

(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
2018年8月2日(02.08.2018)



(10) 国際公開番号

WO 2018/139563 A1

(51) 国際特許分類:

B22F 1/00 (2006.01)

(21) 国際出願番号:

PCT/JP2018/002380

(22) 国際出願日:

2018年1月26日(26.01.2018)

(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 2017-012977 2017年1月27日(27.01.2017) JP

(71) 出願人: 株式会社トーキン (TOKIN CORPORATION) [JP/JP]; 〒9828510 宮城県仙台市太白区郡山六丁目7番1号 Miyagi (JP). JFEスチール株式会社 (JFE STEEL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 浦田 顕理 (URATA Akiri); 〒9828510 宮城県仙台市太白区郡山六丁目7番1号 株式会社トーキン内 Miyagi (JP). 千葉 美帆 (CHIBA Miho); 〒9828510 宮城県仙台市太白区郡山六丁目7番1号 株式会社トーキン内 Miyagi (JP). 村木 峰男 (MURAKI Mineo); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 JFEスチール株式会社内 Tokyo (JP). 中世古 誠 (NAKASEKO Makoto); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 JFEスチール株式会社内 Tokyo (JP). 高下 拓也 (TAKASHITA Takuya); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 JFEスチール株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 山崎 拓哉 (YAMAZAKI Takuya); 〒2490006 神奈川県逗子市逗子五丁目2番53号三盛楼ビル4階 Kanagawa (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, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,

HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, 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, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, 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, MK, MT, NL, NO, PL, PT, 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))

(54) Title: SOFT MAGNETIC POWDER, Fe-BASED NANOCRYSTALLINE ALLOY POWDER, MAGNETIC COMPONENT AND DUST CORE

(54) 発明の名称: 軟磁性粉末、Fe基ナノ結晶合金粉末、磁性部品及び圧粉磁芯

(57) Abstract: This soft magnetic powder is represented by composition formula $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{P}_d\text{Cu}_e$ with the exception of unavoidable impurities. In the composition formula, a, b, c, d and e satisfy $79 \leq a \leq 84.5 \text{ at\%}$, $0 \leq b < 6 \text{ at\%}$, $4 \leq c \leq 10 \text{ at\%}$, $4 < d \leq 11 \text{ at\%}$, $0.2 \leq e < 0.4 \text{ at\%}$, and $a + b + c + d + e = 100 \text{ at\%}$.

(57) 要約: 軟磁性粉末は、不可避不純物を除き組成式 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{P}_d\text{Cu}_e$ で表される。上述の組成式において、 $79 \leq a \leq 84.5 \text{ at\%}$ 、 $0 \leq b < 6 \text{ at\%}$ 、 $4 \leq c \leq 10 \text{ at\%}$ 、 $4 < d \leq 11 \text{ at\%}$ 、 $0.2 \leq e < 0.4 \text{ at\%}$ 、且つ、 $a + b + c + d + e = 100 \text{ at\%}$ である。



WO 2018/139563 A1

明 細 書

発明の名称：

軟磁性粉末、F e 基ナノ結晶合金粉末、磁性部品及び圧粉磁芯

技術分野

[0001] 本発明は、トランスやインダクタ、モータの磁芯などの磁性部品の使用に適している軟磁性粉末に関する。

背景技術

[0002] このタイプの軟磁性粉末は、例えば、特許文献 1 に開示されている。

[0003] 特許文献 1 には、F e、B、S i、P、C 及びC uからなる合金組成物が開示されている。特許文献 1 の合金組成物は、連続薄帯形状又は粉末形状を有している。粉末形状の合金組成物（軟磁性粉末）は、例えばアトマイズ法によって作製されており、アモルファス相（非晶質相）を主相としている。この軟磁性粉末に所定の熱処理条件による熱処理を施すことでb c c F eのナノ結晶が析出し、これによりF e 基ナノ結晶合金粉末が得られる。このようにして得られたF e 基ナノ結晶合金粉末を使用することで、優れた磁気特性を有する磁性部品が得られる。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特許第4 5 1 4 8 2 8 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 軟磁性粉末からF e 基ナノ結晶合金粉末を得る場合、十分な磁気特性を有するF e 基ナノ結晶合金粉末を得るという観点から、軟磁性粉末は、実質的にアモルファス相（非晶質相）のみからなること（即ち、結晶化度が極めて低いこと）が望ましい。しかしながら、結晶化度が極めて低い軟磁性粉末を得ようとする、高価な原料が必要になったり、アトマイズ後の分級によって大粒径の粉末を除外するなどの複雑な工程が必要になる。即ち、製造コス

トが増加する。

[0006] そこで、本発明は、十分な磁気特性を有するF e基ナノ結晶合金粉末を製造コストの増加を避けつつ作製可能な軟磁性粉末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

[0007] 本発明の発明者による鋭意検討の結果、連続薄帯に適さない一方、軟磁性粉末に適した所定の組成範囲が得られた。この組成範囲は、結晶の混在に起因して必要な均一性が得られないといった理由により、連続薄帯の形成には適していない。一方、この組成範囲の軟磁性粉末を使用した場合、熱処理前の結晶化度を10%以下に抑えることで、十分な磁気特性を有するF e基ナノ結晶合金粉末が得られた。詳しくは、ある程度の微結晶（結晶相）を含む軟磁性粉末であっても、結晶化度が10%以下であれば、熱処理後のF e基ナノ結晶合金粉末は、結晶化度が極めてゼロに近い軟磁性粉末から得られたF e基ナノ結晶合金粉末と比べて殆ど劣ることのない磁気特性を有していた。本発明は、この組成範囲を有する以下の軟磁性粉末を提供する。

[0008] 本発明の一の側面は、不可避不純物を除き組成式 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{P}_d\text{Cu}_e$ で表される軟磁性粉末であって、 $79 \leq a \leq 84.5 \text{ at } \%$ 、 $0 \leq b < 6 \text{ at } \%$ 、 $4 \leq c \leq 10 \text{ at } \%$ 、 $4 < d \leq 11 \text{ at } \%$ 、 $0.2 \leq e < 0.4 \text{ at } \%$ 、且つ、 $a + b + c + d + e = 100 \text{ at } \%$ である軟磁性粉末を提供する。

発明の効果

[0009] 本発明による軟磁性粉末は、所定範囲のF e、S i、B、P及びC uを含んでいるため、結晶化度を10%以下に抑えることができる。結晶化度を10%以下に抑えることで、従来と同様な熱処理によって十分な磁気特性を有するF e基ナノ結晶合金粉末が得られる。即ち、結晶化度を極めてゼロに近づけるのではなく、10%以下という多少の結晶化度を許容することで、十分な磁気特性を有するF e基ナノ結晶合金粉末を製造コストの増加を避けつつ作製可能な軟磁性粉末が得られる。

[0010] 下記の最良の実施の形態の説明を検討することにより、本発明の目的が正

しく理解され、且つその構成についてより完全に理解されるであろう。

発明を実施するための形態

- [0011] 本発明については多様な変形や様々な形態にて実現することが可能であるが、その一例として、特定の実施の形態について、以下に詳細に説明する。実施の形態は、本発明をここに開示した特定の形態に限定するものではなく、添付の請求の範囲に明示されている範囲内においてなされる全ての変形例、均等物、代替例をその対象に含むものとする。
- [0012] 本実施の形態による軟磁性粉末は、不可避不純物を除き組成式 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{P}_d\text{Cu}_e$ で表される。組成式 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{P}_d\text{Cu}_e$ において、 $79 \leq a \leq 84$ at %、 $0 \leq b < 6$ at %、 $4 \leq c \leq 10$ at %、 $4 < d \leq 11$ at %、 $0.2 \leq e < 0.4$ at %、且つ、 $a + b + c + d + e = 100$ at % である。
- [0013] 本発明の実施の形態による軟磁性粉末は、Fe 基ナノ結晶合金粉末の出発原料として使用可能である。本実施の形態の軟磁性粉末から作製された Fe 基ナノ結晶合金粉末は、様々な磁性部品や圧粉磁芯を作製するための材料として使用可能である。加えて、本実施の形態の軟磁性粉末は、様々な磁性部品や圧粉磁芯を作製するための直接的な材料としても使用可能である。
- [0014] 以下、まず、本実施の形態の軟磁性粉末及び Fe 基ナノ結晶合金粉末の特性を中心に説明する。
- [0015] 本実施の形態の軟磁性粉末は、アトマイズ法等の製造方法によって作製できる。このようにして作製された軟磁性粉末は、アモルファス相（非晶質相）を主相としている。この軟磁性粉末に所定の熱処理条件による熱処理を施すことで bcc Fe (α Fe) のナノ結晶が析出し、これにより優れた磁気特性を有する Fe 基ナノ結晶合金粉末が得られる。即ち、本実施の形態の Fe 基ナノ結晶合金粉末は、非晶質相を主相とし、bcc Fe のナノ結晶を含む Fe 基合金である。
- [0016] 一般的に、非晶質相を主相とする軟磁性粉末を作製する際、 α Fe の微結晶（初期析出物）が析出する場合がある。初期析出物は、Fe 基ナノ結晶合

金粉末の磁気特性が劣化する一因になる。詳しくは、初期析出物に起因して、Fe基ナノ結晶合金粉末において50nmを超える粒径を有するナノ結晶が析出する場合がある。50nmを超える粒径のナノ結晶は、少量析出しただけで磁壁の移動を阻害し、Fe基ナノ結晶合金粉末の磁気特性を劣化させる。このため、一般的には、軟磁性粉末に対する初期析出物の体積比である初期結晶化度（以下、単に「結晶化度」という。）を可能な限り低くして、実質的に非晶質相のみからなる軟磁性粉末を作製することが望ましいと考えられている。しかしながら、結晶化度が極めて低い軟磁性粉末を得ようとすると、高価な原料が必要になったり、アトマイズ後の分級によって大粒径の粉末を除外するなどの複雑な工程が必要になる。即ち、製造コストが増加する。

