

明細書

発明の名称：F e - P t - B N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、磁性薄膜の製造に用いられるB N含有スパッタリングターゲット及びその製造方法に関し、特にF eとP tとB N（窒化ホウ素）とを含むF e - P t - B N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] ハードディスクドライブなどの磁気記録媒体のグラニューラー構造磁性薄膜を製造するためのスパッタリングターゲットとして、強磁性金属であるF e又はC oを主成分として、S i O₂などの酸化物、B（ホウ素）、C（炭素）、B N（窒化ホウ素）などの非磁性材を含む焼結体が用いられている。B Nは潤滑剤として優れた性能を発揮するが、焼結性が劣るために高密度の焼結体を製造することが難しく、スパッタリング中にパーティクルが発生し、製品歩留まりが低下し、機械加工性が悪いなどの問題があった。

[0003] かかる問題を解決するために、B NとS i O₂を合金化して焼結性を改善する方法（日本特許第5 5 6 7 2 2 7号公報）、F e - P t合金粉末を使用することで酸化鉄の形成を抑制してスパッタリングターゲットの酸素含有量を低下させる方法（日本特許第5 6 8 9 5 4 3号公報）、A g C u合金又はA u C u合金を添加して焼結性を改善する方法（日本特許第6 2 8 5 0 4 3号公報及び日本特許第6 0 8 4 7 1 1号公報）などが提案されている。

[0004] 日本特許第5 5 6 7 2 2 7号公報には、非磁性材料である六方晶系B N粒子を石英又は非晶質のS i O₂粒子と一緒にF e - P t系の母材金属に分散させることによって、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のスパッタリングターゲットを提供すること、及びB Nに対して1 m o l %以上のS i O₂を含有させ、B NとS i O₂とを固溶させた状態で含有させることにより、六方晶系B Nの焼結性を著しく向上できることが開示されている。具体的な製造方法として、F e、P t、S i O₂及びB Nの各原料粉末を、媒体攪拌ミルを用いて3 0 0 r p mで2時間混合して得られる混合粉末をホットプレスした後、熱間等方加圧

加工を行うことが記載されている。また、得られるFe-Pt系磁性材焼結体は、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以上であり、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以下であることが記載されている。さらに、SiO₂を含まない点を除いて同じ製造条件で製造した比較例(Fe-Pt-BN系、Fe-Pt-BN-酸化物系、及びFe-Pt-BN-非磁性材系)においては、六方晶系BN(002)面のX線回折ピーク強度比は実施例と同程度であるが、パーティクル数が645個以上と著しく多くなっていることが記載されている。しかし、比較例についてのFE-EPMA観察結果について何ら言及がなく、どのような分散状況であるのか不明である。

[0005] 日本特許第5689543号公報には、Fe-Pt合金粉末を使用することによって、酸素量を4000wtppm以下まで低減したFe-Pt-BN系の磁性材焼結体を作製できること、作製された焼結体は、機械加工性が良好となり、割れやチッピングの発生を抑制できることが開示されている。具体的な製造方法として、粒径が0.5μm以上10μm以下のFe-Pt合金粉末、及びBN粉末を乳鉢に投入して均一に混合した混合粉末をホットプレスした後、熱間等方加圧加工を行うことが記載されている。一方、Fe粉末、Pt粉末及びBN粉末を、媒体攪拌ミルを用いて300rpmで2時間混合する点を除いて同じ製造条件で製造した比較例(Fe-Pt-BN系、Fe-Pt-BN-非磁性材系)においては、酸素含有量が11500wtppm以上と高く、酸化鉄が形成され、チッピングが発生したことが記載されている。なお、チッピングの発生を抑制することができると異常放電やパーティクルの発生が少ないと紹介されているが、実施例及び比較例においてパーティクルの発生について何ら言及がなく、パーティクルの発生を抑制できたか否かは不明である。

[0006] 日本特許第6285043号公報及び日本特許第6084711号公報には、C及び/又はBNを含有するFe-Pt系焼結体スパッタリングターゲットに、低融点のAgCu合金又はAuCu合金を添加することによって低い焼結温度で焼結体の密度を上げることが開示されている。日本特許第6285043号公報には、

A g と C u からなる A g C u 合金が共晶反応によってその融点が 7 7 9 . 1 ℃まで低下すること、日本特許第 6 0 8 4 7 1 1 号公報には A u と C u からなる A u C u 合金が共晶反応によってその融点が 9 1 0 ℃まで低下することがそれぞれ記載されている。日本特許第 6 2 8 5 0 4 3 号公報には、比較例 4 として F e 粉末、P t 粉末、B N 粉末、A u 粉末を媒体攪拌ミルにて 3 0 0 r p m で 2 時間処理した後、A g 粉末と B N 粉末を V 字型混合機で混ぜ合わせた後、更に 1 5 0 μ m の篩を用いて混合した粉末を焼結及び熱間等方加圧加工を施したところ、パーティクル数が 8 3 . 3 個と大幅に増加したことが記載されている。同様に、日本特許第 6 0 8 4 7 1 1 号公報には、F e 粉末、P t 粉末、B N 粉末、A u 粉末を媒体攪拌ミルにて 3 0 0 r p m で 2 時間処理した後、A u 粉末と B N 粉末を V 字型混合機で混ぜ合わせた後、更に 1 5 0 μ m の篩を用いて混合した粉末を焼結及び熱間等方加圧加工を施したところ、パーティクル数が 2 5 6 個と大幅に増加したことが記載されている。

[0007] 以上、上記の特許文献には、S i O₂、A g C u 合金又は A u C u 合金を主成分と同レベルで添加すること若しくは酸素量を 4 0 0 0 w t p p m 以下に低減することにより F e - P t - B N 系焼結体によるパーティクル発生を低減する技術が開示されているが、これらの条件の一つでも満たさない場合にはパーティクル数を低減できていない。また、S i O₂、A g C u 合金又は A u C u 合金を主成分と同レベルで添加することにより、成膜したい組成がこれらの元素を含まない場合には、成膜したい組成との乖離が大きく、膜の所望の磁気特性が得られなくなる可能性がある。したがって、成膜したい組成が S i O₂、A g C u 合金又は A u C u 合金を含まない場合には、B N の焼結性を改善し、パーティクル発生を低減させることが困難である。

先行技術文献

特許文献

[0008] [特許文献 1] 特許第 5 5 6 7 2 2 7 号公報

[特許文献 2] 特許第 5 6 8 9 5 4 3 号公報

[特許文献 3] 特許第 6 2 8 5 0 4 3 号公報

[特許文献 4] 特許第 6 0 8 4 7 1 1 号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明の目的は、上記の特許文献1～4に開示されている発明とは異なるアプローチにより、高い相対密度を有するFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットのパーティクル発生の問題を解決することにある。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者らは、Fe-Pt-BN系スパッタリングターゲットでは、BNの融点が高く、均一微細な組織にすることが困難であり、均一微細な組織にするとBNが微粉碎されて複合材料の焼結を阻害し、焼結性が悪化することを確認し、BNの少なくとも一部をホウ素酸化物に変換して、融点を低下させることにより、BN含有複合材料の焼結性を向上させることで、パーティクル発生を低減できることを知見し、本発明を完成するに至った。

[0011] 本発明によれば、Fe-Pt-BN系スパッタリングターゲットであって、BNおよびホウ素酸化物からなる非磁性成分を含み、相対密度が88%以上であり、酸素含有量が4000wtppmを超え10,000wtppm以下であり、下記の手順で求めた全ホウ素濃度(wt%)に対する水溶性ホウ素濃度(wt%)の割合が1.0%以上であることを特徴とする、Fe-Pt-BN系スパッタリングターゲットが提供される。

(全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の求め方)

(1) スパッタリングターゲットから4mm角の試料片を切断し、当該試料片を粉碎して、粉碎物を調製し、

(2) 当該粉碎物を目開き106 μ m及び300 μ mの篩を用いて分級し、目開き300 μ mの篩を通過して目開き106 μ mの篩上に残った粉末0.50gを25℃の純水100mlに浸漬し、1時間放置した後、JIS P 3801に規定される5種Aのろ紙でろ過し、

