(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2016 年 12 月 8 日(08.12.2016)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2016/194525 A1

(51) 国際特許分類:
H01F 1/24 (2006.01) *B22F 3/02* (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01) *H01F 27/255* (2006.01)
B22F 3/00 (2006.01) *B22F 1/02* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2016/063171

(22) 国際出願日: 2016 年 4 月 27 日(27.04.2016)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2015-113915 2015 年 6 月 4 日(04.06.2015) JP

(71) 出願人: 株式会社神戸製鋼所(**KABUSHIKI KAISHA KOBE SEIKO SHO (KOBE STEEL, LTD.)**) [JP/JP]; 〒6518585 兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通二丁目２番４号 Hyogo (JP).

(72) 発明者: 三谷　宏幸(**MITANI, Hiroyuki**). 北条　啓文 (**HOJO, Hirofumi**). 谷口　祐司 (**TANIGUCHI, Yuji**). 佐藤　里美(**SATO, Satomi**).

(74) 代理人: 小谷　悦司，外(**KOTANI, Etsuji** et al.); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島２丁目２番２号大阪中之島ビル２階 Osaka (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

WO 2016/194525 A1

(54) **Title**: POWDER MIXTURE FOR POWDER MAGNETIC CORE, AND POWDER MAGNETIC CORE

(54) 発明の名称 : 圧粉磁心用混合粉末および圧粉磁心

(57) **Abstract**: The present invention pertains to: a powder mixture for a powder magnetic core obtained by mixing a lubricant, a solid lubricant, and a soft magnetic powder coated with an insulating coating, wherein the lubricant content is 0.1-0.8% by mass and the solid lubricant content is 0.01-0.2% by mass; and a powder magnetic core in which the powder mixture is used.

(57) 要約: 本発明は、絶縁皮膜で被覆された軟磁性粉末と、滑剤および固体潤滑剤が混合されてなる圧粉磁心用混合粉末であって、前記滑剤の含有量が、０．１質量%以上０．８質量%以下であり、前記固体潤滑剤の含有量が、０．０１質量%以上０．２質量%以下である圧粉磁心用混合粉末、並びにそれを用いた圧粉磁心に関する。

明　細　書

発明の名称 ： 圧粉磁心用混合粉末および圧粉磁心

技術分野

[0001] 本発明は、表面に絶縁皮膜が形成された軟磁性粉末および潤滑剤が混合されてなる圧粉磁心用混合粉末と、その圧粉磁心用混合粉末を用いて圧縮成形されてなる圧粉磁心に関するものである。

背景技術

[0002] ノイズフィルタ、リアクトルなど交流磁場で用いられる電磁機器の鉄心には、電磁鋼板、圧粉磁心およびソフトフェライトなどが使用されている。いずれも交流磁場で鉄心に発生する渦電流を抑制する必要があるが、電磁鋼板は板面に、圧粉磁心は粉末表面に、それぞれ絶縁皮膜が形成されることで渦電流を抑制している。また、ソフトフェライトは酸化物であるため材料そのものの電気抵抗が高く、絶縁皮膜を形成する必要がない。

[0003] これらの中でも、軟磁性粉末を圧縮成形してなる圧粉磁心を、電磁機器の鉄心として用いることが、近年、特に多くなってきている。圧粉磁心は、表面に絶縁皮膜が形成された軟磁性粉末を圧縮成形してなるものであるが、その磁気特性は成形体密度に依存するところが大きく、高磁気特性を得るためには、粒子間の電気的絶縁を確保しつつ高密度に成形することが必要である。

[0004] ここで磁気特性とは、磁束密度、透磁率、鉄損等を指すが、粒子間の電気的絶縁が確保されている場合は粒子間に発生する粒子間渦電流損は抑制される。その結果、渦電流損は粒子内部に発生する粒子内渦電流損のみとなり、渦電流損は最低限に抑制される。従って、絶縁皮膜で被覆された軟磁性粉末を圧縮成形した圧粉磁心の特性は、磁束密度と透磁率に代表される直流磁気特性が重要な特性となる。

[0005] 飽和磁束密度は鉄の量に比例するため成形体の密度に依存する。また、透磁率は初磁化曲線の傾きであって磁束の通りやすさを表す指標であるため、

磁気抵抗となる空隙が少ない方が透磁率は高くなり、飽和磁束密度と同様に透磁率も成形体密度が高い方が高くなる。

[0006] また、透磁率が高いということは、ある励磁磁場での磁束密度が高いということであり、飽和磁束密度だけでなく磁束密度も、成形体密度を高くすることで向上する。よって、直流磁気特性を向上するためには成形体密度を高くすることが最重要である。

[0007] 上記の通り、圧粉磁心は、絶縁皮膜が形成された軟磁性粉末を圧縮成形したもので、軟磁性粉末を金型内に充填し加圧圧縮することで得られる。成形の際には金型との焼き付きを防止するため、潤滑剤が用いられている。

[0008] 圧粉磁心を作製する際の潤滑剤の用い方としては大きく分けて２種類ある。一つめは、軟磁性粉末に潤滑剤を直接混合するか、或いは軟磁性粉末を潤滑剤で被覆する内部潤滑成形（混合潤滑成形）であり、もう一つは、金型内面に潤滑剤を塗布する型潤滑成形である。また、型潤滑成形には複雑形状の成形が困難であるという課題があるため、複雑形状の成形体を作製する場合は、軟磁性粉末に潤滑剤を混合する内部潤滑を併用する方法もある。

