

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部材、スパッタリングターゲット組立品、成膜方法、及びスパッタリングターゲット部材の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は一実施形態において、F e－P t－C系スパッタリングターゲット部材に関する。本発明は別の一実施形態において、そのようなスパッタリングターゲット部材を備えたスパッタリングターゲット組立品に関する。本発明は更に別の一実施形態において、そのようなスパッタリングターゲット部材を用いた成膜方法に関する。本発明は更に別の一実施形態において、スパッタリングターゲット部材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、記録を担う磁性薄膜の材料として、強磁性金属であるC o、F e又は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記録層には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記録層には、C oを主成分とするC o－C r－P t系の強磁性合金に酸化物や炭素等の非磁性粒子を分散させた複合材料が多く用いられている。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部材を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] 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、現在、1 T b i t / i n²を超える容量のものが市販されつつある。1 T b i t / i n²に記録密度が達すると記録b i tのサイズが1 0 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 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、 $L1_0$ 構造を持つFe-Pt磁性相が超高密度記録媒体用材料として注目されている。 $L1_0$ 構造を持つFe-Pt磁性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。そしてFe-Pt磁性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Fe-Pt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揃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、 $L1_0$ 構造を有するFe-Pt磁性相を酸化物、窒化物、炭化物、炭素といった非磁性材料で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に提案されている。このグラニュー構造磁性薄膜は、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。

[0006] しかしながら、スパッタ装置で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部材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部材に内包される空孔を起点として異常放電が生じ、パーティクルが発生するという問題がある。特に、非磁性材料として炭素を使用する場合、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。

[0007] この問題を解決するため、特許文献1（特許第5497904号公報）では、炭素材料の結晶性をラマン散乱分光測定で評価し、GバンドとDバンドと呼ばれる振動モードを測定し、GバンドとDバンドのピーク強度比（ I_G/I_D ）が5.0以下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部材を開示している。特許文献2（特許第5592022号公報）で

は、逆に、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部材を開示している。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特許第5497904号公報

特許文献2：特許第5592022号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 上記特許文献に記載の技術によれば、Fe-Pt-C系スパッタリングターゲット部材をスパッタリングする際のパーティクル発生を少なくすることはできる。しかしながら、Fe-Pt-C系スパッタリングターゲット部材に関して、パーティクルを抑制するための別異の手法を提供することは本技術分野における将来的な技術開発の可能性を広げる上で有用であろう。

[0010] そこで、本発明は一実施形態において、スパッタリング時におけるパーティクルの発生を従来とは異なる手法により抑制可能なFe-Pt-C系スパッタリングターゲット部材を提供することを課題とする。本発明は別の一実施形態において、そのようなスパッタリングターゲット部材を備えたスパッタリングターゲット組立品を提供することを課題とする。本発明は更に別の一実施形態において、そのようなスパッタリングターゲット部材を用いた成膜方法を提供することを課題とする。本発明は更に別の一実施形態において、そのようなFe-Pt-C系スパッタリングターゲット部材の製造方法を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0011] 本発明者は上記課題を解決するために鋭意検討したところ、X線回折法による構造解析において、通常のグラファイトに対してシフトした回折角に回折ピーク（ピークトップ）を有する炭素を含有するFe-Pt-C系スパッ

タリングターゲット部材が、パーティクル数の低減に有効であることを見出した。本発明は斯かる知見に基づいて完成したものであり、以下に例示される。

[0012] [1]

Fe及びPtを含む磁性相とCを含む非磁性相を有するFe-Pt-C系スパッタリングターゲット部材であって、当該スパッタリングターゲット部材をX線回折法により分析することにより得たX線回折プロファイルにおいて、 $25.6^{\circ} \leq 2\theta \leq 26.2^{\circ}$ を満たす回折角に炭素由来の回折ピークを有するFe-Pt-C系スパッタリングターゲット部材。

[2]

前記スパッタリングターゲット部材をX線回折法により分析することにより得たX線回折プロファイルにおいて、 $25.6^{\circ} \leq 2\theta \leq 26.2^{\circ}$ の範囲の回折角における積分強度 I_1 に対する $26.3^{\circ} \leq 2\theta \leq 27.0^{\circ}$ の範囲の回折角における積分強度 I_0 の比が、0～0.5である[1]に記載のFe-Pt-C系スパッタリングターゲット部材。

