

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 791 885**

51 Int. Cl.:

**H01F 27/24** (2006.01) **C22C 45/02** (2006.01)  
**H01F 1/153** (2006.01)  
**H01F 41/02** (2006.01)  
**H01F 3/04** (2006.01)  
**H01F 27/25** (2006.01)  
**C22C 38/00** (2006.01)  
**C22C 38/02** (2006.01)  
**C22C 38/12** (2006.01)  
**C22C 38/16** (2006.01)  
**C22C 33/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.06.2015 PCT/JP2015/066758**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **17.12.2015 WO15190528**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.06.2015 E 15807434 (4)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.03.2020 EP 3157021**

54 Título: **Método para producir núcleo de aleación nanocrystalina basada en Fe**

30 Prioridad:

**10.06.2014 JP 2014119178**

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

**06.11.2020**

73 Titular/es:

**HITACHI METALS, LTD. (100.0%)  
2-70, Konan 1-chome, Minato-ku  
Tokyo 1088224, JP**

72 Inventor/es:

**MORITSUGU, NAKAO**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 791 885 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**

Método para producir núcleo de aleación nanocrystalina basada en Fe

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un método de producción de un núcleo de aleación nanocrystalina basado en Fe.

Antecedentes de la técnica

10

Las aleaciones nanocrystalinas basadas en Fe tienen excelentes características magnéticas suaves que concilian tanto la alta densidad de flujo de saturación  $B_s$  como la alta permeabilidad relativa  $\mu_r$ , y por lo tanto se usan como núcleos en bobinas reguladoras de modo común, transformadores de alta frecuencia y similares.

15 Las composiciones representativas de las aleaciones nanocrystalinas basadas en Fe son las composiciones de tipo Fe-Cu-M'-Si-B (donde M' es al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en Nb, W, Ta, Zr, Hf, Ti y Mo), como se describe en el Documento de Patente 1.

20 Una aleación nanocrystalina basada en Fe se obtiene, para una aleación en fase líquida que se ha calentado hasta el punto de fusión o una temperatura más alta, solidificando rápidamente la aleación para obtener una aleación amorfa, y después aplicando un tratamiento térmico a la aleación amorfa para efectuar la cristalización fina (nanocrystalización) de la misma. Como método para solidificar rápidamente una fase líquida, por ejemplo, puede adoptarse un método de un solo rodillo, que proporciona buena producibilidad. Una aleación que se obtiene a través de la solidificación rápida tiene una forma tira delgada o cinta.

25

Dependiendo del perfil de temperatura durante el tratamiento térmico, o con la aplicación de un campo magnético en una dirección específica durante el tratamiento térmico, una aleación nanocrystalina basada en Fe puede adquirir diferentes características magnéticas, con respecto a la permeabilidad relativa  $\mu$ , la relación de cuadratura y así sucesivamente.

30

Por ejemplo, el Documento de Patente 2 propone realizar un tratamiento térmico mientras se aplica un campo magnético en la dirección del ancho (es decir, la dirección de la altura del núcleo) de una cinta de aleación, para obtener una aleación nanocrystalina basada en Fe que tenga una permeabilidad relativa inicial  $\mu_i$  de 70.000 o más y una relación de cuadratura del 30 % o menos. Si bien se proponen diversos perfiles en el Documento de Patente 2 como ejemplos específicos del tratamiento térmico, generalmente pueden clasificarse en: perfiles que mantienen un estado bajo aplicación de campo magnético en una región de temperatura máxima alcanzable del tratamiento térmico; perfiles que mantienen un estado bajo aplicación de campo magnético durante la elevación de temperatura, a través de una región de temperatura máxima alcanzable, y en un proceso de enfriamiento; y perfiles que mantienen un estado bajo la aplicación de campo magnético desde una región de temperatura máxima alcanzable hasta un proceso de enfriamiento.

40

El Documento de Patente 3 se refiere a una aleación nanocrystalina que presenta una alta permeabilidad magnética en una relación cuadrada baja.

45 El Documento de Patente 4 describe la obtención de un núcleo magnético que tiene un diámetro pequeño que exhibe una alta permeabilidad.

El Documento de Patente 5 describe una cinta de aleación magnética blanda nanocrystalina.

50 El Documento de Patente 6 describe un núcleo magnético obtenido enrollando una lámina larga de aleación delgada o laminando láminas cortas de la misma.

LISTADO DE CITAS

55 Bibliografía de patentes

[Documento de Patente 1] Publicación de patente japonesa para la oposición N.º 4-4393

[Documento de Patente 2] Publicación de patente japonesa abierta al público N.º 7-276764

60

[Documento de Patente 3] JP 3 719 449 B2

[Documento de Patente 4] JP H09 17623 A

65

[Documento de Patente 5] EP 0 625 786 A2

[Documento de Patente 6] EP 0 473 782 A1

#### Sumario de la invención

##### 5 Problema técnico

El método de tratamiento térmico que se desvela en el Documento de Patente 2 anterior se considera eficaz como un medio para reducir la relación de cuadratura.

10 Como una aplicación, se está deseando una capacidad para hacer frente con frecuencias más bajas a frecuencias más altas, específicamente de la banda de 10 kHz a la banda de 1 MHz, siendo esta una banda de frecuencia para su uso en un regulador de modo común.

15 Un índice característico que a menudo se usa para un regulador de modo común es la impedancia relativa de la permeabilidad  $\mu_z$ . La impedancia relativa de la permeabilidad  $\mu_z$  se describe en, por ejemplo, C2531 de las normas JIS (revisado en 1999). Como se indica por la expresión a continuación, una permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_z$  puede considerarse igual a un valor absoluto de permeabilidad relativa compleja ( $\mu' - j\mu''$ ) (véase, por ejemplo, "Know-hows on Magnetic Material Selection", 10 de noviembre, 1989, editor: Keizo OHTA):

$$20 \quad \mu_z = (\mu'^2 + \mu''^2)^{1/2}.$$

25 En la expresión anterior, la parte real  $\mu'$  de la permeabilidad relativa compleja representa un componente de densidad de flujo magnético sin un desfase relativo al campo magnético y generalmente corresponde a la magnitud de la permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_z$  en una región de baja frecuencia. Por otro lado, la parte imaginaria  $\mu''$  representa un componente de densidad de flujo magnético que incluye un desfase relativo al campo magnético y es equivalente a una pérdida de energía magnética. En una región de alta frecuencia (por ejemplo, 50 kHz o superior), el efecto de la supresión de ruido es mayor a medida que la parte imaginaria  $\mu''$  se vuelve más alta.

30 La permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_z$  que está representada por la expresión anterior se usa como un índice para evaluar el efecto de la supresión de ruido para una banda de frecuencia amplia. La permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_z$  que tiene un valor alto en una banda de frecuencia amplia significa una buena capacidad para absorber o eliminar el ruido de modo común.

