



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I628292 B

(45) 公告日：中華民國 107 (2018) 年 07 月 01 日

(21) 申請案號：104108759

(22) 申請日：中華民國 104 (2015) 年 03 月 19 日

(51) Int. Cl. : C22C19/03 (2006.01)

B22F3/14 (2006.01)

C23C14/14 (2006.01)

C23C14/34 (2006.01)

(30) 優先權：2014/03/27 日本

JP2014-067132

2014/03/28 日本

JP2014-068680

(71) 申請人：J X 日鑛日石金屬股份有限公司 (日本) JX NIPPON MINING &amp; METALS CORPORATION (JP)

日本

(72) 發明人：大橋一允 OHASHI, KAZUMASA (JP)；小田国博 ODA, KUNIHIRO (JP)

(74) 代理人：閻啟泰；林景郁

(56) 參考文獻：

JP 62-214107A

JP 136526A

JP 2011-208265A

審查人員：楊薪傳

申請專利範圍項數：10 項 圖式數：0 共 31 頁

(54) 名稱

由鎳-磷合金或鎳-鉑-磷合金構成之濺鍍靶及其製造方法

(57) 摘要

一種鎳-磷合金濺鍍靶之製造方法，其特徵在於：將磷含量為 15~21wt%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳-磷合金溶解，進行霧化加工，製作平均粒徑 100 $\mu$ m 以下之鎳-磷合金霧化加工粉後，將純鎳霧化粉混合於此鎳-磷合金霧化加工粉，對其進行熱壓。本發明之課題在於提供一種離目標組成之偏移小的鎳-磷合金濺鍍靶的製造方法。

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

## 【發明名稱】(中文/英文)

由鎳－磷合金或鎳－鉑－磷合金構成之濺鍍靶及其製造方法

## 【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種用於以濺鍍法形成薄膜之由鎳－磷合金或鎳－鉑－磷合金構成之濺鍍靶及其製造方法。

## 【先前技術】

【0002】 於硬碟等之磁記錄媒體係一直使用由鎳－磷合金或鎳－鉑－磷合金構成之薄膜。此種薄膜通常藉由對由鎳－磷合金或鎳－鉑－磷合金構成之靶進行濺鍍來形成。所謂濺鍍，如眾所周知地係下述之成膜方法：將 Ar 離子朝靶照射，藉由其撞擊能量自靶將粒子擊出，將基本成分為由靶材料構成之物質的薄膜形成在與靶對向之基板。由於靶材料係以高能量狀態撞擊並堆積在基板表面，故可形成緻密之膜。

【0003】 關於鎳－磷合金靶，例如，於專利文獻 1 揭示有一種使磷為 12~24at%，氧含量在 100wtppm 以下，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成之鎳－磷合金濺鍍靶，其特徵在於：將氧含量 10wtppm 以下之鎳－磷合金卑金屬溶解，於非活性氣體環境中進行霧化加工，製成平均粒徑 100  $\mu$ m 以下之霧化粉後，進行熱壓或熱靜水壓加壓。又，記載有根據本發明，可抑制異常放電，能夠防止顆粒 (particle) 產生。

【0004】 於專利文獻 2 揭示有一種鎳－磷系靶之製造方法，其特徵在於：於得到以鎳與磷作為主要成分之氣體霧化粉末後，藉由分級及／或粉碎將所得到之氣體霧化粉製成最大粒徑 100  $\mu$ m 以下，接著進行加壓燒結；

又，揭示有一種鎳－磷系靶，其特徵在於：最大粒徑在  $100\ \mu\text{m}$  以下，氧含量在 300ppm 以下。記載有根據本發明，靶之濺蝕部的表面粗糙度會變得比  $10\ \mu\text{mRmax}$  更細，可抑制異物產生。

【0005】 於專利文獻 3 揭示有一種濺鍍靶之製造方法，係將粉末熱固化成形，然後將該固化成形者以  $144^\circ\text{C}/\text{hr}\sim 36000^\circ\text{C}/\text{hr}$  之冷卻速度從成形溫度附近冷卻至  $300^\circ\text{C}$ ，藉此對濺鍍靶施予應變，降低磁導率。另，於實施例 189 記載有：以  $950^\circ\text{C}$  對藉由氣體霧化法製作之鎳－磷合金粉末進行 HIP（熱靜水壓加壓）成形，但是於此種高溫下會產生液相，組織脆而無法加工成靶形狀。

【0006】 再者，如上述於將鎳－磷合金熔解進行霧化加工之情形時，會發生下述問題：磷會大量地蒸散，形成與目標組成不同之組成的（組成偏移）霧化粉。並且，於使用產生此種組成偏移之霧化粉進行熱壓或熱靜水壓加壓的情形時，會發生下述問題：所得到之靶中的組成會變得不均一。並且，會有密度亦不上升，不能得到高密度之靶的問題。

【0007】 又，本申請人以前對於鎳合金濺鍍靶，提供了以下之技術。於專利文獻 4，提供如下之技術：藉由提高鎳－鉑合金之純度，以顯著降低鎳－鉑合金鑄錠之硬度，使壓延可進行，而穩定且效率佳地製造壓延靶。又，於專利文獻 5 提供一種對鎳合金鑄錠進行鍛造、壓延等而不含有粗大結晶粒之鎳合金靶。

【0008】 此等技術相較於以往之方法所製作之靶，具有下述優異之效果：可防止靶產生裂縫及裂紋，並能格外地抑制因濺鍍之異常放電所引起之顆粒的產生，但由於鎳合金本身具有非常硬且脆之性質，故想要抑制對

