(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0065695
(43) 공개일자 2025년05월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C22C 27/04 (2006.01) *B22F 1/00* (2022.01)
C22C 1/04 (2023.01) *C22F 1/18* (2006.01)
C23C 14/14 (2006.01) *C23C 14/34* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C22C 27/04 (2013.01)
B22F 1/00 (2023.08)
(21) 출원번호 10-2025-7011799
(22) 출원일자(국제) 2024년10월03일
심사청구일자 2025년04월10일
(85) 번역문제출일자 2025년04월10일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2024/035428
(87) 국제공개번호 WO 2025/079494
국제공개일자 2025년04월17일
(30) 우선권주장
JP-P-2023-176718 2023년10월12일 일본(JP)

(71) 출원인
가부시끼가이샤 아라이도 마테리아루
일본국 도쿄토 츄오쿠 긴자 8쵸메 21방 1고
(72) 발명자
와타나베 마코토
일본 9318543 도야마켄 도야마시 이와세코시-마치 2 가부시끼가이샤 아라이도 마테리아루 나이
와타나베 유리
일본 9318543 도야마켄 도야마시 이와세코시-마치 2 가부시끼가이샤 아라이도 마테리아루 나이
가도쿠라 다카노리
일본 9318543 도야마켄 도야마시 이와세코시-마치 2 가부시끼가이샤 아라이도 마테리아루 나이
(74) 대리인
김태홍, 김진희

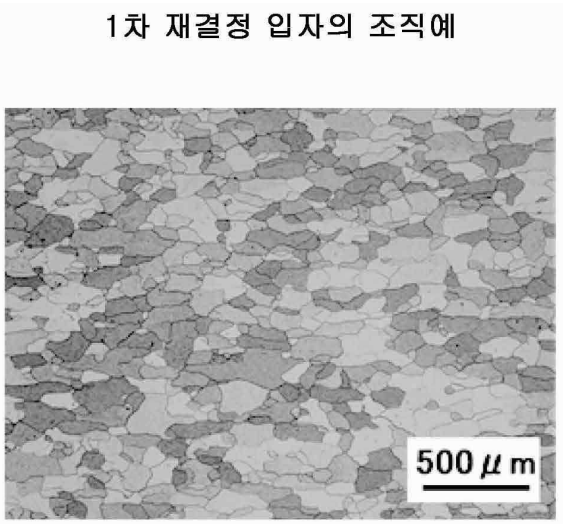
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **몰리브덴 함유 재료**

(57) 요 약

몰리브덴 함유 재료는, 결정 입경 25 ㎛ 이상, 밀도 10.15 g/㎤ 이상, 몰리브덴 함유율이 99.95 질량% 이상, 및 입자 내 텅스텐 함유율/입계 텅스텐 함유율의 질량비(입자 내 W/입계 W)가 0.8 이하이다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C22C 1/04 (2023.01)
C22F 1/18 (2013.01)
C23C 14/14 (2013.01)
C23C 14/34 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

결정 입경 25 ㎛ 이상, 밀도 10.15 g/㎤ 이상, 몰리브덴 함유율이 99.95 질량% 이상, 및 입자 내 텅스텐 함유율/입계 텅스텐 함유율의 질량비(입자 내 W/입계 W)가 0.8 이하인, 몰리브덴 함유 재료.

청구항 2

제1항에 있어서, 결정 입경이 1 ㎜ 이상이며, 상기 입자 내 W/입계 W의 값이 0.7 이하인, 몰리브덴 함유 재료.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 입자 내 칼륨 함유율과 입계 칼륨 함유율의 비인 입자 내 K/입계 K의 값이 0.7 이하인, 몰리브덴 함유 재료.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 입자 내 K/입계 K의 값이 0.6 이하인, 몰리브덴 함유 재료.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 밀도 10.18 g/㎤(99.8%) 이상인, 몰리브덴 함유 재료.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, 몰리브덴의 함유율이 99.999 질량% 이상인, 몰리브덴 함유 재료.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 있어서, 텅스텐의 함유율이 200 ppm 이하인, 몰리브덴 함유 재료.

