

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 372 973**

51 Int. Cl.:  
**H01F 41/02** (2006.01)  
**H01F 1/147** (2006.01)  
**H01F 1/153** (2006.01)  
**B21B 27/00** (2006.01)  
**B21B 1/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06764664 .6**  
96 Fecha de presentación: **19.05.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1886326**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.02.2008**

54 Título: **PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN DE UNA BANDA DE MATERIAL NANOCRISTALINO Y DISPOSITIVO DE FABRICACIÓN DE UN NÚCLEO ENROLLADO A PARTIR DE ESTA BANDA.**

30 Prioridad:  
**20.05.2005 EP 05291098**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**30.01.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**30.01.2012**

73 Titular/es:  
**APERAM Alloys Imphy**  
**1-5 rue Luigi Cherubini**  
**93200 Saint Denis, FR**

72 Inventor/es:  
**WAECKERLE, Thierry;**  
**SAVE, Thierry y**  
**DEMIER, Alain**

74 Agente: **Lehmann Novo, Isabel**

ES 2 372 973 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCION

Procedimiento de fabricación de una banda de material nanocrystalino y dispositivo de fabricación de un núcleo enrollado a partir de esta banda

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación de una banda de material nanocrystalino, a un dispositivo de fabricación de un núcleo enrollado a partir de esta banda, así como a los núcleos en cuestión y los componentes que los integran.

10 La fabricación de núcleos de material nanocrystalino de baja permeabilidad ( $\mu \leq 1000$ ) a partir de cintas amorfas de tipo FeCuNbSiB que se transforman por un recocido se describe en particular en la patente FR 2.823.507.

15 Este documento describe particularmente un procedimiento de recocido bajo tensión de estas cintas amorfas, que reduce significativamente la extrema fragilidad de los nanocrystalinos que no podían anteriormente ser manipulados después de la nanocrystalización en núcleo. Este procedimiento de recocido bajo tensión permite obtener propiedades mecánicas tales que se puede realizar el enrollamiento de la banda sin riesgo de ruptura y se puede igualmente desenrollar y volver a enrollarla manteniendo siempre los mismos mandriles de enrollado.

20 Estas propiedades mecánicas mejoradas se deben a la obtención de una sección de banda nanocrystalizada en forma de  $\Omega$ , que presenta por lo menos puntos de inflexión, con una flecha superior al 1% de la anchura. Esta conformación corresponde a un estado menos frágil que un nanocrystalino clásico que permite en particular desenrollar y luego enrollar de nuevo la cinta cristalizada sobre el mismo mandril, pero este estado de perfil marcado en forma de  $\Omega$  sigue siendo aún demasiado frágil para ser manipulado y desenrollado/rebobinado en mandriles de diámetro inferior y en particular hasta obtener núcleos de diámetro inferior o igual a 10 mm.

25 Además, debido al perfil en forma de  $\Omega$ , los rendimientos magnéticos y el porcentaje de rotura en el re-enrollamiento no son independientes de la superficie de la banda que está vuelta hacia el exterior del núcleo. Cuando el relieve de la forma  $\Omega$  está orientado hacia el exterior del núcleo, los rendimientos son mejores y el porcentaje rotura en el re-enrollamiento es bajo; contrariamente a lo que sucede con el relieve de la forma  $\Omega$  orientado hacia el interior del núcleo. Así, en producción, bien es preciso permitir a la cinta tener sistemáticamente con relieve de la forma  $\Omega$  por el exterior de los núcleos producidos, lo cual exige un control suplementario, y un procedimiento más complejo de realizar, o el rendimiento de producción se degradará y los rendimientos serán heterogéneos.

30 Además, durante el enrollamiento automatizado en núcleo, la cabeza de la cinta puede muy difícilmente ser aspirada y aplicada contra el mandril de enrollamiento ya que el perfil en forma de  $\Omega$  impide una correcta aspiración y adherencia de la cabeza de cinta por este fenómeno de depresión.

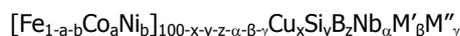
35 Por otro lado, se observa que cuanto más aumenta la permeabilidad de la banda, más frágil es en su estado final y su porcentaje de rotura se vuelve importante. Este procedimiento no permite por consiguiente producir de forma industrial una banda nanocrystalina, en particular cuando su permeabilidad sobrepasa 1000.

Por último, la fragilidad reducida pero aún importante de la banda obtenida según la técnica anterior permite alcanzar una velocidad de paso que no sobrepasa los 3 cm/s.

45 Ahora bien, se considera que un procedimiento de recocido de nanocrystalización es industrial si permite alcanzar un porcentaje de rotura de la cinta amorfa inferior a 10 roturas por km, con una velocidad de paso superior o igual a 10 cm por segundo y por metro de zona útil de horno (zona cuya temperatura es superior o igual a 500°C), y una zona de regulación de la temperatura de recocido superior a 10°C (zona en la cual se puede modificar la temperatura de recocido sin cambiar significativamente los rendimientos de la banda, en particular su fragilidad).

50 El fin de la presente invención es por consiguiente proponer un procedimiento de fabricación de bandas nanocrystalinas apto para ser realizado a escala industrial, así como un producto nanocrystalino que pueda ser manipulado y utilizado para geometrías de circuitos magnéticos más compactas que las de la técnica anterior, con, en particular, un radio de enrollamiento mucho más pequeño que el conocido hasta ahora.

55 A este respecto, la invención tiene por primer objeto un procedimiento de fabricación de una banda de material nanocrystalino obtenida a partir de una cinta colada en un estado amorfo, de composición atómica:



60 siendo M' uno al menos de los elementos V, Cr, Al y Zn, siendo M'' uno al menos de los elementos C, Ge, P, Ga, Sb, In y Be, con:

$a \leq 0,07$	y	$b \leq 0,1$
$0,5 \leq x \leq 1,5$	y	$2 \leq \alpha \leq 5$
$10 \leq y \leq 16,9$	y	$5 \leq z \leq 8$
$\beta \leq 2$	y	$\gamma \leq 2$

5 y sometiendo la cinta amorfa a un recocido de cristalización, en el cual se somete la cinta al recocido en estado desenrollado, en paso a través de al menos dos bloques en S y bajo tensión en una dirección sustancialmente longitudinal axial de la cinta, de tal forma que la cinta se mantenga a una temperatura de recocido comprendida entre los 530°C y los 700°C, durante un tiempo comprendido entre 5 y 120 segundos, bajo una tensión de tracción axial comprendida entre 2 y 1000 MPa, siendo la tensión de tracción experimentada por la indicada cinta amorfa, su velocidad de paso en dicho recocido, el tiempo y la temperatura de recocido seleccionados de forma tal que el perfil de sección de la banda no sea en forma de  $\Omega$ , y presente una flecha máxima de la sección transversal de la banda inferior al 3% de la anchura de la banda, y de preferencia inferior al 1% de la anchura.

15 Los presentes inventores han observado, de forma completamente sorprendente que era posible reducir de forma considerable la fragilidad de las bandas nanocristalinas confiriéndolas una sección plana, que no presente perfil en forma de  $\Omega$ . Esta reducción de fragilidad permite disminuir considerablemente el porcentaje de rotura por km y aumentar la velocidad de paso de la banda.

20 Sin desear estar vinculados por una teoría, los presentes inventores han descubierto, en efecto, que, a velocidad de paso dada y tensión de tracción dada, cuanto más aumenta la temperatura o el tiempo de recocido bajo tensión, más aumenta la fracción cristalizada  $f_x$  hasta alcanzar una fracción cristalizada crítica  $f_x^c$ , dependiente del nivel de tensión. Si  $f_x$  se vuelve superior a esta fracción crítica  $f_x^c$ , entonces el perfil en forma de  $\Omega$  comienza a aparecer y el material se vuelve claramente más frágil.

25 Por este nuevo procedimiento que implica una regulación adaptada de las condiciones de recocido (tensión de tracción, velocidad de paso, tiempo y temperatura de recocido), es posible estabilizar la producción a una fracción cristalizada inferior a la fracción recristalizada crítica, con el fin de evitar un perfil de sección de banda en forma de  $\Omega$ . Se obtiene así una banda apta para ser cogida fácilmente al comienzo del enrollamiento, para ser bobinada en grandes diámetros sin falsos redondos, y para ser enrollada eficaz e indistintamente con una u otra de sus superficies vueltas hacia el exterior del núcleo.

30 El procedimiento según la invención puede además presentar las características siguientes, tomadas solas o en combinación:

- 35
- la velocidad de paso de la banda es superior o igual a 10 cm por segundo y por metro de zona útil de horno,
  - la tensión de tracción axial es superior a 500 MPa,
  - el porcentaje de rotura de la cinta amorfa en paso es inferior a 10 roturas por kilómetro de cinta,
  - 40 - y es superior o igual a 12.

