

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-31508

(P2012-31508A)

(43) 公開日 平成24年2月16日(2012.2.16)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C23C 14/34 (2006.01)	C23C 14/34 A	4K018
C22C 9/00 (2006.01)	C22C 9/00	4K029
C22C 28/00 (2006.01)	C22C 28/00 B	
C22C 1/04 (2006.01)	C22C 1/04 A	
	C22C 1/04 E	

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2011-140203 (P2011-140203)
 (22) 出願日 平成23年6月24日 (2011. 6. 24)
 (31) 優先権主張番号 特願2010-146239 (P2010-146239)
 (32) 優先日 平成22年6月28日 (2010. 6. 28)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(71) 出願人 000005083
 日立金属株式会社
 東京都港区芝浦一丁目2番1号
 (72) 発明者 玉田 悠
 島根県安来市安来町2107番地2 日立
 金属株式会社安来工場内
 (72) 発明者 高島 洋
 島根県安来市安来町2107番地2 日立
 金属株式会社安来工場内
 (72) 発明者 石川 卓也
 島根県安来市安来町2107番地2 日立
 金属株式会社安来工場内
 Fターム(参考) 4K018 AA04 AA40 DA11 EA02 EA13
 EA32 KA29 KA32
 4K029 CA05 DC04 DC07 DC09 DC34

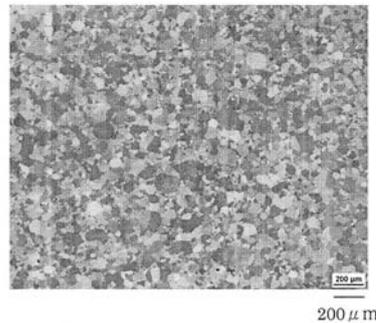
(54) 【発明の名称】 Cu-Ga合金ターゲット材およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 スパッタリングの際に安定した成膜が可能なCu-Ga合金ターゲット材を提供する。

【解決手段】 Gaを10~95質量%含有し、残部Cuおよび不可避免的不純物からなるCu-Ga合金ターゲット材であって、組織が平均粒径300μm以下のCu-Ga合金相からなり、ターゲット材中の各部位のGa含有量のターゲット材全体のGa含有量の平均値に対する変動量が±3%以内の範囲にあり、ターゲット材の各部位の相対密度のターゲット材全体の相対密度の平均値に対する変動量が±2%以内の範囲にあり、ターゲット材全体の相対密度の平均値が100%以上であり、ターゲット材の各部位の酸素含有量のターゲット材全体の酸素含有量の平均値に対する変動量が±20%以内の範囲にあり、且つ、ターゲット材全体の酸素含有量の平均値が300質量ppm以下であるCu-Ga合金ターゲット材。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

Gaを10～95質量%含有し、残部Cuおよび不可避的不純物からなるCu-Ga合金ターゲット材であって、組織が平均粒径300 μ m以下のCu-Ga合金相からなり、ターゲット材中の各部位のGa含有量のターゲット材全体のGa含有量の平均値に対する変動量が $\pm 3\%$ 以内の範囲にあり、ターゲット材の各部位の相対密度のターゲット材全体の相対密度の平均値に対する変動量が $\pm 2\%$ 以内の範囲にあり、ターゲット材全体の相対密度の平均値が100%以上であり、ターゲット材の各部位の酸素含有量のターゲット材全体の酸素含有量の平均値に対する変動量が $\pm 20\%$ 以内の範囲にあり、且つ、ターゲット材全体の酸素含有量の平均値が300質量ppm以下であることを特徴とするCu-Ga合金ターゲット材。

10

【請求項 2】

前記ターゲット材中の酸素含有量の平均値が200質量ppm以下であることを特徴とする請求項1に記載のCu-Ga合金ターゲット材。

【請求項 3】

前記Cu-Ga合金相の平均粒径が40 μ m以上であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載のCu-Ga合金ターゲット材。

