

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3903485号
(P3903485)

(45) 発行日 平成19年4月11日(2007.4.11)

(24) 登録日 平成19年1月19日(2007.1.19)

(51) Int. Cl.			F I		
C 2 2 C	1/04	(2006.01)	C 2 2 C	1/04	E
C 2 2 C	12/00	(2006.01)	C 2 2 C	12/00	
C 2 2 C	28/00	(2006.01)	C 2 2 C	28/00	A
C 2 3 C	14/34	(2006.01)	C 2 2 C	28/00	B
B 4 1 M	5/26	(2006.01)	C 2 3 C	14/34	A

請求項の数 7 (全 18 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2003-87141 (P2003-87141)	(73) 特許権者	000006264 三菱マテリアル株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番1号
(22) 出願日	平成15年3月27日(2003.3.27)	(74) 代理人	100076679 弁理士 富田 和夫
(65) 公開番号	特開2004-292895 (P2004-292895A)	(74) 代理人	100094824 弁理士 鴨井 久太郎
(43) 公開日	平成16年10月21日(2004.10.21)	(72) 発明者	木之下 啓 兵庫県三田市テクノパーク12-6 三菱 マテリアル株式会社 三田工場内
審査請求日	平成17年4月26日(2005.4.26)	(72) 発明者	大西 耕樹 兵庫県三田市テクノパーク12-6 三菱 マテリアル株式会社 三田工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

相変化メモリ膜形成用合金インゴットを粉砕して合金粉末を作製し、得られた合金粉末を結晶化温度に保持して結晶化熱処理したのち解砕することにより結晶化合金粉末を作製し、この結晶化合金粉末をホットプレスすることを特徴とする相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項2】

前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、S b : 3 9 ~ 4 1 質量%を含有し、残部がS e および不可避不純物からなる成分組成を有することを特徴とする請求項1記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項3】

前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、T e : 2 9 ~ 3 1 質量%を含有し、残部がS b および不可避不純物からなる成分組成を有することを特徴とする請求項1記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項4】

前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、G e : 1 6 ~ 1 8 質量%を含有し、残部がS b および不可避不純物からなる成分組成を有することを特徴とする請求項1記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項5】

前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、G a : 1 1 ~ 1 3 質量%を含有し、残部が

10

20

S b および不可避不純物からなる成分組成を有することを特徴とする請求項 1 記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項 6】

前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、S b : 2 ~ 4 質量%を含有し、残部が L a および不可避不純物からなる成分組成を有することを特徴とする請求項 1 記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法。

【請求項 7】

前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、G e : 4 9 ~ 5 1 質量%を含有し、残部が T e および不可避不純物からなる成分組成を有することを特徴とする請求項 1 記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法。

10

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、機械的強度に優れた相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

一般に、C D - R W、D V D - R A M、M O、M D などの光記録媒体、特に C D - R W 光記録媒体の情報の記録および消去は、相変化メモリ膜にレーザー光を照射することにより結晶状態と非晶質状態との間で相変化させることによって行なうことは知られている。この相変化メモリ膜は、相変化メモリとなる成分組成の合金からなるターゲットを用いてスパッタリングすることにより形成することも知られている。

20

この相変化メモリとなる成分組成の合金は、S b - S e 系合金、T e - S b 系合金、G e - S b 系合金、G a - S b 系合金、L a - S b 系合金、I n - S e 系合金、G e - T e 系合金、I n - S e - T e 系合金、G e - S b - T e 系合金、P d - G e - S b - T e 系合金、P t - G e - S b - T e 系合金、N b - G e - S b - T e 系合金、N i - G e - S b - T e 系合金、C o - G e - S b - T e 系合金、I n - A g - T e - S b 系合金、G e - S b - T e 系合金など多数の合金が知られており、これら合金からなる相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造するには、まず、相変化メモリとなる成分組成の非晶質になりやすい合金インゴットを作製し、この非晶質になりやすい合金インゴットを粉砕して非晶質粉末を作製し、この非晶質粉末をホットプレスすることによりホットプレス体を作製し、このホットプレス体を研削加工してスパッタリングターゲットを製造する(例えば、特許文献 1 参照)。

