

明 細 書

発明の名称：

A l - T e - C u - Z r 系合金からなる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、A l - T e - C u - Z r 系合金からなるスパッタリングターゲット及びその製造方法、特に、抵抗変化型材料であるA l - T e - C u - Z r 系合金からなる薄膜を形成するためのA l - T e - C u - Z r 系合金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] 近年、抵抗変化型記録材料として、抵抗変化を利用して情報を記録するT e - A l 系材料やT e - Z r 系材料からなる薄膜が用いられている。これらの材料からなる薄膜を形成する方法としては、真空蒸着法やスパッタリング法などの一般に物理蒸着法と言われている手段によって行われるのが普通である。特に、操作性や成膜の安定性からマグネトロンスパッタリング法を用いて形成することが多い。

[0003] スパッタリング法による薄膜の形成は、陰極に設置したターゲットにアルゴンイオンなどの正イオンを物理的に衝突させ、その衝突エネルギーでターゲットを構成する材料を放出させて、対面している陰極側の基板にターゲット材料とほぼ同組成の膜を積層することによって行われる。スパッタリング法による成膜は、処理時間や供給電力等を調整することによって、安定した成膜速度でオングストローム単位の薄い膜から数十 μ mの厚い膜まで形成できるという特徴を有している。

[0004] T e - A l 系スパッタリング用ターゲットとして、例えば、特許文献1には、T i、Z r、H f、V、N b、T a、並びに、ランタノイド元素の元素群から選ばれる1種以上の高融点金属元素と、A l、G e、Z n、C o、C u、N i、F e、S i、M g、G aから選ばれる1種以上の元素と、S、S

e、Teから選ばれる1種以上のカルコゲン元素とを含むターゲットが開示されている。また、その製造方法として、AlCuZr合金インゴットを作製した後、この合金インゴットを粉砕して、合金粉末とし、この合金粉末にTe粉末と、Ge粉末とを混合して、焼結されることにより、AlCuGeTeZrターゲット材を製造することが開示されている。

[0005] 多元系の合金からなる焼結体を作製する場合、上記のように構成成分を予め合成して、それを原料として用いる方法がよく行われている。しかし、Al-Te-Cu-Zrの合金を製造する場合、Te-Zrを予め合成すると、Teの蒸気圧が大きいため、高融点のZrとの液相合成では組成ズレが生じてしまうこと（1000℃における、Teの蒸気圧100kPa、Zrの蒸気圧1kPa以下）、また、AlとTeを合金化すると、非常に活性でハンドリングが困難なAl-Teが生成されてしまうこと、などの問題がある。

[0006] また、抵抗変化型記録材料であるTe-Al系などの合金膜を形成する場合、問題となるのは、スパッタリング時にターゲット表面にノジュールが発生して、パーティクルやアーキングの原因になることである。特に、Al-Te-Cu-Zr合金ターゲットは、成膜速度の異なる多数の金属成分から構成されているため、ノジュールの発生頻度が多く、パーティクルの発生量も多いという問題があった。そして、このようなターゲットやスパッタリングの際の問題は、記録媒体である薄膜の品質を低下させる大きな原因となっている。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開2011-26679号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 本発明の課題は、組成ズレの少ない、所望の特性を備えたAl-Te-C

u-Zr系合金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課題とする。

課題を解決するための手段

[0009] 上記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、製造方法を工夫することで、原料配合比に対する焼結体の組成ズレが少なく、かつ、パーティクル発生量の少ない、Al-Te-Cu-Zr系合金スパッタリングターゲットの製造が可能になるとの知見を得た。

[0010] このような知見に基づき、本発明は、

1) Teを20at%～40at%含有し、Cuを5at%～20at%含有し、Zrを5at%～15at%含有し、残部がAlからなり、スパッタリングターゲットの組織は、Al相、Cu相、CuTeZr相、CuTe相及びZr相から構成されることを特徴とするスパッタリングターゲット、

2) 平均粒径が $1\mu\text{m}$ ～ $50\mu\text{m}$ 、最大粒径が $100\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする上記1)記載のスパッタリングターゲット、

