

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4452240号
(P4452240)

(45) 発行日 平成22年4月21日(2010.4.21)

(24) 登録日 平成22年2月5日(2010.2.5)

(51) Int. Cl.		F I	
HO 1 F	1/24 (2006.01)	HO 1 F	1/24
HO 1 F	1/153 (2006.01)	HO 1 F	1/14 C
HO 1 F	1/36 (2006.01)	HO 1 F	1/36
B 2 2 F	1/02 (2006.01)	B 2 2 F	1/02 E
C 2 2 C	33/02 (2006.01)	B 2 2 F	1/02 C

請求項の数 13 (全 16 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2005-512892 (P2005-512892)	(73) 特許権者	394026471 日本科学冶金株式会社 大阪府寝屋川市大成町13番3号
(86) (22) 出願日	平成16年4月22日(2004.4.22)	(74) 代理人	100100158 弁理士 鮫島 睦
(86) 国際出願番号	PCT/JP2004/005772	(74) 代理人	100068526 弁理士 田村 恭生
(87) 国際公開番号	W02005/015581	(74) 代理人	100103115 弁理士 北原 康廣
(87) 国際公開日	平成17年2月17日(2005.2.17)	(74) 代理人	100091465 弁理士 石井 久夫
審査請求日	平成19年4月23日(2007.4.23)	(72) 発明者	松川 清喬 大阪府寝屋川市大成町12番32号 日本科学冶金株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願2003-287975 (P2003-287975)		
(32) 優先日	平成15年8月6日(2003.8.6)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 軟磁性複合粉末及びその製造方法並びに軟磁性成形体の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

軟磁性成形体の製造に用いる複合粉末であって、該軟磁性体粉末の表面が無機絶縁性材料から成る無機絶縁層で被覆され、該無機絶縁層の表面には該軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成り、

上記無機絶縁性材料が0.3～6重量%、上記樹脂材料が3～8重量%、そして残部が上記軟磁性粉末から成る軟磁性複合粉末。

【請求項2】

上記電気絶縁性材料がガラス材料である請求項1記載の軟磁性複合粉末。

【請求項3】

上記樹脂材料の粒径が上記軟磁性体粉末の粒径の半分以下である請求項1または2に記載の軟磁性複合粉末。

【請求項4】

軟磁性成形体の製造に用いる複合粉末であって、軟磁性体粉末の表面が少なくとも無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆され、該無機絶縁性材料の表面には軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成り、

上記無機絶縁性材料がガラス材料であって、該ガラス材料及び上記樹脂材料の粒径が軟磁性体粉末の粒径の半分以下であり、かつガラス材料0.3～10重量%、樹脂材料3～8重量%、そして残部が軟磁性体粉末から成る軟磁性複合粉末。

【請求項5】

10

20

上記電気絶縁性材料が上記樹脂材料を含む請求項 4 記載の軟磁性複合粉末。

【請求項 6】

上記軟磁性体粉末が非晶質軟磁性合金である請求項 1 から 5 のいずれか一つに記載の軟磁性複合粉末。

【請求項 7】

上記樹脂材料により造粒されて成る請求項 1 から 6 のいずれか一つに記載の軟磁性複合粉末。

【請求項 8】

軟磁性体粉末の表面が無機絶縁性材料から成る無機絶縁層で被覆され、該無機絶縁層の表面には該軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成る軟磁性複合粉末の製造方法であって、

上記軟磁性複合粉末が、上記無機絶縁性材料が 0 . 3 ~ 6 重量%、上記樹脂材料が 3 ~ 8 重量%、そして残部が上記軟磁性粉末から成り、

上記軟磁性体粉末の表面に該ガラス材料を融着させてガラス層を形成し、次いで上記軟磁性体粉末と上記樹脂材料とを上記樹脂材料の軟化温度以上の温度で混合し、上記ガラス層に上記樹脂材料を融着させる軟磁性複合粉末の製造方法。

【請求項 9】

上記ガラス材料が低融点ガラスである請求項 8 記載の製造方法。

【請求項 10】

上記樹脂材料の粒径が上記軟磁性体粉末の粒径の半分以下である請求項 8 記載の製造方法。

【請求項 11】

軟磁性体粉末の表面が少なくとも無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆され、該無機絶縁性材料の表面には軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成る軟磁性複合粉末の製造方法であって、

上記無機絶縁性材料がガラス材料であって、該ガラス材料及び上記樹脂材料の粒径が軟磁性体粉末の粒径の半分以下であり、かつ上記軟磁性複合粉末が、ガラス材料 0 . 3 ~ 10 重量%、樹脂材料 3 ~ 8 重量%、そして残部が軟磁性体粉末から成り、

上記軟磁性体粉末と、上記無機絶縁性材料と、上記樹脂材料とを上記樹脂材料の融点以上の温度で混合し、軟磁性体粉末の表面を無機絶縁性材料と樹脂材料で被覆する一方、上記無機絶縁性材料に上記樹脂材料を融着させる軟磁性複合粉末の製造方法。

【請求項 12】

軟磁性体粉末の表面が少なくとも無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆され、該無機絶縁性材料の表面には軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成る軟磁性複合粉末を金型内に充填し加圧して圧粉体となし、次いで該圧粉体を焼成して焼成体となす軟磁性成形体の製造方法であって、

上記無機絶縁性材料がガラス材料であって、該ガラス材料及び上記樹脂材料の粒径が軟磁性体粉末の粒径の半分以下であり、かつ上記軟磁性複合粉末が、ガラス材料 0 . 3 ~ 10 重量%、樹脂材料 3 ~ 8 重量%、そして残部が軟磁性体粉末から成る軟磁性成形体の製造方法。

【請求項 13】

軟磁性体粉末の表面が少なくとも無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆され、該無機絶縁性材料の表面には軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成る軟磁性複合粉末に樹脂材料を添加し混練して射出成形体となす軟磁性成形体の製造方法であって、

