

熱酸化膜付き Si 基板上に成膜した Nd-Fe-B 系磁石膜の諸特性

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

1 はじめに

ここ数年, MEMS(Micro-electro-mechanical-system)への応用を考慮した, スパッタリング法による Si 基板上への Nd-Fe-B 系磁石膜の成膜が報告されている^{[1][2]}。しかしながら, その磁石膜の膜厚は 20 μm 程度であり, 反磁界を考慮したデバイスへの磁石膜の応用を考えると更なる厚膜化が望まれる。そういう状況下, 我々は数 10 $\mu\text{m}/\text{h}$ での成膜速度を持つ PLD(Pulsed Laser Deposition)法を用い, Si 基板上に 160 μm までの Nd-Fe-B 系磁石膜を作製してきた^[3]。その際, スパッタリング法の実験結果で指摘された「Nd-Fe-B 系磁石膜の Si 基板からの剥離」^[4]といった現象は生じなかった。

本稿では, 上記の我々の実験に用いてきた Si 基板上に形成された 500 nm 厚の熱酸化膜が, その上に成膜された Nd-Fe-B 系磁石膜の磁気特性ならびに機械特性に及ぼす影響を, 熱酸化膜が施されていない, すなわち自然酸化膜のみの Si 基板上に成膜した Nd-Fe-B 系磁石膜の諸特性と比較することにより検討する。

2 実験方法

真空度 10^{-5} Pa 程度のチャンバー内で約 10 rpm で回転する Nd-Fe-B ターゲットに Nd-YAG パルスレーザを照射することでターゲットを構成する分子や原子, イオン等を解離・放出させ, 対面に設置した Si 基板上に Nd-Fe-B 系磁石膜を堆積させた。その際, エネルギー密度は約 2.5 J/cm^2 程度とし, ターゲットと基板間の距離は 10 mm とした。用いた Si 基板には, 厚さ約 500 nm の熱酸化膜, 厚さ数 nm の自然酸化膜を各々準備した。加えて, 成膜直後の試料はアモルファス状態であったため, 保持時間 3.5 sec で PA(Pulse annealing)法を用いて熱処理を施し, $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相を形成した。磁気特性は VSM で測定し, 試料の表面観察と膜組成の評価には EDX 付き SEM を用いた。更に, 試料の結晶構造, 微細構造の観察には XRD, TEM を各々使い, 膜厚の評価にはマイクロメータを利用した。

3 実験結果と考察

図 1 は, Nd-Fe-B 系磁石膜の Nd 含有量と膜厚をパラメータとして機械特性を示したものである。○と●は熱酸化膜付きの Si 基板上に作製したもので, ▲と■は熱酸化膜なし (自然酸化膜のみ) の Si 基板上に作製したものである。また, ●と■は共に熱処理後に試料が壊れたものに対し, ○と▲は試料にそのような破壊が生じなかったものである。熱酸化膜付きの Si 基板では, Nd 含有量の増加に伴い試料が壊れにくい傾向を示し, 特に Nd 含有量 20 at.% 以上では, 熱処理後も破壊が生じず 160 μm 厚までの膜厚増加が確認された。これは, Si と $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相の各線膨張係数の間の係数値を持つ Nd 元素が, 試料内の Nd 含有量が増加に伴い, 結晶粒界や 3 重点に析出し, 熱処理時の応力を緩和するためと考えられる。一方, 自然酸化膜のみが形成された Si 基板上の Nd-Fe-B 系磁石膜においては, 現状では 20 at.% 程度まで Nd 含有量を増加させても, 20 μm 程度ま

での膜厚増加しか実現できなかった。更に, 熱処理後に破壊が生じなかったいずれの酸化膜上の磁石膜の磁気特性はほぼ同程度であることを確認した。

各々の Si 基板上の酸化膜の上に成膜した Nd-Fe-B 系磁石膜の試料の破壊に関し観察すると, ● (熱酸化膜付き Si 基板) は Si 基板との密着性がよく, 図 2 の(a)に見られるように Si 基板が内部より破壊するのに対し, ■ (自然酸化膜付き Si 基板) では図 2 の(b)に見られるように Si 基板から磁石膜が剥離した。そこで, 熱酸化膜付き Si 基板上の熱処理後の磁石膜の密着性が優れている原因を検討するために, その試料の微細構造を断面観察した結果, Si 基板と Nd-Fe-B 系磁石膜の界面に Fe, Si, O 元素よりなる 100 nm 程度の薄い化合物層の形成が確認された。上記の結果を整理すると, Si 基板上にバッファ層を施さず Nd-Fe-B 系磁石膜を形成した際には, Fe と Si 元素以外にある程度の量の O 元素が寄与した化合物の形成が重要であると考えられる。

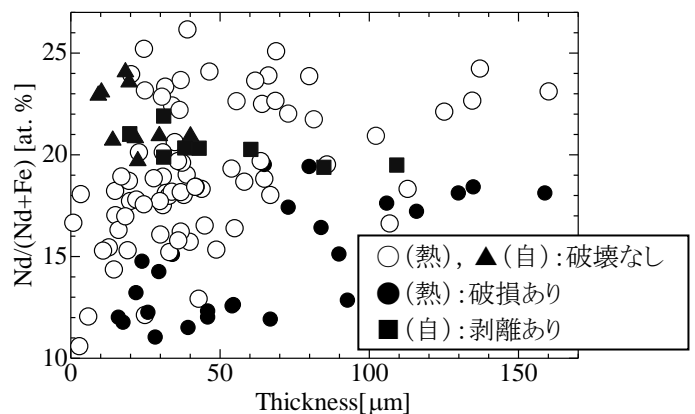
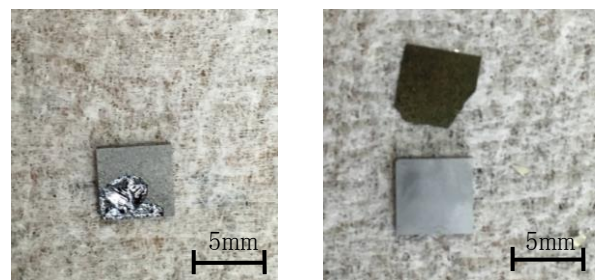


図 1 Nd 含有量と膜厚, 機械的特性の関係



(a) 基板内部から破壊 (b) 基板から磁石膜の剥離
図 2 熱処理後の試料の様子

参考文献

- [1] Y. Zhang *et al.*, *Acta Materialia*, **60**, 3783(2012).
- [2] 小峠ら, 電気学会マグネティクス研究会資料, *MAG-12-170* (2012).
- [3] M. Nakano *et al.*, *IEEE Trans. Magn.* **51**, #2102604(2015).
- [4] N. M. Dempsey *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **90**,092509-1 (2007).