

(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18日(18.08.2016)



(10) 国際公開番号

WO 2016/129263 A1

- (51) 国際特許分類:
B22F 1/00 (2006.01) *H01F 1/20* (2006.01)
B22F 3/00 (2006.01) *B22F 1/02* (2006.01)
C22C 38/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/000641
- (22) 国際出願日: 2016年2月8日(08.02.2016)
- (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 2015-023399 2015年2月9日(09.02.2015) JP
- (71) 出願人: J F E スチール株式会社 (JFE STEEL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区幸町二丁目2番3号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 高下 拓也 (TAKASHITA, Takuya); 〒1000011 東京都千代田区幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 小林 聡雄 (KOBAYASHI, Akio); 〒1000011 東京都千代田区幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 中村 尚道 (NAKAMURA, Naomichi); 〒1000011 東京都千代田区幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 杉村 憲司 (SUGIMURA, Kenji); 〒1000013 東京都千代田区霞が関三丁目2番1号 霞が関コモンゲート西館36階 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: RAW MATERIAL POWDER FOR SOFT MAGNETIC POWDER, AND SOFT MAGNETIC POWDER FOR POWDER MAGNETIC CORE

(54) 発明の名称: 軟磁性粉末用原料粉末および圧粉磁芯用軟磁性粉末

(57) Abstract: Provided is a soft magnetic powder for a powder magnetic core, whereby a powder magnetic core having low eddy current loss is obtained. A raw material powder for a soft magnetic powder, containing 60% by mass or more of Fe, a γ phase stabilizing element, and 1.0% by mass or more of an element for increasing electrical resistance.

(57) 要約: 渦電流損の低い圧粉磁芯が得られる圧粉磁芯用軟磁性粉末を提供する。 Fe: 60 mass%以上、 γ 相安定化元素、および電気抵抗を上げる元素: 1.0 mass%以上、を含有する軟磁性粉末用原料粉末。



WO 2016/129263 A1

明 細 書

発明の名称：軟磁性粉末用原料粉末および圧粉磁芯用軟磁性粉末 技術分野

[0001] 本発明は、渦電流損が低く、高周波用途で優れた磁気特性を有する圧粉磁芯用軟磁性粉末と、その軟磁性粉末を得るための原料粉末に関する。

背景技術

[0002] 圧粉磁芯用粉末を加圧成形してできる圧粉磁芯は、たとえば、車両の駆動用モーターのステータコアやロータコア、電力変換回路を構成するリアクトルコアなどに適用されている。電磁鋼板を積層してなるコア材に比して圧粉磁芯は、高周波鉄損が少ない磁気特性を有していること、形状バリエーションに対して臨機にかつ安価に対応できること、材料費が廉価であることなど、多くの利点を有している。

[0003] 近年、上述したモーターやリアクトル等の用途においては高周波化が加速しており、圧粉磁芯に対する高周波鉄損の要求も日々厳しくなっている。鉄芯の鉄損は、ヒステリシス損と渦電流損に分離されるが、高周波では特に鉄損に占める渦電流損の比率が高い。そのため、高周波鉄損低減の為には渦電流損の低減が特に重要となってくる。このような背景から、圧粉磁芯の渦電流損を低減する様々な取り組みが行われている。

[0004] 圧粉磁芯の渦電流損は、さらに粒子内を流れる粒内渦電流損と、粒子間を流れる粒子間渦電流損に分離される。

[0005] ここで、粒子間を流れる粒子間渦電流損の低減方法としては、粒子表面へ絶縁被覆を施す手法が知られている。前記絶縁被覆としては、例えば、特許文献1に記載されているようなリン酸を用いた被覆、特許文献2に記載されているようなシリコン樹脂を用いた被覆、および特許文献3に記載されているようなリン酸とシリコン樹脂を組み合わせた被覆が提案されている。このように、粒子間渦電流損を低減するための種々の技術が提案されており、粒子間渦電流損については十分な低減が可能である。

[0006] これに対して、粒内渦電流損については、渦電流損低減のための十分な技術が提案されているとは言い難い。

[0007] 例えば、非特許文献1では、鉄粒子にSiを添加し、高合金化することで粒子内の電気抵抗が上昇して、渦電流損が低減されるとしている。

[0008] また、特許文献4および特許文献5では、 SiCl_4 を用いたCVD法によって純鉄粉の表層にSiを濃化することにより、渦電流損を低減する技術が開示されている。これらの技術においては、表層におけるSiの濃化による磁束の粉末表層への集中を利用して、粒内渦電流損の低減を試みている。

[0009] さらに、特許文献6では、軟磁性粉末の表層にSiを濃化させる過程で残留した SiO_2 の微粒子を、該軟磁性粉末の表面に拡散付着させることで、電気抵抗が高く、渦電流損が低い圧粉磁芯を得る技術が開示されている。

上記技術は、表層におけるSiの濃化による磁束の粉末表層への集中を利用した粒子内の渦電流損低減と、残留 SiO_2 による粒子間渦電流損低減の2つを組み合わせたものである。

