

明 細 書

発明の名称： 磁性材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、磁気記録媒体の磁性体薄膜、特に垂直磁気記録方式を採用したハードディスクの磁気記録媒体のグラニュー膜の成膜に使用される強磁性材スパッタリングターゲットに関し、スパッタリング時のパーティクル発生の原因となる酸化物の異常放電を抑制することができる非磁性材粒子分散型の強磁性材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] スパッタリング装置には様々な方式のものがあるが、上記の磁気記録膜の成膜では、生産性の高さからDC電源を備えたマグネトロンスパッタリング装置が広く用いられている。スパッタリング法とは、正の電極となる基板と負の電極となるターゲットを対向させ、不活性ガス雰囲気下で、該基板とターゲット間に高電圧を印加して電場を発生させるものである。

[0003] この時、不活性ガスが電離し、電子と陽イオンからなるプラズマが形成されるが、このプラズマ中の陽イオンがターゲット（負の電極）の表面に衝突するとターゲットを構成する原子が叩き出される。この飛び出した原子が対向する基板表面に付着して膜が形成される。このような一連の動作により、ターゲットを構成する材料が基板上に成膜されるという原理を用いたものである。

[0004] 一方、磁性材料に関する開発を見ると、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記録層には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。

[0005] 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、Coを主成分とするCo-Cr-Pt系の強磁性合金と非磁性の

無機物からなる複合材料が多く用いられている。

そしてハードディスクなどの磁気記録媒体の磁性薄膜は、生産性の高さから、上記の材料を成分とする強磁性材スパッタリングターゲットをスパッタリングして作製されることが多い。

[0006] このような強磁性材スパッタリングターゲットの作製方法としては、溶解法や粉末冶金法が考えられる。どちらの手法で作製するかは、要求される特性によるので一概には言えないが、垂直磁気記録方式のハードディスクの記録層に使用される、強磁性合金と非磁性の無機物粒子からなるスパッタリングターゲットは、一般に粉末冶金法によって作製されている。これは無機物粒子を合金素地中に均一に分散させる必要があるため、溶解法では作製することが困難だからである。

[0007] 例えば、急冷凝固法で作製した合金相を持つ合金粉末とセラミックス相を構成する粉末とをメカニカルアロイングし、セラミックス相を構成する粉末を合金粉末中に均一に分散させ、ホットプレスにより成形し磁気記録媒体用スパッタリングターゲットを得る方法が提案されている（特許文献1）。

この場合のターゲット組織は、素地が白子（鱈の精子）状に結合し、その周りに SiO_2 （セラミックス）が取り囲んでいる様子（特許文献1の図2）又は細紐状に分散している様子（特許文献1の図3）が見える。他の図は不鮮明であるが、同様の組織と推測される。このような組織は、後述する問題を有し、好適な磁気記録媒体用スパッタリングターゲットとは言えない。なお、特許文献1の図4に示されている球状物質は粉末であり、ターゲットの組織ではない。

[0008] また、急冷凝固法で作製した合金粉末を用いなくても、ターゲットを構成する各成分について市販の原料粉末を用意し、それらの原料粉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で混合し、混合粉末をホットプレスにより成型・焼結することによって、強磁性材スパッタリングターゲットは作製できる。

[0009] 例えば、 Co 粉末と Cr 粉末と TiO_2 粉末と SiO_2 粉末を混合して得ら

れた混合粉末とC o球形粉末を遊星運動型ミキサーで混合し、この混合粉をホットプレスにより成形し磁気記録媒体用スパッタリングターゲットを得る方法が提案されている（特許文献2）。

[0010] この場合のターゲット組織は、無機物粒子が均一に分散した金属素地である相（A）の中に、球形の相（B）を有している様子（特許文献2の図1）が見える。

このような組織は、漏洩磁束向上の点では良いが、スパッタ時のパーティクルの発生抑制の点からは好適な磁気記録媒体用スパッタリングターゲットとは言えない。

[0011] また、C o-C r二元系合金粉末とP t粉末とS i O₂粉末を混合して、得られた混合粉末をホットプレスすることにより、磁気記録媒体薄膜形成用スパッタリングターゲットを得る方法が提案されている（特許文献3）。

[0012] この場合のターゲット組織は、図によって示されていないが、P t相、S i O₂相およびC o-C r二元系合金相が見られ、C o-C r二元系合金層の周囲に拡散層が観察できたことが記載されている。このような組織も、好適な磁気記録媒体用スパッタリングターゲットとは言えない。

[0013] 上記の他、磁性材の開発を目途として、いくつか提案されている。例えば、特許文献4には、S i CとS i O_x（x：1～2）とを有する垂直磁気記録媒体が提案されている。また、特許文献5には、C o、P t、第1金属酸化物、第2金属酸化物、第3金属酸化物を含有する磁性材ターゲットが記載されている。

[0014] また、特許文献6には、C o、P tのマトリックス相と、平均粒径が0.05 μm以上7.0 μm未満の金属酸化物相からなるスパッタリングターゲットが提案され、結晶粒の成長を抑制し、低透磁率、高密度のターゲットを得て、成膜効率を上げる提案がなされている。

また、特許文献7には、強磁性体材料としてC o、F eを主成分とし、酸化物、窒化物、炭化物、珪化物から選択した材料で、非磁性材の形状（半径2 μmの仮想円より小さい）を特定した非磁性材粒子分散型強磁性材スパッ

タリングターゲットが記載されている。

- [0015] また、特許文献8には、C o - C r合金の強磁性体材料中に、半径 $1\ \mu\text{m}$ の仮想円よりも小さい酸化物からなる非磁性材粒子が分散した非磁性材粒子分散型強磁性材スパッタリングターゲットが記載され、その粒子径が細かく規定されたスパッタリングターゲットが記載されている。また、特許文献9には、グラニューラ構造の磁性膜が記載されている。
- [0016] 上記の通り、C o - C r - P t - 酸化物などの、非磁性材粒子分散型強磁性材スパッタリングターゲットにおいては、酸化物としてS i O₂やC r₂O₃、T i O₂を用いる提案がなされ、さらに酸化物の形状を特定する提案もなされている。しかし、これらの酸化物は絶縁体であるため異常放電の原因となり得る。そして、この異常放電が原因でスパッタリング中のパーティクル発生が問題となる。
- [0017] H D Dの記録密度向上にともない磁気ヘッドの浮上量が年々小さくなっている。そのため磁気記録媒体上で許容されるパーティクルのサイズ及び個数が、ますます厳しくなっている。グラニューラ膜の成膜時に生じるパーティクルの多くはターゲット起因の酸化物であることが知られている。こうしたパーティクル発生を抑制するための一つの方法として、ターゲット中の酸化物を母相合金中に微細分散させることが有効であると考えられる。
- [0018] 上記特許文献6～8以外に、下記の特許文献10～19にも金属酸化物の粒子を細かくするという提案がされている。すなわち、特許文献10には、金属酸化物相が形成する粒子の平均粒径が $0.05\ \mu\text{m}$ 以上 $7.0\ \mu\text{m}$ 未満とすること、特許文献11には、セラミックス相の長軸粒径を $10\ \mu\text{m}$ 以下とすること、特許文献12には、酸素含有物質又は酸化物相は $50\ \mu\text{m}$ 以下とすること、特許文献13には、酸化物相が形成する粒子の平均粒径を $3\ \mu\text{m}$ 以下とすること、特許文献14には、シリカ粒子又はチタニア粒子はスパッタリングターゲットの主表面に垂直な断面において、スパッタリングターゲットの主表面に対して垂直な方向の粒径を D_n 、前記主表面に平行な方向の粒径を D_p とした時に、 $2 \leq D_p / D_n$ を満たすこと、特許文献15には

