

(43) 国際公開日
2006 年 6 月 29 日 (29.06.2006)

PCT

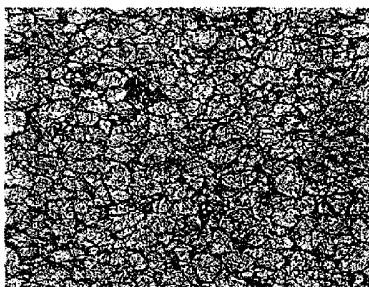
(10) 国際公開番号
WO 2006/067937 A1

- (51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) C22C 12/00 (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01) C22C 28/00 (2006.01)
G11B 7/26 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/021871
- (22) 国際出願日: 2005 年 11 月 29 日 (29.11.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2004-373058
2004 年 12 月 24 日 (24.12.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社
日鉱マテリアルズ (NIKKO MATERIALS CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒1050001 東京都港区虎ノ門二丁目 10 番
1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 高橋 秀行 (TAKA-
HASHI, Hideyuki) [JP/JP]; 〒3191535 茨城県北茨城市
華川町臼場 1 8 7 番地 4 株式会社日鉱マテリアルズ
磯原工場内 Ibaraki (JP).
- (74) 代理人: 小越 勇 (OGOSHI, Isamu); 〒1050002 東京都
港区愛宕一丁目 2 番 2 号 虎ノ門 9 森ビル 3 階 小越
国際特許事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が
可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR,
BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU,
ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK,
LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW,
MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO,
RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR,
TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可
能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD,

[続葉有]

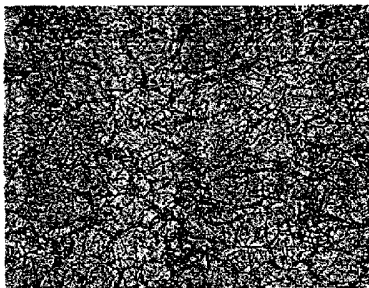
(54) Title: Sb-Te ALLOY SINTERING PRODUCT TARGET AND PROCESS FOR PRODUCING THE SAME

(54) 発明の名称: S b - T e 系合金焼結体ターゲット及びその製造方法



200 μ m

(57) Abstract: A sputtering target of Sb-Te alloy sintering product from atomized powder consisting of substantially spherical particles of an Sb-Te alloy, characterized in that the spherical atomized powder consists of particles having been flattened by crushing, and that flat particles exhibiting a ratio of minor axis to major axis (flattening degree) of ≤ 0.6 occupy $\geq 50\%$ of the whole particles. Further, there is provided such a target of Sb-Te alloy sintering product characterized in that particles whose major axis directions align within $\pm 45^\circ$ against the direction parallel to target surface occupy $\geq 60\%$ of the whole particles. Still further, there is provided such a target of Sb-Te alloy sintering product characterized in that the oxygen content of the target is ≤ 1500 wppm. Thus, the structure of Sb-Te alloy sputtering target can be uniformized and miniaturized, thereby inhibiting cracking of the sintered target and preventing arcing at the time of sputtering. Moreover, any surface ruggedness attributed to sputter erosion can be reduced, thereby enabling production of an Sb-Te alloy sputtering target of high quality.



100 μ m

(57) 要約: S b - T e 系合金のほぼ球状の粒子からなるアトマイズ粉を用いたスパッタリングターゲットであって、該球状のアトマイズ粉が押しつぶされて扁平になった粒子からなり、扁平粒子の短軸と長軸の比 (扁平率) が 0.6 以下である粒子が全体の 50% 以上を占めていることを特徴とする S b - T e 系合金焼結体ターゲット。長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内で揃っている粒子が全体の 60% 以上を占めることを特徴とする前記 S b - T e 系合金焼結体ターゲット。ターゲット中の酸素濃度が 1500 wppm 以下であることを特徴とする前記 S b - T e 系合金焼結体ターゲット。S b - T e 系合金スパッタリングターゲット組織の均一と微細化を図り、焼結ターゲットのクラック発生を抑制し、スパッタリング時にアーキングの発生を防止する。また、スパッタエロージョンによる表面の凹凸を減少させ、良好な品質の S b - T e 系合金スパッタリングターゲットを得る。



SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各*PCT*ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

