



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I786162 B

(45)公告日：中華民國 111 (2022) 年 12 月 11 日

(21)申請案號：107127350

(22)申請日：中華民國 107 (2018) 年 08 月 07 日

(51)Int. Cl. : **C22C38/32 (2006.01)** **B22F9/08 (2006.01)**
 B22F1/00 (2006.01) **B22F1/02 (2006.01)**
 C21D6/00 (2006.01) **H01F1/147 (2006.01)**
 H01F1/20 (2006.01) **H01F1/33 (2006.01)**

(30)優先權：2017/08/07 日本 2017-152561

(71)申請人：日商日立金屬股份有限公司 (日本) HITACHI METALS, LTD. (JP)
 日本(72)發明人：加藤哲朗 KATO, TETSURO (JP)；千綿伸彥 CHIWATA, NOBUHIKO (JP)；太田
 元基 OHTA, MOTOKI (JP)；野口伸 NOGUCHI, SHIN (JP)；山中修司
 YAMANAKA, SHUJI (JP)

(74)代理人：周良謀；周良吉

(56)參考文獻：

EP 1925686A1

審查人員：林春佳

申請專利範圍項數：11 項 圖式數：4 共 47 頁

(54)名稱

結晶鐵基合金粉末及其製造方法

(57)摘要

一種結晶鐵基合金粉末，係由組織內含有平均粒徑 30nm 以下之奈米結晶粒的鐵基合金粒子構成；利用雷射繞射法求得的代表粒徑與從小粒徑側起之累積頻率之關係的累積分布曲線中，對應於累積頻率 50 體積%之粒徑即 d50 為 3.5 μ m 以上 35.0 μ m 以下；利用雷射繞射法求得的粒徑 2 μ m 以下之鐵基合金粒子在前述鐵基合金粒子之整體中所佔的比例為 0 體積%以上 8 體積%以下。

無



公告本

I786162

【發明摘要】

【中文發明名稱】

結晶鐵基合金粉末及其製造方法

【英文發明名稱】

CRYSTALLINE Fe-BASED ALLOY POWDER AND METHOD OF PRODUCING
THE SAME

【中文】

一種結晶鐵基合金粉末，係由組織內含有平均粒徑30nm以下之奈米結晶粒的鐵基合金粒子構成；利用雷射繞射法求得的代表粒徑與從小粒徑側起之累積頻率之關係的累積分布曲線中，對應於累積頻率50體積%之粒徑即d50為3.5 μ m以上35.0 μ m以下；利用雷射繞射法求得的粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子在前述鐵基合金粒子之整體中所佔的比例為0體積%以上8體積%以下。

【英文】

無

【指定代表圖】 無

【代表圖之符號簡單說明】 無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

結晶鐵基合金粉末及其製造方法

【英文發明名稱】

CRYSTALLINE Fe-BASED ALLOY POWDER AND METHOD OF
PRODUCING THE SAME

【技術領域】

【0001】

本揭示係關於結晶鐵基合金粉末及其製造方法。

【先前技術】

【0002】

自以往，由鐵基合金粒子構成之鐵基合金粉末已為人們所知。

例如專利文獻1中，就軟磁特性(尤其高頻磁特性)優異，且因含浸、變形等所致之特性劣化小的低磁致伸縮之鐵基軟磁性合金而言，揭示了一種鐵基軟磁性合金，其特徵為：具有通式 $(\text{Fe}_{1-a}\text{M}_a)_{100-x-y-z-\alpha}\text{Cu}_x\text{Si}_y\text{B}_z\text{M}'_\alpha$ (惟，M係Co及/或Ni，M'係選自由Nb、W、Ta、Zr、Hf、Ti及Mo構成之群組中之至少1種元素，a、x、y、z及 α 分別滿足 $0 \leq a \leq 0.5$ 、 $0.1 \leq x \leq 3$ 、 $0 \leq y \leq 30$ 、 $0 \leq z \leq 25$ 、 $5 \leq y+z \leq 30$ 及 $0.1 \leq \alpha \leq 30$ 。)表示之組成，且組織之至少50%係由微細結晶粒構成。該專利文獻1的第9頁揭示該鐵基軟磁性合金為粉末狀。

專利文獻2中，就用於製造飽和電流、電感、磁導率、磁芯損失值優異之功率電感器(power inductor)的FeSiBNbCu系軟磁性金屬粉末而言，揭示了形成有奈米結晶粒的球形FeSiBNbCu系軟磁性金屬粉末。

第1頁，共41頁(發明說明書)

專利文獻3中，就進行壓粉時可確保粒子間之高絕緣性的軟磁性粉末而言，揭示了一種軟磁性粉末，其特徵為：具有 $\text{Fe}_{100-a-b-c-d-e-f}\text{Cu}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{M}_d\text{M}'_e\text{X}_f$ (原子%) [惟，M係選自由Nb、W、Ta、Zr、Hf、Ti及Mo構成之群組中之至少1種元素，M'係V、Cr、Mn、Al、鉑族元素、Sc、Y、Au、Zn、Sn及Re構成之群組中之至少1種元素，X係選自由C、P、Ge、Ga、Sb、In、Be及As構成之群組中之至少1種元素，a、b、c、d、e及f係滿足 $0.1 \leq a \leq 3$ 、 $0 < b \leq 30$ 、 $0 < c \leq 25$ 、 $5 \leq b+c \leq 30$ 、 $0.1 \leq d \leq 30$ 、 $0 \leq e \leq 10$ 及 $0 \leq f \leq 10$ 的數。]表示之組成，並含有40體積%以上之粒徑1nm以上30nm以下之結晶組織，按照順序使用孔目45 μm 之JIS標準篩、孔目38 μm 之JIS標準篩、及孔目25 μm 之JIS標準篩進行分級處理時，若將通過孔目45 μm 之JIS標準篩但不通過孔目38 μm 之JIS標準篩的粒子定義為第1粒子，通過孔目38 μm 之JIS標準篩但不通過孔目25 μm 之JIS標準篩的粒子定義為第2粒子，通過孔目25 μm 之JIS標準篩的粒子定義為第3粒子的話，第1粒子之保磁力Hc1、第2粒子之保磁力Hc2、及第3粒子之保磁力Hc3滿足Hc2/Hc1為0.85以上1.4以下，且Hc3/Hc1為0.5以上1.5以下的關係。

專利文獻4中，就磁特性優異之壓粉磁心之製造方法而言，揭示了一種壓粉磁心之製造方法，係將為組織之至少50%以上具有結晶粒徑100nm以下之奈米結晶組織的奈米結晶磁性粉末、或可藉由熱處理而顯現前述奈米結晶組織之組成的非晶質磁性粉末中之任一者的磁性粉末予以成形、黏著固定的壓粉磁心之製造方法，其特徵為：磁性粉末係藉由水粉化法製造而得，並為通式： $\text{Fe}_{(100-X-Y-Z-\alpha-\beta)}\text{B}_x\text{Si}_y\text{Cu}_z\text{M}_\alpha\text{M}'_\beta$ (原子%)(惟，M係選自由Nb、W、Ta、Zr、Hf、Ti、Mo構成之群組中之至少1種元素，M'係選自由V、Cr、Mn、Al、鉑族元素、Sc、Y、Au、Zn、Sn、Re及Ag構成之群組中之至少1種元素，X、Y、Z、 α 、 β 分別滿足 $12 \leq X \leq 15$ 、 $0 < Y \leq 15$ 、 $0.1 \leq Z \leq 3$ 、 $0.1 \leq \alpha \leq 30$ 、 $0 \leq \beta \leq 10$ 。)表示之組成。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0003】

[專利文獻1]日本特開昭64-079342號公報

[專利文獻2]日本特開2016-25352號公報

[專利文獻3]日本特開2017-110256號公報

[專利文獻4]日本特開2004-349585號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

【0004】

本揭示之一態樣之課題係提供保磁力降低之結晶鐵基合金粉末。

本發明之另一態樣之課題係提供可製造保磁力降低之結晶鐵基合金粉末的結晶鐵基合金粉末之製造方法。

[解決課題之手段]

【0005】

用於解決上述課題之手段包括下列態樣。

<1> 一種結晶鐵基合金粉末，係由組織內含有平均粒徑30nm以下之奈米結晶粒的鐵基合金粒子構成；

利用雷射繞射法求得的代表粒徑與從小粒徑側起之累積頻率之關係的累積分布曲線中，對應於累積頻率50體積%之粒徑即d50為3.5 μ m以上35.0 μ m以下；

利用雷射繞射法求得的粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子在該鐵基合金粒子之整體中所佔的比例為0體積%以上8體積%以下。

<2> 如<1>之結晶鐵基合金粉末，其中，在該累積分布曲線中，將對應於累積頻率10體積%之粒徑定義為 d_{10} ，對應於累積頻率90體積%之粒徑定義為 d_{90} 時， $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$ 為1.00以上4.00以下。

<3> 如<1>或<2>之結晶鐵基合金粉末，其中，於施加磁場40kA/m時之保磁力為190A/m以下。

<4> 如前述<1>~<3>中任一項之結晶鐵基合金粉末，其中，該粒徑 $2\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子的比例為0體積%以上7體積%以下。

<5> 如<1>~<4>中任一項之結晶鐵基合金粉末，其中，該 d_{50} 為超過 $5.0\mu\text{m}$ 且在 $35.0\mu\text{m}$ 以下；

利用雷射繞射法求得的粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子在該鐵基合金粒子之整體中所佔的比例為0體積%以上8體積%以下。

<6> 如<5>之結晶鐵基合金粉末，其中，粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子在該鐵基合金粒子之整體中所佔的比例為0體積%以上5體積%以下。

<7> 如<1>~<6>中任一項之結晶鐵基合金粉末，其中，該鐵基合金粒子之組成，係含有Cu、Si、及B、和Nb及Mo中之至少一者且剩餘部分含有Fe及雜質的組成。

<8> 如<7>之結晶鐵基合金粉末，其中，就該鐵基合金粒子之組成，令Cu、Si、B、Nb、Mo、Cr、及Fe之總含量為100原子%時，Cu之含量為0.1原子%以上3.0原子%以下，Si之含量為13.0原子%以上16.0原子%以下，B之含量為7.0原子%以上且未達12.0原子%，Nb及Mo之合計含量為超過0原子%且在6.0原子%以下，Cr之含量為0原子%以上5.0原子%以下。

<9> 如<8>之結晶鐵基合金粉末，其中，Mo之含量為超過0原子%且未達4.0原子%。

<10> 如<1>~<9>中任一項之結晶鐵基合金粉末，其中，該鐵基合金粒子之形狀為由曲面包圍而成的形狀。

<11> 如<1>~<10>中任一項之結晶鐵基合金粉末，其中，該鐵基合金粒子於表層部含有氧化被膜。

<12> 一種結晶鐵基合金粉末之製造方法，係製造如<1>~<11>中任一項之結晶鐵基合金粉末的方法；

包括下列步驟：

利用粉化法獲得由非晶質鐵基合金粒子構成之非晶質鐵基合金粉末；及

對於該非晶質鐵基合金粉末，按照順序施以分級及熱處理，或按照順序施以熱處理及分級，以獲得該結晶鐵基合金粉末。

<13> 如<12>之結晶鐵基合金粉末之製造方法，其中，該分級包括：使用篩實施的第1分級；及在該第1分級後使用離心力型氣流式分級機實施的第2分級。

[發明之效果]

