

## Flaky-Shaped Iron Powder “KIP MG150D” for Soft Magnetic Applications



中村 尚道  
Naomichi Nakamura  
技術研究所  
鉄粉・磁性材研究部門  
主任研究員(課長)・  
工博



尾崎 由紀子  
Yukiko Ozaki  
技術研究所  
鉄粉・磁性材研究部門  
主任研究員(課長)・  
理博



樋口 和男  
Kazuo Higuchi  
千葉製鉄所 鉄粉・溶  
材部 鉄粉・溶材課  
チーフラインマネジ  
ャー(主席掛長)

### 要旨

圧粉磁芯用原料粉として開発した「KIP MG150D」は、純鉄系としては最高レベルの初透磁率を与える。この鉄粉はアトマイズ鉄粉よりも高い初透磁率を示す還元鉄粉をベースとしたもので、成形密度を真密度の 90% 程度とした圧粉磁芯では直流比初透磁率が 100 に近い値に到達する。これは、扁平処理を施さない還元鉄粉を用いて同成形条件で作製された圧粉磁芯と比較して 30% 程度高い。さらに、直流初透磁率の向上が透磁率の周波数特性の低下や鉄損の増加をとまなわれないことも扁平鉄粉の利点である。圧粉磁芯中では粒子扁平面は磁場方向に層状に配向しており、これが反磁場効果を低減すると同時に渦電流損失を抑制して、高磁気特性に寄与しているものと推察される。

### Synopsis:

A flaky-shaped reduced iron powder “KIP MG150D” gives an initial permeability at the highest level for iron dust cores. A core with a green density of approximately 90% of the theoretical iron density shows a DC relative initial permeability close to 100, which is about 30% higher than that of a normal reduced powder core through the same compaction process therein no flake shaping is effected. Furthermore, another advantage of the flaky-shaped powder is that the improvement of the initial permeability is attained without deterioration of core loss nor its frequency characteristics. The powder particle planes align along the direction of the magnetic field applied to the core. This lamellar structure is considered to contribute to the improvement of magnetic properties through the reduction of demagnetizing effect and the eddy current loss.

## 1 緒 言

純鉄粉を圧縮成形して製造する圧粉磁芯は、フェライト磁芯や合金磁性粉圧粉磁芯に比べて高い飽和磁束密度を持ち形状自由度が高いという利点を持つため、ノイズフィルターや平滑チョークなどとして実績を持つ<sup>1,2)</sup>。純鉄粉のなかでも還元鉄粉は、アトマイズ鉄粉に比較して圧粉磁芯ときの透磁率が高く、電解鉄粉に比べて安価でもあるため、圧粉磁芯の原料としては好適である<sup>3,4)</sup>。

純鉄粉圧粉磁芯の用途をさらに広げるための課題の一つは透磁率の向上である。この目的のために有効な手段の一つは鉄粉粒子の扁平化である<sup>5,6)</sup>。アトマイズ鉄粉をベースにして粒子扁平化を試みた例はこれまで報告されているが<sup>7,8)</sup>、より磁気特性の優れた還元鉄粉を扁平化したときの磁気特性への効果は充分検討されていない。

本報告では還元鉄粉をベースに開発された扁平鉄粉 KIP MG150D の特性を紹介する。この鉄粉による圧粉磁芯は、直流比初透磁率がおよそ 100 に達し、これは純鉄系の圧粉磁芯としては最高レベルである。初透磁率の周波数特性や鉄損に対する粒子扁平化

