

明 細 書

発明の名称：

C o - C r - P t - B系強磁性体スパッタリングターゲット

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体の磁性膜、特に垂直磁気記録方式を採用したハードディスクドライブの磁気記録層の成膜に使用されるスパッタリングターゲットに関し、マグネトロンスパッタリング装置でスパッタする際に、より低電圧で安定した放電が得られるスパッタリングターゲットに関する。

背景技術

[0002] ハードディスクドライブに代表される磁気記録の分野では、記録を担う磁性薄膜の材料として、強磁性金属であるC o、F e又はN iをベースとした材料系が用いられている。特に、現行のハードディスクドライブの磁気記録層にはC o - P t系やC o - C r - P t系、またはそれらに非磁性の無機物を添加した組成系が用いられている。

[0003] このハードディスクドライブの磁気記録層の作製には、その生産性の高さから、主としてスパッタリング法、特にマグネトロンスパッタリング法が用いられることが多い。スパッタリング法を用いる際に不可欠なターゲット材の作製方法としては、溶解法または粉末冶金法を用いることが一般的である。このどちらを用いるかは、要求されるターゲットや薄膜の特性によって決められる。

[0004] スパッタリング法とは、不活性ガス雰囲気下でターゲット材に負の電圧を印加し、ターゲットを構成する原子を基板上に堆積させて成膜を行う方法である。負の電圧を印加することで不活性ガスの電離が進み、陽イオンとなった不活性ガスがターゲットに引き寄せられ、衝突することで、ターゲットを構成する原子がたたき出される。この原子が基板表面に付着することで、基板への成膜が行われる。マグネトロンスパッタリング法とは、スパッタリング法において、ターゲット裏側に磁石を設置し、ターゲット表面に発生させ

た磁界によりプラズマガスのイオン化を促進させ、スパッタの効率を向上させる方法である。現行の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、その成膜速度や、ターゲットの歩留まり、スパッタの安定性の観点から、このマグネトロンスパッタリング法を用いることが多い。

[0005] しかしながら、磁気記録層成膜に用いられるターゲットは主として強磁性材料であり、裏面に配置させた磁石から出る磁束の透過を妨げてしまう。磁束の透過が妨げられ過ぎると、上記のマグネトロンスパッタリング法を用いる利点が消滅し、ターゲット歩留まりの低下やスパッタ放電の不安定化を招いてしまう。したがって、マグネトロンスパッタリング法で用いるターゲットにはなるべく高い漏洩磁束密度が求められている。

[0006] ターゲットの漏洩磁束密度を向上させるために、種々の方法が提案されている。たとえば、日本特許第4673453号公報（JPB4673453）には、金属素地（A）と、金属素地（A）の中にCoを90mol%以上含有する長径と短径の差が0～50%であり直径が30～150 μ mの球形の相（B）を有している組織を特徴とする強磁性材ターゲットであって、Crが20mol%以下、残余がCoである組成の金属からなる強磁性材スパッタリングターゲット、及びCrが20mol%以下、Ptが5mol%以上30mol%以下、残余がCoである組成の金属からなる強磁性材スパッタリングターゲットが記載されている。具体的には78Co-12Cr-5TiO₂-5SiO₂、65Co-13Cr-15Pt-5TiO₂-2Cr₂O₃、85Co-15Cr、70Co-15Cr-15Ptの組成を有する強磁性材スパッタリングターゲットにおいて、球形のCo相（B）を含む組織を有する方が球形のCo相（B）を有さないものより平均漏洩磁束が高くなることが記載されている。

[0007] 日本特許第4758522号公報（JPB4758522）には、金属素地（A）と、金属素地（A）の中にCoを90wt%以上含有する扁平状の相（B）を有し、相（B）の平均粒径が10 μ m以上150 μ m以下、かつ、平均アスペクト比が1：2～1：10である組織を特徴とする強磁性材スパッタリン

グターゲットであって、Crが20mol%以下、残余がCoである組成の金属を主成分とするターゲット、及びCrが20mol%以下、Ptが5mol%以上30mol%以下、残余がCoである組成の金属を主成分とするスパッタリングターゲットが記載されている。具体的には、78.73Co-13.07Cr-8.2SiO₂の組成を有する強磁性材スパッタリングターゲットにおいて、扁平状のCo相(B)を含む組織を有するものは、Coアトマイズ粉(球形)を用いて作製したものより平均漏洩磁束密度が低いが、従来のも(詳細は不明)よりは高くなることが記載されている。