[0009] 型潤滑成形は、潤滑剤を成形体内部に含まないため高成形体密度が得られるという利点があるが、金型の内壁面に潤滑剤を塗布するために成形体の形状に制約があり、複雑な形状の成形には適した方法ではない。一方、内部潤滑成形には高成形体密度を得ることができないという課題が残る。このような実情もあり、複雑な形状の成形に適した内部潤滑成形を採用しても、成形体密度が高くなる技術の開発が待ち望まれていた。

[0010] 圧粉成形体を製造する際に、潤滑剤を用いる事例としては、特許文献１や特許文献２に記載された技術が知られているが、これらの先行技術で用いられる潤滑剤は、有機系潤滑剤のみである。

[0011] 一方、バルブガイドなど高温で使用する摺動部品を製造する際に、有機系潤滑剤と固体潤滑剤を併用する事例が、特許文献３～５などで開示されている。しかしながら、これらの技術は固体潤滑剤を焼結後も残すことがポイントとなっており、圧縮性を向上して成形体密度を向上させようというもので

はない。

[0012] 本発明は、上記従来の問題を解決せんとしてなされたもので、圧粉磁心の製造において内部潤滑成形を採用しても、成形体密度を高くすることができ、磁気特性に優れた圧粉磁心を製造することができる圧粉磁心用混合粉末、およびその圧粉磁心用混合粉末を用いて作製される圧粉磁心を提供することを課題とするものである。

先行技術文献

特許文献

[0013] 特許文献1：特開２０１２－１１１９８７号公報

特許文献2：特開２０１２－６７３３４号公報

特許文献3：特開２００３－１８３７０１号公報

特許文献4：特開２００８－２０２１２３号公報

特許文献5：特開２０１０－２１６０１６号公報

発明の概要

[0014] 本発明の一局面である圧粉磁心用混合粉末は、絶縁皮膜で被覆された軟磁性粉末と、滑剤および固体潤滑剤が混合されてなる圧粉磁心用混合粉末であって、前記滑剤の含有量が、０．１質量％以上０．８質量％以下であり、前記固体潤滑剤の含有量が、０．０１質量％以上０．２質量％以下であることを特徴とする圧粉磁心用混合粉末である。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]図１は、圧粉磁心の成形体密度と圧縮成形時の成形圧力の関係を例示するグラフ図である。

[図2]図２は、圧粉磁心の成形体密度と透磁率および磁束密度の関係を例示するグラフ図である。

[図3]図３は、粒子径が様々な固体潤滑剤を混合した圧粉磁心の成形体密度と圧縮成形時の成形圧力の関係を例示するグラフ図である。

発明を実施するための形態

[0016] 上述の通り、圧粉磁心の特性は磁束密度と透磁率に代表される直流磁気特性が重要な特性となる。圧粉磁心の直流磁気特性を向上するためには、単位体積当たりの磁性体の量を増やし、磁気抵抗となる空隙や非磁性の物質を減らすことが必要で、圧粉磁心を高密度に成形することが肝要である。

[0017] 潤滑剤は成形には必要な物質であるが、磁性体ではないため、高磁気特性を得るためには潤滑剤の量を極力減らすことが有用であり、潤滑剤の低減は成形体の高密度化、すなわち、高磁気特性につながる。尚、潤滑剤を低減せず、成形圧力を高くして空隙を減らすということも考えることができるが、金型にかかる負担が大きくなる等のプロセス上の問題が発生するため、採用することはできない。

[0018] このように、潤滑剤は成形時の金型との焼き付きを防止するために必要な材料であるため、低減できる量は限られており、成形性と潤滑剤量の低減を両立することが必要である。

[0019] 本発明者らは、このような背景に鑑み、鋭意、研究、実験等の検討を行い、潤滑剤の体積に着目した。潤滑剤の体積を低減するためには、高密度の潤滑剤を用いることが有効であり、潤滑剤として使用される潤剤の一部を密度が高い固体潤滑剤に置換することで、成形性と潤滑剤量の低減を両立できることを見出し、本発明を完成させることに成功した。

[0020] また、軟磁性粉末の表面を被覆する絶縁皮膜についても検討を行った結果、無機系絶縁皮膜、特にリン酸系皮膜には潤滑性があることを見出した。そして、リン酸系皮膜で被覆された軟磁性粉末を圧粉磁心の材料に採用することで、潤滑剤量の低減をより効果的に実現できることも併せて見出した。

[0021] 本発明の圧粉磁心用混合粉末は、絶縁皮膜で被覆された軟磁性粉末と、潤滑剤として滑剤および固体潤滑剤が混合されて構成される。以下、軟磁性粉末、絶縁皮膜、滑剤、固体潤滑剤の順に、本発明の実施形態について詳細に説明する。ただし、本発明はこれらの実施形態に限定されるわけではない。

[0022] （軟磁性粉末）

軟磁性粉末としては鉄基軟磁性粉末を例示することができる。この鉄基軟

磁性粉末は、強磁性体の金属粉末であり、具体的には、純鉄粉、鉄基合金粉末（Ｆｅ－ＡｌＩ合金、Ｆｅ－Ｓｉ合金、センダスト、パーマロイなど）、アモルファス粉末などである。

