

(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 8 月 9 日(09.08.2012)



(10) 国際公開番号
WO 2012/105201 A1

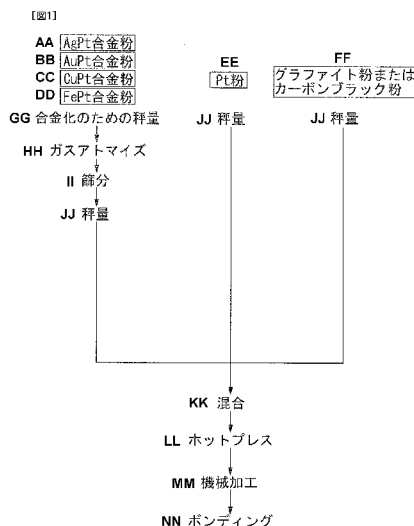
- (51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) C22C 30/02 (2006.01)
B22F 3/14 (2006.01) C22C 33/02 (2006.01)
C22C 1/05 (2006.01) C22C 38/00 (2006.01)
C22C 5/04 (2006.01) G11B 5/851 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/000520
- (22) 国際出願日: 2012 年 1 月 27 日(27.01.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2011-019178 2011 年 1 月 31 日(31.01.2011) JP
特願 2012-012629 2012 年 1 月 25 日(25.01.2012) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 三菱マテリアル株式会社(MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008117 東京都千代田区大手町 1 丁目 3 番 2 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): 石山 宏一 (ISHIYAMA, Kouichi) [JP/JP]; 〒3110102 茨城県那珂市向山 1 0 0 2 番地 1 4 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内 Ibaraki (JP). 野中 荘平 (NONAKA, Sohei) [JP/JP]; 〒6691339 兵庫県三田市テクノパーク 1 2-6 三菱マテリアル株式会社 三田工場内 Hyogo (JP). 除補 正則(YOSUKE, Masanori) [JP/JP]; 〒6691339 兵庫県三田市テクノパーク 1 2-6 三菱マテリアル株式会社 三田工場内 Hyogo (JP). 松崎 秀治(MATSUZAKI, Hideharu) [JP/JP]; 〒6691339 兵庫県三田市テクノパーク 1 2-6 三菱マテリアル株式会社 三田工場内 Hyogo (JP).
- (74) 代理人: 高岡 亮一(TAKAOKA, Ryoichi); 〒1710021 東京都豊島区西池袋 5-4-7 池袋トーセイビル 5 階 高岡 I P 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,

[続葉有]

(54) Title: SPUTTERING TARGET FOR FORMING MAGNETIC RECORDING MEDIUM FILM, AND METHOD FOR PRODUCING SAME

(54) 発明の名称: 磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットおよびその製造方法



(57) Abstract: Provided are: a sputtering target that is for forming a magnetic recording medium film, is able to form a film having a low ordering temperature, and can suppress generation of particles; and a method for producing the sputtering target. The sputtering target for forming a magnetic recording medium film comprises a sintered body having a composition represented by the general formula $\{(Fe_xPt_{100-x})_{(100-y)}Ag_y\}_{(100-z)}C_z$, wherein by atomic ratio, $30 \leq x \leq 80$, $1 \leq y \leq 30$, and $3 \leq z \leq 63$. Also, the method for producing the sputtering target has a step for hot pressing a mixed powder of an AgPt alloy powder, an FePt alloy powder, Pt powder, and graphite powder or carbon black powder in a vacuum or an inert gas atmosphere.

(57) 要約: 規則化温度の低い膜を成膜することができると共にパーティクルの発生が抑制可能な磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットおよびその製造方法を提供する。磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットが、一般式: $\{(Fe_xPt_{100-x})_{(100-y)}Ag_y\}_{(100-z)}C_z$ 、ここで原子比により $30 \leq x \leq 80$ 、 $1 \leq y \leq 30$ 、 $3 \leq z \leq 63$ で表される組成を有した焼結体からなる。また、このスパッタリングターゲットの製造方法は、AgPt合金粉と、FePt合金粉と、Pt粉と、グラファイト粉またはカーボンブラック粉と、の混合粉末を、真空または不活性ガス雰囲気中でホットプレスする工程を有している。

AA AgPt ALLOY POWDER
BB AuPt ALLOY POWDER
CC CuPt ALLOY POWDER
DD FePt ALLOY POWDER
EE Pt POWDER
FF GRAPHITE POWDER OR CARBON BLACK POWDER
GG WEIGHING FOR ALLOYING
HH GAS ATOMIZING
II SCREENING
JJ WEIGHING
KK MIXING
LL HOT PRESSING
MM MACHINING
NN BONDING

WO 2012/105201 A1



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, 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.

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:

(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,

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：

磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットおよびその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、ハードディスクの高密度磁気記録媒体に適用される磁気記録膜、特に垂直磁気記録または熱アシスト磁気記録の媒体に適用される磁気記録膜を形成するためのスパッタリングターゲットおよびその製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] ハードディスク装置は、一般にコンピュータやデジタル家電等の外部記録装置として用いられており、記録密度の一層の向上が求められている。そのため、近年、高密度の記録を実現できる垂直磁気記録方式が採用されている。この垂直磁気記録方式は、以前の面内記録方式と異なり、原理的に高密度化するほど記録磁化が安定すると言われている。

