



(21)申請案號：113102201

(22)申請日：中華民國 113 (2024) 年 01 月 19 日

(51)Int. Cl. :

C22C29/14 (2006.01)C22C29/18 (2006.01)C22C1/057 (2023.01)C23C14/24 (2006.01)C23C14/34 (2006.01)

(30)優先權：2023/02/08 奧地利 GM 50014/2023

(71)申請人：德商攀時組成物質有限公司 (德國) PLANSEE COMPOSITE MATERIALS GMBH (DE) 德國

(72)發明人：克羅茲維瑞 史奇勞德 KOLOZSVARI, SZILARD (DE) ；波爾席克 彼得 POLCIK, PETER (DE) ；沃夫 馬可仕 WOLFF, MARCUS (DE)

(74)代理人：閻啓泰；林景郁

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：16 項 圖式數：0 共 15 頁

(54)名稱

含矽過渡金屬硼化物蒸發源

(57)摘要

本發明關於一種包含靶材之蒸發源，其特徵在於靶材由選自由 TiB_2 、 W_2B_5 、 TaB_2 、 VB_2 、 NbB_2 、 CrB_2 、 MoB 及 HfB_2 組成之群之一或多種硼化物，及選自由 $TiSi_2$ 、 Ti_5Si_3 、 $CrSi_2$ 、 Cr_5Si_3 、 Cr_3Si 、 $CeSi_2$ 、 SiB_6 、 $HfSi$ 、 Hf_5Si_4 、 Hf_3Si_2 、 $NbSi_2$ 、 Nb_5Si_3 、 $MoSi_2$ 、 Mo_5Si_3 、 Mo_3Si 、 $ZrSi$ 、 Zr_2Si 、 Zr_5Si_3 、 Zr_5Si_4 、 Zr_3Si_2 、 $TaSi_2$ 、 Ta_5Si_3 、 Ta_3Si 、 Ta_2Si 、 W_5Si_3 及 WSi_2 組成之群之一或多種含矽化合物，以及無法避免之雜質組成，並且其中靶材中矽之比例為 1 at% 至 30 at%，以及關於一種用於製造該蒸發源之製程。

The invention relates to an evaporation source comprising a target material, characterized in that the target material consists of one or more boride(s) selected from the group consisting of TiB_2 , W_2B_5 , TaB_2 , VB_2 , NbB_2 , CrB_2 , MoB and HfB_2 and one or more silicon-containing compound(s) selected from the group consisting of $TiSi_2$, Ti_5Si_3 , $CrSi_2$, Cr_5Si_3 , Cr_3Si , $CeSi_2$, SiB_6 , $HfSi$, Hf_5Si_4 , Hf_3Si_2 , $NbSi_2$, Nb_5Si_3 , $MoSi_2$, Mo_5Si_3 , Mo_3Si , $ZrSi$, Zr_2Si , Zr_5Si_3 , Zr_5Si_4 , Zr_3Si_2 , $TaSi_2$, Ta_5Si_3 , Ta_3Si , Ta_2Si , W_5Si_3 and WSi_2 in addition to unavoidable impurities and wherein the proportion of the silicon in the target material is 1 at% to 30 at% and to a process for producing such an evaporation source.

【發明摘要】

【中文發明名稱】 含矽過渡金屬硼化物蒸發源

【英文發明名稱】 Silicon-containing transition metal boride evaporation
source

【中文】

本發明關於一種包含靶材之蒸發源，其特徵在於靶材由選自由 TiB_2 、 W_2B_5 、 TaB_2 、 VB_2 、 NbB_2 、 CrB_2 、 MoB 及 HfB_2 組成之群之一或多種硼化物，及選自由 $TiSi_2$ 、 Ti_5Si_3 、 $CrSi_2$ 、 Cr_5Si_3 、 Cr_3Si 、 $CeSi_2$ 、 SiB_6 、 $HfSi$ 、 Hf_5Si_4 、 Hf_3Si_2 、 $NbSi_2$ 、 Nb_5Si_3 、 $MoSi_2$ 、 Mo_5Si_3 、 Mo_3Si 、 $ZrSi$ 、 Zr_2Si 、 Zr_5Si_3 、 Zr_5Si_4 、 Zr_3Si_2 、 $TaSi_2$ 、 Ta_5Si_3 、 Ta_3Si 、 Ta_2Si 、 W_5Si_3 及 WSi_2 組成之群之一或多種含矽化合物，以及無法避免之雜質組成，並且其中靶材中矽之比例為1 at%至30 at%，以及關於一種用於製造該蒸發源之製程。

