

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2012 年 6 月 28 日(28.06.2012)



(10) 国際公開番号

WO 2012/086575 A1

- (51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) G11B 5/851 (2006.01)
C23C 14/06 (2006.01) H01F 10/16 (2006.01)
C23C 14/14 (2006.01) H01F 41/18 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/079321
- (22) 国際出願日: 2011 年 12 月 19 日(19.12.2011)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2010-285905 2010 年 12 月 22 日(22.12.2010) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): J X 日鉱日石金属株式会社(JX Nippon Mining & Metals Corporation) [JP/JP]; 〒1008164 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 3 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 荒川 篤俊 (ARAKAWA Atsutoshi) [JP/JP]; 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場 1 8 7 番地 4 J X 日鉱日石金属株式会社 磯原工場内 Ibaraki (JP). 池田 祐希 (IKEDA Yuki) [JP/JP]; 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場 1 8 7 番地 4 J X 日鉱日石金属株式会社 磯原工場内 Ibaraki (JP).
- (74) 代理人: 小越 勇(OGOSHI Isamu); 〒1050001 東京都港区虎ノ門 3 丁目 1 番 1 0 号 第 2 虎ノ門電気ビル 5 階 小越国際特許事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: FERROMAGNETIC SPUTTERING TARGET

(54) 発明の名称: 強磁性材スパッタリングターゲット

(57) Abstract: Provided is a sputtering target comprising a metal having the composition of 20 mol% or less of Cr, 5 mol% or more of Pt, and Co as the remainder. This target is a ferromagnetic sputtering target characterized in having a metal base (A) and having, in (A), a Co-Ru alloy phase (B) that includes at least 30 mol% of Ru, and a metal or alloy phase (C) that is different from phase (B) and comprises Co or mainly comprises Co. The obtained ferromagnetic sputtering target lessens magnetic flux leakage and is capable of discharging stably in magnetron sputtering equipment.

(57) 要約: Cr が 20 mol% 以下、Pt が 5 mol% 以上、残余が Co である組成の金属からなるスパッタリングターゲットであって、このターゲットが、金属素地 (A) と、前記 (A) の中に、Ru を 30 mol% 以上含有する Co-Ru 合金相 (B) と前記相 (B) とは異なる Co 又は Co を主成分とする金属又は合金相 (C) を有することを特徴とする強磁性材スパッタリングターゲット。漏洩磁束を向上させて、マグネトロンスパッタ装置で安定した放電が可能な強磁性材スパッタリングターゲットを得る。



WO 2012/086575 A1

明 細 書

発明の名称：強磁性材スパッタリングターゲット

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体の磁性体薄膜、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に関し、漏洩磁束が大きくマグネトロンスパッタ装置でスパッタする際に安定した放電が得られる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、あるいはN iをベースとした材料が用いられている。例えば、面内磁気記録方式を採用するハードディスクの記録層には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。

[0003] 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。

[0004] 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。

[0005] 例えば、急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）。

[0006] 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（特許文献１の図３）様子が見える。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、メカニカルアロイング粉末であり、ターゲットの組織ではない。

[0007] また、急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。

[0008] 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 Co 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）。

[0009] 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、球形の金属相（Ｂ）を有している様子が見える（特許文献２の図１）。このような組織は、 Co と Cr など構成元素の含有率によっては漏洩磁束が十分に向上しないケースもあり、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。

[0010] また、 Co-Cr 二元系合金粉末と Pt 粉末と SiO_2 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）。

- [0011] 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、Pt相、SiO₂相およびCo-Cr二元系合金相が見られ、Co-Cr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。
- [0012] 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。
- [0013] 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が、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。

先行技術文献

特許文献

- [0014] 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

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0015] 一般に、マグネトロンスパッタ装置で強磁性材スパッタリングターゲットをスパッタしようとする、磁石からの磁束の多くは強磁性体であるターゲット内部を通過してしまうため、漏洩磁束が少なくなり、スパッタ時に放電が立たない、あるいは放電しても放電が安定しないという大きな問題が生じる。

