

耐食性に優れた絶縁被膜軟磁性合金粉末の開発

Development of Soft Magnetic Alloy Powder with Insulation Coating Excellent in Corrosion Resistance

林 慎吾* 木野 泰志*
Shingo Hayashi Yasushi Kino

There is demand for miniaturization of inductors used in electric circuits, so metal inductors are increasing rapidly. Atomized powders are mainly used for that material. The feature of metal is weak of corrosion resistance and insulation resistance. Therefore phosphoric acid treatment as existing technology but it may cause deterioration of magnetic properties when the coating is thick. We have developed a soft magnetic alloy powder with high magnetic properties, corrosion resistance and insulation properties which coat nano-sized oxide to metal powder.

KEY WORDS: corrosion resistance, insulating coating, soft magnetic alloy powder

1. はじめに

近年、電源回路で使用されるパワーインダクタは、小型・低背化の傾向から、大電流・高周波で使用できる軟磁性材料が望まれている。元来インダクタの主材料として、酸化物であるフェライト系材料が使用されてきたが、飽和磁化が低い為小型化には不利である。その為、飽和磁化が高く、小型化に有利な合金系材料を使ったメタルインダクタが急増している。これには鉄を主材料とした軟磁性合金粉末（以下、鉄粉）が使用され、駆動周波数領域に合わせた粒径が選定される。メタルインダクタには、鉄粉と樹脂を混合し圧縮成形した圧粉磁心などがあり、その磁気特性（飽和磁化、透磁率、コアロス、周波数特性など）は使用する鉄粉の磁気特性や粒度分布、充填性、電気抵抗に依存する。

しかし、元来使用されていたフェライト系材料から合金系材料への変化に伴い、新たな課題も生まれている。フェライト系材料は酸化物であり、絶縁性や耐食性などの信頼性が非常に高いものであった¹⁾が、合金系材料はフェライト系材料に比べ、これらの信頼性が低いことである。

絶縁性や耐食性を向上させる手法として、鉄鋼業界ではリン酸処理による被膜形成が主流である。しかし、リン酸被膜は一般にミクロンオーダーの膜厚で磁気特性が低下し、外力により被膜の剥離が生じやすいという欠点がある^{2),3)}。

その為、信頼性と磁気特性の両立を目指す上で、薄く剥離しない被膜が必要とされる。

我々は鉄粉にナノオーダーの酸化物被膜を形成することで、磁気特性を維持しつつ、高い絶縁性や耐食性を付与した軟磁性合金粉末を開発した。

2. 実験方法

2.1 原料粉末

原料粉末は、当社の高圧水アトマイズ法で製造した、鉄基金属ガラス粉末である。

2.2 被膜処理

Fig. 1 の工程により、原料粉末粒子の表面に酸化物被膜を形成したコーティング粉を得た。被膜成分を含有するコーティング液と原料粉末を混ぜ合わせた後、加熱して溶媒を完全に除去すると同時に膜を硬化させる。

2.3 評価項目

被膜性能と磁気特性は、Table 1 に示す目標値に定めた。

2.3.1 被膜性能

【評価試料】コーティング粉と樹脂を混ぜ合わせた造粒粉を作製し、円柱状に圧粉成形したペレットを評価した。

*新事業本部 機能性粉末グループ

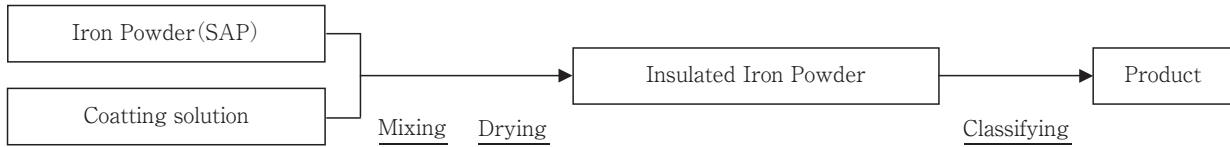


Fig. 1 Process flow diagram.

Table 1 List of target values.

