

明 細 書

発明の名称：

F e P t 系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、F e P t 系スパッタリングターゲット及びその製造方法に関する。

背景技術

[0002] F e P t 合金は高温（例えば600℃以上）で熱処理をすることにより、高い結晶磁気異方性を持ったf c t（Ordered Face Centered Tetragonal、面心直方）構造を備えることができるため、磁気記録媒体として注目されている。そのF e P t 合金の薄膜においてF e P t 粒子を小さく均一にすべく、炭素（C）を該F e P t 薄膜中に所定量含めることが提案されている（例えば、特許文献1）。

[0003] しかしながら、特許文献1に記載されているF e P t C薄膜の形成方法は、2インチ直径のF eターゲットおよびCターゲットならびに縦横5mmのP tターゲットを使用して、M g O（100）基板上にF e、P t、Cを同時に蒸着する方法である。この方法では、得られる膜の組成を厳密に制御することは困難である。また、3つのターゲットが必要であるとともにそれぞれのターゲットについてカソード、電源などが必要となるため、スパッタリングの準備作業に手間がかかるとともに、装置のコストが高くなる。

[0004] また、特許文献1に記載されているF e P t C薄膜の形成方法によって形成されたF e P t C薄膜は、F e P t 合金粒子がCの隔壁によって仕切られたグラニューラ構造となって、磁気記録特性を発揮できるようになっていると考えられるが、グラニューラ構造の隔壁をC（炭素）のみで形成した場合、例えば図1に示すように、基板10の基板面10Aの上に成長したF e P t 合金粒子12の周囲を炭素相14が取り囲むように成長してしまい、F e P t 合金粒子12が基板面10Aと垂直方向に成長することが阻害されて、F e

Pt合金粒子12が基板面10Aと垂直方向に複数生じてしまうことがあった（例えば、非特許文献1）。FePt合金粒子12が基板面10Aと垂直方向に複数生じてしまうと、磁気記録媒体としての特性が低下する恐れなしは磁気記録媒体として使用できない恐れがある。

[0005] また、FePt合金粒子12が基板面10Aと垂直方向に複数生じてしまう現象を抑制するためには、グラニューラ構造の隔壁をCに替えて例えばTa₂O₅やTiO₂といった金属酸化物で形成することが有効と考えられることも非特許文献1には開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特許第3950838号公報

非特許文献

[0007] 非特許文献1：ジェイ・エス・チェン（J.S.Chen）、外5名、「グラニューラ構造L10 FePt-X(X=C, TiO₂, Ta₂O₅)(001)微細結晶組織を有する高密度磁気記録用ナノコンポジット膜（Granular L10 FePt-X (X=C, TiO₂, Ta₂O₅) (001) nanocomposite films with small grain size for high density magnetic recording)」、ジャーナル・オブ・アプライド・フィジックス（Journal of Applied Physics）、米国物理学会（American Institute of Physics）、2009年、第105巻、07B702-1頁－07B702-3頁

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 一方、本発明者は、Cと金属酸化物でグラニューラ構造の隔壁を形成することも有効と考えているが、グラニューラ構造の隔壁をCだけでなくCと金属酸化物とで形成するためには、特許文献1に記載されているFePtC薄膜の形成方法では、Fe、Pt、Cの3つのターゲットに加えて、さらに金属酸化物ターゲットをスパッタリング装置に装着させる必要があり、スパッタリングの準備作業においてより手間がかかるとともに、装置のコストもより高

くなる。

[0009] 本発明は、かかる問題点に鑑みてなされたものであって、複数のターゲットを用いることなく、磁気記録媒体として使用可能な、F e P t 合金、C、および金属酸化物を含む薄膜を、単独で形成することができるF e P t 系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課題とする。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者は、前記課題を解決するため鋭意研究開発を行った結果、以下のF e P t 系スパッタリングターゲット及びその製造方法により、前記課題を解決できることを見出し、本発明をするに至った。

[0011] 即ち、本発明に係るF e P t 系スパッタリングターゲットは、F e、P t、Cおよび金属酸化物を含有するF e P t 系スパッタリングターゲットであって、P tを40 a t %以上60 a t %以下含有して残部がF eおよび不可避的不純物からなるF e P t 系合金相と、不可避的不純物を含むC相と、不可避的不純物を含む金属酸化物相とが互いに分散した構造を有し、ターゲット全体に対するCの含有量が0 v o l %よりも多く20 v o l %以下であり、ターゲット全体に対する前記金属酸化物の含有量が10 v o l %以上40 v o l %未満であり、かつ、ターゲット全体に対するCと金属酸化物の合計含有量が20 v o l %以上40 v o l %以下であることを特徴とするF e P t 系スパッタリングターゲットである。

[0012] ここで、「F e P t 系合金相と、不可避的不純物を含むC相と、不可避的不純物を含む金属酸化物相とが互いに分散」とは、F e P t 系合金相が分散媒、C相および金属酸化物相が分散質となっている状態、ならびに、C相および金属酸化物相が分散媒、F e P t 系合金相が分散質となっている状態を含み、さらには、F e P t 系合金相、C相、および金属酸化物相の3相が混ざり合っているが、どの相が分散媒で、どの相が分散質とは言えない状態も含む概念である。

[0013] また、本明細書では、F e P t 系合金と記載したときには、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、FeとPtを主成分として含み、かつ、FeとPt以外の金属元素も含む3元系以上の合金も含むものとする。また、FePt系スパッタリングターゲットと記載したときには、Fe、Ptを主成分として含むスパッタリングターゲットを意味し、Fe、Pt以外に他の金属成分や酸化物やC等を含むスパッタリングターゲットも含む。

[0014] また、本明細書では、「 α 以上 β 以下」のことを「 $\alpha-\beta$ 」と記すことがある。

[0015] 前記C相と前記金属酸化物相とを合わせた相は、インターセプト法によって求めた相の平均の大きさが $0.4\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

[0016] なお、インターセプト法によってC相と金属酸化物相とを合わせた相の平均の大きさを求める方法については、[発明を実施するための形態]の欄において、後述する。

[0017] また、前記金属酸化物は、例えば、 SiO_2 、 TiO_2 、 Ti_2O_3 、 Ta_2O_5 、 Cr_2O_3 、 CoO 、 Co_3O_4 、 B_2O_3 、 Fe_2O_3 、 CuO 、 Cu_2O 、 Y_2O_3 、 MgO 、 Al_2O_3 、 ZrO_2 、 Nb_2O_5 、 MoO_3 、 CeO_2 、 Sm_2O_3 、 Gd_2O_3 、 WO_2 、 WO_3 、 HfO_2 、 NiO_2 のうちの少なくとも1種を含む金属酸化物とすることができる。

[0018] 前記FePt系スパッタリングターゲットにおいて、相対密度が90%以上であることが好ましい。

[0019] また、前記FePt系スパッタリングターゲットの中には、磁気記録媒体用として好適に用いることができるものがある。

[0020] 本発明に係るFePt系スパッタリングターゲットの製造方法は、Ptを40at%以上60at%以下含有して残部がFeおよび不可避免の不純物からなるFePt系合金粉末に、不可避免の不純物を含むC粉末および不可避免の不純物を含む金属酸化物粉末を、該C粉末および該金属酸化物粉末の、前記FePt系合金粉末、前記C粉末および前記金属酸化物粉末の合計に対する含有量をそれぞれ $\alpha\text{ vol\%}$ および $\beta\text{ vol\%}$ としたとき、

$$0 < \alpha \leq 20$$

$$10 \leq \beta < 40$$

$$20 \leq \alpha + \beta \leq 40$$

となるように添加し、混合して混合粉末を作製した後、作製した該混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とするFePt系スパッタリングターゲットの製造方法である。

[0021] 前記製造方法において、得られるFePt系スパッタリングターゲット中のC相と金属酸化物相とを合わせた相は、インターセプト法によって求めた相の平均の大きさが0.4 μm以下であることが好ましい。

[0022] また、前記製造方法において、前記金属酸化物は、例えば、SiO₂、TiO₂、Ti₂O₃、Ta₂O₅、Cr₂O₃、CoO、Co₃O₄、B₂O₃、Fe₂O₃、CuO、Cu₂O、Y₂O₃、MgO、Al₂O₃、ZrO₂、Nb₂O₅、MoO₃、CeO₂、Sm₂O₃、Gd₂O₃、WO₂、WO₃、HfO₂、NiO₂のうちの少なくとも1種を含む金属酸化物とすることができる。

[0023] 前記混合粉末を作製する際の前記混合は、酸素が存在する雰囲気の下でなされることが好ましく、該雰囲気には該雰囲気外から酸素が供給されていてもよい。

[0024] 該酸素の供給は大気を供給することによりなしてもよい。該酸素の供給源を大気とすることにより、コストを下げることができる。

[0025] また、前記雰囲気は大気であってもよい。前記雰囲気を大気とすることにより、コストを下げることができる。

[0026] また、前記雰囲気を大気ではなく、不活性ガスと酸素とから実質的になる雰囲気としてもよい。この場合には、前記混合の段階において、酸素以外の不純物が前記混合粉末に混入することを抑制することができる。

[0027] 前記雰囲気の酸素濃度については、例えば10 vol %以上30 vol %以下とすることができる。

[0028] また、前記雰囲気は前記混合の途中段階で大気に開放してもよい。前記混合の途中段階で前記雰囲気の酸素が不足していた場合であっても、大気に開放することにより大気中から酸素を取り込むことができ、酸素不足を緩和す

ることができる。

[0029] また、前記混合粉末を加圧下で加熱して成形する際の雰囲気は、真空または不活性ガス雰囲気とすることが好ましい。これにより、得られる焼結体中の不純物量を低減させることができる。

[0030] 前記 F e P t 系合金粉末は不純物の混入を少なくする点でアトマイズ法で作製することが好ましく、該アトマイズ法は、不純物の混入をさらに少なくする点でアルゴンガスまたは窒素ガスを用いて行うことが好ましい。

[0031] 得られる F e P t 系スパッタリングターゲットの中には、磁気記録媒体用として好適に用いることができるものがある。

[0032] 本発明に係る F e P t 系スパッタリングターゲットの第2の態様は、前記製造方法により製造される F e P t 系スパッタリングターゲットである。

発明の効果

[0033] 本発明に係る F e P t 系スパッタリングターゲットを用いることにより、単独で、即ち複数のターゲットを用いることなく当該ターゲット1枚で、磁気記録媒体として使用可能な、F e P t 合金、C、および金属酸化物を含む薄膜を形成することができる。

[0034] さらに、本発明に係る F e P t 系スパッタリングターゲットには、所定量のCだけでなく、所定量の金属酸化物が含まれているので、スパッタリングによって得られる F e P t 系合金を含む薄膜において、良好なグラニューラ構造が得られやすい。

[0035] また、本発明に係る F e P t 系スパッタリングターゲットの製造方法によれば、F e P t 系合金粉末とC粉末および金属酸化物粉末とを混合して混合粉末を作製しており、F e は P t と合金化した F e P t 系合金粉末の状態で、C粉末および金属酸化物粉末と混合されるので、混合中に F e の酸化が進むことを抑制することができる。

[0036] さらに、混合粉末作製時の雰囲気に酸素を含ませた場合には、混合中に金属酸化物粉末が還元されることを抑制できるので、混合中に金属酸化物粉末由来の金属が F e P t 系合金粉末中に混入されることを抑制することができ

、得られたF e P t系スパッタリングターゲットを用いて作製したF e P t系薄膜は安定した磁気記録特性を発揮しやすくなる。

[0037] また、混合粉末作製時の雰囲気中に酸素を含ませた場合には、C粉末が含まれていても、混合終了時にはC粒子表面にすでにある程度の酸素が吸着しているので、混合終了後に混合容器を開放して大気を導入しても、C粒子表面に急激に酸素が吸着してC粒子が発火するということは起こりにくく、金属酸化物だけでなくCも含有するF e P t系スパッタリングターゲットであっても、安定的に製造することができる。

図面の簡単な説明

[0038] [図1]グラニューラ構造の隔壁をC（炭素）のみで形成して不具合の生じた磁気記録媒体の一例

[図2]参考例1における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は1000倍で写真中の縮尺目盛りは10 μ m）

[図3]参考例1における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は3000倍で写真中の縮尺目盛りは1 μ m）

[図4]参考例1における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は5000倍で写真中の縮尺目盛りは1 μ m）

[図5]参考例1における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は10000倍で写真中の縮尺目盛りは1 μ m）

[図6]参考例2における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は1000倍で写真中の縮尺目盛りは10 μ m）

[図7]参考例2における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は3000倍で写真中の縮尺目盛りは1 μ m）

[図8]参考例2における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は5000倍で写真中の縮尺目盛りは1 μ m）

[図9]参考例2における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は10000倍で写真中の縮尺目盛りは1 μ m）

[図10]参考例3における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は1000

倍で写真中の縮尺目盛りは $10\ \mu\text{m}$)

[図11]参考例3における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は3000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図12]参考例3における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は5000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図13]参考例3における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は10000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図14]参考例4における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は1000倍で写真中の縮尺目盛りは $10\ \mu\text{m}$)

[図15]参考例4における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は3000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図16]参考例4における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は5000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図17]参考例4における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は10000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図18]実施例1における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は1000倍で写真中の縮尺目盛りは $10\ \mu\text{m}$)

[図19]実施例1における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は3000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図20]実施例1における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は5000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図21]実施例1における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は10000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図22]実施例2における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は1000倍で写真中の縮尺目盛りは $10\ \mu\text{m}$)

