

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 611 853**

51 Int. Cl.:

H01F 1/153 (2006.01)
B22D 11/06 (2006.01)
C21D 8/12 (2006.01)
C22C 33/00 (2006.01)
C22C 38/16 (2006.01)
C22C 45/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.09.2006 E 11001836 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.11.2016 EP 2339043**

54 Título: **Aleación magnética nanocristalina, su procedimiento de producción, cinta de aleación y pieza magnética**

30 Prioridad:

16.09.2005 JP 2005270432

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

10.05.2017

73 Titular/es:

**HITACHI METALS, LTD. (100.0%)
2-1, Shibaura 1-chome
Minato-ku, Tokyo 105-8614, JP**

72 Inventor/es:

**OHTA, MOTOKI y
YOSHIZAWA, YOSHIHITO**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 611 853 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).

DESCRIPCIÓN

Aleación magnética nanocrystalina, su procedimiento de producción, cinta de aleación y pieza magnética.

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a una aleación magnética nanocrystalina que presenta una densidad de flujo magnético de saturación alta y unas excelentes propiedades magnéticas blandas, particularmente unas excelentes propiedades magnéticas de corriente alterna, que es adecuada para diversas piezas magnéticas, a su procedimiento de producción y a una cinta de aleación y una pieza magnética constituidas por una aleación magnética nanocrystalina de este tipo.

Antecedentes de la invención

15 Los materiales magnéticos utilizados para diversos transformadores, bobinas de inducción de reactores, piezas de reducción de ruido, piezas magnéticas de energía emitida en impulsos para fuentes de energía láser y aceleradores, motores, generadores, etc., son el acero al silicio, la ferrita, aleaciones amorfas a base de Co, aleaciones amorfas a base de Fe, aleaciones nanocrystalinas a base de Fe, etc., dado que requieren una densidad de flujo magnético de saturación alta y excelentes propiedades magnéticas de corriente alterna.

20 Las placas de acero al silicio, que son económicas y tienen una densidad de flujo magnético alta, son extremadamente difíciles de conformar con la misma delgadez que las cintas amorfas, y sufren unas grandes pérdidas en el núcleo a frecuencias altas debido a las grandes pérdidas por corrientes parásitas. La ferrita se encuentra, de forma inadecuada, magnéticamente saturada en aplicaciones de alta potencia, que requieren una densidad de flujo magnético de operación alta, dado que presenta una densidad de flujo magnético de saturación pequeña. Las aleaciones amorfas a base de Co tienen una densidad de flujo magnético de saturación baja, de 1 T o menos, con lo que las piezas de alta potencia son más grandes. Sus pérdidas en el núcleo aumentan con el tiempo debido a la inestabilidad térmica. Además, son costosas porque el Co es caro.

30 Como aleación amorfa a base de Fe, el documento JP 5-140703 A da a conocer una cinta de aleación amorfa a base de Fe para un núcleo de transformador que tiene una composición representada por $(\text{Fe}_a\text{Si}_b\text{B}_c\text{C}_d)_{100-x}\text{Sn}_x$ (% atómico), donde a es 0,80-0,86, b es 0,01-0,12, c es 0,06-0,16, d es 0,001-0,04, $a + b + c + d = 1$, y x es 0,05-1,0, presentando dicha cinta de aleación excelentes propiedades magnéticas blandas, tales como una buena perpendicularidad, una coercitividad baja y una densidad de flujo magnético alta. Sin embargo, esta aleación amorfa a base de Fe tiene una densidad de flujo magnético de saturación baja, pues el límite teórico superior de la densidad de flujo magnético de saturación, determinado por la distancia interatómica, el número de coordinación y la concentración de Fe, alcanza valores de sólo aproximadamente 1,65 T. Además, presenta una magnetostricción tan grande que sus propiedades se deterioraron fácilmente por efecto de la tensión. Además, presenta una relación S/N baja en un intervalo de frecuencias audible. Para aumentar la densidad de flujo magnético de saturación de la aleación amorfa a base de Fe, se ha propuesto sustituir parte del Fe con Co, Ni, etc., pero su efecto es insuficiente a pesar de su elevado costo.

45 Como aleación nanocrystalina a base de Fe, el documento JP 1-156451 A da a conocer una aleación magnética blanda nanocrystalina a base de Fe que tiene una composición representada por $(\text{Fe}_{1-a}\text{Co}_a)_{100-x-y-z-\alpha}\text{Cu}_\alpha\text{Si}_y\text{B}_z\text{M}'_\alpha$ (% atómico), donde M' es, por lo menos, un elemento seleccionado entre el grupo que comprende Nb, W, Ta, Zr, Hf, Ti y Mo, y a, x, y, z y α son números que satisfacen las condiciones $0 \leq a \leq 0,3$, $0,1 \leq x \leq 3$, $3 \leq y \leq 6$, $4 \leq z \leq 17$, $10 \leq y + z \leq 20$, y $0,1 \leq \alpha \leq 5$, estando ocupado el 50% o más de la estructura de la aleación por granos de cristal con un diámetro medio de 1.000 Å o menos. Sin embargo, esta aleación nanocrystalina a base de Fe tiene una densidad de flujo magnético de saturación insatisfactoria de aproximadamente 1,5 T.

50 El documento JP 2006-40906 A da a conocer un procedimiento para producir una cinta magnética blanda que comprende las etapas de enfriamiento rápido de una masa fundida de aleación a base de Fe para formar una cinta que puede doblarse 180°, que tiene una estructura de fase mixta, en la que una fase de cristal Fe α con un diámetro medio de 50 nm o menos está dispersada en una fase amorfa, y calentamiento de la cinta a una temperatura mayor que la temperatura de cristalización de la fase cristalina Fe α . Sin embargo, esta cinta magnética blanda tiene una densidad de flujo magnético de saturación insatisfactoria de aproximadamente 1,6 T. La patente US 6 425 960 B1 da a conocer una banda de aleación magnética que forma la base para la forma en dos partes de las presentes reivindicaciones 1 y 6. Se describen otras aleaciones convencionales en los documentos US 5 211 767 A, WO 82/03411 A1 y JP 2 922 445 A.

60 **Objetivo de la invención**

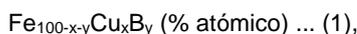
En consecuencia, un objetivo de la presente invención consiste en dar a conocer una aleación magnética nanocrystalina que es económica debido a que no contiene sustancialmente Co, y que tiene una densidad de flujo magnético de saturación que alcanza los 1,7 T o más, así como una baja coercitividad y unas bajas pérdidas en el

núcleo, y su procedimiento de producción, y una cinta y una pieza magnética constituidas por dicha aleación magnética nanocrystalina.

Descripción de la presente invención

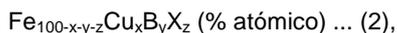
5 Aunque se ha considerado que las aleaciones completamente amorfas deben tratarse térmicamente para su cristalización a fin de obtener excelentes propiedades magnéticas blandas, los presentes inventores han descubierto que, en el caso de una aleación rica en Fe, se puede obtener una aleación magnética nanocrystalina con una densidad de flujo magnético de saturación elevada, así como una baja coercitividad y unas bajas pérdidas en el núcleo, produciendo una aleación con granos de cristal finos dispersados en una fase amorfa y, a continuación, sometiendo la aleación a tratamiento térmico. La presente invención se ha completado a partir de dicho descubrimiento y se define en las reivindicaciones independientes 1 y 6 adjuntas.

15 Una primera aleación magnética útil para entender la presente invención tiene una composición representada por la siguiente fórmula general (1):



20 en la que x e y son números que cumplen las condiciones $0,1 \leq x \leq 3$ y $10 \leq y \leq 20$, presentando la aleación magnética una estructura que contiene granos de cristal con un diámetro medio de 60 nm o menos en una matriz amorfa y una densidad de flujo magnético de saturación de 1,7 T o más.

25 Una segunda aleación magnética útil para entender la presente invención tiene una composición representada por la siguiente fórmula general (2):



30 en la que X es, por lo menos, un elemento seleccionado entre el grupo que comprende Si, S, C, P, Al, Ge, Ga y Be, y x, y y z son números que cumplen las condiciones $0,1 \leq x \leq 3$, $10 \leq y \leq 20$, $0 < z \leq 10$ y $10 < y + z \leq 24$, presentando la aleación magnética una estructura que contiene granos de cristal con un diámetro medio de 60 nm o menos en una matriz amorfa y una densidad de flujo magnético de saturación de 1,7 T o más. La X es preferentemente Si y/o P.

35 Los granos de cristal están preferentemente dispersados en una matriz amorfa en una proporción del 30% o más en volumen. Preferentemente, la aleación magnética tiene una permeabilidad máxima de 20.000 o más.

40 Preferentemente la primera y la segunda aleaciones magnéticas contienen, además, Ni y/o Co en una proporción del 10% atómico o menos basado en Fe. Por otro lado, preferentemente, la primera y la segunda aleaciones magnéticas contienen además, por lo menos, un elemento seleccionado entre el grupo que comprende Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Re, elementos del grupo del platino, Au, Ag, Zn, In, Sn, As, Sb, Bi, Y, N, O y elementos de tierras raras en una proporción del 5% atómico o menos basado en Fe. Preferentemente, la aleación magnética se presenta en forma de cinta, polvo o copos.

45 La pieza magnética según la presente invención está constituida por la aleación magnética.

50 El procedimiento según la presente invención para producir una aleación magnética comprende las etapas de enfriamiento rápido de una masa fundida de aleación que comprende Fe y un elemento metaloide, que tiene una composición representada por la fórmula general (1) o (2) anterior, para producir una aleación a base de Fe que presenta una estructura en la que hay granos de cristal con un diámetro medio de 30 nm o menos dispersados en una matriz amorfa en una proporción del más del 0% en volumen y del 30% en volumen o menos, y tratamiento térmico de la aleación a base de Fe para que tenga una estructura en la que granos de cristal con una estructura cúbica centrada en el cuerpo y con un diámetro medio de 60 nm o menos están dispersados en una matriz amorfa en una proporción del 30% o más en volumen.

55 Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un gráfico que muestra los patrones de difracción de rayos X de la aleación ($\text{Fe}_{83,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$) del ejemplo 1.

60 La figura 2 es un gráfico que muestra la densidad de flujo magnético de la aleación ($\text{Fe}_{83,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$) del ejemplo 1 en función del campo magnético.

La figura 3 es un gráfico que muestra los patrones de generación de calor de la aleación magnética de la presente invención y una aleación amorfa Fe-B.

65

- La figura 4 es un gráfico que muestra los patrones de difracción de rayos X de la aleación ($\text{Fe}_{82,72}\text{Ni}_1\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$) del ejemplo 2.
- 5 La figura 5 es un gráfico que muestra la densidad de flujo magnético de la aleación ($\text{Fe}_{82,72}\text{Ni}_1\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$) del ejemplo 2 en función del campo magnético.
- La figura 6 es un gráfico que muestra la densidad de flujo magnético de la aleación ($\text{Fe}_{83,5}\text{Cu}_{1,25}\text{Si}_1\text{B}_{14,25}$) del ejemplo 3 en función del campo magnético.
- 10 La figura 7 es un gráfico que muestra la densidad de flujo magnético de la aleación ($\text{Fe}_{83,5}\text{Cu}_{1,25}\text{Si}_1\text{B}_{14,25}$) del ejemplo 3 en función del campo magnético.
- La figura 8 es un gráfico que muestra los patrones de difracción de rayos X de la aleación $[(\text{Fe}_{0,85}\text{B}_{0,15})_{100-x}\text{Cu}_x]$ del ejemplo 4.
- 15 La figura 9 es un gráfico que muestra la densidad de flujo magnético de la aleación $[(\text{Fe}_{0,85}\text{B}_{0,15})_{100-x}\text{Cu}_x]$ del ejemplo 4 en función del campo magnético.
- La figura 10 es un gráfico que muestra las curvas de B-H de las aleaciones ($\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Cu}_{1,5}\text{Si}_4\text{B}_{14}$) de la muestra 13-19 (velocidad de elevación de la temperatura: 200°C/minuto) y la muestra 13-20 (velocidad de elevación de la temperatura: 100°C/minuto) del ejemplo 13, que dependían de la velocidad de elevación de la temperatura durante el tratamiento térmico.
- 20 La figura 11 es un gráfico que muestra la curva de B-H de la aleación ($\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Cu}_{1,6}\text{Si}_7\text{B}_{13}$) de la muestra 13-9 del ejemplo 13, que se sometió a tratamiento térmico a temperatura elevada durante un período breve.
- 25 La figura 12 es un gráfico que muestra la curva de B-H de la aleación ($\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Cu}_{1,35}\text{Si}_2\text{B}_{12}\text{P}_2$) de la muestra 13-29 del ejemplo 13, que se sometió a tratamiento térmico a temperatura elevada durante un período breve.
- 30 La figura 13 es una fotomicrografía electrónica de transmisión que muestra la microestructura de la cinta de aleación del ejemplo 14.
- La figura 14 es una vista esquemática que muestra la microestructura de la cinta de aleación de la presente invención.
- 35 La figura 15 es un gráfico que muestra el patrón de difracción de rayos X de la aleación magnética del ejemplo 14.
- La figura 16 es una fotomicrografía electrónica de transmisión que muestra la microestructura de la aleación magnética del ejemplo 14.
- 40 La figura 17 es una vista esquemática que muestra la microestructura de la aleación magnética de la presente invención.
- 45 La figura 18 es un gráfico que muestra las pérdidas en el núcleo Pcm a 50 Hz de un núcleo enrollado formado por la aleación magnética del ejemplo 15 y un núcleo enrollado formado por una placa de acero al silicio de grano orientado convencional en función de la densidad de flujo magnético B_m .
- 50 La figura 19 es un gráfico que muestra las pérdidas en el núcleo Pcm a 0,2 T de un núcleo enrollado formado por la aleación magnética del ejemplo 16 y núcleos enrollados formados por diversos materiales magnéticos blandos en función de la frecuencia.
- La figura 20 es un gráfico que muestra la densidad de flujo magnético de saturación B_s de la aleación magnética del ejemplo 18 (presente invención) y la aleación magnética del ejemplo comparativo en función de la temperatura de tratamiento térmico.
- 55 La figura 21 es un gráfico que muestra la coercitividad H_c de las aleaciones magnéticas del ejemplo 18 (presente invención) y del ejemplo comparativo en función de la temperatura de tratamiento térmico.
- 60 La figura 22 es un gráfico que muestra las características de superposición de corriente continua de bobinas de inducción formadas por las aleaciones magnéticas del ejemplo 21 (presente invención) y el ejemplo comparativo.

Descripción de las formas de realización preferidas

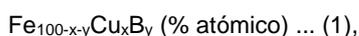
[1] Aleación magnética

5 (1) Composición

(a) Primera aleación magnética

10 Para tener una densidad de flujo magnético de saturación B_s de 1,7 T o más, la aleación magnética debe tener una estructura que contenga cristales finos de Fe con estructura bcc. Para ello, la aleación magnética debe tener una concentración elevada de Fe. Específicamente, la concentración de Fe de la aleación magnética es de aproximadamente el 75% atómico (aproximadamente el 90% en masa) o más.

15 En consecuencia, la primera aleación magnética útil para entender la presente invención debe tener una composición representada por la siguiente fórmula general (1):



20 en la que x e y son números que satisfacen las condiciones $0,1 \leq x \leq 3$ y $10 \leq y \leq 20$. La densidad de flujo magnético de saturación de la aleación magnética es de 1,74 T o más cuando $0,1 \leq x \leq 3$ y $12 \leq y \leq 17$, de 1,78 T o más cuando $0,1 \leq x \leq 3$ y $12 \leq y \leq 15$, y de 1,8 T o más cuando $0,1 \leq x \leq 3$ y $12 \leq y \leq 15$.

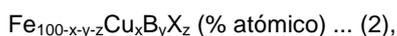
25 El contenido de Cu x es $0,1 < x \leq 3$. Cuando x es mayor del 3% atómico, es extremadamente difícil formar una cinta a base de fase amorfa por enfriamiento rápido, lo que da lugar a propiedades magnéticas blandas drásticamente deterioradas. Cuando x es menor del 0,1% atómico, los granos de cristal finos no precipitan fácilmente. The Cu El contenido de Cu es preferentemente $1 \leq x \leq 2$, más preferentemente $1 \leq x \leq 1,7$, de la manera más preferida $1,2 \leq x \leq 1,6$. El 3% atómico del Cu o menos se puede sustituir por Au y/o Ag.

30 El contenido de B y es $10 \leq y \leq 20$. El B es un elemento indispensable para acelerar la formación de la fase amorfa. Cuando y es menor del 10% atómico, es extremadamente difícil formar una cinta a base de fase amorfa. Cuando y es mayor del 20% atómico, la densidad de flujo magnético de saturación se vuelve de 1,7 T o menos. Preferentemente, el contenido de B es $12 \leq y \leq 17$, más preferentemente $14 \leq y \leq 17$.

35 Si Cu y B están dentro de los intervalos anteriores, se puede obtener una aleación magnética blanda de estructura cristalina fina con una coercitividad de 12 A/m o menos.

(b) Segunda aleación magnética según la presente invención

40 La segunda aleación magnética tiene una composición representada por la siguiente fórmula general (2):



45 en la que X es, por lo menos, un elemento seleccionado entre el grupo que comprende Si, S, C, P, Al, Ge, Ga y Be, y x , y y z son números que cumplen las condiciones $1,2 \leq x \leq 1,6$, $12 \leq y \leq 15$, $0 < z \leq 10$ y $10 < y + z \leq 24$. La adición del átomo X eleva la temperatura a partir de la cual se inicia la precipitación de Fe-B con una gran anisotropía magnética cristalina, con lo que aumenta la temperatura de tratamiento térmico. Un tratamiento térmico a alta temperatura aumenta el porcentaje de granos de cristal finos, lo que provoca un aumento de la densidad de flujo magnético de saturación B_s y una mejora de la relación de perpendicularidad de una curva BH. También elimina la degradación y la decoloración de la superficie de la aleación magnética. La densidad de flujo magnético de saturación B_s es de 1,7 T o más.

(c) Cantidades de Ni y Co

55 En la primera y la segunda aleaciones magnéticas, la sustitución de parte del Fe por Ni y/o Co soluble en Fe y Cu aumenta la conformabilidad de la fase amorfa y permite que la aumente la cantidad de Cu que acelera la precipitación de los granos de cristal finos, mejorando de este modo las propiedades magnéticas blandas, tales como la densidad de flujo magnético de saturación, etc. Sin embargo, la inclusión de grandes cantidades de estos elementos conlleva un costo mayor. En consecuencia, el Ni está presente preferentemente en un 10% atómico o menos, más preferentemente en un 5% atómico o menos, todavía más preferentemente en un 2% atómico o menos.

