

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-21340

(P2010-21340A)

(43) 公開日 平成22年1月28日(2010.1.28)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
H 0 1 F 1/22 (2006.01)	H 0 1 F 1/22	4 K 0 1 8
B 2 2 F 3/00 (2006.01)	B 2 2 F 3/00	5 E 0 4 1
B 2 2 F 3/24 (2006.01)	B 2 2 F 3/24	B
C 2 2 C 33/02 (2006.01)	C 2 2 C 33/02	L

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2008-180158 (P2008-180158)
 (22) 出願日 平成20年7月10日 (2008. 7. 10)

特許法第30条第1項適用申請有り 平成20年5月27日、粉体粉末冶金協会主催の「平成20年度春季大会」において文書をもって発表。

(71) 出願人 394026471
 日本科学冶金株式会社
 大阪府寝屋川市大成町13番3号
 (71) 出願人 508209071
 石原 好之
 京都府京田辺市多々羅都谷1-3 同志社大学内
 (71) 出願人 508209473
 藤原 耕二
 京都府京田辺市多々羅都谷1-3 同志社大学内
 (74) 代理人 100100158
 弁理士 鮫島 睦
 (74) 代理人 100068526
 弁理士 田村 恭生

最終頁に続く

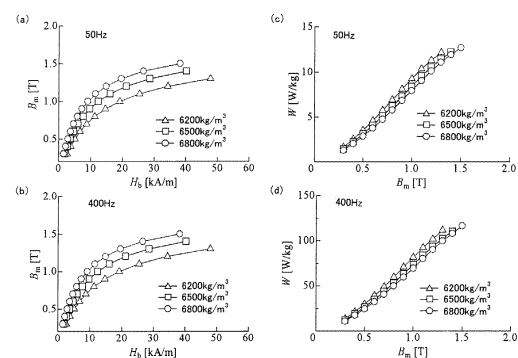
(54) 【発明の名称】 F e系軟磁性材の製造方法及びF e系軟磁性材並びに圧粉磁芯

(57) 【要約】

【課題】 高磁気特性と低磁歪を有するF e系軟磁性材を、低コストで製造可能な方法を提供するとともに、そのF e系軟磁性材を用いた圧粉磁芯を提供すること。

【解決手段】 F e系軟磁性材料粉末を加圧成形して圧粉体とし、その圧粉体を還元性雰囲気あるいは不活性雰囲気中で焼結して焼結体とし、その焼結体を酸化雰囲気中で350～570℃に加熱してF e系軟磁性材を製造する。このF e系軟磁性材からなる圧粉磁芯は、小型で低振動である。

【選択図】 図6



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

Fe系軟磁性材料粉末を加圧成形して圧粉体とし、該圧粉体を還元性雰囲気あるいは不活性雰囲気中で焼結して焼結体とし、該焼結体を酸化雰囲気中で350～570℃に加熱する、Fe系軟磁性材の製造方法。

【請求項 2】

請求項 1 記載の製造方法により製造されたFe系軟磁性材。

【請求項 3】

請求項 2 記載のFe系軟磁性材からなる圧粉磁芯。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】

【0001】

本発明は、Fe系軟磁性材の製造方法、その製造方法を用いて製造したFe系軟磁性材、そしてそのFe系軟磁性材からなる圧粉磁芯に関する。

【背景技術】

【0002】

トランスやチョークコイルの磁心等として軟磁性材料が用いられている。磁芯に使われる軟磁性材料としては電磁鋼板、圧粉磁芯、非晶質箔帯などの材料が、要求特性、コストなどに応じて使用されている。特にFe系軟磁性材料は、比較的安価で優れた磁気特性、すなわち、優れた磁化特性や鉄損特性を有しているため、電磁鋼板、圧粉磁芯、非晶質箔帯に広く利用されている。ここでいうFe系軟磁性材料とは、材料中に含まれる元素の重量比で、Feが最大である材料を示す。

