

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5976284号
(P5976284)

(45) 発行日 平成28年8月23日(2016.8.23)

(24) 登録日 平成28年7月29日(2016.7.29)

(51) Int. Cl.	F I
HO 1 F 41/02 (2006.01)	HO 1 F 41/02 D
B 2 2 F 1/02 (2006.01)	B 2 2 F 1/02 C
B 2 2 F 3/00 (2006.01)	B 2 2 F 3/00 B
C 2 2 C 38/00 (2006.01)	C 2 2 C 38/00 3 O 3 S
HO 1 F 1/26 (2006.01)	C 2 2 C 38/00 3 O 3 T
請求項の数 8 (全 21 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号	特願2011-157276 (P2011-157276)	(73) 特許権者	000003609 株式会社豊田中央研究所 愛知県長久手市横道4 1 番地の1
(22) 出願日	平成23年7月16日(2011.7.16)	(73) 特許権者	000003207 トヨタ自動車株式会社 愛知県豊田市トヨタ町1 番地
(65) 公開番号	特開2012-44156 (P2012-44156A)	(74) 代理人	100081776 弁理士 大川 宏
(43) 公開日	平成24年3月1日(2012.3.1)	(72) 発明者	ファン ジョンハン 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道4 1 番地の1 株式会社豊田中央研究所内
審査請求日	平成25年2月28日(2013.2.28)	(72) 発明者	服部 毅 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道4 1 番地の1 株式会社豊田中央研究所内
審査番号	不服2015-13588 (P2015-13588/J1)		
審査請求日	平成27年7月17日(2015.7.17)		
(31) 優先権主張番号	特願2010-166396 (P2010-166396)		
(32) 優先日	平成22年7月23日(2010.7.23)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 圧粉磁心の製造方法および磁心用粉末の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

磁性粉末および加熱硬化型樹脂からなる常温で粉末状の樹脂粉末を温間状態で混合することにより、前記磁性粉末の粒子表面に前記樹脂の皮膜を形成した磁心用粉末を得る粉末調製工程と、

前記磁心用粉末を成型型に充填する粉末充填工程と、

前記磁心用粉末を加圧成形する加圧成形工程と、

前記加圧成形工程後の圧粉体を前記加熱硬化型樹脂が硬化する高温状態で加熱する圧粉体加熱工程と、

からなり、

前記粉末調製工程は、前記加熱硬化型樹脂の軟化開始温度以上であって硬化開始温度を超えない温度であり、且つ前記加熱硬化型樹脂の粘度が $10^4 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以下となる温度で前記磁性粉末および前記樹脂粉末を攪拌し、その後攪拌しながら冷却する工程であり、

前記粉末充填工程は、前記磁心用粉末を予熱した前記成型型に充填する工程であって、

前記加圧成形工程は、該磁心用粉末を温間状態で加圧成形する工程であることを特徴とする圧粉磁心の製造方法（前記粉末調製工程と前記粉末充填工程との間に前記磁心用粉末の重合処理を行う場合、及び前記粉末調製工程と前記粉末充填工程との間に前記磁心用粉末の重合処理を行わない場合であっても前記磁心用粉末における前記磁性粉末の混合比が65体積%以上90体積%以下の場合を除く。）。

【請求項2】

前記粉末調製工程は、前記加熱硬化型樹脂の（軟化開始温度 + 10）以上（軟化開始温度 + 130）以下で前記磁性粉末および前記樹脂粉末を混合する工程である請求項 1 に記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項 3】

前記粉末調製工程は、前記加圧成形工程における成形温度以上前記加熱硬化型樹脂の硬化開始温度未満で前記磁性粉末および前記樹脂粉末を混合する工程である請求項 1 又は 2 に記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項 4】

前記粉末調製工程は、前記磁心用粉末全体を 100 質量%としたときの前記加熱硬化型樹脂の配合割合を 0.1 質量%を超え 3 質量%以下とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の圧粉磁心の製造方法。

10

【請求項 5】

前記加熱硬化型樹脂は、加熱硬化型のシリコン樹脂である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項 6】

さらに、前記磁性粉末の粒子表面にシランカップリング剤を接触させる接触工程と、該接触工程後の該磁性粉末を乾燥する乾燥工程と、からなるカップリング層形成工程を含む請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の圧粉磁心の製造方法。

【請求項 7】

磁性粉末および加熱硬化型樹脂からなる常温で粉末状の樹脂粉末を温間状態で混合することにより、前記磁性粉末の粒子表面に前記樹脂の皮膜を形成した磁心用粉末を得る粉末調製工程をもち、

20

前記粉末調製工程では、前記加熱硬化型樹脂の軟化開始温度以上であって硬化開始温度を超えない温度であり、且つ前記加熱硬化型樹脂の粘度が $10^4 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以下となる温度で前記磁性粉末および前記樹脂粉末を攪拌し、その後攪拌しながら冷却することを特徴とする磁心用粉末の製造方法（前記磁心用粉末の重合処理を行う場合、及び前記磁心用粉末の重合処理を行わない場合であっても前記磁心用粉末における前記磁性粉末の混合比が 65 体積%以上 90 体積%以下の場合を除く。）。

【請求項 8】

前記加熱硬化型樹脂の（軟化開始温度 + 10）以上（軟化開始温度 + 130）以下で前記磁性粉末および前記樹脂粉末を混合する請求項 7 に記載の磁心用粉末の製造方法。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、圧粉磁心の製造方法および、それに用いる磁心用粉末の製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

変圧器（トランス）、電動機（モータ）、発電機、リアクトル、スピーカ、誘導加熱器、各種アクチュエータ等、我々の周囲には電磁気を利用した製品が多々ある。たとえば、電動機を構成するステータコアやロータコア、リアクトルを構成するリアクトルコアは、樹脂コーティングされた鉄系の軟磁性粉末を加圧成形してなる圧粉磁心から構成されることが多い。このような圧粉磁心用の軟磁性金属粉末は、粒子表面を樹脂皮膜で被覆することで粉末の絶縁性、さらには圧粉磁心そのものの絶縁性を確保して鉄損の発生を抑止している。

40

【0003】

磁性粉末の被覆方法は、大きく、湿式法と乾式法に分けられる。たとえば、特許文献 1 では、軟磁性粉末とシリコン樹脂をメタノールに溶解させた被覆処理液とを接触させた後、軟磁性粉末を乾燥させて粒子表面にシリコン樹脂皮膜を形成してから、その軟磁性粉末を加圧成形して圧粉磁心を製造する。このように溶媒を用いてシリコン樹脂皮膜を

50

形成する湿式法は、磁性粒子の表面に均質なシリコン樹脂皮膜を形成することができる。しかし、溶媒を乾燥する工程が必要であるとともに、脱気のための減圧装置の設置が必要で、工程の面でも設備の面でもコスト増を免れない。また、磁性粉末を連続的に被覆処理するのが困難である。

【0004】

湿式法が有する上記の問題点を回避するべく、溶媒を用いない乾式法を利用した圧粉磁心の製造方法が注目されている。特許文献2および特許文献3は、シリカ膜などの絶縁皮膜を粒子表面にもつ磁性粉末と加熱硬化型のシリコン樹脂からなる樹脂粉末とを混合する混合工程と、混合工程後の混合粉末を温間状態で加圧成形する成形工程と、成形工程後の圧粉体をシリコン樹脂が硬化する高温状態で加熱する加熱工程と、からなる圧粉磁心の製造方法を開示している。また、成形工程は、金型に充填した混合粉末を加熱して温間状態とする温間加熱工程と、温間加熱工程により樹脂粉末を軟化させた状態で混合粉末を加圧成形する加圧工程と、からなる。なお、温間状態とは、樹脂粉末が完全に縮重しない高温雰囲気を指す。本明細書では、温間状態の温度雰囲気にて加圧成形する成形工程を経て圧粉体を得る方法を、「温間成形」と呼ぶ。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2008-303443号公報