【請求項 4】

Cu-Ga合金ターゲット材の製造方法であって、Gaを10～95質量%含有し、残部Cuおよび不可避的不純物からなるCu-Ga合金粉を温度700～900、圧力10～200MPaで1～10時間の加圧焼結を行うことを特徴とするCu-Ga合金ターゲット材の製造方法。

20

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、例えば、カルコパイライト系薄膜太陽電池の光吸収層を形成するためのCu(InGa)Se₂合金膜を形成するのに使用されるCu-Ga合金ターゲット材およびその製造方法に関するものである。

【背景技術】**【0002】**

現在、シリコン太陽電池、薄膜太陽電池、化合物太陽電池等の様々な太陽電池の開発が進んでおり、その中でも、薄膜太陽電池は薄膜技術を応用した光デバイスとして製造プロセスが簡易かつ低エネルギーで可能となる利点から商品化が進んでいる。また、薄膜太陽電池の中でも、カルコパイライト化合物であるCu(InGa)Se₂(以下CIGSという。)を光吸収層として備えた薄膜太陽電池が有望視されている。

30

CIGS薄膜太陽電池は、一般的に、ソーダライムガラス基板、Mo金属からなる背面電極層、CIGS層からなる光吸収層、透明導電膜からなる前面電極で構成される多層積層構造である。

【0003】

このCIGS層を形成する方法としては、例えば、Inターゲットを用いてスパッタリング法によりIn薄膜を成膜した上に、Cu-Ga合金ターゲット材を用いてCu-Ga合金薄膜を形成し、その後この積層膜をSe雰囲気中で熱処理を施して四元系合金膜であるCIGS層とする方法が用いられている。その際のCu-Ga合金ターゲット材としては、例えば、所望のCu-Ga組成の合金を真空溶解し鑄造する溶解鑄造法で作製したものが使用されている(例えば、特許文献1参照)。

40

【0004】

また、Cu-Ga系合金は、脆弱で成分の偏析を生じやすいため、粉末焼結法による製造も試みられている。具体的には、高Ga含有のCu-Ga合金組成においては、脆弱なCu-Ga合金相が形成されやすく、ターゲット材としての形状に機械加工する際に、欠け等の加工不具合が発生する場合がある。このため、高Ga含有のCu-Ga合金相を低

50

Ga含有のCu-Ga合金相で包囲した二相共存組織に制御された焼結組織とすることで、機械加工時の問題を抑制可能なCu-Ga合金ターゲット材が提案されている（例えば、特許文献2参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2000-73163号公報

【特許文献2】特開2008-138232号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0006】

上述した特許文献2に開示されるCu-Ga二元系合金ターゲット材は、より脆弱なGa含有のCu-Ga合金相を低Ga含有のCu-Ga合金相を覆うように形成される二相共存組織とすることで、良好な機械加工が実現できるので有効である。

しかしながら、本発明者の検討によれば、このような二相共存組織の場合には、Ga含有の濃淡を積極的に形成する方法であるため、スパッタリングに際して、レート差が生じるために安定して所望のCu-Ga合金層が形成しづらいという問題が生じることを確認した。

本発明の目的は、上記課題を解決し、スパッタリングの際に安定した成膜が可能なCu-Ga合金ターゲット材およびその製造方法を提供することである。

20

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者は、上記の課題を検討した結果、組成変動のない均一なCu-Ga合金相で一定の粒径以下の組織とし、ターゲット材全体でGa含有量のばらつきのないターゲット材とすることで、スパッタリングの際に安定した成膜が可能なCu-Ga合金ターゲット材を実現できることを見だし本発明に到達した。

【0008】

すなわち本発明は、Gaを10~95質量%含有し、残部Cuおよび不可避的不純物からなるCu-Ga合金ターゲット材であって、組織が平均粒径300 μ m以下のCu-Ga合金相からなり、且つターゲット材中の各部位のGa含有量がターゲット材全体のGa含有量の平均値に対する変動量が $\pm 3\%$ 以下であるCu-Ga合金ターゲット材である。

30

また、本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、ターゲット材の各部位の相対密度がターゲット材全体の相対密度の平均値に対する変動量が $\pm 2\%$ 以内であり、且つ相対密度が100%以上である。