[3]

Ptを5at.%～70at.%、Cを1at.%～70at.%含有し、Fe、Pt及びCの合計濃度が90at.%以上である[1]又は[2]に記載のFe-Pt-C系スパッタリングターゲット部材。

[4]

Ptを5at.%～70at.%、Cを1at.%～70at.%含有し、残部がFe及び不可避免的不純物からなる[1]又は[2]に記載のFe-Pt-C系スパッタリングターゲット部材。

[5]

[1]～[4]の何れか一項に記載のスパッタリングターゲット部材と、当該スパッタリングターゲット部材に接合されたバックinghamチューブ又はバックinghamプレートとを備えたスパッタリングターゲット組立品。

[6]

〔１〕～〔４〕の何れか一項に記載のスパッタリングターゲット部材をスパッタリングすることを含む成膜方法。

〔７〕

以下の（１）及び（２）の組み合わせの一方又は両方を含有する混合粉を準備する工程と、

（１）グラフェン粉及び酸化グラフェン粉から選択される一方又は両方、及びFe-Pt合金粉の組み合わせ

（２）グラフェン粉及び酸化グラフェン粉から選択される一方又は両方、Fe粉及びPt粉の組み合わせ

該混合粉を加圧焼結する工程と、
を含むスパッタリングターゲット部材の製造方法。

発明の効果

[0013] 本発明の一実施形態に係るFe-Pt-C系スパッタリングターゲット部材を用いてスパッタすることで、スパッタ時にパーティクルの発生を抑制することが可能となる。本発明の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材を用いることにより、例えばFe-Pt磁性相を有するグラニュー構造磁性薄膜の製造歩留まりを改善することができるという格別の効果が得られる。

発明を実施するための形態

[0014] （１．磁性相）

本発明の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、Fe及びPtを含む磁性相を有する。当該磁性相において、Fe及びPtは、単体又はFe-Pt合金の形態で存在することができる。当該磁性相は他の合金元素を含有してもよい。Fe及びPtを含む磁性相は一態様において、Ptを5～70at. %、残部Fe及び不可避免の不純物からなる組成を有することができ、Ptを5～60at. %、残部Fe及び不可避免の不純物からなる組成を有することもできる。また、Fe及びPtを含む磁性相は別の一態様において、Ptを5～70at. %、Ge、Au、Ag、B、Co、Cr、Cu

、Mn、Mo、Nb、Ni、Pd、Re、Rh、Ru、Sn、Ta、W、V及びZnから選択される一種又は二種以上の第三元素を合計で20at.%以下、残部Fe及び不可避免の不純物からなる組成を有することができ、Ptを5～60at.%、Ge、Au、Ag、B、Co、Cr、Cu、Mn、Mo、Nb、Ni、Pd、Re、Rh、Ru、Sn、Ta、W、V及びZnから選択される一種又は二種以上の第三元素を合計で20at.%以下、残部Fe及び不可避免の不純物からなる組成を有することもできる。

[0015] Fe及びPtを含む磁性相は、規則合金相の形態を取りやすいという観点から、当該磁性相中のPtの原子濃度は35at.%以上であることが好ましく、40at.%以上であることがより好ましく、45at.%以上であることが更により好ましい。また、同様の理由により、当該磁性相中に占めるPtの原子濃度は55at.%以下であることが好ましく、53at.%以下であることがより好ましく、52at.%以下であることが更により好ましい。

[0016] また、Ge、Au、Ag、B、Co、Cr、Cu、Mn、Mo、Nb、Ni、Pd、Re、Rh、Ru、Sn、Ta、W、V及びZnはFe及びPtを含む磁性相を規則化するための熱処理温度を下げる効果があり、また、それ以外の効果、例えば、結晶磁気異方性エネルギーや保磁力を増大させるという効果もあり得るので積極的に添加してもよい。これらの第三元素は、当該効果を有意に発揮するという観点から、当該磁性相中に含まれる濃度を合計1at.%以上とすることが好ましく、合計2.5at.%以上とすることがより好ましく、合計5at.%以上とすることが更により好ましい。また、これらの第三元素は、スパッタしたときに磁性薄膜としての磁気特性を十分に得るという観点からは、当該磁性相中の濃度を合計20at.%以下とすることが好ましく、合計15at.%以下とすることがより好ましく、合計10at.%以下とすることが更により好ましい。なお、これらの第三元素は当該磁性相中に存在する場合のみならず、単独相として当該磁性相とは別に存在することも可能である。第三元素がFe及びPtを含む磁性相中

