(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
2016 年 5 月 12 日(12.05.2016)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2016/072297 A1

(51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) *C22C 1/02* (2006.01)
B22D 21/00 (2006.01) *C22C 9/00* (2006.01)
C22B 9/04 (2006.01) *H01L 21/285* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2015/079991

(22) 国際出願日: 2015 年 10 月 23 日(23.10.2015)

(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 2014-226978 2014 年 11 月 7 日(07.11.2014) JP

(71) 出願人: 住友金属鉱山株式会社(SUMITOMO METAL MINING CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1058716 東京都港区新橋５－１１－３ Tokyo (JP).

(72) 発明者: 富樫 亮(TOGASHI, Ryo); 〒2728588 千葉県市川市中国分３－１８－５ 住友金属鉱山株式会社 市川研究所内 Chiba (JP). 山岸 浩一(YAMAGISHI, Koichi); 〒1988601 東京都青梅市末広町１丁目６番１号 住友金属鉱山株式会社 青梅事業所内 Tokyo (JP). 渡辺 宏幸(WATANABE, Hiroyuki); 〒1988601 東京都青梅市末広町１丁目６番１号 住友金属鉱山株式会社 青梅事業所内 Tokyo (JP). 佐藤 恵理子(SATO, Eriko); 〒1988601 東京都青梅市末広町１丁目６番１号 住友金属鉱山株式会社 青梅事業所内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 正林 真之, 外(SHOBAYASHI, Masayuki et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内１－７－１２ サピアタワー Tokyo (JP).

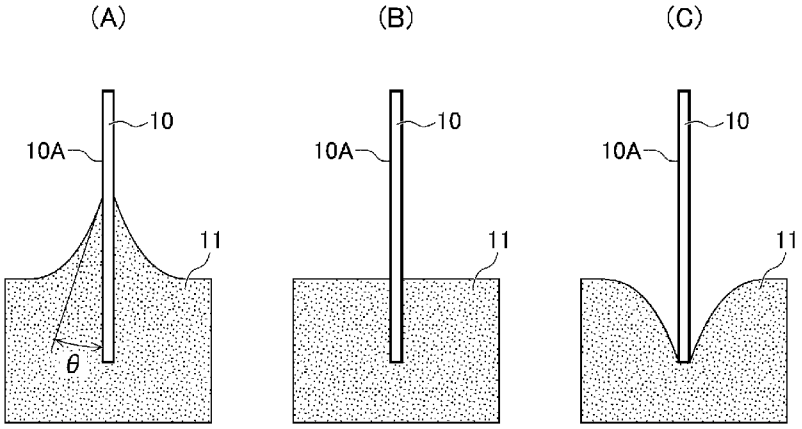
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, 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,

[続葉有]

(54) **Title**: COPPER ALLOY TARGET

(54) 発明の名称 : 銅合金ターゲット



(57) **Abstract**: Provided is a copper alloy target for forming a film of an electrode to be soldered, said copper alloy target enabling low-cost formation of a copper alloy film that is not discolored after sputtering different from pure copper films, shows good solder joint properties even after treating with an inert flux, and has an excellent solder wettability. The copper alloy target according to the present invention for forming a film of an electrode to be soldered comprises copper as a main component together with 10-25 mass % exclusive of silver and 0.1-3 mass% inclusive of nickel. The copper alloy target is produced preferably by evacuating a sealable chamber to 0.01 Pa or below, then introducing an inert gas to adjust the pressure in the chamber to 50-90000 Pa inclusive, and then melting and casting metal materials therein.

(57) 要約: スパッタリング成膜が純銅成膜のように変色せず、非活性フラックス処理後であっても良好なはんだ接合性を示す、優れたはんだ濡れ性を有する銅合金成膜を、安価に形成することができるはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットを提供する。 本発明に係るはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットは、銅を主成分とし、銀が１０質量%を超えて２５質量%未満、ニッケルが０．１質量%以上３質量%以下の割合で含有されてなる。この銅合金ターゲットは、密閉可能なチャンバー内を０．０１Ｐａ以下まで真空引きした後に、不活性ガスを導入して該チャンバー内の圧力を５０Ｐａ以上９００００Ｐａ以下として金属材料の溶解及び鋳造を行って製造することが好ましい。

WO 2016/072297 A1

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)）

明　細　書

発明の名称 ： 銅合金ターゲット

技術分野

[0001] 本発明は、例えば電子部品や半導体素子の外部電極等をはんだ接合するために用いる銅合金ターゲットに関し、より詳しくは、電子部品や半導体素子の外部電極等の最外層膜として、はんだ接合するために好適な銅合金膜を形成するために用いるはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットに関する。

