

平成 21 年 6 月 7 日現在

研究種目：若手研究（B）  
 研究期間：2007 ～ 2008  
 課題番号：19760214  
 研究課題名（和文） アセチレン混和ガススパッタ法による GHz 帯域高透磁率 FeCo ナノ結晶薄膜の開発  
 研究課題名（英文） The development of high permeability FeCo nanocrystalline films for GHz applications by means of acetylene mixed gas reactive sputtering  
 研究代表者  
 劉 小晰（LIU XIAOXI）  
 信州大学・工学部・准教授  
 研究者番号：10372509

研究成果の概要：無線 LAN や Bluetooth に代表される高速、大容量通信機器の集積化、小型化および省エネルギー化のため、現在の空芯インダクタに替わって、薄膜磁芯インダクタの実用化が急務である。しかし、通常の磁性薄膜は GHz 帯域では共鳴損失が大幅に増加するため、その適用は困難である。この問題を克服のために、FeCo/NiFe 積層薄膜、FeCo/反磁性体積層薄膜、FeCo/酸化物グラニューラ薄膜など薄膜構造の提案がある。一方、本課題では、これまでに例のない、アセチレンガス導入による反応性スパッタ法を用いて形成する FeCo 磁性薄膜を、薄膜インダクタ用磁芯材料として提案する。高飽和磁化を示す FeCo 合金薄膜は、異方性磁界  $H_k$  を大きくすることによって、共鳴周波 GHz までの広帯域化が可能となる。本研究の目標は、共鳴周波数は 3GHz 以上、比透磁率実部は 1000 以上、4πMs は 20 kG 以上の高性能薄膜磁芯の開発である。

## 交付額

(金額単位：円)

|         | 直接経費      | 間接経費    | 合計        |
|---------|-----------|---------|-----------|
| 2007 年度 | 1,900,000 | 0       | 1,900,000 |
| 2008 年度 | 1,400,000 | 420,000 | 1,820,000 |
| 年度      |           |         |           |
| 年度      |           |         |           |
| 年度      |           |         |           |
| 総計      | 3,300,000 | 420,000 | 3,720,000 |

## 研究分野：工学

科研費の分科・細目：電気電子工学、電子・電気材料工学

キーワード：軟磁性薄膜，高周波デバイス，ナノ結晶薄膜

## 1. 研究開始当初の背景

無線 LAN や Bluetooth に代表される高速・大容量情報通信機器の集積化、小型化および省エネルギー化のためは現在の空芯インダクタに替わって薄膜磁芯インダクタの実用化が急務である。熱平衡合金において最も高い飽和磁束密度を持つ FeCo 合金薄膜は、異方性磁界が大きく共鳴周波数が高

いため、高周波用薄膜磁芯インダクタ材料として期待されている。体心立方結晶構造 (bcc) をもつ FeCo 合金は、最も飽和磁化の高い材料であることは良く知られているが、磁歪が大きいことから、優れた軟磁性の発現が難しいとされてきた。この問題を解決するために、FeCo/NiFe 積層薄膜、FeCo/金属下地層薄膜、FeCo・酸化物グラニューラ薄膜など各種薄膜構造の提案がある。こう

した提案の基本的な共通点は、FeCo 薄膜のナノ結晶(Nanocrystalline)化である。原理的には、結晶粒の微細化(ナノ結晶化)は実効的な結晶磁気異方性を低下させるといわれており、FeCo のように大きな結晶異方性及び磁歪を持った材料においても優れた軟磁気特性を発現させることが可能となる。本研究では、高飽和磁化 FeCo 薄膜形成において、これまでに類例の無いアセチレンガス導入による反応性スパッタ法を提案した。これによって軟磁気特性に優れたナノ結晶化 FeCo 薄膜を形成できることを明らかにした。そして、この材料を用いて GHz 帯域薄膜インダクタ用磁芯材料を目的とした研究を行った。

## 2. 研究の目的

高飽和磁化  $M_s$  を有する FeCo 合金薄膜は、異方性磁界  $H_k$  を大きくすることによって、自然共鳴周波数  $f_r$  を数 GHz まで高めることができ、広帯域化が可能となる。本研究での具体的な目標特性は、共鳴周波数が 3GHz 以上、比透磁率実部は 1000 以上、 $4\pi M_s$  は 22 kG 以上である。そして、この薄膜材料を用いて高性能薄膜磁芯材料を開発することが主目的である。研究期間中に、アセチレンガス導入により反応性スパッタ法を用いて薄膜平均結晶粒径を数ナノまで激減でき、飽和磁化  $4\pi M_s = 23.5$  kG, 比透磁率実部 1500, 保磁力 1.1 Oe, 共鳴周波数は 2.9 GHz の薄膜を実現した。本研究では、透過電子顕微鏡、X線回折装置などを用いて、薄膜の微細構造と軟磁性特性の関係を明らかにしたうえで、軟磁性発現メカニズムの解明を行なうことが本研究の目的となる。

