(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
2018年12月27日(27.12.2018)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2018/235889 A1

(51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) *C22F 1/00* (2006.01)
C22F 1/04 (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2018/023573

(22) 国際出願日： 2018年6月21日(21.06.2018)

(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 2017-122210 2017年6月22日(22.06.2017) JP

(71) 出願人: 株式会社ＵＡＣＪ (**UACJ CORPORATION**) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町一丁目７番２号 Tokyo (JP). 住友化学株式会社 (**SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED**) [JP/JP]; 〒1048260 東京都中央区新川二丁目２７番１号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 竹田 博貴 (**TAKEDA Hiroki**); 〒1000004 東京都千代田区大手町一丁目７番２号 株式会社ＵＡＣＪ内 Tokyo (JP). 藤田 昌宏 (**FUJITA Masahiro**); 〒7920015 愛媛県新居浜市大江町１番１号 住友化学株式会社内 Ehime (JP).

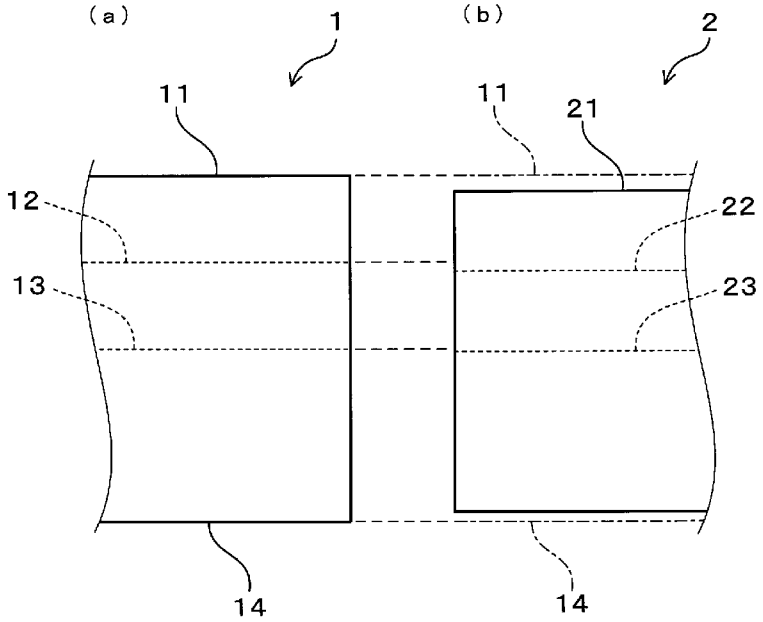
(74) 代理人: 特許業務法人あいち国際特許事務所 (**AICHI, TAKAHASHI, IWAKURA & ASSOCIATES**); 〒4500002 愛知県名古屋市中村区名駅３丁目２６番１９号 名駅永田ビル Aichi (JP).

(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,

(54) **Title:** SPUTTERING TARGET MATERIAL, SPUTTERING TARGET, ALUMINUM SHEET FOR SPUTTERING TARGET, AND PRODUCTION METHOD THEREFOR

(54) 発明の名称： スパッタリングターゲット材、スパッタリングターゲット、スパッタリングターゲット用アルミニウム板及びその製造方法

（図１）



(57) **Abstract:** A sputtering target material (2) comprises aluminum having a purity of 99.999 mass% or higher, and incidental impurities. The sputtering target material satisfies formulae: $D_s \leq 230$; $D_q \leq 280$; $D_c \leq 300$; $1.2 \leq D_q/D_s$; and $1.3 \leq D_c/D_s$, where D_s [μm] represents the average crystal grain size at the sheet surface (21) thereof, D_q[μm]

WO 2018/235889 A1

［続葉有］

BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, 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, ST, 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:

一 国際調査報告(条約第21条(3))

represents the average crystal grain size at a depth (22) of 1/4 of the sheet thickness, and D_c[μm] represents the average crystal grain size at a depth (23) of 1/2 of the sheet thickness. The average crystal grain size changes in a continuous manner in the sheet thickness direction.

(57) 要約:スパッタリングターゲット材(2)は、純度99.999質量%以上のアルミニウムと、不可避的不純物とから構成されている。板表面(21)の平均結晶粒径をD_s[μm]、板厚の1/4の深さ(22)における平均結晶粒径をD_q[μm]、板厚の1/2の深さ(23)における平均結晶粒径をD_c[μm]としたときに、下記式を満たすとともに、平均結晶粒径が板厚方向に連続的に変化している。$D_s \leqq 230$ $D_q \leqq 280$ $D_c \leqq 300$ $1.2 \leqq D_q/D_s$ $1.3 \leqq D_c/D_s$

明　細　書

発明の名称 ：

スパッタリングターゲット材、スパッタリングターゲット、スパッタリングターゲット用アルミニウム板及びその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、スパッタリング法によって基板上に薄膜を形成するときに用いるスパッタリングターゲット用高純度アルミニウム板およびその製造方法、さらにはそのスパッタリングターゲット用高純度アルミニウム板を用いたスパッタリングターゲット材及びスパッタリングターゲットに関する。

背景技術

[0002] ガラス基板上に薄膜デバイスを作製する液晶ディスプレイあるいはプラズマディスプレイ、薄膜センサー等に用いる電気配線膜、電極等には従来から主に高融点金属である純Ｃｒ膜、純Ｔａ膜、純Ｔｉ膜等の純金属膜またはそれらの合金膜が用いられていた（例えば、特許文献１）。

[0003] 近年では、ディスプレイの大型化、高精細化に伴い、電気配線膜や電極膜には信号の遅延を防止するために低抵抗化、低応力化とそれらの特性の安定化が要求されている。そのため、上述の金属膜より、さらに低抵抗な高純度アルミニウム膜を用いるようになってきている。

[0004] 上記基板に形成される金属の薄膜は、基板と、薄膜を形成する際の原料となる材料であるターゲット材との間でプラズマ放電を形成し、イオン化したアルゴンがターゲット材に衝突するエネルギーでターゲット材を構成している原子をたたき出し、その原子を基板に堆積させて薄膜を形成する手法、いわゆるスパッタリング法により形成される。

[0005] スパッタリング法を実現するためのスパッタリング装置においては、プラズマ放電空間

を形成するチャンバ内の所定位置に、ターゲット材を有するスパッタリングターゲットが

配置される。例えば、特許文献１～６には、従来のターゲット材の例が記載されている。

[0006] スパッタリングターゲット材の結晶粒径が大きい場合、スパッタリングで形成される膜厚のバラツキが大きくなることが知られている。また、結晶粒径が大きいと、スパッタリングの段階で、ターゲット材の表面に結晶面の違いに起因する凹凸が生じやすい。そして、ターゲット材の表面に凹凸が生じると、この凹凸に電荷が集中するため、異常放電によるスプラッシュが発生しやすくなる。

[0007] スプラッシュとは、スパッタリングターゲットの一部が分離して数～数百μｍの大きさの粒子となって基板上に付着するスパッタリング不良を指す。スプラッシュの発生は膜厚分布の悪化や生産性の低下を招くため好ましくない。ターゲット組織中に割れや空孔等の欠陥、すなわち空間が存在する場合にも、スプラッシュが発生しやすくなる。

[0008] またさらに、生産効率向上の観点からターゲット材の長寿命化が求められており、従来よりも長時間のスパッタリングが行われる傾向にある。スパッタリングが長時間化すると上述する結晶面の違いに起因する凹凸が発生しやすく、この凹凸によりターゲット材の局部消耗がより進行し易くなるため、従来よりも凹凸を抑制する効果の高いターゲット材が求められている。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献1：特開平６－８１１４１号公報

特許文献2：特開平６－２９９３４２号公報

特許文献3：特開２０１４－４７３８３号公報

特許文献4：特許第５３２８０１７号

特許文献5：特開平３－２３６９号公報

特許文献6：特開２００４－１０７７５８号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0010] 本発明は、かかる上述の問題点に鑑みてなされたものであって、結晶粒径および結晶面を従来とは異なる態様とすることで、スパッタリング時の局所的な消耗を抑制することができ、かつ、スプラッシュも抑制することで生産性の低下を抑制しながら、より長時間のスパッタリングにおいても形成される金属膜の厚さが均一で低抵抗とすることができるスパッタリングターゲット用アルミニウム板とその製造方法、さらにはそのスパッタリングターゲット用高純度アルミニウム板を用いたスパッタリングターゲット材及びスパッタリングターゲットを提供しようとするものである。

課題を解決するための手段

[0011] 本発明者らは、鋭意検討を行った結果、板厚方向の中心部に近づくほど結晶粒径が大きくなるようにスパッタリングターゲット材の組織を制御することにより、上述した従来の課題を解決できることを見出した。

[0012] 例えば、特許文献１～４においては膜厚バラツキを改善する観点からスパッタリングターゲット材の結晶粒径および結晶面を制御している。しかし、本発明者らが見出した、スパッタリング面の結晶粒径および結晶面を板表面から板厚方向の中心部に向かって連続的に変化させる組織制御が行われておらず、その効果が不十分である。

[0013] 特許文献５においては板厚方向で変化する組織制御を実施しているが、この組織形態は本発明で規定される組織形態とは異なる。また、異なる材料同士を接合するクラッド圧延の必要性があり、単体材料で達成している本発明と比べるとターゲット素材の生産効率やコストの観点で課題がある。

[0014] また、特許文献６においても、板厚方向で変化する組織制御を実施しているが、そもそも本発明とは結晶構造が異なるタンタルを主とするものであり、また、製造方法も回転軸方向鍛造によるものである。

[0015] ここで、特に集合組織制御は技術的なハードルが高い。結晶構造の違いはもちろん、例えば、圧延、圧縮、押出等の塑性加工の方法の違いや、同じアルミニウム合金においても合金系が異なると、形成される集合組織も変化す

るため組織制御の方法自体も異なる。本発明はあくまで純度９９．９９９質量％以上の高純度アルミニウムにおいて、好適な組織を見出し、また、大量生産に好適な単体材料の圧延により組織制御を達成したものである。

[0016] 即ち、本発明の一態様は、以下の≪１≫～≪３≫に係るスパッタリングターゲット材にある。

[0017] ≪１≫

純度９９．９９９質量％以上のアルミニウムと、不可避的不純物とからなり、

板表面の平均結晶粒径をD_s［μｍ］、板厚の１／４の深さにおける平均結晶粒径をD_q［μｍ］、板厚の１／２の深さにおける平均結晶粒径をD_c［μｍ］としたときに、下記（１）式～（５）式を満たすとともに、平均結晶粒径が板厚方向に連続的に変化している、スパッタリングターゲット材。

