(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第6327835号
(P6327835)

(45)発行日　平成30年5月23日(2018.5.23)　(24)登録日　平成30年4月27日(2018.4.27)

(51)Int.Cl.		F I		
H01F 27/24	(2006.01)	H01F	27/24	C
H01F 1/153	(2006.01)	H01F	1/153	108
H01F 41/02	(2006.01)	H01F	1/153	133
C22C 38/00	(2006.01)	H01F	41/02	C
C22C 45/02	(2006.01)	C22C	38/00	303S

請求項の数 6　(全 12 頁)　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2013-229469(P2013-229469)
(22)出願日　平成25年11月5日(2013.11.5)
(65)公開番号　特開2015-90892(P2015-90892A)
(43)公開日　平成27年5月11日(2015.5.11)
審査請求日　平成28年10月31日(2016.10.31)

(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
(74)代理人　100077838
弁理士　池田　憲保
(74)代理人　100129023
弁理士　佐々木　敬
(72)発明者　岡本　幸一
宮城県仙台市太白区郡山六丁目７番１号
ＮＥＣトーキン株式会社内
(72)発明者　八巻　真
宮城県仙台市太白区郡山六丁目７番１号
ＮＥＣトーキン株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】積層磁性体、積層磁心およびその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

同一の組成式で表される軟磁性薄帯を少なくとも２層積層した積層磁心であって、一方の前記軟磁性薄帯１層に対し、他方の前記軟磁性薄帯は１層以上、１０層以下積層し、前記一方の軟磁性薄帯の微細結晶における平均粒径が、前記他方の軟磁性薄帯の微細結晶における平均粒径より大きいことを特徴とする積層磁心。

【請求項２】

前記積層磁心の占積率が８０％以上であることを特徴とする請求項１に記載の積層磁心。

【請求項３】

前記微細結晶における平均粒径が２５ｎｍ以下であることを特徴とする請求項１または２に記載の積層磁心。

【請求項４】

Ｆｅ基合金よりなる非晶質単相の軟磁性薄帯と、Ｆｅ基合金よりなる軟磁性薄帯内部に非晶質相を残した部分結晶薄帯とを積層し、前記部分結晶薄帯の結晶化率は０．０５以上、０．２５以下である積層磁性体。

【請求項５】

前記軟磁性薄帯１層に対し、前記部分結晶薄帯は１層以上、１０層以下を積層していることを特徴とする請求項４に記載の積層磁性体。

【請求項６】

Ｆｅ基合金よりなる非晶質単相の軟磁性薄帯を作製する工程と、Ｆｅ基合金よりなる軟磁性薄帯内部に非晶質相を残した部分結晶薄帯を作製する工程と、前記軟磁性薄帯および前記部分結晶薄帯とを積層して熱処理する工程とを有した、請求項１から３のいずれかに記載の積層磁心の製造方法。

【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、リアクトル用磁心に好適な積層磁性体、積層磁心およびその製造方法に関する。

【背景技術】

【０００２】

Ｆｅ基ナノ結晶合金は、高い飽和磁束密度と低い磁歪の両立が可能な軟磁性材料である。このＦｅ基ナノ結晶合金を得るためには、非晶質構造を有する軟磁性合金組成物に対して熱処理し、微細なｂｃｃＦｅ結晶（α－Ｆｅ）を析出させる必要がある。

【０００３】

しかし、微細な結晶が析出する際に自己発熱を起こし、α－Ｆｅ結晶以外にＦｅ－Ｂ等の化合物が析出される場合がある。このＦｅ－Ｂ等の化合物が析出される事で、所望の磁気特性が得られないという問題が生じる。

【０００４】

また、微細な結晶析出に伴う発熱が過大になると、結晶粒が成長し過ぎて充分な磁気特性が得られないという問題が生じる。

【０００５】

Ｆｅ基非晶質合金の組成物にＮｂやＺｒ等の金属元素が添加されていると、熱処理時における結晶の粒成長を抑制できることが知られている。しかし、これらの金属元素を添加すると、飽和磁束密度の低下や、ＮｂやＺｒが高価であるため製品価格に影響するという問題が生じる。

【０００６】

一方、ＮｂやＺｒ等の金属元素を添加しないＦｅ基非晶質合金の組成物を用いた場合、高い飽和磁束密度を得られるが、結晶の粒成長が早いため、熱処理の昇温速度が低いと結晶が粗大化し、充分な磁気特性が得られないという問題が生じる。