、クロム酸化物凝集体が500個/mm²とすることが記載されている。

[0019] また、特許文献16には、シリカ、Cr又はPtを含有するCo基合金スパッタリングターゲットにおいて、シリカ相が0.5～5μmの範囲にあり、疎水性のシリカ粉末を使用して作製すること、特許文献17には、磁気記録媒体製造用のスパッタリングターゲットであって、酸化物の粒径が10μm以下とすること、特許文献18には、Co-Cr-Pt-C系スパッタリングターゲットにおいて、マトリックスの平均結晶粒径を50μm以下とし、炭化物を組織中に分散させること、特許文献19には、磁性薄膜を構成する結晶粒子が、非強磁性非金属相を含む結晶粒界部により分離させる磁気記録媒体が記載されている。しかし、これらの粒子を細かくする条件では、いずれも充分ではなく、さらなる改善が求められているのが現状である。

先行技術文献

特許文献

- [0020] 特許文献1：特開平10-88333号公報
特許文献2：特願2010-011326
特許文献3：特開2009-1860号公報
特許文献4：特開2006-127621号公報
特許文献5：特開2007-4957号公報
特許文献6：特開2009-102707号公報
特許文献7：再公表特許WO2007/080781
特許文献8：国際公開WO2009/119812A1
特許文献9：特開2001-76329号公報
特許文献10：国際公開WO2009-054369号公報
特許文献11：特開2006-045587号公報
特許文献12：特開2008-169464号公報
特許文献13：特開2009-215617号公報
特許文献14：特開2011-222086号公報
特許文献15：特開2008-240011号公報

特許文献16：特開2004-339586号公報

特許文献17：特開2001-236643号公報

特許文献18：特開2001-98360号公報

特許文献19：特開平7-311929号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0021] 一般に、Co-Cr-Pt-酸化物などの、非磁性材粒子分散型強磁性材スパッタリングターゲットにおいては、含有するSiO₂、Cr₂O₃、TiO₂、Ta₂O₅、CoO、Co₃O₄、B₂O₃などの酸化物が絶縁体であるため異常放電の原因となっている。そして、この異常放電が原因でスパッタリング中のパーティクル発生が問題となる。

本発明は上記問題を鑑みて、酸化物の異常放電を抑制し、異常放電が原因となるスパッタリング中のパーティクル発生を減少させることを課題とする。これまでは、酸化物の粒径を小さくすることで異常放電の確率を減らしてきたが、磁気記録媒体の記録密度向上に伴い、許容パーティクルレベルが厳しくなっていることから、酸化物の分散状態がより改善された非磁性材粒子分散型強磁性材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

[0022] 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、ターゲットの組織（酸化物粒子）構造を調整することにより、スパッタリング時の酸化物による異常放電が生じず、パーティクルの発生の少ないターゲットが得られることを見出した。

[0023] 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) 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットであって、酸化物の平均粒子径が400nm以下であることを特徴とする磁性材スパッタリングターゲット。

2) 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットであって、酸化物

の平均粒子径が400nm以下である相Aと、相Aを取り囲む酸化物の平均粒子径が2μm以下である相Bを持つことを特徴とする1)記載の磁性材スパッタリングターゲット。

3) 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットであって、平均粒子径が400nm以下かつアスペクト比が2以下である酸化物組織を持つことを特徴とする1)～2)のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

4) 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットであって、平均粒子径が400nm以下であり、かつ酸化物粒子に面積が最小となるように外接する長方形のアスペクト比が2以下である酸化物組織を持つ相Aと、相Aを取り囲む酸化物の平均粒子径が2μm以下である相Bを持つことを特徴とする1)～3)のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

[0024] 5) Crが45mol%以下(0mol%を除く)、残余がCoであ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性材スパッタリングターゲット。

6) Crが45mol%以下(0mol%を除く)、Ptが1mol%以上30mol%以下、残余がCoであ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性材スパッタリングターゲット。

7) Ptが1mol%以上30mol%以下、残余がCoであ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性材スパッタリングターゲット。

8) Ptが5mol%以上60mol%以下、残余がFeであ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性材スパッタリングターゲット。

[0025] 9) 添加元素として、B、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、W、Ag、Au、Cu、C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上記1)～8)のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

10) 酸化物原料として、B、Si、Cr、Ti、Ta、W、Al、Mg、Mn、Ca、Zr、Yから選択した1成分以上の酸化物を1～20mol%含有することを特徴とする上記1)～9)のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

11) 添加材料として、炭素、窒化物、炭化物から選択した1成分以上の無機物材料を含有することを特徴とする上記1)～10)のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

12) ホットプレス後に、HIP圧密化処理を行うことを特徴とする上記1)～11)のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

[0026] 13) 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、次にこれを粉砕してターゲット用原料とし、さらにこの原料を焼結することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

14) 上記1)～12)のいずれか一項に記載する酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、次にこれを粉砕してターゲット用原料とし、さらにこの原料を焼結することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[0027] 15) 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、次にこれを粉砕してターゲット用原料とし、さらにこの原料に不足する成分を補填して混合し、この混合体を焼結することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

16) 上記1)～12)のいずれか一項に記載する酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法によ

り基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、次にこれを粉砕してターゲット用原料とし、さらにこの原料に不足する成分を補填して混合し、この混合体を焼結することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[0028] 17) 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、さらに得られた磁性材を熱間等方加圧加工（HIP）することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

18) 上記1)～12)のいずれか一項に記載する酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、さらに得られた磁性材を熱間等方加圧加工（HIP）することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[0029] 19) 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去してターゲットとすることを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

20) 上記1)～12)のいずれか一項に記載する酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去してターゲットとすることを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

21) 成膜された磁性材から基板を除去し、得られた薄膜を積層してターゲットとすることを特徴とする上記17)～20)のいずれか一項に記載の酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

発明の効果

[0030] 本発明は、強磁性材スパッタリングターゲットの組織構造、特に酸化物粒

子の形状を調整（微細化）し、粉碎装置やメディアからの不純物の混入を少なくすることができるので、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生じず、パーティクルの発生を減少させることを可能とする。従って本発明のターゲットを使用すれば、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られる。さらに、酸化物の異常放電を抑制し、異常放電が原因となるスパッタリング中のパーティクル発生を減少させ、歩留まり向上によるコスト改善効果を得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

[0031] [図1]実施例1の $\text{Co-Pt-Cr-SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-Cr}_2\text{O}_3$ 系ターゲットの組織を示す図（写真）である。

[図2]比較例1の $\text{Co-Pt-Cr-SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-Cr}_2\text{O}_3$ 系ターゲットの組織を示す図（写真）である。

[図3]実施例2の $\text{Co-Pt-Ru-Cr-SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-CoO}$ 系ターゲットの組織を示す図（写真）である。

[図4]比較例2の $\text{Co-Pt-Ru-Cr-SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-CoO}$ 系ターゲットの組織を示す図（写真）である。

[図5]実施例5の Co-Cr-TiO_2 系ターゲットの組織を示す図（写真）である。

[図6]実施例6の $\text{Co-Pt-SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-Cr}_2\text{O}_3$ 系ターゲットの組織を示す図（写真）である。

[図7]実施例2の $\text{Co-Pt-Ru-Cr-SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-CoO}$ 系ターゲットにおいて、酸化物の相Aの粒界に大き目の酸化物の相Bが存在している様子を示す図（写真）である。

