

明 細 書

発明の名称：スパッタリングターゲット

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体における磁性薄膜の形成に使用されるスパッタリングターゲットに関する。

背景技術

[0002] ハードディスクドライブに代表される磁気記録の分野では、磁気記録媒体の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磁性薄膜には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磁性薄膜には、C oを主成分とするC o－C r－P t系の強磁性合金と酸化物からなる複合材料が多く用いられている。そして上記の磁性薄膜は、生産性の高さから、上記材料を成分とするスパッタリングターゲットをマグネトロンスパッタ装置でスパッタして作製されることが多い。

[0003] 一方、ハードディスクの記録密度は年々急速に増大しており、 $1\text{ T b i t} / \text{i n}^2$ を超えつつある。 $1\text{ T b i t} / \text{i n}^2$ 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る。現在使用されている磁気記録媒体の材料、例えばC o基合金にP tを添加して結晶磁気異方性を高めた材料では十分ではないことが予想される。 10 n m 以下のサイズで安定的に強磁性として振る舞う磁性粒子は、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] 上記のような理由から、 $L1_0$ 構造を有するF e－P t合金が超高密度記録媒体用材料として注目されている。 $L1_0$ 構造を有するF e－P t合金は高い結晶磁気異方性ととともに、耐食性、耐酸化性に優れているため、磁気記録媒

体としての応用に適した材料として期待されているものである。

[0005] ところで、スパッタ法により成膜したF e－P t 膜は準安定相の不規則相であり、規則相であるL 1 構造を発現させるためには、規則化温度で熱処理する必要がある。この規則化温度は高いため、基板の耐熱性の問題が生じる。そこで、F e－P t 合金にA g やC u を添加して規則化温度を下げる試みがなされている。

[0006] さらにF e－P t 合金を超高密度記録媒体用材料として使用する場合には、F e－P t 合金をL 1 構造の磁性粒子として磁氣的に孤立させた状態で作成されるだけ高密度に、かつ方位を揃えて分散させるという技術の開発が求められている。

このようなことから、磁性粒子を酸化物や炭素といった非磁性材料で孤立させたグラニューラー構造の磁性薄膜が、次世代ハードディスクの磁気記録媒体用に提案されている。このグラニューラー構造の磁性薄膜は、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。グラニューラー構造の磁性薄膜を有する磁気記録媒体及びこれに関連する公知文献としては、例えば、特許文献1 を挙げることができる。

[0007] このようなグラニューラー構造の磁性薄膜は、従来はそれぞれの材料からなるターゲットを用意し、コスパッタして作製されることが多かった。しかし、コスパッタ装置は高価でかつ装置自体も大型になるため、量産時にはF e－P t 系合金と非磁性材料からなる一体型のスパッタリングターゲットを用いて、磁性薄膜を作製することが一般的である。そしてこのようなターゲットは粉末焼結法により作製される。

[0008] ところが、F e－P t 系合金とC からなるスパッタリングターゲットをスパッタした場合、スパッタ面においてC が容易に脱離して、基板上へ付着するという問題が生じている。この付着物はパーティクルと呼ばれている。ハードディスクドライブの記録密度の向上に伴い、磁気ヘッドの浮上量が小さくなっているため、磁気記録媒体で許容されるパーティクルのサイズや個数は、ますます厳しく制限されるようになってきている。

参考までに F e - P t 系材料を用いた記録媒体用のスパッタリングターゲットに関する特許文献を下記に示す。

先行技術文献

特許文献

- [0009] 特許文献1：特開 2 0 0 4 - 1 5 2 4 7 1 号公報
特許文献2：特開 2 0 0 3 - 3 1 3 6 5 9 号公報
特許文献3：特開 2 0 1 1 - 2 1 0 2 9 1 号公報
特許文献4：特許第 5 0 4 1 2 6 2 号
特許文献5：特許第 5 0 4 1 2 6 1 号
特許文献6：特開 2 0 1 2 - 2 1 4 8 7 4 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0010] 本発明の課題は、スパッタ時に発生するパーティクル量を大幅に低減させた F e - P t 系合金と A g と C とからなるスパッタリングターゲットを提供することである。

課題を解決するための手段

- [0011] 上記の課題を解決するために、本発明者らは鋭意研究を行った結果、スパッタリングターゲットの組成、組織構造を調整することで、スパッタ時に発生するパーティクル量を大幅に低減することが可能になることを見出した。なお、本発明では、ターゲットの組織構造を分析する際、ターゲットのスパッタ面に対して垂直な断面を用いていることから、後述するターゲット断面又は切断面とは、このスパッタ面に対して垂直な断面を意味する。

- [0012] このような知見に基づき、本発明は、

1) F e - P t 系合金相と A g 相と C 相とからなるスパッタリングターゲットであって、スパッタリングターゲット全体の組成において C の原子数比率を A g の原子数比率で除した値が 4 以上 1 0 以下であり、スパッタリングターゲットの断面において A g 相が、A g 相内の任意の点を中心に描いた半

