



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112534076 B

(45) 授权公告日 2022.06.03

(21) 申请号 201980050516.8

(22) 申请日 2019.07.25

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 112534076 A

(43) 申请公布日 2021.03.19

(30) 优先权数据
2018-144278 2018.07.31 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2021.01.28

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2019/029302 2019.07.25

(87) PCT国际申请的公布数据
W02020/026949 JA 2020.02.06

(73) 专利权人 杰富意钢铁株式会社
地址 日本东京都

(72) 发明人 山本尚贵 高下拓也 中世古诚
小林聪雄 浦田显理 千叶美帆

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227
专利代理师 金世煜 朝鲁门

(51) Int.Cl.
B22F 1/00 (2022.01)
C22C 38/02 (2006.01)
C22C 38/16 (2006.01)
C22C 33/02 (2006.01)
C22C 45/02 (2006.01)
H01F 1/153 (2006.01)
H01F 1/22 (2006.01)
H01F 27/255 (2006.01)

(56) 对比文件
CN 107039137 A, 2017.08.11
JP 2001068324 A, 2001.03.16
李天应等. 软磁合金粉末特性对金属软磁粉芯的影响.《材料导报》. 2018, 133-136.

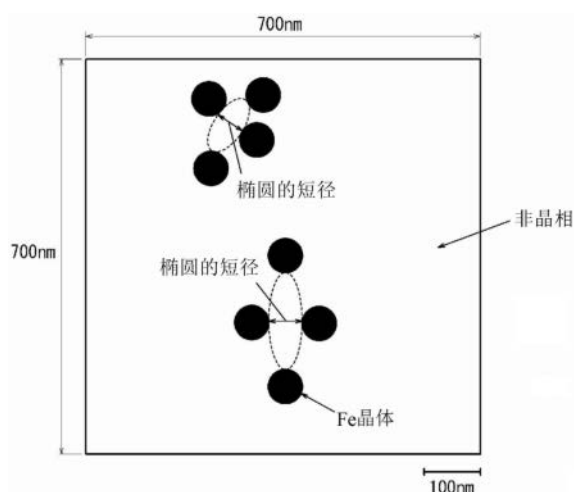
审查员 殷晨亮
权利要求书1页 说明书32页 附图1页

(54) 发明名称

软磁性粉末、Fe基纳米晶合金粉末、磁性部件以及压粉磁芯

(57) 摘要

本发明提供一种能够制造具有优异的磁特性(低铁芯损耗、高饱和磁通密度)的压粉磁芯的软磁性粉末。上述软磁性粉末除了不可避免的杂质,具有组成式 $Fe_aSi_bB_cP_dCu_eM_f$ 表示的组成,上述组成式中的M为选自Nb、Mo、Zr、Ta、W、Hf、Ti、V、Cr、Mn、C、Al、S、O以及N中的至少一种元素, $79at\% \leq a \leq 84.5at\%$ 、 $0at\% \leq b < 6at\%$ 、 $0at\% < c \leq 10at\%$ 、 $4at\% < d \leq 11at\%$ 、 $0.2at\% \leq e \leq 0.53at\%$ 、 $0at\% \leq f \leq 4at\%$,并且 $a+b+c+d+e+f=100at\%$,粒径为1mm以下,并且,构成上述软磁性粉末的粒子的圆形度的中央值为0.4~1.0。



1. 一种软磁性粉末,是除了不可避免的杂质,具有组成式 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{P}_d\text{Cu}_e\text{M}_f$ 表示的组成的软磁性粉末,

所述组成式中的M为选自Nb、Mo、Zr、Ta、W、Hf、Ti、V、Cr、Mn、C、Al、S、O和N中的至少一种元素,

$$79\text{at}\% \leq a \leq 84.5\text{at}\%,$$

$$0\text{at}\% \leq b < 6\text{at}\%,$$

$$0\text{at}\% < c \leq 10\text{at}\%,$$

$$4\text{at}\% < d \leq 11\text{at}\%,$$

$$0.2\text{at}\% \leq e \leq 0.53\text{at}\%,$$

$$0\text{at}\% \leq f \leq 4\text{at}\%, \text{ 并且}$$

$$a+b+c+d+e+f=100\text{at}\%,$$

粒径为1mm以下,并且构成所述软磁性粉末的粒子的圆形度的中央值为0.4~1.0,

罗辛-拉姆勒公式即Rosin-Rammler公式的均匀度指数n为0.3~30。

2. 根据权利要求1所述的软磁性粉末,其中, $e < 0.4\text{at}\%$ 。

3. 根据权利要求1或2所述的软磁性粉末,其中, $b \geq 2\text{at}\%$ 。

4. 根据权利要求1或2所述的软磁性粉末,其中, $e \geq 0.3\text{at}\%$ 。

5. 根据权利要求4所述的软磁性粉末,其中, $e \geq 0.35\text{at}\%$ 。

6. 根据权利要求1或2所述的软磁性粉末,其中,结晶度以体积比计为10%以下,剩余部分为非晶相。

7. 根据权利要求6所述的软磁性粉末,其中,所述结晶度以体积比计为3%以下。

8. 一种Fe基纳米晶合金粉末,具有权利要求1~5中的任一项所述的组成,

结晶度以体积比计高于10%,并且Fe微晶直径为50nm以下,

罗辛-拉姆勒公式即Rosin-Rammler公式的均匀度指数n为0.3~30。

9. 一种Fe基纳米晶合金粉末,是权利要求8所述的Fe基纳米晶合金粉末,结晶度以体积比计高于30%,并且截面的700nm×700nm的区域的非晶相中包含的椭圆的短径的最大值为60nm以下。

10. 一种磁性部件,具备权利要求8或9所述的Fe基纳米晶合金粉末。

11. 一种压粉磁芯,具备权利要求8或9所述的Fe基纳米晶合金粉末。

软磁性粉末、Fe基纳米晶合金粉末、磁性部件以及压粉磁芯

技术领域

[0001] 本发明涉及软磁性粉末,特别是涉及能够优选地用作制造变压器、电感器、马达的磁芯等磁性部件时的起始原料的软磁性粉末。另外,本发明涉及Fe基纳米晶合金粉末、磁性部件以及压粉磁芯。

背景技术

[0002] 将经绝缘被覆的软磁性粉末加压成型而制造的压粉磁芯与层叠电磁钢板而制造的芯材相比具有形状的自由度高、而且高频区域的磁特性优异等许多优点。因此,压粉磁芯在变压器、电感器、马达的磁芯等各种用途中使用。

[0003] 而且,为了提高压粉磁芯的性能,用于制造压粉磁芯的磁性粉末需要进一步提高磁特性。

[0004] 例如,电动汽车的技术领域中,为了提高每次充电的续航里程,要求具有进一步优异的磁特性(低铁芯损耗、高饱和磁通密度)的压粉磁芯。

[0005] 而且,为了应对这样的要求,提出了有关用于压粉磁芯的制造的软磁性粉末的各种技术。

[0006] 例如,专利文献1中提出了组成式 $Fe_aB_bSi_cP_xC_yCu_z$ 表示的合金组合物。上述合金组合物具有连续薄带形状或者粉末形状,具有粉末形状的上述合金组合物(软磁性粉末)例如可以通过雾化法制造,将非晶相(amorphous phase)作为主相。通过对该软磁性粉末实施规定条件下的热处理,具有体心立方结构的Fe(bccFe)的纳米晶析出,其结果得到Fe基纳米晶合金粉末。

[0007] 另外,专利文献2中提出了使用含有端面具有带圆度的形状的第1软磁性粉末和平均粒径小于上述第1软磁性粉末的第2软磁性粉末的复合磁性粉末来制造压粉磁芯。另外,专利文献2中还提出了将上述第1软磁性粉末和第2软磁性粉末的平均粒径、圆形度控制在特定的范围。通过使用具有带圆度的形状的粉末,能够防止绝缘树脂的被膜被粒子的边缘破坏,绝缘性能降低。另外,由于端部呈带圆度的形状,粒子间的空隙变大,能够通过小粒径的粒子进入该空隙而提高压粉磁芯的密度。

[0008] 专利文献1:日本特开2010-070852号公报

[0009] 专利文献2:日本特开2014-138134号公报。

发明内容

[0010] 根据专利文献1提出的技术,通过使用具有特定组成的合金组合物,能够得到具有高饱和磁通密度和高磁导率的Fe基纳米晶合金粉末。而且,根据专利文献1,通过使用上述Fe基纳米晶合金粉末,能够制造具有优异的磁特性的压粉磁芯。

[0011] 然而,其磁特性依然不充分,要求铁芯损耗的进一步降低和磁通密度的提高。

[0012] 另外,如专利文献2所提出的那样,将多种软磁性粉末混合进行使用的技术中,需要制造粒径、形状不同的多种粉末,以控制的比率混合。因此,除了生产率低,还存在制造成

本增加的问题。

[0013] 并且,将粒径不同的粉末混合的混合粉中,有时在粒径接近的粒子彼此产生偏析。使用产生了偏析的混合粉的情况下小粒径的粒子不能充分进入大粒径的粒子间,因此使用该混合粉而制成的压粉磁芯的密度与由粒径均匀的软磁性粉末制成的压粉磁芯相比更低,反而存在磁特性变差的问题。

[0014] 本发明的目的在于解决上述课题,目的在于提供一种能够制造具有优异的磁特性(低铁芯损耗、高饱和磁通密度)的压粉磁芯的软磁性粉末和Fe基纳米晶合金粉末。另外,本发明的目的在于提供一种具有优异的磁特性(低铁芯损耗,高饱和磁通密度)的磁性部件、特别是压粉磁芯。

[0015] 发明人等为了解决上述课题,进行了反复深入的研究,其结果得到了下述(1)~(3)的见解。

[0016] (1) 为了进一步提高磁特性,仅利用专利文献1的组成的控制是不充分的,需要考虑粒子形状、粒度分布对压粉体的密度带来的影响。

[0017] (2) 另外,软磁性粉末整体的粒度分布、圆形度对压粉磁芯的成型后强度、磁特性有很大影响。因此,为了进一步提高磁特性,应该控制表示软磁性粉末整体的特性的指标,而不是如专利文献2那样控制混合粉中包含的各粉末的粒径、圆形度。

[0018] (3) 作为表示软磁性粉末整体的特性的指标,通过将构成软磁性粉末的粒子的圆形度的中央值控制在特定的范围,能够有效地提高压粉磁芯的磁特性。

[0019] 本发明立足于上述情况,其主旨构成如下所述。

[0020] 1. 一种软磁性粉末,除了不可避免的杂质,具有组成式 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{P}_d\text{Cu}_e\text{M}_f$ 表示的组成的软磁性粉末,