[0023] 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に還元し、その後、粉砕すること等によって得ることができる。本実施形態においては、原理的に通常の粉末冶金に用いられる粒度であれば、粒度分布に依存せずその作用効果を発揮することが可能である。

[0024] 但し、本実施形態では、所定の鉄損に抑えながら、同時に成形体に成形する際の圧縮性を向上させることを意図している。そのため、用いる鉄基軟磁性粉末は、粒度の大きな成分（例えば、粒度が２５０μｍ以上６００μｍ以下）を通常より多少多く含んだ鉄基軟磁性粉末であることが好ましい。例えば、表１に示すような粒度分布の鉄基軟磁性粉末を例示することができる。

[0025] 尚、表１に示す鉄基軟磁性粉末の粒度分布は、日本粉末冶金工業会で規定される「金属粉のふるい分析試験方法」（ＪＰＭＡ　ＰＯ２－１９９２）に準拠して、篩い分けを実施することで得ることができる。具体的には、まず、目開き６００μｍの篩を用いて篩い分けしする。その後、更に、表１に示す粒度に対応する目開き２５０μｍから４５μｍの篩を順次用いて、篩い分けを実施することによって所望の粒度分布を得ることができる。

[0026] [表1]

粒度	度数(%)
250μm以上	21.8
180～250μm	19.7
150～180μm	14.1
106～150μm	20.8
75～106μm	14.1
63～75μm	2.8
45～63μm	5.0
45μm以下	1.7

[0027] （絶縁皮膜）

軟磁性粉末の表面には渦電流抑制のために絶縁皮膜が形成される。この絶縁皮膜は、無機系絶縁皮膜であることが好ましい。代表的な無機系絶縁皮膜としては、リン酸系皮膜（リン酸系化成皮膜）、クロム系化成皮膜等を例示することができる。特に、リン酸系皮膜は、軟磁性粉末に対する濡れ性が良く、軟磁性粉末の表面を均一に被覆することが可能であり、また潤滑性があることから、本実施形態において、絶縁皮膜として用いることにより適している。

[0028] 尚、絶縁皮膜はシリコーンなどの有機材料による有機系絶縁皮膜であっても良く、また、シリコーンなどの有機材料による有機系絶縁皮膜と、リン酸系皮膜などの無機系絶縁皮膜の、二重皮膜であっても良い。

[0029] リン酸系皮膜は、例えば、水：１０００質量部、Ｈ３ＰＯ４：１９３質量部、ＭｇＯ：３１質量部、H_3BO_3：３０質量部を混合して、更に水で２０倍に希釈してリン酸系皮膜用処理液とし、軟磁性粉末１００質量部に対して、この処理液を５質量部混合し、大気中２００℃で乾燥させることで、軟磁性粉末の表面に形成することができる。尚、このリン酸系皮膜の厚みは１０～１００ｎｍとなる。

[0030] （滑剤）

圧粉成形の際に混合する潤滑剤のうち滑剤としては、例えば、炭素数１２以上（－CH_2－）の直鎖構造を有する有機化合物でなる有機系潤滑剤を挙げることができる。ステアリン酸亜鉛などステアリン酸金属塩のほか、炭化水素系、脂肪酸系、高級アルコール系、脂肪族アミド系、金属石鹸系、エステル系などの有機系潤滑剤などを例示することができ、具体的には、以下の有機系潤滑剤を挙げることができる。

[0031] 炭化水素系の潤滑剤としては、流動パラフィン、パラフィンワックス、合成ポリエチレンワックスなどを挙げることができ、脂肪酸系、高級アルコール系の潤滑剤としては、比較的安価且つ低毒の、ステアリン酸やステアリルアルコールなどを挙げることができる。

[0032] また、脂肪族アミド系の潤滑剤としては、ステアリン酸アミド、オレイン酸アミド、エルカ酸アミドの脂肪酸アミドと、メチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスステアリン酸アミドのアルキレン脂肪酸アミドなどを挙げることができる。

[0033] また、金属石鹸系の潤滑剤としては、金属石鹸のうち、主にステアリン酸金属塩が用いられ、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などを挙げることができる。

[0034] また、エステル系の潤滑剤としては、アルコールの脂肪酸エステルの、ステアリン酸モノグリセリドなどを挙げることができる。

[0035] 本実施形態では、滑剤として、前記したような有機系潤滑剤から１種以上を選択して用いることができる。

[0036] 本実施形態の圧粉磁心用混合粉末中に占める、これら滑剤の含有量は、０．１質量％以上０．８質量％以下とする。含有量が０．１質量％未満であると、圧粉成形時に金型との焼き付きが発生してしまう。一方、０．８質量％を超えると、成形体密度が低くなり、磁気特性に優れた圧粉磁心を得ることができなくなる。

[0037] （固体潤滑剤）

圧粉成形の際に滑剤と共に混合する固体潤滑剤としては、例えば、密度が４．０ｇ／ｃｍ^{3}以上の無機化合物でなる無機系潤滑剤を挙げることができる。具体例としては、二硫化モリブデン（MoS_2）、酸化亜鉛（ＺｎＯ）などである。本実施形態では、固体潤滑剤として、前記したような無機系潤滑剤から１種以上を選択して用いることができる。

[0038] 潤滑剤のうち滑剤の密度は２．０ｇ／ｃｍ^{3}以下であるが、固体潤滑剤の密度が滑剤の２倍以上の密度でなければ、滑剤量の低減を有効に図ることができない。このような理由から、固体潤滑剤の密度は４．０ｇ／ｃｍ^{3}以上とする。

