

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の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、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の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 磁気記録媒体の垂直磁気記録の記録層として高い磁気異方性を有するとともに耐食性、耐酸化性の高い材料として、Fe-Pt系合金又はCo-Pt系合金が注目されている。Fe-Pt系合金又はCo-Pt系合金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Fe-Pt磁性粒子又はCo-Pt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揃えて分散させる必要があり、非磁性相として炭素（C）を含有させたスパッタリングターゲットが知られている。

[0003] 例えば、国際公開第2012/133166号（特許文献1）には、Fe粉末、Pt粉末及びC粒子としてカーボンブラックを用意し、これらを秤量した後、混合・粉碎し、ホットプレスし、熱間等方加圧して焼結体を作製することにより、Cを含有するFe-Pt系磁気記録膜用スパッタリングターゲットの例が記載されている。

[0004] 国際公開第2014/132746号（特許文献2）には、Fe、Pt及びCを含有するFePt-C系スパッタリングターゲットであって、FePt系合金相中に、不可避不純物を含む一次粒子のC同士がお互いに接触しないように分散した構造を有するFePt-C系スパッタリングターゲットの例が記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：国際公開第2012/133166号

特許文献2：国際公開第2014／132746号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0006] しかしながら、炭素（C）を用いた磁性材ターゲットをスパッタリングすると、C粒子を起因とするパーティクルが多量に発生し、これにより磁性薄膜の成膜工程の歩留まりが悪化する場合がある。特許文献1及び特許文献2に記載された発明のいずれも、パーティクルの発生を抑制するための対策において一定の効果が得られているが、まだ十分であるとは言えない。
- [0007] 上記課題を鑑み、本実施形態は、パーティクルの発生を低減でき、磁性薄膜の成膜工程における製造歩留まりを向上させることが可能な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。

課題を解決するための手段

- [0008] 本発明の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは一側面において、Fe-Pt系合金相と非磁性相とを有するスパッタリングターゲットであって、原子数比率においてCを1～50at%含有し、XRD測定においてダイヤモンド由来の回折ピークを有する。
- [0009] 本発明の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは別の一側面において、Co-Pt系合金相と非磁性相からなるスパッタリングターゲットであって、原子数比率においてCを1～50at%含有し、XRD測定においてダイヤモンド由来の回折ピークを有する。
- [0010] 本発明の実施の形態に係るスパッタリングターゲットの製造方法は一側面において、Ptを10～45at%含有し、残部がFe及び不可避免的不純物からなるFe-Pt系合金粉末と、ダイヤモンド粉末とを混合し、原子数比率においてCを1～50at%含有する混合粉末を作製し、真空雰囲気下又は不活性ガス雰囲気下において混合粉末中のダイヤモンドが黒鉛に相転移しない焼結温度で焼結して焼結体を作製する工程を有する。
- [0011] 本発明の実施の形態に係るスパッタリングターゲットの製造方法は別の一側面において、Ptを10～45at%含有し、残部がCo及び不可避免的不

純物からなるC o - P t 系合金粉末と、ダイヤモンド粉末とを混合し、原子数比率においてCを1～50 a t %含有する混合粉末を作製し、真空雰囲気下又は不活性ガス雰囲気下において混合粉末中のダイヤモンドが黒鉛に相転移しない焼結温度で焼結して焼結体を作製する工程を有する。

発明の効果

[0012] 本実施形態によれば、パーティクルの発生を低減でき、磁性薄膜の成膜工程における製造歩留まりを向上させることが可能なスパッタリングターゲット及びその製造方法が提供できる。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]実施例1のXRD測定結果を示すグラフである。
[図2]実施例3、4のXRD測定結果を示すグラフである。
[図3]実施例1の組織観察結果を示す写真である。
[図4]実施例3、4、比較例3のパーティクル評価結果を示すグラフである。
[図5]実施例7のXRD測定結果を示すグラフである。
[図6]実施例7及び比較例6のパーティクル評価結果を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0014] (第1の実施の形態)

本発明の第1の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、F e - P t 系合金相と非磁性相とを有するスパッタリングターゲットであって、原子数比率においてCを1～50 a t %含有し、XRD測定においてダイヤモンド由来の回折ピークを有し、スパッタリングターゲット中にダイヤモンド粒子、即ち、ダイヤモンド結晶構造を有する炭素(C)粒子がF e - P t 系合金相内に分散した構造を有する。

