

明 細 書

発明の名称：

スパッタリングターゲット、積層膜の製造方法、積層膜、及び磁気記録媒体

技術分野

[0001] 本発明は、スパッタリングターゲットに関する。また、本発明は、本発明のスパッタリングターゲットを用いた、積層膜の製造方法に関する。更に、本発明は、積層膜、及び磁気記録媒体に関する。

背景技術

[0002] ハードディスクドライブでは、記録面に対して垂直方向に磁気を記録する垂直磁気記録方式が実用化され、この方式は、それまでの面内磁気記録方式に比べて高密度の記録が可能であることから広く採用されている。

[0003] 垂直磁気記録方式の磁気記録媒体は、概して、アルミニウムやガラス等の基板上に密着層、軟磁性層、Seed層、Ru層などの下地層、中間層、磁性層及び保護層等を順次に積層して構成されるものである。このうち、磁性層は下部に、Coを主成分としたCo-Pt系合金等に、SiO₂やその他の金属酸化物が分散したグラニュー膜が存在し、高い飽和磁化Msと磁気異方性Kuを有する。また、磁性層の下方側に積層される中間層は、Co-Cr-Ru系合金等に、同様の金属酸化物が分散した組織構造からなるものであり、非磁性とするため比較的多くのRuやCr等を含有させる場合がある。

[0004] このような磁性層及び中間層では、非磁性材料となる上記の金属酸化物が、垂直方向に配向するCo合金等の磁性粒子の粒界へ析出して、磁性粒子間の磁気的な相互作用が低減され、それによるノイズ特性の向上、及び高い記録密度を実現している。

[0005] なお、一般に、磁性層や中間層等の各層は、所定の組成ないし組織を有するスパッタリングターゲットを用いて、基板上へスパッタリングすることにより成膜して形成する。この種の技術として従来は、特許文献1（特許第5

9 6 0 2 8 7 号公報)に記載されたもの等がある。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特許第5 9 6 0 2 8 7 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] ところで、ハードディスクドライブの高密度化を実現するには、磁気記録媒体に形成した記録層の熱安定性の確保のための磁気異方性 K_u の増大と、高分解能化のための記録層内の磁性粒子の高い磁気的分離性が求められる。

[0008] しかし、上述したような高い磁気異方性 K_u を実現する飽和磁化 M_s が高い磁性層では、磁性粒子間の交換結合が強固であることから、磁性粒子間の磁気的分離性に乏しい。一方で、磁気的分離性を向上させるべく金属酸化物を多く添加すると、磁性粒子内に金属酸化物が入り込んで磁性粒子の結晶性が悪化し、それに伴って飽和磁化 M_s 及び磁気異方性 K_u が低下して、保磁力 H_c が低下する。また、磁気異方性 K_u を高くするために成膜時の基板温度を上げる手法もあるが、これによっても磁性粒子間の磁気的分離性が低下して保磁力 H_c が低下する。高密度化を実現するためには、記録層の高い保磁力 H_c と記録層内の磁性粒子間の磁気的分離性の両立が重要である。

[0009] 本発明は上記問題点に鑑み完成されたものであり、一実施形態において、磁気記録媒体の磁性層における保磁力 H_c を高く維持するとともに、磁性粒子間の磁気的分離性を向上させることのできる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。また、本発明は、別の実施形態において、そのようなスパッタリングターゲットを用いた積層膜の製造方法、積層膜、及び磁気記録媒体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

[0010] 本発明者らは鋭意検討の結果、磁性層の磁性材料であるCo合金に分散させる非磁性材料の金属酸化物として、酸化物としてのNbを特定の形態で含

めることにより、磁性粒子間の磁気的分離性を有意に改善できるとの知見を得た。また、これにより、C o - P t を主体とする磁性層の高い保磁力H c を維持できることを見出した。本発明は上記知見に基づき完成されたものであり、以下に例示される。

[0011] [1]

金属成分としてC o 及びP t を含有し、金属酸化物成分としてN b O₂を含有するスパッタリングターゲット。

[2]