Sb－Te系合金焼結体ターゲット及びその製造方法

技術分野

- [0001] この発明は、密度及び抗折力が高く、パーティクル発生を効果的に抑制することができるSb－Te系合金焼結体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、相変化記録用材料として、すなわち相変態を利用して情報を記録する媒体としてSb－Te系材料からなる薄膜が用いられるようになってきた。このSb－Te系合金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、操作性や皮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膜の形成は、陰極に設置したターゲットにAr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、対面している陽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被覆法は処理時間や供給電力等を調節することによって、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] 相変化記録膜用Sb－Te系合金材料からなる膜を形成する場合に、特に問題となるのは、スパッタリング時にパーティクルが発生したりあるいは異常放電(マイクロアーキング)やクラスター状(固まりになって付着)の薄膜形成の原因となるノジュール(突起物)の発生や、スパッタリングの際にターゲットのクラック又は割れが発生したりすること、さらにはターゲット用焼結粉の製造工程で多量に酸素等のガス成分を吸収することである。

ターゲットのクラック又は割れの発生は、ターゲットの密度及び強度(抗折力)が低いためである。このようなターゲット又は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。

[0005] 上記の問題は、焼結用粉末の粒径又はターゲットの構造や性状によって大きく影響を受けることが分かっている。しかしながら、従来は相変化記録層を形成するためのSb-Te系合金スパッタリングターゲットを製造する際に、焼結によって得られるターゲットが十分な特性を保有していないということもあって、スパッタリングの際の、パーティクルの発生、異常放電、ノジュールの発生、ターゲットのクラック又は割れの発生、さらにはターゲット中に含まれる多量の酸素等のガス成分を避けることができなかった。

[0006] 従来のSb-Te系スパッタリング用ターゲットの製造方法として、Ge-Te合金、Sb-Te合金について不活性ガスアトマイズ法により急冷した粉末を作製し、Ge/Te=1/1、Sb/Te=0.5~2.0なる割合をもつ合金を均一に混合した後加圧焼結を行うGe-Sb-Te系スパッタリング用ターゲットの製造方法が開示されている(例えば特許文献1参照)。

また、Ge、Sb、Teを含む合金粉末のうち、タップ密度(相対密度)が50%以上になる粉末を型に流し込み、冷間もしくは温間で加圧し、冷間加圧後の密度が95%以上である成形材をArもしくは真空雰囲気中で熱処理を施すことにより焼結することにより、該焼結体の含有酸素量が700ppm以下であることを特徴とするGe-Sb-Te系スパッタリングターゲットの製造方法及びこれらに使用する粉末をアトマイズ法により製造する技術の記載がある(例えば特許文献2参照)。

[0007] また、Ge、Sb、Teを含む原料について不活性ガスアトマイズ方法により急冷した粉末を作製し、該粉末の内20 μ m以上であり、かつ単位重量当たりの比表面積が300 mm^2/g 以下である粒度分布を有する粉末を使用し、冷間もしくは温間にて加圧成形した成形体を焼結するGe-Sb-Te系スパッタリングターゲット材の製造方法の記載がある(例えば、特許文献3参照)。

この他にアトマイズ粉を使用してターゲットを製造する技術としては、下記特許文献4、5、6がある。

しかし、以上の特許文献については、アトマイズ粉をそのまま使用するもので、ターゲットの十分な強度が得られておらず、またターゲット組織の微細化及び均質化が達成されているとは言い難い。また、許容される酸素含有量も高く、相変化記録層を形

成するためのSb-Te系スパッタリングターゲットとしては、十分とは言えないという問題がある。

[0008] 特許文献1:特開2000-265262号公報

特許文献2:特開2001-98366号公報

特許文献3:特開2001-123266号公報

特許文献4:特開昭10-81962号公報

特許文献5:特開2001-123267号公報

特許文献6:特開2000-129316号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明は、上記の諸問題点の解決、特にスパッタリングの際の、パーティクルの発生、異常放電、ノジュールの発生、ターゲットのクラック又は割れの発生等を効果的に抑制し、さらにターゲット中に含まれる酸素等のガス成分を減少させることのできるターゲット焼結用Sb-Te系合金粉末、特にAg-In-Sb-Te合金又はGe-Sb-Te合金からなる相変化記録層を形成するためのスパッタリング用Sb-Te系合金焼結体ターゲット及びその製造方法を提供するものである。

課題を解決するための手段

[0010] 上記問題点を解決するための技術的な手段は、安定しかつ均質な相変化記録層は、粉末の性状並びにターゲットの構造及び特性を工夫することによって得ることができるとの知見を得た。

この知見に基づき、本発明は

1. Sb-Te系合金のほぼ球状の粒子からなるアトマイズ粉を用いたスパッタリングターゲットであって、該球状のアトマイズ粉が押つぶされて扁平になった粒子からなり、扁平粒子の短軸と長軸の比(扁平率)が0.6以下である粒子が全体の50%以上を占めていることを特徴とするSb-Te系合金焼結体ターゲット
2. 長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内で揃っている粒子が全体の60%以上を占めることを特徴とする上記1記載のSb-Te系合金焼結体ターゲット

