



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105074046 A

(43) 申请公布日 2015. 11. 18

(21) 申请号 201480010227. 2

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2014. 02. 20

G23C 14/34(2006. 01)

(30) 优先权数据

C04B 35/00(2006. 01)

2013-035575 2013. 02. 26 JP

G23C 14/08(2006. 01)

2014-023246 2014. 02. 10 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2015. 08. 24

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2014/054004 2014. 02. 20

(87) PCT国际申请的公布数据

W02014/132872 JA 2014. 09. 04

(71) 申请人 三菱综合材料株式会社

地址 日本东京

(72) 发明人 梅本启太 张守斌

(74) 专利代理机构 北京德琦知识产权代理有限公司

公司 11018

代理人 康泉 王珍仙

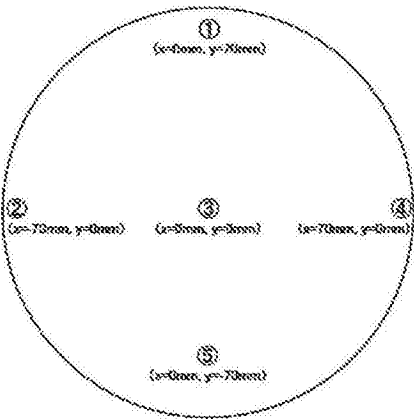
权利要求书1页 说明书15页 附图3页

(54) 发明名称

氧化铌溅射靶、其制造方法及氧化铌膜

(57) 摘要

本发明提供一种可直流(DC)溅射的氧化铌溅射靶及制造方法。本发明的氧化铌溅射靶为氧化铌烧结体,其特征为在所述烧结体的厚度方向的整个区域,比电阻为 $0.001 \sim 0.05 \Omega \cdot \text{cm}$ 。



1. 一种氧化铌溅射靶, 其为氧化铌烧结体, 其特征在于,
在所述氧化铌烧结体的厚度方向的整个区域, 比电阻为 $0.001 \sim 0.05 \Omega \cdot \text{cm}$ 。
2. 根据权利要求 1 所述的氧化铌溅射靶, 其特征在于,
所述氧化铌烧结体中的氧化铌晶粒的平均结晶粒径为 $100 \mu\text{m}$ 以下。
3. 根据权利要求 1 或 2 所述的氧化铌溅射靶, 其特征在于,
所述氧化铌烧结体的靶厚度方向的比电阻的最大差为 $0.02 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下, 且溅射面内的比电阻的最大差为 $0.02 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下。
4. 根据权利要求 1 ~ 3 中任一项所述的氧化铌溅射靶, 其特征在于,
所述氧化铌烧结体由满足化学式 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 的氧化铌构成, 其中, $x = 0.005 \sim 0.1$ 。
5. 根据权利要求 1 ~ 4 中任一项所述的氧化铌溅射靶, 其特征在于,
所述氧化铌烧结体通过使用满足化学式 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 的氧化铌粉末进行烧结而得到, 其中,
 $x = 0.005 \sim 0.1$ 。
6. 根据权利要求 1 ~ 5 中任一项所述的氧化铌溅射靶, 其特征在于,
在所述氧化铌烧结体的基体中, 均匀分布有 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相。
7. 一种氧化铌溅射靶的制造方法, 其特征在于, 具有:
还原工序, 对氧化铌粉末进行还原处理来获得氧缺损氧化铌粉末;
混合工序, 为了根据需要降低所获得的氧缺损氧化铌粉末的含氧量偏差, 对氧缺损氧化铌粉末进行混合; 及烧结工序, 在非氧化气氛下烧结所获得的氧缺损氧化铌粉末来获得烧结体。
8. 根据权利要求 7 所述的氧化铌溅射靶的制造方法, 其特征在于,
在所述还原工序中, 将对氧化铌粉末在还原气氛下以 500°C 以上的温度进行热处理, 生成满足化学式 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 的氧缺损状态的氧化铌粉末, 其中, $x = 0.005 \sim 0.1$ 。
9. 根据权利要求 7 或 8 所述的氧化铌溅射靶的制造方法, 其特征在于,
在所述烧结工序前, 具有降低所述已获得的氧缺损氧化铌粉末的含氧量偏差的混合工序。
10. 根据权利要求 7 ~ 9 中任一项所述的氧化铌溅射靶的制造方法, 其特征在于,
所述氧缺损氧化铌粉末的结晶粒径为 $100 \mu\text{m}$ 以下。
11. 一种氧化铌膜, 其特征在于,
所述氧化铌膜使用权利要求 1 ~ 6 中任一项所述的氧化铌溅射靶溅射成膜。

氧化铌溅射靶、其制造方法及氧化铌膜

技术领域

[0001] 本发明涉及一种由直流 (DC) 溅射对具有高折射率的氧化铌膜进行成膜时所适用的氧化铌溅射靶、其制造方法、及使用氧化铌溅射靶成膜的氧化铌膜。

[0002] 本申请主张基于 2013 年 2 月 26 日于日本申请的专利申请 2013-035575 号及 2014 年 2 月 10 日于日本申请的专利申请 2014-23246 号的优先权,并将其内容援用于此。

背景技术

[0003] 近年来,从节能、资源的有效利用或环境污染的防止等面来看,直接将太阳光转换成电能的太阳能电池受到关注并进行开发。在此,作为光电转换材料,已知有不使用硅,而使用由有机色素敏化的氧化物半导体的太阳能电池。在光电转换材料用氧化物半导体中,使用吸附有光谱敏化色素的金属氧化物半导体,作为该金属氧化物,例如已知使用氧化铌(例如参考专利文献 1 ~ 3)。

[0004] 另一方面,作为氧化铌膜的光学应用,除了薄膜太阳能电池,还涉及从单层的热反射玻璃或防反射膜开始,进一步以特定波长的光选择性地反射或透射的光谱特性优异的方式设计的多层膜系的防反射涂层、增反射涂层、干涉滤光片、偏光膜等多个领域。并且,还研究通过在多层膜的一部分上夹住透明导电膜或金属、导电性陶瓷等具有导电性或热反射等各种功能的膜,来作为具有抗静电或热反射、切断电磁波等功能的多层膜。

[0005] 在形成该氧化铌膜时,在薄膜太阳能电池、平板显示器等的制造中,需要大面积基板的情况较多,使用溅射成膜法。而且,在溅射成膜法中,也尤其利用直流放电的 DC 溅射法最适合大面积的成膜。然而,通过 DC 溅射法对高折射率的氧化铌膜进行成膜时,使用将具有导电性的金属铌溅射靶在含氧的气氛下溅射的反应性溅射。但是,由该方法获得的薄膜的成膜速度极慢,因此存在生产率差,成本高之类的制造上的大问题。

[0006] 因此,提出有将市售的高纯度的 Nb_2O_5 粉末填充于碳制的热压用模具内,在氩气气氛中,在 $1100^\circ\text{C} \sim 1400^\circ\text{C}$ 范围的温度下保持 1 小时,并通过进行热压而获得的烧结体来制造氧化铌溅射靶(例如参考专利文献 4)。该氧化铌溅射靶虽然由氧化铌构成,但由于该氧化铌比化学计量成分稍微氧缺损,因此其比电阻为 $0.45 \Omega \text{ cm}$ 以下,可通过 DC 溅射法进行成膜。

