

明 細 書

発明の名称： ターゲット材およびその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体における軟磁性膜等を形成するのに好適なターゲット材およびその製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] 近年、磁気記録媒体の記録密度を向上させる手段として、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、磁気記録媒体の磁性膜を、磁化容易軸が媒体面に対して垂直方向に配向するように形成したものであり、記録密度を上げていってもビット内の反磁界が小さく、記録再生特性の低下が少ない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と軟磁性膜とを有する磁気記録媒体が開発されている。

[0003] このような磁気記録媒体の軟磁性膜としては、高い飽和磁束密度とアモルファス構造を有することが要求されている。軟磁性膜の例として、飽和磁束密度の大きいFeを主成分とするFe-C合金にアモルファス化を促進する元素を添加した合金膜が利用されている。

その一方、これらの合金膜には、耐食性が高いことも要求されている。合金膜の形成には、例えばFe-C合金にNbあるいはTaから選ばれる1つまたは2つの元素を10～20原子%含有する軟磁性膜用Fe-C系ターゲット材が提案されている（特許文献1参照）。特許文献1では、Fe-C系ターゲット材は、それぞれ純度99.9%以上の純金属粉末原料をターゲット材の組成となるように混合し、得られた混合粉末を焼結させることにより製造されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：国際出願第2009/104509号パンフレット

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0005] スパッタリング中において、ターゲット材は、プラズマによる放電に晒されて温度が上昇するため、ターゲット材背面で間接的な冷却が行われる。しかしながら、生産性を向上させるため、高電力でスパッタリングを行った場合、ターゲット材背面からの間接的な冷却では冷却能力が不足し、ターゲット材の温度が300℃以上の高温に達する場合がある。
- [0006] 上述した特許文献1に開示されるFe-C系ターゲット材では、FeおよびCの粉末にTaあるいはNbの単体の粉末を添加することで、高い飽和磁束密度とアモルファス性に加え、高い耐食性を有する軟磁性膜を形成することが可能である。そのため、Fe-C系ターゲット材を用いた方法は、成分制御を容易にするという点で有用な技術である。
- [0007] しかしながら、このFe-C系ターゲット材を、高い投入電力でスパッタリングしたところ、スパッタリング中にターゲット材が割れ、正常なスパッタリングが行えない場合があることが確認された。
- [0008] 本発明は、上記事情に鑑みたものである。上記した状況の下、高い投入電力でスパッタリングを行った場合における割れの発生が抑制されたターゲット材が必要とされている。

また、高い投入電力でスパッタリングを行った場合において、ターゲット材の割れの発生を抑制し、磁気記録媒体の軟磁性膜を安定的に成膜するターゲット材の製造方法が必要とされている。

課題を解決するための手段

- [0009] 本発明者の検討によれば、上述の特許文献1に開示されるFe-C系ターゲット材について、下記の知見を得た。すなわち、

Fe-C系ターゲット材のミクロ組織には、Ta/Nbを高濃度に含む脆い金属間化合物が多量かつ粗大に形成される。これは、この脆い金属間化合物の形成に起因して、ターゲット材の高電力スパッタリング中の熱膨張による歪が、高温における曲げ破断歪率を上回ってしまうため、ターゲット材

に割れが発生する、というものである。そして、本発明者は、ターゲット材の高温における曲げ破断歪率を向上させるために種々の検討を行った結果、好適な組成と粉体組成物の焼結方法を見出し、本発明に到達した。

[0010] 上記の課題を達成するための具体的な手段は、以下の通りである。すなわち、第1の発明は、

<1> 原子比における組成式が $(\text{Fe}_x - \text{Co}_{100-x})_{100-y} - \text{M}_y$ (但し、Mは、TaおよびNbから選択される少なくとも一方の元素を表し、X、Yはそれぞれ $0 \leq X \leq 80$ 、 $10 \leq Y \leq 30$ を満たす。) で表され、不可避免的不純物からなる残部を含み、かつ 300°C における曲げ破断歪率が 0.33% 以上であるターゲット材に係る発明である。

[0011] <2> 前記<1>において、第1の発明に係るターゲット材は、ターゲット材の断面において観察された金属組織において、TaおよびNbから選択される少なくとも一方を含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径が $20\mu\text{m}$ 以下の組織であることが好ましい。