[0039] また、固体潤滑剤の粒子径は、２０ｎｍ以上２０μｍ以下であることが好ましい。固体潤滑剤の粒子径が２０ｎｍ未満であると、固体潤滑剤が軟磁性

粉末の表面の凹凸や軟磁性粉末間の隙間に入り込み、潤滑機能を発揮できなくなる。一方、固体潤滑剤の粒子径が２０μｍを超えると、固体潤滑剤の粒子の数が少なくなり、軟磁性粉末間の摩擦低減や、軟磁性粉末の金型との摩擦低減に寄与できなくなる。

[0040] 本実施形態の圧粉磁心用混合粉末中に占める、これら固体潤滑剤の含有量は、０．０１質量％以上０．２質量％以下とする。含有量が０．０１質量％未満であると、滑剤の固体潤滑剤への置換が不十分となり、直流磁気特性の向上を図れない。一方、０．２質量％を超えると、抜き出し性を維持するために添加する潤滑剤総量が多くなるため成形体密度が低下し、飽和磁束密度が低下する。

[0041] （圧粉磁心）

また、本実施形態の圧粉磁心は、絶縁皮膜で被覆された軟磁性粉末と、滑剤および固体潤滑剤が混合されてなる圧粉磁心用混合粉末を用いて、金型内で圧縮成形した後、加熱焼鈍することで作製することができる。

[0042] 本明細書は、上述したように様々な態様の技術を開示しているが、そのうち主な技術を以下に纏める。

[0043] 本発明の一局面である圧粉磁心用混合粉末は、絶縁皮膜で被覆された軟磁性粉末と、滑剤および固体潤滑剤が混合されてなる圧粉磁心用混合粉末であって、前記滑剤の含有量が、０．１質量％以上０．８質量％以下であり、前記固体潤滑剤の含有量が、０．０１質量％以上０．２質量％以下であることを特徴とする圧粉磁心用混合粉末である。

[0044] このような構成により、圧粉磁心の製造において内部潤滑成形を採用しても、成形体密度を高くすることができ、磁気特性に優れた圧粉磁心を得ることができる。

[0045] また、前記絶縁皮膜は、リン酸系皮膜であることが好ましい。それにより、軟磁性粉末に対する濡れ性が良好とり、軟磁性粉末の表面を均一に被覆することが可能である。また潤滑性があることから、良好な絶縁被膜を得ることができる。

[0046] また、前記滑剤は、炭素数１２以上の直鎖構造を有する有機化合物でなる有機系潤滑剤であり、前記固体潤滑剤は、密度が４．０ｇ／ｃｍ^{3}以上の無機化合物でなる無機系潤滑剤であることが好ましい。それにより、滑材量の低減を有効に図ることができ、上述した効果をより確実に得ることができると考えられる。

[0047] また、前記固体潤滑剤は、粒子径が２０ｎｍ以上２０μｍ以下の粉末状であることが好ましい。それにより、潤滑機能を有効に発揮でき、軟磁性粉末間の摩擦や軟磁性粉末の金型との摩擦を有効に低減することができる。

[0048] また、本発明の他の局面に関する圧粉磁心は、前記圧粉磁心用混合粉末を圧縮成形した後、加熱焼鈍することで作製されていることを特徴とする圧粉磁心である。

実施例

[0049] 以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、本発明の趣旨に適合し得る範囲で適宜変更を加えて実施することも可能であり、それらは何れも本発明の技術的範囲に含まれる。

[0050] 軟磁性粉末として純鉄粉（神戸製鋼所製：マグメル（登録商標）ＭＬ３５Ｎ）を用い、その表面に絶縁皮膜となるリン酸系皮膜を形成した。このリン酸系皮膜の形成には、リン酸系皮膜用処理液として、水：１０００質量部、H_3PO_4：１９３質量部、ＭｇＯ：３１質量部、H_3BO_3：３０質量部を混合して原液とし、電気抵抗を変化させるために水で２０倍まで適宜希釈して濃度を変えた処理液を用いた。純鉄粉１００質量部に対して前記処理液を５質量部混合して、大気中２００℃で乾燥させることにより、純鉄粉の表面にリン酸系皮膜を形成した。

[0051] この後、上記で得られた表面にリン酸系皮膜を形成した純鉄粉と、滑剤（ステアリン酸アミド（炭素数１８）またはラウリン酸アミド（炭素数１２））、そして発明例のみ固体潤滑剤（粒子径が０．５μｍのＺｎＯ（密度５．６ｇ／ｃｍ^3）またはMoS_2（密度５．０６ｇ／ｃｍ^3））を、表２に示すよ

うに、含有量をそれぞれ変えて混合し、内部潤滑成形による圧粉成形を行うことで圧粉磁心を作製した。

[0052] 作製した様々な圧粉磁心の、成形体密度、抜き出し圧力、透磁率、磁束密度を測定により求めた。

[0053] 成形体密度は、成形まま（熱処理前）の直方体試験片の質量と寸法を測定し、体積と質量から算出した。直方体試験片のサイズは、１２．７ｍｍ×３１．７５ｍｍ×厚さ約５ｍｍ、充填する粉末質量（単重量）は１５ｇである。

