

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7052648号
(P7052648)

(45)発行日 令和4年4月12日(2022.4.12)

(24)登録日 令和4年4月4日(2022.4.4)

(51)国際特許分類

F I

H 0 1 F	1/26 (2006.01)	H 0 1 F	1/26	
H 0 1 F	41/02 (2006.01)	H 0 1 F	41/02	D
B 2 2 F	1/00 (2022.01)	B 2 2 F	1/00	Y
B 2 2 F	3/00 (2021.01)	B 2 2 F	3/00	B
H 0 1 F	1/147(2006.01)	H 0 1 F	1/147	1 6 6

請求項の数 8 (全19頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2018-165860(P2018-165860)
 (22)出願日 平成30年9月5日(2018.9.5)
 (65)公開番号 特開2020-38922(P2020-38922A)
 (43)公開日 令和2年3月12日(2020.3.12)
 審査請求日 令和3年4月23日(2021.4.23)

(73)特許権者 000003067
T D K株式会社
東京都中央区日本橋二丁目5番1号
 (74)代理人 110001494
前田・鈴木国際特許業務法人
 (72)発明者 松野 謙一郎
東京都港区芝浦三丁目9番1号 T D K
株式会社内
 (72)発明者 伊藤 守
東京都港区芝浦三丁目9番1号 T D K
株式会社内
 (72)発明者 渋谷 好孝
東京都港区芝浦三丁目9番1号 T D K
株式会社内
 (72)発明者 三浦 隆之

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 軟磁性体組成物、コア、およびコイル型電子部品

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

複数の軟磁性合金粒子を有し、
 前記軟磁性合金粒子が、元素Mと鉄を含み、
 前記元素Mはケイ素よりイオン化傾向が強く、
 前記軟磁性合金粒子の間の領域でのケイ素、元素Mおよび鉄の合計質量に対する元素Mの質量比率をRMとし、
 前記RMの最大値の箇所と前記RMの最小値の箇所の距離をdとし、
 (前記RMの最大値/前記RMの最小値)/前記dを元素M勾配としたとき、
 前記元素M勾配が $300/\mu\text{m}$ 以下である軟磁性体組成物。

【請求項2】

前記元素M勾配が $10.0/\mu\text{m}$ 超 $300/\mu\text{m}$ 以下である請求項1に記載の軟磁性体組成物。

【請求項3】

前記軟磁性合金粒子の間の領域にアモルファス層が存在する請求項1または2に記載の軟磁性体組成物。

【請求項4】

前記RMは前記軟磁性合金粒子から離れるにしたがって、前記RMの最小値の箇所まで減少する請求項1～3のいずれかに記載の軟磁性体組成物。

【請求項5】

前記 R M の最小値の箇所を含む所定の範囲において元素 M が連続して存在しており、前記所定の範囲は、隣接する前記軟磁性合金粒子の間の距離の 50% 以上の範囲である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の軟磁性体組成物。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の軟磁性体組成物から構成されるコア。

【請求項 7】

前記コアの表面の少なくとも一部に被覆層が形成されている請求項 6 に記載のコア。

【請求項 8】

請求項 6 または 7 に記載のコアを有するコイル型電子部品。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】

【0001】

本発明は、軟磁性体組成物、コア、およびコイル型電子部品に関する。

【背景技術】

【0002】

金属磁性体は、フェライトに比較して、高い飽和磁束密度が得られる利点がある。このような金属磁性体としては、Fe - Si - Al 系合金や Fe - Si - Cr 系合金等が知られている。

【0003】

特許文献 1 では、クロム、アルミニウムおよびケイ素を含み透磁率を向上させた磁性体を用いたコイル型電子部品が提案されている。

20

【0004】

コイル型電子部品としては、例えばインダクタ、EMC 用コイル、トランス等が挙げられる。

【0005】

近年では、これらのコイル型電子部品に用いられる磁性体から構成されたコアは密度のより一層の向上が求められるようになってきている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

30

【文献】特開 2011 - 249774 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、このような実情に鑑みてなされ、高密度を達成できる軟磁性体組成物、コアおよびコイル型電子部品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】

【0008】

上記目的を達成するため、本発明に係る軟磁性体組成物は、

複数の軟磁性合金粒子を有し、

40

前記軟磁性合金粒子が、元素 M と鉄を含み、

前記元素 M はケイ素よりイオン化傾向が強く、

前記軟磁性合金粒子の間の領域でのケイ素、元素 M および鉄の合計質量に対する元素 M の質量比率を R M とし、

前記 R M の最大値の箇所と前記 R M の最小値の箇所の距離を d とし、

(前記 R M の最大値 / 前記 R M の最小値) / 前記 d を元素 M 勾配としたとき、

前記元素 M 勾配が 300 以下である。

【0009】

本発明に係る軟磁性体組成物では、元素 M 勾配が 300 以下である。これにより、本発明に係る軟磁性体組成物から構成されたコアの密度を向上させることができ、コアへの接着

50

剤の染み込みを低減することができる。このため、例えば、コアにフレーム端子電極を接着剤で固定する場合の剥離強度の確保に有効である。また、コアの密度を向上させることで、コア表面の印字性を向上させることができ、例えば、コイル型電子部品の名称や部品特性を部品表面に直接記載して識別する場合に有効である。

【0010】

好ましくは、前記元素M勾配が10.0超300以下である。

【0011】

元素M勾配が10.0超300以下であることにより、本発明に係る軟磁性体組成物から構成されたコアの密度を向上させるとともに、コアの抵抗不良を抑制することができる。

【0012】

好ましくは、前記軟磁性合金粒子の間の領域にアモルファス層が存在する。

【0013】

軟磁性合金粒子の間にアモルファス層が存在することにより、本発明に係る軟磁性体組成物から構成されたコアの密度をさらに向上させることができるとともに、コアロスを低下させることができる。

【0014】

好ましくは、前記RMは前記軟磁性合金粒子から離れるにしたがって、前記RMの最小値の箇所まで減少する。

【0015】

RMが軟磁性合金粒子から離れるにしたがって減少することにより、本発明に係る軟磁性体組成物から構成されたコアの密度をさらに向上させることができる。

【0016】

好ましくは、前記軟磁性合金粒子の間の領域において元素Mが連続して存在している。

【0017】

軟磁性合金粒子の間の領域において元素Mが連続して存在していることにより、本発明に係る軟磁性体組成物から構成されたコアの密度をさらに向上させることができる。

【0018】

また、本発明に係るコアは、上記のいずれかに記載の軟磁性体組成物から構成される。

【0019】

好ましくは、前記コアの表面の少なくとも一部に被覆層が形成されている。

【0020】

本発明に係るコイル電子部品は、上記コアを有する。コイル型電子部品としては、特に限定されないが、インダクタ、EMC用コイル、トランス等の電子部品が例示される。特に、回路基板上への面実装が可能な小型化されたコイル型電子部品に適している。

