

(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 2012/086578 A1

- (51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) C22C 33/02 (2006.01)
B22F 3/14 (2006.01) C22C 38/00 (2006.01)
C22C 1/05 (2006.01) G11B 5/64 (2006.01)
C22C 5/04 (2006.01) G11B 5/851 (2006.01)
C22C 32/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/079327
- (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 2010-282771 2010 年 12 月 20 日(20.12.2010) 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): 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). 高見 英生
(TAKAMI Hideo) [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), ユーラシ
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: FE-PT FERROMAGNETIC SPUTTERING TARGET AND METHOD FOR PRODUCING SAME

(54) 発明の名称: F e - P t 系強磁性材スパッタリングターゲット及びその製造方法

(57) Abstract: A ferromagnetic sputtering target the composition of which is 5 to 50 mol% of Pt, 5 to 15 mol% of SiO₂, 0.05 to 0.60 mol% of Sn, and Fe as the balance, wherein the above-mentioned Sn is contained in SiO₂ particles (B) dispersed in a metal base (A). A non-magnetic particle dispersion-type ferromagnetic sputtering target is obtained that can control abnormal discharge of the oxide that is the source of particle generation during sputtering.

(57) 要約: P t が 5 ~ 5 0 m o l %、S i O₂ が 5 ~ 1 5 m o l %、S n が 0. 0 5 ~ 0. 6 0 m o l %、
残余が F e である組成のスパッタリングターゲットであって、金属素地 (A) 中に分散している S i O₂ の
粒子 (B) 中に、前記 S n が含有されてい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。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
分散型強磁性材スパッタリングターゲットを得る。



WO 2012/086578 A1

明 細 書

発明の名称：

F e - P t 系強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、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F e - P t 系強磁性材スパッタリングターゲットに関する。

[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粒子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。

[0003] 一方、磁気記録媒体の記録密度は年々急速に増大しており、現状の100 G b i t / i n²の面密度から将来は1 T b i t / i n²に達すると考えられている。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10 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、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、又はこれにさらにBを添加して磁性粒間の磁気結合を弱めたような媒体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に強磁性として振る舞う粒子は、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] 上記のようなことから、L1₀構造を持つFePt相が超高密度記録媒体用材料として注目されている。また、L1₀FePt相は耐食性、耐酸化性に優れているため、記録媒体としての応用に適した材料と期待されているものである。

このFePt相は1573 Kに規則－不規則変態点を持ち、通常合金を高温から焼き入れても急速な規則化反応によりL1₀構造を持つ。しかし、スパッタリング法や蒸着法などの気相急冷法を用いてFePt薄膜を作製すると、固相の規則変態点を経ないで固相が形成されるために、規則化していないfcc状態のFePt相しか得られないという問題がある。

[0005] FePt相を超高密度記録媒体用材料として使用する場合には、規則化したFePtナノ粒子を磁氣的に孤立させた状態で出来るだけ高密度に方位をそろえて分散させるという技術の開発が求められている。

このようなことから、グラニューラー型の磁気記録媒体が提案されている。このグラニューラー媒体は、酸化物等の非磁性マトリックス中に磁性微粒子を析出させた構造を有し、磁性粒子間が非磁性物質の介在により磁氣的に絶縁される構造が必要となる。

グラニューラー型の磁気記録媒体及びこれに関連する公知文献としては、特許文献1、特許文献2、特許文献3、特許文献4を挙げることができる。

[0006] また、上記磁気記録層はFe-Pt合金などの磁性相とそれを分離している非磁性相から構成されており、非磁性相の材料の一つとして金属酸化物が有効である。

このような磁気記録層は、多くはスパッタリング成膜法により形成されるが、一般にマグネトロンスパッタ装置で金属酸化物の含まれる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、スパッタ時に金属酸化物の不用意な脱離やターゲットに内包される空孔を起点として異常放電が生じパーティクル（基板上に付着したゴミ）が発生するという問題がある。この

問題を解決するには、金属酸化物と母材合金との密着性を高め、さらに、スパッタリングターゲットを高密度化させる必要がある。

先行技術文献

特許文献

- [0007] 特許文献1：特開2000-306228号公報
特許文献2：特開2000-311329号公報
特許文献3：特開2008-59733号公報
特許文献4：特開2008-169464号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0008] 一般に、Co-Cr-Pt-酸化物やFe-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。
- [0009] 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、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

- [0010] 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、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。
- [0011] このような知見に基づき、本発明は、

