

明 細 書

発明の名称：硬質窒化物含有スパッタリングターゲット

技術分野

[0001] 本発明は、硬質窒化物含有スパッタリングターゲット及びその製造方法に関し、特にFe又はCoを含む合金相と、AlN、BN、Cr₂N、Si₃N₄、HfN、NbN、Ta₂N、TiN、VNおよびこれらの任意の組み合わせから選択される硬質窒化物を含む非磁性相と、からなる硬質窒化物含有スパッタリングターゲット及びその製造方法に関する。

背景技術

[0002] ハードディスクドライブなどの磁気記録媒体のグラニューラー構造磁性薄膜を製造するためのスパッタリングターゲットとして、強磁性金属であるFeまたはCoを主成分とする合金相と、酸化物、炭素、窒化ホウ素などの非磁性材とを含む焼結体が用いられている。

[0003] 非磁性材として酸化物を含有するスパッタリングターゲットでは、合金相の間に酸化物を均一微細に分散させた非磁性材粒子分散型の組織にすることで、成膜時のパーティクル発生を低減できることが確認されている。酸化物を合金相の間に均一微細に分散させるためには、ジルコニアボールミルなどの媒体攪拌ミルを用いて強く攪拌して、酸化物と合金相を形成する原材料粉末を混合することが行われている（特許第4673448号公報、特許6728094号公報）。酸化物の代わりに窒化物を含有するスパッタリングターゲットも提案されているが、酸化物と同様にジルコニアボールミルを用いて強く攪拌して混合する方法が採用されている（特許5913620号公報、特許第6526837号公報）。

[0004] 特許4673448号公報には、酸化物の非磁性粒子が均一に微細分散した相（A）と、相（A）の中に直径が50～200μmの球形の合金相（B）とを有し、球形の合金相（B）の中心付近にCrが25mol%以上濃縮し、外周部にかけてCrの含有量が中心部より低くなる組成を有する非磁性

材粒子分散型強磁性材スパッタリングターゲットが開示されている。このスパッタリングターゲットは、最大粒径が $20\mu\text{m}$ 以下の金属粉末と、最大粒径が $5\mu\text{m}$ 以下の非磁性材粉末とをジルコニアボールと共に容量 10 リットルのボールミルポットに封入し、 20 時間回転させて粉碎を兼ねて混合し、この混合粉末と直径が $50\sim 200\mu\text{m}$ の Co-Cr 球形粉末とを遊星運動型ミキサーで混合して、焼結することにより製造することが記載されている。

[0005] 特許 6728094 号公報には、スパッタリング時におけるパーティクル発生を抑制するために、 Co-Pt 相と Co 相と非磁性材料とを含み、 Co-Pt 合金相を微細化し、 Co 相を粗大化する発明が開示されている。具体的には、 Co-Pt 合金相の平均粒子径を $0.1\mu\text{m}$ 以上 $7\mu\text{m}$ 以下とし、 Co 相の平均粒子径を $30\mu\text{m}$ 以上 $300\mu\text{m}$ 以下とし、酸化物の非磁性材料の平均粒子径を $0.05\mu\text{m}$ 以上 $2\mu\text{m}$ 以下とすること、原材料としてメジアン径が $0.1\mu\text{m}$ 以上 $7\mu\text{m}$ 以下の Co-Pt 合金粉末、メジアン径が $0.05\mu\text{m}$ 以上 $2\mu\text{m}$ 以下の非磁性材料の粉末を用いること、が記載されている。また、原材料粉末の混合方法としては、原材料粉末をジルコニアボールと共に容量 10 リットルのボールミルに封入し、 20 時間回転させて混合させることが記載されている。

[0006] 特許第 5913620 号公報には、非磁性材料として六方晶系 BN を用いた Fe-Pt 系焼結体スパッタリングターゲットにおいて、六方晶系 BN の配向性を改善することによりスパッタリング中の異常放電を抑制して、発生するパーティクル量を低減することが開示されている。具体的には、 Fe-Pt 合金粉末をジルコニアボールと共に容量 5L の媒体攪拌ミルに投入し、 2 時間、回転数 300rpm で処理し、平均粒子径 $10\mu\text{m}$ の Fe-Pt 合金粉末とした後、 Fe-Pt 合金粉末と六方晶系 BN 粉末とを V 型混合機で混ぜ合わせ、さらに $150\mu\text{m}$ の篩を用いて混合することが記載されている。しかし、六方晶系 BN は硬度が低く、スパッタリングターゲットとしての硬度が不足し、スパッタリング時に割れが発生するという問題がある。

[0007] 特許第6526837号公報には、六方晶系BNよりもBN粒子内にクラックが入りにくい立方晶系BNを用いるFe-Pt系スパッタリングターゲット及びCo-Pt系スパッタリングターゲットが開示されており、原材料粉末をジルコニアボールと共に容量5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転（回転数300rpm）させて混合し、原料混合粉のメジアン径（D50）が0.3μm以上20μm以下、好ましくは5μm以下になるまで粉碎することが記載されている。

[0008] しかし、本発明者らの実験により、非磁性材として窒化物を用いる場合には、原材料粉末の混合時に、窒化物が硬質であるためにジルコニアボールや媒体攪拌ミル内壁が摩耗して比較的粗大なジルコニア粒子が混入し、粗大なジルコニア粒子は窒化物や炭化物より電気抵抗率が高いため、スパッタリング中にアーキングが起こりやすく、成膜時のパーティクル発生を生じやすいことがわかった。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献1：特許第4673448号公報

特許文献2：特許6728094号公報

特許文献3：特許5913620号公報

特許文献4：特許第6526837号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0010] 本発明は、上記従来の課題を解決し、比較的粗大なジルコニア粒子の混入によるスパッタリング中のアーキングの発生を防止し、成膜時のパーティクル発生を抑制することができる硬質窒化物含有スパッタリングターゲット及びその製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0011] 本発明者らは、硬質窒化物含有スパッタリングターゲットのスパッタリン

グ中のアーキングが、比較的粗大なジルコニア粒子の混在により引き起こされることを知見し、スパッタリングターゲットの製造過程の原材料粉の混合時に一般に使用されているジルコニアボールミルに由来するジルコニア不純物粒子の混入を防止することで、スパッタリング中のアーキングを抑制できると考え、本発明を完成するに至った。