[0008] 日本特許第5394576号公報(JPB5394576)には、金属素地(A)と、金属素地(A)の中に、Ptを40~76mol%含有するCo-Pt合金相(B)と、Co-Pt合金相(B)とは異なるCoを90mol%以上含有するCo合金相(C)を有する組織を特徴とする強磁性材スパッタリングターゲットであって、Crが20mol%以下、Ptが5mol%以上、残余がCoである組成の金属からなるスパッタリングターゲットが記載されている。具体的には、88(Co-5Cr-15Pt)-5CoO-7SiO₂、59Co-6Cr-20Pt-5Ru-4TiO₂-4SiO₂-2Cr₂O₃の組成を有する強磁性材スパッタリングターゲットにおいて、粒径50~150μmでPtを50mol%含有するCo-Pt合金相(B)及び粒径70~150μmで純Co相(C)を含む組織を有するものは、Co-Pt合金相(B)及びCo合金相(C)を含まない組織を有するもの、及び粒径50~150μmでPtを81mol%含有するCo-Pt合金相(B)及び粒径70~150μmで純Co相(C)を含む組織を有するものより平均漏洩磁束密度が高くなることが記載されている。0.5mol%以上10mol%以下の添加元素としてBを含む場合、Bは金属素地(A)中に存在し、Co-Pt合金相(B)と金属素地(A)との界面又はCo相(C)と金属素地(A)との界面を介して、Co-Pt合金相(B)又はCo相(C)に若干拡散する場合もあると記載されている。すなわち、BはCo-Pt合金相(B)又はCo相(C)の金属素地(A)との界面近傍に存在するこ

ともあるが、C o - P t 合金相 (B) 又はC o 相 (C) 全体に分布している態様ではない。

[0009] 上述の先行特許文献はいずれも、金属素地 (A) の中に、粒径 $10\ \mu\text{m}$ ～ $150\ \mu\text{m}$ の大きな球形のC o を $90\ \text{mol}\%$ 以上含むC o 合金相が存在する組織とすることにより、強磁性材スパッタリングターゲットの漏洩磁束密度を高めることができることを開示する。添加元素としてBを含み得ることが記載されているが、Bを含む実施例はなく、C o - C r - P t - B系スパッタリングターゲットにおいて所望の効果が得られるか否かは不明である。また、Bの分布状態を制御することは開示も示唆もなく、通常Bは凝集して偏在するため、Bが全体に分布することが開示されているとは当業者は理解しない。

[0010] 酸化物を含まないC o - C r - P t - B系スパッタリングターゲットは、金属素地中にB凝集相の密度が高くなり、Bの脆性ゆえにマイクロクラックが発生し、このマイクロクラックを起点とするアーキングの発生が問題となる。アーキングによる放電異常が発生するとスパッタリングを安定して行うことができず、歩留まりが著しく低下する。

[0011] C o - C r - P t - B系スパッタリングターゲットのアーキングを抑制する方法として、日本特開 $2015-61946$ 号公報 (JPA2015-61946) には、C o - C r - P t - B系合金からなるインゴット組織を精密な圧延又は鍛造からなる加工法の制御と熱処理により調整し、マイクロクラックのない微細かつ均一な圧延組織とすることが記載されている。当該公報の図1には、スパッタリングターゲットの組織のSEM観察画像が示されており、マトリクス相とBリッチ相の2相からなり、Bリッチ相は鱗雲形状であることがわかる。後述する実施例のSEM観察画像と比較すればわかるように、本発明のスパッタリングターゲットではBが合金相全体にわたって分布しているのに対して、当該公報の図1にはBが凝集してBリッチ相に偏在していることが示されている。

先行技術文献

特許文献

- [0012] 特許文献1：日本特許第4 6 7 3 4 5 3号公報（JPB4673453）
特許文献2：日本特許第4 7 5 8 5 2 2号公報（JPB4758522）
特許文献3：日本特許第5 3 9 4 5 7 6号公報（JPB5394576）
特許文献4：日本特開2 0 1 5 - 6 1 9 4 6号公報（JPA2015-61946）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0013] 本発明は、マグネトロンスパッタリング法で放電異常の起こらない安定した放電が得られる強磁性体スパッタリングターゲットを提供することを目的とする。特に、漏洩磁束密度が高く、スパッタリング時の放電電圧を低下させることができるC o - C r - P t - B系強磁性体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目的とする。

課題を解決するための手段

- [0014] 本発明者らは、C o - C r - P t - B系強磁性体スパッタリングターゲットにおいて、C o - C r - P t合金相、及びC o又はC o - C r合金相の両方にBを分布させてB凝集相が偏在しないように制御すること、すなわちC o - C r - P t - B合金相（A）と、C o - B合金又はC o - C r - B合金のいずれかである合金相（B）とを含む組織とすることにより、漏洩磁束密度を向上させ、放電電圧を低下させることができることを知見し、本発明を完成するに至った。

