

明 細 書

発明の名称：スパッタリングターゲット

技術分野

[0001] 本発明は磁気記録媒体の薄膜形成に使用されるスパッタリングターゲットに関する。特にC oを主成分とする金属相中に酸化物相が分散した組織構造を有するスパッタリングターゲットに関する。

背景技術

[0002] ハードディスク装置に代表される磁気記録再生装置の分野では、磁化容易軸を記録面に対し垂直方向に配向させた垂直磁気記録方式が実用化されている。特に垂直磁気記録方式を採用したハードディスク媒体では、高記録密度化と低ノイズ化のために、垂直方向に配向した磁性結晶粒子を非磁性材料で取り囲み、磁性粒子間の磁気的な相互作用を低減したグラニューラ構造型の磁性薄膜が開発されている。

[0003] 上記の磁性結晶粒子にはC oを主成分とする強磁性合金が、また非磁性材料には酸化物が用いられている。そしてこのようなグラニューラ構造型の磁性薄膜は、金属相中に酸化物相が分散した組織構造を有するスパッタリングターゲットを、マグネトロンスパッタ装置で基板上にスパッタして作製される。

[0004] ところがスパッタ工程において、パーティクルと呼ばれる、薄膜形成基板上への付着物が問題となっている。成膜する際に生じるパーティクルの多くは、ターゲット中の酸化物であることが知られている。スパッタ中にターゲットのスパッタ面で異常放電が生じ、酸化物がターゲットのスパッタ面から抜け落ちることが、パーティクルの発生原因として考えられている。近年、ハードディスクドライブは記録密度の向上に伴い、磁気ヘッドの浮上量が小さくなっているため、磁気記録媒体で許容されるパーティクルのサイズや個数は、ますます厳しく制限されるようになってきている。

[0005] 金属相中に酸化物相が分散した組織構造を有するスパッタリングターゲット

トと、その製造方法に関して、種々の技術が知られている（特許文献１～８など）。例えば、特許文献１には、ボールミル等で原料粉末を混合、粉碎する際に、予め原料粉末の一部を混合、焼結、粉碎して得た一次焼結体粉末を混合することで、酸化物の凝集を抑制して、ターゲット組織を微細化すると共に、パーティクルの発生を低減する方法が開示されている。

先行技術文献

特許文献

- [0006] 特許文献１：特開２０１１－２０８１６９号公報
特許文献２：特開２０１１－１７４１７４号公報
特許文献３：特開２０１１－１７５７２５号公報
特許文献４：特願２０１１－５３６２３１
特許文献５：特開２０１２－１１７１４７号公報
特許文献６：国際公開第２０１２／０８６３８８号パンフレット
特許文献７：特開２００６－２９９４００号公報
特許文献８：特開２００６－７７３２３号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0007] 一般に、金属相中に酸化物相が分散したスパッタリングターゲットを製造する際、酸化物が凝集することがあり、この凝集した酸化物がスパッタ時にパーティクルの原因となることがあった。上記の従来技術では、このようなパーティクル発生を抑制するために、酸化物相を金属相中に微細に分散させることが行われていた。
- [0008] しかし、酸化物の種類によっては微細に分散させてもパーティクル発生の原因となることがあった。本発明は上記の問題に鑑み、スパッタの際にパーティクルの発生が少ない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

[0009] 上記の課題を解決するために、本発明者らは鋭意研究を行った結果、金属相と酸化物相にそれぞれMnを添加させることにより、パーティクル発生をより効果的に低減することが可能になり、成膜時の歩留まりを向上できることを見出した。

[0010] このような知見に基づき、本発明は、

1) 金属相と酸化物相が均一分散した組織を有する焼結体スパッタリングターゲットであって、該金属相が成分としてCoとPtとMnを含有し、該酸化物相が少なくともMnを構成成分とする酸化物を含有することを特徴とするスパッタリングターゲット、

2) 前記金属相の一部がPt-Mn相であることを特徴とする上記1)に記載のスパッタリングターゲット、

3) 前記酸化物相がさらにAl、B、Ba、Be、Bi、Ca、Ce、Co、Cr、Cs、Cu、Dy、Er、Eu、Fe、Ga、Gd、Ge、Hf、Ho、La、Li、Lu、Mg、Mo、Nb、Nd、Ni、Pr、Sb、Sc、Si、Sm、Sn、Sr、Ta、Tb、Te、Ti、Tm、V、W、Y、Yb、Zn、Zrから選択した一種以上の元素を構成成分とする酸化物を含有することを特徴とする上記1)又は2)に記載のスパッタリングターゲット、