上記無機絶縁性材料がガラス材料であって、該ガラス材料及び上記樹脂材料の粒径が軟磁性体粉末の粒径の半分以下であり、かつ上記軟磁性複合粉末が、ガラス材料 0 . 3 ~ 10 重量%、樹脂材料 3 ~ 8 重量%、そして残部が軟磁性体粉末から成る軟磁性成形体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

10

20

30

40

50

【技術分野】

【0001】

本発明は、軟磁性複合粉末及びその製造方法並びその軟磁性複合粉末を用いた軟磁性成形体の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

高周波用のトランスやチョークコイルの磁心等に使用される軟磁性材料には、カルボニル鉄、フェライト、センドラストあるいは非晶質合金が用いられている。これらの軟磁性材料を磁心に用いる場合、高周波領域での電気抵抗を大きくするために、軟磁性材料の粉末を絶縁層を介して固化して軟磁性成形体とする方法が用いられている。例えば、軟磁性材料の結着剤として低融点ガラスを用いて圧粉成形して圧粉体とする方法（特許文献1）や、あるいは、結着剤として低融点ガラスと樹脂を用いて圧粉成形し、次いで焼成して樹脂のみを焼失させて焼成体とする方法（特許文献2）が提案されている。また、軟磁性材料を含む樹脂組成物を射出成形により成形し射出成形体とする方法も提案されている（特許文献3）。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特開昭63-158810号公報

【特許文献2】特開2001-73062号公報

20

【特許文献3】特開平11-31612号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、結着剤として低融点ガラスを用いると、軟磁性材料粉末間の電気的絶縁性の確保が容易となる一方、軟磁性材料及びガラスのいずれも硬い材料であるため、圧粉成形時に高いプレス圧力を必要とする。そのため、大型のプレス装置を必要とし、また金型寿命が短くなり製造コストが高くなるという問題があった。

【0005】

また、樹脂組成物を成形する場合、軟磁性材料粉末間の電気絶縁性を確保するため多量の樹脂を添加せざるを得ず、そのため、磁気特性が低下するという問題があった。

30

【0006】

そこで、本発明は、上記課題を解決し、軟磁性材料粉末間の電気絶縁性を確保して良好な磁気特性を確保するとともに、成形の容易な軟磁性成形体の製造方法を提供することを目的とした。

【課題を解決するための手段】

【0007】

上記課題を解決するため、本発明者らは、軟磁性体粉末の表面の少なくとも一部を無機絶縁性材料で被覆し、その無機絶縁性材料に樹脂材料を融着させた複合粉末を用いることにより、軟磁性材料粉末間の電気絶縁性を確保するとともに、成形加工性を向上できることに着目して本発明を完成させたものである。

40

【0008】

すなわち、本発明の軟磁性複合粉末は、軟磁性成形体の製造に用いる複合粉末であって、該軟磁性体粉末の表面が無機絶縁性材料から成る無機絶縁層で被覆され、該無機絶縁層の表面には該軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成り、上記無機絶縁性材料が0.3～6重量%、上記樹脂材料が3～8重量%、そして残部が上記軟磁性粉末から成ることを特徴とする。

【0009】

無機絶縁層で軟磁性体粉末を被覆することにより、軟磁性体粉末間の電気絶縁性をさらに向上させることができる。

50

【0010】

また、上記無機絶縁性材料にガラス材料を用いることもできる。ガラス材料は軟化点を有するため、加熱することにより容易に複合粉末同士を接合することができるからである。

【0011】

本発明の別の軟磁性複合粉末は、軟磁性成形体の製造に用いる複合粉末であって、軟磁性体粉末の表面が少なくとも無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆され、該無機絶縁性材料の表面には軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成り

上記無機絶縁性材料がガラス材料であって、該ガラス材料及び上記樹脂材料の粒径が軟磁性体粉末の粒径の半分以下であり、かつガラス材料0.3～10重量%、樹脂材料3～8重量%、そして残部が軟磁性体粉末から成ることを特徴とする。

10

【0012】

また、上記電気絶縁性材料に、無機絶縁性材料に加え樹脂材料を用いることもできる。樹脂材料を用いることにより、成形時の加工性を向上させることができる。

【0013】

また、上記軟磁性体粉末に非晶質軟磁性合金を用いることができる。高透磁率で耐食性や強度等の特性に優れた軟磁性成形体を得ることができるからである。

【0014】

また、複合粉末は造粒されていることが好ましい。造粒された複合粉末は高い充填密度と高い変形能を有するからである。

20

【0015】

本発明の軟磁性複合粉末は、例えば、以下の方法を用いて製造することができる。すなわち、軟磁性体粉末の表面が無機絶縁性材料から成る無機絶縁層で被覆され、該無機絶縁層の表面には該軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成る軟磁性複合粉末の製造方法であって、上記軟磁性複合粉末が、上記無機絶縁性材料が0.3～6重量%、上記樹脂材料が3～8重量%、そして残部が上記軟磁性粉末から成り、上記軟磁性体粉末の表面に該ガラス材料を融着させてガラス層を形成し、次いで上記軟磁性体粉末と上記樹脂材料とを上記樹脂材料の軟化温度以上の温度で混合し、上記ガラス層に上記樹脂材料を融着させることを特徴とする。

30

【0016】

また、そのガラス材料に低融点ガラスを用いることができる。

【0017】

また、本発明の軟磁性複合粉末の別の製造方法は、軟磁性体粉末の表面が少なくとも無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆され、該無機絶縁性材料の表面には軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成る軟磁性複合粉末の製造方法であって、上記無機絶縁性材料がガラス材料であって、該ガラス材料及び上記樹脂材料の粒径が軟磁性体粉末の粒径の半分以下であり、かつ上記軟磁性複合粉末が、ガラス材料0.3～10重量%、樹脂材料3～8重量%、そして残部が軟磁性体粉末から成り、上記軟磁性体粉末と、上記無機絶縁性材料と、上記樹脂材料とを上記樹脂材料の融点以上の温度で混合し、軟磁性体粉末の表面を無機絶縁性材料と樹脂材料で被覆する一方、上記無機絶縁性材料に上記樹脂材料を融着させることを特徴とする。