[0012] 次に、第2の発明は、

<3> 原子比における組成式が $(\text{Fe}_x - \text{Co}_{100-x})_{100-y} - \text{M}_y$ (但し、Mは、TaおよびNbから選択される少なくとも一方の元素を表し、X、Yはそれぞれ $0 \leq X \leq 80$ 、 $10 \leq Y \leq 30$ を満たす。) で表され、不可避免的不純物からなる残部を含み、かつ粒子断面において観察された金属組織において、TaおよびNbから選択される少なくとも一方を含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径が $10\mu\text{m}$ 以下の合金粉末を含む粉体組成物を、焼結温度 $900^\circ\text{C} \sim 1400^\circ\text{C}$ 、加圧圧力 $100\text{MPa} \sim 200\text{MPa}$ 、および焼結時間1時間～10時間の条件で加圧焼結するターゲット材の製造方法である。

つまり、第1の発明のターゲット材は、前記組成式で表される前記粉体組成物を、焼結温度 $900^\circ\text{C} \sim 1400^\circ\text{C}$ 、加圧圧力 $100\text{MPa} \sim 200\text{MPa}$ 、および焼結時間1時間～10時間の条件で加圧焼結することにより得ることができる。

[0013] <4> 前記<3>において、前記粉体組成物は、最終組成に調整した単一組成の合金粉末であることが好ましい。

発明の効果

[0014] 本発明によれば、高い投入電力でスパッタリングを行った場合における割れの発生が抑制されたターゲット材が提供される。また、

また、本発明によれば、高い投入電力でスパッタリングを行った場合において、ターゲット材の割れの発生を抑制し、磁気記録媒体の軟磁性膜を安定的に成膜するターゲット材の製造方法が提供される。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]本発明例となる試料N o. 5の走査型電子顕微鏡によるミクロ組織写真である。

[図2]本発明例となる試料N o. 10の走査型電子顕微鏡によるミクロ組織写真である。

[図3]比較例となる試料N o. 1の走査型電子顕微鏡によるミクロ組織写真である。

[図4]比較例となる試料N o. 2の走査型電子顕微鏡によるミクロ組織写真である。

[図5]比較例となる試料N o. 3の走査型電子顕微鏡によるミクロ組織写真である。

[図6]比較例となる試料N o. 1の曲げ破断歪率と線熱膨張率の関係を示す図である。

[図7]比較例となる試料N o. 2の曲げ破断歪率と線熱膨張率の関係を示す図である。

[図8]比較例となる試料N o. 3の曲げ破断歪率と線熱膨張率の関係を示す図である。

[図9]本発明例となる試料N o. 5の曲げ破断歪率と線熱膨張率の関係を示す図である。

発明を実施するための形態

[0016] 本発明者は、ターゲット材の金属組織と高温における機械的特性に着目して種々の検討を行った。ターゲット材は、スパッタリング中において、プラズマによる放電に晒されて温度が上昇するため、ターゲット材背面で間接的な冷却が行われる。しかしながら、成膜速度を速めて磁気記録媒体の生産性を向上させるために高い投入電力でスパッタリングを行った場合は、ターゲット材背面で冷却を行なっても、ターゲット材の温度が上昇し、300℃以上の高温に達する。

本発明者は、ターゲット材が、例えば外周部をクランプ固定されているために、ターゲット材が高温になると熱膨張による歪が生じ、割れが発生することを確認した。

本発明の特徴は、ターゲット材の組成を最適化した上で、スパッタリング時の発熱によりターゲット材に付与される特定の温度における曲げ破断歪率を一定値以上とすることによって、ターゲット材の割れ発生の抑制を実現した点にある。以下、詳しく説明する。

[0017] 本発明のターゲット材は、300℃における曲げ破断歪率を0.33%以上の値とする。

ここで、本発明における曲げ破断歪率とは、例えばJIS K7171で定義される、材料が破断するときの曲げ歪率である。この曲げ破断歪率は、ターゲット材から採取した試験片について、3点曲げ試験を行い、試験片が破断するまでのたわみ量を測定し、式(1)に代入することで算出される。下記式(1)において、 ε_{fB} は曲げ破断歪率であり、 s_B は破断するまでのたわみ量であり、 h は試験片の厚さであり、 L は支点間距離である。また、300℃の高温環境下で測定する際には、曲げ試験機に恒温槽を装着し、試験片を300℃に加熱した状態で測定する。

[0018] [数1]

$$\varepsilon_{fB} = \frac{500 s_B h}{L^2} (\%) \quad \dots (1)$$

[0019] 本発明で曲げ破断歪率 ε_{fB} の測定温度を300℃に規定したのは、生産能

力向上のために高い投入電力でスパッタリングを行った場合に、スパッタリング中のターゲット材の温度が 300°C 以上の高温に達したときに割れが発生しやすいことが経験上知られているからである。本発明で適用する合金の 300°C における線熱膨張率は、 $0.28\% \sim 0.32\%$ であることが好ましい。この線熱膨張率が 300°C における曲げ破断歪率を上回ると、スパッタリング中にターゲット材に割れが生じ、正常なスパッタリングを行えなくなる。

