

粉末工法によるHDD用Ni₅₀Al₅₀スパッタリングターゲット材

柳谷 彰彦*1・黒田 直人*2

Ni₅₀Al₅₀ sputtering target disc for HDD by Powder Metallurgy Process
Akihiko Yanagitani and Naoto Kuroda

Synopsis: Gas atomization is one of the methods suitable for producing rapidly solidified powder. A new consolidation process using gas atomized powder has been developed to produce the sputtering target disc for Sendust type alloy. In this work rapidly solidified Ni₅₀Al₅₀ powder was produced in the gas atomizer using Ar gas and the sputtering target disc of Ni₅₀Al₅₀ intermetallic compound for the thin films in HDD was produced by a powder metallurgical process in the hot extrusion press using gas atomized powder. The target disc in this work with excellent performance such as chemical homogeneity and the fine grains was obtained. The consolidation process is applicable to other intermetallic compounds.

Key words: sputtering target; seed layer; up-setting; intermetallic compounds; powder metallurgy; atomization.

1. 緒言

磁気記録技術が生み出されてから1998年で100年が経過し、今後もHDDをはじめとして磁気記録技術はますます発展してゆくと考えられる。著者らは磁気ヘッド用のFe-Si-Al合金（センダスト）系スパッタリングターゲット材について、ガスアトマイズ粉末を使用した新しい粉末工法による製造方法を開発・実用化し、既に報告した¹⁾。この方法はガスアトマイズ粉末を金属製の容器にキャニングし、熱間押しプレス機を用いて高ひずみ速度でアップセットすることによって、高密度で微細均一な組織を得ることを可能にするもので、センダスト系など特に難加工性材料の固化成形に適するだけでなく、スパッタリングターゲット材のように微細均一組織を要求される材料の固化成形には有効である。本方法は特殊鋼の鋼管・鋼材を製造する熱間押しプレス機を用いるため、瞬時に高圧を負荷し、高ひずみ速度で個々の粉末を塑性変形させ高充填させるもので、材料を長時間高温高圧状態におく熱間静水圧プレス（HIP）やホットプレス法による固化成形法とは異なるものである。

ところで定常変形に関するDornの式²⁾は式（1）で表され、結晶粒径を1桁小さくすると2~3桁大きなひずみ速度でも塑性加工が可能になることを示しており、ガスアトマイズで作製した微細組織の急速凝固粉末を用いた粉末工法

$$\dot{\epsilon} = \frac{AGb}{kT} \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n D_0 \exp(Q/RT) \quad (1)$$

$\dot{\epsilon}$ ：ひずみ速度，A：無次元の定数，G：剛性率，
b：バーガースベクトル，k：ボルツマン定数，
d：結晶粒径，p：結晶粒度指数（2~3）， σ ：流動応力，
n：応力指数，D₀：頻度因子，Q：活性化エネルギー，
T：絶対温度，R：ガス定数

により、難加工材料でも健全に固化成形できることを意味している。当社は現在この方法によりHDDの記録膜および下地膜用の各種スパッタリングターゲット材を製造している。最近、HDDのシーズ膜用のターゲット材として需要のあるNi-Al系合金ターゲット材については第三元素の添加など様々な組成が要求されている。本報ではスパッタリングターゲット材への適用を狙い、その基本としてNi₅₀Al₅₀二元系合金についてガスアトマイズ粉末から固化成形材を作製し、その基本特性を評価したので以下に報告する。

2. 実験方法

ターゲット材作製方法の概略をFig.1に示す。ガスアトマイズ法で作製した粉末を金属製の容器に充填し、真空脱気・封入し、ピレットを作製した。このピレットを目的の

*1 粉末事業部加工品営業グループ，工博

*2 粉末事業部加工品営業グループ

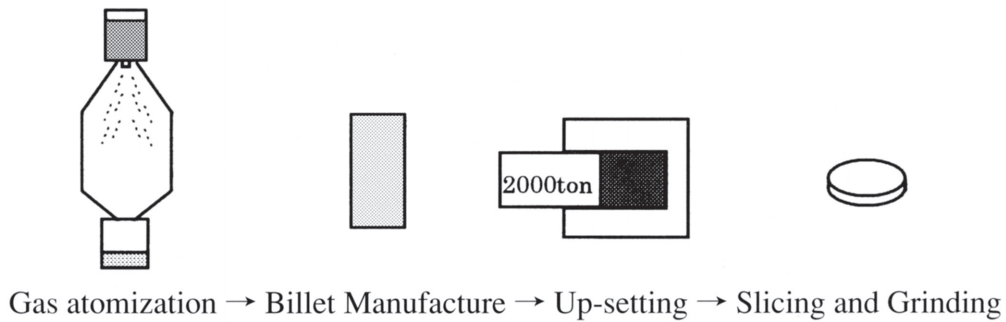


Fig. 1. Schematic diagram of P/M process to produce Ni₅₀Al₅₀ target disc.

