



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0040618
(43) 공개일자 2025년03월24일

- | | |
|---|---|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 14/34 (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
C23C 14/3414 (2013.01)
C23C 14/086 (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2025-0033249(분할)</p> <p>(22) 출원일자 2025년03월14일
심사청구일자 2025년03월14일</p> <p>(62) 원출원 특허 10-2022-0027938
원출원일자 2022년03월04일
심사청구일자 2022년03월04일</p> <p>(30) 우선권주장
JP-P-2021-064478 2021년04월05일 일본(JP)</p> | <p>(71) 출원인
제이엑스금속주식회사
일본국 도쿄도 미나토쿠 도라노몬 2초메 10방 4고</p> <p>(72) 발명자
가지야마 준
일본 이바라키켄 기타이바라키시 하나카와초 우스바 187반 치 4 제이엑스금속주식회사 이소하라 고오조오 내</p> <p>즈루타 요시타카
일본 이바라키켄 기타이바라키시 하나카와초 우스바 187반 치 4 제이엑스금속주식회사 이소하라 고오조오 내</p> <p>(74) 대리인
장수길, 성재동</p> |
|---|---|

전체 청구항 수 : 총 1 항

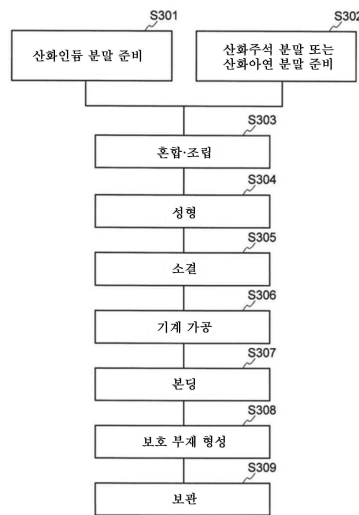
(54) 발명의 명칭 스퍼터링 타깃 및 그 제조 방법

(57) 요약

본 발명은, 스퍼터링 시에 기관 파티클 증가로 이어지는 노들의 발생량을 억제할 수 있는 스퍼터링 타깃 및 그 제조 방법을 제공한다. 본 발명의 세라믹계 스퍼터링 타깃은, 스퍼터면에 있어서, 전자 현미경에 의한 단면 조직 관찰을 한 경우, 이하에 정의되는 마이크로 크랙의 양이 50 μ m/mm 이하이고, 상기 스퍼터면에 대하여, 필 테스트를 행한 후, 전자 현미경에 의한 단면 조직 관찰로부터 확인되는 박리 입자의 면적 비율이 1.0% 이하이다.

마이크로 크랙의 양=마이크로 크랙의 발생 빈도×마이크로 크랙의 평균 깊이

대표도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

스퍼터면에 있어서, 전자 현미경에 의한 단면 조직 관찰을 한 경우, 이하에 정의되는 마이크로 크랙의 양이 50 $\mu\text{m}/\text{mm}$ 이하이고,

상기 스퍼터면에 대하여, 필 테스트를 행한 후, 전자 현미경에 의한 단면 조직 관찰로부터 확인되는 박리 입자의 면적 비율이 1.0% 이하인 세라믹스계 스퍼터링 타깃.

마이크로 크랙의 양=마이크로 크랙의 발생 빈도×마이크로 크랙의 평균 길이

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은, 스퍼터링 타깃 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 반도체 디바이스의 박막 형성 방법 중 하나로 스퍼터링이 있다. 스퍼터링에 사용되는 스퍼터링 타깃(이하, 단순히 「타깃」이라고도 함)으로서, 세라믹스계의 것이 알려져 있다. 세라믹스계의 타깃재는, 예를 들어 금속 산화물 등의 세라믹스 성분을 포함하는 분말 또는 입자를 성형하고, 소결시킨 소결체를, 절삭이나 연마 등에 의해 소정의 크기로 기계 가공하여 얻어진다.

[0003] 근년, 나노 영역으로의 미세화가 진행되어, 스퍼터링에 있어서는 기관 파티클의 관리가 점점 엄격해지고 있다. 그 때문에, 오랜 세월 실시되어 온 방법에 대해서도 새로이 재검토하여, 스퍼터 중의 기관 파티클 저감으로 이어지는 대책을 세울 필요가 있다.

[0004] 스퍼터링 타깃재의 가공 정밀도는 기관 표면에 형성되는 박막(스퍼터막)의 품질에 영향을 미치는 것이 알려져 있다. 이 때문에, 세라믹스계의 스퍼터링 타깃재의 가공에 관하여, 박막의 품질을 향상시키기 위한 대책이 검토되어 왔다.

[0005] ITO나 IZO 등의 세라믹스계 스퍼터링 타깃 표면에는, 타깃의 기계 가공 시에 발생하는 가공 대미지층이 존재하고 있고, 0.1 내지 수십 μm 정도의 미소한 크랙(이하, 「마이크로 크랙」이라고도 함)이 존재하고 있다. 표면에 이 마이크로 크랙이 다수 존재하면, 마이크로 크랙 주변의 타깃 강도가 국소적으로 약해져서, 타깃의 스퍼터링 시에 타깃 표면의 입자가 박리되어 탈락되기 쉬워, 파티클의 발생이나, 나아가서는 노들의 발생의 원인이 된다. 특히 타깃의 가공면이 표면에 노출되어 있는 타깃의 사용 초기에 있어서는, 상기 이상이 발생하기 쉽다고 생각된다.

[0006] 특허문헌 1(국제 공개 제2016/027540호)에는, 스퍼터링에 제공되는 스퍼터면의 표면 조도 Ra가 0.5 μm 이상 1.5 μm 이하이고, 상기 스퍼터면에 형성된 크랙의 최대 깊이가 15 μm 이하인 평판상의 세라믹스인 타깃재가 개시되어 있다. Ra가 0.5 μm 미만이면, 스퍼터링 중에 타깃재에서 발생한 노들이 타깃재에 머무르지 않고 스퍼터막에 파티클로서 부착되어, 스퍼터막의 품질이 저하되기 쉬워진다고 기재되어 있다. 또한, 크랙의 최대 깊이가 15 μm 를 초과하면, 스퍼터링 중에 노들이 발생하기 쉬워지고, 또한 타깃재의 기계적 강도에 영향을 미치는 경우도 있다고 기재되어 있다.

[0007] 특허문헌 2(일본 특허 공개 제2004-204356호 공보)에는, ITO 스퍼터링 타깃 소결체의 스퍼터면을 다중 발진 초음파 세정함으로써 얻어진 스퍼터되는 표면의 100 μm ×100 μm 의 에어리어에 존재하는 평균 직경 0.2 μm 이상의 부착 입자의 수가 400개 이하인 것을 특징으로 하는 ITO 스퍼터링 타깃이 개시되어 있다. 특허문헌 2에서는, ITO 스퍼터링 타깃은 일반적으로 소결체를 선반 등에 의해 연삭 가공하여 얻어지는데, 타깃 표면에 부착되어 있는 ITO의 연삭분이 노들 발생의 원인 중 하나라는 추측에 기초하여, 초음파 세정에 의해 ITO 연삭분을 제거하거나, 또는 점착 테이프 박리에 의해 ITO 연삭분을 제거함으로써, 타깃 표면의 청정화를 한층 더 진행시켜, 스퍼터링에 의한 성막 중에 노들의 발생이 적고, 이상 방전이나 파티클이 발생하기 어려운 투명 도전막 형성용 ITO 스퍼