4) 前記酸化物相がMnを構成成分の一つとする複合酸化物であることを特徴とする上記1)～3)のいずれか一に記載のスパッタリングターゲット、

5) 前記金属相がさらに添加成分として、Ag、Au、B、Cr、Cu、Fe、Ga、Ge、Mo、Nb、Ni、Pd、Re、Rh、Ru、Sn、Ta、W、V、Znから選択した1種以上の元素を含有することを特徴とする上記1)～4)のいずれか一に記載のスパッタリングターゲット、

6) 前記酸化物相がスパッタリングターゲット中における体積比率で10%以上55%未満であることを特徴とする上記1)～5)のいずれか一に記載のスパッタリングターゲット、を提供する。

発明の効果

- [0011] 本発明のスputタリングターゲットは、スputタ時に発生するパーティクル量を低減することができ、成膜時における歩留まりを向上することができるという優れた効果を有する。

図面の簡単な説明

- [0012] [図1]実施例3の焼結体の研磨面において、電子線プローブマイクロアナライザー（EPMA）で、元素分布を測定したときの画像である。

発明を実施するための形態

- [0013] 本発明のスputタリングターゲットは、金属相と酸化物相が均一分散した組織を有する焼結体スputタリングターゲットであって、該金属相が成分としてCoとPtとMnを含有し、該酸化物相が少なくともMnを構成成分とする酸化物を含有することを特徴とする。

Co-Pt系合金は磁性結晶粒子として以前から知られている材料であるが、金属相の構成成分としてCoとPtに加えてMnを含有していること、そしてまた、酸化物相が少なくともMnを構成成分とする酸化物を含有していることが、本発明において重要である。

- [0014] Mnは熱力学的に安定な酸化物として存在すると同時に、金属相の成分であるPtへ固溶しやすい性質を有するため、金属相と酸化物相の両者に存在するMnは、金属相と酸化物相の密着性を高める役割を持ち、スputタ時に酸化物がターゲットから脱落するのを防止できるという極めて優れた効果を有する。

なお、特許文献5～6には、強磁性合金と非金属無機材料からなる焼結体スputタリングターゲットにおいて、無機材料としてMnの酸化物を含むことが開示されているが、これらの技術は、金属相と酸化物相の両者にMnを含有させることによって、密着性を高めるという技術を教示するものではない。

- [0015] また、本発明のスputタリングターゲットは、金属相の一部がPt-Mn相の場合も包含する。Pt-Mn相は、酸化物相との密着性を高めることが

でき、また、このPt-Mn相は安定な形態であることから、Pt-Mn相そのものがパーティクルの原因となることもないので、パーティクルの発生を抑制するのに有効である。

[0016] また、本発明のスputタリングターゲットは、金属相中のMnの含有比率を、金属相中の原子数比率において0.5%以上20%以下に調整することが望ましい。金属相中のMnの含有比率が0.5%未満の場合、酸化物相との密着性を高める効果が少なくなるので、パーティクルの発生を十分に抑制できないことがある。一方、20%より大きい場合、スputタリングターゲットの靱性が低下し、スputタ中にターゲットが割れるといった問題が生じることがある。

[0017] また、本発明のスputタリングターゲットを、ハードディスク媒体の記録層の成膜に使用する場合、金属相の組成として以下の組成式を満たすように調整すると、記録層として、さらに好適な磁気特性を得ることができる。

組成：(100- α - β - γ)Co- α Pt- β Mn- γ M（但し、前記組成式中、 α は $5 \leq \alpha \leq 30$ 、 β は $0.5 \leq \beta \leq 20$ 、 γ は $0.5 \leq \gamma \leq 20$ の条件を満たす。

また、前記Mは、後述の添加金属元素を意味する。）

なお、上記組成の範囲はハードディスク媒体の記録層としての磁気特性を向上させる範囲であって、この範囲外であって記録層としての特性を有し、スputタリングの際のパーティクル発生量を低減できるという優れた効果を損なうものではない。

