高性能 P/M 軟磁性材料の開発

島 田 良 幸*

1. はじめに

近年エレクトロニクス化の著しい進展はパソコンやOA機器、また各種自動車部品にも様々な形で浸透しつつある。前者はその記録媒体等の大容量化、小型化等のニーズに伴う開発が、後者は従来の機械式制御が低燃費、低エミッション、多機能化のニーズから電子式制御機構が導入されつつある。これらのニーズに共通した要求特性すなわち、高速・省電力化や高速応答性に対応した軟磁性材料の開発が急務となっている。加えて形状対応への自由度が高く、製造歩留りの高い粉末冶金法 (Powder Metallurgy Method: 以下 P/M 法) を用いた、特に高周波域で優れた磁気特性を有する P/M 軟磁性材料の開発が期待されている。

本報では P/M 法により上記のようなニーズを満足する材料のコンセプトおよびそれらの諸特性について解説する。

2. P/M 軟磁性材料の技術課題と解決方策

図 1 には、具体的な軟磁性材料を用いた製品群を、図 2 にはそれら製品をその動作使用周波数と動作磁束密度の関係で分類したマップ図を示す。これらよりトランスや DC ソレノイドアクチュエータ用鉄芯およびドットプリンターヘッド等の直流電流を使用する領域で高磁束密度(高透磁率)を要求される製品群には SUY1 や SUM24L および Fe-Co 系等の鍛造材が主として用いられている。他方インバータやスイッチング素子、ノイズフィルター等の数十 kHz 以上の高周波交流電流を使用する領域で用いられる製品群には、Mn-Zn フェライト等の各種酸化物系磁性材料等が実用化されている。また AC ソレノイドアクチュエータ用鉄芯や電動パワーステアリング用センサー部品等、0.3~5 kHz 程度の中周波交流電流を使用する領域で用いられる製品群に対しては、材料自身の電気抵抗率が比較的高い(0.6~1.0 $\mu\Omega\text{m}$)電磁ステンレ

図 1 主な P/M 軟磁性材料の製品例。

図 2 主な軟磁性材料製品およびその使用材料の動作使用周波数と動作磁束密度との関係。

ス鋼や PB パーマロイ等が用いられている。さらに 2 次元的に磁気回路を設けた製品群では、5 kHz 程度までの低~中周

* 住友電工焼結合金株式会社製品開発部(〒664-0016 伊丹市昆陽北1-1-1)
Development of a High-Magnetic Performance P/M Soft Magnetic Material; Yoshiyuki Shimada (Powder Metal Products Development Department, Sumitomo Electric Sintered Alloy, Ltd., Itami)
Keywords: powder metallurgy, soft magnetic material, insulated film, resin-bonded iron-based powder
2003年9月16日受理

波数交流電流域で各種鋼板材 (SPCC, 電磁鋼板) が優れた磁気特性を有している。しかし, 図2からも明らかなように直流磁気特性と交流磁気特性は相反する関係をもち, 従来の軟磁性材料では両特性を十分満足する材料は得られていない。しかしながら, 図2に示した「目標領域」を満足する高速・省電力また高速応答性を有する材料開発に対する市場のニーズは高まる一方である。

一般的に軟磁性材料の交流磁気特性を改善するには鉄損を低減することが重要である。鉄損 (W_{total}) は一般的に, ヒステレシス損失 (Wh) と渦電流損失 (We) の和として次式で表される⁽¹⁾⁽²⁾。

$$W_{total} = Wh + We \quad (1)$$

$$Wh = f \times \oint H dB \quad (2)$$

$$We = K^2 \times B^2 \times f^2 \times d^2 / \rho \quad (3)$$

ここで, H : 印加磁場 (A/m), K : 定数, B : 磁束密度 (Tesla), f : 周波数 (Hz), d : 厚み (m), ρ : 材料の電気抵抗率 (Ωm)。

ここでヒステレシス損失は材料固有の性質で決定されるが, 渦電流損失は使用する周波数の2乗に比例して増加するため, 高周波域で使用する場合には渦電流損を低減させることが必要である。この方策としては材料の電気抵抗率を増大させることが有効である。SUY1 や SUM24L 等の各種鋳造材が高周波域で特性が劣化するのはこの電気抵抗率が低いためである。

一方, Mn-Zn フェライト等の各種酸化物系磁性材料等が高周波領域で用いられる理由は材料固有の電気抵抗率が大きいためである。しかしこれらの材料は単位体積中の磁性元素 (磁気モーメントを有する元素: 例えば Fe, Co, Ni) が非磁性元素の添加 (酸素原子等) により低下するため, 磁束密度が金属軟磁性材料の1/2 から1/3 まで低くなるという欠点がある。