터링 타깃을 제공하고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0008] (특허문헌 0001) 국제 공개 제2016/027540호
 (특허문헌 0002) 일본 특허 공개 제2004-204356호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0009] 특허문헌 1에서는, 세라믹스 소결체를 평면 연삭하는 대신, 세라믹스 소결체를 절단하여, 이 절단면을 스퍼터면으로 하거나 하여 마이크로 크랙의 발생을 억제하고 있다. 한편, 세라믹스 소결체를 평면 연삭하는 경우에 있어서의 마이크로 크랙의 억제에 대한 검토는 불충분하다. 또한, 절단면을 스퍼터면으로 하는 경우, 대면적의 타깃의 제조에 적합하지 않아, 타깃의 용도가 자연스럽게 제한된다.
- [0010] 특허문헌 2에서는, 연삭분을 제거함으로써, 이상 방전이나 파티클의 발생이 억제되는 효과가 얻어지고 있지만, 연삭분과는 별도로, 마이크로 크랙에 기인하는 파티클도 발생하기 때문에, 다른 어프로치가 요망된다. 특허문헌 2에서는, 마이크로 크랙의 발생을 억제하는 것에 관한 검토는 불충분하다.
- [0011] 본 발명은, 이러한 사정을 감안하여 이루어진 것이며, 스퍼터링 시에 기관 파티클 증가로 이어지는 노들의 발생량을 억제할 수 있는 스퍼터링 타깃 및 그 제조 방법을 제공하는 것을 과제로 하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0012] 본 발명자가 예의 검토한 결과, 스퍼터링 타깃의 스퍼터면의 마이크로 크랙의 양(마이크로 크랙의 수 및 깊이의 양쪽을 고려한 지표)이, 기관 파티클 증가로 이어지는 노들 발생과 밀접한 관계에 있다는 지견을 얻었다. 또한, 스퍼터링 타깃의 스퍼터면의 마이크로 크랙의 양을 적절하게 제어하고, 및/또는 스퍼터링 타깃의 스퍼터면의 부착물의 박리량을 적절하게 제어함으로써, 사용 초기의 미세 노들 발생을 유의미하게 감소시킬 수 있는 것이 판명되었다. 그래서, 본 발명은 이하와 같이 특정된다.
- [0013] (1)
- [0014] 스퍼터면에 있어서, 전자 현미경에 의한 단면 조직 관찰을 한 경우, 이하에 정의되는 마이크로 크랙의 양이 50 $\mu\text{m}/\text{mm}$ 이하이고,
- [0015] 상기 스퍼터면에 대하여, 이하의 조건에서의 필 테스트에 의해 확인되는 박리 입자의 면적 비율이 1.0% 이하인 세라믹스계 스퍼터링 타깃.
- [0016] 마이크로 크랙의 양:
- [0017] 타깃의 기계 가공면(=최종적인 제품의 스퍼터면)의 표층에 발생하는 가공 대미지(마이크로 크랙)를 평가하기 위하여, 기계 가공면을 표면으로 했을 때의 측면(타깃의 기계 가공면에 수직하는 단면)을 관찰면으로 하여, 샌드페이퍼에 의한 거친 연마, 콜로이드상의 SiO_2 나 Al_2O_3 등을 미디어로 하는 액상의 연마제를 사용한 버프 연마에 의해, 관찰면을 경면 연마한다. 당해 경면 연마면의 면 표층 부근을 니혼덴시제 FE-SEM(JSM-6700F)을 사용하여 스퍼터면을 따라 관찰하고, 스퍼터면에 크랙의 기점이 있는 것으로서, 깊이(=스퍼터면으로부터의 최대 수직 거리)가 0.1 μm 이상인 마이크로 크랙이 20개 확인될 때까지 카운트를 반복하고, 20개를 1개체의 마이크로 크랙으로부터 20개체의 마이크로 크랙까지의 합계 길이 L로 나눔으로써, 스퍼터면 측의 상단 부분의 길이 1mm당의 마이크로 크랙 수로 환산한다. 이것을 상기 마이크로 크랙의 발생 빈도로 한다. 또한, 전자 현미경으로 관찰된 상과 축척(스케일)에 기초하여 상기 마이크로 크랙의 1개 1개에 대하여 그 스퍼터면으로부터의 연직 방향 깊이를 계산하고, 상기 20개의 상기 마이크로 크랙에 대한 깊이의 계산값의 평균 $D(=[D_1+D_2+D_3+\dots+D_{20}]\div 20)$ 를 취하여, 상기 마이크로 크랙의 평균 깊이로 한다. 상기 마이크로 크랙의 발생 빈도와 상기 마이크로 크랙의 평균 깊이의 곱을 상기 마이크로 크랙의 양으로 정의한다(도 6 참조).

- [0018] 필 테스트의 조건:
- [0019] 타깃의 스퍼터면에 양면 카본 테이프를 첩부하고, 첩부한 부분을 엄지손가락으로 2초 정도 문지름으로써, 타깃 표면의 박리 입자를 카본 테이프에 부착시킨다(첩부 면적은 100mm^2 이상으로 함). 테이프의 상기 첩부면에 대하여, 상기 조작용 타깃의 동일 평면 내에서 3회 행한다(동일한 테이프를, 평면 내의 다른 임의 3개소에 첩부하고 박리함). 이 테이프(100mm^2 이상)의 타깃에 대한 첩부면을 관찰면으로 하여 전자 현미경으로 관찰·사진 촬영하고, 관찰면에 있어서의 부착 입자의 면적 비율을 화상 처리 소프트웨어로 계산한다. 상기 방법으로 동일 카본 테이프 시료를 관찰한 3시야의 평균값을, 필 테스트에 의한 박리 입자의 면적 비율로 한다.
- [0020] (2)
- [0021] 상기 마이크로 크랙의 양이 $40\mu\text{m}/\text{mm}$ 이하인, (1)에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃.
- [0022] (3)
- [0023] 상기 마이크로 크랙의 양이 $30\mu\text{m}/\text{mm}$ 이하인, (1)에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃.
- [0024] (4)
- [0025] 상기 박리 입자의 면적 비율이 0.5% 이하인, (1) 내지 (3) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃.
- [0026] (5)
- [0027] 상기 박리 입자의 면적 비율이 0.3% 이하인, (1) 내지 (3) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃.
- [0028] (6)
- [0029] 상기 스퍼터면의 표면 조도 Ra가 0.05 내지 $0.50\mu\text{m}$ 인, (1) 내지 (5) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃.
- [0030] (7)
- [0031] In, Zn, Al, Ga, Zr, Ti, Sn, Mg, Ta, Sm 및 Si 중 1종 이상을 포함하는, (1) 내지 (6) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃.
- [0032] (8)
- [0033] Zn의 함유량이 ZnO 환산으로 1 내지 15질량%인 IZO인, (1) 내지 (7) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃.
- [0034] (9)
- [0035] Sn의 함유량이 SnO₂ 환산으로 1 내지 15질량%인 ITO인, (1) 내지 (7) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃.
- [0036] (10)
- [0037] In의 함유량이 In₂O₃ 환산으로 10 내지 60질량%, Ga의 함유량이 Ga₂O₃ 환산으로 10 내지 60질량%, Zn의 함유량이 ZnO 환산으로 10 내지 60질량%인 IGZO인, (1) 내지 (7) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃.
- [0038] (11)
- [0039] Al의 함유량이 Al₂O₃ 환산으로 0.1 내지 5질량%인 AZO인, (1) 내지 (7) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃.
- [0040] (12)
- [0041] 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법으로서,
- [0042] 세라믹스 소결체를 준비하는 공정,
- [0043] 상기 세라믹스 소결체에 대하여, 번수 #300 이상 #1000 이하의 스펀지 연마재를 사용하여 평면 연삭하는 공정,
- [0044] 및 상기 평면 연삭 후의 세라믹스 소결체에 대하여, 진동 툴을 사용하여 마무리 가공을 행함으로써, 스퍼터면을

형성하는 공정

- [0045] 을 포함하는 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.
- [0046] (13)
- [0047] 상기 마무리 가공 후의 상기 스퍼터면에 있어서, 전자 현미경에 의한 단면 조직 관찰을 한 경우, 이하에 정의되는 마이크로 크랙의 양이 $50\mu\text{m}/\text{mm}$ 이하이고,
- [0048] 상기 스퍼터면에 대하여, 필 테스트를 행한 후, 전자 현미경에 의한 단면 조직 관찰로부터 확인되는 박리 입자의 면적 비율이 1.0% 이하인, (12)에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.
- [0049] 마이크로 크랙의 양=마이크로 크랙의 발생 빈도 \times 마이크로 크랙의 평균 길이
- [0050] (14)
- [0051] 상기 마이크로 크랙의 양이 $40\mu\text{m}/\text{mm}$ 이하인, (13)에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.
- [0052] (15)
- [0053] 상기 마이크로 크랙의 양이 $30\mu\text{m}/\text{mm}$ 이하인, (13)에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.
- [0054] (16)
- [0055] 상기 박리 입자의 면적 비율이 0.5% 이하인, (13) 내지 (15) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.
- [0056] (17)
- [0057] 상기 박리 입자의 면적 비율이 0.3% 이하인, (13) 내지 (15) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.
- [0058] (18)
- [0059] 상기 마무리 가공 후의 상기 스퍼터면의 표면 조도 Ra가 0.05 내지 $0.50\mu\text{m}$ 인, (12) 내지 (17) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.
- [0060] (19)
- [0061] 상기 세라믹스계 스퍼터링 타깃은, In, Zn, Al, Ga, Zr, Ti, Sn, Mg, Ta, Sm 및 Si 중 1종 이상을 포함하는, (12) 내지 (18) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.
- [0062] (20)
- [0063] 상기 세라믹스계 스퍼터링 타깃은, Zn의 함유량이 ZnO 환산으로 1 내지 15질량%인 IZO인, (12) 내지 (19) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.
- [0064] (21)
- [0065] 상기 세라믹스계 스퍼터링 타깃은, Sn의 함유량이 SnO₂ 환산으로 1 내지 15질량%인 ITO인, (12) 내지 (19) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.
- [0066] (22)
- [0067] 상기 세라믹스계 스퍼터링 타깃은, In의 함유량이 In₂O₃ 환산으로 10 내지 60질량%, Ga의 함유량이 Ga₂O₃ 환산으로 10 내지 60질량%, Zn의 함유량이 ZnO 환산으로 10 내지 60질량%인 IGZO인, (12) 내지 (19) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.
- [0068] (23)
- [0069] 상기 세라믹스계 스퍼터링 타깃은, Al의 함유량이 Al₂O₃ 환산으로 0.1 내지 5질량%인 AZO인, (12) 내지 (19) 중 어느 것에 기재된 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법.

