

(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  
2014年9月18日(18.09.2014)



(10) 国際公開番号  
WO 2014/141318 A1

- (51) 国際特許分類:  
B22F 1/00 (2006.01) B22F 9/26 (2006.01)  
B22F 1/02 (2006.01) H01F 1/22 (2006.01)  
B22F 9/22 (2006.01) H01F 1/33 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/001638
- (22) 国際出願日: 2013年3月13日(13.03.2013)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人: DOWAエレクトロニクス株式会社  
(DOWA ELECTRONICS MATERIALS CO., LTD.)  
[JP/JP]; 〒1010021 東京都千代田区外神田四丁目  
1 4 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 碓 和正(IKARI, Kazumasa); 〒1010021 東  
京都千代田区外神田四丁目1 4 番 1 号DOWA  
エレクトロニクス株式会社内 Tokyo (JP). 後藤  
昌大(GOTOH, Masahiro); 〒1010021 東京都千代田  
区外神田四丁目1 4 番 1 号DOWAエレクトロ  
ニクス株式会社内 Tokyo (JP). 吉田 貴行  
(YOSHIDA, Takayuki); 〒1010021 東京都千代田区  
外神田四丁目1 4 番 1 号DOWAエレクトロ  
ニクス株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 廣幸 正樹(HIROKOH, Masaki); 〒  
5300047 大阪府大阪市北区西天満3丁目1番6  
号 辰野西天満ビル 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,  
IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR,  
LS, LT, 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, 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, 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, ML, MR,  
NE, SN, TD, TG).

[続葉有]

(54) Title: MAGNETIC COMPONENT, SOFT MAGNETIC METAL POWDER USED IN SAME, AND METHOD FOR PRODUCING SAME

(54) 発明の名称: 磁性部品とそれに用いられる軟磁性金属粉末およびその製造方法

[図3]

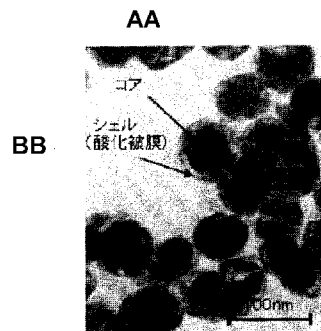


Fig. 3:  
AA Core  
BB Shell (oxide coating film)

(57) Abstract: This magnetic component of an inductor, antenna, or the like and using a metal magnetic powder has a greater complex component of the magnetic permeability, which is loss in the GHz band. It is possible to suppress the loss coefficient in the GHz band to a low level by means of the magnetic component, which is formed from a soft magnetic metal powder that has iron as the primary component and that is characterized by having an average particle size of no greater than 300 nm, a coercivity (Hc) of 16-119 kA/m (200-1500 Oe), a saturation magnetization of at least 90 Am<sup>2</sup>/kg, and a volume resistivity measured by means of a four-point probe method of a molded body formed by vertically compressing 1.0 g of the metal powder at 64 MPa (20 kN) of at least 1.0×10<sup>11</sup> Ω·cm.

(57) 要約: 金属磁性粉末を用いたインダクタやアンテナ等の磁性部品は、GHz帯での損失である透磁率の複素数成分が高かった。鉄を主成分とする軟磁性金属粉末であり、平均粒子径が300nm以下、保磁力(Hc)が16~119kA/m(200~1500Oe)、飽和磁化90Am<sup>2</sup>/kg以上

上であり、前記金属粉末1.0gを64MPa(20kN)で垂直に加圧して形成させた成形体を、四探針方式で測定した体積抵抗率が1.0×10<sup>11</sup>Ω·cm以上であることを特徴とする軟磁性金属粉末を成形した磁性部品は、GHz帯での損失係数を低く抑える事ができる。

WO 2014/141318 A1

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

## 明 細 書

発明の名称：

磁性部品とそれに用いられる軟磁性金属粉末およびその製造方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、高周波帯で使用される磁性部品と、それを構成する軟磁性金属粉末およびその軟磁性金属粉末の製造方法に関する。

### 背景技術

[0002] 近年、携帯電話やノートPC、液晶テレビなどの電子機器で使用される信号は、高周波化が進められている。すでに現在はGHz帯の信号も実用化に入っており、将来的には、10GHzを超える周波数帯域の利用も予想されている。このような機器の高周波化に伴い、電子回路やその他の受動素子といった個別の部品についても高周波領域での性能向上が求められている。

[0003] また、これらの機器はモバイルとして使用されることを目的として、小型化および低消費電力化が進んでいる。したがって、個別の部品には、高周波帯域での特性、低損失化が求められる。しかし、機器を構成する部品の中でも、受動素子は、材料の物性に基づいて特性が決まる場合が多く、高周波帯域での特性向上は容易ではない。

[0004] 例えば、インダクタやアンテナ等の磁性部品は、誘電率および透磁率という物理特性によって製品特性が決まるといってよい。インダクタは、部品の本体中に流れる磁束を利用する部品である。高周波帯域で使用できるインダクタを得るには、高周波領域で透磁率を保有するだけでなく、高周波領域でも損失が小さい磁性材料を開発しなければならない。

[0005] また、アンテナの場合では、通信方式あるいは技術の進歩に伴って複数の周波数帯に対応したアンテナの搭載が必要となってきた。しかも電子機器内におけるアンテナの占有面積はできるだけ小さくすることが望まれている。所定の周波数を受信する際のアンテナ長は、透磁率の実数部と誘電率の実数部の積の $1/2$ 乗に反比例する長さでよいことが知られている。つまり

、アンテナ長を短くするには、使用される周波数域で透磁率が高い磁性材料を開発しなければならない。さらに、アンテナは損失が小さいことが最も重要であるため、高周波領域で損失が小さい磁性体が必要とされる。

[0006] 現在、こうしたインダクタやアンテナに用いられる磁性材料としては、フェライトに代表される磁性酸化鉄、鉄やそれらの合金を中心とした金属磁性材料（以後「従来の磁性材料」と呼ぶ）が使用される。しかし、数100MHz以上の高周波域では、これらの磁性材料に起因する損失が増大するため好適に使用できないという問題がある。その原因は、粒子径が磁区サイズよりも大きいため、磁化が反転する際に磁壁の移動を伴い、大きなヒステリシス損失が発生することと、粒子径が表皮サイズ以上であることにより、大きな渦電流損失が発生することによるものと考えられる。

[0007] そのような背景の中、特許文献1においてはアンテナに使用される金属磁性粒子としてナノオーダーの扁平粒子が提案されている。

## 先行技術文献

## 特許文献

[0008] 特許文献1：特開2010-103427号公報

## 発明の概要

## 発明が解決しようとする課題

[0009] 高周波帯で用いる磁性部品にナノオーダーの磁性粒子を用いるのは、磁壁が形成されるより小さな単位で磁化を反転させることで、磁壁の移動に伴うヒステリシス損失を低減しようとするものである。さらに磁性粒子を表皮サイズ以下にすることで渦電流損失も低減しようとするものである。つまりナノオーダーの磁性粒子は、高周波帯で低損失の磁性部品を得ることができる可能性があると考えられる。

[0010] ところが、特許文献1の金属磁性粒子を用いた磁性部品は、従来の磁性材料より損失は少ないものの、1GHzにおける損失を示す $\tan \delta$ の値が段落0104の記載によれば0.18であり、さらなる低損失の物質とするこ