【図面の簡単な説明】

【0021】

【図1】図1は本発明の一実施形態に係るコアである

【図2】図2は、図1に示すコアの要部拡大断面図である。

【図3】図3は、EDS解析を行う際の観測点を示すコアの要部拡大断面図である。

【図4】図4は、結晶格子の制限視野回折パターンである。

【図5】図5は、アモルファス層の制限視野回折パターンである。

【図6】図6は、本発明の実施例に係る実施例6のEDS解析の結果である。

【図7】図7は、本発明の比較例に係る比較例2のEDS解析の結果である。

【発明を実施するための形態】

【0022】

以下、本発明を図面に示す実施形態に基づき説明する。

【0023】

本実施形態に係るコイル型電子部品のコアは、圧粉成形により成形されるコア（圧粉コア）である。圧粉成形は、プレス機械の金型内に、軟磁性合金粉末を含む材料を充填し、所定の圧力で加圧して圧縮成形を施すことにより成形体を得る方法である。

10

20

30

40

50

【 0 0 2 4 】

本実施形態に係るコア（磁芯）の形状としては、図 1 に示したトロイダル型のほか、F T 型、E T 型、E I 型、U U 型、E E 型、E E R 型、U I 型、ドラム型、ポット型、カップ型等を例示することができる。このコアの周囲に単一または複数のワイヤを巻回することにより所望のコイル型電子部品を得ることができる。

【 0 0 2 5 】

本実施形態に係るコイル型電子部品用のコアは、軟磁性体組成物から構成される。

【 0 0 2 6 】

本実施形態に係る軟磁性体組成物は、図 2 に示すように複数の軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 を有する。また、本実施形態では、隣り合う一方の軟磁性合金粒子 2 1 から他方の軟磁性合金粒子 2 2 までの領域を軟磁性合金粒子の間の領域 3 0 , 3 1 とする。

10

【 0 0 2 7 】

本実施形態に係る軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 は、元素 M と鉄 (F e) を含む。特に限定されないが、本実施形態に係る軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 はこの他にケイ素 (S i) 、炭素 (C) または亜鉛 (Z n) を含んでもよい。

【 0 0 2 8 】

元素 M は、ケイ素 (S i) よりイオン化傾向が強い。また、元素 M は、軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の表面に酸化被膜を形成する傾向を有する。元素 M としては、例えばクロム (C r) 、アルミニウム (A l) 、マグネシウム (M g) 、チタン (T i) 、ジルコニウム (Z r) 、マンガン (M n) 、亜鉛 (Z n) が挙げられるが、鉄合金粒子への均一な酸化被膜の形成の観点から、クロム (C r) またはアルミニウム (A l) が好ましい。また、元素 M としては、一種類に限られず、複数の元素を用いてもよい。

20

【 0 0 2 9 】

本実施形態に係る軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 は、例えば元素 M がクロム (C r) の場合は、クロム (C r) を C r 換算で 1 ~ 9 質量 % 、ケイ素 (S i) を S i 換算で 0 ~ 9 質量 % 含有し、残部が鉄 (F e) で構成されている。

【 0 0 3 0 】

また、本実施形態に係る軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 は、例えば元素 M がアルミニウム (A l) の場合は、アルミニウム (A l) を A l 換算で 1 ~ 9 質量 % 、ケイ素 (S i) を S i 換算で 0 ~ 1 4 質量 % 含有し、残部が鉄 (F e) で構成されている。

30

【 0 0 3 1 】

本実施形態に係る軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 におけるクロム (C r) の含有量は、C r 換算で 1 ~ 9 質量 % であることが好ましい。これにより、元素 M 勾配が所定値以下になり易くなる。上記の観点から、軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 におけるクロム (C r) の含有量は、C r 換算で 3 ~ 7 質量 % であることがより好ましい。

【 0 0 3 2 】

本実施形態に係る軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 におけるアルミニウム (A l) の含有量は、A l 換算で 1 ~ 9 質量 % であることが好ましい。これにより、元素 M 勾配が所定値以下になり易くなる。上記の観点から、軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 におけるアルミニウム (A l) の含有量は、A l 換算で 3 ~ 7 質量 % であることがより好ましい。

40

【 0 0 3 3 】

本実施形態に係る軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 におけるケイ素 (S i) の含有量は、好ましくは S i 換算で 0 ~ 9 質量 % であり、より好ましくは 2 ~ 8 . 5 質量 % である。

【 0 0 3 4 】

本実施形態に係る軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 において残部は、鉄 (F e) のみから構成されていてもよい。

【 0 0 3 5 】

本実施形態に係る軟磁性体組成物は、上記軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の構成成分以外にも、炭素 (C) および亜鉛 (Z n) 等の成分が含まれることがある。

【 0 0 3 6 】

50

本実施形態に係る軟磁性体組成物における、炭素 (C) の含有量は、好ましくは 0 . 0 5 質量 % 未満であり、より好ましくは 0 . 0 1 ~ 0 . 0 4 質量 % である。

【 0 0 3 7 】

本実施形態に係る軟磁性体組成物における、亜鉛 (Z n) の含有量は、好ましくは 0 . 0 0 4 ~ 0 . 2 質量 % であり、より好ましくは 0 . 0 1 ~ 0 . 2 質量 % である。

【 0 0 3 8 】

なお、本実施形態に係る軟磁性体組成物には、上記成分以外にも、不可避免的不純物が含まれていてもよい。

【 0 0 3 9 】

本実施形態に係る軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の平均結晶粒子径は、好ましくは 4 ~ 6 0 μ m である。平均結晶粒子径を上記の範囲とすることで、コアの薄層化を容易に実現することができる。

10

【 0 0 4 0 】

以下では、「軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 0 , 3 1 でのケイ素 (S i)、元素 M および鉄 (F e) の合計質量に対するケイ素 (S i)、元素 M または鉄 (F e) の質量比率」を「 3 元素質量比率」とする。