[図23]実施例2における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は3000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図24]実施例2における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は5000

倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図25]実施例2における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は10000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図26]実施例3における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は10000倍で写真中の縮尺目盛りは $10\ \mu\text{m}$)

[図27]実施例3における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は30000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図28]実施例3における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は50000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図29]実施例3における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は100000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図30]実施例4における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は10000倍で写真中の縮尺目盛りは $10\ \mu\text{m}$)

[図31]実施例4における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は30000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図32]実施例4における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は50000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図33]実施例4における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は100000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図34]実施例5における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は10000倍で写真中の縮尺目盛りは $10\ \mu\text{m}$)

[図35]実施例5における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は30000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図36]実施例5における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は50000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図37]実施例5における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は100000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図38]参考例5における焼結体のSEM写真(撮影時の写真倍率は30000

倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図39]参考例5における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は5000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図40]参考例5における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は10000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図41]参考例6における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は1000倍で写真中の縮尺目盛りは $10\ \mu\text{m}$)

[図42]参考例6における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は3000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図43]参考例6における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は5000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

[図44]参考例6における焼結体のSEM写真（撮影時の写真倍率は10000倍で写真中の縮尺目盛りは $1\ \mu\text{m}$)

発明を実施するための形態

[0039] 以下、本発明の実施形態について詳細に説明する。

[0040] 1. スパッタリングターゲットの構成成分および構造

本発明の実施形態に係るFePt系スパッタリングターゲットでは、合金成分（Fe、Pt）以外の含有物はC（炭素）と金属酸化物である。

[0041] 即ち、本発明の実施形態に係るFePt系スパッタリングターゲットは、Fe、Pt、Cおよび金属酸化物を含有するFePt系スパッタリングターゲットであって、Ptを40at%以上60at%以下含有して残部がFeおよび不可避免的不純物からなるFePt合金相と、不可避免的不純物を含むC相と、不可避免的不純物を含む金属酸化物相とが互いに分散した構造を有し、ターゲット全体に対するCの体積分率が0vol%よりも多く20vol%以下であり、ターゲット全体に対する前記金属酸化物の体積分率が10vol%以上40vol%未満であり、かつ、ターゲット全体に対するCと金属酸化物の合計体積分率が20vol%以上40vol%以下であることを特徴とするFePt系スパッタリングターゲットである。

[0042] 1-1. FePt 合金について

FePt 合金は高温（例えば600℃以上）で熱処理をすることにより、高い結晶磁気異方性を持ったfcc構造を備えることができるため、磁気記録媒体の記録層となる役割を有し、本第1実施形態に係るFePt系スパッタリングターゲットにおいて主成分となる。

[0043] 本実施形態において、FePt 合金相におけるPtの含有量を40-60at%と規定した理由は、FePt 合金相におけるPtの含有量が40-60at%から外れると、fcc（面心直方）構造が発現しなくなるおそれがあるからである。FePt 合金相においてfcc（面心直方）構造が確実に発現するようにするという観点から、FePt 合金相におけるPtの含有量は45-55at%であることが好ましく、49-51at%であることがさらに好ましく、50at%とすることが特に好ましい。

[0044] 1-2. Cおよび金属酸化物について

Cおよび金属酸化物は、スパッタリングによって得られる、FePt 合金ならびにCおよび金属酸化物を含有してなる層（以下、FePt-C-金属酸化物層と記すことがある。）中において、磁性粒子であるFePt 合金粒子同士を仕切る隔壁となり、FePt-C-金属酸化物層中におけるFePt 合金粒子を小さく均一にする役割を有し、本実施形態に係るFePt系スパッタリングターゲットにおいて主成分となる。

[0045] 本実施形態において、ターゲット全体に対するCの含有量は0vol%よりも多く20vol%以下であり、ターゲット全体に対する金属酸化物の含有量は10vol%以上40vol%未満であり、ターゲット全体に対するCと金属酸化物の合計含有量は20vol%以上40vol%以下である。

[0046] ターゲット全体に対するCの含有量を0vol%よりも多く20vol%以下とし、ターゲット全体に対する金属酸化物の含有量を10vol%以上40vol%未満とし、ターゲット全体に対するCと金属酸化物の合計含有量を20vol%以上40vol%以下とした理由は、スパッタリングにより得られるFePt-C-金属酸化物層中において、Cおよび金属酸化物が

磁性粒子であるFePt合金粒子同士を仕切る隔壁となつて、FePt合金粒子を小さく均一にする効果を発現させるためである。Cと金属酸化物の合計含有量が20vol%未満では、この効果が十分に発現しないおそれがある。一方、Cと金属酸化物の合計含有量が40vol%を超えると、スパッタリングにより得られるFePt-C-金属酸化物層中において、FePt-C-金属酸化物層における単位体積当たりのFePt合金粒子の数が少なくなり、記憶容量の点で不利となる。

[0047] また、ターゲット全体に対する金属酸化物の含有量の下限を10vol%とし、ターゲット全体に対するCの含有量の上限を20vol%とした理由は、金属酸化物を所定量含有させずにCを多く含有させた場合には、スパッタリング時にCがFePt合金粒子の周囲を取り囲むように成長してしまい、FePt合金粒子が基板面と垂直方向に成長することが阻害されて、FePt合金粒子が基板面と垂直方向に複数生じてしまつて磁気記録媒体としての特性が低下するおそれがあるためである。金属酸化物をターゲット全体に対して10vol%以上（40vol%未満）含有させるとともに、ターゲット全体に対するCの含有量の上限を20vol%とすることによりこれを避けることができ、良好な磁気記録媒体を得ることができる。

[0048] FePt-C-金属酸化物層中においてFePt粒子を小さく均一にする効果を発現させる観点、形成するFePt-金属酸化物層の記憶容量の観点、および磁気記録媒体としての良好な特性を得る観点から、ターゲット全体に対するCの含有量を0vol%より大きく17vol%以下とし、ターゲット全体に対する金属酸化物の含有量を13vol%以上35vol%未満とし、ターゲット全体に対するCと金属酸化物の合計含有量を25vol%以上35vol%以下とすることが好ましい。

[0049] 本実施形態において、金属酸化物としては、例えば、 SiO_2 、 TiO_2 、 Ti_2O_3 、 Ta_2O_5 、 Cr_2O_3 、 CoO 、 Co_3O_4 、 B_2O_3 、 Fe_2O_3 、 CuO 、 Cu_2O 、 Y_2O_3 、 MgO 、 Al_2O_3 、 ZrO_2 、 Nb_2O_5 、 MoO_3 、 CeO_2 、 Sm_2O_3 、 Gd_2O_3 、 WO_2 、 WO_3 、 HfO_2 、 NiO_2 のうちの少なくとも1種を含

む金属酸化物を用いることができる。

[0050] 1-3. ターゲットの構造について

本実施形態に係るF e P t系スパッタリングターゲットの構造は、P tを40at%以上60at%以下含有して残部がF eおよび不可避的不純物からなるF e P t合金相と、不可避的不純物を含むC相と、不可避的不純物を含む金属酸化物相とが互いに分散した構造を有し、ターゲット全体に対するCの含有量が0vol%よりも多く20vol%以下であり、ターゲット全体に対する前記金属酸化物の含有量が10vol%以上40vol%未満であり、かつ、ターゲット全体に対するCと金属酸化物の合計含有量が20vol%以上40vol%以下である。

[0051] 本実施形態に係るF e P t系スパッタリングターゲットにおいて、F e P t合金相とC相と金属酸化物相とを互いに分散させた構造にしている理由は、スパッタリング時に特定の箇所の削られる速度が極端に大きくなるということなくし、スパッタリングを良好なものとするためである。

[0052] また、ターゲット中のC相と金属酸化物相の大きさは、場所によるスパッタレートの違いを小さくする点で、なるべく小さい方がよい。このため、ターゲット中のC相および金属酸化物相を合わせた相の平均の大きさは、インターセプト法によって求めた相の平均の大きさが0.4μm以下であることが好ましく、0.35μm以下であることがより好ましく、0.3μm以下であることが特に好ましい。

[0053] 一方、ターゲット中のC相と金属酸化物相の平均の大きさを小さくするためにはF e P t合金粉末とC粉末と金属酸化物粉末との混合時間を長くすることが現状の微細化技術では必要なので、ターゲット中のC相と金属酸化物相の平均の大きさをあまりに小さくすることは現状の微細化技術では製造効率の点で現実的ではない。また、ある程度以上ターゲット中のC相および金属酸化物相の平均の大きさが小さくなれば、場所によるスパッタレートの違いによる問題は特段発生しない。そのため、ターゲット中のC相および金属酸化物相の平均の大きさについて下限を設けてもよい。下限を設ける場合、現

状の微細化技術におけるコストも含めて考えて、ターゲット中のC相および金属酸化物相を合わせた相の平均の大きさは、インターセプト法によって求めた相の平均の大きさが $0.1 - 0.4 \mu\text{m}$ であることが好ましく、 $0.15 - 0.35 \mu\text{m}$ であることがより好ましく、 $0.2 - 0.3 \mu\text{m}$ であることが特に好ましい。

[0054] ここで、本明細書において、インターセプト法によってC相および金属酸化物相を合わせた相の平均の大きさを求める際には、次のように行う。なお、C相および金属酸化物相を合わせた相とは、C相および金属酸化物相を区別せず同一の相と考えることである。

[0055] まず、撮影時の倍率が10000倍のターゲット断面のSEM写真に、上下に3等分するように左右方向に2本の水平線を引くとともに、左右に4等分するように上下方向に3本の垂直線を引き、合計5本の直線を、撮影時の倍率が10000倍のターゲット断面のSEM写真に引く。

[0056] そして、C相および金属酸化物相を合わせた相の上を横切った部分の線分の長さの合計と、横切ったC相および金属酸化物相を合わせた相の数を、前記5本の直線それぞれについて求め、前記5本の直線についてC相および金属酸化物相を合わせた相の上を横切った部分の線分の長さの平均値を計算（C相および金属酸化物相を合わせた相の上を横切った部分の線分の長さの合計を横切ったC相および金属酸化物相を合わせた相の数で除す）により求め、その値をインターセプト法によって求めたC相および金属酸化物相を合わせた相の平均の大きさとする。

[0057] また、ターゲットの相対密度については、その値が大きいほどターゲット中の空隙が減るので、良好にスパッタリングを行う上で好ましい。具体的には、ターゲットの相対密度は90%以上であることが好ましい。ターゲットの相対密度を大きくするためには、後述するように、FePt合金粉末とC粉末と金属酸化物粉末との混合を十分に行い、C粉末および金属酸化物粉末の粒径を小さくすることが好ましい。これにより、ターゲット中のC相および金属酸化物相の大きさは小さくなり、焼結中のFePt合金の塑性流動に

よりターゲット中の空隙を十分に埋めることができ、相対密度が大きくなる。

[0058] また、ターゲット全体に対する窒素の含有量は30質量ppm以下であることが好ましい。ターゲット中の窒素含有量が少なければ、スパッタリングによって得られるFePt-C-金属酸化物層中の窒素含有量も少なくなり、良好なFePt-C-金属酸化物層を得ることができる。

[0059] 2. 製造方法について

本第2実施形態に係るFePt系スパッタリングターゲットは、Ptを40at%以上60at%以下含有して残部がFeおよび不可避免の不純物からなるFePt合金粉末に、不可避免の不純物を含むC粉末および不可避免の不純物を含む金属酸化物粉末を添加し、混合して混合粉末を作製した後、作製した該混合粉末を加圧下で加熱して成形することにより製造することができる。

[0060] 本製造方法では、第1実施形態における製造方法と同様に、Fe、PtはFePt合金粉末として供給され、Fe単体粉末、Pt単体粉末として供給されるわけではない。Fe単体粉末は活性が高く、大気中で発火するおそれがあるが、FeをPtと合金化させてFePt合金粉末とすることにより、粉末状態であっても活性を低くすることができ、本製造方法では、C粉末および金属酸化物粉末との混合中のFeの酸化および発火や、混合終了後に混合容器を大気へ開放したときのFeの酸化および発火を抑えることができる。

[0061] また、混合粉末作製時の雰囲気中に酸素を含ませた場合には、混合中に金属酸化物粉末が還元されることを抑制できるので、混合中に金属酸化物粉末由来の金属がFePt合金粉末中に混入されることを抑制することができ、得られたFePt系スパッタリングターゲットを用いて作製したFePt系薄膜は安定した磁気記録特性を発揮しやすくなる。

[0062] また、本実施形態では、混合粉末中にC粉末が含まれるが、混合粉末作製時の雰囲気中に酸素を含ませた場合には、混合中にC粉末の表面に酸素がある

程度吸着するので、混合過程あるいは混合終了後に混合容器を開放して大気を導入しても、C粒子表面にはすでにある程度の酸素が吸着しており、C粒子表面に急激に酸素が吸着してC粒子が発火することは起こりにくく、金属酸化物だけでなくCも含有するFePt系スパッタリングターゲットであっても、安定的に製造することができる。

[0063] 2-1. FePt合金粉末の作製について

FePt合金粉末の作製方法は特に限定されないが、本実施形態では、Ptを40at%以上60at%以下含有して残部がFeおよび不可避免的不純物からなるFePt合金溶湯を用いてアトマイズ法を実施し、該FePt合金溶湯と同一組成のFePt合金粉末を作製する。