[0003] さらに、次世代の超高密度磁気記録方式として垂直磁気記録技術と光記録技術等とを組み合わせた熱アシスト磁気記録方式が提案されている。この熱アシスト磁気記録方式は、高保磁力を有する強磁性材料の記録膜にレーザ光やマイクロ波により熱を加えて保磁力を低下させた状態で磁場によって書き込みを行う記録方式である。この熱アシスト磁気記録方式のハードディスク媒体の記録層に適用する材料の候補として、C（炭素）を含むF e P t系磁気記録膜が提案されている（非特許文献1参照）。従来、このCを含むF e P t系磁気記録膜（以下、F e P t－C膜と称す）を成膜するためには、F e P tのスパッタリングターゲットとCのスパッタリングターゲットとをそれぞれ用意し、これらを用いてF e P tとCとを同時スパッタ（コスパッタ）することによってF e P t－C膜を作製している。

[0004] また、スパッタ法により成膜したF e P t膜は準安定相の不規則相であり、高い結晶磁気異方性を有するL 1 0構造の規則相に相転移させる温度（規則

化温度)まで熱処理する必要があるが、この規則化温度が高いため、量産に適さず、規則化温度が低いスパッタ膜が要望されている。そこで、従来、A g またはC u を添加してF e P t A g 膜またはF e P t C u 膜とすることで、規則化温度を低下させることが検討されている(非特許文献2参照)。

先行技術文献

非特許文献

[0005] 非特許文献1: Yingfan Xu, M.L. Yan, and D.J. Sellmyer, 「Nanostructure and Magnetic Properties of FePt:C Cluster Films」、IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL. 40, NO. 4, JULY 2004, p. 2525-2527

非特許文献2: 前田知幸, 外4名, 「C u 添加によるF e P t 規則合金の規則化温度低減」、日本応用磁気学会誌, VOL. 26, No. 4, 2002, p. 426-429

非特許文献3: 喜々津 哲, 外6名, 「F e P t 薄膜の残留酸素が規則化温度に及ぼす影響」、電子情報通信学会技術研究報告 MR2003-31(2003-11) p. 25

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 上記従来の技術には、以下の課題が残されている。

すなわち、従来、F e P t -C 膜を得るために、F e P t のスパッタリングターゲットとCのスパッタリングターゲットとによるコスパッタを行っているため、二種類のスパッタリングターゲットを用意する必要があると共に、CのスパッタリングターゲットからC粉のパーティクルが発生して異常放電の原因になってしまう不都合があった。また、従来、F e P t A g 膜についても、F e P t 合金ターゲットとA g ターゲットとのコスパッタで成膜しており、上記F e P t -C 膜と同様に二種類のスパッタリングターゲットを用意する必要がある。

[0007] 本発明は、前述の課題に鑑みてなされたもので、規則化温度を低下させたF e P t A g -C 膜を成膜することができると共にパーティクルの発生が抑制可能な磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットおよびその製造方

法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0008] 本発明は、前記課題を解決するために以下の構成を採用した。すなわち、第1の発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットは、一般式： $\{ (Fe_x Pt_{100-x})_{(100-y)} Ag_y \}_{(100-z)} C_z$ 、ここで原子比により $30 \leq x \leq 80$ 、 $1 \leq y \leq 30$ 、 $3 \leq z \leq 63$ で表される組成を有した焼結体からなることを特徴とする。
- [0009] この磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットでは、一般式： $\{ (Fe_x Pt_{100-x})_{(100-y)} Ag_y \}_{(100-z)} C_z$ 、ここで原子比により $30 \leq x \leq 80$ 、 $1 \leq y \leq 30$ 、 $3 \leq z \leq 63$ で表される組成を有した焼結体からなるので、1つのターゲットでAgにより規則化温度を低下させたFePtAg-C膜を成膜できると共に、CがFe、Pt、Agの金属マトリックス中に介在してC単体のパーティクルが発生し難くなることで、スパッタリング時の異常放電の発生を抑制することができる。
- [0010] Feを上記組成範囲に設定した理由は、30at%未満、または80at%を超えると、Fe-Pt二元系平衡状態図で示されるFePt規則相(L₁構造)の領域から大きく外れるため、成膜後の磁気記録層にFePt規則相が十分に形成されないためである。
- また、Agを上記組成範囲に設定した理由は、1at%未満では、Ag添加による有意な磁気記録膜の規則化温度低減効果が得られず、30at%を超えると、ターゲットの十分高い密度が得られずパーティクルが発生しやすくなるためである。
- さらに、Cを上記組成範囲に設定した理由は、3at%未満では、磁気記録膜の微細組織化が不十分となるため高記録密度を実現できず、63at%を超えると、ターゲットの十分高い密度が得られずパーティクルが発生しやすくなるためである。
- [0011] また、第2の発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットは、前記Agの一部を、AuおよびCuの少なくとも一方に置き換え、前記

置き換えた金属をMとしたとき、一般式： $\{(\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x})_{(100-y)}(\text{Ag}_{100-a}\text{M}_a)_y\}_{(100-z)}\text{C}_z$ 、ここで原子比により $30 \leq x \leq 80$ 、 $1 \leq y \leq 30$ 、 $3 \leq z \leq 63$ 、 $0 < a \leq 50$ で表される組成を有した焼結体からなることを特徴とする。

この磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットは、前記Agの一部を、AuおよびCuの少なくとも一方に置き換え、前記置き換えた金属をMとしたとき、一般式： $\{(\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x})_{(100-y)}(\text{Ag}_{100-a}\text{M}_a)_y\}_{(100-z)}\text{C}_z$ 、ここで原子比により $30 \leq x \leq 80$ 、 $1 \leq y \leq 30$ 、 $3 \leq z \leq 63$ 、 $0 < a \leq 50$ で表される組成を有した焼結体からなるので、1つのターゲットでAgと、AuおよびCuの少なくとも一方とにより規則化温度を低下させたFePtAgM-C膜を成膜できると共に、CがFe、Pt、Ag、Mの金属マトリックス中に介在してC単体のパーティクルが発生し難くなることで、スパッタリング時の異常放電の発生を抑制することができる。

