

## 技術資料

## Technical Data

## 圧粉磁心用 Fe-Si 粉の開発

吉本耕助\*<sup>1</sup>, 高林宏之\*<sup>2</sup>

## Development of Fe-Si Powder for Compressed Cores

Kosuke YOSHIMOTO and Hiroyuki TAKABAYASHI

## Synopsis

Compressed cores have been used for choke coils, reactors of switching regulators and DC-DC converters for power supplies. Advances in semiconductor technology have led to higher switching frequencies, requiring lower core loss. In this study, compressed cores were made with gas atomized Fe-Si fine powders, and the effects of Si content on magnetic properties and microstructure in cores were investigated. The following results were obtained.

(1) Eddy current loss decreases with gas atomized powder, and hysteresis loss is dominant.

(2) Core loss at different Si contents from 3 mass% to 6.5 mass% showed the lowest value at 5.5 mass%Si. The reason for the large hysteresis loss of Fe-6.5 mass%Si is that magnetic annealing decreased strain during compression molding less than for other powders.

## 1. 緒言

軟磁性粉末が用いられる圧粉磁心は、従来から電力変換器で用いられている、ソフトフェライト焼結体よりも飽和磁束密度が高く、また、電磁鋼板を用いた積層コアよりも高周波において低コアロスであるという特徴がある。これらの特徴から、圧粉磁心はハイブリッド車 (HEV) などの、昇圧コンバータ内のスイッチング周波数の高い電力変換器や、DC-DC コンバータのコイル部品 (リアクトル、インダクタ) に適用されており、今後さらなる需要増加が期待される<sup>1)</sup>。

近年、電力変換に使用されるパワー半導体として、Si から SiC や GaN への置き換え検討が進んでおり、昇圧コンバータのスイッチング周波数が高周波化し、今後 30 ~ 100 kHz まで上がることが予想される。このような高い周波数にて動作すると、圧粉磁心内に発生するコ

アロスが発熱となり、小型化に向けた課題になる。また小型化には直流重畳特性も求められることから、圧粉磁心には高い飽和磁束密度も必要になる。

圧粉磁心に用いられる軟磁性粉末は、アトマイズ法などで製造された金属粉末であり、その成分は純鉄や Fe-Si 合金、Fe-Si-Al 合金、Fe-Ni 合金など、用途や必要特性に対応した合金粉末が選定される。特にリアクトルやインダクタでは、Fe-Si 合金に関する研究報告が多数なされている<sup>1)~5)</sup>。例えば先行文献<sup>2)</sup>では、Fe-Si 粉末の Si 量の影響について検討されており、武本はこの報告の中で、粉末粒径が 150 μm 以下の粉末を用い、周波数 10 kHz から 30 kHz のコアロスを検討している。また、この報告内で、コアロス低位の成分として Fe-6.5Si を選定しているが、損失の分離結果を見ると、ヒステリシス損失は Si 量が 5 mass% で最小値を示していた。

そこで本報告では、さらなる高周波化を考慮し、30

2023年4月21日 受付

\* 1 大同特殊鋼(株)機能製品事業部 (Functional Products Business Div., Daido Steel Co., Ltd.)

\* 2 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Corporate Research &amp; Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

～100 kHzに適した軟磁性粉末を開発するため、渦電流損失の低減を前提とし、粉末粒径が45 μm以下のFe-Si粉末を用い、圧粉磁心特性に与えるSi量の影響を調査した。

## 2. 実験方法

### 2. 1 粉末作製

粉末製造のアトマイズ法には、低不純物量で球状の粉末が得られるガスアトマイズ法、不規則形状粉末になり圧粉磁心の機械的強度が期待できる水アトマイズ法、およびその中間特性である改良型水アトマイズ法がある<sup>1), 3)</sup>。本報告では、低コアロスを指向するため、不活性ガスを用いたガスアトマイズ法を選択した。コアロスはヒステリシス損失と渦電流損失の和で表され、特に高い周波数では渦電流損失が支配的になる。従って渦電流損失を低減させるため、45 μm以上の粉末をふるいにて除去した。合金系はFe-Si系合金とし、高磁束密度と低コアロスの両立を見極めるため、Si添加量を3.04～6.50 mass%とした。試作粉末の化学成分およびメジアン径 $d_{50}$ をTable 1に示す。

