

明 細 書

発明の名称： 磁性材スパッタリングターゲット及びその製造方法 技術分野

[0001] 本発明は、粉末焼結法より製造される、ホウ素（B）を含有する磁性材スパッタリングターゲットであり、ターゲット中のホウ素（B）の高濃度相が微細に分散しており、スパッタリング時のパーティクル発生が少なく、かつ割れなどの機械的特性の問題がない、磁気ヘッド、磁気抵抗素子（MRAM）などの用途に有用である磁性材ターゲット及びその製造方法に関する。

背景技術

[0002] 磁気ヘッド、MRAMには、高い磁気抵抗効果を有するトンネル磁気抵抗膜が採用されており、この膜を構成する層に用いる材料の中に、ホウ素（B）を含む磁性体が用いられている。例えば、Co、Fe、などとホウ素からなる組成、Co-B、Fe-B、Fe-Co-B、あるいはこれらにAl、Cu、Mn、Niなどを添加した組成などが知られている。

[0003] 一般に、トンネル磁気抵抗膜のBを含む磁性体は、例えば、Fe-Co-Bの場合、Fe-Co-Bのスパッタリングターゲットをスパッタリングして作製される。

このような磁性材スパッタリングターゲットは、Bを多く含有するため、特にBの組成比が10%を超え高くなると、非常に脆い特性を有するFe₂B、FeBのFeのホウ化物相やCoのホウ化物相が形成され、その結果、溶解法により作製したスパッタリングターゲットにおいてはインゴットに割れ、亀裂が入り、スパッタリングターゲットとすることが困難であった。

厳密な製造工程の管理により、所定のスパッタリングターゲットを製造できる方法があり（特許文献1参照）、酸素等のガス成分を低減できる大きな利点を有するが、製造工程の難しさは否定できない。

[0004] ここで、スパッタリング装置には様々な方式のものがあるが、上記の磁性体膜の成膜では、生産性の高さからDC電源を備えたマグネトロンスパッタ

リング装置が広く用いられている。スパッタリング法とは、正の電極となる基板と負の電極となるターゲットを対向させ、不活性ガス雰囲気下で、該基板とターゲット間に高電圧を印加して電場を発生させるものである。

[0005] この時、不活性ガスが電離し、電子と陽イオンからなるプラズマが形成されるが、このプラズマ中の陽イオンがターゲット（負の電極）の表面に衝突するとターゲットを構成する原子が叩き出されるが、この飛び出した原子が対向する基板表面に付着して膜が形成される。このような一連の動作により、ターゲットを構成する材料が基板上に成膜されるという原理を用いたものである。

[0006] このようなことから、先行特許ではいくつか提案がなされている。例えば、特許文献2では、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 $30\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするFe-Co-B系合金ターゲット材、原子比における組成式が $(\text{Fe}_x\text{Co}_{100-x})_{100-y}\text{B}_y$ 、 $5 \leq x \leq 95$ 、 $5 \leq y \leq 30$ である前記のFe-Co-B系合金ターゲット材、を提案している。

[0007] この特許文献2の目的は、垂直磁気記録媒体やTMR素子等に用いられる軟磁性膜を成膜するためにFe-Co-B系合金ターゲット材の低透磁率を実現し、良好なスパッタリング特性を有するFe-Co-B系合金ターゲット材を提供するとしている。しかし、この場合は、ホウ化物相の微細化、分散性に劣り、焼結体ターゲットとしての特性が十分でないという欠点がある。

[0008] また、下記の特許文献3では、FeCo系合金において、Fe:Coのat比が $10:90 \sim 70:30$ とすることを特徴とする軟磁性FeCo系ターゲット材。また、上記にAlまたはCrの1種または2種を0.2～5.0at%含有させてなる軟磁性FeCoターゲット材。さらに、上記にB, Nb, Zr, Ta, Hf, Ti, Vのいずれか1種または2種以上を30at%以下含有させてなるFeCo軟磁性ターゲット材が提案されている。

しかし、この場合、焼結法又は鑄造法を適用できるような記載があるが、

ホウ化物相の問題があることについては、記載がなく、それを解決するための方策もないという、開示に留まるものである。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献1：WO 2011/070860号公報

特許文献2：特開2004-346423号公報

特許文献3：特開2008-121071号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0010] 磁性材スパッタリングターゲットのマトリックス中のBの高濃度相を細かく分散させ、ターゲットの機械加工性を良好とし、またDC電源を備えたマグネトロンスパッタ装置でスパッタする際に、パーティクルの発生を抑制することができ、薄膜作製時の歩留まりを向上させることができる磁性材ターゲットを提案するものである。特に、MRAM用途、さらには磁気ヘッド、あるいはそれ以外の磁性膜用のスパッタリングターゲットを提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0011] このような知見に基づき、以下の発明を提案する。