- [0015] 本発明によれば、下記態様のC o - C r - P t - B系強磁性体スパッタリングターゲット及びその製造方法が提供される。

[1] C o - C r - P t - B系強磁性体スパッタリングターゲットであって、

Bを0 a t %超過3 0 a t %以下含み、B凝集相が偏在することなくBが全体に分布しているC o - C r - P t - B合金相（A）と、

C o - B合金、C o - C r - B合金又はC o - P t - B合金のいずれかで

あって、Bを0at%超過20at%以下含み、B凝集相が偏在することなくBが全体に分布している合金相(B)と、からなり、

当該合金相(A)はスパッタリングターゲット中50vol%以上を占め、当該合金相(B)はスパッタリングターゲット中50vol%未満を占めることを特徴とするCo-Cr-Pt-B系強磁性体スパッタリングターゲット。

[2] Crを0at%超過30at%以下、Ptを5at%以上30at%以下、Bを0at%超過25at%以下、残余はCo及び不可避不純物であることを特徴とする上記[1]に記載のCo-Cr-Pt-B系強磁性体スパッタリングターゲット。

[3] 前記合金相(A)はさらに添加元素として、Al、Si、Sc、Ti、V、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Ge、Y、Zr、Nb、Ta、Mo、W、Ru、Ag、Sn、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Gd、Tb、Dy、Ho、Hfから選択した1元素以上を0at%超過25at%以下含むことを特徴とする上記[1]又は[2]に記載のCo-Cr-Pt-B系強磁性体スパッタリングターゲット。

[4] 上記[1]～[3]のいずれか1に記載のCo-Cr-Pt-B系強磁性体スパッタリングターゲットの製造方法であって、

Bを0at%超過30at%以下含むCo-Cr-Pt-B合金粉末と、

Bを0at%超過20at%以下含む、Co-B合金粉末、Co-Cr-B合金粉末又はCo-Pt-B合金粉末のいずれか1と、を弱混合して混合粉末を得る混合工程と、

当該混合粉末を焼結して焼結体を得る焼結工程と、

を含むことを特徴とする製造方法。

[5] 前記Co-Cr-Pt-B合金粉末、及び前記Co-B合金粉末、Co-Cr-B合金粉末又はCo-Pt-B合金粉末は、アトマイズ合金粉末であることを特徴とする上記[4]に記載の製造方法。

[6] 前記焼結工程は、前記混合粉末を、10MPa以上100MPa以

下の圧力、700℃以上1300℃以下の温度にて、30分以上3時間以下保持することを特徴とする上記〔4〕又は〔5〕に記載の製造方法。

発明の効果

〔0016〕 本発明のCo-Cr-Pt-B系強磁性体スパッタリングターゲットは、Bを0at%超過30at%以下含み、Bが全体に分布しているCo-Cr-Pt-B合金相（A）と、Co-B合金、Co-Cr-B合金又はCo-Pt-B合金のいずれかであって、Bを0at%超過20at%以下含み、Bが全体に分布している合金相（B）とからなり、B凝集相が偏在することなく、Bがターゲット全体にわたって分布しているため、スパッタリング時の放電電圧を低下させることができ、過剰な電圧を原因とするアーキング等の放電異常を抑制することができる上に、漏洩磁束密度が高い。

〔0017〕 本発明の製造方法によれば、Bを0at%超過30at%以下含み、Bが全体に分布しているCo-Cr-Pt-B合金相（A）と、Co-B合金、Co-Cr-B合金又はCo-Pt-B合金のいずれかであって、Bを0at%超過20at%以下含み、Bが全体に分布している合金相（B）とからなり、B凝集相が偏在することなく、Bがターゲット全体にわたって分布して、漏洩磁束密度が高く、スパッタリング時の放電電圧を低下させることができるCo-Cr-Pt-B系強磁性体スパッタリングターゲットを得ることができる。

図面の簡単な説明

〔0018〕 〔図1〕実施例1～3及び比較例1～4の投入電力と電圧値との関係を示すグラフ。

〔図2〕実施例1のSEM観察画像。

〔図3〕実施例2のSEM観察画像。

〔図4〕実施例3のSEM観察画像。

〔図5〕比較例1のSEM観察画像。

〔図6〕比較例2のSEM観察画像。

〔図7〕比較例3のSEM観察画像。

[図8]実施例1のE P M A - W D Xマッピング画像。

[図9]実施例2のE P M A - W D Xマッピング画像。

[図10]実施例3のE P M A - W D Xマッピング画像。

[図11]比較例1のE P M A - W D Xマッピング画像。

[図12]比較例2のE P M A - W D Xマッピング画像。

[図13]比較例3のE P M A - W D Xマッピング画像。

発明を実施するための形態

[0019] 本発明は、漏洩磁束密度が高く、スパッタリング時の放電電圧を低下させることができる強磁性体スパッタリングターゲットを提供する。

[0020] 本発明のC o - C r - P t - B系強磁性体スパッタリングターゲットは、Bを0 a t %超過3 0 a t %以下含み、B凝集相が偏在することなくBが全体に分布しているC o - C r - P t - B合金相(A)と、C o - B合金、C o - C r - B合金又はC o - P t - B合金のいずれかであって、Bを0 a t %超過2 0 a t %以下含み、B凝集相が偏在することなくBが全体に分布している合金相(B)と、からなり、当該合金相(A)はスパッタリングターゲット中5 0 v o l %以上を占め、当該合金相(B)はスパッタリングターゲット中5 0 v o l %未満を占めることを特徴とする。