とが望まれる。

[0011] そこで、本発明では、損失が十分に低い磁性部品と、それを得るためのナノオーダーの軟磁性金属粉末およびその製造方法を提供することを目的とする。

### 課題を解決するための手段

[0012] 上記の課題は、特定の構成からなる軟磁性金属粉末を用いて磁性部品を形成することで解決することができる。

[0013] より具体的には、その軟磁性金属粉末は、鉄を主成分とし、平均粒子径が300nm以下、保磁力(H<sub>c</sub>)が16~119kA/m(200~15000e)、飽和磁化90Am<sup>2</sup>/kg以上であり、前記軟磁性金属粉末1.0gを64MPa(20kN)で垂直に加圧した状態で、四探針方式で測定した体積抵抗率が1.0×10<sup>1</sup>Ω・cm以上である性質を有することを特徴とする。

[0014] また、上記の軟磁性金属粉末は、さらに、前記軟磁性金属粉末はコア/シェル構造を形成しており、コアが鉄又は鉄-コバルト合金、シェルが鉄、コバルト、アルミニウム、ケイ素、希土類元素(Yを含む)、マグネシウムの少なくとも一種を含んだ複合酸化物である。

[0015] また、上記の軟磁性金属粉末は、前記鉄-コバルト合金における鉄-コバルト比は、原子比でCo/Fe=0.0~0.6である。

[0016] また、上記の軟磁性金属粉末には、アルミニウムが含まれ、FeとCoの総和との原子比が、Al/FeとCoの総和の合計=0.01~0.30である。

[0017] また、上記の軟磁性金属粉末は、

前記軟磁性金属粉末とエポキシ樹脂を80：20の質量割合で混合し、加圧成形したときに、

複素透磁率の実数部を $\mu'$ 、虚数部を $\mu''$ 、損失係数を $\tan \delta (= \mu'' / \mu')$ として、

1GHzの周波数において $\mu' > 1.5$ かつ $\mu'' < 0.5$ 、 $\tan \delta < 0.15$ であり、かつ2GHzの周波数において $\mu' > 1.5$ かつ $\mu'' < 1.5$ 、 $\tan \delta < 0.5$ であることを特徴とする。

[0018] また本発明は、上記の軟磁性金属粉末を用いたインダクタおよびアンテナを提供するものである。

[0019] また、本発明の軟磁性金属粉末の製造方法は、

鉄イオンを含む溶液中に酸素を含有する気体を吹き込みながら、アルミニウム、ケイ素、希土類元素（Yを含む）、マグネシウムの少なくとも一種の水溶液を添加して、アルミニウム、ケイ素、希土類元素（Yを含む）、マグネシウムの少なくとも一種を含む前駆体を形成する前駆体形成工程と、前記前駆体を還元して金属粉末とする前駆体還元工程と、前記前駆体還元工程で得られた前記金属粉末にさらに酸素を作用させ前記金属粉末表面に酸化膜を形成させる徐酸化工程とを有することを特徴とする。

[0020] また、上記製造方法では、前記鉄イオンを含む溶液が鉄化合物とコバルト化合物の水溶液であることを特徴とする。

[0021] また、上記製造方法では、前記前駆体形成工程で得られる前記前駆体は、粉末X線回折法によりスピネル型結晶構造を示すことを特徴とする。

[0022] また、上記製造方法では、前記前駆体還元工程は、前記前駆体を250℃～650℃の温度下で還元性ガスに曝すことを特徴とする。

[0023] また、上記製造方法では、前記徐酸化工程は、前記金属粉末を20℃～150℃の温度下で、不活性ガスに酸素が含有されたガスに曝す工程であることを特徴とする。

## 発明の効果

[0024] 本発明の軟磁性金属粉末によれば、1 GHzでの透磁率の実数部である $\mu'$ が1.5以上でなおかつ損失係数が0.15以下となる低損失の磁性部品を得る事ができる。

### 図面の簡単な説明

- [0025] [図1]本発明の磁性部品であるアンテナの構成を例示する図である。  
[図2]本発明の磁性部品であるコイル部品の構成を例示する図である。  
[図3]本発明に係る軟磁性粉末のTEM写真である。  
[図4]本発明に係る軟磁性粉末のTEM写真である。

### 発明を実施するための形態

[0026] 以下本発明の磁性部品およびそれらに用いられる軟磁性金属粉末とその製造方法について説明を行う。ただし、本実施の形態は本発明の一実施形態を例示するのであり、本発明の趣旨を逸脱しない限りにおいて、以下の内容を変更することができる。

[0027] 本発明の磁性部品は、本発明の軟磁性金属粉末を圧縮成形した成形体によって構成される。特に、磁性部品としては、アンテナとコイル部品の例示する。

[0028] 図1は、高周波用磁性材料を適用したアンテナの一例を示した図である。図示したアンテナ10は、導体板1の上に放射板4を配置し、放射板4に給電するために給電点2と短絡板3を備えており、導体板1と放射板4の間に軟磁性金属粉末による成形体5を挟持した構造を有する。このような構造を備えることで、波長短縮が図られ、アンテナ10の小型化を実現することができる。

[0029] 図2は、高周波用磁性材料を用いて構成されるコイル部品の一例を示した図である。図示したコイル部品12は、電極6と、鏝7と、巻線8と、巻芯9と、を備えて構成されている。軟磁性金属粉末の成形体である巻芯9は細長い柱状の直方体であり直方体の短軸方向の断面が長方形断面を有している。鏝7は巻芯9の長方形断面よりも大きな長方形断面を有し、巻芯9の長軸方向に厚みの薄い直方体の構造を有している。鏝7も軟磁性金属粉末の成形

体で形成してもよい。

[0030] 次に本発明の軟磁性金属粉末について詳説する。

[0031] <軟磁性金属粉末の組成>

本発明の軟磁性金属粉末は、F e（鉄）若しくは、F eとC o（コバルト）に、A l（アルミニウム）、S i（ケイ素）、希土類元素（Y（イットリウム）を含む）、M g（マグネシウム）の少なくとも一種（以後「A l等」と呼ぶ。）が含まれる。

[0032] A l等含有量に関しては、F eとC oの総和に対するA l等の含有量が20 a t %以下となる範囲とする。還元処理を行う前の前駆体の状態では、F e若しくはF eとC oにA l等を固溶し、次にその前駆体を還元することで金属粉末にする。還元された金属粉末は、還元されやすいF e、C oが粒子の内部に多く存在し、還元されない酸化アルミニウム等は粒子の表面に多く存在している。

[0033] その後に、金属粉末の表面を酸化させることでA l等を含む絶縁膜が形成される。これによって、金属粉末を構成する粒子の電気抵抗が高くなり、磁性部品にした際に、渦電流損失等に基づく損失が改善される。また、含有させるA l量を多くすることで、表層にA lを多く含んだ酸化膜を形成させることができ、粒子の電気抵抗が高くなるため渦電流損失を低減することができt a n δは小さくなる。なお、表面にはA l等だけでなく、F e若しくはF eとC oが残留する場合もある。

[0034] C oを含む場合に、C o含有量に関しては、原子割合でF eに対するC oの割合（以下「C o／F e原子比」という）で0～60 a t %を含有させる。C o／F e原子比が5～55 a t %のものがより好ましく、10～50 a t %のものが一層好ましい。このような範囲において軟磁性金属粉末は、飽和磁化が高く、かつ安定した磁気特性が得られやすい。

[0035] また、A l等は焼結防止効果も有しており、熱処理時の焼結による粒子の粗大化を抑制している。本明細書ではA l等は「焼結防止元素」の1つとして扱っている。ただし、A l等は非磁性成分であり、あまりに多く含有させ