N b O₂の含有量が0. 5 m o l % ~ 3 0 m o l %である [1] に記載のスパッタリングターゲット。

[3]

金属成分としてC o 及びP t を含有し、C o とN b とOをすべて含む相を有するスパッタリングターゲット。

[4]

X線回折装置を用いて測定したとき、 $2\theta = 30. 27^{\circ} \pm 1^{\circ}$ に回折ピークが観察される、[3] に記載のスパッタリングターゲット。

[5]

下記条件の下で測定したとき、 $2\theta = 30. 27^{\circ} \pm 1^{\circ}$ に回折ピークが観察される、[4] に記載のスパッタリングターゲット：

(1) スパッタリングターゲットの分析箇所は、スパッタ面に対して垂直な切断面である。

(2) X線源としてC u - K α を用いる。

(3) 管電圧が4 0 k Vである。

(4) 管電流が3 0 m Aである。

(5) 発散スリットは 1° である。

(6) 発散縦制限スリットは1 0 m mである。

(7) 散乱スリットは8 m mである。

(8) 受光スリットは開放状態である。

(9) ゴニオメータは試料水平型を用いる。

(10) スキャンスピードは $10^{\circ} / \text{min}$ である。

(11) スキャンステップは 0.01° である。

(12) 測定範囲は $2\theta = 20^{\circ} \sim 80^{\circ}$ である。

(13) バックグラウンド除去としてフィッティング方式を用いる。

(14) 前記分析箇所は、 $\#2000$ の耐水研磨紙で研磨し、更に、粒径 $0.3 \mu\text{m}$ のアルミナ砥粒が分散したスラリーを用いてバフ研磨されている。

(15) 前記分析箇所のうち、平坦かつ凹凸の少ない面を測定する。

[6]

金属酸化物成分として、更に、 TiO_2 、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、 B_2O_3 、 CoO 及び Co_3O_4 のうちの少なくとも一種の金属酸化物を含有し、前記スパッタリングターゲット中の金属酸化物の合計含有量が $20\text{vol}\% \sim 60\text{vol}\%$ である [1] ~ [5] のいずれか1項に記載のスパッタリングターゲット。

[7]

Pt の含有量が $2\text{mol}\% \sim 25\text{mol}\%$ である [1] ~ [6] のいずれか1項に記載のスパッタリングターゲット。

[8]

Ru を含有する下地層上に、[1] ~ [7] のいずれか1項に記載のスパッタリングターゲットを用いたスパッタリングにより、磁性層を形成することを含む、積層膜の製造方法。

[9]

Ru を含有する下地層と、前記下地層上に形成されて、金属成分として Co 及び Pt を含有する磁性層とを有する積層膜であって、前記磁性層が、金属酸化物成分として NbO_2 を含有する積層膜。

[10]

前記磁性層が、金属酸化物成分として、更に、 TiO_2 、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、 B_2O_3 、 CoO 及び Co_3O_4 のうちの少なくとも一種の金属酸化物を含有する、[9] に記載の積層膜。

[1 1]

[9] 又は [1 0] に記載の積層膜を含む磁気記録媒体。

発明の効果

[0012] 本発明の一実施形態によれば、磁気記録媒体の磁性層における保磁力を高く維持するとともに、磁性粒子間の磁気的分離性を向上させることのできるスパッタリングターゲットを提供することができる。また、本発明の別の実施形態によれば、そのようなスパッタリングターゲットを用いた積層膜の製造方法、積層膜、及び磁気記録媒体を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]図 1 は、本発明の実施例で製造した積層膜の層構成を示す模式図である。

[図2]図 2 は、本発明の実施例におけるターゲットの X R D を用いた測定結果を示す図である。

発明を実施するための形態

[0014] 次に、本発明の実施形態について説明する。本発明は以下の実施形態に限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で、当業者の通常の知識に基づいて、適宜設計の変更、改良等が加えられることが理解されるべきである。