40

【0018】

本発明の軟磁性複合粉末を用い、例えば、以下の方法により軟磁性成形体を製造することができる。すなわち、軟磁性体粉末の表面が少なくとも無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆され、該無機絶縁性材料の表面には軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成る軟磁性複合粉末を金型内に充填し加圧して圧粉体となし、次いで該圧粉体を焼成して焼成体となす軟磁性成形体の製造方法であって、上記無機絶縁性材料がガラス材料であって、該ガラス材料及び上記樹脂材料の粒径が軟磁性体粉末の粒径の半分以下であり、かつ上記軟磁性複合粉末が、ガラス材料0.3～10重量%、樹脂材

50

料 3 ~ 8 重量%、そして残部が軟磁性体粉末から成ることを特徴とする。

【 0 0 1 9 】

また、軟磁性成形体の別の製造方法は、軟磁性体粉末の表面が少なくとも無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆され、該無機絶縁性材料の表面には軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成る軟磁性複合粉末に樹脂材料を添加し混練して射出成形体となす軟磁性成形体の製造方法であって、上記無機絶縁性材料がガラス材料であって、該ガラス材料及び上記樹脂材料の粒径が軟磁性体粉末の粒径の半分以下であり、かつ上記軟磁性複合粉末が、ガラス材料 0 . 3 ~ 1 0 重量%、樹脂材料 3 ~ 8 重量%、そして残部が軟磁性体粉末から成ることを特徴とする。

【 0 0 2 0 】

また、軟磁性成形体の別の製造方法は、軟磁性体粉末の表面が少なくとも無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆され、該無機絶縁性材料の表面には軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されて成る軟磁性複合粉末にさらに樹脂材料を添加し、混練して射出成形体とし、該射出成形体を脱脂及び焼成して焼成体とする軟磁性成形体の製造方法であって、上記無機絶縁性材料がガラス材料であって、該ガラス材料及び上記樹脂材料の粒径が軟磁性体粉末の粒径の半分以下であり、かつ上記軟磁性複合粉末が、ガラス材料 0 . 3 ~ 1 0 重量%、樹脂材料 3 ~ 8 重量%、そして残部が軟磁性体粉末から成ることを特徴とする。

【 発明の効果 】

【 0 0 2 1 】

本発明の軟磁性複合粉末は、軟磁性体の表面が少なくとも無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆され、その無機絶縁材料はその表面に融着した樹脂材料を有している。これにより、複合粉末を加圧成形する場合、軟磁性体粉末同士が直接接触することを防止することができるので、軟磁性体粉末間の摩擦を低減してプレス圧力をより小さくすることができる。特に、その樹脂材料は、軟磁性体粉末の表面を部分的に覆っているため、軟磁性体粉末の表面の全面を覆う場合に比べ、より自由に変形できる。すなわち、樹脂材料は無機絶縁性材料との融着部を支点として自由変形可能であり、軟磁性体粉末同士が接近すると、樹脂材料に接触した軟磁性体粉末は樹脂材料の変形によりその移動方向を変え、粉末粒子間の空隙に移動することが可能である。特に細粒の軟磁性体粉末は移動し易いため、樹脂材料の変形に伴い粗粒の軟磁性体粉末が形成する空隙に押出される結果、充填密度を高めることが可能となる。これに対し、樹脂材料が軟磁性体粉末の表面の全面を覆う場合、樹脂材料はその膜厚方向の変形は可能であるが、膜幅方向への変形は抑制されるため、軟磁性体粉末の移動が抑制され、充填密度を高くすることが困難となる。また、樹脂材料は無機絶縁性材料に融着しているため、樹脂材料が変形しても無機絶縁性材料から容易に脱着することがなく、軟磁性体粉末同士の接触を防止することが可能となる。また、軟磁性体粉末の表面が無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆されているため、焼成体や射出成形体等の成形体において、軟磁性体粉末同士の直接接触を抑制して軟磁性体粉末間の電気絶縁性を確保することもできる。ここで、軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うとは、軟磁性体粉末の表面の全面が被覆されている状態以外を指し、無機絶縁性材料に融着した樹脂材料が表面の少なくとも一部には存在しない状態を指すものである。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 2 2 】

【 図 1 】 本発明の軟磁性複合粉末の一実施例の形状を示す S E M 写真である。

【 図 2 】 本発明に用いたガラスコーティングした軟磁性体粉末の形状を示す S E M 写真である。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 2 3 】

以下、本発明の実施の形態について説明する。

【 0 0 2 4 】

実施の形態 1 .

本実施の形態では、軟磁性体粉末の表面を被覆する電気絶縁性材料に無機絶縁性材料を用いる複合粉末の一つの製造方法について説明する。

【0025】

本実施の形態に用いる軟磁性体には、フェライト等の酸化物系材料、カルボニル鉄、Fe-Si合金、Ni-Fe合金、そしてFe系あるいはCo系の非晶質合金等の金属系材料が含まれる。耐食性、耐摩耗性、強度、そして高透磁率や低保持力等の軟磁気特性が結晶系材料に比べ優れた軟磁性非晶質合金を用いることが好ましい。軟磁性非晶質合金は特に限定されず、鉄系やコバルト系等の公知の非晶質合金を用いることができる。

【0026】

また、本実施の形態に用いる無機絶縁性材料には、例えば、 Al_2O_3 、 SiO_2 、 Y_2O_3 、 MgO 、そして ZrO_2 等の絶縁性の金属又は半金属の酸化物、あるいはガラス材料、又はそれらの混合物を用いることができるが、ガラス材料が好ましい。ガラス材料の中でも、低融点ガラスが好ましい。低い軟化温度を有し、軟磁性非晶質合金に融着してその表面を被覆することができるからである。