[0021] 上述组成式中的M为选自Nb、Mo、Zr、Ta、W、Hf、Ti、V、Cr、Mn、C、Al、S、O以及N中的至少一种元素,

[0022] $79\text{at}\% \leq a \leq 84.5\text{at}\%$,

[0023] $0\text{at}\% \leq b < 6\text{at}\%$,

[0024] $0\text{at}\% < c \leq 10\text{at}\%$,

[0025] $4\text{at}\% < d \leq 11\text{at}\%$,

[0026] $0.2\text{at}\% \leq e \leq 0.53\text{at}\%$,

[0027] $0\text{at}\% \leq f \leq 4\text{at}\%$,并且 $a+b+c+d+e+f=100\text{at}\%$,

[0028] 粒径为1mm以下,并且,构成上述软磁性粉末的粒子的圆形度的中央值为0.4~1.0。

[0029] 2. 根据上述1所述的软磁性粉末,其中, $e < 0.4\text{at}\%$ 。

[0030] 3. 根据上述1或者2所述的软磁性粉末,其中,罗辛-拉姆勒公式(Rosin-Rammler公式)的均匀度指数n为0.3~30。

[0031] 4. 根据上述1~3中任一项所述的软磁性粉末,其中, $b \geq 2\text{at}\%$ 。

[0032] 5. 根据上述1~4中任一项所述的软磁性粉末,其中, $e \geq 0.3\text{at}\%$ 。

[0033] 6. 根据上述5所述的软磁性粉末,其中, $e \geq 0.35\text{at}\%$ 。

[0034] 7. 根据上述1~6中任一项所述的软磁性粉末,其中,结晶度以体积比计为10%以下,剩余部分为非晶相。

- [0035] 8. 根据上述7所述的软磁性粉末,其中,上述结晶度以体积比计为3%以下。
- [0036] 9. 一种Fe基纳米晶合金粉末,具有上述1、2、4、5和6中的任一项所述的组成,
- [0037] 结晶度以体积比计高于10%,并且,Fe微晶直径为50nm以下。
- [0038] 10. 根据上述9所述的Fe基纳米晶合金粉末,其中,结晶度以体积比计高于30%,并且,截面的700nm×700nm的区域的非晶相中包含的椭圆的短径的最大值为60nm以下。
- [0039] 11. 一种磁性部件,具备上述9或者10所述的Fe基纳米晶合金粉末。
- [0040] 12. 一种压粉磁芯,具备上述9或者10所述的Fe基纳米晶合金粉末。
- [0041] 通过使用本发明的软磁性粉末作为起始原料,能够制造具有良好的磁特性的Fe基纳米晶合金粉末。而且,通过使用上述Fe基纳米晶合金粉末作为原料,能够制造具有优异的磁特性(低铁芯损耗、高饱和磁通密度)的压粉磁芯。

附图说明

- [0042] 图1是表示利用透射式电子显微镜(TEM)测定的700×700nm的区域的非晶相中包含的椭圆的示意图。

具体实施方式

- [0043] 以下,对本发明的实施方式进行说明。应予说明,以下的说明表示本发明的优选的一个实施方式,本发明并不受以下的说明任何限定。

[0044] [软磁性粉末]

- [0045] 本发明的一个实施方式的软磁性粉末除了不可避免的杂质之外具有组成式 $Fe_aSi_bB_cP_dCu_eM_f$ 表示的组成。这里,上述组成式中的M为选自Nb、Mo、Zr、Ta、W、Hf、Ti、V、Cr、Mn、C、Al、S、O和N中的至少一种元素,上述组成式中的a~f满足以下的条件。

[0046] $79at\% \leq a \leq 84.5at\%$

[0047] $0at\% \leq b < 6at\%$

[0048] $0at\% < c \leq 10at\%$

[0049] $4at\% < d \leq 11at\%$

[0050] $0.2at\% \leq e \leq 0.53at\%$

[0051] $0at\% \leq f \leq 4at\%$

[0052] $a+b+c+d+e+f=100at\%$

- [0053] 上述软磁性粉末可以作为制作Fe基纳米晶合金粉末时的起始原料使用。由本实施方式的软磁性粉末制成的Fe基纳米晶合金粉末可以用作用于制成各种磁性部件、压粉磁芯的材料。并且,本实施方式的软磁性粉末还可以用作用于制成各种磁性部件、压粉磁芯的直接的材料。

[0054] (组成)

- [0055] 对于将上述软磁性粉末的组成限定在上述的范围的理由,以下进行说明。

[0056] • Fe ($79at\% \leq a \leq 84.5at\%$)

- [0057] 上述软磁性粉末中,Fe为主元素,是承担磁性的必需元素。为了提高由该软磁性粉末制造的Fe基纳米晶合金粉末的饱和磁通密度(Bs)、降低原料价格,基本上优选软磁性粉末中包含的Fe的比例多。因此,为了得到优异的饱和磁通密度Bs,将上述组成式中的a所示

的Fe的比例设为79at%以上。另外,通过使Fe的比例为79at%以上,能够大幅增加后述的 ΔT 。从进一步提高饱和磁通密度的观点考虑,优选将Fe的比例设为80at%以上。

[0058] 另一方面,为了得到具有10%以下的结晶度的软磁性粉末,需要将Fe的比例设为84.5at%以下。从将结晶度设为3%以下,进一步降低压粉磁芯的铁芯损耗的观点考虑,优选将Fe的比例设为83.5at%以下。

[0059] • Si ($0\text{at}\% \leq b < 6\text{at}\%$)

[0060] Si是承担非晶相的形成的元素,纳米晶化时有助于纳米晶的稳定化。为了降低软磁性粉末的结晶度,减少压粉磁芯的铁芯损耗,需要将上述组成式中的b所示的Si的比例设为小于6at%。另一方面, Si的比例可以为0at%以上,从进一步提高Fe基纳米晶合金粉末的饱和磁通密度的观点考虑,优选为2at%以上。另外,从增大 ΔT 的观点考虑,更优选为3at%以上。

[0061] • B ($0\text{at}\% < c \leq 10\text{at}\%$)

[0062] 上述软磁性粉末中,B是承担非晶相的形成的必需元素。为了将软磁性粉末的结晶度抑制到10%以下,减少压粉磁芯的铁芯损耗,需要添加B。因此,将上述组成式中的c表示的B的比例设为超过0at%。B的比例优选为3at%以上,更优选为5at%以上。另一方面,B的比例超过10at%的情况下,Fe-B化合物析出,压粉磁芯的铁芯损耗增大。因此,B的比例需要为10at%以下。从通过将软磁性粉末的结晶度抑制到3%以下而进一步降低压粉磁芯的铁芯损耗的观点考虑,优选将B的比例设为8.5at%以下。

[0063] • P ($4\text{at}\% < d \leq 11\text{at}\%$)

[0064] 上述软磁性粉末中,P是承担非晶相的形成的必需元素。上述组成式中的d表示的P的比例大于4at%的情况下,制作软磁性粉末时使用的合金熔液的粘性降低。而且其结果从提高压粉磁芯的磁特性的观点考虑,容易制成优选的球形的软磁性粉。并且,P的比例大于4at%的情况下,熔点降低,能够提高非晶形成能力,容易制成Fe基纳米晶合金粉末。这些效果有助于具有10%以下的结晶度的软磁性粉末的制作。因此,将P的比例设为超过4at%。另外,从提高耐腐蚀性的观点考虑,优选将P的比例设为5.5at%以上。并且,从进一步使Fe基纳米晶合金粉末的纳米晶微细化,进一步降低压粉磁芯的铁芯损耗的观点考虑,更优选将P的比例设为6at%以上。

[0065] 另一方面,为了得到具有所希望的饱和磁通密度的Fe基纳米晶合金粉末,需要将P的比例设为11at%以下。另外,从进一步提高饱和磁通密度的观点考虑,优选将P的比例设为10at%以下,更优选设为8at%以下。

[0066] • Cu ($0.2\text{at}\% \leq e \leq 0.53\text{at}\%$)

[0067] 上述软磁性粉末中,Cu是有助于纳米晶化的必需元素。通过将上述组成式中的e表示的Cu的比例设为0.2at%~0.53at%,能够提高软磁性粉末的非晶形成能力,并且即使加热的升温速度变慢,也能够使Fe基纳米晶合金粉末的纳米晶均匀地微细化。在升温速度慢的情况下,软磁性粉末中不会出现温度分布的不均,整体上形成均匀的温度,因此得到均匀的Fe基纳米晶。由此,即使在制造大型的磁性部件的情况下也得到优异的磁特性。

[0068] 另外,从防止Fe基纳米晶合金粉末的纳米晶的粗大化,在压粉磁芯中得到所希望的铁芯损耗的观点考虑,Cu的比例需要为0.2at%以上。另一方面,Cu的比例多于0.53at%的情况下,容易引起Fe的成核,因此结晶度高于10%。因此,从将结晶度抑制到10%以下的

观点来看,Cu的比例需要为0.53at%以下。

[0069] 从进一步使Fe基纳米晶合金粉末的纳米晶微细化而进一步降低压粉磁芯的铁芯损耗的观点考虑,优选将Cu的比例设为小于0.4at%。从相同的观点考虑,Cu的比例优选为0.3at%以上。另外,从进一步增加纳米晶的析出量,进一步提高Fe基纳米晶合金粉末的饱和磁通密度的观点考虑,更优选将Cu的比例设为0.35at%以上。

[0070] • M(0at% \leq f \leq 4at%)

[0071] 上述软磁性粉末进一步含有0~4at%的M。这里,上述M表示选自Nb、Mo、Zr、Ta、W、Hf、Ti、V、Cr、Mn、C、Al、S、O以及N中的至少一种元素。通过将上述组成式的f表示的M的合计比例设为4at%以下,能够提高Fe基纳米晶合金粉末的非晶形成能力和耐腐蚀性,并且能够抑制小于50nm的粒径的纳米晶的析出。另外,M的比例为4at%以下时,能够防止由M的过量添加导致的饱和磁通密度的降低。

[0072] (圆形成度)

[0073] 本实施方式的软磁性粉末中,将构成该软磁性粉末的粒子的圆形成度的中央值设为0.4~1.0。通常,压粉磁芯通过对绝缘被覆的软磁性粉末进行加压成型而制造。此时,如果粒子的形状过度变形,则粒子表面的绝缘被覆被破坏,其结果压粉磁芯的磁特性降低。并且,如果粒子的形状过度变形,则压粉磁芯的密度降低,其结果是磁特性恶化。因此,将圆形成度的中央值设为0.4以上。另一方面,圆形成度的上限根据其定义是1。因此,在本实施方式中,将圆形成度的中央值设为1.0以下。应予说明,圆形成度的平均值受到圆形成度大的粒子值的影响很大,不适于作为表示粉末整体的圆形成度的指标。因此,本发明中使用圆形成度的中央值。

