

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3662251号
(P3662251)

(45) 発行日 平成17年6月22日(2005.6.22)

(24) 登録日 平成17年4月1日(2005.4.1)

(51) Int.C1.⁷

F 1

C23C 14/34

C23C 14/34

A

C22C 1/04

C22C 1/04

E

G11B 11/105

G11B 11/105 546K

請求項の数 13 (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願平7-515663
 (86) (22) 出願日 平成6年11月22日(1994.11.22)
 (65) 公表番号 特表平9-506141
 (43) 公表日 平成9年6月17日(1997.6.17)
 (86) 国際出願番号 PCT/US1994/013401
 (87) 国際公開番号 WO1995/015407
 (87) 国際公開日 平成7年6月8日(1995.6.8)
 審査請求日 平成12年12月5日(2000.12.5)
 (31) 優先権主張番号 08/161,143
 (32) 優先日 平成5年12月2日(1993.12.2)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 504361300
 マティリアルズ リサーチ コーポレイション
 アメリカ合衆国 10962 ニューヨーク
 州, オリンジバーグ, ルート 303
 (74) 代理人 100066692
 弁理士 浅村 皓
 (74) 代理人 100072040
 弁理士 浅村 肇
 (74) 代理人 100087217
 弁理士 吉田 裕
 (74) 代理人 100080263
 弁理士 岩本 行夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】磁気光学合金製のスパッターターゲット

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

磁気光学記録媒体を製造するための合金ターゲットであつて、
 前記合金ターゲットの組成が、実質的に元素形態である少なくとも1つの希土類成分と少なくとも1つの遷移金属とを含み、
 前記合金ターゲットの組織が、遷移金属成分と、希土類相および希土類/遷移金属の金属間化合物の混合された合金成分とを有し、
 前記合金ターゲットが、最大15重量%までの前記金属間化合物を含有し、
 前記遷移金属成分が遷移金属合金であり、
 前記組織が実質的に未合金の遷移金属を含有しておらず、また
 前記組織の成分が、希土類/遷移金属の金属間化合物の拡散生成物を実質的に含まない結合境界面に沿って互いに結合されていることを特徴とする合金ターゲット。

【請求項 2】

磁気光学記録媒体を製造するための合金ターゲットであつて、
 前記合金ターゲットの組成が、実質的に元素形態である少なくとも1つの希土類成分と、少なくとも1つ遷移金属とを含み、
 前記合金ターゲットの組織が、遷移金属合金と、希土類相および希土類/遷移金属の金属間化合物の混合された合金とを含む複数の成分を有し、
 前記組織が未合金の遷移金属を実質的に含まず、また

前記組織の成分は、希土類 / 遷移金属の金属間化合物の拡散生成物が実質的でない拡散境界面に沿って互いに結合していることを特徴とする合金ターゲット。

【請求項 3】

請求項 2 に請求されたターゲットであって、最大 15 重量 % までの金属間化合物を含有するターゲット。

【請求項 4】

前掲請求項のいずれか 1 項に請求されたターゲットであって、最大 10 重量 % までの金属間化合物を含有するターゲット。

【請求項 5】

前掲請求項のいずれか 1 項に請求されたターゲットであって、最大 5 重量 % までの金属間化合物を含有するターゲット。

10

【請求項 6】

前掲請求項のいずれか 1 項に請求されたターゲットであって、合成成分が少なくとも 2 つの異なる希土類元素を含んでいるターゲット。

【請求項 7】

前掲請求項のいずれか 1 項に請求されたターゲットであって、組織が少なくとも 2 つの異なる遷移金属の合金を含んでいるターゲット。

【請求項 8】

前掲請求項のいずれか 1 項に請求されたターゲットであって、組織が少なくとも 1 つの耐食性向上元素と合金化された遷移金属を含んでいるターゲット。

20

【請求項 9】

前掲請求項のいずれか 1 項に請求されたターゲットであって、微細な混合された合金が希土類 / 遷移金属の共晶合金を含んでいるターゲット。

【請求項 10】

前掲請求項のいずれか 1 項に請求されたターゲットであって、微細な混合された合金が希土類マトリックスを含んでいるターゲット。

【請求項 11】

磁気光学記録媒体を形成する合金ターゲットを製造する方法であって、希土類相と希土類 / 遷移金属の金属間化合物との微細な混合された少なくとも 1 つの合金成分、および合金とされた少なくとも 1 つ遷移金属成分を、粒子として準備する段階と、未合金の遷移金属の粒子を実質的に全く含まない粉末ブレンドを作るために粒子を混合する段階と、最大 15 重量 % の希土類 / 遷移金属の金属間化合物の含有量まで有するターゲットを製造する時間および温度および圧力にわたって酸化防止雰囲気の中で粉末ブレンドを圧縮成形処理する段階とを含む合金ターゲットの製造方法。

30

【請求項 12】

請求項 11 に請求された方法であって、少なくとも 1 つの実質的に元素状態の希土類金属の粒子を準備する段階、および該元素状態の希土類粒子を少なくとも 1 つの微細な混合された合金および少なくとも 1 つの遷移金属合金の粒子と混合して粉末ブレンドを作る段階を含む方法。

40

【請求項 13】

請求項 11 または請求項 12 に請求された方法であって、少なくとも 1 つの希土類 / 希土類の合金の粒子を準備する段階、および該希土類 / 希土類の合金の粒子を少なくとも 1 つの微細な混合された合金および少なくとも 1 つの遷移金属合金の粒子と混合して粉末ブレンドを作る段階を含む方法。

【発明の詳細な説明】

発明の分野

本発明は磁気光学記録媒体の製造に使用する合金ターゲット、およびそのようなターゲットの製造方法に関する。

発明の背景

50

磁気光学(M O)記録媒体は、所望組成の希土類元素および遷移金属で構成された薄層すなわち薄膜をガラスまたはプラスチック製のウエハすなわちディスク上にスパッタリングして形成される。このような磁気光学記録媒体は、記録可能なコンパクトディスク(C D)を製造するために、データ記録および音声再生のために使用されている。スパッタリング処理に使用されるターゲットは各種材料で作られ、また様々な方法で製造されることが知られている。各種のターゲット材料および製造方法は、米国特許第 4 9 5 7 5 4 9 号、同第 4 6 2 0 8 7 2 号、同第 4 9 4 6 5 0 1 号、同第 4 9 1 5 7 3 8 号および同第 4 9 9 2 0 9 5 号に見ることができる。