[0007] 并且,由氧化铌烧结体构成的溅射靶在通过热压来制作时,该热压的加压方向仅为单轴方向,且在惰性气体气氛中进行,因此若要获得大面积的成型体,则存在所填充的惰性气体的量增加,制造成本变高的缺点,而且,由于氧化铌烧结体的相对密度低到 90% 左右,在作为溅射靶使用时,存在难以得到稳定的放电,容易发生龟裂或破损,无法长期使用,且生产率下降的问题。

[0008] 作为解决该问题的一例,提出有对 99.9 重量%以上、相对密度为 90% 以上及平均结晶粒径为 $5 \sim 20 \mu\text{m}$ 的氧化铌进行热压的由氧化铌烧结体构成的溅射靶(例如参考专利文献 5)。并且,作为另一例,提出有对还原型氧化物进行等离子喷镀而形成的氧化物溅射靶(例如参考专利文献 6)。这些溅射靶均具有导电性,且表面电阻值较低,因此与一般的反应

性 DC 溅射相比,成膜速度高,适合 DC 溅射。

[0009] 专利文献 1:日本特开 2000-113913 号公报 (A)

[0010] 专利文献 2:日本特开 2003-123853 号公报 (A)

[0011] 专利文献 3:日本特开 2010-271720 号公报 (A)

[0012] 专利文献 4:日本特开 2005-256175 号公报 (A)

[0013] 专利文献 5:日本特开 2002-338354 号公报 (A)

[0014] 专利文献 6:日本特开 2003-98340 号公报 (A)

[0015] 然而,在上述专利文献 4 中提出的氧化铌溅射靶中,由于使用无氧缺损的氧化铌 (Nb_2O_5) 原料粉直接进行热压,因此烧结体的表面部分被还原而成为氧缺损状态的氧化铌 ($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$),但还原反应没有进行至靶内部,在靶内部有可能残留有未被还原的氧化铌 (Nb_2O_5)。

[0016] 例如想要制造尺寸为直径超过 100mm、厚度超过 5mm 的溅射靶时,虽然靶表面部分被还原,但随着进入靶的内部,残留有未还原的无导电性的氧化铌 (Nb_2O_5)。若用该溅射靶进行溅射,则在表面部分的还原部上可进行 DC 溅射。但是,若随着溅射的进行,向靶内部挖进,则由于无导电性的未还原部露出于表面,存在导致 DC 溅射停止的问题。

[0017] 并且,在上述专利文献 5 中提出的溅射靶中,由于经过原料粉的预烧工序、正式烧成、还原气氛下的热等静压成型 (HIP) 工序的 3 阶段而制造,因此缺乏量产性。而且,由于在获得已烧结的密度变高的烧结体后,进行还原处理,因此与上述专利文献 4 的情况相同,在靶内部有可能残留有未还原部。

[0018] 并且,在上述专利文献 6 中提出的还原型氧化物溅射靶的制造方法中,由于通过喷镀法形成还原型氧化物,从而预先实施还原处理,因此靶内部的比电阻较低,但在通过喷镀法的溅射靶中,一般得不到高密度且高品质的靶。而且,在制造超过 5mm 厚的溅射靶时,由于在厚度方向上产生应力等的不均,因此存在无法进行稳定的 DC 溅射的问题。

发明内容

[0019] 因此,本发明的目的在于提供一种遍及溅射靶的厚度方向(腐蚀深度方向)由氧缺损状态的氧化铌 ($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$) 构成,在厚度方向的整个区域中靶比电阻较低,且可始终进行稳定的 DC 溅射,并能够提高成膜速率的氧化铌溅射靶及其制造方法。

[0020] 本发明人等着眼于在上述各专利文献中提出的氧化铌溅射靶中,其靶的比电阻在靶表面部较低,越向靶内部比电阻越高这一点,明确了作为即使在靶内部也降低该比电阻且使其变化均匀的靶,预先对氧化铌粉末实施还原处理,生成氧缺损状态的氧化铌 ($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$),并通过将其作为原料粉末进行烧结,获得在厚度方向的整个区域中靶比电阻较低,且可始终进行稳定的 DC 溅射的氧化铌溅射靶。

[0021] 因此,在还原性气氛下对市售的氧化铌粉末 (Nb_2O_5 粉末) 实施还原处理(例如在碳制的坩埚中进行高温烧成处理,或在含有氢、一氧化碳等的还原性气体中进行热处理),制作氧缺损状态的氧化铌粉末 ($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末),将所获得的 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末作为原料粉,对该原料粉按照规定的烧结条件进行烧结,获得氧化铌 ($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$) 的烧结体。将其烧结体机械加工成规定形状并制作氧化铌溅射靶的结果,确认到在靶厚度方向的整个区域,能够降低靶比电阻,在使用该氧化铌溅射靶的氧化铌膜的成膜中,可始终进行稳定的 DC 溅射。而且,还明

确了对氧化铌粉末 (Nb_2O_5 粉末) 进行还原处理时, 能够生成导电性高的氧化铌 ($\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$)。并且, 得到如下见解: 在对含有该氧化铌 ($\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$) 的氧化铌粉末进行烧结而获得的烧结体中, 也分散分布有该 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相, 该相的存在有助于靶比电阻的更进一步的降低。

[0022] 因此, 本发明是由上述见解而获得的, 为了解决所述课题, 采用以下构成。

[0023] (1) 本发明的氧化铌溅射靶为氧化铌烧结体, 其中, 在所述氧化铌烧结体的厚度方向的整个区域, 比电阻为 $0.001 \sim 0.05 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0024] (2) 所述 (1) 的氧化铌溅射靶, 其中, 所述氧化铌烧结体中的氧化铌晶粒的平均结晶粒径为 $100 \mu\text{m}$ 以下。

[0025] (3) 所述 (1) 或 (2) 的氧化铌溅射靶, 其中, 所述氧化铌烧结体的靶厚度方向的比电阻的最大差为 $0.02 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下, 且溅射面内的比电阻的最大差为 $0.02 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下。

[0026] (4) 所述 (1) ~ (3) 中任一项的氧化铌溅射靶, 其中, 所述氧化铌烧结体由满足化学式: $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ (其中, $x = 0.005 \sim 0.1$) 的氧化铌构成。

[0027] (5) 所述 (1) ~ (4) 中任一项的氧化铌溅射靶, 其中, 所述氧化铌烧结体通过使用满足化学式: $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ (其中, $x = 0.005 \sim 0.1$) 的氧化铌粉末进行烧结而得到。

[0028] (6) 在所述 (1) ~ (5) 中任一项的氧化铌溅射靶, 其中, 所述氧化铌烧结体的基体中, 均匀分布有 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相。

[0029] (7) 本发明的氧化铌溅射靶的制造方法, 具有: 还原工序, 对氧化铌粉末进行还原处理来获得氧缺损氧化铌粉末; 及烧结工序, 在非氧化气氛下烧结所获得的氧缺损氧化铌粉末来获得烧结体。