35 El inventor ha llevado a cabo un estudio para mejorar la impedancia relativa  $\mu_z$  anteriormente mencionada en una banda ancha a través de frecuencias de 10 kHz a 1 MHz. Como resultado, se han dado cuenta de que es difícil obtener una permeabilidad relativa de alta impedancia  $\mu_z$  a través de una banda de frecuencia ancha con los perfiles de tratamiento térmico descritos en el Documento de Patente 1 y el Documento de Patente 2.

40 La presente invención, que se ha realizado en vista de lo anterior, tiene como objeto proporcionar un método para producir el núcleo de aleación nanocristalina basado en Fe.

#### Solución al problema

45 El inventor ha descubierto que, para efectuar la cristalización fina (nanocristalización) de una aleación amorfa basada en Fe a través de un tratamiento térmico, aplicando un campo magnético dentro de un intervalo de temperatura específico en un período de elevación de temperatura produce un núcleo de aleación nanocristalina basado en Fe que tiene una permeabilidad relativa de alta impedancia  $\mu_z$  en una banda ancha a través de frecuencias de 10 kHz a 1 MHz, llegando de esta manera a la presente invención.

50 <1> núcleo de aleación nanocristalina basado en Fe

55 Se produce un núcleo, después de enrollar una cinta de aleación amorfa basada en Fe que es capaz de realizar nanocristalización, a través de una etapa de tratamiento térmico de calentar la cinta de aleación amorfa basada en Fe hasta una región de temperatura de cristalización y enfriar la cinta de aleación amorfa basada en Fe, en donde el núcleo tiene una permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_z$  de 90.000 o más a una frecuencia de 10 kHz, 40.000 o más a una frecuencia de 100 kHz, y 8.500 o más a una frecuencia de 1 MHz.

60 En una realización, es preferible que el núcleo tenga una impedancia relativa de permeabilidad  $\mu_z$  de 105.000 o más a una frecuencia de 10 kHz, 45.000 o más a una frecuencia de 100 kHz, y 9.000 o más a una frecuencia de 1 MHz.

65 En una realización, es preferible que la cinta de aleación nanocristalina basada en Fe tenga un espesor de no menos de 9  $\mu\text{m}$  y no más de 20  $\mu\text{m}$ .

<2> Método de producción para núcleo de aleación nanocristalina basado en Fe

Un método de producción para un núcleo de acuerdo con una realización de la presente invención comprende, después de enrollar una cinta de aleación amorfa basada en Fe que es capaz de realizar nanocristalización, una etapa de tratamiento térmico de calentar la cinta de aleación amorfa basada en Fe hasta una región de temperatura de cristalización y enfriar la cinta de aleación amorfa basada en Fe, en donde la etapa de tratamiento térmico comprende una etapa de aplicación de campo magnético de aplicar un campo magnético en una dirección de altura del núcleo durante no menos de 10 minutos y no más de 60 minutos, dentro de solo un intervalo de temperatura en un período de elevación de temperatura que abarca desde una temperatura que es 25 °C más alta que una temperatura de inicio de cristalización por calorímetro de barrido diferencial a una temperatura que es 60 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización.

En un método de producción de acuerdo con una realización de la presente invención, es preferible que la etapa de tratamiento térmico comprenda una etapa de aplicación de campo magnético de aplicar un campo magnético en la dirección de la altura del núcleo durante no menos de 15 minutos y no más de 40 minutos, dentro de solo un intervalo de temperatura en el período de elevación de la temperatura desde una temperatura que es 30 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización por calorímetro de exploración diferencial a una temperatura que es 50 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización.

En un método de producción de acuerdo con una realización de la presente invención, es preferible que, en la etapa de aplicación del campo magnético, se aplique un campo magnético con una intensidad de campo magnético de no menos de 50 kA/m y no más de 300 kA/m en la dirección de altura del núcleo.

En un método de producción de acuerdo con una realización de la presente invención, se usa preferentemente una cinta de aleación nanocristalina basada en Fe que tiene un espesor de no menos de 9 µm y no más de 20 µm.

En una realización de la presente invención, un método de producción para una cinta de aleación nanocristalina basada en Fe comprende: una etapa para proporcionar una cinta de aleación amorfa basada en Fe que sea capaz de realizar nanocristalización; una etapa de enrollar la cinta de aleación amorfa basada en Fe para formar un cuerpo envuelto; una etapa de tratamiento térmico para calentar el cuerpo envuelto hasta una región de temperatura de cristalización y enfriar el cuerpo envuelto; y una etapa de, durante la etapa de tratamiento térmico, aplicar un campo magnético al cuerpo envuelto, en donde, en un período de elevación de la temperatura durante la etapa de tratamiento térmico, dentro de al menos un período parcial en un intervalo de temperatura desde una temperatura que es 25 °C más alta que una temperatura de inicio de cristalización como lo indica un calorímetro diferencial de barrido a una temperatura que es 60 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización, la etapa de aplicar un campo magnético aplica un campo magnético de una intensidad predeterminada (por ejemplo, 50 kA/m) o mayor en una dirección de altura del cuerpo envuelto (es decir, una dirección de ancho de la cinta de aleación), pero no aplica un campo magnético de la intensidad predeterminada o mayor al cuerpo de la herida dentro de un período parcial en el período de elevación de la temperatura. Más específicamente, se aplica un campo magnético dentro de un intervalo de temperatura desde una temperatura que es 25 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización a una temperatura que es 60 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización, durante un período de tiempo que no sea menos de 10 minutos y no más de 60 minutos, mientras que no se realiza la aplicación de campo magnético en regiones de temperatura que no sean el intervalo de temperatura mencionado anteriormente en el período de elevación de temperatura. En esta etapa, no se aplica un campo magnético de intensidad predeterminada o mayor en un período de elevación de temperatura a la temperatura de inicio de cristalización o inferior, o cuando se encuentra a la temperatura más alta de la etapa de tratamiento térmico (es decir, una temperatura que es más de 60 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización).

Efectos ventajosos de la invención

De acuerdo con una realización de la presente invención, puede obtenerse un núcleo de aleación nanocristalina basada en Fe que tiene una permeabilidad relativa de alta impedancia µr en una banda de frecuencia amplia a través de frecuencias de 10 kHz a 1 MHz. Además, es posible fabricar un núcleo tal de aleación nanocristalina basada en Fe. Por lo tanto, encuentra un uso óptimo en un regulador de modo común o similar donde las características en una banda de frecuencia amplia a través de frecuencias de 10 kHz a 1 MHz son importantes.

Breve descripción de los dibujos

[FIGURA 1] Un diagrama que describe un perfil de tratamiento térmico y aplicación de campo magnético de acuerdo con el Ejemplo 1 de la presente invención.

