

(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
2014 年 3 月 27 日(27.03.2014)



(10) 国際公開番号

WO 2014/046040 A1

- (51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) *G11B 5/851* (2006.01)
G11B 5/64 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/074840
- (22) 国際出願日: 2013 年 9 月 13 日(13.09.2013)
- (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 2012-204332 2012 年 9 月 18 日(18.09.2012) JP
- (71) 出願人: 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: 池田 祐希(IKEDA Yuki); 〒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, 外(OGOSHI Isamu et al.); 〒1050001 東京都港区虎ノ門 2 丁目 9 番 1 4 号 発明会館 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, BN, 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, 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, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, 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, 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, KM, 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: SPUTTERING TARGET

(54) 発明の名称: スパッタリングターゲット

(57) Abstract: Provided is a sputtering target composed of a metal matrix phase containing Co and a phase containing 6 to 25 mol% of an oxide that is dispersed in the form of particles (referred to as "an oxide phase", hereinbelow), said sputtering target being characterized in that the integral width of the highest peak among single peaks of XRD is 0.7 or less. A non-magnetic material particle-dispersed sputtering target is provided, which does not undergo the formation of initial particles during sputtering to thereby shorten a burn-in time and which enables the generation of steady discharge during sputtering.

(57) 要約: Co を含有する金属マトリックス相と、粒子を形成して分散して存在する 6 ~ 25 mol% の酸化物の相 (以下、「酸化物相」という。) から構成されるスパッタリングターゲットであって、XRD の単一ピークの中で最も高いピークの積分幅が 0.7 以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット。スパッタリング時の初期パーティクルの発生を抑制してバーンイン時間を低減するとともに、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スパッタリングターゲットを提供する。



WO 2014/046040 A1

明 細 書

発明の名称：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スパッタリングターゲットに関し、初期パーティクルが少なく、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系又は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、C o粉末とC r粉末とT i O₂粉末とS i O₂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1）。

[0006] この場合のターゲット組織は、無機物粒子が分散した金属素地である相（A）の中に、周囲の組織より透磁率が高い球形の金属相（B）を有している様子が見える（特許文献1の図1）。このような組織は、漏洩磁束向上の点では優れているが、スパッタ時のパーティクルの発生抑制の点からは、やや問題があると言える。

[0007] 一般に、C o、C r、P tなどの金属とS i O₂などの酸化物を含有する磁性材ターゲットの場合、ターゲット表面に露出する酸化物相が機械加工により、欠けやむしれなどダメージを受けていると、スパッタリング時にパーティクル発生が増加するという問題があった。それを解決するために、従来は表面粗さが小さくなる加工方法が多く用いられていた。

[0008] 酸化物を含有しない単元素からなるスパッタリングターゲットの場合には、初期パーティクル低減のために加工歪みを非機械加工（エッチング等）により除去する方法がある。しかし、C o、C r、P tなどの合金からなり、さらにS i O₂などの酸化物を含有する磁性材ターゲットの場合は、うまくエッチングが進まない問題があるため、単元素のターゲット製造と同様の表面粗さの改善を行うことはできなかった。

[0009] 従来技術を見ると、特許文献2には、スパッタリングターゲットの表面粗さ $R_a \leq 1.0 \mu m$ 、汚染物質である主成分および合金成分以外の高融点金属元素ならびにS i、A l、C o、N i、Bの総量を500ppm以下、表面の水素含有量を50ppm以下、加工変質層の厚さを50 μm 以下とするスパッタリングターゲットであり、必要により特にダイヤモンドバイトを用いて精密切削し該ターゲットを製造する技術が開示され、これによりスパッタリングにより基板に形成した膜の厚さの均一化を図るとともに、スパッタリング時におけるノジュールの生成を抑制してパーティクルの発生を抑える技術が開示されている。この場合には、酸化物からなる非磁性粒子の存在が

ないので、表面加工が容易であり、パーティクルの抑止効果は、比較的容易である。しかし、本願発明の企図する発明には利用できないという問題がある。

[0010] 特許文献3には、CoおよびPtを含むマトリックス相と、金属酸化物相とからなるスパッタリングターゲットであって、透磁率が6～15、相対密度が90%以上である磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