3. ターゲット中の酸素濃度が1500wtppm以下であることを特徴とする上記1又は2記載のSb-Te系合金焼結体ターゲット
4. ターゲット中の酸素濃度が1000wtppm以下であることを特徴とする上記1又は2記載のSb-Te系合金焼結体ターゲット
5. ターゲット中の酸素濃度が500wtppm以下であることを特徴とする上記1又は2記載のSb-Te系合金焼結体ターゲット
6. Sb-Te系合金のほぼ球状の粒子からなるアトマイズ粉を用いてプレス成形及び焼結してスパッタリングターゲットを製造する方法において、前記球状のアトマイズ粉を押つぶして扁平とし、焼結体ターゲット中に存在する扁平粒子の短軸と長軸の比(扁平率)が0.6以下である粒子が全体の50%以上を占めるように製造することを特徴とするSb-Te系合金焼結体ターゲットの製造方法。
7. 長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内で揃っている粒子が全体の60%以上を占めるように製造することを特徴とする上記6記載のSb-Te系合金焼結体ターゲットの製造方法、を提供する。

なお、上記1～7の発明の構成要件において、公知技術が存在しない限り、それぞれ独立した上記1又は6のみで、発明としての条件を十分に満たしていることは、理解されるべきである。従属する構成要件、すなわち上記2、3、4、5、7は、それぞれ好ましい付随する要件である。これらも亦、上記1又は8の構成要件に結合されることにより、新たな発明として成立するものである。

発明の効果

- [0011] Sb-Te系合金焼結体は、ターゲットの仕上げの段階で、切削加工との機械加工を行うが、通常の機械加工では表面の加工変質層に大量のクラック等の歪が発生し、これがパーティクル発生の原因となっていたが、本発明は、高密度及び高抗折力を備えているので、ターゲット使用開始直後から、このようなクラック又は割れが原因となるノジュール及びパーティクルの発生を大幅に減少させることが可能となった。また、酸素含有量を減少させ、純度を上げることにより、不純物(酸化物)を起点とする異常放電(アーキング)を防止することが可能となり、アーキングによるパーティクルの発生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

[0012] [図1]実施例1のターゲット表面の顕微鏡写真を示す(aは表示スケール200 μ mの場合、bは表示スケール100 μ mの場合である)。

[図2]比較例1のターゲット表面の顕微鏡写真を示す(aは表示スケール250 μ mの場合、bは表示スケール50 μ mの場合である)。

発明を実施するための最良の形態

[0013] 本発明は、Sb-Te系合金のほぼ球形のガスアトマイズ粉末を使用し、これをプレス成形し、焼結してスパッタリングターゲットを得る。

通常、Sb-Te系合金ターゲットとしてはSbを10～90at%含有するもの、特にSbを20～80at%含有するSn-Te系合金が用いられる。しかし、本願発明は、このような成分範囲に限定されるものではなく、この成分範囲外でも適用できることは言うまでもない。

一般に、ガスアトマイズ粉は、機械粉末に比べ極めて微細な粉末を得ることができ、粉砕機械の使用による汚染が防止できるので、そのまま焼結粉末として使用するのが望ましいと言える。このガスアトマイズ粉を用いて焼結したターゲットは、その表面粗さRaを0.1 μ m以下に小さく加工することが容易となり、後述するように、機械粉砕した粉末に比べ特性上優れている。

[0014] 本発明の、スパッタリングターゲットは、ほぼ球状の粒子からなるSb-Te系合金のアトマイズ粉を用いるものであり、このアトマイズ粉をプレスし、さらに焼結することにより、焼結体ターゲット組織の中に、球状のアトマイズ粉が押つぶされて扁平になった粒子が形成され、この扁平粒子の短軸と長軸の比(扁平率)が0.6以下である粒子が、全体の50%以上を占めていることが最も大きな特徴の一つである。

このようなターゲット組織は、密度を向上させることができ、抗折力も著しく高くなる。したがって、本発明の高密度・高強度Sb-Te系合金焼結体ターゲットは、製造工程においてクラック又は割れの発生を著しく減少させることができる。そして、ターゲットのクラック又は割れに起因するノジュール及びパーティクル発生を効果的に抑制することができる。

[0015] 特に、前記扁平粒子の長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内で

揃っている粒子が全体の60%以上を占めることがより望ましい。これによって、ターゲットの密度の向上及び抗折力の向上が安定して得られる。但し、この扁平粒子の長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内とすることは付随的なもので、扁平粒子の短軸と長軸の比(扁平率)が0.6以下である粒子が全体の50%以上を占めていることが、ターゲットのクラック又は割れに起因するノジュール及びパーティクル発生を効果的に抑制することができる主要因であることは勿論である。

