

明 細 書

発明の名称：磁気記録膜用スパッタリングターゲット

技術分野

[0001] 本発明は、熱アシスト磁気記録メディアの製造に使用するスパッタリングターゲット、特にC粒子が分散したFe-Pt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Co、Fe、あるいはNiをベースとした材料が用いられている。例えば、面内磁気記録方式を採用するハードディスクの磁性薄膜にはCoを主成分とするCo-Cr系やCo-Cr-Pt系の強磁性合金が用いられてきた。

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、Coを主成分とするCo-Cr-Pt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] 一方、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 Gbit/in²の面密度から将来は1 Tbit/in²に達すると考えられている。1 Tbit/in²に記録密度が達すると記録bitのサイズが10 nm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Co-Cr基合金にPt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 nm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] 上記のような理由から、L1₀構造を持つFePt相が超高密度記録媒体用

材料として注目されている。L1₀構造を持つFePt相は高い結晶磁気異方性ととともに、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には、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。

グラニューラ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公知文献としては、特許文献1、特許文献2、特許文献3、特許文献4、特許文献5を挙げることができる。

[0006] 上記L1₀構造を持つFePt相を有するグラニューラー構造磁性薄膜としては、非磁性物質としてCを体積比率として10～50%含有する磁性薄膜が、特にその磁気特性の高さから注目されている。このようなグラニューラー構造磁性薄膜は、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、FePt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] また、一般に、スパッタ装置で合金に非磁性材料の含まれる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やスパッタリングターゲットに内包される空孔を起点として異常放電が生じパーティクル（基板上に付着したゴミ）が発生するという問題がある。この問題を解決するには、非磁性材料と母材合金との密着性を高め、スパ

ッタリングターゲットを高密度化させる必要がある。一般に、合金に非磁性材料が含まれるスパッタリングターゲットの素材は粉末焼結法により作製される。ところが、Fe-PtにCが大量に含まれる場合、Cが難焼結材料であるため高密度な焼結体を得ることが困難であった。

[0008] 上記の通り、垂直磁気記録の記録層において、これまではCo-Cr-Pt合金が磁性相として広く用いられてきた。しかし、記録密度を高密度化すればするほどCo合金の1ビットの大きさを小さくしなければならず、同時に熱揺らぎによる超常磁性化が問題となる。そこで、結晶磁気異方性の高いFe-Ptが注目されている。

また、一般に磁気記録層はFe-Pt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、非磁性相の一つとして炭素が有効であることが知られている。

[0009] しかし、炭素は焼結しにくい材料である上に、炭素同士で凝集体を形成し易いという問題を有している。従って、スパッタリング中に炭素の塊が容易に脱離し、スパッタリング後の膜上にパーティクルが多数発生するという問題がある。

このように、炭素を導入することによる磁気記録層の改善が試みられているが、ターゲットのスパッタリング時の問題を解決するには至っていないのが現状である。

[0010] 一方、カーボン膜を形成する場合の提案がなされている。例えば、特許文献6には、

一つの波形(A)のピーク位置が 1545 cm^{-1} 以下、他の波形(B)のピーク位置が $1320\sim 1360\text{ cm}^{-1}$ であり、これらの波形の半値幅における面積比(B/A)が0.3~0.7となる非晶質水素化カーボン層からなる磁気ディスク及びその製造方法が記載されている。

[0011] また、特許文献7には、表面増強ラマンスペクトルのほぼ $1550\sim 1650\text{ cm}^{-1}$ にピークを有するバンドG(graphite)の強度 I_G と、ほぼ $1350\sim 1450\text{ cm}^{-1}$ にピークを有するバンドD(disorder)の強度 I_D との比

I_D/I_G に基づきカーボン膜の膜質を評価する工程とを有するカーボン膜評価方法と、 I_D/I_G が0.1～0.5の範囲にあることを確認する工程からなるカーボン膜評価方法及び磁気記録媒体の製造方法が記載されている。

[0012] しかしながら、これらの特許文献6と特許文献7は、あくまでカーボン膜の評価であって、カーボンが磁気記録膜を形成するためのスパッタリングターゲットの主要構成材料である磁性金属の中に、かなりの量で存在する場合に、ターゲットにどのような影響を与えるのか、またターゲットの製造工程中において、どのような挙動を示すのか、さらにはこのようなターゲットを用いてスパッタリングした場合に、成膜にどのような影響を与えるのかということに、直接関係するものではなく、これらが十分に解明されている技術とは言えない。

[0013] また、特許文献8と特許文献9では、磁気記録媒体において、SiCあるいは炭素系薄膜のラマンスペクトルによる評価がなされているが、カーボンが磁気記録膜を形成するためのスパッタリングターゲットの主要構成材料である磁性金属の中に、かなりの量で存在する場合に、ターゲットにどのような影響を与えるのか、またターゲットの製造工程中において、どのような挙動を示すのか、さらにはこのようなターゲットを用いてスパッタリングした場合に、成膜にどのような影響を与えるのかということに、直接関係するものではなく、これらが十分に解明されている技術とは言えない。

先行技術文献

特許文献

[0014] 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：特開平06-267063号公報

特許文献7：特開2003-028802号公報

特許文献8：特開2000-268357号公報

特許文献9：特開2006-127621号公報

特許文献10：国際出願PCT/JP2012/057482号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0015] 本発明の課題は、高価な同時スパッタ装置を用いることなくグラニューラー構造磁性薄膜の作製を可能にするものであり、C粒子が分散した磁気記録膜用スパッタリングターゲット、特に、Fe-Pt系スパッタリングターゲットを提供することであり、炭素は焼結しにくい材料である上に、炭素同士で凝集体を形成し易いという問題を有し、スパッタリング中に炭素の塊が容易に脱離し、スパッタリング後の膜上にパーティクルが多数発生するという問題があるが、これらを解決することができる高密度な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

