

(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
2017 年 10 月 19 日(19.10.2017)



(10) 国際公開番号

WO 2017/179573 A1

- (51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) C22C 9/06 (2006.01)
C22C 9/02 (2006.01) C22F 1/08 (2006.01)
C22C 9/04 (2006.01) C22F 1/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2017/014815
- (22) 国際出願日: 2017 年 4 月 11 日(11.04.2017)
- (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 2016-079420 2016 年 4 月 12 日(12.04.2016) JP
- (71) 出願人: 三菱マテリアル株式会社(MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008117 東京都千代田区大手町一丁目 3 番 2 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 加藤 慎司(KATO Shinji); 〒6691339 兵庫県三田市テクノパーク 1 2-6 三菱マテリアル株式会社 三田工場内 Hyogo (JP). 除補 正則(YOSUKE Masanori); 〒6691339 兵庫県三田市テクノパーク 1 2-6 三菱マテリアル株式会社 三田工場内 Hyogo (JP). 三島 昭史(MISHIMA Akifumi); 〒6691339 兵庫県三田市テクノパーク 1 2-6 三菱マテリアル株式会社 三田工場内 Hyogo (JP). 大戸 路暁(OHTO Michiaki); 〒5928331 大阪府堺市西区築港新町 3-1-9 三菱マテリアル株式会社 堺工場内 Osaka (JP).
- (74) 代理人: 志賀 正武, 外(SHIGA Masatake et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目 9 番 2 号 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, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, 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, 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))

(54) Title: COPPER ALLOY BACKING TUBE AND PRODUCTION METHOD FOR COPPER ALLOY BACKING TUBE

(54) 発明の名称: 銅合金製バックングチューブ及び銅合金製バックングチューブの製造方法

(57) Abstract: This copper alloy backing tube comprises a copper alloy having a composition containing 0.10-0.30% by mass of Co, 0.030-0.10% by mass of P, 0.01-0.50% by mass of Sn, 0.02-0.10% by mass of Ni, 0.01-0.10% by mass of Zn, and the remainder consisting of copper and inevitable impurities, the mass ratio (Co)/(P) of the Co content to the P content being within in the range of 3.0-6.0. The copper alloy backing tube has a heat conductivity of 250 W/(m·K) or more, a micro-Vickers hardness determined after a heating process under a condition that 250°C is maintained for one hour, of 100 Hv or more, and a reduction ratio from the hardness determined before the heating process of 5% or less.

(57) 要約: 本発明の銅合金製バックングチューブは、Co: 0.10mass%以上0.30mass%以下、P: 0.030mass%以上0.10mass%以下、Sn: 0.01mass%以上0.50mass%以下、Ni: 0.02mass%以上0.10mass%以下、Zn: 0.01mass%以上0.10mass%以下、を含み、Coの含有量とPの含有量との質量比〔Co〕／〔P〕が3.0以上6.0以下の範囲内とされ、残部が銅及び不可避免不純物とされた組成の銅合金からなり、熱伝導率が250W／(m・K)以上とされ、250℃で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さが100Hv以上であり、かつ、加熱処理前の硬さからの低下率が5%以下とされている。

WO 2017/179573 A1

明 細 書

発明の名称：

銅合金製バックリングチューブ及び銅合金製バックリングチューブの製造方法 技術分野

[0001] 本発明は、円筒型スパッタリングターゲットにおいてターゲット材の内周側に配置される銅合金製バックリングチューブ、及び、この銅合金製バックリングチューブの製造方法に関する。

本願は、2016年4月12日に、日本に出願された特願2016-079420号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 金属膜や酸化物膜等の薄膜を成膜する手段として、スパッタリングターゲットを用いたスパッタ法が広く用いられている。

一般に、スパッタリングターゲットは、成膜する薄膜の組成に応じて形成されたターゲット材と、このターゲット材を保持するバックリング材とが、接合層を介して接合された構造を備えている。

ターゲット材とバックリング材との間に介在する接合層を構成する接合材としては、例えば、In、あるいは、Sn-Pb合金等が挙げられる。

[0003] 上述のスパッタリングターゲットとしては、例えば、平板型スパッタリングターゲット、及び、円筒型スパッタリングターゲットが提案されている。

平板型スパッタリングターゲットにおいては、平板形状のターゲット材と平板状のバックリング材（バックリングプレート）が積層された構造とされる。

また、円筒型スパッタリングターゲットにおいては、円筒形状のターゲット材の内周側に円筒状のバックリング材（バックリングチューブ）が接合層を介して接合された構造とされる。なお、大型基板への成膜に対応するため、円筒型ターゲットのターゲット材の軸線方向長さを、例えば1000mm以上と比較的長く設定したものが提案されている。

[0004] 平板型スパッタリングターゲットにおいては、ターゲット材の使用効率が

20～30%程度と低く、効率的に成膜ができなかった。

これに対して、円筒型スパッタリングターゲットは、その外周面がスパッタ面とされており、ターゲットを回転しながらスパッタを実施することから、平板型スパッタリングターゲットを用いた場合に比べて連続成膜に適しており、かつ、エロージョン部が周方向に広がるため、ターゲット材の使用効率が60～80%と高くなるといった利点を有している。

さらに、円筒型スパッタリングターゲットにおいては、バックリングチューブの内周側から冷却される構成とされており、上述のようにエロージョン部が周方向に広がることから、ターゲット材の温度上昇を抑制でき、スパッタリング時のパワー密度を上げることができ、成膜のスループットをさらに向上させることが可能となる。

[0005] 上述のバックリングチューブは、ターゲット材を保持して機械的強度を確保するために設けられたものであり、さらにはターゲット材への電力供給、及び、ターゲット材の冷却といった作用を有する。このため、バックリングチューブとしては、機械的強度、電気伝導性及び熱伝導性に優れていることが求められており、例えばSUS304等のステンレス鋼、銅又は銅合金、チタン等で構成されている。

ここで、特許文献1には、銅又は銅合金で構成されたバックリングチューブを備えたスパッタリングターゲットが開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開2015-212422号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] ところで、円筒型スパッタリングターゲットにおいては、バックリングチューブの外周側にターゲット材が配置され、バックリングチューブの両端がスパッタ装置の取り付け部に支持される構造を備えている。また、バックリングチ

ューブの内部には、マグネットや水冷機構が形成されている。

このため、バックリングチューブの端部には、バックリングチューブの自重、ターゲット材の重量、バックリングチューブの内部構造の重量が加わることで、局所的に大きな曲げ応力が負荷される。

[0008] また、消耗した使用後のターゲット材を取り外す際には、ターゲット材全体を加熱して接合層を熔融させて引き抜く。

ここで、従来の銅又は銅合金で構成されたバックリングチューブにおいては、バックリングチューブ端部に加わった曲げ応力によって変形が生じてしまい、使用済ターゲット材の取り外しが困難となり、バックリングチューブを繰り返し使用することができないおそれがあった。

[0009] なお、チタン製バックリングチューブやステンレス製バックリングチューブは、変形抵抗が高いことから、上述のような曲げ変形の問題が生じにくい。しかしながら、チタン製バックリングチューブやステンレス製バックリングチューブにおいては、熱伝導率が低いために、高出力のスパッタを行った際に、ターゲット材側の熱をバックリングチューブの内周側に十分に放散させることができず、接合層が溶け出したり、スパッタ成膜が不安定となったりするといった問題があった。

[0010] この発明は、前述した事情に鑑みてなされたものであって、バックリングチューブの変形を抑制して繰り返し使用が可能であり、かつ、放熱特性に優れ、高出力のスパッタ成膜に対応可能な銅合金製バックリングチューブ、及び、この銅合金製バックリングチューブの製造方法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

[0011] 上記の課題を解決するために、本発明の一態様である銅合金製バックリングチューブは、円筒型スパッタリングターゲットにおいて円筒形状をなすターゲット材の内周側に配置される銅合金製バックリングチューブであって、 $Cu: 0.10\text{ mass\%以上}0.30\text{ mass\%以下}$ 、 $P: 0.030\text{ mass\%以上}0.10\text{ mass\%以下}$ 、 $Sn: 0.01\text{ mass\%以上}0.50\text{ mass\%以下}$ 、 $Ni: 0.02\text{ mass\%以上}0.10\text{ mass\%以下}$ 、

