(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014 年 11 月 20 日(20.11.2014)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2014/185266 A1

(51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) *G11B 5/65* (2006.01)
C22C 5/04 (2006.01) *G11B 5/851* (2006.01)
C22C 30/00 (2006.01) *B22F 3/14* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2014/061947

(22) 国際出願日: 2014 年 4 月 30 日(30.04.2014)

(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 2013-101513 2013 年 5 月 13 日(13.05.2013) JP

(71) 出願人: 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: 佐藤　敦(SATO Atsushi); 〒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, 外(OGOSHI Isamu et al.); 〒1050001 東京都港区虎ノ門２丁目９番１４号 発明会館５階　小越国際特許事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

WO 2014/185266 A1

(54) **Title**: SPUTTERING TARGET FOR FORMING MAGNETIC THIN FILM

(54) 発明の名称 : 磁性薄膜形成用スパッタリングターゲット

(57) **Abstract**: This sintered-body sputtering target has, as main components thereof, an Fe-Pt alloy and a non-magnetic material, and is characterized by: including at least 50 but not more than 5000 ppm by mass of an element which forms an oxide having a lower standard free energy of formation of an oxide per 1 mol of oxygen than CO (carbon monoxide); and including, as the non-magnetic material, at least one from among carbon, a carbide, and a nitride. The present invention addresses the problem of providing a sputtering target which comprises an Fe-Pt alloy and a non-magnetic material, and with which the amount of particles generated during sputtering is significantly reduced.

(57) 要約:　Ｆｅ－Ｐｔ合金と非磁性材料を主成分とする焼結体スパッタリングターゲットであって、酸素１モルに対する酸化物の標準生成自由エネルギーがＣＯ（一酸化炭素）よりも低い酸化物を形成する元素を、５０質量ｐｐｍ以上５０００質量ｐｐｍ以下含有し、非磁性材料として、炭素、炭化物、窒化物のいずれか一種以上を含有することを特徴とするスパッタリングターゲット。本発明は、スパッタ時に発生するパーティクル量を大幅に低減させたＦｅ－Ｐｔ合金と非磁性材料とからなる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。

明　細　書

発明の名称 ： 磁性薄膜形成用スパッタリングターゲット

技術分野

[0001] 本発明は、磁気記録媒体における磁性薄膜の形成に使用される焼結体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系の強磁性合金と酸化物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、１ Ｔｂｉｔ／ｉｎ^{2}を超えつつある。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る。現在、使用されている磁気記録媒体の材料、例えばＣｏ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$_0$構造を有するＦｅ－Ｐｔ合金が超高密度記録媒体用材料として注目されている。Ｌ１$_0$構造を有するＦｅ－Ｐｔ合金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して期待されているものである。

そしてＬ１$_0$構造を有するＦｅ－Ｐｔ合金を超高密度記録媒体用材料として使用する場合には、Ｌ１$_0$構造へ規則化したＦｅ－Ｐｔ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Ｆｅ－Ｐｔ磁性粒子をＣ（炭素）や酸化物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、非磁性材料が磁性粒子を取り囲むことにより磁性粒子間の磁気的相互作用を遮断する構造を有している。

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$_0$構造を有するＦｅ－Ｐｔ磁性粒子を有するグラニュラー構造磁性薄膜としては、非磁性材料としてＣを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。ところが、Ｆｅ－Ｐｔ合金とＣからな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Ｃの不用意な脱離が生じパーティクル（基板上に付着したゴミ）が大量に発生するという問題がある。この問題を解決するには、Ｆｅ－Ｐｔ合金とＣの密着性を高めたスパッタリングターゲットを提供する必要がある。また、Ｃのかわりに炭化物や窒化物を含有するターゲットを用いても、優れた磁性薄膜が得ることができるが、この場合もスパッタ時にパーティクルが多く発生するという問題があった。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開２０００－３０６２２８号公報

特許文献2：特開２０００－３１１３２９号公報

特許文献3：特開２００８－５９７３３号公報

特許文献4：特開２００８－１６９４６４号公報

特許文献5：特開２００４－１５２４７１号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 本発明の課題は、スパッタ時に発生するパーティクル量を大幅に低減させたＦｅ－Ｐｔ合金と非磁性材料とからなる焼結体スパッタリングターゲットを提供することである。

課題を解決するための手段

[0009] 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、酸素１モルに対する酸化物の標準生成自由エネルギーがＣＯ（一酸化炭素）のよりも低い酸化物を形成する元素を微量添加することで、スパッタ時に発生するパーティクル量を大幅に低減したスパッタリングターゲットを得ることができることを見出した。

[0010] このような知見に基づき、本発明は、

１）Ｆｅ－Ｐｔ合金と非磁性材料を主成分とする焼結体スパッタリングターゲットであって、酸素１モルに対する酸化物の標準生成自由エネルギーがＣＯ（一酸化炭素）よりも低い酸化物を形成する元素を、５０質量ｐｐｍ以上５０００質量ｐｐｍ以下含有し、非磁性材料として、炭素、炭化物、窒化物のいずれか一種以上を含有することを特徴とするスパッタリングターゲット、

２）前記酸素１モルに対する酸化物の標準生成自由エネルギーがＣＯ（一酸化炭素）よりも低い酸化物を形成する元素が、Ａｌ、Ｍｇ、Ｔｉ、Ｙ、Ｚｒであることを特徴とする上記１）記載のスパッタリングターゲット、

３）Ｆｅ、Ｐｔ以外に、Ａｇ、Ａｕ、Ｂ、Ｃｏ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｉｒ、Ｍｎ、Ｍｏ、Ｎｂ、Ｎｉ、Ｐｄ、Ｒｅ、Ｒｈ、Ｒｕ、Ｓｉ、Ｓｎ、Ｔａ、Ｗ、Ｖ、Ｚｎから選択されるいずれか一種以上の元素を、金属成分として含有することを特徴とする上記１）又は２）記載のスパッタリングター