また、本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、ターゲット材の各部位の酸素含有量がターゲット材全体の酸素含有量の平均値に対する変動量が $\pm 20\%$ 以内の範囲にあり、且つターゲット材全体の酸素含有量の平均値が300質量ppm以下である。

また、本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、前記酸素含有量が200質量ppm以下であることが好ましい。

また、本発明のCu-Ga合金ターゲット材の前記平均粒径は、40 μ m以上であることが好ましい。

40

また、本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、Gaを10~95質量%含有し、残部Cuおよび不可避的不純物からなるCu-Ga合金粉を温度700~900、圧力10~200MPaで1~10時間の加圧焼結を行うことで得ることができる。

【発明の効果】

【0009】

本発明のCu-Ga合金ターゲット材によれば、スパッタの際のターゲット上でのノジュールの発生を抑制することができる。また、本発明のCu-Ga合金スパッタリングターゲット材を使用してスパッタ成膜することで、スパッタ成膜後の薄膜中で欠陥原因となる異常放電（アーキング）やパーティクルの発生が抑制され良好なCu-Ga層が形成で

50

きるため、太陽電池の製造において極めて有効である。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】本発明のCu-Ga合金ターゲット材の光学顕微鏡像である。

【図2】本発明のCu-Ga合金ターゲット材におけるGa含有量、相対密度、酸素含有量を測定する部位の一例を示す図である。

【図3】本発明の別のCu-Ga合金ターゲット材の光学顕微鏡像である。

【発明を実施するための形態】

【0011】

本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、Gaを10～95質量%含有し、残部Cuおよび不可避的不純物からなるものである。

Ga含有量を上記の範囲とした理由は、Ga含有量を10～95質量%含有するCu-Ga合金では組成の偏在が起こりやすく、組成変動のない均一なCu-Ga合金相を得ることが望まれる組成であるためである。

また、特に、本発明のCu-Ga合金ターゲット材をCIGS光吸収層の形成に適用する場合には、Ga含有量が10質量%に満たない場合ではCIGS光吸収層中のGa濃度が低く変換効率が向上しない。一方、Ga含有量が95質量%を超えるとわずかな組成ズレで融点が大きく低下するため、製膜時のスプラッシュやバックングプレートとのボンディング剥離を引き起こし、安定的なスパッタを行うターゲット材としては適さない。

なお、CIGS層形成時における500前後の加熱により、Cu-Ga層、In層及びSe(S)の拡散処理が必要であり、このときCu-Ga合金層と背面電極層との密着性を確保するためにはCu-Ga合金層が溶融しないことが好ましいという理由から、ターゲット材の組成においてもGa含有量は、70質量%以下であることが好ましい。

【0012】

本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、平均粒径300 μ m以下のCu-Ga合金相からなり、且つターゲット材中の各部位のGa含有量がターゲット材全体のGa含有量の平均値に対する変動量が $\pm 3\%$ 以内である。以下、その理由を説明する。

まず、本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、ターゲット材中の各部位の成分変動を抑制するために、Cu-Ga合金相を平均粒径300 μ m以下に限定する。本発明では、より顕著に成分変動をなくすためには、Cu-Ga合金相の平均粒径を40 μ m以上にすることが好ましい。これにより、本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、スパッタの際に凹凸が小さい平滑なエロージョン面をターゲット材表面に実現することが可能となり、ターゲット上のノジュールの発生を抑制することができる。

また、本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、組成変動のない均一なCu-Ga相からなるターゲット材とすることにより、組成変動におけるスパッタレート差を抑制し、局所的な凹凸のパラつきをなくすことで均一なエロージョン面を実現し、ターゲット上のノジュールの発生を抑制することが可能となるためである。また、ノジュールの発生の抑制は、スパッタ中の異常放電やスパッタ成膜後の薄膜中で欠陥原因となるパーティクルの発生を抑制することにも寄与する。

