

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2014-143286

(P2014-143286A)

(43) 公開日 平成26年8月7日(2014. 8. 7)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>H01F 1/22 (2006.01)</b>	H01F 1/22	4K018
<b>C22C 33/02 (2006.01)</b>	C22C 33/02 M	5E041
<b>B22F 3/24 (2006.01)</b>	B22F 3/24 B	
<b>B22F 3/02 (2006.01)</b>	B22F 3/02 M	
<b>C22C 38/00 (2006.01)</b>	C22C 38/00 303S	

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 15 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2013-10481 (P2013-10481)  
 (22) 出願日 平成25年1月23日 (2013. 1. 23)

(71) 出願人 000003067  
 TDK株式会社  
 東京都港区芝浦三丁目9番1号  
 (74) 代理人 110001494  
 前田・鈴木国際特許業務法人  
 (72) 発明者 村上 睦義  
 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK-EPC株式会社内  
 (72) 発明者 城戸 修  
 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK-MCC株式会社内  
 (72) 発明者 伊藤 綱  
 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK-EPC株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 軟磁性体組成物およびその製造方法、磁芯、並びに、コイル型電子部品

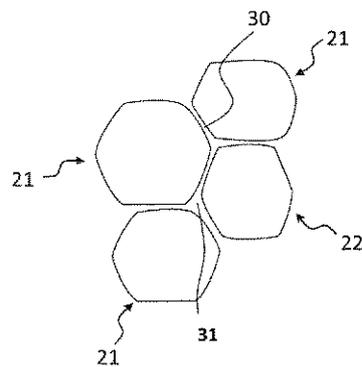
(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 成形品が十分な強度を有し、成形時の金型への負担を軽減することができる軟磁性体組成物およびその製造方法、磁芯、並びに、コイル型電子部品を提供する。

【解決手段】 軟磁性体組成物は、複数の軟磁性合金粒子21、22と、前記軟磁性合金粒子間に存在する粒界30、31と、を有する軟磁性体組成物であって、前記軟磁性合金粒子が、クロム(Cr)をCr換算で1.5~8質量%、ケイ素(Si)をSi換算で1.4~9質量%含有し、残部が鉄(Fe)で構成され、前記粒界には、Siを含有する層が存在する。

【選択図】 図2

図2



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

複数の軟磁性合金粒子と、前記軟磁性合金粒子間に存在する粒界と、を有する軟磁性体組成物であって、

前記軟磁性合金粒子が、クロム (Cr) を Cr 換算で 1.5 ~ 8 質量%、ケイ素 (Si) を Si 換算で 1.4 ~ 9 質量% 含有し、残部が鉄 (Fe) で構成され、

前記粒界には、Si を含有する層が存在することを特徴とする軟磁性体組成物。

## 【請求項 2】

前記 Si を含有する層は、Si 酸化物層あるいは Si 複合酸化物層であることを特徴とする請求項 1 に記載の軟磁性体組成物。

10

## 【請求項 3】

前記 Si を含有する層が、さらに前記軟磁性合金粒子の表面に存在することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の軟磁性体組成物。

## 【請求項 4】

前記軟磁性合金粒子の表面に存在する Si を含有する層が、Si-Cr 複合酸化物層であることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の軟磁性体組成物。

## 【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の軟磁性体組成物から構成されることを特徴とする磁芯。

## 【請求項 6】

請求項 5 に記載の磁芯を有することを特徴とするコイル型電子部品。

20

## 【請求項 7】

軟磁性体合金粉末と、結合材とを含む成形体を得る工程と、

前記成形体を、酸素を含む雰囲気下で熱処理する工程と、を有する製造方法であって、

前記結合材は、シリコン樹脂を含み、

前記軟磁性合金は、クロム (Cr) を Cr 換算で 1.5 ~ 8 質量%、ケイ素 (Si) を Si 換算で 1.4 ~ 9 質量% 含有し、残部が鉄 (Fe) で構成されることを特徴とする軟磁性体組成物の製造方法。

## 【請求項 8】

前記成形体が、圧粉成形により得られることを特徴とする請求項 7 に記載の軟磁性体組成物の製造方法。

30

## 【請求項 9】

前記成形体を得る工程が、

前記軟磁性体合金粉末と、前記結合材とを混合して混合物を得る工程と、

前記混合物を乾燥させた乾燥体を粉砕して造粒粉を得る工程と、

前記造粒粉を成形して成形体を得る工程と、からなることを特徴とする請求項 7 または 8 に記載の軟磁性体組成物の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、軟磁性体組成物およびその製造方法、磁芯、並びに、コイル型電子部品に関する。

