

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 616 345**

51 Int. Cl.:

<b>C21D 6/00</b>	(2006.01)
<b>B22D 11/06</b>	(2006.01)
<b>C22C 38/00</b>	(2006.01)
<b>C22C 45/02</b>	(2006.01)
<b>H01F 1/153</b>	(2006.01)
<b>H01F 1/16</b>	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.04.2008 PCT/JP2008/057969**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.11.2008 WO08133302**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.04.2008 E 08752060 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.01.2017 EP 2149616**

54 Título: **Banda delgada magnética blanda, proceso para la producción de la misma, piezas magnéticas, y banda delgada amorfa**

30 Prioridad:

**25.04.2007 JP 2007115562**

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

**12.06.2017**

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:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

ES 2 616 345 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

Banda delgada magnética blanda, proceso para la producción de la misma, piezas magnéticas, y banda delgada amorfa

**Campo de la técnica**

5 La presente invención se refiere a una cinta delgada magnética blanda con alta densidad de flujo magnético de saturación y excelentes propiedades magnéticas blandas, especialmente excelentes propiedades magnéticas en corriente alterna (CA), que tiene granos cristalinos finos de escala nanométrica y que se usa en diferentes transformadores, bobinas de choque reactor, piezas de supresión de ruido, fuentes de energía láser, piezas magnéticas de potencia emitida en impulsos para su uso en aceleradores y similares, transformadores de impulsos  
10 en comunicaciones, núcleos de motores, generadores, sensores magnéticos, núcleos de antenas, sensores de corriente, escudos magnéticos, hojas de absorción de ondas electromagnéticas, materiales de bobinas, y similares. La presente invención también se refiere a un método para producir la cinta delgada magnética blanda y una pieza magnética. La presente invención además se refiere a una cinta delgada amorfa usada en la producción de la cinta delgada magnética blanda.

**Antecedentes de la técnica**

Como materiales magnéticos con una alta densidad de flujo magnético de saturación y excelentes propiedades magnéticas en CA, que se usan en diferentes transformadores, bobinas de choque reactor, piezas de supresión de ruido, fuentes de energía láser, piezas magnéticas de potencia emitida en impulsos para aceleradores, diferentes motores, diferentes generadores y similares se conocen un acero de silicio, ferrita, aleación de ferrita, material de  
20 aleación nano-cristalina a base de Fe y similares.

Aunque una placa de acero al silicio se fabrica a partir de un material barato y tiene una alta densidad de flujo magnético, existe un problema de una alta pérdida en el núcleo en aplicaciones de alta frecuencia. Es extremadamente difícil procesar estos materiales tan finos como cintas delgadas amorfas debido a su proceso de producción. Además, tiene una alta pérdida por corriente de Foucault y por consiguiente una alta pérdida asociada  
25 con la misma. De ese modo, esto es una desventaja. Además, una ferrita tiene una baja densidad de flujo magnético de saturación y pobres propiedades de temperatura. De ese modo, la ferrita no es adecuada para aplicaciones de alta potencia donde se aplica una alta densidad de flujo magnético de funcionamiento, ya que se satura magnéticamente con facilidad.

Una aleación amorfa a base de Co tiene un problema de inestabilidad térmica ya que su densidad de flujo magnético de saturación es tan baja como 1 T o menos para su material práctico. Esto hace que algunos problemas se hagan mayores en parte, y que aumente la pérdida en el núcleo debido a cambios con el tiempo cuando se usa en aplicaciones de alta potencia. Además, existe un problema económico, ya que el Co también es caro.

Una aleación magnética blanda amorfa a base de Fe como se describe en el Documento de Patente JP-A-5-140703 tiene muy buenas propiedades magnéticas blandas, ya que tiene una buena propiedad de cuadratura y una baja fuerza coercitiva. Sin embargo, la densidad de flujo magnético de saturación de la aleación magnética blanda amorfa a base de Fe se determina mediante el balance entre la distancia atómica y el número de coordinación y la concentración del Fe, y así un límite superior físico de la misma es aproximadamente 1,65 T. Además, la aleación magnética blanda amorfa a base de Fe tiene el problema que su propiedad se deteriora debido a un estrés ya que  
35 tiene una alta magneto-restricción, y esto causa un alto ruido en aplicaciones en las que se superponen las corrientes en el intervalo de frecuencias audibles. Además, si el Fe se sustituye de manera significativa con otro elemento magnético tal como Co o Ni, también se encuentra un ligero aumento en la densidad de flujo magnético de saturación en aleaciones magnéticas blandas amorfas a base de Fe convencionales. Sin embargo, la cantidad (porcentaje en peso) del elemento se minimiza deseablemente en términos de coste. Debido a estos problemas, se ha desarrollado y usado en diferentes aplicaciones un material magnético blando con nano-cristales, como se describe en el Documento de Patente JP-A-1-156451.

Como material magnético blando con una alta permeabilidad magnética y una alta densidad de flujo magnético de saturación, también se ha discutido una técnica como la descrita en el Documento de Patente JP-A-2006-40906, pero su densidad de flujo magnético de saturación no ha alcanzado aún 1,7 T. De ese modo, se demanda una aleación magnética con una densidad de flujo magnético de saturación igual o mayor de ese valor.

50 Documento de Patente 1: JP-A-5-140703

Documento de Patente 2: JP-A-1-156451

Documento de Patente 3: JP-A-2006-40906

El Documento de Patente Europea EP 1 925 686 A describe una cinta delgada amorfa con una alta densidad de flujo magnético de saturación y excelentes propiedades magnéticas blandas.