先行技術文献

特許文献

[0010] 特許文献1：特表2010-511791号公報

特許文献2：特開2013-187480号公報

特許文献3：特開2008-63651号公報

特許文献4：特開2008-297606号公報

特許文献5：特開平11-87123号公報

特許文献6：特開2011-146604号公報

非特許文献

[0011] 非特許文献1：大同特殊鋼技報 電気製鋼、大同特殊鋼株式会社、2011年、第82巻、第1号、p. 57-65

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0012] しかしながら、非特許文献 1 に記載された Si の多量添加は、素材の飽和磁化の低下や、粉末が硬化することによる成形時の圧縮性低下を招き、圧縮性の低下は、さらに成形体密度の低下による磁芯の飽和磁化の低下を招く。

[0013] 加えて、粉末を実用材に用いるには、磁芯としたときの飽和磁化が 1.8 T 以上必要であり、そのためには素材となる軟磁性粉末の飽和磁気モーメントが 180 emu/g 以上必要である。このような制約から、現状、Fe への Si 添加による渦電流損低減は、3 mass% 程度の Si 添加による効果を得るに留まっている。

[0014] また、特許文献 4 および特許文献 5 に記載された技術は、純鉄粉への Si 濃化技術であるが、母材である純鉄粉の電気抵抗は Fe-Si 合金ほど高くないため、Si を表層に濃化させたとしても、渦電流損を十分に低減することはできない。加えて、特許文献 4 および特許文献 5 に記載された技術を用いて Fe-Si 合金粉末への Si 表層濃化を行なおうとした場合には、粉末中に含まれる Si によって浸珪温度域で α 相が安定化されているために、Si の拡散が極めて速くなっていて、表層への的確な Si 濃化は極めて困難である。

[0015] 特許文献 6 に記載された技術もまた、特許文献 4 等と同様に、ベース粉末へ Si を添加すると浸珪温度域で α 相が安定化するので、Si の拡散が極めて速くなり、表層への Si 濃化は極めて困難である。

従って、従来技術ではいずれも、高まる渦電流損低減に対する要求に応えるのは困難である。

[0016] 本発明は、上記の従来技術の課題を解消して、渦電流損の低い圧粉磁芯が得られる圧粉磁芯用軟磁性粉末とその原料粉末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

[0017] 発明者らは、上記課題を解決するために、圧粉磁芯の渦電流損につき鋭意検討を重ねた結果、以下の知見を得た。

(i) 軟磁性粉末中の Si 拡散は、母相の鉄が α 相である場合と γ 相である場合で大きく異なっており、 γ 相中を Si が拡散するスピードは、 α 相中を拡散するスピードに比べて極めて遅い。

(ii) Siを粒子表層に濃化させるための熱処理を行う際に γ 相が安定となるように、ベース粉末の組成を調整することで、ベース粉末がSiを含有していたとしても、粒子表層に粒子中心部よりも高濃度のSiを濃化させることが可能である。

(iii) 粒子中心部分のSi量を増加させることにより、Siを粒子表層に濃化させたときの渦電流損を効果的に低減できる。

本発明は上記知見を基に得られたものである。

[0018] すなわち、本発明の要旨構成は次のとおりである。

1. Fe : 60 mass%以上、

γ 相安定化元素、および

電気抵抗を上げる元素 : 1.0 mass%以上、を含有する軟磁性粉末用原料粉末。

[0019] 2. 前記 γ 相安定化元素が、Ni、Mn、Cu、C、およびNからなる群より選択される1または2以上である、前記1に記載の軟磁性粉末用原料粉末。

[0020] 3. 前記電気抵抗を上げる元素が、Si、Al、およびCrからなる群より選択される1または2以上である、前記1または2に記載の軟磁性粉末用原料粉末。

[0021] 4. 前記軟磁性粉末用原料粉末に対して1.5~20 mass%のNiを前記 γ 相安定化元素として含有し、

前記軟磁性粉末用原料粉末に対して1.0~6.5 mass%のSiを前記電気抵抗を上げる元素として含有する、前記に記載の軟磁性粉末用原料粉末。

[0022] 5. 圧粉磁芯用軟磁性粉末であって、

60 mass%以上のFe、

γ 相安定化元素、および

1.0 mass%以上の、電気抵抗を上げる元素、を含有し、

前記圧粉磁芯用軟磁性粉末を構成する粒子の中心部分における前記電気抵抗を上げる元素の濃度が1.0 mass%以上であり、

前記圧粉磁芯用軟磁性粉末を構成する粒子の表層における前記電気抵抗

を上げる元素の濃度が、前記圧粉磁芯用軟磁性粉末を構成する粒子の中心部分における前記電気抵抗を上げる元素の濃度よりも高い、圧粉磁芯用軟磁性粉末。

発明の効果

[0023] 本発明によれば、渦電流損の低い圧粉磁芯用軟磁性粉末が得られる原料粉末および圧粉磁芯用軟磁性粉末を得ることができる。

発明を実施するための形態

[0024] [軟磁性粉末用原料粉末]

