

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5571196号
(P5571196)

(45) 発行日 平成26年8月13日 (2014. 8. 13)

(24) 登録日 平成26年7月4日 (2014. 7. 4)

(51) Int. Cl.	F I
C 2 3 C 14/34 (2006. 01)	C 2 3 C 14/34 A
H O 1 L 21/285 (2006. 01)	H O 1 L 21/285 S
H O 1 L 21/28 (2006. 01)	H O 1 L 21/285 3 O 1
C 2 2 C 14/00 (2006. 01)	H O 1 L 21/28 3 O 1 R
C 2 2 F 1/18 (2006. 01)	C 2 2 C 14/00 Z

請求項の数 7 (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2012-540837 (P2012-540837)	(73) 特許権者	502362758
(86) (22) 出願日	平成23年10月24日 (2011. 10. 24)		J X 日鉱日石金属株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2011/074394		東京都千代田区大手町二丁目6番3号
(87) 国際公開番号	W02012/057057	(74) 代理人	100093296
(87) 国際公開日	平成24年5月3日 (2012. 5. 3)		弁理士 小越 勇
審査請求日	平成24年9月21日 (2012. 9. 21)	(72) 発明者	塚本 志郎
(31) 優先権主張番号	特願2010-238586 (P2010-238586)		茨城県北茨城市華川町白場187番地4
(32) 優先日	平成22年10月25日 (2010. 10. 25)		J X 日鉱日石金属株式会社 磯原工場内
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(72) 発明者	牧野 修仁
			茨城県北茨城市華川町白場187番地4
			J X 日鉱日石金属株式会社 磯原工場内
		(72) 発明者	福世 秀秋
			茨城県北茨城市華川町白場187番地4
			J X 日鉱日石金属株式会社 磯原工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 スパッタリング用チタンターゲット

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

スパッタリング用チタンターゲットであって、ショア硬さが $H s 25$ 以上、 $H s 30.1$ 以下、であり、かつ基本 (Basal) 面配向率が 46% 以上、 70% 以下であることを特徴とするスパッタリング用チタンターゲット。

【請求項 2】

スパッタリング用チタンターゲットであって、ショア硬さが $H s 20$ 以上、 $H s 30.1$ 以下、であり、かつ基本 (Basal) 面配向率が 46% 以上、 70% 以下で、室温 ($23^{\circ}C$) における引張り試験の 0.2% 耐力が $330 N/mm^2$ 以上、 $382 N/mm^2$ 以下、であることを特徴とするスパッタリング用チタンターゲット。

【請求項 3】

スパッタリング用チタンターゲットであって、ショア硬さが $H s 20$ 以上、 $H s 30.1$ 以下、であり、かつ基本 (Basal) 面配向率が 46% 以上、 70% 以下で、 500 における引張り試験の 0.2% 耐力が $36 N/mm^2$ 以上、 $40 N/mm^2$ 以下、であることを特徴とするスパッタリング用チタンターゲット。

【請求項 4】

ショア硬さが $H s 25$ 以上、 $H s 30.1$ 以下、であることを特徴とする請求項 2 又は 3 記載のスパッタリング用チタンターゲット。

【請求項 5】

ガス成分を除くチタンの純度が 99.995 質量% 以上であることを特徴とする請求項

1～4のいずれか一項に記載のスputタリング用チタンターゲット。

【請求項6】

基本(Basal)面配向率が46%以上、55%以下であることを特徴とする請求項1～5のいずれか一項に記載のスputタリング用チタンターゲット。

【請求項7】

室温(23℃)における引張り試験の0.2%耐力が330N/mm²以上、382N/mm²以下、であることを特徴とする請求項1又は3記載のスputタリング用チタンターゲット。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、スputタリング用チタンターゲットに含有する不純物を低減させると同時に、ハイパワースputタリング(高速スputタリング)時においても亀裂や割れの発生がなく、スputタリング特性を安定させ、成膜時のパーティクルの発生を効果的に抑えることのできる高品質のスputタリング用チタンターゲットに関する。なお、本明細書中に記載する不純物濃度については、全て質量%(mass%)で表示する。

【背景技術】

20

【0002】

近年、半導体の飛躍的な進歩に端を発して様々な電子機器が生まれ、さらにその性能の向上と新しい機器の開発が日々刻々なされている。

このような中で、電子、デバイス機器がより微小化し、かつ集積度が高まる方向にある。これら多くの製造工程の中で多数の薄膜が形成されるが、チタンもその特異な金属の性質からチタン及びその合金膜、チタンシリサイド膜、あるいは窒化チタン膜などとして、多くの電子機器薄膜の形成に利用されている。