[0017] 本実施の形態による組成式 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{P}_d\text{Cu}_e$ の軟磁性粉末は、前述のように、79at%以上かつ84.5at%以下のFe、6at%未満（ゼロを含む）のSi、4at%以上かつ10at%以下のB、4at%よりも大きくかつ11at%以下のP、及び、0.2at%以上かつ0.4at%未満のCuを含んでいる。この組成範囲（以下、「所定範囲」という。）は、結晶（初期析出物）の混在に起因して必要な均一性が得られないといった理由により、連続薄帯の形成には適していない。詳しくは、本実施の形態による組成範囲の連続薄帯を作製した場合、体積比で10%以下の初期析出物が含まれるおそれがある。即ち、結晶化度が10%程度になるおそれがある。この場合、初期析出物に起因して、連続薄帯が部分的に脆弱化するおそれがある。更に、ナノ結晶化後も均一な微細組織を得ることができず、磁気特性が著しく劣化するおそれがある。

[0018] 一方、上述した問題は、連続薄帯に固有のものである。軟磁性粉末については、結晶化度が10%程度になっても構造上の問題が殆ど生じない。更に、結晶化度を10%以下に抑えることができれば、磁壁のピンングサイトが減少する。詳しくは、結晶化度を10%以下に抑えた場合、従来と同様な熱処理によってもFe基ナノ結晶合金粉末における50nmを超える粒径のナ

ノ結晶の析出が抑制でき、結晶化度が極めてゼロに近い軟磁性粉末から得られたFe基ナノ結晶合金粉末と比べても殆ど劣ることのない十分な磁気特性を有するFe基ナノ結晶合金粉末が得られる。

[0019] 本実施の形態による軟磁性粉末は、所定範囲のFe、Si、B、P及びCuを含んでいるため、結晶化度を10%以下に抑えることができる。結晶化度を10%以下に抑えることで、従来と同様な熱処理によって十分な磁気特性を有するFe基ナノ結晶合金粉末が得られる。即ち、結晶化度を極めてゼロに近づけるのではなく、10%以下という多少の結晶化度を許容することで、十分な磁気特性を有するFe基ナノ結晶合金粉末を製造コストの増加を避けつつ作製可能な軟磁性粉末が得られる。より具体的には、本実施の形態によれば、一般的なアトマイズ装置を使用して、比較的安価な原料から安定的に軟磁性粉末を作製できる。また、原料の溶解温度等の製造条件を緩和できる。

[0020] 上述したように、本実施の形態によれば、非晶質相を主相としており、且つ、体積比で10%以下の α Feの微結晶（初期析出物による結晶相）を含む軟磁性粉末が得られる。結晶化度は、より小さい方が、より好ましい。例えば、軟磁性粉末は、体積比で3%以下の結晶相を含んでいてもよい。結晶化度を3%以下とするためには、 $a \leq 83.5 \text{ at } \%$ 、 $c \leq 8.5 \text{ at } \%$ 、且つ、 $d \geq 5.5 \text{ at } \%$ であることが好ましい。

[0021] 結晶化度が3%以下である場合、圧粉磁芯を作製した際の成形密度が向上する。詳しくは、結晶化度が3%を超えると成形密度が低下するおそれがあるが、結晶化度が3%以下の場合、成形密度の低下を抑制でき、これにより透磁率を維持できる。加えて、結晶化度が3%以下である場合、軟磁性粉末の外観を維持しやすい。詳しくは、結晶化度が3%を超えると、アトマイズ後の軟磁性粉末が酸化によって変色するおそれがあるが、結晶化度が3%以下である場合、軟磁性粉末の変色が抑制され外観が維持できる。

[0022] 本実施の形態による軟磁性粉末をArガス雰囲気のような不活性雰囲気中で熱処理すると、結晶化が2回以上確認できる。最初に結晶化が開始する温

度を第1結晶化開始温度 (T_{x1}) といい、2回目の結晶化が開始する温度を第2結晶化開始温度 (T_{x2}) という。また、第1結晶化開始温度 (T_{x1}) と第2結晶化開始温度 (T_{x2}) の間の温度差を $\Delta T = T_{x2} - T_{x1}$ という。第1結晶化開始温度 (T_{x1}) は、b c c F e のナノ結晶析出の発熱ピークであり、第2結晶化開始温度 (T_{x2}) は、F e B や F e P 等の化合物析出の発熱ピークである。これら結晶化温度は、例えば、示差走査熱量分析 (D S C) 装置を使用して、40℃/分程度の昇温速度で熱分析を行うことで評価可能である。

[0023] ΔT が大きい場合、所定の熱処理条件における熱処理が容易になる。このため、熱処理によって b c c F e のナノ結晶のみを析出させて良好な磁気特性の F e 基ナノ結晶合金粉末を得ることができる。即ち、 ΔT を大きくすることで、F e 基ナノ結晶合金粉末における b c c F e のナノ結晶組織が安定し、F e 基ナノ結晶合金粉末を備える圧粉磁芯のコアロスが低減する。

[0024] 以下、本実施の形態による軟磁性粉末の組成範囲について更に詳しく説明する。

[0025] 本実施の形態による軟磁性粉末において、F e 元素は主元素であり、磁性を担う必須元素である。F e 基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度 B_s の向上及び原料価格の低減のため、F e の割合が多いことが基本的には好ましい。但し、前述のように、本実施の形態による F e の割合は、79 a t % 以上かつ 84.5 a t % 以下である。詳しくは、F e の割合は、F e 基ナノ結晶合金粉末において所望の飽和磁束密度 B_s を得るため、79 a t % 以上とする必要があり、10% 以下の結晶化度を有する軟磁性粉末を作製するため、84.5 a t % 以下とする必要がある。F e の割合が 79 a t % 以上の場合、上述の効果に加えて、 ΔT を大きくできる。F e の割合は、飽和磁束密度 B_s を向上させるため、80 a t % 以上であることが更に好ましい。一方、F e の割合は、結晶化度を 3% 以下として圧粉磁芯のコアロスを低減するため、83.5 a t % 以下であることが好ましい

[0026] 本実施の形態による軟磁性粉末において、S i 元素は非晶質相形成を担う

元素であり、ナノ結晶化にあたってはナノ結晶の安定化に寄与する。S i の割合は、圧粉磁芯のコアロス低減のため、6 a t %未満（ゼロを含む）とする必要がある。一方、S i の割合は、F e 基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度B sを向上させるため、2 a t %以上であることが好ましく、 ΔT を大きくするため、3 a t %以上であることが更に好ましい。

[0027] 本実施の形態による軟磁性粉末において、B元素は非晶質相形成を担う必須元素である。Bの割合は、軟磁性粉末の結晶化度を10%以下に抑えることで圧粉磁芯のコアロス低減のため、4 a t %以上かつ10 a t %以下とする必要がある。また、Bの割合は、軟磁性粉末の結晶化度を3%以下に抑えることで圧粉磁芯のコアロスを更に低減するため、8.5 a t %以下であることが好ましい。

[0028] 本実施の形態による軟磁性粉末において、P元素は非晶質相形成を担う必須元素である。前述のように、本実施の形態によるPの割合は、4 a t %よりも大きくかつ11 a t %以下である。詳しくは、Pの割合が4 a t %よりも大きい場合、軟磁性粉末を作製する際の合金溶湯の粘性が低下し、圧粉磁芯の磁気特性を向上させるという観点から好ましい球形状の軟磁性粉末を作製しやすくなる。加えて、融点が低下するため非晶質形成能を向上させることができ、F e 基ナノ結晶合金粉末を作製しやすくなる。これらの効果が10%以内の結晶化度を有する軟磁性粉末の作製に寄与する。一方、Pの割合は、F e 基ナノ結晶合金粉末において所望の飽和磁束密度B sを得るため、11 a t %以下とする必要がある。また、Pの割合は、耐食性を向上させるため、5.0 a t %よりも大きいことが好ましく、結晶化度を3%以下とするため、5.5 a t %以上であることが更に好ましく、F e 基ナノ結晶合金粉末におけるナノ結晶を微細化して圧粉磁芯のコアロス低減のため、6 a t %以上であることが更に好ましい。一方、Pの割合は、飽和磁束密度B sを向上させるため、10 a t %以下であることが好ましく、8 a t %以下であることが更に好ましい。

[0029] 本実施の形態による軟磁性粉末において、C u元素はナノ結晶化に寄与す

る必須元素である。前述のように、本実施の形態によるCuの割合は、0.2at%以上かつ0.4at%未満である。Cuの割合を0.2at%以上かつ0.4at%未満と低くすることで、Fe基ナノ結晶合金粉末におけるナノ結晶の微細化という効果を得つつ、非晶質形成能を向上させることができる。この結果、初期析出物に起因するFe基ナノ結晶合金粉末の磁気特性の劣化を抑制できる。詳しくは、Cuの割合は、Fe基ナノ結晶合金粉末におけるナノ結晶の粗大化を防止して圧粉磁芯において所望のコアロスを得るため、0.2at%以上とする必要があり、十分な非晶質形成能によって結晶化度を10%以下に抑えるため、0.4at%未満とする必要がある。また、Cuの割合は、Fe基ナノ結晶合金粉末におけるナノ結晶を微細化して圧粉磁芯のコアロスを低減するため、0.3at%以上であることが好ましく、ナノ結晶の析出量を増大してFe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Bsを向上させるため、0.35at%以上であることが更に好ましい。