ると磁気特性が希釈されるため好ましくない。FeとCoの総和に対するAl等含有量は1at%~20at%とすることが望ましく、3at%~18at%がより好ましく、5at%~15at%が一層好ましい。

[0036] <製法>

本発明の軟磁性金属粉末の製法は、前駆体を形成する前駆体形成工程と、得られた前駆体を還元して軟磁性金属粉末とする前駆体還元工程を含む。また、前駆体還元工程後、取扱を容易にするために軟磁性金属粉末の表面にわずかに酸化膜を形成させる徐酸化工程を追加してもよい。前駆体形成工程は、湿式での工程であり、前駆体還元工程および徐酸化工程は乾式での工程である。

[0037] 前駆体形成工程は、原材料となる元素を含む水溶液中を酸化することで、酸化反応を行わせ、その結果原材料となる元素からなる粒子（前駆体）を得る工程である。

[0038] 前駆体還元工程は、前駆体を還元することで、前駆体形成工程で含有される酸素を除去し、原材料となる元素からなる軟磁性金属粉末を得る工程である。徐酸化工程は、得られた軟磁性金属粉末の表面に若干の酸化膜を形成させる工程である。ナノオーダーの（軟磁性）金属粉末は活性が高く、常温でも酸化しやすい。表面に酸化膜を形成すると、空気中でも安定して存在させることができるようになる。以下それぞれの工程を詳述する。

[0039] <前駆体形成工程>

前駆体形成工程では、原材料として水溶性の鉄化合物が好適に用いられる。水溶性の鉄化合物としては、好ましくは硫酸鉄、硝酸鉄、塩化鉄などが使用でき、さらに好ましくは硫酸鉄を用いるのが良い。反応は、鉄化合物の水溶液に対して、酸素を含む気体を通気させるか、過酸化水素などの酸化剤の水溶液を添加することにより、鉄の酸化物を形成させることにより行う。

[0040] 酸化反応では、二価の鉄（Fe<sup>2+</sup>）と三価の鉄（Fe<sup>3+</sup>）が共存した環境において反応させるのがよい。価数の異なる鉄を共存させることにより、核を形成しやすくなり、適当な大きさの粒子を得られるようになる。ここで、二

価鉄と三価鉄の存在割合は、最終的な前駆体の粒子サイズを制御するために重要であり、 $Fe^{2+}/Fe^{3+}$ はモル比で1~300の範囲が良く、好ましくは10~150の範囲、さらに好ましくは15~100の範囲である。

[0041]  $Fe^{2+}/Fe^{3+}$ が300を超えると粒度分布が悪くなるため好ましくない。また、 $Fe^{2+}/Fe^{3+}$ の割合が大きくなると核の数が少なくなり粒子数が少なくなるので粒子サイズは大きくなる。逆に、 $Fe^{2+}/Fe^{3+}$ の割合が小さくなると核の数が多くなり粒子数が多くなるので粒子サイズは小さくなる。3価の鉄は3価の鉄化合物を添加しても良いし、2価の鉄を酸化させて生成させても良い。

[0042] 原材料としては、鉄にコバルトを加えてもよい。コバルト原料としては、水溶性のコバルト化合物を用いるのがよい。湿式で反応させるからである。水溶性のコバルトとしては、好ましくは硫酸コバルト、硝酸コバルト、塩化コバルトなどが使用でき、さらに好ましくは硫酸コバルトを用いるのが良い。

[0043] コバルトの添加は核を形成させる前に添加した方が好ましく、より好ましくは鉄原料と同時に添加するのがよい。なお、酸化反応終了後に添加して被着させることもできる。

[0044] 核を成長させるための酸化は水溶液中に空気若しくは酸素を吹き込むのが好ましい。流量や流速を容易に調整することができ、製造装置が大型化しても、吹出し口を増設することで、溶液に均一に酸化反応を生じさせることができるからである。なお、酸化剤を添加する方法で酸化させることもできる。

[0045] 原材料には、鉄若しくは鉄とコバルトに加え、アルミニウム、ケイ素、希土類元素（Yを含む）、マグネシウムといった元素を加えてもよい。これらの元素も水溶性の化合物を用いるのが好ましい。これらの元素は、鉄若しくは鉄とコバルトが反応容器に添加された後に添加するのが良く、酸化反応途中で添加して前駆体中に固溶させることもできるし、酸化反応終了後に添加して被着させても良い。また、添加方法としては一挙添加でも連続添加でも

良い。

[0046] <前駆体還元工程>

以上のように湿式による工程を経て得られた前駆体を乾式の工程で処理を続ける。前駆体還元工程では、この前駆体を250℃～650℃の温度下で、一酸化炭素、アセチレン、水素等の還元ガスに曝すことで、加熱還元処理を行う。この際、多段還元を行ってもよい。多段還元とは、被処理体を所定温度中で所定時間保持する還元処理を、温度を変化させながら複数回行うことをいう。保持する温度と時間を適正に制御することにより、出来上がりの金属磁性粉末の特性を制御することができる。この還元処理の雰囲気として、還元性ガスに水蒸気を添加したものをを用いるのも好ましい。

[0047] <徐酸化工程>

加熱還元後に得られたものは合金磁性粒子粉末となるが、そのまま大気中で扱おうと急速に酸化するおそれがあるため、次の徐酸化工程により、酸化物層を形成させる。徐酸化工程とは、不活性ガスに酸化性ガス量を徐々に増やしながら20～300℃の温度で所定時間処理することにより、粒子表面に酸化物層を作成する工程である。実際には、還元が終了したあとの粉体を、この徐酸化工程を行う温度まで冷却し、その温度で徐酸化を行うのが好ましいし、この温度で弱酸化性ガスによって該粒子表面に酸化物層を形成させて安定化処理するのがよい。なお、この工程中においても、徐酸化処理の弱酸化性ガス中に水蒸気を添加したものをを用いてもよく、水蒸気を添加することでより緻密な膜を形成することができるようになるので好ましい。

[0048] このようにして得られた徐酸化工程後の軟磁性金属粉末について、以下に示す方法により粉体特性および組成を調べた。

[0049] <平均粒子径>

平均粒子径は、透過型電子顕微鏡（日本電子株式会社製のJEM-100CX Mark-11型）を使用し、100kVの加速電圧で、明視野で金属磁性粉末を観察した像を（例えば、倍率58000倍で）写真撮影して（例えば、縦横の倍率を9倍に）拡大し、複数の写真から単分散している粒子を

ランダムに300個選択して、各々の粒子について粒子径を測定し、その平均値から求めた。

[0050] <BET比表面積>

BET比表面積は、ユアサイオニクス株式会社製の4ソープUSを用いて、BET法により求めた。

[0051] <軟磁性金属粉末の磁気特性および耐候性の評価>

得られた軟磁性金属粉末の磁気特性（バルク特性）として、東英工業株式会社製のVSM装置（VSM-7P）を使用して、外部磁場10kOe（795.8kA/m）で、保磁力 $H_c$ （OeおよびkA/m）、飽和磁化 $\sigma_s$ （Am<sup>2</sup>/kg）、角形比SQを測定した。また、軟磁性金属粉末の耐候性を評価する指標（ $\Delta\sigma_s$ ）として、軟磁性金属粉末を設定温度60℃、相対湿度90%の恒温恒湿容器内に1週間保持して、該恒温恒湿下に保持する前と後の飽和磁化 $\sigma_s$ を測定し、（保存前 $\sigma_s$  - 保存後 $\sigma_s$ ） / 保存前 $\sigma_s$  × 100（%）に従って求めた。

