

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B1)

(11) 特許番号

特許第4044591号
(P4044591)

(45) 発行日 平成20年2月6日(2008.2.6)

(24) 登録日 平成19年11月22日(2007.11.22)

(51) Int. Cl. F I
B 2 2 F 1/02 (2006.01) B 2 2 F 1/02 E
H 0 1 F 1/26 (2006.01) B 2 2 F 1/02 C
 H 0 1 F 1/26

請求項の数 6 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2006-245918 (P2006-245918)	(73) 特許権者	000001199
(22) 出願日	平成18年9月11日 (2006.9.11)		株式会社神戸製鋼所
審査請求日	平成19年7月13日 (2007.7.13)		兵庫県神戸市中央区脇浜町二丁目10番26号
		(73) 特許権者	000233572
			日立粉末冶金株式会社
			千葉県松戸市稔台五丁目2番地1
		(73) 特許権者	000101352
			アスモ株式会社
			静岡県湖西市梅田390番地
		(74) 代理人	100075409
			弁理士 植木 久一
		(74) 代理人	100115082
			弁理士 菅河 忠志

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末およびその製造方法ならびに圧粉磁心

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

鉄基軟磁性粉末表面に、リン酸系化成皮膜と、シリコン樹脂皮膜とが、この順で形成されており、上記リン酸系化成皮膜には、C o、N a、S、S iおよびWよりなる群から選択される1種以上の元素が含まれていることを特徴とする圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末。

【請求項2】

上記シリコン樹脂皮膜は、100~200で5~100分の加熱処理によって予備硬化されたものである請求項1に記載の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末。

【請求項3】

上記シリコン樹脂皮膜を形成するためのシリコン樹脂は、三官能性のメチルシリコン樹脂である請求項1または2に記載の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末。

【請求項4】

請求項1~3のいずれかに記載の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末を製造する方法であって、リン酸と、C o、N a、S、WおよびS iよりなる群から選択される1種以上の元素を含む化合物とを、水および/または有機溶媒に溶解させ、このリン酸溶液と鉄基軟磁性粉末とを混合した後、溶媒を蒸発させてリン酸系化成皮膜を鉄基軟磁性粉末表面に形成する工程、

シリコン樹脂を有機溶媒に溶解させ、このシリコン樹脂溶液と鉄基軟磁性粉末とを混合した後、溶媒を蒸発させてシリコン樹脂皮膜を上記リン酸系化成皮膜の上に形成する工程、

10

20

得られた粉末を100～200で5～100分加熱することにより、シリコン樹脂皮膜を予備硬化する工程、
を、この順序で含むことを特徴とする圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末の製造方法。

【請求項5】

請求項1～3のいずれかに記載の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末から得られ、400以上の熱処理が施されていることを特徴とする圧粉磁心。

【請求項6】

成形体密度が 7.50 g/cm^3 以上である請求項5に記載の圧粉磁心。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、鉄粉や鉄基合金粉末（以下、両者を併せて単に鉄粉という）等の軟磁性粉末表面に耐熱性の高い絶縁皮膜が積層された圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末に関し、この圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末を圧縮成形することにより、電磁気部品用の磁心として用いられる圧粉磁心が得られる。本発明の圧粉磁心は、機械的強度等に優れ、特に、高温時の比抵抗にも優れるものである。

【背景技術】

【0002】

交流磁場内で使用される磁心には、鉄損が小さいことと、磁束密度が高いことが要求される。また、製造工程におけるハンドリングおよびコイルにするための巻き線の際に破損のないことも重要である。これらの点を考慮して、圧粉磁心分野では、鉄粉粒子を樹脂で被覆する技術が知られており、電気絶縁性の樹脂皮膜によって渦電流損を抑制すると共に、鉄粉粒子間を樹脂で接着することで機械的強度の向上を図っている。

20

【0003】

近年、圧粉磁心がモータのコア材として利用されるようになってきた。従来のモータのコア材には、電磁鋼板や電気鉄板等を積層したものが用いられてきたが、圧縮成形により製造される圧粉磁心は、形状自由度が高く、三次元形状のコアでも容易に製造できることから、従来のモータに比べて小型化軽量化が可能なためである。そして、このようなモータ用コア材としての圧粉磁心には、従来にも増して、高磁束密度、低鉄損、高機械的強度が要求されている。

30

【0004】

磁束密度の向上には圧粉成形体を高密度に形成することが有効であり、鉄損、特にヒステリシス損を低減するには、高温で焼鈍して圧粉成形体の歪みを解放してやることが有効であると考えられている。そこで、高密度に形成するために絶縁材料の量を低減しても、鉄粉粒子間を効果的に絶縁することができ、かつ、焼鈍といった高温での熱処理を行っても、良好な電気絶縁性を維持できるような圧粉磁心用の鉄粉の開発が望まれている。