- [0016] 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、非磁性材料であるCの材質の改良を図り、所定の大きさのC粒子を母材金属に均一に分散させることによって、粉碎、混合中に炭素が凝集してしまうことを防止でき、高密度なスパッタリングターゲットであって、パーティクル発生の非常に少ないターゲットを製造することが可能になる。すなわち、成膜時の歩留まりを向上できることを見出した。

- [0017] このような知見に基づき、本発明は、以下の発明を提供するものである。

1) Cを含有する磁気記録膜用スパッタリングターゲットであって、ラマン散乱分光測定におけるGバンドとDバンドのピーク強度比(I_G/I_D)が5.0以上であることを特徴とする磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

2) Ptが5mol%以上60mol%以下、残余がFeである組成の金属とCからなる上記1)記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

3) Cの含有割合が10mol%以上70mol%以下であることを特徴

とする上記 1) 又は 2) 記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

4) 相対密度が 90%以上であることを特徴とする上記 1) ~ 3) のいずれか一項に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

5) 添加元素として、B、Ru、Ag、Au、Cu から選択した 1 元素以上を、0.5 mol% 以上 20 mol% 以下含有することを特徴とする上記 1) ~ 4) のいずれか一項に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット

、
6) 添加剤として、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、 CoO 、 Ta_2O_5 、 B_2O_3 、 MgO 、 Co_3O_4 から選択した 1 種以上の酸化物を、0.5 mol% 以上 20 mol% 以下を含有することを特徴とする上記 1) ~ 5) のいずれか一項に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

発明の効果

[0018] 本発明の磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、高価な同時スパッタ装置を用いることなくグラニューラー構造磁性薄膜の作製を可能にするものであり、C 粒子が分散した磁気記録膜用スパッタリングターゲット、特に、Fe-Pt 系スパッタリングターゲットを提供することができ、炭素は焼結しにくい材料であり、炭素同士で凝集体を形成し易いという問題を解決し、さらにスパッタリング中に炭素の塊が容易に脱離し、スパッタリング後の膜上にパーティクルが多数発生するという問題を解決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

[0019] [図1] 実施例 1 の焼結体をレーザー顕微鏡で観察したときの組織画像である。

[図2] 実施例 1 のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

[図3] 実施例 2 の焼結体をレーザー顕微鏡で観察したときの組織画像である。

[図4] 実施例 2 のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

[図5] 実施例 3 の焼結体をレーザー顕微鏡で観察したときの組織画像である。

[図6]実施例3のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

[図7]実施例4の焼結体をレーザー顕微鏡で観察したときの組織画像である。

[図8]実施例4のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

[図9]実施例5の焼結体をレーザー顕微鏡で観察したときの組織画像である。

[図10]実施例5のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

[図11]比較例1の焼結体をレーザー顕微鏡で観察したときの組織画像である。

[図12]比較例1のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

[図13]比較例2の焼結体をレーザー顕微鏡で観察したときの組織画像である。

[図14]比較例2のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

発明を実施するための形態

[0020] 先に発明者らは、炭素の結晶性を意図的に崩すことによって、炭素材料のスパッタリング特性を改善し、スパッタリング時のパーティクルを低減できると考えた（特許文献10）。しかし、極めて微細にした炭素粒子は凝集することがあり、この凝集体がスパッタリング時のパーティクル発生原因となることがあった。

そこで、発明者らは、炭素の原料として凝集しにくい大きさのものをあらかじめ選択し、混合中に炭素が粉砕されないように、かつ、炭素原料を母材金属（マトリックス）中に一様に分散させることによって、炭素の焼結性を向上させることができ、スパッタリング時のパーティクルを低減できることを見出した。

[0021] 以上から、本願発明の磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、Cを含

有する磁気記録膜用スパッタリングターゲットであり、ラマン散乱分光測定におけるGバンドとDバンドのピーク強度比 (I_G/I_D) が5.0以上とするものである。

この場合、Ptが5mol%以上60mol%以下、残余がFeである組成の金属とCからなる磁気記録膜用スパッタリングターゲットに、特に有効である。これらの成分の含有量は、良好な磁気特性を得るための条件である。

[0022] また、Cの含有割合は10mol%以上70mol%以下とするのが良い。C量については、ターゲット組成中における含有量が、10mol%未満であると、良好な磁気特性が得られない場合があり、また70mol%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からである。

また、相対密度が90%以上の磁気記録膜用スパッタリングターゲットとすることができる。相対密度が90%以上であることは、本発明の要件の一つである。相対密度が高いと、スパッタ時にスパッタリングターゲットからの脱ガスによる問題が少なく、また、合金とC粒子の密着性が向上するため、パーティクル発生を効果的に抑制できるからである。より好ましくは95%以上とする。

[0023] 本発明において相対密度とは、ターゲットの実測密度を計算密度（理論密度ともいう）で割り返して求めた値である。計算密度とはターゲットの構成元素が互いに拡散あるいは反応せずに混在していると仮定したときの密度で、次式で計算される。

式：計算密度＝ Σ （構成元素の原子量×構成元素の原子数比）／ Σ （構成元素の原子量×構成元素の原子数比／構成元素の文献値密度）

ここで、 Σ は、ターゲットの構成元素の全てについて、和をとることを意味する。

[0024] 磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、さらに添加元素として、B、Ru、Ag、Au、Cuから選択した1元素以上を、0.5mol%以上2

0 mol %以下を含有させることができる。これらの添加は任意であるが、磁気特性の向上のために、材料に応じて添加することができる。

[0025] また、磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、添加剤として、酸化物や窒化物等のセラミック材料を用いることができる。好ましくは、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、 CoO 、 Ta_2O_5 、 B_2O_3 、 MgO 、 Co_3O_4 から選択した1種以上の酸化物を0.5 mol %以上20 mol %以下含有させることである。これらの添加剤の使用は任意であるが、磁気特性の向上のために、材料に応じて添加することができる。

