

超微粒純鉄粉

Ultra Fine Pure Iron Powder

1. はじめに

JFE スチールおよび JFE ケミカルは、高周波電源用インダクターなどに使用されているカルボニル鉄粉よりも細かい、平均粒径が約 $1\mu\text{m}$ の軟磁性材料、高純度超微粒純鉄粉 (ultra fine pure iron powder: UFPI 粉) を開発した。UFPI 粉は、表面に安定な酸化被膜を形成させてあり、大気中での取扱いが可能な極微細金属粉である。

2. 製造方法

UFPI 粉は、冷間圧延後の薄板鋼板を塩酸で洗浄した際に発生する廃酸を噴霧焙焼して得た酸化鉄 (ヘマタイト: Fe_2O_3) を $500\sim 700^\circ\text{C}$ の水素中で還元し、常温まで冷却した後、 $5\sim 10\text{ vol}\%$ $\text{O}_2\text{-N}_2$ 混合ガス中で保持し、粒子表面を酸化させる方法で製造される。この還元温度領域では、還元された金属鉄粒子相互が焼結によって凝集することがないため、微細な粉末が得られる。また、還元後の酸化処理により、粒子表面を酸化処理し、安定化させているため、大気中での急激な酸化反応が抑制される。

3. 粉体特性

3.1 化学成分および粒度分布

Table 1 に UFPI 粉の化学組成、Table 2 に X 線回折によって検出された相の回折強度比をそれぞれ示す。酸素の含有量は、表面に酸化層が形成されているため、他の成分に比較して高い値となったが、残部は鉄であり、その純度

Table 1 Chemical contents of UFPI powder

Element	Content (mass%)
Total Fe	>98
C	<0.02
N	<0.001
O	0.80

Table 2 Diffraction intensities of ferrous crystal phases detected by X-ray diffraction

Phase	X-ray intensity*
$\alpha\text{-Fe}$	100
Fe_3O_4	0.1

*Relative intensity

は汎用の粉末冶金用鉄粉などと比較して高い。粒子を形成する相は、フェライト ($\alpha\text{-Fe}$) 相とマグネタイト (Fe_3O_4) 相であり、後者は表層の酸化膜と考えられる。

空気透過法によって測定した UPIF 粉の平均粒径は、 $0.85\mu\text{m}$ であり、原料酸化鉄粉の平均粒径とほぼ同等であった。

3.2 粒子形態

粒子形状と粒度分布を走査電子顕微鏡 (SEM)、透過電子顕微鏡 (TEM)、および走査イオン顕微鏡 (SIM) により、それぞれ観察した。また、粒子表面の酸化膜層の厚さは、オージェ電子分光 (AES) により、粒子表面から深さ方向に向けて酸素濃度を測定することによって算定した。

Photo 1, 2 および 3 に、UFPI 粉の SEM 像、TEM 像、および SIM 像をそれぞれ示す。Photo 1 より粒子形状は原

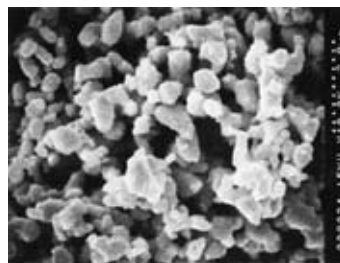


Photo 1 SEM image of UFPI powder

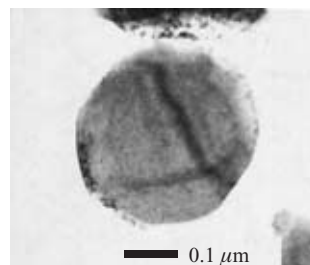


Photo 2 TEM image of UFPI powder

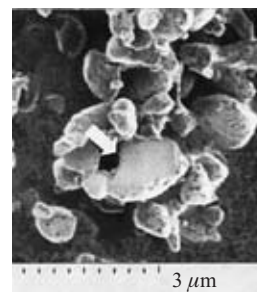


Photo 3 SIM image of UFPI powder (A cross-section view is indicated by an arrow.)

料の酸化鉄粉に類似した不定形で、粒子間の焼結はほとんど見られなかった。Photo 2 および 3 (矢印指示部の粒子断面) のように、粒子内部には結晶粒界は観察されず、また、X線回折の結果から考えると、 α -Fe の単結晶であるものと思われる。また、粒子表面に形成された皮膜の存在が確認できる。

AES 測定に基づいて算定した粒子表面付近での酸素濃化層は約 20 nm であり、これが粒子表面に形成された酸化皮膜と考えられる。

4. 磁気特性

Table 3 に振動試料型磁力測定計 (VSM) によって測定した、UFPI 粉の最大印加磁場 800 kA/m における磁化 M_{800k} と保持力 H_c を示す。 M_{800k} の値は、鉄のバルク材の飽和磁化 (20°C, 2.738×10^{-7} (Wb·m)/kg)²⁾ に比較して約 9% 低い。これは表面に形成した酸化被膜による減少量分に相当する。

5. 応用例

5.1 圧粉磁心

微細な軟磁性材料である UFPI 粉を用いて、圧粉磁心を作製した場合の特性を示す。圧粉磁心は、UFPI 粉に 5 mass% のフェノール樹脂を混合した後、外径 12 mm、内径 7 mm、厚さ約 3 mm のリング状に 686 MPa で加圧成形することによって作製した。

