

スパッタリングターゲット材の開発

柳谷 彰彦*

1. 緒言

当社粉末事業部は、平成元年に粉末製品の製造・販売を開始して以来、様々な新商品開発に取り組んできました。そして近年、製品の高機能化・高性能化に伴い、材料に対する高性能化の要求もますます高くなってきました。金属粉末の分野についても、従来なかった新しい用途に適用できる高性能な粉末製品の開発が強く要求されており、当社もそれらの要求に応え得る商品の新規開発に注力しています。本稿では、最近あらたに開発し、非常に評価が高く、需要も急激に伸びつつあるスパッタリングターゲット材について紹介します。

2. スパッタリングターゲット材

情報化時代のストレージ技術を支える製品にハードディスクドライブ（以下HDDと表記）があります。最近では、HDD&DVDレコーダー、音楽用携帯端末、ハードディスクナビのほか、監視カメラなどのセキュリティ用の記録装置として、HDDの普及は目覚しく、出荷台数にして2005年度は3億5,400万台から2006年度は4億3,700万台で前年度比23.5%の増加という市場の伸びが見込まれています¹⁾。HDDの記録部分（ハードディスク：HD）は図1に示すように1 μ m以下の薄膜が何層にも重なった多層膜構造になっており、この薄膜はスパッタ法により作製されます。図2にスパッタ装置の概略図を示します。スパッタ法はAr等の不活性な物質をスパッタリングターゲット材と呼ばれる薄膜と同じ組成の成形体に衝突させることにより、ターゲット表面の原子を物理的に叩き出し、基板上に薄膜を形成させる工法です。ターゲット材の外観を図3に示します。

HDは今後垂直磁気記録技術の普及に伴い、小型化・高記録密度化も加速すると言われていています。このような高性能HD製造に使用されるスパッタリングターゲット材にも、さらなる高性能化が求められてきており、粉末工法によるターゲット材がその特徴を発揮しています。

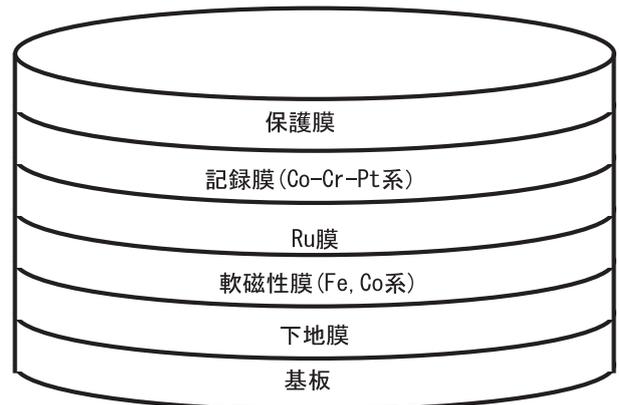


図1 HDDの構造

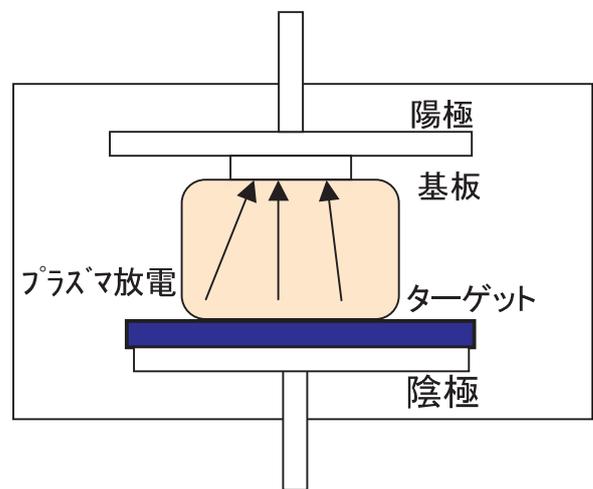


図2 スパッタ装置概略図

*粉末事業部開発営業部長、工博



図3 ターゲット材完成品

3. 粉末製造技術

当社は、30kg/バッチの小型炉および2トン/バッチの大型量産炉を用いたガスアトマイズ法により種々の粉末を製造しています。原料を不活性ガス雰囲気中または真空中で溶解し、アルゴンガスまたは窒素ガスの不活性ガスでアトマイズを行います。このとき熔融状態から直接、急速凝固されるため、凝固組織が非常に微細で、組成的にも均一性の高い、平均粒径が数十 μm の球状粉末が作製できます。作製した粉末を下記の成形方法により、高密度に成形します。大型量産設備のガスアトマイザーの概略を図4に示します。