[0016] この問題を解決するには、強磁性金属であるC oの含有割合を減らすことが考えられる。しかし、C oを減少させると、所望の磁気記録膜を得ることができないため本質的な解決策ではない。また、ターゲットの厚みを薄くすることで漏洩磁束を向上させることは可能だが、この場合ターゲットのライフが短くなり、頻繁にターゲットを交換する必要が生じるのでコストアップの要因になる。

本発明は上記問題を鑑みて、漏洩磁束を増加させて、マグネトロンスパッタ装置で安定した放電が得られる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

[0017] 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、ターゲットの組成及び組織構造を調整することにより、漏洩磁束の大きいターゲットが得られることを見出した。

[0018] このような知見に基づき、本発明は、

1) C rが20mol%以下、R uが0.5mol%以上30mol%以下、残余がC oである組成の金属からなるスパッタリングターゲットであって、このターゲットが、金属素地(A)と、前記(A)の中に、R uを30mol%以上含有するC o-R u合金相(B)と前記相(B)とは異なるC o又はC oを主成分とする金属又は合金相(C)を有することを特徴とする強磁性材スパッタリングターゲットを提供する。

[0019] また、本発明は、

2) C rが20mol%以下、R uが0.5mol%以上30mol%以下、P tが0.5mol%以上、残余がC oである組成の金属からなるスパッタリングターゲットであって、このターゲットの組織が、金属素地(A)と、前記(A)の中に、R uを30mol%以上含有するC o-R u合金相(B)と前記相(B)とは異なるC o又はC oを主成分とする金属又は合金相(C)を有することを特徴とする強磁性材スパッタリングターゲットを提供する。

[0020] さらに、本発明は、

3) 前記金属又は合金相 (C) は、Co を 90 mol % 以上含有する相であることを特徴とする上記 1) ~ 2) のいずれか一項に記載の強磁性材スパッタリングターゲットを提供する。

4) 添加元素として B、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、W、Si、Al から選択した 1 元素以上を、0.5 mol % 以上 10 mol % 以下含有することを特徴とする上記 1) ~ 3) のいずれか一項に記載の強磁性材スパッタリングターゲットを提供する。

[0021] さらに、本発明は、

5) 金属素地 (A) が、炭素、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物から選択した 1 成分以上の無機物材料を、該金属素地中に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強磁性材スパッタリングターゲットを提供する。

[0022] さらに、本発明は、

6) 前記無機物材料が Cr、Ta、Si、Ti、Zr、Al、Nb、B、Co から選択した 1 種以上の酸化物であることを特徴とし、当該非磁性材料の体積比率が 20 % ~ 40 % であることを特徴とする上記 1) ~ 5) のいずれか一項に記載の強磁性材スパッタリングターゲットを提供する。

[0023] さらに、本発明は、

7) 相対密度が 97 % 以上であることを特徴とする上記 1) ~ 6) のいずれか一項に記載の強磁性材スパッタリングターゲットを提供する。

発明の効果

[0024] このように調整した本発明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は、漏洩磁束の大きいターゲットとなり、マグネトロンスパッタ装置で使用したとき、不活性ガスの電離促進が効率的に進み、安定した放電が得られる。またターゲットの厚みを厚くすることができるため、ターゲットの交換頻度が小さくなり、低コストで磁性体薄膜を製造できるというメリットがある。

発明を実施するための形態

[0025] 本発明の強磁性材スパッタリングターゲットを構成する主要成分は、Crが20mol%以下、Ruが0.5mol%以上30mol%以下、残余がCoである組成の金属、又はCrが20mol%以下、Ruが0.5mol%以上30mol%以下、Ptが0.5mol%以上、残余がCoである組成の金属からなる。

[0026] 前記Crは必須成分として添加するものであり、0mol%を除く。すなわち、分析可能な下限値以上のCr量を含有させるものである。Cr量が20mol%以下であれば、微量添加する場合においても効果がある。