40

## 【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】

一般に、Fe-Si-Al 系合金は、Fe-Si-Cr 系合金に比べて、表面の酸化層が硬く成型性、加工性および高密度化において劣る。このような Fe-Si-Al 系合金

50

は、成形に際して大きな圧力をかける必要があるため、金型の劣化が早い、という問題点があった。

【0004】

そのため、成形圧の低減が求められており、近年、成形性および加工性に優れる Fe - Si - Cr 系合金の特性を活用した圧粉磁芯が用いられている。特許文献 1 では、低コストで、高い透磁率および磁束密度を兼ね備えた磁性体を備えたコイル型電子部品が提案されている。

【0005】

しかし、Fe - Si - Cr 系合金は、成形性および加工性に優れるという特性の反面、成形品において十分な強度が得られないという問題があった。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献 1】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、成形品が十分な強度を有し、成形時の金型への負担を軽減することができる軟磁性体組成物およびその製造方法、磁芯、並びに、コイル型電子部品を提供することを目的とする。

20

【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と、前記軟磁性合金粒子間に存在する粒界と、を有し、前記軟磁性合金粒子が、クロム (Cr) を Cr 換算で 1.5 ~ 8 質量%、ケイ素 (Si) を Si 換算で 1.4 ~ 9 質量% 含有し、残部が鉄 (Fe) で構成され、前記粒界には、Si を含有する層が存在することを特徴とする。

【0009】

本発明に係る軟磁性体組成物では、軟磁性合金粒子の粒界に、Si を含有する層が存在することにより、優れた磁気特性と、成形品として十分な強度を発揮することができる。

30

【0010】

好ましくは、前記 Si を含有する層は、Si 酸化物層あるいは Si 複合酸化物層であることを特徴とする。

【0011】

好ましくは、前記 Si を含有する層が、さらに前記軟磁性合金粒子の表面に存在することを特徴とする。

【0012】

好ましくは、前記軟磁性合金粒子の表面に存在する Si を含有する層が、Si - Cr 複合酸化物層であることを特徴とする。

【0013】

また、本発明に係る磁芯は、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。

40

【0014】

さらに、本発明に係るコイル電子部品は、上記磁芯を有する。コイル型電子部品としては、特に限定されないが、インダクタ部品、EMC 用コイル部品、トランス部品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。

【0015】

本発明の軟磁性体組成物の製造方法は、軟磁性体合金粉末と、結合材とを含む成形体を得る工程と、前記成形体を、酸素を含む雰囲気下で熱処理する工程と、を有する製造方法であって、

50

前記結合材は、シリコン樹脂を含み、

前記軟磁性合金は、クロム（Cr）をCr換算で1.5～8質量%、ケイ素（Si）をSi換算で1.4～9質量%含有し、残部が鉄（Fe）で構成されることを特徴とする。

【0016】

本発明に係る製造方法では、結合材がシリコン樹脂を含み、熱処理が酸素を含む雰囲気下で行われることにより、軟磁性合金粒子の粒界にSiを含有する層を有する軟磁性体組成物を効果的に得ることができる。このようにして製造された軟磁性体組成物は、優れた磁気特性と、成形品としての十分な強度を有する。

【0017】

好ましくは、本発明に係る前記成形体は、圧粉成形により得られることを特徴とする。

10

【0018】

本発明に係る製造方法によれば、圧粉成形時の成形圧力を低減したばあいであっても、優れた磁気特性と、成形品としての十分な強度を有する成形品を得ることができる。そのため、圧粉成形に用いる金型の劣化を低減でき、生産性を向上することが可能となる。

【0019】

好ましくは、本発明に係る成形体を得る工程は、

前記軟磁性体合金粉末と、前記結合材とを混合して混合物を得る工程と、

前記混合物を乾燥させた乾燥体を粉砕して造粒粉を得る工程と、

前記造粒粉を成形して成形体を得る工程と、からなることを特徴とする。

【図面の簡単な説明】

20

【0020】

【図1】図1は本発明の一実施形態に係る磁芯である

【図2】図2は、図1に示す磁芯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磁芯の要部拡大断面図である。

【図4】図4は、図3に示す観測点においてEDS解析を行った結果である。（a）は、本発明の実施例に係る試料1の解析結果であり、（b）は、本発明の比較例に係る試料2の解析結果である。なお、縦軸は強度比、横軸は深度である。