に存在するのか単独相として存在するのかはE P M A等で元素マッピングを行うことにより判別可能である。

[0017] これらの第三元素がF e－P t系合金相中に存在する場合と単独相として存在する場合の両方を含めたスパッタリングターゲット部材中でのこれらの第三元素の合計濃度は上記と同様の理由により0.5 a t. %以上とすることが好ましく、2 a t. %以上とすることがより好ましく、4 a t. %以上とすることが更により好ましい。また、スパッタリングターゲット部材中でのこれらの第三元素の合計含有量は上記と同様の理由により15 a t. %以下とすることが好ましく、12.5 a t. %以下とすることがより好ましく、10 a t. %以下とすることが更により好ましい。

[0018] (2. 非磁性相)

本発明の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、C (炭素)を含む非磁性相を有する。当該非磁性相は上述したF e及びP tを含む磁性相中に分散した状態で存在することができる。当該非磁性相を構成するCは特徴的な結晶構造を有している。この結果、当該スパッタリングターゲット部材をX線回折法により分析することにより得たX線回折プロファイルにおいて、 $25.6^{\circ} \leq 2\theta \leq 26.2^{\circ}$ 、典型的には $25.8^{\circ} \leq 2\theta \leq 26.0^{\circ}$ を満たす回折角に炭素由来の回折ピークを有する。当該回折角の範囲に回折ピークをもつことで、スパッタ時のパーティクルが抑制される。

[0019] グラファイトをX線回折法により分析することにより得られるX線回折プロファイルにおいては、 $26.3^{\circ} \leq 2\theta \leq 27.0^{\circ}$ の範囲の回折角に回折ピークが見られるが、本実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、この回折ピークが低角度側にシフトしたCを含有する。従って、本実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、非磁性相を構成するCの結晶構造が通常のグラファイトとは異なると言える。グラファイトには、薄片化黒鉛、膨張化黒鉛、鱗状黒鉛、鱗片状黒鉛等が含まれる。

[0020] 本発明の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材には、グラファイトが部分的に含まれていてもよいが、少ないことが好ましい。具体的には

、本発明の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、X線回折法により分析することにより得たX線回折プロファイルにおいて、 $25.6^{\circ} \leq 2\theta \leq 26.2^{\circ}$ の範囲の回折角における積分強度 I_1 に対する $26.3^{\circ} \leq 2\theta \leq 27.0^{\circ}$ の範囲の回折角における積分強度 I_0 の比 (I_0/I_1) が、 $0 \sim 0.5$ であり、典型的には $0 \sim 0.2$ であり、より典型的には $0 \sim 0.1$ であり、更により典型的には 0 である。