[FIGURA 2] Un diagrama que describe un perfil de tratamiento térmico y aplicación de campo magnético de acuerdo con el Ejemplo 2 de la presente invención.

[FIGURA 3] Un diagrama que describe un perfil de tratamiento térmico y aplicación de campo magnético (sin campo magnético) de acuerdo con el Ejemplo Comparativo 1.

[FIGURA 4] Un diagrama que describe un perfil de tratamiento térmico y aplicación de campo magnético de acuerdo con el Ejemplo Comparativo 2.

[FIGURA 5] Un diagrama que muestra los resultados de la medición para una cinta de aleación amorfa basada en Fe de acuerdo con el Ejemplo 1 mediante un calorímetro diferencial de barrido (DSC).

[FIGURA 6] Un gráfico que muestra cómo la impedancia relativa de la permeabilidad  $\mu_{rz}$  puede cambiar en las características de frecuencia, entre diferentes maneras de aplicación de campo magnético durante un tratamiento térmico.

#### Descripción de las realizaciones

En lo sucesivo en el presente documento, haciendo referencia a los dibujos, se describirán específicamente realizaciones de la presente invención.

En una realización de la presente invención, cuando se aplica un campo magnético en la dirección del ancho de la cinta enrollada (es decir, la dirección de la altura del núcleo) para obtener una aleación nanocristalina basada en Fe, se realiza una etapa de tratamiento térmico mientras se aplica un campo magnético dentro de un intervalo de temperatura específico en un período de elevación de temperatura.

Específicamente, en una etapa de tratamiento térmico de acuerdo con una realización de la presente invención, dentro de solo un intervalo de temperatura en un período de elevación de temperatura desde una temperatura que es 25 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización por calorímetro diferencial de barrido a una temperatura que es 60 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización, se realiza una etapa de aplicación de campo magnético de aplicar un campo magnético en la dirección de la altura del núcleo durante un período de tiempo que no es inferior a 10 minutos y no superior a 60 minutos.

De esta manera, la fabricación de núcleos de acuerdo con una realización de la presente invención implica aplicar un campo magnético dentro de solo un período específico en un período de elevación de temperatura, sin aplicar ningún campo magnético a la temperatura más alta de tratamiento térmico o en un período a través de la temperatura más alta en el proceso de enfriamiento. En una realización de la presente invención, la temperatura más alta del tratamiento térmico es típicamente una temperatura que es más alta que una temperatura que es 60 °C más alta que la temperatura de inicio de la cristalización.

En la presente memoria descriptiva, un "período de elevación de la temperatura" significa un período antes de alcanzar la temperatura máxima alcanzable, y puede abarcar cualquier estado de calentamiento, enfriamiento o retención a una temperatura constante que puede existir antes de alcanzar la temperatura máxima alcanzable. Por ejemplo, como se realiza dentro de un intervalo de temperatura en un período de elevación de temperatura desde una temperatura que es 25 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización mencionada anteriormente a una temperatura que es 60 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización, el tratamiento térmico puede tener lugar de una manera de retener una cierta temperatura dentro del intervalo de temperatura mencionado anteriormente durante un cierto período de tiempo. Además, la temperatura puede aumentarse monótonicamente con una tasa de elevación de temperatura constante, o la tasa de elevación de temperatura puede cambiarse en el camino.

Ahora, se describirá el razonamiento de cómo el inventor ha llegado a la idea anteriormente mencionada de aplicar un campo magnético dentro de un intervalo de temperatura específico solo en un período de elevación de temperatura durante la etapa de tratamiento térmico.

La FIGURA 6 es un gráfico que muestra las características de frecuencia de la permeabilidad relativa de la impedancia determinada mediante un experimento realizado por el inventor, ilustrando las características de frecuencia de la permeabilidad relativa de la impedancia de un núcleo (núcleo C1) que no se sometió a una aplicación de campo magnético durante el tratamiento térmico, y las características de frecuencia de la permeabilidad relativa de la impedancia de un núcleo (núcleo C2) que se sometió a una aplicación de campo magnético en todo momento todo el período de tratamiento térmico.

Como puede verse a partir de la FIGURA 6, en una región de baja frecuencia de, por ejemplo, 100 kHz o menos, la permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_{rz}$  del núcleo C1 (es decir, sin aplicación de campo magnético) es considerablemente mayor que la permeabilidad de impedancia  $\mu_{rz}$  del núcleo C2 (es decir, siempre bajo aplicación de campo magnético). Por otro lado, en una región de alta frecuencia por encima de 1 MHz, se observa que la permeabilidad de impedancia  $\mu_{rz}$  del núcleo C2 es más alta que la permeabilidad de impedancia  $\mu_{rz}$  del núcleo C1. A partir de esto, se confirmó que la aplicación de un campo magnético durante el tratamiento térmico para conferir anisotropía magnética al núcleo tiende a reducir la permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_{rz}$  (especialmente la parte real  $\mu'$  de permeabilidad relativa compleja según el experimento del inventor) en la región de baja frecuencia, pero tiende a mejorar la impedancia relativa de la permeabilidad  $\mu_{rz}$  en la región de alta frecuencia.

De esta manera, el inventor vio una compensación entre una mejora en la permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_{rz}$  en el lado de baja frecuencia y una mejora en la permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_{rz}$  en el lado de alta frecuencia. Sin embargo, mientras estaba realizando diversos experimentos relacionados con el tratamiento térmico en un campo magnético, el inventor se dio cuenta de que, en un tratamiento térmico a baja temperatura y durante un corto período de tiempo, pueden existir condiciones que induzcan una pequeña disminución en la impedancia relativa de la

impedancia en el lado de baja frecuencia, tras lo cual llevaron a cabo más estudios.

En consecuencia, se descubrió que: en una etapa de tratamiento térmico, un campo magnético en la dirección de la altura del núcleo puede aplicarse dentro de un intervalo de temperatura en un período de elevación de temperatura que abarca desde una temperatura que es 25 °C más alta que una temperatura de inicio de cristalización por calorímetro diferencial de barrido a una temperatura que es 60 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización, durante un período de tiempo que no sea menos de 10 minutos y no más de 60 minutos, por lo que la permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_{rz}$  en la región de alta frecuencia puede mejorarse mientras se reduce una disminución de la permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_{rz}$  en la región de baja frecuencia. En particular, se descubrió que la aplicación de un campo magnético dentro del intervalo de temperatura mencionado anteriormente y solo durante el período mencionado anteriormente no solo reduce una disminución de la permeabilidad de impedancia  $\mu_{rz}$  en la región de baja frecuencia, sino que también puede proporcionar una mejora sobre el caso de no aplicar campo magnético. Como resultado de esto, se obtuvo un núcleo que tenía una permeabilidad relativa de alta impedancia  $\mu_{rz}$  en una banda de frecuencia ancha a través de frecuencias de 10 kHz a 1 MHz.