En un modo de realización preferido, la composición de la cinta amorfa se selecciona de tal forma que:

45

$a \leq 0,04$	y	$b \leq 0,07$
$0,5 \leq x \leq 1,5$	y	$2 \leq \alpha \leq 5$
$13 \leq y \leq 16,6$	y	$5,8 \leq z \leq 8$
$\beta \leq 2$	y	$\gamma \leq 2$

50 En otro modo de realización preferido, la composición de la cinta amorfa se selecciona de tal modo que:

55

$a \leq 0,02$	y	$b \leq 0,05$
$0,5 \leq x \leq 1,5$	y	$2,5 \leq \alpha \leq 4$
$14,5 \leq y \leq 16,5$	y	$5,8 \leq z \leq 7,5$
$\beta \leq 1$	y	$\gamma \leq 1$

60 Estos dos últimos modos de realización que utilizan gamas de composición particulares son más particularmente útiles para la fabricación de sensores de corriente aptos para medir una corriente que comprende una fuerte componente continua y que pueden ser utilizados en un contador de energía de simple o doble fase, comprendiendo al menos un núcleo en el indicado material nanocristalino, así como para la fabricación de inductancias de almacenado o de filtrado, independientes del nivel de la componente continua superpuesta, que pueden ser utilizadas en un contador de energía, que incluye al menos un núcleo en el mencionado material nanocristalino.

65 Un segundo objeto de la invención está constituido por una banda de material nanocristalino que puede ser obtenida por la realización del procedimiento según la invención, apta para experimentar en cualquier lugar de esta banda, un plegado con un diámetro de curvatura de como máximo 3 mm, sin presentar rotura ni fisura.

La banda según la invención puede además presentar las características siguientes, tomadas solas o en combinación:

- 5
- banda obtenida por la realización del procedimiento según la invención a partir de una cinta amorfa, reduciéndose el espesor de la indicada banda en al menos un 10% con relación al espesor de dicha cinta amorfa,
  - banda cuyo campo coercitivo es inferior o igual a 7A/m, y de preferencia inferior o igual a 5A/m,
  - banda cuya inducción a 200Oe es superior o igual a 12 kG.

10 Un tercer objeto de la invención está constituido por un núcleo de material nanocristalino que puede ser obtenido por la realización del procedimiento según la invención al inicio del cual se enrolla la indicada banda nanocristalina, y cuya permeabilidad es superior o igual a 50 e inferior a 200, y cuya frecuencia de corte se encuentra comprendida entre 30 y 200 MHz, y mediante un núcleo cuyo diámetro es inferior o igual a 10 mm.

15 En un modo de realización preferido, el núcleo según la invención presenta una degradación del aumento de volumen de como máximo un 3% con relación al aumento de volumen obtenido por enrollamiento de una banda de la misma composición que ha experimentado un recocido de cristalización sin tensión, y esto para una reducción de espesor de la banda nanocristalizada que llega hasta un 10% con relación al espesor de la cinta amorfa de partida.

20 En otro modo de realización preferido, el núcleo según la invención es obtenido por el procedimiento según la invención, al comienzo del cual se enrolla una primera vez la indicada banda nanocristalina sobre un primer mandril, luego mediante desenrollado y enrollado ulterior sobre un segundo mandril, siendo el diámetro del segundo mandril inferior al diámetro del primer mandril.

25 Un cuarto objeto de la invención está constituido por un dispositivo (1) de fabricación de un núcleo magnético a partir de una cinta (R) colada en un estado amorfo, por recocido de dicha cinta (R) amorfa, que comprende:

- un árbol de recepción (2) de una bobina de cinta (R) en estado amorfo,
- un horno continuo (3) regulado en temperatura,

30

- al menos un bloque en S (4) situado delante de la entrada de la cinta (R) en el horno (3) y conectado con un motor de freno (5),
- un dispositivo (6) de regulación de una tensión de tracción en la dirección axial de dicha cinta amorfa (R) y de la banda (N) en material nanocristalino, comprendiendo el indicado dispositivo (6) un dispositivo de medición de la fuerza conectado con un módulo de control del motor de freno (5) de dicho bloque en S (4)

35

- situado delante de la entrada de la cinta (R) en el horno (3),
- al menos un bloque en S (7) situado después de la salida de la banda (N) del horno continuo (3) y conectado con un motor,
- al menos un mandril de enrollamiento (8) para el enrollamiento de la banda (N) obtenida después del recocido bajo la forma de un núcleo de material nanocristalino,

40 pasando la cinta amorfa (R) de una bobina de almacenado de la cinta amorfa (R) acoplada en el indicado árbol de recepción (2), a la bobina de banda (N) de material nanocristalino, sucesivamente a través del bloque en S (4) situado delante de la entrada de la cinta (R) en el horno (3), luego a través del dispositivo de medición de la fuerza (6), luego a través del horno (3), y luego a través del bloque en S (7) situado después de la salida de la banda (N)

45 del horno (3).

El dispositivo según la invención puede además presentar las características siguientes, tomadas solas o en combinación:

- 50
- el dispositivo comprende un primer mandril de enrollamiento de la banda y un segundo mandril de enrollamiento de la banda, de forma que se pueda, después del enrollamiento de un primer núcleo sobre el primer mandril, cortar la banda (N) y acoplar una parte de la cabeza de la banda (N) sobre el segundo mandril, para realizar el enrollamiento de un segundo núcleo, sin interrumpir la fabricación,
  - el dispositivo comprende un solo mandril de enrollamiento (8) de la banda (N) y un acumulador de banda

55

  - (9) río abajo de dicho bloque en S (7) de salida del horno (3), permitiendo cambiar de bobina de enrollamiento sin interrumpir la fabricación,
  - el dispositivo comprende además al menos un rodillo presionador (10) que comprime la banda (N) recocida a su paso por el bloque en S (7) situado después de la salida de la banda (N) del horno continuo (3),
  - el dispositivo comprende además al menos un rodillo abombado que comprime la cinta amorfa (R) a su

60

  - paso por el bloque en S (4) situado delante de la entrada de dicha cinta (R) en el horno (3).

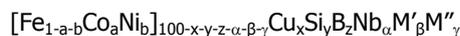
Este dispositivo permite obtener una sección plana tal como es buscada según la invención. Es preciso notar que no era posible para el experto en la materia predecir que una banda nanocristalina podría seguir las curvaturas fuertes y alternas del bloque en S con las fuertes tensiones de tracción superpuestas, y esto sin rotura durante uno incluso

65 varios kilómetros de cinta.

La invención se describirá ahora con referencia a las láminas de figuras adjuntas que representan:

- figura 1: dispositivo de la patente FR 2.823.507,
- figura 2: vista esquemática de un dispositivo según la invención.

Las aleaciones utilizadas para la fabricación de bandas nanocristalinas según la presente invención tienen la composición atómica siguiente:



siendo M' uno al menos de los elementos V, Cr, Al y Zn,  
siendo M'' uno al menos de los elementos C, Ge, P, Ga, Sb, In y Be, con:

$$\begin{array}{lll} a \leq 0,07 & y & b \leq 0,1 \\ 0,5 \leq x \leq 1,5 & y & 2 \leq \alpha \leq 5 \\ 10 \leq y \leq 16,9 & y & 5 \leq z \leq 8 \\ \beta \leq 2 & y & \gamma \leq 2 \end{array}$$

En la presente solicitud, salvo mención contraria, todos los porcentajes que se refieran a composiciones son porcentajes atómicos.

La utilización de un elemento amorfo tal como el boro permite obtener por colada con una refrigeración a gran velocidad, un material amorfo, generalmente en forma de una cinta delgada que se recuece seguidamente para obtener un material de tipo nanocristalino, es decir un material que contiene más de un 50% en volumen de cristales que presentan un tamaño inferior a 100 nm, en una fase amorfa que constituye el resto del volumen del material.

En el marco de la presente invención, el porcentaje atómico en boro se encuentra comprendido entre un 5 y un 8%. En efecto, si el contenido en boro es demasiado bajo, sin sustitución parcial por otro amorfizante, la cinta se vuelve muy difícil de hacerla amorfa mediante un procedimiento convencional de elaboración por remojo sobre rueda. En la práctica, no se puede tener menos de un 5% de boro, y se prefiere tener más de un 6%.

A la inversa, aumentando el porcentaje en boro, la cristalización al paso bajo tensión resulta difícil, lo cual obliga a disminuir la velocidad V de paso y limita por consiguiente la gama de permeabilidad accesible ( $\mu_{\min} \geq 300$ ) y sobretodo degrada muy fuertemente el campo coercitivo Hc, que alcanza valores superiores a 13 A/m. Consecuentemente, el contenido máximo en boro debe limitarse al 8%.

