

明 細 書

発明の名称：

C粒子が分散したFe-Pt系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グラニュータイプの磁性薄膜の成膜に使用されるスパッタリングターゲットに関する、C粒子が分散したFe-Pt系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、磁気記録媒体中の磁性薄膜の材料として、強磁性金属であるCo、Fe、あるいはNiをベースとした材料が用いられている。例えば、面内磁気記録方式を採用するハードディスクの磁性薄膜にはCoを主成分とするCo-Pt系やCo-Cr-Pt系の強磁性合金が用いられてきた。

また、近年実用化された垂直磁気記録方式を採用するハードディスクの磁性薄膜には、Coを主成分とするCo-Pt系の強磁性合金と非磁性の無機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DC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、現状の600Gb/it/1nm²の面密度から将来は1Tb/it/1nm²に達すると考えられている。1Tb/it/1nm²に記録密度が達すると記録ビットのサイズが10nm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Co-Cr基合金にPtを添加して結晶磁気異方性を高めた材料では十分ではないことが予想される。10nm以下のサイズで安定的に強磁性として振舞う磁性粒子は、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、 $L1_0$ 構造を持つ $FePt$ 相が超高密度記録媒体用材料として注目されている。 $L1_0$ 構造を持つ $FePt$ 相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期待されているものである。そして $FePt$ 相を超高密度記録媒体用材料として使用する場合には、規則化した $FePt$ 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、 $L1_0$ 構造を有する $FePt$ 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。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、特許文献1、特許文献2、特許文献3、特許文献4、特許文献5を挙げることができる。

[0006] 上記 $L1_0$ 構造を持つ $FePt$ 相を有するグラニューラー構造磁性薄膜としては、非磁性物質としてCを体積比率として10～50%含有する磁性薄膜が、特にその磁気特性の高さから注目されている。このようなグラニューラー構造磁性薄膜は、 Fe ターゲット、 Pt ターゲット、 C ターゲットを同時にスパッタリングするか、あるいは、 $Fe-Pt$ 合金ターゲット、 C ターゲットを同時にスパッタリングすることで作製されることが知られている。しかしながら、これらのスパッタリングターゲットを同時スパッタするためには、高価な同時スパッタ装置が必要となる。

[0007] また、一般に、スパッタ装置で合金に非磁性材料の含まれるスパッタリングターゲットをスパッタしようとする、スパッタ時に非磁性材料の不用意な脱離やスパッタリングターゲットに内包される空孔を起点として異常放電が生じパーティクル（基板上に付着したゴミ）が発生するという問題がある。この問題を解決するには、非磁性材料と母材合金との密着性を高め、スパ

ッタリングターゲットを高密度化させる必要がある。一般に、合金に非磁性材料が含まれるスパッタリングターゲットの素材は粉末焼結法により作製される。ところが、Fe-PtにCが大量に含まれる場合、Cが難焼結材料であるため高密度な焼結体を得ることが困難であった。

[0008] 焼結体の密度が低いということは、焼結体中に空孔（ポア）が多量に存在していることを示しており、空孔はスパッタリング中に異常放電の起点となり、パーティクルの発生原因となることから焼結体の密度を高めることが求められている。また、炭素は互いに凝集し易い性質を持っており、凝集した炭素原料もスパッタリング中のパーティクルの原因となる。さらに、スパッタリング中にターゲットの合金相からCが脱落して、これも亦、パーティクル発生の原因となる。以上から、Fe-Pt系の磁性材ターゲットにおいては、Cが起因となる問題を解決する必要があった。

先行技術文献

特許文献

- [0009] 特許文献1：特開2000-306228号公報
特許文献2：特開2000-311329号公報
特許文献3：特開2008-59733号公報
特許文献4：特開2008-169464号公報
特許文献5：特開2004-152471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、高価な同時スパッタ装置を用いることなくグラニュー構造磁性薄膜の作製を可能にする、C粒子が分散したFe-Pt系スパッタリングターゲット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