[0015] 本実施形態のスパッタリングターゲットは、金属成分として C o 及び P t を含有し、金属酸化物成分として N b O₂ を含有することを特徴とするものである。より具体的には、本実施形態のスパッタリングターゲットは、C o と P t との合金に、N b 酸化物を含む金属酸化物が分散した組織構造を有する。なお、本明細書において金属酸化物成分について言及する場合、別段の断りがない限り、スパッタリングターゲットの原材料としての金属酸化物についての説明である。

[0016] このスパッタリングターゲットは、特に、垂直磁気記録方式の磁気記録媒体の中間層上に位置する磁性層の形成に用いることが好ましい。この場合、当該スパッタリングターゲットを用いたスパッタリングにより成膜した磁性

層では、上記の金属成分が磁性粒子を構成するとともに、NbO₂を含む金属酸化物が非磁性材料となって、垂直方向に配向する磁性粒子の周囲に均一に分布して、磁性粒子間の磁気的な相互作用が有効に低減される。

[0017] (1. 組成)

スパッタリングターゲットの金属成分は、主としてCoからなり、それに加えてPtを含む。特に金属成分は、Ptを含有するCo合金である。

[0018] Ptの含有量は、2mol%～25mol%とすることが好ましい。Ptの合計含有量が多すぎると磁気異方性が低下したり、磁性粒子の結晶性が落ちたりするおそれがあり、この一方で、Ptの合計含有量のCoに対する割合が少なすぎると磁気異方性が不十分となる懸念がある。なお、スパッタリングターゲット中のPtの含有量は、例えば、ICPにより分析し、その分析結果に基づいて求めることができる。

[0019] 本実施形態のスパッタリングターゲットは、非磁性金属成分として更に、Cr、Ru、Ti、Cu、Ta、W、V、Rh等を含有することができる。このような金属を更に含有することにより、磁性粒子の結晶性を維持したまま飽和磁化と磁気異方性を調整することができるという利点がある。なお、このような金属の多くは通常、金属成分として含まれるが、後述する製造時の焼結で酸化されることによって、一部が金属酸化物として含まれることもある。

[0020] そして、本実施形態のスパッタリングターゲットは、金属酸化物成分として、少なくともNbO₂を含有する。NbO₂を含有させることにより、保磁力を維持しながら磁性粒子間の磁気的分離性を向上することができる。

[0021] 理論によって本発明を拘束する意図はないが、Nbの酸化物は、適度なCoとの濡れ性を有し、一部の酸素が欠損してもなお安定な酸化物になれるため、磁性粒子内に酸化物が入り込むことなく磁性粒子の周りに均一な幅で粒界が形成できるという利点がある。本発明者らは、酸化数の少ないNb酸化物を用いると利点が顕著になるとの現象も観察している。これはCoとの複合酸化物が作られることでCoとの濡れ性が良くなるためと考えられる。そ

ここで、Nbの酸化物の中でも、酸化数の少ないNbO₂を含めることにより、従来技術では達成できなかった磁性粒子間の磁気的分離性を実現できた。

[0022] 本実施形態のスパッタリングターゲットにおいて、NbO₂の含有量は、スパッタリングターゲットの原材料の全組成に対して、0.5mol%～30mol%であることが好ましい。NbO₂の含有量が0.5mol%以上であることにより、磁性粒子間の磁気的分離性を高める効果を確実にすることができる。一方、NbO₂の含有量は、効果の頭打ちや磁性膜の飽和磁化、磁気異方性を確保し高い保磁力を得る観点から、30mol%以下であることが好ましい。この観点から、NbO₂の含有量が20mol%以下であることがより好ましく、10mol%以下であることが更に好ましい。

[0023] また、本実施形態のスパッタリングターゲットは、金属酸化物成分として、NbO₂のほか、更に、TiO₂、SiO₂、Cr₂O₃及びB₂O₃のうち少なくとも一種を含むことができる。これにより、上記NbO₂による効果のほか、TiO₂、SiO₂、Cr₂O₃又はB₂O₃の金属酸化物による効果を得ることが可能である。また、金属酸化物成分として、CoO及びCo₃O₄を含むことができる。これらのCo酸化物を添加することによりNbO₂による効果を高めることができる。