[0021] 本発明において、スパッタリングターゲット部材の組織をX線回折法により分析する方法は、以下の通りである。

分析装置：X線回折装置（実施例では株式会社リガク製（全自動水平型多目的X線回折装置 S m a r t L a b）を使用した）

管球：C u （C u K α にて測定）

管電圧：4 0 k V

管電流：3 0 m A

光学系：集中法型回折光学系

スキャンモード： $2\theta/\theta$

走査範囲 (2θ)： $10^{\circ} \sim 90^{\circ}$

測定ステップ (2θ)： 0.02°

スキャンスピード (2θ)：毎分 0.5°

アタッチメント：標準アタッチメント

フィルタ：C u K β フィルタ

カウンターモノクロ：無し

カウンター：D / t e X U l t r a

発散スリット： $2/3 \text{ deg.}$

発散縦スリット：1 0 . 0 m m

散乱スリット：1 0 . 0 m m

受光スリット：1 0 . 0 m m

アッテネータ：O P E N

測定サンプルサイズ：約 $20 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$ （測定面）

分析はスパッタリングターゲット部材の任意の測定面に対して実施すればよい。例えばスパッタ面でもよく、スパッタ面に平行な断面でもよく、スパッタ面に垂直な断面でもよい。また、測定面はF E P A規格に基づく番手がP 8 0からP 2 0 0 0までの研磨布紙を用いて順番に研磨し、最終的に粒径 $0.3\mu\text{m}$ 程度の酸化アルミニウム砥粒を用いたバフ研磨をする。得られたX R Dプロファイルの解析は、実施例では株式会社リガク製統合粉末X線解析ソフトウェアP D X L（バージョン1. 6. 0. 0）を用いて実施した。ここでは得られた測定データに対して、自動プロファイル処理によるピークサーチを実施し、ピーク位置と積分強度を算出した。

ピークサーチでは、測定データに対しバックグラウンド除去、 $K\alpha_2$ 除去、平滑化を順に実施した後、二次微分法でピークを検出する。二次微分法による処理では、ピークの強度が誤差に対して十分大きくないとみなされるピークは破棄されピークとして検出されない。また、ピーク形状は分割擬V o i g t関数で表され、ピーク位置、半値幅、積分強度等を算出することができる。

ピークサーチにおける各処理の方法と条件を以下に示す。

バックグラウンド除去：多項式を用いたフィッティングによる方法（ピーク幅閾値1. 0 0、強度閾値1 0. 0 0）

$K\alpha_2$ 除去：R a c h i n g e r法（強度比0. 5）

平滑化：Bスプラインによる平滑化の方法（平滑化パラメータ1 0. 0 0、点数3、 $\times$ 閾値1. 5）

ピークサーチの結果から、 $25.6^\circ \leq 2\theta \leq 26.2^\circ$ の範囲における回折ピークの有無を調べる。

[0022] 本発明の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、非磁性材料として、Cの他に、炭化物、酸化物、窒化物及び炭窒化物から選択される少なくとも一種又は二種以上を含有することができる。非磁性材料はスパッタリングターゲット部材中でF e - P t系合金相とは区別可能な非磁性相として分散して存在することができる。炭化物の例としては、B、C a、N b、

S i、T a、T i、W及びZ rから選択される元素の一種又は二種以上の炭化物が挙げられる。酸化物の例としては、S i、A l、B、B a、B e、C a、C e、C r、D y、E r、E u、G a、G d、H o、L i、M g、M n、N b、N d、P r、S c、S m、S r、T a、T b、T i、V、Y、Z n及びZ rから選択される元素の一種又は二種以上の酸化物が挙げられる。窒化物の例としては、B、A l、C a、N b、S i、T a、T i及びZ rから選択される元素の一種又は二種以上の窒化物が挙げられる。炭窒化物の例としては、T i、C r、V及びZ rから選択される元素の一種又は二種以上の炭窒化物が挙げられる。これらの非磁性材料は要求される磁性薄膜の磁気特性に応じて適宜添加すればよい。

[0023] (3. 全体組成)

本発明の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、P tを5 a t. %～70 a t. %、Cを1 a t. %～70 a t. %含有する。本発明の別の実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、P tを10 a t. %～60 a t. %、Cを2 a t. %～60 a t. %含有する。本発明の更に別の実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、P tを20 a t. %～50 a t. %、Cを5 a t. %～50 a t. %含有する。本発明の更に別の実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、P tを20 a t. %～40 a t. %、Cを30 a t. %～50 a t. %含有する。上記の各実施形態においては、F e、P t及びCの合計濃度を90 a t. %以上とすることができ、95 a t. %以上とすることができ、98 a t. %以上とすることもでき、99 a t. %以上とすることもできる。

[0024] 上記の各実施形態において、F e、P t及びCの合計濃度に上限はなく、不可避免的不純物を除いてF e、P t及びCのみでスパッタリングターゲット部材を構成することもできる。従って、本発明の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、P tを5 a t. %～70 a t. %、Cを1 a t. %～70 a t. %含有し、残部がF e及び不可避免的不純物からなる。本発明の別の実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、P tを10 a t.

