

窒素プラズマ照射法を用いた Fe 単結晶における窒化鉄の生成に及ぼす結晶方位の影響

日大生産工 (院) 増田 昂
日大生産工 新妻 清純・移川 欣男

1.はじめに

1972年、東北大学のI.K.Kimと高橋実博士らによって、窒素ガス雰囲気中で純Feを蒸着させて出来たFe系窒化物である $\gamma\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$ が、それまで最大とされてきた $\text{Co}_{30}\text{Fe}_{70}$ (パーメンジュール合金)より高い飽和磁化値を有することが報告された。その後様々な方法で“相が作製され、高飽和磁化値を示した”相は基板上に生成された薄膜10~30nmであった^{2,3)}。そこで、本研究室では、バルク状で“相の生成を試みている⁴⁾。結晶性物質の性質は、結晶方位によって変化し、特に磁性体における磁気特性は顕著である。そこで本報告では“相の磁気特性を明確にするために単結晶鉄箔に“相を生成し、得られた試料の結晶構造及び磁気特性について検討した。

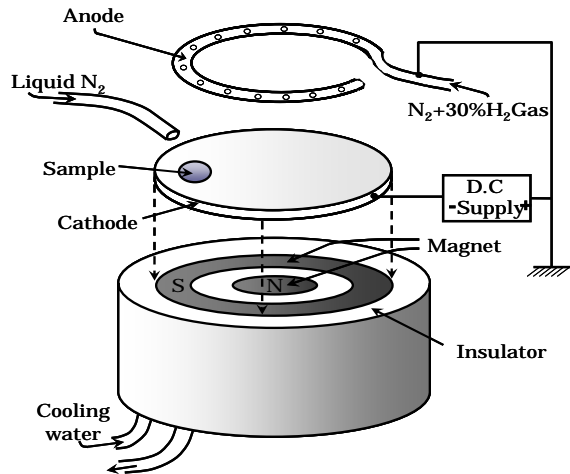


Fig.1 Schematic diagram of nitrogen plasma irradiation apparatus.

2.実験方法

2.1 作製方法

供試料として、厚さ20 μm 、直径8mm、純度99.99%、飽和磁化値 $2.74 \times 10^4 \text{Wb} \cdot \text{m/kg}$ (標準磁化値である(100),(110),(111)の各面を有した単結晶鉄箔を使用した。装置図概要をFig.1に示す。アノードにはCu製のガス導入管を、カソードにはステンレス板を用い、プラズマ密度を高めるためにカソードの下部にはフェライト磁石を配して、試料をステンレス板に固定した。窒化処理条件として、チャンバー内を $8.0 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 以下まで高真空排気した後、 $\text{N}_2+30\% \text{H}_2$ ガスを8.0Pa一定として導入し、浴表面温度を693K一定とさせ、プラズマを60s間照射した。また、プラズマ照射終了直後にチャンバー内に液体窒素を導入し、試料の急冷処理を行った。得られた試料は、深さ方向での評価をするために電解研磨を施した。

2.2 物性評価方法

試料の評価方法として磁気特性には共振振幅型磁力計(VSM)、結晶解析にはCu-K α (波長 $\lambda=0.154 \text{nm}$)を線源とするX線回折装置(XRD)をそれぞれ用いた。

3.実験結果及び考察

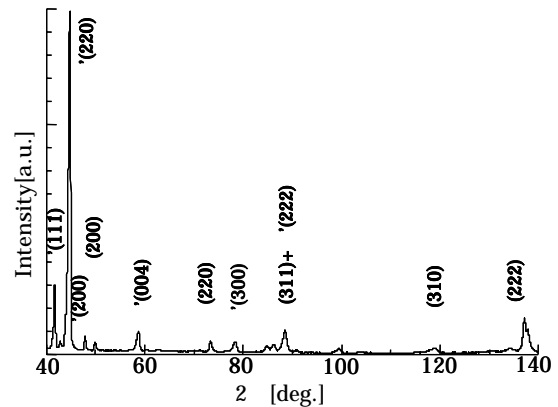


Fig2. X ray diffraction pattern of an iron single crystal with (111) plane prepared by nitrogen plasma irradiation method.

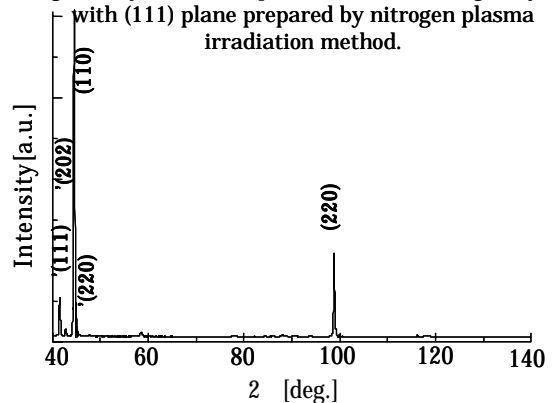


Fig3. X ray diffraction pattern of an iron single crystal with (110) plane prepared by nitrogen plasma irradiation method.

