

Si 基板上酸化膜と等方性 Nd-Fe-B 系厚膜磁石の特性の関係

清水 大*, 山口 雄太, 山下 昂洋, 柳井 武志, 中野 正基, 福永 博俊 (長崎大学)

Relationship between each oxide layer on Si substrates and properties of isotropic Nd-Fe-B thick-film magnets

D. Shimizu, Y. Yamaguchi, A. Yamashita, T. Yanai, M. Nakano and H. Fukunaga (Nagasaki University)

はじめに

電子機器の内部に使用される永久磁石の小型化が求められる中, MEMS(Micro-electromechanical system)への応用を鑑み, スパッタリング法を利用した Si 基板上への Nd-Fe-B 系磁石膜の成膜と共に, デバイス応用が報告されている⁽¹⁾⁽²⁾。その膜厚は最大で 20 μm 程度であり, 更なる厚膜化を実現した際には, 磁石膜の応用範囲の拡大, 磁石膜を用いたデバイスの特性向上などが期待される。最近我々は, 成膜速度を数 10 $\mu\text{m}/\text{h}$ の条件に設定した PLD (Pulsed Laser Deposition) 法を用い, Nd の線膨張係数が $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相と Si 基板の間の値であることに着目し, 試料内の Nd 含有量を増加させ粒界や三重点に Nd を析出させることで, 熱処理時に起こる基板内部からの破壊を抑制し, 膜厚 100 μm 以上の Nd-Fe-B 系厚膜磁石が Si 基板上に得られる事を報告した⁽³⁾。

本稿では, 上記の Nd 含有量をパラメータとすると共に, 厚膜磁石と Si 基板上の界面に存在する酸化膜に着目した。具体的には, 自然酸化膜以外に厚さの異なる 3 種類の熱酸化膜を持つ Si 基板を準備し, 各々の磁気特性と機械特性に及ぼす影響を検討した。

実験条件

真空度 10^{-5} Pa 程度のチャンバー内で回転する Nd-Fe-B 合金ターゲットに, Nd-YAG パルスレーザを照射することで, ターゲットを構成する分子や原子等を解離・放出させ, 対面に設置した熱酸化膜 (20, 100, 500 nm 厚程度) と自然酸化膜 (約 1 nm 厚) を各々有する (100) 単結晶 Si 基板上に堆積した。その際, レーザパワーを 4 W, ターゲットと基板間の距離を 10 mm に固定した。更に, 成膜直後の試料はアモルファス構造であったため, 3.5~3.7 sec の極短時間での熱処理を施し, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相を形成した。磁気特性の測定は VSM, 膜組成の評価と試料の表面観察には, SEM-EDX, 微細構造観察には TEM を用いた。

実験結果

Nd 含有量 (Nd/(Nd+Fe)) を約 20 at.% で固定した 10 μm 厚以上の Nd-Fe-B 系磁石膜を上記の 4 種類の Si 基板上に成膜し, 熱処理後の磁気特性ならびに機械特性を比較したところ, いずれの基板に作製した試料の $(BH)_{\text{max}}$ も 50~60 kJ/m^3 の範囲の値を示し, 保磁力ならびに残留磁気分極もほぼ同程度の特性であった。すなわち, 現状の条件の範囲では, 磁気特性に及ぼす Si 基板上の酸化膜の影響は小さいことがわかった。

一方, 機械特性を検討したところ, 酸化膜の厚みの影響が見られた。具体的な結果を図 1 に示す。試料の Nd 含有量を約 20 at.% で固定した際, 酸化膜の厚みの増加に伴い, 熱処理時の破壊が起きなかった試料での最大膜厚が増加した。破壊が生じた際の様子を観察すると, 自然酸化膜と 20 nm 厚の熱酸化膜を有する基板を用いた試料は, Si 基板から磁石膜が剥離する一方, 100 nm ならびに 500 nm 厚の熱酸化膜のものでは, 剥離ではなく, Si 基板の内部から常に破損した。すなわち, 後者の試料 (100 nm もしくは 500 nm 厚の熱酸化膜を用いたもの) では基板と厚膜磁石の強い密着性が観察された。酸化膜の厚みの変化により, 破壊現象が異なる原因を調べるために, 500 nm 厚の熱酸化膜付 Si 基板上の試料における熱処理後の微細構造とその元素分布を観察したところ, Si 基板と Nd-Fe-B 系磁石膜の界面に, Fe, Si, O 元素よりなる約 100 nm 厚の化合物層が確認された。現在のところ, この化合物は酸化膜の厚みの増加に伴い, より形成しやすい事が推察され, 異なる密着性を生じさせたものと考えられる。加えて, 図 2 には, 500 nm 厚の熱酸化膜のものに対し, Nd 含有量を 20 もしくは 25 at.% 程度に制御した際の Nd-Fe-B 系厚膜磁石の最大膜厚を示している。試料の Nd 含有量が増加するに従い, Nd が粒界相, 三重点だけではなく, 基板と厚膜磁石の界面にも析出する様子が観察された。上記の析出した Nd が, 熱処理における基板と厚膜磁石の線膨張係数の差を起源とする応力を緩和し, 最大膜厚の増加に貢献したものと推察される。本発表では, 図 2 に示す 100 μm 厚を超える Nd-Fe-B 系厚膜磁石に対してダイシング加工やウェットエッチングを施した結果も併せて報告する。

参考文献

- (1) R. Fujiwara et al., *Int. J. Automobile Tech*, Vol.7 No.2 pp. 148-155(2013).
- (2) 小峠ら, 電気学会マグネティクス研究会資料, MAG-12-170(2012).
- (3) M. Nakano et al., *IEEE Trans. Magn.* 51, #2102604(2015).

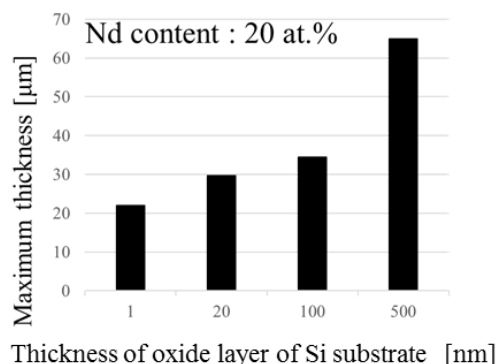


Fig.1 Relationship between each thickness of oxide films and maximum thickness of Nd-Fe-B thick film magnets.

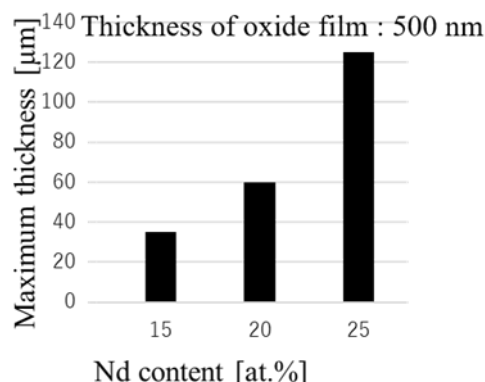


Fig2. Relationship between each Nd content and maximum thickness of Nd-Fe-B thick film magnets.