

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6085301号  
(P6085301)

(45) 発行日 平成29年2月22日 (2017.2.22)

(24) 登録日 平成29年2月3日 (2017.2.3)

(51) Int. Cl.

F I

C 2 3 C 8/26 (2006.01)

H O 1 F 1/047 (2006.01)

H O 1 F 1/08 (2006.01)

H O 1 F 41/02 (2006.01)

C 2 1 D 8/12 (2006.01)

C 2 3 C 8/26

H O 1 F 1/047

H O 1 F 1/08

H O 1 F 41/02

C 2 1 D 8/12

G

J

請求項の数 41 (全 25 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2014-526250 (P2014-526250)  
 (86) (22) 出願日 平成24年8月17日 (2012.8.17)  
 (65) 公表番号 特表2014-529682 (P2014-529682A)  
 (43) 公表日 平成26年11月13日 (2014.11.13)  
 (86) 国際出願番号 PCT/US2012/051382  
 (87) 国際公開番号 W02013/026007  
 (87) 国際公開日 平成25年2月21日 (2013.2.21)  
 審査請求日 平成27年8月17日 (2015.8.17)  
 (31) 優先権主張番号 61/524, 423  
 (32) 優先日 平成23年8月17日 (2011.8.17)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 305023366  
 リージェンツ オブ ザ ユニバーシティ  
 オブ ミネソタ  
 アメリカ合衆国 ミネソタ 55455-  
 2020 ミネアポリス, オーク スト  
 リートーエス・イー 200, マクナマ  
 ラ アラムナイ センター 600  
 (74) 代理人 100099759  
 弁理士 青木 篤  
 (74) 代理人 100077517  
 弁理士 石田 敬  
 (74) 代理人 100087413  
 弁理士 古賀 哲次  
 (74) 代理人 100146466  
 弁理士 高橋 正俊

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化鉄永久磁石および窒化鉄永久磁石の形成技術

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも1個の鉄結晶を含む鉄線または鉄板を前記鉄結晶の<001>結晶軸に実質上平行な方向に歪ませて少なくとも1個の鉄結晶の単位胞構造を変形させかつ<001>結晶軸に沿って長さが増加した変形した体心正方晶単位胞構造を形成するステップであって、前記<001>結晶軸が鉄線または鉄板の主軸に実質的に平行な方向に延びているステップ、

鉄線または鉄板に歪を加えながら、前記鉄線または鉄板を窒化して窒化された鉄線または鉄板を形成するステップ、および

前記窒化された鉄線または鉄板を焼鈍して、前記窒化された鉄線または鉄板の少なくとも一部分で $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を形成させるステップを含む方法。

【請求項 2】

前記鉄線または鉄板が、単一鉄結晶構造または集合組織構造を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記鉄線または鉄板が複数個の鉄結晶を含み、かつ前記少なくとも1個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記鉄結晶の前記<001>結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップが、前記複数個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記複数個の鉄結晶のうちの少なくとも幾つかの前記<001>結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップを含

10

20

む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記鉄線または鉄板が前記鉄線を含み、かつ前記鉄線が主軸を画定し、かつ前記少なくとも 1 個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記鉄結晶の前記  $\langle 001 \rangle$  結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップが、前記鉄線を前記鉄線の前記主軸に実質上平行な方向に歪ませるステップを含む、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

前記少なくとも 1 個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記鉄結晶の前記  $\langle 001 \rangle$  結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップが、前記少なくとも 1 個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記鉄結晶の前記  $\langle 001 \rangle$  結晶軸に実質上平行な方向に約 0.3 % から約 7 % の間の歪みまで歪ませるステップを含む、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の方法。

10

【請求項 6】

前記鉄線または鉄板を窒化して前記窒化された鉄線または鉄板を形成するステップが、前記鉄線または鉄板を原子状窒素物質に曝すステップ、及び前記鉄線または鉄板を約 125 から約 600 の間の温度に加熱するステップを含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

前記原子状窒素物質が、 $N_2$  ガス、 $NH_3$  ガスまたは尿素の中の少なくとも 1 種類を含む窒素前駆体から形成される、請求項 6 に記載の方法。

20

【請求項 8】

前記窒化された鉄線または鉄板を焼鈍して前記窒化された鉄線または鉄板の少なくとも前記一部分で前記  $Fe_{16}N_2$  相構成を形成させるステップが、前記窒化された鉄線または鉄板を不活性雰囲気下で約 100 から約 300 の間で加熱するステップを含む、請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

前記  $Fe_{16}N_2$  相構成を含む前記窒化された鉄線または鉄板中に磁区壁ピン止めサイトを導入するステップをさらに含む、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

前記  $Fe_{16}N_2$  相構成を含む前記窒化された鉄線または鉄板中に磁区壁ピン止めサイトを導入するステップが、前記  $Fe_{16}N_2$  相構成を含む前記窒化された鉄線または鉄板をドーパント元素でイオンボンバード処理するステップを含む、請求項 9 に記載の方法。

30

【請求項 11】

前記少なくとも 1 個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記鉄結晶の前記  $\langle 001 \rangle$  結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップの前に、前記窒化された鉄線または鉄板中に磁区壁ピン止めサイトを導入するステップをさらに含む、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

$Ti$ 、 $Co$ 、 $Ta$ 、 $Ni$ 、 $Mn$ 、 $Zr$ 、 $Mo$ 、 $Nb$ 、 $Nd$ 、 $Ga$ 、 $Ge$ 、 $C$ 、 $B$ 、 $Si$ 、 $P$ 、 $Cr$ 、 $Cu$ 、または  $Zn$  のうちの少なくとも 1 種類を含む相安定化ドーパント元素を前記鉄線または鉄板中に導入するステップをさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

40

【請求項 13】

前記変形した単位胞構造が、歪のかかっていない鉄体心立方格子 ( $bcc$ ) 単位胞と比較して約 0.3 ~ 約 7 % の  $\langle 001 \rangle$  軸に沿って伸びた体心正方晶 ( $bct$ ) 鉄結晶単位胞を規定する、請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

少なくとも 1 個の体心立方晶 ( $bcc$ ) 鉄結晶を含む鉄線または鉄板に前記  $bcc$  鉄結晶の  $\langle 001 \rangle$  軸に実質上平行な方向に歪みを与えて少なくとも 1 個の鉄結晶の単位胞構造を変形させかつ  $\langle 001 \rangle$  結晶軸に沿って長さが増加した変形した体心正方晶単位胞構造を形成するように構成された歪みを生じさせる装置であって、前記  $\langle 001 \rangle$  結晶軸が

50

鉄線または鉄板の主軸に実質的に平行な方向に延びている装置、

前記歪みを生じさせる装置が鉄線または鉄板に歪を加えている間に、前記歪みのかかった鉄線または鉄板を加熱するように構成された第一加熱装置、

前記歪みを生じさせる装置が鉄線または鉄板に歪を加えながらかつ前記第一加熱装置が前記歪みのかかった鉄線または鉄板を加熱しながら、前記歪みのかかった鉄線または鉄板を原子状窒素物質に曝して窒化された鉄線または鉄板を形成するように構成された前記原子状窒素物質の供給源、および

前記窒化された鉄線または鉄板を焼鈍して前記窒化された鉄線または鉄板の少なくとも一部分で  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を形成させるのに十分な温度まで前記窒化された鉄線または鉄板を加熱するように構成された第二加熱装置

を含むシステム。

【請求項 15】

請求項 1 ~ 13 のいずれか 1 項に記載の方法を実行するための手段をさらに含む、請求項 14 記載のシステム。

【請求項 16】

$\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含むバルク永久磁石であって、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成をすくなくとも一部に含む線材を含み、前記線材が、前記線材の第一端から前記線材の第二端まで延びる主軸を画定し、かつ前記線材が、少なくとも 1 個の体心正方晶 (b c t) 窒化鉄結晶を含み、かつ前記少なくとも 1 個の b c t 窒化鉄結晶の  $\langle 001 \rangle$  軸が、前記線材の前記主軸に実質上平行であるバルク永久磁石。

【請求項 17】

前記線材が、少なくとも約 0.01 ミリメートルの直径を有する、請求項 16 に記載のバルク永久磁石。

【請求項 18】

前記線材が、少なくとも 0.1 ミリメートルの直径を有する、請求項 16 に記載のバルク永久磁石。

【請求項 19】

$\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む薄板をさらに含む、請求項 16 に記載のバルク永久磁石。

【請求項 20】

前記薄板が、少なくとも約 0.01 ミリメートルの厚さを有する、請求項 19 に記載のバルク永久磁石。

【請求項 21】

前記薄板が、少なくとも約 0.1 ミリメートルの厚さを有する、請求項 19 に記載のバルク永久磁石。

【請求項 22】

前記薄板が、前記薄板の第一端から前記薄板の第二端まで延びる主軸を画定し、かつ前記薄板が、少なくとも 1 個の体心正方晶 (b c t) 窒化鉄結晶を含み、かつ前記少なくとも 1 個の b c t 窒化鉄結晶の  $\langle 001 \rangle$  軸が、前記薄板の前記主軸に実質上平行である、請求項 19 ~ 21 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

【請求項 23】

約 30 MGOe を超えるエネルギー積を有する、請求項 16 ~ 22 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

【請求項 24】

約 60 MGOe を超えるエネルギー積を有する、請求項 16 ~ 22 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

【請求項 25】

約 65 MGOe を超えるエネルギー積を有する、請求項 16 ~ 22 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

【請求項 26】

約 100 MGOe を超えるエネルギー積を有する、請求項 16 ~ 22 のいずれか 1 項に

10

20

30

40

50

記載のバルク永久磁石。

【請求項 27】

約 60 MGOe から約 135 MGOe の間のエネルギー積を有する、請求項 16 ~ 22 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

【請求項 28】

少なくとも 1 個の磁区壁ピン止めサイトをさらに含む、請求項 16 ~ 27 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

【請求項 29】

Ti、Co、Ta、Ni、Mn、Zr、Mo、Nb、Nd、Ga、Ge、C、B、Si、P、Cr、Cu、または Zn のうちの少なくとも 1 種類を含む相安定化ドーパント元素をさらに含む、請求項 16 ~ 28 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

10

【請求項 30】

Fe<sub>8</sub>N 相構成をさらに含む、請求項 16 ~ 29 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

【請求項 31】

Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成から本質的になる、請求項 16 ~ 27 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

【請求項 32】

0.1 mm よりも厚い、請求項 16 ~ 31 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

【請求項 33】

1 mm よりも厚い、請求項 16 ~ 31 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

20

【請求項 34】

10 mm よりも厚い、請求項 16 ~ 31 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

【請求項 35】

歪のかかっていない鉄体心立方格子 (bcc) 単位胞と比較して約 0.3 ~ 約 7% の <001> 軸に沿って伸びた体心正方晶 (bct) 鉄結晶単位胞を少なくとも 1 つ含む、請求項 16 ~ 34 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