背景技術

[0002] 一般に、電子部品や半導体素子の外部電極等をはんだ接合する場合の接続先の合金は、はんだとの濡れ性が高まるような状態で行われる。

[0003] 例えば、接続部品の骨格を構成する合金がＦｅ－４２質量％Ｎｉ合金（４２アロイ）の場合には、接続面に金めっきを施したり、Ｃｕ－２．４質量％Ｆｅ－０．０３質量％Ｐ－０．１２質量％Ｚｎ（アロイ１９４）の場合には、銀めっき上にさらに錫めっきを施したり、あるいはニッケルめっき上にさらにパラジウムめっきを施したり、銅配線基板の場合には、配線材として純銅や添加量の低い銅合金を用いたりと、いずれもはんだ接合時における溶融はんだとの濡れ性を高める工夫を施している。

[0004] ところで、電子部品や半導体素子の外部電極をはんだ接合する場合の接続先の合金においても、電極を構成する金属膜の最外層膜は、錫めっき膜や銀スパッタリング成膜であり、あるいは金や銀の蒸着膜となっている。近年、こうした電子部品は小型化が進み、電極膜の厚みも可能な限り薄くしたいとの要求があり、錫めっきから貴金属の中では比較的安価な銀スパッタリング成膜へと製膜材料及び製膜方法が変化している。銀は、酸化しにくくスパッタリングによって容易に薄膜を形成することができ、はんだ濡れ性も非常に良好である。しかしながら、銀は、金属価格が高いため、市場では銀よりも安価な金属でスパッタリング成膜を行いたいとの要求が強い。

[0005] ところが、金属価格が銀よりも安価な純度９９．９９％銅（以下、「純銅

」という）によるスパッタリング成膜は変色しやすく、外観が重要視される場合に問題となるだけでなく、変色が進むとはんだ濡れ性が悪化してしまうという問題がある。例えば特許文献１に開示されているように、変色を抑制するために貴金属を添加した銅合金ターゲットによるスパッタリング成膜を行うと、変色は抑制されるものの、塩素を含まないいわゆる非活性フラックス処理後にはんだ接合を行う場合には、純銅による成膜よりもはんだ濡れ性が劣ってしまうという問題があった。

[0006] 例えば、変色防止と高いはんだ濡れ性を両立させるため、銅に対して金やパラジウムといった貴金属を添加した場合、変色は抑制できるものの、金属価格が高くなるだけで、塩素を含まないいわゆる非活性フラックス処理後にはんだ接合を行う場合には、純銅による成膜よりもはんだ濡れ性が劣ってしまうという問題を解決することができない。

[0007] また、貴金属として銀を添加する場合には、銀添加銅合金鋳塊を圧延加工するにあたって、加工性を高めるべく８００℃以上に加熱して圧延加工しようすると鋳塊に割れが発生してしまい、一方で、８００℃未満で圧延加工しようとすると変形しにくく、スパッタリングターゲットへ加工するためには鍛造加工と軟化熱処理を交互に複数回行う必要があった。鋳塊からワイヤー放電加工により直接最終製品形状で切り出すことも考えられるが、鋳塊内部には多数の巣が発生しており、そのままではターゲットとして利用することは困難となる。また、鋳塊内部の巣を取り除くために真空溶解や真空鋳造を行うことも考えられるが、真空では銀が溶解炉チャンバー内のチャンバー内壁、覗窓、発振コイル、電極端子等のあらゆる部分へ蒸着してしまうため、作業性、生産性、安全性が著しく悪化してしまうという問題がある。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特開２００２－６９５５０号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明は、上述したような問題点に鑑みてなされたものであり、スパッタリング成膜が純銅成膜のように変色せず、非活性フラックス処理後であっても良好なはんだ接合性を示す、優れたはんだ濡れ性を有する銅合金成膜を、安価に形成することができるはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットを提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明者らは、上述した課題を解決するために鋭意検討を重ねた。その結果、銅を主成分とするはんだ接合用銅合金ターゲットにおいて、所定の割合で銀を含有させるとともに、所定の割合でニッケルを含有させることによって、変色を抑制することができ、また優れたはんだ濡れ性を示すことを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、以下のものを提供する。

[0011] （１）本発明の第１の発明は、銅を主成分とし、銀が１０質量％を超えて２５質量％未満、ニッケルが０．１質量％以上３質量％以下の割合で含有されてなることを特徴とするはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットである。

[0012] （２）本発明の第２の発明は、第１の発明において、含有酸素量が０．５質量ｐｐｍ以上５０質量ｐｐｍ以下であるはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットである。

[0013] （３）本発明の第３の発明は、銅を主成分とし、銀が１０質量％を超えて２５質量％未満、ニッケルが０．１質量％以上３質量％以下の割合で含有されてなるはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットの製造方法であって、密閉可能なチャンバー内を０．０１Ｐａ以下まで真空引きした後に、不活性ガスを導入して該チャンバー内の圧力を５０Ｐａ以上９００００Ｐａ以下として金属材料の溶解及び鋳造を行うことを特徴とするはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットの製造方法である。