[0064] FePt合金粉末にPtを40at%以上60at%以下含有させることにより、該FePt合金粉末を焼結して得られるターゲット中のFePt合金相もPtを40at%以上60at%以下含有することになり、該ターゲットを用いてのスパッタリングにより得られるFePt-金属酸化物層におけるFePt相において、fcc構造を発現させやすくなる。

[0065] FePt合金粉末はアトマイズ法を用いて作製することが好ましい。アトマイズ法では原料金属（Fe、Pt）はいったん高温まで加熱して溶湯にするので、その段階で、Na、K等のアルカリ金属やCa等のアルカリ土類金属、酸素や窒素等のガス不純物は外部に揮発して除去されるので、FePt合金粉末中の不純物量を減らすことができるからである。また、ガスアトマイズ法を用いる場合、アルゴンガスまたは窒素ガスを用いてアトマイズを行うことにより、FePt合金粉末中の不純物量をさらに減らすことができる。

[0066] アトマイズ法により得られたFePt合金粉末を用いて得られるターゲットは不純物量が少なくなり、ターゲット中の窒素の含有量を30質量ppm以下に抑えることができる。

[0067] このため、該ターゲットを用いてのスパッタリングは良好なものとなり、得られるFePt-金属酸化物層も良好なものとなる。

[0068] なお、適用可能なアトマイズ法としては、例えばガスアトマイズ法、遠心力アトマイズ法等がある。

[0069] 2-2. 混合について

前記アトマイズ法により得られたFePt合金粉末に、混合粉末全体に対するCの含有量が0vol%よりも多く20vol%以下となるように例えば平均粒径20-100nmのC粉末を混合するとともに、混合粉末全体に対する金属酸化物の含有量が10vol%以上40vol%未満となるように例えば平均粒径20-100nmの金属酸化物粉末を混合して混合粉末を作製する。なお、混合粉末全体に対するCと金属酸化物の合計含有量は20vol%以上40vol%以下となるようにする。

[0070] 混合粉末作製時の雰囲気中に酸素を含ませた場合には、混合中に金属酸化物粉末が還元されることを抑制できるので、金属酸化物粉末由来の金属がFePt合金粉末中に混入されることを抑制することができ、得られたFePt系スパッタリングターゲットを用いて作製したFePt系薄膜は安定した磁気記録特性を発揮しやすくなる。

[0071] 混合中に金属酸化物粉末が還元されることを抑制するという観点から、混合する際の雰囲気には酸素を混合容器外から継続的に供給するようにしておくことが好ましい。酸素を継続的に供給するようにしておくことにより雰囲気中の酸素の不足は生じにくくなり、混合中の金属酸化物粉末の還元を抑制しやすくなる。

[0072] また、混合終了後に混合容器を開放して大気を導入してもC粒子が発火しないようにするという観点からも、混合する際の雰囲気には酸素を混合容器外から継続的に供給するようにしておくことが好ましい。

[0073] ただし、FePt合金粉末と金属酸化物粉末とを混合する際の雰囲気中の酸素量が多すぎると、混合中に酸素が不必要に混合粉末中に混入してしまうおそれがあるとともに、混合中にC粒子が発火するおそれがある。

[0074] 混合中の金属酸化物粉末の還元を抑制するという観点、混合終了後に混合容器を開放して大気を導入してもC粒子が発火しないようにするという観点

、および雰囲気中の酸素量が多すぎると混合中に酸素が不必要に混合粉末中に混入してしまうおそれがあるとともに混合中にC粒子が発火するおそれがあるという観点から、混合する際の雰囲気中の酸素濃度は10-30vol%であることが好ましく、15-25vol%であることがさらに好ましく、19-22vol%であることが特に好ましい。

[0075] また、混合する際の雰囲気中への酸素の供給は、大気を供給することによりなしてもよく、この場合にはコストを低減することができる。

[0076] また、混合する際の雰囲気は不活性ガスと酸素とから実質的になるようにしてもよく、この場合には、雰囲気中から混合粒子中への不純物の混入を抑制することができる。不活性ガスとしては例えばアルゴン、窒素等を用いることができる。

[0077] また、混合する際の雰囲気は混合の途中段階で大気に開放してもよい。混合の途中段階で雰囲気中の酸素が不足していた場合であっても、大気に開放することにより大気中から酸素を取り込むことができ、酸素不足を緩和することができる。

[0078] 2-3. 成形方法について

前記のようにして作製した混合粉末を加圧下で加熱して成形する方法は特に限定されず、例えば、ホットプレス法、熱間等方圧プレス法（HIP法）、放電プラズマ焼結法（SPS法）等を用いることができる。これらの成形方法は本発明の実施に際し、真空中や不活性雰囲気中で実施することが好ましい。これにより、前記混合粉末中にある程度（金属酸化物の酸素以外の）酸素が含まれていても、得られる焼結体中の（金属酸化物の酸素以外の）酸素量は少なくなる。また、得られる焼結体中の窒素等の不純物量も少なくなる。

[0079] 3. 効果について

鑄造法でターゲットを製造する場合、Cおよび金属酸化物の含有量を多くすることは、合金への固溶限の存在、および合金との比重差による分離等のため困難である。

- [0080] これに対し、本実施形態の製造方法では焼結法を用いているため、ターゲット全体に対するCおよび金属酸化物の含有量を多くすることができ、ターゲット全体に対するCの含有量を0 v o 1 %よりも多く20 v o 1 %以下とし、ターゲット全体に対する金属酸化物の含有量を10 v o 1 %以上40 v o 1 %未満とし、ターゲット全体に対するCと金属酸化物の合計含有量を20 v o 1 %以上40 v o 1 %以下としたF e P t系スパッタリングターゲットを作製することができる。このため、本第2実施形態に係るF e P t系スパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行うことにより、単独で、即ち複数のターゲットを用いることなく当該ターゲット1枚で、磁気記録媒体として使用可能な、F e P t合金を含む薄膜を形成することができる。
- [0081] また、本実施形態の製造方法では、第1実施形態の製造方法と同様に、F eをP tと合金化させてF e P t合金粉末としているので、粉末状態であってもF eの活性を低くすることができ、金属酸化物粉末との混合中のF eの酸化および発火を抑えることができる。
- [0082] また、混合粉末作製時の雰囲気酸素を含ませた場合には、混合中に金属酸化物粉末が還元されることを抑制できるので、混合中に金属酸化物粉末由来の金属がF e P t合金粉末中に混入されることを抑制することができ、得られたF e P t系スパッタリングターゲットを用いて作製したF e P t系薄膜は安定した磁気記録特性を発揮しやすくなる。
- [0083] また、本実施形態の製造方法では、C粉末も用いているが、混合粉末作製時の雰囲気酸素を含ませた場合には、混合中にC粉末の表面に酸素がある程度吸着するので、混合終了後に混合容器を開放して大気を導入しても、C粒子表面にはすでにある程度の酸素が吸着しており、C粒子表面に急激に酸素が吸着してC粒子が発火するということは起こりにくく、金属酸化物だけでなくCも含有するF e P t系スパッタリングターゲットであっても、安定的に製造することができる。

実施例

- [0084] (参考例1)

本参考例 1 における混合粉末およびターゲットの組成の目標は (50 Fe – 50 Pt) – 30 vol % SiO₂ である。即ち、金属成分の組成の目標は 50 at % Fe – 50 at % Pt であり、金属酸化物 (SiO₂) の含有量の目標は、ターゲット全体に対して 30 vol % である。なお、金属酸化物 (SiO₂) の含有量を vol % ではなく mol % で表示すると、本参考例 1 における混合粉末およびターゲットの組成の目標は (50 Fe – 50 Pt) – 11.27 mol % SiO₂ である。

[0085] 合金組成が Fe : 50 at %、Pt : 50 at % となるようにバルク状の各金属を秤量し、高周波で加熱して 1800℃ の Fe – Pt 合金溶湯とし、アルゴンガスを用いたガスアトマイズ法により 50 at % Fe – 50 at % Pt 合金粉末を作製した。得られた合金粉末の平均粒径を日機装株式会社製のマイクロトラック MT3000 により測定したところ、50 μm であった。

[0086] 作製した 50 at % Fe – 50 at % Pt 合金粉末 1100.00 g に、SiO₂ の含有量が粉末全体に対して 30 vol % となるように平均粒径 0.7 μm で嵩密度 2.20 g / cm³ の SiO₂ 粉末を 66.91 g 添加し、ボールミルでその回転回数が累計で 3,741,120 回に達するまで混合して混合粉末を作製した。以下、ボールミルの累計の回転回数を、ボールミル累計回転回数または単に回転回数と記すことがある。

[0087] 混合中、混合容器のふたは閉じ、混合容器内を混合ガス (Ar + O₂) で密閉した雰囲気中で、50 at % Fe – 50 at % Pt 合金粉末と SiO₂ 粉末との混合を行った。

[0088] ボールミル累計回転回数が 935,280 回、1,870,560 回、2,805,840 回、3,741,120 回の各時点で混合容器を開放して、目視で発火の有無について確認したが、いずれの場合も発火は確認されなかった。

[0089] また、ボールミル累計回転回数が 1,870,560 回、2,805,840 回、3,741,120 回の各時点での混合粉末 30.00 g を用いて、雰囲気 : 20 Pa 未満の真空中でホットプレスを行い、直径 30 mm の円板状の

焼結体を作製した。下記表 1 に、ホットプレス条件（焼結温度、焼結圧力、焼結時間）と得られた焼結体の相対密度を記す。なお、焼結体の理論密度は 11.51 g/cm^3 である。

[0090] [表1]

ボールミル 累計回転回数 (回)	ホットプレス条件			焼結体の 相対密度 (%)	発火の有無
	焼結温度 (℃)	焼結圧力 (MPa)	焼結時間 (min)		
935, 280	—	—	—	—	—
1,870, 560	1070	26.2	45	96.96	無
2,805, 840	1070	26.2	45	97.03	無
3,741, 120	1050	26.2	45	98.61	無

[0091] 焼結体の相対密度は96%を超えており、得られた焼結体の空孔は少なかった。

[0092] また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の時点の混合粉末中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定した。また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定した。下記表2にその測定結果を示す。

[0093] [表2]

ボールミル累計回転回数 3,741,120回	酸素 (質量%)	窒素 (質量 ppm)
混合粉末	3.36	42
焼結体	3.21	19

[0094] 焼結体中の酸素含有量および窒素含有量は、どちらも混合粉末中の含有量

と比較して減少しているが、酸素含有量の減少の程度は窒素含有量の減少の程度と比べて小さい。これは、混合粉末中および焼結体中のどちらにも金属酸化物である SiO_2 が含まれているためだと思われる。

[0095] また、ボールミル累計回転回数が 3,741,120 回の混合粉末を用いて作製した焼結体の組織観察を走査型電子顕微鏡 (SEM) で行った。図 2 - 図 5 に該焼結体の SEM 写真を示す。図 2 は撮影時の写真倍率が 1000 倍の SEM 写真 (写真中の縮尺目盛りは $10\text{ }\mu\text{m}$) で、図 3 は撮影時の写真倍率が 3000 倍の SEM 写真 (写真中の縮尺目盛りは $1\text{ }\mu\text{m}$) で、図 4 は撮影時の写真倍率が 5000 倍の SEM 写真 (写真中の縮尺目盛りは $1\text{ }\mu\text{m}$) で、図 5 は撮影時の写真倍率が 10000 倍の SEM 写真 (写真中の縮尺目盛りは $1\text{ }\mu\text{m}$) である。図 2 - 図 5 において黒色の部分が SiO_2 相であり、白色の部分が FePt 合金相である。図 2 - 図 5 からわかるように、組織全体に微細な SiO_2 相が分散した構造となっていることがわかる。

[0096] 撮影時の写真倍率が 10000 倍の図 5 の SEM 写真を用いて、インターセプト法によって SiO_2 相の平均の大きさを求めた。

[0097] 具体的には、図 5 の SEM 写真に、上下に 3 等分するように左右方向に 2 本の水平線を引くとともに、左右に 4 等分するように上下方向に 3 本の垂直線を引き、合計 5 本の直線を、図 5 の SEM 写真に引いた。

[0098] そして、 SiO_2 相の上を横切った部分の線分の長さの合計と、横切った SiO_2 相の数を、前記 5 本の直線それぞれについて求め、前記 5 本の直線について SiO_2 相の上を横切った部分の線分の長さの平均値を計算 (SiO_2 相の上を横切った部分の線分の長さの合計を横切った SiO_2 相の数で除す) により求め、その値をインターセプト法によって求めた SiO_2 相の平均の大きさとした。インターセプト法によって求めた SiO_2 相の平均の大きさは $0.34\text{ }\mu\text{m}$ であった。

[0099] (参考例 2)

本参考例 2 における混合粉末およびターゲットの組成の目標は ($50\text{ Fe} - 50\text{ Pt}$) - $30\text{ vol}\% \text{ TiO}_2$ である。即ち、金属成分の組成の目標は

50 at % Fe – 50 at % Pt であり、金属酸化物 (TiO_2) の含有量の目標は、ターゲット全体に対して 30 vol % である。なお、金属酸化物 (TiO_2) の含有量を vol % ではなく mol % で表示すると、本参考例 2 における混合粉末およびターゲットの組成の目標は (50 Fe – 50 Pt) – 15.34 mol % TiO_2 である。

[0100] 参考例 1 と同様にして作製した 50 at % Fe – 50 at % Pt 合金粉末 1100.00 g に、 TiO_2 の含有量が粉末全体に対して 30 vol % となるように平均粒径 0.07 μm で嵩密度 4.11 g/cm^3 の TiO_2 粉末を 126.85 g 添加し、ボールミルでその回転回数が累計で 3,741,120 回に達するまで混合して混合粉末を作製した。