【英文】

The invention relates to an evaporation source comprising a target material, characterized in that the target material consists of one or more boride(s) selected from the group consisting of TiB_2 , W_2B_5 , TaB_2 , VB_2 , NbB_2 , CrB_2 , MoB and HfB_2 and one or more silicon-containing compound(s) selected from the group consisting of $TiSi_2$, Ti_5Si_3 , $CrSi_2$, Cr_5Si_3 , Cr_3Si , $CeSi_2$, SiB_6 , $HfSi$, Hf_5Si_4 , Hf_3Si_2 , $NbSi_2$, Nb_5Si_3 , $MoSi_2$, Mo_5Si_3 , Mo_3Si , $ZrSi$, Zr_2Si , Zr_5Si_3 , Zr_5Si_4 , Zr_3Si_2 , $TaSi_2$, Ta_5Si_3 , Ta_3Si , Ta_2Si , W_5Si_3 and WSi_2 in addition to unavoidable impurities and wherein the proportion of the silicon in the target material is 1 at% to 30 at% and to a process for producing such an evaporation source.

【指定代表圖】 無

【代表圖之符號簡單說明】

無

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】 含矽過渡金屬硼化物蒸發源

【英文發明名稱】 Silicon-containing transition metal boride evaporation
source

【技術領域】

【0001】 本發明關於一種用於沉積含矽過渡金屬硼化物層之物理氣相沉積之蒸發源。本發明進一步關於一種用於製造該蒸發源之製程。

【先前技術】

【0002】 過渡金屬硼化物以其耐火性質而聞名，諸如在許多情況下高於3000°C之高熔融溫度、寬相穩定性、高導熱性及足夠的耐熱震性。人們對永續材料應用及高性能組件（例如飛機引擎中之機器元件）之耐用性持續關注，需要過渡金屬硼化物基材料作為新型保護層。人們特別關注此類層之耐高溫性，目前正在開發改善此類層之弱抗氧化性之策略。

【0003】 發現通過富集矽可顯著改善上述層之抗氧化性(參閱未公開之專利申請案PCT/EP2022/076328及Thomas Glechner之High temperature oxidation resistance of physical vapor deposited HF-Si-B_{2±z} thin films, Corrosion Science, Vol. 205, 2022, <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2022.110413>)。

【0004】 藉由將矽片放置在由純過渡金屬硼化物製成之蒸發源(靶)之表面上，以實驗規模進行矽富集。沉積層中之矽含量由放置之片數量所控制。然而，該製程之缺點為矽含量可改變，但只能粗略調整。此外，工業上使用之塗佈設備中之靶典型地為垂直配置的，因此不可能僅僅放置矽片，因為其會脫落。

【0005】 CN112323031 A關於一種由3至14 at%之Si、30至33 at%之Ti及55

至66 at%之B所構成之耐腐蝕層。該層藉由同時濺射（共濺射）二個靶來製備，其中一個靶由矽組成，另一個靶由二硼化鈦組成。然而，該製程之缺點為，當欲塗佈之部件（基板）旋轉時，二個單獨的靶之共濺射可能導致形成非所欲的多層膜。因此，採用共濺射之應用具有以下缺點：為了防止多層之形成，不得移動基板。然而，這種所謂之固定塗佈製程阻礙了該技術在一批中處理盡可能多之基板之經濟工業用途。

【0006】 共濺射之另一個缺點為，在一些PVD塗佈設備中，所使用之將靶固定之陰極之數量為有限的，因此排除了使用由不同材料所構成之二或多個靶。

【0007】 JP2017218621 A關於一種含有Cr、Si及B並且包含純Si相、Cr₂B相及Cr混合晶相之靶材。靶材中之Si含量為1至16.9 at%，並且B含量較佳為2.5 at%至7 at%或以下。藉由使矽粉、硼粉及鉻粉之粉末混合物經受放電電漿燒結製程（SPS或火花電漿燒結（spark plasma sintering））來製備靶材。然而，由於直接使用熔點僅略高於1400°C之矽粉，因此該製程在製程溫度方面受到嚴格限制。為了使含過渡金屬硼化物靶材充分緻密化，需要高至2000°C及以上範圍內之高溫。然而，此等條件會導致矽液化，使得材料在壓製製程期間逸出，因而無法控制靶材之精確組成。壓製工具亦可能被產生之液體靜壓力（hydrostatic pressure）損壞。