[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、酸化チタンの同時添加により、非磁性材料であるC粒子を微細に母材金属に均一に分散させ、高密度な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。このようにして作ら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になる。すなわち、成膜時の歩留まりを向上できることを見出した。

[0012] このような知見に基づき、本発明は、以下の発明を提供する。

1) Ptが5mol%以上60mol%以下、Cが0.1mol%以上40mol%以下、酸化チタンが0.05mol%以上20mol%以下、残余がFeからなることを特徴とする磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

2) ターゲット中に酸化チタン粒子が分散しており、該酸化チタン粒子にCの一部が固溶しているか又は酸化物粒子内にCの一部が内包されていることを特徴とする上記1)記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

3) スパッタリングターゲットの研磨面の元素マッピングにおいて、チタン(Ti)及び酸素(O)の検出域内にCの検出域の一部を内包してい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。

4) さらに、添加元素として、B、Ru、Ag、Au、Cuから選択した一種以上の元素を、0.5mol%以上20mol%以下を含有し、残余がFeからなることを特徴とする上記1)～3)のいずれか一項に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

5) さらに、添加剤として、SiO₂、Cr₂O₃、CoO、Ta₂O₅、B₂O₃、MgO、Co₃O₄から選択した一種以上の酸化物を0.5mol%以上20mol%以下を含有し、残余がFeからなることを特徴とする上記1)～4)のいずれか一項に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

6) 相対密度が97%以上であることを特徴とする上記1)～5)のいずれか一項に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

発明の効果

[0013] 本発明のC粒子が分散したFe-Pt合金系スパッタリングターゲットは、高価な同時スパッタ装置を用いることなく、グラニューラー構造磁性薄膜の成膜を可能にし、かつ凝集し易いC粒子を微細に母材金属に均一に分散させ、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

[0014] [図1]酸化チタンを添加することにより、スパッタリングターゲットの研磨面の元素マッピングにおいて、チタン(Ti)及び酸素(O)の検出域内にCの検出域の一部が内包されている様子を示す画像である。

発明を実施するための形態

[0015] 本発明の磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、Ptが5mol%以上60mol%以下、Cが0.1mol%以上40mol%以下、酸化チタンが0.05mol%以上20mol%以下、残余がFeからなる。これが、本発明の基本となるものである。

[0016] 本発明では、C粒子の含有量は、スパッタリングターゲット組成中、好ましくは0.1mol%以上40mol%以下である。C粒子のターゲット組成中における含有量が、0.1mol%未満であると、良好な磁気特性が得られない場合があり、また40mol%を超えると、本願発明の組成であっても、C粒子が凝集し、パーティクルの発生が多くなる場合がある。

[0017] また、本発明では、Ptの含有量は、Fe-Pt系合金組成中、5mol%以上60mol%以下である。PtのFe-Pt系合金中における含有量が、5mol%未満であると、良好な磁気特性が得られない場合があり、60mol%を超えても、同様に良好な磁気特性が得られない場合がある。

[0018] 酸化チタンについては、0.05mol%以上20mol%以下とするが、0.05mol%未満では、C粒子が凝集し、パーティクルの発生の抑制効果が無くなる。また、20mol%を超えると、良好な磁気特性が得られない場合があるので、上記の範囲にするのが良い。

[0019] 磁気特性を向上させるために添加した炭素(C)は、Fe-Pt系合金タ

ターゲット中で特異な存在形態を示す。すなわち、C粒子の多くは、ターゲット中に分散した酸化チタンの粒子と同一の場所に存在する。

本発明のスパッタリングターゲットの研磨面の元素をマッピングすると、チタン（Ti）及び酸素（O）の検出域内に、Cの検出域が重複して出現する。この様子を図1に示す。この図1から明らかなように、C粒子の大部分（少なくとも一部）が酸化チタンに内包されている。