[0018] また、本発明のスputタリングターゲットは、酸化物相がさらにAl、B、Ba、Be、Bi、Ca、Ce、Co、Cr、Cs、Cu、Dy、Er、Eu、Fe、Ga、Gd、Ge、Hf、Ho、La、Li、Lu、Mg、Mo、Nb、Nd、Ni、Pr、Sb、Sc、Si、Sm、Sn、Sr、Ta、Tb、Te、Ti、Tm、V、W、Y、Yb、Zn、Zrから選択した一種以上の元素を構成成分とする酸化物を含有する場合も包含する。これらは所望する磁気特性に合わせて、Mnと組み合わせて適宜添加することで、M

n酸化物のみの場合に比べて、磁気特性を向上させることができる。

[0019] また、本発明のスパッタリングターゲットは、酸化物相がMnを構成成分の一つとする複合酸化物である場合も包含する。Mn酸化物は他の酸化物との複合酸化物を容易に形成するが、この場合は、さらに金属相と酸化物相の密着性を高めることになるので、より効果的にパーティクルの発生を抑制することができる。

[0020] また、本発明のスパッタリングターゲットは、前記金属相がさらに添加成分として、Ag、Au、B、Cr、Cu、Fe、Ga、Ge、Mo、Nb、Ni、Pd、Re、Rh、Ru、Sn、Ta、W、V、Znから選択した1種以上の元素を含有する場合も包含する。これらの金属成分は、所望する磁気特性に合わせて、適宜添加することができる。

[0021] また、本発明のスパッタリングターゲットは、酸化物相がスパッタリングターゲット中、体積比率で10%以上55%未満である場合も包含する。酸化物相の体積比率を、10%以上55%未満とすることで、成膜された磁性薄膜において、磁気特性をさらに良好なものとすることができる。酸化物相の体積比率が10%未満である場合は、酸化物が磁性粒子同士の磁気的な相互作用を遮断する効果が薄れ、また、酸化物相の体積比率が55%以上の場合は、酸化物相の分散性が悪くなるため、パーティクル量が多くなるという問題が生じることがある。

[0022] なお、酸化物相の体積比率は、スパッタリングターゲットの任意の切断面における、酸化物相の面積比率から求めることができる。この場合、スパッタリングターゲット中の酸化物相の体積比率は、切断面での面積比率とすることができる。面積比率は観察場所によるバラつきを少なくするため、概ね1mm²以上の領域を観察して、その平均として求めることができる。

[0023] 本発明のスパッタリングターゲットは、例えば、以下の方法によって作製することができる。まず、金属粉としてCo粉、Pt粉、Mn粉を用意する。このとき、単元素の金属粉だけでなく、合金粉を用いることもできる。これらの金属粉は粒径が1～10μmの範囲のものをを用いることが望ましい。

粒径が $1 \sim 10 \mu\text{m}$ であるとより均一な混合が可能であり、焼結ターゲットの偏析と粗大結晶化を防止できる。金属粉末の $10 \mu\text{m}$ より大きい場合には、酸化物相が微細に分散しないことがあり、また、 $1 \mu\text{m}$ より小さい場合には、金属粉の酸化の影響が問題になることがある。しかし、この粒径範囲はあくまで好ましい範囲であり、これを逸脱することが本願発明を否定する条件でないことは当然理解されるべきである。

[0024] 酸化物粉としては、Mn酸化物粉と必要に応じてその他の元素からなる酸化物粉末を用意する。Mn酸化物粉にはMnO粉のほか、 Mn_3O_4 粉や Mn_2O_3 粉を用いることができる。酸化物粉の粒径は $0.2 \sim 5 \mu\text{m}$ の範囲のものをを用いることが望ましい。粒径が $0.2 \sim 5 \mu\text{m}$ であると金属粉との均一な混合が容易になるという利点がある。一方、酸化物粉末の平均粒径が $5 \mu\text{m}$ より大きい場合には、焼結後に粗大な酸化物相が生じることがあり、 $0.2 \mu\text{m}$ より小さい場合には、酸化物粉同士の凝集が生じることがある。しかし、この範囲は、あくまで好ましい範囲であり、この範囲を逸脱することが、本願発明を否定する条件でないことは当然理解されるべきである。

[0025] そして、上記の原料粉を所望の組成になるように秤量し、ボールミル等の公知の手法を用いて粉砕を兼ねて混合する。このとき、粉砕容器内に不活性ガスを封入して原料粉の酸化を抑制することが望ましい。

