

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C23C 14/34

C23C 14/14

[12] 发明专利说明书

B22F 1/00 C22C 1/04

G11B 5/85 G11B 7/24

[21] ZL 专利号 94194332.1

[45] 授权公告日 2001 年 10 月 10 日

[11] 授权公告号 CN 1072733C

[22] 申请日 1994. 11. 22

[21] 申请号 94194332.1

[30] 优先权

[32] 1993. 12. 2 [33] US [31] 161143

[86] 国际申请 PCT/US94/13401 1994. 11. 22

[87] 国际公布 WO95/15407 英 1995. 6. 8

[85] 进入国家阶段日期 1996. 5. 29

[73] 专利权人 材料研究公司

地址 美国纽约州

[72] 发明人 丹尼尔·R·马克斯

[56] 参考文献

DE3738738C 1989. 1. 26 _

US5098649 1992. 3. 24 _

审查员 魏保志

[74] 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

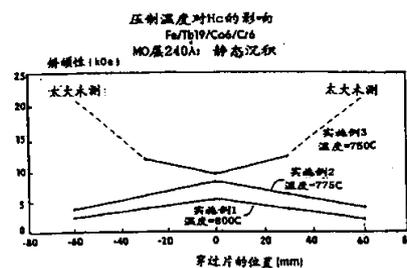
代理人 刘国平

权利要求书 2 页 说明书 19 页 附图页数 4 页

[54] 发明名称 磁光合金溅射靶

[57] 摘要

一种用于生产磁光记录介质的合金靶,其组成中包含至少一种稀土元素和至少一种过渡金属,靶的组织具有一种过渡金属成分和一种混合良好的稀土相及一种稀土/过渡金属间的金属互化物的合金成分,本发明的靶其组织中包含最少的金属互化物。一种用于生产磁光记录介质的合金靶的生产方法,该方法包括使过渡金属成分的颗粒(优选仅为合金化的过渡金属)与混合良好的合金颗粒混合以生产粉末掺混物,所说的掺混物基本上不包含未合金化的过渡金属的颗粒,将粉末掺混物在抑氧环境下,在一定温度和压力下,进行压制操作一定的时间,使所产生的靶具有最少的稀土/过渡间金属互化物。



ISSN 1008-4274



权 利 要 求 书

1. 一种用于生产磁光记录介质的合金靶，其组成中包含至少一种稀土元素和至少一种过渡金属，靶的组织具有一种过渡金属成分和一种混合良好的稀土相及一种稀土/过渡金属间金属互化物的合金成分，所说的靶包含最高 15%(重量)的所说的金属互化物，所说的过渡金属成分为过渡金属合金以限制在靶的生产过程中金属互化物的形成。

2. 根据权利要求 1 的靶，其中所说的组织的成分沿无稀土/过渡金属间的金属互化物扩散产物的结合界面结合在一起。

3. 根据权利要求 2 的靶，其包含最高 10%(重量)的所说的金属互化物。

4. 根据权利要求 2 的靶，其包含最高 5%(重量)的所说的金属互化物。

5. 根据权利要求 2 的靶，其中所述稀土成分为元素态。

6. 根据权利要求 1-2 之一的靶，其中所述合金成分包括至少两种不同的稀土元素。

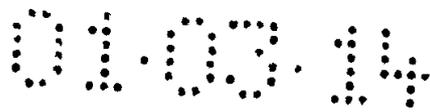
7. 根据权利要求 1-2 之一的靶，其中所述组织包括一种由至少两种不同的过渡金属组成的合金。

8. 根据权利要求 1-2 之一的靶，其中所述组织包括一种与至少一种改善耐腐蚀性元素合金化的过渡金属。

9. 根据权利要求 1-2 之一的靶，其中所述混合良好的合金包括一种稀土/过渡金属低共熔合金。

10. 根据权利要求 1-2 之一的靶，其中所述混合良好的合金包括一种稀土基质。

11. 一种用于生产磁光记录介质的合金靶的生产方法，该方法包括下述步骤：

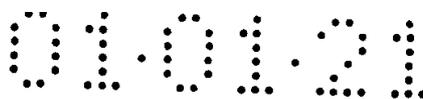


以颗粒的形式，提供至少一种混合良好的一种稀土相与一种稀土/过渡金属间的金属互化物的合金成分，和至少一种过渡金属成分，其中所述的至少一种过渡金属成分为一种合金以限制在靶的生产过程中金属互化物的形成；混合颗粒生产粉末掺混物；和

将粉末掺混物在抑氧环境下，在一定温度和压力下，进行压制操作一定的时间，使所产生的靶具有最高含量为 15%(重量)的所说的稀土/过渡金属间的金属互化物。

12. 根据权利要求 11 的方法，其包括提供至少一种元素态的稀土金属的颗粒，使元素态的稀土颗粒与至少一种混合良好的合金及至少一种过渡金属的颗粒混合以生产粉末掺混物。

13. 根据权利要求 11 或 12 的方法，其包括提供至少一种稀土/稀土合金的颗粒，使稀土/稀土合金的颗粒与至少一种混合良好的合金及至少一种过渡金属的颗粒混合以生产粉末掺混物。



说明书

磁光合金溅射靶及其生产方法

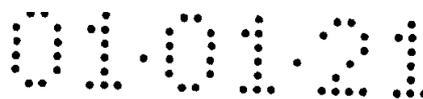
技术领域

本发明涉及一种用于生产磁光(magneto-optical)记录介质的合金靶，还涉及一种生产这种靶的方法。

发明背景

磁光(MO)记录介质是通过向一种基质上溅射一种薄层或膜而形成的，所说的基质可为玻璃或塑料片或盘，薄层或膜由稀土金属和过渡金属以希望的组成构成。这种 MO 记录介质用于数据贮存，并用于声音再现应用中以生产可记录的紧致盘(CD)。用于溅射方法中的靶是通过各种方法且由各种材料制成的。在 US 4, 957, 549、US 4, 620, 872、US 4, 946, 501、US4,915,738 和 US 4, 992, 095 中可以找到各种靶材料及生产方法。

