



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl. C23C 14/34 (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2007년05월31일 10-0724256 2007년05월25일
---------------------------------------	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-2005-7016191	(65) 공개번호	10-2005-0106475
(22) 출원일자	2005년08월30일	(43) 공개일자	2005년11월09일
심사청구일자	2005년08월31일		
번역문 제출일자	2005년08월30일		
(86) 국제출원번호	PCT/JP2004/001049	(87) 국제공개번호	WO 2004/079036
국제출원일자	2004년02월03일	국제공개일자	2004년09월16일

(30) 우선권주장 JP-P-2003-00056811 2003년03월04일 일본(JP)

(73) 특허권자 넛코킨조쿠 가부시카가이샤
일본국 도쿄도 미나토구 토라노몽 2조메 10-1

(72) 발명자 호소노 히데오
일본국 카나가와켄 요코하마시 미도리구 나가츠다쵸 4259도쿄다이교다
이가쿠오우요우 세라믹 쟁류쇼 나이

우에다 카즈시게
일본국 카나가와켄 요코하마시 미도리구 나가츠다쵸 4259도쿄다이교다
이가쿠오우요우 세라믹 쟁류쇼 나이

야하기 마사타카
일본국 이바라키켄 키타이바라키시 하나카와쵸우 우스바 187번지4 알
즈 이소하라 공장내

타카미 히데오
일본국 이바라키켄 키타이바라키시 하나카와쵸우 우스바 187번지4가부
시카가이샤 넛코 마테리알즈 이소하라 공장내

(74) 대리인 이진우

(56) 선행기술조사문헌
Applied Physics Letters, vol.77, no.17, 2000.10.23.,
American Institute of Physics, 미국, K.Ueda, et al.,
Transparent p-type semiconductor: LaCuOS layered
oxysulfide, pp.2701-2703

심사관 : 이근희

전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 스퍼터링 타겟트 및 그 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 구성 원소의 단체, 산화물 또는 칼코겐화물로부터 선택한 1종 이상의 분말을 원료로 하여 소결하는 것이며, 소결 공정중에 850℃ 이하의 온도에서 1시간 이상 유지하는 반응공정을 포함하며, 이 반응 공정후에 반응공정 온도 이상의 온도에서 가압 소결하는 것을 특징으로 하는 La 및 Cu를 함유하는 옥시칼코게나이드를 주성분으로 하는 스퍼터링 타겟트의 제조방법에 관한 것이다. La 및 Cu를 함유하는 옥시칼코게나이드를 주성분으로 하는 P형 투명도전재료용 타겟트의 밀도를 향상시켜, 타겟트를 대형화시킴과 동시에 저렴한 코스트로 제조 가능하게 함과 더불어, 이 타겟트 중의 미 반응물의 존재를 없애어 타겟트의 깨어짐의 발생을 억제함에 의하여 제품의 생산률을 올리고, 또한 이러한 타겟트를 사용하여 스퍼터링 하는 것에 의해, 형성되는 성막의 품질을 향상시키는 것을 목적으로 한다.

특허청구의 범위**청구항 1.**

가장 짧은 길이(最短長)가 50mm이상의 직경의 원반상 타겟트 또는 가장 짧은 길이가 50mm이상의 구형(矩形) 타겟트로서, La 및 Cu를 함유하는 옥시칼코게나이드를 주성분으로서 95at% 이상 함유하고, 상대 밀도 90% 이상이며, 평균결정입경이 100 μ m이하인 것을 특징으로 하는 스퍼터링 타겟트.

청구항 2.

삭제

청구항 3.

제1항에 있어서, LaCuOS 또는 LaCuOSe의 적어도 1종 이상을 95at% 이상 함유하는 것을 특징으로 하는 스퍼터링 타겟트.

청구항 4.

제1항 또는 제3항의 어느 한 항에 있어서, 가스 성분을 제외한 순도가 3N(99.9 wt%) 이상인 것을 특징으로 하는 스퍼터링 타겟트.

