200819550

發明專利說明書

（本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫）

※ 申請案號：95138394

※ 申請日期：95.10.18　　※IPC 分類：C23C 14/34, 14/54
H01F 1/18

一、發明名稱：（中文/英文）

含貴金屬濺鍍靶材之製作方法

二、申 請 人：（共 1 人）

姓名或名稱：（中文/英文）

中國鋼鐵股份有限公司

代表人：（中文/英文）

江耀宗

住居所或營業所地址：（中文/英文）

(812) 高雄市小港區中鋼路 1 號

國　籍：（中文/英文）

中華民國

三、發明人：（共 5 人）

姓　名：（中文/英文）

1. 陳榮志
2. 李至隆
3. 洪胤庭
4. 張瑞東
5. 施拔萃

國　籍：（中文/英文）

均為中華民國

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項☐第一款或☐第二款規定之事實，其事實發生日期為：　年　月　日。

☐ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號　順序註記】

☐ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號　順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼　順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼　順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明是有關於一種合金濺鍍靶材之製作方法，特別是指一種應用於薄膜濺鍍製程中之含貴金屬濺鍍靶材的製作方法。

【先前技術】

硬碟為現代用來儲存大量資料的主要元件，而資料主要是存放在硬碟碟片上的磁性薄膜記錄層，主要成分是含有鉑(Pt)貴金屬的鈷(Co)基合金材料。而此磁性薄膜記錄層係以濺鍍(Sputtering)製程方式披覆於硬碟碟片上，因此需要濺鍍用的合金靶材。

而此濺鍍製程是指使用電漿對濺鍍用合金靶材進行離子轟擊，利用離子轟擊的動量轉移，將合金靶材表面上的原子以氣體分子形式撞擊出來，在經過附著、吸附、表面遷移、成核等過程後，在硬碟碟片上成長形成磁性薄膜記錄層。

由於硬碟技術領域涵蓋電子、半導體、雷射光學、精密機械、高等物理化學等尖端科技，因此對於濺鍍用合金靶材的要求也相對較高，無法以傳統的大氣熔鑄製程來進行靶材的鑄造。此外，由於硬碟記錄層用靶材內含的鉑(Pt)貴金屬含量時常高達 30wt%以上，因此，如何選用適當製程，藉以提高靶胚的得料率來避免鉑(Pt)貴金屬之浪費，便成為從事含貴金屬靶材製造商相當關切的議題，也是競爭力所在之處。

美國專利第 6,797,137 號專利案所揭露之技術手段，即是先以真空熔煉噴粉設備製作出成本較便宜的鈷鉻硼(CoCrB)母合金，之後再以球磨方式將母合金之粉體與鉑(Pt)貴金屬之粉體充分混合，最後再施以熱均壓(Hot Isostatic Pressure, HIP)製程便可製作出高純度的鈷鉻鉑硼(CoCrPtB)靶材，此靶材便可用於硬碟磁性記錄層的薄膜濺鍍製程，然而所採用的球磨方式卻容易產生粉體混合不均而造成靶材成分不均的情形，進而降低後續濺鍍的品質。

另外，中華民國專利第 I226907 號「濺鍍靶材的製作方法」發明專利案則揭露出，利用真空感應熔煉(Vacuum Induction Melting, VIM)製程及真空電弧精鍊(Vacuum Arc Remelting, VAR)製程，則可製備出高純度含鈷鉻(CoCr)合金靶材。該專利的特點是以真空感應熔煉(VIM)的鑄錠當作負電極，搭配正電極的銅坩堝，來進行真空電弧精鍊(VAR)，以得到高品質的鑄胚。然而，VIM 鑄錠高達 40%以上的冒口縮孔缺陷必須先切除後才能當作 VAR 的電極，因此整體的得料率勢必低於 60%。除此之外，上述兩項專利所採用的真空噴粉設備、熱均壓設備、真空感應熔煉設備、以及真空電弧精鍊設備，其設備與製造成本都相當昂貴，無形中也增加靶材的製作成本。

