

Nd 下地層を施した Si 基板への Nd-Fe-B 系磁石膜の成膜

竹馬 雄*, 山下 昂洋, 柳井 武志, 中野 正基, 福永 博俊 (長崎大学)

Nd-Fe-B film magnets deposited on Si substrates with Nd under-layer

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

1. はじめに スパッタリング法を用いた Si 基板上への Nd-Fe-B 系磁石膜の作製が報告される中⁽¹⁾⁽²⁾, 我々は PLD(Pulsed Laser Deposition)法を用い, 熱酸化膜付き Si 基板上に 15 at. %以上の Nd を含有する等方性 Nd-Fe-B 系磁石膜を成膜することにより, 試料の破壊 (膜の剥離や基板の破壊) を抑制し, 150 μm 程度までの厚膜化を実現してきた⁽²⁾. しかしながら, 上記の化学量論組成を大幅に超える Nd 含有量は, 保磁力を向上させる一方, 残留磁気分極や $(BH)_{\text{max}}$ の低下を招く。最近, その Nd 含有量を多く含む試料の微細構造を断面観察したところ, Si 基板と Nd-Fe-B 系磁石膜の界面に厚さ 1 μm 程度の Nd 層が析出する事が確認され, Si 基板と $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の中間の線膨張係数値を有する Nd 元素の層が, 試料の破壊現象を防ぐ一つの要因と推察される。

本研究では, 磁石膜と Si 基板の界面に 1 μm 厚以上の 4 種類の厚みの Nd 下地層を設け, その下地層の上に $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ とほぼ同じ組成の磁石膜を作製する手法を試み, Si 基板上の等方性 Nd-Fe-B 系磁石膜の磁気特性向上を検討した。

2. 実験条件 本実験では真空度 $2.0 \sim 8.0 \times 10^{-5}$ Pa 程度のチャンパー内で回転するターゲットに, Nd-YAG パルスレーザを照射することで, 対面に設置した(100)単結晶 Si 基板に堆積させた。①下地層形成のための Nd 単体ターゲット, ならびに②磁石膜を成膜するための $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 合金ターゲットの 2 種類のターゲットを自公転ターゲットホルダーに設置した。Nd 下地層の厚みは, 成膜速度より 1, 3, 3.5, 5 μm の 4 水準の厚みに制御した。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, 成膜直後のアモルファス状態の試料を保持時間約 3.5 sec のパルス熱処理により, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相を形成した。磁気特性の測定は VSM, 膜組成の評価と表面観察には SEM(EDX 機能付き)を用いた。

3. 実験結果 Fig.1 は, 各厚みの Nd 下地層の上に, Nd-Fe-B 系磁石膜を成膜し, 熱処理後に「Si 基板からの磁石膜の剥離」や「Si 基板自体の破壊」等が生じなかった試料に関して, 膜厚と組成の関係を示したものである。縦軸の Nd 含有量は, Nd 下地層の上に Nd-Fe-B 膜を堆積した後の as-depo 試料において評価したものであり, 10 μm 以上の Nd-Fe-B 膜の厚みを鑑みると下地層が組成評価へ及ぼす影響は少ないものと判断した。更に, Fig.1 中の横線は $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ の化学量論組成付近の Nd 含有量を示すものである。Nd 下地層の厚みの増加に伴い, 得られる磁石膜の最大膜厚が増加する傾向が観察される。例えば, Nd 下地層の厚みを 5 μm まで増加すると, Nd-Fe-B 系磁石膜の膜厚は最大で 60 μm 程度まで向上できることが明らかとなった。既報の Nd 下地層を施さずに $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 組成付近の試料を Si 基板上に直接成膜した際に, 機械的破壊が生じず再現性良く得られた試料の膜厚は最大で 10 μm 程度⁽²⁾であり, 本実験では, 同程度の Nd 含有量の Nd-Fe-B 系磁石膜に対し, Nd 下地層を用いることで大幅にその膜厚が増加できる事を明らかにした。

その一方で, Fig.1 の実験においては, 試料の破壊現象も

一部観察された。例えば, Nd 下地層の 1 もしくは 3 μm の薄い下地層を施した際, Nd-Fe-B 系磁石膜の厚みが 30 μm の範囲において, Si 基板内部からの破壊が生じる現象が一部見られた。これは, 短時間の成膜により島状の下地層が形成され, Si 基板上に直接 Nd-Fe-B 系磁石膜が成膜された箇所が一部生じ, 応力緩和が不十分な箇所が生じたためと考えられる。加えて, Nd 下地層の厚みを 5 μm とした際, 60 μm までの厚膜化を達成した一方, 20 μm 程度の薄い Nd-Fe-B 系磁石膜において, 基板から Nd-Fe-B 系磁石膜が剥離する現象が一部見られた。この結果は, 既報の自然に形成された Nd 層⁽²⁾と本実験での人工的に作製した Nd 下地層では, 基板と試料の界面に働く密着力に果たす役割が異なることを示唆している。以上の再現性の問題を鑑みて, 発表迄に Fig.1 に関しデータの積み重ねを行う予定である。

Fig.1 において, 最も厚い磁石膜の試料 (Nd 下地層: 5 μm) の減磁曲線(実線)を Fig.2 に示す。ここでは, 従来の手法である Si 基板に Nd 下地層なしで直接成膜したほぼ同程度の膜厚を有する Nd-Fe-B 系磁石膜を併せて記載する(破線)。ただし, その試料の Nd 含有量は約 23 at.% である。Nd 下地層を用いることで, 60 μm 程度の厚みの試料において, Nd 含有量を大幅に低減でき, 残留磁気分極と $(BH)_{\text{max}}$ を向上できた。今後, 下地層に Nd リッチな Nd-Fe-B 膜も検討する。

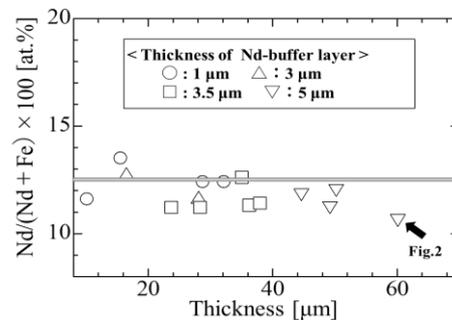


Fig.1 Nd-Fe-B film magnets deposited on Nd under-layers with various thickness.

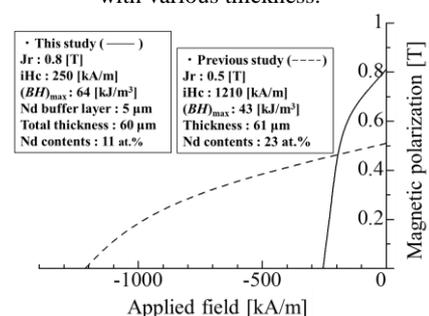


Fig. 2 Demagnetization curves of Nd-Fe-B films deposited on Si substrates with Nd under-layer or without Nd under-layer.

文 献

- (1)小峠ら, 電気学会マグネティクス研究会資料, MAG-12-170(2012).
 (2) M. Nakano et al., IEEE Trans. Magn. 51, #2102604(2015).