また、粉末中の母相の結晶粒粗大化を目的とした、水素雰囲気中での1123 K × 10.8 ksの粉末熱処理を行い、熱処理粉末を作製した。

### 2. 2 圧粉磁心の作製

圧粉磁心の作製工程は、粉末表面に絶縁処理を行うコーティング工程と、粉末を金型に入れ高压で粉末を圧縮する圧縮成形工程、圧縮成形時に粉末が変形して導入されたひずみを除去する磁気焼鈍工程がある。絶縁処理材には絶縁性と結着性を兼ねたシリコン樹脂を適用した。圧縮成形時のひずみはヒステリシス損失を劣化させ

るため、高温での磁気焼鈍を行うことが望ましいが、シリコン樹脂は1100 K以上の高温では電氣的絶縁が失われることが報告されている<sup>3)</sup>。従って1100 K以下の温度で磁気焼鈍を行った。

まず、溶剤で希釈したシリコン樹脂を熱処理粉に対して3 mass%添加し、熱処理粉末にコーティングした。コーティング粉を圧縮成形し、外径28 mm × 内径20 mm × 高さ3 mmのトロイダル形状の圧粉磁心を作製した。成形は油圧プレス機を用い、室温で成形圧力882 MPaにて行った。圧縮成形時の加工ひずみを除去するため、圧粉磁心をAr雰囲気中にて温度773 K～1023 K、保持時間1.8 ksで磁気焼鈍した。

また比較評価サンプルとして、圧縮成形および磁気焼鈍の工程を省略した注型磁心を作製した。これは、エポキシ樹脂4 mass%を混合スラリー化して型に流し込み、樹脂硬化熱処理を施して作製した。

### 2. 3 評価方法

圧粉磁心の飽和磁束密度を評価するため、直流磁化曲線はBHトレーサ（電子磁気工業㈱製：BH-1000）を用い、最大印加磁界50 kA/mまでの測定を行った。

コアロス測定は交流BHアナライザ（岩崎通信機㈱製：SY-8258）を用い、最大励磁磁束密度 $B$ を0.1 Tで一定とし、周波数 $f$ を10 kHzから100 kHzの範囲で変化させて実施した。解析については、コアロス $P_c$ におけるヒステリシス損失 $P_h$ と渦電流損失 $P_e$ の分離を以下のように行った。式(1)、式(2)に示すように、コアロスを周波数で割った値 $P_c/f$ の周波数依存性から、この $P_c/f$ を0 Hzに外挿した値を1周期あたりのヒステリシス損失係数( $K_h=P_h/f$ )とし、これより各周波数でのヒステリシス損失 $P_h$ を計算した。渦電流損失 $P_e$ は $P_c$ から $P_h$ を差し引いた残りとした。

Table 1. Chemical composition and mass median diameter of sample powders.

Material	Chemical composition (mass%)				Mass median diameter
	Fe	C	Si	O	$d_{50}$ (μm)
Fe-3Si	Bal.	0.004	3.04	0.042	25.3
Fe-4.5Si	Bal.	0.004	4.52	0.044	24.7
Fe-5Si	Bal.	0.004	4.97	0.039	24.7
Fe-5.5Si	Bal.	0.003	5.41	0.019	27.7
Fe-6Si	Bal.	0.004	5.94	0.019	28.3
Fe-6.5Si	Bal.	0.004	6.50	0.047	24.8

$$P_c = P_h + P_e = K_h \cdot f + K_e \cdot f^n \quad (1)$$

$$P_e / f = K_h + K_e \cdot f^{n-1} \quad (2)$$

微細組織の評価方法として、粉末は X 線回折法 (XRD) にて Fe-Si 系金属間化合物の有無を確認した。また、圧粉磁心の微細組織については、横断面を鏡面研磨し、電子線後方散乱回折法 (EBSD) にて結晶粒径および KAM (Kernel Average Misorientation) 値を算出した。