30

【0003】

【特許文献 1】

特開 2 0 0 0 - 3 3 6 4 4 3 号公報

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、この従来の方法で作製した相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットは機械的強度が低いためにホットプレス体を研削加工する際に割れが発生することがあり、さらに研削加工して得られたスパッタリングターゲットの取り扱い中にも割れが発生することがあり、その取り扱いには細心の注意が必要であった。さらに高い負荷のかかる高出力スパッタリング中にも割れが発生することがあった。

40

【0005】

【課題を解決するための手段】

そこで、本発明者らは、一層機械的強度の優れた相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットを製造するべく研究を行なった結果、相変化メモリとなる成分組成の合金インゴットを粉砕して作製した非晶質粉末を結晶化温度に保持して結晶化熱処理を施し、この結晶化熱処理して結晶化した合金粉末をホットプレスすることにより得られたホットプレス体は、従来の非晶質合金粉末をホットプレスし

50

て得られたホットプレス体よりも密度が格段に向上し、したがって、機械的強度が一層向上し、また、このようにして得られたホットプレス体は研削加工する際に割れが発生することが無く、さらに高出力スパッタリング中にも割れが発生することがない、という研究結果が得られたのである。

【0006】

この発明は、かかる研究結果に基づいて成されたものであって、

(1) 相変化メモリ膜形成用合金インゴットを粉砕して合金粉末を作製し、得られた合金粉末を結晶化温度に保持して結晶化熱処理したのち解砕することにより結晶化合金粉末を作製し、この結晶化合金粉末をホットプレスする相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法、に特徴を有するものである。

10

【0007】

この発明の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法において、相変化メモリ膜形成用合金インゴットとして、特に、

S b : 39 ~ 41 質量%を含有し、残部がS eおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金インゴット、

T e : 29 ~ 31 質量%を含有し、残部がS bおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金インゴット、

G e : 16 ~ 18 質量%を含有し、残部がS bおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金インゴット、

G a : 11 ~ 13 質量%を含有し、残部がS bおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金インゴット、

20

S b : 2 ~ 4 質量%を含有し、残部がL aおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金インゴット、

G e : 49 ~ 51 質量%を含有し、残部がT eおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金インゴットを使用することが有効であることを確認した。

【0008】

したがって、この発明は、

(2) 前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、S b : 39 ~ 41 質量%を含有し、残部がS eおよび不可避不純物からなる成分組成を有する(1)記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法、

30

(3) 前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、T e : 29 ~ 31 質量%を含有し、残部がS bおよび不可避不純物からなる成分組成を有する(1)記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法、

(4) 前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、G e : 16 ~ 18 質量%を含有し、残部がS bおよび不可避不純物からなる成分組成を有する(1)記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法、

(5) 前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、G a : 11 ~ 13 質量%を含有し、残部がS bおよび不可避不純物からなる成分組成を有する(1)記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法、

(6) 前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、S b : 2 ~ 4 質量%を含有し、残部がL aおよび不可避不純物からなる成分組成を有する(1)記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法、

40

(7) 前記相変化メモリ膜形成用合金インゴットは、G e : 49 ~ 51 質量%を含有し、残部がT eおよび不可避不純物からなる成分組成を有する(1)記載の相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法、

に特徴を有するものである。

【0009】

前記相変化メモリ膜形成用高強度スパッタリングターゲットの製造方法において行なう結晶化熱処理の温度は合金の種類によって異なるが、この結晶化熱処理の保持時間は10 ~ 14時間の範囲内にすることが好ましい。かかる条件で結晶化熱処理すると、一部凝集が

50

進行することは避けられず、したがって、結晶化熱処理した合金粉末は解砕しなければならない。

【0010】

この発明の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットは、相変化メモリ膜形成用合金をArガス雰囲気中で完全に溶解して合金化したことを確認した後、鉄製モールドに出湯して合金インゴットを作製し、これらを不活性ガス雰囲気中で粉砕し、得られた粉砕合金粉末を結晶化熱処理して十分に結晶化させ、解砕して結晶化合金粉末を作製し、この結晶化合金粉末をホットプレスすることにより作製する。前記ホットプレスは、Arガス雰囲気中、圧力：27.3～29.1MPa、温度：結晶化温度、1～2時間保持の条件で行なわれ、その後、モールドの温度が270～300 まで下がった時点で冷却速度：1 10
～3 /min. で常温まで冷却することにより行われることが一層好ましい。