このようなチタン(合金、化合物を含む)の薄膜を形成する場合に、注意を要することは、それ自体が極めて高い純度を必要とすることである。

【0003】

30

半導体装置等に使用される薄膜は一層薄くかつ短小化される方向にあり、相互間の距離が極めて小さく集積密度が向上しているために、薄膜を構成する物質あるいはその薄膜に含まれる不純物が隣接する薄膜に拡散するという問題が発生する。これにより、自膜及び隣接膜の構成物質のバランスが崩れ、本来所有していなければならない膜の機能が低下するという大きな問題が起こる。

【0004】

このような薄膜の製造工程において、数百度に加熱される場合があり、また半導体装置を組み込んだ電子機器の使用中でも温度が上昇する。このような温度上昇は前記物質の拡散速度をさらに上げ、拡散による電子機器の機能低下に大きな問題を生ずることとなる。また、一般に上記のチタン及びその合金膜、チタンシリサイド膜、あるいは窒化チタン膜等はスputタリングや真空蒸着などの物理的蒸着法により形成することができる。この中で最も広範囲に使用されているスputタリング法について説明する。

40

【0005】

このスputタリング法は陰極に設置したターゲットに、Ar⁺などの正イオンを物理的に衝突させてターゲットを構成する金属原子をその衝突エネルギーで放出させる手法である。窒化物を形成するにはターゲットとしてチタンまたはその合金(TiAl合金など)を使用し、アルゴンガスと窒素の混合ガス雰囲気中でスputタリングすることによって形成することができる。

このスputタリング膜の形成に際して、チタン(合金・化合物を含む)ターゲットに不純物が存在すると、スputタチャンバ内に浮遊する粗大化した粒子が基板上に付着して薄

50

膜回路を断線または短絡させ、薄膜の突起物の原因となるパーティクルの発生量が増し、均一な膜が形成されないという問題が発生する。

【0006】

このようなことから、従来不純物となる遷移金属、高融点金属、アルカリ金属、アルカリ土類金属またはその他の金属を低減させる必要があることはいうまでもないが、これらの元素を可能な限り低減させても上記のようなパーティクルの発生があり、根本的な解決策を見出していないのが現状である。

また、チタン薄膜は窒化チタンTi-N膜を形成する場合のパーティクル発生防止用ペースティング層として使用することがあるが、膜が硬くて十分な接着強度が得られず、成膜装置内壁または部品から剥がれてしまいペースティング層としての役割をせず、パーティクル発生原因となるという問題があった。

10

【0007】

さらに、最近では、生産効率を上げるために、高速スパッタリング（ハイパワースパッタリング）の要請があり、この場合、ターゲットに亀裂が入ったり、割れたりすることがあり、これが安定したスパッタリングを妨げる要因となる問題があった。先行技術文献としては、特許文献1及び特許文献2が挙げられる。

特許文献3には、スパッタ面におけるX線回折強度比が $(0002)/(10-11)$ 0.8、 $(0002)/(10-10)$ 6であり、かつ平均結晶粒径が $20\mu\text{m}$ 以下の再結晶組織を有するスパッタリング用チタンターゲットが記載され、狭く深いコンタクトホールへの膜形成が容易であり、パーティクルの発生を低減できるというチタンターゲットを提案している。

20

【0008】

特許文献4には、ビッカース硬度が110 HV 130の範囲にあり、かつ再結晶組織を有するスパッタリング用チタンターゲットが記載され、スパッタ粒子の方向を揃え、狭く深いコンタクトホールへの膜形成が容易であり、パーティクルの発生を低減できるというチタンターゲットを提案している。

【0009】

特許文献5には、最大粒径 $20\mu\text{m}$ 以下、平均結晶粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の再結晶組織を有するチタンターゲット材が、アルミニウムを主体とするバックングプレートに拡散接合したスパッタリング用チタンターゲットが記載され、スパッタ粒子の方向を揃え、狭く深いコンタクトホールへの膜形成が容易であり、パーティクルの発生を低減できるというチタンターゲットを提案している。