Los elementos reagrupados bajo la letra M'', a saber C, Ge, P, Ga, Sb, In y Be son igualmente elementos amorfizantes. La sustitución parcial del boro por uno o varios de estos elementos es posible para un nivel de sustitución límite, pues el boro es el amorfizante más eficaz respecto a las velocidades de remojo sobre rueda necesario para la obtención de un estado del 100% amorfo antes del recocido de cristalización bajo tracción. Se limita por consiguiente este porcentaje de sustitución de los demás elementos amorfizantes al 2%.

El contenido en cobalto de la banda según la invención es como máximo de 5,75at% aproximadamente (a ≤ 0,07 y b, x, y, z, α, β y γ mínimo). En efecto, si se sobrepasa este valor, Hc se degrada así como las pérdidas magnéticas, lo cual es nefasto para una miniaturización de los componentes fabricados a partir de esta banda. Teniendo en cuenta estas desventajas, se prefiere limitar el valor de a a 0,04, incluso a 0,02 y de forma más particularmente preferida a 0.

El contenido en níquel de la banda según la invención es como máximo del 8,25 at% aproximadamente (b ≤ 0,1 y a, x, y, z, α, β, y γ mínimo). En efecto, si se sobrepasa este valor, la saturación del material se degrada por debajo de 1,2T, así como su capacidad en reducir significativamente el volumen de los circuitos magnéticos comparado con alternativas en amorfos a base de cobalto por ejemplo. Teniendo en cuenta estas desventajas, se prefiere limitar el valor de b a 0,07 incluso a 0,05 y de forma más particularmente preferida a 0.

Se prefiere además limitar el total de los contenidos en cobalto y níquel a aproximadamente 8,25 at% (a+b≤0,1).

El porcentaje atómico en cobre de la composición según la invención se encuentra comprendido entre 0,5 y 1,5%. El porcentaje en cobre debe mantenerse por encima del 0,5%, pues más allá de este valor, la nucleación de los nanocristales ya no es suficiente para disponer de cristales de pequeño tamaño y Hc aumenta desmesuradamente. Por el contrario, si el porcentaje en cobre es superior al 1,5%, se forman numerosos cristales pero eso no provoca mejora visible de los rendimientos mientras que la imantación de saturación disminuye.

El porcentaje atómico en niobio de la composición según la invención se encuentra comprendido entre un 2 y un 5%. Este elemento es un inhibidor de crecimiento, encargado de mantener un pequeño tamaño de cristales durante el crecimiento de estos. Por debajo del 2% de niobio, la inhibición es insuficiente y Hc aumenta en todos los tipos de

cintas nanocristalinas, comprendidas las producidas por nanocristalización bajo tracción.

Si se aumenta el porcentaje en niobio al 6% la inducción saturante B 1,592 kA/m (20 Oe) se degrada significativamente y sobretodo se observa una fragilización de la cinta que la hace muy difícil de manipular industrialmente sin riesgo de roturas frecuentes. Consecuentemente, el porcentaje máximo en niobio debe mantenerse inferior o igual al 5%.

El porcentaje atómico en silicio de la composición según la invención se encuentra comprendido entre el 10 y el 16,9%. Este metaloide permite regular la magneto-estricción de la cinta nanocristalizada con un valor muy próximo a cero.

En un modo de realización preferido, el contenido en silicio de la banda según la invención es superior o igual al 12%. En efecto, por debajo de este valor, Hc se degrada y alcanza valores del orden de 8 A/m, provocando pérdidas magnéticas relativamente elevadas, aunque aceptables.

Los elementos reagrupados bajo la letra M', a saber V, Cr, Al y Zn, son metaloides que pueden sustituir al silicio, dentro de ciertos límites. En efecto, una substitución que sobrepase un 2% se aparta significativamente de estos valores de magneto-estricción, haciendo el producto final sensible a las tensiones externas tales como enrollado de la cinta sobre si misma (tensión de curvatura de la banda) y embalaje.

Por otro lado, para una utilización en almacenado de energía, en nivelado armónico de corriente o también bobinas de autoinducción corrientes para altas frecuencias, una gran linealidad B-H no es forzosamente necesaria o útil o interesante y una relación Br/Bm (Br inducción remanente, Bm inducción a 1,592 kA/m 20 Oe llamada inducción de aproximación a la saturación) de un 10-15% puede ser completamente suficiente.

Por el contrario en algunos casos de componentes, tales como las inductancias de filtrado donde se desea atenuar del mismo modo sea cual fuere la componente continua superpuesta, las inductancias de almacenado donde se desea almacenar y transferir la misma energía del y en el circuito eléctrico sea cual fuere la componente continua superpuesta, los sensores de corriente donde se desea medir y/o transformar la corriente con la misma precisión sea cual fuere la componente continua superpuesta, una fuerte linealidad B-H es necesaria. Esto viene a decir para las aleaciones nanocristalizadas bajo tracción en el paso que estas aplicaciones necesitan una relación Br/Bm inferior o igual al 3% y de preferencia inferior o igual al 1%. Los presentes inventores han observado de forma sorprendente que las gamas de composición que acaban de describirse deben reducirse para alcanzar tales valores.

Así, se obtienen todas las ventajas de la invención ya presentadas anteriormente y también una linealidad B-H mejorada, de forma tal que la relación Br/Bm sea inferior o igual al 3% a 20°C, respetando las condiciones suplementarias siguientes.

$a \leq 0,04$	y	$b \leq 0,07$
$0,5 \leq x \leq 1,5$	y	$2 \leq \alpha \leq 5$
$13 \leq y \leq 16,6$	y	$5,8 \leq z \leq 8$
$\beta \leq 2$	y	$\gamma \leq 2$

Además, en este ámbito de composición, se observa que la relación Br/Bm entre 0 y 400°C es inferior o igual al 6% y que la relación Br/Bm entre 0 y 300°C es inferior o igual al 3%.

Se obtiene además una linealidad B-H óptima, de tal forma que la relación Br/Bm sea inferior o igual al 1% a 20°C y de preferencia inferior o igual al 0,7% a 20°C, respetando las condiciones suplementarias siguientes:

$a \leq 0,02$	y	$b \leq 0,05$
$0,5 \leq x \leq 1,5$	y	$2,5 \leq \alpha \leq 4$
$14,5 \leq y \leq 16,5$	y	$5,8 \leq z \leq 7,5$
$\beta \leq 1$	y	$\gamma \leq 1$

Además, en este ámbito de composición, se observa que la relación Br/Bm entre 0 y 400°C es inferior o igual al 1,5% y que la relación Br/Bm entre 0 y 300°C es inferior o igual al 0,8%.

El material es elaborado en forma líquida y luego colado con una fuerte velocidad de refrigeración, en una instalación de colada de cintas amorfas con cilindro refrigerado de tipo clásico, de tal forma que se obtenga a la salida de la instalación de colada, una banda amorfa enrollada en forma de una bobina de espiras unidas.

La instalación de recocido comprende principalmente un horno continuo (3) que puede ser un horno de resistencias que realiza el calentamiento de la banda por convección y radiación, un horno de radiación puro o también una instalación de calentamiento de la banda por efecto Julio en la travesía del horno.

El recocido de la banda podría igualmente ser efectuado mediante un lecho fluidizado constituido por partículas

sólidas o líquidas o bajo una de las formas bien sea de gel y aerosol en suspensión en un gas portador, siendo el medio de calentamiento de la banda por si mismo calentado mediante contacto con un recinto propiamente dicho calentado por un horno de tipo clásico, por ejemplo de resistencias.

5 El horno (3) comprende una zona central en la cual la temperatura es homogénea y comprendida dentro del intervalo necesario para realizar la recristalización de la banda bajo tensión en su paso según la invención, estando esta temperatura comprendida entre los 530°C y los 700°C, y de preferencia entre los 540°C y los 690°C. Dentro de este margen, se modifica la temperatura T sustancialmente según la velocidad de producción V seleccionada y según la tensión de tracción  $\sigma$  seleccionada (es decir también la permeabilidad  $\mu$  seleccionada), pues aumentar V o  
10 disminuir  $\sigma$  aumenta la temperatura óptima T de recocido. El límite de temperatura superior de la banda de 700°C se impone para evitar la formación de fases constituidas por boruros que fragilizan la banda y disminuyen sus propiedades magnéticas.