Table 4 は、圧粉磁心の初透磁率、 Q 値の最大値 Q_{max} 、 Q_{max} を示す周波数 f を示す。UFPI 粉を使用したものは 10 MHz までの領域で、高透磁率であり、 Q_{max} が高い。UFPI 粉を使用すれば、高透磁率で低損失のインダクターが製造可能である。

Fig. 1 は同試料の 100 kHz での直流重畳特性を示す。8800 A/m までの直流磁場強度にわたって UFPI 粉を使用したものの初透磁率が高く、パワーインダクターへの適用が期待される。

Table 3 Magnetization and coercive force of UFPI powder at 800 kA/m

Magnetization, M_{800k} (Wb·m)/kg	2.512×10^{-7}
Coercive force, H_c (A/m)	1968

Table 4 Initial permeability and Q value of UFPI powder core

	UFPI
μ_i at 1 MHz	22
Q_{max}	69.0
f at Q_{max} (MHz)	7

Number of turns: 10

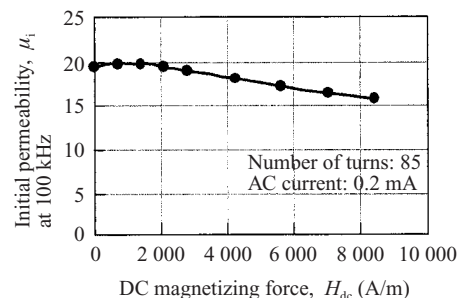


Fig. 1 Initial permeability of iron powder core vs. DC magnetizing force

UFPI 粉を使用して作製したものは、直流磁場の有無によらず高透磁率であり、このことは、Photo 2 で見られたように、粉末内部に磁壁の伝播を阻害する結晶粒界が存在しない単結晶構造が作用しているものと考えられる。

5.2 汚染水および汚染土壌の改良剤

鉄粉は、近年環境汚染物質として規制が強化されている、揮発性有機塩素化合物 (VOC) を分解する環境浄化材として注目を集めている³⁾。VOC の一つであるトリクロロエチレン (TCE) を被分解物に取り上げ、UFPI 粉の分解性能を調査した。

Fig. 2 は、5 mg/l の TCE 水溶液 50 ml 中に UFPI 粉と、比較のために粉末冶金用還元鉄粉 (JFE スチール製 JIP 255M) をそれぞれ 5 g ずつ混合して、一定条件に保存した場合の TCE 濃度の経時変化を示す。縦軸は、ヘッドスペース法に準拠した水中残留 TCE 濃度を示す。UFPI 粉を混合した場合、比較材よりも急速に TCE 濃度が減少し、2 日目まで TCE ガス検知管の検出濃度限界に達した。UFPI 粉は、小粒径に加え、粒子表面において酸化鉄と金属鉄が共存するため、水中においてガルバニックセルを形成し、電子の授受をとまう VOC の分解反応⁴⁾ を促進したものと推測される。1 μm 未満という平均粒径は、土壌への注入も可能とされ、現位置分解工法⁵⁾での適用が可能である。

6. おわりに

UFPI 粉は、大気中での取扱いが可能な、平均粒径 1 μm 未満の高純度の超微粒鉄粉である。

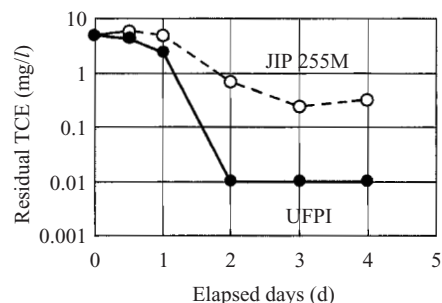


Fig. 2 TCE degradation property of iron powders

- (1) UFPI 粉は、数十 MHz までの周波数帯域で高透磁率であり、さらに直流高磁場が重畳した場合でも同様の傾向を示す。これらの特長から、パソコンの CPU 駆動電源用インダクターの大電流化など、高磁束密度、高周波領域で低損失が要求される電子部品などへの応用が期待される。
- (2) 比表面積が大きく、粒子表面において酸化鉄と金属鉄の二重層が存在するために、水中においてガルバニックスセルを形成し、迅速に VOC を分解する。小粒径で土壌への注入も可能であり、土壌改良材としての利用が可能である。

参考文献

- 1) Ludorsky, F. E. High coercive materials. J. Appl. Phys. vol. 32, 1961,

p. 1715.

- 2) 近角聡信, 太田恵造, 安達健五, 津屋昇, 石川義和編. 金属・合金の磁性. 磁性体ハンドブック. 東京, 朝倉書店, 1975. p. 290.
- 3) Johnson, T.; Lscherer, M. M.; Trantyeck, P. G. Kinetics of halogenated organic compound degradation by iron metal. Environ. Sci. Technol. vol. 30, 1996, p. 1634.
- 4) 先崎哲夫. 還元処理による有機塩素化合物の処理(第3報). 工業用水. vol. 391, 1991, p. 29-35.
- 5) 前田照信, 今井久, 根岸敦規, 馬渡裕二. “コロイド上鉄粉による有機塩素系溶媒の処理”. 地下水・土壌汚染とその防止対策に関する研究会第7回講演集, 2000, p. 53-54.

〈問い合わせ先〉

JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部

TEL : 043-262-2487 FAX : 043-262-2467

JFE ケミカル 無機材料部

TEL : 03-5820-6537 FAX : 03-5820-6538