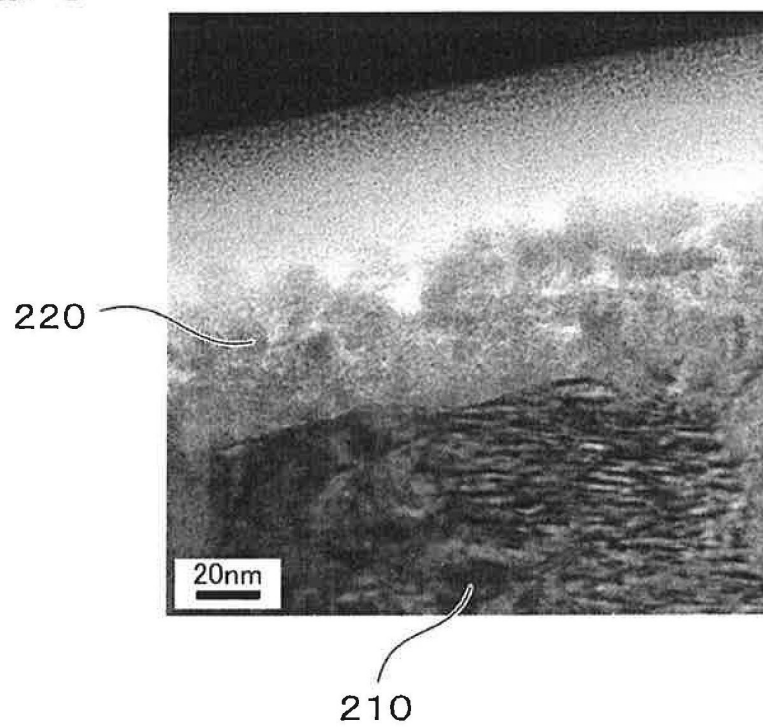
**FIG. 4**



**FIG. 5**



**FIG. 6**



**FIG. 7**

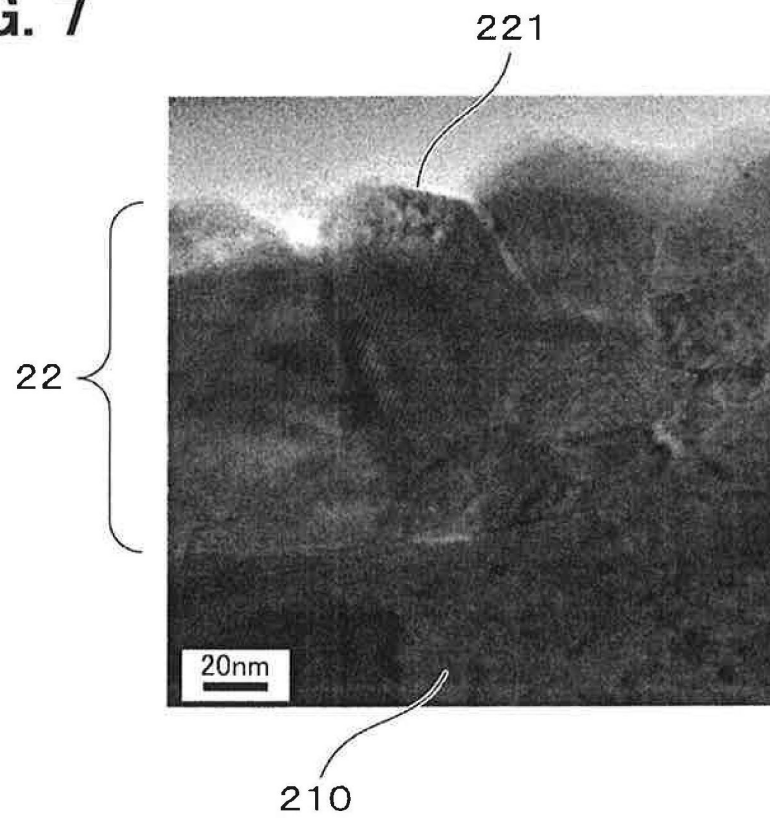