### 3. 結果および考察

#### 3. 1 Si量と磁気特性の関係

作製した熱処理粉末の XRD 結果を Fig. 1 に示す。Si 量が 3.04 mass% から 5.41 mass% の範囲では BCC 単相である。一方 Si 量が 5.94 mass% では B2 相が確認され、6.50 mass% では B2 (FeSi) 相および D0<sub>3</sub> (Fe<sub>3</sub>Si) 相が確認された。これらの規則相は先行研究の状態図に記載がある、低温で生成する規則相と一致した<sup>6)</sup>。

次に、1023 K で磁気焼鈍した圧粉磁心のコア密度および相対密度を Fig. 2 に示す。相対密度とは、コア密度を粉末の真密度で除した値である。コア密度は Si 量が増加するとともに低下する傾向であり、Fe-3Si で 6.51 Mg/m<sup>3</sup> (相対密度 0.83)、Fe-6.5Si で 6.24 Mg/m<sup>3</sup> (相対密度 0.81) であった。相対密度の差が小さいことから、コア密度の差は粉末の真密度の差である。

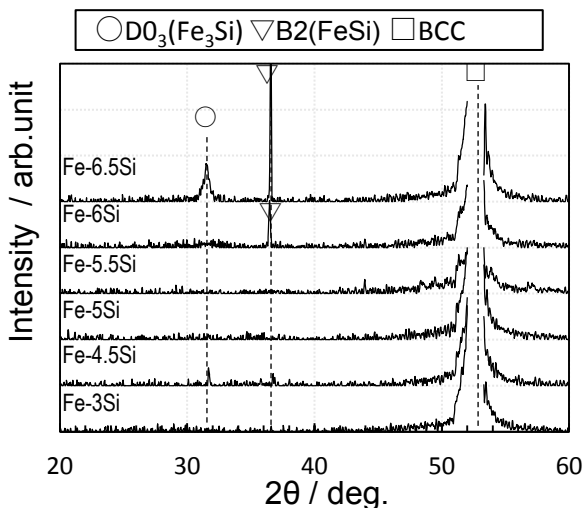


Fig. 1. XRD patterns of annealed powders at 1023 K for 10.8 ks.

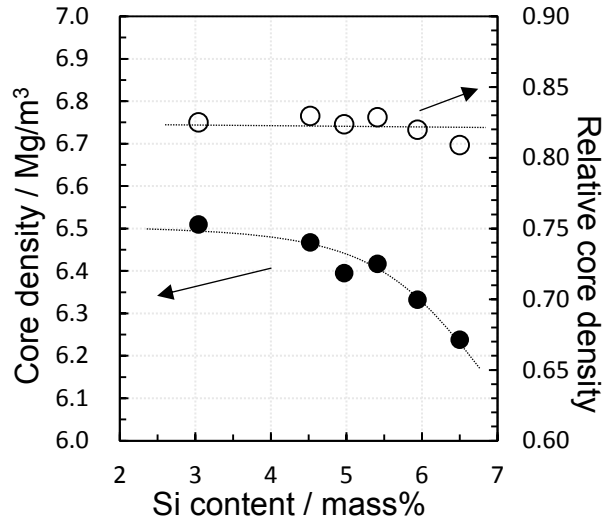


Fig. 2. Effect of Si content on core density and relative core density.

