

絶縁処理鉄粉製圧粉磁心の磁気特性

三谷宏幸*・花木敦司*・家口 浩(Ph. D)*・関 義和**

*技術開発本部・材料研究所 **鉄鋼事業本部・鉄粉本部

Magnetic Properties of Dust Cores made with Inorganic Insulation Coated Iron Powder

Hiroyuki Mitani・Atsushi Hanaki・Ph. D Hiroshi Yaguchi・Yoshikazu Seki

Though current on-the-market dust cores used for electromagnetic parts are mostly made by a compact of iron powders and resin mixture, these cores do not have sufficient flux density and thermal resistance. To solve these deficiencies, iron powders coated with insulating inorganic compounds were developed. The coating material has high thermal resistance, and its insulation ability can be maintained up to 500 °C. Such dust cores were tested and proved to have excellent magnetic properties.

まえがき = 近年の電気・電子部品の軽薄短小化傾向から、高周波で使用できる高磁束密度、高透磁率および低鉄損の材料が望まれている。電磁鋼板などの金属材料は高磁束密度であるものの、電気抵抗が小さいために高周波での使用は難しい。いっぽう、フェライトは酸化物であるため、電気抵抗が大きく高周波での損失が少ないが磁束密度は金属より小さい。そこで高周波特性と磁束密度の特性要求に対して、電磁鋼板あるいはフェライト単独では満足できない特性範囲を補う目的で、鉄などの金属磁性粉末に電氣的絶縁と結合を兼ねる樹脂コンパウンドを混合し圧縮成型した圧粉磁心が開発されている^{1)~3)}。

しかしながら、従来の圧粉磁心の交流磁気特性は電氣的絶縁機能を果たす樹脂に依存するところが大きく、十分な電氣的絶縁性を確保するために多量の樹脂を混合しなければならず、成型体密度の向上が困難なことや、樹脂が有機材料であるため耐熱性が低く成型後の歪み取り焼鈍温度に制限があるなどの問題があった。

本稿では、圧粉磁心の電氣的絶縁性と耐熱性を同時に改善する無機系絶縁材料を開発し、鉄粉表面への被覆を試み、さらにその絶縁処理された鉄粉をもちいて成型された圧粉磁心の磁気特性を評価した結果を報告する。

1. 磁気特性向上の手法

圧粉磁心の磁気特性（磁束密度、透磁率、鉄損、周波数特性）は主に使用する金属磁性粉末の磁気特性、粒度分布、成型体密度、成型体の電気抵抗に依存する。

圧粉磁心の磁束密度を向上するためには、金属磁性粉末自体の磁束密度を高くすることが必要であり、添加元素や不純物元素の少ない純鉄粉が望ましい。さらに、圧粉磁心の成型体密度を高くすることが必要である。

鉄損は、強磁性体内部に交流磁界を加えたときに生じる磁性体内部でのエネルギー損失であり、電磁気部品の効率に影響する重要な因子であるため小さいほうが望ましい。また、鉄損は大まかにはヒステリシス損と渦電流損に分けられるが、一般に鉄損 W_t は

$$W_t = W_h + W_e = K_1 f B_m^{1.6} + K_2 f^2 B_m^2$$

ここに、 W_h : ヒステリシス損、 W_e : 渦電流損、

K_1, K_2 : 常数、 f : 周波数、 B_m : 磁束密度で表され⁴⁾、渦電流損のほうが高周波域で大きくなる。したがって、高周波域で使用する圧粉磁心においては磁心の電気抵抗を高めて渦電流を抑制し、渦電流損を低減することが重要である。

透磁率向上には磁性粉末自体の透磁率の高いことが望ましく、また鉄粉を偏平加工して形状異方性を付与することも鉄粉自体の透磁率を向上させるのに有効である⁵⁾⁶⁾。また、成型時に鉄粉内部に歪みが導入され透磁率を低下させるため、高温での歪み取り焼鈍をおこない、できるだけ歪みを解放させることが望ましい。

以上より、圧粉磁心の特性向上には成型体密度と電気抵抗および耐熱性を同時に向上させることが重要である。具体的には偏平鉄粉の粒子表面に耐熱性を有する薄い絶縁被膜を形成して高密度に形成した後、高温歪み取り焼鈍をおこなうことが有効である。