- [0016] また、Sb-Te系合金焼結体スパッタリングターゲットの酸素を減少させ、純度を上げることにより、酸化物を起点とする異常放電(アーキング)を効果的に防止することが可能となり、したがってこのアーキングによるノジュール及びパーティクルの発生を抑制することができる。

不純物である酸素はできるだけ低い方が望ましいが、特に含有量を1500wtppm以下とすることが良い。これを超える酸素の含有は、酸化物量を増加させ不純物発生の原因となり易い。酸素含有量を下げ、酸化物量を減少させることは、アーキングを防止し、このアーキングによるノジュール及びパーティクルの発生を抑制することにつながる。

- [0017] 本発明のSb-Te系合金焼結体スパッタリングターゲットには、添加元素として、Ag、In、Ga、Ti、Au、Pt、Pdから選択した1種以上の元素を最大25a%含有させることができる。この範囲であれば、所望のガラス転移点や変態速度を得ることができると同時に、機械加工によって導入される表面欠陥を最小限に抑えることが可能となり、パーティクルも効果的に抑制することができる。

一般に、スパッタリング後のエロージョン面は、表面粗さRaが $1\mu\text{m}$ 以上の粗い面となり、スパッタリングの進行と共にさらに粗くなる傾向になるが、本発明の高密度Sb-Te系合金スパッタリングターゲットは、スパッタリングした後のエロージョン面の表面粗さRaが $0.4\mu\text{m}$ 以下を維持でき、ノジュール及びパーティクル発生を効果的に抑制し、特異なSb-Te系合金スパッタリングターゲットを得ることができる。

- [0018] このように、均一かつ特異な微細な組織を持つ本願発明のSb-Te系合金ターゲットは、クラックや割れに起因するパーティクル発生を抑制できる。

また、組織微細化によりスパッタ膜も面内及びロット間の組成変動が抑えられ、相変

化記録層の品質が安定するというメリットがある。そして、このようにスパッタリングの際の、パーティクルの発生、異常放電、ノジュールの発生等を効果的に抑制することができる。

さらに、本発明のSb-Te系スパッタリングターゲットにおいて、酸素等のガス成分含有量を1500ppm以下、特に1000ppm以下さらには、酸素等のガス成分含有量を500ppm以下とすることができる。このような酸素等のガス成分の低減は、ノジュール、パーティクル、異常放電の発生をさらに低減することができる。

実施例

[0019] 本発明の実施例について説明する。なお、本実施例はあくまで一例であり、この例に制限されるものではない。すなわち、本発明の技術思想の範囲内で、実施例以外の態様あるいは変形を全て包含するものである。また、以下の実施例は、本願発明が容易に理解されかつ実施可能なように、本願請求の範囲に記載する条件を全て含む好適な例として記載されている。しかし、これらの条件の全て含むことが発明の要件とされるべきではない。すなわち、実施例の一部の条件であっても、公知技術が存在しない限り、発明が成立することは理解されるべきである。

[0020] (実施例1)

$\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ 合金原料を、ガスアトマイズ装置を使用し、ノズル径2.00mmφ、噴射ガスとしてアルゴン(100kgf/cm²)を使用して780°Cで噴射しアトマイズ粉を製造した。これによって、きれいな球形の粉末が得られた。このガスアトマイズ粉の酸素含有量は250ppmであった。

さらに、このアトマイズ粉をプレス及び焼結を行った。プレス圧は150kgf/cm²であり、プレス温度を600°Cとした。このようにして得た焼結体を機械加工し、さらに研磨して、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ 合金ターゲットとした。

[0021] この結果、ターゲットの組織における扁平率(短軸と長軸の比)0.6以上の粒子比率は80%を占めていた。また、このターゲットの酸素濃度は350ppm、組織の扁平方位の割合(長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に±45°以内で揃っている粒子)は、90%であった。さらに、相対密度は100%、抗折力は70MPaであった。そして、割れ又はクラックの発生は全くみとめられなかった。この結果を表1に示す。ま

た、このようにして得たターゲット表面の顕微鏡写真を図1(a、b)に示す。aは表示スケール200 μ mの場合、bは表示スケール100 μ mの場合である。両図において、プレス方向は図(写真)の上下方向である。

[0022] このターゲットを用いてスパッタリングを実施した。この結果、アーキングの発生がなく、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数、ノジュール個数の結果を、同様に表1に示す。

表1に示すように、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数はそれぞれ、30個／ウェハー、ターゲットのノジュール個数が50個／ターゲットであり、優れたターゲットが得られた。

[0023] [表1]