作製した圧粉磁心の直流 BH 特性を Fig. 3 に示す。低磁界領域では磁束密度は Si 量での差は小さいが、磁界 10 kA/m 以上では低 Si 成分ほど磁束密度が高くなる。バルク材では Si 量の増加とともに磁束密度が小さくなる<sup>7)</sup>ことが知られており<sup>7)</sup>、また、圧粉磁心の相対密度の差が小さいことから、粉末内の合金成分に起因する磁束密度の差が BH 曲線に表れている。

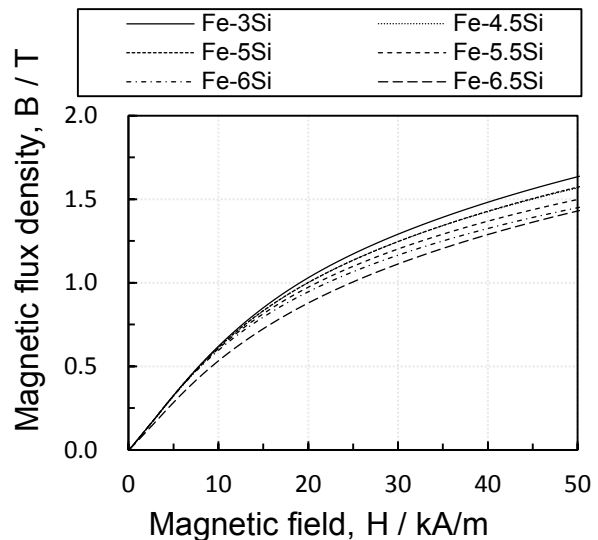


Fig. 3. Initial magnetization curves of powder cores .

次に、圧粉磁心のコアロス特性を示す。Fig. 4 は励磁周波数 30 kHz で励磁磁束密度 0.1 T のコアロス、また Fig. 5 は励磁周波数 100 kHz で励磁磁束密度 0.1 T のコアロスである。Si 量が 3.04 ~ 5.41 mass% の範囲ではコアロスは低下する傾向で、5.41 mass% で最小値 245 kW/m<sup>3</sup> (@30 kHz) を示した。一方、5.94 mass% 以上ではコア

ロスが増加傾向を示した。また解析にて、コアロスをヒステリシス損失と渦電流損失に分離した。コアロスの内訳としてはヒステリシス損失が支配的になっている。コアロスと同じく、ヒステリシス損失も 5.41 mass% で最小値を示していることから、先行文献<sup>2)</sup>と同様の傾向であることが分かる。

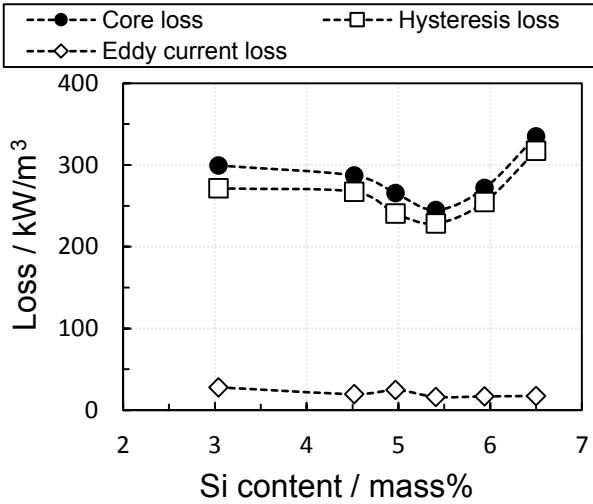


Fig. 4. Effect of Si content on core loss at 30 kHz, 0.1 T.

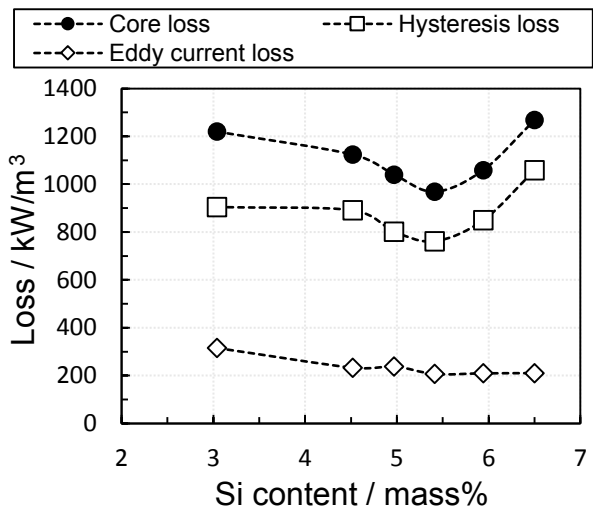


Fig. 5. Effect of Si content on core loss at 100 kHz, 0.1 T.