[0030] (8) 所述 (7) 的氧化铌溅射靶的制造方法, 其中, 在所述还原工序中, 将对氧化铌粉末在还原气氛下以 500°C 以上的温度进行热处理, 生成满足化学式: $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ (其中, $x = 0.005 \sim 0.1$) 的氧缺损状态的氧化铌粉末。

[0031] (9) 所述 (7) 或 (8) 的氧化铌溅射靶的制造方法, 其中, 在所述烧结工序前, 具有降低所述已获得的氧缺损氧化铌粉末的含氧量偏差的混合工序。

[0032] (10) 所述 (7) ~ (9) 中任一项的氧化铌溅射靶的制造方法, 其中, 所述氧缺损氧化铌粉末的结晶粒径为 $100 \mu\text{m}$ 以下。

[0033] (11) 本发明的氧化铌膜, 使用所述 (1) ~ (6) 中任一项中所记载的氧化铌溅射靶溅射成膜。

[0034] 在本发明中, 氧化铌溅射靶由烧结氧缺损状态的氧化铌的烧结体构成。一般的氧化铌 (Nb_2O_5) 不显示导电性, 但若对该氧化铌粉末实施还原处理, 则生成氧缺损状态的氧化铌 ($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$) 粉末, 其显示导电性。通过调整该氧缺损量 x , 氧化铌粉末的比电阻发生变化。因此, 若将氧缺损状态的氧化铌 ($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$) 粉末作为原料进行烧结, 则所获得的烧结体在该烧结体的厚度方向的整个区域中显示较低的比电阻。使用该烧结体的氧化铌溅射靶对氧化铌膜进行成膜时, 为了进行直流 (DC) 溅射, 优选其比电阻为 $0.05 \sim 0.001 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

[0035] 在本发明的氧化铌溅射靶中, 氧化铌烧结体中的氧化铌晶粒的平均结晶粒径为 $100 \mu\text{m}$ 以下。若该平均结晶粒径较大, 则在溅射时频繁发生异常放电, 无法进行稳定的 DC 溅射, 因此将其平均结晶粒径设为 $100 \mu\text{m}$ 以下。

[0036] 另外, 为了改善使用氧化铌溅射靶进行溅射而形成的氧化铌膜的特性, 作为靶成分能够在本发明的氧化铌溅射靶中, 添加 Cr、Ce、Zr、Hf、Y、Mo、W、Si、Al、B 等。

[0037] 本发明的氧化铌溅射靶的制造方法,具有还原处理氧化铌粉末而获得氧缺损状态的氧化铌粉末的还原工序、以及将对所获得的氧缺损状态的氧化铌粉末在非氧化气氛中进行烧结而获得烧结体的烧结工序。

[0038] 在该还原处理工序中,例如将市售的氧化铌粉末(Nb_2O_5 粉末)添加到碳制的坩埚中,在规定的还原条件,即在真空中或惰性气体中,以 $500 \sim 1100^\circ\text{C}$ 的温度加热 $3 \sim 5$ 小时并进行还原处理,制作氧缺损状态的氧化铌($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$)粉末。在该还原处理中,为了进行化学式: $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ (其中, $x = 0.005 \sim 0.1$)为止的还原处理,优选氧化铌粉末(Nb_2O_5 粉末)的粒径为 $2 \sim 25 \mu\text{m}$ 。对于所获得的还原粉末,为了根据需要降低氧缺损氧化铌粉末的含氧量偏差,在干式球磨机装置中,以 $80 \sim 120\text{rpm}$ 的转速混合 $1 \sim 3$ 小时。然后,将对所获得的 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末通过孔径为 $32 \sim 600 \mu\text{m}$ 的筛进行分级,以使平均粒径成为 $100 \mu\text{m}$ 以下。

[0039] 并且,在之后的烧结工序中,将在还原工序中所获得的 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末作为原料粉,将该原料粉填充于模具内,在规定的烧结条件,即对真空槽内进行排气直到 $10^{-2}\text{Torr}(1.3\text{Pa})$ 的到达真空压力为止后,在 $800 \sim 1300^\circ\text{C}$ 的温度下保持 $2 \sim 3$ 小时,在 $20 \sim 60\text{MPa}$ 的压力下进行烧结,由此制作氧缺损状态的氧化铌($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$)的烧结体。并且,将该烧结体机械加工成规定形状,制作氧化铌溅射靶。

[0040] 另外,烧结时,均可使用热压(HP)、热等静压成型法(HIP法)或还原气氛下的常压烧结。

[0041] 本发明的氧化铌膜使用上述本发明的氧化铌溅射靶溅射成膜。

[0042] 如上所述,根据本发明,由于氧化铌溅射靶的烧结体通过烧结氧缺损状态的氧化铌($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$)而获得,因此在靶的厚度方向(腐蚀深度方向)的整个区域,由氧缺损状态的氧化铌($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$)构成,而且,由于分散有导电性较高的 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相,因此能够在厚度方向的整个区域中降低靶比电阻,且由于在靶内比电阻均匀,因此不仅可始终进行稳定的DC溅射,而且通过降低靶比电阻,能够提高溅射的成膜速率,有助于提高生产率。

附图说明

[0043] 图1为说明溅射靶的溅射面内方向的比电阻测定的图。

[0044] 图2为对本发明所涉及的氧化铌溅射靶的一具体例,通过EPMA测定溅射靶的组织各元素的元素分布影像。

[0045] 图3为表示对本发明所涉及的氧化铌溅射靶的一具体例,通过X射线衍射(XRD)进行的分析结果的图。

[0046] 图4为表示对以往技术的氧化铌溅射靶的一具体例,通过X射线衍射(XRD)进行的分析结果的图。

具体实施方式

[0047] 接下来,对本发明的氧化铌溅射靶及其制造方法,通过以下实施例进行具体说明。

[0048] [第1实施例]

[0049] <还原处理>

[0050] 在烧结市售的氧化铌粉末(Nb_2O_5 粉末)前,实施还原处理,制作氧缺损状态的氧化铌粉末($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末)。

[0051] 首先,将市售的氧化铌粉末(Nb_2O_5 粉末)添加到碳制的坩埚中,按照表1中所示的还原条件,在真空中,以 $500 \sim 1100^\circ\text{C}$ 的温度,加热 $3 \sim 5$ 小时并进行还原处理。其次,将由该还原处理而成为氧缺损状态的氧化铌粉末($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末)与氧化锆球添加到塑胶容器(聚乙烯制瓶)中,在干式球磨机装置中,以 $80 \sim 120\text{rpm}$ 的转速混合 $1 \sim 3$ 小时。然后,将所获得的 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末通过孔径为 $32 \sim 600 \mu\text{m}$ 的筛进行分级,以使平均粒径成为 $100 \mu\text{m}$ 以下。

