

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2008-121071

(P2008-121071A)

(43) 公開日 平成20年5月29日(2008.5.29)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C 2 2 C 38/00 (2006.01)</b>	C 2 2 C 38/00 3 O 3 S	4 K O 1 8
<b>C 2 3 C 14/34 (2006.01)</b>	C 2 3 C 14/34 A	4 K O 2 9
<b>C 2 3 C 14/06 (2006.01)</b>	C 2 3 C 14/06 T	5 D O O 6
<b>G 1 1 B 5/851 (2006.01)</b>	G 1 1 B 5/851	5 D 1 1 2
<b>C 2 2 C 38/10 (2006.01)</b>	C 2 2 C 38/10	5 E O 4 9
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2006-306881 (P2006-306881)	(71) 出願人	000180070
(22) 出願日	平成18年11月13日 (2006.11.13)		山陽特殊製鋼株式会社
			兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字 3007 番地
		(74) 代理人	100074790
			弁理士 椎名 彊
		(72) 発明者	林 亮二
			兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字 3007 番地 山陽特殊製鋼株式会社内
		(72) 発明者	柳谷 彰彦
			兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字 3007 番地 山陽特殊製鋼株式会社内
		(72) 発明者	相川 芳和
			兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字 3007 番地 山陽特殊製鋼株式会社内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 軟磁性 F e C o 系ターゲット材

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 軟磁性薄膜を形成するための F e C o 系ターゲット材を提供する。

【解決手段】 F e C o 系合金において、F e : C o の a t 比が 1 0 : 9 0 ~ 7 0 : 3 0 とすることを特徴とする軟磁性 F e C o 系ターゲット材。また、上記に A l または C r の 1 種または 2 種を 0 . 2 ~ 5 . 0 a t % 含有させてなる軟磁性 F e C o ターゲット材。さらに、上記に B , N b , Z r , T a , H f , T i , V のいずれか 1 種または 2 種以上を 3 0 a t % 以下含有させてなる F e C o 軟磁性ターゲット材。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

FeCo系合金において、Fe:Coのat比が10:90~70:30とすることを特徴とする軟磁性FeCo系ターゲット材。

## 【請求項 2】

請求項 1 において、AlまたはCrの1種または2種を0.2~5.0at%含有させることを特徴とする軟磁性FeCo系ターゲット材。

## 【請求項 3】

請求項 1 において、B, Nb, Zr, Ta, Hf, Ti, Vのいずれか1種または2種以上を30at%以下含有させることを特徴とする軟磁性FeCo系ターゲット材。

10

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、耐候性と磁気特性に優れた軟磁性FeCo系ターゲット材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いる。しかしながら、現在広く世の中で使用されている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と、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いる。

20

## 【0003】

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CoCrPt-SiO<sub>2</sub>系合金が用いられている。

## 【0004】

一方、軟磁性膜層として、FeCoB系合金の軟磁性膜を用いることが提案されており、例えば、特開2004-346423号公報（特許文献1）に開示されているように、断面ミクロ組織においてホウ化物相の存在しない領域に描ける最大内接円の直径が30μm以下であるFeCoB系合金ターゲット材が提案されている。また、特開2005-320627号公報（特許文献2）には、スパッタリングにより成膜される軟磁性膜のバラツキを抑制するとともに、スパッタリングの際に発生するパーティクルを低減したCoZrNb、CoZrTa系合金ターゲット材が提案されている。

30

## 【0005】

また、FeCo系合金はFe-35at%Co付近で最も飽和磁束密度が高くなることが知られており、例えば米国特許公開出願2002/0058159A1号公報（特許文献3）には、Fe-35at%CoにBを添加した軟磁性膜が提案されている。また、これらの組成においては、薄膜の耐候性（ここでは、室内での電子部品を組み込んだ機器を使用する環境における耐候性能を言う）が課題になる場合があり、AlやCrの添加が検討されている。

40

【特許文献1】特開2004-346423号公報

【特許文献2】特開2005-320627号公報

【特許文献3】米国特許公開出願2002/0058159A1号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