2. 実験方法

2.1 原料鉄粉

センダストやパーマロイなどの磁性粉末を圧縮磁心に使用する場合もあるが、前章でのべたように磁束密度と透磁率の観点から当社の偏平純鉄粉 290PC-2 を原料として使用した。偏平加工前の純鉄粉(300M)を写真1に、偏平加工後の鉄粉(290PC-2)を写真2に示す。

2.2 絶縁処理

鉄粉粒子間を電氣的に絶縁しつつ十分な耐熱性を持たせるため無機系の、りん酸・ほう酸・酸化マグネシウムの水溶液を使用した。この絶縁材料を鉄粉と混合後、乾燥して絶縁処理鉄粉(C)を作製した。比較のために、絶縁処理しない鉄粉(A)、樹脂混合のみの鉄粉(B)、絶縁処理した鉄粉に樹脂を混合した鉄粉(D)を作製し磁心材料とした。これらの製造工程を第1図に示す。

2.3 圧粉磁心の特性評価

特性評価の試料として、 $10 \times 10 \times 60$ mm の直方体試料および外径 $36 \times$ 内径 $24 \times$ 厚さ 5 mm のリング状試料を成型圧力 490 Pa にて成型した。直方体試料の質量と寸法より密度を算出し、両端に銅板電極を導電性ペース

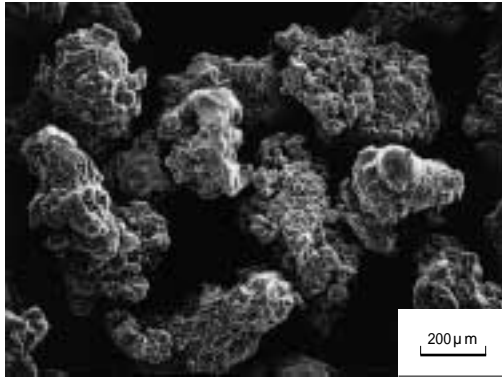


写真1 純鉄粉(300M)の外観
Photo 1 Micrograph of iron powder (300M)

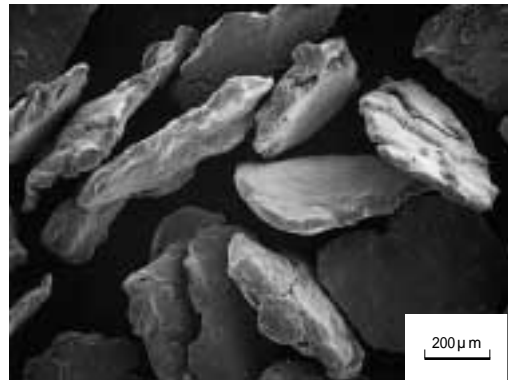
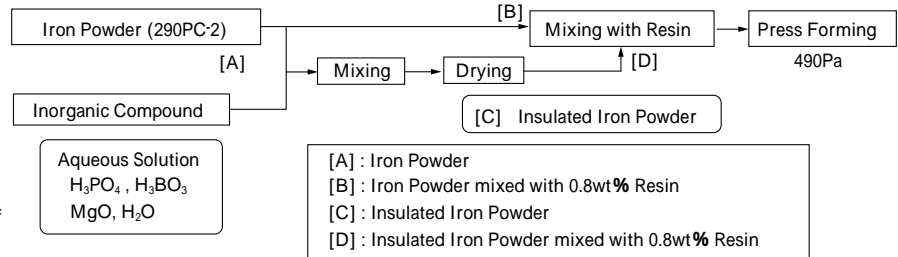


写真2 偏平鉄粉(290PC-2)の外観
Photo 2 Micrograph of flattened iron powder (290PC-2)

