

(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
2011 年 6 月 30 日(30.06.2011)

PCT

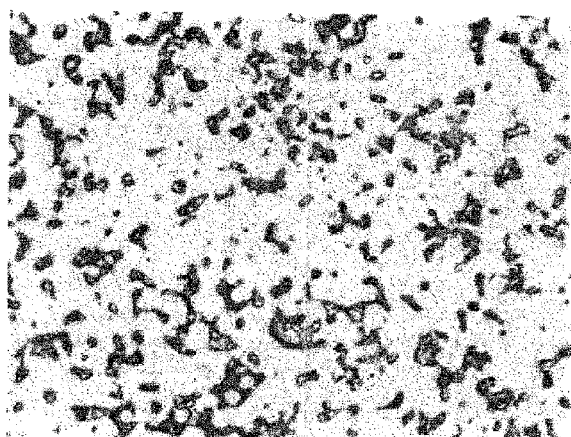
(10) 国際公開番号
WO 2011/077933 A1

- (51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) G11B 5/851 (2006.01)
C22C 1/10 (2006.01) C22C 32/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2010/071786
- (22) 国際出願日: 2010 年 12 月 6 日(06.12.2010)
- (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 2009-295475 2009 年 12 月 25 日(25.12.2009) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 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; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 小出 啓
(KOIDE Kei) [JP/JP]; 〒3191535 茨城県北茨城市華
川町臼場 1 8 7 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(OGOSHI Isamu); 〒1050001 東
京都港区虎ノ門 3 丁目 1 番 1 0 号 第 2 虎ノ
門電気ビル 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, 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, IS,
JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR,
LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW,
MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH,
PL, PT, RO, RS, RU, 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, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア
(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ
(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, ML, MR,
NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
一 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: SPUTTERING TARGET WITH REDUCED PARTICLE GENERATION AND METHOD FOR PRODUCING THE SPUTTERING TARGET

(54) 発明の名称: パーティクルの発生が少ないスパッタリングターゲット及び同ターゲットの製造方法

[図5]



(57) Abstract: Disclosed is a sputtering target with reduced particle generation, which is characterized by having a target surface wherein an intermetallic compound, an oxide, a carbide, a carbonitride and other non-ductile substance are present in a very ductile matrix phase in an amount of 1-50% by volume, said target surface having a defect area ratio of 0.5% or less. Also disclosed is a method for producing the sputtering target. The target surface, in which a plurality of non-ductile substances are present, is improved, and the sputtering target can be prevented from or suppressed in generation of nodules and particles during the sputtering. The surface processing method is capable of providing the sputtering target.

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2011/077933 A1



延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が体積比率で1～50%存在するターゲットの表面であって、ターゲット表面における欠陥の面積率が0.5%以下であることを特徴とするパーティクルの発生が少ないスパッタリングターゲット及びその製造方法に関し、延性のない物質が多く存在するターゲット表面を改善し、スパッタリングの際にノジュールやパーティクルの発生を防止又は抑制できるスパッタリングターゲット及びその表面加工方法を提供する。

明 細 書

発明の名称：

パーティクルの発生が少ないスパッタリングターゲット及び同ターゲットの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が存在するターゲットであって、表面欠陥が少なく、パーティクルの発生が少ないスパッタリングターゲット及びその表面加工方法に関する。

背景技術

[0002] スパッタリング法は薄膜の形成手段として、すでに広く知られた技術である。その基本原理は、アルゴン等の希薄ガス中で、薄膜が形成される基板（陽極側）とそれに少し距離をおいて対向させた薄膜形成物質からなるターゲット（陰極側）の間に電圧を印加し、それによってアルゴンガスをプラズマ化するものであり、そこで発生したアルゴンイオンが陰極物質であるターゲットに衝突し、そのエネルギーによってターゲットの物質を外部に飛翔させ（叩き出し）、それによって対向する基板面に、その飛翔した物質を積層するものである。

[0003] このスパッタリングの原理を利用した薄膜形成装置は、2極バイアスパッタリング装置、高周波スパッタリング装置、プラズマスパッタリング装置などの、多くの工夫がなされているが、基本原理は同様である。

薄膜を形成する物質は、アルゴンイオンの標的になることからターゲットと称されるものであるが、イオンの衝突エネルギーによるものであるため、ターゲットを構成する薄膜形成物質が原子状又はその原子が集合したクラスター状として基板に積層されるので、微細かつ緻密な薄膜が形成される特徴があり、今日様々な電子部品に広範囲に適用されている理由である。

[0004] このような薄膜形成に利用されるスパッタリングは、最近では非常に高度な

成膜法が要求されるようになり、作成された薄膜に欠陥が少ないことが大きな課題となっている。

スパッタリングにおけるこのような欠陥の発生は、スパッタリング法によるだけでなく、ターゲットそのものに起因することが多い。このようなターゲットに起因する欠陥の発生原因としてパーティクルやノジュールの発生がある。それらは、

本来、ターゲットからスパッタされた（飛翔した）物質が対向する基板に付着するのであるが、必ずしも垂直にスパッタされるとは限らず、様々な方向に飛来する。このような飛来物質は基板以外のスパッタ装置内の機器に付着するが、それがあつた時、剥落かつ浮遊し、それが基板に再付着したものや、ターゲット表面のアーキング（異常放電が原因で 1μ 以下の粒子となって基盤に付着したもの）である。

[0005] このような物質をパーティクルと称しているが、例えば電子機器の微細な配線膜においては、短絡の原因となり、不良品発生の原因となる。このようなパーティクル発生は、ターゲットからの物質の飛来に原因し、すなわちターゲットの表面状態によって増減することが分かっている。