【發明內容】

【0008】 因此，本發明之目的為提供一種具有限定組成之改善的蒸發源，以用於改善富矽金屬硼化物層之製造。

【0009】 該目的藉由如請求項1之蒸發源及如請求項10之用於製造蒸發源之製程所解決。從可彼此自由組合之附屬請求項中，本發明之有利的進一步具體實例為顯而易見的。

【0010】 在先前技術中，大量採用物理氣相沉積製程來製造上述層。物理

氣相沉積（physical vapor deposition；PVD）採用各種技術，例如蒸發、濺射沉積或陰極電弧沉積/電弧源蒸發技術。

【0011】 經由物理製程，呈固體形式之起始材料轉變為氣相/電漿狀態，並且隨後沉積到基板上。在濺射沉積中，藉由用高能量離子轟擊蒸發源之表面，原子從固體中釋放出來。以這種方式原子化之材料分佈在塗佈室中並且沉積在欲塗佈之基板上。在先前技術中，這種蒸發源亦稱為濺射靶。在陰極電弧沉積中，固體會藉由真空電弧放電蒸發並且沉積在基板上。在先前技術中，這種蒸發源亦稱為電弧陰極。在本揭示之上下文中，術語「蒸發源」應理解為意指濺射靶及電弧陰極，或簡稱為靶。這樣的靶至少包含靶材及視需要選用之附接到其上之背板。為了避免沉積製程中出現問題，諸如靶導熱性差導致過熱、塗佈製程期間靶影響真空品質導致製程不穩定、或靶之導電性不均勻而導致在燒蝕靶材期間電弧鎖定，因此靶材必須具有盡可能高並且均勻之密度。

【0012】 因此，由陶瓷材料，例如硼化物、碳化物、氮化物及矽化物製成之蒸發源典型地藉由熱壓製或火花電漿燒結來製造。在過渡金屬硼化物之情況下，其典型地具有約2100°C至3300°C範圍內之高熔點、極端條件以及因此至少1300°C，特別是1500°C至2200°C範圍內之溫度以及20至80 MPa範圍內之壓力對於實現靶材所欲的緻密化為必要的。如上所述，這阻礙了靶材中相對低熔點矽之富集。

【0013】 本發明通過使用特定的起始材料結合特定的製造製程來製造具有適合於PVD（物理氣相沉積）製程之高密度之蒸發源，其具有有限定之矽含量並且可製造具有有限定組成之金屬硼化物層。

【0014】 根據本發明，蒸發源包含靶材，該靶材由以下組成或由以下所製造：選自由TiB₂、W₂B₅、TaB₂、VB₂、NbB₂、CrB₂、MoB及HfB₂組成之群之一或多種硼化物，及選自由TiSi₂（1480°C）、Ti₅Si₃（2130°C）、CrSi₂（1490°C）、Cr₅Si₃

(1680°C)、 Cr_3Si (1770°C)、 CeSi_2 (1620°C)、 SiB_6 (1850°C)、 HfSi (2142°C)、 Hf_5Si_4 (2320°C)、 Hf_3Si_2 (2480°C)、 NbSi_2 (1940°C)、 Nb_5Si_3 (2520°C)、 MoSi_2 (2020°C)、 Mo_5Si_3 (2180°C)、 Mo_3Si (2020°C)、 ZrSi (2210°C)、 Zr_2Si (1925°C)、 Zr_5Si_3 (2180°C)、 Zr_5Si_4 (2250°C)、 Zr_3Si_2 (2215°C)、 TaSi_2 (2040°C)、 Ta_5Si_3 (2550°C)、 Ta_3Si (2350°C)、 Ta_2Si (2440°C)、 W_5Si_3 (2372°C) 及 WSi_2 (2141°C) 組成之群之一或多種含矽化合物 (熔點在括號中記錄)，以及無法避免之雜質，其中靶材中矽之比例為 1 at% 至 30 at%。

【0015】 本發明之主要優點在於以高熔點矽化合物之形式在靶材中提供矽。由此可克服矽及作為主要成分之含硼化合物之熔融溫度顯著不同之缺點。在本發明中，為了富集矽之目的，使用熔點接近 2000°C 及以上之高熔點矽化合物。從而可避免在藉由熱壓製製造蒸發源期間出現液相，同時可確保靶材之充分緻密化。通過這種方式，可在靶材之同時高密度下設定靶材中限定之矽含量。起始材料共存於同一靶中，從而可避免在沉積製程中形成多層。利用本發明之蒸發源，即使在固定製程模式之情況下，亦可沉積具有限定組成之均勻層。