ゲット、

４）非磁性材料として、さらに酸化物を含有することを特徴とする上記１）～３）のいずれか一に記載のスパッタリングターゲット、を提供する。

発明の効果

[0011] 本発明によれば、スパッタリングの際に、発生するパーティクル量を大幅に低減したスパッタリングターゲットを提供することができる。これにより、成膜時における歩留まりを著しく向上することができるという、優れた効果を有する。

発明を実施するための形態

[0012] 本発明のスパッタリングターゲットは、Ｆｅ－Ｐｔ合金と、Ｃ（炭素）、炭化物、窒化物のいずれか一種以上からなる非磁性材料とを主成分とするものである。これらの成分は、磁気記録媒体として必要とされる成分であり、配合割合は有効な磁気記録媒体としての特性を維持できる範囲内であれば、特に制限はない。

Ｆｅ－Ｐｔ合金の組成として一般には、分子量比率においてＰｔが３５％以上５５％以下、残部がＦｅの割合で配合したものが用いることができる。

[0013] 本願発明において特に重要なことは、ＣＯ（一酸化炭素）の酸素１モルに対する酸化物の標準生成自由エネルギーよりも、低い標準生成自由エネルギーを有する酸化物を形成する元素を、微量含有することである。

酸素親和力が大きいこれらの元素は、焼結時にＦｅ粉やＦｅ系の合金粉に含まれる酸素と反応し、安定な酸化物を形成する。その結果、炭素、炭化物、窒化物が上記の酸素と反応して生じるガス成分（ＣＯ、CO_2、ＮＯ、NO_2）が減少して、Ｆｅ－Ｐｔ合金と非磁性材料の密着性が向上する。この密着性の向上により、非磁性材料の脱落によるパーティクルの発生を抑制することができる。

なお、上記の微量含有する元素の酸化物の標準生成自由エネルギーは、焼結時の温度領域でＣＯ（一酸化炭素）の標準生成自由エネルギーよりも低ければ良い。すなわち、本発明のスパッタリングターゲット（焼結体）の焼結

温度は、高くても約１５００℃であるので、これらの酸化物の標準生成自由エネルギーは、約１５００℃以下の温度領域でＣＯ（一酸化炭素）の標準生成自由エネルギーよりも低ければ十分である。

[0014] 前記の酸化物の標準生成自由エネルギーがＣＯ（一酸化炭素）よりも低い酸化物を形成する元素の含有量は、５０質量ｐｐｍ以上５０００質量ｐｐｍ以下とする。含有量が５０質量ｐｐｍ未満であると、焼結時にこれらの元素の酸化物が形成されても、なお相当量の酸素が非磁性材料と反応するため、Ｆｅ－Ｐｔ合金と非磁性材料の密着性の向上が期待できず、一方、含有量が５０００質量ｐｐｍを超えると、所望の磁気特性が得られないだけでなく、焼結時にこれらの元素の酸化物が粒成長して、パーティクルの原因となる粗大な酸化物が形成される場合があるからである。

酸素１モルに対する酸化物の標準生成自由エネルギーがＣＯ（一酸化炭素）よりも低い酸化物を形成する元素を、磁気記録媒体として必要とされる成分として用いる場合を除き、これらの元素の含有量を５０００質量ｐｐｍ以下に抑える必要がある。なお、本発明において、これらの元素は金属粉として添加させることができるが、最終的にターゲットにおいて必要量含まれていればよく、その添加手段は特に問わない。

[0015] 本発明において、前記の酸化物の標準生成自由エネルギーがＣＯ（一酸化炭素）よりも低い酸化物を形成する元素として、Ａｌ、Ｍｇ、Ｔｉ、Ｙ、Ｚｒ、Ｐｒ等の公知の材料を用いることができる。中でも、Ａｌ、Ｍｇ、Ｔｉ、Ｙ、Ｚｒの酸化物は、非常に安定であるため、パーティクルの発生源となり難く、好ましい。また、これらの元素を二種以上含んでもよく、その場合にはターゲットにおけるこれらの元素の合計含有量を５０質量ｐｐｍ以上５０００質量ｐｐｍ以下とする必要がある。

[0016] さらに、本発明のスパッタリングターゲットは、Ｆｅ、Ｐｔ以外にＡｇ、Ａｕ、Ｂ、Ｃｏ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｉｒ、Ｍｎ、Ｍｏ、Ｎｂ、Ｎｉ、Ｐｄ、Ｒｅ、Ｒｈ、Ｒｕ、Ｓｉ、Ｓｎ、Ｔａ、Ｗ、Ｖ、Ｚｎから選択した一種以上の元素を、金属成分としてさらに含有することができる。これらの

元素は、主にＬ１$_0$構造を発現するための熱処理の温度を下げるために添加するものである。その配合割合は、有効な磁気記録媒体としての特性を維持できる範囲内であれば、特に制限はない。

[0017] また、本発明のスパッタリングターゲットは、非磁性材料として、上記の炭素、炭化物、窒化物に加えて、酸化物を含有することができる。このようなスパッタリングターゲットから作製された磁性膜は、酸化物が炭素、炭化物、窒化物と同様に磁性粒子同士の磁気的な相互作用を絶縁する構造をとるため、良好な磁気特性が期待される。

[0018] 本発明のスパッタリングターゲットは、粉末焼結法を用いて、例えば、以下の方法によって作製することができる。

まず、金属粉としてＦｅ粉、Ｐｔ粉、ＡｌＩ粉などを用意する。金属粉としては、単元素の金属粉だけでなく、合金粉を用いることもできる。これらの金属粉は粒径が１～１０μｍの範囲のものを用いることが望ましい。粒径が１～１０μｍであるとより均一な混合が可能であり、偏析と粗大結晶化を防止できる。金属粉末の粒径が１０μｍより大きい場合には、非磁性材料が均一に分散しないことがあり、また、１μｍより小さい場合には、金属粉の酸化の影響でターゲットの組成が所望の組成から外れてくるという問題が生じることがある。なお、この粒径範囲はあくまで好ましい範囲であり、これを逸脱することが本願発明を否定する条件でないことは当然理解されるべきである。

