

(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
2011年9月9日(09.09.2011)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2011/108535 A1

- (51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01) C04B 35/453 (2006.01)
C04B 35/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2011/054615
- (22) 国際出願日: 2011年3月1日(01.03.2011)
- (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 2010-046879 2010年3月3日(03.03.2010) 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): 溝渕 裕昭 (MIZOBUCHI, Hiroaki) [JP/JP]; 〒8360003 福岡県大牟田市大字唐船2081番地 三井金属鉱業株式会社 機能材料事業本部 薄膜材料事業部内 Fukuoka (JP). 矢野 智泰 (YANO, Tomoya-su) [JP/JP]; 〒8360003 福岡県大牟田市大字唐船2081番地 三井金属鉱業株式会社 機能材料事業本部 薄膜材料事業部内 Fukuoka (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人 S S I N P A T (SSINPAT PATENT FIRM); 〒1410031 東京都品川区西五反

田七丁目13番6号 五反田山崎ビル6階 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, CL, 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, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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, 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 (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, 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: GALLIUM OXIDE-ZINC OXIDE SPUTTERING TARGET

(54) 発明の名称: 酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲット

(57) Abstract: Disclosed is a gallium oxide-zinc oxide sputtering target that is characterized by containing at least one of Pb or Cd. The gallium oxide-zinc oxide sputtering target has a high sintered density even if sintering temperature is low, for example on the order of 1300°C. As a result, since it is not necessary to sinter a starting material powder at a high temperature to obtain a high sintered density, the burden on the sintering furnace is low, and it is possible to avoid early degradation of the sintering furnace. Also, it is possible to suppress volatilization of zinc and other components from the starting material powder, and it is possible to easily form a film having a planned composition. Additionally, the sputtering target has a low specific resistance. Furthermore, the sputtering target has a low percentage of reduction in sputter rate.

(57) 要約: 本発明は、PbおよびCdの少なくとも一方を含有することを特徴とする酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットである。本発明の酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、焼結温度が低温、たとえば1300°C程度であっても高い焼結密度となる。このため高い焼結密度を得るために原料粉末を高温で焼結する必要がないので、焼結炉にかかる負担が小さく、焼結炉の早期劣化を避けることができ、また、原料粉末からの亜鉛等の成分の揮発を抑制することができ、予定していた組成を有する膜を容易に形成することができる。また、本発明のスパッタリングターゲットは、比抵抗が小さい。さらに本発明のスパッタリングターゲットは、スパッタレート減少率が小さい。



WO 2011/108535 A1

明 細 書

発明の名称：

酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲット

技術分野

[0001] 本発明は、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに関し、さらに詳しくは、低温焼結でも製造でき、高密度で比抵抗の低い、透明導電膜形成等に好適に使用することのできる酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに関する。

背景技術

[0002] 近年、酸化インジウムに錫をドーピングして形成された材料（ITO）からなる膜（ITO膜）が、フラットパネルディスプレイ、タッチパネルおよび太陽電池等の分野において透明導電膜その他の用途として幅広く用いられている。しかし、ITOの主成分であるインジウムは高価であるので、透明導電膜等の製造コストが高いという問題に直面している。そこで、ITOより安価な代替材料の開発が待ち望まれている。

[0003] ITOの代替材料としては安価な酸化亜鉛を主成分とする酸化亜鉛系材料、中でも酸化ガリウム－酸化亜鉛系材料（GZO）や酸化アルミニウム－酸化亜鉛系材料（AZO）が注目されている。GZOは、酸化亜鉛に酸化ガリウム（ Ga_2O_3 ）をドーピングして形成される材料であり、無色透明で、かつ高導電性を有する。

[0004] GZO膜は、一般にGZO系のスパッタリングターゲットを用いたスパッタリング法によって形成される。このようなスパッタリングにおいては、スパッタリングの進行に伴いノジュールと呼ばれる突起物がターゲット表面に発生し、これが原因となってアーキングやスプラッシュが発生し、安定的な成膜が困難になることがある。また、アーキング等が原因となってパーティクルがスパッタチャンバ内に浮遊し、これが膜に付着してGZO膜の品質を低下させることがある。このため、スパッタリングターゲットの開発におい

ては、ノジュールなどの発生を抑制する技術が要求されている。このような技術としてスパッタリングターゲットの高密度化などが図られている。また、スパッタ速度を上げ、効率的な成膜を実現するためにスパッタリングターゲットの比抵抗を低下させる技術が求められている。AZOについても、上記GZOと同様の事情が存在する。

[0005] 上記の要求を満たすGZO系のスパッタリングターゲットとして、たとえば酸化アルミニウムを20～500質量ppm含有し、焼結密度が5.55 g/cm³以上である酸化ガリウム－酸化亜鉛系焼結体スパッタリングターゲット（特許文献1）や、酸化ジルコニウムを20～2000質量ppm含有し、焼結密度が5.55 g/cm³以上である酸化ガリウム－酸化亜鉛系焼結体スパッタリングターゲット（特許文献2）などが提案されている。

[0006] しかし、特許文献1および特許文献2に記載されたスパッタリングターゲットは、原料粉末をCIP（等方冷間プレス）により成形した後に焼結しなければ高密度にはならない。CIPは特殊な方法であり、広汎に用いられる方法ではなく、またその装置は高価であり、これを行うとスパッタリングターゲットの製造コストが増大するという問題があった。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特許第4054054号公報

特許文献2：特許第4098345号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] 本発明は、ノジュール、アーキングやパーティクルの発生を抑制できる程度に高い焼結密度および低い比抵抗率を有し、特殊な装置を用いることなく、低コストで製造することができる酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを得ることを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0009] 本発明者は、酸化亜鉛系スパッタリングターゲットにPbもしくはCd、またはその両方を含有させると、CIPによらなくても高い焼結密度が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。
- [0010] すなわち、前記目的を達成する本発明は、PbおよびCdの少なくとも一方を含有することを特徴とする酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットである。
- [0011] 前記酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットの好適な態様として、
- PbおよびCdのうちPbのみを含有し、その含有量が4～2000質量ppmであり、
- PbおよびCdのうちCdのみを含有し、その含有量が3～2000質量ppmであり、
- PbおよびCdを含有し、それぞれの含有量の合計が4～2000質量ppmである。
- [0012] 前記酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、酸化ガリウムの濃度が0.1～10質量%であることが好ましい。
- [0013] 他の発明は、酸化ガリウム粉末と酸化亜鉛粉末とPbおよびCdの少なくとも一方を含有する粉末とを含む混合粉末を焼結することを特徴とする酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットの製造方法である。

発明の効果

- [0014] 本発明の酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットおよび酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、CIPのような特殊な装置を用いることなく、低コストで製造することができ、高い焼結密度を有する。特に、本発明のスパッタリングターゲットは、焼結温度が低温、たとえば1300℃程度であっても高い焼結密度となる。たとえば酸化ガリウム濃度が0.5質量%である場合には、焼結温度が1300℃であっても焼結密度が5.60 g/cm³以上となる。このため高い焼結密度を得るために原料粉末を高温で焼結する必要がないので、焼結炉にかかる負担が小さく

、焼結炉の早期劣化を避けることができる。また、低温焼結が可能なことから、焼結中に原料粉末からの亜鉛等の成分の揮発を抑制することができるのでターゲットの組成の調整が容易であり、スパッタリングにより、予定していた組成を有する膜を容易に形成することができる。また、本発明の酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットおよび酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、比抵抗が小さい。さらに本発明の酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットおよび酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、ターゲット密度が高くなることでノジュールの生成を抑えることができ、さらにはアーキングやパーティクルの発生も抑制することができる。したがって、安定したスパッタを行うことができ、ひいてはスパッタレート減少率も小さくすることができる。

発明を実施するための形態

[0015] <酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲット>

本発明に係る酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、PbおよびCdの少なくとも一方を含有することを特徴とする。

[0016] 本発明のスパッタリングターゲットがPbおよびCdのうちPbのみを含有する場合には、Pbの含有量は4～2000質量ppmであることが好ましく、より好ましくは5～1000質量ppmであり、さらに好ましくは5～500質量ppmであり、特に好ましくは5～100質量ppmである。

[0017] 本発明のスパッタリングターゲットがPbおよびCdのうちCdのみを含有する場合には、Cdの含有量は3～2000質量ppmであることが好ましく、より好ましくは3～1000質量ppmであり、さらに好ましくは3～500質量ppmであり、特に好ましくは3～100質量ppmである。

[0018] 本発明のスパッタリングターゲットがPbおよびCdの両方を含有する場合には、Pbの含有量とCdの含有量との合計は4～2000質量ppmであることが好ましく、より好ましくは5～1000質量ppmであり、さらに好ましくは5～500質量ppmであり、特に好ましくは5～100質量ppmである。