1) Bの含有量が17at%以上、40at%以下であり、残余がCo又はFeから選択した一種以上の元素の焼結体からなる磁性材スパッタリングターゲットであって、ターゲットにBの高濃度相とBの低濃度相があり、該Bの高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μ m以上であるのが1個以下であることを特徴とする磁性材スパッタリングターゲット。

[0012] 2) Al、Cr、Cu、Hf、Mn、Ni、Ru、Si、Ta、Wから選択した一種以上の元素を0.5at%以上、20at%以下含有することを特徴とする上記1)に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

3) ターゲットの密度が99%以上であることを特徴とする上記1)～2

）のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

４）ターゲット表面が平面研削による加工表面仕上げ面を備えていることを特徴とする上記１）～３）のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

[0013] ５）Ｂの含有量が１７ａｔ％以上、４０ａｔ％以下であり、残余がＣｏ又はＦｅから選択した一種以上の元素の磁性材ターゲット原料粉末を、ガスアトマイズ法で作製し、このガスアトマイズ原料粉末を焼結してターゲットとし、該ターゲットをＢの高濃度相とＢの低濃度相が存在する組織とし、該Ｂの高濃度相に描ける最大内接円の直径が１５μｍ以上であるＢの高濃度相を１個以下とすることを特徴とする磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[0014] ６）原料粉末として、粒径３００μｍ以下のガスアトマイズ粉を用いることを特徴とする上記５）に記載の磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

７）焼結温度を９００～１２４０℃として焼結することを特徴とする上記５）～６）のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

８）ターゲットの加工表面仕上げを平面研削で行うことを特徴とする上記５）～７）のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

９）Ａｌ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｈｆ、Ｍｎ、Ｎｉ、Ｒｕ、Ｓｉ、Ｔａ、Ｗから選択した一種以上の元素を０．５ａｔ％以上、２０ａｔ％以下含有することを特徴とする上記５）～８）のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

１０）ターゲットの密度を９９％以上となるように焼結することを特徴とする上記５）～９）のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

発明の効果

[0015] 本願発明の磁性材スパッタリングターゲットは、Bの高濃度相が細かく分散しており、その結果、ターゲットの機械加工性が良好となり、またDC電源を備えたマグネトロンスパッタ装置でスパッタする際に、パーティクルの発生が抑制され、薄膜作製時の歩留まりが向上する、という著しい効果がある。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]代表的なターゲット（Fe-20Co-40B）の組織像を示す図である。

[図2]図1に示す組織像を、電子線マイクロアナライザー（EPMA）によりBの濃度を解析し、それを2階調化して、Bの高濃度（濃度が高い部分）相とBの低濃度（濃度が低い）相を示す図である。

発明を実施するための形態

[0017] 本願発明の磁性材スパッタリングターゲットは、Bの含有量が17at%以上、40at%以下であり、残余がCo又はFeから選択した一種以上の元素の焼結体からなる。焼結に際しては、B、Co又はFeのガスアトマイズ粉を準備し、焼結して磁性材スパッタリングターゲットとする。ターゲット材は、基本的にはCo-B系、Fe-B系、Co-Fe-B系のターゲットである。

[0018] Bの含有量が17at%未満では、本願発明の磁性材ターゲットとしての特性を保有させることができない。また、Bの含有量が40at%を超える場合も同様であり、またBが多すぎる場合には、脆性が大きくなって強度が低下し、割れやすくなるという欠点も生ずる。したがって、Bの含有量は、17at%以上、40at%以下とするのが好ましい。

[0019] 本発明のターゲットの組織は、主成分であるCo、Fe、Co-Fe及びこれらとBとの合金から構成され、ターゲット組織の中でBを含有する合金相が2相（2種）存在する。これらの相は、上記の通り、Bの高濃度（濃度が高い部分）の合金相とBの低濃度（濃度が低い部分）の合金相からなり、これらが互いに分散した状態で存在する。その相の差異は、組織観察により

区別できる。組織の代表例を、図1に示す。図2のBの濃度分布を参照することで、識別が可能である。すなわち、図2の引出し線（矢印）で示すように、組織像の濃淡のうち、薄く（白っぽく）見える領域がBの高濃度相であり、黒い部分がBの低濃度相である。

