

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

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体におけるグラニューラ型の磁性薄膜の成膜に使用されるスパッタリングターゲットに関し、母材合金中にC粒子が分散したF e - P t系スパッタリングターゲットに関する。

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には、C oを主成分とする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材料と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DC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、将来的に1 T b i t / i n²を超えると予想されている。しかし、記録密度が1 T b i t / i n²に達すると、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り、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つ必要があるためである。

[0004] このような理由から、L 1₀構造を持つF e P t規則合金が超高密度記録媒体用材料として注目されている。L 1₀構造を持つF e P t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。

FePt を超高密度記録媒体用材料として使用する場合には、L1₀構造のFePt 磁性粒子を磁氣的に孤立させた状態で、C軸を基板垂直方向にそろえて、出来るだけ高密度に分散させるという技術の開発が求められている。

[0005] 前記の理由から、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磁氣的に孤立させたグラニュー構造磁性薄膜が、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。具体的にはこのグラニュー構造磁性薄膜は、磁性粒子の粒界が非磁性物質により満たされた構造となっている。グラニュー構造の磁性薄膜を有する磁気記録媒体及びこれに関連する技術が提案されている（特許文献1～5）。

[0006] 前記L1₀構造を有するFePt を有するグラニュー構造磁性薄膜としては、非磁性物質としてCを体積比率で10～50%含有する磁性薄膜が、その磁気特性の高さから特に注目されている。このようなグラニュー構造磁性薄膜は、Feターゲット、Ptターゲット、Cターゲットを同時にスパッタリングするか、あるいは、Fe-Pt合金ターゲット、Cターゲットを同時にスパッタリングすることで作製されることが知られている。しかしながら、これらのスパッタリングターゲットを同時スパッタするためには、高価な同時スパッタ装置が必要となる。

[0007] そこで、安価に大量生産することが求められるハードディスクメディアの製造業者は、Fe-Pt合金とCとからなる複合型のスパッタリングターゲットをマグネトロンスパッタ装置でスパッタして、特性の高いグラニュー構造磁性薄膜を得るべく開発を進めている。ところが、一般にスパッタ装置で合金と非磁性材料からなる複合型のスパッタリングターゲットをスパッタしようとする、スパッタ時に非磁性材料の不用意な脱離が生じパーティクル（基板上に付着したゴミ）の原因になるという問題がある。

[0008] 前記の問題を解決するには、非磁性材料を母材合金中に微細に分散させる

ことと、スパッタリングターゲットを高密度化させて非磁性材料と母材合金の密着性を高めることが有効である。

母材合金中に非磁性材料が分散したスパッタリングターゲットは、一般に粉末焼結法により作製される。この場合、焼結の駆動力は焼結前の金属粉末の比表面積に大きく依存する。言い換えれば、粒径のより小さな金属粉末を用いれば、より高密度な焼結体を得られる。また、非磁性材料を母材合金中に微細に分散させるためには、粒径の小さな金属粉末中に同程度の粒径の非磁性材料粉末を高分散させた焼結用粉末を用意する必要がある。

[0009] ところが、焼結用粉末の粒径を小さくすると、金属粉末の表面酸化の影響で粉末中の酸素量が増加する。また、このような酸素含有量の高い粉末を焼結した場合、焼結体中の酸素量も増加する傾向がある。そして、酸素含有量の高いFe-Pt-C系スパッタリングターゲットをスパッタしてグラニューラ構造磁性膜を作製した場合、耐食性が低下する懸念がある。これはFe-Pt磁性粒子中に酸素が取り込まれ、Feの酸化物が形成される可能性が考えられるためである。またFeの酸化物がスパッタ膜中に存在すると、アニール処理してFe-Pt相を規則化させる際、規則化しにくくなることが懸念される。