10

【0027】

低融点ガラスは、軟磁性体粉末と反応せず、軟磁性非晶質合金の結晶化開始温度よりも低温、好ましくは約550以下で軟化するものであれば特に限定されない。例を挙げれば、 $PbO-B_2O_3$ 系ガラス等の鉛系ガラス、 P_2O_5 系ガラス、 $ZnO-BaO$ 系ガラス、そして $ZnO-B_2O_3-SiO_2$ 系ガラス等の公知の低融点ガラスを用いることができる。好ましくは、無鉛ガラスであって、低い軟化点を与える P_2O_5 系ガラスが好ましい。その一例を挙げれば P_2O_5 60~80%、 Al_2O_3 10%以下、 ZnO 10~20%、 Li_2O 10%以下、 Na_2O 10%以下の組成のものを用いることができる。

20

【0028】

また、本発明に用いる樹脂は、従来公知の熱可塑性樹脂又は熱硬化性樹脂を用いることができる。熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリエチレンやポリプロピレン等のポリオレフィン、ポリビニルアルコール、ポリエチレンオキサイド、ポリフェニレンスルフィド(PPS)、液晶ポリマー、ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)、ポリイミド、ポリエーテルイミド、ポリアセタール、ポリエーテルサルホン、ポリサルホン、ポリカーボネート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリフェニレンオキサイド、ポリフタルアミド、ポリアミド等、そしてそれらの混合物又は共重合体、熱硬化性樹脂としては、例えば、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、ジアリルフタレート樹脂、メラミン樹脂、尿素樹脂等、そしてそれらの混合物を挙げることができる。

30

【0029】

また、樹脂材料の形状は、粉末状や繊維状のものを用いることができるが、混合し易い粉末状が好ましい。

【0030】

以下に、複合粉末の作製方法の一例を説明する。すなわち、軟磁性体粉末の表面を予め無機絶縁性材料で被覆して無機絶縁層を形成し、次いでその無機絶縁層に樹脂材料を融着させる。

40

【0031】

軟磁性体粉末を無機絶縁性材料で被覆して無機絶縁層を形成する方法としては、メカノフュージョン等の粉末コーティング法や、無電解メッキやゾル-ゲル法等の湿式薄膜作製法、又はスパッタリング等の乾式薄膜作製法等を用いることができる。粉末コーティング法は、例えば特開2001-73062号公報に記載された粉末コーティング装置を用いて行うことができる。この方法によれば、軟磁性体粉末と低融点ガラス粉末が強力な圧縮摩擦力を受け、軟磁性体粉末と低融点ガラス粉末との融合及びガラス粉末同士の溶着により、軟磁性体粉末の表面が低融点ガラスから成る無機絶縁層で被覆された複合粉末を得ることができる。

50

【 0 0 3 2 】

次いで、無機絶縁層を有する軟磁性体粉末に樹脂粉末を添加して混合する。樹脂粉末は混合時の機械的エネルギーにより一部が溶融して、その溶融した部分が無機絶縁層に融着する。これにより軟磁性複合粉末を得ることができる。混合には、ボールミル等の公知の固相混合方法を用いることができる。なお、混合時の温度は室温以上であれば良いが、樹脂材料の軟化温度以上の温度に加熱することが好ましい。樹脂粉末の無機絶縁層への融着が促進されるからである。

【 0 0 3 3 】

ここで、無機絶縁層で被覆した軟磁性体粉末を用いる場合、樹脂粉末の粒径は軟磁性体粉末の粒径より小さく、好ましくは半分以下であり、例えば、軟磁性体粉末の粒径が 3 0 0 μ m 以下、1 5 0 μ m 以下、そして 4 5 μ m 以下の場合、それぞれ 1 5 0 μ m 以下、7 5 μ m 以下、そして 2 0 μ m 以下が好ましい。

10

【 0 0 3 4 】

また、複合粉末の組成は、無機絶縁性材料 0 . 3 ~ 6 重量 %、樹脂材料 1 ~ 1 0 重量 %、そして残部が軟磁性体粉末となるように、より好ましくは、無機絶縁性材料 0 . 4 ~ 3 重量 %、樹脂材料 2 ~ 8 重量 %、そして残部が軟磁性体粉末となるように、さらに好ましくは無機絶縁性材料 0 . 4 ~ 1 重量 %、樹脂材料 3 ~ 8 重量 %、そして残部が軟磁性体粉末となるようにする必要がある。なお、必要により、0 . 1 ~ 0 . 5 重量 % の滑剤を添加することもできる。

【 0 0 3 5 】

また、必要により、潤滑剤としてステアリン酸亜鉛やステアリン酸カルシウム等のステアリン酸塩を添加して混合することができる。

20

【 0 0 3 6 】

また、本実施の形態の複合粉末を所定の金型に充填し、圧粉成形、射出成形、そして押出成形等の種々の成形方法を用いて成形することができる。例えば、圧粉成形の場合、軟磁性複合粉末を金型内に充填し、所定の加圧圧力でプレス成形し、成形した圧粉体を、焼成し、樹脂を焼失させて焼成体を得ることができる。なお、軟磁性体粉末に非晶質合金粉末を用いる場合には、焼成温度を非晶質合金の結晶化開始温度より低温とする必要がある。

【 0 0 3 7 】

また、射出成形の場合、成形加工性を確保するため、軟磁性複合粉末にさらに樹脂粉末を添加して混練する必要がある。添加する樹脂は複合粉末中の樹脂と同じ、あるいは別の樹脂を用いることができる。射出成形に用いる樹脂は、J I S K 7 1 9 1 で規定する荷重たわみ温度が 1 0 0 以上の耐熱性樹脂が好ましく、例を挙げれば、上述の熱可塑性樹脂の中でポリオレフィン、ポリビニルアルコール、ポリエチレンオキサ이드以外の熱可塑性樹脂と、上述の熱硬化性樹脂を用いることができる。なお、混練に際し、熱可塑性樹脂の場合、その軟化温度以上の温度で加熱して混練することが好ましい。また、熱硬化性樹脂の場合、その分解温度以下の温度、好ましくは 3 0 0 以下の温度で混練することが好ましい。なお、射出成形の場合、成形加工性確保のため、最終成形体中の樹脂の含有量が 5 重量 % 以上となることが好ましい。

