

(技術資料)

低鉄損圧粉磁心用粉末

Powder for Dust Core with Low Iron Loss



北条啓文*
Hirofumi HOJO



赤城宣明*
Nobuaki AKAGI



澤山哲也**
Tetsuya SAWAYAMA



三谷宏幸***
Hiroyuki MITANI

Dust core is made by compressing insulated magnetic powder. One of the advantages of dust cores is magnetic isotropy, which makes possible 3D magnetic circuit designs. Therefore, it is expected that the size and weight of magnetic parts can be reduced. There is a strong demand to reduce core loss in dust cores so that they can be used in more magnetic parts-for example, in motor cores. This paper reports on an investigation of some methods for reducing core loss in dust cores and presents the magnetic properties of dust cores made from improved powder using these methods. Dust core with 28.6W/kg of iron loss was achieved; this is comparable to some electrical sheets.

まえがき＝低環境負荷，省エネルギーを背景に，電磁気部品に対する損失低減ニーズはますます強くなっている。太陽光発電などのパワーコンディショナをはじめ，ハイブリッド車（HEV）や電気自動車（EV）に使われる昇圧コンバータのリアクトルなどは，高周波に対応した低損失磁性材料が求められる。さらにHEVやEVのモータなどに対しては，低損失だけでなく小型・軽量化の要求も強い。

軟磁性粉末に絶縁処理を行い圧縮成形して得られる圧粉磁心は，それらを構成する粒子が絶縁されていることにより，渦電流損失を抑制することができる利点を持つ。渦電流損失は周波数の2乗に比例し，高周波用部品ではとくにその利点を生かすことができるため，HEVの昇圧コンバータのリアクトルなどへ実用化が進んでいる。

さらに，圧粉磁心は等方的な磁気特性を持つため，磁気異方性を持つ積層鋼板製磁心にはない3次元的な新しい磁気回路を用いた設計が可能となる。このため，モータなどの分野において，圧粉磁心を活用した小型軽量化の検討が行われている^{1), 2)}。しかしながら，モータなどで用いられる商用周波数程度の低い周波数域における圧粉磁心の鉄損は，渦電流損よりヒステリシス損が支配的である。このため，低渦電流損である利点が生かせず，ヒステリシス損の低減が望まれている。

本稿では，圧粉磁心の低鉄損化技術について，ひずみ取りのための最適磁気焼鈍温度の調査，最適磁気焼鈍のための高耐熱絶縁被膜の開発に加え，粉末粒子径や結晶粒径が鉄損に及ぼす影響について述べる。さらに，得られた知見に基づいて開発した低鉄損粉末の成形体特性を紹介する。

1. 圧粉磁心における鉄損支配因子

鉄損は一般的に，渦電流損とヒステリシス損から構成される。渦電流損はさらに，粒子内を流れる渦電流に起因する粒子内渦電流損，および粒子をまたがって部品全体に流れる渦電流に起因する粒子間渦電流損に分けることができる。

一方，ヒステリシス損はBH（磁束密度－磁場）カーブの面積に相当し，その大きさは保磁力と強い相関がある。保磁力を低減させることがヒステリシス損を低減させることとなる。保磁力を支配する因子として，磁壁の移動を妨げる要素である粒子組成（固溶元素），析出・介在物，結晶粒界，粉末表面，転位（ひずみ）などが挙げられる。

粒子内渦電流損を支配する因子は，粒子の電気抵抗に影響を及ぼす粒子組成（固溶元素），および渦電流が流れる領域を決定する粒子径である。また，粒子間渦電流損を支配する因子には，粒子間の絶縁性に影響を及ぼす絶縁被膜の電気抵抗がある（図1）。