【請求項 36】

約 8 ~ 約 12 at% の N を含む、請求項 16 ~ 35 のいずれか 1 項に記載のバルク永久磁石。

30

【請求項 37】

尿素拡散法により金属部材を窒化し、金属部材の少なくとも一部に Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成を形成するステップを含む方法であって、前記金属部材が線材または板材を含み、前記線材または板材が、前記線材または板材の第一端から前記線材または板材の第二端まで延びる主軸を画定し、前記 Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成が少なくとも 1 個の体心正方晶 (bct) 窒化鉄結晶を含み、かつ前記少なくとも 1 個の bct 窒化鉄結晶の <001> 軸が、前記線材または板材の前記主軸に実質上平行である方法。

【請求項 38】

前記尿素拡散により金属部材を窒化するステップは、前記尿素の窒素原子を分解し、前記窒素原子がチャンバー内で前記金属部材中に拡散するように選択された温度まで前記チャンバー内で尿素と前記金属部材と一緒に加熱するステップを含む、請求項 37 に記載の方法。

40

【請求項 39】

前記金属部材が鉄を含む、請求項 37 または 38 に記載の方法。

【請求項 40】

前記尿素拡散工程の前において、前記金属部材が鉄から本質的になる、請求項 37 または 38 に記載の方法。

【請求項 41】

前記尿素拡散工程後に前記金属部材が実質上前記 Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成からなるように尿素対鉄の比が選択される、請求項 37 または 38 に記載の方法。

50

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本開示は、永久磁石および永久磁石形成技術に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

永久磁石は、例えば代替エネルギーシステムを含めた多くの電気機械システムに関与する。例えば永久磁石は、乗り物、風力タービン、および他の代替エネルギーの仕組みに用いることができる電動機または発電機に使用される。現在使用されている多くの永久磁石はネオジムなどの希土類元素を含む。これらの希土類元素は、比較的供給不足であり、将来は価格上昇および/または物不足に直面する可能性がある。さらに、希土類元素を含む永久磁石のなかには生産コストが高いものもある。例えばNdFeB磁石の製造は、一般に材料の破碎のステップ、その材料の圧縮のステップ、および1000を超える温度での焼結のステップを含む。

10

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0003】

全般的には本開示は、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ を含むバルク永久磁石と、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ を含むバルク永久磁石の形成技術とを対象とする。バルク $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 永久磁石は、希土類元素を含む永久磁石に代わるものを提供することができる。鉄および窒素は豊富にある元素であり、したがって比較的安価かつ入手しやすい。さらに、薄膜 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 永久磁石から集められた実験的証拠は、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ バルク永久磁石が、NdFeBのエネルギー積(約60メガガウス×エールステッド(MGOe))の約2倍である約134MGOeほどの高いエネルギー積を含めた望ましい磁石特性を有することができることを示唆している。 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 磁石のこの高いエネルギー積は、数ある用途の中でも電動機、発電機、および核磁気共鳴映像(MRI)用磁石における用途に対して高い効率を与える可能性がある。

20

## 【課題を解決するための手段】

## 【0004】

幾つかの態様において本開示は、バルク $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 永久磁石の形成技術について述べる。一般にはこの技術は、少なくとも1個の体心立方晶(bcc)鉄結晶を含む鉄線または鉄板をその少なくとも1個のbcc鉄結晶の<001>結晶軸に実質上平行な方向に沿って歪ませるステップを含む。幾つかの例ではその少なくとも1本(枚)の鉄線または鉄板の<001>結晶軸は、その鉄線または鉄板の主軸に実質上平行に横たわる。次いでこの技術は、この鉄線または鉄板を窒素環境に曝してその鉄線または鉄板中に窒素を導入するステップを含む。さらにこの技術は、鉄原子および窒素原子の配列を整え、かつ鉄線または鉄板の少なくとも一部分で $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を形成させるためにその窒化された鉄線または鉄板を焼鈍するステップを含む。幾つかの例では実質上平行な<001>軸を有する複数本(枚)の $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 鉄線または鉄板を集めることもでき、その複数本(枚)の $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 鉄線または鉄板を合わせて加圧して $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を含む永久磁石を形成することができる。

30

40

## 【0005】

幾つかの態様において本開示は、単結晶窒化鉄の鉄線または鉄板の形成技術について述べる。幾つかの例では、るつぼ技術、例えば本明細書中で述べる技術を用いて単結晶窒化鉄の鉄線または鉄板を形成することができる。このようなるつぼ技術に加えて、そのような単結晶鉄線または鉄板は、マイクロメルトゾーンフローティング法(micro melt zone floating)か、またはマイクロシェーパーから引き抜くか、のいずれかによって形成することもできる。さらに、結晶集合組織を持つ(crystalline textured)(例えば、鉄線または鉄板の一定の方向に沿って所望の結晶配向を有する)窒化鉄の鉄線または鉄板を形成する技術についてもまた述べる。

## 【0006】

50

一例では本開示は、少なくとも1個の結晶を含む鉄線または鉄板をその鉄の結晶の $\langle 001 \rangle$ 結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップと、その鉄線または鉄板を窒化して窒化された鉄線または鉄板を形成するステップと、その窒化された鉄線または鉄板を焼鈍してその窒化された鉄線または鉄板の少なくとも一部分で $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を形成させるステップとを含む方法を対象とする。

【0007】

別の例において本開示は、少なくとも1個の体心立方晶(bcc)鉄結晶を含む鉄線または鉄板をそのbcc鉄結晶の $\langle 001 \rangle$ 軸に実質上平行な方向に歪ませる手段と、その歪みのかかった鉄線または鉄板を加熱する手段と、その歪みのかかった鉄線または鉄板を原子状窒素前駆体に曝して窒化された鉄線または鉄板を形成する手段と、その窒化された鉄線または鉄板を焼鈍してその窒化された鉄線または鉄板の少なくとも一部分で $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を形成させる手段とを含むシステムを対象とする。

10

【0008】

別の態様において本開示は、窒素原子を鉄中に拡散させて窒化された鉄線または鉄板または鉄バルクを形成するのに効果的な原子状窒素供給源として尿素を含む方法を対象とする。

【0009】

別の態様において本開示は、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を含む線材を含む永久磁石を対象とする。

【0010】

別の態様において本開示は、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を含む薄板を含む永久磁石を対象とする。

20

【0011】

別の態様において本開示は、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を含む永久磁石を対象とする。本開示のこの態様によれば永久磁石は、少なくとも1つの寸法が少なくとも0.1mmの大きさである。

【0012】

本開示の1つまたは複数の例の詳細を添付の図面および下記の詳細な説明で述べる。本開示の他の特徴、目的、および利点は、この詳細な説明および図面から、また特許請求の範囲から明らかになるはずである。

30

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1】バルク $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 永久磁石の形成技術の例を示す工程系統図である。

【図2】鉄線または鉄板に歪みを与え、窒素に曝すことができる装置の例を示す概念図である。

【図3】図2に示したるつば加熱ステージの一例の更なる詳細を示す図である。

【図4】窒素原子が鉄原子間の格子間隙に埋め込まれている歪みのかかった状態の8個の鉄単位胞を示す概念図である。

【図5】複数本(枚)の鉄線または鉄板を合体して永久磁石にするための圧縮工程の例を示す概念図である。

40

【図6】鉄線または鉄板に歪みを与えることができる装置の別の例を示す概念図である。

【図7】尿素拡散により鉄線または鉄板を窒化するために使用することができる装置の例を示す略図である。

【図8】窒化鉄の状態図である。

【図9】本開示の態様を例示するために行った実験の具体例についての様々な結果のグラフである。

【図10】本開示の態様を例示するために行った実験の具体例についての様々な結果のグラフである。

【図11】本開示の態様を例示するために行った実験の具体例についての様々な結果のグラフである。

50

【図 1 2】本開示の態様を例示するために行った実験の具体例についての様々な結果のグラフである。

【図 1 3】一例としての窒化された鉄線または鉄板に集合組織を持たせるための高速ベルトキャスティング用装置の例を示す概念図である。

【発明を実施するための形態】

【0014】

全般的には本開示は、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を含む永久磁石と、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を含む永久磁石の形成技術とを対象とする。具体的には本明細書中で述べる技術は、バルク相  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  永久磁石を形成するために使用される。

【0015】

$\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  永久磁石は、その  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  永久磁石が異方性である場合、比較的高いエネルギー積、例えば約  $134 \text{ MGOe}$  ほどの高いエネルギー積を提供することができる。 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  磁石が等方性の例ではエネルギー積は約  $33.5 \text{ MGOe}$  ほどの高さであることができる。永久磁石のエネルギー積は、残留保磁力と残留磁気の積に比例する。因みに  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  永久磁石のエネルギー積は約  $60 \text{ MGOe}$  ほどの高さである。原動機、発電機などに使用した場合、エネルギー積が高いほど永久磁石の高効率をもたらすことができる。

【0016】

図 1 は、バルク  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  永久磁石の形成技術の例を示す工程系統図である。図 1 の技術は、図 2 ~ 5 と並行的に関連させて記述されることになる。図 2 は、鉄線または鉄板に歪みを与え、窒素に曝すことができる装置の概念図を示す。図 3 は、図 2 に示したるつば加熱ステージの一例の更なる詳細を示す。

【0017】

図 2 の装置の例は、第一ローラー 22、第二ローラー 24、およびるつば加熱ステージ 26 を含む。第一ローラー 22 および第二ローラー 24 は、鉄線または鉄板 28 のそれぞれ第一端 38 および第二端 40 を受けるように構成される。鉄線または鉄板 28 は、第一端 38 と第二端 40 の間で主軸を画定する。図 3 で最もよく分かるように鉄線または鉄板 28 は、るつば加熱ステージ 26 によって画定される開口部 30 を通過する。るつば加熱ステージ 26 は、るつば加熱ステージ 26 によって画定される開口部 30 の少なくとも一部を取り囲む誘導子 32 を含む。

【0018】

図 1 の技術の例は、鉄線または鉄板 28 中の少なくとも 1 個の鉄結晶の  $\langle 001 \rangle$  軸に実質上平行（例えば、平行またはほぼ平行）な方向に沿ってその鉄線または鉄板 28 に歪みを与えるステップ（12）を含む。幾つかの例では鉄線または鉄板 28 は、体心立方晶（bcc）結晶構造を有する鉄から作られる。