[0030] 本実施の形態による軟磁性粉末は、Fe、P、Cu、Si及びBに加えて、原料に含まれるAl、Ti、S、O、N等の不可避不純物を含んでいてもよい。但し、これらの不可避不純物は、軟磁性粉末における α Feの微結晶（初期析出物）の結晶核となって結晶化を促進し易い。特に、これらの不可避不純物の軟磁性粉末における割合（含有量）が大きい場合、結晶化度が高くなり易く、且つ、 α Feの微結晶の粒径のバラツキが大きくなり易い。従って、軟磁性粉末における不可避不純物の含有量は、できるだけ小さい方が好ましい。

[0031] 本実施の形態の説明において、軟磁性粉末の主成分元素（Fe、P、Cu、Si及びB）の含有量を、at%で示している。また、以下の説明において、軟磁性粉末の特性を向上するために主成分元素に添加する元素（例えば、軟磁性粉末の耐食性を高めるCrや、軟磁性粉末の非晶質性を向上させるNb、Mo等の元素）の含有量を、at%で示す。一方、以下の説明において、軟磁性粉末の特性に悪影響を与え、できれば少なくしたいが、製造プロセスや原料価格などを考慮すると混入してしまう不純物元素の含有量を、質

量% (mass%) で示す。

[0032] 上記不可避不純物において、Alは、Fe-PやFe-B等の工業原料を用いることで軟磁性粉末に混入する微量元素である。Alが軟磁性粉末に混入すると、軟磁性粉末における非晶質相の割合が低下し、且つ、軟磁気特性が低下する。Alの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制するため、0.1質量%以下であることが好ましい。Alの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制し、且つ、軟磁気特性の低下を抑制するため、0.01質量%以下であることが更に好ましい。

[0033] 上記不可避不純物において、Tiは、Fe-PやFe-B等の工業原料を用いることで軟磁性粉末に混入する微量元素である。Tiが軟磁性粉末に混入すると、軟磁性粉末における非晶質相の割合が低下し、且つ、軟磁気特性が低下する。Tiの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制するため、0.1質量%以下であることが好ましい。Tiの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制し、且つ、軟磁気特性の低下を抑制するため、0.01質量%以下であることが更に好ましい。

[0034] 上記不可避不純物において、Sは、Fe-PやFe-B等の工業原料を用いることで軟磁性粉末に混入する微量元素である。Sを軟磁性粉末に微量に添加することで、球形状の軟磁性粉末を作製しやすくなる。しかしながら、Sが軟磁性粉末に過剰に混入すると、 α Feの微結晶の粒径のバラツキが大きくなり、これにより軟磁気特性が低下する。Sの含有量は、軟磁気特性の低下を抑制するため、0.1質量%以下であることが好ましく、0.05質量%以下であることが更に好ましい。

[0035] 上記不可避不純物において、Oは、工業原料の使用によって軟磁性粉末に混入すると共に、アトマイズの際及び乾燥の際に水や空気中から軟磁性粉末に混入する微量元素である。特に水アトマイズを用いた場合、粉末粒径が小さくなると粉末の表面積が大きくなるためO含有量が大きくなりやすいことが知られている。Oが軟磁性粉末に混入すると、軟磁性粉末における非晶質相の割合が低下すると共に軟磁性粉末を成形する際に充填率が低下し、且つ

、軟磁気特性が低下する。Oの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制するため、1.0質量%以下であることが好ましい。Oの含有量は、軟磁性粉末を成形する際の充填率の低下を抑制し、且つ、軟磁気特性の低下を抑制するため、0.3質量%以下であることが更に好ましい。

[0036] 上記不可避不純物において、Nは、工業原料の使用によって軟磁性粉末に混入すると共に、熱処理の際に空気中から軟磁性粉末に混入する微量元素である。Nが軟磁性粉末に混入すると、軟磁性粉末における非晶質相の割合が低下すると共に軟磁性粉末を成形する際に充填率が低下し、且つ、軟磁気特性が低下する。Nの含有量は、非晶質相の割合の低下を抑制するため、且つ、軟磁気特性の低下を抑制するため、0.01質量%以下であることが好ましく、0.002質量%以下であることが更に好ましい。

[0037] 前述したように、不可避不純物を除く軟磁性粉末の組成式は、 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{P}_d\text{Cu}_e$ である。従って、不可避不純物のうち特にAl、Ti、S、O及びNからなる不可避不純物を含めた軟磁性粉末の組成式は、 $(\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{P}_d\text{Cu}_e)_{100-\alpha}\text{X}_\alpha$ である。この組成式において、Xは、Al、Ti、S、O及びNからなる不可避不純物であり、 α は、軟磁性粉末に含まれるXの割合(質量%)である。また、a、b、c、d、e(at%)の好ましい範囲は、既に説明した通りである。

[0038] 軟磁性粉末が、不可避不純物として、Al、Ti、S、O、Nから選ばれる1種類以上の元素を含んでいる場合、Alの含有量が0.1質量%以下であり、Tiの含有量が0.1質量%以下であり、Sの含有量が0.1質量%以下であり、Oの含有量が1.0質量%以下であり、Nの含有量が0.01質量%以下であることが好ましい。従って、この場合、軟磁性粉末に含まれるAl、Ti、S、O、N(不可避不純物X)の割合を示す α の値は、1.31質量%以下であることが好ましい。

[0039] 軟磁性粉末が、不可避不純物として、Al、Ti、S、O、Nから選ばれる1種類以上の元素を含んでいる場合、Alの含有量が0.01質量%以下であり、Tiの含有量が0.01質量%以下であり、Sの含有量が0.05

質量%以下であり、Oの含有量が0.3質量%以下であり、Nの含有量が0.002質量%以下であることが更に好ましい。従って、この場合、軟磁性粉末に含まれるAl、Ti、S、O、N（不可避不純物X）の割合を示す α の値は、0.372質量%以下であることが更に好ましい。

[0040] 本実施の形態による軟磁性粉末において、Feの一部を、Cr、V、Mn、Co、Ni、Zn、Nb、Zr、Hf、Mo、Ta、W、Ag、Au、Pd、K、Ca、Mg、Sn、C、Y及び希土類元素から選ばれる1種類以上の元素で置換してもよい。この置換により、熱処理によって均一なナノ結晶を容易に得られる。但し、この置換において、Feのうち上記元素に置換される原子量（置換原子量）は、磁気特性、非晶質形性能、融点等の溶解条件および原料価格に悪影響のない範囲内とする必要がある。より具体的には、好ましい置換原子量は、Feの3at%以下であり、更に好ましい置換原子量は、Feの1.5at%以下である。

[0041] 上述のように、Feの一部を置換した場合の軟磁性粉末の組成式は、不可避不純物を除き $(FeM)_aSi_bB_cP_dCu_e$ である。また、Feの一部を置換した場合のAl、Ti、S、O、N（不可避不純物X）も含めた軟磁性粉末の組成式は、 $\{(FeM)_aSi_bB_cP_dCu_e\}_{100-\alpha}X_\alpha$ （a, b, c, d, eは原子量%、 α は質量%）である。これらの組成式におけるMは、Cr、V、Mn、Co、Ni、Zn、Nb、Zr、Hf、Mo、Ta、W、Ag、Au、Pd、K、Ca、Mg、Sn、C、Y及び希土類元素から選ばれる1種類以上の元素である。また、a, b, c, d, e（at%）の好ましい範囲は、既に説明した通りである。

[0042] 以下、本実施の形態における軟磁性粉末、Fe基ナノ結晶合金粉末、磁性部品及び圧粉磁芯について、その製造方法を説明しつつ、更に詳しく説明する。

[0043] 本実施の形態による軟磁性粉末は、様々な製造方法で作製できる。例えば、軟磁性粉末は、水アトマイズ法やガスアトマイズ法のようなアトマイズ法によって作製してもよい。アトマイズ法による粉末作製工程において、まず

、原料を準備する。次に、原料を、所定の組成になるように秤量し、溶解して合金溶湯を作製する。このとき、本実施の形態の軟磁性粉末は、融点が高いため、溶解のための消費電力を削減できる。次に、合金溶湯を、ノズルから排出して、高圧の水やガスを使用して合金溶滴に分断し、これにより微細な軟磁性粉末を作製する。

[0044] 上述の粉末作製工程において、分断に使用するガスは、アルゴンや窒素などの不活性ガスであってもよい。また、冷却速度を向上させるため、分断直後の合金溶滴を冷却用の液体や固体に接触させて急冷してもよいし、合金溶滴を再分断して更に微細化してもよい。冷却用に液体を使用する場合、例えば水や油を使用してもよい。冷却用に固体を使用する場合、例えば回転銅ロールや回転アルミ板を使用してもよい。但し、冷却用の液体や固体は、これに限定されず、様々な材料を使用できる。

[0045] 上述の粉末作製工程において、作製条件を変えることにより、軟磁性粉末の粉末形状及び粒径を調整できる。本実施の形態によれば、合金溶湯の粘性が高いため、軟磁性粉末を球形状に作製しやすい。軟磁性粉末の平均粒径は、結晶化度を低くするため、 $200\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $50\mu\text{m}$ 以下であることが更に好ましい。また、軟磁性粉末の粒度分布が極端に広い場合、望ましくない粒度偏析を引き起こす原因となり得る。このため、軟磁性粉末の最大粒径は、 $200\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

[0046] 上述の粉末作製工程において、非晶質相を主相とする軟磁性粉末中に初期析出物が析出する。初期析出物としてFeBやFeP等の化合物が析出すると、磁気特性が著しく劣化する。本実施の形態によれば、軟磁性粉末におけるFeBやFeP等の化合物の析出を抑制でき、初期析出物は、基本的にbccの $\alpha\text{Fe}(-\text{Si})$ である。本実施の形態において、初期析出物の体積比は、各軟磁性粉末における初期析出物の体積比ではなく、作製された軟磁性粉末全体における初期析出物全体の体積比である。従って、作製された軟磁性粉末全体における初期析出物全体の体積比が10%以内（3%以内）である限り、非晶質単相の軟磁性粉末が含まれていてもよく、結晶化度が10

