

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4325793号
(P4325793)

(45) 発行日 平成21年9月2日(2009.9.2)

(24) 登録日 平成21年6月19日(2009.6.19)

(51) Int.Cl. F I
H O 1 F 41/02 (2006.01) H O 1 F 41/02 D

請求項の数 8 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2003-323824 (P2003-323824)	(73) 特許権者	000233572 日立粉末冶金株式会社
(22) 出願日	平成15年9月17日(2003.9.17)		千葉県松戸市稔台五丁目2番地1
(65) 公開番号	特開2004-146804 (P2004-146804A)	(73) 特許権者	000004260
(43) 公開日	平成16年5月20日(2004.5.20)		株式会社デンソー
審査請求日	平成18年5月18日(2006.5.18)		愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地
(31) 優先権主張番号	特願2002-285141 (P2002-285141)	(74) 代理人	100096884 弁理士 末成 幹生
(32) 優先日	平成14年9月30日(2002.9.30)	(72) 発明者	石原 千生 東京都葛飾区南水元4-2-17
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(72) 発明者	浅香 一夫 千葉県松戸市稔台687
前置審査		(72) 発明者	石井 啓 千葉県松戸市稔台520番地 日立粉末冶金株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 圧粉磁心の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

軟磁性粉末と樹脂粉末とを混合した混合粉末を用い、混合粉末を所望の形状に圧粉成形および加熱する圧粉磁心の製造方法において、前記軟磁性粉末は、表面にリン酸化合物を被覆した鉄粉であり、前記樹脂粉末は、メジアン径で50 μm以下の粉末であって、熱硬化性ポリイミド樹脂、熱可塑性ポリイミド樹脂、ポリテトラフルオロエチレン樹脂のいずれかであり、熱硬化性ポリイミド樹脂の添加量は0.01~2.4体積%、熱可塑性ポリイミド樹脂の添加量は0.01~0.6体積%、ポリテトラフルオロエチレン樹脂の添加量は0.01~1.4体積%であることを特徴とする圧粉磁心の製造方法。

【請求項2】

前記熱可塑性ポリイミド樹脂粉末は、メジアン径で30 μm以下の粉末であることを特徴とする請求項1に記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項3】

前記熱硬化性ポリイミド樹脂粉末の添加量は、0.18~2.4体積%であることを特徴とする請求項1に記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項4】

前記熱可塑性ポリイミド樹脂粉末の添加量は、メジアン径が13 μm以下の場合に0.18~0.6体積%であることを特徴とする請求項1に記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項5】

前記ポリテトラフルオロエチレン樹脂粉末の添加量は、メジアン径が10 μm以下の場

合は0.36～1.4体積%であり、メジアン径が5 μm以下の場合は0.11～1.4体積%であることを特徴とする請求項1に記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項6】

前記混合粉末を700～2000MPaの圧縮応力で成形した後、加熱処理を施して所定形状に切削加工することを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項7】

前記混合粉末に成形潤滑剤を添加せずに成形金型の内面に成形潤滑剤を塗布して前記成形を行うことを特徴とする請求項6に記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項8】

請求項1～5のいずれかに記載の混合粉末を1000～2000MPaの圧縮応力で略円筒状の成形体を成形した後、加熱処理を施して所定形状に切削加工することを特徴とするエンジン燃料噴射装置用ソレノイドコアの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、変圧器、リアクトル、サイリスタバルブ、ノイズフィルタ、チョークコイル等に好適なほか、より高い磁束密度が必要なモーター用鉄心やディーゼルエンジンおよびガソリンエンジンの電子制御式燃料噴射装置に組み込まれる電磁弁用のソレノイドコア（固定鉄心）などに用いて好適な圧粉磁心の製造技術を提供するものである。

【背景技術】

【0002】

変圧器等に用いられる磁心において極めて重要である鉄損は、磁心の固有抵抗値と関係の深い渦電流損と、軟磁性粉末の製造工程およびその後のプロセス履歴から生じる軟磁性粉末内の歪みに影響されるヒステリシス損とにより規定される。この鉄損 W は、具体的には次式(1)のように渦電流損 W_e とヒステリシス損 W_h との和で表すことができる。式(1)中、加号の前部が渦電流損 W_e であり、後部がヒステリシス損 W_h である。なお、 f は周波数、 B_m は励磁磁束密度、 R は固有抵抗値、 t は材料の厚み、 k_1 、 k_2 は係数である。

【0003】

(数1)

$$W = W_e + W_h = (k_1 B_m^2 t^2 / R) f^2 + k_2 B_m^{1.6} f \dots (1)$$

【0004】

式(1)から明らかなように、ヒステリシス損 W_h が周波数 f に比例するのに対し、渦電流損 W_e は周波数 f の二乗に比例する。このため、特に高周波領域で鉄損 W を低減するためには、渦電流損 W_e を低減することが有効である。かかる渦電流損 W_e を低減させるためには、渦電流を小領域に閉じこめて固有抵抗値 R を高める必要がある。この点、粉末を使用した圧粉磁心には、例えば、鉄粉等の粉末粒子の間に非磁性の樹脂を介在させることができるため、固有抵抗値 R が高く渦電流損 W_e が小さいという本質的特徴がある。そこで、従来から、軟磁性粉末と樹脂粉末とを混合した混合粉末を用い、圧粉成形および加熱を施した圧粉磁心の製造技術が提案されている(例えば、特許文献1参照)。上記特許文献1に記載された圧粉磁心は、樹脂が軟磁性粉末間に介在するため、特に軟磁性粉末間の絶縁性が確保されて渦電流損 W_e が低減されるとともに、軟磁性粉末を強固にバインドして圧粉磁心の強度を向上したものである。

【0005】

このような圧粉磁心は、製法が簡易であるため、従来から広く使用されている。しかしながら、上記圧粉磁心を高周波領域で使用する場合には絶縁性が不十分となり、固有抵抗値 R が低下して渦電流損 W_e が増大する。この渦電流損 W_e の増大は発熱をもたらす、軟磁性粉末をバインドしている樹脂が劣化することから、圧粉磁心の十分な寿命を確保できないという欠点があった。これに対し、絶縁性を向上すべく例えば樹脂の量を多くした場合

10

20

30

40

50

には、磁心中に占める軟磁性粉末の量（占積率）が下がるため、磁束密度が低下する。このため、圧粉磁心の密度を上げて磁束密度を向上させることが肝要となる。しかしながら、この場合には高圧下での圧縮成形が必要となり、成形時に軟磁性粉末の歪みが避けられない。このため、ヒステリシス損 W_h の増大に伴い、結果的に鉄損 W の増大を招く。特に低周波領域においては、渦電流損 W_e が小さいため、鉄損 W に対するヒステリシス損 W_h の影響が大きく、鉄損 W を低減するためにはヒステリシス損 W_h の低減も重要である。