【発明を実施するための形態】

【0021】

以下、本発明を図面に示す実施形態に基づき説明する。

30

【0022】

本実施形態に係るコイル型電子部品用の磁芯は、圧粉成形により成形される圧粉磁芯である。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。

【0023】

本実施形態に係る磁芯の形状としては、図1に示したトロイダル型のほか、FT型、ET型、EI型、UU型、EE型、EER型、UI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。この磁芯の周囲に巻き線を所定巻数だけ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。

【0024】

40

本実施形態に係るコイル型電子部品用の磁芯は、本実施形態に係る軟磁性体組成物で構成してある。

【0025】

本実施形態に係る軟磁性体組成物は、複数の軟磁性合金粒子と、前記軟磁性合金粒子間に存在する粒界と、を有し、

前記軟磁性合金粒子が、クロム（Cr）をCr換算で1.5～8質量%、ケイ素（Si）をSi換算で1.4～9質量%含有し、残部が鉄（Fe）で構成され、

前記粒界に、Siを含有する層が存在することを特徴とする。

【0026】

本実施形態に係る軟磁性体組成物は、上記構成を満足することにより、優れた磁気特性

50

(初期透磁率  $\mu_i$  等) が得られると共に、比較的低い成形圧で成形された場合であっても、磁芯として十分な強度を得ることができる。また、加圧成形に際して、比較的低い成形圧により成形できることから、金型への負担のさらなる低減を図ることができ、生産性を向上することができる。

【0027】

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21と、軟磁性合金粒子間に存在する粒界30と、を有する。

【0028】

本実施形態に係るSiを含有する層は、2つの粒子間に形成される粒界30または3つ以上の粒子の間に存在する粒界31(3重点など)に存在している。このようなSiを含有する層の存在により、本実施形態に係る磁芯は、比較的低い成形圧で成形された場合であっても、磁芯として十分な強度を得ることができる。さらに、このようなSiを含有する層は、粒界に存在することで絶縁体の役割を果たす。

【0029】

本実施形態に係るSiを含有する層は、好ましくは、Si酸化物層あるいはSi複合酸化物層である。

【0030】

なお、本発明において、酸化物層および複合酸化物層とは、アモルファス層、結晶層、およびこれらの混合層を含む広い概念である。

【0031】

本実施形態に係るSi酸化物層およびSi複合酸化物層としては、特に限定されるものではないが、例えばSiを含有するアモルファス層、アモルファスシリコン、シリカ、Si-Cr複合酸化物等が挙げられる。

【0032】

本実施形態に係るSiを含有する層は、好ましくは、さらに軟磁性合金粒子の表面に存在する。該軟磁性合金粒子の表面に存在するSiを含有する層は、好ましくはSi-Cr複合酸化物層である。Si-Cr複合酸化物層は、特に限定されるものではないが、SiおよびCrを含有するアモルファス層等が挙げられる。

【0033】

本実施形態に係るSiを含有する層は、好ましくは、アモルファス質で構成されている。なお、一部が結晶質で構成されていてもよい。

【0034】

本実施形態に係るSiを含有する層の厚みは、好ましくは、0.01~0.2 $\mu\text{m}$ 、より好ましくは、0.01~0.1 $\mu\text{m}$ である。

なお、Siを含有する層は、必ずしも軟磁性合金粒子の表面の全体を覆うように形成されている必要はなく、軟磁性合金粒子の表面の一部に形成されていてもよい。また、Siを含有する層の厚みは均一でなくてもよく、該組成も均質でなくてもよい。

【0035】

本実施形態に係るSiを含有する層の有無やその厚みは、後述する磁芯の製造方法における、結合材の種類やその添加量、その他の添加成分、成形体の熱処理温度および雰囲気等により制御することができる。

【0036】

本実施形態において、Siを含有する層が軟磁性合金粒子の表面および粒界に存在しているか否かを判断する方法としては、特に制限されず、たとえば、Siのマッピング画像を解析することで判断してもよい。以下に具体的な方法を示す。

【0037】

まず、走査透過型電子顕微鏡(STEM)を用いて磁芯を観察することにより、軟磁性合金粒子と粒界とを判別する。具体的には、誘電体層の断面をSTEMにより撮影し、明視野(BF)像を得る。この明視野像において軟磁性合金粒子と軟磁性合金粒子との間に存在し、該軟磁性合金粒子とは異なるコントラストを有する領域を粒界とする。異なるコ