因此，如何提高合金靶材的成分均勻細緻程度以及得料率，進而有效降低生產成本，提高市場競爭力，便成為濺鍍用合金靶材製造商所亟欲努力研究的方向。

【發明內容】

因此，本發明之目的，即在提供一種含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，具有得料高之優點，而所產出的濺鍍靶材不僅具有高純度，並且組織細緻成分均勻。

於是，本發明含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，包含一準備步驟、一表面處理步驟、一熔鑄步驟、一熱機步驟，及一退火步驟。

該準備步驟係準備一由具磁性之金屬元素所製成的高純度基材，及一高純度貴金屬錠，該表面處理步驟則是將該基材與貴金屬錠進行去除表面氧化物與油污之作業，該熔鑄步驟是取 50wt%以下的貴金屬錠，配合平衡量之基材，進行真空熔煉，再將真空熔煉所得之合金熔湯澆入一金屬鑄模中，並且冷卻該金屬鑄模，以使合金熔湯凝固成型為一鑄胚，在合金熔湯澆入該金屬鑄模之同時，同步以電弧加熱方式使位於該金屬鑄模內之合金熔湯表面維持高溫熔融狀，直至澆入過程結束，然後進行該熱機步驟，以將該鑄胚予以進行塑性變形作業，再進行該退火步驟，將該鑄胚予以進行退火作業，以獲得含貴金屬之濺鍍靶材，供濺鍍製程使用。

本發明之功效在於，當合金熔湯於該金屬鑄模中凝固成型之同時，同步利用電弧加熱使合金熔湯表面維持高溫熔融狀而不會同時凝固，直至合金熔湯澆入過程結束後才會結束電弧加熱，藉此使得合金熔湯之整體表面可以同時冷卻而不會由外緣逐漸向中央冷卻，有效消除該鑄胚的冒孔縮孔缺陷，提高最後產品的得料率；再者，該鑄胚藉由

急速冷卻的方式，更可避免低熔點的晶出物大量的析出而改善鑄胚的熱延性，最後再配合進行該熱機、退火步驟，即可獲得組織細緻成分均勻的濺鍍靶材。

【實施方式】

有關本發明之前述及其他技術內容、特點與功效，在以下配合參考圖式之一較佳實施例的詳細說明中，將可清楚的呈現。

參閱圖 1，本發明含貴金屬濺鍍靶材之製作方法 1 的較佳實施例，包含一準備步驟 11、一表面處理步驟 12、一熔鑄步驟 13、一熱機步驟 14、一退火步驟 15，及一車製步驟 16。

該準備步驟 11 係準備一由具磁性之金屬元素所製成的高純度基材、一高純度鉻金屬錠，及一高純度貴金屬錠，且該基材、鉻金屬錠、貴金屬錠三者之純度皆高達 99.95 wt %以上。

在本實施例中，該準備步驟 11 所準備之基材是鈷(Co)金屬錠，當然也可以是鐵(Fe)金屬錠，或是鎳(Ni)金屬錠，或是鐵、鈷、鎳三種金屬元素其中至少任兩種所混合的合金錠。至於該貴金屬錠之成分則是鉑(Pt)金屬元素，當然也可以是鈀(Pd)、金(Au)、銀(Ag)、銠(Rh)、銥(Ir)、釕(Ru)、鋨(Os)等其他種類貴金屬元素，或是其中至少任兩種金屬元素所混合之合金，上述金屬元素皆為其所屬技術領域中具有通常知識者容易聯想替代者，所以不應侷限於本實施例之說明。

該表面處理步驟 12 是將該鈷金屬錠、鉻金屬錠，與貴金屬錠三者置於酸性溶液中，以超音波震動方式去除表面氧化物與油污，然後再置於去離子水中，同樣以超音波震動方式去除殘留在表面的酸性溶液，然後再予以烘乾。

在本實施例中，酸性溶液是採用體積濃度 95%以上的硝酸溶液，當然也可以採用磷酸、鹽酸、氫氟酸，或王水等其他種類的酸性溶液，皆可作為去除表面氧化物與油污之用途，所以不應以本實施例之說明為限。

