

明 細 書

発明の名称：

F e－P t－B N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、磁性薄膜の製造に用いられるB N含有スパッタリングターゲット及びその製造方法に関し、特にF eとP tとB N（窒化ホウ素）とを含むF e－P t－B N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] ハードディスクドライブなどの磁気記録媒体のグラニューラー構造磁性薄膜を製造するためのスパッタリングターゲットとして、強磁性金属であるF e又はC oを主成分として、S i O₂などの酸化物、B（ホウ素）、C（炭素）、B N（窒化ホウ素）などの非磁性材を含む焼結体が用いられている。ただし、B Nは焼結性が劣るために高密度の焼結体を製造することが難しく、スパッタリング中にパーティクルが発生し、製品歩留まりが低下し、機械加工性が悪いなどの問題があった。

[0003] かかる問題を解決するために、粉碎して板状あるいは薄片にした金属原料粉末を六方晶系B Nと混合して六方晶系B Nの結晶の向きを揃える方法（特許文献1）などが提案されている。

[0004] 日本特許第5457615号公報（特許文献1）には、F e－P t合金粉末を使用することによって、酸素量を4000w t p p m以下まで低減したF e－P t－B N系の磁性材焼結体を作製できること、作製された焼結体は、機械加工性が良好となり、割れやチッピングの発生を抑制するために異常放電やパーティクルの発生が少ないことが開示されている。具体的な製造方法として、粒径が0.5μm以上10μm以下のF e－P t合金粉末、及びB N粉末を乳鉢に投入して均一に混合した混合粉末をホットプレスした後、熱間等方加圧加工（以下「HIP処理」ともいう。）を行うことが記載されている。粒径が0.5μm以上10μm以下のF e－P t合金粉末を用い

ることは、Feの形態を酸化しにくい形態とするための必須要件である。また、Fe粉末、Pt粉末及びBN粉末を、媒体攪拌ミルを用いて300rpmで2時間混合する点を除いて同じ製造条件で製造した比較例（Fe-Pt-BN系、Fe-Pt-BN-非磁性材系）においては、酸素含有量が11500wtppm以上と高く、チッピングが発生したこと、及び特許文献1の実施例と比較してパーティクル数を低減できないことが記載されている。

[0005] 日本特許第5913620号公報（特許文献2）には、六方晶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してパーティクル数を減少させること、金属原料粉末を粉碎し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BNとを相互に積み重なる構造として六方晶BNの配向を揃えること、金属原料と六方晶BNとの混合粉末を焼結後に熱間等方加圧加工をすることにより焼結体の相対密度を高めることが記載されている。特許文献2の実施例では、金属原料粉末を媒体攪拌ミルに投入して回転数300rpmで2時間かけて粉碎した後に、六方晶BNと混合して、V型混合機で混ぜ合わせ、さらに100 μ m目の篩を用いて混合粉末を調製するが、比較例では、金属原料粉末を粉碎せずに、金属原料粉末と六方晶BNとを乳鉢で混合することにより混合粉末を調製することが記載されている。また、実施例ではパーティクル数が360個未満であるが、比較例ではパーティクル数が600個を超えることが記載されている。

[0006] 日本特許第5876155号公報（特許文献3）には、Ptが5～60mol%、残余がFeからなる組成の合金と、その合金中に分散する非磁性材料からなる焼結体スパッタリングターゲットであって、非磁性材料として少なくともCを5～60mol%含み、前記スパッタリングターゲットのスパッタ面に対する垂直断面におけるC（炭素）粒子の平均粒子面積が50 μ m²以上200 μ m²以下とすることにより、炭素粒子の凝集体がスパッタ時に異常放電を引き起こし、パーティクルの発生量を増加させることが防止できることが開示されている。C（炭素）粒子の平均粒子面積が50 μ m²以上200 μ m²以下を達成するために、原料となるC粉末は、粒径が10 μ m以下の

含有率を10%以下、かつ、200 μ m以下とすること、C粉末を除く原料粉末をボールミル等を用いて4時間かけて粉碎混合した後に、C粉末を添加して、分級して粒径の小さい粉末を分離除去することが開示されている。また、相対密度を高めるために、原料粉末を焼結した後に等方熱間加圧加工を行うことも開示されている。