Como se ha descrito anteriormente, con el método de tratamiento térmico que aplica un campo magnético dentro de un intervalo de temperatura específico en un período de elevación de temperatura solamente durante un cierto período de tiempo, es posible obtener un núcleo con un  $\mu_{rz}$  de 90.000 a 115.000 a una frecuencia de 10 kHz, una  $\mu_{rz}$  de 40.000 a 49.000 a una frecuencia de 100 kHz y una  $\mu_{rz}$  de 8.500 a 15.000 a una frecuencia de 1 MHz.

Se estima que la aplicación de campo magnético anteriormente mencionado dentro de un cierto intervalo de temperatura en un período de elevación de temperatura ha permitido la maximización de la permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_{rz}$  en una banda de frecuencia ancha a través de frecuencias de 10 kHz a 1 MHz. Sin embargo, el mecanismo de cómo la aplicación de campo magnético solamente dentro de un cierto intervalo de temperatura en un período de elevación de la temperatura contribuye a cada uno de  $\mu'$  y  $\mu''$  aún no se ha descubierto.

Obsérvese también que la temperatura de inicio de cristalización mencionada anteriormente se define con un calorímetro diferencial de barrido. Es difícil medir con precisión la temperatura real de inicio de la cristalización y sería eficaz identificarla con un calorímetro diferencial de barrido (DSC: Calorimetría diferencial de barrido). Una temperatura a la que se detecta una reacción exotérmica que se debe a que se inicia la nanocristalización durante la temperatura ascendente se define como la temperatura de inicio de la cristalización (véase la FIGURA 5). En la presente memoria descriptiva, una temperatura de inicio de cristalización significa lo que se determina usando un calorímetro diferencial de barrido bajo una condición de medición tal que la velocidad de elevación de la temperatura sea de 10 °C/minuto.

El control de la temperatura del tratamiento térmico se realiza preferentemente de tal manera que la distribución de temperatura dentro del horno de tratamiento térmico real esté dentro de  $\pm 5$  °C, teniendo en cuenta la capacidad del horno de tratamiento térmico y un valor calorífico asociado a la cristalización de la cinta de aleación amorfa a tratar térmicamente. Como resultado, las características magnéticas de la aleación tratada térmicamente pueden estabilizarse.

La intensidad del campo magnético a aplicar es preferentemente no menos de 50 kA/m y no más de 300 kA/m. Si el campo magnético aplicado es demasiado débil, será difícil conferir una anisotropía magnética inducida bajo condiciones prácticas de operación; si es demasiado alto, tiende a conferirse demasiada anisotropía magnética inducida. Un intervalo más preferible es de 60 kA/m a 280 kA/m.

Se ha confirmado por el inventor que, cuando el campo magnético aplicado es un campo magnético relativamente débil que es inferior a 50 kA/m, la permeabilidad relativa de la impedancia apenas se ve afectada, incluso si se aplica en cualquier período durante la etapa de tratamiento térmico. Por lo tanto, en una realización de la presente invención, la aplicación de un campo magnético débil de menos de 50 kA/m puede considerarse que no se aplica ningún campo magnético.

Como una aleación amorfa basada en Fe que es capaz de nanocristalización, por ejemplo, una aleación de una composición expresada por la fórmula general:  $(Fe_{1-a}M_a)_{100-x-y-z-\alpha-\beta-\gamma}Cu_xSi_yB_zM'aM''\beta X\gamma$  (en %) (donde M es Co y/o Ni; M' es al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en Nb, Mo, Ta, Ti, Zr, Hf, V, Cr, Mn y W; M'' es al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en Al, elementos del grupo platino, Sc, elementos de tierras raras, Zn, Sn y Re; X es al menos un elemento seleccionado del grupo que consiste en C, Ge, P, Ga, Sb, In, Be y As; a, x, y, z,  $\alpha$ ,  $\beta$  y  $\gamma$  satisfacen respectivamente  $0 \leq a \leq 0,5$ ,  $0,1 \leq x \leq 3$ ,  $0 \leq y \leq 30$ ,  $0 \leq z \leq 25$ ,  $5 \leq y+z \leq 30$ ,  $0 \leq \alpha \leq 20$ ,  $0 \leq \beta \leq 20$  y  $0 \leq \gamma \leq 20$ ) pueden usarse.

Al permitir que una aleación de la composición anterior se derrita hasta su punto de fusión o superior, y se solidifique rápidamente mediante el método de un solo rodillo, puede obtenerse una cinta larga de aleación amorfa (tira delgada).

El grosor de la cinta de aleación amorfa es preferentemente no menos de 9  $\mu\text{m}$  y no más de 30  $\mu\text{m}$ . Si es inferior a 9  $\mu\text{m}$ , la cinta tiene una resistencia mecánica insuficiente, por lo que es probable que se rompa durante el manejo. Si está por encima de 30  $\mu\text{m}$ , no puede obtenerse establemente un estado amorfo. Cuando la cinta de aleación amorfa después de la nanocristalización se usa como núcleo para una aplicación de alta frecuencia, se producirá una corriente

de Foucault en la cinta; la pérdida debida a la corriente de Foucault será mayor a medida que la cinta se vuelva más gruesa. Por lo tanto, un grosor más preferible es de 9  $\mu\text{m}$  a 20  $\mu\text{m}$  y un espesor de 15  $\mu\text{m}$  o menos es aún más preferible.

5 Para una forma central práctica, el ancho de la cinta de aleación amorfa es preferentemente de 10 mm o más. Si bien es preferible una anchura ancha porque el cortado (es decir, el corte) de una cinta de aleación de anchura ancha permite un bajo coste, una anchura de 250 mm o menos es preferible para la fabricación estable de una cinta de aleación. Para lograr una fabricación más estable, es más preferible un ancho de 70 mm o menos es más preferible.

10 El tratamiento térmico para la nanocristalización se realiza preferentemente en un gas inerte tal como nitrógeno, y la temperatura máxima alcanzable es preferentemente mayor que 560 °C pero no más de 600 °C. El de 560 °C o menos, o superior a 600 °C no es preferible debido a que resulta en una gran magnetostricción. No puede establecerse un tiempo particular de retención a la temperatura máxima alcanzable, es decir, 0 minutos (es decir, sin tiempo de retención) y la nanocristalización aún es posible. Puede observarse retención durante 3 horas o menos para tener en cuenta la capacidad térmica de la cantidad total de aleación a tratar térmicamente y la estabilidad de las características.