30

40

【 0 0 3 8 】

なお、複合粉末は造粒することが好ましい。造粒すると、造粒粒子内部も部分的な樹脂の融着の効果により、軟磁性粉末の自由変形が生じる結果、大径粒子と小径粒子とが密に充填され高い充填密度が維持される。さらに、造粒粒子間でも部分的な樹脂の融着の効果により、造粒粒子の変形が可能となる結果、高い充填密度を有することになる。これにより、造粒された複合粉末は高い充填密度と高い変形能を有し、特に圧粉成形に好適に用いることができる。

【 0 0 3 9 】

造粒は、上記のように無機絶縁層を有する軟磁性体粉末に樹脂粉末を添加して混合する混合攪拌造粒により行うことができる。しかしながら、造粒粒子の形状や粒径を均一にす

50

るには、複合粉末を原料粉とし、転動造粒等の自足造粒法や、スプレードライ等の強製造粒法等の公知の方法を用いて行うことが好ましい。

【0040】

実施の形態2.

本実施の形態は、軟磁性複合粉末の別の製造方法に関するものである。本実施の形態では、実施の形態1に記載した軟磁性体粉末と、無機絶縁性材料と、樹脂材料とを樹脂材料の融点以上の温度に加熱して混合し複合粉末を製造する。無機絶縁性材料にはガラス粉末を用い、樹脂材料には樹脂粉末を用いることが好ましい。軟磁性体粉末の表面は、軟磁性体粉末に融着した樹脂粉末とその樹脂粉末により結着されたガラス粉末とで被覆され、さらに、そのガラス粉末の表面に樹脂粉末が融着した複合粉末を得ることができる。

10

【0041】

ここで、ガラス粉末及び樹脂粉末の粒径は軟磁性体粉末の粒径より小さく、好ましくは半分以下であり、例えば、軟磁性体粉末の粒径が300 μm 以下、150 μm 以下、そして45 μm 以下の場合、ガラス粉末と樹脂粉末の粒径は150 μm 以下、75 μm 以下、そして20 μm 以下が好ましい。

【0042】

また、複合粉末の組成を、無機絶縁性材料0.3~10重量%、樹脂材料1~10重量%、そして残部が軟磁性体粉末となるように、より好ましくは、無機絶縁性材料0.4~6重量%、樹脂材料2~8重量%、そして残部が軟磁性体粉末となるように、さらに好ましくは無機絶縁性材料0.4~6重量%、樹脂材料3~8重量%、そして残部が軟磁性体粉末となるように配合するのが好ましい。このように複合粉末の組成を調整することにより、ガラス粉末に融着した樹脂粉末が軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うことが可能となり、実施の形態1の場合と同様の効果を得ることができる。

20

【0043】

実施の形態3.

本実施の形態は、軟磁性成形体の製造方法に関するものである。本実施の形態では、実施の形態1と2に記載した複合粉末を原料粉として、いわゆる金属射出成形法(MIM)により、軟磁性焼成体を製造する。MIMは、上述の射出成形体を脱脂及び焼成して焼成体とするものである。従来、MIMでは、脱脂工程後の成形体強度が非常に低く、そのままでは軟磁性材料として使用することはできなかった。また、成形体を焼結すると、絶縁性が低下し、磁気特性の高い材料を得ることは困難であった。しかし、本発明の複合粉末を原料粉に用いることにより、上述の圧粉成形-焼成法と同等の磁気特性を得ることができる。ここで、MIM用の複合粉末では、複合粉末中の樹脂の熱分解温度が、射出成形時に添加される樹脂(以下、MIM用樹脂という)の熱分解温度と同じあるいはそれ以上であることが好ましい。脱脂及び焼成の最終段階まで、射出成形体中の複合粉末のネットワークを維持することができるからである。また、脱脂及び焼成を一段階で行うこともできる。

30

【0044】

MIM用樹脂としては、原料粉に可塑性を与え、また常温において成形体に強度を付与する機能を有する熱可塑性樹脂、例えば、アクリル樹脂、ポリオレフィン樹脂、ポリスチレン樹脂、そしてポリイミド樹脂の一種、あるいはそれらの二種以上を含む混合物、あるいはそれらの共重合体を用いることができる。具体例として、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-エチルアクリレート共重合体、ポリメタクリル酸アクリルエステル、ポリアミドを挙げることができる。

40

【0045】

また、脱脂性や流動性の改善のため、ワックスや可塑剤などを必要により添加することができる。

【0046】

ワックスとしては、密ろう、木ろう、モンタンワックス等の天然ろう、低分子ポリエチレン、マイクロクリスタリンワックス、パラフィンワックス等の合成ろうの一種、又はそ

50

これらの二種以上を混合して用いることができる。ワックスは可塑剤又は潤滑剤として兼用することもできる。また、必要により、脱脂促進剤として、樟脳等の昇華性物質を用いることもできる。

【0047】

可塑剤には、フタル酸ジ - 2 - エチルヘキシル、フタル酸ジエチル、フタル酸ジ - n - ブチル等を用いることができる。また、必要により、滑剤として、高級脂肪酸、脂肪酸アミド、脂肪酸エステル等を用いることもできる。

【0048】

なお、MIMにおいては、複合粉末を作製する際に、樹脂の添加を省略することもできる。すなわち、軟磁性体粉末の表面が少なくとも無機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆された軟磁性複合粉末に樹脂材料を添加し、混練して射出成形体とし、該射出成形体を脱脂及び焼成して焼成体とすることもできる。

10

【0049】

上記の実施の形態で説明した軟磁性複合粉末を用いた成形体は、磁心のみならず、電磁波吸収体にも用いることができる。すなわち、高い透磁率を有する軟磁性材料を用いた電磁波吸収体は、電磁波を吸収することにより反射波及び透過波を低減することができる。従来、電磁波吸収体は、電磁波吸収材料を樹脂やゴム等のマトリックスに分散させ、押出成形やプレス成形等により成形されて使用されているが、電磁波吸収材料を高密度に充填するのは容易ではなく、十分な電磁波吸収能が得られていない。しかし、本発明の軟磁性複合粉末を用いることにより、軟磁性材料の充填密度を向上させることができるため、電磁波吸収能を向上させることが可能となる。

20

【0050】

また、上記の実施の形態で説明した軟磁性複合粉末を用いた成形体は磁気シールド材にも用いることができる。高い透磁率を有する軟磁性材料を用いるとともに、マトリックスに分散させる軟磁性材料の充填密度を向上させることができるので、磁気シールド特性を向上させることが可能となる。

【実施例】

【0051】

以下、実施例により本発明について詳細に説明する。

【0052】

実施例 1 .