温度まで加熱保持した後、2000トン押しプレス機を用いて、アップセットを行った。

本工法においてはφ210のビレット使用の場合、560MPaの圧力が加圧されることになる。またNi₅₀Al₅₀の1000℃での降伏応力は350MPa³⁾であることから、Ni₅₀Al₅₀粉末も1000℃以上まで加熱すれば、塑性変形が可能であると考えられるので、粉末を充填したビレットを1200℃に加熱し、均熱したのち2000トン押しプレスにより固化成形した。その後成形材を容器から取り出し所望の形状に切り出し、諸特性を測定した。

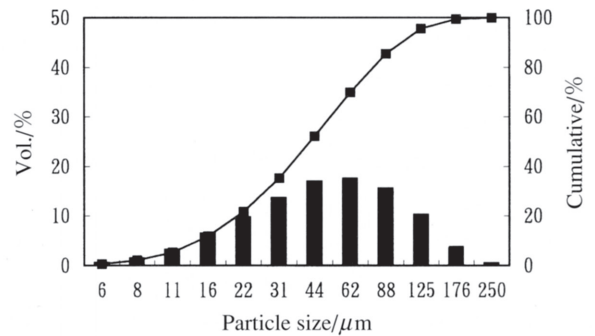


Fig. 2. Particle size distribution of Ni₅₀Al₅₀ atomized powder.

3. 諸特性

3・1 アトマイズ粉末の特性

3・1・1 粒度分布

ガスアトマイズ粉末の粒径とアトマイズのパラメーターの間にはLubanska⁴⁾の式(2)がよく知られており、これは粉末の粒径が熔融金属の温度、溶湯の流量、ガス流量、ガス圧、ノズル径などの種々のパラメーターに依存するとするものである。工業的量产規模のガスアトマイザーで作製した粉末の平均粒径は通常数十μmである。

$$\chi_m / D = K \left[\frac{v_m}{v_g W} \left(1 + \frac{M}{A} \right) \right]^{1/2} \quad (2)$$

χ_m : 粉末粒径, D : 溶湯ノズル径, K : 定数,
 v_m : 溶湯の動粘性係数, v_g : ガスの動粘性係数,
 W : ウェーバー数 $\rho V^2 D / \gamma$, M : 溶湯の流量,
 γ : 溶湯の表面張力, ρ : 溶湯の密度,
 V : 溶湯に衝突するガス流速, A : ガス定数,

今回、作製したアトマイズ粉末の粒度分布をFig.2に示す。粉末の粒度分布はほぼ正規分布を示しており、平均粒径は約52μmであった。これはガスアトマイズ粉末としては通常のレベルである。

3・1・2 粉末形状およびマイクロ組織

粉末の外観形状およびマイクロ組織をFig.3およびFig.4に示

す。不活性ガスを用いて作製したアトマイズ粉末特有の球状を示している。粉末のマイクロ組織は約20μm以下の多結晶で構成されている。

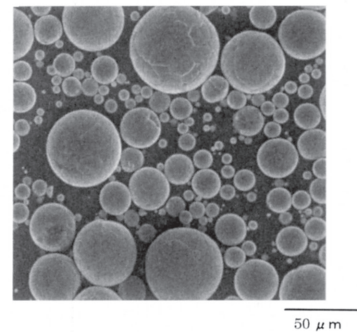


Fig. 3. SEM image of Ni₅₀Al₅₀ atomized powder.

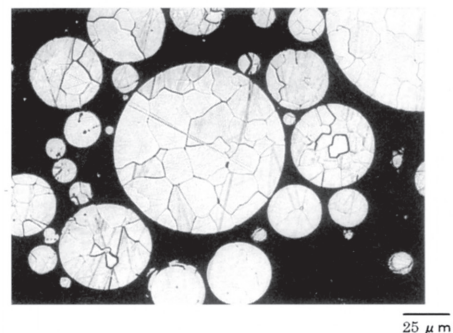


Fig. 4. Cross-sectional microstructure of Ni₅₀Al₅₀ atomized powder.

