

明 細 書

発明の名称 : F e - P t 系磁性材焼結体

技術分野

[0001] 本発明は、熱アシスト磁気記録メディアにおける磁性薄膜の製造に用いられる焼結体及びその製造方法に関する。

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、磁気記録媒体中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では、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D C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] ハードディスクの記録密度は年々急速に増大しており、現状の6 0 0 G b i t / i n²の面密度から、将来は1 T b i t / i n²に達すると考えられている。1 T b i t / i n²に記録密度が達すると記録b i tのサイズが1 0 n mを下回るようになり、その場合、熱揺らぎによる超常磁性化が問題となってくると予想され、現在使用されている磁気記録媒体の材料、例えばC o - C r基合金にP tを添加して結晶磁気異方性を高めた材料では十分ではないことが予想される。1 0 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] 上記の理由から、L 1₀構造を持つF e P t相が超高密度記録媒体用材料として注目されている。F e P t相は高い結晶磁気異方性とともに、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期待

されているものである。そして、F e P t 相を超高密度記録媒体用材料として使用する場合は、規則化したF e P t 磁性粒子を磁氣的に孤立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、L 1 構造を有するF e P t 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磁性薄膜が、熱アシスト磁気記録方式を採用した次世代ハードディスクの磁気記録媒体用として、提案されている。このグラニューラー構造磁性薄膜は、磁性粒子同士が非磁性物質の介在により磁氣的に絶縁される構造となっている。一般的に、F e - P t 相を有するグラニューラー構造磁性薄膜はF e - P t 系の焼結体スパッタリングターゲットを用いて成膜される。

[0006] F e - P t 系の磁性材焼結体スパッタリングターゲットについて、本発明者らは以前F e - P t 合金などの磁性相と、それを分離している非磁性相から構成されており、非磁性相の材料の一つとして金属酸化物を利用した強磁性材スパッタリングターゲットに関する技術を開示した（特許文献1）。

その他にも、特許文献2には、F e P t 合金相中にC層が分散した組織を有した焼結体からなる磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットが開示されており、特許文献3には、S i O₂相とF e P t 合金相と相互拡散相とからなる磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットが開示されている。また、特許文献4には、P t、S i O₂、S n、残余がF eからなるF e - P t 系強磁性材スパッタリングターゲットが開示されており、特許文献5には、X線回折におけるバックグラウンド強度に対する石英の（0 1 1）面のピーク強度比が1.40以上である磁気記録膜用スパッタリングターゲットが開示されている。

[0007] 前記非磁性材料としての六方晶系B N（ボロンと窒素の化合物）は、潤滑剤として優れた性能を発揮するものの、粉末冶金の原料に用いる場合には、焼結性が悪いために、高密度の焼結体を製造することが難しい。そして、このような焼結体の密度が低い場合には、焼結体をターゲットに加工する際に

割れやチッピングなどの不良を起こし、歩留まりを低下させるといった問題がある。また、密度が低いとターゲット中に多数の空孔が発生し、この空孔が異常放電の原因となって、スパッタリング中にパーティクル（基板上に付着するゴミ）が発生し、製品歩留まりを低下させるという問題があった。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：国際公開第WO 2012/029498号

特許文献2：特開2012-102387号公報

特許文献3：特開2011-208167号公報

特許文献4：国際公開第WO 2012/086578号

特許文献5：特許第5009447号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明は、熱アシスト磁気記録メディアの磁性薄膜の作製を可能にする、非磁性材料として六方晶系BNを用いたFe-Pt系焼結体を提供することであり、さらには、スパッタリング時に発生するパーティクル量を低減した高密度なスパッタリングターゲットを提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0010] 上記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、非磁性材料である六方晶系BN粒子をSiO₂粒子とともにFe-Pt系の母材金属に分散させることによって、高密度のスパッタリングターゲットを作製できることを見出した。このようにして作製されたスパッタリングターゲットは、パーティクル発生を非常に少なくすることが可能となり、成膜時の歩留まりを向上できることを見出した。