$D_s \leqq 230$ ・・・（１）

$D_q \leqq 280$ ・・・（２）

$D_c \leqq 300$ ・・・（３）

$1.2 \leqq D_q / D_s$ ・・・（４）

$1.3 \leqq D_c / D_s$ ・・・（５）

[0018] ≪２≫

≪１≫に記載のスパッタリングターゲット材であって、

更に、下記（６）式と（７）式との組合せ、及び、（８）式と（９）式との組合せのうち、少なくとも一つの組合せを満足する、スパッタリングターゲット材。

$1.5 \leqq A_{001q} / A_{001s}$ ・・・（６）

$2.0 \leqq A_{001c} / A_{001s}$ ・・・（７）

$0 < A_{123q} / A_{123s} \leqq 0.85$ ・・・（８）

$0 < A_{123c} / A_{123s} \leqq 0.65$ ・・・（９）

[0019] ここで、

A_{001s}は板表面の｛００１｝面の面積率、

A_{001q}は板厚の１／４の深さにおける｛００１｝面の面積率、

A_{001c}は板厚の１／２の深さにおける｛００１｝面の面積率、

A_{123s}は板表面の｛１２３｝面の面積率、

A_{123q}は板厚の１／４の深さにおける｛１２３｝面の面積率、

A_{123c}は板厚の１／２の深さにおける｛１２３｝面の面積率である。

[0020]≪３≫

≪２≫に記載のスパッタリングターゲット材であって、

更に、下記（１０）式～（１３）式のうち少なくとも１つを満足する、スパッタリングターゲット材。

$0 < A_{011c}/A_{011s} \leqq 0.9$ ・・・（１０）

$0 < A_{111c}/A_{111s} \leqq 0.7$ ・・・（１１）

$0 < A_{112c}/A_{112s} \leqq 0.9$ ・・・（１２）

$0 < A_{113c}/A_{113s} \leqq 0.9$ ・・・（１３）

[0021] ここで、

A_{011s}は板表面の｛０１１｝面の面積率、

A_{011c}は板厚の１／２の深さにおける｛０１１｝面の面積率、

A_{111s}は板表面の｛１１１｝面の面積率、

A_{111c}は板厚の１／２の深さにおける｛１１１｝面の面積率、

A_{112s}は板表面の｛１１２｝面の面積率、

A_{112c}は板厚の１／２の深さにおける｛１１２｝面の面積率、

A_{113s}は板表面の｛１１３｝面の面積率、

A_{113c}は板厚の１／２の深さにおける｛１１３｝面の面積率である。

[0022] 本発明の他の態様は、以下の≪４≫～≪６≫に係るスパッタリングターゲット用アルミニウム板にある。

[0023]≪４≫

純度９９．９９９質量％以上のアルミニウムと、不可避的不純物とからなり、

板表面における平均結晶粒径をd_s［μｍ］、板厚の１／４の深さにおける

平均結晶粒径をd_q［μm］、板厚の１／２の深さにおける平均結晶粒径をd_c［μm］としたときに、下記（1’）式～（5’）式を満たすとともに、平均結晶粒径が板厚方向に連続的に変化している、スパッタリングターゲット用アルミニウム板。

$d_s < 230$ ・・・（1’）

$d_q \leqq 280$ ・・・（2’）

$d_c \leqq 300$ ・・・（3’）

$1.2 \leqq d_q / d_s$ ・・・（4’）

$1.3 \leqq d_c / d_s$ ・・・（5’）

[0024] ≪５≫

≪４≫に記載のスパッタリングターゲット用アルミニウム板であって、

更に、下記（6’）式と（7’）式との組合せ、及び、（8’）式と（9’）式との組合せのうち、少なくとも一つの組合せを満足する、スパッタリングターゲット用アルミニウム板。

$1.5 \leqq B_{001q} / B_{001s}$ ・・・（6’）

$2.0 \leqq B_{001c} / B_{001s}$ ・・・（7’）

$0 < B_{123q} / B_{123s} \leqq 0.85$ ・・・（8’）

$0 < B_{123c} / B_{123s} \leqq 0.65$ ・・・（9’）

[0025] ここで、

B_{001s}は板表面の｛００１｝面の面積率、

B_{001q}は板厚の１／４の深さにおける｛００１｝面の面積率、

B_{001c}は板厚の１／２の深さにおける｛００１｝面の面積率、

B_{123s}は板表面の｛１２３｝面の面積率、

B_{123q}は板厚の１／４の深さにおける｛１２３｝面の面積率、

B_{123c}は板厚の１／２の深さにおける｛１２３｝面の面積率である。

[0026] ≪６≫

≪５≫に記載のスパッタリングターゲット用アルミニウム板であって、

更に、下記（１０’）式～（１３’）式のうち少なくとも１つを満足する、

スパッタリングターゲット用アルミニウム板。

$0 < B_{011c} / B_{011s} \leqq 0.9$ ・・・（１０’）

$0 < B_{111c} / B_{111s} \leqq 0.7$ ・・・（１１’）

$0 < B_{112c} / B_{112s} \leqq 0.9$ ・・・（１２’）

$0 < B_{113c} / B_{113s} \leqq 0.9$ ・・・（１３’）

[0027] ここで、

B_{011s}は板表面の｛０１１｝面の面積率、

B_{011c}は板厚の１／２の深さにおける｛０１１｝面の面積率、

B_{111s}は板表面の｛１１１｝面の面積率、

B_{111c}は板厚の１／２の深さにおける｛１１１｝面の面積率、

B_{112s}は板表面の｛１１２｝面の面積率、

B_{112c}は板厚の１／２の深さにおける｛１１２｝面の面積率、

B_{113s}は板表面の｛１１３｝面の面積率、

B_{113c}は板厚の１／２の深さにおける｛１１３｝面の面積率である。

[0028] 本発明のさらに他の態様は、以下の≪７≫～≪８≫に係るスパッタリングターゲット用アルミニウム板の製造方法にある。

[0029] ≪７≫

純度９９．９９９質量％以上のアルミニウムと、不可避的不純物とからなる鋳塊に１回または複数回の圧延を行い、≪４≫～≪６≫に記載のスパッタリングターゲット用アルミニウム板を製造する方法であって、

上記圧延の最終パスにおける圧下率をＲ［％］、圧延終了温度をＴ［℃］としたときに、下記（１４）式～（１５）式を満たす条件で上記最終パスの圧延を行う、スパッタリングターゲット用アルミニウム板の製造方法。

$150 \leqq T \leqq 300$ ・・・（１４）

$R \geqq 8.8 \times 10^{-4} \times (T+273)^2 - 0.9 \times (T+273) + 281$ ・・・（１５）

[0030] ≪８≫

≪７≫に記載のスパッタリングターゲット用アルミニウム板の製造方法で

あって、上記最終パスの圧延の後に、更に、上記アルミニウム板を２００～３５０℃で加熱して焼鈍する、スパッタリングターゲット用アルミニウム板の製造方法。

発明の効果

[0031] 本発明によれば、スパッタリング中のスプラッシュの発生を抑制することができるのと同時に、スパッタリング時の局所的な消耗を抑制することができるため、生産ロスを抑え、かつ従来より長時間のスパッタリングにおいても均一な膜厚の金属薄膜を形成することができる。また、圧延条件を厳密に制御することで、上記の優れた特性を備えたスパッタリングターゲット用アルミニウム板材を効率良く安定して得ることができる。

図面の簡単な説明

[0032] [図1]実施例における、（ａ）アルミニウム板の平均結晶粒径及び結晶面の面積率の測定位置、（ｂ）スパッタリングターゲット材の平均結晶粒径及び結晶面の面積率の測定位置を示す断面図である。

[図2]実施例における、（ａ）サンプルＡ１のスパッタリング位置、（ｂ）サンプルＡ１５のスパッタリング位置、（ｃ）サンプルＡ１６のスパッタリング位置を示す断面図である。

発明を実施するための形態

[0033] 以下、本発明の実施形態について具体的に説明する。

[0034] 前述のような課題を解決するべく本発明者等が種々実験、検討を重ねた結果、純度９９．９９９質量％以上の高純度アルミニウムにおいてスパッタリング面の結晶粒径および結晶面を板表面から板厚方向の中心部に向かって連続的に変化させた組織を有するスパッタリングターゲット用アルミニウム材を用いてスパッタリングターゲット材を作製することによって、スパッタリング時の局所的な消耗を抑制することができる。さらに、スプラッシュも抑制することで、生産ロスを抑えながらより長時間のスパッタリングにおいても形成する金属膜の厚さが均一で低抵抗とすることができることを見出し、この発明をなすに至った。

[0035] 本明細書において、「板表面」は、平面状の面の表面であれば何れの面であってもよい。本発明のスパッタリングターゲット材では、通常、後述の（１）式～（５）式を満たす板表面をスパッタリング面として使用する。該スパッタリングターゲット材が、後述の（１）式～（５）式を満たす板表面を、例えば２つ有する場合、その板表面の何れもスパッタリング面として使用することができる。

[0036] 本発明に係るスパッタリングターゲット材は、公知のスパッタリング法におけるターゲット材として好適に用いることができる。また、本発明に係るスパッタリングターゲット材は、スパッタリング効率を増大させたマグネトロンスパッタリングに用いる場合においても上述した作用効果を奏することができる。

[0037] 本発明に係るスパッタリングターゲット用アルミニウム板およびスパッタリングターゲット材は、上述したように、純度９９．９９９質量％以上の高純度アルミニウムよりなる。アルミニウム板の純度が９９．９９９質量％未満の場合には、形成される金属膜の抵抗値が高くなるため、目的とする品質を得ることが困難になる。

[0038] なお、上記アルミニウム板中の含有水素量が多い場合、ポロシティが発生しやすくなる。そして、スパッタリングの段階でそのポロシティ部分が凹凸となりスプラッシュが発生しやすくなることが知られている。かかる問題を回避する観点から、上記アルミニウム板のアルミニウム１００ｇ当たりの含有水素量は０．３ｃｍ^{3}以下とすることが好ましい。

[0039] 次に、上記アルミニウム板の結晶粒径の規定理由について説明する。

[0040] 本発明の一態様においては、上記スパッタリングターゲット材におけるスパッタリング面の結晶粒径がターゲット材として使用される側の板表面から板厚方向の中心部に向かって連続的に変化し、かつ、板表面の平均結晶粒径Ｄ$_s$［μｍ］、板厚の１／４の深さにおける平均結晶粒径Ｄ$_q$［μｍ］、板厚の１／２の深さにおける平均結晶粒径Ｄ$_c$［μｍ］が下記（１）式～（５）式を満足することが規定されている。

[0041] $D_s \leqq 230$ ・・・（1）

$D_q \leqq 280$ ・・・（2）

$D_c \leqq 300$ ・・・（3）

$1.2 \leqq D_q / D_s$ ・・・（4）

$1.3 \leqq D_c / D_s$ ・・・（5）

[0042] 上記（1）～（5）式を満たすスパッタリングターゲット材を得るためには、元板となるアルミニウム板の板表面の平均結晶粒径d_s［μm］、板厚の1／4の深さにおける平均結晶粒径d_q［μm］、板厚の1／2の深さにおける平均結晶粒径d_c［μm］が下記（1’）式～（5’）式を満足することが好ましい。

[0043] $d_s < 230$ ・・・（1’）

$d_q \leqq 280$ ・・・（2’）

$d_c \leqq 300$ ・・・（3’）

$1.2 \leqq d_q / d_s$ ・・・（4’）

$1.3 \leqq d_c / d_s$ ・・・（5’）

[0044] 上記の態様においては、結晶粒径が大きいとスパッタリングで形成される膜厚のバラツキが大きくなる問題、および結晶粒径が大きいとスプラッシュが発生しやすくなる問題への対策として、上記（1）式～（3）式ではスパッタリングターゲット材の平均結晶粒径の大きさを制限している。また、上記（1）式～（3）式を満足するスパッタリングターゲット材を得るために、上記（1’）式～（3’）式では元板となるアルミニウム板の平均結晶粒径の大きさを制限している。