발명의 효과

[0070] 본 발명에 따르면, 스퍼터링 시에 기관 파티클 증가로 이어지는 미세 노들의 발생량을 억제할 수 있는 스퍼터링 타깃 및 그 제조 방법을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0071] 도 1은 본 발명의 일 실시 형태에 있어서의, 스퍼터링 타깃의 제조 방법을 나타내는 프로세스 플로이다.
- 도 2는 지식을 사용한 평면 연삭기에서의 가공 시에, 타깃 표면에 마이크로 크랙이 발생하는 원인을 나타내는 도이다.
- 도 3은 본 개시의 일부의 실시 형태에 있어서의, 스펀지 연마재를 사용하여 평면 연삭 가공을 행하는 방법을 나타내는 도이다.
- 도 4는 마이크로 크랙의 관찰 방법을 나타내는 도이다.
- 도 5는 스퍼터 라이프를 통하여 발생하는 파티클 수를 나타내는 도이다.
- 도 6은 마이크로 크랙의 평균 깊이의 계산 방법을 나타내는 도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0072] 이하, 본 발명의 실시 형태에 대하여 설명하는데, 본 발명은 이하의 실시 형태에 한정되는 것은 아니고, 본 발명의 취지를 일탈하지 않는 범위에서, 당업자의 통상의 지식에 기초하여, 적절히 설계의 변경, 개량 등이 가해지는 것이 이해되어야 한다.

[0073] (1. 스퍼터링 타깃)

[0074] 본 실시 형태에 있어서, 스퍼터링 타깃의 형상은 특별히 한정되지 않고, 스퍼터면을 갖는 한, 평판상, 원통상 등, 임의의 형상이어도 된다. 바람직하게는 평판상이다. 스퍼터면이란, 제품으로서 스퍼터링이 행해져야 할 면이다.

[0075] 스퍼터링 타깃이 평판상인 경우, 이것을 담지하는 백킹 플레이트를 갖는 것이 통상이다. 백킹 플레이트로서는, 종래 사용되고 있는 것을 적절히 선택하여 사용할 수 있다. 예를 들어, 스테인리스, 티타늄, 티타늄 합금, 구리 등을 적용할 수 있지만, 이들에 한정되지 않는다. 백킹 플레이트는, 통상 접합재를 통해 스퍼터링 타깃과 접합하지만, 접합재로서는, 종래 사용되고 있는 것을 적절히 선택하여 사용할 수 있다. 예를 들어, 인듐 금속 등을 들 수 있지만, 이것에 한정되지 않는다.

[0076] 본 실시 형태에 관한 스퍼터링 타깃은, 세라믹스 소결체로 이루어지는 것이면 되고, 그 조성은 특별히 한정되지 않는다.

[0077] 스퍼터링 타깃을 구성하는 세라믹스 소결체의 조성은 특별히 한정되지 않지만, 예를 들어 In, Zn, Al, Ga, Zr, Ti, Sn, Mg, Ta, Sm 및 Si 중 적어도 1종을 함유하는 산화물 등을 들 수 있다. 구체적으로는, Sn의 함유량이 SnO₂ 환산으로 1 내지 15질량%인 ITO(In₂O₃-SnO₂), Zn의 함유량이 ZnO 환산으로 1 내지 15질량%인 IZO(In₂O₃-ZnO), In의 함유량이 In₂O₃ 환산으로 10 내지 60질량%, Ga의 함유량이 Ga₂O₃ 환산으로 10 내지 60질량%, Zn의 함유량이 ZnO 환산으로 10 내지 60질량%인 IGZO(In₂O₃-Ga₂O₃-ZnO), 및 Al의 함유량이 Al₂O₃ 환산으로 0.1 내지 5 질량%인 AZO(Al₂O₃-ZnO) 등을 예시할 수 있지만, 이들에 한정되지 않는다.

[0078] 또한, 세라믹스 소결체는, 통상 소결 후에 평면 연삭 등의 가공이 행해진다. 상세는 후술하지만, 본 개시의 일 측면에 있어서, 평면 연삭을 행한 후에도, 진동 툴을 사용하여 마무리 가공을 행한다. 이 명세서에 있어서, 마무리 가공 전의 것을 세라믹스 소결체라고 하고, 마무리 가공 후의 것을 스퍼터링 타깃이라고 한다.

[0079] 본 개시의 세라믹스계 스퍼터링 타깃은, 스퍼터면에 있어서, 전자 현미경으로 단면 조직 관찰을 한 경우, 이하에 정의되는 마이크로 크랙의 양이 50 μ m/mm 이하이다.

[0080] 마이크로 크랙의 양=마이크로 크랙 발생 빈도×마이크로 크랙의 평균 깊이

[0081] 마이크로 크랙의 발생 빈도는 당해 단면 조직 관찰에 있어서의 스퍼터면 측의 상단 부분의 길이 1mm당의 개수로 나타낸다. 구체적으로는, 타깃의 기계 가공면(=최종적인 제품의 스퍼터면)의 표층에 발생하는 가공 대미지(마이크로 크랙)를 평가하기 위하여, 기계 가공면을 표면으로 했을 때의 측면(타깃의 기계 가공면에 수직하는

단면)을 관찰면으로 하여, 샌드페이퍼에 의한 거친 연마, 콜로이드상의 SiO₂나 Al₂O₃ 등을 미디어로 하는 역상의 연마제를 사용한 버프 연마에 의해, 관찰면을 경면 연마한다. 당해 경면 연마면의 면 표층 부근을 니혼덴시제 FE-SEM(JSM-6700F)을 사용하여 스퍼터면을 따라 관찰하고, 스퍼터면에 크랙의 기점이 있는 것으로서, 깊이(=스퍼터면으로부터의 최대 수직 거리)가 0.1 μ m 이상인 마이크로 크랙이 20개 확인될 때까지 카운트를 반복하고, 20개를 1개체의 마이크로 크랙으로부터 20개체의 마이크로 크랙까지의 합계 길이 L로 나눔으로써, 스퍼터면 측의 상단 부분의 길이 1mm당의 마이크로 크랙 수로 환산한다. 이것을 상기 마이크로 크랙의 발생 빈도로 한다. 또한, 전자 현미경으로 관찰된 상과 축척(스케일)에 기초하여 상기 마이크로 크랙의 1개 1개에 대하여 그 스퍼터면으로부터의 연직 방향 깊이를 계산하고, 상기 20개의 상기 마이크로 크랙에 대한 깊이의 계산값의 평균 $D=(D_1+D_2+D_3+\dots +D_{20})\div 20$ 를 취하여, 상기 마이크로 크랙의 평균 깊이로 한다. 상기 마이크로 크랙의 발생 빈도와 상기 마이크로 크랙의 평균 깊이의 곱을 상기 마이크로 크랙의 양으로 정의한다(도 6 참조).

[0082] 스퍼터링 타깃 표면의 마이크로 크랙량의 저감에 의해, 스퍼터링 시(특히 초기)의 파티클이나 노들의 발생을 억제할 수 있어, 안정적으로 스퍼터링을 행할 수 있다. 이 관점에서, 스퍼터면에 있어서, 마이크로 크랙의 양은 45 μ m/mm 이하인 것이 바람직하고, 40 μ m/mm 이하인 것이 보다 바람직하고, 35 μ m/mm 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 30 μ m/mm 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 25 μ m/mm 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 20 μ m/mm 이하인 것이 보다 더 바람직하다.

[0083] 스퍼터링 타깃 표면의 마이크로 크랙의 양의 하한은 특별히 마련하지 않는다. 스퍼터면에 있어서, 단면 조차 관찰을 한 경우, 마이크로 크랙의 양은 0 μ m/mm여도 된다. 단, 마이크로 크랙의 양을 극단적으로 줄이면, 효과가 한계점에 이르는 것에 비해서는 비용과 수고가 높아지므로, 마이크로 크랙의 양은, 실제의 필요에 따라, 예를 들어 1 μ m/mm 이상이어도 되고, 5 μ m/mm 이상이어도 되고, 10 μ m/mm 이상이어도 되고, 15 μ m/mm 이상이어도 된다.

[0084] 또한, 상기와 같이 측정된 각 마이크로 크랙의 깊이의 최댓값은, 4 μ m 이하인 것이 바람직하다. 마이크로 크랙의 양뿐만 아니라, 마이크로 크랙의 최대 깊이도 억제함으로써, 스퍼터링 중에 노들의 발생을 더 저감시킬 수 있다. 이 관점에서, 마이크로 크랙의 최대 깊이는, 4 μ m 미만인 것이 보다 바람직하고, 3.8 μ m 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 3.5 μ m 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 3.0 μ m 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 2.8 μ m 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 2.5 μ m 이하인 것이 보다 더 바람직하다.

[0085] 또한, 본 개시의 세라믹계 스퍼터링 타깃은, 일 실시 형태에 있어서, 스퍼터면에 대하여, 이하의 조건에 의한 필 테스트를 행한 후의 테이프 부착면을 전자 현미경으로 관찰했을 때의 박리 입자의 면적 비율이 1.0% 이하이다.