【0019】

幾つかの例では鉄線または鉄板 28 は、単一の bcc 結晶構造から作られる。他の例では鉄線または鉄板 28 は、複数個の bcc 結晶構造から作ることもできる。それらの例の幾つかでは複数個の鉄結晶は、個々の単位胞および / または結晶の  $\langle 001 \rangle$  軸の少なくとも一部、例えば大部分または実質上全部が、鉄線または鉄板 28 に歪みを加える方向に実質上平行であるように配向される。例えば、鉄が鉄線または鉄板 28 として形成される場合、 $\langle 001 \rangle$  軸の少なくとも一部は、図 2 および 3 に示すように鉄線または鉄板 28 の主軸に実質上平行であることができる。上記で注記したように幾つかの例では単結晶窒化鉄の線材または薄板は、るつば技術を使用して形成することができる。このようなるつば技術に加えて、単結晶の鉄線または鉄板を、マイクロメルトゾーンフローティング法か、またはマイクロシェーパーから引き抜くかによって形成して鉄線または鉄板 28 を形成することもできる。

【0020】

幾つかの例では鉄線または鉄板 28 は、結晶集合組織を持つ構造を有することができる。これら技術を使用して結晶集合組織を持つ（例えば、鉄線または鉄板の一定の方向に沿

10

20

30

40

50

って所望の結晶配向を有する)鉄線または鉄板28を形成することができる。図13は、鉄線または鉄板の例、例えば鉄線または鉄板28に集合組織を持たせるための高速ベルトキャスティング用装置70の一例を示す概念図である。図示のように高速ベルトキャスティング装置70は、熔融鉄の铸塊72を収容する铸塊チャンバー76を含む。铸塊は、例えば加熱コイルの形態の加熱源74によって加熱することができる。铸塊72は、ノズルヘッド78を経てチャンバー76から流出して鉄ストリップ80を形成する。鉄ストリップ80は、反対方向に回転するピンチローラー82Aおよび82Bの表面間の間隙ゾーンに送り込まれる。幾つかの例ではローラー82Aおよび82Bの回転は、1分当たり約10から1000回転まで変えることができる。鉄ストリップは、ピンチローラー82Aおよび82B上で冷やされ、ピンチローラー82Aと82Bの間で加圧された後、集合組織を持つ鉄ストリップ84Aおよび84Bを形成する。幾つかの例では集合組織を持つ鉄ストリップ84Aおよび84Bは、例えば約1マイクロメートルから約1ミリメートルの間の厚さ(個々にまたは多枚数の鉄ストリップの圧縮後のいずれかで)を有する集合組織を持つ鉄リボンを形成することができる。

10

#### 【0021】

歪みのかかっている鉄bcc結晶格子では、結晶単位胞の $\langle 100 \rangle$ 軸、 $\langle 010 \rangle$ 軸、および $\langle 001 \rangle$ 軸は、ほぼ等しい長さを有することができる。しかしながら結晶単位胞に力、例えば張力を結晶軸の一つ、例えば $\langle 001 \rangle$ 結晶軸に実質上平行な方向に加えた場合、その単位胞は変形することができ、その鉄結晶構造は体心正方晶(bct)と呼ぶことができる。例えば図4は、窒素原子が鉄原子間の格子間隙に埋め込まれている歪みのかかった状態の8個の鉄単位胞を示す概念図である。図4の例は、第一層42中に4個の鉄単位胞を、また第二層44中に4個の鉄単位胞を含む。第二層44は第一層42に被さり、第二層44中のそれら単位胞は、第一層42中の単位胞と実質上一列に整列する(例えば、それら単位胞の $\langle 001 \rangle$ 結晶軸は層間で実質上一列に整列する)。図4に示すように鉄単位胞は、 $\langle 001 \rangle$ 軸に沿った単位胞の長さが約3.14オングストローム( )になり、一方 $\langle 010 \rangle$ 軸および $\langle 100 \rangle$ 軸に沿った単位胞の長さが約2.86になるように変形される。歪みのかかった状態にある場合、この鉄単位胞をbct単位胞と呼ぶことがある。鉄単位胞が歪みのかかった状態にある場合、その $\langle 001 \rangle$ 軸を単位胞のc-軸と呼ぶことがある。

20

#### 【0022】

歪みは、歪みを生じさせる様々な装置を使用して鉄線または鉄板28に与えることができる。例えば、図2に示すように鉄線または鉄板28の第一端38および第二端40を、それぞれ第一ローラー22および第二ローラー24に受け取らせる(例えば、巻き付ける)ことができ、そのローラー22、24を反対方向(図2中で矢印34および35によって表される)に回転させて鉄線または鉄板28に張力を与えることができる。

30

#### 【0023】

他の例では鉄線または鉄板28の両端をメカニカルグリップ、例えばクランプ中に把持することができ、そのメカニカルグリップを互いに離れるように移動させてその鉄線または鉄板28に張力を与えることができる。図6は、本明細書中で述べるように鉄線または鉄板28に歪みを与えることができる装置の別の例を示す概念図である。図示のように装置54はクランプ56および58を含み、それらはねじ60a~dを締め付けることによって鉄線または鉄板28の両端を固定することができる。鉄線または鉄板が装置19中にいったん固定されたら、ボルト62にボルト62のねじ体の回転を開始させてクランプ56と58の間の距離を増し、鉄線または鉄板28に張力を与えることができる。ボルト62の回転によって生ずる伸びまたは応力の値は、例えば歪みゲージなどの任意の適切な計測器によって測定することができる。幾つかの例では、鉄線または鉄板28が装置54によって引き伸ばされる間および/または後にその鉄線または鉄板28を加熱できるように装置54を炉(例えば管状炉)または他の加熱環境中に置くことができる。

40

#### 【0024】

歪みを生じさせる装置は、一定の伸びまで鉄線または鉄板28に歪みを与えることがで

50



きる。例えば、鉄線または鉄板 28 上の歪みは、約 0.3% から約 7% の間であることができる。他の例では鉄線または鉄板 28 上の歪みは、約 0.3% 未満または約 7% を超えることもできる。幾つかの例では、鉄線または鉄板 28 に一定の歪みを与えることによりその鉄の個々の単位胞上にもほぼ似た歪みを生じさせ、その結果、単位胞が  $\langle 001 \rangle$  軸に沿って約 0.3% から約 7% の間まで伸ばされるようにすることができる。

#### 【0025】

鉄線または鉄板 28 は、任意の適切な直径および / または厚さを有することができる。幾つかの例では適切な直径および / または厚さは、マイクロメートル ( $\mu\text{m}$ ) またはミリメートル (mm) 程度であることができる。例えば鉄線は、約  $10\mu\text{m}$  (0.01mm) を超える直径を有することができる。幾つかの例では鉄線は、約 0.01mm から約 1mm の間、例えば約 0.1mm の直径を有する。同様に鉄板は、任意の適切な厚さおよび / または幅を有することができる。幾つかの例では鉄板は約 0.01mm を超える、例えば約 0.01mm から約 1mm の間の厚さ、または約 0.1mm の厚さを有することができる。幾つかの実施例では鉄板の幅は、その鉄板の厚さを超えることができる。

10

#### 【0026】

鉄線の直径または鉄板の断面積 (鉄板が引き伸ばされ / 歪みを与えられる方向に実質上直角な平面内の) は、所定の歪みを生じさせるために鉄線または鉄板 28 に加えなければならない力の量に影響を与える可能性がある。例えば、約 0.1mm の直径を有する鉄線に約 144N の力を加えることにより約 7% の歪みを生じさせることができる。別の例として、約 0.2mm の直径を有する鉄線に約 576N の力を加えることにより約 7% の歪みを生じさせることができる。別の例として、約 0.3mm の直径を有する鉄線に約 1296N の力を加えることにより約 7% の歪みを生じさせることができる。別の例として、約 0.4mm の直径を有する鉄線に約 2304N の力を加えることにより約 7% の歪みを生じさせることができる。別の例として、約 0.5mm の直径を有する鉄線に約 3600N の力を加えることにより約 7% の歪みを生じさせることができる。

20

#### 【0027】

幾つかの例では鉄線または鉄板 28 は、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成が形成された後のその  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を安定化させるのに役立つドーパント元素を含むことができる。例えば相安定化ドーパント元素にはコバルト (Co)、チタン (Ti)、銅 (Cu)、亜鉛 (Zn) などを挙げることができる。

30

#### 【0028】

歪みを生じさせる装置が鉄線または鉄板 28 に歪みを与えるにつれて、かつ / または歪みを生じさせる装置が鉄線または鉄板 28 にほぼ一定の歪みを与えた後に、鉄線または鉄板 28 を窒化することができる (14)。幾つかの例では窒化工程の間に加熱装置を使用して鉄線または鉄板 28 を加熱することができる。鉄線または鉄板 28 を加熱するために使用することができる加熱装置の一例は、図 2 および 3 に示したるつば加熱ステージ 26 である。

#### 【0029】

るつば加熱ステージ 26 は、鉄線または鉄板 28 が通過する (例えば鉄線または鉄板 28 の一部が配列される) 開口部 30 を画定する。幾つかの例では鉄線または鉄板 28 の加熱の間、るつば加熱ステージ 26 のどの部分も鉄線または鉄板 28 と接触しない。幾つかの実施例では、これは望ましくない元素または化学種が鉄線または鉄板 28 と接触し、その中に拡散するリスクを減らすので有利である。望ましくない元素または化学種は鉄線または鉄板 28 の特性に影響を及ぼす恐れがあり、したがって鉄線または鉄板 28 と他の材料の間の接触を減少または限定することが望ましいことがある。

40

#### 【0030】

るつば加熱ステージ 26 はまた、るつば加熱ステージ 26 によって画定される開口部の少なくとも一部を取り囲む誘導子 32 を含む。誘導子 32 は、電流が通過することができる導電性材料、例えばアルミニウム、銀、または銅を含む。この電流は交流電流 (AC) であることができ、これは鉄線または鉄板 28 中に渦電流を引き起こし、鉄線または鉄板

50

28を加熱することができる。他の例では、るつぼ加熱ステージ26を使用して鉄線または鉄板28を加熱する代わりに他の非接触加熱源を使用することもできる。例えば、赤外線加熱ランプなどの輻射熱源を使用して鉄線または鉄板28を加熱することもできる。別の例ではプラズマアークランプを使用して鉄線または鉄板28を加熱することもできる。

#### 【0031】

窒化工程中に鉄線または鉄板28を加熱するために使用される加熱装置に関係なく、その加熱装置は、鉄線または鉄板28の厚さまたは直径のほぼ全体にわたって所定の濃度まで窒素の拡散を可能にするのに十分な時間、或る一定の温度でその鉄線または鉄板28を加熱することができる。このようにその加熱時間と温度は関係しており、また鉄線または鉄板28の組成および/または幾何形状によって影響を受ける場合もある。例えば、鉄線または鉄板28は、約125 から約600 の間の温度で、約2時間から約9時間加熱することができる。幾つかの例では鉄線または鉄板28を、約500 から約600 の間の温度で、約2時間から約4時間加熱することができる。

10

#### 【0032】

幾つかの例では鉄線または鉄板28は、約0.1mmの直径を有する鉄線を含む。これらの例の幾つかでは鉄線または鉄板28を、約125 の温度で約8.85時間、または約600 の温度で約2.4時間加熱することができる。一般に、所与の温度ではその窒化工程時間は、鉄線または鉄板28の特性寸法、例えば鉄線の直径または鉄板の厚さの二乗に逆比例する。