【0006】

根據本揭示之一態樣，可提供保磁力降低之結晶鐵基合金粉末。

根據本發明之另一態樣，可提供能製造保磁力降低之結晶鐵基合金粉末的結晶鐵基合金粉末之製造方法。

【圖式簡單說明】

【0007】

【圖1】係以5000倍之倍率對本揭示之實施例中熱處理後之試樣No.25(結晶鐵基合金粉末)進行拍照而得的SEM照片。

【圖2】係顯示本揭示之實施例中試樣No.1~No.25(惟，試樣No.*4及試樣No.*8除外)中之粒徑2 μ m以下之粒子之比例與保磁力的關係的圖表。

【圖3】係顯示本揭示之實施例中試樣No.1~No.25(惟，試樣No.*4及試樣No.*8除外)中之粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之粒子之比例與保磁力的關係的圖表。

【圖4】係本揭示之實施例中試樣No.9、試樣No.10、試樣No.11、試樣No.12、及試樣No.*13(比較例)之粒度分布圖。

【實施方式】

【0008】

本說明書中，利用「~」表示之數值範圍，意指包括「~」之前後所記載之數值分別作為最小值及最大值的範圍。

本說明書中，關於「步驟」之用語，不僅包含獨立的步驟，即使是不能與其他步驟明確區別的情況，只要能達成該步驟所期待的目的，亦包含於本用語。

【0009】

[結晶鐵基合金粉末]

本揭示之結晶鐵基合金粉末，係由組織內含有平均粒徑 30nm 以下之奈米結晶粒的鐵基合金粒子構成，且利用雷射繞射法求得的代表粒徑與從小粒徑側起之累積頻率之關係的累積分布曲線中，對應於累積頻率50體積%之粒徑即 d_{50} 為 $3.5\mu\text{m}$ 以上 $35.0\mu\text{m}$ 以下，利用雷射繞射法求得的粒徑 $2\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子在上述鐵基合金粒子之整體中所佔的比例為0體積%以上8體積%以下。

【0010】

本說明書中，結晶鐵基合金粉末，意指包含結晶相及非晶質相之兩者的鐵基合金粉末。此處所稱結晶相的概念，亦包括上述平均粒徑 30nm 以下之奈米結晶粒。

又，本說明書中，有時會將構成結晶鐵基合金粉末之鐵基合金粒子稱為結晶鐵基合金粒子。

【0011】

本揭示之結晶鐵基合金粉末中保磁力降低。

因此，本揭示之粉末具有良好的軟磁特性。

發揮保磁力降低之效果的理由尚不詳，但據推測如下。惟，本揭示之結晶鐵基合金粉末並不限於以下之理由。

【0012】

本揭示之結晶鐵基合金粉末，如上述，係由組織內含有平均粒徑30nm以下之奈米結晶粒的鐵基合金粒子構成。該奈米結晶粒貢獻於改善鐵基合金粒子整體(亦即，結晶鐵基合金粉末)的磁特性。

另一方面，據認為在鐵基合金粒子之表層附近會產生Fe以外之元素(例如，Si、B、Cu)偏析的偏析區域。如此之偏析區域實質上為非磁性，或相較於鐵基合金磁性較差。因此，上述偏析區域會成為鐵基合金粒子(亦即，結晶鐵基合金粉末)之磁特性劣化的主要原因。

粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子，相較於粒徑超過2 μ m之鐵基合金粒子，前者存在有奈米結晶粒之區域的體積比例小，且偏析區域所佔的體積比例大。故，據認為結晶鐵基合金粉末含有粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子之情事會成為使結晶鐵基合金粉末之整體的磁特性劣化的主要原因。

本揭示之結晶鐵基合金粉末中，粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子在鐵基合金粒子之整體中所佔的比例減小至0體積%以上8體積%以下。據認為藉此起因於粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子的磁特性劣化受到抑制，其結果，結晶鐵基合金粉末之整體中保磁力降低。

【0013】

關於鐵基合金粉末之磁特性改善，以往大粒徑的鐵基合金粒子受到注目，而幾乎不關注小粒徑的鐵基合金粒子。

本揭示之結晶鐵基合金粉末係關注小粒徑的鐵基合金粒子(具體而言，粒徑 $2\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子)而得以發現。

【0014】

如上述，本揭示之結晶鐵基合金粉末中保磁力降低。

本揭示之結晶鐵基合金粉末中，於施加磁場 40kA/m 時之保磁力宜為 190A/m 以下，更佳為 130A/m 以下，尤佳為 60A/m 以下，又更佳為 40A/m 以下。

於施加磁場 40kA/m 時之保磁力的下限並無特別限制，考量本揭示之結晶鐵基合金粉末之製造適性的觀點，下限可為 5A/m ，也可為 10A/m 。

此外，施加磁場 40kA/m 相當於施加磁場 500Oe 。

【0015】

<奈米結晶粒>

本揭示之結晶鐵基合金粉末，係由組織內含有平均粒徑 30nm 以下之奈米結晶粒的鐵基合金粒子構成。

此處所稱「組織」，意指鐵基合金粒子之組織。

藉由奈米結晶粒之平均粒徑為 30nm 以下，會發揮使結晶鐵基合金粉末之保磁力降低的效果。

另一方面，奈米結晶粒之平均粒徑宜為 5nm 以上。奈米結晶粒之平均粒徑為 5nm 以上時，可進一步改善結晶鐵基合金粉末之磁特性。

【0016】

本說明書中，結晶鐵基合金粉末由組織內含有平均粒徑 30nm 以下之奈米結晶粒的鐵基合金粒子構成，意指依據下列方法求得之奈米結晶粒之平均粒徑為 30nm 以下。

奈米結晶粒具有微細結晶結構，據認為一個奈米結晶粒為單結晶。因此，本說明書中，將結晶粒之大小作為奈米結晶粒之平均粒徑處理。

具體而言，首先，將本揭示之結晶鐵基合金粉末進行壓粉，製作具有平坦面之X射線繞射用試樣。針對製得之X射線繞射用試樣的平坦面，進行粉末X射線繞射，得到X射線繞射光譜。

就粉末X射線繞射而言，係使用Cu-K α 線源之X射線繞射裝置(例如，Rigaku製RINT2000)，以0.02deg/step及2step/sec之條件在 2θ 為20~60°C之範圍內進行。

使用獲得之X射線繞射光譜中的bccFe-Si[繞射面(110)]之峰部，依以下所示之謝樂(Scherrer)公式求出結晶粒之大小D。

將獲得之結晶粒之大小D定義為奈米結晶粒之平均粒徑。

【0017】

$$D=(K \cdot \lambda)/(\beta \cos \theta) \quad \dots \quad \text{謝樂公式}$$

D表示結晶粒之大小，K表示謝樂常數，具體而言為0.9， λ 表示X射線之波長， β 表示繞射面(110)之峰部的半高寬， θ 表示布拉格角(Bragg angle：繞射角 2θ 的一半)。

【0018】

在後述實施例中，就所有試樣而言，X射線繞射光譜中之繞射強度最大的主峰均在 $2\theta=45^\circ$ 附近，且為bccFe-Si[繞射面(110)]之峰部。

【0019】

構成本揭示之結晶鐵基合金粉末之鐵基合金粒子，其組織內之結晶相的含有率宜為30體積%以上。此處所稱結晶相的概念包括前述奈米結晶粒。

鐵基合金粒子之組織內之結晶相的含有率為30體積%以上時，可進一步減少結晶鐵基合金粉末之磁致伸縮。鐵基合金粒子之組織內之結晶相的含有率更佳為50體積%以上。

鐵基合金粒子之組織內之結晶相的含有率的上限並無特別限制。磁致伸縮有時也會受到結晶相與非晶質相之平衡的影響。考慮此點的話，合金組織中之結晶相的含有率的上限例如可為95體積%，也可為90體積%以下。

【0020】

奈米結晶粒宜含有bccFe-Si。

奈米結晶粒也可更含有FeB系化合物。

【0021】

鐵基合金粒子之組織內之結晶相的含有率(CP)，可根據利用前述粉末X射線繞射獲致之X射線繞射光譜中來自非晶質相之寬廣的繞射圖案之面積(AA)及來自結晶相之繞射強度最大的主峰之面積(AC)，依下式算出。

$$\text{含有率(CP)(體積\%)} = \text{AC} / (\text{AC} + \text{AA}) \times 100$$

【0022】

<d50>

本揭示之結晶鐵基合金粉末，利用雷射繞射法求得的代表粒徑與從小粒徑側起之累積頻率之關係的累積分布曲線中，對應於累積頻率50體積%之粒徑即d50為3.5μm以上35.0μm以下。

d50為3.5μm以上的話，在使用本揭示之結晶鐵基合金粉末製得的磁心(例如，壓粉磁心、金屬複合磁芯等)中，可改善鐵基合金粒子之佔積率，藉此，可改善上述磁心之飽和磁通密度及磁導率。結晶鐵基合金粉末之d50宜為超過5.0μm，更佳為8.0μm以上。

d50為35.0μm以下的話，使用本揭示之結晶鐵基合金粉末製得的磁心中，可減低渦電流損失。藉此，可減低於例如500kHz以上之高頻條件使用上述磁心時的磁心損失。結晶鐵基合金粉末之d50宜為28.0μm以下，更佳為19.0μm以下。

【0023】

本說明書中，結晶鐵基合金粉末之d50，係利用雷射繞射法求得的代表粒徑與從小粒徑側起之累積頻率之關係的累積分布曲線中，對應於累積頻率50體積%之粒徑。

亦即，結晶鐵基合金粉末之d50，係利用雷射繞射法求得的鐵基合金粒子之體積基準的中值粒徑。

以下，例示結晶鐵基合金粉末之d50的測定方法之一例。

針對本揭示之結晶鐵基合金粉末之整體，利用雷射繞射法求出顯示粒徑(μm)與從小粒徑側起之累積頻率(體積%)之關係的累積分布曲線。就裝置而言，例如使用雷射繞射散射式粒度分布測定裝置(例如，堀場製作所製LA-920)。

讀取獲得之累積分布曲線中對應於累積頻率50體積%之粒徑，將該粒徑定義為結晶鐵基合金粉末之d50。

【0024】

$\langle (d90-d10)/d50 \rangle$

本揭示之結晶鐵基合金粉末，在上述累積分布曲線中，將對應於累積頻率10體積%之粒徑定義為d10，對應於累積頻率90體積%之粒徑定義為d90時， $(d90-d10)/d50$ 宜為1.00以上4.00以下。