[0074] 这里,构成软磁性粉末的粒子的圆形成度及其中央值可以根据以下的方法测定。首先利用显微镜观察对象的软磁性粉末,求出视场内包含的各粒子的投影面积A(m²)和周围长度P(m)。一个粒子的圆形成度(ϕ)可以由该粒子的投影面积A和周围长度P使用下述式(1)进行计算。这里圆形成度 Φ 为无量纲数。

[0075] $\phi = 4\pi A / P^2 \dots (1)$

[0076] 将得到的各个粒子的圆形成度 Φ 按照升序排列时的、中央值设为圆形成度的中央值(ϕ_{50})。应予说明,更具体而言,可以按照实施例中记载的方法求出圆形成度的中央值。

[0077] (粒径)

[0078] 构成上述软磁性粉末的粒子的粒径由于结晶度低,所以设为1mm以下。上述粒径优选为200 μ m以下。应予说明,这里,粒径为1mm以下是指软磁性粉末中包含的全部的粒子的粒径为1mm以下,即软磁性粉末不包含超过粒径1mm的粒子。上述粒径可以根据激光粒度分布计进行测定。

[0079] (均匀度指数n)

[0080] 通过使软磁性粉末的粒度分布变窄,能够抑制粒度偏析,进一步提高压粉磁芯的密度。而且,其结果是进一步提高压粉磁芯的磁特性。因此,优选将Rosin-Rammler公式的均匀度指数n设为0.3以上。均匀度指数n是表示粒度分布的广度的指标,均匀度指数n越是大,表示粒度分布越窄,即粒径越均匀。另一方面,在n超过30的情况下,粒径变得过度均匀,因此进入到粗大粒子间的缝隙的微细粒子的数量不足,空隙率上升,导致压粉磁芯的密度的降低。因此,从进一步提高磁特性的观点考虑,优选将Rosin-Rammler公式的均匀度指

数n设为30以下。

[0081] 上述均匀度指数n可以按照以下的方法求出。Rosin-Rammler公式是表示粉体的粒度分布的公式之一,由下述式(2)所示。

$$[0082] \quad R=100\exp\{- (d/c)^n\} \cdots (2)$$

[0083] 上述式(2)中的符号分别具有如下含义。

[0084] $d(m)$: 粒径

[0085] $R(\%)$: 粒径d以上的粒子的体积比例

[0086] $c(m)$: 相当于 $R=36.8\%$ 的粒径

[0087] $n(-)$: 均匀度指数

[0088] 使用自然对数变形时,上述式(2)成为下述式(3)。因此,X轴取 $\ln d$,Y轴取 $\ln\{\ln(100/R)\}$ 的值绘制曲线而得到的直线的斜率成为均匀度指数n。

$$[0089] \quad \ln\{\ln(100/R)\} = n \times \ln d - n \times \ln c \cdots (3)$$

[0090] 因此,可以通过使用上述式(3)将使用激光粒度分布计测定的实际的软磁性粉末的粒度分布进行直线近似来求出均匀度指数n。

[0091] 应予说明,仅在直线近似的相关系数r为通常具有强的相关性的0.7以上时制成的粉末粒子中,Rosin-Rammler公式成立,将其斜率作为均匀度指数应用。另外,为了确保均匀度指数的精度,将粉末在测定的粒径的上限和下限划分为10以上的粒径范围,利用激光粒度分布计测定各粒径范围的体积比例,应用于Rosin-Rammler公式。

[0092] 均匀度指数n为0.3~30的软磁性粉末例如为水雾化法的情况下可以通过控制与钢水碰撞的水的水压、水/钢水的流量比、钢水注入速度进行制造。

[0093] (结晶度)

[0094] 上述软磁性粉末的结晶度优选以体积比计为10%以下。以下,对其理由进行说明。

[0095] 一般而言,根据制作以非晶相为主相的软磁性粉末时,熔液的冷却过程的骤冷不足、根据粉末组成决定的非晶形成能力的不足、使用原料中包含的杂质的影响等,存在由 α -Fe(-Si)、Fe-B、Fe-P构成的化合物相的微结晶(初始析出物)析出的情况。

[0096] 上述初始析出物成为降低Fe基纳米晶合金粉末的磁特性的一个因素。具体而言,因为初始析出物,存在在Fe基纳米晶合金粉末中析出具有超过50nm的粒径的纳米晶的情况。超过50nm的粒径的纳米晶仅少量析出,就阻碍磁畴壁的移动,使Fe基纳米晶合金粉末的磁特性劣化。

[0097] 另外,析出的化合物相的软磁特性劣化,由此其存在本身使粉末的磁特性显著劣化。

[0098] 因此,一般而言,认为优选尽可能地降低作为初始析出物相对于软磁性粉末的体积比定义的初始结晶度(以下,仅称为“结晶度”。),认为优选制成实质上由非晶相构成的软磁性粉末。

[0099] 然而,若得到结晶度极低的软磁性粉末,则需要昂贵的原料,另外,需要根据雾化后的分级除去大粒径的粉末等的复杂的工序。而且其结果是软磁性粉末的制造成本增加。

[0100] 这里,本发明的软磁性粉末具有上述组成式表示的组成,但该组成根据出于因结晶(初始析出物)的混合存在而得不到必要的均匀性的理由,不适合于连续薄带的形成。即,在制成上述组成的连续薄带的情况下,可能包含以体积比计为10%以下的初始析出物。此

时,因初始析出物可能导致连续薄带的部分脆弱化。并且纳米晶化后也无法得到均匀的微细组织,并且,薄带形状的情况下,存在少量的初始析出物,就可能使磁特性显著劣化。

[0101] 另一方面,上述问题是连续薄带所固有的。对于软磁性粉末,即使结晶度变成10%左右,使用上也不易产生问题。其一是在粉末、压粉磁芯的形态下励磁至近似饱和而使用的情况很少,并且粉末是一个一个独立的,因此特性差的粉末无法励磁,整体上几乎没有影响,可得到与由结晶度极其接近零的软磁性粉末得到的Fe基纳米晶合金粉末相比几乎不逊色的具有充分的磁特性的Fe基纳米晶合金粉末。

[0102] 本发明的软磁性粉末具有上述规定的组成,因此能够将结晶度抑制到10%以下。通过将结晶度抑制到10%以下,从而利用与以往相同的热处理得到具有充分的磁特性的Fe基纳米晶合金粉末。即,并不是使结晶度极其接近零,而是允许10%以下的一定的结晶度,能够在不增加制造成本地制造具有充分的磁特性的Fe基纳米晶合金粉末。更具体而言,本发明的软磁性粉末可以使用一般的雾化装置,由比较便宜的原料稳定地进行制造。另外,可以缓和原料的溶解温度等的制造条件。

[0103] 优选结晶度更低。例如软磁性粉末优选以体积比计3%以下的结晶度。为了使结晶度为3%以下,优选为 $a \leq 83.5\text{at}\%$ 、 $c \leq 8.5\text{at}\%$,且 $d \geq 5.5\text{at}\%$ 。

[0104] 在结晶度为3%以下的情况下,制作压粉磁芯时的成型密度进一步提高。通过使结晶度为3%,能够进一步抑制由结晶化导致的材料的硬度上升。而且其结果是能够进一步提高成型密度,进一步提高磁导率。并且,在结晶度为3%以下的情况下,容易维持软磁性粉末的外观。具体而言,结晶度高时结晶部的晶界脆弱,因此雾化后的软磁性粉末可能因氧化而变色。因此,通过将结晶度设为3%以下,能够抑制软磁性粉末的变色,维持外观。

[0105] 上述结晶度和初始析出物的粒径可以通过利用WPPD法(Whole-powder-pattern decomposition method)进行解析来计算基于X射线衍射(XRD:X-ray diffraction)的测定结果。由X射线衍射结果的峰位置可以鉴定 $\alpha\text{Fe}(-\text{Si})$ 相、化合物相等析出相。

[0106] 上述结晶度是软磁性粉末整体的初始析出物整体的体积比,并不是指构成该粉末的各个粒子的结晶度。因此,例如即使软磁性粉末的结晶度为10%以下的情况下,作为粉末整体的结晶度为10%以下时,则允许该粉末中包含非晶单相的粒子。

[0107] (非晶相)

[0108] 上述软磁性粉末如上所述优选结晶度以体积比计为10%以下。此时,析出物以外的剩余部分优选为非晶相。这样的软磁性粉末可以是非晶相为主相。换言之,本发明的一个实施方式的软磁性粉末优选由以体积比计为10%以下的析出物和剩余部分的非晶相构成。通过对该软磁性粉末按规定的热处理条件实施热处理, $\text{bccFe}(\alpha\text{Fe}(-\text{Si}))$ 的纳米晶析出,得到具有优异的磁特性的Fe基纳米晶合金粉末。

[0109] (软磁性粉末的制造方法)

[0110] 接下来,对本发明的一个实施方式的上述软磁性粉末的制造方法进行说明。应予说明,以下的说明示出了制造方法的一个例子,本发明并不限于以下的说明。

[0111] 上述软磁性粉末的制造没有特别限定,可以使用各种制造方法。例如,上述软磁性粉末可以利用雾化法进行制造。作为上述雾化法,可以使用水雾化法和气体雾化方法中的任一者。换言之,上述软磁性粉末可以是雾化粉末,上述雾化粉末可以是水雾化粉末和气体雾化粉末中的至少一者。

[0112] 对于利用雾化法制造软磁性粉末的方法,以下进行说明。首先,准备原料。接着,以使上述原料成为规定的组成的方式称量,溶解而制成合金熔液。此时,本发明的软磁性粉末的组成的熔点低,因此能够减少用于溶解的消耗电力。接下来,从喷嘴排出上述合金熔液,并且使用高压的水、气体而截断为合金熔滴,制造微细的软磁性粉末。

[0113] 上述的粉末制作工序中,截断所使用的气体可以是氩气、氮气等非活性气体。另外为了提高冷却速度,由此可以使截断后的合金熔滴与冷却用的液体、固体接触而骤冷,也可以将合金熔滴再截断而进一步微细化。在使用液体用于冷却的情况下,作为上述液体,例如可以使用水、油。在使用固体用于冷却的情况下,作为上述固体,例如可以使用旋转铜辊、旋转铝板。但是冷却用的液体、固体并不限于这些,可以使用其它的任意材料。

[0114] 上述的粉末制作工序中,通过改变制作条件,可以调整软磁性粉末的粉末形状和粒径。根据本实施方式,合金熔液的粘性低,因此容易将软磁性粉末制成球形状。

[0115] 在上述制造过程中,在以非晶相为主相的软磁性粉末中析出初始析出物。作为初始析出物,析出Fe-B、Fe-P等化合物时,磁特性显著劣化。与此相对,本发明的软磁性粉末中,Fe-B、Fe-P等化合物的析出受到抑制,初始析出物基本上为bcc的 α Fe(-Si)。

[0116] [Fe基纳米晶合金粉末]

[0117] 本发明的一个实施方式的Fe基纳米晶合金粉末具有上述组成,结晶度以体积比计高于10%,并且Fe微晶直径为50nm以下。

[0118] (结晶度)