[0020] 図1に示すように、Bの高濃度相とBの低濃度相が観察できるが、いずれも形状が不定形である。本願発明の大きな特徴の一つは、ターゲットにBの高濃度相とBの低濃度相があり、該Bの高濃度相に描ける最大内接円の直径が $15\mu\text{m}$ 以上を1個以下とすることである。このBの高濃度相については、ターゲットを研磨し、研磨面の 0.01mm^2 （ $0.1\text{mm}\times 0.1\text{mm}$ の範囲、以下同様）の範囲の顕微鏡視野を観察することにより、最大内接円の直径を調べることができる。

[0021] Bの高濃度相が、焼結体ターゲットの特性に強く影響を与える。このBの高濃度相が分散せず、大きくなると、ターゲットの機械加工性が悪くなり、またスパッタリングする際に、パーティクルの発生が増加する原因となる。Bの低濃度相については、Bの高濃度相と同様な組織を持つが、B濃度が低いのでパーティクル発生に与える影響は少ないが、B高濃度相と同様の分散性を有するのが均一性の良いターゲット組織となるため望ましい。

[0022] したがって、Bの高濃度相を微細に分散させるのが、ターゲットの特性を安定化させるのに有効である。Bの高濃度相の分散性を評価する場合に、B高濃度相に描ける最大内接円の直径を $15\mu\text{m}$ 未満とすることで評価することができる。

これは、特にBの高濃度相を微細化することにより、ターゲット組織の微細化となるからであり、本願発明においては、このような微細化が可能である。さらに、組織の微細化が要求される場合には、B高濃度相に描ける最大内接円の直径を $10\mu\text{m}$ 以下とすることが望ましいと言える。

[0023] しかしながら、焼結体ターゲットでは、常に均一の組織が得られるという訳ではなく、稀にB高濃度相に描ける最大内接円の直径が $15\mu\text{m}$ 以上である場合も存在する。したがって、当該Bの高濃度相において、 0.01mm^2

の範囲の顕微鏡視野を観察して、B高濃度相に描ける最大内接円の直径が、 $15\mu\text{m}$ 以上が1個以下であれば、本発明の目的を満たすことができ、スパッタリングに際して、安定したターゲットの特性を得ることができる。

これによって、ターゲットの機械加工性を良好にすることができ、またDC電源を備えたマグネトロンスパッタ装置でスパッタする際に、パーティクルの発生を効果的に抑制することができる。

[0024] 本発明においては、ターゲット中の酸素量は少ない方が望ましい。酸素量が多くなると、スパッタした時のパーティクル数の増加の傾向が見られる。この理由は、焼結中にBと酸素が反応して酸化ホウ素になり、酸化ホウ素は吸湿性を有することから、スパッタに影響を及ぼしていると考えられる。

本願発明で使用する焼結体原料粉末は、通常ガスアトマイズで製造した粉末を使用するが、ガスアトマイズは水アトマイズで製造した粉末よりも、また、機械的に粉碎した粉末よりも低酸素となるので、ガスアトマイズで製造した粉末が望ましい。ガスアトマイズで製造した粉末を使用した場合のターゲット中の酸素量は、組成や条件にもよるが900ppm以下となる。

[0025] しかし、本願発明の磁性材スパッタリングターゲットの製造に際しては、アトマイズ粉末以外の焼結体原料粉末（個々の原料の粉碎粉）を使用して焼結することもできる。この場合は、酸素量は前記範囲、すなわち900ppm以下にすることが望ましい。またこの場合、焼結粉末の粒径が大きいと、密度が上がり難くなり、また粉碎原料粉末を極度に微細化すると、酸素量が増加することになるので、平均粒径が $50\sim 300\mu\text{m}$ である粉末を使用することが望ましい。

[0026] 本発明においては、Bの含有量が17at%以上、40at%以下であり、残余がCo又はFeから選択した一種以上の元素の焼結体からなる磁性材スパッタリングターゲットが基本であるが、さらに磁気特性を向上させるために、Al、Cr、Cu、Hf、Mn、Ni、Ru、Si、Ta、Wから選択した一種以上の元素を0.5at%以上、20at%以下含有させることができる。

磁性材スパッタリングターゲットの全体の成分組成から見れば少量なので、ターゲット組織に問題を生ずることはない。また、これらの添加によって、機械加工性やパーティクルの発生に影響を与えることはない。0.5 at %未満であると、この元素の添加の効果がなく、また20 at %を超えると、本願発明の組織を維持できなくなるので、上記の範囲とする。

また、焼結条件を適宜調節して、ターゲットの密度を99%以上の磁性材スパッタリングターゲットを得ることができる。

[0027] ここでの相対密度とは、スパッタリングターゲットの実測密度を計算密度（理論密度ともいう）で割り返して求めた値である。計算密度とはターゲットの構成成分が互いに拡散あるいは反応せずに混在していると仮定したときの密度で、次式で計算される。