径 $10\ \mu\text{m}$ の全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円と A g 相の外周との間で少なくとも 2 点以上の接点又は交点を有する形状を備えていることを特徴とするスパッタリングターゲット、

2) スパッタリングターゲットの断面において C 相の面積比率が 10 % 以上 45 % 以下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) F e - P t 系合金相と A g 相と C 相と酸化物相とからなるスパッタリングターゲットであって、スパッタリングターゲット全体の組成において C の原子数比率を A g の原子数比率で除した値が 4 以上 10 以下であり、スパッタリングターゲットの断面において A g 相が、A g 相内の任意の点を中心とした半径 $10\ \mu\text{m}$ の全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円と A g 相の外周との間で少なくとも 2 点以上の接点又は交点を有する形状を備えていることを特徴とするスパッタリングターゲット、

4) 酸化物相が、A l、B、B a、B e、B i、C a、C e、C o、C r、C s、C u、D y、E r、E u、F e、G a、G d、G e、H f、H o、L a、L i、L u、M g、M o、N b、N d、N i、P r、S b、S c、S i、S m、S n、S r、T a、T b、T e、T i、T m、V、W、Y、Y b、Z n、Z r から選択した一種以上の元素を構成成分とする酸化物であることを特徴とする上記 3) 記載のスパッタリングターゲット、

5) スパッタリングターゲットの断面において C 相と酸化物相の面積比率の合計が 10 % 以上 45 % 以下であることを特徴とする上記 3) 又は 4) に記載のスパッタリングターゲット、

6) A u、B、C o、C r、C u、G a、G e、M n、M o、N b、N i、P d、R e、R h、R u、S n、T a、W、V、Z n から選択した一種以上の元素を金属成分として含有し、その含有率が金属成分中における原子数の比率で 0.5 % 以上 15 % 以下であ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、を提供する。

発明の効果

[0013] 本発明によれば、スパッタ時に発生するパーティクルの量を大幅に低減したスパッタリングターゲットを提供することができる。したがって、スパッタ成膜時における歩留まりを向上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]本発明のA g 相の形状の一例を示す模式図である。

[図2]本発明の範囲外のA g 相の形状の一例を示す模式図である。

[図3]実施例1のスパッタリングターゲットの断面を電子線プローブマイクロアナライザー（E P M A）で観察したときの二次電子画像及び元素分布画像である。

発明を実施するための形態

[0015] 本発明のスパッタリングターゲットは、F e - P t 系合金相とA g 相とC 相とからなることを特徴とする。ここで、前記F e - P t 系合金相とは、F e とP t を主成分として含む合金を意味し、F e とP t のみを含む2元系合金だけでなく、F e とP t を主成分として含み、F e とP t 以外の金属元素を含む3元系以上の合金も含むものである。3元系以上の合金として、例えば、F e - P t - C u などが挙げられる。

[0016] また、本発明のスパッタリングターゲットは、スパッタリングターゲット全体の組成においてCの原子数比率をA g の原子数比率で除した値が4以上10以下であることを特徴とする。A g 相は、スパッタ時にターゲット表面のCの脱落を抑制する効果があり、パーティクルの発生を著しく抑制することが可能となる。本発明者らの研究によると、Cの原子数比をA g の原子数比で除した値が4未満であると、パーティクルの発生を抑制する効果が大幅に減少することが明らかになっている。また、この値が10よりも大きい場合、パーティクルの発生を抑制する効果はあるものの、スパッタ膜においてA g が偏析することがあり、磁性薄膜の磁気特性を損なう恐れがある。

[0017] また、本発明のスパッタリングターゲットは、その断面において、A g 相がA g 相内の任意の点を中心に描いた半径10 μ mの全ての仮想円に含まれ

るか又は該仮想円とA g相の外周との間で少なくとも2点以上の接点又は交点を有する形状を備えることを特徴とする。この特徴はターゲット組織中に粗大なA g相がほとんど存在しないことを意味する。粗大なA g相がターゲット組織中に存在すると、スパッタレートの高いA gが選択的にスパッタされて、スパッタ面の平滑性を損ね、パーティクル量が増加するという問題が生じる。但し、上記の形状を備えない粗大なA g相が存在する場合であっても、その面積率がA g相全体の面積に対して20%未満であれば、本発明の効果を得ることができる。

[0018] また、本発明のスパッタリングターゲットはその断面において、C相の面積比率が10%以上45%以下であることが好ましい。C相の面積比率が10%未満であると、スパッタ膜においてCが磁性粒子間の磁氣的相互作用を十分に絶縁することができないため、良好な磁気特性が得られない場合がある。また、45%よりも大きい場合、Cが凝集して、ターゲット組織中に粗大なC相が生じて、パーティクルの発生が多くなる場合がある。なお、前記C相の面積比率は、観察場所によるバラつきを少なくするため、合計1mm²程度となる複数の断面を観察して、その平均から求めることが好ましい。