[0101] 混合中、混合容器のふたは閉じ、混合容器内を混合ガス ($\text{Ar} + \text{O}_2$) で密閉した雰囲気中で、50 at % Fe – 50 at % Pt 合金粉末と TiO_2 粉末との混合を行った。

[0102] ボールミル累計回転回数が 935,280 回、1,870,560 回、2,805,840 回、3,741,120 回の各時点で混合容器を開放して、目視で発火の有無について確認したが、いずれの場合も発火は確認されなかった。

[0103] また、ボールミル累計回転回数が 1,870,560 回、2,805,840 回、3,741,120 回の各時点での混合粉末 30.00 g を用いて、雰囲気：20 Pa 未満の真空中でホットプレスを行い、直径 30 mm の円板状の焼結体を作製した。下記表 3 に、ホットプレス条件（焼結温度、焼結圧力、焼結時間）と得られた焼結体の相対密度を記す。なお、焼結体の理論密度は 12.10 g/cm^3 である。

[0104]

[表3]

ボールミル 累計回転回数 (回)	ホットプレス条件			焼結体の 相対密度 (%)	発火の有無
	焼結温度 (°C)	焼結圧力 (MPa)	焼結時間 (min)		
935, 280	—	—	—	—	—
1,870, 560	1000	26.2	45	97.54	無
2,805, 840	960	26.2	45	96.97	無
3,741, 120	950	26.2	45	96.69	無

[0105] 焼結体の相対密度は96%を超えており、得られた焼結体の空孔は少なかった。

[0106] また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の時点の混合粉末中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定した。また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定した。下記表4にその測定結果を示す。

[0107] [表4]

ボールミル累計回転回数 3,741,120回	酸素 (質量%)	窒素 (質量 ppm)
混合粉末	4.52	46
焼結体	3.96	31

[0108] 焼結体中の酸素含有量および窒素含有量は、どちらも混合粉末中の含有量と比較して減少しているが、酸素含有量の減少の程度は窒素含有量の減少の程度と比べて小さい。これは、混合粉末中および焼結体中のどちらにも金属酸化物である TiO_2 が含まれているためだと思われる。

[0109] また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の混合粉末を用いて作製した焼結体の組織観察を走査型電子顕微鏡（SEM）で行った。図6－図9に該焼結体のSEM写真を示す。図6は撮影時の写真倍率が1000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは10 μ m）で、図7は撮影時の写真倍率が3000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは1 μ m）で、図8は撮影時の写真倍率が5000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは1 μ m）で、図9は撮影時の写真倍率が10000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは1 μ m）である。図6－図9において黒色の部分がTiO₂相であり、白色の部分がFePt合金相である。図6－図9からわかるように、組織全体に微細なTiO₂相が分散した構造となっていることがわかる。

[0110] 撮影時の写真倍率が10000倍の図9のSEM写真を用いて、インターセプト法によってTiO₂相の平均の大きさを求めた。具体的な方法は参考例1の方法と同様である。

[0111] インターセプト法によって求めたTiO₂相の平均の大きさは0.28 μ mであった。

[0112] （参考例3）

本参考例3における混合粉末およびターゲットの組成の目標は（50Fe－50Pt）－36.63vol%B₂O₃である。即ち、金属成分の組成の目標は50at%Fe－50at%Ptであり、金属酸化物（B₂O₃）の含有量の目標は、ターゲット全体に対して36.63vol%である。なお、金属酸化物（B₂O₃）の含有量をvol%ではなくmol%で表示すると、本参考例3における混合粉末およびターゲットの組成の目標は（50Fe－50Pt）－11mol%B₂O₃である。

[0113] 参考例1と同様にして作製した50at%Fe－50at%Pt合金粉末1100.00gに、B₂O₃の含有量が粉末全体に対して36.63vol%となるようにB₂O₃粉末を75.44g添加し、ボールミルでその回転回数が累計で5,736,960回に達するまで混合して混合粉末を作製した。

[0114] 混合中、混合容器のふたは閉じ、混合容器内を混合ガス（Ar＋O₂）で密

閉した雰囲気中で、50at%Fe-50at%Pt合金粉末と B_2O_3 粉末との混合を行った。

[0115] ボールミル累計回転回数が935,280回、2,535,840回、4,136,400回、5,736,960回の各時点で混合容器を開放して、目視で発火の有無について確認したが、いずれの場合も発火は確認されなかった。

[0116] また、ボールミル累計回転回数が4,136,400回、5,736,960回の時点での混合粉末30.00gを用いて、雰囲気：20Pa未満の真空中でホットプレスを行い、直径30mmの円板状の焼結体を作製した。下記表5に、ホットプレス条件（焼結温度、焼結圧力、焼結時間）と得られた焼結体の相対密度を記す。なお、焼結体の理論密度は 10.50 g/cm^3 である。この焼結体の理論密度 10.50 g/cm^3 に基づき焼結体の相対密度を算出したところ、下記表5に示すように、103.95%（ボールミル累計回転回数4,136,400回）、105.22%（ボールミル累計回転回数5,736,960回）となった。

[0117] [表5]

ボールミル 累計回転回数 (回)	ホットプレス条件			焼結体の 相対密度 (%)	発火の有無
	焼結温度 (℃)	焼結圧力 (MPa)	焼結時間 (min)		
935,280	—	—	—	—	無
2,535,840	—	—	—	—	無
4,136,400	810	26.2	45	103.95	無
5,736,960	840	26.2	45	105.22	無

[0118] 焼結体の相対密度は100%を超えており、得られた焼結体の空孔は少なかった。

[0119] また、ボールミル累計回転回数が5,736,960回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定した。下記表6にその測定結果を示す。

[0120] [表6]

ボールミル累計回転回数	酸素	窒素
5, 7 3 6, 9 6 0回	(質量%)	(質量 ppm)
焼結体	4. 8 3	3 5

[0121] また、ボールミル累計回転回数が5,736,960回の混合粉末を用いて作製した焼結体中のFe、Pt、Bの含有量をICPで分析した。下記表7にその分析結果を焼結前の混合粉末におけるFe、Pt、Bの含有量とともに示す。焼結前の混合粉末におけるFe、Pt、Bの含有量は、ICPで分析した結果ではなく、混合粉末作製のために配合した原料粉末の量から算出した計算値（理論値）である。

[0122] [表7]

ボールミル累計回転回数	Fe	Pt	B
5,736,960回	(質量%)	(質量%)	(質量%)
混合粉末	20.83	72.75	1.99
焼結体	19.76	72.99	2.02

[0123] また、ボールミル累計回転回数が5,736,960回の混合粉末を用いて作製した焼結体の組織観察を走査型電子顕微鏡（SEM）で行った。図10～図13に該焼結体のSEM写真を示す。図10は撮影時の写真倍率が1000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは10μm）で、図11は撮影時の写真倍率が3000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは1μm）で、図12は撮影時の写真倍率が5000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは1μm）で、図13は撮影時の写真倍率が10000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは1μm）である。図10～図13において黒色の部分がB₂O₃相であり、灰色の部分がFePt合金相である。図10～図13からわかるように、組織全体に微細なB₂O₃相が分散した構造となっていることがわ

かる。

[0124] 撮影時の写真倍率が10000倍の図13のSEM写真を用いて、インターセプト法によって B_2O_3 相の平均の大きさを求めた。具体的な方法は実施例1の方法と同様である。

[0125] インターセプト法によって求めた B_2O_3 相の平均の大きさは $0.22\mu m$ であった。

[0126] (参考例4)

本参考例4における混合粉末およびターゲットの組成の目標は(50Fe-50Pt)-12.07vol% B_2O_3 -24.68vol% SiO_2 である。即ち、金属成分の組成の目標は50at%Fe-50at%Ptであり、金属酸化物である B_2O_3 の含有量の目標は、ターゲット全体に対して12.07vol%であり、金属酸化物である SiO_2 の含有量の目標は、ターゲット全体に対して24.68vol%である。なお、 B_2O_3 および SiO_2 の含有量をvol%ではなくmol%で表示すると、本参考例4における混合粉末およびターゲットの組成の目標は(50Fe-50Pt)-3.53mol% B_2O_3 -10mol% SiO_2 である。

[0127] 参考例1と同様にして作製した50at%Fe-50at%Pt合金粉末970.00gに、 B_2O_3 の含有量が粉末全体に対して12.07vol%となるように B_2O_3 粉末を21.97g添加し、 SiO_2 の含有量が粉末全体に対して24.68vol%となるように平均粒径 $0.7\mu m$ で嵩密度 $2.20g/cm^3$ の SiO_2 粉末を53.72g添加し、ボールミルでその回転回数が累計で3,852,360回に達するまで混合して混合粉末を作製した。

[0128] 混合中、混合容器のふたは閉じ、混合容器内を混合ガス($Ar+O_2$)で密閉した雰囲気中で、50at%Fe-50at%Pt合金粉末と B_2O_3 粉末と SiO_2 粉末との混合を行った。

[0129] ボールミル累計回転回数が1,046,520回、1,981,800回、2,917,080回、3,852,360回の各時点で混合容器を開放して、目視で発火の有無について確認したが、いずれの場合も発火は確認されなかつ

た。

[0130] また、ボールミル累計回転回数が3,852,360回の時点での混合粉末30.00gを用いて、雰囲気：20Pa未満の真空中でホットプレスを行い、直径30mmの円板状の焼結体を作製した。下記表8に、ホットプレス条件（焼結温度、焼結圧力、焼結時間）と得られた焼結体の相対密度を記す。なお、焼結前の混合粉末と焼結後の焼結体とで含有されるB、Siの量に変動がない場合、焼結体の理論密度は10.57g/cm³であるが、焼結体をICPで分析した結果、Bの含有量が焼結前の混合粉末よりも0.01質量%減少し、Siの含有量が焼結前の混合粉末よりも0.04質量%減少していた（表10参照）。これらを考慮するとともに、焼結体中のBは全てB₂O₃となっており焼結体中のSiは全てSiO₂となっていると仮定して、焼結体の理論密度を算出したところ、10.59g/cm³となった。この焼結体の理論密度10.59g/cm³に基づき焼結体の相対密度を算出したところ、下記表8に示すように100.38%となった。

[0131] [表8]

ボールミル 累計回転回数 (回)	ホットプレス条件			焼結体の 相対密度 (%)	発火の有無
	焼結温度 (°C)	焼結圧力 (MPa)	焼結時間 (min)		
1,046,520	—	—	—	—	無
1,981,800	—	—	—	—	無
2,917,080	—	—	—	—	無
3,852,360	830	26.2	45	100.38	無

[0132] 焼結体の相対密度は100%程度であり、得られた焼結体の空孔は少なかった。なお、上記表8に示す焼結体の相対密度は100.38%であり、100%を超えているが、これは測定誤差であると思われる。

[0133] また、ボールミル累計回転回数が3,852,360回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸

素窒素同時分析装置で測定した。下記表 9 にその測定結果を示す。

[0134] [表9]

ボールミル累計回転回数 3, 8 5 2, 3 6 0回	酸素 (質量%)	窒素 (質量 ppm)
焼結体	4. 1 9	2 5

[0135] また、ボールミル累計回転回数が 3, 8 5 2, 3 6 0 回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の F e、P t、B、S i の含有量を I C P で分析した。その分析結果を下記表 1 0 に焼結前の混合粉末における F e、P t、B、S i の含有量とともに示す。

[0136] [表10]

ボールミル累計回転回数 3, 8 5 2, 3 6 0回	F e (質量%)	P t (質量%)	B (質量%)	S i (質量%)
混合粉末	2 0. 6 4	7 2. 1 2	0. 6 5	2. 4 0
焼結体	2 1. 2 4	7 1. 6 7	0. 6 4	2. 3 6

[0137] また、ボールミル累計回転回数が 3, 8 5 2, 3 6 0 回の混合粉末を用いて作製した焼結体の組織観察を走査型電子顕微鏡 (S E M) で行った。図 1 4ー図 1 7 に該焼結体の S E M 写真を示す。図 1 4 は撮影時の写真倍率が 1 0 0 0 倍の S E M 写真 (写真中の縮尺目盛りは 1 0 μ m) で、図 1 5 は撮影時の写真倍率が 3 0 0 0 倍の S E M 写真 (写真中の縮尺目盛りは 1 μ m) で、図 1 6 は撮影時の写真倍率が 5 0 0 0 倍の S E M 写真 (写真中の縮尺目盛りは 1 μ m) で、図 1 7 は撮影時の写真倍率が 1 0 0 0 0 倍の S E M 写真 (写真中の縮尺目盛りは 1 μ m) である。図 1 4ー図 1 7 において黒色の部分が金属酸化物相 (B₂O₃相および S i O₂相) であり、灰色の部分が F e P t 合金相である。図 1 4ー図 1 7 からわかるように、組織全体に微細な金属酸化物相 (B₂O₃相および S i O₂相) が分散した構造となっていることがわかる。

[0138] 撮影時の写真倍率が10000倍の図17のSEM写真を用いて、インターセプト法によって金属酸化物相 (B_2O_3 相および SiO_2 相を合わせた相) の平均の大きさを求めた。具体的な方法は実施例1の方法と同様である。

[0139] インターセプト法によって求めた金属酸化物相 (B_2O_3 相および SiO_2 相を合わせた相) の平均の大きさは $0.27 \mu m$ であった。