[0045] 上述した通り、膜厚バラツキの改善およびスプラッシュの抑制に結晶粒径の微細化が有効であるため、上記（1）式～（3）式及び上記（1’）式～（3’）式に示したように、平均結晶粒径に上限を設けている。一方、膜厚バラツキの改善およびスプラッシュの抑制の観点からは結晶粒径の下限値は特に必要ないが、過度な結晶粒微細化は生産性の低下を招くおそれがある。そのため、特性と生産性の両立を考慮すると、通常、上記（1）式の平均結

晶粒径D_s及び上記（1’）式の平均結晶粒径d_sは３０μｍ以上であり、上記（２）式の平均結晶粒径D_q及び上記（2’）式の平均結晶粒径d_qは８０μｍ以上であり、上記（３）式の平均結晶粒径D_c及び上記（3’）式の平均結晶粒径d_cは１００μｍ以上である。

[0046] 一般的に、スパッタリング初期においては、放電が開始された瞬間からターゲット表面が馴染み、放電が安定するまでの間、不安定なプラズマ状態が継続する。この間の放電の揺らぎは、敏感にプラズマの安定性に寄与しやすく、スパッタリング中後期では問題にならない程度の放電の揺らぎでもスパッタリング初期ではプラズマの安定化を阻害する因子になる。

[0047] 上述の通り、スパッタリング初期の不安定なプラズマ状態では、異常放電が発生しやすく、また、異常放電の継続期間が長くなり、正常なスパッタリングに達するまでに長い時間がかかる。逆にスパッタリング中後期の安定なプラズマ状態の間に異常放電が発生しても、比較的単発で終息する場合が多い。

[0048] 換言すれば、スパッタリングターゲット材は、板表面から板厚方向の中心部に向かって順に使用されていくことになるため、使用の早い段階、つまり、スパッタリングターゲット材の板表面に近い部位で異常放電が起きスプラッシュが発生した場合、膜厚バラツキに加え、プラズマ状態が正常化され正常なスパッタリングに達するまで長い時間がかかり、生産ロスがより多くなる。そのため、使用の早い段階での凹凸の発生を抑制することがスプラッシュの抑制にとって特に重要であり、使用の後期で凹凸が発生し始めても悪影響は限定的である。

[0049] よって、上記（１）式～（３）式では、板表面に近い部位において、より厳しく結晶粒径を制限している。結晶粒径が上記（１）式～（３）式を満足することでスプラッシュの発生を抑制し、生産ロスを抑えながら均一な金属薄膜を形成することができる。

[0050] また、上記の態様においては、スパッタリング時にターゲット材が局部的に消耗する問題への対策として、板表面から板厚方向の中心部に向かってス

パッタリングターゲット材の平均結晶粒径が大きくなっていくことを上記（４）式～（５）式で規定している。また、上記（４）式～（５）式を満足するスパッタリングターゲット材を得るために、上記（４’）式～（５’）式では元板となるアルミニウム板の平均結晶粒径が板表面から板厚方向の中心部に向かって大きくなっていくことを規定している。

[0051] 結晶粒径が大きい場合には、ターゲット物質を飛び立たせるためにより大きなエネルギーが必要となりスパッタリング速度が落ちる。これは、より板の中心部に近い位置、即ち、より結晶粒径が大きい部位をスパッタすることになる局部消耗部では、その他部位に比べ結晶粒径の影響によりスパッタリング速度が低下することを意味する。それ故、スパッタリングターゲット材の局部的な消耗を抑制するため、上記（４）式～（５）式及び上記（４’）式～（５’）式に示したように、平均結晶粒径の比の値に下限を設けている。一方、スパッタリングターゲット材の局部的な消耗を抑制する観点からは、平均結晶粒径の比の値に上限はないが、量産規模で実施可能な生産プロセスを考慮した場合、上記（４）式～（５）式及び上記（４’）式～（５’）式における平均結晶粒径の比の値の上限は、通常４．０である。

[0052] よって、上記（４）式～（５）式を満足することで局部的な消耗が抑制され、均一な金属薄膜を形成することができる。スプラッシュの抑制と同様に、局部消耗の抑制に関しても、使用の早い段階での発生を抑制することが特に重要であり、使用の後期で局部消耗が発生し始めても膜厚バラツキへの影響は限定的である。

[0053] 局部的な消耗を抑制する観点からは板表面から板厚方向の中心部にかけての結晶粒径の差が大きいほど好ましい。しかし、膜厚バラツキの改善およびスプラッシュ抑制の観点から最大結晶粒径が決まるため、各特性を両立させるために、上記（１）式～（５）式を同時に満足する必要がある。

[0054] さらにより確実に、結晶粒径の影響による膜厚バラツキの改善、スプラッシュや局部消耗の抑制効果を得るためには、スパッタリングターゲット材の板表面の平均結晶粒径D_s［μｍ］、板厚の１／４の深さにおける平均結晶粒

径D_q［μm］、板厚の１／２の深さにおける平均結晶粒径D_c［μm］が下記（１６）式～（２０）式を満足することが好ましい。

[0055] $D_s \leqq 210$ ・・・（１６）

$D_q \leqq 275$ ・・・（１７）

$D_c \leqq 300$ ・・・（１８）

$1.3 \leqq D_q / D_s$ ・・・（１９）

$1.4 \leqq D_c / D_s$ ・・・（２０）

[0056] 上記（１６）式～（２０）式を満たすスパッタリングターゲット材を得るためには、元板となるアルミニウム板の板表面の平均結晶粒径d_s［μm］、板厚の１／４の深さにおける平均結晶粒径d_q［μm］、板厚の１／２の深さにおける平均結晶粒径d_c［μm］が下記（１６’）式～（２０’）式を満足することが好ましい。

[0057] $d_s \leqq 210$ ・・・（１６’）

$d_q \leqq 275$ ・・・（１７’）

$d_c \leqq 300$ ・・・（１８’）

$1.3 \leqq d_q / d_s$ ・・・（１９’）

$1.4 \leqq d_c / d_s$ ・・・（２０’）

[0058] また、アルミニウム板からスパッタリングターゲット材を作製する際には、切削加工、研磨加工等により板表面を加工するのが一般的である。この加工量については必要に応じて適宜設定すれば良いが、材料を効率良く使用する観点から、加工による板厚の減少量を最大でも３ｍｍ程度とすることが好ましい。

[0059] 上記の態様において規定されるスパッタリングターゲット材やスパッタリングターゲット用アルミニウム板の平均結晶粒径Ｄは下記（２１）式にて計算するのが好ましい。

[0060]

[数1]

$$D = \frac{\left(\sum_{i=1}^{N} A_i d_i\right)}{\left(\sum_{i=1}^{N} A_i\right)} \quad \cdots (21)$$

[0061] ここで、Ｎは観察範囲に存在する結晶粒の総数、A_i、d_iはそれぞれ着目している結晶粒ｉの面積と結晶粒径を表す。

[0062] 上記（２１）式においては、個数で重み付けする一般的な計算方法に対し、面積での重み付けを行っている。観察範囲中に７５個の微細粒と１個の粗大粒とが存在している場合を想定して、一般的な計算方法と上記（２１）式との違いをより具体的に説明する。なお、各微細粒の結晶粒径d_iは１００μｍ、面積A_iは０．０１ｍｍ^{2}であり、粗大粒の結晶粒径d_iは５００μｍ、面積A_iは０．２５ｍｍ^{2}であるとする。

[0063] 上記の場合を想定すると、上記（２１）式による平均結晶粒径Ｄは以下の通りである。

Ｄ＝（１００［μｍ］×０．０１［ｍｍ^2］×７５＋５００［μｍ］×０．２５［ｍｍ^2］×１）／（０．０１［ｍｍ^2］×７５＋０．２５［ｍｍ^2］×１）＝２００μｍ

一方、一般的な算出方法では、面積による重みづけがなされないため、平均結晶粒径Ｄ’は以下のように算出される。

Ｄ’＝（１００［μｍ］×７５＋５００［μｍ］×１）／（７５＋１）＝１０５μｍ

[0064] このように、上記（２１）式によれば、面積での重みづけがなされているため、粗大な結晶粒径が発生した場合に一般的な計算方法に比べ大きな値を算出することになる。それ故、平均結晶粒径の最大値を規定している本発明においては、一般的な平均結晶粒径の計算方法に比べより厳しい手法となっている。

[0065] 平均結晶粒径の詳細な測定方法については、結晶面の測定方法と合わせて後述する。

[0066] 次に本発明に係るスパッタリングターゲット用アルミニウム板およびスパッタリングターゲット材の結晶面の規定理由について説明する。

[0067] 本発明に係るスパッタリングターゲット材の別の態様では、スパッタリング面の結晶面がターゲット材として使用される側の板表面から板厚方向の中心部に向かって変化し、下記（６）式と（７）式との組合せ、及び、下記（８）式と（９）式との組合せのうち、少なくとも一つの組合せを満足することを規定している。

$$1.5 \leqq A_{001q} / A_{001s} \quad \cdots (6)$$

$$2.0 \leqq A_{001c} / A_{001s} \quad \cdots (7)$$

$$0 < A_{123q} / A_{123s} \leqq 0.85 \quad \cdots (8)$$

$$0 < A_{123c} / A_{123s} \leqq 0.65 \quad \cdots (9)$$

[0068] 上記（６）式と（７）式との組合せを満たすスパッタリングターゲット材を得るためには、元板となるアルミニウム板の結晶面が下記（６’）式と（７’）式との組合せを満足することが好ましい。また、上記（８）式と（９）式との組合せを満たすスパッタリングターゲット材を得るためには、元板となるアルミニウム板の結晶面が下記（８’）式と（９’）式との組合せを満足することが好ましい。

[0069]

$$1.5 \leqq B_{001q} / B_{001s} \quad \cdots (6')$$

$$2.0 \leqq B_{001c} / B_{001s} \quad \cdots (7')$$

$$0 < B_{123q} / B_{123s} \leqq 0.85 \quad \cdots (8')$$

$$0 < B_{123c} / B_{123s} \leqq 0.65 \quad \cdots (9')$$

[0070] スパッタリングターゲット材の結晶面が上記（６）式と（７）式との組合せ、及び、上記（８）式と（９）との組合せのうち少なくとも一方の組合せを満足することにより、スパッタリングターゲット材の局部消耗を抑制することができる。上述した特許文献１、２及び特許文献４～６にも記載がある様に、スパッタリングでは、結晶面によってスパッタリング速度が異なるこ

とが知られており、本発明の態様と異なる態様での結晶面の制御が従来から行われている。個々の結晶面とスパッタリング速度の厳密な関係については諸説あり、本発明の態様において局部消耗を抑制できる理由については今後の解明が必要であるが、現時点では、｛００１｝面の増加および｛１２３｝面の減少によりスパッタリング速度の低下が起こる結果、局部消耗が抑制され、均一な金属薄膜を形成することができると推測される。

[0071] それ故、スパッタリングターゲット材の局部的な消耗を抑制するため、上記（６）式～（７）式及び上記（６’）式～（７’）式においては、結晶面の比の値に下限を設けている。一方、スパッタリングターゲット材の局部的な消耗を抑制する観点からは、結晶面の比の値に上限はないが、量産規模で実施可能な生産プロセスを考慮した場合、通常、上記（６）式及び上記（６’）式における結晶面の比の値の上限は４０であり、同じく上記（７）式及び上記（７’）式における結晶面の比の値の上限は５０である。