【0013】

また、Cu-Ga合金は、組成によって非常に脆弱な相が現れるが、ターゲット材中の各部位のGa含有量をターゲット材全体のGa含有量の平均値に対する変動量を $\pm 3\%$ 以下とすることで不連続組織を抑制し、ノジュールの基点となる機械加工による表面肌荒れや脱落を防止することが可能である。

【0014】

本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、各部位の相対密度がターゲット材全体の相対密度の平均値に対する変動量が $\pm 2\%$ 以内であり、且つその相対密度が全て100%以上である。

ターゲット材中の密度にばらつきが存在していると、各部位でスパッタレートがばらつくことから、膜厚、膜応力が影響を受け面内均一性が低下する。各部位の相対密度がター

10

20

30

40

50

ゲット材全体の相対密度の平均値に対する変動量が $\pm 2\%$ を超えると面内ばらつきが著しく増加するため、本発明では相対密度の平均値に対する変動量を $\pm 2\%$ 以内にする。

また、相対密度が低くなるとターゲット材中に存在する空隙が増加し、空隙を基点としてスパッタリング工程中に、異常放電の原因となるノジュールの発生が起こりやすくなる。特に、相対密度が 100% に満たないとノジュールが発生する確率が高くなるため、相対密度は 100% 以上にする。より好ましくは、 107% 以上である。

【0015】

なお、本発明において「相対密度」とは、アルキメデス法により測定されたCu-Ga合金ターゲット材のかさ密度をその理論密度で割った値を百分率で表したものをいう。ここで、Cu-Ga合金の理論密度としては、簡単のため、合金相を含まないCu及びGaのみからなるものと仮定して算出した理論密度を用いた。具体的には、Cu、Gaの密度として各々 8.96 g/cm^3 、 5.91 g/cm^3 の値を用い、組成比から得られる質量比で算出した加重平均として得られた値を理論密度の値として用いた。Cu-Ga合金の密度の真の値は、本発明でいう理論密度に比べて一般に高くなるため、上記のようにして求めた相対密度の値は 100% を超える場合がある。

10

【0016】

本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、各部位の酸素含有量がターゲット全体の酸素含有量の平均値に対する変動量が $\pm 20\%$ 以内の範囲にあり、且つターゲット材全体の酸素量の平均値が 300 質量ppm以下である。

それは、ターゲット材中の酸素含有量にばらつきが存在していると、スパッタによって得られる膜の酸素量がばらつくことから、膜の抵抗値、熱伝導率、膜応力が影響を受けこれらの各種特性の面内均一性が低下するためである。このため、各部位の酸素量は、ターゲット材全体の酸素量の平均値に対する変動量を $\pm 20\%$ 以内としている。

20

また、ターゲット材全体としての酸素含有量は、 200 質量ppm以下とすることが望ましい。ターゲット材全体としての酸素含有量は、 300 質量ppmを超えるとそのばらつきの影響よりも酸素の絶対量の方がより大きく影響するようになる。ターゲット材中に存在する酸素が多いとスパッタリング中に酸素が膜中に取り込まれCIGS層形成時のセレン化、硫化を阻害するため、Cu-Ga合金ターゲット材中の酸素含有量を 300 質量ppm以下とすることは、良好なCIGS層の形成に有効である。

また、特に、粉末焼結法による焼結ターゲット材においては、原料粉末を焼結する際に酸素を低減することが困難であり、Cu-Ga合金組成においても酸素含有量 30 質量ppm以下とすることは困難である。そのため、酸素 $30\sim 300$ 質量ppmを不可避免的に含む焼結Cu-Ga合金ターゲット材においては、各部位の酸素含有量がターゲット全体の酸素含有量の平均値に対して $\pm 20\%$ 以内の範囲とすることは、均一な成膜の特性を得るために特によい。

30

【0017】

本発明におけるターゲット材の各部位のGa含有量、相対密度、酸素含有量とは、図2に示すように、例えば円板状のターゲット材の場合には、中心部(部位1)と、中心部を通り円周を均等に分割した2本の直線上の外周近傍位置の4箇所(部位2~5)、およびその $1/2$ の距離の位置の4箇所(部位6~9)の合計9箇所からそれぞれ採取した試料の分析値とする。