20

【0003】

Fe系軟磁性材料に限らず多くの軟磁性材料には、磁化により寸法が変化する磁歪という現象があり、磁芯に使用した場合振動や騒音の原因になることが知られている。対策のひとつとして、動作磁束密度を下げることで、振動や騒音を減らすことはできるが、その場合磁芯が大型化するという問題がある。そのため、磁芯に使用する軟磁性材料には、磁歪量の小さな材料を用いることが好ましいことが知られている。

【0004】

しかし、例えば、磁歪量の小さな低磁歪合金を用いた電磁鋼板はその磁気特性に優れるものの、小型で形状が複雑なものを製造するには不向きであり、高コストであるという問題を有する。これに対して小型化が可能であり、電磁鋼板に比べより低コストで製造可能な圧粉磁芯について、その低磁歪化が検討されている。

30

【0005】

例えば、特許文献 1 には、軟磁性材料からなる粉末に、その軟磁性材料と組み合わせて用いたときに、その軟磁性材料の磁歪量を変化させる作用を有する有機化合物を加えて成形し、圧粉体を不活性雰囲気下において熱処理をする方法が提案されている。

【特許文献 1】特開 2006-332328 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

40

【0006】

しかしながら、軟磁性材料の磁歪量を変化させる作用を有する有機化合物を加えて成形する方法では、磁気特性の劣る有機化合物を含むため、磁性に関与する部分の減少が避けられないため十分な磁気特性が得られないという問題がある。また、出発原料に低磁歪合金を用いて圧粉磁芯を製造することも可能であるが、飽和磁化が小さいこと、そして高コストであるという問題がある。そのため、高磁気特性と低磁歪を有し、低コストの圧粉磁芯が存在しないのが現状である。

【0007】

そこで、本発明は、高磁気特性と低磁歪を有するFe系軟磁性材を低コストで製造可能な方法を提供するとともに、そのFe系軟磁性材を用いた圧粉磁芯を提供することを目的とし

50

た。

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記課題を解決するために本発明のFe系軟磁性材の製造方法は、Fe系軟磁性材料粉末を加圧成形して圧粉体とし、該圧粉体を還元性雰囲気あるいは不活性雰囲気中で焼結して焼結体とし、該焼結体を酸化雰囲気中で350～570℃に加熱することを特徴とするものである。

【0009】

また、本発明のFe系軟磁性材は、上記の製造方法により製造されたことを特徴とするものである。なお、本発明においては、特に断らない限り、Fe系軟磁性材とは、Fe系軟磁性材料粉末を加圧成形して焼結し、さらに酸化雰囲気中で加熱して得られる焼結体をいう。

【0010】

また、本発明の圧粉磁芯は、上記のFe系軟磁性材からなることを特徴とするものである。

【発明の効果】

【0011】

本発明によれば、Fe系軟磁性材料粉末から作製した焼結体を酸化雰囲気中で350～570℃に加熱するようにしたので、余分な添加物を必要とせず、かつ複雑な工程も必要とせず、低コストで高磁気特性であり低磁歪のFe系軟磁性材を製造することが可能となる。また、得られたFe系軟磁性材を用いることにより、小型で低コストかつ低振動の圧粉磁芯を得ることが可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

以下、本発明の実施の形態について図面を参照して説明する。

本発明のFe系軟磁性材の製造方法は、Fe系軟磁性材料粉末を加圧成形して圧粉体とし、該圧粉体を還元性雰囲気あるいは不活性雰囲気中で焼結して焼結体とし、該焼結体を酸化雰囲気中で350～570℃に加熱することを特徴とするものである。

【0013】

本発明の製造方法において、出発原料に用いる粉末の組成は、Fe系軟磁性材料であれば特に限定されるものではない。Fe系軟磁性材料としては、例えば、純鉄、Fe-Si合金（0.5～7wt%Si）、Fe-Si-Al合金（センダスト合金）等を挙げることができる。特にFe-Si合金は、取り扱いが容易で磁気特性も優れており、本発明に好適に用いることができる。Fe-Si合金のなかでもFe-6.5Si合金は磁歪が小さく、さらに好ましい。

