

レーザ照射条件が等方性 R(Nd or Pr)-Fe-B/ α -Fe ナノコンポジット磁石膜の作製に及ぼす影響

上之将輝, 高嶋恵佑, 山下昂洋, 柳井武志, 中野正基, 福永博俊 (長崎大学)

Effect of laser irradiation conditions on preparation of isotropic R(Pr or Nd)-Fe-B/ α -Fe nanocomposite film magnets

M. Ueno, K. Takashima, A. Yamashita, T. Yanai, M. Nakano, and H. Fukunaga (Nagasaki University)

1 はじめに

計算機解析により優れた磁気特性が示され注目を浴びたナノコンポジット磁石は、スパッタリング法による薄膜材料として、優れた磁気特性を示す Nd-Fe-B 系, Sm-Co 系ならびに Fe-Pt 系ナノコンポジット薄膜磁石が報告されてきた^{[1]-[3]}。一方、本研究室では、デバイス応用を鑑みた 10 μ m を超える膜厚の磁石膜開発の一つとして、エネルギー密度 10 J/cm² 以上の紫外線波長 YAG レーザを Nd-Fe-B ターゲットに照射する事により、as-depo 状態においてアモルファス Nd-Fe-B 相内に α -Fe 相をコラーナ状に配列した自己組織化と、極短時間の熱処理後に極微細結晶化が進み、 α -Fe 結晶粒と Nd₂Fe₁₄B 結晶粒がナノオーダーで分散的に配置する手法を見出し、厚み: 10 μ m 以上、最大の $(BH)_{\max}$ が 120 kJ/m³ に達する等方性ナノコンポジット磁石膜を実現してきた^[4]。本研究では、その残留磁気分極値を大幅に減らすことなく、保磁力を向上させ、ひいては、 $(BH)_{\max}$ を向上させることを念頭に、Nd₂Fe₁₄B 相の異方性定数 4.5 MJ/m³ に比べ大きな異方性定数 (6.79 MJ/m³) を有する Pr₂Fe₁₄B 相に着目し^[5], Pr-Fe-B/ α -Fe ナノコンポジット磁石膜の作製を検討したので報告する。

2 実験方法

レーザパワー (以降, LP) 範囲 1.5 ~ 4 W のレーザビームを Pr_xFe₁₄B (X=2.6~1.4)合金ターゲット表面にフォーカス (DF rate = 0 or 0.1) ^[6]するよう照射し、成膜時間 30 ~ 90 min として、Ta 基板上に成膜した。比較のため、既報の Nd_xFe₁₄B (X=2.8~2.0)合金ターゲットに、LP: 4 W, 成膜時間は 30 min とし、上記と同様なレーザ照射条件で作製した実験結果も示す。成膜後の磁石膜に対し PA(Pulse Annealing 法) を用い、2.0 sec 程度の極短時間で熱処理を施した。磁気特性、膜組成の評価は各々 VSM, SEM-EDX を用い、結晶構造は X 線回折法により観察した。

3 実験結果

図 1 に LP: 4 W, 成膜時間 30 min で成膜した Pr-Fe-B 系磁石膜の成膜後の結晶構造を示す。既報の Nd-Fe-B 系ターゲットを用いた実験結果と同様、成膜直後に α -Fe 相が観察される一方、Pr₂Fe₁₄B 相に該当するピークが多数発現する様子が観察された。熱処理後に優れた硬磁気特性を得るためには、2-14-1 相の形成を抑制する必要があった。この Pr₂Fe₁₄B 相の形成は、ターゲットにレーザを照射した際の輻射熱による基板温度の上昇によるものと考察し、LP を 4 W から 1.5 W へ低下させ、なおかつ厚膜化のため成膜時間 90 min. で試料を作製したところ、同図に示す様に、 α -Fe 相のみが形成された as-depo 試料を実現した。上記の Pr-Fe-B 系ターゲットと Nd-Fe-B 系ターゲットにおける異なる現象の原因を検討するため、今後、成膜時の基板温度の測定等を検討する予定である。

図 2 に LP: 1.5 W で作製した Pr-Fe-B 系磁石膜の熱処理後の $(BH)_{\max}$ を示す。比較のために Nd-Fe-B 系ナノコンポジット磁石膜 (LP: 4 W, 成膜時間: 30 min.) のデータも併せて示す。Pr 含有量が 11~13 at.% の領域において 60~80 kJ/m³ の範囲の $(BH)_{\max}$ 値が得られた。加えて、シェラーの式を用い、それらの試料の α -Fe ならびに Pr₂Fe₁₄B 結晶粒の粒径を見積もったところ、10 ~ 13 nm の範囲のナノコンポジット磁石膜に適した粒径である事も確認した。しかし、上記の $(BH)_{\max}$ 値は既報の Nd-Fe-B 系磁石膜のものに比べ、最大で 40 kJ/m³ 程度低い値であった。同程度の組成における「残留磁気分極値」に著しい低減は見られない一方、本研究で期待した Pr₂Fe₁₄B 相の形成による保磁力向上が達成されない事を確認した。Pr-Fe-B 系ターゲットにおいて優れた磁気特性が得られなかった原因に関しては、各々のターゲットを用いた際の「成膜時の基板温度」や「Pr-Fe-B と Nd-Fe-B の結晶化温度の差異」等々を評価し、更に検討する予定である。

参考文献

- [1] M. Nakano et. al., *AIP Advances*, 8, #056223 (2018)
- [2] J. Zhang et. al., *Appl. Phys. Lett.*, 86, 122509 (2005)
- [3] J. P. Liu et. al., *Appl. Phys. Lett.*, 72, 483 (1998)
- [4] Wei-Bin Cui et. al., *Advanced Materials*, Volume 24, 1966 (2013)
- [5] K. H. J. Buschow, in *Ferromagnetic Materials*(North-Holland Publishing, 4 (1988)).
- [6] H. Fukunaga et. al., *Journal of Applied Physics*, 109, 07A758-1(2011).

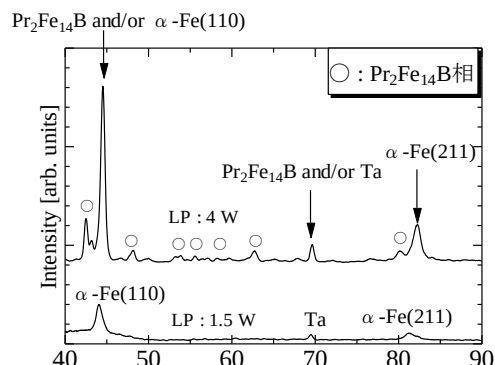


Fig.1 Crystalline structure of Pr-Fe-B film magnets deposited using the laser power of 4 and 1.5 W, respectively.

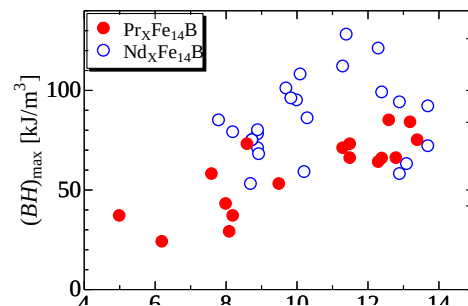


Fig.2. $(BH)_{\max}$ values of R(Nd or Pr)-Fe-B film magnets with various rare earth contents