【0011】

この様にして製造したホットプレス体は、高い機械的強度を有するところから直径を大きくして大型のターゲットを製造しても破損することがなく、さらに高出力のスパッタリングを行ってもターゲットに割れが発生しにくいところから成膜効率は一層向上する。

【0012】

【発明の実施の形態】

Ar雰囲気中で溶解することにより得られた、
Sb：40質量%を含有し、残部がSeおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金（以下、Sb-Se系合金という）インゴット、 20
Te：30質量%を含有し、残部がSbおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金（以下、Te-Sb系合金という）インゴット、
Ge：17質量%を含有し、残部がSbおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金（以下、Ge-Sb系合金という）インゴット、
Ga：12質量%を含有し、残部がSbおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金（以下、Ga-Sb系合金という）インゴット、
Sb：3量%を含有し、残部がLaおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金（以下、Sb-La系合金という）インゴット、
Ge：50質量%を含有し、残部がTeおよび不可避不純物からなる成分組成を有する合金（以下、Ge-Te系合金という）インゴット、 30
を用意し、これら合金インゴットをAr雰囲気中で粉砕することにより、いずれも粒径：250μm以下のSb-Se系合金粉末、Te-Sb系合金粉末、Ge-Sb系合金粉末、Ga-Sb系合金粉末、およびLa-Sb系合金粉末を作製した。これらSb-Se系合金粉末、Te-Sb系合金粉末、Ge-Sb系合金粉末、Ga-Sb系合金粉末、La-Sb系合金粉末およびGe-Te系合金粉末を作製した。これら合金粉末についてX線回折したところ、いずれも非結晶質であることを確認した。

【0013】

本発明法1および従来法1

前記Sb-Se系合金粉末をAr雰囲気中、表1に示される結晶化温度および時間保持して結晶化熱処理し、この結晶化熱処理した合金粉末を解砕して150μm以下の結晶化合金粉末を作製し、この結晶化合金粉末をX線回折したところ、結晶質であることを確認した。この結晶質粉末を表1に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これら10個のホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数：200rpmの条件で研削加工することにより直径：300mm、厚さ：5mmの寸法を有する円盤状の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより本発明法1を実施した。 40

さらに、比較のために、先の非晶質であるSb-Se系合金粉末を結晶化熱処理することなく表1に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これらホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数：200rpmの条件で研削加工することにより直径：300mm、厚さ：5mmの寸法を有する円盤状の 50

相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより従来法1を実施した。

【0014】

これら本発明法1および従来法1で作製したそれぞれ10個のホットプレス体のうち旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを表1に示し、さらに相対密度を測定し、その結果を表1に示した。さらに、これら旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットをモリブデン製の冷却用バックングプレートに純度：99.999重量%のイリジウムろう材にてハンダ付けし、これを直流マグネトロンスパッタリング装置にセットし、

- ・スパッタガス：Ar、
- ・スパッタガス圧力： 5×10^{-3} Torr、
- ・スパッタ電力：100W (400V、0.25A)、

の条件で30時間大電力スパッタリングを行い、ターゲットに割れが発生したか否かを目視にて観察し、その結果を表1に示した。

【0015】

【表1】

種別	合金粉末の種類	結晶化熱処理条件		ホットプレス条件		ターゲットの評価		
		結晶化温度(°C)	保持時間(h)	温度(°C)	圧力(MPa)	密度(%)	旋削割れ評価**	スパッタ割れ評価***
本発明法1	Sb-Se系合金粉末	600	1.2	400	27.3	94.9	1個/10個	0個/9個
従来法1		—	—			82.1	9個/10個	0個/1個

*例えば、1個/10個は、旋盤研削中に10個のターゲットのうち1個のターゲットに割れが発生したことを示す。

**例えば、0個/9個は、旋盤研削中に割れなかった9個のターゲットのうちスパッタ中に0個のターゲットに割れが発生したことを示す。

【0016】

本発明法2および従来法2

前記Te-Sb系合金粉末をAr雰囲気中、表2に示される結晶化温度および時間保持して結晶化熱処理し、この結晶化熱処理した合金粉末を解砕して150μm以下の結晶化合

10

20

30

40

50

金粉末を作製し、この粉末をX線回折したところ、結晶質であることを確認した。この結晶質粉末を表2に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これら10個のホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数：200rpmの条件で研削加工することにより直径：300mm、厚さ：5mmの寸法を有する円盤状の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより本発明法2を実施した。

