

明 細 書

発明の名称：

F e - P t 系焼結体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、熱アシスト磁気記録メディアにおける磁性薄膜の製造に用いられる F e - P t 系焼結体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] 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、磁気記録媒体中の磁性薄膜の材料として、強磁性金属である C o、F e あるいは N i 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磁性薄膜では、C o を主成分とする C o - C r 系や C o - C r - P t 系の強磁性合金が用いられてきた。また、近年実用化された垂直磁気記録方式を採用するハードディスクの磁性薄膜には、C o を主成分とする C o - C r - P t 系の強磁性合金と非磁性の無機物粒子からなる複合材料が多く用いられている。そして上記の磁性薄膜は生産性の高さから、上記材料を成分とするスパッタリングターゲットを D C マグネトロンスパッタ装置でスパッタして作製されることが多い。

[0003] ハードディスクの記録密度は年々急速に増大しており、現状の $600 \text{ G b i t} / \text{i n}^2$ の面密度から、将来は $1 \text{ T b i t} / \text{i n}^2$ に達すると考えられている。 $1 \text{ T b i t} / \text{i n}^2$ に記録密度が達すると記録 b i t のサイズが 10 n m を下回るようになり、その場合、熱揺らぎによる超常磁性化が問題となってくると予想され、現在使用されている磁気記録媒体の材料、例えば C o - C r 基合金に P t を添加して結晶磁気異方性を高めた材料では十分ではないことが予想される。 10 n m 以下のサイズで安定的に強磁性として振る舞う磁性粒子は、より高い結晶磁気異方性を持っている必要があるからである。

[0004] 上記の理由から、L 1₀ 構造を持つ F e P t 相が超高密度記録媒体用材料と

して注目されている。FePt相は高い結晶磁気異方性ととも、耐食性、耐酸化性に優れているため、磁気記録媒体としての応用に適した材料と期待されているものである。そして、FePt相を超高密度記録媒体用材料として使用する場合は、規則化したFePt磁性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そろえて分散させるという技術の開発が求められている。

[0005] このようなことから、L1₀構造を有するFePt磁性粒子を酸化物や炭素といった非磁性材料で孤立させたグラニューラー構造磁性薄膜が、熱アシスト磁気記録方式を採用した次世代ハードディスクの磁気記録媒体用として、提案されている。このグラニューラー構造磁性薄膜は、磁性粒子同士が非磁性物質の介在により磁氣的に絶縁される構造となっている。一般的に、Fe-Pt相を有するグラニューラー構造磁性薄膜はFe-Pt系の焼結体スパッタリングターゲットを用いて成膜される。

[0006] Fe-Pt系の磁性材焼結体スパッタリングターゲットについて、本発明者らは以前Fe-Pt合金などの磁性相と、それを分離している非磁性相から構成されており、非磁性相の材料の一つとして金属酸化物を利用した強磁性材スパッタリングターゲットに関する技術を開示した（特許文献1）。

その他にも、特許文献2には、FePt合金相中にC層が分散した組織を有した焼結体からな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おり、特許文献3には、SiO₂相とFePt合金相と相互拡散相とからな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。また、特許文献4には、Pt、SiO₂、Sn、残余がFeからなるFe-Pt系強磁性材スパッタリングターゲットが開示されており、特許文献5には、X線回折におけるバックグラウンド強度に対する石英の（011）面のピーク強度比が1.40以上である磁気記録膜用スパッタリングターゲットが開示されている。

[0007] 前記非磁性材料としての六方晶系BN（ボロンと窒素の化合物）は、潤滑剤として優れた性能を発揮するものの、粉末冶金の原料に用いる場合には、

焼結性が悪いために、高密度の焼結体を製造することが難しい。そして、このような焼結体の密度が低い場合には、焼結体をターゲットに加工する際に割れやチッピングなどの不良を起こし、歩留まりを低下させるといった問題がある。また、密度が低いとターゲット中に多数の空孔が発生し、この空孔が異常放電の原因となって、スパッタリング中にパーティクル（基板上に付着するゴミ）が発生し、製品歩留まりを低下させるという問題があった。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：国際公開第WO 2012/029498号

特許文献2：特開2012-102387号公報

特許文献3：特開2011-208167号公報

特許文献4：国際公開第WO 2012/086578号

特許文献5：特許第5009447号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明は、熱アシスト磁気記録メディアの磁性薄膜の作製を可能にする、非磁性材料として六方晶系BNを用いたFe-Pt系焼結体を提供することであって、スパッタリング時に発生するパーティクル量を低減した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。