以下、本発明を具体的に説明する。

本発明の一実施形態における軟磁性粉末用原料粉末は、F e、 γ 相安定化元素、および電気抵抗を上げる元素を必須成分として含有する。前記各成分について、以下説明する。

[0025] [F e]

本発明の軟磁性粉末用原料粉末は、主成分としてF eを含有する。軟磁性粉末用原料粉末におけるF e含有量は、60 mass%以上とする。一方、F e含有量の上限については特に限定されないが、後述の γ 相安定化元素や電気抵抗を上げる元素の効果を十分に得るためには、F e含有量を98.5 mass%未満とすることが好ましい。

[0026] [γ 相安定化元素]

本発明の一実施形態における圧粉磁芯用軟磁性粉末は、後述するように原料粉末を熱処理することにより、該粉末を構成する粒子の表層に、電気抵抗を上げる元素を浸透拡散させることで製造することができる。その際、粉末の結晶構造が α （フェライト）相であると、前記電気抵抗を上げる元素は α 相中を容易に拡散するため、熱処理中に前記電気抵抗を上げる元素が粒子の中心部分まで拡散してしまい、表層と中心部分とにおける電気抵抗を上げる元素の濃度が均一化してしまう。

[0027] そこで、本発明では、 γ 相安定化元素を添加することにより、熱処理時における γ （オーステナイト）相を安定化する。上述したように、 γ 相中にお

けるSiの拡散速度は α 相中における拡散速度に比べて極めて遅い。そのため、 γ 相安定化元素を添加することにより、粒子表層から中心へのSiの拡散を抑制し、粒子表層にSiを効果的に濃化させることができる。

[0028] なお、ここで、 γ 相安定化元素とは、Feとの二元系状態図において、その元素の添加により α/γ の変態温度を低下させるものを指す。前記 γ 相安定化元素としては、例えば、Ni、Mn、Cu、C、およびNなどが上げられる。前記 γ 相安定化元素としては、1つの元素を用いることもできるが、2以上の元素を組み合わせることもできる。

[0029] 上記軟磁性粉末用原料粉末における γ 相安定化元素の含有量は、特に限定されることなく任意の値とすることができる。しかし、 γ 相安定化効果を高めるという観点からは、軟磁性粉末用原料粉末における γ 相安定化元素の合計含有量を0.5 mass%以上とすることが好ましく、1.0 mass%以上とすることがより好ましい。一方、 γ 相安定化元素を過度に添加すると、該粉末を用いて得られる圧粉磁芯の飽和磁束密度が低くなる場合があるため、軟磁性粉末用原料粉末における γ 相安定化元素の合計含有量を39 mass%以下とすることが好ましく、30 mass%以下とすることがより好ましい。

[0030] 前記 γ 相安定化元素としてNiを用いる場合、Ni含有量は1.5 mass%以上20 mass%以下とすることが好ましい。Ni量を1.5 mass%以上とすることにより、 γ 相をさらに安定化することができる。また、Ni量を20 mass%以下とすることにより、飽和磁束密度の低下をさらに抑制できる。

[0031] 前記 γ 相安定化元素として、Mn、Cu、C、およびNを用いる場合、各元素の好適な含有量は以下の通りである。

Mn : 8.0 mass%以下 (0を含まない)

Cu : 4.0 mass%以下 (0を含まない)

C : 1.0 mass%以下 (0を含まない)

N : 2.4 mass%以下 (0を含まない)

上記Ni、Mn、Cu、C、およびNを始めとする γ 相安定化元素は、単独で使用することもできるが、2以上の元素を組み合わせることもできる。

[0032] [電気抵抗を上げる元素]

本発明の一実施形態における軟磁性粉末用原料粉末は、電気抵抗を上げる元素を 合計量で1.0 mass%以上含有する。電気抵抗を上げる元素を1.0 mass%以上添加することにより、粉末の中心部分における電気抵抗を上昇させ、それにより渦電流損を低減することができる。渦電流損をさらに低減するという観点からは、電気抵抗を上げる元素の含有量を1.4 mass%以上とすることが好ましい。一方、電気抵抗を上げる元素の含有量の上限は特に限定されない。しかし、電気抵抗を上げる元素を過度に添加すると、ヒステリシス損の増加や、圧縮性の低下が生じる場合があるため、電気抵抗を上げる元素の含有量を20.0 mass%以下とすることが好ましい。

[0033] ここで、「電気抵抗を上げる元素」とは、Feとの二元系合金を形成することの出来る元素であって、かつ、その元素の添加によって該二元系合金の電気抵抗をFeよりも向上させる効果のある元素を指す。電気抵抗は比抵抗によって評価する。比抵抗の評価法としては四端子法などがある。

[0034] 前記電気抵抗を上げる元素としては、上記定義に該当する元素であれば任意の元素を用いることができる。電気抵抗を上げる元素の具体例としては、例えば、Si、Al、およびCrが上げられる。