【0016】 本發明之另一個優點為矽化物具有比碳化矽、氮化矽及氧化矽更高之導電率，這對靶之最佳功能為重要的。

【0017】 靶材可僅含有單一硼化物或數種提及之硼化物之混合物。較佳地，一或數種硼化物選自由下組成之群： TiB_2 、 TaB_2 、 CrB_2 、 MoB 及 HfB_2 ，特別是 HfB_2 、 TiB_2 及 CrB_2 及其混合物。

【0018】 靶材可僅含有單一含矽化合物或數種所列舉之含矽化合物之混合物。較佳地，一或數種含矽化合物選自由下組成之群： Ti_5Si_3 、 Cr_3Si 、 Cr_5Si_3 、 CeSi_2 、 SiB_6 、 HfSi 、 Hf_3Si_2 、 Hf_5Si_4 、 Nb_5Si_3 、 MoSi_2 、 Mo_5Si_3 、 Mo_3Si 、 ZrSi 、 Zr_5Si_3 、 Zr_5Si_4 、 Zr_3Si_2 、 TaSi_2 、 Ta_5Si_3 、 Ta_3Si 、 Ta_2Si 、 W_5Si_3 及 WSi_2 及其混合物。

【0019】 進一步較佳為選自由下組成之群之一或數種含矽化合物： Ti_5Si_3 、

Cr_3Si 、 CeSi_2 、 SiB_6 、 HfSi 、 Hf_3Si_2 、 Hf_5Si_4 、 Nb_5Si_3 、 MoSi_2 、 Mo_5Si_3 、 Mo_3Si 、 Zr_5Si_3 、 ZrSi 、 TaSi_2 、 Ta_5Si_3 、 Ta_3Si 、 W_5Si_3 及 WSi_2 及其混合物。

【0020】 靶材之特別較佳組成選自由下組成之群： $\text{CrB}_2/\text{CrSi}_2$ 、 $\text{CrB}_2/\text{MoSi}_2$ ； $\text{HfB}_2/\text{CeSi}_2$ ； $\text{HfB}_2/\text{MoSi}_2$ ； $\text{TiB}_2/\text{MoSi}_2$ ； $\text{TiB}_2/\text{TaSi}_2$ ； $\text{TiB}_2/\text{Ti}_5\text{Si}_3$ ； $\text{TiB}_2/\text{Ti}_5\text{Si}_3/\text{SiB}_6$ 及 $\text{TiB}_2/\text{TiSi}_2$ 。

【0021】 根據本發明，無法避免之雜質應理解為是指在起始材料、硼化物及含矽化合物之粉末之製造期間不能去除之金屬及非金屬元素，因此存在於靶材中。較佳地，起始材料中由氧氣引起之雜質值總計在2000-10000 ppm範圍內。其他非金屬雜質（諸如碳或氮）以總計高達2000 ppm範圍內存在。起始材料中存在之金屬雜質總計低於5000 ppm，較佳低於2000 ppm。

【0022】 起始材料及靶材之化學定性及定量分析可藉由ICP-OES及ICP-OMS來測定。

【0023】 在材料緻密化期間，在某些情況下可能形成所採用材料之混合相。例如，在 $\text{TiB}_2/\text{MoSi}_2$ 組合之情況下，除了 TiB_2 相及 MoSi_2 相之外亦形成少量之 $\text{Mo}_2\text{Ti}_3\text{Si}_3$ 相。靶材中混合相之比例為本發明之特徵並且由於使用火花電漿燒結之較佳製造製程而可保持非常低。在緻密化製程中形成之混合相之比例可藉由使用SEM對靶之橫截面進行EDX來量化，並且較佳低於基於統計合理測量（statistically sound measurement）之經測量之表面積之20%，更佳低於10%。為了限定本發明之蒸發源之化學組成，該等混合相被認為包含在起始材料之形式中。換言之，這意指例如經處理之靶材在熱壓製 $\text{TiB}_2/\text{MoSi}_2$ 之粉末混合物之後除了 TiB_2 相及 MoSi_2 相之外亦包含少量之 $\text{Mo}_2\text{Ti}_3\text{Si}_3$ 相，被定義為由 $\text{TiB}_2/\text{MoSi}_2$ 組成。