これらの因子のなかで保磁力については，ひずみの除去を目的とする磁気焼鈍を高温で行うほどその低減効果

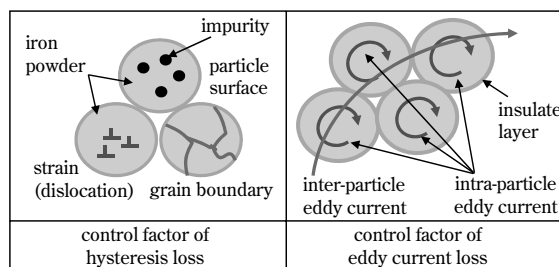


図1 鉄損支配因子
Fig. 1 Control factor of iron loss

*鉄鋼事業部門 鉄粉本部 鉄粉工場 **鉄鋼事業部門 鉄粉本部 ***技術開発本部 材料研究所

が大きい。しかしながら、従来の圧粉磁心は粒子表面の絶縁被膜の耐熱性が低いため、高温で焼鈍を行うと粒子間の絶縁が破壊されて粒子間渦電流損が増加してしまうという課題があった。また、粒子径の増加も保磁力を低減させる手法として知られている。しかし、粒子内渦電流損は粒子径の2乗に比例することから、粒子径もまた背反する性質を制御する因子である。

これらのことから、渦電流損の抑制と同時にヒステリシス損を低減させることが圧粉磁心の低鉄損化への重要な課題であるといえる。

2. 成形体ひずみ取りのための最適焼鈍温度

圧粉磁心は金型成形により製造される。したがって、粉末粒子は塑性変形しており、ひずみが多く導入された状態になっている。ひずみ（転位）は保磁力を増加させる要因の一つであり、熱処理によって除去することが可能である。ひずみ除去のための最適焼鈍温度を調査した。

2.1 調査方法

純鉄粉（当社製 300NH、平均粒径約 $100\mu\text{m}$ ）に高純度アルミナ微粉末（昭和電工製、平均粒子径約 $1.3\mu\text{m}$ ）4.0mass%を有機バインダと共に混合し、鉄粉表面にアルミナ微粉末粒子を付着させて絶縁層とした。この粉末を用い、外径45mm、内径33mm、高さ5mmのリング状成形体を金型潤滑成形法によって980MPaの成形圧で作製した。金型潤滑に用いた潤滑剤はステアリン酸Znである。成形体には窒素雰囲気中で温度673~1,073K、時間7.2ksの焼鈍処理を行った。これらの試験片を対象にBHカーブトレーサ（理研電子製BHS-40S）にて直流磁気特性を測定した。さらに、試験片断面をナイタールにより腐食し、光学顕微鏡を使った組織観察を行った。

2.2 結果と考察

図2にひずみ取り磁気焼鈍温度と試験片の保磁力の関係を示す。973Kまではひずみ取り磁気焼鈍温度が高くなるにつれて保磁力が低減している。これは、磁気焼鈍により成形体中のひずみが開放されたためと考えられる。1,073Kでの焼鈍では973Kで焼鈍した成形体より保磁力は増加した。また、磁気焼鈍温度873Kおよび973Kでの成形体保磁力の差はわずかであり、ひずみ取り焼鈍の保磁力低減効果は、およそ873Kでほぼ飽和すると考えられる。

図3にひずみ取り磁気焼鈍前の成形体と、1,073Kで磁気焼鈍後の成形体の光学顕微鏡による断面組織写真を示す。1,073Kで磁気焼鈍した後の成形体の結晶粒は、ひずみ取り磁気焼鈍前の成形体の結晶粒径よりも細かく、再結晶が起きていることが確認できた。一般に、結晶粒径が小さくなると保磁力は大きくなることから、磁気焼鈍温度1,073Kの成形体の保磁力が増大している原因は、再結晶による結晶粒の細粒化であると考えられる。詳細に見ると、873K以上の領域では磁気焼鈍による保磁力低減効果が少なく、保磁力低減に効果のあるひずみ取り磁気焼鈍の上限はおよそ973Kであるといえる。さらに、1,073Kのひずみ取り磁気焼鈍は保磁力低減に対しては逆

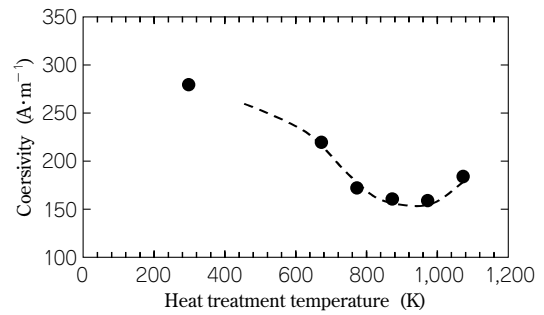


図2 磁気焼鈍温度と成形体保磁力の関係
Fig. 2 Relationship between coersivity and annealing temperature