[0014] （４）本発明の第４の発明は、第３の発明において、前記チャンバー内の圧力を５０Ｐａ以上１００００Ｐａ以下として溶解及び鋳造を行うことをは

んだ接合電極成膜用銅合金ターゲットの製造方法である。

[0015] （５）本発明の第５の発明は、第３又は第４の発明において、はんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットの含有酸素量が０．５質量ｐｐｍ以上５０質量ｐｐｍ以下であるはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットの製造方法である。

発明の効果

[0016] 本発明に係るはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットによれば、１０質量％を超えて２５質量％未満の割合で銀を含有し、かつ０．１質量％以上３質量％以下の割合でニッケルを含有するものであることにより、安価であって、純銅による成膜に比べて酸化変色がなく、良好な外観を有するスパッタリング成膜となる。また、塩素を含まないいわゆる非活性フラックス処理後であっても良好なはんだ接合性を示す、優れたはんだ濡れ性を有する。

[0017] また、好ましくはターゲット内部の含有酸素量が０．５質量ｐｐｍ以上５０質量ｐｐｍ以下であることにより、脱ガスのためのコストを抑え、かつスパッタリング成膜の濡れ性がより安定化させることができる。

[0018] また、本発明に係るはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットの製造方法によれば、密閉可能なチャンバー内を０．０１Ｐａ以下まで真空引きした後に、不活性ガスを導入してチャンバー内の圧力を５０Ｐａ以上９００００Ｐａ以下として溶解及び鋳造を行うようにしているため、鋳塊から直接切り出したターゲットであっても鋳造内部欠陥である巣と呼ばれる空洞がほとんどなく、スパッタリング作業時の異常放電が減少する。

[0019] また、好ましくは５０Ｐａ以上１００００Ｐａ以下のチャンバー内圧力で溶解及び鋳造を行うことにより、ターゲット内部の巣の数がより一層に抑制し、ターゲットの生産収率を安定化させることができる。

図面の簡単な説明

[0020] [図1]溶融はんだ浴中へ銅合金を浸漬した場合の接触角（θ）との関係に基づく、その銅合金のはんだ濡れ性の様子を模式的に示す図である。

[図2]スパッタリング成膜された銅合金成膜試料を溶融はんだ浴中に浸漬した

ときの時間と濡れ力との関係について説明するためのグラフ図である。

発明を実施するための形態

[0021] 以下、本発明に係るはんだ接合電極成膜用銅合金スパッタリングターゲットの具体的な実施形態（以下、「本実施の形態」という）について詳細に説明する。なお、本発明は、以下の実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を変更しない範囲において種々の変更が可能である。

[0022] 本実施の形態に係るはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲット（以下、単に「銅合金ターゲット」ともいう）は、銅を主成分として構成される銅合金であり、銀と、ニッケルとを、それぞれ所定の割合で添加成分として含有する。具体的に、この銅合金ターゲットは、銅を主成分として、銀が１０質量％を超えて２５質量％未満の割合で含有され、ニッケルが０．１質量％以上３質量％以下の割合で含有されてなることを特徴としている。なお、主成分とは、その含有割合が５１質量％以上であることをいう。

[0023] スパッタリング方式により成膜された電極膜を有する部品に対してはんだ付け処理を行うにあたっては、その部品を含む基板を、１５０℃～１８０℃程度の高い温度に予備加熱し、その後、２３０℃～２５０℃程度に加熱された溶融はんだ浴内を搬送通過させることではんだ付けする。ところが、従来の純銅ターゲットによる成膜では、成膜当初は明るく淡い銅色であったものが保管環境によっては薄褐色等に変色し、そのリフロー時における予備加熱等によって表面に酸化被膜が形成されてはんだ濡れ性が著しく低下し、良好にはんだ接合することができない場合があり、プロセス管理も困難となっていた。

[0024] これに対して、本実施の形態に係る銅合金ターゲットによれば、上述したように、所定の割合で銀を含有するとともに、所定の割合でニッケルを含有してなることにより、そのスパッタリング成膜は、大気中における酸化等による変色を効果的に抑制することができ、優れた外観を有するようになる。また、このような銅合金ターゲットによる成膜では、例えばリフローはんだ付け処理における高い温度での予備加熱後であっても、安定的に優れたはん

だ濡れ性を維持することができ、良好にはんだ接合を行うことができる。

[0025] 銀の含有量に関して、銅合金ターゲット中の銀の含有量が１０質量％以下であると、スパッタリング成膜が経時変色してしまう場合があり、変色によってははんだ濡れ性が悪化してしまうため、成膜の変色についての品質管理を徹底しなければならない。一方で、銀の含有量が２５質量％以上となると、成膜の変色やはんだ濡れ性には大きな変化はなく、コスト高になるのみであり非効率となる。

