

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2025年1月30日(30.01.2025)



(10) 国際公開番号

WO 2025/023038 A1

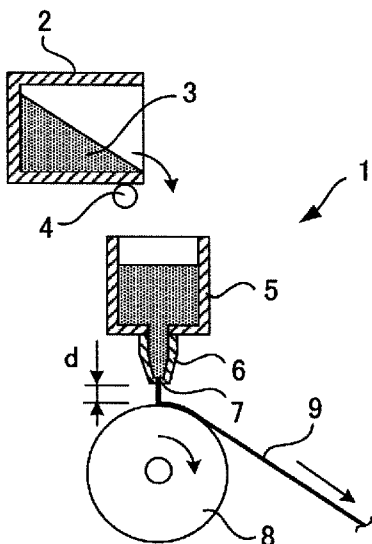
- (51) 国際特許分類:
C21D 6/00 (2006.01) C22C 38/00 (2006.01)
B22D 11/06 (2006.01) H01F 1/147 (2006.01)
B22D 11/16 (2006.01) H01F 1/153 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2024/025071
- (22) 国際出願日: 2024年7月11日(11.07.2024)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2023-119069 2023年7月21日(21.07.2023) JP
- (71) 出願人: HILLTOP 株式会社 (HILLTOP CORPORATION) [JP/JP]; 〒6110033 京都府宇治市大久保町成手1番地30号 Kyoto (JP).
- (72) 発明者: 金清裕和 (KANEKIYO Hirokazu); 〒6008813 京都府京都市下京区中堂寺南町134 KRP内 ASTEMビル8E04 BIZYME株式会社内 Kyoto (JP).
- (74) 代理人: 弁理士法人アローインターナショナル (ARAWORE INTERNATIONAL IP LAW

FIRM); 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜2-6-26 大阪グリーンビル8階 Osaka (JP).

- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT,

(54) Title: IRON-BASED CRYSTAL ALLOY PRODUCTION METHOD

(54) 発明の名称: 鉄基結晶合金の製造方法



(57) Abstract: Provided is an iron-based crystal alloy production method comprising: a step for preparing an (Fe,Co)-B-based molten alloy 3 that has a composition represented by the empirical formula $(Fe_{1-y}Co_y)_{100-x}(B_{1-z}C_z)_x$, where x, y and z satisfy the conditions $10.0 \leq x \leq 18.0$ at%, $0.05 \leq y \leq 0.5$, and $0.0 \leq z \leq 0.3$, respectively; and a rapid solidification step for rapidly solidifying the molten alloy 3 on a cooling roller 8, said rapid solidification step comprising a step for fabricating an iron-based crystal alloy 9 such that the proportion of an α -Fe phase is at least 50 vol% and less than 95 vol% and the remainder is composed of an Fe-B phase by jetting the molten alloy 3 from a tapping nozzle 6 onto the surface of the cooling roller 8 while rotating the cooling roller 8 at a roller surface speed of at least 15 m/sec and at most 40 m/sec. The iron-based crystal alloy is formed in a thin ribbon shape having a thickness of at most 50 μ m, and has a saturation magnetic flux density of at least 1.7 T, an iron loss (W10/1k) at a magnetic flux of 1.0 T and a frequency of 1 kHz of at most 20 W/kg, and a magnetic permeability at 1 kHz of at least 1500. The arithmetic average roughness of the surface of the cooling roller 8 is at least 0.01 μ m and at most 0.6 μ m.

RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

一 国際調査報告（条約第21条(3)）

(57) 要約：組成式 $(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{100-x}(\text{B}_{1-z}\text{C}_z)_x$ で表現され、 x 、 y 、 z がそれぞれ $10.0 \leq x \leq 18.0$ 原子%、 $0.05 \leq y \leq 0.5$ 、 $0.0 \leq z \leq 0.3$ を満足する組成を有する (Fe,Co) -B系の合金溶湯3を用意する工程と、冷却ロール8上で合金溶湯3を急凝固する急凝固工程を備え、前記急凝固工程は、冷却ロール8をロール表面速度15m/sec以上40m/sec以下で回転させながら、冷却ロール8の表面に合金溶湯3を出湯ノズル6から噴射することにより、 α -Fe相の存在比率が50体積%以上95体積%未満であり残部がFe-B相からなるように鉄基結晶合金9を作製する工程を備える鉄基結晶合金の製造方法である。鉄基結晶合金は、厚みが $50\mu\text{m}$ 以下の薄帯状に形成され、飽和磁束密度が1.7T以上であり、磁束1.0Tおよび周波数1kHzでの鉄損(W10/1k)が20W/kg以下であり、1kHzでの透磁率が1500以上である。冷却ロール8の表面における算術平均粗さは、 $0.01\mu\text{m}$ 以上 $0.6\mu\text{m}$ 以下である。

明 細 書

発明の名称：鉄基結晶合金の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、鉄基結晶合金の製造方法に関し、より詳しくは、直流モータに適用されるコア材として好適に使用することができる鉄基結晶合金の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、電子部品として使用されるインダクタやリアクトルといった各種受動素子やトランス向けに、鉄損が低く飽和磁束密度が高い材料が市場から求められている。このような材料としては、鉄（Fe）、珪素（Si）、硼素（B）を主原料とする鉄基アモルファス材料や鉄基ナノ結晶材料が知られており、このような軟磁性材料を用いて溶湯急冷凝固法により作製される厚み $17\mu\text{m}$ から $25\mu\text{m}$ 程度のFe-Si-B系アモルファス合金薄帯は、従来の珪素鋼板に代わるものとして、大型トランスやインダクタ向けを中心に需要を伸ばしている。

[0003] また、上記のFe-Si-B系アモルファス合金薄帯は、珪素鋼板に比べて低鉄損であることから、この特長を活かして、ブラシレス直流（BLDC）モータのロータコアおよびステータコアに適用することで、モータ効率を高めることが検討されている。特に、 $20,000\text{rpm}$ を超えるような高速回転型のBLDCモータに使用する場合には、軟磁性材料の動作域が 2kHz 前後の高周波帯域となることで高いモータ効率を得られるため、モータの高速回転が要求される掃除機等の白物家電や電装向け補機モータ等への展開が期待されている。

[0004] 一方、白物家電のモータ以上に高効率化が求められているEV向けの駆動用モータは、珪素鋼板と同等の飽和磁束密度（ B_s ）を確保できないと必要な出力を得られないが、Fe-Si-B系アモルファス合金の B_s は最大でも 1.6T 程度であるため、 B_s が 1.7T 以上の珪素鋼板を代替することが困難である。このため、Fe-Si-B系アモルファス合金を用いたEV駆動用BLDCモータが市場へ投入された