청구항 8

제1항 또는 제2항에 있어서, 칼륨의 함유율이 20 ppm 이하인, 몰리브덴 함유 재료.

청구항 9

제1항 또는 제2항에 있어서, 판 또는 타겟의 형상을 갖는, 몰리브덴 함유 재료.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 개시는, 몰리브덴 함유 재료에 관한 것이다. 본 출원은, 2023년 10월 12일에 출원한 일본 특허 출원인 특허 출원 제2023-176718호에 기초한 우선권을 주장한다. 상기 일본 특허 출원에 기재된 모든 기재 내용은, 참조에 의해 본 명세서에 원용된다.

배 경 기 술

[0002] 종래, 몰리브덴판은, 예컨대, 일본 특허 공개 제2002-69628호 공보(특허문헌 1), 국제 공개 제2019-176962호(특허문헌 2), 일본 특허 공개 제2005-133198호 공보(특허문헌 3), 일본 특허 공개 제2015-221937호 공보(특허문헌 4), 일본 특허 공개 평2-24901호 공보(특허문헌 5), 일본 특허 공개 제2012-201930호 공보(특허문헌 6)에 개시되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0003] (특허문헌 0001) 특허문헌 1: 일본 특허 공개 제2002-69628호 공보

(특허문헌 0002) 특허문헌 2: 국제 공개 제2019-176962호

(특허문헌 0003) 특허문헌 3: 일본 특허 공개 제2005-133198호 공보

(특허문헌 0004) 특허문헌 4: 일본 특허 공개 제2015-221937호 공보

(특허문헌 0005) 특허문헌 5: 일본 특허 공개 평성 제2-24901호 공보

(특허문헌 0006) 특허문헌 6: 일본 특허 공개 제2012-201930호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 본 개시의 몰리브덴 함유 재료는, 결정 입경 25 ㎛ 이상, 밀도 10.15 g/㎤ 이상, 몰리브덴 함유율이 99.95 질량% 이상, 및 입자 내 텅스텐 함유율/입계 텅스텐 함유율의 비(입자 내 W/입계 W)가 0.8 이하이다.

도면의 간단한 설명

[0005] 도 1은, 몰리브덴 함유 재료의 1차 재결정 입자의 조직예를 도시하는 사진이다.

도 2는, 몰리브덴 함유 재료의 2차 재결정 입자의 조직예를 도시하는 사진이다.

도 3은, 고온에서의 변형의 용이성을 측정하기 위한 장치의 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0006] [본 개시가 해결하고자 하는 과제]

[0007] 고품질인 몰리브덴 재료가 요구되고 있었다.

[0008] [본 개시의 실시형태의 설명]

[0009] 최초에 본 개시의 실시 양태를 열기하여 설명한다.

[0010] 특허문헌 1에서는, 스퍼터링 타겟의 측면 및 백킹 플레이트(BP)면을 금속박 또는 판으로 덮고, 파티클 발생을 억제하는 기술이 개시되어 있다.

[0011] 특허문헌 2에서는, 몰리브덴을 함유하는 재료의 함유율 99.999% 이상, 상대 밀도 98% 이상, 평균 입경 45 ㎛ 이하, 방사선량 0.03 cph/㎠ 이하로 함으로써, 파티클을 저감할 수 있는 것이 개시되어 있다.

[0012] 특허문헌 3에서는, 몰리브덴을 함유하는 재료의 함유율 99.99% 이상, 상대 밀도 98% 이상으로 함으로써, 파티클을 저감할 수 있는 것이 개시되어 있다. HIP로 제조.

[0013] 특허문헌 4에서는, 몰리브덴을 함유하는 재료의 결정 조직의 애스펙트비를 3 이상으로 함으로써, 스퍼터 레이트를 조정할 수 있고, 장수명의 타겟을 얻을 수 있는 것이 개시되어 있다.

[0014] 특허문헌 5에서는, 몰리브덴을 함유하는 재료의 입경 평균이 15~150 ㎜의 범위에 있으며, 결정 입자의 두께 방향은 판 두께의 1/5 이상인 것이 개시되어 있다.

