

明 細 書

発明の名称：

F e - C o 系合金スパッタリングターゲット材及びその製造方法並びに軟磁性薄膜層及びそれを使用した垂直磁気記録媒体

技術分野

[0001] 本発明は、F e - C o 系合金スパッタリングターゲット材及びその製造方法並びに軟磁性薄膜層及びそれを使用した垂直磁気記録媒体に関するものである。

背景技術

[0002] 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おり、従来普及していた面内磁気記録媒体より更に高記録密度が実現できる、垂直磁気記録方式が実用化されている。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と軟磁性膜層とを有する2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C o C r P t - S i O₂系合金が用いられている。

[0003] 一方、軟磁性膜層には特開2006-294090号公報（特許文献1）に開示されているように、F e - C o 系合金膜が提案されている。この特許文献1では、F e 及びC o に、膜構造をアモルファス又は微結晶とするために、S i , N i , T a , N b , Z r , T i , C r 及び／又はM o を20原子%以上添加している。

[0004] また、特開2010-18884号公報（特許文献2）には、（F e - 20～80C o）-4～25N b 又はT a の組成を有し、金属間化合物相のサイズが最大内接円で10μm以下で共晶組織を有していることを特徴とするF e - C o 系合金系のスパッタリングターゲット材が提案されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2006-294090号公報

特許文献2：特開2010-18884号公報

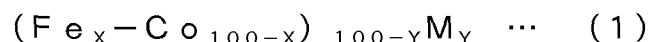
発明の概要

[0006] 上述のようなFe-C系合金膜を形成するには、それに対応するFe-C系スパッタリングターゲット材が必要となる。しかし、上述のような膜組成を実現するスパッタリングターゲット材はスパッタリング中に割れるという問題があった。特に、特許文献2に開示されている、(Fe-20～80Co)-4～25Nb又はTaの組成のスパッタリングターゲット材で共晶組織を有すると、スパッタ時にターゲットが割れるという問題があった。

[0007] 上述のような問題を解消するために、本発明者らは鋭意開発を進めた結果、スパッタリングターゲット材のミクロ組織を調整することで、スパッタリング中のスパッタリングターゲット材の割れを防止できることを見出し本発明に至った。より具体的には、ミクロ組織全体に占める共晶組織の面積を30%以下とすることで、スパッタリング中に割れないFe-C系合金スパッタリングターゲット材を提供できるとの知見を得た。

[0008] したがって、本発明の目的は、スパッタリング中に割れないFe-C系合金スパッタリングターゲット材を提供することにある。

[0009] 本発明の一態様によれば、下記式(1)：



(式中、原子比が $0 \leq x \leq 100$ 、 $4 \leq y \leq 28$ であり、M元素がNb、Ta、Mo、W、Cr及びVの1種又は2種以上を含む)

で表されるFe-C-M系合金からなるFe-C系合金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のミクロ組織が、Fe及びCoを主体とする相と、Fe及びCoの一種又は二種並びにM元素からなる金属間化合物相とを有し、ミクロ組織全体に占める共晶組織の面積が30%以下である、F

e-C系合金スパッタリングターゲット材が提供される。

[0010] 本発明の別の一態様によれば、本発明のFe-C-M系合金スパッタリングターゲット材の製造方法であって、該合金の溶湯をガスアトマイズにて作製した合金粉末を熱間等方圧プレス（HIP）により固化成形する工程を含んでなる方法が提供される。

[0011] 本発明の更に別の一態様によれば、本発明のFe-C-M系合金スパッタリングターゲット材から成膜された軟磁性薄膜層が提供される。

[0012] 本発明の更に別の一態様によれば、本発明の軟磁性薄膜層を有する垂直磁気記録媒体が提供される。

図面の簡単な説明

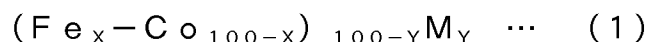
[0013] [図1]本発明に係る共晶組織を示す模式図である。図中、sは金属間化合物の短手方向のサイズであり、dは金属間化合物同士で最も接近している部位の距離である。