[0011] このような知見に基づき、本発明は、

1) Fe-Pt系磁性材焼結体であって、非磁性材料として六方晶系BN及びSiO₂を含有し、前記焼結体の切断面におけるB又はNの存在領域にS

i 及びOが存在することを特徴とするFe-Pt系磁性材焼結体、

2) 前記焼結体のX線回折において、六方晶系BN(002)面のX線回折ピークが出現し、かつ、バックグラウンド強度に対する結晶化したSiO₂であるクリストバライト(101)面のX線回折ピーク強度比が1.40以下であることを特徴とする上記1)記載のFe-Pt系磁性材焼結体、

3) 前記焼結体のX線回折において、バックグラウンド強度に対する六方晶系BN(002)面のX線回折ピーク強度比が1.50以上であることを特徴とする上記1)又は2)記載のFe-Pt系磁性材焼結体、

4) 六方晶系BNに対するSiO₂の含有量が1mol%以上であることを特徴とする上記1)～3)記載のFe-Pt系磁性材焼結体、

5) Ptが5mol%以上60mol%以下、BNが1mol%以上50mol%以下、SiO₂が0.5mol%以上20mol%以下、残余がFeであることを特徴とする上記1)～4)のいずれかーに記載のFe-Pt系磁性材焼結体、

6) さらに、Cを0.5mol%以上40mol%以下含有することを特徴とする上記1)～5)のいずれかーに記載のFe-Pt系磁性材焼結体、

7) 添加元素として、B、Ru、Ag、Au、Cuからなる群から選択した一種以上の元素を0.5mol%以上10.0mol%以下含有することを特徴とする上記1)～6)のいずれかーに記載のFe-Pt系磁性材焼結体、

8) 添加材として、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物からなる群から選択した一種以上の無機物材料を含有することを特徴とする上記1)～7)のいずれかーに記載のFe-Pt系磁性材焼結体、を提供する。

発明の効果

[0012] 本発明の非磁性材料としてBNを用いたFe-Pt系焼結体は、グラニューラー構造の磁性薄膜の成膜を可能にし、さらには、スパッタリング時に発生するパーティクル量を低減した高密度なスパッタリングターゲットを提供できる優れた効果を有する。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]実施例1の焼結体のF E - E P M Aを用いて得られた元素マッピングである。

[図2]実施例2の焼結体のF E - E P M Aを用いて得られた元素マッピングである。

[図3]実施例1の焼結体のX線回折プロファイルである（最上段）。

[図4]比較例1の焼結体のX線回折プロファイルである（最上段）。

[図5]実施例2の焼結体のX線回折プロファイルである（最上段）。

[図6]比較例2の焼結体のX線回折プロファイルである（最上段）。

発明を実施するための形態

[0014] 本発明のF e - P t系磁性材焼結体は、非磁性材料としてB N及びS i O₂を含有し、前記焼結体の切断面におけるB又はNの存在領域にS i及びOが存在することを特徴とするものである。

[0015] 前述の通り、六方晶系B Nは潤滑剤として優れた性能を有するが、焼結性が悪いので、B Nを含有する焼結体において、その密度を上げることは困難である。しかしながら、B NとS i O₂とを相互に拡散させた状態で含有させることにより、B Nを単独で含有させた場合に比べて、焼結性を著しく向上できることを見出した。このような現象が起こる詳細な理由は明らかではないが、S i O₂ガラスにホウ酸（B）を添加すると、S i O₂ガラスの軟化点温度が低下することが一般的に知られているように、S i O₂とBとは親和性が高いことに起因するものと考えられる。

[0016] 焼結体の切断面において、B又はNの存在領域にS i及びOが存在するかどうかは、F E - E P M A（電解放出型電子プローブマイクロアナライザ）を用いて作成した元素マッピングによって確認することができる。具体的には、元素マッピングにおける、BとNの存在領域とS iとOの存在領域とが全部又は一部が重複すれば、それぞれの元素が同一領域に存在すると判断することができる。また、このようにBとNの存在領域にS iとOの存在が確認されることは、B NとS i O₂とが固溶していると考えられる。

[0017] 本発明のFe-Pt系磁性材焼結体は、その加圧面に対する断面のX線回折において、六方晶系BN(002)面のX線回折ピークが出現し、かつ、バックグラウンド強度に対する結晶化したSiO₂であるクリストバライト(101)面のX線回折ピーク強度比が1.40以下であることが好ましい。すなわち、焼結体をスパッタリングターゲットに加工した場合に、そのターゲットのスパッタ面に平行な切断面のX線回折において、SiO₂であるクリストバライト(101)面のX線回折ピーク強度比が1.40以上とすることで、ターゲットのマイクロクラックの発生を抑制することができる。