FIG. 8

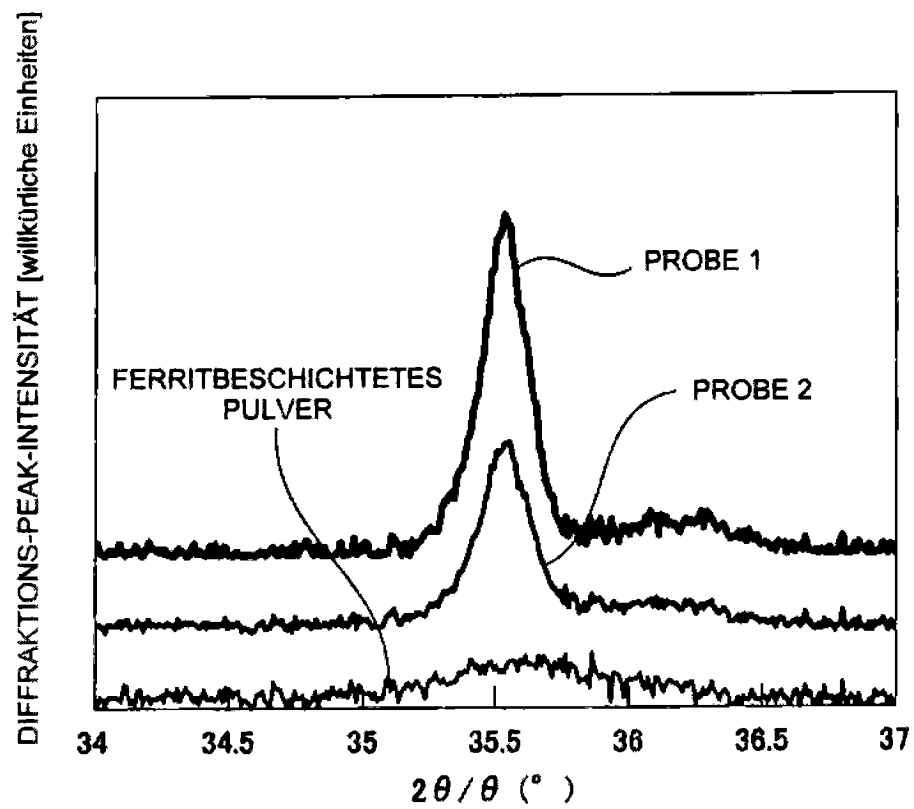


FIG. 9

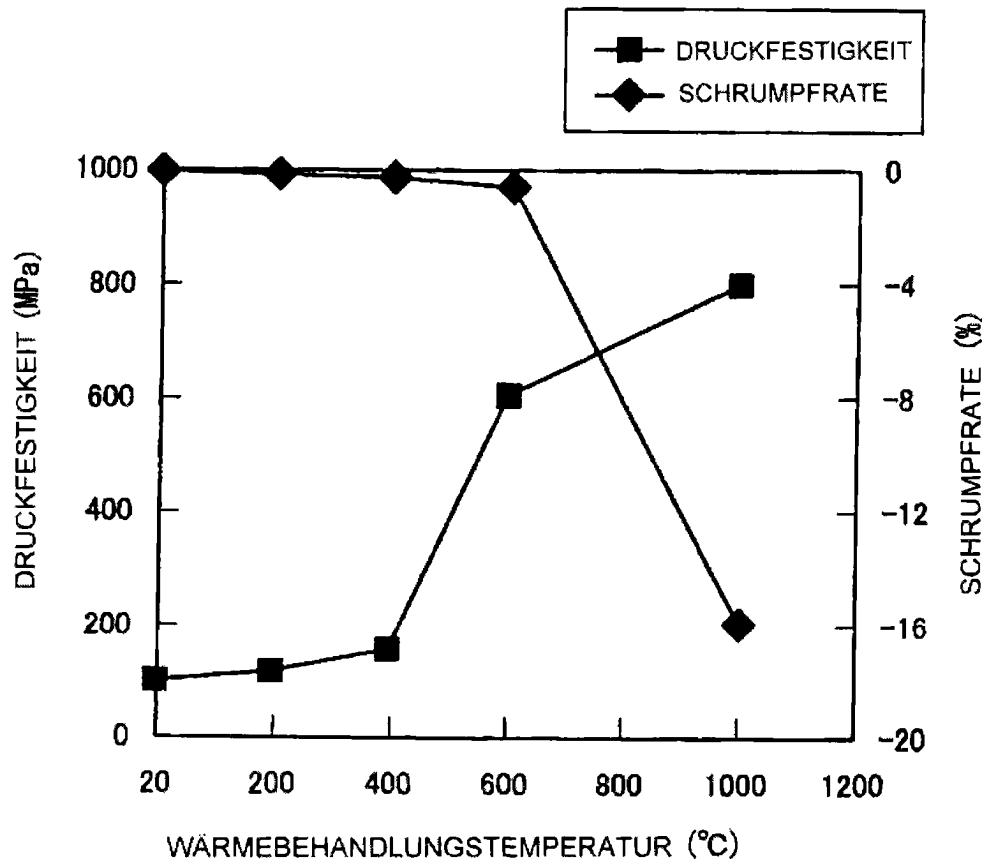


FIG. 10