**Descripción de la invención**

Problemas a resolver por la invención

- Un objeto de la presente invención es proporcionar una cinta delgada magnética blanda con una alta densidad de flujo magnético de saturación y una baja fuerza coercitiva, que es barata ya que no contiene sustancialmente Co, que tiene una alta densidad de flujo magnético de saturación, aunque no esencial, de no menos de 1,7 T, y que tiene una dureza y estabilidad de producción mejoradas que se incluyen en los problemas anteriores. También proporciona un proceso para producir la cinta delgada magnética blanda; y una pieza magnética que usa la cinta delgada magnética blanda. Además, otro objeto de la presente invención es proporcionar una cinta delgada amorfa usada en la producción de la cinta delgada magnética blanda.
- Los objetivos anteriores se pueden alcanzar mediante la cinta delgada amorfa definida en la reivindicación 1, la cinta delgada definida en la reivindicación 4, y el método de producción definido en la reivindicación 2. Las reivindicaciones dependientes se refieren a realizaciones preferidas.
- Un ejemplo ilustrativo que no está dentro del alcance reivindicado proporciona un método para producir una cinta delgada magnética blanda, que comprende las etapas de:
- moldear una aleación fundida cuya fórmula de composición está representada por  $Fe_{100-x-y-z} A_x M_y X_{z-a} P_a$ , donde A representa al menos un elemento seleccionado de Cu y Au; M representa al menos un elemento seleccionado de Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo y W; X representa al menos un elemento seleccionado de B y Si; y  $0,5 \leq x \leq 1,5$ ,  $0 \leq y \leq 2,5$ ,  $10 \leq z \leq 23$ , y  $0,35 \leq a \leq 10$  en porcentaje atómico, para obtener una cinta delgada sustancialmente amorfa con un espesor de no más de 100  $\mu m$ ; y
- luego, recocer la cinta delgada amorfa a una velocidad de calentamiento media de no menos de 100°C/min en el intervalo de temperaturas de no menos de 300°C, para obtener una cinta delgada magnética blanda con una estructura donde los granos cristalinos con un tamaño de no más de 60 nm (con exclusión de 0) se dispersan en una fase amorfa a una fracción en volumen de no menos del 30 %.
- Otro ejemplo ilustrativo que no está dentro del alcance reivindicado proporciona un método para producir una cinta delgada magnética blanda, que comprende las etapas de:
- moldear una aleación fundida cuya fórmula de composición está representada por  $Fe_{100-x-z} A_x X_{z-a} P_a$ , donde A representa al menos un elemento seleccionado de Cu y Au; X representa al menos un elemento seleccionado de B y Si; y  $0,5 \leq x \leq 1,5$ ,  $10 \leq z \leq 23$ , y  $0,35 \leq a \leq 10$  en porcentaje atómico, para obtener una cinta delgada prácticamente amorfa con un espesor de no más de 100  $\mu m$ ; y
- luego, recocer la cinta delgada amorfa a una velocidad de calentamiento media de no menos de 100°C/min en un intervalo de temperaturas de no menos de 300°C, para obtener una cinta delgada magnética blanda con una estructura donde los granos cristalinos con un tamaño de no más de 60 nm (con exclusión de 0) se dispersan en una fase amorfa a una fracción en volumen de no menos del 30 %.
- Otro ejemplo ilustrativo que no está dentro del alcance reivindicado usa una cinta delgada amorfa que es sustancialmente amorfa y se puede doblar a 180 grados, cuya fórmula de composición está representada por  $Fe_{100-x-y-z} A_x M_y X_{z-a} P_a$ , donde A representa al menos un elemento seleccionado de Cu y Au; M representa al menos un elemento seleccionado de Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo y W; X representa al menos un elemento seleccionado de B y Si; y  $0,5 \leq x \leq 1,5$ ,  $0 \leq y \leq 2,5$ ,  $10 \leq z \leq 23$ , y  $0,35 \leq a \leq 10$  en porcentaje atómico.
- Un ejemplo ilustrativo adicional que no está dentro del alcance reivindicado usa una cinta delgada amorfa que es sustancialmente amorfa y se puede doblar a 180 grados, cuya fórmula de composición está representada por  $Fe_{100-x-z} A_x X_{z-a} P_a$ , donde A representa al menos un elemento seleccionado de Cu y Au; X representa al menos un elemento seleccionado de B y Si; y  $0,5 \leq x \leq 1,5$ ,  $10 \leq z \leq 23$ , y  $0,35 \leq a \leq 10$  en porcentaje atómico.
- La "A" implica preferiblemente Cu como elemento esencial.
- Según una realización de la invención, se puede usar una cinta delgada amorfa que contiene al menos un elemento seleccionado de Ni y Co en una cantidad de menos del 10 % en relación al contenido de Fe, y/o al menos un elemento seleccionado de Re, los elementos del grupo del platino, Ag, Zn, In, Sn, As, Sb, Bi, Y, N, O, Mn, y los elementos de tierras raras en una cantidad de menos del 5 % en relación al contenido de Fe.
- Se puede usar una cinta delgada amorfa que contiene por lo menos un elemento seleccionado de Be, Ga, Ge, C y Al en una cantidad de menos del 5 % en relación al contenido de X.
- Mediante un recocido de una cinta delgada amorfa, se puede obtener una cinta delgada magnética blanda hecha a partir de una aleación a base de Fe que contiene Fe y un elemento metaloide, que tiene una estructura donde los granos cristalinos de estructura cúbica centrada en el cuerpo (ccc) con un tamaño medio de las partículas de no más de 60 nm está dispersos en la fase amorfa a una fracción en volumen de no menos del 30 %.

La cinta delgada magnética blanda de la presente invención, que incluye los granos cristalinos finos puede tener elevadas propiedades magnéticas, tales como una densidad de flujo magnético de saturación de no menos de 1,7 T y una fuerza coercitiva de no más de 20 A/m.

La cinta delgada magnética blanda se puede usar para producir una pieza magnética.

## 5 Ventajas de la invención

Según la presente invención, que viene dada por las reivindicaciones, se puede proporcionar a bajo coste una cinta delgada magnética blanda con una alta densidad de flujo magnético de saturación y excelentes propiedades magnéticas, especialmente excelentes propiedades de baja pérdida. La cinta se usa en diferentes reactores para alta corriente, bobinas de choque para filtros activos, bobinas de choque de amortiguamiento, diferentes transformadores, piezas de supresión de ruido tales como materiales de blindaje electromagnético, fuentes de energía láser, piezas magnéticas de potencia emitida en impulsos para aceleradores, motores, generadores o similares.

Además, la cinta delgada amorfa de la presente invención en un estado amorfo tiene una alta resistencia a la flexión y se puede manipular fácilmente durante la producción de la misma.

Además, el recocido de la cinta delgada amorfa de la presente invención a una temperatura elevada durante un corto período de tiempo puede inhibir el crecimiento de los granos cristalinos y proporcionar una baja fuerza coercitiva y una mejorada densidad de flujo magnético en un campo magnético bajo, y una reducida pérdida de histéresis. Tal recocido puede proporcionar una generalmente requerida alta propiedad magnética, y por consiguiente es preferido.

El uso de esta cinta delgada magnética blanda se puede apreciar en piezas magnéticas de alto rendimiento y es muy eficaz.

## Mejor modo de llevar a cabo la invención

La presente invención tiene como objetivo equilibrar un magnetismo blando y una alta densidad de flujo magnético de saturación  $B_s$  (deseablemente no menor de 1,7 T) en una aleación con un alto contenido de Fe, e intentar desarrollar un material cristalino fino con un enfoque en el sistema binario Fe-P y en el sistema ternario Fe-M-P (donde M representa al menos un elemento seleccionado de Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo y W), que pueda tener de forma estable una fase amorfa incluso a un alto contenido de Fe. Específicamente, el Cu se añade a una aleación con un contenido de Fe de no más del 88 % (en %), de la cual se puede obtener de forma estable una cinta delgada con una fase amorfa como la fase principal, ya que el Cu no solidifica solutos con el Fe. De ese modo, se genera el núcleo de cristales finos y luego se recuece para precipitar cristales finos y hacer crecer los granos cristalinos para obtener un material cristalino fino. La formación de una fase amorfa en la etapa temprana de la producción de la aleación puede proporcionar granos cristalinos finos uniformes. Para obtener una  $B_s$  de no menos de 1,7 T mediante el uso de la aleación cristalina fina magnética blanda de la presente invención, el contenido del Fe es deseablemente al menos aproximadamente un 75 % (en %) si toda la estructura se compone de cristales finos de Fe ccc.

La cinta delgada magnética blanda con una alta densidad de flujo magnético de saturación y una baja fuerza coercitiva según la presente invención inventada por el estudio anterior está representada por la fórmula de composición  $Fe_{100-x-y-z} A_x M_y X_{z-a} P_a$  (donde A representa al menos un elemento seleccionado de Cu y Au; M representa al menos un elemento seleccionado de Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo y W; X representa B y Si, y  $0,7 \leq x \leq 1,3$ ,  $0 < y \leq 2,5$ ,  $10 \leq z \leq 23$ , y  $0,35 \leq a \leq 10$  en porcentaje atómico). La cinta delgada magnética blanda en un estado amorfo después del rápido enfriamiento tiene una alta resistencia a la flexión y se puede doblar a 180 grados. Además, después del recocido la cinta delgada magnética blanda estructurada con granos cristalinos principalmente finos puede tener altas propiedades magnéticas.

En el intervalo especificado por  $0,5 \leq x \leq 1,5$ ,  $y \leq 2,0$ ,  $10 \leq z \leq 20$ , y  $0,35 \leq a \leq 10$  dentro de un ejemplo ilustrativo que no está dentro de los intervalos de composición del alcance reivindicado, se obtiene la densidad de flujo magnético de saturación de no menos de 1,74 T y por consiguiente, tal cinta delgada magnética blanda es deseable como un material magnético blando.

