

(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2010-28131

(P2010-28131A)

(43) 公開日 平成22年2月4日(2010.2.4)

(51) Int.Cl.

H01F 1/26 (2006.01)

F I

H01F 1/26

テーマコード (参考)

5E041

審査請求 有 請求項の数 19 O L (全 24 頁)

(21) 出願番号	特願2009-245401 (P2009-245401)	(71) 出願人	595054486
(22) 出願日	平成21年10月26日 (2009.10.26)		ホガナス アクチボラゲット
(62) 分割の表示	特願2006-546896 (P2006-546896)		スウェーデン国 ホガナス (番地なし)
	の分割	(74) 代理人	100066692
原出願日	平成16年12月15日 (2004.12.15)		弁理士 浅村 皓
(31) 優先権主張番号	0303580-5	(74) 代理人	100072040
(32) 優先日	平成15年12月29日 (2003.12.29)		弁理士 浅村 肇
(33) 優先権主張国	スウェーデン (SE)	(74) 代理人	100122655
			弁理士 浅野 裕一郎
		(74) 代理人	100107504
			弁理士 安藤 克則
		(72) 発明者	チェーレン、リサ
			スウェーデン国、ヘルシングボリ、スコー
			ネガータン 11

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉末組成物、軟磁性構成部材及び軟磁性複合体構成部材の製造方法

(57) 【要約】

【課題】本発明の目的は、希望の粉末特性を有する新規な粉末組成物のみならず、軟磁性複合体構成部材を製造するためにその粉末組成物を使用することである。

【解決手段】本発明は、鉄又は鉄基粉末の軟磁性材料の電氣的に絶縁した粒子と、0.1～2重量%の、14～22個のC原子を有する脂肪酸アミドからなる群から選択された潤滑剤とからなる粉末組成物を提供することである。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

鉄又は鉄基粉末の軟磁性材料の粒子で、電気絶縁層が与えられている前記鉄又は鉄基粉末粒子、及び 0.05 ~ 2 重量%の、12 ~ 24 個の C 原子を有する飽和又は不飽和直鎖脂肪酸の第一級アミドからなる群から選択された潤滑剤からなる粉末組成物。

【請求項 2】

脂肪酸が 14 ~ 22 個の C 原子を有する、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

脂肪酸アミドが、ステアリン酸アミド、オレイン酸、ベヘン酸アミド、エルカ酸アミド、パルミチン酸アミドからなる群から選択されている、請求項 1 又は 2 に記載の組成物。

10

【請求項 4】

更に、ポリフェニレンスルフィドを含有する、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 5】

ポリフェニレンスルフィドが、0.05 ~ 2.0 重量%の量で用いられている、請求項 4 に記載の組成物。

【請求項 6】

脂肪酸アミドが、0.05 ~ 1 重量%、好ましくは 0.05 ~ 0.8 重量%、一層好ましくは 0.1 ~ 0.8 重量%、最も好ましくは 0.1 ~ 0.5 重量%の量で存在する、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の組成物。

20

【請求項 7】

電気絶縁層が、無機材料から作られている、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 8】

層が酸素及び燐を含んでいる、請求項 7 に記載の組成物。

【請求項 9】

鉄又は鉄基粉末が、本質的に純粋な鉄からなる、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 10】

軟磁性の鉄又は鉄基粉末粒子の 10 重量%未満、好ましくは 5 重量%未満が、45 μ m より小さい粒径を有する、請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の組成物。

30

【請求項 11】

粒子の少なくとも 20%が、212 μ m より大きい粒径を有する、請求項 10 に記載の組成物。

【請求項 12】

a) 粒子が電気絶縁層によって取り巻かれている軟磁性鉄の又は鉄基粉末と、2 重量%までの、12 ~ 24 個の C 原子を有する飽和又は不飽和直鎖脂肪酸の第一級アミドを含む群から選択された潤滑剤とを混合する工程、

b) 組成物を成形する工程、及び

c) 場合により、得られた部品を熱処理に付す工程、を含む軟磁性構成部材の製造方法。

40

【請求項 13】

成形を上昇させた温度で行う、請求項 12 に記載の方法。

【請求項 14】

潤滑剤の量が、重量で、0.05 ~ 0.8%、好ましくは 0.1 ~ 0.8%、一層好ましくは 0.1 ~ 0.5%である、請求項 12 又は 13 に記載の方法。

【請求項 15】

成形を、800 MPa より高い成形圧力で行う、請求項 12 ~ 14 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 16】

50

軟磁性の鉄又は鉄基粉末の10%未満、好ましくは5%未満が、 $45\mu\text{m}$ より小さい粒径を有する、請求項12～15のいずれか1項に記載の方法。

【請求項17】

熱処理を、250～550で行う、請求項12～16のいずれか1項に記載の方法。

【請求項18】

熱処理を第一工程で350まで行い、次に550までの熱処理を行う、請求項12～16のいずれか1項に記載の方法。

【請求項19】

熱処理を、空气中又は不活性雰囲気中で行う、請求項12～18のいずれか1項に記載の方法。

【請求項20】

絶縁した鉄基粉末と潤滑剤とを含む組成物を成形し、次にその成形した構成部材を熱処理することにより得られ、

密度 7.5 g/cm^3 ,

最大相対的透磁率が $\mu_{\text{max}} = 600$,

保磁力が $H_c = 250\text{ A/m}$,

比抵抗が $\rho = 20\mu\Omega\text{m}$

を有する軟磁性複合体構成部材。

【請求項21】

密度 7.6 g/cm^3 である、請求項19に記載の軟磁性複合体構成部材。

【請求項22】

$\rho = 100\mu\Omega\text{m}$ の比抵抗を有する、請求項20又は21に記載の軟磁性複合体構成部材。

【請求項23】

$\mu_{\text{max}} = 700$ の最大相対的透磁率を有する、請求項20～22のいずれか1項に記載の軟磁性複合体構成部材。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、鉄基粉末 (iron-based powder) 組成物に関する。詳しくは、本発明は、粉末冶金製造経路により軟磁性複合体構成部材を製造するための粉末組成物に関する。それら組成物は、高密度のみならず、価値のある磁氣的及び機械的性質を有する軟磁性複合体構成部材を製造し易くする。