[0026] 炭素原料は一次粒子径が大きくなるほど、グラファイトの平面構造が大きくなることから、一次粒子径の大きさは結晶性と高い相関関係があると考えられる。そこで、発明者らは、炭素の結晶性をラマン散乱分光法によって評価して、スパッタリング時のパーティクルの発生量と比較したところ、両者の間には高い相関関係があることが分かった。

炭素材料の結晶性（ sp^2 混成軌道の完全性）を評価するための指標として、一般的に知られているラマン散乱分光測定のパンドとDパンドの比を用いることができる。

[0027] Gパンドは、グラファイトの六員環構造に由来する振動モードであり、 1570 cm^{-1} 付近にピークが現れ、結晶構造が完全に近いほどピーク強度は大きくなる。

また、Dパンドは、グラファイトの欠陥構造に由来する振動モードであり、 1350 cm^{-1} 付近にピークが現れ、欠陥が大きいほどピーク強度は大きくなる。

すなわち、結晶性が高い炭素材料ほど I_G/I_D 比が高くなる。Gパンドの強度が大きいほど結晶構造が完全（結晶性が高い）、小さいほど結晶構造が不完全（結晶性が低い）である。

[0028] ラマン散乱分光計としては、Renishaw inVia Raman Microscope（Renishaw社製）を用いた。励起光は、Compass™ 315M Diode-Pumped Laser（CO

HERENT社製)を光源とし、励起波長は532 nm、励起光源の出力は5 mWとし、回折格子は1800 L/mmを使用した。ラマンシフトの測定範囲は、1033~1842 cm^{-1} とした。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。なお、カーブフィッティングをする都合上、1620 cm^{-1} 付近のD'バンドも現れるが、D'バンドはグラファイトの欠陥構造に由来する振動モードであり、これは本願発明には、直接関係しないので、図において表示するに留める。

[0029] なお、ラマン散乱分光測定でGバンドとDバンドの振動モードを測定する場合、本願発明では、レーザーの励起波長532 nmを使用しているが、励起光源としては、この他にArレーザー、He-Neレーザー、Krレーザー等の気体レーザーを用いることができる。これらのレーザーは、要求される励起波長に合わせて適宜選択する。

この場合は、ラマンスペクトルの1520~1600 cm^{-1} にピークを有するGバンドの強度 I_G と、1320~1450 cm^{-1} にピークを有するDバンドの強度 I_D が現れる。これらの場合においても、本願発明を適用できるものである。

以上から、GバンドとDバンドのピーク強度比(I_G/I_D 比と呼ぶことにする)を計算することで、炭素材料の結晶性を評価できる。

[0030] 上記から明らかなように、本願発明においては、結晶性を上げることによってスパッタリング特性を改善し、スパッタリング時のパーティクルを低減するものであり、ラマン散乱分光測定におけるGバンドとDバンドのピーク強度比(I_G/I_D)が5.0以上とするものである。

これによって、炭素同士で凝集体を形成し易いという問題を解決し、さらにスパッタリング中に炭素が容易に脱離し、スパッタリング後の膜上にパーティクルが多数発生するのを抑制することができる。

GバンドとDバンドのピーク強度比(I_G/I_D)の上限値は、特に制限はないが、多くの場合20以下となる。ピーク強度比(I_G/I_D)が5.0以

上であれば、パーティクルの発生を効果的に抑制できる。なお、本発明のピーク強度比は、ターゲットの任意10箇所の強度比を測定し、その平均値としている。

[0031] 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（例えば、代表的な例として、Fe粉末、Pt粉末、C粉末）を用意する。

Fe粉末やPt粉末は、平均粒径が $0.5\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが望ましい。これらの原料粉末の粒径が小さ過ぎると、酸化が促進されてスパッタリングターゲット中の酸素濃度が上昇するなどの問題があるため、 $0.5\mu\text{m}$ 以上とすることが望ましい。一方、これらの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 $10\mu\text{m}$ 以下のものを用いることがさらに望ましい。

[0032] 本発明において重要なことは、C原料粉末は平均粒子径 $0.5\sim 50\mu\text{m}$ のものを使用することである。使用するC粉末の種類に特に制限はなく、ターゲットの種類により任意に選択し、使用することができるが、薄片化黒鉛は、薄片化処理をしていない黒鉛よりも導電性が高く、異常放電を生じにくいいため好ましい。

また、C粉末の粒子径が小さ過ぎると、凝集しやすくなるため $0.5\mu\text{m}$ 以上とすることが望ましい。一方、C粉末の粒子径が大きいと、スパッタリング時の異常放電の原因となるため、 $50\mu\text{m}$ 以下とすることが望ましい。

[0033] さらに原料粉末として、合金粉末（Fe-Pt粉、Fe-Cu粉、Pt-Cu粉、Fe-Pt-Cu粉）を用いてもよい。特にPt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。合金粉末を用いる場合も、平均粒径が $0.5\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが望ましい。

[0034] そして、上記の粉末を所望の組成になるように秤量し、混合、粉碎する。

重要なことは、炭素原料をマトリックス中に一様に分散させるために、C原料粉末に含まれている数百 μm ～数mmの大きさの塊を解砕あるいはふる

いで取り除くことである。方法としては、攪拌混合機、攪拌転動混合機、100～200メッシュ程度のふるい等を使用することができる。なお、ふるいは、粗大粒の除去だけではなく、解砕や混合の機能も兼ね備えるものである。