. %～60 a t . %、Cを2 a t . %～60 a t . %含有し、残部がF e及び不可避免的不純物からなる。本発明の更に別の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、P tを20 a t . %～50 a t . %、Cを5 a t . %～50 a t . %含有し、残部がF e及び不可避免的不純物からなる。本発明の更に別の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、P tを20 a t . %～40 a t . %、Cを30 a t . %～50 a t . %含有し、残部がF e及び不可避免的不純物からなる。

[0025] 上記の各実施形態において、F e、P t及びC以外にスパッタリングターゲット部材に添加し得る元素としては、上述したG e、A u、A g、B、C o、C r、C u、M n、M o、N b、N i、P d、R e、R h、R u、S n、T a、W、V及びZ nから選択される一種又は二種以上の第三元素、並びに、炭化物、酸化物、窒化物、及び炭窒化物から選択される一種又は二種以上が挙げられる。

[0026] (4. 相対密度)

本発明に係るスパッタリングターゲット部材は一実施形態において、相対密度が80%以上であることが好ましく、85%以上であることがより好ましく、90%以上であることが更により好ましい。相対密度は例えば80%～95%とすることができ、80%～90%とすることもできる。本明細書において、相対密度は、スパッタリングターゲット部材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。実測密度はアルキメデス法により測定される。計算密度は、ターゲット部材の原料粉末の構成成分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あり、次式で計算される。

式：計算密度＝ Σ （原料粉末の構成成分の分子量×原料粉末の構成成分のモル濃度）／ Σ （原料粉末の構成成分の分子量×原料粉末の構成成分のモル濃度／原料粉末の構成成分の文献値密度）

ここで、 Σ は、ターゲット部材の不純物以外の構成成分の全てについて、和を取ることを意味する。

[0027] (5. 製法)

本発明の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、粉末焼結法を用いて、例えば、以下の方法によって作製することができる。まず、金属粉として、Fe粉、Pt粉、Pt-Fe合金粉、随意に第三元素の粉末などを用意する。第三元素の粉末はFe及び／又はPtとの合金粉末の形態で提供してもよい。これらの金属粉は溶解鑄造したインゴットを粉砕して作製してもよいし、アトマイズ粉として作製してもよい。

[0028] また、非磁性材料の粉末として、炭素粉の他、必要に応じて炭化物粉、窒化物粉、酸化物粉及び炭窒化物粉などを用意する。この際、炭素粉としてはグラフェン粉又は酸化グラフェン粉を使用することが好ましい。

[0029] 次に、原料粉（金属粉及び非磁性材料粉）を所望の組成となるように秤量し、ボールミル等の公知の手法を用いて粉砕を兼ねて混合する。これにより、以下の(1)及び(2)の組み合わせの一方又は両方を含有する混合粉を準備する。

(1) グラフェン粉及び酸化グラフェン粉から選択される一方又は両方、及びFe-Pt合金粉の組み合わせ

(2) グラフェン粉及び酸化グラフェン粉から選択される一方又は両方、Fe粉及びPt粉の組み合わせ

このとき、粉砕容器内に不活性ガスを封入して原料粉の酸化をできるかぎり抑制することが望ましい。不活性ガスとしては、Ar、N₂ガスが挙げられる。

[0030] 均一な組織を実現するという観点からは、原料混合粉の体積基準の粒度分布におけるメジアン径(D₅₀)は20 μm以下であることが好ましく、10 μm以下であることがより好ましく、5 μm以下であることが更により好ましい。一方で、原料混合粉が酸化することによる組成変化を抑制する観点からは、当該メジアン径は0.3 μm以上であることが好ましく、0.5 μm以上であることがより好ましく、1.0 μm以上であることが更により好ましい。