#### 【0033】

鉄線または鉄板28を加熱するステップに加えて、鉄線または鉄板28の窒化(14)は、その鉄線または鉄板28を、鉄線または鉄板28中に拡散する原子状窒素物質に曝すステップを含む。幾つかの例では原子状窒素物質を二原子窒素( $N_2$ )として供給することができ、次いでそれは分離(分解)して個々の窒素原子になる。他の例では原子状窒素を、アンモニア( $NH_3$ )などの別の原子状窒素前駆体から得ることもできる。他の例では原子状窒素を尿素( $CO(NH_2)_2$ )から得ることができる。

20

#### 【0034】

窒素は、気相単独(例えば、実質的に純粋なアンモニアまたは二原子窒素ガス)で供給することも、キャリアガスとの混合物として供給することもできる。幾つかの例ではキャリアガスはアルゴン(Ar)である。このガスまたはガス混合物は、任意の適切な圧力、例えば約0.001トル(約0.133パスカル(Pa))から約10トル(約1333Pa)の間、例えば約0.01トル(約1.33Pa)から約0.1トル(約13.33Pa)の間の圧力で供給することができる。幾つかの例では、窒素をキャリアガスとの混合物の一部として送り出す場合、窒素または窒素前駆体(例えば $NH_3$ )の分圧は約0.02トルから約0.1トルの間であることができる。

30

#### 【0035】

窒素前駆体(例えば、 $N_2$ または $NH_3$ )を様々な技術を用いて分解して原子状窒素物質を形成することができる。例えば、輻射を用いて窒素前駆体を加熱して原子状窒素物質を形成する、かつ/または窒素前駆体と鉄線または鉄板28との間の反応を促進させることができる。別の例として、プラズマアークランプを用いて窒素前駆体を分解して原子状窒素物質を形成する、かつ/または窒素前駆体と鉄線または鉄板28との間の反応を促進させることができる。

40

#### 【0036】

幾つかの例では鉄線または鉄板28は、尿素拡散法により窒化することができる(14)。この場合、尿素が窒素源(例えば、二原子窒素またはアンモニアではなく)として利用される。尿素(カルバミドとも呼ばれる)は時には窒素放出肥料として使用されることもある化学式 $CO(NH_2)_2$ を有する有機化合物である。鉄線または鉄板28を窒化する(14)には、尿素を鉄線または鉄板28と一緒に、例えば炉内で加熱して、鉄線または鉄板28中に拡散することができる分解窒素原子を発生させる。下記でさらに述べることにするが、得られる窒化された鉄材料の構成は、拡散工程の温度、および鉄とその工程に

50

使用された尿素の比（例えば重量比）によってある程度は制御することができる。他の例では鉄線または鉄板 28 は、半導体工程でドーピング剤を導入するために使用される方法に似た注入法によって窒化することもできる。

【0037】

図 7 は、尿素拡散法により鉄線または鉄板 28 を窒化するために使用することができる装置の例 64 を示す略図である。そのような尿素拡散法は、例えば単結晶鉄、複数の結晶構造、または集合組織を持つ構造を有する場合に鉄線または鉄板 28 の窒化に使用することができる。さらに、線材、薄板、またはバルクなどの様々な形状を有する鉄材料にもまた、このような方法を使用して拡散することができる。線材料の場合、線径は、数マイクロメートルから数ミリメートルまで変えることができる。板材料の場合、板厚は、例えば

10

【0038】

図示のように装置 64 は、真空炉 68 の内部にるつぼ 66 を含む。鉄線または鉄板 28 は、窒素供給源の尿素 72 と共にるつぼ 66 内に置かれる。図 7 に示すように Ar および水素を含むキャリアガスが、尿素拡散工程の間ずっとるつぼ 66 中に供給される。他の例では別のキャリアガス、またはキャリアガスなしですら使用することができる。幾つかの例では尿素拡散工程の間の真空炉 68 内のガス流量は、約 5 標準状態立方センチメートル毎分 (standard cubic centimeters per minute) (sccm) から約 50 sccm の間、例えば 20 標準状態立方センチメートル毎分 (sccm) から約 50 sccm の間、または 5 標準状態立方センチメートル毎分 (sccm) から約 20 sccm の間などであることができる。

20

【0039】

加熱コイル 70 は、任意の適切な技術、例えば渦電流、誘導電流、高周波などを使用して尿素拡散工程の間に鉄線または鉄板 28 と尿素 72 を加熱することができる。るつぼ 66 は、尿素拡散工程中に使用される温度に耐えるように構成することができる。幾つかの例では、るつぼ 66 は約 1600 までの温度に耐えることができる。

【0040】

尿素 72 を鉄線または鉄板 28 と共に加熱して、窒化鉄材料を形成するために鉄線または鉄板 28 中に拡散することができる窒素を発生させることができる。幾つかの例では鉄線または鉄板 28 と尿素 72 を、るつぼ 66 内で約 650 以上まで加熱し、続いて冷却して鉄と窒素の混合物を焼入れし、鉄線または鉄板 28 の厚さまたは直径のほぼ全域にわたって  $Fe_{16}N_2$  相構成を有する窒化鉄材料を形成することができる。幾つかの例では尿素 72 と鉄線または鉄板 28 を、るつぼ 66 内で約 5 分から約 1 時間、約 650 以上に加熱することができる。幾つかの例では尿素 72 と鉄線または鉄板 28 を、数分から約 1 時間、約 1000 から約 1500 の間で加熱することができる。加熱時間は、尿素 72 および鉄線または鉄板 28 を加熱する温度によって決まる。例えば、その鉄線または鉄板 28 が約 1 マイクロメートルの厚さの場合、拡散工程は約 1200 では約 5 分、1100 では約 12 分などで終わることができる。

30

【0041】

加熱された材料を焼入れ工程の間に冷却するには、内容物を急速に冷却するために、るつぼの外側に冷水を循環させることができる。幾つかの例では温度を、約 20 秒で 650 から室温まで下げることができる。

40

【0042】

下記で述べるように幾つかの例では、鉄と窒素の混合物を焼鈍して鉄線または鉄板 28 の厚さまたは直径のほぼ全域にわたって  $Fe_{16}N_2$  相構成を有する窒化鉄材料を形成するには、尿素 72 と鉄線または鉄板 28 の温度は、例えば約 200 から約 1500 の間であることができる。尿素 72 と鉄線または鉄板 28 は、この焼鈍温度において、例えば約 1 時間から約 40 時間の間であることができる。例えばその鉄材料が単結晶の鉄線および鉄板であるか、またはマイクロメートルレベルの厚さを有する集合組織を持つ鉄線および

50

鉄板である場合、このような焼鈍工程を他の窒素拡散技術に加えて、またはその代替手段として使用することができる。焼鈍および焼入れのステップのそれぞれにおいて窒素は、炉 6 8 内で窒素ガスまたは Ar プラス水素キャリアーガスを含むガス混合物から鉄線または鉄板 2 8 中に拡散させることができる。幾つかの例ではガス混合物は、Ar 約 8 6 % + H<sub>2</sub> 4 % + N<sub>2</sub> 1 0 % の組成を有することができる。他の例ではガス混合物は、N<sub>2</sub> 1 0 % + Ar 9 0 %、または N<sub>2</sub> 1 0 0 %、または Ar 1 0 0 % の組成を有することができる。

#### 【 0 0 4 3 】

下記でさらに述べることにするが窒素拡散法により形成される窒化鉄材料の構成は、使用される窒素対鉄の重量比によって決まる。したがって幾つかの例では、窒素対鉄の重量比を選択して Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成を有する窒化鉄材料を形成することができる。しかしながらそのような窒素拡散工程は、Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成を有するもの以外の窒化鉄材料、例えば Fe<sub>2</sub>N、Fe<sub>3</sub>N、Fe<sub>4</sub>N、Fe<sub>8</sub>N などを形成するためにも使用することができる。さらに窒素拡散工程は、鉄以外の材料中に窒素を拡散させるためにも使用することができる。例えばこのような窒素拡散工程は、インジウム、FeCo、FePt、CoPt、コバルト、Zn、Mn などの中に窒素を拡散させるために使用することができる。

#### 【 0 0 4 4 】

鉄線または鉄板 2 8 を窒化する ( 1 4 ) ために使用される技術には関係なく、窒素は約 8 原子百分率 ( a t . % ) ~ 約 1 4 a t . %、例えば約 1 1 a t . % の濃度まで鉄線または鉄板 2 8 中に拡散することができる。鉄中のこの窒素濃度は平均濃度であることができ、また鉄線または鉄板 2 8 の体積全体にわたって変えることもできる。幾つかの例では窒化された鉄線または鉄板 2 8 ( 鉄線または鉄板 2 8 を窒化 ( 1 4 ) した後の ) の少なくとも一部分のその得られる相構成は  $\gamma'$  相 Fe<sub>8</sub>N であることができる。Fe<sub>8</sub>N 相構成は、化学的規則性を持つ Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相の化学的不規則性を持つ対等物である。また Fe<sub>8</sub>N 相構成は b c t 結晶細胞を有し、比較的高い結晶磁気異方性を導入することができる。

#### 【 0 0 4 5 】

幾つかの例では、窒化された鉄線または鉄板 2 8 は  $\gamma'$  相 Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> であることができる。図 8 は、鉄 - 窒素の状態図である。図 8 に示すように、約 1 1 a t . % N の原子百分率においては  $\gamma'$  相 Fe<sub>16</sub>N<sub>8</sub> は、Fe - N 混合物を約 6 5 0 °C を超える温度で適切な時間焼入れすることによって形成することができる。さらに、約 1 1 a t . % N の原子百分率においては  $\gamma'$  相 Fe<sub>16</sub>N<sub>8</sub> は、Fe - N 混合物を約 2 0 0 °C 未満の温度で適切な時間焼鈍することによっても形成することができる。

#### 【 0 0 4 6 】

幾つかの例では、鉄線または鉄板 2 8 を窒化した ( 1 4 ) 後に、鉄線または鉄板 2 8 を或る一定温度で或る一定時間焼鈍して鉄格子内の適切な間隙中への窒素原子の拡散を容易にし、Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相を形成することもできる ( 1 6 )。図 4 は、窒素原子が位置付けられている鉄結晶格子の適切な間隙の例を示す。幾つかの例では、窒化された鉄線または鉄板 2 8 を、約 1 0 0 °C から約 3 0 0 °C の間の温度で焼鈍することができる。他の例では、焼鈍温度は、約 1 2 6 . 8 5 °C ( 約 4 0 0 ケルビン ) であることができる。窒化された鉄線または鉄板 2 8 は、るつぼ加熱ステージ 2 6、プラズマアークランプ、輻射熱源 ( 例えば赤外線加熱ランプ )、オープン、または密閉されたレトルトを使用して焼鈍することができる。

