

明 細 書

発明の名称：

磁気記録膜形成用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、磁気記録メディアの磁性体薄膜、特に、熱アシスト磁気記録メディアの磁気記録層の成膜に使用される強磁性材スパッタリングターゲットに関し、マグネトロンスパッタ装置でスパッタする際に安定した放電が得られるパーティクル発生の少ないF e P t系強磁性材スパッタリングターゲットに関する。

背景技術

[0002] HDD（ハードディスクドライブ）に代表される磁気記録媒体の分野では、記録を担う磁性薄膜の材料として、強磁性金属であるC o、F e、あるいはN iをベースとした材料が用いられている。例えば、面内磁気記録方式を採用するハードディスクの記録層にはC oを主成分とするC o－C r系やC o－C r－P t系の強磁性合金が用いられてきた。また、近年実用化された垂直磁気記録方式を採用するハードディスクの記録層には、C oを主成分とするC o－C r－P t系の強磁性合金と非磁性の無機物粒子からなる複合材料が多く用いられている。そしてハードディスク等の磁気記録媒体の磁性薄膜は、生産性の高さから、上記の材料を成分とする強磁性材スパッタリングターゲットをスパッタリングして作製されることが多い。

[0003] 一方、磁気記録媒体の記録密度は年々急速に増大しており、現状の100 G b i t / i n²の面密度から、将来は1 T b i t / i n²に達すると考えられている。1 T b i t / i n²に記録密度が達すると、記録b i tのサイズが10 n mを下回るようになり、その場合熱揺らぎによる超常磁性化が問題となってくると予想され、現在、使用されている磁気記録媒体、例えばC o－C r基合金にP tを添加して結晶磁気異方性を高めた材料、又はこれにさらにBを添加して磁性粒間の磁気結合を弱めたような媒体では十分ではないこ

とが予想される。10 nm以下のサイズで安定に強磁性として振る舞う粒子は、より高い結晶磁気異方性を持っている必要があるからである。

[0004] 上記のようなことから、L1₀構造を持つFePt相が超高密度記録媒体用材料として注目されている。また、L1₀構造を持つFePt相は耐食性、耐酸化性に優れているため、記録媒体としての応用に適した材料と期待されている。このFePt相は1573 Kに規則－不規則変態点を持ち、通常合金を高温から焼き入れても急速な規則化反応によりL1₀構造を持つ。そして、FePt相を超高密度記録媒体用材料として使用する場合には、規則化したFePt粒子を磁氣的に分離させた状態で出来るだけ高密度に方位をそろえて分散させるという技術の開発が求められている。

[0005] このようなことから、L1₀構造を有するFePt磁性粒子を炭素といった非磁性材料で磁氣的に分離されたグラニューラー構造磁性薄膜が、熱アシスト磁気記録方式を採用した次世代ハードディスクの磁気記録媒体用として提案されている。このグラニューラー構造磁性薄膜は、磁性粒子同士が非磁性物質の介在により磁氣的に絶縁される構造となっている。グラニューラー型の磁気記録媒体及びこれに関連する公知文献としては、特許文献1、特許文献2、特許文献3、特許文献4、特許文献5、特許文献6、特許文献7などを挙げることができる。

[0006] 上記磁気記録層はFePt合金などの磁性相とそれを分離している非磁性相から構成されており、非磁性相の材料の一つとして炭素が有効である。このような磁気記録層は通常スパッタリング成膜法により形成されるが、炭素が含まれる強磁性材スパッタリングターゲットは炭素が凝集しやすい上に焼結しにくく、マグネトロンスパッタ装置でスパッタしようとする、スパッタリング中に異常放電を引き起こし、パーティクル（基板上に付着したゴミ）が発生するという問題があった。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開2000-306228号公報

特許文献2：特開2000-311329号公報

特許文献3：特開2008-59733号公報

特許文献4：特開2008-169464号公報

特許文献5：特開2012-102387号公報

特許文献6：特開2011-208265号公報

特許文献7：国際公開WO/2012/086335号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0008] 上記磁気記録層は、FePt系合金などの磁性相とそれを分離している非磁性相から構成されており、非磁性相の材料の一つとして炭素（C）を利用した強磁性材スパッタリングターゲットを提供するものであり、スパッタリング時に凝集しやすい炭素を起点とする異常放電によるパーティクルの発生を抑制した強磁性材スパッタリングターゲット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

- [0009] 上記の課題を解決するために、本発明者は鋭意研究を行った結果、扁平状あるいは板状のC相を一定の方向に揃うように分散させることにより、安定的なスパッタリングを可能とし、異常放電を抑制できることを見出した。すなわち、ターゲットにおけるC相の分散状態を改善することにより、スパッタリングの異常放電を抑制することができ、パーティクルの発生を低減できることを見出した。

- [0010] このような知見に基づき、本発明は、

1) Cを含有するFePt系磁気記録膜形成用スパッタリングターゲットであって、スパッタ面に対する水平面におけるグラファイト（002）面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対する垂直断面におけるグラファイト（002）面のX線回折ピーク強度の強度比が2以上であることを特徴とするスパッタリングターゲット、