[0007] 特許文献1～3には、スパッタリングターゲットのビッカース硬度については何ら開示も示唆もされていない。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特許第5457615号公報

特許文献2：特許第5913620号公報

特許文献3：特許第5876155号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明の目的は、特許文献1～3に開示されているような従来の方法とは異なるアプローチにより、高い相対密度を有するFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットのパーティクル発生の問題を解決することにある。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明は、下記態様を含む。

[1] ビッカース硬度が150以下であることを特徴とするFe-Pt-BN系スパッタリング用ターゲット。

[2] Ptを20mol%以上40mol%未満、BNを25mol%以上50mol%以下含み、残余はFe及び不可避免的不純物であることを特徴とする、上記[1]に記載のFe-Pt-BN系スパッタリング用ターゲット。

[3] Ptを20mol%以上40mol%未満、BNを10mol%以上50mol%未満、及びCを0mol%超過30mol%以下、ただしBN

とCの合計含有量は25mol%以上50mol%以下であり、残余がFe及び不可避免的不純物であることを特徴とする、上記[1]に記載のFe-Pt-BN系スパッタリング用ターゲット。

[4] Au、Ag、B、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ruから選択される1種以上の元素をさらに含むことを特徴とする、上記[1]～[3]のいずれか1に記載のFe-Pt-BN系スパッタリング用ターゲット。

[5] Au、Ag、B、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ruから選択される1種以上の元素の合計含有量は15mol%以下であることを特徴とする、上記[4]に記載のFe-Pt-BN系スパッタリング用ターゲット。

[6] 相対密度が90%以上であることを特徴とする、上記[1]～[5]のいずれか1に記載のFe-Pt-BN系スパッタリング用ターゲット。

[7] 上記[2]に記載のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットの製造方法であって、

Fe粉末及びPt粉末と、BN粉末と、を、媒体攪拌ミルに投入して、100rpm以上300rpm以下の回転数で1時間以上6時間以下混合して、原料粉末混合物を得る工程と、

当該原料粉末混合物を焼結する工程と、を含み、

HIP処理を行わないことを特徴とする、Fe-Pt-BN系スパッタリング用ターゲットを製造する方法。

[8] 上記[3]に記載のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットの製造方法であって、

Fe粉末及びPt粉末と、BN粉末と、C粉末とを、媒体攪拌ミルに投入して、100rpm以上300rpm以下の回転数で1時間以上6時間以下混合して、原料粉末混合物を得る工程と、

当該原料粉末混合物を焼結する工程と、を含み、

HIP処理を行わないことを特徴とする、Fe-Pt-BN系スパッタリン

グ用ターゲットを製造する方法。

発明の効果

[0011] 本発明は、90%以上の相対密度を有し、ビッカース硬度が150以下であり、マグネトロンスパッタリング時のパーティクル発生数を抑制できるFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットを提供する。

図面の簡単な説明

[0012] [図1]実施例及び比較例で測定したビッカース硬度(HV)とパーティクル数との関係を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0013] 以下、添付図面を参照しながら、本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0014] 本発明のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲット（以下、単に「スパッタリングターゲット」という場合もある。）は、ビッカース硬度がHV150以下、好ましくはHV125以下、より好ましくはHV120以下であることを特徴とする。

[0015] 後述の実施例及び比較例に示すように、ビッカース硬度がHV150以下のスパッタリングターゲットはパーティクルの発生を抑制することができる。一方、ビッカース硬度がHV150を超えると、パーティクルの発生が多い。ビッカース硬度が低くなるとパーティクルの発生を抑制できるメカニズムは定かではないが、ビッカース硬度が高いと、硬い金属がBN粒子内部に損傷を与え、BN起因のパーティクルの発生が増加すると考えられる。

[0016] 上記ビッカース硬度は、JIS Z 2244に準じて測定する。具体的には、対面角136°の正四角錐のダイヤモンド圧子を一定の試験荷重(kgf)で被検体の試験面に押し込み、生じる永久くぼみの表面積S(mm²)を測定し、試験荷重(kgf)／永久窪みの表面積S(mm²)で求められる。