図2に示す各種軟磁性材料の中で, 幅広い使用周波数帯域をカバーしてきたのが電磁鋼板材である。電磁鋼板材は厚さ1 mm 以下の電磁鋼板材を, 絶縁層を介し積層することで, 上述式(3)の厚みを小さくし渦電流損を低減している。また Si を添加することで電気抵抗率を増加させるほか, 結晶磁気異方性係数および磁歪係数を減少させることができ, 良好な軟磁性特性が得られる。さらに方向性電磁鋼板では, 圧延方向に容易磁化方向【100】を配向させ, 再結晶集合組織を圧延面で(110)にそろえ, 磁気特性の向上を図っている⁽²⁾。しかしながら電磁鋼板材は, 鋼板を積層して製造するため, 部品への3次元的な形状付与が困難である。

一方, 図3に代表的なP/M法の製造工程を示す⁽⁴⁾。P/M法では, 用途に応じた鉄系粉末(あるいは銅系粉末)を所定の金型内に給粉・充填し, プレスにて所定の圧力にて圧粉固化した後, 得られた成形体を所定の温度で焼成, 固相焼結反応により機械的強度が付与された製品が得られる。

P/M法の特長は鋳造材や電磁鋼板材と異なり, 3次元的にニアネットシェイプでの製品製造が可能であるため, 製品の加工コストを大幅に低減できることである。また粉末を用

図3 粉末冶金法の代表的な製造方法。

表1 主な軟磁性材料の特性。

	直流磁気特性 (磁束密度: B_{8000})	電気特性 (電気抵抗率: ρ)	形状の自由度 (コスト比前提)
鋳造材 (SUY1, SUM24等)	>1.9 T	<0.2 $\mu\Omega m$	加工箇所多
フェライト	<0.6 T	>10 ⁵ $\mu\Omega m$	欠けやすい (形状制約あり)
珪素鋼板	>1.6 T	—	磁気回路上の制約あり
圧粉磁心	<1.0 T	10~1000 $\mu\Omega m$	3次元設計が可能

※ B_{8000} : 8000 A/m 印加時の磁束密度

いることから, 材料設計の自由度(各種粉末の配合等による特性のコントロール)も高い。また磁気特性の観点からは, 各種電磁鋼板材と異なり磁氣的に等方性であるため, 磁気回路の設計自由度を高く出来るメリットもある。しかしながら粉末を圧粉固化するため, 製品内部に空孔が存在し(概ね相対密度が80~93%で残部が空孔となる), これが原因となり, 磁気的および機械的特性が鋳造法に比べて低下するという課題がある。

従来 P/M 法を用いて, 高周波特性を改善した軟磁性材料としては, 磁性粉末を樹脂結合した圧粉磁心が挙げられる。圧粉磁心は添加樹脂で粉末間を絶縁することで, 渦電流損失を低減し, 高周波域での磁気特性を改善した材料で, ノイズフィルターやスイッチング素子等に数多く実用化されている。しかしながら結合樹脂を多く添加するので, 磁束密度を高くできない他, その機械的強度は結合樹脂強度に依存するため従来の焼結材や鋳造材と比べて大幅に低く, 熱処理後のモールドイング等工程が必要となり製造コストの点で問題があった。

上述した各種軟磁性材料の特長をまとめると, 表1のようになり, 各材料に一長一短があることが分かる。これらの課題を解決し, 粉末冶金法を用いた図2の目標領域のP/M軟磁性材料を開発するための課題は以下の通りである。

- (1) 高密度を達成する製造プロセスの開発
- (2) 極少量の樹脂添加で高い絶縁性能を有する材料設計
- (3) 高温での機械的強度を向上させる樹脂材料の開発

とくに(3)に関しては, 軟磁性材料を高周波域でモータコア等を使用した場合の発熱や, エンジン周辺に用いられる自動

車部品に対する耐熱性を想定した場合、重要な課題であると考えられる。

以下、詳細を説明する。

(1) 高密度を達成する製造プロセスの開発

P/M法を用いて、電磁鋼板材と同等以上の磁気特性(磁束密度)を得るためには、上述のように製品密度を増加し、単位体積中の磁性粒子の数を増やさなければならない。図4からも明らかのように、電磁鋼板材に匹敵する磁束密度を得ようとするれば、製品密度は7.5 Mg/m³以上が必要であることが分かる。従来、製品の高密度化を達成するP/M法としては焼結鍛造法や温間成形法および2P2S法(成形、焼結工程を2回繰返す方法)等が実用化されているが、図5に示すように特性面、到達密度および製造コストの面で適当とは言えない。そこで近年、更なる高密度化手法として期待されているP/M法の一つである金型潤滑成形法に着目した。一般的なP/M法における成形手法では、金型との焼付きを防止するために、鉄基粉末に高級脂肪酸(ステアリン酸等)を内部潤