前記Ruについては、0.5mol%以上から磁性体薄膜の効果を得ることができるので、下限値を前記の通りとした。一方、Ruが多すぎると、磁性材としての特性上好ましくないので、上限値を30mol%とした。

[0027] Ptは45mol%以下であるのが望ましい。Ptを過剰に添加した場合には、磁性材としての特性が低下すること、また、Ptは高価であることから、添加量をなるべく低減することが生産コストからみて望ましいと言える。

[0028] また、0.5mol%以上10mol%以下の添加元素としてB、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、W、Si、Alから選択した1元素以上を含有させることができる。これらは磁気記録媒体としての特性を向上させるために、必要に応じて添加される元素である。配合割合は上記範囲内で様々な調整でき、いずれも有効な磁気記録媒体としての特性を維持することができる。

[0029] なお、0.5mol%以上10mol%以下の添加元素としてB、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、W、Si、Alから選択した1元素以上は、基本的には金属素地(A)中に存在するものであるが、これらが後述するCo-Ru合金からなる相(B)の界面を介して、該相(B)中に若干拡散する場合がある。本願発明は、これらを包含するものである。

[0030] 同様に、0.5mol%以上10mol%以下の添加元素としてB、Ti

、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、W、Si、Alから選択した1元素以上は、基本的には金属素地（A）中に存在するものであるが、これらが後述するCo又はCを主成分とする金属又は合金相（C）の界面を介して、該相（C）中に若干拡散する場合がある。本願発明は、これらを包含するものである。

[0031] さらに、前記金属又は合金相（C）は、Coを90mol%以上含有する相であり、添加元素であるB、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、W、Si、Alから選択した1元素以上との合金を含む。

[0032] 本願発明において重要なことは、ターゲットの組織が、金属素地（A）と、前記素地（A）の中に、Ruを30mol%以上含有するCo-Ru合金相（B）とCo又はCを主成分とする金属又は合金相（C）を有していることである。この相（B）は周囲の組織より最大透磁率が低く、金属素地（A）によって各々分離された構造になっている。また、相（C）は周囲の組織より最大透磁率が高く、金属素地（A）によって各々分離された構造になっている。

金属素地（A）とRuを30mol%以上含有するCo-Ru合金相（B）、あるいは、金属素地（A）とCo又はCを主成分とする金属又は合金相（C）であるターゲット組織でも漏洩磁束向上の効果はあるが、金属素地（A）と相（B）と相（C）を存在させることにより、より一層の漏洩磁束向上の効果がある。

[0033] このような組織を有するターゲットにおいて、漏洩磁束が向上する理由は現時点では、必ずしも明確ではないが、ターゲット内部の磁束に密な部分と疎な部分が生じ、均一な透磁率を有する組織と比較し静磁エネルギーが高くなるため、磁束がターゲット外部に漏れ出た方がエネルギー的に有利になるためと考えられる。

[0034] また、相（B）は、直径が10～150 μ mとするのが望ましい。金属素地（A）には、相（B）と細かい無機物粒子が存在しているが、相（B）の直径が10 μ m未満の場合は、無機物粒子との粒サイズ差が小さくなるので

、ターゲット素材を焼結させる際に、相（B）と金属素地（A）との拡散が進み易くなる。

この拡散が進むことにより、金属素地（A）と相（B）との構成要素の違いが不明確になる傾向がある。したがって、直径10 μm 以上とするのが良い。好ましくは直径30 μm 以上である。

[0035] 一方、150 μm を超える場合には、スパッタリングが進むにつれてターゲット表面の平滑性が低下し、パーティクルの問題が発生しやすくなることがある。したがって、相（B）の直径は150 μm 以下とするのが望ましいと言える。

なお、これらはいずれも漏洩磁束を増加させるための手段であるが、添加金属、無機物粒子の量と種類等により、漏洩磁束を調整することが可能なので、相（B）のサイズを必ずこの条件にしなければならないというものではない。しかし、上記の通り、好ましい条件の一つであることは言うまでもない。

