PLD 法により作製した Nd-Fe-B 厚膜磁石の磁気特性と ミリサイズモータへの応用

正 員 中野 正基* 学生員 加藤龍太郎*
正 員 福永 博俊* 正 員 山下 文敏**

Magnetic Properties of PLD-made Nd-Fe-B Film Magnets and their Applications to Milli-size Motors

Masaki Nakano*, Member, Ryutaro Kato*, Student Member, Hirotooshi Fukunaga*, Member,
Fumitoshi Yamashita**, Member

We succeeded to deposit 200-300 μm thick Nd-Fe-B film magnets with $(BH)_{\text{max}}$ of approximately 55 kJ/m³ on Fe substrates by using PLD method. In addition, we confirmed that a milli-size motor, which was prepared from the obtained film, rotates at 15160 r/min under a no-load test.

キーワード : PLD 法, Nd-Fe-B 磁石, 磁石膜, 保磁力, ミリサイズモータ

Keywords : PLD method, Nd-Fe-B magnets, film magnets, coercivity, milli-size motor

1. はじめに

近年、電子機器の小型化・マイクロマシンの研究開発などが急速に進められており、それに伴い数十～数百 μm 程度の厚みを有する厚膜磁石の必要性も高まっている⁽¹⁾。これまでに、スパッタ法を始めとした数種類の工程による磁石膜の作製が報告されてきた^{(2)~(6)}。筆者らも、PLD 法 (Pulsed Laser Deposition 法) を用い保磁力 1000 kA/m を超える数十 μm 厚 Nd-Fe-B 系磁石膜の作製について報告してきた^{(7)~(9)}。本論文では、ミリサイズモータへの応用を鑑み、本材料の更なる特性改善・厚膜化等、以下の内容について検討した。

(1) ターゲットー基板間距離を変化させ作製した試料の膜厚、磁気特性などの基礎特性を評価するとともに、成膜速度および磁気特性を考慮して最適なターゲットー基板間距離を検討した。

(2) 小型モータへの応用を鑑み、100 μm を越す厚みの試料の作製ならびに Fe 基板上への成膜を行うと共に、各々の試料の磁気特性を評価した。

(3) 作製した Nd-Fe-B 厚膜を組み込んだミリサイズブラシレス DC モータを試作し、その特性を評価した。

2. 実験方法

高周波溶解して作製したターゲットの組成は、Nd の酸化の影響を考慮し検討してきた結果⁽⁹⁾、良好な特性の得られた Nd_{2.4}Fe₁₄B および Nd_{2.6}Fe₁₄B の 2 種類を使用した。成膜はターゲットにレーザを照射し、Nd, Fe, B を解離放出させ、基板に到達、堆積させることで作製した。その様子を模式的に図 1 に示す。一部の試料を除き、成膜直後の膜はアモルファスであったため、Nd₂Fe₁₄B 相を形成させるために熱処理を施した。各種実験条件を表 1 に示す。磁気特性は VSM を用い測定した。PLD 法により作製された Nd-Fe-B 膜はそ

図 1 PLD 法による実験の様子
Fig. 1. Diagram of PLD method.

* 長崎大学工学部電気電子工学科
〒852-8521 長崎市文教町 1-14
Dep. of Electronics and Electrical Engineering, Nagasaki University

1-14, Bunkyo-machi, Nagasaki 852-8521
** 松下電器産業(株)
〒574-0044 大東市諸福 7-1-1
Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.
7-1-1, Morofuku, Daito 574-0044

表 1 実験条件

Table 1. Experimental conditions.