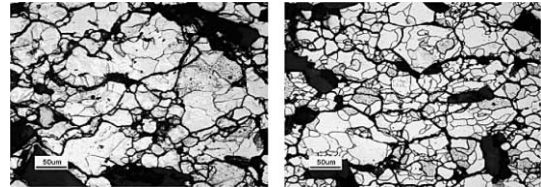


図3 1,073Kでの磁気焼鈍前後の成形体断面組織写真
Fig. 3 Cross sectional microstructure of before annealed(left) and annealed at 1,073K(right) compact

効果となることがわかった。

以上から、純鉄粉を用いた圧粉磁心の磁気焼鈍の最適温度はおよそ873K~973Kにあるといえる。

3. 絶縁被膜の耐熱性

2章で調査した最適温度での磁気焼鈍は、保磁力すなわちヒステリシス損に対して効果的であるが、従来の絶縁被膜は耐熱性が低いという問題があった。そこで、耐熱性被膜の開発を進めたので以下にその概要を述べる。

3.1 調査方法

無機被膜を形成する絶縁処理液としてりん酸系処理液3種（A・B・C）、有機被膜を形成する耐熱樹脂としてシリコーン樹脂を選定し、純鉄粉300NHに2層（無機被膜1層+有機被膜1層）の被覆処理を行った。金型潤滑成形法を用い、980MPaの成形圧で12.7×31.8×5mmの板状試験片を成形した。成形体を窒素雰囲気中で773~873K・1.8ksの焼鈍処理を行い、4端子法を用いて電気抵抗を測定した。

3.2 結果と考察

絶縁被膜による電気抵抗は、被膜の材質や厚さ、磁気焼鈍温度によってさまざまに変化する。これら絶縁被膜の電気抵抗を支配する因子を変化させて試験片の電気抵抗を変え、渦電流損を調査した結果を図4に示す。この結果から、試験片の電気抵抗がおよそ $100\mu\Omega\cdot\text{m}$ 以上あれば、粒子間渦電流損は十分抑制できるといえる。したがって、圧粉磁心に必要な被膜の電気抵抗特性は、試験片全体の電気抵抗として約 $100\mu\Omega\cdot\text{m}$ 以上必要であるといえる。

図5にりん酸系無機被膜（3種）とシリコーン樹脂被膜を2層に被覆処理を行った粉末成形体の電気抵抗の焼鈍温度依存性を示す。いずれの被膜においても、焼鈍温度の上昇とともに被膜の劣化に起因すると考えられる電気抵抗の減少が見られる。しかしながら、りん酸系無機A+シリコーン樹脂2層被膜は電気抵抗の減少の程度が

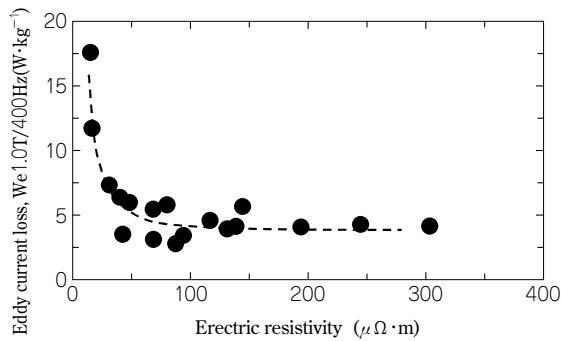


図4 電気抵抗と渦電流損の関係

Fig. 4 Relationship of eddy current loss and electric resistivity

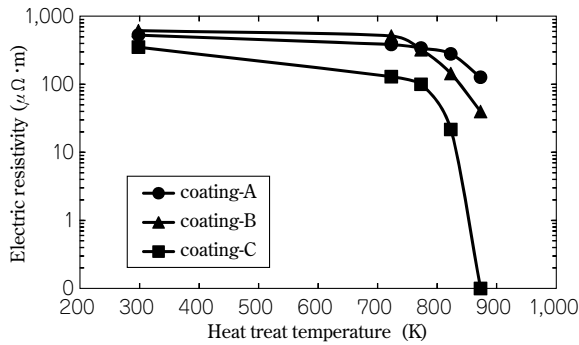


図5 焼鈍温度と成形体電気抵抗の関係

Fig. 5 Relationship between electric resistivity and annealing temperature

小さく、最適磁気焼鈍温度である 873K で必要な電気抵抗である $100 \mu\Omega \cdot m$ 以上を示した。りん酸系無機被膜の耐熱性向上に関する報告として、被膜のガラス化温度に着目した報告³⁾や元素の拡散に着目した報告⁴⁾があるが、本稿のりん酸系無機 A + シリコン樹脂 2 層被膜の耐熱性が高い理由についてはさらなる詳細な調査が必要である。