[図8]実施例2の $\text{Co-Pt-Ru-Cr-SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-CoO}$ 系ターゲットにおいて、酸化物の相Aの粒界に大き目の酸化物の相Bが存在している様子の説明図である。

発明を実施するための形態

[0032] 近年、ハードディスクドライブの記録容量増大に伴い、ハードディスクメ

ディアを製造する際にスパッタリングターゲットからのパーティクルを低減する必要に迫られている。垂直磁気記録用のスパッタリングターゲットは、粉末焼結で製造されることが一般的である。パーティクルを低減するためには、スパッタリングターゲットの組織微細化が非常に有効である。

垂直磁気記録用のスパッタリングターゲットは、強磁性材の金属と酸化物や炭素などの非金属材料から構成されている。スパッタリング中のパーティクルを抑制するためには、金属と非金属を微細かつ均一に分散させる必要がある。

そのためには、強力なボールミル等を使用して原料粉末同士を機械的に粉碎混合することが有効な手法の一つである。しかし、現行の機械的に粉碎混合する手法では、組織の微細化には物理的な限界があり、パーティクルの発生を完全に無くすことは出来なかった。

[0033] そこで、これまでの機械的な粉碎混合ではなく、蒸着法を用いることによって超微細組織を実現する。蒸着法としては、PVD法（Physical Vapor Deposition）又はCVD法（Chemical Vapor Deposition）を挙げることができる。

PVDやCVDは一般的には薄膜を作製するための手法である。これらの手法は、原理的には材料を分子レベルまで分解した後に再構成することによって薄膜を作製していることから、機械的な粉碎混合をはるかに凌駕した超微細な組織を有している。そこで、PVDやCVD手法によって得られた膜からスパッタリングターゲットを製造することによって、上記の問題を解決する。

[0034] 本願発明の酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットは、PVD法又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、次にこれを粉碎してターゲット用原料とし、さらにこの原料を焼結することにより製造する。PVD法又はCVD法の中でも、特にスパッタリング法又は蒸着法により基板上に成膜して得た薄膜から基板を剥がして、スパッタリング原料とするのが有効である。

[0035] これらは大型の装置により成膜が可能であり、また1000 μ m程度の厚付ができるので、製造が容易であるという特徴を有する。成膜時に看視が必要であることもなく、また得られたスパッタリング原料は汚染が殆どなく、さらに機械的粉砕が容易であるために、粉砕時においても汚染が少ないという利点がある。

また、焼結に際しては、ホットプレス後にHIP圧密化処理を行うことが有効であるが、焼結条件は、これに限定されるものではなく、任意に設定可能である。

[0036] また、予めPVD又はCVD法により基板上に成膜した材料が、製造する磁性材スパッタリングターゲットの成分組成と一致しない場合もある。この場合には、近似する成分組成の磁性材を予め基板上に成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、これを粉砕してターゲット用原料とし、さらにこの原料に不足する成分を補填して混合し、この混合体を焼結して、酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットを製造することもできる。

[0037] 上記成膜した後の基板の除去は、機械的な除去又は化学的な溶解除去又はこれらを適宜併用することができ、特に制限はない。基板除去後に基板材が焼結用原料に混入することを抑制するのが望ましい。また、基板材料を焼結材料に近似させるか又は同一の材料を使用する場合においても、不純物の混入は極めて低減できる。

また、前記補填（補充）する材料としては、焼結原料と類似した微細粒を使用することが望ましいが、焼結原料の中では少量となるので、大きな影響を受けないと言える。

[0038] 蒸着膜を回収した後に一度粉砕をしてから焼結をすると、蒸着膜粉砕粉同士の粒界には、蒸着膜内よりも大きな酸化物が分散した組織になることがある。

しかし、粒界の酸化物は蒸着膜内の酸化物よりも大きいとはいえ、機械的な粉砕混合のものと比較すると十分に小さいこと、さらに、焼結体の大部分が微細な組織であり、この大きな粒子の影響が少なくなることから、この蒸

着膜の粒界に存在する酸化物は大きな問題にはなることはないと言える。

[0039] 上記については、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、これを粉砕して原料としているが、薄膜そのものを熱間等方加圧加工（HIP）することもできる。

また、この成膜された磁性材から基板を除去して、そのままターゲットとすることもできる。さらに、成膜された磁性材から基板を除去し、得られた薄膜を積層して、これを熱間等方加圧加工（HIP）などのプレス加工を施して、酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットとすることもできる。

このようにして得る薄膜の膜厚及び積層の枚数は任意であり、材料及び要求に応じて、適宜決定できる。さらに不足する成分を補填し、焼結して、酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットを製造することもできる。本願発明は、これらを全て包含するものである。

[0040] 以上により、酸化物の平均粒子径が400nm以下である酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットを得ることができる。これが、本願発明において達成できる基本的なターゲット構造である。

また、酸化物の平均粒子径が400nm以下である相Aと、相Aを取り囲む酸化物の平均粒子径が2μm以下である相Bを持つ酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲット、さらには平均粒子径が400nm以下かつアスペクト比が2以下である酸化物組織を持つ酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲット、平均粒子径が400nm以下であり、かつ酸化物粒子に面積が最小となるように外接する長方形のアスペクト比が2以下である酸化物組織を持つ相Aと、相Aを取り囲む酸化物の平均粒子径が2μm以下である相Bを持つ酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットを得ることができる。

[0041] 以上の磁性材スパッタリングターゲットについては、Crが45mol%以下（0mol%を除く）、残余がCoである磁性材スパッタリングターゲット、Crが45mol%以下（0mol%を除く）、Ptが1mol%以

上30mol%以下、残余がCoである磁性材スパッタリングターゲット、Ptが5mol%以上60mol%以下、残余がFeである磁性材スパッタリングターゲットとすることができる。

[0042] さらに、添加元素として、B、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、W、Ag、Au、Cu、Cから選択した1元素以上を、0.5mol%以上20mol%以下含有する上記磁性材スパッタリングターゲット、酸化物原料として、B、Si、Cr、Ti、Ta、W、Al、Mg、Mn、Ca、Zr、Yから選択した1成分以上の酸化物を1～20mol%含有する上記磁性材スパッタリングターゲット、添加材料として、炭素、窒化物、炭化物から選択した1成分以上の無機物材料を含有する上記磁性材スパッタリングターゲット、ホットプレス後に、HIP圧密化処理を行った磁性材スパッタリングターゲットを得ることができる。

[0043] 上記含有元素の量は、強磁性材としての特性を活かすための好適な数値範囲を示すもので、必要に応じてこれ以外の数値に適用できることは言うまでもない。本願発明は、これらを全て含むものである。そして、前記添加量は、添加の効果を発揮させるための有効量である。

そして、得られた焼結原料を所望の組成になるように秤量し、乳鉢やボールミル等の公知の手法を用いて粉碎を兼ねて混合する。補填する原料粉末については、この段階で混合すればよい。また、ミキサーとしては、遊星運動型ミキサーあるいは遊星運動型攪拌混合機を使用することができるが、特に粉碎機及び混合機に制限はない。さらに、混合中の酸化の問題を考慮すると、不活性ガス雰囲気中あるいは真空中で混合することが好ましいと言える。

[0044] 本願明細書において、酸化物を含有する磁性材として代表的なCr-Co合金系磁性材料、Cr-Pt-Co合金系磁性材料、Pt-Co合金系磁性材料、Pt-Fe合金系磁性材料について説明しているが、本願発明は、磁性材料に存在する酸化物の形態及びこの特殊な酸化物（存在形態）を得るための製造方法に特徴を有するものである。