60 El Co está presente preferentemente en un 10% atómico o menos, más preferentemente en un 2% atómico o menos, todavía más preferentemente en un 1% atómico o menos.

(d) Otros elementos

65 En la primera y la segunda aleaciones magnéticas, parte del Fe puede estar sustituido, por lo menos, por un elemento seleccionado entre el grupo que comprende Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Re, elementos del grupo

del platino, Au, Ag, Zn, In, Sn, As, Sb, Bi, Y, N, O y elementos de tierras raras. Dado que estos elementos sustituyentes entran mayoritariamente en la fase amorfa junto con el Cu y los elementos metaloides, la formación de granos de cristal finos de Fe bcc se acelera, lo que da lugar a una mejora de las propiedades magnéticas blandas. Una inclusión excesiva de estos elementos sustituyentes con números atómicos elevados da lugar a una relación de masas muy baja de Fe, lo que provoca una disminución de las propiedades magnéticas de la aleación magnética. En consecuencia, la cantidad del elemento sustituyente es preferentemente del 5% atómico o menos con respecto al Fe. Particularmente en el caso del Nb y el Zr, la cantidad del elemento sustituyente es más preferentemente del 2% atómico o menos con respecto al Fe. En el caso del Ta y el Hf, la cantidad del elemento sustituyente es más preferentemente del 2,5% atómico o menos, particularmente del 1,2% atómico o menos, con respecto al Fe. En el caso del Mn, la cantidad del elemento sustituyente es más preferentemente del 2% atómico o menos con respecto al Fe. Para obtener una densidad de flujo magnético de saturación alta, la cantidad total de los elementos sustituyentes es más preferentemente del 1,8% atómico o menos, particularmente del 1% atómico o menos.

(2) Estructura y propiedades

Los granos de cristal que presentan una estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc) dispersada en la fase amorfa tienen un diámetro medio de 60 nm o menos. Preferentemente, la fracción en volumen de los granos de cristal es del 30% o más. Si el diámetro medio de los granos de cristal es mayor de 60 nm, las propiedades magnéticas blandas de la aleación magnética se deterioran. Si la fracción en volumen de los granos de cristal es menor del 30%, la aleación magnética tiene una densidad de flujo magnético de saturación baja. Preferentemente, los granos de cristal tienen un diámetro medio de 30 nm o menos y una fracción en volumen del 50% o más.

Los granos de cristal a base de Fe pueden contener Si, B, Al, Ge, Ga, Zr, etc., y pueden presentar parcialmente una fase cúbica centrada en las caras (fcc) de Cu, etc. Para tener unas pérdidas en el núcleo lo más grandes posibles, la cantidad de fase compuesta debe ser lo más pequeña posible.

La aleación magnética de la presente invención es una aleación magnética blanda con una densidad de flujo magnético de saturación que alcanza los 1,7 T o más (particularmente, 1,73 T o más), una coercitividad Hc de sólo 200 A/m o menos (o 100 A/m o menos, particularmente 24 A/m o menos), unas pérdidas en el núcleo de sólo 20 W/kg o menos a 20 kHz y 0,2 T, y una permeabilidad específica de AC inicial μ_k de 3.000 o más (particularmente, 5.000 o más). Dado que la estructura de la aleación magnética de la presente invención contiene una gran cantidad de granos de cristal finos de Fe bcc, la aleación magnética de la presente invención tiene una magnetostricción mucho más pequeña generada por el efecto de volumen magnético y un efecto de reducción de ruido mayor que los de la aleación amorfa con la misma composición. La aleación magnética de la presente invención puede presentarse en forma de copos, cinta, polvo o película.

[2] Procedimiento de producción

El procedimiento de producción de una aleación magnética según la presente invención comprende las etapas de enfriamiento rápido de una masa fundida de aleación que comprende Fe y un elemento metaloide para producir una aleación a base de Fe que presenta una estructura en la que hay granos de cristal con un diámetro medio de 30 nm o menos dispersados en una matriz amorfa en una proporción del más del 0% en volumen y del 30% en volumen o menos, y tratamiento térmico de la cinta de aleación para que tenga una estructura en la que granos de cristal con una estructura cúbica centrada en el cuerpo y con un diámetro medio de 60 nm o menos están dispersados en una matriz amorfa en una proporción del 30% o más en volumen.

(1) Masa fundida de aleación

La masa fundida de aleación que comprende Fe y un elemento metaloide tiene una composición representada por la siguiente fórmula general:



en la que X es, por lo menos, un elemento seleccionado entre el grupo que comprende Si, S, C, P, Al, Ge, Ga y Be, y x, y y z son números que cumplen las condiciones $1,2 \leq x \leq 1,6$, $12 \leq y \leq 15$, $0 < z \leq 10$ y $10 < y + z \leq 24$.

(2) Enfriamiento rápido de la masa fundida

El enfriamiento rápido de la masa fundida se puede llevar a cabo por un método de rodillo único, un método de doble rodillo, un método de rotación en líquido rotativo, un método de atomización de gas, un método de atomización de agua, etc. El enfriamiento rápido de la masa fundida proporciona una aleación cristalina fina (aleación intermedia) en forma de copos, cinta o polvo. Preferentemente, la temperatura de la masa fundida que se somete a enfriamiento rápido es mayor que el punto de fusión de la aleación en aproximadamente 50-300°C. El enfriamiento rápido de la masa fundida se lleva a cabo en el aire o en una atmósfera de gas inerte, tal como Ar, nitrógeno, etc., cuando la masa fundida no contiene metales activos, y en un gas inerte, tal como Ar, He, nitrógeno, etc., o a presión reducida, cuando la masa fundida contiene metales activos.

En el caso del método de rodillo único, se dispone preferentemente una atmósfera de gas inerte, por ejemplo, cerca del extremo de punta de una boquilla. Además, se puede disponer CO₂ gaseoso sobre el rodillo o se puede quemar CO gaseoso cerca de la boquilla. La velocidad periférica de un rodillo de enfriamiento es preferentemente de 15-50 m/s, y los materiales para el rodillo de enfriamiento son preferentemente el cobre puro o aleaciones de cobre, tales como Cu-Be, Cu-Cr, Cu-Zr, Cu-Zr-Cr, etc., que tienen una alta conductividad térmica. Preferentemente, el rodillo de enfriamiento es de tipo de refrigeración por agua.

(3) Aleación cristalina fina (aleación intermedia)

La aleación intermedia obtenida por enfriamiento rápido de la masa fundida de aleación con la composición anterior tiene una estructura en la que granos de cristal finos con un diámetro medio de 30 nm o menos están dispersados en una fase amorfa en una proporción del más del 0% en volumen y del 30% en volumen o menos. Cuando existe una fase amorfa alrededor de los granos de cristal, la aleación tiene una resistividad elevada y elimina el crecimiento de los granos de cristal para que los granos de cristal sean más finos, con lo que mejoran las propiedades magnéticas blandas. Cuando los granos de cristal finos presentes en la aleación intermedia tienen un diámetro medio mayor de 30 nm, los granos de cristal se vuelven demasiado gruesos por el tratamiento térmico, lo que provoca el deterioro de las propiedades magnéticas blandas. Para obtener excelentes propiedades magnéticas blandas, los granos de cristal tienen preferentemente un diámetro medio de 20 nm o menos. Dado que debe haber granos de cristal finos que actúen como núcleos en la fase amorfa, el diámetro medio de los granos de cristal es preferentemente de 0,5 nm o más. La distancia media entre los granos de cristal (distancia entre los centros de gravedad de los cristales) es preferentemente de 50 nm o menos. Si la distancia media es mayor de 50 nm, la distribución de diámetros de los granos de cristal se vuelve demasiado amplia por el tratamiento térmico.

(4) Tratamiento térmico

Cuando la aleación intermedia rica en Fe se somete a tratamiento térmico, la fracción en volumen de granos de cristal aumenta sin experimentar un aumento extremo del diámetro, lo que da lugar a una aleación magnética que tiene mejores propiedades magnéticas blandas que las de la aleación amorfa a base de Fe y la aleación nanocristalina a base de Fe. Específicamente, el tratamiento térmico convierte la aleación intermedia en una aleación magnética con una densidad de flujo magnético de saturación alta y una magnetostricción baja, que contiene el 30% en volumen de granos de cristal finos con un diámetro medio de 60 nm o menos. Ajustando la temperatura y el tiempo del tratamiento térmico se pueden controlar la formación de núcleos cristalinos y el crecimiento de los granos de cristal. Un tratamiento térmico a alta temperatura (aproximadamente 430°C o más) durante un período corto es eficaz para obtener una coercitividad baja, mejorar la densidad de flujo magnético en un campo magnético débil y reducir la pérdida de histéresis. Un tratamiento térmico a temperatura baja (aproximadamente 350°C o mayor y menor de 430°C) por un período largo resulta adecuado para la producción en masa. Se puede aplicar un tratamiento térmico corto a alta temperatura o un tratamiento térmico largo a baja temperatura dependiendo de las propiedades magnéticas deseadas.

El tratamiento térmico se lleva a cabo preferentemente en el aire, al vacío o en un gas inerte, tal como Ar, He, N₂, etc. Dado que la humedad presente en la atmósfera confiere a la aleación magnética resultante propiedades magnéticas desiguales, el punto de rocío del gas inerte es preferentemente de -30°C o inferior, más preferentemente de -60°C o inferior.

El tratamiento térmico se puede llevar a cabo en una sola etapa o en varias etapas. Además, puede proporcionarse corriente continua, corriente alterna o corriente de impulsos a la aleación para generar un calor de efecto Joule para el tratamiento térmico, o el tratamiento térmico se puede llevar a cabo bajo tensión.

(a) Tratamiento térmico a alta temperatura

La aleación intermedia a base de Fe (que contiene aproximadamente el 75% atómico o más de Fe), que contiene granos de cristal finos en una fase amorfa, se somete a un tratamiento térmico que comprende el calentamiento a una temperatura máxima de 430°C o mayor a la máxima velocidad de elevación de la temperatura de 100°C/minuto o más, y el mantenimiento de la temperatura máxima durante 1 hora o menos para producir una aleación magnética que contiene granos de cristal finos con un diámetro medio de 60 nm o menos, y que tiene una coercitividad baja, una densidad de flujo magnético alta en un campo magnético débil y una pérdida de histéresis pequeña.

Si la temperatura máxima es inferior a 430°C, la precipitación y el crecimiento de granos de cristal finos son insuficientes. Preferentemente, la temperatura máxima es (T_{x2} - 50)°C o mayor, donde T_{x2} es una temperatura de precipitación de compuesto.

Cuando el tiempo de mantenimiento de la temperatura máxima es mayor de 1 hora, los granos de cristal crecen demasiado, lo que provoca el deterioro de las propiedades magnéticas blandas. Preferentemente, el tiempo de mantenimiento es de 30 minutos o menos, más preferentemente de 20 minutos o menos, de la forma más preferente de 15 minutos o menos.

Preferentemente, la velocidad media de elevación de la temperatura es de 100°C/minuto o más. Dado que la velocidad de elevación de la temperatura afecta en gran medida a las propiedades magnéticas a temperaturas elevadas de 300°C o mayores, la velocidad de elevación de la temperatura a una temperatura de 300°C o mayor es, preferentemente, de 150°C/minuto o más, y la velocidad de elevación de la temperatura a 350°C o mayor es, preferentemente, de 170°C/minuto o más.

Mediante el cambio de la velocidad de elevación de la temperatura y el cambio gradual de la temperatura de mantenimiento se puede controlar la formación de núcleos cristalinos. Puede obtenerse una estructura cristalina fina uniforme mediante un tratamiento térmico que comprende mantener la aleación a una temperatura inferior a la temperatura de cristalización durante un tiempo suficiente, y a continuación mantenerla a una temperatura igual o mayor a la temperatura de cristalización durante sólo 1 hora o menos. Esto parece deberse al hecho de que los granos de cristal se inhiben el crecimiento entre sí. En un ejemplo preferente, la aleación se mantiene aproximadamente a 250°C durante más de 1 hora, se calienta a una velocidad de 100°C/minuto o más hasta 300°C o más y se mantiene a la temperatura máxima de 430°C o mayor durante 1 hora o menos.

(b) Tratamiento térmico a baja temperatura

La aleación intermedia se mantiene a una temperatura máxima de aproximadamente 350°C o mayor y menor de 430°C durante 1 hora o más. Desde el punto de vista de la producción en masa, el tiempo de mantenimiento es preferentemente de 24 horas o menor, más preferentemente de 4 horas o menor. Para eliminar el aumento de la coercitividad, la velocidad media de elevación de la temperatura es, preferentemente, de 0,1-200°C/minuto, más preferentemente de 0,1-100°C/minuto.

(c) Tratamiento térmico en campo magnético

A fin de tener anisotropía magnética inductiva, la aleación se somete preferentemente a tratamiento térmico en un campo magnético suficiente para su saturación. El campo magnético se puede aplicar durante un período completo o únicamente un determinado período del tratamiento térmico, que comprende la elevación de la temperatura, el mantenimiento de una temperatura constante y el enfriamiento, pero preferentemente se aplica a una temperatura de 200°C o mayor durante 20 minutos o más. Para obtener un ciclo de histéresis de corriente continua o corriente alterna con la forma deseada, se aplica preferentemente un campo magnético durante todo el tratamiento térmico a fin de impartir anisotropía magnética inductiva en una dirección. En el caso de un núcleo formado por la cinta de aleación, resulta preferente aplicar un campo magnético de 8 kAm^{-1} o mayor en la dirección de la anchura (dirección de la altura si se trata de un núcleo en forma de anillo), y aplicar un campo magnético de 80 Am^{-1} o mayor en la dirección longitudinal (dirección de la trayectoria magnética si se trata del núcleo en forma de anillo), aunque depende de la forma. Cuando se aplica un campo magnético en una dirección longitudinal de la cinta de aleación, la aleación magnética resultante tiene un ciclo de histéresis de corriente continua con una relación de perpendicularidad elevada. Cuando se aplica un campo magnético en una dirección de la anchura de la cinta de aleación, la aleación magnética resultante tiene un ciclo de histéresis de corriente continua con una relación de perpendicularidad baja. El campo magnético puede ser de corriente continua, de corriente alterna y de impulsos. El tratamiento térmico en un campo magnético produce una aleación magnética con unas pérdidas en el núcleo bajas.

(5) Tratamiento de superficie

La aleación magnética de la presente invención puede dotarse de una capa aislante mediante el recubrimiento o impregnación de SiO_2 , MgO , Al_2O_3 , etc., un tratamiento químico, una oxidación anódica, etc., si es necesario. Estos tratamientos disminuyen las corrientes parásitas a altas frecuencias, lo que reduce las pérdidas en el núcleo. Este efecto es particularmente notable para un núcleo formado por una cinta de aleación lisa y ancha.

[3] Piezas magnéticas

Las piezas magnéticas constituidas por la aleación magnética de la presente invención pueden utilizarse para reactores de corriente elevada, tales como reactores de ánodo, bobinas de inducción para filtros activos, bobinas de inducción de suavizado, varios transformadores, tales como transformadores de impulsos para la transmisión, piezas magnéticas de potencia de pulso para fuentes de potencia láser y aceleradores, núcleos de motores, núcleos de generadores, sensores magnéticos, sensores de corriente, núcleos de antena, piezas de reducción de ruido, tales como blindajes magnéticos y blindajes electromagnéticos, horquillas, etc.

La presente invención se describe con mayor detalle haciendo referencia a los siguientes ejemplos, sin intención de limitar el alcance de la misma.

Ejemplo 1

Una cinta de aleación (muestra 1-0) de 5 mm de anchura y $18 \mu\text{m}$ de espesor, obtenida a partir de una masa fundida de aleación con una composición representada por $\text{Fe}_{83,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$ (% atómico) mediante un método de

enfriamiento rápido por rodillo único, se sometió a tratamiento térmico a una velocidad de elevación de la temperatura de 50°C/minuto en las condiciones mostradas en la tabla 1 a fin de producir aleaciones magnéticas (muestras 1-1 a 1-8). Cada muestra se midió con respecto a la difracción de rayos X, la fracción en volumen de los granos de cristal y las propiedades magnéticas. Los resultados de las mediciones de las propiedades magnéticas se muestran en la tabla 1.

(1) Medición de la difracción de rayos X

La figura 1 muestra el patrón de difracción de rayos X de cada muestra. Aunque se observó difracción del Fe α en todas las condiciones de tratamiento térmico, se confirmó a partir de la semianchura de un pico de un plano (310) obtenido por la medición de la difracción de rayos X que no había ninguna deformación de la red. El diámetro medio de los cristales se determinó mediante la fórmula de Scherrer. Se observó un pico nítido particularmente cuando la temperatura del tratamiento térmico (temperatura máxima) T_A fue de 350°C o mayor. En la muestra 1-7 ($T_A = 390^\circ\text{C}$), por ejemplo, la semianchura de un pico de un plano (310) fue de aproximadamente 2° y el diámetro medio de los cristales fue de aproximadamente 24 nm.

(2) Fracción en volumen de granos de cristal

Se trazó una línea arbitraria (longitud: L_t) en una fotografía de TEM de cada muestra para determinar la longitud total L_c de las porciones que cruzaban los granos de cristal, y se consideró el cociente L_c/L_t como la fracción en volumen de los granos de cristal. De este modo se encontró que los granos de cristal con un diámetro medio de 60 nm o menor estaban dispersados en una relación en volumen del 50% o mayor en una fase amorfa en cada muestra.

(3) Medición de las propiedades magnéticas

En cada muestra se cortó una placa de 12 cm de longitud y se midieron sus propiedades magnéticas mediante un trazador B-H. La figura 2 muestra la curva B-H de cada muestra. Una temperatura de tratamiento térmico mayor proporcionó una mejor resistencia a la saturación, lo que resulta en una mayor B_{8000} . La B_{8000} fue de 1,80 T o más a una temperatura de tratamiento térmico T_A de 350°C o mayor. La tabla 1 muestra las condiciones de tratamiento térmico, la coercitividad H_c , la densidad de flujo magnético residual B_r , las densidades de flujo magnético B_{80} y B_{8000} a 80 A/m y 8.000 A/m, y la permeabilidad máxima μ_m de cada muestra. El tratamiento térmico cambió la coercitividad H_c aproximadamente de 7,8 A/m a entre 7 y 10 A/m. El tratamiento térmico a $T_A = 390^\circ\text{C}$ durante 1,5 horas proporcionó a la muestra 1-7 una coercitividad H_c de 7,0 A/m. La muestra 1-7 tenía una B_{8000} de 1,82 T. El tratamiento térmico en un campo magnético aumentó la permeabilidad máxima μ_m .

