

(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8月25日(25.08.2016)



(10) 国際公開番号

WO 2016/132696 A1

- (51) 国際特許分類:
H01F 27/255 (2006.01) C22C 38/00 (2006.01)
B22F 3/00 (2006.01) H01F 1/24 (2006.01)
C22C 33/02 (2006.01) H01F 41/02 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/000582
- (22) 国際出願日: 2016年2月4日(04.02.2016)
- (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 2015-027240 2015年2月16日(16.02.2015) JP
- (71) 出願人: 株式会社 東芝(KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA) [JP/JP]; 〒1058001 東京都港区芝浦一丁目1番1号 Tokyo (JP). 東芝マテリアル株式会社(TOSHIBA MATERIALS CO., LTD.) [JP/JP]; 〒2358522 神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 Kanagawa (JP).
- (72) 発明者: 井上 哲夫(INOUE, Tetsuo); 〒1058001 東京都港区芝浦一丁目1番1号 株式会社 東芝知的財産室内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人サクラ国際特許事務所(SAKURA PATENT OFFICE, P.C.); 〒1010048 東京

都千代田区神田司町二丁目8番1号 PMO神田司町 Tokyo (JP).

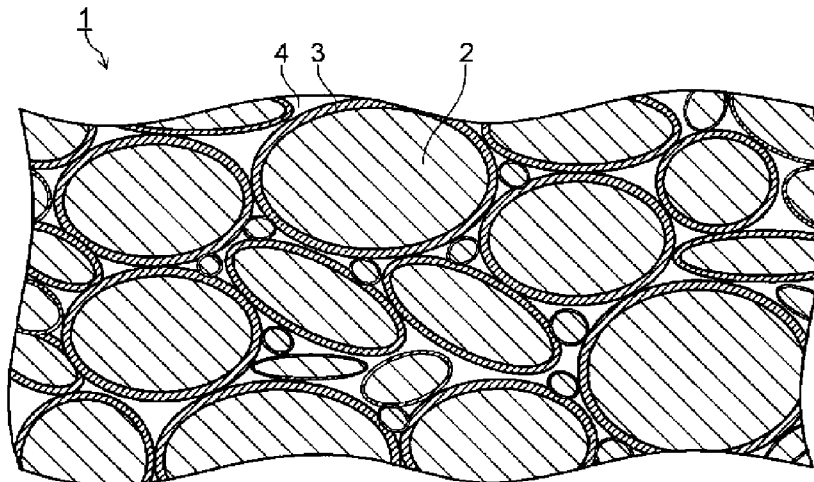
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, 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))

(54) Title: POWDER MAGNETIC CORE AND METHOD FOR PRODUCING SAME, AND MAGNETIC MEMBER PRODUCED USING SAME

(54) 発明の名称: 圧粉磁心とその製造方法、およびそれを用いた磁性部品



(57) Abstract: A powder magnetic core 1 according to an embodiment comprises a pressed powder composed of a Fe-based soft magnetic powder 2 and a glass 3, wherein the diameter of each pore in the powder magnetic core 1 is 20 μm or less (including zero) and the area occupancy rate of the soft magnetic powder 2 in the powder magnetic core 1 is 88% or more.

(57) 要約: 実施形態の圧粉磁心1は、Fe系軟磁性粉末2とガラス3を含む圧粉体からなる。圧粉磁心1中の気孔径は20 μm 以下(ゼロ含む)であり、圧粉磁心1における軟磁性粉末2の占有率は面積比で88%以上である。

WO 2016/132696 A1

明 細 書

発明の名称：

圧粉磁心とその製造方法、およびそれを用いた磁性部品

技術分野

[0001] 本発明の実施形態は、圧粉磁心とその製造方法、およびそれを用いた磁性部品に関する。

背景技術

[0002] 圧粉磁心は、変圧器、リアクトル、サイリスタバルブ、ノイズフィルタ、チョークコイル等の磁性部品の磁心に用いられている。圧粉磁心には、低鉄損でかつ高磁束密度であることが求められる。さらに、それらの磁気特性が低周波領域から高周波領域においても低下しないことが求められる。鉄損には、渦電流損 W_e とヒステリシス損 W_h とがある。渦電流損 W_e は、磁心の比抵抗（固有抵抗）との関係が大きい。ヒステリシス損 W_h は、磁性粉末の製造過程または圧粉磁心の製造過程で生じる磁性粉末内の歪みに影響を受ける。圧粉磁心の鉄損 W は、渦電流損 W_e とヒステリシス損 W_h の和で示すことができる。渦電流損 W_e は周波数 f の二乗に比例して大きくなり、特に高周波領域での特性を向上させるためには渦電流損 W_e の抑制が不可欠である。