Zn : 0.01 mass %以上0.10 mass %以下、を含み、Coの含有量〔Co〕とPの含有量〔P〕との質量比〔Co〕／〔P〕が3.0以上6.0以下の範囲内とされ、残部が銅及び不可避不純物とされた組成の銅合金からなり、熱伝導率が $250\text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 以上とされ、 250°C で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さが 100 Hv 以上であり、かつ、加熱処理前の硬さからの低下率が5%以下とされていることを特徴としている。

[0012] このような構成とされた本発明の一態様である銅合金製バックグチューブによれば、上述の組成の銅合金からなるので、母相中にCoとPを含有する微細な析出物を分散させることによって強度、導電率、熱伝導性、耐熱性を向上させることができる。具体的には、熱伝導率が $250\text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 以上とされているので、ターゲット材側の熱をバックグチューブの内周側に効率的に放散させることができ、高出力のスパッタ成膜に対応することができる。また、 250°C で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さが 100 Hv 以上とされ、加熱処理前の硬さからの低下率が5%以下とされているので、高温強度及び耐熱性に優れており、スパッタ時に曲げ応力が負荷された場合でも、曲げ変形を抑制することができる。よって、使用済のターゲット材を容易に取り外すことができ、銅合金製バックグチューブを繰り返し使用することができる。

[0013] ここで、本発明の一態様である銅合金製バックグチューブにおいては、軸線に直交する断面における(200)面の配向性が50%以上であることが好ましい。

この場合、曲げ応力に対する変形抵抗が高くなり、銅合金製バックグチューブの端部における曲げ変形の発生をさらに抑制することが可能となる。

[0014] 本発明の一態様である銅合金製バックグチューブの製造方法は、上述の銅合金製バックグチューブの製造方法であって、前記組成の銅合金鋳塊を得る溶解鋳造工程と、前記銅合金鋳塊を 850°C 以上の温度で加熱し、押出し加工して素管を得る熱間押出工程と、前記熱間押出工程後の素管を急冷す

る急冷工程と、得られた素管を、断面収縮率 10%以上 30%以下の条件で引き抜き加工を行う冷間引抜工程と、前記冷間引抜工程後の素管を 400℃以上 600℃以下の温度範囲で 1 時間以上 10 時間以下保持する条件で熱処理を行う熱処理工程と、を備えていることを特徴としている。

[0015] この構成の銅合金製バックリングチューブの製造方法によれば、前記銅合金鋳塊を 850℃以上の温度で加熱し、押出し加工して素管を得る熱間押出工程及びその後の急冷工程において、Co及びPを溶体化し、前記冷間引抜工程後の素管を熱処理する熱処理工程において、固溶したCo及びPを含む析出物を分散させることができ、熱伝導率及び導電率を大きく低下させることなく強度や耐熱性を向上させることが可能となる。

具体的には、銅合金製バックリングチューブの熱伝導率を 250W/(m・K)以上とすることができる。

さらに、250℃で 1 時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さを 100HV以上とし、加熱処理前の硬さからの低下率を 5%以下とすることができる。

発明の効果

[0016] 以上のように、本発明によれば、バックリングチューブの変形を抑制して繰り返し使用が可能であり、かつ、放熱特性に優れ、高出力のスパッタ成膜に対応可能な銅合金製バックリングチューブ、及び、この銅合金製バックリングチューブの製造方法を提供することが可能となる。

図面の簡単な説明

[0017] [図1]本発明の一実施形態に係る銅合金製バックリングチューブを備えた円筒型スパッタリングターゲットの概略説明図である。(a)が軸線O方向に直交する断面図、(b)が軸線Oに沿った断面図である。

[図2]結晶配向性を測定する試料の採取場所を示す説明図である。

[図3]本発明の一実施形態に係る銅合金製バックリングチューブの製造方法のフロー図である。

[図4]冷間引抜工程の説明図である。

[図5]バックリングチューブの最大変形量の測定方法を示す説明図である。

発明を実施するための形態

[0018] 以下に、本発明の実施形態である銅合金製バックリングチューブを備えた円筒型スパッタリングターゲットについて、添付した図面を参照して説明する。

[0019] 本実施形態における円筒型スパッタリングターゲット10は、図1に示すように、軸線Oに沿って延在する円筒形状をなすターゲット材11と、このターゲット材11の内周側に挿入された本実施形態である銅合金製バックリングチューブ12とを備えている。

そして、ターゲット材11と銅合金製バックリングチューブ12は、接合層13を介して接合されている。

[0020] ターゲット材11は、成膜する薄膜の組成に応じた組成とされており、各種金属及び酸化物等で構成されている。

また、このターゲット材11の外径D1は、例えばバックリングチューブの外径D2に対し、 $D2 + 10\text{ mm} \leq D1 \leq D2 + 50\text{ mm}$ 、内径d1はバックリングチューブの外径D2に対し、 $D2 + 1\text{ mm} \leq d1 \leq D2 + 6\text{ mm}$ 、軸線O方向長さL1が $500\text{ mm} \leq L1 \leq 5000\text{ mm}$ 程度とされている。

[0021] ターゲット材11と銅合金製バックリングチューブ12との間に介在する接合層13は、接合材を用いてターゲット材11と銅合金製バックリングチューブ12とを接合した際に形成されるものである。

接合層13を構成する接合材は、例えばInやIn合金等の低融点金属で構成されている。また、接合層13の厚さtは、 $0.5\text{ mm} \leq t \leq 3\text{ mm}$ の範囲内とされている。

[0022] そして、本実施形態である銅合金製バックリングチューブ12は、ターゲット材11を保持して機械的強度を確保するために設けられ、さらにはターゲット材11への電力供給、及び、ターゲット材11の冷却といった作用を有する。

[0023] ここで、本実施形態である銅合金製バックリングチューブ12は、Co:0

、 $10\text{ mass}\%$ 以上 $0.30\text{ mass}\%$ 以下、 $P:0.030\text{ mass}\%$ 以上 $0.10\text{ mass}\%$ 以下、 $Sn:0.01\text{ mass}\%$ 以上 $0.50\text{ mass}\%$ 以下、 $Ni:0.02\text{ mass}\%$ 以上 $0.10\text{ mass}\%$ 以下、 $Zn:0.01\text{ mass}\%$ 以上 $0.10\text{ mass}\%$ 以下、を含み、 Co の含有量 $[Co]$ と P の含有量 $[P]$ との質量比 $[Co]/[P]$ が 3.0 以上 6.0 以下の範囲内とされ、残部が銅及び不可避不純物とされた組成の銅合金で構成されている。

なお、上記銅合金は、さらに、 $Mg:0.002\text{ mass}\%$ 以上 $0.2\text{ mass}\%$ 以下、 $Ag:0.003\text{ mass}\%$ 以上 $0.5\text{ mass}\%$ 以下、 $Al:0.002\text{ mass}\%$ 以上 $0.3\text{ mass}\%$ 以下、 $Si:0.002\text{ mass}\%$ 以上 $0.2\text{ mass}\%$ 以下、 $Cr:0.002\text{ mass}\%$ 以上 $0.3\text{ mass}\%$ 以下、 $Zr:0.001\text{ mass}\%$ 以上 $0.1\text{ mass}\%$ 以下の1種以上を含有していてもよい。

[0024] 本実施形態である銅合金製バックリングチューブ12においては、熱伝導率が $250\text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 以上とされている。なお、銅合金製バックリングチューブ12の熱伝導率の上限に制限はないが、現実的には $340\text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 以下となる。

また、本実施形態である銅合金製バックリングチューブ12においては、 250°C で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さが 100 Hv 以上であり、かつ、加熱処理前の硬さからの低下率が 5% 以下とされている。なお、加熱処理後のマイクロビッカース硬さの上限に制限はないが、現実的には 200 Hv 以下となる。

