

論説



Paper

Fe-3 mass%Si アトマイズ粉末を用いた圧粉磁心の磁気特性

藤田雄一郎*, 齊藤貴伸*

Magnetic Properties of Atomized Fe-3 mass%Si Powder Core

Yuichiro Fujita and Takanobu Saito

Synopsis

Magnetic cores made by compaction with soft magnetic powder have been used for conventional chock coils of switched mode power supplies. A new application of these powder cores to motor cores is recently focused. In this paper the authors have studied the magnetic properties, especially magnetic flux density and core loss at 400 Hz of Fe-3 mass%Si powder cores made with changing atomizing process, gas atomization, modified water atomization, and conventional water atomization. And we concluded as follows.

- 1) Gas atomized powder has the best magnetic properties, high magnetic flux density and low core loss compared with the others.
- 2) At 400 Hz excitation hysteresis loss is dominant, and eddy current loss is very small.
- 3) Water atomized powder has small grain size, because it is suggested that Si oxide inclusions suppress the grain growth.
- 4) Eddy current loss decreases with increasing core resistivity, and over about $10^{-4}\Omega\text{m}$ the loss is approximately constant. It is considered that over the critical resistivity eddy current generates only in the particle, but under the resistivity eddy current flows particle to particle.

1. 緒 言

圧粉磁心は表面に電気的絶縁処理を施した軟磁性金属粉末をプレス成形した磁心である。軟磁性材料が Fe-Si-Al 系や Fe-Si 系などの金属材料であることにより、フェライトコアよりも磁気飽和しにくい磁心の小型化が可能で、その高い電気抵抗率により高周波動作での損失が低いことから、従来よりスイッチング電源や DC-DC コンバータのチョークコイル用の磁心として用いられてきた。

新たな圧粉磁心の用途として、主に鉄粉を用いた圧粉磁心のモータ用磁心への適用が検討されている。モータ用磁心は従来より積層電磁鋼板が広く用いられてきたが、モータの小型化のための高速回転化すなわち動作の高周波化への対応のためには、渦電流損失の小さい圧粉磁心

が有利であるということ、圧粉磁心の磁気特性が等方性であることからモータの磁気回路の 3 次元化が可能であり、3 次元磁気回路を活かしたモータ構造による小型化も可能なことの利点がある。一方、圧粉磁心をモータ用磁心に適用するにあたっての課題としては、積層電磁鋼板とくらべて比較的低周波側で損失が大きいこと、機械的な強度が弱いことなどがある。

Fe-Si アトマイズ粉末を用いた圧粉磁心は、鉄粉を用いた圧粉磁心と比べて磁束密度はいくらか低下するものの、低損失化が可能であると考えられる。アトマイズ粉末を用いた圧粉磁心の磁気特性は、アトマイズ法の種類によって磁気特性が大きく変化することが、Fe-Si-Al 圧粉磁心において報告されているが¹⁾、Fe-Si 圧粉磁心に関しては十分に調べられてはいない。

そこで本研究では、モータ用磁心への適用を念頭にお

いて、特に低周波領域での磁気特性向上のための指針を得ることを目的として、種々のアトマイズ法による Fe-Si 粉末を用いた圧粉磁心の磁気特性を調査した。

2. 実験方法

2. 1 試験材

調査粉末の成分組成は低い損失を期待できる Fe-3 mass%Si とした。アトマイズ法としては、低不純物の粉末が得られるガスアトマイズ、生産性に優れ、圧粉体の強度が期待できる一般的な水アトマイズ、および、この標準の水アトマイズをベースにアトマイズ条件を調整した、改良型水アトマイズを用いた。各種アトマイズ粉は、500 μm 以上の粉末を除去した後、結晶粒粗大化による軟磁気特性の向上を狙い、水素雰囲気中で 10.8 ks の熱処理を施した。熱処理温度は改良型水アトマイズ粉および水アトマイズ粉については 1223 K としたが、ガスアトマイズ粉はこの温度の熱処理により粉末の凝集が起きてし

まったため、低めの温度設定の 1023 K での熱処理とした。

熱処理後の各アトマイズ粉の成分分析結果を Table 1 に示す。水アトマイズ粉の酸素濃度は高く、ガスアトマイズ粉の酸素濃度は極めて低い。改良型水アトマイズ粉の酸素濃度は両者の中間である。

粉末特性を Table 2 に示す。ガスアトマイズ粉と改良型水アトマイズ粉とは比較的似た粒度分布であるが、今回調査した水アトマイズ粉は他のアトマイズ粉と比べて微粉が多いものであった。

粉末の外観の SEM 観察結果を Fig.1 に示す。比較のため、粉末粒径が 63 ~ 75 μm のものに統一してある。ガスアトマイズ粉はおおむね球形であり、冷却中に粉末同士が結合した様子がところどころに見られる。一方、水アトマイズ粉は不規則な形状をしている。改良型水アトマイズ粉は角のない球形に近い形をしているが、ガスアトマイズ粉と比較すると、やや長細く引き伸ばされたような形をしている。

Table 1. Chemical compositions of Fe-Si alloy powders.

Atomizing method	Chemical composition (mass%)										
	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	O	N
Gas atomization	0.004	2.90	<0.01	<0.003	0.001	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0.007	0.002
Modified atomization	0.003	2.95	0.02	0.004	0.003	0.01	0.01	0.02	0.01	0.10	0.004
Water atomization	0.005	2.91	0.04	0.004	0.005	0.01	0.02	0.03	0.01	0.33	0.004

Table 2. Powder characteristics of Fe-Si alloy powders.