3) 純度が3N以上であり、酸素含有量が3000wtppm以下であることを特徴とする上記1)又は2)のいずれかに記載のスパッタリングターゲット、

4) Si、C、Ti、Hf、V、Nb、Ta、ランタノイド元素、Ge、Zn、Co、Ni、Fe、Mg、Ga、S、Seから選択されるいずれか一種以上に元素を含有することを特徴とする上記1)～3)のいずれかに記載のスパッタリングターゲット、

5) 相対密度が90%以上であることを特徴とする上記1)～4)のいずれかに記載のスパッタリングターゲット、を提供する。

[0011] また、本発明は、

6) Al原料粉末、Te原料粉末、Cu原料粉末、Zr原料粉末を所望の組成となるように秤量した後、これを混合し、次いで、得られた混合粉末を焼結することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法、

7) 平均粒径が $1\mu\text{m}$ ～ $50\mu\text{m}$ 、最大粒径が $100\mu\text{m}$ 以下の原料粉末

を用いることを特徴とする上記6)記載のスputタリングターゲットの製造方法、

8) 300℃～380℃で焼結することを特徴とする上記6)又は7)記載のスputタリングターゲットの製造方法、

9) アルゴン雰囲気下で焼結することを特徴とする上記6)～8)のいずれかに記載のスputタリングターゲットの製造方法、を提供する。

発明の効果

[0012] 本発明のAl-T e-C u-Z r系合金焼結体スputタリングターゲットは予め合成しないため、その合成に起因する組成ズレが少なく、組成ズレに起因する特性の劣化を抑制することができる、という優れた効果を有する。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]スputタリングターゲットにおける粒径の測定個所を示す図である。

[図2]実施例1のスputタリングターゲットの外観写真である。

[図3]実施例1のスputタリングターゲットのF E-E P M Aを用いて得られた元素マッピングである。

発明を実施するための形態

[0014] 本発明のAl-T e-C u-Z r系合金スputタリングターゲットは、T eを20at%～40at%含有し、C uを5at%～20at%含有し、Z rを5at%～15at%含有し、残部がAlからなる構成される。それぞれの組成範囲は、抵抗変化型記録材料としての特性が得られるように定められている。

また、本発明のAl-T e-C u-Z r系合金スputタリングターゲットの組織は、Al相、C u相、C u T e Z r相、C u T e相及びZ r相から構成される。これらの相は、E P M Aによる組織観察によって確認することができる。純T e相が存在すると、スputタレートが大きい、組成ずれが生じたり、ノジュールが発生したり、などの問題がある。さらに、T eは蒸気圧が高いため、ターゲットに穴を生じ易く、また、熱伝導率が低いため、熱がこもり割れ易いといった問題もある。しかし、本発明のように、T eを他

の金属元素との合金相とすることで、上記の問題を解決することができる。

[0015] 本発明のスパッタリングターゲットにおいては、平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以上 $50\mu\text{m}$ 以下、最大粒径が $100\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。成膜速度が異なる相から構成される複合材の場合、結晶粒径を小さくすることで、スパッタリングターゲット表面の起伏を低減することができ、これによりノジュールの発生を低減することが可能となる。なお、後述するようにスパッタリングターゲットの結晶粒径は、原料粉末の粒径調整だけでなく、混合方法、焼結条件などによっても、大きく変動するものである。

[0016] また、本発明のスパッタリングターゲットは、酸素含有量が 3000wtppm 以下であることが好ましい。このように酸素含有量を低減することにより、それに起因するパーティクルの発生を抑制することができ、さらには、抵抗変化型メモリーなどのデバイスの特性を向上させることが可能となる。また、不純物元素の存在は、デバイス特性を低下させることから、スパッタリングターゲットの純度を 3N (99.9%) 以上とすることがより好ましい。但し、本発明の純度は、ターゲットや膜の構成元素と Zr の同族元素である Ti 、 Hf 、及び、ガス成分 (C 、 O 、 N 、 H) を除く純度とする。

[0017] 本発明のスパッタリングターゲットは、主成分を Al 、 Te 、 Cu 、 Zr を主成分とするものであるが、抵抗変化型メモリーなどのデバイスの特性を調整するために、他の成分を添加することができる。例えば、 Si 、 C 、 Ti 、 Hf 、 V 、 Nb 、 Ta 、ランタノイド元素、 Ge 、 Zn 、 Co 、 Ni 、 Fe 、 Mg 、 Ga 、 S 、 Se から選択されるいずれか一種以上に元素を添加することができる。これらの添加物は、好ましくは $0.1\text{wt}\%$ ～ $5.0\text{wt}\%$ で添加することで、デバイス性能を向上させることができる。