Tabla 1

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Condiciones de tratamiento térmico			H_c (A/m)	B_r (T)	B_{80} (T)	B_{8000} (T)	μ_m (10^3)
		Temp. (°C)	Tiempo (h)	Campo magnético					
1-0*	$\text{Fe}_{83,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$	-	-	-	7,8	0,67	0,80	1,60	10
1-1	$\text{Fe}_{83,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$	310	3,50	Sí	13,1	0,83	0,95	1,71	24
1-2	$\text{Fe}_{83,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$	330	3,50	Sí	9,0	0,93	1,06	1,80	45
1-3	$\text{Fe}_{83,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$	350	1,00	No	9,4	0,91	1,06	1,83	31
1-4	$\text{Fe}_{83,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$	350	1,00	Sí	8,8	0,92	1,09	1,79	48
1-5	$\text{Fe}_{83,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$	350	3,00	No	13,8	0,92	1,17	1,82	26
1-6	$\text{Fe}_{85,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$	370	1,50	Sí	7,9	1,04	1,28	1,81	79
1-7	$\text{Fe}_{83,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$	390	1,50	No	7,0	1,29	1,52	1,82	60
1-8	$\text{Fe}_{83,72}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$	400	1,50	Sí	9,8	1,41	1,54	1,81	71

Nota: * Antes del tratamiento térmico.

La figura 3 muestra los resultados de calorimetría diferencial de barrido (velocidad de elevación de la temperatura: 1°C/minuto) de la aleación magnética (a) de la muestra 1-0 (composición: $\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Cu}_{1,5}\text{B}_{14,78}$) y una aleación amorfa $\text{Fe}_{85}\text{B}_{15}$ (b). En la aleación magnética (a) de la muestra 1-0, se observó un pico ancho de generación de calor en una región de temperatura baja y apareció un pico agudo de generación de calor por la precipitación de un compuesto de Fe-B en una región de temperatura alta. Se trata de un patrón típico de generación de calor de la aleación magnética blanda de la presente invención. Se considera que la precipitación y el crecimiento de cristales finos se produjeron en un amplio intervalo de temperaturas bajas, en el que apareció un pico ancho de generación de calor. En consecuencia, se formaron pequeños granos de cristal con una distribución de diámetros estrecha, lo que contribuyó a reducir la coercitividad de la aleación magnética blanda y a mejorar su densidad de flujo magnético de saturación. Sin embargo, en la aleación amorfa $\text{Fe}_{85}\text{B}_{15}$ (b), tuvo lugar una cristalización rápida en una región de temperatura baja, en la que apareció un pico de generación de calor ligeramente ancho, lo que dio lugar a granos de cristal gruesos y a una distribución de diámetros amplia, que resulta desventajosa para las propiedades magnéticas blandas.

Ejemplo 2

Una cinta de aleación (muestra 2-0) de 5 mm de anchura y 18 µm de espesor, obtenida a partir de una masa fundida de aleación con una composición representada por $Fe_{82,72}Ni_1Cu_{1,5}B_{14,78}$ (% atómico) mediante un método de enfriamiento rápido por rodillo único, se sometió a tratamiento térmico a una velocidad de elevación de la temperatura de 50°C/minuto en las condiciones mostradas en la tabla 2 a fin de producir las aleaciones magnéticas de las muestras 2-1 a 2-4. Cada muestra se midió con respecto a la difracción de rayos X y las propiedades magnéticas. Los resultados de las mediciones de las propiedades magnéticas se muestran en la tabla 2.

La figura 4 muestra el patrón de difracción de rayos X de cada muestra. Cuando la temperatura de tratamiento térmico T_A fue baja, se dio un patrón de difracción en el que un halo debido a la fase amorfa y los picos debidos a los granos de cristal con una estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc) se superponían, pero a medida que se elevó la T_A , la fase amorfa disminuyó y predominaron los picos de los granos de cristal. El diámetro medio de los cristales, determinado a partir de la semianchura de un pico de un plano (310) (= aproximadamente 1,5 μ) fue de aproximadamente 32 nm, ligeramente mayor que el de la aleación magnética ($Fe_{83,72}Cu_{1,5}B_{14,78}$) del ejemplo 1, que no contenía Ni.

En la figura 5 se muestran las curvas de B-H de cada muestra, determinadas de la misma manera que en el ejemplo 1. La tabla 2 muestra las condiciones de tratamiento térmico y las propiedades magnéticas de cada muestra. A medida que se elevó la temperatura de tratamiento térmico T_A , la densidad de flujo magnético de saturación (B_{8000}) aumentó. La mejor resistencia a la saturación se obtuvo particularmente a una temperatura de tratamiento térmico de 390°C (muestra 2-3). La muestra 2-3 también tenía una B_{80} grande (máximo de 1,54 T), con un buen aumento de la densidad de flujo magnético en un campo magnético débil. La coercitividad H_c era relativamente de sólo aproximadamente 7,8 A/m en un amplio intervalo de temperaturas de tratamiento térmico de 370-390°C. La cinta de aleación del ejemplo 2 era más resistente a la rotura durante la producción que la del ejemplo 1, que no contenía Ni. Esto parece ser debido al hecho de que era más probable que la composición del ejemplo 2 se hiciera amorfa. Dado que el Ni se disuelve en Fe y en Cu, la adición de Ni parece resultar eficaz para mejorar la estabilidad térmica de las propiedades magnéticas.

Tabla 2

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Condiciones de tratamiento térmico			H_c (A/m)	B_r (T)	B_{80} (T)	B_{8000} (T)	μ_m (10^3)
		Temp. (°C)	Tiempo (h)	Campo magnético					
2-0*	$Fe_{82,72}Ni_1Cu_{1,5}B_{14,78}$	-	-	-	10,5	0,49	0,68	1,62	8
2-1	$Fe_{82,72}Ni_1Cu_{1,5}B_{14,78}$	370	1,50	Sí	7,9	1,06	1,28	1,83	66
2-2	$Fe_{82,72}Ni_1Cu_{1,5}B_{14,78}$	380	1,50	Sí	7,7	1,30	1,54	1,84	69
2-3	$Fe_{82,72}Ni_1Cu_{1,5}B_{14,78}$	390	1,50	No	7,8	1,33	1,52	1,84	66
2-4	$Fe_{82,72}Ni_1Cu_{1,5}B_{14,78}$	410	0,50	Sí	8,8	1,32	1,53	1,85	68

Nota: * Antes del tratamiento térmico.

Ejemplo 3

Una cinta de aleación de 5 mm de anchura y 20 µm de espesor (muestra 3-0) obtenida a partir de una masa fundida de aleación con una composición representada por $Fe_{83,5}Cu_{1,25}Si_1B_{14,25}$ (% atómico) mediante un método de enfriamiento rápido por rodillo único en atmósfera, se sometió a tratamiento térmico a una velocidad de elevación de la temperatura de 50°C/minuto en las condiciones mostradas en la tabla 3 a fin de producir las aleaciones magnéticas de las muestras 3-1 y 3-2. De forma similar, la aleación magnética de la muestra 3-4 se produjo a partir de una cinta de aleación (muestra 3-3) con una composición representada por $Fe_{83,5}Cu_{1,25}B_{15,25}$, y la aleación magnética de la muestra 3-6 se produjo a partir de una cinta de aleación (muestra 3-5) con una composición representada por $Fe_{83,25}Cu_{1,5}Si_1B_{14,25}$. Cada muestra se midió con respecto a la difracción de rayos X, la fracción en volumen de los granos de cristal y las propiedades magnéticas. Los resultados de las mediciones de las propiedades magnéticas se muestran en la tabla 3.

La figura 6 muestra las curvas de B-H de las muestras 3-1 y 3-2. B_{8000} , que aumentó a medida que se elevó la temperatura de tratamiento térmico T_A , fue de 1,85 T a una T_A de 410°C (muestra 3-2), mayor que la de cada muestra del ejemplo 1 con una composición representada por $Fe_{83,5}Cu_{1,25}B_{15,25}$. Esto indica que la aleación magnética con una composición representada por $Fe_{83,5}Cu_{1,25}Si_1B_{14,25}$ tenía una mejor resistencia a la saturación.

La figura 7 muestra la curva B-H de cada muestra en un campo magnético débil. Se encontró que B_{80} aumentaba a medida que se elevaba la temperatura de tratamiento térmico. A una temperatura de tratamiento térmico T_A de 410°C (muestra 3-2), B_{80} fue de 1,65 T, la coercitividad H_c fue de sólo 8,6 A/m y la relación B_r/B_{80} (B_r : densidad de

flujo magnético residual) fue de aproximadamente el 90%. Todas las muestras 3-1 y 3-2 contenían el 50% o más en volumen de granos de cristal con un diámetro medio de 60 nm o menos en una fase amorfa.

5 La aleación magnética ($Fe_{83,5}Cu_{1,25}B_{15,25}$) de la muestra 3-4, que no contenía Si, tenía una coercitividad H_c que alcanzaba aproximadamente 16,4 A/m, siendo más pobre en propiedades magnéticas blandas que las de las muestras 3-1 y 3-2, que contenían Si.

Tabla 3

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Condiciones de tratamiento térmico			H_c (A/m)	B_r (T)	B_{80} (T)	B_{8000} (T)	μ_m (10^3)
		Temp (°C)	Tiempo (h)	Campo magnético					
3-0*	$Fe_{8,35}Cu_{1,25}Si_1B_{14,25}$	-	-	-	13,0	0,34	0,64	1,64	2
3-1	$Fe_{83,5}Cu_{1,25}Si_1B_{14,25}$	400	1,50	Sí	9,8	1,36	1,60	1,84	67
3-2	$Fe_{83,5}Cu_{1,25}Si_1B_{14,25}$	410	0,75	Sí	8,6	1,49	1,65	1,85	67
3-3*	$Fe_{83,5}Cu_{1,25}B_{15,25}$	-	-	-	28,5	0,67	0,85	1,79	12
3-4	$Fe_{83,5}Cu_{1,25}B_{15,25}$	390	1,00	No	16,4	1,14	1,39	1,80	26
3-5*	$Fe_{83,25}Cu_{1,5}Si_1B_{14,25}$	-	-	-	20,3	0,39	0,54	1,60	3
3-6	$Fe_{83,25}Cu_{1,5}B_{14,25}$	400	1,50	Sí	7,2	1,11	1,46	1,82	57

Nota: * Antes del tratamiento térmico.

10 Los resultados de la evaluación de la conformabilidad de la cinta y las propiedades magnéticas blandas de aleaciones magnéticas con la misma composición, excepto por la presencia de Si, se muestran en la tabla 4. Se puso de manifiesto que las aleaciones magnéticas que contienen Si ($Fe_{83,5}Cu_{1,25}Si_1B_{14,25}$ y $Fe_{83,25}Cu_{1,5}Si_{1,5}B_{14,25}$) tenían una mejor conformabilidad de la cinta y mejores propiedades magnéticas blandas. Esto parece deberse al hecho de que la inclusión de Si mejoró la conformabilidad de una fase amorfa.

Tabla 4

Composición de la aleación (% atómico)	Conformabilidad de la cinta	Propiedades magnéticas blandas
$Fe_{83,5}Cu_{1,25}B_{15,25}$	Excelente	Buenas
$Fe_{83,5}Cu_{1,25}Si_1B_{14,25}$	Excelente	Excelentes
$Fe_{83,25}Cu_{1,5}B_{15,25}$	Buena	Buenas
$Fe_{83,25}Cu_{1,5}Si_{1,5}B_{14,25}$	Excelente	Excelentes

20 Ejemplo 4

Se sometieron a tratamiento térmico cintas de aleación de 5 mm de anchura y 18-22 μm de espesor obtenidas por un procedimiento de enfriamiento rápido de rodillo único a partir de cuatro tipos de masa fundida de aleación representados por la fórmula general $(Fe_{0,85}B_{0,15})_{100-x}Cu_x$ (% atómico), donde la concentración x de Cu era 0,0, 0,5, 1,0 y 1,5, respectivamente, en condiciones correspondientes a una velocidad de elevación de la temperatura de 50°C/minuto, una temperatura máxima de 350°C y un tiempo de mantenimiento de 1 hora sin campo magnético. Se midieron la difracción de rayos X y las propiedades magnéticas de cada una de las aleaciones magnéticas resultantes de la misma manera que en el ejemplo 1. La figura 8 muestra los patrones de difracción de rayos X. En la figura, "rodillo" se refiere a la cara de rodillo de una cinta, y "libre" se refiere a la cara de superficie libre de un rodillo. Aunque se observó una intensidad de pico ligeramente mayor en la cara de superficie libre, no se observó ninguna diferencia en la semianchura. A medida que aumentó la concentración x de Cu, el halo de la fase amorfa disminuyó y los picos de los cristales bcc se hicieron más nítidos. La aleación magnética con una concentración x de Cu de 1,5 tenía un diámetro medio de los cristales de aproximadamente 24 nm. La comparación de las aleaciones magnéticas con una x de 1,0 y 1,5, en las que se observaron claramente los picos de fase bcc, indica que se obtuvo un pico más ancho para x = 1,5 y que el diámetro medio de los granos de cristal para x = 1,5 fue aproximadamente la mitad que para x = 1,0.

La figura 9 muestra la curva B-H. Cuando x = 0,0, la coercitividad H_c fue de aproximadamente 400 A/m, y la densidad de flujo magnético de saturación B_{8000} fue de 1,63 T, pero el diámetro de los granos de cristal no aumentó con x, lo que provocó la disminución de H_c y el aumento de B_{8000} . Cuando x = 1,5, H_c fue aproximadamente de 10 A/m y B_{8000} fue aproximadamente de 1,80 T. Se observó que la adición de Cu reducía el diámetro de los granos de cristal y disminuía la coercitividad incluso en una aleación con una concentración de Fe del 80% o mayor.

45 Ejemplo 5

Una cinta de aleación de 5 mm de anchura y 19-25 μm de espesor obtenida a partir de una masa fundida de aleación con la composición indicada en la tabla 5 mediante un método de enfriamiento rápido por rodillo único, se

sometió a tratamiento térmico en las condiciones de una velocidad de elevación de la temperatura de 50°C/minuto, una temperatura máxima de 410°C y 420°C, y un tiempo o de mantenimiento de 1 hora sin campo magnético, a fin de producir las aleaciones magnéticas de las muestras 5-1 a 5-4. La tabla 5 muestra las condiciones de tratamiento térmico y las propiedades magnéticas de estas muestras. Todas las muestras tenían una B_{80} alta, una buena relación de perpendicularidad (B_r/B_{80}), del 90% o más, una permeabilidad máxima μ_m extremadamente alta, una temperatura de cristalización elevada y una buena conformabilidad de la fase amorfa. Esto indica que cantidades mayores de elementos metaloides, tales como B y Si, conducen a mejores propiedades magnéticas blandas. En todas las muestras, el 50% o más en volumen de los granos de cristal con un diámetro medio de 60 nm o menos estaban dispersados en una fase amorfa.

Tabla 5

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Condiciones de tratamiento térmico		Hc (A/m)	B _r (T)	B ₈₀ (T)	B ₈₀₀₀ (T)	μ_m (10 ³)
		Temp. (K)	Tiempo (h)					
5-1	Fe _{81,75} Cu _{1,25} Si ₂ B ₁₅	410	1,50	10,3	1,51	1,59	1,83	75
5-2	Fe _{81,75} Cu _{1,25} Si ₃ B ₁₄	410	1,50	8,0	1,53	1,64	1,83	101
5-3	Fe _{82,82} Cu _{1,25} Si _{1,76} B _{14,17}	420	1,50	9,9	1,51	1,61	1,80	79
5-4	Fe _{82,72} Cu _{1,35} Si _{1,76} B _{14,17}	420	1,50	6,5	1,60	1,66	1,85	108

Ejemplo 6

Una cinta de aleación de 5 mm de anchura y 19-25 μ m de espesor obtenida a partir de una masa fundida de aleación con la composición indicada en la tabla 6 mediante un método de enfriamiento rápido por rodillo único, se sometió a tratamiento térmico en las condiciones de una velocidad de elevación de la temperatura de 50°C/minuto, una temperatura máxima de 410°C, y un tiempo de mantenimiento de 1 hora sin campo magnético, a fin de producir las aleaciones magnéticas de las muestras 6-1 a 6-30. La tabla 6 muestra el espesor y las propiedades magnéticas de estas muestras. Todas las muestras tenían una B_{8000} de 1,7 T o más y una permeabilidad máxima μ_m de hasta 30.000 o más, lo que indica unas buenas propiedades magnéticas blandas. Se observó que la cantidad óptima de Cu cambiaba al cambiar el contenido del elemento metaloide. Además, el aumento de los elementos metaloides facilitaba la producción de una cinta gruesa. En todas las muestras, el 50% o más en volumen de los granos de cristal con un diámetro medio de 60 nm o menos estaban dispersados en una fase amorfa.

Tabla 6

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Espesor (μ m)	B ₈₀₀₀ (T)	B ₈₀ (T)	Hc (A/m)	μ_m (10 ³)
6-1	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₄ B ₁₂	19,9	1,81	1,57	15,8	41
6-2	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₄ B ₁₂	16,0	1,81	1,67	7,6	121
6-3	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₅ B ₁₂	17,0	1,78	1,65	7,8	92
6-4	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₆ B ₁₂	17,3	1,76	1,64	9,9	80
6-5	Fe _{bal.} Cu _{1,55} Si ₇ B ₁₂	16,8	1,75	1,62	9,8	74
6-6	Fe _{bal.} Cu _{1,6} Si ₈ B ₁₂	17,3	1,74	1,60	8,2	75
6-7	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₃ B ₁₃	21,0	1,84	1,67	7,9	96
6-8	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₄ B ₁₃	21,2	1,82	1,66	6,6	100
6-9	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₅ B ₁₃	17,2	1,79	1,67	6,2	127
6-10	Fe _{bal.} Cu _{1,6} Si ₇ B ₁₃	19,3	1,74	1,60	5,8	130
6-11	Fe _{bal.} Cu _{1,6} Si ₈ B ₁₃	18,8	1,71	1,58	6,9	62
6-12	Fe _{bal.} Cu _{1,6} Si ₉ B ₁₃	19,7	1,70	1,27	5,8	61
6-13	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₄	18,0	1,85	1,71	6,5	120
6-14	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₃ B ₁₄	20,8	1,81	1,64	8,0	100
6-15	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₄ B ₁₄	21,8	1,77	1,62	7,1	109
6-16	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₄ B ₁₄	20,0	1,79	1,61	5,7	97
6-17	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₅ B ₁₄	17,3	1,79	1,63	8,8	105
6-18	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₆ B ₁₄	18,4	1,74	1,54	6,4	80
6-19	Fe _{bal.} Cu _{1,25} B ₁₅	16,2	1,83	1,41	8,0	72
6-20	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₅	16,1	1,84	1,67	8,8	98
6-21	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₃ B ₁₅	19,3	1,79	1,62	7,1	100
6-22	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₃ B ₁₅	16,5	1,79	1,68	5,2	66
6-23	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₄ B ₁₅	21,7	1,79	1,65	6,8	117
6-24	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₅ B ₁₅	17,6	1,74	1,45	9,6	66
6-25	Fe _{bal.} Cu _{1,6} Si ₆ B ₁₅	19,5	1,70	1,55	8,2	63
6-26	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₂ B ₁₆	21,5	1,77	1,59	9,7	60

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Espesor (µm)	B ₈₀₀₀ (T)	B ₈₀ (T)	Hc (A/m)	µ _m (10 ³)
6-27	Fe _{bal} .Cu _{1,35} Si ₃ B ₁₆	19,9	1,76	1,60	16,6	45
6-28	Fe _{bal} .Cu _{1,6} Si ₅ B ₁₆	19,3	1,70	1,52	9,5	51
6-29	Fe _{bal} .Cu _{1,5} Si ₂ B ₁₈	21,3	1,71	1,37	13,6	33
6-30	Fe _{bal} .Cu _{1,6} Si ₂ B ₂₀	21,5	1,70	1,48	14,6	46

Las muestras 6-26 a 6-30 son ejemplos comparativos.

