

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6123790号
(P6123790)

(45) 発行日 平成29年5月10日 (2017.5.10)

(24) 登録日 平成29年4月14日 (2017.4.14)

(51) Int.Cl.	F I
C 2 2 C 45/02 (2006.01)	C 2 2 C 45/02 A
B 2 2 D 11/06 (2006.01)	B 2 2 D 11/06 3 6 0 B
H 0 1 F 1/153 (2006.01)	H 0 1 F 1/153 1 0 8
H 0 1 F 1/16 (2006.01)	H 0 1 F 1/16

請求項の数 5 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2014-504831 (P2014-504831)	(73) 特許権者	000005083
(86) (22) 出願日	平成25年3月7日 (2013.3.7)		日立金属株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2013/056355		東京都港区港南一丁目2番70号
(87) 国際公開番号	W02013/137118	(74) 代理人	100079049
(87) 国際公開日	平成25年9月19日 (2013.9.19)		弁理士 中島 淳
審査請求日	平成28年2月8日 (2016.2.8)	(74) 代理人	100084995
(31) 優先権主張番号	特願2012-58714 (P2012-58714)		弁理士 加藤 和詳
(32) 優先日	平成24年3月15日 (2012.3.15)	(74) 代理人	100099025
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 福田 浩志
		(72) 発明者	茂木 貴幸
			島根県安来市飯島町1240番地2 日立
			金属株式会社メトグラス安来工場内
		(72) 発明者	東 大地
			島根県安来市飯島町1240番地2 日立
			金属株式会社メトグラス安来工場内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アモルファス合金薄帯

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

Fe、Si、B、C、及び不可避免の不純物からなり、

Fe、Si、及びBの合計量を100.0原子%としたときに、Siの量が8.5原子%～9.5原子%であり、Bの量が10.0原子%以上12.0原子%未満であり、
前記合計量100.0原子%に対するCの量が0.2原子%～0.3原子%であり、
厚さが10μm～40μmであり、幅が100mm～300mmであるアモルファス合金薄帯。

【請求項2】

前記Bの量が10.0原子%～11.5原子%である請求項1に記載のアモルファス合金薄帯。

10

【請求項3】

占積率が88%以上である請求項1又は請求項2に記載のアモルファス合金薄帯。

【請求項4】

Fe、Si、及びBの合計量を100.0原子%としたときに、Feの量が79.0原子%～80.0原子%であり、Siの量が8.5原子%～9.5原子%であり、Bの量が10.5原子%～11.5原子%である請求項1～請求項3のいずれか1項に記載のアモルファス合金薄帯。

【請求項5】

単ロール法により製造された請求項1～請求項4のいずれか1項に記載のアモルファス

20

合金薄帯。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、アモルファス合金薄帯に関する。

【背景技術】

【0002】

アモルファス合金薄帯は、その優れた特性から、多くの用途において工業材料として有望視されている。

中でも、Fe（鉄）を主成分とするFe系アモルファス合金薄帯（例えば、Fe（鉄）を主成分とし更にB（ホウ素）及びSi（ケイ素）を含むFe-B-Si系アモルファス合金薄帯）は、鉄損が低く飽和磁束密度が高い等の理由から、変圧器の磁心等の材料として用いられている。かかるFe系アモルファス合金薄帯では、一般に、方向性電磁鋼板に比べて占積率が低いので、高い占積率が求められる。占積率が低いと、同じ内外径の磁心を作製した場合、総磁束やインダクタンスも低下するため、その分磁心を大きくしたり、巻線の数を増加しなければならないので、機器の小型化の点やコストの点で問題となる。

Fe系アモルファス合金薄帯の占積率を向上させるために、これまで種々の検討がなされている。

例えば、単ロール法により、高い占積率を示すFe系アモルファス合金薄帯を製造するための製造方法として、溶湯ノズル先端と冷却ロール表面との距離、冷却ロールの温度、冷却ロールの周速、冷却ロール周囲の雰囲気、溶湯ノズルからの噴出圧力、冷却ロールの表面状態など、製造条件を調整する方法が知られている（例えば、特開2006-281317号公報、特開平9-216036号公報、及び特開2007-217757号公報参照）。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

しかしながら、上記従来の技術のように製造条件の調整によって薄帯の占積率を向上させる方法では、アモルファス合金薄帯を連続して製造するにあたり、製造条件（例えば冷却ロールの表面状態等）を長時間維持することが困難である場合がある。また、製造条件の調整によって薄帯の占積率を向上させる方法では、磁束密度等の磁気特性が低下する場合がある。