[0015] ダイヤモンド結晶構造を有するC粒子は、グラファイト構造を有するC粒子に比べ、結晶内におけるC原子同士の結合力が強いため、結晶内での剥離や割れが起こり難くなり、スパッタリング時においてC粒子起因のパーティクルの発生を抑制することができる。

[0016] C u - K α 線を線源とするXRD測定において、ダイヤモンドの回折ピー

クは、 $2\theta = 43.92^\circ$ (111) に現れる。また、本発明の第1の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、XRD測定において黒鉛由来の回折ピーク ($2\theta = 26.54^\circ$ (002)) を有していない。なお、スパッタリングターゲット中で炭素が非晶質構造として存在する場合には、XRD測定においては回折ピーク ($2\theta = 26.54^\circ$) 付近に、第1の実施の形態に係るスパッタリングターゲットよりもブロードな回折ピークが検出されるが、本発明の第1の実施の形態に係るスパッタリングターゲットには非晶質構造のピークは現れていない。

[0017] 第1の実施の形態においては、このダイヤモンド由来の回折ピークの有無をRigaku社製の粉末X線回折装置Smart Labなどの装置を用いて、統合粉末X線解析ソフトウェアPDXLなどを用いた一般的な解析方法により評価することができる。

[0018] 更に、第1の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、XRD測定において、ダイヤモンド(111)のピーク強度を I_{dia} とし、FePt(111)のピーク強度を I_{fept} としたときに、ピーク強度比 (I_{dia} / I_{fept}) が0.01～0.5程度の範囲内である。ピーク強度比 (I_{dia} / I_{fept}) は、一実施態様においては0.02以上であり、更には0.03以上であり、更には0.04以上であり、更には0.10以上である。ピーク強度比 (I_{dia} / I_{fept}) は、一実施態様においては0.4以下であり、更には0.3以下であり、更には0.15以下である。

[0019] Fe-Pt系合金相中に分散するC粒子の粒径が大きすぎると、C粒子を起因とするパーティクルが大量に発生する場合があるため、C粒子の平均粒径は小さいほど好ましい。具体的には、C粒子の平均粒径を $30\mu m$ 以下とすることが好ましく、より好ましくは $20\mu m$ 以下であり、更に好ましくは $1\mu m$ 未満、より更に好ましくは $0.6\mu m$ 以下である。C粒子の粒径は小さすぎるとターゲット中でC粒子が凝集し、パーティクルが増えてしまう可能性があることから、好ましくは $0.05\mu m$ 以上、より好ましくは $0.1\mu m$ 以上である。

- [0020] また、スパッタリングターゲット中のCの含有量が1 a t %未満であると、良好な磁気特性が得られない場合があり、50 a t %を超えると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。Cの含有量は1～50 a t %であるのがより好ましく、更に好ましくは5～45 a t %である。
- [0021] 第1の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、Ptを10～45 a t %含有し、残部がFe及び不可避免的不純物からなることが好ましく、より好ましくはPtを15～40 a t %含有し、更に好ましくはPtを20～35 a t %含有する。Ptの含有量が10 a t %未満であったり45 a t %を超えたりすると、Fe-Ptでf c t構造が発現しない可能性があり、高い結晶磁気異方性を有する磁性相が形成されない場合がある。
- [0022] また、第1の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、Fe、Pt及びC以外の1種以上の添加元素として、Cu、Ag、Cr、B、Ge、Au、Co、Mn、Mo、Nb、Ni、Pd、Rh、Re、Ru、Taのうちの1種以上を0～20 a t %、より好ましくは5～15 a t %添加する。これらの添加は任意であるが、Fe-Pt磁性相でf c t構造を発現させるための熱処理温度を下げたり、結晶磁気異方性エネルギーを増大させたりする効果が期待できるため、材料に応じて添加することができる。
- [0023] 更に、第1の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、非磁性材料としてC以外に炭化物粉、窒化物粉、酸化物粉等を5～40 a t %、更には5～20 a t %添加することができる。例えば、SiO₂、TiO₂、Cr₂O₃、CoO、Ta₂O₅、B₂O₃、MgO、Co₃O₄、Si₃N₄、TiN、VN、ZrN、SiC、ZrC、TiC、VC、BN等を添加することができる。これらの炭化物や窒化物、酸化物などは、焼結体中の密度を高くするのに寄与したり、またはスパッタ膜中でFe-Pt磁性粒の分離性を良くしたりする効果が期待できるため、材料に応じて添加することができる。
- [0024] 第1の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、相対密度が80%以上であり、一実施形態においては85%以上であり、別の一実施態様においては93%以上、更に別の実施態様においては95%以上である。相対密