Target composition	Nd _{2.4} Fe ₁₄ B, Nd _{2.6} Fe ₁₄ B
Vacuum during deposition	$5 \times 10^{-7} \sim 2 \times 10^{-6}$ Torr
Target-Substrate distance	3 ~ 30 mm
Substrate	Ta, Fe
Deposition time	60 ~ 600 min
Annealing temperature	650 °C
Holding time at 650 °C	0 min
Heating rate	150, 400, 800 °C/min

の磁気特性が面内・垂直両方向において等方性であったため、本論文では面内方向のみの結果を示す。結晶相は X 線回折を用い同定し、Ta 基板上の試料の膜厚は成膜直後の磁石膜の磁気特性を利用し算出した⁷⁾。Fe 基板上の試料では前述の方法による膜厚の算出が困難であった。そこで、本実験では、測定値に±1 μm 程度の誤差を含むものの、マイクロメータにより膜厚を測定した。

3. 実験結果

〈3・1〉 PLD 法により作製した Nd-Fe-B 厚膜の成膜速度・磁気特性に及ぼすターゲット-基板間距離の影響

本節ではターゲット-基板間距離 L_{ts} が成膜速度と磁気特性におよぼす影響について検討した。ここでは、 L_{ts} を 3 ~ 30 mm と変化させ作製した試料の成膜速度と $(BH)_{max}$ を図 2 に示す。その際、熱処理温度 650 °C、昇温速度 150 °C/min とし、650 °C に達した後保持することなく直ちに真空中における自然冷却で室温に近づけた。その冷却速度は、650 °C から 300 °C までに至るまで約 110 °C/min、300 °C から 60 °C に至るまで約 35 °C/min であった。 L_{ts} を短くすると、成膜速度が増加することがわかる。しかしながら、 L_{ts} を 3 mm と極端に小さくすると成膜速度が 1.5 nm/s と減少している。これは、 L_{ts} が小さいために基板到達時のプラズムのエネルギーが大きく、基板側すなわち Nd-Fe-B 膜自身が削られてしまうためと考えられる。更に、 L_{ts} が 3 ~ 5 mm の条件で作製した試料においては成膜直後に部分的に結晶化がみられていることから、熱処理による部分的な結晶粒の粗大化が生じ、磁気特性の劣化を招いたものと考えられる。

一方、 L_{ts} が 20 mm よりも大きい範囲においても $(BH)_{max}$ が減少している。Nd-Fe-B 膜では、Nd の酸化により、α-Fe が析出し磁気特性が劣化すると考えられ、膜が薄いときにはこの効果が顕著となり硬磁気特性を劣化させるものと考えられる。この考察を確認するために $L_{ts} = 30$ mm において、より厚い膜を作製して特性を比較した。図 3 には $L_{ts} = 30$ mm において成膜時間を 60 min としして作製した厚さ 2.3 μm の試料と成膜時間を 300 min としして作製した厚さ 26.8 μm の試料の M-H ループを示している。ただし、ループに見られる磁界 1700 A/m 以上での磁化の減少は鏡像効果によるものである。薄い試料ではループに二段化がみられる

図 2 成膜速度および $(BH)_{max}$ のターゲット-基板間距離 L_{ts} 依存性

Fig. 2. Deposition rate and $(BH)_{max}$ as a function of target-substrate distance L_{ts} .

図 3 $L_{ts} = 30$ mm において成膜時間を変化させ作製した Nd-Fe-B 膜の M-H ループ

Fig. 3. M-H loops of Nd-Fe-B films with different thickness values.

ことから α-Fe 相の割合が多いものと考えられる。一方、膜厚を増加させることにより $(BH)_{max} = 38 \text{ kJ/m}^3$ と比較的良好な値が得られ、酸化の影響が抑制されたと考えられる。以上の結果より現在のところ、磁気特性ならびに厚膜化に対し最適なターゲット-基板間距離は 10 ~ 20 mm 程度と考えられる。

〈3・2〉 Fe 基板上に作製した Nd-Fe-B 厚膜の磁気特性の膜厚依存性 小型モータ等への応用を鑑み、ステータとロータのギャップ長を考慮すると、モータを回転させるに十分な磁界を得るためには 100 μm 以上の厚さを実現することが必要と考えられる。また、ロータの主成分は鉄であるため、Fe 基板上への成膜も必要と考えられる。そこで、本節では厚さ 0.1 mm の Fe 基板上に厚さ 100 μm 以上の Nd-Fe-B 膜を作製し、その磁気特性を評価した。1 時間の成膜で数十 μm の膜厚が得られるため、成膜時間を 120 ~

(a) Coercivity

(b) Remanence

(c) $(BH)_{\max}$

図4 Fe基板上に作製された試料における磁気特性の膜厚依存性

Fig. 4. Magnetic properties of Nd-Fe-B film magnets prepared on an Fe substrate as a function of film thickness.