従来の絶縁被膜は耐熱性が低く、磁気焼鈍可能温度は 773K 程度であったが、開発した 2 層被膜により、圧粉磁心のひずみを十分開放できる 873K での磁気焼鈍が可能となった。

4. 粉末粒子径および結晶粒径の鉄損への影響

粉末粒子径および結晶粒径が鉄損に及ぼす影響を調査した。とくに粉末粒子径は、ヒステリシス損および渦電流損に影響を及ぼす因子であるため、両方の観点からの調査を行った。また、密接に関連している粉末粒子径と結晶粒径についても概説する。

4.1 調査方法

粉末状態の純鉄粉 300NH を水素雰囲気中で 1,243K、5.4ks の熱処理を 3 回行い、結晶粒を成長させた。この粉末を、目開き 180、150、100、75、63、45 μm のふるいにてふるい分け、細かい粒子から順に取除いた粉末を作製した。得られた粉末を用い、成形体密度が $7.60 \text{Mg}/\text{m}^3$ のリング試験片を金型潤滑成形法により作成した。試験片は窒素雰囲気中で 823K・1.8ks および 873K・1.8ks の 2 条件の焼鈍を行った後、直流磁気特性、および自動磁気測定装置（横河電機製）にて鉄損を測定した。評価に使用した鉄損測定条件は、励磁磁束密度 1.5T・励磁周波数 200Hz である。

4.2 結果と考察

結晶粒界や粉末表面など、磁性体の界面は磁壁の動きを妨げるサイトとなる。そこで、純鉄粉の結晶粒を成長させるための熱処理を行った。熱処理前後の粉末の断面組織写真を図 6 に示す。熱処理により結晶粒が成長している様子がわかる。

結晶粒粗大化熱処理を行う前と行った後の粉末を用いた成形体の保磁力を図 7 に示す。結晶粒の粗大化により保磁力が低減していることがわかる。

この粗大化処理後の粉末を目開き 180、150、100、75、63、45 μm のふるいにてふるい分け、小さい粒子から順に除去した粉末を作製した。粉末の粒度分布幅は A) 0 ~ 250 μm 、B) 45 ~ 250 μm 、C) 63 ~ 250 μm 、D) 75 ~ 250 μm 、E) 106 ~ 250 μm 、F) 100 ~ 250 μm 、G) 180 ~ 250 μm である。これらの粉末を用いた成形体の保磁力を図 8 に示す。結晶粒を増大させた粉末の微粒子を除去して平均粉末粒子径を増大させることにより、保磁力がより低減することがわかった。

粉末を熱処理して結晶粒を増大させるだけでは、粉末粒子が単結晶になれば、それ以上の平均結晶粒径の増加は見込めない。このため、微粒子の存在が保磁力低減を妨げることになる。また、ふるいによる微粒子の除去

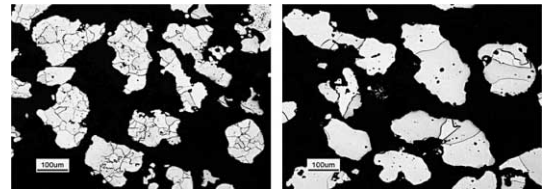


図6 結晶粒粗大化処理前後の粉末断面組織

Fig. 6 Cross sectional microstructure of powder with(right) and without(left) grain growth treatment