[図2]表1のNo. 1の反射電子像を示す電子顕微鏡写真である。

発明を実施するための形態

[0014] 本発明のFe-C系合金スパッタリングターゲット材について以下に具体的に説明する。なお、特段の明示がないかぎり含有量（%）はat.%を意味するものとする。

[0015] 本発明のFe-C系合金スパッタリングターゲット材は、下記式（1）：



（式中、原子比が $0 \leq x \leq 100$ 、 $4 \leq y \leq 28$ であり、M元素がNb、Ta、Mo、W、Cr及びVの1種又は2種以上を含む）で表されるFe-C-M系合金からなる。スパッタリングターゲット材のミクロ組織は、Fe及びCoを主体とする相と、Fe及びCoの一種又は二種並びにM元素からなる金属間化合物相とを有する。また、ミクロ組織全体に占める共晶組織の面積は30%以下である。

[0016] 式（1）におけるxの範囲は0～100であり、好ましくは20～80、

さらに好ましくは25～75である。すなわち、XはOを含むことから、スパッタリングターゲット材にCo及びFeをいずれか一方又は両方を含んでいればよいことを意味する。

[0017] 式(1)において、M元素はNb、Ta、Mo、W、Cr及びVの1種又は2種以上を含む。これらの元素はFe及びCoと共晶組織を形成する金属である。そこで、これらの元素の1種又は2種以上を含有するスパッタリングターゲット材とした。なお、上記Nb、Ta、Mo、W、Cr及びV元素の他、Al、Si、B、Ni、Mn、Cu、Ti及びZr元素の1種又は2種以上を4%未満の範囲内で添加することは、本発明の効果に何ら影響を及ぼすものでないことから、本発明において許容される。

[0018] 式(1)におけるYの範囲は4～28であり、好ましくは10～25、さらに好ましくは15～23である。M元素がFe及びCoと共晶組織を形成させる金属であることから、これらの元素の1種又は2種以上を含有させることで添加する。しかし、Yが4未満ではその効果が十分でなく、また、Yが28を超えるとスパッタリング中にスパッタターゲット材が割れる。

[0019] ミクロ組織全体に占める共晶組織の面積は30%以下であり、好ましくは15%以下、さらに好ましくは8%以下である。共晶組織の面積が30%を超えるとスパッタリング中にスパッタターゲットが割れるため、その上限を30%とした。なお、共晶組織を30%以下にするには、成形温度が970℃以上、好ましくは1000℃以上、成形圧力は130MPa以上で成形するとよい。

[0020] 上述した共晶組織とその他の面積率については、スパッタリングターゲット材の端材から走査型電子顕微鏡(SEM)用試験片を採取し、試験片断面を研磨し、2000倍で反射電子像を10視野撮影し、共晶組織とその他の組織とを画像処理により抽出し、画像解析処理により共晶組織の面積(S1)、その他の組織の面積、及び観察視野の面積(S2)を測定して、共晶組織の面積(S1)と観察視野の面積(S2)の比の百分率、つまり、 $S1/S2 \times 100$ (%)より算出すればよい。

[0021] 図1は、本発明に係る共晶組織の一例を示す模式図である。図1(a)は上面断面図、図1(b)は側面図、図1(c)及び(d)は形状の異なる共晶組織を示す図である。この図1に示すように、Fe及びCoの一種又は二種並びにM元素からなる金属間化合物相の短手方向のサイズ(s)が $0.8\mu\text{m}$ 以下、Fe及びCoの一種又は二種並びにM元素からなる金属間化合物相同士で最も接近している部位の距離dが $0.6\mu\text{m}$ 以下の組織とした。なお、M元素を含有する金属間化合物相間の相はFe及びCoを主体とする相である。