[0019] 酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットがPbもしくはCdまたはPbおよびCdを含んでいると、特にそれぞれ上記に示した含有量で含んでいると、高い焼結密度が得られる。特にPbおよびCdの少なくとも一方を上記の含有量で含む酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、混合粉末を低温で焼結しても高い焼結密度が得られる。酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、一般に酸化ガリウム (Ga_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (ZnO) 粉末とを混合して得られた混合粉末を焼結して製造される。このとき焼結体の焼結密度は、一般に焼結温度が高いほど高くなり、焼結温度が低くなると低下する。たとえば混合粉末中の酸化ガリウム濃度が0.5質量%の場合、これを1500℃という高温で焼結すれば、混合粉末がPbおよびCdを含有していなくても焼結密度が5.60 g/cm³以上の焼結体を得られるが、1300℃という低温で焼結すると、混合粉末がPbおよびCdを含有していない場合、焼結密度が5.53 g/cm³程度の焼結体しか得られない。これに対し、PbおよびCdの少なくとも一方を上記の含有量で含む混合粉末の場合、1500℃という高温で焼結しても1300℃という低温で焼結しても、焼結密度が5.60 g/cm³以上の焼結体を得ることができる。

[0020] 1500℃以上の高温で焼結を行うと、焼結炉にかかる負担が大きく、焼結炉の劣化が激しくなる。また、このような高温で焼結を行うと、原料粉末から亜鉛等の成分が揮発し、各成分の組成が変化するので、予定されていた組成を有するターゲットを形成することができない場合がある。本発明のスパッタリングターゲットは、上記のとおり1300℃という低温焼結であっても高い焼結密度を得ることができるので、焼結炉にかかる負担を小さくすることができ、焼結炉の劣化を低減させることができる。また本発明のスパッタリングターゲットは、上記のような低温焼結により焼結中における混合粉末からの亜鉛等の成分の揮発を抑制することができるので、予定していた組成を得ることが容易である。

[0021] このような効果は、Pb添加およびCd添加のいずれにおいても得ること

ができる。また、P bとC dとを共存させても得ることができ、このときの好適なP bとC dとの合計量はP bまたはC dの単独添加の場合と大差がない。これらのことから、上記効果に対してP bとC dとは酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットにおいて同様のメカニズムで作用をしているものと考えられる。また、P bおよびC dの添加効果は、後述の酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットにおいても酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットの場合と同様に現れることから、P bおよびC dは、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットおよび酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットにおいて同様のメカニズムで作用をしているものと考えられる。

[0022] 本発明に係る酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットにおける酸化ガリウム濃度は、特に制限はないが通常0.1～10質量%であり、好ましくは0.5～5.7質量%である。酸化ガリウム濃度がこの範囲内であると、ITOの有効な代替材料とすることができ、またP bおよびC dによる効果を好適に発現させることができる。ここで、酸化ガリウム濃度とは、 Ga_2O_3 換算で表記した数値である。

[0023] 本発明の酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、P bおよびC dの少なくともいずれか一方の元素、Ga、ZnおよびO、ならびに不可避免的不純物に由来する元素からなる。

[0024] 本発明のスパッタリングターゲットの密度は、前述のとおり焼結温度が高いほど高くなり、また酸化ガリウム濃度が高いほど低くなる傾向がある。本発明のスパッタリングターゲットの密度は、酸化ガリウム濃度が0.5質量%の場合、1200℃の焼結では5.49～5.54 g/cm³、1300℃の焼結では5.60～5.61 g/cm³、1400℃の焼結では5.60～5.61 g/cm³、1500℃の焼結では5.60～5.61 g/cm³程度である。酸化ガリウム濃度が3.0質量%の場合、1200℃の焼結では5.23～5.27 g/cm³、1300℃の焼結では5.47～5.50 g/cm³、1400℃の焼結では5.48～5.51 g/cm³、1500℃の焼

結では5.50～5.54 g/cm³程度である。酸化ガリウム濃度が5.7質量%の場合、1200℃の焼結では5.12～5.16 g/cm³程度、1300℃の焼結では5.27～5.29 g/cm³、1400℃の焼結では5.28～5.35 g/cm³、1500℃の焼結では5.40～5.50 g/cm³程度である。

[0025] 本発明のスパッタリングターゲットは、PbもしくはCdまたはPbおよびCdを含んでいることにより、特にそれぞれ上記に示した含有量で含んでいることにより比抵抗率が低い。本スパッタリングターゲットの密度も、焼結密度と同様に焼結温度が高いほど高くなり、また酸化ガリウム濃度が高いほど低くなる傾向がある。本発明のスパッタリングターゲットの比抵抗率は、酸化ガリウム濃度が0.5質量%の場合、1300℃の焼結では $1.0 \times 10^{-3} \sim 2.0 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ 程度である。

[0026] また、本発明のスパッタリングターゲットは、PbもしくはCdまたはPbおよびCdを含んでいることにより、特にそれぞれ上記に示した含有量で含んでいることによりスパッタレート減少率が低い。本発明のスパッタリングターゲットのスパッタレート減少率は、酸化ガリウム濃度が0.5質量%、1300℃の焼結温度の場合、19～23%程度である。なお、スパッタレート減少率の測定方法については実施例において詳述した。

[0027] 本発明の酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、たとえば以下のような方法で製造することができる。PbおよびCdのうちPbのみを含有するスパッタリングターゲットを製造する場合には、Pbの含有量が5～1000質量ppmとなるように、Pbを含有する粉末と酸化ガリウム(Ga_2O_3)粉末と酸化亜鉛(ZnO)粉末とを混合して混合粉末を作成し、この混合粉末を焼結する。PbおよびCdのうちCdのみを含有するスパッタリングターゲットを製造する場合には、Cdの含有量が3～1000質量ppmとなるように、Cdを含有する粉末と酸化ガリウム粉末と酸化亜鉛粉末とを混合して混合粉末を作成し、この混合粉末を焼結する。PbおよびCdの両方を含有するスパッタリングターゲットを製造する場合には、Pb

の含有量とCdの含有量との合計が5～1000質量ppmとなるようにPbを含有する粉末とCdを含有する粉末と酸化ガリウム粉末と酸化亜鉛粉末とを混合して混合粉末を作成し、この混合粉末を焼結する。スパッタリングターゲットにおける酸化ガリウムの濃度を0.5～5.7質量%とする場合には、上記の各場合において酸化ガリウムの濃度が0.5～5.7質量%となるように酸化ガリウム粉末を混合して混合粉末を作成すればよい。

[0028] 前記Pbを含有する粉末としては、Pbの金属粉末、Pbの酸化物粉末およびその他のPb化合物粉末のいずれであってもよい。Pbの酸化物としては、 PbO 、 PbO_2 および Pb_3O_4 等が挙げられる。前記Cdを含有する粉末も、Cdの金属粉末、Cdの酸化物粉末およびその他のCd化合物粉末のいずれであってもよい。Cdの酸化物としては、 CdO が挙げられる。

[0029] 前記Pbを含有する粉末、Cdを含有する粉末、酸化ガリウム粉末および酸化亜鉛粉末のBET (Brunauer-Emmett-Teller) 法で測定された平均粒径は、通常0.05～0.5 μm である。

[0030] 混合粉末は、前記各粉末を、例えばボールミル等により混合することにより得られる。

[0031] 混合粉末の焼結方法には、特に制限はないが、通常これを成形して成形体とし、これを焼結炉で焼結する方法が採られる。混合粉末は、そのまま成形して成形体としてもよいが、必要により混合粉末にバインダーを加えて成形してもよい。このバインダーとしては、公知の粉末冶金法において成形体を得るときに使用されるバインダー、例えばポリビニルアルコール等を使用することができる。また得られた成形体は、必要に応じて公知の粉末冶金法において採用される方法により脱脂してもよい。成形方法も、公知の粉末冶金法において採用される方法を適用することができる。すなわち、本発明の酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、CIPのような特殊な成形方法を用いることなく高密度に製造することができる。

[0032] 得られた成形体を焼結することにより焼結体を得る。焼結は、公知の粉末冶金法において採用される焼結炉を用いることができる。焼結雰囲気として

は、酸素ガス含有ガスが好ましい。具体的には、大気をはじめとして、酸素ガス、窒素ガスと酸素ガスとの混合ガス、アルゴンガスと酸素ガスとの混合ガス、および窒素ガスとアルゴンガスと酸素ガスとの混合ガスなどを挙げることができる。酸素ガス含有ガスにおける酸素濃度は、5～100vol%が好ましい。また、大気中で酸素ガスをフローさせながら焼結してもよい。