[0024] NbO₂以外の上記のような金属酸化物を含有する場合、スパッタリングターゲット中に存在する金属酸化物、すなわち、スパッタリングターゲットの組織構造を構成する金属酸化物の合計含有量は、20vol%～60vol%であることが好ましい。金属酸化物の合計含有量が20vol%以上であれば、磁性粒子間の磁気的分離性を十分に確保できる。一方、金属酸化物の合計含有量が60vol%以下であれば、保磁力の低下を防止できる。この理由から、金属酸化物の合計含有量は、30vol%～55vol%であることが更に好適である。なお、例えば、SEMによりスパッタリングターゲットの表面の画像を取得し、EDS分析を行うことで画像中の粒子を金属粒子と金属酸化物粒子とに分類し、金属粒子と金属酸化物粒子の面積比に基づいて、スパッタリングターゲット中に存在する金属酸化物の体積率を見積も

ることができる。また、金属酸化物の含有量は、スパッタリングターゲットの表面を観察する方法だけでなく、原料粉の密度、重量などに基づいて見積もることもできる。原料粉に基づく算出方法については後述する。

[0025] (2. スパッタリングターゲットの製造方法)

上述したスパッタリングターゲットは、粉末焼結法を用いて製造することができ、その具体例としては以下のとおりである。

[0026] まず、金属粉末として、C o粉末と、P t粉末と、必要に応じて更に上述した他の金属の粉末を用意する。金属粉末は、単元素のみならず合金の粉末であってもよく、その粒径が $1\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ の範囲内のものであることが、均一な混合を可能にして偏析と粗大結晶化を防止できる点で好ましい。金属粉末の粒径が $10\mu\text{m}$ より大きい場合は、後述の酸化物粒子が均一に分散しないことがあり、また、 $1\mu\text{m}$ より小さい場合は、金属粉末の酸化の影響でスパッタリングターゲットが所望の組成から外れたものになるおそれがある。

[0027] また、酸化物粉末として、少なくともNb O₂粉末と、必要に応じて、Ti O₂、Si O₂、Cr₂O₃及びB₂O₃からなる群から選択される少なくとも一種の粉末を用意する。酸化物粉末は粒径が $1\mu\text{m}\sim 30\mu\text{m}$ の範囲のものとするのが好ましい。それにより、上記の金属粉末と混合して加圧焼結した際に、金属相中に酸化物粒子をより均一に分散させることができる。酸化物粉末の粒径が $30\mu\text{m}$ より大きい場合は、加圧焼結後に粗大な酸化物粒子が生じることがあり、この一方で、 $1\mu\text{m}$ より小さい場合は、酸化物粉末同士の凝集が生じることがある。

[0028] 次に、上記の金属粉末及び酸化物粉末を、所望の組成になるように秤量する。ここで、例えば、Nb O₂粉末がスパッタリングターゲットの原材料の全組成に対して、0.5mol%～30mol%となるように秤量する。なお、Nb O₂粉末が0.5mol%～20mol%となるように秤量することが好ましく、0.5mol%～10mol%となるように秤量することが更に好ましい。また、秤量する際、例えば、P t粉末を、原材料の全組成に対

して、2 mol%～25 mol%となるように秤量する。さらに、秤量する際、スパッタリングターゲットにおいて、金属酸化物の合計含有量が20 vol%～60 vol%となるように、原料として用いる酸化物粉末を秤量する。そして、秤量された金属粉末及び酸化物粉末をボールミル等の公知の手法を用いて混合するとともに粉碎する。このとき、混合・粉碎に用いる容器の内部を不活性ガスで充填させて、原料粉の酸化をできる限り抑制することが望ましい。これにより、所定の金属粉末と酸化物粉末とが均一に混合した混合粉末を得ることができる。

[0029] その後、このようにして得られた混合粉末を、真空雰囲気又は不活性ガス雰囲気下で加圧して焼結させ、円盤状等の所定の形状に成型する。ここでは、ホットプレス焼結法、熱間静水圧焼結法、プラズマ放電焼結法等の様々な加圧焼結方法を使用することができる。なかでも、ホットプレス焼結法は焼結体の密度向上の観点から有効である。