該熔鑄步驟 13 是將該鈷金屬錠、鉻金屬錠，及貴金屬錠，以 45wt%~60wt% 的鈷、5wt%~27wt% 的鉻、25wt%~45wt%的貴金屬，並添加 0~5wt%的硼元素，將其進行真空熔煉以得到合金熔湯，再將合金熔湯澆入一附有冷卻循環水路的金屬鑄模(一般是採用高熱傳導率的純銅鑄模)中，並且藉由冷卻水於冷卻循環水路不斷流動，藉以冷卻該金屬鑄模，以使合金熔湯凝固成型為一鑄胚，在合金熔湯澆入該金屬鑄模之同時，同步以電弧加熱方式使位於該金屬鑄模內之合金熔湯表面維持高溫熔融狀，直至澆入過程結束。

然後進行該熱機步驟 14，以將該鑄胚予以進行塑性變形作業(一般即為熱鍛造或熱軋延)形成預定形狀，再進行該退火步驟 15，將該鑄胚予以進行退火作業，以獲得含貴金屬之濺鍍靶材，其中，該熱機步驟 14 之工作溫度是介於該鑄胚的熔點溫度 0.75~0.85 倍之間，該退火步驟 15 之退火溫度是低於該熱機步驟 14 工作溫度 100℃~300℃之間，退

火時間是介於 1~2 小時之間。

最後再進行該車製步驟 16，將該退火步驟 15 結束後所獲得之濺鍍靶材，經過切片、車除表面氧化層後，供濺鍍製程使用。

以下則為採用本實施例所述之各項步驟，依據不同的合金成分組成，以及熱機步驟 14、退火步驟 15 之不同工作條件，所獲得的兩種實施方法，藉以清楚地述明本發明含貴金屬濺鍍靶材之製作方法 1，以及本製作方法 1 所能達成之功效。

【實施方法 1】

本實施方法以鈷鉻鉑(CoCrPt)合金濺鍍靶材的製作為例，首先於該準備步驟 11 中，準備純度高達 99.95 wt %以上的鈷金屬錠、鉻金屬錠，與鉑金屬錠，接著進行該表面處理步驟 12，將上述三個種類的金屬錠置於體積濃度 95%以上的硝酸溶液中，以超音波震動方式去除表面氧化物與油污，然後再置於去離子水中，同樣以超音波震動方式去除殘留在表面的硝酸溶液，然後再予以烘乾。

接著進行該熔鑄步驟 13，將該鈷金屬錠、鉻金屬錠，及鉑金屬錠，以 50wt%的鈷、8wt%的鉻，及 42wt%的鉑之重量組成比例，進行配料秤重，並將秤好的金屬原料置於真空熔煉爐中，以真空感應熔煉(Vacuum Induction Melting)方式得到合金熔湯，再將合金熔湯澆入倒入附有循環水路且高熱傳導率的純銅鑄模中進行冷卻，以急速凝固成型為一鑄胚，在合金熔湯澆入鑄模之同時，同步以電弧加熱方

式使位於鑄模內之合金熔湯表面維持高溫熔融狀，直至澆入過程結束。

然後進行該熱機步驟 14，於該鑄胚的熔點溫度 0.85 倍下(即為 1200℃)進行熱鍛造，以將該鑄胚予以進行塑性變形作業形成預定形狀，接著再進行該退火步驟 15，將該鑄胚以低於熱鍛造溫度 300℃之退火溫度(亦即 900℃)，於大氣氣氛下進行 2 小時的退火處理，以獲得晶粒細緻、組織成分均勻的濺鍍靶材。

最後再進行該車製步驟 16，將該退火步驟 15 結束後所獲得之濺鍍靶材，經過切片、車除表面些微的氧化層後，即可供濺鍍製程使用。

藉由上述製程所製成的濺鍍靶材，其得料率約 94%，且其顯微組織則如圖 2 所示，由圖中可以發現濺鍍靶材的組織相當細緻均勻，且呈現等軸晶型態，晶粒尺寸小於 150 μm。