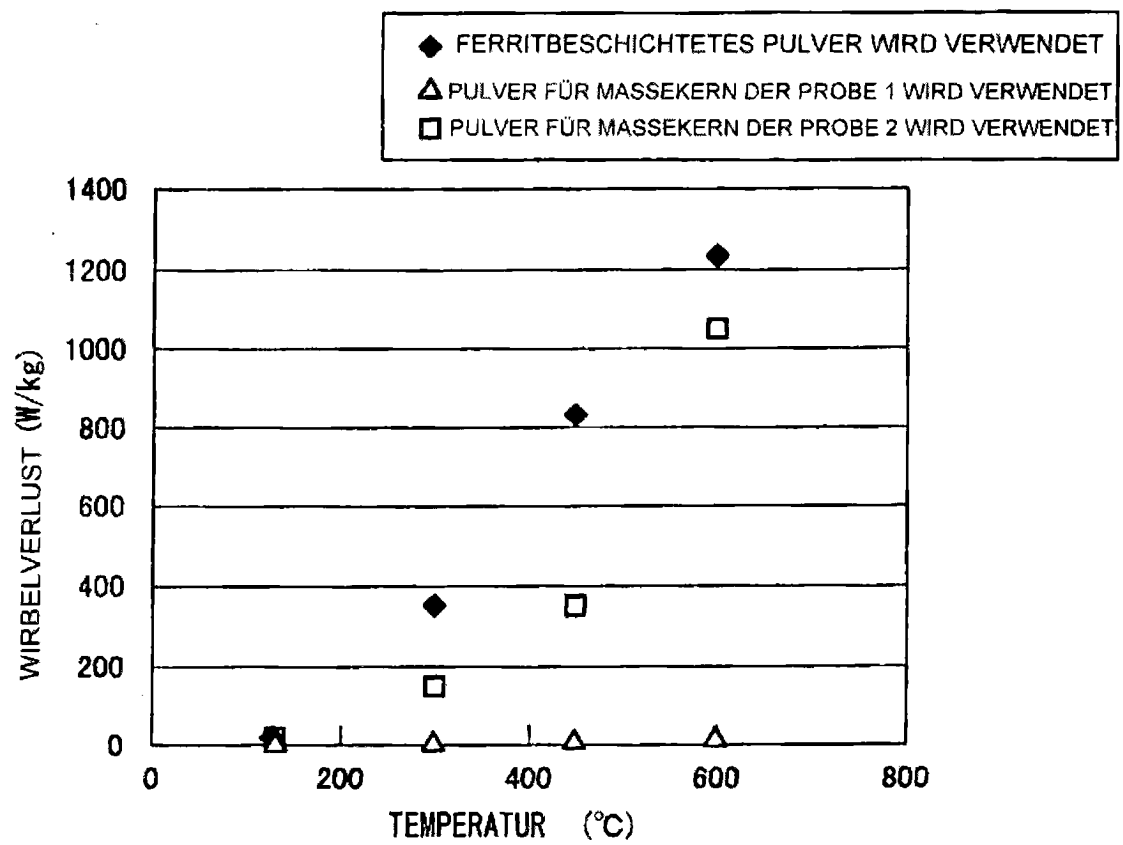




FIG. 11

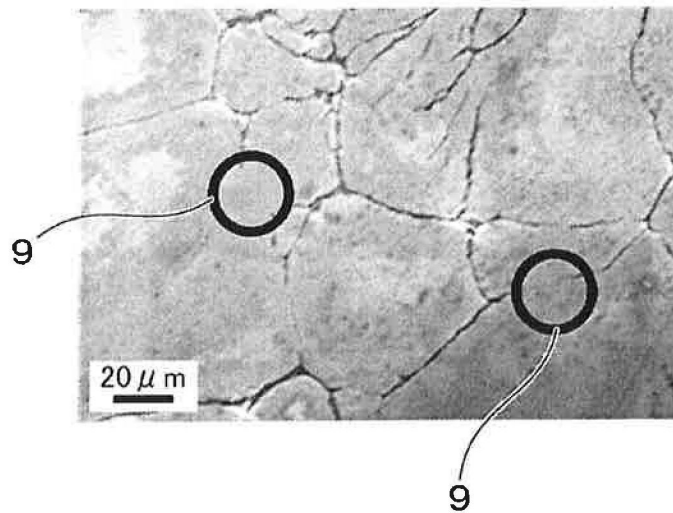
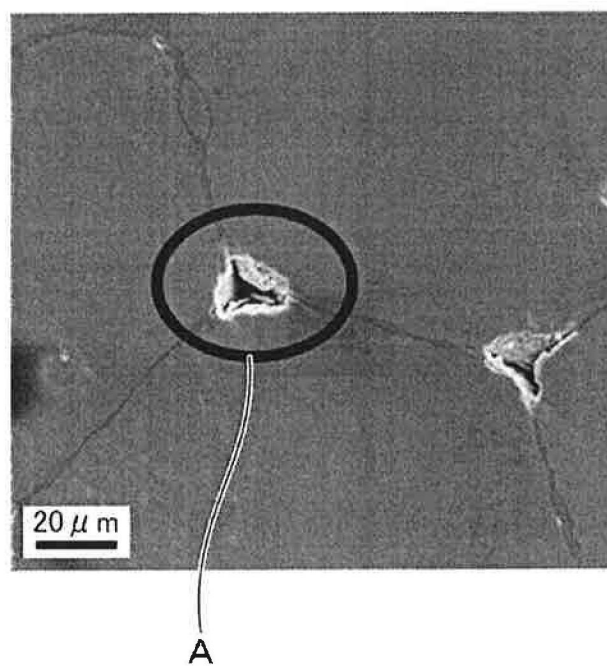


