

明 細 書

発明の名称：

F e P t - C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、F e P t - C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] F e P t 合金は高温（例えば600℃以上）で熱処理をすることにより、高い結晶磁気異方性を持ったf c t（Ordered Face Centered Tetragonal、面心直方）構造を備えることができるため、磁気記録媒体として注目されている。そのF e P t 合金の薄膜においてF e P t 粒子を小さく均一にすべく、炭素（C）を該F e P t 薄膜中に所定量含めることが提案されている（例えば、特許文献1）。

[0003] しかしながら、特許文献1に記載されているF e P t C薄膜の形成方法は、2インチ直径のF eターゲットおよびCターゲットならびに縦横5mmのP tターゲットを使用して、M g O（100）基板上にF e、P t、Cを同時に蒸着する方法である。この方法では、得られる膜の組成を厳密に制御することは困難である。また、3つのターゲットが必要であるとともにそれぞれのターゲットについてカソード、電源などが必要となるため、スパッタリングの準備作業に手間がかかるとともに、装置のコストが高くなる。

[0004] これに対して、特許文献2には、複数のターゲットを用いることなく、F e P t C系薄膜を単独で形成することができるF e P t - C系スパッタリングターゲット及びその製造方法が開示され、特許文献3には、複数のターゲットを用いることなく、炭素含有量の多いF e P t C系薄膜を単独で形成することができるF e P t - C系スパッタリングターゲット及びその製造方法が開示されている。

[0005] また、特許文献4には、炭素（C）ではなくS i O₂を含み、一般式：（F

$e_x P t_{(100-x)} (S i O_2)_y$ 、ここで $40 \leq x \leq 60$ （単位：モル％）、 $5 \leq y \leq 30$ （単位：モル％）で表される組成を有する焼結体からなるターゲットであって、その組織が、 $S i O_2$ 相と、 $F e$ と $P t$ との固溶体からなる $F e P t$ 合金相と、 $S i O_2$ 相と $F e P t$ 合金相との界面において、 $S i$ 、 O 、 $F e$ および $P t$ の各元素が相互に拡散することによって形成する $S i$ 、 O 、 $F e$ および $P t$ を含有する相互拡散相と、で構成されていることを特徴とする磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットが開示されている。

[0006] 以上のように、新たな磁気記録媒体として注目されている $F e P t$ 系合金を含む薄膜を単独で形成可能と考えられるスパッタリングターゲットがいくつか提案されている。

[0007] 一方、スパッタリングターゲットには、スパッタリング時に発生するパーティクルを少なくすることが一般的に求められており、このことは $F e P t$ 系合金を含む薄膜を単独で形成可能と考えられるスパッタリングターゲットに対しても求められている。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特許第3950838号公報

特許文献2：特開2012-102387号公報

特許文献3：特開2012-214874号公報

特許文献4：特開2011-208167号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明は、かかる点に鑑みてなされたものであって、複数のターゲットを用いることなく、磁気記録媒体として使用可能な $F e P t$ 系合金を含む薄膜を単独で形成することができ、かつ、スパッタリング時に発生するパーティクルの少ない $F e P t - C$ 系スパッタリングターゲット及びその製造方法を

提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者は、前記課題を解決するため鋭意研究開発を行った結果、以下の F e P t - C 系スパッタリングターゲット及びその製造方法により、前記課題を解決できることを見出し、本発明をするに至った。

[0011] 即ち、本発明に係る F e P t - C 系スパッタリングターゲットの第 1 の態様は、F e、P t および C を含有する F e P t - C 系スパッタリングターゲットであって、P t を 33 a t % 以上 60 a t % 以下含有して残部が F e および不可避免の不純物からなる F e P t 系合金相中に、不可避免の不純物を含む 1 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ことを特徴とする F e P t - C 系スパッタリングターゲットである。

[0012] ここで、本明細書では、F e P t 系合金と記載したときには、F e と P t を主成分として含む合金を意味し、F e と P t のみを含む 2 元系合金だけでなく、F e と P t を主成分として含み、かつ、F e と P t 以外の金属元素も含む 3 元系以上の合金も意味するものとする。また、F e P t - C 系スパッタリングターゲットと記載したときには、F e、P t、C を主成分として含むスパッタリングターゲットを意味し、主成分である F e、P t、C 以外の元素をさらに有するスパッタリングターゲットも含む。また、F e P t C 系薄膜と記載したときには、F e、P t、C を主成分として含む薄膜を意味し、主成分である F e、P t、C 以外の元素をさらに有する薄膜も含む。また、F e P t C 系層と記載したときには、F e、P t、C を主成分として含む層を意味し、主成分である F e、P t、C 以外の元素をさらに有する層も含む。

[0013] 本発明に係る F e P t - C 系スパッタリングターゲットの第 2 の態様は、F e、P t および C を含有し、さらに F e、P t 以外の 1 種以上の金属元素を含有する F e P t - C 系スパッタリングターゲットであって、P t を 33 a t % 以上 60 a t % 未満、F e、P t 以外の前記 1 種以上の金属元素を 0 a t % よりも多く 20 a t % 以下含有し、かつ、P t と前記 1 種以上の金属

元素の合計が60at%以下であり、残部がFeおよび不可避免の不純物からなるFePt系合金相中に、不可避免の不純物を含む1次粒子のC同士が互いに接触しないように分散した構造を有することを特徴とするFePt-C系スパッタリングターゲットである。

[0014] 本発明に係るFePt-C系スパッタリングターゲットの第2の態様において、Fe、Pt以外の前記1種以上の金属元素は、Cu、Ag、Mn、Ni、Co、Pd、Cr、V、Bのうちの1種以上とすることができる。

[0015] 前記1次粒子の平均粒径は、1μm以上30μm以下であることが好ましい。

[0016] 前記Cの結晶構造は、スパッタリング時に発生するパーティクルを低減させる観点から、非晶質構造もしくはダイヤモンド構造であることが好ましい。

[0017] また、前記Cのターゲット全体に対する体積分率が5vol%以上60vol%以下であることが好ましく、前記Cの全表面積のうち前記FePt系合金相に覆われている表面積は前記Cの全表面積の80%以上であることが好ましい。

[0018] また、前記FePt系合金相中にさらに酸化物相が分散していてもよく、この場合、前記Cのターゲット全体に対する体積分率が5vol%以上60vol%未満であり、前記酸化物相のターゲット全体に対する体積分率が3vol%以上55vol%未満であり、かつ、前記Cと前記酸化物相との合計のターゲット全体に対する体積分率が8vol%以上60vol%以下であることが好ましい。

[0019] 前記酸化物相は、SiO₂、TiO₂、Ti₂O₃、Ta₂O₅、Cr₂O₃、CoO、Co₃O₄、B₂O₃、Fe₂O₃、CuO、Cu₂O、Y₂O₃、MgO、Al₂O₃、ZrO₂、Nb₂O₅、MoO₃、CeO₂、Sm₂O₃、Gd₂O₃、WO₂、WO₃、HfO₂、NiO₂のうちの少なくとも1種を含んでなるように構成してもよい。

[0020] 前記Cは、例えば、長径を短径で除した値が2以下の略球形であってもよい。

[0021] 前記 F e P t - C 系スパッタリングターゲットにおいて、相対密度が 90 % 以上であることが好ましい。

[0022] 本発明に係る F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法の第 1 の態様は、P t を 33 a t % 以上 60 a t % 以下含有して残部が F e および不可避的不純物からなる平均粒径 20 μ m 以下の F e P t 系合金粉末に、不可避的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を添加して、該 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法である。

[0023] ここで、「C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合」とは、混合によって C 粉末の 1 次粒子径が小さくなり、その結果パーティクルの発生数が増加することのない範囲内での混合ということであり、パーティクルの発生数が増加しないのであれば、C 粉末の 1 次粒子径がある程度小さくなるような混合も含む概念である。

[0024] 本発明に係る F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法の第 2 の態様は、不可避的不純物を含み平均粒径が 20 μ m 以下の P t 粉末と、不可避的不純物を含み平均粒径が 20 μ m 以下の F e 粉末を、P t と F e の合計に対する P t の含有割合が 33 a t % 以上 60 a t % 以下となるように秤量し、秤量した前記 P t 粉末、秤量した前記 F e 粉末、および不可避的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を、前記 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法である。

[0025] なお、本明細書では、P t 粉末のことを P t 単体粉末と記すことがあり、F e 粉末のことを F e 単体粉末と記すことがある。

[0026] 本発明に係る F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法の第 3

の態様は、P t を 33 a t % 以上 60 a t % 未満、F e、P t 以外の 1 種以上の金属元素を 0 a t % よりも多く 20 a t % 以下含有し、かつ、P t と前記 1 種以上の金属元素の合計が 60 a t % 以下であり、残部が F e および不可避免的不純物からなる平均粒径 20 μ m 以下の F e P t 系合金粉末に、不可避免的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を添加して該 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法である。

[0027] 本発明に係る F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法の第 4 の態様は、P t、F e および不可避免的不純物からなる平均粒径 20 μ m 以下の F e P t 系合金粉末と、不可避免的不純物を含み F e、P t 以外の 1 種以上の金属元素からなる平均粒径 20 μ m 以下の金属粉末を、前記 P t、前記 F e、前記 1 種以上の金属元素の総合計に対する前記 P t の割合が 33 a t % 以上 60 a t % 未満、前記総合計に対する前記 1 種以上の金属元素の割合が 0 a t % よりも多く 20 a t % 以下、前記総合計に対する前記 P t と前記 1 種以上の金属元素の合計の割合が 60 a t % 以下となるように秤量し、秤量した前記 F e P t 系合金粉末、秤量した前記 1 種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避免的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を、前記 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法である。

[0028] 本発明に係る F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法の第 5 の態様は、不可避免的不純物を含み平均粒径が 20 μ m 以下の P t 粉末と、不可避免的不純物を含み平均粒径が 20 μ m 以下の F e 粉末と、不可避免的不純物を含み平均粒径が 20 μ m 以下の F e、P t 以外の 1 種以上の金属元素からなる金属粉末を、前記 P t、前記 F e、前記 1 種以上の金属元素の総合計に

対する P t の割合が 33 a t %以上 60 a t %未満、前記総合計に対する前記 1 種以上の金属元素の割合が 0 a t %よりも多く 20 a t %以下、前記総合計に対する P t と前記 1 種以上の金属元素の合計の割合が 60 a t %以下となるように秤量し、秤量した前記 P t 粉末、秤量した前記 F e 粉末、秤量した前記 1 種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避免的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を、前記 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法である。

[0029] 本発明に係る F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法の第 1 ～第 5 の態様において、前記 C 粉末の前記加圧焼結用混合粉末全体に対する体積分率は 5 v o l %以上 60 v o l %以下であることが好ましい。

[0030] 本発明に係る F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法の第 6 の態様は、P t を 33 a t %以上 60 a t %以下含有して残部が F e および不可避免的不純物からなる F e P t 系合金粉末に、不可避免的不純物を含む酸化物粉末を添加してメカニカルアロイが生じる程度まで混合して第 1 の混合粉末を作製し、作製した該第 1 の混合粉末に不可避免的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を添加して、該 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法である。

[0031] 本発明に係る F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法の第 7 の態様は、不可避免的不純物を含む P t 粉末と、不可避免的不純物を含む F e 粉末を、P t と F e の合計に対する P t の含有割合が 33 a t %以上 60 a t %以下となるように秤量し、秤量した前記 P t 粉末、秤量した前記 F e 粉末、および不可避免的不純物を含む酸化物粉末を混ぜ合わせ、メカニカルアロイが生じる程度まで混合して第 1 の混合粉末を作製し、作製した該第 1 の混合粉末に不可避免的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C

粉末を添加して、該C粉末の1次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とするFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法である。

[0032] 本発明に係るFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法の第8の態様は、Ptを33at%以上60at%未満、Fe、Pt以外の1種以上の金属元素を0at%よりも多く20at%以下含有し、かつ、Ptと前記1種以上の金属元素の合計が60at%以下であり、残部がFeおよび不可避免的不純物からなるFePt系合金粉末に、不可避免的不純物を含む酸化物粉末を添加してメカニカルアロイが生じる程度まで混合して第1の混合粉末を作製し、作製した該第1の混合粉末に不可避免的不純物を含む1次粒子からなり2次粒子を構成していないC粉末を添加して、該C粉末の1次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とするFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法である。