また、粉末状態での磁気特性を確認するため、成形ひずみの影響を回避可能な注型磁心を作製し、圧粉磁心とコアロスを比較評価した結果を Fig. 6 に示す。注型磁心のコアロスおよびヒステリシス損失ともに、Si 量が 3.04 ~ 6.50 mass% の範囲で Si 量の増加に伴い、低下する傾向であった。これより、圧粉磁心のコアロス特性における Si 量の影響は、圧縮成形および磁気焼鈍の工程による微細組織変化に起因するものと予想される。

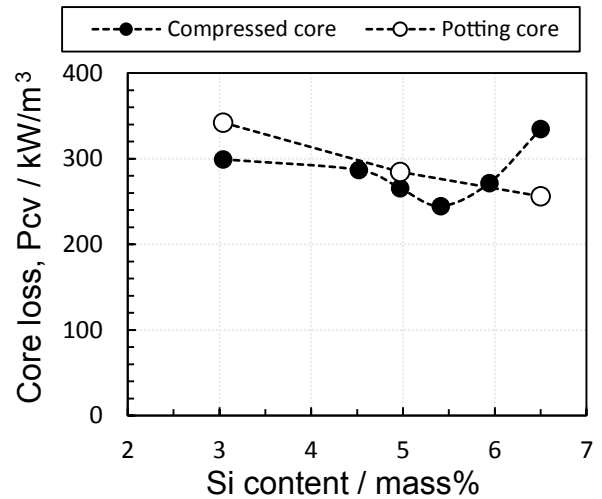


Fig. 6. Effect of Si content on core loss at 30 kHz, 0.1 T.

### 3. 2 ヒステリシス損失におよぼす組織影響

圧粉磁心のひずみとヒステリシス損失の関係を調べるため、磁気焼鈍温度を変更し、組織とコアロスの関係を評価した。磁気焼鈍条件は、磁気焼鈍無し、773 K 焼鈍、および絶縁性を保持できる上限温度 1023 K とした。

各圧粉磁心の EBSD の代表結果を示す。Fig. 7 に Fe-5Si, Fig. 8 に Fe-6.5Si の IPF (Inverse Pole Figure) および KAM マップをそれぞれ示す。Fig. 7, 8 とともに、(a), (d) は熱処理粉末, (b), (e) は圧縮成形した状態, (c), (f) は圧縮成形後に 1023 K で磁気焼鈍したものである。また、組織解析より得られた結晶粒径および KAM 値を Fig. 9 に示す。ここで、KAM 値は平均値を用いており、結晶粒径は粒界角 5° 以上とし、画像解析から円相当径の平均値より算出した。

KAM マップおよび KAM 値の結果より、圧縮成形時にひずみが導入され、磁気焼鈍によりおおむねそのひずみが除去されている傾向がみられる。773 K では Fe-5Si と Fe-6.5Si とともにひずみは解放されていないが、Fe-5Si では 1023 K で特に大きく低下し、おおむねひずみ取りが完了している。しかしながら、Fe-6.5Si は 1023 K 焼鈍でも多少 KAM 値が高く、ひずみが残留していると考えられる。また、圧粉磁心中の粉末結晶粒径は Si 量により差はあるものの、焼鈍の有無では変わらず、ほぼ一定であった。これより、圧縮成形時に粉末中に導入されたひずみ量では、再結晶するほどのひずみエネルギーは無く、回復現象のみ起きたと考えられる。