[0003] 渦電流損 W_e を下げるためには、渦電流を小領域に閉じこめて、実効的な比抵抗値 ρ を高くすることが効果的である。磁性粉末を圧縮成形し、かつ個々の磁性粉末が絶縁された構成の圧粉磁心とすると、実効的な比抵抗値 ρ が高くなる。このような圧粉磁心において、絶縁が不十分であると実効的な比抵抗値 ρ が低下して渦電流損 W_e が大きくなる。一方、絶縁性を高めるために絶縁被膜を厚くすると、磁心中の磁性粉末の占める容積の割合が低下し、磁束密度が低下する。磁束密度を高めるために、磁性粉末の圧縮成形を高圧で行って圧粉磁心の密度を大きくすると、成形時の磁性粉末の歪みが避けられず、ヒステリシス損 W_h が大きくなる。特に、低周波領域においては相対

的にヒステリシス損 W_h の影響が大きくなるため、鉄損 W を低減するためにはヒステリシス損 W_h を減少させることが重要となる。

[0004] 従来の圧粉磁心の製造方法としては、軟磁性粉末と樹脂との混合物を圧縮成形する方法が知られている。樹脂により結着性および絶縁性を保持する方法では、一定量の樹脂の混合が必要である。樹脂を添加すると、磁性粉末の占める容積割合の低下、磁束密度の低下、磁性粉末間の磁気的な結合等が小さくなり、孤立状態に近くなるため、保磁力を大きくするためには、ヒステリシス損 W_h が大きくなるという欠点がある。磁性粉末の容積割合を上げようとして高圧力で圧縮成形すると、形成された電気絶縁層が破壊されて渦電流損 W_e が増加したり、磁性粉末に残留する成形時の歪が大きくなり、ヒステリシス損 W_h の増加を招くことになる。このように、結合材として樹脂成分を用いた圧粉磁心では、渦電流損 W_e とヒステリシス損 W_h の低減に限界があった。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2010-114222号公報

発明の概要

[0006] 本発明が解決しようとする課題は、磁性粉末の容積割合を向上させた上で、絶縁性も良好に保つことを可能にした圧粉磁心とその製造方法、およびそれを用いた磁性部品を提供することにある。

[0007] 実施形態の圧粉磁心は、Fe系軟磁性粉末とガラスとを含む圧粉体からなる圧粉磁心であって、前記圧粉体中の気孔径が $20\mu m$ 以下（ゼロ含む）であり、前記圧粉体におけるFe系軟磁性粉末の占有率が面積比で88%以上である。

[0008] 実施形態の圧粉磁心の製造方法は、Fe系軟磁性粉末にガラスを被覆してガラス被覆軟磁性粉末を調製する工程と、前記ガラス被覆軟磁性粉末を堆積して堆積体を調製する工程と、前記堆積体を前記ガラスの軟化点以上融点以下の温度で加熱しつつ加圧し、圧粉磁心を得る工程とを具備する。

図面の簡単な説明

[0009] [図1]実施形態の圧粉磁心を示す断面図である。

[図2]実施形態の圧粉磁心における磁性粉末間の最短距離を説明する図である。
。

発明を実施するための形態

[0010] 以下、本発明の圧粉磁心とその製造方法、およびそれを用いた磁性部品を実施するための形態について説明する。

[0011] (圧粉磁心)

実施形態の圧粉磁心は、Fe系軟磁性粉末とガラスとを含む圧粉体からなる。実施形態の圧粉磁心において、圧粉体中の気孔径は $20\mu\text{m}$ 以下（ゼロ含む）であり、圧粉体中におけるFe系軟磁性粉末の占有率は面積比で88%以上である。

[0012] 図1は実施形態の圧粉磁心1の構造例を示す断面図である。図1において、1は圧粉磁心（圧粉体）、2はFe系軟磁性粉末、3はガラス、4は気孔（ポア）である。Fe系軟磁性粉末は、鉄または鉄合金からなる。Fe系軟磁性粉末は、



（式中、Mはケイ素（Si）、クロム（Cr）、アルミニウム（Al）、チタン（Ti）、アンチモン（Sb）、および錫（Sn）からなる群より選ばれる少なくとも1つの元素であり、 x は $90 \leq x \leq 100$ （質量%）を満足する。）

で表される組成を有することが好ましい。M元素を含有させることによって、Fe系軟磁性粉末の比抵抗を高くすることができる。軟磁性粉末の比抵抗を高くすることで、渦電流損を低減することができる。このため、 x 値は $90 \leq x \leq 99$ の範囲がより好ましい。