結晶化したSiO₂であるクリストバライト(101)面のX線回折ピークは21.98°で観察される。また、前記バックグラウンド強度の算出方法は、((20.5°~21.5°で観察されるX線回折強度の平均)+(22.5°~23.5°で観察されるX線回折強度の平均))/2である。

[0018] 本発明のFe-Pt系磁性材焼結体は、その加圧面に対する断面において、バックグラウンド強度に対する六方晶系BN(002)面のX線回折ピーク強度比が1.50以上であることが好ましい。すなわち、焼結体をスパッタリングターゲットに加工した場合に、そのターゲットのスパッタ面に平行な切断面のX線回折において、六方晶系BN(002)面のX線回折ピーク強度比が1.50以上とすることで、ターゲットのマイクロクラックの発生を抑制することができる。

六方晶系BN(002)面のX線回折ピークは26.75°で観察される。また、前記バックグラウンド強度の算出方法は、((25.5°~26.5°で観察されるX線回折強度の平均)+(27.5°~28.5°で観察されるX線回折強度の平均))/2である。

[0019] 本発明のFe-Pt系磁性材焼結体において、六方晶系BNに対するSiO₂の含有量が1mol%以上であることが好ましい。六方晶系BNに対するSiO₂の含有量が1mol%以上とすることで焼結性をより向上させることができる。

[0020] 本発明のFe-Pt系磁性材焼結体において、Pt含有量を、好ましくは

5 mol %以上60 mol %以下とする。5 mol %以上60 mol %以下とすることで、良好な磁気特性が得られる。また、BN含有量を、好ましくは1 mol %以上50 mol %以下とし、SiO₂含有量を、好ましくは0.5 mol %以上20 mol %以下とすることが好ましい。これら非磁性材料の含有量が前記数値範囲を超える場合には、磁気的な絶縁を向上させることができる。さらに、合金中にC粒子を分散させることが有効であり、0.5 mol %以上40 mol %以下含有させることにより、磁気的な絶縁を向上させることができる。

[0021] 本発明のFe-Pt系磁性材焼結体は、添加元素としてB、Ru、Ag、Au、Cuからなる群から選択した一種以上の元素を総量で0.5 mol %以上10.0 mol %以下含有することができる。また、本発明のFe-Pt系磁性材焼結体は、添加材として酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物からなる群から選択した一種以上の無機物材料を適宜添加することができる。これらの添加元素や添加材は、スパッタ後の膜の磁気特性を向上させるために有効な成分である。

[0022] 本発明のFe-Pt系磁性材焼結体は、例えば以下の方法で作製することができる。

作製にあたり、各原料粉末（Fe粉末、Pt粉末、BN粉末、SiO₂粉末）を用意する。また必要に応じて、上記に掲げた添加成分である各原料粉末を用意する。なお、上記SiO₂粉末としては、石英又は非晶質を使用するのが好ましい。SiO₂粉末として、クリストバライトを使用した場合、250℃で α - β 転移が生じて、体積変化を引き起こし、その結果、SiO₂自体に異常放電の原因となるマイクロクラックを発生させるため、好ましくない。

[0023] これらの粉末は、粒径が0.5 μ m以上10 μ m以下のものを用いることが望ましい。原料粉末の粒径が小さ過ぎると、酸化が促進されてスパッタリングターゲット中の酸素濃度が上昇するなどの問題があるため、0.5 μ m以上とすることが望ましい。一方、原料粉末の粒径が大きいと、各成分が合金中に微細分散することが難しくなるため10 μ m以下のものを用いること

がさらに望ましい。

さらに、原料粉末として、合金粉末（Fe-Pt粉など）を用いてもよい。特にPtを含む合金粉末はその組成にもよるが、原料粉末中の酸素量を少なくするために有効である。合金粉末を用いる場合も、粒径が $0.5\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが望ましい。