【背景技術】

【0002】

軟磁性材料は、インダクター、電気機械のための固定子及び回転子、アクチュエータ、センサー、及び変圧器のコア中のコア材料のような用途で用いられている。電気機械中の回転子及び固定子のような軟磁性のコアは、慣用的には鋼積層体から作られている。軟磁性複合体、SMC材料は、通常鉄基粒子である軟磁性粒子のそれぞれの粒子に電気絶縁被覆を与えたものに基づいている。場合により、それら絶縁粒子を潤滑剤及び/又は結合剤と一緒に慣用的粉末冶金法を用いて成形することにより、SMC部品が得られる。この粉末冶金法を用いることにより、鋼積層体を用いる場合よりもSMC構成部材 (component) の設計に一層大きな自由度を与える材料を製造することができる。なぜなら、SMC材料は、三次元的磁束を有し、三次元的形態のものをその成形法により得ることができるからである。

【0003】

鉄コアの構成部材の二つの重要な特性は、その透磁率及びコアロス (core loss) 特性である。材料の透磁率は、それが磁化される能力又はそれが磁束を保持する能力の尺度である。透磁率は、磁化力又は磁場強度に対する誘導磁束の比として定義される。磁性材料

10

20

30

40

50

を交流磁場に曝すと、エネルギー損失、コアロスは、ヒステリシス損失及び渦電流損失の両方によって起きる。ヒステリシス損失は、鉄コアの構成部材内に維持された磁力に打ち勝つのに必要なエネルギー消費によってもたらされ、交流磁場の周波数に比例する。渦電流損失は、鉄コアの構成部材中に交流（ＡＣ）条件により起こされる磁束の変化により鉄コアの構成部材中に電流が生ずることによってもたらされ、交流磁場の周波数の二乗に比例する。その場合、渦電流を最小にするためには大きな電気抵抗率が望ましく、大きな周波数では特に重要になる。ＡＣ用途のためのコアの構成部材のヒステリシス損失を減少し、透磁率を増大するためには、一般に成形部品を熱処理することが望ましい。

【０００４】

被覆された鉄基粉末を用いた磁性体コアの構成部材を粉末冶金で製造する研究は、或る物理的及び磁氣的性質を、最終的構成部材の他の性質に致命的な影響を与えることなく、向上させる鉄粉末組成物を開発することに向けられてきた。望ましい構成部材の性質には、例えば、広い周波数範囲にわたる大きな透磁率、低いコアロス、大きな飽和誘導、（大きな密度）及び大きな強度が含まれる。通常構成部材の密度を増大すると、これらの性質の全てが向上する。

【０００５】

希望の粉末特性には、圧縮成形技術に対する適合性が含まれ、それは、とりわけ、粉末を高密度高強度構成部材へ容易に成形することができ、その部品を成形装置から容易に射出することができ、それら構成部材が滑らかな表面仕上げを持つことを意味する。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００６】

本発明は、希望の粉末特性を有する新規な粉末組成物のみならず、軟磁性複合体構成部材を製造するためにその粉末組成物を使用することに関する。新規な組成物は、希望の性質を有する構成部材へ成形（及び熱処理）することができる。

【０００７】

本発明は、軟磁性構成部材それ自体と同様、優れた構成部材特性を有する軟磁性の鉄基構成部材を製造する方法にも関する。

【課題を解決するための手段】

【０００８】

簡単に述べると、本発明による粉末組成物は、電氣的に絶縁した軟磁性材料粒子及び脂肪酸アミド潤滑剤により構成される。場合により熱可塑性結合剤が組成物中に存在する。本発明による方法には、混合、成形、及び場合により、得られた構成部材の熱処理が含まれ、優れた性質を有する軟磁性の鉄基構成部材を与える結果になる。

【０００９】

本発明の詳細な記述

粉末は、実質的に純粋で、不規則な形の粒子を有する水噴霧鉄粉末又はスポンジ状鉄粉末であるのが好ましい。これに関連して用語「実質的に純粋」とは、粉末が含有物を実質的に含まないのがよく、不純物、Ｏ、Ｃ、及びＮの量が、最低限に維持されるべきであることを意味する。平均粒径は、一般に３００μmより小さく、１０μmより大きい。そのような粉末の例は、スウーデンのヘガネス

(Höganäs)

ＡＢから入手することができるＡＢＣ １００．３０、ＡＳＣ １００．２９、ＡＴ４０．２９、ＡＳＣ２００、ＡＳＣ３００、ＮＣ １００．２４、ＳＣ １００．２６、ＭＨ３００、ＭＨ４０．２８、ＭＨ４０．２４である。

【００１０】

本発明の一つの態様によれば、用いられる粉末は、一般的型プレスで通常のものよりも

粗い粒子を有する。實際上、このことは、それら粉末が微細粒子を本質的に含まないことを意味する。用語「本質的に微細粒子を含まない」とは、S S - E N 2 4 4 9 7 に記載されている方法により測定して、 $45\mu\text{m}$ より小さい粒径を持つものが、粉末粒子の約10%より少なく、好ましくは5%より少ないことを意味する。平均粒径は、 $106\sim 425\mu\text{m}$ の間にあるのが典型的である。 $212\mu\text{m}$ より大きな粒子の量は、典型的には約20%より多い。最大粒径は約2mmでもよい。