[0017] 本発明のスパッタリングターゲットは、Ptを20mol%以上40mol%未満、BNを25mol%以上50mol%以下含み、残余はFe及び

不可避免的不純物であることが好ましい。上記範囲内であればFe-Pt系合金の磁気特性を良好に維持することができ、本発明の製造方法によればスパッタリングターゲットのビッカース硬度が高くなりすぎず、パーティクルの発生を抑制することができる。また、BNは、磁気記録媒体のグラニューラ構造磁性薄膜の粒界材として機能することができる。

[0018] 本発明のスパッタリングターゲットは、Ptを20mol%以上35mol%未満、BNを30mol%以上45mol%以下含み、残余はFe及び不可避免的不純物であることがより好ましい。

[0019] あるいは、本発明のスパッタリングターゲットは、Ptを20mol%以上40mol%未満、BNを10mol%以上50mol%未満、及びCを0mol%超過30mol%以下、ただしBNとCの合計含有量は25mol%以上50mol%以下であり、残余がFe及び不可避免的不純物であることが好ましい。上記範囲内であればFe-Pt系合金の磁気特性を良好に維持することができ、本発明の製造方法によればスパッタリングターゲットのビッカース硬度が高くなりすぎず、パーティクルの発生を抑制することができる。また、BN及びCは磁気記録媒体のグラニューラ構造磁性薄膜の粒界材として機能することができる。

[0020] 本発明のスパッタリングターゲットは、Ptを20mol%以上35mol%未満、BNを10mol%以上40mol%未満、及びCを5mol%以上30mol%以下、ただしBNとCの合計含有量は25mol%以上45mol%以下であり、残余がFe及び不可避免的不純物であることがより好ましい。

[0021] 本発明のスパッタリングターゲットは、Ptを20mol%以上35mol%未満、BNを10mol%以上40mol%未満、及びCを5mol%以上15mol%以下、ただしBNとCの合計含有量は25mol%以上45mol%以下であり、残余がFe及び不可避免的不純物であることが特に好ましい。

[0022] Cは、BNと同様に磁気記録媒体のグラニューラ構造磁性薄膜の粒界材と

して機能する。BNに加えてCを添加することにより、金属成分の比率を小さく抑え、ひいてはビッカース硬度をより低く抑えることができる。

[0023] 本発明のスパッタリングターゲットは、Au、Ag、B、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ruから選択される1種以上の元素をさらに含むことができる。これらの追加元素の合計含有量は15mol%以下であることが好ましく、10mol%以下であることがより好ましい。上記範囲内であればFe-Pt系合金の磁気特性を良好に維持することができ、スパッタリングターゲットのビッカース硬度をHV150以下に維持することができる。

[0024] 本発明のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットは、相対密度（実測密度／理論密度）が90%以上であることが好ましい。相対密度が低すぎると、マグネトロンスパッタリング用ターゲットとして用いた場合に所望の膜形成ができない場合があるので好ましくない。

[0025] 次に、本発明のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットの製造方法について説明する。

[0026] 本発明のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットは、Fe粉末及びPt粉末と、BN粉末と、Cを含む場合にはC粉末と、を媒体攪拌ミルに投入して、100rpm以上300rpm以下の回転数で1時間以上6時間以下混合して原料粉末混合物を得る工程と、当該原料粉末混合物を焼結する工程と、を含み、HIP処理を行わない方法により製造することができる。媒体攪拌ミルの回転数が低すぎるとBNを均一に分散することができず、回転数が高すぎると微細な粒子が形成されてしまい、パーティクル発生を抑制できないので好ましくない。媒体攪拌ミルの回転数は150rpm以上250rpm以下であることがより好ましい。攪拌による混合時間が短すぎるとBNを均一に分散することができず、混合時間が長すぎると微細な粒子が形成されてしまい、パーティクル発生を抑制できないので好ましくない。混合時間は、2時間以上6時間以下がより好ましい。