Ejemplo 7

5 Una cinta de aleación obtenida a partir de una masa fundida de aleación con la composición Fe_{bal}.Cu_{1,5}Si_zB_y mediante un método de enfriamiento rápido de rodillo único se trató térmicamente a las temperaturas máximas cambiadas en las condiciones de una velocidad de elevación de la temperatura de 50°C/minuto y un tiempo de mantenimiento de 1 hora sin campo magnético. Un intervalo de temperaturas de tratamiento térmico dentro de un aumento del 5% de la coercitividad Hc más baja se consideró como el intervalo óptimo de temperaturas de tratamiento térmico.

10 La tabla 7 muestra el intervalo óptimo de temperaturas de tratamiento térmico para obtener aleaciones con densidades de flujo magnético de saturación B de 1,7 T o más. Una temperatura de tratamiento térmico más alta provoca la precipitación de una mayor cantidad de granos de cristal finos, lo que da lugar a una densidad de flujo magnético mayor y a una resistencia a la saturación y una perpendicularidad mejores. La coercitividad Hc tendió a aumentar a medida que precipitaba el compuesto de Fe-B con una gran anisotropía magnética cristalina. Cuanto mayor es la cantidad de B, más fácilmente precipita el compuesto de Fe-B a bajas temperaturas. Dado que el Si elimina la precipitación del compuesto de Fe-B, resulta preferente añadir Si para obtener una coercitividad baja.

Tabla 7

Intervalo de temperatura de tratamiento térmico óptimo (°C)

20

Si \ B	12	13	14	15	16	17	18	19	20
0	-*	-	-	370-390	370-390	370-390	-	-	-
1	-	-	390-410	390-410	390-410	390-410	-	-	-
2	-	-	410-430	410-430	410-430	410-420	410-420	410-420	410-420
3	-	410-430	410-430	410-430	410-430	410-430	-	-	-
4	410-430	410-430	410-430	410-430	410-430	-	-	-	-
5	410-430	410-430	410-430	410-430	-	-	-	-	-
6	410-440	410-440	410-440	410-430	-	-	-	-	-
7	410-440	410-440	410-440	-	-	-	-	-	-
8	410-440	410-440	410-440	-	-	-	-	-	-
9	-	410-440	-	-	-	-	-	-	-

Nota: * No medido

25 Columnas B: 16 a 20 son ejemplos comparativos

Ejemplo 8

30 Unas cintas de aleación de 5 mm de anchura y 18-22 µm de espesor, obtenidas a partir de masas fundidas de aleación de Fe-Cu-B que contenían P o C y con la composición indicada en la tabla 8 mediante un método de enfriamiento rápido por rodillo único, se sometieron a tratamiento térmico en las condiciones de una velocidad de elevación de la temperatura de 50°C/minuto, temperaturas máximas de 370°C y 390°C, y un tiempo de mantenimiento de 1 hora sin campo magnético, a fin de producir las aleaciones magnéticas de las muestras 8-1 a 8-4. La tabla 8 muestra el espesor y las propiedades magnéticas de estas muestras. Todas las muestras tenían una B₈₀₀₀ mayor de 1,7 T y una permeabilidad máxima µ_m mayor de 30.000 o más, lo que indica unas buenas propiedades magnéticas blandas. El P y el C mejoran la conformabilidad de la fase amorfa y la tenacidad de la cinta. En todas las muestras, el 50% o más en volumen de los granos de cristal con un diámetro medio de 60 nm o menos estaban dispersados en una fase amorfa.

40

Tabla 8. Las muestras 8-1 y 8-3 son ejemplos comparativos.

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Espesor (µm)	T _A (°C)	B ₈₀₀₀ (T)	B ₈₀ (T)	Hc (A/m)	µ _m (10 ³)
8-1	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₆ P ₁	21,5	370	1,71	1,06	12,2	38
8-2	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ P ₃	19,7	370	1,73	1,28	8,2	60
8-3	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₆ C ₁	18,2	390	1,74	1,27	13,8	38

8-4	Fe _{bal.} Cu _{1,35} B ₁₄ C ₃	17,9	390	1,73	1,30	17,5	40
-----	--	------	-----	------	------	------	----

Ejemplo 9

Unas cintas de aleación de 5 mm de anchura y 20 μm de espesor, obtenidas a partir de masas fundidas de aleación de Fe-Cu-Si-B que contenían P, C o Ga y con la composición indicada en la tabla 9 mediante un método de enfriamiento rápido por rodillo único, se sometieron a tratamiento térmico en las condiciones de una velocidad de elevación de la temperatura de 50°C/minuto, temperaturas máximas de 410°C y 430°C, y un tiempo de mantenimiento de 1 hora sin campo magnético, a fin de producir las aleaciones magnéticas de las muestras 9-1 a 9-5. La tabla 9 muestra el espesor, la temperatura máxima y las propiedades magnéticas de estas muestras. Todas las muestras tenían una B_{8000} mayor de 1,7 T y una permeabilidad máxima μ_m de 100.000 o más, lo que indica unas buenas propiedades magnéticas blandas. La inclusión de P o C para mejorar la conformabilidad de la fase amorfa hizo posible la producción de cintas más gruesas y tenaces que la cinta de 18,0 μm de espesor de la aleación (Fe_{bal.}Cu_{1,35}Si₂B₁₄) de la muestra 6-13, que tenía la misma composición, excepto por la ausencia de P y C. El Ga parece tener el efecto de reducir la coercitividad. En todas las muestras, el 50% o más en volumen de los granos de cristal con un diámetro medio de 60 nm o menos estaban dispersados en una fase amorfa.

Tabla 9

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Espesor (μm)	T _A (°C)	B ₈₀₀₀ (T)	B ₈₀ (T)	Hc (A/m)	μ_m (10 ³)
9-1	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₄ P ₁	19,7	430	1,81	1,65	9,5	101
9-2	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si _{1,2} B ₁₂ P ₂	20,4	410	1,81	1,68	8,4	102
9-3	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₄ C ¹	22,0	430	1,81	1,64	7,2	120
9-4	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₄ Ga ₁	20,1	410	1,82	1,62	5,9	101
9-5	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₃ B ₁₄ Ga ₁	18,1	410	1,82	1,68	6,1	100

Ejemplo 10

Unas cintas de aleación de 5 mm de anchura y 20 μm de espesor, obtenidas a partir de masas fundidas de aleación de Fe-Cu-Si-B que contenían Ni, Co o Mn y con la composición indicada en la tabla 10 mediante un método de enfriamiento rápido por rodillo único, se sometieron a tratamiento térmico en las condiciones de una velocidad de elevación de la temperatura de 50°C/minuto, una temperatura máxima de 410°C y un tiempo de mantenimiento de 1 hora sin campo magnético, a fin de producir las aleaciones magnéticas de las muestras 10-1 a 10-5. La tabla 10 muestra el espesor, la temperatura máxima y las propiedades magnéticas de estas muestras. La sustitución del Fe por Ni mejoró la conformabilidad de la fase amorfa, facilitando la producción de cintas más gruesas que la cinta de 18,0 μm de espesor de la aleación (Fe_{bal.}Cu_{1,35}Si₂B₁₄) de la muestra 6-13, que tenía la misma composición, excepto por el Ni. En todas las muestras, el 50% o más en volumen de los granos de cristal con un diámetro medio de 60 nm o menos estaban dispersados en una fase amorfa.

Tabla 10

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Espesor (μm)	T _A (°C)	B ₈₀₀₀ (T)	B ₈₀ (T)	Hc (A/m)	μ_m (10 ³)
10-1	Fe _{bal.} Ni ₁ Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₄	20,0	410	1,83	1,62	9,5	64
10-2	Fe _{bal.} Ni ₂ Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₄	20,2	410	1,81	1,63	8,4	79
10-3	Fe _{bal.} Co ₁ Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₄	20,1	410	1,85	1,70	6,8	99
10-4	Fe _{bal.} Co ₂ Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₄	21,2	410	1,87	1,71	7,4	101
10-5	Fe _{bal.} Mn ₂ Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₄	20,5	410	1,79	1,61	8,0	70

Ejemplo 11

Unas cintas de aleación de 5 mm de anchura y 20-25 μm de espesor, obtenidas a partir de masas fundidas de aleación de Fe-Cu-B o Fe-Cu-Si-B que contenían Nb y con la composición indicada en la tabla 11 mediante un método de enfriamiento rápido por rodillo único, se sometieron a tratamiento térmico en las condiciones de una velocidad de elevación de la temperatura de 50°C/minuto, una temperatura máxima de 410°C y el tiempo de mantenimiento indicado en la tabla 11 sin campo magnético, a fin de producir las aleaciones magnéticas de las muestras 11-1 a 11-4. La tabla 11 muestra las condiciones de tratamiento térmico y las propiedades magnéticas de estas muestras. Todas las muestras tenían una buena relación de perpendicularidad (B_r/B_{80}). Incluso con la adición de una pequeña cantidad de Nb, un elemento utilizado para acelerar la formación de granos nanocristalinos, mejoró la conformabilidad de la cinta. En todas las muestras, el 50% o más en volumen de los granos de cristal con un diámetro medio de 60 nm o menos estaban dispersados en una fase amorfa.

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Condiciones de tratamiento térmico		Hc (A/m)	B _r (T)	B ₈₀ (T)	B ₈₀₀₀ (T)	μ _m (10 ³)
		Temp. (K)	Tiempo (h)					
11-1	Fe _{82,25} Cu _{1,25} Nb _{0,5} Si ₂ B ₁₄	410	1,50	13,2	1,42	1,51	1,74	59
11-2	Fe _{81,75} Cu _{1,25} Nb ₁ Si ₂ B ₁₄	410	1,50	10,7	-1,13	1,43	1,74	45
11-3	Fe _{82,25} Cu _{1,25} Nb _{0,5} B ₁₆	410	0,75	10,1	1,22	1,44	1,73	70
11-4	Fe _{81,75} Cu _{1,25} Nb ₁ B ₁₆	410	1,50	9,0	1,26	1,51	1,75	77

Las muestras 11-3 y 11-4 son ejemplos comparativos.

Ejemplo 13

5 Unas cintas de aleación de 5 mm de anchura y 17-25 μm de espesor, obtenidas a partir de masas fundidas de aleación con las composiciones indicadas en la tabla 12 mediante un método de enfriamiento rápido de rodillo único, se calentaron rápidamente a una velocidad media de elevación de la temperatura 100°C/minuto o de 200°C/minuto hasta la temperatura máxima de 450-480°C, que era mayor que la temperatura óptima en el tratamiento térmico de 1 hora, se mantuvieron a dicha temperatura durante 2-10 minutos y se enfriaron rápidamente a temperatura ambiente, obteniéndose las aleaciones magnéticas de las muestras 13-1 a 13-33. La velocidad de elevación de la temperatura a 350°C o más fue de aproximadamente 170°C/minuto. La tabla 12 muestra las condiciones de tratamiento térmico, el espesor y las propiedades magnéticas de estas muestras.

15 Todas las muestras tenían una B₈₀₀₀ de 1,7 T o más. La figura 10 muestra las curvas de B-H de la muestra 13-19 (velocidad de elevación de la temperatura: 200°C/minuto) y la muestra 13-20 (velocidad de elevación de la temperatura: 100°C/minuto), ambas con la composición Fe_{bal}.Cu_{1,5}Si₄B₁₄. Se puso de manifiesto que incluso una aleación con la misma composición se volvía diferente en una curva de B-H, y mostraba una mayor permeabilidad máxima y una drástica reducción de las pérdidas de histéresis cuando se elevaba la velocidad de elevación de la temperatura. Esto parece deberse al hecho de que el calentamiento rápido forma núcleos cristalinos uniformemente, lo que reduce el porcentaje de la fase amorfa restante. El calentamiento rápido también expande el intervalo de composición en el que B₈₀₀₀ es de 1,70 T o más. En consecuencia, resulta eficaz cambiar el patrón de tratamiento térmico dependiendo de las aplicaciones y del entorno de tratamiento térmico. Particularmente para aleaciones que contienen una pequeña cantidad de Cu o que contienen el 5% atómico o más de Si, este procedimiento de tratamiento térmico es eficaz para reducir la Hc. Este procedimiento de tratamiento térmico hace disminuir deseablemente la Hc y hace aumentar la B₈₀ en aleaciones que contienen P. Lo mismo ocurre en las aleaciones que contienen C o Ga. En todas las muestras, el 50% o más en volumen de los granos de cristal con un diámetro medio de 60 nm o menos estaban dispersados en una fase amorfa.

Tabla 12

Muestra n.º	Composición (% atómico)	T _A (°C)	Velocidad ⁽¹⁾ (°C/minuto)	Espesor (μm)	B ₈₀₀₀ (T)	B ₈₀ (T)	Hc (A/m)	μ _m (10 ³)
13-1	Fe _{bal} .Cu _{1,3} Si ₆ B ₁₂	450	200	20,9	1,78	1,64	15,8	34
13-2	Fe _{bal} .Cu _{1,3} Si ₆ B ₁₂	450	100	20,9	1,78	1,61	22,3	30
13-3	Fe _{bal} .Cu _{1,3} Si ₈ B ₁₂	450	200	20,2	1,78	1,62	15,6	54
13-4	Fe _{bal} .Cu _{1,3} Si ₈ B ₁₂	450	100	20,2	1,78	1,52	20,7	45
13-5	Fe _{bal} .Cu _{1,3} Si ₈ B ₁₂	480	200	20,2	1,79	1,63	10,0	62
13-6	Fe _{bal} .Cu _{1,0} Si ₂ B ₁₄	450	200	18,0	1,84	1,70	23,0	27
13-7	Fe _{bal} .Cu _{1,5} Si ₆ B ₁₂	450	200	17,2	1,78	1,68	9,6	64
13-8	Fe _{bal} .Cu _{1,5} Si ₅ B ₁₃	450	200	17,0	1,78	1,70	6,4	65
13-9	Fe _{bal} .Cu _{1,6} Si ₇ B ₁₃	450	200	18,2	1,74	1,64	4,6	80
13-10	Fe _{bal} .Cu _{1,6} Si ₇ B ₁₃	470	200	18,2	1,74	1,56	6,2	54
13-11	Fe _{bal} .Cu _{1,6} Si ₈ B ₁₃	450	200	18,4	1,72	1,57	5,9	65
13-12	Fe _{bal} .Cu _{1,6} Si ₈ B ₁₃	470	200	18,4	1,72	1,56	7,0	40
13-13	Fe _{bal} .Cu _{1,6} Si ₉ B ₁₃	450	200	19,6	1,70	1,45	9,9	68
13-14	Fe _{bal} .Cu _{1,6} Si ₉ B ₁₃	470	200	19,6	1,70	1,44	8,7	70
13-15	Fe _{bal} .Cu _{1,25} Si ₂ B ₁₄	450	200	24,1	1,87	1,65	14,8	46
13-16	Fe _{bal} .Cu _{1,25} Si ₃ B ₁₄	450	200	19,5	1,77	1,58	20,0	33
13-17	Fe _{bal} .Cu _{1,35} Si ₃ B ₁₄	450	200	24,7	1,82	1,61	8,7	49
13-18	Fe _{bal} .Cu _{1,35} Si ₃ B ₁₄	450	100	24,7	1,82	1,60	9,7	44
13-19	Fe _{bal} .Cu _{1,5} Si ₄ B ₁₄	450	200	19,5	1,84	1,63	6,7	56
13-20	Fe _{bal} .Cu _{1,5} Si ₄ B ₁₄	450	100	19,5	1,81	1,61	6,8	51
13-21	Fe _{bal} .Cu _{1,5} Si ₅ B ₁₄	450	200	17,4	1,76	1,52	8,2	43
13-22	Fe _{bal} .Cu _{1,6} Si ₆ B ₁₄	450	200	18,4	1,74	1,59	6,5	72
13-23	Fe _{bal} .Cu _{1,6} Si ₇ B ₁₄	450	200	19,2	1,72	1,57	8,0	45
13-24	Fe _{bal} .Cu _{1,6} Si ₉ B ₁₄	450	200	22,6	1,70	1,41	7,7	43

13-25	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₅ B ₁₅	450	200	17,6	1,73	1,51	8,8	55
13-26	Fe _{bal.} Cu _{1,6} Si ₆ B ₁₅	450	200	19,5	1,70	1,53	8,5	52
13-27	Fe _{bal.} Cu _{1,6} Si ₅ B ₁₆	450	200	19,3	1,70	1,53	9,6	51
13-28	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₄ P ₁	450	200	20,8	1,79	1,70	5,2	68
13-29	Fe _{bal.} Cu _{1,35} Si ₂ B ₁₂ P ₂	450	200	20,4	1,82	1,74	6,2	69
13-30	Fe _{bal.} Cu _{1,4} Si ₃ B ₁₂ P ₂	450	200	20,4	1,79	1,70	5,9	82
13-31	Fe _{bal.} Cu _{1,4} Si ₃ B ₁₃ P ₂	450	200	20,9	1,77	1,64	5,7	77
13-32	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₃ B ₁₃ P ₂	450	200	19,9	1,72	1,41	10,8	36
13-33	Fe _{bal.} Cu _{1,5} Si ₃ B ₁₄ P ₂	450	200	19,9	1,71	1,42	9,8	53

Nota: (1) Velocidad de elevación de la temperatura.

La muestra 13-6 es un ejemplo comparativo.