[0013] 軟磁性粉末2の粒子間には、ガラス3が存在している。ガラス3は $500 \sim 800^\circ\text{C}$ の範囲の軟化点を有することが好ましい。ガラス3の軟化点が 500°C 未満であると、圧粉磁心1の使用環境温度が高くなったときに、強度

の維持が困難になるおそれがある。また、後述する残留応力低減のための歪取り熱処理の温度を、必要な温度まで高くすることが困難になるおそれがある。ガラス3の軟化点が800℃を超えると、軟磁性粉末2をガラス3で被覆することが困難になる。ガラス3の軟化点は500～800℃が好ましく、さらに600～750℃であることがより好ましい。

[0014] ガラス3は、酸化珪素、酸化鉛、酸化ビスマス、酸化亜鉛、酸化バナジウム、酸化スズ、酸化テルル、アルカリ金属酸化物、およびフッ素から選ばれる1つを主成分とするものであることが好ましい。ガラス3は、酸化珪素を主成分とすることが好ましい。酸化珪素系ガラスは、絶縁性、耐熱性、および結合性に優れている。

[0015] 圧粉磁心（圧粉体）1中に存在する気孔4の径は20μm以下（ゼロ含む）である。また、圧粉磁心（圧粉体）1における軟磁性粉末2の占有率は、面積比で88%以上である。気孔4は、軟磁性粉末2同士の隙間、つまりはガラス層3に接して形成される。気孔径が20μmを超えると、軟磁性粉末2の占有率を大きくすることができなくなる。気孔径は20μm以下であり、さらには10μm以下であることが好ましい。最も好ましいのは、気孔がない（気孔径0μm）状態である。気孔径が20μm以下とは、気孔4の最大径が20μm以下であることを示す。

[0016] このように、気孔径を小さくすることによって、軟磁性粉末2の占有率を高くすることができる。軟磁性粉末2の占有率は、面積比で88%以上である。軟磁性粉末2の占有率は面積率で90%以上がより好ましく、さらに92%以上97%以下が特に好ましい。軟磁性粉末2の占有率を高くすることによって、磁束密度を高くすることができる。その結果、圧粉磁心1の飽和磁化を高くすることができる。軟磁性粉末2の占有率は面積比で97%以下が好ましい。軟磁性粉末2の占有率が面積比で97%を超えると、ガラス3の割合が相対的に減少することで、軟磁性粉末2間の絶縁性が低下するおそれがある。

[0017] 軟磁性粉末2の占有率を示す面積比（面積率）の測定は、以下のようにし

て行う。まず、圧粉磁心1の任意の断面において、単位面積あたりのSEM写真を撮影する。このSEM写真に写る軟磁性粉末2の面積率 $[\text{= (軟磁性粉末2の合計面積} / \text{単位面積)} \times 100]$ を求める。この作業を任意の単位面積5ヶ所について行い、その平均値を面積率(%)とする。軟磁性粉末2の平均粒径が $50\mu\text{m}$ 以下の場合は、単位面積を $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ とする。軟磁性粉末2の平均粒径が $50\mu\text{m}$ を超える場合は、単位面積を $300\mu\text{m} \times 300\mu\text{m}$ とする。また、SEM写真の倍率は1000倍とする。

[0018] 軟磁性粉末2は、 $3\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下の平均粒径を有することが好ましい。軟磁性粉末2の平均粒径が $3\mu\text{m}$ 未満であると、後述するガラス被覆軟磁性粉末を調製する工程において、絶縁ガラス被覆の膜厚制御が難しくなる。軟磁性粉末2の平均粒径が $100\mu\text{m}$ を超えると、軟磁性粉末2間の隙間が大きくなりやすい。軟磁性粉末2同士の隙間が大きくなると、部分的にガラス層3が多くなる領域ができてしまい、単位面積あたりの占有率が範囲外になるおそれがある。そのため、軟磁性粉末の平均粒径は $3 \sim 100\mu\text{m}$ が好ましく、さらには $10 \sim 80\mu\text{m}$ であることがより好ましい。

[0019] 軟磁性粉末2の平均粒径の測定は、以下のようにして行う。まず、圧粉磁心1の任意の断面において、SEM写真を撮影する。このSEM写真に写る軟磁性粉末2の長径と短径を測定し、これらの合計を2で割った値を粒径とする。この作業を50個分(軟磁性粉末50粒)について行い、その平均値を平均粒径とする。ここで、長径はへん平体の最長径とし、短径は長径の中点における垂線上の長さとする。SEM撮影の倍率は、粒径の輪郭がはっきり分かる倍率とする。例えば $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ のSEM写真を倍率1000倍で撮影して用いるものとする。