【 0 0 4 1 】

「軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 0 , 3 1 での酸素 (O)、ケイ素 (S i)、元素 M および鉄 (F e) の合計質量に対する酸素 (O)、ケイ素 (S i)、元素 M または鉄 (F e) の質量比率」を「 4 元素質量比率」とする。

20

【 0 0 4 2 】

また、軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 0 , 3 1 での、元素 M の 3 元素質量比率を R M とする。

【 0 0 4 3 】

さらに、R M の最大値の箇所と R M の最小値の箇所の距離を d とする。

【 0 0 4 4 】

本実施形態では、(R M の最大値 / R M の最小値) / d を元素 M 勾配としたとき、元素 M 勾配が 3 0 0 以下である。これにより、本実施形態に係る軟磁性体組成物から構成されたコアの密度を向上させることができ、コアへの接着剤の染み込みを低減し、コア表面の印字性を向上させることができる。

30

【 0 0 4 5 】

また、元素 M 勾配が 1 0 . 0 超であることにより、抵抗不良を抑えることができる。

【 0 0 4 6 】

上記の観点から、元素 M 勾配は好ましくは 1 0 ~ 3 0 0 であり、より好ましくは 2 0 ~ 1 0 0 である。

【 0 0 4 7 】

本実施形態では、軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 0 , 3 1 には、アモルファス層が存在する。これにより、コアの密度をさらに向上させることができるとともに、コアロスを低下させることができる。

【 0 0 4 8 】

上記の観点から、軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 0 , 3 1 には、アモルファス層である S i - M 酸化物または S i - M 複合酸化物が存在することが好ましい。

40

【 0 0 4 9 】

上記の観点から、アモルファス層が、R M の最小値の箇所に存在することが好ましい。

【 0 0 5 0 】

なお、S i - M 酸化物とは主にケイ素 (S i)、元素 M および酸素 (O) で構成された酸化物である。また、S i - M 複合酸化物はケイ素 (S i)、元素 M および酸素 (O) を含むと共に、さらにこれら 3 成分 (S i , M および O) 以外の元素を含む酸化物である。

【 0 0 5 1 】

S i - M 複合酸化物に含まれる 3 成分 (S i , 元素 M および O) 以外の元素としては、バ

50

ナジウム (V)、ニッケル (N i) または銅 (C u) が挙げられる。

【 0 0 5 2 】

S i - M 酸化物には、ケイ素 (S i)、元素 M および酸素 (O) 以外の元素が、ケイ素 (S i)、元素 M および酸素 (O) の合計質量 1 0 0 質量 % に対して合計で 0 . 1 質量 % 未満含まれている。

【 0 0 5 3 】

S i - M 酸化物に含まれる 3 成分 (S i , 元素 M および O) 以外の元素としては、バナジウム (V)、ニッケル (N i) または銅 (C u) が挙げられる。

【 0 0 5 4 】

本実施形態では、軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 0 , 3 1 に軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 に含有される元素に由来しないケイ素 (S i) を含むと考えられる。軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 に含有される元素に由来しないケイ素 (S i) は、特に限定されないが、例えば、シリコーン樹脂に含まれるケイ素 (S i) に由来すると考えられる。

10

【 0 0 5 5 】

本実施形態において、元素 M 勾配を算出する方法としては、特に限定されないが、以下に具体的な方法を示す。

【 0 0 5 6 】

まず、走査透過型電子顕微鏡 (S T E M) を用いてコアの断面を観察することにより、軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 と軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 0 , 3 1 とを判別する。具体的には、コアの断面を S T E M により撮影し、明視野 (B F) 像を得る。この明視野像において軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 と軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 との間に存在し、該軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 とは異なるコントラストを有する領域を軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 0 , 3 1 とする。異なるコントラストを有するか否かの判断は、目視により行ってもよいし、画像処理を行うソフトウェア等により判断してもよい。

20

【 0 0 5 7 】

軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 0 , 3 1 の組成については、図 3 に示すように、任意に選択した観測線 X において、S T E M に付属の十分に分解能が高い E D S 装置を用いて、E D S 分析を行う。図 6 に本実施形態の E D S 解析の結果を示す。図 6 の縦軸は、3 元素質量比率を示し、横軸は始点からの距離を示す。ここで「始点」とは軟磁性合金粒子 2 1 内の任意の点である。

30

【 0 0 5 8 】

図 6 では、ケイ素 (S i) の 3 元素質量比率が実線で示されており、クロム (C r) 3 元素質量比率が点線で示されており、鉄 (F e) の 3 元素質量比率が一点鎖線で示されている。

【 0 0 5 9 】

図 6 において始点からの距離が 0 ~ 0 . 3 5 μ m の区間は鉄 (F e) の 3 元素質量比率が 9 5 w t % 付近でほぼ一定している。この区間は一方の軟磁性合金粒子 2 1 である。

【 0 0 6 0 】

図 6 において始点からの距離が 0 . 3 5 μ m ~ 0 . 6 6 μ m の区間は鉄 (F e) の 3 元素質量比率が下降し、0 w t % 付近でほぼ一定した後、上昇している。この区間は軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 1 である。

40

【 0 0 6 1 】

そして、図 6 において始点からの距離が 0 . 6 6 μ m ~ 1 . 0 μ m の区間は再び鉄 (F e) の 3 元素質量比率が 9 5 ~ 9 8 w t % 付近でほぼ一定している。この区間は他方の軟磁性合金粒子 2 2 である。

【 0 0 6 2 】

次に、軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 1 における R M の最大値の箇所と R M の最小値の箇所を決定する。R M の最大値の箇所と R M の最小値の箇所の距離を d とする。そして、(R M の最大値 / R M の最小値) / d を元素 M 勾配とする。

【 0 0 6 3 】

50

特に限定されないが、例えば、本実施形態では、同じ位置における酸素（O）の4元素質量比率が8～65質量%であり、ケイ素（Si）の4元素質量比率が8～65質量%であり、および元素Mの4元素質量比率が8～65質量%である場合には、その位置はSi-M酸化物またはSi-M複合酸化物であると判断する。

【0064】

この他、酸素（O）のマッピング画像と、ケイ素（Si）のマッピング画像と、元素Mのマッピング画像を比較して、同じ位置に酸素（O）とケイ素（Si）と元素Mが存在していれば、その位置はSi-M酸化物またはSi-M複合酸化物であると判断することもできる。

