

明 細 書

発明の名称：

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲット及びその製造方法 技術分野

[0001] 本発明は、磁気ディスク装置用の磁気記録媒体やトンネル磁気抵抗効果（TMR）素子と言ったエレクトロデバイス用の酸化マグネシウム層を形成するために用いられる酸化マグネシウムターゲット及びその製造方法に関し、特に高純度、高密度であり、かつターゲットの中央部に発生する色むらのないスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲット及びその製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] 近年、磁気ディスクの小型化・高記録密度化に伴い、磁気記録媒体の研究・開発が行われ、特にC o系磁性層や下地層の改良が種々行われてきた。

一方、ハードディスクの記録密度は年々急速に増大しており、現状の600 G b i t / i n²の面密度から将来は1 T b i t / i n²に達すると考えられている。1 T b i t / i n²に記録密度が達すると記録b i tのサイズが100 n mを下回るようになり、その場合、熱揺らぎによる超常磁性化が問題となってくると予想され、現在、使用されている磁気記録媒体の材料、例えばC o-C r基合金にP tを添加して結晶磁気異方性を高めた材料では十分ではないことが予想される。

100 n m以下のサイズで安定的に強磁性として振る舞う磁性粒子は、より高い結晶磁気異方性を持っている必要があるからである。

[0003] 上記のような理由から、L 1₀構造を持つF e P t相が超高密度記録媒体用材料として注目されている。L 1₀構造を持つF e P t相は高い結晶磁気異方性とともに、耐食性、耐酸化性に優れているため、磁気記録媒体としての応用に適した材料と期待されているものである。

そしてF e P t層を超高密度記録媒体用材料として使用する場合には、規

則化したF e P t 磁性粒子を磁氣的に孤立させた状態で出来るだけ高密度に方位をそろえて分散させるという技術の開発が求められている。F e P t 薄膜に磁気異方性を付与するためには、結晶方向を制御することが必要とされるが、これは単結晶基板を選択することで容易に可能となる。磁化容易軸を垂直に配向させるには、F e P t 層の下地層として酸化マグネシウム膜が適していることが報告されている。

[0004] さらに、磁気ヘッド（ハードディスク用）やMRAMに用いられるTMR素子の絶縁層（トンネル障壁）として使われる酸化マグネシウム膜等々にも使用されることも知られている。また、上記のような酸化マグネシウム膜は、古くは真空蒸着法によって形成されていたが、最近は、製造工程の簡略化や大画面化を容易にするためにスパッタリング法を用いた酸化マグネシウム膜の製作が行われている。

従来技術としては、下記の公知文献がある。

[0005] 前記特許文献1は、酸化マグネシウム純度99.9%以上、相対密度99%以上の酸化マグネシウム焼結体よりなる酸化マグネシウムターゲットであって、平均粒径が60 μ m以下で、結晶粒内に平均粒径2 μ m以下の丸みを帯びた気孔が存在している微構造を有し、スパッタ成膜速度1000 $\text{\AA}/\text{min}$ 以上に対応可能な酸化マグネシウムターゲットを記載する。これは、高純度酸化マグネシウム粉末に平均粒径100nm以下の酸化マグネシウム微粉末を添加混合して成形し、成形体を一次焼結及び二次焼結する方法を基礎としている。

[0006] 前記特許文献2は、相対密度99%以上の酸化マグネシウム焼結体よりなり、Ar雰囲気或いはAr-O₂混合雰囲気中でのスパッタ成膜において500 $\text{\AA}/\text{min}$ 以上の成膜速度が得られることを特徴とする酸化マグネシウムターゲットであり、平均粒径0.1~2 μ mの高純度酸化マグネシウム粉末を3t/cm²以上の圧力でCIP成形し、得られた成形体を焼結することを提案している。