$(d90-d10)/d50$ 的數值越小，意指粒徑變異越小。

$(d90-d10)/d50$ 為1.00以上時，在使用結晶鐵基合金粉末製得的磁心(例如，壓粉磁心、金屬複合磁芯等)中，鐵基合金粒子之佔積率更為改善。

$(d90-d10)/d50$ 為4.00以下時，粒徑相對較大的粒子在結晶鐵基合金粉末中所佔的比例減小，其結果，容易獲得所期望之磁特性。若針對此點詳述，在後述熱處理前之非晶質鐵基合金粒子中，粒徑相對較大的粒子在其組織內容易形成粗大的結晶相。即使對如此之粒子施以熱處理，亦不易在組織中獲得奈米結晶粒之結晶相，有時會有無法獲得所期望之磁特性的情況。關於此點，當 $(d90-d10)/$

d50為4.00以下時，粒徑相對較大的粒子在結晶鐵基合金粉末中所佔的比例減小，故容易獲得所期望之磁特性。

此處，關於d50之意義如前述。

d10，意指利用雷射繞射法求得的代表粒徑與從小粒徑側起之累積頻率之關係的累積分布曲線中對應於累積頻率10體積%之粒徑。

d90，意指上述累積分布曲線中對應於累積頻率90體積%之粒徑。

就d10及d90的測定方法之一例，係分別讀取對應於累積頻率10體積%之粒徑及對應於累積頻率90體積%之粒徑，除此以外，與d50的測定方法之一例同樣。

【0025】

<粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子的比例>

本揭示之結晶鐵基合金粉末中，利用雷射繞射法求得的粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子在鐵基合金粒子之整體中所佔的比例(以下，亦簡稱為「粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子的比例」)為0體積%以上8體積%以下。

藉此，結晶鐵基合金粉末之保磁力降低。

【0026】

粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子的比例宜為0體積%以上7體積%以下。

藉此，鐵基合金粉末之保磁力更為降低。因此，容易達成例如於施加磁場40kA/m時之保磁力為130A/m以下。

【0027】

本說明書中，粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子在鐵基合金粒子之整體中所佔的比例(體積%)，意指利用雷射繞射法求得的值。

以下，例示利用雷射繞射法所為之粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子之比例(體積%)的測定方法之一例。

針對本揭示之結晶鐵基合金粉末之整體，與d50的測定方法之一例同樣進行，求出累積分布曲線。

讀取獲得之累積分布曲線中對應於粒徑 $2\mu\text{m}$ 之累積頻率，將該累積頻率定義為粒徑 $2\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子在鐵基合金粒子之整體中所佔的比例。

【0028】

<粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子的比例>

本揭示之結晶鐵基合金粉末中，利用雷射繞射法求得的粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子在鐵基合金粒子之整體中所佔的比例(以下，亦簡稱為「粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子的比例」)宜為0體積%以上8體積%以下，更佳為0體積%以上5體積%以下。藉此，結晶鐵基合金粉末之保磁力更為降低。

【0029】

本說明書中，粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子在鐵基合金粒子之整體中所佔的比例(體積%)，意指利用雷射繞射法求得的值。

就利用雷射繞射法所為之粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子之比例(體積%)的測定方法之一例，係讀取累積分布曲線中對應於粒徑 $5\mu\text{m}$ 之累積頻率，除此以外，與前述利用雷射繞射法所為之粒徑 $2\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子之比例(體積%)的測定方法之一例同樣。

【0030】

本揭示之結晶鐵基合金粉末中，就d50與粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子的比例的較佳組合而言，可列舉d50為超過 $5.0\mu\text{m}$ 且在 $35.0\mu\text{m}$ 以下，且粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子之比例為0體積%以上8體積%以下的組合。

為該組合的話，可進一步降低結晶鐵基合金粉末之保磁力。因此，容易達成例如於施加磁場 40kA/m 時之保磁力為 60A/m 以下。

上述組合中，粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子的比例為0體積%以上5體積%以下更佳。此時，可進一步降低結晶鐵基合金粉末之保磁力，故容易達成例如於施加磁場 40kA/m 時之保磁力為 40A/m 以下。

【0031】

<鐵基合金>

本說明書中，鐵基合金意指含有Fe(鐵)作為主成分之合金。

此處，主成分係指含有比率(質量%)最高的成分。

鐵基合金中之Fe之含有比率宜為50質量%以上。

【0032】

就鐵基合金之組成而言，較佳為含有Cu(銅)、Si(矽)、及B(硼)、和Nb(鈮)及Mo(鉬)中之至少一者且剩餘部分含有Fe及雜質的組成。

該較佳組成可更含有Cr(鉻)等。

【0033】

就鐵基合金之組成而言，更佳為令Cu、Si、B、Nb、Mo、Cr、及Fe之總含量為100原子%時，Cu之含量為0.1原子%以上3.0原子%以下，Si之含量為13.0原子%以上16.0原子%以下，B之含量為7.0原子%以上且未達12.0原子%，Nb及Mo之合計含量為超過0原子%且在6.0原子%以下，Cr之含量為0原子%以上5.0原子%以下。

鐵基合金之組成為上述組成時，在結晶鐵基合金粒子中可進一步降低保磁力，可改善飽和磁化(例如，可使飽和磁化成為 110emu/g 以上)，並進一步降低磁致伸縮常數。

【0034】

以下，針對鐵基合金之組成中可含有的各元素、及該等元素之較佳含量進行說明。

以下所示之各元素之較佳含量(原子%)，係令Cu、Si、B、Nb、Mo、Cr、及Fe之總含量為100原子%時的原子%。

【0035】

Cu係貢獻於微細(具體而言，平均粒徑30nm以下之)奈米結晶粒之形成的元素。

Cu之含量宜為0.1原子%以上3.0原子%以下。

Cu之含量為0.1原子%以上時，可更有效地發揮上述效果。

Cu之含量為3.0原子%以下時，構成粉末之粒子的飽和磁通密度更為改善，又，構成粉末之粒子的脆化受到抑制。

【0036】

Cu之含量宜為1.5原子%以下，更佳為1.2原子%以下。

Cu之含量為1.5原子%以下時，使用非晶質鐵基合金粉末作為結晶鐵基合金粉末之原料，並使構成非晶質鐵基合金粉末之粒子的一部分組織奈米結晶化而獲得結晶鐵基合金粉末的情況，容易減小係原料之非晶質鐵基合金中之結晶相的比例。藉此，結晶鐵基合金粉末中可獲得更良好的軟磁特性。

【0037】

Si係具有促進鐵基合金之非晶質化的效果，且係固溶於Fe並貢獻於減小磁致伸縮及磁異向性的元素。

Si之含量宜為13.0原子%以上16.0原子%以下。

Si之含量為13.0原子%以上16.0原子%以下時，使用非晶質鐵基合金粉末作為原料時，容易利用例如後述粉化法來製造非晶質鐵基合金粉末。其結果，結晶鐵基合金粉末中可獲得更良好的軟磁特性。

【0038】

B具有促進鐵基合金之非晶質化的效果。

B之含量宜為7.0原子%以上且未達12.0原子%。

B之含量為7.0原子%以上時，使用非晶質鐵基合金粉末作為原料時，容易利用例如後述粉化法來製造非晶質鐵基合金粉末。其結果，結晶鐵基合金粉末中可獲得更良好的軟磁特性。

B之含量未達12.0原子%時，可確保係磁性元素之Fe之含量為更多，故結晶鐵基合金粉末中之飽和磁化更為改善。

【0039】

Nb及Mo之合計含量宜為超過0原子%且在6.0原子%以下。

Nb及Mo之合計含量為6.0原子%以下時，結晶鐵基合金粉末中之飽和磁化更為改善。考量該效果的觀點，Nb及Mo之合計含量更佳為未達4.0原子%，尤佳為3.5原子%以下。

Nb及Mo之合計含量為超過0原子%時，考量鐵基合金之非晶質化、及奈米結晶粒之粒徑之均勻性改善(及其所致之磁致伸縮及磁異向性的降低)係有利。考量該效果的觀點，Nb及Mo之合計含量更佳為0.1原子%以上，尤佳為0.5原子%以上。

尤其Mo之含量為超過0原子%時，考量鐵基合金之非晶質化係更有利。考量該效果的觀點，Mo之含量宜為超過0原子%，更佳為0.1原子%以上，尤佳為0.5原子%以上。又，Mo之含量宜未達4.0原子%，尤佳為3.5原子%以下。

【0040】

Cr之含量宜為0原子%以上5.0原子%以下。

Cr之含量為5.0原子%以下時，結晶鐵基合金粉末中之飽和磁化更為改善。

Cr之含量可為0原子%，亦可為超過0原子%。

Cr之含量為超過0原子%時，考量結晶鐵基合金粉末之耐腐蝕性改善、及結晶鐵基合金粉末之保磁力降低係有利。

【0041】

Fe係鐵基合金之主成分，為會對飽和磁化等磁特性產生影響的元素。

Fe之含量(原子%)係取決於與其他元素之含量的平衡而定。考量更為改善結晶鐵基合金粉末之飽和磁化的觀點，Fe之含量(原子%)宜為70原子%以上。

又，使用非晶質鐵基合金粉末作為結晶鐵基合金粉末之原料，並使構成非晶質鐵基合金粉末之粒子的一部分組織奈米結晶化而獲得結晶鐵基合金粉末時，Fe之含量宜未達79.9原子%。Fe之含量未達79.9原子%時，在作為原料之非晶質鐵基合金粉末中，可進一步減小非晶質鐵基合金中之結晶相的比例。藉此，結晶鐵基合金粉末中可獲得更良好的軟磁特性。

【0042】

就鐵基合金之組成，亦可含有C(碳)以替代B及/或Si之一部分。

就鐵基合金之組成，也可含有P(磷)以替代B之一部分。

【0043】

就鐵基合金之組成，可含有雜質。

雜質可列舉S(硫)、O(氧)、N(氮)等。

S之含量宜為200質量ppm以下。

O之含量宜為5000質量ppm以下。

N之含量宜為1000質量ppm以下。

【0044】

<鐵基合金粒子之形狀>

鐵基合金粒子之形狀宜為由曲面包圍而成的形狀。

粒子之形狀為由曲面包圍而成的形狀，意指該粒子係利用粉化法形成之粒子。

反觀藉由將條帶(薄帶)形態之鐵基合金進行粉碎加工而形成的粒子之形狀，不會是「由曲面包圍而成的形狀」。

【0045】

作為由曲面包圍而成的形狀，可列舉：球形、近似球形的形狀、淚滴型形狀、葫蘆型形狀等。

由鐵基合金構成之粒子，宜包含球形、或具有近似球形之形狀的粒子。

【0046】

鐵基合金粒子之形狀為由曲面包圍而成的形狀時(換言之，由鐵基合金構成之粒子為利用粉化法形成之粒子時)，可更有效地發揮因本揭示之粉末所獲致之效果。

粉化法之較佳態樣如後述。

【0047】

<氧化被膜>

鐵基合金粒子可於表層部含有氧化被膜。

鐵基合金粒子於表層部含有氧化被膜時，可更有效地發揮保磁力降低的效果。據認為其理由如下。

氧化被膜實質上為非磁性，或相較於鐵基合金磁性較差。

粒徑 $2\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子，相較於粒徑超過 $2\mu\text{m}$ 之鐵基合金粒子，前者氧化被膜所佔的體積比例較大。因此，鐵基合金粒子於表層部含有氧化被膜的態樣中，因粒徑 $2\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子(亦即，於表層部含有氧化被膜之鐵基合金粒子)所致之磁特性的劣化變得更加顯著。

