(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第6472939号
(P6472939)
(45)発行日　平成31年2月20日(2019.2.20)　(24)登録日　平成31年2月1日(2019.2.1)

(51)Int.Cl.　F I
B22F 1/00 (2006.01)　B22F 1/00 T

請求項の数 12　(全 23 頁)

(21)出願番号　特願2018-552901(P2018-552901)
(86)(22)出願日　平成30年1月26日(2018.1.26)
(86)国際出願番号　PCT/JP2018/002380
(87)国際公開番号　WO2018/139563
(87)国際公開日　平成30年8月2日(2018.8.2)
審査請求日　平成30年10月4日(2018.10.4)
(31)優先権主張番号　特願2017-12977(P2017-12977)
(32)優先日　平成29年1月27日(2017.1.27)
(33)優先権主張国　日本国(JP)

（出願人による申告）平成２８年度、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構委託研究「次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発」、産業技術力強化法第１９条の適用を受ける特許出願

早期審査対象出願

(73)特許権者　000134257
株式会社トーキン
宮城県仙台市太白区郡山６丁目７番１号
(73)特許権者　000001258
ＪＦＥスチール株式会社
東京都千代田区内幸町二丁目２番３号
(74)代理人　100117341
弁理士　山崎　拓哉
(74)代理人　100148840
弁理士　松本　健志
(72)発明者　浦田　顕理
宮城県仙台市太白区郡山六丁目７番１号
株式会社トーキン内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】軟磁性粉末、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末、磁性部品及び圧粉磁芯

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
不可避不純物を除き組成式$Fe_aSi_bB_cP_dCu_e$で表される軟磁性粉末であって、
７９≦ａ≦８４．５ａｔ％、０≦ｂ＜６ａｔ％、４≦ｃ≦１０ａｔ％、４＜ｄ≦１１ａｔ％、０．２≦ｅ＜０．４ａｔ％、且つ、ａ＋ｂ＋ｃ＋ｄ＋ｅ＝１００ａｔ％であり、
非晶質相を主相としており、
体積比で１０％以下の結晶相を含んでいる
軟磁性粉末。
【請求項２】
請求項１記載の軟磁性粉末であって、
ｂ≧２ａｔ％である
軟磁性粉末。
【請求項３】
請求項１又は請求項２記載の軟磁性粉末であって、
ｅ≧０．３ａｔ％である
軟磁性粉末。
【請求項４】
請求項３記載の軟磁性粉末であって、
ｅ≧０．３５ａｔ％である

軟磁性粉末。
【請求項５】
請求項１から請求項４までのいずれかに記載の軟磁性粉末であって、
ｄ＞５ａｔ％である
軟磁性粉末。
【請求項６】
請求項１から請求項５までのいずれかに記載の軟磁性粉末であって、
Ｆｅの３ａｔ％以下を、Ｃｒ、Ｖ、Ｍｎ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｚｎ、Ｎｂ、Ｚｒ、Ｈｆ、Ｍｏ、Ｔａ、Ｗ、Ａｇ、Ａｕ、Ｐｄ、Ｋ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｓｎ、Ｃ、Ｙ及び希土類元素から選ばれる１種類以上の元素で置換した
軟磁性粉末。
【請求項７】
請求項１から請求項６までのいずれかに記載の軟磁性粉末であって、
前記不可避不純物として、Ａｌ、Ｔｉ、Ｓ、Ｏ、Ｎから選ばれる１種類以上の元素を含んでおり、Ａｌの含有量が０．１質量％以下であり、Ｔｉの含有量が０．１質量％以下であり、Ｓの含有量が０．１質量％以下であり、Ｏの含有量が１．０質量％以下であり、Ｎの含有量が０．０１質量％以下である
軟磁性粉末。
【請求項８】
請求項７記載の軟磁性粉末であって、
Ａｌの含有量が０．０１質量％以下であり、Ｔｉの含有量が０．０１質量％以下であり、Ｓの含有量が０．０５質量％以下であり、Ｏの含有量が０．３質量％以下であり、Ｎの含有量が０．００２質量％以下である
軟磁性粉末。
【請求項９】
請求項１から請求項８までのいずれかに記載の軟磁性粉末であって、
体積比で３％以下の結晶相を含んでいる
軟磁性粉末。
【請求項１０】
請求項１から請求項９までのいずれかに記載の軟磁性粉末を出発材料として製造されたＦｅ基ナノ結晶合金粉末。
【請求項１１】
請求項１０記載のＦｅ基ナノ結晶合金粉末を備える磁性部品。
【請求項１２】
請求項１０記載のＦｅ基ナノ結晶合金粉末を備える圧粉磁芯。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、トランスやインダクタ、モータの磁芯などの磁性部品の使用に適している軟磁性粉末に関する。
【背景技術】
【０００２】
このタイプの軟磁性粉末は、例えば、特許文献１に開示されている。
【０００３】
特許文献１には、Ｆｅ、Ｂ、Ｓｉ、Ｐ、Ｃ及びＣｕからなる合金組成物が開示されている。特許文献１の合金組成物は、連続薄帯形状又は粉末形状を有している。粉末形状の合金組成物（軟磁性粉末）は、例えばアトマイズ法によって作製されており、アモルファス相（非晶質相）を主相としている。この軟磁性粉末に所定の熱処理条件による熱処理を施すことでｂｃｃＦｅのナノ結晶が析出し、これによりＦｅ基ナノ結晶合金粉末が得られる。このようにして得られたＦｅ基ナノ結晶合金粉末を使用することで、優れた磁気特性を

有する磁性部品が得られる。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００４】
【特許文献１】特許第４５１４８２８号公報
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００５】
軟磁性粉末からＦｅ基ナノ結晶合金粉末を得る場合、十分な磁気特性を有するＦｅ基ナノ結晶合金粉末を得るという観点から、軟磁性粉末は、実質的にアモルファス相（非晶質相）のみからなること（即ち、結晶化度が極めて低いこと）が望ましい。しかしながら、結晶化度が極めて低い軟磁性粉末を得ようとすると、高価な原料が必要になったり、アトマイズ後の分級によって大粒径の粉末を除外するなどの複雑な工程が必要になる。即ち、製造コストが増加する。
【０００６】
そこで、本発明は、十分な磁気特性を有するＦｅ基ナノ結晶合金粉末を製造コストの増加を避けつつ作製可能な軟磁性粉末を提供することを目的とする。
【課題を解決するための手段】
【０００７】
本発明の発明者による鋭意検討の結果、連続薄帯に適さない一方、軟磁性粉末に適した所定の組成範囲が得られた。この組成範囲は、結晶の混在に起因して必要な均一性が得られないといった理由により、連続薄帯の形成には適していない。一方、この組成範囲の軟磁性粉末を使用した場合、熱処理前の結晶化度を１０％以下に抑えることで、十分な磁気特性を有するＦｅ基ナノ結晶合金粉末が得られた。詳しくは、ある程度の微結晶（結晶相）を含む軟磁性粉末であっても、結晶化度が１０％以下であれば、熱処理後のＦｅ基ナノ結晶合金粉末は、結晶化度が極めてゼロに近い軟磁性粉末から得られたＦｅ基ナノ結晶合金粉末と比べて殆ど劣ることのない磁気特性を有していた。本発明は、この組成範囲を有する以下の軟磁性粉末を提供する。
【０００８】
本発明の一の側面は、不可避不純物を除き組成式$Fe_aSi_bB_cP_dCu_e$で表される軟磁性粉末であって、７９≦ａ≦８４．５ａｔ％、０≦ｂ＜６ａｔ％、４≦ｃ≦１０ａｔ％、４＜ｄ≦１１ａｔ％、０．２≦ｅ＜０．４ａｔ％、且つ、ａ＋ｂ＋ｃ＋ｄ＋ｅ＝１００ａｔ％である軟磁性粉末を提供する。
【発明の効果】
【０００９】
本発明による軟磁性粉末は、所定範囲のＦｅ、Ｓｉ、Ｂ、Ｐ及びＣｕを含んでいるため、結晶化度を１０％以下に抑えることができる。結晶化度を１０％以下に抑えることで、従来と同様な熱処理によって十分な磁気特性を有するＦｅ基ナノ結晶合金粉末が得られる。即ち、結晶化度を極めてゼロに近づけるのでなく、１０％以下という多少の結晶化度を許容することで、十分な磁気特性を有するＦｅ基ナノ結晶合金粉末を製造コストの増加を避けつつ作製可能な軟磁性粉末が得られる。
【００１０】
下記の最良の実施の形態の説明を検討することにより、本発明の目的が正しく理解され、且つその構成についてより完全に理解されるであろう。
【発明を実施するための形態】
【００１１】
本発明については多様な変形や様々な形態にて実現することが可能であるが、その一例として、特定の実施の形態について、以下に詳細に説明する。実施の形態は、本発明をここに開示した特定の形態に限定するものではなく、添付の請求の範囲に明示されている範囲内においてなされる全ての変形例、均等物、代替例をその対象に含むものとする。

