

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2008 年 10 月 2 日 (02.10.2008)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2008/117706 A1

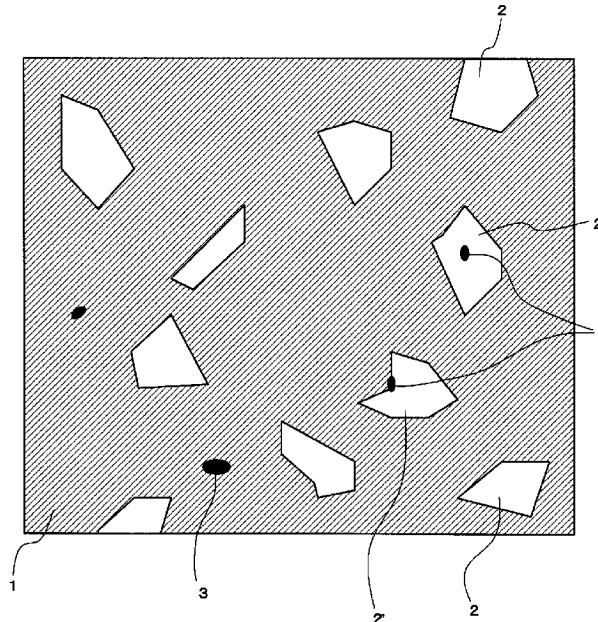
- (51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) C22C 21/00 (2006.01) 1 3 3 3 - 2 三井金属鉱業株式会社 総合研究所内
Saitama (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2008/055035
- (22) 国際出願日: 2008 年 3 月 19 日 (19.03.2008)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2007-083710 2007 年 3 月 28 日 (28.03.2007) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 三井
金属鉱業株式会社 (MITSUI MINING & SMELTING
CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1418584 東京都品川区大崎一丁
目 1 1 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 松崎 健嗣 (MAT-
SUZAKI, Kenji) [JP/JP]; 〒3620021 埼玉県上尾市原市
- (74) 代理人: 特許業務法人 田中・岡崎アンドアソシエイ
ツ (TANAKA AND OKAZAKI); 〒1130033 東京都文
京区本郷 3 丁目 3 0 番 1 0 号 本郷 K & K ビル 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, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, 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, IS, JP, KE, KG, KM,
KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA,
MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI,
NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE,
SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[続葉有]

(54) Title: AL-NI-B ALLOY SPUTTERING TARGET

(54) 発明の名称: A l - N i - B 系合金スパッタリングターゲット

[×2]



(57) Abstract: Provided is an Al-Ni alloy sputtering target by which generation of arcing during sputtering is suppressed. The Al-Ni-B alloy sputtering target contains Ni and B, and has Al₃Ni compound deposited. The ratio of the Al₃Ni compound containing B-containing particles to the total deposition quantity of the Al₃Ni compound is 2% or more, and the average particle diameter of the Al₃Ni compound is 20 μm or less.

(57) 要約: 本発明は、スパッタリング時のアーキングの発生を抑制した A l - N i 系合金スパッタリングターゲットを提供することを目的とする。本発明は、N i 及び B を含有

[続葉有]

WO 2008/117706 A1



(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, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE,

SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

し、 Al_3Ni 化合物が析出している $\text{Al}-\text{Ni}-\text{B}$ 系合金スパッタリングターゲットにおいて、前記 Al_3Ni 化合物の全析出量に対して、 B 含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の割合が2%以上であり、前記 Al_3Ni 化合物の平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするものである。

明 細 書

Al-Ni-B系合金スパッタリングターゲット

技術分野

- [0001] 本発明は、スパッタリングターゲットに関し、特に、スパッタリング時のアーキング現象を抑制できるAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットに関する。

背景技術

- [0002] 近年、液晶パネルなどの配線材料として、アルミニウム(以下、Alとする)系合金膜が着目されている。このAl系合金膜は、耐熱性や低抵抗性などの特性を備えた材料で、そのなかでもアルミニウムにニッケル(以下、Niとする)を含有したAl-Ni系合金は、耐熱性、低抵抗性に優れたものとして知られている(特許文献1～3参照)。