2) Cを含有するFePt系磁気記録膜形成用スパッタリングターゲット

であって、

スパッタ面に対する垂直断面におけるFe-Pt合金(001)面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対する垂直断面におけるFe-Pt合金(100)面のX線回折ピーク強度の強度比が1.0以下であって、かつ、スパッタ面に対する水平面におけるFe-Pt合金(001)面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対する水平面におけるFe-Pt合金(100)面のX線回折ピーク強度の強度比が1.0以上であることを特徴とする上記1)記載のスパッタリングターゲット、

3) スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さが10 μ m以下であることを特徴とする上記1)又は2)記載のスパッタリングターゲット、

4) Pt含有量が5mol%以上60mol%以下であることを特徴とする上記1)～3)のいずれかに記載のスパッタリングターゲット、

5) C含有量が10mol%以上70mol%以下であることを特徴とする上記1)～4)のいずれかに記載のスパッタリングターゲット、

6) 添加元素として、B、Ru、Ag、Au、Cuからなる群から選択した一種以上の元素を0.5mol%以上10mol%以下含有することを特徴とする上記1)～5)のいずれかに記載のスパッタリングターゲット、

7) 添加材として、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物からなる群から選択した一種以上の無機物材料を含有することを特徴とする上記1)～6)のいずれかに記載のスパッタリングターゲット、を提供する。

[0011] また、本発明は、

8) 上記1)～7)のいずれかに記載のスパッタリングターゲットにおいて、扁平状あるいは板状の原料粉末を粉碎混合した後成形し、この成形体を一軸加圧焼結することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法、を提供する。

発明の効果

[0012] 上記磁気記録層は、Fe-Pt合金などの磁性相とそれを分離している非

磁性相から構成されており、非磁性相の材料の一つとして炭素を利用した強磁性材スパッタリソグターゲットに関する。本発明の強磁性材スパッタリソグターゲットは、スパッタリソグの際、凝集しやすい炭素を起点とする異常放電によるパーテイクルの発生を抑制した強磁性材スパッタリソグターゲットを提供することができるという優れた効果を有する。

そして、磁気記録媒体の磁性体薄膜、特にグラニュー型の磁気記録層を効率的に成膜することができるという効果を有する。

図面の簡単な説明

- [0013] [図1]本発明に係るスパッタリソグターゲットの製造方法の一例である。
- [図2]本発明に係るスパッタリソグターゲットの製造方法の一例である。
- [図3]扁平化処理したFe-Pt合金粉のSEM写真である。
- [図4]原料粉末である薄片化黒鉛のSEM写真である。
- [図5]スパッタ面に対する水平面とスパッタ面に対する垂直断面を表す概略図である。

- [図6]本願実施例1のターゲット組織（スパッタ面に対する水平面：写真左、スパッタ面に対する垂直断面：写真右）を示すレーザー顕微鏡写真である。
- [図7]本願実施例2のターゲット組織（スパッタ面に対する水平面：写真左、スパッタ面に対する垂直断面：写真右）を示すレーザー顕微鏡写真である。
- [図8]本願実施例3のターゲット組織（スパッタ面に対する水平面：写真左、スパッタ面に対する垂直断面：写真右）を示すレーザー顕微鏡写真である。
- [図9]本願比較例1のターゲット組織（スパッタ面に対する水平面：写真左、スパッタ面に対する垂直断面：写真右）を示すレーザー顕微鏡写真である。
- [図10]本願実施例1のターゲット組織（スパッタ面に対する垂直断面：写真右）を示すレーザー顕微鏡写真である。
- [図11]本願実施例2のターゲット組織（スパッタ面に対する垂直断面：写真右）を示すレーザー顕微鏡写真である。
- [図12]本願実施例3のターゲット組織（スパッタ面に対する垂直断面：写真右）を示すレーザー顕微鏡写真である。

【図13】本願比較例1のターゲットのX線回折ピーク強度比（入パツタ面に対する水平面：上段、入パツタ面に対する垂直断面：下段）である。

発明を実施するための形態

[0014] 本発明のターゲットは、FePt系合金からなる強磁性材中に扁平状あるいは板状の非磁性材のC相が特定の方向に揃うように分散することで、安定的なスパッタリングを可能とし、異常放電を抑制してパーティクル発生を低減することができる。

前記のC相の分散状態を、Cを含有するF e P t系磁気記録膜形成用スパッタリングターゲットであって、スパッタ面に対する水平面におけるグラフナイト(002)面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対する垂直断面におけるグラフナイト(002)面のX線回折ピーク強度の強度比を2以上と規定することができる。一方、前記強度比の上限値については特に制限はないが、より好ましくは15以下とすることができる。

なお、前記入パツタ面に対する水平面及び前記入パツタ面に対する垂直断面面を表す概略図を図 5 に示す。入パツタ面に対する水平面はホットプレス時の加圧される面に相当する。

[0015] 本発明のターゲットは扁平状あるいは板状のC粉末だけでなく、扁平状あるいは板状のF₀P₁系合金粉末を用いることで、これらの原料粉末からなる成形体の加圧時にF₀P₁系合金相が特定の方向に揃うよう加圧されるので、それに伴って、C相を特定の方向に揃うように分散することができる。