式：計算密度＝ Σ （構成成分の分子量×構成成分のモル比）/ Σ （構成成分の分子量×構成成分のモル比／構成成分の文献値密度）

ここで Σ は、ターゲットの構成成分の全てについて、和をとることを意味する。なお、スパッタリングターゲットの実測密度はアルキメデス法で測定される。

[0028] 次に、本発明のターゲットの製造方法について説明する。

本願発明の磁性材スパッタリングターゲットの製造に際しては、予め、Bの含有量が17 at %以上、40 at %以下であり、残余がCo又はFeから選択した一種以上の元素からなる原料粉末を、ガスアトマイズ法で作製する。

次に、このガスアトマイズ原料粉末を焼結し、焼結後の材料（焼結体）をターゲット形状に成形加工し、さらに表面を研磨加工してターゲットとする。以上により、ターゲット中の研磨面で観察される組織を、Bの高濃度相とBの低濃度相とが互いに分散した2相からなる組織とし、当該Bの高濃度相において、0.01 mm²の範囲の顕微鏡視野を観察してB高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μm以上であるのが1個以下とするものである。

[0029] 前記原料粉末として、粒径300 μm以下のガスアトマイズ粉を用いるの

が望ましい。これは、焼結しやすくなるので、比較的低温な焼結条件とすることが可能となり、ターゲット組織の中に存在する相の分散性悪化抑制に有効である。

また、焼結温度については、 $900\sim1240^{\circ}\text{C}$ として焼結することが望ましい。これは成分組成を調整した上で、上記の範囲で焼結することが、同様に相の分散に有効である。 900°C 未満であると、焼結が十分でなくなり、また 1240°C を超える温度では、相の粗大化が起こり易くなるので、上記の範囲とするのが望ましいと言える。

ターゲットは表面仕上げを行うが、その手段として平滑さを向上させる上で、平面研削で行うことが望ましい。しかし、同等の平滑な面が得られるものであれば、他の表面仕上げでも、問題はない。

[0030] (焼結条件とターゲットの加工条件の具体例)

本願発明の磁性材スパッタリングターゲットを製造するための焼結条件の具体例を説明する。下記の焼結条件とターゲットの加工条件は、好ましい条件を示すもので、必要に応じて、他の条件の付加又は工程の条件への変更は任意である。

[0031] $40\text{Fe}-40\text{Co}-20\text{B}$ を代表例として説明する。原料は $40\text{Fe}-40\text{Co}-20\text{B}$ になるようにFe、Co、B量を秤量し、これをガスアトマイズ法で作製した粉末を篩別して得ることが出来る。

篩別の際には、粒径を $50\sim300\mu\text{m}$ に揃えるのが望ましい。また、組成の異なる2種類以上のガスアトマイズ粉を準備しても良い。例えば、 $45\text{Fe}-40\text{Co}-15\text{B}$ と $35\text{Fe}-40\text{Co}-25\text{B}$ の配合割合を調節し、混合して製造することもできる。この操作で重要なのは、ガスアトマイズ粉を用いることで酸素量の少ない原料を用いること、そして原料粉の粒径を揃えることで、焼結性を高めて高密度なターゲットを安定して得ることである。

[0032] 次に、この $40\text{Fe}-40\text{Co}-20\text{B}$ のガスアトマイズ粉を、真空ホットプレス装置を用いて温度 950°C 、保持時間3時間、加圧力 30MPa の

条件下で成形・焼結して焼結体を得る。成型・焼結は、ホットプレスに限らず、プラズマ放電焼結法、熱間静水圧焼結法を使用することもできる。

この焼結条件（焼結温度、保持時間、加圧力、雰囲気）は、焼結される材料の種類により、任意に調整することができる。すなわち、本願発明の磁性材スパッタリングターゲットの特性を得るという目的に沿って、適宜選択する。

[0033] 焼結時の保持温度は、ターゲットが十分緻密化する温度域のうち低い温度に設定するのが好ましい。ターゲットの組成にもよるが、本発明のFe-Co-B系のB組成範囲の場合、900～1240℃の温度範囲にある。高い焼結温度で保持時間が長いと、高密度化には有利であるが、粒成長してB高濃度相が肥大するので焼結条件を最適化することは非常に重要となる。

つぎに焼結体を機械加工して直径が180mm、厚さが5mmの円盤状のターゲットを得る。機械加工は、最初は旋盤を用いてよいが、仕上がり面が粗くなるので、仕上げには平面研削加工が望ましく、さらには研磨で表面を最終仕上げしてもよい。また、平面研削加工では、砥石軸の方向により、円筒形砥石の側面で研削を行う場合と、円筒面で研削を行う場合がある。砥石側面での研削の方が、面粗さ、寸法精度の良い仕上げ面が得られるので望ましい。