[0052] <軟磁性金属粉末粒子の組成分析>

軟磁性金属粉末粒子の組成は、金属磁性相と酸化膜を含んだ粒子全体の質量分析を行うことによって求めた。Co、Al、Y、Mg、Siの定量は日本ジャーレルアッシュ株式会社製高周波誘導プラズマ発光分析装置ICP（IRIS/AP）を用いた。また、Feの定量は平沼産業株式会社製平沼自動滴定装置（COMTIME-980）を用いた。また、酸素の定量はLECO Corporation製のNITROGEN/OXYGEN DETERMINATOR（TC-436型）を用いて行った。これらの定量結果は質量%として与えられるので、適宜原子%（at%）に変換することにより、Co/Fe原子比、Al /（Fe + Co）原子比を求めた。

[0053] <軟磁性金属粉末の体積抵抗率の測定>

軟磁性金属粉末の体積抵抗率の測定は、三菱化学アナリティック株式会社製粉体抵抗測定ユニット（MCP-PD51）と三菱化学アナリティック株式会社製低抵抗粉体測定システムソフトウェア（MCP-PDLGPWIN）を

用い、粉末1.0gを64MPa(20kN)で垂直に加圧した状態で、四探針方式で測定することにより求めた。

[0054] <軟磁性金属粉末の成形体の作成>

得られた軟磁性金属粉末は、樹脂と共に混練を行い、成形体とする。この時に使用される樹脂としては、公知の熱硬化性樹脂のいずれも使用することが出来る。熱硬化性樹脂としては、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、イソシアネート化合物、メラミン樹脂、尿素樹脂、シリコン樹脂などから選択することができる。エポキシ樹脂としては、モノエポキシ化合物、多価エポキシ化合物のいずれか又はそれらの混合物が用いられる。

[0055] ここでモノエポキシ化合物としては、ブチルグリシジルエーテル、ヘキシルグリシジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、アリルグリシジルエーテル、パラ-tert-ブチルフェニルグリシジルエーテル、エチレンオキシド、プロピレンオキシド、パラキシリルグリシジルエーテル、グリシジルアセテート、グリシジルブチレート、グリシジルヘキソエート、グリシジルベンゾエート等を挙げることができる。

[0056] 多価エポキシ化合物としては、例えば、ビスフェノールA、ビスフェノールF、ビスフェノールAD、ビスフェノールS、テトラメチルビスフェノールA、テトラメチルビスフェノールF、テトラメチルビスフェノールAD、テトラメチルビスフェノールS、テトラブロモビスフェノールA、テトラクロロビスフェノールA、テトラフルオロビスフェノールA等のビスフェノール類をグリシジル化したビスフェノール型エポキシ樹脂；ビフェノール、ジヒドロキシナフタレン、9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン等のその他の2価フェノール類をグリシジル化したエポキシ樹脂；1,1,1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、4,4-(1-(4-(1-(4-ヒドロキシフェニル)-1-メチルエチル)フェニル)エチリデン)ビスフェノール等のトリスフェノール類をグリシジル化したエポキシ樹脂；1,1,2,2-テトラキス(4-ヒドロキシフェニル)エタン等の

テトラキスフェノール類をグリシジル化したエポキシ樹脂；フェノールノボラック、クレゾールノボラック、ビスフェノールAノボラック、臭素化フェノールノボラック、臭素化ビスフェノールAノボラック等のノボラック類をグリシジル化したノボラック型エポキシ樹脂等；多価フェノール類をグリシジル化したエポキシ樹脂、グリセリンやポリエチレングリコール等の多価アルコールをグリシジル化した脂肪族エーテル型エポキシ樹脂；p-オキシ安息香酸、β-オキシナフトエ酸等のヒドロキシカルボン酸をグリシジル化したエーテルエステル型エポキシ樹脂；フタル酸、テレフタル酸のようなポリカルボン酸をグリシジル化したエステル型エポキシ樹脂；4,4-ジアミノジフェニルメタンやm-アミノフェノール等のアミン化合物のグリシジル化物やトリグリシジルイソシアヌレート等のアミン型エポキシ樹脂等のグリシジル型エポキシ樹脂と、3,4-エポキシシクロヘキシルメチル-3',4'-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート等の脂環族エポキシサイド等が例示される。

[0057] 上述のエポキシ樹脂の中でも、貯蔵安定性を高めるという観点から、多価エポキシ化合物が好ましい。多価エポキシ化合物のなかでも、生産性が圧倒的に高いので、グリシジル型エポキシ樹脂が好ましく、より好ましくは、硬化物の接着性や耐熱性が優れることから、多価フェノール類をグリシジル化したエポキシ樹脂とするのが好ましい。いっそう好ましくはビスフェノール型エポキシ樹脂であるのがよく、とりわけ、ビスフェノールAをグリシジル化したエポキシ樹脂とビスフェノールFをグリシジル化したエポキシ樹脂がよい。

[0058] また、樹脂の形態としては液状を呈しているものが好ましい。なお、組成物を固形に保つ意味で、エポキシ当量としては300以上であることが好ましい。

[0059] 軟磁性金属粉末とエポキシ樹脂の混合の割合は、金属／樹脂で表すと、質量比で30／70～99／1が好ましく、より好ましくは50／50～95／5であり、さらに好ましくは70／30～90／10である。樹脂が少な

すぎると成形体にならず、多すぎると所望の磁気特性を得られないからである。

[0060] 本発明の軟磁性金属粉末は、圧縮成形によって、任意の形状にすることができる。実用として供給されるのは、図1及び図2で例示したような形状になる。しかし以下の実施例では、ドーナツ状に成形し、磁性部品としての特性を評価した。

[0061] 軟磁性金属粉末とエポキシ樹脂を80：20の重量割合で秤量し、株式会社EME社製真空攪拌・脱泡ミキサー（V-mini300）を用いて、エポキシ樹脂に分散させペースト状にした。このペーストをホットプレート上で60℃、2時間乾燥させて、軟磁性金属粉末-樹脂の複合体を得た。この複合体を解粒して複合体の粉末を作製し、この複合体粉末0.2gをドーナツ状の容器内に入れて、ハンドプレス機により1tの荷重をかけることにより、外径7mm、内径3mmのトロイダル形状の成形体を得た。

[0062] <軟磁性金属粉末-樹脂の複合体の高周波特性評価>

得られた軟磁性金属粉末-樹脂複合体の成形体の高周波特性として、アジレント・テクノロジー株式会社製のネットワーク・アナライザー（E8362C）と株式会社関東電子応用開発製の同軸型Sパラメーター法サンプルホルダーキット（製品型番：CSH2-APC7、試料寸法： $\phi 7.0\text{mm} - \phi 3.04\text{mm} \times 5\text{mm}$ ）を用い、0.5～3GHzにおける透磁率の実部（ $\mu'$ ）、透磁率の虚部（ $\mu''$ ）、損失係数を表す $\tan \delta$ を測定した。

## 実施例

[0063] [実施例1]

前駆体形成工程を次のように行なった。5000mLビーカーに純水3000mLと12mol/Lの水酸化ナトリウム100mLを入れ、温調機で40℃に維持しながら攪拌した。これに2mol/Lの硫酸第二鉄（特級試薬）溶液と1mol/Lの硫酸第一鉄（特級試薬）水溶液を $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 20$ の混合割合にて混合した溶液を900mL添加した。