【0024】 根據本發明，靶材中矽之比例在1 at%至30 at%範圍內。矽之比例可藉由起始材料之有針對性之選擇及樣品重量來調整。較佳地，靶材中矽之比例在8 at%至20 at%範圍內，並且更佳在10 at%至15 at%範圍內。

【0025】 已知在使用含硼靶之層之物理氣相沉積中可能會損失一小部分硼。為了補償，根據本發明之靶材可富含 SiB_6 。因此，可在沉積期間補償硼之損失，而不將另外的金屬元素引入到靶材或由其沉積之層中。為了這些目的，當蒸發源包含至少二種含矽化合物，其中一種為 SiB_6 時，在本發明中其為有利的。較佳地，在此具體實例中 SiB_6 之比例在10至50 mol%範圍內。特別較佳地， SiB_6 之比例在15-30 mol%範圍內。以mol%指定之本發明之所有量是指總靶材之100 mol%。

【0026】 在一個具體實例中，本發明之靶材因此可由本文所提及之金屬硼及矽中之精確地為一者之化合物之三元系統所組成。在一個替代具體實例中，本發明之靶材可由除了硼及矽之外亦含有多種金屬之化合物組成，較佳為二種所列舉之金屬之四元系統，其呈各自鍵結之形式。

【0027】 根據本發明之蒸發源之靶材之特徵在於具有非常高的密度。較佳地，密度為理論密度之至少95%，較佳為理論密度之98%至100%。

【0028】 根據定義，適用於靶材之各別組成之理論密度是根據各個相成分之理論密度之莫耳分率加權平均值來計算。靶材之實際密度由阿基米德原理所測定。

【0029】 在塗佈期間，使蒸發源經受由電漿、電弧以及視需要地由塗佈室中之加熱裝置產生之熱應力。為了避免蒸發源過度加熱，典型地從後側冷卻蒸發源。冷卻可藉由靶材之反面之直接水冷卻來實現，或者藉由經由以背板形式連接到靶材之剛性載體元件之間接冷卻來實現。載體元件可在同一緻密化製程中以單階段製程被製造，在該緻密化製程中，靶材被緻密化/燒結，該靶材來自專門製造之粉末混合物或已呈固體之背板/塊材，或者亦來自隨後在藉助於合適的高溫或低溫鍵結製程在將靶材作為塊材進行緻密化製程之終端之後。

【0030】 特別適合用於載體之材料為純金屬，諸如鈦、銅、鉬、鎢、鉭或

此等金屬之合金或複合物。較佳為鉬基合金、鎢基合金或鈮基合金，其中術語「基金屬」應理解為意指除了其他金屬之外亦含有大於50 at%之如其名稱之基金屬之合金。鉬基合金、鎢基合金或鈮基合金亦適合作為載體元件之材料，因為其具有足夠高的導熱性、高彈性模數（即高剛性）及相對較低的熱膨脹係數之性質之有利組合。對於工業批量製造，由鉬、鈦、鉬基合金及鈦基合金所製成之載體元件為特別較佳的。

【0031】 本發明之蒸發源適合用於塗佈設備之工業應用。根據本發明之蒸發源可為板狀（具有圓形或矩形形式）或管狀。

【0032】 在一個較佳具體實例中，蒸發源形成有作為載體元件之背板，特別較佳具有以下尺寸：

- 圓形形式典型地具有50 mm至350 mm之直徑及5至40 mm之厚度，以及相應直徑及2至15 mm厚度之載體元件，
- 矩形形式典型地具有50 mm至300 mm之寬度，及5 mm至40 mm之厚度，及高至1000 mm之長度。在特定具體實例中，這些形式可為多部分的，其中經緻密化之靶材之數個片段配置在共用載體元件上。相關聯之載體元件典型地具有以下尺寸：50-300 mm寬度、2-10 mm厚度及高至1000 mm長度。

【0033】 用於將靶材連接到載體元件之結合技術在先前技術中為已知的。典型地使用銲將靶材連接到載體，亦可藉由先前技術中已知之硬焊料或軟焊料。

【0034】 軟焊料之實例為錫銀基焊料及錫銅基焊料。硬焊料之實例為銀焊料、黃銅焊料及磷焊料。在一個較佳具體實例中，靶材經由具有一定比例之鈦、銅及/或鎳之銀基焊料接合至背板。如何施加這些焊料並不重要。提供焊料有二種選擇：使用市售焊料箔，在焊接製程期間將其放置在靶材與背板之間，或者藉由噴塗製程（例如冷氣體噴塗（cold gas spraying；CGS））施加焊料形成元素到背板或靶材之相應表面上，然後將其相互接合。

