(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 2 月 2 日(02.02.2012)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2012/014504 A1

(51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2011/052125

(22) 国際出願日: 2011 年 2 月 2 日(02.02.2011)

(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 2010-171038 2010 年 7 月 29 日(29.07.2010) JP
特願 2010-283678 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): ＪＸ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): 高見 英生(**TAKAMI Hideo**) [JP/JP]; 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場１８７番地４ ＪＸ日鉱日石金属株式会社 磯原工場内 Ibaraki (JP). 奈良 淳史(**NARA Atsushi**) [JP/JP]; 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場１８７番地４ ＪＸ日鉱日石金属株式会社 磯原工場内 Ibaraki (JP). 荻野 真一(**OGINO Shin-ichi**) [JP/JP]; 〒3191535 茨城県北茨城市華川町臼場１８７番地４ ＪＸ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１０号 第２虎ノ門電気ビル５階 小越国際特許事務所 Tokyo (JP).

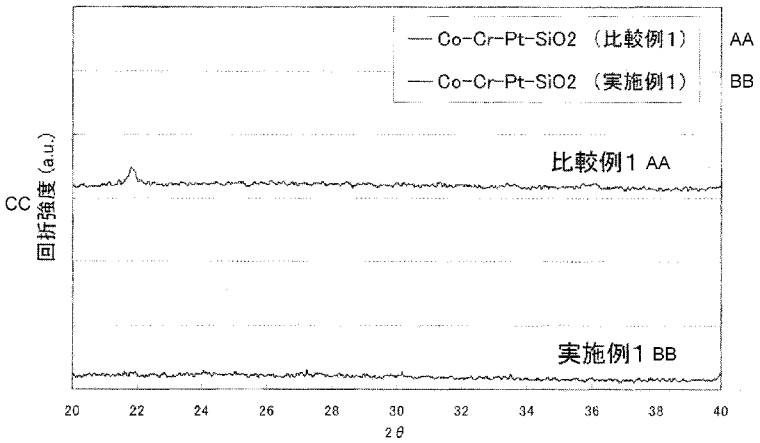
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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, 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).

[続葉有]

(54) **Title**: SPUTTERING TARGET FOR MAGNETIC RECORDING FILM AND PROCESS FOR PRODUCING SAME

(54) 発明の名称 : 磁気記録膜用スパッタリングターゲット及びその製造方法



AA... COMPARATIVE EXAMPLE 1
BB... EXAMPLE 1
CC... DIFFRACTION INTENSITY (a.u.)

(57) **Abstract**: Disclosed is a sputtering target for magnetic recording films which contains SiO_2, characterized by having a ratio of the intensity of the peak assigned to cristobalite, which is crystallized SiO_2, to the background intensity in X-ray diffraction (cristobalite peak intensity/background intensity) of 1.40 or less. The sputtering target for magnetic recording films is inhibited from containing cristobalite, which is causative of particle generation during sputtering. With the target, a reduction in burn-in time is possible.

(57) 要約: ＳｉＯ$_2$を含有する磁気記録膜用スパッタリングターゲットであって、Ｘ線回折におけるバックグラウンド強度に対する結晶化したＳｉＯ$_2$であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）が１．４０以下であることを特徴とする磁気記録膜用スパッタリングターゲット。ターゲット中に、スパッタリング時のパーティクル発生の原因となるクリストバライトの形成を抑制し、かつバーンイン時間の短縮が可能な磁気記録膜用スパッタリングターゲットを得ることを課題とする。

WO 2012/014504 A1

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

明　細　書

発明の名称 ：

磁気記録膜用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磁気記録膜用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クリストバライトの形成を抑制し、かつスパッタ開始から本成膜までに要する時間（以下、バーンイン時間）、の短縮が可能である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。

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。

[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。また、このような磁気記録膜用スパッタリングターゲットには、合金相を磁気的に分離させるために、SiO_2を添加することが行われている。

[0004] 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SiO_2等の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）。

[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、メカニカルアロイグ粉末であり、ターゲットの組織ではない。

[0007] 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。

[0008] 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。

[0009] 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、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。

[0010] 上記の通り、磁気記録膜用スパッタリングターゲットには、合金相を磁気的に分離させるために、SiO_2を添加することが行われている。磁性金属材料に、このSiO_2を添加するとターゲットにマイクロクラックが発生し、スパッタリング中にパーティクルの発生が多く見られるという問題があった。

また、SiO_2を添加した磁性材ターゲットでは、SiO_2を添加しない磁性材ターゲットに比べてバーンイン時間が長くなるという不都合も生じた。

[0011] これは、SiO_2自体の問題であるのか、SiO_2が変質したのか、あるいは他の磁性金属又は添加材料との相互作用の問題か、という程度の問題の提起はあったが、根本的に究明された訳ではなかった。多くの場合、上記の問題は、止むを得ないこととして黙認又は看過されてきたものと考えられる。しかし、今日のように、磁性膜の特性を高度に維持する必要から、スパッタリング膜特性のさらなる向上が求められている。

[0012] 従来技術では、磁性材を用いたスパッタリングターゲットにおいて、SiO_2を添加する技術がいくつか見られる。下記文献２には、マトリックスとしての金属相、このマトリックス相に分散しているセラミックス相、金属相とセラミックス相との界面反応相を有し相対密度が９９％以上であるターゲットが開示されている。セラミックス相の中にSiO_2の選択もあるが、上記の問題の認識及び解決策の提案はない。

[0013] 下記文献３には、CoCrPt－SiO_2スパッタリングターゲットの製造に際し、Pt粉末とSiO_2粉末を仮焼し、得られた仮焼粉末にCr粉末、Co粉末を混合して加圧焼結する提案がなされている。しかし、上記の問題の認識及び解決策の提案はない。

下記文献４には、Coを含有する金属相、粒径１０μm以下のセラミックス相、金属相とセラミックス相との界面反応相を有し、金属相の中にセラミックス相が散在するスパッタリングターゲットが開示され、前記セラミック

ス相には、SiO_2の選択もあることが提案されている。しかし、上記の問題の認識及び解決策の提案はない。

[0014] 下記文献５には、非磁性酸化物０．５～１５モル、Ｃｒ４～２０モル、Ｐｔ５～２５モル、Ｂ０．５～８モル、残部Ｃｏのスパッタリングターゲットが提案されている。非磁性酸化物には、SiO_2の選択もあること提案されている。しかし、上記の問題の認識及び解決策の提案はない。

なお、参考に下記文献６を挙げるが、この文献には、メモリーなどの半導体素子用封止剤の充填剤として、クリストバライト粒子を製造する技術が開示されている。この文献は、スパッタリングターゲットとは無縁の技術ではあるが、SiO_2のクリストバライトに関する技術である。

[0015] 下記文献７は、電子写真現像剤用キャリア芯材として利用されるもので、スパッタリングターゲットとは無縁の技術ではあるが、SiO_2に関する結晶の種類が開示されている。その一方はSiO_2のクオーツ結晶であり、他方はクリストバライト結晶である。

下記文献８は、スパッタリングターゲットとは無縁の技術ではあるが、クリストバライトが炭化珪素の酸化防護機能を損ねる材料であるとしての説明がある。

[0016] 下記文献９には、カルコゲン化亜鉛素地中に、無定型SiO_2が分散した組織の、光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットが記載されている。この場合、カルコゲン化亜鉛－SiO_2からなるターゲットの抗折強度とスパッタリング時の割れの発生は、SiO_2の形態と形状が影響しており、無定形（アモルファス）にすると、高出力のスパッタリングにおいても、スパッタ割れが発生しないとの開示がある。

これはある意味での示唆はあるが、あくまでカルコゲン化亜鉛を用いた光記録媒体保護膜形成用スパッタリングターゲットであり、マトリックス材料が異なる磁性材料の問題を解決できるかどうかは全く不明である。

先行技術文献

特許文献

[0017] 特許文献1：特開平１０－８８３３３号公報

特許文献2：特開２００６－４５５８７号公報

特許文献3：特開２００６－１７６８０８号公報

特許文献4：特開２００８－１７９９００号公報

特許文献5：特開２００９－１８６１号公報

特許文献6：特開２００８－１６２８４９号公報

特許文献7：特開２００９－８０３４８号公報

特許文献8：特開平１０－１５８０９７号公報

特許文献9：特開２０００－１７８７２６号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0018] 磁気記録膜用スパッタリングターゲットには、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、無機物としてはSiO_2を添加することが行なわれている。本発明の課題は、SiO_2を添加した磁気記録膜用スパッタリングターゲットにおいて、スパッタリング中のパーティクルの発生を抑制し、かつバーンイン時間を短縮化することにある。