の効果についても考察する。

## 2 粒子扁平化による透磁率の向上の考え方

まず、鉄粉粒子の形状を回転楕円体で近似したときの、粒子形状と透磁率との関係について述べる。回転楕円体の長軸に平行に磁場  $H$  を印加した場合、長軸対短軸比が大きくなるとともに、すなわち磁場方向への扁平化が進むとともに反磁場係数  $N$  は小さくなる<sup>9)</sup>。磁場  $H$  における磁化を  $M$  とすると、反磁場係数  $N$  の粒子に作用する有効磁場は  $H - NM$  である。したがって、 $\mu_r$  を  $N=0$  のときの透磁率、 $\mu_0$  は真空の透磁率とすると、鉄粉単粒子に対する比透磁率  $\mu/\mu_0$  は  $B = \mu H = \mu_0 (M + H)$  の関係を用いて

$$\mu/\mu_0 = 1 + (\mu_r - \mu_0) / \{\mu_0 + (\mu_r - \mu_0) N\} \dots\dots\dots (1)$$

と導出される。したがって、粒子を扁平化してその扁平面を磁場方向に配向させれば反磁場係数  $N$  を小さくでき、透磁率が向上する。これが粒子扁平化の効果に関する基本的な考え方である。

実際の圧粉磁芯は鉄粉粒子の集合体であるため、透磁率の見積もりにあたっては (1) 式のような単粒子モデルは不適当で、鉄粉粒子間の相互作用も考慮に入れなければならない。Ollendorf<sup>10)</sup> は、圧粉

\* 平成13年8月8日原稿受付

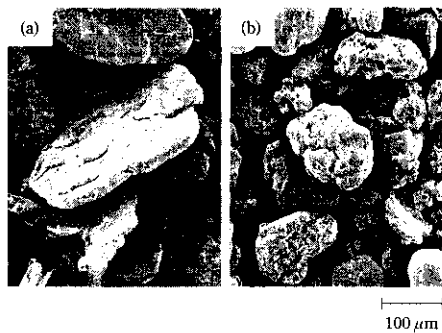


Photo 1 SEM image of the iron powders used: (a) MG150D, (b) MG270H

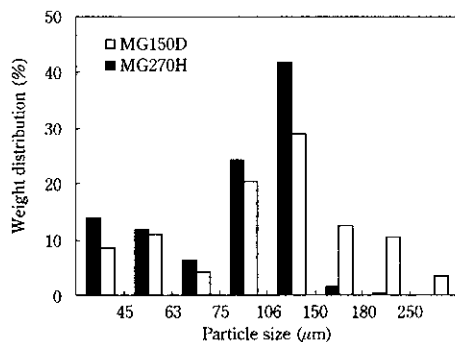


Fig. 1 Particle size distribution of the iron powders used

磁芯中の磁性体の充填率  $\eta$ 、および粒子の材質によって決定される固有の透磁率  $\mu_i$  を用いて、圧粉磁芯の直流比初透磁率  $\mu_{DC}/\mu_0$  を

$$\mu_{DC}/\mu_0 = \eta (\mu_i - \mu_0) / \{N_{eff} (1 - \eta) (\mu_i - \mu_0) + \mu_0\} \dots \dots \dots (2)$$

と導いている。ここに  $N_{eff}$  は圧粉磁芯の有効反磁場係数である。これは一般には (1) 式で用いた単粒子の反磁場係数とは異なる値であるが、粒子扁平化によって  $N_{eff}$  の値も小さくできる。この点に関しては 5 章で説明する。

### 3 供試粉の粉体特性

扁平鉄粉 MG150D は、還元鉄粉を粉砕機にて扁平化处理した後、目開き 500  $\mu\text{m}$  の篩下に分級したものである。MG150D の粒子の SEM 像を、扁平化处理を施さない通常の還元鉄粉 KIP MG270H とともに Photo 1 に示す。両者の粒子形状の違いが確認される。供試粉の見掛け密度は、MG150D が 1.50  $\text{Mg}/\text{m}^3$ 、MG270H が 2.72  $\text{Mg}/\text{m}^3$  であった。また Fig. 1 に示すように、MG150D の粒度分布は MG270H に比較して大粒径側にあることが特徴である。