[0064] その後、90℃まで昇温し、更に200mL/minで空気を通気して酸

化を40分間継続した。空気を窒素に切り替えてから10分間熟成した後、 $0.3\text{ mol/L}$ の硫酸アルミニウム（特級試薬）を $80\text{ ml}$ 添加し、 $200\text{ mL/min}$ で空気を通気して酸化を50分間継続し、酸化を完結させた。このようにして、FeにAlが固溶した前駆体の粒子を得た。この前駆体を常法により濾過、水洗後、 $110^\circ\text{C}$ で乾燥し、前駆体の乾燥固形物（前駆体粉末ともいう）を得た。

[0065] 次に前駆体還元工程を行なった。このFeにAlが固溶した前駆体粉末を、通気可能なバケット内に投入し、該バケットを貫通型還元炉内に装入し、水素ガスを通気しつつ、 $500^\circ\text{C}$ で60分間還元処理を施した。還元処理終了後、金属鉄の粉末（軟磁性金属粉末）を得た。

[0066] その後、徐酸化工程に移行するために、炉内雰囲気水を水素から窒素に変換し、窒素を流した状態で炉内温度を降温レート $20^\circ\text{C/min}$ で $80^\circ\text{C}$ まで低下させた。徐酸化工程においては、酸化膜形成初期段階は金属鉄の粉末が急速に酸化しないように $\text{N}_2$ に対する空気量が $1/125$ の混合割合にて混合したガスを炉内に添加し、酸素・窒素の混合雰囲気中にて酸化膜を形成させ、徐々に空気の供給量を増すことによって、雰囲気中における酸素濃度を上昇させた。

[0067] 最終的に供給される空気の流量は $\text{N}_2$ に対して $1/25$ の添加量とした。その際、炉内に導入されるガスの総量は窒素の流量を調整することによりほぼ一定に保たれるようにした。この徐酸化処理は、概ね $80^\circ\text{C}$ に維持される雰囲気下で実施した。

[0068] このようにして最終的な軟磁性金属粉末（表面酸化膜を有するもの）が得られた。得られた軟磁性金属粉末の諸物性とバルク特性を表2に、これを用いた成形体の高周波特性を表3に示した。また、組成および前駆体還元工程および徐酸化工程の条件については他の実施例も含め表1に示した。

[0069] [実施例2]

$5000\text{ mL}$ ビーカーに純水 $3000\text{ mL}$ と $12\text{ mol/L}$ の水酸化ナトリウム $100\text{ ml}$ を入れ、温調機で $40^\circ\text{C}$ に維持しながら攪拌した。これに

1 mol/Lの硫酸第一鉄（特級試薬）水溶液と1 mol/Lの硫酸コバルト（特級試薬）溶液を4 : 1の混合割合にて混合した溶液を900 mLと、さらに  $(Fe^{2+} + Co^{2+}) / Fe^{3+} = 20$  となる量の2 mol/Lの硫酸第二鉄（特級試薬）溶液を同時に添加した。これ以降は、実施例1と同じ手順を繰り返すことにより、軟磁性金属粉末（Feの一部はCoに置換された表面酸化膜を有するも）を得た。得られた軟磁性金属粉末の諸物性とバルク特性を表2に、これを用いた成形体の高周波特性を表3に示した。

[0070] [実施例3]

実施例2において、1 mol/Lの硫酸第一鉄（特級試薬）水溶液と1 mol/Lの硫酸コバルト（特級試薬）溶液の混合割合を8 : 5に変更した以外は実施例2と同じ手順を繰り返した。得られた軟磁性金属粉末の諸物性とバルク特性を表2に、これを用いた成形体の高周波特性を表3に示した。

[0071] ここで、実施例1～3について考察する。Coを含有していない実施例1と比較するとCoを含有している実施例2および3の方が、 $\mu'$ が高くなる結果であった。Coを含有させ、FeCo合金にすることで磁気モーメントが増加して飽和磁化が高くなり、それにより透磁率が増加したものと考えられる。つまり、Coを含有させると $\mu'$ が増加する効果がある。

[0072] また、通常 $\mu'$ が上がると共鳴周波数が低周波数側にシフトして、 $\tan \delta$ は悪化する（大きくなる）傾向があるのだが、本実施例ではCo量を増加させて $\mu'$ を増加させても $\tan \delta$ は悪化しない（大きくなる）結果となった。この理由としては、Coを含有させることで、より緻密な酸化膜を形成することができたため、粉体の体積抵抗率が上がり、渦電流損失を低減することができたものと思われる。つまり、Coを含有させることで、 $\tan \delta$ を悪化（大きく）させることなく $\mu'$ を改善する効果があることがわかった。

[0073] [実施例4]

実施例2において、核晶を形成させるための $Fe^{3+}$ の量を  $(Fe^{2+} + Co^{2+}) / Fe^{3+} = 33$  に変更し、さらに酸化反応途中で添加する0.3 mol/L

Lの硫酸アルミニウム（特級試薬）の量を45mlに変更した以外は、実施例2と同じ手順を繰り返した。得られた軟磁性金属粉末の諸物性とバルク特性を表2に、これを用いた成形体の高周波特性を表3に示した。

[0074] [実施例5～8]

実施例5～8については、実施例4において硫酸アルミニウムを表1に記載した量に変更した以外は、実施例4と同じ手順を繰り返した。得られた軟磁性金属粉末の諸物性とバルク特性を表2に、これを用いた成形体の高周波特性を表3に示した。

[0075] ここで、実施例4～8について考察する。含有させるAl量を増やすことで、 $\tan \delta$ が小さくなる効果があることがわかった。本発明では、Fe、Co、Alを含んだ前駆体を還元すると、還元されやすいFe、Coは粒子の内部に、還元されにくい酸化アルミニウムは粒子の表面に存在するようになるため、粒子表面にAlを含んだ酸化膜が形成される。このため、含有させるAl量を多くすると、粒子表面により多くの酸化アルミニウムを含んだ酸化膜が形成されることになるので、粒子の体積抵抗率は高くなり、渦電流損失が低減され、 $\tan \delta$ は小さくなったものと思われる。

[0076] また、実施例7において得られた粉末のTEM写真を図3に示した。このTEM像は100kVの加速電圧をかけ撮影したものであり、コアの部分が黒く見えるようにコントラストを調整している。その結果、確認された例として示した図3には、略球状の粒子の中心部に暗く映っている球状部分があり、その周囲を薄く略透明にも見える部分が映っている。この写真のように、本発明で得られる軟磁性金属粉末は、金属で形成されたコア部分と、酸化膜で形成されたシェル部分で形成される。

[0077] コア／シェル粒子の組成分析は、例えばICP発光分析、ESCA、TEM-EDX、XPS、SIMSなどの方法を挙げることができる。特に、ESCAによれば粒子表面から深さ方向への組成の変化を確認することができ、金属で形成されるコア部分と、酸化物で形成されるシェル部分を判別することができる。また、TEM-EDXによれば粒子にビームを絞ってEDX

を照射し、半定量することにより、粒子の大体の組成を確認でき、金属で形成されるコア部分と、酸化物で形成されるシェル部分を判別することができる（例えば、特開2006-128535号[0078]段落など参照）。

[0078] [実施例9～10]

実施例9～10については、実施例8において還元温度を表1に記載した温度に変更した以外は、実施例8と同じ手順を繰り返した。得られた軟磁性金属粉末の諸物性とバルク特性を表2に、これを用いた成形体の高周波特性を表3に示した。

[0079] ここで、実施例7、9、10は前駆体の還元温度が異なるが、還元温度が高い実施例ほど $\mu'$ の値が高くなることがわかった。この理由は、還元温度を高くすることで、還元やFe、Coの合金化が促進されたためと思われる。