また、このようなC原料粉末の解砕やふるい分けは、炭素原料とその他の原料を混合した後に行うこともできる。混合装置としては、縦型ミキサー、V型混合機もしくはこれに準ずる性能を有する混合機を使用することができる。

このようにしてC原料粉末に含まれる大きな塊を排除した後に、炭素原料とその他の原料粉を混合する。混合方法としては、せん断力によって混合する装置を使用することができる。例えば、乳鉢、攪拌混合機（高速）、攪拌転動混合機（高速）等を使用することができる。また、せん断力が発生し、かつ原料が微粉碎しない装置であれば、その他の装置を使用することもできる。

一方で、ボールミルや媒体攪拌ミル等のように衝撃力で原料を微粉碎してしまうような混合装置は、炭素原料の微粉碎を促進し、炭素原料同士の凝集を助長してしまうため好ましくない。但し、ごく短時間の使用その他の微粉碎の影響を抑える条件であれば、このような装置を使用することも可能である。

[0035] こうして得られた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、1000～1500℃の温度範囲とする。25MPa～35MPaとする。この焼結条件においても、C粒子の凝集を抑えることが必要である。

[0036] 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、1000～1500℃の

温度範囲である。また加圧力は100MPa以上に設定する。

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。

[0037] 以上により、合金中にC粒子が均一に分散し、かつ高密度なC粒子が分散したラマン散乱分光測定におけるGバンドとDバンドのピーク強度比(I_G/I_D)が5.0以上であることを特徴とする磁気記録膜用スパッタリングターゲットを作製することができる。このようにして製造した本発明のスパッタリングターゲットは、グラニュー構造磁性薄膜の成膜に使用するスパッタリングターゲットとして有用である。

実施例

[0038] 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。

[0039] (実施例1)

原料粉末として平均粒径3 μ mのFe粉末、平均粒径3 μ mのPt粉末、平均粒子径15 μ mのC粉末を用意し、組成が30Fe-30Pt-40C(mol%)となるように秤量した。C粉末には平均粒子径15 μ mの薄片化黒鉛を使用した。

[0040] 次に、秤量したC粉末を攪拌混合機に封入し、800rpm、5分間回転させて解砕した。その後、この解砕したC粉末と、Fe粉末と、Pt粉末とを乳鉢に入れて2時間混合した。次に、乳鉢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。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1400°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。

[0041] 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°C/時間、保持温度110

0° 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。こうして作製された焼結体の組織写真を図1に示す。このように、投入原料の粒子径と同程度の大きさのC粒子が残留している様子が分かる。また、焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ97.1%であった。

[0042] 次に、この焼結体を直径180.0 mm、厚さ5.0 mmの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長532 nm、出力5 mW、回折格子は1800 L/mmを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。Fe-Pt-Cのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図2に示す。 I_G/I_D 比は7.05となり、本願発明の I_G/I_D 比が5.0以上という条件を満たしていた。

[0043] 次に、このターゲットを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1 kW、Arガス圧1.7 Paとし、2 kWhのプレススパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径0.25~3 μmのパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan 6420、KLA-Tencor社製）で測定した結果、表1に示すように、このときのパーティクル個数は64個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0044]

[表1]

	組成	被覆原料	第1工程	第2工程	第3工程	ホットプレス温度(℃)	HIP温度(℃)	相対密度	k_p	パッキナル数
実施例1	30Fe-30Pt-40C (mol%)	薄片化黒鉛(平均粒子径15 μ m)	-	攪拌混合機(300rpm, 5分)	乳鉢(2時間)	1400	1100	97.1%	7.05	64
実施例2	30Fe-30Pt-40C (mol%)	薄片化黒鉛(平均粒子径15 μ m)	-	攪拌混合機(800rpm, 5分)	5L型媒体攪拌ミル(300rpm, 1時間)	1400	1100	97.0%	5.02	153
実施例3	30Fe-30Pt-40C (mol%)	グラファイト(平均粒子径0.5 μ m)	-	攪拌混合機(300rpm, 5分)	5L型媒体攪拌ミル(300rpm, 30分)	1400	1100	96.5%	5.93	116
実施例4	30Fe-30Pt-40C (mol%)	グラファイト(平均粒子径20 μ m)	-	ふるい(100mesh)	攪拌混合機(高速)(1300rpm, 5分)	1400	1100	96.6%	6.52	121
実施例5	35Fe-25Pt-25Co-5Ag (mol%)	グラファイト(平均粒子径20 μ m)	縦型ミキサー	ふるい(200mesh)	乳鉢(2時間)	950	950	97.0%	5.94	28
実施例6	25Fe-25Pt-50C (mol%)	薄片化黒鉛(平均粒子径15 μ m)	V型混合機	攪拌混合機(800rpm, 5分)	乳鉢(2時間)	1400	1100	96.1%	6.93	102
実施例7	45Fe-45Pt-10C (mol%)	薄片化黒鉛(平均粒子径15 μ m)	V型混合機	攪拌混合機(300rpm, 5分)	乳鉢(2時間)	1300	1100	97.6%	6.85	24
実施例8	39Fe-40Pt-2Ru-10C-3TiO ₂ -3SiO ₂ -3Ox ₂ O ₃ (mol%)	グラファイト(平均粒子径20 μ m)	縦型ミキサー	攪拌混合機(800rpm, 5分)	乳鉢(2時間)	1100	1100	99.1%	6.27	13
実施例9	30Fe-60Pt-10C (mol%)	薄片化黒鉛(平均粒子径15 μ m)	-	ふるい(100mesh)	乳鉢(2時間)	1300	1100	97.9%	7.02	23
実施例10	55Fe-5Pt-40C (mol%)	薄片化黒鉛(平均粒子径6 μ m)	-	ふるい(100mesh)	乳鉢(2時間)	1400	1100	96.7%	6.94	97
実施例11	30Fe-45Pt-20C-5Au (mol%)	薄片化黒鉛(平均粒子径15 μ m)	縦型ミキサー	攪拌混合機(300rpm, 5分)	攪拌混合機(高速)(1300rpm, 5分)	1350	1100	96.8%	6.69	56
実施例12	35Fe-38Pt-20C-10Cu (mol%)	薄片化黒鉛(平均粒子径15 μ m)	縦型ミキサー	攪拌混合機(800rpm, 5分)	攪拌混合機(高速)(1300rpm, 5分)	1350	1100	97.2%	6.92	42
実施例13	43Fe-45Pt-2B-10C (mol%)	薄片化黒鉛(平均粒子径15 μ m)	縦型ミキサー	攪拌混合機(800rpm, 5分)	攪拌混合機(高速)(1300rpm, 5分)	1200	1100	97.1%	6.86	72
実施例14	49Fe-40Pt-10C-3Ta ₂ O ₅ -3B ₂ O ₃ -3MgO-10CrO (mol%)	薄片化黒鉛(平均粒子径15 μ m)	縦型ミキサー	攪拌混合機(800rpm, 5分)	乳鉢(2時間)	1100	1100	98.2%	6.29	24
比較例1	30Fe-30Pt-40C (mol%)	グラファイト(平均粒子径20 μ m)	縦型ミキサー	ふるい(200mesh)	5L型媒体攪拌ミル(300rpm, 20時間)	1400	1100	96.7%	2.05	35000
比較例2	30Fe-30Pt-40C (mol%)	グラファイト(平均粒子径20 μ m)	縦型ミキサー	ふるい(100mesh)	5L型媒体攪拌ミル(300rpm, 42時間)	1400	1100	96.8%	1.70	90000