청구항 5.

제1항 또는 제3항에 있어서, Mg, Ca, Sr, Ba, Zr, Hf 로부터 선택한 원소를 적어도 1종 이상을 0.01~5 at% 함유하는 것을 특징으로 하는 스퍼터링 타겟트.

청구항 6.

삭제

청구항 7.

삭제

청구항 8.

삭제

청구항 9.

삭제

청구항 10.

삭제

청구항 11.

삭제

청구항 12.

삭제

청구항 13.

삭제

청구항 14.

삭제

청구항 15.

삭제

청구항 16.

삭제

청구항 17.

삭제

청구항 18.

삭제

청구항 19.

삭제

청구항 20.

삭제

명세서

기술분야

본 발명은 La 및 Cu를 함유하는 옥시칼코게나이드(oxychalcogenide)를 주성분으로 하는 스퍼터링 타겟트, 특히 LaCuOS 또는 LaCuSe 의 적어도 1종 이상을 주성분으로 하는 스퍼터링 타겟트 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

최근 La 및 Cu를 함유하는 옥시칼코게나이드를 주성분으로 하는 재료, 특히 LaCuOS 또는 LaCuOSe의 적어도 1종 이상을 주성분으로 하는 재료는, P형 투명 도전 재료로서 유망시 되고 있다.

LaCuOS 또는 LaCuOSe의 P형 투명 도전 재료는, 400nm 근방의 단파장에서 청자색으로 발광한다. 즉 청자색의 발광소자로서 주목을 받고 있다(예를 들면, 「Room-temperature excitons in wide-gap layered- oxysulfide semiconductor:

LaCuOS」 APPLIED PHYSICS LETTERS VOLUME 78, NUMBER 16, 16 APRIL 2001 및 「Transparent P-Type Semiconductor : LaCuOS Layered oxysulfide」 APPLIED PHYSICS LETTERS VOLUME 77, NUMBER 17, 23 OCTOBER 2000 참조).

이러한 P형 투명 도전 재료의 박막은, 통상 레이저 아부레이션법 또는 스퍼터링법에 의해서 형성되고 있다. 생산성을 고려하면 스퍼터링법이 바람직하다. 이 스퍼터링법은 정의 전극과 부의 전극으로 이루어진 타겟트를 마주보게 하여 불활성 가스 분위기 하에서 이들 기판과 타겟트의 사이에 고전압을 인가하여 전장을 발생시키는 것으로서 이때 전리한 전자와 불활성 가스가 충돌하여 플라즈마가 형성되어, 이 플라즈마 중의 양이온이 타겟트(부의 전극)표면에 충돌하여 타겟트 구성 원자를 두들겨 튀어나오게 하며, 이 튀어나온 원자가 마주보고 있는 기판 표면에 부착하여 막이 형성된다고 하는 원리를 이용한 것이다.

이들의 재료는 직류 스퍼터링 장치, 고주파 스퍼터링(RF) 장치, 마그네트론 스퍼터링 장치를 사용하여 성막 시킨다.

La 및 Cu를 함유하는 옥시칼코게나이드를 주성분으로 하는 재료의 스퍼터링 타겟트를 만드는 경우, 통상 이들의 원재료의 분말을 소결하여 제조하나, 종래의 소결 방법으로서는 상대밀도가 75% 정도로서, 충분하게 밀도가 올라가지 아니하며 소결 도중에 깨져 버리는 문제가 있었다.

또한 종래에는, 예를 들면 균일 조성의 LaCuOS 또는 LaCuOSe 타겟트를 제조하려고 소결하여도 이들의 성분 이외의 원료성분의 일부인 미 반응물(예를 들면 La_2O_3) 가 잔존하여 성분의 균일성이 유지되지 않는다고 하는 문제가 있었다.