[0015] 특허문헌 6에서는, 몰리브덴을 함유하는 재료의 표면에서 판 두께 방향으로 1/5의 깊이로 X선 회절 측정(110) 및 (220)의 피크 강도가(211) 피크 강도 미만이 되는 영역이 존재하는 것이 개시되어 있다.

[0016] 1. (물(物)의 설명)

[0017] 본 개시는 입계 불순물량과 결정 입경, 밀도, 몰리브덴 함유율을 제어한 몰리브덴을 함유하는 재료에 관한 것이다. 이하의 특성치를 소정의 범위로 함으로써 효과가 얻어지는 것을 발견했다.

[0018] <결정 입경>

[0019] 결정 입경은 25 ㎛ 이상 1 ㎜ 미만이다.

[0020] 바람직한 범위는, 1차 재결정 입경으로서 45 ㎛ 이상 1 ㎜ 미만이다.

[0021] 바람직한 범위는, 2차 재결정 입경으로서 1 ㎜ 이상이다.

[0022] 보다 바람직한 범위는, 2차 재결정 입경으로서 10 ㎜ 이상이다.

[0023] 이 범위이면, 입자 내의 W, K가 저감되어 있으며, 파티클 발생 수를 보다 적게 할 수 있다.

[0024] <불순물 함유율비: 입자 내/입계>

[0025] 입자 내 텅스텐 함유율/입계 텅스텐 함유율의 질량비(입자 내 W/입계 W)가 0.8 이하이다.

[0026] 바람직하게는, 1차 재결정의 경우, 입자 내 칼륨 함유율/입계 칼륨 함유율의 질량비(입자 내 K/입계 K)가 0.7 이하이다.

[0027] 바람직하게는, 2차 재결정의 경우, 입자 내 W/입계 W는 0.7 이하이다.

[0028] 보다 바람직하게는, 2차 재결정의 경우, 입자 내 K/입계 K는 0.6 이하이다.

[0029] <밀도>

[0030] 밀도는, 10.15 g/㎤(상대 밀도 99.5%) 이상이다.

[0031] 바람직한 범위는, 10.18 g/㎤(상대 밀도 99.8%) 이상이다.

[0032] 이 범위이면, 타겟 내의 공극이 성막에 미치는 영향이 적다.

[0033] <몰리브덴 함유율>

[0034] 몰리브덴 함유율은, 99.95 질량% 이상이다.

[0035] 바람직한 범위는, 99.999 질량% 이상이다.

[0036] 이 범위이면, 불순물에 기인하는 파티클을 보다 적게 할 수 있다.

[0037] <텅스텐 함유율>

[0038] 바람직하게는, 텅스텐 함유율은 200 ppm 이하이다. 보다 바람직하게는, 90 ppm 이하이다. 이 범위이면, 입계에 편석한 W는 파티클 발생에 악영향을 미치지 않는다.

[0039] <칼륨 함유율>

[0040] 바람직하게는, 칼륨의 함유율은 20 ppm 이하이다. 바람직하게는, 10 ppm 이하이다. 이 범위이면, 입계에 편석한 칼륨은 파티클 발생에 악영향을 미치지 않는다.

[0041] 이들의 효과로서, 본 개시에 따라 제작한 스퍼터링 타겟을 사용하여 성막된 박막의 파티클 발생 수는, 예컨대, 35개/㎟ 이하가 된다.

[0042] 본 개시에 따라 제작한 스퍼터링 타겟을 사용하여 성막된 박막의 박막 시트 저항(두께 300 ㎚)은 1.5 Ω/□ 이하가 된다.

[0043] 바람직하게는 이하의 특성을 발휘한다.

[0044] 파티클 발생 수: 15개/㎟ 이하.

[0045] 박막 시트 저항(두께 300 ㎚): 1.2Ω/□ 이하.

[0046] 파티클 발생 수에 대해서는 20 ㎚~1 ㎛의 파티클 수를 35개 이하로 함으로써, 반사형 마스크 반사형 마스크 블랭크에 적합한 품질의 박막을 얻을 수 있다.

[0047] 또한, 1800℃ 열처리시, 2차 재결정하여 1 ㎜ 이상, 보다 바람직하게는 10 ㎜ 이상의 결정 입자로 성장하고 입계가 저감한다. 이것에 의해, 보다 파티클 발생 수를 억제할 수 있다. 또한, 판의 내고온 변형성도 향상된다.