[0019] 本発明のスパッタリングターゲットは、Fe-Pt系の合金相とA g相とC相とからなる組織において、さらに酸化物相を含むことができる。酸化物相は、スパッタ膜中において、Cと同様に磁性粒子間の磁氣的相互作用を絶縁するのに有効である。

また、酸化物相としては、Al、B、Ba、Be、Bi、Ca、Ce、Co、Cr、Cs、Cu、Dy、Er、Eu、Fe、Ga、Gd、Ge、Hf、Ho、La、Li、Lu、Mg、Mo、Nb、Nd、Ni、Pr、Sb、Sc、Si、Sm、Sn、Sr、Ta、Tb、Te、Ti、Tm、V、W、Y、Yb、Zn、Zrから選択した一種以上の元素を構成成分とする酸化物を挙げることができる。これらは所望する磁気特性に合わせて、任意に選択することができる。

[0020] また、本発明において、上記酸化物相を含むスパッタリングターゲット中

におけるC相と酸化物相の面積比率の合計が10%以上45%以下とすることが好ましい。C相と酸化物相の面積比率の合計が10%未満であると、スパッタ膜においてCおよび酸化物が磁性粒子間の磁氣的相互作用を十分に絶縁することができないため、良好な磁気特性が得られない場合がある。また、45%よりも大きい場合には、Cや酸化物が凝集してターゲット中に粗大なC相や酸化物相が生じて、パーティクルの発生が多くなる場合がある。なお、前記C相と酸化物相の面積比率は、観察場所によるバラつきを少なくするため、合計1mm²程度となる複数の断面を観察して、その平均から求めることが好ましい。

[0021] また、本発明のスパッタリングターゲットは、Au、B、Co、Cr、Cu、Ga、Ge、Mn、Mo、Nb、Ni、Pd、Re、Rh、Ru、Sn、Ta、W、V、Znから選択した一種以上の金属元素を含有することが好ましい。また、その含有率は金属成分中の原子数の比率で0.5～15%であることが望ましい。これらの添加金属は、主にL₁構造を発現させるための熱処理の温度を下げるために添加するものである。含有率が0.5%未満であると上記の効果が得られ難く、一方、15%より大きいと、磁性薄膜の磁気特性を損ねる場合がある。

[0022] 本発明のスパッタリングターゲットは粉末焼結法によって作製される。例えば、以下の方法によって作製することができる。

まず、金属粉としてFe粉、Pt粉、Ag粉、また、必要に応じて添加金属粉を用意する。このとき、単元素の金属粉だけでなく、合金粉を用いることもできる。これらの金属粉は、平均粒径が1～10μmのものをを用いることが望ましい。平均粒径が1～10μmであると、より均一な混合が可能であり、ターゲット組織中の偏析と粗大結晶化を防止できる。一方、金属粉の平均粒径が10μm超であると、C相や酸化物相が均一に分散しないことがあり、また、1μm未満であると、金属粉の酸化の影響が問題になることがある。但し、この粒径範囲は好ましい条件であり、この範囲を超えることが本発明を否定することにはならない。なお、Ag粉には、粒径や形状によっ

て凝集性が強いものがあり、その場合は、凝集防止のコーティング処理を施されたものを使用することが好ましい。

[0023] また、C粉は、平均粒径が $1 \sim 30 \mu\text{m}$ のものをを用いることが望ましい。平均粒径が $1 \sim 30 \mu\text{m}$ であると、金属粉と混合した際にC粉同士が凝集し難くなり、C相を均一に分散させることが可能になる。但し、この粒径範囲は好ましい条件であり、この範囲を超えることが本発明を否定することにはならない。C粉の種類としては、グラファイト（黒鉛）やナノチューブのように結晶構造を有するものと、カーボンブラックに代表される非晶質のものがあるが、いずれのC粉を使用してもよい。

[0024] また、酸化物粉は、平均粒径が $0.2 \sim 5 \mu\text{m}$ のものをを用いることが望ましい。平均粒径が $0.2 \sim 5 \mu\text{m}$ であると、金属粉との均一な混合が容易になるという利点がある。一方、酸化物粉の平均粒径が $5 \mu\text{m}$ 超であると、焼結後に粗大な酸化物相が生じることがあり、また $0.2 \mu\text{m}$ 未満であると、酸化物粉同士の凝集が生じることがある。但し、この粒径範囲は好ましい条件であり、この範囲を超えることが本発明を否定することにはならない。

[0025] 次に、上記の原料粉を所望の組成になるように秤量し、ボールミル等の公知の手法を用いて粉砕を兼ねて混合する。このとき、粉砕容器内に不活性ガスを封入して原料粉の酸化を抑制することが望ましい。

[0026] このようにして得られた混合粉末をホットプレス法で真空雰囲気、あるいは、不活性ガス雰囲気において成型・焼結させる。また、前記ホットプレス以外にも、プラズマ放電焼結法など様々な加圧焼結方法を使用することができる。特に、熱間静水圧焼結法は焼結体の密度向上に有効である。