(3) ろ液を200mlのメスフラスコでメスアップして、ICP分析により液中B濃度を求め、

- (4) 純水 200 ml のみを ICP 分析によりブランク B 濃度を求め、
- (5) 液中 B 濃度からブランク B 濃度を差し引き、液体容量の 200 ml を乗じて、溶出した水溶性 B 質量を算出し、
- (6) 粉末質量 0.50 g 中の水溶性 B 質量から粉末 1 g あたりの水溶性 B 濃度を算出し、
- (7) 上記 (2) で目開き 106 μ m の篩上の粉末を秤量して、アルカリ熔融した後、ICP 分析により粉末 1 g 中全 B 濃度を算出し、
- (8) 粉末 1 g 中水溶性 B 濃度を粉末 1 g 中全 B 濃度で除す。
- [0012] また、本発明によれば、Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットであって、
- BN およびホウ素酸化物並びに炭素 (C) からなる非磁性成分を含み、
- 相対密度が 88 % 以上であり、
- 酸素含有量が 4000 wt ppm を超え 10,000 wt ppm 以下であり、
- 上記の手順で求めた全ホウ素濃度 (wt %) に対する水溶性ホウ素濃度 (wt %) の割合が 1.0 % 以上であることを特徴とする、Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットが提供される。
- [0013] 前記 Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットの切断面における B の存在領域には O が存在することが好ましい。
- [0014] 前記 Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットは、Pt を 10 mol % 以上 55 mol % 以下含むことが好ましい。
- [0015] 前記 Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットは、BN を 10 mol % 以上 55 mol % 以下含むことが好ましい。
- [0016] 前記 Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットは、さらに C を 0 mol % 以上 20 mol % 以下含むことが好ましい。
- [0017] 前記 Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットは、Ag、Au、Co、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ru から選択される 1 種以上の元素をさらに含むことができる。
- [0018] また、本発明によれば、前記 Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲット

ットの製造方法が提供される。本発明の製造方法は、原料粉末を下記（A）～（E）のいずれかの態様で媒体攪拌ミル内にて100rpm以上200rpm以下の回転数で合計2時間以上6時間以下混合して原料粉末混合物を調製すること、及び当該原料粉末混合物のうち目開き300 μ mの篩を通過した粉末を採取して、焼結することを含み、BN粉末表面の少なくとも一部を酸化させることを特徴とする。

[0019] （A）まずBN粉末のみを酸素及び／又は水分を含有する雰囲気の媒体攪拌ミル内で混合し、次に残りの原料粉末を当該媒体攪拌ミルに投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気とした後に混合する態様。

（B）まずBN粉末のみをアルゴンガス雰囲気の媒体攪拌ミルで粉碎した後に酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させ、次いで当該媒体攪拌ミルに残りの原料粉末を投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気として混合する態様。

（C）原料粉末をアルゴンガス雰囲気の媒体攪拌ミル内で混合した後、混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる態様。

（D）原料粉末をアルゴンガス雰囲気の媒体攪拌ミル内で混合し、所定の混合時間を経過する前に混合を中断して酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させた後、再び混合を再開する態様。

（E）原料粉末をアルゴンガスと酸素及び／又は水分とを含有する雰囲気の媒体攪拌ミル内で混合する態様。

[0020] より具体的には、非磁性成分がBN及びホウ素酸化物からなる場合、前記原料粉末混合物は、下記（A1）～（E1）のいずれかの態様で調製されることが好ましい。

（A1）まずBN粉末のみを酸素及び／又は水分を含有する雰囲気の媒体攪拌ミル内で混合し、次にFe粉末及びPt粉末を当該媒体攪拌ミルに投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気とした後に混合する態様。

（B1）まずBN粉末のみをアルゴンガス雰囲気の媒体攪拌ミルで粉碎した後に酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させ、次いで当該媒体攪拌ミルにFe粉末及びPt粉末を投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気として混合する態様。

(C 1) BN粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気の媒体攪拌ミル内で混合した後、混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる態様。

(D 1) BN粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気の媒体攪拌ミル内で混合し、所定の混合時間を経過する前に混合を中断して酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させた後、再び混合を再開する態様。

(E 1) BN粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガスと酸素及び／又は水分とを含有する雰囲気 of 媒体攪拌ミル内で混合する態様。

[0021] また、非磁性成分がBN、ホウ素酸化物及び炭素(C)からなる場合、前記原料粉末混合物は、下記(A 2)～(E 2)の何れかの態様で調製されることが好ましい。

(A 2) まずBN粉末のみを酸素及び／又は水分を含有する雰囲気 of 媒体攪拌ミル内で混合し、次にC粉末、Fe粉末及びPt粉末を当該媒体攪拌ミルに投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気とした後に混合する態様。

(B 2) まずBN粉末のみをアルゴンガス雰囲気 of 媒体攪拌ミルで粉碎した後に酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させ、次いで当該媒体攪拌ミルにC粉末、Fe粉末及びPt粉末を投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気として混合する態様。

(C 2) BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気 of 媒体攪拌ミル内で混合した後、混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる態様。

(D 2) BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気 of 媒体攪拌ミル内で混合し、所定の混合時間を経過する前に混合を中断して酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させた後、再び混合を再開する態様。

(E 2) BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガスと酸素及び／又は水分とを含有する雰囲気 of 媒体攪拌ミル内で混合する態様。

[0022] 前記焼結は、600℃以上1200℃以下の焼結温度、及び30MPa以上200MPa以下の焼結圧力で行われることが好ましい。

発明の効果

[0023] 本発明のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットは、88%以上の相対密度を有し、マグネトロンスパッタリング時のパーティクル発生数を低減できる。

また、本発明のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットは、SiO₂、AgCu合金、AuCu合金などを添加することなく、パーティクルの発生を低減できるので、スパッタ膜の磁気特性に影響を与えることが少ない。

図面の簡単な説明

[0024] [図1] 本発明のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットにおける組織の模式図

[図2] 実施例2のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットのEPMA画像

[図3] 実施例及び比較例における全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量との関係を示すグラフ

[図4] 実施例及び比較例における全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合とパーティクル数との関係を示すグラフ

[図5] 実施例及び比較例における酸素含有量とパーティクル数との関係を示すグラフ

好ましい実施形態

[0025] 以下、添付図面を参照しながら、本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0026] [第一実施形態]

第一実施形態のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットは、BNおよびホウ素酸化物からなる非磁性成分を含み、相対密度が88%以上であり、酸素含有量が4000wtppmを超え10,000wtppm以下であり、下記の手順で求めた全ホウ素濃度(wt%)に対する水溶性ホウ素濃度(wt%)の割合が1.0%以上であることを特徴とする。

(全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の求め方)

(1) スパッタリングターゲットから4mm角の試料片を切断し、当該試料片を粉

砕して、粉碎物を調製し、

(2) 当該粉碎物を目開き $106\mu\text{m}$ 及び $300\mu\text{m}$ の篩を用いて分級し、目開き $300\mu\text{m}$ の篩を通過して目開き $106\mu\text{m}$ の篩上に残った粉末 0.50g を 25°C の純水 100ml に浸漬し、1時間放置した後、JIS P 3801に規定される5種Aのろ紙でろ過し、

(3) ろ液を 200ml のメスフラスコでメスアップして、ICP分析により液中B濃度を求め、

(4) 純水 200ml のみをICP分析によりブランクB濃度を求め、

(5) 液中B濃度からブランクB濃度を差し引き、液体容量の 200ml を乗じて、溶出した水溶性B質量を算出し、

(6) 粉末質量 0.50g 中の水溶性B質量から粉末 1g あたりの水溶性B濃度を算出し、

(7) 上記(2)で目開き $106\mu\text{m}$ の篩上の粉末を秤量して、アルカリ熔融した後、ICP分析により粉末 1g 中全B濃度を算出し、

(8) 粉末 1g 中水溶性B濃度を粉末 1g 中全B濃度で除す。

[0027] 本発明のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットは、 4000wt ppm を超え $10,000\text{wt ppm}$ 以下、好ましくは 4000wt ppm を超え $8,000\text{wt ppm}$ 以下の酸素を含み、全ホウ素濃度(wt%)に対する水溶性ホウ素濃度(wt%)の割合が 1.0% 以上、好ましくは 2.0% 以上、より好ましくは 2.0% 以上 10.05 以下である。上記割合で水溶性ホウ素が検出されることは、BN及びBは水に不溶であるため、酸化ホウ素 B_2O_3 などのホウ素酸化物が含まれていることの証左となる。