【0014】

Fe系軟磁性材料粉末の粒径は、特に限定されるものではなく目的に応じて任意に選択することができる。例えば、渦電流損を低減するためには粒径の小さい粉末を選択することができる。加圧成形時の粉末の流動性、圧縮性を考慮すると、粉末の平均粒径は5μm以上500μm以下が好ましく、さらに好ましくは、10μm以上250μm以下である。また、粉末の形状も特に限定されるものではなく、球状粉末、箔状粉末、不定形粉末などを用いることができる。

【0015】

Fe系軟磁性材料粉末の成形には潤滑剤を用いることができる。潤滑剤はあらかじめ粉末と混合してもよく、あるいは金型表面に塗布しても良い。さらに、両方を同時に行っても良い。

【0016】

潤滑剤としては、ステアリン酸、オレイン酸などの高級脂肪酸、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸リチウム、バルチミン酸リチウム、オレイン酸リチウムなどの高級脂肪酸の金属塩、ワックス類等を用いることができる。また、Fe系軟磁性材料粉末への潤滑剤の混合量は、圧粉体全体の0.05wt%以上1.5wt%以下が好ましい。潤滑剤の量が0.05wt%未満だと十分な潤滑効果が得られず、1.5wt%以上では潤滑剤が過剰

になり成形体密度の低下や粉末流動性を悪化させるので好ましくない。

【0017】

また、成形の条件は、粉末の材質、要求特性等に応じて、最適な条件を選択する。高密度の圧粉体を得るには、成形圧力を高くする必要がある、500MPa以上が好ましく、さらに好ましくは1000MPa以上である。但し、成形圧力が高くなりすぎると金型寿命が低下するので、寿命とコストによりその上限が定まる。

【0018】

得られた圧粉体に対し、焼結を行う。焼結は還元雰囲気あるいは不活性雰囲気下で行う。酸化雰囲気下で焼結を行うと必要以上に酸化が行われ磁気特性低下の原因になるので好ましくない。焼結は、圧粉体中の残留歪が除去され、必要な磁気特性、強度が得られるように粉末の組成、成形条件に応じて、最適な温度と時間を選択する。焼結温度が低いと残留歪の除去が不十分となり、高すぎると成分元素の拡散による磁気特性の低下が生じる。焼結時間が短いと残留歪の除去が不十分となり、長すぎると成分元素の拡散による磁気特性の低下が生じる。例えば、Fe-Si合金の圧粉体の場合、焼結温度は600℃以上1150℃以下が好ましく、さらに好ましくは、650℃以上800℃以下である。焼結時間は焼結温度にもよるが、0.25時間から2時間が好ましい。

10

【0019】

次に、得られた焼結体を酸化雰囲気中で350～570℃に加熱する（以下、酸化処理という）。この時生成する鉄酸化物は、緻密で密着性の高い Fe_3O_4 が主となる。より好ましくは加熱温度は400～570℃である。350℃より低いと Fe_2O_3 が生成し易く密着性が低下する。また、570℃を超えるとFeOが生成し易く比抵抗が低下するため好ましくない。この加熱温度範囲であれば、緻密で密着性の高い Fe_3O_4 膜が形成されるので好ましい。また、酸化時間は、粉末の組成、焼結体の密度、酸化温度などに応じて最適な条件を選択する。例えばFe-Si合金焼結体であれば、5分以上120分以下が好ましい。5分未満であれば、十分な酸化を行うことができず磁歪の低減が不十分であり、120分を超えると加熱に要するコストが増大し好ましくないからである。また、酸化雰囲気とは、水分子や酸素分子を含む雰囲気であれば特に限定されない。例えば、水蒸気雰囲気や大気雰囲気を用いることができる。

20

【0020】

なお、酸化処理は、焼結処理に引き続いて行っても良く、あるいは焼結終了後、別途行うこともできる。

30

【0021】

また、本発明の製造方法により得られるFe系軟磁性材は、酸化処理により生成した Fe_3O_4 を含んでおり、高磁気特性を有し、低磁歪である。例えば、Fe-6.5Si合金の場合、磁歪量 λ_{p-p} (1T/50Hz)の絶対値が 4×10^{-6} 以下のものを得ることができる。

【0022】

また、本発明の製造方法により得られるFe系軟磁性材からなる圧粉磁芯は、出発原料に高コストの低磁歪材料を用いる必要がないので、より低コストである。さらに、小型化で、低振動のものが得られる。

【実施例】

【0023】

実施例1.