[0010] 特許文献6には、酸素含有量が500wtppm以下のFe-Pt-Cターゲットが記載されているが、酸素量を減らすための具体的な方策は記載されていない。また母材合金中にC粒子をミクロンオーダー以下の粒子径で微細分散させようとする、焼結用粉末のサイズも少なくともミクロンオーダー以下にする必要があるが、その場合、特許文献6の実施例に記載の製造方法では、スパッタリングターゲット中の酸素含有量を500wtppm以下にすることはできても、さらに300wtppm以下程度まで低減することは難しい。

[0011] 特許文献7には、スパッタ成膜の際に使用するターゲットのガス成分量を低減することによって、残留ガス成分量を低減したFe-Pt合金などの合金膜を得る方法が提案されている。しかし、ターゲット中のガス成分量を低

減する方策については、低不純物および低ガス成分のFeインゴットを用いるというのみで、具体的な方策については何ら記載されていない。また、Cについては磁気合金膜の規則化温度が上昇し、磁気特性の低下を招くという理由から、好ましくないものとされている。

先行技術文献

特許文献

- [0012] 特許文献1：特開2000-306228号公報
特許文献2：特開2000-311329号公報
特許文献3：特開2008-59733号公報
特許文献4：特開2008-169464号公報
特許文献5：特開2004-152471号公報
特許文献6：国際公開WO2012/086335号
特許文献7：特開2003-313659号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0013] 本発明の課題は、耐食性に優れたグラニューラ構造磁性薄膜の作成を可能にし、さらに、L1₀構造を規則化しやすくすることができる、C粒子が微細分散し、かつ低酸素含有量のFe-Pt系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

- [0014] 上記の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、金属粉末をC粉末とともに熱処理することにより焼結用粉末の酸化が抑制されること、そしてこの焼結用粉末を用いて作製されたFe-Pt-C系スパッタリングターゲットは、酸素含有量を300wtppm以下にできることを見出した。
- [0015] このような知見に基づき、本発明は、
- 1) 原子数比における組成が式： $(\text{Fe}_{100-x}-\text{Pt}_x)_{100-A}\text{C}_A$ (但し

、 A は $20 \leq A \leq 50$ 、 X は $35 \leq X \leq 55$ を満たす数)で表される焼結体スパッタリングターゲットであって、母材合金中に微細分散したC粒子を有し、酸素含有量が300wtppm以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット、

2) 原子数比における組成が式： $(Fe_{100-X-Y}Pt_XM_Y)_{100-A}C_A$
(但し、 M は Fe 、 Pt 以外の金属元素、 A は $20 \leq A \leq 50$ 、 X は $35 \leq X \leq 55$ 、 Y は $0.5 \leq Y \leq 1.5$ を満たす数)で表される焼結体スパッタリングターゲットであって、母材合金中に微細分散したC粒子を有し、酸素含有量が300wtppm以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット、

3) 金属元素 M は、 Cu 、 Ag のいずれかであることを特徴とする上記2)に記載のスパッタリングターゲット、

4) 金属粉末とC粉末とを混合し、この混合粉末を不活性ガス雰囲気下又は真空雰囲気下で750℃以上1100℃以下の温度で熱処理し、得られた粉末を原料粉末の一部として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、

5) 熱処理後の粉末を型に充填した後、20～50MPaの圧力で一軸加圧して成型・焼結し、その後、100～200MPaの圧力で熱間等方加圧して成型・焼結することを特徴とする上記4)に記載の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

[0016] 本発明の、C粒子が微細分散し、かつ、低酸素含有量の $Fe-Pt$ 系スパッタリングターゲットは、耐食性に優れたグラニューラ構造磁性薄膜の作成を可能にし、さらには、 $L1_0$ 構造の規則化を容易にすることができるという、優れた効果を有する。