Además, en el intervalo especificado por  $0,5 \leq x \leq 1,5$ ,  $y \leq 1,5$ ,  $10 \leq z \leq 18$ , y  $0,35 \leq a \leq 10$  dentro de un ejemplo ilustrativo que no está dentro de los intervalos de composición del alcance reivindicado, se obtiene la densidad de flujo magnético de saturación de no menos de 1,78 T y por consiguiente tal cinta delgada magnética blanda es más deseable como un material magnético blando.

Además, en el intervalo especificado por  $0,5 \leq x \leq 1,5$ ,  $y \leq 1,0$ ,  $10 \leq z \leq 16$ , y  $0,35 \leq a \leq 10$  dentro de un ejemplo ilustrativo que no está dentro de los intervalos de composición del alcance reivindicado, se obtiene la densidad de flujo magnético de saturación de no menos de 1,8 T y por consiguiente tal cinta delgada magnética blanda es extremadamente deseable como un material magnético blando.

- En un ejemplo ilustrativo que no está dentro del alcance reivindicado, el contenido  $x$  del elemento A, que es Cu o Au, se define como  $0,5 \leq x \leq 1,5$ . Si el contenido de A es superior al 1,5 %, una cinta delgada con una fase amorfa como fase principal se fragiliza durante el enfriamiento rápido en un líquido. El contenido de A para la presente invención es  $0,7 \leq x \leq 1,3$  como se define en las presentes reivindicaciones. El uso de Cu como elemento A es preferible en términos de costo, y si se usa Au, su contenido está preferiblemente en el intervalo de no más del 1,5 % en relación al contenido del Cu.
- Además, el contenido  $y$  del elemento M (M es al menos un elemento seleccionado de Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo y W) se define como  $0 < y \leq 2,5$ . Si el contenido de M excede del 2,5 %, la densidad de flujo magnético de saturación es menos de 1,7 T.
- Si el contenido total  $z$  del elemento X (X es B y Si) y de P es menos del 10 %, es extremadamente difícil obtener una cinta delgada con una fase amorfa como la fase principal. Si el contenido  $z$  excede del 20 %, por el contrario, la densidad de flujo magnético de saturación no es mayor de 1,7 T. Además, se puede obtener de forma estable una fase amorfa mientras se satisfagan las restricciones sobre el contenido de Fe.
- El contenido  $x$  del elemento A, el contenido  $y$  del elemento M y el contenido total  $z$  del elemento X y de P son más preferiblemente, respectivamente,  $0,7 \leq x \leq 1,3$ ,  $y \leq 1,5$ , y  $12 \leq z \leq 20$ , y mucho más preferiblemente  $0,7 \leq x \leq 1,3$ ,  $y \leq 1,0$ , y  $12 \leq z \leq 16$ . Mediante el control de  $x$ ,  $y$  y  $z$  en estos intervalos, se obtiene una aleación cristalina fina magnética blanda con una alta densidad de flujo magnético de saturación y una baja fuerza coercitiva de no más de 12 A/m.
- P es un elemento que es extremadamente eficaz en la mejora de la capacidad de formación de una fase amorfa y también es eficaz en la inhibición del crecimiento de los granos nano-cristalinos. Por estas razones, el P es un elemento que es esencial para la realización de alta dureza, alta  $B_s$ , y buenas propiedades magnéticas blandas, que pretende la presente invención.
- B es un elemento que es útil para acelerar la formación de la fase amorfa.
- La adición de Si aumenta la temperatura de inicio de la precipitación del Fe-P y del Fe-B que tienen una alta anisotropía magnetocristalina, y de ese modo puede hacer la temperatura de recocido más alta. El recocido de alta temperatura aumenta el porcentaje de la fase cristalina fina, aumenta la  $B_s$ , y mejora la cuadratura de la curva B-H. Además, es eficaz en la inhibición del cambio de calidad y en la decoloración de la superficie de la muestra.
- M es al menos un elemento seleccionado de Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo y W. Junto con el elemento A y los elementos metaloides, entra preferentemente en la fase amorfa que permanece incluso después del recocido, de modo que actúa para inhibir el crecimiento de los granos cristalinos finos con una alta concentración de Fe. Esta acción disminuye el tamaño medio de los granos de los nano-cristales y contribuye a mejorar la saturación de la curva B-H y las propiedades magnéticas blandas. Por otra parte, el Fe contribuye sustancialmente al magnetismo de la aleación de la presente invención, y de ese modo el contenido de Fe requiere mantenerse alto. Un elemento con un alto peso atómico tiene como resultado una disminución en el contenido de Fe por unidad de peso. Especialmente, si el Nb o el Zr es un elemento de sustitución, la cantidad de sustitución es aproximadamente no más del 2,5 % y más preferiblemente no más del 1,5 %. Si el Ta o Hf es un elemento de sustitución, la cantidad de sustitución no es más del 1,5 % y más preferiblemente no más del 0,8 %. Además, incluso si una parte del Fe está sustituido con al menos un elemento seleccionado de Re, los elementos del grupo del platino, Ag, Zn, In, Sn, As, Sb, Bi, Y, N, O, Mn y los elementos de tierras raras, también se pueden obtener los efectos anteriores. La sustitución con Mn disminuye la densidad de flujo magnético de saturación, de modo que la cantidad de sustitución es preferiblemente menos del 5 % y más preferiblemente menos del 2 %.
- Una cantidad total de estos elementos es preferiblemente no más del 1,5 % con el fin de obtener una particularmente elevada densidad de flujo magnético de saturación. Además, la cantidad total es más preferiblemente no más del 1,0 %.
- Una parte de X puede estar sustituida con al menos un elemento seleccionado de Ga, Ge, C y Al. La sustitución con el elemento puede ajustar la magneto-restricción y las propiedades magnéticas.
- Mediante la sustitución de una parte del Fe con al menos un elemento seleccionado de Ni y Co que solidifica solutos con el Fe y el elemento A, se aumenta la capacidad de formación de una fase amorfa, y de ese modo se puede aumentar el contenido del elemento A. El aumento en el contenido del elemento A facilita la formación de la estructura cristalina más fina y mejora las propiedades magnéticas blandas. Además, la sustitución con Ni o Co aumenta la densidad de flujo magnético de saturación. Una mayor sustitución con el elemento tiene como resultado un aumento en el costo, lo que es una preocupación. De ese modo, la cantidad de sustitución con Ni es menos del 10 %, preferiblemente menos del 5 %, y más preferiblemente menos del 2 %, mientras que la cantidad de sustitución con Co es menos del 10 %, preferiblemente menos del 2 %, y más preferiblemente menos del 1 %.
- Si bien una aleación amorfa con la misma composición que la aleación de la presente invención tiene una relativamente alta magneto-restricción debido al efecto de magnetovolumen, el Fe cúbico centrado en el cuerpo proporciona un bajo efecto de magneto-volumen y por consiguiente una mucha menor magneto-restricción. La

aleación de la presente invención con granos cristalinos finos, la mayor parte de su estructura está compuesta principalmente de Fe-ccc, mantiene su función incluso a la vista de la reducción de ruido.