【特許文献2】特開2008-270539号公報

20

【特許文献3】特開2009-259939号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

特許文献2および特許文献3に記載の方法によれば、溶媒を用いることなく圧粉磁心を作製することができる。しかし、この方法は、もともとシリカ膜により絶縁された軟磁性粉末と樹脂粉末とを混合したものを成形するだけである。そのため、圧粉磁心における樹脂の役割は、軟磁性粉末の絶縁と言うよりも、粒子間の結合による圧粉磁心の高強度化にある。したがって、シリカ膜などにより絶縁されていない軟磁性粉末を用いた場合には、樹脂による粒子表面の被覆が十分にできず損失が大きくなるなどして磁気特性が低下すると考えられる。

30

【0007】

また、特許文献2および特許文献3の各実施例では、混合粉末全体に対して0.3質量%以下の樹脂粉末を用いて圧粉磁心を製造している。特許文献2には、樹脂粉末の配合量が0.2質量%の場合、温間状態で加圧成形した後の圧粉体は、金型とかじり等を生じることなく低い抜圧で金型から取り出すことができたと記載されている。実際に、本発明者等は、樹脂粉末の配合量が0.2質量%の場合には、所望の磁気特性および強度を有するとともに外観にも問題のない圧粉磁心が得られることを確認している。

【0008】

しかし、特許文献2または特許文献3と同様の手法を用いて、リアクトル用コア等に用いられるような樹脂粉末配合量の比較的多い圧粉磁心を製造した場合に、正常な外観をもつ圧粉磁心が得られないことが新たに判明した。外観の異常として、たとえば圧粉磁心の表面の肌荒れ、ひび、圧粉磁心の角部の欠け、ラミネーションなどが挙げられる。このような外観の異常があると、破損の原因となったり、寸法精度に影響して使用できなかったり、磁気特性に直接影響しないまでも信頼性が低下したり、といった懸念がある。

40

【0009】

また、予め温間状態に予熱した金型に樹脂粉末を比較的多く含む混合粉末を充填する際、粒子同士が凝集したり、樹脂粉末が金型の表面に融着したり、などして混合粉末の充填性が低下することも新たに判明した。そして、このような充填性の低下が、上記の成形性の低下に繋がると考えられる。

50

【0010】

本発明は、上記問題点に鑑み、樹脂による磁性粉末の被覆性に優れるとともに充填性および圧粉体の成形性に優れた磁心用粉末を用いた圧粉磁心の製造方法および磁心用粉末の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明の圧粉磁心の製造方法は、磁性粉末および加熱硬化型樹脂からなる常温で粉末状の樹脂粉末を温間状態で混合することにより、前記磁性粉末の粒子表面に前記樹脂の皮膜を形成した磁心用粉末を得る粉末調製工程と、

前記磁心用粉末を成形型に充填する粉末充填工程と、

前記磁心用粉末を加圧成形する加圧成形工程と、

前記加圧成形工程後の圧粉体を前記加熱硬化型樹脂が硬化する高温状態で加熱する圧粉体加熱工程と、

からなり、

前記粉末調製工程は、前記加熱硬化型樹脂の軟化開始温度以上であって硬化開始温度を超えない温度であり、且つ前記加熱硬化型樹脂の粘度が $10^4 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以下となる温度で前記磁性粉末および前記樹脂粉末を攪拌し、その後攪拌しながら冷却する工程であり、前記粉末充填工程は、前記磁心用粉末を予熱した前記成形型に充填する工程であって、前記加圧成形工程は、該磁心用粉末を温間状態で加圧成形する工程であることを特徴とする（前記粉末調製工程と前記粉末充填工程との間に前記磁心用粉末の重合処理を行う場合、及び前記粉末調製工程と前記粉末充填工程との間に前記磁心用粉末の重合処理を行わない場合であっても前記磁心用粉末における前記磁性粉末の混合比が65体積%以上90体積%以下の場合を除く。）。

【0012】

また、本発明の圧粉磁心の製造方法は、前記粉末調製工程の前に、前記磁性粉末および前記樹脂粉末を前記熱硬化型樹脂の軟化開始温度未満で混合する粉末混合工程をさらに有してもよい。

【0013】

なお、「温間状態」は、樹脂粉末が軟化する温度領域、つまり、樹脂粉末全体が完全に縮重合しておらず温度の上昇とともに粘度が低下する傾向にある温度領域に含まれる高温雰囲気にあるのが好ましい。

【0014】

磁性粉末と樹脂粉末とを単に混合するのではなく、温間状態で混合することで、磁性粉末と均一に混合された樹脂粉末が軟化して、磁心用粉末の粒子表面で流動する。その結果、磁心用粉末の粒子表面に樹脂皮膜が形成される。なお、樹脂皮膜は本来、粒子の一粒毎に形成されていることが理想的である。しかし、実際には、数個の粒子が固まった状態でその周りに樹脂皮膜が形成されていることもあり、このような状態であっても本発明の想定範囲内である。

【0015】

上記のごとく樹脂被膜が形成された磁心用粉末は、充填性および成形性に優れる。特に粉末充填工程において、たとえば次の加圧成形工程における成形温度程度に成形型が予熱されている場合、成形型に樹脂粉末を充填する際に、樹脂粉末が成形型からの熱の影響を受けやすい。粉末調製工程にて得られる磁心用粉末に含まれる加熱硬化型樹脂は、一旦軟化させてから冷却されるため、充填性に優れる。また、圧粉体さらには圧粉磁心の外観（成形性）も良好となる。これは、固形の加熱硬化型樹脂を軟化させてから冷却して再び固形にした固形樹脂の性質が、加熱前の軟化させていない固形樹脂とは異なり、熱に曝されても磁心用粉末に粘り気が生じ難いためと考えられる。その結果、磁心用粉末は充填時に予熱の影響を受け難く、常温の成形型に樹脂粉末を充填する場合と同様にスムーズに充填性よく行われる。つまり、粉末調製工程を経た磁心用粉末は、予熱されたキャビティに投入されても、粘り気が生じ難く、粒子が凝集し難く、加熱硬化型樹脂のキャビティへの融

10

20

30

40

50

着が抑制され、充填性に優れる。また、キャビティへ充填後の磁心用粉末は均一にキャビティ内に収まるため成形性が向上する。

【0016】

また、本発明の圧粉磁心の製造方法によれば、連続成形が可能となる。粉末充填工程および加圧成形工程にて、成形型に樹脂が付着して生じる成形型の汚染が抑制されるため、成形の都度に成形型を清掃したり交換したりする必要がなくなるためである。

【0017】

さらに、粉末調製工程の条件や磁心用粉末の前処理により、所望の特性（たとえば、透磁率などの磁気特性、強度など）に優れた圧粉磁心を製造することができる。

【0018】

なお、本明細書でいう「圧粉磁心」はその形態を問わない。つまり、圧粉磁心は、機械加工などが適宜なされる素材またはバルク状であってもよいし、最終的な形状またはそれに近い構造部材自体であってもよい。

【0019】

また、本発明の磁心用粉末の製造方法は、磁性粉末および加熱硬化型樹脂からなる常温で粉末状の樹脂粉末を温間状態で混合することにより、前記磁性粉末の粒子表面に前記樹脂の皮膜を形成した磁心用粉末を得る粉末調製工程をもち、