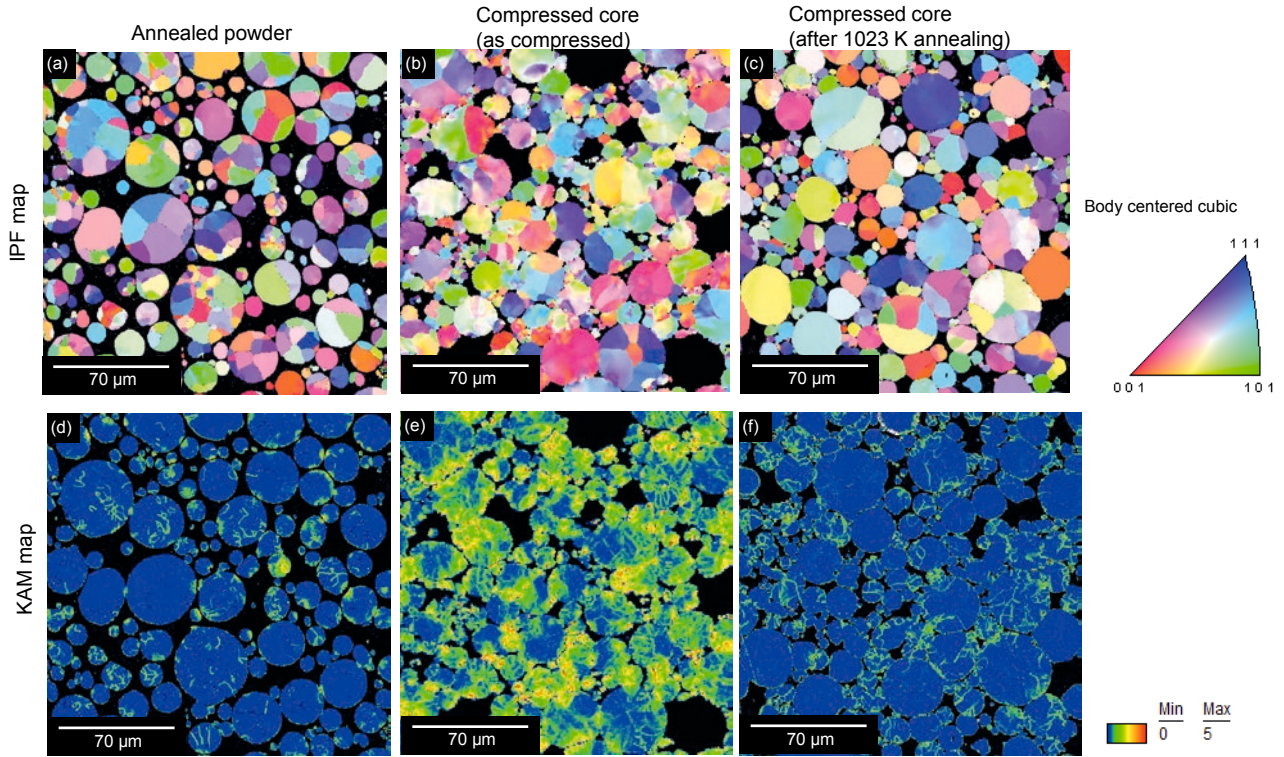


Fig. 7. IPF maps (a), (b) and (c); and KAM map (d), (e) and (f) of Fe-5Si.

(a), (d): annealed powder; (b), (e): compressed core (as compressed); (c), (f): compressed core after 1023 K annealing.