【0065】

本実施形態において、軟磁性合金粒子21, 22の間の領域30, 31にアモルファス層が存在するか否かを判断する方法としては、特に限定されず、例えば、走査透過型電子顕微鏡（TEM）の逆格子空間の制限視野回折パターン（SADP）を解析することで判断してもよい。制限視野回折パターンでは、規則的な結晶構造を持つ場合は、図4に示すように、結晶構造を反映した各回折スポットが観察される。一方、規則的な結晶構造を持たないアモルファス層の場合は、図5に示すように、中心のスポットを中心とした同心円が観察される。また、アモルファス層の場合は、中心スポット以外の明確な回折スポットは観察されない。

【0066】

本実施形態では、図6に示すように、RMは軟磁性合金粒子21, 22から離れるにしたがって、RMの最小値の箇所まで減少する。これにより、コアの密度をさらに向上させることができる。なお、RMは軟磁性合金粒子21, 22から離れるにしたがって、概ね減少していればよく、一部増加する箇所があってもよい。

【0067】

本実施形態では、図6に示すように、RMの最小値の箇所を含む所定の範囲において元素Mが連続して存在していることが好ましい。これにより、コアの密度をさらに向上させることができる。

【0068】

上記の観点から、RMの最小値の箇所を含む所定の範囲において、ケイ素（Si）が連続して存在していることが好ましい。

【0069】

ここで、所定の範囲は、隣接する軟磁性合金粒子21, 22の間の距離の50%以上の範囲であることが好ましい。

【0070】

なお、所定の範囲において元素Mが連続しているとは、所定の範囲において、元素Mの3元素質量比率が、好ましくは8質量%以上であり、より好ましくは10質量%以上であることをいう。

【0071】

また、所定の範囲においてケイ素（Si）が連続しているとは、所定の範囲において、ケイ素（Si）の3元素質量比率が、好ましくは5質量%以上であり、より好ましくは8質量%以上であることをいう。

【0072】

所定の範囲の長さは、好ましくは0.01～0.4μm、より好ましくは0.01～0.1μmである。

【0073】

本実施形態に係るコアの表面の少なくとも一部には被覆層が形成されていてもよい。これによりコア表面の印字性を向上させることができるとともに、コアの初期透磁率を向上させることができる。

【0074】

被覆層の材質としては、特に制限されず、例えば、ガラス組成物、SiO₂、B₂O₃、

10

20

30

40

50

ZrO₂または樹脂が例示される。なお、被覆層は複数の材質から構成されていてもよいし、複数の層からなる積層構造を有していてもよい。

【0075】

被覆層は、例えば、コアの表面の少なくとも一部に形成されている。コアの表面積に対する被覆層が形成される割合（被覆率）は、好ましくは50～100%である。被覆率が高くなるほど、コアの欠け等を防止する保護層としての役割も大きくなる。上記の観点から、被覆率は、90～100%であることがより好ましい。

【0076】

次に、本実施形態に係るコアの製造方法の一例を説明する。

本実施形態のコアは、軟磁性合金粉末と、結合材（バインダ樹脂）とを含む成形体を焼成することにより、作製することができる。以下、本実施形態のコアの好ましい製造方法につき、詳述する。

【0077】

本実施形態に係る製造方法は、好ましくは、軟磁性合金粉末と、結合材とを混合し、混合物を得る工程と、混合物を乾燥させて、造粒粉を形成する工程と、混合物または造粒粉を、作製すべきコアの形状に成形し、成形体を得る工程と、得られた成形体を加熱することにより、コアを得る工程と、を有する。

【0078】

また、コアに被覆層を形成してもよい。

【0079】

本実施形態に係る製造方法により得られたコアは、上記本実施形態に係る軟磁性体組成物によって構成されている。

【0080】

軟磁性合金粉末としては、クロム（Cr）をCr換算で1～9質量%、ケイ素（Si）をSi換算で0～9質量%含有し、残部が鉄（Fe）で構成された合金粒子を含有するものを用いることができる。

【0081】

軟磁性合金粉末の形状は特に制限はないが、高い磁界域までインダクタンスを維持する観点から、球状または楕円体状とすることが好ましい。これらの中では、コアの強度をより大きくする観点から、楕円体状が望ましい。

【0082】

また、軟磁性合金粉末の平均粒径は、好ましくは3～80μmである。軟磁性合金粉末の平均粒径が上記の範囲であると、透磁率が良好になるとともに、渦電流損失が生じにくくなり、異常損失が低減する傾向となる。また、取り扱いが容易となる。上記の観点から、軟磁性合金粉末の平均粒径は5～20μmであることがより好ましい。

【0083】

軟磁性合金粉末は、公知の軟磁性合金粉末の調製方法と同様の方法により得ることができる。この際、ガスアトマイズ法、水アトマイズ法、回転ディスク法等を用いて調製することができる。これらの中では、所望の磁気特性を有する軟磁性合金粉末を作製しやすくするため、水アトマイズ法が好ましい。

【0084】

結合材としては、シリコン樹脂を含むものを用いる。結合材としてシリコン樹脂を用いることにより、軟磁性合金粒子21, 22の間の領域30, 31に、軟磁性合金粒子21, 22に含有される元素に由来しないケイ素（Si）が効果的に含まれる。その結果、軟磁性合金粒子21, 22の間の領域30, 31に、アモルファス層が形成され易くなる。

【0085】

なお、本発明の効果を妨げない範囲でその他の結合材が含まれていてもよい。その他の結合材としては、例えば各種有機高分子樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂および水ガラス等が挙げられる。

10

20

30

40

50

【 0 0 8 6 】

結合材は、シリコン樹脂を単独で、またはその他の結合材とで組み合わせて用いることができる。なお、軟磁性体組成物中の炭素（C）の含有量を0.05質量%未満に制限することが好ましいため、結合材は、主としてシリコン樹脂を用いることが好ましい。軟磁性体組成物中の炭素（C）の含有量が上記の範囲であることにより、得られるコアの強度を良好にできる。

【 0 0 8 7 】

結合材の添加量は、必要とされるコアの特性に応じて異なるが、好ましくは軟磁性合金粉末100質量%に対して、0.2～10質量%添加することができる。結合材の添加量が上記の範囲であることにより、軟磁性合金粒子21, 22の間の領域30, 31に、アモルファス層が形成され易くなる。上記の観点から、結合材の添加量は軟磁性合金粉末100質量%に対して、0.5～6質量%であることがより好ましい。