このようなスパッターターゲット材料または製造方法が他よりも望ましいのは、磁気光学記録媒体の層の形成(すなわちスパッタリング)におけるターゲットの性能特性によるものである。各ターゲットの性能は、スパッタにより形成された磁気光学薄膜の結果的な特性によって典型的に測定される。これらの特性には、飽和保磁力(coercivity) (H c)、飽和保磁力の均一性(uniformity)、書き込み(外部磁界)バイアス感度(write bias sensitivity)、搬送波(信号)対雑音比(C / N 比)、およびブロック誤り率が含まれる。磁気光学薄膜の所望特性は、応用例によって変化するようである。例えば、磁気光学薄膜は或る種の応用例にとって高すぎるか低すぎるが、他の応用例にとっては正に適当な保磁力(H c)レベルを示す。与えられた磁気光学薄膜に望まれる飽和保磁力は変化するが、一般に、飽和保磁力は高く保持されることが望ましく、また飽和保磁力の均一性は低く保持されることが望ましい。更に、与えられた磁気光学薄膜は高い C / N 比を示すこと、およびできるだけ低い読み取りレーザー出力レベルで所望のブロック誤り率を維持することが望まれる。また、このようなスパッターターゲットには、酸素含有量が低いことも望ましい。製造費用の有効性に関しては、ターゲットにとって低プラズマインピーダンスで高い溶着速度にてスパッタできることも重要となる。

磁気光学記録媒体業界は非常に競争が激しい。一方ではスパッターターゲット材料と製造方法との関係を、また他方では得られた磁気光学記録媒体の所望される特性を一層明確に理解するために、莫大な研究開発費が絶えることなくこれまで、また現在も費やされている。それでも、より高品質の磁気光学薄膜を堅実に形成できるようにするスパッターターゲットを作り出すために、材料および製造方法を変更することが今も必要である。本発明はこの努力に大いに貢献する。

本発明は、性能特性を改良されたスパッターターゲットに関する。特に本発明は、特性を改良した磁気光学記録媒体の層を堅実にスパッタリング形成することのできるターゲットに関する。本発明はまた、得られるターゲットの組織をより良好に制御でき、これにより該ターゲットからスパッタ形成される磁気光学薄膜が改良された所望特性を有して堅実に製造できるようにするこのような磁気光学スパッターターゲットの製造方法にも関する。

本発明の 1 つの見地によれば、磁気光学記録媒体を製造する合金ターゲットは、少なくとも 1 つの希土類元素と、少なくとも 1 つ遷移金属とを含む組成を有し、また遷移金属成分、および希土類と希土類 / 遷移金属との金属間化合物の微細な混合された合金成分を有する組織を有してなり、このターゲットは最大約 15 重量 %までの金属間化合物を含有し、該遷移金属成分は遷移金属合金であり、該組織は未合金化の遷移金属を実質的に含まない。

本発明の他の見地によれば、磁気光学記録媒体を製造する合金ターゲットは、少なくとも 1 つの希土類元素と、少なくとも 1 つ遷移金属とを含む組成を有し、また遷移金属合金、および希土類相と希土類 / 遷移金属の金属間化合物との微細な混合された合金を含む複数の成分を有する組織を有し、該組織は未合金の遷移金属を実質的に含まず、該組織の成分は実質的に希土類 / 遷移金属の金属間化合物の拡散生成物がない拡散境界面に沿って互いに結合している。

他の見地によれば、磁気光学記録媒体を形成する合金はターゲットを製造する方法が提供され、この方法は、希土類相と希土類 / 遷移金属の金属間化合物との微細な混合された少

10

20

30

40

50

なくとも 1 つの合金成分、および合金とされる少なくとも 1 つの遷移金属成分を、粒子として準備する段階と、未合金の遷移金属の粒子を実質的に全く含まない粉末ブレンドを作るために粒子を混合する段階と、最大約 15 重量 % の希土類 / 遷移金属の金属間化合物の含有量まで有するターゲットを製造する時間および温度および圧力にわたって酸化防止雰囲気の中で粉末ブレンドを圧縮成形処理する段階とを含む。

本発明のスパッターダイエットは少なくとも 1 つの希土類元素および少なくとも 1 つ遷移金属を含む組成を有する。本発明のターゲットの各々は、遷移金属成分、および希土類相と希土類 / 遷移金属 (RE / TM) の金属間化合物との微細に混合された合金成分とを含む複数の成分を有して構成された組織を有する。実際のサンプルターゲットはテルビウム - 鉄共晶合金 (TbFe12) で作られているが、他の微細に混合された合金、例えば包晶反応または包晶共晶反応などで形成されたこのような合金を使用しても、満足できる結果が得られると考えられる。例えば亜共晶 Tb - Fe 合金 (すなわち金属間化合物のマトリックスを有する) ではなく過共晶 Tb - Fe 合金 (すなわち希土類マトリックスを有する) を使用することによって、微細に混合された合金の希土類含有量が高く保持されるならば、最適結果が得られると考えられる。それ故に、後述において共晶合金を含むターゲット組織の引用は、受け入れることができると見出された他のこのような微細に混合された合金を排斥するものではないと理解されよう。遷移金属成分は遷移金属合金であることが好ましい。本発明のターゲット組織に関しては、所望されるターゲットおよび磁気光学薄膜の組成に近づけるためには、1 つ以上の遷移金属合金を含むことが望まれる。ターゲット組織は、各種遷移金属 / 遷移金属の合金、遷移金属と耐食性向上元素との合金、または両者の組合せを含み得る。

組織内部に存在する希土類 / 遷移金属の金属間化合物の量を制限することで、ターゲットは特性を改良された磁気光学薄膜を一層堅実にスパッターダイエット形成するようになることが発見された。本発明のターゲットの組織は、ターゲット製造処理時にこのような金属間化合物の形成を制限するためには、いずれの未合金化金属すなわち元素状態の遷移金属も実質的に含まないことが好ましい。Fe のような未合金化遷移金属は非常に反応性にとみ、ターゲットの製造中に Tb のような希土類元素と金属間化合物を形成する傾向を見せる。存在する RE / TM すなわち希土類 / 遷移金属の金属間化合物の量を減少させることが望まれる一方、ターゲットの酸素含有量を制御するためにターゲット製造過程において或る量の金属間化合物が存在することもまた望まれる。ターゲット中の過多の酸素はターゲット性能に有害な影響を及ぼす。

