

## 論説



## Paper

# Fe-Si系圧粉磁心の粉末粒径および結晶粒径と磁心損失との関係

齊藤貴伸\*, 武本 聡\*

## Relationship between Particle Size, Crystal Grain Size and Core Loss of Fe-Si Compressed Cores

Takanobu Saito and Satoshi Takemoto

### Synopsis

Compressed cores made with Fe-Si alloys are expected for smoothing and boost choke coils of switching regulators and DC-DC converters. In this study, compressed cores were made with atomized Fe-3mass%Si, and the relationships between particle size, crystal grain size and core loss were investigated. The crystal grain sizes were changed by heat treatment temperature. The following conclusions were obtained.

(1) Hysteresis loss decreases with increase in crystal grain size.

(2) Both contributions of classical eddy current loss assuming uniform magnetization and localized eddy current loss by domain wall movements were confirmed. It was found that anomalous eddy current loss is proportional to square root of the crystal grain size. As particle size decreases, anomalous eddy current loss becomes dominant relative to classical eddy current loss, because classical eddy current loss decreases.

## 1. 緒 言

圧粉磁心は軟磁性粉末の表面に電氣的絶縁皮膜処理を施した後、例えばトロイダル状や E 型形状、ポット型形状にプレス成形したもので、スイッチング電源や DC-DC コンバータの平滑用チョークコイルや昇圧チョップ用チョークコイルの磁心として多用されている。

これらの電源はノート型やデスクトップ型パソコン、太陽光発電システム、ハイブリッド自動車、無停電電源などの制御用電源として欠かせないものとなっており、近年これらの電源に対する高機能化や小型化の要求が高まっている。

圧粉磁心用軟磁性粉末はその成分として従来主に Fe-Si-Al 系合金が用いられてきた。しかしながら近年のパワーエレクトロニクスの進展に伴いとりわけ高電流用途での磁心の小型化や低損失化の要求が強くなり、Fe-Si-Al 系合金よりも

飽和磁束密度の高い Fe-Si 系合金が注目されている。

しかし Fe-Si 系合金は Fe-Si-Al 系などに比べコアロスが大きい低コアロス化が課題となっている。そこで著者らはこれまで Fe-Si 系圧粉磁心の低コアロス化のために、磁心の電気抵抗率とコアロスの関係<sup>1), 2)</sup>、粉末粒径とコアロスとの関係<sup>2), 3)</sup>について報告してきた。その中で低コアロス化のためには渦電流が粉末粒間にわたって発生しないように、すなわち渦電流は粒内だけで発生させるように磁心の電気抵抗率は約 0.1 Ωm 以上が必要であること、また励磁周波数に依存してコアロスが最低となる最適な粉末粒径が存在することを明らかにしてきた。

渦電流損失は粉末粒径に依存するが、その値は一樣磁化を仮定した古典的な渦電流損失だけからでは説明ができない。ケイ素鋼板や液体急冷で作製されたりボン材において、磁壁の運動による局所的な渦電流の寄与が異常渦電流損の原因として解明され、現在では定量的な予測も可能と

2006 年 8 月 23 日受付

\* 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Research & Development Lab., Daido Steel Co., Ltd.)

なっている。磁区の大きさは結晶粒径に依存することから、異常渦電流損は結晶粒径に依存することが推定される。事実ケイ素鋼板では渦電流損失は結晶粒径の依存性をもつことが報告されている<sup>4)</sup>。しかし圧粉磁心ではこのような解析の報告例は見当たらない。

そこで本研究ではFe-Si系アトマイズ粉を用いて粉末粒径を変化させ、さらに熱処理温度を変化させることにより結晶粒径を変化させた。その圧粉磁心のヒステリシス損失と渦電流損失のそれぞれに及ぼす粉末粒径および結晶粒径の影響を明確にした。さらに特に渦電流損失に着目し、古典的渦電流損と異常渦電流損の寄与を定量化することを目的とした。

## 2. 実験方法

### 2.1 試験に用いた原料粉末

本報告では改良型水アトマイズにより原料粉末を作製した。改良型水アトマイズとは従来の水アトマイズの作業条件を制御することにより粉末の形状をコントロールできる噴霧法である。原料粉末の成分はFe-3.0 mass%Siに近いものであり、その詳細をTable 1に示す。粒径を変化させるために、-100メッシュ/+145メッシュ(-150 $\mu$ m/+106 $\mu$ m 平均128 $\mu$ m)、-200メッシュ/+235メッシュ(-75 $\mu$ m/+63 $\mu$ m 平均69 $\mu$ m)、-235メッシュ/+330メッシュ(-63 $\mu$ m/+45 $\mu$ m 平均54 $\mu$ m)、-330メッシュ(-45 $\mu$ m 平均23 $\mu$ m)の4水準に分級した。