10

【 0 0 8 8 】

シリコン樹脂の添加量は、好ましくは軟磁性合金粉末100質量%に対して、0.2～8質量%である。シリコン樹脂の添加量が上記の範囲であることにより、軟磁性合金粒子21, 22の間の領域30, 31に、アモルファス層が形成され易くなる。上記の観点から、シリコン樹脂の添加量は、軟磁性合金粉末100質量%に対して、0.5～5質量%であることがより好ましい。

【 0 0 8 9 】

また、前記混合物または造粒粉には、本発明の効果を妨げない範囲で、必要に応じて有機溶媒を添加してもよい。

20

【 0 0 9 0 】

有機溶媒としては、結合材を溶解し得るものであれば特に限定されないが、例えば、トルエン、イソプロピルアルコール、アセトン、メチルエチルケトン、クロロホルム、酢酸エチル等の各種溶媒が挙げられる。

【 0 0 9 1 】

また、前記混合物または造粒粉には、本発明の効果を妨げない範囲で、必要に応じて各種添加剤、潤滑剤、可塑剤、チキソ剤等を添加してもよい。

【 0 0 9 2 】

潤滑剤としては、例えば、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸バリウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛およびステアリン酸ストロンチウム等が挙げられる。これらは1種を単独でまたは2種以上を組み合わせ用いられる。これらの中では、いわゆるスプリングバックが小さいという観点から、潤滑剤としてステアリン酸亜鉛を用いることが好ましい。

30

【 0 0 9 3 】

潤滑剤を用いる場合には、その添加量は、好ましくは軟磁性合金粉末100質量%に対して、0.1～0.9質量%である。

【 0 0 9 4 】

特に、潤滑剤としてステアリン酸亜鉛を用いる場合には、得られる軟磁性体組成物中の、亜鉛（Zn）の含有量が、0.004～0.2質量%の範囲内となる添加量を調整することが好ましい。これにより、コアの強度がより良好になる傾向となる。

40

【 0 0 9 5 】

混合物を得る方法としては、特に限定されるものではないが、従来公知の方法により、軟磁性合金粉末と結合材と有機溶媒とを混合して得られる。なお、必要に応じて各種添加材を添加してもよい。

【 0 0 9 6 】

混合に際しては、例えば、加圧ニーダ、アタライタ、振動ミル、ボールミル、Vミキサー等の混合機や、流動造粒機、転動造粒機等の造粒機を用いることができる。

【 0 0 9 7 】

また、混合処理の温度および時間としては、好ましくは室温で1～30分間程度である。

50

【 0 0 9 8 】

造粒粉を得る方法としては、特に限定されず、公知の方法により、混合物を乾燥して得られる。

【 0 0 9 9 】

乾燥処理の温度および時間としては、好ましくは室温 ~ 2 0 0 程度で、1 ~ 6 0 分間である。

【 0 1 0 0 】

必要に応じて、造粒粉には、潤滑剤を添加することができる。造粒粉に潤滑剤を添加した後、1 ~ 6 0 分間混合することが望ましい。

【 0 1 0 1 】

成形体を得る方法としては、特に限定されず、公知の方法により、所望する形状のキャビティを有する成形金型を用い、そのキャビティ内に混合物または造粒粉を充填し、所定の成形温度および所定の成形圧力でその混合物を圧縮成形することが好ましい。

【 0 1 0 2 】

圧縮成形における成形条件は特に限定されず、軟磁性合金粉末の形状および寸法や、圧粉コアの形状、寸法および密度などに応じて適宜決定すればよい。例えば、通常、最大圧力は1 0 0 ~ 1 0 0 0 M P a 程度、好ましくは4 0 0 ~ 8 0 0 M P a 程度とし、最大圧力に保持する時間は0 . 5 秒間 ~ 1 分間程度とする。

【 0 1 0 3 】

本実施形態に係る製造方法では、結合材がシリコン樹脂を含むことにより、コアを構成する軟磁性合金粒子 2 1 , 2 2 の間の領域 3 0 , 3 1 にはアモルファス層が形成され易くなる。

【 0 1 0 4 】

成形温度は、特に限定されないが、通常、室温 ~ 2 0 0 程度が好ましい。これにより、成形体の密度が高まるとともに、得られるコアの性能をより良好にする。

【 0 1 0 5 】

次に成形後に得られる成形体を焼成してコアを得る（焼成工程）。

【 0 1 0 6 】

焼成工程の保持温度は、特に限定されないが、6 0 0 以上 9 4 0 未満が好ましい。これにより、元素 M 勾配が所定値以下になり易くなる。上記の観点から、焼成時の保持温度は7 0 0 ~ 8 5 0 であることが好ましい。

【 0 1 0 7 】

焼成工程の昇温速度は、特に限定されないが、成形体を加熱開始後短時間で保持温度に達成することが好ましい。このように、短時間で加熱することにより、元素 M 勾配が所定値以下になり易くなる。

【 0 1 0 8 】

焼成工程の上記の加熱法としては、特に限定されないが、例えば、薄く小面積の伝熱の良い容器を準備し、この容器に成形体を少ない数で（1 ~ 1 0 個）、十分に離して載せる。具体的には、隣接する成形体を1 0 ~ 1 0 0 m m 離して載せる。次に、容器ごと成形体を保持温度に到達している炉に直接入れる方法が挙げられる。この他、保持温度に到達している加熱体を成形体の上下から挟み込みそのまま炉に入れる方法も挙げられる。

【 0 1 0 9 】

焼成工程の雰囲気は特に限定されず、酸素含有雰囲気下にて行ってもよい。ここで、酸素含有雰囲気とは、特に限定されるものではないが、大気雰囲気（通常、2 0 . 9 5 % の酸素を含む）、または、アルゴンや窒素等の不活性ガスとの混合雰囲気等が挙げられる。また、アルゴンや窒素等の不活性ガスの下にて行ってもよい。

