

明 細 書

発明の名称：

スパッタリングターゲット及びスパッタリングターゲットを製造するための粉体

技術分野

[0001] 本開示は、スパッタリングターゲット及びスパッタリングターゲットを製造するための粉体に関する。より具体的には、Ruを含むスパッタリングターゲット及び当該スパッタリングターゲットを製造するための粉体に関する。

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記録層にはCoを主成分とするCo-Cr系やCo-Cr-Pt系の強磁性合金が用いられてきた。

[0003] 近年ハードディスクドライブ等の磁気記録の高容量化が進んでいる。この高容量化を実現するためには、磁気記録層における結晶粒の分離性を向上させ、これにより、結晶粒間の相互作用を低減させることが重要である。

[0004] 特許文献1では、Ru-xCoO合金の下地層が開示されている。また、特許文献1では、第二下地層150bに酸化物による結晶粒界が形成され、粒子間の分離性が促進されると共に、下地層150を構成するRu及び主記録層160の結晶配向性を向上する作用もあることが開示されている。

[0005] 特許文献2では、非磁性中間層と磁性層とを備える垂直磁気記録媒体が開示されている。また、特許文献2では、第1の非磁性中間層としてRu、及び第2の非磁性中間層としてCoCr合金が開示されている。

[0006] 特許文献3では、非磁性基板上に、少なくとも、第1の磁性層と第2の磁性層とを交互に多層積層して構成された垂直磁性層が下地層を介して備えら

れている垂直磁気記録媒体が開示されている。また、特許文献3では、下地層が酸素を含有するRuからなることが開示されている。

[0007] 特許文献4では、プラグやバリアメタルのような下地に対する密着力が高く、かつ電極として用いた場合、比抵抗が小さいRu膜あるいはRu酸化物の薄膜を形成可能なスパッタリングターゲットが開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特開2012-009086号公報

特許文献2：特開2009-134804号公報

特許文献3：特開2005-243093号公報

特許文献4：特開2002-167668号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 分離性を向上させるためには、磁気記録層の下に存在する中間層が重要な役割を果たす。中間層にRu結晶粒が存在すると、磁気記録層の結晶粒は、Ru結晶粒を起点として成長する。また、Ru酸化物とRu-Bとを中間層として利用すると、磁気記録特性が向上する。こうした知見に基づき、本発明者らは、Ruとホウ素酸化物との組み合わせを検討した。この目的としては、Ru結晶粒の周囲にホウ素酸化物が配置されるような構造を得ることにある。ここで、Ruとホウ素酸化物を共スパッタリングする方法も考えられるものの、両者を含む単独のスパッタリングターゲットの方が、製造工程の点で有利である。

[0010] そこで、本発明者らは、まず、Ruとホウ素酸化物とを含むスパッタリングターゲットを製造することを検討した。その結果、以下の点を見出した。スパッタリングターゲットを製造するためには、ホットプレス（HP）及び／又は熱間等方圧加圧（HIP）等の処理を材料に施す必要がある。この際に、材料は高温にさらされる。本発明者らは、ホウ素酸化物としてB₂O₃を使

用したところ、 B_2O_3 は融点が低いため、HP及び／又はHIP処理により B_2O_3 が材料から流出してしまった。結果として、焼結体中に残存する酸化ホウ素の量が著しく低くなってしまった。従って、Ruとホウ素酸化物とを含むスパッタリングターゲットを製造するにあたって、 B_2O_3 は利用できなかった。以上の経緯に鑑み、本開示は、Ru及びホウ素酸化物を含む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。

課題を解決するための手段

[0011] 本発明者らが、更に検討した結果、 B_2O_3 の代わりに特定の複合ホウ素酸化物を使用すると、焼結体中にホウ素が残存することを見出した。残存する理由として、 B_2O_3 よりも融点の高いホウ素酸化物を使用したことで、HP及び／又はHIP処理の際に失われる量を低減できたことが考えられる。

[0012] 本発明は、上記知見に基づいて完成され、一側面において、以下の発明を包含する。

(発明1)

Ruを主成分とするスパッタリングターゲットであって、 B_2O_3 よりも高い融点をもち且つホウ素を含む複合酸化物を含有する、該ターゲット。

(発明2)

発明1に記載のスパッタリングターゲットであって、Bの含有量が0.01wt%以上である、該ターゲット。

(発明3)

発明1又は2に記載のスパッタリングターゲットであって、相対密度が90%以上である、該ターゲット。

(発明4)