[0054] 直方体試験片の厚さを「約」としたのは、成形圧力により厚さが変わってくるためであるが、表２に示す成形体密度は、成形圧力を９００ＭＰａとした時の成形体密度である。尚、以後説明する円柱状成形体の高さ、リング状試験片の厚さも「約」とするが同じ理由である。

[0055] 抜き出し圧力は、直径２５ｍｍ×高さ約２５ｍｍ、単重量：８３ｇの円柱状成形体を、成形圧力：５８８ＭＰａで３個作製し、抜き出しを行った際の圧力を測定した時の平均値である。この抜き出し圧力は３０ＭＰａ以下でなければならない。

[0056] 透磁率および磁束密度は、外径４５ｍｍ×内径３３ｍｍ×厚さ約５ｍｍ、単重量３１ｇのリング状試験片を作製し、大気で３５０℃×２０分保持後、空冷を行った後、メトロン技研製磁気測定器を用いて測定した。ここで示す透磁率とは最大透磁率のことであり、１次巻き線数２００、２次巻き線数５０、最大励磁磁場１００００Ａ／ｍで測定した。また、磁束密度とは励磁磁場１００００Ａ／ｍの時の磁束密度のことである。

[0057] これら測定により求めた成形体密度、抜き圧、透磁率、磁束密度を、表２および図１～３に示す。尚、表２に示す成形体密度は、成形圧力を９００ＭＰａとした時の成形体密度である。また、表２に示す試験データと図１～３に示す試験データは、試験のバッチが異なるため、多少のばらつきがある。

[0058]

[表2]

	滑剤質量%	固体潤滑剤質量%	潤滑剤総質量質量%	成形体密度 g/cm³	抜き出し圧力 MPa	透磁率	磁束密度 T	具体種	
								滑剤	固体潤滑剤
比較例1	0.24	—	0.24	7.60	31	425	1.61	ステアリン酸アミド	—
比較例2	0.26	—	0.26	7.59	31	414	1.60	ステアリン酸アミド	—
比較例3	0.28	—	0.28	7.57	29	406	1.60	ステアリン酸アミド	—
比較例4	0.3	—	0.3	7.54	26	351	1.52	ステアリン酸アミド	—
発明例1	0.2	0.1	0.3	7.57	27	437	1.58	ステアリン酸アミド	ZnO
発明例2	0.2	0.1	0.3	7.56	29	400	1.56	ステアリン酸アミド	MoS2
発明例3	0.18	0.1	0.28	7.57	28	494	1.60	ステアリン酸アミド	ZnO
発明例4	0.18	0.2	0.38	7.54	24	474	1.59	ステアリン酸アミド	ZnO
比較例5	0.28	—	0.28	7.49	24	440	1.56	ラウリン酸アミド	—
発明例5	0.27	0.01	0.28	7.50	24	449	1.57	ラウリン酸アミド	ZnO
発明例6	0.255	0.025	0.28	7.51	24	445	1.56	ラウリン酸アミド	ZnO
発明例7	0.23	0.05	0.28	7.52	25	443	1.56	ラウリン酸アミド	ZnO
発明例8	0.205	0.075	0.28	7.54	26	445	1.57	ラウリン酸アミド	ZnO
発明例9	0.18	0.1	0.28	7.54	27	442	1.57	ラウリン酸アミド	ZnO

[0059] （成形体密度と、透磁率および磁束密度の関係）

表２および図１によると、どちらも潤滑剤の総質量が０．３質量％である、比較例４と発明例１を比較すると、潤滑剤の一部を、滑剤から密度が高い固体潤滑剤に置き換えた発明例１の方が、成形体密度が高くなっている。

[0060] また、表２および図２において、比較例４と発明例１を比較すると、潤滑剤の一部を、滑剤から密度が高い固体潤滑剤に置き換えた発明例１の方が、透磁率および磁束密度が高くなっている。この試験結果から、成形体密度を高くすると、透磁率および磁束密度が向上することが分かる。

[0061] （固体潤滑剤の粒子径の影響）

図３には、発明例１における固体潤滑剤（酸化亜鉛）の粒子径が成形体密度に及ぼす影響を示す。図３によると、潤滑剤の全てを滑剤とした比較例４と比べると、発明例１において酸化亜鉛の粒子径がどのような大きさであっても成形体密度が高くなっていることが分かる。

[0062] 特に、酸化亜鉛の粒子径が２０ｎｍ（０．０２μｍ）、０．５μｍ、１１μｍのものは、全ての成形圧力で、比較例４より成形体密度が高くなっており、それらの中でも、酸化亜鉛の粒子径が０．５μｍ程度のものが最も好ましいと言うことができる。

[0063] 尚、酸化亜鉛の粒子径は、レーザー回析を用いた測定器（例えばマイクロトラック）で測定することができる。上記粒子径は生産度数で５０％の粒子径Ｄ５０を示す。

[0064] （リン酸系皮膜による抜き出し圧力低減効果）

軟磁性粉末と、潤滑剤としてステアリン酸アミドを０．３質量％混合し、６００ＭＰａの成形圧力で圧縮成形して直径２５ｍｍ×高さ約２５ｍｍの円柱状成形体を作製し、成形体の抜き出し時の圧力と成形体密度を測定した。試験に用いた軟磁性粉末は、表面に皮膜を形成していないＮｏ．１と、水処理を行い表面に酸化皮膜を形成したＮｏ．２、表面にリン酸系皮膜を形成したＮｏ．３の３種類である。試験結果を表３に示す。