[0012] この磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットでは、Agの50at%以下をAuおよびCuの少なくとも一方(M)で置換しているが、Mを上記組成範囲に設定した理由は、AuおよびCuはAgと同等の規則化温度低減効果が得られるが、Ag単独の場合よりもホットプレス温度を高くする必要があり、50at%を超えるとターゲットの十分高い密度が得られずパーティクルが発生しやすくなるためである。

[0013] 第3の発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットは、第1又は第2の発明において、酸素の含有量が、500ppm以下であることを特徴とする。

すなわち、この磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットでは、スパッタ成膜した磁気記録媒体膜の規則化温度がより下がりやすく、低い熱処理温度でも高い保磁力を得ることができる。

なお、酸素の含有量を500ppm以下とした理由は、500ppmを超えると、Ag、Au、Cuによる磁気記録媒体膜の規則化温度を低減する効果が低下するためである。

[0014] なお、F e P t 薄膜の残留酸素が規則化温度に及ぼす影響については、上記非特許文献3にも記載されている。この文献では、ターゲット中の酸素量が3 0 0 0 p p mの場合、スパッタした磁気記録媒体膜中の酸素量が7 0 0 ~ 1 0 0 0 p p mであり、その保磁力H c (3 0 0 ° C 熱処理時) が5 k O e 程度であるのに対し、ターゲット中の酸素量が5 0 p p mの場合、スパッタした磁気記録媒体膜中の酸素量が1 0 0 ~ 2 0 0 p p mであり、その保磁力H c (3 0 0 ° C 熱処理時) が8 k O e 程度に向上することが示されている。

[0015] 第4の発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法は、第1の発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットを製造する方法であって、A g P t 合金粉と、F e P t 合金粉と、P t 粉と、グラファイト粉またはカーボンブラック粉と、の混合粉末を、真空または不活性ガス雰囲気中でホットプレスする工程を有していることを特徴とする。

また、第5の発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法は、第2の発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットを製造する方法であって、A g P t 合金粉と、A u P t 合金粉およびC u P t 合金粉の少なくとも一方と、F e P t 合金粉と、P t 粉と、グラファイト粉またはカーボンブラック粉と、の混合粉末を、真空または不活性ガス雰囲気中でホットプレスする工程を有していることを特徴とする。

[0016] A g を添加するために純A g 粉を原料として使用した場合、融点が高いA g が先に溶け出してしまうため、ホットプレスにおける焼結温度を低くせざるを得ず、ターゲットの密度が低くなってしまう。これに対して、上記本発明の磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法では、A g P t 合金粉と、F e P t 合金粉と、P t 粉と、グラファイト粉またはカーボンブラック粉と、の混合粉末を、真空または不活性ガス雰囲気中でホットプレスするので、純A g よりも融点が高いA g P t 合金粉を混合することで、ホットプレスにおける焼結温度が高くでき、高密度のターゲットを得ることができる。

また、A uまたはC uを添加するために純A u粉または純C u粉を原料として使用した場合、融点が高いA uまたはC uが先に溶け出してしまうため、ホットプレスにおける焼結温度を低くせざるを得ず、ターゲットの密度が低くなってしまふ。これに対して、上記本発明の磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法では、A g P t合金粉と、A u P t合金粉およびC u P t合金粉の少なくとも一方と、F e P t合金粉と、P t粉と、グラファイト粉またはカーボンブラック粉と、の混合粉末を、真空または不活性ガス雰囲気中でホットプレスするので、純A u粉または純C u粉よりも融点が高いA u P t合金粉およびC u P t合金粉の少なくとも一方を混合することで、ホットプレスにおける焼結温度が高くでき、高密度のターゲットを得ることができる。

[0017] 第6の発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法は、第4又は第5の発明において、前記カーボンブラック粉が、アセチレンガスの発熱分解により生成されたものであることを特徴とする。

すなわち、この磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法では、カーボンブラック粉が、アセチレンガスの発熱分解により生成された、いわゆるアセチレンブラックであるので、微細なアセチレンブラックのC粉によって、微細なCがF e，P t，A g，Mの一種または二種以上からなる金属マトリックス中に高い分散状態で分布すると共に高密度な組織が得られる。

[0018] 第7の発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法は、第4から第6のいずれかの発明において、前記混合粉末中の前記グラファイト粉または前記カーボンブラック粉を予め真空中で加熱処理しておくことを特徴とする。

すなわち、この磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法では、混合粉末中のグラファイト粉またはカーボンブラック粉を予め真空中で加熱処理しておくことで、比較的多くグラファイト粉またはカーボンブラック粉に含有する酸素等のガス成分を予め除去し、焼結体に不可避不純物

として含有される酸素等を容易に低減させることができる。

発明の効果

[0019] 本発明によれば、以下の効果を奏する。

すなわち、本発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットによれば、一般式： $\{(\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x})_{(100-y)}\text{Ag}_y\}_{(100-z)}\text{C}_z$ 、ここで原子比により $30 \leq x \leq 80$ 、 $1 \leq y \leq 30$ 、 $3 \leq z \leq 63$ で表される組成を有した焼結体からなるので、1つのターゲットでAgにより規則化温度を低下させたFePtAg-C膜を成膜できると共に、CがFe, Pt, Agの金属マトリックス中に介在してC単体のパーティクルが発生し難くなることで、スパッタリング時の異常放電の発生を抑制することができる。

