研 究

衝撃波圧搾法で成形した高特性 Fe-Si-Al 系圧粉磁心

斉藤 貴伸^{☆1}, 武本 聡^{☆1}, 柿本 悦二^{☆2}, 道家 清孝^{☆2}^{☆1}大同特殊鋼(株), 〒457-8545 名古屋市南区大同町 2-30.^{☆2}旭化成ケミカルズ(株), 〒818-0003 筑紫野市大字山家 5447.

High Performance Fe-Si-Al Magnetic Cores Made by Shock Wave Compaction

Takanobu Saito^{☆1}, Satoshi Takemoto^{☆1}, Etsuji Kakimoto^{☆2} and Kiyotaka Dohke^{☆2}^{☆1}Daido Steel Co., Ltd., 2-30 Daido-cho Minami-ku, Nagoya 457-8545, Japan.^{☆2}Asahi Kasei Chemicals Corporation, 5447 Yamae, Chikushino 818-0003, Japan.

Received September 13, 2005

SYNOPSIS

Fe-Si-Al powder cores were made by shock wave compaction in order to obtain high compacted density, and their electromagnetic properties were investigated. The compacted density with shock wave was higher than that compacted conventionally. The initial permeability and also the permeability under DC bias increased with increase of the green density. Demagnetizing factor of the core was estimated large compared to that of conventionally pressed core, and the reason is supposed that the longitudinal direction of the particle is orientated to the shock wave direction. On the other hand, the resistivity of compaction by shock wave was lower than that of conventional pressing. It is guessed that the surface insulator was broken by the shock wave. The eddy current loss decreased with increase of the resistivity, and over about 0.01 Ωm it showed approximately constant. It is suggested that eddy current generates only inside the particle over about 0.01 Ωm , however below the critical resistivity it runs inter-particle due to the contact between particles.

KEY WORDS

Fe-Si-Al, powder core, shock wave compaction, permeability, core loss

1 緒 言

軟磁性粉末の表面を絶縁皮膜処理し、固化成形した磁心は圧粉磁心と呼ばれ、スイッチング電源や DC-DC コンバータのチョークコイルに多く用いられている。近年 IT 機器の普及に伴って、これらの電源の用途が拡大している。これらの機器では高性能化、小型化のニーズが強く、その電源部に用いられる磁心に対しても同様なニーズが強い。

Fe-Si-Al 合金は一般にセンダストと呼ばれ、その圧粉磁心も広く実用化されている。著者らはこれまでアトマイズ粉を用いた圧粉磁心の電磁気特性を報告してきた¹⁻⁵⁾。しかしながらこの合金は非常に硬いため、通常のプレス成形では密度が上昇しにくいという欠点がある。高密度化が可能になれば透磁率や磁束密度が増大し、結果的に磁心の小型化や損失の低減が期待できる。

高密度化の手段として、温間や熱間成形などの高温下で成形を行う方法もあるが、このような高温では絶縁皮膜が破壊され、粒子間の電氣的絶縁が図られないという問題点がある。

一方、最近爆薬を用いて難加工性材料を固化成形する技術が検討されている⁶⁾。この手法では室温での成形が可能であるため、絶縁皮膜処理が施された Fe-Si-Al 系のような高硬度の粉末の成形には好都合である。

本研究では、Fe-Si-Al 系圧粉磁心の高性能化を目的として、爆薬を用いた衝撃波圧搾法により固化成形を検討したので結果を報告する。

2 実験方法

2.1 原料粉末の準備

実験に用いた粉末はアトマイズ法で作製した。まず粒径の大きな粗粉として、100 メッシュ以下の粉末を準備した。重量で積算した平均粒径は約 60 μm であった。さらにこれとは別に、高圧の水を冷却媒体としてアトマイズした 350 メッシュ以下の微粉を準備した。この粉末の平均粒径は約 15 μm であった。実験では粗粉だけのもの（以下これを粗粉と呼ぶ）と粗粉 70 mass%、微粉 30 mass% の割合でブレンドしたもの