【０００７】

ここで、α－Ｆｅ結晶やＦｅ－Ｂ等の化合物が析出する結晶化温度について説明する。非晶質構造を有する軟磁性合金組成物を熱処理すると、α－Ｆｅ結晶やＦｅ－Ｂ等の化合物が析出する際に、相構造の変化に伴う発熱が発生する。この発熱が発生する温度と発熱量は、示差走査型熱量分析計（ＤＳＣ）で測定することで知ることができる。図３は軟磁性合金組成物の発熱挙動を示差走査型熱量分析計（ＤＳＣ）で測定した結果を示す図である。図３に示されるように、非晶質構造を有する軟磁性合金組成物を熱処理すると、２つの発熱ピークが確認される。低温側のピークがα－Ｆｅ結晶の析出に伴う発熱、高温側のピークが化合物析出に伴う発熱によるものである。α－Ｆｅ結晶の結晶化が開始した温度３１を第１結晶化温度（Ｔｘ１）といい、Ｆｅ－Ｂ等の化合物の結晶化が開始した温度３２を第２結晶化温度（Ｔｘ２）という。第２結晶化温度と第１結晶化温度の温度差（Ｔｘ２－Ｔｘ１）はΔＴで表され、ΔＴが大きいと安定的に熱処理できる。

【０００８】

従来技術では、磁心を形成する場合に、軟磁性合金粉末を所望の形状に成形して作製する方法や、軟磁性合金からなる薄帯を積層して作製する方法、軟磁性合金からなる薄帯を環状に巻き込んで作製する方法等が用いられている。

【０００９】

図２に示すように、軟磁性合金薄帯２１を環状に巻き込んで作製した磁心２では、磁心２の表面に露出する内側２２や外側２３よりも、軟磁性合金薄帯２１を積層した厚みの中間部分である内部２４は、微細な結晶析出に伴う発熱が集中しやすい。また、磁心２の内

側２２や外側２３よりも、磁心２の内部２４が最も放熱しにくいため、熱暴走を起こしやすい。特に磁心が大型の場合には、より顕著な自己発熱を起こし、充分な磁気特性が得られない。

【００１０】

微細な結晶が析出する際の自己発熱を抑制する従来の熱処理方法として、例えば特許文献１に開示された方法がある。特許文献１では、結晶化開始温度よりも高く、かつ化合物相を実質的に形成しない温度で２回以上にわたって熱処理行うことで、自己発熱による過剰な温度上昇を防止する方法が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【００１１】

【特許文献１】特開２００３－２１３３３１号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【００１２】

しかしながら、従来技術は１回目の熱処理後に磁心の温度を低下させる降温工程があるため、熱処理回数を増やせば増やす分だけ時間がかかるという課題がある。

【００１３】

また、結晶化に伴う発熱が開始した時点で１回目の熱処理を終了させたとしても、薄帯を積層した厚みの中間部分である磁心の内部は磁心の表面に露出する内側や外側に比べれば放熱しにくい為、温度が上昇し、所望する磁気特性が得られないという課題がある。それは、磁心が大型である程、自己発熱量の増加と放熱性の低下により、内部の温度は上昇し、磁気特性が低下する。

【００１４】

さらに、結晶化に伴う発熱が開始した時点で１回目の熱処理を終了させたとしても、熱処理炉内の雰囲気温度が熱処理を終了した時の温度を長時間保っている場合には、やはり放熱が望むようには進まず、磁心温度が上昇し、充分な磁気特性が得られないという課題がある。この場合も、磁心が大型である程、自己発熱量の増加と放熱性の低下により、内部の温度は上昇し、磁気特性が低下する。

【００１５】

そこで本発明は、化合物の析出を抑制し、優れた磁気特性を有する積層磁心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】

【００１６】

上記の課題を解決するために、本発明によればＦｅ基非晶質合金よりなる軟磁性薄帯を少なくとも２層積層し、一方の前記軟磁性薄帯の熱処理後の析出結晶における平均粒径が、他方の前記軟磁性薄帯の熱処理後の析出結晶における平均粒径より大きい積層磁心が得られる。

【００１７】

また、本発明の積層磁心は前記平均粒径が大きい方の前記軟磁性薄帯１層に対し、前記平均粒径が小さい方の前記軟磁性薄帯は１層以上、１０層以下を積層していることが望ましい。