【0005】

このような観点から、耐熱性の高いシリコン樹脂を絶縁材料として用いる技術が開発されている。例えば、特許文献1では、特定のメチル-フェニルシリコン樹脂を絶縁材料として用いている。しかし、この技術では、熱的安定性を確保するために1質量%（対鉄粉）以上の樹脂を使用しており、高密度成形という点からは改善の余地がある。また、耐熱性を確保するために、シリコン樹脂にガラス粉末や顔料を加える提案もなされている（特許文献2、特許文献3等）が、ガラス粉末や顔料を添加することで高密度化が阻害されてしまう点で問題がある。

40

【0006】

また、樹脂以外の絶縁物としては、リン酸等から得られるガラス状化合物の皮膜を絶縁層として利用する技術がある（特許文献4）。有機高分子であるシリコン樹脂に比べれば、これらの無機系絶縁皮膜は熱的安定性に優れているはずであるが、高温の熱処理（焼鈍）を行うと、絶縁性が低下してしまうことが本発明者等によって見出された（後述）。

【特許文献1】特開2002-83709号公報

50

【特許文献2】特開2004-143554号公報

【特許文献3】特開2003-303711号公報

【特許文献4】特許第2710152号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明者等は、上記従来技術の問題点を考慮して、高密度に成形するために絶縁材料の量を低減しても、鉄粉粒子間を効果的に絶縁することができ、機械的強度にも優れ、さらに、高温での熱処理を行っても電気絶縁性を維持できるような熱的安定性に優れた圧粉磁心用の鉄粉を提供することを課題としている。

10

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記課題を解決することのできた本発明の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末は、鉄基軟磁性粉末表面に、リン酸系化成皮膜と、シリコーン樹脂皮膜とが、この順で形成されており、上記リン酸系化成皮膜には、Co、Na、S、SiおよびWよりなる群から選択される1種以上の元素が含まれているところに特徴を有する。

【0009】

上記シリコーン樹脂皮膜は、100～200 で5～100分の加熱処理によって予備硬化されたものであること、このシリコーン樹脂皮膜を形成するためのシリコーン樹脂が三官能性のメチルシリコーン樹脂であることは、本発明の好ましい実施態様である。

20

【0010】

また、本発明の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末の製造方法は、

リン酸と、Co、Na、S、WおよびSiよりなる群から選択される1種以上の元素を含む化合物とを、水および/または有機溶媒に溶解させ、このリン酸溶液と鉄基軟磁性粉末とを混合した後、溶媒を蒸発させてリン酸系化成皮膜を鉄基軟磁性粉末表面に形成する工程、

シリコーン樹脂を有機溶媒に溶解させ、このシリコーン樹脂溶液と鉄基軟磁性粉末とを混合した後、溶媒を蒸発させてシリコーン樹脂皮膜を上記リン酸系化成皮膜の上に形成する工程、

得られた粉末を100～200 で5～100分加熱することにより、シリコーン樹脂皮膜を予備硬化する工程、

30

を、この順序で含むところに特徴を有している。

【0011】

なお、本発明には、本発明の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末から得られ、400 以上の熱処理が施されている圧粉磁心、およびこのような熱処理が施された圧粉磁心であって、成形体密度が7.50 g/cm³以上である圧粉磁心も含まれる。

【発明の効果】

【0012】

本発明によれば、Co、Na、S、SiおよびWよりなる群から選択される1種以上の元素の添加によってリン酸系化成皮膜の耐熱性を改善することができたので、無機系皮膜とシリコーン樹脂皮膜とを複合させることで、より高度な耐熱性を有する電気絶縁層を形成することに成功した。改善されたリン酸系化成皮膜の存在により高い耐熱性・電気絶縁性が確保できたことで、機械的強度発現のための接着剤としても機能するシリコーン樹脂の使用量を低減することができ、圧粉磁心の高密度化を図ることもできた。よって、本発明の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末から得られる圧粉磁心は、高磁束密度、低鉄損、高機械的強度という要求特性を全て満足する高性能なものとなった。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0013】