[0030] 焼結時の保持温度は、700℃～1500℃の温度範囲とし、特に800℃～1400℃とすることが好ましい。そして、この範囲の温度に保持する時間は、1時間以上とすることが好適である。また、焼結時の加圧力は、好ましくは10 MPa～40 MPa、より好ましくは25 MPa～35 MPaとする。これにより、高密度を維持しつつ金属相中に酸化物粒子がより均一に分散した焼結体を作製できる。

[0031] 上記の加圧焼結により得られた焼結体に対し、旋盤等を用いて所望の形状にする切削その他の機械加工を施すことにより、スパッタリングターゲットを製造することができる。

[0032] (3. スパッタリングターゲットの組織構造)

本実施形態のスパッタリングターゲットは、原材料の金属酸化物成分としてNbO₂を含有するが、当該特徴に対応して、スパッタリングターゲットとしては、CoとNbとOをすべて含む相を有することが特徴の一つである。

[0033] 理論によって本発明を拘束する意図はないが、CoとNbとOをすべて含む相を含むターゲットを用いて作られた薄膜中の磁性粒子は、その周りに均

一な幅で酸化物の粒界を形成することができ、これにより磁性粒子間の磁気的分離性を向上させることができると推測される。このような相は、金属酸化物成分としてNbO₂を含有するスパッタリングターゲットに特有のものである。

[0034] CoとNbとOをすべて含む相は、例えば、X線回折法(XRD)により確認することができる。すなわち、Cu-K α を用いたXRDパターンにおいて、およそ $2\theta = 30.27^\circ \pm 1^\circ$ 付近に回折ピークを有するものである。後述する図2の説明では、この回折ピークは、CoNb₂O₆のピークに対応する旨を述べているが、これは例えばCoNb₂O_{6- δ} ($\delta > 0$)である可能性があって、つまりやや酸素の少ない状態になっている可能性もあると考えられている。これらも含めて、CoとNbとOをすべて含む相とした。この相は、CoとNbO₂とが反応してできたと考えている。

[0035] このように、本実施形態において、原材料の金属酸化物成分としてNbO₂を含有することを検証する手段として、CoとNbとOをすべて含む相の有無を確認する方法がある。

[0036] なお、CoとNbとOをすべて含む相を有する場合、原材料の金属酸化物としてNbO₂を含有することを推認できるが、例えば、原材料のNbO₂が製造の過程で、他の金属成分及び／又は酸化物とさほど反応しなかった場合、理論上、CoとNbとOをすべて含む相が検出されない可能性もある。また、スパッタリングターゲットが金属酸化物成分としてNbO₂を含有する場合、XRDによりNbO₂に対応する回折ピークが検出されることがある。少なくともこのような場合、スパッタリングターゲット中に、その組織構造を構成するNbO₂が存在すると言える。しかし、原材料粉末を焼結する過程において、ほぼすべてのNbO₂が他の金属成分及び／又は酸化物と反応し、別の化合物を形成し得るため、スパッタリングターゲットからNbO₂に対応する回折ピークが検出されない可能性がある。

[0037] (4. 積層膜)

積層膜は、少なくとも、下地層と、下地層上に形成された磁性層とを有す

るものである。より詳細には、下地層は、Ruを含有するものであり、一般にはRuからなり、又はRuを主成分とする層である。

[0038] 磁性層は、金属成分としてCo及びPtを含有し、金属酸化物成分としてNb酸化物を含有する。磁性層がNb酸化物を含有することにより、磁性粒子間の磁気的分離性を向上させることができる。この磁性層は、上述したNbO₂相又は／及びCoとNbとOをすべて含む相を持ったスパッタリングターゲットを用いて、下地層上にスパッタリングにより成膜することにより形成することができる。