其進行壓延時所產生之晶界裂縫必然會有極限。

**【0009】**

專利文獻 1：日本特開 2000-309865 號公報

專利文獻 2：日本特開 2001-295033 號公報

專利文獻 3：日本特許第 5337331 號

專利文獻 4：日本特開 2010-47843 號公報

專利文獻 5：日本特開 2003-213406 號公報

**【發明內容】**

**【0010】** 本發明之課題在於提供一種組成均一、密度高且可進行穩定成膜之顆粒產生少的鎳-磷合金濺鍍靶，及離目標組成之偏移小的鎳-磷合金濺鍍靶的製造方法。又，本發明之課題在於提供一種如下之技術：藉由粉末冶金法，而穩定且效率佳地製造高密度之鎳-鉑-磷濺鍍靶。

**【0011】** 本發明人等為了解決上述問題經潛心研究的結果，得到下述見解：關於鎳-磷合金，可藉由將作為原料粉末之熔點高的鎳-磷合金粉末與純鎳粉末混合燒結，以抑制磷之蒸散，且可嚴格地控制磷含量。又，關於鎳-鉑-磷合金，得到下述見解：可將既定量 P（磷）添加在鎳原料粉末，藉此提升燒結體靶之密度。

本發明人等根據此見解，提供以下發明。

1) 一種鎳-磷合金濺鍍靶，其含有 1~10at% 之磷，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成，密度在 90% 以上。

2) 如上述 1) 記載之鎳-磷合金濺鍍靶，其中之組成變動在 5% 以內。

3) 如上述 1) 或 2) 記載之鎳-磷合金濺鍍靶，其平均結晶粒徑在 100

$\mu\text{m}$  以下。

4) 一種鎳-磷合金濺鍍靶之製造方法，係將含有 15~21wt% 之磷且剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳-磷合金加以溶解，進行霧化加工，製作平均粒徑 100  $\mu\text{m}$  以下之鎳-磷合金霧化加工粉後，將鎳霧化粉混合於此鎳-磷合金霧化加工粉，對其進行熱壓。

5) 如上述 4) 記載之鎳-磷合金濺鍍靶之製造方法，其中，於熱壓後，進行熱靜水壓加壓。

6) 一種鎳-鉑-磷合金濺鍍靶，其含有 1~10at% 之磷，含有 1~30at% 之鉑，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成，密度在 95% 以上。

7) 如上述 6) 記載之鎳-鉑-磷濺鍍靶，其中之組成變動在 5% 以內。

8) 如上述 6) 或 7) 記載之鎳-鉑-磷濺鍍靶，其平均結晶粒徑在 100  $\mu\text{m}$  以下。

9) 一種鎳-鉑-磷合金濺鍍靶之製造方法，係將含有 15~21wt% 之磷且剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳-磷合金溶解，進行霧化加工，製作平均粒徑 100  $\mu\text{m}$  以下之鎳-磷合金霧化加工粉後，將鎳霧化粉末及鉑粉末混合於此鎳-磷合金霧化加工粉後，對其進行熱壓。

10) 如上述 9) 記載之鎳-鉑-磷濺鍍靶之製造方法，其中，於熱壓後，進行熱靜水壓加壓。

**【0012】** 本發明係關於一種鎳-磷合金濺鍍靶，可藉由嚴格地控制磷含量，以抑制在安全上具有問題之磷的蒸散，可提供一種組成變動小、高密度之靶。藉此，具有下述優異之效果：可形成具有良好特性之薄膜。又，本發明係關於鎳-鉑-磷合金濺鍍靶，在不需要用以溶解鑄造或壓延加工

之大型設備下，可藉由粉末冶金法，提供高密度之靶。藉此，具有下述優異之效果：可抑制濺鍍時之顆粒的產生。

**【圖式簡單說明】**

無

**【實施方式】**

**【0013】 [鎳-磷合金濺鍍靶]**

本發明之鎳-磷合金濺鍍靶的製造，係藉由粉末燒結法。首先，準備 P（磷）含量在 15~21wt%（25~33.5at%），剩餘部分由 Ni（鎳）及不可避免之雜質構成的鎳-磷合金鑄錠。接著，將此鎳-磷合金鑄錠加以溶解，於氫、氮、氬氣等之非活性氣體環境中將此熔液噴霧、急速冷卻及凝固，即進行所謂之霧化加工，製造平均粒徑 100  $\mu$ m 以下之鎳-磷合金霧化加工粉。

**【0014】** 使磷含量為 15~21wt%，係若未達 15%或超過 21%，則熔點分別會成為 870°C、880°C，當藉由霧化進行熔液之噴霧時，熔液溫度會過低，故而難以有效地進行微細均一之霧化粉的製備。因此，可藉由使磷含量為 15~21wt%，而使熔點維持在 1000~1100°C，自熔液強冷，當變成霧化粉時，可得到更加均一之粉末。又，本發明之霧化加工粉可呈球狀，抑制比表面積。藉此，可抑制混入氧。

**【0015】** 接著，將鎳霧化粉混合於此鎳-磷合金霧化粉。鎳混合量可考慮鎳-磷合金霧化粉中之磷含量，適當調整成目標組成。又，較佳使用平均粒徑在 100  $\mu$ m 以下者作為鎳霧化粉。又，本發明之鎳霧化粉可與鎳-磷合金霧化加工粉同樣呈現球狀，抑制比表面積。

