

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2015年10月1日(01.10.2015)



(10) 国際公開番号

WO 2015/146604 A1

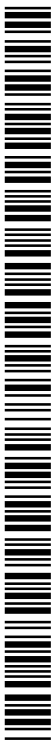
- (51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) B22F 9/08 (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01) C22C 19/03 (2006.01)
B22F 3/14 (2006.01) G11B 5/851 (2006.01)
B22F 3/15 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/057265
- (22) 国際出願日: 2015年3月12日(12.03.2015)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2014-067132 2014年3月27日(27.03.2014) JP
特願 2014-068680 2014年3月28日(28.03.2014) JP
- (71) 出願人: J X 日鉱日石金属株式会社 (JX NIPPON MINING & METALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008164 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 大橋 一允 (OHASHI Kazumasa); 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場187番地4 J X 日鉱日石金属株式会社 磯原工場内 Ibaraki (JP). 小田 国博 (ODA Kunihiro); 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場187番地4 J X 日鉱日石金属株式会社 磯原工場内 Ibaraki (JP).
- (74) 代理人: 小越 勇, 外 (OGOSHI Isamu et al.); 〒1050001 東京都港区虎ノ門2丁目9番14号 発明会館5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, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, 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, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: SPUTTERING TARGET COMPRISING Ni-P ALLOY OR Ni-Pt-P ALLOY AND PRODUCTION METHOD THEREFOR

(54) 発明の名称: Ni-P合金又はNi-Pt-P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

(57) Abstract: Provided is a production method for a Ni-P alloy sputtering target, said production method being characterized in that: a Ni-P alloy that comprises 15-21 wt% of P and a remainder of Ni and unavoidable impurities is melted, the result is atomized in order to prepare a Ni-P alloy atomized powder having an average particle size of 100 μm or less, pure Ni atomized powder is subsequently mixed with the Ni-P alloy atomized powder, and the result is hot pressed. The present invention addresses the problem of providing a production method for a Ni-P alloy sputtering target in which deviation from a target composition is small.

(57) 要約: P含有量が15~21wt%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-P合金を溶解し、アトマイズ加工して、平均粒径100μm以下のNi-P合金アトマイズ加工粉を作製した後、このNi-P合金アトマイズ加工粉に純Niアトマイズ粉を混合し、これをホットプレスすることを特徴とするNi-P合金スパッタリングターゲットの製造方法。本発明は、目標組成からのズレが小さい、Ni-P合金スパッタリングターゲットの製造方法を提供することを課題とする。



WO 2015/146604 A1

明 細 書

発明の名称：

Ni-P合金又はNi-Pt-P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、スパッタリング法で薄膜を形成するために用いられるNi-P合金又はNi-Pt-P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に関する。

背景技術

[0002] ハードディスクなどの磁気記録媒体にはNi-P合金やNi-Pt-P合金からなる薄膜が使用されている。このような薄膜は、通常Ni-P合金又はNi-Pt-P合金からなるターゲットをスパッタリングすることによって形成されている。スパッタリングとは、周知の通り、Arイオンをターゲットに向けて照射し、その衝撃エネルギーによりターゲットから粒子を叩き出し、これをターゲットに対向する基板に、ターゲット材料から構成される物質を基本成分とする薄膜を形成する成膜方法である。ターゲット材料が高エネルギー状態で基板表面に衝突、堆積するため、緻密な膜を形成することができる。

[0003] Ni-P合金ターゲットに関して、例えば、特許文献1には、酸素含有量10wtppm以下のNi-P合金地金を溶解し、不活性ガス雰囲気中でアトマイズ加工して、平均粒径100 μ m以下のアトマイズ粉とした後、ホットプレス又は熱間静水圧プレスすることを特徴とする、Pを12~24at%、酸素含有量が100wtppm以下であり、残部Ni及び不可避免的不純物からなるNi-P合金スパッタリングターゲットが開示されている。また、この発明によれば、異常放電を抑制することができ、パーティクル発生を防止できることが記載されている。

[0004] 特許文献2には、NiとPとを主要成分とするガスアトマイズ粉末を得た

後、得られたガスアトマイズ粉を、分級および／または粉砕により最大粒径 $100\ \mu\text{m}$ 以下とし、次いで加圧焼結することを特徴とする Ni-P 系ターゲットの製造方法、また、最大粒径 $100\ \mu\text{m}$ 以下、含有酸素量 $300\ \text{ppm}$ 以下であることを特徴とする Ni-P 系ターゲットが開示されている。この発明によれば、ターゲットのエロージョン部の表面粗さが $10\ \mu\text{m Rmax}$ より細かくなり、異物の発生を抑制できることが記載されている。

[0005] 特許文献3には、スパッタリングターゲットの製造方法として、粉末を熱間で固化成形したものを $144\ \text{C/hr} \sim 36000\ \text{C/hr}$ の冷却速度で、成形温度近傍から $300\ \text{C}$ まで冷却することで、スパッタリングターゲットに歪を与えて、透磁率を低減することが開示されている。なお、実施例189には、ガスアトマイズ法によって作製した Ni-P 合金粉末を $950\ \text{C}$ でHIP（熱間静水圧プレス）成形することが記載されているが、このような高温では液相が生じてしまい、組織が脆くターゲット形状に加工できない。

[0006] ところで、上記のように Ni-P 合金を溶解してアトマイズ加工した場合、P が大量に蒸散してしまい、目標組成と異なる組成の（組成ズレした）アトマイズ粉が形成されてしまうという問題が生じていた。そして、このような組成ズレが発生したアトマイズ粉を用いてホットプレス又は熱間静水圧プレスした場合、得られたターゲット中の組成が不均一となるという問題が生じた。さらに、密度も上がらず、高密度のターゲットが得られないという問題があった。