[0039] したがって、磁性層は、上記のスパッタリングターゲットと同様に、NbO₂の含有量が0.5mol%～30mol%であること、金属酸化物成分として更にTiO₂、SiO₂、Cr₂O₃、B₂O₃、CoO及びCo₃O₄からなる群から選択される少なくとも一種の金属酸化物を含有する場合は、NbO₂も含む金属酸化物の合計含有量が20vol%～60vol%であること、Ptを2mol%～25mol%で含有すること、金属成分として更にCr及び／又はRuを0.5mol%～20mol%で含有することがそれぞれ好ましい。

[0040] 積層膜の各層は、それらの各層に応じた組成及び組織を有するスパッタリングターゲットを用いて、マグネトロンスパッタリング装置等で成膜することにより形成することができる。

[0041] また積層膜の磁性層は、下地層上に、先述したスパッタリングターゲットを用いたスパッタリングにより成膜して形成することができる。

[0042] (5. 磁気記録媒体)

磁気記録媒体は、上述したような、下地層と、下地層上に形成された磁性層とを有する積層膜を備えるものである。磁気記録媒体は通常、アルミニウムやガラス等の基板上に軟磁性層、下地層、磁性層及び保護層等を順次に形成することにより製造される。

実施例

[0043] 次に、この発明のスパッタリングターゲットを試作し、それを用いて成膜

した磁性層による効果を確認したので、以下に説明する。但し、ここでの説明は単なる例示を目的としたものであり、これに限定されることを意図するものではない。

[0044] 各種のスパッタリングターゲットを用いて、積層膜を製造した。マグネトロンスパッタリング装置（キャノンANELBA製C-3010）によりガラス基板上にCr-Ti（6 nm）、Ni-6W（5 nm）、Ru（「Low P-Ru」は低ガス圧（1 Pa）でスパッタしたRuを意味し、「High P-Ru」は高ガス圧（10 Pa）でスパッタしたRuを意味する。両者それぞれ膜厚が10 nmであり、合計の膜厚が20 nmである。）をこの順序で成膜したものに、表1に示したスパッタリングターゲットをAr 3.0 Pa雰囲気下にて300 Wでスパッタリングして膜厚が11 nmの磁性膜を成膜した後更に酸化を防ぐため保護膜（OC）としてRu（3 nm）成膜して、各層を形成した。ここで、図1に「Mag」として示す磁性層は、表1に示すように組成の異なる各スパッタリングターゲットにより形成されたものである。各スパッタリングターゲットの金属部組成は同じであり、金属成分はCoPt合金で27 at %のPtが含まれる。金属酸化物成分として、実施例1～3はNbO₂を含有するが、比較例1及び2はNbO₂を含有しない。なお、酸化物の体積率は、原料粉の密度、重量から、スパッタリングターゲット全体の体積と酸化物の体積を見積り、これらの比により算出した。このように、原料粉に基づいて酸化物の体積率を算出することもできる。

[0045] 各実施例及び比較例の積層膜について、保磁力H_c及び磁性粒子の高い磁気的分離性指標である磁気クラスターサイズD_nを測定した。それぞれの測定方法は以下である。

[0046] 作成した積層膜をネオアーク社製polar Kerr装置（BH-810MS）を用いて膜に対して垂直方向に外部磁場（H）を印加してカー回転角（θ）を測定しヒステリシスカーブを作成した。最大印加磁場は±20 kOe、磁場掃引速度0.5 kOe/秒とした。取得されたヒステリシスカーブ（メジャーヒステリシスカーブ）を解析し保磁力H_cを求めた。

[0047] 次に、印加磁場 2 0 k O e に一旦したのち、磁場を－H c まで掃引したのちに再度印加磁場 2 0 k O e まで掃引して、マイナーヒステリシスカーブを求めた。次に、メジャーループとマイナーループを微分した $d \theta / d H$ を求めた。横軸を計算式で換算した実効磁場 (H e f f) に置きなおした。

実効磁場 (H e f f) = H − 反磁界 H d

この反磁界の値を、横軸を実効磁場としてメジャーループから求まる $d \theta / d H$ とマイナーループから求まる $d \theta / d H$ をプロットしたとき $d \theta / d H$ が増加するところでグラフが重なるように H d を決めた。