実施例

[0034] 以下、実施例および比較例に基づいて説明する。なお、本実施例はあくまで一例であり、この例によって何ら制限されるものではない。すなわち、本発明は特許請求の範囲によってのみ制限されるものであり、本発明に含まれる実施例以外の種々の変形を包含するものである。

[0035] （実施例1）

40Fe-20Co-40Bからなるガスアトマイズ粉を作製し、この原料粉末を、さらに粒径50～300μmに調整した粉末を原料とし、ホットプレスで1190℃×3時間処理し、モル比で40Fe-20Co-40Bからなる焼結体を作製した。

この焼結体は、密度 99%以上となった。さらに、これを旋盤で切削加工および平面研削加工で仕上げて直径 180 mm、厚さ 5 mm の円盤状のターゲットを得た。

[0036] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図 1 と同様に、B の高濃度相と B の低濃度相を有し、前記 B 高濃度相に描ける最大内接円の直径が $15\ \mu\text{m}$ 以下であり、 0.01 mm^2 ($0.1\text{ mm} \times 0.1\text{ mm}$ の面積、以下同様) の範囲の顕微鏡視野を観察した中で B 高濃度相に描ける最大内接円の直径が $15\ \mu\text{m}$ 以上である相は 1 個のみであった。

[0037] つぎに、このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いてスパッタリングした。スパッタ条件は、スパッタパワー 1.0 kW、Ar ガス圧 1.7 Pa とし、1 kWh 放電した時点で 4 インチ Si ウエハーに目標膜厚 1000 nm でスパッタした。そして、ウエハー上に付着したパーティクルをサーフスキャンにてパーティクル個数の測定を行った。パーティクル数は 12 個に抑制することができた。以上の結果を、表 1 に示す。

[0038]

[表1]

	組 成 (mol%)	原 料	焼結条件		密度	B高濃度相に描ける 直径15 μ m以上の 内接円の数	パッチイ ク ル数
実施例 1	40Fe-20Co-40B	ガスアトマイズ粉	1130℃	3時間	99%以上	1個	12個
実施例 2	62Fe-18Co-20B	ガスアトマイズ粉	950℃	3時間	99%以上	0個	9個
実施例 3	71Co-3Fe-26B	ガスアトマイズ粉	1050℃	3時間	99%以上	1個	10個
実施例 4	70Fe-30B	ガスアトマイズ粉	1090℃	3時間	99%以上	1個	11個
実施例 5	42Co-20Fe-20B-18Si	ガスアトマイズ粉	950℃	3時間	99%以上	1個	9個
実施例 6	50Co-20Co-18B-12Ta	ガスアトマイズ粉	950℃	3時間	99%以上	0個	12個
比較例 1	40Fe-20Co-40B	ガスアトマイズ粉	1250℃	4時間	99%以上	11個	25個
比較例 2	62Fe-18Co-20B	Co, Feガスアトマイズ粉、 B粉砕粉	1050℃	3時間	99%以上	50個以上	50個以上
比較例 3	69Co-5Fe-26B	ガスアトマイズ粉	1120℃	3時間	99%以上	4個	19個
比較例 4	70Fe-30B	粉砕粉	900℃	3時間	97%	50個以上	50個以上
比較例 5	42Co-20Fe-20B-18Si	Co, Feガスアトマイズ粉、 B, Si粉砕粉	950℃	3時間	99%以上	50個以上	50個以上
比較例 6	50Co-20Fe-18B-12Ta	Co, Feガスアトマイズ粉、 B, Ta粉砕粉	950℃	3時間	99%以上	50個以上	50個以上

[0039] (実施例2)

62Fe-18Co-20Bからなるガスアトマイズ粉を作製し、この原料粉末を、さらに粒径50～300 μ mに調整した粉末を原料とし、ホットプレスで950℃×3時間処理し、モル比で62Fe-18Co-20Bからなる焼結体を作製した。この焼結体は、密度99%以上となった。

さらに、これを旋盤で加工、および平面研削加工で仕上げて、直径180mm、厚さ5mmの円盤状のターゲットを得た。

[0040] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図1と同様に、Bの高濃度相とBの低濃度相を有し、前記B高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μ m以下であり、0.01mm²の範囲の顕微鏡視野を観察した中でB高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μ m以上である相は0個であった。

このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いて実施例1と同条件でスパッタリングした場合、1kwh放電した時点でのパーティクル数は9個に抑制することができた。以上の結果を、表1に示す。

[0041] (実施例3)