【００１８】

また、本発明の積層磁心の前記軟磁性薄帯は、非晶質単相の軟磁性薄帯および軟磁性薄帯内部に非晶質相を残した部分結晶薄帯の２種類からなることが望ましい。

【００１９】

また、本発明の積層磁心は占積率が８０％以上であることが望ましい。

【００２０】

また、本発明の積層磁心は熱処理後の析出結晶における平均粒径が２５ｎｍ以下であるが望ましい。

【００２１】
本発明によれば、Ｆｅ基非晶質合金よりなる非晶質単相の軟磁性薄帯と、Ｆｅ基非晶質合金よりなる軟磁性薄帯内部に非晶質相を残した部分結晶薄帯とを積層した積層磁性体が得られる。
【００２２】
また、本発明の積層磁性体は前記軟磁性薄帯１層に対し、前記部分結晶薄帯は１層以上、１０層以下を積層していることが望ましい。
【００２３】
本発明によれば、Ｆｅ基非晶質合金よりなる非晶質単相の軟磁性薄帯を作製する工程と、Ｆｅ基非晶質合金よりなる軟磁性薄帯内部に非晶質相を残した部分結晶薄帯を作製する工程と、前記軟磁性薄帯および前記部分結晶薄帯とを積層して熱処理する工程とを有した積層磁心の製造方法が得られる。
【発明の効果】
【００２４】
本発明によれば、非晶質相を残した部分結晶薄帯は既に一部が結晶化しているため、熱処理に伴う自己発熱量が少なく、軟磁性薄帯と重ねて作製した積層磁心の自己発熱総量を低減できる。
【００２５】
また、放熱性を向上させる方法として、軟磁性薄帯と結晶質である放熱用の金属薄帯とを積層する方法や、放熱用の金属部材に軟磁性薄帯を巻き回すなどの方法が知られているが、これらの方法では占積率の向上のため、熱処理後に放熱用の金属薄帯や金属部材を取り除く工程が必要となる。また、放熱用の金属薄帯や金属部材を取り除いた後、再び磁性体を巻きなおしたり、積層しなおしたりする工程も必要となる。
【００２６】
本発明によれば、部分結晶薄帯は軟磁性薄帯の自己発熱に対する放熱の役割も果たすため、これらの工程は不要となり、さらに積層磁心の過剰な温度上昇を抑制できる。
【００２７】
以上のことより、化合物の析出を抑制し、優れた磁気特性を有する積層磁性体、積層磁心およびその製造方法が得られる。
【図面の簡単な説明】
【００２８】
【図１】本発明による積層磁心を示す概略図である。
【図２】従来技術による磁心を示す概略図である。
【図３】軟磁性合金組成物の発熱挙動を示差走査型熱量分析計（ＤＳＣ）で測定した結果を示す図である。
【発明を実施するための形態】
【００２９】
以下、本発明の実施の形態について、詳細に説明する。
【００３０】
（第１の実施の形態）
図１は本発明による積層磁心を示す概略図である。図１に示すように、Ｆｅ基非晶質合金よりなる非晶質単相の軟磁性薄帯１１と、Ｆｅ基非晶質合金よりなる軟磁性薄帯内部に非晶質相を残した部分結晶薄帯１２を、重ねて巻き回し、積層磁性体を作製する。その後、熱処理を行って積層磁心１を作製している。
【００３１】
まず、Ｆｅ基非晶質合金よりなる非晶質単相の軟磁性薄帯１１を作製し、Ｆｅ基非晶質合金よりなる軟磁性薄帯に熱処理を施して部分結晶薄帯１２を作製する。この熱処理の条件は、α－Ｆｅ結晶を析出でき、かつＦｅ－Ｂ等の化合物が析出しない温度と時間を適宜設定すればよい。具体的には、熱処理温度は第１結晶化温度－１００℃以上、第２結晶化温度未満で行い、熱処理時間は０．０１秒以上、６００．００秒以下で適宜設定すればよ

く、高温で行う場合は短時間で熱処理を行い、低温で行う場合は長時間の熱処理を行えばよい。

【００３２】

その後、軟磁性薄帯１１と部分結晶薄帯１２を重ねて巻き回し、積層磁性体を作製する。作製した積層磁性体に熱処理を行うことで、積層磁性体の表面に露出する内側や外側より結晶化が始まり、薄帯を積層した厚みの中間部分である積層磁性体の内部に向かって伝熱し、軟磁性薄帯１１と部分結晶薄帯１２に微細なα－Ｆｅ結晶を完全に析出させることで、積層磁心１を作製する。

【００３３】

積層磁性体の熱処理条件はα－Ｆｅ結晶を析出でき、かつＦｅ－Ｂ等の化合物が析出しない温度と時間を適宜設定すればよい。具体的には、熱処理温度は第１結晶化温度－１００℃以上、第２結晶化温度未満で行い、熱処理時間は１．００秒以上、３６００．００秒以下で適宜設定すればよく、高温で行う場合は短時間で熱処理を行い、低温で行う場合は長時間の熱処理を行えばよい。