前記粉末調製工程では、前記加熱硬化型樹脂の軟化開始温度以上であって硬化開始温度を超えない温度であり、且つ前記加熱硬化型樹脂の粘度が $10^4 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以下となる温度で前記磁性粉末および前記樹脂粉末を攪拌し、その後攪拌しながら冷却することを特徴とする（前記磁心用粉末の重合処理を行う場合、及び前記磁心用粉末の重合処理を行わない場合であっても前記磁心用粉末における前記磁性粉末の混合比が65体積%以上90体積%以下の場合を除く。）。得られる磁心用粉末は、上記本発明の圧粉磁心の製造方法に好適に用いられる。

【発明の効果】

【0020】

本発明の圧粉磁心の製造方法および磁心用粉末の製造方法によれば、樹脂による被覆性に優れた磁心用粉末が得られ、また、この磁心用粉末は充填性および圧粉体の成形性に優れる。

【図面の簡単な説明】

【0021】

【図1】実施例で使用したシリコーン樹脂を昇温したときの、温度に対するシリコーン樹脂の粘度を示すグラフである。

【図2】実施例で使用したシリコーン樹脂を種々の温度に保持したときの、保持時間に対するシリコーン樹脂の粘度を示すグラフである。

【図3】本発明の圧粉磁心の製造方法により作製された圧粉体を示す図面代用写真である。

【図4】比較例の圧粉磁心の製造方法により作製された圧粉体を示す図面代用写真である。

【発明を実施するための形態】

【0022】

以下に、本発明の圧粉磁心の製造方法および磁心用粉末の製造方法を実施するための最良の形態を説明する。なお、特に断らない限り、本明細書に記載された数値範囲「 $x \sim y$ 」は、下限 x および上限 y をその範囲に含む。また、その数値範囲内において、本明細書に記載した数値を任意に組み合わせることで数値範囲を構成し得る。

【0023】

本発明の圧粉磁心の製造方法は、主として、粉末調製工程、粉末充填工程、加圧成形工程および圧粉体加熱工程からなる。なお、本発明の磁心用粉末の製造方法は、粉末調製工程に相当する。以下に、使用する原料粉末および各工程を説明する。

【0024】

10

20

30

40

50

〔原料粉末〕

磁性粉末の組成は特に問わないが、8属遷移元素（Fe、Co、Ni等）などの強磁性元素を主成分とする磁性粉末からなるのが好ましい。特に好ましくは、Feを主成分とする軟磁性粉末であって、純鉄粉、Fe-Si粉末などを用いるとよい。Siを含むことで、粉末粒子の電気抵抗率が高められ、圧粉磁心の比抵抗が向上し、渦電流損失が低減する。また、Siが含まれると、樹脂粉末としてシリコン樹脂粉末を用いた場合に、磁心用粉末とバインダとしての樹脂との結合性が向上するため望ましい。

【0025】

Fe-Si粉末であれば、全体を100質量%としたときに、0.5～3質量%のSiと、残部がFeと改質元素および/または不可避不純物とからなると好適である。ここで「改質元素」は、磁気的特性、電気的特性または機械的特性などにおいて、圧粉磁心の特性改善に有効な元素である。改善される特性の種類は問わないし、元素の種類も組み合わせも問わない。このような元素として、Si以外ではAl、Ni、Coなどがある。また、「不可避不純物」は、Fe-Si粉末の原料（溶湯など）に含まれる不純物、粉末形成時に混入する不純物などがあり、コスト的または技術的な理由等により除去することが困難な元素である。Fe-Si粉末であれば、たとえば、C、S、Cr、P、Mn等が挙げられる。このような改質元素および不可避不純物の含有量は、通常、磁気的特性の低下を招来しないように、比較的少量とされる。

10

【0026】

磁性粉末は、種々の磁性粉末を混合した粉末であってもよい。たとえば、純鉄粉とFe-49質量%Co-2質量%V（パーメンジュール）粉、純鉄粉とFe-3質量%Si粉、セダスト（Fe-9質量%Si-6質量%Al）粉と純鉄粉などの混合鉄系粉末であってもよい。

20

【0027】

また、圧粉磁心の低損失化のためには、磁性粉末の粒径が20～300 μ m、45～250 μ mさらには80～150 μ mであると好適である。磁性粉末の粒径が過大では渦電流損失の低減が図り難く、その粒径が過小ではヒステリシス損失の低減が図り難い。なお、磁性粉末の分級は、篩い分け法などにより容易に行える。

【0028】

上記のような磁性粉末の製造方法に限定はなく、粉碎粉でもアトマイズ粉でもよい。アトマイズ粉のなかでも水アトマイズ粉は、現状、もっとも入手性がよく低コストである。もちろん、磁性粉末は、アトマイズ粉以外の粉末でもよく、たとえば、合金インゴットをボールミル等で粉碎した粉碎粉でもよい。このような粉碎粉は、熱処理（たとえば不活性雰囲気中で800以上に加熱）によって結晶粒径を大きくして使用してもよい。また、鉄系の磁性粉末には、一般的な前処理である水素還元処理を施してもよい。

30

【0029】

樹脂粉末は、加熱硬化型樹脂からなる。加熱硬化型樹脂とは、加熱によって縮合・硬化するタイプの樹脂である。熱を加えることで官能基が反応し架橋が進行し、縮合・硬化が生じる。本発明では、常温で粉末状（すなわち固形）の樹脂粉末を用いるため、加熱による温度上昇に伴いはじめに軟化（ゲル化）してから、さらに高温域で縮合して硬化する。

40

【0030】

加熱硬化型樹脂は、構成粒子の表面を被覆する絶縁皮膜としての機能を果たし、圧粉磁心においては、構成粒子を絶縁する機能とともに構成粒子を結合する強固なバインダとしても機能する。使用される樹脂粉末として望ましいのは、加熱硬化型のシリコン樹脂である。加熱硬化型のシリコン樹脂は、軟化開始温度を超えると当初は軟化（ゲル化）するものの、縮合開始温度を超えると温度の上昇に伴いシロキサン結合が進行するにつれて部分的な架橋が形成されて軟化が緩まる。そして、部分的な架橋は、硬化開始温度以上で全体的な架橋となり、シリコン樹脂は強く硬化する。本発明において使用するシリコン樹脂粉末の軟化開始温度、縮合開始温度および硬化開始温度は、シリコン樹脂の種類により異なるため、一概に特定することはできない。ただし、一般的なシリコン樹脂の

50

軟化は、70～130 位から始まり、シリコーン樹脂の縮合は軟化が開始する温度よりも70～130 程度高くなると始まる。

【0031】

シリコーン樹脂のシラン化合物の官能基数は、1から最大で4つまでである。本発明で用いるシリコーン樹脂の官能基数に制限はない。もっとも、3または4の官能性シラン化合物を有するシリコーン樹脂を用いると、架橋密度が高くなり好ましい。

【0032】

本発明で用いるシリコーン樹脂粉末の具体例として、たとえば、メチル系の加熱硬化型シリコーン樹脂粉末として、モメンティブ・パフォーマンス・マテリアルズ社製のYR3370（軟化開始温度：70、縮合開始温度：200）等、信越化学工業（株）社製のKR220L（軟化開始温度：70、縮合開始温度：140）等、が挙げられる。さらに本発明では、種類、分子量、官能基が異なる2種類以上のシリコーン樹脂を、適当な割合で混合したシリコーン樹脂を使用してもよい。

【0033】

次に説明する粉末調製工程における磁性粉末および樹脂粉末の混合割合としては、本発明の効果が良好に発揮される混合割合として、混合粉末全体を100質量%としたときの樹脂粉末の混合割合を、0.1質量%以上3質量%以下さらには0.4～1質量%とする。なお、この樹脂粉末の混合割合は、磁心用粉末全体を100質量%としたときの樹脂含有量、さらには圧粉磁心全体を100質量%としたときのバインダとしての樹脂含有量とほぼ一致する。