度は、測定された密度及び理論密度によって、 $\text{相対密度} = (\text{測定密度} / \text{理論密度}) \times 100 (\%)$ で表される。理論密度とは、焼結体の各構成元素において、酸素を除いた元素の酸化物の理論密度から算出される密度の値である。

- [0025] 第1の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、焼結粉末法を用いて作製することができる。即ち、第1の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、Ptを10～45at%含有し、残部がFe及び不可避免的不純物からなるFe-Pt系合金粉末と、ダイヤモンド粉末とを混合し、原子数比率においてCを1～50at%含有する混合粉末を作製し、真空雰囲気下又は不活性ガス雰囲気下において、混合粉末中のダイヤモンドが黒鉛に相転移しない焼結温度で焼結して焼結体を作製する工程を有する。
- [0026] Fe粉末としては、平均粒径0.5 μm 以上10 μm 以下のものを用いることが望ましい。金属粉末の粒径が10 μm より大きい場合には、非磁性材料が均一に分散しないことがある。また、0.5 μm より小さい場合には、酸化の影響でターゲットの組成が所望の組成から外れてくるといった問題が生じることがある。なお、本明細書において「平均粒径」とはレーザー回折法（HORIBA社製LA-920）によって測定されたメジアン径をさす。
- [0027] Pt粉末としては、平均粒径0.5 μm 以上10 μm 以下のものを用いることが望ましい。C粉末としては、ダイヤモンド粉末を用いる。ダイヤモンドの粒径が大きいと異常放電を起こし易くなり、異常放電が起きるとダイヤモンドが破壊されてパーティクルの発生源となる可能性があるため、ダイヤモンド粉末は平均粒径が3 μm 以下を用いることが好ましく、より好ましくは1 μm 未満、更に好ましく0.7 μm 以下である。
- [0028] Fe-Pt系合金粉末とダイヤモンド粉末との混合は、篩混合や乳鉢混合等の公知の手法を用いて、粉碎を兼ねて混合することができる。このようにして得られた混合粉末をホットプレス法で、真空雰囲気下或いは不活性ガス雰囲気下において成形及び焼結処理する。
- [0029] 焼結処理においては、ダイヤモンド粉末が黒鉛に相転移しないような焼結

温度、即ち焼結温度を1000℃以下、より好ましくは900℃以下の温度条件で加熱する。焼結温度が1000℃を超えると、ダイヤモンド粉末が黒鉛に相転移し、スパッタリング時のパーティクルの発生量が多くなる。一方、焼結温度が低すぎるとターゲットが低密度となり、パーティクルの発生量が多くなることから、焼結温度が650℃以上であることが好ましく、より好ましくは700℃以上である。焼結処理に要する時間は例えば0.5～2時間とすることができる。

[0030] (第2の実施の形態)

本発明の第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、C o - P t 系合金相と非磁性相とを有するスパッタリングターゲットであって、原子数比率においてCを1～50 a t %含有し、X R D測定においてダイヤモンド由来の回折ピークを有する。第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットによれば、スパッタリングターゲット中にダイヤモンド粒子、即ち、ダイヤモンド結晶構造を有する炭素(C)粒子がC o - P t 系合金相内に分散しているため、グラファイト構造を有するC粒子が分散する場合に比べて、結晶内での剥離や割れが起こり難くなり、スパッタリング時においてC粒子起因のパーティクルの発生を抑制することができる。

[0031] ダイヤモンド由来の回折ピークの有無は、第1の実施の形態と同様に、R i g a k u社製の粉末X線回折装置S m a r t L a bなどの装置を用いて、統合粉末X線解析ソフトウェアP D X Lなどを用いた解析方法により評価することができる。

[0032] 第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、C u - K α 線を線源とするX R D測定において、 $2\theta = 43.92^\circ$ (1 1 1) にダイヤモンドの回折ピークを有しており、例えば、図5に示されるように、隣接するC o ₃ P t の回折ピークに続いて高い回折強度を有している。また、本発明の第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、X R D測定において黒鉛由来の回折ピーク ($2\theta = 26.54^\circ$ (0 0 2)) を有していない。なお、スパッタリングターゲット中で炭素が非晶質構造として存在する場合に

