

スパッタ法による感温磁性薄膜の作製と特性評価

Preparation and Characterization of Temperature-Sensitive Magnetic Thin Film by Sputtering Method

○石井 修, 安宍善史, 島津誠一, 長田 洋, 千葉茂樹, 菊池 孝, 関享士郎

○Osamu Ishii, Yoshifumi Ajishi, Seiichi Shimazu, Hiroshi Osada,

Shigeki Chiba, Takashi Kikuchi, Kyoshiro Seki

岩手大学

Iwate University

キーワード: 感温磁性膜 (temperature-sensitive film), スパッタ法 (sputtering method),
マイクロセンサ (micro sensor)

連絡先: 〒020 岩手県盛岡市上田 4-3-5 岩手大学工学部電気電子工学科
電子システム工学講座

関享士郎, Tel.0196(21)6380 Fax.0196(21)6380, E-mail:seki@msv.cc.iwate-u.ac.jp

1 緒言

一般に、電気機器に使用される磁性材料は、機器の発熱や周囲の温度変化などによる磁気特性の変動の小さいことが要求される。しかし、使用温度範囲で磁性材料の特性を急変させて、計測、制御、情報、エネルギー変換などの分野に利用する研究も進められてきている。

本研究では、温度依存性をもつ、感温磁性薄膜 (Temperature-Sensitive Magnetic Thin Film: 以下 TMF と略す) の作製と感温アモルファス膜を用いた光センサの構成について検討を行った。

2 感温磁性薄膜 TMF^{1,2)}

感温磁性薄膜 TMF は、スパッタリングと熱処理の行程を経て作製される。Mn-Zn 系フェライトをターゲットとした RF スパッタにより、Si 基板上に Mn, Zn, Fe の複合金属膜を形成させ、熱処理により磁気構造の結晶体に成長させる。

TMF の磁氣的性質を左右するパラメータは、ターゲットに用いる Mn-Zn 系フェライトの成分比、スパッタ時における RF パワーやスパッタ時間、雰囲気および雰囲気圧、熱処理時における温度、時間、熱処理雰囲気などが挙げられる。このため本研究では、主に熱処理時間をパラメータとして

変化させ、TMFの磁氣的性質を測定した。

2.1 TMFの作製行程

Fig. 1にTMFの作製工程を示す。キュリー温度 $T_c=30$ (°C) の Mn-Zn 系フェライトをターゲットとして、RFスパッタリングによりスパッタ薄膜を作製する。次にスパッタ薄膜に熱処理を施すと TMF が作製される。

本研究では TMF の熱入力に対するセンサとしての活用を指標にするため、TMF のキュリー温度を室温付近にすることを目標にした。このため、ターゲットと TMF の特性が同一になるものと仮定して、ターゲットにキュリー温度 $T_c=30$ (°C) の Mn-Zn バルクフェライトを用いて薄膜の作製を行う。

2.2 熱処理

スパッタで化合物ターゲットを用いる場合、純ガス雰囲気中でスパッタを行うと、膜組成はターゲットと比較してガス成分元素が欠乏しやすい。本研究では、スパッタ膜が酸素不足であることが予想される。また、薄膜の形成時にはスパッタ粒子は高温気相から基板上的室温固相へと急冷されることになる。これにより、スパッタ薄膜は非晶質である可能性が高い。

これらを考慮し、熱処理工程では熱処理

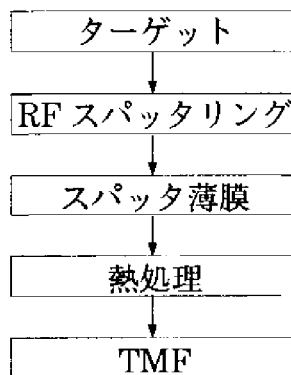


Fig. 1 Preparation profile of TMF

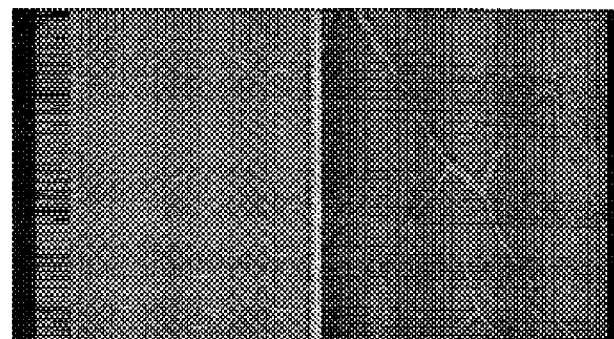
雰囲気酸素として炉内に 100ml/min の割合で流し、薄膜中の金属原子と酸素原子を再結合させ、また、完全固化したスパッタ薄膜に熱エネルギーを加えることにより再結晶化させる。