15 Como perfil de temperatura del tratamiento térmico, puede efectuarse un calentamiento relativamente rápido con una velocidad de elevación de la temperatura, por ejemplo, de 3 a 5 °C/minuto desde la temperatura ambiente hasta cerca de una temperatura a la que comienza la nanocristalización (típicamente, a una temperatura que es 20 °C menor que la temperatura de inicio de la cristalización); y posteriormente, el calentamiento puede efectuarse con una tasa de elevación de temperatura suave con un promedio de 0,2 a 1,0 °C/minuto desde cerca de la temperatura de inicio de nanocristalización mencionada anteriormente a una temperatura que es 60 °C más alta que la temperatura de inicio de nanocristalización (o alternativamente a la temperatura máxima alcanzable), por lo que puede tener lugar una nanocristalización estable. Cabe destacar que, desde la temperatura máxima alcanzable hasta 200 °C, es preferible realizar el enfriamiento a una velocidad de enfriamiento de 2 a 5 °C/minuto. Habitualmente a 100 °C o menos, la aleación puede sacarse al aire atmosférico.

20 Para su uso como parte magnética, una cinta de aleación amorfa basada en Fe que es capaz de realizar nanocristalización puede enrollarse en un cuerpo toroideo y someterse a una etapa de tratamiento térmico que implica calentar hasta la región de temperatura de cristalización y después enfriar. Al garantizar que la aplicación de un campo magnético en este momento esté en la dirección de altura del cuerpo toroideo (núcleo) mencionado anteriormente, puede conferirse de tal modo una anisotropía magnética inducida predeterminada.

### [Ejemplos]

35 (Ejemplo 1)

Una aleación fundida compuesta por Cu: 1 %, Nb: 3 %, Si: 15,5 % y B: 6,5 %, todo en %, con un resto de Fe e impurezas inevitables, se inactivó por el método de un solo rodillo, obteniendo de esta manera una cinta de aleación amorfa basada en Fe que tiene un ancho de 50 mm y un espesor de 13  $\mu\text{m}$ . Después de que esta cinta de aleación amorfa basada en Fe fue cortada (corte) en un ancho de 15 mm, se enrolló para tener un diámetro externo de 31 mm y un diámetro interno de 21 mm, produciendo de esta manera un núcleo toroideo (altura: 15 mm). Como se muestra en la FIGURA 5, una medición con un calorímetro diferencial de barrido (DSC) indicó que la temperatura de inicio de cristalización de esta aleación era de 500 °C.

45 El núcleo producido se sometió a un tratamiento térmico y aplicación de campo magnético de acuerdo con el perfil de aplicación de temperatura y campo magnético como se muestra en la FIGURA 1. La aplicación del campo magnético se realizó en un intervalo de temperatura de 530 a 550 °C (un intervalo de temperatura de una temperatura que es 30 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización a una temperatura que es 50 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización) durante 30 minutos. La dirección de la aplicación del campo magnético fue la dirección del ancho de la cinta de aleación, es decir, la dirección de la altura del núcleo. La intensidad del campo magnético fue de 280 kA/m. Tenga en cuenta que la temperatura máxima alcanzable durante el tratamiento térmico fue de 580 °C.

55 Se midió una permeabilidad relativa de impedancia  $\mu\text{r}$  del núcleo tratado con calor a 10 kHz, 100 kHz y 1 MHz. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

60 Las mediciones de la impedancia relativa de la permeabilidad  $\mu\text{r}$  se tomaron usando HP4194A, fabricado por Agilent Technologies, en condiciones con un nivel de oscilación de 0,5 V y un promedio de 16. Los cables revestidos con aislamiento se pasaron a través de la porción central del núcleo toroideo, para conectarse a terminales de entrada/salida, por lo cual se tomaron las medidas.

En el Ejemplo 1, la permeabilidad relativa de la impedancia  $\mu\text{r}$  fue de 98.000 a 10 kHz, 42.000 a 100 kHz y 8.600 a 1 MHz.

65

[Tabla 1]

Frecuencia	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo	Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo Comparativo 2	Ejemplo de referencia
10 kHz	98.000	109.000	91.000	90.000	88.000	18.000	52.000
100 kHz	42.000	47.000	46.000	46.000	41.000	17.500	37.000
1 MHz	8.600	9.500	9.300	10.000	7.200	6.900	9.500

(Ejemplo 2)

5 Al usar la aleación amorfa basada en Fe descrita en el Ejemplo 1, se produjo un núcleo toroideo de manera similar. El núcleo producido se sometió a un tratamiento térmico y a una aplicación de campo magnético de acuerdo con el perfil de aplicación de temperatura y campo magnético como se muestra en la FIGURA 2. Solo el intervalo de temperatura y la intensidad del campo magnético de la aplicación del campo magnético fueron diferentes de las del Ejemplo 1 (FIGURA 1), mientras que las otras condiciones fueron similares a las del Ejemplo 1.

10 La aplicación del campo magnético se realizó durante 15 minutos en un intervalo de temperatura de 540 a 550 °C (un intervalo de temperatura de una temperatura que es 40 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización a una temperatura que es 50 °C más alta que la temperatura del inicio de cristalización). La intensidad del campo magnético fue de 160 kA/m. Los resultados de medición de la permeabilidad de impedancia relativa  $\mu_{rz}$  del núcleo tratado térmicamente, a 10 kHz, 100 kHz y 1 MHz, se muestran en la Tabla 1.

15 En el Ejemplo 2, la permeabilidad relativa de la impedancia  $\mu_{rz}$  fue de 109.000 a 10 kHz, 47.000 a 100 kHz y 9.500 a 1 MHz. En otras palabras, se alcanzó una permeabilidad relativa de impedancia  $\mu_{rz}$  más alta que la del Ejemplo 1 en cada una de las frecuencias de 10 kHz, 100 kHz y 1 MHz.

20 (Ejemplo 3)

25 Una aleación fundida compuesta por Cu: 1 %, Nb: 3 %, Si: 15,5 % y B: 6,5 %, todo en %, con un resto de Fe e impurezas inevitables (similar al Ejemplo 1), se inactivó mediante el método de un solo rodillo, obteniendo de esta manera una cinta de aleación amorfa basada en Fe que tiene un ancho de 50 mm y un espesor de 10  $\mu\text{m}$ . Al usar esta cinta de aleación amorfa basada en Fe que tiene un espesor de 10  $\mu\text{m}$  (que era 13  $\mu\text{m}$  en el Ejemplo 1), se produjo un núcleo toroideo de manera similar. De manera similar al Ejemplo 2, el núcleo producido se sometió a un tratamiento térmico y a una aplicación de campo magnético de acuerdo con el perfil de aplicación de temperatura y campo magnético como se muestra en la FIGURA 2. Los resultados de medición de la permeabilidad de impedancia relativa  $\mu_{rz}$  del núcleo tratado térmicamente a 10 kHz, 100 kHz y 1 MHz se muestran en la Tabla 1.