10

20

30

40

50

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。

【0038】

なお、Cr等の他の元素についても同様の方法でマッピング画像を作成、観察することができる。

【0039】

本実施形態に係る軟磁性合金粒子の平均結晶粒子径は、好ましくは30～60 $\mu$ mである。平均結晶粒子径を上記の範囲とすることで、磁芯の薄層化を容易に実現することができる。

【0040】

本実施形態に係る軟磁性合金粒子は、クロム(Cr)をCr換算で1.5～8質量%、ケイ素(Si)をSi換算で1.4～9質量%含有し、残部が鉄(Fe)で構成されている。

【0041】

軟磁性合金粒子が上記組成を満足することにより、本実施形態に係る軟磁性体組成物は、優れた磁気特性(初期透磁率 $\mu_i$ 等)が得られると共に、比較的低い成形圧で成形された場合であっても、磁芯として十分な強度を得ることができる。また、加圧成形に際して、比較的低い成形圧により成形できることから、金型への負担のさらなる低減を図ることができ、生産性を向上することができる。また、軟磁性合金粒子が上記組成を満足することにより、界面30にSiを含有する層が形成されやすくなる。

【0042】

軟磁性合金粒子におけるクロム(Cr)の含有量は、Cr換算で1.5～8質量%、好ましくは3～7質量%である。Crの含有量が少なすぎると、強度および磁気特性が低下する傾向にあり、多すぎると、強度が低下する傾向にある。

【0043】

軟磁性合金粒子におけるケイ素(Si)の含有量は、Si換算で1.4～9質量%、好ましくは4.5～8.5質量%である。Siの含有量が少なすぎても多すぎても、強度および磁気特性が低下する傾向にある。

【0044】

軟磁性合金粒子において残部は、鉄(Fe)のみから構成されていてもよい。

【0045】

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

なお、Cは、軟磁性体組成物の製造過程で用いられる有機化合物成分に由来すると考えられる。また、Znは、軟磁性体組成物を圧粉成形により得る際に、装置の抜き圧を低減させるために金型に添加するステアリン酸亜鉛に由来すると考えられる。

【0046】

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0.05質量%未満であり、より好ましくは0.01～0.04質量%である。Cの含有量が多すぎると、磁芯としての十分な強度が得られない傾向にある。

【0047】

本実施形態に係る軟磁性体組成物における、亜鉛(Zn)の含有量は、好ましくは0.004～0.2質量%であり、より好ましくは0.01～0.2質量%である。Znの含有量が多すぎても、また逆に少なすぎても磁芯としての十分な強度が得られない傾向がある。

【0048】

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、不可避的不純物が含まれていてもよい。

【0049】

次に、本実施形態に係る磁芯の製造方法の一例を説明する。

10

20

30

40

50

本実施形態の磁心は、軟磁性体合金粉末と、結合材（バインダ樹脂）とを含む成形体を熱処理することにより、作製することができる。以下、本実施形態の磁心の好ましい製造方法につき、詳述する。

**【 0 0 5 0 】**

本実施形態に係る製造方法は、好ましくは、  
軟磁性体合金粉末と、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塊状の乾燥体を得た後、この乾燥体を粉砕することにより、造粒粉を形成する工程と、  
混合物または造粒粉を、作製すべき圧粉磁心の形状に成形し、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、結合材を硬化させ、圧粉磁心を得る工程と、を有する。

10

**【 0 0 5 1 】**

本実施形態に係る製造方法により得られた圧粉磁芯は、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。

**【 0 0 5 2 】**

軟磁性体合金粉末としては、クロム（Cr）をCr換算で1.5～8質量%、ケイ素（Si）をSi換算で1.4～9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。

**【 0 0 5 3 】**

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、球状又は楕円体状とすることが好ましい。これらの中では、圧粉磁芯の強度をより大きくする観点から、楕円体状が望ましい。また、軟磁性合金粉末の平均粒径は、好ましくは10～80μm、より好ましくは30～60μmである。平均粒径が小さすぎると透磁率が低くなり、軟磁性材料としての磁気特性が低下する傾向にあり、また、取り扱いが難しくなる。一方、平均粒径が大きすぎると、渦電流損失が大きくなると共に、異常損失が増大する傾向にある。