焼結時の保持温度はターゲットの構成成分にもよるが、多くの場合、 $500 \sim 950^\circ\text{C}$ の温度範囲とすることが好ましい。さらに、Ag相がターゲットの断面においてAg相内の任意の点を中心に描いた半径 $10 \mu\text{m}$ の全ての仮想円よりも小さいか又は該仮想円とAg相の外周との間で少なくとも2点以上の接点又は交点を有する形状を実現するためには 900°C 以下の温度にすることが望ましい。 900°C 以上の温度ではAgが粒成長して上記の特

徴を満たすことが難しくなるからである。

[0027] このようにして得られた焼結体を旋盤等で所望のターゲット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を作製することができる。

このようにして製造したスパッタリングターゲットは、スパッタリング時に発生するパーティクル量を低減することができるので、成膜時における歩留まりを向上することができるという優れた効果を有する。

実施例

[0028] 以下、実施例及び比較例に基づいて説明する。なお、実施例等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も包含するものである。

[0029] (実施例 1)

原料粉として平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Fe 粉、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Pt 粉、平均粒径 $2\ \mu\text{m}$ の Ag 粉、平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ の C 粉（グラファイト粉）を用意した。Ag 粉には凝集防止のため有機系材料でコーティング処理が施されたものを用いた。

そして以下の組成比で合計の重量が $2500\ \text{g}$ となるように秤量した。

秤量組成（モル分率）： $30\text{Fe}-30\text{Pt}-5\text{Ag}-35\text{C}$

[0030] 次に、秤量した粉末を、粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量 $10\ \text{リットル}$ のボールミルポットに Ar 雰囲気中で封入し、4 時間回転させて混合・粉碎した。そして、ポットから取り出した粉末を、カーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結した。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 900°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。また、保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

[0031] このようにして作製した焼結体の一部を切り出し、その切断面を研磨して電子線プローブマイクロアナライザー（EPMA）で観察した。その結果、

F e - P t 合金相と A g 相と C 相が互いに均一分散した組織構造が確認された。また、 0.2 mm^2 の範囲を E P M A で観察した結果、面積率で A g 相のうちの 80% 以上が、A g 相内の任意の点を中心に描いた半径 $10\text{ }\mu\text{m}$ の全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円と A g 相の外周との間で少なくとも 2 点以上の接点又は交点を有する形状を備えていることを確認した。さらに 1 mm^2 の範囲を光学顕微鏡で観察した画像から、C 相の面積比率を求めた結果、25.5% であった。

[0032] さらに、焼結体から採取した小片を用いて組成分析を実施した。F e、P t、A g は I C P - A E S 装置を用いて測定し、C は高周波誘導加熱炉燃焼 - 赤外線吸収法を採用した炭素分析装置で測定した。このようにして得られた重量比率から原子数比率を計算した結果、C の原子数比率を A g の原子数比率で除した値は 6.9 であった。

[0033] 次に、焼結体を直径 180.0 mm 、厚さ 5.0 mm の形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これを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 1 kW 、A r ガス圧 1.7 Pa とし、 2 kWh のプレス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パーティクルカウンターで測定した。その結果、パーティクル個数は 83 個であった。

[0034] （比較例 1）

原料粉として平均粒径 $3\text{ }\mu\text{m}$ の F e 粉、平均粒径 $3\text{ }\mu\text{m}$ の P t 粉、平均粒径 $2\text{ }\mu\text{m}$ の A g 粉、平均粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ の C 粉（グラファイト粉）を用意した。A g 粉には凝集防止のため有機系材料でコーティング処理が施されたものを用いた。

そして以下の組成比で合計の重量が 2500 g となるように秤量した。

秤量組成（モル分率）： $30\text{ F e} - 30\text{ P t} - 2\text{ A g} - 38\text{ C}$

- [0035] 次に秤量した粉末を、粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量10リットルのボールミルポットにAr雰囲気で封入し、4時間回転させて混合・粉碎した。そして、ポットから取り出した粉末を、カーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結した。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度900°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。
- [0036] このようにして作製した焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨して、電子線プローブマイクロアナライザー（EPMA）で観察した。その結果、Fe-Pt合金相とAg相とC相が互いに均一分散した組織構造が確認された。また、0.2mm²の範囲をEPMAで観察した結果、面積率でAg相のうちの80%以上が、Ag相内の任意の点を中心に描いた半径10μmの全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円とAg相の外周との間で少なくとも2点以上の接点又は交点を有する形状を備えていることを確認した。さらに1mm²の範囲を光学顕微鏡で観察した画像から、C相の面積比率を求めた結果、28.4%であった。
- [0037] さらに、焼結体から採取した小片を用いて組成分析を実施した。Fe、Pt、AgはICP-AES装置を用いて測定し、Cは高周波誘導加熱炉燃焼-赤外線吸収法を採用した炭素分析装置で測定した。このようにして得られた重量比率から原子数比率を計算し、Cの原子数比率をAgの原子数比率で除したところ18.5であった。この値は、本願請求項で規定する範囲から逸脱するものであった。
- [0038] 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、円盤状のターゲットを作製した。これを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、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、パーティクル個数は561個と実施例1より大幅にパーティクル数が増加していた。
- [0039] （比較例2）