バルクフェライトの固相反応は 800~1050°Cの間で生じるため、スパッタ膜の熱処理温度は 1000°Cとする。また、実際のバルクフェライトは仮焼成を 1~4 時間行い、固相反応を進めている。これにさらに本焼成の工程があるので、全体として 2~7 時間程度の焼成により Mn, Fe, Zn の 3 元系からフェライト成分の生成を行っていると考えられる。これを考慮して本研究でのスパッタ薄膜の熱処理時間は 1~8 時間とする。

3TMFの特性評価

TMFの特性評価は、表面観察に走査型電子顕微鏡 (SEM)、組成分析にエネルギー分散型 X 線分光法 (EDX)、構造分析に X 線回折装置、磁氣特性の測定に振動試料型磁力計 (VSM) を用いた。

Fig. 2 (a) は熱処理前の TMF の SEM 像である。同図より表面は非常に平滑であることがわかる。Fig. 2 (b) は熱処理を 4 時間行った TMF の SEM 像である。無数の微細なクラックがみられる。



(a) no annealing (b) annealing for 4hours

Fig. 2 SEM images of TMF

Fig. 3は熱処理を4時間行ったTMFのX線回折図である。同図より熱処理行程にてTMFはスピネル構造をとるようになることがわかる。

Fig. 4 (a)は熱処理前のTMFのM-H曲線である。ほとんど磁化をもっていないことがわかる。Fig. 4 (b)は熱処理を4時間行ったTMFのM-H曲線である。これにより熱処理行程にてTMFに磁化が与えられることがわかる。磁界Hが500 (Oe)のときの磁化Mの値を M_s として、熱処理時間による M_s の変化を示したものがFig. 5である。今回作成した試料では、熱処理時間7時間のTMFの M_s が最大大きい。

温度依存性に着目した場合、Fig. 4 (a)より、熱処理前のTMFはほとんど温度依存性を持たないことがわかる。Fig. 4 (b)は熱処理を4時間行ったTMFのM-H曲線であるが、これにより熱処理行程にて温度依存性が与えられることがわかる。試料温度が10°Cのときの M_s の値を1として試料温度の上昇に伴う M_s の変化の割合を示したのがFig. 6である。熱処理時間が長くなるに伴い温度依存性が強まるなどといった傾向は確認できない。

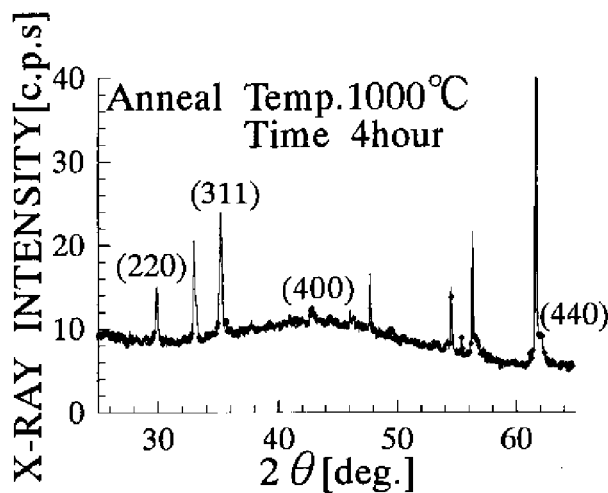
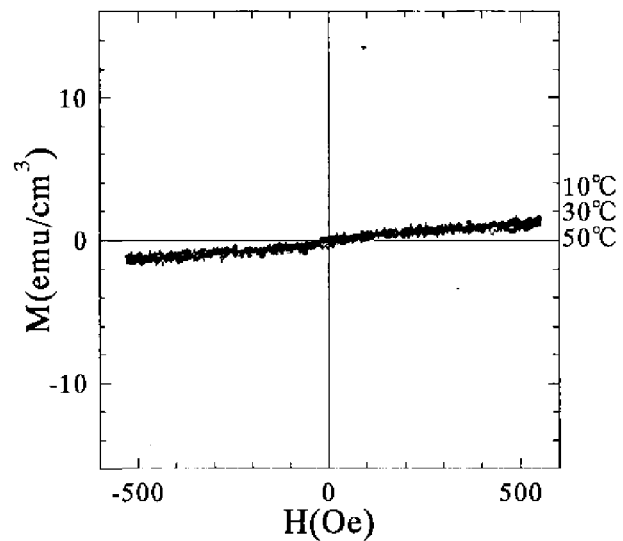
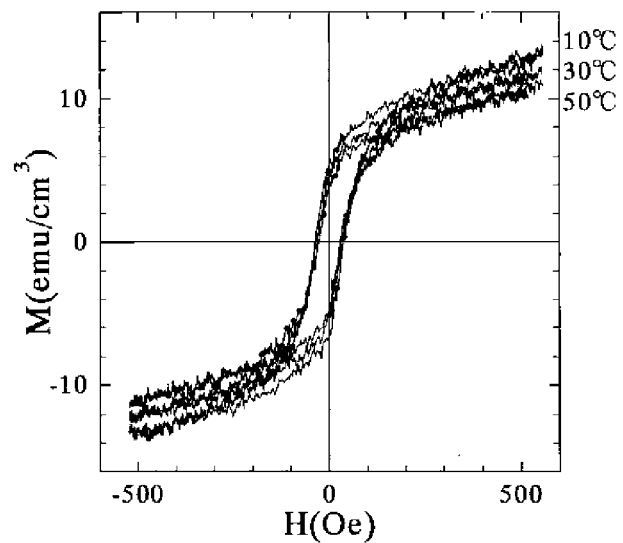


