

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4933711号
(P4933711)

(45) 発行日 平成24年5月16日(2012.5.16)

(24) 登録日 平成24年2月24日(2012.2.24)

(51) Int. Cl.			F I		
B 2 2 F	3/02	(2006.01)	B 2 2 F	3/02	L
B 2 2 F	3/24	(2006.01)	B 2 2 F	3/24	B
H O 1 F	1/26	(2006.01)	H O 1 F	1/26	

請求項の数 9 (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2001-525727 (P2001-525727)	(73) 特許権者	390023711
(86) (22) 出願日	平成12年9月6日(2000.9.6)		ローベルト ボツシュ ゲゼルシャフト
(65) 公表番号	特表2003-510460 (P2003-510460A)		ミット ベシユレンクテル ハフツング
(43) 公表日	平成15年3月18日(2003.3.18)		ROBERT BOSCH GMBH
(86) 国際出願番号	PCT/DE2000/003054		ドイツ連邦共和国 シュツツトガルト (
(87) 国際公開番号	W02001/022448		番地なし)
(87) 国際公開日	平成13年3月29日(2001.3.29)		Stuttgart, Germany
審査請求日	平成19年9月5日(2007.9.5)	(74) 代理人	100099483
(31) 優先権主張番号	199 45 619.4		弁理士 久野 琢也
(32) 優先日	平成11年9月23日(1999.9.23)	(74) 代理人	100112793
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		弁理士 高橋 佳大
前置審査		(74) 代理人	100128679
			弁理士 星 公弘
		(74) 代理人	100135633
			弁理士 二宮 浩康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 軟磁性複合材料の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

次の方法工程：

- a.) 軟磁性特性を有する出発粉末と 0.05 質量% ~ 1 質量% の平均粒度 1 μm ~ 100 μm を有する滑剤と熱可塑性化合物とを有する、軟磁性複合材料を製造するためのプレス成形材料を準備し、
 - b.) 熱可塑性化合物の熔融温度を下回る温度でプレス成形材料をプレス成形し、
 - c.) プレス成形されたプレス成形材料を、滑剤が蒸発又は熱分解する温度であって熱可塑性化合物の熔融温度より下の温度で第 1 の熱処理を 20 分 ~ 4 時間にわたり行い、
 - d.) プレス成形されたプレス成形材料を熱可塑性化合物の熔融温度より上の温度で第 2 の熱処理を 5 分 ~ 1 時間にわたり行う
- を有する、軟磁性複合材料の製造方法。

【請求項 2】

プレス成形材料のプレス成形をプレス金型中で、一軸でプレス成形することにより行う、請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

プレス成形材料のプレス成形を 50 ~ 90 の温度で行う、請求項 1 又は 2 記載の方法。

【請求項 4】

プレス成形材料のプレス成形を高めた温度のもとでこの温度にプレス金型を予熱するこ

とにより行う、請求項 2 又は 3 記載の方法。

【請求項 5】

第 1 の熱処理を 200 ~ 270 の温度で行い、第 2 の熱処理を 285 ~ 310 の温度で行う、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 6】

第 1 の熱処理及び / 又は第 2 の熱処理を不活性ガス雰囲気下で行う、請求項 1 から 5 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 7】

滑剤及びその分解生成物が、熱可塑性化合物に対して及び軟磁性特性を有する出発粉末に対して化学的に不活性である、請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項記載の方法。

10

【請求項 8】

プレス成形材料の準備が、軟磁性特性を有する出発粉末と、粉末状の熱可塑性化合物との混合であるか又は軟磁性特性を有する出発粉末の溶剤中に溶かした熱可塑性化合物による被覆である、請求項 1 から 7 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 9】

プレス成形材料の準備が、軟磁性特性を有する出発粉末と、粉末状の滑剤との混合であるか又は溶剤中に溶かした滑剤のプレス成形材料中への導入である、請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