[0007] また、本出願人は以前、Ni合金スパッタリングターゲットについて、次の技術を提供した。特許文献4では、Ni-Pt合金の純度を高めることにより、Ni-Pt合金インゴットの硬度を著しく低下させて圧延を可能とし、圧延ターゲットを安定的に効率良く製造する技術を提供した。また、特許文献5では、ニッケル合金インゴットを鍛造、圧延などを行い、粗大結晶粒を含まないニッケル合金ターゲットを提供した。

[0008] これらの技術は、従来の方法で作製されたターゲットに比べて、ターゲット

の割れやクラックの発生を防止し、スパッタリングの異常放電に起因するパーティクルの発生を格段に抑制できるという優れた効果を有するものであるが、ニッケル合金自体が、非常に硬く脆いという性質があるため、これを圧延した場合に生じる粒界割れを抑制するには必然的に限界があった。

先行技術文献

特許文献

- [0009] 特許文献1：特開2000-309865号公報
特許文献2：特開2001-295033号公報
特許文献3：特許第5337331号
特許文献4：特開2010-47843号公報
特許文献5：特開2003-213406号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0010] 本発明は、組成が均一で、密度が高く、安定的な成膜が可能な、パーティクル発生が少ないNi-P合金スパッタリングターゲット、及び目標組成からのズレが小さいNi-P合金スパッタリングターゲットの製造方法を提供することを課題とする。また、本発明は、粉末冶金法により、高密度のNi-Pt-Pスパッタリングターゲットを安定して効率良く製造する技術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

- [0011] 本発明者らは、上記の問題を解決するため鋭意研究を行った結果、Ni-P合金については、原料粉末として融点の高いNi-P合金粉末と純Ni粉末とを混合焼結することにより、Pの蒸散を抑制することができるとともに、P含有量を厳密に制御することができるという知見を得た。また、Ni-Pt-P合金については、Ni原料粉末に所定量のP（リン）を添加することで、焼結体ターゲットの密度を向上させることができるという知見を得た。本発明者らは、この知見に基づいて、以下の発明を提供する。

- 1) Pを1～10 at%含有し、残部がNi及び不可避的不純物からなり、密度が90%以上であることを特徴とするNi-P合金スパッタリングターゲット。
- 2) ターゲット中の組成ばらつきが5%以内であることを特徴とする上記1)記載のNi-P合金スパッタリングターゲット。
- 3) ターゲットの平均結晶粒径が100 μm以下であることを特徴とする上記1)又は2)記載のNi-P合金スパッタリングターゲット。
- 4) Pを15～21 wt%含有し、残部がNi及び不可避的不純物からなるNi-P合金を溶解し、アトマイズ加工して、平均粒径100 μm以下のNi-P合金アトマイズ加工粉を作製した後、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉を混合し、これをホットプレスすることを特徴とするNi-P合金スパッタリングターゲットの製造方法。
- 5) ホットプレスした後、熱間静水圧プレスすることを特徴とする上記4)記載のNi-P合金スパッタリングターゲットの製造方法。
- 6) Pを1～10 at%含有し、Ptを1～30 at%含有し、残部がNi及び不可避的不純物からなり、密度が95%以上であることを特徴とするNi-Pt-P合金スパッタリングターゲット。
- 7) ターゲット中の組成ばらつきが5%以内であることを特徴とする上記6)記載のNi-Pt-P合金スパッタリングターゲット。
- 8) ターゲットの平均結晶粒径が100 μm以下であることを特徴とする上記6)又は7)に記載のNi-Pt-P合金スパッタリングターゲット。
- 9) Pを15～21 wt%含有し、残部がNi及び不可避的不純物からなるNi-P合金を溶解し、アトマイズ加工して、平均粒径100 μm以下のNi-P合金アトマイズ加工粉を作製した後、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉末及びPt粉末を混合した後、これをホットプレスすることを特徴とするNi-Pt-P合金スパッタリングターゲットの製造方法。
- 10) ホットプレスした後、熱間静水圧プレスすることを特徴とする上記9)

) 記載のNi-Pt-Pスパッタリングターゲットの製造方法。

発明の効果

[0012] 本発明は、Ni-P合金スパッタリングターゲットに関して、Pの含有量を厳密に制御することで、安全上問題のあるPの蒸散を抑制することができ、組成ばらつきが小さく、高密度ターゲットを提供することができる。これにより、良好な特性を有する薄膜を形成することができるという優れた効果を有する。また、本発明は、Ni-Pt-P合金スパッタリングターゲットに関して、溶解鑄造や圧延加工のための大型の設備を必要とせず、粉末冶金法により、高密度のターゲットを提供することができる。これにより、スパッタリング時のパーティクルの発生を抑制できるという優れた効果を有する。

発明を実施するための形態

[0013] [Ni-P合金スパッタリングターゲット]

本発明のNi-P合金スパッタリングターゲットの製造は、粉末焼結法による。まず、P（リン）含有量が15～21wt%（25～33.5at%）、残部がNi（ニッケル）及び不可避免的不純物からなるNi-P合金インゴットを準備する。次に、このNi-P合金インゴットを溶解し、この溶湯をアルゴン、ヘリウム、窒素ガス等の不活性ガス雰囲気中で噴霧・急速冷却・凝固させる、いわゆるアトマイズ加工して、平均粒径100 μ m以下のNi-P合金アトマイズ加工粉を製造する。

[0014] P含有量を15～21wt%とするのは、15%未満あるいは21%超であると融点がそれぞれ870 $^{\circ}$ C、880 $^{\circ}$ Cとなり、アトマイズにより溶湯の噴霧を行うにあたって溶湯温度が低すぎるため、効果的に微細均一なアトマイズ粉の調製を行うことが困難となる。したがって、P含有量を15～21wt%とすることで融点を1000～1100 $^{\circ}$ Cに保つことができ、溶湯から強冷されてアトマイズ粉となる際により均一な粉末を得ることが可能となる。また本発明のアトマイズ加工粉は球状を呈しており、比表面積を抑えることができる。これによって、酸素の取り込みを抑制することができる。

