

明 細 書

発明の名称：

スパッタリングターゲット材およびその製造方法、ならびにそれらを用いて製造された薄膜

関連出願の相互参照

[0001] この出願は、2009年2月25日に出願された日本国特許出願第2009-41817号に基づく優先権を主張するものであり、この全体の開示内容が参照することにより本書に含まれる。

技術分野

[0002] 本発明は、垂直磁気記録媒体におけるNi-W-Cr合金中間層膜製造用スパッタリングターゲット材およびその製造方法、ならびにそれらを用いて製造された薄膜に関するものである。

背景技術

[0003] 近年、磁気記録技術の進歩は著しく、ドライブの大容量化のために、磁気記録媒体の高記録密度化が進められている。しかしながら、旧来広く世の中で使用されてきた面内磁気記録方式の磁気記録媒体では、高記録密度化を実現しようとする、記録ビットが微細化し、記録ビットで記録できないほどの高保磁力が要求される。そこで、これらの問題を解決し、記録密度を向上させる手段として垂直磁気記録方式が検討されてきた。

[0004] 垂直磁気記録方式とは、垂直磁気記録媒体の磁性膜中の媒体面に対して磁化容易軸が垂直方向に配向するように形成したものであり、高記録密度に適した方法である。そして、垂直磁気記録方式においては、記録感度を高めた磁気記録膜層、軟磁性膜層、および中間層を有する多層記録媒体が開発されている。この磁気記録膜層には一般的にCoCrPt-SiO₂系合金などが用いられ、軟磁性膜層にはCo-Zr-Nb系合金などが用いられている。軟磁性層とは、磁気ヘッドからの記録磁界を還流させる役割を果たしており、記録再生効率を向上させる役割がある。なお、ここで言う中間層とは、一

般に磁気記録膜層の結晶粒の微細化や結晶方位に異方性を持たせることを目的に設けられる層のことを言う。

[0005] 中間層には各種Ni系合金や、Ta系合金、Pd系合金、Ru系合金などが提案されており、近年ではNi-W系合金が広く用いられるようになってきている。これらの中間層は、磁気記録膜層の構造を制御することが役割の1つであり、そのためには結晶性を有し、かつその結晶粒の微細化が重要とされている。例えば特開2007-179598号公報（特許文献1）に開示されているように、Ru中間層の例が提案されている。

[0006] また、Ni-W系合金においては薄膜の格子定数が $3.53 \sim 3.61 (\times 10^{-10} \text{ m})$ 程度の範囲において良好であると考えられる。

発明の概要

[0007] しかしながら、Ni-W系薄膜を中間層として用いて垂直磁気記録媒体を作製すると良好な記録特性が得られるが、更に高い記録密度を実現するためには、記録ビットの微細化が必要であり、そのためには、磁気記録膜の成膜時に下地となるNi-W系中間層の結晶粒微細化が必要となる。これまでの我々の検討では、微細化には、Bなどの添加が有効であるものの、微細化に伴い、結晶性が崩れることが明らかになっており、磁気記録膜の配向性を維持する上で問題となっている。

[0008] 本発明者らは、今般、Ni-W系の合金にCrを添加することで、結晶性を維持しつつ、中間層の結晶粒を劇的に微細化できることを見出した。

[0009] したがって、本発明の目的は、Ni-WにCrを添加することで、結晶性を維持しつつ中間層の結晶粒を劇的に微細化することが可能な、垂直磁気記録媒体における中間層膜製造用のスパッタリングターゲット材およびその製造方法、ならびにそれらを用いて製造された薄膜を提供することにある。

[0010] 本発明によれば、垂直磁気記録媒体における中間層膜の製造に用いられるスパッタリングターゲット材であって、該スパッタリングターゲット材が、
a t %で、

