

明 細 書

発明の名称：焼結体スパッタリングターゲット

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体における非磁性の薄膜、特に、垂直磁気記録方式を採用したハードディスクにおける非磁性の中間層を形成するために使用される焼結体スパッタリングターゲットに関する。

背景技術

[0002] 磁気記録の分野では、磁性体薄膜中に非磁性材料を微細分散させることにより磁気特性を向上させる技術が開発されている。その一例として、垂直磁気記録方式を採用するハードディスクの記録媒体では、磁気記録膜中の磁性粒子間の磁氣的相互作用を非磁性材料により遮断、または弱めたグラニュー膜を採用し、磁気記録媒体としての各種特性を向上させていることが知られている。

[0003] このグラニュー膜に最適な材料の一つとして、例えば、 Co-Cr-Pt-SiO_2 が知られている（特許文献1～4参照）。この Co-Cr-Pt-SiO_2 のグラニュー膜は、 Co を主成分とした強磁性の Co-Cr 合金の素地中に、非磁性材料である SiO_2 が均一に微細分散した非磁性材粒子分散型の強磁性材ターゲットをスパッタリングして作製される。

[0004] このような強磁性材スパッタリングターゲットは、粉末冶金法で製造されることが広く知られている。例えば、ターゲットを構成する各成分について市販の原料粉末を用意し、それら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で混合し、混合粉末をホットプレスにより成型・焼結することによって、強磁性材スパッタリングターゲットは作製できる。

[0005] ところで、垂直磁気記録方式を採用するハードディスクの記録媒体には、上述の磁気記録層のほか、記録層と下地層との間に非磁性の中間層が存在する。この中間層は記録層と同様に、 Co-Cr 合金の金属マトリックス中に

SiO₂などの非金属材料が分散した組織構造を有するが、記録層とは異なり非磁性であるため、Crを多く含むように組成調整する必要がある。

[0006] しかし、Cr含有量を増加させていくと、非常に脆い相が形成され、スパッタリング中にそこを起点として割れが発生することがあった。このような、ターゲットの割れを防止するために、ターゲットの厚みを厚くしたり、ボンディングタイプにしたりして、ターゲットの反りを抑制したり、スパッタ条件を低電力にするなどの方法が用いられてきたが、いずれの方法も有効ではなかった。

[0007] また、このようなスパッタリングターゲットにおいて、比較的脆い非金属材料の含有量を少なくしたり、あるいは金属部分をより延性のある物質に置き換えたりすることで、ターゲットの強度を向上させることも考えられる。しかしながら、スパッタリングにより形成した膜を非磁性にしなければならないといった、磁気特性上の制約があるため、このような方法を採用することはできなかった。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特開2010-255088号公報

特許文献2：特開2012-33247号公報

特許文献3：WO2009/119812号

特許文献4：WO2010/110033号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明は、上記問題を鑑みて、ターゲットの機械的強度を向上させることで、スパッタリングの際にターゲットの割れを抑制し、安定的なスパッタリングを実現する焼結体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

[0010] 上記の課題を解決するために、本発明者は鋭意研究を行った結果、ターゲットの組織中において脆いCo-Cr合金の σ 相を極力低減することで、機械的強度が高く、スパッタリング時にターゲットの割れを抑制できるスパッタリングターゲットが得られることを見出した。このような知見に基づき、本発明は、

1) Crが25mol%～40mol%、残余がCoからなる組成を有する合金と、その合金中に分散する非金属物質からなる焼結体スパッタリングターゲットであって、Co-Cr合金の σ 相のX線回折ピーク強度がバックグラウンドの平均強度に対して、1.30以下であることを特徴とする焼結体スパッタリングターゲット、

2) 非金属物質として、Si、Al、B、Ba、Be、Ca、Ce、Cr、Dy、Er、Eu、Ga、Gd、Ho、Li、Mg、Mn、Nb、Nd、Pr、Sc、Sm、Sr、Ta、Tb、Ti、V、Y、Zn、Zrから選択した元素の酸化物、C（炭素）又はB、Ca、Nb、Si、Ta、Ti、W、Zrから選択した元素の炭化物、Al、B、Ca、Nb、Si、Ta、Ti、Zrから選択した元素の窒化物、から選択した一種類以上の物質を含むことを特徴とする上記1)記載の焼結体スパッタリングターゲット、

