

RF スパッタリング法による Eu 鉄磁性酸化物の組成変化

澤本 敦史, 劉 小晰
(信州大学)

Compositions of Eu magnetic iron oxide by RF sputtering
Atsushi Sawamoto, Xiaoxi Liu
(Shinshu Univ.)

はじめに

希土類鉄ガーネットは $R_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (R は希土類元素) の化学式であらわされるフェリ磁性絶縁体である。巨大な磁気光学効果を示すことから光アイソレータに使用されており、光通信において不可欠な部品となっている。またスピン波と呼ばれる電荷の移動を伴わない磁気モーメントの伝搬について非常に小さい減衰定数を有することから、近年では超低消費エネルギーデバイスへの応用が研究されている¹⁾。本研究では、RF マグネトロン・スパッタリング法で石英ガラス基板上に Eu 鉄磁性酸化物を製膜し、スパッタ条件の違いによる組成の変化を調べた。

実験方法

成膜には RF マグネトロン・スパッタリング装置を用いた。0.67 Pa の Ar 雰囲気中で、 Fe_2O_3 (Φ 50.8 mm) と Eu_2O_3 (Φ 7 mm) の焼結ターゲットを同時スパッタすることにより、室温の基板上に膜形成を行った。その後、電気炉を用いて、800°C で 2 時間の熱処理を大気中で施した。結晶構造評価には Cu-K α の X 線による XRD、磁気特性評価には振動試料型磁力計 (VSM) とマイクロカー効果顕微鏡を用いた。

実験結果

Fig. 1 に用いた Eu_2O_3 の個数ごとの XRD パターンを示す。 Eu_2O_3 のタブレット数によって形成する相が変化した。(a), (b) では $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 相と $\text{Eu}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ (EuIG) 相が混在し (c) では EuIG 単相になった。また、(d) では EuIG 相と EuFeO_3 (EFO) 相が混在し、(e) では EFO 単相になった。この解析パターンの変化はスパッタ時のユウロピウム量によると考えられる。ユウロピウムと鉄の比を EuIG と EFO の化学式から考えるとそれぞれ 0.6, 1 となり、EFO の形成には EFO と比べてユウロピウムが必要であると推測される。(c), (d), (e) より Eu_2O_3 のタブレット数が増えることで形成される相が EuIG から EFO に変化していることから、ユウロピウムによって生成される相が決定することが示唆される。また、ユウロピウムがさらに少なくなるとユウロピウムを含まない $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 相が形成されると予想され、これは (a) と (b) の回析パターンと一致する。当日は EuIG の磁気特性や磁気光学効果の評価についても報告する。

参考文献

- 1) Yamahara, H. et al., *Commun Mater.*, **2**, 95 (2021)

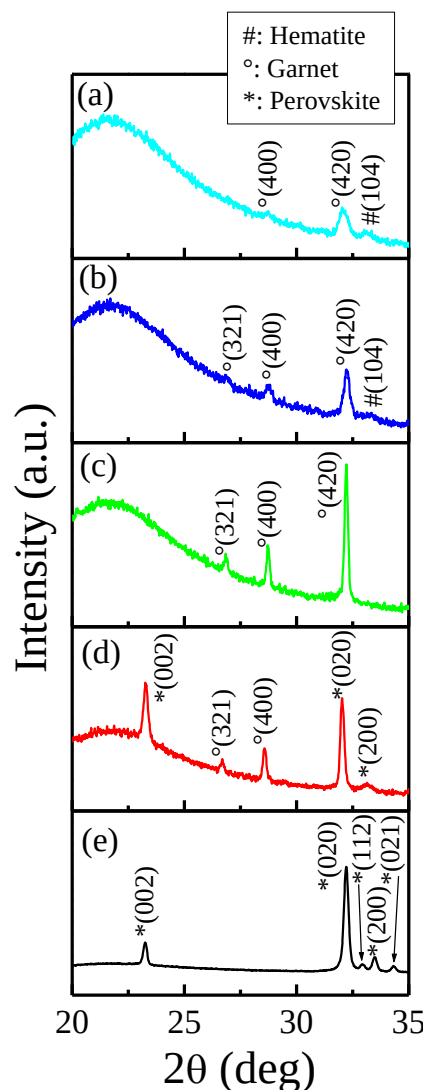


Fig. 1. XRD patterns of the films deposited with various number of Eu_2O_3 tablets. The films were deposited with (a) 3, (b) 4, (c) 5, (d) 6, (e) 7 Eu_2O_3 tablets.

