

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5787499号
(P5787499)

(45) 発行日 平成27年9月30日(2015.9.30)

(24) 登録日 平成27年8月7日(2015.8.7)

(51) Int. Cl.			F I		
C 2 2 C	45/02	(2006.01)	C 2 2 C	45/02	A
C 2 1 D	8/12	(2006.01)	C 2 1 D	8/12	H
H O 1 F	1/153	(2006.01)	H O 1 F	1/14	C

請求項の数 9 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2010-185752 (P2010-185752)	(73) 特許権者	390041542
(22) 出願日	平成22年8月23日(2010.8.23)		ゼネラル・エレクトリック・カンパニー
(65) 公開番号	特開2011-94229 (P2011-94229A)		アメリカ合衆国、ニューヨーク州 123
(43) 公開日	平成23年5月12日(2011.5.12)		45、スケネクタデー、リバーロード、1
審査請求日	平成25年8月13日(2013.8.13)		番
(31) 優先権主張番号	12/609,391	(73) 特許権者	501038296
(32) 優先日	平成21年10月30日(2009.10.30)		ユニバーシティ オブ バージニア パテ
(33) 優先権主張国	米国 (US)		ント ファウンデーション
			UNIVERSITY OF VIRGI
			NIA PATENT FOUNDATI
			ON
			アメリカ合衆国、バージニア州、シャーロ
			ッツビル、ウェスト、メイン、ストリート
			、250、スイート、300
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 非晶質磁性合金、関連物品及び方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

次の一般式を有する非晶質磁性合金。



式中、nは鉄及びコバルトの原子パーセントであり、xはnの分率であり、a、b、c、d及びeはそれぞれモリブデン、リン、ホウ素、炭素及びケイ素の原子パーセントであり、n、x、a、b、c、d及びeは以下の関係式で規定される。

$$76 \leq n \leq 85、$$

$$0.15 < x < 0.25、$$

$$0 < a < 4、0 < b < 10、$$

$$0 < c < d、及び$$

$$0.1 \leq e \leq 2.0。$$

【請求項 2】

dが5以上である、請求項1記載の非晶質磁性合金。

【請求項 3】

b及びdが以下の関係式で規定される、請求項1又は請求項2記載の非晶質磁性合金。

$$b + d \leq 15$$

【請求項 4】

aが以下の関係式で規定される、請求項1乃至請求項3のいずれか1項記載の非晶質磁性合金。

10

20

0 a 2

【請求項 5】

当該非晶質磁性合金が過冷却液体領域を示し、過冷却液体領域内の温度に加熱された場合に 10 分を超える結晶化時間を示す、請求項 1 乃至請求項 4 のいずれか 1 項記載の非晶質磁性合金。

【請求項 6】

請求項 1 乃至請求項 5 のいずれか 1 項記載の非晶質磁性合金で作られた磁気部品を含んでなる物品。

【請求項 7】

磁気部品がテープ巻きコア、ワイヤ巻きコア又は粉末コアの形態を有する、請求項 6 記載の物品。 10

【請求項 8】

物品の製造方法であって、請求項 1 乃至請求項 5 のいずれか 1 項記載の非晶質磁性合金を用意する段階、及び合金の過冷却液体領域内で合金を加工する段階を含んでなる方法。

【請求項 9】

加工のための技術が、鍛造、押出し、圧延、熱間圧縮、据込み、引抜き、粉末成形及びこれらの組合せである、請求項 8 記載の方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は一般に非晶質磁性合金に関する。さらに詳しくは、本発明は高い飽和磁化及び良好な熱安定性を有する非晶質磁性合金に関する。本発明はさらに、かかる合金を用いた磁気部品及び磁気部品の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

高性能パワー電子装置の開発にとって、非晶質軟質磁性材料の開発は重要である。変圧器、インダクターなどのコアのような用途のために使用される非晶質磁性材料は、通例は鉄系又はコバルト系の非晶質合金（金属ガラスともいう）である。通例、電気装置用のコアはスタック又はコイルを形成するように配列される。次いで、これらのスタック又はコイルがコアで使用すべき所望の形状に切断される。 30

【0003】

通常、金属ガラスには、1960年代に最初に製造された Fe - P - C 系金属ガラス、1970年代に製造された (Fe, Co, Ni) - P - B 系合金、(Fe, Co, Ni) - Si - B 系合金、(Fe, Co, Ni) - (Zr, Hf, Nb) 系合金及び (Fe, Co, Ni) - (Zr, Hf, Nb) - B 系合金がある。これらの合金の大部分は、急速凝固プロセスを受けるのが通例である。即ち、熔融合金を十分な冷却速度でガラス転移温度より低い温度に冷却することで、結晶化を抑制して非晶質合金を製造する。非晶質合金は、一般に小さな寸法で製造される。しかし、現在採用されているプロセス（例えば、熔融紡糸法）は、所望の寸法をもった物品の製造を妨げるプロセス上の制約を受けることが多い。 40