また、前記スパッタリングターゲットの表面を走査型分析電子顕微鏡で観察した際における、前記マトリックス相が形成する粒子の平均粒径、および前記金属酸化物相が形成する粒子の平均粒径がともに0.05 μm 以上7.0 μm 未満であり、かつ前記マトリックス相が形成する粒子の平均粒径が、前記金属酸化物相が形成する粒子の平均粒径よりも大きい前記磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

さらに、X線回折分析において、式(1)で表されるX線回折ピーク強度比が0.7～1.0である前記磁気記録膜用スパッタリングターゲット、が開示されている。

この場合の式(1)で示されるX線回折ピーク強度比というのは、Coの[002]面のX線回折ピーク強度を([103]面のX線回折ピーク強度+[002]面のX線回折ピーク強度)で除した比を示すもので、本願発明の企図する発明には利用できない。

[0011] 特許文献4には、表面変形層を除去して、スパッタリング時のバーンイン時間の短縮を実現する、スパッタリングターゲット表面を処理する方法であって、前記ターゲット表面を粘弾性研磨媒体(VEAM)と接触させ、前記ターゲット表面と前記媒体との間に相対運動を行わせることによって、前記ターゲット表面を押出しホーンポリッシュすること、を特徴とする方法が開示されている。これには、表面変形層を除去するという狙いはあるが、この場合のターゲット材は、いずれも金属材料であり、酸化物からなる非磁性粒子の存在がないので、表面加工が容易であり、パーティクルの抑止効果は比較的容易である。しかし、酸化物からなる非磁性粒子が存在する発明には利用できない。

いという問題がある。

先行技術文献

特許文献

[0012] 特許文献1：特許第4 6 7 3 4 5 3号公報

特許文献2：特開平 1 1 - 1 7 6 6号公報

特許文献3：特開 2 0 0 9 - 1 0 2 7 0 7号公報

特許文献4：特表 2 0 1 0 - 5 1 6 9 0 0号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0013] 上記の通り、C o、C r、P tなどの金属とS i O₂などの酸化物を含有する磁性材ターゲットの場合、ターゲット表面に露出する酸化物相が機械加工により、欠けやむしれなどダメージを受けていると、スパッタリング時にパーティクル発生が増加するという問題があり、またこの機械加工が原因となる酸化物相の欠けやむしれを解決できたとしても、表面加工に伴う残留歪がターゲットに存在し、これもパーティクル発生の原因となった。しかし、この残留加工歪の把握が十分でないために、表面加工方法及び加工の精度に影響を与え、パーティクル発生の根本的解決に至らなかった。

課題を解決するための手段

[0014] 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、スパッタリングターゲットの残留加工歪を低減させ、ターゲットの残留加工歪をX R Dで調査し、X R Dの単一ピークの中で最も高いピークの積分幅を一定限以下になるようにすることにより、スパッタリング時の初期パーティクルの発生を抑制してバーンイン時間を大きく低減することが可能となり、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スパッタリングターゲットを提供することができることを見出した。

[0015] このような知見に基づき、本発明は、

1) C oを含有する金属マトリックス相と、粒子を形成して分散して存在す

る6～25mol%の酸化物の相（以下、「酸化物相」という。）から構成されるスパッタリングターゲットであって、XRDの単一ピークの中で最も高いピークの積分幅が0.7以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット、を提供する。

[0016] また、本発明は、

2) 金属マトリックス相が、Crが5mol%以上40mol%以下、残余がCo及び不可避免的不純物であることを特徴とする上記1)記載のスパッタリングターゲット、を提供する。

[0017] さらに、本発明は、

3) 金属マトリックス相が、Crが5mol%以上40mol%以下、Ptが5mol%以上30mol%以下、残余がCo及び不可避免的不純物であることを特徴とする上記1)記載のスパッタリングターゲット、を提供する。

[0018] さらに、本発明は、

4) 酸化物相が、SiO₂、TiO₂、Ti₂O₃、Cr₂O₃、Ta₂O₅、Ti₅O₉、B₂O₃、CoO、Co₃O₄から選択した一種以上の酸化物からなり、これらを5～25mol%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スパッタリングターゲット、を提供する。

[0019] さらに、本発明は、

5) 金属マトリックス相が、B、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、Wから選択した1元素以上を、0.5mol%～10mol%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スパッタリングターゲット、を提供する。