또한 더구나, 밀도가 낮은 것이 원인으로 대기(大氣) 보관 중에 수분을 흡수하고 수분과의 반응에 의해 타겟트의 표면이 열화하며, 경우에 따라서는 타겟트의 일부가 박리 되어 떨어지는 경우도 있었다.

이와 같은 타겟트의 취약성 때문에 대형의 타겟트의 제조가 곤란하며, 성막 코스트가 크게 된다는 문제가 있었다. 또한 상기와 같은 미 반응물이 잔존하는 것 때문에 일단 밀폐 용기 중에서 가소를 행하고, 이 가소 후에 분쇄하고, 분쇄한 후의 원료를 다시 소결 한다고 하는 공정을 취하고 있었다. 그러나 이것도 코스트를 증가시키는 문제를 가지고 있는 것이다.

또한 일반적으로 타겟트의 결정입을 미세화 하고, 다시 고밀도화 함으로서 타겟트의 스퍼터 면을 균일하고 평활하게 하는 것이 가능하며, 파티클이나 노즐을 저감 시켜, 더욱이 타겟트의 수명을 길게 하는 것이 가능하나, 이것 또한 충분치 못하다고 하는 문제가 있었다.

발명의 상세한 설명

(발명의 개시)

본 발명은 La 및 Cu를 함유하는 옥시칼코게나이드를 주성분으로 하는 P형 투명 도전 재료용 타겟트의 밀도를 향상시켜 타겟트를 대형화하고 또한 저렴한 코스트로 제조할 수 있음과 동시에, 이 타겟트 중의 미 반응물의 존재를 없애고, 타겟트의 갈라짐의 발생을 억제함에 의하여 제품 생산물을 올리며, 다시 이러한 타겟트를 사용하여 스퍼터링 하는 것에 의하여 형성되는 성막의 품질을 향상시키는 것을 목적으로 한다.

상기의 과제를 해결하기 위하여 본 발명자들은 예의 연구를 행한 결과, 소결 조건을 연구하는 것에 의해, 타겟트의 미 반응물질을 없애고 밀도를 현저하게 향상시키는 것이 가능하다는 것을 알아내었다.

본 발명은 이 알아낸 것을 기초로 하여,

1. La 및 Cu를 함유하는 옥시칼코게나이드를 주성분으로 하고 상대밀도 80% 이상을 가지는 것을 특징으로 하는 스퍼터링 타겟트
2. 상대밀도 90% 이상을 가지는 것을 특징으로 하는 상기 1 기재의 스퍼터링 타겟트
3. LaCuOS 또는 LaCuOSe의 적어도 1 종 이상을 주성분으로 하는 것을 특징으로 하는 상기 1 또는 2 기재의 스퍼터링 타겟트

4. 가스 성분을 제외한 순도가 3N(99.9 wt%) 이상인 것을 특징으로 하는 상기 1 ~ 3의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트
5. Mg, Ca, Sr, Ba, Zr, Hf로 부터 선택된 원소를 적어도 1 종 이상을 0.01 ~ 5 at% 함유 하는 것을 특징으로 하는 상기 1 ~ 4의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트
6. 원반상 타겟트의 직경 또는 구형(矩形) 타겟트의 가장 짧은 길이가 50 mm 이상인 것을 특징으로 하는 상기 1 ~ 5의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트
7. 평균 결정 입경이 100 μm 이하인 것을 특징으로 하는 상기 1 ~ 6의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트

를 제공한다.