通常，选择该种溅射靶材料或生产方法取决于在生产(即溅射)磁光记录介质层中靶的性能参数。每一种靶的性能通常是由生产的已溅射的 MO 膜的得到的性质来测得的。这些性质可以包括矫顽性(coercivity)(Hc)、矫顽均匀性、记录(外场)偏敏性(write (external field) bias sensitivity)，信噪比(C/N)及块错误率(block error rate)。所希望的 MO 膜的性质有可能对不同的应用领域有变化。例如，一种 MO 膜可以显示出对某种应用而言，其矫顽性(Hc)太高或太低，而对另一种应用该值则正好。通常，对于一种已知的 MO 膜而言，所希望的矫顽性可以变化，矫顽性最好保持较高而矫顽均匀性较低。此外，对于一种已知的 MO 膜而言，希望高 C/N 比值，并且保持所希望的块



错误率(block error rate)尽可能地如读激光电源一般低。还希望这种溅射靶具有低的氧含量. 为更有效地进行生产, 对靶而言, 同样重要的是以低的等离子阻抗用高的沉积速度进行溅射。

磁光记录介质工业的竞争性极强。人们已经和正在作着不懈的努力, 进行大量的研究与开发工作以更好地了解溅射靶材料与生产工艺以及形成的磁光记录介质所希望的性能间的关系。尽管如此, 人们仍希望得到能够制备溅射靶的替换材料及生产工艺, 这此靶可稳定地生产高质量的 MO 膜。本发明的主要贡献在于此。

发明简述

本发明涉及一种具有改善了性能参数的溅射靶。具体而言, 本发明涉及一种能稳定地溅射具有改善性能的磁光记录介质层的靶。本发明还涉及一种生产该种 MO 溅射靶的方法, 其中, 形成的靶的组织可被很好地控制, 因而能稳定地生产具有所希望的改善性能的溅射的 MO 膜。

按照本发明的一个方面提供了一种用于生产磁光记录介质的合金靶, 其组成中包含至少一种稀土元素和至少一种过渡金属, 靶的组织具有一种过渡金属成分和一种稀土相与一种稀土/ 过渡金属间的金属互化物的混合良好的合金成分, 所说的靶包含最高约 15%(重量) 的所说的金属互化物, 所说的过渡金属成分为过渡金属合金以限制在靶的生产过程中金属互化物的形成, 所说的组织基本上不包含未合金化的过渡金属。

按照本发明的另一个方面, 提供了一种用于生产磁光记录介质的合金靶, 其组成中包含至少一种稀土元素和至少一种过渡金属, 靶的组织具有多个成分, 它们包括过渡金属成分和混合良好的稀土相及一种稀土/ 过渡金属间的金属互化物的合金, 所说的组织基本上不包含未合金化的过渡金属, 所说的组织的各成分沿基本上无稀土/ 过渡金属间的金属互化物扩散产物的结合界面结合在一起。也就是说, 其中



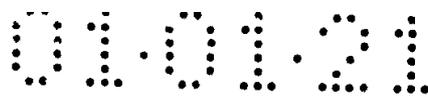
所述组织的各成分沿扩散界面结合在一起，且该扩散界面是不含稀土/过渡金属间的金属互化物扩散产物。

另一方面，本发明提供了一种用于形成磁光记录介质的合金靶的生产方法，该方法包括下述步骤：

以颗粒的形式，提供至少一种混合良好的一种稀土相与一种稀土/过渡金属间的金属互化物的合金成分，和至少一种过渡金属成分，其中至少一种过渡金属成分为一种合金以限制在靶的生产过程中金属互化物的形成；混合颗粒生产粉末掺混物；和

将粉末掺混物在抑氧环境下，在一定温度和压力下，进行压制操作一定的时间，使所产生的靶具有最高含量为 15%(重量)的所说的稀土/过渡金属间的金属互化物。

本发明溅射靶的组成中包含至少一种稀土元素和至少一种过渡金属。本发明的每一种靶具有如下的组织：该组织具有多个成分，包括过渡金属成分和混合良好的(finely mixed)一种稀土相及一种稀土 / 过渡金属(RE/TM)金属互化物的合金成分。优选的是，所述合金成分包括至少两种不同的稀土元素。当实际的样品靶用铽-铁共晶合金(TbFe₁₂)制成时，据信，通过使用其它混合良好的合金如那些由包晶或包晶共晶反应形成的合金等也可产生满意的结果。据信，如果混合良好的合金中的稀土含量高，可达到最好的结果，其中混合良好的合金包括一种稀土/过渡金属低共熔合金，而且混合良好的合金也可包括一种稀土基质。例如通过使用高级低共熔Tb-Fe合金(即具有稀土基质)而不是低级低共熔Tb-Fe合金(即具有金属互化物基质)。因而，以下，包括共晶合金的靶组织将被理解为不排除其它的发现为可接受的这种混合良好的合金。而且所述靶组织优选包括一种由至少两种不同的过渡金属组成的合金。优选的是，过渡金属成分为过渡金属合金。本发明的靶组织最好可以包括多于一种过渡金属合金以达到所希望的靶与MO膜的组成。靶组织可以包括多种过渡金属/过渡金属合金，过渡金



属与改善耐腐蚀性的元素的合金，或者是它们的混合物。所述靶组织包括一种与至少一种改善耐腐蚀性元素合金化的过渡金属。

业已发现，对组织中的稀土/过渡金属间金属互化物的量进行限定，靶会更有可能稳定地溅射具有改善性能的 MO 膜。本发明的靶的组织优选基本上没有任何非合金或元素态过渡金属，以在靶生产过程中限制这种金属互化物的形成。非合金过渡金属如 Fe 具有很强的活性，在靶的生产过程中，会与稀土元素如 Tb 形成金属互化物。当希望减小 RE/TM 金属互化物的量时，同样最好在靶的生产过程中存在一定量的金属互化物以帮助控制靶的氧含量。靶中的氧含量太大对靶的性能起相反的作用。

在一种生产靶的方法中，所希望的靶组织的各成分以颗粒形式提供并混合在一起成粉末掺混物。然后将该粉末掺混物在抑氧条件下进行固结操作，如热等压压制、真空热压制、惰性气体热压制等。固结过程中，组成靶组织的颗粒沿着键合或扩散界面如通过压力烧结结合在一起。为了进一步限制靶中的 RE/TM 金属互化物的量从而进一步改善靶的性能和形成的 MO 膜的性能，也可避免在扩散界面中形成作为扩散产物的金属互化物。通过避免使用非合金的粉末掺混物形式的过渡金属粉末，并改变固结温度和 / 或改变在固结靶的温度下的固结时间，可生产出无或基本上无该金属互化物扩散产物的靶组织。因此，通过减少粉末掺混物中的金属互化物的含量和/或改变用于将粉末掺混物固结成靶的工艺，可以控制最后的靶中的 RE/TM 金属互化物的量，从而控制形成的 MO 膜的性能。使用基本上无任何非合金的过渡金属颗粒的粉末掺混物，通过在改变的温度和/或在该温度下改变的时间下固结粉末掺混物，由使用这些掺混物而生产的代表性靶溅射具有稳定的高矫顽值的 MO 膜。