[0006] また、一般にスパッタリングによってターゲット面の物質が均一に減っていく（エロージョンされる）のではなく、構成物質とスパッタリング装置の固有の特性、電圧のかけ方等により、特定の領域、例えばリング状にエロージョンされるという傾向がある。また、ターゲット物質の種類又はターゲットの製造方法により、ターゲットにぶつぶつ状の突起物質が無数に残存した、いわゆるノジュールと称する物質が形成されることがある。

これは薄膜形成物質の一つであるので、直接薄膜に影響を与えるものではないが、このノジュールの突起に微小なアーク（マイクロアーキング）を発生し、これが原因でパーティクルが増大する原因となっていることが観察される。

[0007] また、ノジュールが多量に発生すると、スパッタレートが変化（遅延）し、成膜のコントロールができなくなる。時としてこの粗大なノジュールが剥が

れ、基板に付着するということもある。この場合は、ノジュールそのものが、大きな障害要因となる。このようなことから、一旦スパッタリングを停止し、ノジュールを除去する作業を行うことがある。これは、作業能率の低下になるという問題がある。

[0008] 最近、ターゲットは均一な物質からなるのではなく、延性のあるマトリックス相に金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の物質が混在した状態で使用されることが多い。このような場合には、特にノジュールやパーティクルの発生が多くなるという問題が発生する。

[0009] 従来技術としては、高融点金属合金用スパッタリングターゲットの表面部に、機械加工時に発生する微小クラック又は欠陥部などの加工欠陥層（破碎層）を除去したスパッタリングターゲット（特許文献 1 参照）が提案されている。また、スパッタリングターゲットの表面粗さを調節し、残留汚染物の量、表面の水素含有量及び加工変質層の厚さを減少させ、膜の均一化、ノジュール及びパーティクル発生の抑制する技術が開示されている（特許文献 2 参照）。

[0010] この他、パーティクルの発生を抑制するためにメカノケミカル研磨によって、表面粗さ R_a を $0.01 \mu m$ 以下にする提案（特許文献 3 参照）、タングステンターゲットのスパッタリングに際してパーティクルの発生を抑制するために、結晶面（110）のピークの半値幅を 0.35 以下とする提案（特許文献 4）がある。しかし、これらはノジュールやパーティクルの発生がターゲットの表面状態に大きく影響することが予想されるが、問題の解決に至っていないのが現状である。

[0011] また、延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が体積比率で $1 \sim 50\%$ 存在するターゲットの表面であって、機械加工起因の $10 \mu m$ 以上の欠陥を存在しないようにしたターゲットが提案されている（特許文献 5 参照）。これは、本出願人が提案したものであり、公知文献の中では有効な手法であるが、ノジュールやパーティクルの発生を防止するためには、改善の余地を残したものであった

。本願発明は、これをさらに改良したものである。

先行技術文献

特許文献

[0012] 特許文献1：特開平3－257158号公報

特許文献2：特開平11－1766号公報

特許文献3：特開平10－158828号公報

特許文献4：特開2003－49264号公報

特許文献5：国際公開WO2005－083148号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0013] 本発明は、延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が多く存在するターゲット表面を改善し、スパッタリングの際にノジュールやパーティクルの発生を防止又は抑制できる表面特性に優れたスパッタリングターゲット及びその表面加工方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0014] 本発明は、

- 1) 延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が体積比率で1～50%存在するターゲットの表面であって、ターゲット表面における欠陥の面積率が0.5%以下であることを特徴とするパーティクルの発生が少ないスパッタリングターゲット
- 2) 前記ターゲット表面において、0.001～0.04 μm^2 の大きさの欠陥の個数が、全ての欠陥の個数の90%以上であることを特徴とする1)記載のパーティクルの発生が少ないスパッタリングターゲット、を提供する。

[0015] また、本発明は、

- 3) 延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が体積比率で1～50%存在するターゲット

の表面を、予め切削加工による一次加工を行い、次に研磨による仕上げ加工を行うことによって、ターゲット表面における欠陥の面積率が0.5%以下の表面に形成することを特徴とするパーティクルの発生が少ないスパッタリングターゲットの表面加工方法

4) 前記加工により、ターゲット表面を $0.001 \sim 0.04 \mu\text{m}^2$ の大きさの欠陥の個数が、全ての欠陥の個数の90%以上とすることを特徴とする4) 記載のスパッタリングターゲットの表面加工方法、を提供する。

発明の効果

[0016] 本発明は、延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が体積比率で1～50%存在するターゲットの表面を、予め切削加工による一次加工を行い、次に研磨による仕上げ加工することにより、なだらかな表面の表面特性に優れたターゲットが得られ、このターゲットを用いてスパッタリングすることにより、パーティクルの発生及びターゲット使用後のノジュールの発生が著しく減少するという優れた効果を有する。

図面の簡単な説明

[0017] [図1] ターゲット素材の旋盤面を観察した代表例を示す顕微鏡写真である（倍率 $\times 6000$ ）。

[図2] 図1に示すターゲット素材の旋盤面を、レーザー顕微鏡による3次元の形状解析を行った画像を示す図である。

[図3] 図1に示すターゲット素材の旋盤面をさらに研磨加工（表面ポリッシング）したターゲット面の顕微鏡写真示す（倍率 $\times 6000$ ）。

[図4] 図3の研磨加工（表面ポリッシング）したターゲット面のレーザー顕微鏡による3次元の形状解析を行った結果を示す図である。

[図5] Co、Cr、Pt、SiO₂を原料とし、本願発明の切削及び研磨を行った実施例1のターゲットの顕微鏡写真である（倍率 $\times 6000$ ）。

[図6] 任意の1視野を選び、前記のターゲット表面の欠陥の大きさ及び個数を調べる例（ターゲット表面の5箇所）を示す図である。

発明を実施するための形態

[0018] 本発明の表面加工の対象となるターゲットは、延性に富むマトリックス相とその中に体積比率で1～50%の金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が混在しているターゲットである。このようなターゲットの典型的なものは、磁性材料であるが、例えば、延性のある材料としては、Co、Cr、Pt、B、Ruなどが挙げられる。

