

明 細 書

発明の名称：

スパッタリングターゲット及びその製造方法、並びに磁気記録媒体の製造方法

技術分野

[0001] 本開示は、スパッタリングターゲット及びその製造方法、並びに磁気記録媒体の製造方法に関する。より具体的には、Fe、Co、Cr、Ptの一種以上の金属と、C、BNの一種以上とを含有するスパッタリングターゲット及びその製造方法並びに磁気記録媒体の製造方法に関する。

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Co、Fe、あるいはNi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Coを主成分とするCo-Cr系やCo-Cr-Pt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、Coを主成分とするCo-Cr-Pt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 Gbit/in²の面密度から、将来は1 Tbit/in²に達すると考えられている。1 Tbit/in²に記録密度が達すると、記録bitのサイズが10 nm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Co-Cr基合金にPt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ことから、記録媒体としての応用に適した材料といえる。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C（炭素）あるいはBNといった非磁性材料で磁氣的に分離されたグラニュー構造磁性薄膜が、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。このような磁気記録層は、通常、スパッタリングターゲットを用いて成膜される。一般にスパッタリングターゲットは、FePt原料粉末とC粉末あるいはBN粉末を粉碎、混合し、この混合粉末をホットプレス焼結して作製するが、このとき、焼結体の組織に欠陥等が生じて、スパッタリング中にパーティクル発生の原因になることがあった。

[0006] また、次世代ハードディスクのメディアにおける結晶磁気異方性（以下、Ku）をコントロールする目的で、Fe、Co、Cr、Ptの一種以上を組み合わせた合金に、C、BNの一種以上を混合して作製したターゲットが、L1₀構造を有するFePt相とは別に用いられる場合がある。

[0007] これまでの研究から、次世代ハードディスク用スパッタリングターゲットにおいてパーティクルを低減するために必要なこととして、1）緻密な合金原料を使用すること、2）炭素原料に結晶性の高い薄片化黒鉛を使用すること、3）混合は炭素原料に欠陥を与えないようにマイルドな方法で実施する

こと、4) 合金原料は事前に薄片状に前処理して結晶構造を層状にすること、などが挙げられる。特に媒体攪拌ミルで処理した合金切粉粉碎粉を使用することがパーティクル低減に有効であった。しかし、この方法を採用すると、合金切粉粉碎粉の鋭利な端部が炭素原料やBN原料に欠陥を与えてしまい、パーティクルの原因となってしまうという問題があった。なお、次世代ハードディスク用スパッタリングターゲットに関する先行技術として、以下の特許文献が挙げられる。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特開2015-175025号公報

特許文献2：特開2012-214874号公報

特許文献3：米国特許出願公開2014/318954号公報（国際公開WO 2013/105647号）

特許文献4：特開2012-102387号公報

特許文献5：米国特許出願公開2018/019389号公報（国際公開WO 2016/140113）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 合金切粉粉碎粉を媒体攪拌ミルで前処理することによって緻密かつ薄片状の合金粉末を得ることができ、この粉末を使用して作製したスパッタリングターゲットは、パーティクルの発生をある程度抑制することができるが、パーティクルの発生については改良の余地があった。前記の合金切粉粉碎粉は、例えばFeとPtとを溶解して合金化した後、汎用旋盤にて合金切粉を採取し、これをブラウンミルで粗粉碎して作製するが、この方法で作製した合金粉は端部が鋭利になっており、炭素原料と一緒に混合をするときに炭素原料に欠陥を与えてしまい、パーティクルの原因となるという問題があった。

[0010] 本発明者は、合金切粉粉碎粉に代えて、アトマイズ粉を使用して、緻密な

原料粉末を作製することを検討した。その結果、アトマイズ粉の粒子径が大きすぎるとスパッタリング中に脱離しやすく、却ってパーティクルが増加するという問題を見出した。また、粒子径が大きいアトマイズ粉と炭素原料をボールミルと一緒に粉砕、混合すると、炭素原料に欠陥が導入されて、これに起因してパーティクルが増加することがあった。上記の課題に鑑み、本開示は、パーティクルの発生が少ない、F e、C o、C r、P tの一種以上の金属と、C、B Nの一種以上を含有するスパッタリングターゲット及びその製造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

[0011] 本発明者が鋭意研究を行った結果、粒子径を制御したアトマイズ粉を使用し、これとC、B Nの一種以上の粉末を混合して、ホットプレス焼結してスパッタリングターゲットを作製することで、スパッタリング中のパーティクル発生を抑制することができるとの知見を得た。

[0012] このような知見に基づき、本発明者は、以下の発明を提供する。

(発明1)