次に、このようにして得られた混合粉末をホットプレス法で真空雰囲気、あるいは、不活性ガス雰囲気において成型・焼結させる。また、前記ホットプレス以外にも、プラズマ放電焼結法など様々な加圧焼結方法を使用することができる。特に熱間静水圧焼結法は焼結体の密度向上に有効である。焼結の保持温度は組成によるが多くの場合 $700^\circ\text{C} \sim 1100^\circ\text{C}$ の範囲にある。

このようにして得られた焼結体を旋盤で所望の形状に加工することにより、本発明のスパッタリングターゲットを作製することができる。

[0026] 以上により本発明のスパッタリングターゲットを製造することができる。このようにして製造したスパッタリングターゲットは、スパッタ時に発生す

るパーティクル量を低減することができ、成膜時における歩留まりを向上することができるという優れた効果を有する。

実施例

[0027] 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。

[0028] (実施例1)

金属粉としてガスアトマイズ法によって作製された平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ の Co-Cr-Pt-Mn 粉末を、酸化物粉として平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の MnO 粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Y_2O_3 粉末を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が $2000\ \text{g}$ となるように秤量した。

秤量組成（分子数比率）： $65\text{Co}-5\text{Cr}-15\text{Pt}-5\text{Mn}-5\text{MnO}-5\text{Y}_2\text{O}_3$

[0029] そして秤量した粉末をそれぞれ粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量 $10\ \text{リットル}$ のボールミルポットに封入し、 $8\ \text{時間}$ 回転させて混合した。そしてボールミルから取り出した混合粉を直径 $190\ \text{mm}$ のカーボン製の型に充填し、ホットプレスで焼結させた。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1000°C 、保持時間 $2\ \text{時間}$ とし、昇温開始時から保持終了まで $30\ \text{MPa}$ で加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

[0030] このようにして作製した焼結体の断面を研磨してその組織を観察したところ、金属相と酸化物相が互いに均一分散した組織構造が確認された。さらに電子線プローブマイクロアナライザーで、研磨面の元素分布測定を実施した。その結果、金属相は Co 、 Cr 、 Pt 、 Mn を成分とする合金相であることを確認した。また、酸化物相は Mn 酸化物と Y 酸化物であることを確認した。

[0031] 次に焼結体を直径 $180.0\ \text{mm}$ 、厚さ $5.0\ \text{mm}$ の形状へ旋盤で切削加

工し、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1 kW、Arガス圧1.7 Paとし、2 kWhのプレススパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は13個であった。

[0032] （実施例2）

金属粉として平均粒径3 μm のCo粉末、平均粒径5 μm のCr粉末、平均粒径3 μm のPt粉末、平均粒径10 μm のPt-Mn粉末（原子数比Pt:Mn=60:40）を、酸化物粉として平均粒径3 μm のMnO粉末、平均粒径3 μm のY₂O₃粉末を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が2000 gとなるように秤量した。

秤量組成（分子数比率）：65 Co-5 Cr-15 Pt-5 Mn-5 MnO-5 Y₂O₃

[0033] そして秤量した粉末をそれぞれ粉砕媒体の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、8時間回転させて混合した。そしてボールミルから取り出した混合粉を直径190 mmのカーボン製の型に充填し、ホットプレスで焼結させた。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1000°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30 MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

[0034] このようにして作製した焼結体の断面を研磨してその組織を観察したところ、金属相と酸化物相が互いに均一分散した組織構造が確認された。さらに電子線プローブマイクロアナライザーで、研磨面の元素分布測定を実施した。その結果、金属相はCo、Cr、Pt、Mnを成分とする合金相であることを確認した。さらに金属相の一部がPt-Mn相になっていることも確認

した。また酸化物相はMn酸化物とY酸化物であることを確認した。

[0035] 次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレスパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は8個であった。

[0036] （比較例1）

金属粉として平均粒径3 μ mのCo粉末、平均粒径5 μ mのCr粉末、平均粒径3 μ mのPt粉末を、酸化物粉として平均粒径3 μ mのY₂O₃粉末を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が1850gとなるように秤量した。

秤量組成（分子数比率）：70Co－5Cr－15Pt－10Y₂O₃

[0037] そして秤量した粉末をそれぞれ粉碎媒体の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、8時間回転させて混合した。そしてボールミルから取り出した混合粉を直径190mmのカーボン製の型に充填し、ホットプレスで焼結させた。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1000°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