故，據認為鐵基合金粒子於表層部含有氧化被膜的態樣中，因使粒徑 $2\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子(亦即，於表層部含有氧化被膜之鐵基合金粒子)的比例為0體積%以上8體積%以下所獲致之保磁力的降低幅度(亦即，改善幅度)變得更大。

【0048】

鐵基合金之組成為含有Cu、Si、B、和Nb及Mo中之至少一者且剩餘部分含有Fe及雜質的組成時，氧化被膜宜含有Fe、Si、Cu、及B。

【0049】

氧化被膜之厚度宜為2nm以上。

氧化被膜之厚度為2nm以上時，因使粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子(亦即，於表層部含有氧化被膜之鐵基合金粒子)的比例為0體積%以上8體積%以下所獲致之保磁力的降低幅度(亦即，改善幅度)變得更大。

氧化被膜之厚度為2nm以上時，考量鐵基合金粒子之防銹性改善、鐵基合金粒子彼此之絕緣性改善、鐵基合金粒子之氧化抑制等的觀點亦係有利。

氧化被膜之厚度的上限並無特別限制。考量使用本揭示之結晶鐵基合金粉末製造磁心時之成形性的觀點，氧化被膜之厚度的上限例如為50nm。

【0050】

<較佳用途>

以上所說明之本揭示之結晶鐵基合金粉末尤其適合作為磁心用之材料。

就磁心而言，可列舉壓粉磁心、金屬複合磁芯等。

【0051】

使用本揭示之結晶鐵基合金粉末獲得之磁心，可理想地使用於電感器、噪音濾波器、抗流線圈、變壓器、電抗器等。

【0052】

將本揭示之結晶鐵基合金粉末作為壓粉磁心用之材料時，例如係將本揭示之結晶鐵基合金粉末與黏結劑予以混合並使用。

黏結劑可列舉：環氧樹脂、不飽和聚酯樹脂、酚醛樹脂、二甲苯樹脂、苯二甲酸二烯丙酯樹脂、聚矽氧樹脂、聚醯胺醯亞胺、聚醯亞胺、水玻璃等，但並不限定於該等。

【0053】

就壓粉磁心而言，例如可利用下列方法製造。

藉由將本揭示之結晶鐵基合金粉末與黏結劑之混合物填充至成形模具內，並利用油壓壓製成形機等以約1~2GPa之成形壓力進行加壓，而獲得成形體。混合物可更含有硬脂酸鋅等潤滑劑。

藉由將獲得之成形體於例如200°C~未達結晶化溫度之溫度熱處理約1小時，以除去成形應變同時使黏結劑硬化，而得到壓粉磁心。

此時的熱處理環境可為鈍性環境，亦可為氧化環境。

獲得之壓粉磁心的形狀並無特別限制，可因應目的適當選擇。

壓粉磁心的形狀可列舉環形(例如，圓環形狀、矩形框形狀等)、棒形狀等。

【0054】

本揭示之結晶鐵基合金粉末與黏結劑之混合物中，黏結劑之含量相對於本揭示之結晶鐵基合金粉末與黏結劑之合計量，宜為1質量%~5質量%。

若為該範圍內，可更有效地發揮黏結劑的功能(例如，使鐵基合金粒子彼此黏接的作為黏接材之功能、使鐵基合金粒子間絕緣的功能、強度保持的功能等)。

【0055】

就金屬複合磁芯而言，例如可藉由將線圈埋設於本揭示之結晶鐵基合金粉末與黏結劑之混合物中並一體地成形而製造。

選擇熱塑性樹脂或熱硬化性樹脂作為黏結劑時，可利用射出成形等公知的成形方法輕易地製造密封有線圈之金屬複合磁芯。

【0056】

又，將本揭示之結晶鐵基合金粉末作為磁心用之材料使用時，可單獨使用本揭示之結晶鐵基合金粉末，也可與其他金屬粉末混合使用。

其他金屬粉末可列舉軟磁性粉末，具體而言，可列舉非晶質鐵基合金粉末、純Fe粉末、Fe-Si合金粉末、Fe-Si-Cr合金粉末等。

其他金屬粉末之d50相較於本揭示之結晶鐵基合金粉末之d50，可更小亦可更大也可為同等，可因應目的適當選擇。

【0057】

[結晶鐵基合金粉末之製造方法(製法A)]

以下，例示用以製造本揭示之結晶鐵基合金粉末的製造方法之一例(以下，稱為「製法A」)。

製法A係製造前述本揭示之結晶鐵基合金粉末的方法，包括下列步驟：

利用粉化法獲得由非晶質鐵基合金粒子構成之非晶質鐵基合金粉末；及

對於非晶質鐵基合金粉末，按照順序施以分級及熱處理，或按照順序施以熱處理及分級，以獲得上述結晶鐵基合金粉末。

製法A亦可視需要包括其他步驟。

【0058】

<獲得非晶質鐵基合金粉末之步驟>

製法A包括利用粉化法獲得由非晶質鐵基合金粒子構成之非晶質鐵基合金粉末的步驟。

就粉化法而言，係藉由將非晶質鐵基合金粉末之原料即熔融鐵基合金(以下，亦稱為「熔融原料」)進行粉碎而製成粉末狀，並將獲得之粉末狀熔融鐵基合金予以冷卻，而獲得由非晶質鐵基合金粒子構成之非晶質鐵基合金粉末的方法。

【0059】

依據粉化法，容易形成於表層部含有氧化被膜之非晶質鐵基合金粒子。於表層部含有氧化被膜之非晶質鐵基合金粒子，經由獲得結晶鐵基合金粉末之步驟(亦即，分級及熱處理)，而轉化成於表層部含有氧化被膜之結晶鐵基合金粒子。

故，依據製法A，容易製造由前述於表層部含有氧化被膜之態樣的結晶鐵基合金粒子構成之結晶鐵基合金粉末(亦即，更有效地發揮保磁力降低之效果的結晶鐵基合金粉末)。

【0060】

又，依據粉化法，可獲得具有由曲面包圍而成之形狀(例如，球形、近似球形的形狀、淚滴型形狀、葫蘆型形狀等)的非晶質鐵基合金粒子。具有由曲面包圍而成之形狀的非晶質鐵基合金粒子，經由獲得結晶鐵基合金粉末之步驟(亦即，分級及熱處理)，而轉化成前述具有由曲面包圍而成之形狀之態樣的結晶鐵基合金粒子。

【0061】

粉化法並無特別限制，可使用氣體粉化法、水粉化法、轉盤粉化法(disk atomization method)、高速旋轉水流粉化法、高速燃燒火焰粉化法等公知的方法。

就粉化法而言，考量容易獲得非晶質鐵基合金的觀點，宜為熔融原料之微粉化性能優異，且能以 10^3 °C/秒以上(更佳為 10^5 °C/秒以上)之速度冷卻的粉化法。

【0062】

就水粉化法而言，係藉由利用從噴嘴噴射出的高壓水使流下的熔融原料成為飛沫而製成粉末狀，且亦利用該高壓水來進行粉末狀之熔融原料的冷卻，而獲得非晶質鐵基合金粉末(以下，亦簡稱為「粉末」)的方法。

就氣體粉化法而言，係藉由利用從噴嘴噴射出的鈍性氣體將熔融原料製成粉末狀，並將已成為粉末狀之熔融原料予以冷卻，而得到粉末的方法。氣體粉

化法中之冷卻可列舉：利用高壓水所為之冷卻、利用設置於粉化裝置之下部的水槽所為之冷卻、使其掉落到流水中所為之冷卻等。

就高速旋轉水流粉化法而言，係使用內周面為圓筒面之冷卻容器，使冷卻液沿著內周面邊旋轉邊流下而呈層狀地形成冷卻液層，並使熔融原料掉落到冷卻液層，而使其粉末化、冷卻，以得到粉末的方法。

就高速燃燒火焰粉化法而言，係藉由利用高速燃燒器將火焰以超音速或接近音速之速度並以火焰噴射(flame jet)的形式噴射出，而將熔融原料製成粉末狀，並藉由利用以水等作為冷卻介質之快速冷卻機構使已成為粉末狀之熔融原料冷卻，而得到粉末的方法。關於高速燃燒火焰粉化法，例如可參照日本特開2014-136807號。

【0063】

考量冷卻效率優異，可相對較容易地獲得非晶質鐵基合金的觀點，粉化法宜為轉盤粉化法、高速旋轉水流粉化法、或高速燃燒火焰粉化法。

又，使用水粉化法或氣體粉化法時，宜使用超過50MPa的高壓水。

【0064】

本步驟中獲得之非晶質鐵基合金粒子(亦即，非晶質鐵基合金粉末)，除含有非晶質相以外，也可含有結晶相。

獲得結晶鐵基合金粉末之步驟(亦即，分級及熱處理)中，考量獲得具有更加優異之磁特性的結晶鐵基合金粉末的觀點，非晶質鐵基合金粒子中之結晶相的含有率宜為2體積%以下，更佳為1體積%以下，特佳為實質上0體積%。

非晶質鐵基合金粒子中之結晶相之含有率的測定方法，係與前述結晶鐵基合金粒子之組織內之結晶相之含有率的測定方法同樣。

【0065】

構成非晶質鐵基合金粒子之非晶質鐵基合金之組成的較佳態樣、及熔融原料之組成的較佳態樣，係分別與前述構成結晶鐵基合金粒子之鐵基合金之組成的較佳態樣同樣。

此外，製法A中之各步驟的操作幾乎不會影響鐵基合金之組成。

故，構成利用製法A獲得之結晶鐵基合金粒子(亦即，結晶鐵基合金粉末)之鐵基合金的組成，可視為與熔融原料之組成、及非晶質鐵基合金之組成實質上相同。

【0066】

<獲得結晶鐵基合金粉末之步驟>

製法A包括藉由對於非晶質鐵基合金粉末按照順序施以分級及熱處理，或按照順序施以熱處理及分級，以獲得結晶鐵基合金粉末的步驟。

本步驟中，藉由熱處理，使構成非晶質鐵基合金粉末之非晶質鐵基合金粒子之組織內形成前述平均粒徑30nm以下之奈米結晶粒，而獲得結晶鐵基合金粉末。

另外，在本步驟中，藉由分級，而獲得具有前述範圍之d50及前述範圍之粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子之比例的結晶鐵基合金粉末。