- [0012] 本発明によれば、FeまたはCoを含む合金相と、
AlN、BN、Cr₂N、Si₃N₄、HfN、NbN、Ta₂N、TiN、VN
およびこれらの任意の組み合わせから選択される硬質窒化物を含む非磁性相と、からなり、
金属Zrとして測定した場合のZr不純物濃度が1000ppm以下に規制され、
3kgfの荷重条件で測定したビッカース硬度Hvが200以上600以下であることを特徴とする、硬質窒化物含有スパッタリングターゲットが提供される。
- [0013] 前記Zr不純物濃度が500ppm以下に規制されていることが好ましい。
- [0014] 前記非磁性相は、
倍率500のEPMA面分析の観察視野180μm×180μmを画像解析して求めた平均粒径が4μm以上20μm以下；
倍率1000のEPMA面分析の観察視野90μm×90μmを画像解析して求めた平均粒径が2μm以上20μm以下；および
倍率3000のEPMA面分析の観察視野30μm×30μmを画像解析して求めた平均粒径が1μm以上20μm以下；
の少なくとも1を満たすことが好ましい。
- [0015] 前記スパッタリングターゲット中の前記非磁性相の含有量は、5mol%以上50mol%以下であることが好ましい。
- [0016] 前記非磁性相は、C、B₂O₃及びSiO₂から選択される1種以上をさらに含むことができる。

- [0017] 前記合金相は、Ptを0mol%以上60mol%以下含むことができる。
- [0018] 前記合金相は、Ag、Au、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ru及びBから選択される1種以上の元素をさらに含むことができる。
- [0019] 本発明によれば、上記硬質窒化物含有スパッタリングターゲットの製造方法も提供される。本発明の製造方法は、前記合金相及び前記非磁性相を構成する原料粉末を、ジルコニアボールミルを用いて50rpm以上150rpm以下の回転数で2時間以上6時間以下にわたり混合して混合粉末を調製し、前記混合粉末を焼結することを含む、ことを特徴とする。
- [0020] 前記合金相を構成する原料粉末は、各原料の金属粉末またはFe系もしくはCo系のアトマイズ合金粉末であることが好ましい。
- [0021] 前記非磁性相を構成する原料粉末は、平均粒径D50が1μm以上40μm以下の硬質窒化物粉末を含むことが好ましい。

発明の効果

- [0022] 本発明の硬質窒化物含有スパッタリングターゲットは、電気抵抗率が高く比較的粗大なジルコニア不純物粒子の混入を防止し、金属Zrとして測定した場合のZr不純物濃度を1000ppm以下に規制しているため、スパッタリング中のアーキングの発生を抑制し、成膜時のジルコニア粒子由来のパーティクルを低減することができる。

図面の簡単な説明

- [0023] [図1]実施例及び比較例のスパッタリングターゲットにおけるZr濃度とパーティクル数との関係を示すグラフ。
- [図2]実施例及び比較例のスパッタリングターゲットにおけるピッカース硬度とパーティクル数との関係を示すグラフ。
- [図3]実施例1のスパッタリングターゲットの組織のSEM観察写真（倍率1000）。
- [図4]実施例2のスパッタリングターゲットの組織のSEM観察写真（倍率1000）。

[図5]比較例2のスputタリングターゲットの組織のSEM観察写真（倍率1000）。

発明を実施するための形態

[0024] 以下、添付図面を参照しながら本発明をさらに詳細に説明する。

本発明の硬質窒化物含有スputタリングターゲットは、FeまたはCoを含む合金相と、AlN、BN、Cr₂N、Si₃N₄、HfN、NbN、Ta₂N、TiN、VNおよびこれらの任意の組み合わせから選択される硬質窒化物を含む非磁性相と、からなり、金属Zrとして測定した場合のZr不純物濃度が1000ppm以下、好ましくは500ppm以下、より好ましくは300ppm以下に規制され、3kgfの荷重条件で測定したビッカース硬度Hvが200以上600以下、好ましくは250以上600以下であることを特徴とする。

[0025] 本発明は、硬質窒化物を非磁性材粒子として含む硬質窒化物含有スputタリングターゲットに関する。硬質窒化物としては、AlN、BN、Cr₂N、Si₃N₄、HfN、NbN、Ta₂N、TiN、VNおよびこれらの任意の組み合わせを含む。各窒化物の硬さ（GPa）は、AlNが12.0、Cr₂Nが15.4、Si₃N₄が19.4、HfNが15.7、NbNが14.3、Ta₂Nが23.7、TiNが20.1、VNが12.8、立方晶BNが46.1、六方晶BNが2.0である（データブック高融点化合物便覧、セラミックス加工ハンドブック：基礎から応用事例まで、Ceramic Hardness）。

[0026] スputタリングターゲットに用いられるBNとしては、立方晶BN及び六方晶BNが知られているが、本発明においては、ダイヤモンドに次いで硬いといわれている立方晶BNを用いる。なお、立方晶BNが含まれていれば、六方晶BNが混在していてもよい。

[0027] 非磁性相は、平均粒径が1μm以上、好ましくは2μm以上20μm以下の硬質窒化物を含む。非磁性相の平均粒径は、EPM面分析結果を画像解析することにより測定することができる。EPM面分析による画像解析は

以下の手順で行う。

[0028] まず、スパッタリングターゲットのスパッタ面を研磨して、E P M A 装置を用いて倍率 1 0 0 で、元素マッピング像を取得する。得られた元素マッピング像を E P M A 装置付属の「面処理」機能で 2 値化処理する。2 値化処理が完了した元素マッピング像を画像解析ソフト (I m a g e J 1. 5 3 e) で解析し窒化物の平均粒径を測定する。窒化物を構成する元素が N (窒素) 以外に 1 種類 (例えば元素 A) である場合には、元素マッピング像から元素 N と元素 A の両方が検出された箇所を計算する。窒化物を構成する元素が N (窒素) 以外に 2 種類以上ある場合は、各元素のマッピング像から元素 N 以外のすべての元素マッピング像を合成し、元素 N 以外の元素と元素 N との両方が検出された箇所を計算して、A v e r a g e S i z e を求め、以下の式で平均粒径 (μm) を計算する。

[0029] [数1]

$$\text{平均粒径} (\mu\text{m}) = 2 \times \sqrt{(\text{A v e r a g e S i z e} \div 3. 1 4)}$$

[0030] 得られた平均粒径が表 1 に示す各倍率の判定基準以下の場合は、判定基準より大きい値になるまで倍率を 5 0 0、1 0 0 0、3 0 0 0、1 0 0 0 0 の順で 1 段階ずつ倍率をあげ、一連の操作を繰り返して各倍率での平均粒径を計算する。

[0031] [表1]

表 1 判定基準

100 倍	18 μm
500 倍	3. 6 μm
1000 倍	1. 8 μm
3000 倍	0. 6 μm
10000 倍	なし

[0032] E P M A 面分析時の観察倍率によっては微細な非磁性相を観察することができず、平均粒径の誤差が大きくなるため、下記のように観察倍率による平均粒径の範囲を分類する。本発明の硬質窒化物含有スパッタリングターゲットは、下記（A）～（C）の少なくとも1を満たすことが好ましい。

（A）倍率500のE P M A 面分析の観察視野 $180\mu\text{m} \times 180\mu\text{m}$ を画像解析して求めた平均粒径が $3.6\mu\text{m}$ 以上 $20\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $4\mu\text{m}$ 以上 $15\mu\text{m}$ 以下；