で、それに伴って、C相を特定の方角に揃うように分散することができる。

前記の $F \theta P$ t 合金相の状態を、スパッタ面に対する垂直断面における $F \theta$ - P t 合金 (001) 面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対する垂直断面における $F \theta$ - P t 合金 (100) 面のX線回折ピーク強度の強度比が1.0以下であって、かつ、スパッタ面に対する水平面における $F \theta$ - P t 合金 (001) 面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対する水平面における $F \theta$ - P t 合金 (100) 面のX線回折ピーク強度の強度比が1.0以上と規定することができる。

[0016] C相は、グラフェンシートを積層させたグラファイトで構成されており、

電気伝導性に異方性を有する。そのため、スパッタリングターゲット中のC相の結晶の向きがランダムになると、電気伝導性に影響を及ぼし、スパッタリングが不安定になって、異常放電の原因となると考えられる。したがって、扁平状あるいは板状のC相を特定の方向に揃えて分散させることにより、スパッタリング時の異常放電を抑制することができ、パーティクル発生を低減することが可能となる。前記扁平状あるいは板状のC相は薄片化処理したC粉を用いることで得ることができ、その平均厚さは1 μ m以下であることが好ましい。

[0017] 本発明のスパッタリングターゲットは、Pt含有量5 mol %以上60 mol %以下、残部Fe及びCであることが好ましい。Pt含有量が5 mol %未満又は60 mol %を超えると、所望の磁気特性が得られない場合があるからである。

また、本発明のスパッタリングターゲットは、C含有量が10 mol %以上70 mol %以下、残部Fe及びPtであることが好ましい。C含有量が10 mol %未満であると所望の磁気特性が得られない場合があり、一方、C含有量が70 mol %を超えるとCが凝集して、パーティクル増加の原因となるからである。

[0018] また、本発明のスパッタリングターゲットは、磁気特性を向上させるために、添加元素としてB、Ru、Ag、Au、Cuからなる群から選択した一種以上の元素を0.5 mol %以上10 mol %以下含有することが好ましい。また、添加材として、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物からなる群から選択した一種以上の無機物材料を添加することで、さらに磁気特性を向上させることができる。

[0019] 本発明のスパッタリングターゲットは、図1や図2に示すような粉末冶金法によって作製する。

まず、原料粉末（Fe粉末、Pt粉末、C粉末、必要に応じて添加金属元素の粉末、添加無機物材料の粉末）を用意する。このとき、C粉末は扁平状あるいは板状の黒鉛や図4に示すような薄片化黒鉛（グラファイトの層数が

少ない黒鉛)を使用することが好ましい。特に薄片化黒鉛は、通常の黒鉛よりも電気伝導に優れるため、異常放電の抑制とパーティクルの低減に特に有効である。

また、必要に応じて、金属成分であるF e粉末やP t粉末をボールミルや媒体攪拌ミル等で処理し、図3に示すような扁平状あるいは板状のものを使用することが好ましい。これにより、C相をより特定の方向に揃えることができる。

これら扁平状あるいは板状の原料粉末は、それぞれ平均厚さが0.01 μ m以上20 μ m以下のものを使用することが好ましい。

[0020] F e粉末やP t粉末として、金属単体の粉末を使用してもよいが、あらかじめ熱処理やアトマイズ装置によって合金化した合金粉末(F e-P t粉)を用いることができる。また、目標組成に応じて、合金化したF e-P t合金粉末と、F e粉末、P t粉末とを組み合わせ用いることができる。

特に、金属単体のF e粉末は酸化しやすいため、F e-P t合金粉やF e-P tアトマイズ粉を用いることによって、酸素の持ち込みを低減することができ、ターゲットの伝導性と純度を高めるためには、これらの合金粉、アトマイズ粉を用いることが有効である。

[0021] そして、上記の粉末を所望の組成になるように秤量し、攪拌媒体ミルやボールミル、乳鉢等を用いて、混合を兼ねて粉碎する。但し、粉碎し過ぎるとC粉末が小さくなって凝集し易くなるため、C粉末の粒子径は小さくとも、0.1 μ mとするのが好ましい。B、R u、A g、A u、C uなどの金属粉末や、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物などの無機物材料を添加する場合は、この段階で、混合すればよい。

[0022] 次に、この混合粉をカーボン製の型に充填し、一軸方向加圧のホットプレスで成型・焼結する。このような一軸方向加圧のホットプレス時にC相が特定の方向に揃うことになる。焼結時の保持温度は、スパッタリングターゲットの組成にもよるが、多くの場合、1000~1600℃の温度範囲とする。また、必要に応じて、ホットプレスから取り出した焼結体に熱間等方加

圧加工を施すことができる。熱間等方加圧加工は、焼結体の密度向上に有効である。熱間等方加圧加工時の保持温度は、焼結体の組成にもよるが、多くの場合1000～1600℃の温度範囲である。また加圧力は100Mpa以上に設定する。

このようにして得られた焼結体を旋盤で所望の形状に加工することにより、本発明のスパッタリングターゲットは作製できる

[0023] 以上のように、扁平化あるいは板状にした原料粉末を混合し、一軸方向加圧のホットプレスを実施することにより、C相が特定の方向に揃って分散したスパッタリングターゲットを製造することができる。そして、このようなターゲットは、スパッタリング時の異常放電を抑制できるので、パーティクルが少ないという効果を得ることができる。