[0028] すなわち、本発明のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットは、全ホウ素濃度(wt%)に対する水溶性ホウ素濃度(wt%)の割合が 1.0% 以上、好ましくは 2.0% 以上、より好ましくは 2.0% 以上 10.0% 以下となる量のホウ素酸化物を含む。

[0029] 全ホウ素に対する水溶性ホウ素の割合及び酸素含有量が上記範囲内にあれば、高融点のBNの少なくとも一部が、低融点の酸化ホウ素に置換されて、Fe

—Pt—BN系複合材料の焼結性が改善される。後述する実施例及び比較例に詳述するように、EPMA分析（分析条件は後述する。）によって、本発明のFe—Pt—BN系スパッタリングターゲットの切断面におけるBの存在領域にOが存在することが確認できる。切断面におけるBの存在領域にOが存在することから、BNの少なくとも一部が低融点の酸化ホウ素に置換されている状態は、図1の模式図に示すように、BNの表面に酸化ホウ素(B_2O_3)が形成されている状態と考えられる。

[0030] さらに、本発明のFe—Pt—BN系スパッタリングターゲットは、88%以上の相対密度、好ましくは90%以上の相対密度を有する。相対密度が88%未満であると、スパッタリングターゲットとして実用化できない。

[0031] 本発明のFe—Pt—BN系スパッタリングターゲットは、BNおよびホウ素酸化物からなる非磁性成分を含む。本発明において、非磁性成分は、スパッタリングされた後のグラニューラー構造磁性薄膜において金属成分を隔離する粒界材として作用する。本発明のFe—Pt—BN系スパッタリングターゲットは、パーティクル発生の原因となる SiO_2 を含まない。

[0032] 本発明のFe—Pt—BN系スパッタリングターゲットは、Ptを10mol%以上55mol%以下、好ましくは15mol%以上50mol%以下含むことが望ましい。Ptの含有量を上記範囲とすることで、成膜後のFe—Pt系合金の磁気特性を良好に維持することができる。

[0033] 本発明のFe—Pt—BN系スパッタリングターゲットは、BNを10mol%以上55mol%以下、好ましくは15mol%以上50mol%以下、より好ましくは20mol%以上45mol%以下含むことが望ましい。上記範囲内であれば、BNが磁気記録媒体のグラニューラー構造磁性薄膜の粒界材として機能する。

[0034] 本発明のFe—Pt—BN系スパッタリングターゲットは、Ag、Au、Co、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ruから選択される1種以上の金属元素をさらに含み得る。これらの追加金属元素の総量は、Fe—Pt—BN系スパッタリングターゲット全体の0mol%以上20mol%以下、好ましくは0mol%以上15mol%以下とすることができ、上記範囲内であればFe—P

t系合金の磁気特性を良好に維持することができる。

[0035] 本発明のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットは、BN粉末、Fe粉末及びPt粉末を媒体攪拌ミル内にて100rpm以上200rpm以下の回転数で合計2時間以上6時間以下混合して原料粉末混合物を調製すること、及び当該原料粉末混合物のうち目開き300 μ mの篩を通過した粉末を採取して、焼結することを含み、原料粉末混合物を調製する際に少なくともBN粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させて、BN表面の少なくとも一部を酸化させた原料粉末混合物を調製することを特徴とする方法により製造することができる。

[0036] 媒体攪拌ミルの回転数が低すぎるとBNを均一に分散することができず、回転数が高すぎると微細な粒子が形成されてしまい、相対密度が低下し、スパッタリングターゲットとして実用化できないので好ましくない。また、混合時間が短すぎると水溶性ホウ素が十分に形成されず、混合時間が長すぎると水溶性ホウ素は十分に形成されるものの酸素含有量が多くなり、所望の磁気特性が得られない可能性がある。また、酸素含有量が多すぎると、主成分であるFeの酸化が進行して鉄酸化物が増加し、Fe-Pt-BN系焼結体をスパッタリングターゲットに加工する際に割れチッピングが発生し、焼結体の機械加工性が悪化するおそれもある。

[0037] 本発明の製造方法において、原料粉末の混合時のBN表面と酸素及び／又は水分を含有するガスとの接触の態様は、下記(A1)～(E1)から任意に選択することができる。

(A1) まずBN粉末のみを酸素及び／又は水分を含有する雰囲気媒体攪拌ミル内で混合し、次にFe粉末及びPt粉末を当該媒体攪拌ミルに投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気として混合する態様。

(B1) まずBN粉末のみをアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミルで粉碎した後に酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させ、次いで当該媒体攪拌ミルにFe粉末及びPt粉末を投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気として混合する態様。

(C1) BN粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミル内で混合した後、混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる態様。

(D1) BN粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気の媒体攪拌ミル内で混合し、所定の混合時間を経過する前に混合を中断して酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させた後、再び混合を再開する態様。

(E1) BN粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガスと酸素及び／又は水分とを含有する雰囲気 of 媒体攪拌ミル内で混合する態様。

[0038] 態様(A1)～(E1)の場合、攪拌混合後の混合粉末の酸素含有量が4000wtppmを超え10,000wtppm以下となるよう、媒体攪拌ミル内に含まれる酸素量および／または水分量、あるいは混合粉末と接触させる酸素量および／または水分量を調整する。酸素量および／または水分量の調整は、混合粉末の質量や媒体攪拌ミルの容積に合わせて、酸素含有雰囲気 of 酸素分圧および／または水分含有雰囲気 of 露点で調整することができる。

[0039] 態様(A1)の場合、BN粉末のみを酸素含有雰囲気 of 媒体攪拌ミル内で攪拌する条件は、例えば回転数100rpm以上200rpm以下で1時間以上3時間以下とし、Fe粉末及びPt粉末を投入した後の攪拌混合時間との合計が2時間以上6時間以下とする。BN粉末のみを攪拌する酸素含有雰囲気としては、例えば30vol%の酸素を含有するアルゴンガス雰囲気を好適に挙げることができる。

[0040] 態様(B1)の場合、BN粉末のみをアルゴンガス雰囲気 of 媒体攪拌ミル内で攪拌する条件としてBN粉末が微細化されすぎないことが必要であり、例えば回転数100rpm以上200rpm以下で1時間以上3時間以下とし、Fe粉末及びPt粉末を投入した後の攪拌混合時間との合計が2時間以上6時間以下とする。粉砕したBN粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる態様としては、粉末を媒体攪拌ミルから取り出して、大気中でバットに広げて所定時間放置する態様を好適に挙げることができる。BN粉末の微粒子を大気と接触させることで、態様(C1)よりも酸素と接触するBNの表面積が大きくなり、BN表面が酸化してホウ素酸化物が形成されやすくなる。

[0041] 態様(C1)の場合、BN粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気 of 媒体攪拌ミル内で混合した後、混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと例えば30分以上接触させることができる。媒体攪拌ミル内での混合条件は、

例えば回転数100rpm以上200rpm以下で合計2時間以上6時間以下とする。混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる態様は、態様（B1）と同様に、混合粉末を大気中でバットに広げて所定時間放置する態様を好適に挙げることができる。

[0042] 態様（D1）の場合、例えばアルゴンガスを封入した媒体攪拌ミル内でBN粉末、Fe粉末及びPt粉末を混合し、攪拌混合時間の途中に1回以上攪拌混合を停止し、混合粉末を媒体攪拌ミルから取り出して、酸素及び／又は水分を含有するガスと30分以上接触させた後に、再度、アルゴンガスを封入した媒体攪拌ミル内で攪拌混合することができる。混合途中での混合粉末と酸素及び／又は水分を含有するガスとの接触の回数は1回以上5回以下とすることができる。媒体攪拌ミル内での混合条件は、例えば回転数100rpm以上200rpm以下で合計2時間以上6時間以下とする。混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる態様は、態様（B1）及び（C1）と同様に、混合粉末を大気中でバットに広げて所定時間放置する態様を好適に挙げることができる。

[0043] 態様（E1）の場合、BN粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガスと酸素及び／又は水分とを含有する雰囲気媒体攪拌ミル内で混合する条件は、例えば回転数100rpm以上200rpm以下で2時間以上6時間以下とする。アルゴンガスと酸素及び／又は水分を含有する雰囲気としては、たとえば30vol%の酸素を含むアルゴンガス雰囲気を好適に挙げることができる。