[0033] 本発明に係るFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法の第9の態様は、Pt、Feおよび不可避免的不純物からなるFePt系合金粉末と、不可避免的不純物を含みFe、Pt以外の1種以上の金属元素からなる金属粉末を、前記Pt、前記Fe、前記1種以上の金属元素の総合計に対する前記Ptの割合が33at%以上60at%未満、前記総合計に対する前記1種以上の金属元素の割合が0at%よりも多く20at%以下、前記総合計に対する前記Ptと前記1種以上の金属元素の合計の割合が60at%以下となるように秤量し、秤量した前記FePt系合金粉末、秤量した前記1種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避免的不純物を含む酸化物粉末を混ぜ合わせ、メカニカルアロイが生じる程度まで混合して第1の混合粉末を作製し、作製した該第1の混合粉末に不可避免的不純物を含む1次粒子からなり2次粒子を構成していないC粉末を添加して、該C粉末の1次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後

、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とするF e P t - C系スパッタリングターゲットの製造方法である。

[0034] 本発明に係るF e P t - C系スパッタリングターゲットの製造方法の第10の態様は、不可避的不純物を含むP t粉末、不可避的不純物を含むF e粉末、不可避的不純物を含みF e、P t以外の1種以上の金属元素からなる金属粉末を、前記P t、前記F e、前記1種以上の金属元素の総合計に対する前記P tの割合が33 a t %以上60 a t %未満、前記総合計に対する前記1種以上の金属元素の割合が0 a t %よりも多く20 a t %以下、前記総合計に対する前記P tと前記1種以上の金属元素の合計の割合が60 a t %以下となるように秤量し、秤量した前記P t粉末、秤量した前記F e粉末、秤量した前記1種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避的不純物を含む酸化物粉末を混ぜ合わせ、メカニカルアロイが生じる程度まで混合して第1の混合粉末を作製し、作製した該第1の混合粉末に不可避的不純物を含む1次粒子からなり2次粒子を構成していないC粉末を添加して、該C粉末の1次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とするF e P t - C系スパッタリングターゲットの製造方法である。

[0035] 本発明に係るF e P t - C系スパッタリングターゲットの製造方法の第6～第10の態様において、前記C粉末の前記加圧焼結用混合粉末全体に対する体積分率が5 v o l %以上60 v o l %未満であり、前記酸化物粉末の前記加圧焼結用混合粉末全体に対する体積分率が3 v o l %以上55 v o l %未満であり、かつ、前記C粉末と前記酸化物粉末との合計の前記加圧焼結用混合粉末全体に対する体積分率が8 v o l %以上60 v o l %以下であることが好ましい。

[0036] 本発明に係るF e P t - C系スパッタリングターゲットの製造方法の第3、第4、第5、第8、第9、第10の態様において、F e、P t以外の前記1種以上の金属元素は、C u、A g、M n、N i、C o、P d、C r、V、

Bのうちの1種以上とすることができる。

[0037] また、本発明に係るFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法の第6～第10の態様において、前記酸化物粉末は、 SiO_2 、 TiO_2 、 Ti_2O_3 、 Ta_2O_5 、 Cr_2O_3 、 CoO 、 Co_3O_4 、 B_2O_3 、 Fe_2O_3 、 CuO 、 Cu_2O 、 Y_2O_3 、 MgO 、 Al_2O_3 、 ZrO_2 、 Nb_2O_5 、 MoO_3 、 CeO_2 、 Sm_2O_3 、 Gd_2O_3 、 WO_2 、 WO_3 、 HfO_2 、 NiO_2 のうちの少なくとも1種を含んでいてもよい。

[0038] 本発明に係るFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法の第1～第10の態様において、前記C粉末の1次粒子の平均粒径は、 $1\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。また、前記C粉末の結晶構造は、非晶質構造もしくはダイヤモンド構造であることが好ましい。

発明の効果

[0039] 本発明に係るFePt-C系スパッタリングターゲットでは、FePt系合金相中に1次粒子のC（炭素）をお互いに接触しないように分散させて、1次粒子であるC（炭素）の周囲がFePt系合金で覆われやすくなるようにしているので、スパッタリング時にC（炭素）が塊の状態でターゲットから抜け落ちてパーティクルとなることが防止されており、パーティクルの発生が少ない良好なスパッタリングを実現することができる。

[0040] また、本発明に係る製造方法では鋳造法ではなく焼結法を用いているため、ターゲット全体に対するCの含有量を多くすることができ、Cのターゲット全体に対する体積分率が5vol%以上60vol%以下であるFePt-C系スパッタリングターゲットを作製することができる。このため、本発明に係る製造方法で作製したFePt-C系スパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行うことにより、単独で、即ち複数のターゲットを用いることなく当該ターゲット1枚で、磁気記録媒体として使用可能な、FePt系合金を含む薄膜を形成することができる。

図面の簡単な説明

[0041] [図1]実施例1における焼結体の組織の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は

1 0 0 0 倍、写真中の縮尺目盛りは 5 0 μ m)

[図2]実施例 1 ～ 3、比較例 1、参考例 1 のスパッタリングターゲットにおける、スパッタリング累積継続時間とパーティクル発生数との関係を示すグラフ図

[図3]実施例 1 ～ 3、参考例 1 のスパッタリングターゲットにおける、スパッタリング累積継続時間とパーティクル発生数との関係を示すグラフ図

[図4]実施例 2 における焼結体の組織の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は 1 0 0 0 倍、写真中の縮尺目盛りは 5 0 μ m)

[図5]実施例 3 における焼結体の組織の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は 1 0 0 0 倍、写真中の縮尺目盛りは 5 0 μ m)

[図6]比較例 1 における焼結体の組織の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は 1 0 0 0 倍、写真中の縮尺目盛りは 5 0 μ m)

[図7]実施例 4 における焼結体の組織の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は 1 0 0 0 倍、写真中の縮尺目盛りは 5 0 μ m)

[図8]実施例 4、比較例 2、3、参考例 2 のスパッタリングターゲットにおける、スパッタリング累積継続時間とパーティクル発生数との関係を示すグラフ図

[図9]実施例 4、参考例 2 のスパッタリングターゲットにおける、スパッタリング累積継続時間とパーティクル発生数との関係を示すグラフ図

[図10]比較例 2 における焼結体の組織の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は 1 0 0 0 倍、写真中の縮尺目盛りは 5 0 μ m)

[図11]比較例 3 における焼結体の組織の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は 1 0 0 0 倍、写真中の縮尺目盛りは 5 0 μ m)

[図12]参考例 2 における焼結体の組織の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は 1 0 0 0 倍、写真中の縮尺目盛りは 5 0 μ m)

発明を実施するための形態

[0042] 以下、本発明の実施形態について詳細に説明する。

[0043] 1. 第 1 実施形態

1-1. スパッタリングターゲットの構成成分および構造

本発明の第1実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットは、Fe、Ptおよび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、Ptを33at%以上60at%以下含有して残部がFeおよび不可避免的不純物からなるFePt系合金相中に、不可避免的不純物を含む1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ことを特徴とする。なお、本明細書では、数値範囲を表す際に「 α 以上 β 以下」のことを「 $\alpha\sim\beta$ 」と記すことがある。

[0044] 1-1-1. FePt系合金について

FePt系合金は高温（例えば600℃以上）で熱処理をすることにより、高い結晶磁気異方性を持ったfcc構造を備えることができるため、磁気記録媒体の記録層となる役割を有し、本発明の実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットにおいて主成分となる。

[0045] FePt系合金相におけるPtの含有量を33～60at%と規定した理由は、FePt系合金相におけるPtの含有量が33～60at%から外れると、fcc（面心直方）構造が発現しなくなるおそれがあるからである。FePt系合金相においてfcc（面心直方）構造が確実に発現するようにするという観点から、FePt系合金相におけるPtの含有量は45～55at%であることが好ましく、49～51at%であることがさらに好ましく、50at%とすることが特に好ましい。

[0046] 1-1-2. C（炭素）について

C（炭素）は、スパッタリングにより得られるFePtC系層中において、磁性粒子であるFePt系合金粒子同士を仕切る隔壁となり、FePtC系層中におけるFePt系合金粒子を小さく均一にする役割を有し、本第1実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットにおいて主成分の1つとなる。

[0047] C（炭素）のターゲット全体に対する体積分率は5～60vol%とすることが好ましく、C（炭素）のターゲット全体に対する体積分率を5～60

v o l %とすることにより、スパッタリングにより得られるF e P t C系層中において、C（炭素）が磁性粒子であるF e P t 系合金粒子同士を仕切る隔壁となって、F e P t 系合金粒子を小さく均一にする効果を発現させる確実性を高めることができる。C（炭素）の体積分率が5 v o l %未満ではこの効果が十分に発現しないおそれがある。一方、C（炭素）の体積分率が60 v o l %を超えると、スパッタリングにより得られるF e P t C系層中において、F e P t C系層における単位体積当たりのF e P t 系合金粒子の数が少なくなり、記憶容量の点で不利となる。F e P t C系層中においてF e P t 系合金粒子を小さく均一にする効果を発現させる確実性を高める観点および形成するF e P t C系層の記憶容量の観点から、ターゲット全体に対するC（炭素）の体積分率は10～50 v o l %であることがより好ましく、20～40 v o l %であることがさらに好ましく、25～35 v o l %であることが特に好ましい。

[0048] 1-1-3. ターゲットの構造について

本発明の第1実施形態に係るF e P t -C系スパッタリングターゲットの構造は、P t を33～60 a t %含有して残部がF e および不可避免の不純物からなるF e P t 系合金相中に、不可避免の不純物を含む1次粒子のC（炭素）同士がお互いに接触しないように分散した構造であり、1次粒子のC（炭素）は2次粒子を構成していない。

[0049] 本第1実施形態に係るF e P t -C系スパッタリングターゲットにおいて、2次粒子を構成していない1次粒子のC（炭素）同士をF e P t 系合金相中にお互いに接触しないように分散させた構造にしている理由は、1次粒子であるC（炭素）の周囲をF e P t 系合金で確実に覆うことにより、スパッタリング時にC（炭素）が塊の状態でターゲットから抜け落ちてパーティクルとなることを防止して、スパッタリングを良好なものとするためである。ターゲット中のC（炭素）が2次粒子を構成する場合、当該2次粒子の内部に存在する1次粒子のCの周囲はF e P t 系合金相で覆われにくくなるため、当該2次粒子の内部に存在する1次粒子のCは、スパッタリング時にター

ゲットから抜け落ちてパーティクルとなる可能性がある。

[0050] また、1次粒子のC（炭素）の平均粒径が小さくなると、加圧焼結用混合粉末中のFePt系合金粉末（または、Fe粉末およびPt粉末）の平均粒径も同程度以上に小さくないと、得られるターゲット中において1次粒子であるC（炭素）の表面のうちFePt系合金で覆われていない部分が多くなり、スパッタリング時にターゲットから塊として抜け落ちるおそれがあり、スパッタリング時に発生するパーティクルの数が多くなるおそれがある。したがって、1次粒子のC（炭素）の平均粒径は所定の大きさ以上に大きくしておくのがよい。一方、1次粒子のC（炭素）の平均粒径があまり大きくなりすぎると、スパッタリング時のスパッタレートが場所によって大きく異なることとなり、好ましくない。

[0051] 1次粒子であるC（炭素）の表面をFePt系合金で覆う観点およびスパッタレートの観点から、1次粒子のC（炭素）の平均粒径は1～30 μm であることが好ましく、3～115 μm であることがより好ましく、5～10 μm であることが特に好ましい。

[0052] ここで、本明細書において、平均粒径とは、レーザー回折法で測定した粒度分布の頻度累積カーブが50%となる粒径のことであり、メディアン径のことである。

[0053] ターゲット中のC（炭素）の表面のうち、FePt系合金で覆われている部位の合計の表面積は、スパッタリング時に発生するパーティクルを少なく抑える観点から、ターゲット中のC（炭素）の全表面積の80%以上となっていることが好ましく、90%以上となっていることがより好ましく、95%以上となっていることが特に好ましい。

[0054] なお、1次粒子であるC（炭素）の形状は特に限定されず、例えば、長径を短径で除した値が2以下である略球形としてもよい。このような形状であると、Cの表面積を小さくすることができ、FePt系合金で覆われているCの部位の表面積の（Cの全表面積に対する）比率を上げやすいという効果を得られる。また、1次粒子の平均粒径の大きいC（炭素）では、このよう

な形状のものが入手しやすい。

[0055] また、1次粒子であるC（炭素）の結晶構造は、非晶質（アモルファス）構造もしくはダイヤモンド構造であることが好ましい。非晶質（アモルファス）構造もしくはダイヤモンド構造においては、結晶内におけるC原子同士の結合力が強いため、スパッタリング時に、C（炭素）の1次粒子が崩壊してしまうおそれが小さいからである。スパッタリング時に、C（炭素）の1次粒子が崩壊してしまうと、パーティクルが発生してしまうおそれがある。