また、延性のない物質としては、Cr、Ta、Si、Ti、Zr、Al、Nb、B、Co等の酸化物、炭化物、炭窒化物等を挙げることができる。また、金属間化合物としては、構成元素の金属間化合物がある。

しかし、これらは代表的な物質であり、本願発明は、これらの材料に限られることはなく、他の同様な材料に適用できることは言うまでもない。

[0019] このような延性のない物質が混在しているターゲット素材を、例えばバイトによる切削加工を行うと、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が存在する場所を起点として、クラック、抜け落ちによる窪み、場合によってはかけらが窪みに残存したような形の疵（きず）が形成される。

ターゲット素材の旋盤面を観察すると、図1に示すような旋盤面が形成される。この場合は、コバルト・クロム・白金合金（CCP）に酸化物（ SiO_2 ）粒子が分散した磁性材料を旋盤加工した面を示すが、この旋盤面にはマトリックス相に多数の酸化物（ SiO_2 ）粒子が存在する（黒斑点状に見える部分）。一方、旋盤面にはバイトによる多数の筋があり、また平滑な面とはなっていない。この様子を図2に示す。

[0020] 図2は、レーザー顕微鏡による3次元の形状解析を行ったものである。この解析条件を示すと、次の通りである。ターゲット表面にレーザー照射を行い、表面から反射されるレーザー反射光量の輝度情報を元に、ターゲット表面の凹凸を濃淡のついた測定画像（高さデータ）とし、更に試料としての測定面自体が持つ傾きを、X軸、Y軸、それぞれを最小二乗法による近似曲線で表し、それを平面に補正する事で形状解析面を得ることができる。尚、ター

ゲット表面の最深地点を0点として、 μm 単位（小数点3桁）の計測・表示により、表面・凹凸（高さデータ）のヒストグラム表示が可能である。これにより高さデータ分布（ヒストグラム）の 3σ と平均値を確認できる。

[0021] 上記のターゲットの表面状態では、ノジュールやパーティクルの発生を防止又は抑制することはできない。このため、研磨加工（表面ポリッシング）を行う。この研磨加工の条件については後述するが、この研磨加工の際の重要なことは、ターゲット表面における欠陥の面積率を0.5%以下とすることである。

表面欠陥の代表的なものは、クラック、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質の抜け落ちによる窪み、場合によってはかけらが窪みに残存したような形の疵（きず）である。本発明において、この欠陥の面積率を0.5%以下となるまで、研磨加工（表面ポリッシング）を行うことである。

面積率を0.5%以下であることは、ターゲット表面全体として欠陥数が少ないことを意味することは容易に理解されるであろう。ターゲットにおける、この条件が、ノジュールやパーティクルの発生を防止又は抑制するための重要な要件である。

[0022] この条件を達成した研磨加工（表面ポリッシング）したターゲット面の顕微鏡写真を図3に示す。この図3では、バイトによる研削痕は見られず、コバルト・クロム・白金合金（CCP）に酸化物（ SiO_2 ）粒子が分散した様子が観察できる。

さらに、図4に、上記と同様な手法で、図3の研磨加工（表面ポリッシング）したターゲット面のレーザー顕微鏡による3次元の形状解析を行った結果を示す。

[0023] 本願発明において、特にターゲット表面において、 $0.001 \sim 0.04 \mu\text{m}^2$ の大きさの欠陥の個数が、全ての欠陥の個数の90%以上であることが、パーティクルの発生の少ないスパッタリングターゲットを評価する上で、重要な要件の一つである。これは、欠陥が小さいほど、パーティクルの発生

が少なくなることを意味するが、欠陥が小さければ、スパッタリング中の異常帯電領域が小さくなり、結果として、異常放電によるアーキングを抑制することが可能となることを意味するものである。

[0024] 前記においては、ターゲット表面の全体に対する欠陥の面積率でターゲットの良し悪し、を評価するもので、ノジュールやパーティクルの発生を防止又は抑制する上で決定的な評価となるものであるが、さらに欠陥の大きさによってもターゲットの良否を判定することができる。

ノジュールやパーティクルの発生の原因の多くは、欠陥の多さであるが、この欠陥も欠陥の大きさを制限することによって、さらにターゲットのノジュールやパーティクルの発生を抑制することが可能となる。0.001~0.04 μm^2 の大きさの欠陥の個数が、全ての欠陥の個数の90%以上とすることにより、さらに良好なターゲットを得ることができる。

[0025] なお、本願発明においては、ターゲット表面における欠陥を以下の通り、定義する。

研磨加工（表面ポリッシング）面においては、パーティクル発生の前段階であるアーキング発生箇所について、「平均値+3 σ を超える」箇所とし、これを欠陥と定義する。一方、平面研磨加工面においては、パーティクル発生の前段階であるアーキング発生箇所について、「平均値+3 σ 以上」の箇所、及び「平均値-3 σ 以下」の箇所とし、これを欠陥と定義する。これらの平均値、及び3 σ は、レーザー顕微鏡による3次元の形状解析から確認できる。

[0026] さらに、本願発明は、延性に富むマトリックス相内に存在する金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質に起因する隆起レベルが、延性に富むマトリックス相のレベルに対して、0.05 μm 以下とするスパッタリングターゲットを提供することができる。ターゲットのノジュールやパーティクルの発生はターゲット表面における突起物が原因となることが多い。