材料	単位	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
		GST	AlST	GST	GST	GST	AlST
プレス圧	kgf/cm ²	150	200	75	150	150	200
プレス温度		600	500	600	500	600	400
扁平率(≧0.6)	%	80	85	30	20	30	20
原料粉形状		G.A.	G.A.	G.A.	G.A.	機械粉碎	G.A.
G.A.酸素濃度	wtpm	250	140	250	250	N.A.	120
ターゲット酸素濃度	wtpm	350	160	350	350	1800	160
組織扁平方位割合	%	90	80	70	60	35	70
相対密度	%	100	95	81	85	99	80
抗折力	MPa	70	72	52	55	60	48
100kWhまで平均P数	個/wafer	30	21	102	85	150	90
ノズル個数	個/ターゲット	50	35	≧300	240	≧300	≧300

GST: Ge-Sb-Te合金
AlST: Ag-In-Sb-Te合金
G.A.: ガスアトマイズ粉
N.A.: 不適用

[0024] (実施例2)

Ag₅In₅Sb₇₀Te₂₀ 合金原料を、ガスアトマイズ装置を使用し、ノズル径2.00mm φ、噴射ガスとしてアルゴン(100kgf/cm²)を使用して780° Cで噴射しアトマイズ粉を製造した。これによって、きれいな球形の粉末が得られた。このガスアトマイズ粉の酸素含有量は140ppmであった。

さらに、このアトマイズ粉をプレス及び焼結を行った。プレス圧は $200\text{kgf}/\text{cm}^2$ であり、プレス温度を 500°C とした。このようにして得た焼結体を機械加工し、さらに研磨して、 Ag-In-Sb-Te 合金ターゲットとした。

- [0025] この結果、ターゲットの組織における扁平率(短軸と長軸の比)0.6以上の粒子比率は85%を占めていた。また、このターゲットの酸素濃度は160ppm、組織の扁平方位の割合(長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内で揃っている粒子)は、80%であった。さらに、相対密度は95%、抗折力は72MPaであった。そして、割れ又はクラックの発生は全くみとめられなかった。この結果を表1に示す。

このターゲットを用いてスパッタリングを実施した。この結果、アーキングの発生がなく、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数、ノジュール個数の結果を、同様に表1に示す。

表1に示すように、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数はそれぞれ、21個/ウエハー、ターゲットのノジュール個数が35個/ターゲットであり、優れたターゲットが得られた。

- [0026] (比較例1)

$\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ 合金原料を、ガスアトマイズ装置を使用し、ノズル径 $2.00\text{mm}\phi$ 、噴射ガスとしてアルゴン($100\text{kgf}/\text{cm}^2$)を使用して 780°C で噴射しアトマイズ粉を製造した。これによって、きれいな球形の粉末が得られた。このガスアトマイズ粉の酸素含有量は250ppmであった。

さらに、このアトマイズ粉をプレス及び焼結を行った。プレス圧は $75\text{kgf}/\text{cm}^2$ であり、プレス温度を 600°C とした。このようにして得た焼結体を機械加工し、さらに研磨して、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ 合金ターゲットとした。

- [0027] この結果、ターゲットの組織における扁平率(短軸と長軸の比)0.6以上の粒子比率は30%と低かった。また、このターゲットの酸素濃度は350ppm、組織の扁平方位の割合(長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内で揃っている粒子)は70%であった。この結果、相対密度は81%と低く、抗折力は52MPaと著しく低下した。そして、ターゲットにクラックの発生が認められた。この結果を表1に示す。また、このようにして得たターゲット表面の顕微鏡写真を図2(a、b)に示す。aは表示ス

ケール250 μ mの場合、bは表示スケール50 μ mの場合である。実施例1と同様にプレス方向は図(写真)の上下方向である。

- [0028] このターゲットを用いてスパッタリングを実施した。この結果、アーキングの発生があり、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数、ノジュール個数の結果を、同様に表1に示す。

表1に示すように、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数は102個/ウェハーと異常に多く、ターゲットのノジュール個数が300個/ターゲット以上となり、品質の悪いターゲットとなった。

- [0029] (比較例2)

$\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ 合金原料を、ガスアトマイズ装置を使用し、ノズル径2.00mm ϕ 、噴射ガスとしてアルゴン(100kgf/cm²)を使用して780° Cで噴射しアトマイズ粉を製造した。これによって、きれいな球形の粉末が得られた。このガスアトマイズ粉の酸素含有量は250ppmであった。

さらに、このアトマイズ粉をプレス及び焼結を行った。プレス圧は150kgf/cm²であり、プレス温度を500° Cとした。このようにして得た焼結体を機械加工し、さらに研磨して、 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ 合金ターゲットとした。