5 Una aleación a base de Fe tiene una dureza más alta al producirla de modo que tenga una estructura donde los granos cristalinos con un tamaño medio de los granos de no más de 30 nm se dispersan en la fase amorfa a una fracción en volumen de menos del 10 % cuando se enfría rápidamente una masa fundida de la aleación. La fracción en volumen de los granos cristalinos de la invención reivindicada no es más del 1 % tal como se define en las presentes reivindicaciones. Si los cristales finos se distribuyen en la matriz amorfa a una fracción en volumen de no menos del 10 % (excluyendo el intervalo dentro de 0,2  $\mu\text{m}$  por debajo de la superficie de la cinta delgada), la aleación tiene una dureza inferior, y el tamaño medio de los granos, la distribución del tamaño de los granos, y la densidad de los granos de la fase nano-cristalina obtenidos después del recocido se ven afectados fácilmente por el grosor y las condiciones de producción, haciendo difícil obtener una cinta delgada magnética blanda con propiedades estables. Los problemas anteriores se resuelven reduciendo los cristales finos en la matriz amorfa y facilitando la nucleación uniforme durante el recocido.

15 Después del recocido en la aleación nano-cristalina, los granos de cristal de estructura cúbica centrada en el cuerpo dispersos en la fase amorfa necesitan tener un tamaño medio de los granos de no más de 60 nm y estar dispersos a una fracción en volumen de no menos del 30 %. Si el tamaño medio de los granos de los granos cristalinos supera 60 nm, se deterioran las propiedades magnéticas blandas, mientras que si la fracción en volumen de los granos cristalinos es menos del 30 %, el porcentaje de la fase amorfa es tan grande que no se puede obtener fácilmente una alta densidad de flujo magnético de saturación. El tamaño medio de los granos de los granos cristalinos después del recocido es más preferiblemente no más de 30 nm, y la fracción en volumen de los granos cristalinos es más preferiblemente no menos del 50 %. Estos intervalos permiten la realización de una aleación con mejor magnetismo blando y una menor magneto-restricción que la de la cinta delgada magnética blanca amorfa a base de Fe.

25 Un método de enfriamiento rápido de una masa fundida en la presente invención incluye un proceso de rodillo único, un proceso de rodillo doble, un proceso de hilado de líquido por rotación, un proceso de atomización en gas, y un proceso de atomización en agua y similares. De este modo, se pueden producir una escama, una cinta delgada y un polvo. Además, la temperatura de la masa fundida antes del enfriamiento rápido es deseablemente aproximadamente de 50°C a 300°C mayor que el punto de fusión de la aleación.

30 Si no está contenido un metal activo, se pueden llevar a cabo procesos de enfriamiento muy rápidos, tales como un proceso de rodillo único en aire o en una atmósfera localizada de argón o gas de nitrógeno o similar. Si está contenido un metal activo, el proceso de enfriamiento se lleva a cabo en un gas inerte tal como Ar o He, en un gas de nitrógeno, a presión reducida, o en una atmósfera de gas que se controla cerca de la superficie del rodillo próxima a la punta de la boquilla. Además, se produce una cinta delgada de la aleación mientras se sopla gas de CO<sub>2</sub> contra el rodillo o mientras se quema gas de CO cerca de la superficie del rodillo próxima a la boquilla.

35 La velocidad periférica de un rodillo de enfriamiento en un proceso de rodillo único es deseablemente aproximadamente 15 m/s a 50 m/s, y el rodillo de enfriamiento está convenientemente fabricado de cobre puro o de aleaciones de cobre tales como Cu-Be, Cu-Cr, Cu-Zr o Cu-Zr-Cr que tienen buena conducción térmica. Si se produce a gran escala una cinta delgada o si se produce una cinta delgada ancha o de espesor, el rodillo de enfriamiento tiene preferiblemente una estructura de refrigeración por agua.

40 A través del recocido, se puede precipitar una estructura cristalina fina en una cinta delgada magnética blanda de la presente invención. Durante el calentamiento en el recocido, se genera un núcleo uniforme y luego la cinta delgada magnética blanda se mantiene en un intervalo de temperaturas igual o mayor que la temperatura de cristalización durante un segundo o más con el fin de facilitar el crecimiento de los granos cristalinos. El ajuste de los tres parámetros de velocidad de calentamiento, temperatura y tiempo puede controlar la nucleación y el crecimiento de los granos cristalinos. Por esta razón, incluso si el recocido se realiza a alta temperatura, el crecimiento de los granos cristalinos se puede inhibir si el tiempo de recocido es muy corto, y el recocido también es eficaz en la reducción de la producción de compuestos, en la disminución de la fuerza coercitiva, en el aumento de la densidad de flujo magnético en un campo magnético bajo, y en la disminución de la pérdida por histéresis. El recocido a baja temperatura y a largo plazo mencionado en primer término o el recocido a alta temperatura y a corto plazo anterior se puede usar apropiadamente dependiendo de las propiedades magnéticas deseadas. Este recocido a alta temperatura y a corto plazo es preferible ya que se pueden obtener fácilmente las generalmente necesarias propiedades magnéticas.

45 La temperatura de mantenimiento es preferiblemente no menos de 430°C. Cuando la temperatura es menos de 430°C, el efecto anterior no se obtiene fácilmente, incluso mediante el ajuste adecuado del tiempo de mantenimiento. La temperatura de mantenimiento es preferiblemente T<sub>X2</sub>-50°C o superior, donde T<sub>X2</sub> es la temperatura a la que precipita un compuesto.

50 Además, cuando un tiempo de mantenimiento no es más corto de 1 hora, el efecto anterior no se obtiene fácilmente y esto conduce a un tiempo de tratamiento más largo, y por consiguiente una pobre productividad. El tiempo de

mantenimiento es preferiblemente no más largo de 30 minutos, más preferiblemente no más largo de 20 minutos, y mucho más preferiblemente no más largo de 15 minutos.

La velocidad de calentamiento máxima es preferiblemente no menos de 100°C/min. Además, la velocidad de calentamiento media es más preferentemente no menos de 100°C/min.

- 5 En este proceso de producción, una velocidad de calentamiento en el intervalo de altas temperaturas afecta en gran medida a las propiedades. Así, la velocidad de calentamiento media es preferiblemente no menos de 100°C/min a una temperatura de recocido de no menos de 300°C, y más preferiblemente no menos de 100°C/min a una temperatura de recocido de no menos de 350°C.

10 Como un método para llevar a cabo el calentamiento, se puede preparar una muestra para que tenga un peso ajustado de manera que tenga una capacidad calorífica más baja y se coloca con antelación en un horno a una temperatura igual o mayor que la temperatura objetivo. Otros métodos incluyen un método que usa un horno de calentamiento por lámparas (concentración de infrarrojo), un método que hace pasar directamente corriente a través de una muestra para calentar la muestra con el calor Joule, un método que implica el calentamiento por inducción electromagnética, un método que implica calentamiento por láser, y un método que pone una muestra en contacto con o cerca de una sustancia con una alta capacidad calorífica para calentar la muestra. Cualquiera de estos métodos puede mejorar la productividad con un recocido en continuo.

15 Además, la nucleación también se puede controlar, por ejemplo, mediante un recocido de múltiples etapas que implique su mantenimiento durante un cierto período de tiempo en un número de etapas cambiando el control de la velocidad de calentamiento o variando la temperatura. Además, la aleación se puede mantener a una temperatura menor que la temperatura de cristalización durante un cierto período de tiempo suficiente para generar la nucleación, seguido de un recocido a una temperatura mayor que la temperatura de cristalización durante menos de 1 hora para hacer crecer los granos cristalinos. En este caso, los granos cristalinos inhiben el crecimiento de otros, y de ese modo se obtiene una estructura cristalina fina uniforme. Por ejemplo, el recocido a aproximadamente 250°C durante un periodo de tiempo no más corto de 1 hora, seguido de un recocido a alta temperatura y a corto plazo, por ejemplo, que implique la condición de una velocidad de calentamiento de no menos de 100°C/min cuando la temperatura de recocido sea superior a 300°C, puede proporcionar el mismo efecto que el anterior proceso de producción.