[0056] また、ターゲットの相対密度については、その値が大きいほどターゲット中の空隙が減るので、良好にスパッタリングを行う上で好ましい。具体的には、ターゲットの相対密度は90%以上であることが好ましく、95%以上であることがより好ましい。

[0057] 1-1-4. FeおよびPt以外の金属元素

本第1実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットは、金属元素としてFeおよびPtのみ含んでいるが、FePt系合金相にFeおよびPt以外の金属元素を含ませてもよい（第1実施形態の変形例）。

[0058] この場合、FePt系合金相においてfcc（面心直方）構造が確実に発現するようにするという観点から、FePt系合金相は、Ptを33at%以上60at%未満、Fe、Pt以外の前記1種以上の金属元素を0at%よりも多く20at%以下含有し、かつ、Ptと前記1種以上の金属元素の合計が60at%以下であり、残部がFeおよび不可避免的不純物からなるFePt系合金相とすればよい。

[0059] さらに、第1実施形態の変形例の場合、FePt系合金相においてfcc（面心直方）構造がより確実に発現するようにするという観点から、FePt系合金相におけるPtの含有量は、45～55at%であることが好ましく、49～51at%であることがさらに好ましい。ただし、FeとPtの合計の含有量が100at%未満であること、Fe、Pt以外の前記1種以上の金属元素の合計の含有量が0at%よりも多く20at%以下であること、およびFe、Pt以外の前記1種以上の金属元素の合計とPtとの合計

が60at%以下であることを前提とする。

[0060] FePt系合金相に含ませることが可能なFe、Pt以外の金属元素としては、例えばCu、Ag、Mn、Ni、Co、Pd、Cr、V、Bを挙げることができ、これらの金属元素のうちの1種以上を含ませてもよい。

[0061] 例えばCuを含有させた場合、FePt系合金の結晶構造をfcc構造にするための熱処理温度（例えば、600℃）を低下させることができ、スパッタリングをして得られたFePtC系層に対する熱処理のコストを低減させることができる。さらには、Cuを含有させることにより、得られたFePtC系層の結晶構造を、別途の熱処理なしでスパッタリング時に発生する熱によってfcc構造にできる可能性もある。

[0062] 1-2. 製造方法について

本第1実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットは、Ptを33at%以上60at%以下含有して残部がFeおよび不可避免の不純物からなる平均粒径20μm以下のFePt系合金粉末に、不可避免の不純物を含む1次粒子からなり2次粒子を構成していないC粉末を添加して、該C粉末の1次粒子径が実質的に小さくならない範囲内（得られたターゲットを用いてスパッタリングを行った際に発生するパーティクル数が増加しない範囲内）で混合して加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することにより製造することができる。

[0063] FePt系合金粉末の平均粒径が20μmを超えると、C粉末の1次粒子の周囲をFePt系合金粉末が十分に覆えないおそれがあり、得られるスパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行った際に、発生するパーティクル数が多くなるおそれがある。

[0064] FePt系合金粉末とC粉末とを混合して加圧焼結用混合粉末を作製する際の雰囲気は、特に限定されず、大気中で混合してもよい。

[0065] また、FePt系合金粉末に替えて、平均粒径20μm以下のFe単体粉末および平均粒径20μm以下のPt単体粉末を用いてもよい。この場合、FeとPtの合計に対するPtの割合が33at%以上60at%以下とな

るようにF e単体粉末およびP t単体粉末を秤量する。そして、秤量したF e単体粉末、秤量したP t単体粉末、および不可避免の不純物を含む1次粒子からなり2次粒子を構成していないC粉末を、前記C粉末の1次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形する。

[0066] ただし、F e単体粉末は活性が高く、大気中で発火するおそれがあるので、取り扱いに際しては十分な注意が必要となる。F eをP tと合金化させてF e P t系合金粉末とすることにより、粉末状態であっても活性を低くすることができるので、この点ではF e P t系合金粉末を用いる方が好ましい。

[0067] 前記のようにして作製した加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形する方法は特に限定されず、例えば、ホットプレス法、熱間等方圧プレス法（HIP法）、放電プラズマ焼結法（SPS法）等を用いることができる。これらの成形方法は本発明の実施に際し、真空中や不活性雰囲気中で実施することが好ましい。これにより、前記加圧焼結用混合粉末中に酸素がある程度含まれていても、得られる焼結体中の酸素量は少なくなる。

[0068] なお、本第1実施形態の変形例のように、F e P t系合金相にF eおよびP t以外の金属元素を含ませる場合は、第1実施形態で使用する、P tを33 a t %以上60 a t %以下含有して残部がF eおよび不可避免の不純物からなる平均粒径20 μ m以下のF e P t系合金粉末を用いることに替えて、P tを33 a t %以上60 a t %未満、F e、P t以外の1種以上の金属元素を0 a t %よりも多く20 a t %以下含有し、かつ、P tと前記1種以上の金属元素の合計が60 a t %以下であり、残部がF eおよび不可避免の不純物からなる平均粒径20 μ m以下のF e P t系合金粉末を用いればよく、以降の工程はF e P t系合金相にF eおよびP t以外の金属元素を含ませない場合（第1実施形態の場合）と同様である。

[0069] あるいは、P t、F eおよび不可避免の不純物からなる平均粒径20 μ m以下のF e P t系合金粉末と、不可避免の不純物を含みF e、P t以外の1種以上の金属元素からなる平均粒径20 μ m以下の金属粉末を用いてもよい。

[0070] この場合、P t、F eおよび不可避免の不純物からなる平均粒径 $20\mu\text{m}$ 以下のF e P t系合金粉末と、不可避免の不純物を含みF e、P t以外の1種以上の金属元素からなる平均粒径 $20\mu\text{m}$ 以下の金属粉末を、前記P t、前記F e、前記1種以上の金属元素の総合計に対する前記P tの割合が33at%以上60at%未満、前記総合計に対する前記1種以上の金属元素の割合が0at%よりも多く20at%以下、前記総合計に対する前記P tと前記1種以上の金属元素の合計の割合が60at%以下となるように秤量する。そして、秤量した前記F e P t系合金粉末、秤量した前記1種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避免の不純物を含む1次粒子からなり2次粒子を構成していないC粉末を、前記C粉末の1次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形する。

[0071] あるいは、不可避免の不純物を含む平均粒径 $20\mu\text{m}$ 以下のP t単体粉末、不可避免の不純物を含む平均粒径 $20\mu\text{m}$ 以下のF e単体粉末、ならびに不可避免の不純物を含みF eおよびP t以外の1種以上の金属元素からなる平均粒径 $20\mu\text{m}$ 以下の金属粉末を用いてもよい。

[0072] この場合、平均粒径 $20\mu\text{m}$ 以下のP t単体粉末と、平均粒径 $20\mu\text{m}$ 以下のF e単体粉末と、F eおよびP t以外の1種以上の金属元素からなる平均粒径 $20\mu\text{m}$ 以下の金属粉末を、前記P t、前記F e、前記1種以上の金属元素の総合計に対するP tの割合が33at%以上60at%未満、前記総合計に対する前記1種以上の金属元素の割合が0at%よりも多く20at%以下、前記総合計に対するP tと前記1種以上の金属元素の合計の割合が60at%以下となるように秤量する。そして、秤量した前記P t単体粉末、秤量した前記F e単体粉末、秤量した前記1種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避免の不純物を含む1次粒子からなり2次粒子を構成していないC粉末を、前記C粉末の1次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形する。

[0073] 1－3. 効果について

本第1実施形態に係るFePt－C系スパッタリングターゲットにおいては、2次粒子を構成していない1次粒子のC（炭素）をFePt系合金相中に分散させて、1次粒子であるC（炭素）の周囲がFePt系合金で覆われやすくなるようにしているので、スパッタリング時にC（炭素）が塊の状態ですパッタリングターゲットから抜け落ちてパーティクルとなることが防止されており、パーティクルの発生が少ない良好なスパッタリングを実現することができる。

[0074] また、本第1実施形態の製造方法では鋳造法ではなく焼結法を用いているため、ターゲット全体に対するCの含有量を多くすることができ、Cのターゲット全体に対する体積分率が5vol%以上60vol%以下であるFePt－C系スパッタリングターゲットを作製することができる。このため、本第1実施形態に係るFePt－C系スパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行うことにより、単独で、即ち複数のターゲットを用いることなく当該ターゲット1枚で、磁気記録媒体として使用可能な、FePt系合金を含む薄膜を形成することができる。

[0075] 2. 第2実施形態

2－1. スパッタリングターゲットの構成成分および構造

第1実施形態に係るFePt－C系スパッタリングターゲットでは、合金成分としてFe、Ptを含有し、合金成分（Fe、Pt）以外にはC（炭素）を含有していたが、本発明の第2実施形態に係るFePt－C系スパッタリングターゲットでは、合金成分としてFe、Ptを含有し、合金成分（Fe、Pt）以外にはC（炭素）の他に酸化物を含有しており、この点が第1実施形態に係るFePt－C系スパッタリングターゲットとは異なる。即ち、本発明の第2実施形態に係るFePt－C系スパッタリングターゲットは、Ptを33at%以上60at%以下含有して残部がFeおよび不可避免の不純物からなるFePt系合金相中に、不可避免の不純物を含む1次粒子のCおよび不可避免の不純物を含む金属酸化物が分散した構造を有し、前記1次粒子のCはお互いに接触していないことを特徴とする。

[0076] 以下、本第2実施形態に係るF e P t - C系スパッタリングターゲットについて説明するが、第1実施形態に係るF e P t - C系スパッタリングターゲットと同様の内容については適宜説明を省略する。

[0077] 2-1-1. F e P t 系合金について

本第2実施形態におけるF e P t 系合金について説明すべき内容は、第1実施形態の「1-1-1. F e P t 合金について」で説明した内容と同様であるので、説明は省略する。

[0078] 2-1-2. Cおよび金属酸化物について

Cおよび金属酸化物は、スパッタリングによって得られる、F e P t 系合金ならびにCおよび金属酸化物を含有してなる層（以下、F e P t - C - 金属酸化物層と記すことがある。）中において、磁性粒子であるF e P t 系合金粒子同士を仕切る隔壁となり、F e P t - C - 金属酸化物層中におけるF e P t 系合金粒子を小さく均一にする役割を有し、本第2実施形態に係るF e P t - C系スパッタリングターゲットにおいて主成分となる。

[0079] また、後述するように、金属酸化物を含有させることにより、まずF e P t 系合金粉末（または、F e 粉末およびP t 粉末）と金属酸化物粉末とを十分に混合させることにより、F e P t 系合金粉末（または、F e 粉末およびP t 粉末）の平均粒径を小さくした第1の混合粉末を作製することができる。この第1の混合粉末中のF e P t 系合金粉末（または、F e 粉末およびP t 粉末）の平均粒径は混合を十分に行うことにより十分に小さくすることができるため、このような第1の混合粉末と1次粒子のCからなるC粉末とを、C粉末の1次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合して加圧焼結用混合粉末にすると、径が実質的に小さくならない1次粒子のCの周囲はF e P t 系合金粉末（または、F e 粉末およびP t 粉末）で緻密に覆われやすく、得られた加圧焼結用混合粉末を加圧焼結することにより、1次粒子のCの周囲がF e P t 系合金相で十分に覆われたターゲットを作製することができる。

[0080] 本第2実施形態において、Cのターゲット全体に対する体積分率は5 v o

1%以上60vol%未満であり、金属酸化物のターゲット全体に対する体積分率は3vol%以上55vol%未満であり、かつ、Cと金属酸化物との合計のターゲット全体に対する体積分率は8vol%以上60vol%以下である。

[0081] Cのターゲット全体に対する体積分率を5vol%以上60vol%未満とした理由は、スパッタリングにより得られるFePt-C-金属酸化物層中において、Cが磁性粒子であるFePt系合金粒子同士を仕切る隔壁となって、FePt系合金粒子を小さく均一にする効果を発現させるためである。また、金属酸化物のターゲット全体に対する体積分率を3vol%以上55vol%未満とした理由は、まずFePt系合金粉末と金属酸化物粉末とを十分に混合させることにより、FePt系合金粉末の平均粒径を小さくした第1の混合粉末を作製することができるようにするためである。