課題を解決するための手段

[0019] 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、磁気記録膜用スパッタリングターゲットへのSiO_2の添加を工夫することにより、スパッタリング時のパーティクル発生の原因となるクリストバライト形成を抑制できることを見出した。すなわち、ターゲット中にマイクロクラック及びスパッタリング中のパーティクル発生を抑制し、かつバーンイン時間の短縮化が可能であることが分かった。

[0020] このような知見に基づき、本発明は、

１）SiO_2を含有する磁気記録膜用スパッタリングターゲットであって、Ｘ線回折におけるバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラ

ウンド強度）が１．４０以下であることを特徴とする磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

２）SiO_2を含有する磁気記録膜用スパッタリングターゲットであって、２５０°Ｃから３５０°Ｃまで昇温時の熱膨張係数の変化率が７％以下であることを特徴とする前記１）に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

[0021] SiO_2を含有する磁気記録膜用スパッタリングターゲットの磁気記録材料については、特に制限はなく、種々の磁気記録材料に適用できるのであるが、次の磁気記録膜用材料からなるターゲットに、特に有用である。すなわち、本願発明は、次の３）、４）、５）のターゲットを提供する。

３）Ｃｒが５０ｍｏｌ％以下、SiO_2が２０ｍｏｌ％以下、残余がＣｏであることを特徴とする前記１）又は２）記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

４）Ｃｒが５０ｍｏｌ％以下、Ｐｔが５０ｍｏｌ％以下、SiO_2が２０ｍｏｌ％以下、残余がＣｏであることを特徴とする前記１）又は２）記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

５）Ｐｔが５ｍｏｌ％以上６０ｍｏｌ％以下、SiO_2が２０ｍｏｌ％以下、残余がＦｅであることを特徴とする前記１）又は２）記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

[0022] ６）さらに、添加元素として、Ｂ、Ｔｉ、Ｖ、Ｍｎ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｒｕ、Ｍｏ、Ｔａ、Ｗ、Ａｕ、Ｃｕ、Ａｇから選択した１元素以上を、０．０１ｍｏｌ％以上１０ｍｏｌ％以下含有することを特徴とする前記１）～５）のいずれか一に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲットを提供する。

７）また、添加材料として、炭素、SiO_2を除く酸化物、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前記１）～６）のいずれか一に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲットを提供する。

[0023] ８）また、本発明は、SiO_2の粉末原料として非晶質SiO_2を使用し、

このＳｉＯ$_2$の粉末原料と磁性金属粉末原料とを混合し、焼結温度を１１２０°Ｃ以下で焼結することを特徴とする前記１）～７）のいずれか一に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲットの製造方法を提供するものである。

発明の効果

[0024] このように調整した本発明の磁気記録膜用スパッタリングターゲットターゲットは、ターゲットのマイクロクラックの発生を抑制すると共に、スパッタリング中のパーティクル発生を抑制し、かつバーンイン時間の短縮化が可能であるという優れた効果を有する。このようにパーティクル発生が少ないので、磁気記録膜の不良率が減少し、コスト低減化になるという大きな効果を有する。また、前記バーンイン時間の短縮化は、生産効率の向上に大きく貢献するものである。

図面の簡単な説明

[0025] [図1]実施例１と比較例１のＣｏ－Ｃｒ－Ｐｔ－ＳｉＯ$_2$ターゲットのＸ線回折強度の測定結果を示す図である。

[図2]実施例１と比較例１のＣｏ－Ｃｒ－Ｐｔ－ＳｉＯ$_2$ターゲットを用いてスパッタリングした場合の、ターゲットライフとパーティクル数の対比を行った結果を示す図である。

[図3]比較例１の基板上に成膜したウエハの断面とＥＤＸによる元素分析結果を示す図である。

[図4]ＳｉＯ$_2$原料と比較例１のＣｏ－Ｃｒ－Ｐｔ－ＳｉＯ$_2$ターゲットのＸ線回折強度の測定結果を示す図である。

発明を実施するための形態

[0026] 本発明の磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、ＳｉＯ$_2$を含有する磁気記録膜用スパッタリングターゲットであり、結晶化したＳｉＯ$_2$であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）が１．４０以下である。すなわち、結晶化したＳｉＯ$_2$であるクリストバライトを無くすか、又は極力減少させた磁気記録膜用スパッタリングターゲットである。

[0027] 磁気記録膜用スパッタリングターゲットには、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、無機物としてSiO_2を添加することが行なわれている。

しかしながら、このSiO_2がターゲット中で結晶化したクリストバライトとして存在すると、ターゲットの昇温又は降温過程（この温度はおよそ２７０°Ｃ程度）において、相転移による体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生する原因となる。

これは結果として、スパッタリング中のパーティクル発生の原因となる。したがって、結晶化したクリストバライトを発生させず、非晶質SiO_2としてターゲット中に存在させるのが有効である。

[0028] 上記のように、磁気記録膜用スパッタリングターゲットとしては、磁性材料に特に制限はないのであるが、Ｃｒが５０ｍｏｌ％以下、SiO_2が２０ｍｏｌ％以下、残余がＣｏである磁気記録膜用スパッタリングターゲット、また、Ｃｒが５０ｍｏｌ％以下、Ｐｔが５０ｍｏｌ％以下、SiO_2が２０ｍｏｌ％以下、残余がＣｏである磁気記録膜用スパッタリングターゲット、さらに、Ｐｔが５ｍｏｌ％以上６０ｍｏｌ％以下、SiO_2が２０ｍｏｌ％以下、残余がＦｅである磁気記録膜用スパッタリングターゲットに有用である。

これらは、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であるが、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。

この場合も、ターゲット中に結晶化したクリストバライトを発生させず、非晶質SiO_2としてターゲット中に存在させる必要がある。

[0029] なお、前記Ｃｒは、必須成分として添加する場合は、０ｍｏｌ％を除く。すなわち、少なくとも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５０ｍｏｌ％以下であれば、微量添加する場合においても効果がある。本願発明は、これらを包含する。これらは、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であるが、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。

前記Ｐｔも同様に、必須成分として添加する場合は、０ｍｏｌ％を除く。すなわち、少なくとも分析可能な下限値以上のＰｔ量を含有させるものである。Ｐｔ量が５０ｍｏｌ％以下であれば、微量添加する場合においても効果がある。本願発明は、これらを包含する。これらは、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であるが、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。

[0030] この他、添加元素として、Ｂ、Ｔｉ、Ｖ、Ｍｎ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｒｕ、Ｍｏ、Ｔａ、Ｗ、Ａｕ、Ｃｕ、Ａｇから選択した１元素以上を、０．０１ｍｏｌ％以上１０ｍｏｌ％以下含有させた上記の磁気記録膜用スパッタリングターゲットに有効である。前記添加元素は、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。さらに添加材料として、炭素、SiO_2を除く酸化物、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前記磁気記録膜用スパッタリングターゲットに有効である。

このように、本発明は、SiO_2を含有する多くの合金系、例えばＣｏ－Ｐｔ－SiO_2－Ｘ、Ｃｏ－Ｃｒ－Ｐｔ－SiO_2－Ｘ、Ｃｏ－Ｃｒ－SiO_2－Ｘ、Ｆｅ－Ｐｔ－SiO_2－Ｘに適用できる。

[0031] このような磁気記録膜用スパッタリングターゲットの製造に際しては、SiO_2の粉末原料として非晶質SiO_2を使用し、原料自体から非晶質化を目途とすることが有効である。このSiO_2の粉末原料と磁性金属粉末原料とを混合し、焼結温度を１１２０°Ｃ以下で焼結する。この焼結温度の低温化は、SiO_2の結晶化を抑制するのに有効である。また、高純度のSiO_2を使用することにより、さらに結晶化を抑制することが可能となる。この意味で、４Ｎ以上、さらには５Ｎ以上の高純度のSiO_2を使用することが望ましい。

[0032] なお、以下に製造方法の詳細を説明するが、この製造方法は、代表的かつ好適な例を示すものである。すなわち、本発明は以下の製造方法に制限するものではなく、他の製造方法であっても、本願発明の目的と条件を達成でき

るものであれば、それらの製造法を任意に採用できることは容易に理解されるであろう。

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、各金属元素の粉末原料（磁性金属粉末原料）とＳｉＯ$_2$粉末原料、さらに必要に応じて添加金属元素の粉末原料を用意する。これらの粉末原料は、最大粒径が２０μｍ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２０μｍ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、０．１μｍ以上とすることがさらに望ましい。

[0033] 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。

無機物粉末としては炭素粉末、ＳｉＯ$_2$以外の酸化物粉末、窒化物粉末または炭化物粉末を用意するが、無機物粉末は最大粒径が５μｍ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、０．１μｍ以上のものを用いることがさらに望ましい。

