

# 粉末工法によるFe-Al-Si系 スパッタリングターゲット材

柳谷 彰彦\*

## 1. 緒言

Fe-5.4%Al-9.6%Si (mass%) の組成で代表される軟磁性合金は、今から約60年前に当時東北大学の増本 量・山本達治両博士によって発見された高透磁率・高磁束密度材料である<sup>1)</sup>。この合金は非常に脆く、微粉になり易いことから、本多博士により「センダスト」(仙台のダストという意味)と命名され、非常に優れた軟磁気特性のほかに、高い電気抵抗や高硬度といった特性をもっており、これまでに磁芯材料や磁気ヘッド材料として使用されてきた。しかしこの合金は従来主として鑄造法により製造されているため、

- (1)結晶粒が粗大化しやすい、
  - (2)大きな成分偏析を伴う、
  - (3)マイクロポーアなどの鑄造欠陥を避けがたい、
- などの問題点があった。

これらの問題点を解決することを目的として、合金元素を添加したり<sup>2)</sup>、焼結法<sup>3)</sup>、焼結—HIP法など種々の製造方法が試みられ、また基礎的な研究もなされてきた<sup>4)–6)</sup>。しかし合金元素の添加は磁気特性の劣化につながるため好ましくなく、また他の種々の方法<sup>7)</sup>においても課題は残され、より一層の特性向上が要求され、ブレークスルーが望まれていた。

ところで最近の磁気記録の分野においては記録密度の高密度化が進み、スパッタリング工法による高記録密度対応型磁気ヘッドがVTR、FDDおよびHDDなどに多く使用されるようになり、磁気特性に優れたセンダスト系合金が再び注目されるようになってきた。さらに $\phi 200 \times (3 \sim 10)$  mmというような大径のディスク状あるいは大型矩形のターゲット材の要求がますます強くなり、成形可能範囲の拡大や機械加工成形性の向上なども望まれてきた。このような背景のもとに著者らは、前記の諸課題を解決する製造方法を開発し、機械加工成形性の改善など、従来の種々の製造方法で作製したものと比較して優れた特徴を有するセンダスト系合金を実現させ<sup>8)</sup>、それを磁気ヘッド用スパッタリングターゲット材へ応用し、実用化したので紹介する<sup>9)–11)</sup>。

なお本工法で作製したセンダスト系スパッタリングターゲット材の製品の一例をFig. 1 に示す。

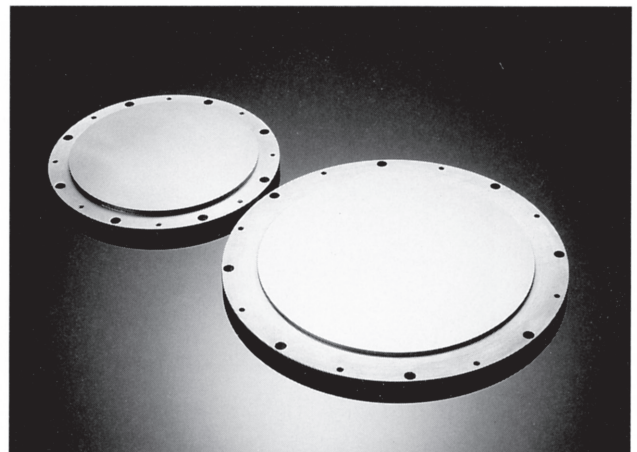


Fig.1 Sputtering target discs of Fe-Al-Si alloy.

## 2. 製造方法

本工法の製造工程をFig. 2 に示す。不活性ガスを使用したガスアトマイズ法により、平均粒径約 $100 \mu\text{m}$ のFe-5.4%Al-9.6%Si系合金球状粉末を作製した<sup>12)13)</sup>。この粉末を金属製の容器に充填したのち脱気封入し、ピレットを作製した。このピレットを温度・圧力をはじめ最適諸条件のもとで、高温高圧プレスにより熱間塑性加工を加え加圧成形し、高密度成形体を作製した。成形後最終目的形状のターゲット材に切断・研磨加工およびバックングプレートへのろう付け加工を行い、スパッタリングターゲット材を作製した。

なお本稿では比較材として同一の組成の鑄造材を使用した。

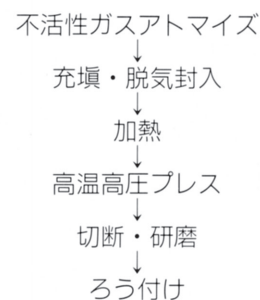


Fig.2 Process flow of Fe-Al-Si target disc.