[0022] 上述したような本発明のFe-Co-M系合金スパッタリングターゲット材を用いることで、スパッタリング中のスパッタリングターゲット材の割れを防止しながら、スパッタリングにより軟磁性薄膜層を好ましく成膜することができる。それにより本発明の軟磁性薄膜層を有する垂直磁気記録媒体を好ましく提供することができる。

実施例

[0023] 以下、本発明について実施例によって具体的に説明する。

[0024] 表1に示す組成でガスアトマイズ法により軟磁性合金粉末を作製した。得られた粉末を $500\mu\text{m}$ 以下に分級し、HIP（熱間等方圧プレス）による固化成形加工の原料粉末として用いた。HIP成形用ビレットは、直径 250mm 、長さ 50mm の炭素鋼製の缶に原料粉末を充填したのち、蓋をして、真空脱気を施し、その後脱気孔を封入し作製した。この粉末を充填したビレットを表1に示す成形圧力、成形温度、保持時間の条件でHIP成形した。その後、成形体から直径 180mm 、厚さ 7mm のスパッタリングターゲット材を作製した。このスパッタリングターゲット材を8枚スパッタリングし、スパッタにより厚さが最も薄くなった部位の厚さが 1.5mm になるまでスパッタリングを実施した後、8枚中何枚のターゲットが割れるかを評価し、割れた枚数が0枚と1枚のときは合格とした。

[0025]

[表1]

表 1

No	合 金 組 成 (at%)								非晶組織 の面積 (%)	スパッタ中の 割れ(8枚中 で割れた数)	成形圧 力 (MPa)	成形温 度 (°C)	保持時 間 (hr)	備 考
	Fe	Co	Ta	Nb	Mo	W	Cr	V						
1	53	29	18	0	0	0	0	0	16	0	130	970	2	本 発 明 例
2	43	29	28	0	0	0	0	0	27	1	130	970	2	
3	46	29	25	0	0	0	0	0	19	0	130	970	2	
4	51	29	20	0	0	0	0	0	18	0	130	970	2	
5	59	29	12	0	0	0	0	0	5	0	130	970	2	
6	63	29	8	0	0	0	0	0	3	0	150	1200	2	
7	67	29	4	0	0	0	0	0	1	0	150	1200	2	
8	7	65	0	28	0	0	0	0	23	0	130	1100	2	
9	10	65	0	25	0	0	0	0	22	1	130	1100	2	
10	15	65	0	20	0	0	0	0	20	0	130	1100	2	
11	17	65	0	18	0	0	0	0	15	0	130	1000	2	
12	25	65	0	10	0	0	0	0	12	0	130	1000	2	
13	27	65	0	8	0	0	0	0	10	0	130	1000	2	
14	31	65	0	4	0	0	0	0	5	0	130	1150	2	
15	42	30	0	0	28	0	0	0	25	1	130	1100	2	
16	52	30	0	0	18	0	0	0	18	1	130	1100	2	
17	62	30	0	0	8	0	0	0	4	0	130	1100	2	
18	7	65	0	0	0	28	0	0	22	1	130	1000	2	
19	17	65	0	0	0	18	0	0	12	0	130	1000	2	
20	27	65	0	0	0	8	0	0	6	0	130	1000	2	
21	42	30	0	0	0	0	28	0	18	0	130	1100	2	
22	52	30	0	0	0	0	18	0	10	0	130	1100	2	
23	62	30	0	0	0	0	8	0	3	0	130	1100	2	
24	7	65	0	0	0	0	0	28	17	0	130	1000	2	
25	17	65	0	0	0	0	0	18	9	0	130	1000	2	

[0026]

[表2]