上述した軟磁性膜の成膜には、一般にマグネトロンスパッタリング法が用いられている

50

。このマグネトロンスパッタリング法とは、ターゲット材の背後に磁石を配置し、ターゲット材の表面に磁束を漏洩させて、その漏洩磁束領域にプラズマを収束させることにより高速成膜を可能とするスパッタリング法である。

【 0 0 0 7 】

マグネトロンスパッタ用に用いられるターゲット材を軟磁性膜とした時に高磁束密度であることが求められていることから、Feをベースとした材料が望ましいが、その場合耐候性に課題があり、また、ターゲット材の酸化により膜の品質が劣化したり、スパッタ時に酸化部に異常放電を起こしてスパッタ不良となる場合があった。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 8 】

上述の問題を解消するために、発明者らは鋭意開発を進めるべく、各種のターゲット構成元素が耐候性に及ぼす影響について調査した結果、主構成元素であるFeとCoを一定の比率にするとともに、AlまたはCrの添加により磁気特性を損なうことなく、耐候性を向上できることを見出した。すなわち、本発明は、高い飽和磁束密度を有するFeCo系軟磁性ターゲット材において、耐候性を向上させた軟磁性FeCo系ターゲット材を提供する。

【 0 0 0 9 】

その発明の要旨とするところは、

( 1 ) FeCo系合金において、Fe : Coのat比が10 : 90 ~ 70 : 30とすることを特徴とする軟磁性FeCo系ターゲット材。

( 2 ) 前記( 1 )において、AlまたはCrの1種または2種を0 . 2 ~ 5 . 0 at %含有させてなることを特徴とする軟磁性FeCo系ターゲット材。

( 3 ) 前記( 1 )において、B , Nb , Zr , Ta , Hf , Ti , Vのいずれか1種または2種以上を30 at %以下含有させてなることを特徴とする軟磁性FeCo系ターゲット材にある。

【発明の効果】

【 0 0 1 0 】

以上述べたように、本発明によりFeCo系ターゲット材において、飽和磁束密度が高く、耐候性に優れた軟磁性FeCo系ターゲット材の作製を可能にした極めて優れた効果を奏するものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 1 1 】

以下、本発明についての成分組成の限定理由について詳細に説明する。

Fe : Coのat比が10 : 90 ~ 70 : 30

FeCo系合金は、飽和磁束密度の大きい合金系として、垂直磁気記録膜として使用される。さらに、Fe : Coのat比が10 : 90 ~ 70 : 30としたのは、FeCoに対し、Feが10 at %未満では耐候性に優れていても飽和磁束密度が小さくなり、軟磁性膜用のターゲットとしては優れたものではない。また、Feが70 at %を超えると飽和磁束密度が高くとも、耐候性に劣り、軟磁性膜用のターゲットとしては優れたものではない。

【 0 0 1 2 】

Al、またはCrの1種または2種を0 . 2 ~ 5 . 0 at %

Al、またはCrの1種または2種が、0 . 2 at %未満では耐候性の改善に効果が不十分であり、また、5 . 0 at %を超えると磁気特性の劣化が大きくなり好ましくない。従って、その範囲を0 . 2 ~ 5 . 0 at %とした。好ましくは0 . 5 ~ 3 . 0 at %とする。

【 0 0 1 3 】

B , Nb , Zr , Ta , Hf , Ti , Vのいずれか1種または2種以上を30 at %以下

B , Nb , Zr , Ta , Hf , Ti , Vは、薄膜のアモルファス化を促進するためであり

10

20

30

40

50

、これらの添加元素のトータルで 30 at % を超えると磁気特性が劣化することから、その上限を 30 at % とした。好ましくは 5 ~ 20 at % とする。

【0014】

本発明の FeCo 合金の製造方法としては、一般に真空溶解して鑄造する方法が使用されるが前記 FeCo 合金を真空溶解して鑄造すると凝固方向に依存する結晶配向性が発現するとともに、化学組成の面で均一な凝固組織を得ることは困難である。そのため、溶解鑄造した Co 合金ターゲット材では、結晶配向性に依存するスパッタレートの差やマグネトロンスパッタリングにおける漏洩磁束にバラツキが生じて、スパッタされた軟磁性膜にバラツキが生じる。そこで、本発明者等は前記 FeCo 合金のターゲット材の製造方法を種々検討したところ、粉末を固化成形することにより、結晶配向性の面でも化学組成の面でも均一なターゲット材が得られることを見出した。