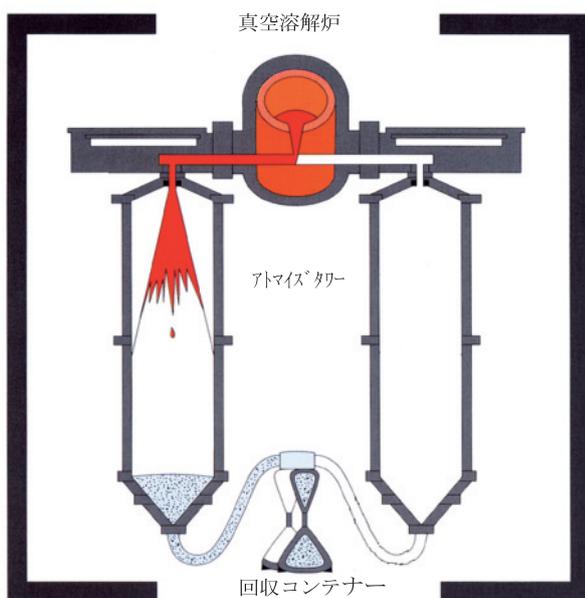


図4 ガスアトマイザー概略図

4. 粉末成形技術

金属粉末の固化成形法には、古くから行われている焼結法やホットプレス法のほかに、高密度化を狙った熱間等方圧プレス（HIP）法、熱間押出法などがあります。当社は用途に応じて、最適な粉末および固化成形法を採用しています。なかでも非常に特徴あるのが熱間押出プレス機を使用したアップセット法^{2),3)}という独自の方法です。これは粉末を金属製の容器に充填し、真空封入した後、所定の温度に加熱後、押しプレス機の出口を閉じた状態で高圧に加圧し、短時間で粉末を固化成形する方法です。本方法の概略を図5に示します。本方法は汎用の熱間等方圧プレス（HIP）法の2倍以上の高圧を数秒という短時間で負荷できるため、結晶粒を粗大化させることなく、微細・均一な組織のままで高密度化を実現できる方法です。例として純Cr粉末を当社独自のアップセット法と汎用のHIP法で固化成形した場合のマイクロ組織を図6に示します。