[0020] 軟磁性粉末2は、へん平形状を有することが好ましい。へん平形状としては、平均アスペクト比が $1.5 \sim 20$ の範囲であることが好ましい。アスペクト比の測定は、上述のSEM写真を用いて長径/短径にて求めるものとする。この作業を50個分について行い、その平均値を平均アスペクト比とする。へん平形状における平均アスペクト比は $2 \sim 20$ の範囲がより好ましい。

。へん平形状を有する軟磁性粉末2によれば、隣り合う軟磁性粉末2同士の距離を制御しやすくなる。

[0021] 圧粉磁心（圧粉体）1の任意の断面において、隣り合う軟磁性粉末2間の最短距離SDは3nm以上1000nm以下が好ましい。これによって、単位面積あたりの軟磁性粉末の占有率を高めることができる。隣り合う軟磁性粉末2間の最短距離は、8nm以上200nm以下がより好ましく、さらに8nm以上130nm以下が特に好ましい。さらに、隣り合う軟磁性粉末2間の最短距離を10nm以上130nm以下とすることで、単位面積あたりの軟磁性粉末2の占有率をさらに大きくすることができる。隣り合う軟磁性粉末2間の最短距離を10nm以上とすることで、より確実に絶縁性を確保できる。

[0022] 図2に圧粉体1の断面の一例を示す。図2において、2-1および2-2は軟磁性粉末であり、3はガラスである。図2では、軟磁性粉末2-1の周囲に軟磁性粉末2-2が存在している。隣り合う軟磁性粉末2間の最短距離とは、圧粉体1の任意の断面においてSEM写真（倍率10000倍）を撮影し、SEM写真に写る軟磁性粉末2において、隣り合う軟磁性粉末2間の最短距離を測定した値である。図2では2個の軟磁性粉末2の距離を示している。周囲に複数の軟磁性粉末2が存在する場合には、その中で最も近い距離にある軟磁性粉末2間の距離を「隣り合う軟磁性粉末間の最短距離」とする。

[0023] さらに、隣り合う軟磁性粉末2間の最短距離を制御することによって、圧粉磁心（圧粉体）1の気孔率を10%以下、さらには6%以下と小さくすることもできる。気孔率の測定は、TEM（Transmission Electron Microscope）分析により行うことが好ましい。また、簡易的には「気孔率＝100－軟磁性粉末の占有率（%）」にて求めても良いものとする。隣り合う軟磁性粉末2間の最短距離が130nm以下、さらには50nm以下と近い場合は、このような計算方法が有効である。

[0024] 実施形態の圧粉磁心1においては、軟磁性粉末2の占有率を高めた上で、

軟磁性粉末2間に絶縁層としてガラス層3を形成することができる。そのため、圧粉磁心1の磁束密度の向上と渦電流損 W_e の低減を両立させることができる。また、後述する熱処理等により圧粉磁心1の残留応力を低減することによって、ヒステリシス損 W_h の低減も可能である。このため、損失 W を低減することができる。

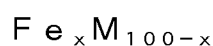
[0025] (磁性部品)

実施形態の圧粉磁心1は、様々な磁性部品に好適に用いられる。磁性部品としては、変圧器、リアクトル、サイリスタバルブ、ノイズフィルタ、チョークコイル等が挙げられる。これら磁性部品は、圧粉磁心を具備するものである。圧粉磁心には、必要に応じて巻線処理等が施される。磁性部品は、周波数30kHz以上の高周波領域で使用される磁性部品に好適である。実施形態の磁性部品は、圧粉磁心1の磁束密度向上と低損失とを両立しているため、優れた磁気特性を示す。特に、100kHz以上の周波数で用いるスイッチング電源用トランス、インダクタ、リアクタンス等に有効である。

[0026] (圧粉磁心の製造方法)

次に、実施形態の圧粉磁心の製造方法について説明する。実施形態の圧粉磁心は、上記した構成を有していれば、その製造方法は特に限定されるものではない。実施形態の圧粉磁心を効率よく得るための方法として、次の方法が挙げられる。圧粉磁心の製造方法は、例えばFe系軟磁性粉末にガラスを被覆してガラス被覆軟磁性粉末を調製する工程と、ガラス被覆軟磁性粉末を堆積して堆積体を調製する工程と、堆積体をガラスの軟化点以上融点以下の温度で加熱しつつ加圧する工程とを具備する。

[0027] まず、Fe系軟磁性粉末にガラスを被覆してガラス被覆軟磁性粉末を調製する。Fe系軟磁性粉末は、鉄または鉄合金からなる。Fe系軟磁性粉末は、



(MはSi、Cr、Al、Ti、Sb、およびSnからなる群より選ばれる少なくとも1つの元素であり、 x は $90 \leq x \leq 100$ (質量%) を満足す

る。)