【 0 1 1 0 】

焼成工程の保持時間は特に限定されず、例えば1 0 分 ~ 5 時間である。

【 0 1 1 1 】

次に、必要に応じて得られたコアに対して、コアの表面に、ガラス組成物、バインダ樹脂

10

20

30

40

50

等から構成される熱処理前の被覆層を形成する。

【0112】

熱処理後、コアの表面には被覆層が形成される。

【0113】

このようにして得られたコアを磁芯として用いることができる。

【0114】

本実施形態に係る元素M勾配は、軟磁性合金粉末の組成、コアの製造方法における、結合材の種類もしくはその添加量、その他の添加成分または、焼成工程の昇温速度、保持温度または雰囲気等により制御することができる。

【0115】

以上、本発明の実施形態について説明してきたが、本発明はこうした実施形態に何ら限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲内において種々なる態様で実施し得ることは勿論である。

【0116】

例えば、上述した実施形態では、混合物または造粒粉を圧粉成形することでコア（圧粉コア）を製造しているが、上記混合物をシート状成形して積層することによりコアを製造してもよい。また、乾式成形の他、湿式成形、押出成形などにより成形体を得てもよい。

【0117】

上述した実施形態では、軟磁性体組成物の粒界にケイ素（Si）を含有する層を形成するため、結合材としてシリコン樹脂を用いているが、シリコン樹脂に代えて、添加剤としてシリカゲルやシリカ粒子等のケイ素（Si）含有成分を用いてもよい。

【0118】

上述した実施形態では、軟磁性体組成物から構成されるトロイダル型のコアを示したが、この他、本実施形態の軟磁性体組成物は、コイルが埋め込まれているコアを構成することもできる。コイルが埋め込まれているコアとは、具体的には、コイルの周囲を囲み、軟磁性体組成物と樹脂とを含むコアである。

【0119】

また、本実施形態に係るコアの用途は特に限定されず、例えば、コイル型電子部品、スイッチング電源、DC-DCコンバーター、トランス、チョークコイル等の各種電子部品のコアとしても好適に用いることができる。

【実施例】

【0120】

以下、実施例により発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0121】

（実施例1）

[軟磁性合金粉末の調製]

鉄（Fe）単体、クロム（Cr）単体およびケイ素（Si）単体のインゴット、チャンク（塊）、またはショット（粒子）を準備した。次にそれらをクロム（Cr）4質量%およびケイ素（Si）5質量%および残部鉄（Fe）の組成となるように混合して、水アトマイズ装置内に配置されたルツボに収容した。次いで、不活性雰囲気中、ルツボ外部に設けたワークコイルを用いて、ルツボを高周波誘導により1600℃以上まで加熱し、ルツボ中のインゴット、チャンクまたはショットを熔融、混合して融液を得た。

【0122】

次いで、ルツボに設けられたノズルから、ルツボ内の融液を噴出すると同時に、噴出した融液に高圧（50MPa）水流を衝突させて急冷することにより、Fe-Si-Cr系粒子からなる軟磁性合金粉末（平均粒径；9μm）を作製した。

【0123】

得られた軟磁性合金粉末を、蛍光X線分析法により組成分析した結果、仕込み組成と一致していることが確認できた。

10

20

30

40

50

【 0 1 2 4 】

[コアの作製]

得られた軟磁性合金粉末 1 0 0 質量% に対し、シリコーン樹脂（東レダウコーニングシリコーン（株）製：SR 2 4 1 4 L V）4 質量% を添加し、これらを加圧ニーダにより室温で 3 0 分間混合した。次いで、混合物を空气中において 1 5 0 ℃ で 2 0 分間乾燥した。乾燥後の軟磁性合金粉末に、潤滑剤としてステアリン酸亜鉛（日東化成製：ジंकステアレート）を添加し、V ミキサーにより 1 0 分間混合した。ステアリン酸亜鉛の添加量は、軟磁性合金粉末 1 0 0 質量% に対して 0 . 5 質量% であった。

【 0 1 2 5 】

続いて、得られた混合物を、外径 2 0 mm × 内径 1 0 mm × 厚さ 5 mm のトロイダルサンプルと 1 0 mm × 5 mm ×（厚さ）1 mm の角形サンプルに成形し、成形体を作製した。なお、成形圧は 6 0 0 M P a とした。

10

【 0 1 2 6 】

保持温度に到達している加熱体を成形体の上下から挟み込み、炉に入れた。なお、表 1 および表 2 では、このような方法により成形体を昇温した場合は、「焼成条件」の欄に「短時間昇温」と記載している。成形体を保持温度 6 5 0 ℃ で 6 0 分間、大気中で焼成することにより、コアを得た。

【 0 1 2 7 】

（実施例 2 ～ 6 および比較例 3）

成形体の保持温度を表 1 に記載の通り変えた以外は実施例 1 と同様にしてコアを得た。

20

【 0 1 2 8 】

（比較例 1 および 2）

比較例 1 では、成形体を炉に入れて 5 . 5 時間かけて保持温度まで昇温し、比較例 2 では、成形体を炉に入れて 1 . 5 時間かけて保持温度まで昇温した以外は実施例 1 と同様にしてコアを得た。なお、比較例 1 および 2 では、加熱体を成形体の上下から挟み込んでいない。

【 0 1 2 9 】

（実施例 1 1 ～ 1 5 および比較例 1 3）

C r 単体の代わりに A l 単体を用いて、鉄（F e）9 1 質量%、アルミニウム（A l）5 質量% およびケイ素（S i）4 質量% の組成となるように混合して、F e - S i - A l 系粒子からなる軟磁性合金粉末（平均粒径：9 μ m）を作製し、成形体の保持温度を表 2 に記載の通り変えた以外は実施例 1 と同様にしてコアを得た。

30

【 0 1 3 0 】

（比較例 1 1 および 1 2）

比較例 1 1 では、成形体を炉に入れて 5 . 5 時間かけて保持温度まで昇温し、比較例 1 2 では、成形体を炉に入れて 1 . 5 時間かけて保持温度まで昇温した以外は実施例 1 1 と同様にしてコアを得た。なお、比較例 1 1 および 1 2 では、加熱体を成形体の上下から挟み込んでいない。

【 0 1 3 1 】

[各種評価]

40

【 0 1 3 2 】

< 元素 M 勾配の確認 >

コアの断面について、走査透過型電子顕微鏡（S T E M）により観察し、「軟磁性合金粒子」と「軟磁性合金粒子の間の領域」との判別を行った。

【 0 1 3 3 】

次に、図 3 に示すように、任意に選択した観測線 X において、S T E M に付属の十分に分解能が高い E D S 装置を用いて、E D S 分析を行った。得られた数値を基に、元素 M 勾配を求めた。結果を表 1 および表 2 に示す。特に、実施例 6 の結果を図 6 に示し、比較例 2 の結果を図 7 に示す。なお、図 6 および図 7 の縦軸は、3 元素質量比率を示し、横軸は始点からの距離を示す。