課題を解決するための手段

[0010] 上記課題を解決するために、本発明者らは鋭意研究を行った結果、非磁性材料である六方晶系BNは二次元の結晶構造を有しているため、焼結体中において、この六方晶系BNの結晶の向きがランダムになっていると、電気伝導に影響を及ぼし、異常放電が発生させるなど、スパッタリングを不安定にする原因となることを見出した。

[0011] このような知見に基づき、本発明は、

1) BNを含有するFe-Pt系焼結体スパッタリングターゲットであっ

て、スパッタ面に対して水平面における六方晶BN（002）面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対して垂直断面における六方晶BN（002）面のX線回折ピーク強度の強度比が2以上であることを特徴とする焼結体スパッタリングターゲット、

2) スパッタ面に対して垂直断面における六方晶BN相の平均厚みが30 μm 以下であることを特徴とする上記1)記載の焼結体スパッタリングターゲット、

3) Pt含有量が5mol%以上60mol%以下であることを特徴とする上記1)又は2)記載の焼結体スパッタリングターゲット

4) BN含有量が1mol%以上60mol%以下であることを特徴とする上記1)～3)のいずれかに記載の焼結体スパッタリングターゲット、

5) 添加元素として、C、Ru、Ag、Au、Cuからなる群から選択した一種以上の元素を0.5mol%以上40.0mol%以下含有することを特徴とする上記1)～4)のいずれかに記載の焼結体スパッタリングターゲット、

6) 添加材として、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物からなる群から選択した一種以上の無機物材料を含有することを特徴とする上記1)～5)のいずれかに記載の焼結体スパッタリングターゲット、

7) 上記1)～6)のいずれかに記載のスパッタリングターゲットにおいて、薄片状あるいは板状の原料粉末を混合し、これを成形した後、この成形体を一軸加圧焼結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、を提供する。

発明の効果

[0012] 本発明の非磁性材料としてBNを用いたFe-Pt系焼結体は、六方晶BNの配向性を改善することにより、スパッタリング中の異常放電を抑制することができ、発生するパーティクル量を低減できるという優れた効果を有する。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]実施例1のターゲット（スパッタ面に対して水平面とスパッタ面に対して垂直断面）の顕微鏡写真である。

[図2]実施例2のターゲット（スパッタ面に対して水平面とスパッタ面に対して垂直断面）の顕微鏡写真である。

[図3]実施例3のターゲット（スパッタ面に対して水平面とスパッタ面に対して垂直断面）の顕微鏡写真である。

[図4]比較例1のターゲット（スパッタ面に対して水平面とスパッタ面に対して垂直断面）の顕微鏡写真である。

[図5]実施例1のターゲット（スパッタ面に対して水平面）のX線回折プロフィールである（最上段）。

[図6]実施例1のターゲット（スパッタ面に対して垂直断面）のX線回折プロフィールである（最上段）。

[図7]実施例2のターゲット（スパッタ面に対して水平面）のX線回折プロフィールである（最上段）。

[図8]実施例2のターゲット（スパッタ面に対して垂直断面）のX線回折プロフィールである（最上段）。

[図9]実施例3のターゲット（スパッタ面に対して水平面）のX線回折プロフィールである（最上段）。

[図10]実施例3のターゲット（スパッタ面に対して垂直断面）のX線回折プロフィールである（最上段）。

[図11]比較例1のターゲット（スパッタ面に対して水平面）のX線回折プロフィールである（最上段）。

[図12]比較例1のターゲット（スパッタ面に対して垂直断面）のX線回折プロフィールである（最上段）。

発明を実施するための形態

[0014] 非磁性材料である六方晶系BNは、二次元の結晶構造を有しているため、ターゲットにおいて、この六方晶系BNの結晶の向きがランダムになっていると、電気伝導に影響を及ぼし、スパッタリングが不安定になることがある

。したがって、この六方晶系BNの結晶の向きを一方向に揃えることにより、安定的なスパッタリングを可能にすることができる。

[0015] すなわち、本発明のFe-Pt系焼結体スパッタリングターゲットは、非磁性材料として六方晶BNを含有し、スパッタ面に対して水平面における六方晶BN(002)面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対して垂直断面における六方晶BN(002)面のX線回折ピーク強度の強度比を2以上とする。

[0016] また、本発明のFe-Pt系焼結体スパッタリングターゲットにおいて、六方晶BN相が薄片状又は板状であることが好ましく、より好ましくは、スパッタ面に対して垂直断面における六方晶BN相の平均厚みが30μm以下である。これにより、六方晶BNに起因する電気伝導の影響を低減することができ、安定的なスパッタリングを実施することが可能となる。