Content	Resistivity	Corrosion resistance	Decrease of permeability (vs. blank)
Target value	$\geq 1 \times 10^7 \Omega \cdot m$	No rust	$\leq 10\%$

【絶縁性】耐電圧絶縁抵抗計〔TOS9201：菊水電子工業(株)製〕；ペレットの両面を銅板ではさみ、二端子法で測定した。ペレットの外形寸法と抵抗値から体積抵抗率を算出した。

【耐食性】塩水噴霧試験〔STP-90V-4：スガ試験機(株)製〕；米国規格ASTM-B117で試験を行い、24時間ごとに96時間まで、表面の錆びの発生状況を目視で確認した。

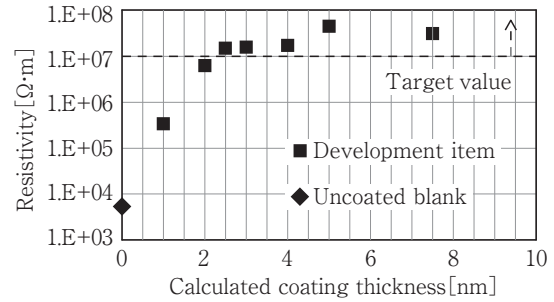


Fig. 2 Evaluation results of resistivity.

2.3.2 磁気特性

【評価試料】上述の造粒粉をリング状に圧粉成形して圧粉磁心を作製し、ワイヤをバイファイラ巻きしたトロイダルコアで評価した。

【磁気特性】BHアナライザー〔SY8258：岩崎通信機(株)製〕；透磁率を測定した。

2.3.3 被膜の評価

【被膜の観察】走査型電子顕微鏡/エネルギー分散型X線分析装置 (SEM/EDS)〔JSM7200：日本電子(株)製 / X-MAX50:オックスフォード・インストゥルメンツ(株)製〕

透過型電子顕微鏡 (TEM)〔H-9500：(株)日立ハイテクノロジー製〕

3. 実験結果

3.1 被膜性能

【絶縁性】

Fig. 2 に抵抗率の評価結果を示す。未コーティング粉の抵抗率は、およそ $1.0 \times 10^4 \Omega \cdot m$ であった。膜厚を厚くするほど抵抗率は上昇し、2.5nm 以上で目標値を達成した。なお膜厚 2.5nm 以上で抵抗率は飽和している。

【耐食性】

Fig. 3 に耐食性評価結果を示す。未コーティング粉は、48時間経過後に錆びの発生を確認した。また、膜厚 2.5nm のペレットは、96時間経過後

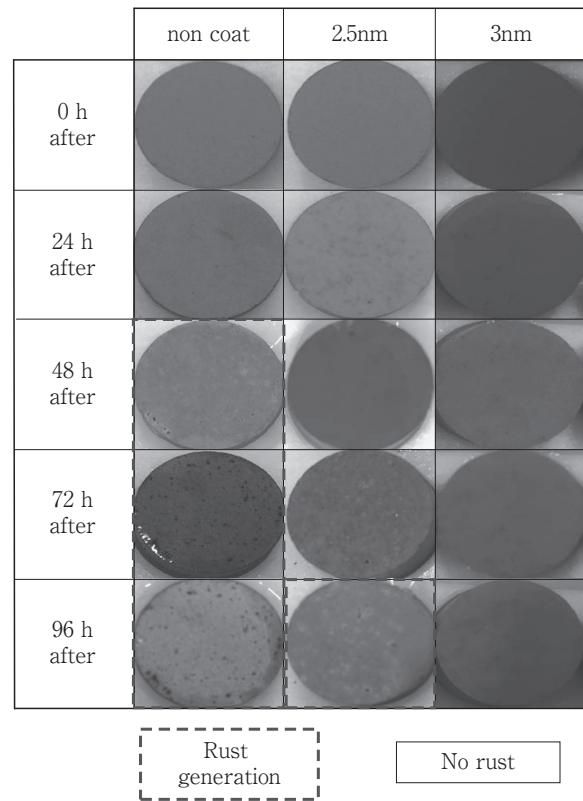


Fig. 3 Salt water spray test result.