[0025] さらに、本実施形態である銅合金製バックリングチューブ12においては、軸線Oに直交する断面における (200) 面の結晶配向性が 50% 以上とされている。軸線Oに直交する断面における (200) 面の結晶配向性の上限に制限はないが、 80% 以下であってもよい。

また、本実施形態である銅合金製バックリングチューブ12においては、導電率が $60\% \text{ IACS}$ 以上であることが好ましい。

[0026] なお、本実施形態である銅合金製バックグチューブ12のサイズは、引き抜き工程後の機械加工前の状態で外径 D_2 が $140\text{ mm} \leq D_2 \leq 143\text{ mm}$ であった。内径 d_2 は引き抜き後の寸法のままであった。引き抜き後の軸線O方向の長さ L_2 は7,000mm以下となった。また、引き抜き後、熱処理を行い、切断および機械加工を経てバックグチューブとして仕上げた。

[0027] ここで、銅合金製バックグチューブ12の組成、熱伝導率、硬さ、結晶配向性を上述のように規定した理由について説明する。

[0028] (Co: 0.10mass%以上0.30mass%以下)

Coは、Pと共に添加することにより、熱処理工程において析出物を形成し、硬さ及び耐熱性を向上させる作用効果を有する。また、母相中に固溶したCoを析出させることにより、熱伝導率及び導電率が向上する。ここで、Coの含有量が0.10mass%未満では、CoとPを含む析出物を十分に形成することができず、硬さを向上させる効果が不十分となる。一方、Coの含有量が0.30mass%を超えると、過剰なCoが固溶してしまい、熱伝導率及び導電率が低下してしまう。

以上のことから、本実施形態では、Coの含有量を0.10mass%以上0.30mass%以下の範囲内に規定している。なお、さらなる硬度の向上を図る場合には、Coの含有量の下限を0.13mass%以上とすることが好ましく、0.15mass%以上とすることがさらに好ましい。また、熱伝導率及び導電率の低下を確実に抑制するためには、Coの含有量の上限を0.28mass%以下とすることが好ましく、0.25mass%以下とすることがさらに好ましい。

[0029] (P: 0.030mass%以上0.10mass%以下)

Pは、Coと共に添加することにより、熱処理工程において析出物を形成し、硬さ及び耐熱性を向上させる作用効果を有する。また、母相中に固溶したPを析出させることにより、熱伝導率及び導電率が向上する。ここで、Pの含有量が0.030mass%未満では、CoとPを含む析出物を十分に形

成することができず、硬さを向上させる効果が不十分となる。一方、Pの含有量が0.10mass%を超えると、過剰なPが固溶してしまい、熱伝導率及び導電率が低下してしまうと共に、熱間押出工程において割れが発生する場合がある。

以上のことから、本実施形態では、Pの含有量を0.030mass%以上0.10mass%以下の範囲内に規定している。なお、さらなる硬度の向上を図る場合には、Pの含有量の下限を0.045mass%以上とすることが好ましく、0.050mass%以上とすることがさらに好ましい。また、熱伝導率及び導電率の低下を確実に抑制するためにはPの含有量の上限を0.080mass%以下とすることが好ましく、0.065mass%以下とすることがさらに好ましい。

[0030] ([Co] / [P])

上述のように、CoとPは、共添加することによりCo₂P等の微細な析出物を形成し、硬さを高め、さらに耐熱性を向上させ、熱伝導率を向上させることが可能となる。ここで、Coの含有量[Co]とPの含有量[P]との質量比[Co] / [P]が3.0未満、あるいは、6.0を超える場合には、いずれかの元素が母相に固溶してしまい、熱伝導率及び導電率が低下してしまう。

以上のことから、本実施形態では、Coの含有量[Co]とPの含有量[P]との質量比[Co] / [P]を3.0以上6.0以下の範囲内に設定している。質量比[Co] / [P]の下限は3.3以上とすることが好ましく、3.5以上とすることがさらに好ましい。また、質量比[Co] / [P]の上限は4.5以下とすることが好ましく、4.0以下とすることがさらに好ましい。

[0031] (Sn : 0.01mass%以上0.50mass%以下)

Snは、母相中に固溶することによって硬さを向上させるとともに、耐熱性を向上させて高温で保持された場合でも硬さの低下を抑制する作用効果を有する。ここで、Snの含有量が0.01mass%未満の場合には耐熱性

向上効果が十分に得られないおそれがある。一方、S nの含有量が0.5 mass %を超えると、熱間加工時の変形抵抗が高くなり、加工性が低下してしまう。

以上のことから、本実施形態では、S nの含有量を0.01 mass %以上0.50 mass %以下の範囲内に規定している。なお、さらなる耐熱性の向上を図る場合には、S nの含有量の下限を0.04 mass %以上とすることが好ましく、0.06 mass %以上とすることがさらに好ましい。また、熱間加工性を十分に確保するためにはS nの含有量の上限を0.20 mass %以下とすることが好ましく、0.15 mass %以下とすることがさらに好ましい。

[0032] (N i : 0.02 mass %以上0.10 mass %以下)

N iは、C oとPとの結合を促進する効果があり、硬さの向上に有効である。ここで、N iの含有量が0.02 mass %未満では、C oとPとの結合を十分に促進できず、硬さ向上効果を得ることができないおそれがある。一方、N iの含有量が0.10 mass %を超えると、過剰なN iが母相中に固溶し、熱伝導率及び導電率が低下するおそれがある。

以上のことから、本実施形態では、N iの含有量を0.02 mass %以上0.10 mass %以下の範囲内に規定している。なお、C oとPの結合を確実に促進させるためには、N iの含有量の下限を0.03 mass %以上とすることが好ましい。また、熱伝導率及び導電率の低下をさらに抑制するためにはN iの含有量の上限を0.08 mass %以下とすることが好ましく、0.06 mass %以下とすることがさらに好ましい。

[0033] (Z n : 0.01 mass %以上0.10 mass %以下)

Z nは、母相中に固溶することにより、硬さを向上させるとともに、耐熱性を向上させる作用効果を有する。また、はんだ濡れ性を向上させる作用効果も有する。ここで、Z nの含有量が0.01 mass %未満では、硬さ及び耐熱性を十分に向上させることができないおそれがある。一方、Z nの含有量が0.10 mass %を超えると、熱伝導率及び導電率が低下するおそ

れがある。

以上のことから、本実施形態では、Znの含有量を0.01mass%以上0.10mass%以下の範囲内に規定している。なお、硬さ及び耐熱性を確実に向上させるためには、Znの含有量の下限を0.03mass%以上とすることが好ましい。また、熱伝導率及び導電率の低下をさらに抑制するためにはZnの含有量の上限を0.08mass%以下とすることが好ましい。

[0034] なお、上述のように、本実施形態である銅合金製バックグチューブ12は、上述の添加元素以外に、適宜、Mg, Ag, Al, Si, Cr, Zrといった元素を含有していてもよい。

Mg, Ag, Al, Siは固溶硬化により、Cr, Zrは析出硬化により、硬さをさらに向上させる作用効果を有する元素である。また、Agは、さらに耐熱性を向上させる作用効果を有する。熱伝導率及び導電率を大きく低下させずに硬さを向上させるためには、これらの元素の添加量は、それぞれ上述の範囲内に設定することが好ましい。

[0035] (熱伝導率)

スパッタ中に発生するプラズマからの輻射熱は、ターゲット材11表面から内部に伝わり、さらに銅合金製バックグチューブ12を通過し、銅合金製バックグチューブ12の内周側に流れる冷却水にて奪熱される。従って、銅合金製バックグチューブ12の熱伝導率が低い場合は、奪熱効果が不足することによりターゲット材11の温度が上昇し、ターゲット材11と銅合金製バックグチューブ12との間に介在する接合層13が溶け出すおそれがある。したがって、銅合金製バックグチューブ12の熱伝導率は高いほど好ましく、具体的には250W/(m・K)以上であることが好適である。

[0036] (硬さ)