(以下これを粗粉-微粉ブレンド粉と呼ぶ)の2種類を使用した。粗粉に微粉を適量ブレンドすると圧粉成形体の密度の増大が期待できる⁷⁾。また、粉末の成分はセンダストとして最も軟磁気特性が良好であるFe-9.5mass%Si-5.5mass%Alとした。

上述した2種類の粉末を結晶粒を粗大化させ軟磁気特性を良好にするためにH₂雰囲気中で1223 Kで10.8 ks熱処理した。その後絶縁皮膜を形成させるためシリコーン樹脂を1 mass%添加して圧粉磁心成形用の原料粉末とした。

2.2 圧粉磁心の作製

爆薬を用いた衝撃波圧搾成形の概略図をFig.1に示す。この試験では円筒収束法を用いてリング状の試験片を作製した。中心には鉄鋼で作製した芯材を、その外側に原料粉末充填用のパイプ (Inner Cylinder) をセットし、その中に供試粉末を自然充填させた。さらにその外側には水を入れたパイプ (Medium Holder) をセットした。水を媒体とする衝撃波を用いた場合、空気を媒体とする従来の衝撃波に比べ、次のような利点がある⁸⁾。(1)爆薬量の調整で超高圧が得られやすい。(2)衝撃波が持続する時間が長い。(3)衝撃波による粉末材料の温度上昇が低く抑えられる。このことは特に本実験で使ったような表面が絶縁皮膜処理された粉末の場合、熱による絶縁皮膜物質の破壊の懸念が少ない。衝撃波の発生源としては硝酸アンモニウム系の爆薬を用いた。このような円筒収束法を用いた圧搾法では、衝撃波は斜め上方からもたらされと考えられている。実験では治具類および磁性粉末の質量は一定とし、爆薬の質量 e を何条件かで変化させた。データを解析する際にはこの爆薬の質量 e と駆動体の質量 (水と内側および外側のパイプ (Inner Cylinder および Medium Holder) の質量の合計) d との比である e/d で整理した。成形後、芯材および外殻材は切削によって除去し、パイプ状の試料を得た。さら

に長さ方向にスライスし、リング状の磁気特性評価用供試材とした。サイズは外径23.5 mm, 内径16 mm, 厚み5 mmであった。成形体および供試磁気試験片の外観をFig.2に示す。

さらに比較用として、通常の一軸プレス機を用いて成形した。原料粉には潤滑剤としてヘガネス社製のケノループを0.5 mass%添加した。油圧プレス機を用いて、室温で成形圧力880 MPa~1470 MPaの間で成形した。成形サイズは衝撃波圧搾成形の場合とほぼ同等のサイズで外径28 mm, 内径20 mm, 厚み5 mmとした。

いずれの試験片も磁心作製後、成形の歪を除去する目的で973 Kで保持時間3.6 ks, Ar雰囲気中で熱処理を行った。

2.3 電磁気特性の評価

電磁気特性は、コアロス、透磁率の直流重畳特性、電気抵抗率を評価した。

コアロスは岩通製BHアナライザーSY8232を用いて、励磁磁束密度 $B_m=0.1$ Tで一定とし周波数を10~200 kHzまで変化させて測定した。透磁率の直流重畳特性はアジレント・テクノロジー製LCRメータを用い、直流バイアスを印加した状態で20 kHzで0.4 A/mの交流磁界を印加して透磁率を測定した。このとき、直流バイアス磁界の大きさを0~8000 A/mまで変化させた。直流重畳特性はその測定原理から考えて、初磁化曲線の磁界 H に関する一次微分と同値である。また、この特性は圧粉磁心を電源へ適用する際の、重要な実用特性でもある。電気抵抗率はその値が0.1 Ω m以上の場合には直流2端子法で、それ以下の場合には直流4端子法で測定した。

3 実験結果と考察

3.1 成形密度の変化

Fig.3に通常のプレス成形と圧搾成形の場合について粉末の

Fig.1 Outline of shock wave compaction apparatus used in this study.