[0033] 前述のとおり、本発明の酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、1500℃のような高温で焼結しなくても高密度とすることができる。たとえば、酸化ガリウム濃度が0.5質量%の場合、1300℃という低温で焼結しても5.60g/cm³以上の焼結密度が得られる。

[0034] <酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲット>

本発明に係る酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、PbおよびCdの少なくとも一方を含有することを特徴とする。

[0035] 本発明のスパッタリングターゲットがPbおよびCdのうちPbのみを含有する場合には、Pbの含有量は4～2000質量ppmであることが好ましく、より好ましくは5～1000質量ppmであり、さらに好ましくは5～500質量ppmであり、特に好ましくは5～100質量ppmである。

[0036] 本発明のスパッタリングターゲットがPbおよびCdのうちCdのみを含有する場合には、Cdの含有量は3～2000質量ppmであることが好ましく、より好ましくは3～1000質量ppmであり、さらに好ましくは3～500質量ppmであり、特に好ましくは3～100質量ppmである。

[0037] 本発明のスパッタリングターゲットがPbおよびCdの両方を含有する場合には、Pbの含有量とCdの含有量との合計は4～2000質量ppmであることが好ましく、より好ましくは5～1000質量ppmであり、さらに好ましくは5～500質量ppmであり、特に好ましくは質量5～100ppmである。

[0038] 酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットがPbもしくはCdまたはPbおよびCdを含んでいると、特にそれぞれ上記に示した含有量で含んでいると、高い焼結密度が得られる。特にPbおよびCdの少なく

とも一方を上記の含有量で含む酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、混合粉末を低温で焼結しても高い焼結密度が得られる。酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、一般に酸化アルミニウム (Al_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (ZnO) 粉末とを混合して得られた混合粉末を焼結して製造される。このとき焼結体の焼結密度は、一般に焼結温度が高いほど高くなり、焼結温度が低くなると低下する。たとえば混合粉末中の酸化アルミニウムが2.0質量%の場合、これを1500℃という高温で焼結すれば、混合粉末がPbおよびCdを含有していなくても焼結密度が5.54 g/cm³以上の焼結体を得られるが、1300℃という低温で焼結すると、混合粉末がPbおよびCdを含有していない場合、焼結密度が5.47 g/cm³程度の焼結体しか得られない。これに対し、PbおよびCdの少なくとも一方を上記の含有量で含む混合粉末の場合、1500℃という高温で焼結しても1300℃という低温で焼結しても、焼結密度が5.54 g/cm³以上の焼結体を得ることができる。

[0039] 1500℃以上の高温で焼結を行うと、焼結炉にかかる負担が大きく、焼結炉の劣化が激しくなる。また、このような高温で焼結を行うと、原料粉末から亜鉛等の成分が揮発し、各成分の組成が変化するので、予定されていた組成を有するターゲットを形成することができない場合がある。本発明のスパッタリングターゲットは、上記のとおり1300℃という低温焼結であっても高い焼結密度を得ることができるので、焼結炉にかかる負担を小さくすることができ、焼結炉の劣化を低減させることができる。また本発明のスパッタリングターゲットは、上記のような低温焼結により焼結中における混合粉末からの亜鉛等の成分の揮発を抑制することができるので、予定していた組成を得ることが容易である。

[0040] このような効果は、Pb添加およびCd添加のいずれにおいても得ることができる。また、PbとCdとを共存させても得ることができ、このときの好適なPbとCdとの合計量はPbまたはCdの単独添加の場合と大差がない。これらのことから、上記効果に対してPbとCdとは酸化アルミニウム

一酸化亜鉛系スパッタリングターゲットにおいて同様のメカニズムで作用をしているものと考えられる。また、PbおよびCdの添加効果は、前述の酸化ガリウム一酸化亜鉛系スパッタリングターゲットにおいても酸化アルミニウム一酸化亜鉛系スパッタリングターゲットの場合と同様に現れることから、PbおよびCdは、酸化ガリウム一酸化亜鉛系スパッタリングターゲットおよび酸化アルミニウム一酸化亜鉛系スパッタリングターゲットにおいて同様のメカニズムで作用をしているものと考えられる。

[0041] 本発明に係る酸化アルミニウム一酸化亜鉛系スパッタリングターゲットにおける酸化アルミニウム濃度は、特に制限はないが通常0.1～10質量%であり、好ましくは0.5～6.0質量%である。酸化アルミニウム濃度がこの範囲内であると、ITOの有効な代替材料とすることができ、またPbおよびCdによる効果を好適に発現させることができる。ここで、酸化アルミニウム濃度とは、 Al_2O_3 換算で表記した数値である。

[0042] 本発明の酸化アルミニウム一酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、PbおよびCdの少なくともいずれか一方の元素、Al、ZnおよびO、ならびに不可避免的不純物に由来する元素からなる。

[0043] 本発明の酸化アルミニウム一酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、密度、比抵抗率およびスパッタレート減少率については、前記酸化ガリウム一酸化亜鉛系スパッタリングターゲットと同様の効果を有する。

[0044] 本発明の酸化アルミニウム一酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、たとえば以下のような方法で製造することができる。PbおよびCdのうちPbのみを含有するスパッタリングターゲットを製造する場合には、Pbの含有量が5～1000質量ppmとなるように、Pbを含有する粉末と酸化アルミニウム(Al_2O_3)粉末と酸化亜鉛(ZnO)粉末とを混合して混合粉末を作成し、この混合粉末を焼結する。PbおよびCdのうちCdのみを含有するスパッタリングターゲットを製造する場合には、Cdの含有量が3～1000質量ppmとなるように、Cdを含有する粉末と酸化アルミニウム粉末と酸化亜鉛粉末とを混合して混合粉末を作成し、この混合粉末を焼結する。

。P bおよびC dの両方を含有するスパッタリングターゲットを製造する場合には、P bの含有量とC dの含有量との合計が5～1000質量ppmとなるようにP bを含有する粉末とC dを含有する粉末と酸化アルミニウム粉末と酸化亜鉛粉末とを混合して混合粉末を作成し、この混合粉末を焼結する。スパッタリングターゲットにおける酸化アルミニウムの濃度を0.5～6.0質量%とする場合には、上記の各場合において酸化アルミニウムの濃度が0.5～6.0質量%となるように酸化アルミニウム粉末を混合して混合粉末を作成すればよい。

[0045] 前記P bを含有する粉末としては、P bの金属粉末、P bの酸化物粉末およびその他のP b化合物粉末のいずれであってもよい。P bの酸化物としては、P bO、P bO₂およびP b₃O₄等が挙げられる。前記C dを含有する粉末も、C dの金属粉末、C dの酸化物粉末およびその他のC d化合物粉末のいずれであってもよい。C dの酸化物としては、C dOが挙げられる。

[0046] 前記P bを含有する粉末、C dを含有する粉末、酸化アルミニウム粉末および酸化亜鉛粉末のBET (Brunauer-Emmett-Teller) 法で測定された平均粒径は、通常0.05～0.5 μmである。

[0047] 混合粉末は、前記各粉末を、例えばボールミル等により混合することにより得られる。

[0048] 混合粉末の焼結方法には、特に制限はないが、通常これを成形して成形体とし、これを焼結炉で焼結する方法が採られる。混合粉末は、そのまま成形して成形体としてもよいが、必要により混合粉末にバインダーを加えて成形してもよい。このバインダーとしては、公知の粉末冶金法において成形体を得るときに使用されるバインダー、例えばポリビニルアルコール等を使用することができる。また得られた成形体は、必要に応じて公知の粉末冶金法において採用される方法により脱脂してもよい。成形方法も、公知の粉末冶金法において採用される方法を適用することができる。すなわち、本発明の酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、CIPのような特殊な成形方法を用いることなく高密度に製造することができる。

- [0049] 得られた成形体を焼結することにより焼結体を得る。焼結は、公知の粉末冶金法において採用される焼結炉を用いることができる。焼結雰囲気としては、酸素ガス含有ガスが好ましい。具体的には、大気をはじめとして、酸素ガス、窒素ガスと酸素ガスとの混合ガス、アルゴンガスと酸素ガスとの混合ガス、および窒素ガスとアルゴンガスと酸素ガスとの混合ガスなどを挙げることができる。酸素ガス含有ガスにおける酸素濃度は、5～100vol%が好ましい。また、大気中で酸素ガスをフローさせながら焼結してもよい。
- [0050] 前述のとおり、本発明の酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、1500℃のような高温で焼結しなくても高密度とすることができる。たとえば、酸化アルミニウム濃度が0.5質量%の場合、1300℃という低温で焼結しても5.54g/cm³以上の焼結密度が得られる。
- [0051] 上記酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、酸化ガリウムおよび酸化亜鉛からなる系にPb等が含有されてなるスパッタリングターゲットであり、酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、酸化アルミニウムおよび酸化亜鉛からなる系にPb等が含有されてなるスパッタリングターゲットであるが、上述のとおりPb等の添加効果は、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットおよび酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットにおいて同様に現れることから、酸化ガリウム、酸化アルミニウムおよび酸化亜鉛系からなる系にPb等が含有されてなるスパッタリングターゲットにおいても、上記酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲット等と同様な効果が得られるものと考えられる。
- [0052] なお、混合粉末中やスパッタリングターゲット中のPb、Cd、GaおよびAl等の化学組成については、ICP法等で測定することができる。以下の実施例では、混合粉末中のPb、Cd、GaおよびAl等の濃度とスパッタリングターゲット中のPb、Cd、GaおよびAl等の濃度とが同じであることが確認できている。