15 Los mandriles de enrollamiento (8) y de desenrollamiento de la banda están de preferencia motorizados o frenados (por ejemplo con la ayuda de un freno de polvo sobre desenrollador) para aumentar todavía la productividad del dispositivo. Los bloques en S a la entrada (4) y a la salida (7) del horno continuo (3) están los dos motorizados, estando el bloque en S de entrada (4) conectado con un motor de freno (5) que ejerce un frenado y un par de retención sobre la cinta amorfa (R) durante todo el tratamiento. El bloque en S (7) a la salida del horno (3) es accionado por un motor, asociado con un reductor, y sirve para arrastrar la banda (N) con el fin de que la misma  
20 pase por el horno con una tensión de tracción perfectamente regulada, así como a una velocidad regular que puede sobrepasar los 10 cm/s. La longitud del horno de recocido (3) deberá adaptarse a la velocidad de paso de la cinta (R), de tal forma que la cristalización pueda realizarse correctamente, sabiendo que cuanto más aumenta la velocidad de paso, más debe aumentarse la longitud del horno (3).

25 La combinación de estos dos bloques en S (4,7) permite ejercer de forma perfectamente uniforme sobre el ancho de banda una tracción perfectamente regulada, estando la tensión de tracción en la dirección longitudinal axial de la cinta (R) en curso de tratamiento en el horno de recocido (3) comprendida entre 2 y 1000 MPa.

30 Resulta igualmente posible y preferible prever que los mandriles de enrollamiento (8) de la banda (N) y de desenrollado (2) de la cinta amorfa (R) estén motorizados para asegurar una tracción regulada de amplitud baja (del orden de algunos MPa) sobre la cinta (R) antes del paso por el bloque en S de entrada (4) y/o sobre la banda (N) después del paso por el bloque en S de salida (7).

35 La regulación de la tensión de tracción ejercida sobre la banda (N) a su paso durante el tratamiento de recocido se realiza con la ayuda de un dispositivo de medición y de regulación de fuerza (6).

40 Este dispositivo (6) puede comprender una primera polea fija y una segunda polea fija sobre la cual la banda pasa sucesivamente por la entrada y por la salida del dispositivo de regulación de fuerza. Entre estas dos poleas, la cinta (R) pasa por una polea de eje móvil cuyo eje es paralelo al de los ejes de las dos poleas fijas. La polea del eje móvil está conectada mediante un vástago de tracción con un sensor de fuerza fijado sobre un soporte. Este vástago permite medir en continuo la tracción F ejercida sobre la cinta (R) y la señal de medición correspondiente se transmite a un módulo de control del motor-freno (5) del bloque en S motorizado de entrada (4) en el horno (3).

45 Este motor-freno (5) se regula a partir de la señal de fuerza para ejercer sobre la cinta (R) una fuerza de retención y de tracción en la dirección longitudinal axial igual a la fuerza F que constituye el parámetro de regulación. La fuerza de tracción y de arrastre ejercida por el motor del bloque en S motorizado de salida (7) del horno (3) se ajusta automáticamente al valor de fuerza F impuesto por el motor de freno (5).

50 Por otro lado, el dispositivo (1) según la invención puede comprender un primer mandril de enrollamiento de la banda y un segundo mandril de enrollamiento de la banda, de forma que se pueda, después del enrollamiento de un primer núcleo sobre el primer mandril, cortar la banda (N) y acoplar una parte de cabeza de la banda (N) sobre el segundo mandril, para realizar el enrollamiento de un segundo núcleo, sin interrumpir la fabricación. Este cambio de bobinas de productos acabados es en particular favorecido por el desacoplamiento total de la zona de fuerte tracción comprendida entre los dos bloques en S (4,7), zonas de baja tracción antes y después de estos bloques (4, 7),  
55 desacoplamiento que permite nivelar las eventuales fluctuaciones brutales de tensión. Se entiende aquí por la palabra "núcleo" tanto un núcleo enrollado definitivamente según las prescripciones de dimensionamiento de un componente magnético, como una bobina, semi-producto destinado ulteriormente para ser puesto en una enrolladora manual o automática de núcleo (que comprende las operaciones de desenrollado, medición de longitud de la banda, enrollado del núcleo, corte en longitud, pegado de la espira externa y extracción desde el mandril).

60 Se puede igualmente añadir al menos un rodillo presionador (10) a la salida del bloque en S (7) que comprime la banda (N) recocida en su paso por el bloque en S (7) situado después de la salida de la banda (N) del horno continuo (3). Este rodillo suplementario (10) de bloque en S puede ser abombado. Es preferible y ventajoso disponer de rodillos abombados en los bloques en S (4,7), pues así no solamente comprimen la cinta amorfa (R) o la cinta  
65 nanocristalina (N) en su paso por el bloque en S (4,7), sino que permiten además centrar automáticamente la cinta (R) o la banda (N) permitiendo un paso que no se desvíe de su trayectoria, y puede experimentar una tensión de

tracción regular uniformemente distribuida en su anchura y sobre el conjunto de la superficie de contacto de los rodillos de bloque en S (4,7).

5 Se puede aumentar también la adherencia de la banda, su estabilidad y su centrado según el eje transversal de los rodillos, introduciendo otros bloques en S en línea en el procedimiento. Ello puede permitir además regular la relación de tensiones entre la zona de tracción elevada (entre bloques en S) y las zonas río abajo y río arriba de tracción reducida, así como el reparto de las tensiones localizadas y por consiguiente reducir también al final el porcentaje de rotura por km.

10 El procedimiento según la invención puede igualmente permitir realiza núcleos enrollados a gran velocidad de forma redonda u oblonga en diferido en un puesto de enrollamiento desconectado del puesto de producción de recocido bajo tracción. En este caso el enrollamiento se realiza a partir de bobinas de bandas producidas por recocido bajo tracción según la invención. Para la fabricación de núcleos oblongos, soportes amagnéticos de enrollamiento deben añadirse en el momento del enrollamiento de la banda procedente del procedimiento de recocido bajo tracción y  
15 pueden seguidamente ser quitados después del recubrimiento o la impregnación del núcleo, o bien también mantenidos.

20 Por otro lado, puede ser interesante utilizar un mandril magnético o un mandril con aspiración para inmovilizar sobre el mandril el empuje de la cinta.

De un modo general, las condiciones de cristalización de la banda en el interior del horno de recocido (3) bajo tensión son tales que la banda comprende al menos un 50% en volumen de nanocristales cuyo tamaño está comprendido entre 2 y 20 nm. Los diferentes cristales se separan los unos de los otros por la matriz constituida por la fracción de la aleación amorfa.

25 Una de las ventajas del procedimiento según la invención es poder realizar una gama de tensiones de tracción muy amplia, que va de 2 a 1000 MPa. Esto permite alcanzar las permeabilidades comprendidas entre 50 y 5000.

30 En particular, utilizando una tensión de tracción superior a 250 MPa, y mejor superior a 500 MPa, es posible fabricar una banda nanocristalina que presenta una permeabilidad comprendida entre 50 y 200, gama que no era hasta ahora posible alcanzar por los procedimientos convencionales (por ej. FR 2.823.507). Así, se ha podido obtener una permeabilidad del orden de 90 para una tensión de 400 MPa, y una permeabilidad de 50 para una tensión de 700 MPa.

35 Por otro lado, haciendo experimentar tensiones de tracción elevadas a la cinta amorfa, se puede reducir el espesor de la banda nanocristalina de 3 a 10%, incluso más. Así, una cinta con un espesor de 20  $\mu\text{m}$  podrá verse transformada en una banda de 18 ó 19  $\mu\text{m}$ . Esta reducción de espesor de la banda nanocristalina tiene consecuencias sobre los rendimientos magnéticos de los componentes fabricados a partir de esta. En efecto, la misma permite disminuir las corrientes inducidas en el metal y por consiguiente las pérdidas magnéticas del futuro  
40 núcleo enrollado.

Además, los presentes inventores han observado que estos mejores rendimientos magnéticos se obtienen sin degradación del aumento de volumen de la banda, lo cual es completamente sorprendente, pues es conocido que cuanto más disminuye el espesor de una hoja de metal enrollada, más aumenta el volumen del enrollamiento.

45 Con el fin de reducir las corrientes inducidas en el núcleo y las pérdidas magnéticas, puede ser necesario, en función de las aplicaciones finales previstas para el núcleo, depositar o formar una capa de aislamiento eléctrico sobre la banda para aislar las espiras sucesivas las unas de las otras. Se puede por ejemplo depositar en continuo, sobre la banda después del recocido, una substancia mineral con un espesor de una décima de micrómetros a unos  
50 micrómetros.

Una substancia mineral de este tipo deposita entre las espiras puede estar constituida por una lechada de magnesia (MgO) de la cual se elimina el agua en una operación ulterior de calentamiento en estufa a baja temperatura.