【0004】

非晶質磁性合金は結晶化温度より低い温度でガラス転移を示し、ガラス転移温度と結晶化温度との間の温度範囲として過冷却液体領域が定義される。過冷却液体領域は、一般に非晶質相の安定性に関係すると考えられている。したがって、広い過冷却液体領域を有する合金はガラス形成能力に優れていると考えられ、これはさらに非晶質相の良好な熱安定性に関係づけられている。非晶質磁性合金から所望の形状及び寸法を有する物品を製造するためにはガラス形成能力が必要とされる。 50

【0005】

米国特許第7223310号及び同第7357844号には、明確なガラス転移、広い過冷却液体領域並びに高いガラス形成能力及び飽和磁化を示す軟質の磁性Fe-B-Si系金属ガラス合金組成物が開示されている。しかし、かかる合金の磁氣的性質は、合金が熱加工を受ける場合には安定でないのが通例である。熱加工は、合金を所望の幾何学的形状に成形するために要求されることがある。

【0006】

このように、磁氣的性質の所望のバランスを維持しながら良好なガラス形成能力及び良好な熱安定性を有する改良された非晶質磁性合金の提供に対するニーズが存在している。さらに、通常の磁気部品に比べて向上した性質をもった磁気部品を有する物品に対するニーズも存在している。その上、かかる非晶質磁性合金の製造方法及び所望寸法の物品に対するニーズも存在している。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

米国特許第7357844号明細書

【発明の概要】

【0008】

本発明の一実施形態によれば、一般式 $(Fe_{1-x}Co_x)_nMo_aP_bB_cC_dSi_e$ を有する非晶質磁性合金が提供される。式中、 n は鉄及びコバルトの原子パーセントであり、 x は n の分率であり、 a 、 b 、 c 、 d 及び e はそれぞれモリブデン、リン、ホウ素、炭素及びケイ素の原子パーセントであり、 n 、 x 、 a 、 b 、 c 、 d 及び e は以下の関係式で規定される。

20

$$\begin{aligned} 76 &< n < 85、 \\ 0.05 &< x < 0.50、 \\ 0 &< a < 4、 b < 10、 \\ 0 &< c < d、 \text{及び} \\ 0.1 &< e < 2。 \end{aligned}$$

【0009】

別の実施形態は、本発明の非晶質磁性合金で作られた磁気部品を含んでなる物品である。

30

【0010】

本発明のさらに別の実施形態によれば、物品の製造方法が提供される。かかる方法は、本発明の非晶質磁性合金を用意する段階、及び合金の過冷却液体領域内で合金を加工する段階を含んでいる。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】表1に記載された本発明の合金1、2、3、4と比較合金1、2について、アニール時間の関数として飽和磁化を対比したグラフである。

【図2】表1に記載された本発明の合金3、5、6、7及び9について、アニール時間の関数として飽和磁化を対比したグラフである。

40

【図3】表1に記載された本発明の合金3と比較合金3について、アニール時間の関数として飽和磁化を対比したグラフである。

【図4】表1に記載された本発明の合金3と比較合金4、5について、アニール時間の関数として飽和磁化を対比したグラフである。

【図5】表1に記載された本発明の合金2、10及び11について、アニール時間の関数として飽和磁化を対比したグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0012】

以下に詳しく記載される通り、本発明の実施形態は、良好なバランスの磁氣的性質及び

50

熱安定性を有する非晶質磁性合金（合金又は合金組成物ともいう）並びにかかる非晶質磁性合金で作られた物品（磁気部品）を含んでいる。

【0013】

本明細書及びそれに続く特許請求の範囲では、“a”、“an”“the”を伴う単数形で記載したものであっても、前後関係から明らかでない限り、複数の場合も含めて意味する。

【0014】

明細書及び特許請求の範囲全体にわたって使用される概略表現用語は、それが関係する基本機能の変化を生じることなしに変動することが許される任意の数量表現を修飾するために適用できる。したがって、「約」又は「実質的に」のような用語で修飾された値は明記された厳密な値に限定されず、明記された値と異なる値を含むことがある。少なくとも幾つかの例では、概略表現用語は値を測定するための計器の精度に対応することがある。

【0015】

本発明の目的のためには、非晶質磁性合金（金属ガラス合金）は、連続マトリックス相が非晶質性（即ち、長距離結晶秩序を有しない無秩序の原子スケール構造）を有する磁性材料として定義される。非晶質磁性合金はまた、非晶質マトリックス中に結晶相を含んでいてもよい。

【0016】

本明細書で使用される「結晶化温度」（ T_x ）という用語は、加熱時に合金が非晶質状態から結晶化状態に変化する転移温度をいう。本発明の一実施形態に係る合金は、約400～約550の範囲内の結晶化温度を有し得る。