[0021] 本発明のC o - C r - P t - B系強磁性体スパッタリングターゲットは、合金相(A)が合金相(B)よりも多く、合金相(A)は5 0 v o l %以上、好ましくは6 0 v o l %以上、より好ましくは6 5 v o l %以上を占め、合金相(B)は5 0 v o l %未満、好ましくは4 0 v o l %未満、より好ましくは3 5 v o l %未満である。本発明のC o - C r - P t - B系強磁性体スパッタリングターゲットは、合金相(A)及び合金相(B)の2相からなり、酸化物相など他の相を含まない。

[0022] 前記合金相(A)はBを0 a t %超過3 0 a t %以下、好ましくは3 a t %以上2 6 a t %以下含み、前記相(B)はBを0 a t %超過2 0 a t %以下、好ましくは3 a t %以上1 8 . 5 a t %以下含む。

[0023] 合金相(B)に「Bが全体に分布している」とは、1 0 0 0 倍のS E M観

察面及び加速電圧20kV、照射電流 8×10^{-5} A、ビーム径 $10 \mu\text{m}$ 、観察倍率200倍のEPMA-WDXマッピング画像において任意の $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ の領域にBが存在しない箇所がないことを意味する。

[0024] また、合金相(A)においてもBが全体に分布していることが好ましい。ここで、合金相(A)に「Bが全体に分布している」とは、1000倍のSEM観察面及び加速電圧20kV、照射電流 8×10^{-5} A、ビーム径 $10 \mu\text{m}$ 、観察倍率200倍のEPMA-WDXマッピング画像において任意の $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ の領域にBが存在しない箇所がないことを意味する。

[0025] 本発明のCo-Cr-Pt-B系強磁性体スパッタリングターゲットは、Crを0at%超過30at%以下、Ptを5at%以上30at%以下、Bを0at%超過25at%以下、残余はCo及び不可避不純物である組成を有することが好ましい。特に、Crを3at%以上25at%以下、Ptを10at%以上25at%以下、Bを3at%以上20at%以下、残余はCo及び不可避不純物である組成を有することが好ましい。

[0026] 前記合金相(A)はさらに添加元素として、Al、Si、Sc、Ti、V、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Ge、Y、Zr、Nb、Te、Mo、W、Ru、Ag、Sn、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Gd、Tb、Dy、Ho、Hfから選択した1元素以上を0at%超過25at%以下、好ましくは1at%以上15at%以下含むことができる。

[0027] 本発明において、合金相(A)及び合金相(B)の平均組成は、以下の方法によって測定される。スパッタリングターゲットに対する垂直断面を切り出し、これを番手がP80からP1200までの研磨紙を用いて順番に研磨し、最終的に粒径 $1 \mu\text{m}$ のダイヤモンド砥粒を用いてバフ研磨することで研磨面を得る。当該研磨面について、EPMAを用いて観察を行う。EPMAの観察条件は、装置としてJEOL製JXA-8500Fを用い、加速電圧20kV、照射電流 8×10^{-5} A、ビーム径 $10 \mu\text{m}$ 、観察倍率200倍、 128×128 ピクセル数とし、元素マッピング画像を取得する。観察時には、定量分析モードを用い、測定物質としてメタル、補正法としてZAF法

を選択する。得られた元素マッピング画像において、主成分であるC o、C r、P t、Bすべてが検出される相（合金相（A）に対応）と、C r又はP tが検出されないか又は合金相（A）のC r又はP tよりも極端に低濃度である相（合金相（B）に対応）が確認されたら、それぞれについて、直径50 μ mの真円が十分入るサイズの箇所を選択し、その重心点における組成を測定する。以上の観察を3視野分、合金相（A）、合金相（B）について各3箇所ずつ行い、その平均をそれぞれ合金相（A）及び合金相（B）の平均組成とする。