したがって、ターゲットの表面研磨した後のターゲット表面の突起、すなわ

ち隆起物の存在を極力低減させることが、ターゲットのノジュールやパーティクルの発生をさらに低減させることが可能である。本願発明は、このようなターゲットを提言することができ、本願発明は、これらを包含するものである。

[0027] 本発明は、切削加工による一次加工により、ターゲット素材の表面から、好ましくは1 mm～10 mmの範囲を切削する一次加工を行った後に、研磨による仕上げ加工を行う。1 mm～10 mmの範囲を切削する理由は、それ以前に形成されたターゲット素材表面の欠陥を効果的に除去するためのものである。切削は、バイト又はチップを用いた旋盤加工により行うことができる。

なお、前記一次加工を行った後、研削（平研）加工を行うこともできる。この研削加工は、必須の工程ではないが、切削による欠陥（かけ、クラック）や表面に現れない加工ダメージ層を少なくする効果があり、その結果パーティクル低減化にも影響があるので、必要に応じて実施するのが望ましいと言える。

この切削加工（一次加工）により、上記のように、クラック、抜け落ちによる窪み等の欠陥が発生するが、これを例えば番手#80～番手#400の粗い砥粒のサンドペーパー又は砥石を用いて研磨する。これによって、上記のクラック、抜け落ちによる窪み等の欠陥が消去され、平滑なターゲット面が形成される。

[0028] さらに、本願発明は、研磨加工（表面ポリッシング）を行う。この研磨加工（表面ポリッシング）は、前記切削加工後又はさらに番手#80～番手#400の粗い砥粒のサンドペーパー又は砥石を用いて研磨した後に行うことができる。

本願発明の研磨加工は、純水滴下による湿式一次研磨→アルミナ研磨剤滴下による湿式二次研磨の工程からなるSSP (Sputtering Target Surface Polishing) 加工であり、これによって、平滑でクラック、抜け落ちによる窪み等の表面欠陥のないターゲットを作製することができる。

[0029] 本願発明の研磨加工は、(A) 純水（流水速度・ 0.5 l/min ）、研磨圧力（ 0.3 MPa ）、ターゲット及びパッドの回転数（ターゲット・ 400 rpm 、パッド・ 130 rpm ）、各酸化物種でのダイヤモンドバッド（番手#800）、研磨時間・ $10\sim 20\text{ min}$ （ターゲット径で変化させる）で行うことが一つの手法である。

また、本願発明の研磨加工は、(B) アルミナ研磨剤（種類・中性タイプ PH・ 7 ± 0.5 ）、滴下速度（任意に調整）、研磨圧力（ 0.3 MPa ）、ターゲット及びパッドの回転数（ターゲット・ 400 rpm 、パッド・ 130 rpm ）、各酸化物種での研磨時間： $15\sim 20\text{ min}$ （ターゲット径で変化させる）、研磨材を中性タイプとすることで、メタル部の侵食を防ぎ、メタル部と酸化物の研削性の違いを最小に押さえた研磨を行うことができる。

[0030] 本発明において、重要なことは、この研磨加工の調整により、ターゲット表面における欠陥の面積率が 0.5% 以下とすることである。これによって、延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が多く存在するターゲットの表面を改善することが可能となり、スパッタリングの際にノジュールやパーティクルの発生を防止又は抑制できる大きな効果を得ることができる。

実施例

[0031] 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。

[0032] （実施例 1）

本実施例 1 では、 Co 、 Cr 、 Pt 、 SiO_2 を原料とし、粉末混合及び焼結（粉末冶金）からなる製造工程で製造したターゲット原材料を、旋盤を用いた切削による一次加工を行って、 $R_a: 0.30\text{ }\mu\text{m}$ 、 $R_z: 1.50\text{ }\mu\text{m}$ とした。その後、さらに純水滴下による湿式一次研磨→アルミナ研磨剤滴下による湿式二次研磨の工程からなる SSP (Sputtering Target Surface Polishing) 加工を行って表面を調整し、ターゲットを得た。このターゲットの

表面の顕微鏡写真の一例を図5に示す。この図5に示すように、延性のある Co-Cr-Pt 合金のマトリックス中に SiO₂ 粒子の存在が認められる。

[0033] 次に、このターゲットについて、欠陥の面積率、及び（0.001～0.04 μm^2 の大きさの欠陥の個数／全ての欠陥の個数）の割合を調べた。この結果、それぞれ0.486%、86.69%であった。なお、欠陥の面積率、及び欠陥の個数は、図6に示すように、180mm ϕ のターゲット表面の5箇所について、それぞれ任意の1視野（100 μm × 80 μm ）を選び、前記のターゲット表面の欠陥の定義に従い、欠陥の大きさ、及び欠陥の個数を調べて、求めた。

[0034] 次に、このターゲットを使用し、Ar 1.5Pa雰囲気中、30w/cm²のDCスパッタリング条件で基板上にスパッタ膜を形成した。

スパッタリングを行った場合のパーティクルを観察すると、パーティクルの寸法は0.8～18 μm （「平均径」以下同様。）程度であり、パーティクル起因の不良発生を1.5%にまで、低減することができた。この結果を、表1に示す。

[0035] [表1]

表面に研削加工による突起がない磁性材ターゲット

	欠陥の面積率 (%)	0.001～0.04 μm^2 の大きさの欠陥 の個数(個)	全ての欠陥の個 数(個)	(0.001～0.04 μm^2 の大き さの欠陥の 個数/全ての 欠陥の個数) の割合(%)	パーティ クル起因 の不良発 生率(%)
実施例1	0.486	469	541	86.69	1.5
実施例2	0.237	431	462	93.29	1.2
比較例1	0.908	662	804	82.34	11.4