第1図 各種磁心の製造工程

Fig. 1 Manufacturing processes of various materials



トで貼りつけて電気抵抗を測定した。

磁気測定はリング状試料をもちい、直流磁気特性はB・Hループトレーサー、交流磁気特性はB・Hアナライザにより測定した。

3. 実験結果

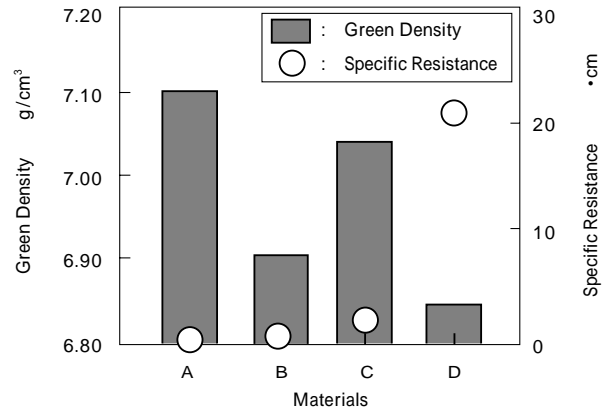
3.1 密度と電気抵抗

各種圧粉成型体の密度および電気抵抗を第2図に示す。鉄粉(A)に0.8wt%の樹脂を混合することにより成型体(B)の密度は約 0.2g/cm^3 低下するが、絶縁処理する(D)ことによる密度の低下は約 0.05g/cm^3 にとどまる。いっぽう、電気抵抗の増加は樹脂を混合した場合にくらべて絶縁処理したほうが数倍高く $1\Omega\cdot\text{cm}$ に達し(C)、鉄粉表面への絶縁処理は成型体密度の低下を抑制しつつ電気抵抗を増加させるために効果的であることがわかる。なお、絶縁処理鉄粉に樹脂を混合すると、成型体(D)の比抵抗は $20\Omega\cdot\text{cm}$ 以上に増加する。

3.2 磁気特性

各種磁心の渦電流損と透磁率の周波数特性をそれぞれ第3図および第4図に示す。第3図より絶縁処理鉄粉と絶縁処理鉄粉に樹脂を混合した磁心(C, D)の渦電流損はほぼ同じであり、鉄粉のみあるいは鉄粉に樹脂を混合した磁心(A, B)の渦電流損よりも低い。ここで、粉末磁心内部を流れる渦電流には、鉄粉粒子内部を流れる粒子内渦電流と複数の粒子にまたがって流れる粒子間渦電流がある。渦電流損を抑制するためには、粒子内に発生する粒子内渦電流のみにすることが必要であり⁷⁾⁸⁾、磁心(C)および磁心(D)のように粉末粒子間を電気的に絶縁する意味はここにある。

いっぽう、第2図より絶縁処理鉄粉による磁心(C)よりも絶縁処理鉄粉に樹脂を混合した磁心(D)のほうが10倍以上電気抵抗が高いにもかかわらず、第3図に



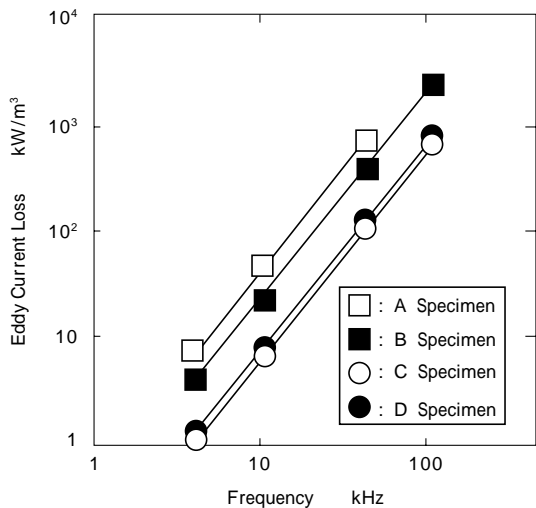
第2図 各種圧粉成型体の密度と比抵抗

Fig. 2 Green density and specific resistance of various materials

- A: Specimens made from iron powder
- B: Specimens made from iron powder with 0.8wt% resin
- C: Specimens made from insulated iron powder
- D: Specimens made from insulated iron powder with 0.8wt% resin

示す渦電流損は同等である。これは粒子内渦電流支配の場合、粒子間の電気抵抗を増加させても粒子内に生じている渦電流には変化がなく、渦電流損は低減しないためである⁷⁾⁸⁾。このことは、絶縁処理鉄粉の絶縁被膜は粒子間を電気的に絶縁しており、今回の励磁条件では粒子内渦電流支配とするのに十分な電気抵抗をもっていることを意味している。