したがって、本願発明は、Fe-Ni合金系磁性材料、Fe-Co合金系

磁性材料、Fe-Ni-Co合金系磁性材料などの、他の成分系においても、同様に適用でき、同様の効果が得られることは、容易に理解されるべきことである。本願発明は、これらを包含するものである。

実施例

[0045] 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。

[0046] (実施例1)

金属原料粉末として、平均粒径 $4\mu\text{m}$ のCo粉末、平均粒径 $5\mu\text{m}$ のCr粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のPt粉末を、酸化物粉末として平均粒径 $1\mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $0.7\mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ の Cr_2O_3 粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で 2000g 秤量した。組成は、次の通りである。

組成： $70\text{Co}-18\text{Pt}-3\text{Cr}-4\text{SiO}_2-2\text{TiO}_2-3\text{Cr}_2\text{O}_3$
(mol%)

[0047] 次に、秤量した粉末を粉碎媒体のタングステン合金ボールと共に容量 10リットル のボールミルポットに封入し、 120時間 回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1050°C 、保持時間 2時間 、加圧力 30MPa の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が 180mm 、厚さが 6mm の円盤状のターゲットを得た。

[0048] 次に、このターゲットをDCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー 1kW 、Arガス圧 1.5Pa とし、 2kWh のプレスパッタを実施した後、 6.5インチ 径のAl基板上へ目標膜厚 $4000\mu\text{m}$ でスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、熱間等方加圧加工(HIP)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。

[0049] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が 164mm 、厚さが 3mm の円盤状のターゲットを得た。このターゲットの組織写真を図 1 に示す。この図 1 に示すように、平均粒径 60nm の微細酸化物粒子を有する $\text{Co-Pt-Cr-SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-Cr}_2\text{O}_3$ 系ターゲットが得られた。

次に、このターゲットを直径が 180mm 、厚さが 4mm の Cu 製のバックリングプレートにボンディングした後、DC マグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー 1kW 、 Ar ガス圧 1.5Pa とし、 2kWh のプレスパッタを実施した後、 4インチ 径の Si 基盤に 1kW で 200 秒成膜した。

[0050] 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。同様なスパッタ条件で、3 回行った。このときの Si 基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\mu\text{m}\sim 0.25\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 0.3 個、 $0.25\sim 3.0\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 0 個であった。

この結果を表 1 に示す。このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られた。

[0051]

[表1]

	組成	ホットプレス 温度(°C)	膜粉砕後 粒子径 (μm)	膜/粉砕粉 ホットプレス 温度(°C)	HIP温度 (°C)	酸化物 粒子径 (nm)	バッチャクル (0.17-0.25 μm)	バッチャクル (0.25-3.0 μm)
実施例1	70Co-18Pt-3Cr-4SiO ₂ -2TiO ₂ -3Cr ₂ O ₃ (mol%)	1050	—	—	950	60	0.3	0
実施例2	59Co-20Pt-5Ru-3Cr-5SiO ₂ -2TiO ₂ -6CoO (mol%)	1050	200	1000	1000	40	0.7	0.3
実施例3	76Co-12Pt-5Cr-5Ta ₂ O ₅ -2SiO ₂ (mol%)	1050	100	1000	1000	40	0.3	0.3
実施例4	70Co-10Pt-12Cr-2B ₂ O ₃ -3TiO ₂ -2SiO ₂ -1CoO (mol%)	950	250	950	950	60	1	0.7
実施例5	50Co-40Cr-10TiO ₂ (mol%)	950	50	950	950	70	0.3	0
実施例6	72Co-20Pt-3SiO ₂ -2TiO ₂ -3Cr ₂ O ₃ (mol%)	1050	—	—	1100	400	3	1.3
実施例7	85Co-5Pt-3Ru-2SiO ₂ -2TiO ₂ -3Cr ₂ O ₃ (mol%)	1050	300	1000	1000	350	4	2
実施例8	67.5Co-10Pt-12Cr-3B-6SiO ₂ -1.5Cr ₂ O ₃	900	250	850	850	150	1.3	1
実施例9	79Fe-5Pt-16SiO ₂ (mol%)	1090	150	1000	1000	90	1	0.3
実施例10	29Fe-53Pt-16SiO ₂ (mol%)	1090	150	1000	1000	80	1.3	0.7
実施例11	70Co-12Pt-12Cr-3SiO ₂ -2TiO ₂ -1Cr ₂ O ₃ (mol%)	1050	—	1000	1000	60	0.3	0.3
実施例12	79Co-10Pt-6Cr-1Ta ₂ O ₅ -4SiO ₂ (mol%)	1050	200	950	950	10	0.3	0
比較例1	76Co-18Pt-3Cr-4SiO ₂ -2TiO ₂ -3Cr ₂ O ₃ (mol%)	1050	—	—	—	1300	10.7	5.3
比較例2	59Co-20Pt-5Ru-3Cr-5SiO ₂ -2TiO ₂ -6CoO (mol%)	1050	—	—	—	1600	12.3	7.3
比較例3	76Co-12Pt-5Cr-5Ta ₂ O ₅ -2SiO ₂ (mol%)	1050	—	—	—	1000	12	4.7
比較例4	70Co-10Pt-12Cr-2B ₂ O ₃ -3TiO ₂ -2SiO ₂ -1CoO (mol%)	950	—	—	—	1800	14.3	3.3
比較例5	50Co-40Cr-10TiO ₂ (mol%)	950	—	—	—	2300	8.7	3

[0052] (比較例1)

金属原料粉末として、平均粒径 $4\ \mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $5\ \mu\text{m}$ の Cr 粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末を、酸化物粉末として平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $0.7\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の Cr_2O_3 粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で $2000\ \text{g}$ 秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成： $70\text{Co}-18\text{Pt}-3\text{Cr}-4\text{SiO}_2-2\text{TiO}_2-3\text{Cr}_2\text{O}_3$
(mol%)

[0053] 次に、秤量した粉末を粉砕媒体のタングステン合金ボールと共に容量 $10\ \text{リットル}$ のボールミルポットに封入し、 100 時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1050°C 、保持時間 2 時間、加圧力 $30\ \text{MPa}$ の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が $164\ \text{mm}$ 、厚さが $3\ \text{mm}$ の円盤状のターゲットを得た。

[0054] さらにこのターゲットの組織を観察したところ、顕微鏡視野範囲内での酸化物粒子の平均粒径は $1.3\ \mu\text{m}$ であった。このターゲットの組織を図2に示す。

次に、このターゲットをDCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー $1\ \text{kW}$ 、 Ar ガス圧 $1.5\ \text{Pa}$ とし、 $2\ \text{kWh}$ のプレスパッタを実施した後、4インチ径の Si 基盤に $1\ \text{kW}$ で 200 秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。このときの Si 基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\ \mu\text{m} \sim 0.25\ \mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 10.7 個、 $0.25 \sim 3.0\ \mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 5.3 個と、実施例1と比べて増加した。この結果を、表1に示す。

[0055] (実施例2)

金属原料粉末として、平均粒径 $4\ \mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $5\ \mu\text{m}$ の Cr

粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $5\ \mu\text{m}$ の Ru 粉末、酸化物粉末として平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $0.7\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の CoO 粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で 2000 g 秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成：59Co－20Pt－5Ru－3Cr－5 SiO_2 －2 TiO_2 －6CoO (mol%)

[0056] 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、120 時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1050°C 、保持時間 2 時間、加圧力 30 MPa の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が 180 mm、厚さが 6 mm の円盤状のターゲットを得た。