通过在靶组织中包含稀土的区域处富集稀土可改变靶组织中的 RE/TM 金属互化物量，使靶的性能得到额外的改善。其中，稀土成分

基本上为元素态。一方面，所述方法可包括提供至少一种基本上元素态的稀土金属的颗粒，使元素态的稀土颗粒与至少一种混合良好的合金及至少一种过渡金属的颗粒混合以生产粉末掺混物；另一方面，所述方法也可包括提供至少一种稀土/稀土合金的颗粒，使稀土/稀土合金的颗粒与至少一种混合良好的合金及至少一种过渡金属的颗粒混合以生产粉末掺混物。靶的这种稀土富集过程这样完成：向本发明的基本的粉末掺混物中加入基本上元素态的稀土(RE)，从而增加靶组织中的稀土含量，减少靶中 RE/TM 金属互化物的含量，增加了在形成的 MO 膜中稀土的产率。据信，可采用稀土/稀土(RE/RE)合金颗粒(即基本上仅包含稀土元素的合金)代替或与元素 RE 颗粒一起来产生这种作用。此外，减小固结操作过程中的温度和/或有在该温度下的时间不仅限制了 RE/TM 金属互化物扩散产物的形成，而且减少了由于扩散而致的元素 RE 或 RE/RE 合金颗粒与非稀土元素间的合金化，从而增加了靶中未稀释的稀土金属(即未在非稀土元素的固溶液中)的量，并对靶及 MO 膜的性能增加了协同改善。

因此，业已发现，通过按照如上所述的本发明的原理来改变靶的组成和/或生产方法可稳定地控制和调整磁光记录介质的溅射层的性能，特别是矫顽性。本发明的原理、目的及优点将通过下面的详细描述进一步理解。

附图的简述

图 1 为矫顽性沿实施例 1、2 和 3 溅射的 MO 合金膜的曲线；

图 2 为 Tb 含量沿实施例 1、2 和 3 的靶溅射的 MO 合金膜的曲线，通过卢瑟福反散射能谱法(RBS)测得；

图 3 为矫顽性沿实施例 4 和 5 的靶溅射的 MO 合金膜的曲线；

图 4 为矫顽性沿实施例 6 和 7 的靶溅射的 MO 合金膜的曲线；

图 5 为 Tb 含量沿实施例 6 和 7 的靶溅射的 MO 合金膜的曲线，通

过 RBS 测得；

图 6 为矫顽性沿实施例 8、9、10 和 11 的靶溅射的 MO 合金膜的曲线；

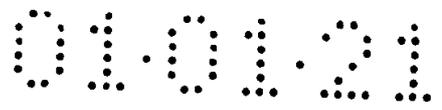
图 7 为 Tb 含量沿实施例 8、9、10 和 11 的靶溅射的 MO 合金膜的曲线，通过 RBS 测得。

发明详细描述

具有改善性能的磁光介质膜或层可更为稳定地由本发明的原理得到的靶溅涂至基质上。本发明的溅射靶的组成中均包括至少一种稀土元素，其含量为约 10—50 原子%，优选约 15—25 原子%。该组成中进一步包括至少一种过渡金属，通常为其余的基本成分。尽管代表例的溅射靶用稀土铽(Tb)和过渡金属离子(Fe)和(Co)生产，据信，本发明的高性能的溅射靶也可以由其它稀土元素如钐(Sm)、钕(Nd)、钆(Gd)、镝(Dy)、铥(Ho)、铥(Tm)、铒(Er)等以及其它过渡金属如镍(Ni)等生产。优选的是，本发明的靶的组成也包括至少一种改进耐腐蚀性的元素。同样，尽管代表例的靶用抑制腐蚀的元素铬(Cr)成功地生产，据信，其它抑制腐蚀的元素也可接受，包括钛(Ti)、铪(Hf)、锆(Zr)、铝(Al)、铜(Cu)、铌(Nb)、钽(Ta)、钯(Pd)、钼(Mo)、钒(V)、铂(Pt)。

在本发明的一个优选实施方案中，每一个靶具有一种具有多个成分的组织，该多个成分包括过渡金属合金和混合良好的稀土相及稀土/过渡金属(RE/TM)金属互化物的合金，如一种稀土和过渡金属共晶合金。过渡金属合金可以例如是过渡金属/过渡金属合金或过渡金属/耐腐蚀元素合金。优选的是，靶组织也包括一种元素稀土成分及基本上无未合金化的过渡金属。靶组织最好包括一种除元素 RE 成分外的 RE/RE 合金成分，或用 RE/RE 合金成分代替元素 RE 成分。

用于溅涂 MO 膜的靶通常由粉末冶金技术来生产。通常，这种技术包括提供以粉末形式的每种靶组织成分。随后，进行良好的冶金过程，



每一种粉状的成分的颗粒优选从冶金上说来具有类似的形状。球形颗粒可成功地使用；但其它颗粒形状也是可以接受的。球形粉末可以通过使用惰性气体粉化技术得到，如公开于 US 专利号 5, 098, 649 的快速骤冷处理技术，该文献引入本申请中以作参考。粉末通常小于约 500 微米。对生产具有更优异的外观质量的靶而言，优选颗粒大小低于约 250 微米，平均颗粒大小在约 80—130 微米的颗粒。

将各种粉状的成分密封在一种干的无氧的氩气氛的圆柱形容器中，围绕其中心轴按公知的粉末掺混技术旋转，使得各种粉状成分混合而形成一种粉末掺混物。为了促进粉末的均匀掺混，优选向粉末成分中以滴加的方式在掺混前加入己烷。每公斤粉末使用两毫升己烷可得到满意的结果。据信，其它高分子量的烷烃如庚烷及可能辛烷也可以用于掺混过程。最好选择每一粉状成分的组成能够掺混各种量的成分成一定范围的靶组成(见表 I)。