71Co-3Fe-26Bからなるガスアトマイズ粉を作製し、この原料粉末を、さらに粒径50～300 μ mに調整した粉末を原料とし、ホットプレスで1050℃×3時間処理し、モル比で71Co-3Fe-26Bからなる焼結体を作製した。この焼結体は、密度99%以上となった。

さらに、これを旋盤で加工、および平面研削加工で仕上げて直径180mm、厚さ5mmの円盤状のターゲットを得た。

[0042] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図1と同様に、Bの高濃度相とBの低濃度相を有し、前記B高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μ m以下であり、0.01mm²の範囲の顕微鏡視野を観察した中でB高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μ m以上である相は1個のみであった。

このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いて実施例

1と同条件でスパッタリングした場合、1kwh放電した時点でのパーティクル数は10個に抑制することができた。以上の結果を、表1に示す。

[0043] (実施例4)

70Fe-30Bからなるガスアトマイズ粉を作製し、この原料粉末を、さらに粒径50~300 μ mに調整した粉末を原料とし、ホットプレスで1090℃×3時間処理し、モル比で70Fe-30Bからなる焼結体を作製した。この焼結体は、密度99%以上となった。

さらに、これを旋盤で加工、および平面研削加工で仕上げて直径180mm、厚さ5mmの円盤状のターゲットを得た。

[0044] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図1と同様に、Bの高濃度相とBの低濃度相を有し、このB高濃度相において、前記B高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μ m以下であり、0.01mm²の範囲の顕微鏡視野を観察した中でB高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μ m以上である相は1個のみであった。

このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いて実施例1と同条件でスパッタリングした場合、1kwh放電した時点でのパーティクル数は11個に抑制することができた。以上の結果を、表1に示す。

[0045] (実施例5)

42Co-20Fe-20B-18Siからなるガスアトマイズ粉を作製し、この原料粉末を、さらに粒径50~300 μ mに調整した粉末を原料とし、ホットプレスで950℃×3時間処理し、モル比で42Co-20Fe-20B-18Siからなる焼結体を作製した。この焼結体は、密度99%以上となった。

さらに、これを旋盤で加工、および平面研削加工で仕上げて直径180mm、厚さ5mmの円盤状のターゲットを得た。

[0046] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図1と同様に、Bの高濃度相とBの低濃度相を有し、前記B高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μ m以下であり、0.01mm²の範囲の顕微鏡視野を観察した中で

B高濃度相に描ける最大内接円の直径が $15\mu\text{m}$ 以上である相は1個のみであった。

このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いて実施例1と同条件でスパッタリングした場合、 1 kwh 放電した時点でのパーティクル数は9個に抑制することができた。以上の結果を、表1に示す。

[0047] (実施例6)

$50\text{Fe}-20\text{Co}-18\text{B}-12\text{Ta}$ からなるガスアトマイズ粉を作製し、この原料粉末を、さらに粒径 $50\sim300\mu\text{m}$ に調整した粉末を原料とし、ホットプレスで $950^\circ\text{C}\times3$ 時間処理し、モル比で $50\text{Fe}-20\text{Co}-18\text{B}-12\text{Ta}$ からなる焼結体を作製した。この焼結体は、密度99%以上となった。

さらに、これを旋盤で加工、および平面研削加工で仕上げて直径 180mm 、厚さ 5mm の円盤状のターゲットを得た。

[0048] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図1と同様に、Bの高濃度相とBの低濃度相を有し、前記B高濃度相に描ける最大内接円の直径が $15\mu\text{m}$ 以下であり、 0.01mm^2 の範囲の顕微鏡視野を観察した中でB高濃度相に描ける最大内接円の直径が $15\mu\text{m}$ 以上である相は0個であった。

[0049] このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いて実施例1と同条件でスパッタリングした場合、 1 kwh 放電した時点でのパーティクル数は12個に抑制することができた。以上の結果を、表1に示す。

[0050] (比較例1)

$40\text{Fe}-20\text{Co}-40\text{B}$ からなるガスアトマイズ粉を作製し、この原料粉末を、さらに粒径 $200\sim400\mu\text{m}$ に調整した粉末を原料とし、ホットプレスで $1250^\circ\text{C}\times4$ 時間処理し、モル比で $40\text{Fe}-20\text{Co}-40\text{B}$ からなる焼結体を作製した。

この焼結体は、密度99%以上なった。さらに、これを旋盤で切削加工し平面研削で仕上げて直径 180mm 、厚さ 5mm の円盤状のターゲットを得

た。

[0051] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図1とは異なり、Bの高濃度相とBの低濃度相を有するが、前記B高濃度相に描ける最大内接円の直径が 0.01 mm^2 を観察した中でB高濃度相に描ける最大内接円の直径が $15\text{ }\mu\text{m}$ 以上である相は11個あった。このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いてスパッタリングした場合、パーティクル数は、25個に増加した。