[0017] 本発明は、Pt含有量を5mol%以上60mol%以下とするのが好ましい。Pt含有量を5mol%以上60mol%以下とすることで、良好な磁気特性が得られる。また、六方晶BNの含有量を1mol%以上60mol%以下とするのが好ましい。非磁性材料としてのBN含有量を1mol%以上60mol%以下とすることで、磁気的な絶縁を向上させることができる。

なお、本発明のFe-Pt系焼結体スパッタリングターゲットにおいて、Ptや六方晶BN、後述する添加元素や添加材を除き、残部はFeである。

[0018] また、本発明は、添加元素として、C、Ru、Ag、Au、Cuからなる群から選択した一種以上の元素を総量で0.5mol%以上40.0mol%以下添加することが好ましい。また、添加材として、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物からなる群から選択した一種以上の無機物材料を添加することが好ましい。これらの添加元素や添加材は、スパッタ後の膜の磁気特性を向上させるために有効な成分である。

[0019] 本発明のFe-Pt系磁性材焼結体は、例えば、次の方法で作製することができる。

まず、各原料粉末（F e 粉末、P t 粉末、B N 粉末）を用意する。また、原料粉末として、合金粉末（F e - P t 粉）を用いてもよい。P t を含む合金粉末はその組成にもよるが、原料粉末中の酸素量を少なくするために有効である。さらに、必要に応じて、上記に掲げた添加成分である各原料粉末を用意する。

[0020] 次に、金属粉末（F e 粉末、P t 粉末）あるいは合金粉末（F e - P t 合金粉末）をボールミルや媒体攪拌ミルなどを用いて粉砕する。通常、このような金属の原料粉末は、球状、塊状、その他不定形のものが使用されるが、六方晶B Nは板状あるいは薄片状をしているため、これらを混合して焼結すると、焼結体における六方晶B Nの向きを揃えることは困難となる。そのため、金属の原料粉末を粉砕によって板状あるいは薄片状とすることにより、金属原料と六方晶B Nとを相互に積み重なるような構造とすることができ、六方晶B Nの配向を揃えることが可能となる。

[0021] このように粉砕処理して得られた金属粉末あるいは合金粉末と六方晶B N粉末とを乳鉢、媒体攪拌ミル、篩などを用いて混合する。添加成分や添加材については、金属の原料粉末と一緒に投入したり、六方晶B N粉末と一緒に投入したり、あるいは、金属の原料粉末と六方晶B N粉末とを混合した段階で投入することができる。

その後、この混合粉末をホットプレスで成型・焼結する。ホットプレス以外にも、プラズマ放電焼結法、熱間静水圧焼結法を使用することもできる。焼結時の保持温度は、スパッタリングターゲットの組成にもよるが、多くの場合、800°C～1400°Cの温度範囲とする。

[0022] 次に、ホットプレスから取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施す。熱間等方加圧加工は焼結体の密度向上に有効である。熱間等方加圧加工時の保持温度は焼結体の組成にもよるが、多くの場合、800°C～1200°Cの温度範囲である。また加圧力は100MPa以上に設定する。そして、このようにして得られた焼結体を旋盤で所望の形状に加工することにより、スパッタリングターゲットを作製できる。

以上により、六方晶BNを含有し、スパッタ面に対して水平面における六方晶BN(002)面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対して垂直断面における六方晶BN(002)面のX線回折ピーク強度の強度比が2以上であることを特徴とするF_{ee}-Pt系焼結体スパッタリングターゲットを作製することができる。

結晶配向性の評価については、X線回折装置を用いて、スパッタリングターゲット用焼結体のスパッタ面に対して水平面とスパッタ面に対して垂直断面のX線回折強度を次の測定条件で測定した。装置：株式会社リガク社製(Ultima IV protectus)、管球：Cu、管電圧：40kV、管電流：30mA、走査範囲(2 θ)：10°～90°、測定ステップ(2 θ)：0.01°、スキップステップ(2 θ)：毎分1°、スキップモード2 θ / θ 。なお、六方晶BN(002)面の回折ピークは(2 θ)：26.75°付近に現れる。

実施例

[0023] 以下、実施例および比較例に基づいて説明する。なお、本実施例はあくまで一例であり、この例によって何ら制限されるものではない。すなわち、本発明は特許請求の範囲によってのみ制限されるものであり、本発明に含まれる実施例以外の種々の変形を包含するものである。

[0024] (実施例1)