然后，通过将粉末颗粒烧结在一起，将粉末掺混物固结成希望的靶形状，该过程优选在真空中或在惰性气氛下进行。可以通过各种已知的压制技术如惰性气体单轴热压制、真空热压制和热等压压制采用石墨成膜装置将粉末掺混物固结成成型的溅射靶。成型的溅射靶的密度大于约 90%，优选至少约为理论密度的 95%。增加靶密度通常导致靶的机械完整性高，溅射室抽空时间短，预烧时间短，以及溅射过程中由靶较少的颗粒形成。

应尽可能地避免在溅射靶中存在稀土/过渡金属间的金属互化物。据信，对于某些应用领域，与现有的 MO 靶溅射的膜相比，靶可包含高达约 15%(重量)的 RE/TM 金属互化物，仍能生产具有改善性能的 MO 膜。另外，对于某些应用领域，靶可包含高达约 10%(重量)的 RE/TM 金属互化物是适宜的。为得到最佳的结果，据信，靶可包含高达约 5%(重量)的 RE/TM 金属互化物。业已发现，通过减少溅射靶中的 RE/TM 金属互化物的量，可增进溅涂工艺过程中沉积于基质上的元素稀土金属

的量，因而增进了形成的 MO 膜的性能。因此，理想的情形是在粉末掺混物中使用合金化的，非元素的过渡金属。也就是说，在靶固结过程中，不能有太多的未合金化的过渡金属存在而反应并形成大量的 RE/TM 金属互化物扩散产物。相反，过渡金属与另一种元素合金化，该元素能够阻碍并防止在固结过程中过渡金属与任何稀土金属的反应（即形成金属互化物）。通过控制靶固结过程本身，以及通过消除粉末掺混物中未合金化的过渡金属粉末，可以防止或至少基本上限制这些金属互化物的形成。

当粉末掺混物被固结而形成靶时，粉末颗粒沿扩散或结合界面相互连接及结合。通过减小压制过程中的固结温度和/或该温度下的固结时间，可以避免或至少大大地限制在结合界面上形成 RE/TM 金属互化物扩散产物。也就是说，这种扩散产物被限制到这样的程度：粉末颗粒通过金属的固体溶液结合（通过原子晶格熔合），而非通过金属间结合（通过形成不相关的沉淀层）。如果随机发生的作为扩散产物的任何 RE/TM 金属互化物确实形成了，通常沿结合界面沉淀出不连续的金属互化物分散相，而不是一层（即，不是连续或半连续的膜）。此外，通过减小固结温度和/或该温度下的固结时间，可以限制存在于靶中的元素 RE 或 RE/RE 合金成分。这样，靶的最后组织及溅射的 MO 膜的性能可以稳定地控制。本发明的靶性能的改善可以从作为溅射 MO 膜的函数的矫顽性清楚地看出（见图 1、3、4 和 6）。

对于给定的靶组成来说，据信靶中氧含量低（小于约 2000ppm）在决定靶性能方面不会象靶的稀土/过渡金属间的金属互化物那样起很大的作用。尽管如此，靶的氧含量仍然是重要的。已表明，在本发明靶中的最佳氧含量为约 500—2000ppm。据信，使用计算的氧含量为约 300—1200ppm 的粉末掺混物将会产生这种最佳的靶氧含量。为了得到这种粉末掺混物氧含量，建议元素稀土粉末中的氧含量小于约 2000ppm，优选小于约 1000ppm。据信，任何所用的 RE/RE 合金粉末应

具有近似相同的氧含量。同样建议同晶粉末的含量小于约 1000ppm，优选小于约 800ppm，过渡金属合金粉末的含量小于约 800ppm，优选小于约 500ppm。

本发明的原则通过下述的十一个靶样品的实施例及溅射结果得到说明，但并非限于此。采用这些实施例从三个基本方向来说明组成和生产方法对靶微组织和溅射性能及最后的 MO 膜性能的影响。实施例 1—5 表示固结温度对靶的性能参数的作用。实施例 6 和 7 表示在温度下的时间因素对靶性能的作用。实施例 8—11 表示适宜地选择粉末相的组成对靶性能的影响。相对而言，由于由这些代表例靶溅射的 MO 膜的矫顽性(Hc)易于测定，它们被用来进行各种靶性能的比较。然而，据信，由按照本发明原理生产的靶溅射的 MO 膜的其它性质(如前面所讨论的)同样明显改善。

实施例 1、2 和 3

参看表 I—III 和图 1 和 2，实施例 1—3 表示固结温度对溅射靶性能的作用。具体而言，具有元素 Tb 和 TbFe₁₂ 低共熔混合物作为稀土来源的 Fe/Tb₁₉/Cr₆/Co₆(原子百分比)MO 合金溅射靶用于证实压制温度对膜 Tb 产率及膜矫顽性(Hc)的影响。在这些实施例中所用的粉状成分以及在粉末掺混物中的加入比值列于表 I 中。每一实施例的粉末掺混物通过单轴惰性气体热压制被分别压制成靶，其组织与操作不是本发明的构成部分，因而不作详细讨论。表 II 中给出了每一实施例中的热压制条件。压制温度与在温度下的压制时间取决于所使用的特定的压制类型。由这些代表例的靶溅射的 MO 膜使用静态沉积溅射系统在 3kW 及 0.4N/m² (3mTorr) 下被沉积至 150mm 直径的氧化物涂层的硅片上，其组织与操作不是本发明的构成部分，因而不作详细讨论。据信，使用任何这种溅射系统通过下述公知的溅射技术可得到满意的优化靶性能及形成的 MO 膜的性能的结果。如通常所做的，每一种形成的 MO 片

包括一层 Al 反射层和两层夹有 MO 合金层的 Si_3N_4 层。在这些实施例及所有其它的实施例中所用的 MO 片,其 Al 和 Si_3N_4 层的厚度保持一定。已知所说的厚度的变化可能改变 MO 膜的最后的性能。然而,MO 膜生产这方面的有关内容不是本发明的构成部分,因而不作详细讨论。从图 1 和 2 可以看出,随着压制温度降低,MO 膜的矫顽性增加,膜的 Tb 含量也相应增加。膜的 Tb 含量是在 150mm 直径的片五等分位置处通过使用卢瑟福反散射光谱(RBS)评估 2000 nm (\AA) 厚 MO 合金层测定的。