実施例

[0053] まず、実施例において採用した測定方法を説明する。

〈密度および相対密度〉

前記スパッタリングターゲットの相対密度をアルキメデス法に基づき測定した。具体的には、スパッタリングターゲットの空中重量を体積（スパッタリングターゲットの水中重量/計測温度における水比重）で除して密度を算出し、この密度の、下記式（X）に基づく理論密度 ρ （ g/cm^3 ）に対する百分率の値を相対密度（単位：%）とした。結果を表1に示した。

[0054] [数1]

$$\rho \equiv \left[\frac{C_1/100}{\rho_1} + \frac{C_2/100}{\rho_2} + \dots + \frac{C_i/100}{\rho_i} \right]^{-1} \dots (X)$$

[0055] （式（X）中、 $C_1 \sim C_i$ はそれぞれターゲット焼結体の構成物質の含有量（重量%）を示し、 $\rho_1 \sim \rho_i$ は $C_1 \sim C_i$ に対応する各構成物質の密度（ g/cm^3 ）を示す。）。

〈比抵抗率〉

比抵抗率は、JIS K 7194に準じた四探針法により、ロレスターGP MCP-T610（三菱化学（株）製）を用いて測定した。

〈スパッタレート減少率〉

直径4 inch、厚さ5mmのスパッタリングターゲットをバックングプレートに接合し、下記のスパッタリング条件にしたがってスパッタリング処理を施した。この処理を投入電力量 $3\text{W}/\text{cm}^2$ で行った。

[0056] 〈スパッタリング条件〉

装置；DCマグネトロンスパッタ装置、排気系クライオポンプ、ロータリーポンプ

到達真空度： $3 \times 10^{-6} \text{Pa}$

スパッタ圧力： 0.4Pa

酸素分圧： $1 \times 10^{-3} \text{Pa}$

上記条件でのスパッタリング処理により30、60、120および180

分間成膜を行い、各時点での膜厚を測定した。横軸に処理時間、縦軸に膜厚を取り、曲線を作成した。スパッタリング開始時およびスパッタリング終了時における前記曲線の接線の傾きを、それぞれスパッタリング開始時のスパッタレート R_i およびスパッタリング終了時のスパッタレート R_e とし、次式によりスパッタレート減少率を求めた。スパッタリング終了時は、ターゲットのエロージョン部（スパッタリングにより最も深く掘れた部分）の厚みが1 mmになった時点とした。

[0057] [数2]

$$[\text{スパッタレート減少率}] = [(R_i - R_e) / R_i] \times 100$$

[0058] <酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲット>

[PbおよびCdの含有量による効果ならびに焼結温度による効果の比較]
(実施例GP1～GP9)

Pbの含有量が表1に示した数値となるように、また酸化ガリウム(Ga_2O_3)の含有量が0.5質量%になるように、PbO粉末と酸化ガリウム(Ga_2O_3)粉末と酸化亜鉛(ZnO)粉末とを混合し、20Lのポリプロピレン製ポットに入れ、ボールミル混合することにより混合粉末を作成した。メディアは直径10mmの ZrO_2 ボールとした。使用したPbO粉末、酸化ガリウム粉末および酸化亜鉛粉末のBET法で測定した平均粒径は、それぞれ0.24 μm 、0.12 μm および0.35 μm であった。

[0059] 混合粉末に、4質量%に希釈したポリビニルアルコールを混合粉末に対して6質量%添加し、乳鉢を用いてポリビニルアルコールを粉末によく馴染ませ、5.5メッシュの篩に通した。ポリビニルアルコールが混合された混合粉末をプレス用の型に充填し、プレス圧500 kg/cm²で60秒間、一軸成形した。

[0060] 得られた成形体を容量が約1 m³の焼結炉に入れ、大気中にて1200℃で8 h焼結した。昇温速度を100℃/h、降温速度を100℃/hとした。

[0061] 得られた焼結体を切削加工することにより、474×305×12 mm tの酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。なお、

スパッタレート減少率測定においては直径 4 i n c h、厚さ 5 mmとした。

[0062] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表 1 に示した。

[0063] (比較例 G 1)

P b O 粉末を使用しなかったこと以外は実施例 G P 1 と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0064] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表 1 に示した。

[0065] (実施例 G P 1 0 ～ G P 1 8)

P b の含有量が表 2 に示した数値となるように、また酸化ガリウム ($G a_2 O_3$) の含有量が 0. 5 質量%になるように、P b O 粉末と酸化ガリウム ($G a_2 O_3$) 粉末と酸化亜鉛 ($Z n O$) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1 3 0 0 °C としたこと以外は実施例 G P 1 と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0066] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度、比抵抗率およびスパッタレート減少率の測定を行った。結果を表 2 に示した。

[0067] (比較例 G 2)

P b O 粉末を使用しなかったことおよび焼結温度を 1 3 0 0 °C としたこと以外は実施例 G P 1 と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0068] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度、比抵抗率およびスパッタレート減少率の測定を行った。結果を表 2 に示した。

[0069] (実施例 G P 1 9 ～ G P 2 7)

P b の含有量が表 3 に示した数値となるように、また酸化ガリウム ($G a_2 O_3$) の含有量が 0. 5 質量%になるように、P b O 粉末と酸化ガリウム ($G a_2 O_3$) 粉末と酸化亜鉛 ($Z n O$) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと

、焼結温度を1400℃としたこと以外は実施例GP1と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0070] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表3に示した。

[0071] (比較例G3)

PbO粉末を使用しなかったことおよび焼結温度を1400℃としたこと以外は実施例GP1と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0072] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表3に示した。

[0073] (実施例GP28～GP36)

Pbの含有量が表4に示した数値となるように、また酸化ガリウム(Ga_2O_3)の含有量が0.5質量%になるように、PbO粉末と酸化ガリウム(Ga_2O_3)粉末と酸化亜鉛(ZnO)粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を1500℃としたこと以外は実施例GP1と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0074] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表4に示した。

[0075] (比較例G4)

PbO粉末を使用しなかったことおよび焼結温度を1500℃としたこと以外は実施例GP1と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0076] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表4に示した。

[0077] (実施例GC1～GC9)

PbO粉末の代わりにCdO粉末を使用し、Cdの含有量が表5に示した数値となるように、また酸化ガリウム(Ga_2O_3)の含有量が0.5質量%になるように、CdO粉末と酸化ガリウム(Ga_2O_3)粉末と酸化亜鉛(ZnO

）粉末とを混合して混合粉末を作成したこと以外は実施例 G P 1 と同様に
して、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。使用
した C d O 粉末の B E T 法で測定した平均粒径は $0.34 \mu\text{m}$ であった。

[0078] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記
の方法で密度の測定を行った。結果を表 5 に示した。

[0079] （実施例 G C 1 0 ～ G C 1 8）

P b O 粉末の代わりに C d O 粉末を使用し、C d の含有量が表 6 に示した
数値となるように、また酸化ガリウム (Ga_2O_3) の含有量が 0.5 質量%に
なるように、C d O 粉末と酸化ガリウム (Ga_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (Z n O)
粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1300°C とした
こと以外は実施例 G P 1 と同様に、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタ
リングターゲットを製造した。

[0080] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記
の方法で密度、比抵抗率およびスパッタレート減少率の測定を行った。結果
を表 6 に示した。

[0081] （実施例 G C 1 9 ～ G C 2 7）

P b O 粉末の代わりに C d O 粉末を使用し、C d の含有量が表 7 に示した
数値となるように、また酸化ガリウム (Ga_2O_3) の含有量が 0.5 質量%に
なるように、C d O 粉末と酸化ガリウム (Ga_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (Z n O)
粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1400°C とした
こと以外は実施例 G P 1 と同様に、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタ
リングターゲットを製造した。

[0082] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記
の方法で密度の測定を行った。結果を表 7 に示した。

[0083] （実施例 G C 2 9 ～ G C 3 6）

P b O 粉末の代わりに C d O 粉末を使用し、C d の含有量が表 8 に示した
数値となるように、また酸化ガリウム (Ga_2O_3) の含有量が 0.5 質量%に
なるように、C d O 粉末と酸化ガリウム (Ga_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (Z n O)

）粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1500°C としたこと以外は実施例GP1と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0084] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表8に示した。

[0085] （実施例GPC1～GPC9）

PbO粉末の他にCdO粉末を使用し、PbおよびCdの含有量が表9に示した数値となるように、また酸化ガリウム（ Ga_2O_3 ）の含有量が0.5質量%になるように、PbO粉末とCdO粉末と酸化ガリウム（ Ga_2O_3 ）粉末と酸化亜鉛（ ZnO ）粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1300°C としたこと以外は実施例GP1と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0086] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度、比抵抗率およびスパッタレート減少率の測定を行った。結果を表9に示した。

[0087] 表1より、焼結温度が 1200°C の場合には、Pb添加によりターゲットの密度が向上する効果が現れるが、焼結温度が低いため、焼結温度が 1300°C 以上の場合と比較して密度が大きくなることがわかった。

[0088] 表2より、焼結温度が 1300°C の場合には、Pb添加によりターゲットの密度が十分に高くなり、比抵抗率もそれに伴い低下することがわかった。スパッタレート減少率も、Pb添加量が10ppm以下である場合はPb添加量が多いほど低くなり、Pb添加量が10ppmを超えるとほぼ一定となった。この結果から、Pbを含有し、 1300°C の焼結で得られたターゲットは、スパッタレート減少率が低く、安定したスパッタリングが可能であることがわかった。

[0089] 表3より、焼結温度が 1400°C の場合には、Pb添加によりターゲットの密度がほぼ理論密度近くまで高くなることがわかった。

[0090] 表4より、焼結温度が 1500°C の場合には、Pbを添加しなくても大き

な密度が得られるが、P b 添加によりさらに密度が向上することがわかった。
。

[0091] 表 5～表 8 より、C d 添加の場合にも、表 1～4 に示された P b 添加の場合の効果と同様の効果が得られることがわかった。

[0092] 表 9 より、P b および C d の両方を添加し、1300℃で焼結した場合にも、表 2 に示された P b を単独で添加し、1300℃で焼結した場合の効果と同様の効果が得られることがわかった。

[0093] [酸化ガリウムの含有量による効果の比較]

(実施例 G P 37～G P 42)

P b の含有量および酸化ガリウム ($G a_2O_3$) の含有量が表 10 に示した数値となるように、P b O 粉末と酸化ガリウム ($G a_2O_3$) 粉末と酸化亜鉛 ($Z n O$) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1300℃としたこと以外は実施例 G P 1 と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0094] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度および相対密度の測定を行った。結果を表 10 に示した。また、実施例 G P 12 および G P 14 についても相対密度の測定を行い、その結果を表 10 に示した。

[0095] (比較例 P 1～P 2)

P b の含有量が表 10 に示した数値となるように、また酸化ガリウム ($G a_2O_3$) 粉末を使用せず、P b O 粉末と酸化亜鉛 ($Z n O$) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1300℃としたこと以外は実施例 G P 1 と同様にして、酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0096] この酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度および相対密度の測定を行った。結果を表 10 に示した。

[0097] (比較例 1)

P b O 粉末および酸化ガリウム ($G a_2O_3$) 粉末を使用せず、酸化亜鉛 ($Z n O$) 粉末のみを使用したこと、焼結温度を 1300℃としたこと以外は実

実施例 G P 1 と同様にして、酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0098] この酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度および相対密度の測定を行った。結果を表 1 0 に示した。

[0099] (比較例 G 5 ~ G 7)

P b O 粉末を使用せず、また酸化ガリウム ($G a_2O_3$) の含有量が表 1 0 に示した数値となるように、酸化ガリウム ($G a_2O_3$) 粉末と酸化亜鉛 ($Z n O$) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を $1300^{\circ}C$ としたこと以外は実施例 G P 1 と同様にして、酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0100] この酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度および相対密度の測定を行った。結果を表 1 0 に示した。

[0101] (実施例 G C 3 7 ~ G C 4 2)

P b O 粉末の代わりに C d O 粉末を使用し、C d の含有量および酸化ガリウム ($G a_2O_3$) の含有量が表 1 1 に示した数値となるように、C d O 粉末と酸化ガリウム ($G a_2O_3$) 粉末と酸化亜鉛 ($Z n O$) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を $1300^{\circ}C$ としたこと以外は実施例 G P 1 と同様にして、酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0102] この酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度および相対密度の測定を行った。結果を表 1 1 に示した。また、実施例 G C 1 2 および G C 1 4 についても相対密度の測定を行い、その結果を表 1 1 に示した。

[0103] (比較例 C 1 ~ C 2)

P b O 粉末の代わりに C d O 粉末を使用し、C d の含有量が表 1 1 に示した数値となるように、また酸化ガリウム ($G a_2O_3$) 粉末を使用せず、C d O 粉末と酸化亜鉛 ($Z n O$) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を $1300^{\circ}C$ としたこと以外は実施例 G P 1 と同様にして、酸化亜鉛系

スパッタリングターゲットを製造した。

[0104] この酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度および相対密度の測定を行った。結果を表 11 に示した。

[0105] 表 10 より、 Ga_2O_3 の含有量が多くなると焼結しにくくなり、ターゲットの密度が低下する傾向があるが、Pb を添加することでその傾向が抑えられ、高 Ga_2O_3 含有量であっても十分に高い密度が得られることがわかった。

[0106] 表 11 より、Cd 添加の場合にも、表 10 に示された Pb 添加の場合の効果と同様の効果が得られることがわかった。

[0107] [含有される金属の種類による効果の比較]

(比較例 GAl 1 ~ GAl 2)

PbO 粉末の代わりに Al_2O_3 粉末を使用し、Al の含有量が表 12 に示した数値となるように、また酸化ガリウム (Ga_2O_3) の含有量が 0.5 質量% になるように、 Al_2O_3 粉末と酸化ガリウム (Ga_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (ZnO) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を $1300^{\circ}C$ にしたこと以外は実施例 GP 1 と同様にして、酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。使用した Al_2O_3 粉末の BET 法で測定した平均粒径は $0.33 \mu m$ であった。

[0108] この酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表 12 に示した。

[0109] (比較例 GZr 1 ~ GZr 2)

PbO 粉末の代わりに ZrO_2 粉末を使用し、Zr の含有量が表 12 に示した数値となるように、また酸化ガリウム (Ga_2O_3) の含有量が 0.5 質量% になるように、 ZrO_2 粉末と酸化ガリウム (Ga_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (ZnO) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を $1300^{\circ}C$ にしたこと以外は実施例 GP 1 と同様にして、酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。使用した ZrO_2 粉末の BET 法で測定した平均粒径は $0.22 \mu m$ であった。

[0110] この酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記

の方法で密度の測定を行った。結果を表 12 に示した。

[0111] (比較例 Gln1 ~ Gln2)

PbO 粉末の代わりに In_2O_3 粉末を使用し、In の含有量が表 12 に示した数値となるように、また酸化ガリウム (Ga_2O_3) の含有量が 0.5 質量% になるように、 In_2O_3 粉末と酸化ガリウム (Ga_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (ZnO) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1300°C にしたこと以外は実施例 GP1 と同様にして、酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。使用した In_2O_3 粉末の BET 法で測定した平均粒径は $0.13\ \mu\text{m}$ であった。

[0112] この酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表 12 に示した。

[0113] (比較例 GSn1 ~ GSn2)

PbO 粉末の代わりに SnO_2 粉末を使用し、Sn の含有量が表 12 に示した数値となるように、また酸化ガリウム (Ga_2O_3) の含有量が 0.5 質量% になるように、 SnO_2 粉末と酸化ガリウム (Ga_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (ZnO) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1300°C にしたこと以外は実施例 GP1 と同様にして、酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。使用した SnO_2 粉末の BET 法で測定した平均粒径は $0.14\ \mu\text{m}$ であった。

[0114] この酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表 12 に示した。

[0115] (比較例 GSb1 ~ GSb2)

PbO 粉末の代わりに Sb_2O_3 粉末を使用し、Sb の含有量が表 12 に示した数値となるように、また酸化ガリウム (Ga_2O_3) の含有量が 0.5 質量% になるように、 Sb_2O_3 粉末と酸化ガリウム (Ga_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (ZnO) 粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1300°C にしたこと以外は実施例 GP1 と同様にして、酸化ガリウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。使用した Sb_2O_3 粉末の BET 法で測定し

た平均粒径は $0.24\ \mu\text{m}$ であった。

[0116] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表12に示した。

[0117] (比較例GBi1～GBi2)