銅合金製バックグチューブ12は、ターゲット材11のボンディングおよびスパッタ終了後の使用済のターゲット材11の取り外しに際し、いずれ

も一定時間加熱を続け、接合層を熔融状態に保つ必要があることから、加熱しても強度が下がらない耐熱性、特に高温保持を繰り返しても硬さが低下しない特性が必要である。銅合金製バックリングチューブ12を繰り返し使用するためには、加熱後においてもマイクロビッカース硬さで100HV以上であることが好ましい。また、加熱後の硬さ低下は、加熱前の硬さの5%以下であることが好ましい。

このため、本実施形態では、250℃で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さが100HV以上であり、かつ、加熱処理前の硬さからの低下率が5%以下とされている。また、加熱処理前の硬さからの低下率は1%以下であることがさらに好ましい。

[0037] (結晶配向性)

円筒型スパッタリングターゲット10においては、銅合金製バックリングチューブ12の両端がスパッタ装置の取り付け部に支持される構造を備えており、銅合金製バックリングチューブ12の端部に荷重が集中し、局所的に大きな曲げ応力が負荷される。

ここで、軸線Oに直交する断面における(200)面の結晶配向性が50%以上となるように結晶配向性を調整することにより、曲げに対する変形抵抗が大きくなり、曲げ変形しにくくなる。このため、本実施形態では、上述のように銅合金製バックリングチューブ12の結晶配向性を調整している。

[0038] ここで、各軸線Oに直交する断面における(200)面の結晶配向性は、以下のようにして求められる。図2に示すように、軸線Oに直交する断面Sから測定試料Fを採取する。粉末X線回折法によって測定された(111)面、(200)面、(220)面および(311)面のピーク強度を、JCPDSカード(DBカード番号00-04-0836)記載の各結晶面の回折ピークの標準強度でそれぞれ除した値の合計を分母とし、粉末X線回折法で得られた(200)面でのピーク強度をJCPDSカード(DBカード番号00-04-0836)記載の(200)面のピークの標準強度で除した値を分子とする式から求めることができる。

[0039] すなわち、測定された（１１１）面、（２００）面、（２２０）面および（３１１）面のピーク強度を I_{111} 、 I_{200} 、 I_{220} 、 I_{311} とし、JCPD Sカード載の各結晶面の標準強度を、 I_{S111} 、 I_{S200} 、 I_{S220} 、 I_{S311} とすると、（２２０）面の配向性（％）は、以下の式で求められる。

[数1]

$$(200) \text{ 面の配向性 } (\%) = 100 \times \frac{I_{200}/I_{S200}}{(I_{111}/I_{S111}) + (I_{200}/I_{S200}) + (I_{220}/I_{S220}) + (I_{311}/I_{S311})}$$

[0040] 次に、上述した本実施形態である銅合金製バックグチューブ１２の製造方法について説明する。

図３に、本実施形態である銅合金製バックグチューブ１２の製造方法のフロー図を示す。

[0041] まず、上述した組成となるように溶解原料を秤量し、溶解鑄造して円柱形状の銅合金鑄塊を製造する（溶解・鑄造工程Ｓ０１）。

次に、得られた銅合金鑄塊を８５０℃以上で２～１０分加熱し、その後熱間押出し加工により円筒状の素管を製造する（熱間押出工程Ｓ０２）。この熱間押出工程Ｓ０２においては、断面収縮率は特に定めないが、９０％以上とすることが好ましい。熱間押出工程Ｓ０２における加熱温度は、１０００℃以下とすることが好ましいが、これに限定されることはない。

ここで、「断面収縮率」は、加工前の断面積を A_0 、加工後の断面積を A_1 としたとき、断面収縮率（％）＝ $100 \times (A_0 - A_1) / A_0$ で与えられる。

次に、熱間押出工程Ｓ０２の後には、直ちに水冷する（急冷工程Ｓ０３）。これにより、Ｃｏ及びＰを母相中に固溶させる。

[0042] 次に、熱間押出工程Ｓ０２により製造した素管は、冷間での引き抜き加工により、所定の外径と内径とを有するバックグチューブ用素管とする（冷間引抜工程Ｓ０４）。この冷間引抜工程Ｓ０４においては、まず、素管の先端部を外径金型（ダイス２１）と内径金型（プラグ２２）の間に通るように口づけ加工する。その後、図４に示すように、素管３１の口づけ部をダイス

21とプラグ22の間に通し、口づけ部を引くことにより引き抜き加工を行う。この冷間引抜工程S03における断面収縮率は10～70%が望ましい。また、引き抜きは1回の工程で行ってもよいし、多段階で行ってもよい。

[0043] 次に、冷間引抜工程S04の後のバックグチューブ用素管を400℃以上600℃以下の温度範囲で1時間以上10時間以下保持する条件で熱処理を行う（熱処理工程S05）。この熱処理工程S05では、固溶したCおよびPを析出させることで銅合金製バックグチューブ12の硬さを向上させ、同時に耐熱性を付与する。

さらに、銅合金製バックグチューブ12の結晶配向性に異方性を発現させて、銅合金製バックグチューブ12の端部やその近傍での変形を防止する効果を有する。

[0044] ここで、熱処理温度が400℃未満では、固溶したCおよびPを十分に析出させることができず、硬さや耐熱性を向上させることができない。また、熱伝導性及び導電性が低くなる。一方、熱処理温度が600℃を超えると、析出物が再固溶あるいは粗大化して十分な硬さを得ることができなくなる。

熱処理時間が1時間未満の場合には、固溶したCおよびPを十分に析出させることができず、硬さや耐熱性を向上させることができない。一方、熱処理時間が10時間を超えてもさらなる効果の向上はない。

以上のことから、本実施形態では、熱処理温度を400℃以上600℃以下、熱処理時間を1時間以上10時間以下に設定している。なお、熱処理温度の下限は450℃以上とすることが好ましく、熱処理温度の上限は500℃以下とすることが好ましい。熱処理時間の下限は2時間以上とすることが好ましく、熱処理時間の上限は8時間以下とすることが好ましいが、これに限定されることはない。

[0045] そして、熱処理工程S05後に機械加工を行うことにより、銅合金製バックグチューブ12のサイズ及び形状を調整する（機械加工工程S06）。

以上のような工程により、本実施形態である銅合金製バックグチューブ12が製造される。

[0046] 上述の構成とされた本実施形態である銅合金製バックリングチューブ12によれば、上述の組成の銅合金からなるので、CoとPを含有する微細な析出物を分散させることにより、熱伝導性及び導電性を大きく低下させることなく、強度、耐熱性を向上させることができる。

また、銅合金製バックリングチューブ12の熱伝導率が $250\text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 以上とされているので、ターゲット材11表面の熱を銅合金製バックリングチューブ12の内周側へと効率的に放散させることができ、高出力のスパッタ成膜に対応することができる。

[0047] さらに、本実施形態である銅合金製バックリングチューブ12においては、 250°C で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さが 100 Hv 以上とされ、加熱処理前の硬さからの低下率が5%以下とされているので、高温強度及び耐熱性に優れており、スパッタ時において銅合金製バックリングチューブ12の端部に曲げ応力が負荷された場合でも、曲げ変形を抑制することができる。よって、使用済のターゲット材11を容易に取り外すことができ、銅合金製バックリングチューブ12を繰り返し使用することができる。

[0048] さらに、本実施形態である銅合金製バックリングチューブ12においては、軸線Oに直交する断面における(200)面の配向性が50%以上とされているので、曲げに対する変形抵抗が高くなり、銅合金製バックリングチューブ12の端部における曲げ変形の発生をさらに抑制することが可能となる。

[0049] 本実施形態である銅合金製バックリングチューブ12の製造方法によれば、銅合金鋳塊を 850°C 以上で2～10分加熱し、押出し加工して素管を得る熱間押出工程S02及びその後の急冷工程S03において、Co及びPを溶体化し、冷間引抜工程S04後の熱処理工程S05において、固溶したCo及びPを含む析出物を析出させて分散させることができ、熱伝導率及び導電率を大きく低下させることなく強度を向上させることが可能となる。

また、銅合金製バックリングチューブ12の熱伝導率を $250\text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 以上とすることができる。