20 Mediante el establecimiento de una alta temperatura dentro del horno, se garantiza que la velocidad de calentamiento sea alta en el intervalo de altas temperaturas de no menos de 300°C, y aún más no menos de 400°C. Incluso si la temperatura de una cinta delgada de aleación falla en alcanzar la temperatura dentro del horno, el recocido se puede terminar justo después de que alcance la temperatura objetivo. De esta manera, una cinta delgada magnética blanda puede tener una alta  $B_S$  y una baja fuerza coercitiva. La temperatura objetivo es preferiblemente una temperatura mayor que la temperatura de cristalización, y la cinta delgada se coloca preferiblemente en el intervalo de temperaturas mayor que la temperatura de cristalización durante un periodo de tiempo no más corto de 1 segundo.

35 Aunque el recocido se puede llevar a cabo en aire, en vacío o en un gas inerte tal como argón, nitrógeno o helio, es particularmente deseable llevarlo a cabo en gas inerte. El recocido aumenta la fracción en volumen de los granos cristalinos principalmente de Fe cúbico centrado en el cuerpo y aumenta la densidad de flujo magnético de saturación. Además, el recocido también reduce la magneto-restricción. El recocido en un campo magnético puede impartir anisotropía magnética inducida a la aleación magnética blanda de la presente invención. Durante al menos una parte del periodo de recocido, se aplica un campo magnético lo suficientemente fuerte como para saturar la aleación. En general, dependiendo de la forma del núcleo de la aleación magnética, se aplica un campo magnético a no menos de 8 kAm<sup>-1</sup> cuando se aplica a lo largo de la dirección de la anchura (la dirección de la altura del núcleo en el caso de un núcleo magnético en forma de anillo) de la cinta delgada, y a no menos de 80 Am<sup>-1</sup> cuando se aplica a lo largo de la dirección longitudinal (la dirección de la trayectoria magnética del núcleo en el caso de un núcleo magnético en forma de anillo). El campo magnético que se aplica puede ser de CC, AC, o pulsante. Generalmente se aplica un campo magnético en el intervalo de temperaturas de no menos de 200°C durante un periodo de tiempo no más corto de 20 minutos. Cuando se aplica el campo magnético, incluso durante el calentamiento, el mantenimiento a una temperatura constante y el enfriamiento, se induce una mejor anisotropía magnética uni-axial, de modo que se aprecia una forma más estable de ciclo de histéresis de CC o CA. Un recocido en un campo magnético proporciona una aleación con un ciclo de histéresis de CC con una alta relación de cuadratura o una baja relación de cuadratura. Si no se aplica el recocido en un campo magnético, una aleación de la presente invención tiene un ciclo de histéresis de CC con una relación de cuadratura moderada. Por lo general, el recocido es deseable que se lleve a cabo en una atmósfera de un gas inerte con un punto de rocío de no más de -30°C. El recocido en una atmósfera de un gas inerte con un punto de rocío de no más de -60°C proporciona una mucha menor variación y un resultado más preferible.

50 Se obtiene un resultado más preferible cuando una superficie de la cinta delgada magnética blanda de la presente invención se cubre, por ejemplo, con un polvo o con una película de SiO<sub>2</sub>, MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o similar; se trata químicamente para formar una capa aislante sobre la misma; o se somete a oxidación anódica para formar una capa aislante de óxido sobre la misma para el aislamiento de la capa intermedia, según sea necesario. Tales tratamientos

son particularmente eficaces en la reducción del impacto de la corriente de Foucault causada por las altas frecuencias que se propagan a través de las capas y de ese modo se mejora la pérdida en núcleo de alta frecuencia. Este efecto es particularmente notable si se usan tales tratamientos para un núcleo magnético compuesto por una cinta delgada ancha con una buena condición de superficie. Además, cuando se produce un núcleo magnético a partir de la cinta delgada magnética blanda de la presente invención, la impregnación o el revestimiento, por ejemplo, también se pueden llevar a cabo según sea necesario. La aleación de la presente invención muestra el mayor rendimiento en aplicaciones de alta frecuencia, especialmente en aplicaciones que impliquen el paso de corriente por impulsos, y también se puede usar en aplicaciones de sensores y de piezas magnéticas de baja frecuencia. La aleación puede mostrar excelentes propiedades especialmente en aplicaciones donde es un problema la saturación magnética, y es particularmente adecuada para aplicaciones de electrónica de energía de alta potencia.

Una cinta delgada magnética blanda de la presente invención, que se recuece mientras se aplica un campo magnético en una dirección casi perpendicular a la dirección de magnetización cuando se usa la cinta delgada, tiene una menor pérdida en el núcleo que un material convencional con una alta densidad de flujo de saturación magnética. Por otra parte, la cinta delgada magnética blanda de la presente invención puede proporcionar excelentes propiedades incluso si es en la forma de una película delgada o de un polvo.

Si las piezas magnéticas se componen de la cinta delgada magnética blanda, se puede apreciar que las piezas magnéticas compactas o de alto rendimiento son adecuadas para diferentes reactores para altas corrientes tales como reactores de ánodo, bobinas de choque para filtros activos, bobinas de choque de amortiguado, diferentes transformadores, escudos magnéticos, piezas de supresión de ruido, tales como materiales de blindaje electromagnético, fuentes de energía láser, piezas magnéticas de potencia emitida en impulsos para aceleradores, motores, generadores o similares.

(Ejemplo 1)

Se calentó una masa fundida de aleación con cada una de las composiciones mostradas en la Tabla 1 (ninguna está dentro del alcance de las presentes reivindicaciones) a 1.300°C y se chorreó sobre un rodillo de aleación de Cu-Be con un diámetro exterior de 300 mm que giraba a una velocidad periférica de 30 m/s para producir una cinta delgada amorfa. Las cintas delgadas amorfas producidas tenían una anchura de 5 mm y un espesor de aproximadamente 21 µm. La difracción de rayos X y la microscopía electrónica de transmisión (TEM, por sus siglas en inglés) mostraron que los cristales finos de no más de 30 nm se precipitaron en la fase amorfa a no más del 1 %. Cada cinta delgada amorfa se podía doblar a 180 grados y punzonar con una herramienta cortante tal como un molde.

Estas cintas delgadas amorfas se calentaron rápidamente a una velocidad de calentamiento media de no menos de 100°C/min en el intervalo de temperaturas de no menos de 300°C, se mantuvieron a 450°C durante 10 minutos, y luego se enfriaron rápidamente a temperatura ambiente. La velocidad de calentamiento fue aproximadamente 170°C/min a 350°C. En la Tabla 1 se muestran los datos de la fuerza coercitiva y la permeabilidad magnética máxima de las cintas delgadas magnéticas blandas sometidas al recocido. Cada composición proporciona una B<sub>8000</sub> de no menos de 1,7 T. A pesar de que una aleación con una baja concentración de Cu tiende a tener una baja densidad del número de núcleos, el calentamiento instantáneo de la misma facilitaba la formación uniforme del núcleo para reducir la fase amorfa residual y de ese modo aumentar el intervalo de composiciones en las que B<sub>8000</sub> aumentaba a no menos de 1,70 T. Las aleaciones de la presente invención tienen una alta B<sub>80</sub>, así como una baja H<sub>c</sub>, y de ese modo mantienen sus expectativas como materiales magnéticos blandos. En cada una de estas cintas delgadas magnéticas blandas, al menos una parte de su estructura contenía granos cristalinos con un tamaño de grano de no más de 60 nm (con exclusión de 0). Además, la fase de grano nano-cristalino en la fase amorfa tenía una fracción en volumen de no menos del 50 %.