[0024] 次に、上記の粉末を所望の組成になるように秤量し、公知の手法を用いて粉砕を兼ねて混合する。この際、BN粉末と SiO_2 粉末を相互拡散させるために両粉末を微粉の状態で混合させることが好ましいが、両者を粉砕しながら混合することで、より効率的に混合を行うことができる。混合粉砕には、特にボールミルや媒体攪拌ミルなどを用いることが有効である。

[0025] こうして得られた混合粉末をホットプレスで成型・焼結する。ホットプレス以外にも、プラズマ放電焼結法、熱間静水圧焼結法を使用することもできる。焼結時の保持温度は、スパッタリングターゲットの組成にもよるが、多くの場合、 $800^\circ\text{C}\sim 1400^\circ\text{C}$ の温度範囲とする。

次に、ホットプレスから取り出した焼結体に等方熱間加圧加工を施す。等方熱間加圧加工は焼結体の密度向上に有効である。等方熱間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、 $800^\circ\text{C}\sim 1200^\circ\text{C}$ の温度範囲である。また加圧力は 100MPa 以上に設定する。

[0026] 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、スパッタリングターゲットを作製できる。

以上により、非磁性材料としてBN及び SiO_2 を含有し、前記焼結体の切断面におけるB又はNの存在領域にSi及びOが存在することを特徴とするFe-Pt系磁性材焼結体及びスパッタリングターゲットを作製することができる。

実施例

[0027] 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。

[0028] (実施例1)

原料粉として、Fe粉末、Pt粉末、Ag粉末、SiO₂粉末、BN粉末を用意した。これらの粉末を65(50Fe-45Pt-5Ag)-5SiO₂-30BN(mol%)となるように秤量した。

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5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転(回転数300rpm)させて混合・粉砕した。そして媒体攪拌ミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、950°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ97.9%であった。

得られた焼結体の端部を切り出し、断面を研磨してその組織をFE-EPMAによって分析した。このようにして得られた焼結体断面の元素マッピングの測定結果を図1に示す。図1に示されるように、B又はNが存在している場所にSi及びOの存在が確認され、BNとSiO₂の固溶が進んでいることを認められた。

また、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を分析した結果、BN(002)面のX線回折ピーク強度比は5.46であり、SiO₂のクリストバライト(101)面のX線回折ピーク強度比は1.38であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加

工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。スパッタリングの条件は、投入電力1 kW、Arガス圧1.7 Paとし、2 kWh rのプレススパッタリングを実施した後、4インチ径のSi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。このときのパーティクル個数は20個であった。

[0029]（比較例1）

BNを単独で含有させた場合の例として、比較例1では、原料粉として、Fe粉末、Pt粉末、Ag粉末、BN粉末を用意した。これらの粉末を60（50Fe－45Pt－5Ag）－40BN（mol%）となるように秤量した。

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5 Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転（回転数300 rpm）させて混合・粉砕した。そして媒体攪拌ミルから取り出した混合粉末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、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300 °C／時間、保持温度950 °C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30 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。

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、実施例1と同様に、昇温速度300 °C／時間、保持温度950 °C、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、950 °Cで保持中は150 MPa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。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ96.1%と、実施例1に比べて低下していた。なお、得られた焼結体の断面を、X線回折法（XRD）を用いて分析した結果、BN（002）面のX線回折ピーク強度比は5.42であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。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。このときのパーティクル個数は840個と、実施例1に比べて著しく増加していた。

[0030]（実施例2）

原料粉として、Fe粉末、Pt粉末、SiO₂粉末、BN粉末を用意した。これらの粉末を70（50Fe－50Pt）－5SiO₂－25BN（mol％）となるように秤量した。

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5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転（回転数300rpm）させて混合・粉砕した。そして媒体攪拌ミルから取り出した混合粉末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、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C／時間、保持温度950°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、実施例1と同様に、昇温速度300°C／時間、保持温度950°C、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、950°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ98.3％であった。

得られた焼結体の端部を切り出し、実施例1と同様に断面を研磨してその組織をFE-EPMAによって分析した。その結果、B又はNが存在している場所にSi及びOの存在が確認され、BNとSiO₂の固溶が進んでいるこ

とを認められた。また、X線回折法（XRD）を用いて焼結体の断面を分析した結果、BN（002）面のX線回折ピーク強度比は17.98であり、SiO₂のクリストバライト（101）面のX線回折ピーク強度比は1.27であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。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。このときのパーティクル個数は31個であった。