原料粉として、F_{ee}-Pt合金粉末、六方晶BN粉末(薄片状)を用意し、これらの粉末を70(50F_{ee}-50Pt)-30BN(mol%)となるように秤量した。

次に、F_{ee}-Pt合金粉末を粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転数300rpmで処理した。処理後の媒体攪拌ミルの合金粉末の平均粒子径は10 μ mであった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末とBN粉末とをV型混合機で混ぜ合わせた後、さらに150 μ m目の篩を用いて混合し、この混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1200°C 、保持時間 2 時間とし、昇温開始時から保持終了まで 30MPa で加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、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°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面を SEM によって観察した。その結果を図 1 に示す。図 1 より、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になっており BN が配向しているのが分かる。また、図 1 から六方晶 BN 相の平均厚みが $3\mu\text{m}$ であった。次に、X 線回折法 (XRD) を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面の BN (002) 面の X 線回折ピーク強度は 657 であり、スパッタ面に対して水平面の BN (002) 面の X 線回折ピーク強度は 54 であって、その強度比は 12.2 であった。

次にこの焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置 (キャノンアネルバ製 C-3010 スパッタリングシステム) に取り付け、スパッタリングを行った。スパッタリングの条件は、投入電力 1kW 、Ar ガス圧 1.7Pa とし、 2kWh のプレススパッタリングを実施した後、4 インチ径の Si 基板上に 20 秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は 250 個と良好な結果が得られた。

[0025] (実施例 2)

原料粉として、Fe-Pt 合金粉末、BN 粉末 (薄片状)、 SiO_2 粉末を用意した。これらの粉末を $70(50\text{Fe}-50\text{Pt})-5\text{SiO}_2-25\text{BN}$ (mol%) となるように秤量した。

次に、Fe-Pt合金粉末とSiO₂粉末とを粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転数300rpmで処理した。処理後のFe-Pt合金粉末の平均粒子径は10μmであった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末とBN粉末とをV型混合機で混ぜ合わせた後、さらに100μm目の篩を用いて混合し、この混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1100°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度1100°C、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°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内SEMによって観察した。その結果を図2に示す。図2より、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になっておりBNが配向しているのが分かる。また、図2から六方晶BN相の平均厚みが9μmであった。次に、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は566であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は45であって、その強度比は12.6であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は30個と良好な結果が得られた。

[0026] (実施例3)

原料粉として、Fe-Pt合金粉末、BN粉末（薄片状）、Ag粉末、C（薄片化黒鉛）粉末を用意した。これらの粉末を58（35Fe-10Pt）-20Ag-20BN-2C（mol%）となるように秤量した。

次に、Fe-Pt合金粉末を粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転数300rpmで処理した。処理後のFe-Pt合金粉末の平均粒子径は10 μ mであった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末と、BN粉末とC粉末とAg粉末とをV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢にて混合し、カーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300 $^{\circ}$ C/時間、保持温度950 $^{\circ}$ C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300 $^{\circ}$ C/時間、保持温度950 $^{\circ}$ C、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、950 $^{\circ}$ Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果を図3に示す。図3より、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になっておりBNが配向しているのが分かる。また、図3から六方晶BN相の平均厚みが2.2 μ mであった。次に、X線回折法（XRD）を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は327であり、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は45であって、その強度比は7.3であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010ス

パッタリングシステム）に取り付け、実施例１と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数２５個と良好な結果が得られた。

[0027] （実施例４）

原料粉として、Fe-Pt合金粉末、BN粉末（薄片状）、Ag粉末を用意した。これらの粉末を５５（４５Fe－４５Pt－１０Ag）－４５BN（mol％）となるように秤量した。

次に、Fe-Pt合金粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量５Ｌの媒体攪拌ミルに投入し、２時間、回転数３００rpmで処理した。処理後のFe-Pt合金粉末の平均粒子径は１０μmであった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末と、BN粉末とAg粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、さらに１５０μm目の篩を用いて混合し、カーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例１と同様に、真空雰囲気、昇温速度３００℃／時間、保持温度９５０℃、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例１と同様に、昇温速度３００℃／時間、保持温度９５０℃、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、９５０℃で保持中は１５０MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になっておりBNが配向しているのを確認した。また、六方晶BN相の平均厚みが６μmであった。次に、X線回折法（XRD）を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN（００２）面のX線回折ピ

ーク強度は713であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は52であって、その強度比は13.7であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数83個と良好な結果が得られた。

[0028] (実施例5)

原料粉として、Fe-Pt合金粉末、BN粉末(薄片状)、Ag粉末、SiO₂粉末を用意した。これらの粉末を80(50Fe-40Pt-10Ag)-5SiO₂-15BN(mol%)となるように秤量した。