発明の効果

[0020] 以上により、本発明は、スパッタリング時の初期パーティクルの発生を抑制してバーンイン時間を大きく低減することが可能となり、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スパッタリングターゲットを提供することができる。また、これにより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。さらに、スパッタリングに

より形成した膜の品質を著しく向上できる効果を有する。

発明を実施するための形態

[0021] 本発明のスパッタリングターゲットを構成する成分は、Coを含有する金属マトリックス相と、粒子を形成して分散して存在する6～25mol%の酸化物の相（以下、「酸化物相」という。）から構成される。そして、XRDの単一ピークの中で最も高いピークの積分幅が0.7以下であることを特徴とする。これは、残留加工歪の低減化の指標となるものである。これにより、残留加工歪の低減化が可能であるため、残留加工歪に起因する初期パーティクルの発生が少なく、バーンイン時間を大きく低減することが可能となる。

[0022] 金属マトリックス相としては、Crが5mol%以上40mol%以下、残余がCo及び不可避免的不純物であるスパッタリングターゲット及びCrが5mol%以上40mol%以下、Ptが5mol%以上30mol%以下、残余がCo及び不可避免的不純物であるスパッタリングターゲットが代表的組成であり、本願発明はこれらを包含する。

これらのスパッタリングターゲットは、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である。

[0023] 前記酸化物相としては、 SiO_2 、 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からなる。本願発明のターゲットは、これらを5～25mol%含有する。後述の実施例では、これらに一部の例を示すが、いずれも酸化物として、ほぼ等価の機能を有するものである。

[0024] さらに、本発明のスパッタリングターゲットは、金属マトリックス相として、B、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、Wから選択した1元素以上を、0.5mol%～10mol%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、上記範囲内で展開ができるが、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。

[0025] 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される。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 $20\mu\text{m}$ 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 $20\mu\text{m}$ 以下とすることが望ましい。

[0026] 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、 $0.1\mu\text{m}$ 以上とすることがさらに望ましい。そして、これらの金属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と混合すればよい。

無機物粉末として酸化物粉末を用意するが、酸化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。

[0027] Co 原料の一部として、 Co 粗粒又は Co アトマイズ粉を使用する。このとき、酸化物は $25\text{mol}\%$ を超えないように、 Co 粗粒又は Co アトマイズ粉の混合割合を調整する。直径が $50\sim150\mu\text{m}$ の範囲にある Co アトマイズ粉末を用意し、アトライタを用いて、 Co アトマイズ粉と上記の混合粉末とを粉砕・混合する。ここで、混合装置としては、ボールミル、乳鉢などを使用することができるが、ボールミルなどの強力な混合方法を用いることが望ましい。

[0028] または、用意した Co アトマイズ粉末を個別で粉砕して、直径が $50\sim300\mu\text{m}$ の範囲にある Co 粗粉を作製し、上記の混合粉末と混合することができる。混合装置としては、ボールミル、ニューグラマシン（攪拌機）、ミキサー、乳鉢などが好ましい。また、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。

[0029] 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。

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に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、 $800 \sim 1200^{\circ}\text{C}$ の温度範囲にある。焼結温度を低めに抑えることによって、焼結体の結晶成長を抑制することができるからである。また、焼結時の圧力は $300 \sim 500\text{ kg/cm}^2$ であることが好ましい。

[0030] 残留加工歪を除去することが重要であり、旋盤加工後に、ロータリー平面研削加工、そして砥粒による研磨加工（仕上げ加工）を行う。これらの加工による評価は、XRDのピークを観察して行う。そして、XRDの単一ピークの中で最も高いピークの積分幅が0.7以下となるようにする。

前記ターゲットのX線回折により測定される結晶面の積分幅は、その結晶面に含まれる内部歪みを反映しており、これはターゲット製造時の塑性加工や、ターゲットを切削等の機械加工を行う時の加工歪みによって発生する。積分幅が大きいほど残留歪みが大きくなる。

この最終的な評価は、原材料の種類と表面加工に依存するので、ある程度の試行錯誤を繰り返して、目標を達成できるようにする。一旦、表面加工プロセスが確定すると、XRDの単一ピークの中で最も高いピークの積分幅が0.7以下となる条件を定常的に獲得できる。これらは、本願発明を明確に把握すれば、当業者が容易になし得る条件と言える。