[0036] (実施例2)

本実施例2では、Co、Cr、Pt、SiO₂を原料とし、粉末混合及び焼結（粉末冶金）からなる製造工程で製造したターゲット原材料を、旋盤を用いた切削による一次加工を行って、Ra：0.25 μm 、Rz：1.30 μm とした。その後、さらに純水滴下による湿式一次研磨→アルミナ研磨剤滴

下による湿式二次研磨の工程からなるSSP (Sputtering Target Surface Polishing)加工を行って表面を調整し、ターゲットを得た。

[0037] 次に、このターゲットについて、欠陥の面積率、及び(0.001~0.04 μm^2 の大きさの欠陥の個数/全ての欠陥の個数)の割合を調べた。この結果、それぞれ0.237%、93.29%であった。なお、欠陥の面積率、及び欠陥の個数は、実施例1と同様にして、求めた。

次に、このターゲットを使用し、Ar 1.5 Pa雰囲気中、30 W/cm²のDCスパッタリング条件で基板上にスパッタ膜を形成した。

スパッタリングを行った場合のパーティクルを観察すると、パーティクルの寸法は0.8~18 μm 程度であり、実施例1に較べてパーティクルの個数がより少なくなり、パーティクル起因の不良発生を1.2%にまで、低減することができた。この結果を、表1に示す。

[0038] (比較例1)

比較例1では、実施例1と同様にCo、Cr、Pt、SiO₂を原料とし、粉末混合及び焼結(粉末冶金)からなる製造工程で製造したターゲット材を使用し、旋盤を用いた切削による一次加工を行った。この場合の切り込み量は0.5 mmである。その後、平面研磨加工を行って表面を調整し、ターゲットを得た。

[0039] 次に、このターゲットについて、欠陥の面積率、及び(0.001~0.04 μm^2 の大きさの欠陥の個数/全ての欠陥の個数)の割合を調べた。この結果、それぞれ0.908%、82.34%であった。なお、欠陥の面積率、及び欠陥の個数は、実施例1と同様にして、求めた。

次に、このターゲットを使用し、Ar 1.5 Pa雰囲気中、30 W/cm²のDCスパッタリング条件で基板上にスパッタ膜を形成した。

スパッタリングを行った場合のパーティクルを観察すると、パーティクルの寸法は0.8~18 μm 程度であったものの、パーティクルの個数が非常に多く、パーティクル起因の不良発生が10%程度まで、増加した。この結果を、表1に示す。

[0040] 上記の実施例 1、2 と比較例 1 の対比から明らかなように、実施例では、表面粗さが著しく小さく、またなだらかな表面を形成しており、薄膜の形成において、特に問題となるターゲットのスパッタリング使用後のノジュール発生数及びパーティクルのサイズが小さくなり、パーティクルの剥がれが少なく、パーティクルの発生に起因する不良率が低下しているのが確認できる。

したがって、本発明の切削加工と研磨加工による表面加工方法は、延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が体積比率で 1 ～ 50 % 存在するターゲットの表面加工において、優れた効果を有することが分かる。

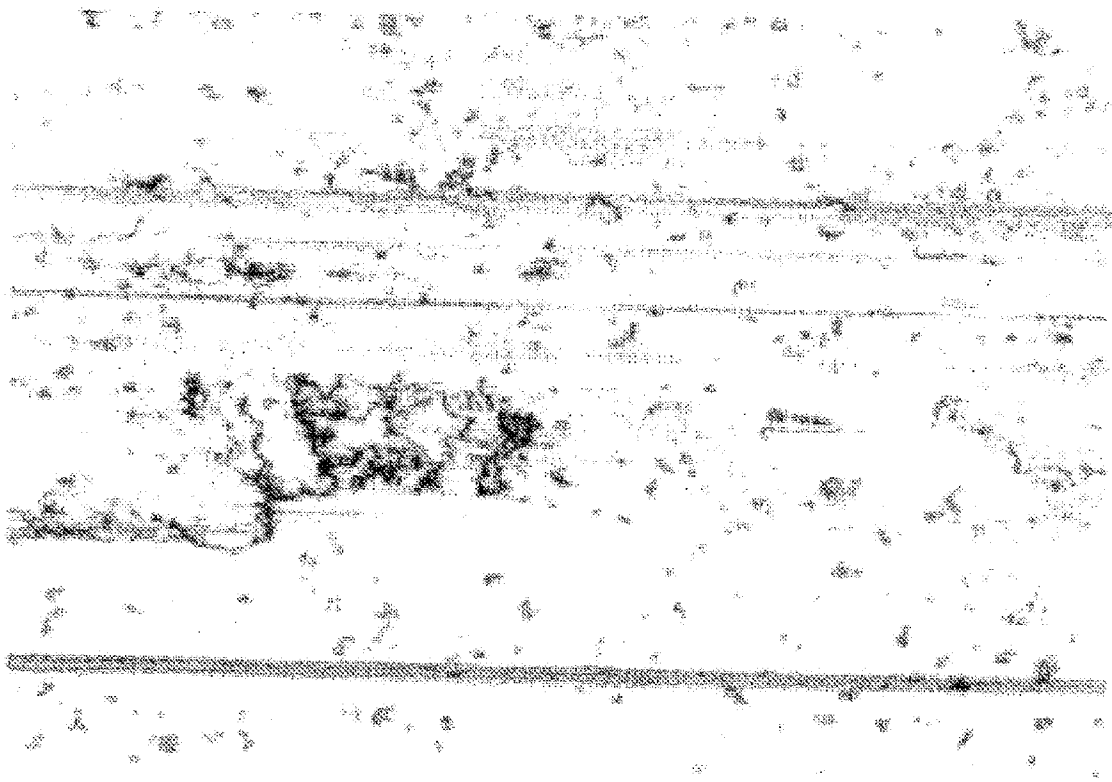
産業上の利用可能性

[0041] 本発明は、ターゲット表面における欠陥の面積率が 0.5 % 以下である表面特性に優れたターゲットが得ることができ、このターゲットを用いてスパッタリングすることにより、パーティクルの発生及びターゲット使用後のノジュールの発生が著しく減少するという優れた効果を有するので、特に延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が体積比率で 1 ～ 50 % 存在するターゲットに有効である。