20

本発明は、独立形式請求項の前提部に記載されたプレス成形材料及びこの種のプレス成形材料を用いた軟磁性複合材料の製造方法に関する。

【0002】

従来の技術

軟磁性複合材料は、特に電気機械における温度安定性、耐腐食性及び耐溶剤性の磁性部材の製造のために必要となる。この場合、この軟磁性複合材料並びにその材料を用いて製造された部材は特定の特性を必要とする：この材料は高い透磁率、高い磁気飽和、わずかな保磁力及びできる限り高い比電気抵抗を有するべきである。前記の磁性特性と高い比電気抵抗との組合せは、わずかな渦電流損で高い回路力学 (Schaltdynamik) を生じる、つまり、この種の部材の磁気飽和及び消磁は短時間内で行われる。

30

【0003】

ドイツ国特許出願公開第 19735271 号明細書には軟磁性の成形可能な複合材料及びその製造方法が既に提案されており、この場合、軟磁性特性を有する粉末は熱可塑性化合物で被覆されており、引き続き成形体にプレス成形されている。その後で、この成形体もしくは成形されたプレス成形材料を保護ガス下で、熱可塑性化合物の融点を上回る温度で熱処理する。

【0004】

さらに、合金でない鉄粉末又は合金の鉄粉末を熱硬化性樹脂、例えばエポキシ樹脂又はフェノール樹脂と共に軸方向にプレス成形することは既に公知である。

【0005】

40

本発明の利点

本発明によるプレス成形材料及び本発明によるプレス成形材料を用いた軟磁性複合材料の製造方法は先行技術と比べて、プレス金型、例えば雌型中でプレス成形材料をプレス成形する際に今まで必要な温度を低下させ、かつ同時にプレス成形する前にプレス成形材料の予熱を必要としないという利点を有する。プレス成形材料の改善された滑り挙動は、さらにプレス成形材料中の熱可塑性化合物の割合を減少させることを可能にする。

【0006】

さらに、本発明によるプレス成形材料は所定のプレス成形力で高い材料密度を達成することができ、かつこの材料は比較的わずかな金型摩耗を生じる。プレス成形前のプレス成形材料の予熱が必要ないことにより、例えば軟磁性特性を有する出発粉末としての鉄粉末の

50

不所望な酸化が生じることは回避される。

【0007】

さらに、金型温度の低下により、本発明による方法の場合、プレス金型中でのプレス加工を保護ガス下で行う必要がなくなる。

【0008】

本発明によるプレス成形材料及び本発明による方法は、最終的に、加熱プレス装置の本質的な簡素化による簡単な加工の利点並びに付形の際にわずかなエネルギー消費の利点を有する。

【0009】

本発明の有利な実施態様は、引用形式請求項に記載された方法から生じる。

10

【0010】

軟磁性複合材料の製造もしくはこの複合材料を使用する部材の製造は、有利にプレス成形材料に添加された熱可塑性化合物の熔融温度を下回る温度でプレス成形材料を一軸の雌型プレスにより及び引き続き段階的な熱的時効プロセスにより行われる。

【0011】

この熱的時効プロセスにおいて、有利にまず熱可塑性化合物の熔融温度を下回る温度で添加した滑剤を蒸発又は熱分解し、その後で次の温度上昇により熱可塑性化合物を熔融させる。この場合、熔融した熱可塑性化合物は出発粉末の軟磁性特性を有する粉末粒子を濡らし、それにより冷却後に粉末粒子の有効な接着を引き起こし、これが良好な機械的強度及び得られた複合材料の高い電気抵抗を生じさせる。

20

【0012】

軟磁性複合材料の本発明による製造方法のための出発材料としての本発明によるプレス成形材料は、熱可塑性化合物で表面を被覆した軟磁性粉末から又は微細な熱可塑性樹脂と乾式で混合された軟磁性粉末から出発する。

【0013】

粉末粒子を熱可塑性化合物で被覆することは、例えば溶剤中の適当な熱可塑性ポリマーの溶液を添加することにより達成することができる。

【0014】

熱可塑性化合物を軟磁性粉末と乾式で混合する場合、有利に $1\ \mu\text{m} \sim 100\ \mu\text{m}$ 、特に $5\ \mu\text{m} \sim 40\ \mu\text{m}$ の平均粒度を有する粉末状の熱可塑性化合物が使用される。

30

【0015】

滑剤として、不活性ガス雰囲気下でのプレス成形材料の加熱の際に、二段階での熱的時効プロセスの間に、使用した熱可塑性化合物の熔融温度を下回る温度で蒸発するか又は熱的に分解しかつ揮発するが、滑剤並びに滑剤の分解生成物は熱可塑性化合物及び/又は軟磁性特性を有する出発粉末と化学的に反応しない滑剤が特に有利に使用される。

