

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4919310号
(P4919310)

(45) 発行日 平成24年4月18日(2012.4.18)

(24) 登録日 平成24年2月10日(2012.2.10)

(51) Int.Cl.	F I
HO 1 L 41/12 (2006.01)	HO 1 L 41/12
CO 3 C 17/09 (2006.01)	CO 3 C 17/09
C 2 2 C 38/00 (2006.01)	C 2 2 C 38/00 3 O 3 S
C 2 3 C 14/14 (2006.01)	C 2 3 C 14/14 F
HO 1 F 10/14 (2006.01)	HO 1 F 10/14

請求項の数 3 (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2001-137294 (P2001-137294)	(73) 特許権者	000237721
(22) 出願日	平成13年5月8日(2001.5.8)		F D K株式会社
(65) 公開番号	特開2002-335027 (P2002-335027A)		東京都港区新橋5丁目36番11号
(43) 公開日	平成14年11月22日(2002.11.22)	(73) 特許権者	391001619
審査請求日	平成20年2月27日(2008.2.27)		長野県
			長野県長野市大字南長野字幅下692-2
		(73) 特許権者	594192202
			脇若 弘之
			長野県長野市若里5-16-3-5
		(74) 代理人	100078961
			弁理士 茂見 穰
		(72) 発明者	清宮 照夫
			東京都港区新橋5丁目36番11号 エフ・ディー・ケイ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 超磁歪薄膜素子の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

基板上に超磁歪材料の薄膜を成膜する超磁歪薄膜素子の製造方法において、

R T (但し、RはT b、TはF eを主成分とする遷移金属)系の超磁歪材料で、T bの割合を37~43at%とした材料を気相成長させて基板上に薄膜を形成し、成膜中の不活性ガス圧を0.7~1.0Paとし、成膜後に200~350で熱処理を行い、薄膜の内部応力を100MPa以下とすることを特徴とする超磁歪薄膜素子の製造方法。

【請求項2】

気相成長を基板面に平行な一方向の磁場中で行う請求項1記載の超磁歪薄膜素子の製造方法。

【請求項3】

熱処理を基板面に平行な一方向の磁場中で行う請求項1記載の超磁歪薄膜素子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、基板上に気相成長させたR T系の薄膜からなる超磁歪薄膜素子の製造方法に関するものである。この超磁歪薄膜素子は、センサやアクチュエータなどとして有用である。

【0002】

【従来の技術】

磁性体に外部磁場を作用させたときに変形(ひずみ)が生ずる現象またはその変形のことを磁歪(磁気歪み)と言う。磁歪材料は、このように外部磁場の作用によって形状そのものが変化する性質を有する材料であり、逆に外部応力が加わると磁化が変化する性質を有する。そこで、このような磁気-変形(応力)の特性を利用して、各種センサやトランスジューサ、アクチュエータなどへの応用が試みられている。

【0003】

しかし、従来公知の磁歪材料は、その変形に伴う歪み(磁歪定数)が非常に小さく($10^{-5} \sim 10^{-6}$ 程度)、そのため極く限られた分野の応用にとどまっていた。

【0004】

ところが最近、希土類-遷移金属化合物の中に室温における磁歪定数が異常に大きな(10^{-3} 以上を示す)磁歪材料(「超磁歪材料」とも呼ばれている)が発見され、大きな変位を発生するアクチュエータの駆動源として応用されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、超磁歪材料は、主に単結晶や結晶配向されたバルク材料であるため、結晶制御技術を必要とするなど製造過程も複雑で、しかも大きな磁歪特性を発現させるためには大きな磁場が必要となる欠点があった。

【0006】

本発明の目的は、小さな磁場でも大きな磁歪特性を示す超磁歪薄膜素子を提供することである。本発明の他の目的は、簡単な製造過程で大きな磁歪特性を発現させることができる超磁歪薄膜素子の製造方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】

超磁歪特性(非常に大きな磁歪特性)を得るためには、 RT_2 (R:希土類元素、T:遷移金属)で表されるラーベス相化合物(Laves compounds)とすることが重要である。本発明者等は、Tb-Fe系の超磁歪薄膜を気相法にて基板上に成膜する過程で、化学量論組成であるTb 33.3at%ではなく、Tb 40at%の組成にて非常に良好な磁歪特性を得ることができた。本発明は、かかる現象の知得に基づき完成されたものである。

【0012】

即ち本発明は、基板上に超磁歪材料の薄膜を成膜する超磁歪薄膜素子の製造方法において、 RT (但し、RはTb、TはFeを主成分とする遷移金属)系の超磁歪材料で、Tbの割合を37~43at%とした材料を気相成長させて基板上に薄膜を形成し、成膜中の不活性ガス圧を0.7~1.0Paとし、成膜後に200~350で熱処理を行い、薄膜の内部応力を100MPa以下とすることを特徴とする超磁歪薄膜素子の製造方法である。