【0034】

〔粉末調製工程〕

粉末調製工程は、上記の磁性粉末および樹脂粉末を温間状態で混合して磁心用粉末を得る工程である。温間状態で磁性粉末および樹脂粉末を混合することで、前述のように磁心用粉末の粒子表面に樹脂皮膜が形成される。

【0035】

磁性粉末および樹脂粉末の混合には、粉体の混合に一般的に用いられる攪拌機、たとえば加熱式ニーダ等を使用すればよい。攪拌速度は、攪拌機の種類、容量および混合粉末の総量に応じて調整するとよく、1～1000rpmの範囲で行うのが望ましい。温間状態での混合時間は1～120分が望ましい。

【0036】

また、磁性粉末と樹脂粉末とが混合されるとき温度は、樹脂粉末が軟化する温度、具体的には加熱硬化型樹脂の軟化開始温度以上であればよい。粉末調整工程では、樹脂粉末が軟化しさえすればよいが、磁心用粉末の粒子の表面を均一に樹脂粉末で被覆するという観点から、加熱硬化型樹脂の粘度が10,000Pa・s以下、1,000Pa・s以下、100Pa・s以下さらには10Pa・s以下となる温度で混合粉末を混合するとよい。加熱硬化型樹脂は、粘度が低いほど粒子表面を流動しやすくなり、磁心用粉末の粒子表面に均一に被覆されるためである。

【0037】

ここで、図1は、後に詳説する実施例で使用したシリコーン樹脂（KR220L）を加熱して昇温させながらその粘度を測定した結果を示すグラフである。なお粘度は、（株）レオロジ社製：MR-300ソリキッドメータを用いた動的粘弾性法により測定した。測定中の昇温速度を2 /分とした。常温で粉末状（固形）である加熱硬化型樹脂は、軟化開始温度以上で軟化し、昇温に伴って粘度は低くなるため均一な皮膜になりやすい。つまり、磁性粉末および樹脂粉末を混合する温度は、加熱硬化型樹脂の硬化開始温度を超えなければ、高いほど好ましいと言える。たとえばKR220Lは、70 で粘度が低下し始めるが、図1のようにさらに昇温すると、140 程度で部分的に縮合が開始して温度の上昇に対する粘度の低下量は少なくなり、200 を超えると軟化は終了して硬化が始まり、粘度は急激に高くなる傾向にある。

【0038】

さらに、図2は、所定の温度に加熱保持したKR220Lの粘度を経時的に測定した結果を示すグラフである。粘度は、TA Instruments社製：ARES-G2を用いて動的粘弾性法により測定した。所定の保持温度になるまで20 /分で昇温した。グラフの横軸は、KR220Lが所定の保持温度になってからの時間とした。各温度について同じ測定を複数回行い、それぞれのうちの2回分をグラフに示した。KR220Lを130 に保持した場合には5分、170 に保持した場合には10分、のあたりで軟化により粘度が最小となった。その後恒温保持を続けても、粘度の上昇はほとんどなかった。一方、KR220Lを210 または250 に保持した場合にも、10分あたりで軟化により粘度が最小となった。しかし、その後恒温保持を続けることで、粘度は上昇した。特に、250 に保持したKR220Lの粘度は、急激に上昇して直ぐに $10^4 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ を越えた。

10

【0039】

したがって、磁性粉末および樹脂粉末を混合する際の望ましい混合温度範囲を、加熱硬化型樹脂の軟化開始温度を基準として(軟化開始温度 + a) 以上(軟化開始温度 + b) 以下、と表すのであれば、“a”は10さらには30、“b”は130、100さらには80であるとよい。混合温度がこの範囲であれば、磁性粉末および樹脂粉末が容易に均一に混合されるため、磁性粉末が樹脂被膜で均一に覆われた磁心用粉末を容易に得られる。

【0040】

また、後述の加圧成形工程における成形温度との関係から規定するのであれば、成形温度以上で磁性粉末および樹脂粉末の混合物を混合するとよい。成形温度以上で加熱硬化型樹脂を軟化させることで充填工程における樹脂の軟化が抑制され、充填性が向上するためである。

20

【0041】

なお、樹脂粉末の粒径は、磁心用粉末の粒子の表面を均一に被覆するという観点から小さい方が好ましく、たとえば、 $0.01 \sim 350 \mu\text{m}$ であると好適である。

【0042】

加熱後の磁性粉末および樹脂粉末の混合物を冷却することで、軟化した加熱硬化型樹脂は再び固化する。こうして、磁性粉末の粒子表面が加熱硬化型樹脂で被覆されてなる磁心用粉末が得られる。なお、冷却後に塊状になった場合には、乳鉢などを用いて容易に解砕して粉末状にできる。また、攪拌しながら冷却することで、磁性粉末の粒子表面が樹脂で被覆されてなる磁心用粉末が容易に得られる。

30

【0043】

〔粉末充填工程〕

粉末充填工程は、磁心用粉末を常温または予熱した成型型に充填する工程である。成型型は、後述の加圧成形工程に先立って温間状態に予熱されてもよい。具体的には、加熱硬化型樹脂の軟化開始温度以上該加熱硬化型樹脂の硬化開始温度未満、つまり加圧成形工程における成形温度程度に予熱するとよい。

【0044】

予熱の際には、成型型の内面に潤滑剤を塗布してもよい。潤滑剤としては、圧粉体の成形に従来から用いられている一般的な潤滑剤を使用すればよい。潤滑剤の塗布方法は、潤滑剤の種類に応じて適宜選択すればよい。また、潤滑剤の塗布は、常温で行っても予熱された成型型に対して行ってもよいが、連続成形を行うのであれば、高温下での使用が可能な潤滑剤を用いる必要がある。

40

【0045】

〔加圧成形工程〕

加圧成形工程は、磁心用粉末を常温または温間状態で加圧成形する工程である。加圧成形工程の後、圧粉体得られる。加圧成形は、成型型に磁心用粉末を充填してから直ちに開始してもよいし、磁心用粉末が成形温度に達するのを待って開始してもよい。温間状態で加圧成形する温間成形法により圧粉体を成形することで、高密度で高磁束密度の圧粉体

50

が得られる。なお、加圧成形工程は、磁場中成形でも非磁場中成形でもよい。

【0046】

温間成形法の実例として、超高压成形が可能な金型潤滑温間高压成形法を用いてもよい。この金型潤滑温間高压成形法は、高級脂肪酸系潤滑剤を内面に塗布した金型へ前記磁心用粉末を充填する充填工程と、磁心用粉末と金型の内面との間に高級脂肪酸系潤滑剤とは別の金属石鹸皮膜が生成される成形温度と成形圧力で加圧成形する温間高压成形工程とからなる。この金型潤滑温間高压成形法の詳細については、日本特許公報特許3309970号公報、日本特許4024705号公報など多くの公報に詳細が記載されている。この金型潤滑温間高压成形法によれば、金型寿命を延しつつ、高密度な圧粉体を容易に得ることが可能となる。

10

【0047】

ここで、金型潤滑温間高压成形法における「温間」と、加熱硬化型樹脂を軟化させるための「温間」とは、本来の意図するところが異なる。前者は、高級脂肪酸系潤滑剤とは別の金属石鹸皮膜の生成を目的としている。後者は、加熱硬化型樹脂を軟化させることを目的としており、具体的には、加熱硬化型樹脂の軟化開始温度以上該加熱硬化型樹脂の硬化開始温度未満である。もっとも、両者の「温間」状態を共通させることで、高密度で高強度な圧粉磁心を効率的に製造することができる。シリコン樹脂粉末を使用するのであれば、温間状態を80以上、200以下さらには100～150にするとより好適である。