Fig. 3 X-Ray diffraction pattern of TMF after annealing for 4 hours



(a) no annealing



(b) annealing at 1000°C for 4 hours

Fig. 4 M-H curve of TMF

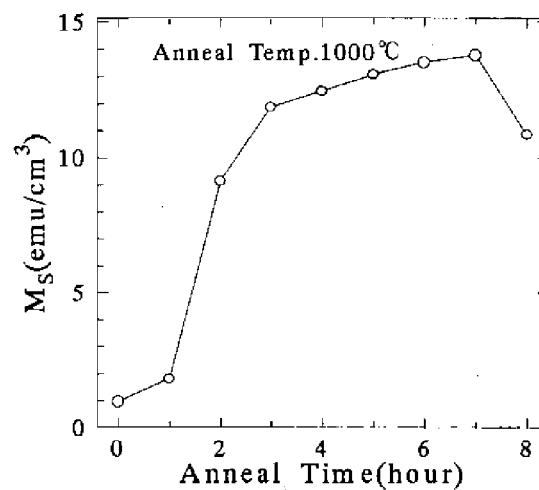


Fig. 5 The variation in M_s as a function of the annealing time

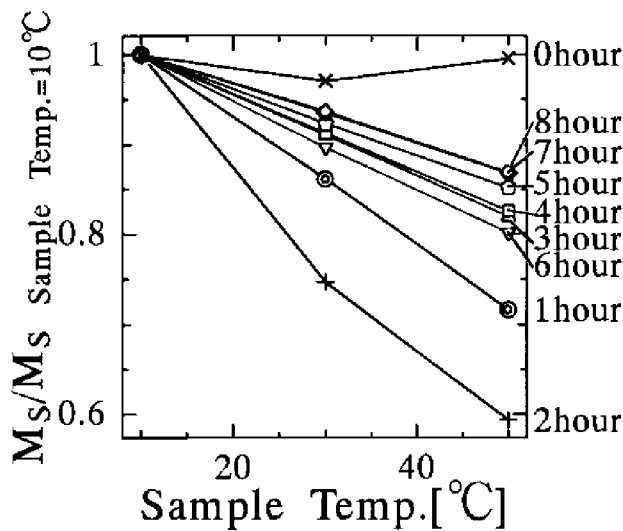


Fig. 6 The variation in rate of change in M_s as a function of the sample temperature

4 感温磁性膜を用いた光センサ³⁾

AMPS (Amorphous Magnetic Photo Sensor) は光エネルギーを吸収して磁気特性が変化する光磁気変換素子である。従来の受光素子には、光導電効果、光起電力効果、光電子放射効果および焦電効果などを利用したものがありそれぞれ実用されている。これらはいずれも受光部の電気的特性が光によって変化する性質を利用したものである。これに対し、AMPSはその磁気特性であるレラクタンスの温度依存性を利用した変換素子である。AMPSは感温アモルファス磁性膜の表面に放射吸収物質を塗布したもので、広い範囲におよぶ波長の光エネルギーを吸収する。その結果、素子温度が上昇し磁気特性であるレラクタンスが増大する。この変化をホール素子読み出し法により、光を電圧に変換することができる。

4.1 光センサの構成

TMFの応用例の一つとして、光センサを示す。Fig.7はAMPSの概略である。AMPSはアモルファス磁性膜 AF(Amorphous magnetic Film)にバインダを添付して、プラスチック基板 Sに固着させた厚膜で、サ