[0057] 次に、このターゲットを DC マグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー 1 kW、Ar ガス圧 1.5 Pa とし、2 kWh のプレスパッタを実施した後、6.5 インチ径の Al 基板上へ目標膜厚 $1000\ \mu\text{m}$ でスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、膜を回収した。そしてこの膜を粉砕して、平均粒径が $200\ \mu\text{m}$ の微細粉を得た。スパッタから微粉碎回収までの工程を 4 回繰り返した。これをカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1000°C 、保持時間 2 時間、加圧力 30 MPa の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。

次に、熱間等方加圧加工 (HIP) 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 1000°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、 1000°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。

[0058] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が 164 mm、厚さが 3 mm の円盤状のターゲットを得た。このターゲットの組織写真を図 3 に示す。この図 3 に示すように、平均粒径 40 nm の微細酸化物粒子を有する Co－Pt－

Ru-Cr-SiO₂-TiO₂-CoO系ターゲットが得られた。

参考までに、このターゲットにおいて、酸化物の相Aの粒界に大き目の酸化物の相Bが存在している様子を図7（写真）に示す。また、説明図を図8に示す。なお、図7と図8のそれぞれは、別の場所の組織を観察したものである。

次に、このターゲットを直径が180mm、厚さが4mmのCu製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1kW、Arガス圧1.5Paとし、2kWhrのプレスパッタを実施した後、4インチ径のSi基盤に1kWで200秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。

[0059] このときのSi基板上のパーティクル数の平均は、0.17μm～0.25μmの大きさのパーティクルが0.7個、0.25～3.0μmの大きさのパーティクルが0.3個であった。

この結果を表1に示す。このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られた。

[0060]（比較例2）

金属原料粉末として、平均粒径4μmのCo粉末、平均粒径5μmのCr粉末、平均粒径3μmのPt粉末、平均粒径5μmのRu粉末、酸化物粉末として平均粒径1μmのTiO₂粉末、平均粒径0.7μmのSiO₂粉末、平均粒径1μmのCoO粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で2000g秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成：59Co-20Pt-5Ru-3Cr-5SiO₂-2TiO₂-6CoO（mol%）

[0061] 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、100時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度1050°C、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が164mm、厚さが3mmの円盤状のターゲットを得た。

さらにこのターゲットの組織を観察したところ、顕微鏡視野範囲内での酸化物粒子の平均粒径は1.6μmであった。このターゲットの組織を、図4に示す。

[0062] 次に、このターゲットを直径が180mm、厚さが4mmのCu製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1kW、Arガス圧1.5Paとし、2kWhrのプレスパッタを実施した後、4インチ径のSi基板に1kWで200秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。

このときのSi基板上のパーティクル数の平均は、0.17μm～0.25μmの大きさのパーティクルが12.3個、0.25～3.0μmの大きさのパーティクルが7.3個と、実施例2と比べて増加した。この結果を表1に示す。

[0063] (実施例3)

金属原料粉末として、平均粒径4μmのCo粉末、平均粒径5μmのCr粉末、平均粒径3μmのPt粉末、酸化物粉末として平均粒径1μmのTa₂O₅粉末、平均粒径0.7μmのSiO₂粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で2000g秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成：76Co－12Pt－5Cr－5Ta₂O₅－2SiO₂ (mol%)

[0064] 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、120時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度1050°C、保持時間

2時間、加圧力30MPaの条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が180mm、厚さが6mmの円盤状のターゲットを得た。

[0065] 次に、このターゲットをDCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1kW、Arガス圧1.5Paとし、2kWhrのプレスパッタを実施した後、6.5インチ径のAl基板上へ目標膜厚1000μmでスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、膜を回収した。そしてこの膜を粉碎して、平均粒径が100μmの微細粉を得た。スパッタから微粉碎回収までの工程を4回繰り返した。これをカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度1000°C、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件のもとホットプレスして焼結体を得た。

次に、熱間等方加圧加工(HIP)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1000°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、1000°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。

[0066] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が164mm、厚さが3mmの円盤状のターゲットを得た。平均粒径40nmの微細酸化物粒子を有するCo-Pt-Cr-Ta₂O₅-SiO₂系ターゲットが得られた。

次に、このターゲットを直径が180mm、厚さが4mmのCu製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1kW、Arガス圧1.5Paとし、2kWhrのプレスパッタを実施した後、4インチ径のSi基盤に1kWで200秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。

[0067] このときのSi基板上のパーティクル数の平均は、0.17μm~0.25μmの大きさのパーティクルが0.3個、0.25~3.0μmの大きさ

のパーティクルが0.3個であった。この結果を、表1に示す。

このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られた。

[0068] (比較例3)

金属原料粉末として、平均粒径4 μm のCo粉末、平均粒径5 μm のCr粉末、平均粒径3 μm のPt粉末、酸化物粉末として平均粒径1 μm のTa₂O₅粉末、平均粒径0.7 μm のSiO₂粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で2000g秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成：76Co-12Pt-5Cr-5Ta₂O₅-2SiO₂ (mol%)

[0069] 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、100時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度1050°C、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が164mm、厚さが3mmの円盤状のターゲットを得た。

さらにこのターゲットの組織を観察したところ、顕微鏡視野範囲内での酸化物粒子の平均粒径は1 μm であった。

[0070] 次に、このターゲットを直径が180mm、厚さが4mmのCu製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1kW、Arガス圧1.5Paとし、2kWhrのプレスパッタを実施した後、4インチ径のSi基盤に1kWで200秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。このときのSi基板上のパーティクル数の平均は、0.17 μm ~0.25 μm の大きさのパーティクルが12個、0.25~3.0 μm の大きさのパーティクルが4.7個と、実施例3と比べて増加した。この結

果を表 1 に示す。

[0071] (実施例 4)

金属原料粉末として、平均粒径 $4\ \mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $5\ \mu\text{m}$ の Cr 粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、酸化物粉末として平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ の B_2O_3 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $0.7\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の CoO 粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で $2000\ \text{g}$ 秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成： $70\text{Co}-10\text{Pt}-12\text{Cr}-2\text{B}_2\text{O}_3-3\text{TiO}_2-2\text{SiO}_2-1\text{CoO}$ (mol%)

[0072] 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 $10\ \text{リットル}$ のボールミルポットに封入し、 120 時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 950°C 、保持時間 2 時間、加圧力 $30\ \text{MPa}$ の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が $180\ \text{mm}$ 、厚さが $6\ \text{mm}$ の円盤状のターゲットを得た。

[0073] 次に、このターゲットを DC マグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー $1.2\ \text{kW}$ 、 Ar ガス圧 $1.5\ \text{Pa}$ とし、 $2\ \text{kWh}$ のプレスパッタを実施した後、 6.5 インチ径の Al 基板上へ目標膜厚 $1000\ \mu\text{m}$ でスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、膜を回収した。そしてこの膜を粉砕して、平均粒径が $250\ \mu\text{m}$ の微細粉を得た。スパッタから微粉碎回収までの工程を 4 回繰り返した。これをカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 950°C 、保持時間 2 時間、加圧力 $30\ \text{MPa}$ の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。

次に、熱間等方加圧加工 (HIP) 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 $150\ \text{MPa}$ 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。

[0074] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が164 mm、厚さが3 mmの円盤状のターゲットを得た。平均粒径60 nmの微細酸化物粒子を有する $\text{Co}-10\text{Pt}-12\text{Cr}-2\text{B}_2\text{O}_3-3\text{TiO}_2-2\text{SiO}_2-1\text{CoO}$ 系ターゲットが得られた。