[0018] 本発明のスパッタリングターゲットの相対密度は、 90% 以上であることが好ましい。このような緻密なターゲットを用いることで、優れたスパッタ特性を実現することができる。本発明における相対密度は、次式から算出するものとする。

$$\text{相対密度} = \{ (\text{焼結体の密度}) / (\text{理論密度}) \} \times 100$$

但し、前記焼結体密度は、焼結体の寸法をノギスで測長し、その体積と測定重量から算出し、理論密度は、下記に示すように、原料の単体密度それぞれに、混合質量比を掛け、得られた値を合計して求める

理論密度 = $\Sigma \{ (\text{各原料の理論密度} \times \text{混合比}) + (\text{各原料の理論密度} \times \text{混合比}) + \dots \}$

[0019] 本発明の A l - T e - C u - Z r 系合金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、A l 原料粉末、T e 原料粉末、C u 原料粉末、Z r 原料粉末、また必要に応じて、上記の添加金属の原料粉末を用意する。本発明において特に重要なことは、これらの原料粉末を予め合成することなく、そのまま焼結することである。予め合成することで、素材が均質になり、膜の均質性の向上更にはパーティクルの低減というメリットが得られるが、上述の通り、合成の過程で原料の一部が揮発したり、合成により得られた合金の取り扱いが難しくなったりするなどの問題がある。一方、原料粉末を合成せずに焼結すると、複数の相が存在することでパーティクルが増加し易いといった問題が考えられるが、本発明によれば、反応焼結により純 T e を合金化することにより、このような問題を解消することができる。

これらの金属粉末は、平均粒径が $1 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ 、最大粒径が $100 \mu\text{m}$ の範囲のものをを用いることが望ましい。このような粒径の粉末を用いることで、密度が低下することなく、酸素を低減することができる。特に、平均粒径が $50 \mu\text{m}$ より大きい場合には均一に分散しないことがある。

[0020] 次に、上記の原料粉を所望の組成となるように秤量し、酸化が進まないようマイルド混合する。混合は、一般的な粉末用ミキサー、超音波振動篩などを使用することができる。混合パワーが強すぎると、粒径差・比重差から分離してしまうので、ミキサーの場合は、できるかぎり低速運転が好ましく、超音波振動篩の場合は、できるかぎり高周波とするのが好ましい。また、ボールミルやアトライター等、メディアを使用する混合方法は、メディアやポット内壁に粉が圧着されてしまうので、好ましくない。粉末の酸化を効果的

に防止するため、真空又は不活性雰囲気中で混合することが望ましい。真空又は不活性雰囲気中で混合処理できない場合には、その後に水素還元することで酸素含有量を低減することができる。

[0021] このようにして得られた混合粉末を、真空雰囲気又は不活性ガス雰囲気中で焼結する。焼結方法としては、ホットプレス法、プラズマ放電焼結法、熱間静水圧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。また、混合粉末を成形後、その成形体を焼結することもできる。焼結時の保持温度は、 300°C ～ 380°C の温度範囲とすることが好ましい。 300°C 未満であると、密度が十分に上がらず、スパッタリング中にパーティクルやアーキングを起こすことが懸念される。一方、 380°C を超えると、TeとAl、Zrとが反応して強烈な反応熱を出し、焼結体が溶解してしまうため、好ましくない。また、Teは非常に揮発性が高い素材であり、無暗にガスを発生させないようにするため真空雰囲気よりも、不活性ガス（アルゴンガス）雰囲気中で焼結することが望ましい。

[0022] 以上の方法で作製したAlTeCuZr焼結体、また、他の成分を添加した焼結体を必要に応じて切削、研磨などの機械加工を用いて、所定の形状のスパッタリングターゲットを作製することができる。これにより、上述した特徴を有する本発明のAl-Te-Cu-Zr系合金スパッタリングターゲットを作製することができる。

なお、焼結体の粒径は、次の方法によって測定する。まず、ターゲット断面をSEM（走査型電子顕微鏡）により2000倍の視野を4箇所（図1参照）について観察する。そして、それぞれの視野において、JIS G0551の切断法による評価方法に準じて粒径を測定する。この4視野の粒径の平均値を平均粒径とし、4視野のうちの最大の粒径を最大粒径として算出する。