[0019] また、非磁性材料の粉末として、Ｃ粉、炭化物粉、窒化物粉などを用意する。非磁性材料粉末は粒径が１～３０μｍの範囲のものを用いることが望ましい。粒径が１～３０μｍであると前述の金属粉と混合した際に、非磁性材料粉同士が凝集しにくくなり、均一に分散させることが可能になる。非磁性材料のうちＣ粉に関しては、グラファイト（黒鉛）やナノチューブのように結晶構造を有するものと、カーボンブラックに代表される非晶質のものがあるが、いずれのＣ粉を使用することができる。

[0020] 次に、上記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

知の手法を用いて粉砕を兼ねて混合する。このとき、粉砕容器内に不活性ガスを封入して原料粉の酸化をできるかぎり抑制することが望ましい。

[0021] このようにして得られた混合粉末をホットプレス法で真空雰囲気、あるいは、不活性ガス雰囲気において成型・焼結させる。また、前記ホットプレス以外にも、プラズマ放電焼結法など様々な加圧焼結方法を使用することができる。特に熱間静水圧焼結法は焼結体の密度向上に有効である。焼結時の保持温度は、ターゲットの構成成分にもよるが、多くの場合、８００～１５００°Ｃの温度範囲とする。

そして、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を作製することができる。

[0022] 以上により本発明のスパッタリングターゲットを製造することができる。このようにして製造したスパッタリングターゲットは、スパッタ時に発生するパーティクル量を低減することができ、成膜時における歩留まりを向上することができるという優れた効果を有する。

実施例

[0023] 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。

[0024] （実施例１）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２６００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３０Ｆｅ－３０Ｐｔ－４０Ｃ

さらに、実施例１では、平均粒径１０μｍのＡｌ粉を上記重量の０．１％に相当する量である２．６ｇ秤量した。

[0025] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合

・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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。

[0026] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＡｌの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ａｌの含有量は１０３０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。

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、４インチ径のシリコン基板上に２０秒間成膜した。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。このときのパーティクル個数は３２１個であった。

[0027] （比較例１）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２６００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３０Ｆｅ－３０Ｐｔ－４０Ｃ

また、比較例１ではＡｌ粉は添加しなかった。

[0028] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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。

[0029] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＡｌの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ａｌの含有量は５０質量ｐｐｍ（検出下限）未満であった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は８７１個で、実施例１より増加した。

[0030] （比較例２）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２６００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３０Ｆｅ－３０Ｐｔ－４０Ｃ

さらに、比較例２では、平均粒径１０μｍのＡｌ粉を上記重量の１％に相当する量である２６．０ｇ秤量した。

[0031] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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。

[0032] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＡｌの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ａｌの含有量は９９６０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。こ

のときのパーティクル個数は５３８個で、実施例１より増加した。これはＡｌの添加量が多かったため、粗大な酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0033]（実施例２）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が３０００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：４０Ｆｅ－４０Ｐｔ－２０Ｃ

さらに、実施例２では平均粒径１００μｍのFe_3Zr粉を上記重量の０．０５％に相当する量である１．５ｇ秤量した。

[0034] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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。

[0035] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＺｒの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｚｒの含有量は１７０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は１６６個であった。

[0036]（比較例３）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が３０００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：４０Ｆｅ－４０Ｐｔ－２０Ｃ

また、比較例３ではFe_3Zr粉は添加しなかった。

[0037] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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。

[0038] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＺｒの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｚｒの含有量は５０質量ｐｐｍ（検出下限）未満であった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は４１０個で、実施例２より増加した。

[0039]（比較例４）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が３０００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：４０Ｆｅ－４０Ｐｔ－２０Ｃ

さらに、比較例４では平均粒径１００μｍのFe_3Zr粉を上記重量の２％に相当する量である６０．０ｇ秤量した。

[0040] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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。

[0041] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＺｒの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｚｒの含有量は７１００質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は４８９個で、実施例２より増加した。これはＺｒの添加量が多かったため、粗大な酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0042] （実施例３）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が３０００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３７．５Ｆｅ－３７．５Ｐｔ－２５Ｃ

さらに、実施例３では、平均粒径４０μｍのＴｉ粉を上記重量の０．１％に相当する量である３．０ｇ秤量した。

[0043] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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。

[0044] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＴｉの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｔｉの含有量は

１０１０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は２８１個であった。

[0045] （比較例５）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が３０００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３７．５Ｆｅ－３７．５Ｐｔ－２５Ｃ

また、比較例５ではＴｉ粉は添加しなかった。

[0046] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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。

[0047] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＴｉの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｔｉの含有量は５０質量ｐｐｍ（検出下限）未満であった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は４９１個で、実施例３より増加した。

[0048] （比較例６）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒

径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が３０００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３７．５Ｆｅ－３７．５Ｐｔ－２５Ｃ

さらに、比較例６では、平均粒径４０μｍのＴｉ粉を上記重量の０．６％に相当する量である１８．０ｇ秤量した。

[0049] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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。

[0050] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＴｉの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｔｉの含有量は５９６０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は４５４個で、実施例３より増加した。これはＴｉの添加量が多かったため、粗大な酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0051]（実施例４）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２８００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３５Ｆｅ－３５Ｐｔ－３０Ｃ

さらに、実施例４では、平均粒径５０μｍの$Fe_{17}Pr_2$粉を上記重量の０．１％に相当する量である２．８ｇ秤量した。

[0052] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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。

[0053] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＰｒの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｐｒの含有量は２３０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は３７８個であった。

[0054]（比較例７）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２８００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３５Ｆｅ－３５Ｐｔ－３０Ｃ

また、比較例7では$Fe_{17}Pr_2$粉は添加しなかった。

[0055] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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。