発明1～3のいずれか1つに記載のスパッタリングターゲットであって、RuとBとO以外に、構成元素として、Co、Cr、Mn、及びTiから選択される1種以上を更に含む、該ターゲット。

(発明5)

発明1～4のいずれか1つに記載のスパッタリングターゲットであって、

前記複合酸化物の融点が750℃以上である、該ターゲット。

(発明6)

発明1～5のいずれか1つに記載のスputタリングターゲットであって、前記複合酸化物が $\text{Co}_2\text{B}_2\text{O}_5$ 、 CrBO_3 、 TiBO_3 及び $\text{Mn}_3\text{B}_2\text{O}_6$ から成る群から選択される1種以上である、該ターゲット。

(発明7)

sputタリングターゲットの製造に使用するための複合酸化物の粉体であって、前記複合酸化物が、 B_2O_3 よりも高い融点をもち且つホウ素を含む複合酸化物である、該粉体。

(発明8)

発明7に記載の粉体であって、前記複合酸化物の融点が750℃以上である、該粉体。

(発明9)

発明7又は8に記載の粉体であって、前記複合酸化物が、 $\text{Co}_2\text{B}_2\text{O}_5$ 、 CrBO_3 、 TiBO_3 及び $\text{Mn}_3\text{B}_2\text{O}_6$ から成る群から選択される1種以上である、該粉体。

(発明10)

発明7～9のいずれか1つに記載の粉体であって、比表面積が0.5～80 m^2/g である、粒径が0.3～15 μm である及び／又は不純物としての濃度が10000 wt ppm 以下である、該粉体。

発明の効果

[0013] 一側面において、本開示のスputタリングターゲットは、RuとBとを含む。これにより、共sputタリングする必要がなく、製造工程において、有利となる。

図面の簡単な説明

[0014] [図1]一実施形態において、Ru粉末と $\text{Co}_2\text{B}_2\text{O}_5$ 粉末とを用いて製造したターゲットにおけるSEM写真である。四角の部分は、EDSで分析する酸化物の一部を表す。

発明を実施するための形態

[0015] 以下、本開示の発明を実施するための具体的な実施形態について説明する。以下の説明は、本開示の発明の理解を促進するためのものである。即ち、本発明の範囲を限定することを意図するものではない。

[0016] 1. スパッタリングターゲット

一実施形態において、本開示は、スパッタリングターゲットに関する。

[0017] 1-1. スパッタリングターゲットの組成

一実施形態において、スパッタリングターゲットは、Ruと複合酸化物とを少なくとも含む。そして、Ruは、スパッタリングターゲットの主成分である。

[0018] ここで、主成分とは、金属元素のなかで、最も含有量（at%）が大きい元素を意味する。典型的には、主成分とは、50at%以上を意味してもよい。

[0019] また、上記複合酸化物は、ホウ素を含み、且つ B_2O_3 よりも融点が高い化合物である。これにより、 B_2O_3 を用いてスパッタリングターゲットを製造した場合と比べて、Bを焼結体中に、より多く残存させることができる。従って、スパッタ後のRuの結晶分離性が向上する。

[0020] 一実施形態において、Ruの含有量は、80.0～99.8wt%であってもよい。80.0wt%以上であることにより、成膜後の中間層において、記録層の結晶粒の成長に必要なRuの結晶粒を十分に確保することができる。99.8wt%以下であることにより、成膜後の中間層において、Ruの結晶粒を分離するのに十分なBの含有量を確保することができる。Ruの含有量の下限値は、好ましくは、90.0wt%以上、更に好ましくは、95wt%以上である。Ruの含有量の上限値は、好ましくは、99.5wt%以下、更に好ましくは、99.0wt%以下である。

[0021] 一実施形態において、Bの含有量は、0.01wt%以上である。0.01wt%以上であることにより、成膜後の中間層において、Ruの結晶粒を分離するのに十分なBの含有量を確保することができる。Bの含有量の上限

値は、特に限定されないが、Ruの特性を維持する観点から、典型的には、
3.0 wt %以下であってもよい。Bの含有量の下限値は、好ましくは、0.05 wt %以上、更に好ましくは、0.15 wt %以上である。