[0086] 타깃의 스퍼터면에 양면 카본 테이프를 첩부하고, 첩부한 부분을 엄지손가락으로 2초 정도 문지름으로써, 타깃 표면의 박리 입자를 카본 테이프에 부착시킨다(첩부 면적은 100mm² 이상으로 함). 테이프의 상기 첩부면에 대하여, 상기 조작을 타깃의 동일 평면 내에서 3회 행한다(동일한 테이프를, 평면 내의 다른 임의의 3개소에 첩부하고 박리함). 이 테이프(100mm² 이상)의 타깃에 대한 첩부면을 관찰면으로 하여 전자 현미경으로 관찰·사진 촬영하고, 관찰면에 있어서의 부착 입자의 면적 비율을 화상 처리 소프트웨어로 계산한다. 상기 방법으로 동일 카본 테이프 시료를 관찰한 3시야의 평균값을, 필 테스트에 의한 박리 입자의 면적 비율로 한다.

[0087] 본 발명에 있어서는, 상기 양면 카본 테이프로서 닛신 EM 가부시키가이샤제 SEM용 카본 테이프(제품 No. 732)를 사용하고, 박리 입자의 면적 비율 평가용의 사진으로서 니혼덴시제 FE-SEM(JSM-6700F)으로 촬영한 100배에서의 반사 전자 조성상을 화상 처리 소프트웨어 ImageJ로 2치화하였다. 상기 방법으로 동일 카본 테이프 시료를 관찰한 3시야의 평균값을, 필 테스트에 의한 박리 입자의 면적 비율로 하였다.

[0088] 스퍼터링 타깃 표면의 부착물의 박리량의 저감에 의해, 스퍼터링 시(특히 초기)의 파티클이나 노들의 발생을 억제할 수 있어, 안정적으로 스퍼터링을 행할 수 있다. 이 관점에서, 스퍼터면에 대하여 필 테스트를 행한 후의 테이프 부착면을 전자 현미경으로 관찰했을 때의 박리 입자의 면적 비율이 0.9% 이하인 것이 보다 바람직하고, 0.8% 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 0.7% 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 0.6% 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 0.5% 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 0.4% 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 0.3% 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 0.2% 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 0.1% 이하인 것이 보다 더 바람직하다.

[0089] 필 테스트 후의 박리 입자의 면적 비율의 하한은 특별히 마련하지 않는다. 스퍼터면에 대하여 필 테스트를 행한 후, 테이프 부착면을 전자 현미경으로 관찰했을 때의 박리 입자의 면적 비율이 0%여도 된다. 단, 박리 입

자의 면적 비율을 극단적으로 줄이면, 효과가 한계점에 이르는 것에 비해서는 비용과 수고가 높아지므로, 필 테스트 후의 박리 입자의 면적 비율은, 실제의 필요에 따라, 예를 들어 0.001% 이상이어도 되고, 0.01% 이상이어도 되고, 0.05% 이상이어도 되고, 0.1% 이상이어도 되고, 0.15% 이상이어도 되고, 0.20% 이상이어도 된다.

[0090] 본 개시의 세라믹계 스퍼터링 타깃은 일 실시 형태에 있어서, 스퍼터면의 표면 조도 Ra가 0.05 내지 0.50 μm 인 것이 바람직하다. 스퍼터면의 표면 조도 Ra가 0.50 μm 이하이면 타깃의 스퍼터면의 물리적인 강도가 충분히 향상되어, 스퍼터 중의 표면 입자의 박리를 저감시킬 수 있다. 이 관점에서, 스퍼터면의 표면 조도 Ra는, 0.50 μm 미만인 것이 보다 바람직하고, 0.40 μm 이하인 것이 보다 바람직하고, 0.30 μm 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 0.20 μm 이하인 것이 보다 더 바람직하고, 0.10 μm 이하인 것이 보다 더 바람직하다.

[0091] 한편, 스퍼터링 타깃의 스퍼터면에는 에로전되지 않는 부분(비에로전 부분)이 존재하는바, 스퍼터 중에 비에로전 부분에 부착된 막 또는 분말을 박리 또는 비산시키지 않는 것이 바람직하다. 이 관점에서, 스퍼터링 타깃의 스퍼터면과 막 또는 분말의 밀착성을 고려하면, 너무 평활한 상태는 바람직하지 않다고 생각된다. 실제로, Ra가 0.05 μm 미만이 되면, 비에로전 부분에 부착된 막 또는 분말이 용이하게 박리, 비산되어, 기관 파티클 수에 영향을 미치는 것이 확인되고 있다. 그래서, 스퍼터링 타깃의 스퍼터면의 표면 조도 Ra는 바람직하게는 0.05 μm 이상이고, 보다 바람직하게는 0.07 μm 이상이고, 보다 더 바람직하게는 0.10 μm 이상이고, 보다 더 바람직하게는 0.12 μm 이상이고, 보다 더 바람직하게는 0.15 μm 이상이다.

[0092] 또한, 표면 조도 Ra는, JIS B0601:2013의 「산술 평균 조도 Ra」를 의미한다. 측정에는 촉침식의 표면 조도계를 사용한다.

[0093] (2. 스퍼터링 타깃의 제조 방법)

[0094] 다음으로, IZO 또는 ITO 스퍼터링 타깃을 예로 하여, 본 발명의 스퍼터링 타깃의 제조 방법에 대하여 설명한다. 도 1은, 본 발명의 일 실시 형태에 관한 스퍼터링 타깃의 제조 방법을 나타내는 프로세스 플로이다.

[0095] 먼저, 소결체를 구성하는 원재료를 준비한다. 본 실시 형태에서는, 산화인듐의 분말과 산화아연의 분말(ITO의 경우, 산화주석의 분말)을 준비한다(S301, S302). 이들 원료의 순도는, 통상 2N(99질량%) 이상, 바람직하게는 3N(99.9질량%) 이상, 더욱 바람직하게는 4N(99.99질량%) 이상이면 된다. 순도가 2N보다 낮으면 소결체(120)에 불순물이 많이 포함되어 버리기 때문에, 원하는 물성을 얻을 수 없게 된다(예를 들어, 형성한 박막의 투과율의 감소, 저항값의 증가, 아킹에 수반되는 파티클의 발생)고 하는 문제가 발생할 수 있다.

[0096] 다음으로, 이들 원재료의 분말을 분쇄하여 혼합한다(S303). 원재료의 분말의 분쇄 혼합 처리는, 지르코니아, 알루미늄, 나일론 수지 등의 불이나 비즈(소위 미디어)를 사용한 건식법을 사용하거나, 상기 불이나 비즈를 사용한 미디어 교반식 밀, 미디어리스의 용기 회전식 밀, 기계 교반식 밀, 기류식 밀 등의 습식법을 사용하거나 할 수 있다. 여기서, 일반적으로 습식법은, 건식법에 비하여 분쇄 및 혼합 능력이 우수하기 때문에, 습식법을 사용하여 혼합을 행하는 것이 바람직하다.

[0097] 원재료의 조성에 대해서는 특별히 제한은 없지만, 목적으로 하는 소결체의 조성비에 따라서 적절히 조정하는 것이 바람직하다.

[0098] 다음으로, 원재료의 분말의 슬러리를 건조, 조립한다(S303). 이때, 급속 건조 조립을 사용하여 슬러리를 급속 건조해도 된다. 급속 건조 조립은, 스프레이 드라이어를 사용하여, 열풍의 온도나 풍량을 조정하여 행하면 된다.

[0099] 다음으로, 상술한 혼합 및 조립하여 얻어진 혼합물(가소결을 마련한 경우에는 가소결된 것)을 원하는 형상의 금형에 충전하고, 가압 성형하여 평판 형상의 성형체를 형성한다(S304). 이 공정에 의해, 목적으로 하는 소결체에 적합한 형상으로 성형한다. 성형 처리에서는, 성형 압력을 제어하여, 54.5% 이상 58.0% 이하의 상대 밀도를 갖는 성형체를 형성할 수 있다. 성형체의 상대 밀도를 상기의 범위로 함으로써, 그 후의 소결에 의해 얻어지는 소결체의 상대 밀도를 99.7% 이상 99.9% 이하로 할 수 있다. 성형체를 얻은 후에, 또한 냉간 등방압 가압(CIP)으로 성형해도 된다.

[0100] 다음으로, 성형 공정에서 얻어진 평판 형상의 성형체를 소결한다(S305). 소결에는 전기로를 사용한다. 소결 조건은 소결체의 조성에 의해 적절히 선택할 수 있다. 예를 들어 SnO₂를 10질량% 함유하는 ITO라면, 산소 가스 분위기 중에서, 1400℃ 이상 1600℃ 이하의 온도 하에 10시간 이상 30시간 이하 됨으로써 소결할 수 있다. 소결 온도가 하한보다도 낮은 경우, 소결체의 상대 밀도가 저하되어 버린다. 한편, 1600℃를 초과하면 전기로

나 노재에 대한 대미지가 커 빈번하게 메인터넌스가 필요해지기 때문에, 작업 효율이 현저하게 저하된다. 또한, 소결 시간이 하한보다도 짧으면 소결체(120)의 상대 밀도가 저하되어 버린다.