- 5 Las figuras 11 y 12 muestran, respectivamente, las curvas de B-H de la muestra 13-9 (composición: Fe_{bal.}Cu_{1,6}Si₇B₁₃) y la muestra 13-29 (composición: Fe_{bal.}Cu_{1,35}Si₂B₁₂P₂), que se midieron en un campo magnético máximo de 8.000 A/m y 80 A/m, respectivamente. La muestra 13-9 tenía una H_c pequeña y una buena resistencia a la saturación. La muestra 13-29 tenía una B₈₀ alta y una buena resistencia a la saturación. Estas curvas de B-H son típicas cuando se lleva a cabo un tratamiento térmico a alta temperatura durante un período corto.

10 Ejemplo 14

Se expulsó una masa fundida de aleación con una composición representada por Fe_{bal.}Cu_{1,35}B₁₄Si₂ (%atómico) a 1.250°C a través de una boquilla en forma de ranura hacia un rodillo de aleación de Cu-Be de 300 mm de diámetro exterior que giraba a una velocidad periférica de 30 m/s, a fin de producir una cinta de aleación de 5 mm de anchura y 18 µm de espesor. A partir de la medición de la difracción de rayos X y la observación al microscopio electrónico de transmisión (TEM), se determinó que los granos de cristal estaban dispersados en una fase amorfa de esta cinta de aleación. La figura 13 es una fotomicrografía electrónica de transmisión que muestra la microestructura de la cinta de aleación observada, y la figura 14 es una vista esquemática de la microestructura. A partir de la microestructura, resulta evidente que el 4,8% en volumen de los granos de cristal finos con un diámetro medio de aproximadamente 5,5 nm estaban dispersados en una fase amorfa.

Se dispuso un núcleo enrollado de 19 mm de diámetro exterior y 15 mm de diámetro interior, formado por la cinta de aleación, en un horno con atmósfera de nitrógeno, y se calentó desde la temperatura ambiente hasta 420°C a 7,5°C/minuto mientras se aplicaba un campo magnético de 240 kA/m en la dirección de la altura del núcleo enrollado. Tras mantenerse a 420°C durante 60 minutos, se enfrió a 200°C a una velocidad media de 1,2°C/minuto, se sacó del horno y se enfrió a temperatura ambiente, obteniéndose la muestra 14-1. La muestra 14-1 se midió con respecto a las propiedades magnéticas y la difracción de rayos X, y se observó con un microscopio electrónico de transmisión (TEM). Con respecto a la muestra 14-1 tras el tratamiento térmico, la figura 15 muestra el patrón de difracción de rayos X, la figura 16 muestra la microestructura de la cinta de aleación observada en un microscopio electrónico de transmisión y la figura 17 es una vista esquemática de la microestructura. A partir de la microestructura y del patrón de difracción de rayos X, resulta evidente que el 60% en volumen de los granos de cristal finos con una estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc) y un diámetro medio de aproximadamente 14 nm estaban dispersados en una fase amorfa. El análisis por EDX reveló que los granos de cristal tenían una composición a base de Fe.

La tabla 13 muestra la densidad de flujo magnético de saturación B, la coercitividad H_c, la permeabilidad inicial específica de corriente alterna µ_{1k} a 1 kHz, las pérdidas en el núcleo P_{cm} a 20 kHz y 0,2 T, y el diámetro medio de los cristales D de muestras obtenidas por tratamiento térmico de la muestra 14-1. Con fines comparativos, en la tabla 13 también se indican las propiedades magnéticas y los diámetros de los granos de cristal de una aleación (muestra 14-2) cristalizada por tratamiento térmico de una aleación completamente amorfa con una composición representada por Fe_{bal.}B₁₄Si₂ (% atómico), aleaciones magnéticas blandas nanocristalinas conocidas (muestras 14-3 y 14-4) obtenidas por tratamiento térmico de aleaciones amorfas con una composición representada por Fe_{bal.}Cu₁Nb₃Si_{13,5}B₉ y Fe_{bal.}Nb₇B₉ (% atómico), una aleación amorfa típica a base de Fe (muestra 14-5) con una composición representada por la aleación Fe_{bal.}B₁₃Si₉ (% atómico) y una cinta de acero al silicio (muestra 14-6) que contiene el 6,5% en masa de Si y tiene un espesor de 50 µm.

La densidad de flujo magnético de saturación B_s de la aleación magnética (muestra 14-1) de la presente invención fue de 1,85 T, más alta que la de las aleaciones nanocristalinas convencionales a base de Fe (muestras 14-3 y 14-4) y la aleación amorfa convencional a base de Fe (muestra 14-5). La aleación (muestra 14-2) cristalizada por tratamiento térmico de una aleación completamente amorfa tenía propiedades magnéticas blandas extremadamente pobres, con unas pérdidas en el núcleo P_{cm} extremadamente grandes. Dado que la muestra 14-1 de la presente invención tiene una mayor permeabilidad inicial específica de corriente alterna µ_{1k} a 1 kHz y unas pérdidas en el núcleo P_{cm} menores que los de la cinta de acero al silicio convencional (muestra 14-6), resulta adecuada para bobinas de inducción eléctrica, transformadores de alta frecuencia, etc.

55

Tabla 13

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Bs (T)	Hc (A/m)	μ_{1k}	Pcm (W/kg)	D (nm)
14-1	Fe _{bal.} Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₂	1,85	6,5	7.000	4,1	14
14-2*	Fe _{bal.} B ₁₄ Si ₂	1,80	800	20	-	60
14-3*	Fe _{bal.} Cu ₁ Nb ₃ Si _{13,5} B ₉ (Aleación nanocristalina)	1,24	0,5	120.000	2,1	12
14-4*	Fe _{bal.} Nb ₇ B ₉ (Aleación nanocristalina)	1,52	5,8	6.100	8,1	9
14-5*	Fe _{bal.} B ₁₃ Si ₉ (Aleación amorfa)	1,56	4,2	5.000	8,8	-
14-6*	Cinta de acero al silicio ⁽¹⁾	1,80	28	800	58	-

Nota: * Ejemplo comparativo.

⁽¹⁾ Cinta de acero al silicio que contiene el 6,5% en masa de Si.

5

La muestra 14-1 tenía una constante de magnetostricción de saturación λ_s de $+10 \times 10^{-6}$ a $+5 \times 10^{-6}$, menos de 1/2 de la λ_s de $+27 \times 10^{-6}$ de la aleación amorfa a base de Fe (muestra 14-4). Por consiguiente, incluso si se lleva a cabo una impregnación, una unión, etc., en la muestra 14-1, la misma está menos deteriorada en propiedades magnéticas blandas que la aleación amorfa a base de Fe, adecuada para núcleos cortados para bobinas de inducción eléctrica y núcleos de motor.

10

La evaluación puso de manifiesto que las bobinas de inducción formadas por la aleación magnética de la presente invención tenían mejores características de superposición de corriente continua que los núcleos de polvo y las bobinas de inducción de aleación amorfa a base de Fe, obteniéndose de este modo bobinas de inducción de mayor rendimiento.

15

Se midió un núcleo enrollado formado por la aleación magnética de la muestra 14-1 con respecto a las pérdidas en el núcleo Pcm por unidad de peso a 50 Hz. En la figura 18 se muestran las pérdidas en el núcleo Pcm en función de la densidad de flujo magnético B_m . A efectos comparativos, en la figura 18 también se muestran las pérdidas en el núcleo Pcm en función de la densidad de flujo magnético B_m con respecto a los núcleos formados por una placa convencional electromagnética de acero de grano orientado (muestra 14-6) y la aleación amorfa a base de Fe (muestra 14-5). Las pérdidas en el núcleo del núcleo enrollado de la muestra 14-1 eran del mismo nivel que las de la aleación amorfa a base de Fe (muestra 14-5), más bajas que las de la muestra 14-5 particularmente a 1,5 T o más, y no aumentaron rápidamente hasta aproximadamente 1,65 T. En consecuencia, el núcleo enrollado de la muestra 14-1 puede proporcionar transformadores, etc., que pueden funcionar a una densidad de flujo magnético mayor que la aleación amorfa convencional a base de Fe, lo que contribuye a la miniaturización de los transformadores, etc. Además, el núcleo enrollado de la muestra 14-1 muestra unas pérdidas en el núcleo, incluso en una región de densidades de flujo magnético altas, menores que las de la placa de acero electromagnético de grano orientado (muestra 14-6), de modo que puede funcionar con un consumo de energía extremadamente pequeño.

20

Con respecto a los núcleos enrollados formados por la aleación magnética de la muestra 14-1, la aleación amorfa a base de Fe (muestra 14-5) y la cinta de acero al silicio que contiene el 6,5% en masa de Si (muestra 14-6), en la figura 19 se muestran las pérdidas en el núcleo Pcm por unidad de peso a 0,2 T en función de la frecuencia. Al tener una densidad de flujo magnético de saturación mayor con unas pérdidas en el núcleo menores que la aleación amorfa a base de Fe (muestra 14-5), la aleación magnética de la muestra 14-1 es adecuada para núcleos de bobinas de inducción de reactores de alta frecuencia, transformadores, etc.

25

La permeabilidad inicial específica de corriente alterna de la aleación magnética de la muestra 14-1 era de 6.000 o más en un campo magnético de hasta 100 kHz, más alta que la de las muestras 14-5 y 14-6. En consecuencia, la aleación magnética de la muestra 14-1 es adecuada para bobinas de inducción, tales como bobinas de inducción de modo común, transformadores, tales como transformadores de impulsos, blindajes magnéticos, núcleos de antena, etc.

30

Ejemplo 15

35

Todas las masas fundidas de aleación con la composición indicada en la tabla 14 a 1.300°C se expulsaron hacia un rodillo de aleación de Cu-Be de 300 mm de diámetro exterior que giraba a una velocidad periférica de 32 m/s, a fin de producir una cinta de aleación de 5 mm de anchura y aproximadamente 21 μ m de espesor. La medición de difracción de rayos X y la observación en un TEM pusieron de manifiesto que el 30% en volumen o menos de los granos de cristal estaban dispersados en una fase amorfa en todas las cintas de aleación.

40

Un núcleo enrollado de 19 mm de diámetro exterior y 15 mm de diámetro interior formado por cada cinta de aleación se calentó desde la temperatura ambiente hasta 410°C a razón de 8,5°C/minuto en un horno con atmósfera de nitrógeno, se mantuvo a 410°C durante 60 minutos y a continuación se enfrió en aire a la temperatura ambiente.

La velocidad media de enfriamiento fue de 30°C/minuto o más. Las aleaciones magnéticas resultantes (muestras 15-1 a 15-33) se midieron con respecto a las propiedades magnéticas y la difracción de rayos X, y se observaron con un microscopio electrónico de transmisión. La observación de la microestructura de cualquier muestra mediante un microscopio electrónico de transmisión reveló que la misma estaba ocupada por el 30% o más en volumen de granos de cristal finos de una estructura cúbica centrada en el cuerpo con un diámetro medio de 60 nm o menos.

La tabla 14 muestra la densidad de flujo magnético de saturación Bs, la coercitividad Hc y las pérdidas en el núcleo Pcm a 20 kHz y 0,2 T de las muestras sometidas a tratamiento térmico 15-1 a 15-33. En la tabla 14 también se muestran a efectos comparativos las propiedades magnéticas de la muestra 15-34 (Fe_{bal}.B₆), no sometida a tratamiento térmico y ocupada al 100% por granos de cristal con diámetros de 100 nm o más, y aleaciones magnéticas blandas nanocristalinas convencionales (muestras 15-35 y 15-36), que eran completamente amorfas antes del tratamiento térmico. Se puso de manifiesto que las aleaciones magnéticas de la presente invención (muestras 15-1 a 15-33) tenían una densidad de flujo magnético de saturación Bs elevada, una coercitividad Hc baja y unas pérdidas en el núcleo Pcm bajas. Por otra parte, la muestra 15-34 tenía una Hc demasiado alta, de modo que no se pudo medir su Pcm. Las muestras 15-35 y 15-36 tenían una Bs de 1,24 T y 1,52 T, respectivamente, menores que las de las muestras 15-1 a 15-33 de la presente invención.

Tabla 14

Muestra n.º	Composición (% atómico)	Bs (T)	Hc (A/m)	Pcm (W/kg)
15-1	Fe _{bal} .Cu _{1,25} B ₁₅ Si ₁	1,81	56,4	7,8
15-2	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₅	1,79	28,9	6,9
15-3	Fe _{bal} .Cu _{1,2} B ₁₆	1,73	23,5	6,6
15-4	Fe _{bal} .Cu _{1,5} B ₁₂	1,81	15,8	6,5
15-5	Fe _{bal} .Cu _{1,0} Au _{0,25} B ₁₅ Si ₁	1,84	10,2	6,4
15-6	Fe _{bal} .Cu _{1,25} B ₁₅ Si ₁	1,84	8,8	6,3
15-7	Fe _{bal} .Cu _{1,25} B ₁₅ Si ₁	1,79	6,8	4,8
15-8	Fe _{bal} .Cu _{1,25} B ₁₅ Si ₁	1,85	6,5	4,1
15-9	Fe _{bal} .Ni ₂ Cu _{1,25} B ₁₄ Si ₂	1,81	6,5	4,2
15-10	Fe _{bal} .Co ₂ Cu _{1,25} B ₁₄ Si ₂	1,82	6,8	4,7
15-11	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Al _{0,5}	1,80	8,5	6,1
15-12	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ P _{0,5}	1,79	8,0	5,8
15-13	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Ge _{0,5}	1,80	7,9	5,3
15-14	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ C _{0,5}	1,80	8,5	6,2
15-15	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Au _{0,5}	1,81	7,0	4,4
15-16	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Pt _{0,5}	1,81	7,1	4,5
15-17	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ W _{0,5}	1,79	7,2	4,7
15-18	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Sn _{0,5}	1,80	7,2	4,8
15-19	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ In _{0,5}	1,80	7,3	4,5
15-20	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Ga _{0,5}	1,81	7,1	4,4
15-21	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Ni _{0,5}	1,81	7,0	4,3
15-22	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Hf _{0,5}	1,78	7,2	4,6
15-23	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Nb _{0,5}	1,78	6,9	4,3
15-24	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Zr _{0,5}	1,78	7,0	4,7
15-25	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Ta _{0,5}	1,78	7,0	4,5
15-26	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₄ Si ₃ Mo _{0,5}	1,78	7,1	4,8
15-27	Fe _{bal} .Cu _{1,25} B ₁₃ Si ₄	1,74	6,5	4,2
15-28	Fe _{bal} .Cu _{1,5} B ₁₅ Si ₃	1,81	55,2	7,6
15-29	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₂ Si ₅	1,79	27,5	6,8
15-30	Fe _{bal} .Cu _{1,35} B ₁₆ Si ₃ Ge _{0,5}	1,80	8,2	6,0
15-31	Fe _{bal} .Cu _{1,4} Nb _{0,025} B ₁₄ Si ₁	1,85	8,8	6,4
15-32	Fe _{bal} .Cu _{1,55} V _{0,2} Si _{14,5} B ₈	1,77	7,8	5,2
15-33	Fe _{bal} .Cu _{1,8} Si ₄ B ₁₃ Zr _{0,2}	1,81	6,5	4,3
15-34*	Fe _{bal} .B ₆	1,95	4000	-(¹)
15-35*	Fe _{bal} .Cu _{1,0} Nb ₃ Si _{13,5} B ₉	1,24	0,5	2,1
15-36*	Fe _{bal} .Nb ₇ B ₉	1,52	5,8	8,1

Nota: * Ejemplos comparativos: 15-30, 15-32 - 15-36

(¹) No se pudo medir.

Ejemplo 16

Se expulsó una masa fundida de aleación con una composición representada por Fe_{bal}.Cu_{1,35}Si₂B₁₄ (%atómico) a 1.250°C a través de una boquilla en forma de ranura hacia un rodillo de aleación de Cu-Be de 300 mm de diámetro

exterior que giraba a una velocidad periférica de 30 m/s, a fin de producir una cinta de aleación de 5 mm de anchura y 18 μm de espesor. La medición de la difracción de rayos X y la observación al microscopio electrónico de transmisión (TEM) puso de manifiesto que los granos de cristal estaban dispersados en una fase amorfa de esta cinta de aleación. La observación de la microestructura mediante un microscopio electrónico reveló que los granos de cristal finos con un diámetro medio de aproximadamente 5,5 nm estaban dispersados con una distancia media de 24 nm en una fase amorfa.

La cinta de aleación se cortó a 120 mm, se mantuvo en un horno tubular con atmósfera de nitrógeno calentado a la temperatura que se muestra en las figuras 20 y 21 durante 60 minutos, se sacó del horno y se enfrió en el aire a una velocidad media de 30°C/minuto o más. Se examinaron las propiedades magnéticas de la muestra 16-1 obtenida de este modo en función de la temperatura de tratamiento térmico. La medición de la difracción de rayos X y la observación en un TEM de la muestra 16-1 pusieron de manifiesto que el 30% o más en volumen de los granos de cristal finos de una estructura cúbica centrada en el cuerpo con un diámetro medio de 50 nm o menos estaban dispersados en una fase amorfa en una aleación magnética sometida a tratamiento térmico a 330°C o más. El análisis por EDX reveló que los granos de cristal eran granos a base de Fe.

Se expulsó una masa fundida de aleación con una composición representada por $\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{Si}_2\text{B}_{14}$ (%atómico) a 1.250°C a través de una boquilla en forma de ranura hacia un rodillo de aleación de Cu-Be de 300 mm de diámetro exterior que giraba a una velocidad periférica de 33 m/s, a fin de producir una cinta de aleación de 5 mm de anchura y 18 μm de espesor. La medición de la difracción de rayos X y la observación en un TEM pusieron de manifiesto que esta cinta de aleación era amorfa. Esta cinta de aleación se cortó a 120 mm, se sometió a un tratamiento térmico similar y se examinaron las propiedades magnéticas de la muestra 16-2 obtenida en función de la temperatura de tratamiento térmico.

La figura 20 muestra la densidad de flujo magnético de saturación B_s en función de la temperatura de tratamiento térmico, y la figura 21 muestra la coercitividad H_c en función de la temperatura de tratamiento térmico. En el procedimiento según la presente invención (muestra 16-1), la temperatura de tratamiento térmico de 330°C o mayor hizo aumentar la B_s sin hacer aumentar la H_c , dando lugar a una aleación magnética blanda excelente con una B_s alta. Las propiedades magnéticas más altas se pudieron obtener en particular a una temperatura de tratamiento térmico cercana a 420°C. Por otro lado, cuando se sometió a tratamiento térmico una aleación amorfa (muestra 16-2), la H_c aumentó rápidamente por cristalización.