[0044] 上記態様（A1）～（E1）の混合の場合、Fe-Pt-BN系スパッタリングターゲットにおける全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合は、BNが分解してホウ素酸化物が形成された割合を示す。BNの分解すなわちホウ素酸化物の形成は、まずBNが粉砕された後に、酸素又は水分との接触によってBが酸化されることにより進行する。BNが粉砕されすぎると、相対密度が低下するため、ホウ素酸化物が過剰に形成されない程度に媒体攪拌ミル内での混合は緩やかな条件とすることが必要である。

[0045] 追加分成分としてAg、Au、Co、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ruから選択される1種以上の金属元素を含む場合には、これらの追加元素

を含む金属単体粉末又は合金粉末（以下「金属粉末」という。）を上記態様（A1）～（E1）のいずれにおいてもFe粉末及びPt粉末と一緒に添加することができる。

[0046] Fe粉末としては、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが好ましい。平均粒径が小さすぎると発火の危険性や不可避不純物濃度が高くなる可能性が生じ、平均粒径が大きすぎるとBNを均一に分散することができないので好ましくない。

[0047] Pt粉末としては、平均粒径 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが好ましい。平均粒径が小さすぎると不可避不純物濃度が高くなる可能性が生じ、平均粒径が大きすぎるとBNを均一に分散することができないので好ましくない。

[0048] BN粉末としては、平均粒径 $2\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが好ましい。上記範囲外だと所望の分散状態を達成することができないので好ましくない。

[0049] その他追加成分として用いる金属粉末としては、平均粒径 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $20\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが好ましい。平均粒径が小さすぎると不可避不純物濃度が高くなる可能性が生じ、平均粒径が大きすぎると均一に分散することができないので好ましくない。

[0050] 焼結は、 600°C 以上 1200°C 以下、好ましくは 700°C 以上 1100°C 以下の焼結温度、及び 30MPa 以上 200MPa 以下、好ましくは 50MPa 以上 100MPa 以下の焼結圧力で行われることが望ましい。焼結温度が低すぎると相対密度が低くなり、焼結温度が高すぎると酸化ホウ素（ B_2O_3 ）が形成されるよりも多くのBNが分解する恐れがあるので好ましくない。

[0051] [第二実施形態]

第二実施形態のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットは、C、BNおよびホウ素酸化物からなる非磁性成分を含み、相対密度が88%以上であり、酸素含有量が 4000wt ppm を超え $10,000\text{wt ppm}$ 以下であり、第一実施形態で説明した手順で求めた全ホウ素濃度（wt%）に対する水溶性ホウ素濃度（w

t %) の割合が 1.0 % 以上であることを特徴とする。

[0052] 第二実施形態の Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットは、非磁性成分として第一実施形態の BN およびホウ素酸化物に加えて、C を含む。第二実施形態の Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットは、第一実施形態と同様、パーティクル発生の原因となる SiO₂ を含まない。

[0053] 本発明の Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットは、BN を 10 mol % 以上 55 mol % 以下、好ましくは 15 mol % 以上 50 mol % 以下、より好ましくは 20 mol % 以上 45 mol % 以下含むことが望ましい。

[0054] 非磁性成分として C を含む場合、BN と C の合計は 10 mol % 以上 55 mol % 以下、好ましくは 15 mol % 以上 50 mol % 以下、より好ましくは 20 mol % 以上 45 mol % 以下であることが望ましい。この場合、C は 0 mol % 超過 20 mol % 以下、好ましくは 0 mol % 超過 15 mol % 以下であることが望ましい。上記範囲内であれば、C が BN と共に磁気記録媒体のグラニューラー構造、磁性薄膜の粒界材として機能する。

[0055] 第二実施形態の Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットは、非磁性材として C をさらに含む点を除いて第一実施形態の Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットと同様である。

[0056] 本発明の Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットは、Pt を 10 mol % 以上 55 mol % 以下、好ましくは 15 mol % 以上 50 mol % 以下含むことが望ましい。Pt の含有量を上記範囲とすることで、成膜後の Fe-Pt 系合金の磁気特性を良好に維持することができる。

[0057] 本発明の Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットは、Ag、Au、Co、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ru から選択される 1 種以上の金属元素をさらに含み得る。これらの追加金属元素の総量は、Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲット全体の 0 mol % 以上 20 mol % 以下、好ましくは 0 mol % 以上 15 mol % 以下とすることができ、上記範囲内であれば Fe-Pt 系合金の磁気特性を良好に維持することができる。

[0058] 第二実施形態の Fe-Pt-BN 系スパッタリングターゲットは、BN 粉

末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末を媒体攪拌ミル内にて100rpm以上200rpm以下の回転数で合計2時間以上6時間以下混合して原料粉末混合物を調製すること、及び当該原料粉末混合物のうち目開き300 μ mの篩を通過した粉末を採取して、焼結することを含み、原料粉末混合物を調製する際に、少なくともBN表面を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させて、少なくとも一部を酸化させることを特徴とする方法により製造することができる。

[0059] 上記原料粉末混合物は、下記(A2)～(E2)のいずれかの態様で調製することができる。

(A2) まずBN粉末のみを酸素及び／又は水分を含有する雰囲気媒体攪拌ミル内で混合し、次にC粉末、Fe粉末及びPt粉末を当該媒体攪拌ミルに投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気とした後に混合する態様。

(B2) まずBN粉末のみをアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミルで粉碎した後に酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させ、次いで当該媒体攪拌ミルにC粉末、Fe粉末及びPt粉末を投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気として混合する態様。

(C2) BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミル内で混合した後、混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる態様。

(D2) BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミル内で混合し、所定の混合時間を経過する前に混合を中断して酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させた後、再び混合を再開する態様。

(E2) BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガスと酸素及び／又は水分とを含有する雰囲気媒体攪拌ミル内で混合する態様。

[0060] 態様(A2)～(E2)の場合、攪拌混合後の混合粉末の酸素含有量が4000wtppmを超え10,000wtppm以下となるよう、媒体攪拌ミル内に含まれる酸素量および／または水分量、あるいは混合粉末と接触させる酸素量および／または水分量を調整する。酸素量および／または水分量の調整は、混合粉末の質量や媒体攪拌ミルの容積に合わせて、酸素含有雰囲気酸素分圧および／また

は水分含有雰囲気露点で調整することができる。

[0061] 態様(A2)の場合、BN粉末のみを酸素含有雰囲気媒体攪拌ミル内で攪拌する条件は、例えば回転数100rpm以上200rpm以下で1時間以上3時間以下とし、C粉末、Fe粉末及びPt粉末を投入した後の攪拌混合時間との合計が2時間以上6時間以下とする。BN粉末のみを攪拌する酸素含有雰囲気としては、例えば30vol%の酸素を含有するアルゴンガス雰囲気を好適に挙げることができる。

[0062] 態様(B2)の場合、BN粉末のみをアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミル内で攪拌する条件としてBN粉末が微細化されすぎないことが必要であり、例えば回転数100rpm以上200rpm以下で1時間以上3時間以下とし、C粉末、Fe粉末及びPt粉末を投入した後の攪拌混合時間との合計が2時間以上6時間以下とする。粉碎したBN粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる態様としては、粉末を媒体攪拌ミルから取り出して、大気中でバットに広げて所定時間放置する態様を好適に挙げることができる。BN粉末の微粒子を大気と接触させることで、態様(C2)よりも酸素と接触するBNの表面積が大きくなり、BN表面が酸化してホウ素酸化物が形成されやすくなる。

[0063] 態様(C2)の場合、BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミル内で混合した後、混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと例えば30分以上接触させる。媒体攪拌ミル内での混合条件は、例えば回転数100rpm以上200rpm以下で合計2時間以上6時間以下とする。混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる態様は、態様(B2)と同様に、混合粉末を大気中でバットに広げて所定時間放置する態様を好適に挙げることができる。

[0064] 態様(D2)の場合、例えばアルゴンガスを封入した媒体攪拌ミル内でBN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末を混合し、攪拌混合時間の途中に1回以上攪拌混合を停止し、混合粉末を媒体攪拌ミルから取り出して、酸素及び／又は水分を含有するガスと30分以上接触させた後に、再度、アルゴンガスを封入した媒体攪拌ミル内で攪拌混合することができる。混合途中での混合粉末と酸素及び／又は