【0017】

本明細書で使用される「ガラス転移温度」（ T_g ）という用語は、合金が粘性液体から非晶質状態に変態する転移温度をいう。このような変態は、通常は急冷時に起こる。

【0018】

本明細書で使用される「過冷却液体領域」という用語は、結晶化温度（ T_x ）とガラス転移温度（ T_g ）との差によって規定される温度区間（ T_x ）をいう。即ち、 $T_x = T_x \sim T_g$ である。

【0019】

当業者には知られている通り、非晶質合金は結晶化温度に加熱された場合に結晶質合金に変態する。しかし、非晶質磁性合金が結晶化温度よりかなり低い高温に暴露された場合、該合金の保磁力及び初透磁率のような磁氣的性質の変化が起こる。換言すれば、非晶質磁性合金の磁氣的性質の熱安定性は一般に非常に不良である。通常、かかる合金は過冷却液体領域内の温度に加熱された場合には数分間しか安定でなく、保磁力のような性質の大きな変化を生じる。したがって、かかる合金を所望の形状又は形態に加工するためには非常にわずかな時間しか許されない。

【0020】

本明細書で使用される「保磁力」という用語は、強磁性物質の外部磁化をゼロに低下させるのに必要な磁界をいう。さらに、急速凝固させたままの合金の値からの保磁力の変化は、非晶質磁性合金の熱安定性の尺度として使用できる。合金の熱安定性を判定するためには、合金の保磁力の変化が高温で時間の関数として測定される。

【0021】

本明細書で使用される非晶質磁性合金の「熱安定性」という用語は、高温暴露時に合金が保磁力のような磁氣的性質を保持する能力をいう。このような磁気特性の安定性は、高温暴露時に非晶質相が合金中に存続する能力に帰因すると考えられる。従来、かかる合金に関しては、熱安定性は一般に過冷却液体領域と相互に関係づけられていた。しかし、本発明の実施形態に従えば、各種の非晶質磁性合金組成物に関して研究を行ったところ、過冷却液体領域のサイズは必ずしも熱安定性の良好な尺度でないことが判明した。その代わりとして、「結晶化のための時間」又は「結晶化時間」が一層重要な合金特性である。

【0022】

10

20

30

40

50

本明細書で使用される「結晶化時間」という用語は、合金を過冷却液体領域内で等温アニールし、非晶質相が長距離秩序を生成し始めるのに要する時間をモニターすることで測定できる。長距離秩序の生成は、X線回折スペクトルの変化、脆性の開始及び合金の保磁力の増加の組合せによって証明できる。

【0023】

本発明の実施形態によれば、次の一般式で表される非晶質磁性合金が提供される。



式中、 $n + a + b + c + d + e = 100$ であり、 n は鉄及びコバルトの原子パーセントであり、 x は n の分率であり、 a 、 b 、 c 、 d 及び e はそれぞれモリブデン、リン、ホウ素、炭素及びケイ素の原子パーセントであり、 n 、 x 、 a 、 b 、 c 、 d 及び e は以下の関係式で規定される。

$$76 \leq n \leq 85、$$

$$0.05 < x < 0.50、$$

$$0 \leq a \leq 4、0 \leq b \leq 10、$$

$$0 \leq c < d、\text{及び}$$

$$0.1 \leq e \leq 2。$$

【0024】

本発明の上記合金では、合金組成は強磁性遷移金属（Fe及びCo）、非磁性遷移金属（Mo）並びにメタロイド元素（B、C、P及びSi）の選択物を含んでいる。

【0025】

メタロイド元素は非晶質相の形成を促進するために役立ち、平衡相の数を増加させるように選択される。平衡結晶相間の熱力学的競争は結晶化動力学を減速させ、凝固時にも非晶質相を維持することができる。しかし、メタロイド元素の存在の結果は、合金の飽和磁化が低下することである。このように、合金のガラス形成能力は磁氣的性質の犠牲の下で高めることができる。

【0026】

表1は、本発明合金1～13及び比較合金1～10のそれぞれの合金組成、並びにそれぞれの飽和磁化（ M_s ）、保磁力（ H_c ）、過冷却液体領域（ T_x ）、及び結晶化時間又は結晶化のための時間（ t ）を示している。各組成物のリボン試料を、その磁氣的性質及び熱的挙動について試験した。リボン試料の作製方法は下記に記載する。X線回折測定を用いて、合金の非晶質状態と結晶質状態とを識別した。

【0027】

さらに、これらの試料を過冷却液体領域内において対応合金の結晶化温度より20℃低い温度でアニールした。各試料の保磁力をこのアニール温度でのアニール時間の関数として測定した。好ましい実施形態では、合金は10分を超える時間にわたって鑄放し保磁力値と同一又はそれより低い保磁力値を有する。