【0016】

滑剤に由来するガスの圧力のもとで複合材料から熱可塑性樹脂溶融物が追い出されるのを回避するために、更なる温度上昇により熱可塑性化合物の熔融及び軟磁性出発粉末の濡れが生じる前に、滑剤がプレス成形後に熱可塑性化合物の熔融温度を下回る温度でまず少なくともほぼ完全にプレス成形材料から除去される場合が著しく有利である。

40

【0017】

従って、全体として、プレス成形材料もしくはそのプレス成形材料から製造された部材の冷却の際に初めて、滑剤不含の複合材料の強度の本質的な向上が付着するポリマー架橋の形成により生じる。

【0018】

さらに、従って有利に、滑剤が得られた軟磁性複合材料の構造中に残留しかつそこで使用特性に不利な影響を及ぼすことは回避される。

【0019】

滑剤が、さらに同時に離型剤として機能するステアリン酸である場合に、プレス成形時の温度並びに熱的時効プロセスの間の温度に関して特に有利であることが判明した。このス

50

テアリン酸はさらに $1\ \mu\text{m} \sim 100\ \mu\text{m}$ 、特に $10\ \mu\text{m} \sim 50\ \mu\text{m}$ の平均粒度を有する超微粉碎された粉末としてプレス成形材料に添加される。

【0020】

熱可塑性化合物として有利に多数のポリマーが適しており、この場合ポリフェニレンスルフィドを使用するのが有利である。ステアリン酸とポリフェニレンスルフィドとの組合せが特に有利である。

【0021】

その他に、例えば加工性及び取り扱いが容易であるために、本発明のプレス成形材料は流動性であるのが特に有利である。

【0022】

実施例

まず、軟磁性特性を有する出発粉末としてのA B Mタイプ又はSomaloy 500タイプのリン酸塩処理された鉄粉末(Fa. Hoeganaes, Schweden社)を、熱可塑性化合物としてのポリフェニレンスルフィド粉末と混合した。ポリフェニレンスルフィド粉末は例えばV 0タイプ(Fa. Philips Petroleum社)又はFortron 0205 B4/20(Fa. Ticona社)を使用した。さらに、この粉末混合物は滑剤及び離型剤として、平均粒度約 $30\ \mu\text{m}$ を有するステアリン酸を添加した。

【0023】

詳細には、滑剤のステアリン酸はプレス成形材料に $0.05\ \text{質量}\% \sim 1\ \text{質量}\%$ 、特に $0.1\ \text{質量}\% \sim 0.3\ \text{質量}\%$ の割合で添加した。

【0024】

熱可塑性化合物はプレス成形材料に $0.2\ \text{質量}\% \sim 10\ \text{質量}\%$ 、特に $0.3 \sim 1.5\ \text{質量}\%$ の割合で添加した。

【0025】

具体的には、例えばリン酸塩処理された鉄粉末をポリフェニレンスルフィド粉末 $0.6\ \text{質量}\%$ 及び超微粉碎されたステアリン酸 $0.2\ \text{質量}\%$ と混合する。

【0026】

こうして得られた流動性のプレス成形材料は、さらに粉末の予熱を行わずに、 $70\ \text{の}$ 金型温度で、雌型中で一軸プレス成形により成形して部材にした。このためにプレス金型を $70\ \text{に}$ 予熱した。

【0027】

プレス成形材料を雌型中でプレス成形した後に、次に2工程の時効プロセスが行われ、この時効プロセスは、使用した熱可塑性化合物の溶融温度より下でのプレス成形された成形材料もしくは成形された部材の第1の温度処理、及びその後での熱可塑性化合物の溶融温度より上でのプレス成形された成形材料の第2の温度処理である。

【0028】

詳細な例において、第1の温度処理は窒素雰囲気下で $260\ \text{の}$ 温度で2時間にわたり実施する。その後、第2の温度処理は $285 \sim 300\ \text{で}$ 30分の時間にわたり行われる。