したがって、本発明の磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットを用いてスパッタリングにより磁気記録媒体膜を成膜することで、高い生産性をもってHDD用高密度磁気記録媒体に適用される低規則化温度の磁気記録膜、特に垂直磁気記録用または熱アシスト磁気記録用に適用される良好な磁気記録膜を得ることができる。

図面の簡単な説明

[0020] [図1]本発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットおよびその製造方法の一実施形態において、製造フローを示す。

発明を実施するための形態

[0021] 以下、本発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットおよびその製造方法の一実施形態を、図1を参照して説明する。

[0022] 本実施形態の磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットは、一般式： $\{(\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x})_{(100-y)}\text{Ag}_y\}_{(100-z)}\text{C}_z$ 、ここで原子比により $30 \leq x \leq 80$ 、 $1 \leq y \leq 30$ 、 $3 \leq z \leq 63$ で表される組成を有した焼結体からなる。

また、前記Agの一部を、AuおよびCuの少なくとも一方に置き換え、置き換えた金属をMとしたとき、一般式： $\{(\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x})_{(100-y)}(\text{Ag}_{100-a}\text{M}_a)_y\}_{(100-z)}\text{C}_z$ 、ここで原子比により $30 \leq x \leq 80$ 、 $1 \leq$

$y \leq 30$ 、 $3 \leq z \leq 63$ 、 $0 < a \leq 50$ で表される組成を有した焼結体からなるものとしても構わない。

そして、この焼結体は、Fe, Pt, Ag, M (AuおよびCuの少なくとも一方)の一種または二種以上からなる合金相の金属マトリックス中にCが介在した組織を有している。

[0023] また、この磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットは、酸素(O)の含有量が、500 ppm以下であることが好ましい。

さらに、窒素(N)の含有量は、150 ppm以下であることが好ましい。なお、窒素の含有量を150 ppm以下とすることが好ましいとした理由は、150 ppmを超えると、磁気記録媒体膜中に軟磁性のFe₄N相が生成されて保磁力(H_c)を低下させる可能性があるためである。

[0024] この磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法は、図1に示すように、AgPt合金粉と、AuPt合金粉と、CuPt合金粉と、FePt合金粉と、Pt粉と、グラファイト粉またはカーボンブラック粉と、の混合粉末を、真空または不活性ガス雰囲気中でホットプレスする工程を有している。

特に、カーボンブラック粉としては、アセチレンガスの発熱分解により生成された、いわゆるアセチレンブラックを使用することが好ましい。

[0025] 上記AgPt合金粉は、Ag: 5~95原子%を含有するAgPt合金粉であることが好ましい。また、上記AuPt合金粉は、Au: 10~90原子%を含有するAuPt合金粉であることが好ましい。また、上記CuPt合金粉は、Cu: 10~90原子%を含有するCuPt合金粉であることが好ましい。また、上記FePt合金粉は、Fe: 80~95原子%を含有するFePt合金粉であることが好ましい。さらに、上記Pt粉は、平均粒径が1~5 μmのものをいい、さらにグラファイト粉またはカーボンブラック粉は、平均粒径が0.02~20 μmのものをいいるとよい。

[0026] また、グラファイト粉またはカーボンブラック粉は、予め真空中で熱処理したものをいいることが好ましい。

さらに、FePt合金粉については、粒径 $5\mu\text{m}$ 以下の微粉をカットすることが好ましい。これは、表面積が大きい粒径 $5\mu\text{m}$ 以下の微粉を除去しておくことで、含有される酸素や窒素等のガス成分をさらに低減することができるからである。

[0027] なお、AgPt合金粉およびAuPt合金粉、CuPt合金粉、FePt合金粉は、平均粒径が $10\sim 30\mu\text{m}$ のものをを用いることが好ましい。これらの平均粒径を上記範囲とした理由は、 $10\mu\text{m}$ 未満であると、収率よく回収することが困難となるためであり、 $30\mu\text{m}$ を超えると、ターゲットの十分高い密度が得られずパーティクルが発生しやすくなるためである。

[0028] この製法の一例について詳述すれば、例えば、まず上記所定組成割合となるAgPt合金粉およびAuPt合金粉、CuPt合金粉、FePt合金粉をそれぞれガスアトマイズ法により作製し、平均粒径が $10\sim 30\mu\text{m}$ となるように篩分して粉末を回収する。

Pt粉については市販のものをを用いればよく、例えばPt粉については純度が $3\text{N}\sim 4\text{N}$ で平均粒径 $1\sim 5\mu\text{m}$ の粉末を用意すればよい。

[0029] カーボンブラック粉は、アセチレンガスを原料として燃焼と熱分解とを周期的に繰り返すことによりアセチレンガスの発熱分解により生成された、いわゆるアセチレンブラックを使用する。このカーボンブラック粉としては、例えば平均粒径 35nm 、比表面積（BET値） $70\text{m}^2/\text{g}$ の粉末を用いる。

なお、このカーボンブラック粉は、予め $1\times 10^{-3}\sim 1\times 10^{-5}\text{Torr}$ （ $133\times 10^{-3}\sim 133\times 10^{-5}\text{Pa}$ ）の真空中で、熱処理温度 $1100\sim 1300^\circ\text{C}$ で $1\sim 4$ 時間、熱処理し、脱ガスさせておく。