【0028】

合金組成では、Fe、Co及びNiのような強磁性遷移金属は飽和磁化及び軟質磁気特性を与える。合金組成は、約76～約85原子パーセントの範囲内の量（ n ）の強磁性遷移金属（Fe及びCo）を含んでいる。所望の飽和磁化及び熱安定性に応じ、Feの一部が元素Coで置換される。飽和磁化及び熱安定性を最大にするための好ましいFe：Co比は、メタロイド元素の存在及びその濃度にも依存することがある。

【0029】

強磁性遷移金属成分における元素Coの分率（ x ）は、強磁性元素の約0.05～約0.50の範囲内にある。その上、強磁性元素の約0.10の分率を超える量で存在するCoは、合金の非晶質相の熱安定性を実質的に高める。一実施形態では、メタロイド元素の比率に応じ、合金の飽和磁化は強磁性元素の約0.15～約0.35の範囲内のCo分率（ x ）に対して最大になる。

【0030】

さらに、一実施形態では、Co置換は結晶化時間を増加させながら結晶化温度（ T_x ）

10

20

30

40

50

を低下させることが認められた。例えば、表 1 から明らかな通り、Co を含まない比較合金 1 は $T_x = 20$ を有しかつ結晶化時間は 10 分未満であるのに対し、本発明合金 1、2、3 及び 4 における Co での Fe 置換は T_x 及び結晶化時間の増加を示した。これらの観察結果は、さらに図 1 に示されるグラフからも明らかである。このグラフは、合金 ($Fe_{1-x}Co_x$)₇₉C₁₀P₁₀Si₁ (ただし、 $x = 0.0, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2$ 及び 0.25) の保磁力の変化をアニール時間に対して示している。

【0031】

本発明の一実施形態に従えば、比較的大きい原子直径を有する非磁性遷移金属 Mo がガラス形成剤として添加される。Mo は Fe 及び Si の両方に対して置換することができる。一実施形態では、約 0 ~ 約 4 原子パーセントの範囲内の量 (a) の Mo を置換できる。ある実施形態では、約 0 ~ 約 2 原子パーセントの範囲内の量の Mo を置換でき、特定の実施形態では、約 1 原子パーセントの Mo を置換できる。例えば、本発明合金 9 は表 1 に示されるように良好なバランスの磁氣的性質及び熱安定性を示している。図 2 のグラフに示されるように、本発明合金 9 は約 15 分間にわたって安定である。

【0032】

メタロイド元素 (B、P、C 及び Si) の比率は、ガラス形成能力及び熱安定性のような合金特性を最適化するように調整すればよい。C に対する B の置換は飽和磁化 (M_s) を増加させる傾向があるが、熱安定性を低下させる傾向もある。B の顕著な効果は、図 2 に示されるように、本発明合金 5、6 及び 7 の保磁力がアニール時間に対して変化することで証明される。一実施形態では、合金は B を含んでも含まなくてもよい。別の実施形態では、B の量 (c) は C の量 (d) より少ない。

【0033】

P の添加は、合金の熱安定性に対して顕著な効果を有する傾向があることが認められた。P の量 (b) が多い合金は、長い時間にわたって熱的に安定である。P の添加は多数の安定相及び準安定相を促進し、これらは結晶化動力学を遅らせる傾向がある。一実施形態では、P の量 (b) は約 10 原子パーセントである。

【0034】

P の量 (b) 及び C の量 (d) は、メタロイド元素の所望レベルを与えるように選択できる。一実施形態では、P 及び C の合計量 (b + d) は約 15 原子パーセント以上である。別の実施形態では、(b + d) は約 15 ~ 約 20 原子パーセントの範囲内にある。さらに、P の量と C の量との比 (b : d) は磁氣的性質及び熱安定性をバランスさせるために有用であり得る。一実施形態では、比 (b : d) は約 8 : 12 ~ 約 12 : 8 の範囲内にある。好ましい実施形態では、比 (b : d) は約 1 : 1 である。例えば、10 : 10 の b : d 比を有する本発明合金 1、2、3 及び 4 は、表 1 及び図 1 に示すように良好なバランスの飽和磁化及び熱安定性を示す。それとは対照的に、4 : 14 の (b : d) 比を有する比較合金 3 は低い飽和磁化を示す。さらに、図 3 のグラフは本発明合金 3 及び比較合金 3 を熱安定性に関して比較研究した結果を示している。グラフから明らかな通り、比較合金 3 の保磁力の変化は 10 分間のアニール後にも比較的大きく、約 15 分間のアニール後には非常に大きい。

【0035】

加えて、Si の存否は熱安定性に影響を及ぼすことがある。Si を除去するか、或いは強磁性遷移金属を任意の他のメタロイド元素 (例えば、B) で置換すると、表 1 に示すように、飽和磁化は増加したが熱安定性は低下した。熱安定性に対する Si の存否の効果は、さらに図 4 に示すグラフによって証明される。グラフから明らかな通り、比較合金 4 及び 5 (e = 0 に対する合金、即ち Si を含まない合金) は熱的に安定でない。しかし、例えば本発明合金 2 (e = 1) のように、強磁性遷移金属又はメタロイド元素を少量の Si で置換すると、合金の飽和磁化及び熱安定性が良好なバランスで得られる。