[0056] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＰｒの分

析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｐｒの含有量は５０質量ｐｐｍ（検出下限）未満であった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は５６６個で、実施例４より増加した。

[0057]（比較例８）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２８００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３５Ｆｅ－３５Ｐｔ－３０Ｃ

さらに、比較例８では、平均粒径５０μｍの$Fe_{17}Pr_2$粉を上記重量の４．０％に相当する量である１１２ｇ秤量した。

[0058] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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。

[0059] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＰｒの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｐｒの含有量は９８７０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は４１１個で、実施例４より増加した。これはＰ

ｒの添加量が多かったため、粗大な酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0060]（実施例５）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２７００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３２．５Ｆｅ－３２．５Ｐｔ－３５Ｃ

さらに、実施例５では、平均粒径１００μｍのＭｇ粉を上記重量の０．１％に相当する量である２．７ｇ、平均粒径４０μｍのFe_3Zr粉を上記重量の０．２％に相当する量である５．４ｇ、それぞれ秤量した。

[0061] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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。

[0062] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＭｇとＺｒの分析を実施した。グロー放電質量分析装置を用いて分析した結果、Ｍｇの含有量は１０００質量ｐｐｍ、Ｚｒの含有量は７００質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は２７５個であった。

[0063]（比較例９）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合

計の重量が２７００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３２．５Ｆｅ－３２．５Ｐｔ－３５Ｃ

また、比較例９ではＭｇ粉もFe_3Zr粉も添加しなかった。

[0064] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＭｇとＺｒの分析を実施した。グロー放電質量分析装置を用いて分析した結果、Ｍｇは８質量ｐｐｍ、Ｚｒは１７質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は７２０個で、実施例５より増加した。

[0066]（比較例１０）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２７００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３２．５Ｆｅ－３２．５Ｐｔ－３５Ｃ

さらに、比較例１０では、平均粒径１００μｍのＭｇ粉を上記重量の１．０％に相当する量である２７ｇ、平均粒径４０μｍのFe_3Zr粉を上記重量の０．４％に相当する量である１０．８ｇ、それぞれ秤量した。

[0067] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合

・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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。

[0068] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＭｇとＺｒの分析を実施した。グロー放電質量分析装置を用いて分析した結果、Ｍｇの含有量は９９００質量ｐｐｍ、Ｚｒの含有量は１４００質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は９８８個で、実施例５より増加した。これはＭｇとＺｒの添加量が多かったため、粗大な酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0069] （実施例６）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２４００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：２７．５Ｆｅ－２７．５Ｐｔ－４５Ｃ

さらに、実施例６では、平均粒径１０μｍのＡｌ粉を上記重量の０．２％に相当する量である４．８ｇ、平均粒径４０μｍのＴｉ粉を上記重量の０．２％に相当する量である４．８ｇ、平均粒径１００μｍのFe_3Zr粉を上記重量の０．２％に相当する量である４．８ｇ、それぞれ秤量した。

[0070] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＡｌとＴｉとＺｒの分析を実施した。グロー放電質量分析装置を用いて分析した結果、Ａｌの含有量は２０００質量ｐｐｍ、Ｔｉの含有量は１９００質量ｐｐｍ、Ｚｒの含有量は７００質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は３８５個であった。

[0072]（比較例１１）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２４００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：２７．５Ｆｅ－２７．５Ｐｔ－４５Ｃ

また、比較例１１ではＡｌ粉もＴｉ粉もFe_3Zr粉も添加しなかった。

[0073] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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。

[0074] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＡｌとＴｉとＺｒの分析を実施した。グロー放電質量分析装置を用いて分析した結果、Ａｌは０．５質量ｐｐｍ、Ｔｉは０．４質量ｐｐｍ、Ｚｒは１３質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．

０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は８０４個で、実施例６より増加した。

[0075] （比較例１２）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２４００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：２７．５Ｆｅ－２７．５Ｐｔ－４５Ｃ

さらに、比較例１２では、平均粒径１０μｍのＡｌ粉を上記重量の０．３％に相当する量である７．２ｇ、平均粒径４０μｍのＴｉ粉を上記重量の０．３％に相当する量である７．２ｇ、平均粒径１００μｍのFe_3Zr粉を上記重量の０．４％に相当する量である９．６ｇ、それぞれ秤量した。

[0076] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１５００°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] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＡｌとＴｉとＺｒの分析を実施した。グロー放電質量分析装置を用いて分析した結果、Ａｌの含有量は３１００質量ｐｐｍ、Ｔｉの含有量は３０００質量ｐｐｍ、Ｚｒの含有量は１４００質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は４８５個で、実施例６より増

加した。これはＡｌとＴｉとＺｒの添加量が多かったため、粗大な酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0078]（実施例８）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＴａＣ粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が３２００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：４６．２０Ｆｅ－３０．８０Ｐｔ－２３ＴａＣ

さらに、実施例８では、平均粒径１００μｍのＭｇ粉を上記重量の０．２％に相当する量である６．４ｇ秤量した。

[0079] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１２００°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。

[0080] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＭｇの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｍｇの含有量は２０７０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は１３８個であった。

[0081]（比較例１５）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＴａＣ粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が３２００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：４６．２０Ｆｅ－３０．８０Ｐｔ－２３ＴａＣ

また、比較例１５ではＭｇ粉は添加しなかった。

[0082] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１２００°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。

[0083] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＭｇの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｍｇの含有量は５０質量ｐｐｍ（検出下限）未満であった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いてマグネトロンスパッタ装置に取り付け、実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は４０８個で、実施例８より増加した。

[0084]（比較例１６）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＴａＣ粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が３２００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：４６．２０Ｆｅ－３０．８０Ｐｔ－２３ＴａＣ

さらに、比較例１６では、平均粒径１００μｍのＭｇ粉を上記重量の１％に相当する量である３２．０ｇ秤量した。

[0085] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１２００°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。