3) 非金属物質を合計で20～50vol%含有することを特徴とする上記1)又は2)記載の焼結体スパッタリングターゲット、

4) 合金への添加元素として、Pt、Ag、Au、B、Co、Cr、Cu、Ga、Ge、Mn、Mo、Nb、Ni、Pd、Re、Rh、Ru、Sn、Ta、W、V、Znから選択した一種類以上の元素を合計で0.5mol%～15mol%含むことを特徴とする1)～3)のいずれかーに記載の焼結体スパッタリングターゲット、

5) ターゲットの曲げ強度が700MPa以上であることを特徴とする上記1)～4)のいずれかーに記載の焼結体スパッタリングターゲット、を提供する。

発明の効果

[0011] 本発明のスパッタリングターゲットは、機械的強度が高いので、スパッタリングの際、ターゲットの割れを抑制することができ、安定的なスパッタリングを可能にするという優れた効果を有する。また、これにより、製造時の歩留まりを改善できるという著しい効果を効有する。

図面の簡単な説明

[0012] [図1]実施例3のターゲットの研磨面をSEMで観察した組織画像である。

[図2]実施例4のターゲットの研磨面をSEMで観察した組織画像である。

発明を実施するための形態

[0013] 本発明のスパッタリングターゲットは、Crが25mol%～40mol%、残余がCoからなる組成の合金と、その合金中に分散する非金属物質からなる焼結体スパッタリングターゲットであって、Co-Cr合金の σ 相のX線回折ピーク強度の強度比がバックグラウンドの平均強度に対して、1.30以下を満たすことを特徴とする。すなわち、(Co-Cr合金の σ 相のX線回折ピーク強度) / (バックグラウンドの平均強度) $\leq$ 1.30を満たすことを特徴とする。これが、本発明の基本となるものである。

[0014] ターゲット中のCrの含有量は、25mol%～40mol%である。Crの含有量が、25mol%未満であると、非磁性膜が得られない場合があり、40mol%を超えると、非常に脆いCo-Cr合金の σ 相（シグマ相）が増加するため、好ましくない。

[0015] 上記Co-Cr合金の σ 相のX線回折ピーク強度は、 $2\theta = 42.4^\circ$ 付近に現れる(410)面のピークのcps値を用いる。また、バックグラウンド強度については、特にピークの現れない角度領域において、 1.0° 幅にわたりcps値を平均した値を用いる。例えば、Co-Cr-TiO₂ターゲットの場合、 2θ が 50° 以上 51° 未満のcps平均値を用いる。なお、バックグラウンド除去等の処理を行わず、得られた測定結果をそのまま用いる。

Co-Cr合金の σ 相の強度比が1.30を超えると、ターゲットの機械的強度が低下してしまい、垂直磁気記録媒体の中間層や粒径制御層用のスパ

ッタリング条件では、スパッタリングする際にターゲットの割れ等が発生するため、好ましくない。

[0016] 本発明のスパッタリングターゲットは、非金属物質として、Si、Al、B、Ba、Be、Ca、Ce、Cr、Dy、Er、Eu、Ga、Gd、Ho、Li、Mg、Mn、Nb、Nd、Pr、Sc、Sm、Sr、Ta、Tb、Ti、V、Y、Zn、Zrから選択した元素の酸化物、C（炭素）又はB、Ca、Nb、Si、Ta、Ti、W、Zrから選択した元素の炭化物、Al、B、Ca、Nb、Si、Ta、Ti、Zrから選択した元素の窒化物、から選択した一種類以上の物質を採用することができる。これらの非金属物質は、スパッタ成膜した非磁性薄膜において、磁性粒子同士の磁気的な相互作用を絶縁して、良好な磁気特性を得ることができる。

上記非金属物質は、合計で20～50vol%含有させることがさらに有効である。非金属物質の含有量をこの範囲とすることで、スパッタ成膜した非磁性薄膜において、良好なグラニューラー構造とすることができる。