実施例

[0024] 以下、実施例および比較例に基づいて説明する。なお、本実施例はあくまで一例であり、この例によって何ら制限されるものではない。すなわち、本発明は特許請求の範囲によってのみ制限されるものであり、本発明に含まれる実施例以外の種々の変形を包含するものである。

[0025] (実施例1)

原料粉末として平均粒子径3μmのFe粉末、平均粒子径3μmのPt粉末、平均粒子径6μmのC粉末を用意した、C粉末は薄片化黒鉛粉末を用いた。

次に、Fe粉末とPt粉末から組成比Fe-50Pt(at.%)からなる合金化粉末を作製し、このFe-Pt合金粉末を粉砕媒体の直径5mmのジルコニアボールとともに容量5リットルの媒体攪拌ミルに封入し、300rpmで4時間粉砕して、扁平状の合金粉末を得た。

その後、この合金粉末とC粉末とを乳鉢を用いて組成比(Fe-50Pt)-40C(at.%)となるように混合し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300℃/時間、保持温度1400℃、保持時間2時間とし、昇温開始時

ら保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次に、ホットプレス型の型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度300°C/時間、保持温度1100°C、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、1100°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

得られた焼結体の端部を切り出し、スパッタ面に対する水平面及び垂直断面を研磨してその組織を光学顕微鏡で観察した。そして組織面上の任意に選んだ箇所を108μm×80μmの視野サイズで組織画像を撮影した。撮影された画像を図6に示す（組織観察画像の黒っぽいところがC相に該当する部分である）。そして、スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さを測定したところ0.6μmであった。

また、X線回折装置を用いて、焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面のX線回折強度を測定した。X線回折装置による測定条件は次のとおりである。装置：株式会社リガク社製（UltimaIV protectus）、管球：Cu、管電圧：40kV、管電流：30mA、走査範囲（2θ）：10°～90°、測定ステップ（2θ）：0.01°、スキャンスピード（2θ）：毎分1°、スキャンモード2θ/θ。なお、グラファイト（002）面の回折ピークは26.38°付近に現れ、Fe-Pt合金（001）面の回折ピークは23.93°付近に現れ、Fe-Pt合金（100）面の回折ピークは32.98°付近に現れる。

その結果を図10に示す。図10から得られたグラファイト（002）面のX線回折強度比（スパッタ面に対する水平面/スパッタ面に対する垂直断面）は6.45であった。また、スパッタ面に対する水平面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比〔（001）面/（100）面〕は2.49であり、スパッタ面に対する垂直断面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比〔（001）面/（100）面〕は0.50であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレスパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒子径が0.25μm以上のパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は120個であった。

[0026]

[表1]

[0027] (実施例2)

C粉末に平均粒子径 $15\ \mu\text{m}$ の薄片化黒鉛粉末を用いた以外、実施例1と同様の条件で焼結体を作製した。この焼結体を光学顕微鏡で撮影した画像を図7に示す(組織観察画像の黒っぽいところがC相に該当する部分である)。そして、スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さを測定したところ $1.1\ \mu\text{m}$ であった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面のX線回折強度を測定した結果、図11から得られたグラファイト(002)面のX線回折強度比(スパッタ面に対する水平面/スパッタ面に対する垂直断面)は 6.53 であった。また、スパッタ面に対する水平面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は 2.04 であり、スパッタ面に対する垂直断面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は 0.75 であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパーティクルの個数を測定した結果、パーティクル個数は90個であった。

[0028] (実施例3)

C粉末に平均粒子径 $20\ \mu\text{m}$ のグラファイト粉末を用いた以外、実施例1と同様の条件で焼結体を作製した。この焼結体を光学顕微鏡で撮影した画像を図8に示す(組織観察画像の黒っぽいところがC相に該当する部分である)。そして、スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さを測定したところ $15\ \mu\text{m}$ であった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面のX線回折強度を測定した結果、図12から得られたグラファイト(002)面のX線回折強度比(スパッタ面に対する水平面/スパッタ面に対する垂直断面)は 13.77 であった。また、水平面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は 1.09 であり、スパッタ面に対する垂直断面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は 0.89 であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ

付着したパーテイクルの個数を測定した結果、パーテイクル個数は250個

であった。

[0029] (実施例4)

原料粉末として平均粒子径3 μ mのFe粉末、平均粒子径3 μ mのPt粉末、平均粒子径15 μ mのC粉末を用意した、C粉末は薄片化黒鉛粉末を用

いた。

次に、Fe粉末とPt粉末から組成比Fe-10Pt (at. %) からなる合金化粉末を作製し、このFe-10Pt合金粉末を粉砕媒体の直径5mmのジルコニアボールとともに容量5リットルの媒体攪拌ミルに封入し、300rpmで4時間粉砕して、扁平状の合金粉末を得た。

その後、この合金粉末とC粉末とを乳鉢を用いて組成比 (Fe-10Pt-10C (at. %)) となるように混合し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。それ以外、実施例1と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さを測定したところ1.2 μ mであった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面のX線回折強度を測定した結果、グライット (002) 面のX線回折強度比 (スパッタ面に対する水平面/スパッタ面に対する垂直断面) は6.38であった。また、スパッタ面に対する水平面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比 [(001) 面 / (100) 面] は2.17であり、スパッタ面に対する垂直断面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比 [(001) 面 / (100) 面] は0.62であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパーテイクルの個数を測定した結果、パーテイクル個数は15個であった。