[0080] [実施例11]

実施例2において、貫通型還元炉内での水素ガスによる還元温度を600℃に変更した以外は、実施例2と同じ手順を繰り返した。得られた軟磁性金属粉末の諸物性とバルク特性を表2に、これを用いた成形体の高周波特性を表3に示した。

[0081] [実施例12]

実施例11において、核晶を形成させるための $\text{Fe}^{3+}$ の量を $(\text{Fe}^{2+} + \text{Co}^{2+}) / \text{Fe}^{3+} = 85$ に変更した以外は、実施例11と同じ手順を繰り返した。得られた軟磁性金属粉末の諸物性とバルク特性を表2に、これを用いた成形体の高周波特性を表3に、得られた粉末のTEM写真を図4に示した。この写真からも、本発明で得られる軟磁性金属粉末は、金属で形成されたコア部分と、酸化膜で形成されたシェル部分で形成されることが分かる。

[0082] [比較例1]

比較例1の軟磁性金属粉末としては、市販されているMn-Zn系フェライト粉末を用いた。この軟磁性金属粉末の諸物性とバルク特性を表2に、これを用いた成形体の高周波特性を表3に示した。

[0083] [比較例 2]

比較例 2 の軟磁性金属粉末としては、市販されている Fe-Cr-Si 粉末を用いた。この軟磁性金属粉末の諸物性とバルク特性を表 2 に、これを用いた成形体の高周波特性を表 3 に示した。

[0084]

[表1]

	強磁性金属種			非磁性成分				還元条件			安定化(徐酸化)条件		
	Fe <sub>2</sub> +Fe <sub>3+</sub> (原子比)	コバルト		種類	添加物			還元温度 °C	還元時間 分	還元種	温度 °C	初期融素 存在割合 容量比	最終融素 存在割合 容量比
		種類	Co/Fe比 (原子比)		濃度 mol/L	添加量 ml	添加方法						
実施例1	20	なし		Al	0.3	80	ドープ	500	60	水素ガス	80	1/125	1/25
実施例2	20	硫酸コバルト	1/4	Al	0.3	80	ドープ	500	60	水素ガス	80	1/125	1/25
実施例3	20	硫酸コバルト	8/5	Al	0.3	80	ドープ	500	60	水素ガス	80	1/125	1/25
実施例4	33	硫酸コバルト	1/4	Al	0.3	45	ドープ	500	60	水素ガス	80	1/125	1/25
実施例5	33	硫酸コバルト	1/4	Al	0.3	80	ドープ	500	60	水素ガス	80	1/125	1/25
実施例6	33	硫酸コバルト	1/4	Al	0.3	150	ドープ	500	60	水素ガス	80	1/125	1/25
実施例7	33	硫酸コバルト	1/4	Al	0.3	220	ドープ	500	60	水素ガス	80	1/125	1/25
実施例8	33	硫酸コバルト	1/4	Al	0.3	290	ドープ	500	60	水素ガス	80	1/125	1/25
実施例9	33	硫酸コバルト	1/4	Al	0.3	290	ドープ	400	60	水素ガス	80	1/125	1/25
実施例10	33	硫酸コバルト	1/4	Al	0.3	290	ドープ	600	60	水素ガス	80	1/125	1/25
実施例11	20	硫酸コバルト	1/4	Al	0.3	80	ドープ	600	60	水素ガス	80	1/125	1/25
実施例12	85	硫酸コバルト	1/4	Al	0.3	80	ドープ	600	60	水素ガス	80	1/125	1/25

[0085]

[表2]

	組成		粒径 (nm)	バルク特性						体積抵抗率 $\Omega \cdot \text{cm}$	
	Co/Fe (at%)	Al/(Fe+Co) (at%)		BET	TAP	Hc	$\sigma_s$	SQ	b.SFD		$\Delta \sigma_s$
実施例1	0.00	4.15	45.3	21.7	1.17	457	137	0.22	3.62	8.5	1.8E+02
実施例2	19.63	5.45	42.1	29.4	1.28	487	179	0.24	3.88	9.1	9.1E+03
実施例3	49.24	5.15	44.3	31.5	1.35	533	176	0.25	3.77	9.2	1.2E+04
実施例4	20.43	3.64	59.1	21.5	1.26	450	189	0.18	4.10	7.6	5.2E+01
実施例5	19.82	6.02	59.9	28.1	1.31	397	183	0.15	5.13	4.9	3.5E+04
実施例6	20.97	10.19	58.9	38.3	1.18	427	164	0.18	4.66	4.9	1.1E+05
実施例7	20.48	13.01	58.2	41.0	1.10	474	148	0.21	4.23	4.8	1.2E+06
実施例8	19.10	17.08	59.5	43.1	1.07	514	132	0.25	3.59	4.9	1.8E+06
実施例9	20.48	13.01	68.4	34.5	1.16	718	98	0.30	3.53	4.3	7.2E+04
実施例10	20.48	13.01	60.5	35.8	1.16	413	171	0.16	5.01	4.0	1.0E+08
実施例11	19.63	5.45	44.6	23.0	1.27	490	182	0.24	3.85	5.8	6.3E+03
実施例12	20.17	5.90	212.6	27.1	1.56	288	185	0.08	12.21	5.9	7.7E+02
比較例1	-	-	5000.0	0.5	2.85	24	85	0.02	39.56	0.4	2.5E+02
比較例2	-	-	10000.0	0.1	4.02	16	167	0.01	79.88	0.9	2.9E+02

[0086]

[表3]

	磁性粉の割合		樹脂の割合		1.0 GHz			2.0 GHz			3.0 GHz		
	wt%	wt%	wt%	wt%	$\mu'$	$\mu''$	$\tan \delta$	$\mu'$	$\mu''$	$\tan \delta$	$\mu'$	$\mu''$	$\tan \delta$
実施例1	80	20	20	20	2.65	0.169	0.064	2.51	0.690	0.275	2.12	0.777	0.366
実施例2	80	20	20	20	3.47	0.301	0.087	3.17	1.025	0.323	2.63	1.112	0.424
実施例3	80	20	20	20	3.33	0.213	0.064	3.27	0.795	0.243	2.83	1.002	0.354
実施例4	80	20	20	20	3.57	0.405	0.114	2.95	1.243	0.421	2.30	1.038	0.451
実施例5	80	20	20	20	3.61	0.436	0.121	2.95	1.367	0.463	2.20	1.088	0.494
実施例6	80	20	20	20	2.99	0.228	0.076	2.77	0.979	0.354	2.10	0.943	0.449
実施例7	80	20	20	20	2.42	0.119	0.049	2.44	0.552	0.226	2.00	0.708	0.354
実施例8	80	20	20	20	2.05	0.089	0.043	2.10	0.314	0.150	1.86	0.477	0.256
実施例9	80	20	20	20	1.60	0.024	0.015	1.61	0.038	0.024	1.64	0.069	0.042
実施例10	80	20	20	20	3.39	0.378	0.112	2.77	1.265	0.456	2.03	1.045	0.515
実施例11	80	20	20	20	3.68	0.412	0.112	3.18	1.156	0.363	2.62	1.166	0.445
実施例12	80	20	20	20	3.09	0.336	0.109	2.89	0.526	0.182	2.81	0.619	0.221
比較例1	80	20	20	20	3.56	2.122	0.596	2.24	2.087	0.933	1.56	1.779	1.139
比較例2	80	20	20	20	4.17	1.792	0.430	3.24	1.890	0.583	2.68	1.893	0.706