实施例 1-3 表明,压制温度减小,矫顽性增加,MO 膜的 Tb 含量增加(见图 1 和 2)。代表例 MO 靶微组织的金相分析表明,随着压制温度降低,在颗粒间结合层中的作为扩散产物的稀土/过渡金属间的金属互化物量减小。MO 靶微组织的光学观察也表明,在实施例 3 的低温度下,作为扩散产物的稀土/过渡金属间的金属互化物量大大减小,仅痕量的非接触金属互化物沉淀存在。该发现的第二个结论是,随着压制温度降低,更多的存在于粉末掺混物中的原始的元素 Tb 颗粒在靶中仍然是未稀释的(即不是固体溶液形式)。据信,正是由于未稀释的 Tb 的存在,进一步改善了由靶的 Tb 的溅射产率。

从图 2 看出,当 MO 膜由实施例 3 的靶溅射时(即在最低温下压制)时,Tb 的含量曲线实际上是相反的。因此,在 MO 膜中的稀土含量曲线可以通过改变粉末掺混物固结方法控制(见表 II)。

实施例 4 和 5

参看表 I、II 和 IVa 及图 3,实施例 4 和 5 并不仅仅表示压制温度对靶性能有作用,而且表明,通过增加用于形成靶的压力,即使采用较低的固结温度,也可能保持可接受的靶密度。在这些实施例中,使用 Fe/Tb20/Cr6/Co6 (原子百分比) MO 合金靶。在这些实施例中所使用的粉末相及每一种粉末在粉末掺混物的加入比例均列于表 I 中。将每一实施例的粉末掺混物使用单轴惰性气体热压制方法压制成靶。

每一实施例的热压制条件列于表 II 中。尽管两种压制均为单轴惰性气体热压制，实施例 1-3 的加热方法是感应加热，实施例 4 和 5 为电阻加热，实验结果看没有什么区别。通过采用扫描刮版（scanning pallet）而非静态刮版（staticpallet）的溅射系统，由实施例 4 和 5 的靶，将 MO 膜溅射至 5.25 英寸(133.35mm)直径的脱气的聚碳酸酯盘片上。当使用扫描刮版而非静态刮版时，MO 膜的矫顽性可能会降低。然而，据信，由本发明的实验结果证明的基本趋势依然相同。如在前述的实施例中所述的那样，这些膜在 3kW 及 0.4N/m^2 (3mTorr) 下沉积。在如表 II 所示的压制条件下，将压制温度由 745°C 减至 735°C 将会使膜的矫顽性的增加超过 1kOe 。

实施例 6 和 7

参看表 I-III 及图 4 和 5, 实施例 6 和 7 使用 Fe/Tb19.5/Cr6/Co6 (原子百分比) 的 MO 合金靶，这些实施例用于表明在压制温度下压制时间对靶性能的作用。每一个靶使用单轴惰性气体热压制方法形成，加热用感应加热。对这些实施例而言，不象前述的实施例中是保持 600°C 以上的温度下时间恒定为 110 分钟，这里采用在 600°C 以上的温度下测定时间的变化。选择 600°C 作为基本线，在此温度以上时，据信体积扩散及金属互化物的形成率变得更为明显。通过采用静态沉积溅射系统，在 3kW 及 0.4N/m^2 (3mTorr) 下将 MO 膜沉积至 150mm 直径的氧化物涂层的硅片上。如从图 4 和 5 及表 III 所看出的那样，随着在压制温度下的压制时间的减少，膜的矫顽性增加，膜的 Tb 含量相应增加。这些代表例的 MO 膜的 Tb 含量是在片的直径五等分位置处通过使用 RBS 评估 2000 nm (\AA) 厚 MO 合金层测定的。

实施例 6 和 7 的结果表明，对于给定的粉末掺混物、固结温度和所施加的负载(即压力)，随着在 600°C 以上的温度下压制时间的减少，膜的矫顽性和 Tb 含量增加。每一 MO 靶的金相检测表明，随着压制温

度下压制时间减小，在相颗粒间扩散结合层中形成的稀土/过渡金属间的金属互化物量减小。此外，与实施例 7 在给定温度下采用较长压制时间的情形相比，实施例 6 中的元素 Tb 成分依然是相当未稀释的。

实施例 8、9、10 和 11

参看表 I、II 和 IVa 及 IVb 与实施例 6 和 7，实施例 8—11 表示了为优化靶性能及 MO 膜性质，所选择的粉末相的值。这种优化靶性能是通过消除粉末掺混物中的元素过渡金属粉末而仅仅使用合金过渡元素粉末得到的（见实施例 10 和 11）。这样做的原因是元素 Tb 和过渡金属特别是与 Fe 的反应活性导致在固结过程中形成金属互化物。在实施例 10 的靶中不使用元素 Tb 粉末。在该实施例中，靶的 Tb 含量来自 TbFe₁₂ 低共熔成分。可以通过加入一定量的元素 Tb 粉末代替 TbFe₁₂ 低共熔物粉末作为 MO 膜的稀土源。Tb 与 TbFe₁₂ 的比例为约 2:1 会得到满意的结果（见实施例 11）。实施例 10 的靶中金属互化物的含量小于约 15%（重量）（近似 12.8%（重量））。实施例 11 的靶中金属互化物的含量小于约 5%（重量）（近似 3.9%（重量））。注意，TbFe₁₂ 低共熔物为一种两相材料，约 29%（重量）的低共熔物为 Fe₂Tb 金属互化物。

使用感应加热的单轴惰性气体热压制法形成四个 Fe/Tb_{18.2}/Cr₆/Co₆（原子百分比）的 MO 合金靶，（所有四个靶具有相同的组成，但组织不同）。通过采用扫描沉积溅射系统，在 2kW 及 0.4N/m²（3mTorr）下将形成的 MO 膜溅射至 5.25 英寸（133.35mm）直径的脱气的聚碳酸酯盘片上。由粉末掺混物中消除元素 Fe 导致膜的矫顽性的增加及膜 Tb 含量的相应增加（见表 IVa、IVb，靶实施例 9 和 10）。引入元素 Tb 粉末进入粉末掺混物导致更高的膜矫顽性及 Tb 含量的相应增加（比较靶实施例 10 和 11）。MO 膜的 Tb 含量是在片直径的五等分位置处通过使用 RBS 评估 2000nm（Å）厚 MO 合金层测定的（见图 7）。实施例 8—11 表明，实施例 11 靶物（在其掺混物中具有元素 Tb，TbFe₁₂