【0011】

P M工業内で通常用いられている鉄基粒子の粒径は、ガウス分布曲線に従って分布し、平均粒径は $30\sim 100\mu\text{m}$ の領域にあり、粒子の約10～30%は $45\mu\text{m}$ より小さい。従って、本発明により用いられる粉末は、通常用いられている粒径分布から逸脱した粒径分布を持っていてもよい。これらの粗い粉末は、粉末の微細な部分を除去するか、希望の粒径分布を有する粉末を製造することにより得ることができる。しかし、本発明は、粗い粉末に限定されるものではなく、P M工業内で型プレスのために通常用いられている粒径を有する粉末も、本発明に含まれている。

10

【0012】

粉末粒子の電気絶縁体は、無機材料から作ってもよい。特に適当なものは、U S 6 3 4 8 2 6 5 (これは参考のためここに入れてある)に記載されている種類の絶縁であり、それは絶縁性酸素及び燐含有障壁を有する本質的に純粋な鉄からなる基礎粉末の粒子に関する。被覆に関連して、それは、複合体構成部材の性質が、被覆の厚さによって影響を受けることがあることに特に言及しておくべきであろう。絶縁粒子を含む粉末は、スーデン

20

【0013】

本発明に従い用いられる潤滑剤は、脂肪酸アミドからなる群から選択される。特に適切なアミドは、12～24、好ましくは14～22個のC原子、最も好ましくは18～22個のC原子を有する飽和又は不飽和脂肪酸の第一級アミンである。潤滑剤は、組成物の2重量%より少なく、好ましくは1.5重量%より少ない量で用いることができる。潤滑剤の特に好ましい量は、重量で0.05～1%、好ましくは0.05～0.8%、一層好ましくは0.1～0.8%、最も好ましくは0.1～0.5%である。特に好ましい潤滑剤は、ステアリン酸アミド、オレイン酸アミド、ベヘン酸アミド、エルカ酸アミド、パルミチン酸アミドであり、ステアリン酸アミドが最も好ましい。米国特許第6,537,389号明細書には、表面上、菜種油メチルエステルと組合せたステアリン酸アミドが、軟磁性粉末を成形するための結合剤としての熱可塑性樹脂、ポリフタルアミドと関連させた潤滑剤として言及されている。

30

【0014】

固体潤滑剤は、一般に約 $1\sim 2\text{g}/\text{cm}^3$ の密度を有し、それは約 $7.8\text{g}/\text{cm}^3$ である鉄基粉末の密度と比較して非常に低い。その結果、組成物中にこれら密度の低い潤滑剤を含有させることは、成形構成部材の理論密度を低下するであろう。従って、大きな密度の構成部材を製造するためには、潤滑剤の量を低いレベルに維持することが必須である。しかし、潤滑剤の量が少ないと、取り出し(ejection)の問題を起こす傾向がある。上で言及した種類の潤滑剤は、取り出しの問題を起こすことなく、少ない量で用いることができることが今回思いがけなく発見された。

40

【0015】

内部潤滑剤、即ち、鉄基粉末混合物に添加される潤滑剤を、型壁の潤滑剤、DWLで置き換え、大きな成形圧力と組合せると、大きな圧粉密度(green density)に到達することができる。しかし、この既知の方法の一つの欠点は、絶縁された鉄基粉末を大きな成形圧力で成形した時、鉄基粉末の絶縁が簡単に損傷し、高周波でのコアロスが大きくなることである。更に、DWLを使用すると、更に工程の複雑性を増し、サイクル時間を長くし、工業的環境中での生産の健全性を低下することがある。

【0016】

50

本発明によれば、脂肪酸アミドは、絶縁された鉄又は鉄基粉末に対する唯一の添加剤として用いることができるが、或る用途では、熱可塑性樹脂、特にポリフェニレンスルフィド（PPS）を少量添加するのが有利である。これに関連して、用語「少量」とは、組成物の重量に基づき、2より少なく、好ましくは0.8より少なく、一層好ましくは0.6より少なく、最も好ましくは0.5%より少ないものとして解釈すべきである。0.05より少ない量では、PPSの効果は観察されなかった。特にPPSの量が0.1～0.5、好ましくは0.2～0.5、又は0.4重量%の範囲にすることができるであろう。PPSの添加は、良好な周波数安定性が要求される場合には特に重要になる。

【0017】

PPSとステアリン酸との組合せは、特許出願WO 01/22448により知られている。この出願の実施例には、軟磁性材料を、電氣的に絶縁された鉄基粉末とPPS及びステアリン酸とを混合することにより製造できることが記載されている。この混合物を、上昇させた温度で成形し、得られた成形部品を、窒素雰囲気中で260で熱処理し、次に285～300で第二の熱処理を行う。今回、思いがけなく、脂肪酸アミドに対応する脂肪酸の代わりに含有する新規な粉末組成物を用いることにより、幾つかの利点を得ることができることが判明した。即ち、この新規な粉末は、予想外に改良された潤滑性を有し、成形部品を型から取り出すのに必要な取り出しエネルギー（ejection energy）を低くする結果になり、一層大きな密度及び一層良好な抗折力（transverse rupture strength）を得ることができることが判明している。更に、成形工程は周囲温度で行うことができる。また、WO公報によれば必要となる第一熱処理工程を省略することができるので、熱処理を促進することができる。

10

20

【0018】

絶縁された粒子を有し、熱可塑性樹脂と組合された電磁鉄基粉末が、米国特許出願2002/0084440に記載されている。本発明による粒子とは対照的に、これらの従来知られている粒子は稀土類元素も含んでいる。更に熱可塑性樹脂が、比較的多量に、即ち、少なくとも5重量%で用いられている。更に、鉄基粉末の粒径が極めて小さい（例として3µmが言及されている）。極めて多種類の化合物から選択された潤滑剤も含有させることができる。これらの粉末組成物は、好ましくは、高度に耐候性の結合永久磁石を製造するための射出成形、押出し、射出圧縮成形、及び射出プレスのために有用であると教示されている。

30

【0019】

本発明により複合体構成部材を製造するためには、粉末組成物を先ず型中で一軸プレスし、それは通常潤滑される必要はないが、その粉末組成物は潤滑された型の中で用いてもよい。成形された構成部材を、次に型から取り出し、場合により熱処理にかける。