【００１２】
本実施の形態による軟磁性粉末は、不可避不純物を除き組成式$Fe_aSi_bB_cP_dCu_e$で表される。組成式$Fe_aSi_bB_cP_dCu_e$において、７９≦ａ≦８４．５ａｔ％、０≦ｂ＜６ａｔ％、４≦ｃ≦１０ａｔ％、４＜ｄ≦１１ａｔ％、０．２≦ｅ＜０．４ａｔ％、且つ、ａ＋ｂ＋ｃ＋ｄ＋ｅ＝１００ａｔ％である。
【００１３】
本発明の実施の形態による軟磁性粉末は、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の出発原料として使用可能である。本実施の形態の軟磁性粉末から作製されたＦｅ基ナノ結晶合金粉末は、様々な磁性部品や圧粉磁芯を作製するための材料として使用可能である。加えて、本実施の形態の軟磁性粉末は、様々な磁性部品や圧粉磁芯を作製するための直接的な材料としても使用可能である。
【００１４】
以下、まず、本実施の形態の軟磁性粉末及びＦｅ基ナノ結晶合金粉末の特性を中心に説明する。
【００１５】
本実施の形態の軟磁性粉末は、アトマイズ法等の製造方法によって作製できる。このようにして作製された軟磁性粉末は、アモルファス相（非晶質相）を主相としている。この軟磁性粉末に所定の熱処理条件による熱処理を施すことでｂｃｃＦｅ（αＦｅ）のナノ結晶が析出し、これにより優れた磁気特性を有するＦｅ基ナノ結晶合金粉末が得られる。即ち、本実施の形態のＦｅ基ナノ結晶合金粉末は、非晶質相を主相とし、ｂｃｃＦｅのナノ結晶を含むＦｅ基合金である。
【００１６】
一般的に、非晶質相を主相とする軟磁性粉末を作製する際、αＦｅの微結晶（初期析出物）が析出する場合がある。初期析出物は、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の磁気特性が劣化する一因になる。詳しくは、初期析出物に起因して、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末において５０ｎｍを超える粒径を有するナノ結晶が析出する場合がある。５０ｎｍを超える粒径のナノ結晶は、少量析出しただけで磁壁の移動を阻害し、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の磁気特性を劣化させる。このため、一般的には、軟磁性粉末に対する初期析出物の体積比である初期結晶化度（以下、単に「結晶化度」という。）を可能な限り低くして、実質的に非晶質相のみからなる軟磁性粉末を作製することが望ましいと考えられている。しかしながら、結晶化度が極めて低い軟磁性粉末を得ようとすると、高価な原料が必要になったり、アトマイズ後の分級によって大粒径の粉末を除外するなどの複雑な工程が必要になる。即ち、製造コストが増加する。
【００１７】
本実施の形態による組成式$Fe_aSi_bB_cP_dCu_e$の軟磁性粉末は、前述のように、７９ａｔ％以上かつ８４．５ａｔ％以下のＦｅ、６ａｔ％未満（ゼロを含む）のＳｉ、４ａｔ％以上かつ１０ａｔ％以下のＢ、４ａｔ％よりも大きくかつ１１ａｔ％以下のＰ、及び、０．２ａｔ％以上かつ０．４ａｔ％未満のＣｕを含んでいる。この組成範囲（以下、「所定範囲」という。）は、結晶（初期析出物）の混在に起因して必要な均一性が得られないといった理由により、連続薄帯の形成には適していない。詳しくは、本実施の形態による組成範囲の連続薄帯を作製した場合、体積比で１０％以下の初期析出物が含まれるおそれがある。即ち、結晶化度が１０％程度になるおそれがある。この場合、初期析出物に起因して、連続薄帯が部分的に脆弱化するおそれがある。更に、ナノ結晶化後も均一な微細組織を得ることができず、磁気特性が著しく劣化するおそれがある。
【００１８】
一方、上述した問題は、連続薄帯に固有のものである。軟磁性粉末については、結晶化度が１０％程度になっても構造上の問題が殆ど生じない。更に、結晶化度を１０％以下に抑えることができれば、磁壁のピニングサイトが減少する。詳しくは、結晶化度を１０％以下に抑えた場合、従来と同様な熱処理によってもＦｅ基ナノ結晶合金粉末における５０ｎｍを超える粒径のナノ結晶の析出が抑制でき、結晶化度が極めてゼロに近い軟磁性粉末

から得られたＦｅ基ナノ結晶合金粉末と比べても殆ど劣ることのない十分な磁気特性を有するＦｅ基ナノ結晶合金粉末が得られる。

【００１９】

本実施の形態による軟磁性粉末は、所定範囲のＦｅ、Ｓｉ、Ｂ、Ｐ及びＣｕを含んでいるため、結晶化度を１０％以下に抑えることができる。結晶化度を１０％以下に抑えることで、従来と同様な熱処理によって十分な磁気特性を有するＦｅ基ナノ結晶合金粉末が得られる。即ち、結晶化度を極めてゼロに近づけるのでなく、１０％以下という多少の結晶化度を許容することで、十分な磁気特性を有するＦｅ基ナノ結晶合金粉末を製造コストの増加を避けつつ作製可能な軟磁性粉末が得られる。より具体的には、本実施の形態によれば、一般的なアトマイズ装置を使用して、比較的安価な原料から安定的に軟磁性粉末を作製できる。また、原料の溶解温度等の製造条件を緩和できる。

【００２０】

上述したように、本実施の形態によれば、非晶質相を主相としており、且つ、体積比で１０％以下のαＦｅの微結晶（初期析出物による結晶相）を含む軟磁性粉末が得られる。結晶化度は、より小さい方が、より好ましい。例えば、軟磁性粉末は、体積比で３％以下の結晶相を含んでいてもよい。結晶化度を３％以下とするためには、ａ≦８３．５ａｔ％、ｃ≦８．５ａｔ％、且つ、ｄ≧５．５ａｔ％であることが好ましい。

【００２１】

結晶化度が３％以下である場合、圧粉磁芯を作製した際の成形密度が向上する。詳しくは、結晶化度が３％を超えると成形密度が低下するおそれがあるが、結晶化度が３％以下の場合、成形密度の低下を抑制でき、これにより透磁率を維持できる。加えて、結晶化度が３％以下である場合、軟磁性粉末の外観を維持しやすい。詳しくは、結晶化度が３％を超えると、アトマイズ後の軟磁性粉末が酸化によって変色するおそれがあるが、結晶化度が３％以下である場合、軟磁性粉末の変色が抑制され外観が維持できる。

【００２２】

本実施の形態による軟磁性粉末をＡｒガス雰囲気のような不活性雰囲気中で熱処理すると、結晶化が２回以上確認できる。最初に結晶化が開始する温度を第１結晶化開始温度（T_{x1}）といい、２回目の結晶化が開始する温度を第２結晶化開始温度（T_{x2}）という。また、第１結晶化開始温度（T_{x1}）と第２結晶化開始温度（T_{x2}）の間の温度差を$\Delta T = T_{x2} - T_{x1}$という。第１結晶化開始温度（$T_{x1}$）は、ｂｃｃＦｅのナノ結晶析出の発熱ピークであり、第２結晶化開始温度（T_{x2}）は、ＦｅＢやＦｅＰ等の化合物析出の発熱ピークである。これら結晶化温度は、例えば、示差走査熱量分析（ＤＳＣ）装置を使用して、４０℃／分程度の昇温速度で熱分析を行うことで評価可能である。

【００２３】

ΔＴが大きい場合、所定の熱処理条件における熱処理が容易になる。このため、熱処理によってｂｃｃＦｅのナノ結晶のみを析出させて良好な磁気特性のＦｅ基ナノ結晶合金粉末を得ることができる。即ち、ΔＴを大きくすることで、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末におけるｂｃｃＦｅのナノ結晶組織が安定し、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末を備える圧粉磁芯のコアロスが低減する。

【００２４】

以下、本実施の形態による軟磁性粉末の組成範囲について更に詳しく説明する。

【００２５】

本実施の形態による軟磁性粉末において、Ｆｅ元素は主元素であり、磁性を担う必須元素である。Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Ｂｓの向上及び原料価格の低減のため、Ｆｅの割合が多いことが基本的には好ましい。但し、前述のように、本実施の形態によるＦｅの割合は、７９ａｔ％以上かつ８４．５ａｔ％以下である。詳しくは、Ｆｅの割合は、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末において所望の飽和磁束密度Ｂｓを得るため、７９ａｔ％以上とする必要があり、１０％以下の結晶化度を有する軟磁性粉末を作製するため、８４．５ａｔ％以下とする必要がある。Ｆｅの割合が７９ａｔ％以上の場合、上述の効果に加えて、ΔＴを大きくできる。Ｆｅの割合は、飽和磁束密度Ｂｓを向上させるため、８０ａｔ

％以上であることが更に好ましい。一方、Ｆｅの割合は、結晶化度を３％以下として圧粉磁芯のコアロスを低減するため、８３．５ａｔ％以下であることが好ましい

【００２６】

本実施の形態による軟磁性粉末において、Ｓｉ元素は非晶質相形成を担う元素であり、ナノ結晶化にあたってはナノ結晶の安定化に寄与する。Ｓｉの割合は、圧粉磁芯のコアロスを低減するため、６ａｔ％未満（ゼロを含む）とする必要がある。一方、Ｓｉの割合は、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Ｂｓを向上させるため、２ａｔ％以上であることが好ましく、ΔＴを大きくするため、３ａｔ％以上であることが更に好ましい。