圧粉成形による焼成体の製造 1

(軟磁性複合粉末の作製)

軟磁性体粉末には $(Fe_{0.97}Cr_{0.03})_{76}(Si_{0.5}B_{0.2})_{22}C_2$ の非晶質合金に低融点ガラス粉末 (P_2O_5 60~80%、 Al_2O_3 10%以下、 ZnO 10~20%、 Li_2O 10%以下、 Na_2O 10%以下、粒径 $40\mu m$ 以下) を粉末コーティング法でコーティングしたものをを用いた。樹脂粉末には熱硬化性樹脂であるエポキシ樹脂及び熱可塑性樹脂であるポリエチレンオキサイド、そして潤滑剤としてステアリン酸亜鉛を用いた。なお、Fe - Cr - Si - B - C系非晶質合金と樹脂粉末は篩により粒径を $45\mu m$ 以下に調整したものをを用いた。

40

【0053】

低融点ガラスをコーティングした Fe - Cr - Si - B - C系非晶質合金に、表 1 の組成となるように、エポキシ樹脂粉末、ポリエチレンオキサイド (PEO) 粉末、そしてステアリン酸亜鉛を添加し、ボールミルを用いて温度 $112^\circ C$ で混合し、複合粉末を得た。

【0054】

(成形体の作製)

樹脂粉末の含有量の異なる複合粉末を、金型に充填後、所定の圧力でプレス成形して圧粉体を得、次いでその圧粉体を $480^\circ C$ で 15 分間、大気雰囲気中で焼成して樹脂を焼失させて焼成体 (直径 $10mm$ 、内径 $5mm$ 、厚さ $5mm$) (試料 1~5) を得た。

【0055】

50

(連続成形性の評価)

連続成形性は、以下の方法により評価した。すなわち、プレス成形を自動運転する際、圧粉体の取出しは下パンチを突き出して圧粉体をけり出すことにより行う。自動運転の際、自動運転の速度により、圧粉体の取出し易さと形状がどの程度維持されるかを判定した。20個/分の速度で自動運転可能なものを、15個/分の速度で自動運転可能なものを、10個/分の速度で自動運転可能なものを、自動運転が困難、すなわち圧粉体を手で取出す必要がある場合を×とした。

【0056】

(透磁率測定)

透磁率は、JIS C 2561に準じて測定した。

なお、結果は、試料1(1MHzにおける透磁率約60)を基準として表わし、試料1の値の-5%以上は、試料1の-10%以上は、試料1の-15%以上は、そして試料1の-15%以下は×である。

【0057】

比較例1.

篩により150 μ m以下、75 μ m以下、そして45 μ m以下の粒度に調整したFe-Cr-Si-B-C系非晶質合金の表面を実施例1と同様の方法により低融点ガラスを用いてガラスコーティングした。次いで、表1の組成となるように、エポキシ樹脂粉末、ポリエチレンオキサイド粉末、そしてステアリン酸亜鉛を添加し、ボールミルを用いて室温で混合し、複合粉末を得た。この複合粉末を実施例1と同様に成形することを検討したが、大きなプレス圧力を必要とし成形が困難であった。そのため、形状を付与できる程度の圧力を成形圧力とした(試料6~8)。また、透磁率の測定を行うことができなかった。

【0058】

比較例2.

ガラスコーティングをしていないFe-Cr-Si-B-C系非晶質合金を用い、表1の組成となるようにエポキシ樹脂粉末、ポリエチレンオキサイド粉末、そしてステアリン酸亜鉛を添加し、ボールミルを用いて112で混合し、複合粉末を得た。この複合粉末を実施例1の同様の方法により処理して圧粉成形体を得た(試料9)。

【0059】

【表1】

試料 No.	軟磁性体粉末		低融点ガラス 含有量(wt%)	樹脂含有量(wt%)		ステアリン 酸亜鉛含有 量(wt%)	融着 処理
	含有量 (wt%)	分級粒 径 (μ m)		熱硬化性樹脂	PEO		
1	96.9	-45	0.5	1.5	0.8	0.3	有
2	95.4	-45	0.5	3.0	0.8	0.3	有
3	91.4	-45	0.5	7.0	0.8	0.3	有
4	89.4	-45	0.5	9.0	0.8	0.3	有
5	87.4	-45	0.5	11.0	0.8	0.3	有
6	96.4	-150	0.5	2.0	0.8	0.3	無
7	96.4	-75	0.5	2.0	0.8	0.3	無
8	96.4	-45	0.5	2.0	0.8	0.3	無
9	95.9	-45	0	3.0	0.8	0.3	有

【0060】

10

20

30

40

【表 2】

試料 No.	成形圧力(MPa)	連続成形性	透磁率
1	600~700	◎	◎
2	600~700	○	◎
3	700~900	△	○
4	700~900	△	△
5	600~800	×	測定不可
6	1800	×	〃
7	1200	×	〃
8	1200	×	〃
9	500~600	◎	×

10

【0061】

(実施例1についての結果)

試料1から4は、試料6から8に比べ、成形圧力を大幅に低下させることができた。また、透磁率も良好な値を有していた。これは、試料1から4の場合、ガラス層に融着した樹脂粉末が軟磁性体粉末同士の摩擦を低下させ、軟磁性体粉末を移動し易くして充填密度を高くしたためと考えられる。

