(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第5497904号
(P5497904)

(45)発行日　平成26年5月21日(2014.5.21)　(24)登録日　平成26年3月14日(2014.3.14)

(51)Int.Cl.		F I		
C23C 14/34	(2006.01)	C23C	14/34	A
C22C 5/04	(2006.01)	C22C	5/04	
C22C 38/00	(2006.01)	C22C	38/00	303H
C22C 33/02	(2006.01)	C22C	33/02	103E
G11B 5/851	(2006.01)	G11B	5/851	

請求項の数 5　(全 28 頁)　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2012-535499 (P2012-535499)
(86)(22)出願日　平成24年3月23日 (2012.3.23)
(86)国際出願番号　PCT/JP2012/057482
(87)国際公開番号　WO2012/133166
(87)国際公開日　平成24年10月4日 (2012.10.4)
審査請求日　平成24年8月14日 (2012.8.14)
(31)優先権主張番号　特願2011-75566 (P2011-75566)
(32)優先日　平成23年3月30日 (2011.3.30)
(33)優先権主張国　日本国(JP)

(73)特許権者　502362758
ＪＸ日鉱日石金属株式会社
東京都千代田区大手町二丁目６番３号
(74)代理人　100093296
弁理士　小越　勇
(72)発明者　荻野　真一
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
(72)発明者　中村　祐一郎
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

審査官　菊地　則義

最終頁に続く

(54)【発明の名称】磁気記録膜用スパッタリングターゲット

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

Ｐｔが５ｍｏｌ％以上６０ｍｏｌ％以下、Ｃが２０ｍｏｌ％以上７０ｍｏｌ％以下、残余がＦｅである組成の磁気記録膜用スパッタリングターゲットであって、ラマン散乱分光測定におけるＧバンドとＤバンドのピーク強度比（I_G／I_D）が５．０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】

Ｂ、Ｒｕ、Ａｇ、Ａｕ、Ｃｕから選択した１元素以上が０．５ｍｏｌ％以上２０ｍｏｌ％以下、Ｐｔが５ｍｏｌ％以上６０ｍｏｌ％以下、Ｃが２０ｍｏｌ％以上７０ｍｏｌ％以下、残余がＦｅである組成の磁気記録膜用スパッタリングターゲットであって、ラマン散乱分光測定におけるＧバンドとＤバンドのピーク強度比（I_G／I_D）が５．０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３】

SiO_2、Cr_2O_3、ＣｏＯ、Ta_2O_5、B_2O_3、ＭｇＯ、Co_3O_4から選択した一種以上の酸化物が０．５ｍｏｌ％以上２０ｍｏｌ％以下、Ｐｔが５ｍｏｌ％以上６０ｍｏｌ％以下、Ｃが２０ｍｏｌ％以上７０ｍｏｌ％以下、残余がＦｅである組成の磁気記録膜用スパッタリングターゲットであって、ラマン散乱分光測定におけるＧバンドとＤバンドのピーク強度比（I_G／I_D）が５．０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４】

Ｂ、Ｒｕ、Ａｇ、Ａｕ、Ｃｕから選択した１元素以上が０．５ｍｏｌ％以上２０ｍｏｌ％以下、SiO_2、Cr_2O_3、ＣｏＯ、Ta_2O_5、B_2O_3、ＭｇＯ、Co_3O_4から選択した一種以上の酸化物が０．５ｍｏｌ％以上２０ｍｏｌ％以下、Ｐｔが５ｍｏｌ％以上６０ｍｏｌ％以下、Ｃが２０ｍｏｌ％以上７０ｍｏｌ％以下、残余がＦｅである組成の磁気記録膜用スパッタリングターゲットであって、ラマン散乱分光測定におけるＧバンドとＤバンドのピーク強度比（I_G/I_D）が５．０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５】

相対密度が９０％以上であ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磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、熱アシスト磁気記録メディアの製造に使用するスパッタリングターゲット、特にＣ粒子が分散したＦｅ－Ｐｔ系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、磁気記録媒体中の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磁性薄膜には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磁性薄膜には、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粒子からなる複合材料が多く用いられている。そして上記の磁性薄膜は、生産性の高さから、上記材料を成分とするスパッタリングターゲットをＤＣマグネトロンスパッタ装置でスパッタして作製されることが多い。

【０００３】

一方、ハードディスクの記録密度は年々急速に増大しており、現状の６００Ｇｂｉｔ／in^2の面密度から将来は１Ｔｂｉｔ／in^2に達すると考えられている。１Ｔｂｉｔ／in^2に記録密度が達すると記録ｂｉｔのサイズが１０ｎｍを下回るようになり、その場合、熱揺らぎによる超常磁性化が問題となってくると予想され、現在、使用されている磁気記録媒体の材料、例えばＣｏ－Ｃｒ基合金にＰｔを添加して結晶磁気異方性を高めた材料では十分ではないことが予想される。１０ｎｍ以下のサイズで安定的に強磁性として振る舞う磁性粒子は、より高い結晶磁気異方性を持っている必要があるからである。

【０００４】

上記のような理由から、$L1_0$構造を持つＦｅＰｔ相が超高密度記録媒体用材料として注目されている。$L1_0$構造を持つＦｅＰｔ相は高い結晶磁気異方性とともに、耐食性、耐酸化性に優れているため、磁気記録媒体としての応用に適した材料と期待されているものである。

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

【０００５】

このようなことから、$L1_0$構造を有するＦｅＰｔ磁性粒子を酸化物や炭素といった非磁性材料で孤立させたグラニュラー構造磁性薄膜が、熱アシスト磁気記録方式を採用した次世代ハードディスクの磁気記録媒体用として提案されている。

このグラニュラー構造磁性薄膜は、磁性粒子同士が非磁性物質の介在により磁気的に絶縁される構造となっている。

グラニュラー構造の磁性薄膜を有する磁気記録媒体及びこれに関連する公知文献としては、特許文献１、特許文献２、特許文献３、特許文献４、特許文献５を挙げることができ

る。

【０００６】

上記$L1_0$構造を持つＦｅ－Ｐｔ相を有するグラニュラー構造磁性薄膜としては、非磁性物質としてＣを体積比率として１０～５０％含有する磁性薄膜が、特にその磁気特性の高さから注目されている。このようなグラニュラー構造磁性薄膜は、Ｆｅターゲット、Ｐｔターゲット、Ｃターゲットを同時にスパッタリングするか、あるいは、Ｆｅ－Ｐｔ合金ターゲット、Ｃターゲットを同時にスパッタリングすることで作製されることが知られている。しかしながら、これらのスパッタリングターゲットを同時スパッタするためには、高価な同時スパッタ装置が必要となる。