【0006】

また、ソレノイドやモータといった電磁アクチュエータにも圧粉磁心が使用されている。ディーゼルエンジンの燃料噴射装置に使用される電磁弁では、高い吸引力と高い応答性が要求され、圧粉磁心を用いたステータコア材料には、高磁束密度であることに加え、高周波領域における渦電流損 W_e が小さいことが望まれている。このようなソレノイドコアは、鉄粉と樹脂粉末との混合物を成形した圧粉磁心であり、磁束密度を高くし鉄損を小さくするために、高密度で鉄粉どうしの間の絶縁が良好なことが要求される。

10

【0007】

一方、各種モータにおいては小型化、高効率化が要求され、圧粉磁心を用いたロータおよびステータ材料にも高磁束密度かつ高周波領域における渦電流損 W_e が小さいことが望まれている。即ち、各種の電磁アクチュエータに使用される圧粉磁心への要求特性は変圧器用磁心に要求される特性と本質的に同じである。

【0008】

高い磁束密度の圧粉磁心を得るには高い密度であることが必要であり、一般の焼結合金を製造する場合の2倍以上の成形圧力が必要となる。形状が複雑だったり薄肉形状の圧粉磁心では、成形金型の耐久性の問題が生じる。このため、ソレノイドコアのような形状をしたものでは、単純な円筒状または円柱状に圧粉成形した圧粉磁心を切削加工して所定の形状および寸法にするとか、製品形状に近似した素材に成形しておいて、特に寸法精度が要求される部分を切削加工して仕上げる。したがって、圧粉磁心は、切削性が良く、切削工具の摩耗が少なく、切削時に割れや欠けが生じない材料であることも要求される。

20

【0009】

圧粉磁心の磁束密度は材料の密度に依存するので、鉄粉には、より高い密度が得られるアトマイズ鉄粉が用いられ、この鉄粉の表面には、圧粉磁心の鉄損を小さくするためにリン酸化合物の被膜が施される。また、鉄粉と混合される樹脂粉末としては、フェノール、ポリアミド、エポキシ、ポリイミド、ポリフェニレンサルファイド等の樹脂を用いることが提案されている。たとえば、特許文献2には、リン酸被膜処理アトマイズ鉄粉にポリフェニレンサルファイド、熱硬化性ポリイミドなどの樹脂を0.15～1質量%添加した圧粉磁心が開示され、特許文献3には、リン酸被膜処理アトマイズ鉄粉に熱硬化性ポリイミド樹脂を2質量%添加した圧粉磁心が開示されている。

30

【0010】

【特許文献1】特開昭60-235412号公報（第1,2頁）

【特許文献2】特開2002-246219号公報（要約）

【特許文献3】特許第3421944号公報（段落36）

【特許文献4】特開平9-102409号公報（第6,7頁）

40

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

このような事情に鑑み、渦電流損 W_e の低減とヒステリシス損 W_h の低減とを共に実現することを目的として、軟磁性粉末表面に絶縁性の被膜を予め形成することで軟磁性粉末間の絶縁性を確保して渦電流損 W_e を低減する手法が種々提案されている（例えば、特許文献4参照）。しかしながら、上記特許文献4に記載された技術は、軟磁性粉末表面への絶縁性被膜形成のための工程が必須となるため、圧粉磁心のコストが割高となるという欠点があった。したがって、近年では、優れた製造コストを実現するとともに、渦電流損 W_e とヒステリシス損 W_h とを共に低減して圧粉磁心の長寿命化を同時に実現し得る圧粉磁心

50

の製造方法の開発が要請されていた。

【0012】

また、上記のような圧粉磁心からなるソレノイドコアにおいても、さらに高い磁束密度と小さな鉄損を具備することが要求され、さらには、ソレノイドコアの造形及び寸法精度を確保する手段としての切削加工（ドリル穴開け加工等を含む）を行う際のチャッキングに耐える強度、切削加工による割れ、むしれ、欠損等が生じない材料であることが求められている。

【0013】

本発明は上記要請に鑑みてなされたものであり、絶縁被膜形成等の特殊な処理を施さないことで優れた製造コストを実現することを前提として、樹脂の軟磁性粉末間への均一な介在による絶縁性の向上に基づき、高周波領域での渦電流損 W_e およびそれに起因する発熱を低減して磁心の長寿命化および圧粉磁心を用いた製品の高性能化を実現するとともに、樹脂を軟磁性粉末間へ薄く介在させることによる十分な磁束密度の確保に基づき、ヒステリシス損 W_h を低減すること、およびそれに起因する発熱を低減して磁心のさらなる長寿命化および圧粉磁心を用いた製品の高性能化を実現した圧粉磁心の製造方法を提供することを目的とするものである。なお、軟磁性粉末表面に絶縁被膜形成等を行う場合においては、より高いレベルでの絶縁性の確保と、使用する樹脂量の減少による一層の磁束密度の上昇とにより、さらに一層の長寿命化を実現した圧粉磁心を提供することも目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0014】

発明者らは、上記課題を解決するため鋭意研究を重ねた結果、従来の圧粉磁心において十分な寿命を確保するだけの絶縁性が得られないのは、得られる圧粉磁心中に樹脂が偏在していること、すなわち軟磁性粉末間に均一に樹脂が介在していないことが原因であるとの知見を得た。さらに発明者らは、上記原因について、特に絶縁性を確保する樹脂粉末の粒度に着目して調査した結果、従来使用されているメジアン径（積算分布の50%に対する粒子径）が $100\mu\text{m}$ 程度の樹脂粉末を使用した場合には、樹脂粉末が圧粉成形された状態で既に磁心中に偏在するため、例えば熱可塑性樹脂粉末であっても十分に軟磁性粉末間に侵入せず、偏在したまま残留するという知見を得た。このことから、発明者らは、圧粉成形の時点で樹脂粉末を軟磁性粉末中に均一に分散させれば、加熱後、樹脂が軟磁性粉末間に均一に介在することとなり、絶縁性が確保されることを見いだした。発明者らは、以上の知見に基づきさらに研究を重ねた結果、メジアン径の小さい樹脂粉末を使用すれば、樹脂粉末の軟磁性粉末間での存在確率が高まり、加熱後、樹脂が軟磁性粉末間に均一に介在した圧粉磁心が得られるとの知見を得た。