30 En el Ejemplo 3, la permeabilidad relativa de la impedancia  $\mu_{rz}$  fue de 91.000 a 10 kHz, 46.000 a 100 kHz y 9.300 a 1 MHz.

35 (Ejemplo 4)

40 Al usar la cinta de aleación amorfa basada en Fe que tiene un espesor de 13  $\mu\text{m}$  descrito en el Ejemplo 1, se produjo un núcleo toroideo de manera similar. Al núcleo producido, se aplicó un campo magnético durante 15 minutos en un intervalo de temperatura de tratamiento térmico de 530 °C a 540 °C y con una intensidad de 160 kA/m. Los resultados de medición de la permeabilidad de impedancia relativa  $\mu_{rz}$  del núcleo tratado térmicamente a 10 kHz, 100 kHz y 1 MHz se muestran en la Tabla 1.

En el Ejemplo 4, la permeabilidad de impedancia  $\mu_{rz}$  fue de 90.000 a 10 kHz, 46.000 a 100 kHz y 10.000 a 1 MHz.

45 (Ejemplo Comparativo 1)

50 Al usar la aleación amorfa basada en Fe descrita en el Ejemplo 1, se produjo un núcleo toroideo de manera similar. De acuerdo con el perfil de aplicación de campo magnético y de temperatura como se muestra en la FIGURA 3, el núcleo producido se sometió a un tratamiento térmico sin ninguna aplicación de campo magnético (es decir, bajo ningún campo magnético). Como puede verse a partir de la FIGURA 3, el perfil de temperatura en el Ejemplo Comparativo 1 fue similar a aquel del Ejemplo 1.

55 Los resultados de medición de la permeabilidad de impedancia relativa  $\mu_{rz}$  del núcleo tratado térmicamente a 10 kHz, 100 kHz y 1 MHz se muestran en la Tabla 1.

Una comparación entre el Ejemplo Comparativo 1 sin aplicación de campo magnético y los Ejemplos 1 y 2 indica que, en cada frecuencia, el valor de la impedancia relativa de la impedancia  $\mu_{rz}$  en el Ejemplo Comparativo 1 es menor que los valores de los Ejemplos 1 y 2.

60 (Ejemplo Comparativo 2)

Al usar la aleación amorfa basada en Fe descrita en el Ejemplo 1, se produjo un núcleo toroideo de manera similar. El núcleo producido se sometió a un tratamiento térmico y aplicación de campo magnético, de acuerdo con un perfil de aplicación de campo magnético y de temperatura que se muestra en la FIGURA 4. Como puede verse a partir de la FIGURA 4, el perfil de temperatura en el Ejemplo Comparativo 2 fue similar a aquel del Ejemplo 1.

En el Ejemplo Comparativo 2, aunque la intensidad del campo magnético durante la aplicación del campo magnético es similar a la del Ejemplo 1 (FIGURA 1), el intervalo de temperatura de la aplicación del campo magnético se extiende desde el comienzo del tratamiento térmico, a través de la temperatura máxima alcanzable de 580 °C, hacia el enfriamiento. Este intervalo de temperatura de aplicación de campo magnético se encuentra fuera del intervalo de acuerdo con la presente invención.

Los resultados de medición de la permeabilidad de impedancia relativa  $\mu_{rz}$  del núcleo tratado térmicamente a 10 kHz, 100 kHz y 1 MHz se muestran en la Tabla 1.

Una comparación entre el Ejemplo Comparativo 2 y los Ejemplos 1 y 2 indica que, en cada frecuencia, el valor de la impedancia relativa de la impedancia  $\mu_{rz}$  en el Ejemplo Comparativo 2 es menor que los valores de los Ejemplos 1 y 2.

(Ejemplo de referencia)

Como Ejemplo de Referencia, se aplicó un campo magnético a un núcleo toroideo que era similar en composición y forma al Ejemplo 2, en una región de temperatura más baja y durante más tiempo en un período de elevación de temperatura durante la etapa de tratamiento térmico, y se describirá ahora la permeabilidad relativa de la impedancia resultante de la misma.

En este Ejemplo de Referencia, la aplicación del campo magnético se realizó continuamente durante aproximadamente 60 minutos en un intervalo de temperatura de 480 a 520 °C (un intervalo de temperatura de una temperatura que es 20 °C más baja que la temperatura de inicio de cristalización a una temperatura que es 20 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización). La dirección de la aplicación del campo magnético fue la dirección del ancho de la cinta de aleación, es decir, la dirección de la altura del núcleo y la intensidad del campo magnético fue de 120 kA/m.

Los resultados de medición de la permeabilidad de impedancia relativa  $\mu_{rz}$  del núcleo tratado térmicamente a 10 kHz, 100 kHz y 1 MHz se muestran en la Tabla 1.

La FIGURA 6 muestra las características de frecuencia de la permeabilidad de impedancia relativa  $\mu_{rz}$  de un núcleo (núcleo E1) de acuerdo con una realización de la presente invención (similar al Ejemplo 2) y un núcleo (núcleo R1) de acuerdo con el Ejemplo de referencia anterior. La FIGURA 6 también muestra un núcleo (núcleo C1) sin aplicarse ningún campo magnético, correspondiente al Ejemplo Comparativo 1, y un núcleo (núcleo C2) bajo aplicación continua de campo magnético, correspondiente al Ejemplo Comparativo 2 anterior.

La FIGURA 6 indicaría que, como en el núcleo R1, si se aplica un campo magnético durante aproximadamente 60 minutos en una región de temperatura cercana a la temperatura de inicio de cristalización que es más baja que una temperatura que es 25 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización, la permeabilidad de impedancia relativa  $\mu_{rz}$  en la región de baja frecuencia puede ser inferior a la que no se aplica bajo un campo magnético (núcleo C1). Sin embargo, en una región de alta frecuencia por encima de 100 kHz, la permeabilidad de impedancia relativa tiende a ser mayor para el núcleo R1 que para el núcleo C1.

Por otro lado, como en una realización de la presente invención (núcleo E1), si un campo magnético se aplica solo durante un período de tiempo relativamente corto por encima o a 25 °C desde y por debajo o a 60 °C desde la temperatura de inicio de cristalización (tal que típicamente no se aplica campo magnético cuando a la temperatura más alta), se confirmaron mejoras en la permeabilidad de impedancia relativa  $\mu_{rz}$  no solo en la región de alta frecuencia sino también en la región de baja frecuencia. De esta manera, entre esos modos de aplicación de campo magnético que aplican un campo magnético en un período específico antes de la temperatura máxima alcanzable, una realización de la presente invención exhibe un efecto sobresaliente de mejorar la permeabilidad de impedancia relativa  $\mu_{rz}$  en la región de baja frecuencia.