本発明では、ターゲット材の 300°C における曲げ破断歪率 ε_{fB} が線熱膨張率よりも大きい値となる 0.33% 以上とすることで、熱膨張により生じる歪が曲げ破断歪率 ε_{fB} を上回ることができなくなる。結果、スパッタ時のターゲット材の割れの発生を抑制することができる。尚、本発明のターゲット材は、長時間の連続したスパッタ時のターゲット材の割れを抑制するためには、 300°C における曲げ破断歪率 ε_{fB} が 0.45% 以上であることが好ましい。

[0020] 本発明のターゲット材のベースとなる合金は、原子比における組成式が($\text{Fe}_x - \text{Co}_{100-x}$)、 $0 \leq x \leq 80$ で表される成分領域とする。

本発明で上記合金を選択した理由は、原子1個あたりの飽和磁気モーメントを表す、いわゆるスレーター・ポーリング曲線において、FeとCo二元系合金の組み合わせが各種の遷移金属合金の中で最も高い飽和磁気モーメントを示すからである。

飽和磁気モーメントを最大化する必要がある場合には、Feの原子比率 x を $50\% \sim 80\%$ の範囲とすることが好ましい。これは、原子比でFe:Co = 65:35の組成比付近で飽和磁気モーメントが最大になり、Feの原子比率が $50\% \sim 80\%$ の範囲であるFe-Co合金において高い飽和磁気モーメントが得られるためである。

また、薄膜としての磁歪を下げようとする場合には、ターゲット材のFeの原子比率 x を $0\% \sim 50\%$ とすることが好ましい。これは、Feに比べてCoの磁歪が小さいからである。

[0021] 本発明のターゲット材は、T aおよびN bから選択される一方または両方の元素を合計で10原子%～30原子%含有させる。これは、電位－pH図においてpHの広範囲に亘って緻密な不動態被膜を形成することが示されていることから、形成される軟磁性膜の耐食性を向上させる効果を有するためである。また、T aおよびN bから選択される一方または両方の元素の添加により、スパッタリングの際に、アモルファス化させるためである。なお、上記の効果は、その添加量が合計で10原子%に満たない場合には、アモルファス化せず、30原子%を超える場合には、磁化が低下するため、10原子%～30原子%にする。

また、T aおよびN bから選択される一方または両方の元素の添加量が30原子%を超えると、脆いT aおよびN bから選択される一方または両方を含有する金属間化合物相が多量に形成されるため、後述するターゲット材の300℃における曲げ破断歪率 ε_{FB} を0.33%以上にするのが困難となる。尚、T aおよびN bから選択される一方または両方の元素の合計量は、16原子%～25原子%の範囲が好ましく、より好ましくは16原子%～20原子%である。

[0022] 本発明のターゲット材は、T aおよびN bから選択される一方または両方の元素を上記の範囲で含有する以外の残部は、FeとCoと不可避免的不純物である。不純物の含有量は、できるだけ少ないことが望ましく、ガス成分である酸素、窒素は1000質量ppm以下、不可避免的に含まれるNi、Si、Al等のガス成分以外の不純物元素は、合計で1000質量ppm以下であることが望ましい。

[0023] 本発明のターゲット材は、その断面の金属組織を観察した場合において、T aおよびN bから選択される一方または両方を含有する金属間化合物相の領域内に描いた際の、最大内接円の直径は、20 μ m以下であることが好ましく、さらに好ましくは5 μ m以下である。最大内接円の直径は、現実的には0.5 μ m以上であることが好ましい。

ここで、断面とは、ターゲット材を任意の方向に切断した場合の切断面を

さし、金属組織とは、該切断面において観察される金属組織のことである。

最大内接円の直径が $20\mu\text{m}$ 以下であることで、曲げ破断歪率 ε_{fB} の低下を引き起こす、脆いTaおよびNbの一方または両方を含有する金属間化合物相が粗大化するのを抑えることができ、 300°C における曲げ破断歪率 ε_{fB} を0.33%以上に保持することが可能である。

[0024] 本発明にいう、TaおよびNbから選択される少なくとも一方を含有する金属間化合物相としては、例えば、 Fe_2Ta 、 FeTa 、 Fe_2Nb 、 FeNb 、 Co_7Ta 、 Co_2Ta 、 Co_6Ta_7 、 CoTa_2 、 Co_3Nb 、 Co_2Nb 、 Co_7Nb_6 等が挙げられる。これらの金属間化合物相は、脆いため、組織中に存在する粗大な金属間化合物の領域内に内接円を描いた際の最大内接円の直径が $20\mu\text{m}$ 以下に抑えられることで、 300°C における曲げ破断歪率 ε_{fB} を0.33%以上に維持することができる。