【0016】 另，雖亦考慮將鎳－磷合金鑄錠與鎳鑄錠，或鎳鑄錠與磷粉末等預先調整成目標組成後，再加以熔解進行霧化處理而得到目標組成之粉末，但合金化需要 1500°C 左右之高溫，此時蒸氣壓高之磷容易揮發，組成之控制變得極為困難。又，會發生伴隨磷揮發所造成之爐體污染或蒸發附著物之起火等危險的問題。

【0017】 接著，使用此混合粉進行熱壓加工。熱壓係於 750°C ~ 850°C (合金熔點在 870°C 以上，加熱至 870°C 以下之溫度。) · 100 ~ 300kgf/cm<sup>2</sup> 之條件下進行。藉此，可得到密度在 80% 以上，含有 1 ~ 10at% 之磷，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－鉑合金濺鍍靶材料。並將其切割、切削、研磨成靶形狀，並進行接合於背板等通常之加工，得到鎳－磷合金濺鍍靶。

【0018】 又，為了進一步提高靶密度，對熱壓加工所得到之鎳－磷合金濺鍍靶材料進一步進行熱靜水壓加壓加工及 / 或熱矯正是有效的。熱靜水壓加壓係於 750 ~ 850°C · 1200 ~ 2000kgf/cm<sup>2</sup> 之條件下進行。藉此，可得到密度在 95% 以上之鎳－磷合金靶材。

【0019】 本發明之鎳－磷合金濺鍍靶，可使靶中之組成變動在 5% 以內。如上述，由於可抑制磷之蒸散，故可得到由均一之組成構成的鎳－磷合金霧化加工粉。並且，藉由將此種加工粉作為燒結原料，可抑制靶甚至是薄膜之組成變動。本發明之組成變動，係對靶任意之部位的磷含量進行測量，使用下式從其最大值、最小值、平均值算出。

變動 = { (磷含量之最大值) - (磷含量之最小值) } / (磷含量之平均值)

例如，於圓盤狀之靶中，可測量中心、 $1/2R$ （半徑）之均等 8 點及距外圍 1cm 內側之均等 8 點的合計 17 點。

【0020】 又，本發明之鎳－磷合金濺鍍靶，可使靶之平均結晶粒徑在  $100\ \mu\text{m}$  以下。磷含量為 15~21wt% 之鎳－磷合金霧化加工粉由於形成有脆的  $\text{Ni}_3\text{P}_2$  相，故容易微細化，可藉由將此種加工粉作為燒結原料，使靶之平均結晶粒徑微細化。並且，此種微細之組織可進行穩定之成膜，顆粒產生少，可形成良質之膜。

【0021】 [鎳－鉑－磷合金濺鍍靶]

本發明之鎳－鉑－磷合金濺鍍靶之製造，係藉由粉末燒結法。首先，準備 P（磷）含量為 15~21wt%（25~33.5at%），剩餘部分由 Ni（鎳）及不可避免之雜質構成的鎳－磷合金鑄錠。藉由感應加熱將此鎳－磷合金鑄錠熔解，於氫、氮、氬氣等之非活性氣體環境中將此熔液噴霧、急速冷卻、凝固，即進行所謂之霧化加工，製作平均粒徑  $100\ \mu\text{m}$  以下之鎳－磷合金霧化加工粉。

【0022】 於鎳－磷合金鑄錠中，使磷含量為 15~21wt%，係若未達 15% 或超過 21%，則熔點分別會成為  $870^\circ\text{C}$ 、 $880^\circ\text{C}$ ，當藉由霧化進行熔液之噴霧時，熔液溫度會過低，故而難以進行微細均一之霧化粉的製備。因此，可藉由使磷含量為 15~21wt%，而使熔點維持在  $1100^\circ\text{C}$  左右，自熔液強冷，當變成霧化粉時，可得到更加均一之粉末。

【0023】 以此方式藉由霧化所製備之鎳－磷合金粉，雖會因大量磷之揮發而引起組成變動，但因是粉末，亦可考慮藉由分析所測得之磷濃度，使用其他之粉末，適當混合微調整成目標之組成，對於磷之揮發亦無須過

於敏感。另，本發明之霧化加工粉可呈現球狀，抑制比表面積。藉此可抑制混入氧。

【0024】 接著，將鎳霧化粉、鉑粉（鉑海綿（sponge））混合於此鎳—磷合金霧化粉。鎳霧化粉及鉑粉之混合量，係考慮燒結體之組成（磷：1～10at%、鉑：1～30at%、剩餘部分鎳及不可避免之雜質）進行適當調整。此時鎳霧化粉具有稀釋鎳—磷合金霧化粉所產生之磷含量的作用。又，本發明之鎳霧化粉及鉑粉，係與鎳—磷合金霧化加工粉同樣可呈現球狀，抑制比表面積。

【0025】 另，雖亦考慮以熔解法製作鎳—鉑—磷靶，但為了熔解鎳原料、鉑原料進行合金化需要 1500°C 左右之高溫，於使用鎳—磷合金作為磷之添加源的情形時，與鎳及鉑之熔點差大，蒸氣壓高的磷會揮發，而產生難以控制組成之問題。又，亦會有因磷揮發而伴隨爐體之污染或蒸發附著物之起火等危險性等的問題。

【0026】 另一方面，於僅熔解 Ni—15～21wt%P 合金的情形時，可於 1200°C 以下進行熔解，不會發生磷蒸散之問題。因此，僅對 Ni—15～21wt%P 合金進行熔解霧化，得到鎳—磷合金粉末，可將鎳粉、鉑粉混合於鎳—磷合金粉末並進行燒結，藉此製作磷蒸散少之鎳—鉑—磷濺鍍靶。