[0082] Cのターゲット全体に対する体積分率が5vol%未満、金属酸化物のターゲット全体に対する体積分率が3vol%未満では、それぞれ前記した効果が十分に発現しないおそれがある。一方、Cと金属酸化物の合計含有量が60vol%を超えると、スパッタリングにより得られるFePt-C-金属酸化物層中において、FePt-C-金属酸化物層における単位体積当たりのFePt系合金粒子の数が少なくなり、記憶容量の点で不利となる。

[0083] FePt-C-金属酸化物層中においてFePt系合金粒子を小さく均一にする効果を発現させる観点、FePt系合金粉末の平均粒径を小さくした第1の混合粉末を作製する観点、および形成するFePt-金属酸化物層の記憶容量の観点から、ターゲット全体に対するCの含有量を10vol%以上50vol%以下とし、ターゲット全体に対する金属酸化物の含有量を5vol%以上45vol%以下とし、ターゲット全体に対するCと金属酸化物の合計含有量を15vol%以上55vol%以下とすることが好ましい。

[0084] 本第2実施形態において、金属酸化物としては、例えば、 SiO_2 、 TiO_2 、 Ti_2O_3 、 Ta_2O_5 、 Cr_2O_3 、 CoO 、 Co_3O_4 、 B_2O_3 、 Fe_2O_3 、 CuO

、 Cu_2O 、 Y_2O_3 、 MgO 、 Al_2O_3 、 ZrO_2 、 Nb_2O_5 、 MoO_3 、 CeO_2 、 Sm_2O_3 、 Gd_2O_3 、 WO_2 、 WO_3 、 HfO_2 、 NiO_2 のうちの少なくとも1種を含む金属酸化物を用いることができる。

[0085] なお、金属酸化物 (SiO_2) はCよりもパーティクルが格段に発生しにくいことを、後述する参考例2で実験的に確認している。

[0086] 2-1-3. ターゲットの構造について

本発明の第2実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットの構造は、Ptを33～60at%含有して残部がFeおよび不可避免の不純物からなるFePt系合金相中に、不可避免の不純物を含む1次粒子のC（炭素）と不可避免の不純物を含む金属酸化物とが分散した構造であり、1次粒子のC（炭素）はお互いに接触しておらず、2次粒子を構成していない。

[0087] 本第2実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットにおいて、2次粒子を構成していない1次粒子のC（炭素）同士をFePt系合金相中にお互いに接触しないように分散させた構造にしている理由は、1次粒子であるC（炭素）の周囲をFePt系合金で確実に覆うことにより、スパッタリング時にC（炭素）が塊の状態でターゲットから抜け落ちてパーティクルとなることを防止して、スパッタリングを良好なものとするためである。ターゲット中のC（炭素）が2次粒子を構成する場合、当該2次粒子の内部に存在する1次粒子のCの周囲はFePt系合金相で覆われにくくなるため、当該2次粒子の内部に存在する1次粒子のCは、スパッタリング時にターゲットから抜け落ちてパーティクルとなる可能性がある。

[0088] また、1次粒子のC（炭素）の平均粒径が小さくなると、加圧焼結用混合粉末中のFePt系合金粉末の平均粒径も同程度以上に小さくないと、得られるターゲット中において1次粒子であるC（炭素）の表面のうちFePt系合金で覆われていない部分が多くなり、スパッタリング時にターゲットから塊として抜け落ちるおそれがあり、スパッタリング時に発生するパーティクルの数が多くなるおそれがあるので、1次粒子のC（炭素）の平均粒径は所定の大きさ以上に大きくしておくのがよい。一方、1次粒子のC（炭素）

の平均粒径があまり大きくなりすぎると、スパッタリング時のスパッタレートが場所によって大きく異なることとなり、好ましくない。

[0089] 1次粒子であるC（炭素）の表面をFePt系合金で覆う観点およびスパッタレートの観点から、1次粒子のC（炭素）の平均粒径は1～30 μm であることが好ましく、3～115 μm であることがより好ましく、5～10 μm であることが特に好ましい。

[0090] ターゲット中のC（炭素）の表面のうち、FePt系合金で覆われている部位の合計の表面積は、スパッタリング時に発生するパーティクルを少なく抑える観点から、ターゲット中のC（炭素）の全表面積の80%以上となっていることが好ましく、90%以上となっていることがより好ましく、95%以上となっていることが特に好ましい。

[0091] なお、1次粒子であるC（炭素）の形状は特に限定されず、例えば、長径を短径で除した値が2以下である略球形としてもよい。

[0092] また、1次粒子であるC（炭素）の結晶構造は、非晶質（アモルファス）構造もしくはダイヤモンド構造であることが好ましい。

[0093] また、ターゲットの相対密度については、その値が大きいほどターゲット中の空隙が減るので、良好にスパッタリングを行う上で好ましい。具体的には、ターゲットの相対密度は90%以上であることが好ましく、95%以上であることがより好ましい。

[0094] 2-1-4. FeおよびPt以外の金属元素

本第2実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットは、金属元素としてFeおよびPtのみ含んでいるが、第1実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットと同様に、FePt系合金相にFeおよびPt以外の金属元素を含ませてもよい（第2実施形態の変形例）。

[0095] 本第2実施形態において、FePt系合金相に含ませてもよいFeおよびPt以外の金属元素について説明すべき内容は、第1実施形態の「1-1-4. FeおよびPt以外の金属元素」で説明した内容と同様であるので、説明は省略する。

[0096] 2-2. 製造方法について

本第2実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットを製造する際には、まず、Ptを33～60at%含有して残部がFeおよび不可避免的不純物からなるFePt系合金粉末と金属酸化物粉末とを十分に混合（メカニカルアロイが生じる程度まで混合）させることにより、FePt系合金粉末の平均粒径を十分に小さくした第1の混合粉末を作製する。FePt系合金粉末をアトマイズ法で作製すると、多くの場合、平均粒径が30 μ m以上となるが、このように平均粒径の大きいFePt系合金粉末であっても、金属酸化物粉末と十分に混合（メカニカルアロイが生じる程度まで混合）させることにより、平均粒径を十分に小さくすることができる。

[0097] この第1の混合粉末中のFePt系合金粉末の平均粒径を十分に小さくすることにより、この第1の混合粉末と1次粒子のCからなるC粉末とを混合して加圧焼結用混合粉末にすると、1次粒子のCの周囲はFePt系合金粉末に緻密に覆われやすく、得られた加圧焼結用混合粉末を加圧焼結することにより、1次粒子のCの周囲がFePt系合金相で十分に覆われたターゲットを作製することができる。

[0098] 具体的には、第1の混合粉末に2次粒子を構成していない1次粒子のCからなるC粉末を添加し、1次粒子であるC粒子の粒径が実質的に小さくならない範囲内（得られたターゲットを用いてスパッタリングを行った際に発生するパーティクル数が増加しない範囲内）で混合して加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することにより、本第2実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットを製造することができる。

[0099] FePt系合金粉末と金属酸化物粉末とを混合して第1の混合粉末を作製する際の雰囲気、および、第1の混合粉末とC粉末とを混合して加圧焼結用混合粉末を作製する際の雰囲気は、特に限定されず、大気中で混合してもよい。大気中で混合する場合、コストを低減することができる。

[0100] また、FePt系合金粉末に替えて、Fe単体粉末およびPt単体粉末を

用いてもよい。この場合は、F e 単体粉末、P t 単体粉末、金属酸化物粉末を十分に混合して、F e 単体粉末およびP t 単体粉末の平均粒径を十分に小さくして、第1の混合粉末を作製する。以降の工程は、F e P t 系合金粉末を用いた場合と同様である。

[0101] ただし、F e 単体粉末は活性が高く、大気中で発火するおそれがあるので、取り扱いに際しては十分な注意が必要となる。F e をP t と合金化させてF e P t 系合金粉末とすることにより、粉末状態であっても活性を低くすることができるので、この点ではF e P t 系合金粉末を用いる方が好ましい。

[0102] 前記のようにして作製した加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形する方法は特に限定されず、例えば、ホットプレス法、熱間等方圧プレス法（HIP法）、放電プラズマ焼結法（SPS法）等を用いることができる。これらの成形方法は本発明の実施に際し、真空中や不活性雰囲気中で実施することが好ましい。これにより、前記混合粉末中に酸素がある程度含まれていても、得られる焼結体中の酸素量は少なくなる。

[0103] なお、本第2実施形態の変形例のように、F e P t 系合金相にF e およびP t 以外の金属元素を含ませる場合は、第2実施形態で使用する、P t を33 a t %以上60 a t %以下含有して残部がF e および不可避免の不純物からなるF e P t 系合金粉末を用いることに替えて、P t を33 a t %以上60 a t %未満、F e、P t 以外の1種以上の金属元素を0 a t %よりも多く20 a t %以下含有し、かつ、P t と前記1種以上の金属元素の合計が60 a t %以下であり、残部がF e および不可避免の不純物からなるF e P t 系合金粉末を用いればよく、以降の工程はF e P t 系合金相にF e およびP t 以外の金属元素を含ませない場合（第2実施形態の場合）と同様である。

[0104] あるいは、P t、F e および不可避免の不純物からなるF e P t 系合金粉末と、不可避免の不純物を含みF e、P t 以外の1種以上の金属元素からなる金属粉末を用いてもよい。

[0105] この場合、P t、F e および不可避免の不純物からなるF e P t 系合金粉末と、不可避免の不純物を含みF e、P t 以外の1種以上の金属元素からなる金

属粉末を、前記 P t、前記 F e、前記 1 種以上の金属元素の総合計に対する前記 P t の割合が 33 a t % 以上 60 a t % 未満、前記総合計に対する前記 1 種以上の金属元素の割合が 0 a t % よりも多く 20 a t % 以下、前記総合計に対する前記 P t と前記 1 種以上の金属元素の合計の割合が 60 a t % 以下となるように秤量する。そして、秤量した前記 F e P t 系合金粉末、秤量した前記 1 種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避免の不純物を含む酸化物粉末を混ぜ合わせ、メカニカルアロイが生じる程度まで混合して第 1 の混合粉末を作製する。そして、作製した該第 1 の混合粉末に不可避免の不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を添加して、該 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形する。

[0106] あるいは、不可避免の不純物を含む P t 単体粉末、不可避免の不純物を含む F e 単体粉末、ならびに不可避免の不純物を含み F e および P t 以外の 1 種以上の金属元素からなる金属粉末を用いてもよい。

[0107] この場合、P t 単体粉末、F e 単体粉末、ならびに F e、P t 以外の 1 種以上の金属元素からなる金属粉末を、前記 P t、前記 F e、前記 1 種以上の金属元素の総合計に対する前記 P t の割合が 33 a t % 以上 60 a t % 未満、前記総合計に対する前記 1 種以上の金属元素の割合が 0 a t % よりも多く 20 a t % 以下、前記総合計に対する前記 P t と前記 1 種以上の金属元素の合計の割合が 60 a t % 以下となるように秤量する。そして、秤量した前記 P t 単体粉末、秤量した前記 F e 単体粉末、秤量した前記 1 種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避免の不純物を含む酸化物粉末を混ぜ合わせ、メカニカルアロイが生じる程度まで混合して第 1 の混合粉末を作製する。そして、作製した該第 1 の混合粉末に不可避免の不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を添加して、該 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形する。

[0108] 2-3. 効果について

本第2実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットにおいては、2次粒子を構成していない1次粒子のC（炭素）をFePt系合金相中に分散させて、1次粒子のC（炭素）同士が接触しないようにしており、1次粒子であるC（炭素）の周囲をFePt系合金で覆われやすくなるようにしているので、スパッタリング時にC（炭素）が塊の状態でターゲットから抜け落ちてパーティクルとなることが防止されており、パーティクルの発生の少ない良好なスパッタリングを実現することができる。

[0109] また、本第2実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットにおいては、金属酸化物を含有しているので、加圧焼結用混合粉末の作製に際し、まずFePt系合金粉末（または、Fe金属粉末およびPt金属粉末）と金属酸化物粉末とを十分に混合させることにより、FePt系合金粉末（または、Fe金属粉末およびPt金属粉末）の平均粒径を小さくした第1の混合粉末を作製することができる。この第1の混合粉末中のFePt系合金粉末（または、Fe金属粉末およびPt金属粉末）の平均粒径は金属酸化物粉末との混合を十分に行うことにより十分に小さくすることができるため、このような第1の混合粉末と1次粒子のCからなるC粉末とを混合して加圧焼結用混合粉末にすると、1次粒子のCの周囲はFePt系合金粉末（または、Fe金属粉末およびPt金属粉末）で緻密に覆われやすく、得られた加圧焼結用混合粉末を加圧焼結することにより、1次粒子のCの周囲がFePt系合金相で十分に覆われたターゲットを作製することができる。