次に、Fe-Pt合金粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転数300rpmで処理した。処理後のFe-Pt合金粉末の平均粒子径は10μmであった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末と、BN粉末とAg粉末とSiO₂をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢にて混合し、カーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、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、950°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になって

おりBNが配向しているのを確認した。また、六方晶BN相の平均厚みが2.4 μm であった。次に、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は158であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は46であって、その強度比は3.4であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数25個と良好な結果が得られた。

[0029] (実施例6)

原料粉として、Fe-Pt合金粉末、BN粉末(薄片状)、Cu粉末を用意した。これらの粉末を80(50Fe-45Pt-5Cu)-20BN(mol%)となるように秤量した。

次に、Fe-Pt合金粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転数300rpmで処理した。処理後のFe-Pt合金粉末の平均粒子径は10 μm であった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末と、BN粉末とCu粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、さらに150 μm 目の篩を用いて混合し、カーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、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、 950°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になっておりBNが配向しているのを確認した。また、六方晶BN相の平均厚みが $3\mu\text{m}$ であった。次に、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は498であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は43であって、その強度比は11.6であった。

次に焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数126個と良好な結果が得られた。

[0030] (実施例7)

原料粉として、Fe-Pt合金粉末、BN粉末(薄片状)、Au粉末を用意した。これらの粉末を $80(50\text{Fe}-45\text{Pt}-5\text{Au})-20\text{BN}(\text{mol}\%)$ となるように秤量した。

次に、Fe-Pt合金粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量 5L の媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転数 300rpm で処理した。処理後のFe-Pt合金粉末の平均粒子径は $10\mu\text{m}$ であった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末と、BN粉末とAu粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、さらに $150\mu\text{m}$ 目の篩を用いて混合し、カーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 950°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで 30MPa で加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自

然冷却させた。

次にホットプレス型の型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 950°C 、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、 950°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になっておりBNが配向しているのを確認した。また、六方晶BN相の平均厚みが $2.5\mu\text{m}$ であった。次に、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は523であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は46であって、その強度比は11.4であった。

次に焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数174個と良好な結果が得られた。

[0031] (実施例8)

原料粉として、Fe-Pt合金粉末、BN粉末(薄片状)、Ru粉末、 SiO_2 粉末、 TiO_2 粉末を用意した。これらの粉末を $74(48\text{Fe}-48\text{Pt}-4\text{Ru})-3\text{SiO}_2-3\text{TiO}_2-20\text{BN}(\text{mol}\%)$ となるように秤量した。

次に、Fe-Pt合金粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転数 300rpm で処理した。処理後のFe-Pt合金粉末の平均粒子径は $10\mu\text{m}$ であった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末と、BN粉末とRu粉末と SiO_2 粉末と TiO_2 粉末

をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢にて混合し、カーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、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、950°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になっておりBNが配向しているのを確認した。また、六方晶BN相の平均厚みが2.4μmであった。次に、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は369であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は42であって、その強度比は8.8であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数36個と良好な結果が得られた。

[0032] (実施例9)

原料粉として、Fe-Pt合金粉末、BN粉末(薄片状)、Cr₂O₃粉末を用意した。これらの粉末を75(55Fe-45Pt)-5Cr₂O₃-20BN(mol%)となるように秤量した。

次に、Fe-Pt合金粉末を粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量5 Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転数300 rpmで処理した。処理後のFe-Pt合金粉末の平均粒子径は10 μ mであった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末と、BN粉末とCr₂O₃粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢にて混合し、カーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300 °C/時間、保持温度950 °C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30 MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300 °C/時間、保持温度950 °C、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、950 °Cで保持中は150 MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になっておりBNが配向しているのを確認した。また、六方晶BN相の平均厚みが3.2 μ mであった。次に、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は252であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は48であって、その強度比は5.3であった。

次に焼結体を直径180.0 mm、厚さ5.0 mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数76個と良好な結果が得られた。

[0033] (実施例10)

原料粉として、Fe-Pt合金粉末、BN粉末（薄片状）、Ag粉末、TiN粉末を用意した。これらの粉末を75（45Fe-55Pt-10Ag）-3TiN-22BN（mol%）となるように秤量した。

次に、Fe-Pt合金粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転数300rpmで処理した。処理後のFe-Pt合金粉末の平均粒子径は10μmであった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末と、BN粉末とTiN粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢にて混合し、カーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、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、950°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になっておりBNが配向しているのを確認した。また、六方晶BN相の平均厚みが5μmであった。次に、X線回折法（XRD）を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は289であり、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は43であって、その強度比は6.7であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクル

カウンターで測定した。このときのパーティクル個数129個と良好な結果が得られた。

[0034] (実施例11)

原料粉として、Fe-Pt合金粉末、BN粉末（薄片状）、Ag粉末、SiC粉末を用意した。これらの粉末を75（45Fe-55Pt-10Ag）-3TiN-22BN（mol%）となるように秤量した。

次に、Fe-Pt合金粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転数300rpmで処理した。処理後のFe-Pt合金粉末の平均粒子径は10μmであった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末と、BN粉末とSiC粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢にて混合し、カーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度950°C、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、950°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になっておりBNが配向しているのを確認した。また、六方晶BN相の平均厚みが4.2μmであった。次に、X線回折法（XRD）を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は304であり、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は49であって、その強度比は6.2であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加

工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数137個と良好な結果が得られた。

[0035]（実施例12）

原料粉として、Fe-Pt合金粉末、BN粉末（薄片状）を用意した。これらの粉末を40（55Fe-45Pt）-60BN（mol%）となるように秤量した。

次に、Fe-Pt合金粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量5Lの媒体攪拌ミルに投入し、2時間、回転数300rpmで処理した。処理後のFe-Pt合金粉末の平均粒子径は10 μ mであった。そして媒体攪拌ミルから取り出した粉末と、BN粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、さらに150 μ m目の篩を用いて混合し、カーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300 $^{\circ}$ C/時間、保持温度950 $^{\circ}$ C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300 $^{\circ}$ C/時間、保持温度950 $^{\circ}$ C、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、950 $^{\circ}$ Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向では層状構造になっておりBNが配向しているのを確認した。また、六方晶BN相の平均厚みが9.5 μ mであった。次に、X線回折法（XRD）を用いて焼結体の断面を測

定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は810であり、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は53であって、その強度比は15.3であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数358個と良好な結果が得られた。

[0036]（比較例1）

原料粉として、平均粒子径5 μ mのFe粉末、平均粒子径6 μ mのPt粉末、BN粉末（薄片状）、C粉末を用意した。これらの粉末を60（30Fe-70Pt）-5BN-35C（mol%）となるように秤量した。

次に、秤量した粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢で混合し、カーボン製の型に充填し、ホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300 $^{\circ}$ C/時間、保持温度1200 $^{\circ}$ C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300 $^{\circ}$ C/時間、保持温度1100 $^{\circ}$ C、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 $^{\circ}$ Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果を図4に示す。図4から、スパッタ面に対して垂直断面方向には層状構造にはなっていないことが分かった。次に、X線回折法（XRD）を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平

面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は52であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は44であって、その強度比は1.2であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は1100個と、実施例に比べて著しく増加していた。

[0037] (比較例2)

原料粉として、平均粒子径5 μ mのFe粉末、平均粒子径6 μ mのPt粉末、BN粉末(薄片状)、Ag粉末を用意した。これらの粉末を55(45Fe-45Pt-10Ag)-45BN(mol%)となるように秤量した。

次に、秤量した粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢で混合し、カーボン製の型に充填し、ホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1200°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度1100°C、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°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向には層状構造にはなっていないことを確認した。次に、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断

面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は67であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は52であって、その強度比は1.3であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は860個と、実施例に比べて著しく増加していた。

[0038] (比較例3)

原料粉として、平均粒子径5 μ mのFe粉末、平均粒子径6 μ mのPt粉末、BN粉末(薄片状)、Ag粉末、SiO₂粉末を用意した。これらの粉末を80(50Fe-40Pt-10Ag)-5SiO₂-15BN(mol%)となるように秤量した。

次に、秤量した粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢で混合し、カーボン製の型に充填し、ホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1200°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度1100°C、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°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向には層状構造にはなっ

ていないことを確認した。次に、X線回折法（XRD）を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は58であり、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は46であって、その強度比は1.3であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は712個と、実施例に比べて著しく増加していた。

[0039]（比較例4）

原料粉として、平均粒子径5 μ mのFe粉末、平均粒子径6 μ mのPt粉末、BN粉末（薄片状）、Cu粉末を用意した。これらの粉末を80（50Fe-45Pt-5Cu）-20BN（mol%）となるように秤量した。

次に、秤量した粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢で混合し、カーボン製の型に充填し、ホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1200°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度1100°C、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°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向には層状構造にはなっ