[0007] 前記特許文献3には、酸化マグネシウム純度99.9%以上、相対密度9

9. 0%以上の酸化マグネシウム焼結体よりなる酸化マグネシウムターゲットであって、スパッタ成膜速度 $600 \text{ \AA} / \text{min}$ 以上に対応可能な酸化マグネシウムからなるターゲットが記載され、高純度酸化マグネシウム粉末に電融酸化マグネシウム粉末と平均粒径 100 nm 以下の酸化マグネシウム微粉末を添加混合して成形し、成形体を一次焼結及び二次焼結する方法であり、良好な配向性、結晶性及び膜特性を有する酸化マグネシウム膜をスパッタ法により高い成膜速度で成膜できると記載している。

[0008] 前記特許文献4には、 MgO を主成分とするターゲット及びその製造方法であり、放電電圧が低く、放電時の耐スパッタリング性、速い放電の応答性、絶縁性を目途とし、Ac型のPDPの誘電体層の保護膜に利用するために、 MgO を主成分とするターゲット内にLa粒子、Y粒子、Sc粒子を分散させることが提案されている。

[0009] 前記特許文献5には、 MgO を主成分とするターゲットにおいて、強度、破壊靱性値、耐熱衝撃性を向上させることを目途とし、 MgO マトリックス中に LaB_6 粒子を分散させると共に、焼結前の還元ガス雰囲気中での還元処理、所定温度での一次焼結、二次焼結が提案されている。

[0010] 前記特許文献6には、 MgO を主成分とするターゲットにおいて、相対密度と平均結晶粒径を $0.5 \sim 100 \mu\text{m}$ に規定するとともに、 MgO マトリックス中に希土類元素であるSc、Y、La、Ce、Gd、Yb、Ndを分散させることが記載されている。

前記特許文献7には、高密度焼結体を製造することを目途とし、 MgO 圧粉体を放電プラズマ焼結法により焼結することが提案されている。

[0011] 前記特許文献8及び特許文献9には、最終到達密度を $3.568 \text{ g} / \text{cm}^3$ とし、機械的性質及び熱伝導性が良好で、ガス発生による雰囲気の汚染を低減することを目途とし、一軸加圧焼結により、 (111) 面を多く配向させた MgO 焼結体を得るものであり、粒径が $1 \mu\text{m}$ 以下の MgO 原料粉末を一軸加圧焼結し、その後酸素雰囲気中で 1273 K 以上の温度で熱処理することが提案されている。この場合は、原料粉末は、 MgO が用いられ、密度を

向上させる手法が焼結条件に限定されている。

- [0012] 前記特許文献10は、MgO膜を大規模にかつ均一に成膜するターゲットを提案するものであり、平均結晶粒径、密度、抗折力、ターゲット表面の中心線平均粗さを規定するとともに、原料粉末の粒径を1 μm 以下とし、その後造粒工程を経て、所定の荷重と温度で焼結し、ターゲットの中心線平均粗さRaを1 μm 以下に表面仕上げすることが提案されている。また、本願発明には直接関係しないが、上記特許文献1～特許文献6、特許文献8、特許文献9には、ターゲットの「曲げ強度」の評価の記載あり、特許文献10には、ターゲットの「抗折力」の評価の記載がある。

先行技術文献

特許文献

- [0013] 特許文献1：特開平10-130827号公報
特許文献2：特開平10-130828号公報
特許文献3：特開平10-158826号公報
特許文献4：特開平10-237636号公報
特許文献5：特開平11-6058号公報
特許文献6：特開平11-335824号公報
特許文献7：特開平11-139862号公報
特許文献8：特開2009-173502号公報
特許文献9：WO2009/096384
特許文献10：特開2000-169956号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0014] 近年、磁気ディスク装置（ハードディスク）の磁気記録媒体、トンネル磁気抵抗効果（TMR）素子等のエレクトロデバイス用として、酸化マグネシウム膜の利用が検討されているが、この酸化マグネシウムを均一に成膜するために、より高純度、高密度の酸化マグネシウムターゲットが要請されてい

る。しかしながら、高純度化及び密度化の期待が極めて高いために、従来は要求に見合う酸化マグネシウムターゲットの製造が難しかった。本発明では、これを実現できるターゲットとその製造方法を提供することを課題とする。