- [0031] 本発明において、原料混合粉のメジアン径は、レーザー回折・散乱法によって求めた粒度分布における体積基準での積算値50%（D50）での粒径を意味する。実施例においては、株式会社堀場製作所製の型式LA-920の粒度分布測定装置を使用し、粉末をエタノールの溶媒中に分散させて測定した。屈折率は金属白金の値を使用した。
- [0032] このようにして得られた混合粉末をホットプレス法で真空雰囲気又は不活性ガス雰囲気下において成形・焼結する。また、ホットプレス法以外にも、プラズマ放電焼結法など様々な加圧焼結方法を使用することができる。特に、熱間静水圧焼結法（HIP）は、焼結体の密度向上に有効であり、ホットプレス法と熱間静水圧焼結法（HIP）をこの順に実施することが焼結体の密度向上の観点から好ましい。
- [0033] 焼結時の保持温度は、スパッタリングターゲット部材の組成により適宜設定すればよいが、結晶粒の粗大化を防止するために、1500℃以下とすることが好ましく、1400℃以下とすることがより好ましく、1200℃以下とすることが更により好ましい。また、焼結時の保持温度は、焼結体の密度向上のために、600℃以上とすることが好ましく、700℃以上とすることがより好ましく、750℃以上とすることが更により好ましい。
- [0034] 焼結時のプレス圧力は、焼結を促進するために20MPa以上とすることが好ましく、25MPa以上とすることがより好ましく、30MPa以上とすることが更により好ましい。また、焼結時のプレス圧力は、ダイスの強度を考慮し70MPa以下とすることが好ましく、50MPa以下とすることがより好ましく、40MPa以下とすることが更により好ましい。
- [0035] 焼結時間は、焼結体の密度向上のために0.3時間以上とすることが好ましく、0.5時間以上とすることがより好ましく、1.0時間以上とすることが更により好ましい。また、焼結時間は、結晶粒の粗大化を防止するために5.0時間以下とすることが好ましく、4.0時間以下とすることがより好ましく、3.0時間以下とすることが更により好ましい。
- [0036] 得られた焼結体を、旋盤等を用いて所望の形状に成形加工することにより

、本発明の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材を作製することができる。ターゲット形状には特に制限はないが、例えば平板状（円盤状や矩形板状を含む）及び円筒状が挙げられる。本発明の一実施形態に係るスパッタリングターゲット部材は、グラニューラ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部材として特に有用である。

[0037] スパッタリングターゲット部材は、必要に応じて、バックングプレート又はバックングチューブのような基材と接合させて、スパッタリングターゲット組立品としてスパッタリング装置に装着してもよい。基材を使用せず、スパッタリングターゲット部材をそのままスパッタリングターゲットとしてスパッタリング装置に装着してもよい。

[0038] （６．成膜方法）

本発明は一実施形態において、上記スパッタリングターゲット部材を用いてスパッタリングする工程を含む成膜方法を提供する。スパッタ条件は適宜設定することができる。例えば、当該成膜方法により、グラニューラ構造の磁性薄膜を成膜することができる。

実施例

[0039] 以下に本発明の実施例を比較例と共に示すが、実施例及び比較例は本発明及びその利点をよりよく理解するために提供するものであり、本発明が限定されることを意図するものではない。

[0040] （実施例１）

<スパッタリングターゲット部材の作製>

原料粉末として、Fe粉（公称純度99.9at.%）、Pt粉（公称純度99.9at.%）、及びグラフェン粉を購入し、原子比でFe：Pt：C＝30：30：40となるように秤量した。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ボールミルに投入し、Ar雰囲気中で混合・粉碎した。粉碎後の原料混合粉の体積基準の粒度分布をレーザー回折式粒度分布測定装置（メーカー名：株式会社堀場製作所、型式：LA-920）にて求め、メジアン径を算出したところ、8.6μmであった。

次いで、媒体攪拌ミルから取り出した原料混合粉をカーボン製の型に充填し、ホットプレスにより真空雰囲気中で焼結した。次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間静水圧焼結（HIP）を施した。ホットプレスは保持温度700～1400℃、プレス圧力20～30MPaで1～2時間行った。ホットプレス後の熱間静水圧加压処理（HIP）は高密度化のために行った。得られた焼結体の相対密度は87.9%であった。

[0041] 次に、旋盤を用いて、それぞれの焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状に切削加工し、円盤状のスputタリングターゲット部材を得た。