Wを1～20%、

Cr を 1 ～ 20 % 含み、

残部 Ni からなる

Ni-W-Cr 合金からなる、スパッタリングターゲット材が提供される。

[0011] また、本発明によれば、垂直磁気記録媒体における中間層膜に用いられるスパッタリングターゲット材の製造方法であって、該方法が、

a t % で、W を 1 ～ 20 %、Cr を 1 ～ 20 % 含み、残部 Ni からなる Ni-W-Cr 合金からなる合金組成をもたらす原料粉末を用意する工程と、
該原料粉末を固化成形する工程と

を含んでなる方法が提供される。

[0012] さらに、本発明によれば、上記スパッタリングターゲット材または上記方法を用いて製造された Ni-W-Cr 合金薄膜が提供される。

発明を実施するための形態

[0013] 以下、本発明について詳細に説明する。

[0014] 本発明によるスパッタリングターゲット材は、垂直磁気記録媒体における中間層膜の製造に用いられるものである。スパッタリングターゲット材は、a t % で、W を 1 ～ 20 %、Cr を 1 ～ 20 % 含み、残部 Ni からなる Ni-W-Cr 合金からなる。

[0015] 本発明のスパッタリングターゲット材は、W を 1 ～ 20 a t %、好ましくは 3 ～ 10 a t % 含有する。W 量が 1 % 未満ではスパッタ薄膜の格子定数が $3.53 (\times 10^{-10} \text{ m})$ 未満となり、また、20 % を超えると格子定数が $3.61 (\times 10^{-10} \text{ m})$ を超えてしまい、いずれも望ましくない。

[0016] 本発明のスパッタリングターゲット材は、Cr を 1 ～ 20 a t %、好ましくは 3 ～ 10 a t % 含有する。Cr 総量が 1 % 未満ではスパッタ薄膜の結晶粒微細化の効果がなく、また、20 % を超えると結晶粒微細化の効果が飽和し、配向性制御の効果が小さくなる。

[0017] 本発明によるスパッタリングターゲット材の製造方法は、a t % で、W を 1 ～ 20 %、Cr を 1 ～ 20 % 含み、残部 Ni からなる Ni-W-Cr 合金からなる合金組成をもたらす原料粉末を用意する工程と、原料粉末を固化成

形する工程とを含んでなる。

[0018] 原料粉末として合金粉末を用いるのが好ましい。その理由は、以下の通りである。Ni、Cr、Wは、この三元素で均一の成分の合金となりやすく、冷却速度の小さい溶製法では、その結晶粒が大きくなってしまうため、スパッタ時に異常放電を起こしパーティクルを多く発生するなど不具合を生じる。これに対し、原料粉末をガスアトマイズ法により作製すると、急冷凝固されているため結晶粒は微細であり、これを用いて固化成形したスパッタリングターゲット材は、パーティクルの発生が少なく、より好ましい。

[0019] 固化成形温度は800～1250℃が好ましい。800℃以上での固化成形であると、焼結を十分なものとして、スパッタリングターゲット材の相対密度を高くすることができる。また、1250℃以下の温度で成形すると、加熱時におけるビレットの膨張を有効に防止して、より安定した製造が可能となる。

実施例

[0020] 以下、本発明について実施例により具体的に説明する。

[0021] 表1に示されるNi-W-Cr合金粉末をガスアトマイズにより作製した。この粉末に、必要に応じて、所定の組成となるようNi、WおよびCrの1種または2種以上の純金属粉末を混合し、これを原料粉末とした。この原料粉末を用いて、SC製の缶に脱気封入した粉末充填ビレットを、750～1350℃でHIP法およびアップセット法にて固化成形し、機械加工によりNi-W-Cr合金のスパッタリングターゲット材を作製した。また、鋳造法によってもNi-W-Cr合金スパッタリングターゲット材を作製した。これらの各工程の詳細は以下の通りである。