Atomizing method	Apparent density AD (Mg/m^3)	Particle size distribution [mass%]					Mean diameter D_{50} (μm)
		250 ~ 500 μm	150 ~ 250 μm	75 ~ 150 μm	45 ~ 75 μm	~ 45 μm	
Gas atomization	4.05	14.5	22.7	36.9	15.4	10.5	122
Modified atomization	4.35	10.3	26.4	36.6	17.3	9.3	117
Water atomization	2.86	2.2	5.4	23.2	31.0	38.1	55

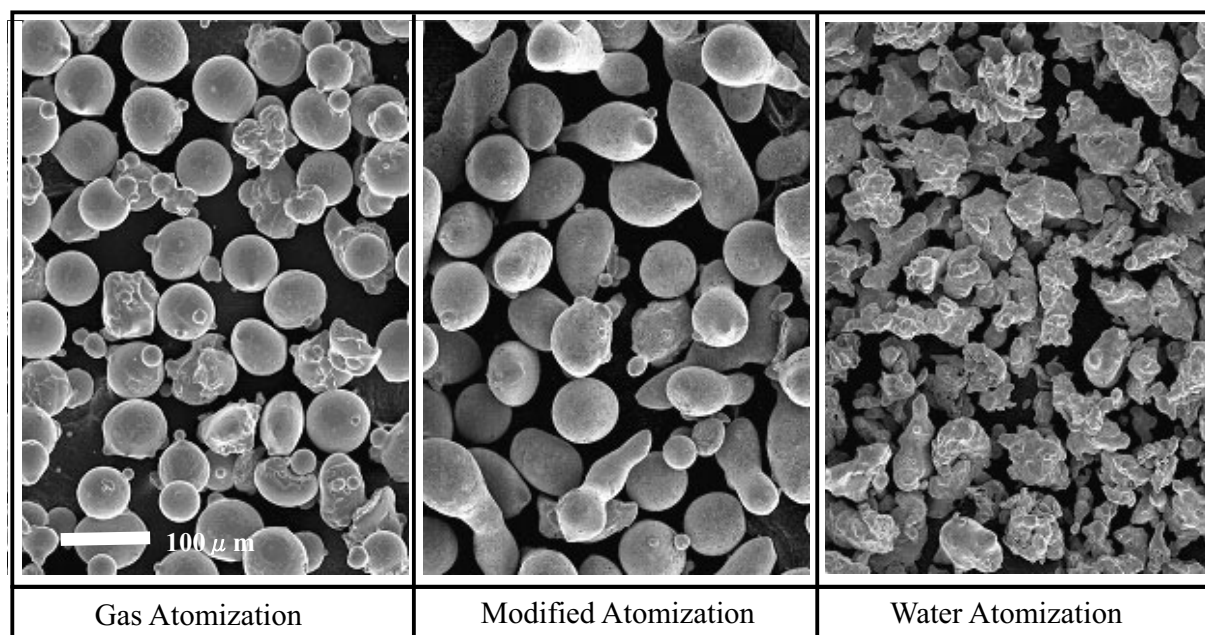


Fig.1. SEM photographs of Fe-Si alloy powders.

2. 2 圧粉磁心の作製

試験粉末にバインダーおよび粉末間の電氣的絶縁のために、溶媒に溶かしたシリコン樹脂を粉末に対して 0.5 mass% の割合で添加、混合し、溶媒を揮発させた後、1000 μm 以下に分級した。シリコン樹脂の添加量は 0.5 mass% を基本とし、一部の試験では添加なしおよび 0.25 mass% も追加したが、以下の議論では特記のない限り添加量 0.5 mass% の結果を示す。その粉末を用いて、油圧プレス機にて金型潤滑法により常温、成形圧 1274 MPa で外径 28 mm \times 内径 20 mm \times 高さ 4 mm のトロイダル形状の圧粉体を成形した。潤滑剤としては、ステアリン酸亜鉛を用いた。磁心の歪み除去のため、Ar 雰囲気中で 523 \sim 1223 K で 3.6 ks の熱処理を実施し、評価用の圧粉磁心とした。

1023 K で熱処理を施した磁心の密度はガスアトマイズ粉で 7.12 Mg/m³、改良型水アトマイズ粉で 7.13 Mg/m³、水アトマイズ粉で 6.98 Mg/m³ であった。水アトマイズ粉では成形密度が低いのは粉末形状が異形状であるため、密度が上昇しにくいことが原因と考えられる。

2. 3 特性評価

直流磁気特性の測定は、BH トレーサー (電子磁気工業製: BH-5501) を用いて、最大印加磁界 10 kA/m までの測定を行った。

コアロスの測定は、交流 BH アナライザー (岩通計測製: SY-8232) を用いて、最大励磁磁束密度を 1.0 T と一定にし、周波数を 50 Hz \sim 6 kHz まで変化させて測定した。また、コアロス P_c におけるヒステリシス損失 P_h と渦電流損失 P_e の分離を以下のように行った。式 (1)、式 (2) に示すように、コアロスを周波数で割った値 P_c/f の周波数依存性から、この P_c/f を 0 Hz に外挿した値を 1 周期あ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。渦電流損失 P_e は P_c から P_h を差し引いた残りと考えた。

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

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

電気抵抗率は、圧粉磁心を分割した弧形状サンプルを用い、直流 4 端子法で測定した。

2. 4 ミクロ組織観察

上記 2.2 で作製した圧粉磁心の外周面を下面にして樹脂埋め込みし、表面を約 2 mm 厚さ除去した面を研磨し、ナイトール液により腐食させ、光学顕微鏡で組織を観察した。また、線分法により平均結晶粒径を測定した。