実施例

[0031] 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。

[0032] （実施例1）

原料粉末として、平均粒径 $3\text{ }\mu\text{m}$ のCo粉末、平均粒径 $5\text{ }\mu\text{m}$ のCr粉末、

平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、直径が $50\sim 300\ \mu\text{m}$ の範囲にある Co 粗粉を用意した。これらの粉末をターゲットの組成が $62\text{Co}-15\text{Cr}-15\text{Pt}-8\text{SiO}_2$ (mol%) となるように、Co 粉末、Cr 粉末、Pt 粉末、 SiO_2 粉末、Co 粗粉を秤量した。

[0033] 次に、Co 粉末と Cr 粉末と Pt 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 粗粉をアトライタに投入して、粉碎・混合した。

[0034] 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切削加工し、その後ロータリー平面研削加工して、直径が 180mm 、厚さが 5mm の円盤状のターゲットを得た。仕上げ加工量は $50\ \mu\text{m}$ とした。これらの工程と仕上げ方法と仕上げ加工量を表 1 に示す。

[0035] このターゲット表面に残っている残留歪みを推定するために XRD 測定を行ったところ、単一のピークの中で最大である 50° ピークの積分幅は 0.6 であった。次に、このターゲットを用いてスパッタリングした。 0.4kWh スパッタリングした時点（バーンイン）で、パーティクル数がバックグラウンドレベル（ 5 個）以下に減少し、良好な結果となった。以上の結果を、表 1 に示す。

バーンイン（時間）を行っている間は生産を始められないため、バーンインの時間は短ければ短いほど良い。通常、 1.0kWh 以下となることが望ましい。以下の実施例及び比較例においても同様である。

[0036]

[表1]

		仕上げ方法	仕上げ加工量 (μm)	メインピークの積分幅	バースライン
実施例1	62Co-15Cr-15Pt-8SiO ₂	ロータリー平面研削	50	0.6	0.4kWh
比較例1	62Co-15Cr-15Pt-8SiO ₂	平面研削	25	1.2	2.5kWhでも終わらず
比較例2	62Co-15Cr-15Pt-8SiO ₂	研磨	1	0.8	1.4kWh
比較例3	62Co-15Cr-15Pt-8SiO ₂	平面研削+研磨	25 + 1	0.8	1.3kWh

		仕上げ方法	仕上げ加工量 (μm)	メインピークの積分幅	バースライン
実施例2	54Co-20Cr-15Pt-5TiO ₂ -6CoO	平面研削	50	0.7	0.8kWh
比較例4	54Co-20Cr-15Pt-5TiO ₂ -6CoO	平面研削	25	1.1	2.3kWh

		仕上げ方法	仕上げ加工量 (μm)	メインピークの積分幅	バースライン
実施例3	61Co-15Cr-15Pt-3TiO ₂ -3SiO ₂ -3Cr ₂ O ₃	平面研削+研磨	25 + 1	0.7	0.9kWh
比較例5	61Co-15Cr-15Pt-3TiO ₂ -3SiO ₂ -3Cr ₂ O ₃	研磨	1	1.3	2.8kWh

		仕上げ方法	仕上げ加工量 (μm)	メインピークの積分幅	バースライン
実施例4	60Co-30Cr-10TiO ₂	研磨	1	0.6	0.7kWh
比較例6	60Co-30Cr-10TiO ₂	平面研削	25	1.2	1.3kWh

[0037] (比較例 1)

実施例 1 同様にして、組成が $62\text{Co}-15\text{Cr}-15\text{Pt}-8\text{SiO}_2$ (mol%) となるターゲット材料を作製した。但し、機械加工方法は旋盤加工の後、平面研削加工仕上げで作製した。仕上げ加工量は、 $25\mu\text{m}$ であった。このターゲット表面に残っている残留歪みを推定するために XRD 測定を行ったところ、単一のピークの中で最大である 50° ピークの積分幅は 1.2 であり、本願発明の範囲を超えていた。このターゲットをスパッタリングした結果を表 1 に示す。2.5 kWh スパッタリングしても、パーティクル数がバックグラウンドレベル (5 個) 以下に減少しなかった。

[0038] (比較例 2)