【0048】

また、加圧成形工程では、必ずしも潤滑剤を使用したり100MPaを超えるような高压で成形したりする必要はなく、圧粉磁心として望まれる特性に応じて、潤滑剤の種類を変更したり、潤滑剤の使用量を変更（もしくは使用しない）したり、成形圧力を変更したり、などしてもよい。たとえば、磁心用粉末の樹脂配合割合が0.1質量%以上の場合の成形圧力は、686MPa～1960MPaさらには180MPa～1568MPaが好ましい。

20

【0049】

〔圧粉体加熱工程〕

圧粉体加熱工程は、成形工程後の圧粉体を加熱硬化型樹脂が硬化する高温状態で加熱する工程である。圧粉体において、磁心用粉末の粒子表面を被覆する加熱硬化型樹脂は、加熱による昇温に伴い磁心用粉末の粒子同士を結着する。そして高温状態になると、磁心用粉末の粒子間に充填されていた加熱硬化型樹脂は縮重合反応をして熱硬化し、磁心用粉末の各粒子を強固に結合する。その結果、高強度の圧粉磁心が得られる。このような加熱硬化型樹脂の熱硬化が進行する範囲であれば、加熱温度（シリコン樹脂粉末を用いるのであれば300以上）、加熱時間、加熱雰囲気は問わない。

30

【0050】

また、圧粉磁心の保磁力やヒステリシス損失を低減するために、圧粉体中の残留歪みや残留応力の除去を目的として、圧粉体を焼鈍させることが好ましい。ここで上記の加熱工程が焼鈍工程を兼用すると好ましい。この加熱温度は、磁心用粉末の組成にも依るが、400～800程度である。加熱時間は、0.2～3時間さらには0.5～1.0時間程度が好ましい。焼鈍工程は比較的高温で加熱するため、その雰囲気は不活性雰囲気が好ましい。

40

【0051】

なお、軟化した加熱硬化型樹脂をその耐熱温度を超えて高温で加熱すると、加熱硬化型樹脂が多少変質し得る。ただし、シリコン樹脂は耐熱性が高いため、圧粉磁心の比抵抗が急激に低下することは少ない。

【0052】

〔カップリング層形成工程〕

以上、本発明の圧粉磁心の製造方法に必須の工程を説明したが、粉末調製工程に供される磁性粉末の粒子表面にシランカップリング剤からなるカップリング層を形成してもよい

50

。シリコーン樹脂のような樹脂材料を磁性粉末の粒子表面に被覆させる場合には、樹脂材料とそれら粒子との濡れ性を向上させて密着性を図る上で、両者間に介在するシランカップリング剤からなるカップリング層を形成するのが好ましい。特に、Siを含む磁性粉末およびシリコーン樹脂を用いる場合には、効果的である。

【0053】

カップリング層形成工程は、磁性粉末の粒子表面にシランカップリング剤を接触させる接触工程と、必要に応じて、接触工程後の磁性粉末を乾燥する乾燥工程と、を含むのがよい。なお、乾燥工程は省略してもよいが、得られる圧粉磁心の強度を向上させるためには50以上、60～90さらには75～85に加熱して乾燥を行う方がよい。

【0054】

カップリング剤として、KBM-303、KBM-403、KBE-402、KBE-403、KBM-602、KBM-603、KBM-903、KBE-903（信越化学工業社製）が挙げられる。溶媒にそのようなシランカップリング剤を溶解または分散させた溶液を用いて磁性粉末を処理することで、磁性粉末の表面にカップリング層を容易に形成することが可能となる。溶媒としては、水、有機溶媒などを用いることができる。カップリング剤は、磁心用粉末全体を100質量%としたとき、0.01～0.5質量%さらには0.03～0.3質量%となるように調製されるのがよい。Siを含む磁性粉末およびシリコーン樹脂を用いる場合には、シランカップリング剤の配合割合が微量でも、十分な濡れ性を発揮する。

【0055】

なお、本発明者のこれまでの調査によれば、強い塩基性を示すシランカップリング剤（たとえば、アミノ基を備えるシランカップリング剤）を用いると、より高強度の圧粉磁心を得られる。これは、アミノ基シランカップリング剤が触媒として作用し、シリコーン樹脂の硬化を促進するためと考えられる。

【0056】

〔その他の工程〕

本発明の圧粉磁心の製造方法は、以上説明した各工程に加えて、その他の工程を必要に応じて行ってよい。

【0057】

たとえば、本発明の圧粉磁心の製造方法は、前述の粉末調製工程の前に、磁性粉末および樹脂粉末を熱硬化型樹脂の軟化開始温度未満で混合する粉末混合工程をさらに有してもよい。粉末混合工程は、樹脂粉末が軟化しない温度（50以下）が望ましく、室温で行うとよい。混合には、V型混合機など粉体の混合に一般的に用いられる攪拌機を使用すればよい。磁性粉末および樹脂粉末を樹脂粉末が軟化しない温度で予め混合することで、磁性粉末および樹脂粉末が均一に混合されるため、次の粉末調製工程において磁性粉末が樹脂被膜で均一に覆われた磁心用粉末が得られ易い。粉末混合工程の後、攪拌したまま徐々に温度を上昇させて粉末調製工程に移行してもよいし、混合した粉末を所定の温度にした攪拌機に投入して粉末調製工程を開始してもよい。

【0058】

また、前述のように、鉄系の軟磁性粉末に対して行われる一般的な前処理である水素還元処理工程など、圧粉磁心の製造において一般的に行われる工程をさらに行ってもよい。

【0059】

〔圧粉磁心〕

本発明の圧粉磁心の製造方法により、磁性粉末と、粒子同士を絶縁しつつ磁性粉末を保持する樹脂部（バインダ）と、からなる圧粉磁心を得られる。バインダとしての樹脂量が0.3質量%を超える圧粉磁心を製造する際には、充填性および成形性に対する本発明の効果が大きに発揮される。

【0060】

以上、本発明の圧粉磁心の製造方法および磁心用粉末の製造方法の実施形態を説明したが、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。本発明の要旨を逸脱しない範囲

10

20

30

40

50

において、当業者が行い得る変更、改良等を施した種々の形態にて実施することができる。

【実施例】

【0061】

以下に、本発明の圧粉磁心の製造方法および磁心用粉末の製造方法の実施例を挙げて具体的に説明する。なお、以下に説明する実施例および比較例では乾式法、参考例では湿式法、により磁心用粉末を作製した。

【0062】

〔磁心用粉末の製造〕

軟磁性粉末として、Fe - 3質量% Siの組成をもつ市販のアトマイズ粉を用意した。この粉末を - 80 mesh に分級して、180 μm未滿の粒子を含む粉末を用いた。分級後の軟磁性粉末には、900 ~ 950 で水素還元処理を行った。

【0063】

<実施例1>

以下の手順により圧粉磁心を製造した。

【0064】

〔粉末調製工程〕

水素還元処理した軟磁性粉末と、シリコーン樹脂粉末（信越化学工業株式会社製「KR 220L」：固形粉末（粒径：10 μm以下）、軟化開始温度：70、縮合開始温度：140）と、を混合して混合粉末を得た。このときのシリコーン樹脂粉末の配合量は、混合粉末全体に対して0.5質量%とした。この混合粉末を、所定の温度の下で5分間、容器内でガラス棒により攪拌して混合した。なお、攪拌時の混合粉末の温度は、130（実施例1-1）、150（実施例1-2）または170（実施例1-3）とした。その後、攪拌したまま室温まで放冷し、磁心用粉末を得た。