さらに、銅合金製バックリングチューブ12の硬さ及び耐熱性を向上させることができ、250℃で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さを100HV以上、加熱処理前の硬さからの低下率を5%以下とすることができる。

[0050] 以上、本発明の実施形態について説明したが、本発明はこれに限定されることはなく、その発明の技術的思想を逸脱しない範囲で適宜変更可能である。

実施例

[0051] 以下に、本発明に係る銅合金製バックリングチューブの作用効果を確認すべく実施した確認試験の結果について説明する。

[0052] 図3に示すフロー図に従ってバックリングチューブを製造した。高周波溶解炉にて溶解および鋳造することにより表1に示す組成の鋳塊を製造した。鋳塊のサイズは、直径360mm、長さ640mmとした。

[0053] 次に、表2に示す条件にて、溶体化処理を含む熱間押出工程、冷間引拔工程、および最終的な熱処理工程を経て、バックリングチューブを製造した。

[0054] バックリングチューブの一部を輪切り切断し、図2に示す配向性測定試料とともに、残部から熱伝導率測定試料、硬さ測定試料を採取した。なお、バックリングチューブの引き抜き加工後の寸法は、外径がφ140～142mmであり、内径はすべてφ125mmである。また熱処理後は、内径は加工せず、外径をφ135mm、長さを1950mmに機械加工した。

なお、比較例20は、市販の無酸素銅（C1020）の素管である。

[0055] <熱伝導率測定>

レーザーフラッシュ法によって熱伝導率を測定した。測定した試料は、直径：10mm、厚さ：1mmの寸法であった。また、測定は25℃にて実施した。

[0056] <耐熱性評価>

耐熱性評価のために採取した試料は、測定面を研磨しマイクロビッカース硬度計にて硬さ測定を行った。次に、表3に示すように250℃で1時間保

持する条件で加熱処理を行い、再び硬さ測定を行った。加熱処理前の硬さを H_0 、加熱処理後の硬さを H_1 としたとき、下記の式で定義される硬さの低下率 (%) により、耐熱性を評価した。

$$\text{硬さの低下率 (\%)} = 100 \times (H_0 - H_1) / H_0$$

[0057] <結晶配向性評価>

図2に従って、結晶配向性を測定するための試料を採取し、軸線に直交する断面を研磨し、粉末X線回折装置にて、(111)面、(200)面、(220)面および(311)面からの回折ピーク強度を測定し、実施形態で説明した式により、(200)面の結晶配向性を算出した。

[0058] <スパッタテスト後の最大変形量の評価>

銅合金製バックリングチューブの性能を確認するために、スパッタテストを行った。スパッタテストでは、内径が $\phi 137 \text{ mm}$ 、外径が $\phi 180 \text{ mm}$ 、長さが 725 mm の無酸素銅製円筒ターゲット材をそれぞれ2本準備し、各銅合金製バックリングチューブに1nはんだを用いてターゲット材をボンディングした。このとき、ターゲット間の隙間を約 1 mm とした。得られた円筒型スパッタリングターゲットをスパッタ装置に取り付け後、真空排気し、以下の条件にてスパッタテストを実施した。

到達真空圧力： $< 1 \times 10^{-4} \text{ Pa}$

スパッタガス：Ar

スパッタガス圧： 0.5 Pa

スパッタ出力：直流、 25 kW

ターゲット回転数： 10 rpm

スパッタ時間：連続3時間

[0059] スパッタ後は1時間冷却し、円筒型スパッタリングターゲットをスパッタ装置から取り出した。その後、円筒型スパッタリングターゲットを約 250°C まで加熱してはんだを溶融し、ターゲット材を銅合金製バックリングチューブから抜き取って取り外した。

その後、銅合金製バックリングチューブのボンディング面に残ったはんだを

拭き取り、銅合金製バックリングチューブの最大変形量 Z を測定した。

最大変形量 Z の測定後は、再びターゲット材を銅合金製バックリングチューブにボンディングし、同様の条件で2回目のスパッタに供した。2回目のスパッタ後も1回目と同様の方法で銅合金製バックリングチューブの最大変形量 Z を測定した。

最大変形量 Z の測定後は再びターゲット材を銅合金製バックリングチューブにボンディングし、同様の条件で3回目のスパッタに供した。3回目のスパッタ後も同様の方法で銅合金製バックリングチューブの最大変形量 Z を測定する。なお、最大変形量 Z は、図5に示すように、銅合金製バックリングチューブ12を定盤14に乗せ、定盤14と銅合金製バックリングチューブ12との隙間を隙間ゲージによって測定した。

[0060]

[表1]

	合金 番号	合金組成(wt%)						
		Co	P	Co/P比	Sn	Ni	Zn	Cu
本 発 明 例	1	0.10	0.030	3.3	0.01	0.02	0.01	残
	2	0.15	0.035	4.3	0.1	0.05	0.05	残
	3	0.15	0.035	4.3	0.5	0.10	0.10	残
	4	0.20	0.040	5.0	0.1	0.05	0.05	残
	5	0.20	0.040	5.0	0.3	0.05	0.05	残
	6	0.20	0.040	5.0	0.5	0.05	0.05	残
	7	0.20	0.060	3.3	0.1	0.05	0.05	残
	8	0.30	0.050	6.0	0.1	0.05	0.05	残
	9	0.30	0.10	3.0	0.1	0.05	0.05	残
	10	0.30	0.050	6.0	0.1	0.10	0.05	残
比 較 例	11	0.05	0.030	1.7	0.01	0.02	0.01	残
	12	0.40	0.030	13.3	0.01	0.02	0.01	残
	13	0.15	0.010	15.0	0.1	0.05	0.05	残
	14	0.15	0.15	1.0	0.1	0.05	0.05	残
	15	0.20	0.040	5.0	0.005	0.05	0.05	残
	16	0.20	0.040	5.0	0.8	0.05	0.05	残
	17	0.20	0.040	5.0	0.1	0.005	0.05	残
	18	0.20	0.040	5.0	0.1	0.2	0.05	残
	19	0.30	0.10	3.0	0.1	0.05	0.005	残
	20	0.30	0.10	3.0	0.1	0.05	0.2	残
	21	無酸素銅素管(JIS No.C1020 1/4H材)						99.96%以上

[0061]

[表2]

合金番号	プロセス番号	製造条件										熱処理工程	
		押出し工程					引き抜き工程					熱処理条件	
		押出し前 加熱温度(*) (°C)	押出し後の 冷却開始 温度 (°C)	冷却 方法	押出し後寸法		引き抜き後寸法		外径 (φ mm)	内径 (φ mm)	引き抜き終了 までの断面収縮率 (%)	熱処理条件	
本発明例	1	880°C	850°C	水冷	外径 (φ mm)	171	内径 (φ mm)	132	140	125	66	420°C × 3時間	
	2	880°C	850°C	水冷		171		132	140	125	66	420°C × 5時間	
	3	880°C	850°C	水冷		171		132	140	125	66	420°C × 10時間	
	4	900°C	870°C	水冷		150		132	140	125	23	470°C × 3時間	
	5	900°C	870°C	水冷		150		132	140	125	23	470°C × 3時間	
	6	900°C	870°C	水冷		150		132	140	125	23	500°C × 3時間	
	7	900°C	870°C	水冷		150		132	140	125	23	500°C × 3時間	
	7-2	900°C	870°C	水冷		150		132	142	125	12	500°C × 3時間	
	7-3	900°C	870°C	水冷		150		132	140	125	23	580°C × 3時間	
	8	920°C	890°C	水冷		150		132	140	125	23	500°C × 3時間	
比較例	9	920°C	890°C	水冷		150		132	140	125	23	500°C × 3時間	
	10	920°C	890°C	水冷		150		132	140	125	23	500°C × 3時間	
	4	900°C	870°C	水冷		150		132	140	125	23	470°C × 0.5時間	
	11	900°C	870°C	水冷		185		132	140	125	76	420°C × 3時間	
	12	900°C	870°C	水冷		147		132	140	125	8	580°C × 3時間	
	13	900°C	—	放冷		150		132	140	125	23	470°C × 3時間	
	14	900°C	870°C	水冷	押出し工程にて割れが発生。以降のテストは実施せず								
	15	840°C	800°C	水冷		147		132	140	125	8	470°C × 3時間	
	16	840°C	800°C	水冷		147		132	140	125	8	470°C × 3時間	
	17	960°C	920°C	水冷		147		132	140	125	8	470°C × 3時間	
	18	960°C	920°C	水冷		147		132	140	125	8	470°C × 3時間	
	19	900°C	870°C	水冷		147		132	140	125	8	470°C × 3時間	
	20	900°C	870°C	水冷		147		132	140	125	8	470°C × 3時間	
	21												