特許文献1:特開2003-089864号公報

特許文献2:特開2004-214606号公報

特許文献3:国際公開第2006/117954号パンフレット

発明の開示

発明が解決しようとする課題

- [0003] この配線材料として用いられるAl系合金膜は、通常、スパッタリングにより形成される。このスパッタリングにより成膜する際、いわゆるアーキングやスプラッシュと呼ばれる現象が生じることが知られているが、このAl系合金膜を成膜する場合、スパッタリング時にアーキングの発生が多いことが指摘されている。特に、鑄造法により製造したAl系合金スパッタリングターゲットを用いると、アーキング現象が多く発生する場合が認められている。
- [0004] この鑄造法により製造したAl系合金スパッタリングターゲットは、比較的大きな結晶粒径を有する組織構造であること、また、ターゲットに添加された添加元素による生成化合物が酸化されて酸化物を形成しやすいことなどの性質があり、これらの要因によりアーキングが発生するものと考えられている。
- [0005] このAl(アルミニウム)-Ni(ニッケル)-B(ホウ素)系合金スパッタリングターゲットは、従来から知られている鑄造法により製造することは可能である。しかし、如何なる

ターゲット組織構造がアーキングの発生を十分に抑制できるのか、また、そのようなAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットをどのような製造条件により実現できるのかについては、具体的な提案をした先行技術はない。

[0006] 本発明は、以上のような事情を背景になされたものであり、アーキングの発生を抑制したAl-Ni-B系合金スパッタリング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

[0007] 上記課題を解決すべく、本発明は、Ni及びBを含有し、 Al_3Ni 化合物が析出しているAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットにおいて、前記 Al_3Ni 化合物の全析出量に対して、B含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の割合が2%以上であり、前記 Al_3Ni 化合物の平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする。尚、本発明における Al_3Ni 化合物の全析出量に対するB含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の割合とは、ターゲット表面或いは断面を走査型電子顕微鏡によって観察した際に特定される Al_3Ni 化合物の全個数に対し、B含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の個数の割合を百分率で表したものである。

[0008] そして、本発明は、上記したAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットを用いてスパッタリング法により形成されたAl-Ni-B系合金膜に関する。

図面の簡単な説明

[0009] [図1]四端子法による抵抗値測定素子の概略図。

[図2]実施例1のターゲット表面のSEM観察写真の概略図。

発明を実施するための最良の形態

[0010] 以下、本発明における最良の実施形態について説明するが、本発明は下記実施形態に限定されるものではない。

[0011] 本発明のAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットは、Ni及びBを含有し、 Al_3Ni 化合物が析出しており、ターゲット中の Al_3Ni 化合物の全析出量に対して、B含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の割合が2%以上であり、前記 Al_3Ni 化合物の平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする。Al-Ni-B系合金においては、Al相中に金属間化合物である Al_3Ni が析出する性質があるが、このAl相中に析出する Al_3Ni 化合物の中で、B含有粒子を内包する Al_3Ni が所定量存在していると、アーキングの発

生が抑制されることを見出したのである。

- [0012] 添加元素としてNi及びBを含有するAl-Ni-B系合金の場合、ターゲットのAl相中には、 Al_3Ni 化合物とB含有粒子(例えば、 AlB_2 粒子)とが生成される。Al-Ni-B系合金スパッタリングターゲットを鋳造法により製造すると、所定条件下においては、Al相中に生成されたB含有粒子を核として Al_3Ni 化合物の成長が生じ、B含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物が形成されることになる。このB含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物はターゲットのAl相中に微細に析出する傾向があり、このB含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物がAl相中に所定量存在すると、ターゲット全体の組織微細化が進行して、アーキングの発生が抑制されるものと推測している。
- [0013] そして、本発明のAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットはBの内包率が高く組織が微細なため、スパッタリングの際のアーキング現象が抑制される結果、安定したスパッタリングが可能となり、さらにBが均一に分散したAl-Ni-B系合金膜を成膜することができる。また、Bが均一に分散したAl-Ni-B系合金膜であると、ITO(Indium Tin Oxide)などの透明電極との直接接合を行った際に、その接合抵抗を低くすることが可能となる。
- [0014] 本発明において、B含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物とは、B含有粒子が Al_3Ni 化合物の中心部分に生成しているような(取り込まれた)状態をいい、 Al_3Ni 化合物の周辺部分にB含有粒子が生成している状態や、或いはB含有粒子が Al_3Ni 化合物に接した状態で生成している状態を含む。つまり、その形態にかかわらず、B含有粒子が Al_3Ni 化合物(粒子)とが何らかの形で接触した状態を示すものである。
- [0015] さらに、本発明に係るAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットは、ターゲット中の Al_3Ni 化合物の全析出量に対して、B含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の割合が2%以上であり、前記 Al_3Ni 化合物の平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以下である。B含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の割合が2%未満であると、アーキング現象の抑制効果が小さくなる。ターゲット中の Al_3Ni 化合物の全析出量に対するB含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の割合は、その上限値に制限はないが、鋳造法における製造条件の制約から、実用的には10%以下、製造コストを考慮すると、6%以下が好ましい。尚、本発明における Al_3Ni 化合物の全析出量に対するB含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の割