Aplicabilidad industrial

De acuerdo con una realización de la presente invención, se proporciona un núcleo que exhibe una permeabilidad relativa de alta impedancia  $\mu_{rz}$  de una manera de soporte de una banda de frecuencia ancha, que se usa adecuadamente para una bobina de resistencia de modo común, un transformador de alta frecuencia o similares.

**REIVINDICACIONES**

1. Un método de producción para un núcleo de aleación nanocristalina basada en Fe compuesto por una cinta de aleación nanocristalina basada en Fe enrollada, comprendiendo el método, después de enrollar una cinta de aleación amorfa basada en Fe que es capaz de realizar nanocristalización, una etapa de tratamiento térmico de calentar la cinta de aleación amorfa basada en Fe hasta una región de temperatura de cristalización y enfriar la cinta de aleación amorfa basada en Fe, en donde la etapa de tratamiento térmico comprende una etapa de aplicación de campo magnético de aplicar un campo magnético en una dirección de altura del núcleo durante no menos de 10 minutos y no más de 60 minutos, dentro de solo un intervalo de temperatura en un período de elevación de temperatura que abarca desde una temperatura que es 25 °C más alta que una temperatura de inicio de cristalización por calorímetro de barrido diferencial a una temperatura que es 60 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización.
2. El método de producción para un núcleo de aleación nanocristalina basada en Fe de la reivindicación 1, en donde la etapa de tratamiento térmico comprende una etapa de aplicación de campo magnético de aplicar un campo magnético en una dirección de altura del núcleo durante no menos de 15 minutos y no más de 40 minutos, dentro de solo un intervalo de temperatura en el período de elevación de la temperatura que abarca desde una temperatura que es 30 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización por calorímetro diferencial de barrido a una temperatura que es 50 °C más alta que la temperatura de inicio de cristalización.
3. El método de producción para un núcleo de aleación nanocristalina basada en Fe de la reivindicación 1 o 2, en donde se aplique un campo magnético con una intensidad de campo magnético de no menos de 50 kA/m y no más de 300 kA/m en la dirección de altura del núcleo.
4. El método de producción para un núcleo de aleación nanocristalina basada en Fe de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la cinta de aleación nanocristalina basada en Fe tiene un espesor de no menos de 9 µm y no más de 20 µm.