さらに、比較のために、先の非晶質であるTe-Sb系合金粉末を結晶化熱処理することなく表2に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これらホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数：200rpmの条件で研削加工することにより直径：300mm、厚さ：5mmの寸法を有する円盤状の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより従来法2を実施した。

10

【0017】

これら本発明法2および従来法2で作製したそれぞれ10個のホットプレス体のうち旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを表2に示し、さらに相対密度を測定し、その結果を表2に示した。さらに、これら旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットをモリブデン製の冷却用バックリングプレートに純度：99.999重量%のイリジウムろう材にてハンダ付けし、これを直流マグネトロンスパッタリング装置にセットし、

- ・スパッタガス：Ar、
- ・スパッタガス圧力： 5×10^{-3} Torr、
- ・スパッタ電力：100W(400V、0.25A)、

20

の条件で30時間大電力スパッタリングを行い、ターゲットに割れが発生したか否かを目視にて観察し、その結果を表2に示した。

【0018】**【表2】**

種別	合金粉末の種類	結晶化熱処理条件		ホットプレス条件		ターゲットの評価		
		結晶化温度(°C)	保持時間(h)	温度(°C)	圧力(MPa)	密度(%)	旋削割れ評価*	スパッタ割れ評価**
本発明法2	Te-Sb系合金粉末	540	12	380	27.3	97.2	0個/10個	0個/10個
従来法2		—	—				85.6	8個/10個

* 例えば、0個/10個は、旋盤研削中に10個のターゲットのうち0個のターゲットに割れが発生したことを示す。

** 例えば、0個/10個は、旋盤研削中に割れなかった10個のターゲットのうちスパッタ中に0個のターゲットに割れが発生したことを示す。

【0019】

本発明法3および従来法3

前記Ge-Sb系合金粉末をAr雰囲気中、表3に示される結晶化温度および時間保持して結晶化熱処理し、この結晶化熱処理した合金粉末を解砕して150μm以下の結晶化合

10

20

30

40

50

金粉末を作製し、この結晶合金粉末をX線回折したところ、結晶質であることを確認した。この結晶質合金粉末を表3に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これら10個のホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数：200rpmの条件で研削加工することにより直径：300mm、厚さ：5mmの寸法を有する円盤状の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより本発明法3を実施した。

さらに、比較のために、先の非晶質であるGe-Sb系合金粉末を結晶化熱処理することなく表3に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これらホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数：200rpmの条件で研削加工することにより直径：300mm、厚さ：5mmの寸法を有する円盤状の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより従来法3を実施した。

10

【0020】

これら本発明法3および従来法3で作製したそれぞれ10個のホットプレス体のうち旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを表3に示し、さらに相対密度を測定し、その結果を表3に示した。さらに、これら旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットをモリブデン製の冷却用バックアッププレートに純度：99.999重量%のイリジウムろう材にてハンダ付けし、これを直流マグネトロンスパッタリング装置にセットし、

- ・スパッタガス：Ar、
- ・スパッタガス圧力： 5×10^{-3} Torr、
- ・スパッタ電力：100W(400V、0.25A)、

20

の条件で30時間大電力スパッタリングを行い、ターゲットに割れが発生したか否かを目視にて観察し、その結果を表3に示した。

【0021】**【表3】**

種別	合金粉末の種類	結晶化熱処理条件		ホットプレス条件		ターゲットの評価		
		結晶化温度(°C)	保持時間(h)	温度(°C)	圧力(MPa)	密度(%)	旋削割れ評価*	スパッタ割れ評価**
本発明法3	Ge-Sb系合金粉末	590	12	400	27.3	97.4	0個/10個	0個/10個
従来法3		—	—			86.1	8個/10個	2個/2個

* 例えば、0個/10個は、旋盤研削中に10個のターゲットのうち0個のターゲットに割れが発生したことを示す。

** 例えば、0個/10個は、旋盤研削中に割れなかった10個のターゲットのうちスパッタ中に0個のターゲットに割れが発生したことを示す。

10

20

30

40

【0022】

本発明法4および従来法4

前記Ge-Sb系合金粉末をAr雰囲気中、表4に示される結晶化温度および時間保持して結晶化熱処理し、この結晶化熱処理した合金粉末を解砕して150μm以下の結晶化合

50

金粉末を作製し、この結晶合金粉末をX線回折したところ、結晶質であることを確認した。この結晶質合金粉末を表4に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これら10個のホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数：200rpmの条件で研削加工することにより直径：300mm、厚さ：5mmの寸法を有する円盤状の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより本発明法4を実施した。