粉末はアトマイズ時の凝固歪みを減少させ、結晶粒を粗大化させて軟磁気特性を向上させる目的で、水素雰囲気中で熱処理した。このとき結晶粒径を変化させるために処理温度は948 Kと1223 Kの2水準で変化させた。また保持時間は10.8 ks(3時間)とした。

### 2.2 圧粉磁心の作製

まず原料粉末にバインダーおよび粒子間の電氣的絶縁のためシリコン樹脂を0.5 mass%添加し混練した。恒温槽で乾燥後、潤滑剤としてヘガネス社製Kenolubeを0.5 mass%混合してプレス成形した。成形は室温で1960 MPaの圧力で油圧プレス機を用いて行った。圧粉磁心のサイズは外径28 mm、内径20 mm、高さ5 mmのトロイダル形状とした。成形された圧粉磁心はAr雰囲気中で熱処理した。粉末熱処理との組合せで結晶粒径を変化させるために温度は948 Kと1023 Kとし、保持時間は3.6 ks(1時間)で行った。

### 2.3 磁気特性評価

コアロスの測定は、交流BHアナライザ(岩通計測社製SY-8232)を用いて、励磁磁束密度を0.1 Tと一定にし、周波数を100 kHzまで変化させて測定した。

コアロス $P_c$ におけるヒステリシス損 $P_h$ と渦電流損 $P_e$ の分離の方法は以下のとおりとした。式(1)、式(2)に示すように、各周波数で得られたコアロスを周波数で除し、 $P_c/f$ の周波数依存性を得た。この $P_c/f$ を0 Hz(直流)にまで外挿した値を1周期当たりのヒステリシス損失係数( $K_h = P_h/f$ )とし、ここから各周波数でのヒステリシス損失 $P_h$ を計算した。渦電流損 $P_e$ は $P_c$ から $P_h$ を差し引いた残りと考えた。

$$P_c = P_h + P_e = K_h \cdot f + K_e \cdot f^n \quad \cdots (1)$$

$$P_c/f = K_h + K_e \cdot f^{n-1} \quad \cdots (2)$$

### 2.4 結晶粒径の測定

上の2.2で作製した圧粉磁心を用いて結晶粒径を測定した。リング状試料の外周面を埋め込んでナイトール液で腐食させ、光学顕微鏡で組織を観察した。線分法により約100個の結晶粒の大きさを計測して平均し、結晶粒径とした。

## 3. 結果および考察

### 3.1 コアロスの粉末粒径依存性

Fig.1には励磁条件10 kHz, 0.1 T, Fig.2には100 kHz,

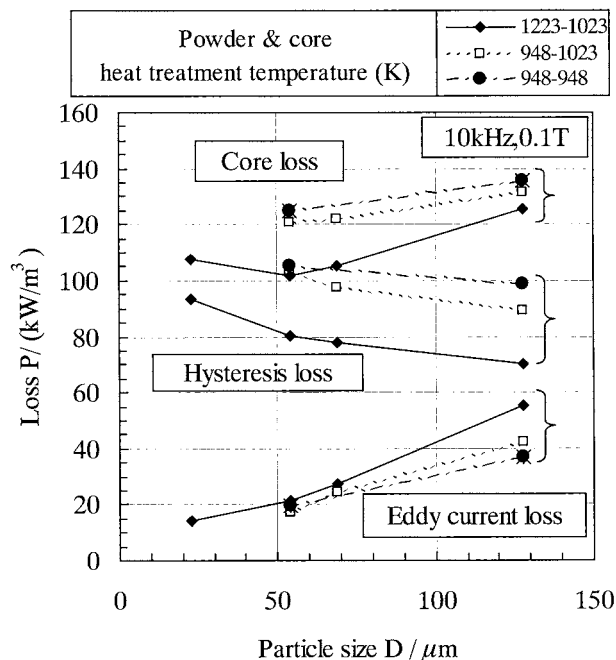


Fig.1. Changes of core loss, hysteresis loss and eddy current loss at 10 kHz, 0.1 T with particle size.

Table 1. Chemical compositions of experimented Fe-Si alloy powder (mass %).