そこで、Fe-B-Si系アモルファス合金薄帯の占積率を向上させる方法としては、上述の製造条件の調整の他に、Fe-B-Si系アモルファス合金薄帯の組成自体を調整する方法が考えられる。

【0004】

本発明者の検討により、Fe-B-Si系アモルファス合金薄帯の組成に、C（炭素）を加えることで、薄帯の占積率が向上することが明らかとなった。更に検討した結果、Siの量が比較的多い組成のFe-B-Si系アモルファス合金薄帯に対してCを多く加えすぎると、薄帯が脆くなる傾向があることが判明した。

また、アモルファス合金薄帯では、高い磁束密度を維持することも重要である。

【0005】

従って、本発明の課題は、占積率に優れ、脆さ（脆性）が抑制され、高い磁束密度が維持されたアモルファス合金薄帯を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

前記課題を解決するための具体的手段は以下のとおりである。

<1> Fe、Si、B、C、及び不可避免的不純物からなり、Fe、Si、及びBの合計量を100.0原子%としたときに、Siの量が8.5原子%～9.5原子%であり、Bの量が10.0原子%以上12.0原子%未満であり、前記合計量100.0原子%に対

10

20

30

40

50

するCの量が0.2原子%~0.6原子%であり、厚さが10 μ m~40 μ mであり、幅が100mm~300mmであるアモルファス合金薄帯である。

<2> 前記Cの量が0.3原子%~0.6原子%である<1>に記載のアモルファス合金薄帯である。

<3> 前記Bの量が10.0原子%~11.5原子%である<1>又は<2>に記載のアモルファス合金薄帯である。

<4> 占積率が88%以上である<1>~<3>のいずれか1つに記載のアモルファス合金薄帯である。

<5> Fe、Si、及びBの合計量を100.0原子%としたときに、Feの量が79.0原子%~80.0原子%であり、Siの量が8.5原子%~9.5原子%であり、Bの量が10.5原子%~11.5原子%である<1>~<4>のいずれか1つに記載のアモルファス合金薄帯である。

<6> 単ロール法により製造された<1>~<5>のいずれか1つに記載のアモルファス合金薄帯である。

【発明の効果】

【0007】

本発明によれば、占積率に優れ、脆さ（脆性）が抑制され、高い磁束密度が維持されたアモルファス合金薄帯を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図1】本発明のアモルファス合金薄帯の製造に好適なアモルファス合金薄帯製造装置の一実施形態を概念的に示す概略断面図である。

【図2】脆さの評価に用いたサンプルを模式的に示す概略図である。

【図3】脆さの評価における引き裂き後のサンプル片及び引き裂き線を模式的に示す概念図である。

【発明を実施するための形態】

【0009】

本明細書において、「~」を用いて示された数値範囲は、「~」の前後に記載される数値をそれぞれ最小値及び最大値として含む範囲を示す。

以下、本発明のアモルファス合金薄帯について詳細に説明する。

本発明のアモルファス合金薄帯（以下、単に「薄帯」ともいう）は、Fe、Si、B、C、及び不可避免の不純物からなり、Fe、Si、及びBの合計量を100.0原子%としたときに、Siの量が8.5原子%~9.5原子%（即ち、8.5原子%以上9.5原子%以下）であり、Bの量が10.0原子%以上12.0原子%未満であり、前記合計量100.0原子%に対するCの量が0.2原子%~0.6原子%（即ち、0.2原子%以上0.6原子%以下）であり、厚さが10 μ m~40 μ m（即ち、10 μ m以上40 μ m以下）であり、幅が100mm~300mm（即ち、100mm以上300mm以下）である。

【0010】

本発明者の検討により、Feを主成分とし更にB及びSiを含むFe-B-Si系アモルファス合金薄帯（以下、単に「Fe-B-Si系アモルファス合金薄帯」ともいう）の組成にC（炭素）を加えることで、薄帯の占積率が向上することが明らかとなった。この理由は、Cを加えることにより、Fe-B-Si系アモルファス合金薄帯の原料である合金溶湯の流動性が上がり、その結果、製造される薄帯の表面の平坦性が向上するためと考えられる。

また、本発明者が更に検討した結果、Siの量が比較的多い（具体的には、Fe、Si、及びBの合計量を100.0原子%としたときのSiの量が8.5原子%以上である）組成のFe-B-Si系アモルファス合金薄帯に対してCを多く加えすぎると（具体的には、Fe、Si、及びBの合計量100.0原子%に対するCの量が0.6原子%を超えると）薄帯が脆くなることが判明した。