低共熔物和合金过渡金属粉末，并在所有靶中具有最低的金属互化物含量)具有最高的矫顽性及 Tb 含量。最差的结果是实施例 8 的靶，其中使用了元素 Tb 和元素 Fe 粉末。实施例 8 的金相分析表明，在实施例 8 的靶的压制过程中，在扩散结合层中形成了大量的金属互化物。X 射线分析表明，所有的元素 Tb 成分反应形成了金属互化物扩散产物。虽然并不是特别严重，在实施例 9 中也发现了这种金属互化物形成。据信，这是由于在 $TbFe_{12}$ 低共熔合金中的 Tb 相与元素 Fe 的相互作用。在实施例 10 和 11 的靶中，通过调节粉末掺混物仅包括合金化的过渡金属粉末而非元素过渡金属粉末，消除了或至少大大减小了在实施例 8 和 9 中发现的相当大量的金属互化物扩散产物的形成。

表 I

粉末加入比例 (重量百分比)

粉末成分	实 施 例										
	1-3	4&5	6&7	8	9	10	11				
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	-	-				

* 其它的合金组成为重量百分比, CoCr合金组成为原子百分比。

表 II
热压制条件

实施例	最后压制温度 (°C)	600°C以上的时间 (分钟)	压力 (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

表 III

实例	片的不同位置处(mm)的Hc(kOe)					片的Tb含量(原子百分比)				
	-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

** Hc 值太大未测, >20kOe

表 IVa

实例	片的不同位置处(mm)的He(kOe)									
	-60	-50	-40	-30	30	40	50	60		
4	9.47	9.86	10.02	9.9	9.81	10.56	10.4	9.48		
5	11.1	11.3	11.54	11.44	11.57	11.44	11.36	11.3		
6										
8	3.2	3.5	3.8	3.75	3.5	3.3	3.05	2.7		
9	3.6	4.1	4.3	4.5	4	3.7	3.3	3.15		
10	4.07	4.5	4.8	5.05	4.7	4.6	4.4	4.1		
11	5.8	6.35	6.8	6.6	6.05	6.1	5.7	5.1		

表 IVb

实施例	片的Tb含量(原子百分比)				
	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

前述的实施例表明，通过减少存在于靶中的稀土/过渡金属间的金属互化物量可以改善靶的性能及溅射的 MO 膜的性质，它们通过溅射过程中元素稀土到达基质的产率来表现。通过减小在粉末掺混物中过渡金属的活性，如使其与其它粉末掺混物中的过渡金属或其它元素（如改善耐腐蚀的元素）合金化，可以减少金属互化物的含量。金属互化物的含量同样可以通过以下的做法减小：选择加入元素 RE 和/或 RE/RE 合金粉末代替某些混合良好的合金粉末并通过加入更多的过渡金属合金粉末补充损失的过渡金属。此外，限制热压制温度和/或在该温度下的时间也可减小靶中金属互化物的含量。通过优化这些参数，可以生产出具有优良性能参数的靶。为生产这样的靶，粉末掺混物优选具有大于约 50%（重量）的作为元素粉末加入的稀土元素，其它加入低共熔或相类似的混合良好的合金粉末，及作为合金粉末加入的过渡金属稀释物。据信，对前述实施例的特定的材料及类似的材料，采用下述的时间、温度和压力可得到具有改善性能的靶：压力至少约 30Kpsi (2110kg/cm²) 下，在约 400 °C 下约 5 小时——压力最低约 2Kpsi (141kg/cm²) 下，在约 800°C 下约 1 小时。

由本发明原理的上述公开及详细描述中，本发领域的技术人员易于理解本发明的各种变化。本发明的保护范围应限于下述的权利要求及其等同物。

说明书附图

压制温度对Hc的影响

Fe/Tb19/Co6/Cr6

MO层240Å; 静态沉积

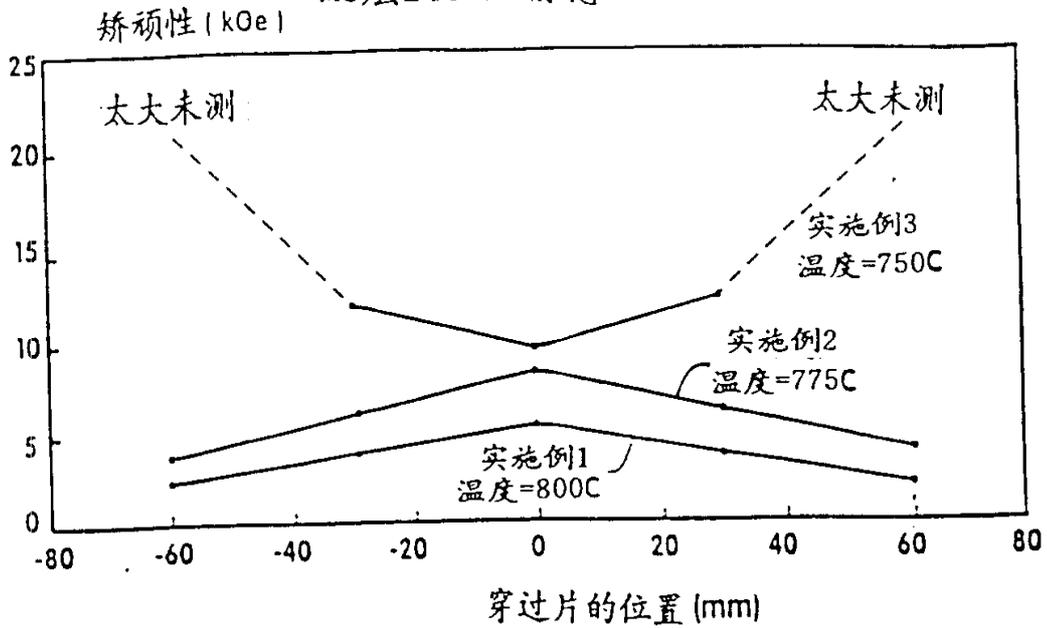


图 1

压制温度对膜Tb的影响

Fe/Tb19/Co6/Cr6

Tb含量 MO合金层2000Å; 由RBS测得的Tb含量
(原子百分比)