[0027] 原料粉末混合物を得るために用いる媒体攪拌ミルは、当該技術分野で一般

的に用いられている媒体攪拌ミルでよい。例えば、SUSボール、超硬ボール、又はジルコニアボールを媒体とする横型又は縦型の攪拌ミルを挙げることができ、ジルコニアボールを媒体とする横型又は縦型の攪拌ミルを好適に用いることができる。混合時の媒体攪拌ミル内部の雰囲気は、混合中の媒体攪拌ミル内部のガスと混合粉末との反応を避けるために、アルゴンガス雰囲気とすることが好ましい。

[0028] Au、Ag、B、Cr、Cu、Ge、Ir、Ni、Pd、Rh、Ruから選択される1種以上の追加元素を含む場合には、追加元素の粉末をFe粉末及びPt粉末と混合してからBN粉末及び添加する場合にはC粉末と混合してもよいが、Fe粉末及びPt粉末、BN粉末及び添加する場合にはC粉末と一緒に追加元素の粉末を混合することが好ましい。金属粉末のみを混合すると、粒子が粗大化する可能性があり、均一に混合できない場合がある。

[0029] Fe粉末としては、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが好ましい。平均粒径が小さすぎると発火の危険性や不可避的不純物濃度が高くなる可能性が生じ、平均粒径が大きすぎるとBNを均一に分散することができない可能性がある。

[0030] Pt粉末としては、平均粒径 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが好ましい。平均粒径が小さすぎると不可避的不純物濃度が高くなる可能性が生じ、平均粒径が大きすぎるとBNを均一に分散することができない可能性がある。

[0031] BN粉末としては、平均粒径 $2\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが好ましい。上記範囲外だと良好な分散状態を達成することができず、またビッカース硬度が高くなる可能性があり、パーティクル発生を抑制できなくなる可能性がある。

[0032] C粉末としては、平均粒径 $2\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが好ましい。上記範囲外だと良好な分散状態を達成することができず、ビッカース硬度が高くなる可能性があり、パーティクル発生を抑制できなくなる可能性がある。

[0033] その他追加元素の粉末としては、平均粒径 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $20\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが好ましい。平均粒径が小さすぎると不可避不純物濃度が高くなる可能性が生じ、平均粒径が大きすぎると均一に分散することができない可能性がある。

[0034] 原料粉末混合物の焼結は、 600°C 以上 1200°C 以下、好ましくは 700°C 以上 1100°C 以下の焼結温度、及び 30MPa 以上 120MPa 以下、好ましくは 50MPa 以上 100MPa 以下の焼結圧力で行われることが望ましい。焼結温度が低すぎると相対密度が低くなり、焼結温度が高すぎるとBNが分解する恐れがある。

[0035] 本発明のFe-Pt-BN系スパッタリングターゲットを製造する際に、熱間等方加圧加工は行わない。熱間等方加圧加工により金属成分が硬くなり、ビッカース硬度が高くなりすぎるため、後述する実施例及び比較例より明らかなように、パーティクル発生を抑制することができない。

実施例

[0036] 以下、実施例及び比較例により、本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに何ら制限されるものではない。以下の実施例及び比較例におけるスパッタリングターゲットの相対密度、パーティクル数及びビッカース硬度の測定方法は以下のとおりである。

[0037] [相対密度]

置換液として純水を用いて、アルキメデス法で測定する。焼結体の質量を測定し、焼結体を置換液中に浮遊させた状態で浮力（＝焼結体の体積）を測定する。焼結体の質量（g）を焼結体の体積（ cm^3 ）で除して実測密度（ g/cm^3 ）を求める。焼結体の組成に基づいて計算した理論密度との比率（実測密度／理論密度）が相対密度である。

[0038] [パーティクル数]

焼結体を直径 153mm 、厚さ 2mm に加工し、直径 161mm 、厚さ 4mm のCu製パッキングプレートにインジウムでボンディングして、スパッタリングターゲットを得る。このスパッタリングターゲットをマグネトロン

スパッタリング装置に取り付け、出力500W、ガス圧1PaのArガス雰囲気下で40秒間のスパッタリングの後、基板上に付着したパーティクル数をパーティクルカウンターで測定する。