【００３４】

また、部分結晶薄帯を作製する熱処理および積層磁性体の熱処理の手段について特に制限はなく、アルゴン等の不活性ガス雰囲気下など、従来の熱処理方法を用いて行えばよい。

【００３５】

部分結晶薄帯１２は、軟磁性薄帯の一部に微細なα－Ｆｅ結晶を析出させているため、熱処理に伴う自己発熱量は少ない。そのため、この部分結晶薄帯１２と軟磁性薄帯１１とを積層した積層磁性体とすることによって、熱処理に伴う積層磁心１の自己発熱量を低減できる。積層磁心が大型の場合にも、熱処理に伴う積層磁心１の自己発熱量は低減する。

【００３６】

また、部分結晶薄帯１２は、軟磁性薄帯の一部に微細なα－Ｆｅ結晶を析出させているため、積層磁心１が低昇温速度で熱処理を行った場合においても、結晶の粗大化を抑制できる。そのため、部分結晶薄帯１２の析出結晶における平均粒径は軟磁性薄帯１１の析出結晶における平均粒径より小さくなる。

【００３７】

また、熱処理に伴う軟磁性薄帯１１の自己発熱は、熱処理の空気中以外に、部分結晶薄帯１２にも放熱されるため、積層磁心１の放熱性が向上し、積層磁心１の過剰な温度上昇を抑制できる。積層磁心が大型の場合にも、熱処理に伴う軟磁性薄帯１１の自己発熱は、空気中や、隣接する部分結晶薄帯１２に放熱されるため、薄帯を積層した厚みの中間部分である積層磁心１の内部であっても、過剰な温度上昇を抑制できる。

【００３８】

このように、本発明によれば、自己発熱量を低減でき、積層磁心の過剰な温度上昇を抑制できるため、所望の温度条件で熱処理が可能となり、軽量で小型の積層磁心のみならず、大重量で大型の積層磁心においても、結晶の粗大化およびＦｅ－Ｂ等の化合物の析出を抑えられ、優れた磁気特性が得られる。

【００３９】

つまり、本発明の軟磁性薄帯はＮｂやＺｒ等の金属元素を添加した組成物でも、添加しない組成物でも、優れた磁気特性が得られるため、Ｆｅ－Ｓｉ－Ｂ－Ｎｂ－Ｃｕ系やＦｅ－（Ｎｂ、Ｚｒ）－Ｂ系、Ｆｅ－（Ｓｉ、Ｂ、Ｐ、Ｃ）－Ｃｕ系などの、熱処理を施すことでα－Ｆｅ結晶を析出するＦｅ基非晶質合金を用いることが可能である。また、Ｆｅ－（Ｓｉ、Ｂ、Ｐ、Ｃ）－Ｃｕ系のＦｅ基非晶質合金の組成は後述する範囲で設定することが望ましい。

【００４０】

Ｆｅ元素は磁性を担う主元素であり、飽和磁束密度の向上および原料価格の低減のため、割合は多い方が望ましい。均質な微細結晶組織を得て、また、望ましい飽和磁束密度を得るため、Ｆｅの割合は７９ａｔ％以上が望ましく、さらに高い飽和磁束密度を得るため

に８１ａｔ％以上がより望ましい。また、Ｆｅ量が過剰になると非晶質相の形成能が低下し、結晶粒径のばらつきや粗大化が生じて磁気特性が低下するため、Ｆｅの割合は８６ａｔ％以下が望ましい。

【００４１】

Ｓｉ元素は非晶質相形成を担う元素であり、必ずしも含まれなくても良いが、ΔＴを拡大できるため、結晶化にあたっては微細な結晶の安定化に寄与する。Ｓｉ量が過剰になると非晶質相の形成能が低下して充分な磁気特性が得られないため、Ｓｉの割合は１０ａｔ％以下が望ましく、８ａｔ％以下がより望ましい。

【００４２】

Ｂ元素は非晶質相形成を担う元素であり、軟磁性薄帯を安定的に作製するため、Ｂの割合は１ａｔ％以上が望ましい。さらに、ΔＴを拡大でき、結晶化にあたっては微細な結晶の安定化に寄与するため、５ａｔ％以上がより望ましい。また、Ｂ量が過剰になると非晶質相の形成能が低下して軟磁性薄帯の作製が困難となるため、１５ａｔ％以下が望ましく、均質な微細結晶組織を得るために１３ａｔ％以下がより望ましい。特に量産化のため合金組成物が低い融点を有する必要がある場合は、Ｂの割合は１０ａｔ％以下であることがより望ましい。

【００４３】

Ｐ元素は非晶質相形成を担う元素であり、微細な結晶を得るための必須元素である。軟磁性薄帯を安定的に作製するため、Ｐの割合は１ａｔ％以上が望ましく、均質な微細結晶組織を得られるため３ａｔ％以上がより望ましい。また、Ｐ量が過剰になるとΔＴが狭くなり、安定的な熱処理が困難となるため、１５ａｔ％以下が望ましい。また、望ましい飽和磁束密度を得られるため、１０ａｔ％以下がより望ましく、さらに高い飽和磁束密度得られるため、８ａｔ％以下がより望ましい。