[0035] 前記電気抵抗を上げる元素として、Si、Al、およびCrを用いる場合、各元素の好適な含有量は以下の通りである。

Si : 1.5~6.5 mass%

Al : 1.0~6.0 mass%

Cr : 1.0~10.0 mass%

上記Si、Al、およびCrを始めとする電気抵抗を上げる元素は、単独で使用することもできるが、2以上の元素を組み合わせることもできる。

[0036] 本発明の粉末は、Fe、 γ 相安定化元素、および電気抵抗を上げる元素以外に、任意に他の成分を含有することができるが、軟磁性粉末の特性を向上させるという観点からは、Fe、 γ 相安定化元素、電気抵抗を上げる元素、および残部の不可避不純物からなる粉末とすることが好ましい。その場合、

前記不可避不純物の合計含有量は1.0 mass%以下であることが好ましい。不可避不純物は少ない方がよいが、工業的には、不可避不純物の含有量は0 mass%超であってよい。不可避不純物として原料粉末に含有される元素としては、例えば、酸素(O)等があげられる。ヒステリシス損を低減するためには、粉末中におけるO含有量を0.3 mass%以下とすることが好ましい。

[0037] 前記軟磁性粉末用原料粉末の見掛密度は、特に限定されず任意の値とすることができるが、3.0 Mg/m³以上とすることが好ましく、3.5 Mg/m³以上とすることがより好ましい。また、工業的に得られる軟磁性粉末用原料粉末の見掛密度は、一般的には、5.0 Mg/m³以下である。なお、ここで見掛密度とは、JIS Z 2504に準拠して測定される見掛密度とする。

[0038] 前記軟磁性粉末用原料粉末の比表面積は、特に限定されず任意の値とすることができるが、BET値で、70 m²/kg以下とすることが好ましい。比表面積が過度に大きいと、その不定形な形状に起因する成形時の粒子同士の接触により、粒子間渦電流損の増加を招きやすいためである。なお、原料粉末の比表面積の下限値に特に制限はないが、BET値で10 m²/kg以上とすることが好ましい。

[0039] [圧粉磁芯用軟磁性粉末]

本発明の一実施形態における圧粉磁芯用軟磁性粉末は、60 mass%以上のFe、 γ 相安定化元素、および1.0 mass%以上の電気抵抗を上げる元素を含有する。前記圧粉磁芯用軟磁性粉末については、特に断らない限り、上記圧粉磁芯用軟磁性粉末と同一とすることができる。

[0040] 前記圧粉磁芯用軟磁性粉末においては、該軟磁性粉末を構成する粒子の中心部分における前記電気抵抗を上げる元素の濃度を1.0 mass%以上とする。これにより、粉末の中心部分における電気抵抗を上昇させ、渦電流損を低減することができる。渦電流損をさらに低減するという観点からは、電気抵抗を上げる元素の中心部分における含有量を1.4 mass%以上とすることが好ましい。一方、電気抵抗を上げる元素の含有量の上限は特に限定されない。しかし、電気抵抗を上げる元素を過度に添加すると、ヒステリシス損の増加や

、圧縮性の低下が生じる場合があるため、電気抵抗を上げる元素の中心部分における含有量を20.0 mass%以下とすることが好ましい。

[0041] さらに、前記圧粉磁芯用軟磁性粉末を構成する粒子の表層における前記電気抵抗を上げる元素の濃度を、前記圧粉磁芯用軟磁性粉末を構成する粒子の中心部分における前記電気抵抗を上げる元素の濃度よりも高くする。

[0042] 粒内渦電流損は、粉末内部を渦電流が流れることにより発生する損失であり、粉末全体の電気抵抗が均一である場合、渦電流が流れる経路が長くなる粉末表層の方が、渦電流損は大きくなる。

[0043] 上述したように圧粉磁芯用軟磁性粉末を構成する粒子の表層における前記電気抵抗を上げる元素の濃度を、前記圧粉磁芯用軟磁性粉末を構成する粒子の中心部分における前記電気抵抗を上げる元素の濃度よりも高くすることにより、渦電流が流れる経路が長い粉末表層の電気抵抗を増加させることができる。このように、中心部分に比べて損失の大きい粉末表層での電流を大幅に低減することで、結果として粒内渦電流損を効果的に低減することができる。

[0044] 上記効果をさらに高めるという観点からは、表層と中心部分における前記電気抵抗を上げる元素の濃度差を0.5 mass%以上とすることが好ましく、1.0 mass%以上とすることがより好ましい。また、表層と中心部分における前記電気抵抗を上げる元素の濃度差は、工業的見地からは、6.0 mass%以下とすることが好ましい。

[0045] なお、ここで「表層」とは、粉末の粒子の断面の直径（粉末の粒径に等しい）をDとしたとき、粒子表面から、深さ0.2Dまでの間の領域を指す。また、「中心部分」とは、前記「表層」を除いた粒子の残部を指す。

[0046] [製造方法]