【0020】

成形は周囲温度又は上昇させた温度で、1500MPaまでの圧力で行うことができる。

【0021】

本発明の好ましい態様に従い、成形はこのようにして穏やかに加熱された工具で行い、圧粉密度及び取り出しの挙動（ejection behaviour）のみならず、相対的最大透磁率も改良されるであろう。上昇させた温度及び一層低い成形圧力で成形した構成部材の性質と、周囲温度及び一層高い成形圧力で同じ圧粉密度まで成形した構成部材の性質とを比較すると、上昇させた温度で成形した構成部材の方が一層大きな透磁率を有するであろう。一層大きな構成部材の場合、本発明による改良を達成するためには、粉末の温度を同様に上昇させることが必要になるであろう。

40

【0022】

熱処理を、一つか又は幾つかの工程で行うことができる。推奨される一工程の熱処理は、酸素含有雰囲気（空気）中で250～550の温度で30分～4時間の時間行われる。

【0023】

50

別法として、250～350 で30分～3時間の間、空気又は不活性ガス中で熱処理を行い、次に350～550 の温度で15分～2時間、酸素含有雰囲気（空気）中で熱処理を行う。

【0024】

組成物中にPPSが含有されている場合、幾らか異なった熱処理が推奨される。例えば、この場合、酸素含有雰囲気（空気）中、250～350 で30分～4時間熱処理を行うことができる。別法として、空気又は不活性ガス中で250～350 の温度で30分～3時間熱処理を行い、次に酸素含有雰囲気（空気）中で300～500 で15分～2時間熱処理を行う。

【0025】

希望の性質を有する最終的構成部材を得るために、種々の雰囲気、時間、及び温度を用いて熱処理を行うことができることは、この新規な粉末組成物を特に魅力的なものにしている。

【0026】

上に記載したように粗い粒子及び潤滑剤を含む絶縁された鉄基粉末含有組成物を、高圧、例えば、800MPaより高い圧力で成形し、次にその成形された構成部材を熱処理することにより、密度 7.5 g/cm^3 、相対的最大透磁率、 $\mu_{\text{max}} 600$ 、保磁力、 $H_c 250 \text{ A/m}$ 、及び比抵抗、 $\rho 20 \mu\Omega\text{m}$ を有する軟磁性複合体構成部材が得られる。そのような構成部材は、例えば、電気機械の固定子及び回転子構成部材で要求される厳しい用途で重要になるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0027】

【図1】図1は、コアロス/サイクルを、周波数の関数としてプロットしたグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0028】

本発明を、更に次の実施例により例示する。

例1

次の材料を用いた。

水噴霧鉄基粉末で、粒子が薄い無機被覆を有するもの（スウェーデンのヘガネスABから入手することができるサムアロイ500）を出発材料として用いた。 PPS粉末、ステアリン酸粉末、潤滑剤A、ステアリン酸アミド粉末、潤滑剤B。

【0029】

3kgの基礎粉末サムアロイ500を、表1に従い、PPS及びステアリン酸アミド又はステアリン酸と混合した。

【0030】

10

20

30

【表 1】

表 1. 粉末混合物：潤滑剤及び P P S（重量％）

試料番号	P P S	潤滑剤
A 1	0.60%	0.2% A
A 2	0.50%	0.3% A
A 3	0.50%	0.3% B
A 4	0.30%	0.3% B
A 5	0.30%	0.4% B
A 6	0.30%	0.5% B
A 7	0.1%	0.3% B
A 8	0.2%	0.3% B
A 9	-	0.4% B

10

20

【 0 0 3 1 】

粉末混合物を、4 5 m m の内径、5 5 m m の外径、及び 5 m m の高さを有する環状試料に、周囲温度（室温）で 8 0 0 M P a で成形した。高さ 1 0 m m の環状試料も成形し、これらの試料について押出（取り出し）力（ejection force）を測定した。取り出しエネルギー（ejection energy）を表 2 に示す。それらの結果は、脂肪酸アミドを用いることにより、得られる取り出しエネルギーがかなり低くなることを示している。

【 0 0 3 2 】

30

【表 2】

表 2. 高さ = 10 mm の環状試料について

測定した取り出しエネルギー (ejection energy)

試料番号	P P S	潤滑剤	取り出しエネルギー (J / c m ²)
A 1	0.60%	0.2% A	52
A 2	0.50%	0.3% A	46
A 3	0.50%	0.3% B	38
A 4	0.30%	0.3% B	37
A 5	0.30%	0.4% B	33
A 6	0.30%	0.5% B	30
A 7	0.10%	0.3% B	41
A 8	0.20%	0.3% B	39
A 9	—	0.4% B	35

10

20

【0033】

成形後、部品を空气中で 290 で 120 分間熱処理した。得られた熱処理済み環は、25 回転巻かれていた。標準 IEC 60404 - 6、第 2 版、2003 - 06 に従って LCR メーター (HP 4284A) で、相対的 AC 誘導透磁率を測定した。

【0034】

30

初期透磁率の低下 (周波数安定性) を表 3 及び 4 に示す。初期透磁率の低下は、10 及び 100 kHz での初期透磁率の差を、10 kHz での初期透磁率で割ったものとして表される。表 3 は、脂肪酸アミドの量を 0.3% から 0.5% へ増大することにより、一層良い周波数安定性を得ることができることを示している。表 4 は、脂肪酸アミドを対応する脂肪酸の代わりに用いることにより、一層良好な周波数安定性が得られることを示している。更に、表 4 は、PPS がないと、得られる周波数安定性が大きく低下することを明らかにしている。しかし、A9 について 1 kHz での初期透磁率は、A3 の場合の 75 に対して 95 であることが判明した。或る用途では、低い周波数で大きな初期透磁率が有利である。