FIG. 12



**FIG. 13**

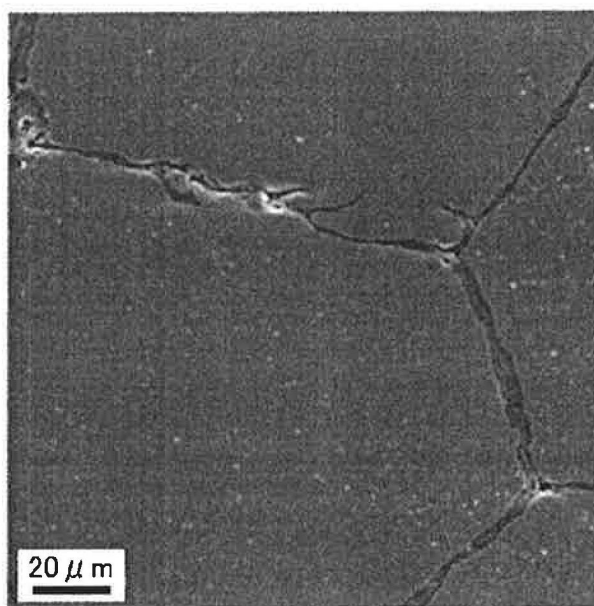
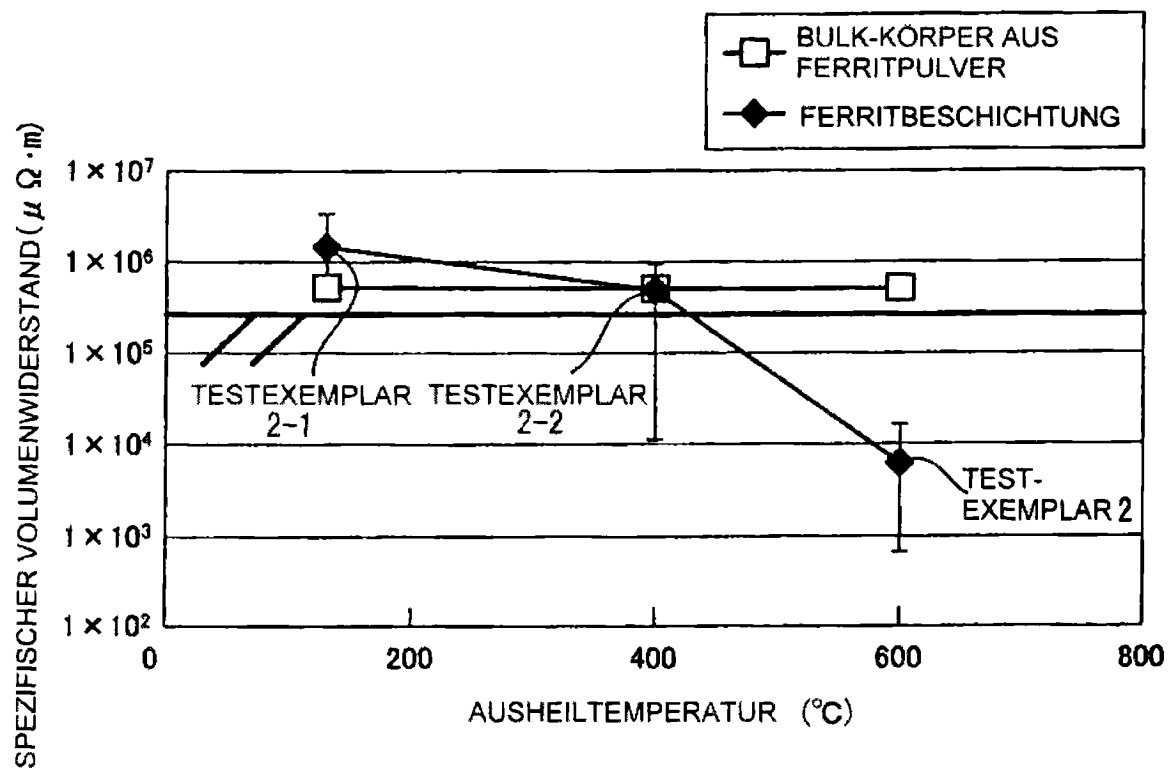
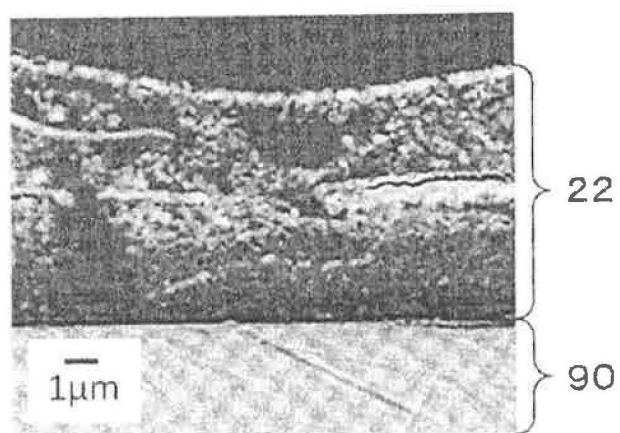


FIG. 14



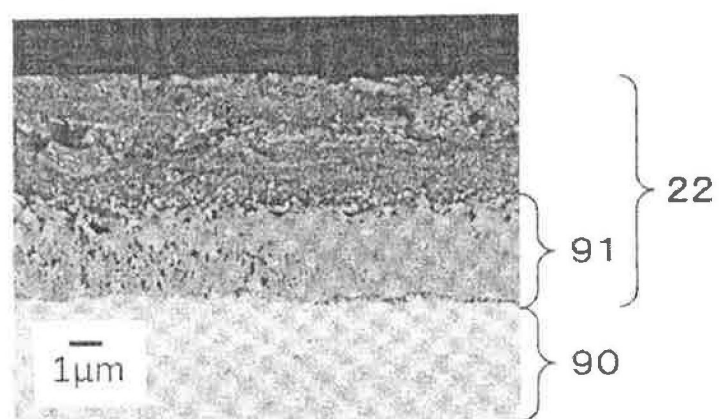
**FIG. 15A**

TESTEXEMPLAR 1 (VOR DEM AUSHEILEN)



**FIG. 15B**

TESTEXEMPLAR 2 (NACH 600°-AUSHEILEN)