- [0030] この結果、ターゲットの組織における扁平率(短軸と長軸の比)0.6以上の粒子比率は20%と低かった。また、このターゲットの酸素濃度は350ppm、組織の扁平方位の割合(長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内で揃っている粒子)は60%であった。この結果、相対密度は85%と低く、抗折力は55MPaと著しく低下した。そして、ターゲットにクラックの発生が認められた。この結果を表1に示す。

- [0031] このターゲットを用いてスパッタリングを実施した。この結果、アーキングの発生があり、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数、ノジュール個数の結果を、同様に表1に示す。

表1に示すように、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数は85個/ウェハーと多く、ターゲットのノジュール個数が240個/ターゲット以上となり、品質の悪いターゲットとなった。

- [0032] (比較例3)

Ge、Sb、Teのそれぞれの原料粉を機械粉碎し、粉碎後の粉末原料を $\text{Ge}_{\frac{1}{2}}\text{Sb}_{\frac{1}{2}}\text{Te}_{\frac{5}{2}}$ の組成比となるように調合及び混合し、プレス及び焼結を実施した。

プレス圧は $150\text{kgf}/\text{cm}^2$ であり、プレス温度を 600°C とした。このようにして得た焼結体を機械加工し、さらに研磨して、 $\text{Ge}_{\frac{1}{2}}\text{Sb}_{\frac{1}{2}}\text{Te}_{\frac{5}{2}}$ 合金ターゲットとした。

[0033] この結果、ターゲットの組織における扁平率(短軸と長軸の比)0.6以上の粒子比率は30%と低かった。また、このターゲットの酸素濃度は1800ppmと増大した。組織の扁平方位の割合(長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内で揃っている粒子)は35%であった。この結果、機械粉碎粉を原料としたために相対密度は99%と高いが、抗折力は60MPaと低下した。そして、ターゲットにクラックの発生が認められた。この結果を表1に示す。

[0034] このターゲットを用いてスパッタリングを実施した。この結果、アーキングの発生があり、 $100\text{kW}\cdot\text{hr}$ までのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数、ノジュール個数の結果を、同様に表1に示す。

表1に示すように、 $100\text{kW}\cdot\text{hr}$ までのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数は150個/ウェハーと異常に多く、ターゲットのノジュール個数が300個/ターゲット以上となり、品質の悪いターゲットとなった。

[0035] (比較例4)

$\text{Ag}_{\frac{1}{5}}\text{In}_{\frac{1}{5}}\text{Sb}_{\frac{7}{10}}\text{Te}_{\frac{2}{10}}$ 合金原料を、ガスアトマイズ装置を使用し、ノズル径 $2.00\text{mm}\phi$ 、噴射ガスとしてアルゴン($100\text{kgf}/\text{cm}^2$)を使用して 780°C で噴射しアトマイズ粉を製造した。これによって、きれいな球形の粉末が得られた。このガスアトマイズ粉の酸素含有量は120ppmであった。

さらに、このアトマイズ粉をプレス及び焼結を行った。プレス圧は $200\text{kgf}/\text{cm}^2$ であり、プレス温度を 400°C とした。このようにして得た焼結体を機械加工し、さらに研磨して、 Ag-In-Sb-Te 合金ターゲットとした。

[0036] この結果、ターゲットの組織における扁平率(短軸と長軸の比)0.6以上の粒子比率は20%と低かった。また、このターゲットの酸素濃度は160ppm、組織の扁平方位の割合(長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内で揃っている粒子)は70%であった。この結果、相対密度は80%と低く、抗折力は48MPaと著しく低

下した。そして、ターゲットにクラックの発生が認められた。この結果を表1に示す。

- [0037] このターゲットを用いてスパッタリングを実施した。この結果、アーキングの発生があり、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数、ノジュール個数の結果を、同様に表1に示す。

表1に示すように、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数は90個／ウェハーと異常に多く、ターゲットのノジュール個数が300個／ターゲット以上となり、品質の悪いターゲットとなった。

- [0038] (比較例5)

$\text{Ag}_{\frac{5}{5}}\text{In}_{\frac{5}{5}}\text{Sb}_{\frac{70}{70}}\text{Te}_{\frac{20}{20}}$ 合金原料を、ガスアトマイズ装置を使用し、ノズル径2.00mmφ、噴射ガスとしてアルゴン(100kgf/cm²)を使用して780° Cで噴射しアトマイズ粉を製造した。これによって、球形の粉末が得られた。このガスアトマイズ粉の酸素含有量は180ppmであった。

さらに、このアトマイズ粉をプレス及び焼結を行った。プレス圧は200kgf/cm²であり、プレス温度を500° Cとした。このようにして得た焼結体を機械加工し、さらに研磨して、Ag-In-Sb-Te合金ターゲットとした。