[0072] 同様に、スパッタリングターゲット材の局部的な消耗を抑制するため、上記（８）式～（９）式及び上記（８’）式～（９’）式においては、結晶面の比の値に上限を設けている。また、結晶面の比の値としてゼロ及び負の値は取らないため、上記（８）式～（９）式及び上記（８’）式～（９’）式に示したように、比の値に下限を設けている。

[0073] また、下記（２２）式と（２３）式との組合せ、及び、下記（２４）式と（２５）式との組合せのうち、少なくとも一つの組合せを満足することで、より確実に局部消耗を抑制することができる。

[0074] $2.0 \leqq A_{001q} / A_{001s}$ ・・・（２２）

$2.5 \leqq A_{001c} / A_{001s}$ ・・・（２３）

$0 < A_{123q} / A_{123s} \leqq 0.75$ ・・・（２４）

$0 < A_{123c} / A_{123s} \leqq 0.50$ ・・・（２５）

[0075] 上記（２２）式と（２３）式との組合せを満たすスパッタリングターゲット材を得るためには、元板となるアルミニウム板の結晶面が下記（２２’）式と（２３’）式との組合せを満足することが好ましい。また、上記（２４

）式と（２５）式との組合せを満たすスパッタリングターゲット材を得るためには、元板となるアルミニウム板の結晶面が下記（２４’）式と（２５’）式との組合せを満足することが好ましい。

[0076] $2.0 \leqq B_{001q} / B_{001s}$ ・・・（２２’）

$2.5 \leqq B_{001c} / B_{001s}$ ・・・（２３’）

$0 < B_{123q} / B_{123s} \leqq 0.75$ ・・・（２４’）

$0 < B_{123c} / B_{123s} \leqq 0.50$ ・・・（２５’）

[0077] また、上記（６）式～（９）式で示す結晶面の制御に加え、下記（１０）式～（１３）式のうち少なくとも１つを満足することにより、より一層局部消耗を抑制し、均一な金属薄膜を形成することができる。

[0078] $0 < A_{011c} / A_{011s} \leqq 0.9$ ・・・（１０）

$0 < A_{111c} / A_{111s} \leqq 0.7$ ・・・（１１）

$0 < A_{112c} / A_{112s} \leqq 0.9$ ・・・（１２）

$0 < A_{113c} / A_{113s} \leqq 0.9$ ・・・（１３）

[0079] 上記（１０）式を満たすスパッタリングターゲット材を得るためには、元板となるアルミニウム板の結晶面が下記（１０’）式を満足することが好ましい。同様に、上記（１１）式、（１２）式、（１３）式を満たすスパッタリングターゲット材を得るためには、それぞれ、元板となるアルミニウム板の結晶面が下記（１１’）式、（１２’）式、（１３’）式を満足することが好ましい。

[0080] $0 < B_{011c} / B_{011s} \leqq 0.9$ ・・・（１０’）

$0 < B_{111c} / B_{111s} \leqq 0.7$ ・・・（１１’）

$0 < B_{112c} / B_{112s} \leqq 0.9$ ・・・（１２’）

$0 < B_{113c} / B_{113s} \leqq 0.9$ ・・・（１３’）

[0081] 上述した（６）式～（９）式と同様に、個々の結晶面とスパッタリング速度の厳密な関係については、今後の詳細な調査が必要であるが、｛０１１｝、｛１１１｝、｛１１２｝、｛１１３｝面が板厚方向の中心部に向かい減少することで、スパッタリング速度の低下が起こる結果、局部消耗が抑制され

ていると推測される。それ故、スパッタリングターゲット材の局部的な消耗を抑制するため、上記（１０）式～（１３）式及び上記（１０’）式～（１３’）式においては、結晶面の比の値に上限を設けている。また、結晶面の比の値としてゼロ及び負の値は取らないため、上記（１０）式～（１３）式及び上記（１０’）式～（１３’）式に示したように、比の値に下限を設けている。

[0082] さらにより一層の局部消耗抑制効果を得るには、下記（２６）式～（２９）式のうち少なくとも１つを満足することが好ましい。

[0083] $0<A_{011c}/A_{011s}\leqq 0.8$ ・・・（２６）

$0<A_{111c}/A_{111s}\leqq 0.5$ ・・・（２７）

$0<A_{112c}/A_{112s}\leqq 0.8$ ・・・（２８）

$0<A_{113c}/A_{113s}\leqq 0.8$ ・・・（２９）

[0084] 上記（２６）式を満たすスパッタリングターゲット材を得るためには、元板となるアルミニウム板の結晶面が下記（２６’）式を満足することが好ましい。同様に、上記（２７）式、（２８）式、（２９）式を満たすスパッタリングターゲット材を得るためには、それぞれ、元板となるアルミニウム板の結晶面が下記（２７’）式、（２８’）式、（２９’）式を満足することが好ましい。

[0085] $0<B_{011c}/B_{011s}\leqq 0.8$ ・・・（２６’）

$0<B_{111c}/B_{111s}\leqq 0.5$ ・・・（２７’）

$0<B_{112c}/B_{112s}\leqq 0.8$ ・・・（２８’）

$0<B_{113c}/B_{113s}\leqq 0.8$ ・・・（２９’）

[0086] ここで、上記の平均結晶粒径と結晶面の面積率の測定方法について説明する。これらの測定に当たっては、走査型電子顕微鏡に付属している後方散乱電子回折測定装置（ＳＥＭ－ＥＢＳＤ）によりスパッタリング面と平行な面を測定する。

[0087] スパッタリングターゲット材の板表面の測定においては、具体的には、上記アルミニウム板の板表面に上記した切削加工等の加工を行い、さらに当該

板表面にバフ研磨、電解研磨を順次施し加工層を除去する。なお、板表面へのバフ研磨および電解研磨による板厚の減少量は２μｍ以下である。

[0088] 上記アルミニウム板の板表面の測定においては、板表面にバフ研磨、電解研磨を順次実施する。

[0089] スパッタリングターゲット材及び上記アルミニウム板における板厚の１／４の深さ、１／２の深さを有する面の測定においては、各材料を機械研磨、バフ研磨にて所定の板厚まで削りこんだ後、電解研磨により加工層を除去する。

[0090] 上記により得られた各材料の電解研磨面に対して、１２ｍｍ×６ｍｍの範囲で測定を行う。統計的には測定範囲内に５０００個程度の結晶粒径を含むことが好ましいため、測定時間が許す場合はさらに広範囲の測定を実施するのがよい。なお、一視野では１２ｍｍ×６ｍｍの測定ができない場合は、複数の視野を測定後、後述するＥＢＳＤ解析測定ソフトを使用して、各視野の方位情報を結合し一つのデータとすればよい。測定のＳＴＥＰサイズは結晶粒径の１／１０程度が好ましいとされる。本発明では５μｍとして測定を行い、また、隣接する方位との角度差が５°以上である場合、その隣接方位同士の境界線を結晶粒界とみなした。

[0091] 得られた情報から、ＥＢＳＤ解析ソフトを使用して平均結晶粒径および各方位面の面積率を求める。解析ソフトとしては、例えばＴＳＬ社製の「ＯＩＭ　Ａｎａｌｙｓｉｓ」を用いることができる。平均結晶粒径については、上述した面積での重み付けを行う方法で算出し、結晶面の面積率については、許容角度を理想方位から±１０°として求めた。実施例に記載した結晶粒径、結晶面の測定方法の一覧を下記に示す。

[0092] 装置：ＴＳＬ社製後方散乱電子回折像装置

測定ソフト：ＯＩＭ　Ｄａｔａ　Ｃｏｌｌｅｃｔｉｏｎ　ｖｅｒ．５．３１

解析ソフト：ＯＩＭ　Ａｎａｌｙｓｉｓ　ｖｅｒ．５．３１

測定領域：面積１２ｍｍ×６ｍｍ

ＳＴＥＰサイズ：５μｍ

結晶粒界：隣接測定点の方位差が５°以上

結晶面の解析での許容範囲：理想方位から±１０°

[0093] なお、当然ではあるが、上述した結晶粒径の規定および結晶面の規定の両者を満たすことでも、結晶粒径の影響による膜厚バラツキの改善、スパッタリング中の異常放電の発生、およびスパッタリング中のターゲット材の局部消耗を抑制による膜厚バラツキの改善効果を得ることできる。また、スパッタリングが行なわれる面側と、その反対側との両方ともに上述した結晶粒径の規定および結晶面の規定を満たすと、スパッタリングターゲット用アルミニウム板の表裏関係なくスパッタリングターゲット材を製造することができる利点がある。

[0094] 次に、本発明に係るスパッタリングターゲット用アルミニウム板の製造方法について説明する。

[0095] 本発明に係るスパッタリングターゲット用アルミニウム板の製造方法においては、上述したように、純度９９．９９９質量％以上の高純度アルミニウムよりなる鋳塊に１回または複数回の圧延を行うことにより、最終板厚を有する板を得る。上記鋳塊の純度が９９．９９９質量％未満の場合には、得られるスパッタリングターゲット材を用いて形成する薄膜の抵抗値が高くなり、ターゲットとしてアルミニウムを用いる利点が減少する。

[0096] 上記圧延においては、少なくとも最終パスでの圧下率Ｒ［％］、圧延終了温度Ｔ［℃］が、上記（１４）式～（１５）式を満足する必要がある。

[0097] １５０≦Ｔ≦３００ ・・・（１４）

$R \geqq 8.8\times10^{-4}\times(T+273)^{2}-0.9\times(T+273)+281$ ・・・（１５）

[0098] 圧延の最終パスを上記の条件で実施することにより、板厚方向の位置に応じて異なるひずみエネルギーを導入することができる。さらに、圧延終了温度、即ち圧延終了時のアルミニウム板の温度が再結晶温度として十分であることから、別途焼鈍を行うことなく板厚方向で結晶粒径と結晶面とを変化さ

せることができる。その結果、上述の規定を満足するスパッタリングターゲット用アルミニウム板を得ることができる。

[0099] 上述した組織制御を行うためには、１パスでの大圧下が必要不可欠である。また、圧延終了温度が低い場合には、再結晶を引き起こすためにより大きなひずみエネルギーが必要となる。そのため、圧延温度が低い場合にはより大きな圧下量が必要である。一方、圧延温度が高い場合には、ひずみエネルギーの回復が起こり易くなる。そのため、十分なひずみエネルギーを圧延にて蓄積させるためにはより大きな圧下量が必要となる。以上から、横軸に圧延終了温度Ｔ、縦軸に最終パスでの圧下率Ｒをとると、最終パスにおける圧延終了温度Ｔ、圧下率Ｒの好適な範囲の境界は、上記（１５）式により規定した様な下に凸の放物線を描く。一方、最終パスでの圧下率Ｒを過度に大きくすると、得られる圧延板の表面不良や形状不良を招くおそれがある。これらの問題を回避するため、最終パスでの圧下率Ｒを８０％以下とすることが好ましい。

