

厚肉 Fe 基非晶質合金箔の軟磁気特性—2

佐藤 駿 小山 裕太 中村 吉男

(SACO 合同会社) (いすゞ自動車) (東工大 物質理工学院)

Soft magnetic properties of Fe-base thick amorphous alloy sheets-2

T. Sato¹⁾

Y. Koyama²⁾

Y. Nakamura³⁾

1) SACO LLC

2) Isuzu Motors

3) Tokyo Institute of Technology

はじめに

ダブルスリット法で作製した $50\mu\text{m}$ の厚肉 Fe 基非晶質合金箔 (準量産材) の磁気特性を過去 2 回にわたり報告してきた^{1,2)}. 今回は、磁場焼鈍後の特性を調べてまとめとする. 合わせて各社の材料設計思想を推量する。

実験方法

前回と同様に、板厚の異なる材料を用意する. B 社製の $50\mu\text{m}$ 厚肉材 (B-1) と $30\mu\text{m}$ の薄肉材 (B-3), 市販の $22\sim 28\mu\text{m}$ の薄肉材 (X, Y, Z) の 5 種類. 合金組成は各社すべて公称 $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ (原子%) である.

これらを幅 25mm , 長さ 100mm に切断し, 800A/m の磁場焼鈍をする. 条件は $375^\circ\text{C} \times 60\text{min}$ および $390^\circ\text{C} \times 60\text{min}$, N_2 気流中である. 磁気測定は岩通計測 (株) の SST (SY-956) を使い, $50, 60, 100\text{Hz}$ の 3 条件で測った鉄損を. 周波数法でヒステリシス損 (W_h) と渦電流損 (W_e) に分離した. さらに, XRD, VSM, DSC, 顕微鏡観察, 表面粗度測定を行い, 鉄損支配要因を分析する.

結果と考察

Fig. 1 のように, 磁界印加により厚肉材 B-1 の鉄損は改善し, 市販 2 社の薄肉材と同等になった. これは W_h の低減が無磁場焼鈍より大きいことによる. 各試料を磁場焼鈍より高い温度でアニールし XRD を調べた. 420°C で B-1, B-3 のロール面に鋭いピークが現れた. 440°C ではピークはさらに大きくなる. Y にはピークが現れず X, Z では比較的小さいピークである. このことから B-1 には実際の焼鈍温度でも XRD で検出できない微結晶が存在しているのではないかと. エアポケット周辺の微結晶は応力場を生じ複雑な磁区が形成されている可能性がある. 磁場焼鈍にはそのような磁区を解消する作用があると考えられる.

VSM で B_s (印加磁場 15kOe) を測定した. B-1, B-3, Z はほぼ同じ 1.548T . X: 1.595T , Y: 1.538T , Z: 1.545T であった. 結晶化開始温度は B-1, B-3: 500°C , X: 490°C , Y: 530°C , Z: 500°C であった. これを勘案すると, X 社は Fe 含有量が公称より高く, Y 社は逆に低いことが推定される. また, エアポケットと鉄損の関係は, 板厚が薄い場合はほぼ直線的であった. エアポケット密度とともに鉄損は増加した. 一方, B-1 は直線から低鉄損側に大きく外れた.

このことから, エアポケットを Y 社並みに低減できれば, 厚肉箔の鉄損を大幅に改善できると考えられる.

参考文献:

1) 佐藤: 第 38 回日本磁気学会講演概要集 2aE-11 (2014)

2) 佐藤, 小山, 中村: 第 39 回日本磁気学会講演概要集 11aB-10 (2015)

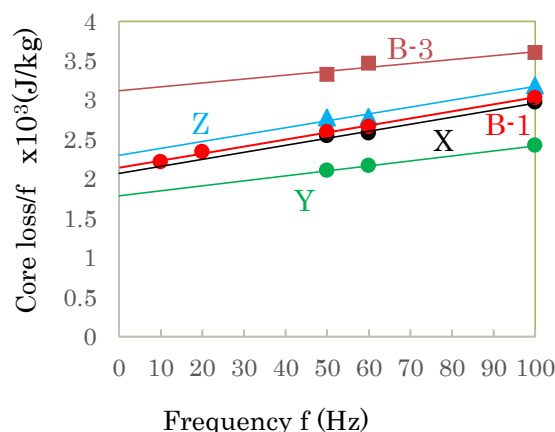


Fig.1. Core loss/f against frequency

厚肉非晶質合金箔の振動発電特性

佐藤 駿

(SACO 合同会社)

