

|      |             |
|------|-------------|
| 報告番号 | 甲 第 12309 号 |
|------|-------------|

## 主 論 文 の 要 旨

論文題目    磁歪材料のコンビナトリアル探索の研究  
(Study of Combinatorial Search for  
Magnetostrictive Materials)

氏 名    前谷 卓哉

## 論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、「磁歪材料のコンビナトリアル探索の研究」と題し、以下の8章から構成されている。

第1章「緒論」では、本研究の背景と目的を述べている。大出力、高速応答、非接触駆動が可能であるといった特徴を有する磁歪材料は、多くのアクチュエータやセンサに応用されている。センサへの応用を考えた際に、センサの特性を向上させるためには、高磁歪、高比透磁率の磁歪材料が必要とされている。また、交流磁場を用いた測定が行われることが多く、渦電流損を低減するために高抵抗率であることも求められている。従来から行われている、個別のサンプルを製作し評価を行う材料探索では、目的とした物性を有する材料を見出すまでに膨大な時間とコストが必要である。

そこで本論文では、多数のサンプルを一括製作、評価することで高効率に新規材料の探索が可能なコンビナトリアル手法を磁歪材料探索に適用し、センサ用新規磁歪材料の探索をFe-Ni-Cr三元系にて行う。まずは、多数のサンプルを一括して製作するための新規コンビナトリアル成膜技術により製作されたサンプル群に対して、従来から磁歪、比透磁率、抵抗率の測定に用いられている手法を利用して新規磁歪材料の探索を行う。

さらに、微小な信号を測定可能なLSIと、MEMS構造体を組み合わせた集積化MEMSをサンプルの物性評価に応用し、コンビナトリアル手法に適用することを目指す。本論文では、集積化MEMSとする前段階として、同一サンプルを用いて磁歪、比透磁率が測定可能なMEMSデバイスを提案し、評価方法について検討する。

第2章「新対向ターゲット式スパッタを用いたコンビナトリアル成膜」では、コンビナトリアル手法における、多数のサンプル群を一括して製作するためのコンビナトリアル成膜

技術について、新しい成膜方法の提案、および組成調整方法について述べている。ターゲットへの出力電力などの各パラメータが、成膜される組成傾斜薄膜の組成や、組成傾斜の大きさに与える影響を調査した。その結果、各ターゲットへの出力電力と成膜される薄膜の組成には比例関係があり、ターゲット—基板間距離が組成傾斜の大きさを決定することを明らかとしている。また、各パラメータを変更しても、ターゲット表面からスパッタされる粒子のスパッタ量の分布は変化しないため、成膜量のピークが基板の端に来るようにターゲット—ターゲット距離、基板位置を調整することで最大の組成傾斜を得られ、成膜量のピークが重なるようにすることで最小の組成傾斜が得られることを述べている。三元系以上の場合には、基板と垂直に位置するターゲットにのみ組成傾斜を持たせることが可能である。以上の結果から、任意の組成、組成傾斜の大きさを有する薄膜ライブラリを製作する、新規コンビナトリアル成膜手法を実現している。

第3章「コンビナトリアル手法を用いたセンサ用磁歪材料の抵抗率・比透磁率評価」では、第2章で実現したコンビナトリアル成膜手法により製作された組成傾斜薄膜ライブラリに対して、従来から抵抗率、比透磁率の評価に用いられている四探針法、試料振動型磁力計による評価を行っている。評価用サンプルは、76 mm×52 mmのガラス基板上に組成傾斜薄膜ライブラリを製作し、成膜後に10 mm×10 mmに切り分けることで製作した。それぞれのサンプルにおいて、抵抗率、比透磁率を評価した結果、Crの組成が7~14 at.%の組成領域において、センサ用磁歪材料として求められる抵抗率と比透磁率の目標値を満たしていることを明らかとしている。

第4章「従来手法を用いたセンサ用磁歪材料の磁歪特性評価」では、バルク形状の磁歪材料の磁歪特性評価で用いられている静電容量変化による磁歪評価、光てこ法を利用した磁歪評価により、Fe-Ni-Cr系の磁歪特性の評価を行っている。評価を行うサンプルは、非磁性材料と磁歪材料が積層されたバイレイヤカンチレバー構造とし、磁場印加により磁歪材料にひずみが発生した際のカンチレバーのたわみを測定することで評価している。磁歪の評価では、磁歪量が既知であるFe-Ni系の測定結果と比較することとしている。評価の結果、Crの組成が3at.%~9.5 at.%, Feの組成が26 at.%~36.5 at.%の範囲において、センサ用磁歪材料として求められる磁歪量を満たしていることが明らかとなり、第3章の結果と合わせて、センサ用磁歪材料として求められる、抵抗率、比透磁率、磁歪量のすべての目標値を満たす組成領域の特定に成功している。