[0140] (実施例1)

本実施例1における混合粉末およびターゲットの組成の目標は ($50Fe - 50Pt$) - $6 vol\% C - 24 vol\% SiO_2$ である。即ち、金属成分の組成の目標は $50 at\% Fe - 50 at\% Pt$ であり、Cの含有量の目標は、ターゲット全体に対して $6 vol\%$ であり、金属酸化物 (SiO_2) の含有量の目標は、ターゲット全体に対して $24 vol\%$ である。なお、Cおよび金属酸化物 (SiO_2) の含有量を $vol\%$ ではなく $mol\%$ で表示すると、本実施例1における混合粉末およびターゲットの組成の目標は ($50Fe - 50Pt$) - $10.60 mol\% C - 8.25 mol\% SiO_2$ である。

[0141] 参考例1と同様にして作製した $50 at\% Fe - 50 at\% Pt$ 合金粉末 $1100.00 g$ に、Cの含有量が粉末全体に対して $5.7 vol\%$ となるように平均粒径 $35 \mu m$ で嵩密度 $0.25 g/cm^3$ のC粉末を $13.72 g$ 添加し、 SiO_2 の含有量が粉末全体に対して $23.4 vol\%$ となるように平均粒径 $0.7 \mu m$ で嵩密度 $2.20 g/cm^3$ の SiO_2 粉末を $53.44 g$ 添加し、ボールミルでその回転回数が累計で $3,741,120$ 回に達するまで混合して混合粉末を作製した。

[0142] 混合中、混合容器のふたは閉じ、混合容器内を混合ガス ($Ar + O_2$) で密閉した雰囲気中で、 $50 at\% Fe - 50 at\% Pt$ 合金粉末とC粉末と SiO_2 粉末との混合を行った。

[0143] ボールミル累計回転回数が $935,280$ 回、 $1,870,560$ 回、 $2,805,840$ 回、 $3,741,120$ 回の各時点で混合容器を開放して、目視で発火の有無について確認したが、いずれの場合も発火は確認されなかった。

[0144] また、ボールミル累計回転回数が $3,741,120$ 回の時点での混合粉末

30.00gを用いて、雰囲気：20Pa未満の真空中でホットプレスを行い、直径30mmの円板状の焼結体を作製した。下記表11に、ホットプレス条件（焼結温度、焼結圧力、焼結時間）と得られた焼結体の相対密度を記す。なお、焼結体の理論密度は 11.51 g/cm^3 であるが、この値は、混合時および焼結時に減少した炭素量を考慮して算出した値（表12に示す焼結体中の炭素含有量を用いて算出した値）であり、この理論密度に基づき焼結体の相対密度を算出した。

[0145] [表11]

ボールミル 累計回転回数 (回)	ホットプレス条件			焼結体の 相対密度 (%)	発火の有無
	焼結温度 (°C)	焼結圧力 (MPa)	焼結時間 (min)		
935,280	—	—	—	—	無
1,870,560	—	—	—	—	無
2,805,840	—	—	—	—	無
3,741,120	1270	24.5	45	97.31	無

[0146] 焼結体の相対密度は97%を超えており、得られた焼結体の空孔は少なかった。

[0147] また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の時点の混合粉末中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定し、炭素の含有量をHORIBA社製の炭素硫黄分析装置で測定した。また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定し、炭素の含有量をHORIBA社製の炭素硫黄分析装置で測定した。下記表12にその測定結果を示す。

[0148]

[表12]

ボールミル累計回転回数 3, 741, 120回	酸素 (質量%)	窒素 (質量 ppm)	炭素 (質量%)
混合粉末	1. 56	130	3. 27
焼結体	1. 06	10	2. 18

[0149] 焼結体中の酸素含有量および窒素含有量は、どちらも混合粉末中の含有量

と比較して減少しているが、酸素含有量の減少の程度は窒素含有量の減少の

程度と比べて小さい。これは、混合粉末中および焼結体中のどちらにも金属

酸化物である SiO_2 が含まれているためだと思われる。

[0150] また、焼結体中の酸素含有量および窒素含有量を混合粉のそれと比較する

と、本実施例 1 の焼結による酸素含有量および窒素含有量の減少の程度は、

参考例 1、2 の場合と比べて大きくくなっている。これは、本実施例 1 の混合

粉には C 粉末が含まれるため、この C 粉末の表面に酸素および窒素が吸着し

ていたことに起因すると思われる。

[0151] また、ボールミル累計回転回数が 3, 741, 120 回の混合粉末を用いて

作製した焼結体の組織観察を走査型電子顕微鏡 (SEM) で行った。図 18

—図 21 に該焼結体の SEM 写真を示す。図 18 は撮影時の写真倍率が 10

00 倍の SEM 写真 (写真中の縮尺目盛りは $10\mu m$) で、図 19 は撮影時

の写真倍率が 3000 倍の SEM 写真 (写真中の縮尺目盛りは $1\mu m$) で、

図 20 は撮影時の写真倍率が 5000 倍の SEM 写真 (写真中の縮尺目盛り

は $1\mu m$) で、図 21 は撮影時の写真倍率が 10000 倍の SEM 写真 (写

真中の縮尺目盛りは $1\mu m$) である。図 18—図 21 において黒色の部分が

C 相および SiO_2 相であり、白色の部分が FePt 合金相である。図 18—

図 21 からわかるように、組織全体に微細な C 相および SiO_2 相が分散した

構造となっていることがわかる。

[0152] 撮影時の写真倍率が 10000 倍の図 21 の SEM 写真を用いて、インタ

ーセプト法によってC相およびS i O₂相を合わせた相の平均の大きさを求めた。具体的な方法は実施例1の方法と同様である。なお、C相およびS i O₂相を合わせた相とは、C相およびS i O₂相を区別せず同一の相と考えて選出した相のことである。

[0153] インターセプト法によって求めたC相およびS i O₂相を合わせた相の平均の大きさは0.28 μmであった。

[0154] (実施例2)

本実施例2における混合粉末およびターゲットの組成の目標は(50Fe-50Pt)-9vol% C-21vol% S i O₂である。即ち、金属成分の組成の目標は50at% Fe-50at% Ptであり、Cの含有量の目標は、ターゲット全体に対して9vol%であり、金属酸化物(S i O₂)の含有量の目標は、ターゲット全体に対して21vol%である。なお、Cおよび金属酸化物(S i O₂)の含有量をvol%ではなくmol%で表示すると、本実施例2における混合粉末およびターゲットの組成の目標は(50Fe-50Pt)-15.24mol% C-6.92mol% S i O₂である。

[0155] 参考例1と同様にして作製した50at% Fe-50at% Pt合金粉末1100.00gに、Cの含有量が混合粉末全体に対して8.8vol%となるように平均粒径35 μmで嵩密度0.25 g/cm³のC粉末を20.57g添加し、S i O₂の含有量が粉末全体に対して21.2vol%となるように平均粒径0.7 μmで嵩密度2.20 g/cm³のS i O₂粉末を47.73g添加し、ボールミルでその回転回数が累計で3,741,120回に達するまで混合して混合粉末を作製した。

[0156] 混合中、混合容器のふたは閉じ、混合容器内を混合ガス(Ar+O₂)で密閉した雰囲気中で、50at% Fe-50at% Pt合金粉末とC粉末とS i O₂粉末との混合を行った。

[0157] ボールミル累計回転回数が935,280回、1,870,560回、2,805,840回、3,741,120回の各時点で混合容器を開放して、目視で発火の有無について確認したが、いずれの場合も発火は確認されなかった。

[0158] また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の時点での混合粉末30.00gを用いて、雰囲気：20Pa未満の真空中でホットプレスを行い、直径30mmの円板状の焼結体を作製した。下記表13に、ホットプレス条件（焼結温度、焼結圧力、焼結時間）と得られた焼結体の相対密度を記す。なお、焼結体の理論密度は 11.51 g/cm^3 であるが、この値は、混合時および焼結時に減少した炭素量を考慮して算出した値（表14に示す焼結体中の炭素含有量を用いて算出した値）であり、この理論密度に基づき焼結体の相対密度を算出した。

[0159] [表13]

ボールミル 累計回転回数 (回)	ホットプレス条件			焼結体の 相対密度 (%)	発火の有無
	焼結温度 (℃)	焼結圧力 (MPa)	焼結時間 (min)		
935,280	—	—	—	—	無
1,870,560	—	—	—	—	無
2,805,840	—	—	—	—	無
3,741,120	1280	24.5	45	97.50	無

[0160] 焼結体の相対密度は97%を超えており、得られた焼結体の空孔は少なかった。

[0161] また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の時点の混合粉末中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定し、炭素の含有量をHORIBA社製の炭素硫黄分析装置で測定した。また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定し、炭素の含有量をHORIBA社製の炭素硫黄分析装置で測定した。下記表14にその測定結果を示す。

[0162]

[表14]

ボールミル累計回転回数 3, 7 4 1, 1 2 0回	酸素 (質量%)	窒素 (質量 ppm)	炭素 (質量%)
混合粉末	3. 5 0	1 6 4	2. 3 1
焼結体	1. 9 5	5	1. 7 6

[0163] 焼結体中の酸素含有量および窒素含有量は、どちらも混合粉末中の含有量と比較して減少しているが、酸素含有量の減少の程度は窒素含有量の減少の程度と比べて小さい。これは、混合粉末中および焼結体中のどちらにも金属酸化物である SiO_2 が含まれているためだと思われる。

[0164] また、焼結体中の酸素含有量および窒素含有量を混合粉末のそれと比較すると、本実施例2の焼結による酸素含有量および窒素含有量の減少の程度は、参考例1、2の場合と比べて大きくなっている。これは、本実施例2の混合粉末にはC粉末が含まれるため、このC粉末の表面に酸素および窒素が吸着していたことに起因すると思われる。

[0165] また、ボールミル累計回転回数が3, 7 4 1, 1 2 0回の混合粉末を用いて作製した焼結体の組織観察を走査型電子顕微鏡 (SEM) で行った。図22ー図25に該焼結体のSEM写真を示す。図22は撮影時の写真倍率が1000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは10 μm) で、図23は撮影時の写真倍率が3000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) で、図24は撮影時の写真倍率が5000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) で、図25は撮影時の写真倍率が10000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) である。図22ー図25において黒色の部分がC相および SiO_2 相であり、白色の部分がFePt合金相である。図22ー図25からわかるように、組織全体に微細なC相および SiO_2 相が分散した構造となっていることがわかる。

[0166] 撮影時の写真倍率が10000倍の図25のSEM写真を用いて、インターセプト法によってC相および SiO_2 相を合わせた相の平均の大きさを求め

た。具体的な方法は実施例1の方法と同様である。なお、C相および SiO_2 相を合わせた相とは、C相および SiO_2 相を区別せず同一の相と考えて選出した相のことである。

[0167] インターセプト法によって求めたC相および SiO_2 相を合わせた相の平均の大きさは $0.23\mu\text{m}$ であった。

[0168] (実施例3)

本実施例3における混合粉末およびターゲットの組成の目標は $(50\text{Fe}-50\text{Pt})-12\text{vol}\%\text{C}-18\text{vol}\%\text{SiO}_2$ である。即ち、金属成分の組成の目標は $50\text{at}\%\text{Fe}-50\text{at}\%\text{Pt}$ であり、Cの含有量の目標は、ターゲット全体に対して $12\text{vol}\%$ であり、金属酸化物(SiO_2)の含有量の目標は、ターゲット全体に対して $18\text{vol}\%$ である。なお、Cおよび金属酸化物(SiO_2)の含有量を $\text{vol}\%$ ではなく $\text{mol}\%$ で表示すると、本実施例3における混合粉末およびターゲットの組成の目標は $(50\text{Fe}-50\text{Pt})-19.53\text{mol}\%\text{C}-5.70\text{mol}\%\text{SiO}_2$ である。

[0169] 参考例1と同様にして作製した $50\text{at}\%\text{Fe}-50\text{at}\%\text{Pt}$ 合金粉末 1100.00g に、Cの含有量が混合粉末全体に対して $8.8\text{vol}\%$ となるように平均粒径 $35\mu\text{m}$ で嵩密度 $0.25\text{g}/\text{cm}^3$ のC粉末を 27.44g 添加し、 SiO_2 の含有量が粉末全体に対して $21.2\text{vol}\%$ となるように平均粒径 $0.7\mu\text{m}$ で嵩密度 $2.20\text{g}/\text{cm}^3$ の SiO_2 粉末を 40.07g 添加し、ボールミルでその回転回数が累計で $3,741,120$ 回に達するまで混合して混合粉末を作製した。

[0170] 混合中、混合容器のふたは閉じ、混合容器内を混合ガス($\text{Ar}+\text{O}_2$)で密閉した雰囲気中で、 $50\text{at}\%\text{Fe}-50\text{at}\%\text{Pt}$ 合金粉末とC粉末と SiO_2 粉末との混合を行った。

[0171] ボールミル累計回転回数が $935,280$ 回、 $1,870,560$ 回、 $2,805,840$ 回、 $3,741,120$ 回の各時点で混合容器を開放して、目視で発火の有無について確認したが、いずれの場合も発火は確認されなかった。

[0172] また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の時点での混合粉末30.00gを用いて、雰囲気：20Pa未満の真空中でホットプレスを行い、直径30mmの円板状の焼結体を作製した。下記表15に、ホットプレス条件（焼結温度、焼結圧力、焼結時間）と得られた焼結体の相対密度を記す。なお、焼結体の理論密度は 11.52 g/cm^3 であるが、この値は、混合時および焼結時に減少した炭素量を考慮して算出した値（表16に示す焼結体中の炭素含有量を用いて算出した値）であり、この理論密度に基づき焼結体の相対密度を算出した。