50

【0134】

<アモルファス層の確認>

走査透過型電子顕微鏡（TEM）の逆格子空間の制限視野回折パターン（SADP）を解析することでアモルファス層の存在を判断した。

【0135】

<密度>

トロイダルコアサンプルについて、アルキメデス法により密度を測定した。元素Mがクロム（Cr）の場合は密度が 6.00 g/cm^3 以上であることが好ましい。また元素Mがアルミニウム（Al）の場合は密度が 5.40 g/cm^3 以上であることが好ましい。結果を表1および表2に示す。

10

【0136】

<抵抗>

抵抗の測定器として4339B（Agilent Technologies製）を用い、厚さ1mmの角形コアサンプルに対して、2つの端子で挟み込んで抵抗を測定した。結果を表1および表2に示す。

【0137】

20

30

40

50

【表 1】

表 1

	焼成条件	保持温度 (°C)	RMの最小値 (wt%)	RMの最大値 (wt%)	RMの最大値 / RMの最小値	d (μm)	元素M 勾配 (1/μm)	密度 (g/cm ³)	抵抗 (Ω)
比較例1	成形体を炉入後 5.5Hrで昇温	740	0.77	88.01	114.30	0.17	672.3	5.97	1×10 ⁶ 以上
比較例2	成形体を炉入後 1.5Hrで昇温	740	0.87	90.36	103.91	0.20	519.6	5.98	1×10 ⁶ 以上
比較例3	短時間昇温	540	1.42	77.44	54.54	0.10	545.4	5.95	1×10 ⁶ 以上
実施例1	短時間昇温	600	2.58	83.11	32.21	0.11	292.8	6.01	1×10 ⁶ 以上
実施例2	短時間昇温	640	4.58	86.76	18.94	0.07	270.6	6.08	1×10 ⁶ 以上
実施例3	短時間昇温	740	21.00	79.12	3.77	0.14	26.9	6.15	1×10 ⁶ 以上
実施例4	短時間昇温	840	26.17	76.00	2.90	0.09	32.3	6.15	1×10 ⁶ 以上
実施例5	短時間昇温	940	46.92	80.56	1.72	0.18	9.5	6.14	1×10 ⁵
実施例6	短時間昇温	860	28.16	76.00	2.70	0.08	33.7	6.15	1×10 ⁶ 以上

表 1 において元素 M は Cr である。

d は RM の最大値の箇所と RM の最小値の箇所の距離である。

【 0 1 3 8 】

10

20

30

40

50

【表 2】

	焼成条件	保持温度 (°C)	RMの最小値 (wt%)	RMの最大値 (wt%)	RMの最大値 / RMの最小値	d(μm)	元素M 勾配 (1/μm)	密度 (g/cm ³)	抵抗 (Ω)
比較例11	成形体を炉入後 5.5Hrで昇温	740	0.87	91.12	104.74	0.15	698.2	5.34	1×10 ⁶ Ω以上
比較例12	成形体を炉入後 1.5Hrで昇温	740	1.00	85.45	85.45	0.17	502.6	5.35	1×10 ⁶ Ω以上
比較例13	短時間昇温	540	2.23	90.73	40.77	0.05	815.5	5.31	1×10 ⁶ Ω以上
実施例11	短時間昇温	600	3.22	86.16	26.76	0.09	297.3	5.40	1×10 ⁶ Ω以上
実施例12	短時間昇温	640	4.05	89.29	22.05	0.09	245.0	5.41	1×10 ⁶ Ω以上
実施例13	短時間昇温	740	19.55	88.65	4.53	0.16	28.3	5.45	1×10 ⁶ Ω以上
実施例14	短時間昇温	840	30.89	79.29	2.57	0.10	25.7	5.44	1×10 ⁶ Ω以上
実施例15	短時間昇温	940	44.09	82.06	1.86	0.19	9.8	5.45	1×10 ⁵ Ω

表 2 において元素 M は Al である。

d は RM の最大値の箇所と RM の最小値の箇所の距離である。

表 2

【 0 1 3 9 】

STEM 観察および EDS 解析より、元素 M 勾配が 5 1 9 . 6 未満である実施例 1 ~ 6 は、元素 M 勾配が 5 1 9 . 6 以上である比較例 1 ~ 3 に比べてコアの密度が高いことが確認できた。また、元素 M 勾配が 9 . 5 超 5 1 9 . 6 未満である実施例 1 ~ 4 および 6 は、抵抗が良好であることが確認できた。

【 0 1 4 0 】

TEM 観察より、実施例 1 ~ 4 および 6 は軟磁性合金粒子の間の領域にアモルファス層が存在することが確認できた。

【 0 1 4 1 】

10

20

30

40

50

STEM観察およびEDS解析より、元素M勾配が502.6未満である実施例11~15は、元素M勾配が502.6以上である比較例11~13に比べてコアの密度が高いことが確認できた。また、元素M勾配が9.8超502.6未満である実施例11~14は、抵抗が良好であることが確認できた。

【0142】

TEM観察より、実施例11~14は軟磁性合金粒子の間の領域にアモルファス層が存在することが確認できた。

【0143】

図6より、実施例6のRMの最小値の箇所を含む所定の範囲では、クロム(Cr)およびケイ素(Si)が連続して存在していることが確認できた。

10

【0144】

また、実施例6について、下記の方法により、コアの軟磁性合金粒子の間の領域には、軟磁性合金粒子に含有される元素に由来しないケイ素(Si)が含まれるか否かについて確認した。

【0145】

図6(実施例6)では、クロム(Cr)はほとんどが軟磁性合金粒子の間の領域に存在しており、軟磁性合金粒子にはほとんど含まれていない。一方、鉄(Fe)はほとんどが軟磁性合金粒子に存在しており、軟磁性合金粒子の間の領域にはほとんど含まれていない。

【0146】

したがって、コアの製造過程で、軟磁性合金粉末のクロム(Cr)は軟磁性合金粒子の間の領域に移動し、軟磁性合金粉末の鉄(Fe)は軟磁性合金粒子に留まったと考えられる。