600 min に延長することにより更なる厚膜化の実現を図った。ここで、ターゲット-基板間距離は前節で良好な $(BH)_{\max}$ の得られた 10~20 mm とした。以前の報告においては、ある程度膜厚が増加すると膜中の応力が増大し基板と膜の剥離が観測されたため、中間熱処理により歪みを緩和する方法を試み、最大で 120 μm の膜厚を得てきた⁽⁹⁾。本論文においては Fe 基板を使用することにより、最大で 311 μm の膜厚を実現した。この理由として、既報の Ta 基板上

図5 Fe基板上に成膜した 200 μm 厚 Nd-Fe-B 膜の M-H ループ

Fig. 5. M-H loop of film with the thickness of 200 μm deposited on Fe substrate.

のものと比べ、(1) Nd-Fe-B 膜の Fe 基板上成膜における濡れ性の向上、(2) Fe 基板表面での化合物の形成による付着力の向上などが考えられる。詳しいメカニズムについては今後も検討を進める予定である。図 4 に磁気特性の膜厚依存性を示す。保磁力および $(BH)_{\max}$ については多少ばらつきがあるものの平均すると、 $(BH)_{\max} = 54 \text{ kJ/m}^3$ 、 $M_r = 0.58 \text{ T}$ 、 $H_c = 880 \text{ kA/m}$ であり、もっとも大きな $(BH)_{\max}$ を示した試料においては、 $(BH)_{\max} = 63 \text{ kJ/m}^3$ 、 $M_r = 0.62 \text{ T}$ 、 $H_c = 1077 \text{ kA/m}$ と Ta 基板上に成膜したもの⁽⁹⁾とほぼ同等の値が得られた。

〈3・3〉 ミリサイズモータの試作 ミリサイズモータへの応用を考慮し Fe 基板上に作製した 200 μm 厚 Nd-Fe-B 磁石膜の M-H ループを図 5 に示す。ただし、本図における磁界 1700 A/m 以上での磁化の減少は、図 3 の結果と同様、鏡像効果によるものである。この際、ターゲット-基板間距離は 15 mm とした。その磁気特性は、 $(BH)_{\max} = 53 \text{ kJ/m}^3$ 、 $M_r = 0.54 \text{ T}$ 、 $H_c = 971 \text{ kA/m}$ であった。この磁気特性は、工業的な着磁性⁽¹⁰⁾ならびに熱安定性の観点よりモータへの応用として所望される保磁力 800 kA/m を満足しており、ミリサイズモータへの応用可能な特性であった。図 6 に 200 μm 厚 Nd-Fe-B 磁石膜の X 線回折図を示す。Nd₂Fe₁₄B 相および α -Fe 相といった磁性相が観測された。それと同時に、非磁性相と考えられる未知の回折ピークも観測された。これは、非磁性相の存在による飽和磁化の低下ひいては残留磁化の低下を導いたものと考えられる。加えて、図 7 に上記の試料の表面 SEM 像を示す。最大で 10 μm 程度の粒が観測されるものの、表面の凹凸は前節で示したターゲット-基板間距離が 10 mm の試料に比較して小さく、ミリサイズモータへの応用を可能としている。そこで、図 8 に示すような厚さ 0.8 mm、外径 5mm のアキシアルギャップ型 DC ブラシレスモータを試作した。そのモータのロータ、ステータ、軸受ならびにその動作特性を以下に詳細に示す。

図6 Fe基板上に成膜した200 μm厚Nd-Fe-B膜のX線回折図

Fig. 6. X-ray diffraction pattern of film with the thickness of 200 μm deposited on Fe substrate.

図7 ミリサイズモータに使用したNd-Fe-B膜の表面SEM写真

Fig. 7. SEM image of surface in Nd-Fe-B thick film applied for milli-size motor.