原料粉として平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の F e 粉、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の P t 粉、平均粒径 $30\ \mu\text{m}$ の A g 粉、平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ の C 粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が $2500\ \text{g}$ となるように秤量した。

秤量組成（モル分率）： $30\ \text{F e} - 30\ \text{P t} - 5\ \text{A g} - 35\ \text{C}$

[0040] 次に、秤量した粉末を、粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量 $10\ \text{リットル}$ のボールミルポットに A r 雰囲気で封入し、4 時間回転させて混合・粉碎した。そして、ポットから取り出した粉末を、カーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結した。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 960°C 、保持時間 2 時間とし、昇温開始時から保持終了まで $30\ \text{MPa}$ 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。

[0041] このようにして作製した焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨して、電子線プローブマイクロアナライザーで観察したところ、F e - P t 合金相と A g 相と C 相が互いに均一分散した組織構造が確認された。また、 $0.2\ \text{mm}^2$ の範囲を観察した結果、粗大な A g 相が観察され、A g 相がその相内の任意の点を中心に描いた半径 $10\ \mu\text{m}$ の全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円と A g 相の外周との間で少なくとも 2 点以上の接点又は交点を有する形状を備えていないものが、面積率で A g 相全体の面積に対して 20% 以上存在することを確認した。これは、大きな粒径の A g 粉を用いたことと、焼結温度が高かったことが原因であると考えられる。さらに $1\ \text{mm}^2$ の範囲を光学顕微鏡で観察した画像から、C 相の面積比率を求めた結果、 25.5% であった。

[0042] さらに、焼結体から採取した小片を用いて組成分析を実施した。F e、P t、A g は I C P - A E S 装置を用いて測定し、C は高周波誘導加熱炉燃焼 - 赤外線吸収法を採用した炭素分析装置で測定した。このようにして得られた重量比率から、原子数比率を計算し、C の原子数比率を A g の原子数比率で除したところ 7.0 であった。

[0043] 次に、焼結体を直径 $180.0\ \text{mm}$ 、厚さ $5.0\ \text{mm}$ の形状へ旋盤で切削

加工し、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、パーティクル個数は245個と実施例1よりパーティクル数が増加した。

[0044] （比較例3）

原料粉として平均粒径 $3\mu\text{m}$ のFe粉、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のPt粉、平均粒径 $2\mu\text{m}$ のAg粉、平均粒径 $10\mu\text{m}$ のC粉（グラファイト粉）を用意した。Ag粉には凝集防止のため有機系材料でコーティング処理が施されたものを用いた。

そして以下の組成比で合計の重量が1800gとなるように秤量した。

秤量組成（モル分率）：17Fe－17Pt－6Ag－60C

[0045] 次に、秤量した粉末を、粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量10リットルのボールミルポットにArで封入し、4時間回転させて混合・粉砕した。そして、ポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結した。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 900°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。

[0046] このようにして作製した焼結体の断面を研磨して、電子線プローブマイクロアナライザー（EPMA）で観察したところ、Fe－Pt合金相とAg相とC相が互いに均一分散した組織構造が確認された。また、 0.2mm^2 の範囲をEPMAで観察した結果、面積率でAg相のうちの80%以上が、Ag相内の任意の点を中心に形成した半径 $10\mu\text{m}$ の全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円とAg相の外周との間で、少なくとも2点以上の接点又は交点を有する形状を備えていることを確認した。さらに 1mm^2 の範囲を光学顕微鏡で観察した画像から、C相の面積比率を求めた結果、C相の面積比率は48.1%であった。この値は、本願請求項で規定する範囲から逸脱するものであった。

[0047] さらに、焼結体から採取した小片を用いて組成分析を実施した。F e、P t、A g は I C P - A E S 装置を用いて測定し、C は不活性ガス融解-赤外吸収法を採用した酸素分析計で測定した。このようにして得られた重量比率から原子数比比率を計算した結果、C の原子数比比率を A g の原子数比比率で除したところ 9.8 であった。

[0048] 次に焼結体を直径 180.0 mm、厚さ 5.0 mm の形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製 C-3010 スパッタリングシステム）に取り付け、実施例 1 と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、パーティクル個数は 880 個と実施例 1 より大幅にパーティクル数が増加した。

[0049] （実施例 2）

原料粉として平均粒径 3 μ m の F e 粉、平均粒径 3 μ m の P t 粉、平均粒径 2 μ m の A g 粉、平均粒径 10 μ m の C 粉（グラファイト粉）、平均粒径 1 μ m の S i O₂ 粉を用意した。A g 粉には、凝集防止のため有機系材料でコーティング処理が施されたものを用いた。