図面の簡単な説明

[0017] [図1]本発明の実施例1に係る焼結体の研磨面を光学顕微鏡で観察したときの組織画像である。

発明を実施するための形態

- [0018] 本発明のFe-Pt-C系スパッタリングターゲットは、原子数比における組成が式： $(\text{Fe}_{100-X}-\text{Pt}_X)_{100-A}\text{C}_A$ （但し、Aは $20 \leq A \leq 50$ 、Xは $35 \leq X \leq 55$ を満たす数）で表され、C粒子が母材合金中に均一に微細分散し、かつ酸素含有量が300wtppm以下である。
- [0019] 本発明において、C粒子の含有量は、スパッタリングターゲット組成中、好ましくは20原子数比以上50原子数比以下である。C粒子のターゲット組成中における含有量が、20原子数比未満であると、良好な特性のグラニューラ構造磁性薄膜が得られない場合があり、50原子数比を超えると、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。
- [0020] また本発明において、Ptの含有量は、Fe-Pt合金組成中、好ましくは35原子数比以上55原子数比以下である。PtのFe-Pt合金中における含有量が、35原子数比未満であると、高い結晶磁気異方性を有するL₁構造のFe-Ptが発現しない組成域であり、55原子数比を超えても、同様に、L₁構造のFe-Ptが発現しない組成域であるためである。
- [0021] また本発明において、FeとPt以外の金属元素を添加することができる。すなわち、原子数比における組成が式： $(\text{Fe}_{100-X-Y}-\text{Pt}_X-\text{M}_Y)_{100-A}\text{C}_A$ （但し、MはFe、Pt以外の金属元素、Aは $20 \leq A \leq 50$ 、Xは $35 \leq X \leq 55$ 、Yは $0.5 \leq Y \leq 15$ を満たす数）で表されるスパッタリングターゲットであって、母材合金中に微細分散したC粒子を有し、かつ酸素含有量が300wtppm以下のスパッタリングターゲットとすることができる。
- FeとPt以外の金属元素を添加することによって、成膜したグラニューラ構造磁性薄膜をL₁構造にするときの熱処理温度を下げることができ、また、磁性薄膜の飽和磁化や保磁力を磁気記録媒体として最適な値に調整可能なため有効である。
- [0022] また本発明において、上記のようにFeとPt以外の金属元素を添加した場合でも、Ptの含有量は、Fe-Pt-M合金組成中、好ましくは35原

子数比以上 5 5 原子数比以下とする。Pt の Fe-Pt-M 合金中における含有量が、3 5 原子数比未満、5 5 原子数比超であると、L1₀構造の Fe-Pt が発現しない組成域であるためである。

また金属元素Mの含有量は、Fe-Pt-M合金組成中、好ましくは0.5 原子数比以上 1 5 原子数比以下である。添加金属元素の Fe-Pt-M 合金中における含有量が、0.5 原子数比未満であると、上述の効果が認められず、1 5 原子数比超であると、十分な結晶磁気異方性が得られない場合があるからである。

[0023] また、本発明では、添加する金属元素としてはCu、Agが特に有効である。これらの元素は、成膜したグラニューラー構造磁性薄膜をL1₀構造にするときの熱処理温度を特に下げることができる効果を有するからである。

[0024] また、本発明のスパッタリングターゲットにおいて、非磁性材料であるホウ化物、炭化物、窒化物、炭窒化物のいずれか1種以上を含有することが好ましい。これらの非磁性材料は、C（カーボン）と同様、Fe-Pt 磁性粒子の粒界に析出し、磁性粒子同士を磁氣的に遮蔽することができるので、良好な磁気特性が得られる。

[0025] また、本発明のスパッタリングターゲットは、金属粉末とC粉末との混合粉を不活性ガス雰囲気下または真空雰囲気下で750℃以上1100℃以下の温度で熱処理し、得られた粉末を原料粉末の一部に用いて焼結することによって製造する。

本発明において熱処理の温度は重要である。金属粉末とC粉末との混合粉を750℃以上の温度で熱処理すると、一定量のCが金属に固溶し、冷却過程で金属に固溶しきれなくなったCが金属粉の表面を覆うように析出し、金属粉末の表面酸化が抑制されることが期待できる。一方、750℃以下の温度では、金属粉末とC粉末の反応が十分に進まないため好ましくない。また、1100℃以上の温度では、金属粉末が粒成長してしまう恐れがある。