[0028] 本発明において、合金相（A）及び合金相（B）の体積比率は、以下の方法によって測定される。まず、上述の方法によりE P M Aを用いて元素ごとの質量濃度マップを取得する。得られた質量濃度マップを用いて、合金相（B）において検出されない元素（例えばC o－Bの場合はC rもしくはP t、C o－C r－Bの場合はP t）について、画像の端から端まで水平方向のライン分析を行う。ライン分析の際には、前記合金相（A）と合金相（B）にそれぞれ対応する相のうち、合金相（A）と合金相（B）の境界以外の箇所、すなわち合金相（A）だけの領域と合金相（B）だけの領域の両者が含まれるラインを選択する。ライン分析により得られたプロファイルの最大値と最小値の平均値を閾値として、マップを2値化する。ここで、この閾値を越える範囲が合金相（A）、閾値以下の範囲が合金相（B）と定義される。得られた2値化像をI m a g e Jの粒子解析によって分析することにより、合金相（A）と合金相（B）の面積比率を求める。以上の操作を3視野分行い、その平均値を当該試料の面積比率とする。この面積比率が、そのままそれぞれの相の体積比率に対応する。質量濃度マップのライン分析に使用する元素として基本的にはP tを用いるが、P tがすべての相に含まれる際はC rを用いる。

[0029] 本発明のC o－C r－P t－B系強磁性体スパッタリングターゲットは、粉末冶金法で製造することができる。本発明の製造方法は、BをO a t %超過30 a t %以下含むC o－C r－P t－B合金粉末と、BをO a t %超過

20at%以下含む、Co-B合金粉末、Co-Cr-B合金粉末又はCo-Pt-B合金粉末のいずれか1と、を弱混合して混合粉末を得る工程と、当該混合粉末を焼結して焼結体を得る工程と、を含む。

[0030] 前記Co-Cr-Pt-B合金粉末、及びCo-B合金粉末、Co-Cr-B合金粉末又はCo-Pt-B合金粉末は、アトマイズ合金粉末、化学的製法、その他の製法により作製された粉末を用いることができるが、アトマイズ合金粉末が好ましい。

[0031] 弱混合とは、大きな混合攪拌エネルギーを付与して各原料粉末を粉砕する混合ではなく、合金相(A)を構成するCo-Cr-Pt-B合金粉末と、合金相(B)を構成するCo-B合金粉末、Co-Cr-B合金粉末又はCo-Pt-B合金粉末を粉砕することなく、各合金粉末を温存したまま緩やかに混合することを意味する。本発明の製造方法において、弱混合は、ボールミルを用いる場合には小さな回転数で短時間の混合、たとえば30rpm以上100rpm以下の回転数で10分以上1時間以下とすることが好ましく、上下左右の揺動のみで攪拌ボールを用いないシェイカーもしくはミキサーを用いて行うことが特に好ましい。

[0032] 焼結は、真空雰囲気にて、焼結圧力10MPa以上100MPa以下、焼結温度700℃以上1300℃以下、保持時間30分間以上3時間以下、好ましくは焼結圧力20MPa以上80MPa以下、焼結温度800℃以上1100℃以下、保持時間30分以上2時間以下で行うことができる。焼結圧力が低すぎると焼結体の緻密度が低下する。焼結温度が低すぎると焼結体の緻密度が低下し、一方、焼結温度が高すぎるとBが凝集しすぎて従来技術に見られるような粗大なB凝集相が形成され、ターゲット全体にBが分布せずに偏在しやすい。焼結保持時間が短すぎると焼結体の緻密度が低下し、一方、焼結保持時間が長すぎるとBが凝集しすぎて従来技術に見られるような粗大なB凝集相が形成され、ターゲット全体にBが分布せずに偏在しやすい。緻密度の低下は、スパッタ放電時にターゲットから発生するパーティクルの原因となる。一方、粗大なB凝集相の偏在は、アーキングをはじめとした放

電不良の原因となる。

実施例

[0033] 以下、実施例及び比較例により本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0034] 実施例 1～23 は、表 1 に示す各ターゲット組成となるように、表 1 に示す合金相 (A) を構成する原材料のアトマイズ合金粉末と、表 1 に示す第二相 (実施例においては合金相 (B) を意味する。以下、同じ。) を構成する原材料のアトマイズ合金粉末と、を表 1 に示す第二相含有量及び残余が合金相 (A) 含有量となるように秤量し、シェイカーを用いて 15～100 rpm で 15 分間混合し、得られた混合粉末をカーボン製ダイスに充填し、真空雰囲気下にて圧力 30 MPa、温度 800℃～1100℃、保持時間 1 時間の条件で真空ホットプレスして焼結した。焼結温度は、ターゲット組成に応じて異なるが、すべての試料について緻密度 97% 以上になるように設定した。得られた焼結体を平面研削盤及び旋盤を用いて切削、研削加工して、直径 165 mm、厚さ 6.4 mm の円板状のスパッタリングターゲットを製作した。