本発明者等が、リン酸のみから形成された皮膜や、前記特許文献4に記載のリン酸系皮膜をそれぞれ鉄基軟磁性粉末表面に形成した後、圧粉成形体を製造し、温度を変化させて

50

比抵抗 ($\mu \cdot m$) を測定したところ、いずれの例も、450 (窒素雰囲気下で1時間)での熱処理により、10 $\mu \cdot m$ 程度に低下してしまうことが見出された。本発明者等がこの低下原因を検討したところ、リン酸系皮膜中に含まれているリン酸由来のO原子が高温での熱処理中に拡散してFeと結合し、半導体として機能するようなFeの酸化物を形成するため、比抵抗を低下させているのではないかと推測された。そして、このような半導体的酸化物の形成を何らかの方法で阻害することが、リン酸系皮膜の熱的安定性の改善につながると考え、鋭意検討した結果、本発明に到達したのである。以下、本発明を詳細に説明する。

【0014】

本発明の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末は、リン酸系化成皮膜と、シリコーン樹脂皮膜とがこの順序で粉末表面に形成されているものである。リン酸系化成皮膜は電気絶縁性を確保するため、また、シリコーン樹脂皮膜は、電気絶縁性の熱的安定性を向上させるためと機械的強度発現のために形成する。この圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末は、必要に応じて圧縮成形時の摩擦を低減するための潤滑剤が配合されて圧縮成形され、主に交流で使用されるモータのロータやステータ等のコアとして使用される。

10

【0015】

鉄基軟磁性粉末は、強磁性体の金属粉末であり、具体例としては、純鉄粉、鉄基合金粉末 (Fe-Al合金、Fe-Si合金、センダスト、パーマロイなど) およびアモルファス粉末等が挙げられる。こうした軟磁性粉末は、例えば、アトマイズ法によって微粒子とした後還元し、その後粉砕すること等によって製造できる。このような製法では、ふるい分け法で評価される粒度分布で累積粒度分布が50%になる粒径が20~250 μm 程度の軟磁性粉末が得られるが、本発明においては、平均粒径が50~150 μm 程度のものが好ましく用いられる。

20

【0016】

本発明においては、上記軟磁性粉末に、まずリン酸系化成皮膜を形成する。このリン酸系化成皮膜は、オルトリン酸 (H_3PO_4) を主成分とする処理液による化成処理によって生成するガラス状の皮膜である。ただし本発明では、リン酸系化成皮膜が、Co、Na、S、SiおよびWよりなる群から選択される1種以上の元素を含むものでなければならない。リン酸系化成皮膜中のOが高温での熱処理中にFeと半導体を形成するのを阻害して、熱処理中の比抵抗の低下を抑制するのに、これらの元素が有効であることが見出されたからである。

30

【0017】

これらの元素は、2種以上を併用しても構わない。組み合わせが容易で、熱的安定性に優れていたのは、SiとW、NaとSの組み合わせであり、最も好ましいのはNaとSの組み合わせである。また、Coの添加は、特に450以上の高温での比抵抗増加に有効である。

【0018】

これらの元素の添加によって高温熱処理中の比抵抗の低下を抑制するためには、リン酸系化成皮膜形成後の鉄粉100質量%中の量として、Pは0.005~1質量%、Coは0.005~0.1質量%、Naは0.002~0.6質量%、Sは0.001~0.2質量%、Siは0.001~0.2質量%、Wは0.001~0.5質量%が好適である。

40

【0019】

また、本発明のリン酸系化成皮膜には、特許文献4に記載のように、MgやBが含まれていてもよい。このとき、リン酸系化成皮膜形成後の鉄粉100質量%中の量として、Mg、B共に、0.001~0.5質量%が好適である。

【0020】

リン酸系化成皮膜の膜厚は1~250 nm程度が好ましい。膜厚が1 nmより薄いと絶縁効果が発現しないが、250 nmを超えると絶縁効果が飽和する上、圧粉体の高密度化の点から望ましくない。付着量として言えば0.01~0.8質量%程度が好適範囲であ

50

る。

【0021】

リン酸系化成皮膜は、水性溶媒に、皮膜に含ませようとする元素を含む化合物を溶解させて得た溶液（処理液）を軟磁性粉末と混合し、乾燥することで形成できる。ここで用い得る化合物としては、オルトリン酸（ H_3PO_4 ：P源）、 $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$ （CoおよびP源）、 $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ （CoおよびP源）、 Na_2HPO_4 （PおよびNa源）、 $\text{Na}_3[\text{PO}_4 \cdot 12\text{WO}_3] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ （P、NaおよびW源）、 $\text{Na}_4[\text{SiW}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ （Na、SiおよびW源）、 $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ （NaおよびW源）、 H_2SO_4 （S源）、 $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ （PおよびW源）、 $\text{SiO}_2 \cdot 12\text{WO}_3 \cdot 26\text{H}_2\text{O}$ （SiおよびW源）、 MgO （Mg源）、 H_3BO_3 （B源）等が使用可能である。