- [0039] この結果、ターゲットの組織における扁平率(短軸と長軸の比)0.6以上の粒子比率は60%であった。また、このターゲットの酸素濃度は210ppm、組織の扁平方位の割合(長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に±45° 以内で揃っている粒子)は55%であった。この扁平方位の割合は、本願発明の60%以上という条件を満たしていなかった。以上の結果、相対密度は83%と低く、抗折力は57MPaと著しく低下した。そして、ターゲットにクラックの発生が認められた。この結果を表1に示す。

- [0040] このターゲットを用いてスパッタリングを実施した。この結果、アーキングの発生があり、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数、ノジュール個数の結果を、同様に表1に示す。

表1に示すように、100kW・hrまでのスパッタリングを実施した場合の、パーティクル発生個数は62個／ウェハーと多く、ターゲットのノジュール個数が120個／ターゲットとなり、品質の悪いターゲットとなった。

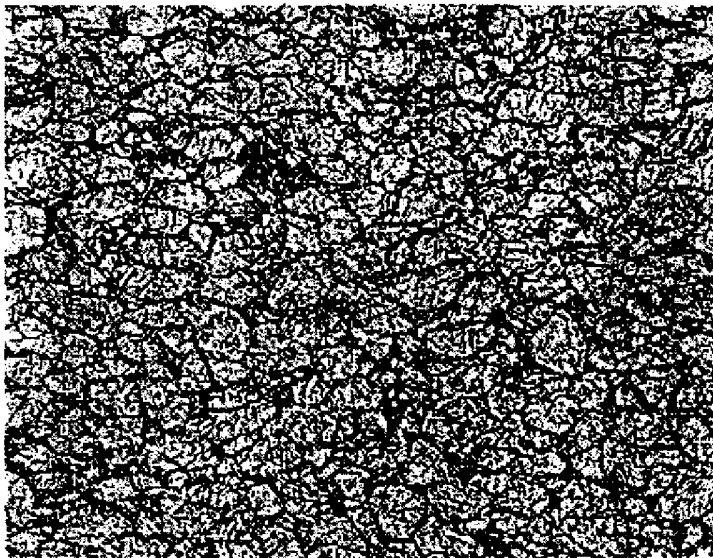
産業上の利用可能性

[0041] 本発明のSb-Te系合金焼結体は、ターゲットの仕上げの段階で、切削加工との機械加工を行うが、通常の機械加工では表面の加工変質層に大量のクラック等の歪が発生し、これがパーティクル発生の原因となっていたが、本発明は、高密度及び高抗折力を備えているので、ターゲット使用開始直後から、このようなクラック又は割れが原因となるノジュール及びパーティクルの発生を大幅に減少させることが可能となった。また、酸素含有量を減少させ、純度を上げることにより、不純物(酸化物)を起点とする異常放電(アーキング)を防止することが可能となり、アーキングによるパーティクルの発生を抑制することができるという優れた効果を有するため、相変化記録用材料、すなわち相変態を利用して情報を記録する媒体として極めて有用である。

請求の範囲

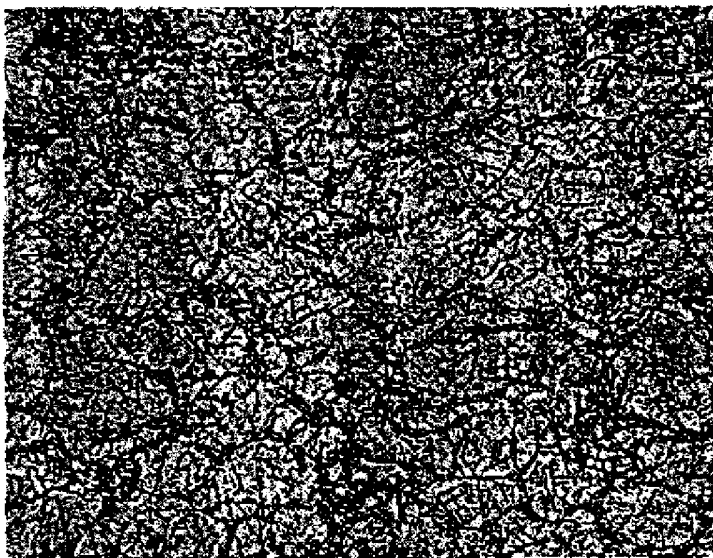
- [1] Sb-Te系合金のほぼ球状の粒子からなるアトマイズ粉を用いたスパッタリングターゲットであって、該球状のアトマイズ粉が押つぶされて扁平になった粒子からなり、扁平粒子の短軸と長軸の比(扁平率)が0.6以下である粒子が全体の50%以上を占めていることを特徴とするSb-Te系合金焼結体ターゲット。
- [2] 長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内で揃っている粒子が全体の60%以上を占めることを特徴とする請求項1記載のSb-Te系合金焼結体ターゲット。
- [3] ターゲット中の酸素濃度が1500wtppm以下であることを特徴とする請求項1又は2記載のSb-Te系合金焼結体ターゲット。
- [4] ターゲット中の酸素濃度が1000wtppm以下であることを特徴とする請求項1又は2記載のSb-Te系合金焼結体ターゲット。
- [5] ターゲット中の酸素濃度が500wtppm以下であることを特徴とする請求項1又は2記載のSb-Te系合金焼結体ターゲット。
- [6] Sb-Te系合金のほぼ球状の粒子からなるアトマイズ粉を用いてプレス成形及び焼結してスパッタリングターゲットを製造する方法において、前記球状のアトマイズ粉を押つぶして扁平とし、焼結体ターゲット中に存在する扁平粒子の短軸と長軸の比(扁平率)が0.6以下である粒子が全体の50%以上を占めるように製造することを特徴とするSb-Te系合金焼結体ターゲットの製造方法。
- [7] 長軸の向きがターゲット表面に平行な方向に $\pm 45^\circ$ 以内で揃っている粒子が全体の60%以上を占めるように製造することを特徴とする請求項6記載のSb-Te系合金焼結体ターゲットの製造方法。