[0020] ターゲット中に分散した酸化チタン粒子中におけるCの存在形態は、その一部が固溶しているか又は酸化物粒子内にCの一部が取り込まれた形態（内包）で存在すると考えられる。これは、酸化チタンが少なくとも炭素原料同士の間介在することを意味する。この存在形態は、ターゲット中に分散した酸化チタン粒子が存在することが前提であり、極めて特異な形態と言える。

[0021] 炭素よりも酸化チタンは焼結性が良好なので、酸化チタンの中にCの少なくとも一部が取り込まれるか又は炭素粒子の間介在することにより、焼結性が改善され、全体的な焼結体の密度が向上する。また、C粒子の凝集が抑制され、炭素原料の分散性を向上させる効果がある。この結果、炭素が凝集することに起因するパーティクルを減少させる効果がある。

[0022] また、本発明のスパッタリングターゲットは、グラファイトからなるC粒子を用いることが望ましい。これは、C粒子がグラファイト状であると作製されたスパッタリングターゲットは、さらにパーティクル発生を抑制できる効果があるからである。

しかしながら、C粒子を使用する限りにおいては、特にこの点が大きな問題となるものではなく、C粒子であれば、いずれの種類のものでよい。

[0023] 相対密度が97%以上であることは本発明の重要な要件の一つであり、本願発明のスパッタリングターゲットで実現することができる。相対密度が高いと、スパッタ時にスパッタリングターゲットからの脱ガスによる問題が少なく、また、合金とC粒子の密着性が向上するため、パーティクル発生を効果的に抑制できる。

スパッタリングターゲットの合金相以外の部分の１粒子あたりの平均面積については小さい方が望ましい。それは、１粒子あたりの平均面積が小さいとスパッタリング時のバーンイン時間を短縮できる効果があるからである。この点は、より好ましい条件として、下記実施例等において説明した。

[0024] 本発明において相対密度とは、ターゲットの実測密度を計算密度（理論密度ともいう）で割り返して求めた値である。計算密度とはターゲットの構成物質が互いに拡散あるいは反応せずに混在していると仮定したときの密度で、次式で計算される。

式：計算密度＝ Σ （構成分子の分子量×構成分子の分子数比）／ Σ （構成分子の分子量×構成分子の分子数比／構成分子の文献値密度）

ここで、 Σ は、ターゲットの構成物質の全てについて、和をとることを意味する。

[0025] 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する。作製にあたり、各原料粉末（F e 粉末、P t 粉末、酸化チタン粉末、C 粉末）を用意する。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、C 粒子を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。

[0026] さらに原料粉末として、合金粉末（F e－P t 粉）を用いてもよい。特にP t 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 μ m以上10 μ m以下のものを用いることが望ましい。

[0027] 所定の酸化チタン（T i O₂）とCとを、予めボールミルなどの、高エネルギー混合媒体で、同時混合するのが望ましい。この場合には、T i O₂とCの固溶を促進させることができ、焼結性を改善することができる。

F e－P t－Cの混合粉へ所定量の酸化チタンを添加し、ボールミルなど

の方法により、粉碎混合して、焼結用原料粉とすることもできる。また、ボールミルの粉碎メディアに酸化チタンを使用することもできる。

前記B、Ru、Ag、Au、Cuから選択した一種以上の元素からなる添加元素及びSiO₂、Cr₂O₃、CoO、Ta₂O₅、B₂O₃、MgO、Co₃O₄から選択した一種以上の酸化物からなる添加剤については、主成分の原料粉末を混合する際に同時に添加し、混合を実施するのが良い。

[0028] そして、上記の粉末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碎を兼ねて混合する。

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、1100～1400°Cの温度範囲とする。

[0029] 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、1100～1400°Cの温度範囲である。また加圧力は100Mpa以上に設定する。