55 Más generalmente, se pueden utilizar las composiciones clásicas siguientes:

- Polvo  $\text{SiO}_2$ , MgO,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  depositado en la superficie por inmersión en una resina, por pulverización, por electrofóresis o por cualquier otra técnica de depósito,
- Depósito de finas capas de  $\text{SiO}_2$ , MgO,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en la superficie por pulverización CVD, PVD o método electrostático,
- Solución de alquil-silicato en alcohol, mezclada con un ácido para formar forsterita  $\text{MgSiO}_4$  después de tratamiento térmico,
- Solución obtenida por hidrólisis parcial de  $\text{SiO}_2$  y de  $\text{TiO}_2$  mezclados con diversos polvos cerámicos,
- Solución que contiene principalmente un polititano-carbonato aplicada sobre la cinta y luego calentada,
- Solución de fosfato aplicada y calentada,
- Solución de aislamiento formada por aplicación de un agente de oxidación y calentamiento.

De preferencia, la capa de aislamiento se deposita bien sea sobre la banda desenrollada de la bobina obtenida al inicio del recocido, antes del nuevo enrollamiento bajo la forma de uno o varios núcleos para componente electromagnético, o en línea a la salida del bloque en S motor antes del enrollamiento en bobina. En los dos casos este depósito es seguido en general de un recocido a baja temperatura para asegurar la polimerización o la deshidratación.

Se puede igualmente utilizar un revestimiento previo al recocido de cristalización con propiedades aislantes, depositado con un espesor de 1/10 de micrómetro a algunas decenas de micrómetros sobre la cinta amorfa, resistiendo este revestimiento a las temperaturas del recocido instantáneo y a las fuertes fracciones del recocido. Se puede por ejemplo, utilizar como revestimiento previo de la banda amorfa, metilato de magnesio.

Este tipo de recubrimiento para aislamiento previo al recocido o para aislamiento eléctrico de la banda recocida puede realizarse por cualquier medio adaptado, y en particular por recubrimiento entre dos rodillos, o por depósito de tipo CVD o PVD, o por pulverización, o por lecho fluidizado, etc., con una etapa complementaria eventual de secado y/o de polimerización y/o de reticulación, en función de la naturaleza de la materia aislante, del tipo de monómero y de la presencia de disolvente, entre otros.

Cuando se utiliza un revestimiento aislante mineral (resistente a la temperatura), el recubrimiento es preferentemente efectuado sobre la cinta amorfa, antes del recocido de nanocristalización, y de forma particularmente preferida, antes del bloque en S de entrada. Los presentes inventores han observado que una parte de la materia aislante se desprende de la cinta amorfa a su paso por el horno de recocido, pero sobre todo que el aislante residual permite reforzar las características mecánicas de la cinta disminuyendo su fragilidad.

Además, la tracción necesaria para obtener un nivel de permeabilidad predefinido se encuentra entonces reducido. Se puede por consiguiente alcanzar permeabilidades aún más bajas aumentando la tracción.

De forma completamente diferente y complementaria al aislamiento interespira, resulta igualmente posible revestir los núcleos según la invención –previamente enrollados en el núcleo según las prescripciones geométricas dictadas por la aplicación– por una materia plástica, tal como una resina epoxi por ejemplo, pudiendo esta resina aplicarse en caliente o en frío. Se ha observado que un recubrimiento de este tipo no degradaba en absoluto los rendimientos magnéticos de los núcleos, incluso cuando la resina se aplica a una temperatura del orden de los 200°C. Este recubrimiento penetra muy poco entre las espiras y tiene por función rigidificar y proteger el núcleo de las tensiones de bobinado, proteger el aislante eléctrico del hilo de bobinado de las lesiones por los bordes cortantes de la banda enrollada, asegurar un buen aislamiento dieléctrico entre el núcleo enrollado y los bobinados.

Además los revestimientos de aislamiento eléctrico interespira o el recubrimiento exterior del núcleo para protección eléctrica y mecánica del núcleo y de su bobinado, que acaban de describirse, es igualmente posible impregnar los intervalos existentes entre las espiras de un núcleo según la invención, con la ayuda de una resina fluida y endurecible específica sin degradación sensible de su permeabilidad. En este estado el núcleo se vuelve muy rígido, monobloque y así apto para el corte.

El núcleo impregnado así producido puede entonces ser cortado en 2C con un incremento del campo coercitivo  $H_c$  que no sobrepasa el 50%, mientras que la permeabilidad  $\mu_1$  del circuito magnético realizado con los 2C unidos puede regularse por refrentado adecuado de las superficies de corte a un nivel más bajo de como máximo un 50% con relación a  $\mu$ .

Si, por ejemplo, se produce un núcleo impregnado según la invención y cuya permeabilidad se eleva a  $\mu=300$ , se podrá obtener una permeabilidad  $\mu_1$  comprendida entre 150 y 300. Esta disminución se debe al entrehierro residual procedente del corte.

Se aprecia por consiguiente que es posible poner a disposición un núcleo de baja permeabilidad con todos los rendimientos de los nanocristalinos recocidos bajo tensión que han sido descritos anteriormente, así como una geometría en 2C que permite obtener una componente final compacta y que no presenta entrehierro distinto al residual, que podría generar perturbaciones de los campos magnéticos exteriores y calentamientos localizados hacia las zonas de entrehierro.

### **Ensayos**

Una serie de coladas 1 a 19, cuyas composiciones se agrupan en la tabla 1, fueron realizadas para obtener cintas amorfas según el procedimiento clásico de remojo en una rueda refrigerada.

Estas cintas fueron seguidamente sometidas a diferentes procedimientos de recocido, procedimientos cuyas características se agrupan en la tabla 2.

Una vez transformadas en bandas nanocristalinas por recocido bajo tensión, estas se sometieron a un cierto número

de ensayos de caracterización cuyos resultados se encuentran también reseñados en la tabla 2. En el marco de estos ensayos, se indica:

- 5 • **RP** : el procedimiento de recocido bajo tensión de los nanocristalinos ya conocido, que utiliza uno o dos pares al menos de rodillos opresores (véase patente FR 2.823.507).
- **Directo**: el procedimiento de recocido bajo tensión de los nanocristalinos ya conocido, que utiliza una tracción directa de la cinta por las bobinas de enrollamiento y desenrollamiento (véase patente FR 2.823.507).
- 10 • **BS**: el procedimiento de recocido bajo tensión de los nanocristalinos tal como se ha descrito en esta invención y utilizando, por ejemplo, un bloque en S a la entrada del horno de recocido y un bloque en S a la salida de este horno.

Se utilizan igualmente los símbolos siguientes:

- 15  $D_{MIN}$  radio de curvatura en límite de ruptura de la banda,
- $T_{TTH}$  temperatura de recocido de nanocristalización,
- $\sigma$  tensión de tracción en el recocido,
- $\mu r$  permeabilidad relativa,
- 20  $\Delta T$  gama de valores de la temperatura de recocido que permite obtener  $D_{MIN} \leq 3$  mm para toda la gama de  $\mu r$  accesible,
- Br Br inducción remanente,
- Bm inducción a 20 Oe llamada inducción de aproximación a la saturación,
- B(200) inducción saturante a 200 Oe, 1 Oe = 7 g, 5775 A/m,
- 25 Hc campo coercitivo.

Se entiende por "gama de  $\mu r$ " la extensión de valores de  $\mu r$  accesible a una colada dada para características dadas de procedimiento, dentro de la gama máxima de  $\mu r$  de 50 a 5000.

### 30 Determinación de $D_{MIN}$

El radio de curvatura en límite de ruptura de la banda  $D_{MIN}$  se midió colocando la banda en una serie de formas calibradas en  $\frac{1}{2}$  redondo, cuyo diámetro va disminuyendo, hasta que la banda se rompe. Se utilizan sucesivamente y por valores decrecientes diámetros de 5 a 2,5 mm por paso de 0,1 mm.

### 35 Determinación de $\Delta T$

$\Delta T$  es la gama de valores de la temperatura de recocido que permite obtener  $D_{MIN} \leq 3$  mm para toda la gama de  $\mu r$  accesible. En efecto, se considera que la fragilidad de la banda es compatible con un procedimiento a escala industrial cuando  $D_{MIN}$  es inferior a 3 mm.

Para determinar el valor de  $\Delta T$ , se mide por consiguiente  $D_{MIN}$  para bandas de diversas permeabilidades, obtenidas modificando la tensión de tracción en el recocido, y esto para diferentes valores de la temperatura de recocido  $T_{TTH}$ . Así, para una colada de composición N° 1 (véase tabla 1), se obtuvieron los valores siguientes de  $D_{MIN}$ :

$T_{TTH}$ (°C)	Permeabilidad $\mu r$				
	200	300	600	1000	1700
570	1,9	*	1,9	2,0	2,3
590	1,7	*	2,2	2,7	2,7
600	2,5	2,7	3,1	3,5	3,6

\* ensayos no realizados.