[0038] このようにして作製した焼結体の断面を研磨してその組織を観察したところ、金属相と酸化物相が互いに均一分散した組織構造が確認された。さらに電子線プローブマイクロアナライザーで、研磨面の元素分布測定を実施した。その結果、金属相はCo、Cr、Ptを成分とする合金相であることを確認した。この金属相はCo－Cr－Ptの均一な合金相であった。また酸化

物相はY酸化物であることを確認した。

[0039] 次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレスパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は52個で、実施例1、2より多くなった。

[0040] （比較例2）

金属粉として平均粒径3 μ mのCo粉末、平均粒径5 μ mのCr粉末、平均粒径3 μ mのPt粉末を、酸化物粉として平均粒径3 μ mのMnO粉末、平均粒径3 μ mのY₂O₃粉末を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が2000gとなるように秤量した。

秤量組成（分子数比率）：70Co－5Cr－15Pt－5MnO－5Y₂O₃

[0041] そして秤量した粉末をそれぞれ粉砕媒体の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、8時間回転させて混合した。そしてボールミルから取り出した混合粉を直径190mmのカーボン製の型に充填し、ホットプレスで焼結させた。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1000°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

[0042] このようにして作製した焼結体の断面を研磨してその組織を観察したところ、金属相と酸化物相が互いに均一分散した組織構造が確認された。さらに電子線プローブマイクロアナライザーで、研磨面の元素分布測定を実施した。その結果、金属相はCo、Cr、Ptを成分とする合金相であることを確

認した。また酸化物相はMn酸化物とY酸化物であることを確認した。

[0043] 次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレスパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は27個で、実施例1、2より多くなった。

[0044] （比較例3）

金属粉としてガスアトマイズ法によって作製された平均粒径10 μ mのCo-Cr-Pt-Mn粉末を、酸化物粉として平均粒径3 μ mのY₂O₃粉末を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が1850gとなるように秤量した。

秤量組成（分子数比率）：65Co-5Cr-15Pt-5Mn-10Y₂O₃

[0045] そして秤量した粉末をそれぞれ粉碎媒体の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、8時間回転させて混合した。そしてボールミルから取り出した混合粉を直径190mmのカーボン製の型に充填し、ホットプレスで焼結させた。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1000°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

[0046] このようにして作製した焼結体の断面を研磨してその組織を観察したところ、金属相と酸化物相が互いに均一分散した組織構造が確認された。さらに電子線プローブマイクロアナライザーで、研磨面の元素分布測定を実施した。その結果、金属相はCo、Cr、Pt、Mnを成分とする合金相であるこ

とを確認した。また酸化物相はY酸化物であることを確認した。

[0047] 次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレスパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は82個で、実施例1、2より多くなった。

[0048] （実施例3）

金属粉として平均粒径3 μ mのCo粉末、平均粒径5 μ mのCr粉末、平均粒径3 μ mのPt粉末、平均粒径10 μ mのPt-Mn粉末（原子数比Pt:Mn=60:40）を、酸化物粉として平均粒径3 μ mのMnO粉末、平均粒径1 μ mのSiO₂粉末を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が2000gとなるように秤量した。

秤量組成（分子数比率）：65Co-5Cr-15Pt-5Mn-5MnO-5SiO₂

[0049] そして秤量した粉末をそれぞれ粉砕媒体の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、8時間回転させて混合した。そしてボールミルから取り出した混合粉を直径190mmのカーボン製の型に充填し、ホットプレスで焼結させた。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1000°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

[0050] このようにして作製した焼結体の断面を研磨してその組織を観察したところ、金属相と酸化物相が互いに均一分散した組織構造が確認された。さらに電子線プローブマイクロアナライザーで、研磨面の元素分布測定を実施した

。その結果、金属相はC o、C r、P t、M nを成分とする合金相であることを確認した。さらに金属相の一部がP t－M n相になっていることも確認した。また酸化物相はM nとS iを成分とする複合酸化物とS i酸化物であることを確認した。

[0051] 次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレスパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は12個であった。

[0052] （実施例4）

金属粉として平均粒径3 μ mのC o粉末、平均粒径5 μ mのC r粉末、平均粒径3 μ mのP t粉末、平均粒径20 μ mのM n粉末、平均粒径10 μ mのR u粉末を、酸化物粉として平均粒径3 μ mのM n₂O₃粉末、平均粒径1 μ mのT i O₂粉末を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が2100gとなるように秤量した。