例は、これまで存在していない。

[0005] 数10kW以上クラスのEV駆動用BLDCモータは、珪素鋼板のコア材と、優れた永久磁石特性を発現する異方性希土類鉄硼素系焼結磁石とを組み合わせ、マグネットトルクの活用による高効率化が従来進められてきたが、透磁率の低い珪素鋼板では、異方性希土類鉄硼素系焼結磁石の優れた磁気特性を十分活用することができないため、低鉄損コア材の実現が困難である。このため、永久磁石性能の有効活用とコア材の低鉄損化との相乗効果により、自動車の省エネルギー化に貢献可能な高出力・高効率BLDCモータの市場要求は極めて高い。

[0006] Fe-Si-B系アモルファス合金は、珪素鋼板に比べて透磁率が高く、また、鉄損を1/10程度まで低減可能であることから、EV駆動用BLDCモータのコア材として、珪素鋼板からの代替が検討されている。ところが、上記のように飽和磁束密度 (B_s) が低いため、鉄損の影響が顕著になる15,000rpm以上の高速回転型のBLDCモータへの展開が主となり、回転数が15,000rpm未満のEV向け駆動用モータへの適用が困難である。また、Fe-Si-B系アモルファス合金薄帯は、厚みが25 μ m程度と薄く、BLDCモータのロータコアおよびステータコア用の積層コア等を製造するための打抜きプレス加工が困難であるため、主として巻きコアとしての利用に限定され、モータ用途において珪素鋼板を代替し難い。

[0007] 一方、Fe-Si-B系ナノ結晶材は、割れや欠けが生じ易いため、巻きコアとして利用するか、あるいは、粉碎後に成形して圧粉コアとして利用するしかなく、Fe-Si-B系アモルファス合金と同様に、積層コアとして利用することが難しい。

[0008] Fe-Si-B系のアモルファス組織やナノ結晶組織を得るためには、SiおよびBを添加する必要があり、ナノ結晶組織とするためには、さらにCu、Nb等の添加元素が必要となるため、結果的にFeの組成比率が低下することに起因して、 $B_s \geq 1.7T$ を得ることが出来ない。このため、従来においては、積層コア化が容易であり、かつ、 $B_s \geq 1.7T$ を確保可能な鉄基合金は見出されていない。

- [0009] 例えば、非特許文献1には、リン(P)を添加することで急冷凝固速度を低下させ、厚み $50\mu\text{m}$ 以上の鉄基非晶質合金薄帯が得られることが開示されている。ところが、リン添加系合金は、リンの添加によってBsの低下を招来するだけでなく、合金溶解時にリン成分が揮発して溶湯急冷装置内外の汚染が著しくなり、更には燃えやすいおそれがあるため、未だ産業分野での応用例は少ない。
- [0010] 特許文献1-3には、複数のスリットノズルから回転する冷却ロール上に合金溶湯を出湯する多重スリット法により、打抜き加工が可能な程度の板厚(例えば $50\mu\text{m}$ 程度)を有する非晶質合金薄帯を製造する方法が開示されている。ところが、このような技術を用いても $B_s \geq 1.7\text{T}$ を実現することは困難であり、珪素鋼板に代わるEV駆動用BLDCモータ向け積層コア向けの軟磁性材料としての適用は困難である。
- [0011] 特許文献4には、多孔ノズルを使用して、幅広の急冷薄帯を作製する際の金属薄帯の厚みが不均一になるのを抑制する金属薄帯の製造方法が開示されている。特許文献4の発明は、ノズル開口部の形状に特徴を有するものであるが、加工が難しいためにノズル加工費が高騰するという問題があり、量産レベルでの利用は難しい。
- [0012] 特許文献5には、千鳥型のマルチオリフィスを有する出湯ノズルを用いて厚板化を図った鉄基珪素硼素系非晶質合金の製造方法が開示されているが、珪素鋼板と比較した場合には、高Bsや十分な厚みの確保が困難であった。
- [0013] 特許文献6には、 $B_s \geq 1.7\text{T}$ でかつ、厚み $\geq 40\mu\text{m}$ の高Bsを特長とする積層コア化が可能なFe-Si-B系急冷凝固合金が開示されている。特許文献6の発明は、必須元素である鉄、珪素、硼素の三元組成において、各元素の配合比率を最適化したものであるが、これによって得られる合金薄帯から積層コアを製造する際の打抜きプレス加工性は、珪素鋼板に比べると劣るため、積層コアを低コストで作製する上で更に改良の余地があった。

先行技術文献

特許文献

- [0014] 特許文献1：特開平5－329587号公報
特許文献2：特開平7－113151号公報
特許文献3：特開平8－124731号公報
特許文献4：特開昭63－220950号公報
特許文献5：特開2018－153828号公報
特許文献6：特開2021－193199号公報

非特許文献

- [0015] 非特許文献1：高飽和磁束密度を有する新規バルク金属ガラス/アモルファス厚板の創製（東北大学・金属ガラス総合研究センター）牧野彰宏、久保田健、常春涛

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0016] 本発明は、低鉄損および高飽和磁束密度を確保しつつ、打抜き加工を容易に行うことができる鉄基結晶合金の製造方法の提供を目的とする。

課題を解決するための手段

- [0017] 本発明の前記目的は、組成式 $(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{100-x}(\text{B}_{1-z}\text{C}_z)_x$ で表現され、 x 、 y 、 z がそれぞれ $10.0 \leq x \leq 18.0$ 原子%、 $0.05 \leq y \leq 0.5$ 、 $0.0 \leq z \leq 0.3$ を満足する組成を有する (Fe, Co) -B系の合金溶湯を用意する工程と、冷却ロール上で前記合金溶湯を急凝固する急凝固工程を備え、前記急凝固工程は、前記冷却ロールをロール表面速度15m/sec以上40m/sec以下で回転させながら、前記冷却ロールの表面に前記合金溶湯をシングルスリットノズルからなる出湯ノズルから噴射することにより、 α -Fe相の存在比率が50体積%以上95体積%未満であり、残部がFe-B相からなる鉄基結晶合金を作製する工程を備え、前記鉄基結晶合金は、厚みが50 μm 以下の薄帯状に形成され、飽和磁束密度が1.7T以上であり、磁束1.0Tおよび周波数1kHzでの鉄損 (W10/1k) が20W/kg以下であり、1kHzでの透磁率が1500以上であり、前記冷却ロールの表面における算術平均粗さが、0.01 μm 以上0.6 μm 以下である鉄基結晶合金の製造方法によ