10

【0022】

水性溶媒としては、水、アルコールやケトン等の親水性有機溶媒、これらの混合物を使用することができ、溶媒中には公知の界面活性剤を添加してもよい。

【0023】

固形分0.1～10質量％程度の処理液を調製し、鉄粉100質量部に対し、1～10質量部程度添加して、公知のミキサー、ボールミル、ニーダー、V型混合機、造粒機等で混合し、大気中、減圧下、または真空下で、150～250 で乾燥することにより、リン酸系化成皮膜が形成された軟磁性粉末が得られる。

【0024】

次に、シリコーン樹脂皮膜を形成する。シリコーン樹脂の架橋・硬化反応終了時（圧成形体の成形時）には、粉末同士が強固に結合するので、機械的強度が増大する。また、耐熱性に優れたSi-O結合を形成して熱的安定性に優れた絶縁皮膜となる。シリコーン樹脂としては、硬化が遅いものでは粉末がべとついて皮膜形成後のハンドリング性が悪いので、二官能性のD単位（ R_2SiX_2 ：Xは加水分解性基）よりは、三官能性のT単位（ RSiX_3 ：Xは前記と同じ）を多く持つものが好ましい。しかし、四官能性のQ単位（ SiX_4 ：Xは前記と同じ）が多く含まれていると、予備硬化の際に粉末同時が強固に結着してしまい、後の成形工程が行えなくなるため好ましくない。よって、T単位が60モル％以上のシリコーン樹脂が好ましく、80モル％以上のシリコーン樹脂がより好ましく、全てT単位であるシリコーン樹脂が最も好ましい。

20

【0025】

また、シリコーン樹脂としては、上記Rがメチル基またはフェニル基となっているメチルフェニルシリコーン樹脂が一般的で、フェニル基を多く持つ方が耐熱性は高いとされているが、本発明で意図するような高温の熱処理では、フェニル基の存在は、それほど、有効とは言えなかった。フェニル基の嵩高さが、緻密なガラス状網目構造を乱して、熱的安定性や鉄との化合物形成阻害効果を逆に低減させるのではないかと考えられる。よって、本発明では、メチル基が50モル％以上のメチルフェニルシリコーン樹脂（例えば、信越化学工業社製のKR255、KR311等）を用いることが好ましく、70モル％以上（例えば、信越化学工業社製のKR300等）がより好ましく、フェニル基を全く持たないメチルシリコーン樹脂（例えば、信越化学工業社製のKR251、KR400、KR220L、KR242A、KR240、KR500、KC89等）が最も好ましい。なお、シリコーン樹脂のメチル基とフェニル基の比率や官能性については、FT-IR等で分析可能である。

30

40

【0026】

シリコーン樹脂皮膜の付着量は、リン酸系化成皮膜が形成された軟磁性粉末とシリコーン樹脂皮膜との合計を100質量％としたとき、0.05～0.3質量％となるように調整することが好ましい。0.05質量％より少ないと、絶縁性に劣り、電気抵抗が低くなるが、0.3質量％より多く加えると、成形体の高密度化が達成しにくい。

【0027】

シリコーン樹脂皮膜は、アルコール類や、トルエン、キシレン等の石油系有機溶剤等にシリコーン樹脂を溶解させ、この溶液と鉄粉とを混合して有機溶媒を揮発させることによ

50

り形成することができる。皮膜形成条件は特に限定されるわけではないが、固形分が大体2～10質量%になるように調製した樹脂溶液を、前記したリン酸系化成皮膜が形成された軟磁性粉末100質量部に対し、0.5～10質量部程度添加して混合し、乾燥すればよい。0.5質量部より少ないと混合に時間がかかったり、皮膜が不均一になるおそれがある。一方、10質量部を超えると乾燥に時間がかかったり、乾燥が不十分になるおそれがある。樹脂溶液は適宜加熱しておいても構わない。混合機は前記したものと同様のものが使用可能である。

【0028】

乾燥工程では、用いた有機溶剤が揮発する温度で、かつ、シリコン樹脂の硬化温度未満に加熱して、有機溶剤を十分に蒸発揮散させることが望ましい。具体的な乾燥温度としては、上記したアルコール類や石油系有機溶剤の場合は、60～80程度が好適である。乾燥後には、凝集ダマを除くために、目開き300～500 μ m程度の篩を通過させておくことが好ましい。

10

【0029】

シリコン樹脂皮膜の厚みとしては、1～200nmが好ましい。より好ましい厚みは1～100nmである。また、リン酸系化成皮膜とシリコン樹脂皮膜との合計厚みは250nm以下とすることが好ましい。250nmを超えると、磁束密度の低下が大きくなることがある。また、鉄損を小さくするには、リン酸系化成皮膜をシリコン樹脂皮膜より厚めに形成することが望ましい。