で表される組成を有することが好ましい。Fe系軟磁性粉末の平均粒径は $3\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。原料粉末の平均粒径は D_{50} にて求めた値である。

[0028] ガラスは、 500°C 以上 800°C 以下の軟化点を有することが好ましい。ガラスは、酸化珪素、酸化鉛、酸化ビスマス、酸化亜鉛、酸化バナジウム、酸化スズ、酸化テルル、アルカリ金属酸化物、およびフッ素からなる群より選ばれる少なくとも1つを主成分とすることが好ましい。ガラスによるFe系軟磁性粉末の被覆は、例えば金属アルコキシドの加水分解を利用して被膜を形成する方法により実施される。加水分解を利用した被覆方法は、以下のように行われる。まず、軟磁性粉末と水とを混合し、十分に攪拌する。次に、金属アルコキシドを添加し、攪拌して加水分解反応を起こさせる。その後、十分に乾燥させることによって、ガラス被覆軟磁性粉末を調製する。

[0029] ガラスの被覆厚さは 5nm 以上 80nm 以下であることが好ましい。ガラスの被覆厚さが 5nm 未満であると、軟磁性粉末同士の間には存在するガラスの量が少ないため、絶縁性が低下するおそれがある。ガラスの被覆厚さが 80nm を超えると、軟磁性粉末の占有率を大きくすることが困難になる。そのため、ガラスの被覆厚さは 5nm 以上 80nm 以下が好ましく、さらには 10nm 以上 50nm 以下がより好ましい。

[0030] 次に、ガラス被覆軟磁性粉末を堆積して堆積体を調製する。堆積体の調製工程は、金型成型法やコールドスプレー法であることが好ましい。

[0031] 次に、堆積体をガラスの軟化点以上融点以下の温度で加熱しつつ加圧する工程を行う。加熱加圧工程は、ホットプレス(HP)やHIP(熱間静水圧プレス)等により実施される。加熱加圧工程の圧力は、 100MPa 以上が好ましく、さらに 200MPa 以上がより好ましい。圧力の上限は特に限定されるものではないが、 2000MPa 以下が好ましい。圧力を 200MPa 以上 2000MPa 以下に調整することによって、圧粉体の製造と同時に軟磁性粉末のアスペクト比を調整することができる。

[0032] ガラス被覆軟磁性粉末の堆積体を加熱しつつ加圧することによって、ガラスを軟化させながら圧粉体を作製することができる。これによって、圧粉体内の気孔径を小さくしながら軟磁性粉末の占有率を大きくすることができる。さらに、予めガラスを被覆した軟磁性粉末を用いているため、軟磁性粉末間の絶縁性を確保することができる。堆積体の加熱加圧工程における加熱温度は、F e系軟磁性粉末の応力を緩和することが可能な温度以上であることが好ましい。F e系軟磁性粉末の応力緩和が可能な温度は、F e系軟磁性粉末の組成によっても異なるが、おおよそ500～800℃程度である。F e系軟磁性粉末の応力緩和のための熱処理は、加熱加圧工程とは別に実施してもよい。

実施例

[0033] 次に、本発明の具体的な実施例およびその評価結果について述べる。

[0034] (実施例1～7、比較例1～2)

F e系軟磁性粉末としてF e S i合金粉末(S i含有量:3.5質量%)を用意した。ガラスとして酸化珪素系ガラス(V a系ガラス、軟化点600℃)を用意した。F e系軟磁性粉末にガラスを被覆してガラス被覆軟磁性粉末を調製した。軟磁性粉末の平均粒径 D_{50} 、ガラスの被覆厚さは表1に示した通りである。F e系軟磁性粉末の平均粒径の測定には、前述したSEM像を用いた。

[0035] [表1]

	軟磁性粉末	ガラス
	平均粒径 D_{50} [μ m]	被覆厚さ [nm]
実施例1	45	30
実施例2	45	30
実施例3	100	60
実施例4	45	70
実施例5	55	45
実施例6	80	12
実施例7	60	15
比較例1	15	120

[0036] 次に、実施例および比較例のガラス被覆軟磁性粉末を用いて金型成型を行った。その後、表2に示す条件でH I P処理を行った。H I P処理により圧粉体を作製した。

[0037] [表2]

	H I P 処 理		
	圧 力 [MPa]	温 度 [℃]	時 間 [h]
実施例 1	200	740	1
実施例 2	200	660	1
実施例 3	100	700	1
実施例 4	200	680	1
実施例 5	200	760	2
実施例 6	200	820	1.5
実施例 7	500	840	2
比較例 1	50	550	1