次に、飽和磁化 M s を玉川製作所製の試料振動型磁力計 (V S M) により測定した。

反磁界係数 N d を下記式で求めた。

反磁界係数 $N d = H d / (4 \pi M s)$

求められた N d と試料の磁性膜の膜厚 t を用いて磁気クラスターサイズ D n を下記式で求めた。

磁気クラスターサイズ $D n = t \times (1 - N d^2)^{1/2} / N d$

[0048] [表1]

	金属部組成	含有酸化物種	酸化物全体 体積率 (vol%)	Nb ₂ O ₅ 酸化物 体積率 (vol%)	Nb ₂ O ₅ 酸化物 割合 (mol%)	保磁力Hc (kOe)	磁気クラスター サイズDn (nm)
実施例 1	Co-27Pt	B ₂ O ₃ ,TiO ₂ ,SiO ₂ ,CoO,Cr ₂ O ₃ ,NbO ₅	42	5.8	2.9	8.2	12.2
実施例 2	Co-27Pt	B ₂ O ₃ ,TiO ₂ ,SiO ₂ ,CoO,Cr ₂ O ₃ ,NbO ₅	42	5.4	2.8	8.0	10.8
実施例 3	Co-27Pt	B ₂ O ₃ ,TiO ₂ ,SiO ₂ ,CoO,Cr ₂ O ₃ ,NbO ₅	37.5	5.3	2.5	8.7	11.5
比較例 1	Co-27Pt	B ₂ O ₃ ,TiO ₂ ,SiO ₂ ,CoO,Cr ₂ O ₃	42	0	0	8.8	14.7
比較例 2	Co-27Pt	B ₂ O ₃ ,TiO ₂ ,SiO ₂ ,CoO,Cr ₂ O ₃	37.5	0	0	8.3	13.2

[0049] 表 1 に示されるように、N b O₂を含有する実施例 1 ～ 3 では、比較的高い保磁力 H c 及び比較的低い磁気クラスターサイズ D n が得られ、保磁力を高く維持するとともに、磁性粒子間の磁気的分離性を向上させることができた。これに対し、N b O₂を含有しない比較例 1、2 では、その他の成分がほぼ同じであるものの、保磁力 H c 及び磁気クラスターサイズ D n の面で劣っていた。

[0050] また、実施例 3 について、ターゲットの X R D による測定結果を図 2 に示す。X R D の分析条件は以下である。

[0051] スパッタリングターゲットを、X 線回折装置 (R i g a k u U l t i m

a I V) を用いて分析するときの測定方法は J I S K 0 1 3 1 : 1 9 9 6 に準拠して行うことができ、測定条件は、以下とすることができる。

スパッタリングターゲットの分析箇所：スパッタ面に対して垂直な切断面

X線源：C u - K α

管電圧：4 0 k V

管電流：3 0 m A

発散スリット：1°

発散縦制限スリット：1 0 m m

散乱スリット：8 m m

受光スリット：開放状態

ゴニオメータ：試料水平型

スキャンスピード：1 0° / m i n

スキャンステップ：0. 0 1°

測定範囲：2 θ = 2 0° ~ 8 0°

バックグラウンド除去：フィッティング方式（詳しくは、簡易ピークサーチを行い、ピーク部分を取り除いた後、残りのデータに対して多項式をフィッティングする方式である。バックグラウンド除去は、X線解析ソフトウェア（リガク社製、統合粉末X線解析ソフトウェア P D X L 2）に基づいて実施する。）

[0052] なお、分析箇所を # 2 0 0 0 の耐水研磨紙で研磨し、更に、粒径 0. 3 μ m のアルミナ砥粒が分散したスラリーを用いてバフ研磨を行い、上記分析箇所のうち、平坦かつ凹凸の少ない面を測定する。なお、「平坦かつ凹凸の少ない面」とは、厳格な基準ではなく、分析に支障をきたすような凹凸がある場合にはその部分を避けることを意味するに過ぎない。