【００２７】

本実施の形態による軟磁性粉末において、Ｂ元素は非晶質相形成を担う必須元素である。Ｂの割合は、軟磁性粉末の結晶化度を１０％以下に抑えることで圧粉磁芯のコアロスを低減するため、４ａｔ％以上かつ１０ａｔ％以下とする必要がある。また、Ｂの割合は、軟磁性粉末の結晶化度を３％以下に抑えることで圧粉磁芯のコアロスを更に低減するため、８．５ａｔ％以下であることが好ましい。

【００２８】

本実施の形態による軟磁性粉末において、Ｐ元素は非晶質相形成を担う必須元素である。前述のように、本実施の形態によるＰの割合は、４ａｔ％よりも大きくかつ１１ａｔ％以下である。詳しくは、Ｐの割合が４ａｔ％よりも大きい場合、軟磁性粉末を作製する際の合金溶湯の粘性が低下し、圧粉磁芯の磁気特性を向上させるという観点から好ましい球形状の軟磁性粉末を作製しやすくなる。加えて、融点が低下するため非晶質形成能を向上させることができ、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末を作製しやすくなる。これらの効果が１０％以内の結晶化度を有する軟磁性粉末の作製に寄与する。一方、Ｐの割合は、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末において所望の飽和磁束密度Ｂｓを得るため、１１ａｔ％以下とする必要がある。また、Ｐの割合は、耐食性を向上させるため、５．０ａｔ％よりも大きいことが好ましく、結晶化度を３％以下とするため、５．５ａｔ％以上であることが更に好ましく、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末におけるナノ結晶を微細化して圧粉磁芯のコアロスを低減するため、６ａｔ％以上であることが更に好ましい。一方、Ｐの割合は、飽和磁束密度Ｂｓを向上させるため、１０ａｔ％以下であることが好ましく、８ａｔ％以下であることが更に好ましい。

【００２９】

本実施の形態による軟磁性粉末において、Ｃｕ元素はナノ結晶化に寄与する必須元素である。前述のように、本実施の形態によるＣｕの割合は、０．２ａｔ％以上かつ０．４ａｔ％未満である。Ｃｕの割合を０．２ａｔ％以上かつ０．４ａｔ％未満と低くすることで、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末におけるナノ結晶の微細化という効果を得つつ、非晶質形成能を向上させることができる。この結果、初期析出物に起因するＦｅ基ナノ結晶合金粉末の磁気特性の劣化を抑制できる。詳しくは、Ｃｕの割合は、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末におけるナノ結晶の粗大化を防止して圧粉磁芯において所望のコアロスを得るため、０．２ａｔ％以上とする必要があり、十分な非晶質形成能によって結晶化度を１０％以下に抑えるため、０．４ａｔ％未満とする必要がある。また、Ｃｕの割合は、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末におけるナノ結晶を微細化して圧粉磁芯のコアロスを低減するため、０．３ａｔ％以上であることが好ましく、ナノ結晶の析出量を増大してＦｅ基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Ｂｓを向上させるため、０．３５ａｔ％以上であることが更に好ましい。

【００３０】

本実施の形態による軟磁性粉末は、Ｆｅ，Ｐ，Ｃｕ，Ｓｉ及びＢに加えて、原料に含まれるＡｌ、Ｔｉ、Ｓ、Ｏ、Ｎ等の不可避不純物を含んでいてもよい。但し、これらの不可避不純物は、軟磁性粉末におけるαＦｅの微結晶（初期析出物）の結晶核となって結晶化を促進し易い。特に、これらの不可避不純物の軟磁性粉末における割合（含有量）が大きい場合、結晶化度が高くなり易く、且つ、αＦｅの微結晶の粒径のバラツキが大きくなり易い。従って、軟磁性粉末における不可避不純物の含有量は、できるだけ小さい方が好ましい。

【００３１】
本実施の形態の説明において、軟磁性粉末の主成分元素（Ｆｅ，Ｐ，Ｃｕ，Ｓｉ及びＢ）の含有量を、ａｔ％で示している。また、以下の説明において、軟磁性粉末の特性を向上するために主成分元素に添加する元素（例えば、軟磁性粉末の耐食性を高めるＣｒや、軟磁性粉末の非晶質性を向上させるＮｂ、Ｍｏ等の元素）の含有量を、ａｔ％で示す。一方、以下の説明において、軟磁性粉末の特性に悪影響を与え、できれば少なくしたいが、製造プロセスや原料価格などを考慮すると混入してしまう不純物元素の含有量を、質量％（ｍａｓｓ％）で示す。
【００３２】
上記不可避不純物において、Ａｌは、Ｆｅ－ＰやＦｅ－Ｂ等の工業原料を用いることで軟磁性粉末に混入する微量元素である。Ａｌが軟磁性粉末に混入すると、軟磁性粉末における非晶質相の割合が低下し、且つ、軟磁気特性が低下する。Ａｌの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制するため、０．１質量％以下であることが好ましい。Ａｌの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制し、且つ、軟磁気特性の低下を抑制するため、０．０１質量％以下であることが更に好ましい。
【００３３】
上記不可避不純物において、Ｔｉは、Ｆｅ－ＰやＦｅ－Ｂ等の工業原料を用いることで軟磁性粉末に混入する微量元素である。Ｔｉが軟磁性粉末に混入すると、軟磁性粉末における非晶質相の割合が低下し、且つ、軟磁気特性が低下する。Ｔｉの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制するため、０．１質量％以下であることが好ましい。Ｔｉの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制し、且つ、軟磁気特性の低下を抑制するため、０．０１質量％以下であることが更に好ましい。
【００３４】
上記不可避不純物において、Ｓは、Ｆｅ－ＰやＦｅ－Ｂ等の工業原料を用いることで軟磁性粉末に混入する微量元素である。Ｓを軟磁性粉末に微量に添加することで、球形状の軟磁性粉末を作製しやすくなる。しかしながら、Ｓが軟磁性粉末に過剰に混入すると、αＦｅの微結晶の粒径のバラツキが大きくなり、これにより軟磁気特性が低下する。Ｓの含有量は、軟磁気特性の低下を抑制するため、０．１質量％以下であることが好ましく、０．０５質量％以下であることが更に好ましい。
【００３５】
上記不可避不純物において、Ｏは、工業原料の使用によって軟磁性粉末に混入すると共に、アトマイズの際及び乾燥の際に水や空気中から軟磁性粉末に混入する微量元素である。特に水アトマイズを用いた場合、粉末粒径が小さくなると粉末の表面積が大きくなるためＯ含有量が大きくなりやすいことが知られている。Ｏが軟磁性粉末に混入すると、軟磁性粉末における非晶質相の割合が低下すると共に軟磁性粉末を成形する際に充填率が低下し、且つ、軟磁気特性が低下する。Ｏの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制するため、１．０質量％以下であることが好ましい。Ｏの含有量は、軟磁性粉末を成形する際の充填率の低下を抑制し、且つ、軟磁気特性の低下を抑制するため、０．３質量％以下であることが更に好ましい。
【００３６】
上記不可避不純物において、Ｎは、工業原料の使用によって軟磁性粉末に混入すると共に、熱処理の際に空気中から軟磁性粉末に混入する微量元素である。Ｎが軟磁性粉末に混入すると、軟磁性粉末における非晶質相の割合が低下すると共に軟磁性粉末を成形する際に充填率が低下し、且つ、軟磁気特性が低下する。Ｎの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制するため、且つ、軟磁気特性の低下を抑制するため、０．０１質量％以下であることが好ましく、０．００２質量％以下であることが更に好ましい。
【００３７】
前述したように、不可避不純物を除く軟磁性粉末の組成式は、$Fe_aSi_bB_cP_dCu_e$である。従って、不可避不純物のうち特にＡｌ、Ｔｉ、Ｓ、Ｏ及びＮからなる不可避不純物を含めた軟磁性粉末の組成式は、$(Fe_aSi_bB_cP_dCu_e)_{100-\alpha}X_\alpha$

である。この組成式において、Ｘは、Ａｌ、Ｔｉ、Ｓ、Ｏ及びＮからなる不可避不純物であり、αは、軟磁性粉末に含まれるＸの割合（質量％）である。また、ａ，ｂ，ｃ，ｄ，ｅ（ａｔ％）の好ましい範囲は、既に説明した通りである。

【００３８】

軟磁性粉末が、不可避不純物として、Ａｌ、Ｔｉ、Ｓ、Ｏ、Ｎから選ばれる１種類以上の元素を含んでいる場合、Ａｌの含有量が０．１質量％以下であり、Ｔｉの含有量が０．１質量％以下であり、Ｓの含有量が０．１質量％以下であり、Ｏの含有量が１．０質量％以下であり、Ｎの含有量が０．０１質量％以下であることが好ましい。従って、この場合、軟磁性粉末に含まれるＡｌ、Ｔｉ、Ｓ、Ｏ、Ｎ（不可避不純物Ｘ）の割合を示すαの値は、１．３１質量％以下であることが好ましい。