## 3. 研究の方法

本研究の研究方法を図 1 のフローチャートに示した。研究期間内に、

(1) ナノ結晶薄膜の作成条件を明らかにした。すなわち、薄膜の磁気特性、磁歪、内部応力、結晶性質及び電気的な性質を明らかにしたとともに、電界放射型透過電子顕微鏡や X 線吸収端微細構造解析法を用いて、ナノ結晶薄膜の微細構造を定量的に解析した。効果的に研究を進めるため、アセチレンガス導入ガスを精密な制御できるマスフローコントローラを購入し、現有のスパッタ装置に取り付けた。

(2) ナノ結晶の軟磁性発現メカニズム解明のためのマイクロマグネティクスシミュレーションを行った。微細構造の解析データとシミュレーション結果を融合し、粒界の役割に注目し、ナノ結晶薄膜の形成のモデル化を行い、軟磁性材料の設計指針を確立した。

(3) フォトリソグラフィーを用いて、薄膜インダクタを作成し、その高周波特性を測定評価した。

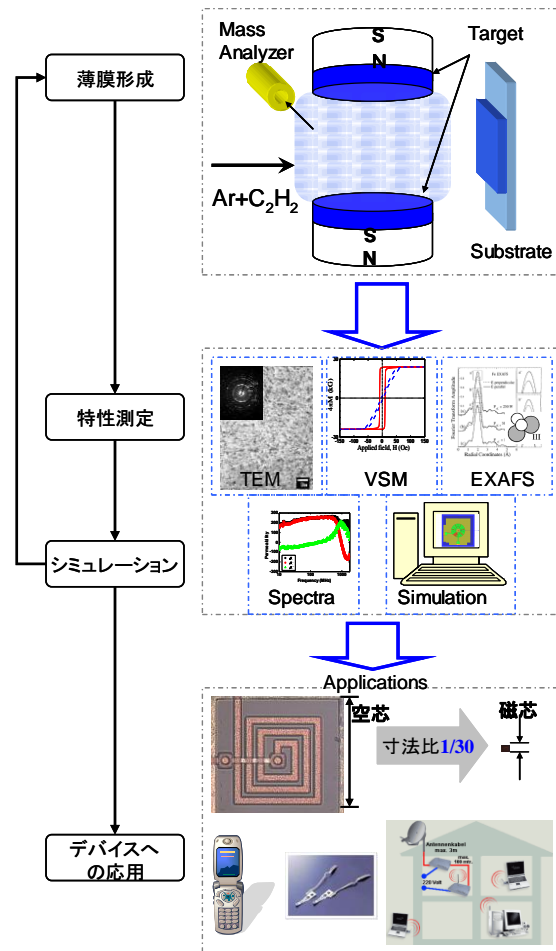


図 1. 本研究の研究方法のフローチャート。

## 4. 研究成果

本研究で得られた主な成果は 1% のアセチレンガスの導入で、薄膜の性能を大幅に改善することが可能である。すなわち、この方法は、薄膜の飽和磁化を低減せずに、保磁力の低減、共鳴周波数及び透磁率の増加及び比抵抗の増加をもたらす。

図 2 に本研究形成した薄膜飽和磁化 (a)、保磁力 (b) のアセチレンガス分圧 (アセチレンガスとアルゴンガスの割合) の依存性を示す。わずか 1.0% のアセチレンガスの導入によって、薄膜の保磁力は 80 Oe から 0.5 Oe まで低減を出来た。図 2 (a) に示すように、1.0% のアセチレンガスの導入は薄膜の飽和磁化は 23.5 KG のような高い値を保つことができた。