**FIG. 16**

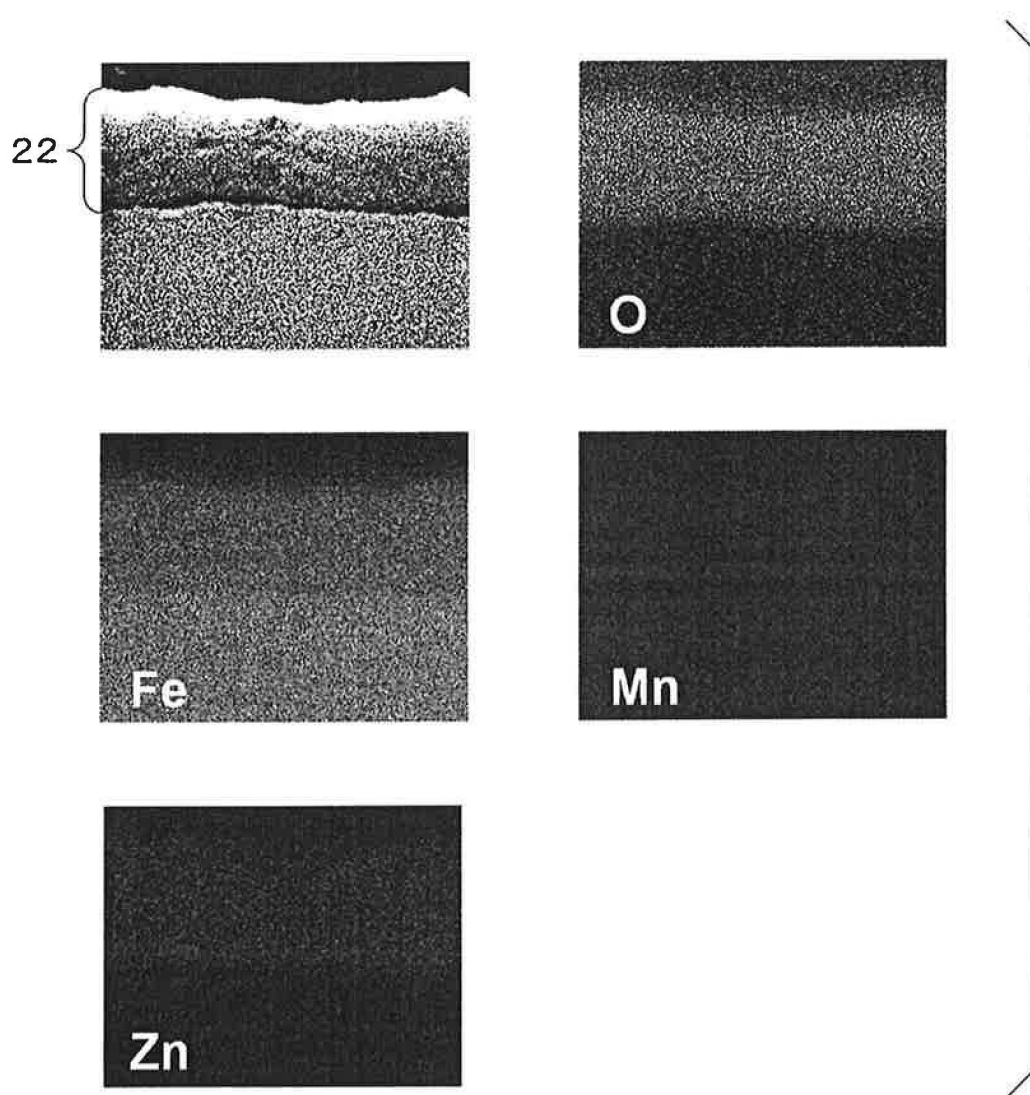


FIG. 17