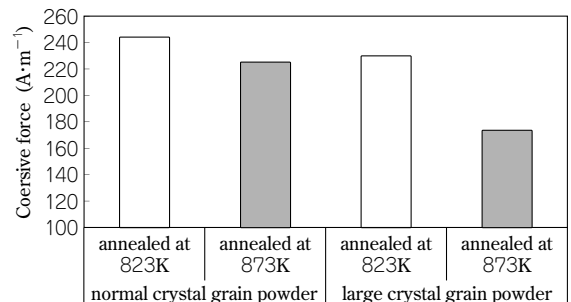


図7 粉末結晶粒による成形体保磁力の比較

Fig. 7 Coercive force comparison of crystal grain size

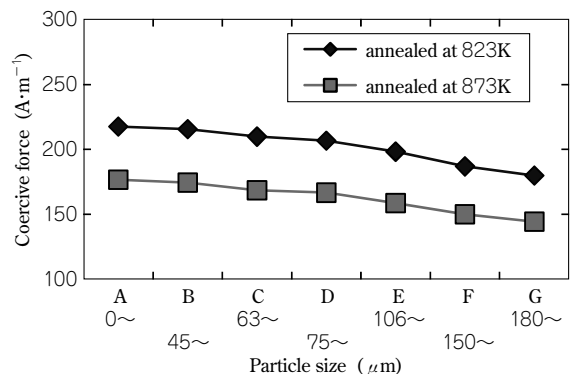


図8 粒子径と保磁力の関係

Fig. 8 Relationship of particle size and coercive force

表 1 開発粉末の成形体特性

Table 1 properties of developed material

		size distribution (sieve size) (μm)	density (Mg/m^3)	heat treatment temperature (K)	flux density (@8,000A/m) (T)	maximum permeability	coersivity (A/m)	core loss (1.0T/400Hz) (W/kg)	transverse rupture strength (MPa)
dust core	developed	150 ~ 250	7.69	873	1.66	669	134	28.6	76
	conventional	0 ~ 250	7.61	823	1.58	446	243	50.4	82
electrical sheet	JIS 50A400	—	—	as cutted	1.8	6,213	60	35.5	—
	JIS 35A360	—	—	as cutted	1.79	6,532	59	22.9	—

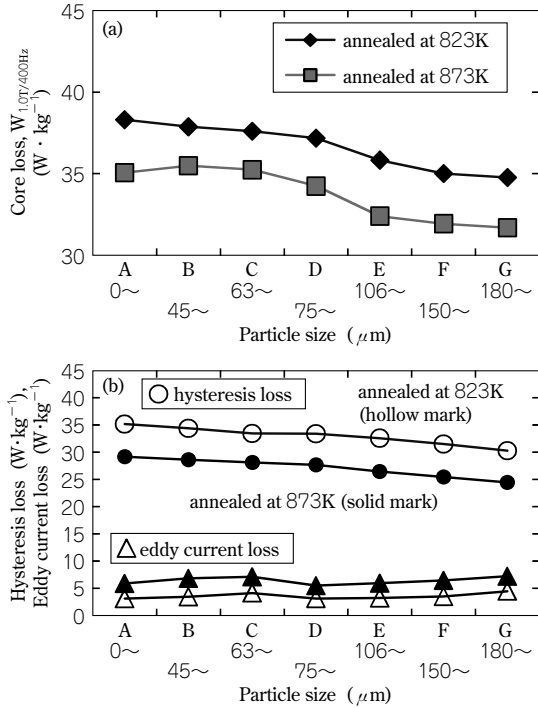


図 9 粒子径と鉄損(a), 粒子径とヒステリシス損, 渦電流損の関係(b)
 Fig. 9 Relationship between particle size and core loss(a), and between particle size and hysteresis, and eddy current loss(b)

は、結晶粒より小さな粒子の除去は効果的であるが、粗大粒子の微結晶が保磁力低減を妨げる。

以上のことから、保磁力低減のためには、微粒子の除去(粗粒子化)と結晶粒の粗大化の両方を組み合わせることが重要である。

ところで、粒子径の増大は粒子内渦電流を増加させる。したがって、粒子径に対してはヒステリシス損の低減効果と渦電流損の増加効果をあわせて考慮する必要がある。

微粒子を除去した鉄粉による成形体の鉄損を図 9 (a) に、鉄損をヒステリシス損・渦電流損に分離したものを図 9 (b) に示す。本稿での調査範囲の粒度分布では、図 9 (b) に示すとおり、微粒子の除去は保磁力およびヒステリシス損の低減に効果的であり、渦電流損増加の影響はわずかであった。したがって、図 9 (a) に示す鉄損は、微粒子除去によって単調に減少した。