【0015】

すなわち、本発明の圧粉磁心の製造方法は、軟磁性粉末と樹脂粉末とを混合した混合粉末を用い、混合粉末を所望の形状に圧粉成形および加熱する圧粉磁心の製造方法において、前記軟磁性粉末は、表面にリン酸化合物を被覆した鉄粉であり、前記樹脂粉末は、メジアン径で $50\mu\text{m}$ 以下の粉末であって、熱硬化性ポリイミド樹脂、熱可塑性ポリイミド樹脂、ポリテトラフルオロエチレン樹脂のいずれかであり、熱硬化性ポリイミド樹脂の添加量は $0.01\sim 2.4$ 体積%、熱可塑性ポリイミド樹脂の添加量は $0.01\sim 0.6$ 体積%、ポリテトラフルオロエチレン樹脂の添加量は $0.01\sim 1.4$ 体積%であることを特徴としている。

【0016】

本発明では、特許文献4に記載された圧粉磁心のように、軟磁性粉末表面への絶縁性被膜形成のための特別な処理を必要としない。このため、優れた製造コストを実現することができる。また本発明では、上記のとおり、用いる樹脂粉末をメジアン径で $50\mu\text{m}$ 以下の粉末としていることから、樹脂の軟磁性粉末間への均一な介在による絶縁性の向上に基づき、高周波領域での渦電流損 W_e およびそれに起因する発熱を低減して磁心の長寿命化および磁心を用いた製品の高性能化を図ることができる。また本発明では、熱硬化性ポリ

10

20

30

40

50

イミド樹脂の添加量は0.01~2.4体積%、熱可塑性ポリイミド樹脂の添加量は0.01~0.6体積%、ポリテトラフルオロエチレン樹脂の添加量は0.01~1.4体積%としている。添加量を上記下限値以上としたことにより、十分な絶縁性を確保して高周波領域での渦電流損Weおよびそれに起因する発熱を低減して磁心の長寿命化および磁心を用いた製品の高性能化をさらに図ることができる。

【0017】

一方、添加量を上記上限値以下としたことにより、樹脂を軟磁性粉末間へ薄く介在させることによる十分な磁束密度の確保に基づき、ヒステリシス損Whを低減すること、およびそれに起因する発熱の低減により磁心の長寿命化をさらに一層図ることができる。したがって、本発明の圧粉磁心の製造方法では、軟磁性粉末に対して特殊な処理を行わないことによる優れた製造コストの実現と、用いる樹脂粉末のメジアン径および添加量の適正化による長寿命化の実現とを同時に図ることができる。

10

【0019】

本発明の製造方法に用いる軟磁性粉末は、特に絶縁被覆処理がなされたものである必要はなく、従来より使用されているもので足りる。ただし、軟磁性粉末表面に絶縁被膜形成等を行った場合においては、より高いレベルでの絶縁性の確保と、使用する樹脂量の減少による一層の磁束密度の上昇とにより、さらなる長寿命化を実現した圧粉磁心を提供することができる。しかしながら、メジアン径が過度に小さい軟磁性粉末を使用した場合には、軟磁性粉末の比表面積が増大し、絶縁性が低下するため、軟磁性粉末はメジアン径が50μm以上のものを使用することが望ましい。

20

【0020】

上記の樹脂粉末と軟磁性粉末との混合は、従来より行われている手法を採用することができる。すなわち、両粉末を単純混合した場合であっても軟磁性粉末間に均一に樹脂粉末が介在して十分な絶縁性が確保される。また、樹脂を分散剤により均一に溶媒中に分散させた溶液を軟磁性粉末に噴霧し乾燥した場合には、軟磁性粉末間にさらに均一に樹脂が介在することから、さらに高い絶縁性が実現される。

【0021】

このような圧粉磁心の製造方法において、樹脂粉末を熱可塑性樹脂とした場合には、加熱により溶融した樹脂が軟磁性粉末間に侵入し易くなるので好ましい。また、樹脂粉末を熱硬化性樹脂とした場合には、樹脂は軟磁性粉末間に侵入し難く、圧粉成形時に存在する領域で硬化する。このため、さらに高い絶縁性を実現するには、メジアン径が30μm以下である粒度のより小さい樹脂粉末を使用することが望ましい。

30

【0022】

ソレノイドコアのように磁束密度が高い圧粉磁心を対象とした場合では以下の態様が好適である。

樹脂粉末に熱硬化性ポリイミド樹脂粉末を用いる場合には、その添加量は、低い鉄損の圧粉磁心を得るために0.18体積%以上であることが望ましい。また、樹脂含有量の増加に伴い成形圧力を増加しても密度が低いものとなって磁束密度が低くなることから2.4体積%以下とする。軟磁性粉末として一般的な鉄粉の比重は7.87、熱硬化性ポリイミド樹脂粉末の比重は1.30であることから、上記添加量を質量%に換算すると0.03~0.4質量%となる。この場合の熱硬化性ポリイミド樹脂粉末のメジアン径は、50μm以下であれば鉄損が同等なものが得られる。なお、熱硬化性ポリイミド樹脂粉末のメジアン径は、上述の熱硬化性樹脂の硬化特性から30μm以下であれば好適である。

40

【0023】

樹脂粉末に熱可塑性ポリイミド樹脂粉末を用いる場合には、その添加量は、低い鉄損の圧粉磁心を得るために、メジアン径が13μm以下の場合には0.18体積%以上であることが望ましい。また、また、高い成形密度を確保するために0.6体積%以下とする。熱可塑性ポリイミド樹脂粉末の比重は1.33であることから、上記添加量を質量%に換算すると、0.03~0.4質量%となる。

【0024】

50

樹脂粉末にポリテトラフルオロエチレンを用いる場合には、その添加量は、低い鉄損の圧粉磁心を得るために、メジアン径が $10\ \mu\text{m}$ 以下の場合には、 0.36 体積%以上、メジアン径が $5\ \mu\text{m}$ 以下の場合には 0.11 体積%以上とし、より高い磁束密度を確保する成形密度が得られるように 1.4 体積%以下であることが望ましい。ポリテトラフルオロエチレンの比重は 2.2 であることから、上記添加量を質量%に換算するとメジアン径が $10\ \mu\text{m}$ 以下の場合には $0.1\sim 0.4$ 質量%、メジアン径が $5\ \mu\text{m}$ 以下の場合には $0.03\sim 0.4$ 質量%となる。メジアン径で $3\ \mu\text{m}$ 以下の粉末は、市場で多く流通しており、入手しやすい利点もある。

【0025】

軟磁性粉末としては、アトマイズ鉄粉等の鉄粉を用いることが望ましく、鉄粉の表面にリン酸化合物を被覆するとさらに好適である。そのような鉄粉と上記の樹脂粉末とを混合し、混合粉末を $700\sim 2000\ \text{MPa}$ の圧縮応力で成形した後、加熱処理を施す。その後、必要に応じて所定形状に切削加工される。