磁心の電気抵抗は高周波域での渦電流に影響を与えるものであり透磁率の周波数特性にも影響する。第4図に示す透磁率の周波数特性からわかるように、鉄粉のみによる圧粉磁心(A)では10kHz、鉄粉に樹脂を混合した圧粉磁心(B)では約100kHzまでしか一定の透磁率を維持できないのに対して、絶縁処理鉄粉による圧粉磁心(C)と絶縁処理鉄粉に樹脂を混合した圧粉磁心(D)は約400kHzの高い周波数まで一定の透磁率を維持してい



第3図 各種圧粉成型体の最大磁束密度 50mT における渦電流損
Fig. 3 Eddy current loss of various materials at maximum magnet flux density 50mT as a function of frequency

る。さらに、密度の関係から絶縁処理鉄粉 (C) のほうが絶縁処理鉄粉に樹脂を混合した圧粉磁心 (D) より約 20% 高い透磁率を示す。したがって、高く安定した透磁率を有する圧粉磁心原料としては絶縁処理鉄粉がもっともバランスが良いといえる。

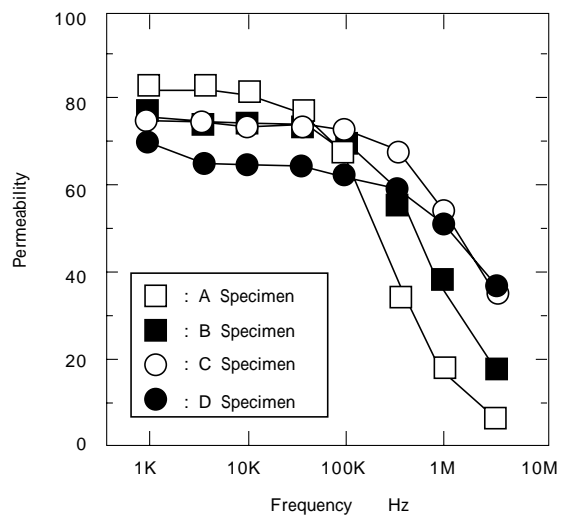
3.3 耐熱性

圧粉磁心は成型時に導入される歪みにより、保磁力の増大と透磁率の低下が起こるため、通常歪み取り焼鈍をおこなう。歪みの解放という観点では歪み取り焼鈍温度はできるだけ高いほうが望ましいが、従来の樹脂を混合する圧粉磁心では樹脂の耐熱性に依存するため、せいぜい 200 から 300 の樹脂硬化を兼ねた焼鈍になる。これに対して絶縁処理鉄粉では、無機系の絶縁材料を使用しているために樹脂をもちいた場合よりも高い温度での歪み取り焼鈍が期待できる。

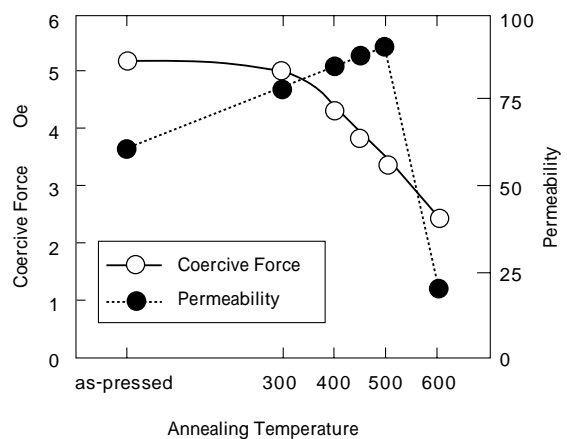
第5図に鉄粉の酸化を防ぐために窒素ガス雰囲気中で 600 までの歪み取り焼鈍をおこなった圧粉磁心の直流で測定した保磁力と、最大磁束密度 10mT で周波数 100kHz における透磁率の測定結果を示す。透磁率は 500

までは向上し、歪みの解放による透磁率の向上が認められるが、600 では急激に低下しており、粒子間の電氣的絶縁が破壊されて渦電流の増大による透磁率の低下が起きていると推測される。したがって、絶縁被膜の耐熱性は少なくとも 500 までであるといえる。また、保磁力に関しては、静的な磁気特性であるため被膜の絶縁破壊に起因する交流磁気特性のような変化はなく、歪み取り焼鈍温度が高くなるに連れて低下しており、焼鈍により歪みが解放されていることがわかる。