Por consiguiente, resulta evidente que el tratamiento térmico de una aleación con una estructura en la que el 30% en volumen o menos de los granos de cristal con un diámetro medio de 30 nm o menos estaban dispersos con una distancia media de 50 nm o menos en una fase amorfa daba lugar a una aleación magnética con una estructura en la que el 30% o más en volumen de los granos de cristal de estructura cúbica centrada en el cuerpo con un diámetro medio de 60 nm o menos estaban dispersos en una fase amorfa que presentaba excelentes propiedades magnéticas blandas, incluida una B_s alta.

Ejemplo 17

Se expulsó una masa fundida de aleación con una composición representada por $\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{Cu}_{1,25}\text{Si}_2\text{B}_{14}$ (%atómico) a 1.250°C a través de una boquilla en forma de ranura hacia un rodillo de aleación de Cu-Be de 300 mm de diámetro exterior que giraba a diversas velocidades, a fin de producir cintas de aleación de 5 mm de anchura que contenían diferentes fracciones de volumen de granos de cristal en una fase amorfa. La fracción en volumen de los granos de cristal se determinó a partir de una fotomicrografía electrónica de transmisión. La fracción en volumen de los granos de cristal cambió con la velocidad de rotación del rodillo. Un núcleo enrollado de 19 mm de diámetro exterior y 15 mm de diámetro interior, formado por cada cinta de aleación, se sometió a tratamiento térmico a 410°C durante 1 hora para obtener las aleaciones magnéticas de las muestras 17-1 a 17-8. Se midieron la densidad de flujo magnético de saturación B_s y la coercitividad H_c de estas aleaciones. Las aleaciones magnéticas sometidas a tratamiento térmico tenían unas fracciones en volumen de granos de cristal del 30% o más, y una B_s de 1,8 T a 1,87 T.

La tabla 15 muestra la coercitividad H_c de las muestras 17-1 a 17-8. La aleación magnética (muestra 17-1) obtenida sometiendo a tratamiento térmico una aleación sin granos de cristal tenía una H_c tan extremadamente grande como de 750 A/m. Las aleaciones magnéticas de la presente invención (muestras 17-2 a 17-5), obtenidas sometiendo a tratamiento térmico aleaciones en las que las fracciones en volumen de los granos de cristal eran de más del 0% y del 30% o menos, tenían una H_c pequeña y una B_s alta, lo que indicaba que tenían excelentes propiedades magnéticas blandas. Por otra parte, la aleación (muestras 17-6 a 17-8) obtenida sometiendo a tratamiento térmico aleaciones en las que las fracciones en volumen de los granos de cristal eran de más del 30% contenía granos de cristal gruesos con una H_c aumentada.

Por consiguiente, resulta evidente que las aleaciones magnéticas de B_s alta, obtenidas sometiendo a tratamiento térmico aleaciones ricas en Fe en las que los granos de cristal finos están dispersados en proporciones de más del 0% y del 30% o menos, son superiores en propiedades magnéticas blandas a las obtenidas por tratamiento térmico de aleaciones completamente amorfas o de aleaciones que contienen más del 30% de granos de cristal.

Tabla 15

Muestra n.º	Fracción en volumen (%) de granos de cristal en fase amorfa antes del tratamiento térmico	Hc (A/m) después del tratamiento térmico
17-1	0	750
17-2	3	6,4
17-3	4,5	6,0
17-4	10	6,3
17-5	27	7,2
17-6	34	70
17-7	53	120
17-8	60	250,3

5 Ejemplo 18

Se expulsó una masa fundida de aleación con una composición representada por $\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{Cu}_{1,35}\text{B}_{14}\text{Si}_2$ (%atómico) a 1.250°C a través de una boquilla en forma de ranura hacia un rodillo de aleación de Cu-Be de 300 mm de diámetro exterior que giraba a una velocidad periférica de 30 m/s, a fin de producir una cinta de aleación de 5 mm de anchura y 18 μm de espesor. Cuando esta cinta de aleación se dobló en 180°, se rompió, lo que indicó que era frágil. La medición de la difracción de rayos X y la observación en un TEM puso de manifiesto que la cinta de aleación tenía una estructura en la que los granos de cristal estaban distribuidos en una fase amorfa. La microestructura observada mediante un microscopio electrónico indicó que el 4,8% en volumen de los granos de cristal finos con un diámetro medio de aproximadamente 5,5 nm estaban dispersados en una fase amorfa. El análisis de la composición reveló que los granos de cristal eran granos a base de Fe.

La cinta de aleación se cortó a 120 mm y se sometió a tratamiento térmico en un horno con atmósfera de nitrógeno a 410°C durante 1 hora para medir sus propiedades magnéticas. La observación de la microestructura y la medición de la difracción de rayos X puso de manifiesto que el 60% de la estructura de la aleación estaba ocupada por granos de cristal finos con estructura cúbica centrada en el cuerpo, con un diámetro medio de aproximadamente 14 nm, siendo el resto una fase amorfa.

Tras el tratamiento térmico, la aleación magnética tenía una densidad de flujo magnético de saturación B_s de 1,85 T, una coercitividad H_c de 6,5 A/m, una permeabilidad inicial específica de corriente alterna μ_{1k} de 7.000 a 1 kHz, unas pérdidas en el núcleo P_{cm} de 4,1 W/kg a 20 kHz y 0,2 T, un diámetro medio de los cristales D de 14 nm y una constante de magnetostricción de saturación λ_s de $+14 \times 10^{-6}$.

La cinta de aleación (no sometida a tratamiento térmico) se pulverizó mediante un molino de vibración y se clasificó con un tamiz de malla 170. La medición de la difracción de rayos X y la observación de la microestructura revelaron que el polvo resultante tenía un patrón de difracción de rayos X y una microestructura parecidos a los de la cinta. Parte de este polvo se sometió a tratamiento térmico en las condiciones de una velocidad media de elevación de la temperatura de 20°C/minuto, una temperatura de mantenimiento de 410°C, un tiempo de mantenimiento de 1 hora y una velocidad media de enfriamiento de 7°C/minuto. La aleación magnética resultante tenía una coercitividad de 29 A/m y una densidad de flujo magnético de saturación de 1,84 T. La difracción de rayos X y la observación de la microestructura revelaron que el polvo sometido a tratamiento térmico tenía un patrón de difracción de rayos X y una microestructura parecidos a los de la cinta sometida a tratamiento térmico.

Ejemplo 19

Se mezclaron 100 partes en masa de un polvo mixto del polvo de aleación (no sometido a tratamiento térmico) producido en el ejemplo 18 y partículas de SiO_2 con un diámetro medio de 0,5 μm en una relación de volumen de 95:5 con 6,6 partes en masa de una solución acuosa de alcohol de polivinilo (3% en masa), la mezcla se secó completamente con agitación a 100°C durante 1 hora y se clasificó con un tamiz de malla 115. Las partículas de material compuesto resultantes se cargaron en una matriz de moldeo revestida con un lubricante de nitruro de boro y se comprimieron a 500 MPa para formar un núcleo de polvo en forma de anillo (muestra 19-1) de 12 mm de diámetro interior, 21,5 mm de diámetro exterior y 6,5 mm de altura. Este núcleo de polvo se sometió a tratamiento térmico a 410°C durante 1 hora en atmósfera de nitrógeno. La observación en un TEM reveló que las partículas de aleación del núcleo de polvo tenían una estructura en la que los granos nanocristalinos estaban dispersados en una matriz amorfa, como la aleación sometida a tratamiento térmico del ejemplo 1. Este núcleo de polvo tenía una permeabilidad inicial específica de 78.

Se produjeron núcleos de polvo en forma de anillo de la misma forma que en la muestra 19-1 a partir del polvo amorfo a base de Fe (muestra 19-2), teniendo el polvo de aleación nanocristalino a base de Fe convencional (muestra 19-3) una composición representada por $\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ (% atómico) y polvo de hierro (muestra 19-4). Se dipuso una bobina de 30 vueltas en cada núcleo de polvo en forma de anillo para producir una bobina de

inducción cuyas características de superposición de corriente continua se midieron. Los resultados se muestran en la figura 22. Como se desprende de la figura 22, la bobina de inducción de la presente invención tenía una inductancia L mayor que las de las bobinas de inducción que utilizan el núcleo de polvo amorfo a base de Fe (muestra 19-2), el núcleo de polvo de aleación nanocristalina de Fe-Cu-Nb-Si-B (muestra 19-3) y el polvo de hierro (muestra 19-4) hasta una corriente alta superpuesta a corriente continua, lo que indica que la bobina de inducción de la presente invención tenía excelentes características de superposición de corriente continua. En consecuencia, la bobina de inducción de la presente invención puede funcionar con corrientes grandes y se puede miniaturizar.

Efecto de la invención

La aleación magnética de la presente invención, que tiene una densidad de flujo magnético de saturación alta y unas pérdidas en el núcleo bajas, puede constituir piezas magnéticas de alto rendimiento con propiedades magnéticas estables. Es adecuada para aplicaciones utilizadas con corriente de alta frecuencia (en particular corrientes de impulso), particularmente para piezas de electrónica de potencia cuya prioridad es evitar la saturación magnética. Dado que en el procedimiento según la presente invención se lleva a cabo un tratamiento térmico en aleaciones que tienen granos de cristal finos dispersados en una fase amorfa, se elimina el crecimiento de granos de cristal, con lo que se producen aleaciones magnéticas con una coercitividad pequeña, una densidad de flujo magnético alta en un campo magnético débil y una pérdida de histéresis pequeña.

REIVINDICACIONES

1. Aleación magnética que presenta una composición representada por la fórmula general:



en la que

X es por lo menos uno de los elementos Si, S, C, P, Al, Ge, Ga y Be,

10 una parte del Fe está opcionalmente sustituida por Ni y/o Co en una proporción de 10% atómico o inferior basado en Fe, y

15 una parte del Fe está opcionalmente sustituida mediante por lo menos uno de los elementos Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Re, elementos del grupo del platino, Au, Ag, Zn, In, Sn, As, Sb, Bi, Y, N, O y elementos de tierras raras en una proporción de 5% atómico o inferior basado en Fe,

caracterizada por que

20 $1,2 \leq x \leq 1,6$, $12 \leq y \leq 15$, $0 \leq z \leq 10$, y $12 \leq y + z \leq 24$, y

dicha aleación magnética presenta una estructura que contiene granos de cristal que presentan un diámetro medio de 60 nm o inferior que están dispersados en una matriz amorfa en una proporción de 30% o superior en volumen y una densidad de flujo magnético de saturación de 1,7 T o superior.

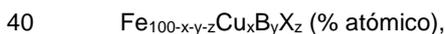
25 2. Aleación magnética según la reivindicación 1, en la que $0 < z \leq 7$ y $13 \leq y + z \leq 20$, preferentemente $0 < z \leq 5$ y $14 \leq y + z \leq 19$, y de manera específicamente preferida $0 < z \leq 4$ y $14 \leq y + z \leq 17$.

30 3. Aleación magnética según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que presenta una permeabilidad máxima de 20.000 o superior.

4. Aleación magnética según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que se encuentra en forma de polvo o de copos.

35 5. Pieza magnética realizada en la aleación magnética según cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

6. Cinta de aleación de la que se obtiene la aleación magnética según la reivindicación 1, presentando dicha cinta de aleación una composición representada por la fórmula general:



en la que

X es por lo menos uno de los elementos Si, S, C, P, Al, Ge, Ga y Be,

45 una parte del Fe está opcionalmente sustituida por Ni y/o Co en una proporción de 10% atómico o inferior basado en Fe, y

50 una parte del Fe está opcionalmente sustituida mediante por lo menos uno de los elementos Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Re, elementos del grupo del platino, Au, Ag, Zn, In, Sn, As, Sb, Bi, Y, N, O y elementos de tierras raras en una proporción de 5% atómico o inferior basado en Fe,

caracterizada por que

55 $1,2 \leq x \leq 1,6$, $12 \leq y \leq 15$, $0 \leq z \leq 10$, y $12 \leq y + z \leq 24$, y

dicha cinta de aleación presenta una estructura que contiene granos finos de cristal que presentan un diámetro medio de 30 nm o inferior que están dispersados en una matriz amorfa en una proporción de más de 0% en volumen y 30% en volumen o inferior.

60 7. Cinta de aleación según la reivindicación 6, en la que $0 < z \leq 7$ y $13 \leq y + z \leq 20$, preferentemente $0 < z \leq 5$ y $14 \leq y + z \leq 19$, y de manera específicamente preferida $0 < z \leq 4$ y $14 \leq y + z \leq 17$.

65 8. Cinta de aleación según la reivindicación 6 o 7, en la que el diámetro medio de los granos de cristal en la aleación cristalina fina es de 0,5 nm a 20 nm.

9. Cinta de aleación según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en la que la distancia media entre los granos de cristal en la aleación cristalina fina es de 50 nm o inferior.

5 10. Aleación según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, o cinta de aleación según cualquiera de las reivindicaciones 6-9, en las que dicho X es Si y/o P.