そこで本発明者は、Fe、Si、及びBの合計量を100.0原子%としたときのSiの量が8.5原子%以上であるFe-B-Si系アモルファス合金薄帯の組成に対し、前記合計量100.0原子%に対する量が0.2原子%~0.6原子%となるようにCを加えることにより、脆さ（脆性）を抑制しながら、占積率を向上させることができ、しかも、高い磁束密度を維持できるとの知見を得、この知見に基づいて本発明を完成させた。

即ち、本発明によれば、占積率に優れ、脆さ（脆性）が抑制され、高い磁束密度が維持されたアモルファス合金薄帯が提供される。

また、本発明によれば、前記Cの量を0.6原子%以下としたことにより、Cを添加したときに生じることがあるアモルファス合金薄帯の経年劣化を抑制できる。

【0011】

上述した通り、本発明のアモルファス合金薄帯は、高い占積率（例えば、占積率86%以上）を示す。

本発明のアモルファス合金薄帯の占積率は、88%以上であることが好ましく、89%以上であることがより好ましい。

本発明において「占積率」は、ASTM A900/A900M-01（2006）に準拠して測定された占積率（%）を指す。

尚、前記測定法による占積率88%のアモルファス合金薄帯を用いて変圧器の磁心を作製した場合、作製時の締め付けにより占積率が若干高くなることがあるため、作製された磁心の占積率は88~90%を示す、ということが経験的に知られている。

【0012】

以下、本発明のアモルファス合金薄帯の組成について説明する。

【0013】

本発明のアモルファス合金薄帯は、Fe、Si、及びBの合計量100.0原子%に対するCの量（以下、単に「Cの量」ともいう）が0.2原子%~0.6原子%である。

Cの量が0.6原子%を超えると、薄帯が脆くなる。また、Cの量が0.6原子%を超えると、アモルファス合金薄帯の経年劣化が促進され、結晶化が起こるまでの期間が短くなる場合がある。

一方、本発明においてCの量が0.2原子%以上であることは、薄帯にCが実質的に含まれることを示しており、これにより薄帯の占積率が向上する。

Cの量は、薄帯の占積率をより向上させる観点からは、0.3原子%~0.6原子%であることが好ましい。

【0014】

本発明のアモルファス合金薄帯は、Fe、Si、及びBの合計量を100.0原子%としたときのSiの量（以下、単に「Siの量」ともいう）が8.5原子%~9.5原子%である。

本発明のアモルファス合金薄帯は、Siの量が8.5原子%以上であることにより、薄帯の経年劣化抑制の効果が期待できる。Siの量は9.0原子%以上であることがより好ましい。

しかし、上述したとおり、Siの量が8.5原子%以上（特に9.0原子%以上）であるFe-B-Si系アモルファス合金薄帯に対してCを多く加えすぎると、薄帯が脆くなる傾向があることが判明した。この点に関し、本発明のアモルファス合金薄帯では、Cの量を0.6原子%以下としたことにより、薄帯の脆さが顕著に抑制される。

一方、Siの量が9.5原子%を超えると、相対的にFeの量が少なくなることにより、飽和磁束密度が低下する。更に、Siの量が9.5原子%を超えると、アモルファス形成能が低下する傾向がある。

【0015】

本発明のアモルファス合金薄帯は、Fe、Si、及びBの合計量を100.0原子%としたときのBの量（以下、単に「Bの量」ともいう）が10.0原子%以上12.0原子%未満（好ましくは10.0原子%~11.5原子%）である。

Bの量が10.0原子%未満であると、結晶化温度が低くなり、アモルファス相の安定

10

20

30

40

50

性が損なわれる。

一方、Bの量が12.0原子%以上であると、原料コストが増大するため好ましくない。このため、Bの量は12.0原子%未満であるが、11.5原子%以下であることが好ましい。

また、Bの量は、アモルファス形成能をより向上させる観点から、10.5原子%以上であることが好ましく、11.0原子%以上であることがより好ましい。

【0016】

本発明のアモルファス合金薄帯は、Fe、Si、及びBの合計量を100.0原子%としたときのFeの量（以下、単に「Feの量」ともいう）は、Siの量が8.5原子%～9.5原子%であり、かつ、Bの量が10.0原子%以上12.0原子%未満である限り特に限定はない。

10

Feの量は、具体的には78.5原子%を超えて81.5原子%以下であるが、好ましくは79.0原子%～81.5原子%であり、より好ましくは79.0原子%～81.0原子%であり、更に好ましくは79.0原子%～80.5原子%であり、特に好ましくは79.0原子%～80.0原子%である。