図8 ミリサイズモータの概略図

Fig. 8. Schematic diagram of milli-size motor.

(1) ロータ ロータはFeバックヨーク付4極Nd-Fe-B磁石ロータとした。具体的には、上述したNd-Fe-B磁石膜を外径4.8 mmφ、内径2 mmφの円板状に成形した後、空芯コイルで4 MA/mの磁界によりパルス着磁し、更に直径0.8 mmφのSUS304シャフトを接着固定し作製した。

(2) ステータ ステータは無鉄心コイル構造とした。コイルは径30 μmφのCu線を11 turn/coil×3層、全体では厚み0.3 mmで1相あたり6Ω、66 turn/coilにより構成した。

図9 ミリサイズモータの写真

Fig. 9. Photograph of milli-size motor.

更に、厚み0.1 mmの真鍮基板を準備し、その中心部にシャフト挿入孔を設けた後、上記のコイルを接着固定し、無鉄心コイル構造のステータとした。

(3) 軸受 軸受はピボットスラスト軸受構造とした。シャフト軸受部の先端は径0.8 mmであり、 10^{17} ions/cm²以上のTiとCを金属イオン注入し表面改質した。軸受方式は潤滑油を用いたピボットスラスト流体方式とした。

(4) 動作特性 DC電圧を3相全波駆動(短形波120°通電)に変換し、モータを動作させた。ステータとロータの空隙を約0.1 mmとした際には、無負荷回転数が15160 r/min、トルク定数が0.0236 mNm/Aであった。更に、空隙を約0.2 mmとした際には、無負荷回転数は14407 r/min、トルク定数は0.0226 mNm/Aであった。

以上の動作特性は、例えば、1インチ径のハードディスク用のスピンドルモータへの応用を鑑みると、そのトルク値をより一層増加させる必要があるものの、(1)モータの径の増加、(2)磁石膜の残留磁化値の向上などにより、今後、情報電子機器の小型化へ応用できるものと考えられる。

4. むすび

本研究ではYAGレーザを用い作製したNd-Fe-B膜の磁気特性、結晶構造を評価した。得られた知見を以下に示す。

(1) ターゲット基板間距離を短くすることは成膜速度の向上に有効である。しかしながら、部分的な結晶化などの原因で磁気特性が劣化することも考慮すると現在のところ10~20 mm程度が適当であると考えられる。

(2) ミリサイズモータのロータへの応用を鑑み、100 μm以上の膜厚の増加、ならびにFe基板上への成膜を検討した。その結果、膜厚は最大で311 μmが得られ、磁気特性は最良で $(BH)_{\max} = 63$ kJ/m³、 $M_r = 0.62$ T、 $H_c = 1077$ kA/mのものが得られた。

(3) 厚み0.8 mm、外径5 mmのアキシシャルギャップ型DCブラシレスモータを試作した。代表的な動作特性として、ステータとロータの空隙を約0.1 mmとした際には、無負荷回転数が15160 r/min、トルク定数が0.0236 mNm/Aであることを確認した。

謝 辞

本研究の一部は、日本学術振興会科学研究費補助金萌芽研究ならびに若手研究 (A) (No.15656084 ならびに No.16686022)の助成を受けたことを記し、謝意を表します。
(平成 16 年 1 月 23 日受付, 平成 16 年 5 月 11 日再受付)