FIG.1

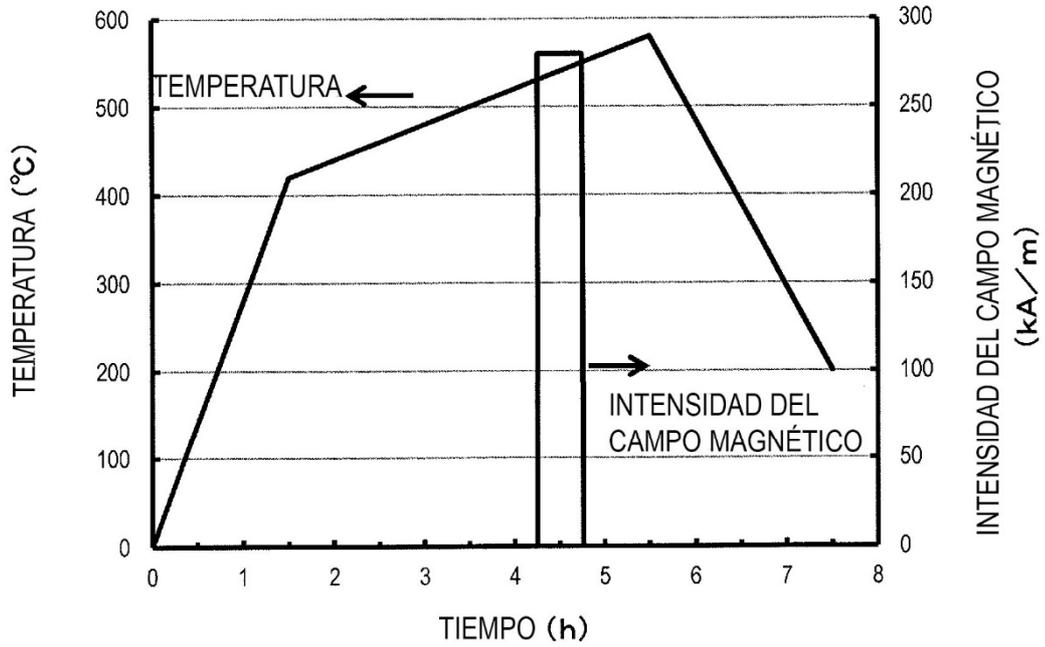


FIG.2

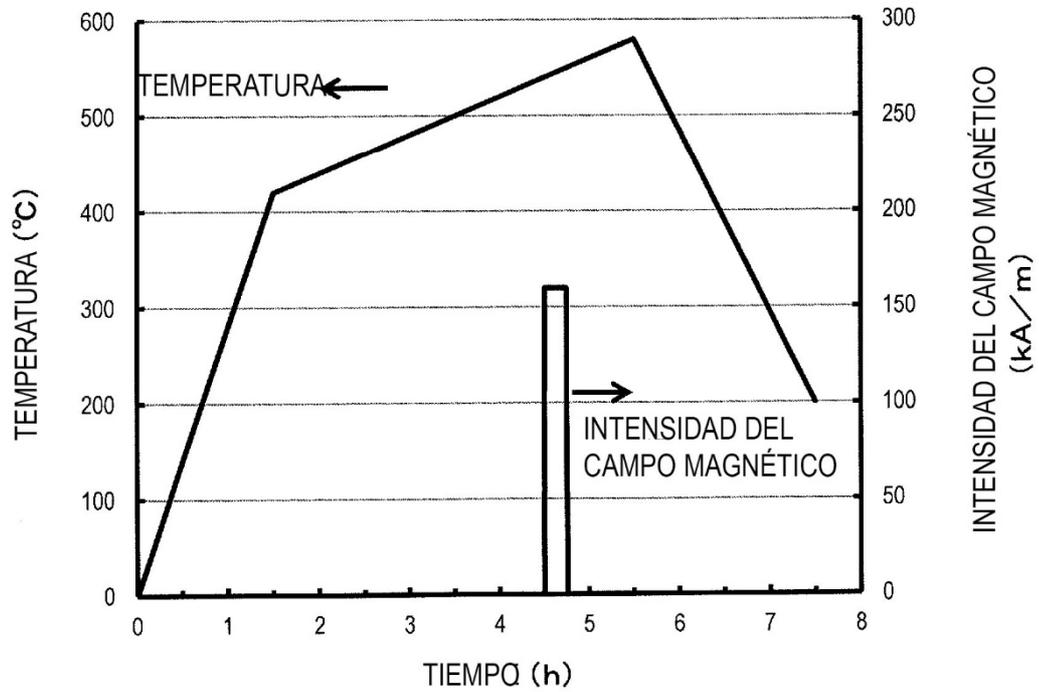


FIG.3

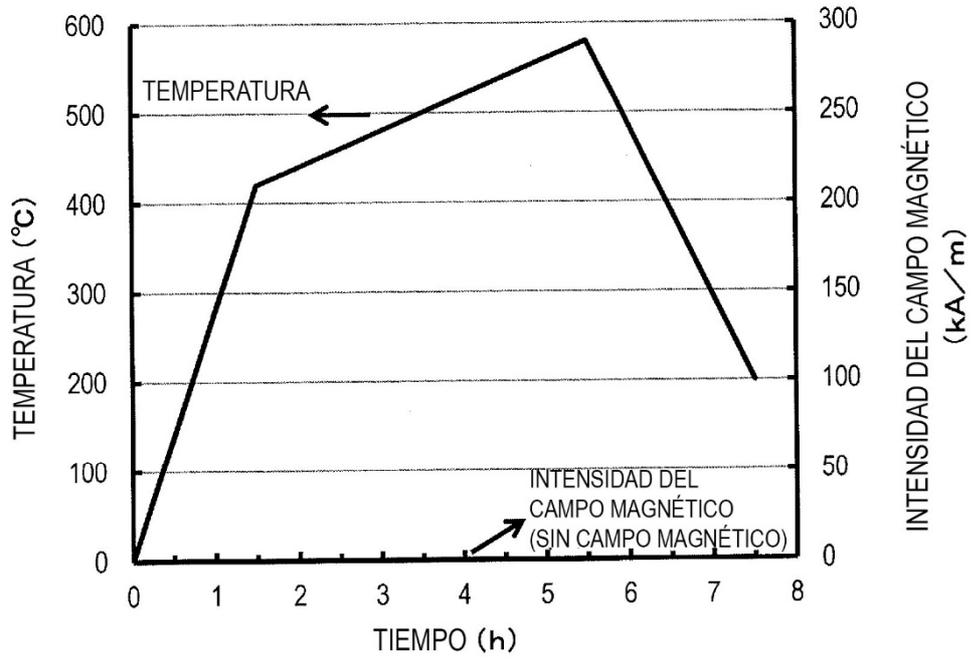


FIG.4

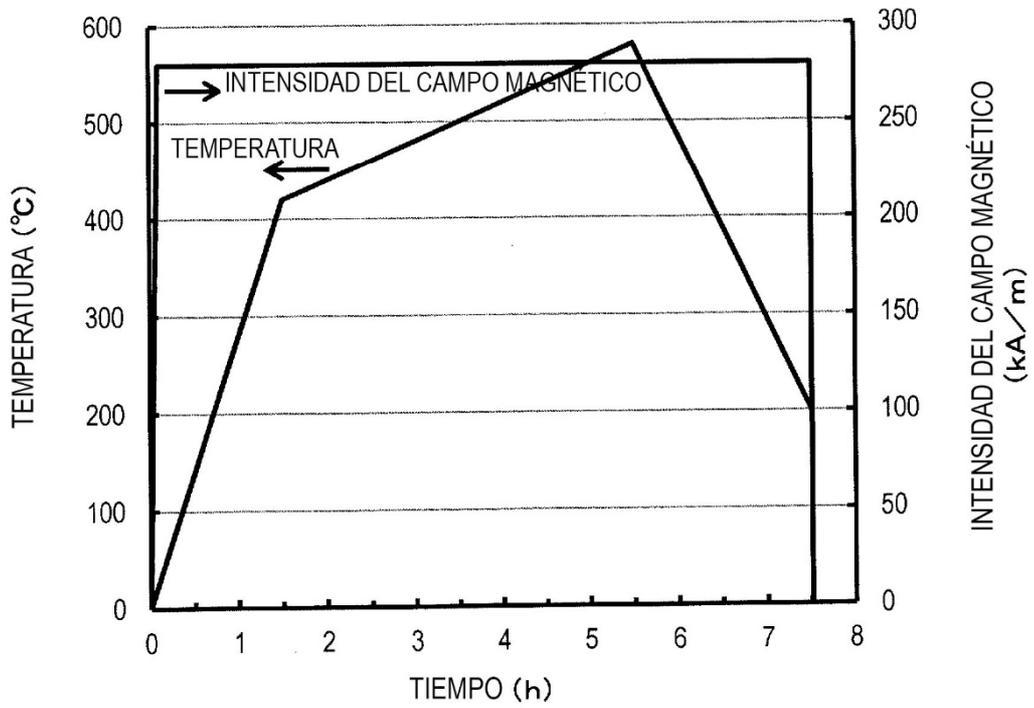


FIG.5

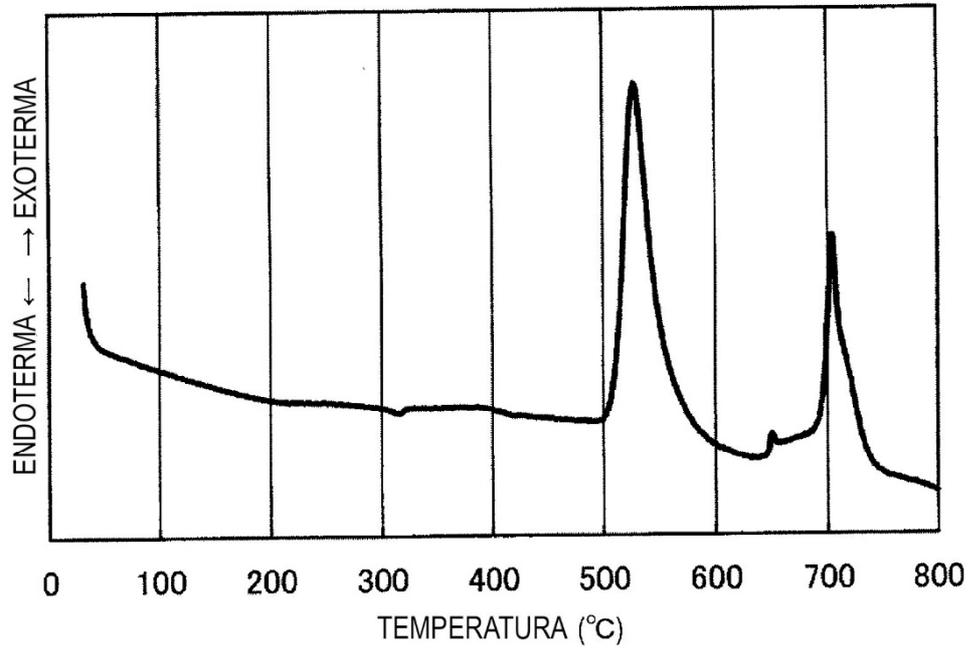


FIG.6