合とは、ターゲット表面或いは断面を走査型電子顕微鏡によって観察した際に特定される Al_3Ni 化合物の全個数に対し、B含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の個数の割合を百分率で表したものである。

[0016] また、 Al_3Ni 化合物の平均粒径は $20\text{ }\mu\text{m}$ を超えると、アーキングが発生しやすくなる傾向となる。この Al_3Ni 化合物の平均粒径は、B含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物と、B含有粒子を内包しない Al_3Ni 化合物との全ての Al_3Ni 化合物より決定される。この平均粒径は、粒径が $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上の Al_3Ni 化合物のものにより算出するものである。そして、 Al_3Ni 化合物の平均粒径は $16\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが望ましい。アーキング現象をより効果的に抑制できるからである。さらに、 Al_3Ni 化合物の平均粒径に下限値については特に制限はないが、鑄造法における製造条件の制約から、実用的には $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上、製造コストを考慮すると $13\text{ }\mu\text{m}$ 以上である。アーキング現象の効率的な抑制と製造条件の制約とを勘案すると、 Al_3Ni 化合物の平均粒径は $6\text{ }\mu\text{m}\sim 16\text{ }\mu\text{m}$ であることがより好ましい。尚、 Al_3Ni 化合物の粒径が $5\text{ }\mu\text{m}$ 未満であると、アーキングへの影響があまり大きくないため、本発明では $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上の粒径の Al_3Ni 化合物を対象としている。

[0017] 尚、本発明において、 Al_3Ni 化合物、B含有粒子(例えば、 AlB_2 粒子)の特定及びその割合、それらの平均粒径は、製造されたターゲット表面或いはターゲット断面を、走査型電子顕微鏡(SEM)及びエネルギー分散型X線分析装置(EDX)により観察して特定できる。より具体的には、倍率200倍のSEM観察の視野(0.19mm^2)において、確認される Al_3Ni 化合物の析出物であってその径が $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上の個数を総て数える。そして、この観察を10視野で行い、10視野でカウントした Al_3Ni 化合物の中で、B含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の析出物の個数を数えて、その割合を算出する。また、平均粒径は、SEM観察の視野内で確認される Al_3Ni 化合物の析出物であってその径が $5\text{ }\mu\text{m}$ 以上のもの全てについて、その析出物の長軸径を測定し、その平均を算出する。

[0018] 上記した本発明のAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットは、所定組成のAl-Ni-B系合金を 750°C 以上の温度にて鑄造することにより実現可能である。但し、鑄型材質、鑄込み量などの条件にあわせて、鑄造温度を含む各製造条件を適宜調整

し、上記した組織構造を有する本発明のAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットを製造する必要がある。

- [0019] 上記した本発明のAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットは、Ni含有量が1.5 at%以上であり、B含有量が0.80at%以下であることが好ましい。より好ましくは、Ni含有量が1.5at%～6.0at%である。そして、B含有量は0.10at%以上、より好ましくは0.20at%～0.80at%である。このような組成のAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットであると、液晶パネルなどの製造工程における各熱履歴に対する優れた耐熱特性を備えたAl-Ni-B系合金膜となるからである。尚、本発明のAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットは、低抵抗特性の観点より、Al自体を75at%以上含有していることが望ましい。さらに、本発明に係るAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットは、不可避不純物を含むことを妨げるものではなく、本願発明の効果を奏する限りにおいて、その他の添加元素を含有することができる。