実施例 1 と同じ組成のターゲット材料を、機械加工方法は旋盤加工の後、研磨仕上げで作製した。仕上げ加工量は $1\mu\text{m}$ であった。このターゲット表面に残っている残留歪みを推定するために XRD 測定を行ったところ、単一のピークの中で最大である 50° ピークの積分幅は 0.8 であり、本願発明の範囲を超えていた。このターゲットをスパッタリングした結果を表 1 に示す。1.4 kWh スパッタリングした時点でパーティクル数がバックグラウンドレベル (5 個) 以下に減少したが、実施例 1 に比べてバーンイン時間は長くなった。

[0039] (比較例 3)

実施例 1 と同じ組成のターゲット材を、機械加工方法は旋盤加工の後、平面研削加工を行ってから研磨仕上げで作製した。仕上げ加工量は $25\mu\text{m}$ (平面研削) + $1\mu\text{m}$ (研磨) であった。XRD 測定の結果、単一のピークの中で最大である 50° ピークの積分幅は 0.8 であり、本願発明の範囲を超えていた。

このターゲットをスパッタリングした結果、1.3 kWh スパッタリングした時点でパーティクル数がバックグラウンドレベル (5 個) 以下に減少したが、実施例 1 に比べてバーンイン時間は長くなった。

[0040] (実施例 2)

原料粉末として、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $5\ \mu\text{m}$ の Cr 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、直径が $50\sim300\ \mu\text{m}$ の範囲にある Co 粗粉を用意した。これらの粉末をターゲットの組成が $54\text{Co}-20\text{Cr}-15\text{Pt}-5\text{TiO}_2-6\text{CoO}$ (mol%) となるように、 Co 粉末、 Cr 粉末、 Pt 粉末、 TiO_2 粉末、 CoO 粉末、 Co 粗粉を秤量した。以下、実施例 1 と同様にしてターゲット材を作製した。

[0041] 機械加工方法は、旋盤加工の後、平面研削加工で $50\ \mu\text{m}$ 切削することにより作製した。仕上げ加工量は $50\ \mu\text{m}$ であった。このターゲット表面に残っている残留歪みを推定するために XRD 測定を行ったところ、単一のピークの中で最大である 50° ピークの積分幅は 0.7 であった。

このターゲットをスパッタリングした結果、 $0.8\ \text{kWh}$ スパッタリングした時点でパーティクル数がバックグラウンドレベル (5 個) 以下に減少し、良好な結果となった。以上の結果を、同様に表 1 に示す。

[0042] (比較例 4)

実施例 2 と同じ組成のターゲット材を、機械加工方法は、旋盤加工の後、平面研削加工で $25\ \mu\text{m}$ 切削することにより作製した。XRD 測定の結果、単一のピークの中で最大である 50° ピークの積分幅は 1.1 であり、本願発明の範囲を超えていた。

このターゲットをスパッタリングした結果、 $2.3\ \text{kWh}$ スパッタリングした時点でパーティクル数がバックグラウンドレベル (5 個) 以下に減少したが、実施例 2 に比べてバーンイン時間は長くなった。以上の結果を、同様に表 1 に示す。

[0043] (実施例 3)

原料粉末として、平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の Co 粉末、平均粒径 $5\ \mu\text{m}$ の Cr 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の Pt 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の TiO_2 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の SiO_2 粉末、平均粒径 $1\ \mu\text{m}$ の Cr_2O_3 粉末、直径が $50\sim300\ \mu\text{m}$ の範囲にある Co 粗粉を用意した。これらの粉末をターゲットの組成が $61\text{Co}-15\text{Cr}-15\text{Pt}-3\text{TiO}_2-3\text{SiO}_2-3\text{Cr}_2\text{O}_3$ (mol%)

となるように、C o 粉末、C r 粉末、P t 粉末、T i O₂ 粉末、S i O₂ 粉末、C r₂O₃ 粉末、C o 粗粉を秤量した。以下、実施例 1 と同様にしてターゲット材を作製した。

[0044] 機械加工方法は旋盤加工の後、平面研削加工を行いさらに研磨仕上げで作製した。仕上げ加工量は 25 μm（平面研削）+ 1 μm（研磨）であった。このターゲット表面に残っている残留歪みを推定するために XRD 測定を行ったところ、単一のピークの中で最大である 50° ピークの積分幅は 0.7 であった。

このターゲットをスパッタリングした結果、0.9 kWh スパッタリングした時点でパーティクル数がバックグラウンドレベル（5 個）以下に減少し、良好な結果となった。以上の結果を、同様に表 1 に示す。