[0100] また、圧延終了温度が１５０℃未満の場合には、圧延後に再結晶が起こらず、スプラッシュの発生の原因となる残留歪みが大きくなる。一方、圧延終了温度が３００℃を超えると粒成長により結晶粒径が粗大化するため、結晶粒径の規定を満たさなくなるおそれがある。また、最終パスの圧下率が上記（１５）式を満たさない場合には、板厚方向でのひずみエネルギーの差が小さくなり、上記の各式により規定したように板厚方向での結晶粒径および結晶面を制御することが難しい。例えば、圧延終了温度Ｔが２００℃、３００℃の場合はそれぞれ、５２．２％以上、５４．２％以上の圧下率Ｒが必要となる。

[0101] また、上記（１５）式に代わり下記（３０）式を満足することで、より確実に異常放電の抑制と局部消耗を抑制することができる。

$$R \geqq 8.8\times10^{-4}\times(T+273)^{2}-0.9\times(T+273)+286 \quad \cdots(30)$$

[0102] 上記のように組織を制御するための要因としては、圧延の最終パスによる

ひずみエネルギーの導入および再結晶が支配的である。そのため、最終パス以外のパスにおける圧延条件については圧下率や温度など特に規定されず、必要に応じて適宜条件を設定して構わない。量産規模での製造を考慮すると、最終パス以外のパスにおける圧延開始温度は、例えば、１５０℃以上５００℃以下とすることができる。圧延開始温度が１５０℃未満では変形抵抗が大きくなるため、圧延パス回数が増加し生産効率の低下を招く恐れがある。一方、圧延開始温度が５００℃超える場合には加熱に要する燃料費が増加するばかりか、最終パスにおける圧延終了温度を上述した範囲に入れるための冷却工程が必要になる場合がある。

[0103] また、上記製造方法においては、均質化処理や冷間圧延、あるいは熱処理等を必要に応じて行っても良いが、結晶粒径および結晶面の規定を満足する上では必要がなく、工程の増加となるため生産効率は低下する。

[0104] さらに言えば、本発明に係るスパッタリングターゲット用アルミニウム板は、鋳塊に１パスの圧延のみを行うことにより製造することもできる。

[0105] また、上記製造方法においては、上記圧延の後に、さらに２００℃以上３５０℃以下の温度で上記アルミニウム板を加熱して焼鈍処理を行っても良い。この場合には、異常放電の要因になり易いアルミニウム板の残留歪みを除去することができる。

[0106] ２００℃未満で焼鈍処理を行う場合には、その効果を得ることができず、３５０℃を超える温度で焼鈍処理を行う場合には、焼鈍処理中に結晶粒が二次再結晶により粗大化し結晶粒径の規定を満足できなくなるおそれがある。なお、熱処理の保持時間については特に規定されないが、生産効率、経済性の観点から１０時間以内とするのが好適である。保持時間の下限については特に規定する必要はない。

[0107] なお、本発明にて得られるスパッタリングターゲット用アルミニウム板を用いて、スパッタリングターゲット材を作製する際には、従来から知られている方法を採用すれば良い。

実施例

[0108] 以下にこの発明の実施例を比較例とともに記す。なお、以下の実施例は、本発明の効果を説明するためのものであり、本発明の技術的範囲は実施例記載のプロセス及び条件により制限されることはない。

[0109] まず、純度９９．９９９質量％以上の工業用高純度アルミニウムよりなる鋳塊を用意し、表１に示す条件に従って圧延を行い、厚さ１０～２６ｍｍのアルミニウム板（サンプルＡ１～Ａ２５、Ｂ１～Ｂ１０）を得た。また、一部のサンプルについては、圧延の最終パスを行った後に表１に示す条件で最終焼鈍を行った。なお、サンプルＡ１～Ａ２５は本発明に係る規定を満足しており、サンプルＢ１～Ｂ１０は本発明に係る規定を満足していない。

[0110] サンプルＡ１０、Ａ１４、Ａ２０、Ａ２２、Ｂ６は圧延工程として１パスのみ行ったものである。Ａ６、Ａ１１、Ａ１８、Ａ２１、Ａ２２、Ｂ２～Ｂ４、Ｂ１０は最終焼鈍を実施していない。また、表１中の「（１５）式」の欄には、圧延の最終パスにおける圧延終了温度Ｔを上記（１５）式の右辺に代入することにより算出される値を記載し、「（３０）式」の欄には、圧延終了温度Ｔを上記（３０）式の右辺に代入することにより算出される値を記載した。

[0111] 圧延工程は、ロール径４５０ｍｍの可逆式２段圧延機にて行った。圧下率が大きい条件については、予め圧延材の先端をくさび型、即ち、先端に近づくほど板厚が薄くなる形状に加工することで噛み込み不良を防止した。なお、表１に示す圧下率や温度については、くさび型に加工した部位ではない定常部での値であり、後に示す表２及び表３の各種測定結果も定常部での値である。

[0112] 表１の条件に従って作製したアルミニウム板（以下、「元板」という。）のそれぞれについて、板表面、板厚の１／４の深さ、板厚の１／２の深さの各位置における平均結晶粒径ｄ及び結晶面の面積率Ｂを測定した。各測定位置における平均結晶粒径ｄ、平均結晶粒径ｄの比、結晶面の面積率Ｂの比の測定結果は、表２に示した通りであった。なお、サンプルＢ３は圧延終了温度が低かったため、未再結晶組織となっていた。

[0113] 次に、図１に示すように、元板１の一方の板表面１１及び他方の板表面１４に切削加工を施し、スパッタリングターゲット材２を作製した。このスパッタリングターゲット材２について、図１（ｂ）に示す表側面２１、板厚の１／４の深さ２２、板厚の１／２の深さ２３の各位置における平均結晶粒径及Ｄ及び結晶面の面積率Ａを測定した。各測定位置での平均結晶粒径Ｄ、各測定位置での平均結晶粒径Ｄの比、各測定位置での結晶面の面積率Ａの比の測定結果は、表３に示した通りであった。なお、以下においては、便宜上、元板１の一方の板表面１１を「表側面１１」といい、他方の板表面１４を「裏側面１４」ということがある。

[0114] さらに、これらのスパッタリングターゲット材を用いてスパッタリングによる膜厚バラツキ、スパッタリングによる異常放電の発生の評価を行い、その評価結果を表３に示した。

[0115] なお、スパッタリングターゲット材２は、上述したように、元板１の表側面１１及び裏側面１４に切削加工を施すことにより作製されている。そのため、スパッタリングターゲット材２の板厚は元板１とは異なっている。また、図１に示したように、スパッタリングターゲット材２における表側面２１、板厚の１／４の深さを有する位置２２、板厚の１／２の深さを有する位置２３は、元板１の表側面１１、板厚の１／４の深さを有する位置１２、板厚の１／２の深さを有する位置１３とは異なっている。

[0116] 平均結晶粒径Ｄ及びｄ、結晶面の面積率Ａ及びＢの測定方法は上述した通りである。また、スパッタリングによる膜厚バラツキ、異常放電の評価条件は以下の通りである。

[0117] まず、元板１に対し切り出し加工及び切削加工を行い、スパッタリングターゲット材２を得た。具体的には、板厚２６ｍｍの元板（サンプルＡ１５）については、切削加工において元板１の表側面１１を２ｍｍ切削し、裏側面１４を４．３ｍｍ切削した。また、板厚１３ｍｍの元板１（サンプルＡ１～Ａ１４、Ａ１７～Ａ２５、Ｂ１～Ｂ１０）及び板厚１０ｍｍの元板１（サンプルＡ１６）については、切削加工において元板１の表側面１１を１ｍｍ切

削し、裏側面１４を０．３ｍｍ切削した。これらの切削加工を行った後、表側面２１からスパッタリングが開始されるようにして各ターゲット材２をバッキングプレートに取り付け、スパッタリングターゲットを作製した。

[0118] このスパッタリングターゲットを用い、ダミー基板へのスパッタリングと評価用基板へのスパッタリングとを交互に行った。そして、ターゲット材の使用量が少ない使用初期においてアルミニウム膜が成膜された評価用基板と、ターゲット材の使用量が多い使用後期においてアルミニウム膜が成膜された評価用基板との２種の評価用基板を作製した。

[0119] 具体的には、ダミー基板への初回のスパッタリングにおいては、スパッタリング時間を０．１時間とした。評価用基板への初回のスパッタリングにおいては、スパッタリング時間を５５秒間とした。

[0120] ダミー基板への２回目のスパッタリングにおいては、元板の板厚に応じてスパッタリング時間を変更した。即ち、元板の板厚が１３ｍｍであるサンプルＡ１～Ａ１４、Ａ１７～Ａ２５、Ｂ１～Ｂ１０については、スパッタリング時間を６５時間とした。元板の板厚が２６ｍｍであるサンプルＡ１５については、スパッタリング時間を１１５時間とした。元板の板厚が１０ｍｍサンプルであるＡ１６については、スパッタリング時間を４５時間とした。

[0121] 評価用基板への２回目のスパッタリングにおいては、スパッタリング時間を５５秒間とした。

[0122] 各サンプルの元板に対するスパッタリングターゲット材部位およびスパッタリング評価部位を図２に示す。図２における符号１１、符号１４はそれぞれ元板１の表側面、裏側面である。また、符号２１、符号２４はそれぞれスパッタリングターゲット材２の表側面（つまり、スパッタリングが行われる面）、切削加工が施された後の裏側面である。

[0123] 符号２５は、評価用基板への２回目のスパッタリングが完了した時点でのスパッタリング面の位置である。元板の板厚が１３ｍｍであるサンプルＡ１～Ａ１４、Ａ１７～Ａ２５、Ｂ１～Ｂ１０については、スパッタリング量の合計は１０ｍｍであった。元板の板厚が２６ｍｍであるサンプルＡ１５につ

いては、スパッタリング量の合計は１７．８ｍｍであった。元板の板厚が１０ｍｍであるサンプルＡ１６については、スパッタリング量の合計は７．２ｍｍであった。

[0124] なお、スパッタリング評価装置およびスパッタリング時間以外のスパッタリング条件は、以下の通りである。

・スパッタリング装置：Ｅｎｄｕｒａ　５５００　ＰＶＤ（ＡＭＡＴ社製）

・スパッタ電力：１０ｋＷ

・アルゴン流量：２１ｓｃｃｍ

・基板温度：無加熱

・評価用基板：Ｓｉウェハ

[0125] 評価用基板への初回のスパッタリングではスパッタリングターゲット材２の使用量が少ない初期状態を、評価用基板への２回目のスパッタリングでは使用が進んだ後期状態を再現している。

[0126] また、スパッタリングを行っている間、マイクロアークモニター（ランドマークテクノロジー社製）を使用して異常放電の回数をカウントした。そして、ダミー基板への初回のスパッタリングを開始してから評価用基板への２回目のスパッタリングが完了するまでの間に発生した異常放電の回数の合計が３回以下である場合には表３の「異常放電回数」の欄に記号「Ａ」、４～５回である場合には記号「Ｂ」、６回以上である場合には記号「Ｃ」を記載した。異常放電の評価においては、異常放電回数の合計が５回以下である記号Ａ、Ｂの場合を、異常放電が十分に抑制されているため合格と判定し、６回以上である記号Ｃの場合を、異常放電が起こりやすいため不合格と判定した。

[0127] また、各回のスパッタリングによって形成されたアルミニウム膜の膜厚分布を、四端子法による電気抵抗の測定から換算した膜厚の値に基づいて評価した。膜厚の測定は、基板内の４９点で行った。そして、これらの値のうち最大値X_{max}［μｍ］と最小値X_{min}［μｍ］に基づき、下記（３１）式から