実施例

- [0020] 続いて、本発明の実施例について説明する。本実施例では、各種組成のAl-Ni系合金のスパッタリングターゲットを作製し、そのスパッタリング時のアーキングの発生について調査した。
- [0021] まず、ターゲット製造条件について説明する。原料の溶解工程では、サイリスタ式高周波加熱装置(日本サーモニクス(株)製:公称出力50kW、発振周波数3kHz)を用いた。表1に示す実施例1の合金組成はAl-5.0at%Ni-0.4at%Bであるため、この組成割合を考慮したアルミニウム、ニッケル、ホウ素の各原料を、予め空焼きしたアルミナ坩堝に投入し、サイリスタ式高周波加熱装置内に設置した。原料のアルミニウムは、インゴットより所定量を切り出したものを用い、ニッケル、ホウ素の原料はペレット状のものを用いた。そして、アルミナ坩堝を設置している空間を減圧することにより8Pa(ピラニー真空計で計測)の真空状態にし、原料の溶解加熱を開始した。坩堝内の原料は1000℃(1273K)まで昇温することで全溶解したが、さらに1200℃(1473K)まで昇温を行った。1200℃に到達した後、その温度で30分間保持した。
- [0022] この温度保持後、50000Paまでアルゴンガスで加圧し、鑄造温度を800℃(1073K)に調整して、SUS製鑄型(厚み50mm、縦長さ325mm、横長さ350mmの鑄塊

作製用)に注湯した。その後、自然冷却して鑄塊を得た。

[0023] 得られた鑄塊は、熱間圧延処理(圧下量2mm／パス、温度500℃)を行った後、厚み10mm、縦1625mm、横350mmの大きさの圧延板とした。そして、この圧延板表面をフライス加工して、サイズは $\phi 203.2\text{mm} \times 8\text{mm}$ のターゲット材を製造した(実施例1)。尚、表1に記載した実施例2～実施例8、比較例1及び比較例2、比較例6、比較例7のターゲットに関しては、基本的な製造工程は上記と同様で、その合金組成或いは鑄造温度を変えて製造した。

[0024] また、表1に示す比較例3～比較例4の別組成のターゲットについても、上記製造条件と基本的に同じ工程により製造を行った。但し、比較例4の場合は、組成割合を考慮して準備したアルミニウム(インゴット)、予め溶製したNi-C合金(ペレット)を原料として、1600℃溶解し、上記実施例1(Al-5.0at%Ni-0.4at%B)と同様な鑄造温度にてターゲットを作製した。また、比較例5の場合は、組成割合を考慮したアルミニウム(インゴット)、ニッケル(ペレット)、ネオジウム(ペレット)を原料として、1200℃で溶解し、上記実施例1(Al-5.0at%Ni-0.4at%B)と同様の鑄造温度にてターゲットを作製した。

[0025] そして、得られた各ターゲットは、次のようにしてスパッタリング時のアーキング発生頻度を調査した。ターゲット材は、銅製のバックングプレートにボンディングし、マルチチャンバースパッタリング装置(トッキ(株)製:MSL-464型)に装着した。そして、このアーキング測定は、スパッタリング中のアーク放電時の電圧降下によって、エネルギー変化が10mJ以上のものをアーキング発生1回としてカウントしたものである(測定装置:マイクロアークモニターMAM Genesis、(株)ランドマーク・テクノロジー製)。なお、アーキングの指標としては、アーキング発生回数をスパッタによるターゲット厚み方向の掘れた深さで割ったアーキング発生頻度(回/mm)を用いた。スパッタ条件は次のとおりである。出力4000W、減圧度0.5Pa、Ar流量100sccm/min、放電時間10時間とした。測定結果を表2に示す。

[0026] また、各ターゲットにより成膜したAl-Ni系合金膜について透明電極であるITOとの接合抵抗についても測定を行った。ITOとの接合抵抗測定方法は次のようにして行った。