[0045] (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、平均粒子径 $15\ \mu\text{m}$ の C 粉末を用意し、組成が $30\text{Fe}-30\text{Pt}-40\text{C}$ (mol%) となるように秤量した。C 粉末には平均粒子径 $15\ \mu\text{m}$ の薄片化黒鉛を使用した。

[0046] 次に、秤量した C 粉末を攪拌混合機に封入し、 800rpm 、5 分間回転させて解砕した。その後、解砕した C 粉末と、Fe 粉末と、Pt 粉末とを 5 L 型媒体攪拌ミルに入れて、 300rpm 、1 時間回転させて混合した。次に、攪拌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。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 1400°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。

[0047] 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。こうして作製された焼結体の組織写真を図 3 に示す。このように、投入原料の粒子径と同程度の大きさの C 粒子が残留している様子が分かる。また、焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 97.0% であった。

[0048] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長 532nm 、出力 5mW 、回折格子は $1800\text{L}/\text{mm}$ を使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。Fe-Pt-C のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図 4 に示す。 I_G/I_D 比は 5.02 となり、本願発明の I_G/I_D 比が 5.0 以上という条件を満たしていた。

[0049] 次に、このターゲットを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 1 kW、Ar ガス圧 1.7 Pa とし、2 kWh のプレススパッタリングを実施した後、4 インチ径のシリコン基板上に 20 秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径 0.25~3 μm のパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan 6420、KLA-Tencor 社製）で測定した結果、表 1 に示すように、このときのパーティクル個数は 153 個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0050] （実施例 3）

原料粉末として平均粒径 3 μm の Fe 粉末、平均粒径 3 μm の Pt 粉末、平均粒子径 0.5 μm の C 粉末を用意し、組成が 30 Fe-30 Pt-40 C（mol%）となるように秤量した。C 粉末には平均粒子径 0.5 μm のグラファイトを使用した。

[0051] 次に、秤量した C 粉末を攪拌混合機に封入し、800 rpm、5 分間回転させて解砕した。その後、解砕した C 粉末と、Fe 粉末と、Pt 粉末とを 5 L 型媒体攪拌ミルに入れて、300 rpm、30 分間回転させて混合した。次に、攪拌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。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度 300°C/時間、保持温度 1400°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。

[0052] 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°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 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。こうして作製された焼結体の組織写真を図 5 に示す。このように、投入原料の粒子径と同程度の大きさの C 粒子が残留して

いる様子が分かる。また、焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ96.5%であった。

[0053] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長532nm、出力5mW、回折格子は1800L/mmを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。Fe-Pt-Cのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図6に示す。 I_G/I_D 比は5.93となり、本願発明の I_G/I_D 比が5.0以上という条件を満たしていた。

[0054] 次に、このターゲットを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、2kWhrのプレススパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径0.25~3 μ mのパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan6420、KLA-Tencor社製）で測定した結果、表1に示すように、このときのパーティクル個数は116個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0055] （実施例4）

原料粉末として平均粒径3 μ mのFe粉末、平均粒径3 μ mのPt粉末、平均粒子径20 μ mのC粉末を用意し、組成が30Fe-30Pt-40C（mol%）となるように秤量した。C粉末には平均粒子径20 μ mのグラファイトを使用した。

[0056] 次に、秤量した原料粉末を、100メッシュふるいを通し、その後、これを攪拌混合機（高速）に入れて、1300rpm、5分間回転させて混合した。次に、攪拌混合機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。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C

／時間、保持温度 1400°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。

[0057] 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。こうして作製された焼結体の組織写真を図 7 に示す。このように、投入原料の粒子径と同程度の大きさの C 粒子が残留している様子が分かる。また、焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 96.6% であった。

[0058] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長 532nm 、出力 5mW 、回折格子は $1800\text{L}/\text{mm}$ を使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。 Fe-Pt-C のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図 8 に示す。 I_G/I_D 比は 6.52 となり、本願発明の I_G/I_D 比が 5.0 以上という条件を満たしていた。