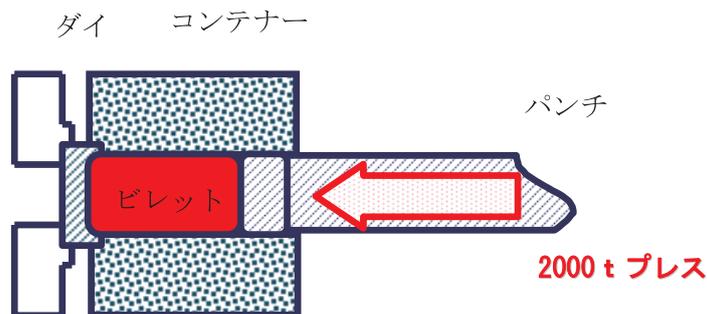


図5 ターゲット材の製造方法（アップセット法）

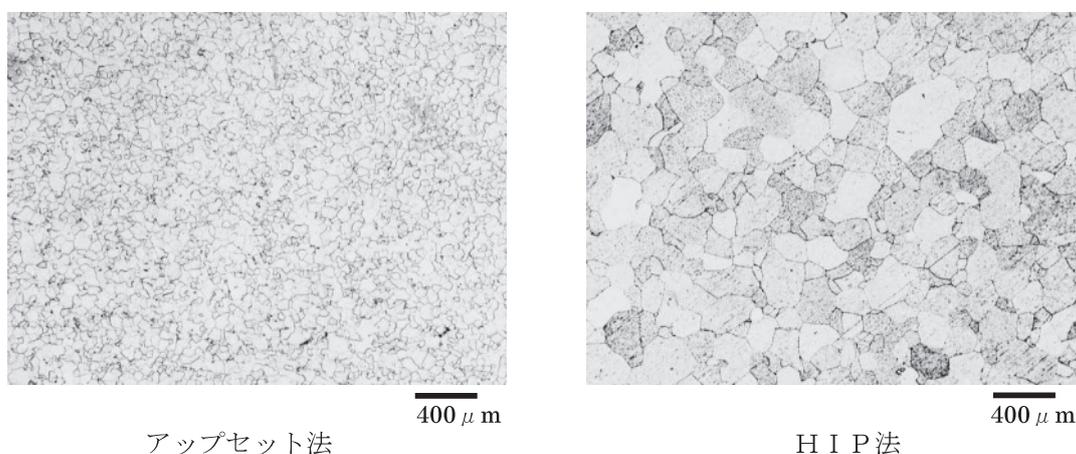


図6 純Cr成形体のミクロ組織

5. 高性能ターゲット材

前記で紹介した当社の合金粉末作製－固化成形工程を活用した技術例として、本稿では①垂直磁気記録用磁性ターゲット材、②垂直磁気記録用下地膜ターゲット材、③その他ターゲット材の応用例、について紹介します。

5・1 垂直磁気記録用磁性ターゲット材

HDはここ1、2年で垂直磁気記録方式に置き換わるとされ、これには裏打ち層といわれる軟磁性膜が使用され、高品質の軟磁性ターゲット材が要求されています。具体的には、薄膜の特性としては、高い軟磁性が要求されますが、マグネトロンスパッタで成膜されるため、ターゲット材としては磁性を低く抑える必要があります。この相反した要求特性を当社では粉末工法により解決しました。

簡単のためにFe-Ni合金を例にとって紹介します。Fe-Ni系合金の飽和磁束密度Bsを図7⁴⁾に示します。Fe70%Ni (mass%)合金の鑄造法のターゲット材の場合、Bsは○印になります。当社ではできるだけ低いBsを実現

させるために、純Ni (▲1) とFe30%Ni (▲2) の混合粉末を固化成形すれば、図中点線の特性を示すものと考え、二種の粉末を混合してFe70%Niのターゲット材を作製しました。作製されたターゲット材のBsは◎印を示し、約30%低減させることができました。このように余分な元素を添加することなく、微細組織のまま狙いの組成を変えずに、磁気特性をコントロールする本手法はHDD裏打ち層用ターゲット材として高い評価を得、裏打ち層のほかに磁気ヘッド用ターゲット材として活用されています。

5・2 垂直磁気記録用下地膜ターゲット材

垂直記録HDに使用されるターゲット材には、前記で紹介した軟磁性膜用以外に下地膜用のターゲット材もあります。これは記録膜の特性を向上させるための補助的な役割をする薄膜層であり、一般的にはNiもしくはCrをベースとしてMo,Nb,Zr,Ta,W,Ti等の高融点材料を添加したものが使用されています。これに用いるターゲット材は、軟磁性ターゲットと同様に高密度・低磁気特性であることが求められます。

通常、これらのターゲット材の殆どは純Ni粉末と他の高融点元素粉末とを混合したのち、HIP等により固化成形されています。しかしながら、この製法では、未反応の残存純Niの影響によりターゲットが磁性を有しスパッタ時の成膜性に問題が生じる場合があります。

ここで当社ではアトマイズ装置により合金粉末を作製できる点に着目し、純Niが残存しないターゲット材の開発を検討しました。図8にNi-M系ターゲット材のマイクロ組織について、当社のガスアトマイズ-アップセット材と従来工程である純粉末混合-HIP材を比較した結果を示します。従来工程では未反応の純Niおよび第2元素部が残存し、そ

れに起因する磁性が発現していました。一方、当社の工法で作製したターゲット材の組織は、純Ni部および第二元素部のない均一なNi固溶体となり、磁性を殆ど発現しないターゲット材を得ることができ、高い成膜性を有するターゲット材として現在ユーザーから高く評価されています。

この他にも、使用する粉末の粒度、合金組成など、最適な粉末を出発原料に選ぶことにより、組織制御を行い、高密度の下地膜用ターゲット材を製造しています。表1に垂直磁気記録用軟磁性ターゲット材をはじめ、最近のターゲット材を示します。