この場合、圧粉成形に際しては、混合粉末に成形潤滑剤を添加しないで金型に成形潤滑剤を塗布することが望ましい。混合粉末に成形潤滑剤を添加すると、成形密度が低くなるとともに、熱処理の加熱によって圧粉磁心に欠陥を生じる恐れがある。したがって、金型壁面に、例えばステアリン酸亜鉛粉を静電塗布することにより、圧縮および圧粉磁心の金型からの抜き出しを容易にすることができる。

また、樹脂粉末が熱硬化性樹脂の場合には加熱処理の温度は $150\sim 400$ が望ましく、樹脂粉末が熱可塑性樹脂の場合には加熱処理の温度は $320\sim 450$ が望ましい。

また、切削加工としては、旋盤加工、ドリル穴開け加工、フライス加工、エンドミル加工等がある。薄肉や複雑な形状をした圧粉磁心の製造には、切削加工を行うことが好適であり、これによって、たとえばエンジン燃料噴射装置用ソレノイドコアを製造することができる。

【発明の効果】

【0026】

本発明の製造方法により得られる圧粉磁心は、絶縁樹脂被膜形成等の特殊な処理を必要としないことで優れた製造コストを実現することができる。また均一なる樹脂の軟磁性粉末間への介在による絶縁性の向上に基づき、高周波領域での渦電流損 W_e およびそれに起因する発熱を低減して磁心の長寿命化および磁心を用いた製品の高性能化を実現するとともに、樹脂を軟磁性粉末間へ薄く介在させることによる十分な磁束密度の確保に基づき、ヒステリシス損 W_h を低減することおよびそれに起因する発熱の低減により磁心のさらなる長寿命化および磁心を用いた製品の高性能化を実現することができる。なお、軟磁性粉末表面に絶縁被膜形成等を行う場合においては、より高いレベルでの絶縁性の確保と、使用する樹脂量の減少による一層の磁束密度の上昇とにより、さらに一層の長寿命化および高性能化を実現することができる。よって本発明は、各種の磁性部品に好適な圧粉磁心を製造することができる点で有望である。

【実施例1】

【0027】

図1に示す4種類の粒度分布およびメジアン径の熱硬化性ポリイミド樹脂A~Dを用意した。このうち、樹脂A~Cはそれぞれ本発明の製造方法に合致した樹脂であり、樹脂Dは合致しない従来から使用されている樹脂である。これらの各樹脂A~Dをリン酸塩被覆処理を施した絶縁鉄粉に 1.75 体積%添加・混合して混合粉末をそれぞれ製造した。その後、これらの混合粉末を用い、成形圧力： $980\ \text{MPa}$ で、内径： $20\ \text{mm}$ 、外径： $30\ \text{mm}$ 、高さ： $5\ \text{mm}$ のリング形状の成形体を得、これらの成形体を 200 で5時間加熱保持して各圧粉磁心を作製した。

【0028】

上記のとおり作製したリング形状の各圧粉磁心を用い、励磁磁束密度 $0.05\sim 1\ \text{T}$ 、周波数 $50\sim 2000\ \text{Hz}$ の範囲で渦電流損 W_e 、ヒステリシス損 W_h をそれぞれ測定した。これらの結果を表1、ならびに図2および図3に示す。また、 W_e と W_h とを加算して鉄

10

20

30

40

50

損Wを求めた結果を表1に併記するとともに図4に示す。さらに、樹脂Aを用いた圧粉磁心（発明例）および樹脂Dを用いた圧粉磁心（従来例）について、それぞれのSEM観察像およびEPMA観察像を撮影して、撮影視野における炭素（樹脂）の分布状況を調査した。ここで、図5（a）は発明例のSEM観察写真、図5（b）は発明例のEPMA観察写真、図5（c）は従来例のSEM観察写真、図5（d）は従来例のEPMA観察写真をそれぞれ示す。なお、SEM観察写真において黒い部分が粒界および樹脂であり、EPMA観察写真では、白い部分が樹脂に含まれる炭素である。

【0029】

【表1】

測定項目	樹脂の種類	周波数 (Hz)							
		50	60	100	200	500	1000	1500	2000
渦電流損 We(W/kg)	樹脂A	0.01	0.02	0.04	0.17	1.10	4.43	9.66	17.16
	樹脂B	0.08	0.11	0.30	1.21	7.82	28.31	49.00	82.00
	樹脂C	0.09	0.13	0.35	1.41	7.98	34.50	78.00	134.00
	樹脂D	0.19	0.26	0.74	2.98	18.81	75.40	169.77	291.19
ヒステリシス損 Wh(W/kg)	樹脂A	7.13	8.41	14.10	27.88	72.00	141.80	211.30	275.00
	樹脂B	6.91	8.30	13.84	27.49	71.15	141.27	210.13	274.46
	樹脂C	7.21	8.35	14.20	27.80	72.30	142.10	213.00	278.00
	樹脂D	7.28	8.48	14.66	29.33	74.17	148.63	223.11	287.00
鉄損 W(W/kg)	樹脂A	7.14	8.43	14.14	28.05	73.10	146.23	220.96	292.16
	樹脂B	6.98	8.41	14.14	28.69	78.97	169.58	259.13	356.46
	樹脂C	7.30	8.48	14.55	29.21	80.28	176.60	291.00	412.00
	樹脂D	7.47	8.74	15.41	32.30	92.99	224.03	392.87	578.19

10

20

【0030】

表1および図2～4から明らかなように、メジアン径の小さい樹脂ほど、高周波領域においても渦電流損Weの低減効果が大きく、このため鉄損Wがより低減されていることが判る。また、図5の炭素（樹脂）の分布状況から明らかなように、メジアン径が大きい従来例では、炭素が成形体の気孔中に偏在していることが確認できる（同図（c）、（d）参照）。一方、メジアン径が小さい発明例では、炭素は上記気孔のみでなく、粉末粒界に沿っても分布していることが確認できる（同図（a）、（b）参照）。したがって、発明例では、鉄粉間の絶縁性が十分に確保されることから、高周波領域でも渦電流損Weが低減され、ひいては鉄損Wも低いことが確認された。以上より、メジアン径が50μm以下の樹脂を用いることで、樹脂を鉄粉末粒子間に十分に介在させて絶縁性を向上させることができ、これにより高周波領域においても渦電流損Weを十分に低減し、結果的に鉄損Wも十分に低減できることが実証された。