[0119] Fe基纳米晶合金粉末的结晶度为10%以下时,压粉磁芯的铁芯损耗增大。因此,Fe基纳米晶合金粉末的结晶度以体积比计超过10%。通过使上述结晶度以体积比计超过10%,能够降低压粉磁芯的铁芯损耗。上述结晶度更优选为以体积比计超过30%。通过使结晶度为30%,能够进一步降低压粉磁芯的铁芯损耗。

[0120] 应予说明,Fe基纳米晶合金粉末的结晶度可以按照与上述软磁性粉末的结晶度相同的方法进行测定。

[0121] (Fe微晶直径)

[0122] Fe基纳米晶合金粉末的Fe微晶直径大于50nm时,晶体磁各向异性变大,软磁特性劣化。因此,将Fe基纳米晶合金粉末的Fe微晶直径设为50nm以下。通过将Fe基纳米晶合金粉末的Fe微晶直径设为50nm以下,能够提高软磁特性。另外,上述Fe微晶直径优选为40nm以下。通过将上述Fe微晶直径设为40nm以下,能够进一步提高软磁特性。上述Fe微晶直径可以通过XRD进行测定。

[0123] (非晶相中包含的椭圆的短径)

[0124] Fe基纳米晶合金粉末的截面的700nm \times 700nm的区域的非晶相中包含的椭圆的短径的最大值优选为60nm以下。上述椭圆的短径的最大值可以看成Fe基纳米晶合金粉末中包含的结晶间的距离的指标。通过将上述椭圆的短径的最大值设为60nm以下,能够进一步降低使用该Fe基纳米晶合金粉末得到的压粉磁芯的铁芯损耗。

[0125] 上述椭圆的短径可以通过利用透射式电子显微镜(TEM:Transmission electron microscope)对Fe基纳米晶合金粉末进行观察而求出。利用TEM观察的图像中能够区别非晶相和结晶相,如图1中示意图所示,可以利用图像解析,求出非晶相中包含的椭圆(与结晶相相接的椭圆)的短径。然后,求出700 \times 700nm的区域的短径的最大值。应予说明,上述椭圆的

短径的值根据椭圆的获取方式而变化,椭圆的短径的最大值是不超过结晶相间的距离的最大值的值,且唯一确定。因此,本发明中将上述椭圆的短径的最大值作为Fe基纳米晶合金粉末中包含的结晶间的距离的指标使用。

[0126] 基于TEM的观察可以按照以下的顺序进行。首先,将环氧树脂和粉末混合,填充于与TEM的试样尺寸相当的金属管,在100℃前后的温度下聚合、固化。接下来,利用金刚石刀具切出厚度1mm左右的圆板,对单侧进行镜面研磨。然后,利用研磨纸将与镜面研磨面相反一侧的面研磨至厚度0.1mm左右,利用高精度凹坑仪挖出凹陷而将中心部厚度设为40μm左右。接着,利用离子铣削装置进行研磨,开小孔,TEM观察小孔附近薄的部分。

[0127] (Fe基纳米晶合金粉末的制造方法)

[0128] 接下来,对于本发明的一个实施方式的Fe基纳米晶合金粉末的制造方法进行说明。上述Fe基纳米晶合金粉末可以由上述的软磁性粉末制造。通过按规定的条件对上述软磁性粉末实施热处理,bccFe(α Fe(-Si))的纳米晶析出,由此得到具有优异的磁特性的Fe基纳米晶合金粉末。这样得到的Fe基纳米晶合金粉末是由包含非晶相和bccFe的纳米晶的Fe基合金构成的粉末。

[0129] 上述Fe基纳米晶合金粉末的制造中,优选将上述软磁性粉末以30℃/min以下的升温速度加热到第1结晶化开始温度(T_{x1}) - 50K以上且小于第2结晶化开始温度(T_{x2})的最高到达温度(T_{max})。以下对上述加热条件进行说明。

[0130] 若对上述软磁性粉末在Ar、N₂气氛这样的非活性气氛中进行热处理,则可以确认2次以上的结晶化。将最初开始结晶化的温度称为第1结晶化开始温度(T_{x1}),将第二次的结晶化开始的温度称为第2结晶化开始温度(T_{x2})。另外,将第1结晶化开始温度(T_{x1})和第2结晶化开始温度(T_{x2})之间的温度差($T_{x2} - T_{x1}$)定义为 ΔT 。

[0131] 第1结晶化开始温度(T_{x1})是bccFe的纳米晶析出的发热峰,第2结晶化开始温度(T_{x2})是FeB、FeP等化合物析出的发热峰。这些结晶化温度例如可以通过使用差示扫描量热分析(DSC)装置,在实际的结晶化的升温速度条件下进行热分析。

[0132] 在 ΔT 大的情况下,规定的热处理条件下的热处理变得容易。因此,通过热处理仅使bccFe的纳米晶析出,能够得到更好的磁特性的Fe基纳米晶合金粉末。即通过增大 ΔT ,从而Fe基纳米晶合金粉末的bccFe的纳米晶组织更加稳定,能够进一步减少具备Fe基纳米晶合金粉末的压粉磁芯的铁芯损耗。

[0133] 通过使上述加热工序的最高到达温度(T_{max})小于第2结晶化开始温度(T_{x2}),能够防止加热工序的化合物相的析出。上述热处理优选在550℃以下的温度下进行。另一方面,为了使Fe从非晶体进行纳米晶化,优选 T_{max} 为第1结晶化开始温度(T_{x1}) - 50K以上。另外,上述热处理优选在300℃以上的温度下进行。

[0134] 另外,上述加热工序优选在氩气、氮气等非活性气氛中进行。其中,为了在Fe基纳米晶合金粉末的表面形成氧化层而提高耐腐蚀性、绝缘性,可以将上述加热部分地在氧化气氛中进行。另外,为了改善Fe基纳米晶合金粉末的表面状态,可以将上述加热部分地在还原气氛中进行。

[0135] 上述加热的升温速度为30℃/min以下。通过使上述升温速度为30℃/min以下,从而Fe晶粒生长的抑制和结晶化率增加,与 T_{x1} 的 T_{x2} 温度差 ΔT 变大,能够防止矫顽力Hc和压粉磁芯的铁芯损耗降低和对磁特性造成不利影响的Fe-B合金、Fe-P合金的生成。

[0136] [磁性部件·压粉磁芯]

[0137] 本发明的一个实施方式的磁性部件是具备上述Fe基纳米晶合金粉末的磁性部件。另外,本发明的另一个实施方式的压粉磁芯是具备上述Fe基纳米晶合金粉末的压粉磁芯。即,通过将上述Fe基纳米晶合金粉末成型,能够制造磁性片等磁性部件、压粉磁芯。另外,使用上述压粉磁芯,能够制成变压器、电感器、马达、发电机等磁性部件。

[0138] 本发明的Fe基纳米晶合金粉末以高体积比含有高磁化的纳米晶(bccFe的 α Fe(-Si))。另外,根据 α Fe(-Si)的微细化,晶体磁各向异性低。另外,通过非晶相的正磁致伸缩和 α Fe(-Si)相的负磁致伸缩的混相减少磁致伸缩。因此,通过使用本实施方式的Fe基纳米晶合金粉末,能够制成具有高饱和磁通密度Bs和低铁芯损耗的磁特性优异的压粉磁芯。

[0139] 另外,本发明的又一个实施方式中,也可以代替Fe基纳米晶合金粉末,使用热处理前的软磁性粉末,制造磁性片等磁性部件、压粉磁芯。例如可以通过在将软磁性粉末成型为规定的形状后按规定的热处理条件实施热处理,制造磁性部件、压粉磁芯。另外,可以使用该压粉磁芯制作变压器、电感器、马达、发电机等磁性部件。以下,对使用软磁性粉末的压粉磁芯的磁芯制作方法的一个例子进行说明。

[0140] 磁芯制作工序中,首先,将软磁性粉末与树脂等绝缘性良好的粘合剂混合进行造粒,得到造粒粉。使用树脂作为粘合剂的情况下,例如可以使用有机硅树脂、环氧树脂、酚醛树脂、三聚氰胺树脂、聚氨酯树脂、聚酰亚胺树脂、聚酰胺酰亚胺树脂。为了提高绝缘性、粘结性,可以代替树脂,或者与树脂一起使用磷酸盐、硼酸盐、铬酸盐、氧化物(二氧化硅、氧化铝、氧化镁等)、无机高分子(聚硅烷、聚锆烷、聚苯乙烯、聚硅氧烷、聚倍半硅氧烷、聚硅氮烷、聚硼硅氮烷(polyborazylene)、聚磷腈等)等材料作为粘合剂。另外,可以并用多种粘合剂,也可以根据不同的粘合剂形成2层或者其以上的多层结构的被覆。粘合剂的量一般优选为0.1~10质量%左右,考虑绝缘性和填充率,则优选为0.3~6质量%左右。但是,粘合剂的量考虑粉末粒径、应用频率、用途等适当地决定即可。

[0141] 磁芯制作工序中,接下来使用模具对造粒粉进行加压成型而得到压粉体。其后,对压粉体按规定的热处理条件实施热处理,同时进行纳米晶化和粘合剂的固化,得到压粉磁芯。上述的加压成型一般在室温下进行即可。由本实施方式的软磁性粉末制作造粒粉时使用耐热性高的树脂、被覆,例如可以通过在550℃以下的温度范围下进行加压成型而成型为极高密度的压粉磁芯。

[0142] 磁芯制作工序中,对造粒粉进行加压成型时,为了提高填充性,并且抑制纳米晶化的发热,可以将比上述软磁性粉末软的Fe、FeSi、FeSiCr、FeSiAl、FeNi、羰基铁粉等粉末(软粉末)与上述造粒粉混合。另外,也可以代替上述软粉末,或者与上述的软粉末一起混合与上述软磁性粉末粒径不同的任意的软磁性粉末。此时,相对于本发明的软磁性粉末的上述粒径不同的软磁性粉末的混合量优选为50质量%以下。

[0143] 上述压粉磁芯可以通过与上述方法不同的制造方法制作。例如,如上所述,可以使用本实施方式的Fe基纳米晶合金粉末制作压粉磁芯。此时,与上述的磁芯制作工序同样地制成造粒粉即可。可以通过使用模具将造粒粉加压成型来制作压粉磁芯。

[0144] 如上所述制成的本实施方式的压粉磁芯具备本实施方式的Fe基纳米晶合金粉末,与制作工序无关。同样地,本实施方式的磁性部件具备本实施方式的Fe基纳米晶合金粉末。

[0145] 实施例

先,使用2mass%的有机硅树脂将上述软磁性粉末造粒。接着,使用外径13mm且内径8mm的模具,通过10ton/cm²的成型压力将造粒后的粉末成型。其后,使用电炉实施热处理,得到压粉磁芯。上述热处理按照与上述Fe基纳米晶合金粉末的制造中的热处理相同的条件进行。