実施例

[0023] 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。

[0024] (実施例1)

純度4NのAl原料粉末(平均粒径 $43\mu\text{m}$ 、最大粒径は $84\mu\text{m}$)、純度5NのTe原料粉末(平均粒径 $29\mu\text{m}$ 、最大粒径 $76\mu\text{m}$ 以下)、純度4NのCu原料粉末(平均粒径 $45\mu\text{m}$ 、最大粒径 $96\mu\text{m}$)、純度98%のZr原料粉末(平均粒径 $13\mu\text{m}$ 、最大粒径 $42\mu\text{m}$ 以下)を、Al:Te:Cu:Zr=38:39:12:11(at%)の組成となるように秤量した。次に、秤量した粉末を回転式の混合機で2000rpmで30分間粗混合を行い、引き続き超音波振動篩にて混合を行った。超音波の周波数は35kHzとした。そして、超音波振動篩から取り出した混合粉末をダイスに充填し、ホットプレスで焼結した。ホットプレスの条件は、アルゴン雰囲気、保持時間300℃、保持時間4時間30分とし、昇温開始時から保持終了まで面圧 $300\text{kg}/\text{cm}^2$ 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。

[0025] 得られた焼結体を直径125mm、厚さ3mmの形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のスパッタリングターゲットを作製した。このスパッタリングターゲットの外観写真を図2に示す。このスパッタリングターゲットの粒径及び密度を測定した結果、平均粒径が $16\mu\text{m}$ 、最大粒径が $70\mu\text{m}$ 、相対密度が90%であった。分析の結果、純度は3N以上、酸素濃度は2700wtppmであった。

次に、これをスパッタ装置に取り付け、スパッタリングを行った。スパッタリング条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、シリコン基板上に20秒間成膜した。そして、基板上に付着したパーティクルを測定した結果、品質に影響の問題のないレベルであった。また、スパッタ後のターゲットについて、EPMAで組織を観察した。図2にEPMAのマッピング像を示す。図3からターゲットの組織がAl相、Cu相、CuTeZr相、CuTe相、TeZr相、Zr相とから構成されることを確認した。また、

スパッタリング評価の結果、パーティクル（ $0.4\ \mu\text{m}$ 以上）は86個と、発生率は極めて少なくなった。

[0026]（実施例2）

ホットプレス温度を 300°C から 380°C に変更した以外は、実施例1と同様の条件にて焼結体を作製した。これにより、純度3N以上、酸素濃度2400wtppm、相対密度99%、平均粒径 $29\ \mu\text{m}$ 、最大粒径 $89\ \mu\text{m}$ のAl-Te-Cu-Zr合金焼結体を得られた。また、焼結体組織がAl相、Cu相、CuTeZr相、CuTe相、TeZr相、Zr相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った結果、パーティクル（ $0.4\ \mu\text{m}$ 以上）は27個と極めて少なくなった。

[0027]（実施例3）

Al、Te、Cu、Zrの組成比を表1に示すように変更したこと以外、実施例1と同様の条件にて焼結体を作製した。これにより、純度3N以上、酸素濃度2500wtppm、相対密度99%、平均粒径 $21\ \mu\text{m}$ 、最大粒径 $78\ \mu\text{m}$ のAl-Te-Cu-Zr合金焼結体を得られた。また、焼結体組織がAl相、Cu相、CuTeZr相、CuTe相、TeZr相、Zr相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った結果、パーティクル（ $0.4\ \mu\text{m}$ 以上）は35個と極めて少なくなった。

[0028]（実施例4）

Al、Te、Cu、Zrの組成比を表1に示すように変更したこと以外、実施例1と同様の条件にて焼結体を作製した。これにより、純度3N以上、酸素濃度2200wtppm、相対密度99%、平均粒径 $34\ \mu\text{m}$ 、最大粒径 $97\ \mu\text{m}$ のAl-Te-Cu-Zr合金焼結体を得られた。また、焼結体組織がAl相、Cu相、CuTeZr相、CuTe相、TeZr相、Zr相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った結果、パーテ

ィクル (0.4 μm 以上) は18個と極めて少なくなった。

[0029] (実施例5)