1) Ptが5～50mol%、SiO₂が5～15mol%、Snが0.05～0.60mol%、残余がFeである組成のスputteringターゲットであって、金属素地(A)中に分散しているSiO₂の粒子(B)中に、前記Snが含有されていることを特徴とする強磁性材スputteringターゲットを提供する。

[0012] また、本発明は、

2) 前記SiO₂以外に、さらにTiO₂、Ti₂O₃、Cr₂O₃、Ta₂O₅、Ti₅O₉、B₂O₃、CoO、Co₃O₄から選択した一種以上の酸化物を5～15mol%含有し、これらの酸化物が金属素地(A)中に分散しており、かつこれらの酸化物中に、Snが含有されていることを特徴とする上記1)記載の強磁性材スputteringターゲットを提供する。

[0013] さらに、本発明は、

3) Ru、B、Cuから選択した一種以上の元素を、0.5～10mol%含有す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putteringターゲットを提供する。

4) 相対密度が97%以上であることを特徴とする上記1)～3)のいずれか一項に記載の強磁性材スputteringターゲットを提供する。

[0014] さらに、本発明は、

5) Ptが5～50mol%、SiO₂が5～15mol%、Snが0.05～0.60mol%、残余がFeである組成となるように、SiO₂粉とSnO₂粉若しくはSn粉を、予め調合し混合した後、さらにこの混合粉に、上記組成となるように同様に調合したFe粉、Pt粉若しくはFe-Pt合金粉を混合し、これらの混合粉をホットプレスして、金属素地(A)中にSiO₂の粒子(B)を分散させると共に、該分散したSiO₂の粒子(B)中に、前記Snが含有された組織の焼結体を得ることを特徴とする強磁性材スputteringターゲットの製造方法を提供する。

[0015] さらに、本発明は、

6) 前記SiO₂以外に、さらにTiO₂、Ti₂O₃、Cr₂O₃、Ta₂O₅

、 Ti_5O_9 、 B_2O_3 、 CoO 、 Co_3O_4 から選択した一種以上の酸化物を5～15mol%添加し、これらの酸化物が金属素地（A）中に分散させると共に、かつこれらの酸化物中に、Snが含有された組織の焼結体を得ることを特徴とする上記4）記載の強磁性材スパッタリングターゲットの製造方法を提供する。

[0016] さらに、本発明は、

7）Ru、B、Cuから選択した一種以上の元素を0.5～10mol%添加し、焼結することを特徴とする上記4）～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の製造方法を提供する。

発明の効果

[0017] このように調整した本発明の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は、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が少ないターゲットが得られる。

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。

発明を実施するための形態

[0018] 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、Ptが5～50mol%、 SiO_2 が5～15mol%、Snが0.05～0.60mol%、残余がFeである組成の金属からなる。これらのPt量、Fe量は、それぞれ強磁性材スパッタリングターゲットとして、すなわち強磁性材薄膜の特性を保有させるための有効量である。

[0019] 上記は、磁気記録媒体として必要とされる成分であり、配合割合は上記範囲内で様々に調整できるが、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。

[0020] 一般に、Fe-Pt系の強磁性体に、 SiO_2 を添加した場合には、焼結体スパッタリングターゲットの中で SiO_2 が粒子として存在するが、 SiO_2 が絶縁体であるため、単独で存在する場合には、アーキングを誘発する原因

となる。このため、本願発明においては、 SiO_2 に電気伝導性を有する Sn を導入して、電気抵抗を下げ、酸化物による異常放電を抑制するものである。

SiO_2 の量を $5\text{ mol}\%$ 以上 $15\text{ mol}\%$ 以下とするのは、それを外れる添加量では、グラニューラ型の磁気記録媒体としての特性を失う虞があるからである。

[0021] Sn の添加は、単独であっても良いし、複合添加であっても、効果を有する。なお、単独添加は、 SnO_2 粉又は Sn 粉としての添加、複合添加は SiO_2 粉と SnO_2 粉又は SiO_2 粉と Sn 粉の混合粉としての添加を意味する。

その有効添加量は、 $0.05\sim0.60\text{ mol}\%$ の範囲である。下限値未満であると、 SiO_2 に導電性を付与する効果がなく、また上限値を超えると、スパッタ膜の磁気特性に影響を与え、所望の特性を得られなくなる虞がある。

[0022] 前記 SiO_2 以外に、さらに TiO_2 、 Ti_2O_3 、 Cr_2O_3 、 Ta_2O_5 、 Ti_5O_9 、 B_2O_3 、 CoO 、 Co_3O_4 から選択した一種以上の酸化物を $5\sim15\text{ mol}\%$ 含有させることができる。