[0036] 相（B）の大きさは、ターゲットの全体積又はターゲットのエロージョン面に占める体積又は面積のわずかな量（例えば1%程度）であっても、それなりの効果を有するものである。

相（B）の存在による効果を十分に発揮させるためには、ターゲットの全体積又はターゲットのエロージョン面に占める体積又は面積の10%以上であることが望ましい。相（B）を多く存在させることにより、漏洩磁束を増加させることが可能である。

[0037] ターゲット組成によっては、相（B）をターゲットの全体積又はターゲットのエロージョン面に占める体積又は面積の50%以上、さらには60%以上とすることもでき、これらの体積率又は面積率は、ターゲットの組成に応じて、任意に調整が可能である。本発明はこれらを包含する。

なお、本発明における相（B）の形状は特に問わず、平均粒径とは最短径と最長径との平均を意味する。

[0038] 相（B）は、金属素地（A）と組成が異なるので、焼結時に元素の拡散に

より、相（B）の外周部は、前記相（B）の組成から多少ずれてしまうことがある。

しかし、相（B）の径（長径及び短径のそれぞれ）を $2/3$ に縮小した相似形の相の範囲内において、Ruを30mol%以上含有するCo-Ru合金であれば目的を達成することが可能である。本願発明は、これらのケースを含むものであり、このような条件でも本願発明の目的を達成できる。

[0039] 相（C）は、直径が30～150 μm とするのが望ましい。相（C）の直径が30 μm 未満の場合は、無機物粒子と混在している金属との粒サイズ差が小さくなるので、ターゲット素材を焼結させる際に、相（C）と金属素地（A）との拡散が進み、金属素地（A）と相（C）との構成要素の違いが不明確になる傾向がある。したがって、直径30 μm 以上とするのが良い。好ましくは直径40 μm 以上である。

[0040] 一方、150 μm を超える場合には、スパッタリングが進むにつれてターゲット表面の平滑性が失われ、パーティクルの問題が発生しやすくなることがある。従って相（C）の大きさは30～150 μm とするのが望ましい。

なお、これらはいずれも漏洩磁束を増加させるための手段であるが、添加金属、無機物粒子の量と種類等により、漏洩磁束を調整することが可能なので、相（C）のサイズを必ずこの条件にしなければならないというものではない。しかし、上記の通り、好ましい条件の一つであることは言うまでもない。

[0041] 相（C）の存在による効果を十分に発揮させるためには、ターゲットの全体積又はターゲットのエロージョン面に占める体積又は面積の10%以上であることが望ましい。相（C）を多く存在させることにより、漏洩磁束を増加させることが可能である。

[0042] ターゲット組成によっては、相（C）をターゲットの全体積又はターゲットのエロージョン面に占める体積又は面積の50%以上、さらには60%以上とすることもでき、これらの体積率又は面積率は、ターゲットの組成に応じて、任意に調整が可能である。本発明はこれらを包含する。

なお、本発明における相（C）の形状は特に問わず、平均粒径とは最短径と最長径との平均を意味する。

[0043] 相（C）は、金属素地（A）と組成が異なるので、焼結時に元素の拡散により、相（C）の外周部は、前記相（C）の組成から多少ずれてしまうことがある。

しかし、相（C）の径（長径及び短径のそれぞれ）を $2/3$ に縮小した相似形の相の範囲内において、Co又はC₆₀を主成分とする金属又は合金相（C）であれば目的を達成することが可能である。本願発明は、これらのケースを含むものであり、このような条件でも本願発明の目的を達成できる。

[0044] さらに、本発明の強磁性材スパッタリングターゲットは、炭素、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物から選択し一種以上の無機物材料を、金属素地中に分散した状態で含有することができる。この場合、グラニュー構造をもつ磁気記録膜、特に垂直磁気記録方式を採用したハードディスクドライブの記録膜の材料に好適な特性を備える。