【0067】

本步驟中，分級可在熱處理之前實施，亦可在熱處理之後實施。於熱處理之前進行分級時，在熱處理之後也可進行分級(亦即，可按照順序施以分級、熱處理、及分級)。

考量更加效率良好地獲得具有前述範圍之d50及前述範圍之粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子之比例的結晶鐵基合金粉末的觀點，宜在熱處理之前進行分級。亦即，本步驟之較佳態樣，係對於非晶質鐵基合金粉末按照順序施以分級及熱處理的態樣。

此外，熱處理幾乎不會影響d50、及粒徑2 μm 以下之鐵基合金粒子的比例。

故，對於非晶質鐵基合金粉末按照順序施以分級及熱處理的態樣中，熱處理後之粉末即結晶鐵基合金粉末中之d50、及粒徑2 μm 以下之鐵基合金粒子的比例，可分別視為與分級後且熱處理前之粉末(非晶質鐵基合金粉末)中之d50、及粒徑2 μm 以下之鐵基合金粒子的比例相同。關於粒徑5 μm 以下之鐵基合金粒子的比例亦同樣。

【0068】

(分級)

分級的條件可適當調整成使分級後之粒子之d50、及粒徑2 μm 以下之粒子的比例分別成為前述範圍的條件。

此處，就分級後之粒子而言，在按照順序施以分級及熱處理的情況，意指非晶質鐵基合金，在按照順序施以熱處理及分級的情況，意指結晶鐵基合金(以下同樣)。

分級的方法可列舉使用篩實施的方法、使用分級裝置實施的方法、將該等組合的方法等。

就分級裝置而言，例如可列舉離心力型氣流式分級機、電磁式篩振動器等公知的分級裝置。

離心力型氣流式分級機中，例如藉由調整分級轉子(classifying rotor)之轉速及風量來調整d50、粒徑2 μm 以下之粒子的比例等。

電磁式篩振動器中，例如藉由適當選擇篩的網目來調整d50、粒徑2 μm 以下之粒子的比例等。

【0069】

使用離心力型氣流式分級機的粉末分級中，係分級之對象的粉末受到因高速旋轉之分級轉子形成的渦流所致之離心力、與從外部的吹風器供給予之氣流

的阻力。藉此，上述粉末分為離心力顯著作用的大粒子之群、與阻力顯著作用的小粒子之群。

離心力可藉由改變分級轉子之轉速來調整，阻力可藉由改變來自吹風器之風量而輕易地調整。藉由調整離心力與阻力之平衡，可將上述粉末分級為預定的粒度。

將上述小粒子之群回收時，係從上述粉末除去大粒子之群。以下，亦將該態樣之分級稱為「過切(overcut)」。

將上述大粒子之群回收時，係從上述粉末除去小粒子之群。以下，亦將該態樣之分級稱為「底切(undercut)」。

【0070】

分級宜包括使用篩實施的第1分級、及在第1分級後使用離心力型氣流式分級機實施的第2分級。

該態樣中之第2分級宜包括過切，包括過切及底切之兩者更佳，包括按照順序實施過切及底切的操作尤佳。

【0071】

第1分級中之篩的孔目可適當選擇。

就孔目而言，考量進一步減少第1分級所需時間的觀點，例如為90 μm 以上，宜為150 μm 以上，尤佳為212 μm 以上。

就孔目的上限而言，考量進一步減小施於第2分級使用之裝置的負荷的觀點，例如為300 μm ，宜為250 μm 。

本說明書中所稱孔目，意指JIS Z8801-1所規定的公稱孔目。

第2分級中，離心力型氣流式分級機的分級轉子之轉速，例如為500rpm(revolution per minute)以上，宜為1000rpm以上。分級轉子之轉速的上限亦取決於離心

力型氣流式分級機的性能，但轉速越大則粉末中之小徑的粒子越多，故例如為5000rpm，宜為4000rpm，尤佳為3000rpm。

第2分級中，供給至離心力型氣流式分級機的粉末之供給速度，例如為0.5kg/h以上，宜為1kg/h以上，尤佳為2kg/h以上。粉末之供給速度的上限取決於離心力型氣流式分級機的分級處理能力。

第2分級中，離心力型氣流式分級機中之氣流的風量，例如為0.5m³/s以上，宜為1.0m³/s以上，尤佳為2.0m³/s以上。氣流的風量的上限取決於離心力型氣流式分級機之吹風器的能力。

【0072】

(熱處理)

熱處理之條件可適當調整成使利用熱處理獲得之結晶鐵基合金粒子中之奈米結晶粒之平均粒徑成為30nm以下的條件。

就熱處理而言，例如可使用批次式電氣爐、網帶式連續電氣爐等公知的加熱爐實施。

【0073】

熱處理條件的調整，例如可藉由調整升溫速度、最高到達溫度(保持溫度)、於最高到達溫度之保持時間等來進行。

升溫速度例如為1°C/h~200°C/h，宜為3°C/h~100°C/h。

最高到達溫度(保持溫度)亦取決於非晶質鐵基合金之結晶化溫度，例如為450°C~560°C，宜為470°C~520°C。

於最高到達溫度之保持時間例如為1分鐘~3小時，宜為30分鐘~2小時。

【0074】

非晶質鐵基合金之結晶化溫度，可藉由使用差示掃描熱量分析裝置(DSC：Differential Scanning Calorimeter)，於室溫(RT)至600°C之溫度範圍內以600°C/h之升溫速度進行熱分析來求得。

【0075】

進行熱處理之環境並無特別限制。

進行熱處理之環境可列舉大氣環境、鈍性氣體(氮氣、氬氣等)環境、真空環境等。

【0076】

將利用熱處理獲得之結晶鐵基合金粉末冷卻的方法並無特別限制。

冷卻的方法可列舉爐冷、空冷等。

又，也可對利用熱處理獲得之結晶鐵基合金粉末噴吹鈍性氣體而強制地冷卻。

[實施例]

【0077】

以下，例示本揭示之實施例，但本揭示並不限定於下列實施例。

【0078】

[試樣No.1~20]

<鑄錠的製作>

稱量Fe、Cu、Si、B、Nb、Mo、及Cr，放入氧化鋁坩堝中並配置於高頻感應加熱裝置之真空腔室內，將真空腔室內抽真空。然後，於減壓狀態在鈍性環境(Ar)中，利用高頻感應加熱使各原料熔解，然後進行冷卻，藉此，得到具有下列合金組成A~E之鑄錠。

各鑄錠之組成係利用ICP發光分析法進行分析。

(合金組成)

A : $\text{Fe}_{70.5}\text{Cu}_{1.0}\text{Si}_{13.5}\text{B}_{11.0}\text{Nb}_{3.0}\text{Cr}_{1.0}$

B : $\text{Fe}_{74.4}\text{Cu}_{1.0}\text{Si}_{13.5}\text{B}_{7.6}\text{Nb}_{2.5}\text{Cr}_{1.0}$

C : $\text{Fe}_{72.5}\text{Cu}_{1.0}\text{Si}_{13.5}\text{B}_{9.0}\text{Mo}_{3.0}\text{Cr}_{1.0}$

D : $\text{Fe}_{72.5}\text{Cu}_{1.0}\text{Si}_{13.5}\text{B}_{11.0}\text{Mo}_{1.0}\text{Cr}_{1.0}$

E : $\text{Fe}_{72.5}\text{Cu}_{1.0}\text{Si}_{13.5}\text{B}_{9.0}\text{Nb}_{3.0}\text{Cr}_{1.0}$

【0079】

此外，其後之步驟的操作幾乎不會影響鐵基合金之組成。

故，可認為鑄錠之組成即使在最終獲得之結晶鐵基合金粉末中亦得到維持。

【0080】

<非晶質鐵基合金粉末之製造>

將鑄錠於1300~1700℃進行再熔解，利用水粉化法使獲得之熔融合金粉末化，藉此，得到由非晶質鐵基合金粒子構成之非晶質鐵基合金粉末。

水粉化法中，噴霧介質即水的溫度設定為20℃，上述水的噴射壓設定為100 MPa。

【0081】

<分級>

將上述獲得之非晶質鐵基合金粉末(分級前之非晶質鐵基合金粉末)如下述般進行分級，得到表1中之各試樣。

表1中，標有「*」之試樣編號(No.)的試樣為比較例，沒有「*」之試樣編號(No.)的試樣為實施例。

試樣No.1、*4、及9係僅實施了下列第1分級的試樣。

試樣No.*2、*3、5~*8、及10~*20，係按照順序實施了下列第1分級及下列第2分級的試樣。

此外，試樣No.10及No.14~17係相同的非晶質鐵基合金粉末。

【0082】

(使用篩之分級(第1分級))

首先，作為全部試樣所共通的第1分級，係藉由使上述獲得之分級前之非晶質鐵基合金粉末通過孔目250 μm 之篩，而從非晶質鐵基合金粉末除去粗大的粒子群。

【0083】

將第1分級後之非晶質鐵基合金粉末與樹脂予以混合，並使獲得之混合物硬化。藉由對於獲得之硬化物施以拋光及離子研磨，而形成平滑面。利用穿透式電子顯微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)以50萬倍觀察獲得之平滑面中之存在有非晶質鐵基合金粒子的部位，且進行組成映射(composition mapping)。

其結果，在所有試樣中之非晶質鐵基合金粒子中，均確認到於粒子之表層部存在厚度2nm以上30nm以下之氧化被膜。

又，利用歐傑電子分光法(日本電子製JAMP-7830F)進行氧化被膜的鑑別，結果所有試樣中之氧化被膜均含有Fe、Si、Cu、及B。

【0084】

(利用離心力型氣流式分級機所為之分級(第2分級))

試樣No.*2、*3、5~*8、及10~*20中，使用離心力型氣流式分級機(日清工程製TC-15)，對第1分級後之非晶質鐵基合金粉末實施第2分級。

詳細而言，如表1所示般調整吹風器之風量、分級轉子之轉速、及粉末供給速度，並利用過切態樣之第2分級，從第1分級後之非晶質鐵基合金粉末除去大粒子之群。

【0085】

<各種測定>

針對各試樣，利用前述方法求出d10、d50、d90、(d90-d10)/d50、粒徑2μm以下之粒子的比例(體積%)、及粒徑5μm以下之粒子的比例(體積%)。

又，針對各試樣，以前述「粒子之組織內之結晶相的含有率」之測定方法中所示的條件，測定利用粉末X射線繞射所為之X射線繞射光譜。X射線繞射光譜中，存在來自結晶相之繞射峰部時判斷為「有」結晶相，不存在來自結晶相之繞射峰部時，判斷為「無」結晶相。