30

しかしながら、上記の文献に提示される発明では、ハイパワースパッタリングを行うと、スパッタリング中に割れやクラックが生じ易く、各文献に提示された問題の解決には、十分でないと考えられる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【特許文献1】国際公開WO01/038598号公報

【特許文献2】特表2001-509548号公報

40

【特許文献3】特開平8-269701号公報

【特許文献4】特開平9-104972号公報

【特許文献5】特開平9-143704号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

本発明は、上記の諸問題点の解決、特にパーティクルや異常放電現象の原因となる不純物を低減させると同時に、ハイパワースパッタリング（高速スパッタリング）時においても亀裂や割れの発生がなく、スパッタリング特性を安定させ、成膜時のパーティクルの発生を効果的に抑えることのできる高品質のスパッタリング用チタンターゲットを提供する

50

ことを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明は、１）スパッタリング用チタンターゲットであって、ショア硬さがHs20以上であり、かつ基本（Basal）面配向率が70%以下であることを特徴とするスパッタリング用チタンターゲット、を提供する。

【0013】

また、本発明は、２）ガス成分を除くチタンの純度が99.995質量%以上であることを特徴とする上記１）記載のスパッタリング用チタンターゲット、３）ショア硬さがHs25以上であることを特徴とする上記１）記載のスパッタリング用チタンターゲット、
4）基本（Basal）面配向率が55%以下であることを特徴とする上記１）～３）のいずれか一項に記載のスパッタリング用チタンターゲット、を提供する。

さらに、本発明は、

5）室温（23℃）における引張り試験の0.2%耐力が330N/mm²以上であることを特徴とする上記１）～４）のいずれか一項に記載のスパッタリング用チタンターゲット、

6）500℃における引張り試験の0.2%耐力が36N/mm²以上であることを特徴とする上記１）～５）のいずれか一項に記載のスパッタリング用チタンターゲット、を提供する。

【発明の効果】

【0014】

スパッタリング用チタンターゲットは、ターゲット内の不純物を低減させることによりパーティクルや異常放電現象を抑制し、またハイパワースパッタリング（高速スパッタリング）時においても亀裂や割れの発生がなく、スパッタリング特性を安定させ、高品質の成膜ができるという優れた効果を有する。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】本発明のスパッタリング用チタンターゲットのスパッタ面のSEM写真である。

【図2】実施例1-6及び比較例1-2の各ターゲットについて、スパッタリングし、パーティクルの発生状況を観察した結果のグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0016】

本発明の、スパッタリング用チタンターゲットは、ショア硬さがHs20以上であり、かつ基本（Basal）面配向率が70%以下であるスパッタリング用チタンターゲットである。

ショア硬さがHs20未満であると、チタンターゲット強度が十分でなく、特にハイパワースパッタリング（高速スパッタリング）において、割れや亀裂を発生し、異常放電、パーティクルの発生を誘発する原因となる。ショア硬さがHs25以上であることがより望ましく、本願発明においては、これを達成できる。

【0017】

また、本発明のスパッタリング用チタンターゲットは、基本（Basal）面配向率を70%以下とする。基本（Basal）面は、面指数が（002）、（103）、（104）、（105）である面から構成される。

【0018】

一般的にターゲットスパッタ面に冷間加工を加えることにより歪みが導入され、硬度は上昇する。また、この歪みが導入されると、TiのBasal面配向率は下がる傾向がある。すなわち、歪みの導入と配向には、ある程度相関が認められ、Basal面配向率は低下する。これはむしろ望ましい現象である。

後述するように、スパッタリング時の熱は、結晶面配向にも影響を与え、変化する。TiのBasal面と云えども、特定の面配向率が70%を超える場合には、スパッタリング時

10

20

30

40

50

の熱による変化の度合いが大きくなり、成膜の速度及び膜の品質に影響を与える。このことから、Basal面配向率を70%以下に、さらには55%以下とするのが望ましい。

【0019】

また、本発明は、ガス成分を除くチタンの純度が99.995質量%以上であるスパッタリング用チタンターゲットを提供する。一般に、ある程度の酸素、窒素、水素等のガス成分は他の不純物元素に比べて多く混入する。これらのガス成分の混入量は少ない方が望ましいが、通常混入する程度の量は、本願発明の目的を達成するためには、特に有害とならない。本発明は、さらにガス成分を除くチタンの純度が99.995質量%以上であるスパッタリング用チタンターゲットを提供することができる。