ていないことを確認した。次に、X線回折法（XRD）を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は71であり、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は43であって、その強度比は1.7であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は616個と、実施例に比べて著しく増加していた。

[0040]（比較例5）

原料粉として、平均粒子径5 μ mのFe粉末、平均粒子径6 μ mのPt粉末、BN粉末（薄片状）、Au粉末を用意した。これらの粉末を80（50Fe-45Pt-5Au）-20BN（mol%）となるように秤量した。

次に、秤量した粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢で混合し、カーボン製の型に充填し、ホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300 $^{\circ}$ C/時間、保持温度1200 $^{\circ}$ C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300 $^{\circ}$ C/時間、保持温度1100 $^{\circ}$ C、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 $^{\circ}$ Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向には層状構造にはなっ

ていないことを確認した。次に、X線回折法（XRD）を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は64であり、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は46であって、その強度比は1.4であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は732個と、実施例に比べて著しく増加していた。

[0041]（比較例6）

原料粉として、平均粒子径 $5\mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒子径 $6\mu\text{m}$ のPt粉末、BN粉末（薄片状）、Ru粉末、 TiO_2 粉末、 SiO_2 粉末を用意した。これらの粉末を74（48Fe-48Pt-4Ru）-3 TiO_2 -3 SiO_2 -20BN（mol%）となるように秤量した。

次に、秤量した粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢で混合し、カーボン製の型に充填し、ホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1200°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、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°C で保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観

察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向には層状構造にはなっていないことを確認した。次に、X線回折法（XRD）を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は46であり、スパッタ面に対して水平面のBN（002）面のX線回折ピーク強度は42であって、その強度比は1.1であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置（キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム）に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は1047個と、実施例に比べて著しく増加していた。

[0042]（比較例7）

原料粉として、平均粒子径5 μ mのFe粉末、平均粒子径6 μ mのPt粉末、BN粉末（薄片状）、Cr₂O₃粉末を用意した。これらの粉末を75（55Fe-45Pt）-5Cr₂O₃-20BN（mol%）となるように秤量した。

次に、秤量した粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢で混合し、カーボン製の型に充填し、ホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1200°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度1100°C、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°Cで保持中は150MPaで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向には層状構造にはなっていないことを確認した。次に、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は52であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は48であって、その強度比は1.1であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は823個と、実施例に比べて著しく増加していた。

[0043] (比較例8)

原料粉として、平均粒子径5 μ mのFe粉末、平均粒子径6 μ mのPt粉末、BN粉末(薄片状)、Ag粉末、TiN粉末を用意した。これらの粉末を75(45Fe-55Pt-10Ag)-3TiN-22BN(mol%)となるように秤量した。

次に、秤量した粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢で混合し、カーボン製の型に充填し、ホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1200°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度1100°C、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°Cで保持中は150MPaで加圧した。

。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向には層状構造にはなっていないことを確認した。次に、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は53であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は43であって、その強度比は1.2であった。

次に焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は1079個と、実施例に比べて著しく増加していた。

[0044] (比較例9)

原料粉として、平均粒子径5 μ mのFe粉末、平均粒子径6 μ mのPt粉末、BN粉末(薄片状)、Ag粉末、SiC粉末を用意した。これらの粉末を75(45Fe-55Pt-10Ag)-3SiC-22BN(mol%)となるように秤量した。

次に、秤量した粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢で混合し、カーボン製の型に充填し、ホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1200°C、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで30MPaで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度300°C/時間、保持温度1100°C、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°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向には層状構造にはなっていないことを確認した。次に、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は77であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は49であって、その強度比は1.6であった。

次に焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は1055個と、実施例に比べて著しく増加していた。

[0045] (比較例10)

原料粉として、平均粒子径 $5\mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒子径 $6\mu\text{m}$ のPt粉末、BN粉末(薄片状)を用意した。これらの粉末を40(55Fe-45Pt)-60BN(mol%)となるように秤量した。

次に、秤量した粉末をV型混合機で混ぜ合わせた後、乳鉢で混合し、カーボン製の型に充填し、ホットプレスした。

ホットプレスの条件は、実施例1と同様に、真空雰囲気、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1200°C 、保持時間2時間とし、昇温開始時から保持終了まで 30MPa で加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、実施例1と同様に、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1100°C 、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°C で保持中は 150MPa で加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして得られた焼結体の端部を切り出し、その断面をSEMによって観察した。その結果、スパッタ面に対して垂直断面方向には層状構造にはなっていないことを確認した。次に、X線回折法(XRD)を用いて焼結体の断面を測定した。その結果、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は82であり、スパッタ面に対して水平面のBN(002)面のX線回折ピーク強度は53であって、その強度比は1.5であった。