20

**【 0 0 5 4 】**

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。

30

**【 0 0 5 5 】**

結合材としては、シリコン樹脂を含むものを用いる。結合剤としてシリコン樹脂を用いることにより、軟磁性組成物の粒界に、Siを含有する層が効果的に形成される。このような軟磁性体組成物により構成された磁芯は、比較的低い成形圧で成形した場合であっても、十分な強度を有する。

**【 0 0 5 6 】**

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、エポキシ樹脂及び水ガラス等が挙げられる。

40

**【 0 0 5 7 】**

結合材は、シリコン樹脂を単独で、又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観点から、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Cの含有量が多すぎると、得られる磁芯の強度が低下する傾向にある。

**【 0 0 5 8 】**

結合材の添加量は、必要とされる磁芯の特性に応じては異なるが、好ましくは軟磁性体合金粉末100重量部に対して、1～10重量部添加することができ、より好ましくは軟磁性体合金粉末100重量部に対して、3～9重量部である。結合材の添加量が多すぎると、透磁率が低下し、損失が大きくなる傾向にある。一方、結合材の添加量が少なすぎる

50

と、絶縁を確保し難くなる傾向にある。

【0059】

シリコン樹脂の添加量は、好ましくは軟磁性体合金粉末100重量部に対して、3～9重量部である。シリコン樹脂の添加量が少なすぎると、軟磁性組成物の粒界にSiを含有する層が形成されにくくなり、成形品としての強度が低下する傾向にある。

【0060】

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。

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。

【0061】

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。

【0062】

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、ステアリン酸亜鉛及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種を単独で又は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。

【0063】

潤滑剤を用いる場合には、その添加量は、好ましくは軟磁性体合金粉末100重量部に対して、0.1～0.9重量部であり、より好ましくは軟磁性体合金粉末100重量部に対して、0.3～0.7重量部である。潤滑剤が少なすぎると、成形後の脱型が困難となり、成形クラックが生じやすい傾向にある。一方、潤滑剤が多すぎると、成形密度の低下を招き、透磁率が減少してしまう。

【0064】

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。Znの含有量が多すぎると、磁芯としての十分な強度が得られない傾向にある傾向がある。

【0065】

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、軟磁性体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。

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。

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。

【0066】

造粒粉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、混合物を乾燥した後、乾燥した混合物を解砕して得られる。

乾燥処理の温度および時間としては、好ましくは室温～200程度で、5～60分間である。

【0067】

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、5～60分間混合することが望ましい。

【0068】

成形体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、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

10

20

30

40

50

粒粉を充填し、所定の成形温度及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。

【0069】

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及び寸法や、圧粉磁芯の形状、寸法及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100～1000MPa程度、好ましくは400～800MPa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。

【0070】

本実施形態に係る製造方法では、結合材がシリコン系樹脂を含むことにより、上記最大圧力まで、成形圧力を低減させることができる。さらに、このように成形圧力を低減した場合であっても、磁芯を構成する軟磁性体組成物の粒界にはSiを含有する層が形成されることから、磁芯は十分な強度を有するものとなる。その結果、製造コストを低減でき、生産性及び経済性を向上することができる。

10

【0071】

なお、成形圧力が低すぎると、成形による高密度化及び高透磁率化を図り難くなる共に、十分な機械的強度が得られにくい傾向にある。一方、成形時の成形圧が高すぎると、圧力印加効果が飽和する傾向にあるとともに、製造コストが増加して生産性及び経済性が損なわれ得る傾向にあり、また、成形金型が劣化し易くなり耐久性が低下する傾向にある。

【0072】

成形温度は、特に限定されないが、通常、室温～200程度が好ましい。なお、成形時の成形温度を上げるほど成形体の密度は上がる傾向にあるが、高すぎると軟磁性合金粒子の酸化が促進されて、得られる圧粉磁芯の性能が劣化する傾向にあり、また、製造コストが増加して生産性及び経済性が損なわれ得る。

20

【0073】

成形後に得られる成形体を熱処理する方法は、公知の方法により行えばよく、特に限定されないが、一般的には、成形により任意の形状に成形された成形体を、アニール炉を用いて所定の温度で熱処理することにより行うことが好ましい。

【0074】

熱処理時の処理温度は、特に限定されないが、通常、600～900程度が好ましく、より好ましくは700～850である。熱処理時の処理温度が高すぎても、また低すぎても磁芯としての十分な強度が得られない傾向にある