[0025] また、ターゲット材の断面における、TaおよびNbから選択される一方または両方を含有する金属間化合物相の存在は、例えば、X線回折法やエネルギー分散型X線分光法等によって観察することができる。

[0026] 本発明のターゲット材は、相対密度を99%以上にすることが好ましい。ターゲット材中に存在する空孔等の欠陥を少なく抑えて相対密度が99%以上に保たれていると、その欠陥部で生じやすい局所的な応力集中が少なくなり、曲げ破断歪率 ε_{fB} の低下を防いで、割れの発生を防止することができるためである。

[0027] 本発明でいう相対密度は、アルキメデス法により測定された「かさ密度」を、本発明のターゲット材の組成比から得られる質量比で算出した元素単体の加重平均として得た理論密度で除した値に100を乗じて得た値をいう。

[0028] 本発明のターゲット材は、残留応力を低減することが好ましい。ターゲット材の製造工程において、加圧焼結時や加圧焼結後の機械加工、また外周部にブラスト処理を施す際に、ターゲット材に残留応力が蓄積される場合がある。この残留応力が大きくなると、曲げ破断歪率 ε_{fB} が低下する可能性がある。本発明ではターゲット材の残留応力を解放するために、熱処理等の後処

理をすることが好ましい。

[0029] 本発明のターゲット材は、原子比における組成式が $(Fe_x - Co_{100-x})_{100-y} - M_y$ (但し、Mは、TaおよびNbから選択される少なくとも一方の元素を表し、X、Yはそれぞれ $0 \leq X \leq 80$ 、 $10 \leq Y \leq 30$ を満たす。) で表され、不可避的不純物からなる残部を含み、かつ粒子断面の金属組織を観察した場合において、TaおよびNbから選択される少なくとも一方を含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径が $10 \mu m$ 以下の合金粉末を含む粉体組成物を、焼結温度 $900^\circ C \sim 1400^\circ C$ 、加圧圧力 $100 MPa \sim 200 MPa$ 、および焼結時間 1 時間 $\sim$ 10 時間の条件で加圧焼結することにより得ることができる。

[0030] 一般的に、ターゲット材の製造方法としては、溶製法と加圧焼結法に大別できる。溶製法では、ターゲット材の素材となる鑄造インゴット中に存在する鑄造欠陥の低減や組織の均一化を図るために、鑄造インゴットに熱間圧延等の塑性加工を加える必要がある。

TaやNbを含有する合金においては、鑄造時の冷却過程で、粗大なTaおよびNbから選択される少なくとも一方を含有する金属間化合物相が形成されるため、熱間加工性が極めて悪い。したがって、ターゲット材を安定的に製造することが困難である。

そのため、本発明においては、所定の粉体組成物を上記の条件で加圧焼結することにより、既述の本発明のターゲット材が得られる。

[0031] 加圧焼結の方法としては、熱間静水圧プレス、ホットプレス、放電プラズマ焼結、押し出しプレス焼結等を用いることが可能である。中でも、熱間静水圧プレスは、以下に述べる加圧焼結条件を安定して実現できるため、好適である。

[0032] 本発明では、焼結温度を $900^\circ C \sim 1400^\circ C$ とする。焼結温度が $900^\circ C$ 未満であると、高融点金属であるTaおよびNbから選択される少なくとも一方を含有する粉末の焼結が十分に進まず、空孔が形成されてしまう場合がある。一方、焼結温度が $1400^\circ C$ を超えると、粉体組成物が溶解する場

合がある。このため、本発明では、焼結温度を $900^{\circ}\text{C}\sim 1400^{\circ}\text{C}$ とする。なお、ターゲット材中の空孔の形成を最小限に低減した上で、 T_a および N_b から選択される一種以上を含有する金属間化合物相の成長を抑制し、曲げ破断歪率 ε_{fB} を向上させるためには、 $950^{\circ}\text{C}\sim 1300^{\circ}\text{C}$ で焼結することが好ましい。

[0033] また、本発明では、加圧圧力を $100\text{MPa}\sim 200\text{MPa}$ とする。加圧圧力が 100MPa 未満では、十分な焼結ができなくなりターゲット材の組織中に空孔が形成されやすくなる。一方、加圧圧力が 200MPa を超えると焼結時にターゲット材に残留応力が導入されてしまう。このため、本発明では、加圧圧力を $100\text{MPa}\sim 200\text{MPa}$ とする。空孔の形成を最小限に低減した上で、残留応力の導入を抑制して曲げ破断歪率 ε_{fB} を向上させるためには、 $120\text{MPa}\sim 160\text{MPa}$ の加圧圧力で焼結することがより好ましい。