The Characteristics of Oscillation Power Generator Using Thick Amorphous Sheets

(SACO Liability Limited Company)

はじめに

板厚 $50\ \mu\text{m}$ の厚肉非晶質合金箔が準量産規模で製造できる見通しがたったことは、過去 2 回の本講演会で報告した。これらの用途は主に変圧器、モータを念頭においたものであったが、厚肉材の特長を生かした応用を考え実験した結果について発表する。具体的には振動発電素子である。厚肉材は非常にバネが強くはじくと振動が長続きする。この性質を生かそうと考えた。

実験方法

Fig. 1 に振動発電実験の概念図を示す。板厚が $65\ \mu\text{m}$ の Fe 基非晶質合金箔（幅 25mm）を長さ 80mm に切断し積層してコアとした。積層枚数 5 枚である。コアの一端を結束し、他端は固く束ねずに先端を伸縮性のある材料で押さえた。各箔は長手方向にずれ（すべり）の自由度を有する。コアに 0.4mm の被覆 Cu 線を 180 ターン巻いてコイルとした。コアの前方に永久磁石を配置する。磁石は中心軸上 2 cm 離れた位置で 30mT, 3cm で 10mT の磁界を示した。コイルの両端はデジタルテスターに接続した。このテスターは振動操作中の電圧 Max, Min(rms) を計測できる。コアの結束端部を手で押さえて上下に振りコアを振動させた。コア先端の振幅を特定するために高さの異なる振幅枠 (Amplitude frame) の中で振動させた。なお、結束部の振幅は約 1–2 cm, 振動数は約 3 Hz である。

実験結果

Fig. 2 にコアの自由端の振幅 (Peak to Peak) に対するコイルに誘起された電圧 V_{max} を示す。振幅とともに電圧は増加する。コイルの抵抗 $1.8\ \Omega$ を使って算出した発電出力 P_{max} は、電圧の 2 乗に比例するので V_{max} よりさらに急激に増加する。振幅 8cm (peak to peak) で振らせた場合の電圧値 49.9mV から計算した電力値 1.38mW は振動エネルギーから得られる電力としては報告例¹⁾に比べて桁違いに大きい。

この理由はコアのたわみ変形(しなり)によると推測して、たわみが生じない条件で同様の実験をした。コアに厚紙を当て、コアのたわみを抑えた振動では、同じ振幅 8cm に対して、電圧 V_{max} は、たわみ変形を許容した場合に比べて、電圧は 35% に、発電出力 (W) は 12% に低下した。以上の結果は、厚肉非晶質合金箔のたわみ振動を利用して、環境エネルギーを効率的に電気エネルギーに変換できることを示唆する。

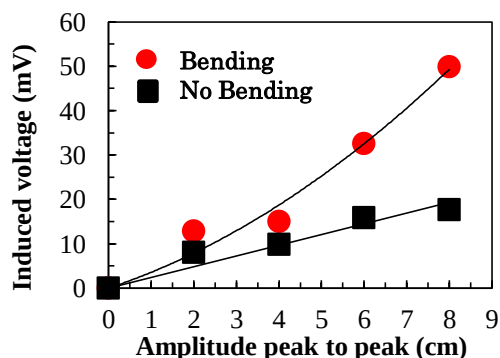
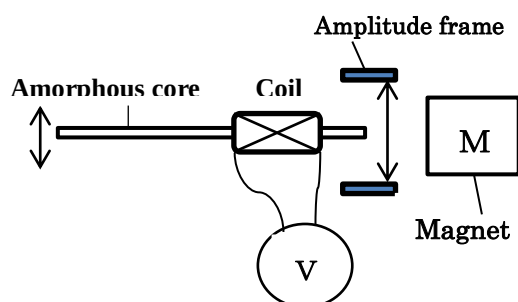


Fig. 1 Image of oscillation generator experiments. Fig. 2 Induced voltage against oscillation amplitude.