[0026] 本実施の形態に係る銅合金ターゲットは、上述したように、ニッケルを０．１質量％以上３質量％以下の割合で含有する。この銅合金ターゲットによれば、ニッケルを０．１質量％以上３質量％以下の割合で含有することによって、スパッタリング成膜の酸化変色が抑制され、またそのはんだ濡れ性が、例えば塩素を含まないいわゆる非活性フラックス処理後にはんだ接合を行う場合であっても、純銅による成膜と同等以上に良好なはんだ濡れ性を維持することができる。

[0027] ニッケルの含有量に関して、銅合金ターゲット中のニッケルの含有量が０．１質量％未満であると、スパッタリング成膜が大気中加熱により酸化変色しやすく、またそのはんだ濡れ性が純銅による成膜と比較して劣り、例えば塩素を含まないいわゆる非活性フラックス処理後にはんだ接合を行う場合には、良好なはんだ接合がなされているかの確認が必要となる。一方で、ニッケルの含有量が３質量％を超えると、塩素を含むいわゆる活性フラックスであっても、はんだ濡れ性は純銅による成膜と比較して著しく劣り、良好なはんだ接合を行うことができない。

[0028] ここで、図１に、溶融はんだ浴１１中へスパッタリング成膜された試料（銅合金成膜試料）１０を浸漬した場合の接触角（θ）との関係に基づく、その試料１０における銅合金成膜１０Ａのはんだ濡れ性の様子を模式的に示す。スパッタリング成膜された部品をはんだ接合する場合には、図１（Ａ）及び（Ｂ）に示すように、溶融はんだ浴に対して接触角が９０度以下（$\theta \leqq$９０度）になることが必要となる。スパッタリング成膜して出荷した後、はん

だ付け作業までに曝露される高温高湿といった環境にもかかわらず変色が発生せず、接触角が安定して９０度未満となるような材料であれば、はんだ付け作業の品質管理が容易になり、はんだ接合の信頼性が向上する。

[0029] なお、図１（Ｂ）は、溶融はんだ浴１１に対する銅合金成膜１０Ａの接触角（θ）が９０度（θ＝９０度）となるものであり、この場合、θ＜９０度の場合に比べては若干劣るものの、はんだ濡れ性は良好となる。一方で、図１（Ｃ）は、溶融はんだ浴１１に対する銅合金成膜１０Ａの接触角（θ）が９０度を超える（θ＞９０度）ものであり、この場合には、はんだ濡れ性が不良であると判断される。

[0030] また、図２は、スパッタリング成膜された銅合金成膜試料を溶融はんだ浴中に浸漬したときの時間と濡れ力との関係について説明するためのグラフ図である。図２中のゼロクロスタイムや濡れ上がり時間が短いほど、また最大濡れ力が大きいほど、はんだに濡れるまでの時間が短く、また良好なはんだ接合が得られる。ここで、ゼロクロスタイムとは、はんだ浴と成膜との接触角が９０度以下となるまでの時間をいう。

[0031] 本実施の形態に係る銅合金ターゲットによれば、そのターゲットにより得られる銅合金成膜のゼロクロスタイムが、純度９９．９９％の銅ターゲットによる成膜のゼロクロスタイムと同等かそれよりも早く、優れたはんだ濡れ性を有する。したがって、このような銅合金成膜によれば、良好にはんだ接合を行うことができる。

[0032] また、本実施の形態に係る銅合金ターゲットは、その酸素含有量が、０．５質量ｐｐｍ以上５０質量ｐｐｍ以下の範囲であることが好ましい。銅合金ターゲット内の含有酸素量が０．５質量ｐｐｍ未満であっても、スパッタリング成膜の変色やはんだ濡れ性に関して変化はないものの、製造時においてチャンバー内のガス成分除去のための真空引きに時間を要し、またガス成分の液体と固体への溶解度差を利用してガス成分を除去するために銅合金の溶解と凝固とを交互に多数回に亘って行うための時間や電気量が嵩んでしまい非効率となる。一方で、含有酸素量が５０質量ｐｐｍを超えると、スパッタ

リング成膜のはんだ濡れ性が低下してしまう可能性がある。

[0033] 本実施の形態に係る銅合金ターゲットは、例えば高周波真空溶解炉等の密閉可能なチャンバー内を真空引きした後に、アルゴンガスや窒素ガス等の不活性ガスを導入して、上述した所定の成分組成となるように金属材料を溶解して銅合金溶湯を作製し、作製した銅合金溶湯を用いて鋳造を行うことによって製造することができる。なお、鋳造処理により得られた鋳塊を、所望とする直径、厚さの円盤状に切り出すことによって、円盤状の銅合金ターゲットを作製することができる。なお、ターゲットの形状は円盤状に限定されない。