[0030] (実施例5)

原料粉末として平均粒子径3 μ mのFe粉末、平均粒子径3 μ mのPt粉末、平均粒子径10 μ mのFe₂B粉末、平均粒子径15 μ mのC粉末を用意した、C粉末は薄片化黒鉛粉末を用いた。

次に、Fe粉末とPt粉末から組成比Fe-50Pt (at. %) からなる合金化粉末を作製し、このFe-Pt合金粉末を粉砕媒体の直径5mmのジルコニアボールとともに容量5リットルの媒体攪拌ミルに封入し、300rpmで4時間粉砕して、扁平状の合金粉末を得た。

その後、この合金粉末とFe₂B粉末とC粉末とを乳鉢を用いて組成比 (Fe-42.5Pt-5B)-40C (at. %) となるように混合し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの保持温度は1300℃、熱間等方加圧加工の保持温度は1100℃とした。それ以外、実施例1と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さを測定したところ1.0μmであった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面のX線回折強度を測定した結果、グラファイト(002)面のX線回折強度比(スパッタ面に対する水平面/スパッタ面に対する垂直断面)は6.49であった。また、スパッタ面に対する水平面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は2.36であり、スパッタ面に対する垂直断面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は0.71であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパーティクルの個数を測定した結果、パーティクル個数は82個であった。

[0031] (実施例6)

原料粉末として平均粒子径3μmのFe粉末、平均粒子径3μmのPt粉末、平均粒径5μmのAg粉末、平均粒子径15μmのC粉末を用意した、C粉末は薄片化黒鉛粉末を用いた。

次に、Fe粉末とPt粉末から組成比Fe-50Pt (at. %) からなる合金化粉末を作製し、このFe-Pt合金粉末を粉砕媒体の直径5mmのジルコニアボールとともに容量5リットルの媒体攪拌ミルに封入し、300rpmで4時間粉砕して、扁平状の合金粉末を得た。

その後、この合金粉末とAg粉末とC粉末とを乳鉢を用いて組成比 (Fe

−45Pt−10Ag)−60C (at. %) となるように混合し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの保持温度は950℃、熱間等方加圧加工の保持温度は950℃とした。それ以外、実施例1と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さを測定したところ1.1 μmであった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面のX線回折強度を測定した結果、グラファイト(002)面のX線回折強度比(スパッタ面に対する水平面/スパッタ面に対する垂直断面)は6.28であった。また、スパッタ面に対する水平面におけるFe−Pt合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は2.13であり、スパッタ面に対する垂直断面におけるFe−Pt合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は0.55であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパーティクルの個数を測定した結果、パーティクル個数は56個であった。

[0032] (実施例7)

原料粉末として平均粒子径3 μmのFe粉末、平均粒子径3 μmのPt粉末、平均粒径5 μmのAu粉末、平均粒子径15 μmのC粉末を用意した、C粉末は薄片化黒鉛粉末を用いた。

次に、Fe粉末とPt粉末から組成比Fe−50Pt (at. %) からなる合金化粉末を作製し、このFe−Pt合金粉末を粉砕媒体の直径5 mmのジルコニアボールとともに容量5 リットルの媒体攪拌ミルに封入し、300 rpmで4時間粉砕して、扁平状の合金粉末を得た。

その後、この合金粉末とAu粉末とC粉末とを乳鉢を用いて組成比(Fe−49Pt−2Au)−40C (at. %) となるように混合し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの保持温度は1050℃、熱間等方加圧加工の保持温度は950℃とした。それ以外、実施例1と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さを測定したところ1.1 μmであった。次に、この

焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面のX線回折強度を測定した結果、グライタイト(002)面のX線回折強度比(スパッタ面に対する水平面/スパッタ面に対する垂直断面)は6.43であった。また、スパッタ面に対する水平面におけるF_e-P_t合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は2.09であり、スパッタ面に対する垂直断面におけるF_e-P_t合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は0.73であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパーテイクルの個数を測定した結果、パーテイクル個数は49個であった。

[0033] (実施例8)

原料粉末として平均粒子径3 μ mのF_e粉末、平均粒子径3 μ mのP_t粉末、平均粒子径5 μ mのCu粉末、平均粒子径15 μ mのC粉末を用意した。C粉末は薄片化黒鉛粉末を用いた。

次に、F_e粉末とP_t粉末から組成比F_e-50P_t(at.%)からなる合金化粉末を作製し、このF_e-P_t合金粉末を粉碎媒体の直径5mmのジルコニアボールとともに容量5リットルの媒体攪拌ミルに封入し、300rpmで4時間粉碎して、扁平状の合金粉末を得た。

その後、この合金粉末とCu粉末とを乳鉢を用いて組成比(F_e-45Pt-10Cu)-40C(at.%)となるように混合し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの保持温度は1060℃、熱間等方加圧加工の保持温度は1100℃とした。それ以外、実施例1と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さを測定したところ1.2 μ mであった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面のX線回折強度を測定した結果、グライタイト(002)面のX線回折強度比(スパッタ面に対する水平面/スパッタ面に対する垂直断面)は6.52であった。また、スパッタ面に対する水平面におけるF_e-P_t合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は2.38であり、スパッタ面に対する垂直断面におけ

[0034] (実施例 9)

た結果、パータイクル個数は 78 個であった。

件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパータイクルの個数を測定し 69 であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、実施例 1 と同様の条

る Fe-Pt 合金の X 線回折強度比 [(001) 面 / (100) 面] は 0.