参考文献 1) M. Zucca et al: IEEE Trans. Mag. 50 (2014) 8002104

セラミックス層を導入した Co-SiO₂ ナノグラニューラー膜の構造と磁気特性

青木英恵、大沼繁弘*、増本博、山口正洋
(東北大、*電磁研)

Structure and magnetic properties of ceramics intercalated Co-SiO₂ nano-granular films

H. Aoki, S. Ohnuma, H. Masumoto and M. Yamaguchi

(Tohoku Univ., *DENJIKEN)

はじめに

Co-AlN 系グラニューラー膜は、50-85 at. %の広い Co 濃度において垂直磁化に起因する面内等方性と優れた高周波軟磁気特性を示すことを報告したり。これらの面内等方膜は、柱状組織や磁性粒子が垂直方向に結合した構造に起因する垂直磁化が膜の磁気異方性に寄与するが、異方性磁界は数 100 Oe であり 3-4 GHz の強磁性共鳴周波数(f_r)以上で透磁率(μ)は非常に小さい。また、電気比抵抗(ρ)も 100 $\mu\Omega\text{cm}$ と小さく、高周波デバイス応用上の障害となっている。前回の報告では、高抵抗な (Co-AlN)/SiO₂ 多層膜を作製したが、高抵抗な SiO₂ 層が挿入されて垂直方向の磁気異方性が減少したため、 f_r は 3 GHz 程度にとどまった。一方で、Co-SiO₂ 系グラニューラー膜は TMR を示す高抵抗膜²⁾であり、多層化した面内一軸異方性膜では優れた高周波軟磁性($f_r = 2.5$ GHz)も報告されている³⁾が、より高い抵抗、 f_r を有する面内等方膜の報告はない。本報告では、高抵抗な Co-SiO₂ 膜の構造と垂直磁化に起因する μ - f 特性を明らかにするとともに、タンデム法を用いてセラミックス層を導入した場合の挿入層の効果について検討した。

実験方法

SiO₂ 基板上に Co チップをのせた SiO₂ と AlN をターゲットに用いて、タンデムスパッタ法で室温下で交互に積層成膜した。グラニューラー層となる Co-SiO₂ 側の投入電力を 200 W で一定とし、いずれの (Co-SiO₂)/AlN 膜においても Co-SiO₂ 層の厚み(Co 粒子径)は 3-4 nm とした。一方、AlN 側の投入電力は 0-200 W と変化させ、AlN の成膜速度および層の厚みを変化させた。AlN の投入電力が 0-200 W へ減少するとともに、膜の成膜速度は 0-2.5 nm/min へと減少した。薄膜の組成分析は XRF および EDX、断面観察および結晶解析は TEM、 ρ は 4 端子法、磁化曲線は VSM、 μ - f 特性はマイクロストリップ線路法を用いて評価した。

実験結果

図 1 に投入電力 0 および 100 W で作製した Co-SiO₂ 膜および (Co-SiO₂)/AlN 膜の μ - f 特性を示す。1 GHz における膜の μ は 4 であり、 f_r はそれぞれ 12.5 および 13.4 GHz と高いため 5 GHz 付近まで損失が小さい。Co-SiO₂ 膜および (Co-SiO₂)/AlN 膜の面内飽和磁化はそれぞれ 11.4 および 10.0 kG であり、飽和磁界は 2.6 および 2.9 kOe であった。また、 ρ はそれぞれ 3600 および 2500 $\mu\Omega\text{cm}$ であり、従来の窒化物系グラニューラー膜に比べて高い。膜の高い飽和磁界(大きな垂直磁化成分)や膜の高 ρ が面内等方膜の高周波軟磁気特性に寄与していると考えられる。

参考文献

- 1) H. Kijima, S. Ohnuma, H. Masumoto, IEEE. Trans. Magn., 47-10 (2011) 3928.
- 2) S. Honda, Y. Yamamoto, J. Appl. Phys., 93 (2003) 7936.
- 3) K. Ikeda, T. Suzuki, T. Sato, IEEE. Trans. Magn., 45-10 (2009) 4290.

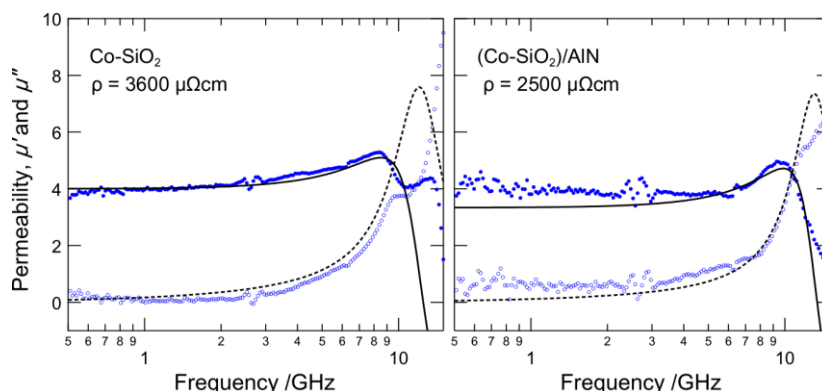


図 1 Co-SiO₂ 膜および (Co-SiO₂)/AlN 膜の μ - f 特性。●(実線)と○(点線)はそれぞれ μ' および μ'' の実測値(LLG 方程式の計算値)を示す。

アモルファス CoFeSiBHf 薄膜の磁気特性の組成依存性

神保睦子, 藤原裕司*, 清水利文
(大同大学, *三重大大学)

Composition Dependence of magnetic properties in a-CoFeSiBHf thin films

M.Jimbo, Y.Fujiwara, T.Shimizu
(Daido Univ., *Mie Univ.)

