

Si 基板上に作製した Nd-Fe-B 系磁石膜の厚膜化

山口 雄太*, 中野 正基, 山口 貴士, 下田 慶人, 山下 昂洋,
柳井 武志, 福永 博俊 (長崎大学)

Increase in thickness of Nd-Fe-B film magnets prepared on Si substrates

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

はじめに

Si 基板上への Nd-Fe-B 系磁石膜の成膜は、主にスパッタリング法を用いた報告がなされており、その際の膜厚は最大で 20 μm 程度である⁽¹⁾⁽²⁾。磁界発生源として更なる厚膜化が期待される中、厚膜化を困難にする原因の一つとして、Nd-Fe-B 系磁石膜が Si 基板より剥離する現象が挙げられる⁽³⁾。我々の研究においても PLD 法を用いて Si 基板上へ Nd-Fe-B 系磁石膜を成膜し、熱処理を施した際に、磁石膜の基板からの剥離現象や、剥離をせずに基板自体の破壊現象が生じることを報告した⁽⁴⁾。加えて、我々は Si 基板の酸化膜（自然酸化膜もしくは熱酸化膜）の厚みが磁石膜と基板の密着性に影響を及ぼすことも最近報告しており、Si 基板の酸化膜厚の増加に従い、剥離や基板破壊が生じずに磁石膜の膜厚も増加できることも確認している⁽⁴⁾。本稿では、酸化膜の代わりに、ガラス下地層を基板と磁石膜の間に挿入することで、磁石膜の磁気特性と機械特性に及ぼすガラス下地層の影響を検討した。

実験条件

真空度 10^{-5} Pa 程度のチャンパー内で約 10 rpm で回転する Nd-Fe-B ターゲットに Nd-YAG パルスレーザーを照射することで Si 基板上にガラス膜ならびに Nd-Fe-B 系厚膜磁石を成膜した。ガラス下地層を用いた実験では、自然酸化膜 (1 nm) 付き Si 基板にガラス板 (松浪硝子 S1111) をターゲットとして用いて成膜し、その後 Nd-Fe-B 系磁石膜を成膜した。レーザーパワーは 4 W、ターゲットと基板間の距離は 10 mm に固定した。成膜直後すべての試料がアモルファス構造を有したため、定格出力 8kW の赤外線加熱炉を用いて熱処理時間約 4.0 sec の PA(Pulse Annealing)法により Nd₂Fe₁₄B 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 EDX 付き SEM を用いた。

実験結果

PLD 法でガラス膜を自然酸化膜 (1 nm 厚) 付き Si 基板上に成膜したところ、約 70 $\mu\text{m}/\text{h}$ と比較的高い成膜速度が得られ、ターゲットであるガラス板とガラス膜を構成する元素で少なくとも Si と O の含有量は同程度であった。

Fig. 1 にガラス下地層の有無が破壊現象の抑制に及ぼす影響を示す。従来の熱酸化膜 (500 nm 厚) 付き Si 基板上に成膜した磁石膜 (Fig. 1 中: Δ , \blacktriangle) の場合、Nd 含有量の増加に従い、破壊することなく厚膜化できることが確認される。破壊することなく作製できた試料の界面付近の TEM 観察を行うと、余剰な Nd が粒界相、三重重点に析出するだけではなく、Si 基板と磁石膜の界面近傍にも析出し、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。しかしながら、化学量論組成よりも多量に存在する Nd は、残留磁気分極ならびに $(BH)_{\text{max}}$ の低下を招くため、好ましくない。一方、自然酸化膜 (1 nm 厚) 付き Si 基板上にガラス下地層を施した場合は (Fig. 1 中: \circ)、従来の熱酸化膜付き Si 基板上に磁石膜を成膜した際に基板破壊 (Fig. 1 中: \blacktriangle) していた領域 (Nd 含有量: 10~15 at.%) の磁石膜の作製を可能にした。ガラス下地層が基板破壊の抑制を可能にする原因の一つとして、Si 基板と Nd₂Fe₁₄B の間の線膨張係数を持つガラスを下地層として挿入したことにより、上記の「余剰な Nd」と同様に熱処理時の応力を緩和したためであると考えられる。すなわち、線膨張係数の差を起源とする応力の緩和に用いる材料を Nd からガラスに変更することで磁石膜内の Nd 含有量を低減しつつ、基板の破壊現象の抑制が可能となった。更に、ガラス下地層の有無による磁気特性の比較をしたところ、磁石膜厚を約 60 μm で固定した場合、熱酸化膜付き Si 基板上に成膜した磁石膜よりも、ガラス下地層を施した磁石膜は Nd 含有量を 4 at. % 程度低減することができ、それに伴い $(BH)_{\text{max}}$ が 20 kJ/m^3 増加することが確認された。(Fig. 2)

参考文献

- (1) 小峠ら, 電気学会マグネティクス研究会資料, vol.169, pp.7-11, (2012).
- (2) R. Fujiwara et al., *Int. J. Automobile Tech.*, vol.7, pp. 148-155, (2013).
- (3) Y. Zhang et al., *Acta Mater.*, vol.60, pp.3783-3788, (2012).
- (4) D. Shimizu et al., 日本磁気学会学術講演概要集, p.145 (2017).

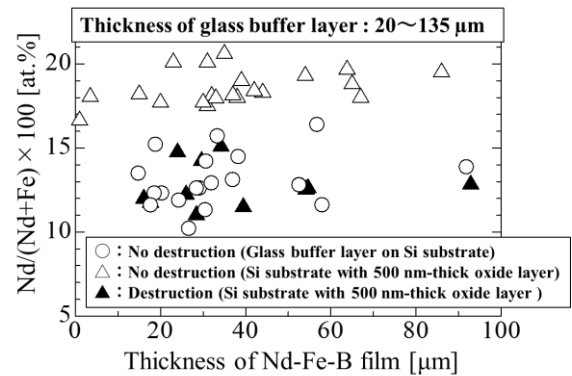


Fig. 1 Relationship between glass under-layers and destruction behavior of Si substrates.

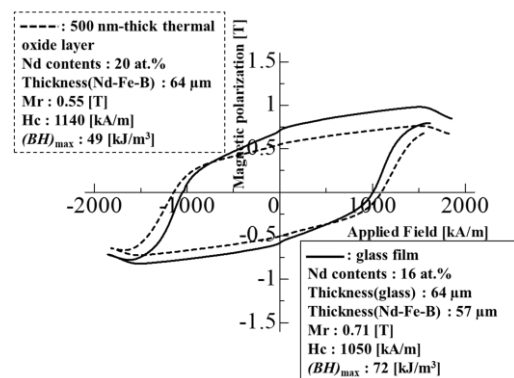


Fig. 2 J-H loops of two Nd-Fe-B films. (1) Deposition on a Si substrate with a 500 nm thick thermal oxide layer. (2) Deposition on a Si substrate with a 64 μm -thick glass buffer layer.