【0013】

本発明では、気相法によって薄膜を形成することで、気相から固相へと急冷されアモルフラス状態が得られるため、磁気異方性エネルギーが減少し、小さな磁場でも磁化し易くなり、大きな磁歪が得られる。超磁歪薄膜素子は、例えばガラス基板を用い、その上にスパッタなどの気相成膜法により超磁歪薄膜を形成した構造とする。本発明において、気相成長を基板面に平行な一方向の磁場中で行ったり、熱処理を基板面に平行な一方向の磁場中で行うこともできる。

【0014】

【発明の実施の形態】

前述のように、超磁歪特性を得るためには、 RT_2 で表されるラーベス相化合物とすることが重要である。Tb-Fe系の超磁歪薄膜を気相法によって基板上に成膜する過程において、非化学量論組成のTb 40at%にて非常に良好な磁歪特性が得られる理由は、次のように考えられる。まず、Tb-Fe系の状態図('96 ASM International)

を図1に示す。同図において、Tb 40 at%の組成は、TbFe₂ラーベス相の分解溶解温度とラーベス相の液相線とが交わる点(符号Xで示す)に対応している。ここで、ラーベス相は包晶反応で形成されるために、RT₂化学量論組成で気相成長させた場合には、ラーベス相は形成されない。従って、ラーベス相を気相成長させる場合は、本発明のように包晶反応の影響しない状態図上で、即ちRT₂ラーベス相の分解溶解温度とラーベス相の液相線とが交わる点Xの組成で実施することが重要なのである。

【0015】

一般に、スパッタ法や蒸着法などの気相法によってRT系の超磁歪薄膜を基板上に成膜する場合、ターゲットなどの母合金組成の変動あるいは元素の蒸発などの影響により、目標とする薄膜組成に対して±3 at%程度の範囲で変動してしまう。従って本発明では、Tb - Fe系で急峻なピーク値を得ることができるTb 40 at%の組成に対して、この組成変動分も考慮してR(Tb)の割合を37~43 at%に設定する。

10

【0016】

気相法により得られる薄膜は、通常、成膜中のガス成分を内蔵するなどの原因から、薄膜内部に大きな残留応力(内部応力)を発生することがある。磁歪薄膜の場合、この内部応力が作用し、逆磁歪効果による応力誘起異方性が発生する。特に、本発明のようにRT₂ラーベス相を利用する場合には、磁歪が大きいため逆磁歪エネルギーが非常に大きくなり、そうすると磁気異方性エネルギーが大きくなってしまい、小さな磁場では大きな磁歪が得られなくなる。

【0017】

超磁歪薄膜に100 MPaを超える大きな内部応力が発生していると、磁気異方性エネルギーが大きくなるため大きな磁歪特性が得られない。しかし、200以上の温度で加熱すると、内部応力を100 MPa以下に緩和することができ、磁気異方性エネルギーが減少するので、非常に大きな磁歪特性が得られるようになる。しかし、350を超えて加熱すると、アモルファス状態から結晶化が進み粒成長が著しくなり磁場に対して飽和し難くなる。

20

【0018】

ところで、超磁歪薄膜のアクチュエータなどへの用途展開を考えた場合、薄膜基板面内方向の伸びが磁場に対して感度が高いことが望まれる。そのため、基板面内に磁気容易軸を配向したRT系磁歪薄膜を形成することは重要である。

30

【0019】

気相成膜中のArガス圧が0.5 Pa未満だと、基板に垂直に配向した膜が形成され、磁場に対して飽和し難くなるが、0.5 Pa以上だと基板に磁気容易軸が配向した膜が得られるので飽和し易くなり、小さい磁場に対して基板面内方向の伸びの感度が高くなる。しかし、成膜中のArガス圧が1.0 Paを超えると飽和磁化の減少により磁歪の値が減少する。

【0020】

更に、一方向の磁場中にて磁歪薄膜を気相成長すると、その方向に磁化容易軸が揃うため、小さな磁場でも大きな磁歪特性を発現する。また、一方向の磁場中にて磁歪薄膜を気相成長中または成膜後熱処理を行うと、この方向に磁化容易軸が揃うため小さな磁場でも大きな磁歪特性を発現する。そこで、基板面に対して平行な一方向の磁場を印加しつつ気相成長を行うか、あるいは成膜後熱処理を行うのが好ましい。印加する磁場は、超磁歪薄膜の保磁力以上として800 A/m以上とする必要があり、好ましくは4 kA/m以上とする。