（B）倍率1000のE P M A 面分析の観察視野 $90\mu\text{m} \times 90\mu\text{m}$ を画像解析して求めた平均粒径が $1.8\mu\text{m}$ 以上 $20\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $1.8\mu\text{m}$ 以上 $4\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $1.8\mu\text{m}$ 以上 $3.6\mu\text{m}$ 以下；

（C）倍率3000のE P M A 面分析の観察視野 $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ を画像解析して求めた平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以上 $20\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $1\mu\text{m}$ 以上 $2\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $1\mu\text{m}$ 以上 $1.8\mu\text{m}$ 以下。

[0033] スパッタリングターゲット中の非磁性相の含有量は、スパッタリングターゲットを用いて成膜する堆積層に求められる物性によって異なるが、一般的には5mol%以上50mol%以下であることが好ましく、より好ましくは5mol%以上45mol%以下である。非磁性相の含有量が上記範囲内にあれば、成膜した堆積層の磁気特性を良好に維持することができ、堆積層における磁性材の間に微細分散して、隣接する磁性材同士を隔離する粒界材としての機能を発揮できる。

[0034] 非磁性相は、スパッタリングターゲットに一般的に用いられるC、 B_2O_3 及び SiO_2 から選択される1種以上の非磁性材をさらに含むことができる。任意添加の非磁性材のスパッタリングターゲット中の含有量は、0mol%以上25mol%以下が好ましく、0mol%以上20mol%以下がより好ましい。任意添加の非磁性材の含有量が上記範囲内にあれば、成膜した堆積層の磁気特性を良好に維持することができ、堆積層における磁性材の間に微細分散して、隣接する磁性材同士を隔離する粒界材としての機能を発揮できる。

- [0035] 合金相は、強磁性材料であるFe又はCoを含む。Fe単独又はCo単独、あるいはFeとCoの合金、もしくはFeと他の元素との合金、Coと他の元素との合金又はFeとCoと他の元素との合金として含まれていてもよい。Fe又はCoはスパッタリングターゲットの主成分として含まれる。Coを含まずFeを含む場合の合金相中のFeの含有量は、35mol%以上100mol%以下が好ましく、40mol%以上100mol%以下がより好ましい。Feを含まずCoを含む場合の合金相中のCoの含有量は、50mol%以上100mol%以下が好ましく、55mol%以上100mol%以下がより好ましい。FeまたはCoを含む場合の合金相中のFeとCoの合計の含有量は、35mol%以上100mol%以下が好ましく、40mol%以上100mol%以下がより好ましい。FeおよびCoを含む場合の合金相中のFeとCoの合計量は50mol%以上100mol%以下が好ましく、60mol%以上100mol%以下がより好ましく、合金相中のFeの含有量は、30mol%以上70mol%以下が好ましく、35mol%以上65mol%以下がより好ましく、合金相中のCoの含有量は、20mol%以上50mol%以下が好ましく、25mol%以上45mol%以下がより好ましい。
- [0036] 合金相は、Ptを0mol%以上60mol%以下含むことが好ましく、より好ましくは0mol%超55mol%以下である。
- [0037] 合金相は、Ag、Au、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ru及びBから選択される1種以上の元素をさらに含むことができる。任意添加の元素の合金相中の含有量は、0mol%以上30mol%以下が好ましく、0mol%以上25mol%以下がより好ましい。任意添加の元素の合金相中の含有量が上記範囲内にあれば、成膜した堆積層の磁気特性を良好に維持することができる。
- [0038] 本発明のスパッタリングターゲットとしては、Fe合金-窒化物、Fe合金-C-窒化物、Fe合金-酸化物-窒化物、Fe合金-C-酸化物-窒化物、Co合金-窒化物、Co合金-C-窒化物、Co合金-酸化物-窒化物

、Co合金-C-酸化物-窒化物、FePt合金-窒化物、FePt合金-C-窒化物、FePt合金-酸化物-窒化物、FePt合金-C-酸化物-窒化物、CoPt合金-窒化物、CoPt合金-C-窒化物、CoPt合金-酸化物-窒化物、CoPt合金-C-酸化物-窒化物、FeCo合金-窒化物、FeCo合金-C-窒化物、FeCo合金-酸化物-窒化物、FeCo合金-C-酸化物-窒化物、FeCoPt合金-窒化物、FeCoPt合金-C-窒化物、FeCoPt合金-酸化物-窒化物、FeCoPt合金-C-酸化物-窒化物を好適に挙げることができる。具体的な設計組成としては、Fe-51Pt-7Si₃N₄、Fe-40Pt-20AlN、Fe-39Pt-25Ta₂N、Fe-38Pt-15Cr₂N、Fe-35Pt-25VN、Fe-40Pt-20NbN、Fe-40Pt-20HfN、Fe-28Pt-30BN、Fe-35Pt-25TiN、Fe-41Pt-5Cu-5BN-8Si₃N₄、Fe-46Pt-3B₂O₃-8Si₃N₄、Fe-41Pt-4SiO₂-10AlN-3Si₃N₄、Fe-21Pt-21Co-10C-20AlN、Fe-30Pt-5C-30AlN、Fe-30Pt-5Ag-6C-11BN-20AlN、Fe-32Pt-6B-6Rh-20HfN、Fe-34Pt-3Ge-5C-20TiN、Co-23Pt-7Si₃N₄、Co-20Pt-19AlN、Co-19Pt-25Ta₂N、Co-14Pt-30BN、Co-16Pt-4Cr-4SiO₂-15Cr₂N、Co-13Pt-6Ru-8Cr-16C-22VN、Co-15TiN、Fe-20Ta₂N、Co-48Fe-20AlNを好適に挙げることができる。

[0039] 本発明のスパッタリングターゲットの設計組成は公知のスパッタリングターゲットの組成と重複することがあり得るが、金属Zrとして測定した場合のZr濃度が1000ppm以下、好ましくは500ppm以下、より好ましくは300ppm以下に規制されている点で公知のスパッタリングターゲットとは異なる。本発明のスパッタリングターゲットのZr不純物は、公知のスパッタリングターゲットの組成における不可避免の不純物とは異なり、製

造工程で規制値以下の含有量となるように制御したものである。後述する実施例及び比較例に示すように、同じ設計組成のスパッタリングターゲットであってもZr濃度を1000ppm以下に規制すると、パーティクルの発生が著しく抑制されることが確認された。

[0040] また、本発明のスパッタリングターゲットは、3kgfの荷重条件で測定したビッカース硬度Hvが200以上600以下、好ましくは250以上600以下であることも特徴とする。ビッカース硬度が高いほどパーティクルの発生が多くなると考えられていたが、Zr濃度を1000ppm以下に規制すると、後述する実施例及び比較例に示すように、同じ設計組成のスパッタリングターゲットであってもビッカース硬度Hvが200以上600以下の場合に、パーティクルの発生が著しく抑制されることが確認された。