30

【実施例2】

【0031】

図1に示す4種類の樹脂A～Dをリン酸塩被覆処理を施した絶縁鉄粉および絶縁処理を施していない純鉄粉に添加量を変えて添加・混合して混合粉末をそれぞれ製造した。その後、これらの混合粉末を用い、成形圧力：980MPaで、内径：20mm、外径：30mm、高さ：5mmのリング形状の成形体と、縦：12.7mm、横：31.75mm、厚さ：5mmの板形状の成形体とを得、これらの成形体を200で5時間加熱保持して各圧粉磁心を作製した。

40

【0032】

上記のとおり作製した圧粉磁心のうち、リング形状のものについて、4探針法により固有抵抗値を測定するとともに、磁化力10000A/mの範囲で磁束密度を測定した。また、板形状のものについて、3点曲げ試験を行い曲げ強さを測定した。固有抵抗値の測定結果を表2に、磁束密度の測定結果を表3に、曲げ強さの測定結果を表4にそれぞれ示す。

【0033】

【表 2】

測定項目	樹脂の種類	樹脂の添加量 (体積%)							
		0.00	0.01	0.85	1.75	2.65	3.50	5.00	5.75
固有抵抗 ($\mu\Omega\text{m}$)	樹脂A+絶縁鉄粉	20	78	4,126	5,547	24,667	82,832	142,300	176,588
	樹脂B+絶縁鉄粉	20	31	747	1,593	2,399	5,578	7,610	9,734
	樹脂D+絶縁鉄粉	20	22	30	50	71	88	98	110
	樹脂A+純鉄粉	3	4	135	270	350	413	500	577

【0034】

【表 3】

測定項目	樹脂の種類	樹脂の添加量 (体積%)							
		0.00	0.01	0.85	1.75	2.65	3.50	5.00	5.75
磁束密度 $B_{10000\text{A}/\text{m}}$ (T)	樹脂A+絶縁鉄粉	1.76	1.76	1.69	1.64	1.60	1.56	1.50	1.44

10

【0035】

【表 4】

測定項目	樹脂の種類	樹脂の添加量 (体積%)							
		0.00	0.01	0.85	1.75	2.65	3.50	5.00	5.75
曲げ強さ (MPa)	樹脂A+絶縁鉄粉	53.85	57.30	67.20	94.72	107.31	117.04	117.30	117.53
	樹脂B+絶縁鉄粉	54.56	56.10	61.80	62.53	71.74	83.00	95.60	105.11
	樹脂D+絶縁鉄粉	52.78	54.00	60.50	62.74	66.60	74.16	76.30	79.08

20

【0036】

表 2 より、各圧粉磁心とも、樹脂の添加量が 0.01 体積% で固有抵抗値の増加が認められ、添加量が増加するにつれ、固有抵抗値も増加している。しかしながら、メジアン径の大きい樹脂 D (従来例) を用いたものは、樹脂を 5.75 体積% 添加しても、固有抵抗値が $110\mu\text{m}$ と極端に低く、メジアン径の小さい樹脂を用いると遙かに少ない添加量で同等の効果を得ることができる。また、高価なリン酸被膜絶縁処理を施した鉄粉末を用いず、通常の純鉄粉末を使用した場合であっても、メジアン径の小さい樹脂を少量添加することで、被膜絶縁処理を施した鉄粉末と従来の樹脂 (メジアン径の大きな樹脂) とを混合したものより高い固有抵抗値が得られることが判る。

【0037】

30

また、表 4 より、各圧粉磁心とも、樹脂の添加量が増加するにつれ、曲げ強さが向上しているが、樹脂のメジアン径が小さいものほど上記向上効果が顕著であることが判る。ただし、表 3 より、樹脂の添加量が増加するにつれ磁束密度が低下することが判る。また、樹脂の添加量が 5 体積% を超えると、磁束密度は 1.5 T を下回るようになる。圧粉磁心を電装品、各種モータ用コアとして用いる場合、特性として 1.5 T 以上の磁束密度が要求されるため、5 体積% 以上の樹脂の添加は好ましくない。以上より、樹脂の添加量は、0.01 体積% 以上の添加で固有抵抗値の増加が認められるが、5 体積% を超えると磁束密度が低下するため、0.01 ~ 5 体積% が適切である。

【実施例 3】

【0038】

40

リン酸塩被覆処理を施した絶縁鉄粉 (粒度: 100 ムッシュ) に、メジアン径が 1, 4, 14, 25, 50 μm の熱硬化性ポリイミド樹脂を 0.03 ~ 0.4 質量% (0.18 ~ 2.4 体積%) の割合で添加・混合して混合粉末をそれぞれ製造した。その後、これらの混合粉末を用い、成形圧力: 1470 MPa で、内径: 10 mm、外径: 23 mm、高さ: 5 mm のリング形状の成形体を得、これらの成形体を空气中において 200 で 2 時間加熱保持して各圧粉磁心を作製した。なお、成形に際しては成形金型を 150 に加熱して内面に成形潤滑剤粉末を静電塗布し、加熱した混合粉末を成形金型内に充填した。また、樹脂粉末のメジアン径は、レーザ回折式粒度分布測定装置により測定した。

【0039】

上記のとおり作製したリング形状の各圧粉磁心を用い、磁場: 8000 A/m における

50

磁束密度を測定するとともに、印加磁束密度：0.25 T、周波数：5 kHzにおける鉄損、および4探針法により固有抵抗を測定した。

図6にメジアン径および樹脂量（質量%）と鉄損との関係、図7にメジアン径および樹脂量（質量%）と固有抵抗との関係、図8に圧粉磁心の密度と磁束密度との関係を示す。図中の樹脂量は質量%で示してある。

【0040】

図6および図7から判るように、熱硬化性ポリイミド樹脂粉末のメジアン径が50 μm以下のいずれの圧粉磁心でも、樹脂量が0.03～0.4質量%のいずれも鉄損および固有抵抗がほぼ同等な値を示している。樹脂量が0.03質量%（0.18体積%）以上であれば低い鉄損が得られることが判る。

10

また、図8から判るように、磁束密度は圧粉磁心の密度に依存している。樹脂量が少ないと密度が高くなり、樹脂量が多いものは低い磁束密度になっている。

ソレノイドコア等のように磁気吸引力が高いことが必要なものでは、磁束密度は1.75 T以上が望ましく、図8から、それに対応する樹脂量は0.3質量%（1.8体積%）以上であるが、成形圧力を更に高めれば、樹脂量が0.4質量%（2.4体積%）であっても磁束密度は1.75 T以上を得ることができる。

これらのことから、樹脂粉末が熱硬化性ポリイミド樹脂の場合では、メジアン径が50 μm以下で、樹脂量が0.03～0.4質量%（0.18～2.4体積%）であれば好適であり、より好ましくは0.03～0.3質量%（0.18～1.8体積%）であることが確認された。