[0031]（比較例2）

BNを単独で含有させた場合の例として、比較例2では、原料粉として、Fe粉末、Pt粉末、Ag粉末、BN粉末を用意した。これらの粉末を70（50Fe－50Pt）－30BN（mol%）となるように秤量した。

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5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転（回転数300rpm）させて混合・粉砕した。そして媒体攪拌ミルから取り出した混合粉末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、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度950°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、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、950°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ96.7%と、実施例2に比べて低下していた。なお、得ら

れた焼結体の断面を、X線回折法（XRD）を用いて分析した結果、BN（002）面のX線回折ピーク強度比は21.4であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。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。このときのパーティクル個数は795個と、実施例2に比べて著しく増加していた。

[0032]（実施例3）

原料粉として、Fe粉末、Pt粉末、Cu粉末、SiO₂粉末、BN粉末、TiO₂粉末、MgO粉末を用意した。これらの粉末を73（30Fe－60Pt－10Cu）－5SiO₂－20BN－1TiO₂－1MgO（mol％）となるように秤量した。

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5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転（回転数300rpm）させて混合・粉砕した。そして媒体攪拌ミルから取り出した混合粉末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、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C／時間、保持温度1060°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、実施例1と同様に、昇温速度300°C／時間、保持温度1100°C、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、1100°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ98.6％であった。

得られた焼結体の端部を切り出し、実施例 1 と同様に断面を研磨してその組織を F E - E P M A によって分析した。その結果、B 又は N が存在している場所に S i 及び O の存在が確認され、B N と S i O₂ の固溶が進んでいることを認められた。また、X 線回折法 (X R D) を用いて焼結体の断面を分析した結果、B N (0 0 2) 面の X 線回折ピーク強度比は 7. 2 4 であり、S i O₂ のクリストバライト (1 0 1) 面の X 線回折ピーク強度比は 1. 3 2 であった。

次に焼結体を直径 1 8 0. 0 m m、厚さ 5. 0 m m 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-3 0 1 0 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。このときのパーティクル個数は 1 6 個であった。

[0033] (比較例 3)

B N を単独で含有させた場合の例として、比較例 3 では、原料粉として、F e 粉末、P t 粉末、C u 粉末、B N 粉末、T i O₂ 粉末、M g O 粉末を用意した。これらの粉末を 7 8 (3 0 F e - 6 0 P t - 1 0 C u) - 2 0 B N - 1 T i O₂ - 1 M g O (m o l %) となるように秤量した。

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 5 L の媒体攪拌ミルに投入し、2 時間、回転 (回転数 3 0 0 r p m) させて混合・粉砕した。そして媒体攪拌ミルから取り出した混合粉末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、実施例 1 と同様に、真空雰囲気、昇温速度 3 0 0 ° C / 時間、保持温度 1 0 6 0 ° C、保持時間 2 時間とし、昇温開始時から保持終了まで 3 0 M P 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。

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、実施例 1 と同様に、昇温速度 3 0 0 ° C / 時間、保持温度 1 1 0 0 ° 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°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 96.3% と、実施例3に比べて低下していた。なお、得られた焼結体の断面を、X線回折法(XRD)を用いて分析した結果、BN(002)面のX線回折ピーク強度比は 7.38 であった。

次に焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。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。このときのパーティクル個数は 645 個と、実施例3に比べて著しく増加していた。

[0034] (実施例4)

原料粉として、Fe粉末、Pt粉末、B粉末、Ru粉末、 SiO_2 粉末、BN粉末を用意した。これらの粉末を $75(70\text{Fe}-20\text{Pt}-5\text{B}-5\text{Ru})-5\text{SiO}_2-20\text{BN}(\text{mol}\%)$ となるように秤量した。

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 5L の媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転(回転数 300rpm)させて混合・粉砕した。そして媒体攪拌ミルから取り出した混合粉末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、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで 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、実施例1と同様に、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は 150MPa で加圧した