そして以下の組成比で合計の重量が 2200 g となるように秤量した。

秤量組成（モル分率）：30 F e - 30 P t - 5 A g - 30 C - 5 S i O₂

[0050] 次に秤量した粉末を、粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量 10 リットルのボールミルポットに A r 雰囲気で封入し、4 時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度 300 °C / 時間、保持温度 900 °C、保持時間 2 時間とし、昇温開始時から保持終了まで 30 MP a 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。

[0051] このようにして作製した焼結体の一部を切り出し、その切断面を研磨して電子線プローブマイクロアナライザー（E P M A）で観察した。その結果、F e - P t 合金相と A g 相と C 相と酸化物（S i O₂）相が互いに均一分散した組織構造が確認された。また 0.2 mm² の範囲を E P M A で観察した結果

、面積率でA g相のうちの80%以上が、A g相内の任意の点を中心に形成した半径10 μ mの全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円とA g相の外周との間で、少なくとも2点以上の接点又は交点を有する形状を備えていることを確認した。さらに1 mm²の範囲を光学顕微鏡で観察した画像から、C相と酸化物相の合計の面積比率を求めた結果、35.5%であった。

[0052] さらに、焼結体から採取した小片を用いて組成分析を実施した。Fe、Pt、Ag、SiはICP-AES装置を用いて測定し、Cは高周波誘導加熱炉燃焼-赤外線吸収法を採用した炭素分析装置で測定し、Oは不活性ガス融解-赤外線吸収法を採用した酸素分析装置で測定した。このようにして得られた重量比率から原子数比率を計算し、Cの原子数比率をAgの原子数比率で除したところ6.0であった。

[0053] 次に焼結体を直径180.0 mm、厚さ5.0 mmの形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これを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、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、パーティクル個数は34個であった。

[0054] （比較例4）

原料粉として平均粒径3 μ mのFe粉、平均粒径3 μ mのPt粉、平均粒径2 μ mのAg粉、平均粒径10 μ mのC粉（グラファイト粉）、平均粒径1 μ mのSiO₂粉を用意した。Ag粉には、凝集防止のため有機系材料でコーティング処理が施されたものを用いた。

そして以下の組成比で合計の重量が2300 gとなるように秤量した。

秤量組成（モル分率）：32.5 Fe - 32.5 Pt - 2 Ag - 28 C - 5 SiO₂

[0055] 次に、秤量した粉末を、粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量10リットルのボールミルポットにAr雰囲気中で封入し、4時間回転させて混合・粉碎した。そしてポットから取り出した粉末を、カーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。ホットプレスの条件は、真空雰囲気

気、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 900°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。

[0056] このようにして作製した焼結体の断面を研磨して、電子線プローブマイクロアナライザー (EPMA) で観察したところ、Fe-Pt 合金相と Ag 相と C 相と酸化物 (SiO_2) 相が互いに均一分散した組織構造が確認された。また、 0.2mm^2 の範囲を EPMA で観察した結果、面積率で Ag 相のうちの 80% 以上が、Ag 相内の任意の点を中心に形成した半径 $10\mu\text{m}$ の全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円と Ag 相の外周との間で、少なくとも 2 点以上の接点又は交点を有する形状を備えていることを確認した。さらに 1mm^2 の範囲を光学顕微鏡で観察した画像から、C 相と酸化物相の合計の面積比率を求めた結果、34.2% であった。

[0057] さらに、焼結体から採取した小片を用いて組成分析を実施した。Fe、Pt、Ag、Si は ICP-AES 装置を用いて測定し、C は高周波誘導加熱炉燃焼-赤外線吸収法を採用した炭素分析装置で測定し、O は不活性ガス融解-赤外線吸収法を採用した酸素分析装置で測定した。このようにして得られた重量比率から原子数比率を計算し、C の原子数比率を Ag の原子数比率で除したところ 13.9 であった。この値は、本願請求項で規定する範囲から逸脱するものであった。

[0058] 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、円盤状のターゲットを作製した。これを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、実施例 2 と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、パーティクル個数は 189 個と実施例 2 より大幅にパーティクル数が増加した。

[0059] (比較例 5)

原料粉として平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Fe 粉、平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Pt 粉、平均粒径 $2\mu\text{m}$ の Ag 粉、平均粒径 $10\mu\text{m}$ の C 粉 (グラファイト粉) を用意した。Ag 粉には凝集防止のため有機系材料でコーティング処理が施されたもの

を用いた。

そして以下の組成比で合計の重量が1700gとなるように秤量した。

秤量組成（モル分率）：24Fe-24Pt-5Ag-40C-7SiO₂

[0060] 次に、秤量した粉末を、粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量10リットルのボールミルポットにArで封入し、4時間回転させて混合・粉碎した。そして、ポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結した。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度900°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。

