

圧粉磁芯の高温焼鈍を可能とする絶縁樹脂被覆鉄粉

Resin Insulated Iron Powder

—A Raw Material of Dust Cores Accepting High Temperature Annealing—

前谷 敏夫 MAETANI Toshio JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部 主任研究員(副課長)
植田 正輝 UETA Masateru JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部 主任研究員(係長)
中村 尚道 NAKAMURA Naomichi JFE スチール 鉄粉セクター部 主任部員(課長)・工博

要旨

高耐熱性を有する有機樹脂とセラミックス粉末からなる、新規開発した絶縁材料を鉄粉に被覆し成形した圧粉磁芯は、500°Cでのひずみ取り焼鈍が可能であり、低鉄損と高磁束密度を両立した。0.2 mass%被覆した鉄粉を成形圧力1470 MPaで成形し、500°Cで焼鈍した圧粉磁芯の鉄損は、2.31 W/kg(周波数1 kHz, 磁束密度0.1 T)であり、焼鈍前に比べ20%低下した。500°C焼鈍のひずみ取り効果によるヒステリシス損失低減と耐熱性被覆材の優れた絶縁性による渦電流損失増加の抑制が、鉄損の低減に寄与しているものと考えられる。

Abstract:

Dust cores made of iron powders which are coated with the newly developed insulating material have satisfied both of low core loss and high magnetic flux density by annealing at a temperature of 500°C. The insulating material comprises heat-resistant organic resin and ceramics powder. The core loss of the dust core compacted at 1470 MPa and annealed at 500°C shows 2.31 W/kg at a frequency of 1 kHz and a magnetic flux density of 0.1 T. Annealing process reduces the core loss by 20%. Decrease in hysteresis loss due to stress relieving by annealing at 500°C and suppression of the increase in eddy current loss by the excellent insulation performance of the coated material should contribute to the decrease in core loss.

1. 緒言

近年、自動車分野においては、低燃費、低エミッションのニーズから機械式あるいは油圧式制御機構に代わり電子式制御機構が導入されつつある。この流れにともない電磁部品に対しては、省電力化、高速応答性などが要求され、これらに対応できる軟磁性材料の開発が活発に行われている。表面を絶縁処理した鉄粉を加圧成形して作製する圧粉磁芯は、電磁鋼板に比べて形状自由度が高く、銅線のリサイクル性に優れる¹⁾などの点から有望な材料の1つとして注目されている。

圧粉磁芯と電磁鋼板を用いた磁芯の低周波域における鉄損を比較すると、前者は後者に比べ鉄損が高い²⁾。これは圧粉磁芯のヒステリシス損失が高いためであり、圧粉磁芯の鉄損の低下には、ヒステリシス損失の低下が重要となる。ヒステリシス損失の低下については、たとえば西田ら³⁾は焼鈍が効果的であることを指摘している。ヒステリシス損失は、磁化反転のしにくさを表わす指標である保磁力が増加するにつれて高くなるので⁴⁾、ヒステリシス損失の低下には保磁力の低下が有効である。保磁力の低下には鉄粉中

の不純物除去、焼鈍による加工ひずみの解放などが効果的であるが、加圧成形の際に大きな加工ひずみが残留する圧粉磁芯では、ひずみ取り焼鈍が特に有効であると予想される⁵⁾。

また交流用途に用いる磁芯では、ヒステリシス損失に加えて渦電流損失も発生するため、その低下には、鉄粉表面に絶縁物を被覆する処理が必要である。従来、絶縁物としてはエポキシ樹脂などが用いられているが、200～300°C程度の焼鈍によって熱分解するため、それ以上の高い温度で焼鈍すると絶縁性が低下するという問題があった。したがって、焼鈍後も絶縁性を保ち、渦電流損失ならびにヒステリシス損失を低下できる耐熱性絶縁被覆材の開発が求められており⁵⁾、石原ら⁶⁾、前田ら⁷⁾は、圧粉磁芯の鉄損低下に有効な耐熱性の絶縁被覆材について報告している。