[0041] 本発明の硬質窒化物含有スパッタリングターゲットは、前記合金相及び前記非磁性相を構成する原料粉末を、ジルコニアボールミルを用いて50rpm以上150rpm以下の回転数で2時間以上6時間以下にわたり混合して混合粉末を調製し、前記混合粉末を焼結することを含むことを特徴とする方法により製造することができる。

[0042] 本発明の製造方法において、原料粉末の攪拌混合条件を、ジルコニアボールミルを用いて50rpm以上150rpm以下、好ましくは50rpm以上100rpm以下、より好ましくは50rpm以上75rpm以下の回転数で2時間以上6時間以下、好ましくは3時間以上5時間以下とする。一般的にジルコニアボールミルを用いる攪拌混合は、ミルを高速回転することによってジルコニアボールと原料粉末とを高速で衝突させ、ジルコニアボールの間で原料粉末を磨り潰すことを長時間継続することにより、原料粉末に強い機械的エネルギーを付与して破碎し、微細化された原料粉末を練りこむことにより、均質な粉末混合物を形成する。本発明者らは、原料粉末が硬質粒子を含む場合には、ジルコニアボールが摩耗して微量のジルコニアが不純物として混入することを知見し、原料粉末の均質な混合を実現しつつジルコニアボールの摩耗を抑制する最適な混合条件を見出した。本発明においては、

回転数を低速に抑えて比較的緩やかに衝突させ、攪拌時間を比較的短くすることで、硬い窒化物粒子を含む原料粉末であってもジルコニアボールの摩耗を防ぎ、原料粉末の混合物へのジルコニアの混入を抑制することができることを見出した。

[0043] 合金相を構成する原料粉末は、金属粉末またはF e系又はC o系のアトマイズ合金粉末とすることができる。

[0044] F e粉末としては、平均粒径D 5 0が1 μ m以上1 0 μ m以下、好ましくは2 μ m以上8 μ m以下の粉末を用いることができる。平均粒径が小さすぎると発火の危険性や不可避的不純物濃度が高くなる可能性が生じ、平均粒径が大きすぎると非磁性材粒子を均一に分散することができない可能性がある。

[0045] C o粉末としては、平均粒径D 5 0が1 μ m以上1 0 μ m以下、好ましくは2 μ m以上8 μ m以下の粉末を用いることができる。平均粒径が小さすぎると発火の危険性や不可避的不純物濃度が高くなる可能性が生じ、平均粒径が大きすぎると非磁性材粒子を均一に分散することができない可能性がある。

[0046] P t粉末としては、平均粒径D 5 0が0. 1 μ m以上1 0 μ m以下、好ましくは0. 3 μ m以上6 μ m以下の粉末を用いることができる。平均粒径が小さすぎると不可避的不純物濃度が高くなる可能性が生じ、平均粒径が大きすぎると非磁性材粒子を均一に分散することができない可能性がある。

[0047] 任意追加の元素粉末としては、平均粒径D 5 0が0. 1 μ m以上3 0 μ m以下、好ましくは0. 5 μ m以上2 0 μ m以下の粉末を用いることができる。平均粒径が小さすぎると不可避的不純物濃度が高くなる可能性が生じ、平均粒径が大きすぎると均一に分散することができない可能性がある。

[0048] F e系又はC o系のアトマイズ合金粉末としては、平均粒径D 5 0が1 μ m以上1 0 μ m以下、好ましくは2 μ m以上8 μ m以下のアトマイズ合金粉末を用いることができる。平均粒径が小さすぎると不可避的不純物濃度が高くなる可能性が生じ、平均粒径が大きすぎると非磁性材粒子を均一に分散す

ることができない可能性がある。

- [0049] 非磁性相を構成する原料粉末は、平均粒径 D_{50} が $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $40\text{ }\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $2\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $35\text{ }\mu\text{m}$ 以下の硬質窒化物粉末を含む。硬質窒化物粉末としては、 AlN 、 BN 、 Cr_2N 、 Si_3N_4 、 HfN 、 NbN 、 Ta_3N_5 、 TiN 、 VN およびこれらの任意の組み合わせを用いる。 BN としては立方晶 BN を用いる。硬質窒化物粉末の平均粒径が上記範囲内であれば良好な分散状態を達成することができる。
- [0050] 非磁性相を構成する原料粉末として、さらに平均粒径 D_{50} は $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $8\text{ }\mu\text{m}$ 以下の C 、 B_2O_3 及び SiO_2 から選択される1種以上の非磁性材を含むことができる。追加の非磁性材粉末の平均粒径が上記範囲内であれば良好な分散状態を達成することができる。
- [0051] 混合粉末の焼結条件は、 800°C 以上 1300°C 以下、好ましくは 900°C 以上 1250°C 以下の焼結温度、及び 30 MPa 以上 120 MPa 以下、好ましくは 50 MPa 以上 100 MPa 以下の焼結圧力とすることが望ましい。

実施例

- [0052] 以下、実施例及び比較例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。以下の実施例及び比較例におけるスパッタリングターゲットの Zr 濃度、ビッカース硬度、硬質窒化物非磁性相の平均粒径、相対密度及びパーティクル数の測定方法は以下のとおりである。

- [0053] [Zr 濃度]

スパッタリングターゲットから直径 30 mm の試験片を切り出し、スパッタリングターゲットのスパッタ面に対する水平面を $\#80$ と $\#320$ と $\#1200$ の SiC 研磨紙を用いて研磨し、 Rh のX線管を備えた蛍光X線分析装置（ ZSX Primus IV 、株式会社リガク）を用いて、 EZ スキャンに表2の条件を入力し Zr 濃度を測定する。

- [0054]

[表2]

表2 自動設定条件

試料タイプ	金属&合金
測定範囲	B～U
測定径	20mm
測定時間	標準

[0055] [ビッカース硬度]

JIS Z 2244に準じて測定する。具体的には、スパッタリングターゲットのスパッタ面に対する水平面を#80と#320と#1200のSiC研磨紙を用いて研磨した後に、粒径1 μ mのダイヤモンド砥粒を用いてバフ研磨し、ビッカース硬さ試験器（HV-115、株式会社ミットヨ）を用いて、対面角136°の正四角錐のダイヤモンド圧子で試験荷重3.00kgfを付与した際のくぼみの大きさを顕微鏡で観察し、対角線を結んだ直線の長さを測定し、くぼみの表面積（mm²）を算出し、試験荷重（kgf）／くぼみの表面積（mm²）を算出する。

[0056] [硬質窒化物非磁性相の平均粒径]