[0015] 次に、このNi-P合金アトマイズ粉に、Niアトマイズ粉を混合する。N

i 混合量はNi-P合金アトマイズ粉におけるP含有量を考慮して、目標組成になるように適宜調整することができる。また、Niアトマイズ粉として平均粒径が100 μ m以下のものを使用することが好ましい。また、本発明のNiアトマイズ粉は、Ni-P合金アトマイズ加工粉と同様、球状を呈しており、比表面積を抑えることができる。

[0016] なお、Ni-P合金インゴットとNiインゴット、もしくはNiインゴットとP粉末等をあらかじめ目標組成に調整した後、溶解してアトマイズ処理を行い目標組成の粉末を得ることも考えられるが、合金化するのに1500 $^{\circ}$ C程度の高温を必要とし、このとき蒸気圧が高いPは容易に揮発してしまい、組成の制御が極めて困難となる。また、Pの揮発による炉体の汚染や蒸発付着物の発火などの危険を伴うという問題が生じる。

[0017] 次に、この混合粉を用いてホットプレス加工する。ホットプレスは750 $^{\circ}$ C～850 $^{\circ}$ C（合金の融点は870 $^{\circ}$ C以上であり、それ以下の温度に加熱する。）、100～300kgf/cm²の条件下で行う。これによって、密度が80%以上であり、Pを1～10at%含有し、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-P合金スパッタリングターゲット材料が得られる。これをターゲット形状に切断、切削・研磨、バックグプレートへのボンディング等通常の加工を行い、Ni-P合金スパッタリングターゲットを得る。

[0018] また、ターゲット密度をさらに高めるために、ホットプレス加工して得られるNi-P合金スパッタリングターゲット材料を、さらに熱間静水圧プレス加工及び／又は熱間矯正を行うことが有効である。熱間静水圧プレスは750～850 $^{\circ}$ C、1200～2000kgf/cm²の条件下で行う。これによって、密度を95%以上のNi-P合金ターゲット材を得ることができる。

[0019] 本発明のNi-P合金スパッタリングターゲットは、ターゲット中の組成ばらつきを5%以内とすることができる。上述の通り、Pの蒸散を抑制することができるので、均一な組成からなるNi-P合金アトマイズ加工粉を得ることができる。そして、このような加工粉を焼結原料とすることで、ターゲットさらには薄膜の組成ばらつきを抑制することができる。本発明の組成

ばらつきは、ターゲットの任意の個所におけるP含有量を測定し、その最大値、最小値、平均値から次式を用いて算出する。

$$\text{ばらつき} = \{ (\text{P含有量の最大値}) - (\text{P含有量の最小値}) \} / (\text{P含有量の平均値})$$

例えば、円盤状のターゲットにおいては、中心、 $1/2R$ （半径）の均等8点、及び外周より1cm内側の均等8点の合計17点を測定することができる。

[0020] また、本発明のNi-P合金スパッタリングターゲットは、ターゲットの平均結晶粒径を $100\mu\text{m}$ 以下とすることができる。P含有量が15~21wt%のNi-P合金アトマイズ加工粉は脆い Ni_5P_2 相が形成されているため、微細化が容易であり、このような加工粉を焼結原料とすることで、ターゲットの平均結晶粒径を微細化することができる。そして、このような微細な組織は安定した成膜を可能とし、パーティクルの発生が少なく、良質な膜を形成することができる。

[0021] [Ni-Pt-P合金スパッタリングターゲット]

本発明のNi-Pt-P合金スパッタリングターゲットの製造は、粉末焼結法による。まず、P（リン）含有量が15~21wt%（25~33.5at%）、残部がNi（ニッケル）及び不可避免的不純物からなるNi-P合金インゴットを準備する。このNi-P合金インゴットを誘導加熱により溶解し、この溶湯をアルゴン、ヘリウム、窒素ガス等の不活性ガス雰囲気中で噴霧・急速冷却・凝固させる、いわゆるアトマイズ加工して、平均粒径 $100\mu\text{m}$ 以下のNi-P合金アトマイズ加工粉を作製する。

[0022] Ni-P合金インゴットにおいて、P含有量を15~21wt%とするのは、15%未満あるいは21%超であると、融点がそれぞれ 870°C 、 880°C となり、アトマイズにより溶湯の噴霧を行うにあたり溶湯温度が低すぎるため、微細均一なアトマイズ粉の調製を行うことが困難となる。したがって、P含有量を15~21wt%とすることで、融点を 1100°C 前後に保つことができ、溶湯から強冷されて、アトマイズ粉となる際により均一な粉末

を得ることが可能となる。

[0023] このようにアトマイズによって調製されたNi-P合金粉は、少なからずPの揮発により組成の変動を起こすが、粉末であるがゆえに分析によって測定されたP濃度を考慮して他の粉末を用いて、適宜目標とする組成へと混合微調整することも可能であり、Pの揮発に対して過敏になる必要もない。なお、本発明のアトマイズ加工粉は球状を呈しており、比表面積を抑えることができる。これによって酸素の取り込みを抑制することができる。

[0024] 次に、このNi-P合金アトマイズ粉に、Niアトマイズ粉、Pt粉（Ptスポンジ）を混合する。Niアトマイズ粉及びPt粉の混合量は、焼結体の組成（P：1～10at%、Pt：1～30at%、残部Ni及び不可避免的不純物）を考慮して、適宜調整する。このときNiアトマイズ粉は、Ni-P合金アトマイズ粉によるP含有量を薄める役割を有する。また、本発明のNiアトマイズ粉及びPt粉は、Ni-P合金アトマイズ加工粉と同様、球状を呈しており、比表面積を抑えることができる。