[0034] 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あるいは真空中で混合することが好ましい。

[0035] 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。この場合、上記の通り、焼結温度を１１２０°Ｃ以下で焼結する。

この焼結温度の低温化は、ＳｉＯ$_2$の結晶化を抑制するのに必要な温度である。

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、９００～１１２０°Ｃの温度範囲とするのが良い。

実施例

[0036] 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。

[0037] （実施例１）

実施例１では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉末、平均粒径５μｍのＣｒ粉末、平均粒径１μｍのＰｔ粉末、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉末を用意した。これらの粉末をターゲットの組成が７８Ｃｏ－１２Ｃｒ－５Ｐｔ－５SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末７０．７６ｗｔ％、Ｃｒ粉末９．６ｗｔ％、Ｐｔ粉末１５．０１ｗｔ％、SiO_2粉末４．６２ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0038] 次に、Ｃｏ粉末とＣｒ粉末とＰｔ粉末とSiO_2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。

[0039] 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（SiO_2粉の結晶化を避けるため、１１２０°Ｃ以下の温度とした。）、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、焼結体を得た。さらにこれを旋盤で切削加工して直径が１８０ｍｍ、厚さが７ｍｍの円盤状のターゲットを得た。

[0040] クリストバライトのピーク強度は、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。この結果、2θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３５となり、またバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の

平均値））÷２）を測定した。バックグラウンド強度に対する結晶化したＳｉＯ$_2$であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．２６となった。

この結果を、図１の下のＸＲＤの測定結果に示す。ＳｉＯ$_2$原料はアモルファスであり、焼結後のターゲットには、２θ：２１．９８にクリストバライトのピークは現れなかった。対比として、同図の上に、下記比較例１のＸ線回折強度を示すが、２θ：２１．９８にクリストバライトのピークが現れた。以下の実施例及び比較例においても、図１に示すものと同様の結果となった。

[0041] なお、測定装置としてリガク社製ＵｌｔｉｍａＩＶを用い、測定条件は管電圧４０ｋｖ、管電流３０ｍＡ、スキャンスピード４°／ｍｉｎ、ステップ０．０２°とした。

又熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５°Ｃ／ｍｉｎにおいて、２５０°Ｃから３５０°Ｃまでの熱膨張係数変化率を測定した。２５０°Ｃから３５０°Ｃまで昇温時の熱膨張係数の変化率は３．６％であった。

[0042] 図２に、実施例１と下記比較例１のＣｏ－Ｃｒ－Ｐｔ－ＳｉＯ$_2$ターゲットを用いてスパッタリングした場合の、ターゲットライフとパーティクル数の対比を行った結果を示す。スパッタリング条件は、パワー：１ｋＷ、時間２０秒、圧力（Ａｒ雰囲気）１．７Ｐａで実施した。

実施例１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。また、スパッタリング開始時に発生する初期パーティクル数が３０個以下となる時間をバーンイン時間とした場合、バーンイン時間は０．３７ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したＳｉＯ$_2$）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。以下の実施例及び比較例においても、図２に示すものと、同様の結果となった。

[0043] （比較例１）

比較例１では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉末、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が７８Ｃｏ－１２Ｃｒ－５Ｐｔ－５SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末７０．７６ｗｔ％、Ｃｒ粉末９．６ｗｔ％、Ｐｔ１５．０１ｗｔ％、SiO_2粉末４．６２ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0044] そして、これらの粉末を、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。

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１１６０°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。

この製作したＣｏ－Ｃｒ－Ｐｔ－SiO_2ターゲットをＳｉ基板（ウエハ）へスパッタリングし、パーティクルの状況を調べた。基板上に成膜したウエハの断面とＥＤＸによる元素分析結果を図３に示す。この図３の左側はパーティクルを示すが、同図右の元素分析結果から明らかなように、ほぼ全てのパーティクルが、SiO_2であった。

[0045] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。この結果を図２に示す。SiO_2原料はアモルファスであるが、焼結後のターゲットには、このように、２θ：２１．９８にクリストバライトのピークが現れた。下の線はSiO_2原料のＸ線回折強度であり、参考までに示す。

２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果、２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は５６となり、バックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バ

ックグラウンド強度）は１．４２となった。これらは、実施例１に比べていずれも大きくなった。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0046] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は７．５％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0047] 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。また、スパッタリングのバーンイン時間は１．４２ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が大きくなると、スパッタリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発生数が増加する結果となった。

[0048] （比較例２）

比較例２では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が８３Ｃｏ－１２Ｃｒ－５SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末８４．１１ｗｔ％、Ｃｒ粉末１０．７３ｗｔ％、SiO_2粉末５．１７ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0049] そして、これらの粉末を、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。

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１１６０°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。

[0050] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は１２９と大きくなり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したＳｉＯ$_2$であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．９２となり、これも増加した。この結果、実施例１に比べ殆どのＳｉＯ$_2$が結晶化した。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0051] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は１１．２％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0052] 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８．７個と増加した。また、スパッタリングのバーンイン時間は１．７５ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したＳｉＯ$_2$）のピーク強度が大きくなると、スパッタリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発生数が増加する結果となった。

[0053] （実施例２）

実施例２では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍの非晶質ＳｉＯ$_2$粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が８３Ｃｏ－１２Ｃｒ－５ＳｉＯ$_2$（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末８４．１１ｗｔ％、Ｃｒ粉末１０．７３ｗｔ％、ＳｉＯ$_2$粉末５．

１７ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0054] そして、これらの粉末を、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。

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１０６０°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。

[0055] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３１となった。またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．１３となった。なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0056] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ ｐｌｕｓ２ ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は５．５％であった。

[0057] 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２．５個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．５３ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0058] （実施例３）

実施例３では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μ

mのＣｒ粉、平均粒径１μmのＰｔ粉、平均粒径５μmのＣｏ－Ｂ粉、平均粒径１μmの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が６６Ｃｏ－１５Ｃｒ－１２Ｐｔ－２Ｂ－５SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末５３．０５ｗｔ％、Ｃｒ粉末１０．６４ｗｔ％、Ｐｔ粉末３１．９３ｗｔ％、Ｂ粉末０．２９ｗｔ％、SiO_2粉末４．１０ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0059] そして、これらの粉末を、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。

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９００°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。

[0060] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち2θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果2θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３０となり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．０４となった。なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0061] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０mm×３mm×３mmを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は３．８％であった。

[0062] 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０．４個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は

０．２１ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したＳｉＯ$_2$）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0063] （実施例４）

実施例４では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径１μｍのＴｉＯ$_2$粉、平均粒径１μｍの非晶質ＳｉＯ$_2$粉、平均粒径１μｍのＣｒ$_2$Ｏ$_3$粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が６７Ｃｏ－１０Ｃｒ－１５Ｐｔ－３ＴｉＯ$_2$－２ＳｉＯ$_2$－３Ｃｒ$_2$Ｏ$_3$（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末４８．０９ｗｔ％、Ｃｒ粉末６．３３ｗｔ％、Ｐｔ粉末３５．６４ｗｔ％、ＴｉＯ$_2$粉末０．６９ｗｔ％、ＳｉＯ$_2$粉末０．６７ｗｔ％、Ｃｒ$_2$Ｏ$_3$粉末１．０７ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0064] そして、これらの粉末を、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。

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１０９０°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。

[0065] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３２であった。またバックグラウンド強度に対する結晶化したＳｉＯ$_2$であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．１８となった。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0066] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを

切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は３．３％であった。

[0067] 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個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．２ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0068] （比較例３）

比較例３では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍのTiO_2粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉、平均粒径１μｍのCr_2O_3粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が８２Ｃｏ－１０Ｃｒ－３TiO_2－２SiO_2－３Cr_2O_3（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末７８．３５ｗｔ％、Ｃｒ粉末８．４３ｗｔ％、TiO_2粉３．８８ｗｔ％、SiO_2粉末１．９５ｗｔ％、Cr_2O_3粉末７．３９ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0069] そして、これらの粉末を、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。

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１１６０°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。

[0070] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち2θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果2θ：２１．９８°に出現するピ

ーク強度は３１７と大きくなり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したＳｉO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は４．７１となり、これも増加した。この結果、実施例１に比べ殆どのＳｉO_2が結晶化した。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0071] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は８．５％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0072] 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１３．５個と増加した。また、スパッタリングのバーンイン時間は２ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したＳｉO_2）のピーク強度が大きくなると、スパッタリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発生数が増加する結果となった。