次に、このターゲットを直径が180 mm、厚さが4 mmのCu製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1 kW、Arガス圧1.5 Paとし、2 kWhのプレスパッタを実施した後、4インチ径のSi基盤に1 kWで200秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。

[0075] このときのSi基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\text{ }\mu\text{m} \sim 0.25\text{ }\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが1個、 $0.25 \sim 3.0\text{ }\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが0.7個であった。この結果を表1に示す。

このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られた。

[0076] (比較例4)

金属原料粉末として、平均粒径 $4\text{ }\mu\text{m}$ のCo粉末、平均粒径 $5\text{ }\mu\text{m}$ のCr粉末、平均粒径 $3\text{ }\mu\text{m}$ のPt粉末、酸化物粉末として平均粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ の B_2O_3 粉末、平均粒径 $2\text{ }\mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $0.7\text{ }\mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒径 $1\text{ }\mu\text{m}$ のCoO粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で2000 g秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成： $70\text{Co}-10\text{Pt}-12\text{Cr}-2\text{B}_2\text{O}_3-3\text{TiO}_2-2\text{SiO}_2-1\text{CoO}$ (mol%)

[0077] 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、100時間回転させて混合した。その混合

粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 950°C 、保持時間 2 時間、加圧力 30MPa の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が 164mm 、厚さが 3mm の円盤状のターゲットを得た。

さらにこのターゲットの組織を観察したところ、顕微鏡視野範囲内での酸化物粒子の平均粒径は $1.8\mu\text{m}$ であった。

[0078] 次に、このターゲットを DC マグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー 1kW 、 Ar ガス圧 1.5Pa とし、 2kWh のプレスパッタを実施した後、4 インチ径の Si 基盤に 1kW で 200 秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3 回行った。このときの Si 基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\mu\text{m} \sim 0.25\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 14.3 個、 $0.25 \sim 3.0\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 3.3 個と、実施例 4 と比べて増加した。この結果を表 1 に示す。

[0079] (実施例 5)

金属原料粉末として、平均粒径 $4\mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $5\mu\text{m}$ の Cr 粉末、酸化物粉末として平均粒径 $1\mu\text{m}$ の TiO_2 粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で 2000g 秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成： $50\text{Co}-40\text{Cr}-10\text{TiO}_2$ (mol%)

[0080] 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、120 時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 950°C 、保持時間 2 時間、加圧力 30MPa の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が 180mm 、厚さが 6mm の円盤状のターゲットを得た。

[0081] 次に、このターゲットを DC マグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー 1kW 、 Ar ガス圧 1

、 5 Pa とし、 2 kWh のプレスパッタを実施した後、 6.5 インチ径の SUS 基板上へ目標膜厚 $1000\text{ }\mu\text{m}$ でスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、膜を回収した。そしてこの膜を粉碎して、平均粒径が $50\text{ }\mu\text{m}$ の微細粉を得た。スパッタから微粉碎回収までの工程を4回繰り返した。これをカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 950°C 、保持時間2時間、加圧力 30 MPa の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。

次に、熱間等方加圧加工（HIP）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 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。

[0082] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が 164 mm 、厚さが 3 mm の円盤状のターゲットを得た。このターゲットの組織写真を図5に示す。この図5に示すように、平均粒径 70 nm の微細酸化物粒子を有する $\text{Co}-40\text{ Cr}-10\text{ TiO}_2$ 系ターゲットが得られた。

次に、このターゲットを直径が 180 mm 、厚さが 4 mm の Cu 製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー 1 kW 、 Ar ガス圧 1.5 Pa とし、 2 kWh のプレスパッタを実施した後、 4 インチ径の Si 基盤に 1 kW で 200 秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。

[0083] このときの Si 基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\text{ }\mu\text{m}\sim 0.25\text{ }\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 0.3 個、 $0.25\sim 3.0\text{ }\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 0 個であった。この結果を表1に示す。

このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得

られた。

[0084] (比較例 5)

金属原料粉末として、平均粒径 $4\text{ }\mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $5\text{ }\mu\text{m}$ の Cr 粉末、酸化物粉末として平均粒径 $1\text{ }\mu\text{m}$ の TiO_2 粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で 2000 g 秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成： $50\text{ Co} - 40\text{ Cr} - 10\text{ TiO}_2$ (mol%)

[0085] 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、 100 時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 950°C 、保持時間 2 時間、加圧力 30 MPa の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が 164 mm 、厚さが 3 mm の円盤状のターゲットを得た。

さらにこのターゲットの組織を観察したところ、顕微鏡視野範囲内での酸化物粒子の平均粒径は $2.3\text{ }\mu\text{m}$ であった。

[0086] 次に、このターゲットを直径が 180 mm 、厚さが 4 mm の Cu 製のバックリングプレートにボンディングした後、DC マグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー 1 kW 、Ar ガス圧 1.5 Pa とし、 2 kWh のプレスパッタを実施した後、 4 インチ径の Si 基盤に 1 kW で 200 秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、 3 回行った。このときの Si 基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\text{ }\mu\text{m} \sim 0.25\text{ }\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 8.7 個、 $0.25 \sim 3.0\text{ }\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 3 個と、実施例 5 と比べて増加した。この結果を表 1 に示す。

[0087] (実施例 6)

金属原料粉末として、平均粒径 $4\text{ }\mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $3\text{ }\mu\text{m}$ の Pt 粉末、酸化物粉末として平均粒径 $0.7\text{ }\mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒径 $1\text{ }\mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $1\text{ }\mu\text{m}$ の Cr_2O_3 粉末を用意した。これらの粉末を

以下の組成比で2000g秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成：72Co-20Pt-3SiO₂-2TiO₂-3Cr₂O₃ (mol%)
)

[0088] 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、120時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度1050°C、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が180mm、厚さが6mmの円盤状のターゲットを得た。

[0089] 次に、このターゲットをDCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1kW、Arガス圧1.5Paとし、2kWhrのプレスパッタを実施した後、6.5インチ径のAl基板上へ目標膜厚4000μmでスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、熱間等方加圧加工(HIP)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。

[0090] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が164mm、厚さが3mmの円盤状のターゲットを得た。このターゲットの組織写真を図6に示す。この図6に示すように、平均粒径400nmの微細酸化物粒子を有するCo-Pt-SiO₂-TiO₂-Cr₂O₃系ターゲットが得られた。

次に、このターゲットを直径が180mm、厚さが4mmのCu製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1kW、Arガス圧1.5Paとし、2kWhrのプレスパッタを実施した後、4インチ径のSi基盤に1kWで200秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、

3回行った。

[0091] このときのS i 基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\mu\text{m} \sim 0.25\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが3個、 $0.25 \sim 3.0\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが1.3個であった。この結果を表1に示す。

このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られた。

[0092] (実施例7)

金属原料粉末として、平均粒径 $4\mu\text{m}$ のC o粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のP t粉末、平均粒径 $5\mu\text{m}$ のR u粉末、酸化物粉末として平均粒径 $0.7\mu\text{m}$ のS i O₂粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ のT i O₂粉末、平均粒径 $1\mu\text{m}$ のC r₂O₃粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で2000g秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成：85C o－5P t－3R u－2S i O₂－2T i O₂－3C r₂O₃ (mol%)

[0093] 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、120時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度1050℃、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が180mm、厚さが6mmの円盤状のターゲットを得た。

[0094] 次に、このターゲットをDCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1kW、Arガス圧1.5Paとし、2kWhrのプレスパッタを実施した後、6.5インチ径のAl基板上へ目標膜厚1000μmでスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、膜を回収した。そしてこの膜を粉碎して、平均粒径が300μmの微細粉を得た。スパッタから