[0052] <靶的制造>

[0053] 将如此获得的 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末作为原料粉,将该原料粉填充于模具内,按照表2中所示的烧结方法及烧结条件,将对真空槽内进行排气直到 $10^{-2}\text{Torr}(1.3\text{Pa})$ 的到达真空压力为止后,在 $900 \sim 1200^\circ\text{C}$ 的温度下保持 $2 \sim 3$ 小时,在 $15 \sim 50\text{MPa}$ 的压力下进行热压(HP),由此制作氧化铌($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$)的烧结体。并且,将对该烧结体进行机械加工,制作具有直径 152.4mm 的实施例1、4、7、9的氧化铌溅射靶。

[0054] 并且,将所获得的 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末作为原料粉,在 $800 \sim 1200^\circ\text{C}$ 的温度下保持 $2 \sim 3$ 小时,在 $35 \sim 60\text{MPa}$ 的压力下进行热等静压成型(HIP),由此获得氧化铌($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$)的烧结体,并制作实施例2、3、5、8的氧化铌溅射靶。而且,将所获得的 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末作为原料粉,在 1200°C 的温度下保持5小时,在还原气氛下常压烧结,由此获得氧化铌($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$)的烧结体,并制作实施例6的氧化铌溅射靶。

[0055] [比较例]

[0056] 为了与实施例的氧化铌溅射靶进行比较,准备比较例1~3的氧化铌溅射靶。在比较例1及2中,烧结市售的铌氧化物粉末(Nb_2O_5 粉末),制造氧化铌溅射靶,在比较例1中,以热压进行烧结,在比较例2中,以热等静压成型法进行烧结。并且,在比较例3中,将市售的氧化铌粉末(Nb_2O_5 粉末)在碳制的坩埚内以 300°C 的温度加热5小时并进行还原处理,将对所获得的氧化铌粉末($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末)进行热压而制作烧结体。

[0057] [表1]

[0058]

	原料粉还原条件		还原粉	
	温度 (°C)	时间 (h)	氧缺损 Nb ₂ O _{5-x}	Nb ₁₂ O ₂₉ 相的 有无 (XRD)
实施例1	900	5	x=0.05	有
实施例2	600	2	x=0.05	有
实施例3	1000	3	x=0.06	有
实施例4	1000	5	x=0.07	有
实施例5	700	4	x=0.04	有
实施例6	1100	4	x=0.09	有
实施例7	800	5	x=0.05	有
实施例8	1100	3	x=0.07	有
实施例9	500	5	x=0.01	有
比较例1	无		x=0	无
比较例2	无		x=0	无
比较例3	300	5	x=0.003	无

[0059] [表 2]

[0060]

	烧结条件				烧结体	
	烧结方法	温度 (°C)	时间 (h)	压力 (Mpa)	氧缺损 Nb ₂ O _{5-x}	Nb ₁₂ O ₂₉ 相的 有无 (XRD)
实施例1	热压	900	2	20	x=0.06	有
实施例2	热等静压成型	1100	3	60	x=0.08	有
实施例3	热等静压成型	1200	3	50	x=0.09	有
实施例4	热压	1200	4	30	x=0.08	有
实施例5	热等静压成型	1000	2	35	x=0.07	有
实施例6	常压烧结 (还原气氛)	1200	5	-	x=0.09	有
实施例7	热压	900	3	30	x=0.06	有
实施例8	热等静压成型	800	2	50	x=0.07	有
实施例9	热压	1000	2	25	x=0.04	有
比较例1	热压	1200	2	20	x=0.004	无
比较例2	热等静压成型	1100	4	40	x=0.002	无
比较例3	热压	1200	2	25	x=0.004	无

[0061] <氧缺损量的测定>

[0062] 对实施例 1 ~ 9 及比较例 1 ~ 3, 用以下的步骤测定还原处理后的氧化铌粉末(还原粉)中的氧缺损量。

[0063] (步骤 1) 将对所获得的还原粉以 100℃ 进行 1 小时的加热, 并进行干燥。

[0064] (步骤 2) 称量干燥后的粉 1g, 添加到预先热处理而恒重的坩埚内。

[0065] 将干燥后的粉的重量设为 a, 将坩埚的重量设为 b。

[0066] (步骤 3) 在电炉中, 以 800℃ 进行 2 小时的加热, 在干燥器内冷却 30 ~ 60 分钟, 进行精确的称重。重复该步骤直至达到恒重为止。将热处理后的坩埚及粉的重量设为 c。

[0067] (步骤 4) 按照以下的计算公式, 算出氧缺损量 x。

[0068] $x = [b/(c-b) \times (\text{Nb 原子量} \times 2 + \text{O 原子量} \times 5) - \text{Nb 原子量} \times 2] / \text{O 原子量}$

[0069] 重复进行 3 次以上步骤 1 ~ 4, 将所获得的氧缺损量 x 的平均值设为氧缺损量。另外, 该氧缺损量 x 表示经还原处理的氧化铌粉末中的缺损的氧的总量, 以化学式: $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 表示氧缺损氧化铌。

[0070] 以上结果示于表 1 的“还原粉氧缺损”栏中。

[0071] 另外, 对实施例 1 ~ 9 及比较例 1 ~ 3 的氧化铌溅射靶, 进行氧缺损量测定。用以下的步骤进行测定。

[0072] 在对溅射靶的氧缺损进行测定时, 在玛瑙乳钵中粉碎所获得的烧结体, 与上述步骤相同的方式处理所获得的粉, 通过上述计算公式求出氧缺损量 x。

[0073] 以上结果示于表 2 的“烧结体氧缺损”栏中。

[0074] 接下来, 对实施例 1 ~ 9 及比较例 1 ~ 3 的氧化铌还原粉末及溅射靶, 进行 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的有无评价。

[0075] <通过 EPMA 图像的 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的观察>

[0076] 对本发明所涉及的氧化铌溅射靶的一例, 由 EPMA (场发射电子探针显微分析仪) 获得的元素分布影像示于图 2。从图中的 3 张照片中能够观察组成影像 (COMP 影像)、Nb、O 的分布情况。

[0077] 另外, EPMA 的元素分布影像原本为彩色影像, 但在图 2 的照片中, 转换成黑白影像显示, 因此在该照片中, 越白则表示该元素的浓度越高。具体而言, 在有关 Nb 及 O 的分布影像中, 观察到白色部分分布均匀, 且存在氧化铌, 但在 COMP 影像的分布影像中, 在显示灰色的氧化铌的基体中, 能够观察到 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相分散分布的情况。

[0078] <通过 XRD 的 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的有无评价>

[0079] XRD 测定条件

[0080] 试料的准备: 在玛瑙乳钵中粉碎所获得的烧结体, 将其当作测定试料。

[0081] 装置: 理学电气公司制 (RINT-Ultima/PC)

[0082] 管球: Cu

[0083] 管电压: 40kV

[0084] 管电流: 40mA

[0085] 扫描范围 (2θ): $5^\circ \sim 80^\circ$

[0086] 狭缝尺寸: 发散 (DS) $2/3$ 度, 散射 (SS) $2/3$ 度, 受光 (RS) 0.05mm

[0087] 测定步距宽度: 在 2θ 时为 0.04 度

[0088] 扫描速度: 每分钟 4 度

[0089] 试料台旋转速度 :30rpm

[0090] 在通过上述测定所获得的 XRD 图型的峰值中,当检测出归属于来自 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的 (400) 面、(1400) 的峰值的峰值时设为“有”,当没有检测出时设为“无”。