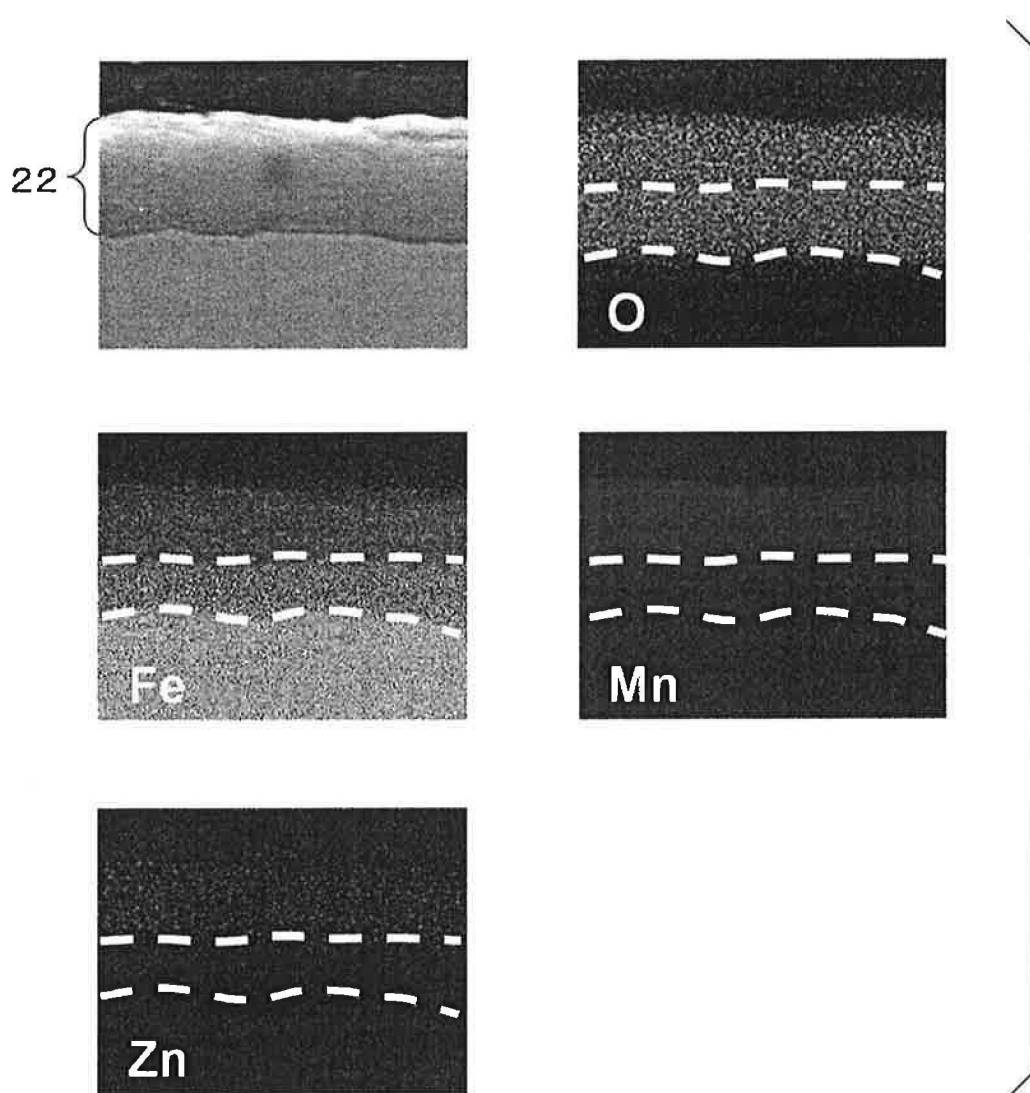


FIG. 18

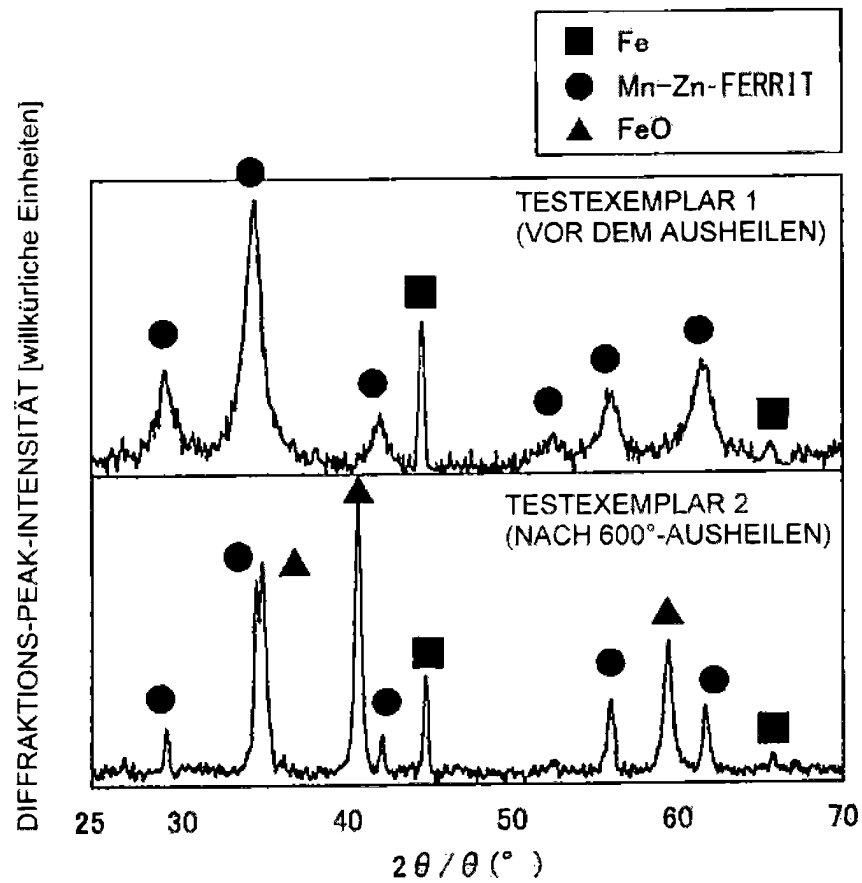