【0027】 接著，對此由鎳—磷粉、鎳粉、鉑粉構成之混合粉進行熱壓。若鎳及鎳—磷反應，磷含量達到 10wt% 以下之區域，則合金之熔點會變成 870°C，於加壓之模具中熔融，故較佳加熱至 870°C 以下之溫度，即 750°C～850°C。又，加壓壓力較佳根據模具之耐用荷重而於 100～300kgf/cm<sup>2</sup> 之範圍的條件下進行。藉由上述，可得到密度在 90% 以上之鎳—鉑—磷燒結體。

【0028】 對以此方式所得到之燒結體（磷：1~10at%、鉑：1~30at%、剩餘部分為鎳及不可避免之雜質）進行切割、切削、研磨等之機械加工成靶形狀，製作鎳-鉑-磷濺鍍靶。於實施濺鍍之情形時，將濺鍍靶接合於由銅或銅合金等構成之背板，然後再設置於濺鍍裝置即可。

【0029】 又，為了進一步提高濺鍍靶（燒結體）之密度，對經熱壓加工之燒結體進一步進行熱靜水壓加壓（HIP）加工是有效的。HIP 係於溫度為 700°C~850°C，加壓壓力為 1000~2000kgf/cm<sup>2</sup>之條件下進行。藉此，可得到密度在 95%以上之鎳-鉑-磷濺鍍靶。

【0030】 並且，本發明可使鎳-鉑-磷濺鍍靶中之組成變動在 5%以內。如上述，根據本發明，由於可抑制磷之蒸散，故可得到由均一之組成構成的鎳-磷合金霧化加工粉，可藉由將此種霧化加工粉作為燒結原料，以抑制靶之組成變動。

【0031】 本發明之組成變動，係測量靶之任意部位的磷含量，使用下式從其最大值、最小值、平均值算出。

變動 = { (磷含量之最大值) - (磷含量之最小值) } / (磷含量之平均值)

例如，於圓盤狀之靶中，可測量中心、0.5R（半徑）之均等 8 點及距外圍 1cm 內側之均等 8 點的合計 17 點。

【0032】 又，本發明之鎳-鉑-磷濺鍍靶，可使靶之平均結晶粒徑在 100 μm 以下。於磷含量為 15~21wt%之鎳-磷合金霧化粉中形成有經急冷之微細的 Ni<sub>5</sub>P<sub>2</sub> 樹枝狀結晶相，此結晶相由於相對熔點較高，故於前述之加壓溫度不易引起晶粒成長。因此，可藉由將此種加工粉作為燒結原料，以

使結晶粒徑微細化。並且，微細之組織可進行穩定成膜，顆粒少，可形成良質之膜。

#### 實施例

【0033】 接著，根據實施例來加以說明。另，本實施例為用以表示發明之一例示，本發明並不受此等實施例之限制。亦即，包含本發明之技術思想所含之其他態樣及變形。

#### 【0034】 (實施例 1-1)

對磷含量為 17wt% 之鎳-磷合金鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法，得到 Ni-17wt%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。又，此原料粉之粒徑為 120  $\mu\text{m}$ 。接著，以使磷含量成為 1at% 之方式，將粒徑 100  $\mu\text{m}$  之鎳霧化粉混合於此鎳-磷合金霧化加工粉。接著，於 830°C、300kgf/cm<sup>2</sup> 之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到磷含量為 1at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳-磷合金燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於 830°C、1500kgf/cm<sup>2</sup> 之條件進行 HIP (熱靜水壓加壓)。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0035】 對藉由上述方式所得到之鎳-磷合金燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑 440mm $\phi$ 、厚度 3mm 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 5% 以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法 (crosscut method) 調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為 100  $\mu\text{m}$ 。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板 (亦可為 In 接合)，製作鎳-磷合金濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳-磷合金薄膜。對得到之薄膜，調

查顆粒之產生量。其結果為 5 個。將以上之結果示於表 1。

濺鍍成膜係以下述條件進行（以下之實施例、比較例亦同）。

<成膜條件>

電源：直流方式

功率：15kW

極限真空度： $5 \times 10^{-8}$  Torr

環境氣體組成：Ar

濺鍍氣壓： $5 \times 10^{-3}$  Torr

濺鍍時間：15 秒

【0036】（實施例 1-2）

對磷含量為 17wt% 之鎳-磷合金鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法，得到 Ni-17wt%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。又，此原料粉之粒徑為  $120 \mu\text{m}$ 。接著，以使磷含量成為 2at% 之方式，將粒徑  $100 \mu\text{m}$  之鎳霧化粉混合於此鎳-磷合金霧化加工粉。接著，於  $830^\circ\text{C}$ 、 $300\text{kgf}/\text{cm}^2$  之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到磷含量為 1at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳-磷合金燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於  $830^\circ\text{C}$ 、 $1500\text{kgf}/\text{cm}^2$  之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0037】對藉由上述方式所得到之鎳-磷合金燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑  $440\text{mm}\phi$ 、厚度  $3\text{mm}$  的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4% 以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑

為  $100\ \mu\text{m}$ 。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板（亦可為 In 接合），製作鎳－磷合金濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳－磷合金薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量。其結果為 5 個。