[0086] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＭｇの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｍｇの含有量は１０１００質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は２２７個で、実施例８より増加した。これはＭｇの添加量が多かったため、粗大な酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0087]（実施例９）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＢＮ粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２４００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３５Ｆｅ－３５Ｐｔ－３０ＢＮ

さらに、実施例９では平均粒径４０μｍのＴｉ粉を上記重量の０．０２％に相当する量である０．４８ｇ秤量した。

[0088] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１２００°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] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＴｉの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｔｉの含有量は１９０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０

ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は１７８個であった。

[0090] （比較例１７）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＢＮ粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２４００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３５Ｆｅ－３５Ｐｔ－３０ＢＮ

また、比較例１７ではＴｉ粉は添加しなかった。

[0091] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１２００°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。

[0092] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＴｉ量の分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｔｉの含有量は５０質量ｐｐｍ（検出下限）未満であった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いてマグネトロンスパッタ装置に取り付け、実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は３７０個で、実施例９より増加した。

[0093] （比較例１８）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＢＮ粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２４０

０ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３５Ｆｅ－３５Ｐｔ－３０ＢＮ

さらに、比較例１８では、平均粒径４０μｍのＴｉ粉を上記重量の１％に相当する量である２４．０ｇ秤量した。

[0094] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１２００°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。

[0095] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＴｉの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｔｉの含有量は１００００質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は３２８個で、実施例９より増加した。

これはＴｉの添加量が多かったため、粗大な酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0096]（実施例１０）

原料粉として平均粒径１０μｍのＦｅ－Ｐｔ粉（分子量比率で５０Ｆｅ－５０Ｐｔの組成）、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）、平均粒径１μｍのSiO_2粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２５００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３５Ｆｅ－３５Ｐｔ－２５Ｃ－５SiO_2

さらに、実施例１０では、平均粒径５０μｍのFe_3Y粉を上記重量の０．１％に相当する量である２．５ｇ秤量した。

[0097] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１１５０°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。

[0098] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＹの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｙの含有量は３５０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は１１３個であった。

[0099]（比較例１９）

原料粉として平均粒径１０μｍのＦｅ－Ｐｔ粉（分子量比率で５０Ｆｅ－５０Ｐｔの組成）、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）、平均粒径１μｍのSiO_2粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２５００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３５Ｆｅ－３５Ｐｔ－２５Ｃ－５SiO_2

また、比較例１９ではFe_3Y粉は添加しなかった。

[0100] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１１５０°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。

[0101] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＹ量の分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｙの含有量は５０質量ｐｐｍ（検出下限）未満であった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いてマグネトロンスパッタ装置に取り付け、実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は２２１個で、実施例１０より増加した。

[0102] （比較例２０）

原料粉として平均粒径１０μｍのＦｅ－Ｐｔ粉（分子量比率で５０Ｆｅ－５０Ｐｔの組成）、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）、平均粒径１μｍのSiO_2粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２５００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３５Ｆｅ－３５Ｐｔ－２５Ｃ－５SiO_2

さらに、比較例２０では平均粒径５０μｍのFe_3Y粉を上記重量の２％に相当する量である５０ｇ秤量した。

[0103] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１１５０°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] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＹの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｙの含有量は６９１０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は３５１個で、実施例１０より増加した。これはＹの添加量が多かったため、粗大なＹ酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0105] （実施例１１）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉、平均粒径１μｍのSi_3N_4粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２６００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３８Ｆｅ－３８Ｐｔ－２０Ｃ－４Si_3N_4

さらに、実施例１１では平均粒径１０μｍのＡｌ粉を上記重量の０．０５％に相当する量である１．３ｇ、平均粒径４０μｍのＴｉ粉を上記重量の０．０５％に相当する量である１．３ｇ、それぞれ秤量した。

[0106] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。ホットプレスの条件は、窒素雰囲気、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。

[0107] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＡｌとＴｉの分析を実施した。グロー放電質量分析装置を用いて分析した結果、Ａｌの含有量は５２０質量ｐｐｍ、Ｔｉの含有量は５１０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は１６９個であった。

[0108] （比較例２１）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉、平均粒径１μｍのSi_3N_4粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２６００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３８Ｆｅ－３８Ｐｔ－２０Ｃ－４Si_3N_4

また、比較例２１ではＡｌ粉もＴｉ粉も添加しなかった。

[0109] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。ホットプレスの条件は、窒素雰囲気、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。

[0110] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＡｌとＴｉの分析を実施した。グロー放電質量分析装置を用いて分析した結果、Ａｌは０．４質量ｐｐｍ、Ｔｉは０．３質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は４０１個で、実施例１１より増加した。

[0111]（比較例２２）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉、平均粒径１μｍのSi_3N_4粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２６００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３８Ｆｅ－３８Ｐｔ－２０Ｃ－４Si_3N_4

さらに、比較例２２では、平均粒径１０μｍのＡｌ粉を上記重量の１％に相当する量である２６．０ｇ、平均粒径４０μｍのＴｉ粉を上記重量の１％に相当する量である２６．０ｇ、それぞれ秤量した。

[0112] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。ホットプレスの条件は、窒素雰囲気、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。

[0113] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＡｌとＴｉの分析を実施した。グロー放電質量分析装置を用いて分析した結果、Ａｌの含有量は１００００質量ｐｐｍ、Ｔｉの含有量は１００００質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は４５６個で、実施例１１より増加した。これはＡｌとＴｉの添加量が多かったため、粗大な酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0114] （実施例１２）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＣｕ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２５００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：２７Ｆｅ－２７Ｐｔ－６Ｃｕ－４０Ｃ

さらに、実施例１２では平均粒径２００μｍのFe_3Zr粉を上記重量の０．０２％に相当する量である０．５ｇ秤量した。

[0115] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１２００°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。

[0116] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＺｒの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｚｒの含有量は７０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は２５５個であった。