【0065】

〔充填工程〕

試験片形状に応じたキャピティを有する超硬製の金型を用意した。金型の内周面にはTiNコート処理が施されており表面粗さは0.4 Zであった。はじめに、キャピティ内の温度が130となるように、バンドヒータで金型を予熱した。

【0066】

加熱した金型の内周面に、水溶液に分散させたステアリン酸リチウム（1%）をスプレーガンにて10 cm³/分程度の割合で均一に塗布した。ここで用いた水溶液は、水に界面活性剤と消泡剤とを添加したものである。界面活性剤には、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル（EO）6、（EO）10及びホウ酸エステルエマルボンT-80を用い、それぞれを水溶液全体（100体積%）に対して1体積%ずつ添加した。また、消泡剤には、FSアンチフォーム80を用い、水溶液全体（100体積%）に対して0.2体積%添加した。また、ステアリン酸リチウムには、融点が約225で、粒径が20 μmのものを用いた。その分散量は、上記水溶液100 cm³に対して25 gとした。そして、これをさらにボールミル式粉碎装置で微細化処理（テフロンコート鋼球：100時間）し、得られた原液を20倍に希釈して最終濃度1%の水溶液として、上記の塗布に供した。

【0067】

130に予熱されステアリン酸リチウムが内面に塗布されたこの金型のキャピティへ、粉末調製工程にて得られた磁心用粉末を充填した。

【0068】

〔加圧成形工程〕

磁心用粉末が充填されたキャピティ内の温度を130の温間状態のまま保持し、混合粉末を1568 MPaで加圧成形した。こうして、リング状（外径：39 mm x 内径30 mm x 厚さ5 mm）の圧粉体を得た。

【0069】

10

20

30

40

50

〔圧粉体加熱工程〕

この圧粉体に、可変雰囲気焼結炉を用いて流量 8 リットル / 分の窒素雰囲気中 750 で 1 時間の加熱処理を施して、圧粉磁心を得た。

【0070】

<実施例 2>

水素還元処理後の軟磁性粉末に対して以下に説明する接触工程を行った他は、実施例 1 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【0071】

〔接触工程〕

軟磁性粉末と、水を混合したアミノ基シランカップリング剤（チッソ社製 S - 330）の水溶液と、を混合して軟磁性粉末の粒子表面にカップリング層を形成した。接触工程では、濃度の異なるシランカップリング剤の水溶液を用い、磁心用粉末（軟磁性粉末、シリコーン樹脂およびシランカップリング剤の合計）を 100 質量%としたときのシランカップリング剤の配合割合が 0.1 質量%（実施例 2 - 1 および 2 - 3）または 0.05 質量%（実施例 2 - 2）となるようにした。

10

【0072】

カップリング層を形成された軟磁性粉末を、接触工程後直ちに上記のシリコーン樹脂粉末と混合した（粉末調製工程）。このときのシリコーン樹脂粉末の配合量は、混合粉末全体（カップリング層が形成された軟磁性粉末およびシリコーン樹脂の合計）に対して 0.5 質量%とした。なお、本実施例では、粉末調製工程における攪拌時の混合粉末の温度は、130（実施例 2 - 1 および 2 - 2）または 170（実施例 2 - 3）とした。

20

【0073】

<実施例 3>

接触工程の後に、以下に説明する乾燥工程を行った他は、実施例 2 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【0074】

〔乾燥工程〕

シランカップリング剤の水溶液と混合された軟磁性粉末を、80 で 5 分間、乾燥させた。

【0075】

乾燥後の軟磁性粉末を、上記のシリコーン樹脂粉末と混合した（粉末調製工程）。なお、本実施例では、攪拌時の混合粉末の温度は、130（実施例 3 - 1 および 3 - 2）または 170（実施例 3 - 3）とした。

30

【0076】

<比較例 1>

粉末調製工程を室温で行った他は、実施例 1 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【0077】

<比較例 2>

粉末調製工程を室温で行った他は、実施例 3 - 1 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【0078】

<参考例 1>

磁心用粉末を以下の手順（湿式法）で調製し、充填工程以降は実施例 1 と同様にして圧粉磁心を作製した。

40

【0079】

上記のシリコーン樹脂粉末をエタノールに溶解させて、被覆処理液を作製した。この被覆処理液と、水素還元処理後の軟磁性粉末と、を混合してから、マントル炉にて 75 ~ 80 で溶媒を蒸発させた。その後さらに、所定の温度まで昇温し 10 分間保持して、粘り気のない粉末状にした。なお、昇温後の保持温度は、130（参考例 1 - 1）または 170（参考例 1 - 2）とした。こうして得られた磁心用粉末は、軟磁性粉末の粒子表面にシリコーン樹脂皮膜が形成され、磁心用粉末全体を 100 質量%としたときのシリコーン

50

ン樹脂の含有量は0.5質量%であった。

【0080】

<実施例4>

シリコン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して1.0質量%とした他は、実施例1と同様にして圧粉磁心を作製した。なお、粉末調製工程における混合粉末の温度は、130（実施例4-1）、150（実施例4-2）または170（実施例4-3）とした。

【0081】

<実施例5-1>

シリコン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して1.0質量%とした他は、実施例2-1と同様にして圧粉磁心を作製した。

10

【0082】

<実施例6-1>

シリコン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して1.0質量%とした他は、実施例3-1と同様にして圧粉磁心を作製した。

【0083】

<比較例3>

シリコン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して1.0質量%とした他は、比較例1と同様にして圧粉磁心を作製した。

【0084】

<比較例4>

シリコン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して1.0質量%とした他は、比較例2と同様にして圧粉磁心を作製した。

20

【0085】

<参考例2-1>

シリコン樹脂の含有量を磁心用粉末全体に対して1.0質量%とした他は、参考例1-1と同様にして圧粉磁心を作製した。

【0086】

<参考例2-2>

シリコン樹脂の含有量を磁心用粉末全体に対して1.0質量%とした他は、参考例1-2と同様にして圧粉磁心を作製した。

30

【0087】

<実施例7>

シリコン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して2.0質量%とした他は、実施例1と同様にして圧粉磁心を作製した。なお、粉末調製工程における混合粉末の温度は、130（実施例7-1）、150（実施例7-2）または170（実施例7-3）とした。

【0088】

<実施例8-1>

シリコン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して2.0質量%とした他は、実施例2-1と同様にして圧粉磁心を作製した。

40

【0089】

<実施例9-1>

シリコン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して2.0質量%とした他は、実施例3-1と同様にして圧粉磁心を作製した。

【0090】

<比較例5>

シリコン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して2.0質量%とした他は、比較例1と同様にして圧粉磁心を作製した。

【0091】

50

< 比較例 6 >

シリコーン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して 2.0 質量%とした他は、比較例 2 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【 0 0 9 2 】

< 参考例 3 - 1 >

シリコーン樹脂の含有量を磁心用粉末全体に対して 2.0 質量%とした他は、参考例 1 - 1 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【 0 0 9 3 】

< 参考例 3 - 2 >

シリコーン樹脂の含有量を磁心用粉末全体に対して 2.0 質量%とした他は、参考例 1 - 2 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【 0 0 9 4 】

< 実施例 1 0 >

シリコーン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して 0.2 質量%とした他は、実施例 1 と同様にして圧粉磁心を作製した。なお、粉末調製工程における混合粉末の温度は、130 (実施例 1 0 - 1) または 170 (実施例 1 0 - 2) とした。

【 0 0 9 5 】

< 実施例 1 1 - 1 >

シリコーン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して 0.2 質量%とした他は、実施例 2 - 2 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【 0 0 9 6 】

< 実施例 1 2 - 1 >

シリコーン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して 0.2 質量%とした他は、実施例 3 - 2 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【 0 0 9 7 】