[0065]

[表3]

No.	皮膜	成形体密度 g/cm^3	抜き出し圧力　MPa
1	なし	7.26	30
2	酸化皮膜	7.20	50以上（抜き出せず測定中止）
3	リン酸系皮膜	7.22	21

[0066] 表３によると、軟磁性粉末の表面に皮膜を形成していないＮｏ．１の抜き出し圧力は３０ＭＰａであったのに対し、軟磁性粉末の表面に水処理により酸化皮膜を形成したＮｏ．２は、抜き出し圧力を５０ＭＰａとしても成形体を抜き出すことができなかった。一方、表面にリン酸系皮膜を形成したＮｏ．３の抜き出し圧力は２１ＭＰａであり、リン酸系皮膜を軟磁性粉末の表面に形成することで、抜き出し圧力の低減に効果があることが分かる。

[0067] 一般に、焼結部品などの成形を行う際には、軟磁性粉末に、通常０．５質量％以上、好ましくは０．７５質量％以上の潤滑剤を混合するが、リン酸系皮膜等の無機系絶縁皮膜には潤滑性があるため、潤滑剤を０．３質量％以下に低減しても抜き出し圧力は低く、成形体密度の向上が可能であることが確認できた。

[0068] 固体潤滑剤は、滑剤として用いられる有機系潤滑剤よりも融点が高く、圧縮成形時に溶融しないため潤滑性に劣ると考えられるが、リン酸系皮膜等の無機系絶縁皮膜には潤滑性があるため、表２の発明例４のように、潤滑性に劣る固体潤滑剤を０．２質量％添加しても抜き出し圧力の増加につながっていない。

[0069] （固体潤滑剤の含有量の影響）

表２によると、いずれも潤滑剤の総質量が０．２８質量％である、比較例５と発明例５～９を比較すると、０．０１質量％を滑剤から固体潤滑剤に置き換えても、成形体密度、透磁率および磁束密度が向上していることが分かった。また、０．１質量％を固体潤滑剤に置き換えた場合も、抜き出し圧力は許容範囲の３０ＭＰａ以下で、成形体密度、透磁率および磁束密度が向上していることが分かる。

[0070] 成形体密度、透磁率および磁束密度の向上には、固体潤滑剤を０．２質量％添加しても効果がある。酸化亜鉛の密度は５．６ｇ／ｃｍ^{3}で、ステアリン酸アミド、ラウリン酸アミドなどの滑剤の密度である約１．２ｇ／ｃｍ^{3}の４～５倍であるため、滑剤０．１質量％に対して少なくとも０．４質量％までは添加しても効果はあると考えられるが、既に説明したように潤滑剤の総質量は少ない方が良いため、０．２質量％以下の添加が望ましい。

[0071] この出願は、２０１５年６月４日に出願された日本国特許出願特願２０１５－１１３９１５を基礎とするものであり、その内容は、本願に含まれるものである。

[0072] 本発明を表現するために、前述において図面等を参照しながら実施形態を通して本発明を適切かつ十分に説明したが、当業者であれば前述の実施形態を変更及び／又は改良することは容易になし得ることであると認識すべきである。したがって、当業者が実施する変更形態又は改良形態が、請求の範囲に記載された請求項の権利範囲を離脱するレベルのものでない限り、当該変更形態又は当該改良形態は、当該請求項の権利範囲に包括されると解釈される。

産業上の利用可能性

[0073] 本発明は、圧粉磁心用混合粉末および圧粉磁心の技術分野において、広範な産業上の利用可能性を有する。

請求の範囲

[請求項1] 絶縁皮膜で被覆された軟磁性粉末と、滑剤および固体潤滑剤が混合されてなる圧粉磁心用混合粉末であって、

前記滑剤の含有量が、０．１質量％以上０．８質量％以下であり、

前記固体潤滑剤の含有量が、０．０１質量％以上０．２質量％以下であることを特徴とする圧粉磁心用混合粉末。

[請求項2] 前記絶縁皮膜は、リン酸系皮膜である請求項１記載の圧粉磁心用混合粉末。

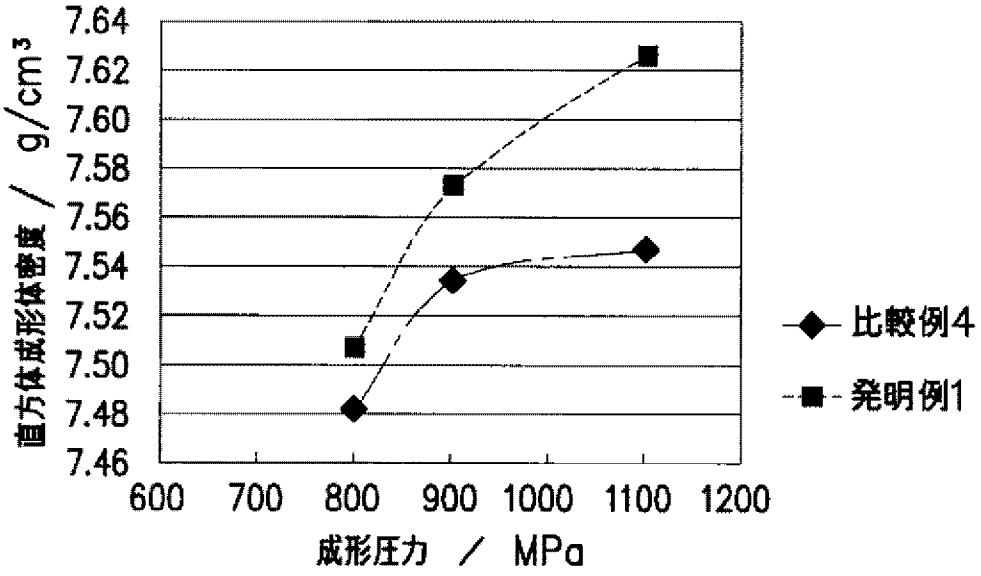
[請求項3] 前記滑剤は、炭素数１２以上の直鎖構造を有する有機化合物でなる有機系潤滑剤であり、