[0173] [表15]

ボールミル 累計回転回数 (回)	ホットプレス条件			焼結体の 相対密度 (%)	発火の有無
	焼結温度 (°C)	焼結圧力 (MPa)	焼結時間 (min)		
935,280	—	—	—	—	無
1,870,560	—	—	—	—	無
2,805,840	—	—	—	—	無
3,741,120	1300	24.5	45	96.68	無

[0174] 焼結体の相対密度は96%を超えており、得られた焼結体の空孔は少なかった。

[0175] また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の時点の混合粉末中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定し、炭素の含有量をHORIBA社製の炭素硫黄分析装置で測定した。また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定し、炭素の含有量をHORIBA社製の炭素硫黄分析装置で測定した。下記表16にその測定結果を示す。

[0176]

[表16]

ボールミル累計回転回数 3, 7 4 1, 1 2 0回	酸素 (質量%)	窒素 (質量 ppm)	炭素 (質量%)
混合粉末	3. 2 6	2 0 9	3. 1 2
焼結体	1. 7 9	1 0	2. 4 7

[0177] 焼結体中の酸素含有量および窒素含有量は、どちらも混合粉末中の含有量と比較して減少しているが、酸素含有量の減少の程度は窒素含有量の減少の程度と比べて小さい。これは、混合粉末中および焼結体中のどちらにも金属酸化物である SiO_2 が含まれているためだと思われる。

[0178] また、焼結体中の酸素含有量および窒素含有量を混合粉末のそれと比較すると、本実施例3の焼結による酸素含有量および窒素含有量の減少の程度は、参考例1、2の場合と比べて大きくなっている。これは、本実施例3の混合粉にはC粉末が含まれるため、このC粉末の表面に酸素および窒素が吸着していたことに起因すると思われる。

[0179] また、ボールミル累計回転回数が3, 7 4 1, 1 2 0回の混合粉末を用いて作製した焼結体の組織観察を走査型電子顕微鏡 (SEM) で行った。図26ー図29に該焼結体のSEM写真を示す。図26は撮影時の写真倍率が1000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは10 μm) で、図27は撮影時の写真倍率が3000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) で、図28は撮影時の写真倍率が5000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) で、図29は撮影時の写真倍率が10000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) である。図26ー図29において黒色の部分がC相および SiO_2 相であり、白色の部分がFePt合金相である。図26ー図29からわかるように、組織全体に微細なC相および SiO_2 相が分散した構造となっていることがわかる。

[0180] 撮影時の写真倍率が10000倍の図29のSEM写真を用いて、インターセプト法によってC相および SiO_2 相を合わせた相の平均の大きさを求め

た。具体的な方法は実施例1の方法と同様である。なお、C相および SiO_2 相を合わせた相とは、C相および SiO_2 相を区別せず同一の相と考えて選出した相のことである。

[0181] インターセプト法によって求めたC相および SiO_2 相を合わせた相の平均の大きさは $0.30\mu\text{m}$ であった。

[0182] (実施例4)

本実施例4における混合粉末およびターゲットの組成の目標は $(50\text{Fe}-50\text{Pt})-15\text{vol}\%\text{C}-15\text{vol}\%\text{SiO}_2$ である。即ち、金属成分の組成の目標は $50\text{at}\%\text{Fe}-50\text{at}\%\text{Pt}$ であり、Cの含有量の目標は、ターゲット全体に対して $15\text{vol}\%$ であり、金属酸化物(SiO_2)の含有量の目標は、ターゲット全体に対して $15\text{vol}\%$ である。なお、Cおよび金属酸化物(SiO_2)の含有量を $\text{vol}\%$ ではなく $\text{mol}\%$ で表示すると、本実施例4における混合粉末およびターゲットの組成の目標は $(50\text{Fe}-50\text{Pt})-23.48\text{mol}\%\text{C}-4.57\text{mol}\%\text{SiO}_2$ である。

[0183] 参考例1と同様にして作製した $50\text{at}\%\text{Fe}-50\text{at}\%\text{Pt}$ 合金粉末 1100.00g に、Cの含有量が混合粉末全体に対して $15\text{vol}\%$ となるように平均粒径 $35\mu\text{m}$ で嵩密度 $0.25\text{g}/\text{cm}^3$ のC粉末を 34.37g 添加し、 SiO_2 の含有量が粉末全体に対して $15\text{vol}\%$ となるように平均粒径 $0.7\mu\text{m}$ で嵩密度 $2.20\text{g}/\text{cm}^3$ の SiO_2 粉末を 33.46g 添加し、ボールミルでその回転回数が累計で $3,741,120$ 回に達するまで混合して混合粉末を作製した。

[0184] 混合中、混合容器のふたは閉じ、混合容器内を混合ガス($\text{Ar}+\text{O}_2$)で密閉した雰囲気中で、 $50\text{at}\%\text{Fe}-50\text{at}\%\text{Pt}$ 合金粉末とC粉末と SiO_2 粉末との混合を行った。

[0185] ボールミル累計回転回数が $935,280$ 回、 $1,870,560$ 回、 $2,805,840$ 回、 $3,741,120$ 回の各時点で混合容器を開放して、目視で発火の有無について確認したが、いずれの場合も発火は確認されなかった。

[0186] また、ボールミル累計回転回数が1,870,560回、2,805,840回、3,741,120回の各時点での混合粉末30.00gを用いて、雰囲気：20Pa未満の真空中でホットプレスを行い、直径30mmの円板状の焼結体を作製した。下記表17に、ホットプレス条件（焼結温度、焼結圧力、焼結時間）と得られた焼結体の相対密度を記す。なお、焼結体の理論密度は 11.51 g/cm^3 であるが、この値は、混合時および焼結時に減少した炭素量を考慮して算出した値（表18に示す焼結体中の炭素含有量を用いて算出した値）であり、この理論密度に基づき焼結体（ボールミル累計回転回数が3,741,120回の時点での混合粉末を用いて作製した焼結体）の相対密度を算出した。

[0187] [表17]

ボールミル 累計回転回数 (回)	ホットプレス条件			焼結体の 相対密度 (%)	発火の有無
	焼結温度 (°C)	焼結圧力 (MPa)	焼結時間 (min)		
935,280	—	—	—	—	無
1,870,560	1370	26.2	45	—	無
2,805,840	1300	26.2	45	—	無
3,741,120	1290	26.2	45	95.81	無

[0188] 焼結体の相対密度は95%を超えており、得られた焼結体の空孔は少なかった。

[0189] また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の時点の混合粉末中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定し、炭素の含有量をHORIBA社製の炭素硫黄分析装置で測定した。また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定し、炭素の含有量をHORIBA社製の炭素硫黄分析装置で測定した。下記表18にその測定結果を示す。

[0190] [表18]

ボールミル累計回転回数 3, 7 4 1, 1 2 0回	酸素 (質量%)	窒素 (質量 ppm)	炭素 (質量%)
混合粉末	3. 2 2	1 8 6	2. 8 7
焼結体	1. 3 9	6	2. 2 4

[0191] 焼結体中の酸素含有量および窒素含有量は、どちらも混合粉末中の含有量と比較して減少しているが、酸素含有量の減少の程度は窒素含有量の減少の程度と比べて小さい。これは、混合粉末中および焼結体中のどちらにも金属酸化物である SiO_2 が含まれているためだと思われる。

[0192] また、焼結体中の酸素含有量および窒素含有量を混合粉末のそれと比較すると、本実施例4の焼結による酸素含有量および窒素含有量の減少の程度は、参考例1、2の場合と比べて大きくなっている。これは、本実施例4の混合粉末にはC粉末が含まれるため、このC粉末の表面に酸素および窒素が吸着していたことに起因すると思われる。

[0193] また、ボールミル累計回転回数が3, 7 4 1, 1 2 0回の混合粉末を用いて作製した焼結体の組織観察を走査型電子顕微鏡 (SEM) で行った。図30ー図33に該焼結体のSEM写真を示す。図30は撮影時の写真倍率が1000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは10 μm) で、図31は撮影時の写真倍率が3000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) で、図32は撮影時の写真倍率が5000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) で、図33は撮影時の写真倍率が10000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) である。図30ー図33において黒色の部分がC相および SiO_2 相であり、白色の部分がFePt合金相である。図30ー図33からわかるように、組織全体に微細なC相および SiO_2 相が分散した構造となっていることがわかる。

[0194] 撮影時の写真倍率が10000倍の図33のSEM写真を用いて、インターセプト法によってC相および SiO_2 相を合わせた相の平均の大きさを求め

た。具体的な方法は実施例1の方法と同様である。なお、C相および SiO_2 相を合わせた相とは、C相および SiO_2 相を区別せず同一の相と考えて選出した相のことである。

[0195] インターセプト法によって求めたC相および SiO_2 相を合わせた相の平均の大きさは $0.20\mu\text{m}$ であった。

[0196] (実施例5)

本実施例5における混合粉末およびターゲットの組成の目標は $(50\text{Fe}-50\text{Pt})-15\text{vol}\%\text{C}-15\text{vol}\%\text{TiO}_2$ である。即ち、金属成分の組成の目標は $50\text{at}\%\text{Fe}-50\text{at}\%\text{Pt}$ であり、Cの含有量の目標は、ターゲット全体に対して $15\text{vol}\%$ であり、金属酸化物(TiO_2)の含有量の目標は、ターゲット全体に対して $15\text{vol}\%$ である。なお、Cおよび金属酸化物(TiO_2)の含有量を $\text{vol}\%$ ではなく $\text{mol}\%$ で表示すると、本実施例5における混合粉末およびターゲットの組成の目標は $(50\text{Fe}-50\text{Pt})-23.04\text{mol}\%\text{C}-6.39\text{mol}\%\text{TiO}_2$ である。

[0197] 参考例1と同様にして作製した $50\text{at}\%\text{Fe}-50\text{at}\%\text{Pt}$ 合金粉末 1100.00g に、Cの含有量が混合粉末全体に対して $15\text{vol}\%$ となるように平均粒径 $35\mu\text{m}$ で嵩密度 $0.25\text{g}/\text{cm}^3$ のC粉末を 34.38g 添加し、 TiO_2 の含有量が粉末全体に対して $15\text{vol}\%$ となるように平均粒径 $0.07\mu\text{m}$ で嵩密度 $4.11\text{g}/\text{cm}^3$ の TiO_2 粉末を 63.41g 添加し、ボールミルでその回転回数が累計で $3,741,120$ 回に達するまで混合して混合粉末を作製した。

[0198] 混合中、混合容器のふたは閉じ、混合容器内を混合ガス($\text{Ar}+\text{O}_2$)で密閉した雰囲気中で、 $50\text{at}\%\text{Fe}-50\text{at}\%\text{Pt}$ 合金粉末とC粉末と SiO_2 粉末との混合を行った。

[0199] ボールミル累計回転回数が $935,280$ 回、 $1,870,560$ 回、 $2,805,840$ 回、 $3,741,120$ 回の各時点で混合容器を開放して、目視で発火の有無について確認したが、いずれの場合も発火は確認されなかった。

[0200] また、ボールミル累計回転回数が1,870,560回、2,805,840回、3,741,120回の各時点での混合粉末30.00gを用いて、雰囲気：20Pa未満の真空中でホットプレスを行い、直径30mmの円板状の焼結体を作製した。下記表19に、ホットプレス条件（焼結温度、焼結圧力、焼結時間）と得られた焼結体の相対密度を記す。なお、焼結体の理論密度は12.45g/cm³であるが、この値は、混合時および焼結時に減少した炭素量を考慮して算出した値（表20に示す焼結体中の炭素含有量を用いて算出した値）であり、この理論密度に基づき焼結体（ボールミル累計回転回数が3,741,120回の時点での混合粉末を用いて作製した焼結体）の相対密度を算出した。

[0201] [表19]

ボールミル 累計回転回数 (回)	ホットプレス条件			焼結体の 相対密度 (%)	発火の有無
	焼結温度 (℃)	焼結圧力 (MPa)	焼結時間 (min)		
935,280	—	—	—	—	無
1,870,560	1350	26.2	45	—	無
2,805,840	1290	26.2	45	—	無
3,741,120	1280	26.2	45	95.00	無

[0202] 焼結体の相対密度は95%であり、得られた焼結体の空孔は少なかった。

[0203] また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の時点の混合粉末中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定し、炭素の含有量をHORIBA社製の炭素硫黄分析装置で測定した。また、ボールミル累計回転回数が3,741,120回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定し、炭素の含有量をHORIBA社製の炭素硫黄分析装置で測定した。下記表20にその測定結果を示す。

[0204]

[表20]

ボールミル累計回転回数 3, 7 4 1, 1 2 0回	酸素 (質量%)	窒素 (質量 ppm)	炭素 (質量%)
混合粉末	4. 5 5	1 1 7	2. 7 2
焼結体	1. 8 8	5	1. 8 6

[0205] 焼結体中の酸素含有量および窒素含有量は、どちらも混合粉末中の含有量と比較して減少しているが、酸素含有量の減少の程度は窒素含有量の減少の程度と比べて小さい。これは、混合粉末中および焼結体中のどちらにも金属酸化物である TiO_2 が含まれているためだと思われる。