[0030] 次に、このAgPt合金粉とAuPt合金粉とCuPt合金粉とFePt合金粉とPt粉とグラファイト粉またはカーボンブラック粉とを上記所定のターゲット組成となるように秤量し、これらをボールミル混合用の容器に混合用の粉碎媒体となる $5\text{mm}\phi$ のジルコニアボール等と共に投入し、容器内をArガスで置換した後蓋を閉める。さらに、この容器を、 $2\sim 16$ 時間回

転させ、原料を混合して混合粉末とする。

[0031] 次に、得られた混合粉末を真空中にてホットプレスにより成型焼結し、得られた焼結体を機械加工により所定のターゲット寸法に加工する。なお、十分高い密度の焼結体を得るためには、 200 kg f/cm^2 以上の加圧力でホットプレスする必要があるが、モールドの機械強度とプレス装置の最大荷重による制限を受ける。このためホットプレスは、 $950\sim1300^\circ\text{C}$ の範囲で保持時間：3～12時間、加圧力： 350 kg f/cm^2 にて行うことが好ましい。

こうして得られた焼結体を、バックングプレートに接合してターゲットとする。

[0032] このように本実施形態の磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットでは、一般式： $\{(\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x})_{(100-y)}\text{Ag}_y\}_{(100-z)}\text{C}_z$ 、ここで原子比により $30\leq x\leq 80$ 、 $1\leq y\leq 30$ 、 $3\leq z\leq 63$ で表される組成を有した焼結体からなるので、1つのターゲットでAgにより規則化温度を低下させたFePtAg-C膜を成膜できると共に、CがFe、Pt、Agの金属マトリックス中に介在してC単体のパーティクルが発生し難くなることで、スパッタリング時の異常放電の発生を抑制することができる。

[0033] また、前記Agの一部を、AuおよびCuの少なくとも一方に置き換え、置き換えた金属をMとしたとき、一般式： $\{(\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x})_{(100-y)}(\text{Ag}_{100-a}\text{M}_a)_y\}_{(100-z)}\text{C}_z$ 、ここで原子比により $30\leq x\leq 80$ 、 $1\leq y\leq 30$ 、 $3\leq z\leq 63$ 、 $0<a\leq 50$ で表される組成を有した焼結体からなるものとすれば、1つのターゲットでAg、Mにより規則化温度を低下させたFePtAg(M)-C膜を成膜できると共に、CがFe、Pt、Ag、Mの一種または二種以上からなる金属マトリックス中に介在してC単体のパーティクルが発生し難くなることで、スパッタリング時の異常放電の発生を抑制することができる。

[0034] さらに、この磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットでは、酸素の含有量が、 500 ppm 以下であるので、スパッタ成膜した磁気記録媒体

膜の規則化温度がより下がりやすく、低い熱処理温度でも高い保磁力を得ることができる。また、窒素の含有量を、150ppm以下とすることで、磁気記録媒体膜に軟磁性のFe₄N相が生成することなく高い保磁力を得ることができる。

[0035] また、この磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法では、AgPt合金粉と、AuPt合金粉と、CuPt合金粉と、FePt合金粉と、Pt粉と、グラファイト粉またはカーボンブラック粉と、の混合粉末を、真空または不活性ガス雰囲気中でホットプレスするので、純Agよりも融点が高いAgPt合金粉を混合することで、ホットプレスにおける焼結温度が高くでき、高密度のターゲットを得ることができる。

[0036] 特に、カーボンブラック粉を、アセチレンガスの発熱分解により生成された、いわゆるアセチレンブラックとすることで、微細なアセチレンブラックのC粉によって、微細なCがFe, Pt, Ag, Mの金属マトリックス中に高い分散状態で分布すると共に高密度な組織が得られる。

[0037] また、混合粉末中のグラファイト粉またはカーボンブラック粉を予め真空中で加熱処理しておくことで、比較的多くグラファイト粉またはカーボンブラック粉に含有する酸素等のガス成分を予め除去し、焼結体に不可避不純物として含有される酸素等を容易に低減させることができる。

実施例

[0038] 次に、本発明に係る磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットを、上記実施形態に基づき作製した実施例により実際に評価した結果を、図1を参照して説明する。

[0039] まず、図1に本発明のスパッタリングターゲットの製造フローの一例を示す。

AgPt合金アトマイズ粉は、純度4NのAgペレットと純度3Nのスポンジ状Ptとを原料として、Agの濃度が55原子%となるようにガスアトマイズ装置内で溶解し、Arガスにてガスアトマイズし、AgPt合金アトマイズ粉を作成し回収した。回収した粉末を篩分し、平均粒径12μmのA

g P t 合金アトマイズ粉を得た。

[0040] A u P t 合金アトマイズ粉は、純度 4 N の A u ペレットと純度 3 N のスポンジ状 P t とを原料として、A u の濃度が 80 原子%となるようにガスアトマイズ装置内で溶解し、A r ガスにてガスアトマイズし、A u P t 合金アトマイズ粉を作成し回収した。回収した粉末を篩分し、平均粒径 $12\ \mu\text{m}$ の A u P t 合金アトマイズ粉を得た。

C u P t 合金アトマイズ粉は、純度 4 N の C u ブロックと純度 3 N のスポンジ状 P t とを原料として、C u の濃度が 75 原子%となるようにガスアトマイズ装置内で溶解し、A r ガスにてガスアトマイズし、C u P t 合金アトマイズ粉を作成し回収した。回収した粉末を篩分し、平均粒径 $12\ \mu\text{m}$ の C u P t 合金アトマイズ粉を得た。