【0020】

また、スパッタリング時にターゲット最表面は700°C程度、表面近傍は500°C程度まで加熱されるが、本発明のチタンターゲットは、このような高温の熱を受けても、割れや亀裂を抑制することができる。ターゲットの割れや亀裂はスパッタリング時の反り又はスパッタリングパワーのON/OFFによる周期変形の結果としての低サイクル疲労破壊がその主因であり、材料の強度(0.2%耐力)を高くすることにより、割れや亀裂を生じないスパッタリング用チタンターゲットを提供することができる。

【0021】

特にターゲットが高温にさらされるハイパワースパッタでのターゲットの割れや亀裂を防止するためには、特に500°Cに置ける引張試験の0.2%耐力を36N/mm²以上とすることが望ましく、そのためにガス成分を除くチタンの純度99.995質量%以上を保ったまま、Al、Si、S、Cl、Cr、Fe、Ni、As、Zr、Sn、Sb、B、Laの不純物元素を合計で50質量ppm以下添加することにより、500°Cに置ける引張試験の0.2%耐力が36N/mm²以上を達成することが可能となる。

【0022】

また、スパッタリング時の熱は、結晶面配向にも影響を与えるが、結晶面配向の変化は、成膜の速度及び膜の品質に影響を与えるので好ましくない。しかしながら、本願発明の上記の結晶配向であれば、特定の結晶配向に偏ることがなく、結晶面配向の変化を抑制できる、成膜の品質を一定に維持できる効果を有する。

【0023】

以上の効果は、チタンターゲット自体が高純度であり、かつショア硬さがHs20以上であり、かつ基本(Basal)面配向率が70%以下であり、また室温(23°C)における引張り試験の0.2%耐力が330N/mm²以上であり、さらに500°Cにおける引張り試験の0.2%耐力が36N/mm²以上であることにより、達成できるものであり、これらの数値範囲は、本願発明の有効性を実現できる範囲を示すものである。

下限値未満では本願発明の目的を達成できず、また限定値の範囲外のものは高純度ターゲットとしての特性を損なうので上記の範囲とする。

【0024】

高純度チタンを製造するには、既に知られた溶融塩電解法を使用できる。雰囲気は不活性雰囲気とするのが望ましい。電解時には、初期カソード電流密度を低電流密度である0.6A/cm²以下にして行うのが望ましい。さらに、電解温度を600~800°Cとするのが良い。

このようにして得た電析TiをEB(電子ビーム)溶解し、これを冷却凝固させてインゴットを作製し、800~950°Cで熱間鍛造又は熱間押出し等の熱間塑性加工を施してピレットを作製する。これらの加工により、インゴットの不均一かつ粗大化した鑄造組織を破壊し均一微細化することができる。

【0025】

次に、このピレットを切断し、ターゲット体積に相当するプリフォームを作製する。このプリフォームに冷間鍛造又は冷間圧延等の冷間塑性加工を行い、高歪を付与しかつ円板形状等のターゲット材に加工する。

さらに、このように高い歪を蓄えた加工組織をもつターゲット材を、流動床炉等を用い

10

20

30

40

50

て急速昇温し、 $400 \sim 500^{\circ}\text{C}$ で短時間の熱処理を行う。これによって、 $20\mu\text{m}$ 以下の微細な再結晶組織をもつターゲット材を得る。従来は、これで終了していたのであるが、これをさらに冷間加工（通常、圧下率 $10 \sim 30\%$ ）し、これを、さらに研磨等の仕上げ加工によりチタンターゲットとする。すなわち、本願発明は、基本的には冷間加工上がり材となる。

【0026】

以上の工程は、本願発明のチタンターゲットを得るための方法の一例を示すものであって、ショア硬さが $Hs20$ 以上であり、かつ基本（Basal）面配向率が 70% 以下であり、また室温（ 23°C ）における引張り試験の 0.2% 耐力が 330N/mm^2 以上であり、さらに 500 における引張り試験の 0.2% 耐力が 36N/mm^2 以上である本願発明のチタンターゲットを得ることができるものであれば、上記製造工程に特に限定されるものではない。

10

【実施例】

【0027】

次に、本発明の実施例について説明する。なお、本実施例はあくまで一例であり、この例に制限されるものではない。すなわち、本発明の技術思想の範囲に含まれる実施例以外の態様あるいは変形を全て包含するものである。