[0039] [ビッカース硬度]

JIS Z 2244に準じて測定する。具体的には、スパッタリングターゲットのスパッタ面を#320と#1200のSiC研磨紙を用いて研磨した後に、粒径1 μ mのダイヤモンド砥粒を用いてバフ研磨することで得られたスパッタ面に対し、ビッカース硬さ試験器（Mitutoyo製HV-115）を用いて、対面角136°の正四角錐のダイヤモンド圧子で試験荷重2.00kgfを付与した際のくぼみの大きさを顕微鏡で観察し、4辺の対角線を結んだ直線の長さを測定し、くぼみの表面積（mm²）を算出し、試験荷重（kgf）／くぼみの表面積（mm²）を算出する。

[0040] [実施例1]

35Fe-35Pt-30BN（モル比、以下実施例の欄において同じ）の組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末172.79g、平均粒子径1 μ mのPt粉末603.60g、平均粒子径4 μ mのBN粉末65.83gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た。

この焼結体の相対密度を測定後、焼結体をスパッタリングターゲットに加工してパーティクル数及びビッカース硬度を測定した。相対密度は95.0%、ビッカース硬度はHV104、パーティクル数は67個であった。結果を表1に示す。

[0041] [実施例2]

32.5Fe-32.5Pt-35BNの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末157.91g、平均粒子径1 μ mのPt粉末551.60g、平均粒子径4 μ mのBN粉末75.58gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得

た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た以外は、実施例1と同様に、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は94.1%、ビッカース硬度はHV66、パーティクル数は77個であった。結果を表1に示す。

[0042] [実施例3]

27.5Fe-27.5Pt-45BNの組成となるように、平均粒子径7μmのFe粉末129.51g、平均粒子径1μmのPt粉末452.40g、平均粒子径4μmのBN粉末94.19gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た以外は、実施例1と同様に、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は91.4%、ビッカース硬度はHV54、パーティクル数は94個であった。結果を表1に示す。

[0043] [実施例4]

35Fe-35Pt-20BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7μmのFe粉末173.45g、平均粒子径1μmのPt粉末605.89g、平均粒子径4μmのBN粉末44.05g、平均粒子径3μmのC粉末10.66gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た以外は、実施例1と同様に、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は96.2%、ビッカース硬度はHV112、パーティクル数は61個であった。結果を表1に示す。

[0044] [実施例5]

30Fe-30Pt-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7μmのFe粉末143.73g、平均粒子径1μmのPt粉末502.0

8 g、平均粒子径 $4\ \mu\text{m}$ の BN 粉末 63.88 g、平均粒子径 $3\ \mu\text{m}$ の C 粉末 10.30 g を媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150 rpm で3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力 66 MPa、焼結温度 900°C 、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た以外は、実施例1と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は95.1%、ビッカース硬度はHV57、パーティクル数は62個であった。結果を表1に示す。

[0045] [実施例6]

焼結温度を 700°C に変えた以外は実施例5と同様にして焼結体を得て、実施例1と同様にして相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は93.3%、ビッカース硬度はHV58、パーティクル数は82個であった。結果を表1に示す。

[0046] [実施例7]

混合時間を6時間に変えた以外は実施例5と同様にして焼結体を得て、実施例1と同様にして相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は90.7%、ビッカース硬度はHV50、パーティクル数は33個であった。結果を表1に示す。

[0047] [実施例8]

$30\text{Fe}-30\text{Pt}-10\text{BN}-30\text{C}$ の組成となるように、平均粒子径 $7\ \mu\text{m}$ の Fe 粉末 182.60 g、平均粒子径 $1\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末 637.85 g、平均粒子径 $4\ \mu\text{m}$ の BN 粉末 27.05 g、平均粒子径 $3\ \mu\text{m}$ の C 粉末 39.27 g を媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150 rpm で3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力 66 MPa、焼結温度 900°C 、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た以外は、実施例1と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は95.5%、ビッカース硬度はHV81、パーティクル数は97個であった。結果を表1に示す。

[0048] [実施例9]