%以上（3%以上）の軟磁性粉末が含まれていてもよい。

[0047] 上述の軟磁性粉末の粒径は、レーザー粒度分布計によって評価できる。軟磁性粉末の平均粒径は、評価した粒径から算出できる。結晶化度及び初期析出物の粒径は、X線回析（XRD：X-ray diffraction）による測定結果をWPPD法（Whole-powder-pattern decomposition method）によって解析することで算出できる。X線回析結果のピーク位置から、 α Fe（-Si）相、化合物相などの析出相を同定できる。また、軟磁性粉末の飽和磁化と保磁力 H_c は、振動試料型磁力計（VSM：Vibrating Sample Magnetometer）を使用して測定できる。飽和磁束密度 B_s は、測定した飽和磁化と密度から算出できる。

[0048] 本実施の形態の軟磁性粉末を出発材料として、本実施の形態のFe基ナノ結晶合金粉末を製造できる。より具体的には、前述したように、本実施の形態の軟磁性粉末に対して、所定の熱処理条件による熱処理を施すことで、bcc Feのナノ結晶が析出し、本実施の形態のFe基ナノ結晶合金粉末が得られる。この熱処理は、化合物相を析出させないように、第2結晶化開始温度（ T_{x2} ）以下の温度下で行う必要がある。具体的には、本実施の形態における熱処理は、550℃以下の温度下で行う必要がある。また、熱処理は、アルゴンや窒素などの不活性雰囲気中において300℃以上の温度下で行うことが好ましい。但し、Fe基ナノ結晶合金粉末の表面に酸化層を形成して耐食性や絶縁性を向上させるため、部分的に酸化雰囲気中で熱処理してもよい。また、Fe基ナノ結晶合金粉末の表面状態を改善するため、部分的に還元雰囲気中で熱処理してもよい。また、昇温・降温速度や保持温度などの熱処理条件によっては、より高温下での短時間の熱処理や、より低温下での長時間の熱処理も可能である。

[0049] 本実施の形態のFe基ナノ結晶合金粉末において、ナノ結晶の平均粒径が50nmを超えると、結晶磁気異方性が大きくなり軟磁気特性が劣化する。また、ナノ結晶の平均粒径が40nmを超えると、軟磁気特性が多少低下する。従って、ナノ結晶の平均粒径は、50nm以下であることが好ましく、

40 nm以下であることが更に好ましい。

[0050] 本実施の形態のFe基ナノ結晶合金粉末において、ナノ結晶の結晶化度が25%未満の場合、飽和磁束密度 B_s の向上が僅かであり、磁歪が20 ppmを超える。一方、ナノ結晶の結晶化度が40%以上の場合、飽和磁束密度 B_s が1.6 T以上に向上し、磁歪が15 ppm以下になる。従って、ナノ結晶の結晶化度は、25%以上であることが好ましく、40%以上であることが更に好ましい。

[0051] 上述のFe基ナノ結晶合金粉末におけるナノ結晶の平均粒径及び結晶化度は、軟磁性粉末と同様に、XRDによって測定し評価できる。また、Fe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度 B_s と保磁力 H_c は、軟磁性粉末と同様に、VSMを使用して測定し算出できる。

[0052] 本実施の形態によるFe基ナノ結晶合金粉末を成形して、磁性シートなどの磁性部品や、圧粉磁芯を作製できる。また、その圧粉磁芯を使用して、トランス、インダクタ、リアクトル、モータや発電機などの磁性部品を作製できる。本実施の形態のFe基ナノ結晶合金粉末は、高磁化のナノ結晶（bcc Feの α Fe）を高い体積比で含んでいる。また、 α Feの微細化により、結晶磁気異方性が低い。また、非晶質相の正磁歪と α Fe相の負磁歪の混相により、磁歪が低減される。このため、本実施の形態のFe基ナノ結晶合金粉末を使用することで、高い飽和磁束密度 B_s 及び低いコアロスをもつ磁気特性に優れた圧粉磁芯が作製できる。

[0053] 本実施の形態によれば、Fe基ナノ結晶合金粉末に代えて、熱処理前の軟磁性粉末を使用して、磁性シートなどの磁性部品や、圧粉磁芯を作製できる。例えば、軟磁性粉末を所定の形状に成形した後に所定の熱処理条件による熱処理を施すことで、磁性部品や圧粉磁芯を作製できる。また、その圧粉磁芯を使用して、トランス、インダクタ、リアクトル、モータや発電機などの磁性部品を作製できる。以下、本実施の形態における、軟磁性粉末を使用した圧粉磁芯の磁芯作製工程について説明する。

[0054] 磁芯作製工程において、まず、軟磁性粉末を、樹脂等の絶縁性が良好な結

合剤と混合して造粒し、造粒粉を得る。結合剤として樹脂を使用する場合、例えば、シリコン、エポキシ、フェノール、メラミン、ポリウレタン、ポリイミド、ポリアミドイミドを使用してもよい。絶縁性や結着性を向上させるために、樹脂に代えて、又は、樹脂と共に、リン酸塩、ホウ酸塩、クロム酸塩、酸化物(シリカ、アルミナ、マグネシア等)、無機高分子(ポリシラン、ポリゲルマン、ポリスタナン、ポリシロキサン、ポリシルセスキオキサン、ポリシラザン、ポリボラジレン、ポリホスファゼンなど)などの材料を結合剤として使用してもよい。また、複数の結合剤を併用しても良く、異なる結合剤によって2層またはそれ以上の多層構造の被覆を形成しても良い。結合剤の量は、一般的には、0.1～10mass%程度が好ましく、絶縁性及び充填率を考慮すると、0.3～6mass%程度が好ましい。但し、結合剤の量は、粉末粒径、適用周波数、用途等を考慮して適切に決定すればよい。

[0055] 磁芯作製工程において、次に、造粒粉を金型を使用して加圧成形して圧粉体を得る。その後、圧粉体に所定の熱処理条件による熱処理を施して、ナノ結晶化と結合材の硬化とを同時に行い、圧粉磁芯を得る。上述した加圧成形は、一般的には、室温下で行えばよい。本実施の形態の軟磁性粉末から造粒粉を作製する際に耐熱性の高い樹脂や被覆を使用して、例えば550℃以下の温度範囲で加圧成形することにより、極めて高密度の圧粉磁芯を成形することもできる。

[0056] 磁芯作製工程において、造粒粉を加圧成形する際、充填性を向上させると共にナノ結晶化における発熱を抑制するため、本実施の形態による軟磁性粉末よりも軟質のFe, FeSi, FeSiCr, FeSiAl, FeNi, カルボニル鉄粉等の粉末を混ぜてもよい。また、上述の軟質粉末に代えて、又は、上述の軟質粉末と共に、本実施の形態による軟磁性粉末とは粒径の異なる任意の軟磁性粉末を混ぜても良い。このとき、本実施の形態による軟磁性粉末に対する混合量は、50mass%以下であることが好ましい。

[0057] 本実施の形態における圧粉磁芯は、上述の磁芯作製工程と異なる工程によって作製してもよい。例えば、前述したように、本実施の形態によるFe基

ナノ結晶合金粉末を使用して圧粉磁芯を作製してもよい。この場合、上述の磁芯作製工程と同様に造粒粉を作製すればよい。造粒粉を金型を使用して加圧成形することで、圧粉磁芯が作製できる。

[0058] 以上のように作製した本実施の形態の圧粉磁芯は、作製工程に係らず、本実施の形態のFe基ナノ結晶合金粉末を備えている。同様に、本実施の形態の磁性部品は、本実施の形態のFe基ナノ結晶合金粉末を備えている。

[0059] 以下、本発明の実施の形態について、複数の実施例を参照しながら更に詳細に説明する。

[0060] (実施例1～5及び比較例1～8)

下記の表1に記載の実施例1～5及び比較例1～6の軟磁性粉末の原料として、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、及び電解銅を準備した。原料を表1に記載の実施例1～5及び比較例1～6の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、平均粒径 $32 \sim 48 \mu\text{m}$ の合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。軟磁性粉末の析出相（析出物）を、X線回析（XRD：X-ray diffraction）によって評価した。また、軟磁性粉末に対して、電気炉を使用して、表1に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（Fe基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度 B_s を、振動試料型磁力計（VSM：Vibrating Sample Magnetometer）を使用して測定した。Fe基ナノ結晶合金粉末の作製に加えて、熱処理前の軟磁性粉末から圧粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、2mass%のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径13mm且つ内径8mmの金型を使用して $10\text{ton}/\text{cm}^2$ の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表1に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。圧粉磁芯に含まれる熱処理後の軟磁性粉末（Fe基ナノ結晶合金粉末）内のナノ結晶の平均粒径を、XRDによって測定し評価した。交流BHアナライザーを使用して、圧粉磁芯について $20\text{kHz} - 100\text{mT}$ のコアロスを

測定した。また、比較例 7、8 として、FeSiCr 及び Fe アモルファス (FeSiB) の軟磁性粉末を使用して圧粉磁芯を作製し、実施例 1～5 及び比較例 1～6 の圧粉磁芯と同様に測定及び評価した。以上の測定及び評価の結果を表 1 に示す。

[0061] [表1]