本発明のターゲットの製造方法では、所望されるターゲット組織の各種成分は粒子形状で与えられ、互いに混合されて粉末ブレンドとされる。この粉末ブレンドは次ぎに酸化防止環境の中で圧密処理 (consolidation operation)、例えば熱間等静圧圧縮成形、真空熱間圧縮成形、不活性ガス熱間圧縮成形などを受ける。この圧密処理時に、ターゲット組織を作り上げている粒子は結合界面すなわち拡散界面に沿って、例えば圧力焼結 (pressure sintering) して互いに結合される。ターゲットの RE / TM すなわち希土類 / 遷移金属の金属間化合物の含有量を更に制限して、これによりターゲット性能ならびに形成される磁気光学薄膜の特性を向上させるために、拡散界面に生じる拡散生成物のようなこのような金属間化合物の形成は防止できる。粉末ブレンド中に未合金化遷移金属を使用することを避け、圧密温度を変化させ、および (または) ターゲットの圧密時の温度時間変化させることで、このような金属間化合物の拡散生成物のない、または少なくとも実質的でないターゲット組織が製造され得る。したがって、ターゲットの最終的な RE / TM すなわち希土類 / 遷移金属の金属間化合物の含有量、それ故に形成される磁気光学薄膜の特性は、粉末ブレンドの金属間化合物の含有量を最少限にし、および (または) 粉末ブレンドをターゲットに圧密するのに使用される処理を変化させることによって制御され得る。堅実に高い飽和保磁力の値を有する磁気光学薄膜が、未合金化遷移金属粒子が実質的でない粉末ブレンドを使用して製造された例示的なターゲットからスパッターダイエット形成されており、該粉末ブレンドは様々な温度および (または) 温度時間によって圧密化されたものである。

10

20

30

40

50

ターゲット組織における R E / T M すなわち希土類 / 遷移金属の金属間化合物の含有量が変化され、ターゲット組織の希土類含有領域における希土類が富化されることでターゲット性能の付随的な向上が得られる。ターゲットのこの希土類の富化 (enrichment) は、本発明の基本的な粉末ブレンドに実質的に元素状態の希土類 (R E) 粒子を付加して、これによりターゲット組織の希土類含有量を高め、ターゲットの R E / T M すなわち希土類 / 遷移金属の金属間化合物の含有量を減少させ、そして形成される磁気光学薄膜における希土類収量を増大することで、達成される。希土類 / 希土類 (R E / R E) の合金粒子 (すなわち実質的に希土類元素だけを含有する合金) が元素状態の希土類粒子に代えて、または一緒に、使用されることでこのような作用を得ることができると考えられる。更に、圧密処理時の温度または温度時間の低減することは、R E / T M すなわち希土類 / 遷移金属の金属間化合物の拡散生成物の形成を制限するばかりか、R E 粒子すなわち希土類粒子または R E / R E の合金粒子すなわち希土類 / 希土類の合金粒子の拡散による非希土類元素との合金化をも低減し、これによりターゲット中に存在する未希釈希土類金属 (すなわち非希土類元素との固溶体にはない) の量を増大し、ターゲット性能および磁気光学薄膜の性能の関連する向上に付与する。

したがって、磁気光学記録媒体のスパッター層の特性、特に飽和保磁力が、本明細書に記載したような本発明の原理によってターゲット組成および(または)製造方法を変化させることで堅実に制御され、調整され得ることが見出された。本発明の原理、その目的および利点は以下の詳細な説明を参照することで更に理解されよう。

【図面の簡単な説明】

第 1 図は、例 1、例 2 および例 3 によりスパッター形成された磁気光学合金薄膜を横断する飽和保磁力のグラフ。

第 2 図は、ラザフォード・バックスカッタリング・スペクトロスコピー (Rutherford Backscattering Spectroscopy (RBS)) で測定した例 1、例 2 および例 3 のターゲットからスパッター形成された磁気光学合金薄膜を横断する T b 含有量のグラフ。

第 3 図は、例 4 および例 5 のターゲットからスパッター形成された磁気光学合金薄膜の部分を横断する飽和保磁力のグラフ。

第 4 図は、例 6 および例 7 のターゲットからスパッター形成された磁気光学合金薄膜を横断する飽和保磁力のグラフ。

第 5 図は、ラザフォード・バックスカッタリング・スペクトロスコピー (RBS) で測定した例 6 および例 7 のターゲットからスパッター形成された磁気光学合金薄膜を横断する T b 含有量のグラフ。

第 6 図は、例 8、例 9、例 10 および例 11 のターゲットからスパッター形成された磁気光学合金薄膜の部分を横断する飽和保磁力のグラフ。

第 7 図は、ラザフォード・バックスカッタリング・スペクトロスコピー (RBS) で測定した例 8、例 9、例 10 および例 11 のターゲットからスパッター形成された磁気光学合金薄膜を横断する T b 含有量のグラフ。

発明の詳細な説明

特性を向上された磁気光学記録媒体の薄膜すなわち層は、本発明の原理を組み入れたターゲットから基体へ一層堅実にスパッター被覆することができる。本発明の各々のスパッターターゲットは、約 10 ~ 約 50 原子濃度の範囲、好ましくは約 15 ~ 約 25 原子濃度の範囲とされる少なくとも 1 つの希土類元素を含む。この組成は、少なくとも 1 つの遷移金属、典型的には残部 (バランス) の実質的部分を更に含む。例示したスパッターターゲットは希土類のテルビウム (Tb) および遷移金属の鉄 (Fe) およびコバルト (Co) で製造されているが、本発明の原理を組み入れた高性能なスパッターターゲットは、サマリウム (Sm)、ネオジム (Nd)、ガドリニウム (Gd)、ジスプロシウム (Dy)、ホルミウム (Ho)、ツリウム (Tm) およびエルビウム (Er) などを含む他の希土類元素、ならびにニッケル (Ni) などを含む遷移金属から製造することもできると考えられる。本発明のターゲットのこの組成は、少なくとも 1 つの耐食性向上元素も含むことが