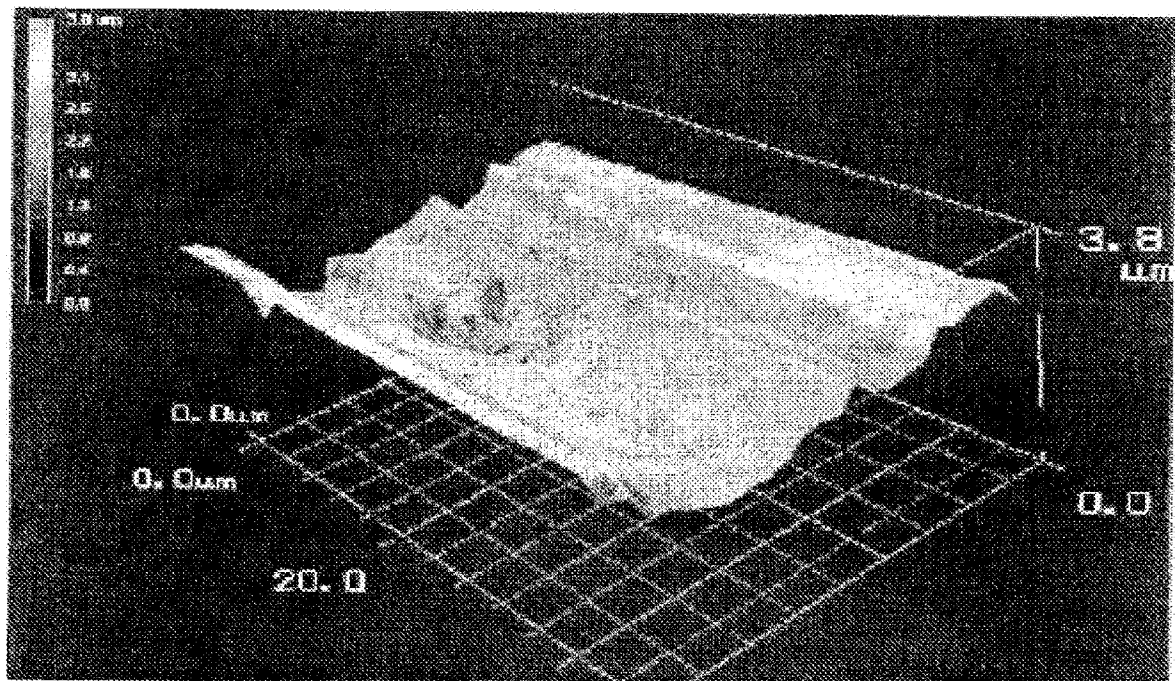
請求の範囲

- [請求項1] 延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が体積比率で1～50%存在するターゲットの表面であって、ターゲット表面における欠陥の面積率が0.5%以下であることを特徴とするパーティクルの発生の少ないスパッタリングターゲット。
- [請求項2] 前記ターゲット表面において、0.001～0.04 μm^2 の大きさの欠陥の個数が、全ての欠陥の個数の90%以上であることを特徴とする請求項1記載のパーティクルの発生の少ないスパッタリングターゲット。
- [請求項3] 延性に富むマトリックス相内に、金属間化合物、酸化物、炭化物、炭窒化物、その他の延性のない物質が体積比率で1～50%存在するターゲットの表面を、予め切削加工による一次加工を行い、次に研磨による仕上げ加工を行うことによって、ターゲット表面における欠陥の面積率が0.5%以下の表面に形成することを特徴とするパーティクルの発生の少ないスパッタリングターゲットの表面加工方法。
- [請求項4] 前記加工により、ターゲット表面を0.001～0.04 μm^2 の大きさの欠陥の個数が、全ての欠陥の個数の90%以上とすることを特徴とする請求項3記載のスパッタリングターゲットの表面加工方法。