[0015] また、原料粉をホットプレスして酸化マグネシウム焼結体スパッタリングターゲットを製造するのであるが、ターゲットの中央部の、およそ $\phi 60$ （直径 60 mm の円内）程度に色むらが発生するという問題があった。従来では、特にこのような問題に着目することはなかったが、近年の成膜品質の向上から、この問題を究明する必要がある、そのための解決手段を見出す必要があった。

課題を解決するための手段

[0016] 上記の課題から、原料粉の選択、焼結条件を最適に設定することにより、従来に比べて、低コストの製造条件で、より高純度、高密度の酸化マグネシウムターゲットが可能であるとの知見を得、また色むらの発生については、均一なグレーの酸化マグネシウムターゲットとすることができ、色むらの発生を無くすると共に、適度な酸素欠損を備えた酸化マグネシウムターゲットを製造することができるとの知見を得た。

この知見から、以下の発明を提供するものである。

[0017] 1) Cを除く純度が $99.99\text{ wt}\%$ 以上であり、かつ 3.57 g/cm^3 以上の密度を有し、白色度が 60% 以下であることを特徴とするスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲット。

2) 酸化マグネシウム (MgO) に、 $5\text{ wt}\%$ 以上 $30\text{ wt}\%$ 未満の MgCO_3 を添加した原料を用いて製造したことを特徴とする上記1) 記載のスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲット。

3) 白色度が 55% 以上 60% 以下であることを特徴とする上記1) 又は2) 記載のスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲット。

4) 白色度のばらつきが、 5% 以内であることを特徴とする上記1) ～3) のいずれか一項に記載のスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲ

ット。

[0018] 5) 酸化マグネシウム (MgO) に、5 wt %以上30 wt %未満の MgCO_3 を添加した原料を用いるスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの製造方法であって、Cを除く純度が99.99 wt %以上であり、平均粒径が0.5 μm 以下の酸化マグネシウム (MgO) と MgCO_3 からなる原料粉を混合し、これを1500°C以下の温度、300 kgf/cm²以上の加圧力でホットプレスし、99.99%以上のCを除く純度を有し、かつ3.57 g/cm³以上の密度を有するスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの製造方法。

[0019] 6) 酸化マグネシウム (MgO) に、5 wt %以上30 wt %未満の MgCO_3 を添加した原料を用いるスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの製造方法であって、Cを除く純度が99.99 wt %以上であり、平均粒径が0.5 μm 以下の酸化マグネシウム (MgO) と MgCO_3 からなる原料粉を混合し、これを1500°C以下の温度、300 kgf/cm²以上の加圧力でホットプレスし、99.99%以上のCを除く純度を有し、かつ3.57 g/cm³以上の密度を有する上記1)～4)のいずれか一項に記載するスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの製造方法。

発明の効果

[0020] 本発明は、酸化マグネシウムを均一に成膜するために有効である、特に原料粉を選択することにより、低コストで、かつ高純度、高密度であり、色むらの発生がない焼結体酸化マグネシウムターゲットを提供することができる。また、高密度、均一な組成のターゲットを得ることができる。また、これにより、スパッタリング時のパーティクルの発生を抑制することができる。さらに、適度な酸素欠損を備えた焼結体酸化マグネシウムターゲットを作製できるので、スパッタリング中に余剰酸素を発生させず、隣接成膜層（メタル層）の酸化を抑制できる効果がある。

図面の簡単な説明

[0021] [図1] 焼結体酸化マグネシウムターゲットの、炭酸マグネシウム (MgCO_3)

)の添加量と相対密度との相関を示す図である。

[図2]焼結体酸化マグネシウムターゲットの、炭酸マグネシウム (MgCO_3)の添加量と白色度との相関を示す図である。

発明を実施するための形態

[0022] 本発明のスputタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットは、Cを除く純度が99.99wt%以上であり、かつ 3.57 g/cm^3 以上の密度を有し、白色度が60%以下、さらには白色度が55%以上60%以下であるスputタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットであることが大きな特徴の一つである。

そして、このターゲットは酸化マグネシウム (MgO) に、5wt%以上30wt%未満の MgCO_3 を添加した原料を用いて製造することにより実現できる。なお、白色度の測定は、日本電色工業社製微小面分光色差計VSS400 (JIS Z 8722、ASTM E 308)を用いて測定した。これはハンター式測色色差計によるもので、L:明度、a・b (色相・彩度)を測定し、次式により求めたものである。式: $W(\text{白色度}) = 100 - [(100 - L)^2 + (a^2 + b^2)]^{1/2}$