【實施方法 2】

本實施方法以鈷鉻鉑鋮(CoCrPtB)合金濺鍍靶材的製作為例，首先於該準備步驟 11 中，準備純度高達 99.95 wt %以上的鈷金屬錠、鉻金屬錠，與鉑金屬錠，接著進行該表面處理步驟 12，將上述三個種類的金屬錠置於體積濃度 95%以上的鹽酸溶液中，以超音波震動方式去除表面氧化物與油污，然後再置於去離子水中，同樣以超音波震動方式去除殘留在表面的鹽酸溶液，然後再予以烘乾。

接著進行該熔鑄步驟 13，將該鈷金屬錠、鉻金屬錠，

及鉑金屬錠，以 54wt%的鈷、14wt%的鉻，及 31wt%的鉑之重量組成比例進行原料秤重，並添加 1wt%的硼，置於真空熔煉爐中，將其進行真空電弧熔煉(Vacuum Arc Melting)方式得到合金熔湯，再將合金熔湯澆入附有循環水路且高熱傳導率的純銅鑄模中進行冷卻，以使合金熔湯急速凝固成型為一鑄胚，在合金熔湯澆入鑄模之同時，同步以電弧加熱方式使位於鑄模內之合金熔湯表面維持高溫熔融狀，直至澆入過程結束。

然後進行該熱機步驟 14，於該鑄胚的熔點溫度 0.75 倍下(即為 1100℃)進行熱軋延，以將該鑄胚予以進行塑性變形作業形成預定形狀，接著再進行該退火步驟 15，將該鑄胚以低於熱軋延溫度 100℃之退火溫度(亦即 1000℃)，於氬氣氣氛下進行 1 小時的退火處理，以獲得晶粒細緻、組織成分均勻的濺鍍靶材。

最後再進行該車製步驟 16，將該退火步驟 15 結束後所獲得之濺鍍靶材，經過切片、車除表面些微的氧化層後，即可供濺鍍製程使用。

藉由上述製程所製成的濺鍍靶材，其得料率約 92%，且其顯微組織則如圖 3 所示，由圖中可以發現濺鍍靶材的組織相當細緻均勻，晶粒尺寸約為 80μm。

藉由上述兩種實施方法可知，本發明含貴金屬濺鍍靶材之製作方法 1 具有以下所述之優點：

(1)得料率較高，降低濺鍍靶材的生產成本：

於該熔鑄步驟 13 中，當合金熔湯於該金屬鑄模

中冷卻凝固成型之同時，同步利用電弧加熱使合金熔湯表面維持高溫熔融狀而不會同時凝固，直至合金熔湯澆入過程結束後才會結束電弧加熱，藉此使得合金熔湯之整體表面可以同時冷卻而不會由外緣逐漸向中央冷卻，有效消除該鑄胚的冒孔縮孔缺陷，反觀習知製作方法所製成之合金鑄錠還須進行一道去除冒孔縮孔缺陷的過程，所以得料率較低，相較之下，本發明製作方法 1 所製成最後濺鍍靶材產品的得料率高達 90%以上，可有效地降低濺鍍靶材之生產成本，而且藉由該鑄胚急速凝固成型，更可以避免低熔點的晶出物大量析出，進而改善該鑄胚的熱延性。

(2)純度高，組織細緻成分均勻：

本發明製作方法 1 因為在真空環境中使用高純度金屬錠進行熔煉，所以能夠避免雜質侵入而維持高純度，並且再依序經由該熔鑄步驟 13、熱機步驟 14 及退火步驟 15，即可獲得晶粒細緻、組織成分均勻的濺鍍靶材，不會產生如同習知靶材製作方法採用球磨混合製程，因為粉體混合不均而造成靶材成分不均的問題；因此，使用本發明製作方法 1 所製成的濺鍍靶材，具有純度高，組織細緻成分均勻等優點，對於後續濺鍍製程而言，能夠維持相當良好的濺鍍品質，適合高科技產業運用。

歸納上述，本發明含貴金屬濺鍍靶材之製作方法 1，藉

由合金熔湯之整體表面是呈現同時冷卻的狀態，而不會由外緣逐漸向中央冷卻，因此可以有效消除該鑄胚的冒孔縮孔缺陷，提高濺鍍靶材產品的得料率，降低濺鍍靶材的生產成本；至於該鑄胚藉由急速冷凝而成型，更可避免低熔點的晶出物大量的析出，進而改善鑄胚的熱延性；此外，使用高純度的金屬錠進行該熔鑄步驟 13、熱機步驟 14、退火步驟 15 所製成的濺鍍靶材，更具有純度高、組織成分細緻均勻等優點，有利於提高後續濺鍍製程時的品質，所以確實能夠達到本發明之目的。