[0017] さらに本発明のスパッタリングターゲットは、Co-Cr合金への添加元素として、Pt、Ag、Au、B、Co、Cu、Ga、Ge、Mn、Mo、Nb、Ni、Pd、Re、Rh、Ru、Sn、Ta、W、V、Znから選択した一種類以上の元素を、0.5～15mol%添加することが有効である。

[0018] 本発明によれば、スパッタリングターゲットの曲げ強度を700MPa以上とすることができる。ターゲットの曲げ強度を700MPa以上とすることで、スパッタリング時にターゲットの割れを著しく低減することができる。

[0019] 本発明のスパッタリングターゲットは、例えば以下の方法で作製することができる。まず、製造を予定するCoやCrなどの金属粉末又はCo-Crなどの合金粉末を用意する。これらの粉末は最大粒径が20 μ m以下のものを用いることが望ましい。また、非金属材料粉末として、例えばSiO₂などの酸化物を用意する。非金属材料粉末は、最大粒径が5 μ m以下のものを用

いることが望ましい。さらに、必要に応じて、合金への添加元素として、例えばPtなどの金属を用意する。添加元素粉末は、最大粒径 $20\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが望ましい。そして、これらの粉末を所望の組成となるように秤量した後、ボールミル等の公知の手法を用いて、粉碎を兼ねて混合する。

[0020] こうして得られた混合粉末をカーボン製の型に充填し、ホットプレス（HP）で成形・焼結させる。ホットプレス以外にも、プラズマ放電焼結法といった様々な加圧焼結方法を使用することができる。また、ホットプレスなどの粉末焼結処理の後に、熱間静水圧焼結（HIP）することで、局所的な密度の低下を防止して、ターゲット全域の機械的強度を向上させることができるので、特に有効である。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は作製できる。

実施例

[0021] 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。

[0022] （実施例1）

原料粉末として平均粒径 $1\mu\text{m}$ のCo粉末、平均粒径 $2\mu\text{m}$ のCr粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の SiO_2 粉末を用意した。これらの原料粉末を用いて、組成が $90(65\text{Co}-35\text{Cr})-10\text{SiO}_2$ （mol%）となるように秤量した。このとき、 SiO_2 の体積比率は31%であった。

次に、秤量した粉末を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Arガスを用いて封入し、40時間回転させて混合した。この混合粉をカーボン製の型に充填して、真空雰囲気中、焼結温度 1050°C 、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件でホットプレス（HP）を実施して、焼結体を製造した。

[0023] この焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨してX線回折測定用のサンプルを作製した。このサンプルのX線回折プロファイルの測定を、X線回折装置（R i g a k u 製 U l t i m a IV）を用いて $\theta / 2 \theta$ 法で実施した。X線源にはC u K α 線を利用し、測定条件は管球電圧40 k V、管球電流30 m A、スキャンスピード50° / m i n、ステップ0.01°とした。その結果、（C o - C r合金の σ 相のX線回折ピーク強度） / （バックグラウンドの平均強度）は、1.14であった。

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、投入電力0.8 kW、A r ガス圧1.7 P aとして、スパッタリングを行った。その結果、5 k W h r スパッタリングを行ったが、ターゲットに割れは生じなかった。

さらにスパッタリング後のターゲットから切り出した小片を用いて、3点曲げ試験をした。その結果、曲げ強度は908 M P aと高強度であった。

[0024] （比較例1）

原料粉末として平均粒径1 μ mのC o粉末、平均粒径2 μ mのC r粉末、平均粒径1 μ mのS i O₂粉末を用意した。これらの原料粉末を用いて、組成が90（52 C o - 48 C r）- 10 S i O₂（m o l %）となるように秤量した。このとき、S i O₂の体積比率は31%であった。

次に、秤量した粉末を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A r ガスを用いて封入し、40時間回転させて混合した。この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、焼結温度1050℃、保持時間2時間、加圧力30 M P aの条件でホットプレス（H P）を実施して、焼結体を製造した。