30

【0075】

熱処理工程は、酸素含有雰囲気下にて行うことが好ましい。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、20.95%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。好ましくは大気雰囲気下である。酸素含有雰囲気下で熱処理することで軟磁性体組成物の粒界にSiを含有する層を効果的に形成することができる。

【0076】

また、このようにして得られた圧粉磁芯は、成形密度が $5.50\text{ g/cm}^3$ 以上であることが好ましい。成形密度が $5.50\text{ g/cm}^3$ 以上に、高密度化された圧粉磁芯は、高透磁率、高強度、高コア抵抗、低コアロスといった各種性能においても優れる傾向にある。

40

【0077】

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。

【0078】

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磁芯（圧粉磁芯）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磁芯を製造してもよい。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。

50

## 【0079】

上述した実施形態では、軟磁性体組成物の粒界に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Si含有成分を用いてもよい。

## 【0080】

その他、必要に応じて、成形体をガラスコートあるいは樹脂含浸することも可能である。これにより、磁芯の強度をさらに向上させることができる。

## 【0081】

また、上述した実施形態では、本実施形態に係る磁芯を、コイル型電子部品として用いるが、特に制限されることはなく、モーター、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磁心としても好適に用いることができる。

## 【実施例】

## 【0082】

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。

## 【0083】

## (実施例1)

## 試料1について

## [軟磁性合金粉末の調製]

まず、Fe単体、Cr単体及びSi単体のインゴット、チャンク(塊)、又はショット(粒子)を準備した。次にそれらをFe88.5質量%、Cr5質量%およびSi6.5質量%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、チャンク又はショットを熔融、混合して融液を得た。

## 【0084】

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;50 $\mu$ m)を作製した。

## 【0085】

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。

## 【0086】

## [圧粉磁芯の作製]

得られた軟磁性合金粉末100重量部に対し、シリコン樹脂(東レダウコーニングシリコン(株)製:SR2414LV)6重量部を添加し、これらを加圧ニーダにより室温で30分間混合した。次いで、混合物を空気中において150で20分間乾燥した。乾燥後の磁性粉末に、潤滑剤としてステアリン酸亜鉛(日東化成製:ジンクステアレート)それらの軟磁性合金粉末100重量部に対して0.5重量部を添加し、Vミキサーにより10分間混合した。

## 【0087】

続いて、得られた混合物を、5mm $\times$ 5mm $\times$ 10mm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600MPaとした。加圧後の成形体を750で60分間、大気中で熱処理することにより、シリコン樹脂を硬化させて、圧粉磁芯を得た。

## 【0088】

## [各種評価]

## 【0089】

<粒界におけるSi含有層の確認>

まず、圧粉磁芯を切断した。この切断面について、走査透過型電子顕微鏡(STEM)

10

20

30

40

50

により観察し、軟磁性体合金粒子と粒界との判別を行った。

次いで、図3に示すように、任意に選択した観測点において、STEMに付属のEDS装置を用いて、EDS分析を行った。EDS解析の結果を、図4に概略図として示す。なお、図4の縦軸は、測定により得られた特性X線の強度比である。

【0090】

<3点曲げ強さ試験(強度)>

圧粉磁芯サンプルに対し、JIS R1601の規定に従い、3点曲げ強さ試験を行った。

3点曲げ強さは、試験片を一定距離に配置された2支点上に置き、支点間の中央の1点に荷重を加えて折れた時の最大曲げ応力(kg/mm<sup>2</sup>)である。本実施例では、10kg/mm<sup>2</sup>以上を良好とした。結果を表1に示す。

10

【0091】

<初期透磁率(μi)>

圧粉磁芯サンプルに、銅線ワイヤを10ターン巻きつけ、LCRメーター(ヒューレットパッカード4284A)を使用して、初期透磁率μiを測定した。測定条件としては、測定周波数1MHz、測定温度23℃、測定レベル0.4A/mとした。1MHzにおけるμiは10以上を良好とした。結果を表1に示す。

【0092】

試料2について

試料2は、バインダ樹脂として、非シリコン系樹脂である(ナガセケムテックス(株)製造: DENATITE XNR 4338)を用いた以外は、試料1と同様の方法で圧粉磁芯サンプルを作成し、同様の評価を行った。表1および図4に結果を示す。

20

【0093】

【表1】

表1

No.	合金種	バインダ樹脂	Si含有層	強度(kgf/mm <sup>2</sup> )	μi
1	Fe-Si-Cr	シリコン系	有	14	40
2	Fe-Si-Cr	非シリコン系	なし	8	33
3	Fe-Si-Al	シリコン系	有	9	36
4	Fe-Si-Al	非シリコン系	なし	7	33