【００３９】

軟磁性粉末が、不可避不純物として、Ａｌ、Ｔｉ、Ｓ、Ｏ、Ｎから選ばれる１種類以上の元素を含んでいる場合、Ａｌの含有量が０．０１質量％以下であり、Ｔｉの含有量が０．０１質量％以下であり、Ｓの含有量が０．０５質量％以下であり、Ｏの含有量が０．３質量％以下であり、Ｎの含有量が０．００２質量％以下であることが更に好ましい。従って、この場合、軟磁性粉末に含まれるＡｌ、Ｔｉ、Ｓ、Ｏ、Ｎ（不可避不純物Ｘ）の割合を示すαの値は、０．３７２質量％以下であることが更に好ましい。

【００４０】

本実施の形態による軟磁性粉末において、Ｆｅの一部を、Ｃｒ、Ｖ、Ｍｎ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｚｎ、Ｎｂ、Ｚｒ、Ｈｆ、Ｍｏ、Ｔａ、Ｗ、Ａｇ、Ａｕ、Ｐｄ、Ｋ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｓｎ、Ｃ、Ｙ及び希土類元素から選ばれる１種類以上の元素で置換してもよい。この置換により、熱処理によって均一なナノ結晶を容易に得られる。但し、この置換において、Ｆｅのうち上記元素に置換される原子量（置換原子量）は、磁気特性、非晶質形性能、融点等の溶解条件および原料価格に悪影響のない範囲内とする必要がある。より具体的には、好ましい置換原子量は、Ｆｅの３ａｔ％以下であり、更に好ましい置換原子量は、Ｆｅの１．５ａｔ％以下である。

【００４１】

上述のように、Ｆｅの一部を置換した場合の軟磁性粉末の組成式は、不可避不純物を除き$(FeM)_aSi_bB_cP_dCu_e$である。また、Ｆｅの一部を置換した場合のＡｌ、Ｔｉ、Ｓ、Ｏ、Ｎ（不可避不純物Ｘ）も含めた軟磁性粉末の組成式は、$\{(FeM)_aSi_bB_cP_dCu_e\}_{100-\alpha}X_\alpha$（ａ，ｂ，ｃ，ｄ，ｅは原子量％、αは質量％）である。これらの組成式におけるＭは、Ｃｒ、Ｖ、Ｍｎ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｚｎ、Ｎｂ、Ｚｒ、Ｈｆ、Ｍｏ、Ｔａ、Ｗ、Ａｇ、Ａｕ、Ｐｄ、Ｋ、Ｃａ、Ｍｇ、Ｓｎ、Ｃ、Ｙ及び希土類元素から選ばれる１種類以上の元素である。また、ａ，ｂ，ｃ，ｄ，ｅ（ａｔ％）の好ましい範囲は、既に説明した通りである。

【００４２】

以下、本実施の形態における軟磁性粉末、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末、磁性部品及び圧粉磁芯について、その製造方法を説明しつつ、更に詳しく説明する。

【００４３】

本実施の形態による軟磁性粉末は、様々な製造方法で作製できる。例えば、軟磁性粉末は、水アトマイズ法やガスアトマイズ法のようなアトマイズ法によって作製してもよい。アトマイズ法による粉末作製工程において、まず、原料を準備する。次に、原料を、所定の組成になるように秤量し、溶解して合金溶湯を作製する。このとき、本実施の形態の軟磁性粉末は、融点が低いため、溶解のための消費電力を削減できる。次に、合金溶湯を、ノズルから排出して、高圧の水やガスを使用して合金溶滴に分断し、これにより微細な軟磁性粉末を作製する。

【００４４】

上述の粉末作製工程において、分断に使用するガスは、アルゴンや窒素などの不活性ガスであってもよい。また、冷却速度を向上させるため、分断直後の合金溶滴を冷却用の液体や固体に接触させて急冷してもよいし、合金溶滴を再分断して更に微細化してもよい。

冷却用に液体を使用する場合、例えば水や油を使用してもよい。冷却用に固体を使用する場合、例えば回転銅ロールや回転アルミ板を使用してもよい。但し、冷却用の液体や固体は、これに限定されず、様々な材料を使用できる。

【００４５】

上述の粉末作製工程において、作製条件を変えることにより、軟磁性粉末の粉末形状及び粒径を調整できる。本実施の形態によれば、合金溶湯の粘性が低いため、軟磁性粉末を球形状に作製しやすい。軟磁性粉末の平均粒径は、結晶化度を低くするため、２００μｍ以下であることが好ましく、５０μｍ以下であることが更に好ましい。また、軟磁性粉末の粒度分布が極端に広い場合、望ましくない粒度偏析を引き起こす原因となり得る。このため、軟磁性粉末の最大粒径は、２００μｍ以下であることが好ましい。

【００４６】

上述の粉末作製工程において、非晶質相を主相とする軟磁性粉末中に初期析出物が析出する。初期析出物としてＦｅＢやＦｅＰ等の化合物が析出すると、磁気特性が著しく劣化する。本実施の形態によれば、軟磁性粉末におけるＦｅＢやＦｅＰ等の化合物の析出を抑制でき、初期析出物は、基本的にｂｃｃのαＦｅ（－Ｓｉ）である。本実施の形態において、初期析出物の体積比は、各軟磁性粉末における初期析出物の体積比ではなく、作製された軟磁性粉末全体における初期析出物全体の体積比である。従って、作製された軟磁性粉末全体における初期析出物全体の体積比が１０％以内（３％以内）である限り、非晶質単相の軟磁性粉末が含まれていてもよく、結晶化度が１０％以上（３％以上）の軟磁性粉末が含まれていてもよい。

【００４７】

上述の軟磁性粉末の粒径は、レーザー粒度分布計によって評価できる。軟磁性粉末の平均粒径は、評価した粒径から算出できる。結晶化度及び初期析出物の粒径は、Ｘ線回析（ＸＲＤ：X‐ray diffraction）による測定結果をＷＰＰＤ法（Whole-powder-pattern decomposition method）によって解析することで算出できる。Ｘ線回析結果のピーク位置から、αＦｅ（－Ｓｉ）相、化合物相などの析出相を同定できる。また、軟磁性粉末の飽和磁化と保磁力Ｈｃは、振動試料型磁力計（ＶＳＭ：Vibrating Sample Magnetometer）を使用して測定できる。飽和磁束密度Ｂｓは、測定した飽和磁化と密度から算出できる。

【００４８】

本実施の形態の軟磁性粉末を出発材料として、本実施の形態のＦｅ基ナノ結晶合金粉末を製造できる。より具体的には、前述したように、本実施の形態の軟磁性粉末に対して、所定の熱処理条件による熱処理を施すことで、ｂｃｃＦｅのナノ結晶が析出し、本実施の形態のＦｅ基ナノ結晶合金粉末が得られる。この熱処理は、化合物相を析出させないように、第２結晶化開始温度（T_{x2}）以下の温度下で行う必要がある。具体的には、本実施の形態における熱処理は、５５０℃以下の温度下で行う必要がある。また、熱処理は、アルゴンや窒素などの不活性雰囲気中において３００℃以上の温度下で行うことが好ましい。但し、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の表面に酸化層を形成して耐食性や絶縁性を向上させるため、部分的に酸化雰囲気中で熱処理してもよい。また、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の表面状態を改善するため、部分的に還元雰囲気中で熱処理してもよい。また、昇温・降温速度や保持温度などの熱処理条件によっては、より高温下での短時間の熱処理や、より低温下での長時間の熱処理も可能である。

【００４９】

本実施の形態のＦｅ基ナノ結晶合金粉末において、ナノ結晶の平均粒径が５０ｎｍを超えると、結晶磁気異方性が大きくなり軟磁気特性が劣化する。また、ナノ結晶の平均粒径が４０ｎｍを超えると、軟磁気特性が多少低下する。従って、ナノ結晶の平均粒径は、５０ｎｍ以下であることが好ましく、４０ｎｍ以下であることが更に好ましい。

【００５０】

本実施の形態のＦｅ基ナノ結晶合金粉末において、ナノ結晶の結晶化度が２５％未満の場合、飽和磁束密度Ｂｓの向上が僅かであり、磁歪が２０ｐｐｍを超える。一方、ナノ結晶の結晶化度が４０％以上の場合、飽和磁束密度Ｂｓが１．６Ｔ以上に向上し、磁歪が１

５ｐｐｍ以下になる。従って、ナノ結晶の結晶化度は、２５％以上であることが好ましく、４０％以上であることが更に好ましい。

【００５１】

上述のＦｅ基ナノ結晶合金粉末におけるナノ結晶の平均粒径及び結晶化度は、軟磁性粉末と同様に、ＸＲＤによって測定し評価できる。また、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Ｂｓと保磁力Ｈｃは、軟磁性粉末と同様に、ＶＳＭを使用して測定し算出できる。

【００５２】

本実施の形態によるＦｅ基ナノ結晶合金粉末を成形して、磁性シートなどの磁性部品や、圧粉磁芯を作製できる。また、その圧粉磁芯を使用して、トランス、インダクタ、リアクトル、モータや発電機などの磁性部品を作製できる。本実施の形態のＦｅ基ナノ結晶合金粉末は、高磁化のナノ結晶（ｂｃｃＦｅのαＦｅ）を高い体積比で含んでいる。また、αＦｅの微細化により、結晶磁気異方性が低い。また、非晶質相の正磁歪とαＦｅ相の負磁歪の混相により、磁歪が低減される。このため、本実施の形態のＦｅ基ナノ結晶合金粉末を使用することで、高い飽和磁束密度Ｂｓ及び低いコアロスを有する磁気特性に優れた圧粉磁芯が作製できる。