【0035】 將靶材接合到合適的背板之另一種方法可在火花電漿燒結或熱壓儀器中之實際壓實製程期間實現。為此，將背板作為預先壓實之組件或以其成分之粉末之形式放置在儀器中，並且與靶材同時壓實。另一種接合方法為在熱壓製或SPS儀器中將呈塊材形式之背板擴散結合至呈塊材形式之經壓實之靶材。

【0036】 本發明亦關於一種用於製造本文所述之蒸發源，特別是靶材之製程。

【0037】 根據本發明之用於製造本文所述之蒸發源之製程至少包含以下步驟：

- 提供來自至少一種硼化物及至少一種含矽化合物之靶材之粉末混合物
- 在壓製工具中在使得粉末混合物燒結成固體而不形成液相之溫度下單軸緻密化粉末混合物。

【0038】 為了製備粉末混合物，至少一種硼化物及至少一種含矽化合物以其市售粉末之形式使用。此等起始粉末之平均粒徑由雷射繞射粒度分析之尺寸分佈測量之D50值所定義，對於硼化物，典型地為1 μm 至50 μm ，較佳2 μm 至20 μm ，並且對於含矽化合物，典型地為2 μm 至100 μm ，較佳2 μm 至20 μm 。

【0039】 為了調整所欲的化學組成及均勻性，以所欲的比例稱出起始粉末並且混合數分鐘，較佳在自由落體混合器中，較佳添加異丙醇及研磨球。

【0040】 視需要地將均勻的粉末混合物在爐中乾燥並且填充到石墨工具中，將其引入到熱壓製機或SPS儀器中並且使用壓製機/SPS儀器之上衝頭（punch）及下衝頭進行單軸緻密化。

【0041】 單軸緻密化典型地在20至80 MPa範圍內之壓力下，較佳在25至60 MPa範圍內之壓力下，在1300°C至2200°C範圍內之溫度下，較佳在1450°C至2200°C範圍內，更佳在1500°C至2200°C範圍內，更佳在1650°C至2200°C範圍內，並且更佳在1800°C至2200°C範圍內之溫度下進行。在本發明之技術領域中，該操

作稱為熱壓製（hot pressing；HP）。如上所述，亦可在壓製操作期間使粉末混合物經受電流。作為此火花電漿燒結製程中熱壓製製程之子類型，由於粉末混合物之電阻，粉末混合物在非常短之時間內被流過其之電流加熱。此製程之使用有助於抑制起始組分之其他化合物（混合相）之形成，並且允許在非常短的製程時間內製造高密度靶材。

【0042】 因此，較佳地，靶材之緻密化製程在SPS儀器中以施加電流來進行。較佳地，使粉末混合物在5至90分鐘內，較佳10至60分鐘，特別是10至30分鐘內達到操作壓力及溫度，同時增加壓力，並且在這些條件下進行緻密化5至90分鐘，較佳15至60分鐘之時間段，使得粉末混合物燒結成固體而不形成液相。

【0043】 從以下製造實施例中，本發明之其他優點及實用性為顯而易見的。

【圖式簡單說明】

無

【實施方式】

【0044】

實施例	硼化物/矽化物；以 mol%表示之比例；背板；具有載體元件之靶形式（mm）	%理論密度	溫度（℃）	壓力（MPa）
1	CrB ₂ /CrSi ₂ ; 80/20; Cu; Ø75 x 6	99.02	1300	35
2	CrB ₂ /CrSi ₂ ; 90/10; Cu; Ø75 x 6	99.42	1300	35
3	CrB ₂ /MoSi ₂ ; 70/30; Cu; Ø75 x 6	100.00	1600	35
4	CrB ₂ /MoSi ₂ ; 80/20; Cu; Ø75 x 6	100.00	1600	35
5	CrB ₂ /MoSi ₂ ; 82,5/17,5; Cu; Ø75x6	100.00	1550	35
6	CrB ₂ /MoSi ₂ ; 85/15; Cu; Ø75 x 6	99.52	1550	35
7	CrB ₂ /MoSi ₂ ; 87,5/12,5; Cu; Ø75x6	100.00	1525	35
8	CrB ₂ /MoSi ₂ ; 90/10; Cu; Ø75 x 6	99.44	1700	35
9	CrB ₂ /MoSi ₂ ; 90/10; Mo; Ø160x12	99.07	1500	35
10	HfB ₂ /CeSi ₂ ; 60/40; Cu; Ø75 x 6	100.00	1650	35
11	HfB ₂ /CeSi ₂ ; 70/30; Cu; Ø75 x 6	97.62	1620	35
12	HfB ₂ /CeSi ₂ ; 90/10; Cu; Ø75 x 6	98.85	2050	35