[0038] 得られた圧粉体について、軟磁性粉末の占有率、軟磁性粉末のアスペクト比、気孔径、気孔率、隣り合う軟磁性粉末間の最短距離SDを求めた。それらの結果を表3に示す。軟磁性粉末の占有率の測定には、軟磁性粉末の平均粒径が $50\mu\text{m}$ 以下の場合は単位面積 $100\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}$ のSEM写真（倍率1000倍）を用いた。軟磁性粉末の平均粒径が $50\mu\text{m}$ を超える場合には、単位面積 $300\mu\text{m}\times 300\mu\text{m}$ のSEM写真（倍率1000倍）を用いた。SEM写真に写る軟磁性粉末の面積を求め、単位面積5ヶ所分の平均値を占有率とした。

[0039] 軟磁性粉末のアスペクト比、平均粒径、気孔径は、前述したSEM写真を用いて測定した。軟磁性粉末のアスペクト比および平均粒径は、軟磁性粉末50粒分の平均値とした。隣り合う軟磁性粉末間の最短距離SDは、倍率10000倍のSEM写真を用いて測定した。気孔径や気孔率の測定には、前述したSEM写真を用いた。SEM写真で気孔が確認し難いときは、TEM観察を利用した。気孔径は拡大写真に写る気孔の最大径とした。

[0040]

[表3]

	圧粉体				
	軟磁性粉末			最大 気孔径 [μ m]	気孔率 [%]
	占積率 [面積%]	平均 アスペクト比	最短距離 SD [nm]		
実施例 1	92	8	50	9	5
実施例 2	92	8	50	15	5
実施例 3	88	8	110	9	10
実施例 4	90	8	130	10	5
実施例 5	92	8	85	9	4.5
実施例 6	93	8	20	8	6.5
実施例 7	94	12	25	8	4.8
比較例 1	80	1.2	200	22	13

[0041] 各実施例による圧粉体（圧粉磁心）は、軟磁性粉末の占有率が面積比で 88%以上であり、気孔径についても 20 μ m 以下と小さいことが確認された。

[0042] （実施例 8～13、比較例 2～4）

Fe 系軟磁性粉末として、FeSi 合金粉末（Si 含有量：3.5 質量%）と FeSiAl 合金粉末（Si 含有量：9.5 質量%、Al 含有量：5.5 質量%）を用意した。ガラスとして、ナトリウム系ガラス（軟化点 600℃）とソーダ石灰ガラス（軟化点 730℃）を用意した。軟磁性粉末にガラスを被覆してガラス被覆軟磁性粉末を調製した。軟磁性粉末の SEM 像で測定する平均粒径 D_{50} 、ガラスの被覆厚さは表 4 に示した通りである。なお、表 4 において、ナトリウム系ガラスは Na 系、ソーダ石灰ガラスはソーダ石灰と表記した。

[0043]

[表4]

	軟磁性粉末		ガラス	
	材料	平均粒径 D ₅₀ [μ m]	材料	被覆厚さ [nm]
実施例 8	FeSi	10	Na 系	22
実施例 9	FeSi	10	Na 系	10
実施例 10	FeSiAl	5.5	Na 系	5
実施例 11	FeSi	30	Na 系	10
実施例 12	FeSiAl	5.5	ソーダ石灰	9
実施例 13	FeSi	80	ソーダ石灰	13
比較例 2	FeSi	80	Na 系	110
比較例 3	FeSi	5.5	ソーダ石灰	2
比較例 4	FeSiAl	10	Na 系	34

[0044] 次に、実施例および比較例のガラス被覆軟磁性粉末を用いて金型成型を行った。その後、表 5 に示す条件で H I P 処理を行った。H I P 処理により圧粉体を作製した。

[0045] [表5]

	HIP 処理		
	圧力 [MPa]	温度 [$^{\circ}$ C]	時間 [h]
実施例 8	200	740	1
実施例 9	200	660	1
実施例 10	500	750	1
実施例 11	200	760	2
実施例 12	1000	800	1.5
実施例 13	200	820	1.5
比較例 2	200	680	1
比較例 3	200	840	2
比較例 4	200	700	1

[0046] 得られた圧粉体について、軟磁性粉末の占有率、軟磁性粉末のアスペクト比、隣り合う軟磁性粉末間の最短距離 S D、気孔径、および気孔率を求めた。それぞれの測定方法は、実施例 1 と同じ方法とした。それらの結果を表 6 に示す。

[0047]

[表6]

	圧粉体				
	軟磁性粉末			最大 気孔径 [μm]	気孔率 [%]
	占積率 [面積%]	平均 アスペクト比	最短距離SD [nm]		
実施例 8	92	2	37	9	5
実施例 9	94	8	13	15	3.5
実施例 10	96	1.5	8	9	3
実施例 11	95	8	16	9	4
実施例 12	95	1.5	16	4	3
実施例 13	93	8	21	8	6.5
比較例 2	82	18	225	10	8
比較例 3	97	1.6	4	21	2.5
比較例 4	82	1.5	57	22	11