水分を含有するガスとの接触の回数は1回以上5回以下とすることができる。媒体攪拌ミル内での混合条件は、例えば回転数100rpm以上200rpm以下で合計2時間以上6時間以下とする。混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる態様は、態様(B2)及び(C2)と同様に、混合粉末を大気中でバットに広げて所定時間放置する態様を好適に挙げることができる。

[0065] 態様(E2)の場合、BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガスと酸素及び／又は水分とを含有する雰囲気媒体攪拌ミル内で混合する条件は、例えば回転数100rpm以上200rpm以下で2時間以上6時間以下とする。アルゴンガスと酸素及び／又は水分とを含有する雰囲気としては、30vol%の酸素及び／又は水分を含有するアルゴンガス雰囲気が好ましい。

[0066] 上記態様(A2)～(E2)の混合の場合、Fe-Pt-BN系スパッタリングターゲットにおける全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合は、BNが分解してホウ素酸化物が形成された割合を示す。BNの分解すなわちホウ素酸化物の形成は、まずBNが粉砕された後に、酸素又は水分との接触によってBが酸化されることにより進行する。BNが粉砕されすぎると、相対密度が低下するため、ホウ素酸化物が過剰に形成されない程度に媒体攪拌ミル内での混合は緩やかな条件とすることが必要である。

[0067] 追加分成分としてAg、Au、Co、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ruから選択される1種以上の金属元素を含む場合には、これらの追加元素を含む金属単体粉末又は合金粉末(以下「金属粉末」という。)を上記態様(A2)～(E2)のいずれにおいてもFe粉末及びPt粉末と一緒に添加することができる。

[0068] C粉末としては、平均粒径2 μ m以上10 μ m以下のものを用いることが好ましい。上記範囲外だと所望の分散状態を達成することができないので好ましくない。

[0069] BN粉末、Fe粉末、Pt粉末、その他追加の成分及び焼結条件は、第一実施形態において説明したものと同様であるから、重複する説明は割愛する。

実施例

[0070] 以下、実施例及び比較例により、本発明を具体的に説明する。以下の実施例及び比較例におけるスパッタリングターゲットの相対密度、パーティクル数、酸素含有量及び全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合の測定方法は以下のとおりである。

[0071] [相対密度]

置換液として純水を用いて、アルキメデス法で密度を測定する。焼結体の質量を測定し、焼結体を置換液中に浮遊させた状態で浮力（＝焼結体の体積）を測定する。焼結体の質量（g）を焼結体の体積（ cm^3 ）で除して実測密度（ g/cm^3 ）を求める。焼結体の組成に基づいて計算した理論密度との比率（実測密度／理論密度×100）が相対密度である。

[0072] [パーティクル数]

表2に示す混合条件及び焼結条件にて調製した焼結体を直径15.3mm、厚さ2mmに加工し、直径16.1mm、厚さ4mmのCu製パッキングプレートにインジウムでボンディングして、スパッタリングターゲットを調製する。このスパッタリングターゲットをマグネトロンスパッタリング装置に取り付け、出力500W、ガス圧1PaのArガス雰囲気下で、4時間放電した後、40秒間のスパッタリングで基板上に付着したパーティクル数をパーティクルカウンターで測定する。

[0073] [酸素含有量]

（1）スパッタリングターゲットから2mm角の試料片をボルトクリッパーで切断して、分析サンプル0.1gを秤量し、

（2）酸素・窒素分析装置で、最高温度2684℃の条件で測定する。

[0074] [全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合]

（1）スパッタリングターゲットから4mm角の試料片をボルトクリッパーで切断し、当該試料片を粉砕して、粉砕物を調製し、

（2）当該粉砕物を目開き106 μm 及び300 μm の篩を用いて分級し、目開き300 μm の篩を通過して目開き106 μm の篩上に残った粉末0.50gを25℃の純水100mlに浸漬し、1時間放置した後、JIS P 3801に規定される5種Aのろ紙でろ過し、

(3)ろ液を200mlのメスフラスコでメスアップして、ICP分析により液中B濃度を求め、

(4)純水200mlのみをICP分析によりブランクB濃度を求め、

(5)液中B濃度からブランクB濃度を差し引き、液体容量の200mlを乗じて、溶出した水溶性B質量を算出し、

(6)粉末質量0.50g中の水溶性B質量から粉末1gあたりの水溶性B濃度を算出し、(7)上記(2)で目開き106 μ mの篩上の粉末0.15gとNa₂CO₃粉末(関東化学(株)製の炭酸ナトリウム特級)0.5gとNa₂O₂粉末(関東化学(株)製の過酸化ナトリウム鹿1級)2.0gをジルコニウム坩堝に入れて、

(8)700℃で50秒間加熱後、900℃で200秒間加熱し、さらに坩堝を回転させながら900℃で200秒間加熱する条件でアルカリ熔融し、

(9)アルカリ熔融後の坩堝を、純水40mlと塩酸(関東化学(株)製の特級塩酸)30mlの混合溶液に1時間浸漬し、

(10)溶液を100mlのメスフラスコでメスアップして、その溶液を25倍希釈し、ICP分析により液中B濃度を求め、粉末1gあたりの全B濃度を算出し、

(11)粉末1gあたりの水溶性B濃度を粉末1gあたりの全B濃度で除す。

[0075] [EPMA分析]

スパッタリングターゲットから2mm角の試料片を切断し、粒度1200のSiC研磨紙で研磨した後1 μ mのダイヤモンドスプレーを用いてバフ研磨した試料片を、表1に示すEPMA分析条件にて、EPMA装置(JXA-8500F)を用いて、分析した。

[0076]

[表 1]

加速電圧	15.0 kV		
プローブ電流	1.5E-7 A		
Dwell Time	60.0 m sec		
ピクセル数	X : 128 Y : 128		
ピクセルサイズ	X : 0.1564 μ m Y : 0.1564 μ m		
元素	B	N	O
X線源	K α	K α	K α
分光結晶	LDE2H	LDE1H	LDE1
Spect. Pos.	189.526	147.948	109.983
PHA Gain	32	64	64
High Volt(V)	1758	1696	1670
Base Level(V)	0.7	0.7	0.7
Window (V)	9.3	9.3	9.3
Diff/Int	Diff	Diff	Diff

[0077] [実施例 1]

Fe-31.5Pt-30BN（比率はmol%、残部はFeおよび不可避不純物。以下の実施例及び比較例にて同じ。）の組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末190.28g、平均粒子径1 μ mのPt粉末543.83g、平均粒子径4 μ mのBN粉末65.90gを秤量して、媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、媒体攪拌ミル内の雰囲気アルゴンガスに置換後、150rpmで4時間混合した。この混合粉末を目開き300 μ mの篩で分級し、通過した粉末をバットに広げて大気と30分接触させ、混合粉中のBN粒子近傍にホウ素酸化物（B₂O₃）を形成させた。その粉末を、焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た。

[0078] この焼結体の相対密度を測定後、焼結体をスパッタリングターゲットに加

工してパーティクル数を測定した。次に、スパッタリングターゲットから試料片を切り出して、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度は93.8%、パーティクル数は53個、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合は3.6%、酸素含有量は6275wtppmであった。

[0079] [実施例2]

Fe-30Pt-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末143.73g、平均粒子径1 μ mのPt粉末502.08g、平均粒子径4 μ mのBN粉末63.88g、平均粒子径3 μ mのC粉末10.30gを秤量して、媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、媒体攪拌ミル内の雰囲気アルゴンガスに置換後、150rpmで4時間混合した。この混合粉末を目開き300 μ mの篩で分級し、通過した粉末をバットに広げて大気と30分接触させ、混合粉中のBN粒子近傍にB₂O₃を形成させた。その粉末を、焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た。

[0080] この焼結体の相対密度を測定後、焼結体をスパッタリングターゲットに加工してパーティクル数を測定した。次に、スパッタリングターゲットから試料片を切り出して、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度は92.9%、パーティクル数は38個、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合は3.1%、酸素含有量は6033wtppmであった。

[0081] また、スパッタリングターゲットから2mm角の試料片を切断し、EPMA分析を行った。結果を図2に示す。図2から、B及びNの存在する領域は一致し、Oの存在する領域はB及びNが存在する領域と重複し、Fe及びPtの存在する領域と重複しないことがわかる。よって、OはBNの存在する領域に存在し、ホウ素酸化物を形成していると考えられる。