[0022] 一実施形態において、上述したRu、B及びOに加えて、スパッタリングターゲットは、Co、Cr、Mn、及びTiから選択される1種以上を含むことができる。これらの元素は、Bと複合酸化物を形成することができる。そして、当該複合酸化物は、 B_2O_3 と比べて、高い融点を有する。従って、製造時の熱処理（例；HIP、HP等）で溶解してロスする可能性が低い。

[0023] Co、Cr、Mn、及びTiから選択される1種以上の元素の含有量は、特に限定されないが、Bと複合酸化物を形成する量論比に従った含有量であることが好ましい。

[0024] 同様に、Oの含有量についても、特に限定されないが、Bと複合酸化物を形成する量論比に従った含有量であることが好ましい。

例えば、複合酸化物が $Co_2B_2O_5$ の場合、複合酸化物全体の重量を100%とした場合、Coは53.70 wt %、Bは9.85 wt %、Oは36.45 wt %となる。従って、スパッタリングターゲット全体の重量を100%、且つスパッタリングターゲット全体に占めるBの含有量が0.01 wt %以上の場合を仮定すると、Coは0.054 wt %以上、Oは、0.036 wt %以上となる。

[0025] 一実施形態において、スパッタリングターゲットは、以下の元素から構成されてもよい：

Ru；

B；

Co、Cr、Mn、及びTiから選択される1種以上；及び

O。

[0026] 一実施形態において、スパッタリングターゲットは、上述した元素以外に、不可避免の不純物が含まれてもよい。不可避免の不純物としての含有量は、10000 wt ppm以下、好ましくは5000 wt ppm以下（全ての不可

避的不純物元素の合計量)である。

[0027] スパッタリングターゲットの元素分析(及び定量)は、当分野で公知の手法で行うことができる。例えば、以下の手法で行うことができる。例えば、スパッタリングターゲット自身、又は焼結体の端材(スパッタリングターゲット形状に加工する際に余った切れ端)を試料として利用することができる。まず、なるべくスパッタリングターゲット中心に近い箇所から採取した5g程度の試料を粉末化する。OやNやCについては粉末を加熱しガス化した後に赤外吸光法(LECO社製のTC600)を用いて測定を行うことができる。ホウ素及び金属元素については粉末を酸などで溶解し、ICP発光分光分析装置(日立ハイテクサイエンス社製のSPS3100HV)を用いて分析をする。あるいは、EDS(日立ハイテクノロジーズ社製のS-3700N)、又はEPMA(日本電子社製のJXA-8500F)により構成元素を分析してもよい。

[0028] 1-2. スパッタリングターゲットにおけるホウ素を含む複合酸化物

一実施形態において、ホウ素を含む複合酸化物は、BとOと金属元素とから成る複合酸化物が含まれる。こうした複合酸化物を用いる理由としては、上述した B_2O_3 よりも融点が高く、熱処理により失われてしまう可能性が低いからである。より好ましくは、ホウ素を含む複合酸化物の融点は $750^{\circ}C$ 以上(好ましくは $1000^{\circ}C$ 以上)であってもよい。上限値は特に限定されないが、典型的には、 $1300^{\circ}C$ 以下である。

[0029] ホウ素を含む複合酸化物を構成する金属元素としては、好ましくは、Co、Cr、Mn、及びTiから選択される1種以上が挙げられるがこれらに限定されない。これらの金属元素が好ましい理由は、Ruの結晶性に悪影響を与える可能性が低いからである。例えば、Coは、Ruと同じhcp結晶構造をとるので、Ruの結晶性には影響しない。Cr、Ti、Mnは、Ruが豊富に含まれる場合、Ruと反応せず、Ruの結晶性には影響しない。

[0030] ホウ素を含む複合酸化物の具体例としては、 $Co_2B_2O_5$ 、 $CrBO_3$ 、 $TiBO_3$ 及び $Mn_3B_2O_6$ から成る群から選択される1種以上が挙げられるがこれ

らに限定されない。

[0031] なお、上述したホウ素を含む複合酸化物の存在の有無は、EDS又はEPMAにより確認可能である。

[0032] 1－3. スパッタリングターゲットの相対密度

一実施形態において、スパッタリングターゲットの相対密度は、90%以上であってもよく、好ましくは、98%以上である。これにより、アーキングの発生が更に抑制される。なお、本明細書で言及する相対密度は、実測密度と理論密度との比を指す。実測密度については、純水を溶媒として用いたアルキメデス法にて測定を行った値を指す。理論密度は、下記の通り、原料の単体密度それぞれに混合質量比を掛け、得られた値の総和とする。