[0048] 2. (제조 방법과 실시예)

[0049] <몰리브덴 스퍼터링 타겟의 제조>

[0050] 공정 1 : 몰리브덴 원료 분말, 공정 2 : CIP, 공정 3 : 소결, 공정 4 : 열간 압연, 공정 5 : 열처리, 공정 6 : 절단, 공정 7 : 절삭 연마, 공정 8 : 본딩 접합에 기초하여, 몰리브덴 스퍼터링 타겟을 제조한다.

[0051] 공정 1: 몰리브덴 원료 분말

[0052] 원료가 되는 몰리브덴 분말은 몰리브덴의 함유율이 99.95 질량% 이상, FSSS 법에 의해 측정한 입경 1~10 ㎛인 것을 출발 원료로서 이용했다.

[0053] 몰리브덴의 함유율이 99.95 질량% 미만이면 스퍼터링한 박막 중의 몰리브덴 함유율이 저하되고, 불순물 기인의 결함도 발생한다.

[0054] Fsss 입경이 1 ㎛보다 미세하면 분말의 착화 위험성이 높아지며, 10 ㎛를 초과하면 분말 야금으로의 소결이 곤란해진다.

[0055] 이 때, 소결 단계에서 입계 이동에 의한 입계로의 W와 K의 약간의 편석을 일으키기 위해, 소결성이 우수한 몰리브덴 분말(예컨대, Fsss 법에 의한 평균 입경이 0.1 ㎛ 이상 10 ㎛ 이하이고, 몰리브덴의 함유율이 99.99 질량% 이상이며, 압축 변형 강도가 100 MPa 이상 200 MPa 이하인, 몰리브덴을 함유하는 분말.)을 사용하면 좋다.

[0056] 공정 2 : CIP

[0057] 상기 몰리브덴 분말을 소정의 고무 용기 내에 충전하여 정수압 프레스(CIP)로 가압 성형한다. CIP 압력은 1~3 ton/㎠, 바람직하게는 2.0 t/㎠로 했다.

[0058] 압력이 이것보다 낮으면 프레스체 강도 부족에 의한 소결 균열의 원인이 되고, 이것보다 높은 압력은 공업적으로 현실적이지 않다.

[0059] 공정 3 : 소결

[0060] 상기에서 얻어진 프레스체를 수소 분위기에 있어서 1600℃ 이상 2300℃ 이하, 바람직하게는 1800℃의 소결 온도로 3~20시간 소결을 행하면 밀도 약 9.7 g/㎤ 정도의 몰리브덴 소결체가 얻어진다.

[0061] 1600℃ 미만의 온도에서는 소결 후의 밀도가 충분하지 않고, 2300℃ 이상의 온도는 공업적으로 현실적이지 않다.

[0062] 이 때, 소결성이 우수하지 않은 몰리브덴 분말을 사용한 경우에는 소결 단계에서 입계 이동에 의한 입계에 대한 W와 K가 약간의 편석이 일어나기 어렵다. 그러나 소결성이 우수하지 않은 몰리브덴 분말을 사용하는 경우에도 소결시의 길이를 조정함으로써, 소결성이 우수한 몰리브덴 분말을 사용한 경우와 동일한 효과를 얻을 수 있다. 이것은 소결을 진행시킴으로써 나타나는 효과이며, 소결 조건의 조정은 시간뿐만 아니라, 수소량, 온도라도 조정 가능하다.

[0063] 공정 4 : 열간 압연

[0064] 상기에서 얻어진 몰리브덴 소결체를 1100~1400℃의 수소 가열로에 삽입한 후, 열간 압연 가공을 행했다. 재료가 식은 경우 적절하게 가열을 반복하고, 원하는 두께까지 압연을 반복한다. 열간 압연 후의 밀도는 10.15~10.22 g/㎤에 도달하며, 압연 방향으로 신장된 섬유상 조직의 몰리브덴판이 얻어진다.