【0038】 （實施例 1-3）

對磷含量為 17wt% 之鎳－磷合金鑄錠進行感應加熱溶解，使用氣體霧化法，得到 Ni-17wt%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。又，此原料粉之粒徑為  $120\ \mu\text{m}$ 。接著，以使磷含量成為 5at% 之方式，將粒徑  $100\ \mu\text{m}$  之鎳霧化粉混合於此鎳－磷合金霧化加工粉。接著，於  $830^\circ\text{C}$ 、 $300\text{kgf}/\text{cm}^2$  之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到磷含量為 1at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－磷合金燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於  $830^\circ\text{C}$ 、 $1500\text{kgf}/\text{cm}^2$  之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0039】 對藉由上述方式所得到之鎳－磷合金燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑  $440\text{mm}\ \phi$ 、厚度 3mm 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 3% 以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。（結晶粒徑之調查方式）交叉切割法其結果，平均結晶粒徑為  $100\ \mu\text{m}$ 。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板（亦可為 In 接合），製作鎳－磷合金濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳－磷合金薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量。其結果為 5 個。

【0040】 （實施例 1-4）

對磷含量為 17wt% 之鎳－磷合金鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法，得到 Ni－17wt%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。又，此原料粉之粒徑為 120  $\mu\text{m}$ 。接著，以使磷含量成為 10at% 之方式，將粒徑 100  $\mu\text{m}$  之鎳霧化粉混合於此鎳－磷合金霧化加工粉。接著，於 830°C、300kgf/cm<sup>2</sup> 之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到磷含量為 1at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－磷合金燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於 830°C、1500kgf/cm<sup>2</sup> 之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0041】 對藉由上述方式所得到之鎳－磷合金燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑 440mm $\phi$ 、厚度 3mmt 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 2% 以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為 100  $\mu\text{m}$ 。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板（亦可為 In 接合），製作鎳－磷合金濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳－磷合金薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 5 個。

【0042】 （比較例 1-1）

以使磷含量成為 1at% 之方式，對鎳－磷合金鑄錠及鎳鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法製作粉末，結果得到 Ni－0.8at%P 合金霧化加工粉。於裝置內部磷發生蒸散，而偏離目標組成。

【0043】 （比較例 1-2）

以使磷含量成為 2at% 之方式，對鎳－磷合金鑄錠及鎳鑄錠進行感應加

熱熔解，使用氣體霧化法製作粉末，結果得到 Ni-1.8at%P 合金霧化加工粉。於裝置內部磷發生蒸散，而偏離目標組成。

【0044】 (比較例 1-3)

以使磷含量成為 5at%之方式，對鎳-磷合金鑄錠及鎳鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法製作粉末，結果得到 Ni-4.5at%P 合金霧化加工粉。於裝置內部磷發生蒸散，而偏離目標組成。

【0045】 (比較例 1-4)

以使磷含量成為 10at%之方式，對鎳-磷合金鑄錠及鎳鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法製作粉末，結果得到 Ni-9.7at%P 合金霧化加工粉。於裝置內部磷發生蒸散，而偏離目標組成。

【0046】

[表 1]

	原料粉末	目標組成	粉末組成	HP 條件		燒結體組成	HP 後 組成偏離	HP 後 密度(%)	HIP 條件		HIP 後 密度(%)	顆粒數 (個)	組成變動 (%)
				溫度 (°C)	壓力 (kgf)				溫度 (°C)	壓力 (kgf)			
實施例 1-1	Ni-17at%P 霧化+Ni 霧化	Ni-1at%P	Ni-1at%P	830	300	Ni-1at%P	無	80	830	1500	95	5	5
實施例 1-2	Ni-17at%P 霧化+Ni 霧化	Ni-2at%P	Ni-2at%P	830	300	Ni-2at%P	無	80	830	1500	95	5	4
實施例 1-3	Ni-17at%P 霧化+Ni 霧化	Ni-5at%P	Ni-5at%P	830	300	Ni-5at%P	無	80	830	1500	95	5	3
實施例 1-4	Ni-17at%P 霧化+Ni 霧化	Ni-10at%P	Ni-10at%P	830	300	Ni-10at%P	無	80	830	1500	95	5	2
比較例 1-1	Ni-P+Ni 熔解→霧化	Ni-1at%P	Ni-0.8at%P	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
比較例 1-2	Ni-P+Ni 熔解→霧化	Ni-2at%P	Ni-1.8at%P	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
比較例 1-3	Ni-P+Ni 熔解→霧化	Ni-5at%P	Ni-4.5at%P	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
比較例 1-4	Ni-P+Ni 熔解→霧化	Ni-10at%P	Ni-9.7at%P	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

**【0047】** (實施例 2-1)

對含有 17at%之磷的鎳-磷合金鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法，得到 Ni-17at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳-磷合金霧化加工粉。於 830°C、300kgf/cm<sup>2</sup>之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 20at%，磷含量為 1at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳-鉑-磷系燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於 830°C、1500kgf/cm<sup>2</sup>之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

**【0048】** 對藉由上述方式所得到之鎳-鉑-磷燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑 440mm $\phi$ 、厚度 3mmt 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4%以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為 60 $\mu$ m。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板（亦可為 In 接合），製作鎳-磷合金濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳-磷合金薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 50 個。

**【0049】** (實施例 2-2)

對含有 18at%之磷的鎳-磷合金鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法，得到 Ni-18at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳-磷合金霧化加工粉。於 830°C、300kgf/cm<sup>2</sup>之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 30at%，磷含量為 1at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳-鉑-磷燒結體。又，此時燒結

體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於 830°C、1500kgf/cm<sup>2</sup>之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0050】 對藉由上述方式所得到之鎳－鉑－磷燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑 440mm $\phi$ 、厚度 3mmt 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4%以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為 70 $\mu$ m。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板，製作鎳－鉑－磷濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳－鉑－磷薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 100 個。