[0042] <構造解析>

上記の製造手順で得られたスputタリングターゲット部材のスputタ面を先述した条件で研磨した。そして、研磨後のスputタ面の構造を株式会社リガク製型式SmartLabのX線回折装置（XRD）を使用して先述した条件で解析した。その結果、 $2\theta = 25.9^\circ$ の回折角に炭素由来の回折ピークを有することが分かった。また、得られたX線回折プロファイルにおいて、 $25.6^\circ \leq 2\theta \leq 26.2^\circ$ の範囲の回折角における積分強度 I_1 に対する $26.3^\circ \leq 2\theta \leq 27.0^\circ$ の範囲の回折角における積分強度 I_0 の比（ I_0/I_1 ）は0であった。なお、XRDによる構造解析は、スputタ面に垂直な断面でも実施したが、違いは見られなかった。

[0043] <成膜試験>

上記の製造手順で得られたスputタリングターゲット部材をマグネトロンスputタ装置（株式会社キャノンアネルバ製C-3010スputタリングシステム）に取り付け、スputタリングを実施した。スputタリング条件は、投入電力1kW、Arガス圧1.7Paとし、合計2時間のプレスput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パーティクル（粒径0.09～3μm）の個数をパーティクルカウンター（KLA-Tencor社製、装置名：Candela CS920）で測定した。その結果、パーティクル検出数は60個であった。

。

[0044] (比較例 1)

＜スパッタリングターゲット部材の作製＞

炭素粉末として市販のグラファイト粉を用いた以外は、実施例 1 と同様の条件で、原料粉末の調合を行い、混合・粉碎を行った。粉碎後の原料混合粉の体積基準の粒度分布を実施例 1 と同様の条件で求め、メジアン径を算出したところ、 $7.3\ \mu\text{m}$ であった。次いで、媒体攪拌ミルから取り出した原料混合粉を実施例 1 と同様の条件でホットプレス及びHIPを行った。焼結体の相対密度は 92.7% であった。次に、旋盤を用いて、それぞれの焼結体を直径 180.0 mm 、厚さ 5.0 mm の形状に切削加工し、円盤状のスパッタリングターゲット部材を得た。

[0045] ＜構造解析＞

上記の製造手順で得られたスパッタリングターゲット部材のスパッタ面を実施例 1 と同様の手順でXRD分析した。その結果、 $25.6^\circ \leq 2\theta \leq 26.2^\circ$ の範囲の回折角には炭素由来の回折ピークを有しておらず、その代わりに $2\theta = 26.6^\circ$ の回折角に炭素由来の回折ピークを有することが分かった。また、得られたX線回折プロファイルにおいて、 $25.6^\circ \leq 2\theta \leq 26.2^\circ$ の範囲の回折角における積分強度 I_1 に対する $26.3^\circ \leq 2\theta \leq 27.0^\circ$ の範囲の回折角における積分強度 I_0 の比(I_0/I_1)は分母が0であるため計算不可であった。

[0046] ＜成膜試験＞

上記の製造手順で得られたスパッタリングターゲット部材を用いて、実施例 1 と同様の条件で、スパッタリングを実施した。パーティクル検出数は200個であった。

[0047] (比較例 2)

＜スパッタリングターゲット部材の作製＞

炭素粉末として市販のグラファイト粉（特許第5592022号の実施例4と同じグラファイト粉。）を用いた以外は、実施例 1 と同様の条件で、原

料粉末の調合を行い、混合・粉砕を行った。粉砕後の原料混合粉の体積基準の粒度分布を実施例1と同様の条件で求め、メジアン径を算出したところ、 $25.5\mu\text{m}$ であった。次いで、媒体攪拌ミルから取り出した原料混合粉を実施例1と同様の条件でホットプレス及びHIPを行った。焼結体の相対密度は93.4%であった。次に、旋盤を用いて、それぞれの焼結体を直径180.0mm、厚さ5.0mmの形状に切削加工し、円盤状のスプッタリングターゲット部材を得た。

[0048] <構造解析>

上記の製造手順で得られたスプッタリングターゲット部材のスプッタ面を実施例1と同様の手順でXRD分析した。その結果、 $25.6^\circ \leq 2\theta \leq 26.2^\circ$ の範囲の回折角には炭素由来の回折ピークを有しておらず、その代わりに $2\theta = 26.6^\circ$ の回折角に炭素由来の回折ピークを有することが分かった。また、得られたX線回折プロファイルにおいて、 $25.6^\circ \leq 2\theta \leq 26.2^\circ$ の範囲の回折角における積分強度 I_1 に対する $26.3^\circ \leq 2\theta \leq 27.0^\circ$ の範囲の回折角における積分強度 I_0 の比(I_0/I_1)は分母が0であるため計算不可であった。