[0073] （比較例４）

比較例４では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径１μｍのＴｉO_2粉、平均粒径１μｍの非晶質ＳｉO_2粉、平均粒径１μｍのＣｒ$_2O_3$粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が６７Ｃｏ－１０Ｃｒ－１５Ｐｔ－３ＴｉO_2－２ＳｉO_2－３Ｃｒ$_2O_3$（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末４８．０９ｗｔ％、Ｃｒ粉末６．３３ｗｔ％、Ｐｔ粉末３５．６４ｗｔ％、ＴｉO_2粉０．６９ｗｔ％、ＳｉO_2粉末０．６７ｗｔ％、Ｃｒ$_2O_3$粉末１．０７ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0074] そして、これらの粉末を、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。

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１１６０°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。

[0075] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は６２と大きくなり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したＳｉＯ$_2$であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．５７となり、これも増加した。この結果、実施例１に比べ殆どのＳｉＯ$_2$が結晶化した。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0076] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は７．６％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0077] 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７．２個と増加した。また、スパッタリングのバーンイン時間は１．４２ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したＳｉＯ$_2$）のピーク強度が大きくなると、スパッタリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発生数が増加する結果となった。

[0078] （実施例５）

実施例５では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径８μｍのＲｕ粉、平均粒径１μｍのTiO_2粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉、平均粒径１μｍのCr_2O_3粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が６７Ｃｏ－５Ｃｒ－１８Ｐｔ－２Ｒｕ－３TiO_2－２SiO_2－３Cr_2O_3（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末４５．１９ｗｔ％、Ｃｒ粉末２．９８ｗｔ％、Ｐｔ粉末４０．１９ｗｔ％、Ｒｕ粉末２．３１ｗｔ％、TiO_2粉末２．７４ｗｔ％、SiO_2粉末１．３８ｗｔ％、Cr_2O_3粉末５．２２ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0079] そして、これらの粉末を、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。

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１０９０°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。

[0080] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち2θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果2θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３５であった。またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．２８となった。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0081] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃

までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は７．８％であった。

[0082] 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２．２個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．５１ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0083] （比較例５）

比較例５では、原料粉末として、平均粒径５μｍのＦｅ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が４５Ｆｅ－４５Ｐｔ－１０SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｆｅ粉末２１．１３ｗｔ％、Ｐｔ粉末７３．８２ｗｔ％、SiO_2粉末５．０５ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0084] そして、これらの粉末を、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。

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１１６０°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。

[0085] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち2θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果2θ：２１．９８°に出現するピーク強度は２２４と大きくなり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は３．４となり、これも増加した。この結果、実施例１に比べ殆どのSiO_2が結晶化した。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0086] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は８．１％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0087] 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１０．１個と増加した。また、スパッタリングのバーンイン時間は２．１ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が大きくなると、スパッタリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発生数が増加する結果となった。

[0088] （実施例６）

実施例６では、原料粉末として、平均粒径５μｍのＦｅ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が４５Ｆｅ－４５Ｐｔ－１０SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｆｅ粉末２１．１３ｗｔ％、Ｐｔ粉末７３．８２ｗｔ％、SiO_2粉末５．０５ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0089] そして、これらの粉末を、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。

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１０９０°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。

[0090] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわ

ち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３０となった。またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．１２となった。なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0091] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ ｐｌｕｓ２ ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は３．７％であった。

[0092] 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２．７個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．６ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0093] （実施例７）

実施例７では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径１μｍのTiO_2粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が８４Ｃｏ－１０Ｐｔ－３TiO_2－３SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末６７．６２ｗｔ％、Ｐｔ粉末２６．６５ｗｔ％、TiO_2粉末３．２７ｗｔ％、SiO_2粉末２．４６ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0094] そして、これらの粉末を、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。

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１０６０°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。

[0095] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３０となった。またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．１１となった。なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0096] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ ｐｌｕｓ２ ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は３．５％であった。

[0097] 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２．４個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．４１ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0098] （比較例６）

比較例６では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径１μｍのTiO_2粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が８４Ｃｏ－１０Ｐｔ－３TiO_2－３SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末６７．６２ｗｔ％、Ｐｔ粉末２６．６５ｗｔ％、TiO_2粉３．２７ｗｔ％、SiO_2粉末２．４６ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0099] そして、これらの粉末を、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。

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１１６０°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。

[0100] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は５５と大きくなり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したＳｉＯ$_2$であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．４３となり、これも増加した。この結果、実施例１に比べ殆どのＳｉＯ$_2$が結晶化した。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0101] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は８．３％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0102] 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７．１個と増加した。また、スパッタリングのバーンイン時間は１．２４ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したＳｉＯ$_2$）のピーク強度が大きくなると、スパッタリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発

生数が増加する結果となった。

[0103] （実施例８）

実施例８では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径１μｍの$Ｔａ_2Ｏ_5$粉、平均粒径１μｍの非晶質$ＳｉＯ_2$粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が７２Ｃｏ－８Ｃｒ－１３Ｐｔ－５$Ｔａ_2Ｏ_5$－２$ＳｉＯ_2$（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末４４．５５ｗｔ％、Ｃｒ粉末４．３７ｗｔ％、Ｐｔ粉末２６．６３ｗｔ％、$Ｔａ_2Ｏ_5$粉末２３．２ｗｔ％、$ＳｉＯ_2$粉末１．２６ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0104] そして、これらの粉末を、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。

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１０６０°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。

[0105] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３２であった。またバックグラウンド強度に対する結晶化した$ＳｉＯ_2$であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．１８となった。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0106] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ ｐｌｕｓ２ ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱

膨張係数の変化率は３．６％であった。

[0107] 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２．２個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．２１ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0108] （比較例７）

比較例７では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径１μｍのTa_2O_5粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が７２Ｃｏ－８Ｃｒ－１３Ｐｔ－５Ta_5O_2－２SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末４４．５５ｗｔ％、Ｃｒ粉末４．３７ｗｔ％、Ｐｔ粉末２６．６３ｗｔ％、Ta_2O_5粉２３．２ｗｔ％、SiO_2粉末１．２６ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0109] そして、これらの粉末を、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。

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１１６０°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。

[0110] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は１０９と大きくなり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は２．８１となり、これも増加した。この

結果、実施例１に比べ殆どのSiO_2が結晶化した。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0111] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は７．７％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0112] 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９．１個と増加した。また、スパッタリングのバーンイン時間は１．８３ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が大きくなると、スパッタリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発生数が増加する結果となった。

[0113] （実施例９）

実施例９では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＣｏ－Ｂ粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉、平均粒径１μｍのＣｏＯ粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が７１Ｃｏ－５Ｃｒ－１２Ｐｔ－３Ｂ－４SiO_2－５ＣｏＯ（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末５６．３０ｗｔ％、Ｃｒ粉末３．５０ｗｔ％、Ｐｔ粉末３１．５０ｗｔ％、Ｂ粉末０．４４ｗｔ％、SiO_2粉末３．２３ｗｔ％、ＣｏＯ粉末５．０４ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0114] そして、これらの粉末を、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。

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１０９０°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。

[0115] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３３であった。またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．２１となった。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0116] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ ｐｌｕｓ２ ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は３．６％であった。

[0117] 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２．６個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．４７ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0118] （比較例８）

比較例８では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＣｏ－Ｂ粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉、平均粒径〇μｍのＣｏＯ粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が７１Ｃｏ－５Ｃｒ－１２Ｐｔ－３Ｂ－４SiO_2－５ＣｏＯ（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末５６．３０ｗｔ％、Ｃｒ粉末３．５０ｗｔ％、Ｐｔ粉末３１．５０ｗｔ％、Ｂ粉０．４４ｗｔ％、Ｓｉ

O_2粉末３．２３ｗｔ％、ＣｏＯ粉末５．０４ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0119] そして、これらの粉末を、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。

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１１６０°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。

[0120] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は６４と大きくなり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．６７となり、これも増加した。この結果、実施例１に比べ殆どのSiO_2が結晶化した。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0121] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ ｐｌｕｓ２ ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は７．４％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0122] 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９．８個と増加した。また、スパッタリングのバーンイン時間は１．３７ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が大きくなると、スパッ

タリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発生数が増加する結果となった。

[0123] （実施例１０）

実施例１０では、原料粉末として、平均粒径５μｍのＦｅ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＡｕ粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が４０Ｆｅ－４０Ｐｔ－１０Ａｕ－１０SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｆｅ粉末１７．７２ｗｔ％、Ｐｔ粉末６１．８９ｗｔ％、Ａｕ粉末１５．６２ｗｔ％、SiO_2粉末４．７７ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0124] そして、これらの粉末を、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。

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１０９０°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。

[0125] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち2θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果2θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３１となった。またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．１３となった。なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0126] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱

膨張係数の変化率は３．４％であった。

[0127] 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２．６個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．５２ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0128] （比較例９）

比較例９では、原料粉末として、平均粒径５μｍのＦｅ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＡｕ粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が４０Ｆｅ－４０Ｐｔ－１０Ａｕ－１０SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｆｅ粉末１７．７２ｗｔ％、Ｐｔ粉末６１．８９ｗｔ％、Ａｕ粉末１５．６２ｗｔ％、SiO_2粉末４．７７ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0129] そして、これらの粉末を、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。

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１１６０°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。

[0130] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち2θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果2θ：２１．９８°に出現するピーク強度は７０と大きくなり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．８６となり、これも増加した。この結果、実施例１に比べ殆どのSiO_2が結晶化した。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0131] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は８．１％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0132] 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９．２個と増加した。また、スパッタリングのバーンイン時間は１．７８ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が大きくなると、スパッタリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発生数が増加する結果となった。

[0133] （実施例１１）

実施例１１では、原料粉末として、平均粒径５μｍのＦｅ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＣｕ粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が４１Ｆｅ－４１Ｐｔ－８Ｃｕ－１０SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｆｅ粉末１８．８７ｗｔ％、Ｐｔ粉末６４．１７ｗｔ％、Ｃｕ粉末１２．６４ｗｔ％、SiO_2粉末４．８２ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0134] そして、これらの粉末を、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。

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１０９０°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。

[0135] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部

を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３３となった。またバックグラウンド強度に対する結晶化したＳｉO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．２となった。なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0136] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は３．５％であった。

[0137] 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２．３個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．４５ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したＳｉO_2）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0138] （比較例１０）

比較例１０では、原料粉末として、平均粒径５μｍのＦｅ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＣｕ粉、平均粒径１μｍの非晶質ＳｉO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が４１Ｆｅ－４１Ｐｔ－８Ｃｕ－１０ＳｉO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｆｅ粉末１８．８７ｗｔ％、Ｐｔ粉末６４．１７ｗｔ％、Ｃｕ粉末１２．６４ｗｔ％、ＳｉO_2粉末４．８２ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0139] そして、これらの粉末を、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。

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１１６

０°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。

[0140] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は４７と大きくなり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したＳｉO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．７３となり、これも増加した。この結果、実施例１に比べ殆どのＳｉO_2が結晶化した。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0141] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ ｐｌｕｓ２ ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は７．９％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0142] 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６．９個と増加した。また、スパッタリングのバーンイン時間は１．３４ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したＳｉO_2）のピーク強度が大きくなると、スパッタリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発生数が増加する結果となった。

[0143] （実施例１２）

実施例１２では、原料粉末として、平均粒径５μｍのＦｅ粉、平均粒径１

μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＡｇ粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が４５Ｆｅ－４５Ｐｔ－２Ａｇ－８SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｆｅ粉末２０．９６ｗｔ％、Ｐｔ粉末７３．２３ｗｔ％、Ａｇ粉末１．８ｗｔ％、SiO_2粉末４．０１ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0144] そして、これらの粉末を、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。

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１０９０°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。

[0145] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３２となった。またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．１８となった。なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0146] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は３．６％であった。

[0147] 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２．１個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．３９ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したＳｉ

O_2）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0148] （比較例１１）

比較例１１では、原料粉末として、平均粒径５μｍのＦｅ粉、平均粒径１μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＡｇ粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が４５Ｆｅ－４５Ｐｔ－２Ａｇ－８SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｆｅ粉末２０．９６ｗｔ％、Ｐｔ粉末７３．２３ｗｔ％、Ａｇ粉末１．８ｗｔ％、SiO_2粉末４．０１ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0149] そして、これらの粉末を、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。

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１１６０°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。

[0150] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち2θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果2θ：２１．９８°に出現するピーク強度は１３４と大きくなり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は２．０２となり、これも増加した。この結果、実施例１に比べ殆どのSiO_2が結晶化した。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0151] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃

までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は７．８％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0152] 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１０．１個と増加した。また、スパッタリングのバーンイン時間は１．９１ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が大きくなると、スパッタリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発生数が増加する結果となった。

[0153] （実施例１３）

実施例１３では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍの非晶質SiO_2粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が４５Ｃｏ－４０Ｃｒ－１５SiO_2（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末４７．０８ｗｔ％、Ｃｒ粉末３６．９２ｗｔ％、SiO_2粉末１６．００ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0154] そして、これらの粉末を、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。

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１０６０°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。

[0155] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち2θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果2θ：２１．９８°に出現するピーク強度は３２となった。またバックグラウンド強度に対する結晶化したＳ

ｉＯ$_2$であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．１５となった。なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0156] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は６．１％であった。

[0157] 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２．４個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．７４ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したＳｉＯ$_2$）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0158] （比較例１２）

比較例１２では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍの非晶質ＳｉＯ$_2$粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が４５Ｃｏ－４０Ｃｒ－１５ＳｉＯ$_2$（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末４７．０８ｗｔ％、Ｃｒ粉末３６．９２ｗｔ％、ＳｉＯ$_2$粉末１６．００ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0159] そして、これらの粉末を、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。

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１１６０°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。

[0160] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（

（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は１６１と大きくなり、またバックグラウンド強度に対する結晶化したＳｉＯ$_2$であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は２．４１となり、これも増加した。この結果、実施例１に比べ殆どのＳｉＯ$_2$が結晶化した。

なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0161] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は９．２％であり、実施例１に比べて大きくなり、体積変化を発生し、この体積変化により、ターゲット中にマイクロクラックが発生した。

[0162] 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１１．１個と増加した。また、スパッタリングのバーンイン時間は２．３２ｋＷｈであり、バーンインの時間が長くなった。このように、クリストバライト（結晶化したＳｉＯ$_2$）のピーク強度が大きくなると、スパッタリングのバーンインの時間が長くなり、またスパッタ時のパーティクル発生数が増加する結果となった。

[0163] （実施例１４）

実施例１４では、原料粉末として、平均粒径３μｍのＣｏ粉、平均粒径５μｍのＣｒ粉、平均粒径１μｍのＴｉＯ$_2$粉、平均粒径１μｍの非晶質ＳｉＯ$_2$粉、平均粒径１μｍのＣｒ$_2$Ｏ$_3$粉を用意した。これらの粉末をターゲット組成が８２Ｃｏ－１０Ｃｒ－３ＴｉＯ$_2$－２ＳｉＯ$_2$－３Ｃｒ$_2$Ｏ$_3$（ｍｏｌ％）となるように、Ｃｏ粉末７８．３５ｗｔ％、Ｃｒ粉末８．４３ｗｔ％、ＴｉＯ$_2$粉３．８８ｗｔ％、ＳｉＯ$_2$粉末１．９５ｗｔ％、Ｃｒ$_2$Ｏ$_3$粉末７．３９ｗｔ％の重量比率で秤量した。

[0164] そして、これらの粉末を、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。

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１０９０°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。

[0165] クリストバライトのピーク強度は、実施例１と同様に、ターゲットの一部を切出し、Ｘ線回折（ＸＲＤ）法により、Ｘ線回折強度を測定した。すなわち２θ：２１．９８°に出現するピーク強度及びバックグラウンド強度（（（２０．５～２１．５°の強度の平均値）＋（２２．５～２３．５°の強度の平均値））÷２）を測定した。この結果２θ：２１．９８°に出現するピーク強度は４０となった。またバックグラウンド強度に対する結晶化したSiO_2であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）は１．２０となった。なお、測定装置、測定条件は実施例１と同様とした。

[0166] 又、熱膨張係数の変化率は、ターゲットから２０ｍｍ×３ｍｍ×３ｍｍを切出し、実施例１と同様に、リガク社製Ｔｈｅｒｍｏ　ｐｌｕｓ２　ＴＭＡ８３１０を用いて、昇温速度５℃／ｍｉｎにおいて、２５０℃から３５０℃までの熱膨張係数変化率を測定した。２５０℃から３５０℃まで昇温時の熱膨張係数の変化率は３．２％であった。

[0167] 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２．６個であった。また、スパッタリングのバーンイン時間は０．５２ｋＷｈであった。このように、クリストバライト（結晶化したSiO_2）のピーク強度が低い場合には、バーンインが短縮化され、パーティクル発生数は少ない結果となった。

[0168] 以上の結果をまとめたものが表１である。表１に示すように、本発明のスパッタリングターゲットの実施例は、いずれもクリストバライトのピーク強度比が１．４０以下と本発明の範囲内であり、比較例に比べて常にスパッタ