Feの量が81.0原子%以下であると、結晶化温度がより高くなり、熱的安定性がより向上する。

【0017】

本発明において、Feの量、Siの量、及びBの量の好ましい組み合わせは、Feの量が79.0原子%～81.5原子%（より好ましくは79.0原子%～81.0原子%、更に好ましくは79.0原子%～80.5原子%）であり、Siの量が8.5原子%～9.5原子%であり、Bの量が10.0原子%以上12.0原子%未満（好ましくは10.0原子%～11.5原子%）である組み合わせであり、より好ましい組み合わせは、Feの量が79.0原子%～80.0原子%であり、Siの量が8.5原子%～9.5原子%であり、Bの量が10.5原子%～11.5原子%である組み合わせであり、特に好ましい組み合わせは、Feの量が79.0原子%～80.0原子%であり、Siの量が9.0原子%～9.5原子%であり、Bの量が11.0原子%～11.5原子%である組み合わせである。

20

【0018】

また、本発明のアモルファス合金薄帯は、上述した元素（Fe、Si、B、及びC）に加えて不可避免の不純物を含む。ここで、不可避免の不純物とは、アモルファス合金薄帯又はその原料となる母合金もしくは合金溶湯の製造工程において不可避免的に混入する不純物を指す。前記不可避免の不純物としては、例えば、Mn、S、Cr、P、Ti、Ni、Al、Co、Zr、Mo、Cu等が挙げられる。

30

但し、アモルファス合金薄帯の物性を決めるのはSi、Bが支配的であり、上記不純物の影響度は小さい。

【0019】

また、本発明のアモルファス合金薄帯の厚さ（板厚）は10μm～40μmである。

前記厚さが10μm未満であると、薄帯の機械的強度が不十分となる傾向がある。この観点から、前記厚さは10μm以上であるが、15μm以上が好ましく、20μm以上がより好ましい。

40

一方、前記厚さが40μmを超えると、アモルファス相を安定して得ることが難しくなる傾向がある。この観点から、前記厚さは40μm以下であるが、35μm以下が好ましく、30μm以下がより好ましい。

【0020】

また、本発明のアモルファス合金薄帯の幅は100mm～300mmである。

前記幅が100mm以上であると、実用的な変圧器を好適に作製できる。この観点から、前記幅は100mm以上であるが、125mm以上がより好ましい。

一方、前記幅が300mmを超えると、幅方向に均一な厚さの薄帯を得ることが困難となり、形状が不均一な為に部分的に脆化したり、磁束密度（B1）が低下する。これらの

50

観点から、前記幅は300mm以下であるが、275mm以下がより好ましい。

【0021】

本発明のアモルファス合金薄帯の製造方法には特に限定はなく、例えば、液体急冷法（単ロール法、双ロール法、遠心法等）等の公知の方法を用いることができる。

中でも、単ロール法は、製造設備が比較的単純で、かつ安定製造が可能な製造法であって、優れた工業生産性を有する。

【0022】

図1は、本発明のアモルファス合金薄帯を製造するために好適なアモルファス合金薄帯製造装置の一実施形態を概念的に示す概略断面図である。

図1に示すアモルファス合金薄帯製造装置100は、単ロール法によるアモルファス合金薄帯製造装置である。

図1に示すように、アモルファス合金薄帯製造装置100は、溶湯ノズル10を備えた坩堝20と、その表面が溶湯ノズル10の先端に対向する冷却ロール30と、を備えている。図1は、アモルファス合金薄帯製造装置100を、冷却ロール30の軸方向及びアモルファス合金薄帯22Cの幅方向（これらの2つの方向は同一である）に対して垂直な面で切断したときの断面を示している。

【0023】

坩堝20は、アモルファス合金薄帯の原料となる合金溶湯22Aを収容しうる内部空間を有しており、この内部空間と溶湯ノズル10内の溶湯流路とが連通されている。これにより、坩堝20内に収容された合金溶湯22Aを、溶湯ノズル10によって冷却ロール30に吐出できるようになっている（図1では、合金溶湯22Aの吐出方向及び流通方向を矢印Qで示している）。なお、坩堝20及び溶湯ノズル10は、一体に構成されたものであってもよいし、別体として構成されたものであってもよい。

坩堝20の周囲の少なくとも一部には、加熱手段としての高周波コイル40が配置されている。これにより、アモルファス合金薄帯の母合金が収容された状態の坩堝20を加熱して坩堝20内で合金溶湯22Aを生成したり、外部から坩堝20に供給された合金溶湯22Aの液体状態を維持できるようになっている。