	組成	熱処理前	熱処理条件	熱処理後		
		析出物		(*1)	(*2)	(*3)
比較例 1	$\text{Fe}_{82.42}\text{Si}_4\text{B}_{6.3}\text{P}_{6.2}\text{Cu}_{1.08}$	α Fe+Com	400°C × 30 分	1.74	—	1250
比較例 2	$\text{Fe}_{82.65}\text{Si}_4\text{B}_{6.5}\text{P}_6\text{Cu}_{0.85}$	α Fe+Com	400°C × 30 分	1.73	—	1320
比較例 3	$\text{Fe}_{82.89}\text{Si}_4\text{B}_{6.5}\text{P}_6\text{Cu}_{0.61}$	α Fe	400°C × 30 分	1.73	26	630
比較例 4	$\text{Fe}_{83}\text{Si}_4\text{B}_{6.5}\text{P}_6\text{Cu}_{0.5}$	α Fe	420°C × 30 分	1.71	27	240
実施例 1	$\text{Fe}_{83.11}\text{Si}_4\text{B}_{6.3}\text{P}_{6.2}\text{Cu}_{0.39}$	α Fe	420°C × 30 分	1.72	25	90
実施例 2	$\text{Fe}_{83.04}\text{Si}_4\text{B}_{6.5}\text{P}_{6.1}\text{Cu}_{0.36}$	α Fe	420°C × 30 分	1.71	28	80
実施例 3	$\text{Fe}_{83.19}\text{Si}_4\text{B}_6\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.31}$	α Fe	440°C × 30 分	1.69	31	100
実施例 4	$\text{Fe}_{83.21}\text{Si}_4\text{B}_{6.3}\text{P}_{6.2}\text{Cu}_{0.29}$	α Fe	440°C × 30 分	1.66	36	120
実施例 5	$\text{Fe}_{83.29}\text{Si}_4\text{B}_{6.5}\text{P}_6\text{Cu}_{0.21}$	α Fe	440°C × 30 分	1.67	48	160
比較例 5	$\text{Fe}_{82.39}\text{Si}_4\text{B}_{7.5}\text{P}_6\text{Cu}_{0.11}$	α Fe	460°C × 30 分	1.62	54	680
比較例 6	$\text{Fe}_{82}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_6\text{Cu}_0$	amo	460°C × 30 分	1.61	58	840
比較例 7	FeSiCr	—	(*4)	1.63	—	230
比較例 8	Fe アモルファス	—	380°C × 30 分	1.55	—	120

(*1) Fe 基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Bs(T)

(*2) 圧粉磁心に含まれるFe基ナノ結晶合金粉末内のナノ結晶の平均粒径(nm)

(*3) 圧粉磁心の20kHz-100mTのコアロス(W/cc)

(*4) 熱処理を施していない。従って、Bs及びコアロスは、熱処理を施さずに測定した結果である。

[0062] 表 1 から理解されるように、比較例 1～4 の軟磁性粉末は、0.5 at % 以上 (0.4 at % 以上) の Cu を含んでおり、圧粉磁芯のコアロスが大きい。また、比較例 5、6 の軟磁性粉末は、Cu を含んでいないか又は 0.2 at % 未満の Cu を含んでおり、圧粉磁芯のコアロスが大きい。一方、実施

例 1 ～ 5 の軟磁性粉末は、0.21 ～ 0.39 a t % の範囲の C u を含んでおり、圧粉磁芯のコアロス、比較例 7 の圧粉磁芯と比べても優れている。特に、実施例 1 ～ 3 の軟磁性粉末は、0.31 ～ 0.39 a t % の範囲の C u を含んでおり、圧粉磁芯のコアロス、比較例 8 の圧粉磁芯と比べても優れている。また、実施例 1、2 の熱処理後の軟磁性粉末（F e 基ナノ結晶合金粉末）は、1.7 T 以上の高い飽和磁束密度 B s を有している。以上の測定結果から、軟磁性粉末に含まれる C u の割合は、0.2 a t % 以上かつ 0.4 a t % 未満とすることが好ましいことが理解できる。また、実施例 5 と比較例 5 との比較により、F e 基ナノ結晶合金粉末内のナノ結晶の平均粒径は、50 n m 以下とすることが好ましいことが理解できる。

[0063] （実施例 6 ～ 13 及び比較例 9 ～ 14）

下記の表 2 及び表 3 に記載の実施例 6 ～ 13 及び比較例 9 ～ 12 の軟磁性粉末の原料として、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、及び電解銅を準備した。原料を表 2 及び表 3 に記載の実施例 6 ～ 13 及び比較例 9 ～ 12 の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。その後、軟磁性粉末を分級して、表 2 に記載の平均粒径を有する複数種類の軟磁性粉末を作製した。分級後の軟磁性粉末の析出相（析出物）と結晶化度を、X R D によって評価した。また、分級後の軟磁性粉末に対して、電気炉を使用して、表 2 に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（F e 基ナノ結晶合金粉末）の保磁力 H c 及び飽和磁束密度 B s を、V S M を使用して測定した。F e 基ナノ結晶合金粉末内のナノ結晶の平均粒径を、X R D によって測定し評価した。また、分級後且つ熱処理前の軟磁性粉末から圧粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、2 m a s s % のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径 13 m m 且つ内径 8 m m の金型を使用して 10 t o n / c m² の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表 2 に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気

気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。交流BHアナライザーを使用して、圧粉磁芯について20kHz-100mTのコアロスを測定した。比較例13、14として、FeSiCr及びFeアモルファス（FeSiB）の軟磁性粉末を使用して圧粉磁芯を作製し、実施例6～13及び比較例9～12の圧粉磁芯と同様に測定及び評価した。以上の測定及び評価の結果を表2及び表3に示す。

[0064] [表2]

	組成	熱処理前		熱処理条件
		軟磁性粉末の平均粒径 (μm)	軟磁性粉末の結晶化度 (%)	
実施例6	$\text{Fe}_{83.04}\text{Si}_4\text{B}_{6.5}\text{P}_{6.1}\text{Cu}_{0.36}$	6	0.8	420°C×30分
実施例7		15	1.4	
実施例8		32	2.6	
実施例9		54	6.4	
比較例9		80	12.5	
比較例10		156	68	
比較例11		220	94	
実施例10	$\text{Fe}_{80.69}\text{Si}_4\text{B}_{8.0}\text{P}_7\text{Cu}_{0.31}$	24	0.2	450°C×30分
実施例11		48	0.5	
実施例12		78	1.4	
実施例13		140	4.8	
比較例12		260	64	
比較例13	FeSiCr	35	—	(*1)
比較例14	Fe アモルファス	33	—	380°C×30分

(*1)熱処理を施していない。

[0065]

[表3]

	組成	熱処理後			
		(*1)	(*2)	(*3)	(*4)
実施例6	$\text{Fe}_{83.04}\text{Si}_4\text{B}_{6.5}\text{P}_{6.1}\text{Cu}_{0.36}$	32	1.70	38	154
実施例7		42	1.71	34	118
実施例8		64	1.71	33	88
実施例9		124	1.71	36	210
比較例9		842	1.70	44	640
比較例10		4800	1.73	化合物相	2400
比較例11		6200	1.72	化合物相	3200
実施例10	$\text{Fe}_{80.69}\text{Si}_4\text{B}_{8.0}\text{P}_7\text{Cu}_{0.31}$	65	1.65	29	82
実施例11		48	1.66	31	78
実施例12		71	1.65	28	74
実施例13		92	1.67	29	180
比較例12		3400	1.64	化合物相	3300
比較例13	FeSiCr (*5)	420	1.64	—	230
比較例14	Fe アモルファス	96	1.55	—	120

(*1) Fe基ナノ結晶合金粉末の保持力H_c(A/m)

(*2) Fe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度B_s(T)

(*3) Fe基ナノ結晶合金粉末内のナノ結晶の平均粒径(nm)

(*4) 圧粉磁心の20kHz-100mTのコアロス(W/cc)

(*5) 熱処理を施していない。従って、H_c、B_s及びコアロスは、熱処理を施さずに測定した結果である。

[0066] 表2及び表3から理解されるように、比較例9～12の軟磁性粉末は、結晶化度が10%よりも高い。このため、ナノ結晶化のための熱処理を施しても、熱処理後の軟磁性粉末（Fe基ナノ結晶合金粉末）の保磁力H_c及び圧粉磁芯のコアロスのいずれも著しく大きい。特に、化合物相が析出した比較例10～12のFe基ナノ結晶合金粉末及び圧粉磁芯については、磁気特性が著しく劣化している。一方、実施例6～13の軟磁性粉末は、結晶化度が10%以下であり、熱処理を施すことで比較例13、14のFe基ナノ結晶合金粉末以上の飽和磁束密度B_sを有する。更に、実施例6～13におけるFe基ナノ結晶合金粉末の保磁力H_c及び圧粉磁芯のコアロスは、比較例13の圧粉磁芯よりも優れている。特に、実施例6～8、10～12の軟磁性粉末は、結晶化度が3%以下と低い。このため、実施例6～8、10～12

の軟磁性粉末や圧粉磁芯は、熱処理を施すことで比較例 14 の圧粉磁芯よりも優れた磁気特性を有する。

[0067] (実施例 14 ~ 21 及び比較例 15 ~ 20)