40

また、各試料の寸法は、 $15\times 15\times 6$ (mm)とし、Ga含有量は原子吸光法、相対密度はアルキメデス法、酸素含有量は赤外線吸収法で分析した値とする。

【0018】

次に、本発明のCu-Ga合金ターゲット材を作製するための方法を以下に説明する。

本発明のCu-Ga合金ターゲット材は、単一組成のCu-Ga合金相を得るために、ターゲット材の所望組成のCu-Ga合金粉末を作製し、そのCu-Ga合金粉末を加圧焼結法によって焼結体を得る方法を適用する。Cu-Ga合金粉末は、ターゲット材の所望組成のCu-Ga合金に調整できれば使用可能であり、所望組成に調整したCu-Ga合金を真空溶解後に鑄造した鑄塊を粉砕して得られる粉砕粉末、Cu-Ga合金溶湯をガ

50

スアトマイズ法等のアトマイズ法に代表される溶湯急冷法によって得られる粉末、などを使用することができる。その中でも、粉末中の不純物を低減でき、粒径の揃った粉末を比較的得やすいガスアトマイズ粉末を用いることが好ましい。

【0019】

ガスアトマイズ法によるCu-Ga合金粉末を使用する場合には、アトマイズ出湯温度はCu-Ga合金の融点に対して50 から300 高い温度であることが好ましい。この理由は、合金融点から融点に対し50 高い温度範囲では溶湯ノズルが閉塞する可能性があり、合金融点に対し300 を超える温度では、アトマイズ粉末がアトマイズ装置のチャンパー内で凝集する可能性があるためである。また、より球状で酸素含有量を抑制したアトマイズ粉末を得るためにはアトマイズのガス圧力は1MPa以上10MPa以下と

10

することが好ましい。また、Cu-Ga合金粉末は、平均粒径20~300 μ mであることが好ましい。平均粒径が20 μ mを下回る粉末では、単位体積当たりの比表面積が大きくなるため、粉末全体の酸素含有量が高くなり、焼結体の酸素含有量に影響を与えるためである。一方、平均粒径が300 μ mを超える粉末では、焼結性が低下し、高密度の焼結体を得ることが困難になる。

【0020】

本発明の緻密化した焼結体のターゲット材を得るためには、上述したCu-Ga合金粉末を加圧焼結法によって作製する。加圧焼結法としては、ホットプレス、熱間静水圧プレス、通電加圧焼結、熱間押し出しなどの方法を適用することができる。中でも熱間静水圧

20

プレスは加圧圧力が高く、緻密な焼結体を得られ易いため、特に好ましい。なお、加圧焼結時の最高温度は、Cu-Ga合金の融点に対して10 から300 低い温度に設定することが好ましい。この理由は、焼結温度がCu-Ga合金の融点に対し300 以上低い場合には、緻密な焼結体を得られ難く、Cu-Ga合金の融点に対し10 低い温度を超えると粉末が溶融する可能性があるためである。本発明では、焼結温度を700~900 とする。

また、加圧焼結時の最高圧力は、10MPa以上に設定することが好ましい。その理由は最高圧力が10MPaを下回ると緻密な焼結体を得にくいためである。一方、200MPaを超えると耐え得る装置に限られるという問題がある。本発明では、加圧力を10~200MPaとする。

30

また、焼結時間は、1時間未満では焼結を十分に進行させるのが難しく、10時間を超えると製造効率において避ける方がよい。本発明では、焼結時間を1~10時間とする。

なお、熱間静水圧プレスやホットプレスで加圧焼結をする際には、混合粉末を加圧容器や加圧用ダイスに充填した後に、加熱しながら減圧脱気を行うことが望ましい。減圧脱気は、加熱温度100~600 の範囲で、大気圧(101.3kPa)より低い減圧下で行うことが望ましい。それは、得られる焼結体の酸素をより低減することが可能となるためである。