[0061] このようにして作製した焼結体の断面を研磨して、電子線プローブマイクロアナライザー（EPMA）で観察したところ、Fe-Pt合金相とAg相とC相と酸化物相（SiO₂）が互いに均一分散した組織構造が確認された。また、0.2mm²の範囲をEPMAで観察した結果、面積率でAg相のうちの80%以上が、Ag相内の任意の点を中心に形成した半径10μmの全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円とAg相の外周との間で、少なくとも2点以上の接点又は交点を有する形状を備えていることを確認した。さらに1mm²の範囲を光学顕微鏡で観察した画像から、C相と酸化物相の合計の面積比率を求めた結果、47.4%であった。この値は、本願請求項で規定する範囲から逸脱するものであった。

[0062] さらに、焼結体から採取した小片を用いて組成分析を実施した。Fe、Pt、Ag、SiはICP-AES装置を用いて測定し、Cは高周波誘導加熱炉燃焼-赤外線吸収法を採用した炭素分析装置で測定し、Oは不活性ガス融解-赤外線吸収法を採用した酸素分析装置で測定した。このようにして得られた重量比率から原子数比比率を計算した結果、Cの原子数比比率をAgの原子数比比率で除したところ7.9であった。

[0063] 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、円盤状のターゲットを作製した。これを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、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、パーティクル個数は716個と実施例1より大幅にパーティクル数が増加した。

[0064] (実施例3)

原料粉として平均粒径 $3\mu\text{m}$ のFe粉、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のPt粉、平均粒径 $2\mu\text{m}$ のAg粉、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のCu粉、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のCo粉、平均粒径 $10\mu\text{m}$ のC粉(グラファイト粉)を用意した。Ag粉には凝集防止のため有機系材料でコーティング処理が施されたものを用いた。

そして以下の組成比で合計の重量が2200gとなるように秤量した。

秤量組成(モル分率) : $26\text{Fe} - 26\text{Pt} - 6\text{Cu} - 5\text{Co} - 7\text{Ag} - 30\text{C}$

[0065] 次に秤量した粉末を、粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量10リットルのボールミルポットにAr雰囲気で封入し、4時間回転させて混合・粉碎した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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 900°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。

[0066] このようにして作製した焼結体の一部を切り出し、その切断面を研磨して電子線プローブマイクロアナライザー(EPSMA)で観察した。その結果、Fe-Pt-Cu-Co合金相とAg相とC相が互いに均一分散した組織構造が確認された。また、 0.2mm^2 の範囲を観察した結果、面積率でAg相のうちの80%以上が、Ag相内の任意の点を中心に形成した半径 $10\mu\text{m}$ の全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円とAg相の外周との間で、少なくとも2点以上の接点又は交点を有する形状を備えていることを確認した。さらに 1mm^2 の範囲を光学顕微鏡で観察した画像から、C相の面積比率を求めた結果、21.6%であった。

[0067] さらに、焼結体から採取した小片を用いて組成分析を実施した。Fe、P

t、A g、C u、C oはICP-AES装置を用いて測定し、Cは高周波誘導加熱炉燃焼-赤外線吸収法を採用した炭素分析装置で測定した。このようにして得られた重量比率から原子数比率を計算し、Cの原子数比率をA gの原子数比率で除したところ4.2であった。

[0068] 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、円盤状のターゲットを作製した。これをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、パーティクル個数は17個であった。

[0069] （比較例6）

原料粉として平均粒径3 μ mのF e粉、平均粒径3 μ mのP t粉、平均粒径2 μ mのA g粉、平均粒径3 μ mのC u粉、平均粒径3 μ mのC o粉、平均粒径10 μ mのC粉（グラファイト粉）を用意した。A g粉には凝集防止の処理が施されていないものを用いた。

そして以下の組成比で合計の重量が2200gとなるように秤量した。

秤量組成（モル分率）：26F e-26P t-6C u-5C o-7A g-30C

[0070] 次に、秤量した粉末を、粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量10リットルのボールミルポットにA r雰囲気で封入し、4時間回転させて混合・粉砕した。そして、ポットから取り出した粉末を、カーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結した。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度900°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。

[0071] このようにして作製した焼結体の一部を切り出し、その断面を研磨して、電子線プローブマイクロアナライザー（EPMA）で観察したところ、F e-P t-C u-C o合金相とA g相とC相が互いに均一分散した組織構造が確認された。また、0.2mm²の領域をEPMAで観察した結果、粗大なA

g相が観察され、A g相がその相内の任意の点を中心に描いた半径10 μm の全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円とA g相の外周との間で少なくとも2点以上の接点又は交点を有する形状を備えていないものが、面積率でA g相のうちの20%以上存在することを確認した。これは、A g粉に凝集防止処理を施していないものを用いたことが原因であると考えられる。さらに1 mm^2 の範囲を光学顕微鏡で観察した画像から、C相の面積比率を求めた結果、21.7%であった。