前記固体潤滑剤は、密度が４．０ｇ／ｃｍ^{3}以上の無機化合物でなる無機系潤滑剤である請求項１記載の圧粉磁心用混合粉末。

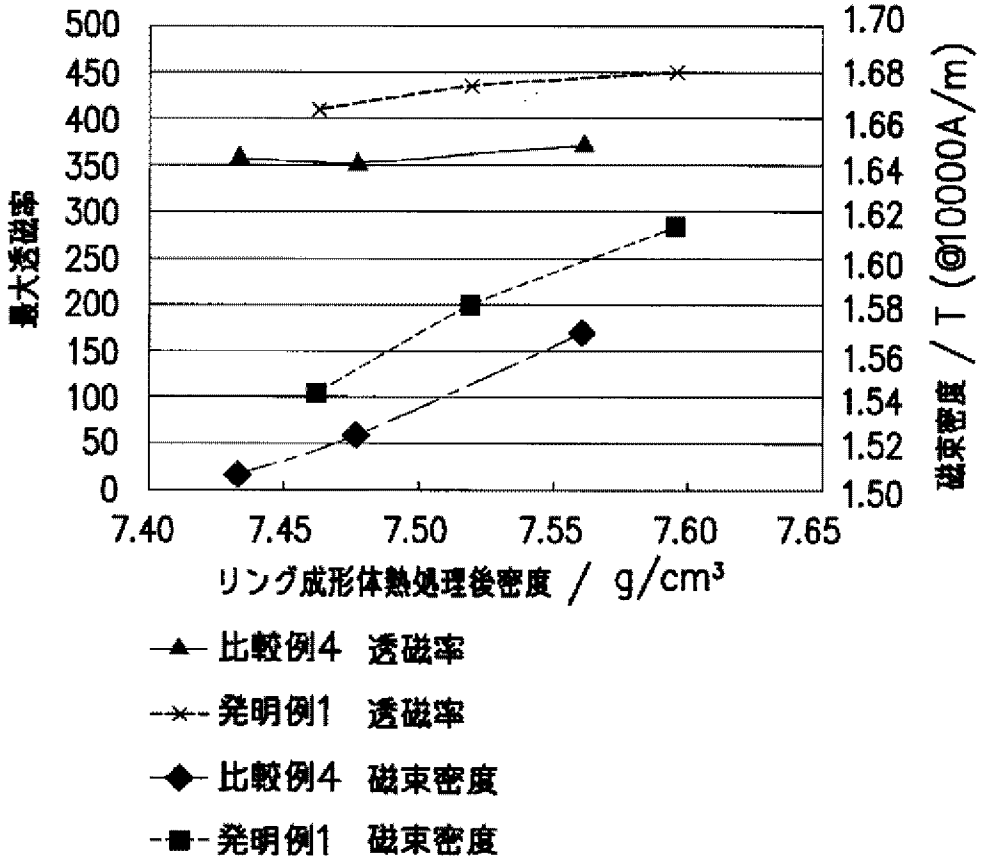
[請求項4] 前記固体潤滑剤は、粒子径が２０ｎｍ以上２０μｍ以下の粉末状である請求項１記載の圧粉磁心用混合粉末。