[0045]（比較例 5）

実施例 3 と同じ組成のターゲット材を、機械加工方法は旋盤加工の後、平面研削加工のみで作製した。XRD 測定の結果、単一のピークの中で最大である 50° ピークの積分幅は 1.3 であり、本願発明の範囲を超えていた。

このターゲットをスパッタリングした結果、2.8 kWh スパッタリングした時点でパーティクル数がバックグラウンドレベル（5 個）以下に減少したが、実施例 3 に比べてバーンイン時間は長くなった。以上の結果を、同様に表 1 に示す。

[0046]（実施例 4）

原料粉末として、平均粒径 3 μm の C o 粉末、平均粒径 5 μm の C r 粉末、平均粒径 1 μm の T i O₂ 粉末、直径が 50～300 μm の範囲にある C o 粗粉を用意した。これらの粉末をターゲットの組成が 60 C o－30 C r－10 T i O₂（mol %）となるように、C o 粉末、C r 粉末、T i O₂ 粉末、C o 粗粉を秤量した。以下、実施例 1 と同様にしてターゲット材を作製した。

[0047] 機械加工方法は旋盤加工の後、研磨仕上げで作製した。仕上げ加工量は 1 μm であった。このターゲット表面に残っている残留歪みを推定するために X

R D測定を行ったところ、単一のピークの中で最大である 50° ピークの積分幅は0.6であった。これは、本願発明の条件を満たしていた。

このターゲットをスパッタリングした結果、0.7 kWhスパッタリングした時点でパーティクル数がバックグラウンドレベル（5個）以下に減少し、良好な結果が得られた。以上の結果を、同様に表1に示す。

[0048]（比較例6）

実施例3と同じ組成のターゲットを、機械加工方法は旋盤加工の後、平面研削加工で作製した。仕上げ加工量は、 $25\mu\text{m}$ であった。XRD測定の結果、単一のピークの中で最大である 50° ピークの積分幅は1.2であり、本願発明の範囲を超えていた。

このターゲットをスパッタリングした結果、1.3 kWhスパッタリングした時点でパーティクル数がバックグラウンドレベル（5個）以下に減少し、実施例4に比べてバーンイン時間は長くなった。以上の結果を、同様に表1に示す。

[0049] 以上の実施例には、金属マトリックス相が、B、Ti、V、Mn、Zr、Nb、Ru、Mo、Ta、Wから選択した1元素以上を、0.5 mol%～10 mol%含有させることは示していないが、これらの元素は磁性材としての特性を向上させるもので、XRD測定のメインピークの積分幅を大きく変動させるものではなく、これらの添加の場合も本願実施例と同様な結果が得られることを確認している。

さらに、 SiO_2 、 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の添加についても、実施例以外に示す酸化物の添加についても、実施例と同様な結果が得られていることを確認している。

産業上の利用可能性

[0050] 本発明は、スパッタリング時の初期パーティクルの発生を抑制してバーンイン時間を大きく低減するとともに、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スパッタリングターゲットを提供する。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。さらに、スパッタリングにより形成した膜の品質を著しく向上できる。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] Co を含有する金属マトリックス相と、粒子を形成して分散して存在する6～25 mol %の酸化物の相（以下、「酸化物相」という。）から構成されるスパッタリングターゲットであって、XRDの単一ピークの中で最も高いピークの積分幅が0.7以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット。
- [請求項2] 金属マトリックス相が、 Cr が5 mol %以上40 mol %以下、残余が Co 及び不可避免的不純物であることを特徴とする請求項1記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項3] 金属マトリックス相が、 Cr が5 mol %以上40 mol %以下、 Pt が5 mol %以上30 mol %以下、残余が Co 及び不可避免的不純物であることを特徴とする請求項1記載のスパッタリングターゲット。
- [請求項4] 酸化物相が、 SiO_2 、 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からなり、これらを5～25 mol %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スパッタリングターゲット。
- [請求項5] 金属マトリックス相が、 B 、 Ti 、 V 、 Mn 、 Zr 、 Nb 、 Ru 、 Mo 、 Ta 、 W から選択した1元素以上を、0.5 mol %～10 mol %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スパッタリングターゲット。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/074840

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C14/34(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, 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	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