理論密度 = $\Sigma \{ (\text{成分 } n \text{ の理論密度} \times \text{混合質量比}) \}$

[0033] 相対密度が高いスパッタリングターゲットを製造するためには、後述するように高温で圧力をかける必要がある。しかし、 B_2O_3 のような低い融点のB化合物が材料中に含まれている場合には、 B_2O_3 が熱処理に伴って融解し、ロスしてしまう。一方で、圧力を低くすれば、相対密度が低くなってしまい、製品の要求水準をパスできない。こうしたことから、Bを含み且つ相対密度が高いスパッタリングターゲットを実現できることは、意義深い。

[0034] 2. スパッタリングターゲットの粉体

2－1. 粉体の特性

一実施形態において、本開示はスパッタリングターゲットを製造するための粉体、及び当該粉体の使用に関する。前記粉体の成分は、ホウ素を含む複合酸化物である。好ましくは、ホウ素を含む複合酸化物の融点は750℃以上（更に、好ましくは1000℃以上）である。上限値は特に限定されないが、典型的には、1300℃以下である。粉体のホウ素を含む複合酸化物を構成する金属元素としては、好ましくは、Co、Cr、Mn、及びTiから選択される1種以上が挙げられるがこれらに限定されない。また、ホウ素を含む複合酸化物の具体例としては、 $Co_2B_2O_5$ 、 $CrBO_3$ 、 $TiBO_3$ 及び $Mn_3B_2O_6$ から成る群から選択される1種以上が挙げられるがこれらに限定され

ない。

- [0035] 一実施形態において、粉体は、粒径 D_{50} が $0.3 \sim 15 \mu\text{m}$ であってもよい。これらのサイズであることで、良質なスパッタリングターゲットを製造することができる。 D_{50} の下限値は、好ましくは、 $0.8 \mu\text{m}$ 以上であり、より好ましくは、 $1.0 \mu\text{m}$ 以上である。 D_{50} の上限値は、好ましくは、 $10 \mu\text{m}$ 以下であり、より好ましくは、 $5 \mu\text{m}$ 以下である。
- [0036] なお、粉体の粒径は、レーザー回折・散乱法によって求めた粒度分布における体積値基準での積算値 50% (D_{50}) の粒径を意味する。例えば、粒径は、H O R I B A社製の型式L A - 9 2 0の粒度分布測定装置を使用し、粉末をエタノールの溶媒中に分散させて測定することができる。
- [0037] 一実施形態において、粉体は、不純物濃度が低い。この理由として、不純物が製造後のスパッタリングターゲットに悪影響を与えるからである。例えば、不純物として、T i (C o、C r、又はM nの複合酸化物の場合に限る)、A l、N、C等が挙げられる。これらの合計濃度は、 10000 wt ppm 以下、好ましくは、 5000 wt ppm 以下であってもよい。不純物濃度は、上述した赤外吸光法、I C P発光分光分析装置、及びG D M S (グロー放電質量分析) 等を用いて分析することができる。
- [0038] 一実施形態において、粉体の比表面積は、 $0.5 \sim 80 \text{ m}^2/\text{g}$ であってもよい。これらの比表面積であることで、良質なスパッタリングターゲットを製造することができる。比表面積の下限値は、好ましくは、 $0.8 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上であり、より好ましくは、 $1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上である。比表面積の上限値は、好ましくは、 $50 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下であり、より好ましくは、 $35 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下である。
- [0039] なお、本明細書における、比表面積は、以下の手順で測定した値を指す：
- ・対象物質を 200°C で2時間脱気
 - ・カンタクローム社製のM o n o s o r bにて、吸着ガスとしてH e 70 a t % - N 2 30 a t %混合ガスを使用し、B E T法 (1点法) にて測定する。

[0040] 2-2. ホウ素を含む複合酸化物粉体の製造方法

最初に、C o、C r、T i およびM nのうち少なくとも一つを含む酸化物とBを含む酸化物の粉体とを準備する。これら粉体は、市販の物を利用してもよい。これらの粉末を、混合したのち融点以下で熱処理を行うことで作製する。さらに、スパッタリングターゲットの製造に適した粉体とするため、合成後に粉碎工程を入れることができる。