、膜厚バラツキs_X［％］を算出した。

$$s_X = \{(X_{max} - X_{min}) / (X_{max} + X_{min})\} \times 100 \quad \cdots (31)$$

[0128] 膜厚バラツキs_Xの値が５％以下である場合には表３の「膜厚バラツキ」の欄に記号「Ａ」、５％より大きく５．５％以下である場合には記号「Ｂ＋」、５．５％より大きく６．５％以下である場合には記号「Ｂ」、６．５％より大きい場合には記号「Ｃ」を記載した。膜厚バラツキの評価においては、膜厚バラツキの値が６．５％以下である記号Ａ、Ｂ＋、Ｂの場合を、膜厚バラツキが十分に小さいため合格と判定し、６．５％より大きい記号Ｃの場合を、膜厚バラツキが大きいため不合格と判定した。

[0129]

[表1]

(表1)

サンプル記号	総圧下率（%）	最終板厚（mm）	圧延開始温度（℃）	最終パス以外		最終パス				最終焼鈍	
				圧下率の範囲（%）	圧延終了板温度の範囲（℃）	圧下率R（%）	圧延終了温度T（℃）	(15)式	(30)式	温度（℃）	保持時間（時間）
A1	91.3	13	500	20.0～45.8	470～130	60.0	150	57.8	62.8	250	5
A2	87.0	13	400	13.3～25.0	380～130	62.5	150	57.8	62.8	200	0.1
A3	91.3	13	300	13.3～31.6	280～220	52.5	200	52.2	57.2	350	0.1
A4	89.6	13	400	28.0～51.8	360～200	55.0	200	52.2	57.2	300	2
A5	91.3	13	300	13.3～60.9	280～250	52.5	250	51.0	56.0	200	10
A6	87.0	13	300	20.0～33.3	280～250	55.0	250	51.0	56.0	なし	
A7	91.3	13	400	13.3～28.6	370～330	55.0	300	54.2	59.2	250	5
A8	89.6	13	500	9.5～36.4	450～310	57.5	300	54.2	59.2	200	2
A9	91.3	13	150	13.3～30.8	180～130	65.0	150	57.8	62.8	300	2
A10	65.0	13	150	–	–	65.0	150	57.8	62.8	250	5
A11	91.3	13	150	13.3～33.3	180～120	70.0	150	57.8	62.8	なし	
A12	91.3	13	250	13.3～56.3	230～210	57.5	200	52.2	57.2	350	0.1
A13	87.0	13	250	20.0～45.8	230～220	60.0	200	52.2	57.2	250	5
A14	60.0	13	250	–	–	60.0	200	52.2	57.2	250	5
A15	82.7	26	400	13.3～23.1	390～210	60.0	200	52.2	57.2	250	5
A16	93.3	10	400	13.3～38.5	380～210	60.0	200	52.2	57.2	250	5
A17	89.6	13	300	20.0～56.6	280～200	70.0	200	52.2	57.2	300	1
A18	91.3	13	300	12.5～33.3	280～270	57.5	250	51.0	56.0	なし	
A19	87.0	13	300	20.0～45.8	280～260	60.0	250	51.0	56.0	250	1
A20	60.0	13	300	–	–	60.0	250	51.0	56.0	200	2
A21	91.3	13	500	10.0～51.8	460～260	70.0	250	51.0	56.0	なし	
A22	70.0	13	300	–	–	70.0	250	51.0	56.0	なし	
A23	91.3	13	400	3.3～37.5	380～320	60.0	300	54.2	59.2	200	10
A24	91.3	13	300	6.7～53.6	300～270	65.0	300	54.2	59.2	250	2
A25	87.0	13	400	20.0～27.7	380～310	70.0	300	54.2	59.2	300	1
B1	87.0	13	200	20.0～56.7	180～130	50.0	150	57.8	62.8	250	5
B2	87.0	13	400	10.0～27.8	380～130	55.0	150	57.8	62.8	なし	
B3	87.0	13	300	10.0～27.8	280～110	55.0	125	62.2	67.2	なし	
B4	87.0	13	550	20.0～56.7	520～360	55.0	325	57.5	62.5	なし	
B5	91.3	13	300	3.3～56.3	260～130	57.5	150	57.8	62.8	250	1
B6	57.5	13	200	–	–	57.5	150	57.8	62.8	300	1
B7	89.6	13	400	13.3～25.0	380～200	50.0	200	52.2	57.2	200	5
B8	91.3	13	300	13.3～40.0	280～260	50.0	250	51.0	56.0	350	0.1
B9	89.6	13	400	20.0～60.0	380～280	50.0	300	54.2	59.2	250	2
B10	87.0	13	500	20.0～54.4	460～320	52.5	300	54.2	59.2	なし	

[0130]

[表2]

(表2)

サンプル記号	平均結晶粒径d					結晶面の面積率B								
	d_s (μm)	d_q (μm)	d_c (μm)	d_q/d_s	d_c/d_s	B_{001q}/B_{001s}	B_{001c}/B_{001s}	B_{123q}/B_{123s}	B_{123c}/B_{123s}	B_{011c}/B_{011s}	B_{111c}/B_{111s}	B_{112c}/B_{112s}	B_{113c}/B_{113s}
A1	215	275	290	1.28	1.35	1.70	2.30	0.80	0.70	1.00	0.80	0.95	0.95
A2	215	265	295	1.23	1.37	1.75	2.45	0.80	0.55	1.00	0.60	0.85	1.00
A3	220	275	300	1.25	1.36	1.65	2.15	0.85	0.70	1.00	0.95	0.95	0.95
A4	215	270	295	1.26	1.37	1.95	2.45	0.80	0.55	0.85	0.70	0.95	0.95
A5	210	260	290	1.24	1.38	1.60	2.15	0.85	0.60	0.95	0.90	1.00	1.05
A6	220	265	300	1.20	1.36	1.80	2.40	0.80	0.55	0.95	0.75	0.85	0.85
A7	215	270	295	1.26	1.37	1.85	2.45	0.85	0.55	0.95	0.60	0.85	0.95
A8	210	260	290	1.24	1.38	1.95	2.35	0.80	0.55	0.85	0.65	0.90	0.85
A9	70	135	190	1.93	2.71	4.80	7.50	0.65	0.20	0.70	0.55	0.55	0.75
A10	65	125	170	1.92	2.62	6.30	8.60	0.60	0.35	0.55	0.55	0.65	0.75
A11	35	90	115	2.57	3.29	32.00	47.50	0.05	0.05	0.10	4×10^{-3}	0.01	0.15
A12	190	260	290	1.37	1.53	3.50	3.50	0.65	0.55	0.95	0.60	0.80	0.95
A13	90	145	205	1.61	2.28	15.35	22.45	0.25	0.05	0.35	0.02	0.05	0.40
A14	75	140	180	1.87	2.40	20.20	25.70	0.30	0.20	0.25	0.05	0.02	0.30
A15	60	130	200	2.17	3.33	14.35	20.85	0.35	0.15	0.30	0.10	0.05	0.35
A16	75	145	175	1.93	2.33	18.20	29.50	0.30	0.20	0.20	0.10	0.03	0.25
A17	45	140	165	3.11	3.67	8.50	15.30	0.50	0.10	0.20	0.10	0.10	0.25
A18	180	255	280	1.42	1.56	3.23	3.85	0.75	0.35	0.85	0.75	0.95	0.95
A19	50	145	165	2.90	3.30	13.50	22.95	0.25	0.10	0.45	0.30	0.40	0.55
A20	55	145	190	2.64	3.45	26.50	38.40	0.10	0.15	0.60	0.20	0.25	0.50
A21	40	110	155	2.75	3.88	26.30	27.55	0.15	0.25	0.40	0.30	0.10	0.60
A22	40	110	155	2.75	3.88	16.80	29.10	0.45	0.15	0.55	0.45	0.45	0.55
A23	165	250	300	1.52	1.82	4.50	3.60	0.70	0.40	0.95	0.75	0.85	0.95
A24	135	190	240	1.41	1.78	3.50	3.00	0.65	0.40	0.95	0.75	0.90	0.90
A25	110	155	210	1.41	1.91	2.65	4.50	0.65	0.50	0.75	0.40	0.80	0.75
B1	315	325	330	1.03	1.05	1.10	1.20	1.00	0.90	1.20	1.20	1.05	0.95
B2	315	320	330	1.02	1.05	1.05	1.10	1.00	0.90	1.15	1.20	1.10	0.95
B3	未再結晶組織												
B4	375	385	390	1.01	1.03	1.05	1.15	1.00	0.95	1.15	1.20	1.10	0.95
B5	285	320	335	1.12	1.18	1.05	1.15	0.95	0.90	1.15	0.75	1.20	0.95
B6	310	310	310	1.00	1.00	1.15	1.20	1.00	0.85	1.05	1.20	0.95	1.00
B7	250	280	310	1.12	1.24	1.25	1.75	0.95	0.80	0.95	0.80	1.00	1.10
B8	250	260	285	1.04	1.14	1.35	1.85	0.90	0.70	1.00	1.00	1.00	0.95
B9	245	265	305	1.08	1.24	1.45	1.80	0.90	0.75	0.95	0.85	0.95	1.00
B10	245	265	300	1.08	1.22	1.45	1.85	0.90	0.70	0.95	0.75	0.95	1.00

[0131]

[表3]

(表3)