F e、C o、C r、及びP tから成る群から選択される1種以上の金属相と、

C及びB Nから成る群から選択される1種以上の非金属相とを含むスパッタリングターゲットであって、

$A \leq 40$ であり、

$A/B \leq 1.7$ である、スパッタリングターゲット。

(ただし、

A：組織写真における、垂直方向に引いた長さ500 μm の線分上の金属相と非金属相の境界の数

B：組織写真における、水平方向に引いた長さ500 μm の線分上の金属相と非金属相の境界の数

)

(発明2)

発明 1 記載のスパッタリングターゲットであり、前記スパッタリングターゲットは、

Ru、Ag、Au、Cu、及びGeからなる群から選択した一種以上の金属を更に含む、該ターゲット。

(発明 3)

スパッタリングターゲットの製造方法であって、

Fe、Co、Cr、及びPtから成る群から選択される 1 種以上の金属をアトマイズ処理して、アトマイズ粉を得る工程と、

メジアン径が $40\text{ }\mu\text{m}$ 以下となるように前記アトマイズ粉を処理する工程と、

前記アトマイズ粉と、C 及び BN から成る群から選択される 1 種以上の粉末とを混合する工程と、

混合した前記粉末をホットプレス焼結する工程とを含む、該方法。

(発明 4)

発明 3 の方法であって、

前記アトマイズ粉を処理する工程が、メジアン径が $5\sim 40\text{ }\mu\text{m}$ 、かつ粒子径が $50\text{ }\mu\text{m}$ 以下のものが 80 体積%以上となるように分級処理することを含む、該方法。

(発明 5)

発明 3 又は 4 の方法であって、ホットプレス温度が $700^{\circ}\text{C}\sim 1600^{\circ}\text{C}$ である、該方法。

(発明 6)

発明 3～5 のいずれか 1 項に記載の方法であって、前記方法は、ホットプレス後、 $700^{\circ}\text{C}\sim 1600^{\circ}\text{C}$ の温度で HIP 処理する工程を更に含む、該方法。

(発明 7)

Fe 含有量が 0 mol% 以上 50 mol% 以下であることを特徴とする発

明 3 ～ 6 のいずれか一項に記載の方法。

(発明 8)

C o 含有量が 0 m o l % 以上 5 0 m o l % 以下であることを特徴とする発明 3 ～ 7 のいずれか一項に記載の方法。

(発明 9)

C r 含有量が 0 m o l % 以上 5 0 m o l % 以下であることを特徴とする発明 3 ～ 8 のいずれか一項に記載の方法。

(発明 1 0)

C 含有量が 1 0 m o l % 以上 7 0 m o l % 以下であることを特徴とする発明 3 ～ 9 のいずれか一項に記載の方法。

(発明 1 1)

発明 3 ～ 1 0 のいずれか一項に記載の方法であり、前記方法は、
R u 、 A g 、 A u 、 C u 、 及び G e からなる群から選択した一種以上の金属材料を添加する工程を更に含む、該方法。

(発明 1 2)

発明 3 ～ 1 1 のいずれか一項に記載の方法であり、前記方法は、
酸化物、B N 以外の窒化物、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工程を更に含む、該方法。

(発明 1 3)

磁気記録媒体の製造方法であって、
発明 1 若しくは 2 のスパッタリングターゲット、又は発明 3 ～ 1 2 のいずれか 1 つに記載の方法で得られたスパッタリングターゲットを用いて、磁性体薄膜を形成する工程を含む、該方法。

発明の効果

[0013] 一側面において、本開示のスパッタリングターゲットは、水平方向及び垂直方向における長さ 5 0 0 μ m の線分上の金属相と非金属相の境界の数が特定の状態にある。これにより、スパッタリング中のパーティクルの発生を抑制することができるという優れた効果を有する。

図面の簡単な説明

[0014] [図1]実施例1のFe-Ptアトマイズ粉のSEM写真である。

[図2]実施例6のCo-Ptアトマイズ粉のSEM写真である。

[図3]実施例1のスパッタ面に対して垂直断面のターゲット組織を示すレーザー顕微鏡写真である（縦560 μ m、横750 μ mの視野）。

[図4]比較例1のスパッタ面に対して垂直断面のターゲット組織を示すレーザー顕微鏡写真である（縦560 μ m、横750 μ mの視野）。

[図5]比較例2のスパッタ面に対して垂直断面のターゲット組織を示すレーザー顕微鏡写真である（縦560 μ m、横750 μ mの視野）。

[図6]ホットプレスの概略を表す。

発明を実施するための形態

[0015] 一実施形態において、本開示のスパッタリングターゲットは、Fe、Co、Cr、Ptのうち1種以上からなる金属相中にC、BNのうち1種以上が均一に分散した組織を有するものである。本開示のスパッタリングターゲットの成分組成は、以下の(A)～(E)のいずれか1種以上の濃度条件を充足してもよい。