[0034] このとき、溶解及び鋳造作業を行うに際して、密閉可能なチャンバー内を０．０１Ｐａ以下まで真空引きした後に、不活性ガスを導入してチャンバー内の圧力を５０Ｐａ以上９００００Ｐａ以下として作業することが好ましい。

[0035] チャンバー内を０．０１Ｐａ以下まで真空引きすることによって、そのチャンバー内の酸素を可能な限り除去することができ、得られる銅合金ターゲット内の含有酸素量（含有酸素濃度）を低下させることができる。具体的には、銅合金ターゲットの含有酸素量を０．５質量ｐｐｍ以上５０質量ｐｐｍ以下の範囲とすることができ、そのターゲットにより得られる成膜のはんだ濡れ性をより一層に向上させることができる。

[0036] また、真空引きした後に、アルゴンガスや窒素ガス等の不活性ガスを導入してチャンバー内の圧力を５０Ｐａ以上９００００Ｐａ以下とし、その圧力下で溶解及び鋳造を行うことによって、チャンバー内で銀を蒸発させることなく、銅合金内に含まれる水素や酸素等のガス成分を除去することができ、鋳造後の鋳塊に発生する巣（鋳造内部欠陥である空洞）の発生を抑制し、銅合金ターゲットを用いたスパッタリング時の異常放電を防止することができる。

[0037] 不活性ガス導入後のチャンバー内の圧力を５０Ｐａ未満とすると、金属材料の溶解中に、銀がチャンバー内で蒸発して覗窓を曇らせてしまうため作業

性が悪くなり、また発振コイルや電極端子等のあらゆる部分に銀が蒸着してしまう可能性があり、銀の歩留まりが低下して生産性が悪化する。一方で、チャンバー内の圧力が９００００Ｐａを超えると、溶解及び鋳造時に銅合金に含まれるガス成分がほとんど除去されず、鋳塊の内部、すなわち銅合金ターゲット内部に巣が多数発生してしまい、スパッタリング時に異常放電が頻発するようになる。

[0038] 不活性ガス導入後のチャンバー内の圧力に関しては、１００００Ｐａ以下であることがより好ましい。チャンバー内の圧力が１００００Ｐａ以下であれば、原料としてガス成分が多く含まれる電解銅や電解ニッケル、あるいは表面が多少酸化して変色した電解銅を用いた場合であっても、良好にガス成分が除去され、鋳塊内部における巣の発生をより一層に抑制することができ、ターゲットの生産収率を向上させることができる。また、酸素含有量が低減されて、はんだ濡れ性をより向上させることができる。

実施例

[0039] 以下、実施例及び比較例を用いて、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は以下の実施例に何ら限定されるものではない。

[0040] ≪実施例及び比較例≫

＜銅合金ターゲットの製造（製造例１）＞

実施例及び比較例において、下記表１に示すような成分組成となるようにして銅合金溶湯を調製して銅合金試料を製造した。なお、表１に示すように、成分としては、銀、ニッケルをそれぞれ所定の割合で含有する。

[0041] 具体的には、高周波真空溶解炉を用いて、チャンバー内を０．００９Ｐａ以下まで真空引きした後、アルゴンガスを５００Ｐａまで導入し、下記表１に示される成分組成を有する銅合金溶湯を作製し、その圧力下で１０分間保持した後に黒鉛鋳型に鋳込んで鋳塊を作製した。そして、作製した鋳塊を、厚さ５ｍｍ、直径７５ｍｍの円盤状に切り出して銅合金ターゲットとし、以下に示す評価に供した。

[0042] ＜評価＞

作製した銅合金ターゲットを用いてモネル板（Ｎｉ－３４質量％Ｃｕ）にスパッタリング法により成膜し、はんだ濡れ性及びスパッタリング成膜の変色の評価を行った。

[0043] 成膜は、芝浦メカトロニクス株式会社製のスパッタリング装置（型式：ＣＦＳ－４ＥＳ－２）を用いて行った。具体的には、チャンバー内の真空度が１×１０$^{-3}$Ｐａに到達した後、アルゴンを１５ＳＣＣＭになるように供給しながらスパッタリングを行った。５ｍｍ×０．３ｍｍ×１５ｍｍの短冊状モネル板をターゲットに対向する基板ホルダーへ直立させて固定し、基板ホルダーを公転させてモネル板の全面に０．５μｍ厚で成膜した。