[0035] 得られた円板状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、アルゴンガス圧 4.0 Pa となるようにアルゴンガスを流しつつ、任意の投入電力でスパッタ放電を継続しながらデータロガーを用いて、スパッタ放電電圧を測定した。データロガーの設定条件は、サンプリング周期 2 μs で 15000 点のデータを測定することを 100 回繰り返す条件とした。各測定回のデータの平均を算出し、さらにその平均値を 100 回分平均することで、その測定条件におけるスパッタ放電電圧値を算出した。結果を表 1 に示す。

[0036]

[表1]

表1 各スパッタリングターゲットの組成と投入電力500Wでの電圧値

NO.	例	ターゲット組成 (at%)	相(A)組成(at%)	第二相組成 (at%)	第二相含有率 (vol.%)	電圧値(V) @500W
1	実施例1	Co-15Cr-10Pt-10B	Co-20.1Cr-11.8Pt-11.8B	Co-5Pt-5B	25	324
2	実施例2		Co-16.9Cr-13.5Pt-11.8B	Co-10Cr-5B	25	321
3	実施例3		Co-20.5Cr-13.7Pt-7.9B	Co-18.5B	25	322
4	比較例1		-	-	-	340
5	比較例2		Co-19.8Cr-8.4Pt-13.2B	Co-15Pt	25	335
6	比較例3		Co-20Cr-11.7Pt-13.3B	Co-5Pt	25	336
7	比較例4		Co-20.1Cr-13.4Pt-13.4B	Co	25	352
8	実施例4		Co-15.8Cr-10.5Pt-10.3B	Co-5B	5	329
9	実施例5		Co-16.7Cr-11.2Pt-10.6B	Co-5B	10	327
10	実施例6		Co-18.9Cr-12.6Pt-11.4B	Co-5B	20	324
11	実施例7	Co-10Cr-25Pt-5B	Co-21.8Cr-14.5Pt-12.4B	Co-5B	30	325
12	実施例8		Co-25.6Cr-17.1Pt-13.7B	Co-5B	40	328
13	実施例9		Co-13.8Cr-34.5Pt-5.1B	Co-5B	25	321
14	実施例10		Co-13.7Cr-32.5Pt-5.1B	Co-5Pt-5B	25	322
15	実施例11		Co-14Cr-35Pt-0.8B	Co-18.5B	25	320
16	比較例5		-	-	-	332
17	比較例6		Co-13.7Cr-34.3Pt-6.9B	Co	25	333
18	実施例12	Co-20Cr-15Pt-20B	Co-26.9Cr-20.2Pt-25.3B	Co-5B	25	325
19	実施例13		Co-26.8Cr-18.5Pt-25.2B	Co-5Pt-5B	25	325
20	実施例14		Co-27.3Cr-20.4Pt-21.6B	Co-18.5B	25	326
21	比較例7		-	-	-	346
22	比較例8		Co-26.8Cr-20.1Pt-26.8B	Co	25	345
23	実施例15	Co-25Cr-10Pt-15B	Co-33.7Cr-13.5Pt-18.6B	Co-5B	25	324
24	実施例16		Co-33.5Cr-11.8Pt-18.5B	Co-5Pt-5B	25	320
25	実施例17		Co-34.1Cr-13.6Pt-14.8B	Co-18.5B	25	322
26	比較例9		-	-	-	340
27	比較例10		Co-33.5Cr-13.4Pt-20.1B	Co	25	338
28	実施例18	Co-5Cr-20Pt-10B	Co-6.8Cr-27.3Pt-11.9B	Co-5B	25	323
29	実施例19		Co-6.8Cr-25.4Pt-11.9B	Co-5Pt-5B	25	321
30	実施例20		Co-6.9Cr-27.6Pt-7.9B	Co-18.5B	25	324
31	比較例11		-	-	-	334
32	比較例12		Co-6.8Cr-27.1Pt-13.6B	Co	25	334
33	実施例21	Co-5Cr-25Pt-10Ru-5B	Co-7Cr-34.8Pt-13.9Ru-5.1B	Co-5B	25	321
34	実施例22		Co-6.9Cr-32.7Pt-13.8Ru-5.1B	Co-5Pt-5B	25	320
35	実施例23		Co-7Cr-35.2Pt-14.1Ru-0.7B	Co-18.5B	25	320
36	比較例13		-	-	-	335
37	比較例14		Co-6.9Cr-34.6Pt-13.8Ru-6.9B	Co	25	337

[0037] 比較例1、5、7、9、11及び13は、合金アトマイズ粉末ではなく各金属粉末を混合して混合粉末を調製した点を除いて、実施例と同様にスパッタリングターゲットを作製した。

[0038] 比較例2及び3は、第二相を構成する原料粉末としてBを含まないアトマイズ合金粉末を用いた点を除いて、実施例と同様にスパッタリングターゲットを作製した。