歯科用磁性アタッチメント向けステンレス鋼磁石の開発

三嶋 千里*, 水野 貴仁, N.N.Adline, 菊池 永喜, 本蔵 義信

(※三嶋研究所、マグネデザイン株式会社)

Development of Stainless-Steel Magnets for Magnetic Dental Attachments

C. Mishima*, T. Mizuno, N.N.Adline, E. Kikuchi, Y. Honkura

(※Mishima Lab., Magedesign corporation)

はじめに

オーステナイト系ステンレス鋼は非磁性のため、医療分野を始め工業的に広く使用されている。しかしながら、応力が加わることで加工誘起マルテンサイト変態を引き起こし磁性を帯びるため、しばしば大きな問題となっている^{1) 2)}。一方、当社は加工誘起マルテンサイト変態を積極的に応用し、これまで SUS304 を使用したステンレス鋼磁石 (以下 SUS 磁石) を開発した³⁾。さらに SUS 磁石を磁性アタッチメントのプレート部品に適用することで、吸着力を従来品に比べ 2.5 倍に向上させることに成功している。SUS 磁石を使用した歯科用磁性アタッチメントは、昨年度からインドネシアを中心に販売開始している。しかしながら、日本国内で販売する場合 SUS304 に代わって耐食性に優れた SUS316 を使用の方が望ましい。そこで本研究では、SUS316 の磁石化検討およびアタッチメント作製後の吸着力も評価したので報告する。

実験方法

商業用オーステナイト系ステンレス鋼の SUS304 および SUS316 の母材を、各温度 (室温, ドライアイス温度 (-79℃), 液体窒素温度 (-196℃)) まで冷却した後、スエーピングマシン (榊吉田記念製: SD-500) を使用して加工を行った。その後、各試料を 500~700℃×1 時間、無負荷および 50kgf で張力をかけた状態で熱処理を施した。磁気測定は、VSM (東英工業製 P-7 型最大印加磁場 1193kA/m) を使用した。飽和磁化 (J_s) は、最大磁場に対応する磁化の値とした。マルテンサイト体積分率は 100% を 1.57T (SUS304 の Fe 量から計算) として、各試料の J_s から体積分率を推定した。組織観察は、各試料を研磨後、JIS G 0571-2003 に準拠したしゅう酸エッチングを行い、光学顕微鏡および SEM 観察を行った。

実験結果

Fig. 1 は、SUS304 および SUS316 の加工率とマルテンサイト量 (M_s 量) の関係を示した。304 および 316 とも、加工率が大きくなることで M_s 量は増加する。しかし M_s 量は、加工温度によって大きく異なり、室温加工では高々 20% 程度、ドライアイス温度や液体窒素温度では 70% 以上が得られることが分かった。一方、保磁力 (iH_c) は室温、液体窒素温度とも、加工率が大きくなると減少することが分かった (Fig. 2)。さらに 304 では、550℃ 程度で張力熱処理を施すことで J_s は 1.52T に、316 では 500℃ で 1.37T が得られた。保磁力は、580℃ で張力熱処理することで、316 で最大 16.8kA/m が得られることが分かった。

報告では、組織観察、硬さ測定も含めて SUS 磁石の特性を報告する予定である。

謝辞: 本研究は 2023 年新あいち創造研究開発補助金事業 (5 産科第 218-60 号) の支援を受けて開発を行いました。

参考文献

- 1) 三浦等: 日本金属学会誌 78(10), 2014, p.375.
- 2) 杉本等: あいち産業科学技術総合センター研究報告 2016, p.2.
- 3) 本蔵等: 特許第 7312995 号 (2023 年)

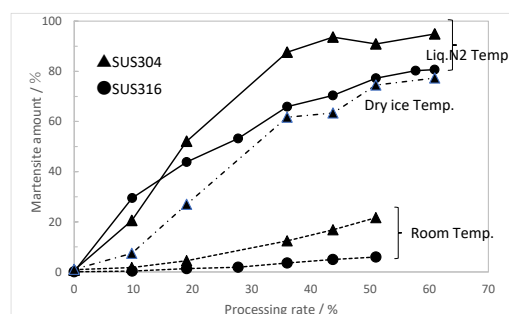


Fig.1 Relationship between processing rate and M_s amount

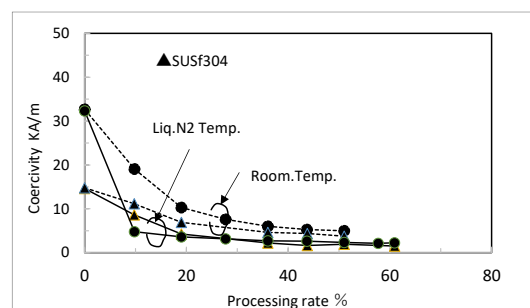


Fig. 2 Relationship between processing rate and Coercivity

Nd-Fe-B 系等方性バルク磁石の高磁力特性化

幸村治洋、山根旭裕、花島健太郎、鈴木淳詔、大河原遊

(ミネベアミツミ株式会社)

Improving the magnetic properties of Nd-Fe-B isotropic bulk magnets

H. Komura, A. Yamane, K. Hanashima, T. Suzuki and Y. Okawara

(MINEBEA MITSUMI Inc.)