#### 【 0 0 4 7 】

焼鈍工程は、適切な間隙への窒素原子の拡散を可能にするのに十分な所定の時間のあいだ続けることができる。幾つかの例では焼鈍工程は、約 2 0 時間から約 1 0 0 時間、例えば約 4 0 時間から約 6 0 時間続く。幾つかの例では焼鈍工程は、鉄の酸化を減らすまたは実質上防止するために Ar などの不活性雰囲気中で行うことができる。幾つかの実施例では、鉄線または鉄板 2 8 が焼鈍される ( 1 6 ) 間、その温度はほぼ一定に保たれる。

#### 【 0 0 4 8 】

焼鈍工程が完了した後、鉄線または鉄板 2 8 は Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成を含むことができる。幾つかの実施例では、鉄線または鉄板 2 8 の少なくとも一部分は、実質上 Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成

10

20

30

40

50

成からなる。本明細書中で使用される「から実質上なる」とは、その鉄線または鉄板 2 8 が、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ と、その $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相の基本的かつ新規な特性に著しい影響を与えない他の材料とを含むことを意味する。他の例では鉄線または鉄板 2 8 は、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成と、例えば鉄線または鉄板 2 8 の別の部分に $\text{Fe}_8\text{N}$ 相構成とを含むことができる。その線材および薄板中の、またこの後者の加圧された集成材中の $\text{Fe}_8\text{N}$ 相構成および $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成は、量子力学の実用的原則により磁氣的に交換結合することができる。これは、いわゆる交換スプリング磁石を形成することができ、それは $\text{Fe}_8\text{N}$ のごく一部だけでさえ磁気エネルギー積を増すことができる。

#### 【0049】

幾つかの例では、下記でさらに詳細に述べるように鉄線または鉄板 2 8 は、磁区壁ピン止めサイトとして働くドーパント元素または欠陥を含むことができ、これらは鉄線または鉄板 2 8 の保磁力を高めることができる。本明細書中で使用される実質上 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成からなる鉄線または鉄板 2 8 は、磁壁ピン止めサイトとして働くドーパント元素または欠陥を含むことができる。他の例では、下記でさらに詳細に述べるように鉄線または鉄板 2 8 は、結晶粒界として働く非磁性ドーパント元素を含むことができ、それらは鉄線または鉄板の保磁力を高めることができる。本明細書中で使用される $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成からなる鉄線または鉄板 2 8 は、結晶粒界として働く非磁性元素を含むことができる。

#### 【0050】

焼鈍工程が完了した後、鉄線または鉄板 2 8 は、酸化を減らすまたは防止するためにアルゴンなどの不活性雰囲気中で冷却することができる。

#### 【0051】

幾つかの例では鉄線または鉄板 2 8 は、所望の用途にとって十分なサイズでない場合もある。このような例では複数本（枚）の鉄線または鉄板 2 8 を形成し（それぞれが $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を含むか、または実質上 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成からなる）、それら複数本（枚）の鉄線または鉄板 2 8 を合わせて加圧して、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成を含むか、または実質上 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ 相構成からなるより大きな永久磁石を形成することができる（18）。

#### 【0052】

図 5 A および 5 B は、圧縮工程の例を示す概念図である。図 5 A に示すように、複数本（枚）の鉄線または鉄板 2 8 は、それぞれの鉄線または鉄板 2 8 の<001>軸が実質上整列するように配置される。それぞれの鉄線または鉄板 2 8 の<001>軸がその鉄線または鉄板 2 8 の長軸に実質上平行な例では、鉄線または鉄板 2 8 を実質上整列させることは、1 本（枚）の鉄線または鉄板 2 8 を、別の鉄線または鉄板 2 8 上に重ねることを含むことができる。それぞれの鉄線または鉄板 2 8 の<001>軸を整列させることにより、永久磁石 5 2 に一軸磁気異方性を与えることができる。

#### 【0053】

この複数本（枚）の鉄線または鉄板 2 8 を、例えば冷間圧縮または熱間圧縮を使用して圧縮することができる。幾つかの例では圧縮が行われる温度は、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$ が約 300 を超えると分解し始めるので約 300 未満であることができる。圧縮は、その複数本（枚）の鉄線または鉄板 2 8 をつなぎ合わせて図 5 B に示すような実質上一軸の永久磁石 5 2 にするのに十分な圧力および時間で行うことができる。

#### 【0054】

任意の本数（枚数）の鉄線または鉄板 2 8 を合わせて加圧して永久磁石 5 2 を形成することができる。幾つかの例では永久磁石 5 2 は、少なくとも一つの寸法が少なくとも 0.1 mm の大きさを有する。幾つかの例では永久磁石 5 2 は、少なくとも一つの寸法が少なくとも 1 mm の大きさを有する。幾つかの例では永久磁石 5 2 は、少なくとも一つの寸法が少なくとも 1 cm の大きさを有する。

#### 【0055】

幾つかの例では、望ましい高保磁力を与えるために鉄線または鉄板 2 8 および / または永久磁石 5 2 内の磁区の移動を制御することが望ましい場合がある。磁区の移動を制御することができる一つの方法は、鉄線または鉄板 2 8 および / または永久磁石 5 2 中へ磁区

10

20

30

40

50

壁ピン止めサイトを導入することによるものである。幾つかの例では、磁区壁ピン止めサイトは、鉄結晶格子中に欠陥を導入することによって形成することができる。それら欠陥は、鉄結晶格子中にドーパント元素を注入することにより、または鉄結晶格子の機械的圧迫により導入することができる。幾つかの例では欠陥は、窒素の導入および  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成の形成の前に鉄結晶格子中に導入することができる。他の例では欠陥は、鉄線または鉄板 28 を焼鈍して  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  を形成 (16) した後に導入することができる。磁区壁ピン止めサイトとして働く欠陥を鉄線または鉄板 28 中に導入することが可能な一例は、鉄結晶格子中へのホウ素 (B)、銅 (Cu)、炭素 (C)、ケイ素 (Si) などのイオンボンバードである。他の例では非磁性元素または化合物 (例えば、Cu、Ti、Zr、Ta、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  など) からなる粉末を、 $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相からなる鉄線および鉄板と一緒に加圧することもできる。数ナノメートル～数百ナノメートルの範囲のサイズを有するこれらの非磁性粉末は、加圧工程後に  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相の結晶粒界として機能する。これらの結晶粒界は、永久磁石の保磁力を高めることができる。

#### 【0056】

窒化鉄に関して述べたが、また本明細書中で述べる工程の例のうちの一つまたは複数を  $\text{FeCo}$  合金に応用して、単結晶または高度な集合組織を持つ  $\text{FeCo}$  線材または薄板を形成することもできる。 $\text{Fe}$  格子中の  $\text{Fe}$  原子の一部を  $\text{Co}$  原子で置き換えて結晶磁気異方性を高めることができる。さらに、本明細書中で述べた歪みを伴う拡散法の例のうちの一つまたは複数はまた、これらの  $\text{FeCo}$  線材または薄板に応用することができる。さらにまた、これら工程の例のうちの一つまたは複数を応用して、 $\text{Fe}$  または  $\text{FeCo}$  の線材または薄板中に炭素 (C) ホウ素 (B)、およびリン (P) の原子を、あるいは  $\text{Fe}$  または  $\text{FeCo}$  の線材または薄板中に N 原子と共に部分的に C、P、B を拡散させることもできる。したがってまた、本明細書中で述べた方法を  $\text{FeCo}$  合金に応用して単結晶または高度な集合組織を持つ  $\text{FeCo}$  線材または薄板を形成することもできる。また、 $\text{Fe}$  格子中の  $\text{Fe}$  原子の一部を  $\text{Co}$  原子で置き換えて、例えば結晶磁気異方性を高めることができる。さらにまた、本明細書中で述べた方法を応用して、 $\text{Fe}$  または  $\text{FeCo}$  の線材または薄板中に炭素 (C) ホウ素 (B)、およびリン (P) の原子を、あるいは  $\text{Fe}$  または  $\text{FeCo}$  の線材または薄板中に N 原子と共に部分的に C、P、B を拡散させることもできる。さらに、本明細書中で述べた工程に使用される鉄は、線材、薄板の形状、またはバルクの形態を取ることもできる。

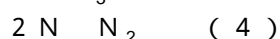
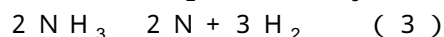
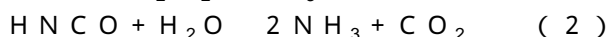
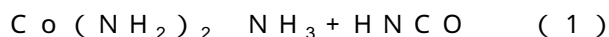
#### 【実施例】

#### 【0057】

本明細書中で述べた窒化鉄材料の実例の 1 または複数の態様を評価するために一連の実験を行った。具体的には実例としての様々な窒化鉄材料を尿素拡散により形成し、次いで評価した。尿素対バルク鉄の重量比への窒化鉄材料の構成の依存度を求めるためにその比を様々な変えた。図 12 に示すように、約 0.5 (すなわち 1:2)、1.0、1.2、1.6、および 2.0 の尿素対バルク鉄の重量比を用いて 5 種類の異なる例を形成した。

#### 【0058】

参考のために、上述の尿素拡散工程の主な化学反応は、約 1573 を超える温度において、



である。このような反応過程では窒素原子の場合、式 (4) に示すように再結合して分子になるのが比較的容易である。したがって幾つかの例では、尿素拡散工程の間ずっと尿素をバルク鉄材料の隣りまたはすぐ近くに置くことによって窒素原子の再結合を減らすことができる。例えば幾つかの事例では、尿素はバルク鉄材料の表面と直接に接していることも、またバルク材料の約 1 センチメートル以内にあることもできる。

#### 【0059】

これら窒化鉄試料は、本明細書中で述べた尿素拡散法により調製された。尿素拡散法による窒化鉄試料の調製の後、オージェ電子分光法を用いてこれら実例としての鉄材料の表面の化学組成を決定した。図9は、これら例の一つに対するオージェ測定結果のグラフであり、材料中の窒素の存在を示している。

#### 【0060】

図12は、尿素対尿素拡散工程で使用したバルク鉄材料の重量比に対する最終窒化鉄材料の窒素濃度 (a t . %) の関係のグラフである。上記で判るように、この場合、尿素対バルク鉄材料については0.5 (すなわち1:2)、1.0、1.2、1.6、および2.0の比が使用された。図12に示すように尿素対バルク鉄材料の異なる重量比は、尿素拡散後の窒化鉄材料内に異なる窒素濃度を生じさせることができる。具体的には図12は、バルク鉄の量を基準にした使用される尿素的量が增加するにつれて、窒化鉄材料中の窒素の原子比が増加したことを示す。したがって、少なくとも幾つかの事例では尿素拡散により形成される窒化鉄材料の所望の窒素濃度は、その所望の窒素濃度に相当する出発材料中の尿素対鉄の重量比を使用することによって得ることができる。