C	Si	P, S	Mn, Cu, Ni, Cr	N	O	Fe
0.001	2.94	Each Max. 0.005	Each Max. 0.03	0.006	0.09	Balance

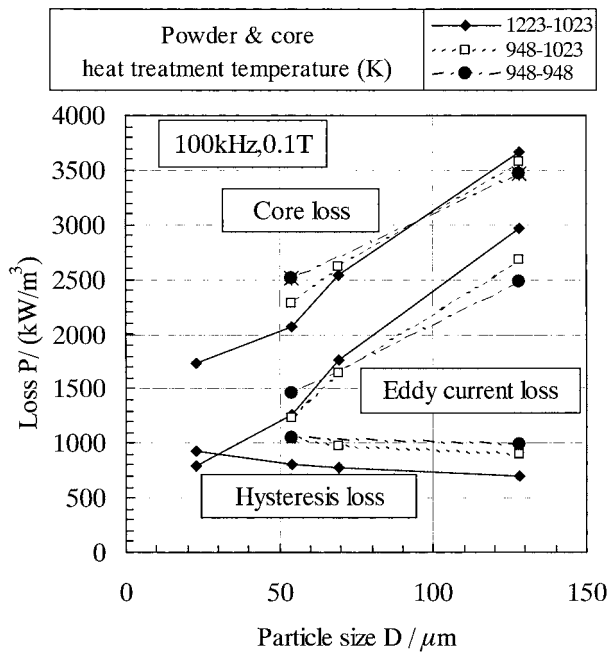


Fig.2. Changes of core loss, hysteresis loss and eddy current loss at 100 kHz, 0.1 T with particle size.

0.1 T のコアロスヒステリシス損と渦電流損に分離したときの、粉末粒径に伴う変化を示す。10 kHz では粉末粒径が大きくなるに従いヒステリシス損は低下し、かつ渦電流損は増大する。その結果コアロスは約  $54 \mu\text{m}$  の粒径で最小値を示す。熱処理温度による違いをみると、熱処理温度が最も高い粉末熱処理 1223 K- 磁心熱処理 1023 K の場合が最もコアロスが低く、逆に熱処理温度の最も低い粉末熱処理 948 K- 磁心熱処理 948 K の場合が最も大きい。

一方、100 kHz, 0.1 T 励磁でのコアロスは、粉末粒径が最も小さい約  $23 \mu\text{m}$  で最も低くなっている。10 kHz の場合と同様に粉末粒径が増大するに伴い、渦電流損は増大し、ヒステリシス損は低下する傾向にあるが、渦電流損の粉末粒径依存性が非常に強いので、結果的にコアロスは単調に増大する。

### 3. 2 結晶粒径の粗大化状況

Fig.3 に熱処理条件、粉末粒径の違いによる結晶粒径の観察結果の一部を示す。同じ粉末粒径であっても熱処理温度が低いと結晶粒径は小さくなる。また同じ熱処理条件であっても粉末粒径が小さくなると同時に結晶粒径も小さくなるのがわかる。Fig.4 にはそのデータをまとめ粉末

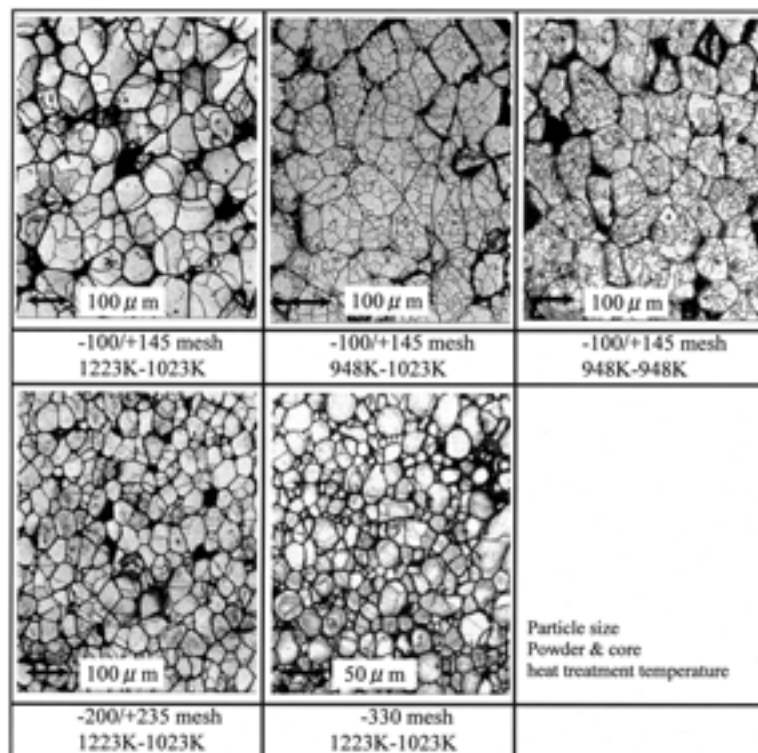


Fig.3. Microstructures of tested cores.

