窒素プラズマ照射による窒化珪素鋼箔の磁気特性

日大生産工	(院)	〇小田	竜一
日大生産工	新妻	清純・移川	欣男

<u>1.はじめに</u>

変圧器の鉄心材料やモーターのロータ等, の材料には優れた軟磁気特性が求められている¹⁾。1934年,Goss氏が珪素鋼板を冷間圧延 と焼鈍の組み合わせにより,圧延方向に優れ た磁気特性が出ることを発見し,これにより, 熱間圧延製造から始まった無方向性電磁鋼板 とGoss氏による2段冷延法による方向性電磁 鋼板に区別され電磁鋼板の現在の基礎ができ た¹⁾。純鉄にSiを加えると,結晶磁気異方性が 小さい,高透磁率,低保磁力,電気抵抗が大きい, 渦電流損が小さいなど軟磁気特性が良くなる ことが知られている¹⁾。珪素鋼箔の多くは厚 さ0.2[mm]以上で,商用周波数帯向けである。

これに対して,高周波数用途で優れた性能を 示すのが 0.05[mm]まで厚さを薄くした方向 性珪素鋼箔で,薄くしたことにより,渦電流の 発生によるエネルギーロスを極めて低く抑え ることができる材料である。

Si 含有量が 6.5[%]の時,軟磁気特性が最良 となるが, Si 含有量が増加すると脆性が増加 し,加工性も悪くなり,飽和磁化も減少するの で Si 4.5[%]程度が限界である²⁾³⁾。

そこで本研究では、Fe-3%Siの方向性珪素 鋼箔を使用し,更なる高性能化を図るために 窒素プラズマ照射し,得られた試料の結晶構 造および磁気特性の観点から検討した。

<u>2.実験方法</u>

2.1 作製方法

試料の作製には,供試料として,厚さ 0.05[mm]の方向性 Fe-3%Si 箔を用いた。試料 は塩酸に浸け酸化被膜を除去したものを用い る。窒化処理条件としてステンレス板に試料 を固定し,チャンバー内の圧力を 1.0×10⁻³ [Pa] 以下まで高真空排気した後, N₂+30%H₂ ガス を導入し, ガス圧 8.0[Pa], 箔表面温度を 373, 413,453,493,533 および 573[K]と 40[K]ごとに 変化させ, 窒化処理時間 60[sec] 一定とし, プラ ズマを照射した。その後, 液体窒素により急冷 処理を施した。



Fig.1 Schematic diagram of nitrogen plasma irradiation apparatus.

<u>2.2 物性評価方法</u>

試料の評価方法として,重量の測定にはマ 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_α(波長 λ=0.154nm) 線を線源とするX線回折装置(XRD)をそれぞ れ用いた。

3.実験結果および考察

<u>3.1 XRD による結晶解析</u>

窒素プラズマの処理温度の影響を検討す るために処理温度を373,413,453,493,533 およ び573[K]と変化させ得られた試料のX線回 折結果をFig.2,3 に示す。なお,比較のため 酸 化被膜を除去した処理前の試料も併記した。 Fig.2,3 より生成された試料は,20=41.16°, 44.67°,65.01°,70.06°および82.33°付近に

Magnetic Properties of Silicon Steel Nitride Foils by Nitrogen Plasma Irradiation Ryuichi ODA, Kiyozumi NIIZUMA and Yoshio UTSUSHIKAWA γ'(111),α(110),α(200),γ'(220)および α(211)の回 折線が認められた。よって,γ'-Fe₄N の回折線 は処理温度 493~573[K]で作製した試料のみ で認められ,処理温度 493[K]以上の温度で処 理すると窒化されることが確認された。







under various treatment temperatures.

3.2 磁気特性に及ぼす処理温度依存性

磁気特性に及ぼす窒素プラズマの処理温 度の影響を検討するために,酸化被膜を除去 した処理前の試料と,処理温度を373,413,453, 493,533 および 573[K]と変化させた場合の飽 和磁化値 Ms および保磁力 Hc の処理温度依 存性を Fig.4 に示す。処理前の Fe-3% Si 箔の飽 和磁化 Ms は Ms=2.63×10⁴ [Wb・mkg]を,保磁力 Hc は Hc=112[A/m]をそれぞれ示した。 Fig.3 より,飽和磁化値 Ms は窒化処理によ り若干減少したものの処理温度に係わらず ほぼ一定値を示した。保磁力 Hc は処理温度 453[K]のとき最小値 Hc=56.6[A/m] を示し,さ らに保磁力 Hc は 533[K]以上の処理温度で増 加傾向を示した。

よって,本処理条件での最適条件は保磁力 Hcの最小値を示した 453 [K]付近であると考 えられる。



Fig.4 Dependence of Ms and Hc for Fe-Si-N foils on treatment temperatures.

<u>4.まとめ</u>

本研究では、方向性 Fe-3%Si 箔を用いて,窒素 プラズマ照射法を施し,得られた試料について磁 気特性およ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)飽和磁化値 Ms は,処理温度に関係なくほぼ一 定の値を示した。
- (2)保磁力 Hc は,処理温度 453[K]付近で最小値
 Hc=56.6[A/m]を示し,その後 533[K]付近から,保磁力 Hc は増加傾向を示した。
- (3)再現性を取り,冷却処理を今後は自然冷却でも 行い,冷却処理方法の特性への影響を検討する。

5. 参考文献

- 1)電気学会,電気学会大学講座電気材料(改訂版)
 修正・増補,電気学会,(1995),pp.163-168
- 2)鈴木正義,高橋晴雄,松田忠重,改訂電気材料,コ ロナ社,(1990),pp.148-151
- 3) 内山晋, 増田守男, 磁性体材料, コロナ 社,(1995), pp. 148-154