原料粉末として平均粒子径 $3\mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒子径 $3\mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒子径 $5\mu\text{m}$ の Ru 粉末、平均粒子径 $15\mu\text{m}$ の C 粉末を用意した、

C 粉末は薄片化黒鉛粉末を用いた。

次に、Fe 粉末と Pt 粉末から組成比 Fe-66.7Pt (at. %) か

らなる合金化粉末を作製し、この Fe-Pt 合金粉末を粉碎媒体の直径 5m

m のジルコニアボールとともに容量 5 リットルの媒体攪拌ミルに封入し、3

00rpm で 4 時間粉碎して、扁平状の合金粉末を得た。

その後、この合金粉末と Ru 粉末と C 粉末とを乳鉢を用いて組成比 (Fe

-60Pt-10Ru) -40C (at. %) となるように混合し、これを

カーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの保持温度は 1

400°C、熱間等方加圧加工の保持温度は 1100°C とした。それ以外、実

施例 1 と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直

断面における C 相の平均厚さを測定したところ $1.2\mu\text{m}$ であった。次に、

この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面の X 線回折強度を測定し

た結果、グライット (002) 面の X 線回折強度比 (スパッタ面に対する

水平面 / スパッタ面に対する垂直断面) は 6.28 であった。また、スパッ

タ面に対する水平面における Fe-Pt 合金の X 線回折強度比 [(001)

面 / (100) 面] は 2.28 であり、スパッタ面に対する垂直断面におけ

る Fe-Pt 合金の X 線回折強度比 [(001) 面 / (100) 面] は 0.

65 であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、実施例 1 と同様の条

件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパータイクルの個数を測定し

た結果、パータイクル個数は 78 個であった。

[0035] (実施例 10)

原料粉末として平均粒子径 $3\ \mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒子径 $3\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒子径 $15\ \mu\text{m}$ の C 粉末を用意した、C 粉末は薄片化黒鉛粉末を用いた。

次に、Fe 粉末と Pt 粉末から組成比 Fe-50Pt (at. %) からなる合金化粉末を作製し、この Fe-Pt 合金粉末を粉砕媒体の直径 5mm のジルコニアボールとともに容量 5 リットルの媒体攪拌ミルに封入し、300 rpm で 4 時間粉砕して、扁平状の合金粉末を得た。

その後、この合金粉末と Fe-B 粉末と SiO_2 粉末と C 粉末とを乳鉢を用いて組成比 (Fe-50Pt) - 5 SiO_2 - 25 C (at. %) となるように混合し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの保持温度は 1100°C 、熱間等方加圧加工の保持温度は 1100°C とした。それ以外、実施例 1 と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直断面における C 相の平均厚さを測定したところ $1.1\ \mu\text{m}$ であった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面の X 線回折強度を測定した結果、グラファイト (002) 面の X 線回折強度比 (スパッタ面に対する水平面 / スパッタ面に対する垂直断面) は 6.50 であった。また、スパッタ面に対する水平面における Fe-Pt 合金の X 線回折強度比 [(001) 面 / (100) 面] は 2.07 であり、スパッタ面に対する垂直断面における Fe-Pt 合金の X 線回折強度比 [(001) 面 / (100) 面] は 0.70 であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパーティクルの個数を測定した結果、パーティクル個数は 14 個であった。

[0036] (実施例 11)

原料粉末として平均粒子径 $3\ \mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒子径 $3\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $50\ \mu\text{m}$ の TiC 粉末、平均粒子径 $15\ \mu\text{m}$ の C 粉末を用意した、C 粉末は薄片化黒鉛粉末を用いた。

次に、Fe 粉末と Pt 粉末から組成比 Fe-50Pt (at. %) からなる合金化粉末を作製し、この Fe-Pt 合金粉末を粉砕媒体の直径 5mm の

ジルコニアボールとともに容量5リットルの媒体攪拌ミルに封入し、300 rpmで4時間粉砕して、扁平状の合金粉末を得た。

その後、この合金粉末とTiC粉末とC粉末とを乳鉢を用いて組成比(F e - 50 P t) - 5 T i C - 25 C (a t. %) となるように混合し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの保持温度は1400℃、熱間等方加圧加工の保持温度は1100℃とした。それ以外、実施例1と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さを測定したところ1.1 μmであった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面のX線回折強度を測定した結果、グラファイト(002)面のX線回折強度比(スパッタ面に対する水平面/スパッタ面に対する垂直断面)は6.39であった。また、スパッタ面に対する水平面におけるF e - P t合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は2.23であり、スパッタ面に対する垂直断面におけるF e - P t合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は0.74であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパーティクルの個数を測定した結果、パーティクル個数は38個であった。

[0037] (実施例12)