Fig. 1

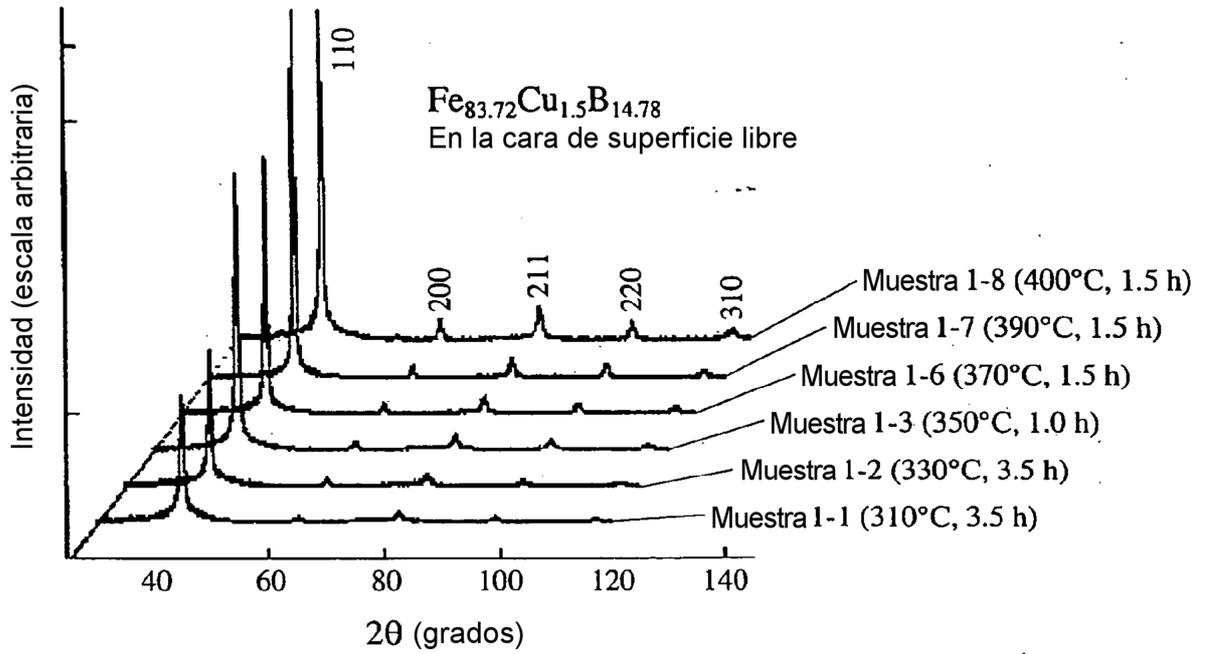


Fig. 2

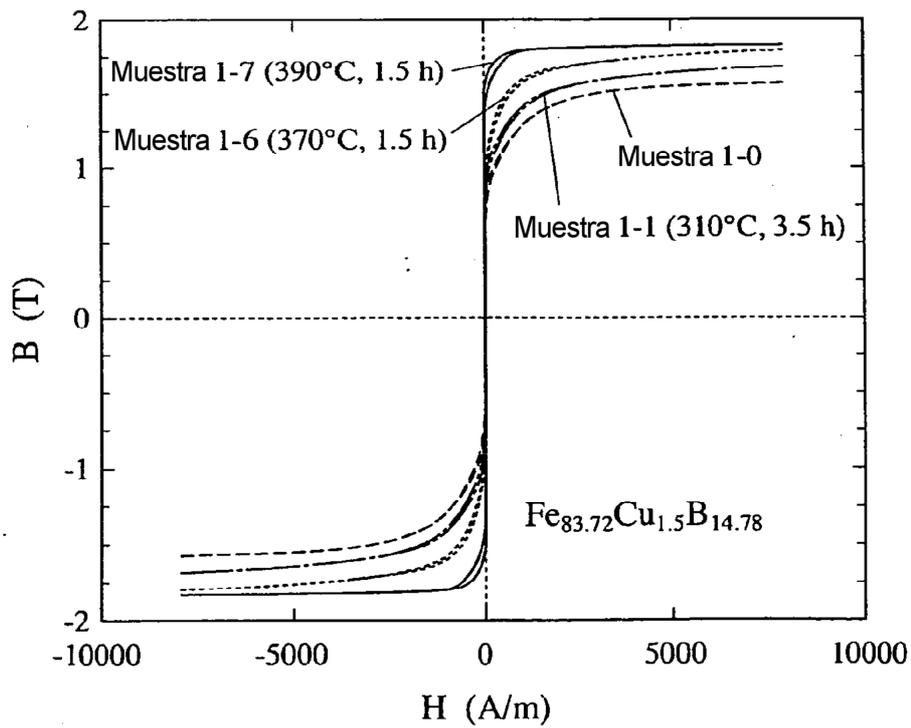


Fig. 3

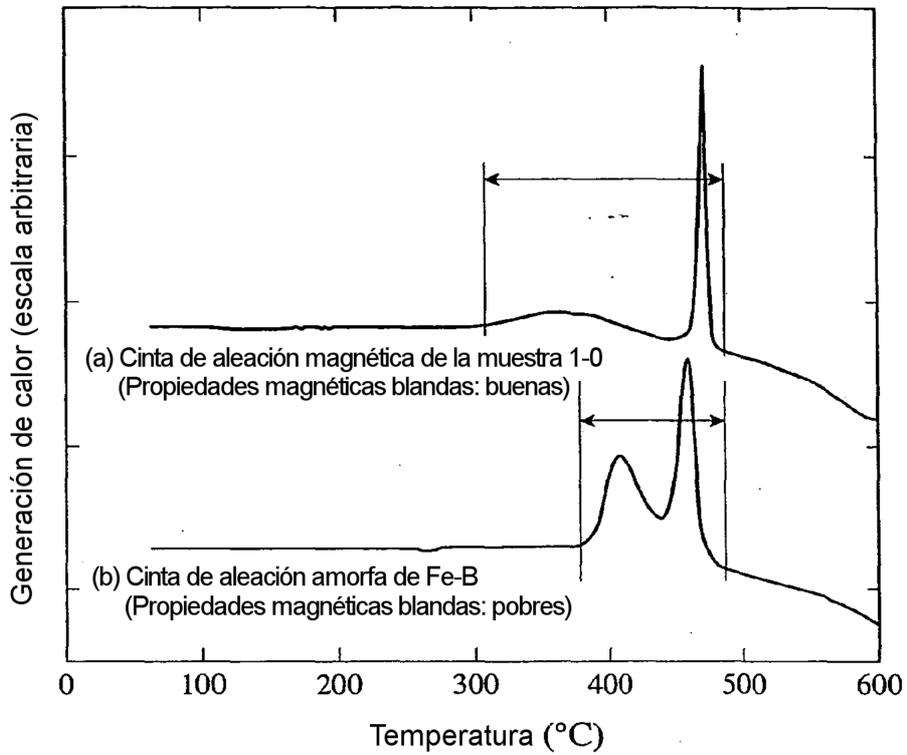


Fig. 4

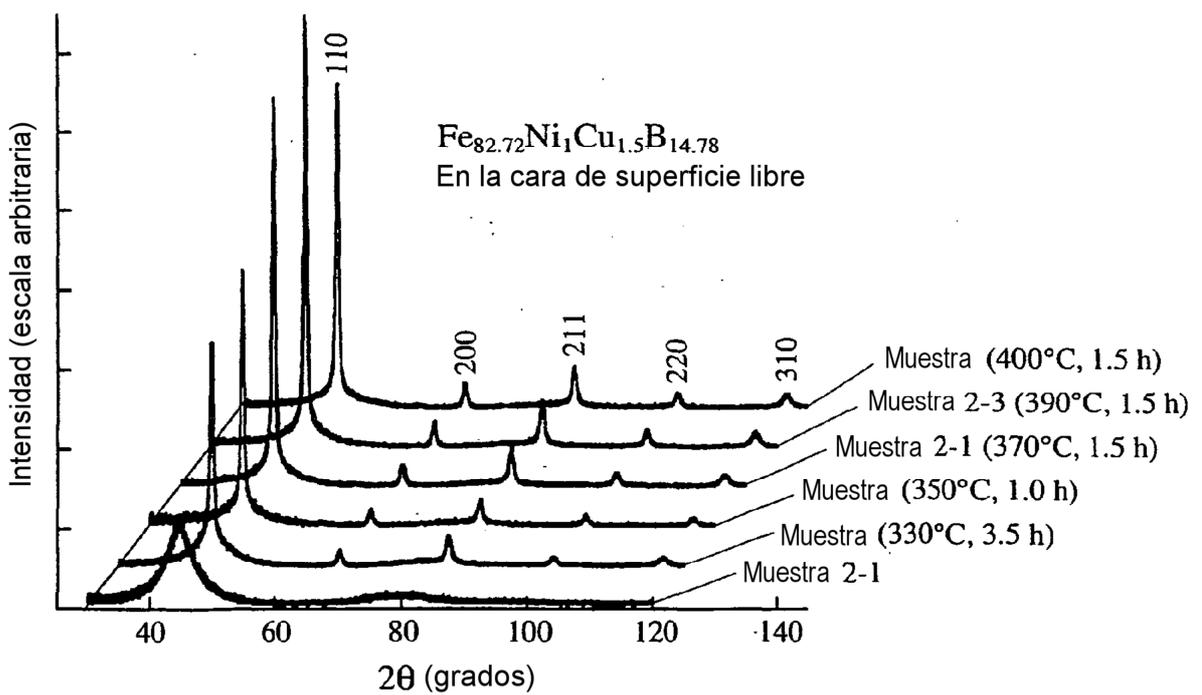


Fig. 5

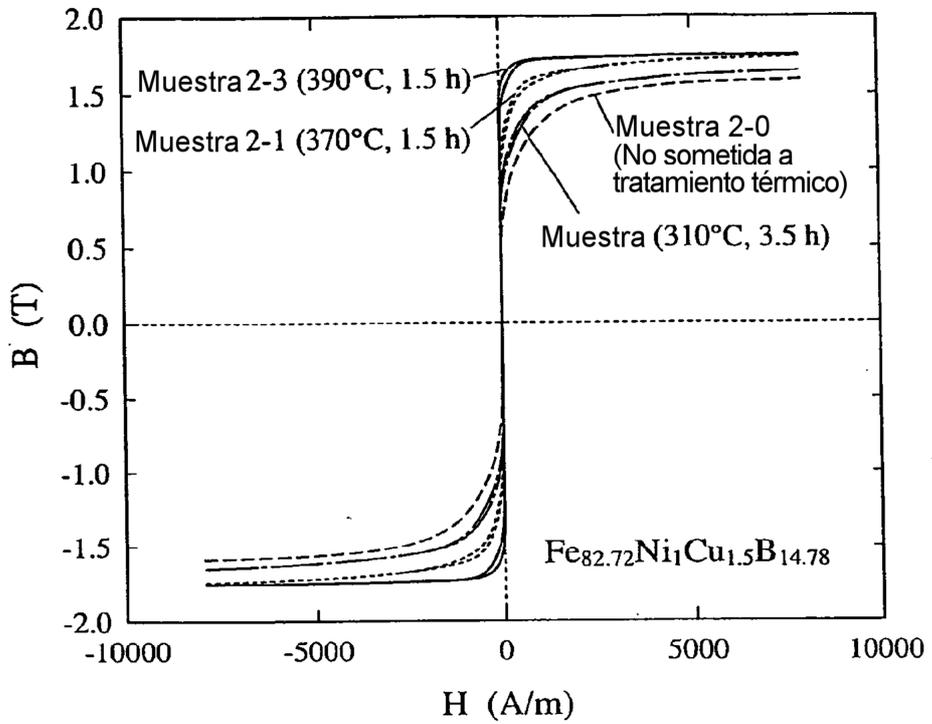


Fig. 6

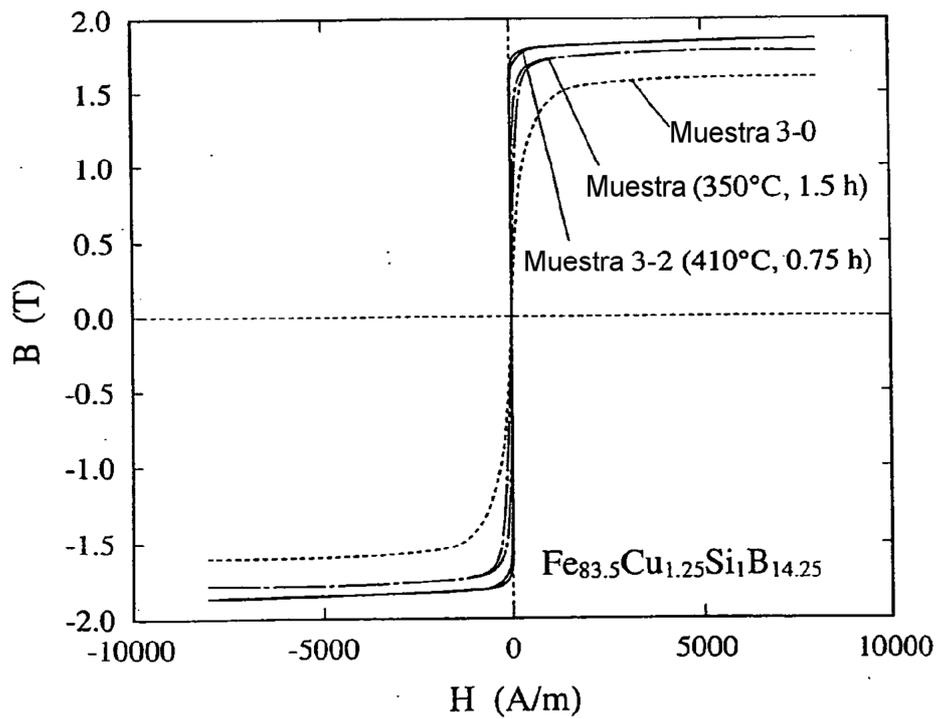


Fig. 7

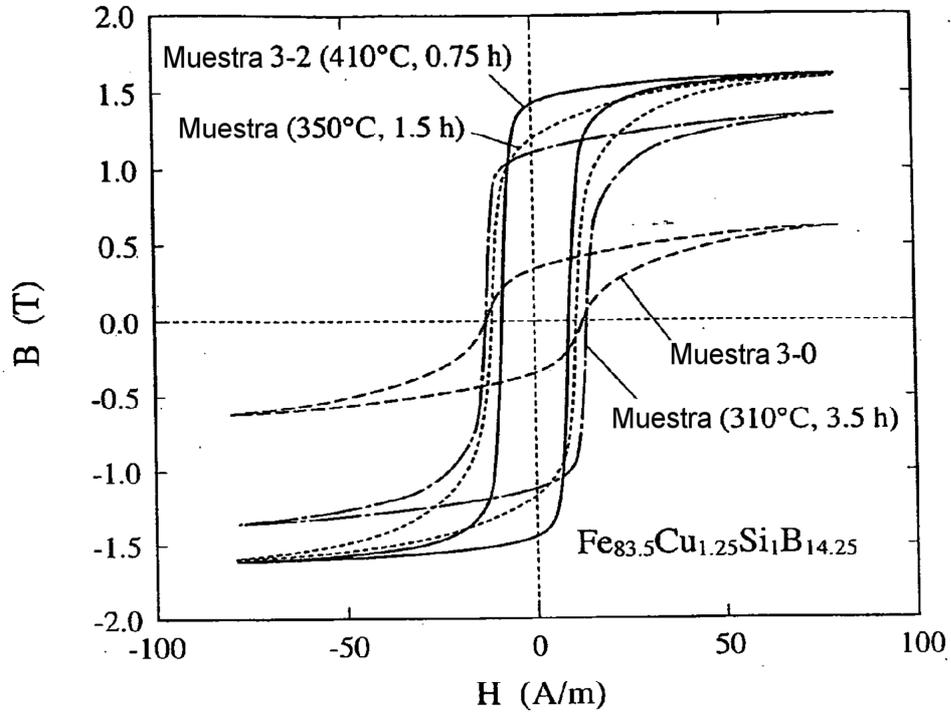


Fig. 8

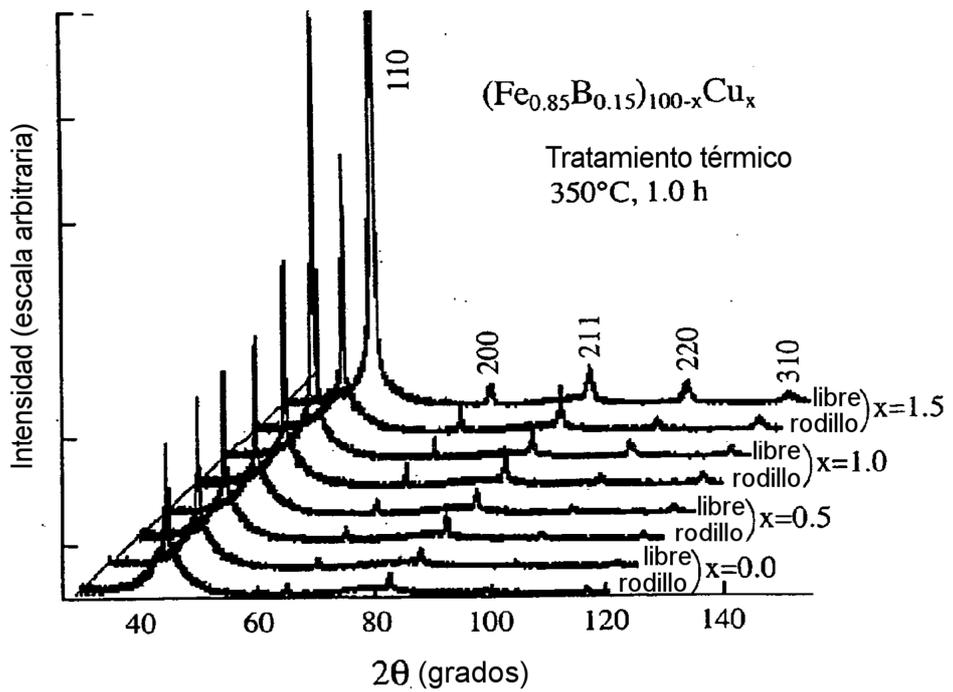


Fig. 9

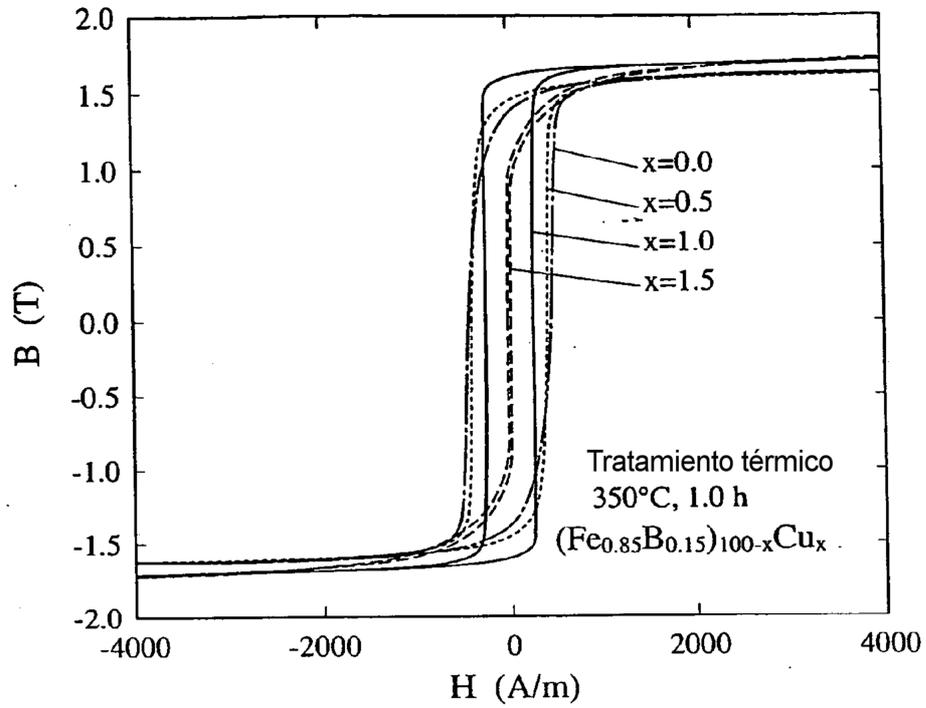


Fig. 10

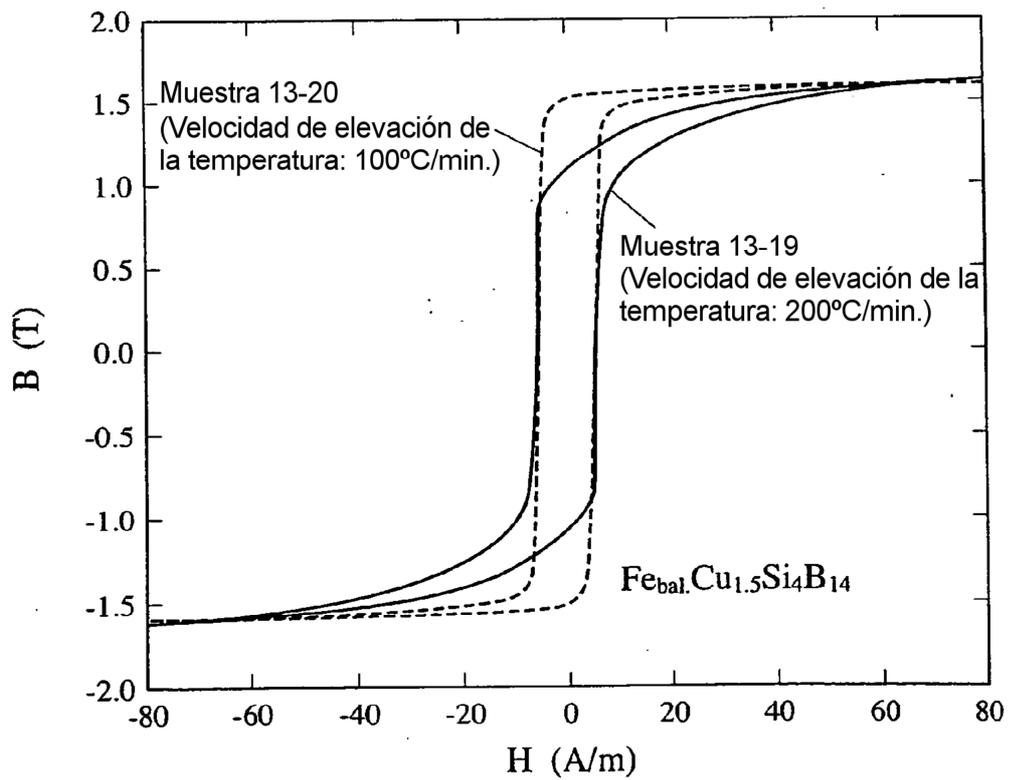


Fig. 11

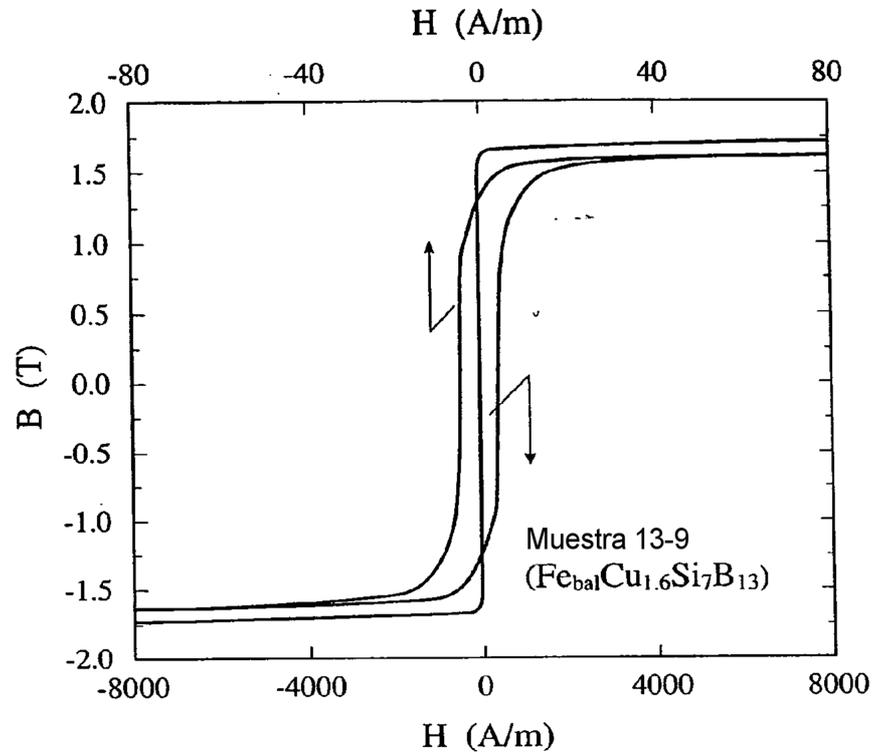