40

Fe系軟磁性材料粉末には、Fe-6.5Si合金のガスアトマイズ粉末（平均粒径10 μm ）を用いた。この粉末にステアリン酸カルシウムを0.1wt%を加えて混合した。この混合粉末を常温で成形し、特性評価用の棒状試験片を成形した。成形体密度は、6200kg/m³であった。

【0024】

成形後、試験片を熱処理炉に収容し、水素還元雰囲気中で760℃、0.5時間の条件で焼結した後、420℃で0.1時間加熱して酸化処理した。

【0025】

実施例2.

50

成形体密度を 6500kg/m^3 にした以外は、実施例 1 と同様の条件で行った。

【0026】

実施例 3.

成形体密度を 6800kg/m^3 にした以外は、実施例 1 と同様の条件で行った。

【0027】

比較例 1.

酸化処理を行わなかった以外は、実施例 1 と同様の条件で行った。

【0028】

比較例 2.

酸化処理を行わなかった以外は、実施例 2 と同様の条件で行った。

10

【0029】

比較例 3.

酸化処理を行わなかった以外は、実施例 3 と同様の条件で行った。

【0030】

(評価)

実施例 1～3 及び比較例 1～3 で得られた試験片を用いて磁気特性（磁化特性、鉄損特性）と磁歪特性を周波数 50Hz と 400Hz で測定した。磁気特性及び磁歪特性の測定は、図 1 に示す試験片を試験器にセットして行った。図 2 は試験器に試験片をセットした時の模式断面図である。試験器はヨーク 4 と、励磁巻線 2 を巻き付けた励磁棒 5 とからなり、試験片 1 をテフロン（登録商標）テープ 3 を介してヨーク 4 に固定した。励磁巻線は、 $\Phi 1\text{mm}$ の銅線を 1 層 22 ターンで 6 層合計 132 ターンとした。磁気特性および磁歪特性の測定では、図 1 に示すように、試験片 1 に B コイル 7 として $\Phi 0.1\text{mm}$ の銅線で 1 層 10 ターンを直巻きし、歪ゲージ 6 を 2 箇所に着した。

20

【0031】

試験器を図 3 に示す測定システムに組み込み、磁気特性および磁歪特性を測定した。磁気特性は、励磁電流から磁界強度を算出する励磁電流法を用いて測定した。一方、磁歪特性は、試料に接着した歪ゲージをブリッジボックスに組み込み（対辺 2 アクティブ三線式結線法）、歪による抵抗変化を電圧に変換し、歪アンプで 40000 倍増幅して測定した。

なお、磁気特性および磁歪特性の測定では、以下の条件で波形制御を行った。

誘導起電力波形の波形率：正弦波の波形に対して 0.05% 以内

30

誘導起電力波形のひずみ率：0.02 以内

試料中の磁束密度の振幅の目標値に対する誤差：0.05% 以内

【0032】

図 4 に 50Hz での磁気特性の、図 5 に 400Hz での磁気特性の測定結果を示す。図 4 の (a)、(b)、(c) は、それぞれ成形体密度が 6200kg/m^3 、 6500kg/m^3 、 6800kg/m^3 である場合の、磁化特性を示す。また、図 4 の (d)、(e)、(f) はそれぞれ成形体密度が 6200kg/m^3 、 6500kg/m^3 、 6800kg/m^3 である場合の鉄損特性を示す。また、図 5 の (a)、(b)、(c) は、それぞれ成形体密度が 6200kg/m^3 、 6500kg/m^3 、 6800kg/m^3 である場合の、磁化特性を示す。また、図 5 の (d)、(e)、(f) はそれぞれ成形体密度が、 6200kg/m^3 、 6500kg/m^3 、 6800kg/m^3 である場合の鉄損特性を示す。また、図 6 は、酸化処理に対する成形体密度の影響を示すものであり、(a) と (b) は、それぞれ 50Hz と 400Hz での磁化特性、(c) と (d) はそれぞれ 50Hz と 400Hz での鉄損特性を示す。これらの結果から明らかなように、試験片の密度、周波数に関わらず、酸化処理により磁化特性、鉄損特性が向上した。また、成形体密度が大きいほど磁化特性、鉄損特性が向上した。