- [0027] 各組成のターゲットを使用して、スパッタリング条件を投入電力 3.0 W/cm^2 、アルゴンガス流量 100 ccm 、アルゴン圧力 0.5 Pa として、マグネトロン・スパッタリング装置(トッキ社製:マルチチャンバertypeスパッタ装置MSL464)を用い、厚み $2000\text{ \AA}$ のAl-Ni系合金膜をガラス基板上に形成した。
- [0028] そして、Al-Ni系合金膜表面にレジスト(OFPR800:東京応化工業(株))を被覆し、 $20\text{ }\mu\text{ m}$ 幅回路形成用パターンフィルムを配置して露光処理をし、濃度 2.38% 、液温 23°C のテトラメチルアンモニウムハイドロオキシドを含むアルカリ現像液(以下、TMAH現像液と略す)で現像処理をした。現像処理後、リン酸系混酸エッチング液(関東化学(株)社製:アルミ混酸エッチャント、組成(容量比)/リン酸:蔞酸:酢酸:水 $=16:1:2:1$ 、液温 32°C)により回路形成を行い、ジメチルスルフォキシド(以下、DMSOとする)剥離液によりレジストの除去を行って、 $20\text{ }\mu\text{ m}$ 幅回路を形成した。
- [0029] 次に、 $20\text{ }\mu\text{ m}$ 幅回路を形成した基板を、純水洗浄、乾燥処理を行い、その表面に SiN_x の絶縁層(厚み $4200\text{ \AA}$)を形成した。この絶縁層の成膜は、スパッタリング装置を用い、投入電力 $\text{RF } 3.0\text{ W/cm}^2$ 、アルゴンガス流量 90 ccm 、窒素ガス流量 10 ccm 、圧力 0.5 Pa 、基板温度 300°C のスパッタ条件により行った。
- [0030] 続いて、絶縁層表面にポジ型レジスト(東京応化工業(株)社製:TFR-970)を被覆し、 $10\text{ }\mu\text{ m} \times 10\text{ }\mu\text{ m}$ 角のコンタクトホール開口用パターンフィルムを配置して露光処理をし、TMAH現像液により現像処理をした。そして、 CF_4 のドライエッチングガスを用いて、コンタクトホールを形成した。コンタクトホール形成条件は、 CF_4 ガスの場合、 CF_4 ガス流量 50 ccm 、酸素ガス流量 5 ccm 、圧力 4.0 Pa 、出力 150 W とした。コンタクトホール形成後、DMSO剥離液によりレジストの剥離を行った。レジストの剥離処理を行った各評価サンプルは、残存する剥離液を純水洗浄した後、乾燥処理を行った。
- [0031] 続いて、このレジストの剥離処理が終了した各サンプルに対し、ITOターゲット(組成 $\text{In}_2\text{O}_3-10\text{ wt}\%\text{SnO}_2$)を用いて、コンタクトホール内及びその周囲にITOの透明電極層を形成した。透明電極層の形成は、スパッタリング(基板温度 70°C 、投入電力 1.8 W/cm^2 、アルゴンガス流量 80 ccm 、酸素ガス流量 0.7 ccm 、圧力 0.37 Pa)を行い、透明電極層となる厚み $1000\text{ \AA}$ のITO膜を形成した。

- [0032] そして、このITO膜表面にレジスト(OFPR800:東京応化工業(株)社製)を被覆し、パターンフィルムを配置して露光処理をし、濃度2.38%、液温23°CのTMAH現像液で現像処理をし、しゅう酸系混酸エッチング液(関東化学(株)社製ITO05N)により20 μ m幅回路の形成を行った。ITO膜回路形成後、剥離液(DMSO 100wt%)によりレジストを除去した。
- [0033] 以上のような手順により、コンタクトホールを形成し、コンタクトホールを介してAl-Ni系合金膜からなる回路と透明電極層とが直接接合された評価サンプルについて、そのコンタクト抵抗値を測定した。その測定結果を表2に示す。このコンタクト抵抗値の測定は、図1に示すような四端子法に基づき、評価サンプルである素子を大気中、250°C、30分間のアニール処理後、各評価サンプルの抵抗値測定を行った。尚、この図1に示す四端子法は、熱処理後の評価サンプルの端子部分から連続通電(3mA)をして、その抵抗を測定するものである。
- [0034] また、ターゲット中のAl₃Ni化合物の全析出量に対するB含有粒子を内包するAl₃Ni化合物の割合と、Al₃Ni化合物については次のように特定した。まず、作成した各ターゲットについて、その中央部分の表面を走査型電子顕微鏡にて倍率200倍で観察した。図2に、実施例1の代表的なSEM観察結果の概略図を示す。
- [0035] 図2に示す概略図中、符号1の斜線で示す部分がターゲットのAl相である。また、符号2で示す白色の析出物がAl₃Ni粒子である。そして、符号3で示す析出物がB含有粒子(例えば、AlB₂粒子)である。さらに、B含有粒子を内部に含むか、B含有粒子と接した状態のAl₃Niを、B含有粒子を内包するAl₃Niとして符号2'で示している。
- [0036] ターゲット中のAl₃Ni化合物の全析出量に対するB含有粒子を内包するAl₃Ni化合物の割合については、図2で示すようなSEM観察視野(0.19mm²)の10視野中に確認されたAl₃Niの析出物の個数をカウントし、そのうち符号2'で示すようなB含有粒子を内包するAl₃Niの個数をカウントして、それらの個数から算出した。また、平均粒径については、析出物の長軸となる部分の長さを各析出物の粒径として、視野中に確認されたAl₃Niの析出物であって粒径5 μ m以上の全ての粒径を測定しその平均を算出した。また、B含有粒子は、SEMとEDXで確認したところAlB₂であった。そして、倍率200倍のSEM観察で計測可能であった粒径1 μ m以上のものを対象とし