[0117] （比較例２３）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＣｕ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２５００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：２７Ｆｅ－２７Ｐｔ－６Ｃｕ－４０Ｃ

また、比較例２３ではFe_3Zr粉は添加しなかった。

[0118] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１２００°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] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＺｒ量の分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｚｒの含有量は５０質量ｐｐｍ（検出下限）未満であった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリン

グを行い、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。このときのパーティクル個数は４３８個で、実施例１２より増加した。

[0120] （比較例２４）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径５μｍのＣｕ粉、平均粒径１０μｍのＣ粉（グラファイト粉）を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２５００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：２７Ｆｅ－２７Ｐｔ－６Ｃｕ－４０Ｃ

さらに、比較例２４では平均粒径２００μｍのFe_3Zr粉を上記重量の２％に相当する量である５０．０ｇ秤量した。

[0121] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１２００°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。

[0122] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＺｒの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｚｒの含有量は７２１０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は４６４個で、実施例１２より増加した。これはＺｒの添加量が多かったため、粗大な酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0123] （実施例１３）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒

径１０μｍのＢＮ粉、平均粒径２μｍのＣｒ$_2$Ｏ$_3$粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２５００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３８Ｆｅ－３８Ｐｔ－２０ＢＮ－４Ｃｒ$_2$Ｏ$_3$

さらに、実施例７では平均粒径１００μｍのＭｇ粉を上記重量の０．５％に相当する量である１２．５ｇ秤量した。

[0124] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１１５０°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。

[0125] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＭｇの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｍｇの含有量は４８９０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は１２９個であった。

[0126] （比較例２５）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＢＮ粉、平均粒径２μｍのＣｒ$_2$Ｏ$_3$粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２５００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３８Ｆｅ－３８Ｐｔ－２０ＢＮ－４Ｃｒ$_2$Ｏ$_3$

また、比較例２５ではＭｇ粉は添加しなかった。

[0127] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホ

ットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１１５０°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。

[0128] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＭｇ量の分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｍｇの含有量は５０質量ｐｐｍ（検出下限）未満であった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は５４６個で、実施例１３より増加した。

[0129] （比較例２６）

原料粉として平均粒径３μｍのＦｅ粉、平均粒径３μｍのＰｔ粉、平均粒径１０μｍのＢＮ粉、平均粒径２μｍのCr_2O_3粉を用意した。そして以下の組成比で合計の重量が２５００ｇとなるように秤量した。

秤量組成（分子量比率）：３８Ｆｅ－３８Ｐｔ－２０ＢＮ－４Cr_2O_3

さらに、比較例２６では平均粒径１００μｍのＭｇ粉を上記重量の０．６％に相当する量である１５．０ｇ秤量した。

[0130] 次に秤量した全ての粉末を、粉砕媒体のＳＵＳボールと共に容量１０リットルのボールミルポットに投入し、Ａｒ雰囲気中で１６時間回転させて混合・粉砕した。そしてポットから取り出した粉末をカーボン製の型に充填しホットプレス装置を用いて成型・焼結させた。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１１５０°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。

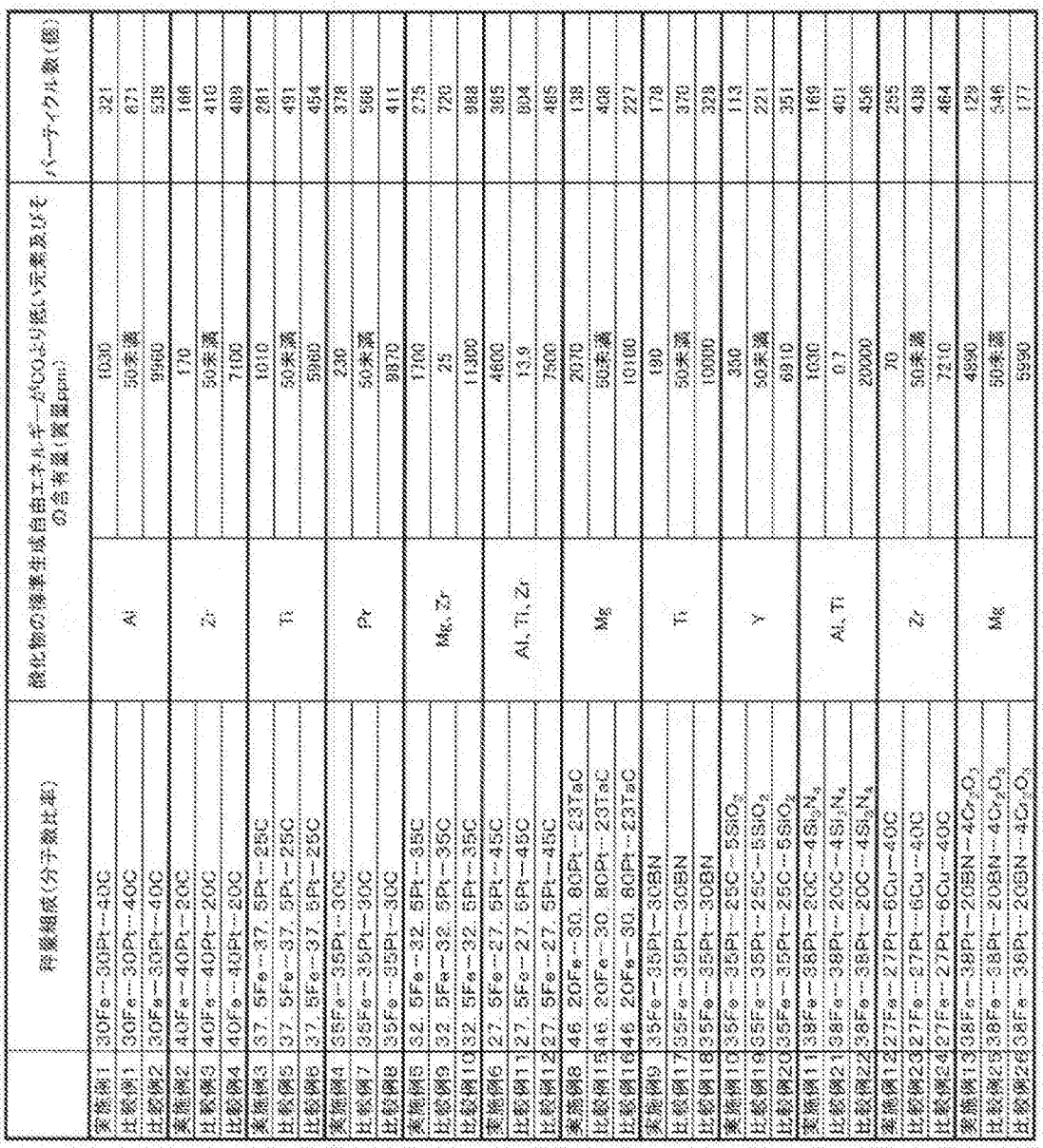
[0131] 次に作製した焼結体の一部を切り出し、切り出した小片を用いてＭｇの分析を実施した。ＩＣＰ－ＡＥＳ装置を用いて分析した結果、Ｍｇの含有量は