1. はじめに

モータ向け磁石として リング形状の Nd-Fe-B 系等方性ボンド磁石が多く使われており、主に側面（外周あるいは内周）から多極着磁して用いられている。モータの高特性化や軽薄短小化を実現させるためには、当然ながら磁石には磁力特性を上げることが要求されるが、ボンド磁石の対策である高密度化や磁粉の静磁気特性向上は検討され尽くされた感があり、今後の飛躍的改善は困難と思われる。

モータとしては、正弦波着磁を実現しやすい等方性ボンド磁石からのレベルアップは コギング低減効果を伴うため有用であり要望も強い。そこで、バインダ樹脂を省き熱間で緻密化した Nd-Fe-B 系等方性バルク磁石について詳細な検討を行った。

2. 技術課題～検討内容

Nd-Fe-B 系等方性バルク磁石に関して、熱間で緻密化したバルク磁石は押圧方向に若干異方化する傾向が報告されており、完全な等方性では無い。つまり、リング磁石の場合 磁氣的に不利な側面からの多極着磁となるため高磁力特性化は難しくなる。この現象を踏まえると、高磁力特性を得るための最適条件は高密度化と異方化抑制を同時に満たすことと思われた。そこで、密度と異方化レベルの相関の確認および多極着磁特性の評価から Nd-Fe-B 系バルク磁石における高磁力特性化の可能性を判断した。

3. 実験

市販の急冷薄帯による磁粉を用いて、放電プラズマ焼結装置 (SPS)にて、外径φ10mm-高さ7mmのシリンダ形状のバルク磁石を作製した。その際、比較用として一般的なボンド磁石を用いた。静磁気特性は7mm角の立方体に加工し、押圧方向(A方向)およびその垂直方向(B方向)から測定した。(Fig.1) その際、マイナー特性も取得し静磁界解析による計算に供した。多極着磁特性は作製したシリンダを外径φ9mmに加工し側面から10極着磁して評価した。(Fig.2) その結果、バルク磁石の静磁気特性は、押圧方向の異方化によりA方向は上昇しB方向は低下するが、B方向の多極着磁特性は静磁界解析による計算値よりもかなり高くなることがわかった。

静磁界解析による計算値と実測値との差異はパルス着磁に起因すると考えられる。着磁特性の着磁電流波形への依存を確認したところ、磁界変化が急峻な着磁電流波形ほど導体であるバルク磁石は渦電流の影響を受け着磁特性は低下すると思われたが、実際の着磁特性は逆に上昇する結果となった。これは、押圧方向の若干の異方化によりランダムに配向された成分の中に渦電流により着磁された成分が含まれ、結果として着磁特性が高くなったと推測される。また、密度が上昇するほどA方向の異方化が進みB方向の静磁気特性は低下するが、B方向の多極着磁特性は上昇する傾向が確認された。

4. まとめ

当初考えていた結果とは異なり、Nd-Fe-B 系バルク磁石では静磁気特性が低下する不利な方向であってもランダムな配向成分を含むことで高い着磁特性が得られる現象が確認された。この現象を活用することで当該磁石の高磁力特性化が実現可能となり、モータの高特性化や軽薄短小化に貢献できると思われる。

5. 参考文献

[1] R. W. Lee (1985). Hot-pressed neodymium-iron-boron magnets *Appl. Phys. Lett.* 46, 790–791 (1985)

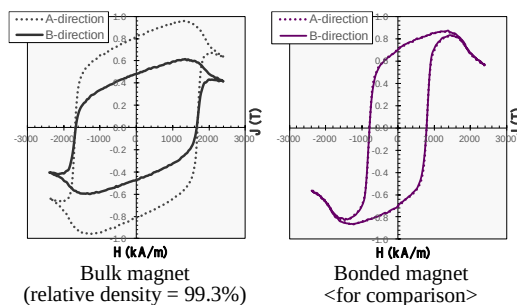


Fig.1 J-H loops of Nd-Fe-B bulk magnet and bonded magnet

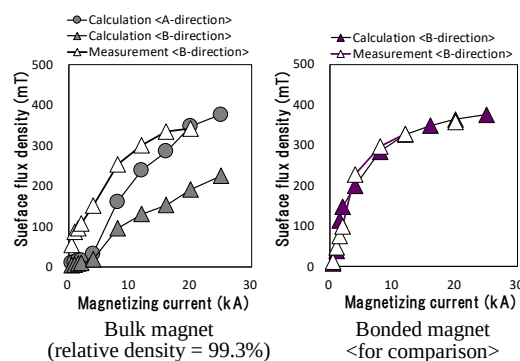


Fig.2 Magnetization characteristics of Nd-Fe-B bulk magnet and bonded magnet (φ 9-10P)