[0022] 先ず、溶解母材25kgをアルミナ坩堝にてAr中で誘導溶解し、坩堝底部の直径5mmの出湯ノズルより、1700℃にて出湯し、噴霧圧0.7MPaのArガスアトマイズにて粉末を製造した。成分調整の必要に応じて、同様のガスアトマイズにて作製あるいは市販のNi、WおよびCrの1種または2種以上の純金属粉末を混合した。この作製および混合したNi-W-

Cr合金粉末を、外径205mm、内径190mm、長さ300mmのSC製の缶に脱気封入した。脱気時の真空到達度は約 1.3×10^{-2} Paとした。

[0023] 上記の粉末充填ビレットを、900～1350℃、147MPaにてHIP成形した。あわせて、上記の粉末充填ビレットを、750～1200℃に加熱した後、直径215mmの拘束型コンテナ内に装入し、500MPaの圧力で成形した。上記の方法で作製した固化成形体を、ワイヤーカット、旋盤加工、平面研磨により、直径76.2mm、厚さ3mmの円盤状に加工し、銅製のパッキングプレートをろう付けしスパッタリングターゲット材とした。

[0024] 一方、鑄造法として、100kgの溶解母材を真空溶解し、直径210mmの鑄型へ鑄造し、直径200mm、長さ100mmに旋盤にて削り出し、850℃にて高さ50mmまで熱間鍛造した。その後のスパッタリングターゲット材作製方法は、上記のHIP、アップセット材と同様の方法で行った。

[0025] 製造したスパッタリングターゲット材の評価項目および方法を以下のとおり行った。

固化成形時のビレットの膨張は、HIP材では、HIP後のビレットの外観にて評価した。また、アップセット材については、ビレット加熱時の外観にて評価した。その結果を、膨張なし：○、膨張あり：×で示した。

[0026] スパッタリングターゲット材の相対密度は上記方法で作製した直径76.2mm、厚さ3mmの円盤の、寸法と重量から密度を測定し、組成から算出される計算密度との比を相対密度とした。

[0027] スパッタ膜のパーティクル数は、作製したスパッタリングターゲット材を、直径φ63.5mmのSi基板にスパッタして、得られたスパッタ膜を評価した。スパッタ条件は、Ar圧0.5Pa、DC電力500Wとした。また、成膜厚さは500nmとした。この時発生したパーティクルの数を測定した。なお、表1中のパーティクル数はNo.1のパーティクル数を100とした相対値で表した。

[0028] スパッタ膜の格子定数は、上記のスパッタ膜をX線回折し、その回折ピー

クより格子定数を算出した。このX線回折にて、(111)面のピーク強度が半分となる角度の幅を計り、結晶性の評価とした。なお、表1中の結晶性定数はN₀・1の結晶性を100とした相対値で表しており、数値の小さい方が、結晶性がある。

[0029] さらに、スパッタ膜の結晶粒径についても確認した。スパッタ膜の結晶粒

径は、上記のスパッタ膜の断面をTEM観察し、画像解析により相当面積円の径を結晶粒径とした。なお、表1中の結晶粒径はN₀・1の結晶粒径を100とした相対値で表しており、数値の小さい方が、結晶粒径が微細である。

[0030]

[表1]