[0053] 得られた X R D パターンについて、X線解析ソフトウェア（リガク社製、統合粉末X線解析ソフトウェア P D X L 2）を用いて解析を行った。その結果、図 2 から分かるように、2 θ = 3 0. 2 7° $\pm$ 1° 付近に回折ピークを観察することができた。この観察された回折ピークの位置と、J C P D S カ

ードのNo. 01-072-0482の CoNb_2O_6 の回折ピークの位置のデータとを照らし合わせ、観察されたピークの位置が、JCPDSカードNo. 01-072-0482のメインピーク ($2\theta = 30.27^\circ$) の位置と対応することが確認できた。すなわち、CoとNbとOをすべて含む相を有することが確認できた。なお、図2では NbO_2 に対応する回折ピークは観察されなかったが、これは前述のように、原材料の NbO_2 のほぼすべてが、焼結の過程で金属成分及び／又は酸化物と反応したためと考えられる。

請求の範囲

- [請求項1] 金属成分としてC o及びP tを含有し、金属酸化物成分としてN b O₂を含有するスパッタリングターゲット。
- [請求項2] N b O₂の含有量が0. 5 m o l %～3 0 m o l %である請求項1に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項3] 金属成分としてC o及びP tを含有し、C oとN bとOをすべて含む相を有するスパッタリングターゲット。
- [請求項4] X線回折装置を用いて測定したとき、 $2\theta = 30. 27^{\circ} \pm 1^{\circ}$ に回折ピークが観察される、請求項3に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項5] 下記条件の下で測定したとき、 $2\theta = 30. 27^{\circ} \pm 1^{\circ}$ に回折ピークが観察される、請求項4に記載のスパッタリングターゲット：
- (1) スパッタリングターゲットの分析箇所は、スパッタ面に対して垂直な切断面である。
 - (2) X線源としてC u - K α を用いる。
 - (3) 管電圧が4 0 k Vである。
 - (4) 管電流が3 0 m Aである。
 - (5) 発散スリットは 1° である。
 - (6) 発散縦制限スリットは1 0 m mである。
 - (7) 散乱スリットは8 m mである。
 - (8) 受光スリットは開放状態である。
 - (9) ゴニオメータは試料水平型を用いる。
 - (10) スキャンスピードは $10^{\circ} / \text{min}$ である。
 - (11) スキャンステップは $0. 01^{\circ}$ である。
 - (12) 測定範囲は $2\theta = 20^{\circ} \sim 80^{\circ}$ である。
 - (13) バックグラウンド除去としてフィッティング方式を用いる。
 - (14) 前記分析箇所は、# 2 0 0 0の耐水研磨紙で研磨し、更に、粒径0. 3 μm のアルミナ砥粒が分散したスラリーを用いてバフ研磨

されている。

(15) 前記分析箇所のうち、平坦かつ凹凸の少ない面を測定する。

[請求項6] 金属酸化物成分として、更に、 TiO_2 、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、 B_2O_3 、 CoO 及び Co_3O_4 のうちの少なくとも一種の金属酸化物を含有し、前記スパッタリングターゲット中の金属酸化物の合計含有量が20vol%～60vol%である請求項1～5のいずれか1項に記載のスパッタリングターゲット。

[請求項7] Ptの含有量が2mol%～25mol%である請求項1～6のいずれか1項に記載のスパッタリングターゲット。

[請求項8] Ruを含有する下地層上に、請求項1～7のいずれか1項に記載のスパッタリングターゲットを用いたスパッタリングにより、磁性層を形成することを含む、積層膜の製造方法。

[請求項9] Ruを含有する下地層と、前記下地層上に形成されて、金属成分としてCo及びPtを含有する磁性層とを有する積層膜であって、前記磁性層が、金属酸化物成分として NbO_2 を含有する積層膜。

[請求項10] 前記磁性層が、金属酸化物成分として、更に、 TiO_2 、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、 B_2O_3 、 CoO 及び Co_3O_4 のうちの少なくとも一種の金属酸化物を含有する、請求項9に記載の積層膜。

[請求項11] 請求項9又は10に記載の積層膜を含む磁気記録媒体。