10

20

30

40

50

好ましい。再び述べるが、例示したターゲットは腐食を防止する元素のクロム (Cr) で満足に製造されたが、チタン (Ti)、ハフニウム (Hf)、ジルコニウム (Zr)、アルミニウム (Al)、銅 (Cu)、ニオブ (Nb)、タンタル (Ta)、パラジウム (Pd)、モリブデン (Mo)、バナジウム (V) およびプラチナ (Pt) を含めて他の腐食防止元素を受け入れることができると考えられる。

本発明の好ましい 1 つの実施例において、各々のターゲットは遷移金属合金、および希土類および遷移金属の共晶合金のような希土類相と希土類 / 遷移金属 (RE / TM) の金属間化合物との微細に混合された合金を含めて、複数の成分でなる組織を有する。例えば、遷移金属合金は遷移金属 / 遷移金属の合金または遷移金属 / 耐食性向上元素の合金とされ得る。ターゲット組織は希土類成分を含み、一方、実質的に未合金化の遷移金属を含まない。ターゲット組織としては、元素状態の RE 成分すなわち希土類成分に加えて、または置換して、RE / RE 合金すなわち希土類 / 希土類の合金成分を含むことが望まれる。

磁気光学薄膜をスパッター被覆するのに使用されるターゲットは、典型的には粉末冶金技術を使用して製造される。一般にこのような技術は、粉末形態の各々のターゲット組織成分を与えることを含む。良好な粉末冶金実施例によれば、各々の粉末成分の粒子は形状が金属学的に類似することが好ましい。球形粒子は良好に使用されているが、他の粒子形状も受け入れることができる。球形粉末は、米国特許第 5 0 9 8 6 4 9 号に開示された急冷処理の 1 つの標準的な不活性ガスによる微粒化技術即ちアトマイゼーション技術を使用して得ることができるのであり、該特許はその全てを参考することで本明細書に組み入れられる。約 5 0 0 ミクロン未満の粉末寸法を許容できることが見出されている。約 8 0 ~ 約 1 3 0 ミクロンの範囲内の平均寸法を有する約 2 5 0 ミクロン未満の粒子寸法は、良好な美的品質を有するターゲットを製造するのに好ましいことが見出されている。

乾燥した無酸素アルゴン雰囲気を有する円筒容器内に各種の粉末成分を密封し、公知の粉末ブレンド技術にしたがって該容器をその中心軸線のまわりに回転させることによって、各種粉末成分が混合されて粉末ブレンドを形成するようになされる。粉末の均質なブレンドを促進するために、ブレンドの開始される前に滴下してヘキサンが粉末成分に添加されることが好ましい。1 キログラムの粉末全体に対して 2 ミリリットルのヘキサンを使用することで満足できる結果が得られた。ヘプタン、または可能性があるものとしてオクタンのような他の大分子量のアルケンもブレンド処理のために使用できると考えられる。ターゲット組成範囲 (第 1 表を参照) 内で様々な量の成分をブレンドできるようにするために、各々の粉末成分の組成を選定することが最良である。

粉末ブレンドは、次ぎにその粉末粒子を焼結して所望のターゲット形状に圧密化されるのであり、真空または不活性ガスの雰囲気中で行われるのが好ましい。粉末ブレンドをスパッターターゲットに仕上げる圧密処理は、不活性ガス 1 軸熱間圧縮成形 (uniaxial inert gas hot press)、真空熱間圧縮成形、および熱間等静圧圧縮成形などの周知の各種の処理方法で達成できるものであり、黒鉛ダイのセットが使用される。仕上げられたスパッターターゲットは、約 9 0 %、好ましくは少なくとも約 9 5 %、の理論密度を超える高い密度を有する。ターゲット密度の増大は、ターゲットの強固な機械的強度 (integrity)、スパッタリング空間の排出 (evacuating) 時間の短縮、バーンイン (burn-in) 時間の短縮、およびスパッタリング時のターゲットからの粒子発生量の少量化を典型的に生じる。

スパッターターゲット中の希土類金属の金属間化合物の存在はできるだけ防止される。幾つかの応用例では、ターゲットは最大約 1 5 重量 %までのこのような RE / TM すなわち希土類 / 遷移金属の金属間化合物を含有しても、従来の磁気光学用ターゲットからスパッタ形成される薄膜に比べて向上した特性を有すると考えられる。最適結果を得るには、本発明のターゲットの RE / TM すなわち希土類 / 遷移金属の金属間化合物の含有量は、約 5 重量 %までの範囲であると考えられる。スパッターターゲット中に存在するこのような RE / TM すなわち希土類 / 遷移金属の金属間化合物の含有量を最少限にすることで、スパッタ被覆処理時に基体に溶着する元素状態の希土類金属の発生量、それ故に得られる磁気光学薄膜の特性は向上されることが見出された。したがって、合金の粉末としては

10

20

30

40

50

、元素状態ではなく遷移金属が粉末ブレンドに使用されることが望ましい。すなわち、ターゲットの圧縮処理時に、反応して十分な量のRE/TMすなわち希土類／遷移金属の金属間化合物の拡散生成物を形成するほど十分な未合金化遷移金属は存在しない。これに代えて、遷移金属は、圧密処理時に結合して遷移金属がいずれかの希土類金属と反応（すなわち金属間化合物の形成）するのを防止することのできる他の元素と合金化されることができる。これらの金属間化合物の形成は、ターゲットの圧密処理自体を制御すること、ならびに粉末ブレンド中の未合金化遷移金属粉末を排除することによって防止でき、または少なくとも実質的に制限することができる。