< 比較例 7 >

シリコーン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して 0.2 質量%とした他は、比較例 1 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【 0 0 9 8 】

< 比較例 8 >

シリコーン樹脂粉末の配合量を混合粉末全体に対して 0.2 質量%とした他は、比較例 2 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【 0 0 9 9 】

< 参考例 4 - 1 >

シリコーン樹脂の含有量を磁心用粉末全体に対して 0.2 質量%とした他は、参考例 1 - 1 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【 0 1 0 0 】

< 参考例 4 - 2 >

シリコーン樹脂の含有量を磁心用粉末全体に対して 0.2 質量%とした他は、参考例 1 - 2 と同様にして圧粉磁心を作製した。

【 0 1 0 1 】

< 評価 >

〔 充填性および成形性 〕

充填工程における充填性および成形性を評価した。結果を表 1 ~ 表 3 に示した。表において、充填性は、磁心用粉末が粉末状を保ったままサラサラとキャビティに充填された場合を ○、磁心用粉末の一部に凝集が見られた場合を △、磁心用粉末が凝集してキャビティに均一に充填されなかった場合を ×、とした。また、成形性は、圧粉体の表面が滑らかで正常な状態を ○、表面に部分的に異常が見られたが品質上問題無いものを △、表面全体に異常が見られたものを ×、とした。なお、図 3 に実施例 1 - 1 の製造方法により得られた圧粉体の外観を示した。また、図 4 に、各比較例の製造方法により得られた圧粉体に見ら

10

20

30

40

50

れた異常；ひび、欠け、肌荒れ、ラミネーション、をそれぞれ具体的に示した。

【0102】

〔試験片の測定〕

上記の圧粉磁心（リング状試験片）を用いて、密度、透磁率、交流抵抗、損失および圧環強度を測定した。各試験片の密度（圧粉磁心の嵩密度）は、寸法および重量を測定して求めた計算値とした。なお、軟磁性粉末の真密度は、 7.68 g/cm^3 であった。透磁率は、 10 kHz で 10 mA の条件でLCRメータ（メーカー：（株）日置、型番：HiTester 3531Z）を用いて測定した。交流抵抗は、デジタルマルチメータ（メーカー：（株）エーディーシー、型番：R6581）を用いて4端子法により測定した。損失は、 0.2 T で 10 kHz の条件でBHアナライザ（メーカー：（株）岩通計測、型番：SY-8232）を用いて測定した。また、圧環強度は、JIS Z 2507に準ずる方法により測定した。結果を表1～表3にそれぞれ示した。

10

【0103】

磁心用粉末に含まれる樹脂量が 0.2 質量%である場合には、従来の製造方法を用いても優れた充填性および成形性を示すことがわかった（表3）。しかし、磁心用粉末に含まれる樹脂量が 0.5 質量%以上である場合には、従来の乾式方法を用いた各比較例の製造方法において充填性および成形性が悪化した。

【0104】

また、磁心用粉末に含まれる樹脂量が 0.5 質量%以上である場合でも、湿式法を用いて磁心用粉末を調製した各参考例の製造方法では、充填性および成形性に問題は発生しなかった。しかし、これらの参考例の製造方法（湿式法）で作製された圧粉磁心の圧環強度は、高くても 28 MPa であった。一方、実施例の製造方法で作製された圧粉磁心の圧環強度は、シランカップリング剤を用いないものであっても、各参考例の製造方法で作製された圧粉磁心と同等あるいはそれ以上の高強度を示した。

20

【0105】

また、軟磁性粉末にカップリング層を形成した実施例のうち、乾燥工程を行った各実施例（実施例3、実施例6-1および9-1）の製造方法により得られた圧粉磁心は、高強度であった。すなわち、圧粉磁心の高強度化を目的とする場合には、接触工程後に加熱を伴う乾燥工程を行う必要があることが判った。また、磁心用粉末に含まれるシランカップリング剤が 0.05 質量%で、十分な濡れ性が得られることがわかった。したがって、シランカップリング剤は、磁心用粉末を 100 質量%としたときに $0.03 \sim 0.08$ 質量%程度含まれるように調製されるとよいことが判った。なお、乾燥工程を行うことで充填性が低下したが、キャビティ内での混合粉末の動きが若干悪くなって表面を均しくなくなる程度であり、樹脂の融着によるキャビティの汚染は見られず、連続的に成形ができなくなることはなかった。そのため、成形性にも悪影響はなかった。

30

【0106】

実施例の製造方法のうち粉末調製工程にて混合粉末を加熱した実施例1～3（表1）、実施例4～6および実施例7～9（表2）ならびに実施例10～12（表3）では、混合粉末の加熱温度を 130 とした場合に圧粉磁心が高強度となることが判った。したがって、粉末調製工程にて混合粉末を攪拌する場合には、加熱温度を $120 \sim 140$ 程度とすることで高強度の圧粉磁心が得られることがわかった。

40

【0107】

また、湿式法により軟磁性粉末の粒子表面をシリコン樹脂で被覆した各参考例では、各比較例と比較して、樹脂により粒子表面が十分に絶縁被覆されたと考えられる。このことは、各参考例の製造方法により得られた圧粉磁心の透磁率、交流抵抗および損失の少なくともいずれかの値が、各比較例の製造方法により得られた圧粉磁心のものよりも低いことから容易に推測される。シランカップリング剤を用いない製造方法について具体的に比較すると、表1において、比較例1の製造方法により得られた圧粉磁心は、参考例1-1の製造方法により得られた圧粉磁心よりも、透磁率、交流抵抗および損失のいずれも高かった。また、比較例1の製造方法により得られた圧粉磁心は、参考例1-2の製造方法に

50

より得られた圧粉磁心よりも、透磁率および交流抵抗が高かった。シリコーン樹脂の配合割合が0.2質量%、1.0質量%および2.0質量%であっても同様であった。そこで、シランカップリング剤を用いない実施例1の製造方法により得られた三種類の圧粉磁心について検討すると、実施例1-2および1-3では、参考例1-1および1-2と同程度あるいはそれ以上に低透磁率、低交流抵抗および低損失を示した。また、実施例1-1の製造方法により得られた圧粉磁心は、最も低損失であった。シリコーン樹脂の配合割合が0.2質量%、1.0質量%および2.0質量%であっても同様の傾向が見られた。つまり、各実施例の方法により作製された磁心用粉末は、シリコーン樹脂により粒子表面が十分に絶縁被覆されたと言える。

【0108】

したがって、本発明の製造方法により作製された磁心用粉末さらにその磁心用粉末を用いて作製された圧粉磁心は、圧粉磁心の製造時の充填性および成形性に優れ、樹脂による絶縁被覆が良好に行われていることで湿式法により作製された磁心用粉末を用いた圧粉磁心と同程度あるいはそれ以上の磁気特性および強度を有することがわかった。

【0109】

【 表 1 】

	磁心用粉末の調製条件						評価					
	乾式法			湿式法			成形性	透磁率	交流抵抗 (mΩ)	損失 (kW/m ³)	圧強 (MPa)	
	シランカップリング層形成工程		粉末調製工程	シリコン樹脂被覆金属粉末の乾燥温度 (°C)		圧磁心の密度 (g/cm ³)						
	接触工程	乾燥工程	乾燥温度 (°C)	混合粉末の加熱温度 (°C)	シリコン樹脂被覆金属粉末の乾燥温度 (°C)	充填性						
実施例1-1	-	-	-	130	-	◎	◎	427	445	37		
実施例1-2	-	-	-	150	-	◎	◎	353	475	23		
実施例1-3	-	-	-	170	-	◎	◎	324	468	22		
実施例2-1	0.1	-	-	130	-	◎	◎	350	470	18		
実施例2-2	0.05	-	-	130	-	◎	◎	423	440	37		
実施例2-3	0.1	-	-	170	-	◎	◎	323	547	18		
実施例3-1	0.1	80	80	130	-	○	◎	345	484	63		
実施例3-2	0.05	80	80	130	-	○	◎	383	486	63		
実施例3-3	0.1	80	80	170	-	○	◎	411	470	56		
比較例1	-	-	-	(室温)	-	×	×	382	476	70		
比較例2	0.1	80	80	(室温)	-	×	×	366	485	65		
参考例1-1	-	-	-	-	130	◎	◎	359	470	22		
参考例1-2	-	-	-	-	170	◎	◎	329	480	20		