40

【0033】

図 7 に 50Hz での磁歪特性の測定結果を示す。図 7 の (a)、(b)、(c) はそれぞれ成形体密度が 6200kg/m^3 、 6500kg/m^3 、 6800kg/m^3 である場合の磁歪特性を示し、□印は未処理、○印は酸化処理した場合の結果を示す。試験片の密度、周波数に関わらず、酸化処理により磁歪が最大で 10 分の 1 程度まで小さくなった。また密度が大きいほど磁歪が小さくなった。

50

【0034】

また、磁歪特性について、Fe-6.5Si電磁鋼板（密度 7490kg/m^3 ）との比較を行った。図7（c）に電磁鋼板の結果を◇印で示す。成形体密度が 6800kg/m^3 で酸化処理したものは、電磁鋼板と遜色ない磁歪特性を得ることができた。

【0035】

以上のように、本発明によれば、酸化処理により、高い磁気特性を有し低磁歪特性を有する圧粉磁芯を得ることができる。さらに、圧粉磁芯の密度をより高めることにより、さらにその効果を増大させることが可能である。また、電磁鋼板と同等の低磁歪を有する圧粉磁芯を提供することが可能である。

【産業上の利用可能性】

10

【0036】

本発明に係る製造方法を用いて製造した圧粉磁芯は、小型で低振動であるので、各種の電気機器の磁芯、特に騒音や振動が問題となるようなモータ、トランス、チョークコイルなどに好適に用いることができる。

【図面の簡単な説明】

【0037】

【図1】本発明の圧粉磁芯の評価に用いる試験器の構成の一例を示す模式断面図である。

【図2】本発明の圧粉磁芯の評価に用いる試験片の構成の一例を示す模式斜視図である。

【図3】本発明の圧粉磁芯の評価に用いる測定システムの構成の一例を示す模式図である。

20

【図4】本発明の圧粉磁芯の50Hzにおける磁気特性の測定結果の一例であり、（a）、（b）、（c）は、それぞれ成形体密度が 6200kg/m^3 、 6500kg/m^3 、 6800kg/m^3 である場合の磁化特性を示す。また、（d）、（e）、（f）はそれぞれ成形体密度が 6200kg/m^3 、 6500kg/m^3 、 6800kg/m^3 である場合の鉄損特性を示す。

【図5】本発明の圧粉磁芯の400Hzにおける磁気特性の測定結果の一例であり、（a）、（b）、（c）は、それぞれ成形体密度が 6200kg/m^3 、 6500kg/m^3 、 6800kg/m^3 である場合の磁化特性を示す。また、（d）、（e）、（f）はそれぞれ成形体密度が 6200kg/m^3 、 6500kg/m^3 、 6800kg/m^3 である場合の鉄損特性を示す。

【図6】本発明の圧粉磁芯の磁気特性の測定結果の一例であり、成形体密度の影響を示すものであり、（a）と（b）は、それぞれ50Hzと400Hzでの磁化特性、（c）と（d）はそれぞれ50Hzと400Hzでの鉄損特性を示す。

30

【図7】本発明の圧粉磁芯の50Hzでの磁歪特性の測定結果の一例であり、（a）と（b）、（c）はそれぞれ成形体密度が 6200kg/m^3 、 6500kg/m^3 、 6800kg/m^3 である場合の磁歪特性を示す。