原料粉末の粒径が大きすぎ、またホットプレス温度が 1250°C と高温過ぎることに起因して、B高濃度相の肥大化したことが原因と考えられる。

[0052] (比較例2)

粒径 $50\sim300\text{ }\mu\text{m}$ に調整したCoガスアトマイズ粉、Feガスアトマイズ粉、B粉碎粉を混合したものを原料粉末とし、ホットプレスで $1050^\circ\text{C}\times3$ 時間処理し、モル比で $62\text{ Fe}-18\text{ Co}-20\text{ B}$ の焼結体を作製した。

この焼結体は、密度99%以上となった。さらに、これを旋盤で加工、および平面研削加工で仕上げて直径 180 mm 、厚さ 5 mm の円盤状のターゲットを得た。

[0053] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図1とは異なり、Bの高濃度相とBの低濃度相の区別は明確ではなく、B相の最大内接円は $15\text{ }\mu\text{m}$ 以上がほとんどであった。このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いてスパッタリングした場合、パーティクル数は、50個以上に増加した。

Bについては粉碎粉を使用したこと起因して、Bの高濃度相とBの低濃度相の区別が明確ではなくなったことがパーティクル増加の原因と考えられる。

[0054] (比較例3)

$69\text{ Co}-5\text{ Fe}-26\text{ B}$ からなるガスアトマイズ粉を作製し、これを粉碎して粉末とし、粒径 $200\sim400\text{ }\mu\text{m}$ に調整した粉末を原料とし、ホッ

トプレスで $1120^{\circ}\text{C} \times 3$ 時間処理し、モル比で $69\text{Co}-5\text{Fe}-26\text{B}$ からなる焼結体を作製した。

この焼結体は、密度 99% 以上となった。さらに、これを旋盤で加工、および平面研削加工で仕上げて直径 180mm 、厚さ 5mm の円盤状のターゲットを得た。

[0055] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図1とは異なり、Bの高濃度相とBの低濃度相を有するが、前記B高濃度相に描ける最大内接円の直径が 15μ 以上である相は 0.01mm^2 の範囲の顕微鏡視野を観察した中で4個あった。このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いてスパッタリングした場合、パーティクル数は、19個に増加した。

このパーティクル数増加の原因は、アトマイズ粉の粒径が大きいことに起因し、B高濃度相に描ける最大内接円の直径が $15\mu\text{m}$ 以上である相が多数存在したためと考えられる。

[0056] (比較例4)

$70\text{Fe}-30\text{B}$ からなる粉末（非ガスアトマイズ粉）を作製し、この原料粉末を、さらに粒径 $200\sim400\mu\text{m}$ に調整した粉末を原料として、ホットプレスで $900^{\circ}\text{C} \times 3$ 時間処理し、モル比で $70\text{Fe}-30\text{B}$ からなる焼結体を作製した。この焼結体は、密度 97% となった。さらに、これを旋盤で加工、および平面研削加工で仕上げて直径 180mm 、厚さ 5mm の円盤状のターゲットを得た。

[0057] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図1と同様に、Bの高濃度相とBの低濃度相を有し、このB高濃度相において、 0.01mm^2 の範囲の顕微鏡視野を観察した中でB高濃度相に描ける最大内接円の直径が $15\mu\text{m}$ 以上である相は50個以上であった。また、酸素量は 1560wtppm であった。

[0058] このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いて実施例1と同条件でスパッタリングした場合、 1kwh 放電した時点でのパーティ

クル数は50個以上であった。以上の結果を、表1に示す。このようなパーティクル数の増加の原因は、原料が非ガスアトマイズ粉であることに起因して、酸素含有量が増加し、密度不足が原因と考えられる。

[0059] (比較例5)

粒径50～300 μ mに調整したCoガスアトマイズ粉、Feガスアトマイズ粉、B粉碎粉、Si粉を混合したものを原料粉末とし、ホットプレスで950℃×3時間処理し、モル比で42Co－20Fe－20B－18Siの焼結体を作製した。

この焼結体は、密度99%以上となった。さらに、これを旋盤で加工、および平面研削加工で仕上げて直径180mm、厚さ5mmの円盤状のターゲットを得た。

[0060] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図1とは異なり、Bの高濃度相とBの低濃度相の区別は明確ではなく、B相の最大内接円は15 μ m以上がほとんどであった。このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いてスパッタリングした場合、パーティクル数は、50個以上に増加した。