【０００７】

また、一般に、スパッタ装置で合金に非磁性材料の含まれるスパッタリングターゲットをスパッタしようとすると、スパッタ時に非磁性材料の不用意な脱離やスパッタリングターゲットに内包される空孔を起点として異常放電が生じパーティクル（基板上に付着したゴミ）が発生するという問題がある。この問題を解決するには、非磁性材料と母材合金との密着性を高め、スパッタリングターゲットを高密度化させる必要がある。一般に、合金に非磁性材料が含まれるスパッタリングターゲットの素材は粉末焼結法により作製される。ところが、Ｆｅ－ＰｔにＣが大量に含まれる場合、Ｃが難焼結材料であるため高密度な焼結体を得ることが困難であった。

【０００８】

上記の通り、垂直磁気記録の記録層において、これまではＣｏ－Ｃｒ－Ｐｔ合金が磁性相として広く用いられてきた。しかし、記録密度を高密度化すればするほどＣｏ合金の１ビットの大きさを小さくしなければならず、同時に熱揺らぎによる超常磁性化が問題となる。そこで、結晶磁気異方性の高いＦｅ－Ｐｔが注目されている。

また、一般に磁気記録層はＦｅ－Ｐｔなどの磁性相とそれを分離している非磁性相から構成されており、非磁性相の一つとして炭素が有効であることが知られている。

【０００９】

しかし、炭素は焼結しにくい材料である上に、炭素同士で凝集体を形成し易いという問題を有している。従って、スパッタリング中に炭素の塊が容易に脱離し、スパッタリング後の膜上にパーティクルが多数発生するという問題がある。

このように、炭素を導入することによる磁気記録層の改善が試みられているが、ターゲットのスパッタリング時の問題を解決するには至っていないのが現状である。

【００１０】

一方、カーボン膜を形成する場合の提案がなされている。例えば、特許文献６には、一つの波形（Ａ）のピーク位置が１５４５cm^{-1}以下、他の波形（Ｂ）のピーク位置が１３２０～１３６０cm^{-1}であり、これらの波形の半値幅における面積比（Ｂ／Ａ）が０．３～０．７となる非晶質水素化カーボン層からなる磁気ディスク及びその製造方法が記載されている。

【００１１】

また、特許文献７には、表面増強ラマンスペクトルのほぼ１５５０～１６５０cm^{-1}にピークを有するバンドＧ（graphite）の強度I_Gと、ほぼ１３５０～１４５０cm^{-1}にピークを有するバンドＤ（disorder）の強度I_Dとの比I_D/I_Gに基づきカーボン膜の膜質を評価する工程とを有するカーボン膜評価方法と、I_D/I_Gが０．１～０．５の範囲にあることを確認する工程からなるカーボン膜評価方法及び磁気記録媒体の製造方法が記載されている。

【００１２】

しかしながら、これらの特許文献６と特許文献７は、あくまでカーボン膜の評価であって、カーボンが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の主要構成材料である磁性金属の中に、かなりの量で存在する場合に、ターゲットにどのような影響を与えるのか、またターゲットの製造工程中において、どのような挙動を示すのか、さらにはこのようなターゲットを用いてスパッタリングした場合に、成膜にどのような影響を与える

のかということに、直接関係するものではなく、これらが十分に解明されている技術とは言えない。

【００１３】

また、特許文献８と特許文献９では、磁気記録媒体において、ＳｉＣあるいは炭素系薄膜のラマンスペクトルによる評価がなされているが、カーボンが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の主要構成材料である磁性金属の中に、かなりの量で存在する場合に、ターゲットにどのような影響を与えるのか、またターゲットの製造工程中において、どのような挙動を示すのか、さらにはこのようなターゲットを用いてスパッタリングした場合に、成膜にどのような影響を与えるのかということに、直接関係するものではなく、これらが十分に解明されている技術とは言えない。

【先行技術文献】

【特許文献】

【００１４】

【特許文献１】特開２０００－３０６２２８号公報
【特許文献２】特開２０００－３１１３２９号公報
【特許文献３】特開２００８－５９７３３号公報
【特許文献４】特開２００８－１６９４６４号公報
【特許文献５】特開２００４－１５２４７１号公報
【特許文献６】特開平０６－２６７０６３号公報
【特許文献７】特開２００３－０２８８０２号公報
【特許文献８】特開２０００－２６８３５７号公報
【特許文献９】特開２００６－１２７６２１号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【００１５】

本発明の課題は、高価な同時スパッタ装置を用いることなくグラニュラー構造磁性薄膜の作製を可能にするものであり、Ｃ粒子が分散した磁気記録膜用スパッタリングターゲット、特にＦｅ－Ｐｔ系スパッタリングターゲットを提供することであり、炭素は焼結しにくい材料である上に、炭素同士で凝集体を形成し易いという問題を有し、スパッタリング中に炭素の塊が容易に脱離し、スパッタリング後の膜上にパーティクルが多数発生するという問題があるが、これらを解決することができる高密度なスパッタリングターゲットを提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【００１６】

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、非磁性材料であるＣの材質の改良を図り、粒子を微細に母材金属に均一に分散させることによって、高密度なスパッタリングターゲットを作製し、パーティクル発生を非常に少なくすることが可能になる。すなわち、成膜時の歩留まりを向上できることを見出した。

【００１７】

このような知見に基づき、本発明は、以下の発明を提供するものである。

１）Ｃ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、ラマン散乱分光測定におけるＧバンドとＤバンドのピーク強度比（I_G／I_D）が５．０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）Ｐｔが５ｍｏｌ％以上６０ｍｏｌ％以下、残余がＦｅである組成の金属とＣからなる上記１）記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

３）Ｃの含有割合が５ｍｏｌ％以上７０ｍｏｌ％以下であることを特徴とする上記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）相対密度が９０％以上であることを特徴とする上記１）～３）のいずれか一項に記載の磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

５）添加元素として、Ｂ、Ｒｕ、Ａｇ、Ａｕ、Ｃｕから選択した１元素以上を、０．５

ｍｏｌ％以上２０ｍｏｌ％以下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磁気記録膜用スパッタリングターゲット。

６）さらに、添加剤として、SiO_2、Cr_2O_3，ＣｏＯ、Ta_2O_5、B_2O_3、ＭｇＯ、Co_3O_4から選択した一種以上の酸化物を０．５ｍｏｌ％以上２０ｍｏｌ％以下を含有することを特徴とする上記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。