[0041] F e P t 合金アトマイズ粉は、純度 3 N の電解鉄と純度 3 N のスポンジ状 P t とを原料として、F e の濃度が 93 原子%となるようにガスアトマイズ装置内で溶解し、A r ガスにてガスアトマイズし、F e P t 合金アトマイズ粉を作成し回収した。回収した粉末を篩分し、平均粒径 $16\ \mu\text{m}$ の F e P t 合金アトマイズ粉を得た。

[0042] 次に、ホットプレスによる焼結方法について述べる。

図 1 に従って、篩分した A g P t 合金アトマイズ粉、A u P t 合金アトマイズ粉、C u P t 合金アトマイズ粉および F e P t 合金アトマイズ粉と純度 3 N で平均粒径 $3\ \mu\text{m}$ の P t 粉とカーボンブラック粉である純度 3 N で平均粒径 $0.035\ \mu\text{m}$ のアセチレンブラック粉とを目標ターゲット組成となるように秤量した。次に、秤量した各粉末をボールミル混合用の容器に混合用の粉砕媒体となる $5\text{mm}\phi$ のジルコニアボール等と共に投入し、容器内を A r ガスで置換した後蓋を閉め、さらにこの容器を 16 時間回転させ、原料を混合して混合粉末とした。この混合粉末を黒鉛モールドに充填した状態でホットプレス装置に装入し、到達真空圧力が $1 \times 10^{-3}\text{Torr}$ ($133 \times 10^{-3}\text{Pa}$) の真空雰囲気中で加圧力： $350\text{kgf}/\text{cm}^2$ 、保持温度： 1150°C 、保持時間：6 時間の条件にて焼結し、本発明ターゲットの焼結体を

得た。

[0043] その後、各焼結体を機械加工し、分析用の直径：50 mm、厚さ：2 mmのターゲットとスパッタ用の直径：152 mm、厚さ：6 mmのターゲットとを作成した。さらに、スパッタ用のターゲットをInはんだにて無酸素銅製のバックングプレートにボンディングし、スパッタリングターゲットとした。なお、分析用のターゲットの密度をアルキメデス法にて測定し、密度比を計算した。密度比は、焼結体の嵩密度を理論密度で割り、算出した。なお、理論密度は以下の式より求めた。

[数1]

$$\rho_{fn} = \frac{1}{\left(\frac{C_{Fe}/100}{\rho_{Fe}} + \frac{C_{Pt}/100}{\rho_{Pt}} + \frac{C_{Ag}/100}{\rho_{Ag}} + \frac{C_{Au}/100}{\rho_{Au}} + \frac{C_{Cu}/100}{\rho_{Cu}} + \frac{C_C/100}{\rho_C} \right)}$$

単位：g/cm³

ρ_{Fe} ：Feの密度、	C_{Fe} ：Feの重量%
ρ_{Pt} ：Ptの密度、	C_{Pt} ：Ptの重量%
ρ_{Ag} ：Agの密度、	C_{Ag} ：Agの重量%
ρ_{Au} ：Auの密度、	C_{Au} ：Auの重量%
ρ_{Cu} ：Cuの密度、	C_{Cu} ：Cuの重量%
ρ_C ：Cの密度、	C_C ：Cの重量%
ρ_{fn} ：理論密度	

[0044] 次に、本実施例のターゲットを直流マグネトロンスパッタ装置に装着し、到達真空圧力： 1×10^{-6} Torr (133×10^{-6} Pa) まで真空排気した後、Arガスを導入して装置内の圧力（スパッタガス圧力）を 5×10^{-3} Torr (665×10^{-3} Pa) とした。その後、直流電源にてスパッタ電力：500 Wにて30分のプレスパッタを行い、次に、スパッタ電力を800 Wとして5時間の連続スパッタを行い、電源付属の計測装置で異常放電回数を測定した。その後、単結晶MgO基板上にFePtAg(M)-C膜を

50 nm 堆積させた。この膜に還元雰囲気中で 250～600℃×15 分の熱処理を施し、膜の保磁力（Hc）が 3 kOe 以上に増加した温度を結晶化温度とした。Hc は振動試料型磁力計（最大印加磁場 15 kOe）を使用し、膜面に対して垂直方向の B-H 曲線を測定し求めた。規則化した膜に含まれる磁性粒子の大きさを透過型電子顕微鏡で観察し平均粒子径を測定した。ここでいう平均粒子径（単位：nm）は、以下の式より求めた。

$$\text{平均粒子径} = 200 / \sqrt{N\pi}$$

（N は、一辺 100 nm の正方形の観察領域内に含まれる磁性粒子の数）

[0045] [表1]