リング時に発生するパーティクルが少なく、スパッタリングのバーンイン時間が短縮する結果が得られた。

[0169]

[表1]

	組成	組成比 (mol%)	組成比 (wt%)	ホットプレス温度(℃)	21.98° 強度	クリストバライトのピーク強度比	熱膨張率係数の変化率(%)	バーンイン時間(kwh)	パーティクル(個)
実施例1	Co-Cr-Pt-SiO_2	78-12-5-5	70.76-9.6-15.01-4.62	1100	35	1.26	3.6	0.37	2.8
比較例1	Co-Cr-Pt-SiO_2	78-12-5-5	70.76-9.6-15.01-4.62	1160	56	1.42	7.5	1.42	6.7
比較例2	Co-Cr-SiO_2	83-12-5	84.11-10.73-5.17	1160	129	1.92	11.2	1.75	8.7
実施例2	Co-Cr-SiO_2	83-12-5	84.11-10.73-5.17	1060	31	1.13	5.5	0.53	2.5
実施例3	Co-Cr-Pt-B-SiO_2	68-15-12-2-5	53.05-10.64-31.93-0.29-4.10	900	30	1.04	3.8	0.21	0.4
実施例4	Co-Cr-Pt-TiO_2-SiO_2-Cr_2O_3	67-10-15-3-2-3	48.09-6.33-35.64-0.69-0.67-1.07	1090	32	1.18	3.3	0.2	2
比較例3	Co-Cr-TiO_2-SiO_2-Cr_2O_3	82-10-3-2-3	78.35-8.43-3.88-1.95-7.39	1160	317	4.71	8.5	2	13.5
比較例4	Co-Cr-Pt-TiO_2-SiO_2-Cr_2O_3	67-10-15-3-2-3	48.09-6.33-35.64-0.69-0.67-1.07	1160	62	1.57	7.6	1.42	7.2
実施例5	Co-Cr-Pt-Ru-TiO_2-SiO_2-Cr_2O_3	67-5-18-2-3-2-3	45.19-2.98-40.19-2.31-2.74-1.38-5.22	1090	35	1.28	7.8	0.51	2.2
比較例5	Fe-Pt-SiO_2	45-45-10	21.13-73.82-5.05	1160	224	3.4	8.1	2.1	10.1
実施例6	Fe-Pt-SiO_2	45-45-10	21.13-73.82-5.05	1090	30	1.12	3.7	0.6	2.7
実施例7	Co-Pt-TiO2-SiO_2	84-10-3-3	67.62-26.65-3.27-2.46	1060	30	1.11	3.5	0.41	2.4
比較例6	Co-Pt-TiO2-SiO_2	84-10-3-3	67.62-26.65-3.27-2.46	1160	55	1.43	8.3	1.24	7.1
実施例8	Co-Cr-Pt-Ta_2O_5-SiO_2	72-8-13-5-2	44.55-4.37-26.63-23.2-1.26	1060	32	1.18	3.6	0.21	2.2
比較例7	Co-Cr-Pt-Ta_2O_5-SiO_2	72-8-13-5-2	44.55-4.37-26.63-23.2-1.26	1160	109	2.81	7.7	1.83	9.1
実施例9	Co-Cr-Pt-B-SiO_2-CoO	71-5-12-3-4-5	56.30-3.50-31.50-0.44-3.23-5.04	1090	33	1.21	3.6	0.47	2.6
比較例8	Co-Cr-Pt-B-SiO_2-CoO	71-5-12-3-4-5	56.30-3.50-31.50-0.44-3.23-5.04	1160	64	1.67	7.4	1.37	9.8
実施例10	Fe-Pt-Au-SiO_2	40-40-10-10	17.72-61.89-15.62-4.77	1090	31	1.13	3.4	0.52	2.6
比較例9	Fe-Pt-Au-SiO_2	40-40-10-10	17.72-61.89-15.62-4.77	1160	70	1.86	8.1	1.78	9.2
実施例11	Fe-Pt-Cu-SiO_2	41-41-8-10	18.87-64.17-12.64-4.82	1090	33	1.2	3.5	0.45	2.3
比較例10	Fe-Pt-Cu-SiO_2	41-41-8-10	18.87-64.17-12.64-4.82	1160	47	1.73	7.9	1.34	6.9
実施例12	Fe-Pt-Ag-SiO_2	45-45-2-8	20.96-73.23-1.8-4.01	1090	32	1.18	3.6	0.39	2.1
比較例11	Fe-Pt-Ag-SiO_2	45-45-2-8	20.96-73.23-1.8-4.01	1160	134	2.02	7.8	1.91	10.1
実施例13	Co-Cr-SiO_2	45-40-15	47.08-36.92-16.00	1060	32	1.15	6.1	0.74	2.4
比較例12	Co-Cr-SiO_2	45-40-15	47.08-36.92-16.00	1160	161	2.41	9.2	2.32	11.1
実施例14	Co-Cr-TiO_2-SiO_2-Cr_2O_3	82-10-3-2-3	78.35-8.43-3.88-1.95-7.39	1090	40	1.20	3.2	0.52	2.6

産業上の利用可能性

[0170] 本発明の磁気記録膜用スパッタリングターゲットターゲットは、ターゲットのマイクロクラックの発生を抑制すると共に、スパッタリング中のパーティクル発生を抑制し、かつバーンイン時間の短縮化が可能であるという優れた効果を有する。このようにパーティクル発生が少ないので、磁気記録膜の不良率が減少し、コスト低減化になるという大きな効果を有する。また、前記バーンイン時間の短縮化は、生産効率の向上に大きく貢献するものである。

これにより、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] ＳｉＯ$_2$を含有する磁気記録膜用スパッタリングターゲットであって、Ｘ線回折におけるバックグラウンド強度に対する結晶化したＳｉＯ$_2$であるクリストバライトのピーク強度比（クリストバライトピーク強度／バックグラウンド強度）が１．４０以下であることを特徴とする磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

[請求項2] ＳｉＯ$_2$を含有する磁気記録膜用スパッタリングターゲットであって、２５０°Ｃから３５０°Ｃまで昇温時の熱膨張係数の変化率が７％以下であることを特徴とする請求項１に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

[請求項3] Ｃｒが５０ｍｏｌ％以下、ＳｉＯ$_2$が２０ｍｏｌ％以下、残余がＣｏであることを特徴とする請求項１又は２記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

[請求項4] Ｃｒが５０ｍｏｌ％以下、Ｐｔが５０ｍｏｌ％以下、ＳｉＯ$_2$が２０ｍｏｌ％以下、残余がＣｏであることを特徴とする請求項１又は２記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

[請求項5] Ｐｔが５ｍｏｌ％以上６０ｍｏｌ％以下、ＳｉＯ$_2$が２０ｍｏｌ％以下、残余がＦｅであることを特徴とする請求項１又は２記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