[0034] また、本発明では、焼結時間を1時間～10時間とする。焼結時間が1時間未満の場合には、焼結を十分に進行させられず、空孔の形成を抑制することが難しい。一方、焼結時間が10時間を超えると製造効率が著しく悪化するため避ける方がよい。このため、本発明では、焼結時間を1時間～10時間とする。なお、空孔の形成を最小限に低減した上で、 T_a および N_b から選択される一種以上を含有する金属間化合物相の成長を抑制し、曲げ破断歪率 ε_{fB} を向上させるためには、1時間～3時間の焼結時間で焼結することが、より好ましい。

[0035] 本発明でいう粉体組成物としては、粒子断面において観察された金属組織において、 T_a および N_b から選択される一方又は両方を含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径が $10\mu\text{m}$ 以下の合金粉末を含む複数の合金粉末、該合金粉末に加えて純金属粉末を最終組成になるように混合した混合粉末、または最終組成に調整した単一の合金粉末、のいずれかが適用できる。

例えば複数の合金粉末を最終組成になるように混合した混合粉末を粉体組

成物として加圧焼結する方法では、 300°C における曲げ破断歪率 ε_{fB} を 0.33% 以上にすることができる上、混合した粉末の種類を調整することにより、ターゲット材の透磁率を低減できる。そのため、背面カソードから強い漏洩磁束が得られ、使用効率を高くできるという効果も有する。

[0036] また、本発明で用いる合金粉末の平均粒径は、 $10\mu\text{m}\sim 200\mu\text{m}$ であることが好ましい。この範囲の合金粉末を用いることにより、本発明のターゲット材は、 300°C における曲げ破断歪率 ε_{fB} を 0.33% 以上にすることができる上、純Ta相および純Nb相から選択される一方又は両方の金属相がターゲット材の組織内に残存しにくくなり、スパッタリング時のパーティクル不良を低減することもできる。

[0037] なお、本発明にいう合金粉末の平均粒径とは、JIS Z 8901で規定される、レーザー光を用いた光散乱法による球相当径とする。ここでの平均粒径は、累積粒度分布を等体積（50%）の2つに分けたときの径（D50）で表す。

[0038] また、本発明のターゲット材は、元素の添加量によっては、Fe-Co-Ta/Nb合金粉末、Co-Ta/Nb合金粉末から選択される一種以上の粉末を混合した混合粉末を用いることによっても製造することができる。特に、高融点金属であるTaおよびNbの合計の含有率が18原子%を超える合金成分の場合は、その合金の融点が上昇するため、最終組成に調整した単一組成の合金粉末を製造することが困難になる場合がある。このため、本発明では、上述の混合粉末を用いて加圧焼結をすることにより、ターゲット材を得ることができる。

[0039] また、合金粉末に加えて混合する純Ta粉末および純Nb粉末から選択される一種以上の粉末の平均粒径は、 $1\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ であることが望ましい。これは、純Ta粉末および純Nb粉末から選択される少なくとも一方の粉末の粒径が $15\mu\text{m}$ 以下であると、加圧焼結した場合に、純Ta相および純Nb相から選択される一種以上の金属相がターゲット材の組織内に残存しにくく、スパッタリング時のパーティクル不良が低減されるためである。また

、これらの相の周囲に形成されるT aおよびN bから選択される少なくとも一方を含有する金属間化合物相の割れの起点ができにくく、曲げ破断歪率 ε_{fB} の低下を防止することができるためである。また、純T a粉末および純N b粉末から選択される少なくとも一方の粉末の平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以上であると、充填性を良好維持できるためである。

なお、純T a粉末および純N b粉末の平均粒径は、合金粉末の平均粒径と同様に、J I S Z 8 9 0 1で規定される、レーザー光を用いた光散乱法による球相当径(D 5 0)である。

[0040] 本発明のターゲット材は、粉体組成物として最終組成に調整した単一組成の合金粉末を使用して製造することが好ましい。これにより、本発明のターゲット材は、T aおよびN bから選択される少なくとも一方を含有する金属間化合物相を、より安定的に微細で均一に分散できる効果を得ることが可能となる。結果、 300°C における曲げ破断歪率 ε_{fB} をより向上させることができる。

[0041] この最終組成に調整した単一組成の合金粉末は、例えばガスアトマイズ法などによって製造することが好ましく、これにより急凝固組織を得ることができる。本発明では、この合金粉末の製造にガスアトマイズ法を適用し、吐出させる液滴のサイズと冷却速度を厳密にコントロールすることにより、得られる合金粉末に含まれるT aおよびN bから選択される少なくとも一方を含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径を $10\mu\text{m}$ 以下にすることができる。