【0036】

一実施形態では、Si の量 (e) は約 0.1 ~ 約 2.0 原子パーセントの範囲内にある。ある実施形態では、Si の量 (e) は約 1.0 ~ 約 1.5 原子パーセントの範囲内にあ

10

20

30

40

50

る。Siの量(e)が約1.5原子パーセントを超えて増加すると、表1の本発明合金10及び11によって示されるように、合金は熱安定性のさらなる上昇を示すが飽和磁化は低下する。図5は、Siの量(e)が増加した合金($(Fe_{0.8}Co_{0.2})_{80-e}C_{10}P_{10}Si_e$)に関し、保磁力の変化をアニール時間に対して示すグラフである。

【0037】

さらに、高いSiの量(e)(例えば、 $e = 3$)に対しては、比較合金3及び8は熱安定性の低下を示した。表1及び図3から明らかな通り、比較合金3は約10分未満の時間でのみ安定である。

【0038】

注目すべきことには、上述の組成の非晶質磁性合金は非常に良好なバランスの磁気的性質及び熱的性質を有している。さらに、上述の研究結果から、結晶化動力学は合金の過冷却液体領域の範囲と連動しないことが認められた。例えば、一部の比較合金は本発明合金に比べて実質的に同程度に大きい過冷却液体領域(T_x)を有するが、10分未満の結晶化時間を有し、したがって本発明合金に比べて不良な熱安定性を示す。他方、狭い過冷却液体領域を有する一部の発明合金は非常に良好な熱安定性を示し、比較合金に比べて増加した結晶化時間を有する。

【0039】

本発明の実施形態によれば、磁気部品を含む物品が提供される。磁気部品は、上述の組成を有する非晶質磁性合金で作られる。

【0040】

非晶質磁性合金は、磁気コア、磁気ヘッド、磁気シールド、電磁石などの磁気部品用として非常に好適であり得る。ある実施形態では、磁気部品は磁気コアである。コアの様々な形態には、リボン又はテープ巻きコア、ワイヤ巻きコア、及び粉末コアがある。テープ巻きコアは、円筒形ポピンのようなプリフォームの回りに同心的に巻き付けた非晶質磁性合金リボン又はテープから形成できる。ワイヤ巻きコアは、プリフォームの回りに巻き付けた非晶質磁性合金ワイヤから形成される。

【0041】

本明細書で使用される「磁気コア」という用語は、電磁石、変圧器、電動機及びインダクターのような電気装置及び電気機械装置において磁界を閉じ込めかつ案内するために使用される、高い透磁率をもった磁性材料の断片をいう。周囲の空気に比べて高い透磁率は、磁力線を磁気コアに集中させる。磁界は、多くの場合、コアの回りのコイルに電流を流すことで生み出される。コアの存在は、コアが存在しない場合に比べて数千倍もコイルの磁界を増加させることができる。

【0042】

当業者には公知の通り、各形態の磁気部品は、トロイダルコア、Cコア、Eコア、Dコア、ポットコア、リングコア、平面コア及びバーコアからなる群から選択される各種の形状に構成できる。これらの磁気部品は、変圧器、インダクター、フィルター、チョーク、ソレノイド、発電機、電動機又はフラックスゲートで使用できる。

【0043】

本発明の一実施形態に従えば、物品の製造方法が提供される。かかる方法は、前述の組成を有する非晶質磁性合金を用意する段階、及び合金の過冷却液体領域内で合金を加工する段階を含んでいる。合金を加工する段階は、さらに熱処理を含むことができる。

【0044】

一実施形態では、非晶質磁性合金を用意する段階は、鑄造プロセスによって合金を成形することを含んでいる。鑄造プロセスの例には、特に限定されないが、溶融紡糸法、溶融抽出法、射出鑄造法及びダイカスト法がある。

【0045】

上述の通り、合金を過冷却液体領域内で加熱した場合、非晶質磁性合金は結晶化するのに多少の時間を要する。この「結晶化時間」は、合金の磁気的性質が低下する前に合金を加工して所望の幾何学的形状を形成するための時間を与える。

10

20

30

40

50

【0046】

合金を加工するための各種技術としては、特に限定されないが、粉末プロセス、熱機械的技術、熱処理、蒸着プロセス及びこれらの組合せがある。熱機械的技術の非限定的な例には、鍛造、押出し、圧延、熱間圧縮、据込み、引抜き及び粉末成形がある。

【実施例】

【0047】

非晶質磁性合金試料を作製するため、まず最初に、水冷銅るつぼ内において予備合金化 Fe_3P 、 Fe_3B 及び Fe_3C の混合物を他の元素（元素態の Co 、 Mo 及び Si ）と共に Ti ゲッタード Ar 雰囲気下でアーク溶解することによって約 $10g$ のインゴットを製造した。様々な組成物のリボン試料を部分 He 雰囲気下で熔融紡糸技術によって作製した。接線ホイール速度は約 $40m/s$ であり、厚さ約 $20\mu m$ のリボンを製造した。