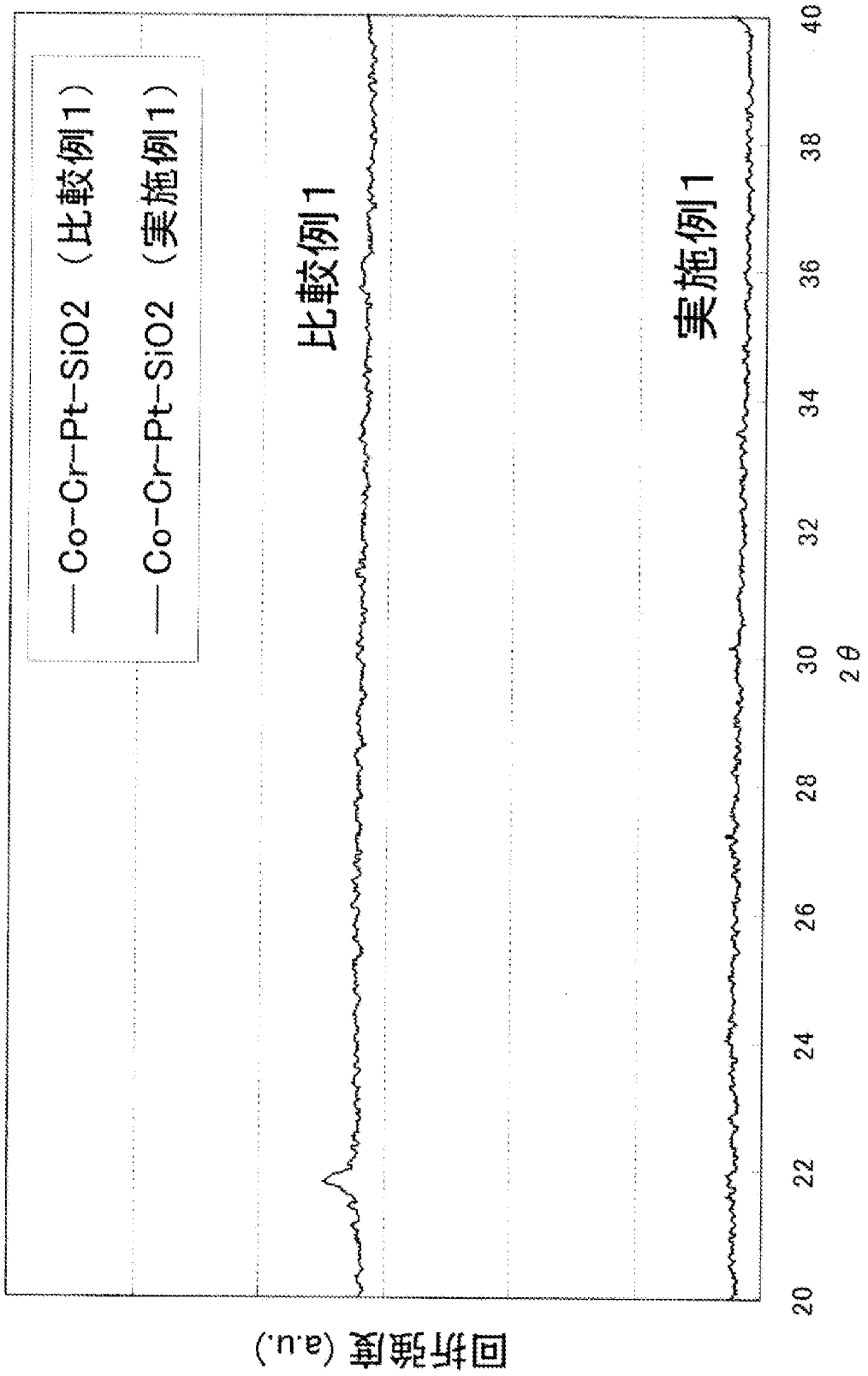
[請求項6] 添加元素として、Ｂ、Ｔｉ、Ｖ、Ｍｎ、Ｚｒ、Ｎｂ、Ｒｕ、Ｍｏ、Ｔａ、Ｗ、Ａｕ、Ｃｕ、Ａｇから選択した１元素以上を、０．０１ｍｏｌ％以上１０ｍｏｌ％以下含有することを特徴とする請求項１～５のいずれか一項に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

[請求項7] 添加材料として、炭素、ＳｉＯ$_2$を除く酸化物、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１～６のいずれか一項に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

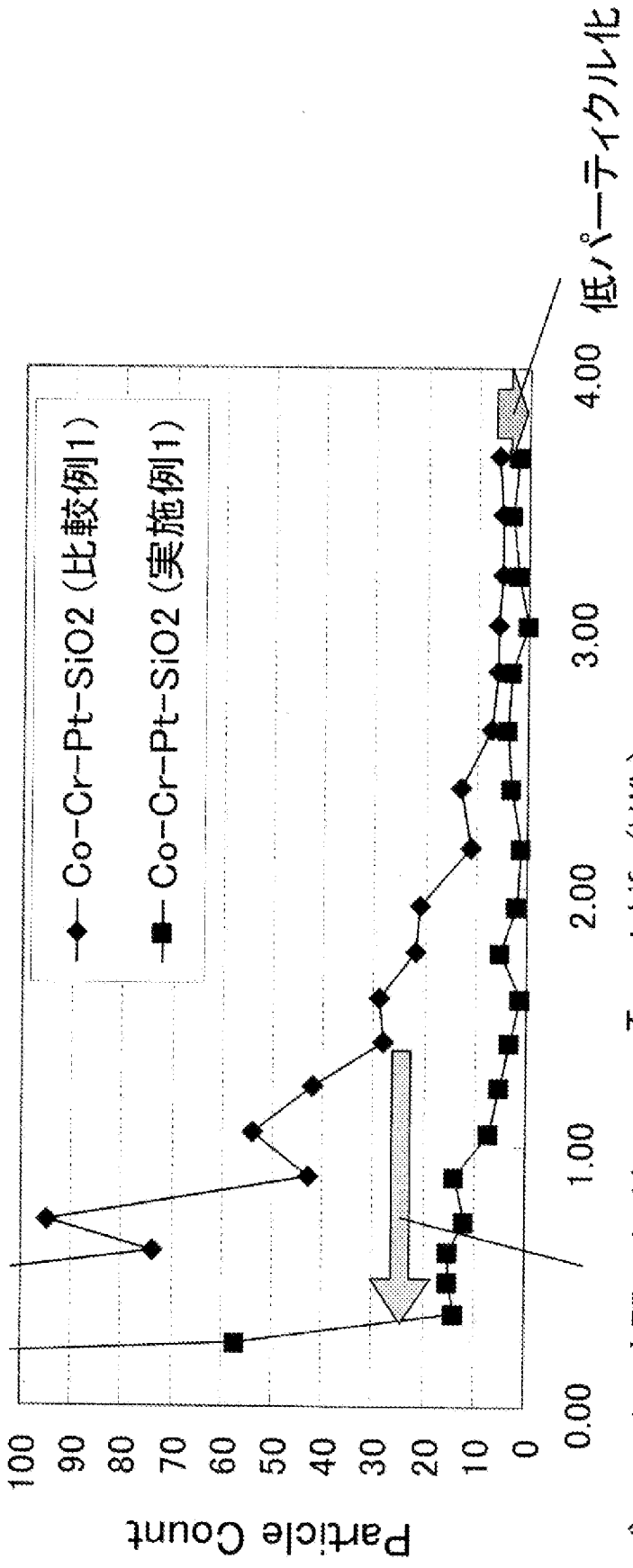
[請求項8] ＳｉＯ$_2$の粉末原料として非晶質ＳｉＯ$_2$を使用し、このＳｉＯ$_2$の

粉末原料と磁性金属粉末原料とを混合し、焼結温度を１１２０°Ｃ以下で焼結することを特徴とする請求項１～７のいずれか一項に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲットの製造方法。

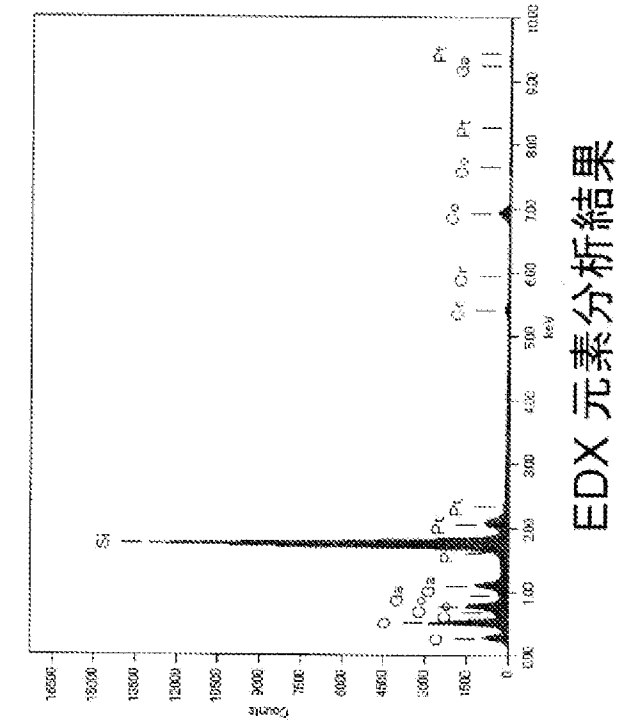
[図1]


Co-Cr-Pt-SiO2 （比較例1）
Co-Cr-Pt-SiO2 （実施例1）
比較例1
実施例1
回折強度 (a.u.)
20
22
24
26
28
30
32
34
36
38
40
2θ

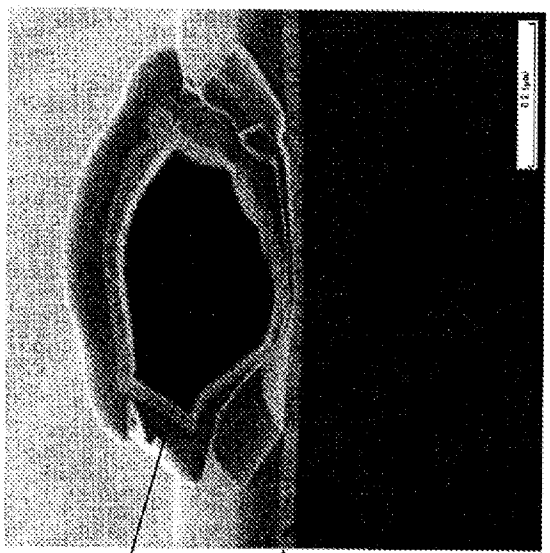
[図2]