[0044] はんだ濡れ性の評価は、株式会社レスカ製のソルダーチェッカ（ＳＡＴ－５２００）を使用して評価した。はんだ濡れ性の試験では、フラックスとして、ロジン２５％とイソプロパノール７５％からなる非活性化ロジンフラックスを用いた。また、はんだ浴としては、Ｓｎ－３質量％Ａｇ－０．５質量％Ｃｕを溶解して２４５℃に保持した溶融はんだ浴を用いた。なお、銅合金成膜試料のはんだ浴への浸漬速度は５ｍｍ／ｓ、浸漬深さは２ｍｍ、浸漬時間は１５秒とした。

[0045] ここで、ソルダーチェッカは、銅合金成膜試料に働く浮力Ｂと表面張力Ｓとの差を濡れ力Ｆ（Ｆ＝Ｓ－Ｂ）とし、その濡れ力Ｆを経時観測するものである。そこで、スパッタリング成膜試料（銅合金成膜試料）のはんだ濡れ性については、はんだ浴と銅合金成膜との接触角が９０度以下となるまでの時間、いわゆるゼロクロスタイムで評価し、純度９９．９９％の銅ターゲットによる成膜のゼロクロスタイムと同じかそれよりも早い場合を『良』、遅い場合を『不良』として評価した。

[0046] なお、図２のグラフ図に示したように、ゼロクロスタイムとは、はんだ浴と銅合金成膜との接触角が９０度以下となるまでの時間をいい、このゼロクロスタイムが短いほど、濡れ性が良好であって、またはんだ接合を短時間で行うことができることを意味する。

[0047] 変色の評価は、肉眼により行い、成膜時の色を基準として色の濃い順に、

４Ｎ純度銅を大気中１５０℃で加熱した酸化銅の色である暗橙色を『５』、酸化していない４Ｎ純度銅成膜の色を『３』、成膜時の淡い銅色のような色を『１』、それぞれの中間を『４』、『２』として、５色の中から最も近い色を判定した。また、変色は、成膜直後（非加熱外観色）と、大気中１５０℃の温度で１０分間加熱後（加熱後外観色）との２つの段階基準で評価した。

[0048] ＜結果＞

下記表１に、はんだ濡れ性の評価結果及び変色の評価結果を示す。なお、表１には、上述したように、各実施例、比較例における銅合金の成分組成についても併せて示す。また、２０１４年の平均金属価格として銅を０．７円／ｇ、銀を６６．４円／ｇ、ニッケルを１．８円／ｇとして計算した１ｇあたりの合金価格を示した。

[0049]

[表1]

試料No.		Ａｇ（質量％）	Ｎｉ（質量％）	濡れ性	非加熱外観色	加熱後外観色	合金価格［円/g］
実施例	1	10.7	0.8	良	1	2	7.8
	2	24.8	1.3	良	1	2	17.0
	3	10.7	1.3	良	1	2	7.8
	4	10.7	2.9	良	1	2	7.8
	5	17.5	0.1	良	1	2	12.2
	6	17.5	1.3	良	1	2	12.2
	7	17.5	2.9	良	1	2	12.2
	8	24.8	0.1	良	1	2	17.0
	9	24.8	2.9	良	1	2	17.0
比較例	1	11.2	0.0	不良	1	4	8.1
	2	11.1	5.6	不良	1	2	8.1
	3	35.0	0.9	良	1	2	23.7
	4	0	1.2	不良	3	5	0.7
	5	8.0	2.8	不良	1	2	6.0
	6	11.1	0.05	不良	1	4	8.0

[0050] 表１の結果に示すように、実施例１～９では、はんだ濡れ性は良好であり、合金価格は安価であった。また、このうち、実施例１、実施例２にて製造した銅合金ターゲットについて、不活性ガス融解－赤外線検出法、いわゆるＬＥＣＯによる酸素濃度測定を行ったところ、実施例１、実施例２のターゲットの含有酸素量はそれぞれ、３質量ｐｐｍ、１質量ｐｐｍであり、０．５質量ｐｐｍ以上５０質量ｐｐｍの範囲内であった。

[0051] 一方で、比較例１、２、４～６では、合金価格は安価に抑えられたものの、はんだ濡れ性は不良であった。また、比較例１では、加熱後に成膜の変色が認められた。また、比較例３では、はんだ濡れ性は良好であったものの、合金価格は２３．７円／ｇとなり非常に高くなった。また、比較例４では、上述のように、合金価格は安価であったものの、はんだ濡れ性が不良になっ

たとともに、成膜の変色が認められた。

[0052] ≪製造例（参照例）２～４≫

＜製造例２＞

参照に製造例２として、実施例１の銅合金ターゲットと同様の組成で、チャンバー内を真空引きのままとして溶解を行った。なお、その他の条件は実施例１と同様とした。

[0053] その結果、チャンバーの覗窓内側に銀が付着して急速に曇り、チャンバー内部の観察ができなくなり作業を継続することができなかった。冷却後にチャンバー内を観察したところ、チャンバー内壁のみならず発振コイルや電極端子等のあらゆる部分へ銀が付着しており、不安全な状態となっていた。なお、この溶解時の真空度は０．４Ｐａであった。