微粉碎回収までの工程を4回繰り返した。これをカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度1000°C、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件のもとホットプレスして焼結体を得た。

次に、熱間等方加圧加工(HIP)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1000°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。

[0095] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が164mm、厚さが3mmの円盤状のターゲットを得た。平均粒径350nmの微細酸化物粒子を有するCo-Pt-Ru-SiO₂-TiO₂-Cr₂O₃系ターゲットが得られた。

次に、このターゲットを直径が180mm、厚さが4mmのCu製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1kW、Arガス圧1.5Paとし、2kWhrのプレスパッタを実施した後、4インチ径のSi基盤に1kWで200秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。

[0096] このときのSi基板上のパーティクル数の平均は、0.17μm~0.25μmの大きさのパーティクルが4個、0.25~3.0μmの大きさのパーティクルが2個であった。この結果を表1に示す。

このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られた。

[0097] (実施例8)

金属原料粉末として、平均粒径4μmのCo粉末、平均粒径5μmのCr粉末、平均粒径3μmのPt粉末、平均粒径10μmのCo-B粉末、酸化物粉末として平均粒径0.7μmのSiO₂粉末、平均粒径1μmのCr₂O₃

粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で2000g秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成：67.5Co-10Pt-12Cr-3B-6SiO₂-1.5Cr₂O₃ (mol%)

[0098] 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、120時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度900°C、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が180mm、厚さが6mmの円盤状のターゲットを得た。

[0099] 次に、このターゲットをDCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1kW、Arガス圧1.5Paとし、2kWhrのプレスパッタを実施した後、6.5インチ径のAl基板上へ目標膜厚1000μmでスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、膜を回収した。そしてこの膜を粉砕して、平均粒径が250μmの微細粉を得た。スパッタから微粉碎回収までの工程を4回繰り返した。これをカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度850°C、保持時間2時間、加圧力30MPaの条件のもとホットプレスして焼結体を得た。

次に、熱間等方加圧加工(HIP)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850°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、850°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。

[0100] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が164mm、厚さが3mmの円盤状のターゲットを得た。平均粒径150nmの微細酸化物粒子を有するCo-Pt-Cr-B-SiO₂-Cr₂O₃系ターゲットが得られた。

次に、このターゲットを直径が180mm、厚さが4mmのCu製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取

り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1 kW、Arガス圧1.5 Paとし、2 kWhrのプレスパッタを実施した後、4インチ径のSi基板に1 kWで200秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。

[0101] このときのSi基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\text{ }\mu\text{m} \sim 0.25\text{ }\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが1.3個、 $0.25 \sim 3.0\text{ }\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが1個であった。この結果を表1に示す。

このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られた。

[0102] (実施例9)

金属原料粉末として、平均粒径 $5\text{ }\mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒径 $3\text{ }\mu\text{m}$ のPt粉末、酸化物粉末として平均粒径 $0.7\text{ }\mu\text{m}$ の SiO_2 粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で2000g秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成： $79\text{ Fe} - 5\text{ Pt} - 16\text{ SiO}_2$ (mol%)

[0103] 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、120時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1090°C 、保持時間2時間、加圧力30 MPaの条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が180 mm、厚さが6 mmの円盤状のターゲットを得た。

[0104] 次に、このターゲットをDCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1 kW、Arガス圧1.5 Paとし、2 kWhrのプレスパッタを実施した後、6.5インチ径のAl基板上へ目標膜厚 $1000\text{ }\mu\text{m}$ でスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、膜を回収した。そしてこの膜を粉碎して、平均粒径が $150\mu\text{m}$ の微細粉を得た。スパッタから微粉碎回収までの工程を4回繰り返した。これをカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1000°C 、保持時間2時間、加圧力 30MPa の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。

次に、熱間等方加圧加工(HIP)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 1000°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、 1000°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。

[0105] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が 164mm 、厚さが 3mm の円盤状のターゲットを得た。平均粒径 90nm の微細酸化物粒子を有するFe-Pt-SiO₂系ターゲットが得られた。

次に、このターゲットを直径が 180mm 、厚さが 4mm のCu製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー 1kW 、Arガス圧 1.5Pa とし、 2kWh のプレスパッタを実施した後、4インチ径のSi基盤に 1kW で200秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。

[0106] このときのSi基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\mu\text{m}\sim 0.25\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが1個、 $0.25\sim 3.0\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが0.3個であった。この結果を表1に示す。

このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られた。

[0107] (実施例10)

金属原料粉末として、平均粒径 $5\mu\text{m}$ のFe粉末、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のPt

粉末、酸化物粉末として平均粒径 $0.7\mu\text{m}$ の SiO_2 粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で 2000g 秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成： $29\text{Fe}-55\text{Pt}-16\text{SiO}_2$ (mol%)

[0108] 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、 120 時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1090°C 、保持時間 2 時間、加圧力 30MPa の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が 180mm 、厚さが 6mm の円盤状のターゲットを得た。

[0109] 次に、このターゲットをDCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー 1kW 、 Ar ガス圧 1.5Pa とし、 2kWh のプレスパッタを実施した後、 6.5 インチ径の Al 基板上へ目標膜厚 $1000\mu\text{m}$ でスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、膜を回収した。そしてこの膜を粉砕して、平均粒径が $150\mu\text{m}$ の微細粉を得た。スパッタから微粉碎回収までの工程を 4 回繰り返した。これをカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1000°C 、保持時間 2 時間、加圧力 30MPa の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。

次に、熱間等方加圧加工(HIP)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 1000°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、 1000°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。

[0110] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が 164mm 、厚さが 3mm の円盤状のターゲットを得た。平均粒径 80nm の微細酸化物粒子を有する $\text{Fe}-\text{Pt}-\text{SiO}_2$ 系ターゲットが得られた。

次に、このターゲットを直径が 180mm 、厚さが 4mm の Cu 製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取

り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1 kW、Arガス圧1.5 Paとし、2 kWhのプレスパッタを実施した後、4インチ径のSi基盤に1 kWで200秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。

[0111] このときのSi基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\ \mu\text{m} \sim 0.25\ \mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが1.3個、 $0.25 \sim 3.0\ \mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが0.7個であった。この結果を表1に示す。

このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られた。

[0112] (実施例11)

金属原料粉末として、平均粒径 $4\ \mu\text{m}$ のCo粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ のPt粉末、平均粒径 $5\ \mu\text{m}$ のCr粉末、酸化物粉末として平均粒径 $0.7\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の Cr_2O_3 粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で2000 g秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成： $70\text{Co}-12\text{Pt}-12\text{Cr}-3\text{SiO}_2-2\text{TiO}_2-1\text{Cr}_2\text{O}_3$ (mol%)

[0113] 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、120時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1050°C 、保持時間2時間、加圧力30 MPaの条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が180 mm、厚さが6 mmの円盤状のターゲットを得た。

[0114] 次に、このターゲットをDCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1 kW、Arガス圧1

、 5 Pa とし、 2 kWh のプレスパッタを実施した後、 6.5 インチ径の Al 基板上へ目標膜厚 $5\sim 1000\text{ }\mu\text{m}$ でスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、膜を回収した。スパッタ成膜から膜回収までの工程を回収した膜の総厚が $4000\text{ }\mu\text{m}$ になるまで繰り返した。回収したシート状の薄膜をカーボン製の型に積層し、真空雰囲気中、温度 1000°C 、保持時間2時間、加圧力 30 MPa の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。

[0115] 次に、熱間等方加圧加工（HIP）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 1000°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、 1000°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。