[0072] さらに、焼結体から採取した小片を用いて組成分析を実施した。Fe、Pt、AgはICP-AES装置を用いて測定し、Cは高周波誘導加熱炉燃焼-赤外線吸収法を採用した炭素分析装置で測定した。このようにして得られた重量比率から、原子数比比率を計算し、Cの原子数比率をAgの原子数比率で除したところ4.2であった。

[0073] 次に、焼結体を直径180.0 mm、厚さ5.0 mmの形状へ旋盤で切削加工し、円盤状のターゲットを作製した。これを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、実施例1と同様の条件でスパッタリングを行った。その結果、パーティクル個数は183個と実施例3よりパーティクル数が増加した。

[0074] 以上の通り、いずれの実施例においても、スパッタリング時に発生するパーティクル量を低減することができ、成膜時の歩留まりを向上するために非常に重要な役割を有することが分かった。

なお、実施例では、添加金属としてCu、Coを含有するターゲットを例示したが、この他の金属元素（Au、B、Cr、Ga、Ge、Mn、Mo、Nb、Ni、Pd、Re、Rh、Ru、Sn、Ta、W、V、Zn）を含有する場合であっても、同様の結果が得られた。

[0075]

[表1]

	秤量組成 (モル分率)	C/Ag 原子数比率	C相の体積比率 (%)	C相と酸化物相の体積比率の合計 (%)	Ag相の形状	パーティクル数 (個)
実施例1	30Fe-30Pt-5Ag-35C	6.9	25.5	—	規定範囲内	83
比較例1	30Fe-30Pt-2Ag-38C	18.5	28.4	—	規定範囲内	561
比較例2	30Fe-30Pt-5Ag-35C	7.0	25.5	—	規定範囲外	245
比較例3	17Fe-17Pt-6Ag-60C	9.8	43.1	—	規定範囲内	880
実施例2	30Fe-30Pt-5Ag-30C-5SiO ₂	6.0	—	35.5	規定範囲内	34
比較例4	32.5Fe-32.5Pt-2Ag-28C-5SiO ₂	13.9	—	34.2	規定範囲内	189
比較例5	24Fe-24Pt-5Ag-40C-7SiO ₂	7.9	—	47.4	規定範囲内	716
実施例3	26Fe-26Pt-6Cu-5Co-7Ag-30C	4.2	21.6	—	規定範囲内	17
比較例6	26Fe-26Pt-6Cu-5Co-7Ag-30C	4.2	21.7	—	規定範囲外	183

産業上の利用可能性

[0076] 本発明のスputタリングターゲットは、スパッタ時に発生するパーティクル量を低減することができ、成膜時における歩留まりを向上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、グラニューラ構造型の磁性薄膜を形成するためのスputタリングターゲットとして有用である。

請求の範囲

- [請求項1] F e - P t 系合金相と A g 相と C 相とからなるスパッタリングターゲットであって、スパッタリングターゲット全体の組成において C の原子数比率を A g の原子数比率で除した値が 4 以上 1 0 以下であり、スパッタリングターゲットの断面において A g 相が、A g 相内の任意の点を中心に描いた半径 1 0 μ m の全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円と A g 相の外周との間で少なくとも 2 点以上の接点又は交点を有する形状を備えてい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] スパッタリングターゲットの断面において C 相の面積比率が 1 0 % 以上 4 5 % 以下であることを特徴とする請求項 1 に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項3] F e - P t 系合金相と A g 相と C 相と酸化物相とからなるスパッタリングターゲットであって、スパッタリングターゲット全体の組成において C の原子数比率を A g の原子数比率で除した値が 4 以上 1 0 以下であり、スパッタリングターゲットの断面において A g 相が、A g 相内の任意の点を中心に描いた半径 1 0 μ m の全ての仮想円に含まれるか又は該仮想円と A g 相の外周との間で少なくとも 2 点以上の接点又は交点を有する形状を備えていることを特徴とするスパッタリングターゲット。
- [請求項4] 酸化物相が、A l、B、B a、B e、B i、C a、C e、C o、C r、C s、C u、D y、E r、E u、F e、G a、G d、G e、H f、H o、L a、L i、L u、M g、M o、N b、N d、N i、P r、S b、S c、S i、S m、S n、S r、T a、T b、T e、T i、T m、V、W、Y、Y b、Z n、Z r から選択した一種以上の元素を構成成分とする酸化物であることを特徴とする請求項 3 に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項5] スパッタリングターゲットの断面において C 相と酸化物相の面積比

率の合計が10%以上45%以下であることを特徴とする請求項3又は4に記載のスputタリングターゲット。

[請求項6] Au、B、Co、Cr、Cu、Ga、Ge、Mn、Mo、Nb、Ni、Pd、Re、Rh、Ru、Sn、Ta、W、V、Znから選択した一種以上の元素を金属成分として含有し、その含有率が金属成分中における原子数の比率で0.5%以上15%以下であ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putタリングターゲット。