(*)加熱時間は2～10分(中周波加熱炉による)

[表3]

合金番号	プロセス番号	熱伝導率 (W/m・K)	耐熱性評価				輪切り断面 における (200)面の 結晶配向性 (%)	スパッタテスト後の最大変形量 (mm)				
			加熱条件	加熱前 硬さ H ₀ (mHv)	加熱後 硬さH ₁ (mHv)	硬さ低下率 ^(*) (%) (H ₀ -H ₁)/H ₀		1回目	2回目	3回目		
本発明例	1 1-1	296	250℃×1時間	105	107	-1.9%	63	<0.2	<0.2	0.2		
	2 2-1	284		110	111	-0.9%	64	<0.2	<0.2	<0.2		
	3 3-1	281		118	121	-2.5%	66	<0.2	<0.2	<0.2		
	4 4-1	279		124	128	-3.2%	56	<0.2	<0.2	<0.2		
	5 5-1	284		133	135	-1.5%	57	<0.2	<0.2	<0.2		
	6 6-1	280		135	136	-0.7%	59	<0.2	<0.2	<0.2		
	7 7-1	310		148	148	0.0%	61	<0.2	<0.2	<0.2		
	7 7-2	300		141	143	-1.4%	55	<0.2	<0.2	<0.2		
	7 7-3	315		140	139	0.7%	59	<0.2	<0.2	<0.2		
	8 8-1	258		137	137	0.0%	58	<0.2	<0.2	<0.2		
9 9-1	290	134	135	-0.7%	54	<0.2	<0.2	<0.2				
10 10-1	250	139	141	-1.4%	53	<0.2	<0.2	<0.2				
4 4-2	233	250℃×1時間	88	91	-3.4%	60	0.2	0.35	0.4			
11 11-1	302		90	85	5.6%	70	0.2	0.3	0.5			
12 12-1	235		122	125	-2.5%	39	<0.2	0.2	0.4			
13 13-1	241		95	79	16.8%	52	0.2	0.2	0.5			
14 14-1	押出し工程にて割れが発生。以降のテストは実施せず											
比較例	15 15-1	290	250℃×1時間	119	97	18.5%	41	<0.2	0.2	0.4		
	16 16-1	231		138	139	-0.7%	43	<0.2	<0.2	0.3		
	17 17-1	284		123	110	10.6%	44	<0.2	<0.2	0.4		
	18 18-1	227		130	131	-0.8%	42	<0.2	<0.2	0.3		
	19 19-1	292		133	133	0.0%	42	<0.2	0.3	0.4		
	20 20-1	247		138	139	-0.7%	40	<0.2	<0.2	0.3		
	21	391		88	54	38.6%				0.4	0.5	0.8

(*)硬さ低下率がマイナスとなっているのは、加熱によって析出硬化が進んだことを示す。

[0063] 合金組成が本発明の範囲内であるが、熱処理時間が本発明の範囲よりも短い比較例4-2においては、熱伝導率が250W/(m・K)未満となった。また、250℃で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカー

ス硬さが100HV未満であり、硬さ及び耐熱性が不十分であった。このため、1回目以降のスパッタテスト後の変形量が大きくなった。

[0064] Coの含有量が本発明の範囲よりも少なく、質量比〔Co〕／〔P〕が本発明の範囲よりも低く、冷間引拔工程の断面収縮率が本発明の範囲よりも高い比較例11-1においては、250℃で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さが100HV未満であり、かつ、加熱処理前の硬さからの低下率が5%を超えており、硬さ及び耐熱性が不十分であった。このため、1回目以降のスパッタテスト後の変形量が大きくなった。

[0065] Coの含有量が本発明の範囲よりも多く、質量比〔Co〕／〔P〕が本発明の範囲よりも高く、冷間引拔工程の断面収縮率が本発明の範囲よりも低い比較例12-1においては、熱伝導率が250W／(m・K)未満となった。また、軸線に直交する断面における(200)面の結晶配向性が50%未満となり、2回目以降のスパッタテスト後の変形量が大きくなった。

[0066] Pの含有量が本発明の範囲よりも少なく、質量比〔Co〕／〔P〕が本発明の範囲よりも高く、熱間押出工程後に水冷しなかった比較例13-1においては、熱伝導率が250W／(m・K)未満となった。また、250℃で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さが100HV未満であり、かつ、加熱処理前の硬さからの低下率が5%を超えており、硬さ及び耐熱性が不十分であった。このため、1回目以降のスパッタテスト後の変形量が大きくなった。

[0067] Pの含有量が本発明の範囲よりも多く、質量比〔Co〕／〔P〕が本発明の範囲よりも低い比較例14においては、熱間押出工程において割れが発生した。このため、この後の工程及び評価を中止した。

[0068] Snの含有量が本発明の範囲よりも少なく、熱間加工前の温度が850℃未満とされた比較例15-1においては、250℃で1時間保持の条件で加熱処理した際に、加熱処理前の硬さからの低下率が5%を超えており、耐熱性が不十分であった。また、軸線に直交する断面における(200)面の結晶配向性が50%未満であった。このため、2回目以降のスパッタテスト後

の変形量が大きくなった。

[0069] Snの含有量が本発明の範囲よりも多く、熱間加工前の温度が850℃未満とされた比較例16-1においては、熱伝導率が250W/(m・K)未満となった。また、軸線に直交する断面における(200)面の結晶配向性が50%未満であった。このため、3回目のスパッタテスト後の変形量が大きくなった。

[0070] Niの含有量が本発明の範囲よりも少なく、冷間引抜工程の断面収縮率が本発明の範囲よりも低い比較例17-1においては、250℃で1時間保持の条件で加熱処理した際に、加熱処理前の硬さからの低下率が5%を超えており、耐熱性が不十分であった。また、軸線に直交する断面における(200)面の結晶配向性が50%未満であった。このため、3回目以降のスパッタテスト後の変形量が大きくなった。

[0071] Niの含有量が本発明の範囲よりも多く、冷間引抜工程の断面収縮率が本発明の範囲よりも低い比較例18-1においては、熱伝導率が250W/(m・K)未満となった。また、軸線に直交する断面における(200)面の結晶配向性が50%未満であった。このため、3回目のスパッタテスト後の変形量が大きくなった。

[0072] Znの含有量が本発明の範囲よりも少なく、冷間引抜工程の断面収縮率が本発明の範囲よりも低い比較例19-1においては、軸線に直交する断面における(200)面の結晶配向性が50%未満であった。このため、2回目以降のスパッタテスト後の変形量が大きくなった。

[0073] Znの含有量が本発明の範囲よりも多く、冷間引抜工程の断面収縮率が本発明の範囲よりも低い比較例20-1においては、熱伝導率が250W/(m・K)未満となった。また、軸線に直交する断面における(200)面の結晶配向性が50%未満であった。このため、3回目のスパッタテスト後の変形量が大きくなった。

[0074] 市販の無酸素銅の素管を用いた比較例21においては、250℃で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さが100HV未満で

あり、かつ、加熱処理前の硬さからの低下率が38.6%と非常に大きく、硬さ及び耐熱性が不十分であった。このため、1回目以降のスパッタテスト後の変形量が非常に大きくなった。

[0075] これに対して、本発明例によれば、熱伝導率が250W/(m・K)以上であり、熱伝導性に優れていた。また、250℃で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さが100Hv以上であり、かつ、加熱処理前の硬さからの低下率が5%以下とされており、硬さ及び耐熱性に優れていた。このため、スパッタテスト後の最大変形量も十分に抑えられていた。