【0062】

しかし、樹脂含有量が10wt%を超える試料5は流動性が悪く金型への充填が困難であり充填密度も低く、また自動運転で成形することもできなかった。また、焼成時に昇温速度を遅くしないと樹脂の分解ガスの圧力により焼成体が破損した。また、昇温速度を遅くして焼成しても、強度が弱いためコイルを巻くことができず透磁率の測定を行うことができなかった。

20

【0063】

また、ガラスコーティングを行わなかった試料9は、樹脂の添加により低い成形圧力で成形可能であるが、透磁率は低い値であった。これは、ガラス層が存在しないため、軟磁性体粉末間の絶縁が不十分なためと考えられる。

【0064】

また、図1は試料1の作製に用いた複合粉末のSEM写真である。図2のSEM写真に示すガラスコーティングした非晶質合金に樹脂粉末を融着させたものである。この写真から明らかのように、本発明の複合粉末は造粒されており、非晶質合金の粗粒と細粒が粒子間の空隙を埋めるように密に充填した構造をとっていることがわかる。

30

【0065】

実施例2

圧粉成形による焼成体の製造2

(軟磁性複合粉末の作製)

実施例1で用いたFe-Cr-Si-B-C系非晶質合金に、表2の組成となるように、実施例1で用いた低融点ガラス粉末とエポキシ樹脂粉末を添加し、ボールミルを用いて温度112で混合し、複合粉末を得た(以下、3種混合法という)。ここで、非晶質合金粉末とエポキシ樹脂は篩を用いて所定の粒度に調整した。得られた複合粉末を実施例1と同様の方法で処理して焼成体を得た(試料10~19)。

40

【0066】

【表 3】

試料 No.	軟磁性体粉末		低融点ガラス		樹脂 (熱硬化性樹脂)	
	含有量(wt%)	分級粒径 (μm)	含有量(wt%)	分級粒径 (μm)	含有量(wt%)	分級粒径 (μm)
1 0	97.5	-150	0.5	-150	2.0	-150
1 1	97.5	-150	0.5	-75	2.0	-75
1 2	97.5	-150	0.5	-45	2.0	-45
1 3	97.5	-45	0.5	-45	2.0	-45
1 4	97.5	-45	0.5	-45	2.0	-45
1 5	97.5	-45	0.5	-20	2.0	-20
1 6	94	-150	3.0	-45	3.0	-45
1 7	91	-150	6.0	-45	3.0	-45
1 8	83	-150	6.0	-45	8.0	-45
1 9	80	-150	6.0	-45	11.0	-45

10

【 0 0 6 7 】

【表 4】

試料 No.	成形圧力(MPa)	連続成形性	透磁率
1 0	600~700	○	△
1 1	500~600	◎	◎
1 2	500~600	◎	◎
1 3	700~900	○	△
1 4	600~700	○	○
1 5	500~600	○	◎
1 6	500~600	◎	○
1 7	600~700	◎	○
1 8	700~900	△	○
1 9	600~800	×	×

20

【 0 0 6 8 】

(実施例 2 についての結果)

3 種混合法により複合粉末を作製した場合においても、表 4 に示すように、比較例 1 の方法に比べ大幅に成形圧力を低下させることができた。また、連続成形性と透磁率も良好であった。しかし、樹脂含有量が 10 wt% を超える試料 1 9 は流動性が悪く金型への充填が困難であり充填密度も低く、また自動運転で成形することもできなかった。また、焼成時に昇温速度を遅くしないと樹脂の分解ガスの圧力により焼成体が破損した。また、昇温速度を遅くして焼成しても、強度が弱いためコイルを巻くことができず透磁率の測定を行うことができなかった。

30

【 0 0 6 9 】

実施例 3 .

射出成形による射出成形体の製造

(軟磁性複合粉末の作製)

軟磁性体粉末と低融点ガラス粉末は実施例 1 と同じものを用いた。樹脂粉末には熱可塑性樹脂であるポリアミドを用いた。なお、ポリアミドは篩により粒度を 45 μm 以下に調整したものを用いた。粉末コーティング装置を用いて低融点ガラスをコーティングした Fe - Cr - Si - B - C 系非晶質合金に、樹脂の含有量が 2 wt% となるように、ポリアミド樹脂粉末を添加し、ボールミルを用いて温度 250 で混合し、複合粉末を得た。

40

【 0 0 7 0 】

(射出成形)

作製した複合粉末に表 5 の組成となるようにポリアミド樹脂をさらに添加し、この混合

50

粉を混練押し機に投入し、混練を行い成形用ペレットを作製した。この成形用ペレットを射出成形機へ供給し、シリンダー温度290、射出圧力200MPa、金型温度100で射出成形して射出成形体を得た(試料20~22)。試料形状はT-80とした。

【0071】

(直流重畳特性の評価)

直流重畳特性は、直流0A重畳時のインダクタンスに対する14A重畳時のインダクタンスの比率で評価した。すなわち、その比率が97%以上は、94%以上は、90%以上は、そして90%以下は×とした。

【0072】

比較例3。

ガラスコーティングをしていないFe-Cr-Si-B-C系非晶質合金を用い、表5の組成となるようにアミド樹脂粉末を添加した混合粉を実施例3と同様の方法により射出成形して射出成形体(試料23、24)を得た。

【0073】

【表5】

試料 No.	軟磁性体粉末		低融点ガラス含有量(wt%)	樹脂含有量(wt%)
	含有量(wt%)	分級粒径(μm)		
20	87.5	-45	0.5	12
21	79.5	-45	0.5	20
22	69.5	-45	0.5	30
23	87.5	-45	0.5	12
24	69.5	-45	0.5	30

【0074】

【表6】

試料 No.	直流重畳特性	連続成形性	透磁率
20	○	○	◎
21	○	◎	○
22	◎	◎	△
23	×	○	◎
24	△	◎	○

【0075】

(実施例3についての結果)