粒径と結晶粒径の関係を示す。粉末粒径が大きくなると熱処理条件による結晶粒径の違いが大きくなっていく。

### 3. 3 コアロスの発生要因の分離

コアロスの発生メカニズムを考察するためにその発生要因を Fig.5 にまとめる。コアロスは静的磁化で発生する

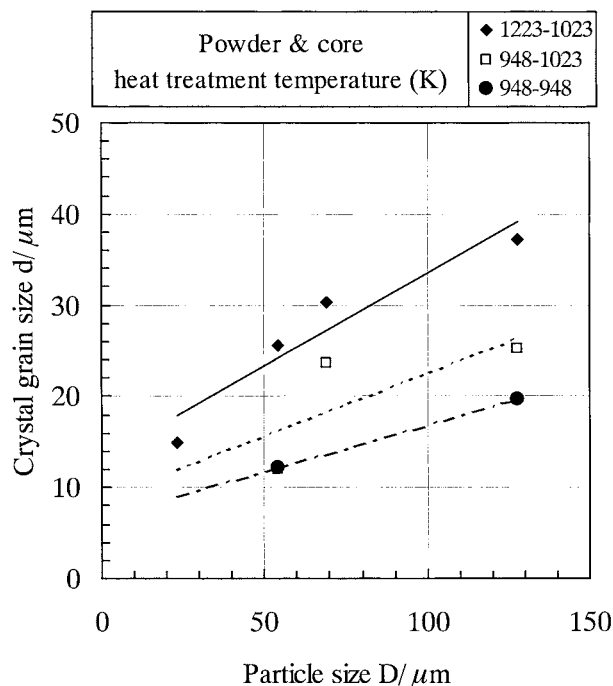


Fig.4. Changes of crystal grain size with particle size.

ヒステリシス損  $P_h$  と動的な損失である渦電流損  $P_e$  とからなる。さらに渦電流損  $P_e$  は粉末粒子間にわたって渦電流が生じて発生する粒間渦電流損  $P_{e(inter)}$  と粒子内部の渦電流によって生じる  $P_{e(intra)}$  に分けられる。磁心の電気抵抗率が約  $0.1 \Omega m$  以上であれば粒子間の電氣的絶縁が確保されているため、粒子間にわたる渦電流損はほとんど発生しないことが前報から確かめられている<sup>1),2)</sup>。本研究ではすべての磁心で電気抵抗率は  $0.1 \Omega m$  以上であったため、 $P_{e(inter)}$  は考慮しなくてよい。粒子内部で発生する渦電流損は粒子全体にわたるマクロ的な渦電流に起因する、いわゆる古典的渦電流損  $P_{e(cl)}$  と磁壁の運動に起因する局所的な渦電流損  $P_{e(an)}$  があるものと考えられる。磁壁の運動に起因する渦電流損は、ケイ素鋼板などの板材で古典的渦電流損だけでは説明ができない異常渦電流損として種々の説明がなされてきた。

以下ではヒステリシス損と渦電流損のそれぞれについて粉末粒径および結晶粒径の影響を定量的に解析する。

### 3. 4 ヒステリシス損に及ぼす結晶粒径の影響

ヒステリシス損は結晶粒径と相関があり、例えば Fe-Si-Al 系圧粉磁心ですでにその相関が報告されている<sup>5),6)</sup>。Fig.6 に結晶粒径と 100 kHz, 0.1 T 励磁でのヒステリシス損の関係を示す。全体の傾向では、結晶粒径が大きくなるに従いヒステリシス損は低下する。しかし、同じ結晶粒径で