さらに、比較のために、先の非晶質であるGe-Sb系合金粉末を結晶化熱処理することなく表4に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これらホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数：200rpmの条件で研削加工することにより直径：300mm、厚さ：5mmの寸法を有する円盤状の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより従来法4を実施した。

10

【0023】

これら本発明法4および従来法4で作製したそれぞれ10個のホットプレス体のうち旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを表4に示し、さらに相対密度を測定し、その結果を表4に示した。さらに、これら旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットをモリブデン製の冷却用バックアッププレートに純度：99.999重量%のイリジウムろう材にてハンダ付けし、これを直流マグネトロンスパッタリング装置にセットし、

- ・スパッタガス：Ar、
- ・スパッタガス圧力： 5×10^{-3} Torr、
- ・スパッタ電力：100W(400V、0.25A)、

20

の条件で30時間大電力スパッタリングを行い、ターゲットに割れが発生したか否かを目視にて観察し、その結果を表4に示した。

【0024】

【表4】

種別	合金粉末の種類	結晶化熱処理条件		ホットプレス条件		ターゲットの評価		
		結晶化温度(°C)	保持時間(h)	温度(°C)	圧力(MPa)	密度(%)	旋削割れ評価*	スパッタ割れ評価**
本発明法4	G a - S b	590	12	400	27.3	94.6	1個/10個	0個/9個
従来法4	系合金粉末	-	-			-***	10個/10個	-

* 例えば、1個/10個は、旋盤研削中に10個のターゲットのうち1個のターゲットに割れが発生したことを示す。

** 例えば、0個/9個は、旋盤研削中に割れなかった9個のターゲットのうちスパッタ中に0個のターゲットに割れが発生したことを示す。

*** 密度の欄の「-」は、加工中に割れたため、測定不可能であったことを示す。

【0025】

本発明法4および従来法4

前記S b - L a系合金粉末をA r雰囲気中、表5に示される結晶化温度および時間保持して結晶化熱処理し、この結晶化熱処理した粉末を解砕して150 μm以下の結晶化合金粉

10

20

30

40

50

末を作製し、この結晶合金粉末をX線回折したところ、結晶質であることを確認した。この結晶質合金粉末を表5に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これら10個のホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数：200rpmの条件で研削加工することにより直径：300mm、厚さ：5mmの寸法を有する円盤状の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより本発明法5を実施した。

さらに、比較のために、先の非晶質であるSb-La系合金粉末を結晶化熱処理することなく表5に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これらホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数：200rpmの条件で研削加工することにより直径：300mm、厚さ：5mmの寸法を有する円盤状の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより従来法5を実施した。

10

【0026】

これら本発明法5および従来法5で作製したそれぞれ10個のホットプレス体のうち旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを表5に示し、さらに相対密度を測定し、その結果を表5に示した。さらに、これら旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットをモリブデン製の冷却用バックリングプレートに純度：99.999重量%のイリジウムろう材にてハンダ付けし、これを直流マグネトロンスパッタリング装置にセットし、

- ・スパッタガス：Ar、
- ・スパッタガス圧力： 5×10^{-3} Torr、
- ・スパッタ電力：100W(400V、0.25A)、

20

の条件で30時間大電力スパッタリングを行い、ターゲットに割れが発生したか否かを目視にて観察し、その結果を表5に示した。

【0027】**【表5】**

種別	合金粉末の種類	結晶化熱処理条件		ホットプレス条件		ターゲットの評価		
		結晶化温度(°C)	保持時間(h)	温度(°C)	圧力(MPa)	密度(%)	旋削割れ評価*	スパッタ割れ評価**
本発明法5	La-Sb系合金粉末	850	12	450	6.9	93.8	1個/10個	0個/9個
従来法5		—	—			—**	10個/10個	—