20

【0147】

このため、上記の軟磁性合金粉末の原料の鉄(Fe)とケイ素(Si)の質量比率と図6の軟磁性合金粒子の部分の鉄(Fe)とケイ素(Si)の質量比率が概ね一致していれば、軟磁性合金粉末の原料のケイ素(Si)がそのまま軟磁性合金粒子のケイ素(Si)になったと言える。その結果、軟磁性合金粒子の間の領域に存在するケイ素(Si)は軟磁性合金粉末の原料に由来するケイ素(Si)ではなく、シリコーン樹脂に由来するケイ素(Si)であると言える。

【0148】

そして、計算したところ、上記の軟磁性合金粉末の原料の鉄(Fe)とケイ素(Si)の質量比率と図6の軟磁性合金粒子の部分の鉄(Fe)とケイ素(Si)の質量比率が概ね一致していた。このため、軟磁性合金粒子の間の領域に存在するケイ素(Si)は軟磁性合金粉末の原料に由来するケイ素(Si)ではなく、シリコーン樹脂に由来するケイ素(Si)であると言える。

30

【産業上の利用可能性】

【0149】

本発明に係る軟磁性体組成物から構成されるコアは密度が高い。その結果、コアへの接着剤の染み込みを低減し、コア表面の印字性を向上させることができる。

【符号の説明】

【0150】

21, 22... 軟磁性合金粒子

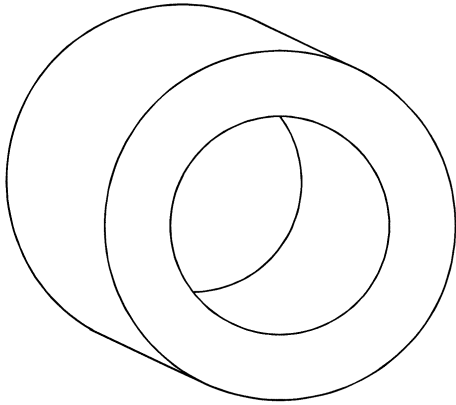
30, 31... 軟磁性合金粒子の間の領域

40

【図面】

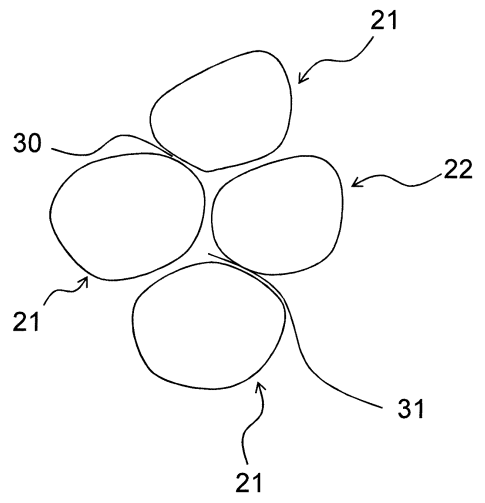
【図 1】

図1



【図 2】

図2

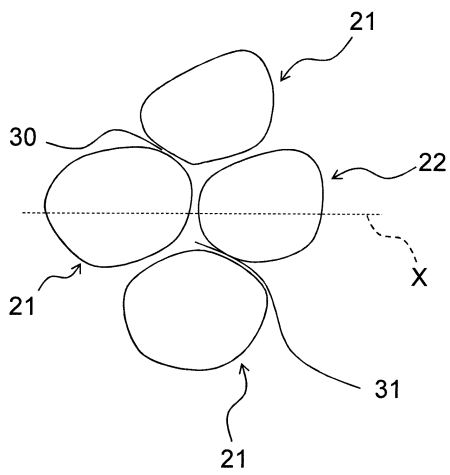


10

20

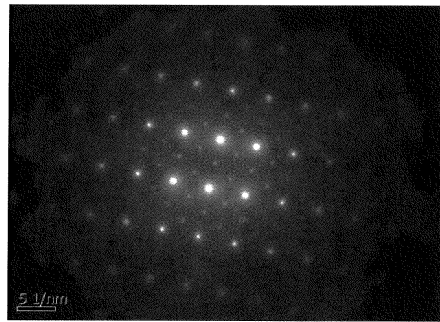
【図 3】

図3



【図 4】

図4



30

40

50

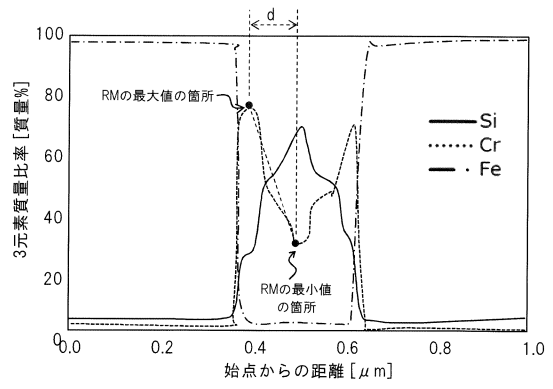
【 図 5 】

図5



【 図 6 】

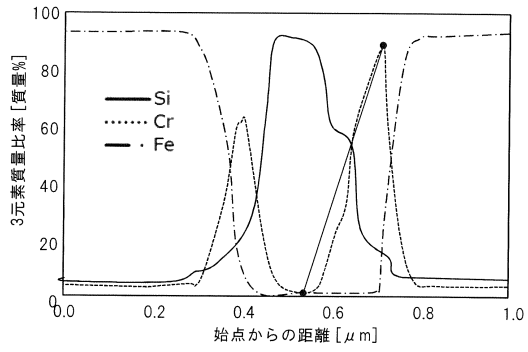
図6



10

【 図 7 】

図7



20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類	F I		
C 2 2 C 38/00 (2006.01)	H 0 1 F	1/147	1 9 1
	C 2 2 C	38/00	3 0 3 S
	C 2 2 C	38/00	3 0 3 T

東京都港区芝浦三丁目9番1号 T D K株式会社内

(72)発明者 伊東 直樹

東京都港区芝浦三丁目9番1号 T D K株式会社内

審査官 秋山 直人

(56)参考文献 特開2014-143301(JP,A)
 特開2011-249774(JP,A)
 再公表特許第2016/056351(JP,A1)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

H 0 1 F	1 / 2 6
H 0 1 F	4 1 / 0 2
B 2 2 F	1 / 0 0
B 2 2 F	3 / 0 0
H 0 1 F	1 / 1 4 7
C 2 2 C	3 8 / 0 0