3・1・3 X線回折結果

作製した粉末をX線回折により構成相の同定を行なった。その回折パターンをFig.5に示す。B2構造のNi₅₀Al₅₀単相から構成されていることを示している。

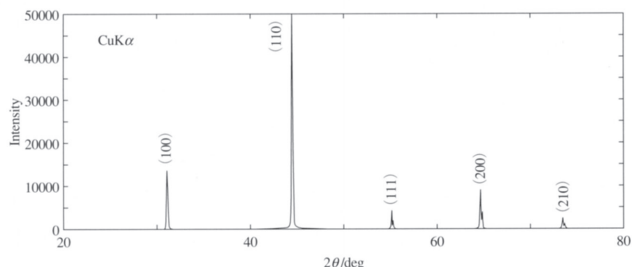


Fig. 5. X-ray diffraction pattern of Ni₅₀Al₅₀ atomized powder.

3・2 ターゲット材の諸特性

3・2・1 成分分析

固化成形したNi₅₀Al₅₀ターゲット材の分析結果をTable 1に示す。特に酸素については固化成形後の酸素量と粉末の酸素量は800ppmと同一であり、固化成形時に酸素量の増加は見られなかった。

Table 1. Chemical composition of Ni₅₀Al₅₀ atomized powder. (at%. O, N : mass ppm)

Element	Ni	Al	Fe	Si	C	O	N
Powder	—	—	—	—	—	800	—
Target	Bal.	49.93	7	<100	6	800	9

3・2・2 密度

Ni₅₀Al₅₀ターゲット材のアルキメデス法による密度測定値は5.90g/cm³であり、 casting材の文献値 (5.86g/cm³)⁵⁾ とほぼ一致した。これは高温高压下で粉末が塑性変形するために粉末間の空隙がつぶされ、その結果、成形体は真密度に充填されているためと考えられる。

3・2・3 ミクロ組織

Ni₅₀Al₅₀ターゲット材のミクロ組織をFig.6に示す。固化成形前の粉末と同等の結晶粒の大きさであり、粗大化した結晶粒は認められなかった。スパッタリングにおいては casting欠陥やポアーなどからの不純物としてのガスの発生を嫌うため、ターゲット材に対してはこのような casting欠陥やポアーなどの欠陥のない高密度の材料が求められる。本工法で作製したNi₅₀Al₅₀合金ターゲット材の結晶粒界にはポアーなどのマクロ欠陥も認められなかった。このミクロ組織からもNi₅₀Al₅₀合金ターゲット材は高密度に充填されていることが分かる。加圧方向に対し垂直方向 (T面) と平行方向 (L面) で同程度の結晶粒の大きさの組織を示した。

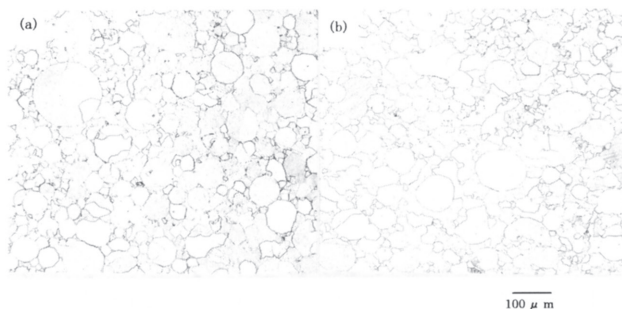


Fig. 6. Optical micrographs of Ni₅₀Al₅₀ target disc. (a)vertical (b)parallel to up-setting direction

3・2・4 X線回折結果

Ni₅₀Al₅₀ターゲット材のX線回折により構成相の同定を行なった。その回折パターンをFig.7に示す。B2構造のNi₅₀Al₅₀単相から構成されていることを示している。回折パターンはガスアトマイズ粉末のものと同一であり、固化成形時に他の相が生成していることはなかった。

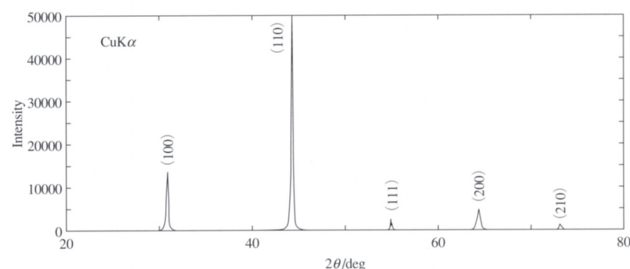


Fig. 7. X-ray diffraction pattern of Ni₅₀Al₅₀ target disc.