サンプル記号	平均結晶粒径D				結晶面の面積率A							異常放電回数	膜厚バラツキ
	D_s (μm)	D_q (μm)	D_c (μm)	D_q/D_s	D_c/D_s	A_{001q}/A_{001s}	A_{001c}/A_{001s}	A_{123q}/A_{123s}	A_{123c}/A_{123s}	A_{011c}/A_{011s}	A_{111c}/A_{111s}	A_{112c}/A_{112s}	A_{113c}/A_{113s}		
A1	220	280	290	1.27	1.32	1.60	2.10	0.80	0.70	1.05	0.90	0.95	1.00	B	B
A2	215	275	295	1.28	1.37	1.70	2.30	0.80	0.55	1.00	0.70	0.90	1.05	B	B
A3	230	280	300	1.22	1.30	1.50	2.00	0.85	0.70	1.05	1.05	0.95	0.95	B	B
A4	220	275	290	1.25	1.32	1.95	2.45	0.80	0.55	0.85	0.75	1.00	0.95	B	B
A5	220	265	290	1.20	1.32	1.45	1.95	0.85	0.65	0.95	1.00	1.05	1.10	B	B
A6	225	270	300	1.20	1.33	1.80	2.35	0.80	0.60	1.00	0.80	0.90	0.90	B	B
A7	225	275	295	1.22	1.31	1.75	2.40	0.85	0.55	1.05	0.70	0.90	0.95	B	B
A8	215	260	285	1.21	1.33	1.90	2.30	0.80	0.55	0.90	0.70	0.90	0.90	B	B
A9	80	150	180	1.88	2.25	4.10	6.25	0.70	0.30	0.75	0.65	0.60	0.80	A	A
A10	70	130	160	1.86	2.29	5.20	6.05	0.65	0.40	0.65	0.55	0.65	0.75	A	A
A11	40	100	110	2.50	2.75	30.50	45.00	0.10	0.05	0.10	$3x10^{-3}$	0.01	0.15	A	A
A12	205	270	290	1.32	1.41	2.00	2.50	0.75	0.55	0.95	0.70	0.95	0.95	A	B+
A13	100	160	200	1.60	2.00	11.00	17.50	0.35	0.10	0.40	0.02	0.05	0.45	A	A
A14	85	150	180	1.76	2.12	16.50	23.50	0.40	0.25	0.35	0.05	0.03	0.40	A	A
A15	80	130	160	1.63	2.00	10.20	13.50	0.65	0.45	0.55	0.20	0.30	0.50	A	A
A16	85	140	180	1.65	2.12	16.50	24.00	0.35	0.25	0.35	0.10	0.05	0.35	A	A
A17	50	145	165	2.90	3.30	7.85	12.65	0.55	0.20	0.30	0.10	0.10	0.35	A	A
A18	190	260	280	1.37	1.47	2.15	2.45	0.75	0.50	0.90	0.75	1.00	0.95	A	B+
A19	60	150	165	2.50	2.75	10.50	20.00	0.30	0.15	0.50	0.35	0.40	0.65	A	A
A20	70	155	180	2.21	2.57	25.50	33.50	0.20	0.20	0.70	0.25	0.30	0.50	A	A
A21	45	115	145	2.56	3.22	18.50	25.00	0.20	0.35	0.50	0.40	0.20	0.60	A	A
A22	50	120	150	2.40	3.00	14.50	27.00	0.50	0.25	0.60	0.45	0.50	0.70	A	A
A23	180	270	290	1.50	1.61	2.10	2.55	0.75	0.50	0.95	0.80	0.90	1.00	A	B+
A24	150	200	230	1.33	1.53	2.05	2.60	0.65	0.45	1.00	0.75	0.95	0.90	A	B+
A25	120	160	200	1.33	1.67	2.05	2.50	0.70	0.50	0.80	0.50	0.80	0.80	A	A
B1	320	325	330	1.02	1.03	1.05	1.10	1.00	0.90	1.20	1.30	1.10	0.95	C	C
B2	315	320	330	1.02	1.05	1.05	1.10	1.00	0.95	1.20	1.20	1.15	1.00	C	C
B3	未再結晶組織													C	C
B4	380	385	390	1.01	1.03	1.05	1.10	1.05	0.95	1.20	1.25	1.20	0.95	C	C
B5	290	325	330	1.12	1.14	1.05	1.20	0.95	0.90	1.10	0.80	1.20	0.95	C	C
B6	310	315	310	1.02	1.00	1.10	1.00	0.95	0.85	1.05	1.25	0.95	1.00	C	C
B7	260	285	305	1.10	1.17	1.15	1.50	0.95	0.80	1.00	0.90	1.00	1.20	C	C
B8	255	265	285	1.04	1.12	1.30	1.65	0.90	0.75	1.00	1.00	0.95	0.95	C	C
B9	255	270	300	1.06	1.18	1.35	1.70	0.95	0.75	0.95	0.80	0.95	1.05	C	C
B10	250	270	290	1.08	1.16	1.40	1.80	0.90	0.70	0.95	0.75	0.95	1.10	C	C

[0132] 本発明に係る平均結晶粒径の規定を満足しているサンプルＡ１～Ａ２５からなるスパッタリングターゲット材では、スパッタリング初期から末期にかけて異常放電の発生回数が５回以下となり、異常放電の発生を十分に抑制す

ることができた。また、これらのサンプルのうち、平均結晶粒径が上記（１６）式～（２０）式の規定を満たしているサンプルＡ９～Ａ２５からなるスパッタリングターゲット材では、異常放電の発生回数が３回以下となり、異常放電の発生をより効果的に抑制することができた。一方、本発明に係る平均結晶粒径の規定を満足していないサンプルＢ１～Ｂ１０からなるスパッタリングターゲット材では、異常放電の発生回数が５回を越え、異常放電発生が多かった。

[0133] また、膜厚バラツキについては、サンプルＡ１～Ａ２５からなるスパッタリングターゲット材では、スパッタリング初期から末期にかけて６．５％以内であり、膜厚バラツキを十分に低減することができた。また、これらのサンプルのうち、平均結晶粒径の規定に加えて結晶面の規定を満足しているサンプルＡ１２、Ａ１８、Ａ２３～Ａ２４は５．５％以内、サンプルＡ９～Ａ１１、Ａ１３～Ａ１７、Ａ１９～Ａ２２、Ａ２５は５％以内となり、膜厚バラツキをより低減することができた。一方、サンプルＢ１～Ｂ１０からなるスパッタリングターゲット材では、６．５％を越え膜厚バラツキが大きかった。

[0134] また、より好適な圧延条件を満足するサンプルＡ９～Ａ２５からなるスパッタリングターゲット材では、異常放電および膜厚バラツキの抑制でより一層の効果が確認できた。

[0135] 以上の結果から理解できるように、本発明で得られるスパッタリングターゲット用アルミニウム板およびスパッタリングターゲット材は、結晶粒径および結晶面を従来とは異なる態様に制御することにより、スパッタリング時の局所的な消耗を抑制することができる。更に、異常放電も抑制することで、生産ロスを抑えながら、長時間の使用においても形成する金属膜の厚さが均一で低抵抗とすることができる。また、圧延条件を厳密に規定することで、上記の優れた特性を有するスパッタリングターゲット用アルミニウム板を安定的に効率良く得ることができる。

符号の説明

[0136] １　アルミニウム板

１１　板表面

１２　板厚の１／４の深さを有する位置

１３　板厚の１／２の深さを有する位置

２　ターゲット材

２１　板表面

２２　板厚の１／４の深さを有する位置

２３　板厚の１／２の深さを有する位置

請求の範囲

[請求項1] 純度９９．９９９質量％以上のアルミニウムと、不可避的不純物とからなり、

板表面の平均結晶粒径をD_s［μｍ］、板厚の１／４の深さにおける平均結晶粒径をD_q［μｍ］、板厚の１／２の深さにおける平均結晶粒径をD_c［μｍ］としたときに、下記（１）式～（５）式を満たすとともに、平均結晶粒径が板厚方向に連続的に変化している、スパッタリングターゲット材。

$D_s \leqq 230$ ・・・（１）

$D_q \leqq 280$ ・・・（２）

$D_c \leqq 300$ ・・・（３）

$1.2 \leqq D_q / D_s$ ・・・（４）

$1.3 \leqq D_c / D_s$ ・・・（５）

[請求項2] 更に、板表面における｛００１｝面の面積率をA_{001s}、板厚の１／４の深さにおける｛００１｝面の面積率をA_{001q}、板厚の１／２の深さにおける｛００１｝面の面積率をA_{001c}としたときに、下記（６）式及び（７）式を満たす、請求項１に記載のスパッタリングターゲット材。

$1.5 \leqq A_{001q} / A_{001s}$ ・・・（６）

$2.0 \leqq A_{001c} / A_{001s}$ ・・・（７）

[請求項3] 更に、板表面における｛１２３｝面の面積率をA_{123s}、板厚の１／４の深さにおける｛１２３｝面の面積率をA_{123q}、板厚の１／２の深さにおける｛１２３｝面の面積率をA_{123c}としたときに、下記（８）式及び（９）式を満たす、請求項１または２に記載のスパッタリングターゲット材。

$0 < A_{123q} / A_{123s} \leqq 0.85$ ・・・（８）

$0 < A_{123c} / A_{123s} \leqq 0.65$ ・・・（９）

[請求項4] 更に、板表面における｛０１１｝面の面積率をA_{011s}、板厚の１

／２の深さにおける｛０１１｝面の面積率をA_{011c}としたときに、下記（１０）式を満たす、請求項２または３に記載のスパッタリングターゲット材。

$$0 < A_{011c} / A_{011s} \leqq 0.9 \quad \cdots (10)$$

[請求項5] 更に、板表面における｛１１１｝面の面積率をA_{111s}、板厚の１／２の深さにおける｛１１１｝面の面積率をA_{111c}としたときに、下記（１１）式を満たす、請求項２～４のいずれか１項に記載のスパッタリングターゲット材。

$$0 < A_{111c} / A_{111s} \leqq 0.7 \quad \cdots (11)$$

[請求項6] 更に、板表面における｛１１２｝面の面積率をA_{112s}、板厚の１／２の深さにおける｛１１２｝面の面積率をA_{112c}としたときに、下記（１２）式を満たす、請求項２～５のいずれか１項に記載のスパッタリングターゲット材。

$$0 < A_{112c} / A_{112s} \leqq 0.9 \quad \cdots (12)$$

[請求項7] 更に、板表面における｛１１３｝面の面積率をA_{113s}、板厚の１／２の深さにおける｛１１３｝面の面積率をA_{113c}としたときに、下記（１３）式を満たす、請求項２～６のいずれか１項に記載のスパッタリングターゲット材。

$$0 < A_{113c} / A_{113s} \leqq 0.9 \quad \cdots (13)$$

[請求項8] 請求項１～７のいずれか１項に記載のスパッタリングターゲット材を備えたスパッタリングターゲット。

[請求項9] 純度９９．９９９質量％以上のアルミニウムと、不可避的不純物とからなり、

板表面における平均結晶粒径をd_s［μｍ］、板厚の１／４の深さにおける平均結晶粒径をd_q［μｍ］、板厚の１／２の深さにおける平均結晶粒径をd_c［μｍ］としたときに、下記（1’）式～（5’）式を満たすとともに、平均結晶粒径が板厚方向に連続的に変化している、スパッタリングターゲット用アルミニウム板。

$d_s < 230$ ・・・（1’）

$d_q \leqq 280$ ・・・（2’）

$d_c \leqq 300$ ・・・（3’）

$1.2 \leqq d_q / d_s$ ・・・（4’）

$1.3 \leqq d_c / d_s$ ・・・（5’）

[請求項10] 更に、板表面における｛００１｝面の面積率をB_{001s}、板厚の１／４の深さにおける｛００１｝面の面積率をB_{001q}、板厚の１／２の深さにおける｛００１｝面の面積率をB_{001c}としたときに、下記（６’）式及び（７’）式を満たす、請求項９に記載のスパッタリングターゲット用アルミニウム板。

$1.5 \leqq B_{001q} / B_{001s}$ ・・・（6’）

$2.0 \leqq B_{001c} / B_{001s}$ ・・・（7’）

[請求項11] 更に、板表面における｛１２３｝面の面積率をB_{123s}、板厚の１／４の深さにおける｛１２３｝面の面積率をB_{123q}、板厚の１／２の深さにおける｛１２３｝面の面積率をB_{123c}としたときに、下記（８’）式及び（９’）式を満たす、請求項９または１０に記載のスパッタリングターゲット用アルミニウム板。

$0 < B_{123q} / B_{123s} \leqq 0.85$ ・・・（8’）

$0 < B_{123c} / B_{123s} \leqq 0.65$ ・・・（9’）

[請求項12] 更に、板表面における｛０１１｝面の面積率をB_{011s}、板厚の１／２の深さにおける｛０１１｝面の面積率をB_{011c}としたときに、下記（１０’）式を満たす、請求項１０または１１に記載のスパッタリングターゲット用アルミニウム板。

$0 < B_{011c} / B_{011s} \leqq 0.9$ ・・・（10’）

[請求項13] 更に、板表面における｛１１１｝面の面積率をB_{111s}、板厚の１／２の深さにおける｛１１１｝面の面積率をB_{111c}としたときに、下記（１１’）式を満たす、請求項１０～１２のいずれか１項に記載のスパッタリングターゲット用アルミニウム板。