### 4 実験方法

鉄粉にエポキシ樹脂を 1 mass% とステアリン酸亜鉛 0.1 mass% を混合し、圧力 490~686 MPa でリング形状（外径 38 mm、内径 25 mm、厚さ 6.2 mm）に成形した後、180°C で 30 min 大気中で熱処理して圧粉磁芯とした。エポキシ樹脂は、鉄粉粒子間の電氣的絶縁と機械的結合の目的で添加する。またステアリン酸亜鉛は、圧粉成形時の潤滑剤として作用する。成形密度  $d$  は試料の質量と寸法から算出した。充填率  $\eta$  は、成形密度と鉄の真密度 (7.87  $\text{Mg}/\text{m}^3$ )<sup>9)</sup> との比とした。交流初透磁率  $\mu_i$  は、LCR メータ（ヒューレットパッ

カード製 4824A 型）で複素インピーダンスを測定し、その値から換算した。測定周波数範囲は 10~1000 kHz であった。鉄損  $P_{CV}$  は、BH アナライザ（ヒューレットパッカード製 5060A 型）を用いて測定した。測定周波数範囲は 1~100 kHz、測定磁束密度は 50 mT であった。

## 5 実験結果および考察

### 5.1 初透磁率

成形圧力 686 MPa で作製した圧粉磁芯の交流比初透磁率  $\mu_i/\mu_0$  の周波数依存性を Fig. 2 に示す。測定周波数全域にわたって、扁平鉄粉 MG150D の方が扁平化されていない通常の還元鉄粉 MG270H よりも  $\mu_i/\mu_0$  が高いことが確認される。周波数が 10 kHz の近傍では  $\mu_i$  は周波数に対してほぼ一定であるので、直流初透磁率  $\mu_{DC}/\mu_0$  は 10 kHz における  $\mu_i/\mu_0$  の値で代表できるとした。この前提で導出した各磁芯の特性値を Table 1 に示す。

比初透磁率  $\mu_i/\mu_0$  が  $\mu_{DC}/\mu_0$  の 0.8 倍の値となる周波数で定義される臨界周波数  $f_{CR}$  は、MG150D および MG270H のいずれも 0.6 MHz である。通常の粒子形状の鉄粉では粒度を粗くすることによって  $\mu_{DC}/\mu_0$  が増加するが、同時に  $f_{CR}$  の低下をとまう<sup>10)</sup>。粒子扁平化によれば、周波数特性の低下をとまうことなく初透磁率を向上できる点で有利である。なお、MG150D を目開き 45  $\mu\text{m}$  篩下に分級して MG270H よりも小粒度に調整した扁平粉でも、4 章と同様の方法で作製した磁芯は MG270H より 10% 程度高い直流比初透磁率を示した。この結果から、MG150D が MG270H より高い初透磁率を示す理由が粒度の違いだけではないことが確認される。

各磁芯の充填率  $\eta$  と直流比初透磁率  $\mu_{DC}/\mu_0$  の関係を Fig. 3 (a) に示す。同一の  $\eta$  で比較して MG150D の方が MG270H よりも  $\mu_{DC}/\mu_0$  が高く、 $\eta \sim 90\%$  で 100 に近い値に到達する。これは、還元鉄粉（約 80）<sup>3,4)</sup> やアトマイズ鉄粉（約 70）<sup>4)</sup> に比較して 30~40% 向上しており、純鉄粉圧粉磁芯としては最高レベルである。

成形圧力 490 MPa の磁芯の断面組織を Photo 2 に示す。ここで

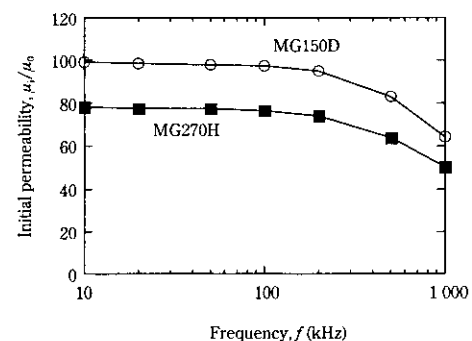


Fig. 2 Frequency dependence of initial permeability for core samples compacted at 686 MPa