レーザ誘起前方転写法により作製した磁性膜の特性

中野正基*, 東倅主, 田原楽飛, 山下昂洋, 柳井武志, 福永博俊 (長崎大学)

Properties of magnetic films prepared by LIFT technique

M. Nakano*, K. Higashi, G. Tahara, A. Yamashita, T. Yanai, and H. Fukunaga (Nagasaki University)

はじめに

永久磁石膜の MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) への応用が提案される中で、有機材料基板を利用して作製されるフレキシブル MEMS を利用した研究も注目され始めている[1]。これらの MEMS への磁石膜の組み込みを想定すると、高温熱処理のプロセスを用いた場合、他のデバイスや低融点材料との共存が困難であると考えられる。本研究では、室温基板への磁石膜の成膜が期待される「レーザ誘起前方転写法: LIFT 法 (Laser Induced Forward Transfer 法)」[2]に着目した。

本発表では、装置の構築も含めた基礎研究として LIFT 法による Fe 薄膜の成膜結果を最初に紹介し、更に室温の金属基板や有機材料: PDMS (ポリジメチルシロキサン) 上に転送成膜した磁石膜の磁気特性の評価や結晶構造の観察結果、ならびに成膜挙動に関する簡単な考察に関し報告する。

実験方法

LIFT 法のターゲットとして、本研究室の既存の成膜技術である PLD 法[3]を用い、数 μm 厚以上の $\alpha\text{-Fe}$ 膜ならびに Nd-Fe-B 系磁石膜を 10 mm 角の松浪ガラス (S1111 or S100224) 上に作製した。ただし、Nd-Fe-B 系磁石膜ターゲットは、成膜後、熱処理を施している。次に、大気中 ($\alpha\text{-Fe}$ 膜のみ) や真空中において、LIFT 法を検討した。LIFT 法は、図 1 に示すように、各ターゲットのガラス基板側からレーザを照射し、ターゲットに対向するガラス基板、Ta 基板 もしくは 5 mm 角の PDMS 付 Si 基板 (4 枚: PDMS 100 μm 厚, Si 420 μm 厚) に堆積させる手法である。その際、レーザの行路と照射時間を制御するため、2 軸ガルバノミラー (型式: Thorlab GVS412/M) とレーザシャッター (型式: Thorlab SH05R/M) を用いた。

実験結果と考察

大気中での LIFT 法による $\alpha\text{-Fe}$ の成膜の結果、酸化物の著しい形成は生じないことを確認した。一方、Nd-Fe-B 系磁石膜では 10 Pa (ロータリーポンプのみを利用した真空雰囲気) においても、成膜に伴う酸化現象が観察された。そこで、 10^{-4} Pa の真空雰囲気において、Ta 基板上へ Nd-Fe-B 系磁石を LIFT 成膜した結果、熱処理することなく、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 結晶相を形成 (転送) でき、200 kA/m 以上の保磁力を得られる事を確認した。更に、Si 基板上に有機材料である PDMS (ポリジメチルシロキサン) を塗布した基板 (以降、PDMS + Si 基板と呼ぶ) を利用した LIFT 法にて Nd-Fe-B 系磁石膜を成膜した結果、図 2 に示すように保磁力: 200 kA/m 以上の値を得る事を確認した。現状、J-H loop において観察される低保磁力相の存在が課題と考えられる。

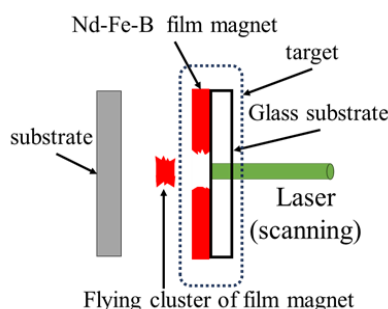


Fig. 1 Schematic diagram of LIFT technique.

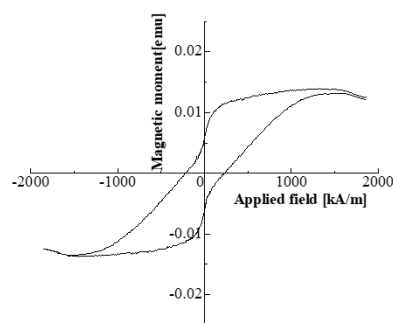


Fig. 2 J-H loop of LIFT made Nd-Fe-B film on PDMS + Si substrate.

参考文献

- [1] 水谷ら, エレクトロニクス実装学術講演大会, 第35回エレクトロニクス実装学術講演大会, 17B2-02 (2021).
- [2] 佐野智一, 廣瀬明夫, J-STAGE スマートプロセス学会誌 2013年2巻4号 pp. 192-196, 2013.
- [3] M. Nakano *et al.*, IEEE Transactions on Magnetics, vol. 56, #7516303(2020).