3. 実験結果および考察

3. 1 直流磁気特性

Fig.2 に励磁磁界 10 kA/m 時の磁束密度 B_{100} の磁心熱処理温度依存性を示す。1123 K までは熱処理温度が高くなるほど磁束密度 B_{100} は高くなる傾向にある。これは、熱処理温度が高くなるほど成形時の歪みの除去や、結晶粒径の粗大化が進み軟磁気特性が向上することによって考えられる。しかし、水アトマイズ粉の場合その増加率は小さく、最も低い磁束密度の値を示す。一方、ガスアトマイズ粉の場合は増加率が大きく、最も高い磁束密度の値を示す。改良型水アトマイズ粉は両者の中間的な挙動を示す。また、1223 K の熱処理温度では、磁束密度 B_{100} はやや低下してしまう。これは、絶縁性バインダーとして用いたシリコン樹脂と Fe-Si 金属粉末の反応が顕著となり Fe-Si 金属粉末自体の不純物が増加することにより軟磁気特性が劣化したためと考えられる。

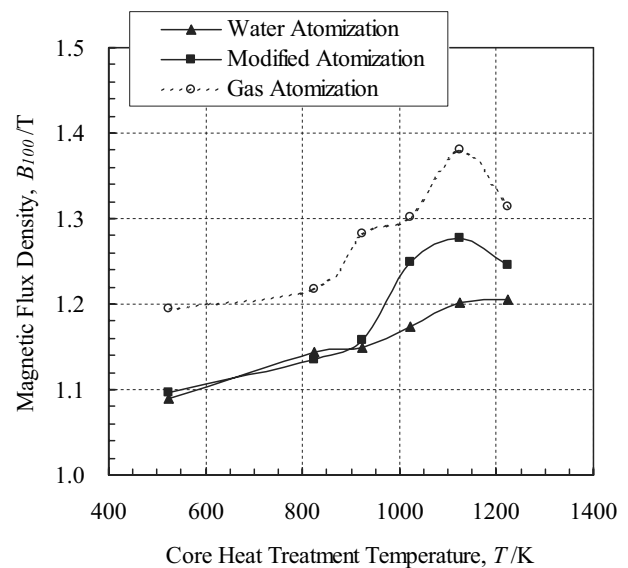


Fig.2. Influence of core heat treatment temperature on magnetic flux density at 10000 A/m.

磁心熱処理温度 1023 K 時の BH ループ曲線を Fig.3 に、初磁化曲線を Fig.4 に示す。

Fig.3 から水アトマイズ粉の磁心は他と比べて保磁力が大きいことがわかる。

Fig.4 の初磁化曲線をみると、水アトマイズ粉は最大透磁率 μ_m が高いため印加磁界が約 1500 A/m 以下では磁束密度が高いが、それ以上の印加磁界では磁束密度は上昇しにくく、結果的に B_{100} が最も低くなっている。ガスアトマイズ粉は水アトマイズ粉と同等の最大透磁率である上、磁束密度 B_{100} も最も高く、3 者の中では最も優れた軟磁気特性であるといえる。改良型水アトマイズ粉は μ_m

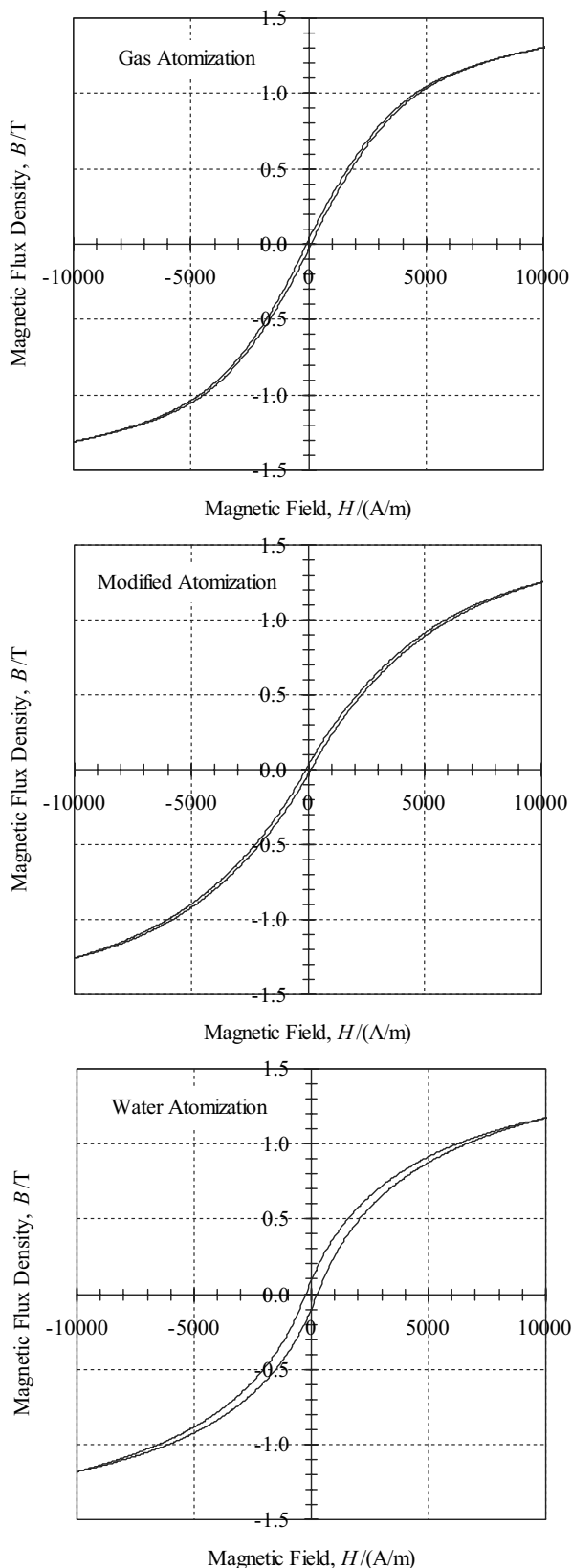


Fig.3. BH loop curves of powder cores. (heat treated at 1023 K)