いままでは低保磁力軟磁性薄膜を形成ため、非強磁性層、酸化物など導入方法がある。一方、このような方法は薄膜の飽和磁化を低減さ

せる。この観点から、本研究開発したアセチレン混和ガススパッタ法は飽和磁化を低減せず、保磁力の低減を成功したのは、重要な意義がある。

図3はアセチレン導入していない(0%) (a), アセチレンガス分圧 1.0%(b), およびアセチレンガス分圧 2.0%(c)の薄膜の透過電子顕微鏡 (TEM) 断面写真を示す。アセチレンガスを導入していない試料は、粒径およそ 100 nm の柱状粒子があること明らかにした。アセチレンガス分圧を 1.0%になると、薄膜の粒径は激減し、約数ナノ~10 ナノ程度であることが明らかにした。アセチレンガス分圧を 2.0%になると、非結晶質の薄膜を得られた。磁気異方性高い FeCo 合金は低保磁力軟磁性化が難しい。尚、結晶配向ランダムな粒子サイズを交換結合長(Exchange length)以下 (FeCo 合金の交換結合長は約 26 nm である) になると、有効的な磁気異方性が粒子サイズの低減による激減ため、保磁力の低減もできる。本研究はこのような理論を実証した。

図4はアセチレンガス分圧1.0%で形成した薄膜のヒステリシス曲線及び3 GHzまでの透磁率の周波数特性を示す。本研究より飽

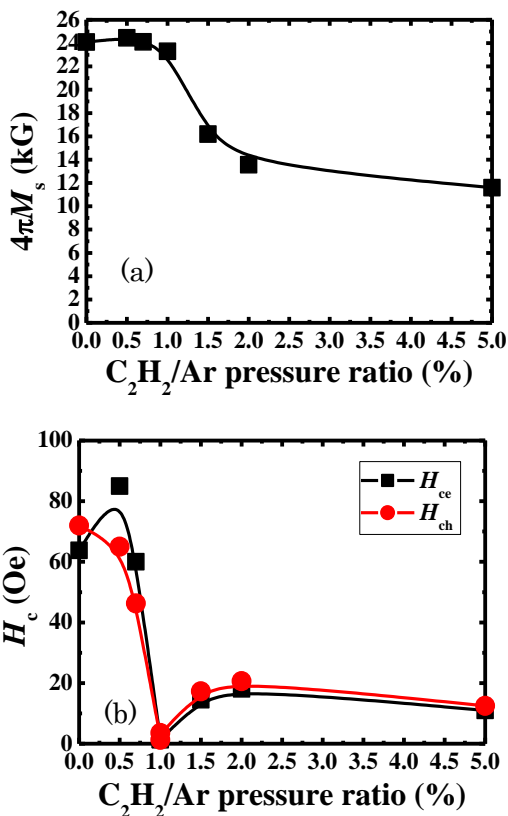


図2. アセチレン混和ガススパッタ法で形成した薄膜の飽和磁化(a), 保磁力(b)のガス分圧依存性。

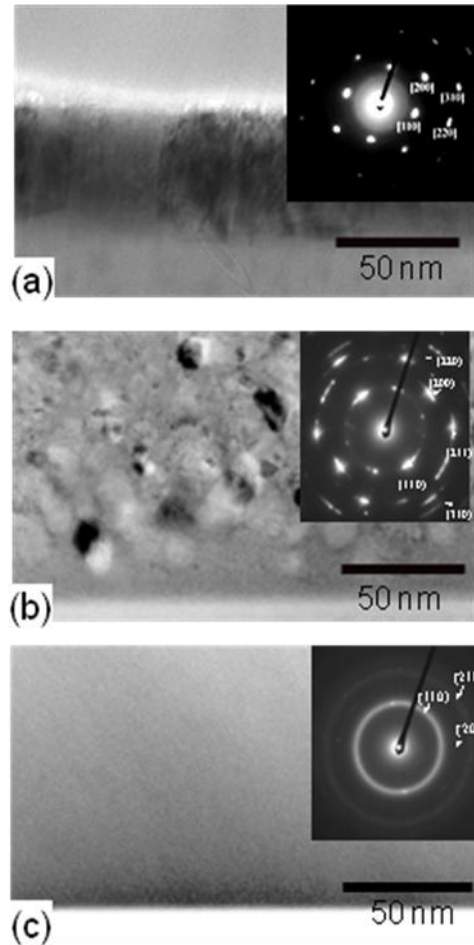


図3. アセチレン導入していない (0%) (a), アセチレンガス分圧 1.0%(b), およびアセチレンガス分圧 2.0%(c)の薄膜の透過電子顕微鏡 (TEM) 断面写真。