次に焼結体を直径 180.0mm 、厚さ 5.0mm の形状へ旋盤で切削加工した後、マグネトロンスパッタ装置(キャノンアネルバ製C-3010スパッタリングシステム)に取り付け、実施例1と同様の条件で、スパッタリングを行った。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。このときのパーティクル個数は2530個と、実施例に比べて著しく増加していた。

[0046]

[表1]

品名	組成 (mol%)	添加剤	評価	測定方法	スピンコートの平均厚さ (nm)	スピンコートの平均厚さ (nm)	スピンコートの平均厚さ (nm)	スピンコートの平均厚さ (nm)
実施例1	Fe-Pt-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	667	54	12.2	280
実施例2	Fe-Pt-SiO ₂ -BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	668	46	42.6	30
実施例3	Fe-Pt-Ag-BN-C	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	327	45	7.3	25
実施例4	Fe-Pt-Ag-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	713	52	13.7	83
実施例5	Fe-Pt-Ag-SiO ₂ -BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	153	45	3.4	25
実施例6	Fe-Pt-Cu-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	483	43	11.6	128
実施例7	Fe-Pt-Au-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	923	48	11.4	174
実施例8	Fe-Pt-Ru-TiO ₂ -SiO ₂ -BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	369	42	8.8	36
実施例9	Fe-Pt-Cu ₂ O-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	252	48	5.3	76
実施例10	Fe-Pt-Ag-TiN-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	289	49	8.7	129
実施例11	Fe-Pt-Ag-SiC-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	304	48	6.2	137
実施例12	Fe-Pt-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	810	53	15.9	356
比較例1	Fe-Pt-BN-C	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	52	44	1.2	1103
比較例2	Fe-Pt-Ag-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	67	52	1.3	868
比較例3	Fe-Pt-Ag-SiO ₂ -BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	58	46	1.3	712
比較例4	Fe-Pt-Cu-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	71	43	1.7	815
比較例5	Fe-Pt-Au-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	84	45	1.8	732
比較例6	Fe-Pt-Ru-TiO ₂ -SiO ₂ -BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	46	42	1.1	1047
比較例7	Fe-Pt-Cu ₂ O-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	52	48	1.1	828
比較例8	Fe-Pt-Ag-TiN-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	83	43	1.2	1378
比較例9	Fe-Pt-Ag-SiC-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	77	48	1.6	1955
比較例10	Fe-Pt-BN	Fe-Pt合金 (液体膜) Pt (10%)	薄片状 (10 ⁴ nm ²)	150 nm	82	53	1.5	2530

産業上の利用可能性

[0047] 本発明の非磁性材料としてBNを用いたFe-Pt系焼結体は、スパッタリング時に発生するパーティクル量を低減したスパッタリングターゲットを提供できる優れた効果を有する。したがって、グラニュー構造の磁性薄膜の成膜に用いられるスパッタリングターゲットとして有用である。

請求の範囲

- [請求項1] BNを含有するFe-Pt系焼結体スパッタリングターゲットであって、スパッタ面に対して水平面における六方晶BN（002）面のX線回折ピーク強度に対する、スパッタ面に対して垂直断面における六方晶BN（002）面のX線回折ピーク強度の強度比が2以上であることを特徴とする焼結体スパッタリングターゲット。
- [請求項2] スパッタ面に対して垂直断面における六方晶BN相の平均厚みが30 μ m以下であることを特徴とする請求項1記載の焼結体スパッタリングターゲット。
- [請求項3] Pt含有量が5mol%以上60mol%以下であることを特徴とする請求項1又は2記載の焼結体スパッタリングターゲット。
- [請求項4] BN含有量が1mol%以上60mol%以下であることを特徴とする請求項1～3のいずれか一項に記載の焼結体スパッタリングターゲット。
- [請求項5] 添加元素として、C、Ru、Ag、Au、Cuからなる群から選択した一種以上の元素を0.5mol%以上40.0mol%以下含有することを特徴とする請求項1～4のいずれか一項に記載の焼結体スパッタリングターゲット。
- [請求項6] 添加材として、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物からなる群から選択した一種以上の無機物材料を含有することを特徴とする請求項1～5のいずれか一項に記載の焼結体スパッタリングターゲット。
- [請求項7] 請求項1～6のいずれか一項に記載のスパッタリングターゲットにおいて、薄片状あるいは板状の原料粉末を混合し、これを成形した後、この成形体を一軸加圧焼結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。