PbO粉末の代わりに Bi_2O_3 粉末を使用し、Biの含有量が表12に示した数値となるように、また酸化ガリウム(Ga_2O_3)の含有量が0.5質量%になるように、 Bi_2O_3 粉末と酸化ガリウム(Ga_2O_3)粉末と酸化亜鉛(ZnO)粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1300°C にしたこと以外は実施例GP1と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。使用した Bi_2O_3 粉末のBET法で測定した平均粒径は $0.37\ \mu\text{m}$ であった。

[0118] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表12に示した。

[0119] (比較例GCu1～GCu2)

PbO粉末の代わりに Cu_2O 粉末を使用し、Cuの含有量が表12に示した数値となるように、また酸化ガリウム(Ga_2O_3)の含有量が0.5質量%になるように、 Cu_2O 粉末と酸化ガリウム(Ga_2O_3)粉末と酸化亜鉛(ZnO)粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1300°C にしたこと以外は実施例GP1と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。使用した Cu_2O 粉末のBET法で測定した平均粒径は $0.24\ \mu\text{m}$ であった。

[0120] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表12に示した。

[0121] (比較例GNi1～GNi2)

PbO粉末の代わりにNiO粉末を使用し、Niの含有量が表12に示した数値となるように、また酸化ガリウム(Ga_2O_3)の含有量が0.5質量%になるように、NiO粉末と酸化ガリウム(Ga_2O_3)粉末と酸化亜鉛(ZnO)粉末とを混合して混合粉末を作成したこと、焼結温度を 1300°C にし

たこと以外は実施例 G P 1 と同様にして、酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。使用した N i O 粉末の B E T 法で測定した平均粒径は 0. 2 5 μ m であった。

[0122] この酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表 1 2 に示した。

[0123] 表 1 2 より、添加した種々の金属のうち、焼結密度にターゲットの大きな効果が現れたのは P b および C d のみであり、他の金属では効果が小さいか、むしろ逆効果であることがわかった。

[0124] <酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲット>

(参考例 A P 1 ～ A P 1 0)

P b および酸化アルミニウム (Al_2O_3) の含有量が表 1 3 に示した数値となるように、P b O 粉末と酸化アルミニウム (Al_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (ZnO) 粉末とを混合し、20 L のポリプロピレン製ポットに入れ、ボールミル混合することにより混合粉末を作成した。メディアは直径 10 mm の Z r O₂ ボールとした。使用した P b O 粉末、酸化アルミニウム粉末および酸化亜鉛粉末の B E T 法で測定した平均粒径は、それぞれ 0. 2 4 μ m、0. 3 3 μ m および 0. 3 5 μ m であった。

[0125] 混合粉末に、4 質量%に希釈したポリビニルアルコールを混合粉末に対して 6 質量%添加し、乳鉢を用いてポリビニルアルコールを粉末によく馴染ませ、5. 5 メッシュの篩に通した。ポリビニルアルコールが混合された混合粉末をプレス用の型に充填し、プレス圧 500 k g / c m² で 60 秒間、一軸成形した。

[0126] 得られた成形体を容量が約 1 m³ の焼結炉に入れ、大気中にて 1300℃で 8 h 焼結した。昇温速度を 100℃/h、降温速度を 100℃/h とした。

[0127] 得られた焼結体を切削加工することにより、474×305×12 mm t の酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。なお、スパッタレート減少率測定においては直径 4 i n c h、厚さ 5 mm とした。

[0128] この酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表 1 3 に示した。また、実施例 A P 3、実施例 A P 4 および比較例 A 2 については、上記の方法でスパッタレート減少率の測定を行った。結果を表 1 3 に示した。

[0129] (比較例 A 1 ～ A 5)

P b O 粉末を使用せず、酸化アルミニウム (Al_2O_3) の含有量が表 1 3 に示した数値となるように、酸化アルミニウム (Al_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (Z n O) 粉末とを混合したこと以外は実施例 A P 1 と同様にして、酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0130] この酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表 1 3 に示した。

[0131] (参考例 A C 1 ～ A C 1 0)

C d および酸化アルミニウム (Al_2O_3) の含有量が表 1 4 に示した数値となるように、C d O 粉末と酸化アルミニウム (Al_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (Z n O) 粉末とを混合し、2 0 L のポリプロピレン製ポットに入れ、ボールミル混合することにより混合粉末を作成したこと以外は実施例 A P 1 と同様にして酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。使用した C d O 粉末の B E T 法で測定した平均粒径は 0. 3 4 μm であった。

[0132] この酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表 1 4 に示した。また、実施例 A C 3 および実施例 A C 4 については、上記の方法でスパッタレート減少率の測定を行った。結果を表 1 4 に示した。

[0133] 表 1 3 より、 Al_2O_3 の含有量が多くなると焼結しにくくなり、ターゲットの密度が低下する傾向があるが、P b を添加することでその傾向が抑えられ、高 Al_2O_3 含有量であっても十分に高い密度が得られることがわかった。また、スパッタレート減少率は、P b 添加量が多いほど低くなり、酸化アルミニウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットは、P b の添加により安定し

たスパッタリングが可能となることがわかった。

[0134] 表 1 4 より、C d 添加の場合にも、表 1 3 に示された P b 添加の場合の効果と同様の効果が得られることがわかった。

[0135] (参考例 A P 1 1 ~ A P 1 6)

P b の含有量が表 1 5 に示した数値となるように、また酸化アルミニウム (Al_2O_3) の含有量が 2. 0 質量%となるように、P b O 粉末と酸化アルミニウム (Al_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (ZnO) 粉末とを混合し、さらに成形体を表 1 5 に示した焼結温度で焼結したこと以外は、実施例 A P 1 と同様にして酸化アルミニウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0136] この酸化アルミニウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表 1 5 に示した。

[0137] (参考例 A C 1 1 ~ A C 1 6)

C d の含有量が表 1 6 に示した数値となるように、また酸化アルミニウム (Al_2O_3) の含有量が 2. 0 質量%となるように、C d O 粉末と酸化アルミニウム (Al_2O_3) 粉末と酸化亜鉛 (ZnO) 粉末とを混合し、さらに成形体を表 1 6 に示した焼結温度で焼結したこと以外は、実施例 A C 1 と同様にして酸化アルミニウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットを製造した。

[0138] この酸化アルミニウム-酸化亜鉛系スパッタリングターゲットに対して、上記の方法で密度の測定を行った。結果を表 1 6 に示した。

[0139] 表 1 5 より、1 2 0 0 °C、1 4 0 0 °C および 1 5 0 0 °C の焼結の場合にも、1 3 0 0 °C の焼結の場合と同様な P b 添加効果が得られることがわかった。

[0140] 表 1 6 より、1 2 0 0 °C、1 4 0 0 °C および 1 5 0 0 °C の焼結の場合にも、1 3 0 0 °C の焼結の場合と同様な C d 添加効果が得られることがわかった。

[0141]

[表1]

表 1

	Pb含有量 (ppm)	Ga ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	焼結温度 (°C)	密度 (g/cm ³)
比較例G1	0	0.5	1200	5.481
実施例GP1	2	0.5	1200	5.482
実施例GP2	3	0.5	1200	5.482
実施例GP3	5	0.5	1200	5.493
実施例GP4	8	0.5	1200	5.504
実施例GP5	10	0.5	1200	5.516
実施例GP6	100	0.5	1200	5.530
実施例GP7	500	0.5	1200	5.533
実施例GP8	1000	0.5	1200	5.542
実施例GP9	5000	0.5	1200	5.510

[0142] [表2]

表2

	Pb含有量 (ppm)	Ga ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	焼結温度 (°C)	密度 (g/cm ³)	比抵抗率 (Ω・cm)	スパッタレー ト減少率(%)
比較例G2	0	0.5	1300	5.534	3.13E-03	25.1
実施例GP10	2	0.5	1300	5.548	3.13E-03	25.1
実施例GP11	3	0.5	1300	5.579	3.13E-03	24.7
実施例GP12	5	0.5	1300	5.601	1.77E-03	22.1
実施例GP13	8	0.5	1300	5.602	1.04E-03	19.4
実施例GP14	10	0.5	1300	5.606	1.04E-03	19.1
実施例GP15	100	0.5	1300	5.604	1.04E-03	19.0
実施例GP16	500	0.5	1300	5.604	1.05E-03	19.1
実施例GP17	1000	0.5	1300	5.602	1.08E-03	19.0
実施例GP18	5000	0.5	1300	5.581	1.64E-03	19.1

[0143]

[表3]