【0030】

20

乾燥後には、シリコン樹脂皮膜を予備硬化させることが推奨される。予備硬化とは、シリコン樹脂皮膜の硬化時における軟化過程を粉末状態で終了させる処理である。この予備硬化処理によって、温間成形時(100～250程度)に軟磁性粉末の流れ性を確保することができる。具体的な手法としては、シリコン樹脂皮膜が形成された軟磁性粉末を、このシリコン樹脂の硬化温度近傍で短時間加熱する方法が簡便であるが、薬剤(硬化剤)を用いる手法も利用可能である。予備硬化と、硬化(予備ではない完全硬化)処理との違いは、予備硬化処理では、粉末同士が完全に接着固化することなく、容易に解砕が可能であるのに対し、粉末の成形後に行う高温加熱硬化処理では、樹脂が硬化して粉末同士が接着固化する点である。完全硬化処理によって成形体強度が向上する。

【0031】

30

上記したように、シリコン樹脂を予備硬化させた後、解砕することで、流動性に優れた粉末が得られ、圧粉成形の際に成形型へ、砂のようにさらさらと投入することができるようになる。予備硬化させないと、例えば温間成形の際に粉末同士が付着して、成型型への短時間での投入が困難となることがある。実操業上、ハンドリング性の向上は非常に有意義である。また、予備硬化させることによって、得られる圧粉磁心の比抵抗が非常に向上することが見出されている。この理由は明確ではないが、硬化の際の鉄粉との密着性が上がるためではないかと考えられる。

【0032】

短時間加熱法によって予備硬化を行う場合、100～200で5～100分の加熱処理を行うとよい。130～170で10～30分がより好ましい。予備硬化後も、前記したように、篩を通過させておくことが好ましい。

40

【0033】

本発明の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末には、さらに潤滑剤が含有されたものであってもよい。この潤滑剤の作用により、圧粉磁心用粉末を圧縮成形する際の軟磁性粉末間、あるいは軟磁性粉末と成形型内壁間の摩擦抵抗を低減でき、成形体の型かじりや成形時の発熱を防止することができる。このような効果を有効に発揮させるためには、潤滑剤が粉末全量中、0.2質量%以上含有されていることが好ましい。しかし、潤滑剤量が多くなると、圧粉体の高密度化に反するため、0.8質量%以下にとどめることが好ましい。また、圧縮成形する際に、成形型内壁面に潤滑剤を塗布した後、成形するような場合(型潤滑成形)には、0.2質量%より少ない潤滑剤量でも構わない。

50

【0034】

潤滑剤としては、従来から公知のものを使用すればよく、具体的には、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウムなどのステアリン酸の金属塩粉末、およびパラフィン、ワックス、天然または合成樹脂誘導体等が挙げられる。

【0035】

本発明の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末は、もちろん圧粉磁心の製造のために用いられるものであるが、本発明の粉末から得られた圧粉磁心は本発明に包含される。圧粉磁心を製造するには、まず、上記粉末を圧縮成形する。圧縮成形法は特に限定されず、従来公知の方法が採用可能である。

【0036】

圧縮成形の好適条件は、面圧で、490MPa～1960MPa、より好ましくは790MPa～1180MPaである。特に、980MPa以上の条件で圧縮成形を行うと、密度が7.50g/cm³以上である圧粉磁心を得やすく、高強度で磁気特性（磁束密度）の良好な圧粉磁心が得られるため好ましい。成形温度は、室温成形、温間成形（100～250）いずれも可能である。型潤滑成形で温間成形を行う方が、高強度の圧粉磁心が得られるため、好ましい。

【0037】

成形後は、圧粉磁心のヒステリシス損を低減するため高温で熱処理する。このときの熱処理温度は400以上が好ましく、比抵抗の劣化がなければ、より高温で熱処理することが望ましい。熱処理雰囲気はOを含まなければ特に限定されないが、窒素等の不活性ガス雰囲気下が好ましい。熱処理時間は比抵抗の劣化がなければ特に限定されないが、20分以上が好ましく、30分以上がより好ましく、1時間以上がさらに好ましい。

【実施例】

【0038】

以下、実施例に基づいて本発明を詳細に述べる。ただし、下記実施例は本発明を制限するものではなく、前・後記の趣旨を逸脱しない範囲で変更実施をすることは全て本発明の技術的範囲に包含される。なお、特に断らない限り、「部」は「質量部」を、「%」は「質量%」をそれぞれ意味する。