[0023] 従来は、酸化マグネシウム (MgO) を使用して焼結していたが、焼結温度を高くしなければ、十分な密度を得ることができなかった。本願発明は、下記に示すように、 1500°C 以下の焼結温度で、 3.57 g/cm^3 以上の密度を達成できる。これは、従来法に比べて低温であり、製造コストを低減することができる。さらに、本願発明は、99.99%以上のCを除く純度を有するスputタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットを得ることができる。

また、上記の通り、白色度のばらつきを低減することにより、焼結体の均一性が向上するためノジュールやパーティクルを低減する効果が得られ、さらに有効である。特に、白色度のばらつきを5%以内に調整するのが良い。

[0024] 本願発明のスputタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの製造に際しては、5wt%以上30wt%未満の MgCO_3 原料を用いる。この原料

は、99.99wt%以上のCを除く純度を有するものであり、平均粒径が $0.5\mu\text{m}$ 以下の MgCO_3 の原料粉を混合した後、 1500°C 以下の温度、 $300\text{kgf}/\text{cm}^2$ 以上の加圧力でホットプレスすることにより、99.99%以上のCを除く純度を有し、かつ $3.57\text{g}/\text{cm}^3$ 以上の密度を有するターゲットとする。なお、炭酸マグネシウム(MgCO_3)は、焼結時に分解($\text{MgCO}_3 \rightarrow \text{MgO} + \text{CO}_2$)する。

実施例

[0025] 次に、実施例について説明する。なお、この実施例は好適な代表例を示すもので、本願発明は、この実施例に制限されるものでないことは容易に理解されるべきものである。本願発明の技術思想は、本願明細書記述の全体及び特に特許請求の範囲から解釈されるものである。

[0026] (実施例1)

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方法で行った。Cを除く純度が99.99wt%以上であり、平均粒径が $0.5\mu\text{m}$ 以下の、6.0wt%の MgCO_3 と残部酸化マグネシウム(MgO)からなる原料粉を混合した。なお、この原料粉中のC量は0.86wt%であった。

[0027] 次に、この混合粉を 1500°C の温度、 $300\text{kgf}/\text{cm}^2$ の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99wt%以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。なお、炭酸マグネシウム(MgCO_3)は、焼結時に分解($\text{MgCO}_3 \rightarrow \text{MgO} + \text{CO}_2$)するので、焼結後のターゲット中には、炭酸マグネシウム(MgCO_3)は存在しない。これにより得られた MgO 焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、 $3.576\text{g}/\text{cm}^3$ の密度(相対密度99.74%)を有していた。

[0028] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色はグレーであり、光透過性を有していた。また、ターゲットの白色度を調べたところ、58.6%であった。又、白色度のばらつきは

3. 9%であった。なお、この白色度は、日本電色工業社製の「微小面分光色差計VSS400」を用いて、ハンター白色度(L a b)を求めた。このときの測定範囲径は0.2 mm ϕ である。ランダムに3点を測定し、その平均値とばらつき(σ)を採ったものである。以下の実施例及び比較例では、同様にして、白色度を測定し、かつそのばらつきを求めた。

[0029]

[表1]