粉末ブレンドが圧密処理されてターゲットを形成するとき、粉末粒子は拡散すなわち結合境界面に沿って相互に連結し、結合する。圧縮成形時の圧密温度および（または）温度時間是最少限に止めることで、結合面内におけるRE/TMすなわち希土類／遷移金属の金属間化合物の拡散生成物の形成は防止されるか、少なくとも十分に制限されることになる。すなわち、この拡散生成物は、金属間結合（不干涉性析出物層の形成による）ではなく、粉末粒子が金属固溶体結合（原子格子の融合による）によって互いに保持される点までに制限される。たとえあるとしても不規則に発生するのであるが、RE/TMすなわち希土類／遷移金属の金属間化合物は、拡散生成物として、結合境界面に沿って不連続の金属間化合物の析出物の分散を典型的に形成するが、層を形成するのではない（すなわち、連続または準連続の薄膜ではない）。更に、圧密処理温度および（または）温度時間を最少限に止めることで、ターゲット中に存在するいずれかのREすなわち希土類またはRE/RMすなわち希土類／希土類の合金成分が制限される。このようにして、ターゲットの最終組織は、それ故にスパッター形成された磁気光学薄膜の特性は、堅固に制御されることになる。本発明のターゲットの向上された性能は、スパッター形成した磁気光学薄膜の飽和保磁力に関連して明白となる（第1図、第3図、第4図および第6図参照）。

与えられたターゲット組成に関して、ターゲットの酸素含有量は、低レベルにおいてはターゲットの希土類／遷移金属の金属間化合物含有量と同様に、ターゲット性能の決定に重要な役割を果たすことはないと考えられる。たとえそうであっても、ターゲットの酸素含有量は依然として重要である。本発明のターゲット中の最適酸素レベルは、約500ppm～約2000ppmの範囲内と思われる。計算した酸素含有量が約300ppm～約1200ppmの範囲内である粉末ブレンドの使用が、このようなターゲットの最適酸素レベルを生じると考えられる。このような粉末ブレンドの酸素レベルを得るために、いずれの元素状態の希土類粉末の酸素含有量も約2000ppm未満、好ましくは約1000ppm未満であることが示唆される。使用されるいずれのRE/RMすなわち希土類／希土類の合金粉末もほぼ同じ酸素含有量を有するべきと考えられる。共晶粉末の含有量は約1000ppm未満、好ましくは約800ppm未満で、遷移金属合金粉末の含有量は約800ppm未満、好ましくは約500ppm未満であるべきことも考えられる。

本発明の原理は、以下の11の例のターゲットサンプルおよびスパッタリング結果によって示されているが、これらに限定されるものではない。これらの例では、ターゲットの顕微鏡組織およびスパッタリング性能、および最終的に磁気光学薄膜の特性に及ぼす組成および製造方法の作用を示すために、3つの基本的な項目（directions）が採用されている。例1～例5はターゲットの性能特性に及ぼす圧密温度の影響力を示し、例6および例7はターゲット性能に及ぼす温度時間の影響を示している。また、例8～例11は粉末層の組成の適正な選定がターゲット性能に及ぼす影響を示している。適正に測定することは比較的容易なので、これらのターゲット例でスパッター形成された磁気光学薄膜の飽和保磁力（Hc）が各ターゲットの性能を比較するのに使用された。しかしながら、本発明の原理にしたがって製造されたターゲットでスパッター形成された磁気光学薄膜の他の特性（前述した説明を参照されたい）も、向上が示されていると考えられる。

例1、例2および例3

第I表～第II表および第1図および第2図を参照すれば、例1～例3は圧密温度がスパッターターゲット性能に及ぼす影響力を示している。特に、希土類供給源として元素状態のTbおよびTbFe12の共晶を有するFe/Tb19/Cr6/Co6（原子濃度

10

20

30

40

50

) の磁気光学スパッターターゲットが、薄膜の T b 発生量および薄膜の飽和保磁力 (H c) に対する圧縮成形温度の作用を示すために使用された。これらの例に使用された粉末成分は、各々の粉末ブレンド充填率とともに、第 I 表に見ることができる。各例の粉末ブレンドは不活性ガス 1 軸熱間圧縮成形装置を使用してそれぞれのターゲットに圧縮成形されたが、この圧縮成形装置の構造および作動は本発明の一部を形成するものではなく、それ故に本明細書では詳細に説明しない。各例に関する熱間圧縮成形条件は、第 I I 表に見ることができる。圧縮成形温度およびその温度時間は、使用される圧縮成形の特定の形式に応じて変わるものである。これらの例示的なターゲットからスパッタ形成された磁気光学薄膜は、静電付着スパッタリング装置 (static deposition sputtering system) を使用して、3 kW および 3 m Torr で 150 mm 径の酸化物被覆シリコンウエハに溶着されたのであり、該装置の構造および作動は本発明の一部を形成するものではなく、それ故に本明細書では詳細に説明しない。いずれかのこの 10 ようなスパッタリング装置を使用し、ターゲット性能および得られる磁気光学薄膜の特性を最適化する以下の周知のスパッタリング技術により、満足のいく結果が得られると考えられる。各々の結果である磁気光学ウエハは、1 つの A 1 反射層と、磁気光学合金層を挟んだ Si_3N_4 の 2 つの層とを共通して含んでいた。これらの例および他の全ての例に使用された磁気光学ウエハに関して、A 1 および Si_3N_4 の層の厚さは一定していた。これらの厚さの変化は磁気光学薄膜の最終特性に影響力を与え得ることが知られている。しかしながら、磁気光学薄膜を形成するこの点の概念は本発明の一部を形成するものではなく、それ故に本明細書では詳細に説明しない。第 1 図および第 2 図から分かるように、圧縮成形温度が低下すると、磁気光学薄膜の飽和保磁力が増大し、相応に薄膜の T b 含有量が増大する。薄膜の T b 含有量は、150 mm 径ウエハを横断する等間隔の 5 つの位置でラザフォード・バックスカッタリング・スペクトロスコピー (R B S) を使用して 2000 厚の磁気光学合金層を評価することで測定された。

例 1 ~ 例 3 は、圧縮成形温度が低下するにつれて飽和保磁力および磁気光学薄膜中の T b 発生量が増大する (それぞれ第 1 図および第 2 図を参照されたい) ことを示している。例示的な磁気光学ターゲットの顕微鏡組織の金属組織学的分析によれば、粒子間の結合層内に拡散生成物として形成された希土類 / 遷移金属の金属間化合物は、圧縮成形温度の低下につれて減少することを示している。磁気光学ターゲットの顕微鏡組織の光学的検査によれば、拡散生成物として存在する金属間化合物の量は、存在する非接触の金属間化合物析出物の量のみトレースしている例 3 の低温度で実質上排除されることを示している。この発見の第 2 の結果は、圧縮成形温度が低下するにつれて、粉末ブレンド中に存在する多量の元素状態の T b 粒子がターゲット内で希釈されずに残される (すなわち、固溶体の形態にはない) ことである。ターゲットからの T b のスパッタ発生量を更に向上させると考えられるのは未希釈の元素状態の T b の存在である。