【0039】

実験1（シリコーン樹脂の効果）

軟磁性粉末として純鉄粉（神戸製鋼所製；アトメル300NH；平均粒径80～100μm）を用い、リン酸系化成皮膜としては、Co、Na、S、Si、Wのいずれも含有しない皮膜を形成した（シリコーン樹脂の効果を実際立たせるため）。具体的には、水：1000部、H₃PO₄：193部、MgO：31部、H₃BO₃：30部を混合して、さらに10倍に希釈した処理液10部を、目開き300μmの篩を通した上記純鉄粉200部に添加して、V型混合機を用いて30分以上混合した後、大気中で200で30分乾燥し、目開き300μmの篩を通した。

【0040】

次に、表1に示した特性のシリコーン樹脂1～5をトルエンに溶解させて、4.8%の固形分濃度の樹脂溶液を作製した。各樹脂溶液を鉄粉に対して樹脂固形分が0.15%となるように添加混合し、オープン炉で大気中、75、30分間加熱して乾燥した後、目開き300μmの篩を通した。No.1～3で用いたシリコーン樹脂は、信越化学工業社製の「KR212」、No.4～6で用いたシリコーン樹脂は、信越化学工業社製の「KR282」、No.7～9で用いたシリコーン樹脂は、信越化学工業社製の「KR255」、No.10～12で用いたシリコーン樹脂は、信越化学工業社製の「KR300」、No.13～15で用いたシリコーン樹脂は、信越化学工業社製の「KR251」、No.16～18で用いたシリコーン樹脂は、信越化学工業社製の「KR220L」である。

【0041】

この実験1では、予備硬化をせずに、圧粉成形を行った。ステアリン酸Znをアルコールに分散させて金型表面に塗布した後、鉄粉を入れ、面圧980MPaで室温（25）

10

20

30

40

50

での成形を行った。成形体寸法は、 $31.75\text{ mm} \times 12.7\text{ mm}$ 、高さ約 5 mm である。その後、窒素雰囲気下で、表1に示した熱処理温度で1時間熱処理した。昇温速度は約 $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{分}$ とし、熱処理後は炉冷した。

【0042】

得られた成形体の密度、抗折強度（3点曲げ試験；日本粉末冶金工業会のJPMAM 09-1992に準拠）、比抵抗を測定し、表1に併記した。

【0043】

【表1】

No.	シリコン樹脂		熱処理温度 ($^\circ\text{C}$)	成形体密度 (g/cm^3)	抗折強度 (MPa)	比抵抗 ($\mu\Omega\cdot\text{m}$)
	メチル基 (モル%)	T単位 (モル%)				
1	65	30	400	7.60	80.7	17.5
2	"	"	450	7.60	82.4	2.1
3	"	"	500	7.61	163.1	0
4	45	40	400	7.58	75.6	24.8
5	"	"	450	7.59	82.3	17.6
6	"	"	500	7.59	88.4	10.2
7	50	60	400	7.57	67.7	19.3
8	"	"	450	7.58	75.1	15.2
9	"	"	500	7.57	86.4	9.8
10	70	100	400	7.56	41.1	26.3
11	"	"	450	7.60	47.6	18.4
12	"	"	500	7.57	53.3	10.6
13	100	80	400	7.57	51.9	26.2
14	"	"	450	7.57	57.6	19.4
15	"	"	500	7.57	58.3	12.8
16	100	100	400	7.51	45.6	43.1
17	"	"	450	7.51	48.1	25.4
18	"	"	500	7.52	49.9	11.3

【0044】

この実験1では予備硬化を行っていないため、比抵抗の値そのものはあまり高くなかった。

【0045】

実験2（予備硬化の効果）

実験1と同様にして、純鉄粉にリン酸系化成皮膜とシリコン樹脂皮膜を形成した。その後、予備硬化していないものと、表2に示した条件で予備硬化したものについて、目開き $300\text{ }\mu\text{m}$ の篩を通し、日本粉末冶金工業会のJPMAM 09-1992に準拠して、流れ性試験を3温度で行った。評価基準は、○：問題なく流れる、△：途中で流れなくなることもあるが、一度振動を与えると流れる、×：全く流れない、とした。結果を表2に示した。

【0046】

【表 2】

No.	シリコン樹脂		流れ性試験 温度(°C)	流れ性		
	メチル基 (モル%)	T単位 (モル%)		予備硬化 なし	予備硬化 150°C×10分	予備硬化 150°C×30分
19	65	30	25	×	△	△
20	"	"	130	×	×	×
21	"	"	150	×	×	×
22	45	40	25	×	△	△
23	"	"	130	×	×	×
24	"	"	150	×	×	×
25	50	60	25	×	△	△
26	"	"	130	×	×	×
27	"	"	150	×	×	×
28	70	100	25	○	○	○
29	"	"	130	△	△	○
30	"	"	150	×	△	△
31	100	80	25	○	○	○
32	"	"	130	△	△	△
33	"	"	150	×	×	×
34	100	100	25	○	○	○
35	"	"	130	△	○	○
36	"	"	150	×	△	○