り達成される。

[0018] この鉄基結晶合金の製造方法において、前記出湯ノズルは、スリット幅が0.2mm以上0.7mm以下であることが好ましい。

[0019] また、前記出湯ノズルから前記冷却ロールの表面までの距離が、0.2mm以上5.0mm以下であることが好ましい。

発明の効果

[0020] 本発明によれば、低鉄損および高飽和磁束密度を確保しつつ、打抜き加工を容易に行うことができる鉄基結晶合金の製造方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0021] [図1]本発明の一実施形態に係る薄帯状の鉄基結晶合金の製造方法に用いる装置の概略構成図である。

[図2]図1に示す装置の要部を示す拡大図であり、(a)は断面図、(b)は底面図である。

[図3]本発明の一実施例で得られた鉄基結晶合金の粉末X線回折プロファイルである。

[図4]本発明の他の実施例で得られた鉄基結晶合金の粉末X線回折プロファイルである。

[図5]本発明の更に他の実施例で得られた鉄基結晶合金の粉末X線回折プロファイルである。

[図6]本発明の一比較例で得られた鉄基結晶合金の粉末X線回折プロファイルである。

発明を実施するための形態

[0022] [合金組成]

鉄基合金の打抜き加工性を改善するには、硬くて割れやすいアモルファス組織ではなく結晶組織にする必要がある。本発明の鉄基結晶合金組成は、Fe-Bの二元合金組成を基本とし、Feの一部を、Feと同じく強磁性元素であるCoで置換したものであり、組成式が $(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{100-x}(\text{B}_{1-z}\text{C}_z)_x$ で表現される。

[0023] CoのFeに対する置換率は、低すぎると $B_s \geq 1.7T$ の実現が困難になるため、上記組成式の y は、 0.05 以上を確保する必要がある。 y の値が増加すると、 $y = 0.5$ までは鉄基結晶合金の B_s が単調に増加するが、 y の値が 0.5 を超えると、 B_s は増加せずに、高価な元素であるCoの使用により製造コストのみが増大する。このため、 $0.05 \leq y \leq 0.5$ であり、高 B_s 化の観点から $0.1 \leq y \leq 0.5$ が好ましく、製造コストをも考慮すると、 $0.15 \leq y \leq 0.4$ がより好ましい。

[0024] 本発明の鉄基結晶合金において、Bは、低鉄損および高透磁率を得るために必須の元素であり、 α -Fe相およびFe-B相からなる組織を均一な微細組織とするための役割りを果たしている。Bの一部をCで置換してもよく、これによって合金溶湯の融点が低下するため、急冷凝固条件が緩和されて、鉄基結晶合金の作製が容易になる。

[0025] 但し、Bに対するCの置換率が高すぎると、Fe-C化合物が生成されることで α -Fe相およびFe-B相からなる均一で微細な結晶組織を得難くなる。このため、上記組成式の z は、 $0.0 \leq z \leq 0.3$ であり、高 B_s 特性を維持する観点から、 $0.0 \leq z \leq 0.2$ が好ましく、 $0.05 \leq z \leq 0.15$ がより好ましい。

[0026] 鉄基結晶合金の全体組成に対するBおよびCの割合が低すぎると、打抜きプレス時に割れの起点となる粗大な α -Fe相が析出し易くなる一方、鉄基結晶合金の全体組成に対するBおよびCの割合が高すぎると、Fe-B相の体積比率の増加と α -Fe相の体積比率の低下を招来して、 $B_s \geq 1.7T$ を確保することが困難になる。このため、上記組成式の x は、 $10.0 \leq x \leq 18.0$ 原子%であり、 $11.0 \leq x \leq 17.0$ 原子%が好ましく、 $12.0 \leq x \leq 16.0$ 原子%がより好ましい。

[0027] [金属組織]

本発明の鉄基結晶合金は、 α -Fe相とFe-B相のコンポジット組織を有する（Fe, Co）-B系鉄基結晶合金であり、BLDCモータの効率向上に大きく寄与する磁氣的性質および機械的性質を有する。 α -Fe相の存在比率は、低すぎると、 $B_s \geq 1.7T$ の確保が困難になる一方、高すぎると、 $10 \mu\text{m}$ 以上程度の粗大な α -Feが析出し易いため、打抜きプレス時に割れの起点になるおそれがあり、更には鉄損の増加および透磁率の低下が生じ易い。したがって、 α -Fe相の存在比

率は、50体積%以上95体積%未満であり、60体積%以上90体積%未満が好ましく、60体積%以上85体積%未満がさらに好ましい。Fe-B相は、 α -Fe相の残部の相であり、FeB、Fe₂Bを主とする相である。後述するように、 α -Fe相は、合金溶湯の急冷速度を制御することにより、存在比率や結晶粒径を所望の値に調整することができる。 α -Fe相の平均結晶粒径は、2nm ~ 20 nmであることが好ましい。 α -Fe相の平均結晶粒径は、後述する粉末X線回折 (XRD) によるX線回折ピークの半値幅より求めることができる。

[0028] [磁気特性]

本発明の鉄基結晶合金の飽和磁束密度は、 $B_s \geq 1.7T$ であるが、30kW以上のEV駆動用のBLDCモータの適用を想定した場合、 $B_s \geq 1.72T$ が好ましく、 $B_s \geq 1.75T$ がさらに好ましい。

[0029] また、本発明の鉄基結晶合金は、磁束：1.0Tおよび周波数：1kHzでの鉄損 (W10/1k) $\leq 20W/kg$ であり、珪素鋼板 (JIS規格35A360) の鉄損 (W10/1k) : 96.6W/kgに比べて大幅に低い低鉄損性能を有する。鉄損 (W10/1k) が20W/kgを超えると、モータ効率の改善効果が低下する。モータ効率の改善効果をより高めるためには、鉄損 (W10/1k) $\leq 15W/kg$ が好ましく、鉄損 (W10/1k) $\leq 10W/kg$ がさらに好ましい。

[0030] 本発明の鉄基結晶合金は、1kHzでの透磁率が1500以上である。1kHzでの透磁率が1500より低いと、ステータコアにおけるティース部表面の磁束量について、珪素鋼板に対する優位性が少なくなる。珪素鋼板に対する優位性をより高めるため、1kHzでの透磁率は、2000以上が好ましく、3000以上がより好ましい。