[0026] また、本発明のスパッタリングターゲットは、熱処理後の粉末をグラファイト製の型に充填し、20～50MPaの圧力で一軸加圧して成型・焼結さ

せた後、さらに100～200MPaの圧力で熱間等方加圧して成型・焼結させることにより、焼結体を作製することができる。

ターゲットをスパッタしたときに発生するターゲットからの発塵を抑えるためにはターゲットの密度を向上させておくことが重要である。本発明においては、一軸加圧焼結装置で成型・焼結した焼結体に、さらに熱間等方加圧加工を施すことによって、より緻密な焼結体を作製することができる。ターゲットの密度を上げるためには、加圧力は装置の設定可能な圧力範囲内でできるだけ高くすることが望ましい。

[0027] 本発明のスパッタリングターゲットは粉末焼結法によって作製する。作製にあたり、各原料粉末（Fe粉末、Pt粉末、C粉末、必要に応じて添加金属元素粉末）を用意する。これらの粉末は、粒径が0.1μm以上、10μm以下のものを用いることが望ましい。原料粉末の粒径が小さ過ぎると、粉末が凝集してしまい原料粉末同士を均一混合することが難しくなるため、0.5μm以上とすることが望ましい。一方、原料粉末の粒径が大きいと、C粒子を合金中に微細分散することが難しくなるため10μm以下のものを用いることが望ましい。

さらに原料粉末として、合金粉末を用いてもよい。合金粉末を用いる場合も、粒径が0.5μm以上、10μm以下のものを用いることが望ましい。

[0028] そして、上記の粉末を所望の組成になるように秤量し、ボールミル等の公知の手法を用いて粉砕・混合する。次に、ボールミルで混合した粉末を不活性ガス雰囲気下または真空雰囲気下で熱処理する。熱処理の条件は750℃以上1100℃以下の温度を、2時間以上保持することが望ましい。これにより、原料粉末中の酸素量を極めて低減することができる。

[0029] こうして熱処理された粉末を、ボールミル等の公知の手法を用いて解砕し、焼結用混合粉が完成する。このとき、熱処理していない粉末を混合してもよい。たとえば、Fe粉末、Pt粉末、C粉末の混合粉末を熱処理したもの（一部）に、さらに、熱処理していないC粉末を加えることができる。

そして得られた粉末をカーボン製の型に充填して、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、 $850 \sim 1400^{\circ}\text{C}$ の温度範囲とする。また加圧力は 20MPa 以上、好ましくは $20 \sim 50\text{MPa}$ に設定する。

[0030] 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。熱間等方加圧加工の保持温度は焼結体の組成にもよるが、多くの場合、 $850 \sim 1400^{\circ}\text{C}$ の温度範囲である。また加圧力は 100MPa 以上、好ましくは $100 \sim 200\text{MPa}$ に設定する。

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、本発明のスパッタリングターゲットは作製できる。

[0031] 以上により、C粒子が母材合金中に均一に微細分散し、かつスパッタリングターゲットの酸素含有量が 300wtppm 以下のFe-Pt-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。

実施例

[0032] 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。

[0033] (実施例1)

原料粉末として平均粒径 $3\mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のPt粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ のC粉末を用意した。C粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を以下の原子数比で、合計重量が 2600g となるように秤量した。

原子数比： $(\text{Fe}_{50}-\text{Pt}_{50})_{60}-\text{C}_{40}$

[0034] 次に、秤量した粉末を粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量 10リットル のボールミルポットに封入し、4時間回転させて混合・粉碎した。そしてボールミルから取り出した混合粉末に熱処理を実施した。

熱処理条件は、A r 雰囲気（大気圧）、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 900°C 、保持時間 2 時間とした。自然冷却後に粉末を熱処理炉から取り出し、粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量 10 リットルのボールミルポットに封入し、4 時間回転させて解砕した。