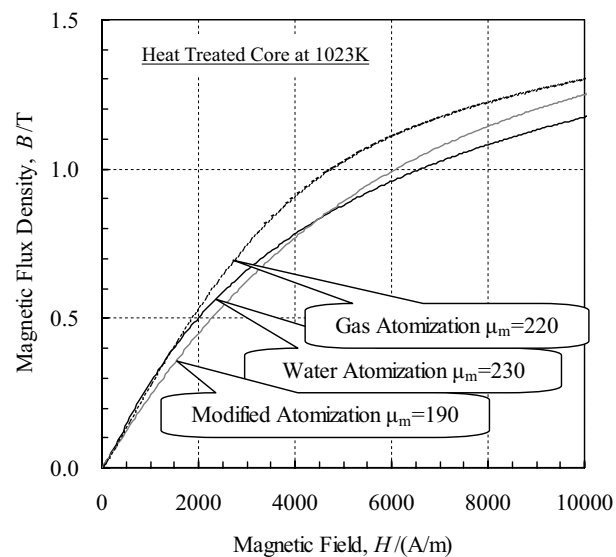


Fig.4. BH initial curves of powder cores.

が他より低い、磁束密度 B_{100} は水アトマイズ粉よりも高い。

磁心の密度と磁束密度 B_{100} との関係を Fig.5 に、最大透磁率 μ_m との関係を Fig.6 に示す。ここでは絶縁性バインダーであるシリコン樹脂の量を 0.25, 0 mass% と減少させ、磁心の密度を増加させた場合の結果を追加してある。まず、Fig.5 より粉末種類によらず、磁心の密度が高いほど磁束密度 B_{100} が高くなる傾向があり、水アトマイズ粉は他と比べて密度が低いので磁束密度が低いことがわかる。一方、Fig.6 からガスアトマイズ粉と改良型水アトマイズ粉においては磁心の密度が高いほど最大透磁率 μ_m も高くなる傾向が認められるが、水アトマイズ粉は密度が低いわりに最大透磁率 μ_m が高いことがわかる。

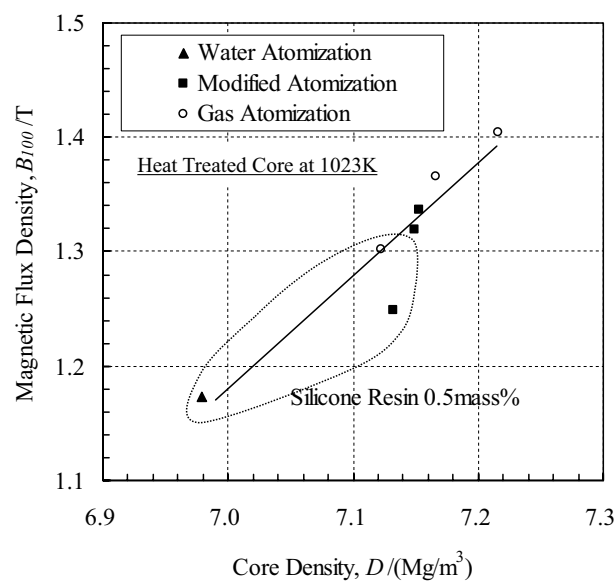


Fig.5. Relationship between core density and magnetic flux density at 10000 A/m.

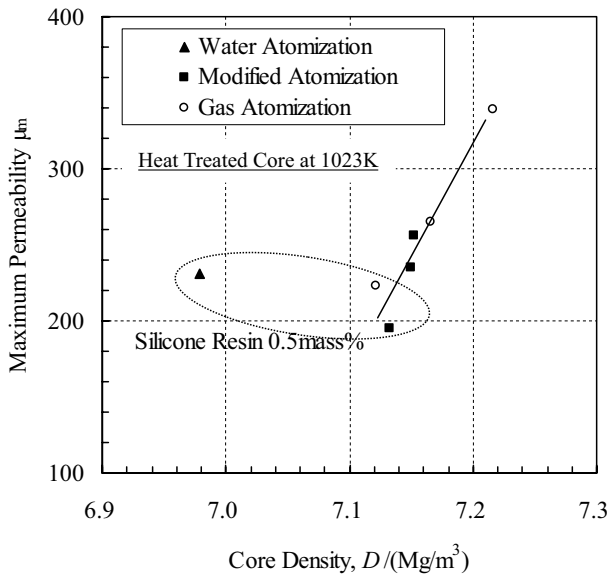


Fig.6. Relationship between core density and maximum permeability.

これは、著者らがFe-Si-Al系粉末の圧粉磁心で議論したように粉末粒子形状による磁心の有効反磁界係数による違いと考えられる^{2), 3)}。つまり、Fig.1のSEM写真で示したように、ガスアトマイズ粉と改良型水アトマイズ粉に比べて水アトマイズ粉の形状が凹凸の大きな不規則形状であるため、粉末自身の反磁界係数が小さく、粉末同士の接触が多いために有効反磁界係数が小さくなり、密度が低くても最大透磁率 μ_m が高くなっているものと考えられる。

3. 2 コアロス

Fig.7に周波数400 Hz、最大励磁磁束密度1.0 Tにおけるコアロスの磁心熱処理温度依存性を示す。熱処理温度の上昇につれコアロスは減少し、熱処理温度1023 Kの時に最小値を示す。1023 Kより高い温度の熱処理では逆にコアロスは増加するが、改良型水アトマイズ粉に関しては1123 Kの磁心熱処理でも1023 K熱処理と同等の低いコアロスである。