[0163] 在得到的压粉磁芯中存在通过上述热处理生成的Fe基纳米晶合金。通过XRD测定上述Fe基纳米晶合金的Fe微晶直径。另外,使用交流BH分析仪测定压粉磁芯20kHz—100mT的铁芯损耗。将得到的Fe微晶直径和铁芯损耗一并记载于表2。应予说明,将铁芯损耗的值为100kW/m³以下的情况作为◎,将超过100kW/m³且200kW/m³以下的情况作为○,将超过200kW/m³的情况作为×。

[0164] (第2~第6实施例)

[0165] 为了进一步评价组成对磁特性的影响,设为表3、5、7、9和11的组成,除此之外,利用与上述第1实施例相同的条件制成软磁性粉末,评价得到的软磁性粉末的圆形度的中央值、结晶度、析出物和粒径。得到的软磁性粉末的圆形度的中央值均为0.7~1.0。另外,任一软磁性粉末的粒径均为1mm以下。将结晶度的测定值和鉴定出的析出物一并示于各表。

[0166] 并且,使用表3、5、7、9和11中示出的软磁性粉末,利用与上述第1实施例相同的方法制成Fe基纳米晶合金粉末和压粉磁芯,实施评价。将使用的热处理条件和评价结果示于表4、6、8、10和12。

[0167] 应予说明,各表的对应关系如下,各实施例中主要评价了记载在括弧内的成分的比例的影响。

[0168] 第1实施例:表1、2 (Fe)

[0169] 第2实施例:表3、4 (Si)

[0170] 第3实施例:表5、6 (B)

[0171] 第4实施例:表7、8 (P)

[0172] 第5实施例:表9、10 (Cu)

[0173] 第6的实施例:表11、12 (M)

[0174] 由表2所示的结果可知,Fe的比例高于84.5at%的比较例3和Fe的比例低于79at%的比较例4中,压粉磁芯的铁芯损耗大。另外,比较例4中饱和磁通密度低。另一方面,实施例7~12的Fe基纳米晶合金粉末包含79~84.5at%的范围的Fe,与比较例3、4相比压粉磁芯的铁芯损耗低。另外,实施例7~12的Fe基纳米晶合金粉末具有1.65T以上的高饱和磁通密度。

[0175] 由以上的结果可知,通过使Fe的比例为79at%以上且84.5%以下,可得到优异的特性。另外,由实施例8~12的结果可知,Fe的比例为83.5at%以下时铁芯损耗进一步降低,因而优选。并且,由实施例7~11的结果可知,Fe的比例为80at%以上时,得到1.70T以上的更高饱和磁通密度。

[0176] 另外,由表4所示的结果可知,比较例6的Fe基纳米晶合金粉末包含多于6at%的Si,压粉磁芯的铁芯损耗大。另一方面,实施例17~20的Fe基纳米晶合金粉末包含0at%以上且小于6at%的范围的Si,压粉磁芯的铁芯损耗比较例6的压粉磁芯低。另外,实施例17~20的Fe基纳米晶合金粉末具有1.7T以上的高饱和磁通密度。

[0177] 由以上的结果可知,通过使Si的比例为0at%以上且小于6at%,可得到优异的特性。另外,由实施例17、18的结果可知,通过使Si的比例为2at%以上,饱和磁通密度进一步提高,因而优选。

[0178] 另外,由表6所示的结果可知,包含大于10at%的B的比较例9和完全不包含B的比较例10中,压粉磁芯的铁芯损耗大。另一方面,实施例26~30的Fe基纳米晶合金粉末包含10at%以下的范围的B,与比较例9、10相比压粉磁芯的铁芯损耗更低。另外,实施例26~30的Fe基纳米晶合金粉末具有1.7T以上的高饱和磁通密度。

[0179] 由以上的结果可知,通过使B的比例为高于0at%且为10at%以下,可得到优异的特性。另外,由表5的实施例23、24、25可知利用8.5at%以下的B可以将结晶度抑制到3%以下,也能够进一步降低铁芯损耗。

[0180] 另外,由表8所示的结果可知,P的比例高于11at%的比较例13和P的比例低于4at%的比较例14中,压粉磁芯的铁芯损耗大。另一方面,实施例38~44的Fe基纳米晶合金粉末包含超过4at%且为11at%以下的范围的P,与比较例13、14相比压粉磁芯的铁芯损耗更低。另外,实施例38~44的Fe基纳米晶合金粉末具有1.7T以上的高饱和磁通密度。

[0181] 由以上的结果可知,通过将P的比例设为超过4at%且11at%以下,可得到优异的特性。另外,由实施例38~43的结果可知,为6at%以上时能够进一步降低铁芯损耗。由实施例40~44的结果可知,P的比例为10at%以下时饱和磁通密度进一步提高,为8at%以下时进一步提高。

[0182] 另外,由表10所示的结果可知,Cu的比例高于0.53at%的比较例17和Cu的比例低于0.2at%的比较例18中,压粉磁芯的铁芯损耗大。另一方面,实施例52~58的Fe基纳米晶合金粉末包含0.2at%以上且0.53at%以下的Cu,与比较例17、18相比压粉磁芯的铁芯损耗更低。另外,实施例52~58的Fe基纳米晶合金粉末具有1.65T以上的高饱和磁通密度。

[0183] 由以上的结果可知,通过将Cu的比例设为0.2at%~0.53at%,可得到优异的特性。另外,由实施例54~57的结果可知,Cu的比例为0.3at%以上且小于0.4at%时能够进一步降低铁芯损耗。由实施例54的结果可知,Cu的比例为0.3at%以上时饱和磁通密度也进一步提高。另外,Cu的比例为0.35at%以上时能够进一步降低铁芯损耗。

[0184] 以包含Nb的组成为例时,由表12所示的结果可知,比较例21的Fe基纳米晶合金粉末包含多于4at%的Nb,压粉磁芯的铁芯损耗大。另一方面,实施例81~89的Fe基纳米晶合金粉末包含4at%以下的Nb,压粉磁芯的铁芯损耗低于比较例21。另外,实施例81~89的Fe基纳米晶合金粉末具有1.65T以上的高饱和磁通密度,进一步为2.5at%以下的范围时具有1.70T以上的高饱和磁通密度。另外,由比较例21、22和实施例81~102的比较可知,作为M,包含4at%以下的选自Mo、Zr、Ta、W、Hf、Ti、V、Cr、Mn、C、Al、S、O、N中的至少一种元素的情况下,压粉磁芯的铁芯损耗降低。

[0185] 由以上的结果,通过将作为包含于软磁性粉末的M的选自Nb、Mo、Zr、Ta、W、Hf、Ti、V、Cr、Mn、C、Al、S、O、N中的至少一种元素的比例设为4at%以下,可得到优异的特性。

[0186] 并且,通过表2、4、6、8、10、12的实施例7~12、17~20、26~30、38~44、52~58、81~102和比较例10、14、18的比较,可以理解Fe基纳米晶合金粉末内的Fe微晶直径优选为50nm以下。

[0187] [表1]

[0188] 表1

[0189]

	软磁性粉末		
	组成	结晶度 (%)	析出物
比较例1	Fe85.12Si2B5P7.5Cu0.38	82	α Fe+Com
实施例1	Fe84.42Si2B5.7P7.5Cu0.38	8	α Fe
实施例2	Fe83.42Si2B6.7P7.5Cu0.38	2	α Fe
实施例3	Fe83.42Si0B7.7P8.5Cu0.38	3	α Fe
实施例4	Fe82.12Si3B6P8.5Cu0.38	1	α Fe
实施例5	Fe80.12Si4B7.5P8.0Cu0.38	1	α Fe
实施例6	Fe79.12Si5B5P10.5Cu0.38	0	amo
比较例2	Fe78.42Si5B6.2P10Cu0.38	0	amo

[0190]

[表2]
表2

	热处理条件		Fe基纳米晶合金粉末		压粉磁芯		
	最高到达温度 Tmax (°C)	组成	饱和磁通密度 Bs (T)	Fe微晶直径 (nm)	磁芯损耗 (kW/m ³)	磁芯损耗评价	
比较例3	400	Fe85.12Si2B5P7.5Cu0.38	1.82	化合物相	4000	x	
实施例7	400	Fe84.42Si2B5.7P7.5Cu0.38	1.78	42	200	○	
实施例8	410	Fe83.42Si2B6.7P7.5Cu0.38	1.76	35	90	◎	
实施例9	410	Fe83.42Si0B7.7P8.5Cu0.38	1.74	38	180	○	
实施例10	410	Fe82.12Si3B6P8.5Cu0.38	1.73	32	75	◎	
实施例11	410	Fe80.12Si4B7.5P8.0Cu0.38	1.70	36	170	○	
实施例12	420	Fe79.12Si5B5P10.5Cu0.38	1.65	32	100	◎	
比较例4	420	Fe78.42Si5B6.2P10Cu0.38	1.55	35	200	○	

[0191] [表3]

[0192] 表3

[0193]

	软磁性粉末		
	组成	结晶度 (%)	析出物
比较例5	Fe82.12Si7B4P6.5Cu0.38	75	α Fe+Com
实施例13	Fe82.12Si5.8B5.2P6.5Cu0.38	8	α Fe
实施例14	Fe82.12Si4B6P7.5Cu0.38	3	α Fe
实施例15	Fe82.12Si2B6P9.5Cu0.38	0	amo
实施例16	Fe82.12Si0B7P10.5Cu0.38	0	amo

[0194]

[表4]
表4

	Fe基纳米晶合金粉末		压粉磁芯	
	组成	饱和磁通密度 Bs (T)	Fe微晶直径 (nm)	磁芯损耗 (kW/m ³)
比较例6	Fe82.12Si7B4P6.5Cu0.38	1.75	化合物相	3800
实施例17	Fe82.12Si5.8B5.2P6.5Cu0.38	1.76	39	192
实施例18	Fe82.12Si4B6P7.5Cu0.38	1.75	36	98
实施例19	Fe82.12Si2B6P9.5Cu0.38	1.71	34	80
实施例20	Fe82.12Si0B7P10.5Cu0.38	1.70	30	75

[0195] [表5]

[0196] 表5

[0197]

	软磁性粉末		
	组成	结晶度 (%)	析出物
比较例7	Fe82.12Si1.5B12P4Cu0.38	20	α Fe+Com
实施例21	Fe82.12Si2B10P5.5Cu0.38	9	α Fe
实施例22	Fe82.12Si3B9.5P5.0Cu0.38	10	α Fe
实施例23	Fe82.12Si0B8.5P9Cu0.38	2	α Fe
实施例24	Fe82.12Si3B7.5P7Cu0.38	2	α Fe
实施例25	Fe83.12Si3B3P10.5Cu0.38	3	α Fe
比较例8	Fe83.12Si5.5B0P11Cu0.38	50	α Fe