[0065] 공정 5 : 열 처리

[0066] 상기에서 얻어진 몰리브덴판을 950℃ 이상의 온도에서 0.5~10시간 열처리한다. 열처리에 의해 재결정이 발생하여 등축 입자 조직의 몰리브덴판이 얻어진다.

[0067] 도 1은 몰리브덴 함유 재료의 1차 재결정 입자의 조직예를 나타내는 사진이다. 도 2는 몰리브덴 함유 재료의 2차 재결정 입자의 조직예를 나타내는 사진이다.

[0068] <1차 재결정>

[0069] 도 1에서 나타내는 바와 같이, 몰리브덴판의 1차 재결정 온도는 제조 조건에 따라 다소 다르지만 일반적으로는 950℃~1700℃ 정도이며, 열간 압연에 의해 신장된 섬유상 조직이 결정 입경 수십 ㎛~수백 ㎛(제조 조건·온도에 따라서는 수 ㎜)의 등축 입자로 성장한다.

[0070] <2차 재결정>

[0071] 도 2에서 나타내는 바와 같이, 몰리브덴판의 2차 재결정은 1차 재결정보다 고온으로 올려야 하며, 일반적으로

1700℃ 이상의 온도에서 일어나는 현상이다. 그러나, 제조 조건에 의해 2차 재결정이 일어나기 쉬운 정도가 다르다. 2차 재결정은 인접하는 1차 재결정 입자 중 한쪽이 다른쪽의 결정 입자을 병탄(倂呑)하여 성장해 나가는 현상이다. 일정 이상의 온도(예컨대 1800℃나 2000℃)에서 장시간(예컨대 5시간이나 10시간) 가열하면 급격히 입자 성장이 진행되어 10 ㎜ 이상의 거대 결정으로 성장한다. 일반적으로 2000℃ 이상 등의 고온에서 열처리한 쪽이 단시간에 2차 재결정을 일으키지만, 에너지 비용 등을 감안하여, 공업적으로 실시하기 쉬운 1800℃×5 h로 1 ㎜ 이상의 결정 입경이 되는지 여부를 기준으로 했다.

[0072] 공정 6 : 절단

[0073] 상기에서 얻어진 재결정된 몰리브덴 판을 워터젯으로 원판으로 도려내어 몰리브덴 원판을 얻는다. 이 때, 절단 효율을 올리기 위해, 연마 입자 등을 사용하여도 좋다. 타겟 형상이 사각인 경우에는 각판으로 절단한다.

[0074] 공정 7 : 절삭 연마

[0075] 상기 몰리브덴 원판의 표면을 절삭 가공으로 소정의 두께로 깎고, 표면의 산화막을 제거하여 평탄도를 향상시킨다. 외주도 소정의 사이즈로 절삭한다. 그 후 예컨대 GC 연마석을 이용하여 표면을 연마하고, Ra 1.6 ㎛ 이하로 마감한다.

[0076] 공정 8: 본딩 접합

[0077] 스퍼터링 장치에 맞춘 백킹 플레이트(재질 Cu 등)와 접합재(재질 In 등)를 준비하여, 상기 몰리브덴 원판과 백킹 플레이트를 핫 플레이트로 가열하여, 접합재로 부착한다. 이 본딩 접합을 행함으로써 몰리브덴 스퍼터링 타겟을 얻는다.

[0078] <실시예 개요>

[0079] 여러 가지의 몰리브덴 원료 분말로 몰리브덴 판재를 제작하여 1300℃×1 h의 열처리를 행하여, 그 결정 입경을 평가했다.

[0080] 또한, 상기한 1300℃×1 h의 열처리를 하지 않고서 각각의 재료가 1800℃×5 h 열처리로 2차 재결정할지 여부도 평가했다.

[0081] 이들 소재를 사용하여 스퍼터링 타겟을 제조했다. 그 타겟을 이용하여 성막 시험을 실시하고, 박막에 대하여 파티클 발생 수 및 막 저항을 측정했다.

[0082] [본 개시의 실시형태의 상세]

[0083] <실시예>

[0084] 원료로서 이하의 표 1의 특징마다 몰리브덴을 함유하는 분말을 그룹으로 나누어 복수 준비했다.