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

[0030] 以上により、合金中にC粒子が均一に微細分散し、且つ高密度なC粒子が分散したFe-Pt系スパッタリングターゲットを作製することができる。このようにして製造した本発明のスパッタリングターゲットは、グラニューラ構造磁性薄膜の成膜に使用するスパッタリングターゲットとして有用である。

実施例

[0031] 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。

[0032] (実施例1)

原料粉末として平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の C 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末を用意した。C 粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を、 $41\text{Fe}-40\text{Pt}-9\text{TiO}_2-10\text{C}$ (mol%) となるようにして、合計重量が 2600g となるように秤量した。

[0033] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のチタ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封入し、 4 時間回転させて混合・粉砕した。そしてボール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 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、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。

[0034] 次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間 2 時間とし、昇温開始時から Ar ガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

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 98.5% であった。

[0035] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内と C の検出域を調べた。この結果、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内に C の検出域があり、C の一部が内包されていた。図 1 は、この様子を示す画像であり、その結果を確認することができた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の 1 粒子あたりの平均面積は $0.82\ \mu\text{m}^2$ であった。

[0036] 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のプレスパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に1 kWで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。このときの粒子径0.25~3 μmのパーティクル個数は85個であった。

[0037] (実施例2)

原料粉末として平均粒径3 μmのFe粉末、平均粒径3 μmのPt粉末、平均粒径1 μmのC粉末、平均粒径1 μmのTiO₂粉末を用意した。C粉末は市販の無定形炭素を用いた。これらの粉末を、29Fe-60Pt-1TiO₂-10C (mol%)となるようにして、合計重量が2600 gとなるように秤量した。

[0038] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のチタ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封入し、4時間回転させて混合・粉砕した。そしてボール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1200°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。

[0039] 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98.1%であった。

[0040] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン(Ti)及び酸素(O)の検出域内とCの検出域を調べた。この結果、チタン(Ti

）及び酸素（O）の検出域内にCの検出域があり、Cの一部が内包されていた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の1粒子あたりの平均面積は $0.75\mu\text{m}^2$ であった。

[0041] 次に、焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレス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1kWで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。このときの粒子径 $0.25\sim 3\mu\text{m}$ のパーティクル個数は95個であった。

[0042] （実施例3）

原料粉末として平均粒径 $3\mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のPt粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ のC粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の TiO_2 粉末を用意した。C粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を、 $69\text{Fe}-10\text{Pt}-20\text{TiO}_2-1\text{C}$ （mol%）となるようにして、合計重量が2600gとなるように秤量した。

[0043] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のチタ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封入し、4時間回転させて混合・粉砕した。そしてボール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 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、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。

[0044] 次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉

内でそのまま自然冷却させた。

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99.4%であった。

[0045] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内とCの検出域を調べた。この結果、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内にCの検出域があり、Cの一部が内包されていた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の平均面積は $5.25 \mu\text{m}^2$ であった。

この実施例3のスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の平均面積は、前記実施例2の同平均面積に比べて、かなり大きな面積になっている。これは、 TiO_2 はCよりも、つながりやすい（凝集しやすい）ためで、この結果 TiO_2 の多い本実施例3の合金相以外の部分の面積が大きくなったと考えられる。

[0046] 次に、焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレスパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に1kWで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。このときの粒子径0.25~3 μm のパーティクル個数は24個であった。

[0047] （実施例4）

原料粉末として平均粒径3 μm のFe粉末、平均粒径3 μm のPt粉末、平均粒径1 μm のC粉末、平均粒径1 μm の TiO_2 粉末、平均粒径1 μm の SiO_2 粉末、平均粒径3 μm の Cr_2O_3 粉末を用意した。C粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を、50Fe-40Pt-5TiO₂-2SiO₂-2Cr₂O₃-10C (mol%) となるようにして、合計重量が2600gとなるよう

に秤量した。

[0048] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のチタ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封入し、4時間回転させて混合・粉砕した。そしてボール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。