10

【0048】

熔融紡糸リボンの非晶質性は、 Cu の K 線を用いた X 線回折によって確認した。試料の熱的挙動は、示差走査熱量計において $10/s$ の一定加熱速度で試験した。磁気的性質は振動試料磁力計 (VSM) を用いて測定した。 VSM は、 $1.8T$ の最大印加磁界及び $0.010e$ の磁界分解能を有していた。通例、試験した試料について飽和磁化を達成するためには約 $0.03T$ の磁界で十分であった。熱安定性の試験は、各組成物で測定された結晶化温度 (T_x) より約 20 低い、それぞれの過冷却液体領域内の温度で合金を等温アニールして各試料の結晶化時間を求めることで行った。組成物についてのアニール温度は、対応するグラフにカッコに入れて示してある。

20

【0049】

実施例 1

組成 ($Fe_{1-x}Co_x$) $_{79}C_{10}P_{10}Si_1$ (ただし、 $x = 0.0, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2$ 及び 0.25) を有する本発明の非晶質磁性合金を上述の手順で製造した。各々の合金組成物の飽和磁化は表 1 に示す。これらの合金を、各組成物で測定された結晶化温度 (T_x) より約 20 低い、それぞれの過冷却液体領域内の温度で約 30 分間アニールした。アニール時の合金の保磁力の変化を図 1 に示す。 $x = 0.0, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2$ 及び 0.25 に対する組成物についてのアニール温度は、それぞれ $410, 409, 406, 406, 403$ 及び 402 である (やはり図 1 に示す)。グラフから明らかな通り、 $x = 0$ 及び 0.05 の Co 含有量を有する合金組成物は約 10 分未満の時間でのみ熱的に安定であることが判明したのに対し、 $x = 0.1$ の Co 含有量を有する合金組成物は約 10 分間にわたって熱的に安定であり、 $x = 0.15, 0.2$ 及び 0.25 の Co 含有量を有する合金組成物は約 30 分間にわたって熱的に安定であった。

30

【0050】

実施例 2

組成 ($Fe_{0.8}Co_{0.2}$) $_{78}Mo_1B_3C_7P_{10}Si_1$ を有する本発明の非晶質磁性合金を上述の手順で製造した。この合金組成物の飽和磁化は表 1 に示す。この組成物を約 430 で約 20 分間アニールした。アニール時の合金の保磁力の変化を図 2 に示す。この合金組成物は、この非晶質磁性合金組成物で測定された結晶化温度 (T_x) より約 20 低い、過冷却液体領域内の温度である 430 で約 15 分間にわたって熱的に安定であることが判明した。

40

【0051】

実施例 3

組成 ($Fe_{0.8}Co_{0.2}$) $_{79}B_cC_{10-c}P_{10}Si_1$ (ただし、 $c = 1, 2$ 及び 3) を有する本発明の非晶質磁性合金を上述の手順で製造した。各々の合金組成物の飽和磁化は表 1 に示す。これらの合金を、各組成物で測定された結晶化温度 (T_x) より約 20 低い、それぞれの過冷却液体領域内の温度でアニールした。アニール時の合金の保磁力の変化を図 2 に示す。 $c = 1, 2$ 及び 3 に対する組成物についてのアニール温度は、それぞれ $412, 419$ 及び 425 である (やはり図 2 に示す)。図 2 から明らかな通り、 $c = 1$

50

及び 2 に対する合金組成物は約 10 分間にわたって熱的に安定であることが判明し、 $c = 3$ に対する合金組成物は約 15 分間にわたって熱的に安定であることが判明した。

【0052】

実施例 4

組成 $(\text{Fe}_{0.85}\text{Co}_{0.15})_{80-e}\text{C}_{10}\text{P}_{10}\text{Si}_e$ (ただし、 $e = 1, 1.5$ 及び 2) を有する本発明の非晶質磁性合金を上述の手順で製造した。各々の合金組成物の飽和磁化は表 1 に示す。これらの合金を、各組成物で測定された結晶化温度 (T_x) より約 20 低い、それぞれの過冷却液体領域内の温度でアニールした。 $e = 1, 1.5$ 及び 2 に対する組成物についてのアニール温度は、それぞれ 405、409 及び 415 である (やはり図 5 に示す)。アニール時の合金の保磁力の変化を図 5 に示す。これらの合金組成物は、約 25 分を超える時間にわたって熱的に安定であることが判明した。