【0029】

ステアリン酸の選択により、この滑剤は第1の温度処理の間に少なくとも十分に残留物なしに揮発することが保証される。さらに、この滑剤及びその分解生成物は使用した熱可塑性化合物のポリフェニレンスルフィド及びリン酸塩処理された鉄粉末に対して化学的に少なくとも十分に不活性であるため、この温度処理の間に滑剤とプレス成形材料の残りの成分との間に化学反応は起こらない。

【0030】

プレス成形前のプレス成形材料の加工は、一方で軟磁性特性を有する鉄粉末と粉末状の熱可塑性化合物のポリフェニレンスルフィド並びに粉末状の滑剤のステアリン酸との混合であることができる。

【0031】

10

20

30

40

50

しかしながら、それとは別に、まず軟磁性特性を有する鉄粉末を溶剤中に溶かした熱可塑性化合物、例えばポリフタルアミドで被覆し、次に又は同時に軟磁性特性を有する出発粉末を粉末状の滑剤と混合するか、又は溶剤中に溶かした滑剤をプレス成形材料中に導入することも同様に可能である。

【 0 0 3 2 】

プレス金型中での本来のプレス工程の前のプレス成形材料の準備のためのその他の詳細に関して及び適当な熱可塑性化合物の詳細に関しては、ドイツ国特許出願公開第 1 9 7 3 5 2 7 1 号明細書を参照する。特に、熱可塑性化合物としてポリフタルアミドも使用できることが強調される。

【 0 0 3 3 】

軟磁性特性を有する出発粉末として純粋な鉄粉末の他に、鉄 - ニッケル合金、鉄 - ケイ素合金及び鉄 - コバルト合金も適している。

【 0 0 3 4 】

本発明によるプレス成形材料及び前記成形材料を用いて実施した軟磁性複合材料の製造方法の利点を示すために比較試験を行い、その際、リン酸塩処理された鉄粉末を、前記の実施例と同等のポリフェニレンスルフィド粉末 0 . 8 質量%と混合した。しかしながらこのプレス成形材料には滑剤を添加しなかった。

【 0 0 3 5 】

本発明により得られた軟磁性複合材料と比較可能な比較試料の磁氣的及び電氣的特性を達成するために、この場合、まずプレス成形の前に保護ガス下での 1 3 0 °C への粉末の予熱を行い、このプレス成形材料をその後で 1 4 0 °C の金型温度でプレス成形する必要があった。その後で、1工程の貯蔵プロセスを行い、このプロセスは 2 8 5 °C ~ 3 0 0 °C で、1時間にわたり窒素雰囲気下での温度処理であった。

【 0 0 3 6 】

従って、全体として滑剤の本発明による添加により、粉末の予熱を行わずかつ金型温度を明らかに減少できることが達成された。

【 0 0 3 7 】

熱重量分析試験 (T G A - 分析) 及び示差走査熱分析 (D S C - 分析) により、滑剤のステアリン酸が、第 1 の温度処理の間のプレス成形されたプレス成形材料の加熱により蒸発するかもしくは十分に熱的に分解及び蒸発することをさらに検出することができた。

【 0 0 3 8 】

1 4 0 °C の金型温度で製造された部材と比較して得られた部材の高められた強度は、さらに、滑剤並びにその分解生成物がポリフェニレンスルフィドとほとんど化学的に反応しないことを示した。

10

20

30

フロントページの続き

- (74)代理人 100156812
弁理士 篠 良一
- (74)代理人 100114890
弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト
- (72)発明者 ヴィルフリート アイヒェレ
ドイツ連邦共和国 ヴィネンデン シュッテルエッカー 1 2
- (72)発明者 ハンス - ペーター コッホ
ドイツ連邦共和国 シュツツトガルト シュツツエンビュールシュトラッセ 1 5
- (72)発明者 アンドレアス ハルツァー
ドイツ連邦共和国 シュヴィーバーディングゲン シェルメンブファート 3 4
- (72)発明者 トルステン ボーバー
ドイツ連邦共和国 レニンゲン ホールヴェークエッカー 1

審査官 浅井 雅弘

- (56)参考文献 特開平 1 1 - 1 9 5 5 2 0 (J P , A)
特表平 1 0 - 5 0 3 8 0 7 (J P , A)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
B22F 1/00- 8/00
C22C 1/04, 1/05
C22C33/02