[0198]

[表6]
表6

	热处理条件 最高到达温度 Tmax (°C)	Fe基纳米晶合金粉末		压粉磁芯		
		组成	饱和磁通密度 Bs (T)	Fe微晶直径 (nm)	磁芯损耗 (kW/m ³)	磁芯损耗 评价
比较例9	430	Fe82.12Si1.5B12P4Cu0.38	1.77	化合物相	1800	x
实施例26	430	Fe82.12Si2B10P5.5Cu0.38	1.75	48	195	○
实施例27	420	Fe82.12Si3B9.5P5.0Cu0.38	1.76	45	188	○
实施例28	420	Fe82.12Si0B8.5P9Cu0.38	1.72	35	90	◎
实施例29	420	Fe82.12Si3B7.5P7Cu0.38	1.74	40	80	◎
实施例30	410	Fe83.12Si3B3P10.5Cu0.38	1.73	38	130	○
比较例10	410	Fe83.12Si5.5B0P11Cu0.38	1.64	65	3200	x

[0199] [表7]

[0200] 表7

[0201]

	软磁性粉末		
	组成	结晶度 (%)	析出物
比较例11	Fe82.12Si1.5B4P12Cu0.38	18	α Fe+Com
实施例31	Fe82.12Si1B5.5P11Cu0.38	1	α Fe
实施例32	Fe82.12Si0B6.8P10.7Cu0.38	2	α Fe
实施例33	Fe82.12Si0B7.5P10Cu0.38	5	α Fe
实施例34	Fe82.12Si2B5.5P10Cu0.38	3	α Fe
实施例35	Fe82.12Si3B6.5P8Cu0.38	1	α Fe
实施例36	Fe82.12Si4B7.5P6Cu0.38	2	α Fe
实施例37	Fe82.12Si5B8.3P4.2Cu0.38	10	α Fe
比较例12	Fe83.12Si5B8.5P3Cu0.38	11	α Fe

[0202]

[表8]
表8

	Fe基纳米晶合金粉末		压粉磁芯		
	组成	饱和磁通密度 Bs (T)	Fe微晶直径 (nm)	磁芯损耗 (kW/m ³)	磁芯损耗评价
比较例13	Fe82.12Si1.5B4P12Cu0.38	1.62	化合物相	800	x
实施例38	Fe82.12Si1B5.5P11Cu0.38	1.70	29	180	○
实施例39	Fe82.12Si0B6.8P10.7Cu0.38	1.71	31	190	○
实施例40	Fe82.12Si0B7.5P10Cu0.38	1.71	33	170	○
实施例41	Fe82.12Si2B5.5P10Cu0.38	1.72	32	165	○
实施例42	Fe82.12Si3B6.5P8Cu0.38	1.73	26	80	◎
实施例43	Fe82.12Si4B7.5P6Cu0.38	1.75	28	82	◎
实施例44	Fe82.12Si5B8.3P4.2Cu0.38	1.77	45	198	○
比较例14	Fe83.12Si5B8.5P3Cu0.38	1.78	55	600	x

[0203] [表9]

[0204] 表9

[0205]

	软磁性粉末		
	组成	结晶度 (%)	析出物
比较例15	Fe81.9Si4B7P6.5Cu0.6	15	α Fe
实施例45	Fe81.97Si3B7P7.5Cu0.53	3	α Fe
实施例46	Fe82.05Si4B7P6.5Cu0.45	2	α Fe
实施例47	Fe82.11Si4B7P6.5Cu0.39	1	α Fe
实施例48	Fe82.14Si4B7P6.5Cu0.36	2	α Fe
实施例49	Fe82.2Si1B7P9.5Cu0.3	1	α Fe
实施例50	Fe82.2Si0B7P10.5Cu0.3	2	α Fe
实施例51	Fe82.3Si4B7P6.5Cu0.2	0	amo
比较例16	Fe82.4Si4B8P5.5Cu0.1	0	amo

[0206]

[表10]
表10

	Fe基纳米晶合金粉末		压粉磁芯			
	热处理条件 最高到达温度 Tmax (°C)	组成	饱和磁通密度 Bs (T)	Fe微晶直径 (nm)	磁芯损耗 (kW/m ³)	磁芯损耗 评价
比较例17	410	Fe81.9Si4B7P6.5Cu0.6	1.73	38	1200	x
实施例52	410	Fe81.97Si3B7P7.5Cu0.53	1.75	39	200	○
实施例53	420	Fe82.05Si4B7P6.5Cu0.45	1.73	36	190	○
实施例54	420	Fe82.11Si4B7P6.5Cu0.39	1.74	25	50	◎
实施例55	420	Fe82.14Si4B7P6.5Cu0.36	1.72	30	80	◎
实施例56	420	Fe82.2Si1B7P9.5Cu0.3	1.71	31	130	○
实施例57	420	Fe82.2Si0B7P10.5Cu0.3	1.71	32	130	○
实施例58	420	Fe82.3Si4B7P6.5Cu0.2	1.65	33	190	○
比较例18	420	Fe82.4Si4B8P5.5Cu0.1	1.62	54	420	x

[0207] [表11]

[0208] 表11

	软磁性粉末		
	组成	结晶度 (%)	析出物
比较例19	Fe80.12Si2B6P6.5Cu0.38Nb5	24	α Fe+Com
实施例59	Fe81.22Si3B7P4.5Cu0.38Nb3.9	3	α Fe
实施例60	Fe81.02Si2B7P6.5Cu0.38Nb3.1	1	α Fe
实施例61	Fe82.12Si2B8P5Cu0.38Nb2.5	0	amo
实施例62	Fe82.32Si0B7P8.5Cu0.38Nb1.8	0	amo
实施例63	Fe82.72Si2B7P6.7Cu0.38Nb1.2	0	amo
实施例64	Fe83.12Si4B6P5.7Cu0.38Nb0.8	2	α Fe
实施例65	Fe83.19Si2B8.6P5.5Cu0.31Nb0.4	0	amo
实施例66	Fe83.13Si3B6.4P7Cu0.38Nb0.09	1	α Fe
实施例67	Fe83.13Si1B7.4P8Cu0.38Nb0.09	0	amo
实施例68	Fe82Si2B8P6.1Cu0.3Mo1.6	1	α Fe
实施例69	Fe82Si2B8P6.3Cu0.3Ta1.4	2	α Fe
实施例70	Fe82Si2B8P5.9Cu0.3Zr1.8	3	α Fe
实施例71	Fe82Si3B8P5.9Cu0.3Hf0.8	2	α Fe
实施例72	Fe82.28Si0B8.4P9Cu0.3Ti0.02	3	α Fe
实施例73	Fe82.3Si0B8P9Cu0.3Al0.4	1	α Fe
实施例74	Fe82Si2B8P5.6Cu0.3Cr2.1	0	amo
实施例75	Fe82Si2B8P5.9Cu0.3Mn1.8	2	α Fe
实施例76	Fe83Si2B7P6.6Cu0.3C1.1	0	amo
实施例77	Fe82.0Si0B8P9Cu0.3S0.7	0	amo
实施例78	Fe82.24Si2B7.4P8Cu0.3O0.06	3	α Fe
实施例79	Fe82.29Si2B7.4P8Cu0.3N0.01	0	amo
实施例80	Fe82.92Si3B7P5.7Cu0.38Nb0.8Cr0.2	0	amo
比较例20	Fe80.12Si2B6P6.5Cu0.38Ti3Al2	80	amo

[0209]

[0210] [表12]

[0211] 表12

[0212]

	热处理条件	Fe基纳米晶合金粉末		压粉磁芯		
	最高 到达温度 Tmax (°C)	组成	饱和磁通密度 Bs (T)	Fe微晶直径 (nm)	磁芯损耗 (kW/m ³)	磁芯损耗 评价
比较例21	450	Fe80.12Si2B6P6.5Cu0.38Nb5	1.48	化合物相	1600	×
实施例81	450	Fe81.22Si3B7P4.5Cu0.38Nb3.9	1.65	24	180	○
实施例82	450	Fe81.02Si2B7P6.5Cu0.38Nb3.1	1.67	31	120	○
实施例83	440	Fe82.12Si2B8P5Cu0.38Nb2.5	1.73	29	90	◎
实施例84	440	Fe82.32Si0B7P8.5Cu0.38Nb1.8	1.71	26	80	◎
实施例85	430	Fe82.72Si2B7P6.7Cu0.38Nb1.2	1.74	32	90	◎
实施例86	430	Fe83.12Si4B6P5.7Cu0.38Nb0.8	1.74	31	70	◎
实施例87	420	Fe83.19Si2B8.6P5.5Cu0.31Nb0.4	1.73	33	120	○
实施例88	420	Fe83.13Si3B6.4P7Cu0.38Nb0.09	1.76	29	90	◎
实施例89	420	Fe83.13Si1B7.4P8Cu0.38Nb0.09	1.72	24	70	◎
实施例90	440	Fe82Si2B8P6.1Cu0.3Mo1.6	1.71	28	90	◎
实施例91	460	Fe82Si2B8P6.3Cu0.3Ta1.4	1.7	31	90	◎
实施例92	440	Fe82Si2B8P5.9Cu0.3Zr1.8	1.72	34	160	○
实施例93	440	Fe82Si3B8P5.9Cu0.3Hf0.8	1.73	28	120	○
实施例94	420	Fe82.28Si0B8.4P9Cu0.3Ti0.02	1.74	35	190	○
实施例95	420	Fe82.3Si0B8P9Cu0.3Al0.4	1.75	33	130	○
实施例96	420	Fe82Si2B8P5.6Cu0.3Cr2.1	1.7	33	80	◎
实施例97	420	Fe82Si2B8P5.9Cu0.3Mn1.8	1.71	34	130	○
实施例98	420	Fe83Si2B7P6.6Cu0.3Cl1.1	1.77	33	80	◎
实施例99	420	Fe82.0Si0B8P9Cu0.3S0.7	1.73	32	90	◎
实施例100	420	Fe82.24Si2B7.4P8Cu0.3O0.06	1.74	34	150	○
实施例101	420	Fe82.29Si2B7.4P8Cu0.3N0.01	1.75	32	90	◎
实施例102	430	Fe82.92Si3B7P5.7Cu0.38Nb0.8Cr0.2	1.72	28	70	◎
比较例22	430	Fe80.12Si2B6P6.5Cu0.38Ti3Al2	1.76	化合物相	3800	×

[0213] 这里,包含表2的各表的“Fe微晶直径”一栏的“化合物相”的表述并不是本发明中所要的Fe纳米晶,而是指Fe-P、Fe-B化合物等化合物相析出。这些化合物相析出时,磁特性显著劣化,因此需要避免该化合物相的析出。应予说明,因为是与所要的Fe纳米晶不同的结晶,所以不示出Fe微晶直径。

[0214] (第7实施例)