絶縁被膜の絶縁破壊の現象を模擬的に調べるため、純鉄板上に絶縁被膜を厚く形成し被膜の体積を大きくして鉄粉に施す場合と同様の焼鈍をおこない、X線回折により被膜の生成物を同定した。その結果を第6図に示す。第6図より、焼鈍前の絶縁被膜はブロードなプロファイルをしておりガラス状の被膜であることがわかる。450 の焼鈍においても一部同定できないピークはあるもののブロードなプロファイルを維持しており、被膜に



第4図 各種圧粉成型体の 8A/m における透磁率の周波数特性
Fig. 4 Permeability of various materials at 8A/m as a function of frequency



第5図 絶縁処理鉄粉による磁心の各歪み取り焼鈍温度と保磁力および 100kHz における透磁率の関係
Fig. 5 Coercive force and permeability of the samples made from insulated iron powder as a function of annealing temperature

大きな変化はないと考えられる。これに対して、600 の焼鈍では多くのピークが認められ被膜の結晶化が起きていることがわかる。これらより電気抵抗の低下は被膜の結晶化に起因すると推測される。

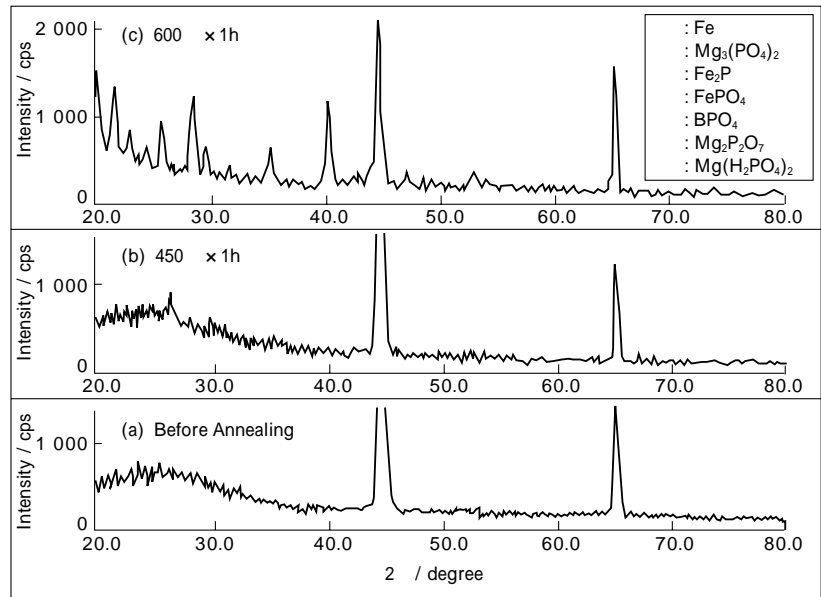
4. 用途例

比較的電氣的負荷の小さい民生用途では絶縁処理のみで鉄損を抑制できるため、電氣的絶縁のための樹脂混合は不要であり、絶縁処理鉄粉をもちいた圧粉磁心で、十分磁束密度・透磁率・鉄損に優れる。したがって、用途として磁気特性の向上による小型化が必要な電磁気部品、たとえばチョークコイルなどの電源部品があげられる。

また、3.2 節で述べたように、絶縁処理鉄粉に樹脂を混合した圧粉磁心は高い電気抵抗を有する。したがって、電氣的負荷が大きく使用環境のきびしい産業用機器で高い電気抵抗を必要とする磁心の場合、絶縁処理鉄粉に樹脂を混合した圧粉磁心が有効である。このような産業機器用途として、たとえば高圧直流送電用 (HVDC) の交直変換素子であるサイリスタバルブのアノードリアクトルバルブ用磁心があげられる。

第 6 図 純鉄板に絶縁材料を塗布し焼鈍した試料の X 線回折プロファイル

Fig. 6 X-ray diffraction profiles of insulating inorganic compound coated on a pure iron plate under various annealing conditions