【実施例1】

【0021】

以下の実施例で本発明を更に詳しく説明する。

40

実施例1として先ず、Cu原料を68質量%、Ga原料を32質量%の割合になるように秤量して溶解炉内に装填し真空溶解した後、出湯温度1000、アトマイズガス圧4MPaでガスアトマイズを行いCu-Ga合金粉末を得た。得られた粉末を目開き250 μ mのふるいを用いて分級を実施し、平均粒径(D50)が75 μ mの粉末を得た。この粉末をカーボン製の加圧容器に充填しホットプレス装置の炉体内部に設置して750、30MPa、2時間の加圧焼結を実施した。加圧焼結後にカーボン製の加圧容器から取り出し焼結体を得た。得られた焼結体を、ダイヤモンド砥石を用いて平面研削による板厚加工を実施後、ウォータージェット切断機を用いて切断加工することによって、直径180mm \times 厚さ6mmのCu-Ga合金ターゲット材を2枚製作した。2枚のCu-Ga合金ターゲット材は同一原料、同一条件で製作したものであり、同一の密度、Ga含有量、酸

50

素含有量を有しているものとみなすことができる。

【 0 0 2 2 】

このようにして得た Cu - Ga 合金ターゲット材の内、1枚は分析用として用い、図 2 に示す各測定位置からそれぞれ 15 × 15 × 6 (mm) の分析用試料を切り出し、各試料の相対密度、Ga 含有量、酸素含有量を測定した。表 1 に各部位における相対密度、Ga 含有量、酸素含有量とその平均値を示す。また表 2 に各部位における相対密度、Ga 含有量、酸素含有量のそれぞれの全体平均に対する変動率 (%) を示す。

【 0 0 2 3 】

比較例 1 として以下のように Cu - Ga 合金ターゲット材を製作した。まず、Cu 原料を 68 質量%、Ga 原料を 32 質量%の割合になるように秤量して溶解炉内に装填し、真空溶解を行った後、出湯温度 1000 で鋳型に流し込み Cu - Ga 合金鋼塊を得た。得られた鋼塊の押し湯部を、ワイヤー放電加工機を用いて切除した後、ダイヤモンド砥石を用いて平面研削による板厚加工を実施後、ウォータージェット切断機を用いて切断加工することによって、直径 180 mm × 厚さ 6 mm の Cu - Ga 合金ターゲット材を 2 枚製作した。2 枚の Cu - Ga 合金ターゲット材は同一原料、同一条件で製作したものであり、同一の密度、Ga 含有量、酸素含有量を有しているものとみなすことができる。

【 0 0 2 4 】

このようにして得た Cu - Ga 合金ターゲット材の内、1枚は分析用として用い、前述した方法に従って各測定位置からそれぞれの分析用試料を切り出し、各試料の相対密度、Ga 含有量、酸素含有量を測定した。表 3 に各部位における相対密度、Ga 含有量、酸素含有量とその平均値を示す。また表 4 に各部位における相対密度、Ga 含有量、酸素含有量のそれぞれの全体平均に対する変動率 (%) を示す。

【 0 0 2 5 】

また、実施例 1 及び比較例 1 の Cu - Ga 合金ターゲット材の平均結晶粒径を測定した。実施例 1 の Cu - Ga 合金ターゲット材では、図 1 に示す光学顕微鏡像で示すように平均粒径は、50 μm であった。比較例 1 は場所により粒径は異なるが 1 mm を超える大きな結晶粒であった。

【 0 0 2 6 】

【表 1】

分析試料 採取位置	1	2	3	4	5	6	7	8	9	平均
各部位の Ga 含有量 (%)	32.58	31.97	32.03	32.09	32.11	31.89	31.79	31.66	31.49	31.96
各部位の 相対密度 (%)	110.39	110.10	110.08	110.00	109.66	110.46	110.44	110.44	110.43	110.22
各部位の 酸素含有量 (ppm)	111	108	113	104	118	113	106	106	106	109.4

【 0 0 2 7 】

10

20

30

40

【表 2】

分析試料 採取位置	1	2	3	4	5	6	7	8	9
各部位の G a 量変動 (%)	1.94	0.03	0.22	0.41	0.47	-0.22	-0.53	-0.94	-1.47
各部位の 相対密度変動 (%)	0.15	-0.11	-0.13	-0.20	-0.51	0.22	0.20	0.20	0.19
各部位の 酸素量変動 (%)	1.46	-1.28	3.29	-4.94	7.86	3.29	-3.11	-3.11	-3.11