【0024】

また、溶湯ノズル10は、合金溶湯を吐出するための開口部（吐出口）を有している。

この開口部は、矩形（スリット形状）の開口部とすることが好適である。

矩形の開口部の長辺の長さは、製造されるアモルファス合金薄帯の幅に対応する長さとなっている。矩形の開口部の長辺の長さとして、具体的には、100mm～300mmが好ましい。この長辺の長さの下限は125mmがより好ましい。また、この長辺の長さの上限は275mmがより好ましい。

【0025】

溶湯ノズル10の先端と冷却ロール30の表面との距離は、溶湯ノズル10によって合金溶湯22Aを吐出したときに、合金溶湯22Aによる湯溜まり22Bが形成される程度に近接している。

この距離は、単ロール法において通常設定される範囲とすることができるが、500μm以下が好ましく、300μm以下がより好ましい。

また、この距離は、溶湯ノズル10の先端と冷却ロール30の表面との接触を抑制する観点からは、50μm以上であることが好ましい。

【0026】

冷却ロール30は矢印Pの方向に軸回転できるように構成されている。

冷却ロール30の内部には水等の冷却媒体が流通されており、これにより、冷却ロール30の表面に付与（吐出）された合金溶湯22Aを冷却しアモルファス合金薄帯22Cを生成できるようになっている。

冷却ロール30の材質は、Cu、Cu合金（Cu-Be合金、Cu-Cr合金、Cu-Zr合金、Cu-Zn合金、Cu-Sn合金、Cu-Ti合金等）の熱伝導性の高い材料が好ましい。

10

20

30

40

50

冷却ロール 30 表面の表面粗さには特に限定はないが、占積率の観点からは、冷却ロール 30 表面の算術平均粗さ (Ra) は、 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下が好ましく、 $0.3\text{ }\mu\text{m}$ 以下がより好ましい。冷却ロール 30 表面の算術平均粗さ (Ra) は、表面粗さ調整の加工性の観点からは、 $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以上が好ましい。

また、本実施形態では、上述の好ましい表面粗さ (Ra) を維持するために、合金薄帯の製造中にブラシ等で冷却ロール 30 の表面を研磨してもよい。

その他、冷却ロール 30 としては、単ロール法において通常用いられる冷却ロールを用いることができる。

冷却ロール 30 の直径は、冷却能の観点から、 200 mm 以上が好ましく、 300 mm 以上がより好ましい。一方、この直径は、冷却能の観点から、 700 mm 以下がより好ましい。

10

本明細書中において表面粗さ (前記算術平均粗さ Ra) は、JIS B 0601 (2001) に準拠して測定された表面粗さを指す。

【0027】

冷却ロール 30 の表面の近傍 (溶湯ノズル 10 よりも冷却ロール 30 の回転方向のついでの下流側) には、剥離ガスノズル 50 が配置されている。これにより、冷却ロール 30 の回転方向 (矢印 P) とは逆向き (図 1 中の破線の矢印の方向) に剥離ガス (例えば窒素ガスや圧縮空気等の高圧ガス) を吹きつけることによって、冷却ロール 30 からのアモルファス合金薄帯 22C の剥離がより効率よく行われる。

【0028】

20

アモルファス合金薄帯製造装置 100 は、上述した構成以外のその他の構成 (例えば、製造されたアモルファス合金薄帯 22C を巻き取る巻き取りロール、合金溶湯による湯溜まり 22B 又はその近傍に CO_2 ガスや N_2 ガス等を吹き付けるガスノズル等) を備えていてもよい。

その他、アモルファス合金薄帯製造装置 100 の基本的な構成は、従来の単ロール法によるアモルファス合金薄帯製造装置 (例えば、特許第 3494371 号公報、特許第 3594123 号公報、特許第 4244123 号公報、特許第 4529106 号公報等参照) と同様の構成とすることができる。

【0029】

次に、アモルファス合金薄帯製造装置 100 を用いたアモルファス合金薄帯 22C の製造の一例について説明する。

30

まず、坩堝 20 に、本発明のアモルファス合金薄帯の原料となる合金溶湯 22A を準備する。

ここで合金溶湯 22A は、本発明のアモルファス合金薄帯の組成の母合金を溶解させて得られた合金溶湯であってもよいし、まず本発明のアモルファス合金薄帯の組成から C (炭素) を除いた組成の母合金を準備し、この母合金を溶解させた溶湯中に C (炭素) を溶解させて得られた合金溶湯であってもよい。