[0031] [鉄基結晶合金の製造方法]

本発明の鉄基結晶合金は、上記の組成を有する (Fe, Co) -B系の合金溶湯を用意する工程と、用意した合金溶湯を急凝固する急凝固工程を備える鉄基結晶合金の製造方法により製造される。

[0032] 図1は、本発明の一実施形態に係る鉄基結晶合金の製造方法に用いる単ロール溶湯急冷装置の概略構成図である。図1に示す単ロール溶湯急冷装置1

は、溶解炉 2 と、貯湯容器 5 と、冷却ロール 8 とを備えている。

[0033] 溶解炉 2 は、高周波誘導加熱により原料を溶解した合金溶湯 3 を、傾動軸 4 の回転により貯湯容器 5 に供給する。貯湯容器 5 は、底部に出湯ノズル 6 を備えており、加熱コイル（図示せず）により合金溶湯 3 を更に加熱して、出湯ノズル 6 の下端に形成されたスリット 7 から冷却ロール 8 の表面（外周面）に合金溶湯 3 を噴出する。冷却ロール 8 は、内部に冷却水が供給されることにより、表面に接触する合金溶湯を急冷し、(Fe, Co) -B系の薄帯状の急凝固合金 9 を形成する。出湯ノズル 6 の材質は、例えば、石英 (SiO₂)、窒化硼素 (BN)、炭化珪素 (SiC) およびアルミナ (Al₂O₃) から適宜選択することができる。

[0034] 図 2 は、図 1 に示す装置の出湯ノズル 6 を示す拡大図であり、(a) は断面図、(b) は底面図である。図 2 (a) に示す出湯ノズル 6 は、単一のスリット 7 が形成されたシングルスリットノズルである。スリット 7 の幅 W 1 は、冷却ロール 8 に供給される合金溶湯 3 の出湯レートを調整する役割を果たす。スリット幅 W 1 が小さすぎると、スリット加工が困難になり易く、更には溶湯によるスリット 7 の閉塞が生じ易い一方、スリット幅 W 1 が大きすぎると、出湯レートが高くなり過ぎて冷却ロール 8 での抜熱が間に合わず、冷却ロール 8 に急凝固合金が張り付いて安定した溶湯急凝固を継続し難いことから、スリット幅 W 1 は、0.2mm 以上 0.7mm 以下である。スリット幅 W 1 は、0.3mm 以上 0.6mm 以下が好ましく、0.3mm 以上 0.5mm 以下がさらに好ましい。

[0035] 冷却ロール 8 の表面に供給された溶湯は、冷却ロール 8 の回転により薄帯状の急凝固合金 9 となって、冷却ロール 8 から剥離される。冷却ロール 8 の表面速度が低すぎると、厚みが 50 μm を超える過大な厚みの (Fe, Co) -B系急凝固合金となるため、粗大な α-Fe 相が析出して、打抜きプレス時に割れが生じ易くなる。一方、冷却ロール 8 の表面速度が高すぎると、(Fe, Co) -B系結晶合金の微細化が進み過ぎることで、α-Fe 相の存在比率が低下するため、Bs ≥ 1.7T の確保が困難になり易い。このため、冷却ロール 8 の表面速度は

、15m/sec以上40m/sec以下であり、好ましくは、15m/sec以上35m/sec以下であり、さらに好ましくは、17m/sec以上32m/sec以下である。冷却ロール8の直径は、例えば、200~20000mmである。冷却ロール8は、急凝固時間が10sec以下の短時間であれば、水冷は必ずしも必要ではないが、急凝固時間が10sec以上におよぶ場合は、冷却ロール8の内部に冷却水を流すことで、冷却ロール8の表面の温度上昇を抑制することが好ましい。冷却ロール8の水冷能力は、単位時間あたりの凝固潜熱と出湯レートに応じて、適宜調整することが好ましい。

[0036] 薄帯状の急凝固合金9の作製においては、冷却ロール8の外表面に対する合金溶湯3の密着性が重要になるが、この溶湯密着性は、冷却ロール8の表面粗度に大きく依存する。冷却ロール8の表面粗度が小さすぎると、冷却ロール8の表面で合金溶湯3が滑ることで十分な冷却が困難になる一方、冷却ロール8の表面粗度が大きすぎると、急冷合金が冷却ロール8に張り付くおそれがある。このため、冷却ロール8の表面における算術平均粗さ (Ra) は、 $0.01\mu\text{m}$ 以上 $0.6\mu\text{m}$ 以下であり、 $0.05\mu\text{m}$ 以上 $0.55\mu\text{m}$ 以下が好ましく、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $0.5\mu\text{m}$ 以下がさらに好ましい。

[0037] 図1において、出湯ノズル6の先端から冷却ロール8の表面までの距離dは、小さすぎると、急冷合金が冷却ロール8に張り付いて、合金溶湯3の安定した急凝固を継続できないおそれがある一方、大きすぎると、冷却ロール8の表面上に湯だまり (パドル) が形成されずに、合金溶湯3の急凝固を実施できないおそれがある。このため、上記の距離dは、 0.2mm 以上 5.0mm 以下であり、好ましくは、 0.3mm 以上 3.0mm 以下であり、より好ましくは、 0.3mm 以上 2.0mm 以下である。

[0038] 冷却ロール8は、純銅、銅合金、モリブテン (Mo) およびタングステン (W) のいずれかを主原料とする材料により形成することで、熱伝導性や耐久性に優れることが好ましい。主原料とは、重量比において50%以上を占めることをいう。冷却ロール8の表面には、クロム、ニッケル、またはこれらの合金からなるめっきを施してもよく、これによって、冷却ロール8表面の耐

熱性および硬度を増し、急凝固時におけるロール表面の溶融や劣化を抑制することができる。

[0039] [熱処理]

好ましい実施形態では、(Fe, Co)-B系急凝固合金を200°C以上700°C以下の一定温度にて熱処理することにより、急凝固合金中の歪除去が可能となり、さらなる低鉄損化を実現できる。熱処理温度が200°C未満では、歪除去の効果が少なく、700°Cを超えると α -Fe相の粗大化が進むため、急凝固合金の脆性が増し、打ち抜き加工時に急凝固合金が割れ易くなる。上記の熱処理温度は、300°C以上700°C以下が好ましく、400°C以上680°C以下がより好ましい。上記熱処理の熱処理時間は、熱処理装置の均熱帯の形状に依存するが、3分間以上2時間未満の時間範囲内にて、適宜、最適な熱処理時間を選択する。なお、上記熱処理は、真空もしくは不活性ガスの雰囲気で行われることが好ましいが、大気中での熱処理も許容される。