以上之結果顯示於表1。

【0086】

【表1】

No.	組成(原子%)								Fe基金 中之結晶 相の有無	分級(過切)			粒徑2μm 以下之 粒子之 比例 (體積%)	粒徑5μm 以下之 粒子之 比例 (體積%)	粒度(μm)			(d90-d10)/d50
	Fe	Cu	Si	B	Nb	Mo	Cr	風量 (m³/s)		轉子轉速 (rpm)	粉末供給 速度 (kg/h)	d10			d50	d90		
1	A	70.5	1.0	13.5	11.0	3.0	0.0	1.0	無	通過孔目250μm之篩			0.97	7.55	5.7	17.7	42.5	2.07
*2	B	74.4	1.0	13.5	7.6	2.5	0.0	1.0	無	2.5	4000	3	13.53	84.83	1.8	3.3	5.6	1.15
*3									無	2.5	5000	3	21.51	86.86	1.5	2.9	5.5	1.37
*4									無	通過孔目250μm之篩			0.65	10.33	4.9	13.3	35.6	2.31
5	C	72.5	1.0	13.5	9.0	0.0	3.0	1.0	無	2.5	2000	3	2.28	19.96	3.6	9.1	23.9	2.22
6									無	2.5	3000	3	7.22	55.66	2.3	4.7	8.6	1.35
*7									無	2.5	4000	3	14.41	78.94	1.8	3.4	6.3	1.32
*8	D	72.5	1.0	13.5	11.0	0.0	1.0	1.0	無	2.5	1000	3	1.41	11.29	4.7	16.6	60.7	3.37
9									無	通過孔目250μm之篩			2.01	12.14	4.5	16.9	65.4	3.61
10									無	2.5	1000	3	1.41	11.29	4.7	16.6	60.7	3.37
11									無	2.5	2000	3	3.01	21.67	3.4	8.9	21.0	1.99
12									無	2.5	3000	3	7.35	52.91	2.3	4.8	10.6	1.75
*13									無	2.5	4000	3	18.85	81.78	1.6	3.2	6.1	1.44
14									無	2.5	1000	3	1.41	11.29	4.7	16.6	60.7	3.37
15									無	2.5	1000	3	1.41	11.29	4.7	16.6	60.7	3.37
16									無	2.5	1000	3	1.41	11.29	4.7	16.6	60.7	3.37
17									無	2.5	1000	3	1.41	11.29	4.7	16.6	60.7	3.37
18	E	72.5	1.0	13.5	9.0	3.0	0.0	1.0	無	2.5	2000	3	1.44	18.00	3.9	9.3	21.9	1.94
19									無	2.5	3000	3	4.92	45.58	2.6	5.3	12.7	1.91
*20									無	2.5	4000	3	12.81	82.68	1.8	3.4	5.8	1.16

【0087】

又，使用掃描型顯微鏡(SEM：Scanning Electron Microscope，日立製作所製S-4700)，以100~5000倍觀察分級後之各試樣(亦即，經分級後的非晶質鐵基合金粒子)。

其結果，各試樣中之各粒子的形狀係由曲面包圍而成的形狀。詳細而言，所有試樣均含有球形的粒子、近似球形之形狀的粒子、淚滴型形狀的粒子、及葫蘆型形狀的粒子。

【0088】

使用差示掃描熱量分析裝置(Rigaku製DSC8270)，將分級後之各試樣(亦即，經分級後的非晶質鐵基合金粒子)以10°C/分鐘之速度升溫，得到DSC曲線。

從獲得之DSC曲線求出各試樣之結晶化溫度。

結果顯示於表2。

【0089】

此外，下列熱處理幾乎不會影響粒子之粒度分布。

故，可認為分級後之各試樣的粒度分布(詳細而言，d10、d50、d90、粒徑2 μ m以下之粒子的比例、及粒徑5 μ m以下之粒子的比例)即使在熱處理後之各試樣中亦得到維持。

【0090】

<熱處理>

使用電熱處理爐，對分級後之各試樣(惟，試樣No.*8除外)實施表2所示之條件(升溫速度、保持溫度KT、保持時間、環境、及氧氣濃度)的熱處理。就該熱處理而言，係將10g各試樣(惟，試樣No.*8除外)放入氧化鋁製的坩堝中，並於將該坩堝放入電熱處理爐之狀態進行。

此處，保持溫度KT意指熱處理中之最高到達溫度，保持時間意指於最高到達溫度(亦即，保持溫度KT)保持的時間。

於N₂環境下之熱處理，係邊將N₂氣導入至電熱處理爐內邊進行。

氧氣濃度意指熱處理之環境中之氧氣濃度(體積%)。氧氣濃度係利用配置於電熱處理爐內之氧氣濃度計進行測定。

N₂環境中之氧氣濃度係藉由調整導入至電熱處理爐內之N₂氣流量來調整。

熱處理後(詳細而言，保持時間後)，停止於電熱處理爐之加熱，將各試樣(惟，試樣No.*8除外)進行爐冷。

【0091】

藉由上述熱處理，就熱處理後之試樣而言得到結晶鐵基合金粉末。

未對分級後之試樣No.*8(亦即，非晶質鐵基合金粉末)實施上述熱處理。

【0092】

<奈米結晶粒之平均粒徑的測定>

針對各熱處理後之試樣(惟，試樣No.*8除外)，利用前述方法測定粒子之組織內所含的奈米結晶粒之平均粒徑(nm)。

結果顯示於表2。

【0093】

又，針對各熱處理後之試樣，利用前述方法測定鐵基合金粒子之組織內之結晶相的含有率。

其結果，所有試樣中鐵基合金粒子之組織內之結晶相的含有率均為50~80體積%之範圍。

【0094】

<飽和磁化及保磁力的測定>

針對熱處理後之各試樣，分別實施磁測定並得到磁滯曲線(hysteresis loop)，從獲得之磁滯曲線分別求出於施加磁場800kA/m時之飽和磁化(emu/g)、及於施加磁場40kA/m時之保磁力(A/m)。

磁測定係使用VSM(Vibrating Sample Magnetometer(振動試樣型磁力計)，東英工業製VSM-5)實施。

結果顯示於表2。

【0095】

【表2】

No.	組成	熱處理			結晶化溫度 (°C)	環境氣體	氧氣濃度 (體積%)	保磁力 (A/m)	飽和磁化 (emu/g)	奈米結晶粒之平均粒徑 (nm)
		升溫速度 (°C/hr)	保持溫度 KT(°C)	保持時間 (hr)						
1	A	100(RT~KT)	550	1	540	N ₂	0.005	55	116	12
*2	B	100(RT~KT)	500	1	500	N ₂	0.005	331	130	22
*3								457	129	23
*4								1274	128	42
5	C	100(RT~KT)	500	1	500	N ₂	0.005	89	125	15
6								158	124	14
*7								262	124	15
*8	D	無	無	無	500	無	無	318	137	非晶質
9		100(RT~KT)	490	1	500	N ₂	0.005	116	135	22
10								81	135	23
11								95	135	21
12								185	134	21
*13								278	133	21
14		100(RT~KT)	490	1	500	N ₂	0.3	86	135	23
15		100(RT~KT)	490	1	500	大氣	20.4	86	135	23
16			510	1	500	大氣	20.4	71	133	25
17		100(RT~390°C) 20(390°C~KT)	490	1	500	N ₂	0.005	82	135	25
18	E	100(RT~KT)	520	1	520	N ₂	0.005	106	124	11
19								129	125	10
*20								248	125	11

【0096】

[試樣No.21~25]

將利用水粉化法所為之熔融合金的粉末化變更為利用高速燃燒火焰粉化法所為之熔融合金的粉末化，且調整分級條件，除此以外，利用與分級後且熱處理前之試樣No.1同樣的方法，得到分級後且熱處理前之試樣No.21~25。

高速燃燒火焰粉化法中，將從噴射手段噴射出之火焰噴射的溫度設定為1300℃，係原料之熔融合金的垂下速度設定為5kg/min。使用水作為冷卻介質，將該冷卻介質(水)利用冷卻手段製成液體霧氣並噴射出。熔融合金的冷卻速度係藉由使水的噴射量成為4.5公升/min~7.5公升/min來調整。

【0097】

<分級>

試樣No.21~25中之分級條件如下。

【0098】

(使用篩之分級(第1分級))

與試樣No.1同樣，使分級前之非晶質鐵基合金粉末通過孔目 $250\mu\text{m}$ 之篩，藉此從非晶質鐵基合金粉末除去粗大的粒子群。

【0099】

(利用離心力型氣流式分級機所為之分級(第2分級))

試樣No.21、22、24、及25中，對於第1分級後之非晶質鐵基合金粉末，使用離心力型氣流式分級機(日清工程製TC-15)，按照順序實施表3所示之條件的第2分級(過切)及表3所示之條件的第2分級(底切)。亦即，對於第1分級後之非晶質鐵基合金粉末，首先藉由實施第2分級(過切)以除去大粒子之群，然後藉由對於已施以第2分級(過切)之非晶質鐵基合金粉末實施第2分級(底切)，以除去小粒子之群。

試樣No.23中，對於第1分級後之非晶質鐵基合金粉末，使用離心力型氣流式分級機(日清工程製TC-15)，僅實施表3所示之條件的第2分級(過切)(亦即，未實施第2分級(底切))。

【0100】

<各種測定>

利用前述方法測定各分級後且熱處理前之試樣No.21~25中的 d_{10} 、 d_{50} 、 d_{90} 、 $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$ 、粒徑 $2\mu\text{m}$ 以下之粒子的比例(體積%)、及粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之粒子的比例(體積%)。

結果顯示於表3。

【0101】

<熱處理>

藉由對於分級後且熱處理前之試樣No.21，實施與針對試樣No.1之熱處理同樣條件的熱處理，得到熱處理後之試樣No.21。

針對熱處理後之試樣No.21，利用與針對熱處理後之試樣No.1之測定方法同樣的測定方法，分別進行奈米結晶粒之平均粒徑的測定、和飽和磁化及保磁力的測定。

結果顯示於表4。

【0102】

又，對於分級後且熱處理前之試樣No.22~25，如表4所示般變更保持溫度，除此以外，實施與針對分級後且熱處理前之試樣No.21之操作(熱處理及各測定)同樣的操作。

結果顯示於表4。

【0103】

【表3】

No.	組成	Fe基金金中之結晶相的有無	第2分級(過切)			第2分級(底切)			粒徑2μm以下之粒子的比例(體積%)	粒徑5μm以下之粒子的比例(體積%)	粒度(μm)			(d90-d10)/d50
			風量(m³/s)	轉子轉速(rpm)	粉末供給速度(kg/h)	風量(m³/s)	轉子轉速(rpm)	粉末供給速度(kg/h)			d10	d50	d90	
21	A	無	2.5	1000	3	2.5	2800	3	0.00	0.85	8.7	19.6	38.2	1.50
22		無	2.8	1000	3	2.8	2000	3	0.00	0.00	16.4	26.1	44.0	1.06
23		無	2.5	3000	3	-	-	-	6.84	72.05	2.2	4.0	6.5	1.08
24		無	2.8	2000	3	2.5	3000	3	0.00	2.44	6.4	10.1	17.8	1.12
25		無	2.8	1000	3	2.5	2000	3	0.00	0.00	15.8	26.0	44.6	1.11

【0104】

【表4】

No.	組成	熱處理			結晶化溫度 (℃)	環境氣體	氧氣濃度 (體積%)	保磁力 (A/m)	飽和磁化 (emu/g)	奈米結晶粒 之平均粒徑 (nm)
		升溫速度 (℃/hr)	保持溫度 KT(℃)	保持時間 (hr)						
21	A	100 (RT~KT)	550	1	540	N ₂	0.005	35	120	12
22			530					10	117	13
23								105	117	14
24								18	117	13
25								14	117	14