[0025] この焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨してX線回折測定用のサンプルを作製した。このサンプルのX線回折プロファイルの測定を、実施例1と同様の条件で、X線回折装置を用いて実施した。その結果、（C o - C r

合金の σ 相のX線回折ピーク強度) / (バックグラウンドの平均強度) は、
1.54であった。

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、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、1.0kWhスパッタリングした時点で、ターゲットに割れが生じた。

さらにスパッタリング後のターゲットから切り出した小片を用いて、3点曲げ試験をした。その結果、曲げ強度は533MPaであった。

[0026] (比較例2)

原料粉末として平均粒径1 μ mのCo粉末、平均粒径2 μ mのCr粉末、平均粒径1 μ mのSiO₂粉末を用意した。これらの原料粉末を用いて、組成が90(55Co-45Cr)-10SiO₂(mol%)となるように秤量した。このとき、SiO₂の体積比率は31%であった。

次に、秤量した粉末を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Arガスを用いて封入し、40時間回転させて混合した。この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、焼結温度1050℃、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件でホットプレス(HP)を実施して、焼結体を製造した。

[0027] この焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨してX線回折測定用のサンプルを作製した。このサンプルのX線回折プロファイルの測定を、実施例1と同様の条件で、X線回折装置を用いて実施した。その結果、(Co-Cr合金の σ 相のX線回折ピーク強度) / (バックグラウンドの平均強度) は、
1.32であった。

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、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、4.0kWhス

パッタリングした時点で、ターゲットに割れが生じた。

さらにスパッタリング後のターゲットから切り出した小片を用いて、3点曲げ試験をした。その結果、曲げ強度は641 MPaであった。

[0028] (実施例2)

原料粉末として平均粒径1 μm のCo粉末、平均粒径2 μm のCr粉末、平均粒径1 μm のSiO₂粉末、平均粒径0.6 μm のCr₂O₃粉末を用意した。これらの原料粉末を用いて、組成が89 (60Co-40Cr) - 8SiO₂ - 3Cr₂O₃ (mol%) となるように秤量した。このときSiO₂とCr₂O₃の合計体積比率は33%であった。

次に、秤量した粉末を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Arガスを用いて封入し、40時間回転させて混合した。この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、焼結温度1050℃、保持時間2時間、加圧力30 MPaの条件でホットプレス (HP) を実施して、焼結体を製造した。

[0029] この焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨してX線回折測定用のサンプルを作製した。このサンプルのX線回折プロファイルの測定を、実施例1と同様の条件で、X線回折装置を用いて実施した。その結果、(Co-Cr合金の σ 相のX線回折ピーク強度) / (バックグラウンドの平均強度) は、1.16であった。

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、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、5 kWh rスパッタリングを行ったが、ターゲットに割れは生じなかった。

さらにスパッタリング後のターゲットから切り出した小片を用いて、3点曲げ試験をした。その結果、曲げ強度は783 MPaと高強度であった。

[0030] (比較例3)

原料粉末として平均粒径1 μm のCo粉末、平均粒径2 μm のCr粉末、

平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒径 $0.6\ \mu\text{m}$ の Cr_2O_3 粉末を用意した。これらの原料粉末を用いて、組成が $89\ (\text{55Co} - 45\text{Cr}) - 8\text{SiO}_2 - 3\text{Cr}_2\text{O}_3$ (mol%) となるように秤量した。このとき SiO_2 と Cr_2O_3 の合計体積比率は 33% であった。

次に、秤量した粉末を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 Ar ガスを用いて封入し、40 時間回転させて混合した。この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、焼結温度 1050°C 、保持時間 2 時間、加圧力 30 MPa の条件でホットプレス (HP) を実施して、焼結体を製造した。

[0031] この焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨して X 線回折測定用のサンプルを作製した。このサンプルの X 線回折プロファイルの測定を、実施例 1 と同様の条件で、X 線回折装置を用いて実施した。その結果、(Co-Cr 合金の σ 相の X 線回折ピーク強度) / (バックグラウンドの平均強度) は、1.35 であった。

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、実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、3.5 kWh r スパッタリングした時点で、ターゲットに割れが生じた。