[0041] 混合、粉碎する方法は、特に限定されず、乳鉢混合、ボールミル等の公知の手段を用いてもよい。

[0042] 熱処理を行う工程は公知の手段を用いてもよい。

[0043] 3. スパッタリングターゲットの製造方法

一実施形態において、本開示は、スパッタリングターゲットの製造方法に関する。前記方法は、少なくとも以下の工程を含む。

- ・ R u 粉体と、ホウ素を含む複合酸化物の粉体とを混合する工程
- ・ 混合した粉末を加圧焼結する工程

[0044] 3-1. 混合

最初に、R u 粉体とホウ素を含む複合酸化物の粉体とを準備する。R u 粉体は、市販の物を利用してもよい。好ましくは、スパッタリングターゲットの製造に適した粉体を使用する（例えば、低不純物等）。一方、ホウ素を含む複合酸化物の粉体については、上述したように、融点が750℃以上（好ましくは1000℃以上）のホウ素を含む複合酸化物を使用してもよい。

[0045] 両者を混合する方法は、特に限定されず、乳鉢混合、ボールミル等の公知の手段を用いてもよい。

[0046] 3-2. 加圧焼結

上述の混合粉末は、型等に充填し、焼結することができる。焼結する際の加圧方法としては、ホットプレス（H P）及び／又は熱間等方圧加圧（H I P）等が挙げられる。

[0047] ホットプレス時の処理温度は、750～1200℃であってもよい。処理温度の下限値は、好ましくは900℃以上であってもよい。処理温度の上限

値は、好ましくは 1100°C 以下であってもよい。焼結時の保持圧力は、 150 kg f / cm^2 以上の圧力範囲とするのが好ましい。

[0048] 熱間等方圧加圧時の処理温度は、 $750\sim 1200^{\circ}\text{C}$ であってもよい。処理温度の下限値は、好ましくは 900°C 以上であってもよい。処理温度の上限値は、好ましくは 1100°C 以下であってもよい。焼結時の保持圧力は、 1000 kg f / cm^2 以上の圧力範囲とするのが好ましい。

[0049] 3-3. その他

上記混合及び焼結を経た後は、更に、機械加工を施して、所望の形状に仕上げてよい。

[0050] 4. スパッタリングターゲットの使用

4-1. 成膜

上記工程で得られたスパッタリングターゲットを用いて、成膜することができる。スパッタリングの条件は、当分野で公知の条件を採用してもよく、典型的には、以下の通りである。

スパッタ条件

スパッタ装置： Canon Anelva社製 C3010

投入電力 $100\sim 1\text{ kW}$ （例えば、 1 kW ）、

Arガス圧 $1\sim 10\text{ Pa}$ （例えば、 1.7 Pa ）、

プレスパッタリング $0.5\sim 2\text{ kWh r}$ （例えば、 2 kWh r ）

[0051] 4-2. 磁気記録媒体

上記条件でスパッタすることにより、磁気記録層のための中間層を形成することができる。これを応用することで、磁気記録媒体を製造することができる。

例えば、以下の手順で製造することができる。最初に、基板を準備する。基板上に、NiW又はNiFeWを成分とする層を形成する。次に、NiW層又はNiFeW層の上に、純Ru層を形成する。その後、上述したスパッタリングターゲットを用いてスパッタすることにより、Ruとホウ素を含む複合酸化物とから構成される層を中間層として形成することができる。そし

て、中間層の上に磁気記録層を形成する。磁気記録層の上には、保護層、及び潤滑層等の当分野で公知の層を設けることができる。また、NiWの層の下には、CrTiやNiTaを主成分とする密着層、FeCoTaやFeCoNb, FeCoMoなどを主成分とする軟磁性層、軟磁性層の中間に反強磁性結合を促すRu層等の当分野で公知の層を設けることができる。

[0052] 上記の方法で得られた垂直磁気記録媒体において、Ruと記録層界面の凹凸が比較的少なく、かつ記録層の磁性粒子間の磁気的分離が良く、かつ磁性粒子の磁気異方性を高くすることができるので、これを用いたHDDの記録密度を向上することができる。