	x(Fe量)	y(Ag+M量)	a(M量)		z(C量)	ターゲットの 密度比 (%)	膜の規則化 温度 (°C)	規則化後の 平均粒子径 (nm)
			Au	Cu				
実施例1	55.4	10.2	0.0	0.0	35.2	97.5	350	7.5
実施例2	54.2	9.8	27.7	21.2	4.1	98.4	350	12.8
実施例3	64.6	21.3	5.4	13.9	59.2	93.2	330	4.9
実施例4	50.7	16.5	0.0	46.8	42.5	87.1	340	5.2
実施例5	69.2	1.2	0.0	0.0	43.3	97.8	400	6.4
実施例6	47.8	1.1	32.9	0.0	25.8	98.7	410	7.0
実施例7	57.3	29.7	0.0	0.0	13.6	96.3	320	7.6
実施例8	56.1	28.9	0.0	45.8	52.7	88.2	330	5.8
実施例9	45.7	17.3	0.0	0.0	3.0	97.8	330	10.3
実施例10	65.5	5.6	0.0	0.0	62.1	86.9	370	4.4
比較例1	55.6	0.7	0.0	0.0	33.0	99.9	550	7.1
比較例2	58.7	0.8	24.9	0.0	9.8	99.7	530	9.9
比較例3	55.9	31.1	0.0	0.0	33.0	83.3	320	6.8
比較例4	54.5	30.7	5.5	9.9	17.8	84.0	320	8.1
比較例5	51.2	27.0	17.2	35.9	39.5	81.8	330	6.5
比較例6	55.1	25.9	0.0	52.7	40.2	81.1	330	6.5
比較例7	52.8	14.4	0.0	0.0	2.0	90.6	350	>50
比較例8	53.6	13.8	0.0	15.1	64.0	80.7	360	4.2

[0046] 本実施例に示された密度比が 85% 以上のターゲットについては、前記の連続スパッタリング時にパーティクルによる異常放電が発生しなかった。また、本実施例に示されたターゲットを使用して作成された膜については、規則化温度が 450℃ 以下まで低減されていると同時に、平均粒子径が 15 nm 以下の磁性粒子を含む微細組織が得られており、高記録密度の実現に適し

ていることが分かる。

[0047] 次に、グラファイト粉またはカーボンブラック粉について熱処理を行った場合と行わない場合とで、作製したターゲット中に含有される酸素量について調べた。これらの実施例では、表2に示すように、グラファイト粉とアセチレンブラックとの2種類において、熱処理の有りと無しとで、ターゲットの酸素量を測定した。

なお、各実施例とも、上記熱処理の有無以外の条件については同じであり、同一組成かつ同一製造条件としている。

また、酸素量の測定方法は、JIS Z 2613「金属材料の酸素定量方法通則」に記載された赤外線吸収法で測定した。その結果を表2に示す。

[0048] [表2]

使用した原料C	ターゲットのO量 (ppm)
グラファイト粉末 (熱処理なし)	560
グラファイト粉末 (熱処理あり)	260
アセチレンブラック (熱処理なし)	480
アセチレンブラック (熱処理あり)	210

[0049] これらの結果からわかるように、グラファイト粉及びアセチレンブラックのどちらも熱処理を行った方が、ターゲット中の酸素量が大幅に低減されている。特に、アセチレンブラックを用いた場合は、グラファイト粉の場合よりもターゲット中の酸素量が低減されている。

このように、酸素量が大幅に低減されたスパッタリングターゲットを用いれば、非特許文献3に記載されているように、例えば300℃程度の低い熱処理温度で高い保磁力が得られる。

[0050] なお、本発明を、スパッタリングターゲットとして利用するためには、相対密度：80%以上、面粗さ (Ra)：12.5 μm以下、粒径：100 μm以下、電気抵抗：10 Ω・cm以下、金属系不純物濃度：0.1原子%以下、抗折強度：10 MPa以上であることが好ましい。上記各実施例は、い

ずれもこれらの条件を満たしたものである。

また、本発明の技術範囲は上記実施形態および上記実施例に限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲において種々の変更を加えることが可能である。

請求の範囲

[請求項1] 一般式： $\{(\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x})_{(100-y)}\text{Ag}_y\}_{(100-z)}\text{C}_z$ 、ここで原子比により $30 \leq x \leq 80$ 、 $1 \leq y \leq 30$ 、 $3 \leq z \leq 63$ で表される組成を有した焼結体からなることを特徴とする磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲット。

[請求項2] 請求項1に記載の磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットにおいて、

前記Agの一部を、AuおよびCuの少なくとも一方に置き換え、
前記置き換えた金属をMとしたとき、

一般式： $\{(\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x})_{(100-y)}(\text{Ag}_{100-a}\text{M}_a)_y\}_{(100-z)}\text{C}_z$ 、ここで原子比により $30 \leq x \leq 80$ 、 $1 \leq y \leq 30$ 、 $3 \leq z \leq 63$ 、 $0 < a \leq 50$ で表される組成を有した焼結体からなることを特徴とする磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲット。

[請求項3] 請求項1に記載の磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットにおいて、

酸素の含有量が、500ppm以下であることを特徴とする磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲット。

[請求項4] 請求項1に記載の磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットを製造する方法であって、

AgPt合金粉と、FePt合金粉と、Pt粉と、グラファイト粉またはカーボンブラック粉と、の混合粉末を、真空または不活性ガス雰囲気中でホットプレスする工程を有していることを特徴とする磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項5] 請求項2に記載の磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットを製造する方法であって、

AgPt合金粉と、AuPt合金粉およびCuPt合金粉の少なくとも一方と、FePt合金粉と、Pt粉と、グラファイト粉またはカーボンブラック粉と、の混合粉末を、真空または不活性ガス雰囲気中

でホットプレスする工程を有していることを特徴とする磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法。