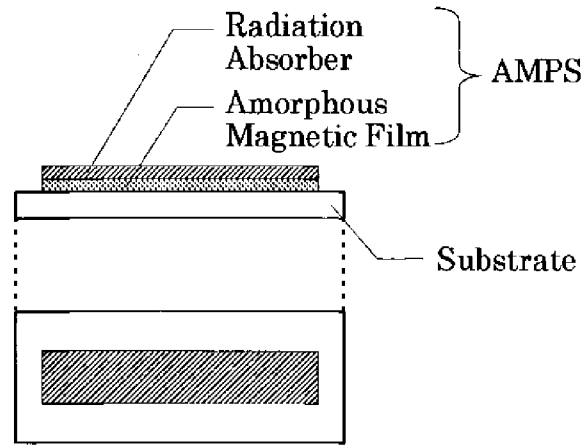


Fig. 7 Layout of amorphous magnetic photo sensor AMPS

イズは $4\text{mm} \times 15\text{mm}$ の長方形である。磁性膜は厚さが $20\ \mu\text{m}$ のフレーク状となっており、バインダとしてエポキシ樹脂を用いた。磁性膜の表面に放射吸収物質 RA を塗布すると AMPS が作製される。AFの組成は主成分が Fe-P-Cr 系アモルファスである。従来、熱型電気式検出器の受光面に塗布または付着させて吸収率を高くするために、金、亜鉛、白金などの金属黒やカーボンブラックなどの放射吸収物質がある。これらはいずれも高い吸収率と熱伝導率を有している。ここでは、白金黒とカーボンブラックを用いた。

光を照射して変化する AMPS の磁気特性を検出するために、Fig. 8 に示すホール素子法を考案した。装置は、基板 S、ホール素子 H、U 字形磁心 M、巻線 N、ケース C により構成される。M を巻線 N を介して一定交流電圧で励磁すると、M の磁極から磁束 Φ が発生し、M-H-S-PS-S-M なる磁気回路を形成するため、H よりホール素子の出力電圧 V_H が発生する。光 L が AMPS に照射されると AMPS がそのエネルギーを吸収して素子温度を上昇させるのでレラクタンスが増大する。磁気回路中では磁束が一定であるため、AMPS のレラクタンスの

増加により磁束 Φ が減少し、その結果 V_H も減少する。この変化を次段の信号処理回路 SP に導く。光信号読み出しには、磁気ヘッドによる方法も考えられるが、この方法は磁気ヘッドを AMPS の上部に設置するため、光の入射が妨げられる恐れがある。ホール素子法は入射角度に関係なく光を照射できること、読み出し部を AMPS の下部ばかりではなく左右に設置することができる。

5 結言

このようにスパッタ法を用い、熱処理を加えることにより温度依存性を持つ磁性薄膜が得られた。しかし TMF を光センサへ応用する場合、温度依存性や透磁率の面で問題が残るが作製時のパラメータ、特に熱処理行程にて改善が可能であるものと考えられる。

以上、感温磁性薄膜の作製と感温磁性膜を用いた光センサの構成について検討を行った。

文献

- 1) 長田 洋, 安穴 善史, 菊池 孝, 田山 典男, 関 享士郎, 菊地 新喜: 感温磁性薄膜センサの作製と基礎特性, 日本応用磁気学会誌, Vol.20, No.2, 565/568 (1996)
- 2) Hiroshi Osada, Kyoshiro Seki, Hidetoshi Matsuki, Shinki Kikuchi, Koichi Murakami: Temperature-Sensitive Magnetic Thin-Film for Micro Sensor, IEEE Trans. Magn., Vol.31, No.6, 3164/3166, November 1995
- 3) 長田 洋, 安穴 善史, 関 享士郎, 松木 英敏, 菊地 新喜: アモルファス磁性体受光素子の構成と基礎特性, 計測自動制御学会論文集, Vol.32, No.2, 151/155 (1996)

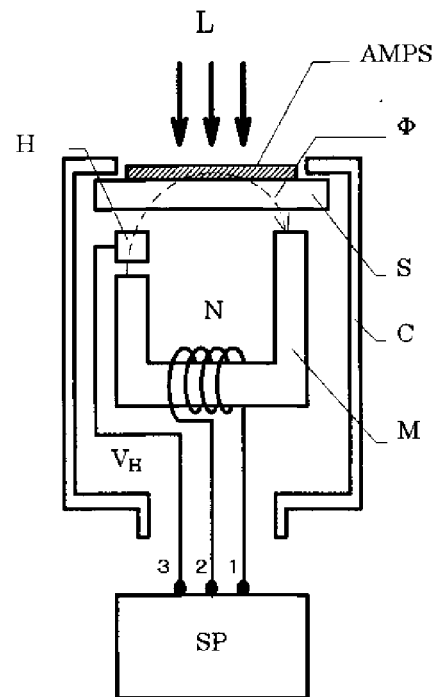


Fig. 8 Schematic of light-magnetic conversion on AMPS