10

【0053】

実施例 5

組成 $(\text{Fe}_{0.8}\text{Co}_{0.2})_{78.5}\text{C}_{10}\text{P}_{10}\text{Si}_{1.5}$ 及び $(\text{Fe}_{0.75}\text{Co}_{0.25})_{78.5}\text{C}_{10}\text{P}_{10}\text{Si}_{1.5}$ を有する本発明の非晶質磁性合金を上述の手順で製造した。各々の合金組成物の飽和磁化は表 1 に示す。これらの合金を、各組成物で測定された結晶化温度 (T_x) より約 20 低い、それぞれの過冷却液体領域内の温度でアニールした。これらの合金組成物は、約 20 分を超える時間にわたって熱的に安定であることが判明した。

【0054】

以上、本明細書には本発明の幾つの特徴のみを例示し説明してきたが、当業者には数多くの修正及び変更が想起されるであろう。したがって、添付の特許請求の範囲は本発明の真の技術思想に含まれるこのような修正及び変更のすべてを包含することを理解すべきである。

20

【0055】

【表 1】

合金	組成	飽和磁化 (鑄放し) (T)	保磁力 (鑄放し) (Oe)	過冷却 液体領域 (ΔT_x)	結晶化まで の時間又は 結晶化時間
発明合金 1	(Fe _{0.9} Co _{0.1}) ₇₉ C ₁₀ P ₁₀ Si ₁	1.52	0.22	26	≥ 15 分
発明合金 2	(Fe _{0.85} Co _{0.15}) ₇₉ C ₁₀ P ₁₀ Si ₁	1.50	0.23	*	≥ 25 分
発明合金 3	(Fe _{0.8} Co _{0.2}) ₇₉ C ₁₀ P ₁₀ Si ₁	1.48	0.22	40	≥ 20 分
発明合金 4	(Fe _{0.75} Co _{0.25}) ₇₉ C ₁₀ P ₁₀ Si ₁	1.46	0.24	*	≥ 10 分
発明合金 5	(Fe _{0.8} Co _{0.2}) ₇₉ B ₁ C ₉ P ₁₀ Si ₁	1.49	0.29	*	≥ 10 分
発明合金 6	(Fe _{0.8} Co _{0.2}) ₇₉ B ₂ C ₈ P ₁₀ Si ₁	1.50	0.21	*	≥ 10 分
発明合金 7	(Fe _{0.8} Co _{0.2}) ₇₉ B ₃ C ₇ P ₁₀ Si ₁	1.49	0.27	40	≥ 15 分
発明合金 8	(Fe _{0.8} Co _{0.2}) ₇₉ C ₈ P ₁₂ Si ₁	1.46	0.19	*	≥ 20 分
発明合金 9	(Fe _{0.8} Co _{0.2}) ₇₈ Mo ₁ B ₃ C ₇ P ₁₀ Si ₁	1.44	0.25	40	≥ 15 分
発明合金 10	(Fe _{0.85} Co _{0.15}) _{78.5} C ₁₀ P ₁₀ Si _{1.5}	1.48	0.29	*	≥ 25 分
発明合金 11	(Fe _{0.85} Co _{0.15}) ₇₈ C ₁₀ P ₁₀ Si ₂	1.43	0.25	*	≥ 25 分
発明合金 12	(Fe _{0.8} Co _{0.2}) _{78.5} C ₁₀ P ₁₀ Si _{1.5}	1.45	0.26	35	≥ 20 分
発明合金 13	(Fe _{0.75} Co _{0.25}) _{78.5} C ₁₀ P ₁₀ Si _{1.5}	1.43	0.28	*	≥ 20 分
比較合金 1	Fe ₇₉ C ₁₀ P ₁₀ Si ₁	1.49	0.23	20	< 10 分
比較合金 2	(Fe _{0.95} Co _{0.05}) ₇₉ C ₁₀ P ₁₀ Si ₁	1.51	0.26	23	< 10 分
比較合金 3	(Fe _{0.8} Co _{0.2}) ₇₉ C ₄ P ₁₄ Si ₃	1.43	0.25	*	< 10 分
比較合金 4	(Fe _{0.8} Co _{0.2}) ₇₉ C ₁₀ P ₁₀ B ₁	1.51	0.26	35	< 10 分
比較合金 5	(Fe _{0.8} Co _{0.2}) ₈₀ C ₁₀ P ₁₀	1.52	0.29	*	< 10 分
比較合金 6	Fe ₇₈ Mo ₁ B ₁₃ P ₆ Si ₂	1.47	0.22	45	< 10 分
比較合金 7	Fe ₇₈ B ₃ C ₇ P ₁₀ Si ₂	1.49	0.23	40	< 10 分
比較合金 8	Fe ₇₈ B ₃ C ₇ P ₉ Si ₃	1.45	0.25	35	< 10 分
比較合金 9	(Fe _{0.8} Co _{0.2}) ₇₈ Mo ₄ B ₅ C ₅ P ₇ Si ₁	1.38	0.28	29	< 10 分
比較合金 10	Fe ₇₈ Mo ₁ B ₁₅ Si ₆	1.52	0.20	50	< 10 分