【0094】

STEM観察およびEDS解析の結果、試料1の粒界には、Siを含有する層が形成されていることが確認できた。試料1は、本発明に係る所定のFe-Si-Cr系軟磁性合金から構成され、粒界にSiを有する層が形成されていることで、比較的小さい成形圧で成形された場合であっても、十分な強度と優れた磁気特性を有することが確認された。

【0095】

一方、試料2の粒界には、Siを含有する層は形成されていないことが確認された。そのため、表1に示されるように、試料2では、軟磁性合金粒子が本発明で特定する所定の組成を満足する場合であっても、十分な強度が得られないことが確認された。

40

【0096】

特に、EDS解析の結果、試料1では、軟磁性体組成物の粒界にSiを含むアモルファス層が確認された。さらに、粒子表面には、SiおよびCrを含むアモルファス層が確認された(図4(a)参照)。一方、試料2では、軟磁性体組成物の粒界にSiを含有する層は観察されなかった(図4(b)参照)。このような違いが、成形体としての強度の違いに影響していると考えられる。

【0097】

なお、試料1の観測点におけるSiを含有する層の厚みは、約0.1μm程度であった

50

。【0098】

(実施例2)

試料3および4について

試料3は、軟磁性合金粉末として、Fe85質量%、Al5.5質量%およびSi9.5質量%の組成で構成された軟磁性合金粉末を用いた以外は、試料1と同様の方法で圧粉磁芯サンプルを作成し、同様の評価を行った。表1に結果を示す。

【0099】

また試料4は、軟磁性合金粉末として、Fe85質量%、Al5.5質量%およびSi9.5質量%の組成で構成された軟磁性合金粉末を用い、バインダ樹脂として、非シリコン系樹脂である(ナガセケムテックス(株)製造: DENATITE XNR 4338)を用いた以外は、試料3と同様の方法で圧粉磁芯サンプルを作成し、同様の評価を行った。表1に結果を示す。

【0100】

表1に示されるように、試料3では、粒界にSiを含有する層が形成されていることが確認された。しかし、試料3は、合金粉末としてFe-Si-Al系軟磁性合金を用いているため、試料1と同程度の成形圧では、十分な強度を有する圧粉磁芯を得ることができないことが確認された。

【0101】

また、試料4では、粒界にSiを含有する層は形成されておらず、さらに合金粉末としてFe-Si-Al系軟磁性合金を用いているため、試料1と同程度の成形圧では、十分な強度を有する圧粉磁芯を得ることができないことが確認された。

【0102】

(実施例3)

試料5~14について

試料5~14は、軟磁性合金粒子の組成を、表2に示す組成となるように変化させた以外は、試料1と同様の方法で圧粉磁芯サンプルを作成し、同様の評価を行った。結果を表2に示す。

【0103】

【表2】

表2

No.	Fe (wt%)	Si (wt%)	Cr (wt%)	Si含有層	強度 (kgf/mm <sup>2</sup> )	μi
5	94.0	1.0	5.0	有	4	9
6	93.6	1.4	5.0	有	10	10
7	92.0	3.0	5.0	有	11	15
8	90.5	4.5	5.0	有	14	41
1	88.5	6.5	5.0	有	14	40
9	86.0	9.0	5.0	有	10	13
10	85.0	10.0	5.0	有	4	6
11	92.6	6.5	0.9	有	3	9
12	92.0	6.5	1.5	有	10	15
1	88.5	6.5	5.0	有	14	40
13	85.5	6.5	8.0	有	10	30
14	84.5	6.5	9.0	有	4	25

【0104】

表2に示されるように、軟磁性合金粒子が本発明で特定する所定の組成を満足する場合には、十分な強度と優れた磁気特性を有する圧粉磁芯が得られることが確認された(試料

6～9、12および13)。

【0105】

一方、軟磁性合金粒子が本発明で特定する所定の組成を満足していない場合には、得られた圧粉磁芯において、強度および磁気特性の少なくともいずれか一方が悪化することが確認された(試料5、10、11および14)。

【産業上の利用可能性】

【0106】

本発明に係る軟磁性体組成物から構成される磁芯は、十分な強度と優れた磁気特性を有する。特に、圧粉磁芯とする場合には、比較的低い成形圧であっても十分な強度を有する磁芯を得ることができるため、金型の劣化を低減することができ、生産性の向上を図ることができる。ひいては、このようにして製造された磁芯を用いることで、コイル型電子部品の製造コストを低減することも可能となる。