[0054] ＜製造例３＞

また、製造例３として、実施例１の銅合金ターゲットと同様の組成で、チャンバー内の圧力を大気圧とほぼ等しい１００００００Ｐａとして鋳造を行った。なお、その他の条件は実施例１と同様とした。

[0055] その結果、鋳塊内部に多数の巣が発生し、そのままではターゲットとして利用することは困難な状態であった。なお、チャンバー内の圧力を５０００Ｐａとして鋳造を行ったところ、鋳塊内部の巣はほぼゼロであった。

[0056] ＜製造例４＞

また、製造例４として、実施例１の銅合金ターゲットと同様の組成で、チャンバー内を５０００Ｐａまで真空引きしたところでチャンバーを密閉し、その後アルゴンガスを導入し、溶解及び鋳造を行った。なお、その他の条件は実施例１と同様とした。

[0057] このようにして製造した銅合金ターゲットについて、ＬＥＣＯによる酸素濃度測定を行ったところ、そのターゲットの含有酸素量は５０質量ｐｐｍを超え、はんだ濡れ性も不良であった。

産業上の利用可能性

[0058] 本実施の形態に係るはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットによれば、例

えば１５０℃程度に加熱されても外観色の変化を効果的に抑制することができ、視覚的に良好な外観を有する成膜を形成することができ、外観が重要視される場合のはんだ接合用合金ターゲットとして特に好ましい。また、加熱前後のはんだ濡れ性が高く維持されるため、はんだ接合の作業性が容易で、信頼性も高くなる。さらに、金、パラジウム、銀よりも金属価格が安価であり、電子部品業界での利用価値は極めて大きい。

符号の説明

[0059] １０　（銅合金成膜）試料

１０Ａ　成膜（銅合金成膜）

１１　溶融はんだ浴

請求の範囲

[請求項1] 銅を主成分とし、銀が１０質量％を超えて２５質量％未満、ニッケルが０．１質量％以上３質量％以下の割合で含有されてなることを特徴とするはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲット。

[請求項2] 含有酸素量が０．５質量ｐｐｍ以上５０質量ｐｐｍ以下であることを特徴とする請求項１に記載のはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲット。

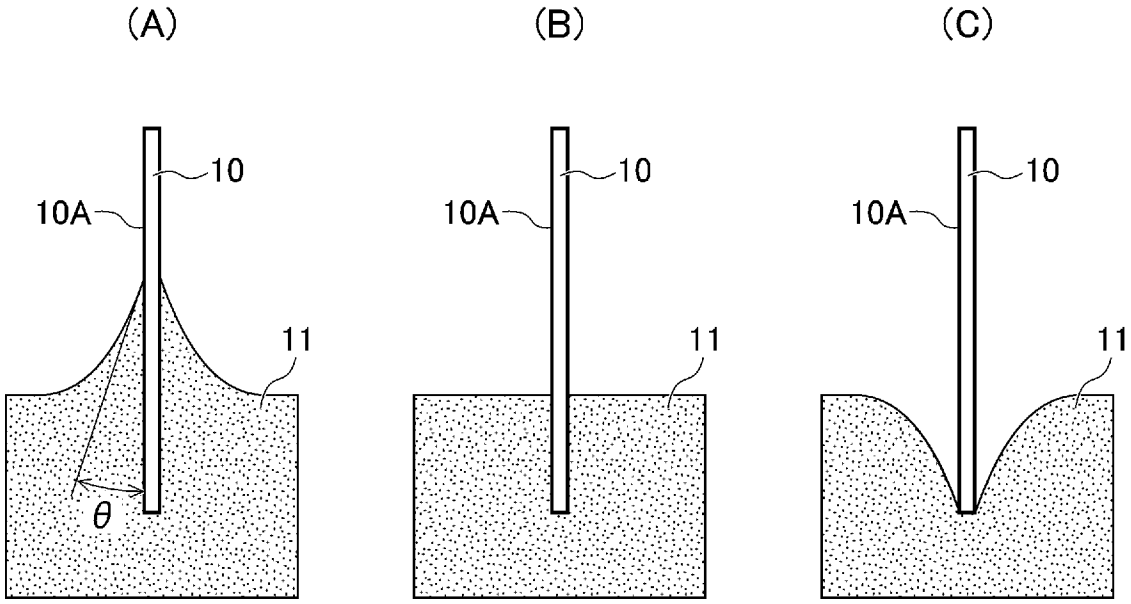
[請求項3] 銅を主成分とし、銀が１０質量％を超えて２５質量％未満、ニッケルが０．１質量％以上３質量％以下の割合で含有されてなるはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットの製造方法であって、