【0028】

（実施例1-3）

上記の製造方法に基づいて製造した純度 99.995 質量%の高純度チタンを、電子ビーム溶解し、上記段落【0023】～【0026】の製造条件を適宜使用して、3例のTiインゴットを作成し、これをターゲット形状に加工した。

20

表1には、製作したターゲットの表面を任意に3点採り、その平均値のショア硬さを示す。また、XRDにより測定した基本（Basal）面配向率を表2に示す。

【0029】

（実施例4-6）

上記の製造方法に基づいて製造した純度 99.995 質量%以上の高純度チタンに、次の添加元素を、 $Al:1.6$ 質量ppm（以下、質量を省略）、 $Si:0.2$ ppm、 $S:4.3$ ppm、 $Cl:0$ ppm、 $Cr:0.3$ ppm、 $Fe:0.6$ ppm、 $Ni:0$ ppm、 $As:0$ ppm、 $Zr:0.1$ ppm、 $Sn:0.1$ ppm、 $Sb:0$ ppm、 $B:0$ ppm、 $La:0$ ppm添加し、合計で 7.2 質量ppm、添加し、かつ全体としては純度 99.995 質量%を維持した高純度チタン（以下、微量不純物添加チタン）を、電子ビーム溶解し、上記段落【0023】～【0026】の製造条件を適宜使用して、3例のTiインゴットを作成し、これをターゲット形状に加工した。

30

表1には、製作したターゲットの表面を任意に3点採り、その平均値のショア硬さを示す。また、XRDにより測定した基本（Basal）面配向率を表2に示す。

【0030】

（比較例1-3）

上記の段落【0023】～【0026】の製造条件に基づいて製造した純度 99.995 質量%のTiインゴットを、最終的に圧延加工を行わずに（熱処理上がり材）作製した3例のチタンターゲット（直径 300mm ）のショア硬さを表1に示す。表1には、製作したターゲットの表面を任意に3点採り、その平均値のショア硬さを示す。また、XRDにより測定した基本（Basal）面配向率を表2に示す。

40

【0031】

【表 1】

シヨア硬さ

	測定点1	測定点2	測定点3	平均(Hs)
実施例	実施例1	29.6	28.9	28.2
	実施例2	27.2	26.9	27
	実施例3	28.3	27	26.3
	実施例4	30.2	29.1	29.3
	実施例5	30.8	29.8	29.8
	実施例6	27.7	28.9	29.7
比較例	比較例1	18.3	17.5	18.3
	比較例2	19.1	18.9	18.7
	比較例3	19.7	20.3	19.1

平均(Hs)

実施例1

実施例2

実施例3

実施例4

実施例5

実施例6

比較例

比較例1

比較例2

比較例3

10

20

30

40

【表 2】

		Basal面配向率(%)
実施例	実施例1	47.3
	実施例2	46.0
	実施例3	51.4
	実施例4	55.5
	実施例5	60.7
	実施例6	53.6
比較例	比較例1	72.2
	比較例2	75.1
	比較例3	74.8

10

【0033】

(実施例1 - 6のターゲットのショア硬さと基本(Basal)面配向率)

表1に示すように、実施例1 - 3については、次の平均ショア硬さHsが得られた。また、表2に示すように、次の基本(Basal)面配向率が得られた。

実施例1：熱処理後冷間加工度10%、Hs28.9、基本(Basal)面配向率47.3%

20

実施例2：熱処理後冷間加工度20%、Hs27.0、基本(Basal)面配向率46.0%

実施例3：熱処理後冷間加工度30%、Hs27.2、基本(Basal)面配向率51.4%

実施例4：微量不純物添加チタン+熱処理後冷間加工度10%、Hs29.5、基本(Basal)面配向率55.5%

実施例5：微量不純物添加チタン+熱処理後冷間加工度20%、Hs30.1、基本(Basal)面配向率60.7%

実施例6：微量不純物添加チタン+熱処理後冷間加工度30%、Hs28.8、基本(Basal)面配向率53.6%

30

【0034】

これらの実施例1 - 6及び比較例1 - 2の各ターゲットについて、実生産機を用いてスパッタリングし、パーティクルの発生状況を観察した。発生したパーティクルの個数を表3に示す。表3のグラフを図2に示す。この場合のパーティクルは、0.2μm以上のパーティクルである。