産業上の利用可能性

[0087] 本発明の軟磁性金属粉末は、インダクタ、アンテナだけでなく、磁気ヘッド、磁気記録媒体の下層材、電磁石の鉄心、トランスコア、アンテナ、電磁

気シールド材、電波吸収体といった軟磁性用途にも利用することができる。

### 符号の説明

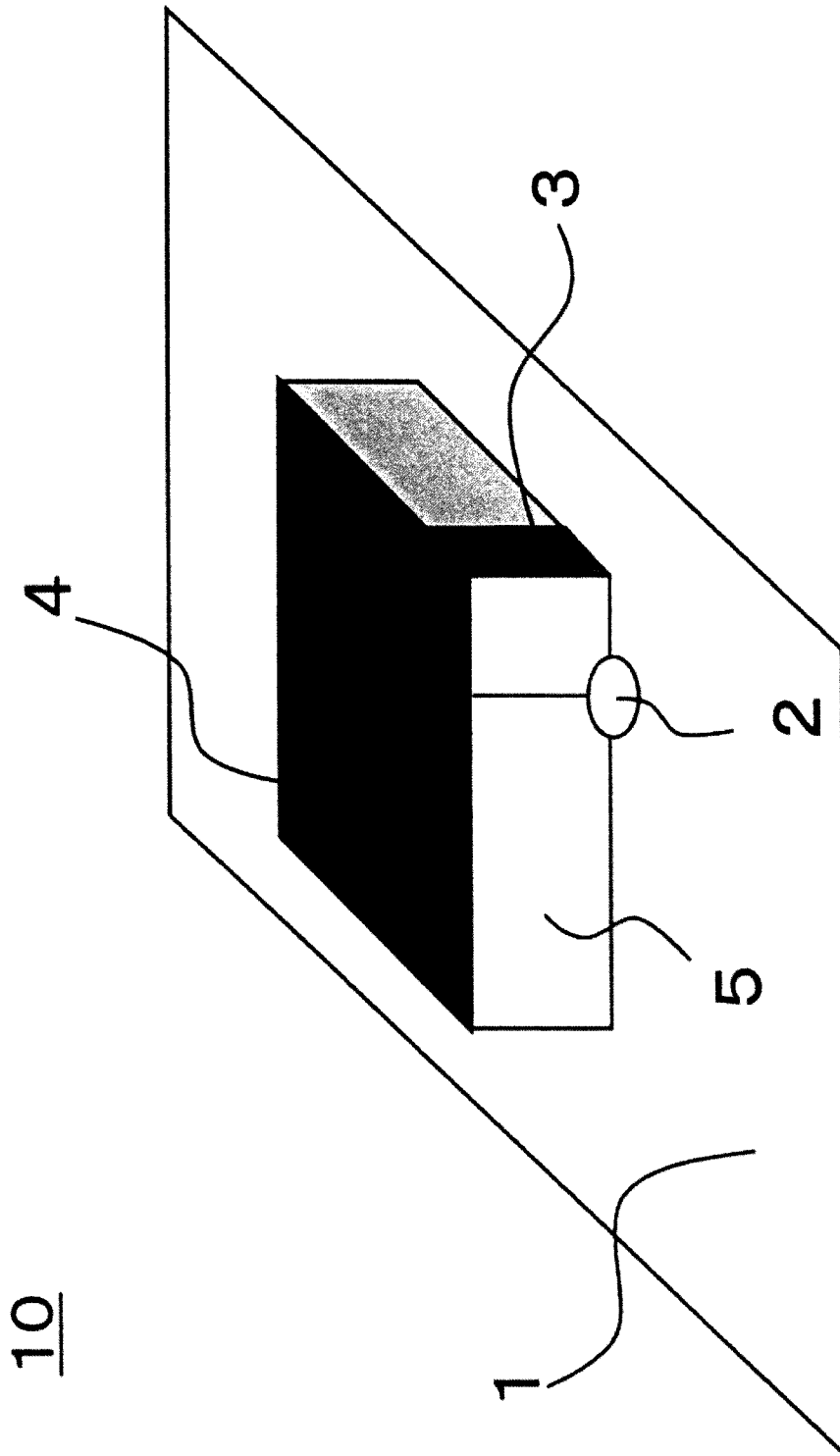
[0088]	1	導体板
	2	給電点
	3	短絡板
	4	放射板
	5	成形体
	6	電極
	7	鍔
	8	巻線
	9	巻芯
	10	アンテナ
	11	コイル
	12	コイル部品

## 請求の範囲

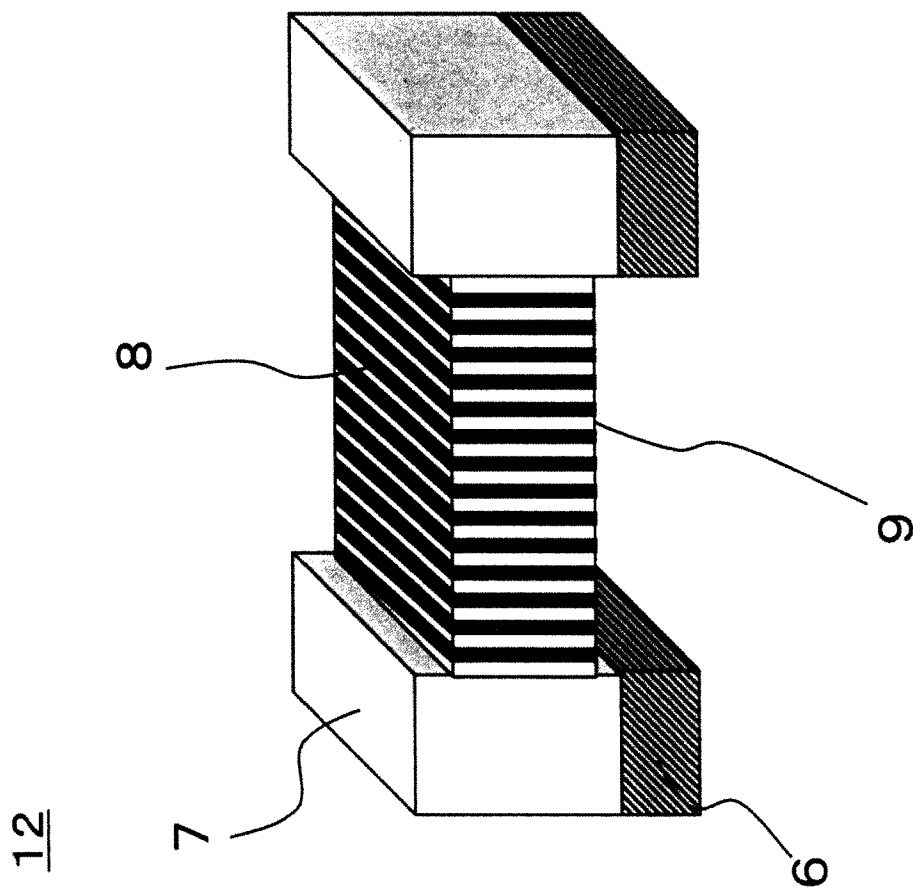
- [請求項1] 鉄を主成分とする軟磁性金属粉末であり、  
平均粒子径が300nm以下、  
保磁力(Hc)が16~119kA/m(200~15000e)、  
飽和磁化90Am<sup>2</sup>/kg以上であり、  
前記軟磁性金属粉末1.0gを64MPa(20kN)で垂直に加圧した状態で、  
四探針方式で測定した体積抵抗率が1.0×10<sup>1</sup>Ω・cm以上である軟磁性金属粉末。
- [請求項2] 前記軟磁性金属粉末はコア/シェル構造を形成しており、コアが鉄又は鉄-コバルト合金、シェルが鉄、コバルト、アルミニウム、ケイ素、希土類元素(Yを含む)、マグネシウムの少なくとも一種を含んだ複合酸化物である、請求項1に記載の軟磁性金属粉末。
- [請求項3] 前記鉄-コバルト合金における鉄-コバルト比は、原子比でCo/Fe=0.0~0.6である、請求項2に記載の軟磁性金属粉末。
- [請求項4] 前記軟磁性金属粉末にはアルミニウムが含まれ、FeとCoの総和との原子比が、Al/FeとCoの総和の合計=0.01~0.30である、請求項1ないし3のいずれかに記載の軟磁性金属粉末。
- [請求項5] 前記軟磁性金属粉末とエポキシ樹脂を80:20の質量割合で混合し、加圧成形したときに、  
複素透磁率の実数部をμ'、虚数部をμ''、損失係数をtanδ(=μ''/μ')として、  
1GHzの周波数においてμ'>1.5かつμ''<0.5、tanδ<0.15であり、かつ2GHzの周波数においてμ'>1.5かつμ''<1.5、tanδ<0.5であることを特徴とする請求項1ないし4のいずれかに記載の軟磁性金属粉末。
- [請求項6] 請求項1ないし5のいずれかに記載の軟磁性金属粉末を使用して形成されたインダクタ。