[0042] ここで、本発明にいう「最終組成に調整した単一組成」とは、ガスアトマイズ法を適用した際に、出湯るつばに注湯された最終組成に調整した合金溶湯をすべて出湯したときに得られる合金組成のことをいう。

[0043] 本発明のターゲット材は、T aおよびN bから選択される少なくとも一方を含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径が $10\mu\text{m}$ 以下の合金粉末を用いることにより、上述した条件の加圧焼結を経ても、ターゲット材中のT aおよびN bから選択される少なくとも一方

を含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径が $20\ \mu\text{m}$ 以下の組織を得ることができる。そして、 300°C における曲げ破断歪率 ε_{fB} の向上が可能となる。

実施例

[0044] 以下、本発明を実施例により更に具体的に説明するが、本発明はその主旨を越えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

[0045] (実施例 1)

まず、本発明例の試料 No. 4 ~ No. 9 として、Fe-Co-Ta 合金粉末を用い、原子比が $(\text{Fe}_x - \text{Co}_{100-x})_{100-y} - \text{Ta}_y$ ($0 \leq x \leq 80$ 、 $10 \leq y \leq 30$) となるように、表 1 に示す各々の組み合わせの粉末を準備した。

また、比較例の試料 No. 1 ~ No. 3 では、純 Fe、純 Co、純 Ta、Fe-Co-Ta 合金粉末、および Co-Ta 合金粉末を原料として用い、原子比が $(\text{Fe}_{65} - \text{Co}_{35})_{(100-y)} - \text{Ta}_y$ ($y = 18$) となるように調整した。

[0046] 前記 Fe-Co-Ta 合金粉末、および前記 Co-Ta 合金粉末には、ガスアトマイズ法により製造した、平均粒径 (D_{50}) が $100\ \mu\text{m}$ の粉末を用いた。

また、下記表 1 において、純 Ta 粉末は、機械的粉砕法によって製造した、平均粒径 (D_{50}) が $30\ \mu\text{m}$ の市販の Ta 粉末を用いた。純 Co 粉末には、機械的粉砕法によって製造した、平均粒径 (D_{50}) が $120\ \mu\text{m}$ の市販の Co 粉末を用いた。さらに、純 Fe 粉末には、機械的粉砕法によって製造した、平均粒径 (D_{50}) が $120\ \mu\text{m}$ の市販の Ta 粉末を用いた。

[0047] なお、各合金粉末の各粒子の断面において観察された金属組織において、Ta を含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径を、走査型電子顕微鏡 (日本電子株式会社製、JSM-6610LA) を用いて観察し、測定した。

[0048] 上記で得たそれぞれの混合粉末を、軟鋼製の加圧容器に充填し脱気封止し

た後に、熱間静水圧プレスによって、表 1 に示す焼結温度、加圧圧力、焼結時間の条件で焼結し、直径 194 mm×厚さ 14 mm の焼結体を得た。

[0049] また、比較例用の試料 No. 2 として、上述の組成を真空誘導溶解炉で 1680℃にて溶解して鋳造すること（溶解製法）により、直径 200 mm×厚さ 30 mm のインゴットを製造した。

[0050] 上記で製造した各焼結体の端材から 10 mm×10 mm×5 mm の試験片を採取し、その一つの試験片について、全面の黒皮等の汚れを除去した後、電子比重計 SD-120L（研精工業株式会社製）を使用してアルキメデス法により密度の測定を行った。そして、上記で説明したように、得られたかさ密度と理論密度から相対密度（%；=かさ密度／理論密度×100）を算出した。算出した相対密度を表 1 に示す。

表 1 に示すように、本発明例となる試料 No. 4～No. 9、および比較例となる試料 No. 1～No. 3 は、相対密度が 100%を超える高密度なターゲット材であることが確認された。

[0051] 上記で製造した各焼結体およびインゴットからマイクロ組織観察用の試料を採取して、走査型電子顕微鏡（日本電子株式会社製、JSM-6610LA）により、2.2 mm²の視野でマイクロ組織観察した。そして、図 1 の測定例に示すように、Ta 金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径を測定した。その結果を表 1 に示す。また、観察した試料 No. 5、No. 1、No. 2、No. 3 のマイクロ組織を図 1、図 3～図 5 に示す。

図 1、図 3～図 5 において、白色部は純 Ta 相、明灰色部は Ta を含有する金属間化合物相であり、残部が Ta をほとんど含有しない Fe-Co 合金相である。

[0052] 各焼結体は、表 1（焼結体の金属間化合物相の最大内接円直径）に示すように、Ta または Nb を含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径が 20 μm 以下であり、Ta を含有する金属間化合物相が微細であることが確認された。