和磁化  $4\pi M_s = 23.5$  kG, 保磁力 1.1 Oe, 比透磁率実部 1500, 共鳴周波数は 2.9 GHz の薄膜を実現している。高飽和磁化  $M_s$  を有する FeCo 合金薄膜は、異方性磁界  $H_k$  を大きくすることによって、自然共鳴周波数  $f_r$

$$f_r = \gamma \times \sqrt{M_s \times H_k} \quad (1)$$

を約 3 GHz まで高めることができ、広帯域化を実現した。

アセチレンガス導入スパッタ法により、優れた軟磁性特性を有する FeCo 薄膜の形成に成功しているが、そのメカニズムを解明するため、XPS (X線光電子分光) 装置を用いて、薄膜試料の化学組成を調べた。図5. に示すように、アセチレンガスは導入しないと、試料の中に、約 1 at% の酸素の不純物の存在は明らかにした。尚、アセチレンガスを導入した試料には、酸素不純物を見つかっていない。本研究を行うスパッタリング装置の到達圧力は  $10^{-7}$  Torr

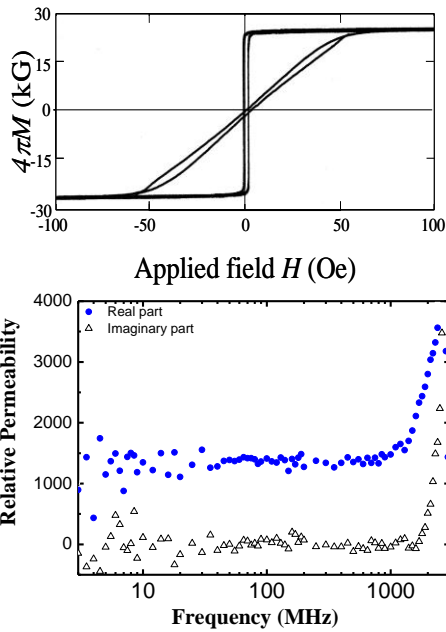


図4. 本研究得られた薄膜試料の磁化曲線及び透磁率の周波数特性。

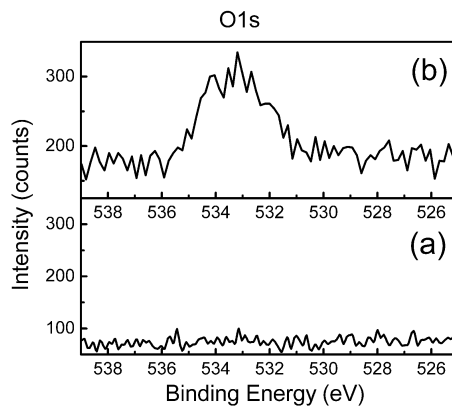


図5. X線光電子分光を用いて、薄膜元素を調べた結果、アセチレン導入しない試料は酸素を含まれている (b) ことを明らかにした。尚、アセチレン導入した試料 (a) は酸素を確認せず。

である、これは、工業装置の一般的な数値である。この条件の FeCo 薄膜の中の酸素不純物の影響は本研究により明らかにした。これは、工業の応用には重要性がある。

今後、FeCo 薄膜の一軸異方性の起源を明らかにしたうえ、異方性磁界をさらに大きくすることによって、自然共鳴周波数をさらに高めることは可能になる。

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕 (計 2 件)

- ① Xiaoxi Liu, Akimitsu Morisako, "Magnetic Properties of FeCo Films Prepared by Co-Sputtering and Hydrogenous Gas Reactive Sputtering," IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, Vol. 44, Issue 11, Pages: 3910-3912 Part 2, Nov. 2008. (査読有)
- ② Xiaoxi Liu, Akimitsu Morisako, "Soft magnetic properties of FeCo films with high saturation magnetization," JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, Vol. 103, Issue 7, Article Number 07E726, Apr. 1 2008. (査読有)

〔学会発表〕 (計 2 件)

- ① Xiaoxi Liu, Akimitsu Morisako, "Magnetic Properties of FeCo Films Prepared by Co-Sputtering and Hydrogenous Gas Reactive Sputtering," IEEE International Conference on Magnetism, Municipal Conference Center, Madrid, Spain, (2008年5月5日)
- ② Xiaoxi Liu, Akimitsu Morisako, "Soft magnetic properties of FeCo films with high saturation magnetization," 52<sup>nd</sup> Annual Conference on Magnetism and Magnetic Materials, Tampa, Florida, USA, (2007年11月5日)

## 6. 研究組織

(1) 研究代表者

劉 小晰 (LIU XIAOXI)  
信州大学・工学部・准教授  
研究者番号：10372509