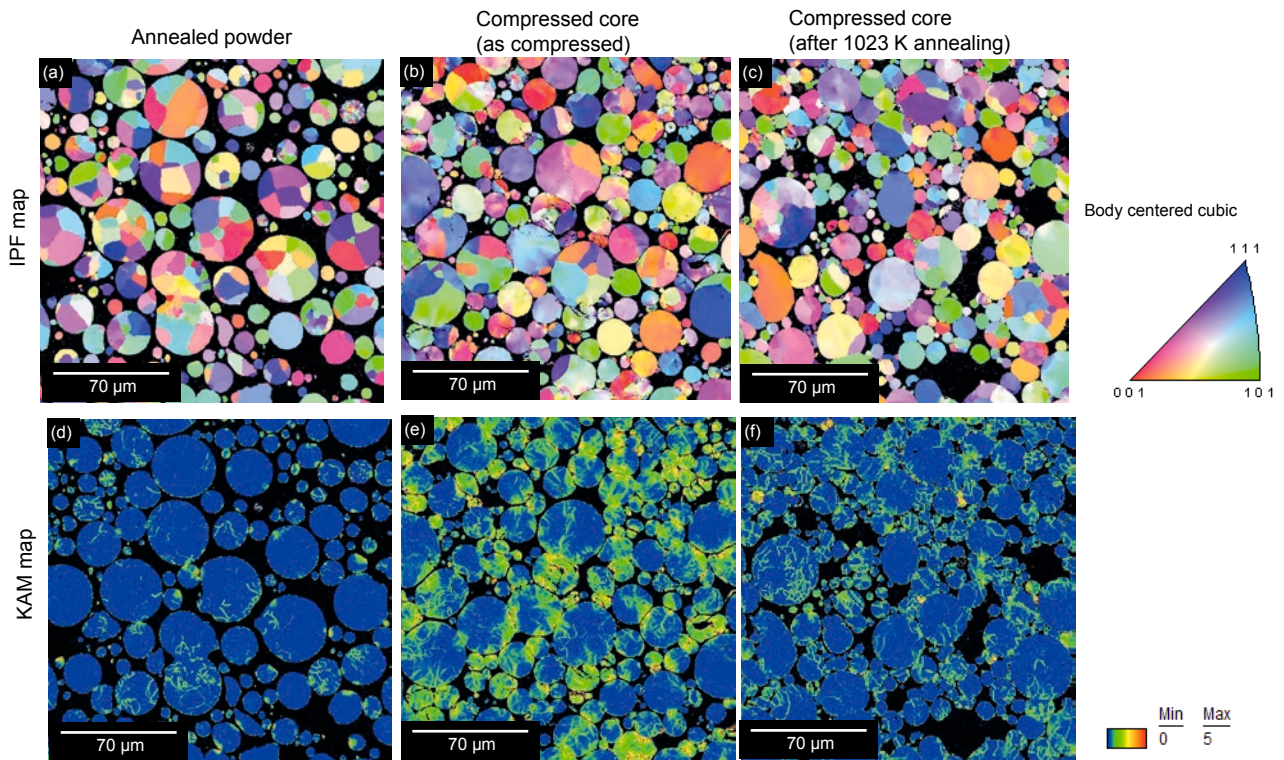


Fig. 8. IPF maps (a), (b) and (c); and KAM map (d), (e) and (f) of Fe-6.5Si.

(a), (d): annealed powder; (b), (e): compressed core (as compressed); (c), (f): compressed core after 1023 K annealing.

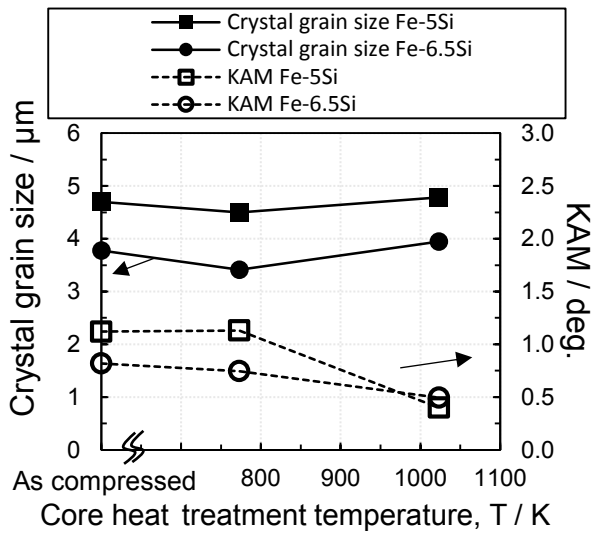


Fig. 9. Effect of core heat treatment temperature on crystal grain size and KAM.