10

【 0 0 2 8 】

【表 3】

分析試料 採取位置	1	2	3	4	5	6	7	8	9	平均
各部位の G a 含有量 (%)	31.14	31.35	32.56	32.48	32.65	30.98	32.18	32.16	32.49	32.00
各部位の 相対密度 (%)	106.15	106.30	104.56	104.25	104.83	106.28	107.02	105.49	106.05	105.66
各部位の 酸素含有量 (ppm)	5	4	4	7	6	6	4	5	4	5.0

20

【 0 0 2 9 】

【表 4】

分析試料 採取位置	1	2	3	4	5	6	7	8	9
各部位の G a 量変動 (%)	-2.69	-2.03	1.75	1.50	2.03	-3.19	0.56	0.50	1.53
各部位の 相対密度変動 (%)	0.46	0.61	-1.04	-1.33	-0.79	0.59	1.29	-0.16	0.37
各部位の 酸素量変動 (%)	0.00	-20.00	-20.00	40.00	20.00	20.00	-20.00	0.00	-20.00

30

40

【 0 0 3 0 】

次に上記で製作した各ターゲット材のスパッタテストを実施した。スパッタはAr圧力0.6Pa、DC電力500Wの条件で積算時間5時間実施した。比較例1はアーキングが発生していたのに対し、実施例1はアーキングが確認されなかった。また、スパッタ後のターゲット表面観察を行った比較例1のCu-Ga合金ターゲットでは目視で多数のノジュールが確認されたのに対し、実施例1のCu-Ga合金ターゲット材では目視ではノジュールが確認されなかった。

【実施例2】

【 0 0 3 1 】

50

次に実施例 2 として、Cu 原料を 75 質量%、Ga 原料を 25 質量%の割合になるように秤量して溶解炉内に装填し真空溶解した後、出湯温度 1050、アトマイズガス圧 4 MPa でガスアトマイズを行い Cu - Ga 合金粉末を得た。得られた粉末を目開き 250 μm のふるいを用いて分級を実施し、平均粒径 (D50) が 95 μm の粉末を得た。この粉末を鉄製の加圧容器に充填し熱間静水圧プレス装置の炉体内部に設置して 800、120 MPa、5 時間の加圧焼結を実施した。加圧焼結後に鉄製の加圧容器を切削により除去して焼結体を得た。得られた焼結体を、ダイヤモンド砥石を用いて平面研削による板厚加工を実施後、ウォータージェット切断機を用いて切断加工することによって、直径 180 mm \times 厚さ 6 mm の Cu - Ga 合金ターゲット材を 2 枚製作した。2 枚の Cu - Ga 合金ターゲット材は同一原料、同一条件で製作したものであり、同一の密度、Ga 含有量、酸素含有量を有しているものとみなすことができる。

10

【0032】

このようにして得た Cu - Ga 合金ターゲット材の内、1 枚は分析用として用い、図 2 に示す各測定位置からそれぞれ 15 \times 15 \times 6 (mm) の分析用試料を切り出し、各試料の相対密度、Ga 含有量、酸素含有量を測定した。表 5 に各部位における相対密度、Ga 含有量、酸素含有量とその平均値を示す。また表 6 に各部位における相対密度、Ga 含有量、酸素含有量のそれぞれの全体平均に対する変動率 (%) を示す。

【0033】

【表 5】

分析試料 採取位置	1	2	3	4	5	6	7	8	9	平均
各部位の Ga 含有量 (%)	24.67	24.98	24.96	25.06	24.75	24.99	25.05	24.41	24.74	24.85
各部位の 相対密度 (%)	109.39	109.44	109.45	109.51	109.49	109.32	109.24	109.29	109.25	109.38
各部位の 酸素含有量 (ppm)	95	98	94	91	96	96	86	96	96	94