合金溶湯 22A の温度には特に限定はないが、合金溶湯 22A に起因する析出物が溶湯ノズルの壁面に付着することを抑制する観点から、 1210°C 以上であることが好ましく、 1260°C 以上であることがより好ましい。また、合金溶湯 22A の温度は、冷却ロール 30 表面との接触面側に発生するエアポケットの生成を抑制する観点から、 1410°C 以下であることが好ましく、 1360°C 以下であることがより好ましい。

40

【0030】

次に、矢印 P の方向に回転する冷却ロール 30 表面に、溶湯ノズル 10 によって合金溶湯を吐出して湯溜まり 22B を形成しながら前記冷却ロール 30 表面に前記合金溶湯による塗膜を形成するとともに、この塗膜を冷却してアモルファス合金薄帯 22C とする。次に、冷却ロール 30 の表面に形成されたアモルファス合金薄帯 22C を、剥離ガスノズル 50 からの剥離ガスの吹きつけによって冷却ロール 30 の表面から剥離し、不図示の巻き取りロールによってロール状に巻き取って回収する。

合金溶湯の吐出からアモルファス合金薄帯の巻き取り (回収) までの操作は連続的に行

50

われ、これにより、例えば長手方向長さが3000m以上の長尺状のアモルファス合金薄帯が得られる。

【0031】

このときの合金溶湯の吐出圧力は、10kPa以上が好ましく、15kPa以上がより好ましい。一方、この吐出圧力は、30kPa以下が好ましく、25kPa以下がより好ましい。

吐出圧力が上述の好ましい範囲であると、占積率をより向上させることができる。

【0032】

また、冷却ロール30の回転速度は単ロール法において通常設定される範囲とすることができるが、周速40m/s以下が好ましく、周速30m/s以下がより好ましい。一方、この回転速度は、周速10m/s以上が好ましく、周速20m/s以上がより好ましい。

10

また、冷却ロール30表面の温度は、冷却ロール30表面への合金溶湯の供給が開始されてから5秒以上経過した後において、80℃以上が好ましく、100℃以上がより好ましい。一方、この温度は、300℃以下が好ましく、250℃以下がより好ましい。

冷却ロール30による合金溶湯の冷却速度は、 $1 \times 10^{-5} \text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 以上が好ましく、 $1 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 以上がより好ましい。

【実施例】

【0033】

以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に制限されるものではない。以下の実施例において、「at%」は原子%を表す。また、実施例3及び4は、いずれも参考例である。

20

【0034】

〔実施例1～9、比較例1～2〕

≪アモルファス合金薄帯の作製≫

図1に示したアモルファス合金薄帯製造装置100と同様の構成のアモルファス合金薄帯製造装置を準備した。ここで、冷却ロールとしては、以下の冷却ロールを準備した。

【0035】

ー冷却ロールー

- ・材質 … Cu－Be合金
- ・直径 … 400mm
- ・冷却ロール表面の算術平均粗さRa … 0.3μm

30

【0036】

まず、坩堝内で、Fe、Si、B、C、及び不可避免の不純物からなる合金溶湯（以下、「Fe－Si－B－C系合金溶湯」ともいう）を調製した。詳細には、Fe、Si、B、及び不可避免の不純物からなる母合金を溶解し、得られた溶湯に炭素を添加して溶解させ、混合することにより、下記表1に示すアモルファス合金薄帯を製造するための合金溶湯を調製した。

次に、このFe－Si－B－C系合金溶湯を、長辺の長さ142mm×短辺の長さ0.6mmの矩形（スリット形状）の開口部を有する溶湯ノズルの該開口部から、回転する冷却ロール表面に吐出し、急凝固させて、幅が142mmで厚さが25μmのアモルファス合金薄帯を1000kg作製した。

40

【0037】

アモルファス合金薄帯の詳細な作製条件は以下の通りとした。

- ・合金溶湯の吐出圧力 … 20kPa
- ・冷却ロールの周速 … 25m/s
- ・合金溶湯温度 … 1300℃
- ・溶湯ノズル先端と冷却ロール表面との距離 … 200μm
- ・冷却温度（冷却ロール表面への合金溶湯の供給が開始されてから5秒以上経過した後の温度） … 170℃

50

【0038】

各実施例及び各比較例のアモルファス合金薄帯における、Fe、Si、B、及びCの量は、下記表1に示すとおりである。

下記表1において、Feの量(at%)、Siの量(at%)、及びBの量(at%)は、それぞれ、Fe、Si及びBの合計量を100.0at%としたときの量である。Cの量(at%)は、Fe、Si及びBの合計量100.0at%に対する量(即ち、前記合計量を100.0at%としたときのCの添加量)である。