添加元素としてSiを表1に示される組成となるように添加したこと以外、実施例1と同様の条件にて焼結体を作製した。これにより、純度3N以上、酸素濃度1900wtppm、相対密度97%、平均粒径25 μm 、最大粒径90 μm のAl-Te-Cu-Zr合金焼結体を得られた。また、焼結体組織がAl相、Cu相、CuTeZr相、CuTe相、Si相、TeZr相、Zr相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った結果、パーティクル (0.4 μm 以上) は46個と極めて少なくなった。

[0030] (実施例6)

添加元素としてTiを表1に示される組成となるように添加したこと以外、実施例1と同様の条件にて焼結体を作製した。これにより、純度3N以上、酸素濃度2900wtppm、相対密度96%、平均粒径28 μm 、最大粒径91 μm のAl-Te-Cu-Zr合金焼結体を得られた。また、焼結体組織がAl相、Cu相、CuTeZr相、CuTe相、Si相、TeZr相、Zr相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った結果、パーティクル (0.4 μm 以上) は31個と極めて少なくなった。

[0031] (実施例7)

添加元素としてGeとCを表1に示される組成となるように添加したこと以外、実施例1と同様の条件にて焼結体を作製した。これにより、純度3N以上、酸素濃度2600wtppm、相対密度93%、平均粒径30 μm 、最大粒径88 μm のAl-Te-Cu-Zr合金焼結体を得られた。また、焼結体組織がAl相、Cu相、CuTeZr相、CuTe相、Ti相、TeZr相、Zr相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った結果、パーティクル (0.4 μm 以上) は62個と極めて少なくなった。

[0032] (比較例1)

純度4NのAl原料粉末(平均粒径 $43\mu\text{m}$ 、最大粒径は $84\mu\text{m}$)、純度5NのTe原料粉末(平均粒径 $29\mu\text{m}$ 、最大粒径 $76\mu\text{m}$ 以下)、純度4NのCu原料粉末(平均粒径 $45\mu\text{m}$ 、最大粒径 $96\mu\text{m}$)、純度98%のZr原料粉末(平均粒径 $13\mu\text{m}$ 、最大粒径 $42\mu\text{m}$ 以下)を、Al:Te:Cu:Zr=65:10:3:22(at%)の組成となるように秤量した。次に、秤量した粉末を回転式の混合機で2000rpmで30分間粗混合を行い、引き続き超音波振動篩にて混合を行った。超音波の周波数は35kHzとした。そして、超音波振動篩から取り出した混合粉末をダイスに充填し、ホットプレスで焼結した。ホットプレスの条件は、アルゴン雰囲気、保持時間300℃、保持時間4時間30分とし、昇温開始時から保持終了まで面圧 $300\text{kg}/\text{cm}^2$ 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。

[0033] 得られた焼結体を直径125mm、厚さ3mmの形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のスパッタリングターゲットを作製した。このスパッタリングターゲットの粒径及び密度を測定した結果、平均粒径が $18\mu\text{m}$ 、最大粒径が $72\mu\text{m}$ 、相対密度が99%であった。分析の結果、純度は3N以上、酸素濃度は2800wtppmであった。

次に、これをスパッタ装置に取り付け、スパッタリングを行った。スパッタリング条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、シリコン基板上に20秒間成膜した。そして、基板上に付着したパーティクルを測定した結果、品質に影響の問題のないレベルであった。ターゲットの組織はAl相、Cu相、CuTeZr相、CuTe相、TeZr相、Zr相とから構成されることを確認した。また、スパッタリング評価の結果、パーティクル($0.4\mu\text{m}$ 以上)は59個と少なくなった。しかし、このような組成では、十分なデバイス特性を得ることができなかった。

[0034] (比較例2)

Al、Te、Cu、Zrの組成比を表1に示すように変更したこと以外、

実施例 1 と同様の条件にて焼結体を作製した。これにより、純度 3 N 以上、酸素濃度 2 7 0 0 w t p p m、相対密度 9 9 %、平均粒径 2 7 μ m、最大粒径 9 2 μ m の A l - T e - C u - Z r 合金焼結体を得られた。また、焼結体組織が A l 相、C u 相、C u T e Z r 相、C u T e 相、T e Z r 相、Z r 相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行った結果、パーティクル (0. 4 μ m 以上) は 4 3 個と少なくなった。しかし、このような組成では、十分なデバイス特性を得ることができなかった。