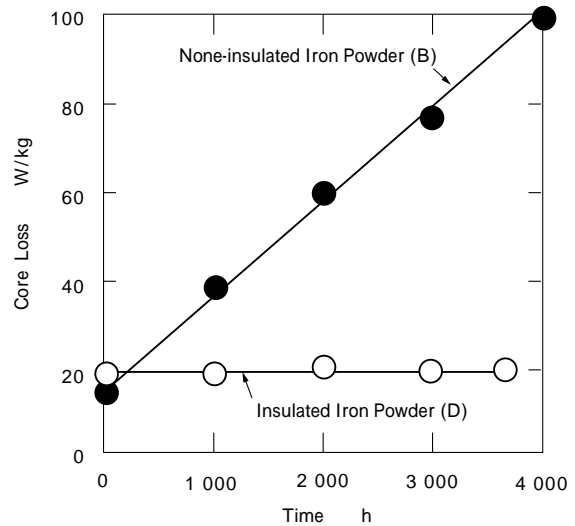
第 7 図⁹⁾に絶縁処理鉄粉に 2wt% の樹脂を混合した磁心と純鉄粉に同量の樹脂を混合した磁心について、最大磁束密度 50mT、周波数 15kHz で連続駆動させた場合の鉄損推移を示す。

ここで、絶縁処理鉄粉に樹脂を混合して作製した磁心は密度が 6.65g/cm³ であり、樹脂を混合しない磁心の密度 6.69g/cm³ にくらべて低いが、電気抵抗は前者が 488 Ω・cm と後者の 18.9Ω・cm にくらべると 20 倍以上も高い。

第 7 図より両者の磁心は駆動開始時ではほぼ同じ鉄損であるが、駆動時間が長くなるにつれて純鉄粉に樹脂を混合した磁心は鉄損が徐々に増大しているのに対して、絶縁処理鉄粉に樹脂を混合した磁心は 4 000 時間連続駆動後においても鉄損の増加が見られず一定である。これは純鉄粉に樹脂を混合した磁心では駆動中の発熱により樹脂が劣化し電気的絶縁が徐々に破壊されていったのに対して、絶縁処理鉄粉に樹脂を混合した磁心は十分に電気抵抗が高いため連続駆動によっても粒子間渦電流支配を維持しているためと考えられる。鉄損を抑制することは効率の面で重要であるのに加え、鉄損の増大は発熱の増大と等しく、発熱による機器の破壊も懸念されるため、安全性・信頼性の面でも重要である。

むすび = 今回開発した鉄粉表面に無機系絶縁被膜を形成した絶縁処理鉄粉を原料とする圧粉磁心は、従来の樹脂混合による圧粉磁心と比較して、高密度成型が可能で高耐熱性・高電気抵抗を同時に実現し、磁束密度・透磁率・周波数特性を向上させ、鉄損を低減させた。さらに、この絶縁処理鉄粉は絶縁被膜の耐熱性と樹脂混合による高電気抵抗化の特長を活かして、電気的負荷が大きい機器で、効率および安全性・信頼性を必要とする磁心材料にも有効に適用できることがわかった。

本材料の開発に際して多大な協力と、第 7 図の掲載のご承認をいただいた日立粉末冶金株式会社の浅香一夫氏および石原千生氏、株式会社日立製作所の馬場昇氏およ



第 7 図 樹脂混合した絶縁処理鉄粉 (D) による磁心と樹脂混合した純鉄粉 (B) による磁心の 50mT、15kHz における駆動時間と鉄損の関係

Fig. 7 Core loss of the Specimens made from insulated iron powder at 50mT and 15kHz as a function of continuous operating time together with the specimens made from none-insulated iron powder with 2wt% resin

び斎藤達氏に厚く謝意を表します。

参考文献

- 1) 本間克彦ほか: R&D 神戸製鋼技報, Vol.24, No.2(1974), p.40.
- 2) K.S. Narasimhan: Soft Magnetic Materials 96, Assessing the Business Opportunities, Markets and Technologies for Soft Magnetic Materials 96, (1996).
- 3) 堀江宏道ほか: 日本金属学会誌, Vol.50, No.2(1986), p.127.
- 4) 加藤哲男: 技術者のための磁気・磁性材料, (1991), p.67, 日刊工業新聞社.
- 5) 太田恵造: 磁気工学の基礎, (1973) p.38, 共立全書.
- 6) 三谷宏幸ほか: 第 18 回 日本応用磁気学会学術講演会, 講演概要集 (1994), p.423.
- 7) 高城重彰ほか: 日本金属学会報, Vol.29, No.3(1990), p.141.
- 8) 高城重彰ほか: 粉体および粉末冶金, Vol.32, No.7(1985), p.259.
- 9) 石原千生ほか: 粉体粉末冶金協会 平成 8 年度秋季大会, 講演概要集 (1996), p.227.