본 발명은 또한,

8. 구성원소의 단체(單體), 산화물 또는 칼코겐화물로 부터 선택한 1 종 이상의 분말을 원료로 하여 소결하는 것을 특징으로 하는 La 및 Cu를 함유하는 옥시칼코게나이드를 주성분으로 하는 스퍼터링 타겟트의 제조방법
9. 소결용 원료 분말에 함유되는 수산화물의 양이 2 wt% 이하 인 것을 특징으로 하는 상기 8 기재의 스퍼터링 타겟트의 제조방법
10. 가스 성분을 제외한 소결용 원료 분말의 순도가 2N5 (99.5 wt%) 이상인 것을 특징으로 하는 상기 8 또는 9 기재의 스퍼터링 타겟트의 제조방법
11. 소결용 원료 분말의 평균 입경이 50 μm 이하, 비 표면적이 0.2 m^2/g 이상인 것을 특징으로 하는 상기 8 ~ 10의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트의 제조방법
12. 소결용 원료에 옥시칼코겐화물의 상(相)을 함유하는 것을 특징으로 하는 상기 8 ~ 11의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트의 제조방법
13. 소결 공정중에 850 $^{\circ}\text{C}$ 이하의 온도에서 1 시간 이상 유지하는 반응 공정을 포함하고, 이 반응 공정 후에 반응 공정 온도 이상의 온도에서 가압 소결 하는 것을 특징으로 하는 상기 8 ~ 12의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트의 제조방법
14. 500 ~ 1000 $^{\circ}\text{C}$ 의 온도에서 가압 소결 하는 것을 특징으로 하는 상기 8 ~ 13의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트의 제조방법
15. 소결 공정 중 의 분위기를 진공, 알곤 또는 질소 분위기로 하는 것을 특징으로 하는 상기 8 ~ 14의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트의 제조방법
16. 고온 가압 소결에 의하여 소결 하는 것을 특징으로 하는 상기 8 ~ 15의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트의 제조방법
17. 핫 프레스, HIP, 방전 플라즈마 소결에 의해 소결하는 것을 특징으로 하는 상기 16 기재의 스퍼터링 타겟트의 제조방법
18. La_2O_3 , La_2S_3 , Cu_2S 의 원료 분말을 사용하여 소결하여, LaCuOS를 주성분으로 하는 소결체를 얻는 것을 특징으로 하는 상기 8 ~ 17의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트의 제조방법
19. La_2O_3 , La_2Se_3 , Cu_2Se 의 원료 분말을 사용하여 소결하여, LaCuOSe를 주성분으로 하는 소결체를 얻는 것을 특징으로 하는 상기 8 ~ 17의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트의 제조방법

20. 상기 1 ~ 7의 어느 한 항에 기재된 타겟트를 제조하는 것을 특징으로 하는 상기 8 ~ 19의 어느 한 항에 기재된 스퍼터링 타겟트의 제조방법

을 제공한다.

(발명의 실시의 형태)

본 발명의 스퍼터링 타겟트를 제조하는 경우, 순도가 2N5(99.5 wt%) 이상인 구성 원소의 단체, 산화물 또는 칼코겐화물로 부터 선택한 1 종 이상의 분말을 소결용 원료분말로서 사용한다. 이것에 의해 타겟트 및 스퍼터 성막의 품질을 향상시킬 수 있다.

이 소결용 원료 분말에 함유되는 수산화물의 양이 2 wt% 이하인 것이 바람직하다. 이것은 온도를 올리는 중에 분해하여 물이 발생하거나 조성의 어긋남이 발생하기 때문이다. 또한 소결 원료중에 수분의 양이 많은 경우에는 소결중에 깨어짐이 일어나기 쉽다고 하는 문제도 발생한다. 그 때문에 제조 생산물을 다시 약화시키는 요인으로 된다. 본 발명에 있어서는 상기와 같이 수분의 양을 제한하는 것에 의해 이러한 문제를 감소시킬 수 있다는 현저한 효과를 가지고 있다.

또한 소결용 원료 분말의 평균 입경이 50 μm 이하, 비 표면적 (BET) 이 0.2 m^2/g 이상으로 하는 것이 바람직하다. 이것은 소결성 및 반응성을 높이기 위함이다.

또한 소결용 원료에 옥시칼코겐화물의 상(相)을 함유시키는 것이 바람직하다. 이렇게 함으로서 목적으로 하는, 보다 균일한 성분조성의 스퍼터링 타겟트를 얻을 수가 있다.