[0035] (比較例 3)

ホットプレス時の保持時間を 1 時間に短縮したこと以外、実施例 1 と同様の条件にて焼結体を作製した。これにより、純度 3 N 以上、酸素濃度 2 6 0 0 w t p p m、相対密度 9 9 %、平均粒径 1 9 μ m、最大粒径 8 5 μ m の A l - T e - C u - Z r 合金焼結体を得られた。保持時間が短かったことで合金化が抑制され、A l 相、C u 相、T e 相、Z r 相とから構成される焼結体組織に変化した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行った結果、ノジュールが大量に発生し、パーティクル (0. 4 μ m 以上) は 4 1 4 個と大幅に増加した。

[0036] (比較例 4)

ホットプレス時の保持時間を 8 時間に延長したこと以外、実施例 1 と同様の条件にて焼結体を作製した。これにより、純度 3 N 以上、酸素濃度 2 7 0 0 w t p p m、相対密度 9 9 %、平均粒径 5 5 μ m、最大粒径 1 0 4 μ m の A l - T e - C u - Z r 合金焼結体を得られた。また、焼結体組織が A l 相、C u 相、C u T e Z r 相、C u T e 相、T e Z r 相、Z r 相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行った結果、ノジュールが大量に発生し、パーティクル (0. 4 μ m 以上) は 2 8 5 個と大幅に増加した。

[0037] (比較例 5)

原料粉を 3 0 分間大気中に放置したこと以外は、実施例 1 と同様の条件に

て焼結体を作製した。これにより、純度 3 N 以上、酸素濃度 3 4 0 0 w t p p m、相対密度 9 9 %、平均粒径 5 5 μ m、最大粒径 1 0 4 μ m の A l - T e - C u - Z r 合金焼結体を得られた。また、焼結体組織が A l 相、C u 相、C u T e Z r 相、C u T e 相、T e Z r 相、Z r 相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行った結果、ターゲット中に含まれる酸化物を起点としアーキングが大量に発生し、パーティクル (0. 4 μ m 以上) は 9 7 0 個と大幅に増加した。加えて、酸素量が多かったため、十分なデバイス特性を得ることができなかった。

[0038] (比較例 6)

ホットプレス温度を 2 8 0 °C に下げたこと以外、実施例 1 と同様の条件にて焼結体を作製した。これにより、平均粒径 1 1 μ m、最大粒径 5 3 μ m となった。純度は 3 N 以上、酸素濃度 2 7 0 0 w t p p m、相対密度 8 7 % の A l - T e - C u - Z r 合金焼結体を得られた。また、焼結体組織が A l 相、C u 相、C u T e Z r 相、C u T e 相、T e Z r 相、Z r 相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行った結果、ノジュールが大量に発生し、パーティクル (0. 4 μ m 以上) は 3 4 0 個と大幅に増加した。

[0039] (比較例 7)

ホットプレス温度を 4 0 0 °C に上げたこと以外、実施例 1 と同様の条件にて焼結体を作製した。これにより、平均粒径 4 2 μ m、最大粒径 9 9 μ m となった。また、ホットプレス中に T e が揮発したため、相対密度 8 4 % となった。純度 3 N 以上、酸素濃度 2 6 0 0 w t p p m の A l - T e - C u - Z r 合金焼結体を得られた。また、焼結体組織が A l 相、C u 相、C u T e Z r 相、C u T e 相、T e Z r 相、Z r 相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行った結果、ノジュールが大量に発生し、パーティクル (0. 4 μ m 以上) は 5 3 7 個と大幅に増加した。

[0040] (比較例 8)

ホットプレス時の雰囲気を Ar から真空に変更したこと以外、実施例 1 と同様の条件にて焼結体を作製した。ホットプレス中に Te が揮発したため、相対密度 88% となった。純度 3N 以上、酸素濃度 2700 wt ppm、平均粒径 33 μm 、最大粒径 94 μm の Al-Te-Cu-Zr 合金焼結体を得られた。また、焼結体組織が Al 相、Cu 相、CuTeZr 相、CuTe 相、TeZr 相、Zr 相とから構成されることを確認した。次に、この焼結体を機械加工して作製したターゲットを実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行った結果、ノジュールが大量に発生し、パーティクル (0.4 μm 以上) は 276 個と大幅に増加した。