1023 Kの熱処理温度における水アトマイズ粉のコアロスは、ガスアトマイズ粉と比べて200 kW/m³程度高い値となっているが、改良型水アトマイズ粉の場合はガスアトマイズ粉と比べてわずかに高い程度のコアロスにとどまっている。

コアロスの熱処理温度依存性の粉末による違いを考察するため、コアロスをヒステリシス損失と渦電流損失に分離し、それぞれの磁心熱処理温度依存性をFig.8およびFig.9に示す。Fig.9より、磁心熱処理温度1023 K以下では粉末の種類によらず渦電流損失は30 kW/m³程度の低い値であることから、この熱処理温度領域での粉末の種

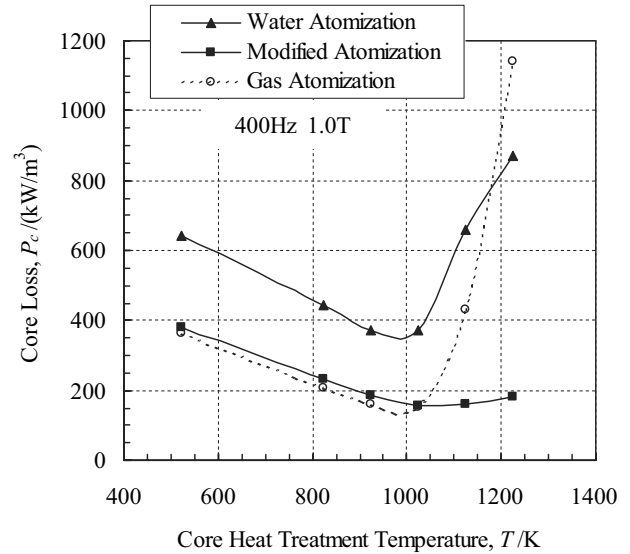


Fig.7. Influence of core heat treatment temperature on core loss at 400 Hz, 1.0 T.

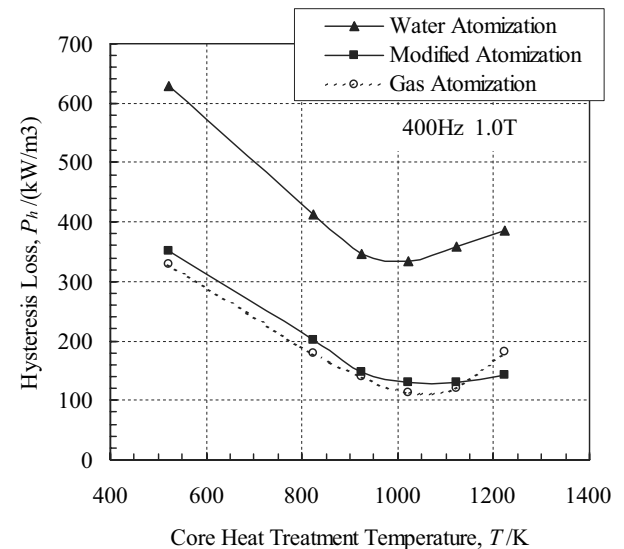


Fig.8. Influence of core heat treatment temperature on hysteresis loss at 400 Hz, 1.0 T.

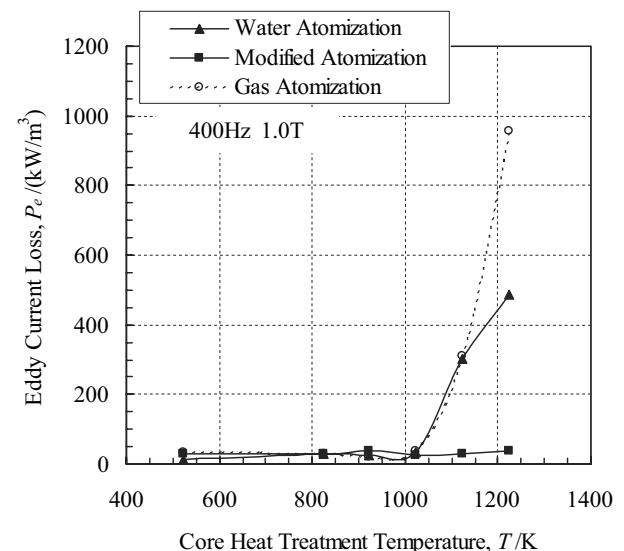


Fig.9. Influence of core heat treatment temperature on eddy current loss at 400 Hz, 1.0 T.

類によるコアロスの差はヒステリシス損失の差であることがわかる。

3. 2. 1 ヒステリシス損失

Fig.8 よりヒステリシス損失は 1023 K 以下の磁心熱処理では熱処理温度が高くなるほど減少している。これは、熱処理温度が高くなるほど成形時の歪みの除去や、結晶粒径の粗大化が進むことによると考えられる。しかし、1123 K 以上の温度の磁心熱処理ではむしろヒステリシス損失は増加傾向に転じている。これは、先の直流磁気特性の項でも述べたように絶縁性バインダーとして用いたシリコン樹脂と Fe-Si 金属粉末の反応が起きており、Fe-Si 金属粉末自体の不純物が増加することによる軟磁気特性の劣化のためと考えられる。

粉末の種類による違いをみると、改良型水アトマイズ粉の損失がガスアトマイズ粉のそれよりもわずかに高い程度であるのに対して、水アトマイズ粉の損失はこれらと比べて 200 kW/m³ ほど高い。粉末の種類によるヒステリシス損失の違いは Fig.3 で示した直流 BH ループの保磁力の違いを反映している。

今回の評価粉のなかで水アトマイズ粉のみが細かめの粉が多い粒度分布となっているため、粒度分布の違いがヒステリシス損失に及ぼす影響を除去するために原料粉末を分級し、同じ粒径(63-75 μm)の粉で試作した圧粉磁心の磁気特性を比較した。この際の磁心熱処理温度は低

コアロスが得られる 1023 K とした。

その結果を Table 3 に示すが、粉末粒径を揃えても、水アトマイズ粉のヒステリシス損失はガスアトマイズ粉のそれよりも 200 kW/m³ 大きく、この値は、先の粉末全体を用いた場合の差と同等であった。