は、XRD測定においては回折ピーク（ $2\theta = 26.54$ ）付近に、第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットよりもブロードな回折ピークが検出されるが、本発明の第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットには、非晶質構造のピークは現れていない。

[0033] 更に、第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、XRD測定において、ダイヤモンド（111）のピーク強度を I_{dia} とし、 Co_3Pt （111）のピーク強度を I_{copt} としたときに、ピーク強度比（ I_{dia}/I_{copt} ）は0.1～1.0程度の範囲内である。ピーク強度比（ I_{dia}/I_{copt} ）は、一実施態様においては0.2以上であり、更には0.3以上であり、更には0.4以上である。ピーク強度比（ I_{dia}/I_{copt} ）は、一実施態様においては0.9以下であり、更には0.5以下である。

[0034] $Co-Pt$ 系合金相中に分散するC粒子の粒径が大きすぎると、C粒子を起因とするパーティクルが大量に発生する場合があるため、C粒子の平均粒径は小さいほど好ましい。具体的には、C粒子の平均粒径を $30\mu m$ 以下とすることが好ましく、より好ましくは $20\mu m$ 以下であり、更に好ましくは $1\mu m$ 未満、より更に好ましくは $0.6\mu m$ 以下である。C粒子の粒径は小さすぎるとターゲット中でC粒子が凝集し、パーティクルが増えてしまう可能性があることから、好ましくは $0.05\mu m$ 以上、より好ましくは $0.1\mu m$ 以上である。

[0035] また、スパッタリングターゲット中のCの含有量が1at%未満であると、良好な磁気特性が得られない場合があり、50at%を超えると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。Cの含有量は1～40at%であるのがより好ましく、更に好ましくは5～35at%である。

[0036] 第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、Ptを5～35at%含有し、残部がCo及び不可避免的不純物からなることが好ましく、より好ましくはPtを10～30at%含有し、更に好ましくはPtを15～25at%含有する。Ptの含有量が5at%未満であったり35at%を超えたりすると、磁性薄膜の磁気特性が悪化する可能性がある。

[0037] また、第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、C o - P t 及びC以外の1種以上の添加元素として、C u、A g、C r、B、G e、A u、C o、M n、M o、N b、N i、P d、R h、R e、R u、W、T a、F eのうちの1種以上を0～15 a t %、より好ましくは5～10 a t %添加する。これらの添加は任意であるが、磁気特性向上のために材料に応じて添加することができる。

[0038] 更に、第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、非磁性材料としてC以外に炭化物粉、窒化物粉、酸化物粉等を1～40 a t %添加することができる。例えば、S i O₂、C r₂O₃、C o O、T a₂O₅、B₂O₃、M g O、C o₃O₄、T i O₂、M n O、S i₃N₄、T i N、V N、Z r N、S i C、Z r C、T i C、V C、B N等を添加することができる。これらの炭化物や窒化物、酸化物などは、焼結体中の密度を高くするのに寄与したり、またはスパッタ膜中でC o - P t 磁性粒の分離性を良くしたりする効果が期待できるため、材料に応じて添加することができる。

[0039] 第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、相対密度が85%以上であり、一実施態様においては93%以上、更に別の実施態様においては95%以上である。相対密度は、測定された密度及び理論密度によって、 $\text{相対密度} = (\text{測定密度} / \text{理論密度}) \times 100 (\%)$ で表される。理論密度とは、焼結体の各構成元素において、酸素を除いた元素の酸化物の理論密度から算出される密度の値である。

[0040] 第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、焼結粉末法を用いて作製することができる。即ち、第2の実施の形態に係るスパッタリングターゲットは、P tを10～45 a t %含有し、残部がC o及び不可避免の不純物からなるC o - P t 系合金粉末と、ダイヤモンド粉末とを混合し、原子数比率においてCを1～50 a t %含有する混合粉末を作製し、真空雰囲気下又は不活性ガス雰囲気下において、混合粉末中のダイヤモンドが黒鉛に相転移しない焼結温度で焼結して焼結体を作製する工程を有する。