- [0101] 다음으로, 소결체의 스퍼터면을 형성하기 위하여, 기계 가공을 행한다(S306). 통상, 스퍼터링 타깃의 표면 기계 가공은, 평면 연삭기를 사용한 지석에 의한 연삭이 적용된다. 본 발명자의 연구에 의하면, 이 연삭 지석의 이송 속도를 느리게 하거나, 절입량을 작게 함으로써, 타깃에 대한 가공 대미지를 억제하여, 상기 마이크로 크랙을 저감시키는 것이 가능하다. 그러나, 이 지석에 의한 가공 조건 변경으로는 대책이 불충분하고, 표면 마이크로 크랙이 많이 잔류하고 있기 때문에, 타깃의 스퍼터링 시에 초기 파티클이 많이 발생하는 현상이 확인되고 있다.
- [0102] 구체적으로는, 도 2에 나타내는 바와 같이, 지석에 의한 기계 가공에서는, 평면 연삭기(지석)가 회전하여(곡선의 화살표) 타깃 표층을 도려내도록 연삭이 행해지기 때문에, 진성 연성이 없는 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 가공에 있어서는, 가공 시에 마이크로 크랙이 새롭게 발생하기 쉽게 되어 있다고 생각된다.
- [0103] 그래서, 본 개시의 일 실시 형태에 있어서, 기계 가공을 행하는 데 있어서, 통상의 지석에 의한 기계 연삭 공정의 후에, 최종적인 타깃 표면을 지석이 아닌 스펀지 연마재로 연삭함으로써 저 가공 대미지의 가공을 행하여, 타깃 표면의 마이크로 크랙의 깊이와 발생 빈도를 저감시킨다. 또한, 연삭 가공 후에 후술하는 진동 틀을 사용하여, 타깃 표면에 미소한 진동을 부여하면서 마무리 가공을 행함으로써, 기계 가공 후의 타깃 표면에 부착되어 있는, 박리되기 쉬운 미소한 입자를 제거할 수 있다. 진동 틀에 설치하는 연마재로서는, 동일하게 스펀지 연마재를 사용해도 된다.
- [0104] 구체적으로는, 연마에 사용하는 스펀지 연마재는 변수 #300 이상 #1000 이하이다. 바람직하게는, 제1 단계로서 #300 내지 #600의 거친 스펀지 연마재에 의한 연마를 행하고, 제2 단계로서 #600 내지 #1000의 미세한 스펀지 연마재에 의해 마무리 연마를 행함으로써, 가공의 수고를 억제하면서 발명의 효과를 얻는 것이 가능하다. 이에 의해, 스퍼터면의 마이크로 크랙의 깊이와 발생 빈도를 저감시키고, 나아가서는 마이크로 크랙의 양을 저감시킬 수 있다. 또한, 필 테스트에 의한 타깃 표면의 박리 입자의 면적 비율을 저감시킬 수 있다.
- [0105] 즉, 본 개시의 일 실시 형태는, 세라믹스계 스퍼터링 타깃의 제조 방법을 제공하고, 당해 방법은,
- [0106] 세라믹스 소결체를 준비하는 공정,
- [0107] 상기 세라믹스 소결체에 대하여, 변수 #300 이상 #1000 이하의 스펀지 연마재를 사용하여 평면 연삭하는 공정,
- [0108] 및 상기 평면 연삭 후의 세라믹스 소결체에 대하여, 진동 틀을 사용하여 마무리 가공을 행함으로써, 스퍼터면을 형성하는 공정
- [0109] 을 포함한다.
- [0110] 또한, 스퍼터면의 마이크로 크랙의 깊이와 발생 빈도를 저감시키는 관점에서, 최종적인 가공면의 형성에 사용하는 스펀지 연마재의 변수의 하한은 #600 이상인 것이 바람직하고, #700 이상인 것이 보다 바람직하고, #800 이상인 것이 보다 더 바람직하다. 연마에 사용하는 스펀지 연마재의 변수의 상한에 대하여, #1000 이하이면 원하는 효과가 얻어지지만, 필요에 따라, #950 이하여도 되고, #900 이하여도 되고, #850 이하여도 된다. 본 명세서에 있어서, 변수는 JIS R6001-2:2017에 규정하는 입도를 가리킨다.
- [0111] 도 3은, 본 개시의 일부의 실시 형태에 있어서의, 스펀지 연마재를 사용하여 평면 연삭 가공을 행하는 방법을 나타낸다. 도 3의 상방에서는, 평면 연삭(평연)에서는, 스펀지 연마재로 구성되는 연마 휠을 사용하고 있다. 연삭 시에는, 연마 휠의 회전축이 세라믹스 소결체의 가공해야 할 면(스퍼터면에 대응하는 면)에 대략 평행이 되도록, 연마 휠을 세라믹스 소결체의 상방에 둔다. 연마 휠이 회전한 상태에서 스펀지 연마재와 세라믹스 소결체의 가공해야 할 면이 접촉하면, 스펀지 연마재의 브러시가 변형되어, 세라믹스 소결체의 표면에 압력이 가해지므로, 당해 표면이 연삭된다. 스펀지 연마재의 브러시의 변형량은, 연마 휠의 절입량에 대응한다. 도시된 실시 형태에서는, 연마 휠에 장착되는 스펀지 연마재와 세라믹스 소결체의 가공해야 할 면이 실제로 접촉하는 면적은, 50mm(스펀지 연마재의 폭과 마찬가지로)×약 60mm이다. 지석의 변수나 지립 집중도에 맞추어, 연마 휠의 회전수, 이송 속도 등의 가공 조건을 적정화할 수 있는 것은 말할 필요도 없다.
- [0112] 도 3의 하방에서는, 스펀지 연마재를 장착한 폴리셔를 사용한 평면 연삭을 나타내고 있다. 연마 시에는, 폴리셔의 회전축이 세라믹스 소결체의 가공해야 할 면(스퍼터면에 대응하는 면)에 대략 수직이 되도록, 폴리셔를 세라믹스 소결체의 상방에 둔다. 폴리셔가 회전한 상태에서 스펀지 연마재와 세라믹스 소결체의 가공해야 할 면이 접촉하면, 세라믹스 소결체의 표면에 압력이 가해지므로, 당해 표면이 연삭된다. 도시된 실시 형태에서는,

폴리셔에 장착되는 스펀지 연마재는 상방으로부터 보아 직경 300mm의 원반상이며, 평면 연삭 시에, 당해 원반상의 스펀지 연마재 전체가 세라믹스 소결체의 가공해야 할 면에 접촉하고 있다. 지석의 번수나 지립 집중도에 맞추어, 폴리셔의 회전수, 이송 속도 등의 가공 조건을 적정화할 수 있는 것은 말할 필요도 없다.

[0113] 마무리 가공에 사용하는 진동 틀이란, 스펀지 연마재를 장착한 상태에서 미소한 진동을 발생시키는 것이 가능한 장치를 말한다. 스펀지 연마재를 통해 세라믹스 소결체에 대하여 미소한 진동을 부여함으로써, 연삭 가공 후의 타깃 표면에 부착된 미소한 부착물을 박리시킬 수 있다. 이들 미소한 부착물은, 스퍼터링 시(특히 초기)의 파티클이나 노들의 원인이 될 수 있으므로, 마무리 가공에 의해 제거하는 것이 바람직하다. 또한, 연마재를 장착하는 진동 틀의 메이커나 형변, 진동의 진동수나 회전수, 흡진 기능의 유무 등은 상기에 한정할 필요는 없고, 임의의 진동 틀을 사용할 수 있는 것으로 한다. 단, 작업 효율의 관점에서 더블 액션 샌더라고 하는 종류의 진동 틀이 특히 바람직하다.

[0114] 스퍼터링 타깃을 구성하는 세라믹스 소결체의 조성은 특별히 한정되지 않지만, 예를 들어 In, Zn, Al, Ga, Zr, Ti, Sn, Mg, Ta, Sm 및 Si 중 적어도 1종을 함유하는 산화물 등을 들 수 있다. 구체적으로는, Zn의 함유량이 ZnO 환산으로 1 내지 15질량%인 IZO(In₂O₃-ZnO), Sn의 함유량이 SnO₂ 환산으로 1 내지 15질량%인 ITO(In₂O₃-SnO₂), In의 함유량이 In₂O₃ 환산으로 10 내지 60질량%, Ga의 함유량이 Ga₂O₃ 환산으로 10 내지 60질량%, Zn의 함유량이 ZnO 환산으로 10 내지 60질량%인 IGZO(In₂O₃-Ga₂O₃-ZnO), 및 Al의 함유량이 Al₂O₃ 환산으로 0.1 내지 5 질량%인 AZO(Al₂O₃-ZnO) 등을 예시할 수 있지만, 이들에 한정되지 않는다.

[0115] 또한, 제조되는 스퍼터링 타깃의 다른 물성은 전술한 바와 마찬가지로이다.

[0116] [실시예]

[0117] 이하, 실시예 및 비교예에 기초하여 설명한다. 또한, 본 실시예는 어디까지나 일례이며, 이 예에 의해 전혀 제한되는 것은 아니다. 즉, 본 발명은 특허 청구의 범위에 의해서만 제한되는 것이며, 본 발명에 포함되는 실시예 이외의 다양한 변형을 포함하는 것이다.

[0118] (비교예 1)

[0119] <평면 연삭 처리>

[0120] ZnO 함유량 10.7질량% 조성의 IZO 판상 세라믹스 소결체를 준비하였다. 이 세라믹스 소결체의 일면을, 가부시 키가이샤 오카모토 고사쿠 기카이 세이사쿠쇼제 평면 연삭 장치로, 번수 #80의 지석을 사용하여, 지석 회전수 1800rpm, 절입량 50 μ m/pass, 스파크아웃 4pass의 조건에서, 거친 연마 처리하였다. 계속하여 동 장치와 번수 #400의 지석을 사용하여, 지석 회전수 1250rpm, 절입량 10 μ m/pass, 스파크아웃 6pass의 조건에서 정연마 처리를 실시하였다.