これらの酸化物が金属素地（A）中に分散しており、かつこれらの酸化物中に、前記 SiO_2 と同様に、 Sn を含有させることもできる。これらの酸化物は、必要とされる強磁性膜の種類に応じて、任意に選択し添加することができる。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。

[0023] さらに、本発明の強磁性材スパッタリングターゲットは、 Ru 、 B 、 Cu から選択した一種以上の元素を、 $0.5\sim10\text{ mol}\%$ を添加することができる。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。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。

[0024] 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。

[0025] 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。

[0026] このように調整したターゲットは、スパッタリング時の酸化物によるアーキング（異常放電）が発生せず、パーティクルの発生の少ないターゲットが得られる。

さらに、上記の通り、Snの添加によりSiO₂の粒子に導電性を付与し、異常放電の発生を防止することが可能となり、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効果がある。

[0027] 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。この場合、まず各金属元素の粉末と、さらに必要に応じて添加金属元素の粉末を用意する。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。

[0028] 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。SiO₂以外の酸化物粉末を添加する場合は、この段階で金属粉末と混合すればよい。酸化物粉末としては、最大粒径が5 μm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。

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で混合することが好ましい。

[0029] さらに、Ptが5～50mol%、 SiO_2 が5～15mol%、Snが0.05～0.60mol%、残余がFeである組成となるように、 SiO_2 粉と SnO_2 粉若しくはSn粉を、予め調合し混合した後、さらにこの混合粉に、上記組成となるように同様に調合したFe粉、Pt粉を混合する方法が有効である。ここでは、Fe-Pt合金粉を混合してもよい。

[0030] 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を作製することができる。

本発明において、重要なことは金属素地(A)中に SiO_2 の粒子(B)を分散させると共に、該分散した SiO_2 の粒子(B)中に、前記Snが含有された組織の焼結体を得ることである。

[0031] 添加したSn若しくは SnO_2 は、焼結体ターゲット中では、優先的に金属素地中に分散した SiO_2 粒子に含有され、 SiO_2 粒子の電気抵抗を低下させるようになる。添加後の電気抵抗は、 $5.5 \times 10^{16}\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以下にすることができる。

Sn若しくは SnO_2 を添加しない場合の電気抵抗は $5.5 \times 10^{16}\ \Omega \cdot \text{cm}$ を超え、絶縁物質として作用するため、異常放電を引き起こす原因となっていたが、本願発明はこの現象を無くすることが可能となり、アーキング(異常放電)の発生は著しく減少した。

[0032] 前記、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、 $900 \sim 1200^\circ\text{C}$ の温度範囲にある

。

実施例

[0033] 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。

[0034] (実施例 1)

実施例 1 では、原料粉末として、あらかじめ、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末と平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SnO_2 粉末を、 SiO_2 粉末 $95\ \text{wt}\%$ 、 SnO_2 粉末 $5\ \text{wt}\%$ となるように秤量し、ボールミルにて 1 時間混合し、 SiO_2 - SnO_2 混合粉末を用意した。この混合粉末と、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Fe 粉末とを、ターゲットの組成が $50\ \text{Fe} - 40\ \text{Pt} - 10$ ($\text{SiO}_2 - \text{SnO}_2$) (mol%) となるように、Fe 粉末 $24.80\ \text{wt}\%$ 、Pt 粉末 $69.56\ \text{wt}\%$ 、 $\text{SiO}_2 - \text{SnO}_2$ 混合粉末 $5.64\ \text{wt}\%$ の重量比率で秤量した。

[0035] 次に、前記 Fe 粉末と Pt 粉末と $\text{SiO}_2 - \text{SnO}_2$ 混合粉末を、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。

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 $30\ \text{MPa}$ 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 $7\ \text{mm}$ の円盤状のターゲットを得た。

[0036] このターゲットを用いてスパッタリングした結果、定常状態時のパーティクル発生数は 2.8 個であった。又、相対密度は 98.5% となり、 97% を超える高密度なターゲットが得られた。

[0037] また、 $\text{SiO}_2 - \text{SnO}_2$ 混合粉末の電気抵抗を測定するために、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末 $95\ \text{wt}\%$ と平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SnO_2 粉末 $5\ \text{wt}\%$ を

、容量10リットルのボールミルポットに封入し、1時間回転させて混合した。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3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、この場合の電気抵抗を測定したところ、 $4.0 \times 10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$ であった。

[0038] (比較例1)