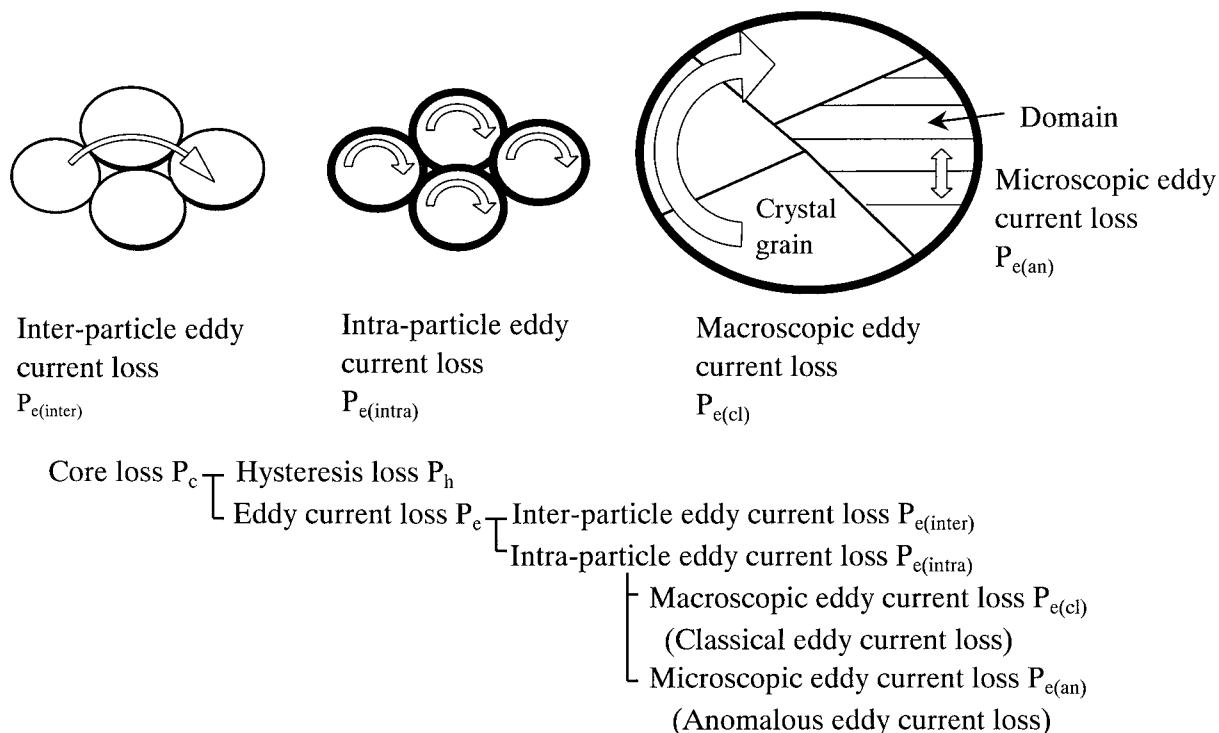


Fig.5. Schematic illustrations of factors of core loss.

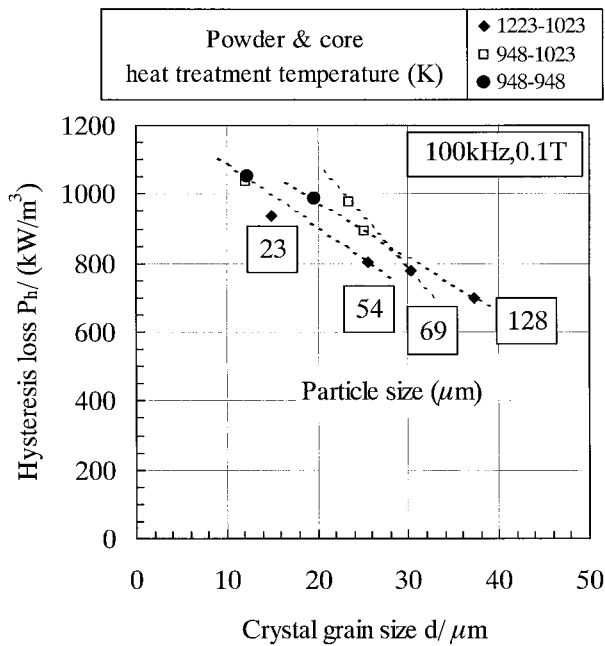


Fig.6. Relationship between hysteresis loss at 100 kHz, 0.1 T and crystal grain size.