実施例1 - 6については、スパッタリング初期の段階から積算電力量400kWhに至るまで、パーティクルの発生がやや増えるものの、パーティクルの発生が低く抑えられ殆ど変わらない状態で推移していた。すなわち、実施例1 - 6についてはパーティクルの発生を効果的に抑制できた。

40

【0035】

(比較例1 - 3のターゲットのショア硬さと基本(Basal)面配向率)

比較例1：熱処理後冷間加工なし、Hs18.0、基本(Basal)面配向率72.2%

比較例2：熱処理後冷間加工度5%、Hs18.9、基本(Basal)面配向率65.1%

比較例3：熱処理後冷間加工度40%、加工中の反りが大きいいため加工できず、ターゲットの製作ができなかった。

【0036】

一方、比較例1 - 2について、同様のパーティクルの発生状況を観察したところ、表3及び図2に示すようになった。なお、上記の通り、比較例3はターゲットに作製できな

50

ったので、表 3 及び図 2 には掲載されない。

表 3 及び図 2 に示すように、スパッタリング初期の段階から積算電力量 8 0 0 k W h に至るまでは比較的パーティクルは低く抑えられているが、数箇所突発的なパーティクル発生が観察された。その後 2 0 0 0 k W h に至るまでにパーティクルの発生が急速に増大し、またスパッタリングが不安定になった。

【 0 0 3 7 】

【表 3】

Life (kWhs)	比較例 1	比較例 2 (冷間加工度 5%)	実施例 1 (冷間加工度 10%)	実施例 2 (冷間加工度 20%)	実施例 3 (冷間加工度 30%)	実施例 4 (微量不純物添加 チタン+冷間加工 度 10%)	実施例 5 (微量不純物添加 チタン+冷間加工 度 20%)	実施例 6 (微量不純物添加 チタン+冷間加工 度 30%)
0								
200	8	5	3	6	4	3	2	4
400	3	5	8	4	4	1	1	10
600	4	7	2	7	6	10	6	9
800	3	4	5	3	8	2	9	3
1000	59	8	7	5	7	1	7	9
1200	71	78	3	3	6	6	3	9
1400	99	46	11	5	5	1	7	5
1600	62	59	4	6	10	9	7	6
1800	89	95	2	8	5	1	6	10
2000	93	68	7	2	8	2	1	5

実施例 1 ～ 6 および比較例 1 , 2 , 3 の引張試験による 0 . 2 % 耐力を表 4 に示す。な

10

20

30

40

50

お、引張試験片は、円形ターゲットの径方向が長手方向となるように作製したものである。

各試験片は、各実施例および比較例に従い作製した円形のスパッタリングターゲットの、中心、1/2R、外周の3点から作製し、その3点の平均値を各例における0.2%耐力として採用した。

【0038】

【表4】

		0.2%耐力	
		室温	500℃
		N/mm ²	N/mm ²
実施例1	熱処理後冷間加工度10%	352	18
実施例2	熱処理後冷間加工度20%	331	16
実施例3	熱処理後冷間加工度30%	340	17
実施例4	微量不純物添加チタン+熱処理後冷間加工度10%	370	37
実施例5	微量不純物添加チタン+熱処理後冷間加工度20%	382	40
実施例6	微量不純物添加チタン+熱処理後冷間加工度30%	365	38
比較例1	熱処理後冷間加工なし	134	18
比較例2	熱処理後冷間加工度5%	165	16
比較例3	熱処理後冷間加工度40%	加工不可	

10

20

【0039】

高温引張り試験の条件は、次の通りである。

試験片形状：JIS形状（G 0567II-6）

試験方法：JIS G 0567に準拠

試験機：100kN高温引張り試験機

試験条件：室温（23℃）、500℃

標点距離：30mm

試験速度：変位制御0.3%/min、耐力以降7.5%/min

昇温速度：45℃/min、保持15分

温度測定：試験体中央熱電対括り付け

30

【0040】

適切な冷間加工量を導入した実施例1～6では、比較例に対し、室温での0.2%耐力が大幅に向上している。さらに微量不純物添加チタンを用いた実施例4～6では室温での0.2%耐力が実施例1～3と比較しても向上していることに加え、500℃での0.2%耐力が比較例1、2および実施例1～3に対し倍増しており、高温にさらされるハイパワースパッタにおいての耐割れ性をさらに向上したチタンターゲットである。