粉末の種類によるヒステリシス損失の違いの原因を議論するために各圧粉磁心のミクロ観察結果を Fig.10 に示す。改良型水アトマイズ粉の結晶粒径が最も大きく、ガスアトマイズ粉の結晶粒径は改良型水アトマイズ粉と比べて小さい。これはガスアトマイズ粉の粉末熱処理温度が 1023 K と他に比べて低かったためと考えられる。水アトマイズ粉の結晶粒径はさらに小さいが、これは次のように考えられる。

水アトマイズ粉や改良型水アトマイズ粉では、噴霧媒体である水により酸化した粉末表面であるため、Table 3 に示すように比較的低酸素の改良型水アトマイズ粉でもガスアトマイズ粉よりも酸素濃度が高い。そこで水アトマイズ粉の断面をオージェ電子分光分析法により調査した Si および O の元素分布の状況を Fig.11 に示す。不規則形状である水アトマイズ粉は粉末表面だけでなく、粉末の内部にも酸素濃度の高い部分が存在する。アトマイズのプロセスの過程で凝固液滴の表面に形成された酸化物層が噴霧媒体である水の圧力によって液滴の内部に取り込まれることにより、このような状態が得られると推

Table 3. Oxygen content and core loss of powder cores with particle size 63-75 μm.

Atomizing method	O content [mass%]	Loss at 400 Hz, 1.0 T (kW/m ³)		
		Core loss	Hysteresis loss	Eddy current loss
Gas atomization	0.016	155	144	11
Modified atomization	0.20	177	151	26
Water atomization	0.38	419	356	63

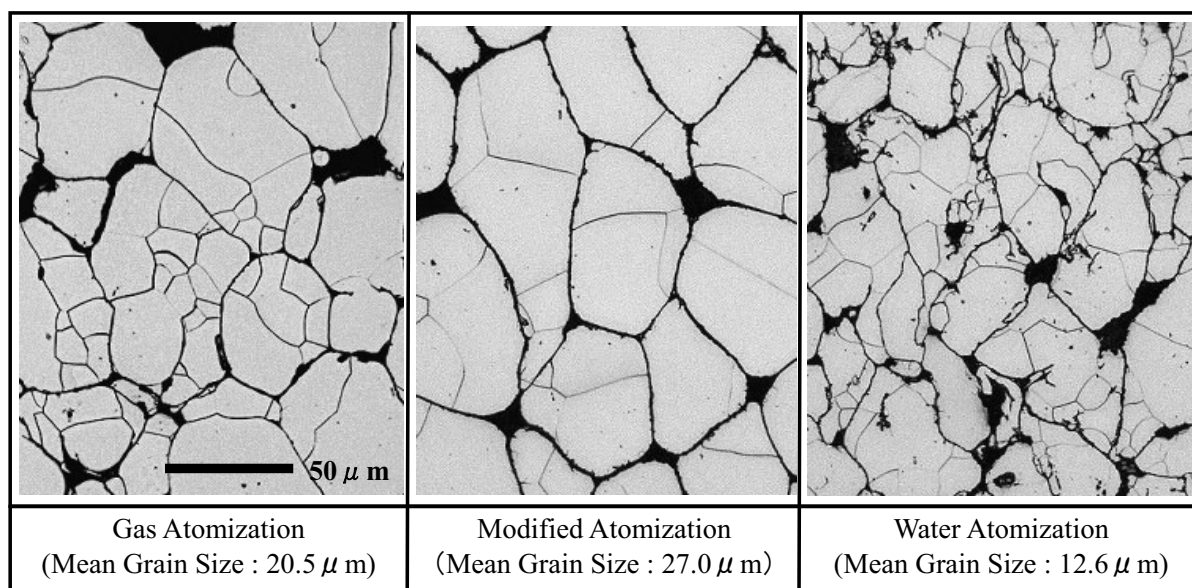


Fig.10. Microstructure of tested cores. (heat treated at 1023 K)

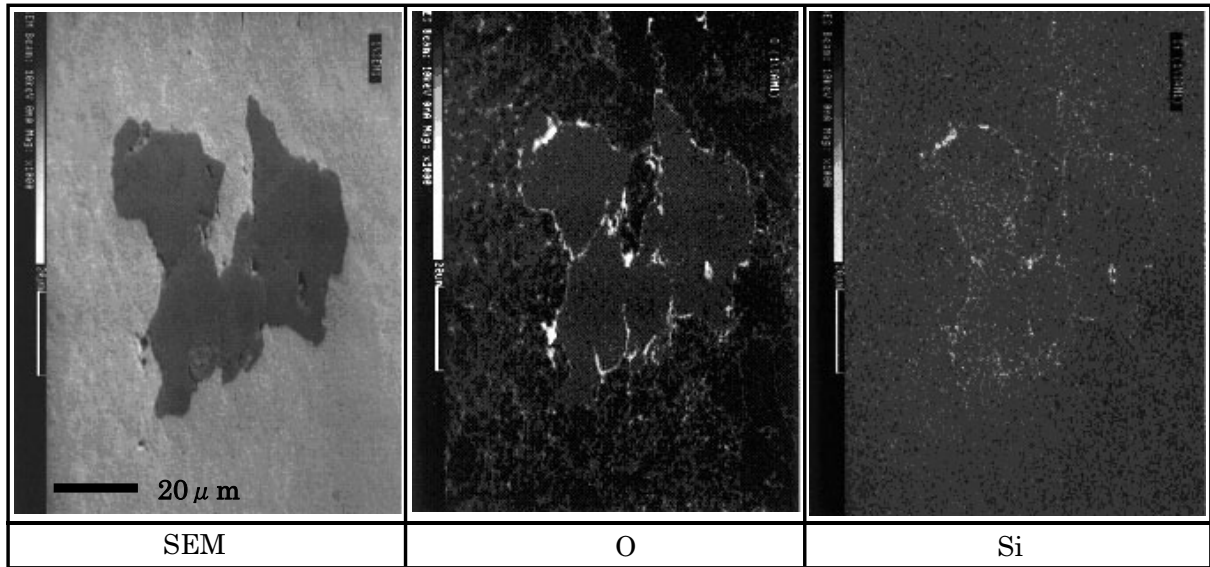


Fig.11. Si and O distributions by Auger Electron Spectrometer analysis.