	MgCO ₃ 原料添加量 (wt.%)	焼結温度 (°C)	保持時間 (時間)	プレス圧力 (kgf/cm ²)	焼結体 密度 (g/cm ³)	相対密度 (%)	色	光透過性	白度 (%)	白度の ばらつき	原料中C (wt.%)
比較例1	0.0	1500	2	300	3.280	91.49	白	無し	91.3	1.4	0.00
比較例2	1.8	1500	2	300	3.482	97.11	白	無し	81.5	1.6	0.26
比較例3	3.0	1500	2	300	3.540	98.74	淡いグレー、しみ	有り	72.2	10.5	0.43
比較例4	4.2	1500	2	300	3.568	99.53	淡いグレー	有り	63.5	0.3	0.60
実施例1	6.0	1500	2	300	3.576	99.74	グレー	有り	58.6	3.9	0.86
実施例2	9.0	1500	2	300	3.576	99.75	グレー	有り	57.6	0.6	1.28
実施例3	12.0	1500	2	300	3.572	99.64	グレー	有り	55.6	3.2	1.71
実施例4	15.0	1500	2	300	3.577	99.79	グレー	有り	56.6	1.1	2.14
実施例5	18.0	1500	2	300	3.571	99.62	グレー	有り	56.1	3.4	2.57
比較例5	30.0	1500	2	300	3.572	99.62	グレー、しみ	有り	56.5	5.2	4.28
比較例6	48.0	1500	2	300	3.577	99.78	グレー、しみ	有り	56.4	6.8	6.84
比較例7	60.0	1500	2	300	3.573	99.65	グレー、しみ、クラック	有り	56.6	8.1	8.55

[0030] (実施例2)

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方法で行った。Cを除く純度が99.99wt%以上であり、平均粒径が0.5μm以下の、9.0wt%のMgCO₃と残部酸化マグネシウム(MgO)からなる原料粉を混合した。なお、この原料粉中のC量は1.28wt%であった。

[0031] 次に、この混合粉を1500°Cの温度、300kgf/cm²の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99wt%以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。なお、炭酸マグネシウム(MgCO₃)は、焼結時に分解(MgCO₃→MgO+CO₂)するので、焼結後のターゲット中には、炭酸マグネシウム(MgCO₃)は存在しない。これにより得られたMgO焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、3.576g/cm³の密度(相対密度99.75%)を有していた。

[0032] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色はグレーであり、光透過性を有していた。また、ターゲットの白色度を調べたところ、57.6%であった。又、白色度のばらつきは0.6%であった。

[0033] (実施例3)

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方法で行った。Cを除く純度が99.99wt%以上であり、平均粒径が0.5μm以下の、12.0wt%のMgCO₃と残部酸化マグネシウム(MgO)からなる原料粉を混合した。なお、この原料粉中のC量は1.71wt%であった。

[0034] 次に、この混合粉を1500°Cの温度、300kgf/cm²の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99wt%以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。なお、炭酸マグネシウム(MgCO₃)は、焼結時に分解(MgCO₃→MgO+CO₂)するので、焼結後のター

ゲット中には、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は存在しない。これにより得られた MgO 焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、 3.572 g/cm^3 の密度 (相対密度 99.64%) を有していた。

[0035] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色はグレーであり、光透過性を有していた。また、ターゲットの白色度を調べたところ、55.6%であった。又、白色度のばらつきは3.2%であった。

[0036] (実施例4)

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方法で行った。Cを除く純度が99.99wt%以上であり、平均粒径が $0.5 \mu\text{m}$ 以下の、15.0wt%の MgCO_3 と残部酸化マグネシウム (MgO) からなる原料粉を混合した。なお、この原料粉中のC量は2.14wt%であった。

[0037] 次に、この混合粉を 1500°C の温度、 300 kgf/cm^2 の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99wt%以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。なお、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は、焼結時に分解 ($\text{MgCO}_3 \rightarrow \text{MgO} + \text{CO}_2$) するので、焼結後のターゲット中には、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は存在しない。これにより得られた MgO 焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、 3.577 g/cm^3 の密度 (相対密度 99.79%) を有していた。

[0038] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色はグレーであり、光透過性を有していた。また、ターゲットの白色度を調べたところ、56.6%であった。又、白色度のばらつきは1.1%であった。

[0039] (実施例5)

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方

法で行った。Cを除く純度が99.99wt%以上であり、平均粒径が0.5 μ m以下の、18.0wt%のMgCO₃と残部酸化マグネシウム(MgO)からなる原料粉を混合した。なお、この原料粉中のC量は2.57wt%であった。

[0040] 次に、この混合粉を1500°Cの温度、300kgf/cm²の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99wt%以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。なお、炭酸マグネシウム(MgCO₃)は、焼結時に分解(MgCO₃→MgO+CO₂)するので、焼結後のターゲット中には、炭酸マグネシウム(MgCO₃)は存在しない。これにより得られたMgO焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、3.571g/cm³の密度(相対密度99.62%)を有していた。