【００５３】

本実施の形態によれば、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末に代えて、熱処理前の軟磁性粉末を使用して、磁性シートなどの磁性部品や、圧粉磁芯を作製できる。例えば、軟磁性粉末を所定の形状に成形した後に所定の熱処理条件による熱処理を施すことで、磁性部品や圧粉磁芯を作製できる。また、その圧粉磁芯を使用して、トランス、インダクタ、リアクトル、モータや発電機などの磁性部品を作製できる。以下、本実施の形態における、軟磁性粉末を使用した圧粉磁芯の磁芯作製工程について説明する。

【００５４】

磁芯作製工程において、まず、軟磁性粉末を、樹脂等の絶縁性が良好な結合剤と混合して造粒し、造粒粉を得る。結合剤として樹脂を使用する場合、例えば、シリコーン、エポキシ、フェノール、メラミン、ポリウレタン、ポリイミド、ポリアミドイミドを使用してもよい。絶縁性や結着性を向上させるために、樹脂に代えて、又は、樹脂と共に、リン酸塩、ホウ酸塩、クロム酸塩、酸化物(シリカ、アルミナ、マグネシア等)、無機高分子(ポリシラン、ポリゲルマン、ポリスタナン、ポリシロキサン、ポリシルセスキオキサン、ポリシラザン、ポリボラジレン、ポリホスファゼンなど)などの材料を結合剤として使用してもよい。また、複数の結合剤を併用しても良く、異なる結合剤によって２層またはそれ以上の多層構造の被覆を形成しても良い。結合剤の量は、一般的には、０．１～１０ｍａｓｓ％程度が好ましく、絶縁性及び充填率を考慮すると、０．３～６ｍａｓｓ％程度が好ましい。但し、結合剤の量は、粉末粒径、適用周波数、用途等を考慮して適切に決定すればよい。

【００５５】

磁芯作製工程において、次に、造粒粉を金型を使用して加圧成形して圧粉体を得る。その後、圧粉体に所定の熱処理条件による熱処理を施して、ナノ結晶化と結合材の硬化とを同時に行い、圧粉磁芯を得る。上述した加圧成形は、一般的には、室温下で行えばよい。本実施の形態の軟磁性粉末から造粒粉を作製する際に耐熱性の高い樹脂や被覆を使用して、例えば５５０℃以下の温度範囲で加圧成形することにより、極めて高密度の圧粉磁芯を成形することもできる。

【００５６】

磁芯作製工程において、造粒粉を加圧成形する際、充填性を向上させると共にナノ結晶化における発熱を抑制するため、本実施の形態による軟磁性粉末よりも軟質のＦｅ，ＦｅＳｉ，ＦｅＳｉＣｒ，ＦｅＳｉＡｌ，ＦｅＮｉ，カルボニル鉄粉等の粉末を混ぜてもよい。また、上述の軟質粉末に代えて、又は、上述の軟質粉末と共に、本実施の形態による軟磁性粉末とは粒径の異なる任意の軟磁性粉末を混ぜても良い。このとき、本実施の形態による軟磁性粉末に対する混合量は、５０ｍａｓｓ％以下であることが好ましい。

【００５７】

本実施の形態における圧粉磁芯は、上述の磁芯作製工程と異なる工程によって作製してもよい。例えば、前述したように、本実施の形態によるＦｅ基ナノ結晶合金粉末を使用して圧粉磁芯を作製してもよい。この場合、上述の磁芯作製工程と同様に造粒粉を作製すればよい。造粒粉を金型を使用して加圧成形することで、圧粉磁芯が作製できる。

【００５８】

以上のように作製した本実施の形態の圧粉磁芯は、作製工程に係らず、本実施の形態のＦｅ基ナノ結晶合金粉末を備えている。同様に、本実施の形態の磁性部品は、本実施の形態のＦｅ基ナノ結晶合金粉末を備えている。

【００５９】

以下、本発明の実施の形態について、複数の実施例を参照しながら更に詳細に説明する。

【００６０】

（実施例１～５及び比較例１～８）

下記の表１に記載の実施例１～５及び比較例１～６の軟磁性粉末の原料として、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、及び電解銅を準備した。原料を表１に記載の実施例１～５及び比較例１～６の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、平均粒径３２～４８μｍの合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。軟磁性粉末の析出相（析出物）を、Ｘ線回析（ＸＲＤ：X‐ray diffraction）によって評価した。また、軟磁性粉末に対して、電気炉を使用して、表１に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度Ｂｓを、振動試料型磁力計（ＶＳＭ：Vibrating Sample Magnetometer）を使用して測定した。Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の作製に加えて、熱処理前の軟磁性粉末から圧粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、２ｍａｓｓ％のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径１３ｍｍ且つ内径８ｍｍの金型を使用して１０ｔｏｎ／ｃｍ^{2}の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表１に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。圧粉磁芯に含まれる熱処理後の軟磁性粉末（Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末）内のナノ結晶の平均粒径を、ＸＲＤによって測定し評価した。交流ＢＨアナライザーを使用して、圧粉磁芯について２０ｋＨｚ－１００ｍＴのコアロスを測定した。また、比較例７、８として、ＦｅＳｉＣｒ及びＦｅアモルファス（ＦｅＳｉＢ）の軟磁性粉末を使用して圧粉磁芯を作製し、実施例１～５及び比較例１～６の圧粉磁芯と同様に測定及び評価した。以上の測定及び評価の結果を表１に示す。

【００６１】

【表１】

	組成	熱処理前	熱処理条件	熱処理後		
		析出物		(*1)	(*2)	(*3)
比較例1	$Fe_{82.42}Si_4B_{6.3}P_{6.2}Cu_{1.08}$	αFe+Com	400℃×30 分	1.74	−	1250
比較例2	$Fe_{82.65}Si_4B_{6.5}P_6Cu_{0.85}$	αFe+Com	400℃×30 分	1.73	−	1320
比較例3	$Fe_{82.89}Si_4B_{6.5}P_6Cu_{0.61}$	αFe	400℃×30 分	1.73	26	630
比較例4	$Fe_{83}Si_4B_{6.5}P_6Cu_{0.5}$	αFe	420℃×30 分	1.71	27	240
実施例1	$Fe_{83.11}Si_4B_{6.3}P_{6.2}Cu_{0.39}$	αFe	420℃×30 分	1.72	25	90
実施例2	$Fe_{83.04}Si_4B_{6.5}P_{6.1}Cu_{0.36}$	αFe	420℃×30 分	1.71	28	80
実施例3	$Fe_{83.19}Si_4B_6P_{6.5}Cu_{0.31}$	αFe	440℃×30 分	1.69	31	100
実施例4	$Fe_{83.21}Si_4B_{6.3}P_{6.2}Cu_{0.29}$	αFe	440℃×30 分	1.66	36	120
実施例5	$Fe_{83.29}S_{i4}B_{6.5}P_6Cu_{0.21}$	αFe	440℃×30 分	1.67	48	160
比較例5	$Fe_{82.39}Si_4B_{7.5}P_6Cu_{0.11}$	αFe	460℃×30 分	1.62	54	680
比較例6	$Fe_{82}Si_4B_8P_6Cu_0$	amo	460℃×30 分	1.61	58	840
比較例7	FeSiCr	−	(*4)	1.63	−	230
比較例8	Feアモルファス	−	380℃×30 分	1.55	−	120

(*1)Fe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Bs(T)
(*2)圧粉磁心に含まれるFe基ナノ結晶合金粉末内のナノ結晶の平均粒径(nm)
(*3)圧粉磁心の20kHz-100mTのコアロス(W/cc)
(*4)熱処理を施していない。従って、Bs及びコアロスは、熱処理を施さずに測定した結果である。

【００６２】

表１から理解されるように、比較例１～４の軟磁性粉末は、０．５ａｔ％以上（０．４ａｔ％以上）のＣｕを含んでおり、圧粉磁芯のコアロスが大きい。また、比較例５、６の軟磁性粉末は、Ｃｕを含んでいないか又は０．２ａｔ％未満のＣｕを含んでおり、圧粉磁芯のコアロスが大きい。一方、実施例１～５の軟磁性粉末は、０．２１～０．３９ａｔ％の範囲のＣｕを含んでおり、圧粉磁芯のコアロスは、比較例７の圧粉磁芯と比べても優れている。特に、実施例1～３の軟磁性粉末は、０．３１～０．３９ａｔ％の範囲のＣｕを含んでおり、圧粉磁芯のコアロスは、比較例８の圧粉磁芯と比べても優れている。また、実施例１、２の熱処理後の軟磁性粉末（Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末）は、１．７Ｔ以上の高い飽和磁束密度Ｂｓを有している。以上の測定結果から、軟磁性粉末に含まれるＣｕの割合は、０．２ａｔ％以上かつ０．４ａｔ％未満とすることが好ましいことが理解できる。また、実施例５と比較例５との比較により、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末内のナノ結晶の平均粒径は、５０ｎｍ以下とすることが好ましいことが理解できる。