【0035】

40

【表 3】

表 3. 初期透磁率の低下

	D μ 10-100kHz (%)
A 4	7.4
A 5	5.2
A 6	4.2

10

【0036】

【表 4】

表 4. 初期透磁率の低下

	D μ 10-100kHz (%)
A 2	6.4
A 3	3.9
A 9	20.9

20

【0037】

電気比抵抗 (specific electrical resistivity) を、4 点測定法により測定し、表 5 に示す。この表から、脂肪酸アミドを、対応する酸の代わりに用いることにより、かなり一層大きな電気抵抗率を得ることができることを結論することができる。

【0038】

【表 5】

30

表 5. 環状試料についての抵抗率

試料番号	PPS	潤滑剤	電気比抵抗、抵抗率 $\mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$
A 2	0.50%	0.3% A	316
A 3	0.50%	0.3% B	400

40

【0039】

空气中で 290 で 120 分間熱処理した後の抗折力、TRS に関して試料を試験した。TRS は、ISO 3995 に従って試験した。TRS は、200 の温度で部品について試験した。TRS を表 6 に示す。0.5% の PPS 及び 0.3% のステアリン酸アミドを含む (A 3) 試料は、0.5% の PPS 及び 0.3% のステアリン酸を含む試料 (A 2) 及び 0.2% PPS + 0.6% ステアリン酸を含む試料 (A 1) の両方と比較して、室温 (RT) 及び 200 の両方でかなり一層大きな TRS を示している。全有機含有量の低い混合物については密度が一層高くなり、そのことは一層大きな誘導及び透磁率 (μ_{max}) を与える結果になるであろう。

50

【 0 0 4 0 】

【 表 6 】

表 6. 室温及び 200℃での密度及び TRS

試料 番号	P P S	潤滑剤	熱処理後密度 g / c m ³	室温 TRS MP a	200℃ TRS MP a
A 1	0.60%	0.2% A	7.18	68	51
A 2	0.50%	0.3% A	7.18	46	30
A 3	0.50%	0.3% B	7.19	81	67
A 4	0.30%	0.3% B	7.27	88	73
A 5	0.30%	0.4% B	7.22	87	73
A 6	0.30%	0.5% B	7.17	51	68
A 7	0.10%	0.3% B	7.35	85	74
A 8	0.20%	0.3% B	7.31	84	71
A 9	-	0.4% B	7.33	87	78

10

20

【 0 0 4 1 】

例 2

次の材料を用いた。

水噴霧鉄基粉末で、粒子が薄い燐含有の無機の被覆を有するもの（スウェーデンのヘガネス AB から入手することができるサムアロイ 500）を出発材料として用いた。

P P S 粉末、

ステアリン酸粉末、潤滑剤 A、

ステアリン酸アミド粉末、潤滑剤 B、

ベヘン酸アミド粉末、潤滑剤 C、

オレイン酸アミド粉末、潤滑剤 D、

ケノループ（Kenolube）（商標名）。

30

【 0 0 4 2 】

基礎粉末サムアロイ 500 を、表 7 に従い、P P S 及び潤滑剤と混合した。

【 0 0 4 3 】

【表 7】

表 7. 粉末混合物：潤滑剤及び P P S (重量%)

試料番号	P P S	潤滑剤
B 1	0.50%	0.3% A
B 2	0.50%	0.3% B
B 3	0.50%	0.3% C
B 4	0.50%	0.3% D
B 5	0.30%	0.3% B
B 6	-	0.4% B
B 7	-	0.3% B
B 8	0.1%	0.3% B
B 9	0.2%	0.3% B
B10	-	0.4% ケノループ

10

20

【 0 0 4 4 】

粉末混合物を I S O 3 9 9 5 に従い、周囲温度で 8 0 0 M P a の成形圧力で試験棒へ成形した。成形後、それら部品を二工程の熱処理で熱処理した。第一工程は、不活性窒素雰囲気中で 2 9 0 で 1 0 5 分間行なった。この工程に続き、空気中で 3 5 0 で 6 0 分間次の熱処理工程を行なった。試料を、I S O 3 9 9 5 に従い、抗折力、T R S に関し

30

【 0 0 4 5 】

抗折力の試験結果を表 8 に示す。表 8 から分かるように、脂肪酸アミドを含む混合物を用いて調製した試料は、十分な T R S 値を与える。熱処理後に一層大きな密度に到達し、それは誘導及び透磁率に関して有利である。P P S 含有量を 0 . 3 % 以下へ低下すると、T R S が 8 0 M P a より高い値へ増大する。P P S を含まず、ステアリン酸アミド潤滑剤を含む試料でも、1 0 0 M P a より高い T R S 値を有する。従来用いられていた潤滑剤であるケノループを使用しても、必要な抗折力を与える結果にはならない。

【 0 0 4 6 】

【表 8】

表 8. 密度及び室温 T R S

試料番号	P P S	潤滑剤	熱処理後密度 $g / c m^3$	室温 T R S M P a
B 1	0.50%	0.3% A	7.18	73
B 2	0.50%	0.3% B	7.22	68
B 3	0.50%	0.3% C	7.23	73
B 4	0.50%	0.3% D	7.24	74
B 5	0.30%	0.3% B	7.32	83
B 6	-	0.4% B	7.37	108
B 7	-	0.3% B	7.41	113
B 8	0.1 %	0.3% B	7.35	88
B 9	0.2 %	0.3% B	7.32	79
B10	-	0.4% ケノループ	7.42	32

10

20

【 0 0 4 7 】

例 3

この例は、一般に用いられているステアリン酸亜鉛及びエチレンビスステアルアミド潤滑剤と比較して、本発明による脂肪酸アミド潤滑剤を、粗い粉末及び大きな成形圧力と組合せて少量用いると、成形構成部材の取り出す間で、低い押出力及び取り出した構成部材の完全な表面仕上げが得られる。

30

【 0 0 4 8 】

U S 6 , 3 4 8 , 2 6 5 に従って、無機絶縁体により粒子が取り巻かれている粗い軟磁性鉄基粉末を 2 k g、表 9 に従って潤滑剤 0 . 2 重量%と混合した。粗い鉄基粉末の粒径分布を、表 1 0 に示す。混合物 E 及び F は、既知の潤滑剤を含む比較例である。

【 0 0 4 9 】

【表 9】

表 9.