[0025] なお、Ni-Pt-Pターゲットを溶解法で作製することも考えられるが、Ni原料、Pt原料を溶解して合金化するためには1500℃程度の高温を必要とし、Pの添加源としてNi-P合金を用いた場合、Ni及びPtとの融点の差が大きく、蒸気圧が高いPが揮発してしまい、組成の制御が難しいという問題が生じる。また、Pの揮発により炉体の汚染、蒸発付着物の発火などの危険性を伴うといった問題もある。

[0026] 一方、Ni-15～21wt%P合金のみを溶解する場合には、1200℃以下での溶解が可能であり、Pが蒸散するという問題は生じない。このようなことから、Ni-15～21wt%P合金のみを溶解アトマイズしてNi-P合金粉末を得て、これにNi粉、Pt粉を混合、焼結することにより、Pの蒸散が少ないNi-Pt-Pスパッタリングターゲットを作製することができる。

[0027] 次に、このNi-P粉、Ni粉、Pt粉からなる混合粉をホットプレスする。Ni及びNi-Pが反応してP含有量が10wt%以下の領域に達すると

、合金の融点は870℃となってプレス型の型中で溶融するため、それ以下の温度である750℃～850℃に加熱するのが好ましい。また、プレス圧力は、型の耐用荷重に応じて100～300kgf/cm²の範囲の条件下で行うのが好ましい。以上によって、密度が90%以上のNi-Pt-P焼結体を得られる。

[0028] このようにして得た焼結体（P：1～10at%、Pt：1～30at%、残部がNi及び不可避免的不純物）をターゲット形状に切断、切削・研磨などの機械加工を行い、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲットを作製する。スパッタリングを実施する場合は、スパッタリングターゲットを、銅又は銅合金などからなるバックアッププレートへ接合して、スパッタリング装置に設置すればよい。

[0029] また、スパッタリングターゲット（焼結体）の密度をさらに高めるために、ホットプレス加工した焼結体を、さらに熱間静水圧プレス（HIP）加工を行うことが有効である。HIPは温度を700℃～850℃、プレス圧力を1000～2000kgf/cm²の条件下で行う。これにより、密度を95%以上のNi-Pt-Pスパッタリングターゲットを得ることができる。

[0030] さらに、本発明は、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲット中の組成ばらつきを5%以内とすることができる。上述の通り、本発明によれば、Pの蒸散を抑制することができるので、均一な組成からなるNi-P合金アトマイズ加工粉を得ることができ、このようなアトマイズ加工粉を焼結原料とすることで、ターゲットの組成ばらつきを抑制することができる。

[0031] 本発明の組成ばらつきは、ターゲットの任意の個所におけるP含有量を測定し、その最大値、最小値、平均値から、次式を用いて算出する。

$$\text{ばらつき} = \{ (\text{P含有量の最大値}) - (\text{P含有量の最小値}) \} / (\text{P含有量の平均値})$$

例えば、円盤状のターゲットにおいて、中心、0.5R（半径）の均等8点、及び外周より1cm内側の均等8点の合計17点を測定することができる。

。

[0032] また、本発明のNi-Pターゲットは、ターゲットの平均結晶粒径を100 μ m以下とすることができる。P含有量が15~21wt%のNi-P合金アトマイズ粉中には急冷された微細なNi₅P₂デンドライト相が形成され、これは比較的融点が高いため、前記のプレス温度では結晶粒成長を起こしにくい。したがって、このような加工粉を焼結原料とすることで、結晶粒径を微細化することができる。そして、微細な組織は安定成膜を可能とし、パーティクルが少なく、良質な膜を形成することができる。

実施例

[0033] 次に、実施例について説明する。なお、本実施例は発明の一例を示すためのものであり、本発明はこれらの実施例に制限されるものではない。すなわち、本発明の技術思想に含まれる他の態様及び変形を含むものである。

[0034] (実施例1-1)

P含有量が17wt%のNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-17wt%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。また、この原料粉の粒径は120 μ mであった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉に粒径100 μ mのNiアトマイズ粉をP含有量が1at%になるように混合した。次に、この混合粉を、830 $^{\circ}$ C、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行った。これによって、P含有量が1at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-P合金焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830 $^{\circ}$ C、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0035] 以上により得られたNi-P合金焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mm ϕ 、厚さ3mmtの円盤状スパッタリングターゲットを製作した。このスパッタリングターゲット中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは5%以内であった。次に、このスパッタリングターゲット

トの平均結晶粒径を J I S H 0 5 0 1 によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は $100\ \mu\text{m}$ であった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバッキングプレートに拡散接合して (In ボンディングでも可)、Ni-P 合金スパッタリングターゲットと銅合金バッキングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-P 合金薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量について調べた。その結果、5 個であった。以上の結果を表 1 に示す。

スパッタリング成膜は、下記の条件で行った (以下の実施例、比較例も同様とした)。

<成膜条件>

電源：直流方式

電力：15 kW

到達真空度： 5×10^{-8} Torr

雰囲気ガス組成：Ar

スパッタガス圧： 5×10^{-3} Torr

スパッタ時間：15 秒

[0036] (実施例 1-2)

P 含有量が 17 wt % の Ni-P 合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-17 wt % P 合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。また、この原料粉の粒径は $120\ \mu\text{m}$ であった。次に、この Ni-P 合金アトマイズ加工粉に粒径 $100\ \mu\text{m}$ の Ni アトマイズ粉を P 含有量が 2 at % になるように混合した。次に、この混合粉を、 830°C 、 $300\ \text{kgf}/\text{cm}^2$ の条件でホットプレスを行った。これによって、P 含有量が 1 at %、残部が Ni 及び不可避免的不純物からなる Ni-P 合金焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は 80 % であった。次に、この焼結体を SUS 缶に封入して、 830°C 、 $1500\ \text{kgf}/\text{cm}^2$ の条件で HIP (熱間静水圧プレス) を行った。これにより、焼結体