[0049] 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98.3%であった。

[0050] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン(Ti)及び酸素(O)の検出域内とCの検出域を調べた。この結果、チタン(Ti)及び酸素(O)の検出域内にCの検出域があり、Cの一部が内包されていた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の1粒子あたりの平均面積は0.68 μm^2 であった。

[0051] 次に、焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレス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1kWで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。このときの粒子径0.25~3 μm のパーティクル個数は55個であった。

[0052] (実施例 5)

原料粉末として平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の C 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の B_2O_3 粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Ta_2O_5 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の CoO 粉末を用意した。C 粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を、 $40\text{Fe} - 40\text{Pt} - 5\text{TiO}_2 - 2\text{B}_2\text{O}_3 - 1\text{Ta}_2\text{O}_5 - 1\text{CoO} - 10\text{C}$ (mol%) となるようにして、合計重量が 2600g となるように秤量した。

[0053] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のチタ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封入し、 4時間 回転させて混合・粉砕した。そしてボール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 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、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。

[0054] 次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間 2時間 とし、昇温開始時から Ar ガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

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 98.7% であった。

[0055] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内と C の検出域を調べた。この結果、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内に C の検出域があり、C の一部が内包されていた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の 1粒子 あたりの平均面積は $0.92\ \mu\text{m}^2$ であった。

[0056] 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1 kWで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。このときの粒子径0.25~3 μmのパーティクル個数は65個であった。

[0057]（実施例6）

原料粉末として平均粒径3 μmのFe粉末、平均粒径3 μmのPt粉末、平均粒径1 μmのC粉末、平均粒径1 μmのTiO₂粉末、平均粒径1 μmのB₂O₃粉末、平均粒径1 μmのTa₂O₅粉末、平均粒径1 μmのCoO粉末を用意した。C粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を、50Fe-40Pt-5TiO₂-2MgO-2Co₃O₄-10C（mol%）となるようにして、合計重量が2600gとなるように秤量した。

[0058] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のチタ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封入し、4時間回転させて混合・粉砕した。そしてボール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1200°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。

[0059] 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 98.6%であった。

[0060] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内と C の検出域を調べた。この結果、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内に C の検出域があり、C の一部が内包されていた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の 1 粒子あたりの平均面積は $0.85 \mu\text{m}^2$ であった。

[0061] 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、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 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 1 kW で 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。このときの粒子径 $0.25 \sim 3 \mu\text{m}$ のパーティクル個数は 96 個であった。

[0062] (実施例 7)

原料粉末として平均粒径 $3 \mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒径 $3 \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1 \mu\text{m}$ の C 粉末、平均粒径 $1 \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $8 \mu\text{m}$ の Ru 粉末を用意した。C 粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を、 $39\text{Fe} - 39\text{Pt} - 9\text{TiO}_2 - 3\text{Ru} - 10\text{C}$ (mol%) となるようにして、合計重量が 2600 g となるように秤量した。

[0063] 次に、秤量した粉末を粉碎媒体のチタ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封入し、4 時間回転させて混合・粉碎した。そしてボール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 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、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 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。

[0064] 次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施し

た。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

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98.4%であった。

[0065] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内とCの検出域を調べた。この結果、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内にCの検出域があり、Cの一部が内包されていた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の1粒子あたりの平均面積は $0.84\mu\text{m}^2$ であった。

[0066] 次に、焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力 1kW 、Arガス圧 1.7Pa とし、 2kWh 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 1kW で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。このときの粒子径 $0.25\sim 3\mu\text{m}$ のパーティクル個数は81個であった。

[0067] （実施例8）

原料粉末として平均粒径 $3\mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のPt粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ のC粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $5\mu\text{m}$ のAu粉末を用意した。C粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を、 $38\text{Fe}-38\text{Pt}-9\text{TiO}_2-5\text{Au}-10\text{C}$ (mol%) となるようにして、合計重量が 2600g となるように秤量した。