[0082] [実施例3]

原料粉末の混合条件を150rpmで2時間に代えた以外は実施例2と同様にし、焼結体を得て、評価した。相対密度95.6%、パーティクル数83個、水溶性ホウ素濃度の割合1.8%、酸素含有量4106wtppmであった。

[0083] [実施例4]

まず、平均粒子径 $4\ \mu\text{m}$ の BN 粉末 $100.00\ \text{g}$ のみを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、媒体攪拌ミル内の雰囲気気を $30\ \text{vol}\% \text{O}_2$ と Ar ガスの混合ガス雰囲気気として $150\ \text{rpm}$ で 2 時間混合した。

[0084] 次に、 $\text{Fe}-30\text{Pt}-30\text{BN}-10\text{C}$ の組成となるように、平均粒子径 $7\ \mu\text{m}$ の Fe 粉末 $143.73\ \text{g}$ 、平均粒子径 $1\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末 $502.08\ \text{g}$ 、上記粉砕処理をした BN 粉末 $63.88\ \text{g}$ 、平均粒子径 $3\ \mu\text{m}$ の C 粉末 $10.30\ \text{g}$ を秤量して、媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、媒体攪拌ミル内の雰囲気気をアルゴンガスに置換後、 $150\ \text{rpm}$ で 2 時間混合して、原料粉末混合物を調製した。

調製した原料粉末混合物を焼結圧力 $66\ \text{MPa}$ 、焼結温度 900°C 、保持時間 1 時間の条件で焼結して、焼結体を得た。

[0085] 得られた焼結体を用いて、実施例 2 と同様に相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度 94.8% 、パーティクル数 57 個、水溶性ホウ素濃度の割合 3.5% 、酸素含有量 $5665\ \text{wtppm}$ であった。

[0086] [実施例 5]

まず、平均粒子径 $4\ \mu\text{m}$ の BN 粉末 $100.00\ \text{g}$ のみを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、媒体攪拌ミル内の雰囲気気を Ar ガス雰囲気気として $150\ \text{rpm}$ で 2 時間混合して粉砕した後、BN 粉末をバットに広げて大気と 30 分接触させ、混合粉中の BN 粒子近傍にホウ素酸化物 (B_2O_3) を形成させた。

[0087] 次に、実施例 4 と同じ組成になるように、平均粒子径 $7\ \mu\text{m}$ の Fe 粉末 $143.73\ \text{g}$ 、平均粒子径 $1\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末 $502.08\ \text{g}$ 、上記粉砕処理をした BN 粉末 $63.88\ \text{g}$ 、平均粒子径 $3\ \mu\text{m}$ の C 粉末 $10.30\ \text{g}$ を秤量して、媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガスに置換後、 $150\ \text{rpm}$ で 2 時間混合して、原料粉末混合物を調製した。

調製した原料粉末混合物を焼結圧力 $66\ \text{MPa}$ 、焼結温度 900°C 、保持時間 1 時間の条件で焼結して、焼結体を得た。

[0088] 得られた焼結体を用いて、実施例 2 と同様に相対密度、パーティクル数、

全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度 94.0%、パーティクル数48個、水溶性ホウ素濃度の割合5.4%、酸素含有量7706wtppmであった。

[0089] [実施例6]

実施例4と同じ組成となるように各原料粉末を秤量し、BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末を媒体攪拌ミルに投入し、媒体攪拌ミル内を酸素30vol%含むArガス雰囲気とした後、150rpmで2時間混合して、原料粉末混合物を調製した。

調製した原料粉末混合物を焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た。

[0090] 得られた焼結体を用いて、実施例2と同様に相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度92.9%、パーティクル数78個、水溶性ホウ素濃度の割合2.9%、酸素含有量4638ppmであった。

[0091] [実施例7]

Fe-31.5Pt-7Ag-30BNの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末145.91g、平均粒子径1 μ mのPt粉末509.70g、平均粒子径10 μ mのAg粉末62.63g、平均粒子径4 μ mのBN粉末61.76gを秤量した以外は実施例1と同様にして原料粉末混合物を調製し、焼結体を得た。

[0092] 得られた焼結体を用いて、実施例1と同様に相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度95.2%、パーティクル数49個、水溶性ホウ素濃度の割合4.1%、酸素含有量5981wtppmであった。

[0093] [実施例8]

Fe-31.5Pt-7Co-30BNの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末151.43g、平均粒子径1 μ mのPt粉末528.97g、平均粒子径3 μ mのCo粉末35.51g、平均粒子径4 μ mのBN粉末64.10gを秤量した以外は実施例1と同様にして原料粉末混合物を調製し、焼結体を得た。

[0094] 得られた焼結体を用いて、実施例1と同様に相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度93.7%、パーティクル数41個、水溶性ホウ素濃度の割合4.8%、酸素含有量5883wtppmであった。

[0095] [実施例9]

Fe-31.5Pt-7Rh-30BNの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末148.33g、平均粒子径1 μ mのPt粉末518.15g、平均粒子径10 μ mのRh粉末60.74g、平均粒子径4 μ mのBN粉末62.79gを秤量した以外は実施例1と同様にして原料粉末混合物を調製し、焼結体を得た。

[0096] 得られた焼結体を用いて、実施例1と同様に相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度92.5%、パーティクル数43個、水溶性ホウ素濃度の割合3.8%、酸素含有量6121wtppmであった。

[0097] [実施例10]

Fe-35Pt-30BNの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末172.79g、平均粒子径1 μ mのPt粉末603.60g、平均粒子径4 μ mのBN粉末65.83gを秤量して、媒体攪拌ミルに投入して回転数150rpmで3時間混合した以外は実施例1と同様にして原料粉末混合物を調製し、焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度95.0%、パーティクル数67個、水溶性ホウ素濃度の割合3.4%、酸素含有量5372wtppmであった。

[0098] [実施例11]

Fe-32.5Pt-35BNの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末157.91g、平均粒子径1 μ mのPt粉末551.60g、平均粒子径4 μ mのBN粉末75.58gを秤量した以外は実施例10と同様にして原料粉末混合物を調製し、焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度94.1%、パーティクル数77個、水溶性ホウ素濃度の割合3.3%、酸素含有量4833wtppmで

あった。

[0099] [実施例 1 2]

Fe-27.5Pt-45BNの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末129.51g、平均粒子径1 μ mのPt粉末452.40g、平均粒子径4 μ mのBN粉末94.19gを秤量した以外は実施例10と同様にして原料粉末混合物を調製し、焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度91.4%、パーティクル数94個、水溶性ホウ素濃度の割合2.8%、酸素含有量5296wtppmであった。

[0100] [実施例 1 3]

Fe-35Pt-20BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末173.45g、平均粒子径1 μ mのPt粉末605.89g、平均粒子径4 μ mのBN粉末44.05g、平均粒子径3 μ mのC粉末10.66gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、回転速度150rpmで3時間混合した以外は実施例2と同様にして焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度96.2%、パーティクル数61個、水溶性ホウ素濃度の割合3.7%、酸素含有量5141wtppmであった。

[0101] [実施例 1 4]

Fe-30Pt-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末148.73g、平均粒子径1 μ mのPt粉末502.08g、平均粒子径4 μ mのBN粉末63.88g、平均粒子径3 μ mのC粉末10.30gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、原料粉末の混合条件を回転速度150rpmで3時間に代えた以外は実施例2と同様にして焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度95.1%、パーティクル数62個、水溶性ホウ素濃度の割合3.3%、酸素含有量5308wtppmであった。

[0102] [実施例 1 5]

原料粉末混合物の焼結条件を焼結圧力66MPa、焼結温度を700℃に代えた以外は実施例14と同様にして焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度93.3%、パーティクル数82個、水溶性ホウ素濃度の割合2.9%、酸素含有量5224wtppmであった。

[0103] [実施例16]

原料粉末の混合条件を回転数150rpmで6時間に代えた以外は実施例2と同様にして焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度90.7%、パーティクル数33個、水溶性ホウ素濃度の割合7.3%、酸素含有量7688wtppmであった。

[0104] [実施例17]