더욱이 본 발명에 있어서 중요한 것은 소결 공정중에 850 $^{\circ}\text{C}$ 이하의 온도에서 1 시간 이상 유지하는 반응 공정을 마련하고, 이 반응 공정후에 반응 공정 온도 이상의 온도에서 가압 소결하는 것이다. 이렇게 함으로서 고 밀도이고 균질한 성분의 타겟트를 제조할 수가 있다. 850 $^{\circ}\text{C}$ 를 초과하면 증발 성분이 증가하기 때문에 바람직하지 않다.

상기 가압 소결은 500 ~ 1000 $^{\circ}\text{C}$ 의 온도에서 행하는 것이 바람직하다. 500 $^{\circ}\text{C}$ 미만에서는 가압 소결이 충분치 않으며 또한 1000 $^{\circ}\text{C}$ 를 초과하는 온도에서는 많은 성분이 증발하기 때문에 바람직하지 않다. 따라서 상기와 같은 온도 범위로 한다.

소결 공정 중에는 분위기를 진공, 알곤 또는 질소 분위기로 하는 것이 바람직하다. 이렇게 함으로서 소결성을 향상시켜 불순물의 혼입을 방지할 수 있다. 본 발명의 소결은 핫 프레스, HIP, 방전 플라즈마 소결등의 고온 가압 소결법에 의해 소결할 수가 있다.

LaCuOS를 주성분으로 하는 소결체를 얻을 경우에는 La_2O_3 , La_2S_3 , Cu_2S 의 원료 분말을 사용하여 소결하여 제조할 수 있다. 또한 LaCuOSe를 주성분으로 하는 소결체를 얻을 경우에는 La_2O_3 , La_2Se_3 , Cu_2Se 의 원료 분말을 사용하여 소결할 수 있다.

상기의 제조방법에 의해 La 및 Cu를 함유하는 옥시칼코게나이드를 주성분으로 하고 상대 밀도 80% 이상을 가지는, 더욱이 상대 밀도 90% 이상을 가지는 스퍼터링 타겟트를 제조할 수 있다. 특히 P형 투명 도전 재료용 타겟트로서는 LaCuOS 또는 LaCuOSe의 적어도 1 종 이상을 주성분으로 하는 스퍼터링 타겟트가 유용하다.

또한 순도는 3N(99.9 wt%) 이상의 스퍼터링 타겟트를 얻을 수가 있다.

상기의 스퍼터링 타겟트에는 Mg, Ca, Sr, Ba, Zr, Hf 로 부터 선택한 원소를 적어도 1 종 이상을 0.01 ~ 5 at% 함유시키는 것이 가능하다. 이것은 전기 전도성을 제어하기 위함이다.

본 발명의 타겟트의 제조방법은 밀도가 높고 깨어지기가 어렵기 때문에 원반상 타겟트의 경우에는 그 직경을 50 mm 이상으로 하는 것이 가능하며, 구형(球形) 타겟트에 있어서는 가장 짧은 길이(最短長)을 50 mm 이상으로 하는 것이 가능하다. 또한 타겟트의 평균결정 입경을 50 μm 이하로 하는 것이 가능하며 치밀하고 균질의 스퍼터링 타겟트를 얻을 수 있다.

이상에 의해 얻어진 타겟트는 품질이 일정하며, 얼룩이나 변색이 발생하지 않고, 타겟트의 깨어짐이 없어, 제조 생산물을 현저하게 향상시킬 수 있다. 또한 상기에서 얻어진 스퍼터링 타겟트를 사용하여 성막한 경우, 광학적 문제를 발생함이 없이 양호한 품질을 유지할 수 있다는 특징을 가지고 있다.

실시예

(실시예 및 비교예)

이하 실시예 및 비교예에 기초하여 설명한다. 즉, 본 실시예는 어디까지나 일예이며 이 예에 의하여 제한되는 것은 아니다. 즉 본 발명은 특허청구의 범위에 의해서만 제한되는 것이며 본 발명에 포함되는 실시예 이외의 각종의 변형을 포함하는 것이다.