複合粉末を用いた試料20から22の場合、連続成形性及び磁気特性とも良好な特性を有していた。これに対し、混合粉を用いた試料23と24は、連続成形性と透磁率は良好な特性を示したが、直流重畳特性は良くなかった。すなわち、試料23と24の場合、交流と重畳して直流電流を流すと透磁率が低下し易い。これは、試料23と24の場合、ガラス粉末や樹脂粉末による軟磁性体粉末の表面の被覆が不十分であり、軟磁性体粉末間の電気絶縁性が十分に確保されていないためと考えられる。

【0076】

実施例4。

金属射出成形(MIM)による焼成体の製造

(軟磁性複合粉末の作製)

軟磁性体粉末と低融点ガラス粉末は実施例3と同じものを用いた。樹脂粉末には熱可塑性樹脂であるポリアミドを用いた。なお、ポリアミドは篩により粒度を45μm以下に調整したものをを用いた。粉末コーティング装置を用いて低融点ガラスをコーティングしたFe-Cr-Si-B-C系非晶質合金に、樹脂の含有量が2wt%となるように、ポリアミド樹脂粉末を添加し、ボールミルを用いて温度250で混合し、複合粉末を得た。な

10

20

30

40

50

お、比較のため、ポリアミド樹脂粉末を含まない複合粉末も作製した。

【0077】

(射出成形)

作製した複合粉末に表7の組成となるようにMIM用樹脂粉末(パラフィンワックス/ポリエチレン=75/25(重量比))をさらに添加し、この混合粉を混練押出し機に投入し、混練を行い成形用ペレットを作製した。この成形用ペレットを射出成形機へ供給し、シリンダー温度290、射出圧力200MPa、金型温度100で射出成形して射出成形体を得た。試料形状はT-80とした。

【0078】

【表7】

試料 No.	軟磁性体粉末		低融点ガラス含有量(wt%)	樹脂含有量(wt%)
	含有量(wt%)	分級粒径(μm)		
25	79.5	-45	0.5	20* ¹
26	79.5	-45	0.5	20* ²

*1: 樹脂含有量の内訳は、ポリアミド樹脂3重量%、MIM用樹脂17重量%である。

*2: 樹脂含有量の内訳は、MIM用樹脂20重量%である。

【0079】

(脱脂及び焼成)

得られた射出成形体の脱脂と焼成を、大気雰囲気中で、以下の表8の昇温速度で行い、焼成体(試料25)を得た。

【0080】

【表8】

	温度範囲	昇温速度($^{\circ}\text{C}/\text{Hr}$)
1	常温~200 $^{\circ}\text{C}$	2
2	200~350 $^{\circ}\text{C}$	5
3	350~450 $^{\circ}\text{C}$	8
4	450 $^{\circ}\text{C}$	4時間保持
5	自然冷却	—

【0081】

(直流重畳特性の評価)

直流重畳特性は、直流0A重畳時のインダクタンスに対する14A重畳時のインダクタンスの比率で評価した。すなわち、その比率が97%以上は、94%以上は、90%以上は、そして90%以下は×とした。

【0082】

(実施例4についての結果)

表9に示すように、試料25は、直流重畳特性、連続成形性、そして透磁率とも良好な特性を示した。なお、本実施例では、ポリアミド樹脂を含まない複合粉末を用いた試料26の比較的良好な特性を示した。

【0083】

【表9】

試料 No.	直流重畳特性	連続成形性	透磁率
25	○	○	○
26	△	○	○

【0084】

以上説明したように、本発明の軟磁性複合粉末は、軟磁性体粉末の表面が少なくとも無

10

20

30

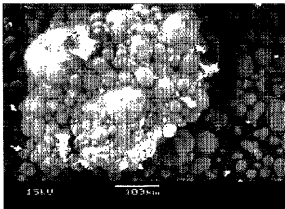
40

50

機絶縁性材料を含む電気絶縁性材料で被覆され、その無機絶縁性材料の表面には軟磁性体粉末の表面を部分的に覆うように樹脂材料が融着されているので、成形時に軟磁性体粉末同士の摩擦を低減し、成形圧力を低下させ加工性を向上させるとともに充填密度を向上させることができる。さらに、電気絶縁性材料により軟磁性体粉末間の電気絶縁性が確保されるので、高い透磁率を得ることができる。そして、本発明の軟磁性複合粉末は、高周波用のトランスやチョークコイルの磁心のみならず、電磁波吸収体や磁気シールドにも好適に使用することができる。

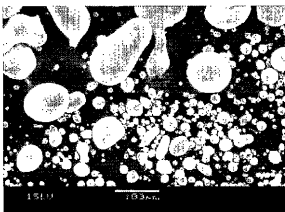
【図1】

図1



【図2】

図2



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		
<i>C 0 4 B 35/622</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>C 2 2 C 33/02</i>		<i>M</i>
<i>C 0 4 B 35/26</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>C 0 4 B 35/26</i>		<i>A</i>
<i>H 0 1 F 41/02</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>C 0 4 B 35/26</i>		<i>B</i>
<i>H 0 1 F 1/26</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>H 0 1 F 41/02</i>		<i>D</i>
<i>C 2 2 C 38/00</i>	<i>(2006.01)</i>	<i>H 0 1 F 1/26</i>		
		<i>C 2 2 C 38/00</i>	<i>3 0 3 S</i>	

(72)発明者 石原 耕三
大阪府寝屋川市大成町12番32号 日本科学冶金株式会社内

(72)発明者 上本 育男
大阪府寝屋川市大成町12番32号 日本科学冶金株式会社内

(72)発明者 谷口 真佐文
大阪府寝屋川市大成町12番32号 日本科学冶金株式会社内

審査官 山田 正文

(56)参考文献 特開平11-256202(JP,A)
特開平10-147832(JP,A)
特開平04-033301(JP,A)
特開昭60-001816(JP,A)
特開平06-260319(JP,A)
特開2004-143554(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01F 1/24
B22F 1/02
H01F 41/02