秤量組成（分子数比率）：62.5C o－5C r－15P t－5M n－5R u－2.5M n₂O₃－5T i O₂

[0053] そして秤量した粉末をそれぞれ粉碎媒体の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、8時間回転させて混合した。そしてボールミルから取り出した混合粉を直径190mmのカーボン製の型に充填し、ホットプレスで焼結させた。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1000°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

[0054] このようにして作製した焼結体の断面を研磨してその組織を観察したところ、金属相と酸化物相が互いに均一分散した組織構造が確認された。さらに電子線プローブマイクロアナライザーで、研磨面の元素分布測定を実施した。その結果、金属相はC o、C r、P t、M n、R uを成分とする合金相であることを確認した。さらに金属相の一部がP t－M n相になっていることも確認した。また酸化物相はM nとT iを成分とする複合酸化物であることを確認した。

[0055] 次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレスパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は7個であった。

[0056] また焼結体の切断面を研磨し、その研磨面において、1mm²の範囲の研磨面で観察したときの酸化物相の面積比率は21%であった。すなわち、ターゲット中の酸化物相の体積比率は21%であった。

[0057] （比較例4）

金属粉として平均粒径3μmのC o粉末、平均粒径5μmのC r粉末、平均粒径3μmのP t粉末、平均粒径20μmのM n粉末、平均粒径10μmのR u粉末を、酸化物粉として平均粒径3μmのM n₂O₃粉末、平均粒径1μmのT i O₂粉末を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が1650gとなるように秤量した。

秤量組成（分子数比率）：37.5C o－5C r－15P t－5M n－5R u－2.5M n₂O₃－30T i O₂

[0058] そして秤量した粉末をそれぞれ粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量1

0 リットルのボールミルポットに封入し、8 時間回転させて混合した。そしてボールミルから取り出した混合粉を直径 1 9 0 m m のカーボン製の型に充填し、ホットプレスで焼結させた。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度 3 0 0 ° C / 時間、保持温度 1 0 0 0 ° C、保持時間 2 時間とし、昇温開始時から保持終了まで 3 0 M P a で加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

[0059] このようにして作製した焼結体の断面を研磨してその組織を観察したところ、金属相と酸化物相が互いに分散した組織構造が確認された。さらに電子線プローブマイクロアナライザーで、研磨面の元素分布測定を実施した。その結果、金属相は C o、C r、P t、M n、R u を成分とする合金相であることを確認した。さらに金属相の一部が P t - M n 相になっていることも確認した。また酸化物相は M n と T i を成分とする複合酸化物と T i 酸化物であることを確認した。

[0060] 次に焼結体を直径 1 8 0 . 0 m m、厚さ 5 . 0 m m の形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製 C - 3 0 1 0 スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力 1 k W、A r ガス圧 1 . 7 P a とし、2 k W h r のプレスパッタリングを実施した後、4 インチ径のシリコン基板上に 2 0 秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は 8 2 個であった。

[0061] また焼結体の切断面を研磨し、その研磨面において、1 m m² の範囲の研磨面で観察したときの酸化物相の面積比率は 5 7 % であった。すなわちターゲット中の酸化物相の体積比率は 5 7 % であった。酸化物相の体積比率が 2 1 % の実施例 4 と比較し、大幅にパーティクルが増加していることが確認された。

[0062] （実施例 5）

金属粉としてガスアトマイズ法によって作製された平均粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ の Co-Pt-Mn 粉末を、酸化物粉として平均粒径 $3\text{ }\mu\text{m}$ の MnO 粉末、平均粒径 $3\text{ }\mu\text{m}$ の Ta_2O_5 粉末を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が 2300 g となるように秤量した。

秤量組成（分子数比率）： $65\text{ Co}-20\text{ Pt}-5\text{ Mn}-5\text{ MnO}-5\text{ Ta}_2\text{O}_5$

[0063] そして秤量した粉末をそれぞれ粉砕媒体の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、 8 時間 回転させて混合した。そしてボールミルから取り出した混合粉を直径 190 mm のカーボン製の型に充填し、ホットプレスで焼結させた。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間 2 時間 とし、昇温開始時から保持終了まで 30 MPa で加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