[0041] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色はグレーであり、光透過性を有していた。また、ターゲットの白色度を調べたところ、56.1%であった。又、白色度のばらつきは3.4%であった。

[0042] (比較例1)

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方法で行った。99.99wt%以上であり、平均粒径が0.5 μ m以下の、酸化マグネシウム(MgO)からなる原料粉とした。なお、この原料粉中には、炭酸マグネシウム(MgCO₃)は、添加しなかった。C量は<10ppmであった。

[0043] 次に、この原料粉を1500°Cの温度、300kgf/cm²の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99wt%以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。これにより得られたMgO焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、2.280g/cm³の密度(相対密度91.49%)を有していた。実施例に比べて、密度が大きく低下した。

[0044] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色は白であり、光透過性を有していなかった。また、ターゲットの白色度を調べたところ、91.3%であった。又、白色度のばらつきは1.4%であった。

[0045] (比較例2)

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方法で行った。Cを除く純度が99.99wt%以上であり、平均粒径が0.5μm以下の、酸化マグネシウム(MgO)と0.18wt%の炭酸マグネシウム(MgCO₃)からなる原料粉を混合した。C量は0.26wt%であった。この場合、炭酸マグネシウム(MgCO₃)の量は、本願発明の量を満たしていない。

[0046] 次に、この混合粉を1500°Cの温度、300kgf/cm²の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99wt%以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。なお、炭酸マグネシウム(MgCO₃)は、焼結時に分解(MgCO₃→MgO+CO₂)するので、焼結後のターゲット中には、炭酸マグネシウム(MgCO₃)は存在しない。これにより得られたMgO焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、3.482g/cm³の密度(相対密度97.11%)を有していた。実施例に比べて、密度が大きく低下した。

[0047] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色は白であり、光透過性を有していなかった。また、ターゲットの白色度を調べたところ、81.5%であった。又、白色度のばらつきは1.6%であった。

[0048] (比較例3)

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方法で行った。Cを除く純度が99.99wt%以上であり、平均粒径が0.

5 μm 以下の、酸化マグネシウム (MgO) と 3.0 wt % の炭酸マグネシウム (MgCO_3) からなる原料粉を混合した。C量は0.43 wt %であった。この場合、炭酸マグネシウム (MgCO_3) の量は、本願発明の量を満たしていない。

[0049] 次に、この混合粉を 1500° C の温度、300 kgf / cm^2 の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99 wt % 以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。なお、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は、焼結時に分解 ($\text{MgCO}_3 \rightarrow \text{MgO} + \text{CO}_2$) するので、焼結後のターゲット中には、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は存在しない。これにより得られた MgO 焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、3.540 g / cm^3 の密度 (相対密度 98.74 %) を有していた。実施例に比べて、密度が低下した。

[0050] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色は淡いグレーであるが、表面に「シミ」が発生した。光透過性はあった。

また、ターゲットの白色度を調べたところ、72.2 % であった。又、白色度のばらつきは10.5 % であった。

[0051] (比較例4)

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方法で行った。Cを除く純度が99.99 wt % 以上であり、平均粒径が0.5 μm 以下の、酸化マグネシウム (MgO) と 4.2 wt % の炭酸マグネシウム (MgCO_3) からなる原料粉を混合した。C量は0.60 wt % であった。この場合、炭酸マグネシウム (MgCO_3) の量は、本願発明の量を満たしていない。

[0052] 次に、この混合粉を 1500° C の温度、300 kgf / cm^2 の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99 wt % 以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。なお、炭酸マグネシウム (MgCO_3)

）は、焼結時に分解 ($\text{MgCO}_3 \rightarrow \text{MgO} + \text{CO}_2$) するので、焼結後のターゲット中には、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は存在しない。これにより得られた MgO 焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、 3.568 g/cm^3 の密度（相対密度 99.53%）を有していた。実施例に比べて、密度が低下した。

[0053] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色は淡いグレーであり、光透過性はあった。また、ターゲットの白色度を調べたところ、63.5%であった。又、白色度のばらつきは0.3%であった。