(A) Feの含有量を0mol%以上、50mol%以下（より好ましくは、0mol%～30mol%）、

(B) Coの含有量を0mol%以上、50mol%以下（より好ましくは、0mol%～30mol%）、

(C) Crの含有量を0mol%以上、50mol%以下（より好ましくは、0mol%～20mol%）、

(D) Cの含有量を10mol%以上、70mol%以下（より好ましくは、40mol%以下）、

(E) BNの含有量を0mol%以上、60mol%以下（より好ましくは、0mol%～40mol%）、

また、上記元素以外の残部をPtとすることが好ましい（無論、上記の元素の合計含有量が100%となる場合には、Ptが無くてもよい）。上記の組

成範囲を超えると所望の磁気特性が得られないことがある。

[0016] また、好ましい実施形態において、上記成分に加えて、磁気特性を向上させるために、添加元素として、Ru、Ag、Au、Cu、Geからなる群から選択した一種以上の元素を0.5mol%以上15mol%以下（より好ましくは、0.5mol%～10mol%）含有することが有効である。さらに、上記成分に加えて、添加材として、酸化物、窒化物（上述したBNは除く）、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。

[0017] 一実施形態において、本開示のスパッタリングターゲットは、特定の組織構造を有することができる。より具体的には、組織写真における、垂直方向に引いた長さ500μmの線分上の金属相と非金属相の境界の数が40個以下（より好ましくは、30個以下である）。なお、ここで垂直方向とは、スパッタリング面に対する垂直方向を指す（図6）。更なる実施形態において、垂直方向に引いた長さ500μmの線分上の金属相と非金属相の境界の数と、水平方向に引いた長さ500μmの線分上の金属相と非金属相の境界の数との比率が特定の値となる。より具体的には、（垂直方向の境界の平均値）／（水平方向の境界の平均値）が1.7以下（より好ましくは1.5以下）である。なお、ここで、水平方向とは、スパッタ面に対する平行方向を指す（図6）。

[0018] パーティクルを低減させるためには、アトマイズ粉とCやBNなどの原料粉を均一に分散させることが重要となる。従って、極力CやBNなどの凝集が発生しない状態を実現することが重要となる。こうした観点から、垂直方向及び／又は水平方向に引いた長さ500μmの線分上の金属相と非金属相の境界の数が増えると、例えば、垂直方向での境界の数が40を超えると、CやBNの凝集が増え、パーティクルの増加が顕著になる。ただし、図6に示すように焼結時にホットプレスによる加圧が原因となって、垂直方向にアトマイズ粉がつぶれる。従って、垂直方向での境界数は、水平方向での境界数と比べると多くなる。しかし、（垂直方向の境界の平均値）／（水平方向

の境界の平均値)が1.7を超えると、CやBNの凝集が増え、パーティクルの増加が顕著になる。

[0019] 本開示の一実施形態におけるスパッタリングターゲットの製造方法について説明する。

まず、Fe、Co、Cr、Ptのうち1種以上の金属原料を坩堝に導入して溶解する。原料の比率は所望の組成に合わせて、適宜調整することができる。また、溶解原料としてあらかじめ合金化しておいたものを使用することもできる。そして、合金の溶湯を坩堝の小穴から流出させて細流とし、これに高速のガスを吹き付けて、溶湯を飛散、急凝固してアトマイズ粉を作製する。アトマイズ粉の粒子径が大きすぎると原料の黒鉛が分散しにくくなってしまう。したがって、アトマイズ粉は、メジアン径が $40\mu\text{m}$ 以下（より好ましくは $25\mu\text{m}$ 以下）とすることが好ましい。一方で、アトマイズ粉の粒子径が小さすぎると、大気中において酸化が容易に進む問題がある。従って、アトマイズ粉は、メジアン径が $5\mu\text{m}$ 以上とすることが更に好ましい（より一層好ましくは $10\mu\text{m}$ 以上）。メジアン径をコントロールする方法として、アトマイズ処理後に分級して所望の粒子径のアトマイズ粉を得ることが出来る。分級の手段は、分級装置を利用してもよいし、篩を利用してもよい。

[0020] 更に好ましくは、アトマイズ粉の粒子径が $50\mu\text{m}$ 以下のものが80体積%以上（更に好ましくは、95体積%以上）となるように調整する。これにより、粒子径の大きいアトマイズ粉を排除することができ、そして、原料の黒鉛が分散しにくくなることを回避できる。