[0040] [実施例]

以下、本発明を実施例により更に具体的に説明する。但し、本発明は、以下の実施例に限定されるものではない。

[0041] 下記表1の実施例1-11および比較例12-17に示す合金組成となるように、純度99.5%以上のB、C、CoおよびFeの各元素を配合した素原料100kgをアルミナ製坩堝（溶解炉）に収容し、高周波誘導加熱により溶解して合金溶湯を形成した。この合金溶湯50kgを、表1に示すスリットを有するBN製の出湯ノズルを底部に備える内径200mm×高さ400mmのアルミナ製の貯湯容器に注いだ。出湯ノズルのスリット幅およびスリット長さは、表1に示すとおりである。

[0042] この後、貯湯容器の周囲に設置された高周波加熱用コイルへ通電することで合金溶湯50kgをさらに加熱し、合金溶湯の温度が配合組成合金の融点より100°C以上高温に到達した後、出湯ノズルの上部に配したアルミナ製溶湯ストッパーを引き抜いた。これにより、出湯ノズルから直下の冷却ロール表面に合金溶湯を噴出した。冷却ロールは、クロムジルコン銅製であり、外径600mm

、幅200mmである。また、出湯ノズルと冷却ロール表面とのギャップは、表1に示すとおりである。また、出湯ノズルからの合金溶湯の噴射圧、冷却ロールのロール表面速度、および、冷却ロールのロール表面の算術平均粗さ (Ra) は、表2に示すとおりである。

[0043] 冷却ロールの表面へ噴出された合金溶湯は、冷却ロール表面上に湯だまり (パドル) を形成し、パドルと冷却ロールの界面にて急凝固されることで、表3に示す平均厚みおよび平均幅を持つ薄帯状の急凝固合金を得た。実施例3については、急凝固合金に対して、Ar流気中で650°C×10分間の熱処理を施した。こうして得られた急凝固合金に対して打ち抜き試験を行ったところ、表3に示す結果となった。

[0044] 得られた急凝固合金に対して粉末X線回折 (XRD) による組織評価を行ったところ、実施例1-11の急凝固合金は、いずれも α -Fe型およびFe-B型の化合物からなる結晶合金であった。急凝固合金中に析出した α -Feの体積% (X線回折にて α -Fe存在比率を判定) を表3に示す。粉末X線回折による構成相の定量分析は一般的な評価手法であり、X線回折装置の解析ソフトに組み込まれ、各相の構成比の把握が可能である。実施例の急凝固合金の粉末X線回折プロファイルの代表例として、実施例4を図3に、実施例9を図4にそれぞれ示す。図3および図4に示すように、実施例4および実施例9の急凝固合金の組織は、 α -Fe相およびFe-B相からなるコンポジット組織であった。

[0045] 実施例1-11および比較例12-17のas-spun (急凝固直後) または熱処理後の急凝固合金のBs、鉄損および透磁率を、表4に示す。Bsは、東英工業株式会社製の振動式試料磁力計により測定し、鉄損および透磁率は、岩崎通信機株式会社製B-Hアナライザを用いて測定した。上記のとおり、実施例3の急凝固合金のみ熱処理が施されているが、図5に示すように、実施例3の急凝固合金の粉末X線回折プロファイルについても、 α -Fe相およびFe-B相からなるコンポジット組織であった。

[0046] 比較例12-17の急凝固合金は、粉末X線回折 (XRD) による評価によ

り、アモルファス単相の金属組織であった。表3に α -Feの体積% (X線回折にて α -Fe存在比率を判定)を示す。比較例の急凝固合金の粉末X線回折プロファイルの代表例として、比較例12を図6に示す。図6に示すように、比較例12の急凝固合金の組織は、アモルファス単相組織であった。

[0047] [表1]

		合金組成 (原子%)	スリット幅(mm)、 スリット長さ(mm)	ノズル/ロール間 ギャップ*(mm)
実施例	1	$(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{89}\text{B}_{11}$	0.4、50	0.8
	2	$(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{86}\text{B}_{14}$	0.5、30	1.0
	3	$(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{86}\text{B}_{14}$	0.5、30	1.0
	4	$(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{83}\text{B}_{17}$	0.4、50	0.8
	5	$(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{86}(\text{B}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{14}$	0.4、50	0.8
	6	$(\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1})_{86}\text{B}_{14}$	0.4、50	0.8
	7	$(\text{Fe}_{0.6}\text{Co}_{0.4})_{86}\text{B}_{14}$	0.4、50	0.8
	8	$(\text{Fe}_{0.5}\text{Co}_{0.5})_{86}\text{B}_{14}$	0.5、30	1.0
	9	$(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{85}(\text{B}_{0.8}\text{Co}_{0.1})_{15}$	0.4、50	0.8
	10	$(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{86}\text{B}_{14}$	0.5、30	1.0
	11	$(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{86}\text{B}_{14}$	0.5、30	1.0
比較例	12	$\text{Fe}_{78.7}\text{Si}_{15.8}\text{B}_{15.5}$	0.5、30	0.9
	13	$\text{Fe}_{78.9}\text{Si}_{15.5}\text{B}_{15.5}$	0.5、30	0.9
	14	$\text{Fe}_{78.5}\text{Si}_{16.0}\text{B}_{15.5}$	0.5、30	0.9
	15	$\text{Fe}_{79.7}\text{Si}_{15.8}\text{B}_{14.5}$	0.5、30	0.9
	16	$(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{86}\text{B}_{14}$	0.5、30	1.0
	17	$(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{86}\text{B}_{14}$	0.5、30	1.0

[0048]

[表2]

		噴射圧 (kPa)	ロール表面速度 (m/sec)	ロール表面粗さ Ra (μm)
実施例	1	30	25	0.23
	2	20	25	0.12
	3	20	25	0.12
	4	20	25	0.23
	5	25	30	0.31
	6	20	23	0.23
	7	25	25	0.52
	8	20	25	0.47
	9	25	25	0.23
	10	20	15	0.12
	11	20	40	0.12
比較例	12	20	25	0.23
	13	20	25	0.23
	14	20	25	0.23
	15	20	35	0.12
	16	20	10	0.12
	17	20	45	0.12

[0049]

[表3]