[0076] 以上のことから、本発明例によれば、変形を抑制して繰り返し使用が可能であり、かつ、放熱特性に優れ、高出力のスパッタ成膜に対応可能な銅合金製バックリングチューブを提供できることが確認された。

産業上の利用可能性

[0077] 本発明の銅合金製バックリングチューブによれば、バックリングチューブの変形を抑制して繰り返し使用が可能であり、かつ、放熱特性に優れ、高出力のスパッタ成膜に対応することが可能である。

符号の説明

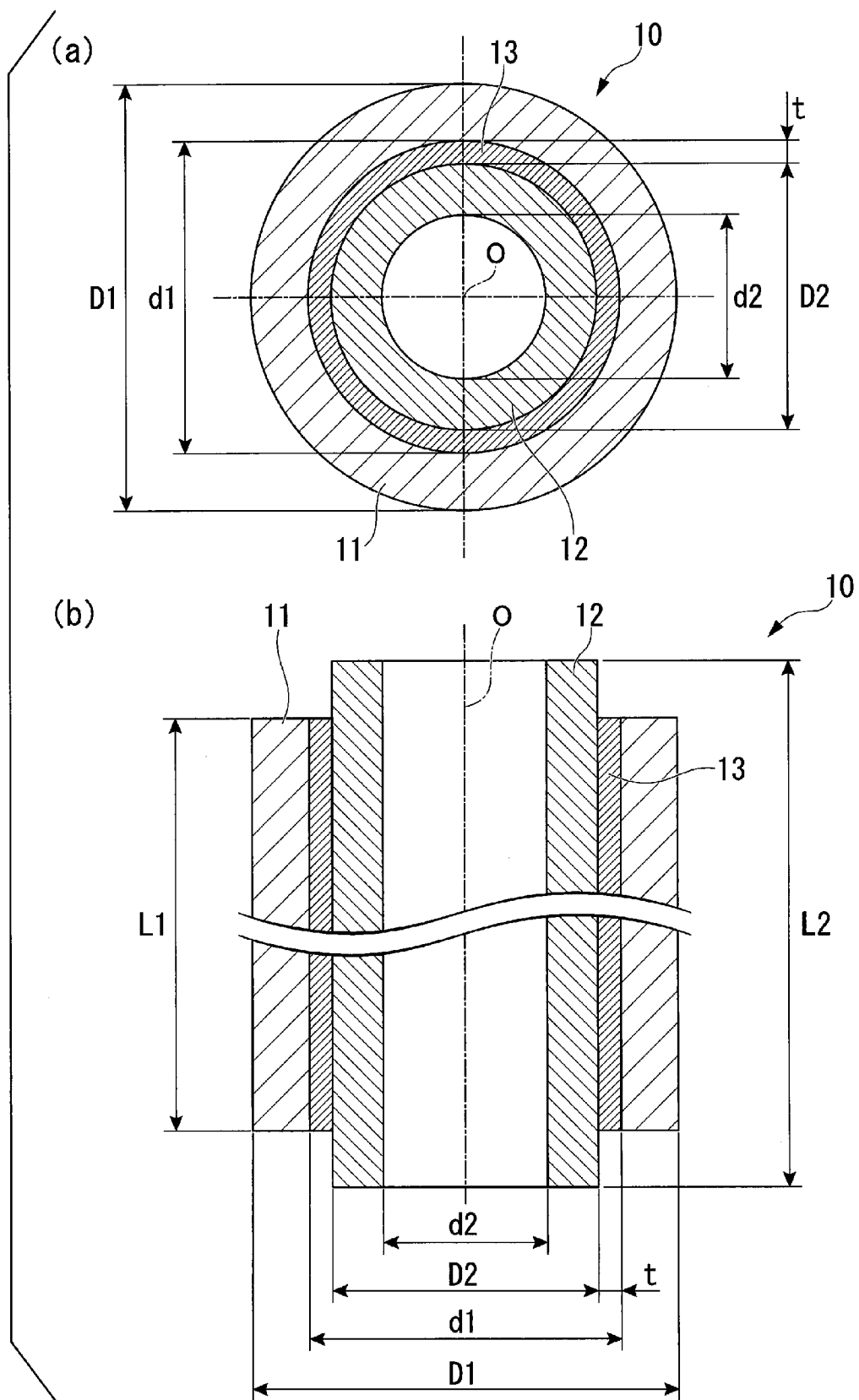
- [0078]
- 10 円筒型スパッタリングターゲット
 - 11 ターゲット材
 - 12 銅合金製バックリングチューブ
 - 13 接合層
 - 14 定盤

請求の範囲

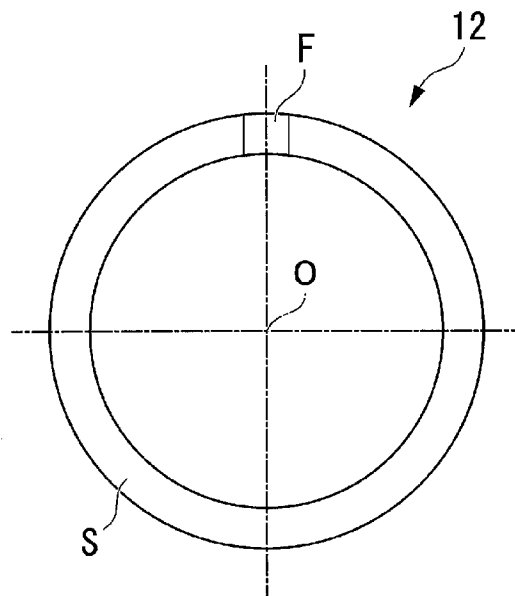
- [請求項1] 円筒型スパッタリングターゲットにおいて円筒形状をなすターゲット材の内周側に配置される銅合金製バックリングチューブであって、
Co : 0.10 mass % 以上 0.30 mass % 以下、P : 0.030 mass % 以上 0.10 mass % 以下、Sn : 0.01 mass % 以上 0.50 mass % 以下、Ni : 0.02 mass % 以上 0.10 mass % 以下、Zn : 0.01 mass % 以上 0.10 mass % 以下、を含み、Coの含有量〔Co〕とPの含有量〔P〕との質量比〔Co〕／〔P〕が3.0以上6.0以下の範囲内であり、
熱伝導率が250W／(m・K)以上であり、
250℃で1時間保持の条件で加熱処理した後のマイクロビッカース硬さが100HV以上であり、かつ、加熱処理前の硬さからの低下率が5%以下であることを特徴とする銅合金製バックリングチューブ。
- [請求項2] 軸線に直交する断面における(200)面の配向性が50%以上であることを特徴とする請求項1に記載の銅合金製バックリングチューブ。
- [請求項3] 請求項1又は請求項2に記載の銅合金製バックリングチューブの製造方法であって、
前記組成の銅合金鋳塊を得る溶解鑄造工程と、
前記銅合金鋳塊を850℃以上の温度で加熱し、押出し加工して素管を得る熱間押出工程と、
前記熱間押出工程後の素管を急冷する急冷工程と、
得られた素管を、断面収縮率10%以上70%以下の条件で引き抜き加工を行う冷間引抜工程と、
前記冷間引抜工程後の素管を400℃以上600℃以下の温度範囲で1時間以上10時間以下保持する条件で熱処理を行う熱処理工程と、

を備えていることを特徴とする銅合金製バックリングチューブの製造方法。

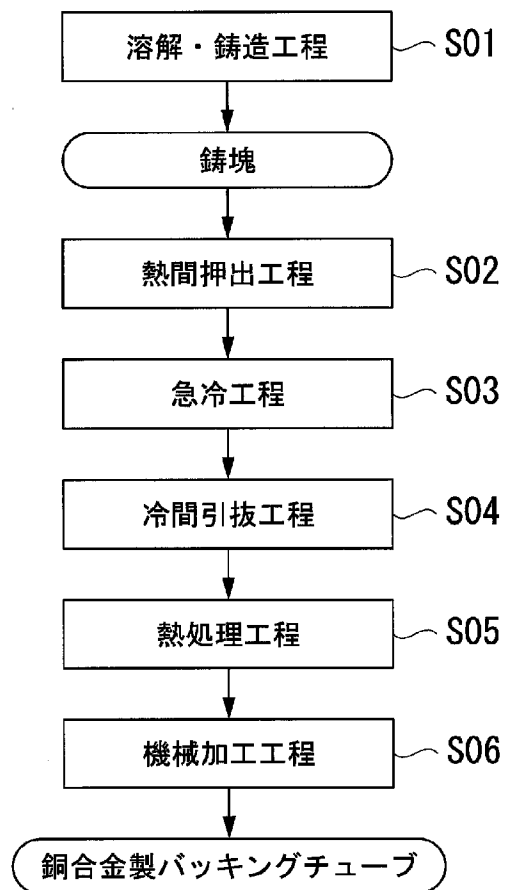
[図1]