[請求項5] 請求項１乃至４のいずれかに記載の圧粉磁心用混合粉末を圧縮成形した後、加熱焼鈍することで作製されていることを特徴とする圧粉磁心。

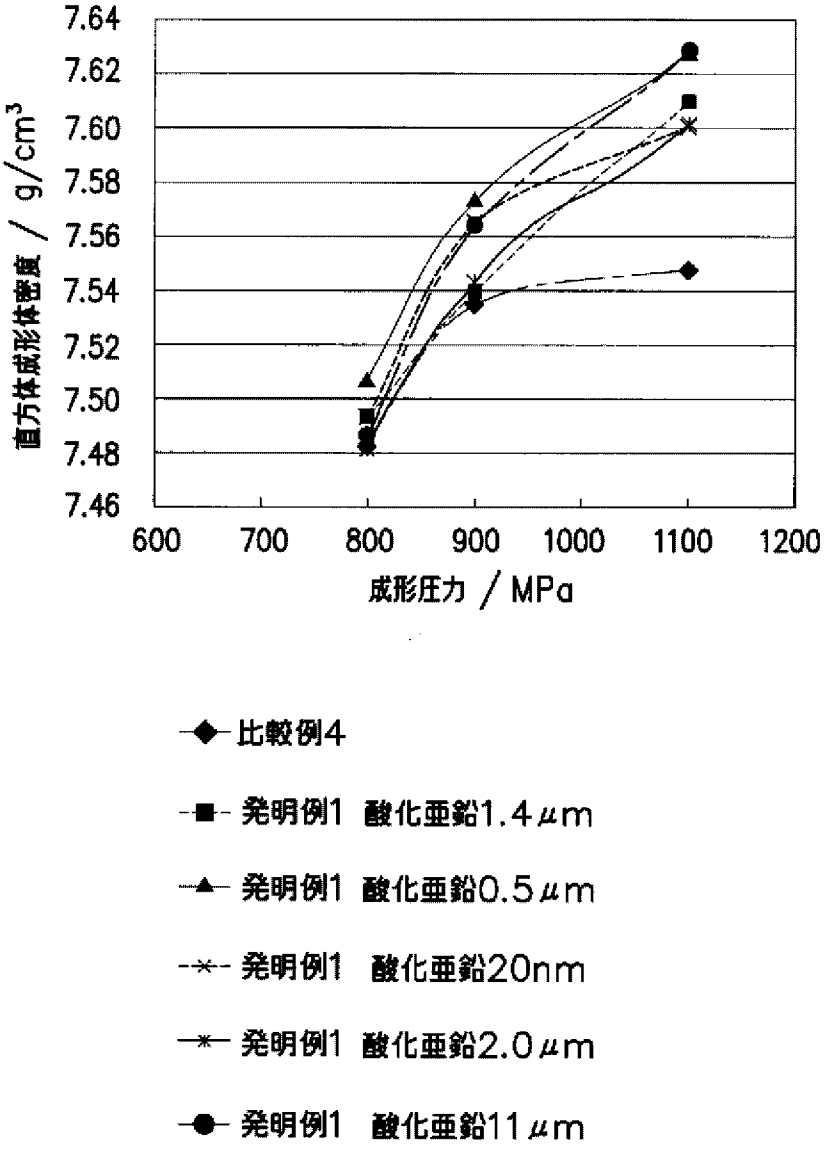
[図1]


直方体成形体密度 / g/cm³
7.64
7.62
7.60
7.58
7.56
7.54
7.52
7.50
7.48
7.46
600
700
800
900
1000
1100
1200
成形圧力 / MPa
比較例4
発明例1

[図2]


最大透磁率
500
450
400
350
300
250
200
150
100
50
0
7.40
7.45
7.50
7.55
7.60
7.65
リング成形体熱処理後密度 / g/cm³
1.70
1.68
1.66
1.64
1.62
1.60
1.58
1.56
1.54
1.52
1.50
磁束密度 / T (@10000A/m)
比較例4 透磁率
発明例1 透磁率
比較例4 磁束密度
発明例1 磁束密度

[図3]


7.64
7.62
7.60
7.58
7.56
7.54
7.52
7.50
7.48
7.46
直方体成形体密度 / g/cm3
600
700
800
900
1000
1100
1200
成形圧力 / MPa
比較例4
発明例1 酸化亜鉛1.4μm
発明例1 酸化亜鉛0.5μm
発明例1 酸化亜鉛20nm
発明例1 酸化亜鉛2.0μm
発明例1 酸化亜鉛11μm

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2016/063171

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
H01F1/24(2006.01)i, *B22F1/00*(2006.01)i, *B22F3/00*(2006.01)i, *B22F3/02*(2006.01)i, *H01F27/255*(2006.01)i, *B22F1/02*(2006.01)n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
H01F1/24, B22F1/00, B22F3/00, B22F3/02, H01F27/255, B22F1/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2009/034894 A1 (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 19 March 2009 (19.03.2009), paragraphs [0033] to [0060]; fig. 1 to 2 & US 2010/0044618 A1 paragraphs [0051] to [0078]; fig. 1 to 2 & JP 2009-70914 A & EP 2154694 A1 & CN 101578669 A	1-5
A	JP 7-254522 A (TDK Corp.), 03 October 1995 (03.10.1995), paragraph [0038] (Family: none)	1-5

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
12 July 2016 (12.07.16)	19 July 2016 (19.07.16)

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
Japan Patent Office 3-4-3,Kasumigaseki,Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915,Japan	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2016/063171

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2013/146809 A1 (NTN Corp.), 03 October 2013 (03.10.2013), paragraphs [0029] to [0030]; fig. 2c & JP 2013-204063 A	1-5

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１６／０６３１７１

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　H01F1/24(2006.01)i, B22F1/00(2006.01)i, B22F3/00(2006.01)i, B22F3/02(2006.01)i, H01F27/255(2006.01)i, B22F1/02(2006.01)n

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　H01F1/24, B22F1/00, B22F3/00, B22F3/02, H01F27/255, B22F1/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１６年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１６年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１６年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	WO 2009/034894 A1 (住友電気工業株式会社) 2009.03.19, 段落[0033]-[0060],図 1-2 & US 2010/0044618 A1,段落[0051]-[0078], 図 1-2 & JP 2009-70914 A & EP 2154694 A1 & CN 101578669 A	1-5
A	JP 7-254522 A (ティーディーケイ株式会社) 1995.10.03, 段落[0038] (ファミリーなし)	1-5
A	WO 2013/146809 A1 (ＮＴＮ株式会社) 2013.10.03, 段落[0029]-[0030],図 2c & JP 2013-204063 A	1-5

☐　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
１２．０７．２０１６	１９．０７．２０１６

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
郵便番号１００－８９１５
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

特許庁審査官（権限のある職員）　５Ｄ　４２３０
久保田　昌晴
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３５５１