そして、解砕された粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

[0035] 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 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、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1350°C 、保持時間 2 時間とし、昇温開始時から A r ガスのガス圧を徐々に高めて、 1350°C 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。

[0036] こうして作製された焼結体を、旋盤を用いて切削加工しスパッタリングターゲットを得た。同時に焼結体から、酸素分析用のサンプルを切り出し、酸素含有量を測定したところ 190 wt ppm であった。また、焼結体を研磨し、その組織を光学顕微鏡で観察した。図 1 に示すように、Fe-Pt 合金中（組織画像の白い部分）に、C 粒子（組織画像の黒っぽい部分）が、微細分散した組織が観察された。

[0037] （比較例 1）

原料粉末として平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の C 粉末を用意した。C 粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を以下の原子数比で、合計重量が 2600 g となるように秤量した。

原子数比：(Fe₅₀-Pt₅₀)₆₀-C₄₀

[0038] 次に、秤量した粉末を粉碎媒体のジルコニアボールと共に容量 10 リットルのボールミルポットに封入し、4 時間回転させて混合・粉碎した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス

した。

[0039] 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。

[0040] 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 1350°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、 1350°C 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。

[0041] こうして作製された焼結体を、旋盤を用いて切削加工しスパッタリングターゲットを得た。同時に焼結体から、酸素分析用のサンプルを切り出し、酸素含有量を測定したところ 560wtppm であった。また、焼結体を研磨してその断面を観察したところ、 $\text{Fe}-\text{Pt}$ 合金中に C 粒子が微細分散した組織が観察された。

[0042] (実施例2)

原料粉末として平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Cu 粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の C 粉末を用意した。 C 粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を以下の原子数比で、合計重量が 2380g となるように秤量した。

原子数比： $(\text{Fe}_{40}-\text{Pt}_{45}-\text{Cu}_{15})_{55}-\text{C}_{45}$

[0043] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量 10リットル のボールミルポットに封入し、4時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末に熱処理を実施した。

熱処理条件は、 Ar 雰囲気（大気圧）、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 800°C 、保持時間2時間とした。自然冷却後に粉末を熱処理炉から取り出し、粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量 10リットル のボールミルポットに封入し、4時間回転させて解砕した。

そして解砕された粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

[0044] 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 1350°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、 1350°C 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。

[0045] こうして作製された焼結体を、旋盤を用いて切削加工し、スパッタリングターゲットを得た。同時に焼結体から、酸素分析用のサンプルを切り出し、酸素含有量を測定したところ 210wtppm であった。また焼結体を研磨してその断面を観察したところ、 Fe-Pt-Cu 合金中に C 粒子が微細分散した組織が観察された。

[0046] (比較例2)

原料粉末として平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Cu 粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の C 粉末を用意した。 C 粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を以下の原子数比で、合計重量が 2380g となるように秤量した。

原子数比： $(\text{Fe}_{40}-\text{Pt}_{45}-\text{Cu}_{15})_{55}-\text{C}_{45}$

[0047] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量 10リットル のボールミルポットに封入し、4時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

[0048] 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、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 1350°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、 1350°C 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。

[0049] こうして作製された焼結体を、旋盤を用いて切削加工しスパッタリングターゲットを得た。同時に焼結体から、酸素分析用のサンプルを切り出し、酸素含有量を測定したところ 540wt ppm であった。また、焼結体を研磨してその断面を観察したところ、Fe-Pt-Cu 合金中に C 粒子が微細分散した組織が観察された。

[0050] (実施例 3)

原料粉末として平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の Ag 粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の C 粉末を用意した。C 粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を以下の原子数比で、合計重量が 2200g となるように秤量した。

原子数比： $(\text{Fe}_{42.5} - \text{Pt}_{42.5} - \text{Ag}_{15})_{60} - \text{C}_{40}$