あっても粉末粒径が小さいほどヒステリシス損は低下する傾向にある。

### 3. 5 渦電流損に及ぼす粉末粒径および結晶粒径の影響

Fig.7 および Fig.8 にはそれぞれ 10 kHz, 0.1 T および 100 kHz, 0.1 T における渦電流損の変化を粉末粒径を横軸にし、結晶粒径をパラメータにして示してある。また Fig.9 には結晶粒径を横軸にし、粉末粒径をパラメータにして示す。両方の図から、同じ粉末粒径であっても結晶粒径によって渦電流損は異なること、また同じ結晶粒径であっても粉末粒径によって渦電流損は異なることが分かる。いずれの周波数でも粉末粒径が小さいほど、また結晶粒径が小さいほど渦電流損は小さくなっている。

マクロな渦電流損  $P_{e(cl)}$  は粉末粒内の一様磁化を仮定したものであることから、粒子内全体から発生する損失であり、粉末粒径の 2 乗のみに依存する。古典電磁気学から球形磁性体の場合には、

$$P_{e(cl)} = \eta (\pi B_m D f)^2 / (20 \rho) \quad \text{.....(3)}$$

と表される<sup>7)</sup>。ここで本解析での数値

$B_m$  : 励磁磁束密度 0.1[T]  $f$  : 励磁周波数

$D$  : 粉末粒径

$\rho$  : 粉末粒子の電気抵抗率  $45 \times 10^{-8} [\Omega m]$

(Fe-3 mass%Si の場合)

$\eta$  : 圧粉磁心の磁性粉の充填密度 0.92

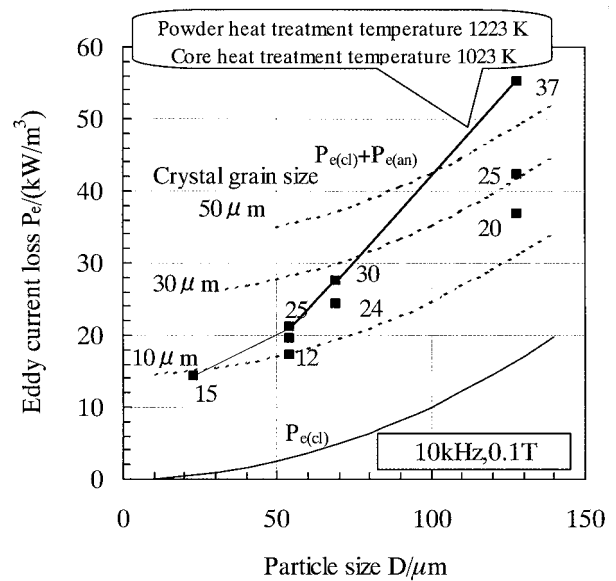


Fig.7. Relationship between eddy current loss at 10 kHz, 0.1 T and particle size. The solid line and broken lines show calculated results with equation (8). The numbers inside the figures are measured crystal grain size.

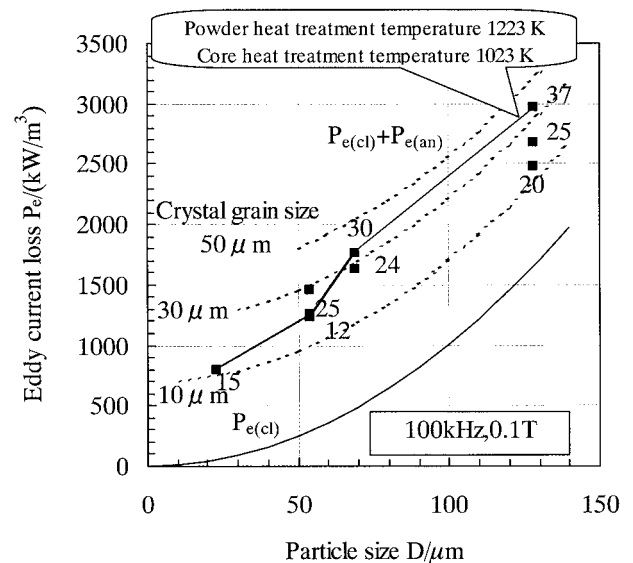


Fig.8. Relationship between eddy current loss at 100 kHz, 0.1 T and particle size. The solid line and broken lines show calculated results with equation (9). The numbers inside the figures are measured crystal grain size.