[0045] さらに、前記無機物材料としては、Cr, Ta, Si, Ti, Zr, Al, Nb, B, Coから選択した1種以上の酸化物が有効であり、当該非磁性材料の体積比率が20%～40%とすることができる。なお、上記Cr酸化物の場合は、金属として添加するCr量とは別であり、酸化クロムとしての体積比率である。

非磁性材料粒子は通常、金属素地（A）に分散しているが、ターゲット作製中に相（B）又は相（C）の周囲に固着する場合あるいは内部に含まれる場合もある。少量であれば、このような場合であっても、相（B）又は相（C）の磁気特性に影響を及ぼさず、目的を阻害することはない。

[0046] 本発明の強磁性材スパッタリングターゲットは、相対密度を97%以上とすることが望ましい。一般に、高密度のターゲットほどスパッタ時に発生するパーティクルの量を低減させることができることが知られている。本発明においても同様、高密度とするのが好ましい。本願発明では、相対密度97%以上を達成することができる。

[0047] 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、次式で計算される。

式：計算密度＝シグマΣ（構成成分の分子量×構成成分のモル比）／Σ（構成成分の分子量×構成成分のモル比／構成成分の文献値密度）

ここでΣは、ターゲットの構成成分の全てについて、和をとることを意味する。

[0048] このように調整したターゲットは、漏洩磁束の大きいターゲットとなり、マグネトロンスパッタ装置で使用したとき、不活性ガスの電離促進が効率的に進み、安定した放電が得られる。またターゲットの厚みを厚くすることができるため、ターゲットの交換頻度が小さくなり、低コストで磁性体薄膜を製造できるというメリットがある。

さらに、高密度化により、歩留まり低下の原因となるパーティクルの発生量を低減させることができるというメリットもある。

[0049] 本発明の強磁性材スパッタリングターゲットは、粉末冶金法によって作製することができる。まず、金属元素又は合金の粉末（相（B）を形成するためには、C o－R uの合金粉末は必須となる）と、さらに必要に応じて添加金属元素の粉末を用意する。各金属元素の粉末の作製方法は特に制限はないが、これらの粉末は最大粒径が20 μm以下のものを用いることが望ましい。

また、各金属元素の粉末の代わりにこれら金属の合金粉末を用意してもよいが、その場合も作製方法は特に制限はないが、最大粒径が20 μm以下とすることが望ましい。一方、小さ過ぎると、酸化が促進されて成分組成が範囲内に入らないなどの問題があるため、0.1 μm以上とすることがさらに望ましい。

[0050] そして、これらの金属粉末及び合金粉末を所望の組成になるように秤量し、ボールミル等の公知の手法を用いて粉砕を兼ねて混合する。無機物粉末を

添加する場合は、この段階で金属粉末及び合金粉末と混合すればよい。

無機物粉末としては炭素粉末、酸化物粉末、窒化物粉末、炭化物粉末または炭窒化物を用意するが、無機物粉末は最大粒径が $5\mu\text{m}$ 以下のものを用いることが望ましい。一方、小さ過ぎると凝集しやすくなるため、 $0.1\mu\text{m}$ 以上のものを用いることがさらに望ましい。

[0051] Co-Ru粉末は、Co粉とRu粉との混合粉末を焼結した後、粉碎・篩別することで得ることが出来る。粉碎は高エネルギーボールミルが望ましい。このようにして準備した直径が $30\sim150\mu\text{m}$ の範囲にあるCo-Ru粉末を用い、予め準備した金属粉末と、必要に応じて選択した無機物粉末とを、ミキサーで混合する。

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であることが好ましい。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。

使用する高エネルギーボールミルは、ボールミルや振動ミルに比べて、短時間で原料粉末の粉碎・混合をすることができる。また、直径が $30\sim150\mu\text{m}$ の範囲にあるCo粉末については、ガスアトマイズ法で作製したものを篩別することで得ることが出来る。

[0052] このようにして得られた粉末を、真空ホットプレス装置を用いて成型・焼結し、所望の形状へ切削加工することで、本発明の強磁性材スパッタリングターゲットが作製される。