密度は95%となった。

[0037] 以上により得られたNi-P合金焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mmφ、厚さ3mmtの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は100μmであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバッキングプレートに拡散接合して（Inボンディングでも可）、Ni-P合金スパッタリングターゲットと銅合金バッキングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-P合金薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量について調べた。その結果、5個であった。

[0038] (実施例1-3)

P含有量が17wt%のNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-17wt%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。また、この原料粉の粒径は120μmであった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉に粒径100μmのNiアトマイズ粉をP含有量が5at%になるように混合した。次に、この混合粉を、830℃、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行った。これによって、P含有量が1at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-P合金焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830℃、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0039] 以上により得られたNi-P合金焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mmφ、厚さ3mmtの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは3%以内であった。次に、このスパッタリングターゲット

トの平均結晶粒径を J I S H 0 5 0 1 によるクロスカット法により調べた。
(結晶粒径の調べ方) クロスカット法その結果、平均結晶粒径は $100\ \mu\text{m}$ であった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバック
キングプレートに拡散接合して (In ボンディングでも可)、Ni-P 合金ス
パッタリングターゲットと銅合金バックキングプレートの組立体を作製した。
そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-P 合金薄膜を形
成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量について調べた。そ
の結果、5 個であった。

[0040] (実施例 1-4)

P 含有量が $17\ \text{wt}\%$ の Ni-P 合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスア
トマイズ法を用いて、Ni- $17\ \text{wt}\%$ P 合金アトマイズ加工粉を得た。ア
トマイズ加工粉はほぼ球状であった。また、この原料粉の粒径は $120\ \mu\text{m}$
であった。次に、この Ni-P 合金アトマイズ加工粉に粒径 $100\ \mu\text{m}$ の Ni
i アトマイズ粉を P 含有量が $10\ \text{at}\%$ になるように混合した。次に、この
混合粉を、 830°C 、 $300\ \text{kgf}/\text{cm}^2$ の条件でホットプレスを行った。
これによって、P 含有量が $1\ \text{at}\%$ 、残部が Ni 及び不可避免的不純物からな
る Ni-P 合金焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は 80% で
あった。次に、この焼結体を SUS 缶に封入して、 830°C 、 $1500\ \text{kg}$
 f/cm^2 の条件で HIP (熱間静水圧プレス) を行った。これにより、焼結
体密度は 95% となった。

[0041] 以上により得られた Ni-P 合金焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い
、直径 $440\ \text{mm}\ \phi$ 、厚さ $3\ \text{mm}\ \text{t}$ の円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結
果、組成ばらつきは 2% 以内であった。次に、このスパッタリングターゲッ
トの平均結晶粒径を J I S H 0 5 0 1 によるクロスカット法により調べた。
その結果、平均結晶粒径は $100\ \mu\text{m}$ であった。その後、このスパッタリン
グターゲットを銅合金からなるバックキングプレートに拡散接合して (In
ボンディングでも可)、Ni-P 合金スパッタリングターゲットと銅合金バッ

キングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-P合金薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、5個であった。

[0042] (比較例1-1)

P含有量が1at%となるように、Ni-P合金インゴット及びNiインゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて粉末を作製したところ、Ni-0.8at%P合金アトマイズ加工粉を得た。装置内部でPが蒸散し、目標組成からのずれが発生した。

[0043] (比較例1-2)

P含有量が2at%となるように、Ni-P合金インゴット及びNiインゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて粉末を作製したところ、Ni-1.8at%P合金アトマイズ加工粉を得た。装置内部でPが蒸散し、目標組成からのずれが発生した。

[0044] (比較例1-3)

P含有量が5at%となるように、Ni-P合金インゴット及びNiインゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて粉末を作製したところ、Ni-4.5at%P合金アトマイズ加工粉を得た。装置内部でPが蒸散し、目標組成からのずれが発生した。

[0045] (比較例1-4)

P含有量が10at%となるように、Ni-P合金インゴット及びNiインゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて粉末を作製したところ、Ni-9.7at%P合金アトマイズ加工粉を得た。装置内部でPが蒸散し、目標組成からのずれが発生した。

[0046]

[表1]

[0047] (実施例2-1)

Pを17at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-17at%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、830℃、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量が20at%、P含有量が1at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-Pt-P系焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830℃、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0048] 以上により得られたNi-Pt-P焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mmφ、厚さ3mmtの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は60μmであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバッキングプレートに拡散接合して（Inボンディングでも可）、Ni-P合金スパッタリングターゲットと銅合金バッキングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-P合金薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、50個であった。

[0049] (実施例2-2)

Pを18at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-18at%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、830℃、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量

が30at%、P含有量が1at%、残部がNi及び不可避免の不純物からなるNi-Pt-P焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830℃、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0050] 以上により得られたNi-Pt-P焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mmφ、厚さ3mmtの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は70μmであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバックングプレートに拡散接合して、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲットと銅合金バックングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-Pt-P薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、100個であった。

[0051]（実施例2-3）

Pを19at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-19at%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、830℃、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量が10at%、P含有量が2at%、残部がNi及び不可避免の不純物からなるNi-Pt-P合金焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830℃、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0052] 以上により得られたNi-Pt-P焼結体を切削、研磨等の機械加工を行

い、直径440mmφ、厚さ3mm tの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は65μmであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバックングプレートに拡散接合して、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲットと銅合金バックングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-Pt-P薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、50個であった。

[0053] (実施例2-4)

Pを20at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-20at%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、830℃、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量が20at%、P含有量が2at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-Pt-P焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830℃、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0054] 以上により得られたNi-Pt-P焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mmφ、厚さ3mm tの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は70μmであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバックングプレートに拡散接合して、Ni-