【発明の効果】

【００１８】

本発明の磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、高価な同時スパッタ装置を用いることなくグラニュラー構造磁性薄膜の作製を可能にするものであり、Ｃ粒子が分散した磁気記録膜用スパッタリングターゲット、特にＦｅ－Ｐｔ系スパッタリングターゲットを提供することができ、炭素は焼結しにくい材料であり、炭素同士で凝集体を形成し易いという問題を解決し、さらにスパッタリング中に炭素の塊が容易に脱離し、スパッタリング後の膜上にパーティクルが多数発生するという問題を解決することができるという優れた効果を有する。

【図面の簡単な説明】

【００１９】

【図１】Ｆｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果の代表例である。

【図２】比較例１のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

【図３】実施例１のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

【図４】実施例２のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

【図５】実施例３のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

【図６】実施例４のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【００２０】

ダイヤモンドを除く一般的な炭素材料はsp^2混成軌道による強固な共有結合を有しており、スパッタリング時においてもその共有結合を切ることは難しい。したがって、共有結合でつながっている炭素の塊が、スパッタリング時にそのままパーティクルとなって飛んでいると考えられる。

そこで、発明者らは、炭素の結晶性を意図的に崩すことによって炭素材料のスパッタリング特性を改善し、スパッタリング時のパーティクルを低減できると考え、このとき、炭素を含む焼結体をラマン散乱分光測定することで得られるＧ（graphite）バンドとＤ（disorder）バンドの強度比が、スパッタリング中のパーティクルと相関関係があることを見出した。

【００２１】

以上から、本願発明の磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、Ｃ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、ラマン散乱分光測定におけるＧバンドとＤバンドのピーク強度比（I_G/I_D）が５．０以下とするものである。

この場合、Ｐｔが５ｍｏｌ％以上６０ｍｏｌ％以下、残余がＦｅである組成の金属とＣからなる磁気記録膜用スパッタリングターゲットに、特に有効である。これらの成分の含有量は、良好な磁気特性を得るための条件である。

【００２２】

また、Ｃの含有割合は５ｍｏｌ％以上７０ｍｏｌ％以下とするのが良い。Ｃ量については、ターゲット組成中における含有量が、５ｍｏｌ％未満であると、良好な磁気特性が得

られない場合があり、また７０ｍｏｌ％を超えると、Ｃ粒子が凝集し、パーティクルの発生が多くなる場合があるからである。所望の磁気特性を得るためには、Ｃの含有割合は２０ｍｏｌ％以上７０ｍｏｌ％以下が、より望ましい。

また、相対密度が９０％以上の磁気記録膜用スパッタリングターゲットとすることができる。相対密度が９０％以上であることは、本発明の要件の一つである。相対密度が高いと、スパッタ時にスパッタリングターゲットからの脱ガスによる問題が少なく、また、合金とＣ粒子の密着性が向上するため、パーティクル発生を効果的に抑制できるからである。より好ましくは９５％以上とする。

【００２３】

本発明において相対密度とは、ターゲットの実測密度を計算密度（理論密度ともいう）で割り返して求めた値である。計算密度とはターゲットの構成元素が互いに拡散あるいは反応せずに混在していると仮定したときの密度で、次式で計算される。

式：計算密度＝シグマΣ（構成元素の原子量×構成元素の原子数比）／Σ（構成元素の原子量×構成元素の原子数比／構成元素の文献値密度）

ここで、Σは、ターゲットの構成元素の全てについて、和をとることを意味する。

【００２４】

磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、さらに添加元素として、Ｂ、Ｒｕ、Ａｇ、Ａｕ、Ｃｕから選択した１元素以上を、０．５ｍｏｌ％以上２０ｍｏｌ％以下を含有させることができる。これらの添加は任意であるが、磁気特性の向上のために、材料に応じて添加することができる。

【００２５】

磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、さらに添加剤として、SiO_2、Cr_2O_3，ＣｏＯ、Ta_2O_5、B_2O_3、ＭｇＯ、Co_3O_4から選択した一種以上の酸化物を０．５ｍｏｌ％以上２０ｍｏｌ％以下を含有させることができる。これらの添加は任意であるが、磁気特性の向上のために、材料に応じて添加することができる。

【００２６】

前述の通り、炭素材料のsp^2混成軌道による共有結合をスパッタリング時に切断することは難しい。そこで、あらかじめ炭素材料のsp^2混成軌道による共有結合を破壊しておくことによってスパッタリング時に炭素同士の結合を切断され易くする。これによって炭素が大きな塊で飛んでいくことを抑制し、結果的にパーティクルを低減することができる。

このとき、炭素材料の結晶性（sp^2混成軌道の完全性）を評価するための指標として、ラマン散乱分光測定を採用することができる。

【００２７】

炭素材料の結晶性をラマン散乱分光測定で評価する場合には、ＧバンドとＤバンドと呼ばれる振動モードを測定している。

Ｇバンドは、グラファイトの六員環構造に由来する振動モードであり、$1570cm^{-1}$付近にピークが現れ、結晶構造が完全に近いほどピーク強度は大きくなる。

また、Ｄバンドは、グラファイトの欠陥構造に由来する振動モードであり、$1350cm^{-1}$付近にピークが現れ、欠陥が大きいほどピーク強度は大きくなる。

【００２８】

図１に、Ｆｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果の代表例を示す。ラマン散乱分光計としては、Ｒｅｎｉｓｈａｗ ｉｎＶｉａ Ｒａｍａｎ Ｍｉｃｒｏｓｃｏｐｅ（Ｒｅｎｉｓｈａｗ社製）を用いた。励起光は、Ｃｏｍｐａｓｓ^{TM} ３１５Ｍ Ｄｉｏｄｅ－Ｐｕｍｐｅｄ Ｌａｓｅｒ（ＣＯＨＥＲＥＮＴ社製）を光源とし、励起波長は５３２ｎｍ、励起光源の出力は５ｍＷとし、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。ラマンシフトの測定範囲は、$1033～1842cm^{-1}$とした。

【００２９】

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。なお、この図１は実施例２の結果でもある。

カーブフィッティングをする都合上、１６２０ｃｍ$^{-1}$付近のＤ´バンドも現れるが、Ｄ´バンドはグラファイトの欠陥構造に由来する振動モードであり、これは本願発明には、直接関係しないので、図において表示するに留める。