[0110] このため、当初のFePt系合金粉末（または、Fe金属粉末およびPt金属粉末）の平均粒径が例えば30 μ m程度と大きい場合であっても、第1の混合粉末を作製する段階でFePt系合金粉末（または、Fe金属粉末およびPt金属粉末）と金属酸化物粉末とを十分に混合することで、1次粒子のCの周囲がFePt系合金相で十分に覆われたターゲットを作製することができる。

[0111] また、本第2実施形態の製造方法では鑄造法ではなく焼結法を用いている

ため、ターゲット全体に対するCおよび金属酸化物の含有量を多くすることができ、Cのターゲット全体に対する体積分率が5 vol %以上60 vol %未満であり、前記酸化物相のターゲット全体に対する体積分率が3 vol %以上55 vol %未満であり、かつ、前記Cと前記酸化物相との合計のターゲット全体に対する体積分率が8 vol %以上60 vol %以下であるFePt-C系スパッタリングターゲットを作製することができる。このため、本第2実施形態に係るFePt-C系スパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行うことにより、単独で、即ち複数のターゲットを用いることなく当該ターゲット1枚で、磁気記録媒体として使用可能な、FePt系合金を含む薄膜を形成することができる。

実施例

[0112] (実施例1)

本実施例1における混合粉末、焼結体およびターゲットの組成の目標は60.50 (50Fe-50Pt)-39.50Cである。即ち、金属成分の組成の目標は50 at %Fe-50 at %Ptであり、FePt合金とC(炭素)の組成比の目標は、FePt合金が60.50 at %、Cが39.50 at %である。なお、C(炭素)の含有量をat %ではなくvol %で表示すると、本実施例1における混合粉末およびターゲットの組成の目標は(50Fe-50Pt)-30 vol %Cである。

[0113] まず、ガスアトマイズ法でFeアトマイズ粉末を作製した。得られたFeアトマイズ粉末の平均粒径(メディアン径)は45 μmであった。

[0114] 次に、得られたFeアトマイズ粉末を目開き20 μmの篩で分級し、目開き20 μmの篩を通過したFeアトマイズ粉末を得た。

[0115] 目開き20 μmの篩を通過したFeアトマイズ粉末107.19 gに、平均粒径1 μmのPt粉末374.43 gと、平均粒径8 μmの非晶質カーボン30.10 gとを添加して、非晶質カーボンの粒径が実質的に小さくならない範囲内でタンブラーミキサーでの弱混合(ボールを用いたタンブラーミキサーでの15分間の混合)をして、加圧焼結用混合粉末を得た。なお、用

いた非晶質カーボンは、1次粒子のCの平均粒径（メディアン径）が $8\mu\text{m}$ であり、2次粒子を形成していない。

[0116] 得られた加圧焼結用混合粉末を、温度： 1300°C 、圧力： 26.2MPa 、時間： 60min 、雰囲気： $5\times 10^{-2}\text{Pa}$ 以下の真空中の条件でホットプレスを行い、焼結体を作製した。

[0117] 作製した焼結体の密度をアルキメデス法により測定し、その測定値を理論密度で除して相対密度を求めたところ、 92.26% であった。なお、加圧焼結用混合粉末を加圧焼結してターゲットを作製する際にC（炭素）の一部が酸素と反応して、得られるターゲットにおいてFePt合金とC（炭素）の組成比は目標値から少しずれるので、このC（炭素）の変動分を考慮して、得られた焼結体の相対密度を算出した（本明細書における他の実施例、比較例および参考例においても相対密度はC（炭素）の変動分を考慮して算出している。）。

[0118] 得られた焼結体の組織観察を金属顕微鏡で行った。図1に本実施例1の焼結体の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は1000倍、写真中の縮尺目盛りは $50\mu\text{m}$ ）を示す。図1において濃い灰色の円形の部分が非晶質カーボンであり、薄い灰色の部分がFePt合金相である。また、円形のC相同士の間に黒色の部位（図1において矢印で示す部位）がいくつかあるが、この黒色の部位はボイド（空隙）である。なお、図1から明らかなように、C相は長径を短径で除した値が2以下の略球形であった。

[0119] 次に、得られた焼結体を用いて、直径 152mm 、厚さ 2mm のスパッタリングターゲットを作製し、直径 161mm 、厚さ 4mm のバックングプレートと接合した。接合後のスパッタリングターゲットをスパッタリング装置にセットし、出力 500W 、チャンバー内Arガス圧 1Pa にてスパッタリングを行い、発生するパーティクル数の評価を行った。具体的には、スパッタリング累積継続時間15分、30分、1時間、2時間の各時点でスパッタリングをいったん止め、各時点で直径2.5インチの円形のガラス基板をスパッタリング装置にセットし、2秒間スパッタリングを行った。ここで、ス

スパッタリング累積継続時間とは、スパッタリングを行った累計の時間のことである。

[0120] そして、各時点で2秒間スパッタリングを行った直径2.5インチの円形のガラス基板をスパッタリング装置から取り出し、光学的表面分析装置（オプティカルサーフェスアナライザー）にセットして、パーティクル数を計測した。各時点でのスパッタリング後のパーティクル数から予めカウントしてあるスパッタリング前のパーティクル数を差し引き、各時点でのパーティクル数とした。

[0121] スパッタリング累積継続時間15分、30分、1時間、2時間の各時点でのパーティクル数は、それぞれ1080、634、1005、814であった。それらの値をプロットしたグラフを他の実施例、比較例および参考例における結果とともに図2、図3に示す。図2、図3の横軸はスパッタリング累積継続時間（h）であり、縦軸がパーティクル数（個）である。図2と図3は縦軸の目盛りの刻みが異なっており、図2は縦軸の目盛りの刻みが大きく、図3は縦軸の目盛りの刻みが小さい。

[0122] （実施例2）

本実施例2では、実施例1で用いたFeアトマイズ粉末107.19gに替えて、平均粒径10 μ mのFe粉107.19gを用いた以外は実施例1と同様にして、焼結体およびスパッタリングターゲットを作製した。

[0123] 作製した焼結体の相対密度を実施例1と同様に測定したところ、91.69%であった。

[0124] 得られた焼結体の組織観察を金属顕微鏡で行った。図4に本実施例2の焼結体の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は1000倍、写真中の縮尺目盛りは50 μ m）を示す。図4において濃い灰色の円形の部分が非晶質カーボンであり、薄い灰色の部分がFePt合金相である。また、円形のC相同士の間に黒色の部位（図4において矢印で示す部位）がいくつかあるが、この黒色の部位はボイド（空隙）である。なお、図4から明らかなように、C相は長径を短径で除した値が2以下の略球形であった。

[0125] また、本実施例2においても実施例1と同様に、得られたスパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行い、発生するパーティクル数の評価を行った。スパッタリング累積継続時間15分、30分、1時間、2時間の各時点でのパーティクル数は、それぞれ1643、1258、484、636であった。それらの値をプロットしたグラフを他の実施例、比較例および参考例における結果とともに図2、図3に示す。

[0126] (実施例3)

本実施例3では、加圧焼結用混合粉末作製時に、非晶質カーボンの粒径が実質的に小さくならない範囲内でタンブラーミキサーでの弱混合（ボールを用いたタンブラーミキサーでの15分間の混合）をした後にさらにボールミルで混合（300rpmで30min→累積回転回数9,000回）したこと、および焼結体作製時の温度を1100℃にしたこと以外は、実施例1、2と同様にして、焼結体およびスパッタリングターゲットを作製した。

[0127] 作製した焼結体の相対密度を実施例1と同様に測定したところ、92.10%であった。

[0128] 得られた焼結体の組織観察を金属顕微鏡で行った。図5に本実施例3の焼結体の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は1000倍、写真中の縮尺目盛りは50μm）を示す。図5において濃い灰色の円形の部分が非晶質カーボンであり、薄い灰色の部分がFePt合金相である。また、円形のC相同士の間に黒色の部位（図5において矢印で示す部位）がわずかにあるが、この黒色の部位はボイド（空隙）である。なお、図5から明らかなように、C相は長径を短径で除した値が2以下の略球形であった。

[0129] 本実施例3では、実施例1、2とは異なり、タンブラーミキサーでの弱混合に加えて、ボールミルで混合（300rpmで30min→累積回転回数9,000回）したことで、本実施例3の図5の組織写真は、タンブラーミキサーでの弱混合のみを行った実施例1、2の図1、図4の組織写真と比べ、ボイドの数が減少しているものの非晶質カーボンの形状は同様であり、累積回転回数9,000回程度のボールミルでの混合では、平均粒径8μmの非晶

質カーボンはほとんど粉砕されないものと考えられる。

[0130] また、本実施例3においても実施例1、2と同様に、得られたスパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行い、発生するパーティクル数の評価を行った。スパッタリング累積継続時間15分、30分、1時間、2時間の各時点でのパーティクル数は、それぞれ701、203、135、113であった。それらの値をプロットしたグラフを他の実施例、比較例および参考例における結果とともに図2、図3に示す。

[0131] 図2、図3からわかるように、本実施例3でのパーティクル発生数は実施例1、2と比べて同程度以下であり、この点からも、累積回転回数9,000回程度のボールミルでの混合では、平均粒径8 μ mの非晶質カーボンはほとんど粉砕されないものと考えられる。

[0132] (比較例1)

本比較例1における混合粉末、焼結体およびターゲットの組成の目標は60.50(50Fe-50Pt)-39.50Cである。即ち、金属成分の組成の目標は50at%Fe-50at%Ptであり、FePt合金とC(炭素)の組成比の目標は、FePt合金が60.50at%、Cが39.50at%であり、実施例1~3と同様である。なお、C(炭素)の含有量をat%ではなくvol%で表示すると、本比較例1における混合粉末およびターゲットの組成の目標は(50Fe-50Pt)-30vol%Cである。

[0133] まず、ガスアトマイズ法でFePt合金アトマイズ粉末を作製した。得られたFePt合金アトマイズ粉末の平均粒径(メディアン径)は45 μ mであった。

[0134] 得られたFePt合金アトマイズ粉末1000.00gに、1次粒子の平均粒径が20~50nm程度で2次粒子が形成されているカーボンブラック62.50gを添加し、ボールミルで混合(462rpmで24時間→累積回転回数665,280回)して、加圧焼結用混合粉末を得た。この混合ではメカニカルアロイが生じる程度まで混合を行っており、平均粒径(メディア

ン径)が $45\mu\text{m}$ と大きかったFePt合金アトマイズ粉末も混合前より十分に粒径が小さくなっている。

[0135] 得られた加圧焼結用混合粉末を、温度： 1460°C 、圧力： 26.2MPa 、時間： 60min 、雰囲気： $5\times 10^{-2}\text{Pa}$ 以下の真空中の条件でホットプレスを行い、焼結体を作製した。

[0136] 作製した焼結体の相対密度を実施例1と同様に測定したところ、 96.12% であった。

[0137] 得られた焼結体の組織観察を金属顕微鏡で行った。図6に本比較例1の焼結体の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は 1000 倍、写真中の縮尺目盛りは $50\mu\text{m}$ ）を示す。図6からわかるように、比較例1の焼結体の組織は実施例1～3の焼結体の組織（図1、図4、図5）と比べて非常に緻密化しており、高倍率（撮影時の写真倍率は 1000 倍）の金属顕微鏡写真である図6において、Cの部位が濃い灰色の小さな点として観察されるのみである。ただし、濃い灰色の小さな点の大きさは写真中の縮尺目盛りから見て $0.5\mu\text{m}$ 程度以上はあると考えられるところ、用いた原料粉であるカーボンブラックの1次粒子の平均粒径（メディアン径）は $20\sim 50\text{nm}$ 程度であり、FePt合金相中に分散しているCは2次粒子を形成しているものと考えられる。

[0138] また、実施例1～3では、円形のC相同士の間に存在する黒色の部位（図1、図4、図5において矢印で示す部位）であるボイド（空隙）がいくつか存在するが、本比較例1の焼結体の組織には、そのようなボイド（空隙）は観察されない。平均粒径（メディアン径）が $45\mu\text{m}$ と大きいFePt合金アトマイズ粉末も、ボールミルでの長時間の混合により、十分に微細化されているためだと考えられる。

[0139] 次に、得られた焼結体を用いて、実施例1～3と同様にスパッタリングターゲットを作製し、スパッタリング時に発生するパーティクル数の評価を実施例1～3と同様に行った。