		平均厚み (μm)	平均幅 (mm)	R1mmの打抜き 試験における 割れ判定	$\alpha\text{-Fe}$ の 体積%
実施例	1	33	50	割れ無し	95.0
	2	30	30	割れ無し	78.0
	3	30	30	割れ無し	81.0
	4	34	50	割れ無し	88.0
	5	26	50	割れ無し	83.0
	6	38	50	割れ無し	78.0
	7	30	50	割れ無し	92.0
	8	31	30	割れ無し	80.0
	9	33	50	割れ無し	63.0
	10	37	30	割れ無し	80.0
	11	23	30	割れ無し	72.0
比較例	12	29	30	割れ無し	0.0
	13	27	30	割れ無し	0.0
	14	25	30	割れ無し	0.0
	15	21	30	打抜き不可	0.0
	16	52	31	割れ有り	95.0
	17	20	30	割れ無し	48.0

[0050]

[表4]

	熱処理条件	飽和磁束密度 Bs(T)	磁束1T、1kHz 時の鉄損 (W/g)	1kHz時の 透磁率	
実施例	1	熱処理無し	1.98	3.12	1,818
	2	熱処理無し	1.79	8.19	5,967
	3	650 °C × 10min	1.79	0.47	3,303
	4	熱処理無し	1.71	5.38	4,583
	5	熱処理無し	1.76	6.18	6,302
	6	熱処理無し	1.73	7.88	5,032
	7	熱処理無し	1.82	5.98	1,839
	8	熱処理無し	1.87	2.72	6,732
	9	熱処理無し	1.72	5.55	4,610
	10	熱処理無し	1.75	10.53	2,670
	11	熱処理無し	1.73	5.21	3,381
比較例	12	熱処理無し	1.49	5.60	16,550
	13	熱処理無し	1.50	3.38	9,057
	14	熱処理無し	1.46	3.20	12,320
	15	熱処理無し	1.59	3.70	15,080
	16	熱処理無し	1.73	43.50	1,554
	17	熱処理無し	1.63	6.39	2,819

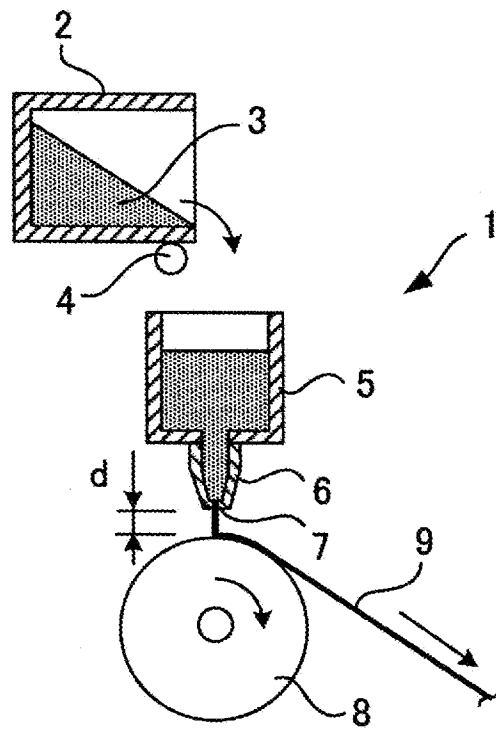
符号の説明

- [0051] 1 単ロール溶湯急冷装置
 2 溶解炉
 3 合金溶湯
 4 傾動軸
 5 貯湯容器
 6 出湯ノズル
 7 スリット
 8 冷却ロール
 9 急冷凝固合金

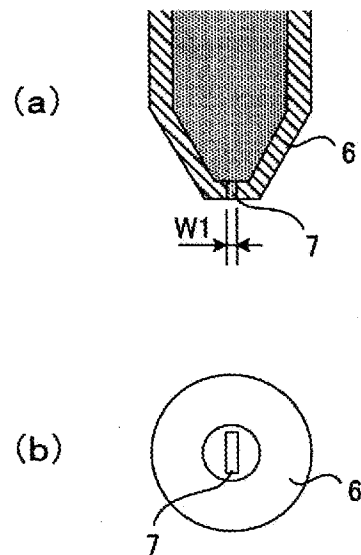
請求の範囲

- [請求項1] 組成式 $(\text{Fe}_{1-y}\text{Co}_y)_{100-x}(\text{B}_{1-z}\text{C}_z)_x$ で表現され、 x 、 y 、 z がそれぞれ $10.0 \leq x \leq 18.0$ 原子%、 $0.05 \leq y \leq 0.5$ 、 $0.0 \leq z \leq 0.3$ を満足する組成を有する (Fe, Co) -B系の合金溶湯を用意する工程と、
- 冷却ロール上で前記合金溶湯を急凝固する急凝固工程を備え、
- 前記急凝固工程は、前記冷却ロールをロール表面速度15m/sec以上40m/sec以下で回転させながら、前記冷却ロールの表面に前記合金溶湯をシングルスリットノズルからなる出湯ノズルから噴射することにより、 α -Fe相の存在比率が50体積%以上95体積%未満であり、残部がFe-B相からなる鉄基結晶合金を作製する工程を備え、
- 前記鉄基結晶合金は、厚みが50 μm 以下の薄帯状に形成され、飽和磁束密度が1.7T以上であり、磁束1.0Tおよび周波数1kHzでの鉄損 ($W_{10/1k}$) が20W/kg以下であり、1kHzでの透磁率が1500以上であり、
- 前記冷却ロールの表面における算術平均粗さが、0.01 μm 以上0.6 μm 以下である鉄基結晶合金の製造方法。
- [請求項2] 前記出湯ノズルは、スリット幅が0.2mm以上0.7mm以下である請求項1に記載の鉄基結晶合金の製造方法。
- [請求項3] 前記出湯ノズルから前記冷却ロールの表面までの距離が、0.2mm以上5.0mm以下である請求項1または2に記載の鉄基結晶合金の製造方法。