[0206] また、焼結体中の酸素含有量および窒素含有量を混合粉末のそれと比較すると、本実施例5の焼結による酸素含有量および窒素含有量の減少の程度は、参考例1、2の場合と比べて大きくなっている。これは、本実施例5の混合粉末にはC粉末が含まれるため、このC粉末の表面に酸素および窒素が吸着していたことに起因すると思われる。

[0207] また、ボールミル累計回転回数が3, 7 4 1, 1 2 0回の混合粉末を用いて作製した焼結体の組織観察を走査型電子顕微鏡 (SEM) で行った。図34ー図37に該焼結体のSEM写真を示す。図34は撮影時の写真倍率が1000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは10 μm) で、図35は撮影時の写真倍率が3000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) で、図36は撮影時の写真倍率が5000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) で、図37は撮影時の写真倍率が10000倍のSEM写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μm) である。図34ー図37において黒色の部分がC相および TiO_2 相であり、白色の部分がFePt合金相である。図34ー図37からわかるように、組織全体に微細なC相および TiO_2 相が分散した構造となっていることがわかる。

[0208] 撮影時の写真倍率が10000倍の図37のSEM写真を用いて、インターセプト法によってC相および TiO_2 相を合わせた相の平均の大きさを求め

た。具体的な方法は実施例1の方法と同様である。なお、C相および TiO_2 相を合わせた相とは、C相および TiO_2 相を区別せず同一の相と考えて選出した相のことである。

[0209] インターセプト法によって求めたC相および TiO_2 相を合わせた相の平均の大きさは $0.29\mu m$ であった。

[0210] (参考例5)

本参考例5における混合粉末およびターゲットの組成の目標は $(45Fe-45Pt-10Cu)-15vol\%C-15vol\%SiO_2$ である。即ち、金属成分の組成の目標は $45at\%Fe-45at\%Pt-10at\%Cu$ であり、Cの含有量の目標は、ターゲット全体に対して $15vol\%$ であり、金属酸化物(SiO_2)の含有量の目標は、ターゲット全体に対して $15vol\%$ である。なお、Cおよび金属酸化物(SiO_2)の含有量を $vol\%$ ではなく $mol\%$ で表示すると、本参考例5における混合粉末およびターゲットの組成の目標は $(45Fe-45Pt-10Cu)-24mol\%C-5mol\%SiO_2$ である。

[0211] 合金組成が $Fe:45at\%$ 、 $Pt:45at\%$ 、 $Cu:10at\%$ となるようにバルク状の各金属を秤量し、高周波で加熱して $1800^\circ C$ の $Fe-Pt-Cu$ 合金溶湯とし、アルゴンガスを用いたガスアトマイズ法により $45at\%Fe-45at\%Pt-10at\%Cu$ 合金粉末を作製した。得られた合金粉末の平均粒径を日機装株式会社製のマイクロトラックMT3000により測定したところ、 $50\mu m$ であった。

[0212] 作製した $45at\%Fe-45at\%Pt-10at\%Cu$ 合金粉末 $1020.00g$ に、Cの含有量が混合粉末全体に対して $15vol\%$ となるように平均粒径 $35\mu m$ で嵩密度 $0.25g/cm^3$ のC粉末を $44.63g$ 添加し、 SiO_2 の含有量が粉末全体に対して $15vol\%$ となるように平均粒径 $0.7\mu m$ で嵩密度 $2.20g/cm^3$ の SiO_2 粉末を $32.56g$ 添加し、ボールミルでその回転回数が累計で $5,736,960$ 回に達するまで混合して混合粉末を作製した。

[0213] 混合中、混合容器のふたは閉じ、混合容器内を混合ガス（ $\text{Ar} + \text{O}_2$ ）で密閉した雰囲気中で、 $45 \text{ at} \% \text{Fe} - 45 \text{ at} \% \text{Pt} - 10 \text{ at} \% \text{Cu}$ 合金粉末とC粉末と SiO_2 粉末との混合を行った。

[0214] ボールミル累計回転回数が935,280回、2,535,840回、4,136,400回、5,736,960回の各時点で混合容器を開放して、目視で発火の有無について確認したが、いずれの場合も発火は確認されなかった。

[0215] また、ボールミル累計回転回数が5,736,960回の時点での混合粉末30.00gを用いて、雰囲気：20Pa未満の真空中でホットプレスを行い、直径30mmの円板状の焼結体を作製した。下記表21に、ホットプレス条件（焼結温度、焼結圧力、焼結時間）と得られた焼結体の相対密度を記す。なお、焼結体の理論密度は $11.11 \text{ g} / \text{cm}^3$ であるが、この値は、混合時および焼結時に減少した炭素量を考慮して算出した値（表22に示す焼結体中の炭素含有量を用いて算出した値）であり、この理論密度に基づき焼結体（ボールミル累計回転回数が5,736,960回の時点での混合粉末を用いて作製した焼結体）の相対密度を算出した。

[0216] [表21]

ボールミル 累計回転回数 (回)	ホットプレス条件			焼結体の 相対密度 (%)	発火の有無
	焼結温度 ($^{\circ}\text{C}$)	焼結圧力 (MPa)	焼結時間 (min)		
935,280	—	—	—	—	無
2,535,840	—	—	—	—	無
4,136,400	—	—	—	—	無
5,736,960	1420	24.5	45	93.36	無

[0217] 焼結体の相対密度は93%を超えており、得られた焼結体の空孔は少なかった。

[0218] また、ボールミル累計回転回数が5,736,960回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸

素窒素同時分析装置で測定し、炭素の含有量をH O R I B A社製の炭素硫黄分析装置で測定した。下記表 2 2 にその測定結果を示す。

[0219] [表22]

ボールミル累計回転回数 5, 7 3 6, 9 6 0回	酸素 (質量%)	窒素 (質量 ppm)	炭素 (質量%)
焼結体	1. 4 6	2 3	3. 3 0

[0220] また、ボールミル累計回転回数が5, 7 3 6, 9 6 0回の混合粉末を用いて作製した焼結体の組織観察を走査型電子顕微鏡 (S E M) で行った。図 3 8－図 4 0 に該焼結体のS E M写真を示す。図 3 8は撮影時の写真倍率が3 0 0 0 0 倍のS E M写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μ m) で、図 3 9は撮影時の写真倍率が5 0 0 0 0 倍のS E M写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μ m) で、図 4 0は撮影時の写真倍率が1 0 0 0 0 0 倍のS E M写真 (写真中の縮尺目盛りは1 μ m) である。図 3 8－図 4 0において黒色の部分がC相およびS i O₂相であり、白色の部分がF e P t C u合金相である。図 3 8－図 4 0からわかるように、組織全体に微細なC相およびS i O₂相が分散した構造となっていることがわかる。

[0221] 撮影時の写真倍率が1 0 0 0 0 0 倍の図 4 0のS E M写真を用いて、インターセプト法によってC相およびS i O₂相を合わせた相の平均の大きさを求めた。具体的な方法は実施例 1 の方法と同様である。なお、C相およびS i O₂相を合わせた相とは、C相およびS i O₂相を区別せず同一の相と考えて選出した相のことである。

[0222] インターセプト法によって求めたC相およびS i O₂相を合わせた相の平均の大きさは0. 2 7 μ mであった。

[0223] (参考例 6)

本参考例 6 における混合粉末およびターゲットの組成の目標は (5 0 F e－4 5 P t－5 C u)－2 0. 3 v o l % B₂O₃である。即ち、金属成分の組成の目標は5 0 a t % F e－4 5 a t % P t－5 a t % C uであり、金属酸

化物 (B_2O_3) の含有量の目標は、ターゲット全体に対して 20.3 v o 1 %

である。なお、金属酸化物 (B_2O_3) の含有量を v o 1 % ではなく m o 1 %

表示すると、本参考例 6 における混合粉末およびターゲットの組成の目標は

(50 Fe-45 Pt-5 Cu) -5.11 m o 1 % B_2O_3 である。

[0224] 合金組成が Fe : 50 at %、Pt : 45 at %、Pt : 5 at % となる

ようにバルク状の各金属を秤量し、高周波で加熱して 1800°C の Fe-P

t-Cu 合金溶湯とし、アルゴンガスを用いたガスアトマイズ法により 50

at % Fe-45 at % Pt-5 at % Cu 合金粉末を作製した。得られた

合金粉末の平均粒径を日機装株式会社製のマイクロトラック MT3000 に

より測定したところ、50 μ m であった。

[0225] 作製した 50 at % Fe-45 at % Pt-5 at % Cu 合金粉末 103

0.00 g に、 B_2O_3 の含有量が混合粉末全体に対して 20.3 v o 1 % とな

るように B_2O_3 粉末を 32.49 g 添加し、ボールミルでその回転回数が累計

で 3,852,360 回に達するまで混合して混合粉末を作製した。

[0226] 混合中、混合容器のふたは閉じ、混合容器内を混合ガス ($Ar+O_2$) で密

閉した雰囲気中で、50 at % Fe-45 at % Pt-5 at % Cu 合金粉

末と B_2O_3 粉末との混合を行った。

[0227] ボールミル累計回転回数が 1,046,520 回、1,981,800 回、2,

917,080 回、3,852,360 回の各時点で混合容器を開放して、目視

で発火の有無について確認したが、いずれの場合も発火は確認されなかった

。

[0228] また、ボールミル累計回転回数が 3,852,360 回の時点での混合粉末

30.00 g を用いて、雰囲気 : 20 Pa 未満の真空中でホットプレスを行

い、直径 30 mm の円板状の焼結体を作製した。下記表 23 に、ホットプレ

ス条件 (焼結温度、焼結圧力、焼結時間) と得られた焼結体の相対密度を記

す。表 25 に後記するように、ICP 分析結果において B の含有量が焼結さ

せる前の混合粉末の状態よりも 0.04 質量% だけ増加していたが、ICP

分析まで含む一連の工程において直接 B_2O_3 が混入する工程はないと考えられ

るので、このBの含有量の増加は考慮に入れずに焼結体の理論密度を算出したところ、焼結体の理論密度は 12.22 g/cm^3 となった。理論密度 12.22 g/cm^3 に基づき焼結体（ボールミル累計回転回数が3,852,360回の時点での混合粉末を用いて作製した焼結体）の相対密度を算出したところ、100.09%となった。

[0229] [表23]

ボールミル 累計回転回数 (回)	ホットプレス条件			焼結体の 相対密度 (%)	発火の有無
	焼結温度 (°C)	焼結圧力 (MPa)	焼結時間 (min)		
1,046,520	—	—	—	—	無
1,981,800	—	—	—	—	無
2,917,080	—	—	—	—	無
3,852,360	770	26.2	45	100.09	無

[0230] 焼結体の相対密度は100%を超えており、得られた焼結体の空孔は少なかった。

[0231] また、ボールミル累計回転回数が3,852,360回の混合粉末を用いて作製した焼結体中の酸素、窒素の含有量をLECO社製のTC-600型酸素窒素同時分析装置で測定した。下記表24にその測定結果を示す。

[0232] [表24]

ボールミル累計回転回数 3,852,360回	酸素 (質量%)	窒素 (質量ppm)
焼結体	2.70	58

[0233] また、ボールミル累計回転回数が3,852,360回の混合粉末を用いて作製した焼結体中のFe、Pt、Cu、Bの含有量をICPで分析した。その分析結果を下記表25に焼結前の混合粉末におけるFe、Pt、Cu、B

の含有量とともに示す。焼結前の混合粉末におけるFe、Pt、Cu、Bの含有量は、ICPで分析した結果ではなく、混合粉末作製のために配合した原料粉末の量から算出した計算値（理論値）である。

[0234] [表25]

ボールミル累計回転回数 3,852,360回	Fe (質量%)	Pt (質量%)	Cu (質量%)	B (質量%)
混合粉末	22.77	71.58	2.59	0.95
焼結体	22.95	72.73	2.38	0.99

[0235] また、ボールミル累計回転回数が3,852,360回の混合粉末を用いて作製した焼結体の組織観察を走査型電子顕微鏡（SEM）で行った。図41－図44に該焼結体のSEM写真を示す。図41は撮影時の写真倍率が1000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは10 μ m）で、図42は撮影時の写真倍率が3000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは1 μ m）で、図43は撮影時の写真倍率が5000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは1 μ m）で、図44は撮影時の写真倍率が10000倍のSEM写真（写真中の縮尺目盛りは1 μ m）である。図41－図44において黒色の部分がB₂O₃相であり、白色の部分がFePtCu合金相である。図41－図44からわかるように、組織全体に微細なB₂O₃相が分散した構造となっていることがわかる。

[0236] 撮影時の写真倍率が10000倍の図44のSEM写真を用いて、インターセプト法によってB₂O₃相の平均の大きさを求めた。具体的な方法は実施例1の方法と同様である。

[0237] インターセプト法によって求めたB₂O₃相の平均の大きさは0.14 μ mであった。

[0238] （比較例1）

本比較例1における混合粉末およびターゲットの組成の目標は（50Fe－50Pt）－30vol％Cである。即ち、金属成分の組成の目標は50

a t % F e - 5 0 a t % P t であり、Cの含有量の目標は、ターゲット全体に対して30 v o l %である。なお、Cの含有量を v o l %ではなく a t %で表示すると、本比較例1における混合粉末およびターゲットの組成の目標は (5 0 F e - 5 0 P t) - 4 0 a t % C である。