一方、比較例のターゲット材は、Taを含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径が $20\mu\text{m}$ を超える粗大な金属間化合物相であることを確認した。

[0053] 上記で製造した各焼結体より、長さ 70mm ×幅 5mm ×厚さ 5mm の3点曲げ試験用の試験片を採取し、油圧サーボ高温疲労試験機EFH50-5（株式会社鷺宮製作所製）を使用し、クロスヘッドスピード $1.0\text{mm}/\text{分}$ 、支点間距離 50mm の条件で、各温度（室温（ 25°C ）、 200°C 、 300°C 、 400°C 、 500°C ）における3点曲げ試験を行った。得られた曲げ荷重-たわみ曲線から破断するまでのたわみ量を測定し、既述の式（1）から各温度における曲げ破断歪率 ε_{fB} を算出した。

[0054] また、上記で製造した焼結体より、直径 5.0mm ×長さ 19.5mm の試験片を採取し、熱機械分析装置（株式会社リガク製 TMA-8140C）を用いて、Arガス雰囲気下で各温度における線熱膨張率を測定した。

[0055] 試料No. 1～No. 3、No. 5の各温度における曲げ破断歪率 ε_{fB} と線熱膨張率とを図6～図9に、 300°C における曲げ破断歪率 ε_{fB} を表1に、それぞれ示す。

本発明例である試料No. 4～No. 9は、Taを含有する金属間化合物相を均一に微細分散させることによって、各温度における曲げ破断歪率 ε_{fB} が著しく向上していることが確認された。

[0056] 上記で得た各焼結体を、直径 180mm ×厚さ 4mm のサイズに機械加工してターゲット材を得た。

[0057] 上記で作製した試料No. 1～No. 9のターゲット材をDCマグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ株式会社製、C3010）のチャンバ内に配置し、チャンバ内の到達真空度を $2 \times 10^{-5}\text{Pa}$ 以下となるまで排気した後、Arガス圧： 0.6Pa 、投入電力： 1500W の条件で、 120 秒の連続放電を行った。この条件は、高電力で長時間連続スパッタするため、生産性向上のために一般的に実施されている投入電力：約 1000W の高電力スパッタ条件よりも過酷な条件であり、ターゲット材の割れ耐性を確認す

る上で有効である。

上記の条件にてスパッタした後、チャンバ内を大気解放し、試料N o. 1～N o. 9のターゲット材をスパッタ装置から取外して割れの有無を確認した。比較例となる試料N o. 1～N o. 3のターゲット材では、割れが発生していることを確認した。一方、本発明例となる試料N o. 4～N o. 9のターゲット材では、割れが発生しておらず、本発明の有効性が確認された。

[0058]

[表1]

試料 No.	原料粉末組成 [原子%]			合金粉末の 金属間化合物相 最大内接円直径 [μm]	焼結 温度 [$^{\circ}\text{C}$]	加圧 圧力 [MPa]	焼結 時間 [hr]	相対 密度 [%]	焼結体の 金属間化合物相 最大内接円直径 [μm]	300 $^{\circ}\text{C}$ における 曲げ破壊歪率 ϵ_{FB}	ターゲット材 割れ有無	備考
	1	2	3									
1	純Fe	純Co	純Ta	-	1250	120	2	101.4	68	0.25	割れ有	比較例
2	溶解製法			-	-	-	-	102.6	55	0.18	割れ有	比較例
3	Fe17.2Co14.0Ta	Co18.0Ta	純Ta	21	1250	150	3	101.6	61	0.32	割れ有	比較例
4	Fe28.7Co18.0Ta	-	-	3	950	120	1	101.7	6	0.48	割れ無	本発明例
5	Fe28.7Co18.0Ta	-	-	3	1250	150	1	101.7	11	0.64	割れ無	本発明例
6	Fe28.7Co18.0Ta	-	-	3	1250	150	3	101.7	7	0.61	割れ無	本発明例
7	Fe29.0Co18.0Ta	-	-	4	1250	150	5	101.8	4	0.70	割れ無	本発明例
8	Fe29.0Co18.0Ta	-	-	3	1250	120	10	101.8	12	0.53	割れ無	本発明例
9	Fe28.5Co18.5Ta	-	-	4	1250	120	10	101.8	9	0.64	割れ無	本発明例

[0059] (実施例2) : 試料No. 10

まず、原子比がFe₅₁-Co₂₇-Nb₂₂となる平均粒径(D50)が100 μm の合金粉末をガスアトマイズ法により製造した。

このとき、合金粉末の粒子の断面において観察された金属組織において、

Nbを含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の最大内接円の直径を、走査型電子顕微鏡（日本電子株式会社製、JSM-6610LA）を用いて観察し、測定した。その結果、最大内接円の直径は、 $4\mu\text{m}$ であった。