【００３０】

なお、ラマン散乱分光測定でＧバンドとＤバンドの振動モードを測定する場合、本願発明では、レーザーの励起波長５３２ｎｍを使用しているが、励起光源としては、この他にＡｒレーザー、Ｈｅ－Ｎｅレーザー、Ｋｒレーザー等の気体レーザーを用いることができる。これらのレーザーは、要求される励起波長に合わせて適宜選択する。

【００３１】

この場合は、ラマンスペクトルの１５２０～１６００ｃｍ$^{-1}$にピークを有するＧバンドの強度I_Gと、１３２０～１４５０ｃｍ$^{-1}$にピークを有するＤバンドの強度I_Dが現れる。これらの場合においても、本願発明を適用できるものである。

以上から、ＧバンドとＤバンドのピーク強度比（I_G／I_D比と呼ぶことにする）を計算することで、炭素材料の結晶性を評価できる。すなわち、結晶性が高い炭素材料ほどI_G／I_D比が高くなる。Ｇバンドの強度が大きいほど結晶構造が完全（結晶性が高い）、小さいほど結晶構造が不完全（結晶性が低い）である。

【００３２】

上記から明らかなように、本願発明においては、結晶性を下げること、すなわち炭素材料の結晶性を意図的に崩すことによってスパッタリング特性を改善し、スパッタリング時のパーティクルを低減するものであり、ラマン散乱分光測定におけるＧバンドとＤバンドのピーク強度比（I_G／I_D）が５．０以下とするものである。

【００３３】

これによって、炭素同士で凝集体を形成し易いという問題を解決し、さらにスパッタリング中に炭素の塊が容易に脱離し、スパッタリング後の膜上にパーティクルが多数発生するのを抑制することができる。

ＧバンドとＤバンドのピーク強度比（I_G／I_D）の下限値は、特に制限はないが、多くの場合１以上となる。ピーク強度比（I_G／I_D）が５．０以下であれば、パーティクルの発生を効果的に抑制できる。

【００３４】

本発明のスパッタリングターゲットは、粉末焼結法によって作製する。作製にあたり、各原料粉末（例えば、代表的な例として、Ｆｅ粉末、Ｐｔ粉末、Ｃ粉末）を用意する。Ｆｅ粉末やＰｔ粉末は、平均粒径が０．５μｍ以上１０μｍ以下のものを用いることが望ましい。これらの原料粉末の粒径が小さ過ぎると、酸化が促進されてスパッタリングターゲット中の酸素濃度が上昇するなどの問題があるため、０．５μｍ以上とすることが望ましい。

【００３５】

一方、これらの原料粉末の粒径が大きいと、Ｃ粒子を合金中に微細分散することが難しくなるため１０μｍ以下のものを用いることがさらに望ましい。

また、Ｃ粉末は、平均一次粒子径３０～５０ｎｍのカーボンブラック、平均粒径１～１００μｍのグラファイト、平均粒径０．４～１００μｍのグラッシーカーボンを用いることができる。使用するＣ粉末の種類に、特に制限はない。ターゲットの種類によって任意に選択し、使用することができる。

【００３６】

さらに原料粉末として、合金粉末（Ｆｅ－Ｐｔ粉、Ｆｅ－Ｃｕ粉、Ｐｔ－Ｃｕ粉、Ｆｅ－Ｐｔ－Ｃｕ粉）を用いてもよい。これらの合金粉末にも、当然ながら、磁気特性の向上のために、必要に応じて、段落００２４、段落００２５に記載する各種の材料を添加することができる。

組成にもよるが、前記合金粉末の中で、特にＰｔを含む合金粉末は、原料粉末中の酸素量を少なくするために有効である。合金粉末を用いる場合も、平均粒径が０．５μｍ以上１０μｍ以下のものを用いることが望ましい。

【００３７】
そして、上記の粉末を所望の組成になるように秤量し、ボールミル等の手法を用いて粉砕を兼ねて混合する。重要なことは、この混合・粉砕であり、ボールミルを用いて炭素材料とマトリックス材料を同時に混合することによって、炭素材料の結晶性を意図的に破壊する。このとき、混合時間や炭素材料の選択によって炭素材料の結晶性をコントロールする。
【００３８】
こうして得られた混合粉末をホットプレスで成型・焼結する。ホットプレス以外にも、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、スパッタリングターゲットの組成にもよるが、多くの場合、１２００～１５００°Ｃの温度範囲とする。２５ＭＰａ～３５ＭＰａとする。この焼結条件においても、Ｃ粒子の凝集を抑えることが必要である。
【００３９】
次に、ホットプレスから取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施す。熱間等方加圧加工は焼結体の密度向上に有効である。熱間等方加圧加工時の保持温度は焼結体の組成にもよるが、多くの場合、１０００～１５００°Ｃの温度範囲である。また加圧力は１００ＭＰａ以上に設定する。
このようにして得られた焼結体を旋盤で所望の形状に加工することにより、本発明のスパッタリングターゲットは作製できる。
【００４０】
以上により、合金中にＣ粒子が均一に微細分散し、且つ高密度なＣ粒子が分散したラマン散乱分光測定におけるＧバンドとＤバンドのピーク強度比（I_G/I_D）が５．０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を作製することができる。このようにして製造した本発明のスパッタリングターゲットは、グラニュラー構造磁性薄膜の成膜に使用するスパッタリングターゲットとして有用である。
【実施例】
【００４１】
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。
【００４２】
（比較例１）
原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本比較例１の組成は、３０Ｆｅ－３０Ｐｔ－４０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販のカーボンブラックを用いた。
【００４３】
次に、秤量した粉末を乳鉢に入れて、４時間混合・粉砕した。そして乳鉢から取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。
ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。次に、これを１１００°Ｃ、１５０ＭＰａで熱間等方加圧した。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９３．６％であった。
【００４４】
次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。
また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本比較例１の

Ｆｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図２に示す。

【００４５】

この図２から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１には、I_D、I_G、I_G/I_D比を示す。以下の実施例についても同様である。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は５．１２となり、本願発明の５．０を超えていた。