また、磁束密度の向上には、圧粉体密度を高めることが有効である。そのためには、鉄粉の圧縮性改善ならびに高圧成形といった高密度成形技術の適用に加え、鉄粉に処理する被覆材の低減が重要になる。ここにおいて、被覆材には成形時に鉄粉から剥離しない強固な付着性と被膜が薄くても十分な絶縁性を発現することが要求される。これらの要求を満たすことにより、被覆材添加量を低減でき、圧粉

磁芯において高磁束密度が得られるものと考えられる。

本稿では、新規開発した有機樹脂とセラミックス粉末からなる耐熱性被覆材により、500°C 焼鈍が可能な絶縁被覆鉄粉を用いた圧粉磁芯の磁気特性について示す。

2. 実験方法

2.1 供試粉

アトマイズ鉄粉 JIP-304AS を JIS Z 8801-1 に規定される公称目開き 106 μm の篩網を張った振動篩を用いて分級を行い、篩上の残分をベース鉄粉として用いた。キシレンを溶媒として濃度 10 mass% に調製した有機樹脂とセラミックス粉末からなる被覆液を、転動流動造粒コーティング装置 ((株)パウレック製 MP-01 型)を用いて鉄粉に被覆した。固形分換算した鉄粉に対する処理量を被覆量として、0.2 ~ 0.5 mass% を被覆した。被覆処理後に有機樹脂を硬化させるため、大気中、200°C にて 60 min の加熱処理を行った。

2.2 圧粉磁芯の作製

2.1 節において調製した被覆鉄粉を金型潤滑成形法により、常温にて成形圧力 1470 MPa でリング形状(外径 ϕ 38 mm, 内径 ϕ 25 mm, 高さ 6.2 mm)に成形した。金型潤滑剤にはステアリン酸亜鉛エタノール懸濁液を用い、金型表面に刷毛塗りした。成形体を 500 ~ 600°C の N_2 雰囲気中にてひずみ取り焼鈍を行い、評価用の圧粉磁芯とした。

2.3 評価

圧粉体密度 d は試料の寸法と重量から算出した。比抵抗 ρ は四端子法により求めた。印加電流は 1 A, 端子間距離は 8.8 mm とした。鉄損 P_{cm} は、BH アナライザ(アジレント・テクノロジー(株)製 5060A 型)を用いて測定した。励磁条件は、周波数 $f = 1 \text{ kHz}$, 磁束密度 $B_m = 0.1 \text{ T}$ とした。磁束密度 B ならびに保磁力 H_c は直流磁化特性試験装置(メトロン技研(株)製 SK-110 型)にて測定した。最大磁化は $H_m = 10 \text{ kA/m}$ とし、磁束密度 B の測定磁化は 10 kA/m とした。

被覆材成分の加熱重量変化は、示差熱天秤型熱分析装置((株)マック・サイエンス製 TG-DTA2000 型)を用いて、 N_2 ガスを 0.1 l/min 流しながら 10°C/min の昇温速度で 800°C まで加熱し測定した。また、被覆粉表面近傍の断面を透過型電子顕微鏡(TEM: (株)日立製作所製 HF-2000 型)にて観察した。観察試料は FIB(focused ion beam)法により薄膜化した。

3. 実験結果および考察

3.1 磁気特性に及ぼす被覆量の影響

500°C で焼鈍した圧粉磁芯の磁束密度に及ぼす被覆量の

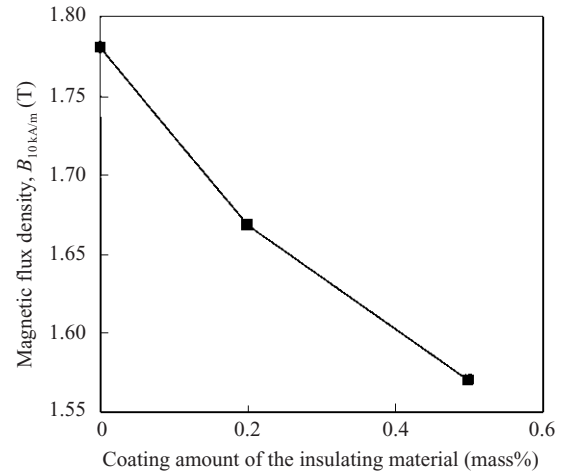


Fig. 1 Relationship between coating amount of the insulating material and magnetic flux density of the dust cores