[0121] (비교예 2)

[0122] <평면 연삭 처리>

[0123] 비교예 1과 마찬가지로의 조성의 세라믹스 소결체를 준비하고, 비교예 1과 마찬가지로의 조건에서 평면 연삭 처리를 행하였다.

[0124] <마무리 가공>

[0125] 이어서, 평면 연삭 처리한 면에 대하여, 사이타마 세이키 가부시키가이샤제 진동 틀(오비탈샌더 U-62)에, 번수 #800의 스펀지 연마재(3M제 스카치 브라이트 7448D0T)를 장착하여, 연마 시간 150min/m²의 조건에서, 마무리 가공을 하였다. 또한, 연마재를 장착하는 진동 틀의 메이커나 형변, 진동의 진동수나 회전수, 흡진 기능의 유무 등은 상기에 한정할 필요는 없고, 임의의 진동 틀을 사용할 수 있는 것으로 한다.

[0126] (비교예 3)

[0127] <평면 연삭 처리>

[0128] 비교예 1과 마찬가지로의 조성의 세라믹스 소결체를 준비하고, 지석의 번수를 #800으로 변경한 것 이외에, 비교예 1과 마찬가지로의 조건에서 거친 연마 처리를 행하였다.

[0129] (참고예 1)

- [0130] <평면 연삭 처리>
- [0131] 비교예 1과 마찬가지로 조성의 세라믹스 소결체를 준비하였다. 먼저, 하처리로서 #400 지석에 의한 평면 연삭 처리를 실시하고, 또한 사이타마 세이키 가부시키가이샤제 진동 툴(오비탈샌더 U-62)에, 번수 #500의 스펀지 연마재를 장착하여, 타깃의 두께가 원래의 두께보다 15 μ m 이상 작아지도록 연삭하고, 이어서 마무리로서, 번수 #800의 스펀지 연마재를 동일한 진동 툴에 장착하여, 타깃의 두께가 #500의 스펀지 연마재에서의 연삭 후보다 2 μ m 이상 더 작아지도록 연삭하였다. 연마 시간의 조건은 1000min/m²로 하였다. #400의 기계 가공에 의한 가공 대미지 제거를 위하여, 진동 툴에 의한 연마 가공에는 상당한 시간을 필요로 하였다.
- [0132] (비교예 4)
- [0133] <평면 연삭 처리>
- [0134] 비교예 1과 마찬가지로 조성의 세라믹스 소결체를 준비하고, 번수 #320의 원반상 스펀지 연마재(ϕ 300mm)를 장착한 산와 다이아 고한 가부시키가이샤제·형식 SDK-P1000NC 습식 연마 장치(폴리셔)로 평면 처리하였다. 연삭 조건은, 폴리셔 회전수 120rpm, 가공면에 대한 면압(가압압)을 0.58g/mm²이 되도록 설정하고, 연삭 시간 약 300min/m²의 조건에서 연삭하였다. 다음으로, 원반상 스펀지 연마재를 번수 #800의 것으로 바꾸어, 마찬가지로의 조건에서 평면 처리하였다.
- [0135] (실시에 1)
- [0136] <평면 연삭 처리>
- [0137] 비교예 1과 마찬가지로 조성의 세라믹스 소결체를 준비하고, 비교예 4와 마찬가지로의 조건에서, 평면 연삭 처리를 행하였다.
- [0138] <마무리 가공>
- [0139] 사이타마 세이키 가부시키가이샤제 진동 툴(오비탈샌더 U-62)에, 번수 #800의 스펀지 연마재(3M제 스카치 브라이트 7448DOT)를 장착하여, 연마 시간 150min/m²의 조건에서, 마무리 가공을 하였다.
- [0140] (비교예 5)
- [0141] <평면 연삭 처리>
- [0142] 비교예 1과 마찬가지로 조성의 세라믹스 소결체를 준비하고, 번수 #320의 스펀지 연마재로 구성되는 야나세 가부시키가이샤제 유니론 플랩 휠(연마 휠)로 평면 처리하였다. 연삭 조건은, 휠 회전수를 10000rpm, 절입량(=타깃 설치 시의 높이를 0으로 했을 때의, 연마 휠이 타깃과 중복되는 분의 두께)을 6mm로 하였다. 다음으로, 연마 휠을 구성하는 스펀지 연마재의 번수를 #800의 것으로 바꾸어, 마찬가지로의 조건에서 평면 처리하였다.
- [0143] (실시에 2)
- [0144] <평면 연삭 처리>
- [0145] 비교예 1과 마찬가지로 조성의 세라믹스 소결체를 준비하고, 비교예 5와 마찬가지로의 조건에서, 평면 연삭 처리를 행하였다.
- [0146] <마무리 가공>
- [0147] 이어서, 평면 연삭 처리한 면에 대하여, 사이타마 세이키 가부시키가이샤제 진동 툴(오비탈샌더 U-62)에, 번수 #800의 스펀지 연마재(3M제 스카치 브라이트 7448DOT)를 장착하여, 연마 시간 150min/m²의 조건에서, 마무리 가공을 하였다.
- [0148] (비교예 6)
- [0149] <평면 연삭 처리>
- [0150] SnO₂ 함유량 10질량% 조성의 ITO 환상 세라믹스 소결체를 준비하였다. 이 세라믹스 소결체의 일면을, 가부시키가이샤 오카모토 고사쿠 기카이 세이사쿠쇼제 평면 연삭 장치로, 번수 #80의 지석을 사용하여, 지석 회전수 1800rpm, 절입량 50 μ m/pass, 스파크아웃 4pass의 조건에서, 거친 연마 처리하였다. 계속하여 동 장치와 번수

#400의 지석을 사용하여, 지석 회전수 1250rpm, 절입량 10 μ m/pass, 스파크아웃 6pass의 조건에서 정연마 처리를 실시하였다.

[0151] (비교예 7)

[0152] <평면 연삭 처리>

[0153] 비교예 6과 마찬가지로 조성의 세라믹스 소결체를 준비하고, 번수 #320의 원반상 스펀지 연마재(ϕ 300mm)를 장착한 산와 다이아 고한 가부시키가이샤제·형식 SDK-P1000NC 습식 연마 장치(폴리셔)로 평면 처리하였다. 연삭 조건은, 폴리셔 회전수 120rpm, 가공면에 대한 면압(가압압)을 0.58g/mm²이 되도록 설정하고, 연삭 시간 약 300min/m²의 조건에서 연삭하였다. 다음으로, 원반상 스펀지 연마재를 번수 #800의 것으로 바꾸어, 마찬가지로의 조건에서 평면 처리하였다.

[0154] (실시예 3)

[0155] <평면 연삭 처리>

[0156] 비교예 6과 마찬가지로 조성의 세라믹스 소결체를 준비하고, 비교예 7과 마찬가지로의 조건에서 평면 연삭 처리를 행하였다.

[0157] <마무리 가공>

[0158] 이어서, 평면 연삭 처리한 면에 대하여, 사이타마 세이키 가부시키가이샤제 진동 툴(오비탈샌더 U-62)에, 번수 #800의 스펀지 연마재(3M제 스카치 브라이트 7448DOT)를 장착하여, 연마 시간 150min/m²의 조건에서, 마무리 가공을 하였다.

[0159] 각 비교예 및 실시예의 가공 조건을 표 1에 정리한다.

표 1

	재료	가공 조건	
		평면 연삭 처리	마무리 가공
비교예 1	IZO	#400 번수 지석	-
비교예 2	IZO	#400 번수 지석	진동 툴 (#800 번수 스펀지 연마재, 150 min/m ²)
비교예 3	IZO	#800 번수 지석	-
참고예 1	IZO	#400 번수 지석	진동 툴 (#500 및 #800 번수 스펀지 연마재, 1000 min/m ²)
비교예 4	IZO	폴리셔 가공 (#320 및 #800 번수 스펀지 연마재, 300 min/m ²)	-
실시예 1	IZO	폴리셔 가공 (#800 번수 스펀지 연마재)	진동 툴 (#800 번수 스펀지 연마재, 150 min/m ²)
비교예 5	IZO	플랩 휠 (#800 번수 스펀지 연마재)	-
실시예 2	IZO	플랩 휠 (#800 번수 스펀지 연마재)	진동 툴 (#800 번수 스펀지 연마재, 150 min/m ²)
비교예 6	ITO	#400 번수 지석	-
비교예 7	ITO	폴리셔 가공 (#320 및 #800 번수 스펀지 연마재, 300 min/m ²)	-
실시예 3	ITO	폴리셔 가공 (#800 번수 스펀지 연마재)	진동 툴 (#800 번수 스펀지 연마재, 150 min/m ²)

[0160]

[0161] (표면 조도계에 의한 표면 조도 Ra의 측정)

[0162] 상기 가공을 실시한 각 실시예 및 각 비교예의 IZO 또는 ITO 스퍼터링 타깃을 5분간 초음파 세정한 후, 가부시키가이샤 미츠토요제 측정식의 표면 조도계(Surftest SJ-301)를 사용하여, 하기의 표 2의 조건에 따라, 타깃 표면의 5개소의 Ra를 측정하고, 그 평균값을 산출하였다. 또한, 상기 5개소는, 네 코너 부근의 4개소와, 중앙의 1개소이다.