【産業上の利用可能性】

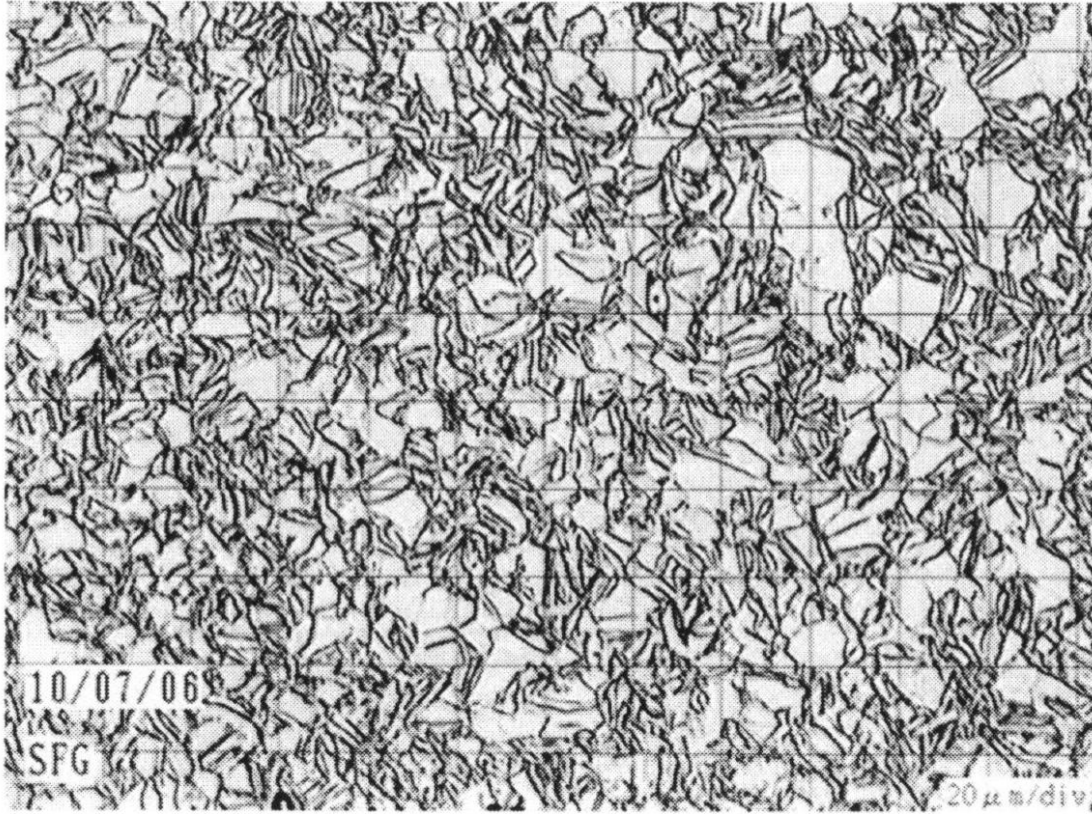
【0041】

パーティクルや異常放電現象の原因となる不純物を低減させると同時に、ハイパワースパッタリング（高速スパッタリング）時においても亀裂や割れの発生がなく、スパッタリング特性を安定させ、成膜時のパーティクルの発生を効果的に抑えることのできる高品質のスパッタリング用チタンターゲットを提供することができるので、電子機器等の薄膜の形成に有用である。