Fig. 12

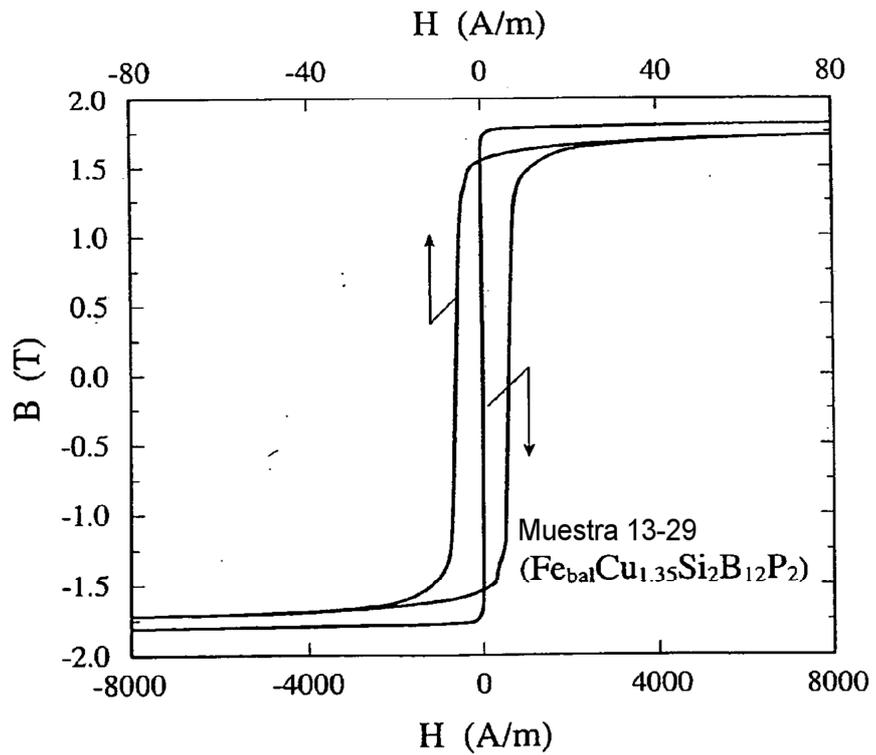


Fig. 13

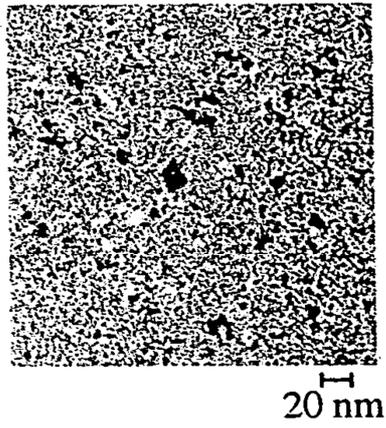


Fig. 14

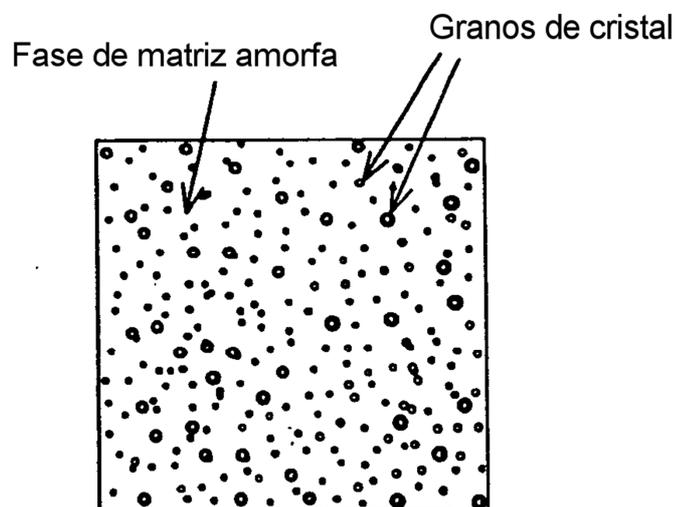


Fig. 15

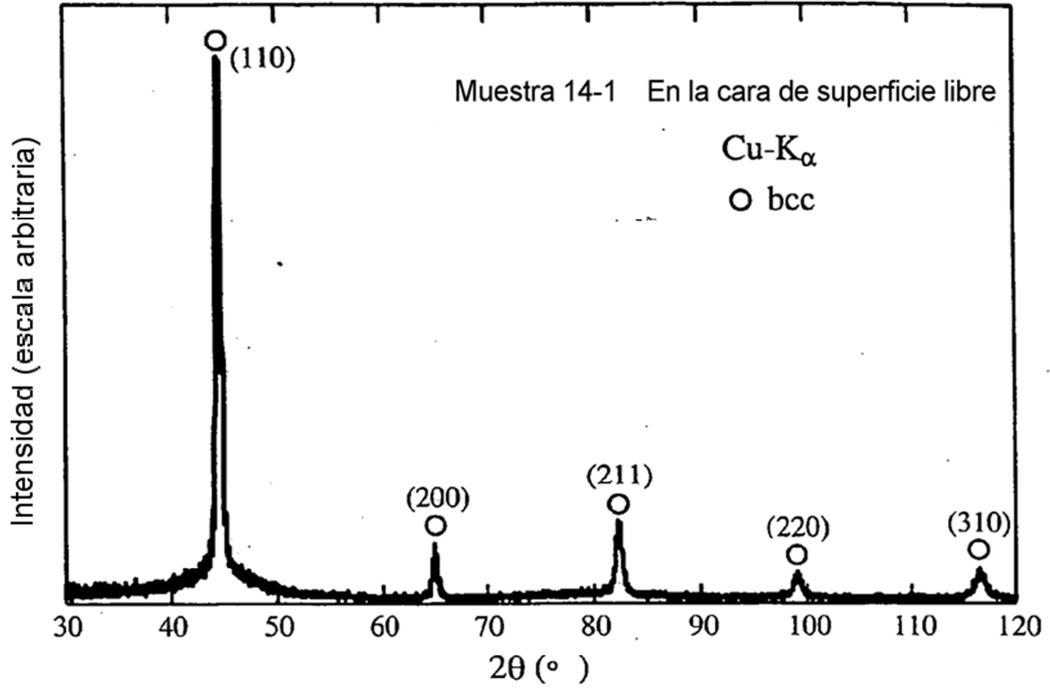


Fig. 16

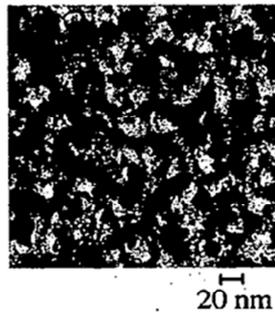


Fig. 17

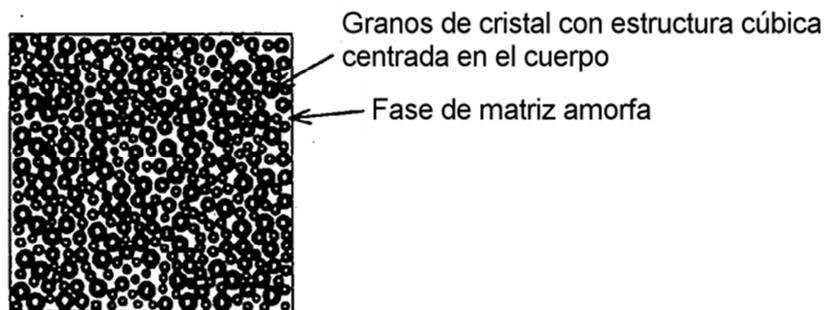


Fig. 18

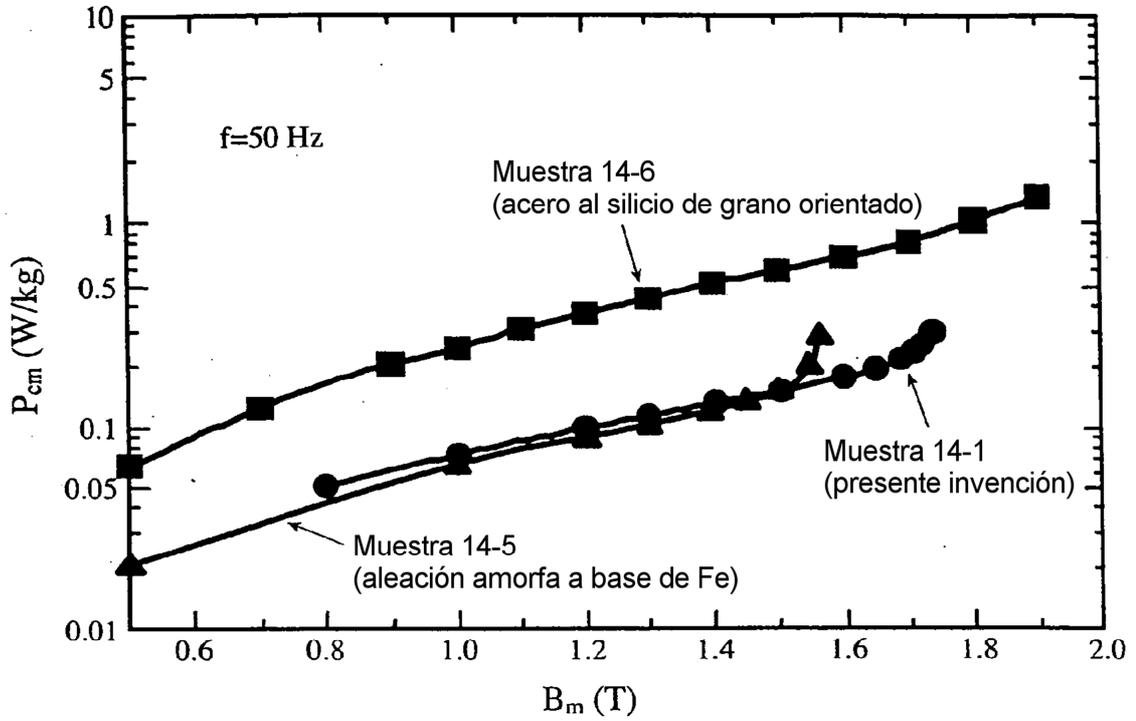


Fig. 19

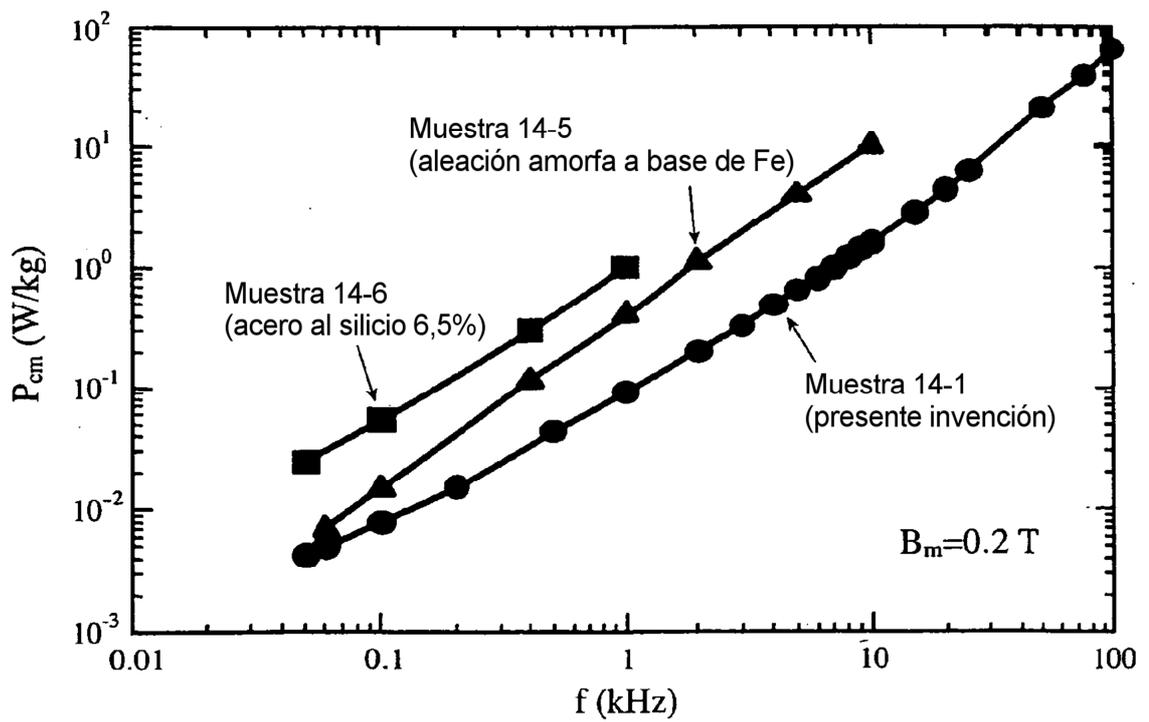


Fig. 20

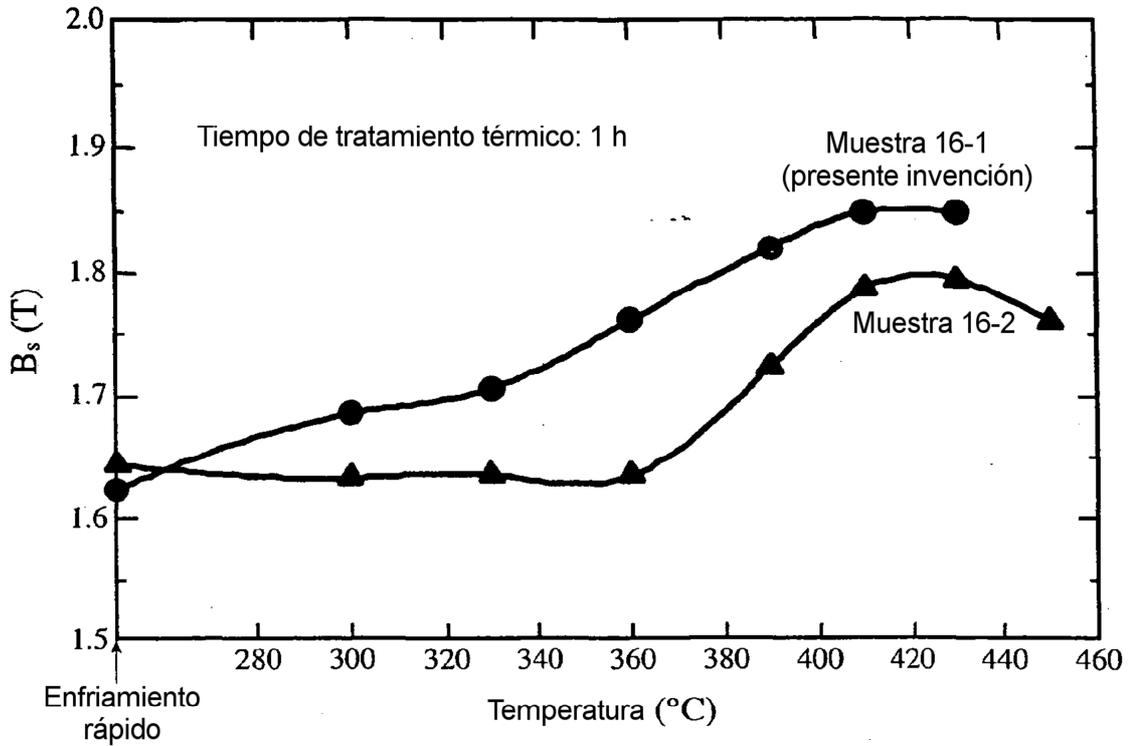


Fig. 21

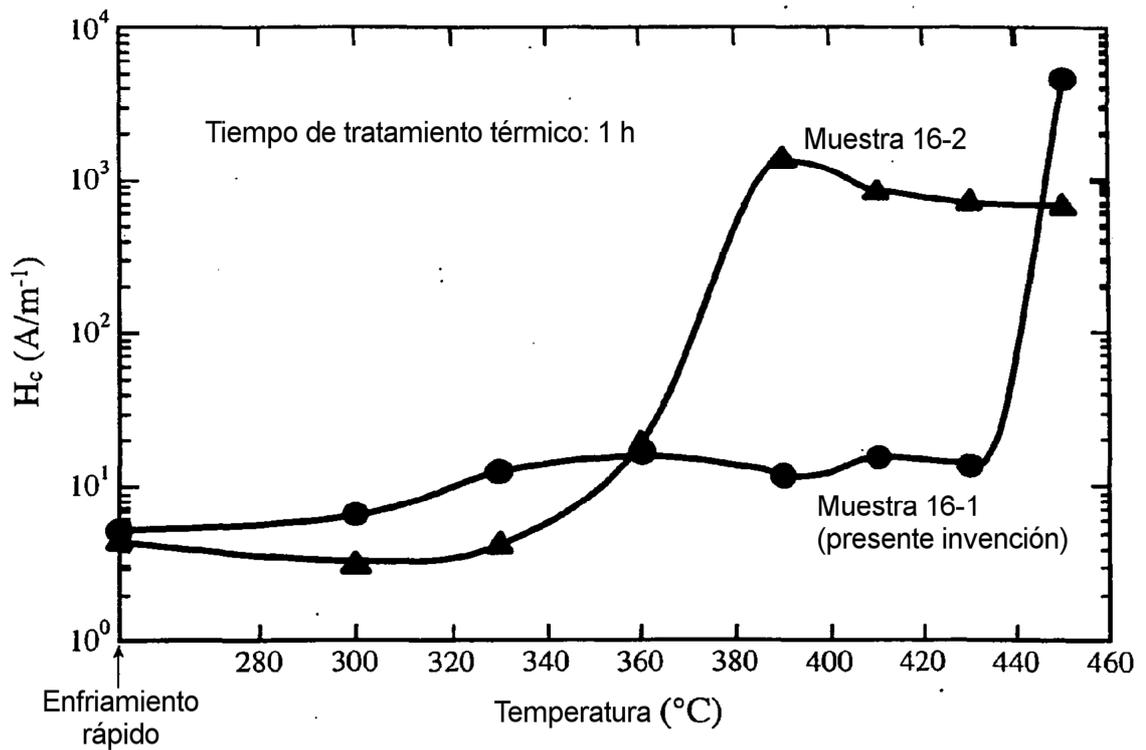


Fig. 22