40

【0021】

【実施例】

(実施例1)

超磁歪薄膜は、DCマグネトロンスパッタ法により気相成長させることで作製した。Feターゲット上にTbチップを配置したものを用い、Tb - Fe₂元系超磁歪薄膜の組成を調整した。予めチャンバ内を真空にして不純物ガスを除去した後、Arガスを注入した。

50

使用した基板は、縦横 3 mm × 2.5 mm、厚さ 0.1 mm のガラス製である。スパッタパワー 200 W にて約 120 分間スパッタすることにより、膜厚約 1 μm の超磁歪薄膜を成膜した。

【0022】

超磁歪薄膜の評価において、組成分析には EPM A (電子線プローブ・マイクロアナライザ) を用い、磁化特性の測定には VSM (振動試料型磁力計) を用いた。薄膜の磁歪による屈曲をカンチレバー・アクチュエータを用いて測定し、磁歪に変換した。

【0023】

図 2 は、Ar ガス圧をパラメータとする磁歪特性の Tb 組成依存性を示している。Ar ガス圧を変化させても、磁歪は、約 40 at% Tb の組成で増大する。特に Ar ガス圧 0.7 Pa のときは、Tb 40 at% の組成にて非常に急峻なピーク値が得られた。それ故、Tb - Fe 系合金薄膜において、良好な磁歪特性を発現させるためには、実質的には Tb_{0.4}Fe_{0.6} とすべきことが分かる。なお、各試料の磁歪は 80 kA/m の磁場を印加したときの値である。

10

【0024】

図 3 は磁歪特性の Ar ガス圧依存性を示している。Ar ガス圧を 0.5 Pa から 1.0 Pa まで 3 段階に変化させ、磁場 - 磁歪特性を求めた。測定周波数は 1 Hz である。磁歪特性はバタフライ曲線を呈する。Ar ガス圧が 0.5 Pa 未満だと磁気容易軸が基板面に対して垂直に立ち始め、Ar ガス圧が 1.0 Pa を超えると飽和磁化の減少により磁歪の値が減少する。Ar ガス圧 0.7 Pa のときに最も大きな磁歪、即ち磁場 80 kA/m で 97.5 ppm が得られた。これは、磁気容易軸が基板面に沿って配向するため、飽和し易くなり、小さい磁場に対して基板面内方向の伸びの感度が高くなるためである。

20

【0025】

(実施例 2)

実施例と同様、超磁歪薄膜は、DC マグネトロンスパッタ法により気相成長させることで作製した。Fe ターゲット上に Tb チップを配置したものをを用い、Tb - Fe 2 元系超磁歪薄膜の組成を調整した。予めチャンバ内を真空にして不純物ガスを除去した後、Ar ガスを注入 (ガス圧 0.7 Pa) した。使用した基板は、縦横 3 mm × 2.5 mm、厚さ 0.1 mm のガラス製である。スパッタパワー 200 W にて約 120 分間スパッタすることにより、膜厚約 1 μm の超磁歪薄膜を成膜した。その後、温度を変えて熱処理を行った。熱処理は、真空中で磁場無しの状態で行った。

30

【0026】

図 4 は、磁歪特性の熱処理温度依存性を示している。磁歪の値は熱処理温度の変化に対して極大値を示す。最適熱処理温度は約 300 °C であった。なお、各試料の磁歪は 80 kA/m の磁場を印加したときの値である。最大の磁歪は、組成が Tb = 39.74 at% で 300 °C の熱処理のときに得られ、80 kA/m の磁場で磁歪 702 ppm であった。この値は、従来技術には見られない顕著な値である。

【0027】

図 5 は磁歪特性と熱処理の有無の関係を示している。熱処理前と熱処理後について、磁場 - 磁歪特性を求めた。測定周波数は 1 Hz である。磁歪特性はバタフライ曲線を呈する。同図に示すように、適切な熱処理によって、磁歪特性を大幅に改善できることが分かる。なお、熱処理による保磁力の低下は生じなかった。超磁歪薄膜の内部応力を測定したところ、成膜直後 (熱処理無し) では 173 MPa であったものが、300 °C の熱処理後は 70 MPa になり、大幅に低減できた。

40

【0028】

【発明の効果】

従来のバルク材料の場合には自由度に限界があり、マイクロデバイスへの用途には不向きであったが、本発明は上記のように、基板上に超磁歪材料の薄膜を気相成膜した超磁歪薄膜素子であるから、種々の形状のデバイスへの応用が可能となる。しかも本発明は、Tb の割合を 37 ~ 43 at% とした TbT (T は Fe を主成分とする遷移金属) 系の超磁