第 2 図に見られるように、T b 濃度の曲線は、磁気光学薄膜が例 3 (すなわち低圧縮成形温度における) ターゲットからスパッタ形成されるときに実際に逆転している。したがって、磁気光学薄膜の希土類濃度の曲線は粉末ブレンド圧密処理を変化させることで制御できる (第 I I 表参照) 。

例 4 および例 5

第 I 表、第 I I 表および第 I V a 表、および第 3 図を参照すれば、例 4 および例 5 は、圧縮成形温度がターゲット性能に及ぼす影響力を示すだけでなく、ターゲット成形に使用された圧力を増大させることで許容できるターゲット密度を維持しつつ低圧密温度でさえ也可能とされることを示している。これらの例では、Fe / T b 20 / Cr / Co 6 (原子濃度) の磁気光学合金ターゲットが使用された。これらの例に使用された粉末相が、各々の粉末ブレンド充填率とともに第 I 表に見られる。各例の粉末ブレンドは不活性ガス 1 軸熱間圧縮成形装置を使用してそれぞれのターゲットに圧縮成形された。各例の熱間圧縮成形条件は、第 I I 表に見ることができる。いずれの圧縮成形装置も不活性ガス 1 軸熱間圧縮成形装置であるが、加熱方法は例 1 ~ 例 3 に関する誘導加熱から、例 4 および例 5 のターゲットに関する抵抗加熱に変更されており、試験結果では明白な影響はない。磁気光学 50

薄膜は、静電パレットの代わりに走査パレットを使用したスパッタリング装置によって、例4および例5のターゲットから、133.35mm径(5.25インチ径)の脱ガスされたポリカーボネート製ディスクにスパッター形成された。磁気光学薄膜の飽和保磁力の強さは、静電装置と反対に走査を使用するときに低下した。しかしながら、この試験結果によって評価される基本的傾向は、同じままであると考えられる。先の例におけるように、これらの薄膜は3kW、3mTorrで溶着された。第I表に示された適用可能な圧縮成形条件のもとで、745から735までの圧縮成形温度の低下は、1kOeを超える薄膜飽和保磁力の増大を生じた。

例6および例7

第I表～第II表および第4図および第5図を参照すれば、例6および例7において、10 温度状態での圧縮成形処理の持続がターゲット性能に及ぼす作用を示すために、Fe/Tb19.5/Cr6/Co6(原子濃度)の磁気光学合金ターゲットが比較された。各ターゲットは不活性ガス1軸熱間圧縮成形装置を使用して誘導加熱により形成された。これらの例に関して、これまでの例におけるように600を超える温度で110分間ほど一定に保持される時間よりも、600を超える温度での時間が監視された。600の基準線は、それ以上の温度で体積拡散および金属間化合物の形成速度が十分になるものと考えられるように、選定された。磁気光学薄膜は静電スパッタリング装置を使用して、3kWおよび3mTorrで150mm径の酸化物被覆シリコンウェーハに溶着された。第4図および第5図、および第II表から分かるように、圧縮成形温度が低下するにつれて薄膜飽和保磁力が増大し、相応に薄膜のTb含有量が増大した。これらの例示的な磁気光学薄膜のTb含有量は、ラザフォード・バックスカッタリング・スペクトロスコピー(RBS)を使用して2000厚の磁気光学合金層を評価することで、ウエハ直径の等間隔の5つの横断位置で測定された。

例6および例7の結果は、与えられた粉末ブレンド、圧密温度および適用荷重(すなわち圧力)に関して、600を超える温度時間が減少するにつれて薄膜飽和保磁力およびTb含有量は増大することを示した。各々の磁気光学ターゲットの金属組織学的試験によれば、温度時間の短縮につれて相粒子間の拡散結合層に形成された希土類/遷移金属の金属間化合物の量は減少することを示した。更に、例6のターゲットの元素状態のTb成分は、温度時間の長い例7のターゲットに比較して比較的に希釈されないで保持された。

例8、例9、例10および例11

第I表、第II表および第IVa表、および第6図および第7図を参照すれば、例8～例11はターゲット性能および磁気光学薄膜特性を最適化するための粉末相を選定する値を示している。このような最適ターゲット性能は、元素状態の粉末を排除し、合金化遷移金属粉末だけを粉末ブレンドに使用することで、得られた(例10および例11を参照されたい)。これは、元素状態のTbおよび遷移金属、特に元素状態のFe、の間の反応性が圧密工程時に金属間化合物の形成をもたらすと考えられるので、行われた。例10のターゲットには元素状態のTbは全く使用されなかった。このターゲットのTb含有量はTbFe12の共晶成分から生じた。ターゲットの金属間化合物の含有量は、磁気光学薄膜のための希土類の供給源として、TbFe12共晶粉末に代わる元素状態のTbの付加量を使用することによって更に制御できる。TbFe12に対するTbの概略的な2:1の比率が使用されて、満足される結果を得た(例11の結果を参照されたい)。例10のターゲットの金属間化合物の含有量は、約15重量%未満(ほぼ12.8重量%)であった。例11のターゲットの金属間化合物の含有量は約5重量%未満(ほぼ3.9重量%)であった。TbFe12の共晶は2相材料であり、約29重量%の共晶がFe2Tbの金属間化合物であることに留意されたい。

4つのFe/Tb18.2/Cr6/Co6(原子濃度)の磁気光学合金ターゲットが誘導加熱される不活性ガス1軸圧縮成形装置を使用して形成された(全4つのターゲットは同じ組成であるが異なる組織を有していた)。形成された磁気光学薄膜は各々が走査パレット式スパッタリング装置を使用して、2kWおよび3mTorrで133.35mm径(5.25インチ径)の脱ガスされたポリカーボネート製ディスクに溶着された。元素状