[0039] 比較例 4、6、8、10、12 及び 14 は、第二相を構成する原料粉末として Co 金属粉末を用いた点を除いて、実施例と同様にスパッタリングターゲットを作製した。

[0040] 同じ組成 Co-15Cr-10Pt-10B を有する実施例 1～3 及び比較例 1～4 のスパッタリングターゲットについて、投入電力を 100W から 1000W まで 100W 毎変化させて、スパッタ放電電圧を測定した結果を表 2 及び図 1 に示す。

[0041] [表2]

表 2 投入電力とスパッタ放電電圧							
投入電力 (W)	スパッタ放電電圧 (V)						
	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
	Co-5Pt-5B	Co-10Cr-5B	Co-18.5B	第二相無	Co-15Pt	Co-5Pt	100Co
100	273	275	278	281	280	290	290
200	298	297	299	310	308	309	318
300	311	309	311	323	320	323	333
400	318	315	317	332	328	330	343
500	324	321	322	340	335	336	352
600	330	327	327	348	342	342	360
700	334	332	331	355	349	348	367
800	339	337	336	360	354	354	372
900	343	342	341	365	359	361	376
1000	348	346	345	368	363	369	380
PTF(%)	55.2	53.3	72.06	33.8	44.7	53.3	66.56

- [0042] 表2にPTF（漏洩磁束密度）の測定値を併記する。PTFの測定は、ASTM F2086-01に基づき行った。実施例1及び2のスパッタリングターゲットのPTFは比較例1及び2のスパッタリングターゲットのPTFより高く、比較例3のスパッタリングターゲットのPTFと同等であり、実施例3のスパッタリングターゲットのPTFは、比較例1～4のいずれのスパッタリングターゲットのPTFより高く、漏洩磁束密度の向上も達成できることが確認できた。
- [0043] 図1から、スパッタ放電電圧の高い順に並べると、第二相としてCo金属粉末を用いて作製した比較例4、合金アトマイズ粉末ではなく各金属粉末を用いて作製した比較例1、第二相としてBを含まないアトマイズ合金粉末を用いて作製した比較例3及び2となり、合金相（A）及び合金相（B）の全体にわたってBが分布している実施例1～3のスパッタ放電電圧は、比較例1～4のスパッタ放電電圧よりも大幅に低下していることがわかる。特に投入電力が300W以上に大きくなるとスパッタ放電電圧の低下幅が大きくなる。また、表1より、投入電力500Wの際のスパッタ放電電圧で比較すると、実施例は330V以下と低い値となるが、比較例は330Vを越える高い値であることがわかる。
- [0044] 実施例1～3及び比較例1～3のスパッタリングターゲットのSEM観察画像（15.0V×1,000）を図2～7に示し、実施例1～3及び比較例1～3のスパッタリングターゲットのEPMA-WDXマッピング画像（15.0V×2,000）を図8～13に示す。
- [0045] 図8のEPMA-WDXマッピング画像から、実施例1のスパッタリングターゲットは、CP画像中下方の白色の領域はCo、Cr、Pt及びBを含むCo-Cr-Pt-B合金相（A）であり、CP画像中上方の灰色の領域はCo、Pt及びBを含むCo-Pt-Bの合金相（B）であることがわかる。図2及び図8から、実施例1のスパッタリングターゲットは、Co-Cr-Pt-B合金相（A）及びCo-Pt-Bの合金相（B）からなり、Bは合金相（A）及び（B）の双方において、任意の10 μ m×10 μ mの領

域に存在しない箇所がなくBが合金相（A）及び合金相（B）の全体に分布し、かつ合金相（A）内のBは微細均一に全体に分布しており、合金相（B）内のBは合金相（A）内のBと比較して凝集してはいるが、合金相（B）の全体に分布していることがわかる。

[0046] 図9のEPMA-WDXマッピング画像から、実施例2のスputタリングターゲットは、CP画像中右方の白色の領域はCo、Cr、Pt及びBを含むCo-Cr-Pt-B合金相（A）であり、CP画像中左方の灰色の領域はCo、Cr及びBを含むCo-Cr-Bの合金相（B）であることがわかる。図3及び図9から、実施例2のスputタリングターゲットは、Co-Cr-Pt-B合金相（A）及びCo-Cr-Bの合金相（B）からなり、Bは合金相（A）及び（B）の双方において、任意の $10\mu\text{m}\times 10\mu\text{m}$ の領域に存在しない箇所がなく、Bが合金相（A）及び合金相（B）の全体に分布し、かつ合金相（A）内のBは微細均一に全体に分布しており、合金相（B）内のBは合金相（A）内のBと比較して凝集してはいるが、合金相（B）の全体に分布していることがわかる。