本発明に用いる軟磁性粉末の原料粉末は任意の方法で製造することができる。製造方法の具体例としては、例えば、アトマイズ法、酸化物還元法、電解析出法などが挙げられるが、中でもアトマイズ法を用いることが好ましい。アトマイズ法で製造される粉末は粒子形状が球形に近いため、アトマイズ

法で製造された粉末（アトマイズ粉）を用いることにより、圧粉磁芯における粒子間の接触に起因する粒子間渦電流損の増加をさらに抑制することができる。

[0047] アトマイズ法であれば、ガスや、水、ガス＋水、遠心法など、その種類は問わないが、実用面を考えると安価な水アトマイズ法、もしくは水アトマイズ法よりは高価であるものの、比較的大量生産に適しているガスアトマイズ法を用いることが好ましい。

[0048] 次に、本発明の一実施形態である軟磁性粉末用原料粉末と圧粉磁芯用軟磁性粉末を、水アトマイズ法を用いて製造する方法の一例について説明する。

[0049] まず、上述した成分を含有する溶鋼を水アトマイズすることによって、軟磁性粉末用原料粉末を得る。

[0050] 次いで、得られた軟磁性粉末用原料粉末の表層に、電気抵抗を上げる元素を濃化させることによって、圧粉磁芯用軟磁性粉末を製造する。電気抵抗を上げる元素を表層に濃化させる方法としては、特に限定されることなく任意の方法を用いることができる。前記濃化に利用できる方法としては、例えば、以下の方法が挙げられる。

(a) 粉末の表面にCVD法やPVD法によって前記元素を蒸着し、浸透拡散させる方法。

(b) 粉末表面に前記元素をめっきし、次いで熱処理により浸透拡散させる方法。

(c) 粉末の表層に存在するか粉末に接している前記元素の酸化物を、粉末中に含まれるCにより還元し、固相拡散によって浸透拡散させる方法。

(d) 熔融液中に粉末を浸漬させて液相拡散によって浸透拡散させる方法。

[0051] 上記濃化方法の一つである、 SiCl_4 ガスを用いたCVD法について説明する。

SiCl_4 ガスを用いたCVD法は、高温の SiCl_4 ガス雰囲気中に粉末を曝すことにより SiCl_4 中のSiを粉末中へ浸透拡散させる方法である。なお、残りの 4Cl は、鉄と反応して FeCl_4 となり、系外へ排出される。

[0052] このような反応を起こすためには、少なくとも 800°C 以上で $0.01\sim 50\text{ NL/mi}$

n/kgの量の SiCl_4 ガスを供給しながら熱処理を行うことが好ましい。熱処理温度が 800°C に満たないと、熱処理中に発生したClが軟磁性粉末中に残留して、ヒステリシス損を増加させる場合がある。また、熱処理温度が 800°C 以上であっても、熱処理中の軟磁性粉末の結晶構造が α 相となってしまうと、Siの拡散が中心まで進んでしまうため好ましくない。そのため、前記熱処理は、軟磁性粉末が γ 相となる温度域で行うことが好ましい。例えば、Si : 1.5 mass %、Ni : 1.5 mass %、およびFeからなる粉末を使用する場合、 1050°C 以上で前記熱処理を行うことが好ましい。一方、熱処理温度が 1400°C を上回ると、熱処理中に粉末の焼結が進み、粉砕が困難となる場合がある。そのため、熱処理温度は 1400°C 以下とすることが好ましい。また、熱処理時間は温度によって異なるが、一般的には、10 min~5 hrとすることが好ましい。

[0053] なお、上述のようにして得られる圧粉磁芯用軟磁性粉末の成分は、Si以外の元素については濃化を行う前の原料粉末から変動がない。Siについても、最大で0.2 mass %程度増加するだけである。したがって、圧粉磁芯用軟磁性粉末のSi含有量は、1.0~6.7 mass %とすることが好ましい。同様に、電気抵抗を上げる元素としてAlを用いる場合には、圧粉磁芯用軟磁性粉末におけるAl含有量を1.0~6.2 mass %とすることが好ましく、Crを用いる場合には、Cr含有量を1.0~10.2 mass %とすることが好ましい。

[0054] また、圧粉磁芯用軟磁性粉末の見掛け密度および比表面積（BET値）については、熱処理条件にもよるが、原料粉末よりも僅かに見掛け密度が低く、比表面積が大きくなる傾向にある。

[0055] また、前述の様に渦電流損は粒子内部を流れる電流によって発生するので、圧粉磁芯用軟磁性粉末の粒子径を小さくすることで、渦電流損を低減することもできる。従って、圧粉磁芯用軟磁性粉末の質量平均粒子径 D_{50} を $80\mu\text{m}$ 以下とすることが好ましく、 $70\mu\text{m}$ 以下とすることがより好ましい。ただし過度の粒子径の減少は、ヒステリシス損の増加や歩留まりの低下を招くため、一般には D_{50} を $20\mu\text{m}$ 以上とすることが好ましい。