5. 開発した低鉄損粉末の特性

得られた知見を用いて開発した低鉄損粉末の特性を紹介する。

開発粉末を使った圧粉体の特性を調べるため、まず純鉄粉 300NH を出発原料に、目開き 150 μm のふるいによ

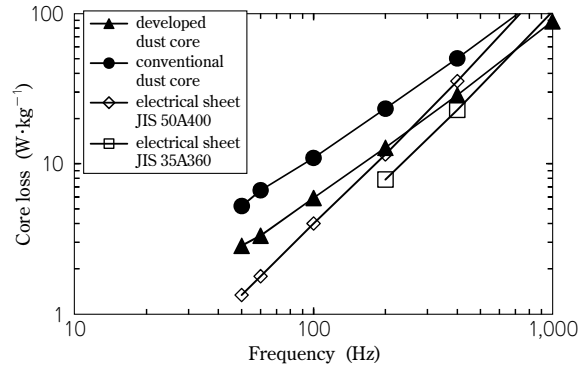


図 10 開発材と他材料の鉄損比較
 Fig. 10 Comparison of core loss

り微粒子を除去し、結晶粒の粗大化処理を行った。この粉末にりん酸系無機絶縁皮膜 A とシリコン樹脂による 2 層被膜を形成して磁性用粉末を作製した。この粉末を 403K に加熱して金型潤滑成形法により 1,176MPa で成形した後、窒素雰囲気中で 873K・1.8ks の磁気焼鈍を行って試験片を作製した。

この試験片の磁気特性および鉄損をそれぞれ表 1、および図 10 に示す。いずれも比較のため、従来材および電磁鋼板の特性を合せて示した。なお、電磁鋼板のリング試験片はワイヤカットを用いて作製した。また、図 10 の従来材では、300NH に従来の絶縁被膜を形成した後、773K・1.8ks の磁気焼鈍を行った。

開発粉末は従来材と比べて大幅に鉄損が低減されており、電磁鋼板 JIS50A400 と比較して 200~300Hz 以上で低鉄損、JIS35A360 と比較して 700~1kHz 以上で低鉄損となる特性を示した。したがって、比較的高回転で使用されるモータなどへの適用が期待される。

むすび=保磁力すなわちヒステリシス損を低減させる手段として、ひずみ取り磁気焼鈍、および粒子径や結晶粒径に着目した粉末の開発により、以下のことが明らかになった。

- ・純鉄粉を用いた圧粉磁心の最適磁気焼鈍温度は 873K ~ 973K であり、それ以上の温度での焼鈍は逆に保磁力が増加する。その原因の一つとして、再結晶による結晶粒の微細化が挙げられる。
- ・粒子間渦電流損を抑制するために必要な電気抵抗は、約 100 $\mu\Omega \cdot \text{m}$ 以上であり、873K での磁気焼鈍後でも必要とする電気抵抗を維持する絶縁被膜を開発した。この被膜により、保磁力低減すなわちヒステリシス損低減が可能となった。
- ・粉末結晶粒径と粉末粒子径が成形体保磁力に及ぼす影

響を明らかにした。粉末結晶粒および粉末粒子径をそれぞれ独立して増加させるのではなく、両方を組み合わせることで大幅な保磁力低減が可能となる。

- ・開発した耐熱絶縁被膜と結晶粒粗大化、粗粒子化（微粉除去）を用いることにより、一部の電磁鋼板と同等の鉄損を示す圧粉磁心が得られた。圧粉磁心は高周波数でも渦電流損を抑制できることが特徴であるため、高周波域（数百 Hz ～ 1kHz 以上）で、電磁鋼板よりも低い鉄損材料となる。

参 考 文 献

- 1) Lars Hultman et al.: Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, (2002), pp.14-26.
- 2) 榎本裕治ほか：電気学会論文誌 D, Vol.129, (2009), pp.1004-1010.
- 3) 田島伸ほか：粉体および粉末冶金, Vol.53, (2006), pp.290-296.
- 4) 田島伸ほか：粉体および粉末冶金, Vol.52, (2005), pp.164-170.