[0041] 以上の結果をまとめたものを表 1 に示す。

[表1]

	Al / wt%	Fe / wt%	Cu / wt%	Zr / wt%	その他 / wt%	使用原料	プレス温度 (温度/℃)	雰囲気	強度	相対強度 (%)	熱処理温度 (℃)	相	平均粒径 (μm)	最大粒径 (μm)	バースタイム数 (≥0.4μm)
実施例1	35	39	12	11	-	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	90	2700	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, FeZr, Zr	16	70	86
実施例2	36	39	12	11	-	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	88	2400	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, FeZr, Zr	28	89	27
実施例3	40	40	5	15	-	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	86	2500	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, FeZr, Zr	21	73	35
実施例4	35	40	20	5	-	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	99	2200	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, FeZr, Zr	34	97	15
実施例5	35	35	12	15	Si/4	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	97	1900	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, Si, FeZr, Zr	25	90	46
実施例6	36	33	12	17	Ti/6	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	96	2900	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, Ti, Zr	28	91	31
実施例7	35	34	10	11	Co/5, O/5	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	93	2800	Al, O, Cu, CuFe, CuFeZr, Fe, FeZr, Ti, Zr	30	88	62
比較例1	35	10	3	22	-	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	98	2600	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, FeZr, Zr	15	72	98 (特性NG)
比較例2	32	41	20	4	-	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	95	2700	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, FeZr, Zr	27	92	42 (特性NG)
比較例3	38	39	12	11	-	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	99	2800	Al, Fe, Cu, Zr	19	55	414
比較例4	35	39	12	11	-	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	96	2700	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, FeZr, Zr	55	104	265
比較例5	36	38	12	11	-	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Ar	38	95	3400	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, FeZr, Zr	26	90	970 (アークキックも、露錆性もNG)
比較例6	38	39	12	11	-	Al+Fe+Cu+Zr	280℃	Ar	38	87	2700	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, FeZr, Zr	11	53	340
比較例7	38	39	12	11	-	Al+Fe+Cu+Zr	400℃	Ar	38	94	2600	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, FeZr, Zr	42	99	537
比較例8	38	39	12	11	-	Al+Fe+Cu+Zr	380℃	Vac	38	98	2700	Al, Cu, CuFe, CuFeZr, FeZr, Zr	33	94	276

産業上の利用可能性

[0042] 本発明のA l - T e - C u - Z r系合金焼結体スパッタリングターゲットは、組成ズレが少ないため、この組成ズレに起因する特性の劣化を抑制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、本発明は、高品質の抵抗変化型記録材料であるA l - T e系合金からなる薄膜を安定的に供給するのに有用である。

請求の範囲

- [請求項1] Te を20at%～40at%含有し、 Cu を5at%～20at%含有し、 Zr を5at%～15at%含有し、残部が Al からなり、スパッタリングターゲット組織が Al 相、 Cu 相、 CuTeZr 相、 CuTe 相及び Zr 相から構成され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] 平均粒径が $1\mu\text{m}$ ～ $50\mu\text{m}$ 、最大粒径が $100\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項1記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項3] 純度が3N以上であり、酸素含有量が3000wtppm以下であることを特徴とする請求項1又は2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4] Si 、 C 、 Ti 、 Hf 、 V 、 Nb 、 Ta 、ランタノイド元素、 Ge 、 Zn 、 Co 、 Ni 、 Fe 、 Mg 、 Ga 、 S 、 Se から選択されるいずれか一種以上に元素を含有す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] 相対密度が90%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スパッタリングターゲット。
- [請求項6] Al 原料粉末、 Te 原料粉末、 Cu 原料粉末、 Zr 原料粉末を所望の組成となるように秤量した後、これを混合し、次いで、得られた混合粉末を焼結することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項7] 平均粒径が $1\mu\text{m}$ ～ $50\mu\text{m}$ 、最大粒径が $100\mu\text{m}$ 以下の原料粉末を用いることを特徴とする請求項6記載のスパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項8] 300°C ～ 380°C で焼結することを特徴とする請求項6又は7記載のスパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項9] アルゴン雰囲気下で焼結することを特徴とする請求項6～8のいずれか一項に記載のスパッタリングターゲットの製造方法。