Pt-Pスパッタリングターゲットと銅合金バックングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-Pt-P薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、50個であった。

[0055] (実施例2-5)

Pを21at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-21at%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、830℃、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量が20at%、P含有量が5at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-Pt-P焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830℃、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0056] 以上により得られたNi-Pt-P焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mmφ、厚さ3mmtの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は80μmであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバックングプレートに拡散接合して、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲットと銅合金バックングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-Pt-P薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、50個であった。

[0057] (実施例2-6)

Pを22at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスア

トマイズ法を用いて、Ni-22at%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、830℃、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量が30at%、P含有量が5at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-Pt-P焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830℃、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0058] 以上により得られたNi-Pt-P焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mmφ、厚さ3mmtの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は75μmであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバックングプレートに拡散接合して、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲットと銅合金バックングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-Pt-P薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、100個であった。

[0059]（実施例2-7）

Pを23at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-23at%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、830℃、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量が10at%、P含有量が10at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-Pt-P焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80

%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、 830°C 、 1500 kg f/cm^2 の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0060] 以上により得られたNi-Pt-P焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径 $440\text{ mm}\phi$ 、厚さ 3 mm t の円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は $70\mu\text{m}$ であった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバックングプレートに拡散接合して、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲットと銅合金バックングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-Pt-P薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、50個であった。

[0061]（実施例2-8）

Pを24at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-24at%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、 830°C 、 300 kg f/cm^2 の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量が20at%、P含有量が10at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-Pt-P焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、 830°C 、 1500 kg f/cm^2 の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0062] 以上により得られたNi-Pt-P焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径 $440\text{ mm}\phi$ 、厚さ 3 mm t の円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その

結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は70 μ mであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバックングプレートに拡散接合して、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲットと銅合金バックングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-Pt-P薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、50個であった。

[0063] (実施例2-9)

Pを25at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-25at%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、830 $^{\circ}$ C、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量が5at%、P含有量が1at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-Pt-P焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830 $^{\circ}$ C、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0064] 以上により得られたNi-Pt-P焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mm ϕ 、厚さ3mmtの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は70 μ mであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバックングプレートに拡散接合して、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲットと銅合金バックングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-Pt

ーP薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果50個であった。

[0065] (実施例2-10)

Pを26at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-26t%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、830℃、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量が5at%、P含有量が2at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-Pt-P合金焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830℃、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0066] 以上により得られたNi-Pt-P合金焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mmφ、厚さ3mmtの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は70μmであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバックグプレートに拡散接合して、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲットと銅合金バックグプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-Pt-P薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、50個であった。

[0067] (実施例11)

Pを27at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-27at%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加

工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、830℃、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量が5at%、P含有量が5at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-Pt-P焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830℃、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼結体密度は95%となった。

[0068] 以上により得られたNi-Pt-P焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mmφ、厚さ3mmtの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は65μmであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバックングプレートに拡散接合して、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲットと銅合金バックングプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-Pt-P薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、100個であった。

[0069] （実施例2-12）

Pを28at%含有するNi-P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて、Ni-28at%P合金アトマイズ加工粉を得た。アトマイズ加工粉はほぼ球状であった。次に、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉、Pt粉を混合した。この混合粉を、830℃、300kgf/cm²の条件でホットプレスを行い、これによって、Pt含有量が5at%、P含有量が10at%、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-Pt-P焼結体を得られた。また、このとき焼結体の密度は80%であった。次に、この焼結体をSUS缶に封入して、830℃、1500kgf/cm²の条件でHIP（熱間静水圧プレス）を行った。これにより、焼

結体密度は95%となった。

[0070] 以上により得られたNi-Pt-P合金焼結体を切削、研磨等の機械加工を行い、直径440mmφ、厚さ3mmtの円盤状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中の組成ばらつきを調べた。その結果、組成ばらつきは4%以内であった。次に、このスパッタリングターゲットの平均結晶粒径をJISH0501によるクロスカット法により調べた。その結果、平均結晶粒径は70μmであった。その後、このスパッタリングターゲットを銅合金からなるバックグプレートに拡散接合して（Inボンディングでも可）、Ni-Pt-Pスパッタリングターゲットと銅合金バックグプレートの組立体を作製した。そして、この組立体を用いてスパッタリングを行い、Ni-Pt-P薄膜を形成した。得られた薄膜について、パーティクルの発生量と組成変動について調べた。その結果、50個であった。

[0071] (比較例2-1)

Ni-20at%Pt-1at%Pとなるように、Niショット、Pt粉およびP塊を誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて粉末を作製したところ、Ni-20at%Pt-0.8at%Pアトマイズ加工粉を得られた。このように装置内部でPが蒸散し、目標組成からのずれが発生した。また、アトマイズ処理による工程ロスが発生し、Ptのロスが重量で0.2%発生した。

[0072] (比較例2-2)

Ni-20at%Pt-1at%Pとなるように、Niショット、Pt粉およびNi-17wt%P合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて粉末を作製したところ、Ni-20at%Pt-0.9at%Pアトマイズ加工粉を得られた。このように装置内部でPが蒸散し、目標組成からのずれが発生した。また、アトマイズ処理による工程ロスが発生し、Ptのロスが重量で0.2%発生した。

[0073] (比較例2-3)

Ni-10at%Pt-2at%Pとなるように、Niショット、Ni-20at%Pt合金インゴットおよびP塊を誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて粉末を作製したところ、Ni-10at%Pt-1.6at%Ptアトマイズ加工粉を得られた。このように装置内部でPが蒸散し、目標組成からのずれが発生した。また、アトマイズ処理による工程ロスが発生し、Ptのロスが重量で0.2%発生した。

[0074] (比較例2-4)