[0091] 对本发明所涉及的氧化铌溅射靶的一例,将 XRD 分析结果的图表示于图 3。根据该图,可以看出检测出归属于来自 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的 (400) 面、(1400) 的峰值的峰值。另一方面,对以往技术(比较例)的氧化铌溅射靶的一例,将 XRD 分析结果的图表示于图 4,但没有检测出来自 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的峰值。

[0092] 另外,对于 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的归属,参考了以下论文中所记载的 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 。[Norin, R. Acta Chem. Scand., Vol. 17, P1391 (1963)]

[0093] 有关实施例 1 ~ 9 及比较例 1 ~ 3 的氧化铌还原粉末的评价结果,示于表 1 的“ $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的有无”栏中,并且有关溅射靶的评价结果,示于表 2 的“ $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相 (XRD) 的有无”栏中。

[0094] <比电阻的测定>

[0095] 对所获得的实施例 1 ~ 9 及比较例 1 ~ 3 的氧化铌溅射靶,从其加工面(表面),对烧结体的厚度方向(对应于腐蚀深度)的整个区域,通过电阻测定装置测定比电阻。在此,以前述的制造方法制作直径 152.4mm × 厚度 10mm 的氧化铌溅射靶,在腐蚀深度方向上,从表面(0mm)削到 2mm、4mm、5mm、6mm、8mm 为止,测定此处的比电阻。以上结果示于表 3 中。另外,在比较例 1 ~ 3 中,由于超出范围,因此设为“测定范围外”,之后由于没有测定,因此以“-”表示。

[0096] 并且,在表面(0mm)中,测定如图 1 所示的靶溅射面内的 5 处的比电阻。对于溅射面内方向,算出各测定点的最大差(最高值与最低值的差)。以上结果示于表 4 中。另外,于比较例 1 ~ 3 中,由于超出范围,因此设为“测定范围外”,之后由于没有测定,因此以“-”表示。

[0097] 作为该电阻测定装置,使用 Mitsubishi Chemical Corporation 制的低电阻率计(Loresta-GP),以四探针法进行比电阻($\Omega \cdot \text{cm}$)的测定。测定时的温度为 $23 \pm 5^\circ\text{C}$,在湿度为 $50 \pm 20\%$ 进行测定。

[0098] [表 3]

[0099]

	靶比电阻 ($\Omega \cdot \text{cm}$)						
	深度 0mm	深度 2mm	深度 4mm	深度 5mm	深度 6mm	深度 8mm	最大差
实施例1	0.0086	0.0089	0.0081	0.0078	0.0085	0.0079	0.0011
实施例2	0.0091	0.0093	0.0098	0.0088	0.0094	0.0091	0.001
实施例3	0.0034	0.0038	0.0036	0.0038	0.0037	0.0035	0.0004
实施例4	0.0025	0.0021	0.0022	0.0027	0.0021	0.0023	0.0006
实施例5	0.0075	0.0077	0.0069	0.0076	0.0075	0.0073	0.0008
实施例6	0.0063	0.006	0.0061	0.0065	0.0069	0.0061	0.0009
实施例7	0.0017	0.0019	0.0021	0.0018	0.0019	0.0014	0.0007
实施例8	0.023	0.027	0.023	0.026	0.021	0.028	0.007
实施例9	0.013	0.015	0.01	0.013	0.019	0.012	0.009
比较例1	0.25	0.24	测定范围 外	-	-	-	-
比较例2	0.67	0.65	测定范围 外	-	-	-	-
比较例3	0.12	0.11	0.14	测定范围 外	-	-	-

[0100] [表 4]

[0101]

	腐蚀深度0mm上的面内比电阻值 ($\Omega \cdot \text{cm}$)					
	①	②	③	④	⑤	① ~ ⑤的 最大差
实施例1	0.0089	0.0075	0.0086	0.0092	0.0069	0.0023
实施例2	0.0081	0.0096	0.0091	0.0106	0.0093	0.0025
实施例3	0.0047	0.0041	0.0034	0.0031	0.0029	0.0018
实施例4	0.0021	0.0019	0.0025	0.0032	0.0026	0.0013
实施例5	0.0065	0.0077	0.0075	0.0091	0.0064	0.0027
实施例6	0.0061	0.0071	0.0063	0.0068	0.0069	0.001
实施例7	0.0012	0.0019	0.0017	0.0026	0.0019	0.0014
实施例8	0.029	0.032	0.023	0.04	0.025	0.017
实施例9	0.019	0.021	0.013	0.015	0.011	0.01
比较例1	0.21	0.29	0.25	0.22	0.23	0.08
比较例2	0.69	0.61	0.67	0.65	0.63	0.08
比较例3	0.14	0.16	0.12	0.13	0.19	0.07

[0102] <成膜速率的测定>

[0103] 使用所获得的实施例 1 ~ 9 及比较例 1 ~ 3 的氧化铌溅射靶,实施通过溅射的氧化铌膜的成膜,并测定成膜速率。

[0104] 在溅射时,在 DC 电源、靶 - 基板间距离 $TS = 70\text{mm}$,所使用的气体 Ar,气压 0.67Pa ,气体流量固定在 50sccm 的条件下,将铌氧化物膜成膜在基板上。测量该成膜的氧化铌膜的厚度,算出成膜速率 (nm/sec)。

[0105] 以上结果示于表 5 的“溅射特性”栏中。

[0106] <可否进行 DC 溅射的评价>

[0107] 对所获得的实施例 1 ~ 9 及比较例 1 ~ 3 的氧化铌溅射靶,为了评价可否进行 DC 溅射,以前述的制造方法制作直径 $152.4\text{mm} \times$ 厚度 10mm 的氧化铌溅射靶。

[0108] 使用在此获得的氧化铌溅射靶,在靶 - 基板间的距离 $TS = 70\text{mm}$,所使用的气体 Ar,气压 0.67Pa ,气体流量为 50sccm 的条件下,通过 DC 电源进行连续放电。并且,从氧化铌溅射靶的表面部 (0mm) 至腐蚀部 (厚度方向中,因溅射而削掉的部分) 为止的、腐蚀深度成为 2mm 、 4mm 、 5mm 、 6mm 、 8mm 为止进行 DC 溅射。

[0109] 在各腐蚀深度中,将可继续进行 DC 溅射的情况设为“○”,将不发生放电,并且异常放电频繁发生,无法适用 DC 溅射的情况设为“×”。另外,对于无法进行 DC 溅射的情况,标为“-”。其结果示于表 5 的“可否进行 DC 溅射的评价 (腐蚀深度)”栏中。

[0110] [表 5]

[0111]