[0116] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が 164 mm 、厚さが 3 mm の円盤状のターゲットを得た。平均粒径 60 nm の微細酸化物粒子を有する $\text{Co-Pt-Cr-SiO}_2\text{-TiO}_2\text{-Cr}_2\text{O}_3$ 系ターゲットが得られた。

次に、このターゲットを直径が 180 mm 、厚さが 4 mm の Cu 製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー 1 kW 、 Ar ガス圧 1.5 Pa とし、 2 kWh のプレスパッタを実施した後、 4 インチ径の Si 基盤に 1 kW で 200 秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。

[0117] このときの Si 基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\text{ }\mu\text{m}\sim 0.25\text{ }\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 0.3 個、 $0.25\sim 3.0\text{ }\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが 0.3 個であった。この結果を表1に示す。

このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られた。

[0118] (実施例 12)

金属原料粉末として、平均粒径 $4\ \mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $5\ \mu\text{m}$ の Cr 粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、酸化物粉末として平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の Ta_2O_5 粉末、平均粒径 $0.7\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末を用意した。これらの粉末を以下の組成比で $2000\ \text{g}$ 秤量した。成分組成は、次の通りである。

組成： $79\text{Co}-10\text{Pt}-6\text{Cr}-1\text{Ta}_2\text{O}_5-4\text{SiO}_2$ (mol%)

[0119] 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、 120 時間回転させて混合した。その混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1050°C 、保持時間 2 時間、加圧力 $30\ \text{MPa}$ の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が $180\ \text{mm}$ 、厚さが $6\ \text{mm}$ の円盤状のターゲットを得た。

[0120] 次に、このターゲットを DC マグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー $1\ \text{kW}$ 、 Ar ガス圧 $1.5\ \text{Pa}$ とし、 $2\ \text{kWh}$ のプレスパッタを実施した後、 6.5 インチ径の Al 基板上へ目標膜厚 $1000\ \mu\text{m}$ でスパッタした。

次に、このスパッタ成膜した材料から基板を剥離し、膜を回収した。そしてこの膜を粉砕して、平均粒径が $200\ \mu\text{m}$ の微細粉を得た。スパッタから微粉碎回収までの工程を 4 回繰り返した。これをカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 950°C 、保持時間 2 時間、加圧力 $30\ \text{MPa}$ の条件のもとホットプレスして焼結体を得た。

次に、熱間等方加圧加工 (HIP) 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 $150\ \text{MPa}$ 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。

[0121] さらに、これを旋盤で切削加工して直径が $164\ \text{mm}$ 、厚さが $3\ \text{mm}$ の円盤状のターゲットを得た。平均粒径 $10\ \text{nm}$ の微細酸化物粒子を有する $\text{Co}-\text{Pt}-\text{Cr}-\text{Ta}_2\text{O}_5-\text{SiO}_2$ 系ターゲットが得られた。

次に、このターゲットを直径が180mm、厚さが4mmのCu製のバックリングプレートにボンディングした後、DCマグネトロンスパッタ装置に取り付けスパッタリングを行った。スパッタ条件は、スパッタパワー1kW、Arガス圧1.5Paとし、2kWhrのプレスパッタを実施した後、4インチ径のSi基盤に1kWで200秒成膜した。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。同様なスパッタ条件で、3回行った。

[0122] このときのSi基板上のパーティクル数の平均は、 $0.17\mu\text{m} \sim 0.25\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが0.3個、 $0.25 \sim 3.0\mu\text{m}$ の大きさのパーティクルが0個であった。この結果を、表1に示す。

このような微細粒子を持つターゲットは、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることができた。そして、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られた。

産業上の利用可能性

[0123] 本発明は、強磁性材スパッタリングターゲットの組織構造、特に酸化物粒子の形状を調整（微細化）し、粉碎装置やメディアからの不純物の混入が少なくすることができるので、スパッタリング時の酸化物による異常放電は生ぜず、パーティクルの発生を減少させることを可能とする。従って本発明のターゲットを使用すれば、マグネトロンスパッタ装置でスパッタリングする際に安定した放電が得られる。さらに、酸化物の異常放電を抑制し、異常放電が原因となるスパッタリング中のパーティクル発生を減少させ、歩留まり向上によるコスト改善効果を得ることができるという優れた効果を有するので、磁気記録媒体の磁性体薄膜、特にハードディスクドライブ記録層の成膜に使用される強磁性材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] 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットであって、酸化物の平均粒子径が400nm以下であることを特徴とする磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項2] 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットであって、酸化物の平均粒子径が400nm以下である相Aと、相Aを取り囲む酸化物の平均粒子径が2μm以下である相Bを持つことを特徴とする請求項1記載の磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項3] 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットであって、平均粒子径が400nm以下、かつアスペクト比が2以下である酸化物組織を持つことを特徴とする請求項1～2のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項4] 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットであって、平均粒子径が400nm以下であり、かつ酸化物粒子に面積が最小となるように外接する長方形のアスペクト比が2以下である酸化物組織を持つ相Aと、相Aを取り囲む酸化物の平均粒子径が2μm以下である相Bを持つ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性材スパッタリングターゲット。
- [請求項5] Crが45mol%以下（0mol%を除く）、残余がCoであ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性材スパッタリングターゲット。
- [請求項6] Crが45mol%以下（0mol%を除く）、Ptが1mol%以上30mol%以下、残余がCoであ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性材スパッタリングターゲット。
- [請求項7] Ptが1mol%以上30mol%以下、残余がCoであ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性材スパッタリングターゲット。
- [請求項8] Ptが5mol%以上60mol%以下、残余がFeであることを

特徴とする請求項 1 ～ 4 のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

[請求項9] 添加元素として、B、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、W、Ag、Au、Cu、C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請求項 1 ～ 8 のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

[請求項10] 酸化物原料として、B、Si、Cr、Ti、Ta、W、Al、Mg、Mn、Ca、Zr、Yから選択した1成分以上の酸化物を1～20 mol %含有することを特徴とする請求項 1 ～ 9 のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

[請求項11] 添加材料として、炭素、窒化物、炭化物から選択した1成分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 ～ 10 のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

[請求項12] ホットプレス後に、HIP圧密化処理を行うことを特徴とする請求項 1 ～ 11 のいずれか一項に記載の磁性材スパッタリングターゲット。

[請求項13] 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、次にこれを粉砕してターゲット用原料とし、さらにこの原料を焼結することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項14] 請求項 1 ～ 12 のいずれか一項に記載する酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、次にこれを粉砕してターゲット用原料とし、さらにこの原料を焼結することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項15] 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であ

って、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、次にこれを粉砕してターゲット用原料とし、さらにこの原料に不足する成分を補填して混合し、この混合体を焼結することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項16] 請求項1～12のいずれか一項に記載する酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、次にこれを粉砕してターゲット用原料とし、さらにこの原料に不足する成分を補填して混合し、この混合体を焼結することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項17] 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、さらに得られた磁性材を熱間等方加圧加工（HIP）することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項18] 請求項1～12のいずれか一項に記載する酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去し、さらに得られた磁性材を熱間等方加圧加工（HIP）することを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項19] 酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去してターゲットとすることを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項20] 請求項1～12のいずれか一項に記載する酸化物を含有する磁性材ス

パッタリングターゲットの製造方法であって、PVD又はCVD法により基板上に磁性材を成膜し、次にこの成膜された磁性材から基板を除去してターゲットとすることを特徴とする酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項21] 成膜された磁性材から基板を除去し、得られた薄膜を積層してターゲットとすることを特徴とする請求項17～20のいずれか一項に記載の酸化物を含有する磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。