Ni-10at%Pt-2at%Pとなるように、Niショット、Ni-20at%Pt合金インゴットおよびNi-17wt%Pt合金インゴットを誘導加熱溶解し、ガスアトマイズ法を用いて粉末を作製したところ、Ni-10at%Pt-1.7at%Ptアトマイズ加工粉を得られた。このように装置内部でPが蒸散し、目標組成からのずれが発生した。また、アトマイズ処理による工程ロスが発生し、Ptのロスが重量で0.2%発生した。

[0075]

[表2]

実施例	原料粉末を構成する成分	強い組織	プロセス	粉末組成	HIP条件		HIP後密度 (%)	HIP後縮成率 (%)	組織特性		HIP後密度 (%)	組織特性		初径	パーチクル径 (μm)
					温度 (°C)	圧力 (MPa)			温度 (°C)	圧力 (MPa)		PA	P		
実施例2-1	Ni-17wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	85	0.3	2.0	60	50
実施例2-2	Ni-18wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	85	0.7	3.0	70	100
実施例2-3	Ni-19wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	85	0.6	3.0	85	50
実施例2-4	Ni-20wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	85	0.8	2.0	70	50
実施例2-5	Ni-21wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	85	0.6	3.0	80	50
実施例2-6	Ni-22wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	85	0.8	2.0	75	100
実施例2-7	Ni-23wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	85	0.6	3.0	70	50
実施例2-8	Ni-24wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	85	0.8	2.0	70	50
実施例2-9	Ni-25wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	84	0.6	3.0	70	50
実施例2-10	Ni-26wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	85	0.8	2.0	70	50
実施例2-11	Ni-27wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	85	0.6	3.0	85	100
実施例2-12	Ni-28wt%Pt-1at%P, Pt-10at%Pt-1at%P	Ni-20wt%Pt-1at%P	-	Ni-20wt%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無し	830.0	1500.0	85	0.8	2.0	70	50
比較例2-1	Ni, Pt, Pを溶解→アトマイズ	Ni-20wt%Pt-1at%P	大	Ni-20wt%Pt-0.9at%P	830.0	300.0	80	あり	-	-	-	-	-	-	-
比較例2-2	Ni, Pt, Ptを溶解→アトマイズ	Ni-20wt%Pt-1at%P	大	Ni-20wt%Pt-0.9at%P	830.0	300.0	80	あり	-	-	-	-	-	-	-
比較例2-3	Ni, Pt, Ptを溶解→アトマイズ	Ni-10wt%Pt-2at%P	大	Ni-10wt%Pt-1.0at%P	830.0	300.0	80	あり	-	-	-	-	-	-	-
比較例2-4	Ni, Pt, Ptを溶解→アトマイズ	Ni-10wt%Pt-2at%P	大	Ni-10wt%Pt-1.7at%P	830.0	300.0	80	あり	-	-	-	-	-	-	-

産業上の利用可能性

[0076] 本発明は、Ni-P合金スパッタリングターゲットに関して、Pの含有量を厳密に制御することで、安全上問題のあるPの蒸散を抑制することができ、組成ばらつきが小さく、高密度ターゲットを提供することができる。これにより、良好な特性を有する薄膜を形成することができるという優れた効果を有する。また、本発明は、Ni-Pt-P合金スパッタリングターゲットに関して、溶解鑄造や圧延加工のための大型の設備を必要とせず、粉末冶金法により、高密度のターゲットを提供することができる。これにより、スパッタリング時のパーティクルの発生を抑制できるという優れた効果を有する。本発明のスパッタリングターゲットは、ハードディスク等の磁気記録媒体用の薄膜形成に有用である。

請求の範囲

- [請求項1] Pを1～10at%含有し、残部がNi及び不可避免的不純物からなり、密度が90%以上であることを特徴とするNi-P合金スパッタリングターゲット。
- [請求項2] ターゲット中の組成ばらつきが5%以内であることを特徴とする請求項1記載のNi-P合金スパッタリングターゲット。
- [請求項3] ターゲットの平均結晶粒径が100 μ m以下であることを特徴とする請求項1又は2記載のNi-P合金スパッタリングターゲット。
- [請求項4] Pを15～21wt%含有し、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-P合金を溶解し、アトマイズ加工して、平均粒径100 μ m以下のNi-P合金アトマイズ加工粉を作製した後、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉を混合し、これをホットプレスすることを特徴とするNi-P合金スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項5] ホットプレスした後、熱間静水圧プレスすることを特徴とする請求項4記載のNi-P合金スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項6] Pを1～10at%含有し、Ptを1～30at%含有し、残部がNi及び不可避免的不純物からなり、密度が95%以上であることを特徴とするNi-Pt-P合金スパッタリングターゲット。
- [請求項7] ターゲット中の組成ばらつきが5%以内であることを特徴とする請求項6記載のNi-Pt-P合金スパッタリングターゲット。
- [請求項8] ターゲットの平均結晶粒径が100 μ m以下であることを特徴とする請求項6又は7に記載のNi-Pt-P合金スパッタリングターゲット。
- [請求項9] Pを15～21wt%含有し、残部がNi及び不可避免的不純物からなるNi-P合金を溶解し、アトマイズ加工して、平均粒径100 μ m以下のNi-P合金アトマイズ加工粉を作製した後、このNi-P合金アトマイズ加工粉にNiアトマイズ粉末及びPt粉末を混合した

後、これをホットプレスすることを特徴とするNi-Pt-P合金スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項10] ホットプレスした後、熱間静水圧プレスすることを特徴とする請求項9記載のNi-Pt-Pスパッタリングターゲットの製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/057265