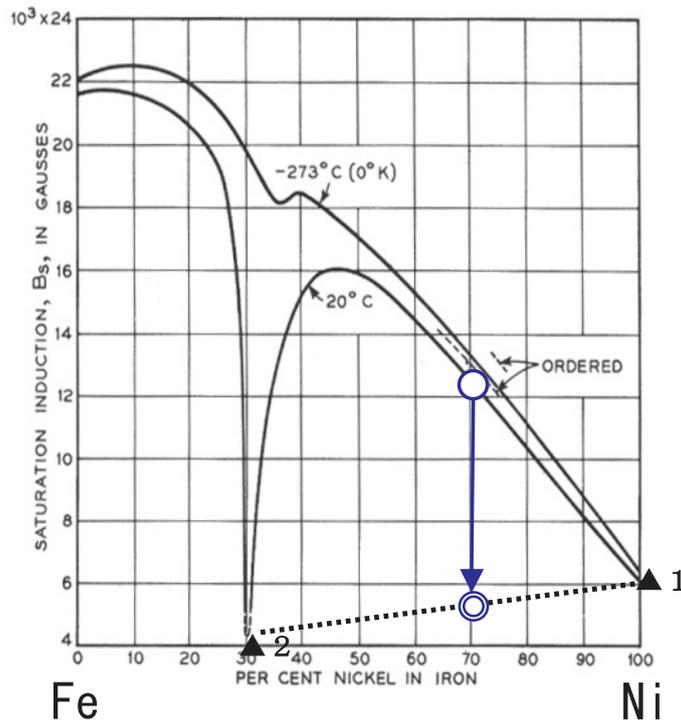
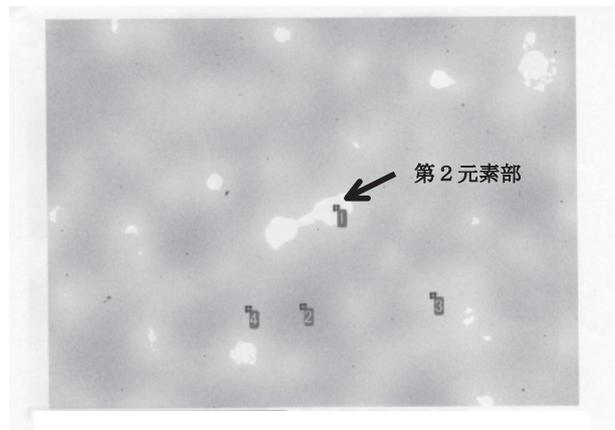


図7 Fe Ni 系合金の飽和磁束密度⁴⁾



ガスアトマイズ-アップセット法



従来法 (純粉末混合-HIP)

図8 Ni-M系ターゲット材の元素分布

表1 各種ターゲット材

下地膜	軟磁性膜	記録膜	磁気ヘッド*	その他
CoCrZr	CoZrNb	CoCrTa	FeSiAl	Cr
NiCrZr	CoFeZrNb	CoCrPt	FeNi	CrSi
NiCrTa	CoZrTa	CoCrPt-SiO ₂	FeCo	Cr-SiO ₂
NiP	CoFeZrTa			FeTa
CoRu	FeCoB			CuMo
NiAl	FeCoBCr			AlTi
NiTa				
CrTi				
CoW				
CrMn				

5・3 その他ターゲット材の応用例

ターゲット材はHDDのほかに摺動部表面処理のイオンプレート用としても使用されます。本方法では短時間で高密度化するため、結晶粒が粗大化することなく、作製したターゲット材の組織はHIP法と比較して非常に微細な組織を示し、その結果、純Crターゲット材の場合、本方法で作製したターゲット材の抗折強度は630MPaとなり、HIP法のターゲット材の抗折強度510MPaよりも20%以上高い値を示し、成膜時の熱衝撃に強いターゲット材が得られました。

6. まとめ

本方法のターゲット材は、粉末同士の結合力が強いいため、パーティクル（スパッタ時に異常放電し、粒状の塊となって基板に飛散する現象）の発生が少なく、安定したスパッタリングに有利です。さらに脆性材料や難加工性材料のターゲット材、磁気記録用CoCrPt系ターゲット材、次世代の垂直磁気記録用のCoCrPt+酸化物系ターゲット材をはじめとして、高融点、酸化物含有等の難成形材の高密度化、高純度化、微細均一化および磁性ターゲット材における低透磁率化への対応などが可能であり、HDD用以外にも前述の摺動部表面処理用のCr系など種々のターゲット材への応用を広げつつあります。

引用文献

- 1) '07HDDに関する市場調査, (株)日本エコノミックセンター編, (2006), 1.
- 2) 柳谷彰彦, 村上雅英, 柳本 勝, 田中義和: 日本金属学会会報, 30(1991), 551.
- 3) 柳谷彰彦, 黒田直人: 山陽特殊製鋼技報, 6(1999), 68.
- 4) R. M. BOZORTH: Ferromagnetism, D. van NOSTRAND, N.Y., (1951), 190.