(실시예1)

미리 500℃ 정도에서 가소한 3N 상당(相當)에서, BET 값이 1.0, 평균 입경 20 μm의 La₂O₃ 분말과 3N 상당에서, BET 값이 0.6, 평균 입경 20 μm의 La₂S₃ 분말과 2N5 상당에서, BET 값이 0.3, 평균 입경 30 μm의 Cu₂S 분말을 준비하여 LaCuOS가 되도록 조합하여 균일하게 혼합하여, 내경 160mmΦ의 카본제의 틀에 충전하여 온도 750℃에서 4 시간 유지하는 반응을 행하였다.

그 후에, 온도 900℃ 까지 올려 면압 200 Kgf/cm²에서 가압 소결하는 공정을 핫 프레스로 행하고, 다시 이 소결체를 외경 6 인치Φ, 두께 5mm의 타겟트로 가공하였다.

타겟트를 XRD 측정하면, LaCuOS의 결정 피크만이 관찰되었다. 이 타겟트의 상대 밀도는 95%이었다. 또한 결정입경은 40 μm이며 치밀한 외관을 나타내고 있다. 이상의 조건과 결과를 표1에 나타낸다.

(실시예2)

3N 상당에서, BET 값 1.0, 평균 입경 20 μm의 La₂O₃ 분말과 3N 상당에서, BET 값 0.6, 평균 입경 20 μm의 La₂S₃ 분말과 2N5 상당에서, BET 값 0.3, 평균 입경 30 μm의 Cu₂S 분말을 준비하여, LaCuOS가 되도록 조합하여 균일하게 혼합하고, 내경 160mmΦ의 카본제의 틀에 충전하여 온도 700℃에서 4 시간 유지하는 반응을 행했다.

그 후에, 온도 950℃까지 올려서, 면압 250 Kgf/cm² 로 가압 소결하는 공정을 핫 프레스로 행하고 다시 이 소결체를 외경 6 인치Φ, 두께 5mm의 타겟트로 가공하였다.

타겟트를 XRD 측정하면, LaCuOS의 결정 피크 만이 관찰되었다. 이 타겟트의 상대 밀도는 99% 이었다. 또한 타겟트 내의 평균 결정 입경은 40 μm 이며 치밀한 외관을 보이고 있었다. 이상의 조건과 결과를 표 1 에 나타낸다.

(실시예3)

미리 500℃ 정도로 가소한 4N 상당에서, BET 값 1.0, 평균 입경 10 μm의 La₂O₃ 분말과 3N 상당에서, BET 값 0.5, 평균 입경 25 μm의 La₂Se₃ 분말과 2N5 상당에서, BET 값 0.5, 평균 입경 25 μm의 Cu₂Se 분말을 준비하여, LaCuOSe 가 되도록 조합하여 균일하게 혼합하여 내경 160mm Φ의 카본제의 틀에 충전하고, 온도 500℃에서 4 시간 유지하는 반응을 행하였다.

그 후에, 온도 600℃ 까지 올려서, 면압 250Kgf/cm²로 가압 소결하는 공정을 핫 프레스로 행하고, 다시 이 소결체를 외경 6 인치Φ, 두께 5mm 의 타겟트로 가공하였다.

타겟트를 XRD 측정하면, LaCuOSe의 결정 피크 만이 관찰 되었다. 이 타겟트의 상대 밀도는 95% 이었다. 또한 타겟트 내의 평균 결정 입경은 30 μm이며 치밀한 외관을 나타내고 있었다. 이상의 조건과 결과를 표 1에 나타낸다.