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C23C14/34(2006.01)i, B22F1/00(2006.01)i, B22F3/14(2006.01)i, B22F3/15(2006.01)i, B22F9/08(2006.01)i, C22C19/03(2006.01)i, G11B5/851(2006.01)i 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, B22F1/00, B22F3/14, B22F3/15, B22F9/08, C22C19/03, G11B5/851 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 1996-2015 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2015 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2015 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII), Science Direct		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 6-136526 A (Hitachi Metals, Ltd.), 17 May 1994 (17.05.1994), claim 1; paragraphs [0011], [0012], [0017] to [0020]; example 2; tables 2, 3 (Family: none)	1-3, 6-8 4, 5, 9, 10
Y A	JP 2011-208265 A (Sanyo Special Steel Co., Ltd.), 20 October 2011 (20.10.2011), claim 1; paragraph [0001]; examples 189, 191; table 5 (Family: none)	1-3, 6-8 4, 5, 9, 10
Y A	JP 62-214107 A (Ken MASUMOTO), 19 September 1987 (19.09.1987), page 1, column 2, lines 1, 7 (Family: none)	6-8 1-5, 9, 10
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> 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 21 May 2015 (21.05.15)		Date of mailing of the international search report 02 June 2015 (02.06.15)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/057265

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 7-292463 A (Kubota Corp.), 07 November 1995 (07.11.1995), claim 1; paragraphs [0008], [0015], [0020]; table 1 (Family: none)	1-10

<p>A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））</p> <p>Int.Cl. C23C14/34(2006.01)i, B22F1/00(2006.01)i, B22F3/14(2006.01)i, B22F3/15(2006.01)i, B22F9/08(2006.01)i, C22C19/03(2006.01)i, G11B5/851(2006.01)i</p>														
<p>B. 調査を行った分野</p> <p>調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））</p> <p>Int.Cl. C23C14/34, B22F1/00, B22F3/14, B22F3/15, B22F9/08, C22C19/03, G11B5/851</p>														
<p>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</p> <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2015年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2015年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2015年</td> </tr> </table>			日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2015年	日本国実用新案登録公報	1996-2015年	日本国登録実用新案公報	1994-2015年				
日本国実用新案公報	1922-1996年													
日本国公開実用新案公報	1971-2015年													
日本国実用新案登録公報	1996-2015年													
日本国登録実用新案公報	1994-2015年													
<p>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）</p> <p>JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII), Science Direct</p>														
<p>C. 関連すると認められる文献</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>引用文献の カテゴリー*</th> <th>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</th> <th>関連する 請求項の番号</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Y A</td> <td>JP 6-136526 A（日立金属株式会社）1994.05.17, 請求項1, 段落0011, 0012, 0017-0020, 実施例2, 表2, 3, （ファミリーなし）</td> <td>1-3, 6-8 4, 5, 9, 10</td> </tr> <tr> <td>Y A</td> <td>JP 2011-208265 A（山陽特殊製鋼株式会社）2011.10.20, 請求項1, 段落0001, 実施例189, 191, 表5,（ファミリーなし）</td> <td>1-3, 6-8 4, 5, 9, 10</td> </tr> <tr> <td>Y A</td> <td>JP 62-214107 A（増本 健）1987.09.19, 第1頁第2欄第1, 7行,（ファミリーなし）</td> <td>6-8 1-5, 9, 10</td> </tr> </tbody> </table>			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 請求項の番号	Y A	JP 6-136526 A（日立金属株式会社）1994.05.17, 請求項1, 段落0011, 0012, 0017-0020, 実施例2, 表2, 3, （ファミリーなし）	1-3, 6-8 4, 5, 9, 10	Y A	JP 2011-208265 A（山陽特殊製鋼株式会社）2011.10.20, 請求項1, 段落0001, 実施例189, 191, 表5,（ファミリーなし）	1-3, 6-8 4, 5, 9, 10	Y A	JP 62-214107 A（増本 健）1987.09.19, 第1頁第2欄第1, 7行,（ファミリーなし）	6-8 1-5, 9, 10
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 請求項の番号												
Y A	JP 6-136526 A（日立金属株式会社）1994.05.17, 請求項1, 段落0011, 0012, 0017-0020, 実施例2, 表2, 3, （ファミリーなし）	1-3, 6-8 4, 5, 9, 10												
Y A	JP 2011-208265 A（山陽特殊製鋼株式会社）2011.10.20, 請求項1, 段落0001, 実施例189, 191, 表5,（ファミリーなし）	1-3, 6-8 4, 5, 9, 10												
Y A	JP 62-214107 A（増本 健）1987.09.19, 第1頁第2欄第1, 7行,（ファミリーなし）	6-8 1-5, 9, 10												
<p><input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。</p>														
<table border="0"> <tr> <td>* 引用文献のカテゴリー</td> <td>の日の後に公表された文献</td> </tr> <tr> <td>「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</td> <td>「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</td> </tr> <tr> <td>「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</td> <td>「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</td> </tr> <tr> <td>「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）</td> <td>「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</td> </tr> <tr> <td>「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</td> <td>「&」同一パテントファミリー文献</td> </tr> <tr> <td>「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願</td> <td></td> </tr> </table>			* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献	「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	「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	「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	「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	「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）	「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	「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献	「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	
* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献													
「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	「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													
「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	「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													
「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）	「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													
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献													
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願														
<p>国際調査を完了した日</p> <p>21.05.2015</p>	<p>国際調査報告の発送日</p> <p>02.06.2015</p>													
<p>国際調査機関の名称及びあて先</p> <p>日本国特許庁（ISA/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</p>	<p>特許庁審査官（権限のある職員）</p> <p>村岡 一磨</p> <p>電話番号 03-3581-1101 内線 3416</p>	<table border="1"> <tr> <td>4G</td> <td>5795</td> </tr> </table>	4G	5795										
4G	5795													

C (続き) . 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 請求項の番号
A	JP 7-292463 A (株式会社クボタ) 1995. 11. 07, 請求項 1, 段落 0008, 0015, 0020, 表 1, (ファミリーなし)	1-10