표 2

관리 항목	설정
평가 길이(mm)	4
측정 속도(mm/s)	0.5
측정력(mN)	≤4
측정 횟수(회/1개소)	5
촉침의 선단 곡률 반경(μm)	5
측정 방향	연삭시 방향과 평행

[0163]

[0164]

(단면 마이크로 크랙 개수 평가)

[0165]

상기 가공을 실시한 각 실시예 및 각 비교예의 IZO 또는 ITO 스퍼터링 타깃으로부터 20mm×10mm 사이즈의 샘플을 잘라내어, 5분간 초음파 세정한 후, JEOL사제 전자 현미경 JSM-6700F로 스퍼터면에 수직인 단면을 조직 관찰하고, 스퍼터면 측의 상단 부분의 길이 1mm당의 마이크로 크랙 개수를 확인하였다(도 4 참조). 마이크로 크랙의 판정은, 기계 가공면(연삭면)에 크랙의 기점이 있는 것으로서, 기계 가공면으로부터의 깊이가 0.1μm 이상인 마이크로 크랙을 계측한다고 하는 기준으로 행해졌다. 또한, 기계 가공면에 기점이 없는 내부의 크랙은 마이크로 크랙으로서 산입하지 않고, 또한 1개의 마이크로 크랙에 복수의 연결된 분지가 있는 경우라도, 1개의 마이크로 크랙으로서 계산하였다. 또한, 관찰 시야 내에 기계 가공면에 기점이 관찰되지 않는 것이라도, 관찰 시야 이외의 장소에서 기계 가공면에 기점이 있다고 인정되는 것은, 마이크로 크랙으로서 산입하였다. 이 방법에 의해, 합계 20개의 크랙이 확인될 때까지 스퍼터면을 따라 계측을 행한다. 관찰 배율은 자유롭게 설정해도 되지만, 마이크로 크랙의 대부분은 0.1 내지 20μm 정도로 작기 때문에, 통상적으로는 5000배 내지 10000배 정도의 배율로 하고, 발견되는 마이크로 크랙의 크기에 따라서 배율을 변경하는 것이 좋다. 여기서는 관찰 배율을 10,000배로 하였다.

[0166]

(단면 마이크로 크랙 깊이 평가)

[0167]

상기 단면 마이크로 크랙 개수 평가에 있어서 마이크로 크랙으로서 산입된 마이크로 크랙에 대하여, 전술한 방법에 의해, 전자 현미경으로 관찰된 상과 축척(스케일)에 의해 마이크로 크랙의 1개 1개에 대하여 그 스퍼터면으로부터의 연직 방향 깊이를 계산하고, 20개의 마이크로 크랙에 대한 깊이의 계산값의 평균을 취하여, 단면 마이크로 크랙의 깊이로 하였다. 각각의 예에서의, 20개의 마이크로 크랙의 깊이의 최댓값도 기록하였다.

[0168]

(필 테스트)

[0169]

타깃의 스퍼터면에 양면 카본 테이프를 첩부하고, 첩부한 부분을 엄지손가락으로 2초 정도 문지름으로써, 타깃 표면의 박리 입자를 카본 테이프에 부착시켰다(첩부 면적은 100mm² 이상으로 함). 테이프의 상기 첩부면에 대하여, 상기 조작을 타깃의 동일 평면 내에서 3회 행하였다(동일한 테이프를, 평면 내의 다른 임의 3개소에 첩부하고 박리함). 이 테이프(100mm² 이상)의 타깃에 대한 첩부면을 관찰면으로 하여 전자 현미경으로 관찰·사진 촬영하고, 관찰면에 있어서의 부착 입자의 면적 비율을 화상 처리 소프트웨어로 계산하였다. 상기 방법으로 동일 카본 테이프 시료를 관찰한 3시야의 평균값을, 필 테스트에 의한 박리 입자의 면적 비율로 하였다.

[0170]

(초기 스퍼터 평가)

[0171]

상기 가공을 실시한 각 실시예 및 각 비교예의 IZO 및 ITO 스퍼터링 타깃을 사용하여, 타깃 라이프가 0.8kWhr이 될 때까지 스퍼터한 후, 이하의 스퍼터링 시험을 행하였다. 성막 조건은, 출력 2.0kW, 압력 0.67Pa, 가스 유량 145sccm, 막 두께 55nm, 분위기 Ar 100%였다. 그리고, 스퍼터 라이프를 통하여, 기관(웨이퍼)에 발생한 파티클의 발생수를 단위 면적당으로 계측하고, 이하의 기준으로 평가하였다.

[0172]

○: 라이프 초기(~5kWhr)까지의 단위 면적당 파티클 발생수의 최댓값이 10개/cm² 미만

[0173]

△: 라이프 초기(~5kWhr)까지의 단위 면적당 파티클 발생수의 최댓값이 10개/cm² 이상 25개/cm² 미만

[0174] ×: 라이프 초기(~5kWhr)까지의 단위 면적당 파티클 발생수의 최댓값이 25개/cm² 이상

[0175] 또한, 비교예 1, 2, 및 참고예 1, 실시예 1에 대하여, 스퍼터 라이프를 통하여 발생하는 파티클 수를 도 5에 나타낸다.

[0176] 상기 스퍼터링 시험에서의 파티클 발생수의 평가 결과를 표 3에 나타낸다. 표 3으로부터 알 수 있는 바와 같이, 기관 파티클의 발생수에 관해서는, 실시예는 비교예보다 분명히 적었다.

표 3

조건	재료	표면 조도 Ra (μm)	마이크로 크랙 평가				필 테스트 박리율 (%)	초기 스퍼터 평가
			발생 빈도 (개/mm)	깊이 (μm)	최대 깊이 (μm)	마이크로 크랙량 (발생 빈도×깊이)		
비교예 1	IZO	0.35	31.7	3.8	15.2	121	1.95	×
비교예 2	IZO	0.25	29.6	2.5	6.0	75	0.29	△
비교예 3	IZO	0.18	30.9	3.0	6.3	93	2.18	×
참고예 1	IZO	0.10	21.9	0.8	1.7	18	0.14	○
비교예 4	IZO	0.11	12.6	1.6	3.5	28	2.47	△
실시예 1	IZO	0.10	9.5	1.7	2.5	16	0.22	○
비교예 5	IZO	0.17	22.6	1.7	3.0	39	2.93	×
실시예 2	IZO	0.10	14.4	1.7	2.3	24	0.19	○
비교예 6	ITO	0.32	19.1	10.6	15.5	203	11.40	×
비교예 7	ITO	0.14	13.9	6.6	11.8	73	0.12	△
실시예 3	ITO	0.11	7.8	3.5	5.8	30	0.03	○

[0177]

[0178] (고찰)

[0179] 비교예 1에서는, 변수 #400의 지석을 사용한 평면 연삭기로 평면 연삭을 처리했을 뿐이며, 가공면(스퍼터면)의 마이크로 크랙량이 50μm/mm를 초과하고, 필 테스트에 의한 박리율도 양호하지 않았다. 그 결과, 초기 스퍼터 평가 결과가 불량이었다.

[0180] 비교예 2에서는, 평면 연삭기에서의 가공면에 대하여, 진동 툴로 마무리를 함으로써 박리율이 개선되었지만, 마이크로 크랙량의 개선이 충분하지 않아, 스퍼터 시험에서 중간 정도의 파티클 발생이 보였다.

[0181] 비교예 3에서는, 지석의 변수를 #800으로 바꿈으로써 가공 대미지의 저감을 노렸지만 가공면(스퍼터면)의 마이크로 크랙량은 충분히 저감할 수 없어, 역시 마이크로 크랙량이 50μm/mm를 초과하고, 필 테스트에 의한 박리율도 양호하지 않았다. 그 결과, 초기 스퍼터 평가 결과가 불량이었다.

[0182] 참고예 1에 대하여 보자면, 하처리예 #400의 스펀지 연마재, 마무리에 #500과 #800의 스펀지 연마재를 사용하여 합계 17μm 이상의 연삭을 행한 결과, 마이크로 크랙량 및 필 테스트에 의한 박리량을 저감할 수 있어, 스퍼터 시에 파티클이 적은 타깃을 얻을 수 있었지만, 상기 공정에는 대략 1000min/m²의 방대한 시간이 걸리기 때문에, 양산에의 적용은 곤란하다고 하는 결점이 있다.

[0183] 비교예 4에 대하여 보자면, 폴리셔 가공에 의해 마이크로 크랙량을 저감시킬 수 있는 것이 확인되었지만, 그것만으로는 불충분하고, 마무리 가공 없이는 필 테스트에 의한 박리율의 향상이 곤란하였다.