Fe-25Pt-10Au-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7μmのFe粉末116.99g、平均粒子径1μmのPt粉末408.33g、平均粒子径4μmのBN粉末62.40g、平均粒子径3μmのC粉末10.06g、平均粒子径1μmのAu粉末165.05gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合した以外は実施例2と同様にして焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度96.1%、パーティクル数55個、水溶性ホウ素濃度の割合2.5%、酸素含有量4935wtppmであった。

[0105] [実施例18]

Fe-25Pt-10Ag-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7μmのFe粉末116.89g、平均粒子径1μmのPt粉末408.33g、平均粒子径4μmのBN粉末62.34g、平均粒子径3μmのC粉末10.06g、平均粒子径10μmのAg粉末90.31gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入した以外は実施例17と同様にして焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度95.7%、パーティクル数49個、水溶性ホウ素濃度の割合2.8%、酸素含有量5184wtppmであった。

[0106] [実施例 19]

Fe-25Pt-10Cu-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径 $7\mu\text{m}$ のFe粉末121.19g、平均粒子径 $1\mu\text{m}$ のPt粉末423.33g、平均粒子径 $4\mu\text{m}$ のBN粉末64.63g、平均粒子径 $3\mu\text{m}$ のC粉末10.43g、平均粒子径 $3\mu\text{m}$ のCu粉末55.16gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入した以外は実施例17と同様にして焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度95.9%、パーティクル数66個、水溶性ホウ素濃度の割合2.6%、酸素含有量4799wtppmであった。

[0107] [実施例 20]

Fe-25Pt-10Rh-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径 $7\mu\text{m}$ のFe粉末119.55g、平均粒子径 $1\mu\text{m}$ のPt粉末417.61g、平均粒子径 $4\mu\text{m}$ のBN粉末63.76g、平均粒子径 $3\mu\text{m}$ のC粉末10.28g、平均粒子径 $10\mu\text{m}$ のRh粉末88.12gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入した以外は実施例17と同様にして焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度94.0%、パーティクル数88個、水溶性ホウ素濃度の割合2.8%、酸素含有量5041wtppmであった。

[0108] [実施例 21]

Fe-25Pt-10Ge-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径 $7\mu\text{m}$ のFe粉末112.65g、平均粒子径 $1\mu\text{m}$ のPt粉末393.51g、平均粒子径 $4\mu\text{m}$ のBN粉末60.08g、平均粒子径 $3\mu\text{m}$ のC粉末9.69g、平均粒子径 $10\mu\text{m}$ のGe粉末58.61gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、焼結温度を700℃に変えた以外は実施例17と同様にして焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度97.0%、パーティクル数60個、水溶性ホウ素濃度の割合2.3%、酸素含有量5222wtppmであった。

[0109] [比較例 1]

混合条件を150rpmで30分に代えた以外は実施例2と同様にして、焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度95.4%、パーティクル数563個、水溶性ホウ素濃度の割合0.2%、酸素含有量1318wtppmであった。

[0110] [比較例2]

混合条件を150rpmで12時間に代えた以外は実施例2と同様にして、焼結体を得て、相対密度、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度87.4%、水溶性ホウ素濃度の割合13.8%、酸素含有量12066wtppmであった。相対密度が87.4%と低く、スパッタリングターゲットとして実用性が低いため、パーティクル数は測定しなかった。

[0111] [比較例3]

混合条件を300rpmで5分に代えた以外は実施例2と同様にして、焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度96.3%、パーティクル数1376個、水溶性ホウ素濃度の割合0.1%、酸素含有量483wtppmであった。

[0112] [比較例4]

混合条件を300rpmで30分に代えた以外は実施例2と同様にして、焼結体を得て、相対密度、パーティクル数、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度91.4%、パーティクル数713個、水溶性ホウ素濃度の割合0.6%、酸素含有量2046ppmであった。

[0113] [比較例5]

混合条件を300rpmで2時間に代えた以外は実施例2と同様にして、焼結体を得て、相対密度、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度86.5%、水溶性ホウ素濃度の割合2.2%、酸素含有量4467wtppmであった。相対密度が86.5%と低く、スパッタリングターゲットとして実用性が低いため、パーティクル数は測定しなかった。

[0114] [比較例6]

混合条件を460rpmで6時間に代えた以外は実施例2と同様にして、焼結体

を得て、相対密度、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量を測定した。相対密度 79.2%、水溶性ホウ素濃度の割合 10.2%、酸素含有量 8782 wt ppm であった。相対密度が 79.2% と低く、スパッタリングターゲットとして実用性が低いため、パーティクル数は測定しなかった。

[0115] 実施例および比較例における全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合と酸素含有量との関係を図 3 に示し、全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の割合とパーティクルの発生数との関係を図 4 に示し、同酸素含有量とパーティクルの発生数との関係を図 5 に示す。

[0116] 図 4 から、全ホウ素濃度 (wt%) に対する水溶性ホウ素濃度 (wt%) の割合が 1.0% 未満の範囲ではパーティクル数が 500 個を超えるが、全ホウ素濃度 (wt%) に対する水溶性ホウ素濃度 (wt%) の割合が 1.0% 以上の範囲ではパーティクル数は 100 個以下と非常に少ないことがわかる。

[0117] 図 5 から、酸素濃度が 4000 wt ppm 未満の範囲ではパーティクル数が 500 個を超えるが、酸素濃度が 4000 wt ppm 以上 10,000 wt ppm 以下の範囲ではパーティクル数は 100 個以下と非常に少ないことがわかる。

[0118] 以上の結果から、全ホウ素濃度 (wt%) に対する水溶性ホウ素濃度 (wt%) の割合が 1.0% 以上、酸素含有量が 4000 ppm 超過 10,000 ppm 以下の実施例 1～21 は、相対密度が 88% 以上であって、かつパーティクル数が 100 個未満であり、高い相対密度と低いパーティクル数の両条件を満たし、上記要件を満たさない比較例 1～6 は、相対密度が 88% 未満でありスパッタリングターゲットとして実用化できない (比較例 2、5 及び 6) か又は相対密度は 88% 以上であってもパーティクル数が 500 個超過と著しく大きい (比較例 1、3 及び 4) ことがわかる。

[0119]

[表 2]

表 2 原料粉末混合条件、焼結条件及び焼結体測定結果

組成	組成	混合条件										焼結条件		相対 密度	バー ティク ル数	水溶性 ホウ素 濃度÷ 全ホウ 素濃度 ×100	酸素 濃度		
		原料粉末					その他	BN粉末混合条件		原料粉末混合条件									
		Fe	Pt	BN	C	g		雰囲気	混合条件	雰囲気	混合条件								
												g	g					g	g
mol%	mol%	g	g	g	g	g	g	g	g	g	g	(MPa)	温度 (°C)	(%)	(個)	(%)	(ppm)		
実施例1	Fe-31.5Pt-30BN	190.28	543.83	65.90								Ar	150rpm4h	66	900	93.8	53	3.6	6275
実施例2	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	150rpm4h	66	900	92.9	38	3.1	6033
実施例3	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	150rpm2h	66	900	95.6	83	1.8	4106
実施例4	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar-30%O ₂	150rpm2h	66	900	94.8	57	3.5	5665
実施例5	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	150rpm2h	66	900	94.0	48	5.4	7706
実施例6	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar-30%O ₂	150rpm2h	66	900	92.9	78	2.9	4638
実施例7	Fe-31.5Pt-7Ag-30BN	145.91	509.70	61.76			Ag: 10μm	62.63				Ar	150rpm4h	66	900	95.2	49	4.1	5981
実施例8	Fe-31.5Pt-7Co-30BN	151.43	528.97	64.10	35.51		Co: 3μm	35.51				Ar	150rpm4h	66	900	93.7	41	4.8	5883
実施例9	Fe-31.5Pt-7Rh-30BN	148.33	518.15	62.79			Rh: 10μm	60.74				Ar	150rpm4h	66	900	92.5	43	3.8	6121
実施例10	Fe-35Pt-30BN	172.79	603.60	65.83								Ar	150rpm3h	66	900	95.0	67	3.4	5372
実施例11	Fe-32.5Pt-35BN	157.91	551.60	75.58								Ar	150rpm3h	66	900	94.1	77	3.3	4833
実施例12	Fe-27.5Pt-45BN	129.51	452.40	94.19								Ar	150rpm3h	66	900	91.4	94	2.8	5296
実施例13	Fe-35Pt-20BN-10C	173.45	605.89	44.05	10.66							Ar	150rpm3h	66	900	96.2	61	3.7	5141
実施例14	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	150rpm3h	66	900	95.1	62	3.3	5308
実施例15	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	150rpm3h	66	700	93.3	82	2.9	5224
実施例16	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	150rpm6h	66	900	90.7	33	7.3	7688
実施例17	Fe-25Pt-10Au-30BN-10C	116.99	408.33	62.40	10.06		Au: 1μm	165.05				Ar	150rpm3h	66	900	96.1	55	2.5	4935
実施例18	Fe-25Pt-10Ag-30BN-10C	116.89	408.33	62.34	10.06		Ag: 10μm	90.31				Ar	150rpm3h	66	900	95.7	49	2.8	5184
実施例19	Fe-25Pt-10Cu-30BN-10C	121.19	423.33	64.63	10.43		Cu: 3μm	55.16				Ar	150rpm3h	66	900	95.9	66	2.6	4799
実施例20	Fe-25Pt-10Rh-30BN-10C	119.55	417.61	63.76	10.28		Rh: 10μm	88.12				Ar	150rpm3h	66	900	94.0	88	2.8	5041
実施例21	Fe-25Pt-10Ge-30BN-10C	112.65	393.51	60.08	9.69		Ge: 10μm	58.61				Ar	150rpm3h	66	700	97.0	60	2.3	5222
比較例1	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	150rpm30min	66	900	95.4	563	0.2	1318
比較例2	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	150rpm12h	66	900	87.4		13.8	12066
比較例3	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	300rpm5min	66	900	96.3	1376	0.1	483
比較例4	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	300rpm30min	66	900	91.4	713	0.6	2046
比較例5	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	300rpm2h	66	900	86.5		2.2	4467
比較例6	Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30							Ar	460rpm6h	66	900	79.2		10.2	8782