下記の表 4 及び表 5 に記載の実施例 14 ~ 21 及び比較例 15 ~ 18 の軟磁性粉末の原料として、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、及び電解銅を準備した。原料を表 4 及び表 5 に記載の実施例 14 ~ 21 及び比較例 15 ~ 18 の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、平均粒径 $36 \sim 49 \mu\text{m}$ の合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。軟磁性粉末の析出相（析出物）と結晶化度とを、XRD によって評価し、軟磁性粉末の飽和磁束密度 B_s を、VSM を使用して測定した。また、軟磁性粉末に対して、電気炉を使用して、表 5 に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（Fe 基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度 B_s を、VSM を使用して測定した。Fe 基ナノ結晶合金粉末の作製に加えて、熱処理前の軟磁性粉末から圧粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、2 mass % のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径 13 mm 且つ内径 8 mm の金型を使用して $10 \text{ ton} / \text{cm}^2$ の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表 5 に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。交流 BH アナライザーを使用して、圧粉磁芯について $20 \text{ kHz} - 100 \text{ mT}$ のコアロスを測定した。また、比較例 19、20 として、FeSiCr 及び Fe アモルファス（FeSiB）の軟磁性粉末を使用して圧粉磁芯を作製し、実施例 14 ~ 21 及び比較例 15 ~ 18 の圧粉磁芯と同様に測定及び評価した。以上の測定及び評価の結果を表 4 及び表 5 に示す。

[0068]

[表4]

	組成	熱処理前		
		軟磁性粉末 の結晶化度 (%)	軟磁性粉末の 飽和磁束密度 B_s (T)	析出物
比較例15	$\text{Fe}_{85.72}\text{Si}_{1.5}\text{B}_{10.5}\text{P}_2\text{Cu}_{0.28}$	78	1.78	α Fe+Com
実施例14	$\text{Fe}_{84.48}\text{Si}_1\text{B}_9\text{P}_{5.2}\text{Cu}_{0.32}$	9	1.54	α Fe
実施例15	$\text{Fe}_{83.62}\text{Si}_2\text{B}_{8.6}\text{P}_{5.5}\text{Cu}_{0.28}$	6.8	1.56	α Fe
実施例16	$\text{Fe}_{83.16}\text{Si}_3\text{B}_7\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.34}$	2.9	1.58	α Fe
実施例17	$\text{Fe}_{82.52}\text{Si}_{3.5}\text{B}_{7.5}\text{P}_{6.1}\text{Cu}_{0.38}$	1.8	1.57	α Fe
実施例18	$\text{Fe}_{82.61}\text{Si}_0\text{B}_8\text{P}_9\text{Cu}_{0.39}$	1.2	1.55	α Fe
実施例19	$\text{Fe}_{82.23}\text{Si}_{5.3}\text{B}_8\text{P}_{4.1}\text{Cu}_{0.37}$	2.4	1.56	α Fe
比較例16	$\text{Fe}_{81.79}\text{Si}_9\text{B}_6\text{P}_3\text{Cu}_{0.21}$	25	1.66	α Fe+Com
実施例20	$\text{Fe}_{80.54}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_{7.1}\text{Cu}_{0.36}$	0.4	1.56	α Fe
実施例21	$\text{Fe}_{79.12}\text{Si}_{5.9}\text{B}_{4.1}\text{P}_{10.5}\text{Cu}_{0.38}$	0	1.58	amo
比較例17	$\text{Fe}_{78.46}\text{Si}_{6.2}\text{B}_8\text{P}_7\text{Cu}_{0.34}$	0	1.54	amo
比較例18	$\text{Fe}_{77.18}\text{Si}_6\text{B}_9\text{P}_{7.5}\text{Cu}_{0.32}$	0	1.52	amo
比較例19	FeSiCr	—	—	—
比較例20	Feアモルファス	—	—	—

[0069]

[表5]

	組成	熱処理後		
		熱処理条件	Fe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Bs (T)	圧粉磁心のコアロス (W/cc)
比較例15	$\text{Fe}_{85.72}\text{Si}_{1.5}\text{B}_{10.5}\text{P}_2\text{Cu}_{0.28}$	400°C × 30分	1.83	2850
実施例14	$\text{Fe}_{84.48}\text{Si}_1\text{B}_9\text{P}_{5.2}\text{Cu}_{0.32}$	400°C × 30分	1.78	210
実施例15	$\text{Fe}_{83.62}\text{Si}_2\text{B}_{8.6}\text{P}_{5.5}\text{Cu}_{0.28}$	420°C × 30分	1.71	170
実施例16	$\text{Fe}_{83.16}\text{Si}_3\text{B}_7\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.34}$	420°C × 30分	1.72	75
実施例17	$\text{Fe}_{82.52}\text{Si}_{3.5}\text{B}_{7.5}\text{P}_{6.1}\text{Cu}_{0.38}$	420°C × 30分	1.71	80
実施例18	$\text{Fe}_{82.61}\text{Si}_0\text{B}_8\text{P}_9\text{Cu}_{0.39}$	400°C × 30分	1.63	70
実施例19	$\text{Fe}_{82.23}\text{Si}_{5.3}\text{B}_8\text{P}_{4.1}\text{Cu}_{0.37}$	420°C × 30分	1.66	165
比較例16	$\text{Fe}_{81.79}\text{Si}_9\text{B}_6\text{P}_3\text{Cu}_{0.21}$	440°C × 30分	1.71	980
実施例20	$\text{Fe}_{80.54}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_{7.1}\text{Cu}_{0.36}$	440°C × 30分	1.65	70
実施例21	$\text{Fe}_{79.12}\text{Si}_{5.9}\text{B}_{4.1}\text{P}_{10.5}\text{Cu}_{0.38}$	460°C × 30分	1.59	120
比較例17	$\text{Fe}_{78.46}\text{Si}_{6.2}\text{B}_8\text{P}_7\text{Cu}_{0.34}$	460°C × 30分	1.57	370
比較例18	$\text{Fe}_{77.18}\text{Si}_6\text{B}_9\text{P}_{7.5}\text{Cu}_{0.32}$	460°C × 30分	1.53	440
比較例19	FeSiCr	(*1)	1.63	230
比較例20	Feアモルファス	380°C × 30分	1.55	120

(*1) 熱処理を施していない。従って、Bs及びコアロスは、熱処理を施さずに測定した結果である。

[0070] 表4及び表5から理解されるように、比較例15～18の軟磁性粉末の組成範囲は、本発明の範囲外であり、熱処理後の軟磁性粉末（Fe基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度Bsが低いか、又は、圧粉磁芯のコアロスが比較例19、20の圧粉磁芯と比較しても劣っている。一方、実施例14～21の軟磁性粉末の組成範囲は、本発明の範囲内であり、結晶化度を10%以下に抑えることで熱処理後の磁気特性が向上し、結晶化度を3%以下に抑えることで熱処理後の磁気特性が更に向上する。表4及び表5から理解されるよ

うに、本発明の効果をを得るためには、Feの割合を79at%以上かつ84.5at%以下とし、Siの割合を6at%未満（ゼロを含む）とし、Bの割合を4at%以上かつ10at%以下とし、Pの割合を4at%より大かつ11at%以下とし、Cuの割合を0.2at%以上かつ0.4at%未満とすることが好ましい。特に、結晶化度を3%以下に抑えるためには、Feの割合を83.5at%以下とし、Bの割合を8.5at%以下とし、Pの割合を5.5at%以上とすることが好ましい。また、Fe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Bsを比較例19の飽和磁束密度Bsを超える1.64T以上に向上させるためには、Pの割合を8at%以下とすることが好ましい。

[0071] （実施例22～30）

下記の表6及び表7に記載の実施例22～30の軟磁性粉末の原料として、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、電解銅、フェロクロム、カーボン、ニオブ、モリブデン、Co、Ni、錫、亜鉛、及び、Mnを準備した。原料を表6及び表7に記載の実施例22～30の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、平均粒径32～48 μ mの合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。実施例22～30における軟磁性粉末の析出相（析出物）と結晶化度とを、XRDによって評価した。また、軟磁性粉末に対して、電気炉を使用して、表7に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（Fe基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度Bsを、VSMを使用して測定した。Fe基ナノ結晶合金粉末の作製に加えて、熱処理前の軟磁性粉末から圧粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、2mass%のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径13mm且つ内径8mmの金型を使用して10ton/cm²の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表7に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。交流BHアナライザーを使用して、圧粉磁芯につい

て $20\text{ kHz} - 100\text{ mT}$ のコアロスを測定した。以上の測定及び評価の結果を表6及び表7に示す。

[0072] [表6]

	組成	熱処理前	
		軟磁性粉末 の結晶化度 (%)	析出物
実施例22	$\text{Fe}_{81.47}\text{Si}_3\text{B}_5\text{P}_{9.2}\text{Cu}_{0.33}\text{Cr}_1$	1.9	αFe
実施例23	$\text{Fe}_{82.17}\text{Si}_3\text{B}_5\text{P}_{8.5}\text{Cu}_{0.33}\text{C}_1$	0	なし
実施例24	$\text{Fe}_{82.17}\text{Si}_3\text{B}_7\text{P}_7\text{Cu}_{0.33}\text{Nb}_{0.5}$	0.6	αFe
実施例25	$\text{Fe}_{82.17}\text{Si}_3\text{B}_7\text{P}_7\text{Cu}_{0.33}\text{Mo}_{0.5}$	1.0	αFe
実施例26	$\text{Fe}_{81.17}\text{Si}_3\text{B}_7\text{P}_6\text{Cu}_{0.33}\text{Co}_{2.5}$	0	なし
実施例27	$\text{Fe}_{79.67}\text{Si}_{3.5}\text{B}_7\text{P}_{7.5}\text{Cu}_{0.33}\text{Ni}_2$	0	なし
実施例28	$\text{Fe}_{82.27}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_{5.1}\text{Cu}_{0.33}\text{Zn}_{0.3}$	1.5	αFe
実施例29	$\text{Fe}_{82.27}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_{5.1}\text{Cu}_{0.33}\text{Sn}_{0.3}$	1.0	αFe
実施例30	$\text{Fe}_{82.27}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_{5.1}\text{Cu}_{0.33}\text{Mn}_{0.3}$	1.3	αFe

[0073]

[表7]