En este ejemplo, el valor de  $\Delta T$  es estimado en 30°C entre 560 y 595°C.

50 Se observa que cuanto más aumenta la permeabilidad, más aumenta  $D_{MIN}$ , para estabilizarse en  $\mu = 1500 - 2000$ . La cinta menos frágil es por consiguiente la que tiene las más baja permeabilidad, lo cual es una ventaja suplementaria de miniaturización para las aplicaciones de tipo linealidad/almacenado de energía.

55 Se aprecia también que  $D_{MIN}$  es muy sensible a la temperatura de recocido bajo tracción. Así, una diferencia de 30°C hace pasar todas las bandas cuya permeabilidad es superior a 500 de un estado de baja fragilidad obtenida a 570°C ( $D_{MIN} \leq 3$  mm) a un estado cada vez más frágil (pudiendo  $D_{MIN}$  alcanzar 3,6 mm).

**Tabla 1**

Colada	%Co	%Ni	%Cu	%Si	%B	%Nb	%M'	%M''
1	0	0	1,0	15,3	6,5	2,96		
2	1,7	0	1,0	15,3	6,5	2,96		
3	5,0	0	1,0	15,3	6,5	2,96		
4	5,0	0	1,0	15,3	6,5	2,96		
5	10	0	1,0	15,3	6,5	2,96		
6	0	0	1,5	15,5	7	3,02		
7	0	0	0,7	15,2	6,8	2,98		
8	0	0	1,02	15,1	6,6	3,9		
9	0	0	0,97	15,4	6,7	6		
10	0	0	0,99	14,4	6,4	2,97	Cr:0,98	
11	0	0	1,03	14,1	6,3	2,88	Al: 1,53	
12	0	0	1,1	15,3	5,3	2,95		C: 1,22
13	0	0	1,01	13,1	6,2	2,99	V: 2,4	
14	0	0	1,02	12,6	6,3	2,98		Ge: 2,6
15	0	0	1,02	13,5	6,5	2,98		
16	0	0	0,99	11,5	6,6	3,01		
17	0	0	0,98	15,2	8,4	2,96		
18	2,0	1,0	1,0	15,3	6,5	2,98		
19	2,2	3,0	1,0	15,3	6,5	2,96		

**Tabla 2**

Ensayo	Colada N°	Parámetros de procesos					Resultados						Ensayo confirmando invención
		Tipo Proc.	D <sub>MIN</sub> (mm)	T <sub>TH</sub> (°C)	Veloc. (cm/s)	Gama σ (MPa)	ΔT gama de T <sub>TH</sub> (°C)	Nb de rotura por km	Br/Bm (%)	Gama de μr	Hc (A/m)	B(200) (1KG=0,1T)	
A	1	RP	<2,5	660	3	<500	30	>50	<1	>200	2 a 5	>12	
B	1	directo	~3	655	1	<300	30	>10	<1	>300	2 a 5	>12	
C	1	BS	<2,5	590	≥10	<1000	30	<5	<1	>50	3	>12	X
D	2	directo	3	665	1	<300	30	>10	1	>350	6	>12	
D'	2	BS	<2,2	595	≥10	<1000	30	<5	<3	>300	4	>12	X
E	3	directo	3	665	1	<300	30	>10	2	>500	7	12	
E'	3	BS	2,7	625	≥10	<1000	30	<5	<3	>600	6	12	X
F	4	BS	2,5	610	≥10	<500	30	<5	2	>280	6,5	12	X
G	5	BS	3	670	1	<300	30	20	4-5	>500	10	11,5	
H	6	BS	<2,5	580	≥10	<1000	30	<5	<1	>50	1 a 5	>12	X
I	7	BS	2,5	605	≥10	<1000	30	<5	<1	>50	2 a 6	>12	X
J	8	BS	2,7	630	5	<1000	40	<5	<1	>70	2 a 5	12	X
K	9	BS	3,8	700	0,5	<300	50	<5	1,7	>200	8	11,2	
L	10	BS	2,6	590	≥10	<1000	20	<5	1,3	>80	2 a 6	>12	X
M	11	BS	<2,5	590	≥10	<500	20	<5	1,8	>150	2 a 7	>12	X
N	12	BS	2,8	610	10	<1000	13	<5	<1	>70	2 a 6	>12	X
O	13	BS	3,4	620	3	<1000	<10	>10	3,0	>300	4 a 9	>12	
P	14	BS	2,7	600	≥10	<1000	<10	<5	2,7	>100	8 a 12	>12	
R	15	BS	<2,5	615	3,3	50	30	<5	5	>100	5,6	>12	X
S	15	BS	<2,5	640	3,3	50	30	<5	3	>100	7	>12	X
T	15	BS	<2,5	650	3,3	50	30	<5	17	>100	91	>12	
U	16	BS	<2,5	620	3,3	50	20	<5	8	>300	8	>12	X
V	17	BS	<2,5	550	1,6	50	0	<5	15,3	>300	13,6	11,8	
W	17	BS	<2,5	550	2,4	50	0	<5	2,6	>300	14	11,8	
X	17	BS	<2,5	550	3,2	50	0	<5	9	>300	26,4	11,8	
Y	18	BS	<2,5	600	2,6	<1000	30	<5	<2	>350	4,5	>12	X
Z	19	BS	<2,5	610	2,6	<1000	30	<5	<3	>400	4,8	>12	X

**Ejemplo 1 – Influencia de la composición añadida**Influencia del contenido en boro

5 Los ejemplos V, W y X, cuyo contenido en boro es del 8,4% presentan una fragilidad de un nivel correcto, con un porcentaje de rotura inferior a 5 roturas/km.

10 Pero, con este porcentaje en boro, la cristalización al paso bajo tensión se hace difícil, y en particular más lenta que todos los ensayos industrializables tales como C, D, E y F por ejemplo lo cual obliga a disminuir la velocidad de paso a menos de 4 cm/seg, y lo que limita la gama de permeabilidad accesible a permeabilidades superiores a los 300. Consecuentemente, el contenido máximo en boro debe limitarse al 8%.

15 Por otro lado, el ejemplo N muestra que un 1,22% de carbono en sustitución parcial del boro degrada muy poco los rendimientos del producto.

Influencia del contenido en niobio

20 El ejemplo J muestra que si se utiliza un porcentaje de niobio del orden del 3,9%, los rendimientos magnéticos se conservan generalmente con sin embargo una baja de la inducción saturante B(200 Oe) a 12 KG en lugar de 12,5 KG, para una composición tal como la utilizada para los ejemplos A a C, que solo contienen un 2,96% de niobio (200 Oe = 15,92 kA/m).

25 Además, la velocidad de paso debe bajarse considerablemente para permitir la obtención de una cinta recocida bajo tensión con los rendimientos requeridos de curvatura límite ( $\leq 3$  mm) y con gama de permeabilidad accesible.

30 Si se aumenta el porcentaje de niobio al 6% (ejemplo K), la gama de regulación en temperatura se incrementa también (50°C) y la gama de permeabilidad accesible es aún atractiva ( $\mu_{\min} = 200$ ). Pero, la inducción saturante B(200 Oe) se degrada significativamente a 11,2 KG, lo cual no permite fabricar componentes tan compactos como se desearía.

35 Además, el diámetro límite para el enrollamiento en núcleo a partir de la banda nanocristalizada bajo tensión se incrementa claramente a 3,8 mm, lo cual testimonia una fragilización de la banda, que la hace muy difícil de manipular industrialmente sin riesgo de roturas frecuentes.

Influencia del contenido en cobre

40 Los ejemplos H e I muestran que apartarse un poco de un contenido del 1% en cobre, para alcanzar respectivamente un 1,5 ó 0,7%, no degrada significativamente los rendimientos.

Influencia del contenido en silicio

45 Con relación a las cintas de los ejemplos A a C que contienen un 15,3% de silicio, se observa (ensayos R a U) que, si se baja el porcentaje en silicio al 13,5%, el metal es apto para la producción industrial ( $< 5$  de roturas/km), la gama de permeabilidad accesible es vasta ( $\mu_{\min} = 100$ ) pero las condiciones del procedimiento BS según la invención se hacen más críticas con relación a las características magnéticas tales como el campo coercitivo Hc.

50 Así para temperaturas de recocido de 615 y 640°C, Hc es inferior o igual a 7 A/m pero, a partir de los 650°C, Hc aumenta muy significativamente (ejemplo T), lo cual no impide una producción industrial, ya que la gama  $\Delta T$  de regulación de temperatura de recocido bajo tensión es elevada ( $\sim 30^\circ\text{C}$ ). Sin embargo, si se baja aún el porcentaje en silicio hasta alcanzar 11,5 (ejemplo U), el campo coercitivo se degrada para llegar a 8 A/m cuando se encuentra en las condiciones óptimas de fragilidad, provocando pérdidas magnéticas demasiado elevadas para el núcleo enrollado.