FIG. 19

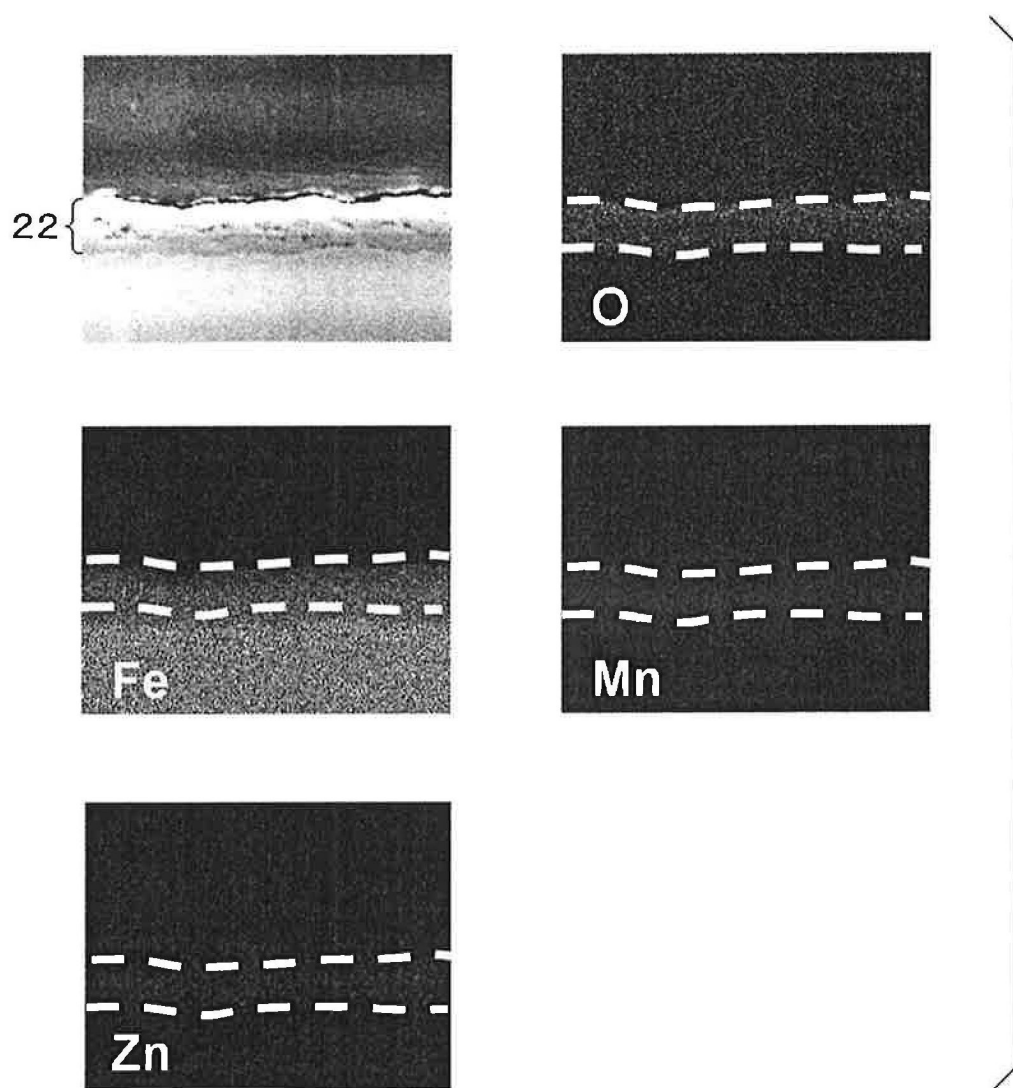




FIG. 20