【００６３】

（実施例６～１３及び比較例９～１４）

下記の表２及び表３に記載の実施例６～１３及び比較例９～１２の軟磁性粉末の原料として、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、及び電解銅を準備した。原料を表２及び表３に記載の実施例６～１３及び比較例９～１２の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。その後、軟磁性粉末を分級して、表２に記載の平均粒径を有する複数種類の軟磁性粉末を作製した。分級後の軟磁性粉末の析出相（析出物）と結晶化度とを、ＸＲＤによって評価した。また、分級後の軟磁性粉末に対して、電気炉を使用して、表２に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末）の保磁力Ｈｃ及び飽和磁束密度Ｂｓを、ＶＳＭを使用して測定した。Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末内のナノ結晶の平均粒径を、ＸＲＤによって測定し評価した。また、分級後且つ熱処理前の軟磁性粉末から圧粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、２ｍａｓｓ％のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径１３ｍｍ且つ内径８ｍｍの金型を使用して１０ｔｏｎ／ｃｍ^{2}の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表２に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。交流ＢＨアナライザーを使用して、圧粉磁芯について２０ｋＨｚ－１００ｍＴのコアロスを測定した。比較例１３、１４として、ＦｅＳｉＣｒ及びＦｅアモルファス（ＦｅＳｉＢ）の軟磁性粉末を使用して圧粉磁芯を作製し、実施例６～１３及び比較例９～１２の圧粉磁芯と同様に測定及び評価した。以上の測定及び評価の結果を表２及び表３に示す。

【００６４】

【表２】

	組成	熱処理前		熱処理条件
		軟磁性粉末の平均粒径（μｍ）	軟磁性粉末の結晶化度（％）	
実施例6	$Fe_{83.04}Si_4B_{6.5}P_{6.1}Cu_{0.36}$	6	0.8	420℃×30 分
実施例7		15	1.4	
実施例8		32	2.6	
実施例9		54	6.4	
比較例9		80	12.5	
比較例10		156	68	
比較例11		220	94	
実施例10	$Fe_{80.69}Si_4B_{8.0}P_7Cu_{0.31}$	24	0.2	450℃×30 分
実施例11		48	0.5	
実施例12		78	1.4	
実施例13		140	4.8	
比較例12		260	64	
比較例13	FeSiCr	35	－	(*1)
比較例14	Fe アモルファス	33	－	380℃×30 分

(*1)熱処理を施していない。

【００６５】

【表３】

	組成	熱処理後			
		(*1)	(*2)	(*3)	(*4)
実施例６	$Fe_{83.04}Si_4B_{6.5}P_{6.1}Cu_{0.36}$	32	1.70	38	154
実施例７		42	1.71	34	118
実施例８		64	1.71	33	88
実施例９		124	1.71	36	210
比較例９		842	1.70	44	640
比較例１０		4800	1.73	化合物相	2400
比較例１１		6200	1.72	化合物相	3200
実施例１０	$Fe_{80.69}Si_4B_{8.0}P_7Cu_{0.31}$	65	1.65	29	82
実施例１１		48	1.66	31	78
実施例１２		71	1.65	28	74
実施例１３		92	1.67	29	180
比較例１２		3400	1.64	化合物相	3300
比較例１３	FeSiCr (*5)	420	1.64	－	230
比較例１４	Fe アモルファス	96	1.55	－	120

(*1)Fe基ナノ結晶合金粉末の保持力Hc(A/m)
(*2)Fe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Bs(T)
(*3)Fe基ナノ結晶合金粉末内のナノ結晶の平均粒径(nm)
(*4)圧粉磁心の20kHz-100mTのコアロス(W/cc)
(*5)熱処理を施していない。従って、Hc、Bs及びコアロスは、熱処理を施さずに測定した結果である。

【００６６】
表２及び表３から理解されるように、比較例９～１２の軟磁性粉末は、結晶化度が１０％よりも高い。このため、ナノ結晶化のための熱処理を施しても、熱処理後の軟磁性粉末（Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末）の保磁力Ｈｃ及び圧粉磁芯のコアロスのいずれも著しく大きい。特に、化合物相が析出した比較例１０～１２のＦｅ基ナノ結晶合金粉末及び圧粉磁芯については、磁気特性が著しく劣化している。一方、実施例６～１３の軟磁性粉末は、結晶化度が１０％以下であり、熱処理を施すことで比較例１３、１４のＦｅ基ナノ結晶合金粉末以上の飽和磁束密度Ｂｓを有する。更に、実施例６～１３におけるＦｅ基ナノ結晶合金粉末の保磁力Ｈｃ及び圧粉磁芯のコアロスは、比較例１３の圧粉磁芯よりも優れている。特に、実施例６～８、１０～１２の軟磁性粉末は、結晶化度が３％以下と低い。このため、実施例６～８、１０～１２の軟磁性粉末や圧粉磁芯は、熱処理を施すことで比較例１４の圧粉磁芯よりも優れた磁気特性を有する。

【００６７】
（実施例１４～２１及び比較例１５～２０）
下記の表４及び表５に記載の実施例１４～２１及び比較例１５～１８の軟磁性粉末の原料として、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、及び電解銅を準備した。原料を表４及び表５に記載の実施例１４～２１及び比較例１５～１８の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、平均粒径３６～４９μｍの合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。軟磁性粉末の析出相（析出物）と結晶化度とを、ＸＲＤによって評価し、軟磁性粉末の飽和磁束密度Ｂｓを、ＶＳＭを使用して測定した。また、軟磁

性粉末に対して、電気炉を使用して、表５に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度Ｂｓを、ＶＳＭを使用して測定した。Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の作製に加えて、熱処理前の軟磁性粉末から圧粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、２ｍａｓｓ％のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径１３ｍｍ且つ内径８ｍｍの金型を使用して１０ｔｏｎ／ｃｍ^{2}の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表５に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。交流ＢＨアナライザーを使用して、圧粉磁芯について２０ｋＨｚ－１００ｍＴのコアロスを測定した。また、比較例１９、２０として、ＦｅＳｉＣｒ及びＦｅアモルファス（ＦｅＳｉＢ）の軟磁性粉末を使用して圧粉磁芯を作製し、実施例１４～２１及び比較例１５～１８の圧粉磁芯と同様に測定及び評価した。以上の測定及び評価の結果を表４及び表５に示す。

【００６８】

【表４】

	組成	熱処理前		
		軟磁性粉末の結晶化度（%）	軟磁性粉末の飽和磁束密度 Bs（T）	析出物
比較例15	$Fe_{85.72}Si_{1.5}B_{10.5}P_2Cu_{0.28}$	78	1.78	αFe+Com
実施例14	$Fe_{84.48}Si_1B_9P_{5.2}Cu_{0.32}$	9	1.54	αFe
実施例15	$Fe_{83.62}Si_2B_{8.6}P_{5.5}Cu_{0.28}$	6.8	1.56	αFe
実施例16	$Fe_{83.16}Si_3B_7P_{6.5}Cu_{0.34}$	2.9	1.58	αFe
実施例17	$Fe_{82.52}Si_{3.5}B_{7.5}P_{6.1}Cu_{0.38}$	1.8	1.57	αFe
実施例18	$Fe_{82.61}Si_0B_8P_9Cu_{0.39}$	1.2	1.55	αFe
実施例19	$Fe_{82.23}Si_{5.3}B_8P_{4.1}Cu_{0.37}$	2.4	1.56	αFe
比較例16	$Fe_{81.79}Si_9B_6P_3Cu_{0.21}$	25	1.66	αFe+Com
実施例20	$Fe_{80.54}Si_4B_8P_{7.1}Cu_{0.36}$	0.4	1.56	αFe
実施例21	$Fe_{79.12}Si_{5.9}B_{4.1}P_{10.5}Cu_{0.38}$	0	1.58	amo
比較例17	$Fe_{78.46}Si_{6.2}B_8P_7Cu_{0.34}$	0	1.54	amo
比較例18	$Fe_{77.18}Si_6B_9P_{7.5}Cu_{0.32}$	0	1.52	amo
比較例19	FeSiCr	-	-	-
比較例20	Feアモルファス	-	-	-

【００６９】

【表５】

	組成	熱処理後		
		熱処理条件	Fe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Bs（T）	圧粉磁心のコアロス（W/cc）
比較例15	$Fe_{85.72}Si_{1.5}B_{10.5}P_2Cu_{0.28}$	400℃×30分	1.83	2850
実施例14	$Fe_{84.48}Si_1B_9P_{5.2}Cu_{0.32}$	400℃×30分	1.78	210
実施例15	$Fe_{83.62}Si_2B_{8.6}P_{5.5}Cu_{0.28}$	420℃×30分	1.71	170
実施例16	$Fe_{83.16}Si_3B_7P_{6.5}Cu_{0.34}$	420℃×30分	1.72	75
実施例17	$Fe_{82.52}Si_{3.5}B_{7.5}P_{6.1}Cu_{0.38}$	420℃×30分	1.71	80
実施例18	$Fe_{82.61}Si_0B_8P_9Cu_{0.39}$	400℃×30分	1.63	70
実施例19	$Fe_{82.23}Si_{5.3}B_8P_{4.1}Cu_{0.37}$	420℃×30分	1.66	165
比較例16	$Fe_{81.79}Si_9B_6P_3Cu_{0.21}$	440℃×30分	1.71	980
実施例20	$Fe_{80.54}Si_4B_8P_{7.1}Cu_{0.36}$	440℃×30分	1.65	70
実施例21	$Fe_{79.12}Si_{5.9}B_{4.1}P_{10.5}Cu_{0.38}$	460℃×30分	1.59	120
比較例17	$Fe_{78.46}Si_{6.2}B_8P_7Cu_{0.34}$	460℃×30分	1.57	370
比較例18	$Fe_{77.18}Si_6B_9P_{7.5}Cu_{0.32}$	460℃×30分	1.53	440
比較例19	FeSiCr	(*1)	1.63	230
比較例20	Feアモルファス	380℃×30分	1.55	120