Influencia del contenido en elemento de tipo M'

55 Es preciso limitar el contenido posible de estos metaloides de sustitución con el silicio en como máximo un 2%. Los ejemplos L y M muestran en efecto que contenidos del 1% en cromo o del 1,5% en aluminio no perjudican al interés por el producto final cuando se substituyen por silicio.

60 Por el contrario, el ejemplo O muestra que un contenido de un 2,4% en vanadio aumenta claramente la fragilidad de la cinta ( $> 10$  roturas/km) lo cual lleva a reducir la velocidad de paso admisible debido a esta fragilidad incrementada. Al mismo tiempo, el campo coercitivo Hc se degrada y la gama de temperaturas  $\Delta T$  del procedimiento en el cual rendimientos correctos pueden obtenerse se vuelve demasiado baja ( $< 10^\circ\text{C}$ ), haciendo la banda impropia para una fabricación industrial. Además la gama de  $\mu_r$  accesible se reduce a  $\mu_r \geq 300$ .

65

Influencia del contenido en elemento de tipo M"

El ejemplo P muestra que, cuando se substituye silicio por un 2,6% de germanio, el campo coercitivo Hc está muy degradado ( $\geq 8$  A/m) y la gama de temperatura de recocido  $\Delta T$  accesible es baja mientras que las otras características son completamente interesantes.

Influencia del contenido en cobalto

Los ejemplos D y E muestran que la adición moderada de cobalto en substitución parcial del hierro, con altura del 1,7% y 5%, degrada la gama de permeabilidad  $\mu$  accesible por el procedimiento "directo", ya que  $\mu_{\min}$  pasa de 300 a 350 y de 300 a 500, respectivamente.

En el caso del procedimiento BS según la invención, el contenido admisible en cobalto parecería ser de 0,05 (ejemplo F:  $\mu_{\min} = 300$ ) mientras que con un 10% de cobalto, no se puede acceder por el procedimiento a una permeabilidad inferior a 500 (ejemplo G).

Ensayos complementarios sobre los ejemplos C, D', E', Y y Z han permitido determinar los valores de sus pérdidas magnéticas a 500 kHz (50mT, 27°C) así como determinar la estabilidad en temperatura de sus valores de permeabilidades entre 25 y 150°C y sus magneto-estricción aparentes en saturación  $\lambda_s$ .

Ensayo	%Co	%Ni	%Co+%Ni	$\mu(150^\circ\text{C})/\mu(25^\circ\text{C})$	Pérdidas magnéticas (en mW/cm <sup>3</sup> )	Gama de $\mu_r$	Hc (A/m)	$\lambda_s$ (ppm)
C	0	0	0	1,2	230	>50	3	0,5
D'	1,7	0	1,7	1,4	480	>300	4	0,8
E'	5,0	0	5,0	1,5	1225	$\geq 600$	6	1,3
Y	2,0	1,0	3,0	1,45	610	$\geq 350$	4,5	1
Z	2,2	3,0	5,2	1,6	780	$\geq 400$	4,8	1,5

Se observa que, para ensayos según el procedimiento BS, el aumento del contenido en cobalto degrada además el campo coercitivo Hc así como el nivel de pérdidas magnéticas. Estos dos puntos no permiten obtener una aleación muy sensible a las pequeñas señales en los dispositivos de medición, ni que sea escasamente disipativo. Consecuentemente se limita en cobalto en como máximo el 5,75at% aproximadamente ( $a \leq 0,07$ ).

Por otro lado, el incremento de los contenidos acumulados en cobalto y níquel degradan la magneto-estricción aparente en saturación  $\lambda_s$ , lo cual hace la aleación sensible a las tensiones externas (pegado, recubrimiento, impregnación, corte, manipulación). Este incremento degrada también la estabilidad en temperatura de la permeabilidad entre 25 y 150°C. Consecuentemente se limita en níquel en como máximo un 8,25at% aproximadamente ( $b \leq 0,1$ ) y, de preferencia, a contenidos acumulados en Ni y Co de como máximo un 8,25 at% ( $a+b \leq 0,1$ ).

**Ejemplo 2 – Aumento de volumen**

Con el fin de estudiar la influencia de la tensión aplicada (a la cinta) en el aumento de volumen del núcleo nanocristalino, se preparó una serie de cintas amorfas cuya composición es conforme a la colada 1 de la tabla 1, y se las sometió a tensiones de tracción crecientes. Las condiciones de los ensayos así como los resultados obtenidos en términos de reducción de espesor ( $\Delta E_p/E_p$ ) y de aumento de volumen se agrupan en la tabla 3:

**Tabla 3**

Tensión (MPa)	Espesor ( $\mu\text{m}$ )	$\Delta E_p/E_p$	Aumento de volumen (%)
0	17,9		87,1%
19,9	17,8	-0,6%	86,7%
39,8	17,7	-1,2%	87,7%
79,5	17,4	-2,8%	87%
119	17,2	-4,1%	86,2%
171	16,8	-6,4%	84,6%
200	16,6	-8,4%	85,3%
300	16,1	-11%	85,7%
500	14,9	-16,8%	84,5%

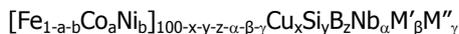
Se observa que el procedimiento según la invención permite reducir el espesor de la banda nanocristalina sin degradación significativa del aumento de volumen, lo cual no era en modo alguno previsible.

- Desde el punto de vista de las aplicaciones posibles de las bandas nanocristalinas según la invención, se pueden citar a título indicativo y no limitativo:
- 5 ➤ sensores de corriente de fuerte componente continua superpuesta, en particular utilizada en algunos modelos de contadores de energía;
  - sondas de corriente de banda ancha de frecuencia, con o sin blindaje, con utilización por ejemplo en el control de corriente en tiempo real de los componentes activos de electrónica de potencia tales como GTO, IGBT, etc;
  - 10 ➤ inductancias de nivelado o de almacenado de energía para cualquier tipo de estructura de convertidor de electrónica de potencia, tal como PFC, push pull, flyback, forward, etc., que permiten:
    - 15 ■ reducir el volumen del componente gracias al acceso a permeabilidades bajas, con pérdidas magnéticas reducidas y una imantación en saturación  $J_s$  elevada bajo fuertes tensiones de corriente continua superpuesta;
    - asegurar una inductancia L muy poco dependiente de la corriente continua superpuesta y muy reproducible ( $\leq 10\%$ , de preferencia  $\leq 5\%$ ) en producción industrial;
    - evitar cualquier ruido acústico debido a la magneto-estricción;
    - evitar cualquier problema relacionado con la compatibilidad electromagnética;
    - evitar cualquier calentamiento localizado del circuito magnético.
    - 20 ■ transformadores HF (superiores a algunos centenares de kHz) que comprenden núcleos sin cortar según la invención, para una utilización en alimentaciones de resonancia, por ejemplo. El núcleo según la invención es aquí ventajoso por su frecuencia de corte elevada que puede alcanzar de 20 a 200 MHz para permeabilidades de 50 a 300, con bajas pérdidas magnéticas y una fuerte inducción de trabajo accesible ( $J_s > 1 \text{ T}$ ).
    - 25 ■ bobinas de autoinducción corrientes de filtrado HF que comprenden núcleos no cortados según la invención, que presentan la ventaja de poder miniaturizar la componente gracias a la vez a un  $J_s$  elevado y una gran frecuencia de corte que va de 1 a 200 MHz y de forma preferida superior a 10 MHz.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de fabricación de una banda de material nanocrystalino obtenida a partir de una cinta colada en un estado amorfo, con la composición atómica:

5



siendo M' uno al menos de los elementos V, Cr, Al y Zn,  
siendo M'' uno al menos de los elementos C, Ge, P, Ga, Sb, In y Be, con:

10

$a \leq 0,07$	y	$b \leq 0,1$
$0,5 \leq x \leq 1,5$	y	$2 \leq \alpha \leq 5$
$10 \leq y \leq 16,9$	y	$5 \leq z \leq 8$
$\beta \leq 2$	y	$\gamma \leq 2$

15

y sometiendo la cinta amorfa a un recocido de cristalización, en el cual se somete la cinta al recocido en estado desenrollado, en paso a través de al menos dos bloques en S y bajo tensión en una dirección sustancialmente longitudinal axial de la cinta, de tal forma que la cinta se mantenga a una temperatura de recocido comprendida entre los 530°C y los 700°C, durante un tiempo comprendido entre 5 y 120 segundos, bajo una tensión de tracción axial comprendida entre 2 y 1000 MPa, siendo la tensión de tracción experimentada por la indicada cinta amorfa, su velocidad de paso en dicho recocido, el tiempo y la temperatura de recocido seleccionados de forma tal que el perfil de sección de la banda no sea en forma de  $\Omega$ , y presente una flecha máxima de la sección transversal de la banda inferior al 3% de la anchura de la banda, y de preferencia inferior al 1% de la anchura.