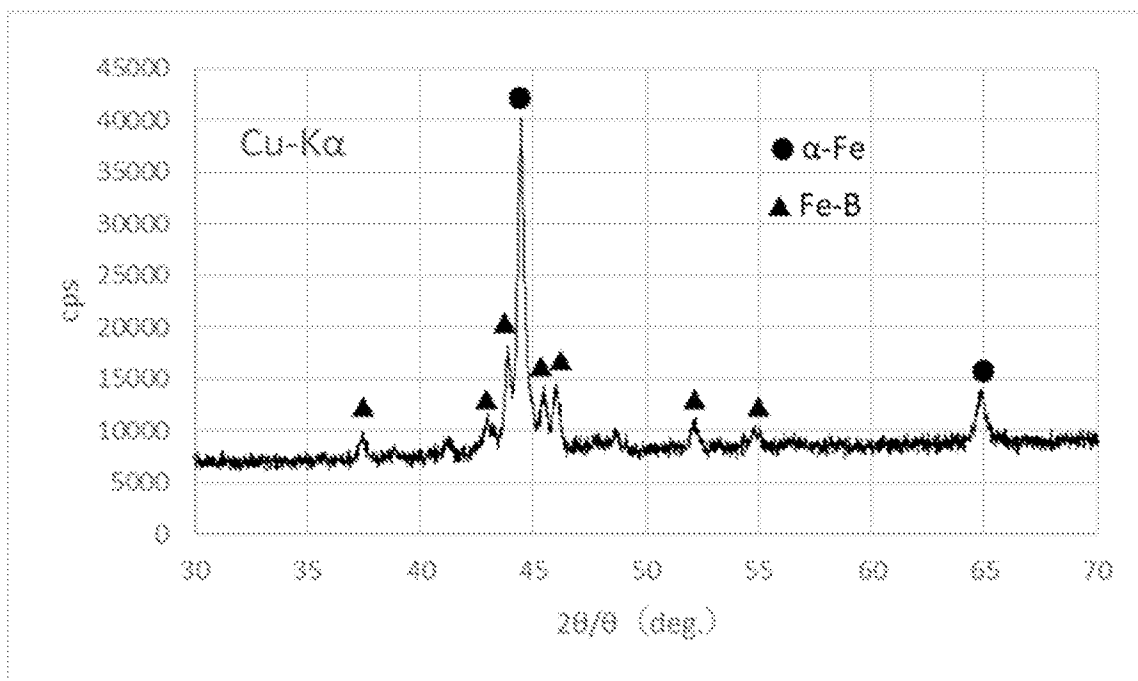
[図1]



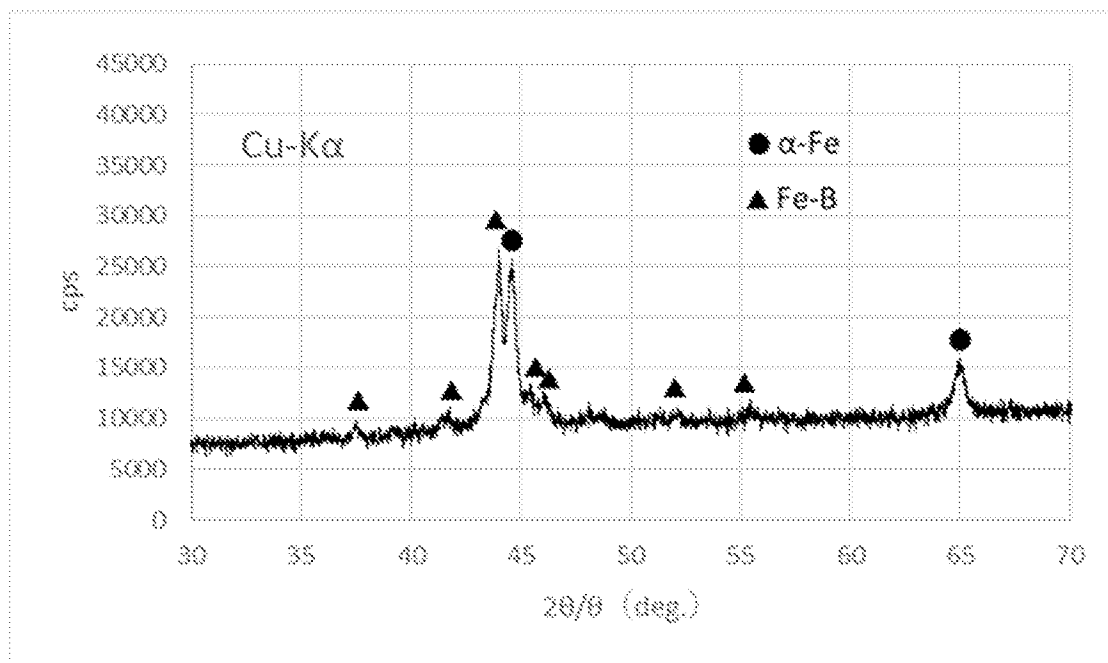
[図2]



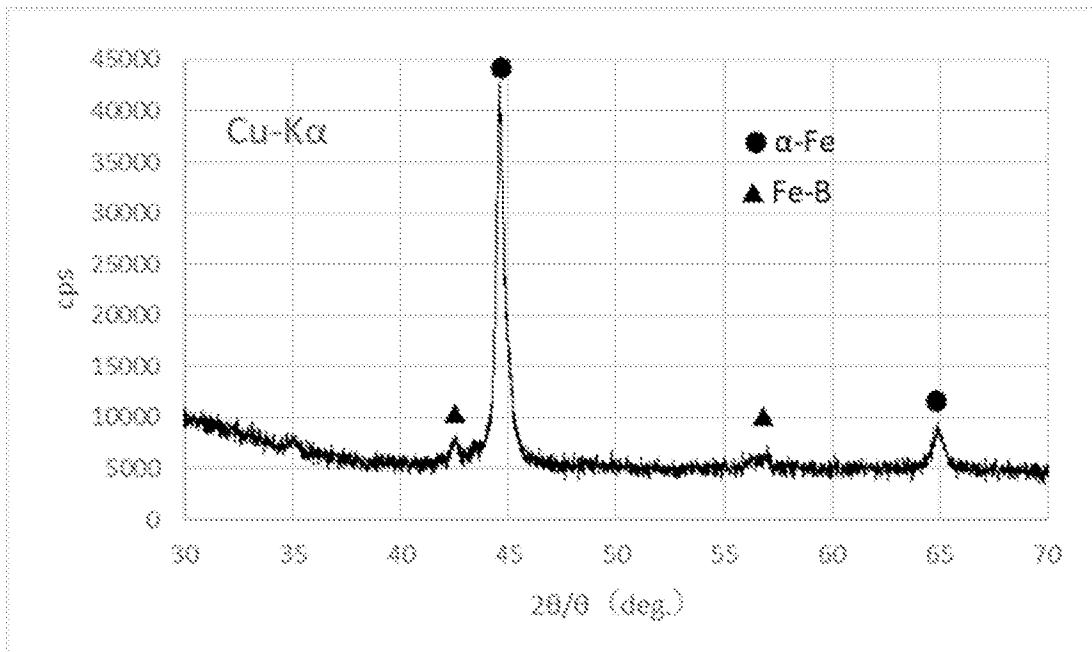
[図3]