請求の範囲

〔請求項1〕 Fe-Pt-BN系スパッタリングターゲットであって、
BNおよびホウ素酸化物からなる非磁性成分を含み、
相対密度が88%以上であり、
酸素含有量が4000wtppmを超え10,000wtppm以下であり、
下記の手順で求めた全ホウ素濃度(wt%)に対する水溶性ホウ素濃度(wt%)
の割合が1.0%以上であることを特徴とする、Fe-Pt-BN系スパッタリ
ングターゲット：

(全ホウ素濃度に対する水溶性ホウ素濃度の求め方)

(1) スパッタリングターゲットから4mm角の試料片を切断し、当該試料片を粉
砕して、粉碎物を調製し、

(2) 当該粉碎物を目開き106 μ m及び300 μ mの篩を用いて分級し、目開き
300 μ mの篩を通過して目開き106 μ mの篩上に残った粉末0.50gを2
5℃の純水100mlに浸漬し、1時間放置した後、JIS P 3801に規定
される5種Aのろ紙でろ過し、

(3) ろ液を200mlのメスフラスコでメスアップして、ICP分析により液中
B濃度を求め、

(4) 純水200mlのみをICP分析によりブランクB濃度を求め、

(5) 液中B濃度からブランクB濃度を差し引き、液体容量の200mlを乗じて、
溶出した水溶性B質量を算出し、

(6) 粉末質量0.50g中の水溶性B質量から粉末1gあたりの水溶性B濃度を
算出し、

(7) 上記(2)で目開き106 μ mの篩上の粉末を秤量して、アルカリ溶融した
後、ICP分析により粉末1g中全B濃度を算出し、

(8) 粉末1g中水溶性B濃度を粉末1g中全B濃度で除す。

〔請求項2〕 非磁性成分として、さらにCを含むことを特徴とする、請求項1に
記載のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲット。

〔請求項3〕 前記Fe-Pt-BN系スパッタリングターゲットの切断面におけ

るBの存在領域にOが存在することを特徴とする、請求項1又は2に記載のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲット。

〔請求項4〕 Ptを10mol%以上55mol%以下含むことを特徴とする、請求項1～3のいずれか1に記載のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲット。

〔請求項5〕 BNを10mol%以上55mol%以下含むことを特徴とする、請求項1～4のいずれか1に記載のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲット。

〔請求項6〕 さらにCを0mol%以上20mol%以下含むことを特徴とする、請求項1～5のいずれか1に記載のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲット。

〔請求項7〕 Ag、Au、Co、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ruから選択される1種以上の元素をさらに含むことを特徴とする、請求項1～6のいずれか1に記載のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲット。

〔請求項8〕 請求項1～7のいずれか1に記載のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットの製造方法であって、

下記(A)～(E)：

(A) まずBN粉末のみを酸素及び／又は水分を含有する雰囲気の中で媒体攪拌ミル内で混合し、次に残りの原料粉末を当該媒体攪拌ミルに投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気とした後に混合する；

(B) まずBN粉末のみをアルゴンガス雰囲気の媒体攪拌ミルで粉砕した後に酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させ、次いで当該媒体攪拌ミルに残りの原料粉末を投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気として混合する；

(C) 原料粉末をアルゴンガス雰囲気の媒体攪拌ミル内で混合した後、混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる；

(D) 原料粉末をアルゴンガス雰囲気の媒体攪拌ミル内で混合し、所定の混合時間を経過する前に混合を中断して酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させた後、再び混合を再開する；又は

(E) 原料粉末をアルゴンガスと酸素及び／又は水分とを含有する雰囲気の中で媒体攪拌ミル内で混合する；

から選択される態様にて、媒体攪拌ミル内にて100rpm以上200rpm以下

の回転数で合計2時間以上6時間以下混合して、原料粉末混合物を調製すること、及び

当該原料粉末混合物のうち目開き300 μ mの篩を通過した粉末を採取して、焼結することを含むFe-Pt-BN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1に記載のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットの製造方法であって、

下記(A1)～(E1)：

(A1) まずBN粉末のみを酸素及び／又は水分を含有する雰囲気媒体攪拌ミル内で混合し、次にFe粉末及びPt粉末を当該媒体攪拌ミルに投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気とした後に混合する；

(B1) まずBN粉末のみをアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミルで粉碎した後に酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させ、次いで当該媒体攪拌ミルにFe粉末及びPt粉末を投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気として混合する；

(C1) BN粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミル内で混合した後、混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる；

(D1) BN粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミル内で混合し、所定の混合時間を経過する前に混合を中断して酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させた後、再び混合を再開する；又は

(E1) BN粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガスと酸素及び／又は水分とを含有する雰囲気媒体攪拌ミル内で混合する；

から選択される態様にて、媒体攪拌ミル内にて100rpm以上200rpm以下の回転数で合計2時間以上6時間以下混合して、原料粉末混合物を調製すること、及び

当該原料粉末混合物のうち目開き300 μ mの篩を通過した粉末を採取して、焼結することを含むFe-Pt-BN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2に記載のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットの製造方法であって、

下記（A 2）～（E 2）：

（A 2）まずBN粉末のみを酸素及び／又は水分を含有する雰囲気媒体攪拌ミル内で混合し、次にC粉末、Fe粉末及びPt粉末を当該媒体攪拌ミルに投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気とした後に混合する；

（B 2）まずBN粉末のみをアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミルで粉碎した後に酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させ、次いで当該媒体攪拌ミルにC粉末、Fe粉末及びPt粉末を投入した後、当該媒体攪拌ミル内をアルゴンガス雰囲気として混合する；

（C 2）BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミル内で混合した後、混合粉末を酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させる；

（D 2）BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガス雰囲気媒体攪拌ミル内で混合し、所定の混合時間を経過する前に混合を中断して酸素及び／又は水分を含有するガスと接触させた後、再び混合を再開する；又は

（E 2）BN粉末、C粉末、Fe粉末及びPt粉末をアルゴンガスと酸素及び／又は水分とを含有する雰囲気媒体攪拌ミル内で混合する；

から選択される態様にて、媒体攪拌ミル内にて100rpm以上200rpm以下の回転数で合計2時間以上6時間以下混合して、原料粉末混合物を調製すること、及び

当該原料粉末混合物のうち目開き300 μ mの篩を通過した粉末を採取して、焼結することを含むFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットの製造方法。

〔請求項11〕 前記焼結は、600℃以上1200℃以下の焼結温度、及び30MPa以上200MPa以下の焼結圧力で行われることを特徴とする、請求項8～10のいずれか1に記載の製造方法。