[0064] このようにして作製した焼結体の断面を研磨してその組織を観察したところ、金属相と酸化物相が互いに均一分散した組織構造が確認された。さらに電子線プローブマイクロアナライザーで、研磨面の元素分布測定を実施した。その結果、金属相は Co 、 Pt 、 Mn を成分とする合金相であることを確認した。また、酸化物相は Mn 酸化物と Ta 酸化物であることを確認した。

[0065] 次に焼結体を直径 180.0 mm 、厚さ 5.0 mm の形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製 C-3010 スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力 1 kW 、 Ar ガス圧 1.7 Pa とし、 2 kWh のプレスパッタリングを実施した後、 4 インチ 径のシリコン基板上に 20 秒間 成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は 16 個であった。

[0066]

[表1]

	質量組成(mol%)	金属相(含有成分)	金属相中の Pt-Mn相	酸化物相(含有成分)	酸化物相の体積比率(%)	ハニテイル濃度 (%)
実施例1	65Co-5Cr-15Pt-5Mn-5MnO-5Y ₂ O ₃	Co, Cr, Pt, Mn	無	Mn酸化物とY酸化物	31	13
実施例2	65Co-5Cr-15Pt-5Mn-5MnO-5Y ₂ O ₃	Co, Cr, Pt, Mn	有	Mn酸化物とY酸化物	31	8
実施例3	65Co-5Cr-15Pt-5Mn-5MnO-5SiO ₂	Co, Cr, Pt, Mn	有	MnSi酸化物とSi酸化物	36	12
実施例4	62.5Co-5Cr-15Pt-5Mn-5Ru-2.5Mn ₂ O ₃ -5TiO ₂	Co, Cr, Pt, Mn, Ru	有	MnTi酸化物	21	7
実施例5	65Co-20Pt-5Mn-5MnO-5Ta ₂ O ₅	Co, Pt, Mn	無	Mn酸化物とTa酸化物	33	16
比較例1	70Co-5Cr-15Pt-10Y ₂ O ₃	Co, Cr, Pt	無	Y酸化物	43	52
比較例2	70Co-5Cr-15Pt-5MnO-5Y ₂ O ₃	Co, Cr, Pt	無	Mn酸化物とY酸化物	33	27
比較例3	65Co-5Cr-15Pt-5Mn-10Y ₂ O ₃	Co, Cr, Pt, Mn	無	Y酸化物	41	82
比較例4	57.5Co-5Cr-15Pt-5Mn-5Ru-2.5Mn ₂ O ₃ -30TiO ₂	Co, Cr, Pt, Mn, Ru	有	MnTi酸化物とTi酸化物	57	82

[0067] 以上の通り、いずれの実施例においても、スパッタリング時に発生するパーティクル量を低減することができ、金属相と酸化相に存在するMnが、成膜時の歩留まりを向上するために非常に重要な役割を有することが分かった。

産業上の利用可能性

[0068] 本発明のスパッタリングターゲットは、スパッタ時に発生するパーティクル量を低減することができ、成膜時における歩留まりを向上することができるという優れた効果を有する。したがって、グラニューラ構造型の磁性薄膜を形成するため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] 金属相と酸化物相が均一分散した組織を有する焼結体スパッタリングターゲットであって、該金属相が成分としてC oとP tとM nを含有し、該酸化物相が少なくともM nを構成成分とする酸化物を含有することを特徴とするスパッタリングターゲット。
- [請求項2] 前記金属相の一部がP t－M n相であることを特徴とする請求項1に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項3] 前記酸化物相がさらにA l、B、B a、B e、B i、C a、C e、C o、C r、C s、C u、D y、E r、E u、F e、G a、G d、G e、H f、H o、L a、L i、L u、M g、M o、N b、N d、N i、P r、S b、S c、S i、S m、S n、S r、T a、T b、T e、T i、T m、V、W、Y、Y b、Z n、Z rから選択した一種以上の元素を構成成分とする酸化物を含有することを特徴とする請求項1又は2に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項4] 前記酸化物相がM nを構成成分の一つとする複合酸化物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ターゲット。
- [請求項5] 前記金属相がさらに添加成分として、A g、A u、B、C r、C u、F e、G a、G e、M o、N b、N i、P d、R e、R h、R u、S n、T a、W、V、Z nから選択した1種以上の元素を含有することを特徴とする請求項1～4のいずれか一項に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項6] 前記酸化物相が、スパッタリングターゲット中における体積比率で10%以上55%未満であることを特徴とする請求項1～5のいずれか一項に記載のスパッタリングターゲット。