ISSN 2186-5647

3-6

プラズマ照射によるパーメンジュールの窒化

日大生産工(院)　○中野 裕悟
日大生産工　矢澤翔大　新妻清純

1.はじめに

窒化鉄は窒素濃度によりいくつかの異なる結晶構造をとることが知られており、fcc(面心立方格子)構造を持つγ'-Fe_4N、hcp(六方最密格子)構造であるε-Fe_xN は強磁性を示し、また orthorhombic(斜方格子)構造であるζ-Fe_xN は反強磁性を示す。このように窒化鉄は結晶構造によって磁気特性が変化する物質である。

このような窒化鉄の中で東北大学の高橋博士らは、抵抗加熱による真空蒸着を用いて作製したα-Fe と Fe 系窒化物であるα"-$Fe_{16}N_2$ の二相からなる窒化鉄薄膜が高飽和磁化値を有することを報告した。以来、α"-$Fe_{16}N_2$は高飽和磁化特性を有する優れた磁性材料として期待され、種々の手法による研究がされてきた。

パーメンジュールとは鉄とコバルトを 1:1 で混ぜた合金であり、磁性材料の中で、軟質磁性材料に分類され、磁性材料の中でも飽和磁束密度が非常に大きい特性があると知られている。このことからパーメンジュールは電磁石の鉄芯や励磁型スピーカー等に用いられる。

これらのことから鉄が含まれているパーメンジュールを窒化させることでさらに高い性能を持つ磁性材料を作製できないかと考え、本研究ではパーメンジュールをプラズマ照射により窒化させ、その特性について検討を行った。

2.実験方法

本研究では窒素プラズマ装置を用いたプラズマ窒化により試料を作製した。また試料を作製するために縦 6mm、横 4mm、厚さ 0.1mm のパーメンジュールを用いた。窒化処理の条件を Table1 に示し、使用したプラズマ装置の概要を Fig.1 に示す。真空排気において 8.0[Pa]以下までの低真空排気には油回転ポンプを、それ以降 1.0×10^{-3}[Pa]以下までの高真空排気には油拡散ポンプを用いてチャンバー内を高真空排気した後、プラズマ照射を行った。

Table1 Plasma nitride conditions.

試料温度[℃]	350～540
ガス圧力[Pa]	8
照射時間[s]	60
ガスの種類	N_2+30%H_2

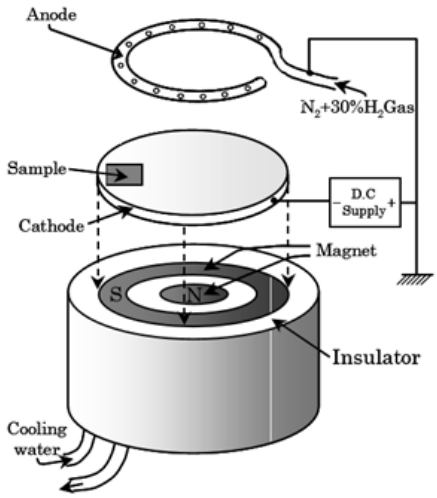

Fig.1 Schematic diagram of nitrogen plasma.

3.物性評価方法

試料の評価方法として、結晶構造解析に X 線回折装置(XRD)、磁気特性の測定には振動試料型磁力計(VSM)を用いて測定を行った。

4.実験結果

4.1XRD による解析結果

Fig.2 に XRD の測定結果を示す。Fig.2 の

Nitriding of Permendur by Plasma Irradiation
Yugo NAKANO,Syouta YAZAWA and Kiyozumi NIIZUMA

パターンはプラズマ照射前である未処理のパーメンジュールと、プラズマ照射後のパーメンジュールの比較を示したものである。未処理のパーメンジュールは 2θ=44.67、65.02、82.33° に回折ピークを示しているため α-Fe と同じ bcc(体心立方格子)の結晶構造を持つことがわかる。また、プラズマ照射後のパターンでは 2θ=44.67、65.02、82.33° とは別に 2θ=37.37、82.69 に Fe_2N の回折ピークが確認できる。これは窒化処理を行ったことで作製した試料に窒化鉄が形成されたためであると考える。

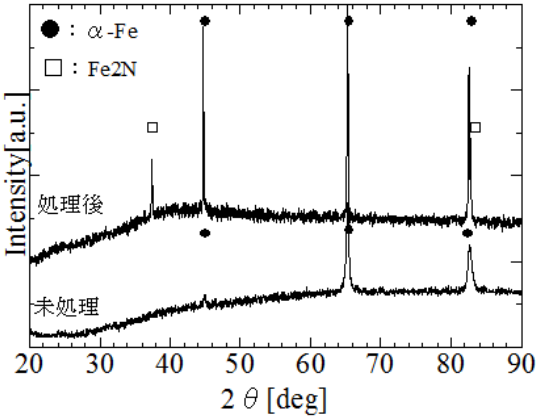

Fig.2 Xray diffraction patterns.

4.2VSM による磁気特性の測定結果

プラズマ照射温度に対する保磁力の結果を Fig.3 に示す。これはプラズマ照射前である未処理のパーメンジュールの保磁力と処理温度 350~540℃の条件でプラズマ照射後のパーメンジュールの保磁力の測定結果である。Fig.3 からプラズマ処理前のものとプラズマ処理後の試料を比較すると、温度の依存性は認められなかったが、全ての試料の保磁力が処理後 1/10 に減少したことが確認できる。これは窒素の混入によりパーメンジュールの結晶粒が微細化し、結晶磁気異方性が分散されたことにより保磁力が減少したと考えられるが、今後の検討課題である。

また VSM による磁気特性の測定から飽和磁束密度を測定した結果、処理前の飽和磁束密度は理論値と同じ 220emu/g であり、プラズマ照射を行った結果、飽和磁束密度に変化は確認できなかった。

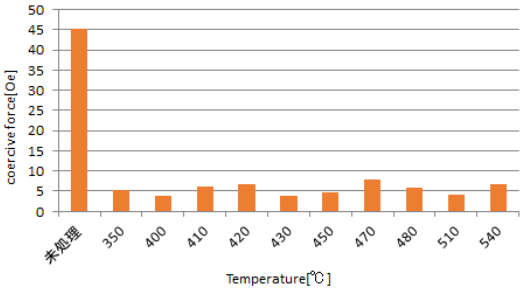

Fig.3 Coercive force under various temperatures.

5.まとめ

本研究ではプラズマ照射によってパーメンジュールの窒化を試み、以下の知見を得た。

X 線回折装置の結果より、プラズマ照射を行うことで Fe_2N のピークが確認できたが、窒化鉄のピークの数が少なく、α-Fe のピークが残っているため窒化の程度は弱い。

VSM による磁気特性の測定結果より、飽和磁束密度に変化はなかったものの、プラズマ照射を行うことで保磁力は減少したことから、窒化処理を行うことで飽和磁束密度を減少させることなく、保磁力を減少させることができ、軟質磁性材料としての特性が向上することが確認できた。

6.参考文献

1) T.K.Kim and M.Takahashi: Appl. Phys.Lett.,20(1972)

2) 高橋實：「窒素雰囲気中で蒸着した Fe 膜の磁性-超高モーメント磁性体-」固体物理 7(1972)、pp.483-495

3) 中島健介、岡本洋一：「窒素イオン注入によって作製した $Fe_{16}N_2$ 薄膜の構造と磁性」日本応用磁気学会誌、14(1990)、pp.271-274

4)パーメンジュールの特徴と用途：電気製鋼,Vol.82,No.1,Page.99-101(2011)