図4 P/M法により作成した高磁束密度-高電気抵抗軟磁性材料の製品密度と磁束密度との関係。

図5 各種高密度製造方法と相対コストとの関係。

滑材として概ね質量比で0.5~2.0%混合し成形を行う。この場合、次の式(4)に示すように、内部潤滑材または添加樹脂により材料の理論密度が低下し、

$$\sigma_{\text{total}} = 100 / (W_{\text{Fe}} / \rho_{\text{Fe}} + W_1 / \rho_1 + W_2 / \rho_2 + W_3 / \rho_3 \cdots) \quad (4)$$

$\sigma_{\text{total}} (\text{Mg/m}^3)$: 混合粉末の理論密度

$W_{\text{Fe}} (\%)$: Feの質量パーセント

$\rho_{\text{Fe}} (\text{Mg/m}^3)$: Feの理論密度

$W_1, W_2, W_3 (\%)$: 各添加物の質量パーセント

$\rho_1, \rho_2, \rho_3 (\text{Mg/m}^3)$: 各添加物の理論密度

密度を増大させることが困難である。これは図6の結果からも裏付けられる。一方、金型潤滑成形法は金型に直接潤滑材を塗布するため、金型との焼付きを防止するために必要な潤滑材量を従来成形法に比べ大幅に低減することが可能となり、高密度化を達成できる可能性がある。このため近年本手法の実用化に向けた開発が精力的に行われている⁽⁵⁾⁻⁽⁸⁾。

(2) 極少量の樹脂添加で高い絶縁性能を有する材料設計

従来の圧粉磁心では(1)項にも述べたように、製品の絶縁性能を維持するため、多量の結合樹脂を添加する必要がある。そのため、図6や式(4)に示すように製品密度の低下を生じ、所定の磁気特性が得られないという課題があった。これを改善するには材料内部の結合樹脂を、製品の絶縁性能を維持しつつ低減させることが重要である。この課題については磁性粉末に直接絶縁被膜を被覆することが有効であり、これまで被覆材およびその被覆方法について様々な研究が行われてきた。その中で近年、磁性粉末の表面に化学的処理により磷酸塩化物等で10~100 nm程度の極薄の絶縁被膜を被覆する技術が開発され(図7: オージェ電子分光法による絶縁被膜鉄粉表面の組成分析結果参照)、従来のように多量の結合樹脂を添加しなくても高い絶縁性と高い磁気特性を有するP/M軟磁性材料が得られるようになった⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。また同時に近年の市場ニーズとして、これまで圧粉磁心のように100

図6 金型潤滑成形および内部潤滑成形にて作成したサンプルの密度-圧力線図。

図7 オージェ電子分光法による絶縁被膜鉄粉表面の組成分析結果。

kHz を超えるような高周波領域で用いる製品群の他に、10 kHz 程度の電磁鋼板材が使用されている製品群への P/M 製品の適用が検討され始め、要求される絶縁性(高周波磁気特性)が緩和されたことで P/M 軟磁性材の適用領域が広がっている。一方、近年では Ollendorf の関係式等の近似により、絶縁被膜の膜厚と磁気特性の関係や粉末形状(反磁界係数)と磁気特性の関係等が発表され、材料設計の際の指針が得られるようになったことが P/M 軟磁性材の開発を加速していると考えられる⁽¹¹⁾。

(3) 高温での機械的強度を向上させる樹脂材料の開発

製品の強度についても様々な検討が行われている。(2)項でも触れたが、製品の絶縁性を維持するために多量の結合樹脂を添加する必要があったが、従来の圧粉磁心は絶縁被膜を設けた鉄粉の出現により、その添加樹脂量は大幅に低減するこ

図8 各サンプル破断面のSEM 観察写真。

開発材	圧粉磁心	鉄基焼結合金(純鉄)
強度付与	強度付与	強度付与
粉末ネッキング+結合樹脂の部分的な強度補強	結合樹脂の強度への影響大	固相焼結反応に伴う金属拡散結合による強度付与
磁気特性	磁気特性	磁気特性
結合樹脂添加量：小 磁束密度：大 保磁力：小 透磁率：大 電気抵抗率：中	結合樹脂添加量：大 磁束密度：低 保磁力：大 透磁率：小 電気抵抗率：大	結合樹脂添加量：なし 磁束密度：中 保磁力：小 透磁率：大 電気抵抗率：小

図9 各サンプルの組織形態モデル。

表2 開発材および比較材の諸特性一覧.