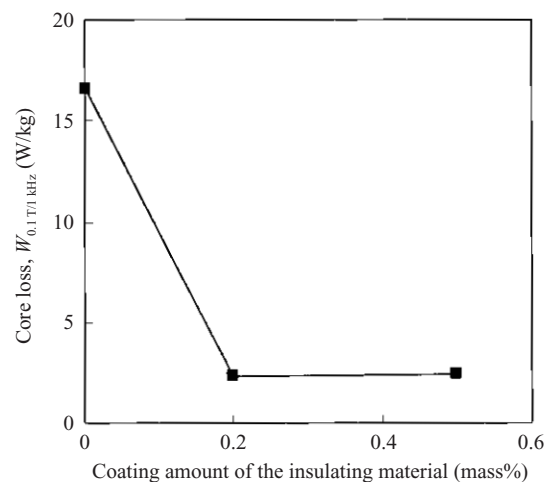


Fig. 2 Relationship between coating amount of the insulating material and core loss of the dust cores

影響を Fig. 1 に示す。被覆量の低下とともに磁束密度は高くなり、被覆量 0.2 mass% で、1.67 T になった。500°C で焼鈍した圧粉磁芯の鉄損に及ぼす被覆量の影響を Fig. 2 に示す。被覆を行うことにより鉄損は大幅に低下したが、被覆量を 0.2 ~ 0.5 mass% に増加させても鉄損はほとんど変化せず、2.31 ~ 2.41 W/kg の範囲に留まった。したがって、高磁束密度と低鉄損を両立させる被覆量として、0.2 mass% を選択した。

3.2 被覆膜の観察結果と加熱重量変化

被覆量が 0.5 mass% の被覆粉表面近傍の断面 TEM 像を Photo 1 に示す。鉄粉の表面には 100 nm 程度の被覆層が存在しており、その層は鉄粉に隙間なく付着していた。被覆材の加熱重量変化を Fig. 3 に示す。被覆材の構成成分の 1 つであるセラミックス粉末は 800°C まで加熱してもほとんど変化しないのに対し、有機樹脂は加熱とともに重量が減少し、500°C での重量減少率は 15% であった。被覆材成分の重量減少はその分解を意味しており、その温度で焼鈍

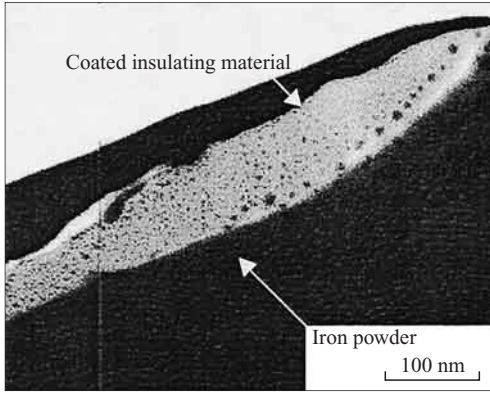


Photo 1 Cross-sectional TEM image of the coated powder

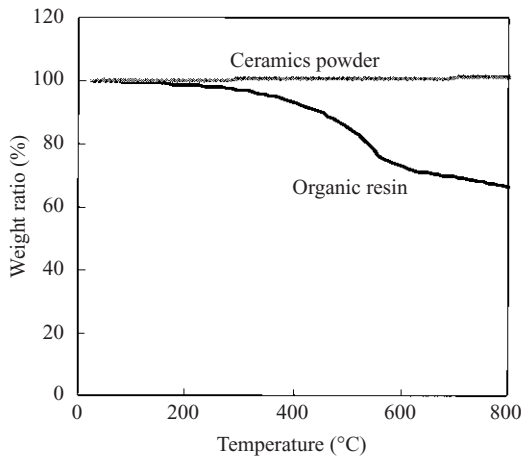


Fig. 3 Weight change of the coating components by heating

した際には、被覆層の一部が破壊されているものと考えられる。新規開発した被覆材は、熱膨張率の大きい有機樹脂と熱膨張率の小さいセラミックス粉末を組み合わせることにより、熱膨張率を鉄粉に近づけ、鉄粉への付着性の向上を図っている。また有機樹脂の熱分解による重量減少をセラミックス粉末で補償することにより、絶縁性の維持を目指している。このような材料設計により、絶縁被覆鉄粉を用いて作製した圧粉磁芯の高温焼鈍を可能とした。