20

【実施例4】

【0041】

リン酸塩被覆処理を施した絶縁鉄粉（粒度：100メッシュ）に、レーザ回折式粒度分布測定装置により測定したメジアン径が1, 3, 13, 20, 50 μmの熱可塑性ポリイミド樹脂を0.03～0.4質量%（0.18～2.4体積%）の割合で添加・混合して混合粉末をそれぞれ製造した。その後、これらの混合粉末を用い、成形圧力：1470 MPaで、内径：10 mm、外径：23 mm、高さ：5 mmのリング形状の成形体を得、これらの成形体を窒素ガス中において400℃で1時間加熱保持して各圧粉磁心を作製した。なお、成形に際しては成形金型を150℃に加熱して内面に成形潤滑剤粉末を静電塗布し、加熱した混合粉末を成形金型内に充填した。

30

【0042】

上記のとおり作製したリング形状の各圧粉磁心を用い、実施例3と同じ条件で磁束密度および鉄損を測定した。

図9にメジアン径および樹脂量（質量%）と鉄損との関係、図10に圧粉磁心の密度と磁束密度との関係を示す。図中の樹脂量は質量%で示してある。

【0043】

図9から判るように、メジアン径が小さいほど鉄損が低く、したがって固有抵抗が高くなる。また、樹脂量が0.3質量%および0.4質量%（1.8体積%および2.4体積%）のものは他のものと比較して鉄損が低くなっている。図9から、好ましい鉄損値を350 W/kg以下とした場合、樹脂量が0.1質量%（0.6体積%）以上ではメジアン径が50 μm以下のとき、樹脂量が0.03～0.05質量%（0.18～0.3体積%）ではメジアン径が13 μmより小さいものが好ましいことが判る。

40

また、図10から判るように、磁束密度は圧粉磁心の密度に依存しており、樹脂量が少ないと磁束密度が高くなり、樹脂量が多いものは低い磁束密度になる。メジアン径および樹脂量ともに、いずれの圧粉磁心もメジアン径が50 μm以下の場合で、樹脂量が0.4質量%（2.4体積%）以下であれば、磁束密度が1.75 T以上が得られる。

これらのことから、樹脂粉末が熱可塑性ポリイミド樹脂の場合では、メジアン径が50 μm以下の場合、樹脂量が0.1～0.4質量%（0.6～2.4体積%）が好適であるが、メジアン径が13 μm以下の場合には、樹脂量が0.03～0.4質量%（0.18～2.4体積%）が好適であることが確認された。また、磁束密度が高く鉄損が少ない

50

圧粉磁心を得るために、より好ましくはメジアン径が $1.3\ \mu\text{m}$ 以下のものを用い、樹脂量を 0.1 質量%以下(0.6 体積%以下)にすると良いことが判る。

【実施例5】

【0044】

リン酸塩被覆処理を施した絶縁鉄粉(粒度:100メッシュ)に、レーザ回折式粒度分布測定装置により測定したメジアン径が $0.12, 3, 10\ \mu\text{m}$ のポリテトラフルオロエチレンを $0.03 \sim 0.4$ 質量%($0.11 \sim 1.4$ 体積%)の割合で添加・混合して混合粉末をそれぞれ製造した。その後、これらの混合粉末を用い、成形圧力: $1470\ \text{MPa}$ で、内径: $10\ \text{mm}$ 、外径: $23\ \text{mm}$ 、高さ: $5\ \text{mm}$ のリング形状の成形体を得、これらの成形体を窒素ガス中において 340°C で1時間加熱保持して各圧粉磁心を作製した。なお、成形に際しては成形金型を 150°C に加熱して内面に成形潤滑剤粉末を静電塗布し、加熱した混合粉末を成形金型内に充填した。

10

【0045】

上記のとおり作製したリング形状の各圧粉磁心を用い、実施例3と同じ条件で磁束密度および鉄損を測定した。

図11にメジアン径および樹脂量(質量%)と鉄損との関係、図12に圧粉磁心の密度と磁束密度との関係を示す。図中の樹脂量は質量%で示してある。

【0046】

図11から判るように、ポリテトラフルオロエチレン粉末のメジアン径が $3\ \mu\text{m}$ 以下のときに鉄損を約 $300\ \text{W/kg}$ 以下と低く抑えることができ、メジアン径が $5\ \mu\text{m}$ 以下のときに鉄損が約 $350\ \text{W/kg}$ 以下になる。また、樹脂量が 0.03 質量%および 0.05 質量%(0.11 体積%および 0.18 体積%)の場合では、メジアン径が大きいと、鉄損が他に比較して高くなる。

20

また、図12から判るように、磁束密度は圧粉磁心の密度に依存しており、樹脂量が少ないと磁束密度が高くなり、樹脂量が多いものは低い磁束密度になる。磁束密度はメジアン径が $10\ \mu\text{m}$ 以下の樹脂粉末を用い、樹脂量が 0.4 質量%(1.4 体積%)以下であれば磁束密度 $1.75\ \text{T}$ 以上が得られる。

以上により、樹脂粉末がポリテトラフルオロエチレン樹脂の場合では、メジアン径が $10\ \mu\text{m}$ 以下の場合には添加量が $0.1 \sim 0.4$ 質量%($0.36 \sim 1.4$ 体積%)、メジアン径が $5\ \mu\text{m}$ 以下の場合には添加量が $0.03 \sim 0.4$ 質量%($0.11 \sim 1.4$ 体積%)が好適であることが確認された。また、より好ましくは、メジアン径が $0.1 \sim 3\ \mu\text{m}$ 程度の微粒粉を用い、樹脂量が 0.1 質量%以下(0.36 体積%以下)にすると良いことが判る。

30

【実施例6】

【0047】

成形圧力を $1470\ \text{MPa}$ とした以外は実施例3~5と同じ条件で圧粉磁心を作製し、各圧粉磁心に対して旋盤で切削加工を行った。いずれの圧粉磁心も旋盤によるチャッキングおよび切削加工の際に破損することはなかった。樹脂を含まず鉄粉のみで作製した圧粉磁心では、切削面に光沢を有していたが、長い切粉が発生し、バイトの刃先に材料の鉄が凝着し易くバイト摩耗が早かった。これに対して、ポリイミド樹脂を含む圧粉磁心では、切粉が短くバイト摩耗が減少し、ポリイミド樹脂の含有量が多い程バイト寿命が長かった。ポリテトラフルオロエチレンを含む圧粉磁心では、切粉がより細かなものとなり、バイトの耐久性が向上した。以上により、ポリイミド樹脂やポリテトラフルオロエチレンを含む圧粉磁心は外形の切削加工、溝加工、孔開け加工を行うことが可能である。