25Fe-25Pt-10Au-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末116.99g、平均粒子径1 μ mのPt粉末408.33g、平均粒子径1 μ mのAu粉末165.05g、平均粒子径4 μ mのBN粉末62.40g、平均粒子径3 μ mのC粉末10.06gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た以外は、実施例1と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は96.1%、ビッカース硬度はHV67、パーティクル数は55個であった。結果を表1に示す。

[0049] [実施例10]

25Fe-25Pt-10Ag-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末116.89g、平均粒子径1 μ mのPt粉末408.33g、平均粒子径10 μ mのAg粉末90.31g、平均粒子径4 μ mのBN粉末62.34g、平均粒子径3 μ mのC粉末10.06gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た以外は、実施例1と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は95.7%、ビッカース硬度はHV59、パーティクル数は49個であった。結果を表1に示す。

[0050] [実施例11]

25Fe-25Pt-10Cu-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7 μ mのFe粉末121.19g、平均粒子径1 μ mのPt粉末423.33g、平均粒子径3 μ mのCu粉末55.16g、平均粒子径4 μ mのBN粉末64.63g、平均粒子径3 μ mのC粉末10.43gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度9

00℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た以外は、実施例1と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は95.9%、ビッカース硬度はHV69、パーティクル数は66個であった。結果を表1に示す。

[0051] [実施例12]

25Fe-25Pt-10Rh-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7μmのFe粉末119.55g、平均粒子径1μmのPt粉末417.61g、平均粒子径10μmのRh粉末88.12g、平均粒子径4μmのBN粉末63.76g、平均粒子径3μmのC粉末10.28gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た以外は、実施例1と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は94.0%、ビッカース硬度はHV101、パーティクル数は88個であった。結果を表1に示す。

[0052] [実施例13]

25Fe-25Pt-10Ge-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7μmのFe粉末112.65g、平均粒子径1μmのPt粉末393.51g、平均粒子径10μmのGe粉末58.61g、平均粒子径4μmのBN粉末60.08g、平均粒子径3μmのC粉末9.69gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度700℃、保持時間1時間の条件で焼結して、焼結体を得た以外は、実施例1と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は97.0%、ビッカース硬度はHV96、パーティクル数は60個であった。結果を表1に示す。

[0053] [比較例1]

32.5Fe-32.5Pt-35BNの組成となるように、平均粒子径

7 μm のFe粉末157.91g、平均粒子径1 μm のPt粉末551.60g、平均粒子径4 μm のBN粉末75.58gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結した後に、HIP圧力180MPa、HIP温度900℃でHIP処理して焼結体を得た以外は、実施例1と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は97.3%、ビッカース硬度はHV152、パーティクル数は886個であった。結果を表1に示す。

[0054] [比較例2]

30Fe-30Pt-30BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7 μm のFe粉末143.73g、平均粒子径1 μm のPt粉末502.08g、平均粒子径4 μm のBN粉末63.88g、平均粒子径3 μm のC粉末10.30gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結した後に、HIP圧力180MPa、HIP温度900℃でHIP処理して焼結体を得た以外は、実施例1と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は98.6%、ビッカース硬度はHV166、パーティクル数は1120個であった。結果を表1に示す。

[0055] [比較例3]

35Fe-35Pt-20BN-10Cの組成となるように、平均粒子径7 μm のFe粉末173.45g、平均粒子径1 μm のPt粉末605.89g、平均粒子径4 μm のBN粉末44.05g、平均粒子径3 μm のC粉末10.66gを媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150rpmで3時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力66MPa、焼結温度900℃、保持時間1時間の条件で焼結した後に、HIP圧力180MPa、HIP温度900℃でHIP処理して焼結体を得た以外

は、実施例 1 と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は 99.3%、ビッカース硬度は HV195、パーティクル数は 812 個であった。結果を表 1 に示す。

[0056] [比較例 4]