原料粉末として平均粒子径3 μmのF e粉末、平均粒子径3 μmのP t粉末、平均粒径50 μmのS i₃N₄粉末、平均粒子径15 μmのC粉末を用意した、C粉末は薄片化黒鉛粉末を用いた。

次に、F e粉末とP t粉末から組成比F e - 50 P t (a t. %) からの合金化粉末を作製し、このF e - P t合金粉末を粉砕媒体の直径5 mmのジルコニアボールとともに容量5リットルの媒体攪拌ミルに封入し、300 rpmで4時間粉砕して、扁平状の合金粉末を得た。

その後、この合金粉末とS i N粉末とC粉末とを乳鉢を用いて組成比(F e - 50 P t) - 5 S i₃N₄ - 25 C (a t. %) となるように混合し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの保持温度

は 1400°C 、熱間等方加圧加工の保持温度は 1100°C とした。それ以外、実施例1と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さを測定したところ $1.2\mu\text{m}$ であった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面のX線回折強度を測定した結果、グラファイト(002)面のX線回折強度比(スパッタ面に対する水平面/スパッタ面に対する垂直断面)は6.13であった。また、スパッタ面に対する水平面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は2.07であり、スパッタ面に対する垂直断面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比[(001)面/(100)面]は0.62であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパーティクルの個数を測定した結果、パーティクル個数は89個であった。

[0038] (比較例1)

原料粉末として平均粒子径 $3\mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒子径 $3\mu\text{m}$ のPt粉末、平均粒子径 48nm のC粉末を用意した、C粉末はアセチレンブラック粉末を用いた。

次に、Fe粉末とPt粉末とC粉末とを組成比(Fe-50Pt)-40C(at.%)となるように、粉碎媒体の直径 5mm のジルコニアボールと共に容量5リットルの媒体攪拌ミルに封入して2時間粉碎し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1400°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで 30MPa で加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

得られた焼結体の端部を切り出し、スパッタ面に対する水平面及び垂直断面を研磨してその組織を光学顕微鏡で観察した。そして組織面上の任意に選んだ箇所を $108\mu\text{m} \times 80\mu\text{m}$ の視野サイズで組織画像を撮影した。撮影された画像を図 9 に示す（組織観察画像の黒っぽいところが C 相に該当する部分である）。そして、スパッタ面に対する垂直断面における C 相の平均厚さを測定したところ $0.2\mu\text{m}$ であった。

また、実施例 1 と同様の条件で焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面の X 線回折強度を測定した。その結果を図 13 に示す。図 13 から得られたグライット (002) 面の X 線回折強度比 (スパッタ面に対する水平面/スパッタ面に対する垂直断面) は 1.07 であった。また、スパッタ面に対する水平面における Fe-P 合金の X 線回折強度比 [(001) 面/ (100) 面] は 0.99 であり、スパッタ面に対する垂直断面における Fe-P 合金の X 線回折強度比 [(001) 面/ (100) 面] は 0.79 であった。

次に焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キヤノニア製 C-3010 スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。スパッタリングの条件は、投入電力 1kW 、Ar ガス圧 1.7Pa とし、 2kHz のプレスパッタリングを実施した後、 3.5インチ 径のアルミ基板上に 20 秒間成膜した。そして基板上へ付着したスパッタリングの個数をパーテュルカウンターで測定した。このときのパーテュルカウンターは 1300 個であった。

[0039] (比較例 2)

原料粉末として平均粒子径 $3\mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒子径 $3\mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒子径 48nm の C 粉末を用意した。C 粉末はアセチレンブラック粉末を用いた。

次に、Fe 粉末と Pt 粉末と C 粉末とを組成比 (Fe-Pt) - 10 C (at. %) となるように、粉碎媒体の直径 5mm のジルコニアボールと

共に容量 5 リットルの媒体攪拌ミルに封入して 2 時間粉碎し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。それ以外、比較例 1 と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直断面における C 相の平均厚さを測定したところ $0.2 \mu\text{m}$ であった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面の X 線回折強度を測定した結果、グラファイト (002) 面の X 線回折強度比 (スパッタ面に対する水平面 / スパッタ面に対する垂直断面) は 1.04 であった。また、スパッタ面に対する水平面における Fe-Pt 合金の X 線回折強度比 [(001) 面 / (100) 面] は 0.96 であり、スパッタ面に対する垂直断面における Fe-Pt 合金の X 線回折強度比 [(001) 面 / (100) 面] は 0.77 であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、比較例 1 と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパーティクルの個数を測定した結果、パーティクル個数は 510 個であった。

[0040] (比較例 3)

原料粉末として平均粒子径 $3 \mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒子径 $3 \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $5 \mu\text{m}$ の Ag 粉末、平均粒子径 48nm の C 粉末を用意した、C 粉末はアセチレンブラック粉末を用いた。