Influence of Crystal Axis on Formation of $\gamma\text{-Fe}_{16}\text{N}_2$ in Iron Single Crystal Prepared by Nitrogen Plasma Irradiation Method

Yoshifumi MASUDA, Kiyozumi NIIZUMA and Yoshio UTSUSHIKAWA

3.1 X線回折による結晶解析

窒化処理した単結晶鉄箔(100),(110),(111)の各面の結晶構造について検討するため、X線回折を行った。それぞれの結果をFig2-4に示す。図より、窒化処理後では各試料ともに γ -Fe₄N、 γ -Fe₂₃N、 γ -Fe、 α -オーステナイト及び δ 相の混相であることが分かった。単結晶の方位により、窒化の状態が異なっており、(111)面の単結晶鉄箔では δ 相 α -オーステナイト及び γ -Fe₄Nからの回折線が確認され、特に $2\theta = 44.775^\circ$ における γ -(220)面からの回折線が顕著に認められた。(110)面では γ -Feからの回折線が、(100)面では γ -Fe、 δ 相 α -オーステナイト及び γ -Fe₄Nからの回折線がそれぞれ顕著に認められた。X線回折の結果から(111)面は窒化しやすく、(110)面は窒化されにくいことが分かった。さらに(111)面では δ 相が析出し易いことが明らかとなった。

3.2 研磨条件によるX線回折図形の変化

窒化処理を施した(111)面の単結晶鉄箔において、表面から電解研磨した試料の研磨量ごとのX線回折図形をFig5に示す。X線回折図形より研磨の研磨量が多くなるにつれ γ -Fe、 δ -オーステナイト及び γ -Fe₄Nの回折線が強くなる反面、 δ 相の回折線は弱くなる傾向を示した。また8 μ m以上の深さまで窒化されていることが確認されたが、マルテンサイト変態が起きた部分は窒化された試料の表面だけであることが分かった。 δ -窒素マルテンサイトはオーステナイトを急冷することにより生成される。このことから、変態を起こさなかった α -オーステナイトの量を減少させ、 δ 相を増加させること及び、磁気特性を明確にすることが今後の課題である。

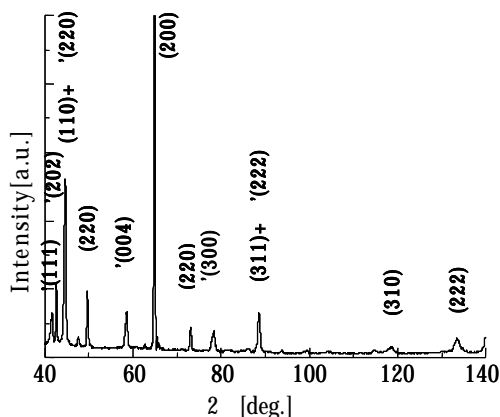


Fig4. X ray diffraction pattern of an iron single crystal with (100) plane prepared by nitrogen plasma irradiation method.

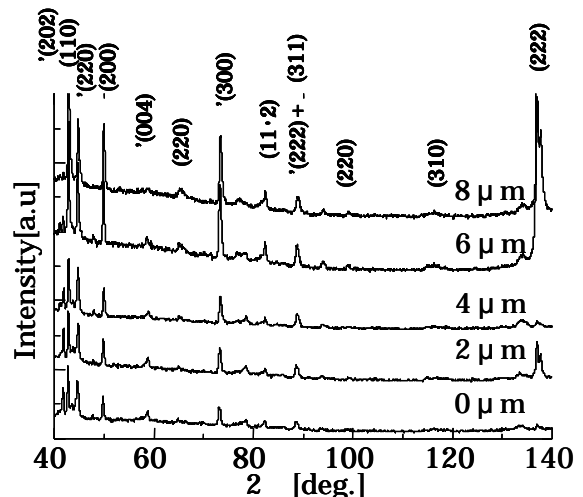


Fig.5 X-ray diffraction patterns of various polished Surfaces of Fe-N foil.

4.まとめ

窒化処理を施した単結晶鉄箔の結晶構造について検討した。本報告をまとめると次の通りである。

- (1) XRDより、単結晶鉄箔に窒化処理を施すことにより各種窒化鉄が生成されることが分かった。
- (2) XRDより単結晶鉄箔(111)面において、他の面と比較して δ -窒素マルテンサイトが析出し易いことが明らかとなった。
- (3) α -オーステナイト及び γ -Fe₄Nは表面から8 μ mほどの内部まで形成されたが、 δ -窒素マルテンサイトは箔の表面のみに存在することが確認された。

参考文献

- 1) 高橋実：「高飽和磁気モーメントFe₁₆N₂磁性体の発見 - 発見までの経緯と将来の展望 - 」日本応用磁気学会誌, 15, 659-666(1991)
- 2) 小室又洋, 小園右三, 華園雅信, 杉田：「Fe₁₆N₂単結晶薄膜のエピタキシャル成長と磁気特性」日本応用磁気学会誌14,(1990),701
- 3) 中島健介, 岡本祥一：「窒素イオン注入によって作製したFe₁₆N₂薄膜の構造と磁性」日本応用磁気学会誌,18,(1990),271
- 4) 升田吉史, 新妻青純, 移川欣男：「窒素プラズマ照射による δ -Fe₁₆N₂の生成に及ぼす応力の影響」第37回日本大学生産工学部学術講演会電気電子部会概要,151-154(2004)