【0051】 （實施例 2-3）

對含有 19at%之磷的鎳－磷合金鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法，得到 Ni-19at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳－磷合金霧化加工粉。於 830°C、300kgf/cm<sup>2</sup>之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 10at%，磷含量為 2at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－鉑－磷合金燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於 830°C、1500kgf/cm<sup>2</sup>之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0052】 對藉由上述方式所得到之鎳－鉑－磷燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑 440mm $\phi$ 、厚度 3mmt 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4%以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑

為  $65\ \mu\text{m}$ 。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板，製作鎳－鉑－磷濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳－鉑－磷薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 50 個。

【0053】 (實施例 2-4)

對含有 20at% 之磷的鎳－磷合金鑄錠進行感應加熱溶解，使用氣體霧化法，得到 Ni-20at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳－磷合金霧化加工粉。於  $830^\circ\text{C}$ 、 $300\text{kgf}/\text{cm}^2$  之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 20at%，磷含量為 2at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－鉑－磷燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於  $830^\circ\text{C}$ 、 $1500\text{kgf}/\text{cm}^2$  之條件進行 HIP (熱靜水壓加壓)。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0054】 對藉由上述方式所得到之鎳－鉑－磷燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑  $440\text{mm}\ \phi$ 、厚度 3mm 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4% 以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為  $70\ \mu\text{m}$ 。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板，製作鎳－鉑－磷濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳－鉑－磷薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 50 個。

【0055】 (實施例 2-5)

對含有 21at% 之磷的鎳－磷合金鑄錠進行感應加熱溶解，使用氣體霧化

法，得到 Ni-21at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳-磷合金霧化加工粉。於 830°C、300kgf/cm<sup>2</sup> 之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 20at%，磷含量為 5at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳-鉑-磷燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於 830°C、1500kgf/cm<sup>2</sup> 之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0056】 對藉由上述方式所得到之鎳-鉑-磷燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑 440mm $\phi$ 、厚度 3mm 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4% 以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為 80 $\mu$ m。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板，製作鎳-鉑-磷濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳-鉑-磷薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 50 個。

【0057】 （實施例 2-6）

對含有 22at% 之磷的鎳-磷合金鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法，得到 Ni-22at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳-磷合金霧化加工粉。於 830°C、300kgf/cm<sup>2</sup> 之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 30at%，磷含量為 5at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳-鉑-磷燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於 830°C、1500kgf/cm<sup>2</sup> 之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0058】 對藉由上述方式所得到之鎳－鉑－磷燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑  $440\text{mm}\phi$ 、厚度  $3\text{mm}$  的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4% 以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為  $75\mu\text{m}$ 。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板，製作鎳－鉑－磷濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳－鉑－磷薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 100 個。

【0059】 (實施例 2-7)

對含有 23at% 之磷的鎳－磷合金鑄錠進行感應加熱溶解，使用氣體霧化法，得到 Ni-23at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳－磷合金霧化加工粉。於  $830^\circ\text{C}$ 、 $300\text{kgf}/\text{cm}^2$  之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 10at%，磷含量為 10at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－鉑－磷燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於  $830^\circ\text{C}$ 、 $1500\text{kgf}/\text{cm}^2$  之條件進行 HIP (熱靜水壓加壓)。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0060】 對藉由上述方式所得到之鎳－鉑－磷燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑  $440\text{mm}\phi$ 、厚度  $3\text{mm}$  的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4% 以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為  $70\mu\text{m}$ 。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板，製作鎳－鉑－磷濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形

成鎳－鉑－磷薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 50 個。

【0061】 (實施例 2-8)

對含有 24at%之磷的鎳－磷合金鑄錠進行感應加熱溶解，使用氣體霧化法，得到 Ni-24at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳－磷合金霧化加工粉。於 830°C、300kgf/cm<sup>2</sup>之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 20at%，磷含量為 10at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－鉑－磷燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於 830°C、1500kgf/cm<sup>2</sup>之條件進行 HIP (熱靜水壓加壓)。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0062】 對藉由上述方式所得到之鎳－鉑－磷燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑 440mm $\phi$ 、厚度 3mm 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4%以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為 70 $\mu$ m。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板，製作鎳－鉑－磷濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳－鉑－磷薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 50 個。

【0063】 (實施例 2-9)

對含有 25at%之磷的鎳－磷合金鑄錠進行感應加熱溶解，使用氣體霧化法，得到 Ni-25at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳－磷合金霧化加工粉。於 830°C、300kgf/cm<sup>2</sup>

之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 5at%，磷含量為 1at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－鉑－磷燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於 830°C、1500kgf/cm<sup>2</sup>之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0064】 對藉由上述方式所得到之鎳－鉑－磷燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑 440mm $\phi$ 、厚度 3mmt 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4%以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為 70 $\mu$ m。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板，製作鎳－鉑－磷濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳－鉑－磷薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 50 個。

【0065】 （實施例 2-10）

對含有 26at%之磷的鎳－磷合金鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法，得到 Ni-26at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳－磷合金霧化加工粉。於 830°C、300kgf/cm<sup>2</sup>之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 5at%，磷含量為 2at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－鉑－磷合金燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於 830°C、1500kgf/cm<sup>2</sup>之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0066】 對藉由上述方式所得到之鎳－鉑－磷合金燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑 440mm $\phi$ 、厚度 3mmt 的圓盤狀濺鍍靶。

調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4% 以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為  $70\ \mu\text{m}$ 。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板，製作鎳－鉑－磷濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳－鉑－磷薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 50 個。