[0053] また、成型・焼結は、ホットプレスに限らず、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ターゲットが十分緻密化する温度域のうち最も低い温度に設定するのが好ましい。ターゲットの組成にもよるが、多くの場合、 $800\sim1300^{\circ}\text{C}$ の温度範囲にある。また、焼結時の圧力は $300\sim500\text{kg}/\text{cm}^2$ であることが好ましい。

実施例

[0054] 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。

[0055] (実施例 1、比較例 1、2)

実施例 1 では、原料粉末として、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $6\ \mu\text{m}$ の Cr 粉末、平均粒径 $2\ \mu\text{m}$ の CoO 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、直径が $50\sim 150\ \mu\text{m}$ の範囲にある Co-45Ru (mol%) 粉末、直径が $70\sim 150\ \mu\text{m}$ の範囲にある Co 粉末を用意した。

これらの粉末をターゲットの組成が 88 (80Co-5Cr-15Ru)-5CoO-7 SiO_2 (mol%) となるように、Co 粉末 18.70wt%、Cr 粉末 3.52wt%、CoO 粉末 5.76wt%、 SiO_2 粉末 6.46wt%、Co-Ru 粉末 45.56wt%、直径が $70\sim 150\ \mu\text{m}$ の範囲にある Co 粉末 20.0wt% の重量比率で秤量した。

[0056] 次に、Co 粉末と Cr 粉末と CoO 粉末と SiO_2 粉末と直径が $70\sim 150\ \mu\text{m}$ の範囲にある Co 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、20 時間回転させて混合した。さらに得られた混合粉末と Co-Ru 粉末をボール容量約 7 リットルの遊星運動型ミキサーで 10 分間混合した。

[0057] この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1100°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、平面研削盤を用いて研削加工して直径が 180 mm、厚さが 5 mm の円盤状のターゲットを得た。

[0058] 漏洩磁束の測定は ASTM F2086-01 (Standard Test Method for Pass Through Flux of Circular Magnetic Sputtering Targets, Method 2) に則して実施した。ターゲットの中心を固定し、0 度、30 度、60 度、90 度、120 度と回転させて測定した漏洩磁束密度 (PTF) を、ASTM で定義されている reference field の値で割り返し、100 を掛けてパーセントで表した。そしてこれら 5 点について平均した結果、平均漏洩磁束密度 (PTF (%)) は 52.0% であった。

[0059] 比較例 1 では、原料粉末として、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $6\ \mu\text{m}$ の Cr 粉末、平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ の Ru 粉末、平均粒径 $2\ \mu\text{m}$ の CoO 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、これらの粉末をターゲットの組成が 88 ($80\text{Co}-5\text{Cr}-15\text{Ru}$) - $5\text{CoO}-7\text{SiO}_2$ (mol%) となるように、Co 粉末 63.76 wt%、Cr 粉末 3.52 wt%、Ru 粉末 20.50 wt%、CoO 粉末 5.76 wt%、 SiO_2 粉末 6.46 wt% の重量比率で秤量した。

[0060] そしてこれらの粉末を、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、20 時間回転させて混合した。

次に、この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1100°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。さらにこれを平面研削盤で直径が 180 mm、厚さが 5 mm の円盤状のターゲットへ加工し、平均漏洩磁束密度 (PTF) を測定した結果、43.5% であった。

[0061] 比較例 2 では、原料粉末として、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $6\ \mu\text{m}$ の Cr 粉末、平均粒径 $2\ \mu\text{m}$ の CoO 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、直径が $50\sim 150\ \mu\text{m}$ の範囲にある Co-70Ru (mol%) 粉末を用意した。

そして、これらの粉末をターゲットの組成が 88 ($80\text{Co}-5\text{Cr}-15\text{Ru}$) - $5\text{CoO}-7\text{SiO}_2$ (mol%) となるように、Co 粉末 54.97 wt%、Cr 粉末 3.52 wt%、CoO 粉末 5.76 wt%、 SiO_2 粉末 6.46 wt%、Co-Ru 粉末 29.29 wt% の重量比率で秤量した。