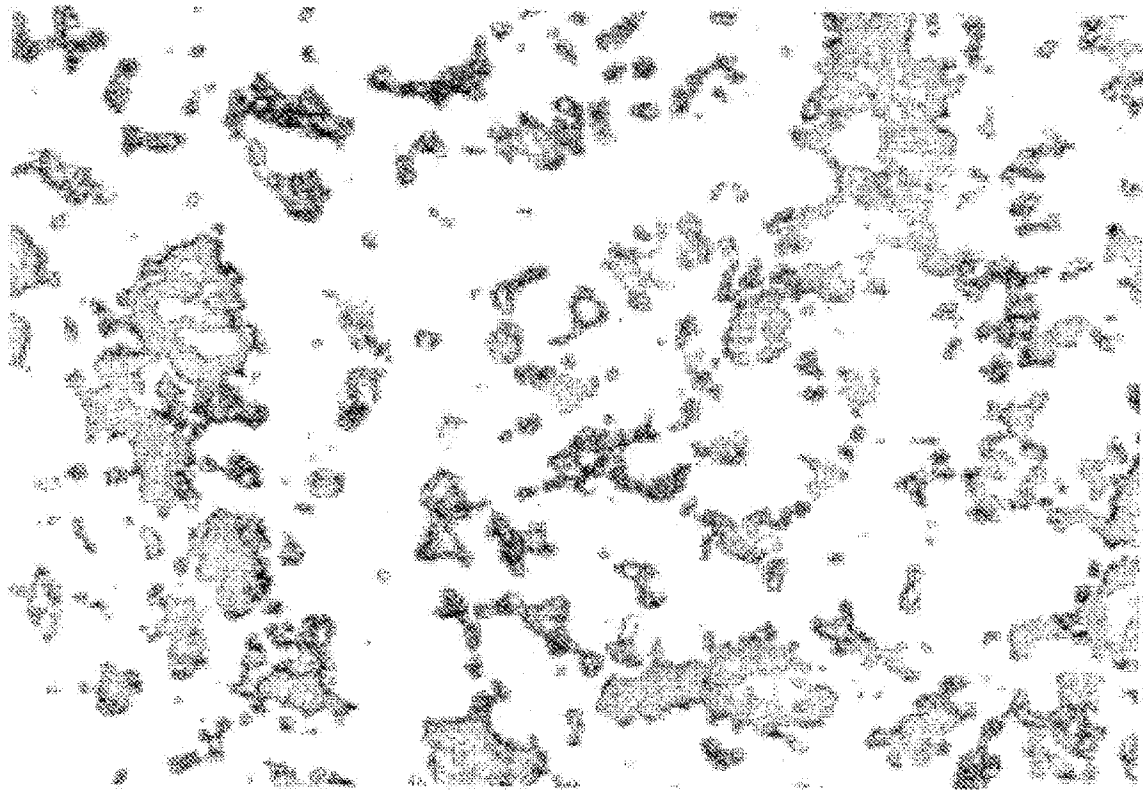
[図1]



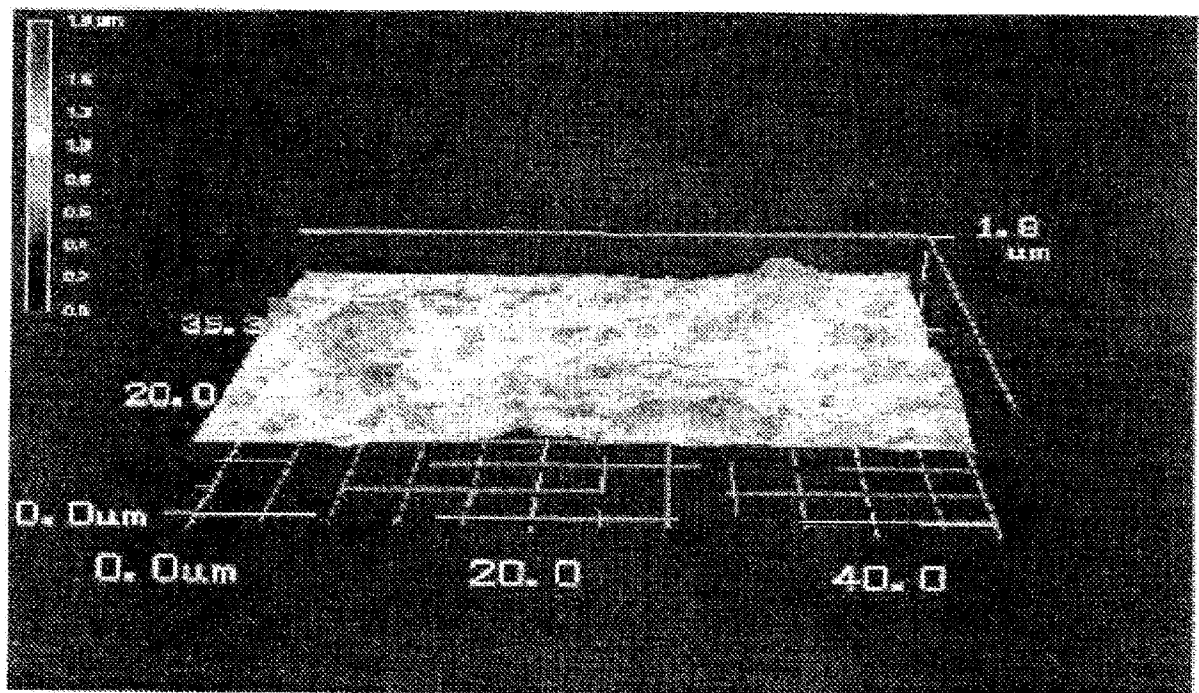
[図2]