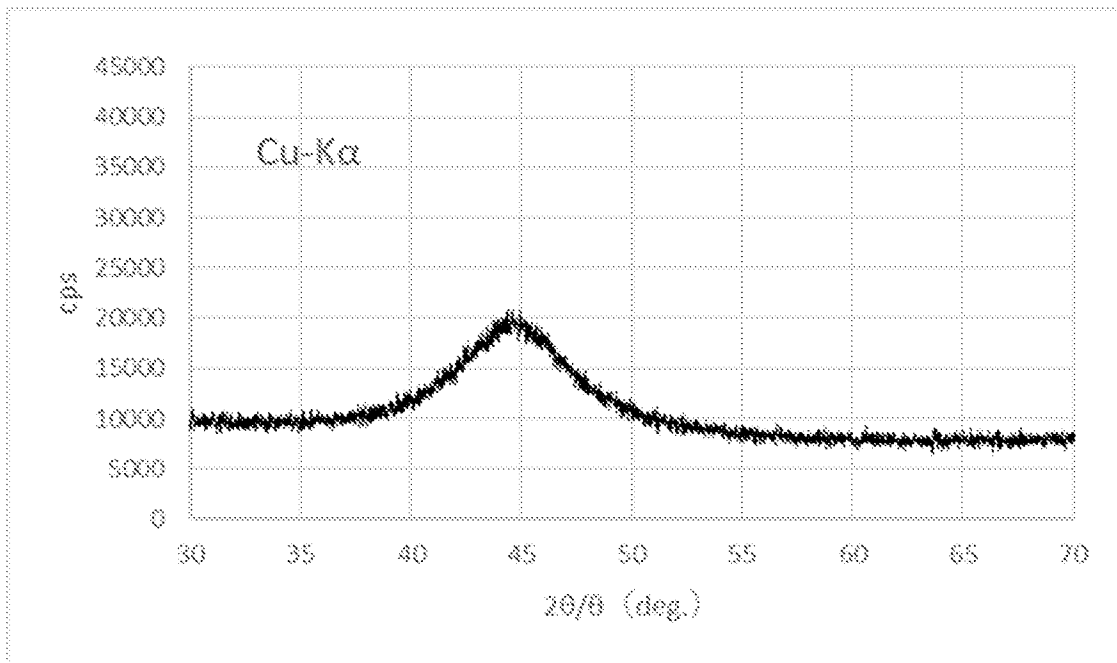
[図4]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/025071

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C21D 6/00</i> (2006.01)i; <i>B22D 11/06</i> (2006.01)i; <i>B22D 11/16</i> (2006.01)i; <i>C22C 38/00</i> (2006.01)i; <i>H01F 1/147</i> (2006.01)i; <i>H01F 1/153</i> (2006.01)i FI: C21D6/00 C; B22D11/06 360B; B22D11/16 104W; H01F1/147; H01F1/153 116; C22C38/00 303V		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C21D6/00; B22D11/06; B22D11/16; C22C38/00; H01F1/147; H01F1/153		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2024 Registered utility model specifications of Japan 1996-2024 Published registered utility model applications of Japan 1994-2024		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2022-523627 A (MONASH UNIVERSITY) 26 April 2022 (2022-04-26) entire text, all drawings	1-3
A	JP 2002-53939 A (ALPS ELECTRIC CO., LTD.) 19 February 2002 (2002-02-19) entire text, all drawings	1-3
A	CN 107103976 A (TIANJIN UNIVERSITY) 29 August 2017 (2017-08-29) entire text, all drawings	1-3
A	WO 2022/196672 A1 (HILLTOP CORPORATION) 22 September 2022 (2022-09-22) entire text, all drawings	1-3
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: “A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance “D” document cited by the applicant in the international application “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed “T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention “X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone “Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art “&” document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 26 September 2024		Date of mailing of the international search report 15 October 2024
Name and mailing address of the ISA/JP Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No. PCT/JP2024/025071

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP 2022-523627 A	26 April 2022	US 2022/0112587 A1 entire text, all drawings WO 2020/142810 A1 EP 3908683 A1 CN 113557315 A AU 2020207135 A1	
JP 2002-53939 A	19 February 2002	(Family: none)	
CN 107103976 A	29 August 2017	(Family: none)	
WO 2022/196672 A1	22 September 2022	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C21D 6/00(2006.01)i; B22D 11/06(2006.01)i; B22D 11/16(2006.01)i; C22C 38/00(2006.01)i; H01F 1/147(2006.01)i; H01F 1/153(2006.01)i FI: C21D6/00 C; B22D11/06 360B; B22D11/16 104W; H01F1/147; H01F1/153 116; C22C38/00 303V		
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） C21D6/00; B22D11/06; B22D11/16; C22C38/00; H01F1/147; H01F1/153		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2024年 日本国実用新案登録公報 1996-2024年 日本国登録実用新案公報 1994-2024年		
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2022-523627 A (モナシュ ユニバーシティー) 26.04.2022 (2022-04-26) 全文,全図	1-3
A	JP 2002-53939 A (アルプス電気株式会社) 19.02.2002 (2002-02-19) 全文,全図	1-3
A	CN 107103976 A (TIANJIN UNIVERSITY) 29.08.2017 (2017-08-29) 全文,全図	1-3
A	WO 2022/196672 A1 (HILLTOP株式会社) 22.09.2022 (2022-09-22) 全文,全図	1-3
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの “D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献 “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に 公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若し くは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を 付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の 後に公表された文献	“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵 触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引 用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性 又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献 との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がな いと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献	
国際調査を完了した日 26.09.2024	国際調査報告の発送日 15.10.2024	
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官） 鈴木 葉子 4K 3557 電話番号 03-3581-1101 内線 3435	

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2024/025071

引用文献			公表日	パテントファミリー文献			公表日
JP	2022-523627	A	26.04.2022	US	2022/0112587	A1	
				全文, 全図			
				WO	2020/142810	A1	
				EP	3908683	A1	
				CN	113557315	A	
				AU	2020207135	A1	
JP	2002-53939	A	19.02.2002	(ファミリーなし)			
CN	107103976	A	29.08.2017	(ファミリーなし)			
WO	2022/196672	A1	22.09.2022	(ファミリーなし)			