【００４６】

次に、マグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときの個数は１９６００個であった。

【００４７】

【表１】

	組成	カーボン種	I_G	I_D	I_G/I_D	パーティクル数	ホットプレス温度	HIP温度
比較例1	Fe-30Pt-40C (mol%)	カーボンブラック	16228.2	3166.7	5.12	19600	1400℃	1100℃
比較例2	Fe-30Pt-40C (mol%)	グラファイト1um	16135	2768.4	5.83	21600	1400℃	1100℃
比較例3	Fe-30Pt-40C (mol%)	グラファイト20um	19256	2973.8	6.48	28600	1400℃	1100℃
実施例1	Fe-30Pt-40C (mol%)	グラファイト1um	9441	1904.6	4.96	490	1400℃	1100℃
実施例2	Fe-30Pt-40C (mol%)	カーボンブラック	6565.7	1573.6	4.17	350	1400℃	1100℃
実施例3	Fe-30Pt-40C (mol%)	グラッシーカーボン	5163.3	1483.5	3.48	330	1400℃	1100℃
実施例4	Fe-30Pt-40C (mol%)	グラファイト20um	7121.3	2340.5	3.04	250	1400℃	1100℃
実施例5	Fe-60Pt-10C (mol%)	カーボンブラック	8617.1	2215.1	3.89	80	1400℃	1100℃
実施例6	Fe-60Pt-20C (mol%)	カーボンブラック	7031.7	1819.7	3.86	165	1400℃	1100℃
実施例7	Fe-60Pt-5C (mol%)	カーボンブラック	5822.8	2103.3	2.77	35	1400℃	1100℃
実施例8	Fe-34Pt-2B-30C (mol%)	カーボンブラック	6055	1915.2	3.16	280	1400℃	1100℃
実施例9	Fe-35Pt-5Ru-25C (mol%)	カーボンブラック	7311.7	1809.4	4.04	200	1400℃	1100℃
実施例10	Fe-35Pt-10Ag-30C (mol%)	カーボンブラック	8877.1	8049.6	1.10	305	950℃	950℃
実施例11	Fe-34Pt-2Au-30C (mol%)	カーボンブラック	7133.6	1971.4	3.62	270	1400℃	1100℃
実施例12	Fe-30Pt-10Cu-30C (mol%)	カーボンブラック	8622.1	2349.8	3.67	300	1400℃	1100℃
実施例13	Fe-25Pt-20Ru-5C (mol%)	カーボンブラック	5369.9	1682.4	3.19	25	1400℃	1100℃
実施例14	Fe-34Pt-20C-5TiO_2-5SiO_2-2Cr_2O_3 (mol%)	カーボンブラック	6606.4	1996.6	3.31	75	1100℃	1100℃
実施例15	Fe-35Pt-20C-5Ta_2O_5-5SiO_2 (mol%)	カーボンブラック	6956.8	2169.2	3.21	60	1100℃	1100℃
実施例16	Fe-40Pt-20C-2B_2O_3-3CoO (mol%)	カーボンブラック	7433	1986.7	3.74	65	1100℃	1100℃
実施例17	Fe-31Pt-20C-5SiO_2-3Co_3O_4 (mol%)	カーボンブラック	8651.7	2729.4	3.17	80	1100℃	1100℃
実施例18	Fe-25Pt-50C (mol%)	カーボンブラック	9384.5	2233.4	4.20	670	1400℃	1100℃
実施例19	Fe-20Pt-60C (mol%)	カーボンブラック	9124.9	2160.6	4.22	980	1400℃	1100℃

【００４８】

（比較例２）
原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均粒径１μｍのグラファイトを用意した。本比較例２の組成は、３０Ｆｅ－３０Ｐｔ－４０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【００４９】
次に、秤量した粉末を乳鉢に入れて、４時間混合・粉砕した。そして乳鉢から取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。
ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。次に、これを１１００°Ｃ、１５０ＭＰａで熱間等方加圧した。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９４．２％であった。

【００５０】
次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

【００５１】
また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本比較例２のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は５．８３となり、本願発明の５．０を超えていた。

【００５２】
次に、マグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。
スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときの個数は２１６００個であった。

【００５３】
（比較例３）
原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均粒径２０μｍのグラファイトを用意した。本比較例２の組成は、３０Ｆｅ－３０Ｐｔ－４０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【００５４】
次に、秤量した粉末を乳鉢に入れて、４時間混合・粉砕した。そして乳鉢から取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。
ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。次に、これを１１００°Ｃ、１５０ＭＰａで熱間等方加圧した。こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９３．８％であった。

【００５５】
次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

【００５６】
また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本比較例２のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D

比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は６．４８となり、本願発明の５．０を超えていた。

【００５７】

次に、マグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときの個数は２８６００個であった。

【００５８】

（実施例１）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均粒径１μｍのグラファイトを用意した。本実施例１の組成は、３０Ｆｅ－３０Ｐｔ－４０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【００５９】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【００６０】

次にホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９６．６％であった。

【００６１】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例１のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図３に示す。

この図３から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は４．９６となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【００６２】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は４９０個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【００６３】

（実施例２）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例２の組成は、３０Ｆｅ－３０Ｐｔ－

４０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【００６４】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【００６５】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９６．９％であった。

【００６６】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例２のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図４に示す。

【００６７】

この図４から、I_G/I_Dを求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は４．１７となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【００６８】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は３５０個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【００６９】

（実施例３）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均粒径８０μｍのグラッシーカーボンを用意した。本実施例３の組成は、３０Ｆｅ－３０Ｐｔ－４０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【００７０】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【００７１】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間

とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。
こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９６．８％であった。
【００７２】
次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。
また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例３のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図５に示す。
【００７３】
この図５から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は３．４８となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。
【００７４】
次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。
スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は３３０個であった。比較例に比べ大きく減少した。
【００７５】
（実施例４）
原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均粒径２０μｍのグラファイトを用意した。本実施例４の組成は、３０Ｆｅ－３０Ｐｔ－４０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。
【００７６】
次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。
ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。
【００７７】
次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。
こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９７．１％であった。
【００７８】
次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。
また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例４のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果を図６に示す。
【００７９】
この図６から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように

、I_G/I_D比は３．０４となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【００８０】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は２５０個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【００８１】

上記実施例に示すように、ラマン散乱分光測定におけるＧバンドとＤバンドのピーク強度比（I_G/I_D）が５．０以下であり、その強度比が低下するにつれ、さらにパーティクル数は減少する傾向を持っていた。

以上から、炭素の結晶性を意図的に崩すことによって炭素材料のスパッタリング特性を改善し、スパッタリング時のパーティクルを低減できる大きな効果を有するものである。

【００８２】

（実施例５）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例５の組成は、３０Ｆｅ－６０Ｐｔ－１０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【００８３】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【００８４】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９８．２％であった。

【００８５】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例５のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は３．８９となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【００８６】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１

に示すように、このときのパーティクル個数は８０個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【００８７】

（実施例６）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例６の組成は、２０Ｆｅ－６０Ｐｔ－２０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【００８８】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【００８９】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９７．７％であった。

【００９０】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例６のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は３．８６となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【００９１】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は１６５個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【００９２】

