真空アーク蒸着法で成膜したNd-Fe-B系磁石膜及びFe薄膜の特性と挙動

桃崎瑞貴，井上直哉，高嶋恵佑，山下昂洋，柳井武志，中野正基，福永博俊（長崎大学）

Properties and Characterization of Nd-Fe-B film magnets together with Fe thin films using vacuum arc deposition

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

はじめに　希土類系磁石膜の電子デバイスや MEMS への応用を鑑み，多くの研究者によりスパッタリング法を用いた各種基板へのNd-Fe-B系磁石膜の成膜がなされている[1][2]。本研究室でも，金属（Fe，Ta等）やSi基板におけるPLD法を用いた10 μm厚以上のNd-Fe-B系磁石膜の作製を報告してきた。その際，「磁石膜と各種基板の界面における密着性」などの機械的性質の評価が，磁気特性の評価と同等，重要であることを確認している。例えば，PLD法で500 nm厚の熱酸化膜付きSi基板にNd-Fe-B系磁石膜を成膜した際，熱処理時の試料の破壊現象がNd含有量に依存する結果を得ている[3]。

本研究では，上記のSi基板上におけるNd-Fe-B系磁石膜の機械的性質がPLD法で作製した試料の特有の現象かどうかに関し，PLD法と同様，比較的簡便に10 μm厚以上のNd-Fe-B系磁石膜を作製可能な真空アーク蒸着法を用い同様な実験を検討した。加えて，Nd-Fe-B系磁石膜の主元素であるFeに着目し，金属，Si，ガラス等の各種基板にFe薄膜を真空アーク蒸着法により成膜し，磁気特性や試料の表面形態を評価・観察し，Nd-Fe-B系磁石膜の実験結果との関係を検討・考察した。

実験方法　本実験において，Nd-Fe-B系磁石膜とFe薄膜を真空アーク蒸着法により作製する際，各々，「ターゲットより数μm径以上の粒子を生成可能な厚膜化に適した条件（磁石膜）」と「基板と磁性膜界面を薄膜状態で観察するのに適したFe薄膜の作製条件」の2種類を用いた。両方の成膜手法において，(1) 円筒状のアノードの内側に，円筒状のカソード(ターゲット)を設置し，(2)コンデンサと電源の組み合わせによってアノード・カソード間に単発的(パルス)にアーク放電を 1 秒間に1回（1 shot）発生させる手順は共通している。放電条件の制御により，原子・イオンを中心とした薄膜形成手法以外に，ドロップレット等の比較的大きな径の粒子を発生させる厚膜形成手法を使い分け，金属基板，Si(自然酸化膜・熱酸化膜付き)基板，ガラス基板上に各々成膜した。磁気特性と組成の評価にはVSM, SEM-EDX, 結晶構造観察にはX線回析を用いた。

実験結果　500 nm 厚熱酸化膜付き Si 基板上に PLD 法で成膜した Nd-Fe-B 系磁石膜の Nd 含有量（Nd/(Nd+Fe) が 15 at. %以下になると，Si基板からの磁石膜の剥離ではなく，Si基板の内部からの破壊現象が生じ，20 μm 以上の厚膜化が困難である事を我々は報告している[3]。本研究で用いた真空アーク蒸着法においても，同様なNd含有量に対する傾向や基板の破壊が観察され，この現象がPLD法での特有のものではない事を確認した。加えて，上記のPLD法で得られたNd-Fe-B系磁石膜とSi基板との界面を観察すると，剥離せずに強い密着力が生じる要因として，「Fe-Si-O 化合物の存在」が最近示唆された。そこで，真空アーク蒸着法を用い，①自然酸化膜膜付き Si 基板と②500 nm 厚熱酸化膜 Si 基板に Fe 薄膜を成膜した際の成膜挙動を観察した。各々のSi基板に1000~5000 shotsの範囲でFe薄膜を成膜したところ，自然酸化膜付き Si 基板上の試料の方が少ないshot数，すなわち5000 shotで剥離する現象が観察され，熱酸化膜付きSi基板上のNd-Fe-B系磁石膜のほうが密着性に優れていることが示唆された。そこで，X線回析を用い，熱処理前後の結晶構造を観察したものの，現状では，Fe-Si-O化合物のピークは確認できなかった。強い密着性の原因については今後も検討する予定である。更に、学会発表では金属基板やガラス基板上での結果についても言及する。

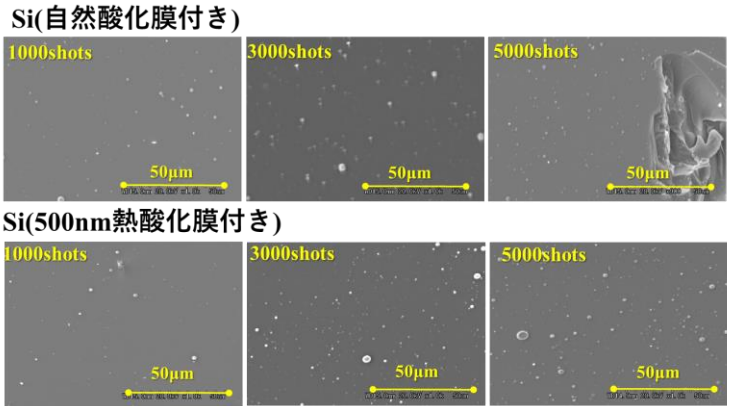

Fig.1 Each surface morphology of Fe films on Si substrates with a natural oxide and a 500 nm –thick thermal oxide layers, respectively, deposited using vacuum arc deposition.

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] M. Nakano *et al.*, *AIP Advances*, **7**, #056239(2017).