[0041] C o粉末としては、平均粒径0.5 μm以上10 μm以下のものを用いる

ことが望ましい。金属粉末の粒径が $10\text{ }\mu\text{m}$ より大きい場合には、非磁性材料が均一に分散しないことがある。また、 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ より小さい場合には、酸化の影響でターゲットの組成が所望の組成から外れてくるという問題が生じることがある。なお、本明細書において平均粒径とはレーザー回折法（HORIBA社製LA-920）によって測定されたメジアン径をさす。

[0042] Pt粉末としては、平均粒径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが望ましい。C粉末としては、ダイヤモンド粉末を用いる。ダイヤモンドの粒径が大きいと異常放電を起こし易くなり、異常放電が起きるとダイヤモンドが破壊されてパーティクルの発生源となる可能性があるため、ダイヤモンド粉末は平均粒径が $3\text{ }\mu\text{m}$ 以下を用いることが好ましく、より好ましくは $1\text{ }\mu\text{m}$ 未満、更に好ましく $0.7\text{ }\mu\text{m}$ 以下である。

[0043] Co-Pt系合金粉末とダイヤモンド粉末との混合は篩混合や乳鉢混合等の公知の手法を用いて、粉碎を兼ねて混合することができる。このようにして得られた混合粉末をホットプレス法で、真空雰囲気下或いは不活性ガス雰囲気下において成形及び焼結処理する。

[0044] 焼結処理においては、ダイヤモンド粉末が黒鉛に相転移しないように焼結温度を 1000°C 以下、より好ましくは 900°C 以下の温度条件で加熱する。焼結温度が 1000°C を超えると、ダイヤモンド粉末が黒鉛に相転移し、スパッタリング時のパーティクルの発生量が多くなる。一方、焼結温度が低すぎるとターゲットが低密度となり、パーティクルの発生量が多くなることから、焼結温度が 650°C 以上であることが好ましく、より好ましくは 700°C 以上である。焼結処理に要する時間は $0.5\sim 2$ 時間とすることができる。

[0045] 本発明は上記の実施の形態によって記載したが、この開示の一部をなす論述及び図面はこの発明を限定するものであると理解すべきではない。即ち、本発明は各実施形態に限定されるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲で構成要素を変形して具体化できる。また、各実施形態に開示されている複数の構成要素の適宜な組み合わせにより、種々の発明を形成できる。例えば

、実施形態に示される全構成要素からいくつかの構成要素を削除してもよい。更に、異なる実施形態の構成要素を適宜組み合わせてもよい。

実施例

[0046] 以下に本発明の実施例を比較例と共に示すが、これらの実施例は本発明及びその利点をよりよく理解するために提供するものであり、発明が限定されることを意図するものではない。

[0047] (実施例 1～6)

Pt、Fe 及び必要に応じて添加元素及び非磁性材料を含有する粉末及びダイヤモンド粉末からなるC粉末を表1に示す組成となるように秤量し、混合して得られた混合粉末を温度750～950℃、圧力150MPa、2時間、真空雰囲気で行い、実施例1～6の焼結体を作製した。混合については、篩混合や乳鉢混合、ボールミル等の公知の手法を用いて粉砕を兼ねて混合した。このとき、粉砕容器内にArやN₂などの不活性ガスを封入して原料粉の酸化をできるかぎり抑制するように処理した。

[0048] (実施例 7～10)

Pt、Co 及び必要に応じて添加元素及び非磁性材料を含有する粉末及びダイヤモンド粉末からなるC粉末を表1に示す組成となるように秤量し、混合して得られた混合粉末を温度800～950℃、圧力150MPa、2時間、真空雰囲気で行い、実施例7～10の焼結体を作製した。混合については、篩混合や乳鉢混合、ボールミル等の公知の手法を用いて粉砕を兼ねて混合した。このとき、粉砕容器内にArやN₂などの不活性ガスを封入して原料粉の酸化をできるかぎり抑制するように処理した。

[0049] (比較例 1～9)

C粉末としてグラファイト（黒鉛）粉末を用い、焼結温度を750～1200℃とし、その他の条件は実施例1～10と同様の条件で焼結体を作製した。

[0050] (比較例 10)

Ptを30mol%、Feを30mol%、Cが40mol%となるよう

に、Pt粉、Fe粉及び平均粒径0.6 μm のダイヤモンド粉末（C原料粉）を混合して得られた混合粉末を温度1100℃、圧力150 MPa、2時間、真空雰囲気ホットプレスを行い、比較例10の焼結体を作製した。