(*1)熱処理を施していない。従って、Bs及びコアロスは、熱処理を施さずに測定した結果である。

【００７０】

表４及び表５から理解されるように、比較例１５～１８の軟磁性粉末の組成範囲は、本発明の範囲外であり、熱処理後の軟磁性粉末（Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度Ｂｓが低いか、又は、圧粉磁芯のコアロスが比較例１９、２０の圧粉磁芯と比較しても劣っている。一方、実施例１４～２１の軟磁性粉末の組成範囲は、本発明の範囲内であり、結晶化度を１０％以下に抑えることで熱処理後の磁気特性が向上し、結晶化度を３％以下に抑えることで熱処理後の磁気特性が更に向上する。表４及び表５から理解されるように、本発明の効果を得るためには、Ｆｅの割合を７９ａｔ％以上かつ８４．５ａｔ％以下とし、Ｓｉの割合を６ａｔ％未満（ゼロを含む）とし、Ｂの割合を４ａｔ％以上かつ１０ａｔ％以下とし、Ｐの割合を４ａｔ％より大かつ１１ａｔ％以下とし、Ｃｕの割合を０．２ａｔ％以上かつ０．４ａｔ％未満とすることが好ましい。特に、結晶化度を３％以下に抑えるためには、Ｆｅの割合を８３．５ａｔ％以下とし、Ｂの割合を８．５ａｔ％以下とし、Ｐの割合を５．５ａｔ％以上とすることが好ましい。また、Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Ｂｓを比較例１９の飽和磁束密度Ｂｓを超える１．６４Ｔ以上に向上させる

ためには、Ｐの割合を８ａｔ％以下とすることが好ましい。

【００７１】

（実施例２２～３０）

下記の表６及び表７に記載の実施例２２～３０の軟磁性粉末の原料として、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、電解銅、フェロクロム、カーボン、ニオブ、モリブデン、Ｃｏ、Ｎｉ、錫、亜鉛、及び、Ｍｎを準備した。原料を表６及び表７に記載の実施例２２～３０の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、平均粒径３２～４８μｍの合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。実施例２２～３０における軟磁性粉末の析出相（析出物）と結晶化度とを、ＸＲＤによって評価した。また、軟磁性粉末に対して、電気炉を使用して、表７に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度Ｂｓを、ＶＳＭを使用して測定した。Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の作製に加えて、熱処理前の軟磁性粉末から圧粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、２ｍａｓｓ％のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径１３ｍｍ且つ内径８ｍｍの金型を使用して１０ｔｏｎ／ｃｍ^{2}の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表７に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。交流ＢＨアナライザーを使用して、圧粉磁芯について２０ｋＨｚ－１００ｍＴのコアロスを測定した。以上の測定及び評価の結果を表６及び表７に示す。

【００７２】

【表６】

	組成	熱処理前	
		軟磁性粉末の結晶化度（%）	析出物
実施例22	$Fe_{81.47}Si_3B_5P_{9.2}Cu_{0.33}Cr_1$	1.9	αFe
実施例23	$Fe_{82.17}Si_3B_5P_{8.5}Cu_{0.33}C_1$	0	なし
実施例24	$Fe_{82.17}Si_3B_7P_7Cu_{0.33}Nb_{0.5}$	0.6	αFe
実施例25	$Fe_{82.17}Si_3B_7P_7Cu_{0.33}Mo_{0.5}$	1.0	αFe
実施例26	$Fe_{81.17}Si_3B_7P_6Cu_{0.33}Co_{2.5}$	0	なし
実施例27	$Fe_{79.67}Si_{3.5}B_7P_{7.5}Cu_{0.33}Ni_2$	0	なし
実施例28	$Fe_{82.27}Si_4B_8P_{5.1}Cu_{0.33}Zn_{0.3}$	1.5	αFe
実施例29	$Fe_{82.27}Si_4B_8P_{5.1}Cu_{0.33}Sn_{0.3}$	1.0	αFe
実施例30	$Fe_{82.27}Si_4B_8P_{5.1}Cu_{0.33}Mn_{0.3}$	1.3	αFe

【００７３】

【表７】

	組成	熱処理条件	熱処理後	
			Fe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Bs（T）	圧粉磁心のコアロス（kW/m^3）
実施例22	$Fe_{81.47}Si_3B_5P_{9.2}Cu_{0.33}Cr_1$	430℃×30分	1.59	142
実施例23	$Fe_{82.17}Si_3B_5P_{8.5}Cu_{0.33}C_1$	420℃×30分	1.65	113
実施例24	$Fe_{82.17}Si_3B_7P_7Cu_{0.33}Nb_{0.5}$	430℃×30分	1.63	107
実施例25	$Fe_{82.17}Si_3B_7P_7Cu_{0.33}Mo_{0.5}$	420℃×30分	1.62	110
実施例26	$Fe_{81.17}Si_3B_7P_6Cu_{0.33}Co_{2.5}$	430℃×30分	1.72	100
実施例27	$Fe_{79.67}Si_{3.5}B_7P_{7.5}Cu_{0.33}Ni_2$	440℃×30分	1.64	105
実施例28	$Fe_{82.27}Si_4B_8P_{5.1}Cu_{0.33}Zn_{0.3}$	420℃×30分	1.65	140
実施例29	$Fe_{82.27}Si_4B_8P_{5.1}Cu_{0.33}Sn_{0.3}$	420℃×30分	1.63	130
実施例30	$Fe_{82.27}Si_4B_8P_{5.1}Cu_{0.33}Mn_{0.3}$	420℃×30分	1.62	136

【００７４】

表６及び表７を参照すると、実施例２２～３０において、Ｆｅの一部をＣｒ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｚｎ、Ｍｎ、Ｎｂ、Ｍｏ、Ｓｎ、Ｃに置換している。表７に示されるように、実施例２２～３０において、熱処理後の軟磁性粉末（Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度Ｂｓは、１．５９～１．７２Ｔであり、圧粉磁芯のコアロスは１００～１４２ｋＷ／ｍ^{3}である。この結果から、Ｆｅをいずれの元素で置換した場合にも、１．５４Ｔ以上の高い飽和磁束密度と、２２０ｋＷ／ｍ^{3}未満の優れたコアロスが得られることが分かる。特に、実施例２６を参照すると、ＦｅをＣｏで置換した場合には、飽和磁束密度Ｂｓが向上することが理解される。また、ＦｅをＣで置換した場合には、結晶化度が低い粉末を得ることが可能であり、ＦｅをＮｂやＭｏで置換した場合には、優れたコアロスが得られることが理解される。

【００７５】

（実施例３１～４８）

下記の表８及び表９に記載の実施例３１～４８の軟磁性粉末の原料として、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、電解銅、カーボン、フェロクロム、Ｍｎ、Ａｌ、Ｔｉ、及び、ＦｅＳを準備した。原料を表８に記載の実施例３１～４８の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、平均粒径３５μｍの合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。実施例３１～４８における軟磁性粉末の析出相（析出物）と結晶化度とを、ＸＲＤによって評価した。また、軟磁性粉末に対して、電気炉を使用して、表９に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度Ｂｓを、ＶＳＭを使用して測定した。Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の作製に加えて、熱処理前の軟磁性粉末から圧粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、２ｍａｓｓ％のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径１３ｍｍ

且つ内径８ｍｍの金型を使用して１０ｔｏｎ／ｃｍ^{2}の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表９に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。交流ＢＨアナライザーを使用して、圧粉磁芯について２０ｋＨｚ－１００ｍＴのコアロスを測定した。以上の測定及び評価の結果を表９に示す。

【００７６】

【表８】

	不可避不純物(右記の微量元素を含む)を除く組成	含有微量元素				
		Al (質量%)	Ti (質量%)	S (質量%)	O (質量%)	N (質量%)
実施例31	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.002	0.001	0.004	0.08	0.0008
実施例32	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.007	0.010	0.041	0.12	0.0013
実施例33	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.09	0.002	0.03	0.18	0.0007
実施例34	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.15	0.001	0.002	0.15	0.0018
実施例35	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.004	0.009	0.05	0.24	0.0005
実施例36	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.001	0.08	0.005	0.20	0.0011
実施例37	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.002	0.17	0.02	0.11	0.0010
実施例38	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.002	0.005	0.04	0.30	0.0010
実施例39	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.003	0.007	0.10	0.25	0.0009
実施例40	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.01	0.01	0.26	0.13	0.0012
実施例41	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.006	0.004	0.009	0.19	0.0006
実施例42	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.004	0.003	0.01	0.28	0.0015
実施例43	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.005	0.002	0.012	0.90	0.0012
実施例44	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.008	0.001	0.004	0.15	0.0019
実施例45	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.003	0.002	0.003	0.14	0.005
実施例46	$Fe_{81.52}Si_{3.6}B_8P_{6.5}Cu_{0.38}$	0.01	0.001	0.008	0.22	0.018
実施例47	$Fe_{81.65}Si_3B_8P_6Cu_{0.35}Cr_1$	0.005	0.003	0.018	0.12	0.0010
実施例48	$Fe_{83.15}Si_{1.5}B_{8.5}P_6Cu_{0.35}C_{0.5}$	0.001	0.006	0.004	0.23	0.0009