に錆びが発生し、3nm以上では錆びの発生は見られなかった。

以上の結果から、耐食性の確保には、膜厚3nm以上が必要であると判明した。

3.2 磁気特性

Fig. 4 に透磁率の評価結果を示す。未コーティング粉と比較し、被膜処理した全ての圧粉磁心で透磁率の低下が見られ、膜厚が増加するほど低下する量は大きくなる。膜厚4nm以下で目標を達成することに成功した。

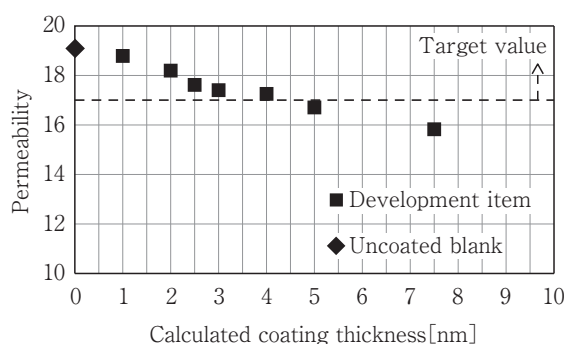


Fig. 4 Magnetic characteristic evaluation result.

3.3 被膜の評価

Fig. 5 に鉄粉の断面観察像と、EDSによる酸素のラインスキャン結果を示す。縦軸は酸素のK α 線の時間当たりのカウント数であり、数値が高いほど酸素が存在していることを意味する。被膜処

理を施した粉末表面では、酸素の検出量が増大していることが確認できた。これによって、粉末表面に想定通り酸化物被膜が生成されていることが判明した。

Fig. 6 に、膜厚4nmで被膜処理を施した粉末のTEM画像を示す。計算上の膜厚4nmに対し、観察結果は約5nmであった。上記から被膜の厚みは計算上の膜厚とほぼ同等であり、ナノオーダーの非常に薄い被膜が得られた。

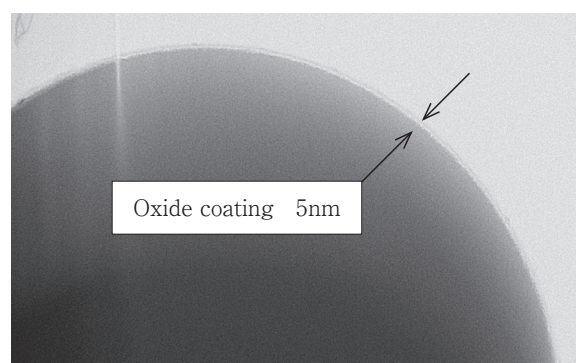


Fig. 6 TEM image of developed item. (Calculated coating thickness: 4 nm).

3.4 総合評価

Table 2 に評価結果をまとめた。磁気特性と絶縁性、耐食性は相反する結果であり、全てを満足させるには膜厚3～4nmの範囲が好ましいが、我々は絶縁性、耐食性の信頼性を重視して、膜厚4nmを最適条件と判断した。