25Fe-25Pt-10Ag-30BN-10C の組成となるように、平均粒子径 7 μm の Fe 粉末 116.89 g、平均粒子径 1 μm の Pt 粉末 408.33 g、平均粒子径 10 μm の Ag 粉末 90.31 g、平均粒子径 4 μm の BN 粉末 62.34 g、平均粒子径 3 μm の C 粉末 10.06 g を媒体攪拌ミル（媒体：ジルコニアボール）に投入し、150 rpm で 3 時間混合して、混合粉末を得た。この混合粉末を焼結圧力 66 MPa、焼結温度 900°C、保持時間 1 時間の条件で焼結した後に、HIP 圧力 180 MPa、HIP 温度 900°C で HIP 処理して焼結体を得た以外は、実施例 1 と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は 98.9%、ビッカース硬度は HV158、パーティクル数は 1096 個であった。結果を表 1 に示す。

[0057] [比較例 5]

HIP 圧力を 150 MPa に代えた以外は比較例 2 と同様にして、相対密度、ビッカース硬度及びパーティクル数を測定した。相対密度は 98.0%、ビッカース硬度は HV153、パーティクル数は 992 個であった。結果を表 1 に示す。

[0058]

[表1]

表1 実施例及び比較例の測定結果

	スパッタリングターゲット	原材料					混合条件		焼結条件		HIP条件		結果	
		Fe	Pt	BN	C	他	圧力	温度	圧力	温度	圧力	温度	相対密度	HV
	目標組成	g	g	g	g	元素・粒径 g	(MPa)	(°C)	(MPa)	(°C)	(MPa)	(°C)	(%)	(-)
実施例1	35Fe-35Pt-30BN	172.79	603.60	65.83		150rpm3h	66	900					95.0	104
実施例2	32.5Fe-32.5Pt-35BN	157.91	551.60	75.58		150rpm3h	66	900					94.1	66
実施例3	27.5Fe-27.5Pt-45BN	129.51	452.40	94.19		150rpm3h	66	900					91.4	54
実施例4	35Fe-35Pt-20BN-10C	173.45	605.89	44.05	10.66	150rpm3h	66	900					96.2	112
実施例5	30Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30	150rpm3h	66	900					95.1	57
実施例6	30Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30	150rpm3h	66	700					93.3	58
実施例7	30Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30	150rpm3h	66	900					90.7	50
実施例8	30Fe-30Pt-10BN-30C	182.60	637.85	27.05	39.27	150rpm6h	66	900					95.5	81
実施例9	25Fe-25Pt-10Au-30BN-10C	116.99	408.33	62.40	10.06	Au: 1µm 165.05	66	900					96.1	67
実施例10	25Fe-25Pt-10Ag-30BN-10C	116.89	408.33	62.34	10.06	Ag: 10µm 99.31	66	900					95.7	59
実施例11	25Fe-25Pt-10Cu-30BN-10C	121.19	423.33	64.63	10.43	Cu: 3µm 55.16	66	900					95.9	69
実施例12	25Fe-25Pt-10Rh-30BN-10C	119.55	417.61	63.76	10.28	Rh: 10µm 88.12	66	900					94.0	101
実施例13	25Fe-25Pt-10Ge-30BN-10C	112.65	393.51	60.08	9.69	Ge: 10µm 58.61	66	700					97.0	96
比較例1	32.5Fe-32.5Pt-35BN	157.91	551.60	75.58		150rpm3h	66	900	180	900	180	900	97.3	152
比較例2	30Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30	150rpm3h	66	900	180	900	180	900	98.6	166
比較例3	35Fe-35Pt-20BN-10C	173.45	605.89	44.05	10.66	150rpm3h	66	900	180	900	180	900	99.3	195
比較例4	25Fe-25Pt-10Ag-30BN-10C	116.89	408.33	62.34	10.06	Ag: 10µm 90.31	66	900	180	900	180	900	98.9	158
比較例5	30Fe-30Pt-30BN-10C	143.73	502.08	63.88	10.30	150rpm3h	66	900	150	900	150	900	98.0	153

[0059] [考察]

図 1 に、ビッカース硬度とパーティクル数とをプロットして示す。図 1 より、Fe-Pt-BN系スパッタリングターゲットの組成にかかわらず、ビッカース硬度がHV 150を超えるとパーティクル数が800個以上と非常に多くなり、ビッカース硬度がHV 150以下ではパーティクル数が100個以下と顕著に少なくなることがわかる。