【0105】

如表1~4所示，係由組織內含有平均粒徑30nm以下之奈米結晶粒的鐵基合金粒子構成，d50為3.5μm以上35.0μm以下，且粒徑2μm以下之粒子之比例為0體積%以上8體積%以下之結晶鐵基合金粉末的實施例之熱處理後之各試樣(詳細而

言，試樣No.1、5、6、9~12、14~19、及21~25)中，保磁力降低。更詳細而言，實施例之熱處理後之各試樣中，於施加磁場40kA/m時之保磁力為190A/m以下。

反觀奈米結晶粒之平均粒徑超過30nm之試樣No.*4中，保磁力增大(參照表2)。

又，粒徑2 μ m以下之粒子之比例超過8體積%的試樣No.*2、*3、*7、*13、及*20中，保磁力亦增大(參照表2)。

又，係非晶質鐵基合金粉末的試樣No.*8中，保磁力亦增大(參照表2)。

【0106】

粒徑2 μ m以下之粒子之比例為0體積%以上7體積%以下的試樣No.1、5、9~11、14~19、及21~25中，保磁力進一步降低。具體而言，該等試樣中，保磁力為130A/m以下。

【0107】

d50為超過5.0 μ m且在35.0 μ m以下，且粒徑5 μ m以下之粒子之比例為0體積%以上8體積%以下的試樣No.1、21、22、24、及25中，保磁力進一步降低。具體而言，該等試樣中，保磁力為60A/m以下。

該等試樣中，粒徑5 μ m以下之粒子之比例為0體積%以上5體積%以下的試樣No.21、22、24、及25中，保磁力更進一步降低。具體而言，該等試樣中，保磁力為40A/m以下。

【0108】

又，合金組成及粒徑係同等，而熱處理之條件(溫度條件、環境)不同的試樣No.10及14~17中，飽和磁化未觀察到實質上的差異。試樣No.10及14~17之中，保持溫度高的No.16中保磁力顯著降低。

更詳細而言，試樣No.10及14~17之中，於含氧之大氣環境進行熱處理的試樣No.15及16中之飽和磁化，和於幾乎不含氧之N₂環境進行熱處理的試樣No.10、

14、及17中之飽和磁化實質上係同等。據認為其理由為：因為存在於構成非晶質鐵基合金粉末之非晶質鐵基合金粒子之表層部的氧化被膜具有作為對於熱處理之保護膜的功能，藉此，熱處理時之氧化的進行受到抑制。

可於含氧之大氣環境進行熱處理，意指無需控制熱處理之環境。故，可於含氧之大氣環境進行熱處理之情事會貢獻於結晶鐵基合金粉末之生產性改善及製造成本降低。

【0109】

又，使用掃描型顯微鏡(SEM，日立製作所製S-4700)，以100~5000倍觀察熱處理後之各試樣(亦即，結晶鐵基合金粉末)。

其結果，各試樣中之各粒子之形狀係由曲面包圍而成的形狀。詳細而言，所有試樣均包含球形的粒子、近似球形的形狀的粒子、淚滴型形狀的粒子、及葫蘆型形狀的粒子。

【0110】

圖1係以5000倍之倍率對熱處理後之試樣No.25(結晶鐵基合金粉末)進行拍照而得的SEM照片。

如圖1所示，試樣No.25係以球形的粒子及近似球形之形狀的粒子作為主體而構成，且含有淚滴型形狀的粒子及葫蘆型形狀的粒子。

【0111】

圖2係顯示試樣No.1~No.25(惟，試樣No.*4及試樣No.*8除外)中之粒徑 $2\mu\text{m}$ 以下之粒子之比例與保磁力的關係的圖表。圖2中，針對每種鐵基合金之組成改變繪圖的種類。

由圖2可知，在所有組成中，粒徑 $2\mu\text{m}$ 以下之粒子的比例變小的話(具體而言，為0體積%以上8體積%以下的話)，均有保磁力降低的傾向。

【0112】

圖3係顯示試樣No.1~No.25(惟，試樣No.*4及試樣No.*8除外)中之粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之粒子之比例與保磁力的關係的圖表。圖3中，亦針對每種鐵基合金之組成改變繪圖的種類。

由圖3可知，在所有組成中，粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之粒子的比例變小的話(具體而言，為0體積%以上8體積%以下的話，均有保磁力降低的傾向。

【0113】

圖4係具有相同合金組成之試樣No.9、10、11、12、及No.*13的粒度分布圖。

著眼於粒度分布相似之試樣No.9及10，將表2中該等試樣之保磁力加以比較的話，發現 $2\mu\text{m}$ 以下之粒徑的比例小的試樣No.10之保磁力，比起 $2\mu\text{m}$ 以下之粒徑的比例大的試樣No.9之保磁力更小。

又，著眼於粒度分布明顯不同，且 $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$ (參照表1)明顯不同的試樣No.10~12，將表2中該等試樣之保磁力加以比較的話，在 $(d_{90}-d_{10})/d_{50}$ 與保磁力之間未觀察到明確的相關關係。關於試樣No.10~12，可知 $2\mu\text{m}$ 以下之粒徑的比例小的試樣No.10及11之保磁力，比起 $2\mu\text{m}$ 以下之粒徑的比例大的試樣No.12之保磁力亦更小。

【0114】

又，在相同組成之試樣間，即使熱處理條件不同時，飽和磁化亦未觀察到實質的差異。

【0115】

<磁致伸縮常數的評價>

關於粉末，係難以直接測定磁致伸縮常數。

於是，作為用以推測熱處理後之各試樣(粉末)之磁致伸縮常數的代用試驗，針對具有與熱處理後之各試樣之組織同樣組織的薄帶，進行磁致伸縮常數的測定。

詳細而言，使用具有前述各合金組成之鑄錠，利用單輥法製作厚度15μm、寬度5mm之非晶質鐵基合金薄帶。單輥法中之快速冷卻係在Ar氣中進行。藉由將獲得之非晶質鐵基合金薄帶以表5所示之條件進行熱處理，得到結晶鐵基合金薄帶。

【0116】

【表5】

組成		熱處理		
		升溫速度 (°C/hr)	保持溫度 KT(°C)	保持時間 (hr)
A	Fe _{70.5} Cu _{1.0} Si _{13.5} B _{11.0} Nb _{3.0} Cr _{1.0}	100(RT~KT)	550	1
B	Fe _{74.4} Cu _{1.0} Si _{13.5} B _{7.6} Nb _{2.5} Cr _{1.0}	100(RT~KT)	500	1
C	Fe _{72.5} Cu _{1.0} Si _{13.5} B _{9.0} Mo _{3.0} Cr _{1.0}	100(RT~KT)	500	1
D	Fe _{72.5} Cu _{1.0} Si _{13.5} B _{11.0} Mo _{1.0} Cr _{1.0}	100(RT~KT)	490	1
E	Fe _{72.5} Cu _{1.0} Si _{13.5} B _{9.0} Nb _{3.0} Cr _{1.0}	100(RT~KT)	520	1

【0117】

獲得之各結晶鐵基合金薄帶，在組織內均含有平均粒徑30nm以下之奈米結晶粒。

測定各結晶鐵基合金薄帶之磁致伸縮常數，結果所有結晶鐵基合金薄帶的磁致伸縮常數均在0~+2×10⁻⁶之範圍內。

故，據推測熱處理後之各試樣(亦即，結晶鐵基合金粉末)亦具有同樣的磁致伸縮常數。

【0118】

如上述之磁特性(磁致伸縮常數)優異的熱處理後之各試樣(亦即，結晶鐵基合金粉末)，適合作為磁心(例如，壓粉磁心、金屬複合磁芯等)之材料。

亦即，可期待熱處理後之各試樣(亦即，結晶鐵基合金粉末)貢獻於使用了上述磁心之電感器、噪音濾波器、抗流線圈、變壓器、或電抗器的特性改善。

【0119】

2017年8月7日提申之日本專利申請2017-152561號之揭示內容全部援引於本說明書中以作參照。

本說明書所記載之全部文獻、專利申請、及技術規格，係和援引各個文獻、專利申請、及技術規格以作參照而具體且分別標記的情形同程度地援引於本說明書中以作參照。

【符號說明】

無

【發明申請專利範圍】

【第1項】

一種結晶鐵基合金粉末，係由組織內含有平均粒徑30nm以下之奈米結晶粒的鐵基合金粒子構成；

利用雷射繞射法求得的代表粒徑與從小粒徑側起之累積頻率之關係的累積分布曲線中，對應於累積頻率50體積%之粒徑即d50為3.5 μ m以上35.0 μ m以下；

利用雷射繞射法求得的粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子在該鐵基合金粒子之整體中所佔的比例為0體積%以上8體積%以下，

該鐵基合金粒子之形狀為由曲面包圍而成的形狀，

該鐵基合金粒子於表層部含有氧化被膜。

【第2項】

如申請專利範圍第1項之結晶鐵基合金粉末，其中，在該累積分布曲線中，將對應於累積頻率10體積%之粒徑定義為d10，對應於累積頻率90體積%之粒徑定義為d90時，(d90-d10)/d50為1.00以上4.00以下。

【第3項】

如申請專利範圍第1或2項之結晶鐵基合金粉末，其中，於施加磁場40kA/m時之保磁力為190A/m以下。

【第4項】

如申請專利範圍第1或2項之結晶鐵基合金粉末，其中，該粒徑2 μ m以下之鐵基合金粒子的比例為0體積%以上7體積%以下。

【第5項】

如申請專利範圍第1或2項之結晶鐵基合金粉末，其中，該d50為超過5.0 μ m且在35.0 μ m以下；

利用雷射繞射法求得的粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子在該鐵基合金粒子之整體中所佔的比例為0體積%以上8體積%以下。

【第6項】

如申請專利範圍第5項之結晶鐵基合金粉末，其中，粒徑 $5\mu\text{m}$ 以下之鐵基合金粒子在該鐵基合金粒子之整體中所佔的比例為0體積%以上5體積%以下。

【第7項】

如申請專利範圍第1或2項之結晶鐵基合金粉末，其中，該鐵基合金粒子之組成，係含有Cu、Si、及B、和Nb及Mo中之至少一者且剩餘部分含有Fe及雜質的組成。

【第8項】

如申請專利範圍第7項之結晶鐵基合金粉末，其中，就該鐵基合金粒子之組成，令Cu、Si、B、Nb、Mo、Cr、及Fe之總含量為100原子%時，Cu之含量為0.1原子%以上3.0原子%以下，Si之含量為13.0原子%以上16.0原子%以下，B之含量為7.0原子%以上且未達12.0原子%，Nb及Mo之合計含量為超過0原子%且在6.0原子%以下，Cr之含量為0原子%以上5.0原子%以下。