[0056] さらに、前記圧粉磁芯用軟磁性粉末に絶縁被覆を施し、次いで成形するこ

とにより圧粉磁芯を製造することができる。前記絶縁被覆の材質としては、粒子間の絶縁性を保てるものであれば任意のものを用いることができる。絶縁被覆の材質の具体例としては、シリコン樹脂、リン酸金属塩やホウ酸金属塩をベースとしたガラス質の絶縁性アモルファス層や、 MgO 、フォルステライト、タルクおよび Al_2O_3 などの金属酸化物、あるいは SiO_2 をベースとした結晶質の絶縁層などが挙げられる。

[0057] 粉末を加圧成形する際には、任意に、潤滑剤を金型壁面に塗布するかあるいは粉末に添加することができる。潤滑剤を用いることにより、加圧成形時における金型と粉末との間の摩擦を低減することができるので、成形体密度の低下を抑制するとともに、金型から抜出す際の摩擦も併せて低減することができ、さらに金型から抜出す際の成形体（圧粉磁芯）の割れを効果的に防止することができる。なお、好ましい潤滑剤としては、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムなどの金属石鹸、脂肪酸アミド等のワックスが挙げられる。

[0058] 上記のように加圧成形を行って圧粉磁芯を得た後、該圧粉磁芯に対して熱処理を施すことが好ましい。熱処理を行うことにより歪を除去し、その結果、ヒステリシス損を低減するとともに、成形体強度を向上させることができる。前記熱処理の均熱温度は $500\sim 800^{\circ}C$ とすることが好ましい。また、熱処理時間は $5\sim 120$ 分とすることが好ましい。なお、前記熱処理は、例えば、大気中、不活性雰囲気中、還元雰囲気中、真空中等、任意の雰囲気で行うことができる。また、雰囲気露点は、用途に応じ適宜決定すればよい。さらに、熱処理中の昇温、あるいは降温時に一定の温度で保持する段階を設けても良い。上記した以外の圧粉磁芯を得るための方法および条件としては、公知のものをはじめ、任意のものが適用できる。

実施例

[0059] 原料記号：1、2-1～2-4および3～11の14種類の組成の原料粉末を用いた。原料粉末に添加した元素および原料粉末の見掛け密度等を表1に示す。なお、すべての原料粉末は、表1に示した元素と、残部のFeおよび不可

避不純物からなる成分組成を有する。

[0060] 上記原料粉末のうち、原料記号：1、2-1～2-4および3～9の粉末に対して、 SiCl_4 を用いたCVD法によるSiの浸透拡散処理を施した。浸透拡散処理の条件は表2に示す。原料記号：1および2-1についてはA、B、Cの3条件、それ以外の粉末についてはBの1条件で熱処理を行った。

[0061] 浸透拡散処理を行った粉末を熱可塑性の樹脂に埋め込み、次いで断面研磨を行なった。前記断面における直径が $100\mu\text{m}$ 程度の粉末を選び、その粉末の断面の中心を横切るようにEPMA (Electron Probe Micro-Analyser) によるラインマッピングを行なった。

[0062] [表1]

表1

原料記号	Si (mass%)	Ni (mass%)	Mn (mass%)	見掛密度 (Mg/m^3)	比表面積 (m^2/kg)
1	1.5	0	0	4.3	40
2-1	1.5	1.5	0	4.3	40
2-2	1.5	1.5	0	3.6	52
2-3	1.5	1.5	0	3.1	66
2-4	1.5	1.5	0	2.9	73
3	1.5	2	0	4.4	38
4	1.5	10	0	4.3	40
5	1.5	15	0	4.3	40
6	1.5	20	0	4.2	41
7	1.5	0	3	4.2	41
8	1.5	0	6	4.1	43
9	0	0	0	4.1	43
10	3	0	0	4.1	43
11	0	0	0	4.1	43

[0063]

[表2]

表2

熱処理条件	均熱温度 (°C)	均熱時間 (min)
A	1050	360
B	1150	180
C	1420	180

[0064] その後、粉末の粒子表面から0.2Dまでの深さの平均Si濃度と、中心部分の平均Si濃度を算出した。算出した結果を熱処理条件等と併せて表3に示す。

[0065] [表3]

表3

試験 No.	原料 記号	熱処理 条件	Si濃度 (mass%)			比表面積 (m ² /kg)	見掛け密度 (Mg/m ³)	備考
			中心部分	表層	中心部分と 表層での差			
1	1	A	2.5	2.5	0	40	4.3	比較例
2	2-1	A	1.7	3.0	1.3	40	4.3	発明例
3	1	B	2.5	2.5	0	40	4.1	比較例
4	2-1	B	1.8	3.0	1.2	40	4.2	発明例
5	2-2	B	1.9	3.0	1.1	52	3.5	発明例
6	2-3	B	2.0	3.0	1.0	66	3.0	発明例
7	2-4	B	2.4	3.0	0.6	73	2.8	発明例
8	3	B	1.7	3.0	1.3	38	4.3	発明例
9	4	B	1.6	3.2	1.6	40	4.2	発明例
10	5	B	1.5	3.2	1.7	40	4.2	発明例
11	6	B	1.5	3.5	2.0	41	4.2	発明例
12	7	B	2.0	2.7	0.7	41	4.0	発明例
13	8	B	1.8	2.7	0.9	43	3.9	発明例
14	9	B	0.0	1.1	1.1	43	4.0	比較例
15	1	C	焼結が進み、 解砕困難となった ため、評価せず					比較例
16	2-1	C						比較例
17	2-2	C						比較例
18	2-3	C						比較例
19	2-4	C						比較例
20	3	C						比較例
21	4	C						比較例
22	5	C						比較例
23	6	C						比較例
24	7	C						比較例
25	8	C						比較例
26	9	C						比較例