これらの量は、ICP発光分光分析法により測定された量である。

【0039】

《評価》

各実施例及び各比較例のアモルファス合金薄帯について、以下の評価を行った。

【0040】

＜占積率＞

各実施例及び各比較例のアモルファス合金薄帯について、それぞれ、ASTM A900/A900M-01(2006)に準拠し、占積率(%)を測定した。

測定結果を下記表1に示す。

【0041】

＜脆さ＞

各実施例及び各比較例のアモルファス合金薄帯について、それぞれ、以下に示す脆さの評価(脆さの数値化)を行った。

上記評価によって得られた脆さの数値を下記表1に示す。

この評価結果は、脆さの数値が小さいほど脆さが抑制されていることを示しており、脆さの数値が大きいほど脆いことを示している。

【0042】

ここで、脆さの評価について、図2及び図3を参照しながら説明する。

図2は、脆さの評価に用いたサンプルを模式的に示す概念図であり、図3は、脆さの評価における引き裂き後のサンプル片及び引き裂き線を模式的に示す概念図である。

脆さの評価は、図2に示すように、アモルファス合金薄帯から長さ1250mmのサンプル(冷却ロール1周分)を切り出し、このサンプルを長手方向について2等分し(図2中の一点鎖線の位置で切断し)、得られた2つのサンプル片を用いて行った。

具体的には、各サンプル片について、サンプル片の長手方向一端に切り込みを入れて引き裂き開始点とし、サンプル片にせん断力が加わるように引き裂く操作を行った(以下、この操作を「引き裂き操作」という)。この引き裂き操作は、サンプル片の長手方向に沿って、長手方向一端から長手方向他端に到るまで行った。図3中では、引き裂き操作における引き裂き方向を矢印Rで示した。

次に、引き裂き操作によって実際に生じた引き裂き線(例えば、図3中の引き裂き線T)を目視で観察し、この引き裂き線において、サンプル片の幅方向に生じた6mm以上の段差(図3中の寸法kが6mm以上である段差)の数を確認した。

この結果に基づき、下記評価基準に従って、引き裂き線一本当たりの脆さを評価した。

下記評価基準の「1点」は、脆さが最も抑制されていることを示しており、「5点」は最も脆いことを示している。

【0043】

－引き裂き線一本当たりの脆さの評価基準－

1点 … 引き裂き線一本当たり、6mm以上の段差が0個

2点 … 引き裂き線一本当たり、6mm以上の段差が1～3個

3点 … 引き裂き線一本当たり、6mm以上の段差が4～6個

4点 … 引き裂き線一本当たり、6mm以上の段差が7～9個

5点 … 引き裂き線一本当たり、6mm以上の段差が10個以上(又は、引き裂き操作によりサンプル片が崩壊し、サンプル片長手方向の引き裂きを実質的に行うことができない)

【0044】

上記引き裂き線一本当たりの脆さの評価を、図2に示すように、サンプル片の幅方向中央部、サンプル片の幅方向端部から6.4mmの位置（2箇所）、及びサンプル片の幅方向端部から12.8mmの位置（2箇所）のそれぞれについて行った。図2中では、評価箇所を破線で示した。評価箇所は、2等分されたサンプル片についてそれぞれ5箇所ずつであり、一つのサンプルについて10箇所である。即ち、一つのサンプル当たり、引き裂き線が10本生じることになる。

次に、引き裂き線10本分の評価結果から脆さの平均点を算出し、得られた平均点を、そのサンプルにおける脆さの数値とした。

【0045】

10

<磁束密度（B1、60Hz）>

各実施例及び各比較例のアモルファス合金薄帯について、それぞれ、ASTM A932/A932M-01に準拠し、周波数60Hz、79.557A/mの磁場を印加したときの磁束密度（B1、60Hz）を測定した。

測定結果を下記表1に示す。

【0046】

【表1】

	アモルファス合金薄帯					評価結果		
	Fe、Si、及びBの量 (at%)				Cの量 (at%)	占積率 (%)	脆さ	磁束 密度 (T)
	Fe	Si	B	Fe+Si+B				
実施例1	79.5	9.2	11.3	100.0	0.2	86.2	1.4	1.505
実施例2	79.3	9.3	11.4	100.0	0.3	88.1	1.4	1.506
実施例3	79.4	9.2	11.4	100.0	0.5	89.8	1.0	1.521
実施例4	79.3	9.3	11.4	100.0	0.6	89.3	1.5	1.515
実施例5	79.5	9.2	11.3	100.0	0.3	88.3	1.1	1.504
実施例6	79.5	9.1	11.4	100.0	0.3	88.3	1.4	1.527
実施例7	79.3	9.2	11.5	100.0	0.3	88.4	1.3	1.502
実施例8	79.4	9.1	11.5	100.0	0.3	88.4	1.0	1.517
実施例9	79.1	9.4	11.5	100.0	0.3	88.1	1.0	1.513
比較例1	79.4	9.3	11.3	100.0	0.7	89.0	4.0	1.512
比較例2	79.4	9.2	11.4	100.0	1.1	89.1	4.4	1.508