[Tabla 1]

Composición	Fuerza coercitiva H <sub>c</sub> (A/m)	Densidad de flujo magnético a 80 A/m B <sub>80</sub> (T)	Densidad de flujo magnético a 8.000 A/m B <sub>8000</sub> (T)	Permeabilidad magnética máxima µ <sub>m</sub> (10 <sup>3</sup> )
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>5</sub> B <sub>11</sub> P <sub>2</sub>	3,8	1,58	1,77	102
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,3</sub> Si <sub>5</sub> B <sub>11</sub> P <sub>2</sub>	3,8	1,60	1,77	201
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>11</sub> P <sub>4</sub>	5,2	1,57	1,76	140
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,3</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>11</sub> P <sub>4</sub>	5,2	1,57	1,77	132
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>13</sub> P <sub>2</sub>	15,4	1,60	1,79	55
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,3</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>13</sub> P <sub>2</sub>	8,0	1,48	1,79	58



ES 2 616 345 T3

Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub>	4,6	1,67	1,81	109
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub>	4,8	1,65	1,79	97
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>4</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub>	4,9	1,64	1,77	105
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>5</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub>	4,8	1,62	1,75	80
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>6</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub>	4,2	1,60	1,74	100
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>1</sub> B <sub>13</sub> P <sub>2</sub>	5,9	1,67	1,84	117
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>13</sub> P <sub>2</sub>	5,6	1,66	1,82	66
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>5</sub> B <sub>13</sub> P <sub>2</sub>	5,8	1,60	1,75	63
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>8</sub> B <sub>13</sub> P <sub>2</sub>	5,9	1,58	1,71	45
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>7</sub> B <sub>13</sub> P <sub>2</sub>	5,8	1,27	1,70	51
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>1</sub> B <sub>14</sub> P <sub>2</sub>	7,0	1,64	1,81	121
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>4</sub> B <sub>14</sub> P <sub>2</sub>	7,1	1,62	1,78	92
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>14</sub> P <sub>2</sub>	6,7	1,61	1,79	80
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>14</sub> P <sub>2</sub>	6,8	1,63	1,78	74
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>6</sub> B <sub>14</sub> P <sub>2</sub>	6,4	1,54	1,75	75
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>1</sub> B <sub>15</sub> P <sub>2</sub>	7,1	1,62	1,79	96
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>15</sub> P <sub>2</sub>	7,8	1,65	1,78	100
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>15</sub> P <sub>2</sub>	7,6	1,45	1,74	130
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>4</sub> B <sub>15</sub> P <sub>2</sub>	8,2	1,55	1,70	62
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>1</sub> B <sub>16</sub> P <sub>2</sub>	9,6	1,60	1,76	61
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>16</sub> P <sub>2</sub>	9,5	1,52	1,70	100
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> B <sub>13</sub> P <sub>2</sub>	8,0	1,41	1,84	72
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> B <sub>14</sub> P <sub>2</sub>	8,5	1,71	1,83	50
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> B <sub>15</sub> P <sub>2</sub>	8,8	1,67	1,82	78
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> B <sub>16</sub> P <sub>2</sub>	9,7	1,59	1,78	60
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> B <sub>18</sub> P <sub>2</sub>	10,6	1,37	1,72	33
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> B <sub>20</sub> P <sub>2</sub>	11,6	1,48	1,70	31
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> B <sub>8</sub> P <sub>10</sub>	4,7	1,59	1,78	62
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> B <sub>10</sub> P <sub>8</sub>	5,7	1,58	1,78	66
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> B <sub>13</sub> P <sub>5</sub>	6,2	1,59	1,78	63
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>10</sub> P <sub>6</sub>	4,8	1,59	1,77	51
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>8</sub> P <sub>8</sub>	4,8	1,60	1,77	54
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>10</sub> P <sub>8</sub>	6,2	1,56	1,75	67
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>8</sub> P <sub>10</sub>	6,2	1,57	1,75	72
Fe <sub>bal</sub> .Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>7</sub> P <sub>8</sub>	9,4	1,58	1,76	55

Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> Bi <sub>3</sub> P <sub>0,4</sub>	12,0	1,48	1,79	38
---	------	------	------	----

(Ejemplo 2)

5 Se calentó una masa fundida de aleación con cada una de las composiciones mostradas en la Tabla 2 a 1.300°C y se chorreó sobre un rodillo de aleación de Cu-Be con un diámetro exterior de 300 mm que giraba a una velocidad periférica de 30 m/s para producir una cinta delgada amorfa. Las cintas delgadas amorfas producidas tenían una anchura de 5 mm y un espesor de aproximadamente 21 µm. La difracción de rayos X y la microscopía electrónica de transmisión (TEM, por sus siglas en inglés) mostraron que los cristales finos se precipitaron en la fase amorfa a no más del 1 %. Cada cinta delgada amorfa se podría doblar a 180 grados y punzonar con una herramienta cortante tal como un molde.

10 Estas muestras en forma de placa se calentaron rápidamente a una velocidad de calentamiento media de no menos de 100°C/min en el intervalo de temperaturas de no menos de 300°C, se mantuvieron a 450°C durante 10 minutos, y luego se enfriaron rápidamente a temperatura ambiente. La velocidad de calentamiento fue aproximadamente 170°C/min a 350°C. En la Tabla 2 se muestran los datos de la fuerza coercitiva y la permeabilidad magnética máxima de las muestras. Cada composición proporciona una B<sub>8000</sub> de no menos de 1,7 T. Aunque una aleación con una baja concentración de Cu tiende a tener un núcleo bajo, la calefacción instantánea facilitaba la nucleación uniforme y reducía la fase amorfa residual y, de ese modo ampliaba el intervalo de composiciones en las que la B<sub>8000</sub> aumentaba a no menos de 1,70 T. Las cintas delgadas magnéticas blandas de la presente invención tienen una alta B<sub>80</sub>, así como una baja H<sub>C</sub>, y de ese modo mantienen sus expectativas como materiales magnéticos blandos.

20 En cada una de estas cintas delgadas magnéticas blandas, al menos una parte de su estructura contenía granos cristalinos con un tamaño de los granos de no más de 60 nm (con exclusión de 0). Además, la fase de grano nano-cristalino en la fase amorfa tenía una fracción en volumen de no menos del 50 %. Se demostró que la sustitución con Nb disminuía el tamaño medio de los granos de la fase de nano-cristalina, para mejorar la saturación de la curva de B-H, y aumentar la B<sub>80</sub>.

[Tabla 2]

Composición	Fuerza coercitiva H <sub>c</sub> (A/m)	Densidad de flujo magnético a 80 A/m B <sub>80</sub> (T)	Densidad de flujo magnético a 8.000 A/m B <sub>8000</sub> (T)	Permeabilidad magnética máxima µ <sub>m</sub> (10 <sup>3</sup> )
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,0</sub> Nb <sub>1,0</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub>	3,0	1,70	1,75	185
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Nb <sub>1,0</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub>	4,6	1,71	1,75	134
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,0</sub> Nb <sub>1,0</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>10</sub> P <sub>2</sub>	6,8	1,71	1,79	59
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,0</sub> Nb <sub>1,0</sub> Si <sub>4</sub> B <sub>10</sub> P <sub>2</sub>	3,3	1,63	1,75	65

25 (Ejemplo 3)

Se calentó una masa fundida de aleación con cada una de las composiciones mostradas en la Tabla 3 (las marcadas con el símbolo \* no están dentro del alcance de las presentes reivindicaciones) a 1.300°C y se chorreó sobre un rodillo de aleación de Cu-Be con un diámetro exterior de 300 mm que giraba a una velocidad periférica de 30 m/s para producir una cinta delgada amorfa. Las cintas delgadas amorfas producidas tenían una anchura de 5 mm y un espesor de aproximadamente 21 µm. La difracción de rayos X y la microscopía electrónica de transmisión (TEM, por sus siglas en inglés) mostraron que los cristales finos de no más de 30 nm se precipitaron en la fase amorfa a no más del 1 %. Cada cinta delgada amorfa se podía doblar a 180 grados y punzonar con una herramienta cortante tal como un molde.