[0021] 上記のアトマイズ粉の製造に必要なリードタイムは、アトマイズ装置の大きさにもよるが、仕込みから粉完成までせいぜい4～5時間程度である。したがって製造に10日間必要とする切粉粉碎粉と比べて大幅リードタイムの短縮を図ることができる。また、製造コストは、切粉粉碎粉が、ターゲット1枚あたり約30万円であるのに対して、アトマイズ粉の場合、約15万円とコストも大幅に削減することが可能となる。さらに、アトマイズ粉は、切

粉粉碎粉と比べると組織を均一化しやすく、均一な組織はスパッタリング時の放電を安定させ、パーティクルを低減するのに有効である。

また、Fe、Co、Cr、Ptのうち1種以上の金属原料は、アトマイズ粉とは別に粉末として、更にアトマイズ粉に添加してもよい。

[0022] C原料粉には、扁平状あるいは薄片状の黒鉛や薄片化黒鉛（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。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有効である。なお、この薄片化黒鉛は、鱗状黒鉛、鱗片状黒鉛あるいは膨張化黒鉛と呼ばれることもある。いずれの黒鉛を用いても、同様の効果が期待できる。C原料粉は、メジアン径 $0.5\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下のものを使用することが好ましい。C原料が細かすぎると、C原料同士が凝集してしまうため好ましくなく、C原料が大きすぎると、C原料自体が異常放電の原因となってしまうため好ましくない。

[0023] BN原料粉には、六方晶のBNおよび立方晶のBNのどちらも使用することが出来る。立方晶のBNは非常に硬いため、混合中に欠陥を生じることがなく好ましい。BN原料粉は、メジアン径については、 $0.5\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下のものを使用することが好ましい。BN原料が細かすぎると、BN原料同士が凝集してしまうため好ましくなく、BN原料が大きすぎると、BN原料自体が異常放電の原因となってしまうため好ましくない。

[0024] 次に、上記のアトマイズ粉と、C原料粉及び／又はBN原料粉とを所望の組成になるように秤量し、これらの粉末を乳鉢か、目開き $150\sim400\mu\text{m}$ の篩を用いてマイルドに混合する。ここで、マイルドに混合するとは、CあるいはBNの結晶構造に欠陥をなるべく与えないような混合であり、例えば、目開き $150\sim400\mu\text{m}$ の篩を5回通すような混合方法である。なお、篩の目開きの大きさは使用する原料の粒子径に応じて選択することができる。

[0025] Ru、Ag、Au、Cu、Geの金属材料や、酸化物、窒化物（BNを除く）、炭化物、炭窒化物等の無機物材料を添加する場合、CあるいはBNを

添加するのと同じタイミングで混合するのがよい。また、これらの原料粉末はメジアン径が $0.5\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下のものを使用することが好ましい（更に好ましくは $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ ）。粒径が細かすぎると、原料同士が凝集してしまうため好ましくなく、粒径が大きすぎると、原料自体が異常放電の原因となってしまうため好ましくない。

[0026] 以上のように、粒子径をコントロールしたアトマイズ粉と、CあるいはB Nの一種以上の粉末、また必要に応じて添加された無機材料粉末を原料粉とすることにより、リードタイムを短縮することができ、コストを削減できるとともに、スパッタリング時のパーティクルを低減することができる。なお、上記原料粉末の粒子径は、H O R I B A社製の湿式粒度分布計（H O R I B A社製 L A - 9 2 0）を使用し、分散溶媒としてイソプロピルアルコールを用いて、測定した値である。詳細には、粉末を適量装置に投入した後、3分間超音波処理してから測定を開始する。測定時の相対屈折率はP tのものを使用する。

[0027] 次に、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（図6）。このような一軸方向加圧のホットプレス時にC相やB N相が特定の方向に揃うことになる。ホットプレス時の保持温度は、できるだけ高くすることが好ましいが、スパッタリングターゲットの構成物質の融点を越えることできないことも考慮し、多くの場合、 $700^{\circ}\text{C}\sim 1600^{\circ}\text{C}$ の温度範囲（好ましくは、 $700^{\circ}\text{C}\sim 1000^{\circ}\text{C}$ ）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（H I P）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 $700^{\circ}\text{C}\sim 1600^{\circ}\text{C}$ の温度範囲であり、金属相と非金属相の熱膨張量をなるべく小さく抑えるために 1000°C 以下にすることがより好ましい。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、一実施形態に係る本開示のスパッタリングターゲットを作製することができる。前記スパッタリン