3.3 磁気特性に及ぼす焼鈍温度の影響

3.1 節の結果より、以下では被覆量 0.2 mass% の被覆粉を用いた圧粉磁芯の結果について述べる。

焼鈍温度と圧粉体密度および磁束密度の関係を Fig. 4 に示す。焼鈍の有無によらず圧粉体密度はほぼ一定であった。磁束密度は焼鈍を行うことにより 0.07 T 向上し、焼鈍温度による差はほとんどなかった。焼鈍温度と保磁力の関係を Fig. 5 に示す。焼鈍により保磁力は大きく低下する。焼鈍温度 500°C で焼鈍前に比べほぼ半減し、550°C で焼鈍前の 40% まで低下し飽和した。焼鈍により圧粉体密度は変化しておらず、保磁力が低下していることから、磁束密度の向上には焼鈍による加工ひずみの解放が作用しているものと考えられる。

焼鈍温度と圧粉磁芯の鉄損の関係を Fig. 6 に示す。焼鈍

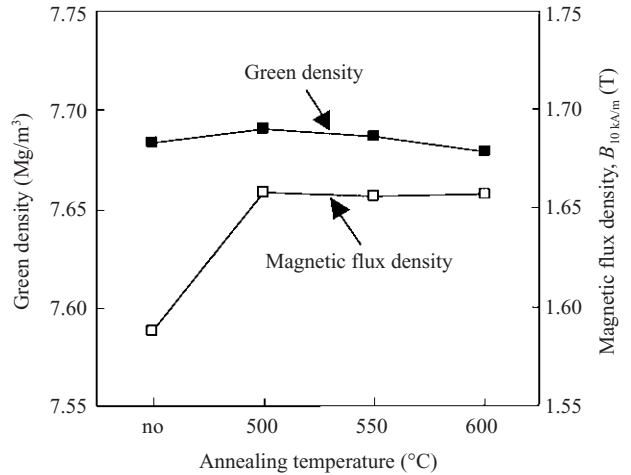


Fig. 4 Change of green density and magnetic flux density of the dust cores depending on annealing temperature

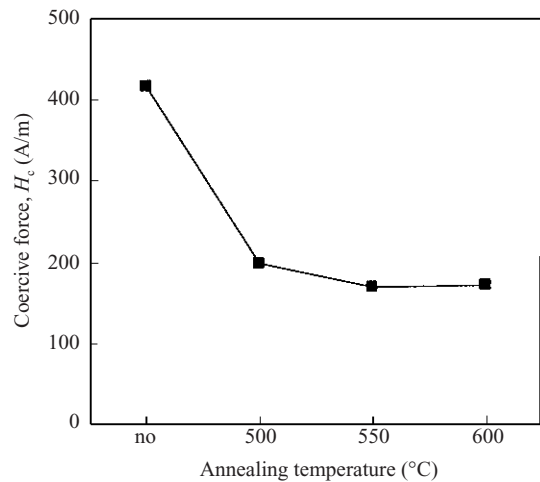


Fig. 5 Change of coercive force of the dust cores depending on annealing temperature

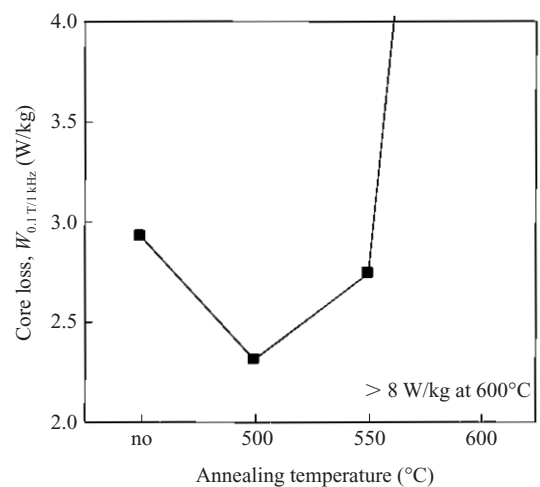


Fig. 6 Change of core loss of the dust cores depending on annealing temperature

温度 500°C では焼鈍前に比べ、鉄損は低下するが、550°C では 500°C よりも鉄損は高くなった。さらに 600°C では 8 W/kg 以上と焼鈍前の 2 倍以上になった。焼鈍温度と圧