40

【図面の簡単な説明】

【0048】

【図1】4種類の樹脂A~Dの粒度分布およびメジアン径を示すグラフである。

【図2】絶縁鉄粉に図1に示した4種類の樹脂A~Dを添加して作製した圧粉磁心についての、渦電流損 W_e と周波数 f との関係を示すグラフである。

【図3】絶縁鉄粉に図1に示した4種類の樹脂A~Dを添加して作製した圧粉磁心につい

50

ての、ヒステリシス損Whと周波数fとの関係を示すグラフである。

【図4】絶縁鉄粉に図1に示した4種類の樹脂A～Dを添加して作製した圧粉磁心についての、鉄損Wと周波数fとの関係を示すグラフである。

【図5】(a)は発明例のSEM観察写真、(b)は発明例のEPMA観察写真、(c)は従来例のSEM観察写真、(d)は従来例のEPMA観察写真である。

【図6】本発明の実施例3におけるメジアン径および樹脂量と鉄損との関係を示すグラフである。

【図7】本発明の実施例3におけるメジアン径および樹脂量と固有抵抗との関係を示すグラフである。

【図8】本発明の実施例3における圧粉磁心の密度と磁束密度の関係を示すグラフである。

【図9】本発明の実施例4におけるメジアン径および樹脂量と鉄損との関係を示すグラフである。

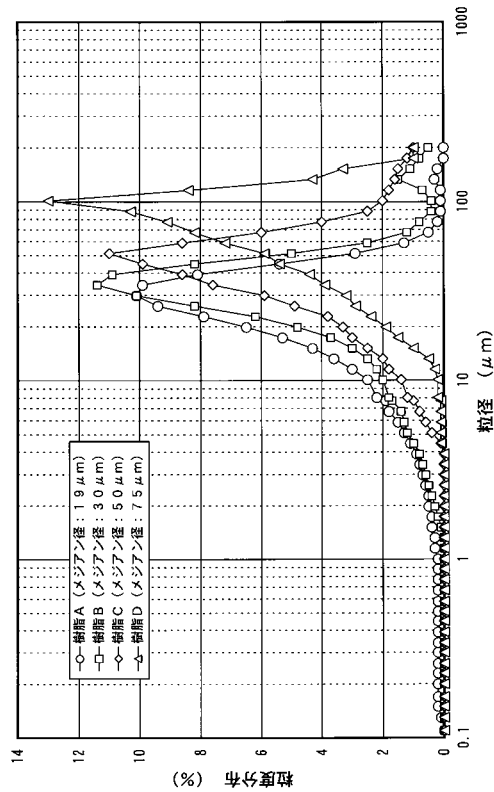
【図10】本発明の実施例4における圧粉磁心の密度と磁束密度の関係を示すグラフである。

【図11】本発明の実施例5におけるメジアン径および樹脂量と鉄損との関係を示すグラフである。

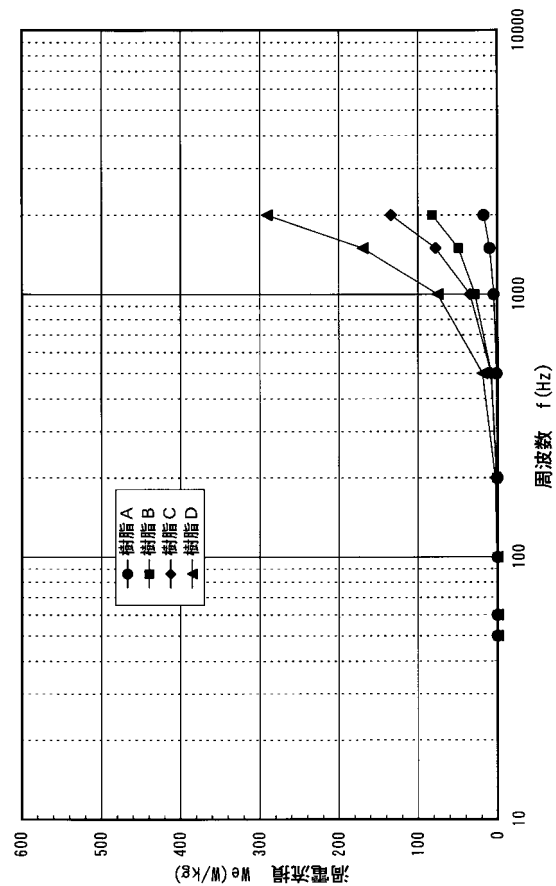
【図12】本発明の実施例5における圧粉磁心の密度と磁束密度の関係を示すグラフである。