混合物	潤滑剤
A	ベヘンアミド
B	エルカアミド
C	ステアルアミド
D	オレイルアミド
E	ステアリン酸亜鉛
F	エチレンビスステアルアミド

10

【 0 0 5 0 】

【表 1 0】

表 1 0.

粒径 (μm)	重量%
>425	0.1
425-212	64.2
212-150	34.0
150-106	1.1
106-75	0.3
75-45	0.2
<45	0

20

30

【 0 0 5 1 】

得られた混合物を型へ移し、25 mmの直径を有する円柱状試験試料(50 g)へ、一軸プレス運動で1100 MPaの成形圧力で成形した。用いた型材料は、慣用的工具鋼であった。成形試料の取り出す間、押出力を記録した。試料を取り出すために必要な全取り出しエネルギー/包摂面積(enveloping area)を計算した。次の表11は、取り出しエネルギー、圧粉密度、及び表面仕上げを示している。

40

【 0 0 5 2 】

【表 1 1】

表 1 1.

混合物	取り出しエネルギー (J / c m ²)	圧粉密度 (g / c m ³)	表面仕上げ
A	90	7.64	完全
B	83	7.65	完全
C	93	7.63	完全
D	70	7.67	許容可能
E	117	7.66	許容不可能
F	113	7.64	完全

10

【0 0 5 3】

例 4

20

次の例は、軟磁性の鉄基粉末の粒径分布が、取り出しの挙動及び圧粉密度に与える影響を例示している。例 3 による「粗い」粉末を用いた。「微細」粉末の粒径分布を表 1 2 に与える。混合物は、例 3 の手順に従い、0.2 重量%のステアルアミドを用いて調製した。「微細」粉末に基づく混合物は、試料 H の記号を付け、試料 C と比較した。

【0 0 5 4】

【表 1 2】

表 1 2.

粒径 (μm)	重量%
>425	0
425-212	0
212-150	11.2
150-106	25.0
106-75	22.8
75-45	26.7
<45	14.3

30

40

【0 0 5 5】

混合物を、例 3 で用いた手順に従い円柱試料へ成形した。次の表 1 3 は、圧粉密度及び表面の外観を示している。

【0 0 5 6】

【表 1 3】

表 1 3.

混合物	圧粉密度(g / cm^3)	表面仕上げ
C	7.63	完全
H	7.53	許容可能

【0057】

10

表 1 3 から分かるように、微細粉末を含む組成物は、一層低い圧粉密度及び悪化した表面仕上げを与える結果になる。

【0058】

例 5

この例は、既知の潤滑剤、エチレンビスステアルアミド(EBS)、及び潤滑剤ステアルアミドの一例を比較する。例 3 による「粗い」粉末を用い、表 1 4 に従い、それぞれ EBS 及びステアルアミドと混合した。試料は、例 3 の手順に従い調製した。

【0059】

【表 1 4】

20

表 1 4.

混合物	EBS(重量%)	ステアルアミド(重量%)
1	0.20	--
2	0.30	--
3	0.40	--
4	0.50	--
5	--	0.10
6	--	0.20
7	--	0.30

30

【0060】

粉末混合物を、内径 45 mm、外径 55 mm、高さ 10 mm の環に 1100 MPa で成形した。成形試料を取り出す間、型からそれら試料を取り出すのに必要な全取り出しエネルギー/包摂面積を計算した。次の表 1 5 は、計算した取り出しエネルギー/面積、圧粉密度、及び表面外観を示している。

40

【0061】

【表 15】

表 15. 取り出しエネルギー、圧粉密度、表面外観

混合物	取り出しエネルギー [J / cm ²]	密度 [g / cm ³]	表面外観
1	54	7.65	許容不可能
2	40	7.61	許容可能
3	33	7.56	完全
4	28	7.51	完全
5	73	7.67	許容可能
6	38	7.64	完全
7	37	7.59	完全

10

20

【0062】

表 15 から分かるように、新規な潤滑剤は 0.2 % 位の僅かな量で添加してもよく、依然として完全な表面仕上げが得られるのに対し、参考潤滑剤、EBS の場合、完全な表面仕上げを得るための最低限の添加率は 0.4 % である。

【0063】

例 6

この例は、同様な取り出しエネルギー値を達成するために、それぞれ潤滑成分ステアルアミド及び EBS を最低限の量で用いて製造した構成部材の磁気特性を比較する。例 5 による混合物 2 及び混合物 6 から形成した構成部材を、熱処理後の磁気特性に関して比較した。

30

【0064】

高さが 5 mm であった点を除き、例 5 に従う環状試料を成形した。圧粉体試料を空気中で 300 °C で 60 分間熱処理し、次に空気中で 530 °C で 30 分間の第二の熱処理工程を行なった。得られた熱処理済みの環をセンスターン (sense turn) 100 及びドライブターン (drive turn) 100 として巻き、ブロックハウス (Brockhaus) ヒステリシスグラフで試験した。次の表 16 は、10 kA / m での誘導レベル、最大相対的透磁率、保磁力 H_c 及び 400 Hz でのコアロス、1 T を示している。

【0065】

【表 16】

表 16. 軟磁気特性

	試料 2	試料 6
最大透磁率	480	750
10000 A/m での B [T]	1.58	1.66
Hc [A/m]	218	213
コアロス 400 Hz、1 T [W/kg]	78.4	42.1