- [0239] S i O₂粉末ではなくC粉末を用いたこと、混合容器内をアルゴン (A r) にして密閉しその中でF e P t 粉末とC粉末を混合したこと、ボールミル累計回転回数を変えたこと、混合途中で混合容器を開放して新鮮な大気を導入する回数とタイミングを変えたこと、および焼結体作製時の焼結温度を1100℃としたこと以外は実施例1と同様にして、混合粉末、焼結体の作製を行った。
- [0240] ボールミル累計回転回数が209,520回、608,040回、1,006,560回、1,405,080回、1,803,600回、2,202,120回、2,816,640回の各時点で混合容器を開放して、目視で発火の有無について確認したところ、ボールミル累計回転回数が2,202,120回の時点まではいずれの場合も発火が確認されなかったが、ボールミル累計回転回数が2,816,640回の時点で発火が確認された。
- [0241] 混合時の混合容器内の雰囲気は、正確には、混合開始後の初期（ボールミル累計回転回数が209,520回まで）のみ密閉した混合ガス (A r + O₂) 雰囲気であり、それ以降は密閉したアルゴン (A r) 雰囲気である。混合開始後の初期（ボールミル累計回転回数が209,520回まで）のみ密閉した混合ガス (A r + O₂) 雰囲気では混合したが、最終的なボールミル累計回転回数2816640回のうちの7.4%にすぎず、混合開始後の初期（ボールミル累計回転回数が209520回まで）の混合でC粉末表面に吸着する酸素は少量であると考えられる。したがって、本比較例1は、ある一定以下の酸素が吸着したC粒子とF e P t 粉末とをアルゴン (A r) 雰囲気では、2,816,640 - 209,520 = 2,607,120回混合した実験例であると言える。
- [0242] ボールミル累計回転回数が1,405,080回の混合を行った混合粉末3

0.00 gを、温度：1100℃、圧力：25 MPa、時間：45 min、
雰囲気： 5×10^{-2} Pa以下の真空中の条件でホットプレスを行って、直径3
0 mmの円板状の焼結体を作製した。

[0243] 作製した焼結体の密度をアルキメデス法により測定し、それぞれの測定値
を理論密度で除して相対密度を求めた。その結果を下記の表26に示す。な
お、本比較例1では実施例5～10のように、焼結時に減少した炭素量を考
慮して理論密度を算出することはしていない。

[0244] [表26]

焼結させた混合粉末	焼結温度 (℃)	密度 (g/cm ³)	理論密度 (g/cm ³)	相対密度 (%)
ボールミル累計回転回数 1,810,080回の混合粉末	1100	8.16	11.47	71.1

[0245] 焼結体の相対密度は71.1%と低く、空孔の多い焼結体であった。焼結
時に減少した炭素量を考慮して理論密度を算出して相対密度を算出すれば、
本比較例1の相対密度は71.1%よりもさらに小さくなると考えられる。

[0246] (考察)

実施例1～5、参考例1～6および比較例1についての主要な実験データ
を下記の表27にまとめて示す。なお、表27において、相の平均の大きさは、
参考例1～4、6では金属酸化物相の平均の大きさのことであり、実施
例1～5および参考例6ではC相および金属酸化物相を合わせた相の平均の
大きさのことである。

[0247]

[表27]

	ターゲットの組成	混合時の 雰囲気	ボールミル 累計回転 回数(回)	焼結 温度 (°C)	相対 密度 (%)	相の 平均の 大きさ (μm)	発火 の有無
参考例1	(50Fe-50Pt)-30vol%SiO ₂	Ar+O ₂	3,741,120	1050	98.61	0.34	無
参考例2	(50Fe-50Pt)-30vol%TiO ₂	Ar+O ₂	3,741,120	950	96.69	0.28	無
参考例3	(50Fe-50Pt)-36.63vol%B ₂ O ₃	Ar+O ₂	5,736,960	840	105.22	0.22	無
参考例4	(50Fe-50Pt)-12.07vol%B ₂ O ₃ -24.68vol%SiO ₂	Ar+O ₂	3,852,360	830	100.38	0.27	無
実施例1	(50Fe-50Pt)-6vol%C-24vol%SiO ₂	Ar+O ₂	3,741,120	1270	97.31	0.28	無
実施例2	(50Fe-50Pt)-9vol%C-21vol%SiO ₂	Ar+O ₂	3,741,120	1280	97.50	0.23	無
実施例3	(50Fe-50Pt)-12vol%C-18vol%SiO ₂	Ar+O ₂	3,741,120	1300	96.68	0.3	無
実施例4	(50Fe-50Pt)-15vol%C-15vol%SiO ₂	Ar+O ₂	3,741,120	1290	95.81	0.2	無
実施例5	(50Fe-50Pt)-15vol%C-15vol%TiO ₂	Ar+O ₂	3,741,120	1280	95.00	0.29	無
参考例5	(45Fe-45Pt-10Cu)-15vol%C-15vol%SiO ₂	Ar+O ₂	5,736,960	1420	93.36	0.27	無
参考例6	(50Fe-45Pt-5Cu)-20.3vol%B ₂ O ₃	Ar+O ₂	3,852,360	770	100.09	0.14	無
比較例1	(50Fe-50Pt)-30vol%C	Ar	1,405,080	1100	71.10	—	無
			2,816,640	—	—	—	有

[0248] 実施例1～5および参考例1～6についてはボールミル累計回転回数が3,000,000回以上に達しても発火は確認されなかった。

[0249] 実施例1～5および参考例1～4については、FeをPtと合金化させてFePt合金粉末としており、参考例5、6については、FeをPt、Cuと合金化させてFePtCu合金粉末としているので、粉末状態であってもFeの活性を低くすることができ、金属酸化物粉末との混合中または金属酸化物粉末およびC粉末との混合中のFeの酸化および発火を抑えることができたと考えられる。

[0250] また、実施例1～5および参考例5については、混合粉末中にC粉末が含まれるが、混合粉末作製時の雰囲気は混合ガス(Ar+O₂)であり酸素が含まれているので、混合中にC粉末の表面に酸素がある程度吸着する。このため、C粒子表面にはすでにある程度の酸素が吸着しているので、混合終了後に混合容器を開放して大気を導入しても、C粒子表面に急激に酸素が吸着してC粒子が発火するということは起こりにくく、金属酸化物だけでなくCも含有するFePt系スパッタリングターゲットであっても、安定的に製造することができたと考えられる。

[0251] これに対し、ボールミル累計回転回数が209,521回～2,816,640回の間、酸素の存在しないアルゴン雰囲気下でFePt粉末とC粉末との

混合を行った比較例 1 では、ボールミル累計回転回数 2,816,640 回で混合容器を開放したところ、発火が確認された。これは、比較例 1 では、ボールミル累計回転回数が 209,521 回－2,816,640 回の間、酸素の存在しないアルゴン雰囲気下で FePt 粉末と C 粉末との混合を行ったことに加え、C 粉末の含有量が 30 vol % と大きかったためと思われる。

[0252] また、実施例 1－5 および参考例 1－6 ではボールミル累計回転回数が 3,000,000 回以上であり、実施例 1－5 および参考例 1－6 では、いずれも十分な混合を行って混合粉末を作製している。このため、実施例 1－5 および参考例 1－6 では、混合粉末中の金属酸化物粉末、C 粉末は十分に小さくなり、実施例 1－5 および参考例 1－6 で作製した焼結体中の、インターセプト法によって測定した金属酸化物相の大きさ、または C 相および SiO_2 相を合わせた相の平均の大きさは、 $0.14 - 0.34 \mu\text{m}$ と小さくなり、また、得られた焼結体の相対密度がいずれも 90 % 以上と大きくなったものと思われる。

[0253] これに対して、比較例 1 では、ボールミル累計回転回数が 1,405,080 回の混合を行った混合粉末を用いて焼結体を作製したが、作製した焼結体の相対密度は 71.1 % と小さかった。比較例 1 の焼結温度が 1100°C と低かったことも影響したと思われるが、ボールミル累計回転回数が少なく、焼結体作製に用いた混合粉末中の C 粉末の粒径が十分に小さくなっていないため、焼結体中の空孔が大きくなり、焼結体の相対密度が小さくなったものと思われる。

産業上の利用可能性

[0254] 本発明に係るターゲットは、FePt 系スパッタリングターゲットとして好適に用いることができる。また、本発明に係る製造方法は、FePt 系スパッタリングターゲットの製造方法として好適に用いることができる。

符号の説明

[0255] 10…基板
10A…基板面

1 2...F e P t 合金粒子

1 4...炭素相

請求の範囲

[請求項1] Fe、Pt、Cおよび金属酸化物を含有するFePt系スパッタリングターゲットであって、

 Ptを40at%以上60at%以下含有して残部がFeおよび不可避的不純物からなるFePt系合金相と、不可避的不純物を含むC相と、不可避的不純物を含む金属酸化物相とが互いに分散した構造を有し、

 ターゲット全体に対するCの含有量が0vol%よりも多く20vol%以下であり、ターゲット全体に対する前記金属酸化物の含有量が10vol%以上40vol%未満であり、かつ、ターゲット全体に対するCと金属酸化物の合計含有量が20vol%以上40vol%以下であることを特徴とするFePt系スパッタリングターゲット。

[請求項2] 請求項1において、

 前記C相と前記金属酸化物相とを合わせた相は、インターセプト法によって求めた相の平均の大きさが0.4μm以下であることを特徴とするFePt系スパッタリングターゲット。

[請求項3] 請求項1または2において、

 前記金属酸化物は、SiO₂、TiO₂、Ti₂O₃、Ta₂O₅、Cr₂O₃、CoO、Co₃O₄、B₂O₃、Fe₂O₃、CuO、Cu₂O、Y₂O₃、MgO、Al₂O₃、ZrO₂、Nb₂O₅、MoO₃、CeO₂、Sm₂O₃、Gd₂O₃、WO₂、WO₃、HfO₂、NiO₂のうちの少なくとも1種を含むことを特徴とするFePt系スパッタリングターゲット。

[請求項4] 請求項1－3のいずれかにおいて、

 相対密度が90%以上であることを特徴とするFePt系スパッタリングターゲット。

[請求項5] 請求項1－4のいずれかにおいて、

 磁気記録媒体用であることを特徴とするFePt系スパッタリング

ターゲット。

[請求項6] Pt を 40 at % 以上 60 at % 以下含有して残部が Fe および不可避的不純物からなる Fe-Pt 系合金粉末に、

不可避的不純物を含む C 粉末および不可避的不純物を含む金属酸化物粉末を、該 C 粉末および該金属酸化物粉末の、前記 Fe-Pt 系合金粉末、前記 C 粉末および前記金属酸化物粉末の合計に対する含有量をそれぞれ α vol % および β vol % としたとき、

$$0 < \alpha \leq 20$$

$$10 \leq \beta < 40$$

$$20 \leq \alpha + \beta \leq 40$$

となるように添加し、混合して混合粉末を作製した後、

作製した該混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする Fe-Pt 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項7] 請求項6において、

得られる Fe-Pt 系スパッタリングターゲット中の C 相と金属酸化物相とを合わせた相は、インターセプト法によって求めた相の平均の大きさが 0.4 μ m 以下であることを特徴とする Fe-Pt 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項8] 請求項6または7において、

前記金属酸化物は、 SiO_2 、 TiO_2 、 Ti_2O_3 、 Ta_2O_5 、 Cr_2O_3 、 CoO 、 Co_3O_4 、 B_2O_3 、 Fe_2O_3 、 CuO 、 Cu_2O 、 Y_2O_3 、 MgO 、 Al_2O_3 、 ZrO_2 、 Nb_2O_5 、 MoO_3 、 CeO_2 、 Sm_2O_3 、 Gd_2O_3 、 WO_2 、 WO_3 、 HfO_2 、 NiO_2 のうちの少なくとも 1 種を含むことを特徴とする Fe-Pt 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項9] 請求項6-8のいずれかにおいて、

前記混合粉末を作製する際の前記混合は、酸素が存在する雰囲気の下でなされることを特徴とする Fe-Pt 系スパッタリングターゲット

の製造方法。

- [請求項10] 請求項9において、
前記雰囲気には該雰囲気外から酸素が供給されていることを特徴とするFePt系スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項11] 請求項10において、
前記酸素の供給は大気を供給することによりなされることを特徴とするFePt系スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項12] 請求項9-11のいずれかにおいて、
前記雰囲気は大気であることを特徴とするFePt系スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項13] 請求項9または10において、
前記雰囲気は不活性ガスと酸素とから実質的になることを特徴とするFePt系スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項14] 請求項9-13のいずれかにおいて、
前記雰囲気の酸素濃度が10vol%以上30vol%以下であることを特徴とするFePt系スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項15] 請求項9-14のいずれかにおいて、
前記雰囲気は前記混合の途中段階で大気に開放されることを特徴とするFePt系スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項16] 請求項6-15のいずれかにおいて、
前記混合粉末を加圧下で加熱して成形する際の雰囲気を真空または不活性ガス雰囲気とすることを特徴とするFePt系スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項17] 請求項6-16のいずれかにおいて、
前記FePt系合金粉末をアトマイズ法で作製することを特徴とするFePt系スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項18] 請求項17において、
前記アトマイズ法は、アルゴンガスまたは窒素ガスを用いて行うこ

とを特徴とする F e P t 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項19]

請求項 6 - 1 8 のいずれかにおいて、

得られる F e P t 系スパッタリングターゲットは、磁気記録媒体用であることを特徴とする F e P t 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項20]

請求項 6 - 1 9 のいずれかに記載の製造方法により製造される F e P t 系スパッタリングターゲット。