[0066] 熱処理条件Cで熱処理を行なった試料（試験No. 15～26）は全て焼結が進み、解砕が困難となっていたため、Si濃度の測定は行わなかった。また、熱処理条件AおよびBで熱処理を行なった試料のうち、試験No. 1および

3は γ 相安定化元素が含まれていないため、表層Si濃度と中心部分Si濃度との差（Si濃度差）が0 mass%であった。それ以外のものは、Si濃度差が0.5 mass%以上であった。

[0067] かくして得られた粉末に対して、篩分（JIS Z 2510に準拠）を行い、表3中の試験No. 2については平均粒子径 D_{50} を80 μm 、70 μm 、60 μm および20 μm 、その他の鉄粉については平均粒子径 D_{50} を80 μm とした。これらの粉末に対して、それぞれシリコン樹脂による絶縁被覆を施した。前記シリコン樹脂の被覆は、以下の手順で行った。まず、前記シリコン樹脂をトルエンに溶解させてシリコン樹脂濃度が1.0 mass%である樹脂希釈溶液を作製した。次いで、粉末に対する樹脂添加率が0.5 mass%となるように粉末と樹脂希釈溶液とを混合した。その後、大気中での乾燥と、大気中、200℃、120分の樹脂焼付け処理を順次行うことにより被覆鉄粉を得た。

[0068] 得られた被覆鉄粉を、成形圧：15t/cm²（1.47 GN/m²）で、金型潤滑成形法を用いて成形し、外形：38 mm、内径：25 mm、高さ：6 mmのリング状試験片を作製した。

[0069] かかる手順で作製した試験片に、窒素中で750℃、30分の熱処理を行い、圧粉磁芯とした。その後、巻線を行い（1次巻：100ターン、二次巻：40ターン）、直流磁化装置（メトロン技研製 直流磁化測定装置）によるヒステリシス損測定（0.2 T）、と鉄損測定装置（メトロン技研製 高周波鉄損測定装置）による鉄損測定（0.2 T、20 kHz）を行なった。得られた鉄損とヒステリシス損の差分から渦電流損を求めた。渦電流損の測定結果を表4に示す。

[0070]

[表4]

表4

試験No.	原料記号	熱処理条件	渦電流損 (kW/m ³)	粒子径D ₅₀ (μm)	備考
1	1	A	750	80	比較例
2-1	2-1	A	324	80	発明例
2-2	2-1	A	248	70	発明例
2-3	2-1	A	182	60	発明例
2-4	2-1	A	20	20	発明例
3	1	B	740	80	比較例
4	2-1	B	350	80	発明例
5	2-2	B	390	80	発明例
6	2-3	B	400	80	発明例
7	2-4	B	500	80	発明例
8	3	B	360	80	発明例
9	4	B	330	80	発明例
10	5	B	324	80	発明例
11	6	B	300	80	発明例
12	7	B	470	80	発明例
13	8	B	430	80	発明例
14	9	B	650	80	比較例
27	10	-	700	80	比較例
28	11	-	1000	80	比較例

[0071] 表4に示したように、表層Si濃度と中心部分Si濃度との差（Si濃度差）が0 mass%の試験No. 1および3の圧粉磁芯はいずれも渦電流損が700 kW/m³超であり、試験No. 27のFe - 3 mass%Si圧粉磁芯よりも高い渦電流損となっていた。

[0072] また、純鉄粉へSiの浸透拡散処理を行った試験No. 14の圧粉磁芯は、Si濃度差が0.5 mass%以上であったが、中心部分Si濃度が1.0 mass%に満たないので、渦電流損は650 kW/m³にとどまっている。

[0073] 中心部分Si濃度が1.0 mass%以上であって、Si濃度差が0.5 mass%以上である圧粉磁芯（試験No. 2-1～2-4、4～13）は、渦電流損が500 kW/m³以下であり、Fe - 3 mass%Siである試験No. 27の圧粉磁芯よりも200 kW/m³以上渦電流損が低減していた。さらに、Si濃度差1.0 mass%以上の圧粉磁芯（試験No. 2-1～2-4、4～6、8～11）は、渦電流損が400 kW/m³以下となっており、極めて低い渦電流損であることが分かった。また、D₅₀が異なる粉末からなる圧粉磁芯（試験No. 2-1～2-4）については、粒