표 1

[0085]

분말 그룹	특징	분말(W) 함유율 (ppm)	분말(K) 함유율 (ppm)	Fsss 입경 (μm)
1	W 량 통상	70 ~ 200	13 ~ 35	4 ~ 5
2	W 량 적음	5 ~ 70	13 ~ 35	4 ~ 5
3	K 량 통상	70 ~ 200	13 ~ 35	4 ~ 5
4	K 량 적음	70 ~ 200	3 ~ 13	4 ~ 5
5	Mo 함유율 99.999 질량% 이상	5 미만	3 미만	4 ~ 5
6	W 량 많음	200 ~ 300	13 ~ 35	4 ~ 5
7	K 량 많음	70 ~ 200	35 ~ 80	4 ~ 5

[0086] 「분말(W) 함유율」은 몰리브덴을 함유하는 분말 중의 텅스텐 함유율이다. 「분말(K) 함유율」은 몰리브덴을 함

유하는 분말 중의 칼륨 함유율이다. 분말 원료(5)의 그룹은, 본원과 동일 출원의, Fsss 법에 의한 평균 입경이 0.1 ㎛ 이상 10 ㎛ 이하이고, 몰리브덴의 함유율이 99.99 질량% 이상이며, 압축 변형 강도가 100 MPa 이상 200 MPa 이하인, 몰리브덴을 함유하는 분말이다. 「Fsss 입경」이란, Fsss 법에 의한 평균 입경이다.

[0087] 모든 원료에 있어서, 소결하면 텅스텐 함유율은 변화하지 않지만, 칼륨 함유율은 감소한다.

[0088] 상기 몰리브덴 원료 분말에 대해 공정 1~8을 실시하여 직경(φ)이 4 인치(4×2.54 ㎝)의 몰리브덴 타겟을 얻었다. 그 내용을 표 2 내지 표 5에 나타낸다.

표 2

시료 번호	분말 그룹	소결 시간	Mo 함유율	W 량				K 량			
				전체	입자 내	입계	입자 내 W/ 입계 W	전체	입자 내	입계	입자 내 K/ 입계 K
		h	%	ppm	ppm	ppm		ppm	ppm	ppm	
101	1	15	99.95	200	160	230	0.70	6	4	7	0.57
102	1	20	99.95	200	160	230	0.70	7	4	7	0.57
103	2	10	99.99	27	24	30	0.80	4	4	5	0.80
104	2	15	99.98	54	46	59	0.78	7	5	8	0.63
105	2	20	99.99	16	12	22	0.55	4	3	5	0.60
106	3	10	99.98	130	90	120	0.75	20	16	22	0.73
107	3	15	99.95	70	56	80	0.70	20	15	23	0.65
108	3	20	99.96	150	120	170	0.71	18	13	21	0.62
109	4	6	99.99	80	60	90	0.67	2.3	1.1	2.7	0.41
110	4	10	99.98	130	100	150	0.67	1.5	1.0	1.9	0.53
111	4	15	99.98	150	120	170	0.71	1.4	0.9	1.8	0.50
112	4	20	99.99	80	50	90	0.56	2.0	1.0	2.5	0.40
113	5	3	99.999	2.2	1.6	2.4	0.67	0.5	0.4	0.6	0.67
114	5	6	99.999	0.8	0.5	1.2	0.42	0.3	0.2	0.4	0.50
115	5	10	99.999	0.7	0.5	1.2	0.42	0.3	0.2	0.4	0.50
116	5	15	99.999	2.8	2.0	3.2	0.63	0.4	0.3	0.5	0.60
117	5	20	99.999	2.3	1.7	2.9	0.59	0.4	0.2	0.5	0.40
201	1	3	99.96	180	170	190	0.89	8	7	9	0.78
202	1	6	99.95	200	180	220	0.82	9	7	9	0.78
203	1	10	99.96	170	150	180	0.83	8	6	9	0.67
204	2	3	99.98	25	22	27	0.81	4	3	4	0.75
205	2	6	99.97	62	54	64	0.84	8	6	9	0.67
206	3	3	99.97	130	120	140	0.86	14	12	15	0.80
207	3	6	99.95	80	70	80	0.88	19	16	21	0.76
208	4	3	99.97	70	60	70	0.86	1.5	1.1	1.8	0.61
209	6	15	99.94	220	200	230	0.87	9	7	10	0.70
210	6	20	99.93	210	180	230	0.78	10	8	11	0.73
211	7	15	99.95	120	120	130	0.92	21	18	22	0.82
212	7	20	99.93	120	100	120	0.83	21	17	24	0.71