10

【0066】

表 16 から分かるように、軟磁気特性は、本発明による構成部材の方が優れている。

【0067】

例 7

次の例は、成形した試料の取り出し特性及び圧粉密度に対する型温度の影響を示している。この例では、本発明によるアミド潤滑剤として第一級アミド、ステアルアミドを選択した。例 3 の手順に従い、電氣的に絶縁した粗い軟磁性鉄基粉末 2 kg に、0.2% のステアルアミドを添加した。

20

【0068】

粉末混合物を、内径 45 mm、外径 55 mm、高さ 10 mm の環に 1100 MPa の成形圧力で成形した。成形した試料を取り出す間、押出力を記録した。型からそれら試料を取り出すのに必要な全取り出しエネルギー／包摂面積を計算した。次の表 17 は、型の種々の温度で成形した試料の取り出しエネルギー、圧粉密度、及び表面外観を示している。

【0069】

【表 17】

表 17. 種々の型温度での取り出しエネルギー、
圧粉密度、表面外観

30

型温度 (°C)	取り出しエネルギー (J / cm ²)	圧粉密度 (g / cm ³)	表面外観
25	38.4	7.64	完全
50	31.5	7.66	完全
60	30.6	7.67	完全
70	29.3	7.67	完全
80	27.5	7.69	完全

40

【0070】

表 17 から分かるように、取り出しエネルギー及び圧粉密度は、型温度を上昇させると明らかに影響を受ける。

【0071】

例 8

50

この例は、本発明により製造した構成部材の部材としての性質を、DWLを補助剤として成形した構成部材の性質と比較する。本発明の例と比較例との両方で、例3による「粗い」粉末を用いた。本発明の例では潤滑剤として0.2重量%のステアラルミドを用い、得られた粉末組成物を80に制御した型温度で、 7.6 g/cm^3 の圧粉密度を有する環状試料へ成形した。比較例では内部潤滑剤を用いず、その代わりDWLを適用した。環状試料を、周囲温度で 7.6 g/cm^3 の密度へ成形した。

【0072】

環状試料の外径は55mm、内径は45mm、高さは5mmであった。

【0073】

成形後の熱処理を、表18に従って行なった。電気比抵抗を、四点法により測定した。ヒステリシスグラフで磁気測定を行う前に、環状試料をドライブターン100及びセンスターン100として巻いた。DC特性が、10kA/mでループから得られた。1Tで種々の周波数でコアロスを増加させた。図1には、周波数の関数としてコアロス/サイクルをプロットしてある。

10

【0074】

【表18】

表18：磁気特性

試料	熱処理	B 10kA/m	H _c [A/m]	ρ [$\mu\Omega\text{m}$]	コアロス、1T、400Hz [W/kg]
本発明	530℃、30分、空気	1.65	192	103	41
DWL法	無し	1.66	305	60	60
DWL法	530℃、30分、空気	1.66	189	3	109

20

【0075】

表18及び図1から、本発明は、DWL法と比較して一層低いH_c及び一層大きな抵抗率により、交流電場で与えるコアロスが著しく低いことを結論することができる。

30

【0076】

例9

この例では、本発明により優れた磁気特性を有する鉄粉のコアを得ることができることを示す。上昇させた型温度が最大相対的透磁率に与える明白な影響も示す。

【0077】

例3による「粗い」粉末を、種々の含有量及び種類の潤滑剤を用いて混合した。環状試料(OD=55、ID=45、h=5mm)及び棒(30×12×6mm)の両方を、表19に示す処理条件を用いて製造した。

40

【0078】

環状試料の質量及び大きさを測定することにより密度を決定した。電気比抵抗を四点法により環状試料について測定した。ブロックハウス・ヒステリシスグラフで磁気測定を行う前に、環状試料をドライブターン100及びセンスターン100として巻いた。 μ_{max} 及びH_cのようなDC特性が10kA/mでループから得られたのに対し、コアロスは1T及び400Hzで測定した。熱処理した部品の抗折力(TRS)を、三点曲げ法により試験棒について決定した。

【0079】

【表 19】

表 19：環状試料についての処理条件

試料	潤滑剤の種類	潤滑剤の量 (重量%)	成形圧力 (MPa)	型温度 (°C)	熱処理
1	ステアルアミド	0.2	1100	25	300°C、45分、空気＋ 520°C*、空気
2	ステアルアミド	0.2	1100	80	300°C、45分、空気＋ 520°C*、空気
3	ステアルアミド	0.2	800	80	530°C、30分、空気
4	ステアルアミド	0.2	1100	25	530°C、30分、空気
5	ステアルアミド	0.2	1100	80	530°C、30分、空気
6	ステアルアミド	0.1	1100	85	530°C、30分、空気
7	ステアルアミド	0.3	800	25	300°C、1時間、空気＋ 530°C、30分、空気
8	ステアルアミド	0.3	800	80	300°C、1時間、空気＋ 530°C、30分、空気
9	ステアルアミド	0.3	1100	25	300°C、1時間、空気＋ 530°C、30分、空気
10	ステアルアミド	0.3	1100	80	300°C、1時間、空気＋ 530°C*、30分、空気
11	エルカアミド	0.2	1100	25	330°C、2時間、空気＋ 530°C、30分、空気
12	エルカアミド	0.2	1100	25	340°C、2時間、N ₂ ＋ 530°C、30分、空気