* T_c と T_g とが接近していて T_g を求めることができなかった。

10

20

【 図 1 】

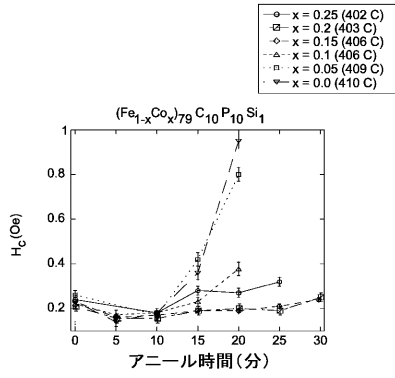


FIG. 1

【 図 2 】

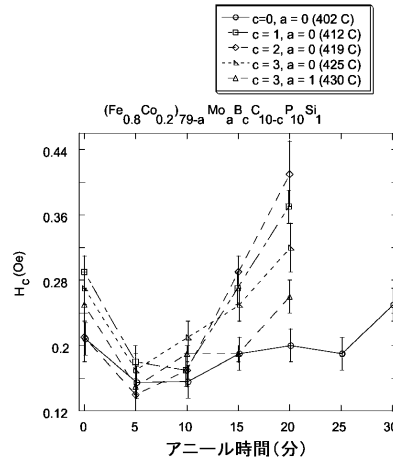


FIG. 2

【 図 3 】

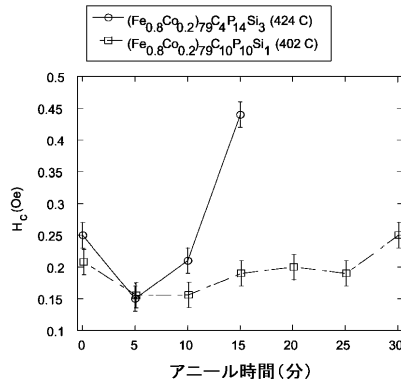


FIG. 3

【 図 5 】

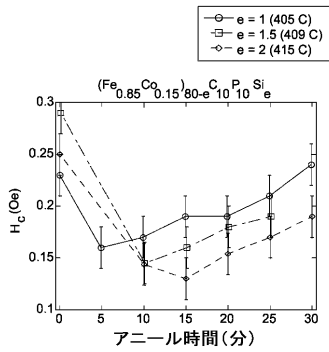


FIG. 5

【 図 4 】

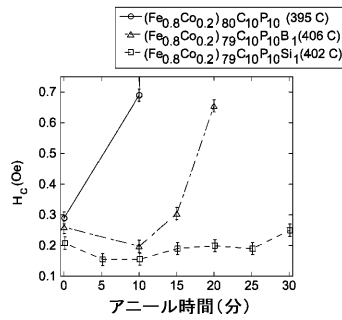


FIG. 4

フロントページの続き

- (74)代理人 100137545
弁理士 荒川 聡志
- (74)代理人 100105588
弁理士 小倉 博
- (74)代理人 100129779
弁理士 黒川 俊久
- (72)発明者 ルアナ・エミリアナ・イオリオ
アメリカ合衆国、ニューヨーク州、ニスカユナ、リサーチ・サークル、1番、ジーイー・グローバル・リサーチ、ビルディング・ケイ1-4エイ59、パテント・ドケット・ルーム
- (72)発明者 フランシス・ジョンソン
アメリカ合衆国、ニューヨーク州、ニスカユナ、リサーチ・サークル、1番、ジーイー・グローバル・リサーチ、ビルディング・ケイ1-4エイ59、パテント・ドケット・ルーム
- (72)発明者 パジャヤンヌール・ラマナザン・スブラマニアン
アメリカ合衆国、ニューヨーク州、ニスカユナ、リサーチ・サークル、1番、ジーイー・グローバル・リサーチ、ビルディング・ケイ1-4エイ59、パテント・ドケット・ルーム
- (72)発明者 ギャリー・シフレット
アメリカ合衆国、バージニア州、シャーロットツヴィル、マコーミック・ロード、ユニバーシティー・オブ・バージニア、デパートメント・オブ・フィジックス、ピーオー・ボックス400714
- (72)発明者 ジョセフ・ブーン
アメリカ合衆国、バージニア州、シャーロットツヴィル、マコーミック・ロード、ユニバーシティー・オブ・バージニア、デパートメント・オブ・フィジックス、ピーオー・ボックス400714
- (72)発明者 スリパルナ・ピヤッタチャリヤ
アメリカ合衆国、バージニア州、シャーロットツヴィル、マコーミック・ロード、ユニバーシティー・オブ・バージニア、デパートメント・オブ・フィジックス、ピーオー・ボックス400714

審査官 鈴木 葉子

- (56)参考文献 特開2005-307291(JP,A)
特開平09-256122(JP,A)
国際公開第2009/037824(WO,A1)
特開2008-240148(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22C 35/00-45/10
H01F 1/12-1/375