表 2

No	合 金 組 成 (a t %)								非晶組織 の面積 (%)	スパッタ中の 割れ(8枚中 で割れた数)	成形圧 力(MPa)	成形温 度(°C)	保持時 間(hr)	備 考
	Fe	Co	Ta	Nb	Mo	W	Cr	V						
26	27	65	0	0	0	0	0	8	4	0	130	1000	2	本 発 明 例
27	73	0	15	12	0	0	0	0	15	0	120	1150	2	
28	73	0	12	15	0	0	0	0	12	0	130	1150	2	
29	74	0	13	13	0	0	0	0	13	0	150	1150	2	
30	52	30	9	9	0	0	0	0	10	0	150	1000	2	
31	52	30	9	0	9	0	0	0	10	0	150	1000	2	
32	52	30	9	0	0	9	0	0	9	0	150	1200	2	
33	52	30	9	0	0	0	9	0	5	0	150	1000	2	
34	52	30	9	0	0	0	0	9	5	0	150	1000	2	
35	52	30	0	9	9	0	0	0	14	0	150	1000	2	
36	52	30	0	9	0	9	0	0	13	0	150	1200	2	本 発 明 例
37	0	82	0	9	0	0	0	0	5	0	150	1000	2	
38	0	82	0	9	0	0	0	9	5	0	150	1000	2	
39	17	65	0	0	9	9	0	0	18	0	150	1050	2	
40	52	30	0	0	9	0	9	0	4	0	150	1000	2	
41	17	65	0	0	9	0	0	9	4	0	150	1000	2	
42	32	50	0	0	0	9	9	0	8	0	150	1000	2	
43	32	50	0	0	0	9	0	9	3	0	150	1000	2	
44	37	45	0	0	0	0	9	9	1	0	150	1000	2	
45	62	30	4	4	0	0	0	0	5	0	120	1000	2	
46	53	29	18	0	0	0	0	0	2	0	150	1000	2	本 発 明 例
47	53	29	18	0	0	0	0	0	3	0	130	970	2	
48	53	29	18	0	0	0	0	0	4	0	150	970	2	

[0027]

[表3]

表 3

No	合 金 組 成 (a t %)								非晶組織 の面積 (%)	スパッタ中の 割れ (8枚中 で割れた数)	成形圧 力 (MPa)	成形温 度 (°C)	保持時 間 (hr)	備 考
	F e	C o	T a	N b	M o	W	C r	V						
49	57.2	30.8	12	0	0	0	0	0	<u>40</u>	7	120	950	1	比 較 例
50	46	40	14	0	0	0	0	0	<u>35</u>	8	120	950	1	
51	42	29	<u>29</u>	0	0	0	0	0	16	8	150	1200	2	
52	6	65	0	<u>29</u>	0	0	0	0	16	8	150	1200	2	
53	42	29	0	0	<u>29</u>	0	0	0	18	8	150	1200	2	
54	6	65	0	0	0	<u>29</u>	0	0	20	8	150	1200	2	
55	42	29	0	0	0	0	<u>29</u>	0	28	8	150	1200	2	
56	6	65	0	0	0	0	0	<u>29</u>	28	8	150	1200	2	
57	32	65	<u>3</u>	0	0	0	0	0	<u>35</u>	0	120	950	1	
58	32	65	0	<u>3</u>	0	0	0	0	<u>35</u>	0	120	950	1	
59	32	65	0	0	<u>3</u>	0	0	0	<u>34</u>	0	120	950	1	
60	32	65	0	0	0	<u>3</u>	0	0	<u>34</u>	0	120	950	1	
61	32	65	0	0	0	0	<u>3</u>	0	<u>50</u>	0	120	950	1	
62	32	65	0	0	0	0	0	<u>3</u>	<u>50</u>	0	120	950	1	
63	32	65	<u>1.5</u>	<u>1.5</u>	0	0	0	0	<u>35</u>	0	120	950	1	
64	32	65	<u>1.5</u>	0	<u>1.5</u>	0	0	0	<u>33</u>	0	120	950	1	
65	32	65	<u>1.5</u>	0	0	<u>1.5</u>	0	0	<u>34</u>	0	120	950	1	
66	32	65	<u>1.5</u>	0	0	0	<u>1.5</u>	0	<u>45</u>	0	120	950	1	
67	32	65	<u>1.5</u>	0	0	0	0	<u>1.5</u>	<u>50</u>	0	120	950	1	