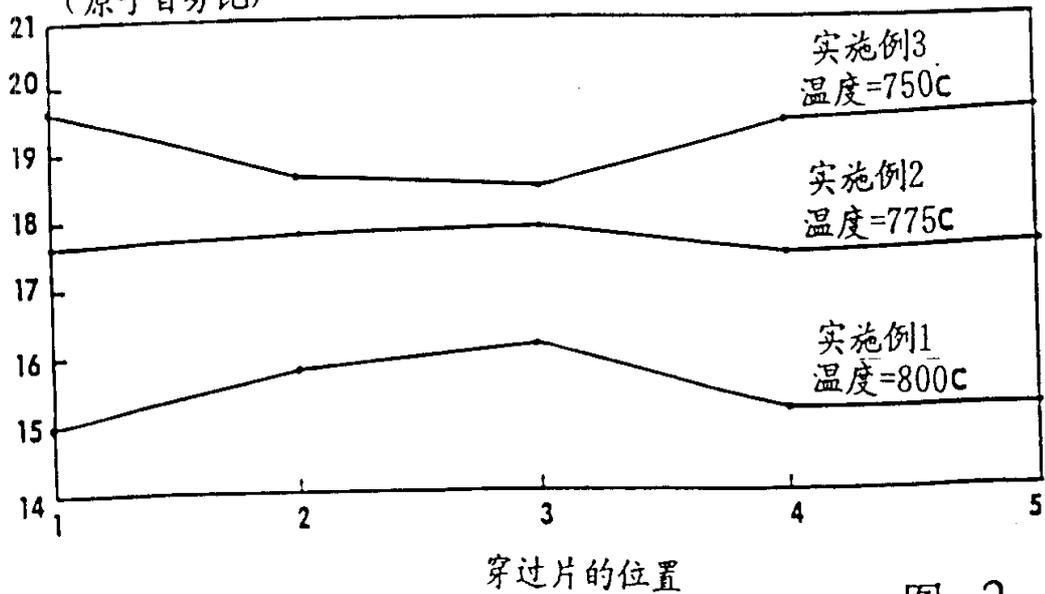


图 2

压制温度对Hc的影响
 Fe/Tb20/Cr6/Co6
 MO合金层240Å; 扫描沉积

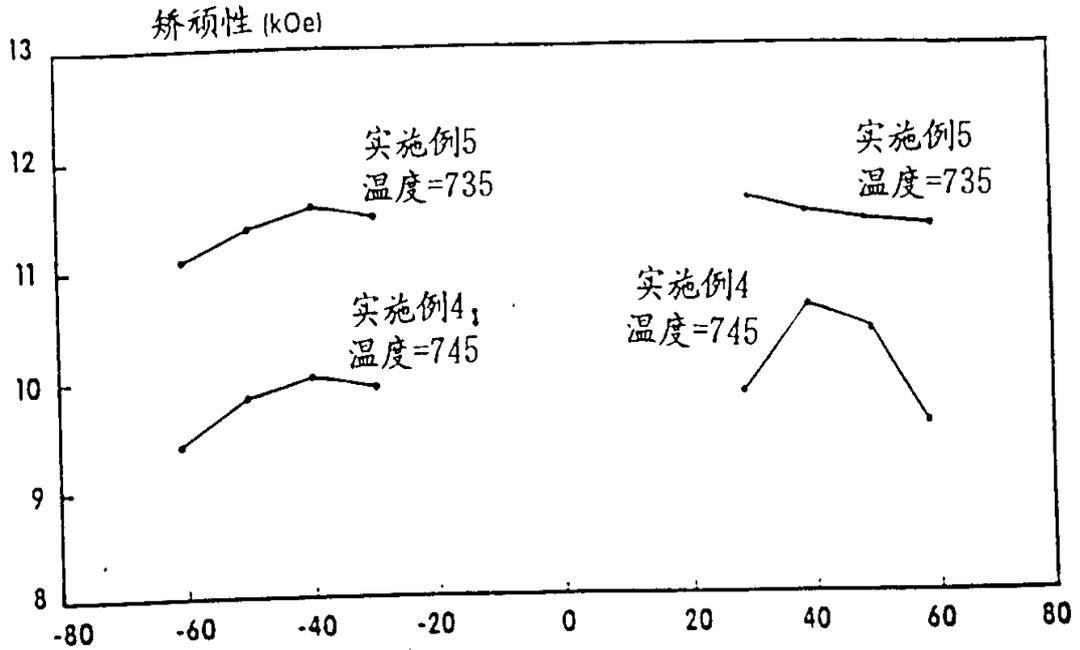


图 3

压制时间对Hc的影响
 Fe/Tb19.5/Co6/Cr6
 MO层240Å; 静态沉积

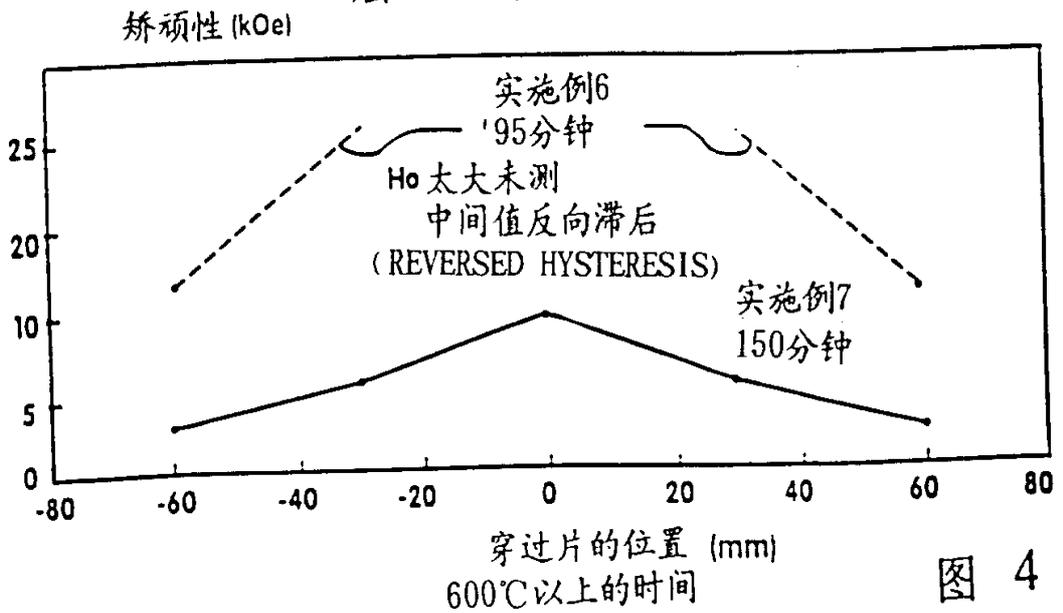
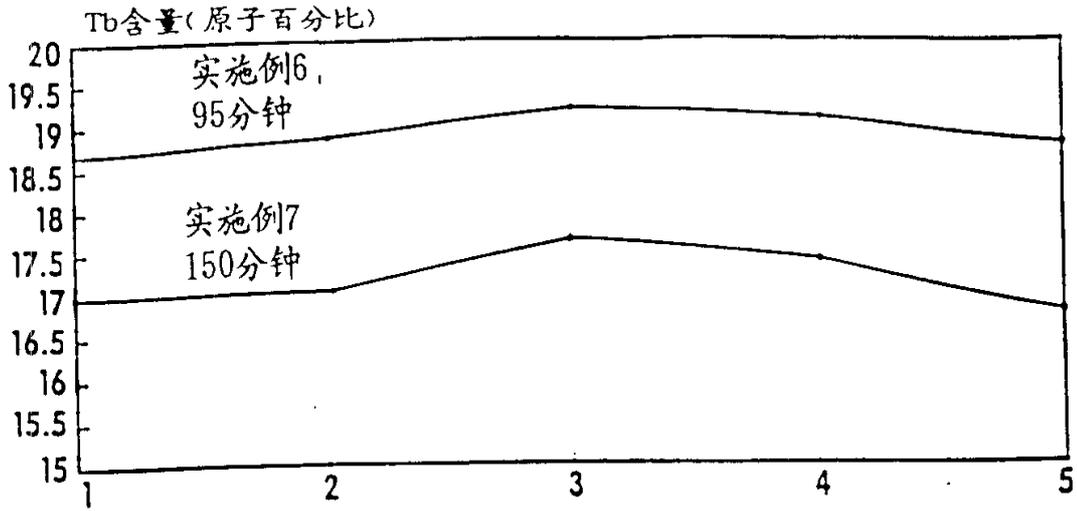


图 4