10

20

【0047】

表 2 から、メチル基が 70 モル%以上、T 単位が 80 モル%以上であれば、実作業上、問題ないことが確認できた。

30

【0048】

実験 3 (実際の圧粉磁心の性能)

シリコン樹脂として、メチル基が 100 モル%、T 単位が 100 モル%である「KR 220L」を用い、リン酸系化成皮膜の組成を変えた以外は、実験 1 と同様にして、鉄粉にリン酸系化成皮膜と、シリコン樹脂皮膜を形成した。リン酸系化成皮膜形成のための処理液(10 倍希釈前の原液)組成は、以下の通りとした。

【0049】

No. 37 ~ 41 で用いた処理液...水: 1000 部、 H_3PO_4 : 193 部

No. 42 ~ 46 で用いた処理液...水: 1000 部、 H_3PO_4 : 193 部、 MgO : 3 部、 H_3BO_3 : 30 部

40

No. 47 ~ 51 で用いた処理液...水: 1000 部、 H_3PO_4 : 193 部、 MgO : 3 部、 H_3BO_3 : 30 部、 $H_3PW_{12}O_{40} \cdot nH_2O$: 150 部

No. 52 ~ 56 で用いた処理液...水: 1000 部、 H_3PO_4 : 193 部、 MgO : 3 部、 H_3BO_3 : 30 部、 $SiO_2 \cdot 12WO_3 \cdot 26H_2O$: 150 部

No. 57 ~ 61 で用いた処理液...水: 1000 部、 Na_2HPO_4 : 88.5 部、 H_3PO_4 : 181 部、 H_2SO_4 : 61 部

No. 62 ~ 66 で用いた処理液...水: 1000 部、 H_3PO_4 : 193 部、 $Co_3(P_4O_{10})_2$: 30 部

No. 67 ~ 71 で用いた処理液...水: 1000 部、 H_3PO_4 : 193 部、 MgO : 3 部、 H_3BO_3 : 30 部、 $Co_3(P_4O_{10})_2$: 30 部

50

No. 72 ~ 76 で用いた処理液...水 : 1000部、 H_3PO_4 : 193部、 MgO : 31部、 H_3BO_3 : 30部、 $H_3PW_{12}O_{40} \cdot nH_2O$: 150部、 $Co_3(PO_4)_2$: 30部

No. 77 ~ 81 で用いた処理液...水 : 1000部、 H_3PO_4 : 193部、 MgO : 31部、 H_3BO_3 : 30部、 $SiO_2 \cdot 12WO_3 \cdot 26H_2O$: 150部、 $Co_3(PO_4)_2$: 30部

No. 82 ~ 86 で用いた処理液...水 : 1000部、 Na_2HPO_4 : 88.5部、 H_3PO_4 : 181部、 H_2SO_4 : 61部、 $Co_3(PO_4)_2$: 30部

【0050】

続いて、前記篩を通した後、150 で30分間、大気中で予備硬化処理を行った。その後は、実験1と同様にして、圧粉成形体を製造し、表3に示した400 以上の4温度で窒素雰囲気中で1時間、熱処理を行い、成形体の密度、抗折強度、比抵抗を測定して、25 での初期値と比較した。結果を表3、表4に示した。

【0051】

【表3】

No.	リン酸系化成皮膜中の添加元素	熱処理温度 (°C)	成形体密度 (g/cm ³)	抗折強度 (MPa)	比抵抗 ($\mu\Omega \cdot m$)
37	P	400	7.52	35.0	215.0
38		450	7.54	60.0	110.0
39		500	7.54	60.0	80.0
40		550	7.54	62.0	10.0
41		600	7.55	64.0	0.1
42	P, Mg, B	400	7.51	28.9	352.3
43		450	7.53	52.1	129.7
44		500	7.53	51.8	138.3
45		550	7.54	50.8	21.7
46		600	7.54	52.0	0.1
47	P, W, Mg, B	400	7.53	32.6	421.5
48		450	7.53	69.3	193.9
49		500	7.54	69.4	131.2
50		550	7.55	67.2	93.9
51		600	7.54	68.0	0.1
52	P, W, Si, Mg, B	400	7.50	38.5	467.7
53		450	7.51	71.3	231.5
54		500	7.52	71.7	223.5
55		550	7.52	80.1	153.9
56		600	7.51	78.0	0.1
57	P, Na, S	400	7.50	30.4	615.9
58		450	7.50	101.9	514.2
59		500	7.51	103.0	244.7
60		550	7.52	101.9	144.3
61		600	7.51	103.0	39.9