測される。この粉末内部に存在する酸化物層が結晶粒径の粗大化を抑制し、水アトマイズ粉の結晶粒径を小さくしていると考えられる。

次に結晶粒径とヒステリシス損失の関係を Fig.12 に示す。一般にヒステリシス損失は結晶粒径が大きくなるほど小さくなることが知られており、以前の Fe-Si 系の圧粉磁心に関する調査でもヒステリシス損失は結晶粒径と相関があることが報告されている⁴⁾。今回の結果でも、結晶粒径の小さい水噴霧粉のヒステリシス損失が大きい。しかし、ガスアトマイズ粉よりも改良型水アトマイズ粉の方が結晶粒径が大きいにもかかわらず、ヒステリシス損失は小さくなってはいない。このことは、単に粉末粒径と結晶粒径の大きさのみでヒステリシス損失の大きさを推測できないことを示している。

改良型水アトマイズ粉はガスアトマイズ粉よりも酸素

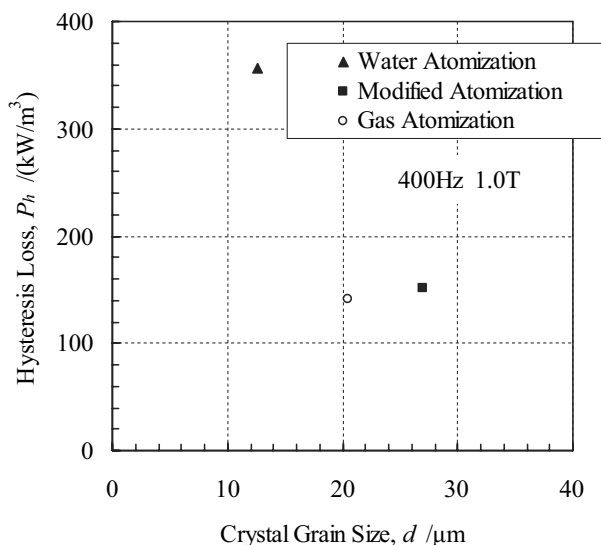


Fig.12. Relationship between grain size and hysteresis loss at 400 Hz, 1.0 T.

濃度が高く、その違いが磁気特性に影響を及ぼしている可能性があるが、現時点では明確にできておらず、今後の調査が必要である。

3. 2. 2 渦電流損失

渦電流損失に関しては、Fig.9 に示したように 1123 K 以上の温度での磁心熱処理では、改良型水アトマイズ粉を除いて渦電流損失が急増している。改良型水アトマイズ粉では、1123 K 以上の磁心熱処理でもあまり渦電流損失が増加していないのが特異的である。

渦電流損の発生は電気抵抗率の大きさに依存することから、電気抵抗率の磁心熱処理温度依存性を Fig.13 に示す。

電気抵抗率はいずれの粉においても磁心熱処理温度の上昇に伴い減少する傾向が見られるが、水アトマイズ粉に比べて改良型水アトマイズ粉の方がおよそ一桁高い電

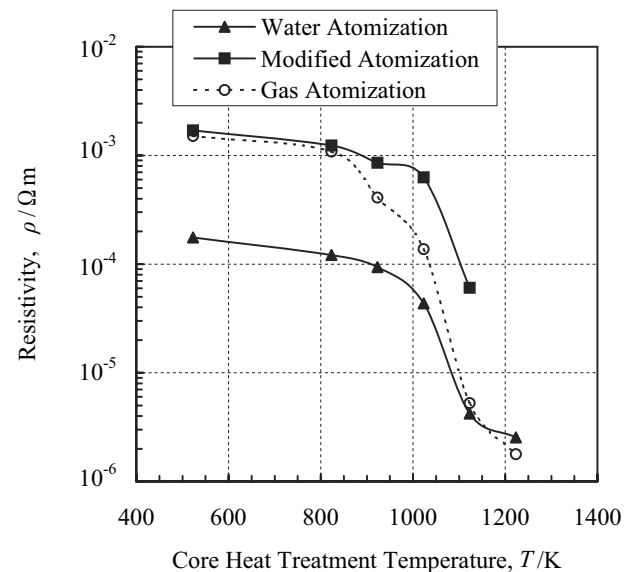


Fig.13. Influence of core heat treatment temperature on resistivity.

気抵抗率となっており、ガスアトマイズ粉は熱処理温度が低い場合は高い電気抵抗率を示すが熱処理温度上昇に伴う電気抵抗率の低下が大きい。

1123 K 以上の温度での磁心熱処理で電気抵抗率は大きく低下している。この温度はヒステリシス損失が増加傾向に転じる温度でもあり、これらはともに、絶縁性バインダーとして用いたシリコン樹脂と Fe-Si 金属粉末の反応が起きているためと考えられる。

水アトマイズ粉の電気抵抗率が低い理由は、その凹凸の多い不規則な粉末形状により絶縁性バインダーの存在にもかかわらず、粉末同士の接触の機会が多いためと考えられ、逆にガスアトマイズ粉や改良型水アトマイズ粉では、凹凸の少ない粉末形状により絶縁性バインダーによる絶縁性の向上が確保されるため電気抵抗率が高いと考えられる。