#### 【0061】

図10は、窒化鉄材料の表面からの深さに対する、約2.0の尿素対鉄の重量比で始まる尿素拡散により形成される窒化鉄材料の濃度 (a t . %) の関係のグラフである。図10に示すように、窒化鉄材料の表面からその材料の表面下約1600オングストロームまでの窒素の濃度は約6 a t . %であった。さらに、酸素および炭素については少しの痕跡も存在せず、これは他のドーパント源が効果的に減少されていることを意味する。

#### 【0062】

図11は、窒化鉄材料の表面からの深さに対する、約1.0の尿素対鉄の重量比で始まる尿素拡散により形成される窒化鉄材料の濃度 (a t . %) の関係のグラフである。図11に示すように、窒化鉄材料の表面からその材料の表面下約800オングストロームまでの窒素の濃度は約6 ~ 12 a t . %であった。幾つかの例では、例えばより大きな流れを引き起こすポンプシステムを使用するなどの真空システムの改良によってその濃度をさらに低減させることができる。また図示されているように酸素は約4 a t . %まで減少した。10 a t . %を超える炭素が存在するが、それは窒素の代替元素とみなすことができるので製造される永久磁石に著しい負の影響を与えない。

#### 【0063】

様々な例について述べてきた。これらおよび他の例は、下記の特許請求の範囲の範囲に入る。本発明の実施態様の一部を以下の項目[1] - [87]に記載する。

#### [1]

少なくとも1個の鉄結晶を含む鉄線または鉄板を前記鉄結晶の<001>結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップ、

前記鉄線または鉄板を窒化して窒化された鉄線または鉄板を形成するステップ、および  
前記窒化された鉄線または鉄板を焼鈍して、前記窒化された鉄線または鉄板の少なくとも一部分で  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を形成させるステップ  
を含む方法。

#### [2]

前記鉄線または鉄板が、単一鉄結晶構造または集合組織構造を含む、項目1に記載の方法。

#### [3]

前記鉄線または鉄板が複数個の鉄結晶を含み、かつ前記少なくとも1個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記鉄結晶の前記<001>結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップが、前記複数個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記複数個の鉄結晶のうちの少なくとも幾つかの前記<001>結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップを含む、項目1に記載の方法。

#### [4]

前記鉄線または鉄板が前記鉄線を含み、かつ前記鉄線が主軸を画定し、かつ前記少なく

とも 1 個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記鉄結晶の前記  $\langle 001 \rangle$  結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップが、前記鉄線を前記鉄線の前記主軸に実質上平行な方向に歪ませるステップを含む、項目 1 に記載の方法。

[ 5 ]

前記少なくとも 1 個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記鉄結晶の前記  $\langle 001 \rangle$  結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップが、前記鉄線または鉄板の第一端を第一の方向に引っ張り、かつ前記鉄線または鉄板の前記第二端を前記第一の方向と実質上反対の第二の方向に引っ張ることによって前記鉄線または鉄板に引張力を加えるステップを含む、項目 1 に記載の方法。

[ 6 ]

前記少なくとも 1 個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記鉄結晶の前記  $\langle 001 \rangle$  結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップが、前記少なくとも 1 個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記鉄結晶の前記  $\langle 001 \rangle$  結晶軸に実質上平行な方向に約 0.3% から約 7% の間の歪みまで歪ませるステップを含む、項目 1 に記載の方法。

[ 7 ]

前記鉄線または鉄板を窒化して前記窒化された鉄線または鉄板を形成するステップが、前記鉄線または鉄板を約 125 から約 600 の間の温度に加熱するステップを含む、項目 1 に記載の方法。

[ 8 ]

前記鉄線または鉄板を約 125 から約 600 の間の温度に加熱するステップが、前記鉄線または鉄板を約 125 の温度で約 8.85 時間加熱するステップを含む、項目 7 に記載の方法。

[ 9 ]

前記鉄線または鉄板を約 125 から約 600 の間の温度に加熱するステップが、前記鉄線または鉄板を約 600 の温度で約 2.4 時間加熱するステップを含む、項目 7 に記載の方法。

[ 10 ]

前記鉄線または鉄板を窒化して前記窒化された鉄線または鉄板を形成するステップが、前記鉄線または鉄板を原子状窒素物質に曝すステップを含む、項目 1 に記載の方法。

[ 11 ]

前記原子状窒素物質が、 $N_2$  ガスまたは  $NH_3$  ガスの中の少なくとも 1 種類を含む窒素前駆体から形成される、項目 10 に記載の方法。

[ 12 ]

前記窒素前駆体がキャリアーガスと混合される、項目 11 に記載の方法。

[ 13 ]

前記窒素前駆体が、約 0.02 から約 0.1 の間の分圧まで前記キャリアーガスと混合される、項目 12 に記載の方法。

[ 14 ]

前記鉄線または鉄板を前記原子状窒素物質に曝すステップが、前記鉄線または鉄板を約 0.133 Pa から約 1333 Pa の間の圧力で窒素前駆体に曝すステップを含む、項目 10 に記載の方法。

[ 15 ]

前記窒化された鉄線または鉄板を焼鈍して前記窒化された鉄線または鉄板の少なくとも前記一部分で前記  $Fe_{16}N_2$  相構成を形成させるステップが、前記窒化された鉄線または鉄板を約 100 から約 300 の間で加熱するステップを含む、項目 1 に記載の方法。

[ 16 ]

前記窒化された鉄線または鉄板を焼鈍して前記窒化された鉄線または鉄板の少なくとも前記一部分で前記  $Fe_{16}N_2$  相構成を形成させるステップが、前記窒化された鉄線または鉄板を約 100 から約 300 の間で約 20 時間から約 100 時間加熱するステップを含む、項目 1 に記載の方法。

10

20

30

40

50



[ 1 7 ]

前記窒化された鉄線または鉄板を焼鈍して前記窒化された鉄線または鉄板の少なくとも前記一部分で前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を形成させるステップが、前記窒化された鉄線または鉄板を不活性雰囲気下で焼鈍するステップを含む、項目 1 に記載の方法。

[ 1 8 ]

$\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む複数本（枚）の鉄線または鉄板を圧縮して  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む永久磁石を形成するステップをさらに含む、項目 1 に記載の方法。

[ 1 9 ]

前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記複数本（枚）の窒化された鉄線または鉄板を圧縮して前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記永久磁石を形成するステップが、前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記多数本（枚）の窒化された鉄線または鉄板を冷間圧縮して前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記永久磁石を形成するステップを含む、項目 1 8 に記載の方法。

10

[ 2 0 ]

前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記複数本（枚）の窒化された鉄線または鉄板を圧縮して前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記永久磁石を形成するステップが、前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む第一の窒化された鉄線または鉄板の  $\langle 001 \rangle$  結晶軸を、前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む第二の窒化された鉄線または鉄板の  $\langle 001 \rangle$  結晶軸と、前記第一の窒化された鉄線または鉄板および前記第二の鉄線または鉄板の圧縮に先立って実質上一列に整列させるステップを含む、項目 1 8 に記載の方法。

20

[ 2 1 ]

前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記複数本（枚）の鉄線または鉄板を圧縮して前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記永久磁石を形成するステップが、前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記複数本（枚）の鉄線または鉄板を圧縮して、前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含み、かつ少なくとも  $0.1\text{ mm}$  の少なくとも 1 つの寸法が大きさを画定する前記永久磁石を形成するステップを含む、項目 1 8 に記載の方法。

[ 2 2 ]

前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記複数本（枚）の鉄線または鉄板を圧縮して前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記永久磁石を形成するステップが、前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記複数本（枚）の鉄線または鉄板を圧縮して、前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含み、かつ少なくとも  $1\text{ mm}$  の少なくとも 1 つの寸法が大きさを画定する前記永久磁石を形成するステップを含む、項目 1 8 に記載の方法。

30

[ 2 3 ]

前記鉄線または鉄板を窒化して前記窒化された鉄線または鉄板を形成するステップが、前記鉄線または鉄板を原子状窒素物質に曝すステップを含み、前記原子状窒素物質が尿素から形成される、項目 1 に記載の方法。

[ 2 4 ]

前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記窒化された鉄線または鉄板中に磁区壁ピン止めサイトを導入するステップをさらに含む、項目 1 に記載の方法。

[ 2 5 ]

前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記窒化された鉄線または鉄板中に磁区壁ピン止めサイトを導入するステップが、前記  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む前記窒化された鉄線または鉄板をドーパント元素でイオンボンバード処理するステップを含む、項目 2 4 に記載の方法。

40

[ 2 6 ]

前記少なくとも 1 個の鉄結晶を含む前記鉄線または鉄板を前記鉄結晶の前記  $\langle 001 \rangle$  結晶軸に実質上平行な方向に歪ませるステップの前に、前記窒化された鉄線または鉄板中に磁区壁ピン止めサイトを導入するステップをさらに含む、項目 1 に記載の方法。

[ 2 7 ]

前記窒化された鉄線または鉄板中に磁区壁ピン止めサイトを導入するステップが、前記窒化された鉄線または鉄板をドーパント元素でイオンボンバード処理するステップを含む、項目 2 6 に記載の方法。

50

[ 2 8 ]

C o、T i、C u、またはZ nのうちの少なくとも1種類を含む相安定化ドーパント元素を前記鉄線または鉄板中に導入するステップをさらに含む、項目1に記載の方法。

[ 2 9 ]

少なくとも1個の体心立方晶(b c c)鉄結晶を含む鉄線または鉄板に前記b c c鉄結晶の< 0 0 1>軸に実質上平行な方向に歪みを与えるように構成された歪みを生じさせる装置、

前記歪みのかかった鉄線または鉄板を加熱するように構成された第一加熱装置、

前記歪みのかかった鉄線または鉄板を原子状窒素物質に曝して窒化された鉄線または鉄板を形成するように構成された前記原子状窒素物質の供給源、および

前記窒化された鉄線または鉄板を焼鈍して前記窒化された鉄線または鉄板の少なくとも一部分でF e<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相構成を形成させるのに十分な温度まで前記窒化された鉄線または鉄板を加熱するように構成された第二加熱装置

を含むシステム。

[ 3 0 ]

F e<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相構成を含む複数本(枚)の窒化された鉄線または鉄板を圧縮してF e<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相構成を含む実質上単一の永久磁石を形成させるように構成されたプレスをさらに含む、項目29に記載のシステム。

[ 3 1 ]

前記プレスが、前記F e<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相構成を含む複数本(枚)の窒化された鉄線または鉄板を圧縮して、前記F e<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相構成を含み、かつ少なくとも0.1mmの少なくとも1つの寸法が大きさを画定する実質上単一の永久磁石を形成させるように構成される、項目30に記載のシステム。

[ 3 2 ]