[0048] 実施例の圧粉体（圧粉磁心）は、いずれも軟磁性粉末の占有率が面積比で 88%以上であり、また気孔径についても 20 μm 以下と小さいことが確認された。また、軟磁性材料およびガラスの材質を変えても、軟磁性粉末の占有率の高い圧粉体を得られた。

[0049] 次に、実施例および比較例の各圧粉磁心について、飽和磁化および損失を測定した。損失の測定は、初透磁率の範囲における 100 kHz、0.2 T（テスラ）の条件で行った。その結果を表 7 に示す。

[0050]

[表7]

	圧粉磁心の特性	
	飽和磁化[T]	損失[kW/cm ³]
実施例 1	1.84	2000
実施例 2	1.84	2000
実施例 3	1.76	3000
実施例 4	1.80	1800
実施例 5	1.84	1800
実施例 6	1.86	2200
実施例 7	1.88	1900
比較例 1	1.60	1800
実施例 8	1.84	1500
実施例 9	1.88	2000
実施例 10	1.73	2500
実施例 11	1.90	2100
実施例 12	1.71	1600
実施例 13	1.86	2200
比較例 2	1.64	2000
比較例 3	1.94	5200
比較例 4	1.48	3200

[0051] 表 7 から分かるように、各実施例の圧粉磁心は優れた磁気特性を有することが確認された。それに対して、比較例 1、比較例 2、および比較例 4 の圧粉磁心では、飽和磁化が 1.7 T 以下と低い値しか得られなかった。比較例 3 の圧粉磁心は、損失が 5 2 0 0 kW/m³ と高かった。これは気孔径が大きいためである。

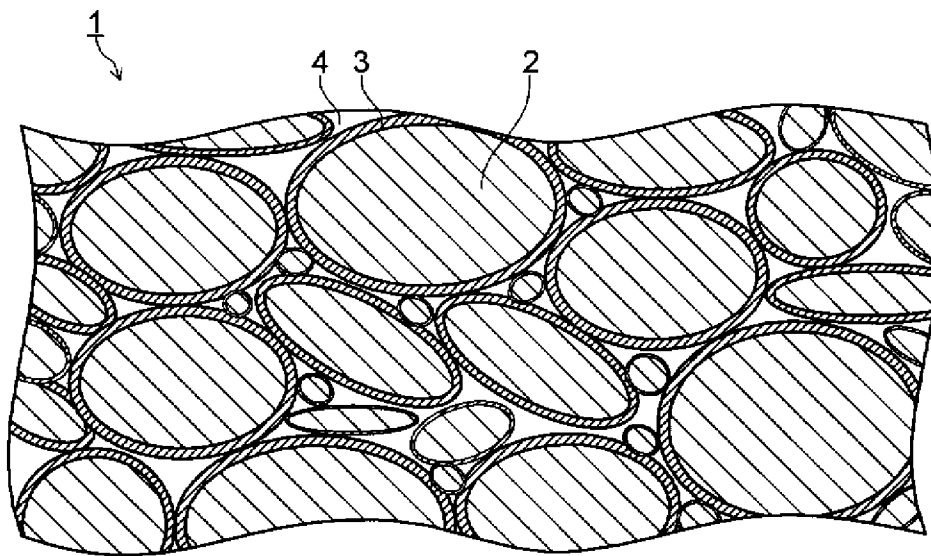
[0052] なお、本発明のいくつかの実施形態を説明したが、これらの実施形態は例として提示したものであり、発明の範囲を限定することは意図していない。これら新規な実施形態は、その他の様々な形態で実施し得るものであり、発明の要旨を逸脱しない範囲で、種々の省略、置き換え、変更を行うことができる。これら実施形態やその変形は、発明の範囲や要旨に含まれると共に、特許請求の範囲に記載された発明とその均等の範囲に含まれる。