	溅射特性	可否进行DC溅射的评价(腐蚀深度)					
	成膜速率 (nm/sec)	深度 0mm	深度 2mm	深度 4mm	深度 5mm	深度 6mm	深度 8mm
实施例1	1.3	○	○	○	○	○	○
实施例2	1.4	○	○	○	○	○	○
实施例3	1.6	○	○	○	○	○	○
实施例4	1.7	○	○	○	○	○	○
实施例5	1.6	○	○	○	○	○	○
实施例6	1.5	○	○	○	○	○	○
实施例7	1.2	○	○	○	○	○	○
实施例8	1.5	○	○	○	○	○	○
实施例9	0.8	○	○	○	○	○	○
比较例1	0.5	○	○	×	-	-	-
比较例2	0.4	○	○	×	-	-	-
比较例3	0.7	○	○	○	×	-	-

[0112] 根据以上各表中所示的结果,确认到实施例1~9的氧化铌溅射靶均以氧缺损状态的氧化铌($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$)构成,且分散有导电性较高的 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相,而且,可以看出在靶厚度方向的整个区域,比电阻为 $0.001 \sim 0.05 \Omega \cdot \text{cm}$ 的范围内,且该厚度方向中的比电阻的最大差能够达到 $0.02 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下,并且在靶溅射面内的整个区域,比电阻为 $0.001 \sim 0.05 \Omega \cdot \text{cm}$ 的范围内,且在该靶溅射面的面内比电阻的最大差能够达到 $0.02 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下。因此,可以看出在实施例1~9的氧化铌溅射靶中,在靶厚度方向的整个区域及溅射面内,由于能够均匀地降低靶比电阻,因此不仅可始终进行稳定的DC溅射,而且通过降低靶比电阻,能够提高溅射的成膜速率。

[0113] 另一方面,在比较例1及2的氧化铌溅射靶中,作为原料粉使用市售的铌氧化物粉末(Nb_2O_5 粉末),且没有还原处理而直接进行了烧结,因此其烧结体中,仅在厚度方向的中途为止,生成有烧结时所生成的氧缺损的量少的氧缺损氧化铌($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$),尤其不存在 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相,因此在靶厚度方向的整个区域及溅射面内,无法均匀地降低靶比电阻。并且,在比较例3的氧化铌溅射靶中,将对氧化铌粉末(Nb_2O_5 粉末)进行还原处理的氧缺损氧化铌粉末($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ 粉末)作为原料粉而获得烧结体,但由于还原处理的还原条件,即温度为 300°C ,因此停留在生成氧缺损的量少的氧缺损氧化铌($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$)的状态,尤其不存在 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相,因此在靶厚度方向的整个区域及溅射面内,无法均匀地降低靶比电阻。比较例1~3的氧化铌溅射靶均变得在途中无法进行DC溅射,即使进行DC溅射,成膜速率也得不到提高。

[0114] [第2实施例]

[0115] 在本发明的第2实施例中,制作氧化铌烧结体中的氧化铌晶粒的平均结晶粒径为 $100 \mu\text{m}$ 以下的氧化铌溅射靶。

[0116] 在制作氧化铌溅射靶时,作为例子,使用上述第1实施例中的实施例1的还原粉。如上所述,该还原粉为对氧化铌粉末(Nb_2O_5 粉末)实施还原处理而成为氧缺损状态的氧化

铌粉末 (Nb_2O_5 粉末), 表 6 中示出实施例 10 ~ 14 的还原粉。对实施例 10 ~ 14, 通过与第 1 实施例的情况相同的步骤来测定还原粉的氧缺损量。由上述计算公式求出氧缺损量 x 。其结果示于表 6 的“还原粉氧缺损 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ ”栏中, 由于任何还原粉都使用实施例 1 的还原粉, 因此 $x = 0.05$ 。并且, 还确认 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的有无。

[0117] 接下来, 将该还原粉与氧化锆球添加到塑胶容器 (聚乙烯制瓶) 中, 用于干式球磨机装置, 以 80 ~ 120rpm 的转速混合 1 ~ 3 小时。然后, 将所获得的 Nb_2O_5 粉末通过孔径为 32 ~ 600 μm 的筛进行分级, 以使平均粒径成为 2 ~ 100 μm 。在表 6 的“还原粉平均粒径 (μm)”栏中, 示出实施例 10 ~ 14 的还原粉的平均粒径。

[0118] 将如此获得的还原粉 (Nb_2O_5 粉末) 作为原料粉, 通过与第 1 实施例的情况相同的方式, 将该原料粉填充于模具内, 按照表 7 中所示的烧结方法及烧结条件, 在真空气氛下, 通过在 900 ~ 1200°C 的温度下保持 2 ~ 3 小时, 以 15 ~ 50MPa 的压力进行热压 (HP), 来制作氧化铌 (Nb_2O_5) 的实施例 10 ~ 14 的烧结体。并且, 将对该烧结体进行机械加工, 制作具有直径 152.4mm 的实施例 10 ~ 14 的氧化铌溅射靶。

[0119] 而且, 对实施例 10 ~ 14 的氧化铌溅射靶, 通过与第 1 实施例的情况相同的步骤, 测定氧缺损量。由上述计算公式求出氧缺损量 x 。其结果示于表 7 的“烧结体氧缺损 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ ”栏中。并且, 通过与第 1 实施例的情况相同的方式, 进行 XRD 的 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的有无评价, 并示于表 7 的“烧结体 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的有无”。

[0120] 并且, 对实施例 10 ~ 14 的氧化铌溅射靶, 测定氧化铌结晶粒径。在该测定中, 在各氧化铌溅射靶中的 5 处进行采样, 使用 EBSD (Electron Back Scatter Diffraction Patterns), 通过分析装置 (TSL 公司制 OIM data collection) 获得的分析数据中, 测定各处的结晶粒径。对所获得的各值进行平均, 并作为平均结晶粒径。其结果示于表 7 的“烧结体平均结晶粒径 (μm)”栏中。

[0121] [表 6]

[0122]

	原料粉还原 条件	还原粉		
	实施例号	氧缺损 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$	$\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的 有无 (XRD)	平均粒径 (μm)
实施例10	实施例1	X=0.05	有	0.2
实施例11	实施例1	X=0.05	有	4.3
实施例12	实施例1	X=0.05	有	10.5
实施例13	实施例1	X=0.05	有	50.3
实施例14	实施例1	X=0.05	有	99.3

[0123] [表 7]

[0124]

	烧结条件				烧结体		
	烧结方法	温度 ($^{\circ}\text{C}$)	时间 (h)	压力 (Mpa)	氧缺损 $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$	$\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相的有无 (XRD)	平均结晶 粒径 (μm)
实施例10	热压	900	2	25	X=0.06	有	1.4
实施例11	热等静压成型	1200	3	60	X=0.07	有	8.5
实施例12	常压烧结 (还原气氛)	1100	4	-	X=0.07	有	13.2
实施例13	热等静压成型	1200	3	60	X=0.07	有	52.1
实施例14	热压	900	2	25	X=0.06	有	99.5

[0125] 接下来,对所获得的实施例10~14的氧化铌溅射靶,通过与第1实施例的情况相同的方式,从其加工面(表面),对烧结体的厚度方向(对应于腐蚀深度)的整个区域,通过电阻测定装置来测定比电阻。将以前述的制造方法制作的氧化铌溅射靶,在腐蚀深度方向上,从表面(0mm)削到2mm、4mm、5mm、6mm、8mm为止,测定该处的比电阻。以上的结果示于表8中。而且,对于表面(0mm),测定如图1所示的靶溅射面内的5处的比电阻。对溅射面内方向,算出各测定点的最大差(最高值与最低值的差)。以上结果示于表9中。

