

アンモニアを用いた後窒化法により作製した FeNi 窒化物薄膜の物性評価

Evaluation of physical properties of FeNi nitride thin films prepared by nitriding with ammonia

筑波大¹, (株)デンソー² [○]細井 雄大¹, 岸本 幹雄¹, 後藤 翔², 藏 裕彰², 柳原 英人¹Univ. of Tsukuba¹, DENSO CORPORATION², [○]Yudai Hosoi¹, Mikio Kishimoto¹, Sho Goto²,Hiroaki Kura², and Hideto Yanagihara¹

E-mail: s1620360@u.tsukuba.ac.jp

[研究背景]

L1₀ 型 FeNi 規則合金はネオジム磁石に匹敵する大きな磁化, 高い結晶磁気異方性, 高いキュリー温度と高い耐食性を有することから, 永久磁石の新たな材料として注目されている. この結晶磁気異方性は, L1₀規則度と高い相関があると報告されており^[1], その向上を目指した研究が盛んに行われている. なかでも NITE 法と呼ばれる FeNi 合金のアンモニアを用いた窒化, 水素を用いた脱窒素を行う方法で作製された L1₀ 型 FeNi 規則合金微粒子では, 規則度 0.71 が実現している. この規則度は, 脱窒素前の中間化合物である FeNiN の規則度によって決まるものと報告された^[2]. しかし, FeNi 合金を窒化するメカニズムについては未だ不明な点が多い. そこで本研究では, 窒化過程を理解するためのモデル材料として, FeNi 薄膜に注目し, これを用いて後窒化法により作製した FeNi 窒化物薄膜の窒化プロセスとその物性を評価した.

[実験方法]

MgO(110)研磨基板上にスパッタリング法を用いて FeNi 合金エピタキシャル薄膜を作製した. 次にアンモニア, 水素ガスの導入が可能な電気炉を用いて, 様々な条件 (窒化時間, アンモニア流量, 窒化温度) で窒化させた試料を同一の条件で脱窒素した. 作製した窒化物薄膜及び脱窒素後の FeNi 薄膜の VSM による磁化測定と XRD による格子定数を測定した. 窒化物薄膜の飽和磁化は窒化前の FeNi 薄膜の飽和磁化で規格化を行った.

[実験結果]

Fig.1 に窒化温度と FeNi 窒化物薄膜の飽和磁化比の関係を示す. 窒化時間 50 時間, アンモニア流量 5 L/min で窒化温度を 450°C から下げていくと飽和磁化比が小さくなるが 200°C で急激に上昇した.

次に窒化温度の異なる FeNi 窒化物薄膜と窒化前の FeNi 薄膜の膜面内<110>方向の XRD 回折パターンを Fig.2 に示す. ピーク位置からどの窒化物も (FeNi)₂N であると同定される. また, 窒化温度 200°C では FeNi が未窒化のまま残っていることが確認された. 膜面垂直の<110>方向と膜面内の<001>方向の XRD 回折パターンから FeNi 窒化物の単位胞の体積を求めたところ, FeNi のピークが見られなかった窒化物の体積は, 窒化条件に依らず一定であり, 格子に正方歪みが生じていることが示唆された.

以上のことから, 今回の窒化で作製された窒化物はすべて (FeNi)₂N であり, 窒化が不完全であることが分かった. 講演では, 脱窒素後の FeNi 薄膜についてもあわせて報告する.

謝辞 この成果は, 国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の委託事業未来開拓研究プログラム「次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発」の結果得られたものである.

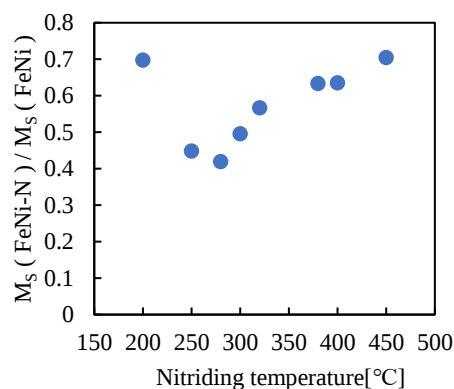
[1] Y. Kota et al., *J. Phys. Soc. Jpn.* **81**, 084705 (2012)[2] S. Goto et al., *Scientific Reports* **7**, 13216 (2017)

Fig 1 Saturation magnetization of FeNi-N normalized with FeNi vs Nitriding temperature

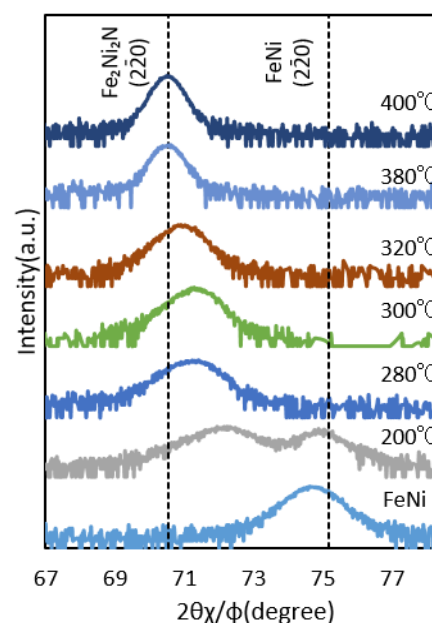


Fig 2 XRD diffraction patterns of FeNi and nitriding of FeNi