（実施例７）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例７の組成は、３５Ｆｅ－６０Ｐｔ－５Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【００９３】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了

後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【００９４】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９９．２％であった。

【００９５】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例６のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は２．７７となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【００９６】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は３５個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【００９７】

（実施例８）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均粒径１０μｍのＢ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例８の組成は、３４Ｆｅ－３４Ｐｔ－２Ｂ－３０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【００９８】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【００９９】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９７．３％であった。

【０１００】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例８のＦｅ－Ｐｔ－Ｂ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、$I_G/$

I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G／I_D比は３．１６となり、本願発明のI_G／I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【０１０１】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は２８０個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【０１０２】

（実施例９）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均粒径３μｍのＲｕ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例９の組成は、３５Ｆｅ－３５Ｐｔ－５Ｒｕ－２５Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【０１０３】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【０１０４】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９８.０％であった。

【０１０５】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例９のＦｅ－Ｐｔ－Ｒｕ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G／I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G／I_D比は４．０４となり、本願発明のI_G／I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【０１０６】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は２００個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【０１０７】

（実施例１０）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均粒径３μｍのＡｇ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例１０の

組成は、２５Ｆｅ－３５Ｐｔ－１０Ａｇ－３０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【０１０８】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度９５０°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【０１０９】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度９５０°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、９５０°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９６．１％であった。

【０１１０】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例１０のＦｅ－Ｐｔ－Ａｇ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G／I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G／I_D比は１．１０となり、本願発明のI_G／I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【０１１１】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は３０５個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【０１１２】

（実施例１１）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均粒径５μｍのＡｕ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例１１の組成は、３４Ｆｅ－３４Ｐｔ－２Ａｕ－３０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【０１１３】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【０１１４】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９７．２％であった。

【０１１５】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例１１のＦｅ－Ｐｔ－Ａｕ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は３．６２となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【０１１６】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は２７０個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【０１１７】

（実施例１２）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均粒径５μｍのＣｕ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例１２の組成は、３０Ｆｅ－３０Ｐｔ－１０Ｃｕ－３０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【０１１８】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【０１１９】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９７．９％であった。

【０１２０】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例１２のＦｅ－Ｐｔ－Ｃｕ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は３．６７となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【０１２１】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒの

プレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は３００個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【０１２２】

（実施例１３）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均粒径３μｍのＲｕ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例１３の組成は、５０Ｆｅ－２５Ｐｔ－２０Ｒｕ－５Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【０１２３】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【０１２４】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９９．３％であった。

【０１２５】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例１３のＦｅ－Ｐｔ－Ｒｕ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は３．１９となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【０１２６】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は２５個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【０１２７】

（実施例１４）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラック、さらに酸化物として、平均粒径１μｍのTiO_2粉末、平均粒径０．５μｍのSiO_2粉末、平均粒径１μｍのCr_2O_3粉末を用意した。本実施例１３の組成は、５０Ｆｅ－３４Ｐｔ－２０Ｃ－５TiO_2－５SiO_2－２Cr_2O_3（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【０１２８】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【０１２９】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９８．１％であった。

【０１３０】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例１４のＦｅ－Ｐｔ－Ｃ－TiO_2－SiO_2－Cr_2O_3のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G／I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G／I_D比は３．３１となり、本願発明のI_G／I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【０１３１】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は７５個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【０１３２】

（実施例１５）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラック、さらに酸化物として、平均粒径１μｍのTa_2O_5粉末、平均粒径０．５μｍのSiO_2粉末を用意した。本実施例１５の組成は、５０Ｆｅ－３５Ｐｔ－２０Ｃ－５Ta_2O_5－５SiO_2（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【０１３３】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【０１３４】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９８．３％であった。

【０１３５】
次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。
また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例１５のＦｅ－Ｐｔ－Ｃ－Ta_2O_5－SiO_2のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は３．２１となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。
【０１３６】
次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。
スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は６０個であった。比較例に比べ大きく減少した。
【０１３７】
（実施例１６）
原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラック、さらに酸化物として、平均粒径１０μｍのB_2O_3粉末、平均粒径１μｍのＣｏＯ粉末を用意した。本実施例１６の組成は、３５Ｆｅ－４０Ｐｔ－２０Ｃ－$2B_2O_3$－３ＣｏＯ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。
【０１３８】
次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。
ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。
【０１３９】
次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。
こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９７．９％であった。
【０１４０】
次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。
また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例１６のＦｅ－Ｐｔ－Ｃ－B_2O_3－ＣｏＯのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は３．７４となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。
【０１４１】
次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は６５個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【０１４２】

（実施例１７）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラック、さらに酸化物として、平均粒径０．５μｍのSiO_2粉末、平均粒径１μｍのCo_3O_4粉末を用意した。本実施例１７の組成は、４１Ｆｅ－３１Ｐｔ－２０Ｃ－５SiO_2－３Co_3O_4（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【０１４３】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【０１４４】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９８．４％であった。

【０１４５】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例１６のＦｅ－Ｐｔ－Ｃ－SiO_2－Co_3O_4のラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G／I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G／I_D比は３．１７となり、本願発明のI_G／I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【０１４６】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は８０個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【０１４７】

（実施例１８）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例１８の組成は、２５Ｆｅ－２５Ｐｔ－５０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【０１４８】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【０１４９】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９６．１％であった。

【０１５０】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例１８のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は４．２０となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【０１５１】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は６７０個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【０１５２】

（実施例１９）

原料粉末として平均粒径３μｍのＦｅ粉末、平均粒径３μｍのＰｔ粉末、平均一次粒子径４８ｎｍのカーボンブラックを用意した。本実施例１９の組成は、２０Ｆｅ－２０Ｐｔ－６０Ｃ（ｍｏｌ％）とし、合計重量が２６００ｇとなるように秤量した。Ｃ粉末は市販の無定形炭素を用いた。

【０１５３】

次に、秤量した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、４時間回転させて混合・粉砕した。そしてボールミルから取り出した混合粉末をカーボン製の型に充填しホットプレスした。

ホットプレスの条件は、真空雰囲気、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１４００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時から保持終了まで３０ＭＰａで加圧した。保持終了後はチャンバー内でそのまま自然冷却させた。

【０１５４】

次に、ホットプレスの型から取り出した焼結体に熱間等方加圧加工を施した。熱間等方加圧加工の条件は、昇温速度３００°Ｃ／時間、保持温度１１００°Ｃ、保持時間２時間とし、昇温開始時からＡｒガスのガス圧を徐々に高めて、１１００°Ｃで保持中は１５０ＭＰａで加圧した。保持終了後は炉内でそのまま自然冷却させた。