これは、原料粉末であるBがガスアトマイズ粉ではなく、粉碎粉を使用したことに起因して、B含有相が粗大化し、Bの高濃度相とBの低濃度相の区別は明確ではなくなったことがパーティクル増加の原因と考えられる。

[0061] (比較例6)

粒径50～300 μ mに調整したCoガスアトマイズ粉、Feガスアトマイズ粉、B粉碎粉、Ta粉を混合したものを原料粉末とし、ホットプレスで950℃×3時間処理し、モル比で50Co－20Fe－18B－12Taの焼結体を作製した。

この焼結体は、密度99%以上となった。さらに、これを旋盤で加工、および平面研削加工で仕上げて直径180mm、厚さ5mmの円盤状のターゲットを得た。

[0062] また、このターゲット中の研磨面で観察される組織は、図1とは異なり、

Bの高濃度相とBの低濃度相の区別は明確ではなく、B相の最大内接円は15 μm 以上がほとんどであった。このようにして作製した磁性材スパッタリングターゲットを用いてスパッタリングした場合、パーティクル数は、50個以上に増加した。

これは、これは、原料粉末であるBがガスアトマイズ粉ではなく、粉碎粉を使用したことに起因して、B含有相が粗大化し、Bの高濃度相とBの低濃度相の区別は明確でなくなったことが、パーティクル増加の原因と考えられる。

[0063] 以上の実施例と比較例の対比から、Bの含有量が17 at %以上、40 at %以下であり、残余がCo又はFeの元素から選択した一種以上の焼結体から作製することが必要であり、ターゲット中の研磨面で観察される組織が、Bの高濃度相とBの低濃度相を有し、当該Bの低濃度相において、0.01 mm^2 の範囲の顕微鏡視野を観察した中でB高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μm を超えるのが1個以下であることが必要かつ重要であることが分かる。

[0064] これによって、ターゲットの機械加工性を良好とし、パーティクルの発生を抑制することができる。Al、Cr、Cu、Mn、Nb、Ni、Ru、Si、Ta、W、Zr、Hfから選択した一種以上の元素を0.5 at %以上、20 at %以下含有させた例の中で、SiとTaを含有させた例しか示していないが、それ以外の添加元素においても、上記実施例と同様のターゲット製造工程を経ることにより、実施例と同様に結果が得られたことを実験で確認した。

産業上の利用可能性

[0065] 本願発明の磁性材スパッタリングターゲットは、Bの高濃度相が細かく分散しており、その結果、ターゲットの機械加工性が良好となり、またDC電源を備えたマグネトロンスパッタ装置でスパッタする際に、パーティクルの発生が抑制され、薄膜作製時の歩留まりが向上する、という著しい効果がある。磁気ヘッドおよびMRAM用途、さらにはそれ以外の磁性膜用のスパッ

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] Bの含有量が17 at %以上、40 at %以下であり、残余がCo又はFeから選択した一種以上の元素の焼結体からなる磁性材スパッタリングターゲットであって、ターゲットにBの高濃度相とBの低濃度相があり、該Bの高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μ m以上であるのが1個以下であることを特徴とする磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項2] Al、Cr、Cu、Hf、Mn、Ni、Ru、Si、Ta、Wから選択した一種以上の元素を0.5 at %以上、20 at %以下含有することを特徴とする請求項1に記載の磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項3] ターゲットの密度が99%以上であることを特徴とする請求項1～2のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項4] ターゲット表面が平面研削による加工表面仕上げ面を備えてい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磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項5] Bの含有量が17 at %以上、40 at %以下であり、残余がCo又はFeから選択した一種以上の元素の磁性材ターゲット原料粉末を、ガスアトマイズ法で作製し、このガスアトマイズ原料粉末を焼結してターゲットとし、該ターゲットをBの高濃度相とBの低濃度相が存在する組織とし、該Bの高濃度相に描ける最大内接円の直径が15 μ m以上であるBの高濃度相を1個以下とすることを特徴とする磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項6] 原料粉末として、粒径300 μ m以下のガスアトマイズ粉を用いることを特徴とする請求項5に記載の磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項7] 焼結温度を900～1240℃として焼結することを特徴とする請求項5～6のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット

の製造方法。

[請求項8] ターゲットの加工表面仕上げを平面研削で行うことを特徴とする請求項5～7のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項9] Al、Cr、Cu、Hf、Mn、Ni、Ru、Si、Ta、Wから選択した一種以上の元素を0.5at%以上、20at%以下含有することを特徴とする請求項5～8のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項10] ターゲットの密度を99%以上となるように焼結することを特徴とする請求項5～9のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。