50

歪材料を不活性ガス圧0.7~1.0Paで気相成長させ、基板上に薄膜を形成する方法なので、製造した超磁歪薄膜素子は小さな磁場でも大きな磁歪を呈する。

【0029】

更に本発明は、気相成長の成膜中もしくは成膜後に200~350で熱処理を行う超磁歪薄膜素子の製造方法であるので、薄膜の内部応力を100MPa以下に低減することができ、磁歪をより一層大きくすることができる。これらによって、新しいマイクロセンサやスマートアクチュエータ等のマイクロデバイスの実用化に大きく貢献できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 Tb - Fe系の状態図。

【図2】 Arガス圧をパラメータとする磁歪特性のTb組成依存性を示す図。

【図3】 磁歪特性のArガス圧依存性を示す図。

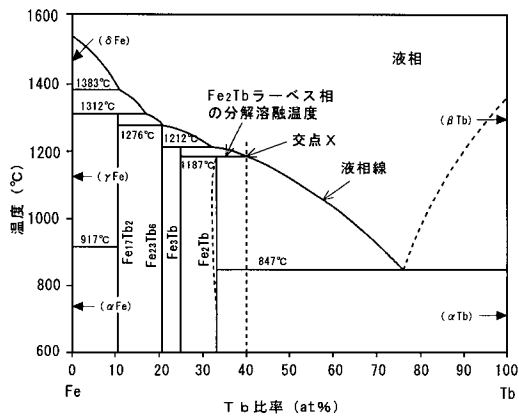
【図4】 磁歪特性の熱処理温度依存性を示す図。

【図5】 磁歪特性と熱処理の有無の関係を示す図。

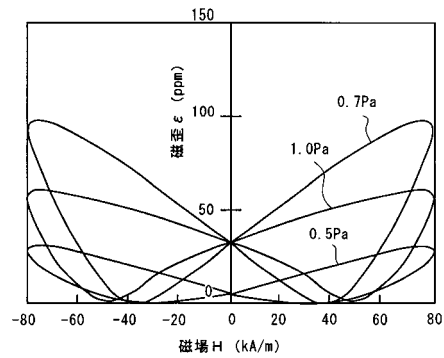
【符号の説明】

X RT₂ ラーベス相の分解溶解温度とラーベス相の液相線とが交わる点

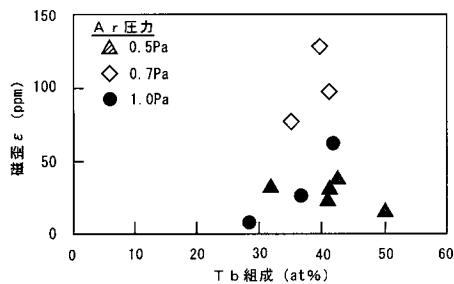
【図1】



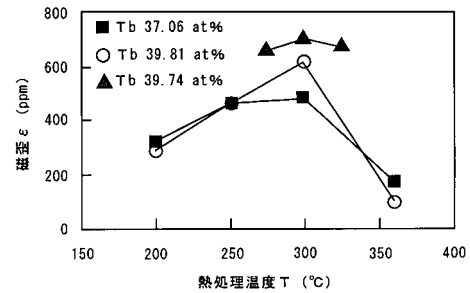
【図3】



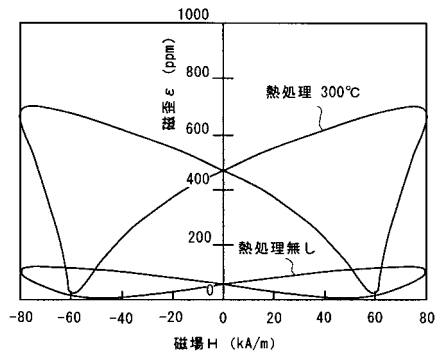
【図2】



【図4】



【 図 5 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
H 0 1 L 41/22 (2006.01) H 0 1 L 41/22 Z

- (72)発明者 梅本 美之
東京都港区新橋5丁目3番11号 エフ・ディー・ケイ株式会社内
- (72)発明者 渡辺 利彦
東京都港区新橋5丁目3番11号 エフ・ディー・ケイ株式会社内
- (72)発明者 脇若 弘之
長野県長野市若里5丁目16番3号 若里宿舎3-5
- (72)発明者 山田 洋次
長野県長野市大字稲葉上千田191-2 大内田アネックス301
- (72)発明者 牧村 美加
長野県長野市若里1丁目18番1号 長野県工業試験場内

審査官 桑原 清

- (56)参考文献 特開平09-008378(JP,A)
特開平09-053171(JP,A)
特開平07-286249(JP,A)
特開2000-038643(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 41/12
C03C 17/09
C22C 38/00
C23C 14/14
H01F 10/14
H01L 41/22