【符号の説明】

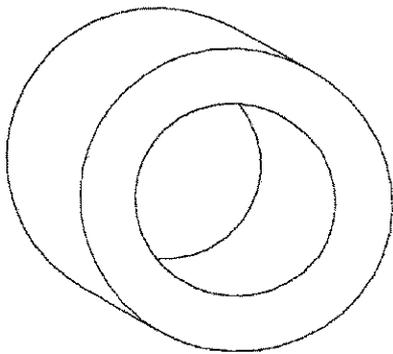
【0107】

- 21、22 軟磁性合金粒子  
30、31 粒界

10

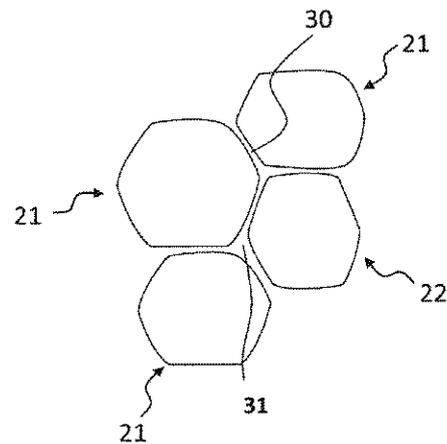
【図1】

図1



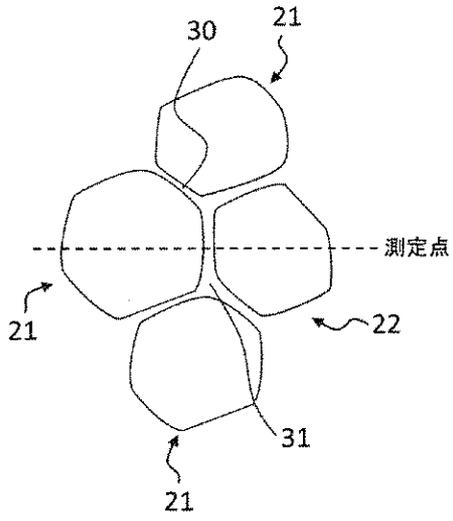
【図2】

図2



【 図 3 】

図 3



【 図 4 】

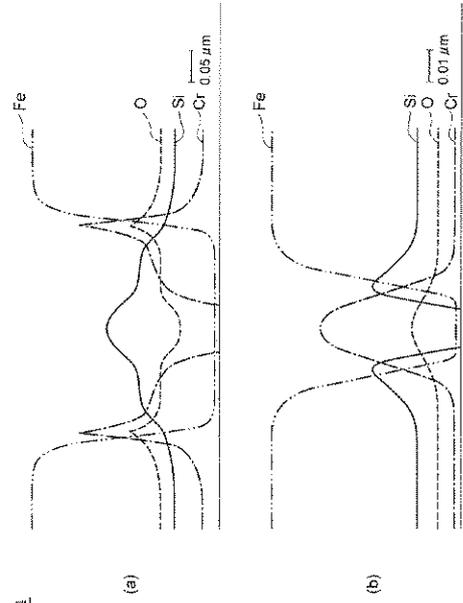


図 4

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I			テーマコード(参考)
H 0 1 F 27/255	(2006.01)		H 0 1 F 27/24			D
H 0 1 F 41/02	(2006.01)		H 0 1 F 41/02			D
H 0 1 F 1/14	(2006.01)		H 0 1 F 1/14			Z
B 2 2 F 3/00	(2006.01)		B 2 2 F 3/00			B

(72)発明者 伊藤 守  
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK - EPC株式会社内

(72)発明者 山崎 恒裕  
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK - EPC株式会社内

(72)発明者 松野 謙一郎  
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK - EPC株式会社内

(72)発明者 佐々木 弘勝  
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK - EPC株式会社内

(72)発明者 高木 栄光  
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK - EPC株式会社内

(72)発明者 中村 和広  
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK - EPC株式会社内

(72)発明者 村瀬 琢  
東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK - EPC株式会社内

Fターム(参考) 4K018 AA26 AA32 AB10 AC01 BA15 BA16 BC11 BC12 CA02 CA08  
CA09 FA08 GA04 KA43  
5E041 AA11 BB03 CA02 HB05 HB11 HB15 NN01