[0059] 次に、このターゲットを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 インチ径のシリコン基板上に 20 秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径 $0.25\sim 3\mu\text{m}$ のパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan 6420、KLA-Tencor 社製）で測定した結果、表 1 に示すように、このときのパーティクル個数は 121 個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0060] (実施例5)

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 Ag 粉末、平均粒子径 $20\ \mu\text{m}$ の C 粉末を用意し、組成が $35\text{Fe}-25\text{Pt}-35\text{C}-5\text{Ag}$ (mol%) となるように秤量した。C 粉末には平均粒子径 $20\ \mu\text{m}$ のグラファイトを使用した。

[0061] 次に、秤量した原料粉末を縦型ミキサーに封入し、混合した。その後、200メッシュふるいを通してから、原料粉末を乳鉢で2時間混合した。

次に、乳鉢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。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 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。

[0062] 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 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。こうして作製された焼結体の組織写真を図9に示す。このように、投入原料の粒子径と同程度の大きさのC粒子が残留している様子が分かる。また、焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ97.0%であった。

[0063] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長532nm、出力5mW、回折格子は1800L/mmを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。Fe-Pt-Cのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図10に示す。 I_G/I_D 比は5.84となり、本願発明の I_G/I_D 比が5.0以上という条件を満たしていた。

[0064] 次に、このターゲットを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 1 kW、Ar ガス圧 1.7 Pa とし、2 kWh のプレススパッタリングを実施した後、4 インチ径のシリコン基板上に 20 秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径 0.25~3 μm のパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan 6420、KLA-Tencor 社製）で測定した結果、表 1 に示すように、このときのパーティクル個数は 28 個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0065] （実施例 6）

原料粉末として平均粒径 3 μm の Fe 粉末、平均粒径 3 μm の Pt 粉末、平均粒子径 15 μm の C 粉末を用意し、組成が 25 Fe-25 Pt-50 C（mol%）となるように秤量した。C 粉末には平均粒子径 15 μm の薄片化黒鉛を使用した。

[0066] 次に、秤量した原料粉末を V 型混合機に封入して混合した。その後、攪拌混合機を用いて、800 rpm、5 分間解砕した後、これを乳鉢で 2 時間混合した。

次に、乳鉢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。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度 300°C/時間、保持温度 1400°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。

[0067] 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°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 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。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 96.1% であった。

[0068] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長532nm、出力5mW、回折格子は1800L/mmを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。その結果、 I_G/I_D 比は6.93となり、本願発明の I_G/I_D 比が5.0以上という条件を満たしていた。

[0069] 次に、このターゲットを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、2kWhrのプレススパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径0.25~3μmのパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan6420、KLA-Tencor社製）で測定した結果、表1に示すように、このときのパーティクル個数は102個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0070] （実施例7）

原料粉末として平均粒径3μmのFe粉末、平均粒径3μmのPt粉末、平均粒子径15μmのC粉末を用意し、組成が45Fe-45Pt-10C（mol%）となるように秤量した。C粉末には平均粒子径15μmの薄片化黒鉛を使用した。

[0071] 次に、秤量した原料粉末をV型混合機に封入して混合した。その後、攪拌混合機を用いて、800rpm、5分間解砕した後、これを乳鉢で2時間混合した。

次に、乳鉢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。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1300°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。

[0072] 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 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。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 97.6% であった。

[0073] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長 532nm 、出力 5mW 、回折格子は $1800\text{L}/\text{mm}$ を使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。その結果、 I_G/I_D 比は 6.85 となり、本願発明の I_G/I_D 比が 5.0 以上という条件を満たしていた。

[0074] 次に、このターゲットを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 インチ径のシリコン基板上に 20 秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径 $0.25\sim 3\mu\text{m}$ のパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan 6420、KLA-Tencor 社製）で測定した結果、表 1 に示すように、このときのパーティクル個数は 24 個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0075] （実施例 8）

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 Ru 粉末、平均粒子径 $20\mu\text{m}$ の C 粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $0.5\mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒径 $0.5\mu\text{m}$ の Cr_2O_3 粉末を用意し、組成が $39\text{Fe}-40\text{Pt}-2\text{Ru}-10\text{C}-3\text{T}$

$i\text{O}_2-3\text{SiO}_2-3\text{Cr}_2\text{O}_3$ (mol%) となるように秤量した。C粉末には平均粒子径 $20\text{ }\mu\text{m}$ のグラファイトを使用した。

[0076] 次に、秤量した原料粉末を縦型ミキサーに封入して混合した。その後、攪拌混合機を用いて、 800 rpm 、5分間解砕した後、これを乳鉢で2時間混合した。

次に、乳鉢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。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 1100°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。

[0077] 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 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。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 99.1% であった。

[0078] 次に、この焼結体を直径 180.0 mm 、厚さ 5.0 mm の形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長 532 nm 、出力 5 mW 、回折格子は 1800 L/mm を使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。その結果、 I_G/I_D 比は 6.27 となり、本願発明の I_G/I_D 比が 5.0 以上という条件を満たしていた。

[0079] 次に、このターゲットを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 1 kW 、Arガス圧 1.7 Pa とし、 2 kWh のプレスパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板

上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径 $0.25 \sim 3 \mu\text{m}$ のパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan 6420、KLA-Tencor社製）で測定した結果、表1に示すように、このときのパーティクル個数は13個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0080]（実施例9）

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、平均粒子径 $15 \mu\text{m}$ のC粉末を用意し、組成が30Fe-60Pt-10C（mol%）となるように秤量した。C粉末には平均粒子径 $15 \mu\text{m}$ の薄片化黒鉛を使用した。

[0081] 次に、秤量した原料粉末を、100メッシュふるいを通し、その後、これを乳鉢に入れて、2時間混合した。

次に、乳鉢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。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 1300°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。