さらにスパッタリング後のターゲットから切り出した小片を用いて、3 点曲げ試験をした。その結果、曲げ強度は 627 MPa であった。

[0032] (実施例 3)

原料粉末として平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $2\ \mu\text{m}$ の Cr 粉末、平均粒径 $2\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒径 $0.6\ \mu\text{m}$ の Cr_2O_3 粉末を用意した。これらの原料粉末を用いて、組成が $70\ (\text{75Co} - 25\text{Cr}) - 15\text{Pt} - 10\text{SiO}_2 - 5\text{Cr}_2\text{O}_3$ (mol%) となるように秤量した。このとき SiO_2 と Cr_2O_3 の合計体積比率は 41% であった。

次に、秤量した粉末を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Arガスを用いて封入し、10時間回転させて混合した。この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、焼結温度1050℃、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件でホットプレス（HP）を実施して、焼結体を製造した。

[0033] この焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨してX線回折測定用のサンプルを作製した。このサンプルのX線回折プロファイルの測定を、実施例1と同様の条件で、X線回折装置を用いて実施した。その結果、（Co-Cr合金の σ 相のX線回折ピーク強度）／（バックグラウンドの平均強度）は、1.14であった。

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、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、8.0kWh/spaッタリングを行ったが、ターゲットに割れは生じなかった。

また、スパッタリング前のターゲットの研磨面を走査型電子顕微鏡（SEM）で観察した。その組織画像を図1に示す。図1において細かく分散しているのが、非金属物質のSiO₂粒子とCr₂O₃粒子である。これら酸化物相の各粒子の平均面積は2.4μm²であった。

さらにスパッタリング後のターゲットから切り出した小片を用いて、3点曲げ試験をした。その結果、曲げ強度は710MPaであった。

[0034] （実施例4）

原料粉末として平均粒径1μmのCo粉末、平均粒径2μmのCr粉末、平均粒径2μmのPt粉末、平均粒径1μmのSiO₂粉末、平均粒径0.6μmのCr₂O₃粉末を用意した。これらの原料粉末を用いて、組成が70（75Co-25Cr）-15Pt-10SiO₂-5Cr₂O₃（mol%）となるように秤量した。このときSiO₂とCr₂O₃の合計体積比率は41%であった。

次に、秤量した粉末を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Arガスを用いて封入し、40時間回転させて混合した。この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、焼結温度1050℃、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件でホットプレス（HP）を実施して、焼結体を製造した。

[0035] この焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨してX線回折測定用のサンプルを作製した。このサンプルのX線回折プロファイルの測定を、実施例1と同様の条件で、X線回折装置を用いて実施した。その結果、（Co-Cr合金の σ 相のX線回折ピーク強度）／（バックグラウンドの平均強度）は、1.14であった。

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、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、10.0kWh/spaッタリングを行ったが、ターゲットに割れは生じなかった。

また、スパッタリング前のターゲットの研磨面を走査型電子顕微鏡（SEM）で観察した。その組織画像を図2に示す。図2において細かく分散しているのが、非金属物質のSiO₂粒子とCr₂O₃粒子である。これら酸化物相の各粒子の平均面積は0.9μm²であった。

さらにスパッタリング後のターゲットから切り出した小片を用いて、3点曲げ試験をした。その結果、曲げ強度は930MPaと高強度であった。このように、酸化物相の粒子を微細化することによって、さらに、曲げ強度を向上することができた。

[0036] （実施例5）

原料粉末として平均粒径1μmのCo粉末、平均粒径2μmのCr粉末、平均粒径2μmのRu粉末、平均粒径1μmのTiO₂粉末、平均粒径0.6μmのCr₂O₃粉末を用意した。これらの原料粉末を用いて、組成が82（57Co-43Cr）-3Ru-5TiO₂-10Cr₂O₃（mol%）とな

るように秤量した。このとき TiO_2 と Cr_2O_3 の合計体積比率は 40%であった。

次に、秤量した粉末を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 Ar ガスを用いて封入し、40 時間回転させて混合した。この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、焼結温度 1050℃、保持時間 2 時間、加圧力 30 MPa の条件でホットプレス (HP) を実施して、焼結体を製造した。