	組成	熱処理条件	熱処理後	
			Fe基ナノ結晶合金粉末の飽和磁束密度Bs (T)	圧粉磁心のコアロス (kW/m ³)
実施例22	Fe _{81.47} Si ₃ B ₅ P _{9.2} Cu _{0.33} Cr ₁	430°C × 30分	1.59	142
実施例23	Fe _{82.17} Si ₃ B ₅ P _{8.5} Cu _{0.33} C ₁	420°C × 30分	1.65	113
実施例24	Fe _{82.17} Si ₃ B ₇ P ₇ Cu _{0.33} Nb _{0.5}	430°C × 30分	1.63	107
実施例25	Fe _{82.17} Si ₃ B ₇ P ₇ Cu _{0.33} Mo _{0.5}	420°C × 30分	1.62	110
実施例26	Fe _{81.17} Si ₃ B ₇ P ₆ Cu _{0.33} Co _{2.5}	430°C × 30分	1.72	100
実施例27	Fe _{79.67} Si _{3.5} B ₇ P _{7.5} Cu _{0.33} Ni ₂	440°C × 30分	1.64	105
実施例28	Fe _{82.27} Si ₄ B ₈ P _{5.1} Cu _{0.33} Zn _{0.3}	420°C × 30分	1.65	140
実施例29	Fe _{82.27} Si ₄ B ₈ P _{5.1} Cu _{0.33} Sn _{0.3}	420°C × 30分	1.63	130
実施例30	Fe _{82.27} Si ₄ B ₈ P _{5.1} Cu _{0.33} Mn _{0.3}	420°C × 30分	1.62	136

[0074] 表6及び表7を参照すると、実施例22～30において、Feの一部をCr、Co、Ni、Zn、Mn、Nb、Mo、Sn、Cに置換している。表7に示されるように、実施例22～30において、熱処理後の軟磁性粉末（Fe基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度Bsは、1.59～1.72Tであり、圧粉磁芯のコアロスは100～142kW/m³である。この結果から、Feをいずれの元素で置換した場合にも、1.54T以上の高い飽和磁束密度と、220kW/m³未満の優れたコアロスが得られることが分かる。特に、実施例26を参照すると、FeをCoで置換した場合には、飽和磁束密度Bsが向上することが理解される。また、FeをCで置換した場合には、結晶化度が低い粉末を得ることが可能であり、FeをNbやMoで置換した場合には、優れたコアロスが得られることが理解される。

[0075] (実施例31～48)

下記の表8及び表9に記載の実施例31～48の軟磁性粉末の原料として

、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、電解銅、カーボン、フェロクロム、Mn、Al、Ti、及び、FeSを準備した。原料を表8に記載の実施例31～48の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、平均粒径 $35\mu\text{m}$ の合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。実施例31～48における軟磁性粉末の析出相（析出物）と結晶化度とを、XRDによって評価した。また、軟磁性粉末に対して、電気炉を使用して、表9に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（Fe基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度 B_s を、VSMを使用して測定した。Fe基ナノ結晶合金粉末の作製に加えて、熱処理前の軟磁性粉末から圧粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、2mass%のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径13mm且つ内径8mmの金型を使用して $10\text{ton}/\text{cm}^2$ の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表9に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。交流BHアナライザーを使用して、圧粉磁芯について $20\text{kHz}-100\text{mT}$ のコアロスを測定した。以上の測定及び評価の結果を表9に示す。

[0076]

[表8]

	不可避不純物(右記の微量元素を含む)を除く組成	含有微量元素				
		Al (質量%)	Ti (質量%)	S (質量%)	O (質量%)	N (質量%)
実施例31	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.002	0.001	0.004	0.08	0.0008
実施例32	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.007	0.010	0.041	0.12	0.0013
実施例33	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.09	0.002	0.03	0.18	0.0007
実施例34	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.15	0.001	0.002	0.15	0.0018
実施例35	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.004	0.009	0.05	0.24	0.0005
実施例36	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.001	0.08	0.005	0.20	0.0011
実施例37	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.002	0.17	0.02	0.11	0.0010
実施例38	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.002	0.005	0.04	0.30	0.0010
実施例39	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.003	0.007	0.10	0.25	0.0009
実施例40	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.01	0.01	0.26	0.13	0.0012
実施例41	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.006	0.004	0.009	0.19	0.0006
実施例42	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.004	0.003	0.01	0.28	0.0015
実施例43	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.005	0.002	0.012	0.90	0.0012
実施例44	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.008	0.001	0.004	0.15	0.0019
実施例45	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.003	0.002	0.003	0.14	0.0005
実施例46	$\text{Fe}_{81.52}\text{Si}_{3.6}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.38}$	0.01	0.001	0.008	0.22	0.018
実施例47	$\text{Fe}_{81.65}\text{Si}_3\text{B}_8\text{P}_6\text{Cu}_{0.35}\text{Cr}_1$	0.005	0.003	0.018	0.12	0.0010
実施例48	$\text{Fe}_{83.15}\text{Si}_{1.5}\text{B}_{8.5}\text{P}_6\text{Cu}_{0.35}\text{C}_{0.5}$	0.001	0.006	0.004	0.23	0.0009

[0077]

[表9]

	熱処理前		熱処理条件	熱処理後	
	軟磁性粉末 の結晶化度 (%)	析出物		Fe基ナノ結晶 合金粉末の 飽和磁束密度Bs (T)	圧粉磁心の コアロス (kW/m ³)
実施例31	0	なし	440°C × 30 分	1.66	80
実施例32	0	なし	440°C × 30 分	1.66	85
実施例33	3	α Fe	440°C × 30 分	1.64	150
実施例34	9	α Fe	440°C × 30 分	1.63	196
実施例35	1	α Fe	440°C × 30 分	1.64	120
実施例36	2	α Fe	440°C × 30 分	1.63	140
実施例37	10	α Fe	440°C × 30 分	1.64	200
実施例38	0	なし	440°C × 30 分	1.66	75
実施例39	1	α Fe	440°C × 30 分	1.66	98
実施例40	4	α Fe	440°C × 30 分	1.64	160
実施例41	0	なし	440°C × 30 分	1.66	85
実施例42	0	なし	440°C × 30 分	1.65	91
実施例43	0	なし	440°C × 30 分	1.63	100
実施例44	0	なし	440°C × 30 分	1.66	88
実施例45	1	α Fe	440°C × 30 分	1.65	98
実施例46	1	α Fe	440°C × 30 分	1.65	107
実施例47	1	α Fe	430°C × 30 分	1.63	110
実施例48	2	α Fe	420°C × 30 分	1.69	145

[0078] 表8を参照すると、実施例31～48は、微量元素としてAl、Ti、S、O、Nを様々な含有量で含有している。実施例31～46においては、Fe、Si、B、P及びCuの組成が同一である。表9を参照すると、実施例31～48の結晶化度は、10%以下と低く、実施例31～48の飽和磁束密度Bsは、1.63T以上と良好である。実施例31～48のコアロスも、220kW/m³以下と良好である。実施例31～34を参照すると、Alの含有量の増大と共に、結晶化度及びコアロスが増加し、且つ、飽和磁束密度Bsが低下している。Alの含有量は、結晶化度、飽和磁束密度Bs及びコアロスを考慮すると、0.1質量%以下であることが好ましく、コアロスを大きく低減するという観点から、0.01質量%以下であることが更に好ましい。実施例31及び実施例35～37を参照すると、Tiの含有量の増

大と共に、結晶化度及びコアロスが増加し、且つ、飽和磁束密度 B_s が低下している。 Ti の含有量は、結晶化度、飽和磁束密度 B_s 及びコアロスを考慮すると、0.1 質量%以下であることが好ましく、コアロスを大きく低減するという観点から、0.01 質量%以下であることが更に好ましい。実施例 31 及び実施例 38～40 を参照すると、 S の含有量の増大と共に、結晶化度及びコアロスが増加し、且つ、飽和磁束密度 B_s が低下している。 S の含有量は、結晶化度、飽和磁束密度 B_s 及びコアロスを考慮すると、0.1 質量%以下であることが好ましく、コアロスを大きく低減するという観点から、0.05 質量%以下であることが更に好ましい。実施例 41～43 を参照すると、 O の含有量の増大と共に、コアロスが増加している。 O の含有量は、コアロスを低減するという観点から、1 質量%以下であることが好ましく、0.3 質量%以下であることが更に好ましい。実施例 44～46 を参照すると、 N の含有量の増大と共に、結晶化度及びコアロスが増加している。 N の含有量は、結晶化度及びコアロスを低減するという観点から、0.01 質量%以下であることが好ましく、0.002 質量%以下であることが更に好ましい。

[0079] (実施例 49～53)

下記の表 10 及び表 11 に記載の実施例 49～53 の軟磁性粉末の原料として、工業純鉄、フェロシリコン、フェロリン、フェロボロン、及び、電解銅を準備した。原料を表 10 及び表 11 に記載の実施例 49～53 の合金組成となるように秤量し、アルゴン雰囲気中で高周波溶解によって溶解して合金溶湯を作製した。その後、合金溶湯を水アトマイズ法によって処理し、平均粒径 $40\ \mu m$ の合金粉末（軟磁性粉末）を作製した。実施例 49～53 における軟磁性粉末の析出相（析出物）と結晶化度とを、XRD によって評価した。また、軟磁性粉末に対して、電気炉を使用して、表 10 に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施した。熱処理後の軟磁性粉末（Fe 基ナノ結晶合金粉末）の飽和磁束密度 B_s を、VSM を使用して測定した。Fe 基ナノ結晶合金粉末の作製に加えて、熱処理前の軟磁性粉末から圧