[0126] [表8]

[0127]

	靶比电阻 ($\Omega\cdot\text{cm}$)						
	深度 0mm	深度 2mm	深度 4mm	深度 5mm	深度 6mm	深度 8mm	最大差
实施例10	0.011	0.011	0.012	0.012	0.011	0.01	0.002
实施例11	0.0075	0.0078	0.0079	0.008	0.0076	0.0075	0.0005
实施例12	0.0069	0.007	0.0065	0.0069	0.0071	0.0072	0.0007
实施例13	0.0064	0.0065	0.0065	0.0066	0.0063	0.0064	0.0003
实施例14	0.0073	0.0075	0.0077	0.0075	0.0073	0.0072	0.0005

[0128] [表9]

[0129]

	腐蚀深度0mm上的面内比电阻值 ($\Omega \cdot \text{cm}$)					
	①	②	③	④	⑤	① ~ ⑤的 最大差
实施例10	0.011	0.01	0.011	0.013	0.012	0.003
实施例11	0.007	0.0077	0.0075	0.008	0.0071	0.001
实施例12	0.0064	0.0066	0.0069	0.0062	0.0067	0.0007
实施例13	0.0066	0.007	0.0064	0.0072	0.0065	0.0008
实施例14	0.0072	0.007	0.0073	0.007	0.0064	0.0009

[0130] 使用所获得的实施例 10 ~ 14 的氧化铌溅射靶,实施通过溅射的氧化铌膜的成膜,并测定成膜速率。通过与第 1 实施例的情况相同的方式,测量该成膜的氧化铌膜的厚度,并算出成膜速率 (nm/sec)。其结果示于表 10 的“溅射特性成膜速率 (nm/sec)”栏中。

[0131] 而且,对所获得的实施例 10 ~ 14 的氧化铌溅射靶,评价可否进行溅射。通过与第 1 实施例的情况相同的方式,使用这些氧化铌溅射靶,从靶表面部 (0mm) 至腐蚀部 (厚度方向中,因溅射而削掉的部分) 为止的、腐蚀深度成为 2mm、4mm、5mm、6mm、8mm 为止进行 DC 溅射。在此,在各腐蚀深度中,将可继续进行 DC 溅射的情况设为“○”。其结果示于表 10 的“可否进行 DC 溅射的评价 (腐蚀深度)”栏中。

[0132] 在进行上述的 DC 溅射时,测定溅射时的异常放电发生次数。进行 1 小时的溅射,对微弧异常放电的发生次数,用附属于溅射电源装置的电弧计数器,自动地测量其次数。并且,将对靶进行溅射,在腐蚀部分的深度从表面起成为 2mm • 4mm • 6mm • 8mm 的时刻开始,也分别同样地进行各 1 小时的溅射,并测量异常放电的发生次数。将该测定结果示于表 11 中。

[0133] [表 10]

[0134]

	溅射特性	可否进行DC溅射的评价 (腐蚀深度)					
	成膜速率 (nm/sec)	深度 0mm	深度 2mm	深度 4mm	深度 5mm	深度 6mm	深度 8mm
实施例10	1.3	○	○	○	○	○	○
实施例11	1.4	○	○	○	○	○	○
实施例12	1.6	○	○	○	○	○	○
实施例13	1.3	○	○	○	○	○	○
实施例14	1.4	○	○	○	○	○	○

[0135] [表 11]

[0136]

	在各腐蚀深度上的异常放电次数					
	深度 0mm	深度 2mm	深度 4mm	深度 5mm	深度 6mm	深度 8mm
实施例10	0	0	0	0	0	0
实施例11	0	1	0	0	0	0
实施例12	0	0	0	1	3	13
实施例13	0	25	33	42	47	65
实施例14	1	30	45	56	67	95

[0137] 根据以上各表中所示的结果,确认到实施例 10 ~ 14 的氧化铌溅射靶均与实施例 1 ~ 9 的氧化铌溅射靶相同,由氧缺损状态的氧化铌 ($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$) 构成,且分散有导电性较高的 $\text{Nb}_{12}\text{O}_{29}$ 相,而且,可以确认到在靶厚度方向的整个区域,比电阻为 $0.001 \sim 0.05 \Omega \cdot \text{cm}$ 的范围内,且该厚度方向中的比电阻的最大差能够达到 $0.02 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下,并且在靶溅射面内的整个区域,比电阻为 $0.001 \sim 0.05 \Omega \cdot \text{cm}$ 的范围内,且在该靶溅射面的面内比电阻的最大差能够达到 $0.02 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下,并且,尤其确认到氧化铌晶粒的平均结晶粒径为 $100 \mu\text{m}$ 以下,并且可以看出还能够抑制溅射时的异常放电次数。因此,可以看出在实施例 10 ~ 14 的氧化铌溅射靶中,在靶厚度方向的整个区域及溅射面内,能够均匀地降低靶比电阻,而且由于减低了异常放电次数,不仅可始终进行稳定的 DC 溅射,而且通过降低靶比电阻,能够提高溅射的成膜速率。

[0138] 另外,以上所述的第 2 实施例为,使用第 1 实施例中的实施例 1 的还原粉的情况,但第 2 实施例并不限于该实施例 1 的情况,确认到所使用的还原粉即使具有化学式: $\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$ (其中, $x = 0.005 \sim 0.1$) 的情况下,也发挥上述效果。

[0139] 以上内容中并未特别限定地说明烧结体的形状,但该烧结体只要由本发明的氧缺损氧化铌 ($\text{Nb}_2\text{O}_{5-x}$) 制作,则在其厚度方向的整个区域,能够实现较低的比电阻,因此其形状可以为平板,也可以为圆筒。更具体而言,烧结体的形状可以为圆盘板形状、矩形板形状、多边形板形状及椭圆板形状等的板状、或圆筒形状。