[0062] 次に、Co 粉末と Cr 粉末と CoO 粉末と SiO_2 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、20 時間回転させて混合した。さらに得られた混合粉末と Co-Ru 粉末をボール容量約 7 リットルの遊星運動型ミキサーで 10 分間混合した。

[0063] この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度 1100°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、平面研削盤を用いて研削加工して直径が180mm、厚さが5mmの円盤状のターゲットを得た。平均漏洩磁束密度（PTF）を測定した結果、44.9%であった。

[0064] 比較例3では、原料粉末として、平均粒径3 μ mのCo粉末、平均粒径6 μ mのCr粉末、平均粒径2 μ mのCoO粉末、平均粒径1 μ mのSiO₂粉末、直径が50～150 μ mの範囲にあるCo-36Ru（mol%）粉末を用意した。

そして、これらの粉末をターゲットの組成が88（80Co-5Cr-15Ru）-5CoO-7SiO₂（mol%）となるように、Co粉末27.31wt%、Cr粉末3.52wt%、CoO粉末5.76wt%、SiO₂粉末6.46wt%、Co-Ru粉末56.95wt%の重量比率で秤量した。

[0065] 次に、Co粉末とCr粉末とCoO粉末とSiO₂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、20時間回転させて混合した。さらに得られた混合粉末とCo-Ru粉末をボール容量約7リットルの遊星運動型ミキサーで10分間混合した。

[0066] この混合粉をカーボン製の型に充填し、真空雰囲気中、温度1100°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、平面研削盤を用いて研削加工して直径が180mm、厚さが5mmの円盤状のターゲットを得た。平均漏洩磁束密度（PTF）を測定した結果、46.2%であった。

以上の結果をまとめて、表1に示す。

[0067]

[表1]

No.	ターゲットの組成 (mol%)	相(B)	相(C)	PTF(%)	相対密度(%)
実施例1	88(80Co-5Cr-15Ru)-5CoO-7SiO ₂	粒径50~150 μm、Co-45mol%Ru	粒径70~150 μm、純Co	52.0	97.4
比較例1	88(80Co-5Cr-15Ru)-5CoO-7SiO ₂	なし	なし	43.5	97.0
比較例2	88(80Co-5Cr-15Ru)-5CoO-7SiO ₂	粒径50~150 μm、Co-70mol%Ru	なし	44.9	97.2
比較例3	88(80Co-5Cr-15Ru)-5CoO-7SiO ₂	粒径50~150 μm、Co-36mol%Ru	なし	46.2	97.4

表 1 に示すとおり、実施例 1 のターゲットの平均漏洩磁束密度 (PTF) は 52.0% であり、比較例 1 の 43.5%、比較例 2 の 44.9%、比較例 3 の 46.2% より大きく向上していることが確認された。また、実施例 1 の相対密度は 97.4% となり、97% を超える高密度なターゲットが得られた。

[0068] 上記実施例は、ターゲットの組成が、 $88(80\text{Co}-5\text{Cr}-15\text{Ru})-5\text{CoO}-7\text{SiO}_2$ (mol%) の例を示しているが、これらの組成比を、本願発明の範囲内で変更した場合でも、同様の効果を確認している。

また、上記実施例では、Ru を単独添加した例を示しているが、添加元素として B、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、W、Si、Al から選択した 1 元素以上を含有させることができ、いずれも有効な磁気記録媒体としての特性を維持することができる。すなわち、これらは磁気記録媒体としての特性を向上させるために、必要に応じて添加される元素であり、特に実施例に示さないが、本願実施例と同等の効果をj確認している。

[0069] さらに、上記実施例では、Co、Si の酸化物を添加した例を示しているが、この他 Cr、Ta、Ti、Zr、Al、Nb、B の酸化物も同等の効果を有する。さらに、これらについては、酸化物を添加した場合を示しているが、これらの窒化物、炭化物、炭窒化物、さらには炭素を添加した場合も、酸化物添加と同等の効果をj得ることができることを確認している。