注) アンダーラインは本発明条件外

表 1 及び表 2 に示す N o. 1 ～ 4 8 は本発明例であり、表 3 に示す N o. 4 9 ～ 6 7 は比較例である。

[0028] 図 2 は、表 1 の N o. 1 の反射電子像を示す電子顕微鏡写真である。この図 2 に示すように、この反射電子像は原子番号に依存したコントラストを示しており、N o. 1 のスパッタリングターゲット材は灰色の M 元素を含有する金属間化合物相と、濃灰色の C o - F e 相からなる組織を呈している。この画像解析の結果、 $S 1$ (共晶組織の面積) / $S 2$ (観察視野の面積) $\times 100$ (%) = 15% であった。

[0029] 表 3 に示す比較例 N o. 4 9 は共晶組織の面積 ($S 1$) が 40% のためスパッタリング中にスパッタリングターゲット材が割れる。比較例 N o. 50 は共晶組織の面積 ($S 1$) が 35% のためスパッタリング中にスパッタリングターゲット材が割れる。比較例 N o. 51 ～ 56 は共晶組織の面積 ($S 1$

）が16%～28%であるが、M元素が29at%のためスパッタリング中にスパッタリングターゲット材が割れる。

[0030] 比較例No. 57～62は共晶組織の面積（S1）が34%～50%と多いが、しかし、M元素が3at%と少ないためスパッタリング中にスパッタリングターゲット材が割れない。比較例No. 63～67は共晶組織の面積（S1）が33～50%と多いが、M元素が合計で3at%と少ないためスパッタリング中にスパッタリングターゲット材が割れない。これに対し、表1及び2に示す本発明例は、いずれも本発明に係る条件を満たしていることから、スパッタリング中に割れないFe-C系合金スパッタリングターゲット材を提供することができる。

[0031] 以上述べたように、ターゲットの割れにつながる亀裂の進展をFe-Cの相で食い止めるために、その要因である共晶組織が存在すると亀裂が化合物相中を進展しやすくなることから、そのスパッタリングターゲット材のミクロ組織を調整することで、スパッタリング中のスパッタリングターゲット材の割れを防止できるFe-C系合金スパッタリングターゲット材を提供することにある。

請求の範囲

[請求項1] 下記式（１）：

$$(Fe_x - Co_{100-x})_{100-y} M_y \cdots (1)$$

（式中、原子比が $0 \leq X \leq 100$ 、 $4 \leq Y \leq 28$ であり、M元素がNb、Ta、Mo、W、Cr及びVの１種又は２種以上を含む）

で表されるFe-Co-M系合金からなるFe-Co系合金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のミクロ組織が、Fe及びCoを主体とする相と、Fe及びCoの一種又は二種並びにM元素からなる金属間化合物相とを有し、ミクロ組織全体に占める共晶組織の面積が30%以下である、Fe-Co系合金スパッタリングターゲット材。

[請求項2] Xが20～80であり、Yが10～25である、請求項1に記載のFe-Co系合金スパッタリングターゲット材。

[請求項3] Xが25～75であり、Yが15～23である、請求項1に記載のFe-Co系合金スパッタリングターゲット材。

[請求項4] 前記ミクロ組織全体に占める共晶組織の面積が15%以下である、請求項1に記載のFe-Co系合金スパッタリングターゲット材。

[請求項5] 前記ミクロ組織全体に占める共晶組織の面積が8%以下である、請求項1に記載のFe-Co系合金スパッタリングターゲット材。

[請求項6] 請求項1～5のいずれか一項に記載のFe-Co-M系合金スパッタリングターゲット材の製造方法であって、該合金の溶湯をガスアトマイズにて作製した合金粉末を熱間等方圧プレス（HIP）により固化成形する工程を含んでなる方法。

[請求項7] 請求項1～5のいずれか一項に記載のFe-Co-M系合金スパッタリングターゲット材から成膜された軟磁性薄膜層。

[請求項8] 請求項7に記載の軟磁性薄膜層を有する垂直磁気記録媒体。