窒素プラズマ照射によるアモルファス薄帯の磁気特性

日大生産工(院)		三柴	明寛
日大生産工	新妻	清純・移川	欣男

<u>1.はじめに</u>

一般の金属及び合金は原子が周期的に配列した 結晶構造を有している。しかし、金属及び合金を高 温に加熱して溶融状態になり、原子の配列はなく、液 体状態となる。この液体状態から室温まで超急冷を 施すことにより、原子の規則的配列のない構造を持 つ固体を形成することができる。このような金属及 び合金を非晶質,すなわちアモルファスと呼んでい る。このアモルファス金属の磁気的な特徴は軟質磁 性体であり,その特徴として結晶磁気異方性が小さ く.透磁率が高く.電気抵抗率が大きく.ヒステリシ ス損失や渦電流損失が少ないなどの特徴を持つ。一 方,アモルファス磁性体に熱処理を施すことにより 微細結晶化を生成すると、軟磁気特性が向上するこ とが期待される。そこで、本研究ではFe系アモルフ ァス薄帯に熱処理方法として窒素プラズマを照射 し微細結晶化を試み、得られた試料の磁気特性及び 結晶構造について検討を行った。

<u>2.実験方法</u>

<u>2.1 作製方法</u>

供試料として、78mass%Fe-13mass%B-9mass

%Siの組成を有する Fe 系アモルファス薄帯(三 井石油化学株式会社ならびに日本非晶質金属株式 会社)を用い,窒素プラマ照射により窒化処理を施 した。窒化処理条件として,チャンバー内の圧力を 8.0×104[Pa]以下まで高真空排気した後,N2+30% H2 混合ガスを導入し,チャンバー内のガス圧を 8.0[Pa]一定とし、プラズマを照射した。その際に箔 表面温度を373~693[K]に変化させ,窒化処理時間 を1[min.]と一定とした。冷却処理としてプラズマ 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。又はプラズマ照射終了 した後,真空中での自然冷却処理を行った。

2.2 物性評価方法

試料の物性評価法として重量測定にマイクロ天 秤,磁気特性には振動試料型磁力計(VSM),結晶解 析には Cu-K (波長 = 0.1541838[nm])を線源と する X 線回折装置(XRD)をそれぞれ用いて評価を 行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 磁気特性に及ぼす処理温度依存性

窒素プラズマ照射を行った際, 箔表面温度を 593~693[K]と変化させた後,急冷処理,自然冷却処 理を行った時の飽和磁化値Ms及び保磁力Hcの窒 化処理温度依存性をFig.1,2 に示す。Fig.1 より,供 試料である Fe 系アモルファス薄帯での処理前の 飽和磁化 Ms=2.15[×10⁴Wb·m/kg]を示し, α -Fe の 飽和磁化 Ms=2.15[×10⁴Wb·m/kg]を示し, α -Fe の 飽和磁化 Ms=2.74[×10⁴Wb·m/kg]の 78%では Ms=2.14[×10⁴Wb·m/kg]となるので,ほぼ α -Fe で あり他のB,Si は非磁性体なので関与していないこ とが確認された。次に,急冷処理では最大値 Ms = 2.28[×10⁴Wb·m/kg]を示し,各窒化処理温度とも に未処理の飽和磁化 Ms より上昇した。これは

'-Fe4N の飽和磁化 Ms = $2.29[10^4$ Wb・m/kg]と ほぼ同じ値であることから、'-Fe4N の生成された 影響だと考えられる。また,自然冷却処理では最大 値 Ms= $2.13[\times 10^4$ Wb・m/kg]を示し,各窒化処理温 度ともに未処理の飽和磁化 Ms より減少を示した。 Fig.2 の保磁力 Hc は,急冷処理,自然冷却処理ともに 処理前よりも増加し,窒化処理温度の増加に伴って 保磁力 Hc は増加傾向を示した。また,急冷処理では 窒化処理温度 653[K]で Hc=5.387[kA/m],自然冷却 処理では窒化処理温度 633[K]で Hc=7.359[kA/m]で最大値を示し,自然冷却処理の方が大きくなった。



Magnetic Properties of Amorphous Ribbons by Nitrogen Plasma Irradiation Akihiro MISHIBA, Kiyozumi NIIZUMA and Yoshio UTSUSHIKAWA



Fig.2 Dependence of Hc for amoruphous ribbons on treatment temperature.

3.2 結晶構造解析

窒素プラズマ照射を行った際、箔表面温度を 593~693[K]と変化させた後、急冷処理及び自然冷 却処理を行った時のX線回折図形を Fig.3.4 に示 す。Fig.3より,処理前の試料ではアモルファス状 態が保持されているため、回折線は認められず、 結晶構造は確認されなかった。次に 20=41.16° からの '(111)面, $2\theta = 44.67^{\circ}$ からの α (110)面, θ =65.18°からの α(200)面からの回折線が認めら れ,再結晶化されたことが確認できた。また,これ らの薄帯の結晶構造は '-Fe4N では面心立方 晶α-Fe では体心立方晶を有していることが確認 できた。Fig.4 より 2θ = 44.67°の α (110) 面, θ =65.18°の α(200)面からの回折線が認められ,再 結晶化されたことが確認された。また、これらの 薄帯の結晶構造は α-Fe の体心立方晶を有してい ることが確認できた。

以上より,急冷処理又は,自然冷却処理を行ったいずれの場合についても α-Fe の回折線が認められた。また,急冷処理を行った場合には '-Fe4N が確認された。これは,急冷処理の際に

冷却不足が要因と考えられる。







Fig.4 X-ray diffraction patterns for amorphous ribbons on treatment temperature. (Plasma annealing)

<u>4. まとめ</u>

本研究では、Fe 系アモルファス薄帯試料を用い て、窒素プラズマ照射法により微細結晶化を試み、 得られた試料について磁気特性及び結晶構造の観 点から検討をした。本実験をまとめると以下の通 りである。

- (1)磁気特性による飽和磁化値Msより,急冷処 理及び自然冷却処理共に窒化処理温度に 関係なく一定の値を示した。また,処理前に 比べ,急冷処理を行った試料では上昇し,自 然冷却処理を行った試料では減少を示し た。
- (2)磁気特性による保磁力 Hc より,急冷処理及 び自然冷却処理共に処理前より増加が明 らかになった。また,共に窒化処理温度の増 加に伴い保磁力 Hc は増加傾向を示し,保 磁力Hc が最大を示した後,減少傾向を示し た。
- (3)結晶構造解析より、供試料である薄帯はアモ ルファス状態であることが確認された。ま た,窒素プラズマ照射処理を施すことによ り結晶化が生成されたことを確認した。
- (4) '-Fe₄N の回折線が認められ,面心立方晶の結晶構造を有していることが確認できた。また,自然冷却処理及び急冷処理共にα-Fe の回折線が認められ,体心立方晶の結晶構造を有していることが確認できた。

参考文献

- (1)近角聰信:「物理学選書4 強磁性体の物理(上)」: 裳華房(1979)
- (2)臼井太一郎:「金属材料」:パワー社(1981)