Table 1 Characteristics of core samples

|        | Compaction pressure (MPa) | Green density ( $\text{Mg}/\text{m}^3$ ) | Packing fraction $\eta$ (%) | DC initial permeability ( $\times \mu_0$ ) |
|--------|---------------------------|------------------------------------------|-----------------------------|--------------------------------------------|
| MG150D | 490                       | 6.93                                     | 88.0                        | 94.9                                       |
|        | 686                       | 7.09                                     | 90.0                        | 99.1                                       |
| MG270H | 490                       | 6.74                                     | 85.7                        | 72.1                                       |
|        | 686                       | 6.97                                     | 88.5                        | 78.1                                       |

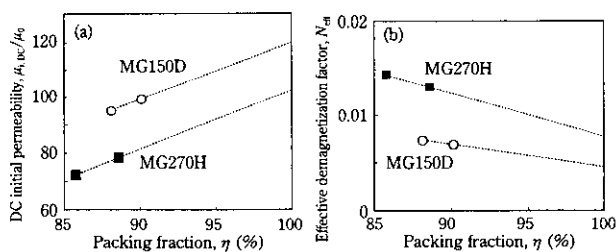


Fig. 3 Packing fraction vs. (a) initial permeability and (b) effective demagnetization factor

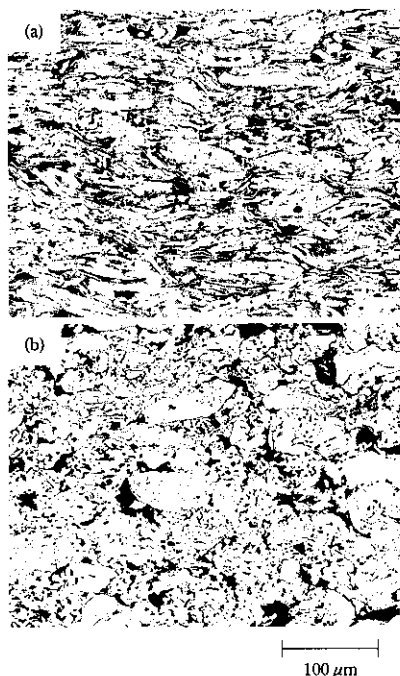


Photo 2 Optical micrograph of the cross section of core samples compacted at 490 MPa: (a) MG150D, (b) MG270H

は写真の水平方向が磁芯の周方向、すなわち磁場の方向に相当する。MG150D (Photo 2 (a)) では、加圧方向に垂直に扁平面が配向している層状の組織を示す。一方、MG270H (Photo 2 (b)) でも粒子の扁平化が多少は見られるが、MG150D に見られる層状組織にまでは発達していない。成形圧力が 686 MPa の磁芯でも同様の傾向が確認された。成形圧力が 490 MPa と 686 MPa のいずれの磁芯も、断面組織写真から線分法で求めた粒子厚は約 15 μm であった。

尾崎ら<sup>4)</sup>は、還元鉄粉粒子のポーラスな構造によって成形後の粒子扁平化がアトマイズ鉄粉よりも促進され、これが反磁場効果を低減してアトマイズ鉄粉よりも高い透磁率に結びつく」と指摘している。扁平鉄粉では通常の還元鉄粉よりもさらに粒子の扁平化と配向が進行しており、これが透磁率の向上に寄与しているものと考えられる。ここで、(2) 式にしたがって各磁芯の有効反磁場係数  $N_{\text{eff}}$  を見積もってみる。固有の比透磁率  $\mu_t/\mu_0$  は、Fig. 3 (a) の  $\mu_{\text{DC}}/\mu_0$  を  $\eta=100\%$  に外挿することによって見積もることができ<sup>4,11)</sup>、MG150D では 120、MG270H では 102 という値がそれぞれ得られる。この値を用いて算出した  $N_{\text{eff}}$  と  $\eta$  との関係を Fig. 3 (b) に示す。MG150D の  $N_{\text{eff}}$  は MG270H の約 1/2 であることが確認される。