10

20

30

40

50

態の Fe 粉末を粉末ブレンドから排除することで、薄膜飽和保磁力が増大し、相應に Tb 含有量が増大した（第 I V a 表および第 I V b 表、ターゲットの例 9 および例 10 を参照されたい）。元素状態の Tb 粉末を粉末ブレンドに導入することで、薄膜飽和保磁力および Tb 含有量が更に高くなる結果を得た（ターゲットの例 10 および例 11 を比較されたい）。薄膜の Tb 含有量は、ラザフォード・バックスカッタリング・スペクトロスコピー（R B S）を使用して 2000 厚の磁気光学合金層を評価することで、各ウエハ直径の等間隔の 5 つの横断位置で測定された（第 7 図参照）。例 8 ~ 例 11 は、飽和保磁力および薄膜の Tb 含有量が、粉末ブレンド中に元素状態の Tb 粉末、TbFe12 の共晶粉末および合金化した遷移金属粉末を有し、また全てのターゲットで最少限の金属間化合物の含有量を有する例 11 のターゲットに関して最高であることを示している。最悪のものは例 8 のターゲットであり、これにおいては元素状態の Tb 粉末および元素状態の Fe 粉末が使用されていた。例 8 のターゲットの金属学的分析によれば、かなりの量の金属間化合物が例 8 のターゲットの圧縮成形時に拡散結合層中に形成されたことが示された。X 線分析によれば、全ての元素状態の Tb 成分は反応して金属間化合物の拡散生成物を形成したことが示された。厳しくはないが、例 9 のターゲットにおいても、このような金属間化合物の形成が見出された。これは、TbFe12 の共晶合金の Tb 相と、元素状態の Fe 成分との間の相互作用によると考えられる。例 8 および例 9 に見られる比較的多量の金属間化合物の拡散生成物の形成は、合金化された、すなわち元素状態でない遷移金属粉末だけを含有するように粉末ブレンドを調整することで、例 10 および例 11 のターゲットでは排除され、または少なくとも十分に減少された。

10

20

第 I 表
粉末充填率 (重量%)

粉末成分	例						11
	1-3	4&5	6&7	8	9	10	
Tb	27.8	28.9	28.3	38.8	-	-	26.9
TbFe12	13.9	14.4	-14.2	-	44.1	44.1	13.5
Fe	-	-	-	52.3	47.0	-	-
FeCr15	3.7	5.3	4.5	-	-	9.8	2.4
FeCr10	35.8	32.8	34.3	-	-	27.2	38.2
FeCo25	18.8	18.5	18.6	-	-	19.0	19.0
CoCr50*	-	-	-	8.9	8.9	-	-

* 他の合金成分は重量%表記され、CoCr合金の組成は原子濃度で表記されている。

第 II 表

熱間圧縮成形条件

例	最終圧縮温度 (°C)	600 °Cを超える時間 (分)	圧力 (Kpsi)	密度
1	800	110	3	100
2	775	110	3	98
3	750	110	3.2	96
4	745	110	3.5	99
5	735	110	3.5	96
6	800	95	3	100
7	800	150	3	98
8	800	140	3	100
9	800	140	3	100
10	800	140	3	100
11	800	140	3	100

10

20

第 III 表

例	ウエハ横断位置における 飽和保磁力 H_c (kOe)					ウエハを横断する T_b (重量%) 含有量				
	-60	-30	0	30	60	1	2	3	4	5
1	2.22	3.67	5.3	3.45	2	15	15.8	16.1	15.2	15.2
2	3.71	5.84	8.3	5.99	3.83	17.6	17.8	17.9	17.5	17.6
3	**	11.8	9.5	12.1	**	19.6	18.6	18.5	19.4	19.6
6	11.7	**	**	**	11.7	18.7	18.9	19.2	19.1	18.8
7	3	6	9.8	6.1	3.3	17	17.1	17.7	17.4	16.8

** 飽和保磁力 H_c の値は高すぎて測定できない、> 20 kOe

第 I V a 表

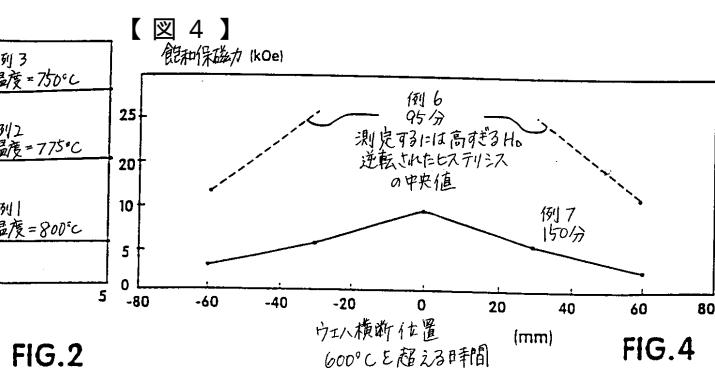
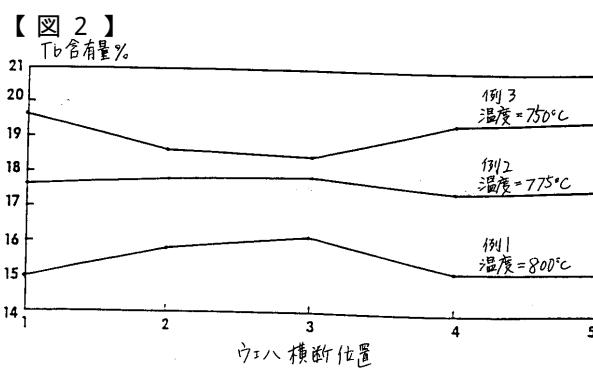
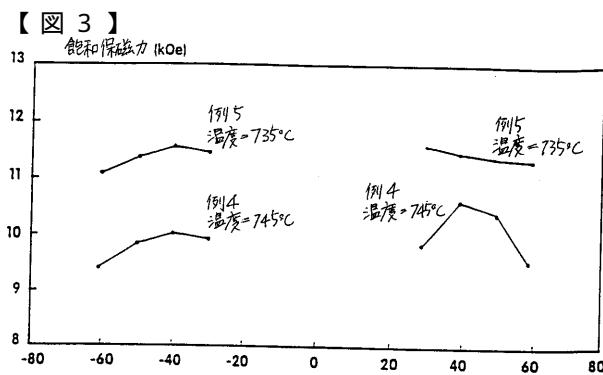
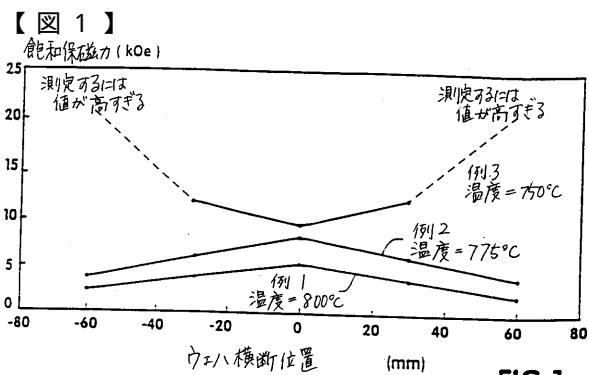
例	ウエハ横断位置における飽和保磁力 H_c (kOe) (mm)					
	-60	-50	-40	-30	30	40
4	9.47	9.86	10.02	9.9	9.81	10.56
5	11.1	11.3	11.54	11.44	11.57	11.44
	6					
8	3.2	3.5	3.8	3.75	3.5	3.3
9	3.6	4.1	4.3	4.5	4	3.7
10	4.07	4.5	4.8	5.05	4.7	4.6
11	5.8	6.35	6.8	6.6	6.05	6.1