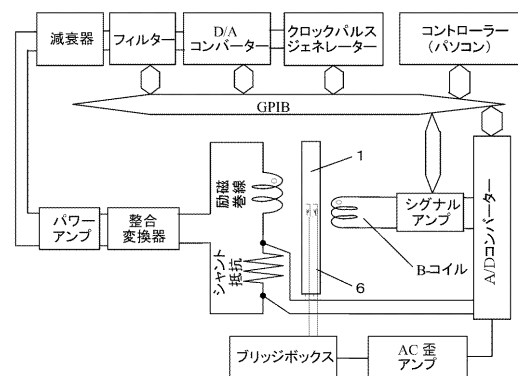
【符号の説明】

【0038】

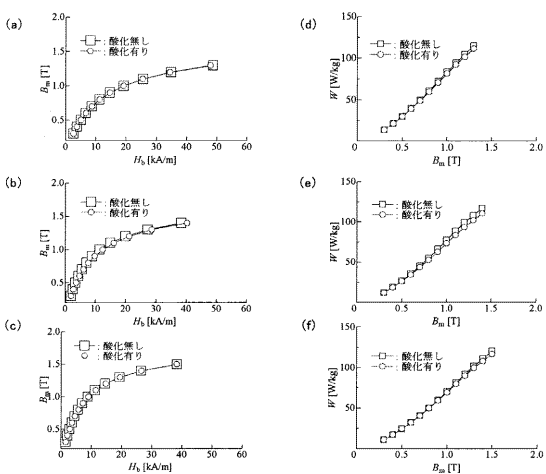
- 1 試験片
- 2 励磁巻線
- 3 テフロン（登録商標）テープ
- 4 ヨーク
- 5 励磁棒
- 6 歪みゲージ
- 7 Bコイル

40

【 図 3 】

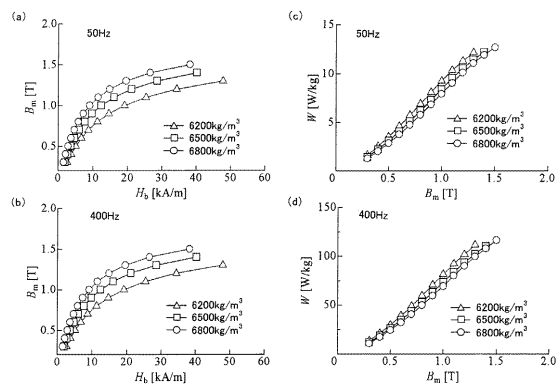


【図 5】

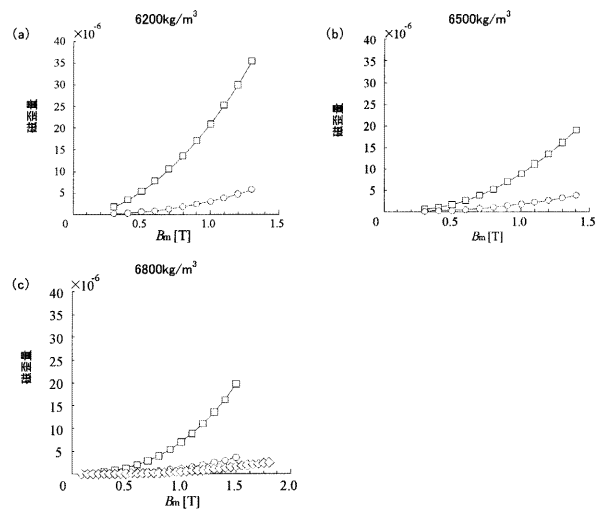


【図 4】

【図 6】



【図 7】



フロントページの続き

(74)代理人 100103115

弁理士 北原 康廣

(72)発明者 松川 清喬

大阪府寝屋川市大成町 1 3 番 3 号 日本科学冶金株式会社内

(72)発明者 上本 育男

三重県亀山市能褒野町字大野 2 0 6 7 番 1 日本科学冶金株式会社内

(72)発明者 石原 好之

京都府京田辺市多々羅都谷 1 - 3 同志社大学内

(72)発明者 藤原 耕二

京都府京田辺市多々羅都谷 1 - 3 同志社大学内

Fターム(参考) 4K018 AA24 AA26 BB04 BD01 CA11 DA11 DA33 FA08 KA43

5E041 AA11 BD01 CA02 NN18