[0140] 本说明书中所谓烧结体的厚度方向或溅射靶的厚度方向,是指自溅射时被离子化的元素碰撞的面的深度方向。

[0141] 产业上的可利用性

[0142] 在形成氧化铌膜时,能够提高溅射的成膜速率,并能够提高氧化铌膜的生产率。

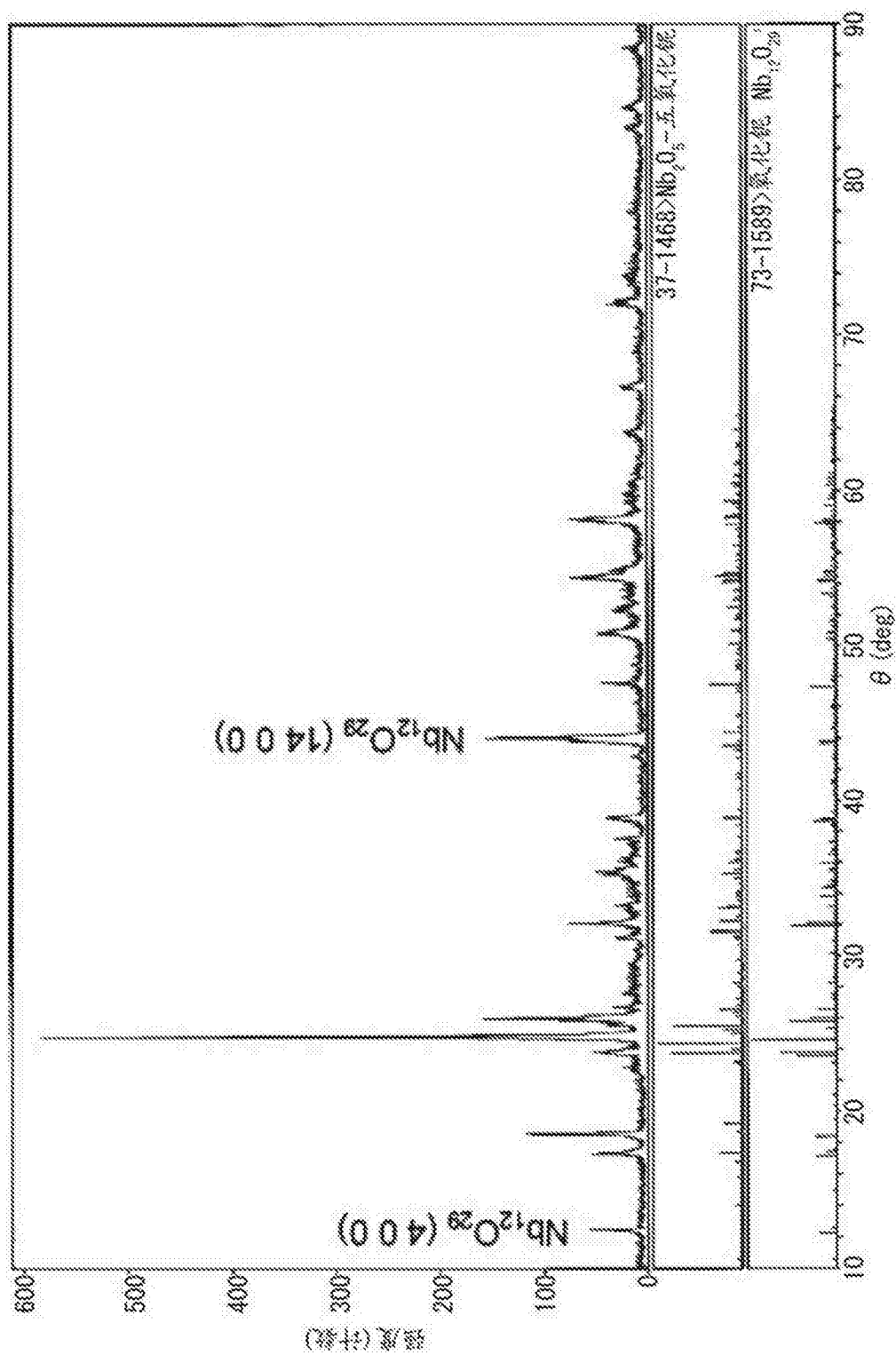


图 3

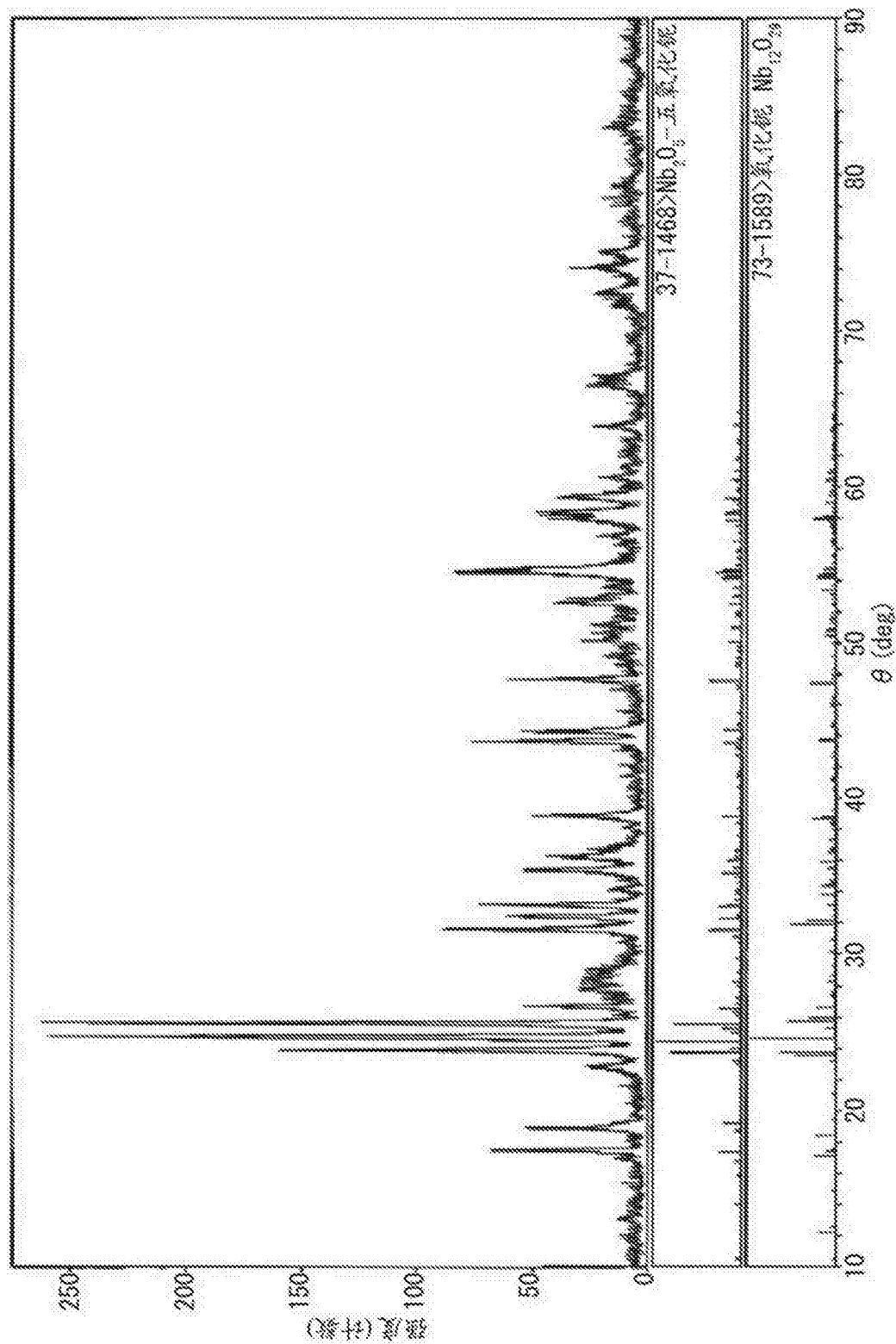


图 4