前記プレスが、前記F e<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相構成を含む複数本(枚)の窒化された鉄線または鉄板を圧縮して、前記F e<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相構成を含み、かつ少なくとも1mmの少なくとも1つの寸法が大きさを画定する実質上単一の永久磁石を形成させるように構成される、項目30に記載のシステム。

[ 3 3 ]

前記原子状窒素物質の前記供給源が尿素を含む、項目29に記載のシステム。

[ 3 4 ]

前記窒化された鉄線または鉄板中に磁区壁ピン止めサイトを導入するための手段をさらに含む、項目29に記載のシステム。

[ 3 5 ]

前記歪みを生じさせる装置が、前記鉄線または鉄板の第一端を受けるように構成された第一ローラーと、前記鉄線または鉄板の第二端を受けるように構成された第二ローラーとを含み、かつ前記第二端が前記第一端の実質上反対の位置にあり、かつ前記第一ローラーおよび前記第二ローラーが、回転して前記鉄線または鉄板の前記第一端と前記鉄線または鉄板の前記第二端の間に引張力を加えるように構成される、項目29に記載のシステム。

[ 3 6 ]

前記第一ローラーおよび前記第二ローラーが、回転して前記鉄線または鉄板に約0.3%から約7.0%の間で歪ませるように構成される、項目35に記載のシステム。

[ 3 7 ]

前記第一加熱装置が、るつぼ加熱ステージを含む、項目29に記載のシステム。

[ 3 8 ]

前記第一加熱装置が、輻射熱源を含む、項目29に記載のシステム。

[ 3 9 ]

前記第一加熱装置が、プラズマアークランプを含む、項目29に記載のシステム。

[ 4 0 ]

前記第二加熱装置が、加熱用るつぼを含む、項目29に記載のシステム。

[ 4 1 ]

前記第二加熱装置が、輻射熱源を含む、項目 2 9 に記載のシステム。

[ 4 2 ]

前記第二加熱装置が、プラズマアークランプを含む、項目 2 9 に記載のシステム。

[ 4 3 ]

前記第二加熱装置が、オープンを含む、項目 2 9 に記載のシステム。

[ 4 4 ]

前記第二加熱装置が、密閉されたレトルトを含む、項目 2 9 に記載のシステム。

[ 4 5 ]

$\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む線材を含む永久磁石。

10

[ 4 6 ]

前記線材が、少なくとも約 0 . 0 1 ミリメートルの直径を有する、項目 4 5 に記載の永久磁石。

[ 4 7 ]

前記線材が、約 0 . 1 ミリメートルの直径を有する、項目 4 5 に記載の永久磁石。

[ 4 8 ]

前記線材が、約 3 0 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 4 5 に記載の永久磁石。

[ 4 9 ]

前記線材が、約 6 0 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 4 5 に記載の永久磁石。

20

[ 5 0 ]

前記線材が、約 6 5 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 4 9 に記載の永久磁石。

[ 5 1 ]

前記線材が、約 1 0 0 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 5 0 に記載の永久磁石。

[ 5 2 ]

前記線材が、約 6 0 M G O e から約 1 3 5 M G O e の間のエネルギー積を有する、項目 4 9 に記載の永久磁石。

30

[ 5 3 ]

前記線材が、前記線材の第一端から前記線材の第二端まで延びる主軸を画定し、かつ前記線材が、少なくとも 1 個の体心正方晶 ( b c t ) 窒化鉄結晶を含み、かつ前記少なくとも 1 個の b c t 窒化鉄結晶の < 0 0 1 > 軸が、前記線材の前記主軸に実質上平行である、項目 4 5 に記載の永久磁石。

[ 5 4 ]

少なくとも 1 個の磁区壁ピン止めサイトをさらに含む、項目 4 5 に記載の永久磁石。

[ 5 5 ]

T i 、 C o 、 T a 、 N i 、 M n 、 Z r 、 M o 、 N b 、 N d 、 G a 、 G e 、 C 、 B 、 S i 、 P 、 C r 、 C u 、または Z n のうちの少なくとも 1 種類を含む相安定化ドーパント元素をさらに含む、項目 4 5 に記載の永久磁石。

40

[ 5 6 ]

前記線材が、 $\text{Fe}_8\text{N}$  相構成をさらに含む、項目 4 5 に記載の永久磁石。

[ 5 7 ]

前記線材が、実質上  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成からなる、項目 4 5 に記載の永久磁石。

[ 5 8 ]

$\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  相構成を含む薄板を含む永久磁石。

[ 5 9 ]

前記薄板が、少なくとも約 0 . 0 1 ミリメートルの厚さを有する、項目 5 8 に記載の永久磁石。

50

[ 6 0 ]前記薄板が、約 0 . 1 ミリメートルの厚さを有する、項目 5 8 に記載の永久磁石。[ 6 1 ]前記薄板が、約 3 0 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 5 8 に記載の永久磁石。[ 6 2 ]前記薄板が、約 6 0 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 6 1 に記載の永久磁石。[ 6 3 ]前記薄板が、約 6 5 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 6 2 に記載の永久磁石。[ 6 4 ]前記薄板が、約 1 0 0 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 6 3 に記載の永久磁石。[ 6 5 ]前記薄板が、約 6 0 M G O e から約 1 3 5 M G O e の間のエネルギー積を有する、項目 6 2 に記載の永久磁石。[ 6 6 ]前記薄板が、前記薄板の第一端から前記薄板の第二端まで延びる主軸を画定し、かつ前記薄板が、少なくとも 1 個の体心正方晶 ( b c t ) 窒化鉄結晶を含み、かつ前記少なくとも 1 個の b c t 窒化鉄結晶の < 0 0 1 > 軸が、前記薄板の前記主軸に実質上平行である、項目 5 8 に記載の永久磁石。[ 6 7 ]少なくとも 1 個の磁区壁ピン止めサイトをさらに含む、項目 5 8 に記載の永久磁石。[ 6 8 ]T i 、 C o 、 T a 、 N i 、 M n 、 Z r 、 M o 、 N b 、 N d 、 G a 、 G e 、 C 、 B 、 S i 、 P 、 C r 、 C u 、 または Z n のうちの少なくとも 1 種類を含む相安定化ドーパント元素をさらに含む、項目 5 8 に記載の永久磁石。[ 6 9 ]前記薄板が、F e<sub>8</sub>N 相構成をさらに含む、項目 5 8 に記載の永久磁石。[ 7 0 ]前記薄板が、実質上 F e<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成からなる、項目 5 8 に記載の永久磁石。[ 7 1 ]F e<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成を含む永久磁石であって、前記永久磁石は少なくとも 1 つの寸法が少なくとも 0 . 1 m m の大きさである、永久磁石。[ 7 2 ]前記永久磁石は、少なくとも 1 つの寸法が少なくとも 1 m m の大きさである、項目 7 1 に記載の永久磁石。[ 7 3 ]前記永久磁石は、少なくとも 1 つの寸法が少なくとも 1 c m の大きさである、項目 7 1 に記載の永久磁石。[ 7 4 ]前記永久磁石が、約 3 0 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 7 1 に記載の永久磁石。[ 7 5 ]前記永久磁石が、約 6 0 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 7 4 に記載の永久磁石。[ 7 6 ]前記永久磁石が、約 6 5 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 7 5 に記載の永久磁石。

10

20

30

40

50

[ 7 7 ]

前記永久磁石が、約 1 0 0 M G O e を超えるエネルギー積を有する、項目 7 6 に記載の永久磁石。

[ 7 8 ]

前記永久磁石が、約 6 0 M G × O e から約 1 3 5 M G × O e の間のエネルギー積を有する、項目 7 5 に記載の永久磁石。

[ 7 9 ]

少なくとも 1 個の磁区壁ピン止めサイトをさらに含む、項目 7 1 に記載の永久磁石。

[ 8 0 ]

T i、C u、または Z n のうちの少なくとも 1 種類を含む相安定化ドーパント元素をさらに含む、項目 7 1 に記載の永久磁石。

10

[ 8 1 ]

F e<sub>8</sub>N 相構成をさらに含む、項目 7 1 に記載の永久磁石。

[ 8 2 ]

前記永久磁石が、実質上 F e<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成からなる、項目 7 1 に記載の永久磁石。

[ 8 3 ]

尿素拡散法により金属部材を窒化するステップを含む方法。

[ 8 4 ]

前記尿素拡散により金属部材を窒化するステップは、前記尿素有窒素原子を分解し、前記窒素原子がチャンバー内で前記金属部材中に拡散するように選択された温度まで前記チャンバー内で尿素と前記金属部材と一緒に加熱するステップを含む、項目 8 3 に記載の方法。

20

[ 8 5 ]

前記金属部材が鉄を含む、項目 8 3 に記載の方法。

[ 8 6 ]

前記金属部材が実質上鉄からなる、項目 8 5 に記載の方法。

[ 8 7 ]

前記尿素拡散工程後に前記金属部材が実質上前記 F e<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相構成からなるように尿素対鉄の比が選択される、項目 8 3 に記載の方法。