20

25

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual la velocidad de paso de la banda es superior o igual a 10 cm por segundo y por metro de zona útil de horno.

30

3. Procedimiento según una u otra de las reivindicaciones 1 ó 2, en el cual la tensión de tracción axial es superior a 500 MPa.

35

4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el cual el porcentaje de rotura de la cinta amorfa en su paso es inferior a 10 roturas por kilómetro de cinta.

5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el cual además, y es superior o igual a 12.

40

6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el cual:

$a \leq 0,04$	y	$b \leq 0,07$
$0,5 \leq x \leq 1,5$	y	$2 \leq \alpha \leq 5$
$13 \leq y \leq 16,6$	y	$5,8 \leq z \leq 8$
$\beta \leq 2$	y	$\gamma \leq 2$

45

7. Procedimiento según la reivindicación 6, en el cual:

$a \leq 0,02$	y	$b \leq 0,05$
$0,5 \leq x \leq 1,5$	y	$2,5 \leq \alpha \leq 4$
$14,5 \leq y \leq 16,5$	y	$5,8 \leq z \leq 7,5$
$\beta \leq 1$	y	$\gamma \leq 1$

50

8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el cual:

$$a+b \leq 0,1$$

55

9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el cual:

$$a=0$$

10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el cual:

60

$$b=0$$

11. Banda de material nanocrystalino que puede ser obtenida por la realización del procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, apta para experimentar en cualquier lugar de esta banda, un plegado con un diámetro de curvatura de como máximo 3 mm, sin presentar rotura ni fisura.

65

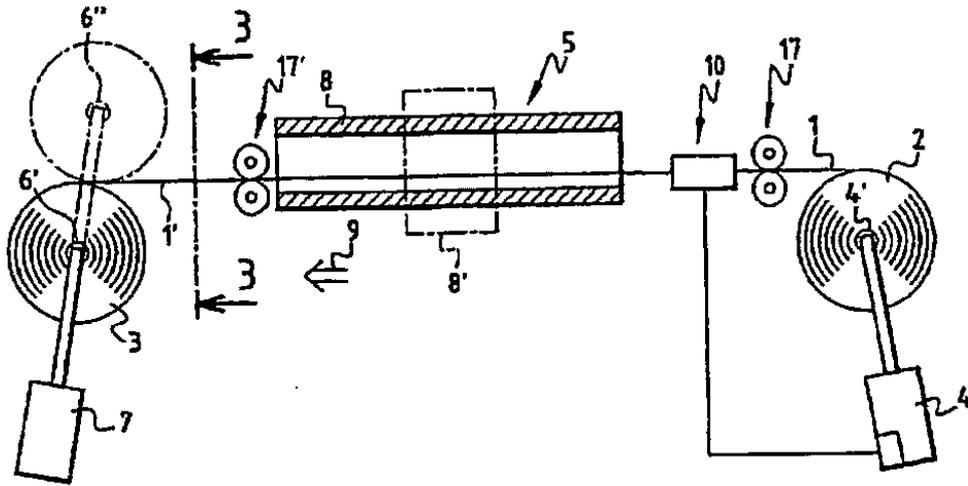
12. Banda según la reivindicación 11, obtenida por la realización del procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, a partir de una cinta amorfa, reduciéndose el espesor de la indicada banda en al menos un 10% con relación al espesor de dicha cinta amorfa.
- 5 13. Banda según una u otra de las reivindicaciones 11 ó 12, cuyo campo coercitivo es inferior o igual a 7A/m, y de preferencia inferior o igual a 5A/m.
14. Banda según una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13, cuya inducción a 15,92 kA/m (200 Oe) es superior o igual a 1,2 T (12kG).
- 10 15. Núcleo de material nanocristalino que puede ser obtenido por la realización del procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, al término del cual se enrolla la mencionada banda nanocristalina, y cuya permeabilidad es superior o igual a 50 e inferior a 200, y cuya frecuencia de corte se encuentra comprendida entre 30 y 200 MHz.
- 15 16. Núcleo de material nanocristalino que puede ser obtenido por la realización del procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, al término del cual se enrolla la mencionada banda nanocristalina y cuyo diámetro es inferior o igual a 10 mm.
- 20 17. Núcleo según una cualquiera de las reivindicaciones 15 ó 16, que presenta una disminución del aumento de volumen de como máximo un 3% con relación al aumento de volumen obtenido por enrollamiento de una banda de la misma composición que ha experimentado un recocido de cristalización sin tensión, y esto para una reducción de espesor de la banda nanocristalizada que va hasta un 10% con relación al espesor de la cinta amorfa de partida.
- 25 18. Núcleo según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 17, obtenido por la realización del procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, al término del cual se enrolla una primera vez la mencionada banda nanocristalina sobre un primer mandril, y luego por desenrollado y enrollado ulterior sobre un segundo mandril, siendo el diámetro del segundo mandril inferior al diámetro del primer mandril.
- 30 19. Sensores de corriente aptos para medir una corriente que comprende una fuerte componente continua y que puede ser utilizada en un contador de energía de simple o doble fase, comprendiendo al menos un núcleo de material nanocristalino obtenido por el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 10.
- 35 20. Inductancia de almacenado o de filtrado, independiente del nivel de componente continua superpuesta, que puede ser utilizada en un contador de energía, que comprende al menos un núcleo de material nanocristalino obtenido por el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 10.
- 40 21. Dispositivo (1) de fabricación de un núcleo magnético a partir de una cinta (R) colada en un estado amorfo, por recocido de dicha cinta (R) amorfa, caracterizado porque comprende:
- un árbol de recepción (2) de una bobina de cinta (R) en estado amorfo,
  - un horno continuo (3) regulado en temperatura,
  - al menos un bloque en S (4) situado antes de la entrada de la cinta (R) en el horno (3) y conectado con un motor de freno (5),
  - un dispositivo (6) de regulación de una tensión de tracción en la dirección axial de dicha cinta amorfa (R) y de la cinta (N) de material nanocristalino, comprendiendo el indicado dispositivo (6) un dispositivo de medición de la fuerza conectado con un módulo de control del motor de freno (5) de dicho bloque en S (4) situado delante de la entrada de la cinta (R) en el horno (3),
  - al menos un bloque S (7) situado después de la salida de la banda (N) del horno continuo (3) y conectado con un motor,
  - al menos un mandril de enrollamiento (8) para el enrollamiento de la banda (N) obtenida después del recocido en forma de un núcleo de material nanocristalino,
- 55 pasando la cinta amorfa (R) de una bobina de almacenado de la cinta amorfa (R) acoplada en el indicado árbol de recepción (2) a la bobina de banda (N) de material nanocristalino, sucesivamente a través del bloque en (S) (4) situado delante de la entrada de la cinta (R) en el horno (3), luego a través del dispositivo de medición de fuerza (6), luego a través del horno (3), y luego a través del bloque en S (7) situado después de la salida de la banda (N) del horno (3).
- 60 22. Dispositivo (1) según la reivindicación 21, que comprende un primer mandril de enrollamiento de la banda y un segundo mandril de enrollamiento de la banda, de forma que se pueda, después del enrollamiento de un primer núcleo en el primer mandril, cortar la banda (N) y acoplar una parte de cabeza de la banda (N) en el segundo mandril, para realizar el enrollamiento de un segundo núcleo, sin interrumpir la fabricación.
- 65 23. Dispositivo (1) según la reivindicación 21, que comprende un solo mandril de enrollamiento (8) de la banda (N) y un acumulador de banda (9) río abajo de dicho bloque en S (7) de salida del horno (3), permitiendo cambiar la

bobina de enrollamiento sin interrumpir la fabricación.

5 24. Dispositivo (1) según una cualquiera de las reivindicaciones 21 a 23, que comprende además al menos un rodillo presionador (10) que comprime la banda (N) recocida a su paso por el bloque en S (7) situado después de la salida de la banda (N) del horno continuo (3).

10 25. Dispositivo (1) según una cualquiera de las reivindicaciones 21 a 24, que comprende además al menos un rodillo abombado que comprime la cinta amorfa (R) a su paso por el bloque en S (4) situado delante de la entrada de dicha cinta (R) en el horno (3).

**FIG. 1**



**FIG. 2**