[0089] １３００℃ｘ１ｈの 열처리

표 3

시료 번호	분말 그룹	소결 시간	Mo 함유율	W 량				K 량			
				전체	입자 내	입계	입자 내 W/ 입계 W	전체	입자 내	입계	입자 내 K/ 입계 K
		h	%	ppm	ppm	ppm		ppm	ppm	ppm	
118	1	15	99.95	200	160	230	0.70	6	4	7	0.57
119	1	20	99.95	200	150	250	0.60	7	5	9	0.56
120	2	6	99.97	62	52	75	0.69	8	5	9	0.56
121	2	10	99.99	27	17	30	0.57	4	3	5	0.60
122	2	15	99.98	54	40	68	0.59	7	4	7	0.57
123	2	20	99.99	16	13	21	0.62	4	2	4	0.50
124	3	6	99.95	80	67	96	0.70	19	12	21	0.57
125	3	10	99.98	130	110	160	0.69	20	13	22	0.59
126	3	15	99.95	70	53	86	0.62	20	12	24	0.50
127	3	20	99.96	150	120	180	0.67	18	11	20	0.55
128	4	6	99.99	80	50	90	0.56	2.3	1.2	2.2	0.55
129	4	10	99.98	130	100	160	0.63	1.5	0.8	1.5	0.53
130	4	15	99.98	150	110	180	0.61	1.4	0.7	1.5	0.47
131	4	20	99.99	80	61	110	0.55	2.0	1.1	2.1	0.52
132	5	3	99.999	2.2	1.2	2.2	0.55	0.5	0.3	0.6	0.50
133	5	6	99.999	0.8	0.5	0.9	0.56	0.3	0.1	0.4	0.25
134	5	10	99.999	0.7	0.3	0.7	0.43	0.3	0.2	0.4	0.50
135	5	15	99.999	2.8	1.8	3.0	0.60	0.4	0.2	0.5	0.40
136	5	20	99.999	2.3	1.2	2.5	0.48	0.4	0.1	0.5	0.20
213	1	3	99.96	180	170	190	0.89	8	7	9	0.78
214	1	6	99.95	200	180	220	0.82	9	8	10	0.80
215	1	10	99.96	170	160	190	0.84	8	6	9	0.67
216	2	3	99.98	25	23	28	0.82	4	3	4	0.75
217	3	3	99.97	130	120	140	0.86	14	12	15	0.80
218	4	3	99.97	70	65	80	0.81	1.5	1.1	1.6	0.69
219	6	15	99.94	220	210	240	0.88	9	8	11	0.73
220	6	20	99.93	210	190	230	0.83	10	7	10	0.70
221	7	15	99.95	120	110	130	0.85	21	18	21	0.86
222	7	20	99.93	120	100	120	0.83	21	17	22	0.77

[0090] 1800℃x5h 열처리

표 4

시료 번호	밀도	산소	결정 입경	스퍼터링 성막 결과	
				파티클 발생 수	박막 시트 저항
	g/cm^3	ppm	μm	개/mm^2	Ω/□
101	10.20	10	210	34	1.5
102	10.22	10	980	16	1.3
103	10.21	10	120	32	1.4
104	10.22	20	45	33	1.3
105	10.19	10	640	18	1.3
106	10.22	20	530	25	1.4
107	10.22	10	46	32	1.4
108	10.19	30	720	20	1.3
109	10.20	10	65	30	1.3
110	10.18	10	360	21	1.2
111	10.22	10	960	16	1.3
112	10.21	10	96	14	1.2
113	10.21	30	25	6	1.1
114	10.20	10	28	4	1.1
115	10.20	10	59	7	1.2
116	10.22	20	139	5	1.0
117	10.18	10	210	5	0.9
201	10.21	10	22	195	1.8
202	10.22	30	161	73	1.6
203	10.19	20	980	37	1.6
204	10.21	10	191	62	1.8
205	10.21	20	274	48	1.7
206	10.18	10	390	38	1.7
207	10.19	30	48	65	1.6
208	10.18	10	59	46	1.6
209	10.21	20	68	280	2.1
210	10.18	10	106	83	1.9
211	10.21	20	24	185	2.2
212	10.20	10	84	92	2.0