表 3

	Pb含有量 (ppm)	Ga ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	焼結温度 (°C)	密度 (g/cm ³)
比較例G3	0	0.5	1400	5.584
実施例GP19	2	0.5	1400	5.584
実施例GP20	3	0.5	1400	5.590
実施例GP21	5	0.5	1400	5.604
実施例GP22	8	0.5	1400	5.608
実施例GP23	10	0.5	1400	5.608
実施例GP24	100	0.5	1400	5.608
実施例GP25	500	0.5	1400	5.608
実施例GP26	1000	0.5	1400	5.608
実施例GP27	5000	0.5	1400	5.600

[0144] [表4]

表 4

	Pb含有量 (ppm)	Ga ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	焼結温度 (°C)	密度 (g/cm ³)
比較例G4	0	0.5	1500	5.608
実施例GP28	2	0.5	1500	5.608
実施例GP29	3	0.5	1500	5.608
実施例GP30	5	0.5	1500	5.608
実施例GP31	8	0.5	1500	5.608
実施例GP32	10	0.5	1500	5.608
実施例GP33	100	0.5	1500	5.608
実施例GP34	500	0.5	1500	5.608
実施例GP35	1000	0.5	1500	5.608
実施例GP36	5000	0.5	1500	5.608

[0145]

[表5]

表5

	Cd含有量 (ppm)	Ga ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	焼結温度 (°C)	密度 (g/cm ³)
比較例G1	0	0.5	1200	5.481
実施例GC1	2	0.5	1200	5.481
実施例GC2	3	0.5	1200	5.506
実施例GC3	5	0.5	1200	5.516
実施例GC4	8	0.5	1200	5.521
実施例GC5	10	0.5	1200	5.526
実施例GC6	100	0.5	1200	5.538
実施例GC7	500	0.5	1200	5.541
実施例GC8	1000	0.5	1200	5.540
実施例GC9	5000	0.5	1200	5.530

[0146] [表6]

表 6

	Cd含有量 (ppm)	Ga ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	焼結温度 (°C)	密度 (g/cm ³)	比抵抗率 (Ω・cm)	スパッタレー ト減少率(%)
比較例G2	0	0.5	1300	5.534	3.13E-03	25.1
実施例GC10	2	0.5	1300	5.582	2.91E-03	23.5
実施例GC11	3	0.5	1300	5.601	1.80E-03	21.9
実施例GC12	5	0.5	1300	5.604	1.62E-03	20.9
実施例GC13	8	0.5	1300	5.606	1.53E-03	20.5
実施例GC14	10	0.5	1300	5.608	1.50E-03	20.2
実施例GC15	100	0.5	1300	5.608	1.44E-03	20.1
実施例GC16	500	0.5	1300	5.608	1.35E-03	19.9
実施例GC17	1000	0.5	1300	5.608	1.37E-03	19.7
実施例GC18	5000	0.5	1300	5.586	1.74E-03	21.0

[0147]

[表7]

表 7

	Cd含有量 (ppm)	Ga ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	焼結温度 (°C)	密度 (g/cm ³)
比較例G3	0	0.5	1400	5.584
実施例GC19	2	0.5	1400	5.589
実施例GC20	3	0.5	1400	5.603
実施例GC21	5	0.5	1400	5.608
実施例GC22	8	0.5	1400	5.608
実施例GC23	10	0.5	1400	5.608
実施例GC24	100	0.5	1400	5.608
実施例GC25	500	0.5	1400	5.608
実施例GC26	1000	0.5	1400	5.608
実施例GC27	5000	0.5	1400	5.593

[0148] [表8]

表 8

	Cd含有量 (ppm)	Ga ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	焼結温度 (°C)	密度 (g/cm ³)
比較例G4	0	0.5	1500	5.608
実施例GC28	2	0.5	1500	5.608
実施例GC29	3	0.5	1500	5.608
実施例GC30	5	0.5	1500	5.608
実施例GC31	8	0.5	1500	5.608
実施例GC32	10	0.5	1500	5.608
実施例GC33	100	0.5	1500	5.608
実施例GC34	500	0.5	1500	5.608
実施例GC35	1000	0.5	1500	5.608
実施例GC36	5000	0.5	1500	5.604

[0149]

[表9]

表9

	Pb含有量 (ppm)	Cd含有量 (ppm)	Gd含有量と Pd含有量の 合計(ppm)	Ga ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	焼結温度 (°C)	密度 (g/cm ³)	比抵抗率 ($\Omega \cdot \text{cm}$)	スパッタレー ト減少率(%)
比較例G2	0	0	0	0.5	1300	5.534	3.13E-03	25.1
実施例GPC1	1	1	2	0.5	1300	5.542	2.93E-03	25.1
実施例GPC2	2	2	3	0.5	1300	5.575	2.13E-03	25.1
実施例GPC3	3	3	5	0.5	1300	5.600	1.73E-03	20.5
実施例GPC4	4	4	8	0.5	1300	5.603	1.29E-03	20.1
実施例GPC5	5	5	10	0.5	1300	5.605	1.32E-03	19.1
実施例GPC6	50	50	100	0.5	1300	5.607	1.12E-03	19.3
実施例GPC7	250	250	500	0.5	1300	5.606	1.16E-03	19.1
実施例GPC8	500	500	1000	0.5	1300	5.604	1.30E-03	18.9
実施例GPC9	2500	2500	5000	0.5	1300	5.582	1.72E-03	19.0

[0150] [表10]

表 1 0

	Ga ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	Pb含有量 (ppm)	焼結温度 (°C)	真密度 (g/cm ³)	密度 (g/cm ³)	相対密度 (%)
比較例1	0	0	1300	5.607	5.484	97.8
比較例P1	0	5	1300	5.607	5.529	98.6
比較例P2	0	10	1300	5.607	5.540	98.8
比較例G2	0.5	0	1300	5.608	5.534	98.7
実施例GP12	0.5	5	1300	5.608	5.601	99.9
実施例GP14	0.5	10	1300	5.608	5.606	100.0
比較例G5	3.0	0	1300	5.616	5.346	95.2
実施例GP37	3.0	5	1300	5.616	5.476	97.5
実施例GP38	3.0	10	1300	5.616	5.498	97.9
比較例G6	5.0	0	1300	5.622	5.167	91.9
実施例GP39	5.0	5	1300	5.622	5.324	94.7
実施例GP40	5.0	10	1300	5.622	5.341	95.0
比較例G7	5.7	0	1300	5.625	5.136	91.3
実施例GP41	5.7	5	1300	5.625	5.293	94.1
実施例GP42	5.7	10	1300	5.625	5.304	94.3

[0151]

[表11]

表 1 1

	Ga ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	Cd含有量 (ppm)	焼結温度 (°C)	真密度 (g/cm ³)	密度 (g/cm ³)	相对密度 (%)
比較例1	0	0	1300	5.607	5.484	97.8
比較例C1	0	5	1300	5.607	5.529	98.6
比較例C2	0	10	1300	5.607	5.540	98.8
比較例G2	0.5	0	1300	5.608	5.534	98.7
実施例GC12	0.5	5	1300	5.608	5.604	99.9
実施例GC14	0.5	10	1300	5.608	5.608	100.0
比較例G5	3.0	0	1300	5.616	5.346	95.2
実施例GC37	3.0	5	1300	5.616	5.492	97.8
実施例GC38	3.0	10	1300	5.616	5.509	98.1
比較例G6	5.0	0	1300	5.622	5.167	91.9
実施例GC39	5.0	5	1300	5.622	5.347	95.1
実施例GC40	5.0	10	1300	5.622	5.363	95.4
比較例G7	5.7	0	1300	5.625	5.136	91.3
実施例GC41	5.7	5	1300	5.625	5.299	94.2
実施例GC42	5.7	10	1300	5.625	5.310	94.4

[0152]

[表12]

表 1 2

	金属の種類	金属含有量(ppm)	焼結温度(°C)	密度(g/cm ³)
比較例G2	—	—	1300	5.534
実施例GP14	Pb	10	1300	5.606
実施例GP15	Pb	100	1300	5.604
実施例GC14	Cd	10	1300	5.608
実施例GC15	Cd	100	1300	5.608
比較例GAl1	Al	10	1300	5.537
比較例GAl2	Al	100	1300	5.547
比較例GZr1	Zr	10	1300	5.536
比較例GZr2	Zr	100	1300	5.542
比較例GIn1	In	10	1300	5.530
比較例GIn2	In	100	1300	5.521
比較例GSn1	Sn	10	1300	5.527
比較例GSn2	Sn	100	1300	5.517
比較例GSb1	Sb	10	1300	5.535
比較例GSb2	Sb	100	1300	5.547
比較例GBi1	Bi	10	1300	5.536
比較例GBi2	Bi	100	1300	5.540
比較例GCu1	Cu	10	1300	5.531
比較例GCu2	Cu	100	1300	5.514
比較例GNi1	Ni	10	1300	5.532
比較例GNi2	Ni	100	1300	5.512

[0153]

[表13]