## 5.2 鉄損

成形圧力 686 MPa の磁芯について、磁束密度 50 mT における鉄

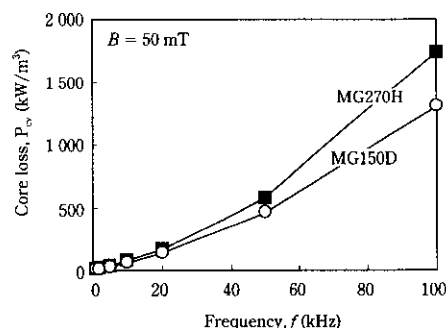


Fig. 4 Frequency dependence of core loss for samples compacted at 686 MPa

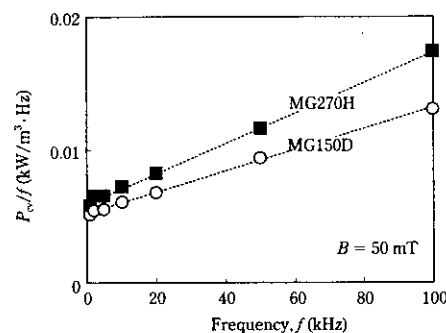


Fig. 5 Frequency dependence of  $P_{\text{cv}}/f$  based on the core loss data shown in Fig. 4

損  $P_{\text{cv}}$  を周波数  $f$  の関数として Fig. 4 に示す。全周波数域にわたって MG150D の方が MG270H よりも  $P_{\text{cv}}$  が低い。すなわち、粒子扁平化による透磁率向上は鉄損の増加をとまなわないといえる。

鉄損  $P_{\text{cv}}$  はヒステリシス損失  $P_h$  と渦電流損失  $P_e$  の二成分の和で与えられる<sup>12)</sup>。この二成分のうち、 $P_e$  は  $f$  の 2 乗に比例し、 $P_h$  は  $f$  に比例する。したがって、 $P_{\text{cv}}$  を  $f$  で除した値  $P_{\text{cv}}/f$  は、 $P_h = Af$  および  $P_e = Bf^2$  で定義される定数  $A$  と  $B$  を用いて

$$P_{\text{cv}}/f = A + Bf \dots \dots \dots (3)$$

と与えられる。一般には、 $P_h$  と  $P_e$  の二成分の他に残留損失成分も存在するが、以下の考察ではこの成分は無視する。実際、Fig. 4 に示した  $P_{\text{cv}}$  を  $f$  で除した値  $P_{\text{cv}}/f$  を  $f$  に対してプロットすると、Fig. 5 に示すように (3) 式から予想される直線的な関係が得られる。この関係を (3) 式で最小二乗近似して定数  $A$  および  $B$  を求めることによって、 $P_h$  と  $P_e$  を算出できる。周波数 100 kHz における  $P_h$  と  $P_e$  を Fig. 6 に示す。MG150D と MG270H を比較すると、前者の方がいずれの成分も小さいが、特に  $P_e$  の差が大きい。したがって、Fig. 4 に見られる両者の鉄損  $P_{\text{cv}}$  の違いは主として渦電流損失の差によるものとわかる。

## 5.3 組織と磁気特性との関係

圧粉磁芯における渦電流には、鉄粉粒子内で流れる成分（粒内渦電流）と、鉄粉粒子間を流れる成分（粒間渦電流）の二つがある<sup>13)</sup>。このうち粒間渦電流は、鉄粉粒子間を電気的に絶縁することによって抑制できる。MG150D 圧粉磁芯における粒間渦電流の寄与を調べるため、絶縁材として添加しているエポキシ樹脂の添加量を 0% から 2% の範囲で変化させ、他の条件は 4 章と同様として作製した磁芯の鉄損値の推移を Fig. 7 に示す。ただし、成形圧力は 686 MPa、鉄損測定周波数および磁束密度はそれぞれ 100 kHz およ