【００７７】

【表９】

	熱処理前		熱処理条件	熱処理後	
	軟磁性粉末の結晶化度（%）	析出物		Fe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Bs（T）	圧粉磁心のコアロス（kW/m^3）
実施例31	0	なし	440℃×30分	1.66	80
実施例32	0	なし	440℃×30分	1.66	85
実施例33	3	αFe	440℃×30分	1.64	150
実施例34	9	αFe	440℃×30分	1.63	196
実施例35	1	αFe	440℃×30分	1.64	120
実施例36	2	αFe	440℃×30分	1.63	140
実施例37	10	αFe	440℃×30分	1.64	200
実施例38	0	なし	440℃×30分	1.66	75
実施例39	1	αFe	440℃×30分	1.66	98
実施例40	4	αFe	440℃×30分	1.64	160
実施例41	0	なし	440℃×30分	1.66	85
実施例42	0	なし	440℃×30分	1.65	91
実施例43	0	なし	440℃×30分	1.63	100
実施例44	0	なし	440℃×30分	1.66	88
実施例45	1	αFe	440℃×30分	1.65	98
実施例46	1	αFe	440℃×30分	1.65	107
実施例47	1	αFe	430℃×30分	1.63	110
実施例48	2	αFe	420℃×30分	1.69	145

【００７８】

表８を参照すると、実施例３１～４８は、微量元素としてＡｌ、Ｔｉ、Ｓ、Ｏ、Ｎを様々な含有量で含有している。実施例３１～４６においては、Ｆｅ、Ｓｉ、Ｂ、Ｐ及びＣｕの組成が同一である。表９を参照すると、実施例３１～４８の結晶化度は、１０％以下と低く、実施例３１～４８の飽和磁束密度Ｂｓは、１．６３Ｔ以上と良好である。実施例３１～４８のコアロスも、２２０ｋＷ/ｍ^{3}以下と良好である。実施例３１～３４を参照すると、Ａｌの含有量の増大と共に、結晶化度及びコアロスが増加し、且つ、飽和磁束密度Ｂｓが低下している。Ａｌの含有量は、結晶化度、飽和磁束密度Ｂｓ及びコアロスを考慮すると、０．１質量％以下であることが好ましく、コアロスを大きく低減するという観点から、０．０１質量％以下であることが更に好ましい。実施例３１及び実施例３５～３７を参照すると、Ｔｉの含有量の増大と共に、結晶化度及びコアロスが増加し、且つ、飽和磁束密度Ｂｓが低下している。Ｔｉの含有量は、結晶化度、飽和磁束密度Ｂｓ及びコアロスを考慮すると、０．１質量％以下であることが好ましく、コアロスを大きく低減するという観点から、０．０１質量％以下であることが更に好ましい。実施例３１及び実施例３８～４０を参照すると、Ｓの含有量の増大と共に、結晶化度及びコアロスが増加し、且つ、飽和磁束密度Ｂｓが低下している。Ｓの含有量は、結晶化度、飽和磁束密度Ｂｓ及びコアロスを考慮すると、０．１質量％以下であることが好ましく、コアロスを大きく低減するという観点から、０．０５質量％以下であることが更に好ましい。実施例４１～４３を参照すると、Ｏの含有量の増大と共に、コアロスが増加している。Ｏの含有量は、コアロスを低減するという観点から、１質量％以下であることが好ましく、０．３質量％以下であることが更に好ましい。実施例４４～４６を参照すると、Ｎの含有量の増大と共に、結

晶化度及びコアロスが増加している。Ｎの含有量は、結晶化度及びコアロスを低減するという観点から、０．０１質量％以下であることが好ましく、０．００２質量％以下であることが更に好ましい。

【００７９】

（実施例４９～５３）

下記の表１０及び表１１に記載の実施例４９～５３の軟磁性粉末の原料として、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、及び、電解銅を準備した。原料を表１０及び表１１に記載の実施例４９～５３の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、平均粒径４０μｍの合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。実施例４９～５３における軟磁性粉末の析出相（析出物）と結晶化度とを、ＸＲＤによって評価した。また、軟磁性粉末に対して、電気炉を使用して、表１０に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度Ｂｓを、ＶＳＭを使用して測定した。Ｆｅ基ナノ結晶合金粉末の作製に加えて、熱処理前の軟磁性粉末から圧粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、２ｍａｓｓ％のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径１３ｍｍ且つ内径８ｍｍの金型を使用して１０ｔｏｎ／ｃｍ^{2}の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表１０に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。交流ＢＨアナライザーを使用して、圧粉磁芯について２０ｋＨｚ－１００ｍＴのコアロスを測定した。また、得られた圧粉磁芯について、６０℃－９０％ＲＨにおける恒温恒湿試験を実施し、外観観察にて腐食状況を確認した。以上の測定及び評価の結果を表１０及び表１１に示す。

【００８０】

【表１０】

	組成	熱処理前		熱処理条件
		軟磁性粉末の結晶化度（％）	析出物	
実施例49	$Fe_{81.83}Si_4B_9P_{4.8}Cu_{0.37}$	4.0	αFe	420℃×30分
実施例50	$Fe_{81.53}Si_4B_9P_{5.1}Cu_{0.37}$	3.5	αFe	420℃×30分
実施例51	$Fe_{81.63}Si_4B_{8.5}P_{5.5}Cu_{0.37}$	2.4	αFe	420℃×30分
実施例52	$Fe_{81.83}Si_4B_8P_{5.8}Cu_{0.37}$	1.0	αFe	420℃×30分
実施例53	$Fe_{81.63}Si_{3.5}B_8P_{6.5}Cu_{0.37}$	0.5	αFe	420℃×30分

【００８１】

【表１１】

	組成	熱処理後		
		Fe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Bs（T）	圧粉磁心のコアロス（kW/m^3）	恒温恒湿試験
実施例49	$Fe_{81.83}Si_4B_9P_{4.8}Cu_{0.37}$	1.65	170	△
実施例50	$Fe_{81.53}Si_4B_9P_{5.1}Cu_{0.37}$	1.64	158	○
実施例51	$Fe_{81.63}Si_4B_{8.5}P_{5.5}Cu_{0.37}$	1.64	131	○
実施例52	$Fe_{81.83}Si_4B_8P_{5.8}Cu_{0.37}$	1.64	100	○
実施例53	$Fe_{81.63}Si_{3.5}B_8P_{6.5}Cu_{0.37}$	1.63	80	◎

【００８２】

表１１を参照すると、実施例４９では恒温恒湿試験後に僅かに腐食が確認されたが、実施例５０～５３では腐食状況が改善していることが分かる。この結果から、軟磁性粉末中のＰの割合は、５ａｔ％より大きいことが好ましいことが分かる。また、実施例４９及び５０の軟磁性粉末の結晶化度は３％より大きい一方、実施例５１～５３の軟磁性粉末の結晶化度は３％以下と低い。加えて、実施例５１～５３の圧粉磁心のコアロスは、実施例４９及び５０の圧粉磁心に比べて低い。この結果から、軟磁性粉末において、結晶化度を３％以下とするためには、Ｆｅの割合は８３．５ａｔ％以下、Ｂの割合は８．５ａｔ％以下、且つ、Ｐの割合は５．５ａｔ％以上であることが好ましいことが分かる。更に、実施例５２及び５３を参照すると、軟磁性粉末のＰの割合を６ａｔ％以上とすることで、圧粉磁心のコアロスを低減できることが分かる。

【００８３】

本発明は２０１７年１月２７日に日本国特許庁に提出された日本特許出願第２０１７－０１２９７７号に基づいており、その内容は参照することにより本明細書の一部をなす。

【００８４】

本発明の最良の実施の形態について説明したが、当業者には明らかなように、本発明の精神を逸脱しない範囲で実施の形態を変形することが可能であり、そのような実施の形態は本発明の範囲に属するものである。

フロントページの続き

(72)発明者　千葉　美帆
宮城県仙台市太白区郡山六丁目７番１号　株式会社トーキン内
(72)発明者　村木　峰男
東京都千代田区内幸町二丁目２番３号　ＪＦＥスチール株式会社内
(72)発明者　中世古　誠
東京都千代田区内幸町二丁目２番３号　ＪＦＥスチール株式会社内
(72)発明者　高下　拓也
東京都千代田区内幸町二丁目２番３号　ＪＦＥスチール株式会社内

審査官　米田　健志

(56)参考文献　特開2016-104900（ＪＰ，Ａ）
国際公開第2008/068899（WO，Ａ１）
特開2011-026706（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｂ２２Ｆ　　１／００