第5章「MEMSデバイスを用いた磁気特性評価」では、MEMS技術により製作された微小構造体を用いて、同一のサンプルを用いた磁歪量と比透磁率の測定が可能な、ハイスループット評価法を提案している。本論文で提案するMEMSデバイスは、第4章で磁歪評価を行ったサンプルと同様に、非磁性材料と磁歪材料が積層されたバイレイヤカンチレバー構造体である。製作するのは、30 mm×30 mmの基板上に9個のカンチレバーサンプルが集積化されたデバイスとなっており、第4章までで行ってきた探索方法と比較すると、18倍程度の効率化がなされている。本デバイスをさらに大きなウエハ上に集積化することで100倍

以上の効率で新規磁歪材料の探索を行うことが可能となる。

磁歪量の測定は、デバイスに磁場を印加した際のカンチレバーのたわみを静電容量変化として測定する。比透磁率は、静磁場中でカンチレバーを振動させた際にカンチレバー近傍に設置したピックアップコイルに発生する誘導起電力を測定することで磁化曲線を取得し、評価する。デバイスを製作する際には、評価を行うカンチレバーサンプルが製作されたサンプル基板と、ピックアップコイルなどの評価機構を有した評価基板を別々に製作して、接合するプロセスを採用している。別々に製作することで、将来的に LSI 上に MEMS 構造体を搭載する際に、高温プロセスを採用することが困難な LSI の検討とは別に、評価する磁歪材料に合わせた熱処理プロセスを採用することが可能となる。

第 6 章「MEMS デバイスの設計と製作」では、バイレイヤカンチレバーの支持層材料として薄膜金属ガラスと Si を用いた方法でデバイスの形状設計とプロセス設計を行い、実際にデバイスの製作を行っている。薄膜金属ガラスは、ガラス転移温度まで加熱した際の粘性流動、構造緩和を利用して、磁歪材料を焼なましした際に発生する応力の緩和を目的として使用している。しかし、磁歪材料を焼なましした際に発生する応力を完全に緩和することが困難であり、カンチレバーには大きなたわみが発生してしまった。

そこで、薄膜金属ガラスよりも厚膜とすることが可能な Si をカンチレバーの支持層材料として用いたデバイス設計、製作を行っている。支持層材料として使用する Si は SOI ウエハのデバイス層を利用している。SOI ウエハを用いることで、支持層の厚さ制御が容易となり、製作プロセスの検討も容易となる。SOI ウエハを用いて製作したデバイスでは、磁歪材料を焼なましした際に発生するたわみを、磁歪、比透磁率の測定が可能な程度に抑制することに成功している。

第 7 章「磁気特性のハイスループット評価」では、第 6 章で製作した、SOI ウエハを用いて製作した MEMS デバイスを使用して、磁歪材料の比透磁率、磁歪量の測定を行っている。磁歪材料の比透磁率の測定の際には、カンチレバーを共振周波数で加振するため、製作したデバイスの振動特性を評価している。カンチレバーと評価基板上に製作した電極間に交流電圧を印加することで、共振状態を確認し、製作した MEMS デバイスを用いた比透磁率測定を実施した。比透磁率の測定では、静磁場中でカンチレバーを振動させた際に磁歪材料の磁化に比例して発生するピックアップコイルの誘導起電力を、ロックインアンプで測定し、磁化曲線を取得している。MEMS デバイスを用いた比透磁率の測定結果と、従来から比透磁率の評価に用いられている試料振動型磁力計の測定結果を比較することで、本デバイスを用いた比透磁率測定の有用性を確認している。磁歪測定では、評価する磁歪材料が成膜されたカンチレバーと評価基板上に製作した電極で構成されるキャパシタの静電容量変化を測定することで評価を行っている。静電容量の測定は別の基板上に製作された参照用のカンチレバーとの差動をとることで行った。MEMS デバイスを用いた磁歪測定の結果についても、従来から磁歪測定に用いられている光てこ法を用いた磁歪測定結果と比較し、本デバイスを用いた磁歪測定の有用性を確認している。

第 8 章「結論」では、各章で得られた結果をまとめ、今後の課題を述べている.