スパッタリングターゲットのスパッタ面に対する垂直面を#80と#320と#1200のSiC研磨紙を用いて研磨した後に、粒径1 μ mのダイヤモンドスプレーを用いてバフ研磨し、表3および表4に示すEPMA分析条件にて、EPMA装置（JXA-8500F、日本電子株式会社）を用いて、元素マッピング像を取得する。

[0057]

[表3]

表 3 E PMA 分析条件 1

加速電圧	15.0 kV													
プローブ電流	1.5E-7 A													
Dwell Time	30.0 m sec													
元素	N	Al	B	Cr	Hf	Nb	Si	Ta	Ti	V				
X線源	Kα	Kα	Kα	Kα	Lα	Lα	Kα	Lα	Kα	Kα				
分光結晶	LDE1H	TAP	LDE2H	LIFH	LIFH	PETH	TAP	LIFH	PETH	LIFH				
Spect. Pos.	147.948	90.596	189.526	159.250	108.924	183.354	77.316	105.632	87.588	174.068				
PHA Gain	64	32	32	32	64	128	32	32	64	64				
High Volt(V)	1696	1702	1758	1754	1666	1674	1694	1754	1746	1666				
Base Level(V)	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7	0.7				
Window (V)	9.3	9.3	9.3	-	-	-	9.3	-	-	-				
Diff/Int	Diff	Diff	Diff	Int	Int	Int	Diff	Int	Int	Int				

[0058]

[表4]

表4 EPMA分析条件2

観察倍率	スキャンモード	ピクセル数	視野	ビーム径
100 倍	ステージスキャン	X : 150 Y : 150	X : 900 μ m Y : 900 μ m	3 μ m
500 倍	ステージスキャン	X : 150 Y : 150	X : 180 μ m Y : 180 μ m	0 μ m
1000 倍	ステージスキャン	X : 150 Y : 150	X : 90 μ m Y : 90 μ m	0 μ m
3000 倍	ステージスキャン	X : 150 Y : 150	X : 30 μ m Y : 30 μ m	0 μ m
10000 倍	ビームスキャン	X : 128 Y : 128	X : 10 μ m Y : 10 μ m	0 μ m

[0059] 得られた元素マッピング像をEPMA装置（JXA-8500F）付属の「面処理」機能で2値化処理する。具体的には、元素マッピング像を最大マップ数9で表示して2値化処理する画像を選択し「レベル変更」画面で上限と下限の値を確認する。「マップ計算」画面で「定数の減算」を選択し、「レベル変更」画面で確認した下限の値をKに入力して実行する。再度、「マップ計算」画面で「定数の除算」を選択し、「レベル変更」画面で確認した上限の値から下限の値を減算した値をKに入力して実行する。「表示モード」選択画面を表5の内容に変更し実行する。「レベル変更」画面を表6の内容に変更し実行する。

[0060] [表5]

表5 表示モード

強度／濃度	強度マップ
表示色	グレイスケール
カラーバー	マップ上
色数	2
ステップ間隔	等間隔
マップ表示	補間なし

[0061]

[表6]

表6 レベル変更

レベル変更	等間隔
検量線ファクタ A	0
検量線ファクタ B	0
下限	0.25
上限	0.5

[0062] 上述の2値化処理が完了した元素マッピング像のスクリーンショットをPNG形式で保存する。得られたPNG形式の元素マッピング像を画像解析ソフト (ImageJ 1.53e) で解析し窒化物の平均粒径を測定する。具体的には、以下の手順で窒化物の平均粒径を測定する。画像解析ソフト (ImageJ 1.53e) でPNG形式の元素マッピング像を開く。窒化物が元素AとN (窒素) で構成されるとき、元素Aと元素Nのマッピング像の領域を $286 \times 286 \text{ pixels}$ でコピーしNew のImageとして保存する。画像解析ソフト (ImageJ 1.53e) のImage Calculatorに表7の内容を入力して実行し、元素Aと元素Nの両方が検出された箇所を計算したファイルを作成する。

[0063] [表7]

表7 Image Calculator

Image1	元素Aのマッピング像を切り出した画像ファイル
Operation	AND
Image2	元素Nのマッピング像を切り出した画像ファイル
Create new window	選択
32-bit (float) result	非選択

[0064] 窒化物を構成する元素がN (窒素) 以外に2種類以上ある場合は、各元素のマッピング像の領域を $286 \times 286 \text{ pixels}$ でコピーしNew のImageとして保存したのち、表7のOperationをORにしてImage1およびImage2に窒化物を構成する元素N以外のマッピング

像を選択し、Image Calculatorで窒化物を構成する元素N以外の全てのマッピング像を合成する。その画像を表7のImage CalculatorのImage 1に選択すること以外は表7のImage Calculatorの内容を入力して実行し、窒化物を構成するN以外の元素と元素Nの両方が検出された箇所を計算したファイルを作成する。

[0065] 得られたファイルをInvertして白黒反転させ、Set Scaleに表8の内容を入力して実行する。なお、Known distanceには各倍率の視野を入力する。即ち、100倍の時は900、500倍の時は180、1000倍の時は90、3000倍の時は30、10000倍の時は10を入力する。

[0066] [表8]

表8 Set Scale

Distance in pixels	286
Pixel aspect ratio	1.0
Unit of length	μm
Global	非選択

[0067] Analyze particlesに表9の内容を入力して実行する。なお、Size (μm^2) には観察倍率に応じて表10の値を入力する。

[0068] [表9]

表9 Analyze particles

Pixel units	非選択
Circularity	0.00-1.00
Sow	Outlines
Display results	選択
Clear results	選択
Summarize	選択
Add to Manager	非選択
Exclude on edges	選択
Include holes	選択
Record starts	非選択
In situ Show	非選択

[0069] [表10]

表 1 0 S i z e (μ m ²)

100 倍	36.36-Infinity
500 倍	1.46-Infinity
1000 倍	0.37-Infinity
3000 倍	0.05-Infinity
10000 倍	0.01-Infinity

[0070] 解析後に表示される S u m m a r y 画面の A v e r a g e S i z e を用いて以下の式で平均粒径 (μ m) を計算する。

[0071] [数2]

$$\text{平均粒径 (} \mu \text{m)} = 2 \times \sqrt{(\text{A v e r a g e S i z e } \div 3.14)}$$

[0072] まず 1 0 0 倍の画像で上記一連の解析を行い、得られた平均粒径が表 1 1 に示す各倍率の判定基準以下の場合には、判定基準より大きい値になるまで 5 0 0 倍、1 0 0 0 倍、3 0 0 0 倍、1 0 0 0 0 倍の順で 1 段階ずつ倍率をあげる。

[0073] [表11]

表 1 1 判定基準

100 倍	18 μ m
500 倍	3.6 μ m
1000 倍	1.8 μ m
3000 倍	0.6 μ m
10000 倍	なし

[0074] [相対密度]