20

30

【0034】

【表 6】

分析試料 採取位置	1	2	3	4	5	6	7	8	9
各部位の Ga 量変動 (%)	-0.72	0.52	0.44	0.85	-0.40	0.56	0.80	-1.77	-0.44
各部位の 相対密度変動 (%)	0.01	0.05	0.06	0.12	0.10	-0.05	-0.13	-0.08	-0.12
各部位の 酸素量変動 (%)	1.06	4.26	0.00	-3.19	2.13	2.13	-8.51	2.13	2.13

40

【0035】

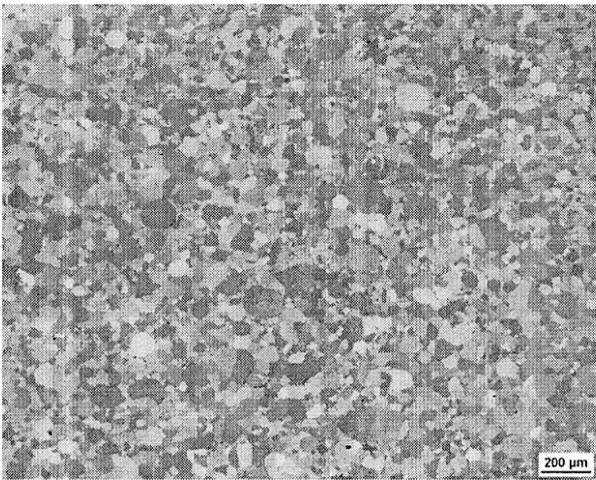
また、実施例 2 の Cu - Ga 合金ターゲット材の平均結晶粒径を測定した。実施例 2 の Cu - Ga 合金ターゲット材では、図 3 に示す光学顕微鏡像で示すように平均粒径は、100 μm であった。

【0036】

50

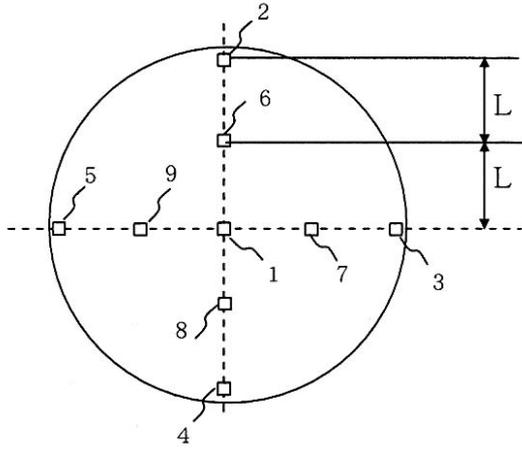
次に上記で製作したターゲット材のスパッタテストを実施した。スパッタはAr圧力0.6 Pa、DC電力500 Wの条件で積算時間5時間実施した。実施例2でもアーキングが確認されなかった。また、スパッタ後のターゲット表面観察を行った、実施例2のCu-Ga合金ターゲット材でも目視ではノジュールが確認されなかった。

【図1】

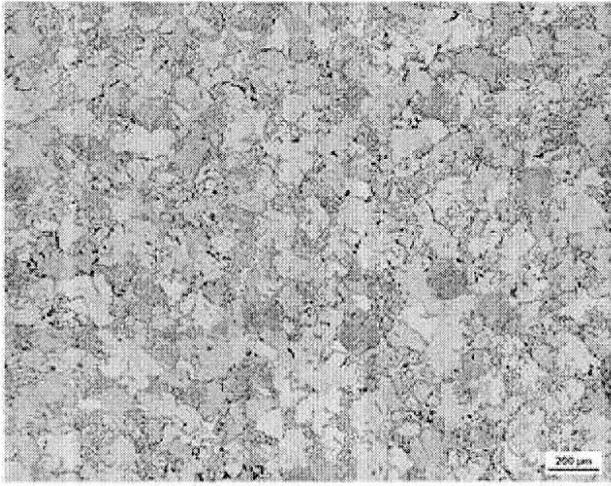


200 μm

【 図 2 】



【 図 3 】



200 μ m