また、水アトマイズ粉や改良型水アトマイズ粉では、噴霧媒体である水により酸化した粉末表面が、高い磁心熱処理温度での絶縁性バインダーと Fe-Si 金属粉末の反応を抑制しており、ガスアトマイズ粉と比較して熱処理温度上昇に伴う電気抵抗率の低下が小さいものと考えられる。

次に Fig.14 に渦電流損失と電気抵抗率の関係を示す。この図より磁心の電気抵抗率が $10^{-4} \Omega\text{m}$ 程度を境としてそれより高い抵抗率であれば、渦電流損失は粉末の種類によらずほぼ一定であるが、それより低い抵抗率の場合渦電流損失が急激に増大していることがわかる。

この現象は過去にも Fe-Si 系や Fe-Si-Al 系圧粉磁心で著者らが検討したように渦電流が発生するメカニズムの違いと考えられる^{1), 5), 6)}。圧粉磁心における渦電流損失

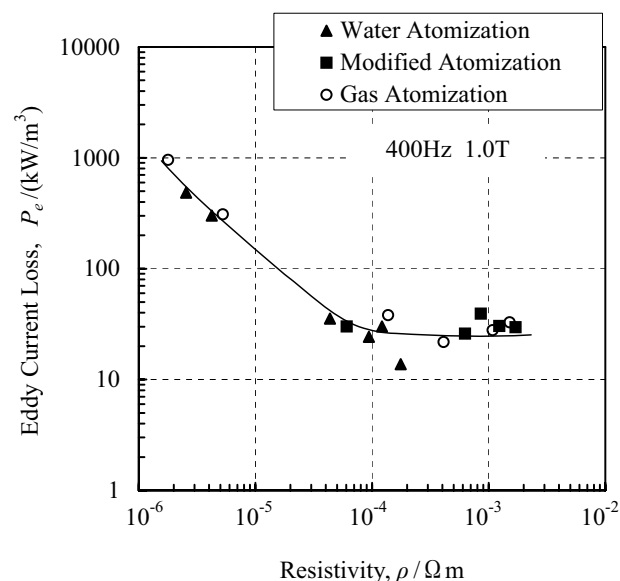


Fig.14. Relationship between resistivity and eddy current loss at 400 Hz, 1.0 T.

は個々の粉末粒内で発生する粒内渦電流損失と粉末粒間を流れる渦電流による粒間渦電流損失とに分けられるものと考えられる。約 $10^{-4} \Omega\text{m}$ 以上の抵抗率では粉末粒子間の電気的絶縁が十分保たれているため、渦電流損は粒内だけで発生する。このため磁心の抵抗率に依存せず一定の渦電流損を示す。抵抗率が約 $10^{-4} \Omega\text{m}$ 以下に小さくなると、渦電流が粒子間にわたって流れるため磁心の抵抗率が低くなるほど渦電流損が大きくなると説明できる。

なお、Fe-Si 圧粉磁心に関する過去の報告^{5), 6)}によると、磁心の電気抵抗率が約 $10^{-3} \Omega\text{m}$ 以下では粒間渦電流損失が支配的になり、渦電流損失が増大するとされている。この境界値は今回の約 $10^{-4} \Omega\text{m}$ とは異なっている。これは励磁周波数が本論文の 400 Hz に対し、文献 5), 6) では 10 kHz と大きく異なっていることが理由と考えられる。

4. 結 論

ガスアトマイズ法、改良型水アトマイズ、一般的な水アトマイズ法の 3 種類のアトマイズ条件により作製した Fe-3 mass%Si 合金粉末で圧粉磁心を試作し、直流から低周波領域を中心に磁気特性を評価し、以下の結論を得た。

- (1) ガスアトマイズ粉が高磁束密度かつ低コアロスの観点から最も軟磁気特性に優れている。
- (2) 1023K の適切な磁心熱処理を施した場合、周波数 400 Hz、最大励磁磁束密度 1.0 T の励磁下のコアロスはほとんどがヒステリシス損失であり、渦電流損失は非常に小さい。
- (3) 水アトマイズ粉は他の粉末に比べて結晶粒径が細かいため、ヒステリシス損失が大きい。水アトマイズ粉では粉末内部に酸化物層の存在が認められ、これが結晶粒径の粗大化を抑制している。
- (4) 磁心の抵抗率が高いほど渦電流損失は低下するが、約 $10^{-4} \Omega\text{m}$ 以上で一定となる。約 $10^{-4} \Omega\text{m}$ 以下の抵抗率では粒間にわたって渦電流が流れ、それ以上では粒内だけで渦電流が流れるものとする。従って、低コアロス化のためには約 $10^{-4} \Omega\text{m}$ 以上の電気抵抗率とする必要がある。

5. 謝 辞

本研究を遂行するにあたり、一連の評価測定、ガスアトマイズ粉の試作に協力いただいた大同特殊鋼株式会社研究開発本部企画管理部試作室の中尾好孝氏、小玉健二氏に感謝いたします。原料粉の各種アトマイズ粉の試作に協力いただいた大同特殊鋼株式会社高機能材料事業部粉末材料部粉末工場の方々にお礼申し上げます。

(文 献)

- 1) 齊藤貴伸, 矢萩慎一郎: 電気製鋼, **69** (1998), 181.
- 2) 武本聡, 齊藤貴伸: 電気製鋼, **73** (2002), 229.
- 3) 齊藤貴伸, 武本聡: 粉体および粉末冶金, **52** (2005), 571.
- 4) 齊藤貴伸, 武本聡: 電気製鋼, **77** (2006), 285.
- 5) T.Saito, S.Takemoto and T.Iriyama: IEEE on Trans. on Magn., **MAG-41** (2005), 3301.
- 6) 武本聡, 藪見崇生, 齊藤貴伸: 電気製鋼, **76** (2005), 165.