実施例

[0053] 5. 実施例

5-1. スパッタリングターゲットの製造

ルテニウム粉末（純度99.9wt%）と、ホウ素を含む複合酸化物粉末（純度99wt%）とを準備した。ホウ素を含む複合酸化物については、 $\text{Co}_2\text{B}_2\text{O}_5$ 、 CrBO_3 、 TiBO_3 、及び $\text{Mn}_3\text{B}_2\text{O}_6$ の4種類（実施例1～4）と、 B_2O_3 （比較例）とを準備した。ホウ素を含む複合酸化物の含有量が、表1に記載の「B狙い組成値wt%」になるように、ルテニウム粉末とホウ素を含む複合酸化物粉末とを混合した。次に、混合物をカーボン製の型に充填し、ホットプレスした。ホットプレス条件は、Ar雰囲気、焼結温度1000℃、焼結圧力300kg/cm²、焼結時間2時間とした。ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間静水圧焼結（HIP）を施した。熱間静水圧焼結の条件は、保持温度1100℃、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℃保持中は1500kgf/cm²で加圧した。得られた焼結体を所望の寸法に切削加工し、円盤状のスパッタリングターゲットを得た。

[0054] また、ルテニウム粉末（純度99.9wt%）のみを用いて、上記と同様の条件で製造し、スパッタリングターゲットを得た（参考例）。

[0055] ホットプレス直後、及び熱間静水圧焼結直後に、焼結体の密度を測定し、

相対密度を算出した。

[0056] また、ホウ素の量を、ICP発光分光分析装置（日立ハイテクサイエンス社製のSPS3100HV）を用いて分析した。

[0057] 結果を表1に示す。

[表1]

	組成	酸化物 体積率 (%)	理論密度 (g/cm ³)	HP温度 (°C)	HP後 寸法密度 (g/cm ³)	HP後 相対密度 (%)	HP温度 (°C)	HIP後 アルキメデス 密度 (g/cm ³)	HIP後 相対密度 (%)	B狙い 組成値 (wt%)	B 分析値 [ICP] (wt%)
参考例	Ru	—	12.06	1000	10.72	88.89	1100	11.53	95.61	—	—
比較例	Ru-B ₂ O ₃	15	10.528	1000	10.51	99.83	1100	—	—	0.81	検出されず
実施例 1	Ru-Co ₂ B ₂ O ₅	15	10.857	1000	10.62	97.82	1100	10.89	100.30	0.55	0.49
実施例 2	Ru-CrBO ₃	15	10.948	1000	10.14	92.62	1100	10.97	100.20	0.55	0.48
実施例 3	Ru-TiBO ₃	15	10.815	1000	8.77	81.09	1100	9.91	91.63	0.53	0.51
実施例 4	Ru-Mn ₃ B ₂ O ₆	15	10.955	1000	10.12	92.38	1100	10.92	99.68	0.53	0.49

[0058] 実施例 1 では、B 量を 0.55 wt % になるように混合してスパッタリングターゲットを製造した。結果物としてのスパッタリングターゲットにおける B 含有量は 0.49 wt % であった。従って、ホットプレス及び熱間静水圧焼結を経た後でも、B が残存していることが示された。実施例 2～4 でも同様の傾向が示された。

[0059] 5-2. ホウ素を含む複合酸化物の存在

実施例 1～4 について、SEM でスパッタリングターゲット組織を観察した (図 1)。また、観察される酸化物の一部 (図 1 の四角部分) について、EDS (日立ハイテクノロジーズ社製の S-3700N) を用いて定量分析を実施した。結果を表 2 に示す。

[0060] [表 2]

		EDS 定量結果 [wt%]					
		Co	Cr	Ti	Mn	B	O
実施例 1	Ru-Co ₂ B ₂ O ₅	55.5	0	0	0	9.4	35.1
実施例 2	Ru-CrBO ₃	0	47.6	0	0	10.2	42.2
実施例 3	Ru-TiBO ₃	0	0	43.9	0	9.6	46.5
実施例 4	Ru-Mn ₃ B ₂ O ₆	0	0	0	56.2	7.2	36.6

[0061] 実施例 1 では、同一の区画において Co、B 及び O が検出された。従って、Co₂B₂O₅ の複合酸化物が存在することが示された。以下同様に、実施例 2～4 でも、所望の複合酸化物 (CrBO₃、TiBO₃ 及び Mn₃B₂O₆) が存在することが示された。

[0062] 以上、本発明の具体的な実施形態について説明してきた。上記実施形態は、本発明の具体例に過ぎず、本発明は上記実施形態に限定されない。例えば、上述の実施形態の 1 つに開示された技術的特徴は、他の実施形態に適用することができる。また、特記しない限り、特定の方法については、一部の工程を他の工程の順序と入れ替えることも可能であり、特定の 2 つの工程の間に更なる工程を追加してもよい。本発明の範囲は、特許請求の範囲によって規定される。