惟以上所述者，僅為本發明之較佳實施例而已，當不能以此限定本發明實施之範圍，即大凡依本發明申請專利範圍及發明說明內容所作之簡單的等效變化與修飾，皆仍屬本發明專利涵蓋之範圍內。

【圖式簡單說明】

圖 1 是一流程圖，說明本發明含貴金屬濺鍍靶材之製作方法的較佳實施例；

圖 2 是一顯微組織圖，說明實施方法 1 利用 50wt%鈷、8wt%鉻，及 42wt%鉑之重量組成比例所製成的濺鍍靶材，其晶粒尺寸小於 150μm；及

圖 3 是一顯微組織圖，說明實施方法 2 利用 54wt%鈷、14wt%鉻、31wt%鉑，及 1wt%鋷之重量組成比例所製成的濺鍍靶材，其晶粒尺寸約為 80μm。

【主要元件符號說明】

1	含貴金屬濺鍍靶材之製作方法	13	熔鑄步驟
		14	熱機步驟
11	準備步驟	15	退火步驟
12	表面處理步驟	16	車製步驟

五、中文發明摘要：

一種含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，包含一準備、一表面處理、一熔鑄、一熱機，及一退火步驟。於該準備步驟中準備各個金屬錠，並進行該表面處理步驟去除表面氧化物與油污，然後在該熔鑄步驟中，將各個金屬錠以特定重量組成比例進行真空熔煉而得到合金熔湯，並於金屬鑄模中凝固成型為鑄胚之同時，同步利用電弧加熱使合金熔湯表面維持高溫熔融狀，最後才使合金熔湯之整體表面同時冷卻，而不會由外緣逐漸向中央冷卻，因此可以有效消除冒孔縮孔缺陷，並配合進行該熱機、退火步驟，即可製出得料率高達90%以上且組織細緻成分均勻的濺鍍靶材。

六、英文發明摘要：

十、申請專利範圍：

1. 一種含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，包含：

一準備步驟，準備一由具磁性之金屬元素所製成的高純度基材，及一高純度貴金屬錠；

一表面處理步驟，將該基材與貴金屬錠進行去除表面氧化物與油污之作業；

一熔鑄步驟，將該基材與貴金屬錠進行真空熔煉，再將真空熔煉所得之合金熔湯澆入一金屬鑄模中，並且冷卻該金屬鑄模，以使合金熔湯凝固成型為一鑄胚，在合金熔湯澆入該金屬鑄模之同時，同步以電弧加熱方式使位於該金屬鑄模內之合金熔湯表面維持高溫熔融狀，直至澆入過程結束；

一熱機步驟，將完成該熔鑄步驟之鑄胚予以進行塑性變形作業；及

一退火步驟，將完成該熱機步驟之鑄胚予以進行退火作業，以獲得含貴金屬之濺鍍靶材，供濺鍍製程使用。

2. 依據申請專利範圍第 1 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該準備步驟所準備之基材是選自於下列所構成之群組：鐵、鈷、鎳，及此等之一組合。

3. 依據申請專利範圍第 2 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該準備步驟所準備之貴金屬錠是選自於下列所構成之群組：鉑、鈀、金、銀、銠、銥、釕、鋨，及此等之一組合。

4. 依據申請專利範圍第 3 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該準備步驟所準備的基材與貴金屬錠之純度皆達 99.95 wt %以上。

5. 依據申請專利範圍第 4 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該準備步驟更準備一純度達 99.95 wt %以上的鉻金屬錠，該基材則為一鈷金屬錠，該熔鑄步驟是將該鈷金屬錠、鉻金屬錠，及貴金屬錠，以 45wt%~60wt%的鈷、5wt%~27wt%的鉻、25wt%~45wt%的貴金屬，將其進行真空熔煉以得到合金熔湯。