[図1]



200 μ m

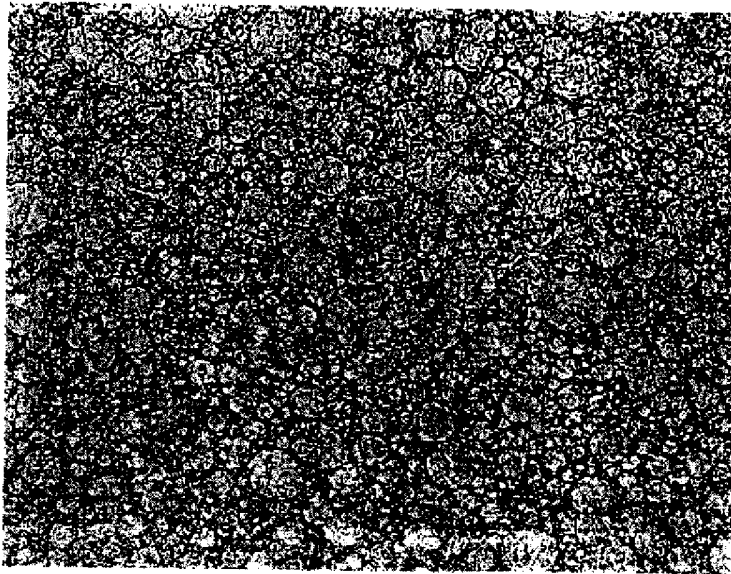
a



100 μ m

b

[図2]



250 μ m

a



50 μ m

b

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/021871

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C14/34 (2006.01), **B22F1/00** (2006.01), **G11B7/26** (2006.01), **C22C12/00** (2006.01), **C22C28/00** (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C23C14/34 (2006.01), **B22F1/00** (2006.01), **B22F9/08** (2006.01), **G11B7/26** (2006.01), **C22C12/00** (2006.01), **C22C28/00** (2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
WPI (DIALOG)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2004-162109 A (Nikko Materials Co., Ltd.), 10 June, 2004 (10.06.04), Claims 1, 7; Par. No. [0008] & WO 2004/044260 A1	1-7
Y	JP 2002-358699 A (Nikko Materials Co., Ltd.), 13 December, 2002 (13.12.02), Claim 1; Par. No. [0010] & WO 2002/099156 A1 & EP 1394284 A1	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
19 December, 2005 (19.12.05)

Date of mailing of the international search report
17 January, 2006 (17.01.06)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C23C14/34 (2006.01), B22F1/00 (2006.01), G11B7/26 (2006.01), C22C12/00 (2006.01), C22C28/00 (2006.01)

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C23C14/34 (2006.01), B22F1/00 (2006.01), B22F9/08 (2006.01), G11B7/26 (2006.01), C22C12/00 (2006.01), C22C28/00 (2006.01)

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI (DIALOG)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	J P 2004-162109 A (株式会社日鉱マテリアルズ) 2004.06.10, 請求項1, 7, 段落【0008】 & WO 2004/044260 A1	1-7
Y	J P 2002-358699 A (株式会社日鉱マテリアルズ) 2002.12.13, 請求項1, 段落【0010】 & WO 2002/099156 A1 & EP 1394284 A1	1-7

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

19.12.2005

国際調査報告の発送日

17.01.2006

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

田中 則充

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

4G

9730