。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ97.9%であった。

得られた焼結体の端部を切り出し、実施例1と同様に断面を研磨してその組織をFE-EPMAによって分析した。その結果、B又はNが存在している場所にSi及びOの存在が確認され、BNとSiO₂の固溶が進んでいることを認められた。また、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を分析した結果、BN(002)面のX線回折ピーク強度比は10.82であり、SiO₂のクリストバライト(101)面のX線回折ピーク強度比は1.18であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。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。このときのパーティクル個数は33個であった。

[0035] (比較例4)

BNを単独で含有させた場合の例として、比較例4では、原料粉として、Fe粉末、Pt粉末、B粉末、Ru粉末、BN粉末を用意した。これらの粉末を80(70Fe-20Pt-5B-5Ru)-20BN(mol%)となるように秤量した。

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5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転(回転数300rpm)させて混合・粉砕した。そして媒体攪拌ミルから取り出した混合粉末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、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1200°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、実施例1と同様に、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 96.2% と、実施例4に比べて低下していた。なお、得られた焼結体の断面を、X線回折法(XRD)を用いて分析した結果、BN(002)面のX線回折ピーク強度比は 10.59 であった。

次に焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。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。このときのパーティクル個数は 816 個と、実施例4に比べて著しく増加していた。

[0036] (実施例5)

原料粉として、Fe粉末、Pt粉末、Au粉末、 SiO_2 粉末、BN粉末、SiC粉末を用意した。これらの粉末を $74(48\text{Fe}-48\text{Fe}-4\text{Au})-5\text{SiO}_2-20\text{BN}-1\text{SiC}(\text{mol}\%)$ となるように秤量した。

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 5L の媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転(回転数 300rpm)させて混合・粉砕した。そして媒体攪拌ミルから取り出した混合粉末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、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1050°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、実施例 1 と同様に、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 950°C 、保持時間 2 時間とし、昇温開始時から Ar ガスのガス圧を徐々に高めて、 950°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 97.6% であった。

得られた焼結体の端部を切り出し、実施例 1 と同様に断面を研磨してその組織を FE-EPMA によって分析した。その結果、B 又は N が存在している場所に Si 及び O の存在が確認され、BN と SiO_2 の固溶が進んでいることを認められた。また、X 線回折法 (XRD) を用いて焼結体の断面を分析した結果、BN (002) 面の X 線回折ピーク強度比は 5.96 であり、 SiO_2 のクリストバライト (101) 面の X 線回折ピーク強度比は 1.24 であった。

次に焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置 (キャノンアネルバ製 C-3010 スパッタリングシステム) に取り付け、実施例 1 と同様の条件で、スパッタリングを行った。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。このときのパーティクル個数は 36 個であった。

[0037] (比較例 5)

BN を単独で含有させた場合の例として、比較例 5 では、原料粉として、Fe 粉末、Pt 粉末、Au 粉末、BN 粉末、SiC 粉末を用意した。これらの粉末を $79(48\text{Fe}-48\text{Fe}-4\text{Au})-20\text{BN}-1\text{SiC}(\text{mol}\%)$ となるように秤量した。

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 5L の媒体攪拌ミルに投入し、2 時間、回転 (回転数 300rpm) させて混合・粉砕した。そして媒体攪拌ミルから取り出した混合粉末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、実施例 1 と同様に、真空雰囲気、昇温速度 300

°C/時間、保持温度 1050°C、保持時間 2 時間とし、昇温開始時から保持終了まで 30 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。

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、実施例 1 と同様に、昇温速度 300°C/時間、保持温度 950°C、保持時間 2 時間とし、昇温開始時から Ar ガスのガス圧を徐々に高めて、950°C で保持中は 150 MPa 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。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 95.3% と、実施例 5 に比べて低下していた。なお、得られた焼結体の断面を、X 線回折法 (XRD) を用いて分析した結果、BN (002) 面の X 線回折ピーク強度比は 5.86 であった。

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、実施例 1 と同様の条件で、スパッタリングを行った。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。このときのパーティクル個数は 942 個と、実施例 5 に比べて著しく増加していた。

[0038] 以上の結果から、本発明のスパッタリングターゲットは、非磁性材料として六方晶系 BN 共に SiO₂ を含有させることによって、スパッタリングターゲットの高密度が維持され、スパッタリング時に発生するパーティクル数を著しく抑制できるという優れた効果が得られた。

[0039]

[表1]