[0140] スパッタリング累積継続時間 15 分、 30 分、 1 時間、 2 時間の各時点で

のパーティクル数は、それぞれ3019、3587、5803、4807であった。それらの値をプロットしたグラフを他の実施例、比較例および参考例における結果とともに図2に示す。

[0141] 図2から明らかなように、本比較例1のスパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行ったときに発生するパーティクルの数は実施例1～3と比べて非常に多くなっている。本比較例1においては、用いたカーボン原料粉は1次粒子の平均粒径（メディアン径）が20～50nm程度と極めて小さいカーボンブラックであり、2次粒子を形成しており、FePt合金相中においても2次粒子を形成していると考えられる。2次粒子のCは1次粒子のCが圧粉された状態であり、2次粒子の内部のCの1次粒子は周囲をFePt合金に覆われていないため、スパッタリングの最中に塊の状態でターゲットから抜け落ち、パーティクルになると考えられる。このため、本比較例1のスパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行ったときに発生するパーティクルの数は実施例1～3と比べて非常に多くなったものと考えられる。

[0142] なお、本比較例1においては、C（炭素）の原料粉として用いたカーボンブラックは、FePt合金アトマイズ粉末とボールミルで長時間混合されており、微細化されているものと考えられ、実際、高倍率（撮影時の写真倍率は1000倍）の金属顕微鏡写真である図6において、Cの部位が濃い灰色の小さな点として観察されるのみである。ただし、濃い灰色の小さな点の大きさは写真中の縮尺目盛りから見て0.5μm程度以上はあると考えられるところ、用いた原料粉であるカーボンブラックの1次粒子の平均粒径は20～50nm程度であるので、ボールミルでの長時間の混合を経た後でも、用いた原料粉であるカーボンブラックは2次粒子を形成しているものと考えられる。

[0143] （参考例1）

本参考例1における混合粉末、焼結体およびターゲットの組成の目標は50Fe－50Ptであり、C（炭素）は含有されておらず、金属成分である

FeおよびPtのみからなり、C（炭素）が含有されていた実施例1～3、比較例1とは異なる。

[0144] 平均粒径 $10\mu\text{m}$ のFe粉 178.05g と平均粒径 $1\mu\text{m}$ のPt粉末 621.95g とを、ボールを用いたタンブラーミキサーで15分間混合して、加圧焼結用混合粉末を得た。

[0145] 得られた加圧焼結用混合粉末を、温度： 1300°C 、圧力： 26.2MPa 、時間： 60min 、雰囲気： $5\times 10^{-2}\text{Pa}$ 以下の真空中の条件でホットプレスを行い、焼結体を作製した。

[0146] 作製した焼結体の相対密度を実施例1と同様に測定したところ、 91.10% であった。

[0147] 次に、得られた焼結体を用いて、実施例1～3、比較例1と同様にスパッタリングターゲットを作製し、スパッタリング時に発生するパーティクル数の評価を実施例1～3、比較例1と同様に行った。

[0148] スパッタリング累積継続時間15分、30分、1時間、2時間の各時点でのパーティクル数は、それぞれ23、7、1、8であった。それらの値をプロットしたグラフを他の実施例、比較例および参考例における結果とともに図2、図3に示す。

[0149] 図2、図3からわかるように、本参考例1のターゲットを用いてスパッタリングを行った際に発生するパーティクルの発生数は極めて少なかった。原料粉が金属粉（Fe粉、Pt粉）のみであり、C粉末を用いていないためだと考えられる。

[0150] （実施例4）

本実施例4における混合粉末、焼結体およびターゲットの組成の目標は（ $50\text{Fe}-50\text{Pt}$ ）- $16.71\text{mol}\%\text{C}-6.51\text{mol}\%\text{SiO}_2$ である。即ち、金属成分の組成の目標は $50\text{at}\%\text{Fe}-50\text{at}\%\text{Pt}$ であり、Fe、Pt、C（炭素）、 SiO_2 の組成比の目標は、Feが $38.39\text{mol}\%$ 、Ptが $38.39\text{mol}\%$ 、Cが $16.71\text{mol}\%$ 、 SiO_2 が $6.51\text{mol}\%$ である。なお、C（炭素）および SiO_2 の含有量を mol

%ではなく v o l %で表示すると、本実施例4における混合粉末およびターゲットの組成の目標は (50 F e - 50 P t) - 10 v o l % C - 20 v o l % S i O₂である。

[0151] まず、ガスアトマイズ法で F e P t 合金アトマイズ粉末を作製した。得られた F e P t 合金アトマイズ粉末の平均粒径（メディアン径）は 45 μm であった。

[0152] 得られた F e P t 合金アトマイズ粉末 1020.00 g と、平均粒径 0.7 μm の S i O₂ 粉末 41.42 g とを、ボールミルで混合（462 r p m で 48 時間 → 累積回転回数 1,330,560 回）して、第1の混合粉末を作製した。第1の混合粉末の作製においては、ボールミルで長時間混合しており、第1の混合粉末中の F e P t 合金アトマイズ粉末および S i O₂ 粉末は十分に微細化されていると考えられる。

[0153] 作製した第1の混合粉末 990.00 g に平均粒径 8 μm の非晶質カーボン 20.63 g を添加して、非晶質カーボンの粒径が実質的に小さくならない範囲内でタンブラーミキサーでの弱混合（ボールを用いたタンブラーミキサーでの 15 分間の混合）をして、加圧焼結用混合粉末を得た。なお、用いた非晶質カーボンは実施例1～3で用いたものと同一であり、2次粒子を形成していない。

[0154] 得られた加圧焼結用混合粉末を、温度：1300℃、圧力：26.2 MPa、時間：60 min、雰囲気：5 × 10⁻² Pa 以下の真空中の条件でホットプレスを行い、焼結体を作製した。

[0155] 作製した焼結体の相対密度を実施例1と同様に測定したところ、96.5%であった。

[0156] 得られた焼結体の組織観察を金属顕微鏡で行った。図7に本実施例4の焼結体の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は1000倍、写真中の縮尺目盛りは50 μm）を示す。図7において濃い灰色の円形の部分が非晶質カーボンであり、薄い灰色の部分が F e P t 合金相である。また、円形のC相同士の間に黒色の部位（図7において矢印で示す部位）がわずかにあるが、この

黒色の部位はボイド（空隙）である。平均粒径（メディアン径）が $45\mu\text{m}$ と大きいFePt合金アトマイズ粉末も、ボールミルでの長時間の混合により、十分に微細化されていると考えられる。平均粒径が $8\mu\text{m}$ と大きい非晶質カーボンの周囲を、十分に微細化されたFePt合金アトマイズ粉末は覆いやすいと考えられるが、覆いきれない部位もまれには生じるものと思われる。なお、図7から明らかなように、C相は長径を短径で除した値が2以下の略球形であった。

[0157] 次に、得られた焼結体を用いて、実施例1～3、比較例1、参考例1と同様にスパッタリングターゲットを作製し、スパッタリング時に発生するパーティクル数の評価を実施例1～3、比較例1、参考例1と同様に行った。

[0158] スパッタリング累積継続時間15分、30分、1時間、2時間の各時点でのパーティクル数は、それぞれ351、110、60、38であった。それらの値をプロットしたグラフを他の実施例、比較例および参考例における結果とともに図8、図9に示す。図8、図9の横軸はスパッタリング累積継続時間（h）であり、縦軸がパーティクル数（個）である。図8と図9は縦軸の目盛りの刻みが異なっており、図8は縦軸の目盛りの刻みが大きく、図9は縦軸の目盛りの刻みが小さい。

[0159] （比較例2）

本比較例2における混合粉末、焼結体およびターゲットの組成の目標は（ $50\text{Fe}-50\text{Pt}$ ）-16.71mol% C -6.51mol% SiO_2 であり、実施例4と同様である。ただし、実施例4では、FePt合金アトマイズ粉末と SiO_2 粉末とをまず混合して第1の混合粉末を作製し、次に、作製した第1の混合粉末に非晶質カーボンを添加、混合して加圧焼結用混合粉末を作製していたが、本比較例2では、後述するように、FePt合金アトマイズ粉末とカーボンブラックと SiO_2 粉末とを一度で混合して加圧焼結用混合粉末を作製している点が、大きな相違点となっている。

[0160] 本比較例2でも、実施例4と同様に、まず、ガスアトマイズ法でFePt合金アトマイズ粉末を作製した。得られたFePt合金アトマイズ粉末の平

均粒径（メディアン径）は $45\text{ }\mu\text{m}$ であった。

- [0161] 得られたFePt合金アトマイズ粉末 1020.00 g と、1次粒子の平均粒径が $20\sim 50\text{ nm}$ で2次粒子が形成されているカーボンブラック21.25gと、平均粒径 $0.7\text{ }\mu\text{m}$ の SiO_2 粉末 41.42 g とを、ボールミルで混合（ 462 rpm で48時間→累積回転回数 $1,330,560$ 回）して、加圧焼結用混合粉末を作製した。この加圧焼結用混合粉末の作製においては、ボールミルで長時間混合しており、加圧焼結用混合粉末中のFePt合金アトマイズ粉末も十分に微細化されていると考えられる。
- [0162] 得られた加圧焼結用混合粉末を、温度： 1320°C 、圧力： 26.2 MPa 、時間： 60 min 、雰囲気： $5\times 10^{-2}\text{ Pa}$ 以下の真空中の条件でホットプレスを行い、焼結体を作製した。
- [0163] 作製した焼結体の相対密度を実施例1と同様に測定したところ、 100.08% であった。
- [0164] 得られた焼結体の組織観察を金属顕微鏡で行った。図10に本比較例2の焼結体の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は 1000 倍、写真中の縮尺目盛りは $50\text{ }\mu\text{m}$ ）を示す。図10からわかるように、本比較例2の焼結体の組織は実施例4の焼結体の組織（図7）と比べて非常に緻密化しており、高倍率（撮影時の写真倍率は 1000 倍）の金属顕微鏡写真である図10において、Cの部位が濃い灰色の小さな点として観察されるのみである。ただし、濃い灰色の小さな点の大きさは写真中の縮尺目盛りから見て $1\text{ }\mu\text{m}$ 程度はあると考えられるところ、用いた原料粉であるカーボンブラックの1次粒子の平均粒径は $20\sim 50\text{ nm}$ 程度であり、FePt合金相中に分散しているCは2次粒子を形成しているものと考えられる。
- [0165] また、実施例4では、円形のC相同士の間に存在する黒色の部位（図7において矢印で示す部位）であるボイド（空隙）がわずかに存在するが、本比較例2の焼結体の組織には、そのようなボイド（空隙）は観察されない。
- [0166] 次に、得られた焼結体を用いて、実施例1～4、比較例1、参考例1と同様にスパッタリングターゲットを作製し、スパッタリング時に発生するパー

ティクル数の評価を実施例 1～4、比較例 1、参考例 1 と同様に行った。

[0167] スパッタリング累積継続時間 15 分、30 分、1 時間、2 時間の各時点でのパーティクル数は、それぞれ 17584、14466、13377、14167 であった。それらの値をプロットしたグラフを他の実施例、比較例および参考例における結果とともに図 8 に示す。

[0168] 本比較例 2 のパーティクル発生数は、実施例 4 と比べて極めて多くなっている。

[0169] 図 8 から明らかなように、本比較例 2 のスパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行ったときに発生するパーティクルの数は実施例 4 と比べて非常に多くなっている。本比較例 2 においては、用いたカーボン原料粉は 1 次粒子の平均粒径（メディアン径）が 20～50 nm 程度と極めて小さいカーボンプラックであり、2 次粒子を形成しており、FePt 合金相中においても 2 次粒子を形成していると考えられる。2 次粒子の C は 1 次粒子の C が圧粉された状態であり、2 次粒子の内部の C の 1 次粒子は周囲を FePt 合金に覆われていないため、スパッタリングの最中に塊の状態でターゲットから抜け落ち、パーティクルになると考えられる。このため、本比較例 2 のスパッタリングターゲットを用いてスパッタリングを行ったときに発生するパーティクルの数は実施例 4 と比べて非常に多くなったものと考えられる。

[0170] （比較例 3）

本比較例 3 では、比較例 2 で用いたカーボン原材料をカーボンプラック 21.25 g から非晶質カーボン 21.25 g に替えたこと、および焼結体作製時の温度を 1340℃にしたこと以外は、比較例 2 と同様にして、焼結体およびスパッタリングターゲットを作製した。なお、用いた非晶質カーボンは実施例 1～4 で用いたものと同一であり、2 次粒子を形成していない。