を代入すると、

$$P_{e(cl)} = 1.01 \times 10^{-5} \cdot (Df)^2 \quad \text{.....(4)}$$

ただし、 $f$  : [kHz]  $D$  : [ $\mu m$ ]  $P_{e(cl)}$  : [ $kW/m^3$ ] を得る。

一方、局所的な渦電流損  $P_{e(an)}$  はミクロ的な磁区構造などを通じて結晶粒径と関係があるものと考えられる。磁壁

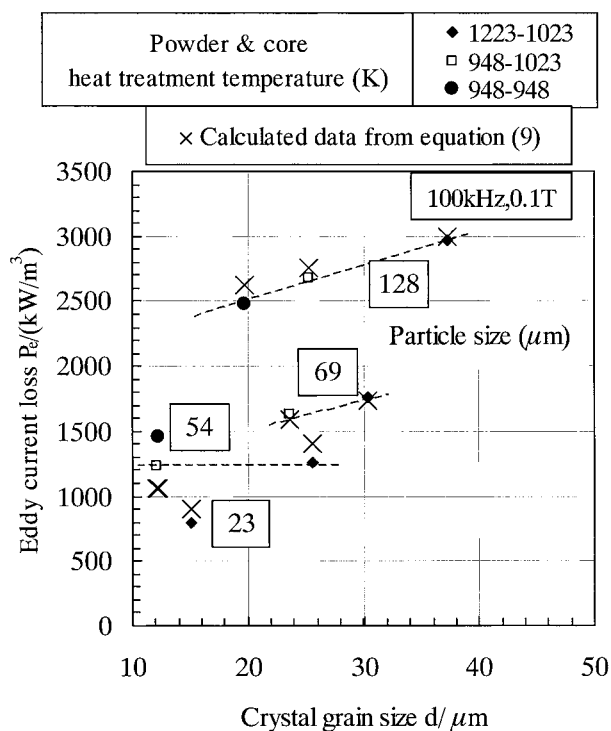


Fig.9. Relationship between eddy current loss at 100 kHz, 0.1 T and crystal grain size. X marks indicate the estimated values with equation (9).

の運動による局所的な渦電流損は、定性的には磁壁の枚数が多いほど小さく、いい換えれば磁区幅が小さく、数多くの磁壁が小さな振幅で運動した方が損失は小さい。結晶粒と磁区との関係を見ると、個々の結晶粒の大きさに応じて磁区が分割されるとすると、磁区幅  $w$  は

$$w = a \cdot d^{1/2} \dots\dots\dots(5)$$

ただし  $a$ : 材料によって決まる定数  $d$ : 結晶粒径で表され、結晶粒径の  $1/2$  乗に比例する<sup>8)</sup>。 $a$  は方向性磁歪定数、磁気異方性定数、ヤング率などの因子で表されるが、 $180^\circ$  磁壁のみが生じる場合と  $90^\circ$  磁壁が生じる場合とでその扱いも変わるため、試験した圧粉磁心での実際の磁区幅  $w$  がどの程度になっているかは今後の直接の磁区観察を待たなければならない。

いずれにしても磁区幅は結晶粒径の平方根に比例することから、磁壁移動による渦電流損も

$$P_{e(an)} = \alpha d^{1/2} \dots\dots\dots(6)$$

となることが予測される。ここで  $\alpha$  の中には (5) 式中の  $a$  の他に、周波数  $f$ 、励磁磁束密度  $B_m$ 、粉末粒子の電気抵抗率  $\rho$  が因子として入るが、ここでは材質は Fe-3 mass%Si 一定とし、かつ励磁条件も  $B_m = 0.1$  T で  $f = 10$  kHz と 100 kHz 一定の場合のそれぞれの  $\alpha$  の値を考える。

従って渦電流損失は両者の和と考え、渦電流損  $P_e$  を

$$P_e = P_{e(cl)} + P_{e(an)} = 1.01 \times 10^{-5} \cdot (Df)^2 + \alpha d^{0.5} \dots\dots\dots(7)$$

とおき、残る定数  $\alpha$  を渦電流損の測定値を用いて、最小二乗法により推定した。その結果、

$$P_e = P_{e(cl)} + P_{e(an)} = 1.01 \times 10^{-3} \cdot D^2 + 4.59d^{0.5} \dots\dots\dots(8)$$

(10 kHz, 0.1 T)

$$P_e = P_{e(cl)} + P_{e(an)} = 0.101D^2 + 220d^{0.5} \dots\dots\dots(9)$$

(100 kHz, 0.1 T)

$P_e$ : 渦電流損 [kW/m<sup>3</sup>]  $D$ : 粉末粒径 [ $\mu$ m]

$d$ : 結晶粒径 [ $\mu$ m]