グターゲットを用いて、当分野で公知のスパッタ条件にて磁性体薄膜を形成することができる。これにより、磁気記録媒体を製造することができる。

実施例

[0028] 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。

[0029] (実施例1)

Fe原料およびPt原料を50Fe-50Pt (at. %)の比率となるようにアトマイズ装置に導入し、Fe-Ptアトマイズ粉を作製した。Fe-Ptアトマイズ粉を図1に示す。次に、Fe-Ptアトマイズ粉を目開きが150 μ mの篩を用いて分級した。Fe-Ptアトマイズ粉のメジアン径を調べるために、HORIBA社製の湿式粒度分布径を使用し、分散溶媒としてイソプロピルアルコールを用いて、測定した。その結果、Fe-Ptアトマイズ粉のメジアン径は16 μ mであり、かつ粒子径50 μ m以下のものは95.0体積%であった。

[0030] メジアン径25 μ mの薄片化黒鉛粉末を準備し、上記により得られたFe-Ptアトマイズ粉と、薄片化黒鉛粉末とを目開き150 μ mの篩を用いて、組成比30Fe-30Pt-40C (mol %)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、保持温度700℃、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、保持温度1100℃、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℃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。

[0031] 得られた焼結体の端部を切り出し、スパッタ面に対する垂直断面を研磨し

てその組織をレーザー顕微鏡（VK9710、キーエンス社製）で観察した。対物レンズの倍率は20倍、デジタルズームの倍率は1倍とした。この倍率で撮影を行うと、縦は約560 μ m、横は約750 μ mとなる。なお、撮影時の光量は30%で出力834とする。さらに、レンズのZ位置は視野全体が組織写真に含まれるよう設定する。必要に応じてオートフォーカスを使用しても良い。そして、組織面上の任意に選んだ箇所を前述の倍率で、組織写真の上辺がスパッタ面、下辺が裏面となるような組織画像を撮影した。撮影した画像をそれぞれ図3に示す。組織観察画像の白い部分がFe-Pt相に該当する部分である。一方、黒い部分はC相に該当する部分である。

[0032] 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パーティクルの個数を表面異物検査装置（CS-920、KLA-Tencor社製）で測定した結果、100個と後述する比較例1および2に比べて著しく減少した。

[0033] 前述した組織写真に対して、2値化処理を行う。使用した画像処理ソフトはVK Analyzer Ver. 1.2.0.2である。まず、2値化をするためのしきい値は、ソフトの自動設定で行うこととする。理由は、ターゲットの含有組成によって適切なしきい値がそれぞれ変わるためであり、上記で指定した光量で撮影を行えば、撮影者による差はほとんど無視することが出来る。2値化処理後、不要なノイズの除去を行う。ここで、ノイズとは面積が10ピクセル以下の点と定義する。ノイズの削除は2値化画面上で白・黒で表示されているどちらについても実施する。ソフトの制約でどちらか片方の色のノイズしか削除できない場合は、白黒反転処理を行った上で、確実に両者のノイズを除去する。

このようにして作成した2値化画像に、組織写真の尺度で長さ500 μ m

、太さ $0.8 \mu\text{m}$ の線分を、垂直方向に 10 本、水平方向に 10 本引く。線分の引き方は以下の通りとする。まず、垂直方向の線分の引き方を記載する。線分の開始点は、組織写真の上端から $25 \mu\text{m}$ 、左端から $25 \mu\text{m}$ の位置とする。線分の向きは、組織写真の左辺に平行となるようにする。線分の長さおよび太さは上記の通りとする。2 本目の線分の開始点は、1 本目の開始点から右方向へ $50 \mu\text{m}$ 平行移動した点とし、線分の向きは 1 本目の線分と平行となるようにする。以降、10 本目まで、線分の開始点は前の線分から $50 \mu\text{m}$ ずつ間隔を開けることとする。次に、水平方向の線分の引き方を記載する。線分の開始点は、組織写真の上端から $50 \mu\text{m}$ 、左端から $15 \mu\text{m}$ の位置とする。線分の向きは、組織写真の上辺と平行となるようにする。線分の長さおよび太さは上記の通りとする。2 本目の線分の開始点は、1 本目の開始点から下方向へ $50 \mu\text{m}$ 平行移動した点とし、線分の向きは 1 本目の線分と平行となるようにする。以降、10 本目まで、線分の開始点は前の線分から $50 \mu\text{m}$ ずつ間隔を開けることとする。これらの線分上における、白と黒の境界の数をカウントした。そして、垂直方向と水平方向のそれぞれの平均値を計算したところ、垂直方向の線分上の境界の平均値は 20、水平方向の線分上の境界の平均値は 14 であった。また、（垂直方向の平均値）／（水平方向の平均値）を計算したところ、1.4 であった。