[0171] 作製した焼結体の相対密度を実施例 1 と同様に測定したところ、98.25%であった。

[0172] 得られた焼結体の組織観察を金属顕微鏡で行った。図 11 に本比較例 3 の

焼結体の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は1000倍、写真中の縮尺目盛りは50 μm ）を示す。図11からわかるように、本比較例3の焼結体の組織は比較例2の焼結体と同様に実施例4の焼結体の組織（図7）と比べて非常に緻密化しており、高倍率（撮影時の写真倍率は1000倍）の金属顕微鏡写真である図11において、Cの部位が濃い灰色の小さな点として観察されるのみである。また、実施例4では、円形のC相同士の間に存在する黒色の部位（図7において矢印で示す部位）であるボイド（空隙）がわずかに存在するが、本比較例3の焼結体の組織には、そのようなボイド（空隙）は観察されない。

[0173] また、本比較例3の焼結体の組織（図11）は、比較例2の焼結体の組織（図10）と同様であり、カーボン原材料として1次粒子の平均粒径（メディアン径）20～50 nmのカーボンブラックを用いても、平均粒径8 μm の非晶質カーボンを用いても、得られる焼結体の組織は同様であることがわかった。平均粒径8 μm の非晶質カーボンを用いても、FePt合金アトマイズ粉末およびSiO₂粉末とボールミルで長時間混合されて、十分に粉碎されるためだと考えられる。

[0174] 次に、得られた焼結体を用いて、実施例1～4、比較例1、2、参考例1と同様にスパッタリングターゲットを作製し、スパッタリング時に発生するパーティクル数の評価を実施例1～4、比較例1、2、参考例1と同様に行った。

[0175] スパッタリング累積継続時間15分、30分、1時間、2時間の各時点でのパーティクル数は、それぞれ14266、14562、13681、13404であった。それらの値をプロットしたグラフを他の実施例、比較例および参考例における結果とともに図8に示す。

[0176] 図8から明らかなように、非晶質カーボンについてはその粒径が実質的に小さくならない範囲内で混合しただけの実施例4と比べて、カーボン原材料をボールミルで十分に混合した本比較例3は、スパッタリング時のパーティクルの発生数が非常に多くなっていることがわかった。スパッタリング時の

パーティクルの発生数の少ない実施例4と同様のカーボン原材料（平均粒径 $8\text{ }\mu\text{m}$ の非晶質カーボン）を用いても、ボールミルで十分に混合してしまうと粉砕されてしまい、平均粒径がもともと小さいカーボンブラック（1次粒子の平均粒径（メディアン径）が $20\sim 50\text{ nm}$ 程度）と同程度の平均粒径になってしまい、2次粒子を形成してしまうため、スパッタリング時のパーティクルの発生数が多くなってしまふと考えられる。

[0177] （参考例2）

本参考例2における混合粉末、焼結体およびターゲットの組成の目標は（ $50\text{ Fe}-50\text{ Pt}$ ）- $8.99\text{ mol}\%\text{ SiO}_2$ である。即ち、金属成分の組成の目標は $50\text{ at}\%\text{ Fe}-50\text{ at}\%\text{ Pt}$ であり、この点は実施例4、比較例2、3と同様であるが、Cが含まれておらず、金属以外の成分としては SiO_2 しか含まれていない。なお、 SiO_2 の含有量を $\text{mol}\%$ ではなく $\text{vol}\%$ で表示すると、本参考例2における混合粉末およびターゲットの組成の目標は（ $50\text{ Fe}-50\text{ Pt}$ ）- $25\text{ vol}\%\text{ SiO}_2$ である。

[0178] まず、ガスアトマイズ法で FePt 合金アトマイズ粉末を作製した。得られた FePt 合金アトマイズ粉末の平均粒径（メディアン径）は $45\text{ }\mu\text{m}$ であった。

[0179] 得られた FePt 合金アトマイズ粉末 1170.00 g と、平均粒径 $0.7\text{ }\mu\text{m}$ の SiO_2 粉末 55.36 g とを、ボールミルで混合（ 462 rpm で36時間→累積回転回数 $997,920$ 回）して、加圧焼結用混合粉末を作製した。加圧焼結用混合粉末の作製においては、ボールミルで長時間混合しており、加圧焼結用混合粉末中の FePt 合金アトマイズ粉末および SiO_2 粉末は十分に微細化されていると考えられる。

[0180] 得られた加圧焼結用混合粉末を、温度： 1000°C 、圧力： 26.2 MPa 、時間： 60 min 、雰囲気： $5\times 10^{-2}\text{ Pa}$ 以下の真空中の条件でホットプレスを行い、焼結体を作製した。

[0181] 作製した焼結体の相対密度を実施例1と同様に測定したところ、 98.44% であった。

[0182] 得られた焼結体の組織観察を金属顕微鏡で行った。図12に本参考例2の焼結体の金属顕微鏡写真（撮影時の写真倍率は1000倍、写真中の縮尺目盛りは50 μ m）を示す。図12からわかるように、本参考例2の焼結体の組織は実施例4の焼結体の組織（図7）と比べて非常に緻密化しており、高倍率（撮影時の写真倍率は1000倍）の金属顕微鏡写真である図12において、SiO₂の部位が濃い灰色の小さな点として観察されるのみである。また、実施例4では、円形のC相同士の間に存在する黒色の部位（図7において矢印で示す部位）であるボイド（空隙）がわずかに存在するが、本参考例2の焼結体の組織には、そのようなボイド（空隙）は観察されない。

[0183] 次に、得られた焼結体を用いて、実施例1～4、比較例1～3、参考例1と同様にスパッタリングターゲットを作製し、スパッタリング時に発生するパーティクル数の評価を実施例1～4、比較例1～3、参考例1と同様に行った。

[0184] スパッタリング累積継続時間15分、30分、1時間、2時間の各時点でのパーティクル数は、それぞれ48、51、27、35であった。それらの値をプロットしたグラフを他の実施例、比較例および参考例における結果とともに図8、図9に示す。

[0185] 図8、図9から明らかなように、Cを含有せず、金属成分以外としてはSiO₂のみを含む本参考例2は、スパッタリング時のパーティクルの発生数が非常に少ないことがわかった。これは、SiO₂はCと比べて金属との固着力が大きいこと、および、SiO₂における原子の結合はCにおける原子の結合よりも強固であることに起因すると考えられる。

[0186] （考察）

実施例1～4、比較例1～3、参考例1、2についての主要なデータを次の表1にまとめて示す。

[0187]

[表1]

	ターゲットの組成	原料粉	混合回数	混合方法	焼結温度(°C)	相対密度(%)	2時間経過時 パーティクル数
実施例1	(50Fe-50Pt)-39.50at%C	Feアトマイズ粉 (20 μ m篩) Pt粉(1 μ m) C粉(8 μ m)	1回	タンブラー弱混合	1300	92.26	814
実施例2	(50Fe-50Pt)-39.50at%C	Fe粉(10 μ m) Pt粉(1 μ m) C粉(8 μ m)	1回	タンブラー弱混合	1300	91.69	636
実施例3	(50Fe-50Pt)-39.50at%C	Fe粉(10 μ m) Pt粉(1 μ m) C粉(8 μ m)	1回	タンブラー弱混合 ボールミル (累積回転回数 9,000 回)	1100	92.10	113
比較例1	(50Fe-50Pt)-39.50at%C	FePtアトマイズ粉 (45 μ m) C粉 (20~50nm)	1回	ボールミル (累積回転回数 665,280 回)	1460	96.12	4807
参考例1	50Fe-50Pt	Fe粉(10 μ m) Pt粉(1 μ m)	1回	タンブラー弱混合	1300	91.10	8
実施例4	(50Fe-50Pt) -16.71mol%C-6.51mol%SiO ₂	FePtアトマイズ粉 (45 μ m) C粉(8 μ m) SiO ₂ (0.7 μ m)	2回	1回目:ボールミル (累積回転回数 1,330,560 回) 2回目:タンブラー弱混合	1300	96.55	38
比較例2	(50Fe-50Pt) -16.71mol%C-6.51mol%SiO ₂	FePtアトマイズ粉 (45 μ m) C粉 (20~50nm) SiO ₂ (0.7 μ m)	1回	ボールミル (累積回転回数 1,330,560 回)	1320	100.08	14167
比較例3	(50Fe-50Pt) -16.71mol%C-6.51mol%SiO ₂	FePtアトマイズ粉 (45 μ m) C粉(8 μ m) SiO ₂ (0.7 μ m)	1回	ボールミル (累積回転回数 1,330,560 回)	1340	98.25	13404
参考例2	(50Fe-50Pt)-8.99mol%SiO ₂	FePtアトマイズ粉 (45 μ m) SiO ₂ (0.7 μ m)	1回	ボールミル (累積回転回数 997,920 回)	1000	98.44	35

[0188] 実施例1～3、比較例1、参考例1は、金属酸化物(SiO₂)が含まれていない場合で、実施例4、比較例2、3、参考例2は、金属酸化物(SiO₂)が含まれている場合である。

[0189] 実施例1～3は、ターゲットの組成が60.50(50Fe-50Pt)-39.50Cであり、かつ、FePt合金相中に分散している1次粒子のCが2次粒子を構成しておらず、1次粒子のC同士がお互いに接触していない構造を有するため、本発明の範囲内に含まれる。

[0190] 一方、比較例1は、実施例1～3と同様にターゲットの組成が60.50(50Fe-50Pt)-39.50Cであるが、FePt合金相中に分散している1次粒子が2次粒子を構成しており、1次粒子のC同士がお互いに接触しているため、本発明の範囲内に含まれない。

[0191] 表 1 および図 2、図 3 からわかるように、本発明の範囲内に含まれる実施例 1～3 は、スパッタリング累積継続時間 2 時間の時点でのパーティクル発生数が 1 1 3～8 1 4 と少なく、本発明の範囲内に含まれない比較例 1 の同時点でのパーティクル発生数 4 8 0 7 と比べて $1/40 \sim 1/6$ 程度である。

[0192] 本発明の範囲内に含まれる実施例 1～3 は、FePt 合金相中に分散している 1 次粒子の C が 2 次粒子を構成しておらず、1 次粒子の C 同士が互いに接触していない構造を有するため、FePt 合金相中に分散している 1 次粒子の C は周囲のほとんどが FePt 合金に覆われていると考えられ、スパッタリングの最中に 1 次粒子の C が FePt 合金相から抜け落ちにくくパーティクルが発生しにくくなっていると考えられる。

[0193] 一方、本発明の範囲内に含まれない比較例 1 においては、用いたカーボン原料粉は 1 次粒子の平均粒径（メディアン径）が 20～50 nm 程度と極めて小さいカーボンブラックであり、2 次粒子を形成しており、FePt 合金相中においても 2 次粒子を形成していると考えられる。2 次粒子の C は 1 次粒子の C が圧粉された状態であり、2 次粒子の内部の C の 1 次粒子は周囲を FePt 合金で覆われにくくなっているため、スパッタリングの最中に塊の状態ターゲットから抜け落ちやすく、パーティクルになりやすいと考えられる。

[0194] 金属酸化物（SiO₂）が含まれている実施例 4 は、ターゲットの組成が 76.78 mol%（50 Fe—50 Pt）—16.71 mol% C—6.51 mol% SiO₂ であり、かつ、FePt 合金相中に分散している 1 次粒子の C が 2 次粒子を構成しておらず、1 次粒子の C 同士が互いに接触していない構造を有するため、本発明の範囲内に含まれる。なお、実施例 4 では、平均粒径が 45 μm と大きい FePt 合金アトマイズ粉末を用いているが、SiO₂ 添加後のボールミルでの 1 段階目の長時間の混合（C 粉添加前の混合）により、FePt 合金アトマイズ粉末は十分に微細化されていると考えられ、C 粉添加後の弱混合で、1 次粒子の C の周囲を FePt 合金アトマイズ

粉末が十分に覆っているものと考えられる。このため、得られたターゲット中では、1次粒子のC同士はお互いに接触せずにFePt合金相中に分散していると考えられ、実施例4では、スパッタリング累積継続時間2時間の時点でのパーティクル発生数が38と極めて少なくなったものと考えられる。