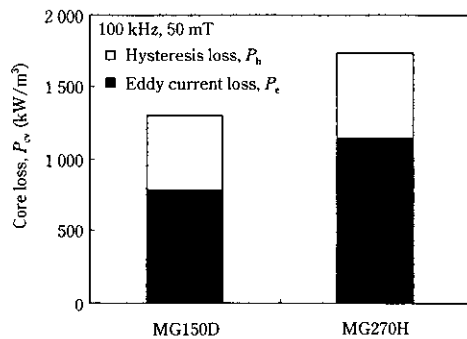


Fig. 6 Eddy current losses and hysteresis losses derived from the relationship of  $P_v/f$  vs.  $f$  in Fig. 5

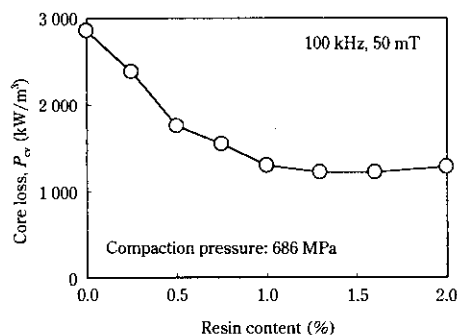


Fig. 7 Relationship between core loss and resin content for flaky-shaped powder based core samples

び 50 mT とした。樹脂添加量の増加とともに鉄損が低減するが、1% 以上では鉄損はほぼ一定となる。これは、樹脂添加量を 1% 以上とすることにより、粒間渦電流の寄与が粒内渦電流に対して十分小さくなるような絶縁状態となるためと考えられる。したがって、Fig. 6 に示した樹脂添加量 1% の磁芯では、渦電流損失は粒内渦電流によるものとして以下の考察を進める。

磁束密度  $B$  (T)、周波数  $f$  (Hz) の交番磁場を印加した場合、比抵抗  $\rho$  ( $\Omega\text{m}$ ) の対象物に発生する渦電流損失  $P_e$  ( $\text{W}/\text{m}^3$ ) は、

$$P_e = (\pi a f B)^2 / k \rho \dots \dots \dots (4)$$

で与えられる<sup>13)</sup>。ここに  $k$  は対象物の形状に依存する定数で、直径  $a$  (m) の球では  $k=20$ 、厚さ  $a$  (m) の板では板面に平行な磁場下で  $k=6$  となる。この表式は対象物が単体として導出されたものであるが、藤原<sup>14)</sup> はセンダスト圧粉磁芯中の磁粉粒子を球形と仮定して同様のモデルによる計算値と実測値との良い一致を得ており、圧粉磁芯のような多粒子の集合体にも適用可能であることが確認され

ている。

5.1 節で述べたように MG150D の平均粒子厚は  $15\mu\text{m}$  であるので、粒子をこの厚さの板と仮定する。(4) 式によれば、この厚さの板状粒子と同じ  $P_e$  を球状粒子で得ようとする、その直径は MG270H の平均粒径の約 1/3 に相当する  $27\mu\text{m}$  としなければならない。したがって、Fig. 6 に示したように MG150D の方が渦電流損失が小さい理由は、扁平粒子が磁場方向に配向した層状組織によって渦電流が抑制されているためと推察される。渦電流抑制のために粒径を小さくすると、 $\mu_{iDC}/\mu_0$  は低下する<sup>10)</sup>。実際、MG270H を目開き  $45\mu\text{m}$  の篩下に分級した鉄粉を原料として 4 章と同様の方法で作製した磁芯の  $\mu_{iDC}/\mu_0$  は、成形圧力が  $490\text{MPa}$  および  $686\text{MPa}$  の場合のいずれも無分級の MG270H に比較して 10% 程度の低下が見られた。粒径が  $27\mu\text{m}$  となれば、 $\mu_{iDC}/\mu_0$  はさらに低い値となるものと推察される。それに対して、粒子扁平化は初透磁率向上と渦電流損失低減の両立が可能である点で有利な技術である。