[0068] 次に、秤量した粉末を粉碎媒体のチタ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封入し、4時間回転させて混合・粉碎した。そしてボール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 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、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。

[0069] 次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時から Ar ガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

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。

[0070] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内と C の検出域を調べた。この結果、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内に C の検出域があり、 C の一部が内包されていた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の1粒子あたりの平均面積は $1.22\mu\text{m}^2$ であった。

[0071] 次に、焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製 C-3010 スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力 1kW 、 Ar ガス圧 1.7Pa とし、 2kWh 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 1kW で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。このときの粒子径 $0.25\sim 3\mu\text{m}$ のパーティクル個数は97個であった。

[0072] （実施例9）

原料粉末として平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の C 粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $5\mu\text{m}$ の Ag 粉末を用意した。 C 粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を、 $40.5\text{Fe}-40\text{Pt}-9\text{TiO}_2-0.5\text{Ag}-10\text{C}$ (mol%) となるようにして、合計重量が 2600g となるように秤量した。

[0073] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のチタ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封入し、 4 時間回転させて混合・粉砕した。そしてボール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 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、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。

[0074] 次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間 2 時間とし、昇温開始時から Ar ガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

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 97.1% であった。

[0075] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内と C の検出域を調べた。この結果、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内に C の検出域があり、 C の一部が内包されていた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の 1 粒子あたりの平均面積は $0.92\mu\text{m}^2$ であった。

[0076] 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 $\text{C}-3010$ スパッタリングシステム) に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力 1kW 、 Ar ガス圧 1.7Pa とし、 2kWh のプレスパッタリングを実施した後、 4 インチ径のシリコン基板上に 1kW で 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。このときの粒子径 $0.25 \sim 3 \mu\text{m}$ のパーティクル個数は101個であった。

[0077] (実施例10)

原料粉末として平均粒径 $3 \mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒径 $3 \mu\text{m}$ のPt粉末、平均粒径 $1 \mu\text{m}$ のC粉末、平均粒径 $1 \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $5 \mu\text{m}$ のCu粉末を用意した。C粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を、 $37\text{Fe} - 37\text{Pt} - 9\text{TiO}_2 - 7\text{Cu} - 10\text{C}$ (mol%)となるようにして、合計重量が2600gとなるように秤量した。

[0078] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のチタ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封入し、4時間回転させて混合・粉砕した。そしてボール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 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、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。

[0079] 次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

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98.1%であった。

[0080] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン(Ti)及び酸素(O)の検出域内とCの検出域を調べた。この結果、チタン(Ti)及び酸素(O)の検出域内にCの検出域があり、Cの一部が内包されていた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の1粒子あたりの平均面積は $0.8 \mu\text{m}^2$ であった。

[0081] 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1 kWで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。このときの粒子径0.25~3 μmのパーティクル個数は82個であった。

[0082] （実施例11）

原料粉末として平均粒径3 μmのFe粉末、平均粒径3 μmのPt粉末、平均粒径1 μmのC粉末、平均粒径1 μmのTiO₂粉末、平均粒径6 μmのCo-B粉末を用意した。C粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を、40Fe-40Pt-9TiO₂-1B-10C（mol%）となるようにして、合計重量が2600gとなるように秤量した。

[0083] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のチタ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封入し、4時間回転させて混合・粉砕した。そしてボール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1200°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。

[0084] 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98.7%であった。

[0085] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン（Ti）

及び酸素（O）の検出域内とCの検出域を調べた。この結果、チタン（Ti）及び酸素（O）の検出域内にCの検出域があり、Cの一部が内包されていた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の1粒子あたりの平均面積は $0.86 \mu\text{m}^2$ であった。

[0086] 次に、焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレス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1kWで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。このときの粒子径 $0.25 \sim 3 \mu\text{m}$ のパーティクル個数は79個であった。