* 例えば、1個/10個は、旋盤研削中に10個のターゲットのうち1個のターゲットに割れが発生したことを示す。

** 例えば、0個/9個は、旋盤研削中に割れなかった9個のターゲットのうちスパッタ中に0個のターゲットに割れが発生したことを示す。

*** 密度の欄の「—」は、加工中に割れたため、測定不可能であったことを示す。

【0028】

本発明法6および従来法6

前記Ge-Te系合金粉末をAr雰囲気中、表6に示される結晶化温度および時間保持し

10

20

30

40

50

て結晶化熱処理し、この結晶化熱処理した合金粉末を解砕して $150\mu\text{m}$ 以下の結晶化合金粉末を作製し、この結晶化合金粉末をX線回折したところ、結晶質であることを確認した。この結晶質合金粉末を表6に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これら10個のホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数： 200rpm の条件で研削加工することにより直径： 300mm 、厚さ： 5mm の寸法を有する円盤状の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより本発明法6を実施した。

さらに、比較のために、先の非晶質であるGe-Te系合金粉末を結晶化熱処理することなく表6に示される温度および圧力でホットプレスすることにより10個のホットプレス体を作製し、これらホットプレス体を超硬バイトを使用し、旋盤回転数： 200rpm の条件で研削加工することにより直径： 300mm 、厚さ： 5mm の寸法を有する円盤状の相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することにより従来法6を実施した。

10

【0029】

これら本発明法6および従来法6で作製したそれぞれ10個のホットプレス体のうち旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを表6に示し、さらに相対密度を測定し、その結果を表6に示した。さらに、これら旋盤加工時に割れが発生しなかった相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットをモリブデン製の冷却用バックングプレートに純度： 99.999% 重量%のイリジウムろう材にてハンダ付けし、これを直流マグネトロンスパッタリング装置にセットし、

20

- ・スパッタガス： Ar 、
- ・スパッタガス圧力： $5 \times 10^{-3}\text{ Torr}$ 、
- ・スパッタ電力： 100W (400V 、 0.25A)、

の条件で30時間大電力スパッタリングを行い、ターゲットに割れが発生したか否かを目視にて観察し、その結果を表6に示した。

【0030】**【表6】**

種別	合金粉末の種類	結晶化熱処理条件		ホットプレス条件		ターゲットの評価		
		結晶化温度(°C)	保持時間(h)	温度(°C)	圧力(MPa)	密度(%)	旋削割れ評価*	スパッタ割れ評価**
本発明法6	Ge-Te系合金粉末	500	12	250	6.9	95.7	1個/10個	0個/9個
従来法6		—	—			—***	10個/10個	—

* 例えば、1個/10個は、旋盤研削中に10個のターゲットのうち1個のターゲットに割れが発生したことを示す。

** 例えば、0個/9個は、旋盤研削中に割れなかった9個のターゲットのうちスパッタ中に0個のターゲットに割れが発生したことを示す。

*** 密度の欄の「—」は、加工中に割れたため、測定不可能であったことを示す。

【0031】

表1～表6示される結果から、結晶化熱処理して結晶化させた相変化メモリ膜形成用合金粉末を使用してホットプレスする本発明法1～6により得られたターゲットは、結晶化熱処理しない非晶質の相変化メモリ膜形成用合金粉末を使用してホットプレスする従来法1～

10

20

30

40

50

6により得られたターゲットに比べて高密度であるところから機械的強度が高く、旋削加工時に割れが発生せず、さらにスパッタリング中にスパッタ割れが発生しない優れた特性のターゲットを製造することができることが分かる。

【 0 0 3 2 】

【 発明の効果 】

上述のように、この発明によると、一層優れた相変化メモリ膜形成用スパッタリングターゲットを製造することができ、したがって、光ディスクの生産効率の向上およびコスト削減を行うことができるとともに、光メディア産業の発展に大いに貢献し得るものである。

フロントページの続き

(51) Int.Cl. F I
G 1 1 B 7/26 (2006.01) B 4 1 M 5/26 X
G 1 1 B 7/26 5 3 1

(72) 発明者 山中 富美夫
兵庫県三田市テクノパ - ク 1 2 - 6 三菱マテリアル株式会社 三田工場内

審査官 鈴木 毅

(56) 参考文献 特開 2 0 0 0 - 0 8 7 2 2 8 (J P , A)
特開平 0 5 - 0 7 0 9 3 7 (J P , A)
特開昭 6 2 - 0 0 1 1 4 6 (J P , A)
特開 2 0 0 3 - 0 0 3 2 2 2 (J P , A)

(58) 調査した分野(Int.Cl. , DB名)
C22C 1/04