て、B含有粒子を内包する粒径 $5\mu\text{m}$ 以上の Al_3Ni の個数をカウントした。

[0037] [表1]

	組 成	鑄造温度 ($^{\circ}\text{C}$)	割合 (%)	Al_3Ni 平均粒径 (μm)
実施例 1	$\text{Al}-5.0\text{at}\%\text{Ni}-0.4\text{at}\%\text{B}$	800	5.6	15.3
実施例 2	$\text{Al}-5.0\text{at}\%\text{Ni}-0.4\text{at}\%\text{B}$	750	3.9	13.1
実施例 3	$\text{Al}-3.2\text{at}\%\text{Ni}-0.2\text{at}\%\text{B}$	800	2.5	7.6
実施例 4	$\text{Al}-1.5\text{at}\%\text{Ni}-0.1\text{at}\%\text{B}$	800	2.3	6.4
実施例 5	$\text{Al}-1.5\text{at}\%\text{Ni}-0.8\text{at}\%\text{B}$	800	7.2	6.1
実施例 6	$\text{Al}-6.0\text{at}\%\text{Ni}-0.1\text{at}\%\text{B}$	800	2.0	18.5
実施例 7	$\text{Al}-6.0\text{at}\%\text{Ni}-0.8\text{at}\%\text{B}$	800	6.6	16.2
実施例 8	$\text{Al}-1.2\text{at}\%\text{Ni}-0.4\text{at}\%\text{B}$	800	8.3	5.7
比較例 1	$\text{Al}-5.0\text{at}\%\text{Ni}-0.4\text{at}\%\text{B}$	700	1.8	20.3
比較例 2	$\text{Al}-5.0\text{at}\%\text{Ni}-0.4\text{at}\%\text{B}$	950	4.1	24.7
比較例 3	$\text{Al}-5.0\text{at}\%\text{Ni}$	800	0	24.0
比較例 4	$\text{Al}-3.0\text{at}\%\text{Ni}-0.3\text{at}\%\text{C}$	800	—	10.8
比較例 5	$\text{Al}-2.0\text{at}\%\text{Ni}-0.6\text{at}\%\text{Nd}$	800	—	7.7
比較例 6	$\text{Al}-5.0\text{at}\%\text{Ni}-0.05\text{at}\%\text{B}$	800	0.9	20.7
比較例 7	$\text{Al}-7.0\text{at}\%\text{Ni}-0.4\text{at}\%\text{B}$	800	1.1	25.2

[0038] [表2]

	アークング頻度 (回/mm)	I T O 接合抵抗 ($\Omega/\square 10\mu\text{m}$)
実施例 1	2	1
実施例 2	5	2
実施例 3	3	4
実施例 4	3	31
実施例 5	8	38
実施例 6	11	1
実施例 7	12	2
実施例 8	11	50
比較例 1	28	22
比較例 2	30	12
比較例 3	52	28
比較例 4	3450	56
比較例 5	215	320
比較例 6	38	5
比較例 7	52	1

[0039] 表1及び表2に、各実施例及び各比較例のデータを纏めて示した。表1における割合の欄は、ターゲット中の Al_3Ni 化合物の全析出量に対するB含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の割合値を示している。この表1及び表2より、割合が2.0%～8.3%であり、 Al_3Ni 化合物の平均粒径が $18.5\mu\text{m}$ ～ $5.7\mu\text{m}$ であった各実施例のターゲットでは、アーキング現象が明らかに抑制されていることが判明した。比較例1及び2については、実施例1或いは2に比べると、アーキング頻度が低下していなかった。この理由は、 Al_3Ni 化合物の粒径が大きいことに起因するものと推定され、比較例1では鑄造温度が低いため鑄造前に坩堝内で初晶 Al_3Ni (析出温度約 710°C)が析出し、成長粗大化したことによるもので、また、比較例2では鑄造温度が高すぎるため凝固までに時間を要し、鑄造後に鑄型内で析出した初晶 Al_3Ni が成長粗大化したことによるものと考えられる。