比較例1では、原料粉末として、平均粒径3 μm のPt粉末、平均粒径3 μm のFe粉末、平均粒径1 μm のSiO₂粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が50Fe-40Pt-10SiO₂ (mol%)となるように、Fe粉末24.94wt%、Pt粉末69.69wt%、SiO₂粉末5.37wt%の重量比率で秤量した。

[0039] 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直径が180mm、厚さが7mmの円盤状のターゲットへ加工した。

[0040] このターゲットを用いてスパッタリングした結果、定常状態時のパーティクル発生数は6.7個と増加した。なお、相対密度は98.0%であった。

[0041] (実施例2)

実施例2では、原料粉末として、あらかじめ、平均粒径1 μm のSiO₂粉末と平均粒径1 μm のSnO₂粉末を、SiO₂粉末95wt%、SnO₂粉末5wt%となるように秤量し、ボールミルにて1時間混合し、SiO₂-SnO₂混合粉末を用意した。この混合粉末と、平均粒径3 μm のPt粉末、平均粒径3 μm のFe粉末、平均粒径5 μm のCu粉末、平均粒径3 μm のCr₂O₃粉末とを、ターゲットの組成が75Fe-5Pt-10Cu-5Cr₂O₃-5(SiO₂-SnO₂) (mol%)となるように、Fe粉末60.97wt%、Pt粉末14.20wt%、Cu粉末9.25wt%、Cr₂O₃粉

末 11.06 wt %、 SiO_2 – SnO_2 混合粉末 4.52 wt % の重量比率で秤量した。

[0042] 次に、前記 Fe 粉末と Pt 粉末と Cu 粉末と Cr_2O_3 粉末と SiO_2 – SnO_2 混合粉末を、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。

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。

さらにこれを旋盤で切削加工して直径が 180 mm、厚さが 7 mm の円盤状のターゲットを得た。

[0043] このターゲットを用いてスパッタリングした結果、定常状態時のパーティクル発生数は 3.1 個であった。又、相対密度は 97.8 % となり、97 % を超える高密度なターゲットが得られた。

[0044] (比較例 2)

比較例 2 では、原料粉末として、平均粒径 3 μm の Pt 粉末、平均粒径 3 μm の Fe 粉末、平均粒径 5 μm の Cu 粉末、平均粒径 3 μm の Cr_2O_3 粉末と平均粒径 1 μm の SiO_2 粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が 75 Fe–5 Pt–10 Cu–5 Cr_2O_3 –5 SiO_2 (mol %) となるように、Fe 粉末 61.06 wt %、Pt 粉末 14.22 wt %、Cu 粉末 9.26 wt %、 Cr_2O_3 粉末 11.08 wt %、 SiO_2 粉末 4.38 wt % の重量比率で秤量した。この成分組成には、Sn が含有されていない。

[0045] 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。さらにこれを旋盤で直径が 180 mm、厚さが 7 mm の円盤状のターゲットへ加工した。

[0046] このターゲットを用いてスパッタリングした結果、定常状態時のパーティ

クル発生数は10.0個と増加し、悪くなった。なお、相対密度は97.4%であった。

なお、上記実施例においては、 SiO_2 、 Cr_2O_3 の添加の例を示したが、さらに TiO_2 、 Ti_2O_3 、 Ta_2O_5 、 Ti_5O_9 、 B_2O_3 、 CoO 、 Co_3O_4 から選択した一種以上の酸化物を添加した場合でも、 SiO_2 を添加した場合と同等の効果を得ることができる。

[0047] また、上記実施例2において、さらにCuを添加した例を示したが、所定の範囲の量であれば、これによってパーティクルの発生又は密度低下の原因になることはなかった。そして、Ru、B、Cuから選択した一種以上の元素を、0.5～10mol%含有する場合には、磁気記録媒体としての特性を、さらに向上させることができることを確認している。

特に詳しい説明をしていないが、Fe-Pt-C-酸化物についても、本願発明の手段を適用することにより、酸化物起因による異常放電を抑制することができ、パーティクル低減につながる効果があることを確認している。