$0 < B_{111c} / B_{111s} \leqq 0.7$ ・・・（１１’）

[請求項14] 更に、板表面における｛１１２｝面の面積率をB_{112s}、板厚の１／２の深さにおける｛１１２｝面の面積率をB_{112c}としたときに、下記（１２’）式を満たす、請求項１０～１３のいずれか１項に記載のスパッタリングターゲット用アルミニウム板。

$0 < B_{112c} / B_{112s} \leqq 0.9$ ・・・（１２’）

[請求項15] 更に、板表面における｛１１３｝面の面積率をB_{113s}、板厚の１／２の深さにおける｛１１３｝面の面積率をB_{113c}としたときに、下記（１３’）式を満たす、請求項１０～１４のいずれか１項に記載のスパッタリングターゲット用アルミニウム板。

$0 < B_{113c} / B_{113s} \leqq 0.9$ ・・・（１３’）

[請求項16] 純度９９．９９９質量％以上のアルミニウムと、不可避的不純物とからなる鋳塊に１回または複数回の圧延を行うスパッタリングターゲット用アルミニウム板の製造方法であって、

上記圧延の最終パスにおける圧下率をＲ［％］、圧延終了温度をＴ［℃］としたときに、下記（１４）式～（１５）式を満足する条件で上記最終パスの圧延を行う、スパッタリングターゲット用アルミニウム板の製造方法。

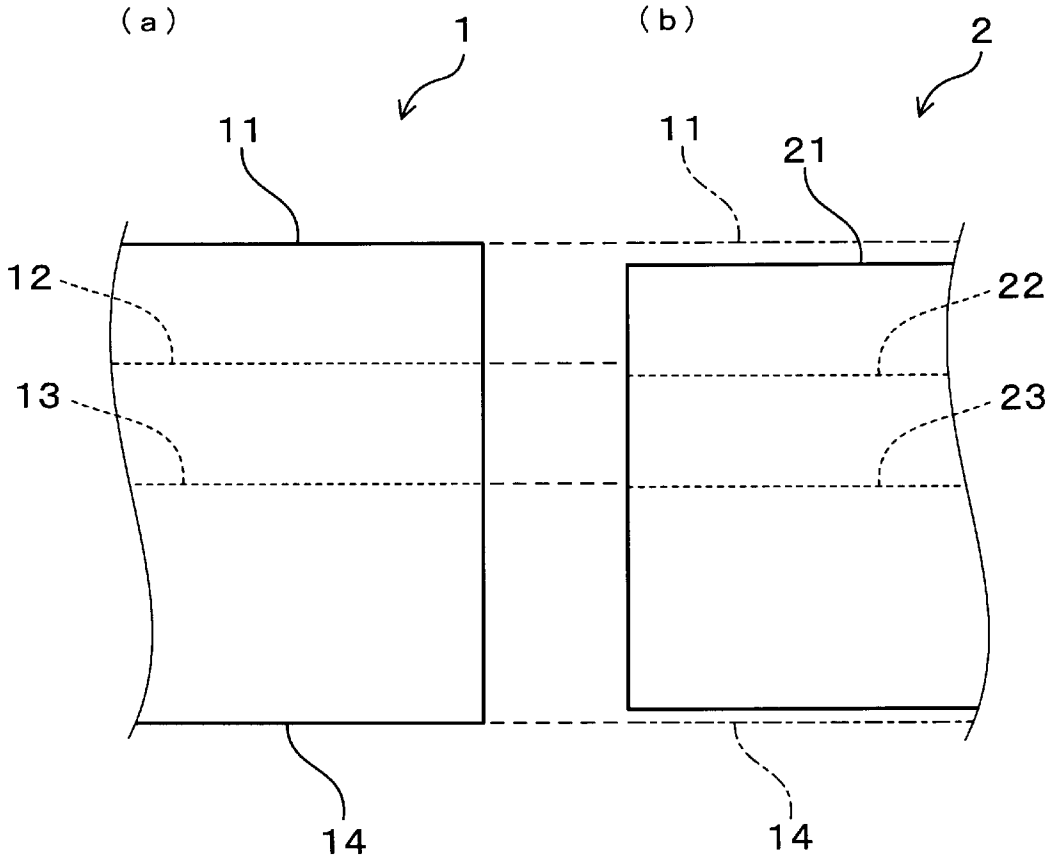
$150 \leqq T \leqq 300$ ・・・（１４）

$R \geqq 8.8 \times 10^{-4} \times (T+273)^2 - 0.9 \times (T+273) + 281$ ・・・（１５）

[請求項17] 上記最終パスの圧延を行った後、更に、上記アルミニウム板を２００～３５０℃で加熱して焼鈍する、請求項１６に記載のスパッタリングターゲット用アルミニウム板の製造方法。

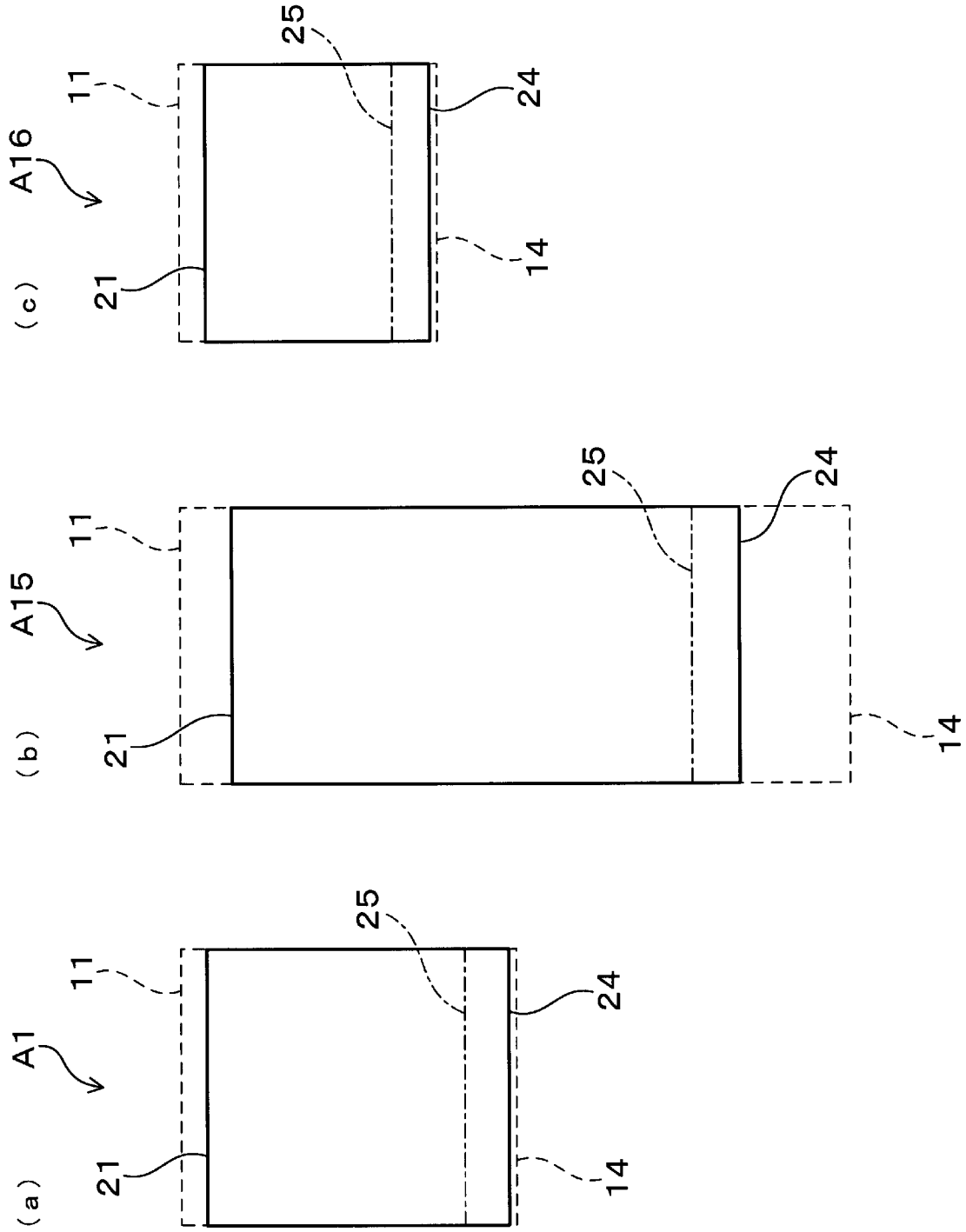
[図1]

（図１）



[図2]

(図２)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2018/023573

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl. C23C14/34(2006.01)i, C22F1/04(2006.01)i, C22F1/00(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)
Int.Cl. C23C14/34, C22F1/04, C22F1/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

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	JP 2005-509741 A (PRAXAIR S.T. TECHNOLOGY, INC.) 14 April 2005 & US 2003/0098102 A1 & WO 2003/042421 A1 & EP 1444376 B1 & KR 10-2005-0039741 A	1-17
A	WO 2012/105136 A1 (KOBE STEEL, LTD.) 09 August 2012 & US 2013/0306468 A1 & CN 103348036 A & KR 10-2013-0122965 A	1-17
A	JP 2010-132942 A (SUMITOMO LIGHT METAL INDUSTRIES, LTD.) 17 June 2010 (Family: none)	1-17
A	JP 2014-47383 A (NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORPORATION) 17 March 2014 (Family: none)	1-17
A	WO 2011/105583 A1 (KOBE STEEL, LTD.) 01 September 2011 & US 2012/0325655 A1 & CN 102770576 A & KR 10-2012-0109648 A	1-17
P, A	JP 2017-150015 A (TOSHIBA MATERIALS CO., LTD.) 31 August 2017 (Family: none)	1-17

☐ 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 27 July 2018 (27.07.2018)	Date of mailing of the international search report 07 August 2018 (07.08.2018)
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１８／０２３５７３

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, C22F1/04(2006.01)i, C22F1/00(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, C22F1/04, C22F1/00

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	１９７１－２０１８年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１８年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１８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	JP 2005-509741 A (プラックセアー エス.ティ.テクノロジー, インコーポレイテッド) 2005.04.14, & US 2003/0098102 A1 & WO 2003/042421 A1 & EP 1444376 B1 & KR 10-2005-0039741 A	1-17
A	WO 2012/105136 A1 (株式会社神戸製鋼所) 2012.08.09, & US 2013/0306468 A1 & CN 103348036 A & KR 10-2013-0122965 A	1-17

☑　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
２７．０７．２０１８	０７．０８．２０１８

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　４４９０
▲高▼橋　真由
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４１６

C（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	JP 2010-132942 A (住友軽金属工業株式会社) 2010.06.17, (ファミリーなし)	1-17
A	JP 2014-47383 A (新日鐵住金株式会社) 2014.03.17, (ファミリーなし)	1-17
A	WO 2011/105583 A1 (株式会社神戸製鋼所) 2011.09.01, & US 2012/0325655 A1 & CN 102770576 A & KR 10-2012-0109648 A	1-17
P,A	JP 2017-150015 A (東芝マテリアル株式会社) 2017.08.31, (ファミリーなし)	1-17