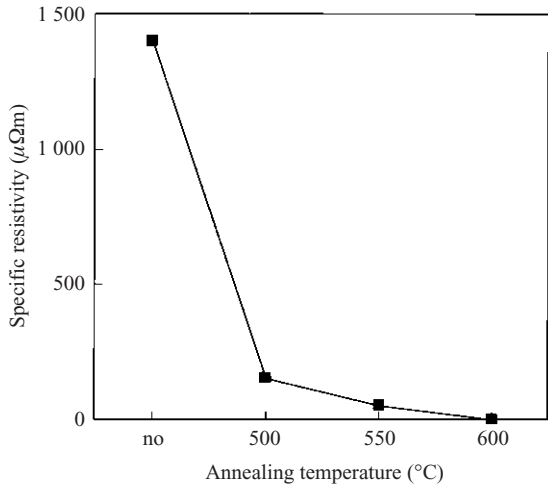


Fig. 7 Change of specific resistivity of the dust cores depending on annealing temperature

粉磁芯の比抵抗の関係を Fig. 7 に示す。焼鈍温度が高くなるにしたがい、比抵抗は低下し、600°Cでは2.5 μΩmと焼鈍前の0.2%になった。

鉄損 P_{cm} はヒステリシス損失 P_h と渦電流損失 P_e と残留損失 P_r の和であるが⁸⁾、以下ではこの残留損失 P_r を無視して考察する。 P_h は周波数 f に比例し、 P_e は f の二乗に比例する。したがって、 P_{cm} を f で除した値 P_{cm}/f は、 $P_h = Af$ および $P_e = Bf^2$ で定義される定数 A 、 B を用いた次式で表わされる。

$$P_{cm}/f = A + Bf \dots\dots\dots (1)$$

先に Fig. 6 で示した P_{cm} を f で除した値 P_{cm}/f を f に対してプロットすると、(1)式から予想される直線的な関係が得られる。この関係を(1)式で最小二乗法により近似して定数 A 、 B を求めることにより、 P_h および P_e を算出することができる。このようにして求めた結果を Fig. 8 に示す。500°C 焼鈍により、ヒステリシス損失は25%低下し、渦電流損失は約40%高くなった。このヒステリシス損失の低下が渦電流損失の増加を上回ったために鉄損全体としては約20%低下した。比抵抗と渦電流損失の関係を Fig. 9 に示す。比抵抗の増加とともに渦電流損失は低下する。100 μΩm 未満では比抵抗の低下により渦電流損失は急激に増加するが、100 μΩm 以上では渦電流損失の低下効果は小さくなる。渦電流損失は、理論的には磁性体の比抵抗に反比例する量であるが、同一の鉄粉を用いた圧粉磁芯の場合、比抵抗の増加は粒子間の絶縁性向上によるため、粒子間を流れる渦電流損失は低下する。一方、粒子内を流れる渦電流損失は一定であるため、ある比抵抗以上では粒子内渦電流損失と等しくなるとはほぼ一定となる⁹⁾。焼鈍温度500°Cでは圧粉磁芯の比抵抗は155 μΩmであり、渦電流損失の増加が抑制されているが、焼鈍温度550°C以上では、比抵抗が100 μΩm 未満に低下するために渦電流損失が増加している

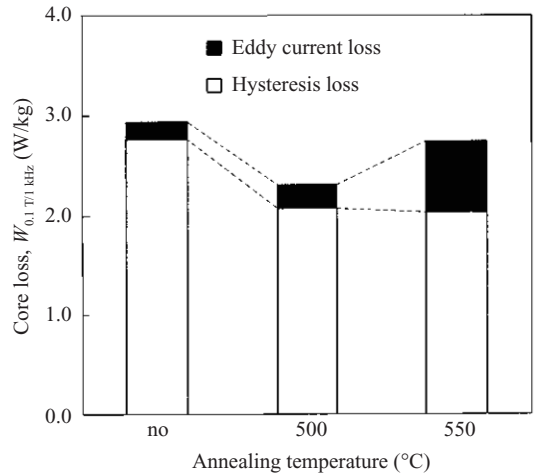


Fig. 8 Eddy current loss and hysteresis loss derived from the relationship of P_{cm}/f vs. f