\* 研究開発本部技術研究所新材料研究室

### 3. 諸特性

#### 3.1 高密度

本工法による粉末成形材および従来の鋳造材についてそれぞれ異なる3つの部位より、試料を切りだし、密度を測定した結果をFig. 3に示す。本工法による試料の密度は6.96 Mg/m<sup>3</sup>と高密度であり、部位による差は認められなかった。一方、比較材である鋳造材の密度は本工法のそれよりも低い値を示し、さらに試料採取部位による密度差が認められた。これは後述のマイクロ組織から明らかのように、鋳造材はインゴットの部位によりマイクロポアーなどの鋳造欠陥の発生のしかたが異なることおよび成分偏析を伴うことによる。

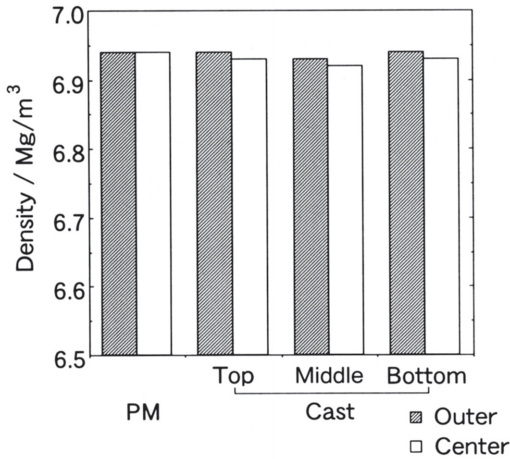


Fig.3 Density of Fe-Al-Si alloy.

#### 3.2 微細組織

本工法で作製した粉末成形材のマイクロ組織をFig. 4に示す。従来の鋳造材の結晶粒径は1 mm以上に粗大化してい

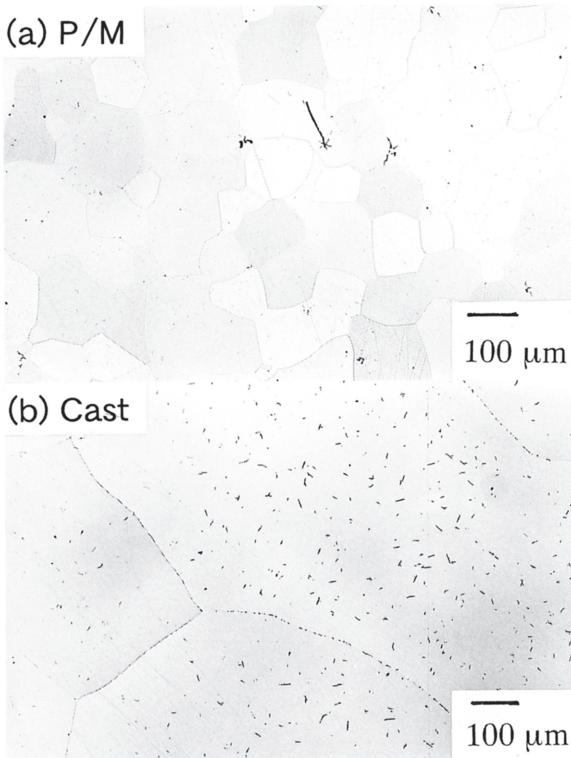


Fig.4 Optical micrographs of Fe-Al-Si alloy.  
(a) P/M (b) Cast

るのに対し、本工法により作製した粉末成形材のマイクロ組織は平均粒径が約100μmと非常に微細かつ均一である。また個々の粉末は熱間で塑性加工を受けているため、球状形態は消失し、緻密に充填されており、鋳造材に認められるようなマイクロポアーなどの欠陥のない健全な組織が得られた。

#### 3.3 組成の均一性

特に薄膜製造の量産工程で使用するスパッタリングターゲット材には、長時間安定したスパッタリングが行えることおよび成分的にも特性的にも均一な薄膜を作製できることが要求される。そのためにターゲット材の内部の径方向および厚さ方向において組織ならびに組成の均一性が要求されている。

本工法により作製した粉末成形材についてEPMAにより成分偏析を測定した結果をFig. 5に示す。鋳造材は構成成分であるAlおよびSiの成分偏析が大きく、Al含有量の高い部分はSi含有量が低いというような挙動を示した。一方本工法の粉末成形材においてはAlおよびSiの成分偏析は認められず、均一性に優れている。