Fig.2 View of compact made by shock wave compaction. Top picture is a compact and bottom shows a specimen used in magnetic measurements.

種類による成形体密度の違いを示す。プレス成形では成形圧力による変化を、圧搾成形では e/d による変化を示す。密度は成形—熱処理後の測定値である。まず、プレス成形では、成形圧力とともに密度は増大する。粉末の種類による違いをみると、粗粉—微粉ブレンド粉の方が全体的に高密度になっており、微粉添加の効果が現われている。一方、圧搾成形法による成形体密度はプレス成形品よりも高い値を示し、 e/d に依存せずほぼ一定である。このような衝撃的な圧力ではすでに密度は上限に達しているものと考えられる。また、プレス成形の結果とは逆に粗粉の方がやや高密度になっている。その理由については明言できないが、このような高密度になると、最密充填の理想的な粒度分布に近い方がより高密度化できるものと推定される。

3.2 初透磁率の変化

磁性粉の相対密度 η による初透磁率 μ_i の変化を Fig.4 に示す。相対密度は成形体密度の絶対値を磁性粉の真密度で除して求めた。初透磁率は直流バイアスゼロにおける透磁率を指す。初透磁率は相対密度が高くなるに従い高くなる傾向がある。しかしながらその変化の様子は粉末の粒度分布および成

Fig.3 (a) Changes of compacted density with changing of compaction pressure for conventional compaction using coarse powder and blended powder. (b) Changes of compacted density with changing of e/d for shock wave compaction using coarse powder and blended powder.

形方法によって異なっている。

Fig.4 における 2 本の曲線は Ollendorf によって提案されている式 (1) を用い初透磁率 μ_i を推定したものである^{1,3,5)}。

$$\mu_i = \frac{\eta(\mu_t - 1)}{N(1 - \eta)(\mu_t - 1) + 1} + 1 \quad (1)$$

ここで、 N : 磁心中の有効反磁界係数 η : 磁性粉の相対密度
 μ_t : 粉末の真の透磁率 μ_i : 磁心の初透磁率

また、 μ_t の値は必ずしも真値が明確ではないが、実験値の変化によくフィットする値として $\mu_t = 1000$ を採用した。

プレス成形では、粉末粒径によって有効反磁界係数 N が異なっており、粗粉—微粉ブレンド粉の成形体の方がやや小さ

Fig.4 Changes of initial permeability with changing of relative compacted density for conventional compaction and shock wave compaction using coarse powder and blended powder. Solid and broken lines show the estimated results using Ollendorf's equation.

な反磁界係数を示している。また衝撃波圧搾成形した磁心では粉末の種類に依らず、ほぼ同一の反磁界係数のライン上にある。

3.3 ミクロ組織調査

上の3.2で述べたように粉末粒度および成形方法によって反磁界係数が異なる理由を磁心のミクロ組織調査から考察した。

Fig.5に2種類の粒度の粉末の1470 MPaで成形したプレス成形品と $e/d=2.78$ で圧搾成形した成形品のミクロ組織を示す。リング状試料の外径側面を観察したもので、図中の横方向が磁路方向である。

プレス成形品では粉末粒子の長軸方向が磁路方向に配向していることがわかる。また、微粉をブレンドすると、粗粉と粗粉の間に微粉が入り込んで隙間を埋めていることがわかる。粗粉と粗粉の間の微粉が磁束の分断を防止して、磁束を通過させやすくしているものと考えられる。言い換えれば、微粉添加により反磁界係数が低下したものと理解できる。

一方、圧搾成形品では粒子の長軸方向が斜めに配向していることがわかる。この理由は先の2.2で述べたように、爆発の際の衝撃波は斜め上方からもたらされることからその方向に粒子が配向するものと考えられる。従って、見かけ上磁路

Fig.5 Microstructures of compacted cores.