【００４４】

Ｃ元素は非晶質相形成を担う元素であり、必ずしも含まれなくても良いが、Ｓｉ元素、Ｂ元素、Ｐ元素などの組み合わせにより、非晶質相の形成能や微細な結晶の安定性を高めることが可能となる。また、Ｃは安価であるため、Ｃの添加により総材料コストが低減される。但し、合金組成物が脆化して磁気特性が低下するのを防止するため、Ｃの割合は１０ａｔ％以下が望ましい。また、合金組成物の溶解時におけるＣの蒸発に起因した組成のばらつきを抑制するため、４ａｔ％以下がより望ましい。

【００４５】

Ｃｕ元素は微細結晶化に寄与する必須元素である。微細な結晶化が困難となるため、Ｃｕの割合は０．４ａｔ％以上が望ましい。また、Ｃｕ量が過剰になると非晶質相の形成能が低下するため、２ａｔ％以下が望ましい。また、均質な微細結晶組織が得られ、磁気特性が向上するため、１．４ａｔ％以下がより望ましく、合金組成物の脆化および酸化を考慮すると、１．１ａｔ％以下がより望ましい。

【００４６】

また、ＰとＣｕとの間には、強い原子間引力がある。そのため、合金組成物が特定の比率のＰとＣｕとを含んでいると、１０ｎｍ以下のサイズのクラスターが形成され、この微細なクラスターによって、微細な結晶が析出する際にα－Ｆｅ結晶は微細構造を有するようになる。本実施の形態において、Ｐの割合（ｘ）とＣｕの割合（ｚ）との特定の比率（ｚ／ｘ）は、０．０６以上、１．２０以下が望ましい。この範囲以外では、均質な微細結晶組織が得られず、合金組成物は優れた磁気特性を有せない。なお、特定の比率（ｚ／ｘ）は、合金組成物の脆化および酸化を考慮すると、０．０８以上、０．５５以下がより望ましい。

【００４７】

また、耐食性の改善や非晶質相の形成能の向上、結晶粒成長の制御のため、Ｆｅの３ａｔ％以下をＴｉ、Ｚｒ、Ｈｆ、Ｎｂ、Ｔａ、Ｍｏ、Ｗ、Ｃｒ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ａｌ、Ｍｎ、Ｚｎ、Ｓｎ、Ａｓ、Ｓｂ、Ｂｉ、Ｙ、Ｎ、Ｏ、Ｃａ、Ｖ、Ｍａ、希土類元素および貴金属金属元素のうち１つ以上の元素で置換しても良い。更に、飽和磁束密度や磁歪を制御する

ため、Ｆｅの３０ａｔ％以下を磁性元素であるＣｏやＮｉと置換しても良い。

【００４８】

ここで、非晶質構造を有する軟磁性薄帯は熱処理によって脆化するという特徴がある。そのため、完全に結晶化して脆化した軟磁性薄帯を巻き回して磁心を作製することは非常に困難となる。また、大きな張力をかけると破断するため、巻き回す際の張力を大きくできず、磁心の占積率が低下する。さらには、応力によって充分な磁気特性が得られないという問題もある。

【００４９】

本発明では、非晶質相を残した部分結晶薄帯とすることによって、比較的靭性のある薄帯となり、磁心の形成が容易となる。また、軟磁性薄帯と積層することによって、軟磁性薄帯が部分結晶薄帯の強度を補強するため、軟磁性薄帯と部分結晶薄帯とを重ねて巻き回す際に十分な張力をかけることが可能となり、高占積率の積層磁心が得られる。

【００５０】

軟磁性薄帯と部分結晶薄帯の割合は、熱処理に伴う自己発熱量の低減および放熱性の向上のため、軟磁性薄帯１層に対して部分結晶薄帯は１層以上であることが望ましい。また、脆化した部分結晶薄帯の割合が多すぎると、機械的強度が不足し、高占積率の積層磁心を作製するのが困難となるため、軟磁性薄帯１層に対して部分結晶薄帯は１０層以下であることが望ましく、巻き回す際の張力をより大きくできることから７層以下であることがより望ましい。