【0067】 （實施例 2-11）

對含有 27at% 之磷的鎳－磷合金鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法，得到 Ni-27at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳－磷合金霧化加工粉。於  $830^\circ\text{C}$ 、 $300\text{kgf}/\text{cm}^2$  之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 5at%，磷含量為 5at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－鉑－磷燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於  $830^\circ\text{C}$ 、 $1500\text{kgf}/\text{cm}^2$  之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

【0068】 對藉由上述方式所得到之鎳－鉑－磷燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑  $440\text{mm}\phi$ 、厚度 3mm 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4% 以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為  $65\ \mu\text{m}$ 。然後，將此濺鍍靶擴散接合在由銅合金構成之背板，製作鎳－鉑－磷濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳－鉑－磷薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 100 個。

**【0069】** (實施例 2-12)

對含有 28at% 之磷的鎳-磷合金鑄錠進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法，得到 Ni-28at%P 合金霧化加工粉。霧化加工粉大致為球狀。接著，將鎳霧化粉、鉑粉混合於此鎳-磷合金霧化加工粉。於 830°C、300kgf/cm<sup>2</sup> 之條件對此混合粉進行熱壓。藉此，得到鉑含量為 5at%，磷含量為 10at%，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳-鉑-磷燒結體。又，此時燒結體之密度為 80%。接著，將此燒結體封閉在 SUS 罐，於 830°C、1500kgf/cm<sup>2</sup> 之條件進行 HIP（熱靜水壓加壓）。藉此，使燒結體密度成為 95%。

**【0070】** 對藉由上述方式所得到之鎳-鉑-磷合金燒結體進行切削、研磨等之機械加工，製作直徑 440mm $\phi$ 、厚度 3mm 的圓盤狀濺鍍靶。調查此濺鍍靶中之組成變動。其結果，組成變動在 4% 以內。接著，藉由 JISH0501 規定之交叉切割法調查此濺鍍靶之平均結晶粒徑。其結果，平均結晶粒徑為 70 $\mu$ m。然後，將此濺鍍靶擴散接合（亦可為 In 接合）在由銅合金構成之背板，製作鎳-鉑-磷濺鍍靶與銅合金背板之組裝體。然後，使用此組裝體進行濺鍍，形成鎳-鉑-磷薄膜。對得到之薄膜，調查顆粒之產生量與組成變動。其結果為 50 個。

**【0071】** (比較例 2-1)

以成為 Ni-20at%Pt-1at%P 之方式，對鎳珠粒、鉑粉及磷塊進行感應加熱熔解，使用氣體霧化法製作粉末，結果得到 Ni-20at%Pt-0.8at%P 霧化加工粉。上述方式於裝置內部磷發生蒸散，而偏離目標組成。又，發生因霧化處理造成之步驟損失，鉑之損失以重量計，有 0.2%。

**【0072】** (比較例 2-2)

以成為 Ni-20at%Pt-1at%P 之方式，對鎳珠粒、鉑粉及 Ni-17wt%P 合金鑄錠進行感應加熱溶解，使用氣體霧化法製作粉末，結果得到 Ni-20at%Pt-0.9at%P 霧化加工粉。上述方式於裝置內部磷發生蒸散，而偏離目標組成。又，發生因霧化處理造成之步驟損失，鉑之損失以重量計，有 0.2%。

【0073】 （比較例 2-3）

以成為 Ni-10at%Pt-2at%P 之方式，對鎳珠粒、Ni-20at%Pt 合金鑄錠及磷塊進行感應加熱溶解，使用氣體霧化法製作粉末，結果得到 Ni-10at%Pt-1.6at%P 霧化加工粉。上述方式於裝置內部磷發生蒸散，而偏離目標組成。又，發生因霧化處理造成之步驟損失，鉑之損失以重量計，有 0.2%。

【0074】 （比較例 2-4）

以成為 Ni-10at%Pt-2at%P 之方式，對鎳珠粒、Ni-20at%Pt 合金鑄錠及 Ni-17wt%P 合金鑄錠進行感應加熱溶解，使用氣體霧化法製作粉末，結果得到 Ni-10at%Pt-1.7at%P 霧化加工粉。上述方式於裝置內部磷發生蒸散，而偏離目標組成。又，發生因霧化處理造成之步驟損失，鉑之損失以重量計，有 0.2%。

【0075】

[表 2]