方向のアスペクト比は小さくなり結果的に反磁界係数は増大するものと考えられる。

3.4 直流重畳特性

Fig.6にプレス成形品および圧搾成形品で最も初透磁率が高かった代表的な磁心の直流重畳特性を示す。先に述べたように成形密度が増大するとともに初透磁率 μ_i が増大するだけでなく、直流バイアスを印加した状態でも高い透磁率が得られている。これは成形密度が増大したため、飽和磁化が高くなったためである。

3.5 コアロスの変化

Fig.7(a)には粗粉の、また(b)には粗粉-微粉ブレンド粉の衝撃波圧搾成形における e/d の変化に伴うコアロスの変化を

Fig.6 DC bias characteristics of permeability for representative conventional compaction and shock wave compaction using coarse powder and blended powder.

示す。比較のために1470 MPaで成形したプレス成形品の特性格も含まれている。粗粉、粗粉-微粉ブレンド粉ともに e/d が大きくなるとともにコアロスが増大することがわかる。また、詳細に図示はしないが、プレス成形品ではプレス圧力を変化させてもほぼ同じコアロスを示していた。

一般にコアロスはヒステリシス損と渦電流損に分離できる。ヒステリシス損は、磁心が静的に1サイクル磁化されたときに生じる損失で、一方渦電流損は交流磁界のもとで磁性体内部に渦電流が発生することによって生じる損失である。その分離は次のように行った。

$$P_c = P_e + P_h = K_e f^n + K_h f \quad (2)$$

$$P_e/f = K_e f^{n-1} + K_h \quad (3)$$

ここで、 P_c : コアロス P_e : 渦電流損 P_h : ヒステリシス損
 f : 周波数 K_e : 1周期当りの渦電流損
 K_h : 1周期当りのヒステリシス損

まず、式(3)に示すように周波数を変化させて測定したコアロス P_c の値を周波数で除し、これを周波数に対してプロットする。これを周波数ゼロまで外挿した切片 K_h が1周期当りのヒステリシス損となる。各周波数におけるヒステリシス損 P_h は $K_h f$ で求められる。渦電流損 P_e は全体のコアロス P_c からヒステリシス損 P_h を差し引いた残余と考える。

Fig.7(a)および(b)には上述した方法で分離したヒステリシス損と渦電流損の変化も同時に示す。 e/d が大きくなるに従い、特に渦電流損が非常に増大する。粗粉を用いた磁心では e/d が最も低い条件で成形したものにおいてもプレス成形品よりも大きな渦電流損を示している。

3.6 電気抵抗率の変化

渦電流損の変化の原因を究明するために衝撃波圧搾成形品の電気抵抗率を測定した結果をFig.8に示す。同時にプレス成形品の電気抵抗率の代表値もプロットしてある。衝撃波圧搾

Fig.7 Changes of core loss, hysteresis loss and eddy current loss with changing of e/d for shock wave compaction using (a) coarse powder and (b) blended powder.

Fig.8 Changes of resistivity with changing of e/d for shock wave compaction using coarse powder and blended powder.

成形ではプレス成形に比べ電気抵抗率が低く、さらに e/d が大きくなるに従い低下していくことがわかる。また粗粉-微粉ブレンド粉よりも粗粉だけの方が低い電気抵抗率を示している。これは高密度に伴う必然的な現象かどうかは明確ではないが、むしろ衝撃波により、粉末粒子同士が瞬間的に衝突した際に絶縁皮膜物質が破壊され、電気抵抗率が低下してしまうものと推察される。

3.7 電気抵抗率と渦電流損との関係

そこで最後に電気抵抗率と渦電流損との関係を Fig.9 に示す。粗粉、ブレンド粉ともに電気抵抗率が增大するに伴ない渦電流損失は低下するが、約 $0.01 \Omega m$ 以上ではほぼ一定の渦電流損失となる。