【0052】

10

20

30

40

【表 4】

No.	リン酸系化成皮膜中の添加元素	熱処理温度 (°C)	成形体密度 (g/cm ³)	抗折強度 (MPa)	比抵抗 (μΩ·m)
62	P, Co	400	7.51	101	285.6
63		450	7.52	101	250.3
64		500	7.51	102	205.4
65		550	7.52	101	134.7
66		600	7.52	94	56.9
67	P, Mg, B, Co	400	7.50	54	338.6
68		450	7.52	52	310.7
69		500	7.51	51	246.3
70		550	7.52	50	180.2
71		600	7.53	61	91.5
72	P, W, Mg, B, Co	400	7.52	70	410.4
73		450	7.53	71	361.3
74		500	7.53	72	330.2
75		550	7.53	80	203.6
76		600	7.53	98	95.6
77	P, W, Si, Mg, B, Co	400	7.50	70	457.1
78		450	7.50	70	380.2
79		500	7.51	70	338.5
80		550	7.51	67	226.7
81		600	7.50	78	110.9
82	P, Na, S, Co	400	7.52	104	530.6
83		450	7.50	104	385.6
84		500	7.50	101	341.6
85		550	7.50	100	280.3
86		600	7.51	93	127.1

【0053】

表3および表4から、リン酸系化成皮膜の中に、Co、Na、S、Si、Wのいずれか1種以上が含まれているNo. 47～86は、含まれていないNo. 37～46に比べて、高温における比抵抗が高く、550での熱処理後でも、90μ・m以上の比抵抗を示すことがわかる。特に、NaとSを併用したNo. 57～61や、Coを含んでいるNo. 62～86は、非常に良好な比抵抗値を示した。

【0054】

実験4（成形体密度の評価）

圧縮成形時の面圧を変化させた以外は、前記表3中のNo. 57の例と同様の条件を用いて7.30～7.60g/cm³の成形体密度を有する4種類の試料を作製した。成形体密度が7.30g/cm³（面圧：680MPaで圧縮成形）および成形体密度が7.40g/cm³（面圧：790MPaで圧縮成形）の試料に比べ、成形体密度が7.50g/cm³（面圧：980MPaで圧縮成形）および成形体密度が7.60g/cm³（面圧：1180MPaで圧縮成形）した試料は、高強度で高い磁束密度を有していた。

【産業上の利用可能性】

【0055】

本発明の圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末は、熱的安定性に優れた絶縁膜が形成されているので、高磁束密度、低鉄損、高機械的強度を達成し得る圧粉磁心の製造を可能にした。この圧粉磁心は、モータのロータやステータのコアとして有用である。

【要約】

【課題】高密度に成形するために絶縁材料の量を低減しても、鉄粉粒子間を効果的に絶縁することができ、機械的強度にも優れ、さらに、高温での熱処理を行っても電気絶縁性を維持できるような熱的安定性に優れた圧粉磁心用の鉄粉を提供すること。

【解決手段】鉄基軟磁性粉末表面に、リン酸系化成皮膜と、シリコン樹脂皮膜とが、この順で形成されており、上記リン酸系化成皮膜には、C o、N a、S、S iおよびWよりなる群から選択される1種以上の元素が含まれていることを特徴とする圧粉磁心用鉄基軟磁性粉末である。

【選択図】なし

フロントページの続き

- (74)代理人 100125184
弁理士 二口 治
- (74)代理人 100125243
弁理士 伊藤 浩彰
- (72)発明者 三谷 宏幸
兵庫県神戸市西区高塚台 1 丁目 5 番 5 号 株式会社神戸製鋼所 神戸総合技術研究所内
- (72)発明者 赤城 宣明
兵庫県高砂市荒井町新浜 2 丁目 3 番 1 号 株式会社神戸製鋼所 高砂製作所内
- (72)発明者 北条 啓文
兵庫県高砂市荒井町新浜 2 丁目 3 番 1 号 株式会社神戸製鋼所 高砂製作所内
- (72)発明者 石原 千生
千葉県松戸市稔台 5 2 0 番地 日立粉末冶金株式会社内
- (72)発明者 岩切 誠
千葉県松戸市稔台 5 2 0 番地 日立粉末冶金株式会社内
- (72)発明者 山田 壮平
静岡県湖西市梅田 3 9 0 番地 アスモ株式会社内
- (72)発明者 持溝 泰州
静岡県湖西市梅田 3 9 0 番地 アスモ株式会社内

審査官 米田 健志

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

B 2 2 F 1 / 0 2