10

【0015】

本発明に係る成形方法は、HIP、ホットプレス等高密度に成形可能であればいずれでも構わない。粉末の作製方法としては、ガスアトマイズ、水アトマイズ、鑄造 - 粉碎粉のいずれにも限定されるものでない。上述したように、軟磁性膜の成膜には、一般にマグネトロンスパッタリング法が用いられている。

【実施例】

【0016】

以下、本発明について実施例によって具体的に説明する。

表 1 に示すように、FeCo 系合金をガスアトマイズ法、ないし鑄造法によって作製した。ガスアトマイズ法の場合は、ガス種類がアルゴンガス、ノズル径が 6 mm、ガス圧が 5 MPa の条件で行い、また、鑄造法の場合は、セラミックルツボ ( 200 × 30 L ) により溶解し、その後粉碎して粉末とする。作製した粉末を 500 μm 以下にて分級し、それぞれの粉末を V 型混合機により 1 時間攪拌した。

20

【0017】

そのようにして作製したそれぞれの粉末を直径 200 mm、高さ 100 mm の機械構造用炭素鋼材質からなる封入缶に充填し、到達真空度  $10^{-1}$  Pa 以上で脱気真空封入した後、HIP ( 熱間等方圧プレス ) にて、温度 1373 K、圧力 150 MPa、保持時間 5 時間の条件で成形体を作製し、次いで機械加工により最終形状として外径 180 mm、厚み 3 ~ 10 mm のターゲット材を得た。上述したターゲット材の特性を表 1 に示す。

30

【0018】

【表 1】

表 1

No	ターゲット材組成 (a t %)										備考
	Fe : Co (at%比)	Al	Cr	B	Nb	Zr	Ta	Hf	Ti	V	
1	10 : 90	—	—	—	—	—	—	—	—	—	本 発 明 例
2	40 : 60	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
3	70 : 30	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
4	10 : 90	0.2	—	—	—	—	—	—	—	—	
5	40 : 60	—	5	—	—	—	—	—	—	—	
6	60 : 40	1	1	—	—	—	—	—	—	—	
7	70 : 30	—	—	10	—	—	—	—	—	—	
8	10 : 90	—	—	—	5	5	—	—	—	—	
9	40 : 60	—	—	—	—	—	3	4	—	—	
10	40 : 60	—	—	—	—	—	—	—	10	—	
11	60 : 40	—	—	—	—	—	—	—	—	10	
12	60 : 40	—	—	—	—	4	—	—	8	—	
13	40 : 60	5	—	20	—	—	—	—	—	—	
14	10 : 90	—	0.2	—	3	—	—	6	—	—	
15	70 : 30	3	—	—	—	3	8	—	—	—	
16	60 : 40	2	2	—	—	—	—	—	—	5	
17	40 : 60	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
18	10 : 90	—	—	—	5	5	—	—	—	—	
19	60 : 40	2	2	—	—	—	—	—	—	5	
20	<u>5 : 95</u>	—	—	15	—	—	—	—	—	—	比 較 例
21	<u>80 : 20</u>	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
22	10 : 90	—	<u>8</u>	—	—	4	5	—	—	—	
23	40 : 60	<u>0.1</u>	—	10	—	—	—	—	—	—	
24	60 : 40	—	—	—	<u>10</u>	—	—	<u>25</u>	—	—	
25	40 : 60	—	—	—	—	—	—	—	<u>32</u>	—	