[0037] ホットプレス後の密度をアルキメデス法にて測定したところ、相対密度は 96.8% であった。なお、相対密度は、ターゲット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。また、計算密度は、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)、式中 Σ は、ターゲットの各構成成分に対して総和をとることを意味する。

この焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨して X 線回折測定用のサンプルを作製した。このサンプルの X 線回折プロファイルの測定を、実施例 1 と同様の条件で、X 線回折装置を用いて実施した。その結果、(Co-Cr 合金の σ 相の X 線回折ピーク強度) / (バックグラウンドの平均強度) は、1.29 であった。

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、実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、8.0 kWh r スパッタリングを行ったが、ターゲットに割れは生じなかった。

さらにスパッタリング後のターゲットから切り出した小片を用いて、3 点曲げ試験をした。その結果、曲げ強度は 700 MPa であった。

[0038] (実施例 6)

原料粉末として平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $2\ \mu\text{m}$ の Cr 粉末、平均粒径 $2\ \mu\text{m}$ の Ru 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $0.6\ \mu\text{m}$ の Cr_2O_3 粉末を用意した。これらの原料粉末を用いて、組成が $82\ (57\text{Co}-43\text{Cr})-3\text{Ru}-5\text{TiO}_2-10\text{Cr}_2\text{O}_3$ (mol%) となるように秤量した。このとき TiO_2 と Cr_2O_3 の合計体積比率は 40% であった。

次に、秤量した粉末を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 Ar ガスを用いて封入し、 40 時間回転させて混合した。この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、焼結温度 1050°C 、保持時間 2 時間、加圧力 30MPa の条件でホットプレス (HP) を実施した。

さらに、これを温度 1050°C 、保持時間 2 時間、加圧力 150MPa の条件で、熱間等方圧加圧法 (HIP) 処理して、焼結体を製造した。

[0039] HIP 処理後の密度をアルキメデス法にて測定したところ、相対密度は 98.1% であった。なお、相対密度は、前述の方法を用いて計算した。

この焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨して X 線回折測定用のサンプルを作製した。このサンプルの X 線回折プロファイルの測定を、実施例 1 と同様の条件で、X 線回折装置を用いて実施した。その結果、($\text{Co}-\text{Cr}$ 合金の σ 相の X 線回折ピーク強度) / (バックグラウンドの平均強度) は、 1.30 であった。

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、実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、 8.0kWh r スパッタリングした時点で、ターゲットに割れは発生しなかった。

さらにスパッタリング後のターゲットから切り出した小片を用いて、 3 点曲げ試験をした。その結果、曲げ強度は 720MPa であった。このように HIP 処理を行うことにより、さらに機械強度が向上することができた、そ

の理由は、HIP処理によって焼結体中に存在していた空隙等の欠陥が除去されることによると考えられる。

[0040] 以上の結果を表1～表3に示す。表1～表3に示すように、本発明のスパッタリングターゲットの実施例はいずれの場合においても、非常に脆い相であるCo-Cr合金の σ 相は少なく、ターゲットの機械的強度は700MPa以上であり、スパッタリング時にターゲットに割れが発生することはなかった。また、ターゲットにおいて非金属物質を微細に分散させたり、HIP処理により相対密度を上げたりすることで、ターゲットの機械的強度をさらに向上させることができた。

[0041]

[表1]

No.	ターゲット組成	組成比 (原子数比)	非金属材料の体積比 (vol%)	(Co-Cr合金のγ相のX線回折ピーク 強度)/(バツググメントの平均強度)	曲げ強度 (MPa)	ターゲット剥れの有無
実施例1	58.5Co-31.5Cr-10SiO ₂	90(45Co-35Cr)-10SiO ₂	31	1.14	906	無
比較例1	48.8Co-43.2Cr-10SiO ₂	98(52Co-48Cr)-10SiO ₂	31	1.94	933	有
比較例2	48.5Co-48.5Cr-10SiO ₂	90(55Co-45Cr)-10SiO ₂	31	1.32	841	有
実施例2	53.4Co-35.8Cr-45SiO ₂ -3Cr ₂ O ₃	89(60Co-40Cr)-85SiO ₂ -3Cr ₂ O ₃	33	1.16	783	無
比較例3	48.95Co-40.05Cr-85SiO ₂ -3Cr ₂ O ₃	89(55Co-45Cr)-85SiO ₂ -3Cr ₂ O ₃	33	1.35	627	有