５９９０質量ｐｐｍであった。さらに旋盤を用いて、焼結体を直径１８０．０ｍｍ、厚さ５．０ｍｍの形状へ切削加工し、円盤状のターゲットを得た。このターゲットを用いて実施例１と同一条件でスパッタリングを行い、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。このときのパーティクル個数は１７７個で、実施例１３より増加した。これはＭｇの添加量が多かったため、粗大な酸化物が形成されパーティクル源となったためと考えられる。

[0132] 以上の通り、いずれの実施例においても、酸素１モルに対する酸化物の標準生成自由エネルギーがＣＯ（一酸化炭素）のよりも低い元素を微量添加することで、スパッタリング時に発生するパーティクル量を低減することができ、成膜時の歩留まりを向上することができた。このように、ＣＯ（一酸化炭素）のよりも酸化物の標準生成自由エネルギーが低い酸化物を形成する元素を含有させることが、パーティクル発生の抑制に非常に重要な役割を有することが分かった。

[0133]

[表1]



	母材組成(分子数比率)	酸化物の標準生成自由エネルギー—ΔCO₂より低い元素及びその合有量(質量ppm)		パーティクル数(個)
実施例1	30Fe…30Pt…40C	Al	1030	321
比較例1	30Fe…30Pt…40C		50未満	671
比較例2	30Fe—30Pt—40C		9960	538
実施例2	40Fe—40Pt—20C	Zr	170	166
比較例3	40Fe…40Pt—20C		50未満	416
比較例4	40Fe…40Pt…20C		7100	489
実施例3	37. 5Fe…37. 5Pt…25C	Ti	1010	281
比較例5	37. 5Fe…37. 5Pt—25C		50未満	491
比較例6	37. 5Fe—37. 5Pt—25C		5980	454
実施例4	35Fe…35Pt…30C	Cr	230	378
比較例7	35Fe…35Pt—30C		50未満	566
比較例8	35Fe…35Pt…30C		9870	411
実施例5	32. 5Fe…32. 5Pt…35C	Mg, Zr	1100	275
比較例9	32. 5Fe—32. 5Pt—35C		25	720
比較例10	32. 5Fe—32. 5Pt…35C		11300	982
実施例6	27. 5Fe…27. 5Pt…45C	Al, Ti, Zr	4600	365
比較例11	27. 5Fe—27. 5Pt—45C		13.9	894
比較例12	27. 5Fe…27. 5Pt—45C		2500	485
実施例8	46. 2OFe…30. 8OPt…23TaC	Mg	2070	138
比較例13	46. 2OFe—30. 8OPt…23TaC		80未満	408
比較例14	46. 2OFe—30. 8OPt…23TaC		10160	227
実施例9	35Fe—35Pt—30BN	Ti	190	178
比較例17	35Fe…35Pt—30BN		50未満	379
比較例18	35Fe…35Pt…30BN		10000	328
実施例10	35Fe…35Pt…25C…5SiO$_2$	Y	330	113
比較例19	35Fe…35Pt…25C—5SiO$_2$		50未満	221
比較例20	35Fe—35Pt…25C…5SiO$_2$		6910	351
実施例11	38Fe—38Pt—20C…4Si$_3$N$_4$	Al, Ti	1030	169
比較例21	38Fe…39Pt…20C…4Si$_3$N$_4$		0.7	401
比較例22	38Fe…38Pt…20C…4Si$_3$N$_4$		22000	436
実施例12	27Fe—27Pt—6Cu…40C	Zr	70	265
比較例23	27Fe…27Pt…6Cu…40C		30未満	438
比較例24	27Fe…27Pt…6Cu…40C		7210	484
実施例13	38Fe…39Pt—20BN—4Cr$_2$O$_3$	Mg	4590	129
比較例25	38Fe…38Pt…20BN…4Cr$_2$O$_3$		50未満	346
比較例26	38Fe…36Pt…20BN…4Cr$_2$O$_3$		5990	177

産業上の利用可能性

[0134] 本発明のスパッタリングターゲットは、スパッタ時に発生するパーティクル量を低減することができ、成膜時における歩留まりを向上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、グラニュラー構造型の磁性薄膜を形成するための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] Ｆｅ－Ｐｔ合金と非磁性材料を主成分とする焼結体スパッタリングターゲットであって、酸素１モルに対する酸化物の標準生成自由エネルギーがＣＯ（一酸化炭素）よりも低い酸化物を形成する元素を、５０質量ｐｐｍ以上５０００質量ｐｐｍ以下含有し、非磁性材料として、炭素、炭化物、窒化物のいずれか一種以上を含有することを特徴とするスパッタリングターゲット。