【第9項】

如申請專利範圍第8項之結晶鐵基合金粉末，其中，Mo之含量為超過0原子%且未達4.0原子%。

【第10項】

一種結晶鐵基合金粉末之製造方法，係製造如申請專利範圍第1至9項中任一項之結晶鐵基合金粉末的方法；

包括下列步驟：

利用粉化法獲得由非晶質鐵基合金粒子構成之非晶質鐵基合金粉末；及

對於該非晶質鐵基合金粉末，按照順序施以分級及熱處理，或按照順序施以熱處理及分級，以獲得該結晶鐵基合金粉末。

【第11項】

如申請專利範圍第10項之結晶鐵基合金粉末之製造方法，其中，該分級包括：
使用篩實施的第1分級；及在該第1分級後使用離心力型氣流式分級機實施的第2
分級。

【發明圖式】

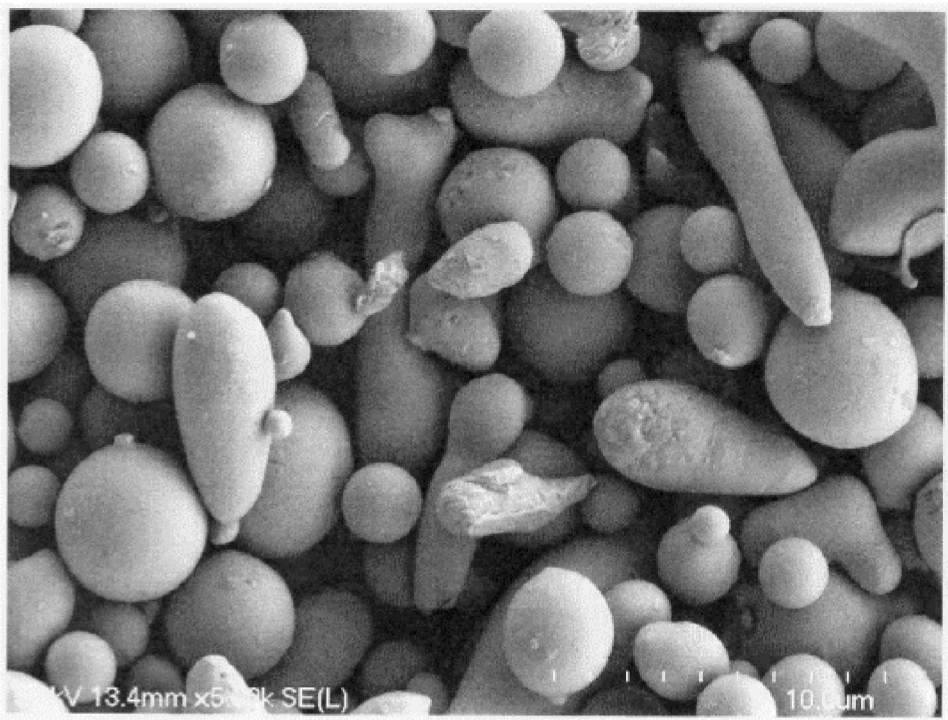


圖 1

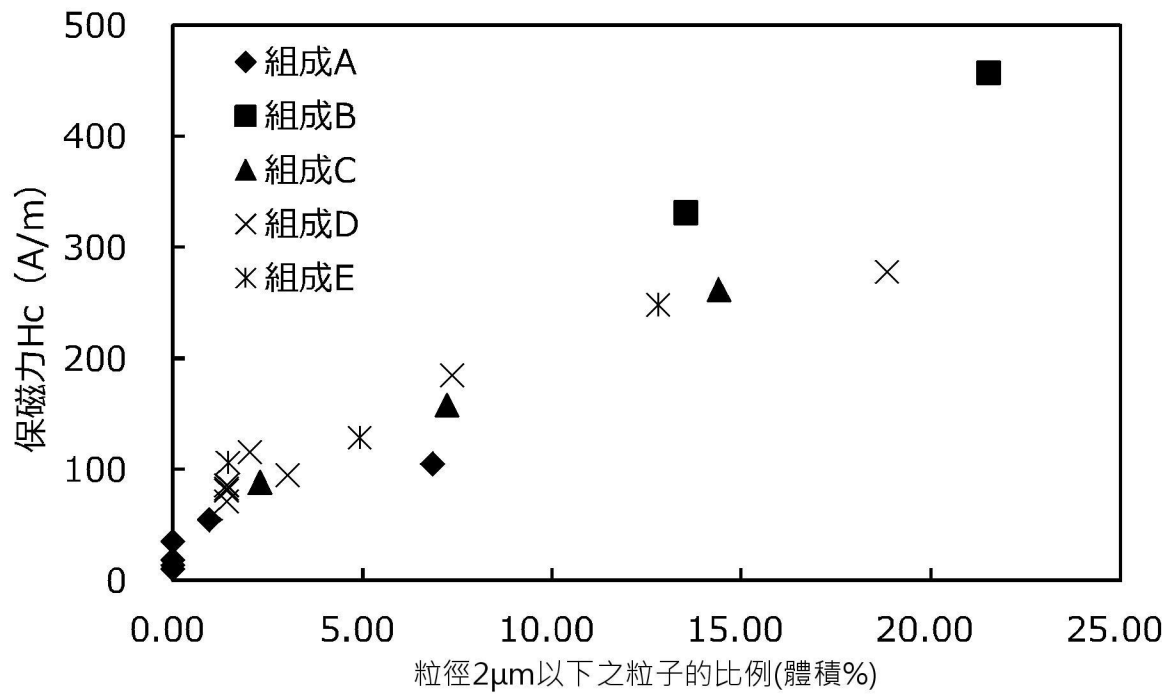


圖 2

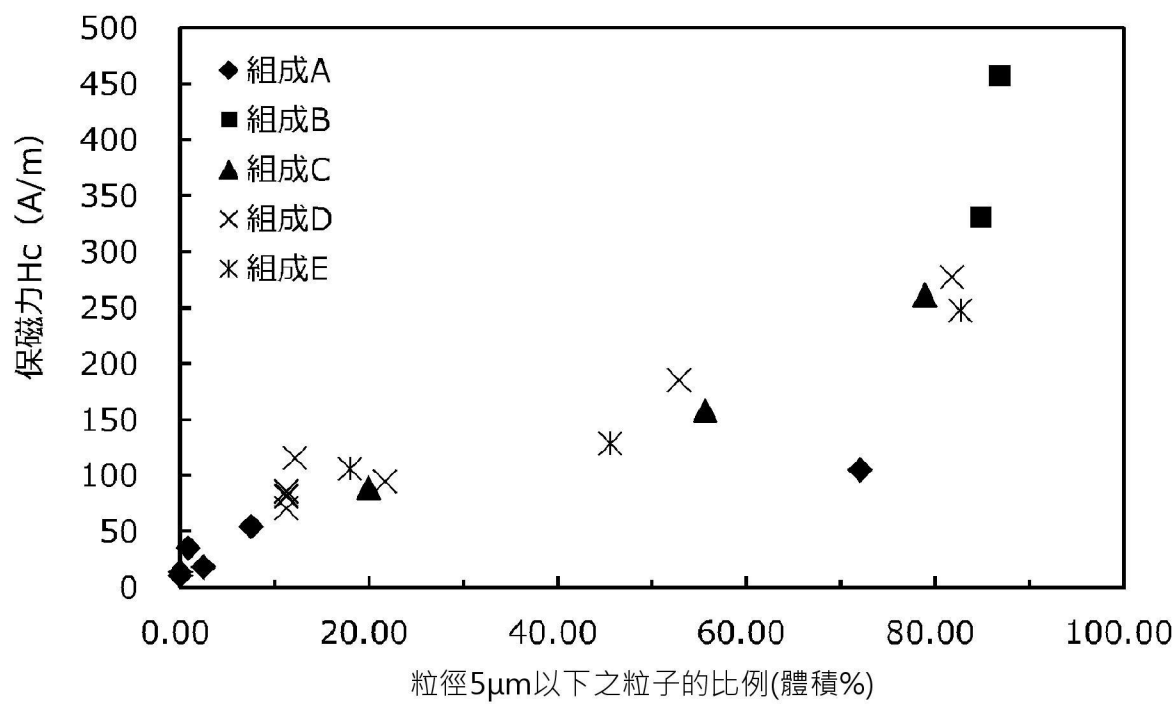


圖 3

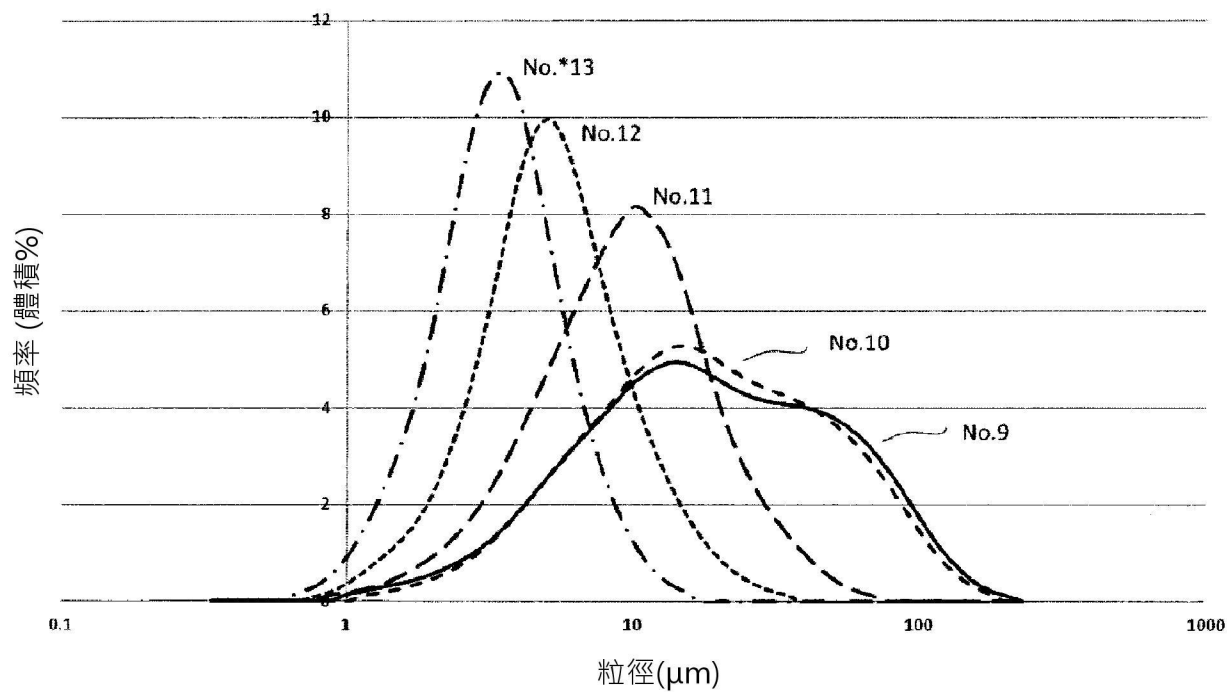


圖 4