* 構成部材の温度上昇、約 4°C/分、520°Cまで。

【表 2 0】

表 2 0 : 部品特性の測定

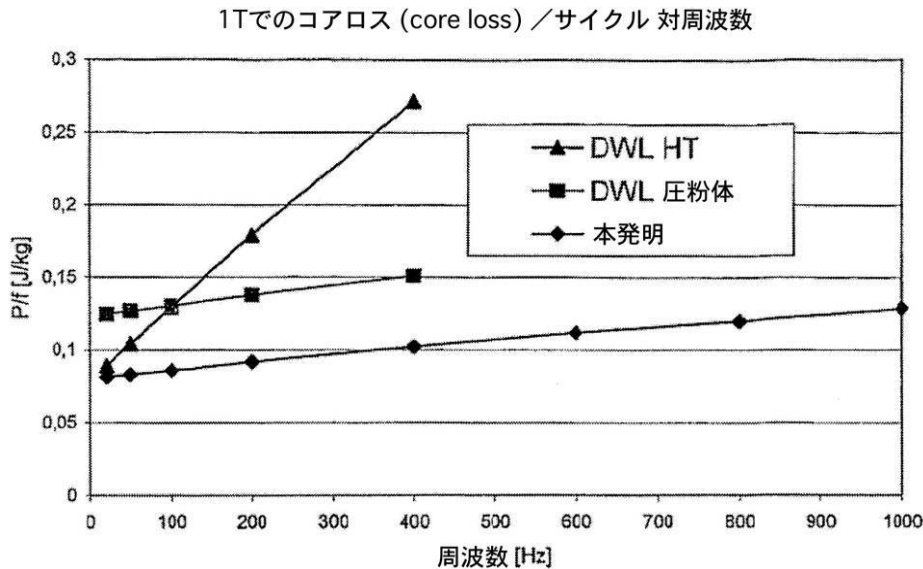
試料	密度 (g/cm ³)	(μ max)	Hc (A/m)	抵抗率 μ Ohm*m	1T、400Hzでのコアロス (W/kg)	T R S (MPa)
1	7.62	754	209	473	42	93
2	7.63	852	204	230	40	97
3	7.60	718	208	103	43	n. a
4	7.62	602	198	591	39	59
5	7.65	861	178	98	37	68
6	7.71	918	177	66	38	78
7	7.49	669	228	574	46	70
8	7.53	880	202	33	48	81
9	7.56	672	224	515	44	67
10	7.62	860	203	64	43	76
11	7.62	633	192	414	38	54
12	7.68	738	205	614	39	67

10

20

30

【図 1】



【手続補正書】

【提出日】平成21年10月26日(2009.10.26)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

鉄又は鉄基粉末の軟磁性材料の粒子で、電気絶縁層が与えられている前記鉄又は鉄基粉末粒子、及び 0.05 ~ 2 重量%の、12 ~ 24 個の C 原子を有する飽和又は不飽和直鎖脂肪酸の第一級アミドからなる群から選択された潤滑剤のみからなる粉末組成物。

【請求項 2】

脂肪酸が 14 ~ 22 個の C 原子を有する、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

脂肪酸アミドが、ステアリン酸アミド、オレイン酸、ベヘン酸アミド、エルカ酸アミド、パルミチン酸アミドからなる群から選択されている、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 4】

脂肪酸アミドが、0.05 ~ 1 の量で存在する、請求項 3 に記載の組成物。

【請求項 5】

電気絶縁層が、無機材料から作られている、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 6】

鉄又は鉄基粉末が、本質的に純粋な鉄からなる、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 7】

軟磁性の鉄又は鉄基粉末粒子の 10 重量%未満が、45 μm より小さい粒径を有する、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 8】

軟磁性の鉄又は鉄基粉末粒子の 5 重量%未満が、45 μm より小さい粒径を有する、請求項 7 に記載の組成物。

【請求項 9】

粒子の少なくとも 20 % が、212 μm より大きい粒径を有する、請求項 8 に記載の組

成物。

【請求項 10】

a) 鉄又は鉄基粉末の軟磁性材料の粒子で、電気絶縁層が与えられている前記鉄又は鉄基粉末粒子、及び 0.05 ~ 2 重量%の、12 ~ 24 個の C 原子を有する飽和又は不飽和直鎖脂肪酸の第一級アミドからなる群から選択された潤滑剤のみからなる粉末組成物を得るために、粒子が電気絶縁層によって取り巻かれている軟磁性の鉄又は鉄基粉末と、0.05 ~ 2 重量%の、12 ~ 24 個の C 原子を有する飽和又は不飽和直鎖脂肪酸の第一級アミドを含む群から選択された潤滑剤とを混合する工程、

b) 該組成物を成形する工程、及び

c) 工程 b) によって得られた部品を熱処理に付す工程、を含む軟磁性構成部材の製造方法。

【請求項 11】

成形を上昇させた温度で行う、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

成形を、800 MPa より高い成形圧力で行う、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 13】

熱処理を、250 ~ 550 で行う、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 14】

熱処理を第一工程で 350 まで行い、次に 550 までの熱処理を行う、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 15】

熱処理を、空气中又は不活性雰囲気中で行う、請求項 10 に記載の方法。

【請求項 16】

請求項 1 に記載の組成物を成形し、次に前記成形した構成部材を熱処理することにより得られ、

密度 7.5 g/cm^3 ,

最大相対的透磁率が $\mu_{\text{max}} 600$,

保磁力が $H_c 250 \text{ A/m}$,

比抵抗が $\rho 20 \mu\Omega\text{m}$

を有する軟磁性複合体構成部材。

【請求項 17】

密度 7.6 g/cm^3 である、請求項 16 に記載の軟磁性複合体構成部材。

【請求項 18】

$\rho 100 \mu\Omega\text{m}$ の比抵抗を有する、請求項 16 に記載の軟磁性複合体構成部材。

【請求項 19】

$\mu_{\text{max}} 700$ の最大相対的透磁率を有する、請求項 16 に記載の軟磁性複合体構成部材。

フロントページの続き

(72)発明者 アーリン、オーサ
スウェーデン国、ホガナス、ブレニンゲガータン 1 エイ
(72)発明者 ハルトマン、ラルス
スウェーデン国、ヴィーケン、マレルトスベージェン 4 3
(72)発明者 アンダーソン、オラ
スウェーデン国、ナイハムンスレーゲ、ペル クロンベルグス ベーク 1 6
F ターム(参考) 5E041 AA01 AA11 BB01 BB04 BC01 CA02 CA04 HB17 NN12 NN14
NN18