[請求項2] 前記酸素１モルに対する酸化物の標準生成自由エネルギーがＣＯ（一酸化炭素）よりも低い酸化物を形成する元素が、Ａｌ、Ｍｇ、Ｔｉ、Ｙ、Ｚｒであることを特徴とする請求項１に記載のスパッタリングターゲット。

[請求項3] Ｆｅ、Ｐｔ以外に、Ａｇ、Ａｕ、Ｂ、Ｃｏ、Ｃｒ、Ｃｕ、Ｇａ、Ｇｅ、Ｉｒ、Ｍｎ、Ｍｏ、Ｎｂ、Ｎｉ、Ｐｄ、Ｒｅ、Ｒｈ、Ｒｕ、Ｓｉ、Ｓｎ、Ｔａ、Ｗ、Ｖ、Ｚｎから選択されるいずれか一種以上の元素を、金属成分として含有することを特徴とする請求項１又は２記載のスパッタリングターゲット。

[請求項4] 非磁性材料として、さらに酸化物を含有することを特徴とする請求項１～３のいずれか一項に記載のスパッタリングターゲット。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2014/061947

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C23C14/34(2006.01)i, *C22C5/04*(2006.01)i, *C22C30/00*(2006.01)i, *G11B5/65*(2006.01)i, *G11B5/851*(2006.01)i, *B22F3/14*(2006.01)n

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, C22C5/04, C22C30/00, G11B5/65, G11B5/851, B22F3/14

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	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

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	WO 2012/105201 A1 (Mitsubishi Materials Corp.), 09 August 2012 (09.08.2012), claims 1 to 7; paragraph of "Mode for carrying out the Invention" & JP 2012-178211 A & US 2013/0306471 A1	1-4
A	WO 2012/105205 A1 (Mitsubishi Materials Corp.), 09 August 2012 (09.08.2012), claims 1 to 7; paragraph of "Mode for carrying out the Invention" & JP 2012-178210 A	1-4

☒ 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 24 July, 2014 (24.07.14)	Date of mailing of the international search report 05 August, 2014 (05.08.14)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2014/061947

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2012/132939 A1 (Tanaka Kikinzoku Kogyo Kabushiki Kaisha), 04 October 2012 (04.10.2012), claims 1 to 30; paragraph of "Mode for carrying out the Invention" & JP 2012-214874 A & US 2014/0021043 A1	1-4
A	JP 2012-252768 A (Mitsubishi Materials Corp.), 20 December 2012 (20.12.2012), claims 1 to 5; paragraph of "Mode for carrying out the Invention" (Family: none)	1-4
A	JP 2013-33581 A (Mitsubishi Materials Corp.), 14 February 2013 (14.02.2013), claims 1 to 5; paragraph of "Mode for carrying out the Invention" (Family: none)	1-4
A	WO 2012/133166 A1 (JX Nippon Mining & Metals Corp.), 04 October 2012 (04.10.2012), claims 1 to 6; paragraph of "Mode for carrying out the Invention" & US 2013/0306470 A1 & CN 103459656 A	1-4
A	WO 2013/046882 A1 (JX Nippon Mining & Metals Corp.), 04 April 2013 (04.04.2013), claims 1 to 5; paragraph of "Mode for carrying out the Invention" & JP 5301751 B	1-4
A	JP 2008-59733 A (Heraeus, Inc.), 13 March 2008 (13.03.2008), claims 1 to 20; paragraph of "Best mode for carrying out the Invention" & US 2008/0057350 A1 & EP 1895518 A1 & CN 101136213 A & KR 10-2008-0020926 A	1-4
P,X	WO 2013/094605 A1 (JX Nippon Mining & Metals Corp.), 27 June 2013 (27.06.2013), claims 1 to 6; paragraph of "Mode for carrying out the Invention" (Family: none)	1-4

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１４／０６１９４７

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, C22C5/04(2006.01)i, C22C30/00(2006.01)i, G11B5/65(2006.01)i, G11B5/851(2006.01)i, B22F3/14(2006.01)n

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, C22C5/04, C22C30/00, G11B5/65, G11B5/851, B22F3/14

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	１９７１－２０１４年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１４年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１４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	WO 2012/105201 A1 (三菱マテリアル株式会社) 2012.08.09, 請求項 1-7、発明を実施するための形態の項 & JP 2012-178211 A & US 2013/0306471 A1	1-4
A	WO 2012/105205 A1 (三菱マテリアル株式会社) 2012.08.09, 請求項 1-7、発明を実施するための形態の項 & JP 2012-178210 A	1-4

☑　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	国際調査報告の発送日
２４．０７．２０１４	０５．０８．２０１４

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　９４４５
植前　充司
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	WO 2012/132939 A1（田中貴金属工業株式会社）2012.10.04, 請求項1-30、発明を実施するための形態の項 & JP 2012-214874 A & US 2014/0021043 A1	1-4
A	JP 2012-252768 A（三菱マテリアル株式会社）2012.12.20, 請求項1-5、発明を実施するための形態の項（ファミリーなし）	1-4
A	JP 2013-33581 A（三菱マテリアル株式会社）2013.02.14, 請求項1-5、発明を実施するための形態の項（ファミリーなし）	1-4
A	WO 2012/133166 A1（ＪＸ日鉱日石金属株式会社）2012.10.04, 請求項1-6、発明を実施するための形態の項 & US 2013/0306470 A1 & CN 103459656 A	1-4
A	WO 2013/046882 A1（ＪＸ日鉱日石金属株式会社）2013.04.04, 請求項1-5、発明を実施するための形態の項 & JP 5301751 B	1-4
A	JP 2008-59733 A（ヘラエウス　インコーポレーテッド）2008.03.13, 請求項1-20、発明を実施するための最良の形態の項 & US 2008/0057350 A1 & EP 1895518 A1 & CN 101136213 A & KR 10-2008-0020926 A	1-4
Ｐ，Ｘ	WO 2013/094605 A1（ＪＸ日鉱日石金属株式会社）2013.06.27, 請求項1-6、発明を実施するための形態の項（ファミリーなし）	1-4