(실시예4)

미리 500℃ 정도에서 가소한 4N 상당에서, BET 값 1.0, 평균 입경 20 μ m의 La₂O₃ 분말과 3N 상당에서, BET 값 0.6, 평균 입경 20 μ m의 La₂S₃ 분말과 2N5 상당에서, BET 값 0.3, 평균 입경 30 μ m 의 Cu₂S분말과 2N5 상당에서, BET 값 0.5, 평균 입경 20 μ m의 SrS를 준비하여, La_{0.95}Sr_{0.05}CuOS가 되도록 조합해서 균일하게 혼합하여 내경 160mm Φ 의 카본제의 틀에 충전하여 온도 700℃에서 4 시간 유지하는 반응을 행하였다.

그 후에, 온도 800℃까지 올려 면압 250Kgf/cm²에서 가압 소결하는 공정을 핫 프레스에서 행하고 다시 이 소결체를 외경 6 인치 Φ , 두께 5mm의 타겟트로 가공하였다.

타겟트를 XRD 측정하면, La_{0.95}Sr_{0.05}CuOS의 결정 피크 만이 관찰되었다. 이 타겟트의 상대 밀도는 97%이었다. 또한 타겟트 내의 평균 결정 입경은 40 μ m 이며 치밀한 외관을 나타내고 있었다. 이상의 조건과 결과를 표1에 나타낸다.

(실시예5)

미리 500℃ 정도에서 가소한 3N 상당에서, BET 값 0.7, 평균 입경 40 μ m의 LaCuOS 분말과 미리 500℃ 정도에서 가소한 3N 상당에서, BET 값 0.5, 평균 입경 30 μ m의 LaCuOSe분말을 준비하여 LaCuOSSe가 되도록 조합하여 균일하게 혼합하여, 내경 160mm Φ 의 카본제 틀에 충전하고, 온도 700℃에서 4 시간 유지하는 반응을 행하였다.

그 후에, 온도 800℃까지 올려, 면압 250Kgf/cm²에서 가압 소결하는 공정을 핫 프레스로 행하고 다시 이 소결체를 외경 6 인치 Φ , 두께 5mm의 타겟트로 가공하였다.

타겟트를 XRD측정하면, LaCuOSSe의 결정 피크 만이 관찰되었다. 이 타겟트의 상대밀도는 90%이었다. 또한 타겟트 내의 평균 결정 입경은 40 μ m이며 치밀한 외관을 나타내고 있었다. 이상의 조건과 그 결과를 표1에 나타낸다.

[표 1]

	목표조성	원료	원료입경	순도	BET	소성온도	공정 반응온도	소결	밀도	결정입경	외관
실시예1	LaCuOS	La ₂ O ₃	20 μm	3N	1.0	500°C	HP 750°C	HP 900°C	95%	40 μm	
		La ₂ S ₃	20 μm	3N	0.6						
		Cu ₂ S	30 μm	2N5	0.3						
실시예2	LaCuOS	La ₂ O ₃	20 μm	3N	1.0		HP 700°C	HP 950°C	99%	40 μm	
		La ₂ S ₃	20 μm	3N	0.6						
		Cu ₂ S	30 μm	2N5	0.3						
실시예3	LaCuOSe	La ₂ O ₃	10 μm	4N	1.0	500°C	HP 500°C	HP 600°C	95%	30 μm	
		La ₂ Se ₃	25 μm	3N	0.5						
		Cu ₂ Se	25 μm	2N5	0.5						
실시예4	La0.95Sr0.05OS	La ₂ O ₃	20 μm	4N	1.0	500°C	HP 700°C	HP 800°C	97%	40 μm	
		La ₂ S ₃	20 μm	3N	0.6						
		Cu ₂ S	30 μm	2N5	0.3						
		SrS	20 μm	2N5	0.5						
실시예5	LaCuOSSe	LaCuOS	40 μm	3N	0.7		HP 700°C	HP 800°C	90%	40 μm	
		LaCuOSe	30 μm	3N	0.5						
비교예1	LaCuOS	La ₂ O ₃	60 μm	3N	0.02	500°C	HP 750°C	HP 900°C	75%	>100 μm	표면 열화
		La ₂ S ₃	100 μm	3N	0.01						
		Cu ₂ S	100 μm	2N5	0.01						
비교예2	LaCuOS	La ₂ O ₃	20 μm	3N	1.0			HP 900°C	85%	>100 μm	표면 열화
		La ₂ S ₃	20 μm	3N	0.6						
		Cu ₂ S	30 μm	2N5	0.3						