請求の範囲

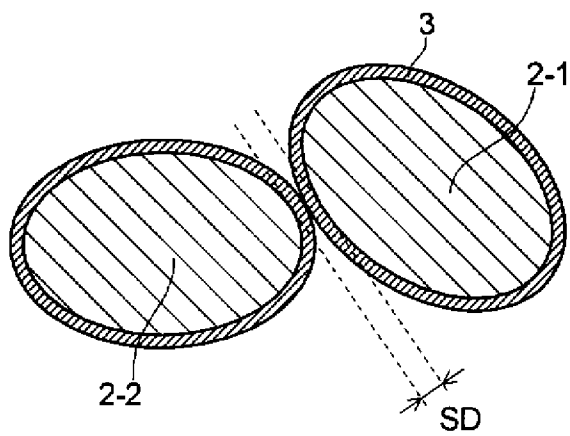
- [請求項1] F e系軟磁性粉末とガラスとを含む圧粉体からなる圧粉磁心であって、
- 前記圧粉体中の気孔径が $20\mu\text{m}$ 以下（ゼロ含む）であり、前記圧粉体におけるF e系軟磁性粉末の占有率が面積比で88%以上である圧粉磁心。
- [請求項2] 前記圧粉体の気孔率が10%以下（ゼロ含む）である、請求項1に記載の圧粉磁心。
- [請求項3] 前記F e系軟磁性粉末の平均粒径が $3\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下である、請求項1または請求項2に記載の圧粉磁心。
- [請求項4] 前記F e系軟磁性粉末は、
- $\text{Fe}_x\text{M}_{100-x}$
- （式中、MはSi、Cr、Al、Ti、Sb、およびSnからなる群より選ばれる少なくとも1つの元素であり、 x は $90 \leq x \leq 100$ （質量%）を満足する。）
- で表される組成を有する、請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載の圧粉磁心。
- [請求項5] 前記圧粉体の任意の断面において、隣り合う前記F e系軟磁性粉末間の最短距離が 3nm 以上 1000nm 以下である、請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載の圧粉磁心。
- [請求項6] 前記F e系軟磁性粉末はへん平形状を有する、請求項1ないし請求項5のいずれか1項に記載の圧粉磁心。
- [請求項7] 前記ガラスの軟化点が 500°C 以上 800°C 以下である、請求項1ないし請求項6のいずれか1項に記載の圧粉磁心。
- [請求項8] 請求項1ないし請求項7のいずれか1項に記載の圧粉磁心を具備する磁性部品。
- [請求項9] 前記磁性部品は、変圧器、リアクトル、サイリスタバルブ、ノイズフィルタ、またはチョークコイルである、請求項8記載の磁性部品。

- [請求項10] 前記磁性部品は、周波数30kHz以上の高周波領域で使用されるように構成される、請求項8または請求項9に記載の磁性部品。
- [請求項11] Fe系軟磁性粉末にガラスを被覆してガラス被覆軟磁性粉末を調製する工程と、
前記ガラス被覆軟磁性粉末を堆積して堆積体を調製する工程と、
前記堆積体を前記ガラスの軟化点以上融点以下の温度で加熱しつつ加圧し、圧粉磁心を得る工程と
を具備する圧粉磁心の製造方法。
- [請求項12] 前記堆積体の調製工程は、金型成型法またはコールドスプレー法により実施される、請求項11記載の圧粉磁心の製造方法。
- [請求項13] 前記堆積体の加熱温度は、前記Fe系軟磁性粉末の応力緩和が可能な温度以上である、請求項11または請求項12に記載の圧粉磁心の製造方法。
- [請求項14] 前記ガラスの軟化点は500℃以上800℃以下である、請求項11ないし請求項13のいずれか1項に記載の圧粉磁心の製造方法。
- [請求項15] 前記ガラスの被覆厚さが5nm以上80nm以下である、請求項11ないし請求項14のいずれか1項に記載の圧粉磁心の製造方法。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/000582

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01F27/255(2006.01)i, B22F3/00(2006.01)i, C22C33/02(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)i, H01F1/24(2006.01)i, H01F41/02(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)

H01F27/255, B22F3/00, C22C33/02, C22C38/00, H01F1/24, H01F41/02

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	JP 05-006830 A (The Furukawa Electric Co., Ltd.), 14 January 1993 (14.01.1993), paragraphs [0014] to [0017] (Family: none)	1-15
A	JP 2010-232223 A (Seiko Epson Corp.), 14 October 2010 (14.10.2010), entire text; all drawings (Family: none)	1-15

☐ 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
08 April 2016 (08.04.16)

Date of mailing of the international search report
19 April 2016 (19.04.16)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. H01F27/255(2006.01)i, B22F3/00(2006.01)i, C22C33/02(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)i,
H01F1/24(2006.01)i, H01F41/02(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. H01F27/255, B22F3/00, C22C33/02, C22C38/00, H01F1/24, H01F41/02

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	JP 05-006830 A (古河電気工業株式会社) 1993.01.14, 段落[0014]-[0017] (ファミリーなし)	1-15
A	JP 2010-232223 A (セイコーエプソン株式会社) 2010.10.14, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1-15

❏ 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

08.04.2016

国際調査報告の発送日

19.04.2016

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)

小池 秀介

5 D

3 6 6 2

電話番号 03-3581-1101 内線 3551