6. 依據申請專利範圍第 5 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該表面處理步驟是將該基材、鉻金屬錠，與貴金屬錠三者置於酸性溶液中，以超音波震動方式去除表面氧化物與油污，然後再置於去離子水中，同樣以超音波震動方式去除殘留在表面的酸性溶液，然後再予以烘乾。

7. 依據申請專利範圍第 6 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該表面處理步驟所使用的酸性溶液是選自於下列所構成之群組：硝酸、磷酸、鹽酸、氫氟酸，及王水。

8. 依據申請專利範圍第 7 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，更包含一車製步驟，將該退火步驟結束後所獲得之濺鍍靶材，經過切片、車除表面氧化層後，供濺鍍製程使用。

9. 依據申請專利範圍第 8 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作

方法，其中，該熱機步驟之工作溫度是介於該鑄胚的熔點溫度 0.75~0.85 倍之間，該退火步驟之退火溫度是低於該熱機步驟工作溫度 100℃~300℃之間，退火時間是介於 1~2 小時之間。

10. 依據申請專利範圍第 9 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該熔鑄步驟於真空熔煉時，更添加 5wt%以下的硼元素。

11. 依據申請專利範圍第 9 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該熔鑄步驟所進行的真空熔煉方式為真空感應熔煉。

12. 依據申請專利範圍第 9 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該熔鑄步驟所進行的真空熔煉方式為真空電弧熔煉。

13. 依據申請專利範圍第 9 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該熱機步驟是採用熱鍛造。

14. 依據申請專利範圍第 9 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該熱機步驟是採用熱軋延。

15. 依據申請專利範圍第 9 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該退火步驟是於大氣氣氛下進行。

16. 依據申請專利範圍第 9 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該退火步驟是於保護氣氛下進行。

17. 依據申請專利範圍第 16 項所述含貴金屬濺鍍靶材之製作方法，其中，該退火步驟所使用的保護氣氛為氬氣。

十一、圖式：

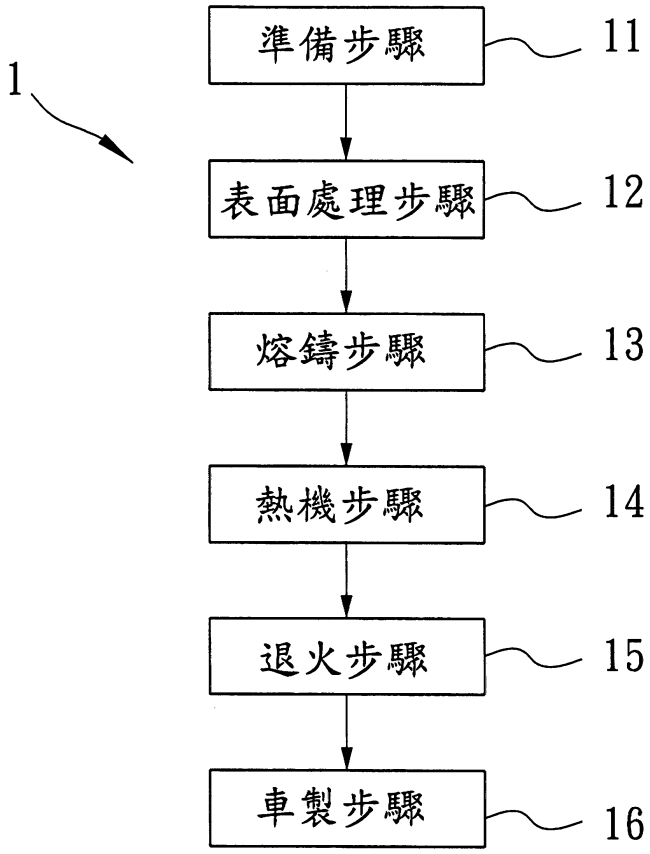


圖 1

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 1 ）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

1	含貴金屬濺鍍靶材之製作方法	13	熔鑄步驟
		14	熱機步驟
11	準備步驟	15	退火步驟
12	表面處理步驟	16	車製步驟

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：