文 献

- (1) S. Hayashi, S. Yoshizawa, and K. Ohmori : "Bonded SmFeN anisotropic magnets made using a radical polymer", Digest of the Annual Conference on Magnetism in Japan, 18pF-6 (2003) (in Japanese)
林 眞一・吉澤昌一・大森賢次:「ラジカル硬化型樹脂を用いた SmFeN 系異方性ボンド磁石」, 第 27 回日本応用磁気学会学術講演概要集, 18pF-6, p.401 (2003)
- (2) T. Araki and T. Honda : "Eighty- μ m-thick Nd-Fe-B Film Magnets prepared by Magnetron Sputtering", The Papers of Technical Meeting on Magnetism, IEE Japan, MAG-97-70, pp.7-10 (1997) (in Japanese)
荒木 健・本多俊久:「Nd-Fe-B 系薄膜磁石の厚膜化の基礎検討」, 電気学会マグネティクス研資, MAG-97-70, pp.7-10 (1997)
- (3) S. Yamashita and J. Yamasaki : "Anisotropic Nd-Fe-B thin-film magnets for milli-size motor", *J. Appl. Phys.*, Vol.70, pp.6627-6629 (1991)
- (4) G. Rieger and L. Wecker : "Nd-Fe-B permanent magnets (thick films) produced by a vacuum-plasma-spraying process", *J. Appl. Phys.*, Vol.87, pp.5329-5331 (2000)
- (5) F. J. Cadieu, H. Hegde, and K. Chen : "THE SYNTHESIS OF $\text{Sm}_2(\text{Co,Fe,Zr})_{17}$ HIGH ENERGY PRODUCT, 16 to 30 MGOe, THICK SPUTTERED FILMS", *IEEE Trans. Magn.*, Vol.MAG-25, pp.3788-3790 (1989)
- (6) F. J. Cadieu and H. Hegde : "In-plane magnetized YIG substrates self-biased by SmCo based sputtered film coatings", *J. Appl. Phys.*, Vol.76, pp.6059-6061 (1994)
- (7) M. Nakano S. Tsutsumi, H. Fukunaga, and J. M. Song : "Preparation of Nd-Fe-B thin film magnets with high coercivity using laser ablation technique", *IEEE Trans. Magn.*, Vol.37, pp.2573-2575 (2001)
- (8) M. Nakano, S. Tsutsumi, and H. Fukunaga : "Magnetic Properties of Nd-Fe-B Thick-Film Magnets Prepared by Laser Ablation Technique", *IEEE Trans. Magn.*, Vol.38, pp.2913-2915 (2002)
- (9) M. Nakano, R. Katoh, H. Fukunaga, S. Tutumi, and F. Yamashita : "Fabrication of Nd-Fe-B Thick Film Magnets by High-Speed PLD Method", *IEEE Trans. Magn.*, Vol.39, pp.2863-2865 (2003)

- (10) H. Yamamoto, K. Takasugi, and F. Yamashita : "Magnetic Properties of Pr-Fe-Co-V-Nb-B System Exchange-Spring-Magnet and a Trial Manufacture of Small Motors Using These Bonded Magnet Rotors", Proc. 17th International Workshop on Rare Earth Magnet and Their Applications, pp.307-314 (2002)

中 野 正 基

(正員) 1967 年 2 月 26 日生。1995 年 3 月東北大学大学院工学研究科博士後期課程終了。同年 4 月より長崎大学工学部助手として勤務, 2004 年同助教授, 現在に至る。現在, 電子機器用磁性材料の開発とその応用に関する研究に従事。博士(工学)。日本応用磁気学会, 日本金属学会, 日本応用物理学会会員。

加 藤 龍 太 郎

(学生員) 1979 年 4 月 29 日生。2002 年 3 月長崎大学工学部電気電子工学科卒業。同年 4 月同大学大学院生産科学研究科電気情報工学専攻入学, 現在に至る。日本応用磁気学会会員。

福 永 博 俊

(正員) 九州大学工学部電気電気工学科, 同大学院修士課程, 同博士課程を経て 1980 年九州大学工学部助手。1984 年長崎大学工学部助教授。1993 年同教授。現在, 電子機器用磁性材料の開発と応用に関する研究に従事。工学博士。電気学会, IEEE, 日本応用磁気学会, 応用物理学会, 照明学会, 日本 AEM 学会会員。

山 下 文 敏

(正員) 1951 年 3 月 27 日生。1969 年 3 月群馬県立高崎工業高校卒業。同年 3 月より松下電器産業株式会社勤務。主として, 希土類ボンド磁石の作製とモータへの応用研究に従事。博士(工学)。日本応用磁気学会, 高分子学会の会員。