[0195] 一方、金属酸化物(SiO_2)が含まれている比較例2、3は、実施例4と同様にターゲットの組成が76.78mol%(50Fe-50Pt)-16.71mol%C-6.51mol% SiO_2 であるが、FePt合金相中に分散している1次粒子が2次粒子を構成して1次粒子のC同士が接触しており、本発明の範囲内に含まれない。なお、比較例3では、実施例4と同様にカーボン原料粉として平均粒径8 μm の非晶質カーボンを用いているが、ボールミルで十分にFePtアトマイズ粉および SiO_2 粉と混合しているため粉砕されてしまい、平均粒径がもともと小さいカーボンブラック(1次粒子の平均粒径(メディアン径)が20~50nm程度)と同程度の平均粒径になってしまい、2次粒子を形成してしまうため、1次粒子のCの周囲をFePt合金アトマイズ粉末が十分に覆うことができず、得られたターゲット中では1次粒子のC同士が接触していると考えられる。このため、スパッタリング時のパーティクルの発生数が多くなってしまったものと考えられる。

[0196] Cを含有せず、金属成分以外としては SiO_2 のみを含む参考例2は、スパッタリング時のパーティクルの発生数が非常に少ないことがわかった。これは、 SiO_2 はCと比べて金属との固着力が大きいこと、および、 SiO_2 における原子の結合はCにおける原子の結合よりも強固であることに起因すると考えられる。

産業上の利用可能性

[0197] 本発明に係るターゲットは、FePt-C系スパッタリングターゲットとして好適に用いることができる。また、本発明に係る製造方法は、FePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法として好適に用いることができる。

請求の範囲

- [請求項1] F e、P t およびCを含有するF e P t -C系スパッタリングターゲットであって、
- P t を33 a t %以上60 a t %以下含有して残部がF eおよび不可避免的不純物からなるF e P t 系合金相中に、不可避免的不純物を含む1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ことを特徴とするF e P t -C系スパッタリングターゲット。
- [請求項2] F e、P t およびCを含有し、さらにF e、P t 以外の1種以上の金属元素を含有するF e P t -C系スパッタリングターゲットであって、
- P t を33 a t %以上60 a t %未満、F e、P t 以外の前記1種以上の金属元素を0 a t %よりも多く20 a t %以下含有し、かつ、P t と前記1種以上の金属元素の合計が60 a t %以下であり、残部がF eおよび不可避免的不純物からなるF e P t 系合金相中に、不可避免的不純物を含む1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ことを特徴とするF e P t -C系スパッタリングターゲット。
- [請求項3] F e、P t 以外の前記1種以上の金属元素は、C u、A g、M n、N i、C o、P d、C r、V、Bのうちの1種以上であることを特徴とする請求項2に記載のF e P t -C系スパッタリングターゲット。
- [請求項4] 前記1次粒子の平均粒径は、1 μ m以上30 μ m以下であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載のF e P t -C系スパッタリングターゲット。
- [請求項5] 前記Cの結晶構造は、非晶質構造もしくはダイヤモンド構造であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載のF e P t -C系スパッタリングターゲット。
- [請求項6] 前記Cのターゲット全体に対する体積分率が5 v o l %以上60 v o l %以下であることを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載の

F e P t - C系スパッタリングターゲット。

[請求項7] 前記Cの全表面積のうち前記F e P t系合金相に覆われている表面積は前記Cの全表面積の80%以上であることを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載のF e P t - C系スパッタリングターゲット。

[請求項8] 前記F e P t系合金相中にさらに酸化物相が分散していることを特徴とする請求項1～7のいずれかに記載のF e P t - C系スパッタリングターゲット。

[請求項9] 前記Cのターゲット全体に対する体積分率が5 vol %以上60 vol %未満であり、前記酸化物相のターゲット全体に対する体積分率が3 vol %以上55 vol %未満であり、かつ、前記Cと前記酸化物相との合計のターゲット全体に対する体積分率が8 vol %以上60 vol %以下であることを特徴とする請求項8に記載のF e P t - C系スパッタリングターゲット。

[請求項10] 前記酸化物相は、S i O₂、T i O₂、T i₂O₃、T a₂O₅、C r₂O₃、C o O、C o₃O₄、B₂O₃、F e₂O₃、C u O、C u₂O、Y₂O₃、M g O、A l₂O₃、Z r O₂、N b₂O₅、M o O₃、C e O₂、S m₂O₃、G d₂O₃、W O₂、W O₃、H f O₂、N i O₂のうちの少なくとも1種を含んでなることを特徴とする請求項8または9に記載のF e P t - C系スパッタリングターゲット。

[請求項11] 前記Cは、長径を短径で除した値が2以下の略球形であることを特徴とする請求項1～10のいずれかに記載のF e P t - C系スパッタリングターゲット。

[請求項12] 相対密度が90%以上であることを特徴とする請求項1～11のいずれかに記載のF e P t - C系スパッタリングターゲット。

[請求項13] P tを33 at %以上60 at %以下含有して残部がF eおよび不可避免的不純物からなる平均粒径20 μm以下のF e P t系合金粉末に、不可避免的不純物を含む1次粒子からなり2次粒子を構成していないC粉末を添加して、該C粉末の1次粒子径が実質的に小さくならない

範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする FePt-C 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項14] 不可避的不純物を含み平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以下の Pt 粉末と、不可避的不純物を含み平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以下の Fe 粉末を、Pt と Fe の合計に対する Pt の含有割合が 33 at % 以上 60 at % 以下となるように秤量し、秤量した前記 Pt 粉末、秤量した前記 Fe 粉末、および不可避的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を、前記 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする FePt-C 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項15] Pt を 33 at % 以上 60 at % 未満、Fe、Pt 以外の 1 種以上の金属元素を 0 at % よりも多く 20 at % 以下含有し、かつ、Pt と前記 1 種以上の金属元素の合計が 60 at % 以下であり、残部が Fe および不可避的不純物からなる平均粒径 $20\ \mu\text{m}$ 以下の FePt 系合金粉末に、不可避的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を添加して該 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする FePt-C 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項16] Pt、Fe および不可避的不純物からなる平均粒径 $20\ \mu\text{m}$ 以下の FePt 系合金粉末と、不可避的不純物を含み Fe、Pt 以外の 1 種以上の金属元素からなる平均粒径 $20\ \mu\text{m}$ 以下の金属粉末を、前記 Pt、前記 Fe、前記 1 種以上の金属元素の総合計に対する前記 Pt の割合が 33 at % 以上 60 at % 未満、前記総合計に対する前記 1 種以上の金属元素の割合が 0 at % よりも多く 20 at % 以下、前記総合計に対する前記 Pt と前記 1 種以上の金属元素の合計の割合が 60

a t %以下となるように秤量し、秤量した前記 F e P t 系合金粉末、秤量した前記 1 種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避免的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を、前記 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項17] 不可避免的不純物を含み平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以下の P t 粉末と、不可避免的不純物を含み平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以下の F e 粉末と、不可避免的不純物を含み平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以下の F e、P t 以外の 1 種以上の金属元素からなる金属粉末を、前記 P t、前記 F e、前記 1 種以上の金属元素の総合計に対する P t の割合が 33 a t % 以上 60 a t % 未満、前記総合計に対する前記 1 種以上の金属元素の割合が 0 a t % よりも多く 20 a t % 以下、前記総合計に対する P t と前記 1 種以上の金属元素の合計の割合が 60 a t % 以下となるように秤量し、秤量した前記 P t 粉末、秤量した前記 F e 粉末、秤量した前記 1 種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避免的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を、前記 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項18] 前記 C 粉末の前記加圧焼結用混合粉末全体に対する体積分率が 5 v o l % 以上 60 v o l % 以下であることを特徴とする請求項 13～17 のいずれかに記載の F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項19] P t を 33 a t % 以上 60 a t % 以下含有して残部が F e および不可避免的不純物からなる F e P t 系合金粉末に、不可避免的不純物を含む

酸化物粉末を添加してメカニカルアロイが生じる程度まで混合して第 1 の混合粉末を作製し、作製した該第 1 の混合粉末に不可避的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を添加して、該 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項20] 不可避的不純物を含む P t 粉末と、不可避的不純物を含む F e 粉末を、P t と F e の合計に対する P t の含有割合が 33 a t % 以上 60 a t % 以下となるように秤量し、秤量した前記 P t 粉末、秤量した前記 F e 粉末、および不可避的不純物を含む酸化物粉末を混ぜ合わせ、メカニカルアロイが生じる程度まで混合して第 1 の混合粉末を作製し、作製した該第 1 の混合粉末に不可避的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を添加して、該 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする F e P t - C 系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項21] P t を 33 a t % 以上 60 a t % 未満、F e、P t 以外の 1 種以上の金属元素を 0 a t % よりも多く 20 a t % 以下含有し、かつ、P t と前記 1 種以上の金属元素の合計が 60 a t % 以下であり、残部が F e および不可避的不純物からなる F e P t 系合金粉末に、不可避的不純物を含む酸化物粉末を添加してメカニカルアロイが生じる程度まで混合して第 1 の混合粉末を作製し、作製した該第 1 の混合粉末に不可避的不純物を含む 1 次粒子からなり 2 次粒子を構成していない C 粉末を添加して、該 C 粉末の 1 次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とする F e P t - C

系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項22]

P t、F e および不可避的不純物からなるF e P t 系合金粉末と、不可避的不純物を含みF e、P t 以外の1種以上の金属元素からなる金属粉末を、前記P t、前記F e、前記1種以上の金属元素の総合計に対する前記P tの割合が33 a t %以上60 a t %未満、前記総合計に対する前記1種以上の金属元素の割合が0 a t %よりも多く20 a t %以下、前記総合計に対する前記P tと前記1種以上の金属元素の合計の割合が60 a t %以下となるように秤量し、秤量した前記F e P t 系合金粉末、秤量した前記1種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避的不純物を含む酸化物粉末を混ぜ合わせ、メカニカルアロイが生じる程度まで混合して第1の混合粉末を作製し、作製した該第1の混合粉末に不可避的不純物を含む1次粒子からなり2次粒子を構成していないC粉末を添加して、該C粉末の1次粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とするF e P t -C系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項23]

不可避的不純物を含むP t 粉末、不可避的不純物を含むF e 粉末、不可避的不純物を含みF e、P t 以外の1種以上の金属元素からなる金属粉末を、前記P t、前記F e、前記1種以上の金属元素の総合計に対する前記P tの割合が33 a t %以上60 a t %未満、前記総合計に対する前記1種以上の金属元素の割合が0 a t %よりも多く20 a t %以下、前記総合計に対する前記P tと前記1種以上の金属元素の合計の割合が60 a t %以下となるように秤量し、秤量した前記P t 粉末、秤量した前記F e 粉末、秤量した前記1種以上の金属元素からなる金属粉末、および不可避的不純物を含む酸化物粉末を混ぜ合わせ、メカニカルアロイが生じる程度まで混合して第1の混合粉末を作製し、作製した該第1の混合粉末に不可避的不純物を含む1次粒子からなり2次粒子を構成していないC粉末を添加して、該C粉末の1次

粒子径が実質的に小さくならない範囲内で混合し、加圧焼結用混合粉末を作製した後、作製した該加圧焼結用混合粉末を加圧下で加熱して成形することを特徴とするFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項24] 前記C粉末の前記加圧焼結用混合粉末全体に対する体積分率が5 vol %以上60 vol %未満であり、前記酸化物粉末の前記加圧焼結用混合粉末全体に対する体積分率が3 vol %以上55 vol %未満であり、かつ、前記C粉末と前記酸化物粉末との合計の前記加圧焼結用混合粉末全体に対する体積分率が8 vol %以上60 vol %以下であることを特徴とする請求項19～23のいずれかに記載のFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項25] Fe、Pt以外の前記1種以上の金属元素は、Cu、Ag、Mn、Ni、Co、Pd、Cr、V、Bのうちの1種以上であることを特徴とする請求項15、16、17、21、22、23のいずれかに記載のFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項26] 前記酸化物粉末は、SiO₂、TiO₂、Ti₂O₃、Ta₂O₅、Cr₂O₃、CoO、Co₃O₄、B₂O₃、Fe₂O₃、CuO、Cu₂O、Y₂O₃、MgO、Al₂O₃、ZrO₂、Nb₂O₅、MoO₃、CeO₂、Sm₂O₃、Gd₂O₃、WO₂、WO₃、HfO₂、NiO₂のうちの少なくとも1種を含んでなることを特徴とする請求項19～24のいずれかに記載のFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項27] 前記C粉末の1次粒子の平均粒径は、1 μm以上30 μm以下であることを特徴とする請求項13～26のいずれかに記載のFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項28] 前記C粉末の結晶構造は、非晶質構造もしくはダイヤモンド構造であることを特徴とする請求項13～27のいずれかに記載のFePt-C系スパッタリングターゲットの製造方法。