これは前報^{1,2)}にも述べたように、電気抵抗率が高いところでは、粒子間は十分絶縁されているため、渦電流は粉末粒子内だけに閉じ込められて流れる。従って渦電流損は磁心全体の電気抵抗率には依存せず一定の損失を示す。電気抵抗率が低くなってくると、渦電流は次第に粒子間に亘って流れるようになるため、渦電流損失は電気抵抗率が低くなるに従い増大する。渦電流が粒子内だけで流れるかあるいは粒子間に亘って流れるかの臨界の電気抵抗率は $0.01 \Omega m$ 程度であると考えられる。

通常のプレス成形品と同等のコアロスを得るためには、電気抵抗率は約 $0.01 \Omega m$ 以上が必要である。そのためには圧搾成形の場合、粗粉-微粉ブレンド粉を用い、 $e/d = 2.5$ 程度の比較的弱い衝撃力で成形することが必要と考えられる。

4 結 論

Fe-Si-Al系合金粉末を用いた圧粉磁心の高密度化を目的として、爆薬を用いた衝撃波圧搾法で成形を試みた。その結果

Fig.9 Relationship between eddy current loss and resistivity for conventional compaction and shock wave compaction using coarse powder and blended powder.

以下の結論を得た。

成形密度は従来のプレス成形法に比べ、非常に高くなった。爆薬の質量 e と駆動体の質量 d との比 e/d を変化させても密度はほとんど変化しなかった。

成形密度の増大とともに初透磁率は増大した。さらに直流を印加した状態での透磁率(直流重畳特性)も従来より高い特性を示した。

磁心の反磁界係数はプレス成形品に比べ、やや大きい値が見積もられた。その理由は、組織観察の結果から衝撃波成形では粉末粒子の長軸方向が衝撃波方向に配向するため、磁路方向の反磁界係数が大きくなるものと推察される。

電気抵抗率はプレス成形品よりも小さくなった。その原因として衝撃波により粒子表面の絶縁皮膜が破壊された可能性が考えられる。また、粗粉よりも粗粉-微粉ブレンド粉の方が電気抵抗率は高くなった。電気抵抗率の低下に伴って渦電流損の増大が認められた。

従来のプレス成形品と同等のコアロスを得るためには、電気抵抗率の高い粗粉-微粉ブレンド粉を用い、比較的弱い衝撃力で成形することが望ましい。

文 献

- 1) T.Saito and S.Yahagi: "Electromagnetic Properties of Compressed Cores with Fe-Si-Al System Atomized Powders", Electronic Furnace Steel (Denki Seiko), 69(1998)181-187.
- 2) T.Saito and S.Takemoto: "Core Loss Reduction of Powder Cores with Fe-Si-Al Atomized Powders", Electronic Furnace Steel (Denki Seiko), 71(2000)287-294.
- 3) S.Takemoto and T.Saito: "Effects of Particle Shapes on Magnetic Properties of Compressed Cores with Fe-Si-Al Atomized Powders", Electronic Furnace Steel (Denki Seiko),

- 73(2002)229-234.
- 4) S.Takemoto and T.Saito: "Fe-Si-Al Low Core Loss Compressed Cores with Atomized Fine Powders", Electronic Furnace Steel (Denki Seiko), **74**(2003)241-245.
- 5) T.Saito and S.Takemoto: "Effects of Density and Particle Shape on the Permeability of Fe-Si-Al Compressed Core", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **52**(2005)571-575.
- 6) S.Ando, Y.Mine, K.Takashima, S.Itoh and H.Tonda: "Explosive compaction of Nd-Fe-B powder", J. Mater. Proc. Tech, **85** (1999)142-147.
- 7) T.Kondo, A.Horata, Y.Shimada and Y.Ito: "High Densification of P/M 304L Stainless Steel by Addition of Fine Powder", Electronic Furnace Steel (Denki Seiko), **72**(2001)77-82.
- 8) Patent Publication JP 03-234398, (1991-10-18).