13	HfB ₂ /MoSi ₂ ; 70/30; Cu; Ø75 x 6	98.89	1600	35
14	HfB ₂ /MoSi ₂ ; 80/20; Cu; Ø75 x 6	100.00	1650	35
15	TiB ₂ /MoSi ₂ ; 70/30; Cu; Ø75 x 6	98.82	1800	35
16	TiB ₂ /MoSi ₂ ; 80/20; Cu; Ø75 x 6	100.00	1800	35
17	TiB ₂ /MoSi ₂ ; 80/20; Mo; Ø160 x 12	100.00	1800	35
18	TiB ₂ /MoSi ₂ ; 85/15; Cu; Ø75 x 6	100.00	1800	35
19	TiB ₂ /MoSi ₂ ; 90/10; Cu; Ø75 x 6	98.53	1750	35
20	TiB ₂ /TaSi ₂ ; 80/20; Cu; Ø75 x 6	95.37	1675	35
21	TiB ₂ /TaSi ₂ ; 90/10; Cu; Ø75 x 6	96.75	1750	35
22	TiB ₂ /Ti ₅ Si ₃ ; 79,1/20,9; Cu; Ø75 x 6	98.93	1675	35
23	TiB ₂ /Ti ₅ Si ₃ ; 88,19/11,81; Cu; Ø75 x 6	100.00	1775	35
24	TiB ₂ /Ti ₅ Si ₃ /SiB ₆ ; 58,89/15,44/25,67; Cu; Ø75 x 6	100.00	1300	35
25	TiB ₂ /Ti ₅ Si ₃ /SiB ₆ ; 67/17/16; Cu; Ø75 x 6	100.00	1350	35
26	TiB ₂ /Ti ₅ Si ₃ /SiB ₆ ; 77,12/8,58/14,3; Cu; Ø75 x 6	100.00	1300	35
27	TiB ₂ /TiSi ₂ ; 80/20; Cu; Ø75 x 6	98.44	1400	30
28	TiB ₂ /TiSi ₂ ; 90/10; Cu; Ø75 x 6	98.08	1360	30

製造實施例1至28：

【0045】 為了製造靶材，在將mol%比例轉換為重量%比例後，按照上表中給出之指定比例稱量起始粉末，並且在自由落體混合器中添加異丙醇中之鋼球進行均勻化及混合。隨後將混合物在爐中乾燥，填充到石墨工具中，並且將其引入到火花電漿燒結儀器中。然後在約30分鐘內使混合物達到指定操作溫度，同時建立指定操作壓力。在該等條件下將混合物單軸緻密化約1小時。發生緻密化而沒有出現液相。

【0046】 從表中可明顯看出，經壓製之壓坯都具有非常高的密度，因此非常適合作為蒸發源。隨後將經壓製之壓坯接合到指定載體元件。在Mo背板之情況下，該背板為單獨製造的，並且使用Ticusil[®]箔作為焊接介質或使用Ti、Cu及Ag作為CGS層藉由硬焊接接合。在銅背板之情況下，藉由銲鍵結將其接合到靶材之經壓製之壓坯。用熔融之銲潤濕板狀載體元件及經壓實之靶材之後側，然後將潤濕區域相對於彼此定位並且冷卻至室溫。在此製程期間，熔融之銲凝固並且在載體元件與經緻密化之靶材之間形成連接。