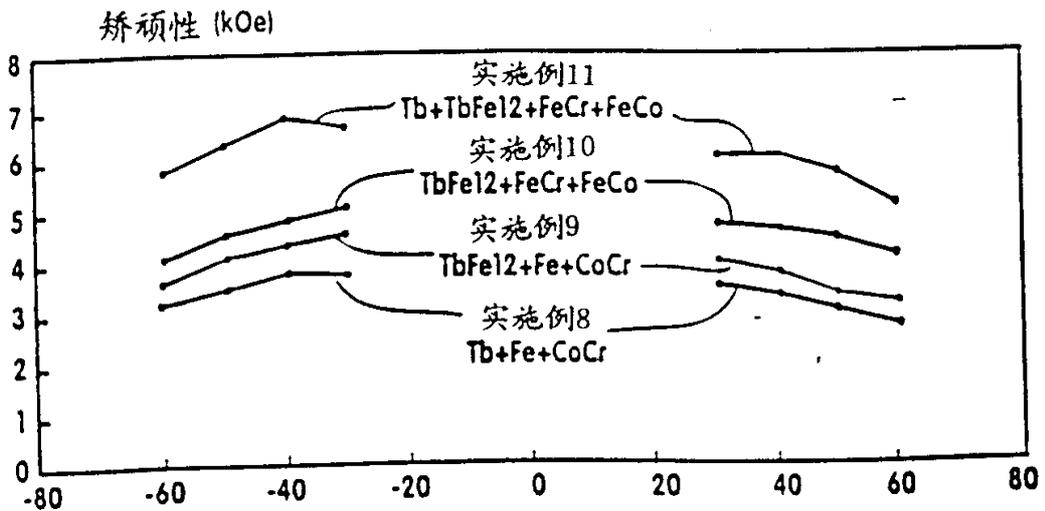
压制时间对膜Tb的影响
 Fe/Tb19.5/Co6/Cr6
 MO合金层2000Å; 由RBS测得的Tb含量



穿过片的位置
 600°C以上的时间

图 5

粉末对Hc的影响
 Fe/Tb18.2/Cr6/Co6
 MO层240Å; 扫描沉积



穿过片的位置 (mm)

图 6

粉末对膜Tb的影响
Fe/Tb18.2/Cr6/Co6
MO层2000Å; 由RBS测得的Tb含量

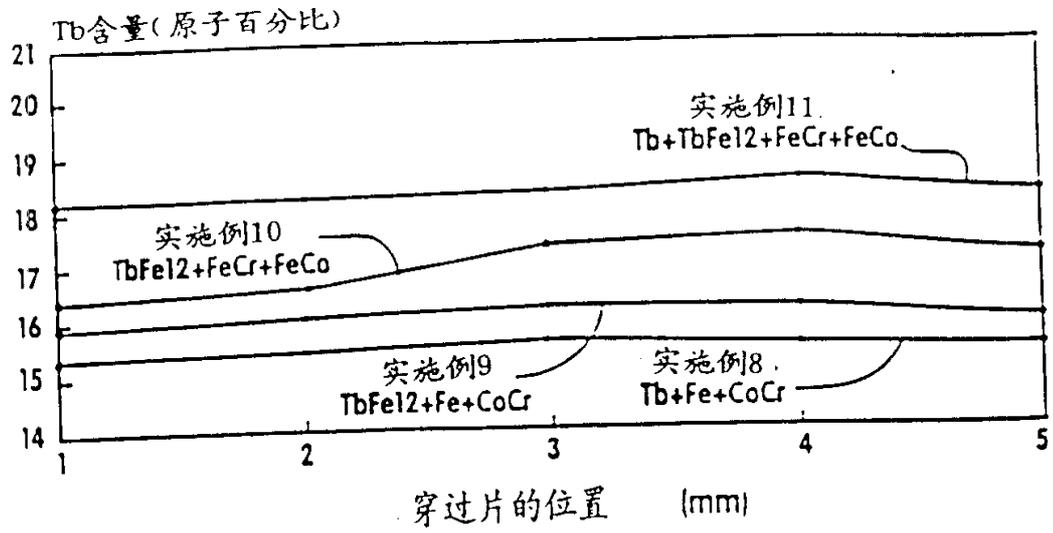


图 7