注:シリコン樹脂配合割合は、いずれも0.5質量%である。

【 0 1 1 0 】

10

20

30

40

【 表 2 】

	磁心用粉末の調製条件						評価						
	乾式法			湿式法			充填性	成形性	圧粉磁心の密度 (g/cm ³)	透磁率	交流抵抗 (mΩ)	損失 (kW/m ³)	圧環強度 (MPa)
	シランカップリング剤 (質量%)	乾燥温度 (°C)	粉末調製工程の混合粉末の加熱温度 (°C)	乾燥温度 (°C)	シリコン樹脂被覆金属粉末の乾燥温度 (°C)								
	接触工程	乾燥工程	混合粉末の加熱温度 (°C)	乾燥工程	シリコン樹脂被覆金属粉末の乾燥温度 (°C)								
実施例4-1	-	-	130	-	-	◎	◎	6.90	100	298	518	64	
実施例4-2	-	-	150	-	-	◎	◎	6.81	86	276	542	45	
実施例4-3	-	-	170	-	-	◎	◎	7.00	115	269	561	37	
実施例5-1	0.1	-	130	-	-	◎	◎	7.11	101	313	455	19	
実施例6-1	0.1	80	130	-	-	○	◎	6.89	100	301	519	48	
比較例3	-	-	(室温)	-	-	×	×	7.08	124	334	477	71	
比較例4	0.1	80	(室温)	-	-	×	×	7.00	119	303	524	70	
参考例2-1	-	-	-	130	-	◎	◎	7.04	102	288	563	26	
参考例2-2	-	-	-	170	-	◎	◎	6.89	84	287	561	19	
実施例7-1	-	-	130	-	-	◎	◎	6.53	43	259	679	37	
実施例7-2	-	-	150	-	-	◎	◎	6.47	37	253	687	20	
実施例7-3	-	-	170	-	-	◎	◎	6.84	39	290	553	24	
実施例8-1	0.1	-	130	-	-	◎	◎	6.75	58	267	564	19	
実施例9-1	0.1	80	130	-	-	○	◎	6.68	57	264	565	46	
比較例5	-	-	(室温)	-	-	×	×	6.49	45	279	530	47	
比較例6	0.1	80	(室温)	-	-	×	×	6.48	47	270	563	43	
参考例3-1	-	-	-	130	-	◎	◎	6.51	38	259	685	28	
参考例3-2	-	-	-	170	-	◎	◎	6.49	33	251	686	15	

注:シリコン樹脂配合割合は、表の上から順に、実施例4-1～参考例2-2が1.0質量%、実施例7-1～参考例3-2が2.0質量%である。

【 表 3 】

	磁心用粉末の調製条件						評価					
	乾式法						湿式法		透磁率	交流抵抗 (mΩ)	損失 (kW/m ³)	圧強 強度 (MPa)
	シランカップリング層形成工程		粉末調製工程		シリコン樹脂被覆金属粉末の乾燥温度(°C)							
	接触工程	乾燥工程	乾燥温度(°C)	混合粉末の加熱温度(°C)			成形性	充填性				
シランカップリング剤(質量%)	乾燥温度(°C)											
実施例10-1	-	-	130	-	-	◎	◎	7.19	194	456	490	32
実施例10-2	-	-	170	-	-	◎	◎	7.17	193	441	496	25
実施例11-1	0.05	-	130	-	-	◎	◎	7.23	185	452	493	36
実施例12-1	0.05	80	130	-	-	◎	◎	7.16	160	460	491	58
比較例7	-	-	(室温)	-	-	◎	◎	7.16	229	496	487	32
比較例8	0.1	80	(室温)	-	-	◎	◎	7.17	211	480	470	43
参考例4-1	-	-	-	130	-	◎	◎	7.18	195	456	476	25
参考例4-2	-	-	-	170	-	◎	◎	7.13	169	427	493	16

注:シリコン樹脂配合割合は、いずれも0.2質量%である。

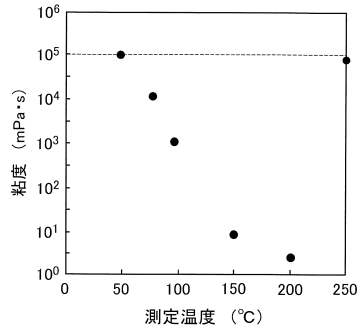
10

20

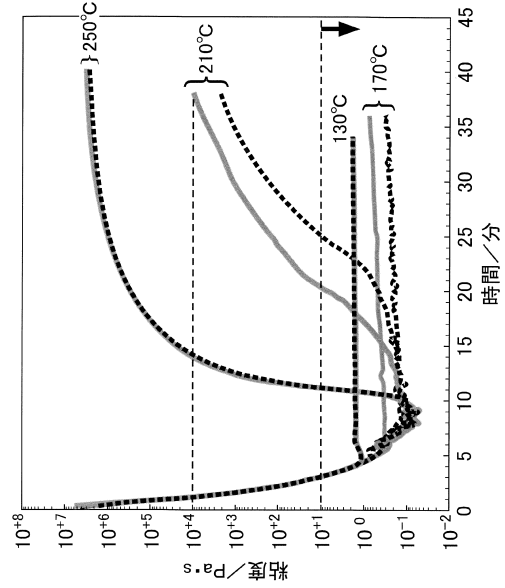
30

40

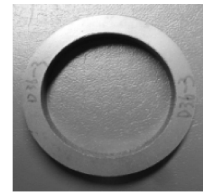
【 図 1 】



【 図 2 】

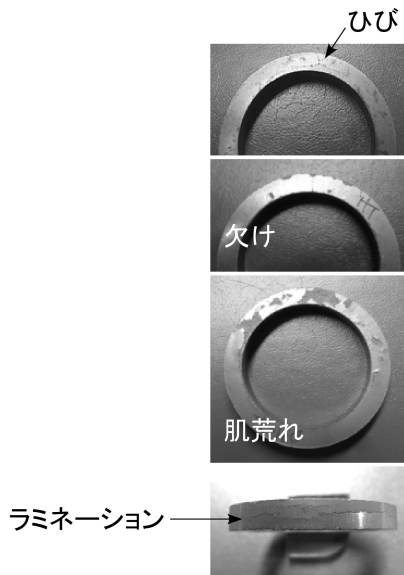


【 図 3 】



(正常)

【 図 4 】



(異常)

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
 H 0 1 F 27/255 (2006.01) H 0 1 F 1/26
 H 0 1 F 27/24 D

(72)発明者 平野 雅揮
 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内
 (72)発明者 杉山 昌揮
 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内
 (72)発明者 大石 雄介
 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内
 (72)発明者 岡本 大祐
 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内
 (72)発明者 山本 栄也
 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内

合議体

審判長 森川 幸俊
 審判官 井上 信一
 審判官 酒井 朋広

(56)参考文献 特開2002-305108(JP,A)
 特開2008-270539(JP,A)
 特開2010-183056(JP,A)
 国際公開第2010/061525(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01F 41/02
 H01F 1/26