35 Estas muestras en forma de placas se calentaron rápidamente a una velocidad de calentamiento media de no menos de 100°C/min en el intervalo de temperaturas de no menos de 300°C, se mantuvieron a 450°C durante 10 minutos, y luego se enfriaron rápidamente a temperatura ambiente. La velocidad de calentamiento fue aproximadamente 170°C/min a 350°C. En la Tabla 3 se muestran los datos de la fuerza coercitiva H<sub>C</sub> y de la densidad de flujo magnético de saturación B<sub>S</sub> (el valor de B<sub>8000</sub> se supone que es B<sub>S</sub>) de las aleaciones. Cada composición proporciona una B<sub>S</sub> de no menos de 1,7 T. A pesar de que una aleación con una baja concentración de Cu tiende a tener un núcleo bajo, el calentamiento instantáneo facilita la nucleación uniforme. Las aleaciones de la presente invención tienen una baja H<sub>C</sub> a 10 A/m, y mantienen sus expectativas como materiales magnéticos blandos con una alta B<sub>S</sub> y una baja pérdida.

En cada una de estas cintas delgadas magnéticas blandas, al menos una parte de su estructura contenía granos cristalinos con un tamaño de grano de no más de 60 nm (con exclusión de 0). Además, la fase de grano nanocrystalino en la fase amorfa tenía una fracción en volumen de no menos del 50 %.

[Tabla 3]

Composición (%)	B <sub>s</sub> (T)	Fuerza coercitiva H <sub>c</sub> (A/m)
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>0,8</sub> Au <sub>0,2</sub> Si <sub>1</sub> B <sub>13</sub> P <sub>2</sub> *	1,84	5,2
Fe <sub>bal.</sub> Ni <sub>2</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> *	1,81	4,5
Fe <sub>bal.</sub> Co <sub>2</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> *	1,82	6,8
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Al <sub>0,5</sub> *	1,80	3,5
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Ge <sub>0,5</sub> *	1,80	6,9
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Co <sub>0,5</sub> *	1,80	4,5
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Au <sub>0,5</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> *	1,81	4,0
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Pt <sub>0,5</sub> *	1,81	4,1
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> W <sub>0,5</sub>	1,79	7,2
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Sn <sub>0,5</sub> *	1,80	7,2
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> In <sub>0,5</sub> *	1,80	7,3
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Ga <sub>0,5</sub> *	1,81	7,1
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Ti <sub>0,5</sub>	1,81	7,8
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Cr <sub>0,5</sub>	1,80	8,0
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Hf <sub>0,5</sub>	1,78	6,2
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Nb <sub>0,5</sub>	1,78	6,9
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Zr <sub>0,5</sub>	1,78	7,0
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Ta <sub>0,5</sub>	1,78	7,0
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Mo <sub>0,5</sub>	1,78	7,1
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Ge <sub>0,5</sub> *	1,80	8,2
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>3</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Mn <sub>0,5</sub> *	1,80	4,2
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,4</sub> Nb <sub>0,025</sub> Si <sub>1</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> *	1,85	8,8
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> V <sub>0,2</sub> Si <sub>14</sub> B <sub>7</sub> P <sub>2</sub>	1,76	7,8
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>4</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub> Zr <sub>0,2</sub> *	1,81	6,5

5

(Ejemplo 4)

Se calentó una masa fundida de aleación con cada una de las composiciones mostradas en la Tabla 4 a 1.300°C y se chorreó sobre un rodillo de aleación de Cu-Be con un diámetro exterior de 300 mm que giraba a una velocidad periférica de 30 m/s para producir una cinta delgada amorfa con una anchura de 5 mm y un espesor de aproximadamente 27 μm. La cinta delgada amorfa de la presente invención a la que se añadió P se podía doblar a 180 grados. Además, la difracción de rayos X y la microscopía de transmisión de electrones (TEM, por sus siglas en inglés) de la cinta delgada amorfa de la presente invención mostraron que los cristales finos de no más de 30 nm se precipitaron en la fase amorfa a no más del 1 %.

10

Estas muestras se calentaron rápidamente a una velocidad de calentamiento media de no menos de 100°C/min en el intervalo de temperaturas de no menos de 300°C, se mantuvieron a 450°C durante 10 minutos, y luego se enfriaron rápidamente a temperatura ambiente. La velocidad de calentamiento fue aproximadamente 170°C/min a 350°C. En la Tabla 4 se muestran los datos sobre el espesor de la placa, la fuerza coercitiva, la densidad de flujo magnético de saturación y la precipitación de los granos cristalinos en la producción de las muestras. Para la cinta delgada amorfa que contiene P según la presente invención, casi no se encuentran granos cristalinos precipitados en la cinta delgada magnética blanda amorfa, incluso cuando la cinta es gruesa, y se puede obtener una fase amorfa uniforme. La cinta delgada también se puede doblar a 180 grados. Cuando se recuece la cinta delgada, se inhibe un aumento en la H<sub>C</sub> incluso cuando se aumenta el espesor. Aunque la cinta delgada tiene un espesor de 27 μm, se obtiene una H<sub>C</sub> de aproximadamente 6 A/m, que es mucho menor de 10 A/m. Como resultado, se obtienen buenas y estables propiedades magnéticas blandas en un amplio intervalo de espesores.

En un Ejemplo Comparativo al que no se añade P, los granos cristalinos precipitan de forma notable cuando se aumenta el espesor, y la cinta delgada no se puede doblar fácilmente a 180 grados. El recocido de la cinta delgada aumenta la fuerza coercitiva H<sub>C</sub> hasta 14 A/m.

[Tabla 4]

	Composición	Espesor (mm)	H <sub>C</sub> (A/m)	B <sub>S</sub> (T)	Fracción en volumen de granos cristalinos
Presente invención	Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,0</sub> Nb <sub>1,0</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub>	27	6,1	1,78	no más del 1 %
Ejemplo Comparativo	Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,0</sub> Nb <sub>1,0</sub> Si <sub>4</sub> B <sub>12</sub>	27	14,2	1,79	no menos del 10 %

(Ejemplo 5)

Se calentó una masa fundida de aleación con cada una de las composiciones mostradas en la Tabla 5 (ninguna está dentro del alcance de las presentes reivindicaciones) a 1.300°C y se chorreó sobre un rodillo de aleación de Cu-Be con un diámetro exterior de 300 mm que giraba a una velocidad periférica de 30 m/s para producir una cinta delgada amorfa con una anchura de 5 mm y un espesor de aproximadamente 20 μm. Las cintas delgadas amorfas de la presente invención a las que se añadieron P se podían doblar a 180 grados. Además, la difracción de rayos X y la microscopía de transmisión de electrones (TEM, por sus siglas en inglés) de las cintas delgadas amorfas de la presente invención mostraron que los cristales finos de no más de 30 nm se precipitaron en la fase amorfa a no más del 1 %.