[0034] （実施例 2）

実施例 1 と同様の試験を実施した。ただし、実施例 1 からの変更点は以下の通りとした。まず、アトマイズ粉の原料の組成比は、 $10\text{Fe}-90\text{Pt}$ （at. %）とした。

[0035] 次に、アトマイズ粉と混合する材料として、

メジアン径が $5 \mu\text{m}$ の Fe 粉末と、
メジアン径が $3.5 \mu\text{m}$ の Ag 粉末、
メジアン径が $5 \mu\text{m}$ の Cu 粉末、
メジアン径が $8 \mu\text{m}$ の BN 粉末（立方晶）、および
メジアン径 $25 \mu\text{m}$ の薄片化黒鉛粉末

を準備した。そして、組成比 $24\text{Fe}-24\text{Pt}-3\text{Ag}-9\text{Cu}-33\text{BN}-7\text{C}$ (mol%) となるように混合した。ホットプレスの条件として、保持温度 700°C とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は 750°C とした。

[0036] パーティクルの個数を測定した結果、120個であった。後述する比較例3に比べて著しく減少した。

[0037] (実施例3)

実施例1と同様の試験を実施した。ただし、実施例1からの変更点は以下の通りとした。まず、アトマイズ粉の原料の組成比は、 $90\text{Fe}-10\text{Pt}$ (at.%) とした。

[0038] 次に、アトマイズ粉と混合する材料として、

メジアン径 $6\mu\text{m}$ の Pt 粉末と、

メジアン径が $5\mu\text{m}$ の Cu 粉末および

メジアン径 $25\mu\text{m}$ の薄片化黒鉛粉末

を準備した。そして、組成比 $15\text{Fe}-15\text{Pt}-5\text{Cu}-65\text{C}$ (mol%) となるように混合した。ホットプレスの条件として、保持温度 900°C とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は 900°C とした。

[0039] (実施例4)

実施例1と同様の試験を実施した。ただし、実施例1からの変更点は以下の通りとした。まず、アトマイズ粉の原料の組成比は、 $37.5\text{Fe}-25\text{Co}-37.5\text{Pt}$ (at.%) とした。

[0040] 次に、アトマイズ粉と混合する材料として、メジアン径が $10\mu\text{m}$ の BN 粉末 (立方晶) を準備した。そして、組成比 $30\text{Fe}-20\text{Co}-30\text{Pt}-20\text{BN}$ (mol%) となるように混合した。ホットプレスの条件として、保持温度 1100°C とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は 1100°C とした。

[0041] (実施例5)

実施例1と同様の試験を実施した。ただし、実施例1からの変更点は以下

の通りとした。まず、アトマイズ粉の原料の組成比は、 $90\text{Co}-10\text{Pt}$ (at. %) とした。

[0042] そして、組成比 $63\text{Co}-7\text{Pt}-30\text{C}$ (mol %) となるように混合した。ホットプレスの条件として、保持温度 1050°C とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は 1100°C とした。

[0043] (実施例 6)

実施例 1 と同様の試験を実施した。ただし、実施例 1 からの変更点は以下の通りとした。まず、アトマイズ粉 (図 2 参照) の原料の組成比は、 $20\text{Co}-80\text{Pt}$ (at. %) とした。

[0044] 次に、アトマイズ粉と混合する材料として、

メジアン径 $10\mu\text{m}$ の Cr 粉末、および

メジアン径 $25\mu\text{m}$ の薄片化黒鉛粉末を準備した。そして、組成比 $16\text{Co}-10\text{Cr}-64\text{Pt}-10\text{C}$ (mol %) となるように混合した。ホットプレスの条件として、保持温度 1050°C とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は 1100°C とした。

[0045] パーティクルの個数を測定した結果、 130 個と後述する比較例 4 と比べて著しく減少した。

[0046] (実施例 7)

実施例 1 と同様の試験を実施した。ただし、実施例 1 からの変更点は以下の通りとした。まず、アトマイズ粉の原料の組成比は、 $17.8\text{Co}-11.1\text{Cr}-71.1\text{Pt}$ (at. %) とした。

[0047] 次に、アトマイズ粉と混合する材料として、組成比 $16\text{Co}-10\text{Cr}-64\text{Pt}-10\text{C}$ (mol %) となるように混合した。ホットプレスの条件として、保持温度 1050°C とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は 1050°C とした。

[0048] パーティクルの個数を測定した結果、 170 個と後述する比較例 4 と比べて著しく減少した。

[0049] (実施例 8)