注) アンダーラインは本発明条件外

【表 2】

表 2

No	製造法	評価結果		備考
		飽和磁束密度 (T)	耐候性	
1	粉末	1.95	○	本 発 明 例
2	粉末	2.35	○	
3	粉末	2.47	○	
4	粉末	1.92	○	
5	粉末	2.28	○	
6	粉末	2.43	○	
7	粉末	1.57	○	
8	粉末	1.52	○	
9	粉末	1.72	○	
10	粉末	1.64	○	
11	粉末	1.68	○	
12	粉末	1.57	○	
13	粉末	1.83	○	
14	粉末	1.57	○	
15	粉末	1.61	○	
16	粉末	1.91	○	
17	鑄造法	2.33	○	
18	鑄造法	1.54	○	
19	鑄造法	1.89	○	
20	粉末	1.03	○	比 較 例
21	粉末	2.29	×	
22	粉末	1.22	○	
23	粉末	2.03	×	
24	粉末	1.09	○	
25	粉末	0.87	○	

10

20

30

40

50

作製したターゲット材の特性の評価項目としては、次のような耐候性試験（加速試験）と磁気特性（飽和磁束密度）の測定を行った。

【 0 0 2 0 】

（ 1 ） 耐候性試験（加速試験）

ターゲット材を用いた塩水噴霧試験としては、J I S Z 2 3 7 1 に基づき、3 5 、

NaCl : 5 質量% 溶液を 24 時間噴霧した後のターゲット材外観を目視により発錆の有無を確認した。その評価基準として下記で評価した。

○ : 発錆なし

× : 発錆あり

【0021】

(2) 磁気特性 (飽和磁束密度)

リング試験片作製 : 外径 15 mm、内径 10 mm、高さ 5 mm

装置 : BH トレーサー

印加磁場 : 8 kA / m

表 1 に示すように、No. 1 ~ 19 は本発明例であり、No. 20 ~ 25 は比較例である。比較例 No. 20 は、Fe の含有量が低く、Co の含有量が高いために、磁気特性である飽和磁束密度が低い。比較例 No. 21 は、Fe の含有量が高く、Co の含有量が低いために、耐候性が悪い。比較例 No. 22 は、Cr 量が高いために、飽和磁束密度が低い。比較例 No. 23 は、Al 量が低いために、耐候性が悪い。比較例 No. 24 は、Nb と Hf のトータル量が高いために、飽和磁束密度が低い。比較例 No. 25 は、Ti の含有量が高いために、飽和磁束密度が低い。

10

【0022】

上述のように、Fe と Co の原子比で  $Fe : Co = 10 : 90 \sim 70 : 30$  とすることにより、高い飽和磁束密度を有し、かつ耐候性を向上させた軟磁性 FeCo 系ターゲット材の作製が可能となり、室内での電子部品を組み込んだ機器を使用する環境下においての耐候性能を十分に発揮することが出来る極めて優れた効果を奏するものである。

20

特許出願人 山陽特殊製鋼株式会社

代理人 弁理士 椎 名 彊

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード(参考)
<b>C 2 2 C</b>	<b>38/30</b>	<b>(2006.01)</b>	C 2 2 C 38/30	
<b>C 2 2 C</b>	<b>19/07</b>	<b>(2006.01)</b>	C 2 2 C 19/07	C
<b>H 0 1 F</b>	<b>10/16</b>	<b>(2006.01)</b>	H 0 1 F 10/16	
<b>G 1 1 B</b>	<b>5/667</b>	<b>(2006.01)</b>	G 1 1 B 5/667	
<b>H 0 1 F</b>	<b>41/18</b>	<b>(2006.01)</b>	H 0 1 F 41/18	
<b>C 2 2 C</b>	<b>1/04</b>	<b>(2006.01)</b>	C 2 2 C 1/04	B
<b>B 2 2 F</b>	<b>3/14</b>	<b>(2006.01)</b>	C 2 2 C 1/04	F
<b>B 2 2 F</b>	<b>3/15</b>	<b>(2006.01)</b>	B 2 2 F 3/14	A
			B 2 2 F 3/15	G

(72)発明者 澤田 俊之

兵庫県姫路市飾磨区中島字一文字 3 0 0 7 番地 山陽特殊製鋼株式会社内

F ターム(参考) 4K018 AA10 AA24 BA16 EA01 EA11 KA29  
 4K029 BA24 BA26 BC06 BD11 CA05 DC04 DC09 DC39  
 5D006 CA03 EA03  
 5D112 AA04 BB02 FA04 FB06 FB14  
 5E049 AA01 AA04 BA06 GC02