[0054] （比較例5）

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方法で行った。Cを除く純度が99.99wt%以上であり、平均粒径が $0.5 \mu\text{m}$ 以下の、酸化マグネシウム (MgO) と30.0wt%の炭酸マグネシウム (MgCO_3) からなる原料粉を混合した。C量は4.3wt%であった。この場合、炭酸マグネシウム (MgCO_3) の量は、本願発明の量を超えるものである。

[0055] 次に、この混合粉を 1500°C の温度、 300 kgf/cm^2 の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99wt%以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。なお、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は、焼結時に分解 ($\text{MgCO}_3 \rightarrow \text{MgO} + \text{CO}_2$) するので、焼結後のターゲット中には、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は存在しない。これにより得られた MgO 焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、 3.572 g/cm^3 の密度（相対密度 99.62%）を有し、実施例と同等の密度を有していた。

[0056] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色はグレーであるが、表面に「しみ」が発生した。これは、

炭酸マグネシウム (MgCO_3) の増加によるものと考えられた。また、ターゲットの白色度を調べたところ、56.5%であった。又、白色度のばらつきは5.2%であった。

[0057] (比較例6)

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方法で行った。Cを除く純度が99.99wt%以上であり、平均粒径が0.5 μm 以下の、酸化マグネシウム (MgO) と48.0wt%の炭酸マグネシウム (MgCO_3) からなる原料粉を混合した。C量は6.8wt%であった。この場合、炭酸マグネシウム (MgCO_3) の量は、本願発明の量を超えるものである。

[0058] 次に、この混合粉を1500°Cの温度、300kgf/cm²の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99wt%以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。なお、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は、焼結時に分解 ($\text{MgCO}_3 \rightarrow \text{MgO} + \text{CO}_2$) するので、焼結後のターゲット中には、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は存在しない。これにより得られたMgO焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、3.577g/cm³の密度(相対密度99.78%)を有し、実施例と同等の密度を有していた。

[0059] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色はグレーであるが、表面に「しみ」が発生した。これは、炭酸マグネシウム (MgCO_3) の増加によるものと考えられた。また、ターゲットの白色度を調べたところ、56.4%であった。又、白色度のばらつきは6.8%であった。

[0060] (比較例7)

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの作製は、下記の方法で行った。Cを除く純度が99.99wt%以上であり、平均粒径が0.5 μm 以下の、酸化マグネシウム (MgO) と60.0wt%の炭酸マグネ

シウム (MgCO_3) からなる原料粉を混合した。C量は8.55wt%であった。この場合、炭酸マグネシウム (MgCO_3) の量は、本願発明の量を大きく超えるものである。

[0061] 次に、この混合粉を1500°Cの温度、300kgf/cm²の加圧力で、2時間ホットプレスし、99.99wt%以上のCを除く純度を有する酸化マグネシウムターゲットを製造した。なお、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は、焼結時に分解 ($\text{MgCO}_3 \rightarrow \text{MgO} + \text{CO}_2$) するので、焼結後のターゲット中には、炭酸マグネシウム (MgCO_3) は存在しない。これにより得られたMgO焼結体のアルキメデス法による密度測定を行った。この結果、3.573g/cm³の密度（相対密度99.65%）を有し、実施例と同等の密度を有していた。

[0062] このようにして製造した焼結体を、研削及び研磨処理を施してスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとした。このターゲットの目視による観察では、色はグレーであるが、表面に「シミ」が発生した。また、「シミ」だけでなく、クラックも発生した。これは、炭酸マグネシウム (MgCO_3) の増加によるものと考えられた。

また、ターゲットの白色度を調べたところ、56.6%であった。又、白色度のばらつきは8.1%であった。

[0063] 上記の実施例と比較例から明らかなように、本発明の焼結体酸化マグネシウムターゲットの相対密度は、炭酸マグネシウム (MgCO_3) の添加量により影響を受けるものである。5wt%以上30wt%未満の MgCO_3 を添加により、3.57g/cm³の密度（相対密度99.5%）以上を達成できる。この様子を、図1に示す。