[0082] 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。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ97.9%であった。

[0083] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長532nm、出力5mW、回折格子は1800L/mmを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。その結果、 I_G/I_D 比は7.02となり、本願発明の I_G/I_D 比が5.0以

上という条件を満たしていた。

[0084] 次に、このターゲットを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 1 kW、Ar ガス圧 1.7 Pa とし、2 kWh のプレススパッタリングを実施した後、4 インチ径のシリコン基板上に 20 秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径 0.25~3 μm のパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan 6420、KLA-Tencor 社製）で測定した結果、表 1 に示すように、このときのパーティクル個数は 23 個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0085] （実施例 10）

原料粉末として平均粒径 3 μm の Fe 粉末、平均粒径 3 μm の Pt 粉末、平均粒子径 15 μm の C 粉末を用意し、組成が 55 Fe-5 Pt-40 C（mol%）となるように秤量した。C 粉末には平均粒子径 6 μm の薄片化黒鉛を使用した。

[0086] 次に、秤量した原料粉末を、100 メッシュふるいを通し、その後、これを乳鉢に入れて、2 時間混合した。

次に、乳鉢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。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度 300°C/時間、保持温度 1400°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。

[0087] 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°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 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。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 96.7% であった。

[0088] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長532nm、出力5mW、回折格子は1800L/mmを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。その結果、 I_G/I_D 比は6.94となり、本願発明の I_G/I_D 比が5.0以上という条件を満たしていた。

[0089] 次に、このターゲットを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、2kWhrのプレススパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径0.25~3μmのパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan6420、KLA-Tencor社製）で測定した結果、表1に示すように、このときのパーティクル個数は97個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0090] （実施例11）

原料粉末として平均粒径3μmのFe粉末、平均粒径3μmのPt粉末、平均粒子径15μmのC粉末、平均粒径5μmのAu粉末を用意し、組成が30Fe-45Pt-20C-5Au（mol%）となるように秤量した。C粉末には平均粒子径15μmの薄片化黒鉛を使用した。

[0091] 次に、秤量した原料粉末を縦型ミキサーに封入し、混合した後、攪拌混合機を用いて800rpm、5分間解砕した。その後、攪拌混合機（高速）を用いて1300rpm、5分間混合した。

次に、攪拌混合機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。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1350°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。

[0092] 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 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。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 96.8% であった。

[0093] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長 532nm 、出力 5mW 、回折格子は $1800\text{L}/\text{mm}$ を使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。その結果、 I_G/I_D 比は 6.69 となり、本願発明の I_G/I_D 比が 5.0 以上という条件を満たしていた。

[0094] 次に、このターゲットを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 インチ径のシリコン基板上に 20 秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径 $0.25\sim 3\mu\text{m}$ のパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan 6420、KLA-Tencor 社製）で測定した結果、表 1 に示すように、このときのパーティクル個数は 56 個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0095] （実施例 12）

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、平均粒子径 $15\mu\text{m}$ の C 粉末、平均粒径 $5\mu\text{m}$ の Cu 粉末を用意し、組成が $35\text{Fe}-35\text{Pt}-20\text{C}-10\text{Cu}$ (mol%) となるように秤量した。C 粉末には平均粒子径 $15\mu\text{m}$ の薄片化黒鉛を使用した。

[0096] 次に、秤量した原料粉末を縦型ミキサーに封入し、混合した後、攪拌混合機を用いて800rpm、5分間解砕した。その後、攪拌混合機（高速）を用いて1300rpm、5分間混合した。

次に、攪拌混合機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。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時間、保持温度1350°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。

[0097] 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°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。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ97.2%であった。

[0098] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長532nm、出力5mW、回折格子は1800L/mmを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。その結果、 I_G/I_D 比は6.92となり、本願発明の I_G/I_D 比が5.0以上という条件を満たしていた。

[0099] 次に、このターゲットを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、2kWhrのプレスパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径0.25~3μmのパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan6420、KLA

ー T e n c o r 社製) で測定した結果、表 1 に示すように、このときのパーティクル個数は 4 2 個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0100] (実施例 1 3)

原料粉末として平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の F e 粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の P t 粉末、平均粒子径 $15\ \mu\text{m}$ の C 粉末、平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ の B 粉末を用意し、組成が $43\text{Fe}-45\text{Pt}-2\text{B}-10\text{C}$ (m o l %) となるように秤量した。C 粉末には平均粒子径 $15\ \mu\text{m}$ の薄片化黒鉛を使用した。

[0101] 次に、秤量した原料粉末を縦型ミキサーに封入し、混合した後、攪拌混合機を用いて 800rpm 、5 分間解砕した。その後、攪拌混合機 (高速) を用いて 1300rpm 、5 分間混合した。

次に、攪拌混合機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。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。

[0102] 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 A r 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。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 97.1% であった。

[0103] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長 532nm 、出力 5mW 、回折格子は $1800\text{L}/\text{mm}$ を使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。その結果、 I_G/I_D 比は 6.88 となり、本願発明の I_G/I_D 比が 5.0 以上という条件を満たしていた。

[0104] 次に、このターゲットを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 1 kW、Ar ガス圧 1.7 Pa とし、2 kWh のプレススパッタリングを実施した後、4 インチ径のシリコン基板上に 20 秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径 0.25~3 μm のパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan 6420、KLA-Tencor 社製）で測定した結果、表 1 に示すように、このときのパーティクル個数は 72 個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0105] （実施例 14）