密閉可能なチャンバー内を０．０１Ｐａ以下まで真空引きした後に、不活性ガスを導入して該チャンバー内の圧力を５０Ｐａ以上９００００Ｐａ以下として金属材料の溶解及び鋳造を行うことを特徴とするはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットの製造方法。

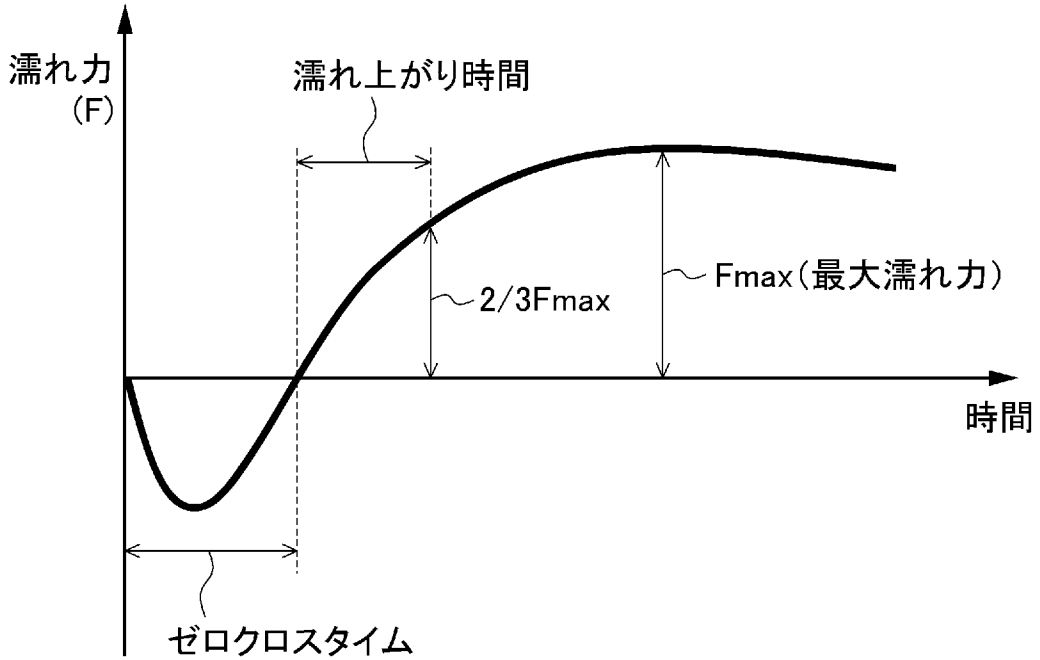
[請求項4] 前記チャンバー内の圧力を５０Ｐａ以上１００００Ｐａ以下として溶解及び鋳造を行うことを特徴とする請求項３に記載のはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットの製造方法。

[請求項5] はんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットの含有酸素量が０．５質量ｐｐｍ以上５０質量ｐｐｍ以下であることを特徴とする請求項３又は４に記載のはんだ接合電極成膜用銅合金ターゲットの製造方法。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2015/079991

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C23C14/34(2006.01)i, *B22D21/00*(2006.01)i, *C22B9/04*(2006.01)i, *C22C1/02*(2006.01)i, *C22C9/00*(2006.01)i, *H01L21/285*(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C23C14/34, C22C9/00

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	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
CAplus/REGISTRY(STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2008-57031 A (Mitsubishi Materials Corp.), 13 March 2008 (13.03.2008), claims; examples (Family: none)	1-5
A	JP 2002-69550 A (Furuya Metal Co., Ltd.), 08 March 2002 (08.03.2002), claims (Family: none)	1-5
A	CN 1116427 C (SINO-PLATINUM METALS CO., LTD.), 30 July 2003 (30.07.2003), examples (Family: none)	1-5

☐ 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 05 January 2016 (05.01.16)	Date of mailing of the international search report 12 January 2016 (12.01.16)
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／ＪＰ２０１５／０７９９９１

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, B22D21/00(2006.01)i, C22B9/04(2006.01)i, C22C1/02(2006.01)i, C22C9/00(2006.01)i, H01L21/285(2006.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C23C14/34, C22C9/00

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	１９７１－２０１６年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１６年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１６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）

CAplus/REGISTRY (STN)

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 2008-57031 A (三菱マテリアル株式会社) 2008.03.13, 特許請求の範囲、実施例（ファミリーなし）	1-5
A	JP 2002-69550 A (株式会社フルヤ金属) 2002.03.08, 特許請求の範囲（ファミリーなし）	1-5
A	CN 1116427 C (SINO-PLATINUM METALS CO., LTD) 2003.07.30, 実施例（ファミリーなし）	1-5

☐　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
０５．０１．２０１６	１２．０１．２０１６

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　４６６０
立木　林

電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４１６