Estas muestras se calentaron rápidamente a una velocidad de calentamiento media de no menos de 100°C/min en el intervalo de temperaturas de no menos de 300°C, se mantuvieron a 420°C durante 5 minutos, y luego se enfriaron rápidamente a temperatura ambiente. La velocidad de calentamiento fue de aproximadamente 180°C/min a 350°C. En la Tabla 5 se muestran los datos del espesor de la placa, la fuerza coercitiva, la densidad de flujo magnético de saturación, y la precipitación de los granos cristalinos en la producción de las muestras. Para las cintas delgadas amorfas que contienen P según la presente invención, casi no se encuentran granos cristalinos precipitados en las cintas delgadas magnéticas blandas amorfas, incluso cuando la cinta es gruesa, y se puede obtener una fase amorfa uniforme. Además, la sustitución con Ni, que solidifica solutos con Fe y Cu, facilita la agrupación del Cu de alta densidad para formar una fase nano-cristalina fina, con lo que se obtiene una baja fuerza coercitiva H<sub>C</sub>. De ese modo, se mejoran las propiedades magnéticas blandas.

[Tabla 5]

Composición	Fuerza coercitiva H <sub>C</sub> (A/m)	Densidad de flujo magnético a 80 A/m B <sub>80</sub> (T)	Densidad de flujo magnético a 8.000 A/m B <sub>8000</sub> (T)	Permeabilidad magnética máxima μ <sub>m</sub> (10 <sup>3</sup> )
Fe <sub>bal.</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>4</sub> B <sub>10</sub> P <sub>2</sub>	4,8	1,57	1,81	69
Fe <sub>bal.</sub> Ni <sub>2</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>4</sub> B <sub>10</sub> P <sub>2</sub>	3,4	1,46	1,78	72
Fe <sub>bal.</sub> Ni <sub>2</sub> Cu <sub>1,0</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub>	7,5	1,50	1,78	39
Fe <sub>bal.</sub> Ni <sub>2</sub> Cu <sub>1,2</sub> Si <sub>2</sub> B <sub>12</sub> P <sub>2</sub>	4,5	1,55	1,81	62

5 La Tabla 6 muestra las propiedades magnéticas blandas y la pérdida en el hierro de una muestra obtenida por recocido de forma rápida de un núcleo en forma de anillo con  $\phi 19 \times \phi 15 \times 5$  mm fabricado a partir de la aleación  $\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Cu}_{1,0}\text{Nb}_{1,0}\text{Si}_2\text{B}_{12}\text{P}_2$ . Se pueden obtener extremadamente buenas propiedades de pérdida en el hierro en el intervalo de frecuencias mayor que la frecuencia comercial.

[Tabla 6]

Composición	Fuerza coercitiva $H_c$ (A/m)	Densidad de flujo magnético a 80 A/m $B_{80}$ (T)	Densidad de flujo magnético a 800 A/m $B_{800}$ (T)	Pérdida en el hierro a 50 Hz y 1,5 T $P_{15/50}$ (W/kg)	Pérdida en el hierro a 400 Hz y 1,0 T $P_{10/400}$ (W/kg)	Pérdida en el hierro a 1 kHz y 1,0 T $P_{10/1k}$ (W/kg)
$\text{Fe}_{\text{bal}}\text{Cu}_{1,0}\text{Nb}_{1,0}\text{Si}_2\text{B}_{12}\text{P}_2$	8,0	1,69	1,76	0,25	0,9	2,4

**REIVINDICACIONES**

1.- Una cinta delgada amorfa para la producción de una cinta delgada magnética blanda, teniendo la cinta delgada amorfa una composición representada por la fórmula  $Fe_{100-x-y-z} A_x M_y X_{z-a} P_a$ , donde

A representa al menos un elemento seleccionado de Cu y Au;

5 M representa al menos un elemento seleccionado de Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo y W;

X representa B y Si; y

$10 \leq z \leq 23$ , y  $0,35 \leq a \leq 10$  en porcentaje atómico

caracterizada por que

$0,7 \leq x \leq 1,3$ , y  $0 < y \leq 2,5$  en porcentaje atómico,

10 la cinta delgada amorfa incluye granos cristalinos con un tamaño de no más de 30 nm precipitados en una fase amorfa a una fracción en volumen de no más del 1 %, siendo la cinta delgada amorfa capaz de ser doblada a 180 grados; y

15 la cinta delgada amorfa contiene opcionalmente al menos un elemento seleccionado de Ni y Co en una cantidad de menos del 10 % atómico en relación al contenido de Fe, al menos un elemento seleccionado de Re, los elementos del grupo del platino, Ag, Zn, In, Sn, As, Sb, Bi, Y, N, O, Mn y los elementos de tierras raras en una cantidad de menos del 5 % atómico en relación al contenido de Fe, y/o al menos un elemento seleccionado de Be, Ga, Ge, C y Al en una cantidad de menos del 5 % atómico en relación al contenido de X.

2.- Un método para producir una cinta delgada magnética blanda, que comprende las etapas de:

20 colar una masa fundida de aleación en una forma de una cinta delgada amorfa con un espesor de no más de 100  $\mu\text{m}$ , en donde

la cinta delgada amorfa tiene una composición representada por la fórmula:  $Fe_{100-x-y-z} A_x M_y X_{z-a} P_a$ , donde A representa al menos un elemento seleccionado de Cu y Au; M representa al menos un elemento seleccionado de Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo y W; X representa B y Si; y  $0,7 \leq x \leq 1,3$ ,  $0 \leq y \leq 2,5$ ,  $10 \leq z \leq 23$ , y  $0,35 \leq a \leq 10$  en porcentaje atómico,

25 la cinta delgada amorfa incluye granos cristalinos con un tamaño de no más de 30 nm precipitados en una fase amorfa a una fracción en volumen de no más del 1 %, siendo la cinta delgada amorfa capaz de ser doblada a 180 grados, y

30 la cinta delgada amorfa contiene opcionalmente al menos un elemento seleccionado de Ni y Co en una cantidad de menos del 10 % atómico en relación al contenido de Fe, al menos un elemento seleccionado de Re, los elementos del grupo del platino, Ag, Zn, In, Sn, As, Sb, Bi, Y, N, O, Mn y los elementos de tierras raras en una cantidad de menos del 5 % atómico en relación al contenido de Fe, y/o al menos un elemento seleccionado de Be, Ga, Ge, C y Al en una cantidad de menos del 5 % atómico en relación al contenido de X,

35 luego recocer la cinta delgada amorfa a una velocidad de calentamiento media de no menos de 100°C/min en un intervalo de temperaturas de 300°C a una temperatura de recocido que es más alta que una temperatura de cristalización, para obtener una cinta delgada magnética blanda con una estructura donde los granos cristalinos con un tamaño de grano de no más de 60 nm (con exclusión de 0 nm) se dispersan en una fase amorfa a una fracción en volumen de no menos del 30 %.

3. El método según la reivindicación 2, en donde la etapa de recocido incluye mantener la cinta a la temperatura de recocido durante 1 segundo a 30 minutos.

40 4. Una cinta delgada amorfa obtenida por recocido de la cinta delgada amorfa según la reivindicación 1, comprendiendo la cinta delgada magnética blanda una estructura donde los granos cristalinos de estructura cúbica centrada en el cuerpo con un tamaño medio de los granos de no más de 60 nm se dispersan en una fase amorfa a una fracción en volumen de no menos del 30 %, en donde la cinta delgada amorfa se recuece a una velocidad de calentamiento media de no menos de 100°C/min en un intervalo de temperaturas de 300°C a una temperatura de recocido que es más alta que una temperatura de cristalización.

45 5. La cinta delgada magnética blanda según la reivindicación 4, con una densidad de flujo magnético de saturación de no menos de 1,7 T y una fuerza coercitiva de no más de 20 A/m.

6. Una pieza magnética que usa la cinta delgada magnética blanda según la reivindicación 4 ó 5.