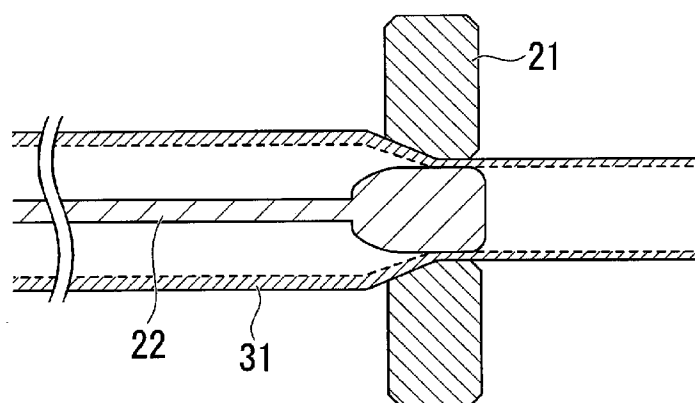
[図2]



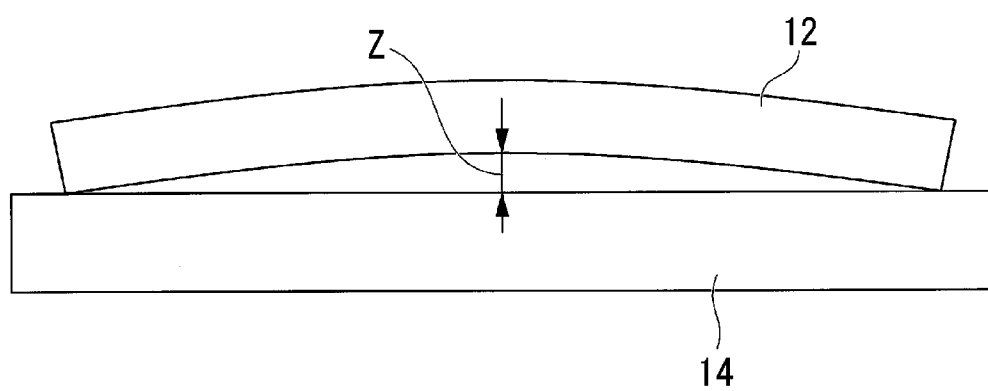
[図3]



[図4]



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/014815

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C14/34(2006.01)i, C22C9/02(2006.01)i, C22C9/04(2006.01)i, C22C9/06(2006.01)i, C22F1/08(2006.01)i, C22F1/00(2006.01)n

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, C22C9/02, C22C9/04, C22C9/06, C22F1/08, C22F1/00

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	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

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.
A	JP 2016-037610 A (Mitsubishi Materials Corp.), 22 March 2016 (22.03.2016), claims 1 to 4; paragraph [0017] (Family: none)	1-3
A	JP 2016-050358 A (Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.), 11 April 2016 (11.04.2016), claims 1 to 5; paragraph [0026] (Family: none)	1-3
A	WO 2015/087788 A1 (Mitsubishi Materials Corp.), 18 June 2015 (18.06.2015), claims 1 to 6; paragraphs [0009], [0017] & CN 105593398 A	1-3

☒ 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
09 June 2017 (09.06.17)

Date of mailing of the international search report
20 June 2017 (20.06.17)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/014815

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2013/047199 A1 (JX Nippon Mining & Metals Corp.), 04 April 2013 (04.04.2013), claims 1 to 5; paragraphs [0011] to [0017] & US 2014/0318953 A1 claims 1 to 5; paragraphs [0020] to [0029] & EP 2733235 A1 & CN 103827349 A	1-3
A	JP 2009-541594 A (N.V. Bekaert S.A.), 26 November 2009 (26.11.2009), paragraphs [0006] to [0009] & US 2009/0205955 A1 paragraphs [0006] to [0015] & WO 2008/000575 A1 & EP 2032736 A1 & CN 101479399 A	1-3
A	US 2011/0220489 A1 (APPLIED MATERIALS, INC.), 15 September 2011 (15.09.2011), paragraphs [0058], [0059] & WO 2011/110410 A1 & EP 2365515 A1	1-3
A	JP 10-168532 A (Dowa Mining Co., Ltd.), 23 June 1998 (23.06.1998), claims 1 to 3; paragraphs [0010] to [0014] (Family: none)	1-3
A	WO 2004/079026 A1 (Sambo Copper Alloy Co., Ltd.), 16 September 2004 (16.09.2004), claims 1 to 13; page 6, line 20 to page 9, line 21; page 13, line 20 to page 16, line 9; tables 1 to 3 & US 2006/0260721 A1 claims 1 to 13; paragraphs [0017] to [0021], [0031] to [0048]; tables 1 to 3 & EP 1630240 A1	1-3

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, C22C9/02(2006.01)i, C22C9/04(2006.01)i, C22C9/06(2006.01)i,
C22F1/08(2006.01)i, C22F1/00(2006.01)n

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, C22C9/02, C22C9/04, C22C9/06, C22F1/08, C22F1/00

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	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017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 請求項の番号
A	JP 2016-037610 A (三菱マテリアル株式会社) 2016.03.22, 請求項 1-4, 段落[0017] (ファミリーなし)	1-3
A	JP 2016-050358 A (住友金属鉱山株式会社) 2016.04.11, 請求項 1-5, 段落[0026] (ファミリーなし)	1-3
A	WO 2015/087788 A1 (三菱マテリアル株式会社) 2015.06.18, 請求の 範囲 1-6, 段落[0009], [0017] & CN 105593398 A	1-3

☑ 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

09.06.2017

国際調査報告の発送日

20.06.2017

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

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)

森坂 英昭

4 G

4760

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 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	WO 2013/047199 A1 (J X 日 鉱 日 石 金 属 株 式 有 限 公 司) 2013.04.04, 請求 の範囲 1-5, 段落[0011]-[0017] & US 2014/0318953 A1, 請求項 1-5, 段落[0020]-[0029] & EP 2733235 A1 & CN 103827349 A	1-3
A	JP 2009-541594 A (ナ ム ロ ー ゼ ・ フ ェ ン ノ ー ト シ ャ ッ プ ・ ベ ー カ ー ト ・ ソ シ エ テ ・ ア ノ ニ ム) 2009.11.26, 段落[0006]-[0009] & US 2009/0205955 A1, 段落[0006]-[0015] & WO 2008/000575 A1 & EP 2032736 A1 & CN 101479399 A	1-3
A	US 2011/0220489 A1 (APPLIED MATERIALS, INC.) 2011.09.15, 段落 [0058], [0059] & WO 2011/110410 A1 & EP 2365515 A1	1-3
A	JP 10-168532 A (同 和 鉱 業 株 式 有 限 公 司) 1998.06.23, 請求項 1-3, 段落 [0010]-[0014] (ファ ミ リ ー な し)	1-3
A	WO 2004/079026 A1 (三 宝 伸 銅 工 業 株 式 有 限 公 司) 2004.09.16, 請求の範 囲 1-13, 第 6 頁 第 20 行 - 第 9 頁 第 21 行, 第 13 頁 第 20 行 - 第 16 頁 第 9 行, 表 1-3 & US 2006/0260721 A1, 請求項 1-13, 段落 [0017]-[0021], [0031]-[0048], 表 1-3 & EP 1630240 A1	1-3