(비교예1)

미리 500°C 정도에서 가소한 3N 상당에서, BET 값 0.02, 평균 입경 60 μm의 La₂O₃ 분말과 3N 상당에서, BET 값 0.01, 평균 입경 100 μm의 La₂S₃ 분말과 2N5 상당에서, BET 값 0.01, 평균 입경 100 μm의 Cu₂S 분말을 준비하여, LaCuOS가 되도록 조합하여 내경 160mmΦ의 카본제 틀에 충전하여 온도 750°C에서 4 시간 유지하는 반응을 행하였다.

다음에, 온도 900°C까지 올려, 면압 250Kgf/cm²에서 가압 소결하는 공정을 핫 프레스에서 행하고 다시 이 소결체를 외경 6 인치Φ, 두께 5mm의 타겟트로 가공하였다.

타겟트를 XRD 측정하면, LaCuOS의 결정 피크 이외에 La₂O₃의 피크가 관찰되었다. 이 타겟트의 상대 밀도는 75%이었다.

상기와 같이 La₂O₃를 주로 하는 미 반응물이 잔류하여 대기(大氣) 보관중에 수분등과의 반응에 의하여 타겟트 표면이 열화하며, 일부는 박리되어 떨어졌다. 또한 타겟트 내의 평균 결정 입경은 >100 μm 이며 표면이 열화된 외관을 나타내고 있었다. 이상의 조건과 결과를 동일하게 표 1에 나타낸다.

(비교예2)

3N 상당에서, BET 값 1.0, 평균 입경 $20\mu\text{m}$ 의 La_2O_3 분말과 3N 상당에서, BET 값 0.6, 평균 입경 $20\mu\text{m}$ 의 La_2S_3 분말과 2N5 상당에서, BET 값 0.3, 평균 입경 $30\mu\text{m}$ 의 Cu_2S 분말을 준비하여 LaCuOS 가 되도록 조합하여 내경 $160\text{mm}\Phi$ 의 카본 제 틀에 충전하여 온도 900°C 로 올려 면압 $250\text{Kgf}/\text{cm}^2$ 로 가압 소결하는 공정을 핫 프레스로 행하고, 다시 이 소결체를 외경 6 인치 Φ , 두께 5mm의 타겟트로 가공했다.

타겟트를 XRD 측정하면, LaCuOS의 결정 피크 이외에 La_2O_3 의 피크가 관찰되었다. 이 타겟트의 상대 밀도는 85%이었다.

상기와 같이 La_2O_3 를 주로하는 미 반응물이 잔류하며 대기 보관중에 수분등과의 반응에 의해 타겟트 표면이 열화하며, 일부는 박리되어 떨어졌다. 또한 타겟트 내의 평균 결정 입경은 $>100\mu\text{m}$ 이며 표면이 열화된 외관을 나타내었다. 이상의 조건과 결과를 동일하게 표 1에 나타낸다.

산업상 이용 가능성

본 발명은 La 및 Cu를 함유하는 옥시칼코게나이드를 주성분으로 하는 P형 투명 도전 재료용 타겟트의 밀도를 향상시켜 타겟트를 대형화함과 동시에 저렴한 코스트로 제조 가능하게 함과 더불어, 이 타겟트 중의 미 반응물의 존재를 없애며 타겟트의 깨어짐의 발생을 억제하는 것에 의하여 제품의 생산률을 향상시키며 또한 이러한 타겟트를 사용하여 스퍼터링 하는 것에 의해 형성되는 성막의 품질을 향상시키는 것이 가능하다고 하는 우수한 효과를 가지고 있다.