置換液として純水を用いてアルキメデス法で測定する。焼結体の質量を測定し、焼結体を置換液中に浮遊させた状態で浮力 (= 焼結体の体積) を測定

する。焼結体の質量 (g) を焼結体の体積 (cm^3) で除して実測密度 (g/cm^3) を求める。焼結体の組成に基づいて計算した理論密度との比率 (実測密度/理論密度) が相対密度である。

[0075] [パーティクル数]

焼結体を直径 153 mm、厚さ 2 mm に加工し、直径 161 mm、厚さ 4 mm の Cu 製バックングプレートにインジウムでボンディングして、スパッタリングターゲットを得る。このスパッタリングターゲットをマグネトロンスパッタリング装置に取り付け、出力 500 W、ガス圧 1 Pa の Ar ガス雰囲気下で 40 秒間のスパッタリングの後、基板上に付着したパーティクル数をパーティクルカウンターで測定する。

[0076] [実施例 1 ~ 26 及び比較例 1 ~ 15]

表 12 及び 13 に示す設計組成のスパッタリングターゲットを製造し、Zr 濃度、ビッカース硬度、硬質窒化物非磁性相の平均粒径、相対密度及びパーティクル数を測定した。表 12 及び 13 における設計組成において、Fe 又は Co が残余を構成するため含有量を省略して示す。たとえば、実施例 1 の Fe-51Pt-7Si₃N₄ は 42Fe-51Pt-7Si₃N₄ の意味である。

[0077] 合金相の原料粉末として、平均粒径 D50 が 7 μm の Fe 粉末、平均粒径 D50 が 3 μm の Co 粉末、平均粒径 D50 が 1 μm の Pt 粉末を用いた。合金相の追加の元素として、平均粒径 D50 が 5 μm の Cu 粉末、平均粒径 D50 が 4 μm の Ag 粉末、平均粒径 D50 が 8 μm の B 粉末、平均粒径 D50 が 10 μm の Ge 粉末、平均粒径 D50 が 15 μm の Cr 粉末、平均粒径 D50 が 13 μm の Ru 粉末、平均粒径 D50 が 13 μm の Rh 粉末を用いた。

[0078] 硬質窒化物粉末として、平均粒径 D50 が 20 μm の Si₃N₄ 粉末、平均粒径 D50 が 8 μm の AlN 粉末、平均粒径 D50 が 4 μm の TaN 粉末、平均粒径 D50 が 7 μm の Cr₂N 粉末、平均粒径 D50 が 10 μm の NbN 粉末、平均粒径 D50 が 35 μm の HfN 粉末、平均粒径 D50 が 3 μm の

立方晶BN粉末（cBN）、平均粒径D50が9 μm のTiN粉末、平均粒径D50が7 μm のVN粉末を用いた。

[0079] 追加の非磁性材粉末として、平均粒径D50が5 μm の六方晶BN粉末（BN）、平均粒径D50が5 μm の B_2O_3 粉末、平均粒径D50が5 μm のC粉末、平均粒径D50が1 μm の SiO_2 粉末を用いた。

[0080] 実施例1～26については、表12に示す設計組成となるように秤量した各原料粉末を4 kgのジルコニアボールと一緒に攪拌ミルに投入し、100 rpmの回転数で4時間攪拌混合して得た混合粉末を66 MPaの焼結圧力で表12に示す焼結温度にて焼結した。表12中空欄は添加していないことを示す。

[0081] 比較例1～15については、表13に示す設計組成となるように秤量した各原料粉末を4 kgのジルコニアボールと一緒に攪拌ミルに投入し、表13に示す攪拌条件で攪拌混合して得た混合粉末を66 MPaの焼結圧力で表13に示す焼結温度にて焼結した。表13中空欄は添加していないことを示す。

[0082] 得られた焼結体の相対密度を測定後、スパッタリングターゲットに加工してZr濃度、硬質窒化物の平均粒径、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。結果を表14及び15に示す。Zr濃度とパーティクル数との関係を図1に示し、ビッカース硬度とパーティクル数との関係を図2に示す。

[0083]

[表12]

組成		混合条件										焼結条件	
		設計組成 mol%	合金相Fe (g)	合金相Co (g)	合金相Pt (g)	合金相 成分:数値 (g)	合金相 成分:数値 (g)	非磁性相 成分:数値 (g)	非磁性相 成分:数値 (g)	非磁性相 成分:数値 (g)	混合条件		
実施例1	Fe-51Pt-7Si ₃ N ₄		187.27		794.34			SiN ₄ : 20μm AlN: 8μm	78.39 77.77		100ppm4h		1170
実施例2	Fe-40Pt-20AlN		211.83		740.30			TaN: 4μm	457.39		100ppm4h		1160
実施例3	Fe-39Pt-25TaN		188.66		713.95			Cr ₂ N: 6μm	158.83		100ppm4h		1200
実施例4	Fe-38Pt-15Cr ₂ N		235.64		665.53			VN: 7μm	159.56		100ppm4h		900
実施例5	Fe-35Pt-25VN		219.51		670.94			NN: 10μm	201.96		100ppm4h		900
実施例6	Fe-40Pt-20NN		210.99		737.04			HN: 35μm	954.87		100ppm4h		900
実施例7	Fe-40Pt-20HN		205.9		719.24			cBN: 3μm	82.71		100ppm4h		1200
実施例8	Fe-28Pt-30BN		280.94		806.75			TiN: 9μm	148.00		100ppm4h		1200
実施例9	Fe-39Pt-25TiN		214.76		699.43			SiN ₄ : 20μm	86.15	BN: 5μm	100ppm4h		1250
実施例10	Fe-41Pt-50Cr-58N-48Si ₃ N ₄		175.8		614.12	24.40		SiN ₄ : 20μm	80.36	B ₂ O ₃ : 5μm	100ppm4h		1120
実施例11	Fe-46Pt-38Cr-8Si ₃ N ₄		171.99		642.69			AlN: 8μm	33.75	SiN ₄ : 20μm	100ppm4h		1150
実施例12	Fe-41Pt-48SiO ₂ -10AlN-3Si ₃ N ₄		193.15		658.65			AlN: 8μm	83.67	G: 5μm	100ppm4h		900
実施例13	Fe-21Pt-21Cr-10C-20AlN		159.6	126.32	418.14			AlN: 8μm	113.55	G: 5μm	100ppm4h		800
実施例14	Fe-30Pt-5Cr-30AlN		180.49		540.42			AlN: 8μm	75.50	BN: 5μm	100ppm4h		800
実施例15	Fe-30Pt-5Ag-5Cr-11BN-20AlN		144.02		539.09	49.58		AlN: 8μm	344.37	G: 5μm	100ppm4h		800
実施例16	Fe-32Pt-65Cr-6Pt-20HN		190.27		590.79	6.14	Rh: 13μm	HN: 35μm	120.55	G: 5μm	100ppm4h		1130
実施例17	Fe-34Pt-30Cr-5Cr-20TiN		206.61		645.77	21.22		AlN: 8μm	80.83		100ppm4h		1050
実施例18	Co-23Pt-7Si ₃ N ₄			361.19	392.84			TaN: 4μm	496.39		100ppm4h		1230
実施例19	Co-20Pt-19AlN			373.60	405.47			cBN: 3μm	89.01		100ppm4h		900
実施例20	Co-19Pt-25TaN			336.12	377.49			Cr ₂ N: 6μm	158.42	SiO ₂ : 1μm	100ppm4h		900
実施例21	Co-14Pt-30BN			394.51	326.48			VN: 7μm	157.84	C: 5μm	100ppm4h		900
実施例22	Co-16Pt-4Cr-4SiO ₂ -15Cr ₂ N			321.92	279.51	18.82		TiN: 9μm	107.91		100ppm4h		1230
実施例23	Co-13Pt-65Ru-8Cr-16C-22VN			227.85	280.14	66.99	Cr: 15μm	AlN: 8μm	66.75		100ppm4h		1110
実施例24	Co-15TiN			582.09									
実施例25	Fe-20TaN		475.23										
実施例26	Co-48Fe-20AlN		263.67	199.57									