粉磁芯を作製した。詳しくは、軟磁性粉末を、2 mass %のシリコーン樹脂を使用して造粒し、外径13 mm且つ内径8 mmの金型を使用して10 ton/cm²の成形圧力によって成形し硬化処理を施した。その後、電気炉を使用して、表10に記載の熱処理条件によりアルゴン雰囲気中で熱処理を施して圧粉磁芯を作製した。交流BHアナライザーを使用して、圧粉磁芯について20 kHz－100 mTのコアロスを測定した。また、得られた圧粉磁芯について、60℃－90%RHにおける恒温恒湿試験を実施し、外観観察にて腐食状況を確認した。以上の測定及び評価の結果を表10及び表11に示す。

[0080] [表10]

	組成	熱処理前		熱処理条件
		軟磁性粉末 の結晶化度 (%)	析出物	
実施例49	$\text{Fe}_{81.83}\text{Si}_4\text{B}_9\text{P}_{4.8}\text{Cu}_{0.37}$	4.0	αFe	420℃×30分
実施例50	$\text{Fe}_{81.53}\text{Si}_4\text{B}_9\text{P}_{5.1}\text{Cu}_{0.37}$	3.5	αFe	420℃×30分
実施例51	$\text{Fe}_{81.63}\text{Si}_4\text{B}_{8.5}\text{P}_{5.5}\text{Cu}_{0.37}$	2.4	αFe	420℃×30分
実施例52	$\text{Fe}_{81.83}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_{5.8}\text{Cu}_{0.37}$	1.0	αFe	420℃×30分
実施例53	$\text{Fe}_{81.63}\text{Si}_{3.5}\text{B}_8\text{P}_{6.5}\text{Cu}_{0.37}$	0.5	αFe	420℃×30分

[0081]

[表11]

	組成	熱処理後		
		Fe基ナノ結晶 合金粉末の 飽和磁束密度Bs (T)	圧粉磁心の コアロス (kW/m ³)	恒温恒湿 試験
実施例49	Fe _{81.83} Si ₄ B ₉ P _{4.8} Cu _{0.37}	1.65	170	△
実施例50	Fe _{81.53} Si ₄ B ₉ P _{5.1} Cu _{0.37}	1.64	158	○
実施例51	Fe _{81.63} Si ₄ B _{8.5} P _{5.5} Cu _{0.37}	1.64	131	○
実施例52	Fe _{81.83} Si ₄ B ₈ P _{5.8} Cu _{0.37}	1.64	100	○
実施例53	Fe _{81.63} Si _{3.5} B ₈ P _{6.5} Cu _{0.37}	1.63	80	◎

[0082] 表 1 1 を参照すると、実施例 4 9 では恒温恒湿試験後に僅かに腐食が確認されたが、実施例 5 0 ～ 5 3 では腐食状況が改善していることが分かる。この結果から、軟磁性粉末中の P の割合は、5 a t % より大きいことが好ましいことが分かる。また、実施例 4 9 及び 5 0 の軟磁性粉末の結晶化度は 3 % より大きい一方、実施例 5 1 ～ 5 3 の軟磁性粉末の結晶化度は 3 % 以下と低い。加えて、実施例 5 1 ～ 5 3 の圧粉磁心のコアロスは、実施例 4 9 及び 5 0 の圧粉磁心に比べて低い。この結果から、軟磁性粉末において、結晶化度を 3 % 以下とするためには、F e の割合は 8 3 . 5 a t % 以下、B の割合は 8 . 5 a t % 以下、且つ、P の割合は 5 . 5 a t % 以上であることが好ましいことが分かる。更に、実施例 5 2 及び 5 3 を参照すると、軟磁性粉末の P の割合を 6 a t % 以上とすることで、圧粉磁心のコアロスを低減できることが分かる。

[0083] 本発明は 2 0 1 7 年 1 月 2 7 日に日本国特許庁に提出された日本特許出願第 2 0 1 7 - 0 1 2 9 7 7 号に基づいており、その内容は参照することにより本明細書の一部をなす。

[0084] 本発明の最良の実施の形態について説明したが、当業者には明らかなように、本発明の精神を逸脱しない範囲で実施の形態を変形することが可能であり、そのような実施の形態は本発明の範囲に属するものである。

請求の範囲

- [請求項1] 不可避不純物を除き組成式 $\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{PdCu}_e$ で表される軟磁性粉末であって、
 $7.9 \leq a \leq 84.5 \text{ at } \%$ 、 $0 \leq b < 6 \text{ at } \%$ 、 $4 \leq c \leq 10 \text{ at } \%$ 、 $4 < d \leq 11 \text{ at } \%$ 、 $0.2 \leq e < 0.4 \text{ at } \%$ 、且つ、 $a + b + c + d + e = 100 \text{ at } \%$ である
軟磁性粉末。
- [請求項2] 請求項1記載の軟磁性粉末であって、
 $b \geq 2 \text{ at } \%$ である
軟磁性粉末。
- [請求項3] 請求項1又は請求項2記載の軟磁性粉末であって、
 $e \geq 0.3 \text{ at } \%$ である
軟磁性粉末。
- [請求項4] 請求項3記載の軟磁性粉末であって、
 $e \geq 0.35 \text{ at } \%$ である
軟磁性粉末。
- [請求項5] 請求項1から請求項4までのいずれかに記載の軟磁性粉末であって、
、
 $d > 5 \text{ at } \%$ である
軟磁性粉末。
- [請求項6] 請求項1から請求項5までのいずれかに記載の軟磁性粉末であって、
、
 Fe の3at%以下を、 Cr 、 V 、 Mn 、 Co 、 Ni 、 Zn 、 Nb 、 Zr 、 Hf 、 Mo 、 Ta 、 W 、 Ag 、 Au 、 Pd 、 K 、 Ca 、 Mg 、 Sn 、 C 、 Y 及び希土類元素から選ばれる1種類以上の元素で置換した
軟磁性粉末。
- [請求項7] 請求項1から請求項6までのいずれかに記載の軟磁性粉末であって

、

前記不可避不純物として、Al、Ti、S、O、Nから選ばれる1種類以上の元素を含んでおり、Alの含有量が0.1質量%以下であり、Tiの含有量が0.1質量%以下であり、Sの含有量が0.1質量%以下であり、Oの含有量が1.0質量%以下であり、Nの含有量が0.01質量%以下である

軟磁性粉末。

[請求項8] 請求項7記載の軟磁性粉末であって、

Alの含有量が0.01質量%以下であり、Tiの含有量が0.01質量%以下であり、Sの含有量が0.05質量%以下であり、Oの含有量が0.3質量%以下であり、Nの含有量が0.002質量%以下である

軟磁性粉末。

[請求項9] 請求項1から請求項8までのいずれかに記載の軟磁性粉末であって

、

非晶質相を主相としており、

体積比で10%以下の結晶相を含んでいる

軟磁性粉末。

[請求項10] 請求項9記載の軟磁性粉末であって、

体積比で3%以下の結晶相を含んでいる

軟磁性粉末。

[請求項11] 請求項1から請求項10までのいずれかに記載の軟磁性粉末を出発材料として製造されたFe基ナノ結晶合金粉末。

[請求項12] 請求項11記載のFe基ナノ結晶合金粉末を備える磁性部品。

[請求項13] 請求項11記載のFe基ナノ結晶合金粉末を備える圧粉磁芯。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/002380

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl. B22F1/00 (2006.01) i

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)

Int. Cl. B22F1/00

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 1971-2018

Registered utility model specifications of Japan 1996-2018

Published registered utility model applications of Japan 1994-2018

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 2016-104900 A (NEC TOKIN CORP.) 09 June 2016, (Family: none)	1-13
A	WO 2008/068899 A1 (TOHOKU TECHNO ARCH CO., LTD.) 12 June 2008 & CN 101595237 A & DE 112007002939 T5 & KR 20090091211 A & TW 200837201 A & US 2010/139814 A1	1-13

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ 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

“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
07.03.2018

Date of mailing of the international search report
20.03.2018

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/002380

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2011-026706 A (MAKINO, Teruhiro) 10 February 2011 & JP 2010-070852 A & JP 2010-150665 A & US 2010/0043927 A1 & US 2013/0278366 A1 & WO 2010/021130 A1 & EP 2243854 A1 & KR 10-2011-0044832 A & TW 1026861 A & CN 102741437 A & RU 2010134877 A & KR 10-2014-0090694 A & KR 10-2014-0099913 A & KR 10-2015-0001858 A & CN 104532170 A & KR 10-2015-0038751 A & BR PI 0906063 A & TW 1536932 A & KR 10-2017-0087975 A	1-13

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. B22F1/00 (2006.01) i

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))

Int.Cl. B22F1/00

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	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018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 2016-104900 A (NEC トーキン株式会社) 2016.06.09 (ファミリーなし)	1-13
A	WO 2008/068899 A1 (株式会社東北テクノアーチ) 2008.06.12 & CN 101595237 A & DE 112007002939 T5 & KR 20090091211 A & TW 200837201 A & US 2010/139814 A1	1-13

C欄の続きにも文献が列挙されている。

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	「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矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「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	「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
「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)	「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
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」 同一パテントファミリー文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日

07.03.2018

国際調査報告の発送日

20.03.2018

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

米田 健志

4 E

8924

電話番号 03-3581-1101 内線 3425

C (続き) . 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 2011-026706 A (牧野彰宏) 2011.02.10 & JP 2010-070852 A & JP 2010-150665 A & US 2010/0043927 A1 & US 2013/0278366 A1 & WO 2010/021130 A1 & EP 2243854 A1 & KR 10-2011-0044832 A & TW 1026861 A & CN 102741437 A & RU 2010134877 A & KR 10-2014-0090694 A & KR 10-2014-0099913 A & KR 10-2015-0001858 A & CN 104532170 A & KR 10-2015-0038751 A & BR PI0906063 A & TW 1536932 A & KR 10-2017-0087975 A	1 - 13