表 1 3

	Al ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	Pb含有量 (ppm)	焼結温度 (°C)	真密度 (g/cm ³)	密度 (g/cm ³)	相対密度 (%)	スパッタレー ト減少率(%)
比較例1	0	0	1300	5.607	5.484	97.8	—
比較例P1	0	5	1300	5.607	5.529	98.6	—
比較例P2	0	10	1300	5.607	5.540	98.8	—
比較例A1	0.5	0	1300	5.589	5.505	98.5	—
参考例AP1	0.5	5	1300	5.589	5.544	99.2	—
参考例AP2	0.5	10	1300	5.589	5.555	99.4	—
比較例A2	2.0	0	1300	5.555	5.466	98.4	26.2
参考例AP3	2.0	5	1300	5.555	5.527	99.5	21.9
参考例AP4	2.0	10	1300	5.555	5.544	99.8	19.5
比較例A3	3.0	0	1300	5.532	5.443	98.4	—
参考例AP5	3.0	5	1300	5.532	5.499	99.4	—
参考例AP6	3.0	10	1300	5.532	5.515	99.7	—
比較例A4	5.0	0	1300	5.488	5.384	98.1	—
参考例AP7	5.0	5	1300	5.488	5.439	99.1	—
参考例AP8	5.0	10	1300	5.488	5.455	99.4	—
比較例A5	6.0	0	1300	5.473	5.358	97.9	—
参考例AP9	6.0	5	1300	5.473	5.424	99.1	—
参考例AP10	6.0	10	1300	5.473	5.435	99.3	—

[0154] [表14]

表 1 4

	Al ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	Cd含有量 (ppm)	焼結温度 (°C)	真密度 (g/cm ³)	密度 (g/cm ³)	相対密度 (%)	スパッタレー ト減少率(%)
比較例1	0	0	1300	5.607	5.484	97.8	—
比較例C1	0	5	1300	5.607	5.529	98.6	—
比較例C2	0	10	1300	5.607	5.540	98.8	—
比較例A1	0.5	0	1300	5.589	5.505	98.5	—
参考例AC1	0.5	5	1300	5.589	5.567	99.6	—
参考例AC2	0.5	10	1300	5.589	5.589	100.0	—
比較例A2	2.0	0	1300	5.555	5.466	98.4	26.2
参考例AC3	2.0	5	1300	5.555	5.544	99.8	21.8
参考例AC4	2.0	10	1300	5.555	5.566	100.2	20.4
比較例A3	3.0	0	1300	5.532	5.443	98.4	—
参考例AC5	3.0	5	1300	5.532	5.515	99.7	—
参考例AC6	3.0	10	1300	5.532	5.543	100.2	—
比較例A4	5.0	0	1300	5.488	5.384	98.1	—
参考例AC7	5.0	5	1300	5.488	5.461	99.5	—
参考例AC8	5.0	10	1300	5.488	5.493	100.1	—
比較例A5	6.0	0	1300	5.473	5.358	97.9	—
参考例AC9	6.0	5	1300	5.473	5.440	99.4	—
参考例AC10	6.0	10	1300	5.473	5.462	99.8	—

[0155]

[表15]

表 1 5

	Al ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	Pb含有量 (ppm)	焼結温度 (°C)	密度 (g/cm ³)
比較例A6	2.0	0	1200	5.372
参考例AP11	2.0	5	1200	5.452
参考例AP12	2.0	10	1200	5.493
比較例A2	2.0	0	1300	5.466
参考例AP3	2.0	5	1300	5.527
参考例AP4	2.0	10	1300	5.544
比較例A7	2.0	0	1400	5.511
参考例AP13	2.0	5	1400	5.550
参考例AP14	2.0	10	1400	5.552
比較例A8	2.0	0	1500	5.542
参考例AP15	2.0	5	1500	5.556
参考例AP16	2.0	10	1500	5.556

[0156] [表16]

表 1 6

	Al ₂ O ₃ 含有量 (質量%)	Cd含有量 (ppm)	焼結温度 (°C)	密度 (g/cm ³)
比較例A6	2.0	0	1200	5.372
参考例AC11	2.0	5	1200	5.466
参考例AC12	2.0	10	1200	5.501
比較例A2	2.0	0	1300	5.466
参考例AC3	2.0	5	1300	5.544
参考例AC4	2.0	10	1300	5.566
比較例A7	2.0	0	1400	5.525
参考例AC13	2.0	5	1400	5.568
参考例AC14	2.0	10	1400	5.568
比較例A8	2.0	0	1500	5.548
参考例AC15	2.0	5	1500	5.568
参考例AC16	2.0	10	1500	5.569

請求の範囲

- [請求項1] P bおよびC dの少なくとも一方を含有することを特徴とする酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲット。
- [請求項2] P bおよびC dのうちP bのみを含有し、その含有量が4～2000質量ppmであることを特徴とする請求項1に記載の酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲット。
- [請求項3] P bおよびC dのうちC dのみを含有し、その含有量が3～2000質量ppmであることを特徴とする請求項1に記載の酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲット。
- [請求項4] P bおよびC dを含有し、それぞれの含有量の合計が4～2000質量ppmであることを特徴とする請求項1に記載の酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲット。
- [請求項5] 請求項1～4のいずれか1項に記載の酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットであって、酸化ガリウムの濃度が0.1～10質量%であることを特徴とする酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲット。
- [請求項6] 酸化ガリウム粉末と酸化亜鉛粉末とP bおよびC dの少なくとも一方を含有する粉末とを含む混合粉末を焼結することを特徴とする酸化ガリウム－酸化亜鉛系スパッタリングターゲットの製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/054615

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C14/34(2006.01)i, C04B35/00(2006.01)i, C04B35/453(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, C04B35/00, C04B35/453

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	1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2011	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2011

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus (JDreamII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2009-249187 A (Hitachi Metals, Ltd.), 29 October 2009 (29.10.2009), claims (Family: none)	1-6
Y	JP 6-56528 A (Mitsubishi Materials Corp.), 01 March 1994 (01.03.1994), claims; paragraph [0005] (Family: none)	1-6
Y	JP 11-335825 A (Ricoh Co., Ltd.), 07 December 1999 (07.12.1999), claims; paragraphs [0010] to [0015] (Family: none)	1-6

☒ 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
17 March, 2011 (17.03.11)

Date of mailing of the international search report
05 April, 2011 (05.04.11)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/054615

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2000-160331 A (Asahi Glass Co., Ltd.), 13 June 2000 (13.06.2000), claims; paragraph [0024] (Family: none)	1-6
Y	JP 2-149459 A (Tosoh Corp.), 08 June 1990 (08.06.1990), claims; page 2, upper right column, line 15 to lower right column, line 18 & EP 354769 A2	1-6
A	JP 59-163707 A (Nippon Sheet Glass Co., Ltd.), 14 September 1984 (14.09.1984), claims; page 2, upper left column to upper right column (Family: none)	1-6
A	JP 2009-228034 A (Iwate University), 08 October 2009 (08.10.2009), claims (Family: none)	1-6
A	JP 3-166368 A (Mitsubishi Materials Corp.), 18 July 1991 (18.07.1991), claims (Family: none)	1-6

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, C04B35/00(2006.01)i, C04B35/453(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, C04B35/00, C04B35/453

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 1 1 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 1 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 1 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)

JSTPlus(JDreamII)

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
Y	JP 2009-249187 A (日立金属株式会社) 2009. 10. 29, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1~6
Y	JP 6-56528 A (三菱マテリアル株式会社) 1994. 03. 01, 特許請求の範囲、【0005】 (ファミリーなし)	1~6
Y	JP 11-335825 A (株式会社リコー) 1999. 12. 07, 特許請求の範囲、【0010】~【0015】 (ファミリーなし)	1~6

☒ 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 7 . 0 3 . 2 0 1 1

国際調査報告の発送日

0 5 . 0 4 . 2 0 1 1

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)

近野 光知

4 G

9 2 6 0

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

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
Y	JP 2000-160331 A (旭硝子株式会社) 2000.06.13, 特許請求の範囲、 【0024】 (ファミリーなし)	1～6
Y	JP 2-149459 A (東ソー株式会社) 1990.06.08, 特許請求の範囲、第 2 頁右上欄 1 5 行～同頁右下欄 1 8 行 & EP 354769 A2	1～6
A	JP 59-163707 A (日本板硝子株式会社) 1984.09.14, 特許請求の範 囲、第 2 頁左上欄～同頁右上欄 (ファミリーなし)	1～6
A	JP 2009-228034 A (国立大学法人岩手大学) 2009.10.08, 特許請求 の範囲 (ファミリーなし)	1～6
A	JP 3-166368 A (三菱マテリアル株式会社) 1991.07.18, 特許請求の 範囲 (ファミリーなし)	1～6