表 1 2 スパッタリングターゲット製造条件 (実施例)

[0084]

[表13]

表 13 スパッタリングターゲット製造条件 (比較例)

組成	設計組成	混合条件										焼結条件	
		合金相Fe	合金相Co	合金相Pt	合金相		非磁性相		非磁性相		混合条件	焼結温度	
	mol%	(g)	(g)	(g)	成分: 粒度 (μ)	成分: 粒度 (g)	成分: 粒度 (μ)	成分: 粒度 (g)	成分: 粒度 (μ)	成分: 粒度 (g)		(°C)	
比較例1	Fe-51Pt-7Si ₃ N ₄	187.27		794.34		Si ₃ N ₄ : 20μm	78.39				300rpm20h	1120	
比較例2	Fe-40Pt-20AlN	211.93		740.30		AlN: 8μm	77.77				300rpm20h	1290	
比較例3	Fe-39Pt-25Ta ₂ N	188.66		713.95		Ta ₂ N: 4μm	457.39				300rpm20h	1280	
比較例4	Fe-38Pt-15Cr ₂ N	235.64		665.53		Cr ₂ N: 6μm	158.83				300rpm20h	1050	
比較例5	Fe-35Pt-25VN	219.51		670.94		VN: 7μm	159.56				300rpm20h	940	
比較例6	Fe-40Pt-20AlN	210.99		737.04		NbN: 10μm	201.96				300rpm20h	940	
比較例7	Fe-40Pt-20HfN	205.9		719.24		HfN: 35μm	354.87				300rpm20h	1200	
比較例8	Fe-28Pt-30BN	260.54		606.75		αBN: 3μm	82.71				300rpm20h	950	
比較例9	Fe-28Pt-30BN	260.54		606.75		αBN: 3μm	82.71				300rpm20h	950	
比較例10	Fe-35Pt-25TiN	214.76		656.43		TiN: 9μm	148.80				300rpm20h	1250	
比較例11	Fe-34Pt-30Ge-5C-20TiN	206.61		645.77	Ge: 10μm 21.22	TiN: 9μm 120.55	5.85				300rpm20h	800	
比較例12	Co-23Pt-7Si ₃ N ₄		361.19	392.84		Si ₃ N ₄ : 20μm	85.96				300rpm20h	1130	
比較例13	Co-14Pt-30BN		394.51	326.48		αBN: 3μm	89.01				300rpm20h	950	
比較例14	Co-14Pt-30BN		394.51	326.48		αBN: 3μm	89.01				300rpm20h	950	
比較例15	Co-48Fe-20AlN	283.67	199.57			AlN: 8μm	86.75				300rpm20h	1160	

[0085] [表14]

表 1 4 スパッタリングターゲット測定結果 (実施例)

	組成		焼結結果				
	設計組成	相対密度	平均粒径	撮影倍率	Zr濃度	Hv(3kgf)	パーティクル数 500W 40sec
	mol%	(%)	(μm)	(倍)	(ppm)		(個)
実施例1	Fe-51Pt-7Si ₃ N ₄	97.2	8.9	500	208	491	78
実施例2	Fe-40Pt-20AlN	95.7	2.4	1000	162	532	129
実施例3	Fe-39Pt-25Ta ₂ N	97.4	1.9	1000	226	584	58
実施例4	Fe-38Pt-15Cr ₂ N	95.0	4.8	500	183	509	89
実施例5	Fe-35Pt-25VN	97.1	2.7	1000	149	469	136
実施例6	Fe-40Pt-20NbN	93.5	6.8	500	214	567	141
実施例7	Fe-40Pt-20HfN	91.3	5.0	500	231	545	108
実施例8	Fe-28Pt-30BN	92.4	1.3	3000	118	578	135
実施例9	Fe-35Pt-25TiN	97.5	6.4	500	228	590	54
実施例10	Fe-41Pt-5Cu-5BN-8Si ₃ N ₄	93.4	11.6	500	243	549	208
実施例11	Fe-46Pt-3B ₂ O ₃ -8Si ₃ N ₄	96.5	10.4	500	296	586	188
実施例12	Fe-41Pt-4SiO ₂ -10AlN-3Si ₃ N ₄	94.3	2.1	1000	283	577	83
実施例13	Fe-21Pt-21Co-10C-20AlN	91.8	2.0	1000	196	384	311
実施例14	Fe-30Pt-5C-30AlN	91.1	2.1	1000	288	275	386
実施例15	Fe-30Pt-5Ag-6C-11BN-20AlN	92.4	1.9	1000	217	260	343
実施例16	Fe-32Pt-6B-6Rh-20HfN	92.4	4.9	500	209	566	124
実施例17	Fe-34Pt-3Ge-5C-20TiN	92.7	7.3	500	168	299	284
実施例18	Co-23Pt-7Si ₃ N ₄	96.3	12.8	500	211	487	81
実施例19	Co-20Pt-19AlN	97.0	2.3	1000	199	581	114
実施例20	Co-19Pt-25Ta ₂ N	98.1	3.6	1000	241	528	67
実施例21	Co-14Pt-30BN	93.1	1.4	3000	238	479	123
実施例22	Co-16Pt-4Cr-4SiO ₂ -15Cr ₂ N	94.8	5.0	500	266	563	95
実施例23	Co-13Pt-6Ru-8Cr-16C-22VN	95.1	2.5	1000	197	342	287
実施例24	Co-15TiN	96.7	7.1	500	149	413	88
実施例25	Fe-20Ta ₂ N	94.9	1.9	1000	233	528	67
実施例26	Co-48Fe-20AlN	95.1	2.3	1000	219	507	118

[0086] [表15]