[0215] 此外,为了评价软磁性粉末的圆形度的中央值对表观密度和磁特性的影响,制造表13所示的组成的软磁性粉末。制造软磁性粉末时,为了得到圆形度的中央值不同的软磁性粉末,在改变与钢水碰撞的水的流速的不同条件下进行水雾化。除此之外,与上述第1实施例相同。

[0216] 利用与第1实施例相同的方法测定得到的软磁性粉末的粒度分布,其结果是任一软磁性粉末的粒径均为1mm以下。

[0217] 按照前面阐述的方法测定得到的软磁性粉末的圆形度的中央值。应予说明,测定中利用显微镜观察计算从构成该软磁性粉末的粒子中随机抽取的6万个粒子的圆形度,求出得出的圆形度的中央值 $\phi 50$ (无量纲)。将得到的结果一并示于表13。

[0218] 另外,利用JIS Z 2504规定的方法测定软磁性粉末的表观密度(g/cm³)。将结果一并记载于表13。

[0219] 由实施例103~112的结果可知, $\phi 50$ 越大,即粒子越近似球形,粉末的表观密度越高。具体而言, $\phi 50$ 为0.4以上的粉末时,表观密度为3.5g/cm³以上。

[0220] 接着,使用上述软磁性粉末(热处理前的粉末),利用与上述第1实施例相同的方法

制成压粉磁芯。成型后的热处理中,以升温速度:10°C/min加热成型体至表13中示出的最高到达温度(Tmax),在上述最高到达温度下保持10分钟。其后,测定得到的压粉磁芯的密度(压粉密度)和铁芯损耗。上述压粉密度通过将压粉后的成型体的质量除以压粉后的成型体的体积而求得。另外,铁芯损耗通过与第1实施例相同的方法测定。铁芯损耗的评价基准也与第1实施例相同。将得到的压粉密度和铁芯损耗的值一并记载于表13。

[0221] 如表13所示,伴随着软磁性粉末的表观密度的上升,压粉磁芯的铁芯损耗降低。这是由于因表观密度的上升而使压粉磁芯的压粉密度上升,压粉磁芯中的空隙减少。

[0222] 另外,比较例24、26、实施例103、108的软磁性粉末的表观密度均显示与 $3.5\text{g}/\text{cm}^3$ 相同的值。然而, $\phi 50$ 小于0.4的比较例24、26的软磁性粉末与 $\phi 50$ 为4.0的实施例103、108的软磁性粉末相比铁芯损耗大。认为这是由于圆形度低的软磁性粉末中粒子的形状变形,因此压粉成型时应力在凸部集中,其结果是由软磁性粉末的表面氧化等形成的绝缘被覆被破坏。因此,软磁性粉末的 $\phi 50$ 需要为0.4以上。另外,通过使 $\phi 50$ 为0.7以上,从而能够进一步降低铁芯损耗。因此, $\phi 50$ 优选为0.7以上。

[0223]

[表13]
表13

	软磁性粉末			热处理条件		压粉磁芯		
	组成	圆形的 中央值 $\phi 50$ (-)	表观密度 (g/cm ³)	最高到达温度 T _{max} (°C)	压粉密度 (g/cm ³)	磁芯损耗 (kW/m ³)	磁芯损耗 评价	
比较例23	Fe84Si3B5P7.7Cu0.3Nb0	0.30	2.8	430	4.00	1500	x	
实施例24		0.39	3.5	430	4.45	1400	x	
实施例103		0.40	3.5	430	4.45	180	○	
实施例104		0.70	4.0	430	4.90	98	◎	
实施例105		0.80	4.1	430	5.20	96	◎	
实施例106		0.90	4.2	430	5.40	94	◎	
实施例107		1.00	4.3	430	5.45	88	◎	
比较例25	Fe82Si4B6P6Cu0.3Nb1.7	0.30	2.7	410	3.95	1400	x	
比较例26		0.39	3.5	410	4.90	1380	x	
实施例108		0.40	3.5	410	4.90	175	○	
实施例109		0.70	4.1	410	5.35	95	◎	
实施例110		0.80	4.2	410	5.30	93	◎	
实施例111		0.90	4.3	410	5.40	91	◎	
实施例112		1.00	4.4	410	5.60	87	◎	

[0224] (第8实施例)

[0225] 此外,为了评价软磁性粉末的均匀度指数n对表观密度和磁特性的影响,制造表14所示的组成的软磁性粉末。制造软磁性粉末时,在改变与钢水碰撞的水的流速的不同的条件下进行水雾化。除此之外,与上述第7实施例相同。

[0226] 利用与第1实施例相同的方法测定得到的软磁性粉末的粒度分布,其结果任一软磁性粉末的粒径均为1mm以下。

[0227] 利用激光粒度分布计测定得到的软磁性粉末的粒度分布,利用前面阐述的方法计

算Rosin-Rammler公式的均匀度指数 n 。均匀度指数 n 是表示粒度分布的广度的指标。另外，利用与上述第7实施例相同的方法测定得到的软磁性粉末的圆形度的中央值。将得到的结果一并示于表14。

[0228] 接着，利用与上述第7实施例相同的方法制成压粉磁芯，测定得到的压粉磁芯的密度（压粉密度）和铁芯损耗。成型后的热处理中，将成型体以升温速度： $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 加热到表14所示的最高到达温度（ T_{max} ），在上述最高到达温度下保持10分钟。将得到的压粉密度和铁芯损耗的值一并示于表14。

[0229] 得到的软磁性粉末的 $\phi 50$ 在实施例113~117中约为0.90，几乎是恒定的。同样，实施例113~121的 $\phi 50$ 约为0.95，几乎是恒定的。

[0230] 由实施例113~121的结果可知，即使 $\phi 50$ 几乎相同，均匀度指数 n 越大，即，粒径越是更均匀，软磁性粉末的表观密度越高。特别是均匀度指数 n 为0.3以上时表观密度达到 $3.5\text{g}/\text{cm}^3$ 以上，压粉磁芯的铁芯损耗进一步降低。这是由于因表观密度的上升而使压粉成型后的压粉密度上升，压粉磁芯中的空隙减少。

[0231] 另外，比较实施例113、118和实施例114、119时，均匀度指数 n 小于0.3的实施例113、118中软磁性粉末的表观密度低，压粉磁芯的铁芯损耗高。因此，软磁性粉末的 n 优选为0.3以上。另外，比较实施例116、121和实施例117、122时，均匀度指数 n 大于30的实施例117、122中软磁性粉末的表观密度低，压粉磁芯的铁芯损耗大。这是由于构成软磁性粉末的粒径过度均匀化，因此进入由粗大粒子形成的间隙的细粒减少，其结果粉体中的空隙增加。

[0232]

[表14]
表14

	软磁性粉末				热处理条件		压粉磁芯		
	组成	均匀度指数 n (-)	圆形度的 中央值 φ50 (-)	表观密度 (g/cm ³)	最高到达温度 T _{max} (°C)	压粉密度 (g/cm ³)	磁芯损耗 (kW/m ³)	磁芯损耗 评价	
实施例113	Fe81.7Si5B7P6Cu0.3Nb0	0.29	0.90	2.5	430	3.80	198	○	
实施例114		0.30	0.89	3.5	430	4.30	190	○	
实施例115		10.00	0.91	3.8	430	5.00	90	◎	
实施例116		30.00	0.88	4.8	430	5.60	70	◎	
实施例117		31.00	0.90	3.0	430	4.10	196	○	
实施例118		0.25	0.95	2.9	410	4.20	196	○	
实施例119		0.30	0.94	3.5	410	4.40	180	○	
实施例120	Fe79.9Si4B6P7Cu0.5Nb2.6	10.00	0.93	3.9	410	5.00	88	◎	
实施例121		30.00	0.95	4.9	410	5.80	69	◎	
实施例122		31.00	0.94	3.2	410	3.95	192	○	

[0233] (第9实施例)

[0234] 此外,为了评价软磁性粉末的圆形度的中央值和均匀度指数n对压粉磁芯的饱和

磁通密度的影响,制造表15所示的组成的软磁性粉末。制造软磁性粉末时,在改变与钢水碰撞的水的流速的不同的条件下进行水雾化。除此之外,与上述第7的实施例相同。

[0235] 利用与第1实施例相同的方法测定得到的软磁性粉末的粒度分布,其结果任一软磁性粉末的粒径均为1mm以下。

[0236] 利用与上述第7实施例相同的方法求出得到的软磁性粉末的圆形度的中央值 $\phi 50$ 和均匀度指数n。将得到的结果一并示于表15。

[0237] 接着,使用得到的软磁性粉末,利用与上述第7的实施例相同的方法制成压粉磁芯,测定得到的压粉磁芯的密度(压粉密度)和饱和磁通密度。成型后的热处理中,将成型体以升温速度:10°C/min加热到表15所示的最高到达温度(T_{max}),在上述最高到达温度下保持10分钟。饱和磁通密度的测定利用直流磁化测定装置在磁场100A/m的条件下进行。将得到的压粉密度和饱和磁通密度的值一并记载于表15。应予说明,将饱和磁通密度的值为1.30T以上的情况设为◎,将1.20T以上且小于1.30T的情况设为○。

[0238] 由实施例123、124和实施例125的比较可知, $\phi 50$ 为0.4以上且n为0.3以上时可得到良好的饱和磁通密度。这是由于压粉密度中圆形度和均匀度指数成为因素,均小于某一定值时,压粉不充分,因此压粉密度降低,其结果饱和磁通密度变低。如实施例125~129所示可知,满足 $\phi 50$ 为0.4以上且n为0.3以上时, $\phi 50$ 或n中的任一值上升时压粉密度上升,结果作为压粉磁芯,也可得到1.3T以上的高饱和磁通密度。

[0239] 另一方面,比较实施例130和实施例129时,n大于30的值的条件下压粉密度和饱和磁通密度降低。实施例130中粒径过度均匀化,因此进入由粗大粒子形成的缝隙的细粒减少,其结果粉体中的空隙增加。因此如实施例129那样n优选为30以下。

[0240]

[表15]
表15

	软磁性粉末			热处理条件 最高到达温度 Tmax (°C)	压粉磁芯		
	组成	均匀度指数 n (-)	圆形度的 中央值 φ50 (-)		压粉密度 (g/cm ³)	饱和磁通密度 Bs (T)	饱和磁通 密度评价
实施例123	Fe81.9Si3.6B6P6Cu0.5Nb2	0.30	0.39	420	4.40	1.23	○
实施例124		0.29	0.40	420	4.80	1.24	○
实施例125		0.30	0.40	420	5.25	1.30	◎
实施例126		1.00	0.40	420	5.50	1.31	◎
实施例127		1.00	0.70	420	5.60	1.32	◎
实施例128		2.00	0.80	420	5.70	1.34	◎
实施例129		30.00	1.00	420	5.75	1.35	◎
实施例130		31.00	1.00	420	3.97	1.21	○