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.
Y	JP 2012-132036 A (JX Nippon Mining & Metals Corp.), 12 July 2012 (12.07.2012), claims 1 to 4; paragraphs [0025] to [0030]; examples 1 to 3 (Family: none)	1-5
Y	WO 2012/011204 A1 (JX Nippon Mining & Metals Corp.), 26 January 2012 (26.01.2012), claims 1 to 5; paragraphs [0025] to [0033]; examples 1, 2 & JP 4758522 B & US 2012/0097535 A1 & SG 177237 A & CN 102482765 A & TW 201204851 A	1-5

☒ 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
10 October, 2013 (10.10.13)

Date of mailing of the international search report
19 November, 2013 (19.11.13)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/074840

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 1-263269 A (Hitachi, Ltd.), 19 October 1989 (19.10.1989), claims; page 2, upper left column, line 15 to page 3, upper right column, line 3 (Family: none)	1-5
Y	WO 2009/099121 A1 (JX Nippon Mining & Metals Corp.), 13 August 2009 (13.08.2009), paragraphs [0006] to [0007] & US 2010/0044223 A1 & EP 2241649 A1 & TW 200936793 A	1-5
Y	WO 2011/077933 A1 (JX Nippon Mining & Metals Corp.), 30 June 2011 (30.06.2011), paragraphs [0009] to [0011], [0018] to [0030] & JP 4897113 B & US 2012/0273347 A1 & CN 102666912 A & SG 181632 A & TW 201132781 A	1-5
Y	JP 2003-049264 A (Toshiba Corp.), 21 February 2003 (21.02.2003), claim 1; paragraphs [0021], [0041] to [0043] & JP 2012-92451 A & JP 2012-117149 A & JP 2012-122139 A & US 2005/0029094 A1 & WO 2002/020865 A1 & TW 245076 B	1-5
Y	WO 2007/040014 A1 (Nippon Mining & Metals Co., Ltd.), 12 April 2007 (12.04.2007), paragraphs [0014], [0017] to [0019] & JP 4949259 B & US 2009/0134021 A1 & EP 1942204 A1 & CN 101278071 A & KR 10-2008-0041300 A & KR 10-0994663 B1 & TWB 00I322831	1-5

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, 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, 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 3 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 3 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 3 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
Y	JP 2012-132036 A（J X日鉱日石金属株式会社）2012.07.12, 請求項1～4、段落【0025】～【0030】、実施例1～3（ファミリーなし）	1-5
Y	WO 2012/011204 A1（J X日鉱日石金属株式会社）2012.01.26, 請求項1～5、段落【0025】～【0033】、実施例1, 2 & JP 4758522 B & US 2012/0097535 A1 & SG 177237 A & CN 102482765 A & TW 201204851 A	1-5

☒ 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

1 0 . 1 0 . 2 0 1 3

国際調査報告の発送日

1 9 . 1 1 . 2 0 1 3

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100-8915
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）

伊藤 光貴

4 G

4 4 8 9

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

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
Y	JP 1-263269 A (株式会社日立製作所) 1989. 10. 19, 特許請求の範囲、 第 2 頁左上欄第 1 5 行～第 3 頁右上欄第 3 行 (ファミリーなし)	1-5
Y	WO 2009/099121 A1 (J X 日鉱日石金属株式会社) 2009. 08. 13, 段落 【0006】～【0007】 & US 2010/0044223 A1 & EP 2241649 A1 & TW 200936793 A	1-5
Y	WO 2011/077933 A1 (J X 日鉱日石金属株式会社) 2011. 06. 30, 段落 【0009】～【0011】、【0018】～【0030】 & JP 4897113 B & US 2012/0273347 A1 & CN 102666912 A & SG 181632 A & TW 201132781 A	1-5
Y	JP 2003-049264 A (株式会社東芝) 2003. 02. 21, 請求項 1、段落【0 0 2 1】、【0041】～【0043】 & JP 2012-92451 A & JP 2012-117149 A & JP 2012-122139 A & US 2005/0029094 A1 & WO 2002/020865 A1 & TW 245076 B	1-5
Y	WO 2007/040014 A1 (日鉱金属株式会社) 2007. 04. 12, 段落【001 4】、【0017】～【0019】 & JP 4949259 B & US 2009/0134021 A1 & EP 1942204 A1 & CN 101278071 A & KR 10-2008-0041300 A & KR 10-0994663 B1 & TWB 00I322831	1-5