[0042]

[表2]

No.	タングステル組成	組成比 (原子数比)	非晶質物質の体積比 率 (vol%)	(Co-Cr)合金の0.01μmの×線回折ピーク 強度)/(Crの×線回折ピークの平均強度)	酸化層の平均厚 さ (nm)	曲げ強度 (MPa)	タングステルの有無
実施例3	52.5Co-47.5Zr-15Pt-10SiO ₂ -5Cr ₂ O ₃	70(75Co-25Cr)-15Pt-10SiO ₂ -5Cr ₂ O ₃	41	1.14	2.6	710	無
実施例4	52.5Co-47.5Zr-15Pt-10SiO ₂ -5Cr ₂ O ₃	70(75Co-25Cr)-15Pt-10SiO ₂ -5Cr ₂ O ₃	41	1.14	0.9	830	無

[0043]

[表3]

No.	ターゲット組成	組成比 (原子数比)	非金属物質の体積比率 (%)	(Co-Cr)合金の平均結晶粒径の平均強度 (MPa)	相対密度 (%)	曲げ強度 (MPa)	ターゲット割れの有無
実施例5	48.74Co-35.36Cr-3Fe-5TiO ₂ -10Cr ₂ O ₃	82(87Co-43Cr)-3Fe-5TiO ₂ -10Cr ₂ O ₃	40	1.29	98.8	760	無
実施例6	48.74Co-35.28Cr-3Fe-5TiO ₂ -10Cr ₂ O ₃	82(87Co-43Cr)-3Fe-5TiO ₂ -10Cr ₂ O ₃	40	1.30	98.1	720	無

産業上の利用可能性

[0044] 本発明のスputタリングターゲットは、機械的強度が高く、スputタリングの際に、ターゲットの割れを抑制することができるので、安定的なスputタリングが可能である。本発明のスputタリングターゲットは、特に、垂直磁気記録方式を採用したハードディスクにおける非磁性の中間層を形成するために有用である。

請求の範囲

- [請求項1] Crが25mol%～40mol%、残余がCoからなる組成を有する合金と、その合金中に分散する非金属物質からなる焼結体スパッタリングターゲットであって、Co-Cr合金の σ 相のX線回折ピーク強度の強度比がバックグラウンドの平均強度に対して、1.30以下であることを特徴とする焼結体スパッタリングターゲット。
- [請求項2] 非金属物質として、Si、Al、B、Ba、Be、Ca、Ce、Cr、Dy、Er、Eu、Ga、Gd、Ho、Li、Mg、Mn、Nb、Nd、Pr、Sc、Sm、Sr、Ta、Tb、Ti、V、Y、Zn、Zrから選択した元素の酸化物、C（炭素）又はB、Ca、Nb、Si、Ta、Ti、W、Zrから選択した元素の炭化物、Al、B、Ca、Nb、Si、Ta、Ti、Zrから選択した元素の窒化物、から選択した一種類以上の物質を含むことを特徴とする請求項1記載の焼結体スパッタリングターゲット。
- [請求項3] 非金属物質を合計で20～50vol%含有することを特徴とする請求項1又は2記載の焼結体スパッタリングターゲット。
- [請求項4] 合金への添加元素として、Pt、Ag、Au、B、Co、Cu、Ga、Ge、Mn、Mo、Nb、Ni、Pd、Re、Rh、Ru、Sn、Ta、W、V、Znから選択した一種類以上の元素を合計で0.5mol%～15mol%含むことを特徴とする請求項1～3のいずれか一項に記載の焼結体スパッタリングターゲット。
- [請求項5] ターゲットの曲げ強度が700MPa以上であ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焼結体スパッタリングターゲット。