[0064] また、本発明の焼結体酸化マグネシウムターゲットの白色度は、炭酸マグネシウム (MgCO_3) の添加量により影響を受けるものである。5wt%以上30wt%未満の MgCO_3 を添加により、白色度は、60%以下となる。この様子を、図2に示す。

以上から、酸化マグネシウム (MgO) に、5wt%以上30wt%未満

の MgCO_3 を添加した原料を用いて製造したターゲットは、高密度であり、スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットとして有効であることが分かる。

また、上記実施例、比較例から明らかなように、白色度のばらつきを5%以内に調整すると、焼結体の割れやノジュールが低減する効果があるので、より有効である。

産業上の利用可能性

[0065] 原料粉を選択することにより、低コストで、酸化マグネシウム膜を均一に成膜するための高純度、高密度の酸化マグネシウム焼結体スパッタリングターゲットを得ることができるという優れた効果を有する。また、酸化マグネシウムの成膜の特性の均一性を向上させることが可能となった。さらに、酸素欠損のある焼結体酸化マグネシウムターゲットを作製できるので、スパッタリング中に余剰酸素を発生させず、隣接成膜層（メタル層）の酸化を抑制できる効果がある。

以上により、本願発明の酸化マグネシウム焼結体スパッタリングターゲットは、磁気ディスク装置用の磁気記録媒体やトンネル磁気抵抗効果（TMR）素子と言ったエレクトロデバイス用の酸化マグネシウム層を形成する際に用いられる酸化マグネシウムスパッタリングターゲットとして有用である。

請求の範囲

[請求項1] Cを除く純度が99.99wt%以上であり、かつ3.57g/cm³以上の密度を有し、白色度が60%以下であることを特徴とする

スパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲット。

[請求項2] 酸化マグネシウム(MgO)に、5wt%以上30wt%未満のMgCO₃を添加した原料を用いて製造したことを特徴とする請求項1

記載のスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲット。

[請求項3] 白色度が55%以上60%以下であることを特徴とする請求項1又

は2記載のスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲット。

[請求項4] 白色度のばらつきが、5%以内であることを特徴とする請求項1～

3のいずれか一項に記載のスパッタリング用焼結体酸化マグネシウム

ターゲット。

[請求項5] 酸化マグネシウム(MgO)に、5wt%以上30wt%未満のMgCO₃を添加した原料を用いるスパッタリング用焼結体酸化マグネ

シウムターゲットの製造方法であって、Cを除く純度が99.99wt%

t%以上であり、平均粒径が0.5μm以下の酸化マグネシウム(MgO)とMgCO₃からなる原料粉を混合し、これを1500°C以

下の温度、300kgf/cm²以上の加圧力でホットプレスし、9

9.99%以上のCを除く純度を有し、かつ3.57g/cm³以上の

密度を有するスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲット

の製造方法。

酸化マグネシウム(MgO)に、5wt%以上30wt%未満のMgCO₃を添加した原料を用いるスパッタリング用焼結体酸化マグネ

シウムターゲットの製造方法であって、Cを除く純度が99.99wt%

t%以上であり、平均粒径が0.5μm以下の酸化マグネシウム(MgO)とMgCO₃からなる原料粉を混合し、これを1500°C以

下の温度、300kgf/cm²以上の加圧力でホットプレスし、9

9.99%以上のCを除く純度を有し、かつ3.57g/cm³以上

の密度を有するスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲット

の製造方法。

酸化マグネシウム(MgO)に、5wt%以上30wt%未満のMgCO₃を添加した原料を用いるスパッタリング用焼結体酸化マグネ

シウムターゲットの製造方法であって、Cを除く純度が99.99wt%

t%以上であり、平均粒径が0.5μm以下の酸化マグネシウム(MgO)とMgCO₃からなる原料粉を混合し、これを1500°C以

下の温度、300kgf/cm²以上の加圧力でホットプレスし、9

9.99%以上のCを除く純度を有し、かつ3.57g/cm³以上

の密度を有する請求項 1 ～ 4 のいずれか一項に記載するスパッタリング用焼結体酸化マグネシウムターゲットの製造方法。