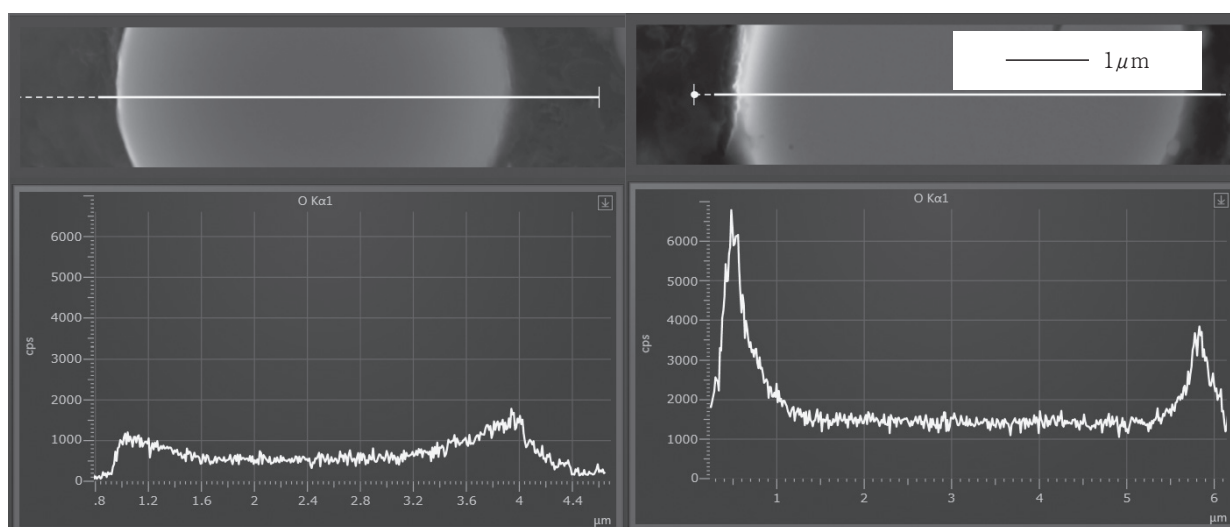


Fig. 5 SEM image of powder cross section and line scan result of oxygen by EDS. (Left: Uncoated blank, Right: Development item (Calculated coating thickness: 4nm)).

Table 2 Comprehensive evaluation.

Content		Resistivity	Corrosion resistance	Decrease of permeability (vs. blank)
Target value		$\geq 1 \times 10^7 \Omega \cdot m$	No rust	$\leq 10\%$
Calculated coating thickness (nm)	2	×	×	○
	2.5	○	×	○
	3	○	○	○
	4	○	○	○
	5	○	○	×

4. スケールアップ（量産化）と再現性評価

量産ラインで試作した結果、ラボ試験と同等の抵抗率や磁気特性が得られた。Fig. 7に量産ラインでの再現試験結果を示す。膜厚4nmの条件で94ロットの生産を行い、絶縁性を評価した。その結果、全てのロットで目標値である $1.0 \times 10^7 \Omega \cdot m$ を達成した。目標値を片側規格とし工程能力指数 (Cp) を算出すると $Cp=1.73$ となった。統計上、1000万ロットに2検体の不良発生率となり、非常に安定した結果が得られた。

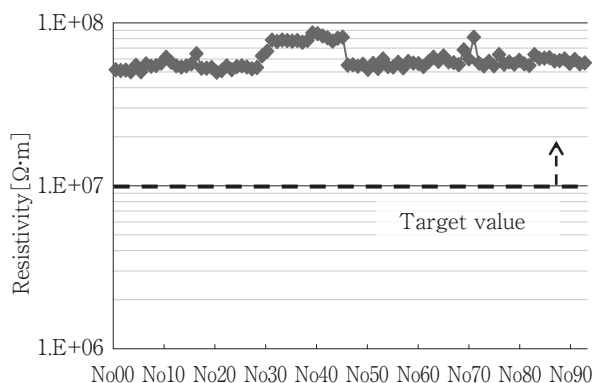


Fig. 7 Reproducibility in mass production line. (Resistivity evaluation)

5. まとめ

今回、耐食性に優れ、かつ絶縁性の高い被膜を有した軟磁性合金粉末を開発した。この粉末の特徴は、ナノオーダーの非常に薄い酸化被膜を表面に形成している点であり、目標とする抵抗率 $1.0 \times 10^7 \Omega \cdot m$ と塩水噴霧試験 (96h) で錆びは発生しなかった。更に磁気特性の透磁率は、未コーティング粉から10%以内に抑えられるという目標も達成でき、その最適条件が膜厚4nmであることを見出した。

一方、量産ラインでは、抵抗率の工程能力指数 $Cp = 1.73$ と、非常に安定した品質が確保できた。

参考文献

- 1) 谷腰欣司：とことんやさしいフェライトの本 (日刊工業新聞社) (2011) 10
- 2) 前田寿弘：金属表面技術 10 (1959) No7,248
- 3) 石井均：表面技術 61 (2010) No3,216