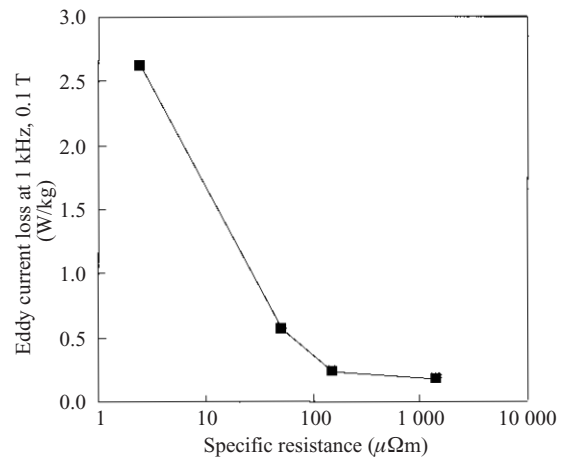


Fig. 9 Relationship between eddy current loss and specific resistance in the dust cores

と考えられる。3.2節で述べたように、500°Cでは被覆材の有機樹脂成分において15%の重量減少があることから、焼鈍温度の上昇による被覆層の局所的な消失あるいはマイクロクラックの発生などにより、鉄粉粒子間の絶縁性が低下したと考えられる。また焼鈍によるヒステリシス損失の低下は、焼鈍による保磁力の低下と対応しており、ひずみ取りの効果と考えられる。圧粉磁芯の鉄損をさらに低減するには、より高温で焼鈍することが効果的であるが、そのためには、その温度まで絶縁性を維持する被覆層が不可欠であると考えられる。

新規開発した圧粉磁芯用絶縁被覆鉄粉は、圧粉磁芯の特徴である3次元成形による部品の小型化、軽量化ならびに銅線のリサイクル性などの優位性を生かすことにより、今後、自動車用の電磁部品への適用が広がっていくものと期待される。

4. 結言

- (1) 高耐熱性を有する有機樹脂とセラミックス粉末からな

る，新規開発した絶縁材料を鉄粉に被覆することにより，それを用いて作製した圧粉磁芯は500°Cでの焼鈍が可能となった。

- (2) 0.2 mass % の被覆材を被覆した鉄粉を成形圧力1470 MPaで成形し，500°Cで焼鈍した圧粉磁芯の周波数1 kHz，磁束密度0.1 Tでの鉄損は，2.31 W/kgであり，焼鈍前に比べ20%低下した。
- (3) 500°C焼鈍でのひずみ取り効果によるヒステリシス損失の低減と耐熱性被覆材の優れた絶縁性による渦電流損失増加の抑制が，鉄損の低減に寄与しているものと考えられる。

参考文献

- 1) Marchal, P. "Production of automotive DC motors fitted up with SMC armature." Production and applications of soft magnetic materials for electric motors. Shrewsbury, 2000. EPMA. p. 73.
- 2) Oliver, C. G.; Rutz, H. G. "Powder metallurgy in electromagnetic, advances in powder metallurgy & particulate materials." 1995. MPIF. vol. 3, part 11, p. 97.
- 3) 西田卓彦, 菊池勤, 佐藤駿, 市山正. 日本金属学会誌. no. 42, 1978,

p. 593.

- 4) Bozorth, R. M. Ferromagnetism. IEEE Press. 1993, p. 778.
- 5) 堀江宏道, 田辺茂. 日本応用磁気学会誌. no. 22, 1998, p. 51.
- 6) 石原千生, 浅香一夫. 粉体粉末冶金協会平成16年春季大会講演概要集. 2004, p. 107.
- 7) 前田徹, 五十嵐直人, 広瀬和弘, 豊田晴久, 西岡隆夫. 粉体粉末冶金協会平成16年春季大会講演概要集. 2004, p. 203.
- 8) 齊藤貴伸. 電気製鋼. vol. 69, 1988, p. 181.
- 9) 浅香一夫, 石原千生, 馬場昇, 三谷宏幸. 粉体および粉末冶金. vol. 47, 2000, p. 705.



前谷 敏夫



植田 正輝



中村 尚道