【００５１】

また、積層磁心の飽和磁束密度が低下するのを抑制するため、積層磁心の占積率は８０％以上であることが望ましい。

【００５２】

また、部分結晶薄帯の結晶化率は、自己発熱量を低減し、積層磁心の作製が行える脆化に抑えられるため、０．０５以上、０．９５以下が望ましく、自己発熱量をより低減し、より靭性のある部分結晶薄帯とすることから、０．１０以上、０．８０以下がより望ましい。さらに、磁心の作製をより容易とし、巻き回す際の張力をより大きくして高占積率の積層磁心を得るため、０．２５以下がより望ましい。ここで、本発明の結晶化率は析出可能なα－Ｆｅ結晶の析出の割合を示しており、試料振動型磁力計（ＶＳＭ）を用いて飽和磁化の上昇率の割合を示したものである。

【００５３】

また、本発明において優れた磁気特性を得るためには、熱処理後の析出結晶における平均粒径が２５ｎｍ以下（０を含まず）であることが望ましく、さらに、２０ｎｍ以下（０を含まず）であればより優れた磁気特性が得られる。

【００５４】

また、本発明において、軟磁性薄帯および部分結晶薄帯の厚みに、特に制限はないが、軟磁性薄帯および部分結晶薄帯の製造について考慮すると１００μｍ以下（０を含まず）が望ましく、優れた磁気特性が得られるため、５０μｍ以下（０を含まず）がより望ましい。さらに、量産化の製造容易性などを考慮すると３５μｍ以下（０を含まず）が望ましい。

【実施例】

【００５５】

（実施例１）

原料として、工業鉄、Ｆｅ－Ｂ合金、Ｆｅ－Ｐ合金および電気銅を使用した。これらの原料を組成式$Fe_{84.3}B_{6.0}P_{9.0}Cu_{0.7}$になるように秤量し、高周波溶解で溶解した後、単ロール急冷法を用いて、幅３０ｍｍ、厚さ２５μｍの連続薄帯を作製した。この連続薄帯については、Ｘ線回折装置により非晶質単相であることを確認した。また、示差走査熱量測定計により、第１結晶化温度は４１０℃、第２結晶化温度は５０５℃であることを確認した。

【００５６】

次に、作製した連続薄帯を裁断機により１０ｍｍ幅になるよう切断して、軟磁性薄帯を得た。同様にして得た軟磁性薄帯を処理温度は４４０℃、処理時間は１０秒に設定して熱処理を行い、軟磁性薄帯内部に非晶質相を残した部分結晶薄帯を得た。この部分結晶薄帯の結晶化率はおよそ０．５５であった。

【００５７】

作製した軟磁性薄帯と部分結晶薄帯を長さ１２０ｃｍに切断した。次に、軟磁性薄帯１層と部分結晶薄帯１層とを重ねて巻き回し、外径２０．０ｍｍ、内径１７．５ｍｍ、高さ１０．０ｍｍ、重量４ｇの積層磁性体を作製した。この積層磁性体の占積率は８２％であった。その後、積層磁性体に処理温度４３０℃、処理時間１０分で設定した熱処理を行い、積層磁心を作製した。

【００５８】

得られた積層磁心から、軟磁性薄帯であった部分と部分結晶薄帯であった部分をサンプリングして試料を得た。この試料を、Ｘ線回折装置にて結晶の析出状態を確認したところ、軟磁性薄帯であった部分の試料および部分結晶薄帯であった部分の試料ともに、α－Ｆｅの結晶ピークのみが確認でき、Ｆｅ－ＢやＦｅ－Ｐなどの化合物のピークはないことが確認できた。

【００５９】

（実施例２）

実施例２において、実施例１と同様にして軟磁性薄帯と部分結晶薄帯を得た後、長さ６０ｃｍに切断した。次に、軟磁性薄帯１層と部分結晶薄帯４層とを重ねて巻き回し、外径２０．０ｍｍ、内径１７．０ｍｍ、高さ１０．０ｍｍ、重量５ｇの積層磁性体を作製した。この積層磁性体の占積率は８１％であった。その後、積層磁性体に処理温度４３５℃、処理時間１０分で設定した熱処理を行い、積層磁心を作製した。

【００６０】

得られた積層磁心から、実施例１と同様に得た試料を、Ｘ線回折装置にて結晶の析出状態を確認したところ、軟磁性薄帯であった部分の試料および部分結晶薄帯であった部分の試料ともに、α－Ｆｅの結晶ピークのみが確認でき、Ｆｅ－ＢやＦｅ－Ｐなどの化合物のピークはないことが確認できた。

【００６１】

（実施例３）

実施例３において、実施例１と同様にして軟磁性薄帯と部分結晶薄帯を得た後、長さ６３ｃｍに切断した。次に、軟磁性薄帯１層と部分結晶薄帯１０層とを重ねて巻き回し、外径２５．０ｍｍ、内径１９．５ｍｍ、高さ１０．０ｍｍ、重量１１．７ｇの積層磁性体を作製した。この積層磁性体の占積率は８２％であった。その後、積層磁性体に実施例１と同様に熱処理を行い、積層磁心を作製した。