[0049] <成膜試験>

上記の製造手順で得られたスプッタリングターゲット部材を用いて、実施例1と同様の条件で、スプッタリングを実施した。パーティクル検出数は1000個であった。

[0050] 実施例1、比較例1及び比較例2の結果から、所定の回折角に炭素由来の回折ピークを有するFe-P-C系スプッタリングターゲット部材を用いることで、スプッタ時のパーティクルを顕著に抑制できたことが理解できる。

比較例1よりもメジアン径の大きな炭素粉末を使用した比較例2のほうがスプッタ時のパーティクル数は大きい。この傾向を、比較例1と実施例1に当てはめようとするれば、スプッタ時のパーティクル数は同程度か比較例1のほうが少ないと予測される。しかしながら、実際は実施例1のほうが比較例

1 に比べて顕著にスパッタ時のパーティクル数を抑制することができた。この違いは、実施例 1 におけるスパッタリングターゲット部材が、 $25.6^{\circ} \leq 2\theta \leq 26.2^{\circ}$ を満たす回折角に炭素由来の回折ピークを有していたことに起因すると考えられる。

請求の範囲

- [請求項1] Fe 及び Pt を含む磁性相と C を含む非磁性相を有する $\text{Fe}-\text{Pt}-\text{C}$ 系スパッタリングターゲット部材であって、当該スパッタリングターゲット部材を X 線回折法により分析することにより得た X 線回折プロファイルにおいて、 $25.6^\circ \leq 2\theta \leq 26.2^\circ$ を満たす回折角に炭素由来の回折ピークを有する $\text{Fe}-\text{Pt}-\text{C}$ 系スパッタリングターゲット部材。
- [請求項2] 前記スパッタリングターゲット部材を X 線回折法により分析することにより得た X 線回折プロファイルにおいて、 $25.6^\circ \leq 2\theta \leq 26.2^\circ$ の範囲の回折角における積分強度 I_1 に対する $26.3^\circ \leq 2\theta \leq 27.0^\circ$ の範囲の回折角における積分強度 I_0 の比が、 $0 \sim 0.5$ である請求項 1 に記載の $\text{Fe}-\text{Pt}-\text{C}$ 系スパッタリングターゲット部材。
- [請求項3] Pt を $5 \text{ at. \%} \sim 70 \text{ at. \%}$ 、 C を $1 \text{ at. \%} \sim 70 \text{ at. \%}$ 含有し、 Fe 、 Pt 及び C の合計濃度が $90 \text{ at. \%}$ 以上である請求項 1 又は 2 に記載の $\text{Fe}-\text{Pt}-\text{C}$ 系スパッタリングターゲット部材。
- [請求項4] Pt を $5 \text{ at. \%} \sim 70 \text{ at. \%}$ 、 C を $1 \text{ at. \%} \sim 70 \text{ at. \%}$ 含有し、残部が Fe 及び不可避免的不純物からなる請求項 1 又は 2 に記載の $\text{Fe}-\text{Pt}-\text{C}$ 系スパッタリングターゲット部材。
- [請求項5] 請求項 1 ～ 4 の何れか一項に記載のスパッタリングターゲット部材と、当該スパッタリングターゲット部材に接合されたバックグチューブ又はバックグプレートとを備えたスパッタリングターゲット組立品。
- [請求項6] 請求項 1 ～ 4 の何れか一項に記載のスパッタリングターゲット部材をスパッタリングすることを含む成膜方法。
- [請求項7] 以下の (1) 及び (2) の組み合わせの一方又は両方を含有する混合粉を準備する工程と、

(1) グラフェン粉及び酸化グラフェン粉から選択される一方又は両方、及びF e - P t 合金粉の組み合わせ

(2) グラフェン粉及び酸化グラフェン粉から選択される一方又は両方、F e 粉及びP t 粉の組み合わせ

該混合粉を加圧焼結する工程と、
を含むスパッタリングターゲット部材の製造方法。