を得た。

Fig.9 には実測値と式 (9) で計算した計算値も同時にプロットしてある。実測値と計算値は良い一致を示していることが分かる。また、Fig.7 と Fig.8 には式 (8) および式 (9) を用い、古典的渦電流損のみとそれに異常渦電流損を加えた全体の渦電流損の計算値を実線および点線で示している。粉末粒径が小さくなるに従い古典渦電流損が低下するので、相対的に異常渦電流損が支配的になることが分かる。熱処理条件を一定とした場合の例として、粉末熱処理 1223 K-磁心熱処理 1023 K の場合の実測値の変化を破線で示してある。粉末粒径が増大するに従い結晶粒も粗大化するので、粉末粒径に対し渦電流損は放物線の変化を示さずに、見掛け上直線に近い変化を示すことになる。

Fig.10 には Fig.7 と Fig.8 で示した計算結果を用いて、異常渦電流損と古典的渦電流損の比  $P_{e(an)}/P_{e(cl)}$  を示してある。粉末粒径が小さくなるに従い異常渦電流損の割合が増していくことが明確である。周波数が高いほど異常渦電流損の寄与は小さく、また結晶粒径が小さいほど小さいことが分かる。

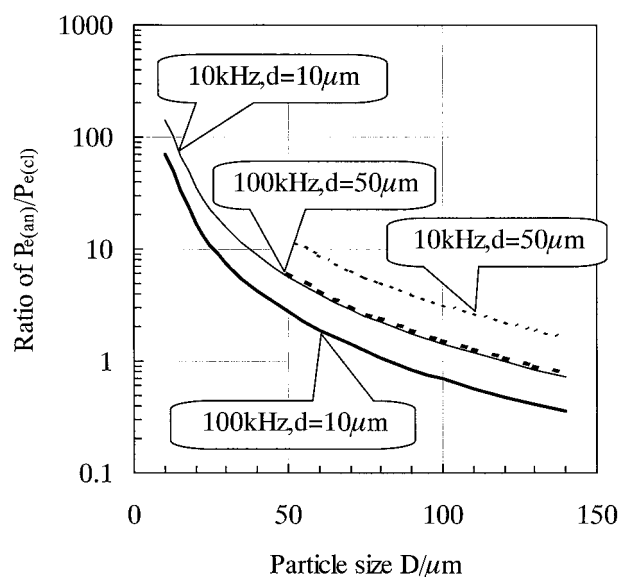


Fig.10. Changes of the ratio of anomalous eddy current loss to classical eddy current loss with particle size.

## 4. 結 論

Fe-3 mass%Si のアトマイズ粉末を用いて、粉末粒径および熱処理によって結晶粒径を変化させて圧粉磁心を作製し、ヒステリシス損および渦電流損と粉末粒径、結晶粒径との関係を調査して以下の結論を得た。

(1) ヒステリシス損は結晶粒径と強い相関をもち、結晶粒径が大きくなるほどヒステリシス損は低下する。

(2) 渦電流損は粉末粒内から均一に発生する古典的渦電流損のみならず、磁壁運動に伴うと考えられる異常渦電流損も認められる。磁区幅は結晶粒径の 1/2 乗に比例すると考えられることから、異常渦電流損を回帰計算したところ、10 kHz, 0.1 T および 100 kHz, 0.1 T の励磁においてそれぞれ式 (8), 式 (9) のように計算され、実測値と良い一致を示した。また、粉末粒径が小さくなるに従い、相対的に異常渦電流損の寄与が大きくなることが示された。

### 謝辞

本研究を遂行するに当たり、一連の実験の実施に協力していただいた大同特殊鋼株式会社技術開発研究所企画管理部試作室の中尾好孝氏に感謝します。

### (文 献)

- 1) T.Saito, S.Takemoto and T.Iriyama: IEEE on Trans. on Magn., MAG-41 (2005), 3301.
- 2) 武本聡, 藪見崇生, 齊藤貴伸: 電気製鋼, 76 (2005), 165.
- 3) S.Takemoto and T.Saito, Proceedings of the 2004 WORLD CONGRESS OF POWDER METALLURGY & PARTICULATE MATERIALS, 2004.
- 4) M.F.de Campos, J.C.Teixeira, and F.J.G.Landgraf: J.Magn.Magn.Mat., 301 (2006), 94.
- 5) 齊藤貴伸, 武本聡: 電気製鋼, 71 (2000), 287.
- 6) 武本聡, 齊藤貴伸: 電気製鋼, 74 (2003), 241.
- 7) 太田恵造: 磁気工学の基礎 II, 共立全書, 1973, 311.
- 8) 太田恵造: 磁気工学の基礎 II, 共立全書, 1973, 277.