【符號說明】

無

【發明申請專利範圍】

【請求項1】一種包含靶材之蒸發源，其特徵在於該靶材由選自由 TiB_2 、 W_2B_5 、 TaB_2 、 VB_2 、 NbB_2 、 CrB_2 、 MoB 及 HfB_2 組成之群之一或多種硼化物，及選自由 TiSi_2 、 Ti_5Si_3 、 CrSi_2 、 Cr_5Si_3 、 Cr_3Si 、 CeSi_2 、 SiB_6 、 HfSi 、 Hf_5Si_4 、 Hf_3Si_2 、 NbSi_2 、 Nb_5Si_3 、 MoSi_2 、 Mo_5Si_3 、 Mo_3Si 、 ZrSi 、 Zr_2Si 、 Zr_5Si_3 、 Zr_5Si_4 、 Zr_3Si_2 、 TaSi_2 、 Ta_5Si_3 、 Ta_3Si 、 Ta_2Si 、 W_5Si_3 及 WSi_2 組成之群之一或多種含矽化合物，以及無法避免之雜質組成，並且其中該靶材中矽之比例為1 at%至30 at%

【請求項2】如前述請求項中任一項之蒸發源，其中硼化物及含矽化合物作為單獨的相存在於該靶材中，並且其中混合相之比例低於20%，較佳在1%至10%範圍內。

【請求項3】如請求項1之蒸發源，其中該靶材包含至少二種含矽化合物，並且該含矽化合物中之一者為 SiB_6 。

【請求項4】如請求項3之蒸發源，其中該靶材中 SiB_6 之比例在10 mol%至30 mol%範圍內。

【請求項5】如前述請求項中任一項之蒸發源，其中該一或多種硼化物選自由下組成之群： TiB_2 、 TaB_2 、 CrB_2 、 MoB 及 HfB_2 ，較佳 HfB_2 、 TiB_2 及 CrB_2 及其混合物，並且該一或數種含矽化合物選自由下組成之群： Ti_5Si_3 、 Cr_3Si 、 Cr_5Si_3 、 CeSi_2 、 SiB_6 、 HfSi 、 Hf_3Si_2 、 Hf_5Si_4 、 Nb_5Si_3 、 MoSi_2 、 Mo_5Si_3 、 Mo_3Si 、 ZrSi 、 Zr_5Si_3 、 Zr_5Si_4 、 Zr_3Si_2 、 TaSi_2 、 Ta_5Si_3 、 Ta_3Si 、 Ta_2Si 、 W_5Si_3 及 WSi_2 及其混合物。

【請求項6】如前述請求項中任一項之蒸發源，其中該靶材選自由下組成之群： $\text{CrB}_2/\text{CrSi}_2$ 、 $\text{CrB}_2/\text{MoSi}_2$ ； $\text{HfB}_2/\text{CeSi}_2$ ； $\text{HfB}_2/\text{MoSi}_2$ ； $\text{TiB}_2/\text{MoSi}_2$ ； $\text{TiB}_2/\text{TaSi}_2$ ； $\text{TiB}_2/\text{Ti}_5\text{Si}_3$ ； $\text{TiB}_2/\text{Ti}_5\text{Si}_3/\text{SiB}_6$ 及 $\text{TiB}_2/\text{TiSi}_2$

【請求項7】如前述請求項中任一項之蒸發源，其中該靶材形成由硼、矽及一種金屬組成之三元系統。

【請求項8】如前述請求項中任一項之蒸發源，其中該靶材之密度為理論密度之至少95%。

【請求項9】如前述請求項中任一項之蒸發源，其中該蒸發源包含載體元件。

【請求項10】一種用於製造如前述請求項中任一項之蒸發源之製程，其包含以下步驟：

- 提供來自至少一種硼化物及至少一種含矽化合物之靶材之粉末混合物，
- 在壓製工具中在使得該粉末混合物燒結成固體而不形成液相之溫度及壓力下單軸緻密化該粉末混合物，及視需要地
- 將該固體接合到載體元件。

【請求項11】如請求項10之製程，其中該製程為火花電漿燒結製程，其中在緻密化期間使該粉末混合物經受電流。

【請求項12】如前述請求項中任一項之製程，其中該緻密化在20至80 MPa範圍內之壓力及1300°C至2200°C範圍內之溫度下進行。

【請求項13】如前述請求項中任一項之製程，其中該緻密化在25至60 MPa範圍內之壓力及1500°C至2200°C範圍內之溫度下進行。

【請求項14】如前述請求項中任一項之製程，其中該緻密化在25至60 MPa範圍內之壓力及1650°C至2200°C範圍內之溫度下進行。

【請求項15】如前述請求項中任一項之製程，其中該緻密化在25至60 MPa範圍內之壓力及1800°C至2200°C範圍內之溫度下進行。

【請求項16】如前述請求項中任一項之製程，其中起始粉末之平均粒度對於硼化物為1 μm 至50 μm 並且對於含矽化合物為2 μm 至100 μm 。