【００６２】

得られた積層磁心から、実施例１と同様に得た試料を、Ｘ線回折装置にて結晶の析出状態を確認したところ、軟磁性薄帯であった部分の試料および部分結晶薄帯であった部分の試料ともに、α－Ｆｅの結晶ピークのみが確認でき、Ｆｅ－ＢやＦｅ－Ｐなどの化合物のピークはないことが確認できた。

【００６３】

（実施例４～６）

実施例４～６において、それぞれ表１の実施例４～６の組成式になるように原料を秤量した後、実施例１と同様にして軟磁性薄帯および部分結晶薄帯を得た。この部分結晶薄帯の結晶化率はそれぞれ表１の実施例４～６に示す値であった。

【００６４】

作製した軟磁性薄帯１層と部分結晶薄帯１層とを重ねて巻き回し、外径２０．０ｍｍ、内径１７．５ｍｍ、高さ１０．０ｍｍの積層磁性体を作製した。その後、積層磁性体に処理温度４３０℃、処理時間１０分で設定した熱処理を行い、積層磁心を作製した。

【００６５】

得られた積層磁心から実施例１と同様に得た試料を、Ｘ線回折装置にて結晶の析出状態を確認したところ、軟磁性薄帯であった部分の試料および部分結晶薄帯であった部分の試料ともに、α－Ｆｅの結晶ピークのみが確認でき、Ｆｅ－ＢやＦｅ－Ｐなどの化合物のピークはないことが確認できた。

【００６６】

（比較例１）

比較例１において、実施例１と同様にして軟磁性薄帯を得た後、長さ３００ｃｍに切断し、外径２０．０ｍｍ、内径１７．５ｍｍ、高さ１０．０ｍｍ、重量４ｇの磁心を作製した。この磁心の占積率は８４％であった。その後、作製した磁心に処理温度４３０℃、処理時間１０分で設定した熱処理を行った。

【００６７】

熱処理後の磁心からサンプリングした試料を、Ｘ線回折装置にて結晶の析出状態を確認したところ、α－Ｆｅの結晶ピーク以外にも、Ｆｅ－Ｂ系の化合物が析出していることが確認できた。

【００６８】

（比較例２）

比較例２において、原料を組成式$Fe_{83.3}Si_{4.0}B_{8.0}P_{4.0}Cu_{0.7}$になるように秤量した後、比較例１と同様に磁心を作製し、熱処理を行った。熱処理後の磁心から、サンプリングした試料を、Ｘ線回折装置にて結晶の析出状態を確認したところ、α－Ｆｅの結晶ピーク以外にも、Ｆｅ－Ｂ系の化合物が析出していることが確認できた。

【００６９】

表１に本実施例および比較例で得られた積層磁心について、透磁率を測定した結果および透過型電子顕微鏡（ＴＥＭ）を用いて析出結晶における平均粒径を算出した結果を示す。

【００７０】

	軟磁性薄帯の組成 [at%]	部分結晶薄帯の結晶化率	割合		平均粒径		透磁率
			軟磁性薄帯 [層]	部分結晶薄帯 [層]	軟磁性薄帯 [nm]	部分結晶薄帯 [nm]	
実施例1	$Fe_{84.3}B_{6.0}P_{9.0}Cu_{0.7}$	0.55	1	1	18.2	15.0	8200
実施例2	$Fe_{84.3}B_{6.0}P_{9.0}Cu_{0.7}$	0.55	1	4	17.0	15.0	8000
実施例3	$Fe_{84.3}B_{6.0}P_{9.0}Cu_{0.7}$	0.55	1	10	16.8	15.0	8000
実施例4	$Fe_{84.3}B_{6.0}P_{9.0}Cu_{0.7}$	0.80	1	1	16.1	14.6	8100
実施例5	$Fe_{84.3}B_{6.0}P_{9.0}Cu_{0.7}$	0.10	1	1	19.5	15.4	7800
実施例6	$Fe_{83.3}Si_{4.0}B_{8.0}P_{4.0}Cu_{0.7}$	0.55	1	1	20.8	17.0	7000
比較例1	$Fe_{84.3}B_{6.0}P_{9.0}Cu_{0.7}$	ー	ー		27.0		1700
比較例2	$Fe_{83.3}Si_{4.0}B_{8.0}P_{4.0}Cu_{0.7}$	ー	ー		30.5		1400

【００７１】

表１から明らかなように、実施例１～６の積層磁心は、高い値の透磁率が得られ、優れた磁気特性が得られている。また、部分結晶薄帯であった部分の平均粒径は軟磁性薄帯であった部分の平均粒径より小さく、平均粒径が大きい方である軟磁性薄帯でも、微細なα－Ｆｅ結晶が析出していることが確認できた。