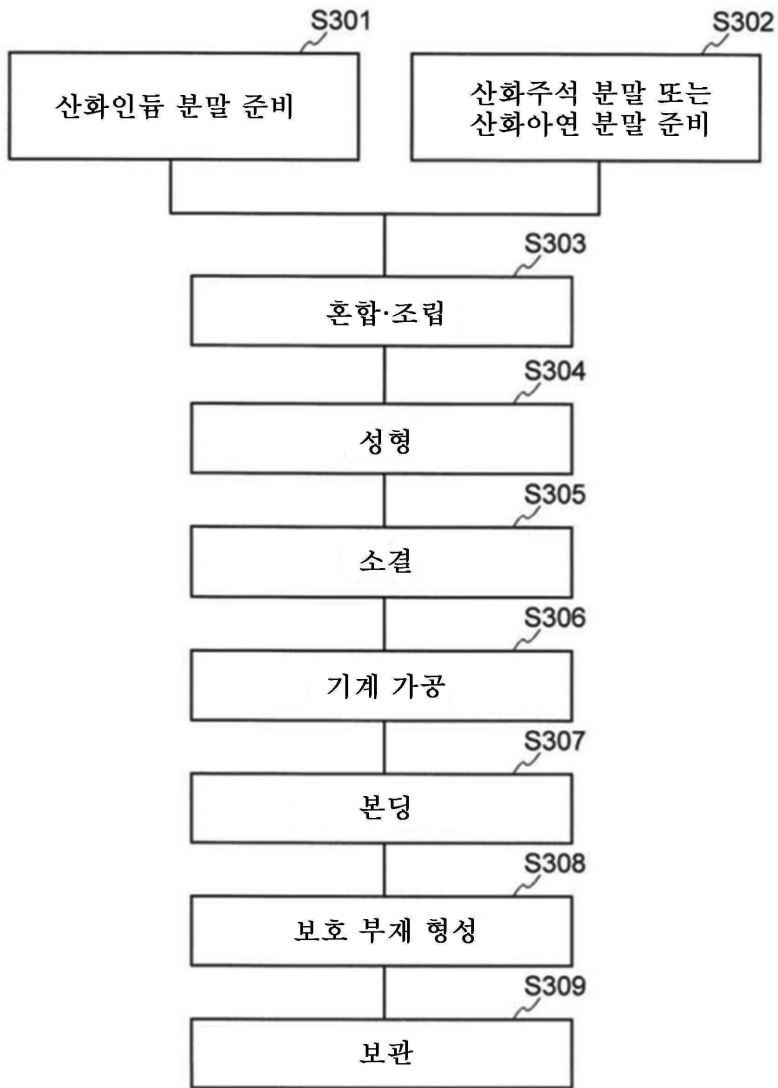
[0184] 비교예 5에 대하여 보자면, 동일한 변수 #800이라도, 지석이 아닌 스펀지 연마재를 사용함으로써 마이크로 크랙량을 저감시킬 수 있는 것이 확인되었지만, 그것만으로는 불충분하고, 마무리 가공 없이는 필 테스트에 의한 박리율의 향상이 곤란하였다. 그 결과, 초기 스퍼터 평가 결과가 불량이었다.

[0185] 실시예 1 및 2에 대하여 보자면, 변수 #800의 스펀지 연마재를 사용함으로써 마이크로 크랙량을 저감시킬 수 있음이 확인되고, 또한 진동 툴을 사용하여 마무리 가공을 행함으로써 필 테스트에 의한 박리량을 저감할 수도 있어, 스퍼터 시에 파티클이 적은 타깃을 얻을 수 있었다.

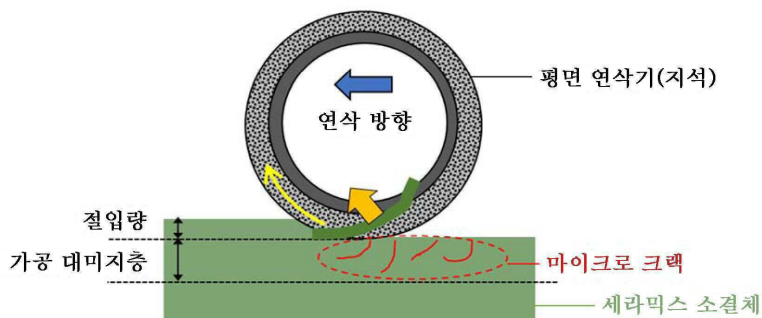
[0186] 비교예 6, 7, 실시예 3에 대하여 보자면, 스퍼터링 타깃재를 IZO로부터 ITO로 변경해도, 동등한 차이, 효과가 얻어지는 것을 알 수 있었다.

도면

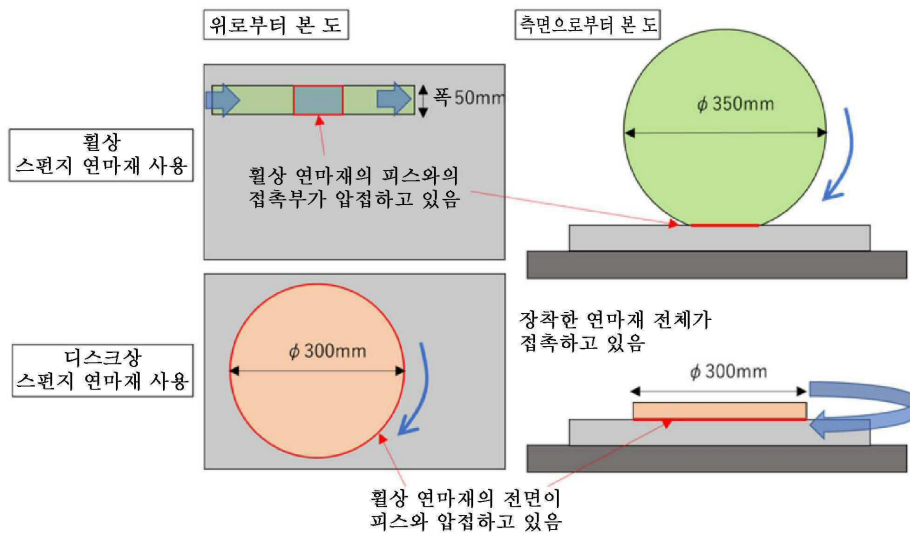
도면1



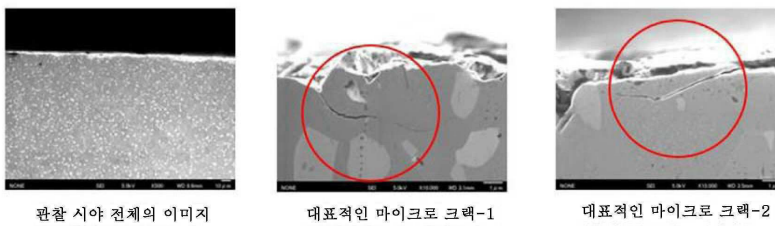
도면2



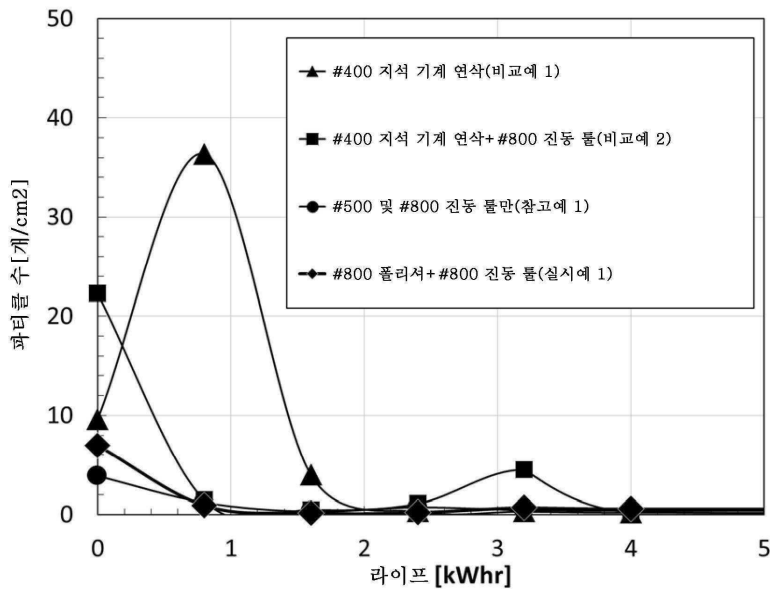
도면3



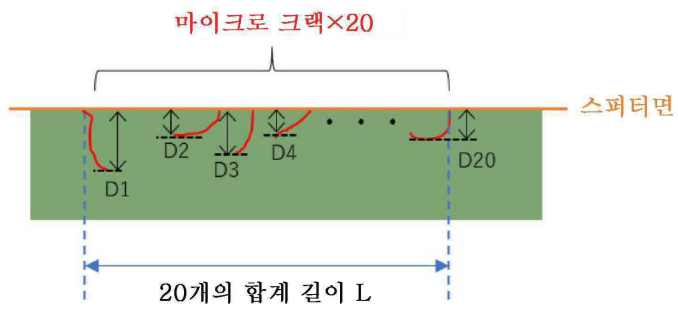
도면4



도면5



도면6



<p>마이크로 크랙 발생 빈도 = $L \div 20$</p> <p>마이크로 크랙 평균 깊이 = $[D1+D2+D3+\dots+D20] \div 20$</p>
--