[0040] 成膜後のITOとの直接接合における接合抵抗値の結果では、実施例1～3及び実施例6、7、比較例6、7の各合金組成のターゲットにより成膜したものが低接合抵抗値となり、特に実施例1～3、6、7は非常に低い接合抵抗値であることが判明した。このアーキング現象及びITOとの直接接合における接合抵抗値の調査結果より、 Al-Ni-B 系合金のスパッタリングターゲットでは、Ni含有量が1.5at%以上であることが好ましいことが判明した。以上のことから、実施例1～8のスパッタリングターゲットで成膜した場合、膜中のBも均一に分散されていることが予測された。

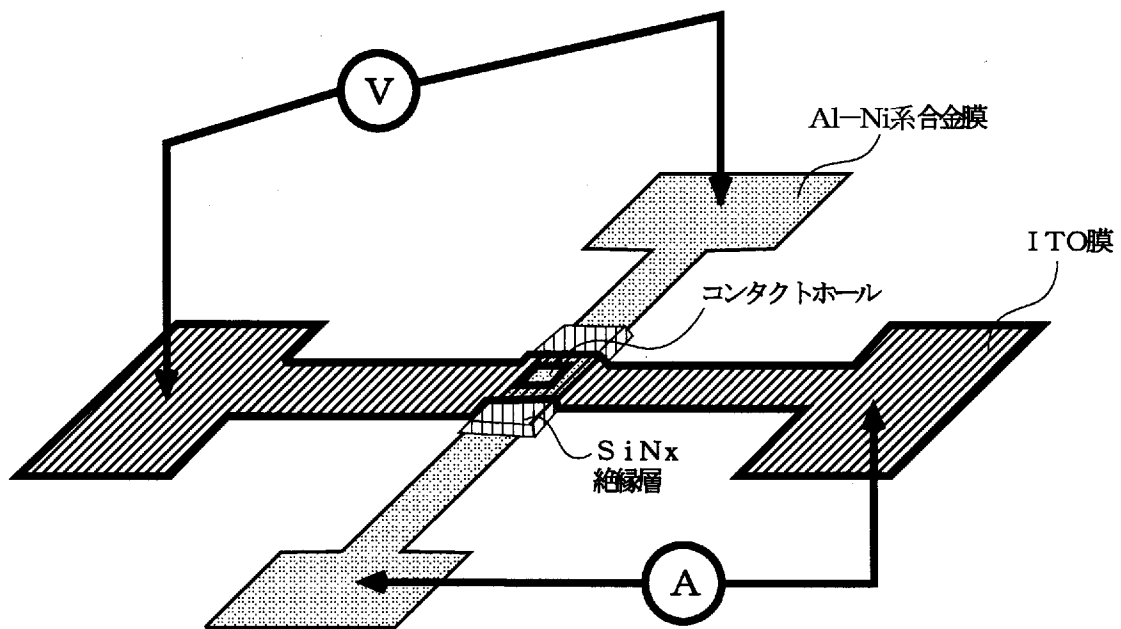
産業上の利用可能性

[0041] 本発明によれば、アーキングの発生が抑制されるため、安定したスパッタリングが行えることができ、均一な Al-Ni-B 系合金膜の成膜が可能となる。

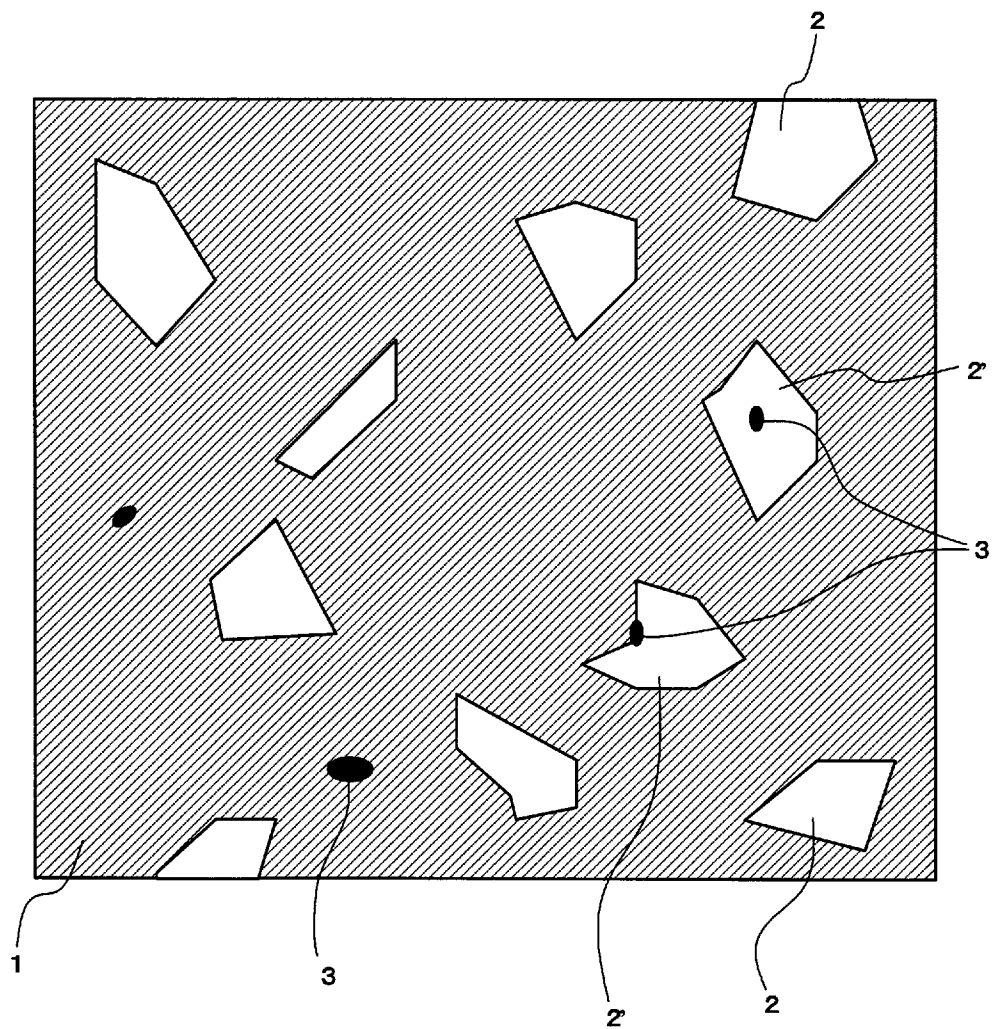
請求の範囲

- [1] Ni及びBを含有し、 Al_3Ni 化合物が析出しているAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットにおいて、
- 前記 Al_3Ni 化合物の全析出量に対して、B含有粒子を内包する Al_3Ni 化合物の割合が2%以上であり、
- 前記 Al_3Ni 化合物の平均粒径が $20\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲット。
- [2] 請求項1に記載のAl-Ni-B系合金スパッタリングターゲットを用いてスパッタリング法により形成されたAl-Ni-B系合金膜。

[図1]



[図2]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2008/055035

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C14/34(2006.01) i, C22C21/00(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, C22C21/00

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	1996-2008
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2008	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2008

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.
Y	WO 2006/117954 A1 (Mitsui Mining & Smelting Co., Ltd.), 09 November, 2006 (09.11.06), Par. Nos. [0020], [0031], [0035] & US 2008/001153 A1 & EP 1878809 A1	1, 2
Y	JP 2003-089864 A (Mitsui Mining & Smelting Co., Ltd.), 28 March, 2003 (28.03.03), Par. No. [0023] & WO 2003/029510 A1 & US 2004/022664 A1 & KR 2003-048141 A	1, 2

☐ 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
10 April, 2008 (10.04.08)

Date of mailing of the international search report
22 April, 2008 (22.04.08)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C23C14/34(2006.01)i, C22C21/00(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 (I P C))

Int.Cl. C23C14/34, C22C21/00

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 0 8 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 0 8 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 0 8 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 請求の範囲の番号
Y	WO 2006/117954 A1 (三井金属鉱業株式会社) 2006. 11. 09, 段落 [0020], [0031], [0035] & US 2008/001153 A1, & EP 1878809 A1	1, 2
Y	JP 2003-089864 A (三井金属鉱業株式会社) 2003. 03. 28, 段落[0023] & WO 2003/029510 A1, & US 2004/022664 A1, & KR 2003-048141 A	1, 2

☐ 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

1 0 . 0 4 . 2 0 0 8

国際調査報告の発送日

2 2 . 0 4 . 2 0 0 8

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
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)

吉田 直裕

4 G

3 0 2 8

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 1 6