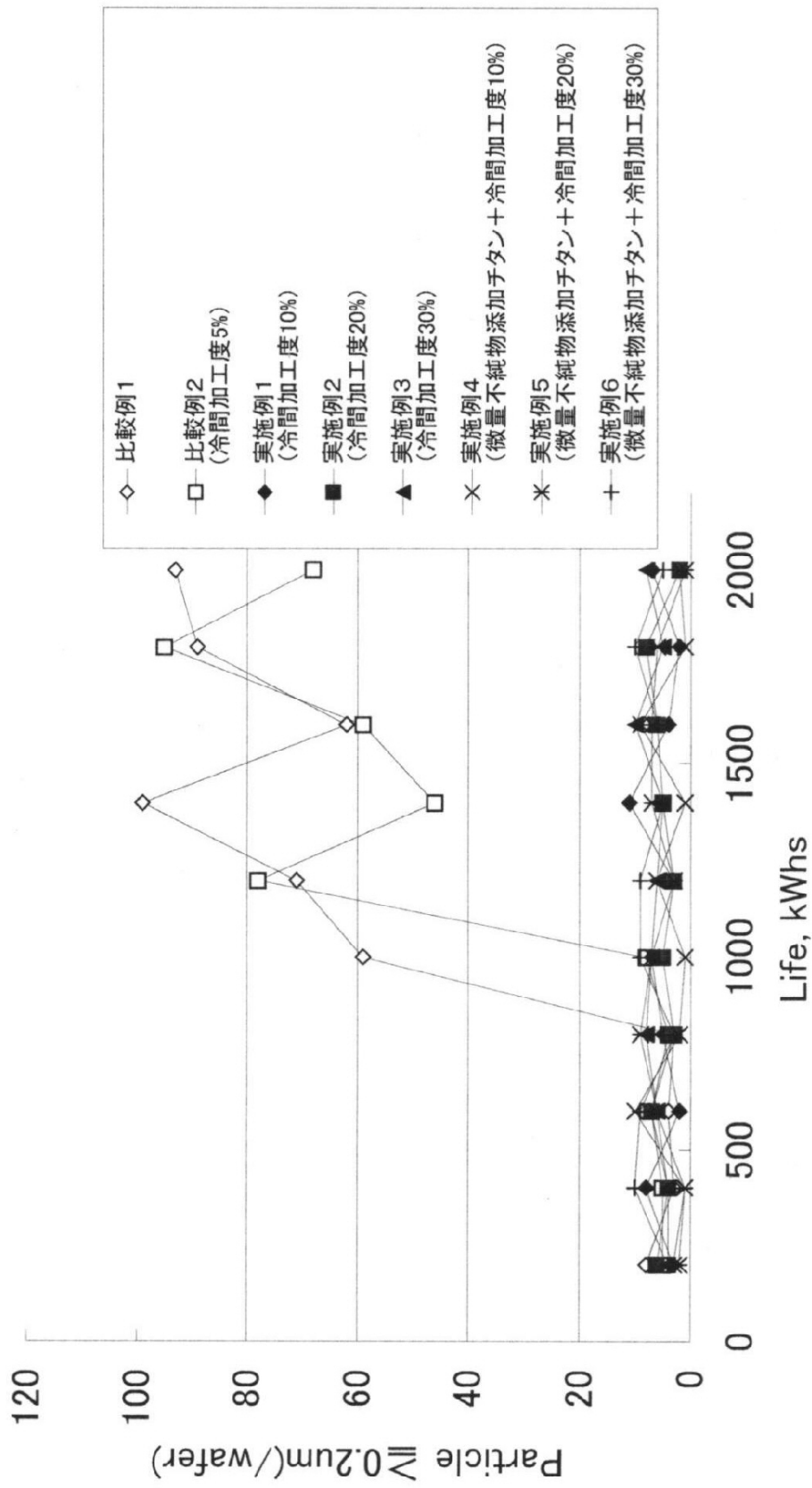
40

【図 1】

Microstructure



【図2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
C 2 2 F	1/00	(2006.01)	C 2 2 F 1/18 H
			C 2 2 F 1/00 6 0 4
			C 2 2 F 1/00 6 0 6
			C 2 2 F 1/00 6 1 3
			C 2 2 F 1/00 6 2 3
			C 2 2 F 1/00 6 3 0 A
			C 2 2 F 1/00 6 3 0 C
			C 2 2 F 1/00 6 5 0 A
			C 2 2 F 1/00 6 6 1 Z
			C 2 2 F 1/00 6 8 1
			C 2 2 F 1/00 6 8 3
			C 2 2 F 1/00 6 8 5 Z
			C 2 2 F 1/00 6 8 6 Z
			C 2 2 F 1/00 6 9 4 A
			C 2 2 F 1/00 6 9 4 B

審査官 浅野 裕之

- (56)参考文献 特開平 0 9 - 1 0 4 9 7 2 (J P , A)
 特開平 0 7 - 0 9 0 5 6 4 (J P , A)
 特開 2 0 1 0 - 2 3 5 9 9 8 (J P , A)
 特開平 0 9 - 2 6 8 3 6 8 (J P , A)
 特開平 0 8 - 3 3 3 6 7 6 (J P , A)
 再公表特許第 2 0 1 1 / 1 1 1 3 7 3 (J P , A 1)

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
 C 2 3 C 1 4 / 0 0 ~ 1 4 / 5 8
 W P I
 J S T P l u s (J D r e a m I I)