実施例 1 と同様の試験を実施した。ただし、実施例 1 からの変更点は以下の通りとした。まず、アトマイズ粉の原料の組成比は、 $60\text{Fe}-40\text{Pt}$ (at. %) とした。

[0050] 次に、アトマイズ粉と混合する材料として、
メジアン径 $30\mu\text{m}$ の Ge 粉末および
メジアン径 $25\mu\text{m}$ の薄片化黒鉛粉末
を準備した。そして、組成比 $31.2\text{Fe}-20.8\text{Pt}-8\text{Ge}-40\text{C}$ (mol %) となるように混合した。ホットプレスの条件として、保持温度 750°C とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は 750°C とした。

[0051] パーティクルの個数を測定した結果、 130 個と後述する比較例 5 と比べて著しく減少した。

[0052] (実施例 9)

実施例 1 と同様の試験を実施した。ただし、実施例 1 からの変更点は以下の通りとした。まず、アトマイズ粉の原料の組成比は、 100Fe (at. %) とした。

[0053] 次に、アトマイズ粉と混合する材料として、
メジアン径 $25\mu\text{m}$ の薄片化黒鉛粉末
を準備した。そして、組成比 $40\text{Fe}-60\text{C}$ (mol %) となるように混合した。ホットプレスの条件として、保持温度 1100°C とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は 1100°C とした。

[0054] パーティクルの個数を測定した結果、 110 個と後述する比較例 6 と比べて著しく減少した。

[0055] (実施例 10)

実施例 1 と同様の試験を実施した。ただし、実施例 1 からの変更点は以下の通りとした。まず、アトマイズ粉の原料の組成比は、 $50\text{Co}-50\text{Pt}$ (at. %) とした。

[0056] 次に、アトマイズ粉と混合する材料として、
メジアン径 $10\mu\text{m}$ の Ru 粉末

メジアン径 $25\ \mu\text{m}$ の薄片化黒鉛粉末を準備した。そして、組成比 $25\text{Co}-25\text{Pt}-10\text{Ru}-40\text{C}$ (mol%) となるように混合した。ホットプレスの条件として、保持温度 1100°C とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は 1100°C とした。

[0057] (比較例 1)

まず、Fe 原料と Pt 原料を真空溶解鑄造によって溶解し、 $\phi 150$ 程度の円柱状の組成比 $50\text{Fe}-50\text{Pt}$ (at. %) からなる合金インゴットを得た。次に、得られた合金インゴットの表面酸化膜を除去した後、汎用旋盤にセットし、切り込み量 0.3mm で切削して、Fe-Pt 合金切粉を作製した。

その後、Fe-Pt 合金切粉を、ブラウン横型粉砕機を用いて目開き $150\ \mu\text{m}$ の篩を通るまで粉砕した後、目開き $63\ \mu\text{m}$ の篩を用いて微粉を除去した。さらに、Fe-Pt 粉砕粉をタンク容量 5L の媒体攪拌ミルへ投入し、粉砕メディアに直径 5mm のイットリア安定化ジルコニアビーズを使用して、4 時間処理を行い、緻密な薄片化 Fe-Pt 合金粉末を作製した。

この緻密な薄片化 Fe-Pt 合金粉末のメジアン径を調べるために、HORIBA 社製の湿式粒度分布径を使用し、分散溶媒としてイソプロピルアルコールを用いて、測定した結果、緻密な Fe-Pt 合金粉末のメジアン径は $85\ \mu\text{m}$ であった。

[0058] 次に、メジアン径 $25\ \mu\text{m}$ の薄片化黒鉛粉末を準備し、上記により得られた緻密な Fe-Pt 合金粉末と、薄片化黒鉛粉末とを目開き $400\ \mu\text{m}$ の篩を用いて組成比 $30\text{Fe}-30\text{Pt}-40\text{C}$ (mol%) 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、保持温度 700°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、保持温度 1100°C 、保持時間 2 時間とし

、昇温開始時からA r ガスのガス圧を徐々に高めて、1100℃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。

これ以降の工程は実施例1と同様の条件で実施した。組織断面を図4に示す。

[0059] (比較例2)

メジアン径5μmのFe粉末、メジアン径6μmのPt粉末、メジアン径25μmの薄片化黒鉛粉末を準備し、これらを目開き150μmの篩を用いて組成比30Fe-30Pt-40C(mol%)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として、保持温度700℃とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は1100℃とした。これ以降の工程は比較例1と同様の条件で実施した。組織断面を図5に示す。

[0060] (比較例3)