Co-Cr-Pt-SiO2 (比較例1)
Co-Cr-Pt-SiO2 (実施例1)
Particle Count
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
0.00
1.00
2.00
3.00
4.00
Target Life (kWh)
パーシャン時間の短縮
低パーティクル化

[図3]

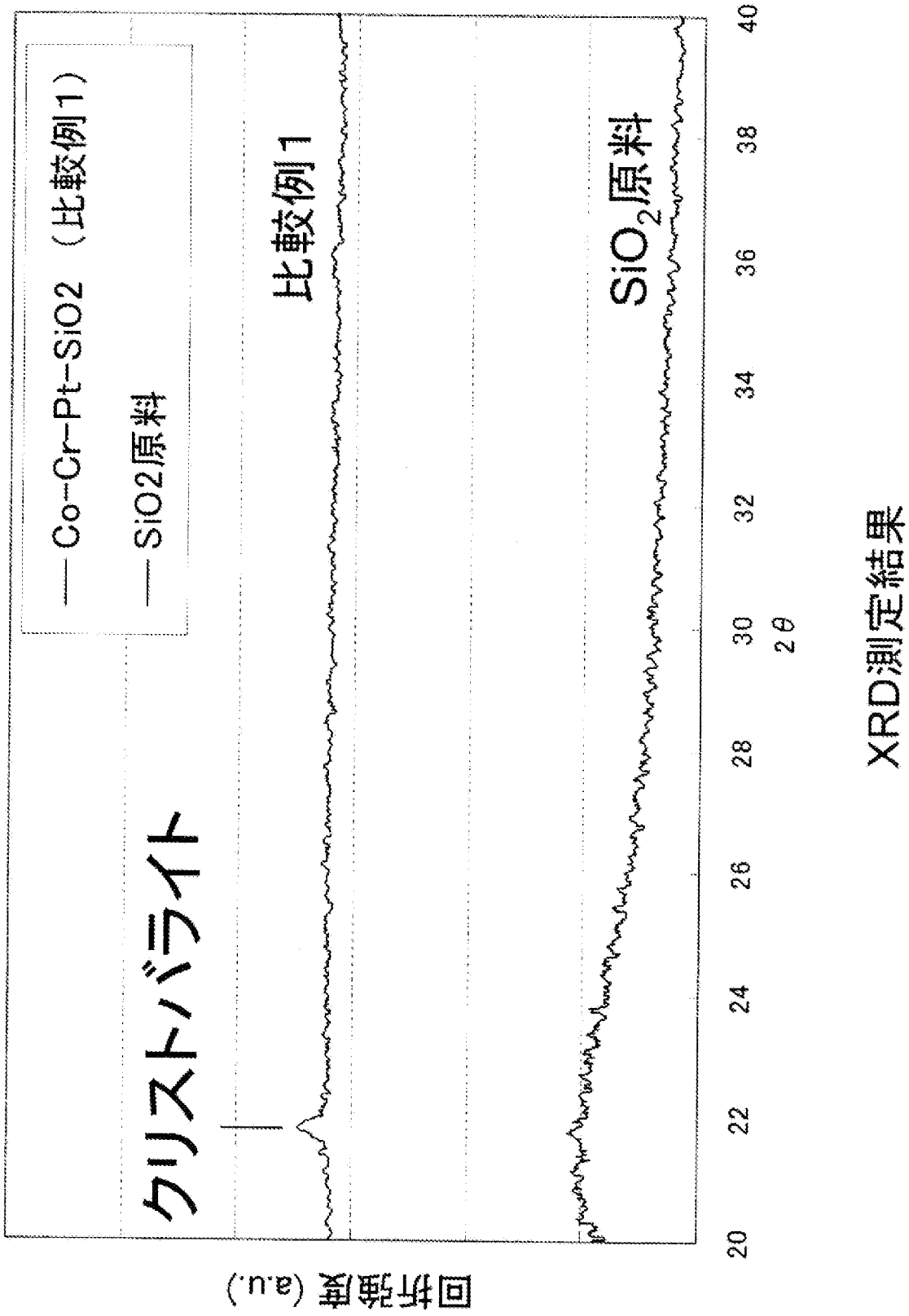


EDX 元素分析結果



成膜したウェハの断面図

[図4]


Co-Cr-Pt-SiO2 （比較例1）
SiO2原料
クリストバライト
比較例1
SiO2原料
回折強度 (a.u.)
20
22
24
26
28
30
32
34
36
38
40
2θ

XRD測定結果

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2011/052125

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C23C14/34(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

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 1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2011 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2011

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.
X	JP 2006-313584 A (Hitachi Global Storage Technologies Netherlands B.V.), 16 November 2006 (16.11.2006), paragraphs [0020], [0023]; fig. 8 & US 2006/0249371 A1 & EP 1720156 A1	1,2,8
A	JP 2007-031808 A (Mitsubishi Materials Corp.), 08 February 2007 (08.02.2007), entire text (Family: none)	1-8
A	JP 2001-236643 A (Fuji Electric Co., Ltd.), 31 August 2001 (31.08.2001), entire text & US 2001/0044018 A1	1-8

☒ 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	Date of mailing of the international search report
02 March, 2011 (02.03.11)	15 March, 2011 (15.03.11)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2011/052125

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 7-098835 A (Victor Company of Japan, Ltd.), 11 April 1995 (11.04.1995), entire text (Family: none)	1-8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2011/052125

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

The search, which has been carried out on assumption that claims 1 - 3, 6 - 8 are deemed to be "firstly described invention (main invention)", revealed that the technical feature of the invention in claim 1 is not novel, since the technical feature is disclosed in JP 2006-313584 A (Hitachi Global Storage Technologies Netherlands B.V.), 16 November 2006 (16.11.2006), paragraphs [0020], [0023], [fig. 8]).

(continued to extra sheet)

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☒ As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.

☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.

☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

Continuation of Box No.III of continuation of first sheet(2)

Consequently, the above-said technical feature cannot be considered to be a "special technical feature" within the meaning of PCT Rule 13.2, second sentence.

Therefore, it is not considered that there is a technical relationship involving one or more of the same or corresponding special technical features between the above-said main invention and the inventions in other claims.

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１１／０５２１２５

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C23C14/34(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（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C23C14/34

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	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１１年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１１年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１１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
X	JP 2006-313584 A (ヒタチグローバルストレージテクノロジーズネザーランドビーブイ) 2006.11.16, 【0020】、【0023】、【図8】 & US 2006/0249371 A1 & EP 1720156 A1	1,2,8
A	JP 2007-031808 A (三菱マテリアル株式会社) 2007.02.08, 全文 (ファミリーなし)	1-8
A	JP 2001-236643 A (富士電機株式会社) 2001.08.31, 全文 & US 2001/0044018 A1	1-8

☑　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 ０２．０３．２０１１	国際調査報告の発送日 １５．０３．２０１１
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 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）　４Ｇ　３５５１ 鮎沢　輝万 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
Ａ	JP 7-098835 A (日本ビクター株式会社) 1995.04.11, 全文 (ファミリーなし)	1-8

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１１／０５２１２５

第Ⅱ欄　請求の範囲の一部の調査ができないときの意見（第１ページの２の続き）

法第8条第3項（ＰＣＴ17条(2)(a)）の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

１．☐ 請求項 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。
つまり、

２．☐ 請求項 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、

３．☐ 請求項 _____ は、従属請求の範囲であってＰＣＴ規則6.4(a)の第２文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第Ⅲ欄　発明の単一性が欠如しているときの意見（第１ページの３の続き）

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。

請求項1－3、6－8を「最初に記載されている発明（主発明）」として調査した結果、請求項1に係る発明の技術的特徴は、JP 2006-313584 A（ヒタチグローバルストレージテクノロジーズネザーランドビーブイ）2006.11.16,【0020】、【0023】、【図8】に開示されているから新規でないことが明らかとなったため、上記技術的特徴は、PCT規則13．2の第2文の意味において「特別な技術的特徴」と認められない。

したがって、これら主発明と、他の請求項に係る発明の間に一又は二以上の同一又は対応する特別な技術的特徴を含む技術的な関係が存在すると認められない。

１．☐ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求項について作成した。

２．☑ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求項について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。

３．☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求項のみについて作成した。

４．☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求項について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

☐ 追加調査手数料及び、該当する場合には、異議申立手数料の納付と共に、出願人から異議申立てがあった。

☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあったが、異議申立手数料が納付命令書に示した期間内に支払われなかった。

☐ 追加調査手数料の納付はあったが、異議申立てはなかった。