子径がより細くなるほど低鉄損となっていた。

請求の範囲

- [請求項1] Fe : 60 mass%以上、
γ相安定化元素、および
電気抵抗を上げる元素 : 1.0 mass%以上、を含有する軟磁性粉末用原料粉末。
- [請求項2] 前記γ相安定化元素が、Ni、Mn、Cu、C、およびNからなる群より選択される1または2以上である、請求項1に記載の軟磁性粉末用原料粉末。
- [請求項3] 前記電気抵抗を上げる元素が、Si、Al、およびCrからなる群より選択される1または2以上である、請求項1または2に記載の軟磁性粉末用原料粉末。
- [請求項4] 前記軟磁性粉末用原料粉末に対して1.5~20 mass%のNiを前記γ相安定化元素として含有し、
前記軟磁性粉末用原料粉末に対して1.0~6.5 mass%のSiを前記電気抵抗を上げる元素として含有する、請求項1に記載の軟磁性粉末用原料粉末。
- [請求項5] 圧粉磁芯用軟磁性粉末であって、
60 mass%以上のFe、
γ相安定化元素、および
1.0 mass%以上の、電気抵抗を上げる元素、を含有し、
前記圧粉磁芯用軟磁性粉末を構成する粒子の中心部分における前記電気抵抗を上げる元素の濃度が1.0 mass%以上であり、
前記圧粉磁芯用軟磁性粉末を構成する粒子の表層における前記電気抵抗を上げる元素の濃度が、前記圧粉磁芯用軟磁性粉末を構成する粒子の中心部分における前記電気抵抗を上げる元素の濃度よりも高い、圧粉磁芯用軟磁性粉末。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/000641

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B22F1/00(2006.01)i, B22F3/00(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)i, H01F1/20(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)

B22F1/00, B22F3/00, C22C38/00, H01F1/20, 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 Y	JP 2678762 B2 (Furukawa Co., Ltd.), 17 November 1997 (17.11.1997), claims 1, 3; column 3, lines 4 to 7; column 3, lines 16 to 29 (Family: none)	1-4 1-5
X Y	JP 51-24449 B2 (Tatsuji YAMAMOTO), 24 July 1976 (24.07.1976), claim 1; column 2, lines 20 to 29; column 4, line 24 to column 5, line 6; column 6, lines 16 to 18 (Family: none)	1-4 1-5
X A	JP 2011-157591 A (Toyota Motor Corp.), 18 August 2011 (18.08.2011), paragraphs [0027] to [0040], [0044] to [0045] (Family: none)	1-3 4-5

☒ 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
19 April 2016 (19.04.16)

Date of mailing of the international search report
26 April 2016 (26.04.16)

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

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/000641

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	WO 2011/148826 A1 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.), 01 December 2011 (01.12.2011), claims 1 to 4, 7 to 8; paragraphs [0009] to [0014]; tables 1 to 3 & JP 2012-9825 A & US 2012/0229245 A1 paragraphs [0009] to [0014]; tables I to III; claims 1 to 4, 7 to 8 & EP 2578338 A1 & CN 102596453 A & KR 10-2012-0068914 A	1-3 4-5
Y	JP 2009-158652 A (Panasonic Corp.), 16 July 2009 (16.07.2009), claims 1 to 2, 4, 8; paragraphs [0001] to [0002], [0006], [0011], [0017], [0024] to [0039], [0046] to [0052]; tables 1 to 2, 4; sample No. 1 to 2, 10 to 16, 27 to 33 (Family: none)	1-5

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, B22F3/00(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)i, H01F1/20(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. B22F1/00, B22F3/00, C22C38/00, H01F1/20, 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 Y	JP 2678762 B2（古河機械金属株式会社）1997.11.17, 請求項 1, 3, 第3欄第4-7行, 第3欄第16-29行（ファミリーなし）	1-4 1-5
X Y	JP 51-24449 B2（山本達治）1976.07.24, 請求項 1, 第2欄第20- 29行, 第4欄第24行-第5欄第6行, 第6欄第16-18行（ファミリ ーなし）	1-4 1-5
X A	JP 2011-157591 A（トヨタ自動車株式会社）2011.08.18, 段落 0027-0040, 0044-0045（ファミリーなし）	1-3 4-5

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

19.04.2016

国際調査報告の発送日

26.04.2016

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）

鈴木 葉子

4 K

5798

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

C (続き) . 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 A	WO 2011/148826 A1 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 2011.12.01, 請求項 1-4, 7-8, 段落 0009-0014, 表 1-3 & JP 2012-9825 A & US 2012/0229245 A1, 段落 0009-0014, TABLE I-III, 請求項 1-4, 7-8 & EP 2578338 A1 & CN 102596453 A & KR 10-2012-0068914 A	1-3 4-5
Y	JP 2009-158652 A (パナソニック株式会社) 2009.07.16, 請求項 1-2, 4, 8, 段落 0001-0002, 0006, 0011, 0017, 0024-0039, 0046-0052, 表 1-2, 4, sample No. 1-2, 10-16, 27-33 (ファミリーなし)	1-5