[0087] （実施例12）

原料粉末として平均粒径 $3 \mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒径 $3 \mu\text{m}$ のPt粉末、平均粒径 $1 \mu\text{m}$ のC粉末、平均粒径 $1 \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末を用意した。C粉末は市販の無定形炭素を用いた。これらの粉末を、 $30\text{Fe}-25\text{Pt}-5\text{TiO}_2-40\text{C}$ （mol%）となるようにして、合計重量が2600gとなるように秤量した。

[0088] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のチタ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封入し、4時間回転させて混合・粉砕した。そしてボール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 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、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。

[0089] 次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に

高めて、 1100°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

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。

[0090] スパッタリングターゲットの研磨面を元素マッピングし、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内とCの検出域を調べた。この結果、チタン (Ti) 及び酸素 (O) の検出域内にCの検出域があり、Cの一部が内包されていた。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の1粒子あたりの平均面積は $0.73\mu\text{m}^2$ であった。

[0091] 次に、焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力 1kW 、Arガス圧 1.7Pa とし、 2kWh 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 1kW で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。このときの粒子径 $0.25\sim 3\mu\text{m}$ のパーティクル個数は162個であった。

[0092] （比較例1）

原料粉末として平均粒径 $3\mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のPt粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ のC粉末を用意した。C粉末は市販の無定形炭素を用いた。これらの粉末を、 $45\text{Fe}-45\text{Pt}-10\text{C}$ (mol%) となるようにし、かつ合計重量が 2600g となるように秤量した。

[0093] 次に、秤量した粉末を粉碎媒体のチタ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封入し、4時間回転させて混合・粉碎した。そしてボール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 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、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 30M

Paで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。次にホットプレス型の型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。

[0094] 熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

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95.5%であった。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の1粒子あたりの平均面積は $0.74\mu\text{m}^2$ であった。

[0095] 次に、焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレス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1kWで20秒間成膜した。そして基板上へ付着した $0.25\sim 3\mu\text{m}$ のパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときの個数は1050個であった。

[0096] （比較例2）

原料粉末として平均粒径 $3\mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のPt粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ のC粉末を用意した。C粉末は市販の無定形炭素を用いた。これらの粉末を、30Fe-30Pt-40C（mol%）となるようにして、合計重量が2600gとなるように秤量した。

[0097] 次に、秤量した粉末を粉碎媒体のチタ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封入し、4時間回転させて混合・粉碎した。そしてボール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 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、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30M

Paで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。次にホットプレス型の型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。

[0098] 熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時からArガスのガス圧を徐々に高めて、 1100°C で保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

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95.1%であった。また、このスパッタリングターゲットの合金相以外の部分の1粒子あたりの平均面積は $0.71\mu\text{m}^2$ であった。

[0099] 次に、焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、2kWhrのプレス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1kWで20秒間成膜した。そして基板上へ付着した $0.25\sim 3\mu\text{m}$ のパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときの個数は2120個であった。

[0100] 以上の、実施例と比較例の、組成、合金相以外の部分の平均面積、相対密度、パーティクル数の結果の一覧を、表1に示す。

[0101]

[表1]

	組成 (mol%)	合金相以外の部分の1粒子 当たりの平均面積 (μm^2)	相対密度 (%)	パーティクル数 (個)
実施例1	41Fe-40Pt-9TiO ₂ -10C	0.82	98.5	85
比較例1	45Fe-45Pt-10C	0.74	95.5	1050
実施例2	29Fe-60Pt-1TiO ₂ -10C	0.75	98.1	95
実施例3	69Fe-10Pt-20TiO ₂ -1C	5.25	99.4	24
実施例4	50Fe-40Pt-5TiO ₂ -2SiO ₂ -2Cr ₂ O ₃ -10C	0.68	98.3	55
実施例5	40Fe-40Pt-5TiO ₂ -2B ₂ O ₃ -1Ta ₂ O ₅ -1CoO-10C	0.92	98.7	65
実施例6	50Fe-40Pt-5TiO ₂ -2MgO-2Co ₃ O ₄ -10C	0.85	98.6	96
実施例7	39Fe-39Pt-9TiO ₂ -3Ru-10C	0.84	98.4	81
実施例8	38Fe-38Pt-9TiO ₂ -5Au-10C	1.22	97.6	97
実施例9	40.5Fe-40Pt-9TiO ₂ -0.5Ag-10C	0.92	97.1	101
実施例10	37Fe-37Pt-9TiO ₂ -7Cu-10C	0.8	98.1	82
実施例11	40Fe-40Pt-9TiO ₂ -1B-10C	0.86	98.7	79
実施例12	30Fe-25Pt-5TiO ₂ -40C	0.73	97.9	162
比較例2	30Fe-30Pt-40C	0.71	95.1	2120