[0051]（XRD回折ピーク観察結果）

XRDによる構造解析を実施した。本実施例では、分析装置としてRigaku社製の粉末X線回折装置 Smart Labを用いた。管球にCu（CuK α にて測定）を用いて、管電圧を40 kV、管電流を30 mAとし、 2θ を10°～90°の範囲内で測定を行った。なお、ダイヤモンドの回折ピークが最も強く表れる角度は、43.92°（111）であり、グラファイトのピークが最も強く表れる角度は26.54°（002）である。実施例1及び実施例3及び4の結果を図1～図2に示す。図中でダイヤモンドの最強線のピークを矢印で示す。図1～図2に示すように、実施例1及び3～4のいずれもグラファイト（黒鉛）相のピークが観察されず、XRD測定においてダイヤモンド由来の回折ピークを有することが分かった。また、図5に実施例7のXRD測定結果を示す。図5に示すように、実施例7においてもグラファイト（黒鉛）相のピークが観察されず、XRD測定においてダイヤモンド由来の回折ピークを有することが解った。

[0052]（パーティクル数）

作製した焼結体をターゲット形状に加工し、スパッタリングを行った際に発生するパーティクル数を評価した。評価には、マグネトロンスパッタリング装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）を用いた。スパッタリング条件は、投入電力1 kW、Arガス圧1.7 Paとし、シリコン基板上に20秒間成膜した。基板上へ付着したパーティクル（粒径0.09～3 μm ）の個数をパーティクルカウンター（KLA-Tencor社製、装置名：Candela CS920）で測定した。実施例3、4及び比較例3の評価結果を図4に、実施例7及び比較例6の結果を図6に示す。図4及び図6に示すように、グラファイト（黒鉛）粉末の代わりにダイヤモンド粉末を用いることで、パーティクル数を大幅に減少させることがで

きた。また、C原料粉であるダイヤモンド粉の粒径が小さい方がパーティクル数が少なくなるという結果が得られた。また、比較例10に示すように、ダイヤモンド粉末を使用した場合においても焼結温度が適正でない場合には、パーティクルが多量に発生した。

[0053] (組織観察結果)

各焼結体について、組織観察をレーザー顕微鏡により行った。実施例1についての組織観察結果を図3に示す。濃い灰色の粒子がダイヤモンドに相当する。図3に示すように、ターゲット中で2.6 μm 程度のダイヤモンド粉がFe-Pt中に散在していることが分かる。

[0054] (相対密度)

作製した焼結体の相対密度について、相対密度 = (測定密度 / 理論密度) $\times 100$ (%) で評価した。理論密度とは、成形体または焼結体の各構成元素において、酸素を除いた元素の酸化物の理論密度から算出される密度の値とし、一方、測定密度とは、重量を体積で割った値であり、焼結体の場合は、アルキメデス法により体積を求めて算出した。結果を表1に示す。

[0055]

[表1]