[0047] 図10のEPMA-WDXマッピング画像から、実施例3のスputタリングターゲットは、CP画像上方の白色の領域はCo、Cr、Pt及びBを含むCo-Cr-Pt-B合金相（A）であり、CP画像中下方の灰色の領域はCo及びBを含むCo-Bの合金相（B）であることがわかる。図4及び図10から、実施例3のスputタリングターゲットは、Co-Cr-Pt-B合金相（A）及びCo-Bの合金相（B）からなり、Bは合金相（A）及び（B）の双方において、任意の $10\mu\text{m}\times 10\mu\text{m}$ の領域に存在しない箇所がなく、Bが合金相（A）及び合金相（B）の全体に分布し、かつ合金相（A）内のBは全体に分布しており、合金相（B）内のBは合金相（A）内のBと比較して凝集してはいるが、合金相（B）の全体に分布していることがわかる。

[0048] 図5及び図11から、比較例1のスputタリングターゲットは、Co、Cr、Pt及びBが全体に分散した単相であり、合金相（B）を有していない

ことがわかる。

[0049] 図12のEPMA-WDXマッピング画像から、比較例2のスパッタリングターゲットは、CP画像中右方の灰色の領域はCo及びPtを含むがBを含まないCo-Pt相であり、CP画像中左方の黒い点が存在している領域はCo、Cr、Pt及びBを含むCo-Cr-Pt-Bの相(A)であることがわかる。図6及び図12から、比較例2のスパッタリングターゲットは、Co-Cr-Pt-Bの相(A)とCo-Pt相(第2相)とからなり、Co-Pt相にはBが存在せず、Bを含む合金相(B)を有していないことがわかる。

[0050] 図13のEPMA-WDXマッピング画像から、比較例3のスパッタリングターゲットは、CP画像中右下方の白色の領域はCo、Cr、Pt及びBを含むCo-Cr-Pt-Bの相(A)であり、CP画像中左上方の灰色の領域はCo及び微量のPtを含むCo-Pt相であり、同灰色の領域内の大きな黒色はCoの周囲に偏在する粗大なBの凝集相であることがわかる。図7及び図13から、比較例3のスパッタリングターゲットは、Co-Cr-Pt-Bの相(A)とCo-Pt相(第2相)とからなり、BはCo-Pt相の周囲に偏在して、第2相内にはBが存在しない10 μ m $\times$ 10 μ mの領域があり、Bが全体に分布する合金相(B)を有していないことがわかる。

請求の範囲

- [請求項1] Co-Cr-Pt-B系強磁性体スパッタリングターゲットであって、
- Bを0at%超過30at%以下含み、B凝集相が偏在することなくBが全体に分布しているCo-Cr-Pt-B合金相（A）と、
- Co-B合金、Co-Cr-B合金又はCo-Pt-B合金のいずれかであって、Bを0at%超過20at%以下含み、B凝集相が偏在することなくBが全体に分布している合金相（B）と、からなり、
- 当該合金相（A）はスパッタリングターゲット中50vol%以上を占め、当該合金相（B）はスパッタリングターゲット中50vol%未満を占めることを特徴とするCo-Cr-Pt-B系強磁性体スパッタリングターゲット。
- [請求項2] Crを0at%超過30at%以下、Ptを5at%以上30at%以下、Bを0at%超過25at%以下、残余はCo及び不可避不純物であることを特徴とする請求項1に記載のCo-Cr-Pt-B系強磁性体スパッタリングターゲット。
- [請求項3] 前記合金相（A）はさらに添加元素として、Al、Si、Sc、Ti、V、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn、Ge、Y、Zr、Nb、Ta、Mo、W、Ru、Ag、Sn、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Gd、Tb、Dy、Ho、Hfから選択した1元素以上を0at%超過25at%以下含むことを特徴とする請求項1又は2に記載のCo-Cr-Pt-B系強磁性体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1に記載のCo-Cr-Pt-B系強磁性体スパッタリングターゲットの製造方法であって、
- Bを0at%超過30at%以下含むCo-Cr-Pt-B合金粉末と、
- Bを0at%超過20at%以下含む、Co-B合金粉末、Co-Cr-B合金粉末又はCo-Pt-B合金粉末のいずれか1と、を弱

混合して混合粉末を得る混合工程と、
当該混合粉末を焼結して焼結体を得る焼結工程と、
を含むことを特徴とする製造方法。

[請求項5] 前記C o - C r - P t - B合金粉末、及び前記C o - B合金粉末、
C o - C r - B合金粉末又はC o - P t - B合金粉末は、アトマイズ
合金粉末であることを特徴とする請求項4に記載の製造方法。

[請求項6] 前記焼結工程は、前記混合粉末を、1 0 M P a以上1 0 0 M P a以
下の圧力、7 0 0 °C以上1 3 0 0 °C以下の温度にて、3 0分以上3時
間以下保持することを特徴とする請求項4又は5に記載の製造方法。