上記 (4) 式に基づいて、前項で分離した  $P_e$  の値を用いて MG150D の粒子厚を逆算してみる。上述のように、扁平粒子を板と近似して  $k=6$  とする。右辺の  $P_e$  として Fig. 6 で算出した渦電流損失の値  $784\text{ kW}/\text{m}^3$  を用い、 $f=100\text{ kHz}$ 、 $B=50\text{ mT}$ 、 $\rho$  を純鉄の比抵抗 ( $8.9 \times 10^{-8}\text{ }\Omega\text{m}$ )<sup>6)</sup> とすると、粒子厚  $a$  は  $41\mu\text{m}$  と算出できる。これは、断面組織から見積もった平均粒子厚 ( $15\mu\text{m}$ ) の 3 倍程度ということになる。

計算値が実際より大きな粒子厚を与える原因の一つとして、粒子表面の絶縁層の不均一性により電気的な二次粒子が形成されていることが考えられる。その場合には、絶縁物やその添加方法の改良によりさらなる渦電流損失の低減が期待される。粒子間の絶縁が十分で、厚さ  $15\mu\text{m}$  の板状粒子の集合体と同等の状態が実現した場合、 $100\text{ kHz}$ 、 $B=50\text{ mT}$  における  $P_e$  は  $104\text{ kW}/\text{m}^3$  と見積もられる。したがって、 $P_h$  が Fig. 6 の値と同等に保たれるとすれば、鉄損  $P_v$  は  $620\text{ kW}/\text{m}^3$  程度、すなわち現状の 1/2 程度への低減が期待される。

## 6 結 言

- (1) 圧粉磁芯として用いた場合に、従来の還元鉄粉に比較して格段に透磁率の優れた扁平鉄粉 MG150D を開発した。
- (2) MG150D による圧粉磁芯の直流比初透磁率はおよそ 100 に到達する。これは純鉄粉圧粉磁芯としては最高レベルである。
- (3) MG150D は圧粉磁芯としての有効反磁場係数が、扁平化されていない通常の還元鉄粉に比較して約 1/2 となり、これが透磁率の向上に寄与している。
- (4) 粒子扁平化による透磁率の向上は、鉄損の増加をともなわない。扁平面が配向した層状構造が渦電流を抑制する効果を持つと推察される。

## 参 考 文 献

- 1) 丹下謙作：日工マテリアル，2(1984)，16
- 2) 沢 孝雄、広瀬順夫、猪俣浩一郎：東芝レビュー，39(1984)，735
- 3) 尾崎由紀子、藤長政志：川崎製鉄技報，31(1999)2，130
- 4) 尾崎由紀子、植田正輝、藤長政志：粉体および粉末冶金，47(2000)，711
- 5) 西田卓彦、菊地 勁、佐藤 駿、市山 正：日本金属学会誌，42(1978)，593
- 6) 三谷宏幸、花木敦司、家口 浩、関 義和：神戸製鋼技報，48(1998)，25
- 7) 近角聰信：「強磁性体の物理」，(1978)，13，[裳華房]
- 8) F. Ollendorf: Arch. Elektrotechn., 25(1931)，436
- 9) 国立天文台編：「理科年表 (第 74 冊)」，(2000)，445，482 [丸善]
- 10) P. Jansson: Proc. of the 1999 Int. Conf. on Powder Metallurgy & Particulate Materials, (1999) Part 8, 3
- 11) 高城重彰：日本金属学会会報，29(1990)3，141
- 12) 齊藤貴伸：電気製鋼，69(1988)，181
- 13) R.M. Bozorth: "Ferromagnetism", (1993)，778, [IEEE Press]
- 14) 藤原照彦、石井政義：Tokin Technical Review, 27(2000)，14