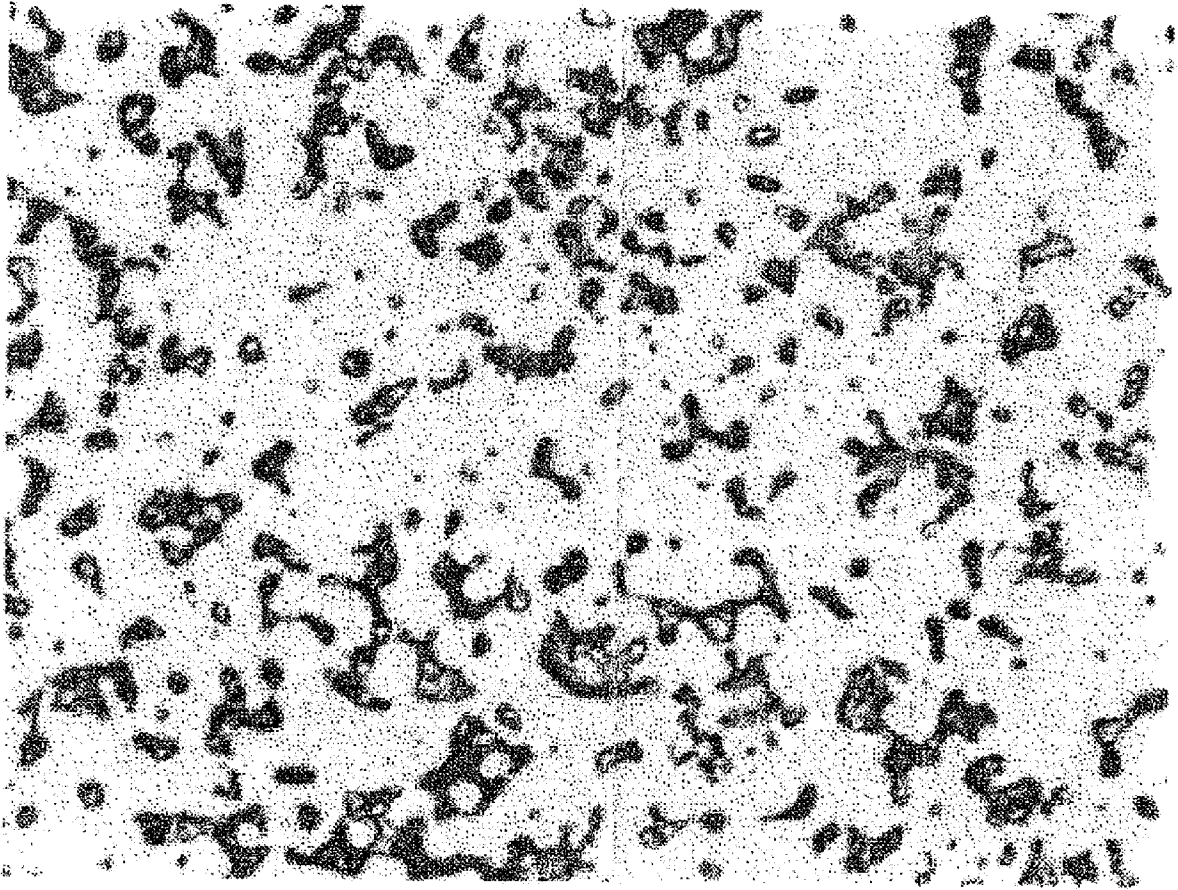
[図3]



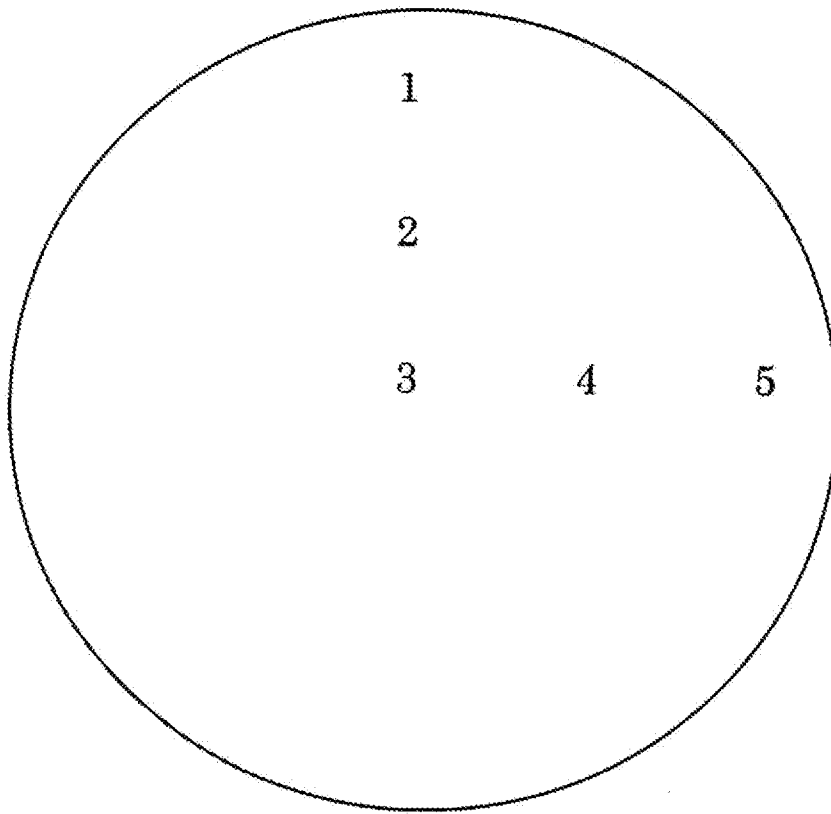
[図4]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/071786

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C14/34(2006.01)i, C22C1/10(2006.01)i, G11B5/851(2006.01)i, C22C32/00(2006.01)n

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

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	1996-2010
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2010	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2010

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2009/123055 A1 (Nippon Mining & Metals Co., Ltd.), 08 October 2009 (08.10.2009), claim 1; paragraphs [0019], [0020] (Family: none)	1-4

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

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

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

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

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

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

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

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

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

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

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
17 December, 2010 (17.12.10)

Date of mailing of the international search report
28 December, 2010 (28.12.10)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C23C14/34(2006.01)i, C22C1/10(2006.01)i, G11B5/851(2006.01)i, C22C32/00(2006.01)n

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C23C14/34

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 0 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 0 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 0 年

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

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	WO 2009/123055 A1（日鉱金属株式会社）2009. 10. 08, 請求の範囲 1, [0019], [0020]（ファミリーなし）	1-4

C 欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

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

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

国際調査を完了した日

1 7 . 1 2 . 2 0 1 0

国際調査報告の発送日

2 8 . 1 2 . 2 0 1 0

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官（権限のある職員）

櫻木 伸一郎

4 G

4 1 4 0

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 1 6