産業上の利用可能性

[0048] 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、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] Ptが5～50mol%、SiO₂が5～15mol%、Snが0.05～0.60mol%、残余がFeである組成のスputteringターゲットであって、金属素地（A）中に分散しているSiO₂の粒子（B）中に、前記Snが含有されていることを特徴とする強磁性材スputteringターゲット。
- [請求項2] 前記SiO₂以外に、さらにTiO₂、Ti₂O₃、Cr₂O₃、Ta₂O₅、Ti₅O₉、B₂O₃、CoO、Co₃O₄から選択した一種以上の酸化物を5～15mol%含有し、これらの酸化物が金属素地（A）中に分散しており、かつこれらの酸化物中に、Snが含有されていることを特徴とする請求項1記載の強磁性材スputteringターゲット。
- [請求項3] Ru、B、Cuから選択した一種以上の元素を、0.5～10mol%含有することを特徴とする請求項1～2のいずれか一項に記載の強磁性材スputteringターゲット。
- [請求項4] 相対密度が97%以上であることを特徴とする請求項1～3のいずれか一項に記載の強磁性材スputteringターゲット。
- [請求項5] Ptが5～50mol%、SiO₂が5～15mol%、Snが0.05～0.60mol%、残余がFeである組成となるように、SiO₂粉とSnO₂粉若しくはSn粉を、予め調合し混合した後、さらにこの混合粉に、上記組成となるように同様に調合したFe粉、Pt粉若しくはFe-Pt合金粉を混合し、これらの混合粉をホットプレスして、金属素地（A）中にSiO₂の粒子（B）を分散させると共に、該分散したSiO₂の粒子（B）中に、前記Snが含有された組織の焼結体を得ることを特徴とする強磁性材スputteringターゲットの製造方法。
- [請求項6] 前記SiO₂以外に、さらにTiO₂、Ti₂O₃、Cr₂O₃、Ta₂O₅、Ti₅O₉、B₂O₃、CoO、Co₃O₄から選択した一種以上の

酸化物を5～15mol%添加し、これらの酸化物が金属素地（A）中に分散させると共に、かつこれらの酸化物中に、Snが含有された組織の焼結体を得ることを特徴とする請求項4記載の強磁性材スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項7] Ru、B、Cuから選択した一種以上の元素を0.5～10mol%添加し、焼結することを特徴とする請求項4～5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の製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/079327

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C14/34(2006.01)i, B22F3/14(2006.01)i, C22C1/05(2006.01)i, C22C5/04(2006.01)i, C22C32/00(2006.01)i, C22C33/02(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)i, G11B5/64(2006.01)i, G11B5/851(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)

C23C14/00-14/58, B22F3/14, C22C1/05, C22C5/04, C22C32/00, C22C33/02, C22C38/00, G11B5/64, G11B5/851

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)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2003-313659 A (Toshiba Corp.), 06 November 2003 (06.11.2003), entire text (Family: none)	1-7
A	JP 2006-161082 A (Ishifuku Metal Industry Co., Ltd.), 22 June 2006 (22.06.2006), entire text (Family: none)	1-7
A	JP 2008-059733 A (Heraeus, Inc.), 13 March 2008 (13.03.2008), entire text & US 2008/0057350 A1 & EP 1895518 A1 & CZ 20060643 A & CN 101136213 A & SG 140517 A & KR 10-2008-0020926 A	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
07 March, 2012 (07.03.12)

Date of mailing of the international search report
19 March, 2012 (19.03.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/079327

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-306228 A (President of Tohoku University), 02 November 2000 (02.11.2000), entire text (Family: none)	1-7
P,A	JP 2011-208167 A (Mitsubishi Materials Corp.), 20 October 2011 (20.10.2011), entire text (Family: none)	1-7

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, B22F3/14(2006.01)i, C22C1/05(2006.01)i, C22C5/04(2006.01)i,
C22C32/00(2006.01)i, C22C33/02(2006.01)i, C22C38/00(2006.01)i, G11B5/64(2006.01)i,
G11B5/851(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. C23C14/00-14/58, B22F3/14, C22C1/05, C22C5/04, C22C32/00, C22C33/02, C22C38/00, G11B5/64, G11B5/851

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）

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 2003-313659 A（株式会社東芝）2003.11.06, 全文 （ファミリーなし）	1-7
A	JP 2006-161082 A（石福金属興業株式会社）2006.06.22, 全文 （ファミリーなし）	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

0 7 . 0 3 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

1 9 . 0 3 . 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）

若土 雅之

4 G

3 7 7 4

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

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 2008-059733 A (ヘラエウス インコーポレーテッド) 2008.03.13, 全文 & US 2008/0057350 A1 & EP 1895518 A1 & CZ 20060643 A & CN 101136213 A & SG 140517 A & KR 10-2008-0020926 A	1-7
A	JP 2000-306228 A (東北大学長) 2000.11.02, 全文 (ファミリーなし)	1-7
P, A	JP 2011-208167 A (三菱マテリアル株式会社) 2011.10.20, 全文 (ファミリーなし)	1-7