- [請求項7] 請求項1ないし5のいずれかに記載の軟磁性金属粉末を使用して形成されたアンテナ。
- [請求項8] 鉄イオンを含む溶液中に酸素を含有する気体を吹き込みながら、アルミニウム、ケイ素、希土類元素（Yを含む）、マグネシウムの少なくとも一種の水溶液を添加して、アルミニウム、ケイ素、希土類元素（Yを含む）、マグネシウムの少なくとも一種を含む前駆体を形成する前駆体形成工程と、  
前記前駆体を還元して金属粉末とする前駆体還元工程と、  
前記前駆体還元工程で得られた前記金属粉末にさらに酸素を作用させ前記金属粉末表面に酸化膜を形成させる徐酸化工程と  
を有する軟磁性金属粉末の製造方法。
- [請求項9] 前記鉄イオンを含む溶液が鉄化合物とコバルト化合物の水溶液である請求項8に記載の軟磁性金属粉末の製造方法。
- [請求項10] 前記前駆体形成工程で得られる前記前駆体は、粉末X線回折法によりスピネル型結晶構造を示す請求項8または9に記載の軟磁性金属粉末の製造方法。
- [請求項11] 前記前駆体還元工程は、前記前駆体を250℃～650℃の温度下で還元性ガスに曝す請求項8ないし10のいずれかに記載の軟磁性金属粉末の製造方法。
- [請求項12] 前記徐酸化工程は、前記金属粉末を20℃～150℃の温度下で、不活性ガスに酸素が含有されたガスに曝す工程である請求項8ないし11のいずれかに記載の軟磁性金属粉末の製造方法。

[図1]

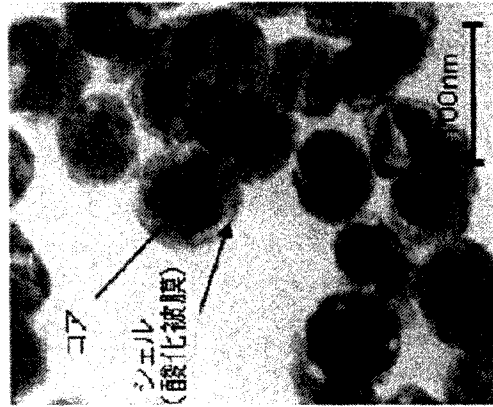


[図2]

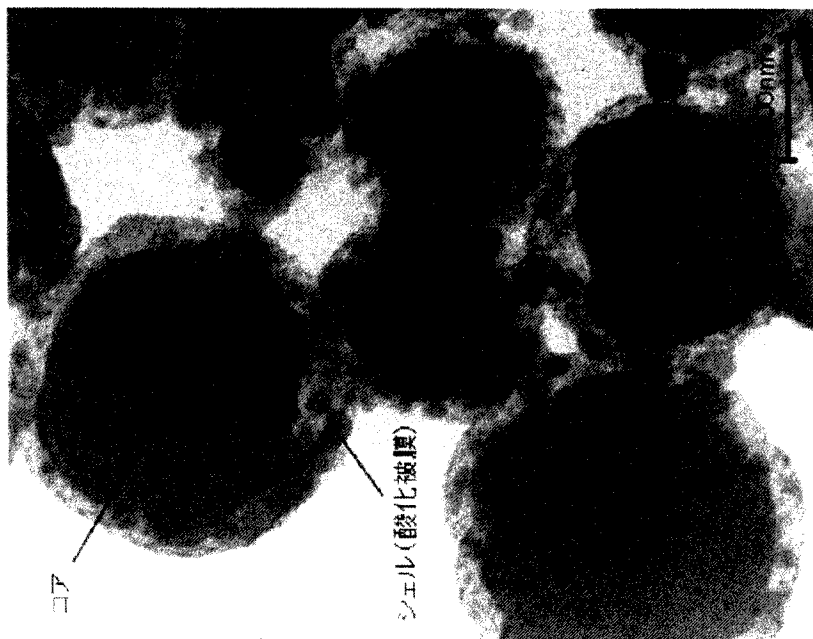


12

[図3]



[図4]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/001638

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B22F1/00(2006.01)i, B22F1/02(2006.01)i, B22F9/22(2006.01)i, B22F9/26(2006.01)i, H01F1/22(2006.01)i, H01F1/33(2006.01)i

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)

B22F1/00, B22F1/02, B22F9/22, B22F9/26, H01F1/22, H01F1/33

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	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

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.
A	JP 2011-246820 A (Hitachi Metals, Ltd.), 08 December 2011 (08.12.2011), paragraphs [0001], [0009] to [0019], [0023] to [0026], [0047], [0051] & US 2005/0181202 A1 & EP 1568427 A1	1-12
A	JP 2010-095751 A (Toda Kogyo Corp.), 30 April 2010 (30.04.2010), paragraphs [0024] to [0060] & US 2010/0035087 A1	1-12

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  
30 May, 2013 (30.05.13)

Date of mailing of the international search report  
11 June, 2013 (11.06.13)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
 Int.Cl. B22F1/00(2006.01)i, B22F1/02(2006.01)i, B22F9/22(2006.01)i, B22F9/26(2006.01)i, H01F1/22(2006.01)i, H01F1/33(2006.01)i

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. B22F1/00, B22F1/02, B22F9/22, B22F9/26, H01F1/22, H01F1/33

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 1971-2013年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2013年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2013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
A	JP 2011-246820 A (日立金属株式会社) 2011. 12. 08, 段落【0001】、【0009】 - 【0019】、【0023】 - 【0026】、【0047】、【0051】 & US 2005/0181202 A1 & EP 1568427 A1	1-12
A	JP 2010-095751 A (戸田工業株式会社) 2010. 04. 30, 段落【0024】 - 【0060】 & US 2010/0035087 A1	1-12

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。

<p>* 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</p>	<p>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                  「&amp;」同一パテントファミリー文献</p>
---	---

国際調査を完了した日 30.05.2013	国際調査報告の発送日 11.06.2013
--------------------------	--------------------------

国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 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) 川村 裕二	4 K	3 3 4 9
	電話番号 03-3581-1101 内線 3435		