[0051] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量 10リットル のボールミルポットに封入し、4 時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末に熱処理を実施した。

熱処理条件は、Ar 雰囲気（大気圧）、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 850°C 、保持時間 2 時間とした。自然冷却後に粉末を熱処理炉から取り出し、粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量 10リットル のボールミルポットに封入し、4 時間回転させて解砕した。

そして解砕された粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

[0052] 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 900°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、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 900°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、 900°C 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。

[0053] こうして作製された焼結体を、旋盤を用いて切削加工し、スパッタリングターゲットを得た。同時に焼結体から、酸素分析用のサンプルを切り出し、酸素含有量を測定したところ 270wt ppm であった。また焼結体を研磨してその断面を観察したところ、Fe-Pt と Ag の 2 相の合金中に C 粒子が微細分散した組織が観察された。

[0054] (比較例 3)

原料粉末として平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Fe 粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の Ag 粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の C 粉末を用意した。C 粉末は市販の無定形炭素を用いた。

これらの粉末を以下の原子数比で、合計重量が 2200g となるように秤量した。

原子数比： $(\text{Fe}_{42.5} - \text{Pt}_{42.5} - \text{Ag}_{15})_{60} - \text{C}_{40}$

[0055] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のジルコニアボールと共に容量 10リットル のボールミルポットに封入し、4 時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

[0056] 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 900°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、昇温速度 $300^{\circ}\text{C}/\text{時間}$ 、保持温度 900°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、 900°C 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。

[0057] こうして作製された焼結体を、旋盤を用いて切削加工しスパッタリングターゲットを得た。同時に焼結体から、酸素分析用のサンプルを切り出し、酸素含有量を測定したところ810wtppmであった。また、焼結体を研磨してその断面を観察したところ、Fe-PtとAgの2相の合金中にC粒子が微細分散した組織が観察された。

[0058] 以上のとおり、本発明のスパッタリングターゲットの実施例はいずれの場合においても、酸素含有量が300wtppm以下であり、C粒子が微細分散した組織を有するという結果が得られた。

産業上の利用可能性

[0059] 本発明は、高い耐食性を有するグラニューラ磁構造磁性膜を成膜することができ、さらには、L1₀構造の規則化を容易にする、C粒子が微細分散し、酸素含有量が300wtppm以下のFe-Pt-C系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、本発明は、グラニューラ磁構造磁性膜を備える磁気記録媒体の製造に有用である。

請求の範囲

- [請求項1] 原子数比における組成が式： $(\text{Fe}_{100-X}-\text{Pt}_X)_{100-A}\text{C}_A$ （但し、 A は $20 \leq A \leq 50$ 、 X は $35 \leq X \leq 55$ を満たす数）で表される焼結体スパッタリングターゲットであって、母材合金中に微細分散したC粒子を有し、酸素含有量が300wtppm以下であ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] 原子数比における組成が式： $(\text{Fe}_{100-X-Y}-\text{Pt}_X-\text{M}_Y)_{100-A}\text{C}_A$ （但し、 M はFe、Pt以外の金属元素、 A は $20 \leq A \leq 50$ 、 X は $35 \leq X \leq 55$ 、 Y は $0.5 \leq Y \leq 1.5$ を満たす数）で表される焼結体スパッタリングターゲットであって、母材合金中に微細分散したC粒子を有し、酸素含有量が300wtppm以下であ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] 金属元素Mは、Cu、Agのいずれかであることを特徴とする請求項2に記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項4] 金属粉末とC粉末とを混合し、この混合粉末を不活性ガス雰囲気下又は真空雰囲気下で750℃以上1100℃以下の温度で熱処理し、得られた粉末を原料粉末の一部として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。
- [請求項5] 熱処理後の粉末を型に充填した後、20～50MPaの圧力で一軸加圧して成型・焼結し、その後、100～200MPaの圧力で熱間等方加圧して成型・焼結することを特徴とする請求項4記載のスパッタリングターゲットの製造方法。