表 1

No	成分組成 (質量%)			固化成形工法	固化成形温度 (°C)	ビレットの 膨張	相対 密度 (%)	パーティクル 定数 (相対値)	格子定数 ($\times 10^{-10}\text{m}$)	結晶性定数 (相対値)	スパッタ膜 結晶粒径 (相対値)
	W	Cr	Ni								
1	1	5	残部	アップセット	1000	○	99.8	100	3.53	100	100
2	8	5	残部	アップセット	900	○	99.4	120	3.56	120	110
3	20	5	残部	アップセット	900	○	99.2	180	3.61	140	140
4	2	5	残部	アップセット	1100	○	100	100	3.53	100	80
5	3	5	残部	鑄造法			99.6	150	3.54	110	90
6	10	5	残部	HIP	1050	○	99.8	150	3.57	120	120
7	12	5	残部	HIP	1100	○	100	160	3.58	120	130
8	5	1	残部	HIP	1000	○	99.8	90	3.54	110	110
9	5	8	残部	アップセット	900	○	99.2	110	3.54	110	120
10	5	20	残部	HIP	900	○	99.4	160	3.54	160	190
11	5	2	残部	アップセット	1100	○	100	100	3.54	110	110
12	5	3	残部	アップセット	1000	○	99.8	110	3.54	110	140
13	5	10	残部	HIP	1050	○	100	140	3.54	120	140
14	5	12	残部	アップセット	1100	○	99.8	150	3.54	150	180
15	10	6	残部	HIP	800	○	99.0	140	3.57	150	80
16	8	4	残部	HIP	1250	○	100	170	3.56	140	120
17	12	5	残部	鑄造法			100	750	3.58	120	130
18	0	6	残部	HIP	800	○	99.3	100	3.51	100	140
19	25	6	残部	HIP	1050	○	99.7	300	3.62	180	150
20	8	0	残部	HIP	1000	○	100	180	3.59	130	200
21	8	25	残部	HIP	1000	○	100	210	3.59	240	180
22	1	5	残部	アップセット	750	○	97.1	150	3.53	100	90
23	1	5	残部	HIP	1350	×	調査実施困難				

表 1 に示す No. 1 ～ 17 は本発明例であり、No. 18 ～ 21 は比較例であり、No. 22 および 23 は参考例である。

[0031] 表 1 に示すように、比較例 No. 18 は成分組成である W を含有しないために、格子定数がやや低い。比較例 No. 19 は成分組成である W の含有量が高いために、格子定数がやや高い。比較例 No. 20 は成分組成である Cr を含有しないために、結晶粒径が粗大である。比較例 No. 21 は成分組

成であるC_rの含有量が高いために、パーティクル定数の相対値が高く、結晶性が低い。

[0032] 参考例N o. 22は固化成形温度が低いために、相対密度が低い。参考例N o. 23は、固化成形温度が高いために、HIP後のビレットが膨張しており、実使用が可能な密度を持つスパッタリングターゲット材への加工が困難であったため調査は実施困難である。これに対し、本発明例であるN o. 1～17はいずれも本発明の条件を満たしていることから、各特性について優れていることが分かる。

[0033] 上述したように、従来のNi-W二元系成分に対してC_rを添加することにより、微細な結晶粒の薄膜を作製することができ、なおかつ結晶性を維持することが出来る。したがって、この薄膜を中間層として用いて垂直磁気記録媒体を作製すると、良好な記録特性を得ることができる。

請求の範囲

- [請求項1] 垂直磁気記録媒体における中間層膜の製造に用いられるスパッタリングターゲット材であって、該スパッタリングターゲット材が、a t %で、
Wを1～20%、
Crを1～20%含み、
残部Niからなる
Ni-W-Cr合金からなる、スパッタリングターゲット材。
- [請求項2] 合金組成の粉末が固化成形されてなる、請求項1に記載のスパッタリングターゲット材。
- [請求項3] 前記固化成形が800℃以上1250℃以下で行われた、請求項2に記載のスパッタリングターゲット材。
- [請求項4] 請求項1～3のいずれか一項に記載のスパッタリングターゲット材を用いて製造されたNi-W-Cr合金薄膜。
- [請求項5] 垂直磁気記録媒体における中間層膜に用いられるスパッタリングターゲット材の製造方法であって、該方法が、
a t %で、Wを1～20%、Crを1～20%含み、残部NiからなるNi-W-Cr合金からなる合金組成をもたらす原料粉末を用意する工程と、
該原料粉末を固化成形する工程と
を含んでなる方法。
- [請求項6] 前記固化成形が800℃以上1250℃以下で行われる、請求項5に記載の方法。
- [請求項7] 請求項5または6に記載の方法を用いて製造されたNi-W-Cr合金薄膜。