メジアン径5μmのFe粉末、メジアン径6μmのPt粉末、メジアン径3.5のAg粉末、メジアン径5μmのCu粉末、メジアン径10μmのBN粉末(立方晶)、メジアン径25μmの薄片化黒鉛粉末を準備し、これらを目開き150μmの篩を用いて組成比5Fe-45Pt-2Ag-9Cu-33BN-6C(mol%)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として、保持温度700℃とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は750℃とした。これ以降の工程は比較例1と同様の条件で実施した。

[0061] (比較例4)

メジアン径3.5μmのCo粉末、メジアン径8μmのCr粉末、メジアン径6μmのPt粉末、メジアン径25μmの薄片化黒鉛粉末を準備し、これらを目開き150μmの篩を用いて組成比16Co-10Cr-64Pt-10C(mol%)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。

ホットプレス条件として、保持温度1050℃とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は1100℃とした。これ以降の工程は比較例1と同様の条件で実施した。

[0062] (比較例5)

メジアン径5 μm のFe粉末、メジアン径6 μm のPt粉末、メジアン径30 μm のGe粉末、メジアン径25 μm の薄片化黒鉛粉末を準備し、これらを目開き150 μm の篩を用いて組成比31.2 Fe-20.8 Pt-8 Ge-40 C (mol%)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。

ホットプレス条件として、保持温度750℃とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は750℃とした。これ以降の工程は比較例1と同様の条件で実施した。

[0063] (比較例6)

メジアン径5 μm のFe粉末およびメジアン径25 μm の薄片化黒鉛粉末を準備し、これらを目開き150 μm の篩を用いて組成比40 Fe-60 C (mol%)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。

ホットプレス条件として、保持温度1100℃とした。また、熱間等方加圧加工の保持温度は1100℃とした。これ以降の工程は比較例1と同様の条件で実施した。

[0064] 以上の結果を表1に示す。

[表1]

	アトマイズ粉 原料組成比 (at%)	アトマイズ粉 メッシュ径 (μm)	粒子径50 μm 以下の割合 (体積%)	炭素粉等と混合した後の原料組成比 (mol%)	ホットプレ ス温度 ($^{\circ}\text{C}$)	境界の数 (垂直方向)	境界の数 (水平方向)	比率	バーテイク ル数
実施例	1 50Fe-50Pt	18	85.0	30Fe-30Pt-40C	700	20	14	1.4	100
実施例	2 10Fe-90Pt	18	95.0	24Fe-24Pt-3Ag-90Cu-33BN-7C	700	18	12	1.3	120
実施例	3 90Fe-10Pt	40	95.0	15Fe-15Pt-5Cu-65C	900	11	8	1.4	160
実施例	4 37.5Fe-25Co-37.5Pt	18	85.0	30Fe-20Co-30Pt-20BN	1100	29	19	1.5	80
実施例	5 90Co-10Pt	18	90.0	63Co-7Pt-30C	1050	23	14	1.6	150
実施例	6 20Co-80Pt	14	98.0	16Co-10Cr-64Pt-10C	1050	16	13	1.2	130
実施例	7 17.8Co-11.1Cr-71.1Pt	25	90.0	16Co-10Cr-64Pt-10C	1050	28	18	1.4	170
実施例	8 50Fe-40Pt	17	95.0	31.2Fe-20.8Pt-83Ge-40C	750	19	14	1.4	130
実施例	9 100Fe	18	95.0	40Fe-60C	1100	21	14	1.5	110
実施例	10 50Co-50Pt	17	95.0	25Co-25Pt-10Ru-40C	1100	20	14	1.4	110
比較例	1 50Fe-50Pt	85	85.0	30Fe-30Pt-40C	700	48	20	2.4	520
比較例	2			30Fe-30Pt-40C	700	92	40	2.3	1020
比較例	3			5Fe-45Pt-2Ag-90Cu-33BN-9C	700	103	42	2.5	960
比較例	4			16Co-10Cr-64Pt-10C	1050	103	42	2.5	1160
比較例	5			31.2Fe-20.8Pt-83Ge-40C	750	49	21	2.3	600
比較例	6			40Fe-60C	1100	50	19	2.6	780

産業上の利用可能性

[0065] 本開示の一実施形態に係る発明は、F e、C o、C r、P tの一種以上の合金からなる磁性相と、それを分離しているC、B Nの一種以上からなる非磁性相を有するスパッタリングターゲット、及びその製造方法に関し、原料粉の製造に必要なリードタイムを短縮することができ、またコストの削減を可能とするとともに、スパッタリング中のパーティクルの発生を抑制することができるという優れた効果を有する。本開示の一実施形態に係る発明は、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。