第 I V b 表

例	ウエハを横断する T_b (重量%) 含有量				
	1	2	3	4	5
8	15.3	15.4	15.6	15.5	15.5
9	15.9	16.1	16.2	16.2	16
10	16.4	16.6	17.3	17.4	17.2
11	18.2	18.2	18.3	18.5	18.3

これまでの例は、ターゲット中に存在する希土類 / 遷移金属間化合物の量を最少限に止めることによって、スパッター処理時基体に到達する元素状態の希土類の発生量で示されるように、ターゲット性能およびスパッター形成された磁気光学薄膜の特性が向上されたことを示している。金属間化合物の含有量のこの減少は、粉末ブレンド中の全ての遷移金属を他の遷移金属または他の元素（例えば耐食性向上元素）と合金化させることなどによって、その遷移金属の反応性を低減することで達成され得る。金属間化合物は粉末ブレンドを選定することでも減少することができ、いずれかの微細に混合された合金粉末の代わりに元素状態の RE すなわち希土類または RE / RE すなわち希土類 / 希土類の合金粉末が

添加されて、遷移金属合金粉末よりも添加することで失われた遷移金属を補償する。更に、ターゲットの金属間化合物含有量を減少させるために、熱間圧縮成形温度および（または）温度時間を制限することも使用できる。これらの因子を最適化することで、優れた性能特性を有するターゲットが製造できる。このようなターゲットを製造する努力において、粉末ブレンドは希土類元素含有量の約50重量%を超える量を元素状態の粉末として加えられ、残部が共晶の、すなわち比較可能な微細な混合された合金粉末として加えられ、また遷移金属溶質が合金粉末として加えられることが好ましい。これまでの例に使用した特定の材料に関し、また同様な材料に関しては、性能を向上させて許容することのできるターゲットは、少なくとも 2110 kg/cm^2 (30 Kpsi) の圧力のもと、約400で約5時間から、約 141 kg/cm^2 (2 Kpsi) と低い圧力のもと、約800で約1時間までの時間、温度および圧力を使用することで得られると考えられる。10



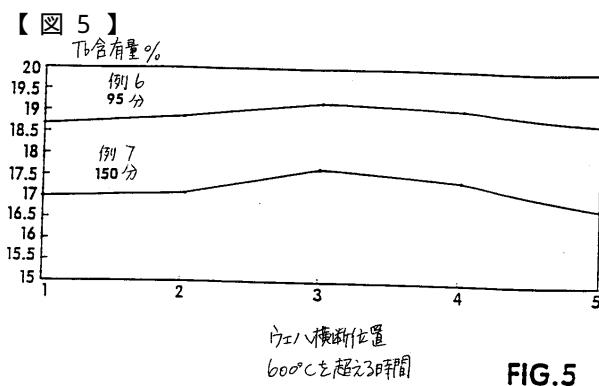


FIG.5

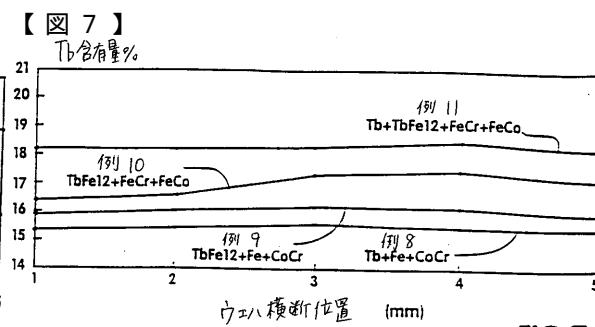


FIG.7

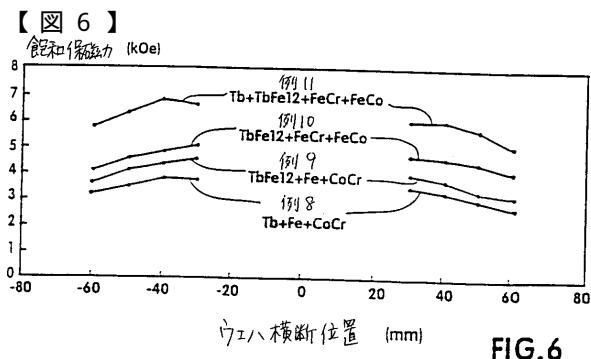


FIG.6

フロントページの続き

(72)発明者 マークス, ダニエル アール.

アメリカ合衆国 07006 ニュージャージー州 ウエスト カルドウェル, スルモント ロード 16

審査官 吉田 直裕

(56)参考文献 特開昭61-119648 (JP, A)

特開平02-046543 (JP, A)

特開昭62-054042 (JP, A)

特開平02-259068 (JP, A)

特開平02-061061 (JP, A)

特開昭61-099640 (JP, A)

特開平01-142078 (JP, A)

特開平01-298155 (JP, A)

特開平02-088768 (JP, A)

特開昭63-274763 (JP, A)

特開平02-118066 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)

C23C 14/00 - 14/58

G11B 11/105 546

EUROPAT(QUESTEL)

WPI/L(QUESTEL)