[0241] (第10实施例)

[0242] 此外,为了评价软磁性粉末的粒度和结晶度对压粉磁芯的铁芯损耗的影响,制造

表16所示的组成的软磁性粉末。制造软磁性粉末时,在改变与钢水碰撞的水的流速的不同条件下进行水雾化。除此之外,与上述第7实施例相同。

[0243] 利用激光粒度分布计测定得到的软磁性粉末的粒度分布,计算该软磁性粉末的粒径超过 $200\mu\text{m}$ 的粒子的体积比例和粒径超过 1mm 的粒子的体积比例。另外,利用与第1实施例相同的方法测定软磁性粉末的结晶度。将测定结果一并示于表16。

[0244] 接着,使用得到的软磁性粉末,利用与上述第7的实施例相同的方法制成压粉磁芯,测定得到的压粉磁芯的铁芯损耗。成型后的热处理中,将成型体以升温速度: $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 加热到表16所示的最高到达温度(T_{max}),在上述最高到达温度下保持10分钟。将得到的铁芯损耗的值和评价一并记载于表17中。应予说明,表16的各栏与表17的各栏对应。例如,表17的实施例140使用表16的实施例131的软磁性粉末。

[0245] 另外,测定Fe基纳米晶合金粉末的矫顽力 H_c (A/m)、饱和磁通密度 B_s (T)以及Fe微晶直径(nm)。矫顽力 H_c 使用振动样品磁力计(VSM)而测定。饱和磁通密度 B_s 和Fe微晶直径按照与第1实施例相同的方法测定。

[0246] 由表17的实施例30~32和实施例140~148可知,包含超过 1mm 的粒子的情况下,软磁性粉末的结晶度为10%以上,并且Fe微晶直径变大,矫顽力、铁芯损耗大。另外,由实施例140~148可知,在不包含超过 $200\mu\text{m}$ 的粒子的情况下结晶度为3%以下,并且Fe微晶直径变小,矫顽力、铁芯损耗小。因此,软磁性粉末的粒径需要为 1mm 以下,优选为 $200\mu\text{m}$ 以下。

[0247]

[表16]
表16

	组成	软磁性粉末			热处理条件
		粒径超过200 μm 的粒子的比例 (%)	粒径超过1mm的粒子的比例 (%)	结晶度 (%)	
比较例27		40	4	95	最高到达温度 T_{max} ($^{\circ}\text{C}$)
实施例131	Fe81.65Si5B7P6Cu0.35Nb0	40	0	10	430
实施例132		15	0	8	430
实施例133		0	0	3	430
比较例28	Fe79Si5B5P10Cu0.3Nb0.7	30	3	90	420
实施例134		30	0	10	420
实施例135		10	0	5	420
实施例136		0	0	1	420
比较例29	Fe84.5Si4B4P6Cu0.35Nb1.15	20	2	88	415
实施例137		20	0	8	415
实施例138		8	0	4	415
实施例139		0	0	0	415

[0248]

[表17]
表17

	Fe基纳米晶合金粉末					压粉磁芯	
	组成	矫顽力 H _c (A/m)	饱和磁通密度 B _s (T)	Fe微晶直径 (nm)	磁芯损耗 (kW/m ³)	磁芯损耗 评价	
比较例30		5000	1.71	100	3000	×	
实施例140	Fe81.65Si5B7P6Cu0.35Nb0	200	1.70	48	200	○	
实施例141		80	1.70	42	180	○	
实施例142		30	1.71	30	150	○	
比较例31		4000	1.62	90	2800	×	
实施例143	Fe79Si5B5P10Cu0.3Nb0.7	170	1.65	45	180	○	
实施例144		65	1.65	38	150	○	
实施例145		25	1.66	20	130	○	
比较例32		4800	1.79	92	2850	×	
实施例146	Fe84.5Si4B4P6Cu0.35Nb1.15	180	1.80	46	185	○	
实施例147		75	1.80	41	160	○	
实施例148		30	1.80	27	140	○	

[0249] (第10的实施例)

[0250] 接下来,为了评价加热软磁性粉末时的升温速度的影响,制造表18所示的组成的软磁性粉末。软磁性粉末的制造按照与上述第7的实施例相同的方法进行。

[0251] 使用差示扫描量热分析(DSC)装置测定得到的软磁性粉末的第1结晶化温度Tx1和第2结晶化温度Tx2。测定时的升温速度如表18所示。

[0252] 由参考例1~18可知,升温速度上升时,Tx1、Tx2一起上升,但Tx1一方急剧上升,因

此与Tx1的Tx2温度差 ΔT 变小。比较例40~42中升温速度大于30°C/min,因此 ΔT 小于60°C,进而第1结晶化和第2结晶化的峰重叠,由此难以利用热处理温度的控制来控制对磁性造成负面影响的Fe和B或者Fe和P的化合物的生成。因此,在由软磁性粉末制作Fe基纳米晶合金粉末时需要在升温速度30°C/min以下进行加热处理。另外,为了分散伴随着纳米晶材料特有的热处理时的结晶化的发热,低速升温的一方能够对磁芯整体均匀地进行热处理,因而优选。

[0253]

[表18]
表18

软磁性粉末							
组成	升温速度 (°C/min)	Tx1 (°C)	Tx2 (°C)	ΔT (°C)	第1结晶化和 第2结晶化的 峰的重叠		
Fe81.65Si2B8P8Cu0.35Nb0	0.1	400	480	80	无		
	0.5	402	481	79			
	3	405	483	78			
	10	422	495	73			
	30	443	504	61			
	35	452	508	56			
Fe79Si3B7P10Cu0.3Nb0.7	0.1	387	467	80	有		
	0.5	392	472	80			
	3	396	475	79			
	10	408	480	72			
	30	432	494	62			
	35	448	503	55			
Fe84.5Si1B6P7Cu0.35Nb1.15	0.1	395	476	81	无		
	0.5	399	478	79			
	3	404	482	78			
	10	415	489	74			
	30	445	506	61			
	35	459	511	52			

[0254] (第11实施例)

[0255] 接下来,为了评价结晶度和非晶相中包含的椭圆的短径的影响,制造表19所示的组成的软磁性粉末。软磁性粉末的制造按照与上述第7实施例相同的方法进行。

[0256] 利用与第1实施例相同的方法测定得到的软磁性粉末的粒度分布,其结果任一软磁性粉末的粒径均为1mm以下。得到的软磁性粉末的圆形度的中央值均为0.7~1.0。

[0257] 接着,对得到的软磁性粉末进行热处理,得到Fe基纳米晶磁性粉末。上述热处理中,将软磁性粉末以升温速度:10°C/min加热到表19所示的最高到达温度(Tmax),在上述最高到达温度下保持10分钟。

[0258] 使用透射式电子显微镜(TEM)观察得到的Fe基纳米晶合金粉末的700×700nm的部分。可以区别非晶相和结晶相,根据观察图像计算非晶相中包含的椭圆的短径的最大值。另外,根据X射线衍射(XRD)测定Fe基纳米晶合金粉末的结晶度(%)。将测定结果一并记载于表19。

[0259] 如实施例149~156的结果可知,在结晶度以体积比计为30%以上时,能够进一步降低铁芯损耗。另外,非晶相的椭圆的短径的最大值为60nm以下时,晶粒间的距离小,因此能够进一步降低铁芯损耗。应予说明,椭圆的短径如图1所示。另外,本实施例的Fe的微晶直径全部为50nm以下。

[0260]

[表 19]
表 19

	软磁性粉末 组成	热处理条件 最高到达温度 T _{max} (°C)	Fe 基纳米晶合金粉末			压粉磁芯	
			析出物	结晶度 (%)	椭圆的短径 的最大值* (nm)	压粉磁芯的 磁芯损耗 (kW/m ³)	磁芯损耗 评价
实施例 149	Fe ₈₂ Si ₃ B ₈ P ₆ 6.65Cu _{0.35} Nb ₀	430	α-Fe	29	70	190	○
实施例 150		430		31	59	95	◎
实施例 151		430		38	37	90	◎
实施例 152		430		42	31	80	◎
实施例 153	Fe ₈₂ Si ₃ B ₈ P ₆ 6Cu _{0.35} Nb _{0.65}	420	α-Fe	29	66	195	○
实施例 154		420		31	60	98	◎
实施例 155		420		44	32	92	◎
实施例 156		420		45	28	60	◎

* 截面的 700nm × 700nm 的区域的非晶相中包含的椭圆的短径的最大值

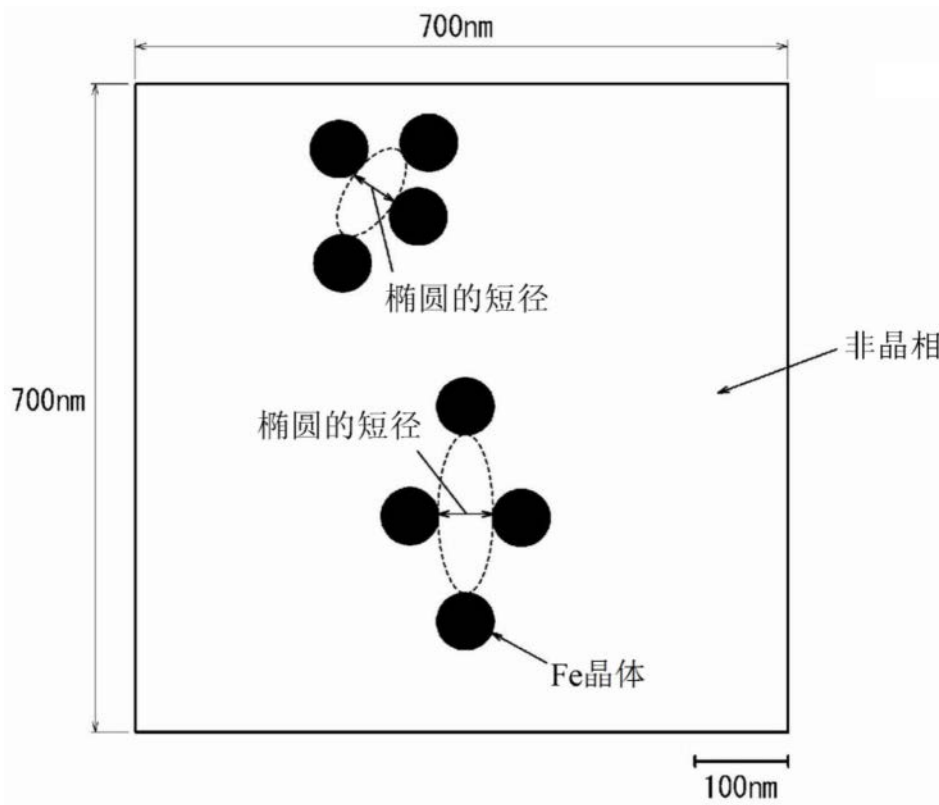


图1