3・2・5 EPMAによる分析結果

ターゲット材の成分偏析をEPMAにより測定した。その

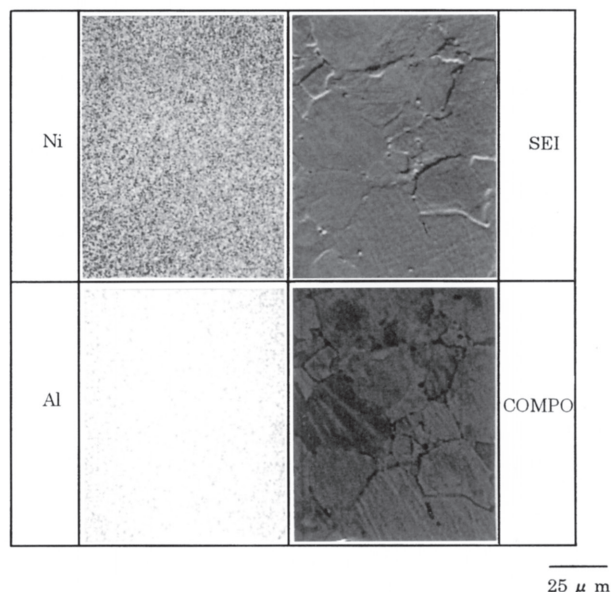


Fig. 8. Distribution of each element in Ni₅₀Al₅₀ target disc.

結果をFig.8に示す。Al, Niは均一に分布しており、ターゲット材で特に問題となる成分偏析は認められなかった。本工法のカスタマイズ粉末→アップセット工法により作製したターゲット材は、偏析が非常に少なく、組織が微細均一であるという大きな特徴がある。これは偏析が非常に少ないカスタマイズ急速凝固粉末を高温高圧下で非常に短時間に固化成形したため、結晶粒の粗大化や第2相の析出が抑えられることによると考えられる。

3・2・6 硬さ

本工法のNi₅₀Al₅₀ターゲット材のビッカース硬度は284HVであった。J.H.Westbrookら⁶⁾は強度は格子欠陥に影響し、Ni₅₀Al₅₀の化学量論組成で硬さの極小値をもつことを示している。本ターゲット材の測定値はその値ともほぼ一致した。

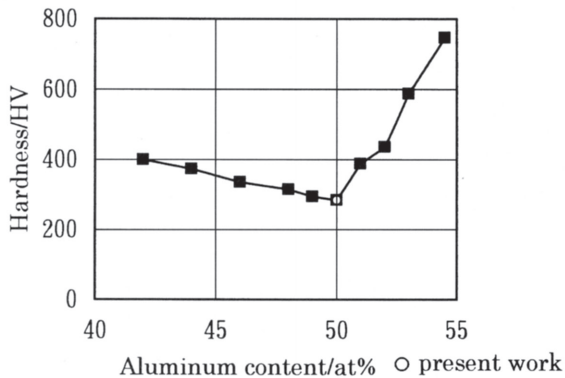


Fig. 9. Vicker's hardness of Ni₅₀Al₅₀ target disc.

3・2・7 抗折力

薄膜製造においては生産能力を上げるためハイパワーでスパッタすることが要求されており、鑄造欠陥、粗大結晶粒、ポーアなどの欠陥はスパッタ時のサーマルショックに

よる割れ発生の原因となる。このことからより均一性に優れ、欠陥を極力少なくした機械的強度の高いターゲット材が望まれる。本工法によるNi₅₀Al₅₀ターゲット材から試料を切り出し3点曲げ試験を行い、抗折力を測定した。その結果352MPaを示した。この結果と前項の硬さ測定結果より、本ターゲット材は量産時のハイパワー下でのスパッタに十分耐えうる機械的強度を有していると考えられる。

4. まとめ

本工法により作製したターゲット材は高密度に成形されており、均一微細組織を有していることが分かった。本工法により作製した他の合金ターゲット材はスパッタ時のエロージョンがなだらかであり、長時間のスパッタリングが可能で、膜は均一性に優れているという特長を有している。本Ni₅₀Al₅₀ターゲット材に対しても実際に使用された際、同様の特長が期待される。またこの方法で作製した成形材は高密度・微細均一組織を有し、成分偏析も少ないことから、スパッタリングターゲット材以外の用途、たとえば耐熱材料へも適用可能であり、新たなニーズが期待される。

文献

- 1) 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.
- 2) A.K.Mukherjee, J.E.Bird and J.E.Dorn: Trans. ASM, 62 (1969), 155.
- 3) E.M.Schlson and D.R.Barker: Scr.Metall., 17 (1983), 519.
- 4) H.Lubanska: J Metals, 22(1970), 45.
- 5) ASM International Handbook Committee: Metals Handbook, ASM International, USA, 2 (1990), 918.
- 6) J.H.Westbrook: J.Electrochem.Soc., 103 (1956), 54.