	得到原料粉末之方法	目標組成	Pt 損失	粉末組成	HP 條件		HP 後 密度	HP 後 組成偏離	HIP 條件		HIP 後 密度(%)	組成變動(%)		粒徑	顆粒 個數
					溫度 (°C)	壓力 (kgf)			溫度 (°C)	壓力 (kef)		Pt	P		
實施例 2-1	Ni-17wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-20at%Pt-1at%P	-	Ni-20at%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.5	2.0	60	50
實施例 2-2	Ni-18wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-30at%Pt-1at%P	-	Ni-30at%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.7	3.0	70	100
實施例 2-3	Ni-19wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-10at%Pt-2at%P	-	Ni-10at%Pt-2at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.6	3.0	65	50
實施例 2-4	Ni-20wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-20at%Pt-2at%P	-	Ni-20at%Pt-2at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.8	2.0	70	50
實施例 2-5	Ni-21wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-20at%Pt-5at%P	-	Ni-20at%Pt-5at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.6	3.0	80	50
實施例 2-6	Ni-22wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-30at%Pt-5at%P	-	Ni-30at%Pt-5at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.8	2.0	75	100
實施例 2-7	Ni-23wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-10at%Pt-10at%P	-	Ni-10at%Pt-10at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.6	3.0	70	50
實施例 2-8	Ni-24wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-20at%Pt-10at%P	-	Ni-20at%Pt-10at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.8	2.0	70	50
實施例 2-9	Ni-25wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-5at%Pt-1at%P	-	Ni-5at%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.6	3.0	70	50
實施例 2-10	Ni-26wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-5at%Pt-2at%P	-	Ni-5at%Pt-2at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.8	2.0	70	50
實施例 2-11	Ni-27wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-5at%Pt-5at%P	-	Ni-5at%Pt-5at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.6	3.0	65	100
實施例 2-12	Ni-28wtP 霧化, Ni 霧化, Pt 海綿	Ni-5at%Pt-10at%P	-	Ni-5at%Pt-10at%P	830.0	300.0	80	無	830.0	1500.0	95	0.8	2.0	70	50
比較例 2-1	將 Ni、Pt、P 熔解→霧化	Ni-20at%Pt-1at%P	大	Ni-20at%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	有	-	-	-	-	-	-	-
比較例 2-2	將 Ni、Pt、Ni-P 熔解→霧化	Ni-20at%Pt-1at%P	大	Ni-20at%Pt-1at%P	830.0	300.0	80	有	-	-	-	-	-	-	-
比較例 2-3	將 Ni、Ni-Pt、P 熔解→霧化	Ni-10at%Pt-2at%P	大	Ni-10at%Pt-2at%P	830.0	300.0	80	有	-	-	-	-	-	-	-
比較例 2-4	將 Ni、Ni-Pt、Ni-P 熔解→霧化	Ni-10at%Pt-2at%P	大	Ni-10at%Pt-2at%P	830.0	300.0	80	有	-	-	-	-	-	-	-



### 產業上之利用可能性

【0076】 本發明係關於一種鎳－磷合金濺鍍靶，藉由嚴格地控制磷含量，而可抑制在安全上具有問題之磷的蒸散，可提供一種組成變動小、高密度之靶。藉此，具有下述優異之效果：可形成具有良好特性之薄膜。又，本發明係關於鎳－鉑－磷合金濺鍍靶，在不需要用以熔解鑄造或壓延加工之大型設備下，可藉由粉末冶金法，提供高密度之靶。藉此，具有下述優異之效果：可抑制濺鍍時之顆粒的產生。本發明之濺鍍靶對於形成硬碟等磁記錄媒體用之薄膜有用。

### 【符號說明】

無

**公告本****發明摘要**

※ 申請案號：104108759

※ 申請日：104/03/19

※IPC 分類： C22C 19/03 (2006.01)  
B22F 3/14 (2006.01)  
C23C 14/14 (2006.01)  
C23C 14/34 (2006.01)**【發明名稱】(中文/英文)**

由鎳－磷合金或鎳－鉑－磷合金構成之濺鍍靶及其製造方法

**【中文】**

一種鎳－磷合金濺鍍靶之製造方法，其特徵在於：將磷含量為 15~21wt %，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－磷合金熔解，進行霧化加工，製作平均粒徑 100  $\mu$ m 以下之鎳－磷合金霧化加工粉後，將純鎳霧化粉混合於此鎳－磷合金霧化加工粉，對其進行熱壓。本發明之課題在於提供一種離目標組成之偏移小的鎳－磷合金濺鍍靶的製造方法。

**【英文】**

無

**【代表圖】**

**【本案指定代表圖】**：第（無）圖。

**【本代表圖之符號簡單說明】**：

無

**【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】**：

無

## 申請專利範圍

- 1.一種鎳－磷合金濺鍍靶，其含有 1~10at%之磷，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成，密度在 90%以上。
- 2.如申請專利範圍第 1 項之鎳－磷合金濺鍍靶，其中之組成變動在 5%以內。
- 3.如申請專利範圍第 1 或 2 項之鎳－磷合金濺鍍靶，其平均結晶粒徑在 100  $\mu\text{m}$  以下。
- 4.一種鎳－磷合金濺鍍靶之製造方法，係將含有 15~21wt%之磷且剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－磷合金加以熔解，進行霧化加工，製作平均粒徑 100  $\mu\text{m}$  以下之鎳－磷合金霧化加工粉後，將鎳霧化粉混合於此鎳－磷合金霧化加工粉，對其進行熱壓。
- 5.如申請專利範圍第 4 項之鎳－磷合金濺鍍靶之製造方法，其中，於熱壓後，進行熱靜水壓加壓。
- 6.一種鎳－鉑－磷合金濺鍍靶，其含有 1~10at%之磷，含有 1~30at%之鉑，剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成，密度在 95%以上。
- 7.如申請專利範圍第 6 項之鎳－鉑－磷合金濺鍍靶，其中之組成變動在 5%以內。
- 8.如申請專利範圍第 6 或 7 項之鎳－鉑－磷合金濺鍍靶，其平均結晶粒徑在 100  $\mu\text{m}$  以下。
- 9.一種鎳－鉑－磷合金濺鍍靶之製造方法，係將含有 15~21wt%之磷且剩餘部分由鎳及不可避免之雜質構成的鎳－磷合金熔解，進行霧化加工，製作平均粒徑 100  $\mu\text{m}$  以下之鎳－磷合金霧化加工粉後，將鎳霧化粉末及鉑

粉末混合於此鎳－磷合金霧化加工粉後，對其進行熱壓。

10.如申請專利範圍第 9 項之鎳－鉑－磷合金濺鍍靶之製造方法，其中，於熱壓後，進行熱靜水壓加壓。