産業上の利用可能性

[0070] 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を調整し漏洩磁束を飛躍的に向上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。またターゲット厚みを厚くすることができるため、ターゲットライフが長くなり、低コストで磁性体薄膜を製造することが可能になる。

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] Crが20mol%以下、Ruが0.5mol%以上30mol%以下、残余がCoである組成の金属からなるスパッタリングターゲットであって、このターゲットが、金属素地（A）と、前記（A）の中に、Ruを30mol%以上含有するCo-Ru合金相（B）と前記相（B）とは異なるCo又はCoを主成分とする金属又は合金相（C）を有することを特徴とする強磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項2] Crが20mol%以下、Ruが0.5mol%以上30mol%以下、Ptが0.5mol%以上、残余がCoである組成の金属からなるスパッタリングターゲットであって、このターゲットの組織が、金属素地（A）と、前記（A）の中に、Ruを30mol%以上含有するCo-Ru合金相（B）と前記相（B）とは異なるCo又はCoを主成分とする金属又は合金相（C）を有することを特徴とする強磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項3] 前記金属又は合金相（C）は、Coを90mol%以上含有する相であることを特徴とする請求項1又は2に記載の強磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項4] 添加元素としてB、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、W、Si、Alから選択した1元素以上を、0.5mol%以上10mol%以下含有す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強磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項5] 金属素地（A）が、炭素、酸化物、窒化物、炭化物、炭窒化物から選択した1成分以上の無機物材料を、該金属素地中に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強磁性材スパッタリングターゲット。
- [請求項6] 前記無機物材料がCr、Ta、Si、Ti、Zr、Al、Nb、B、Coから選択した1種以上の酸化物であることを特徴とし、当該非磁性材料の体積比率が20%～40%であ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強磁性材スパッタリングターゲット。

[請求項7] 相対密度が97％以上であることを特徴とする請求項1～6のいずれか一項に記載の強磁性材スパッタリングターゲット。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/079321

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C14/34(2006.01)i, C23C14/06(2006.01)i, C23C14/14(2006.01)i, G11B5/851
(2006.01)i, H01F10/16(2006.01)i, H01F41/18(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C23C14/34, C23C14/06, C23C14/14, G11B5/851, H01F10/16, H01F41/18

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI, JSTPlus (JDreamII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 08-180360 A (Hitachi, Ltd.), 12 July 1996 (12.07.1996), paragraph [0020] (Family: none)	1-7
A	WO 2009/014205 A1 (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 29 January 2009 (29.01.2009), paragraph [0032] & US 2010/0209741 A1 & CN 101828222 A	1-7
A	JP 2005-251375 A (Fuji Electric Holdings Co., Ltd.), 15 September 2005 (15.09.2005), paragraph [0023] (Family: none)	1-7



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
30 January, 2012 (30.01.12)

Date of mailing of the international search report
07 February, 2012 (07.02.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C23C14/34(2006.01)i, C23C14/06(2006.01)i, C23C14/14(2006.01)i, G11B5/851(2006.01)i,
H01F10/16(2006.01)i, H01F41/18(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C23C14/34, C23C14/06, C23C14/14, G11B5/851, H01F10/16, H01F41/18

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI, JSTPlus(JDreamII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 08-180360 A (株式会社日立製作所) 1996.07.12, 段落【0020】 (ファミリーなし)	1-7
A	WO 2009/014205 A1 (昭和電工株式会社) 2009.01.29, 段落【0032】 & US 2010/0209741 A1 & CN 101828222 A	1-7

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

3 0 . 0 1 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

0 7 . 0 2 . 2 0 1 2

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

廣野 知子

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 1 6

4 G

4 8 6 1

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2005-251375 A (富士電機ホールディングス株式会社) 2005.09.15, 段落【0023】 (ファミリーなし)	1-7