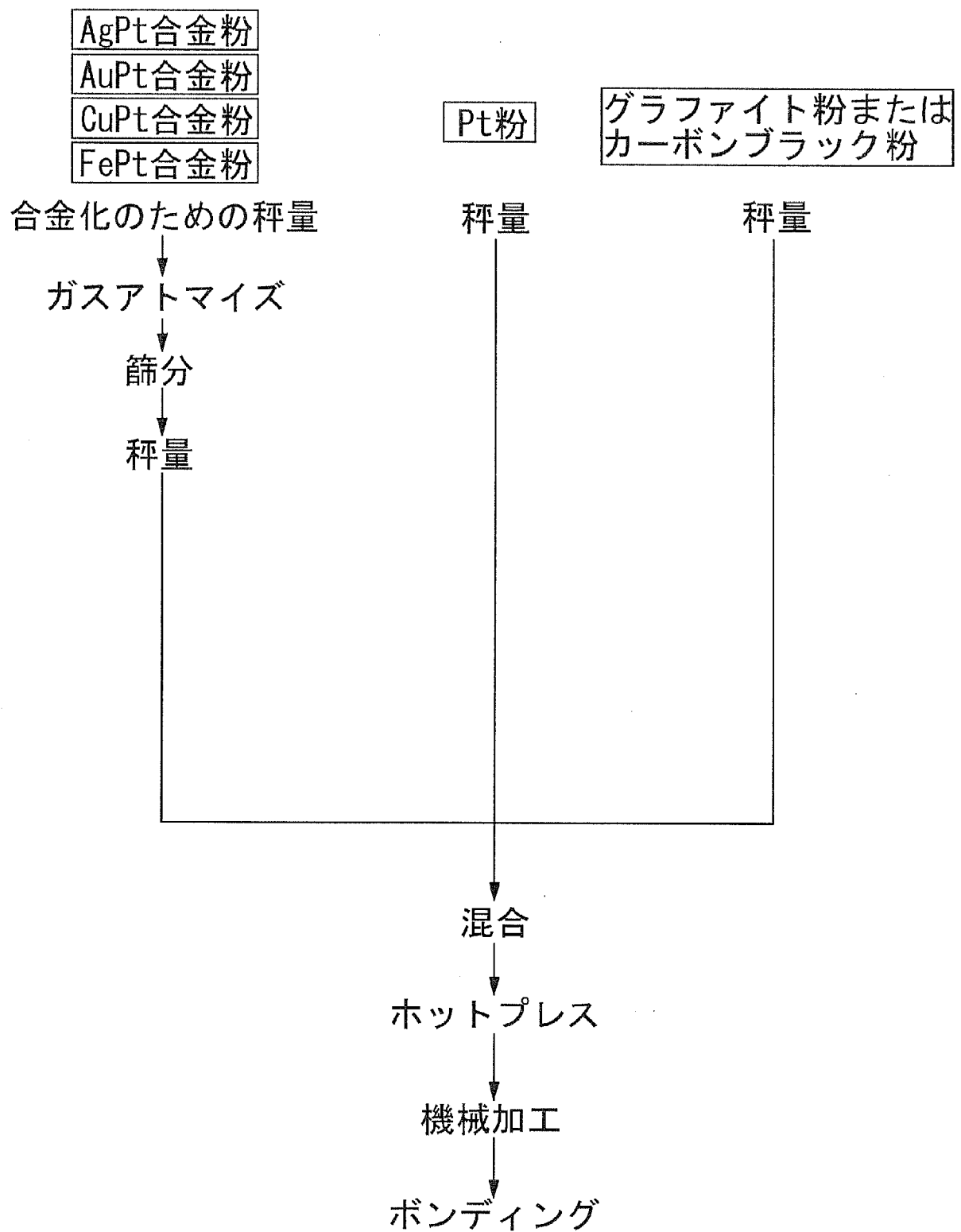
[請求項6] 請求項4に記載の磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法において、

前記カーボンブラック粉が、アセチレンガスの自己発熱分解により生成されたものであることを特徴とする磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法。

[請求項7] 請求項4に記載の磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法において、

前記混合粉末中の前記グラファイト粉または前記カーボンブラック粉を予め真空中で加熱処理しておくことを特徴とする磁気記録媒体膜形成用スパッタリングターゲットの製造方法。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/000520

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, C22C30/02(2006.01)i, C22C33/02(2006.01)i, C22C38/00(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)

C23C14/34, B22F3/14, C22C1/05, C22C5/04, C22C30/02, C22C33/02, C22C38/00, 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	Li ZHANG et al., L1 ₀ -ordered high coercivity (FePt)Ag-C granular thin films for perpendicular recording, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2010, Vol. 322, p. 2658-2664	1-7
A	JP 2004-152471 A (Korea Advanced Institute Science and Technology), 27 May 2004 (27.05.2004), entire text & US 2004/0110035 A1	1-7
A	JP 2003-313659 A (Toshiba Corp.), 06 November 2003 (06.11.2003), entire text (Family: none)	1-7

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

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

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

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

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

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

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

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

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

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
02 April, 2012 (02.04.12)

Date of mailing of the international search report
17 April, 2012 (17.04.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/000520

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
E, A	JP 2012-048784 A (Hitachi, Ltd.), 08 March 2012 (08.03.2012), 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, C22C30/02(2006.01)i, C22C33/02(2006.01)i, C22C38/00(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. C23C14/34, B22F3/14, C22C1/05, C22C5/04, C22C30/02, C22C33/02, C22C38/00, 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	Li ZHANG et al., L1 ₀ -ordered high coercivity (FePt)Ag-C granular thin films for perpendicular recording, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2010, Vol. 322, p. 2658-2664	1-7
A	JP 2004-152471 A (韓国科学技術院) 2004.05.27, 全文 & US 2004/0110035 A1	1-7
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

☒ 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 2 . 0 4 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

1 7 . 0 4 . 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)

鮎沢 輝万

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

4 G

3 5 5 1

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
EA	JP 2012-048784 A (株式会社日立製作所) 2012.03.08, 全文 (ファミリーなし)	1-7