	組成比 (mol%)	BN(002)面の X線回折ピーク強度比	SiO ₂ のクリスタリシティ(101)面の X線回折ピーク強度比	相対密度 (%)	ハーティクル数 (個)
実施例1	65(50Fe-45Pt-5Ag)-5SiO ₂ -30BN	5.45	1.38	97.9	20
比較例1	60(50Fe-45Pt-5Ag)-40BN	5.42	—	96.1	340
実施例2	70(50Fe-50Pt)-5SiO ₂ -25BN	17.98	1.27	98.3	31
比較例2	70(50Fe-50Pt)-30BN	21.4	—	96.7	795
実施例3	73(30Fe-60Pt-10Cu)-5SiO ₂ -20BN-1TiO ₂ -1MgO	7.24	1.32	98.5	16
比較例3	78(30Fe-60Pt-10Cu)-20BN-1TiO ₂ -1MgO	7.38	—	96.3	645
実施例4	75(70Fe-20Pt-5B-5Au)-5SiO ₂ -20BN	10.32	1.18	97.9	33
比較例4	80(70Fe-20Pt-5B-5Au)-20BN	10.59	—	96.2	816
実施例5	74(45Fe-45Pt-4Au)-5SiO ₂ -20BN-1SiC	5.95	1.24	97.6	35
比較例5	79(45Fe-45Pt-4Au)-20BN-1SiC	5.86	—	95.3	942

産業上の利用可能性

[0040] 本発明の非磁性材料としてBNを用いたFe-Pt系焼結体は、スパッタリング時に発生するパーティクル量を低減した高密度なスパッタリングターゲットを提供できる優れた効果を有する。したがって、グラニュー構造の磁性薄膜の成膜に用いられるスパッ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] $\text{Fe}-\text{Pt}$ 系磁性材焼結体であって、非磁性材料として六方晶系 BN 及び SiO_2 を含有し、前記焼結体の切断面における B 又は N の存在領域に Si 及び O が存在することを特徴とする $\text{Fe}-\text{Pt}$ 系磁性材焼結体。
- [請求項2] 前記焼結体の X 線回折において、六方晶系 BN (002)面の X 線回折ピークが出現し、かつ、バックグラウンド強度に対する結晶化した SiO_2 であるクリストバライト (101)面の X 線回折ピーク強度比が 1.40 以下であることを特徴とする請求項1記載の $\text{Fe}-\text{Pt}$ 系磁性材焼結体。
- [請求項3] 前記焼結体の X 線回折において、バックグラウンド強度に対する六方晶系 BN (002)面の X 線回折ピーク強度比が 1.50 以上であることを特徴とする請求項1又は2記載の $\text{Fe}-\text{Pt}$ 系磁性材焼結体。
- [請求項4] 六方晶系 BN に対する SiO_2 の含有量が $1\text{mol}\%$ 以上であることを特徴とする請求項1～3記載の $\text{Fe}-\text{Pt}$ 系磁性材焼結体。
- [請求項5] Pt が $5\text{mol}\%$ 以上 $60\text{mol}\%$ 以下、 BN が $1\text{mol}\%$ 以上 $50\text{mol}\%$ 以下、 SiO_2 が $0.5\text{mol}\%$ 以上 $20\text{mol}\%$ 以下、残余が Fe であることを特徴とする請求項1～4のいずれか一項に記載の $\text{Fe}-\text{Pt}$ 系磁性材焼結体。
- [請求項6] さらに、 C を $0.5\text{mol}\%$ 以上 $40\text{mol}\%$ 以下含有することを特徴とする請求項1～5のいずれか一項に記載の $\text{Fe}-\text{Pt}$ 系磁性材焼結体。
- [請求項7] 添加元素として、 B 、 Ru 、 Ag 、 Au 、 Cu からなる群から選択した一種以上の元素を $0.5\text{mol}\%$ 以上 $10.0\text{mol}\%$ 以下含有することを特徴とする請求項1～6のいずれか一項に記載の $\text{Fe}-\text{Pt}$ 系磁性材焼結体。
- [請求項8] 添加材として、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物からなる群から

選択した一種以上の無機物材料を含有することを特徴とする請求項 1
～ 7 のいずれか一項に記載の F e – P t 系磁性材焼結体。