	秤量組成 (mol%)	C原料粉	C原料粉の 平均粒径 (μ m)	焼結温度 (°C)	相対密度 (%)	FePt(111)/ダイヤ モンド(111)のXRD の強度比	Co3Pt(111)/ダイヤ モンド(111)のXRD の強度比	パーティクル数	備考
実施例1	30Fe-30Pt-40C	ダイヤモンド	2.6	950	86	0.31	-	300-400	
実施例2	30Fe-30Pt-20SiO2-20C	ダイヤモンド	0.6	950	93	0.11	-	200-250	
実施例3	25Fe-25Pt-10Ag-30BN-10C	ダイヤモンド	2.6	750	95	0.04	-	130-170	
実施例4	25Fe-25Pt-10Ag-30BN-10C	ダイヤモンド	0.6	750	93	0.03	-	35-100	
実施例5	20Fe-20Pt-15Ge-40BN-5C	ダイヤモンド	0.6	750	85	0.02	-	90-110	
実施例6	25Fe-25Pt-5Co-45C	ダイヤモンド	0.6	900	90	0.15	-	150-230	
実施例7	60Co-20Pt-20C	ダイヤモンド	0.6	950	93	-	0.81	700-900	
実施例8	56Co-18Pt-6Ru-10SiO2-10C	ダイヤモンド	0.6	950	90	-	0.41	500-700	
実施例9	36Co-12Pt-2B-5B2O3-45C	ダイヤモンド	0.6	800	95	-	0.35	450-560	
実施例10	54Co-21Pt-5Cu-10SiO2-10C	ダイヤモンド	0.6	850	93	-	0.34	190-260	
比較例1	30Fe-30Pt-40C	黒鉛	15	1200	98	-	-	1500-2000	
比較例2	25Fe-25Pt-20SiO2-20C	黒鉛	15	1200	98	-	-	1350-1800	
比較例3	25Fe-25Pt-10Ag-30BN-10C	黒鉛	18	750	94	-	-	1000-1300	
比較例4	20Fe-20Pt-15Ge-40BN-5C	黒鉛	16	750	95	-	-	520-560	
比較例5	25Fe-25Pt-5Co-45C	黒鉛	18	1000	92	-	-	1100-1250	
比較例6	60Co-20Pt-20C	黒鉛	15	1000	96	-	-	3100-3500	
比較例7	56Co-18Pt-6Ru-10SiO2-10C	黒鉛	14	950	92	-	-	1500-2000	
比較例8	36Co-12Pt-2B-5B2O3-45C	黒鉛	15	800	96	-	-	2300-3400	
比較例9	54Co-21Pt-5Cu-10SiO2-10C	黒鉛	18	850	94	-	-	3200-4500	
比較例10	30Fe-30Pt-40C	ダイヤモンド	0.6	1100	93	-	-	4000-5000	ダイヤモンドが黒鉛化

請求の範囲

- [請求項1] Fe-Pt系合金相と非磁性相とを有するスパッタリングターゲットであって、原子数比率においてCを1～50at%含有し、XRD測定においてダイヤモンド由来の回折ピークを有することを特徴とするスパッタリングターゲット。
- [請求項2] Co-Pt系合金相と非磁性相からなるスパッタリングターゲットであって、原子数比率においてCを1～50at%含有し、XRD測定においてダイヤモンド由来の回折ピークを有することを特徴とするスパッタリングターゲット。
- [請求項3] 前記XRD測定において、黒鉛由来の回折ピークを有しないことを特徴とする請求項1又は2に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項4] Fe、Pt及びC以外の1種以上の添加元素の含有量が0～20at%であることを特徴とする請求項1又は3に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項5] Fe、Pt及びC以外の1種以上の添加元素の含有量が0～15at%含有であることを特徴とする請求項2又は3に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項6] 前記XRD測定において、ダイヤモンド(111)のピーク強度を I_{dia} とし、FePt(111)のピーク強度を I_{fept} としたときに、ピーク強度比(I_{dia} / I_{fept})が0.01～0.5の範囲にある請求項1、3、4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] 前記XRD測定において、ダイヤモンド(111)のピーク強度を I_{dia} とし、Co₃Pt(111)のピーク強度を I_{copt} としたときに、ピーク強度比(I_{dia} / I_{copt})は0.1～1.0の範囲にある請求項2、3、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8] 平均粒径1μm未満のダイヤモンド構造を有するC粒子を含有することを特徴とする請求項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。

- [請求項9] 相対密度が80%以上である請求項1～8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10] Ptを10～45at%含有し、残部がFe及び不可避免的不純物からなるFe-Pt系合金粉末と、ダイヤモンド粉末とを混合し、原子数比率においてCを1～50at%含有する混合粉末を作製し、真空雰囲気下又は不活性ガス雰囲気下において前記混合粉末中のダイヤモンドが黒鉛に相転移しない焼結温度で焼結して焼結体を作製する工程を有することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項11] Ptを10～45at%含有し、残部がCo及び不可避免的不純物からなるCo-Pt系合金粉末と、ダイヤモンド粉末とを混合し、原子数比率においてCを1～50at%含有する混合粉末を作製し、真空雰囲気下又は不活性ガス雰囲気下において前記混合粉末中のダイヤモンドが黒鉛に相転移しない焼結温度で焼結して焼結体を作製する工程を有することを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項12] 前記ダイヤモンド粉末の平均粒径が1 μ m未満である請求項10又は11に記載のスパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項13] 前記焼結温度が1000℃以下である請求項10～12のいずれか1項に記載のスパッタリングターゲットの製造方法。