【００７２】

一方、比較例１、２の磁心は、低い透磁率しか得られなかった。また、析出結晶における平均粒径も２７．０ｎｍと３０．５ｎｍであり、結晶の粗大化が確認できた。この結果は、磁心が結晶の析出していない軟磁性薄帯で全て構成されていることから、微細な結晶析出に伴う自己発熱量が多くなり、また、実施例１～６よりも放熱量が少ないため、自己発熱による過剰な温度上昇が起こり、磁心温度が第２結晶化温度近傍まで上昇したことが原因であると考えられる。それにより、磁気特性が著しく低下した。

【００７３】

以上より、Ｆｅ基非晶質合金よりなる軟磁性薄帯と、Ｆｅ基非晶質合金よりなる軟磁性

薄帯内部に非晶質相を残した部分結晶薄帯とを積層した積層磁心とすることにより、化合物の析出を抑制し、優れた磁気特性を有する積層磁性体、積層磁心およびその製造方法が得られた。

【００７４】

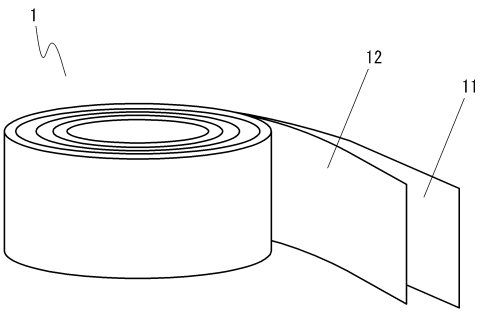
以上、本発明の実施例を説明したが、本発明は、上記に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲で、構成の変更や修正が可能である。例えば、本発明による実施の形態の一例が、軟磁性薄帯と部分結晶薄帯とを重ねて巻き回した積層磁心であって、軟磁性薄帯と部分結晶薄帯を所望の形状に打ち抜き、それらを積層して得られた積層磁心であってもよい。つまり、軟磁性薄帯と部分結晶薄帯とが積層された磁心であればどのようなものであってもよく、特に制限されない。すなわち、当業者であれば成し得るであろう各種変形、修正もまた本発明に含まれることは勿論である。

【符号の説明】

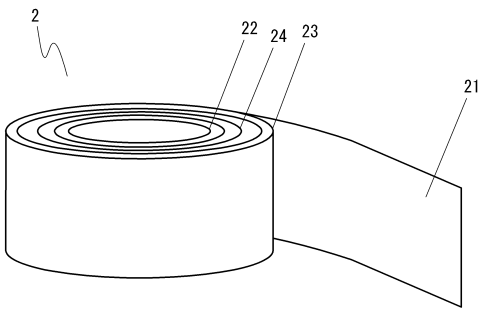
【００７５】

１　積層磁心
２　磁心
１１、２１　軟磁性薄帯
１２　部分結晶薄帯
２２　内側
２３　外側
２４　内部
３１　第１結晶化温度
３２　第２結晶化温度

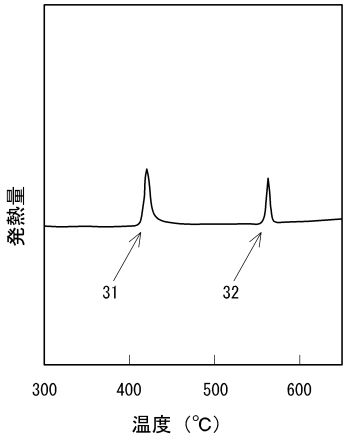
【図１】



【図２】



【図３】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.　　FI
　　C22C　45/02　　A

(72)発明者　佐竹　芳
　　宮城県仙台市太白区郡山六丁目７番１号　ＮＥＣトーキン株式会社内

審査官　田中　崇大

(56)参考文献　特開２００３－２１３３３１（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０４－３３６４０８（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０４－２７２１５９（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０３－０７５３４２（ＪＰ，Ａ）
　　特開２０１２－０２１１９０（ＪＰ，Ａ）
　　特開２００７－２９９８３８（ＪＰ，Ａ）
　　特開平０４－３０７９０６（ＪＰ，Ａ）
　　特開昭５７－１２６１１３（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
　　Ｃ２２Ｃ　５／００－２５／００
　　２７／００－２８／００
　　３０／００－３０／０６
　　３５／００－４５／１０
　　Ｈ０１Ｆ　１／１２－１／３８
　　１／４４
　　２７／２４－２７／２６
　　４１／００－４１／０４
　　４１／０８
　　４１／１０