項 目	単 位	従来材	開発材
密 度	Mg/m ³	7.3	7.5
直流磁束密度(B_{8000})	T	1.2	1.5
抗折強度(室温)	MPa	100	140
抗折強度(高温)	MPa	20	120
電気抵抗率(4端子法)	$\mu\Omega$ cm	10000	1520

とが可能となった. それに伴い, 従来の結合樹脂には絶縁性と樹脂自身の結合強度が要求されていたが, 近年では例えば極少量の添加で高い結合強度を発揮する耐熱強度の高い結合樹脂の探索が盛んに行われている. また図8, 9に示すように, 製品強度は従来の圧粉磁心のように, 結合樹脂強度に律則するのではなく, 粉末同士の絡み合い(以下ネッキングと称する)と補助的に結合樹脂が作用する複合作用により高強度を維持し, かつ耐熱強度が得られる組織形態が検討されている. 上述のような検討の結果, 表2のように従来の圧粉磁心と比べ強度レベルも耐熱強度も大幅に改善されるようになった.

以上の結果をまとめると表2のようになり, 近年P/M法で製造される軟磁性材は, 従来の圧粉磁心と比べ, 磁気的および機械的特性が大幅に改善され, その性能に大きな関心が寄せられている.

3. 今後の課題

著しく高まっている市場のニーズに対応すべく, P/M法をベースとして, 絶縁被覆された磁性粉末を用い, 結合樹脂の選定および製造プロセスの改善により, 高い磁束密度と電気抵抗をもつP/M軟磁性材料が得られることを紹介した. 軟磁性材料全体の市場規模は図2に代表される製品群において, 大よそ1兆円を超える巨大市場であるが, 本材料により, これまでの軟磁性材料ではなし得なかった製品の小型化や3次元的な磁気回路設計を盛り込んだモーターなどが

表3 開発材および電磁鋼板材の鉄損特性一覧.

	$W_{0.1T}/100$ Hz		$W_{0.1T}/1000$ Hz		$W_{0.1T}/10000$ Hz	
	電磁鋼板	開発材	電磁鋼板	開発材	電磁鋼板	開発材
鉄損 W_{total} (W/kg)	0.04	0.26	1.20	2.90	48.9	48.4
ヒステレシス損失 W_h (W/kg)	0.03	0.26	0.34	2.58	3.4	25.8
渦電流損失 W_e (W/kg)	0.01	0.00	0.86	0.32	45.5	22.6

製造可能となり, 新規市場の創出が期待できる. しかしながら, 表3に示すように各種電磁鋼板材と比べた場合, P/M軟磁性材を広く普及させるためには現状よりさらに低周波領域での鉄損を低減させることが大きな課題である. そのためには式(2)に示した材料のヒステレシス損失を低減させる開発が不可欠であり, 材料成分, 純度, 粉末の形状や粒度および内部応力の緩和等の詳細な検討が必要である. 今後の更なる研究開発が期待される.

文 献

- (1) L.-P. Lefebvre: Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, (1997), 1-17.
- (2) 金子秀夫, 本間基文: 磁性材料, (1991), 116.
- (3) 飯田智史: 焼結機械部品の設計要覧, (1967).
- (4) 小沼 稔: 磁性材料, 工学図書, (1998).
- (5) W. G. Ball: The International of Powder Metall., **33**, No. 1 (1997), 23.
- (6) J. D. Brown: IEEE Trans. On Industry Applications, **35**, No. 1 (1999), 23.
- (7) B. A. James: Powder Metall., **30**, No. 4 (1987), 273.
- (8) 島田良幸: 平成13年度秋季大会粉体粉末冶金協会講演概要集, (2001), 1-11B.
- (9) C. G. Oliver: Adv. In Powder Metall. & Particulate Materials, **3**(1995), 11-87.
- (10) D. E. Gay: Adv. In Powder Metall. & Particulate Materials, **3**(1995), 11-103.
- (11) 菅谷康博: 日本セラミックス協会学術論文誌, **99**(1991), 73.