次に、Fe 粉末と Pt 粉末と Ag 粉末と C 粉末とを組成比 (Fe-45 Pt-10 Ag)-60 C (at. %) となるように、粉碎媒体の直径 5mm のジルコニアボールと共に容量 5 リットルの媒体攪拌ミルに封入して 2 時間粉碎し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの保持温度は 950°C 、熱間等方加圧加工の保持温度は 950°C とした。それ以外、比較例 1 と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直断面における C 相の平均厚さを測定したところ $0.2 \mu\text{m}$ であった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面の X 線回折強度を測定した結果、グラファイト (002) 面の X 線回折強度比 (スパッタ面に対する水平面 / スパッタ面に対する垂直断面) は 1.13 であった。また、スパッタ面に対する水平面における Fe-Pt 合金の X 線回折強度比 [

〔001〕面／〔100〕面〕は0.97であり、スパッタ面に対する垂直断面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比〔〔001〕面／〔100〕面〕は0.76であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、比較例1と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパーティクルの個数を測定した結果、パーティクル個数は824個であった。

[0041] (比較例4)

原料粉末として平均粒子径3 μ mのFe粉末、平均粒子径3 μ mのPt粉末、平均粒径1 μ mのSiO₂粉末、平均粒子径48nmのC粉末を用意した、C粉末はアセチレンブラック粉末を用いた。

次に、Fe粉末とPt粉末とSiO₂粉末とC粉末とを組成比(Fe-50Pt)-5SiO₂-25C(at.%)となるように、粉碎媒体の直径5mmのジルコニアボールと共に容量5リットルの媒体攪拌ミルに封入して2時間粉碎し、これをカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレスの保持温度は1100℃、熱間等方加圧加工の保持温度は1100℃とした。それ以外、比較例1と同様の条件で焼結体を作製した。そして、スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さを測定したところ0.3 μ mであった。次に、この焼結体のスパッタ面に対する水平面と垂直断面のX線回折強度を測定した結果、グラファイト(002)面のX線回折強度比(スパッタ面に対する水平面／スパッタ面に対する垂直断面)は1.04であった。また、スパッタ面に対する水平面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比〔〔001〕面／〔100〕面〕は0.76であり、スパッタ面に対する垂直断面におけるFe-Pt合金のX線回折強度比〔〔001〕面／〔100〕面〕は0.69であった。この焼結体を所定の形状に加工した後、比較例1と同様の条件でスパッタリングを行い、基板上へ付着したパーティクルの個数を測定した結果、パーティクル個数は303個であった。

[0042] 以上の結果をまとめたものが表1である。表1に示すように、本発明のスパッタリングターゲットの実施例はいずれの場合においても、スパッタリングターゲットのC相が特定方向に揃って分散しており、スパッタリング時に

発生するパーティクルは比較例に比べ常に少ないという結果が得られた。また、図10～13に、実施例1～実施例3及び比較例1のX線回折強度プロファイルを示す。図10～12に示すように、グラファイト（002）面のX線回折強度比（スパッタ面に対する水平面／スパッタ面に対する垂直断面）から、扁平状あるいは板状のC相が水平面に対して水平に分散していることが分かる。

産業上の利用可能性

[0043] 上記磁気記録層は、Fe-Pt合金などの磁性相とそれを分離している非磁性相から構成されており、非磁性相の材料の一つとして炭素を利用した強磁性材スパッタリングターゲットを提供するものである。本発明の強磁性材スパッタリングターゲットは、スパッタリングの際、凝集しやすい炭素を起点とする異常放電によるパーティクルの発生を抑制した強磁性材スパッタリングターゲットを提供することができるという優れた効果を有する。したがって、磁気記録媒体の磁性体薄膜、特にグラニューラ型の磁気記録層の成膜用強磁性材スパッタリングターゲットに有用である。

請求の範囲

- [請求項1] Cを含有するF e P t系磁気記録膜形成用スパッタリングターゲットであって、スパッタ面に対する水平面におけるグラファイト（002）面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対する垂直断面におけるグラファイト（002）面のX線回折ピーク強度の強度比が2以上であることを特徴とするスパッタリングターゲット。
- [請求項2] Cを含有するF e P t系磁気記録膜形成用スパッタリングターゲットであって、
スパッタ面に対する垂直断面におけるF e - P t合金（001）面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対する垂直断面におけるF e - P t合金（100）面のX線回折ピーク強度の強度比が1.0以下であって、かつ、スパッタ面に対する水平面におけるF e - P t合金（001）面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対する水平面におけるF e - P t合金（100）面のX線回折ピーク強度の強度比が1.0以上であることを特徴とする請求項1記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項3] スパッタ面に対する垂直断面におけるC相の平均厚さが10 μ m以下であることを特徴とする請求項1又は2記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項4] P t含有量が5mol%以上60mol%以下であることを特徴とする請求項1～3のいずれか一項に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項5] C含有量が10mol%以上70mol%以下であることを特徴とする請求項1～4のいずれか一項に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項6] 添加元素として、B、R u、A g、A u、C uからなる群から選択した一種以上の元素を0.5mol%以上10mol%以下含有することを特徴とする請求項1～5のいずれか一項に記載のスパッタリン

グターゲット。

[請求項7] 添加材として、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物からなる群から選択した一種以上の無機物材料を含有することを特徴とする請求項1～6のいずれか一項に記載のスパッタリングターゲット。

[請求項8] 請求項1～7のいずれか一項に記載のスパッタリングターゲットにおいて、扁平状あるいは板状の原料粉末を粉碎混合した後成形し、この成形体を一軸加圧焼結することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法。