こうして作製された焼結体の密度をアルキメデス法で測定し、相対密度を計算したところ９５．９％であった。

【０１５５】

次に、この焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ旋盤で切削加工してターゲットとした。このターゲットについて、ラマン散乱分光測定の測定条件は、励起波長５３２ｎｍ、出力５ｍＷ、回折格子は１８００Ｌ／ｍｍを使用した。

また、測定結果のカーブフィッティングにはローレンツ関数を使用した。本実施例１９のＦｅ－Ｐｔ－Ｃのラマン散乱分光測定結果とカーブフィッティング結果から、I_G/I_D比を求めた結果を表１に示す。この表１から明らかなように、I_G/I_D比は４．２２となり、本願発明のI_G/I_D比が５．０以下という条件を満たしていた。

【０１５６】

次に、このターゲットをマグネトロンスパッタ装置（キヤノンアネルバ製Ｃ-３０１０スパッタリングシステム）に取り付け、スパッタリングを行った。

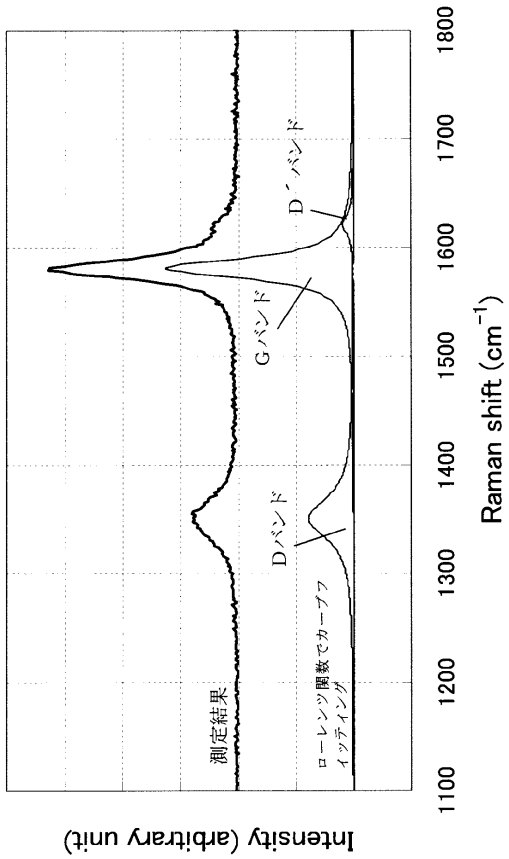
スパッタリングの条件は、投入電力１ｋＷ、Ａｒガス圧１．７Ｐａとし、２ｋＷｈｒのプレスパッタリングを実施した後、３．５インチ径のアルミ基板上に２０秒間成膜した。そして基板上へ付着したパーティクルの個数をパーティクルカウンターで測定した。表１に示すように、このときのパーティクル個数は９８０個であった。比較例に比べ大きく減少した。

【産業上の利用可能性】

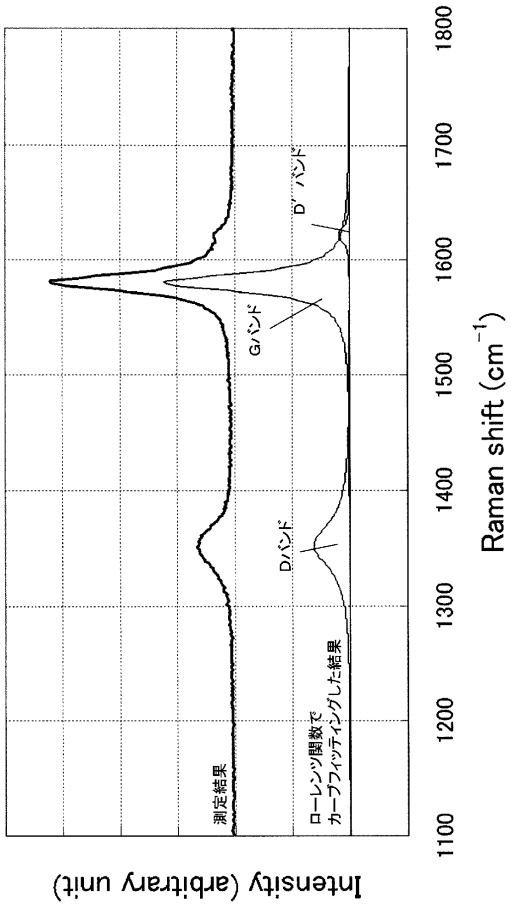
【０１５７】

本発明の磁気記録膜用スパッタリングターゲットは、高価な同時スパッタ装置を用いることなくグラニュラー構造磁性薄膜の作製を可能にするものであり、Ｃ粒子が分散した磁気記録膜用スパッタリングターゲット、特にＦｅ－Ｐｔ系スパッタリングターゲットを提供することができ、炭素は焼結しにくい材料であり、炭素同士で凝集体を形成し易いという問題を解決し、さらにスパッタリング中に炭素の塊が容易に脱離し、スパッタリング後の膜上にパーティクルが多数発生するという問題を解決することができるという優れた効果を有する。したがってグラニュラー構造の磁性薄膜の成膜用スパッタリングターゲットとして有用である。