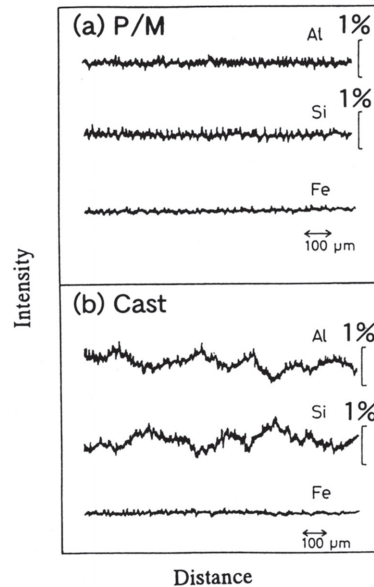


Fig.5 Profiles of K<sub>α</sub> radiation intensity by EPMA.  
(a) P/M (b) Cast

#### 3.4 機械的強度の向上

センダスト系スパッタリングターゲット材においては、薄膜製造の生産性を上げるためハイパワーでスパッタされることが多く、サーマルショックによりターゲット材に割れが発生し、トラブルの原因となることがある。このことから機械的強度の高いターゲット材が強く望まれていた。本工法で作製したFe-5.4%Al-9.6%Si系合金の抗折力試験の結果をFig. 6に示す。本工法による粉末成形材の抗折力はFig. 6で明らかのように鋳造材と比較して、約2倍の値を示し、機械的にも強くハイパワーでのスパッタリングによるサーマルショックに対しても有利であることがいえる。このように機械的強度に優れているのは、すでに述べたように鋳造欠陥のないこと、微細かつ均一な結晶粒から構成されていることおよび成分偏析もなく均一性に優れている

ことによると考えられる。

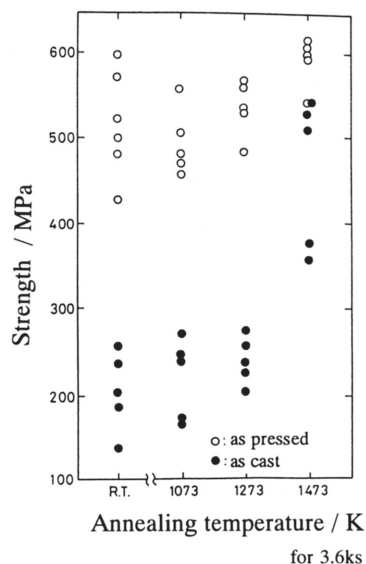


Fig.6 Mechanical strength of Fe-Al-Si alloy by bending test.

#### 4. 結言

量産規模での薄膜製造においては、ターゲット材品質のロット間の差異を少なくすることにより、スパッタリング時の諸条件の調整を簡便にでき、また作製した薄膜の品質を均一にできることから、均一な品質のターゲット材が強く要求されていた。本工法によるターゲット材は微細均一なミクロ組織、組成の均一性など優れた内部品質を有して

いるため、長時間のスパッタリングに対しても安定して、均一な成膜をおこなうことができ、実用面でのメリットは大きいとの評価を得ている。

#### 文 献

- 1) 増本 量, 山本達治: 日本金属学会誌, 1 (1937), p.127
- 2) 山本達治, 移川欣男: 日本金属学会誌, 40 (1976), p.975
- 3) 山元 洋: 粉体および粉末冶金, 15 (1968), p.288
- 4) 花田修治, 渡辺貞夫, 佐藤 敬, 和泉 修: 日本金属学会誌, 45 (1981), p.1281
- 5) 花田修治, 佐藤 敬, 渡辺貞夫, 和泉 修: 日本金属学会誌, 45 (1981), p.1285
- 6) 花田修治, 佐藤 敬, 渡辺貞夫, 和泉 修: 日本金属学会誌, 45 (1981), p.1293
- 7) 持田康典, 徳島忠夫: 電子材料, 16 (1977), p.75
- 8) 柳本 勝, 田中義和: 鉄と鋼, 73 (1987), S643
- 9) A.Yanagitani, M.Murakami, K.Yanagimoto and Y.Tanaka: Mater. Sci. Eng., A133 (1991), p.684
- 10) 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), p.551
- 11) A.Yanagitani and Y.Tanaka: Proc. 2nd Japan International SAMPE symposium. (1991), p.1019
- 12) 柳谷彰彦, 村上雅英, 柳本 勝, 田中義和: 粉体粉末冶金協会講演概要集 平成2年度春季大会, (1990), p.215