[0102] 上記実施例から明らかなように、本願発明の成分と組成の数値範囲にあるものは、密度が高く、パーティクルの発生数が少ないことが分かる。比較例 1 及び比較例 2 では、いずれも酸化チタンが含有されていないために、密度が低く、パーティクル数が非常に高い値になっていることが分かる。

実施例の中で、実施例 1 2 は、C 粒子の含有量が 40 mol % と上限値になっているため、他の実施例に比較してパーティクル数が 162 とやや高めになっている。しかし、このレベルは許容範囲に入るもので、特に問題にはならない。

[0103] また、実施例 2 において、C の含有量に比較して酸化チタンの含有量が 1 mol % とやや低めになっているため、他の実施例に比較して、パーティクル数が 95 と若干高めになっている。しかし、このレベルは許容範囲に入るもので、問題となるものではない。

酸化チタンについては、0.05 mol % ~ 20 mol % であれば、良好なグラニューラ構造の磁性薄膜の成膜用スパッタリングターゲットとすることができる。

[0104] さらに、本願発明においては、添加元素として、B、Ru、Ag、Au、Cu から選択した一種以上の元素を、0.5 mol % 以上 20 mol % 以下を含有すること、さらに添加剤として、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、 CoO 、 Ta_2O_5 、 B_2O_3 、 MgO 、 Co_3O_4 から選択した一種以上の酸化物を 0.5 mol % 以上 20 mol % 以下を含有することが、許容されているが、これらの添加物質が所定の範囲内であれば、これらを添加していないスパッタリングターゲットと同等の特性を有していることが、実施例から容易に確認することができる。本願発明は、これらを全て包含するものである。

産業上の利用可能性

[0105] 本発明は、高価な同時スパッタ装置を用いることなく、グラニューラ構造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、C 粒子が分散した Fe-Pt 系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ラ構

造の磁性薄膜の成膜用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] Ptが5mol%以上60mol%以下、Cが0.1mol%以上40mol%以下、酸化チタンが0.05mol%以上20mol%以下、残余がFeからなることを特徴とする磁気記録膜用スパッタリングターゲット。
- [請求項2] ターゲット中に酸化チタン粒子が分散しており、該酸化チタン粒子にCの一部が固溶しているか又は酸化物粒子内にCの一部が内包されていることを特徴とする請求項1記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。
- [請求項3] スパッタリングターゲットの研磨面の元素マッピングにおいて、チタン(Ti)及び酸素(O)の検出域内にCの検出域の一部を内包していることを特徴とする請求項1記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項4] さらに、添加元素として、B、Ru、Ag、Au、Cuから選択した一種以上の元素を、0.5mol%以上20mol%以下を含有し、残余がFeからなることを特徴とする請求項1～3のいずれか一項に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。
- [請求項5] さらに、添加剤として、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、 CoO 、 Ta_2O_5 、 B_2O_3 、 MgO 、 Co_3O_4 から選択した一種以上の酸化物を0.5mol%以上20mol%以下を含有し、残余がFeからな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磁気記録膜用スパッタリングターゲット。
- [請求項6] 相対密度が97%以上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磁気記録膜用スパッタリングターゲット。