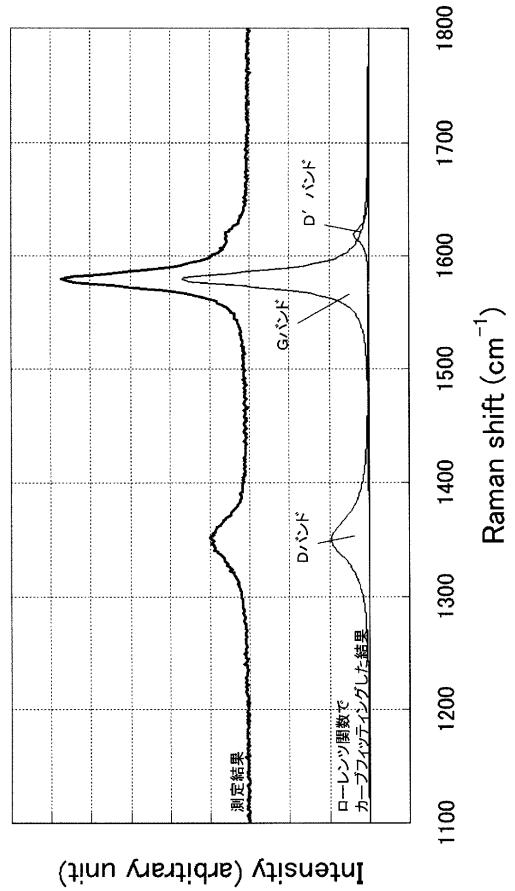
【図１】



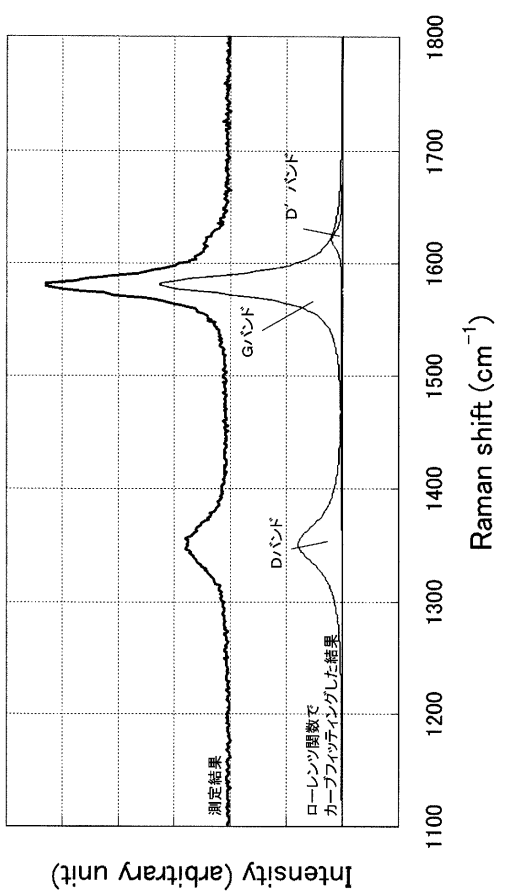
【図２】



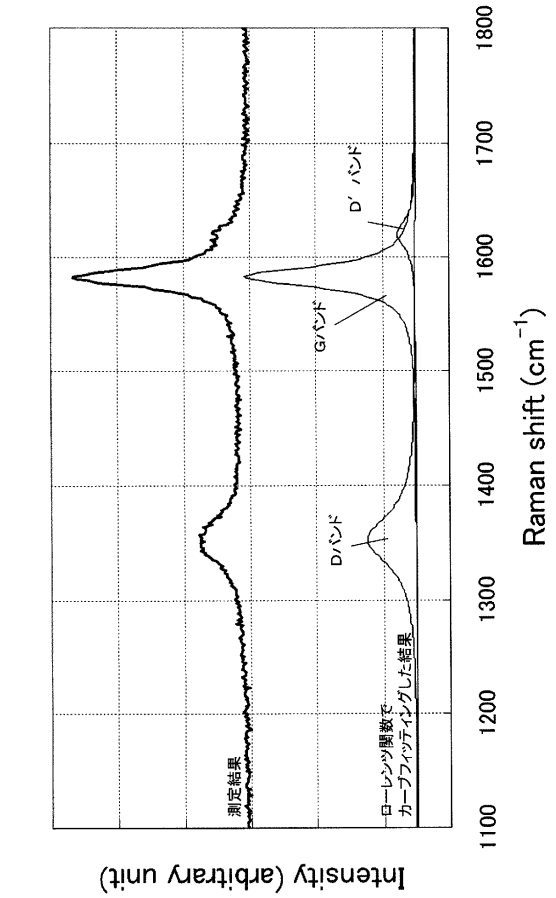
【図３】


Intensity (arbitrary unit)
Raman shift (cm^{-1})
1100
1200
1300
1400
1500
1600
1700
1800
測定結果
ローレンツ関数で
カーブフィッティングした結果
Dバンド
Gバンド
D′ バンド

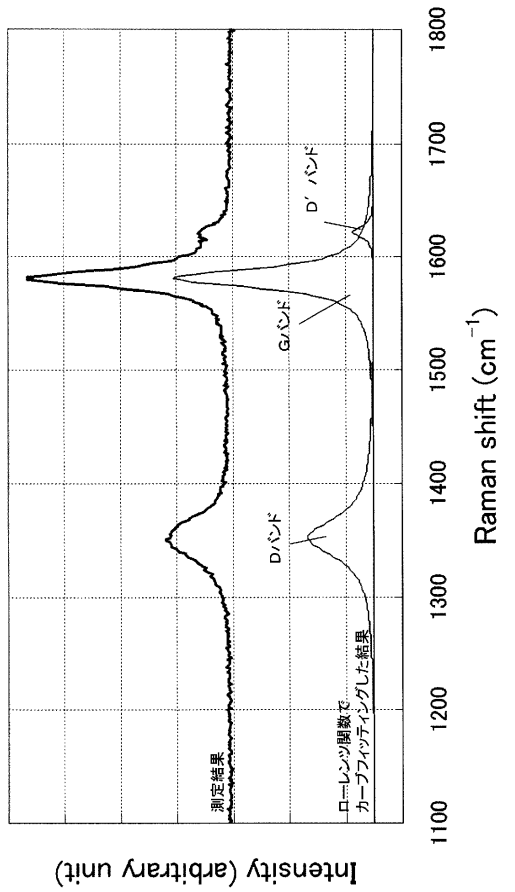
【図４】


Intensity (arbitrary unit)
Raman shift (cm^{-1})
1100
1200
1300
1400
1500
1600
1700
1800
測定結果
ローレンツ関数で
カーブフィッティングした結果
Dバンド
Gバンド
D′ バンド

【図５】


Intensity (arbitrary unit)
Raman shift (cm^{-1})
1100
1200
1300
1400
1500
1600
1700
1800
測定結果
ローレンツ関数で
カーブフィッティングした結果
Dバンド
Gバンド
D′ バンド

【図６】


Intensity (arbitrary unit)
Raman shift (cm^{-1})
1100
1200
1300
1400
1500
1600
1700
1800
測定結果
ローレンツ関数で
カーブフィッティングした結果
Dバンド
Gバンド
D′ バンド

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
Ｂ２２Ｆ 3/00 (2006.01) Ｂ２２Ｆ 3/00 Ｅ

(56)参考文献 特開２００４－１５２４７１（ＪＰ，Ａ）
特開２０００－２８２２２９（ＪＰ，Ａ）
特開２００３－２８８０２（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｃ２３Ｃ １４／３４
Ｃ２２Ｃ ５／０４
Ｃ２２Ｃ ３３／０２
Ｃ２２Ｃ ３８／００
Ｇ１１Ｂ ５／８５１