1023 Kで磁気焼鈍したFe-Si圧粉磁心のKAM値と、ヒステリシス損失の傾向を比較した結果をFig. 10に示す。両者はSi量影響の傾向が似ており、相関性が確認された。

これより、Fe-6.5Siの圧粉磁心には1023 K磁気焼鈍を施しても加工ひずみの一部残留したことが、ヒステリシス損失が高くなった一要因と考えられる。また、Fe-6.5 Siのひずみの一部除去されなかった理由は、圧縮成形時に存在したD0<sub>3</sub>相に転位が導入され、それが磁気焼鈍時に回復していないからと予想される。例えば、D0<sub>3</sub>規則相中に導入された転位は1/4<111>型逆位相境界を形成し、転位対となるため転位は動きにくく、降伏強度が減少することが知られている<sup>8)</sup>。これより、圧縮成形時に導入された転位が比較的低い温度での磁気焼鈍では、完全には除去されていないと考えられる。しかし、直接転位の確認はできておらず、今後更なる詳細調査が必要である。

## 4. 結 言

Fe-Siガスアトマイズ微粉末を用いた圧粉磁心を作製し、Si量を変化させたときの磁気特性と、磁気焼鈍前後の微細組織を観察した結果、以下の結論を得た。

(1) 粉末粒径45 μm以下のガスアトマイズ粉を用いることで渦電流損失は低減し、コアロスの内訳はヒステリシス損失が支配的になる。

(2) Si量を3.04～6.50 mass%の範囲で変化させた際のコアロスは、今回の試作条件において、5.41 mass%が

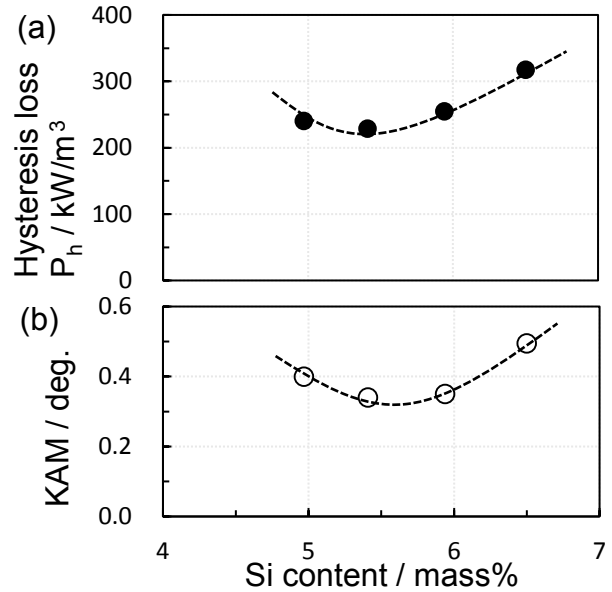


Fig. 10. Effect of Si content on (a) hysteresis loss and (b) KAM.

最小値を示した。これは6.50 mass%粉の圧粉磁心は磁気焼鈍を施しても圧縮成形時の加工ひずみが残留し、ヒステリシス損失が高くなったためと推察される。

また、6.50 mass%粉に加工ひずみが残留する理由は、D0<sub>3</sub>規則相への転位導入と関連があると予想されるが、転位の直接観察による実証が必要である。

(文 献)

- 1) 杉山昌揮, 山口登士也, 岸本秀史, 大河内智, 服部毅, 齊藤貴伸: トヨタテクニカルレビュー, 59(2013), 75.
- 2) 武本聡: 電気製鋼, 82(2011), 1, 57.
- 3) 藤田雄一郎, 齊藤貴伸: 電気製鋼, 79(2008), 2, 109.
- 4) 齊藤貴伸, 武本聡: 電気製鋼, 77(2006), 4, 285.
- 5) P. Jang, B. Lee and G. Choi: J. Appl. Phys., 103(2008), 07E743.
- 6) J. S. Shin, J. S. Bae, H. J. Kim, H. M. Lee, T. D. Lee, E. J. Lavernia and Z. H. Lee: Materials Science and Engineering, A, 407(2005), 282.
- 7) R. M. Bozorth: Ferromagnetism, Wiley-IEEE Press, 1993, 67.
- 8) 稔野宗次, 佐分利敏雄: 鉄と鋼, 56(1970), 10, 1365.



吉本耕助



高林宏之