20

30

【0047】

～表1の説明～

- ・Feの量（at%）、Siの量（at%）、及びBの量（at%）は、それぞれ、Fe、Si、及びBの合計量を100.0at%としたときの量である。
- ・Cの量（at%）は、Fe、Si、及びBの合計量100.0at%に対する量（即ち、Fe、Si、及びBの合計量を100.0at%としたときのCの添加量）である。
- ・脆さの数値は、小さい程脆さが抑制されていることを示し、大きい程脆いことを示している。

40

【0048】

表1に示すように、Cの量が0.2at%～0.6at%である実施例1～9では、占積率に優れ、脆さ（脆性）が抑制され、高い磁束密度が維持されていた。特に、Cの量が0.3at%～0.6at%である実施例2～9では、占積率が88%以上であることが確認された。

一方、Cの量が0.6at%を超える比較例1及び2では、脆さ（脆性）が悪化した。

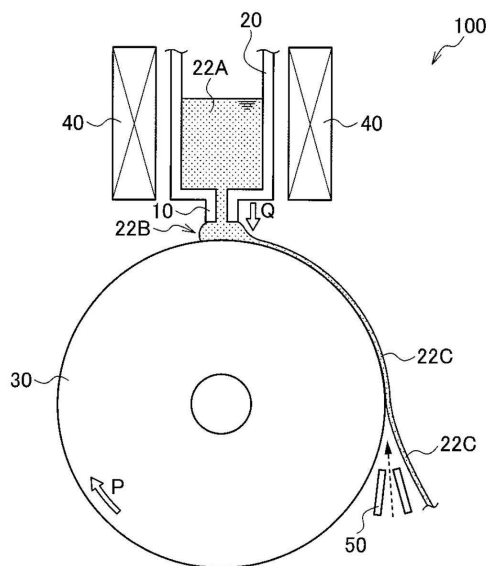
50

【 0 0 4 9 】

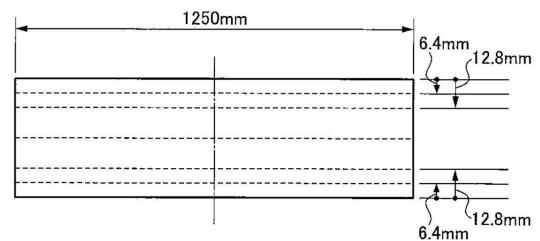
日本出願 2 0 1 2 - 0 5 8 7 1 4 の開示はその全体が参照により本明細書に取り込まれる。

本明細書に記載された全ての文献、特許出願、および技術規格は、個々の文献、特許出願、および技術規格が参照により取り込まれることが具体的かつ個々に記された場合と同程度に、本明細書中に参照により取り込まれる。

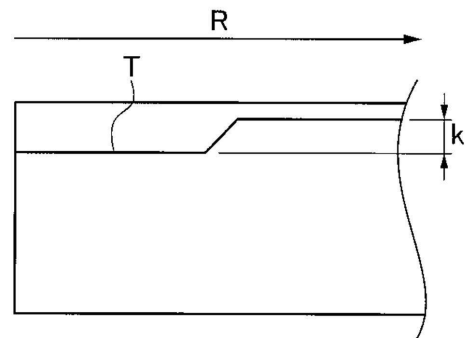
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



フロントページの続き

(72)発明者 板垣 肇

島根県安来市飯島町1240番地2 日立金属株式会社メトグラス安来工場内

(72)発明者 備前 嘉雄

島根県安来市飯島町1240番地2 日立金属株式会社メトグラス安来工場内

審査官 本多 仁

(56)参考文献 特開平09-143640 (JP, A)

特開平10-323742 (JP, A)

特開昭60-190548 (JP, A)

特開2008-279457 (JP, A)

特開2008-104340 (JP, A)

特開2006-045662 (JP, A)

特開2009-195967 (JP, A)

国際公開第2011/030907 (WO, A1)

特開昭57-94554 (JP, A)

中国特許出願公開第101840764 (CN, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22C 45/02

B22D 11/06

H01F 1/153

H01F 1/16