原料粉末として平均粒径 3 μm の Fe 粉末、平均粒径 3 μm の Pt 粉末、平均粒子径 15 μm の C 粉末、平均粒径 1 μm の Ta₂O₅ 粉末、平均粒径 1 μm の B₂O₃ 粉末、平均粒径 1 μm の 3MgO 粉末、平均粒径 1 μm の CoO 粉末を用意し、組成が 40Fe-40Pt-10C-3Ta₂O₅-3B₂O₃-3MgO-1CoO（mol%）となるように秤量した。C 粉末には平均粒子径 15 μm の薄片化黒鉛を使用した。

[0106] 次に、秤量した原料粉末を縦型ミキサーに封入し、混合した後、攪拌混合機を用いて 800 rpm、5 分間解砕した。その後、乳鉢を用いて 2 時間混合した。

次に、攪拌混合機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。ホットプレスの条件は、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 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。

[0107] 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°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 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。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ98.2%であった。

[0108] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長532nm、出力5mW、回折格子は1800L/mmを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。その結果、 I_G/I_D 比は6.29となり、本願発明の I_G/I_D 比が5.0以上という条件を満たしていた。

[0109] 次に、このターゲットを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、2kWhrのプレススパッタリングを実施した後、4インチ径のシリコン基板上に20秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径0.25~3μmのパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan6420、KLA-Tencor社製）で測定した結果、表1に示すように、このときのパーティクル個数は24個であった。比較例に比べて大きく減少した。

[0110] （比較例1）

原料粉末として平均粒径3μmのFe粉末、平均粒径3μmのPt粉末、平均粒子径20μmのC粉末を用意し、組成が30Fe-30Pt-40C（mol%）となるように秤量した。C粉末には平均粒子径20μmのグラファイトを使用した。

[0111] 次に、秤量した原料粉末を縦型ミキサーに封入して混合した。その後、200メッシュふるいを通してから、5L媒体攪拌ミルを用いて300rpm、20時間混合した。

次に、攪拌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。ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度300°C/時

間、保持温度 1400°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。

[0112] 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。こうして作製された焼結体の組織写真を図 11 に示す。このように、投入原料が細かく粉砕された C 粒子が存在している様子が分かる。また、焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 96.7% であった。

[0113] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長 532nm 、出力 5mW 、回折格子は $1800\text{L}/\text{mm}$ を使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。 Fe-Pt-C のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図 12 に示す。 I_G/I_D 比は 2.05 となり、本願発明の I_G/I_D 比が 5.0 以上という条件を満たしていなかった。

[0114] 次に、このターゲットを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 インチ径のシリコン基板上に 20 秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径 $0.25\sim 3\mu\text{m}$ のパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan 6420、KLA-Tencor 社製）で測定した結果、表 1 に示すように、このときのパーティクル個数は 35000 個と非常に多かった。

[0115] (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、平均粒子径 $20\ \mu\text{m}$ の C 粉末を用意し、組成が $30\text{Fe}-30\text{Pt}-40\text{C}$ (mol%) となるように秤量した。C 粉末には平均粒子径 $20\ \mu\text{m}$ のグラファイトを使用した。

[0116] 次に、秤量した原料粉末を縦型ミキサーに封入して混合した。その後、100メッシュふるいを通してから、5L 媒体攪拌ミルを用いて 300rpm 、48時間混合した。

次に、攪拌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。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 1400°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。

[0117] 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。こうして作製された焼結体の組織を図 13 に示す。このように、投入原料が細かく粉砕された C 粒子が存在している様子が分かる。また、焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ 96.8% であった。

[0118] 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てターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の実験条件は、励起波長 532nm 、出力 5mW 、回折格子は $1800\text{L}/\text{mm}$ を使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。Fe-Pt-C のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図 14 に示す。 I_G/I_D 比は 1.70 となり、本願発明の I_G/I_D 比が 5.0

以上という条件を満たしていなかった。

[0119] 次に、このターゲットを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 1 kW、Ar ガス圧 1.7 Pa とし、2 kWh のプレススパッタリングを実施した後、4 インチ径のシリコン基板上に 20 秒間成膜した。そして基板上へ付着した粒径 0.25 ~ 3 μm のパーティクルの個数を表面異物検査装置（Surfscan 6420、KLA-Tencor 社製）で測定した結果、表 1 に示すように、このときのパーティクル個数は 90000 個と非常に多かった。

産業上の利用可能性

[0120] 本発明の磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、高価な同時スパッタ装置を用いることなくグラニューラー構造磁性薄膜の作製を可能にするものであり、C 粒子が分散した磁気記録膜用スパッタリングターゲット、特に Fe-Pt 系スパッタリングターゲットを提供することができ、炭素は焼結しにくい材料であり、炭素同士で凝集体を形成し易いという問題を解決し、さらにスパッタリング中に炭素の塊が容易に脱離し、スパッタリング後の膜上にパーティクルが多数発生するという問題を解決することができるという優れた効果を有する。したがってグラニューラー構造の磁性薄膜の成膜用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] Cを含有する磁気記録膜用スパッタリングターゲットであって、ラマン散乱分光測定におけるGバンドとDバンドのピーク強度比 (I_G / I_D) が5.0以上であることを特徴とする磁気記録膜用スパッタリングターゲット。
- [請求項2] Ptが5mol%以上60mol%以下、残余がFeである組成の金属とCからなる請求項1記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。
- [請求項3] Cの含有割合が10mol%以上70mol%以下であることを特徴とする請求項1又は2記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。
- [請求項4] 相対密度が90%以上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磁気記録膜用スパッタリングターゲット。
- [請求項5] 添加元素として、B、Ru、Ag、Au、Cuから選択した1元素以上を、0.5mol%以上20mol%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磁気記録膜用スパッタリングターゲット。
- [請求項6] 添加剤として、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、 CoO 、 Ta_2O_5 、 B_2O_3 、 MgO 、 Co_3O_4 から選択した1種以上の酸化物を、0.5mol%以上20mol%以下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磁気記録膜用スパッタリングターゲット。