[0060] そして、この合金粉末を、軟鋼製の加圧容器に充填し、脱気封止した後に、熱間静水圧プレスによって、焼結温度＝ 1250°C 、加圧圧力＝ 150MPa 、焼結時間＝1時間の条件で焼結し、直径 194mm ×厚さ 14mm の焼結体を得た。

[0061] この焼結体の端材から 10mm × 10mm × 5mm の試験片を採取し、試験片の全面の黒皮等の汚れを除去した後、電子比重計SD-120L（研精工業株式会社製）を使用し、アルキメデス法により密度の測定を行った。そして、上記で説明したように、得られた密度と理論密度から相対密度（%； $=\text{かさ密度}/\text{理論密度}\times 100$ ）を算出した。結果、相対密度は 102.2% あり、この焼結体が高密度なターゲット材として有効であることが確認された。

[0062] 上記で製造した焼結体からミクロ組織観察用の試料を採取して、走査型電子顕微鏡（日本電子株式会社製、JSM-6610LA）により、 2.2mm^2 の視野でミクロ組織観察した。その結果を図2に示す。

図2において、白色部は純Nb相、明灰色部はNbを含有する金属間化合物相であり、残部がNbをほとんど含有しないFe-C合金相である。本発明の製造方法で得られたターゲット材は、その断面で観察した金属組織において、Nbを含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径が $12\mu\text{m}$ であり、Nbを含有する金属間化合物相が微細であることが確認された。

[0063] 上記で得た焼結体を、直径 180mm ×厚さ 4mm のサイズに機械加工してターゲット材を得た。

そして、このターゲット材をDCマグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ株式会社製、C3010）のチャンバ内に配置し、チャンバ内の到達

真空度を $2 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 以下となるまで排気した後、Arガス圧：0.6 Pa、投入電力：1500Wの条件で、120秒の連続放電を行った。この条件は、高電力で長時間連続スパッタするため、生産性向上のために一般的に実施されている投入電力約1000Wの高電力スパッタ条件よりも過酷な条件であり、ターゲット材の割れ耐性を確認する上で有効である。

上記の条件にてスパッタした後、チャンバ内を大気解放し、ターゲット材をスパッタ装置から取外して割れの有無を確認した。本発明の製造方法で製造したターゲット材は、スパッタした後にも割れが発生しておらず、本発明の有効性が確認された。

[0064] 日本出願2012-163186の開示はその全体が参照により本明細書に取り込まれる。

本明細書に記載された全ての文献、特許出願、および技術規格は、個々の文献、特許出願、および技術規格が参照により取り込まれることが具体的かつ個々に記された場合と同程度に、本明細書中に参照により取り込まれる。

請求の範囲

- [請求項1] 原子比における組成式が $(\text{Fe}_x - \text{Co}_{100-x})_{100-y} - \text{M}_y$ (但し、Mは、TaおよびNbから選択される少なくとも一方の元素を表し、X、Yはそれぞれ $0 \leq X \leq 80$ 、 $10 \leq Y \leq 30$ を満たす。) で表され、不可避的不純物からなる残部を含み、かつ 300°C における曲げ破断歪率が 0.33% 以上であるターゲット材。
- [請求項2] ターゲット材の断面において観察された金属組織において、TaおよびNbから選択される少なくとも一方を含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径が $20\mu\text{m}$ 以下である請求項1に記載のターゲット材。
- [請求項3] 原子比における組成式が $(\text{Fe}_x - \text{Co}_{100-x})_{100-y} - \text{M}_y$ (但し、Mは、TaおよびNbから選択される少なくとも一方の元素を表し、X、Yはそれぞれ $0 \leq X \leq 80$ 、 $10 \leq Y \leq 30$ を満たす。) で表され、不可避的不純物からなる残部を含み、かつ粒子断面において観察された金属組織において、TaおよびNbから選択される少なくとも一方を含有する金属間化合物相の領域内に内接円を描いた際の、最大内接円の直径が $10\mu\text{m}$ 以下の合金粉末を含む粉体組成物を、焼結温度 $900^\circ\text{C} \sim 1400^\circ\text{C}$ 、加圧圧力 $100\text{MPa} \sim 200\text{MPa}$ 、および焼結時間1時間～10時間の条件で加圧焼結するターゲット材の製造方法。
- [請求項4] 前記粉体組成物は、最終組成に調整した単一組成の合金粉末からなる請求項3に記載のターゲット材の製造方法。