【図 1】

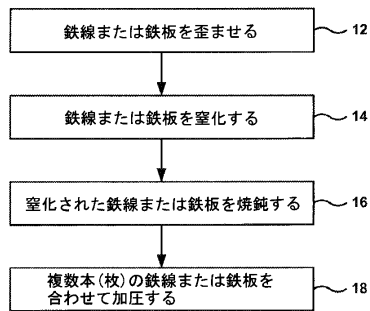


FIG. 1

【図 2】

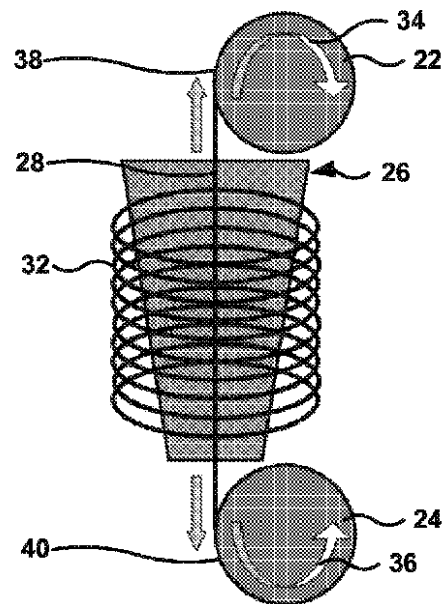


FIG. 2

【図 3】

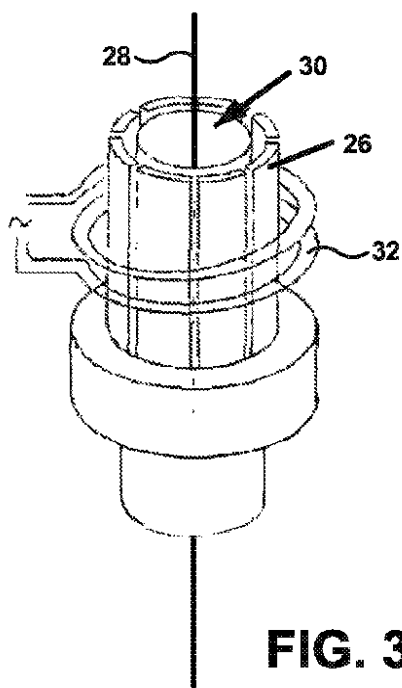


FIG. 3

【図 4】

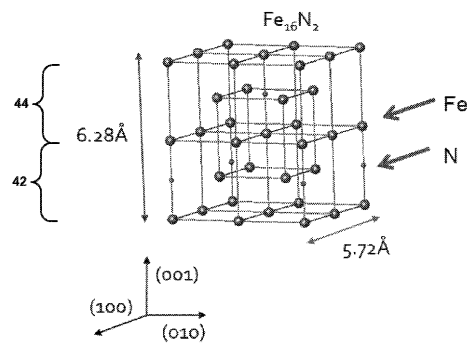


FIG. 4

【図 5】

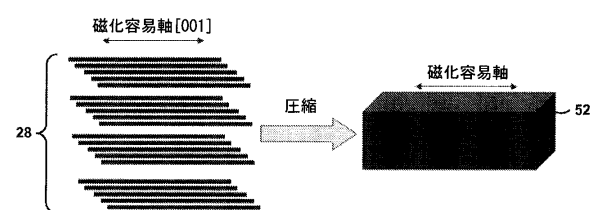


FIG. 5A

FIG. 5B

【図 6】

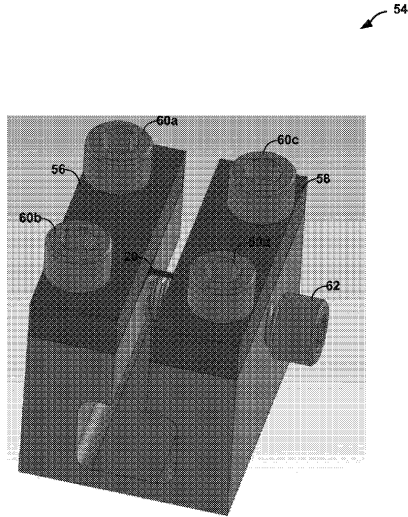


FIG. 6

【図 7】

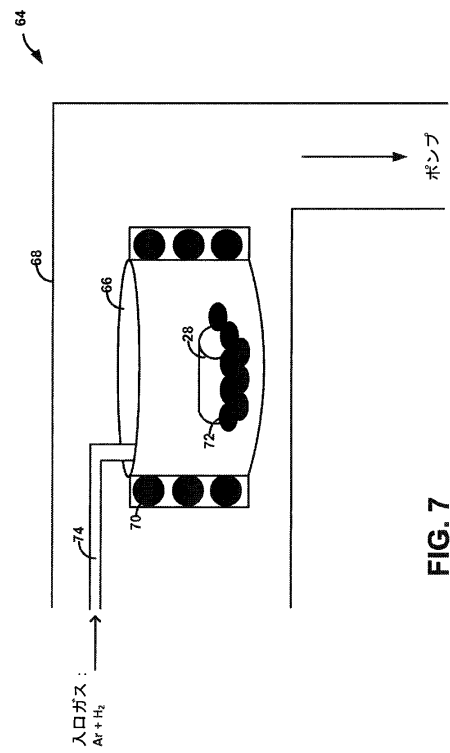


FIG. 7

【図 8】

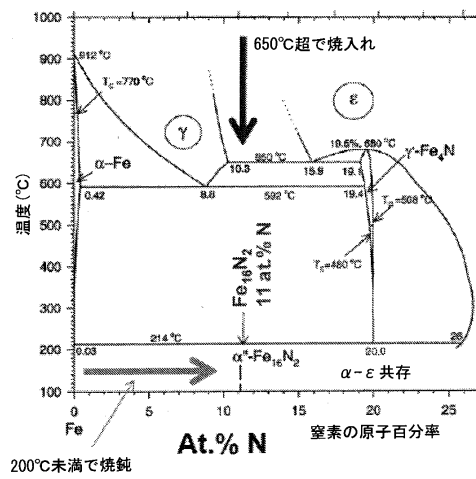


FIG. 8

【図 9】

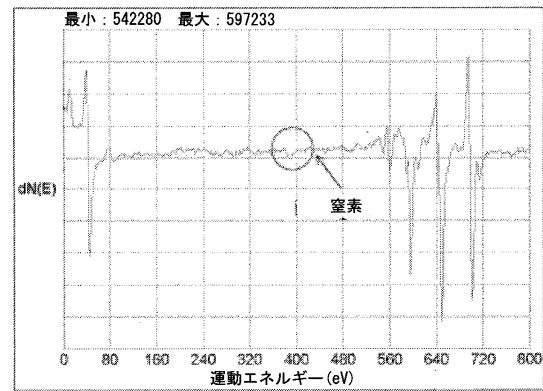


FIG. 9

【図 10】

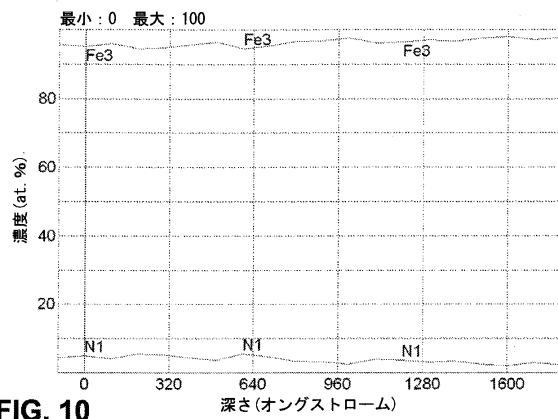


FIG. 10

【図 11】

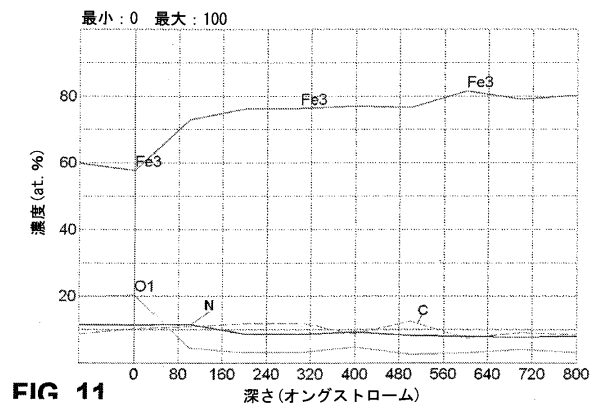


FIG. 11

【図 12】

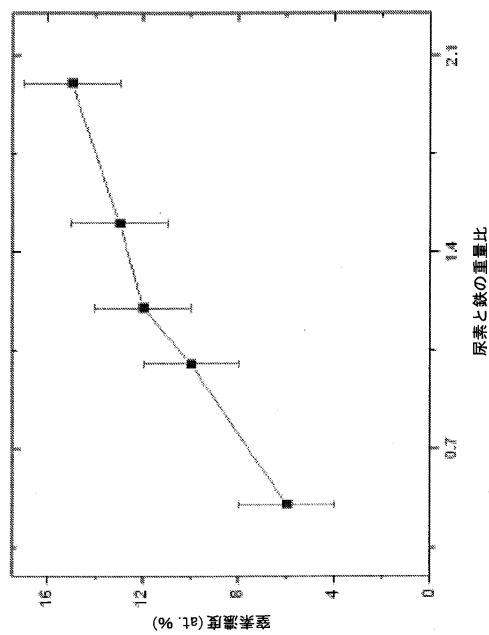


FIG. 12

【図 13】

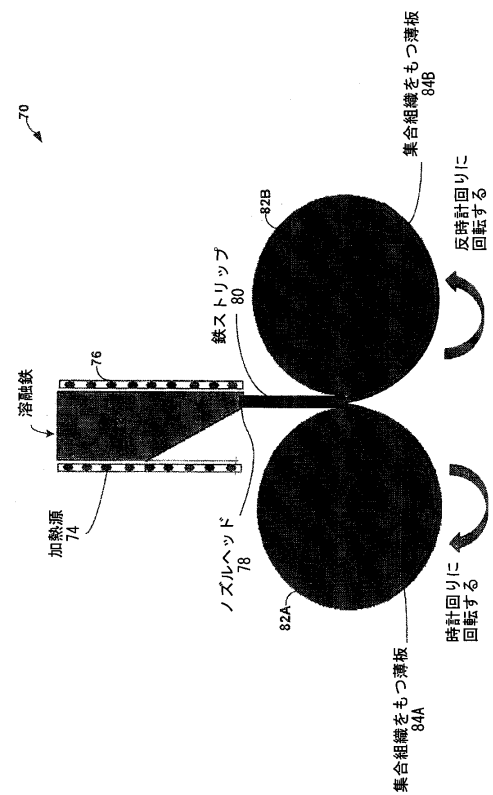


FIG. 13



## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
**C 2 1 D 7/02 (2006.01)** C 2 1 D 7/02 B  
C 2 1 D 7/02 D

(74)代理人 100111903  
弁理士 永坂 友康

(74)代理人 100128495  
弁理士 出野 知

(72)発明者 ワン チャン - ピン  
アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 1 2 6 , ショアビュー , ウッドクレスト アベニュー 1 3 6 9

(72)発明者 ヘ シハイ  
アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 4 1 4 , ミネアポリス , トゥウェンティーナインス アベニュー  
サウスイースト 1 0 3 5 , アpartment エフ

(72)発明者 チャン ヤンフェン  
アメリカ合衆国, ミネソタ 5 5 4 1 4 , ミネアポリス , シックス ストリート サウスイース  
ト 1 0 4 0

審査官 宮本 靖史

(56)参考文献 特開昭 6 1 - 1 5 7 6 3 4 ( J P , A )  
特開平 0 6 - 0 9 6 9 4 7 ( J P , A )  
特開平 0 3 - 1 0 0 1 2 4 ( J P , A )  
特開平 0 5 - 3 1 1 3 9 0 ( J P , A )  
特開平 0 2 - 2 1 2 3 2 0 ( J P , A )  
特開昭 6 3 - 1 3 2 7 0 1 ( J P , A )  
特開平 0 5 - 2 6 9 5 0 3 ( J P , A )  
特開平 0 2 - 1 7 3 2 0 9 ( J P , A )  
特開 2 0 0 0 - 1 7 6 5 1 3 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)  
C 2 3 C 8 / 0 0 - 1 6 / 5 6  
C 2 3 C 2 4 / 0 0 - 3 0 / 0 0  
C 2 1 D 7 / 0 2  
C 2 1 D 8 / 1 2  
H 0 1 F 1 / 0 4 7  
H 0 1 F 1 / 0 8  
H 0 1 F 4 1 / 0 2  
J S T P l u s / J S T 7 5 8 0 ( J D r e a m I I I )