表 1 5 スパッタリングターゲット測定結果 (比較例)

	組成		焼結結果				
	設計組成	相対密度	平均粒径	撮影倍率	Zr濃度	Hv(3kgf)	パーティクル数 500W 40sec
	mol%	(%)	(μm)	(倍)	(ppm)		(個)
比較例1	Fe-51Pt-7Si ₃ N ₄	90.8	0.5	10000	4531	713	2298
比較例2	Fe-40Pt-20AlN	95.4	0.4	10000	3466	736	6218
比較例3	Fe-39Pt-25Ta ₂ N	97.7	0.4	10000	6528	864	5843
比較例4	Fe-38Pt-15Cr ₂ N	96.5	0.6	10000	4331	657	2915
比較例5	Fe-35Pt-25VN	95.1	0.4	10000	5333	738	2642
比較例6	Fe-40Pt-20NbN	96.2	0.8	10000	4839	655	2261
比較例7	Fe-40Pt-20HfN	94.8	0.3	10000	5154	741	4351
比較例8	Fe-28Pt-30BN	92.3	0.4	10000	6171	678	3165
比較例9	Fe-28Pt-30BN	93.2	0.8	10000	3432	572	4448
比較例10	Fe-35Pt-25TiN	97.8	0.6	10000	5687	724	4532
比較例11	Fe-34Pt-3Ge-5C-20TiN	90.7	0.5	10000	3519	679	4616
比較例12	Co-23Pt-7Si ₃ N ₄	90.3	0.5	10000	4640	708	2417
比較例13	Co-14Pt-30BN	92.1	0.4	10000	5341	733	3654
比較例14	Co-14Pt-30BN	93.7	0.9	10000	1989	621	2308
比較例15	Co-48Fe-20AlN	92.7	0.4	10000	4197	792	5916

[0087] 表 1 4 ~ 1 5 及び図 1 から、Z r 濃度が 2 0 0 0 p p m 以上ではパーティクル数が 2 0 0 0 個以上と多いが、Z r 濃度が 1 0 0 0 p p m 以下ではパー

ティクル数が少なく、特にZr濃度が300ppm以下ではパーティクル数が400個未満と少ないことがわかる。また、表14～15及び図2から、ビッカース硬度Hvが600以上ではパーティクル数が2000個以上と多いが、ビッカース硬度Hvが200～600の範囲ではパーティクル数が400個未満と少ないことがわかる。

[0088] 実施例1～26のスputタリングターゲットの硬質窒化物粒子の平均粒径の測定は倍率500～3000で行うことができたが、比較例1～15のスputタリングターゲットの硬質窒化物粒子の平均粒径の測定は倍率10000まで上げることが必要であった。表14及び15から、実施例1～26の硬質窒化物の平均粒径は1.3 μ m～12.8 μ mの範囲にあり、比較例1～15の硬質窒化物の平均粒径は0.3～0.9 μ mの範囲の微細粒子であることがわかる。

[0089] 図3は実施例1のスputタリングターゲットの組織のSEM観察写真（倍率1000）、図4は実施例2のスputタリングターゲットの組織のSEM観察写真（倍率1000）、図5は比較例2のスputタリングターゲットの組織のSEM観察写真（倍率1000）である。EPMA分析により、図中、黒い粒子が硬質窒化物粒子であり、白～灰色が合金相であることを確認している。図3と図5を比較すると、比較例2（図5）は白い合金相及び黒い粒子が実施例1（図3）よりも微細に分散していることがわかる。図4から、比較的大きな硬質窒化物粒子と合金相とが均質に分散していることがわかる。

[0090] 表14～15及び図3～5から、従来の方法で製造した比較例のスputタリングターゲットよりも、本発明の製造方法で製造したスputタリングターゲットは、硬質窒化物粒子が比較的大きいが、非磁性相と合金相とが均質に分散していることがわかる。

請求の範囲

- [請求項1] FeまたはCoを含む合金相と、
AlN、BN、Cr₂N、Si₃N₄、HfN、NbN、Ta₂N、TiN、VNおよびこれらの任意の組み合わせから選択される硬質窒化物を含む非磁性相と、からなり、
金属Zrとして測定した場合のZr不純物濃度が1000ppm以下に規制され、
3kgfの荷重条件で測定したビッカース硬度Hvが200以上600以下であることを特徴とする、硬質窒化物含有スパッタリングターゲット。
- [請求項2] 前記Zr不純物濃度が500ppm以下に規制されていることを特徴とする、請求項1に記載の硬質窒化物含有スパッタリングターゲット。
- [請求項3] 前記非磁性相は、
倍率500のEPMA面分析の観察視野180μm×180μmを画像解析して求めた平均粒径が4μm以上20μm以下；
倍率1000のEPMA面分析の観察視野90μm×90μmを画像解析して求めた平均粒径が2μm以上20μm以下；および
倍率3000のEPMA面分析の観察視野30μm×30μmを画像解析して求めた平均粒径が1μm以上20μm以下；
の少なくとも1を満たすことを特徴とする、請求項1又は2に記載の硬質窒化物含有スパッタリングターゲット。
- [請求項4] 前記スパッタリングターゲット中の前記非磁性相の含有量は、5mol%以上50mol%以下であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1に記載の硬質窒化物含有スパッタリングターゲット。
- [請求項5] 前記非磁性相は、C、B₂O₃及びSiO₂から選択される1種以上をさらに含むことを特徴とする、請求項1～4のいずれか1に記載の硬質窒化物含有スパッタリングターゲット。

- [請求項6] 前記合金相は、Ptを0mol%以上60mol%以下含むことを特徴とする請求項1～5のいずれか1に記載の硬質窒化物含有スパッタリングターゲット。
- [請求項7] 前記合金相は、Ag、Au、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ru及びBから選択される1種以上の元素をさらに含むことを特徴とする、請求項1～6のいずれか1に記載の硬質窒化物含有スパッタリングターゲット。
- [請求項8] 請求項1～7のいずれか1に記載の硬質窒化物含有スパッタリングターゲットの製造方法であって、
前記合金相及び前記非磁性相を構成する原料粉末を、ジルコニアボールミルを用いて50rpm以上150rpm以下の回転数で2時間以上6時間以下にわたり混合して混合粉末を調製し、
前記混合粉末を焼結することを含む、
ことを特徴とする硬質窒化物含有スパッタリングターゲットを製造する方法。
- [請求項9] 前記合金相を構成する原料粉末は、各原料の金属粉末またはFe系もしくはCo系のアトマイズ合金粉末であることを特徴とする請求項8に記載の硬質窒化物含有スパッタリングターゲットを製造する方法。
- [請求項10] 前記非磁性相を構成する原料粉末は、平均粒径D₅₀が1μm以上40μm以下の硬質窒化物粉末を含むことを特徴とする、請求項8又は9に記載の製造方法。