1. はじめに

アモルファス (a-) CoFeSiB 合金は、磁歪がほぼゼロで保磁力が 0.1Oe 以下と軟磁気特性に非常に優れており¹⁾, 磁性グラニューラー薄膜の TMR を利用した GIG 磁気センサー²⁾のヨーク部に使用されている。しかし、この薄膜は非常に軟磁気特性に優れているが、薄膜であるために合金より耐熱性が低く、そのため、センサーに加工するための耐熱性の改善が必要である。そこで、我々は a-CoFeSiB 薄膜に Hf を少量添加することで、低保磁力を維持しつつ耐熱性を向上させることが出来ることを報告した²⁾。今回は、a-CoFeSiBHf において、メタルやメタロイドの組成により磁気特性がどのように変化するかを検討したので、その結果について報告する。

2. 実験方法

試料は、RF スパッタ装置を用い、Si, B, Hf の組成の異なる数種類の合金ターゲットを用いて作製した。Co と Fe の組成はそれぞれ約 75～80at%, 5at%である。作製した試料の膜厚は約 500nm で、上部には保護膜として SiN 膜を 10nm 蒸着した。作製した試料は、 2×10^{-5} Torr の真空中で 1 時間磁界中熱処理を行なった。熱処理温度は、200℃から 350℃である。磁気特性は VSM で測定し、XRD などで構造を解析した。但し、実験結果は全て熱処理前である。

3. 実験結果

Fig. 1 は、Hf の組成を一定にして Si+B の量を変化させた時の保磁力の変化を示したグラフである。Si と B のメタロイドの量が 10at%程度では、試料の保磁力にばらつきがある。これらの試料では、垂直磁気異方性が存在する様な BH ループを示し、磁歪が大きくなっていると思われる。そのため、試料作製時の応力により保磁力にばらつきが出たと考えられる。メタロイドが 12at%を超えると角形性の良い低保磁力を示す試料が得られる。Fig. 2 は、Si+B 量を一定にして Hf 量を変化させた時の保磁力の変化を示したグラフである。メタロイドの量が 9at%の時は、Hf を添加すると保磁力が急激に低下しばらつきが無くなるが、メタロイド量が 15at%では、Hf を添加しても保磁力はほとんど変わらないことがわかった。

参考文献

- 1) 例えば H.Fujimori and N.S. Kazama : Sci Rep. RITU, A-27 (1979) 177
- 2) N.Kobayashi et al. : J.Magn.Magn.Mater.,30 (1998) 188
- 3) M.Jimbo, Y.Fujiwara, T.Shimizu : J. Appl. Phys. 117, 17A313 (2015) 17A313-1

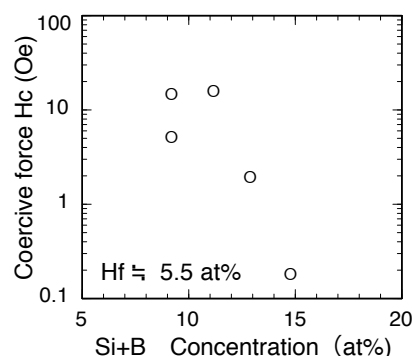


Fig.1 Dependence of the coercive force on (Si+B) concentration for CoFeSiBHf thin films.

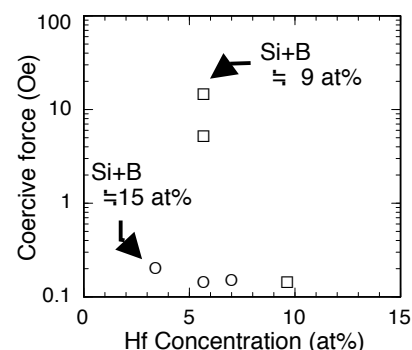


Fig.2 Dependence of the coercive force on Hf concentration for CoFeSiBHf thin films.