10

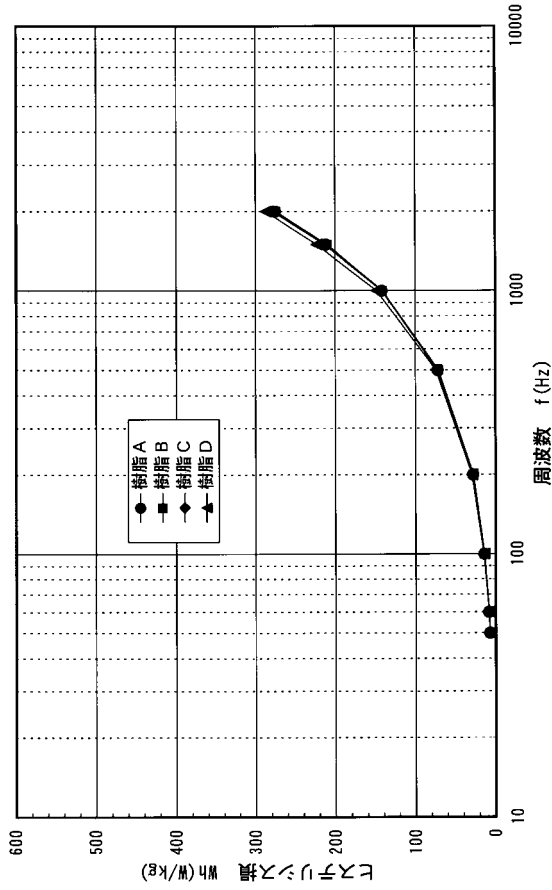
【図1】



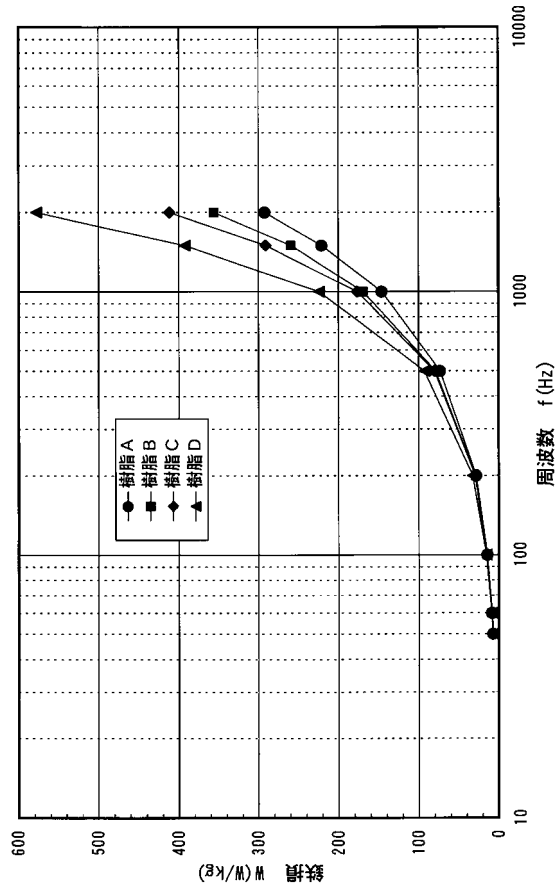
【図2】



【図3】

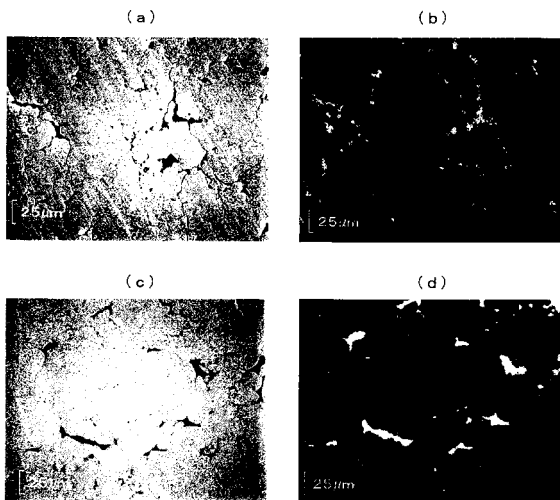


【図4】

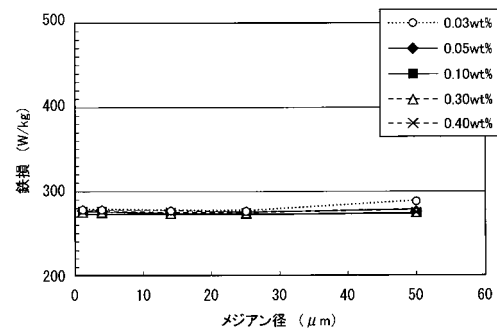


【図5】

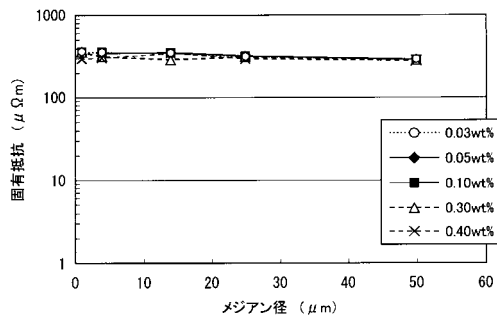
図面代用写真



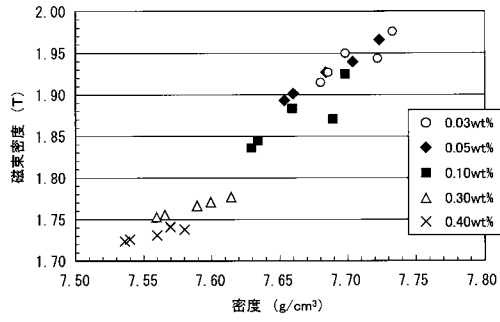
【図6】



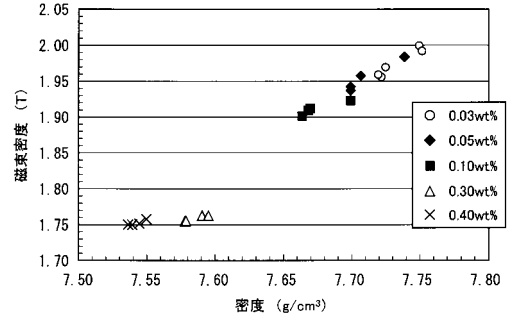
【図7】



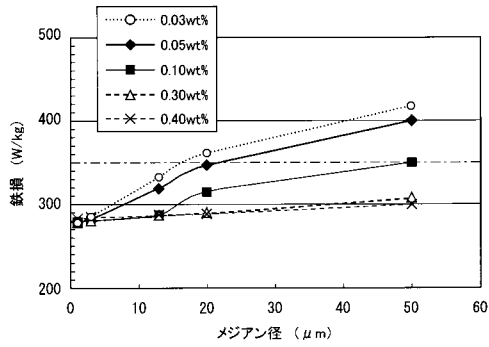
【図 8】



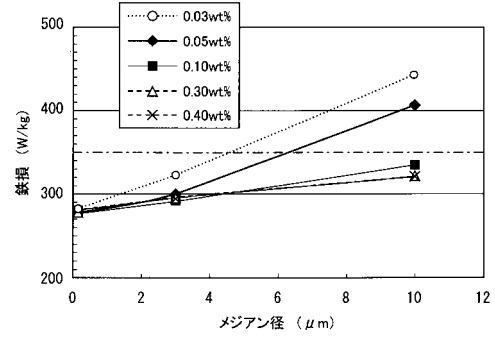
【図 10】



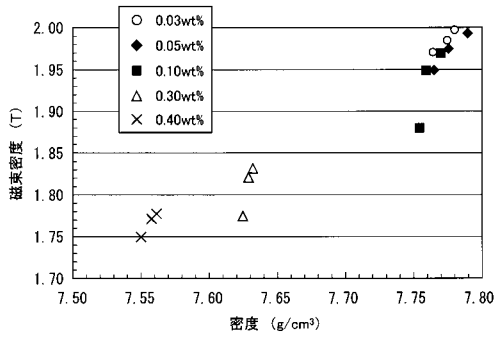
【図 9】



【図 11】



【図 12】



フロントページの続き

- (72)発明者 高田 民夫
千葉県松戸市稔台520番地 日立粉末冶金株式会社内
- (72)発明者 赤尾 剛
愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会社デンソー内
- (72)発明者 牧野 功
愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会社デンソー内

審査官 山田 正文

- (56)参考文献 特開2002-280209(JP,A)
特開2001-155914(JP,A)
特開2000-278951(JP,A)
特開2002-246219(JP,A)
特開2003-183702(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01F 41/02
H01F 1/26
H01F 27/255
B22F 1/02
B22F 3/00