[0091]

표 5

시료 번호	밀도	산소	결정 입경	스퍼터링 성막 결과		2 차 재결정	고온 변형 1800℃ x10h
				파티클 발생 수	박막 시트 저항	A : 한다 B : 하지 않는다	1mm 이상 변형 A: 하지 않는다 B : 한다
	g/ c m^3	ppm	μm	개/mm^2	Ω/□		
118	10.21	10	3700	18	1.4	A	A
119	10.22	10	15000	17	1.2	A	A
120	10.21	20	9900	21	1.5	A	A
121	10.22	10	22000	16	1.3	A	A
122	10.22	20	31000	15	1.2	A	A
123	10.19	10	33000	16	1.2	A	A
124	10.19	30	8000	29	1.5	A	A
125	10.22	20	2500	22	1.4	A	A
126	10.22	10	42000	19	1.2	A	A
127	10.19	30	26000	14	1.3	A	A
128	10.21	10	11000	13	1.2	A	A
129	10.18	10	39000	13	1.1	A	A
130	10.22	10	3000	16	1.2	A	A
131	10.21	10	21000	11	1.2	A	A
132	10.22	30	6000	4	0.9	A	A
133	10.20	10	14000	2	0.8	A	A
134	10.20	10	4000	2	1.0	A	A
135	10.22	20	19000	3	0.8	A	A
136	10.19	10	29000	2	0.7	A	A
213	10.22	10	36	89	1.7	B	B
214	10.22	30	250	70	1.6	B	B
215	10.19	20	990	55	1.6	B	B
216	10.21	10	360	72	1.8	B	B
217	10.19	10	510	57	1.8	B	B
218	10.18	10	120	39	1.6	B	B
219	10.22	20	65	156	2.0	B	B
220	10.18	10	620	122	1.8	B	B
211	10.22	20	80	183	2.1	B	B
212	10.20	10	320	81	2.0	B	B

[0092]

[0093] 열처리 공정(공정 5)을 2 조건 행하기 위해, 공정 1 내지 공정 4의 열간 압연까지 동일한 판을 제작하고, 그 판을 절단하여 동일 품질의 원판을 2장씩 채취했다. 각각의 원판에 제1 열처리 조건 또는 제2 열처리 조건 중 어느 한쪽의 열처리를 실시했다.

[0094] 제1 열처리 조건 : 시료 번호 101~117, 201~212

[0095] 제2 열처리 조건 : 시료 번호 118~136, 213~222

[0096] 공정 1 : 몰리브덴 원료 분말

[0097] 몰리브덴을 함유하는 분말은 Fsss 평균 입경 4~5 ㎛인 것을 준비했다.

[0098] 공정 2 : CIP

[0099] CIP는 2.0 t/㎠의 압력으로 실시했다.

[0100] 공정 3 : 소결

[0101] 소결은 온도 1800℃로 했다. 수소 분위기에서 소결 시간을 3, 6, 10, 15, 20 시간 사이로 조정하여, 두께(T)가

10~40 ㎜의 소결체를 얻었다. 여기서의 소결체의 두께는 열간 압연 후의 밀도에 영향을 준다.

[0102] 공정 4 : 열간 압연

[0103] 몰리브덴 소결체를 1300℃로 가열하여, 두께(T)가 7 ㎜가 될 때까지 압연을 행했다.

[0104] 공정 5 : 열처리

[0105] 얻어진 압연재를 재결정시키기 위해, 두 가지 조건으로 열처리를 행했다. 제1 열처리 조건은 몰리브덴의 1차 재결정을 겨냥한 온도 1300℃ 시간 1 h의 열처리이다. 제2 조건을 행하는 샘플에는, 제1 열처리를 행하지 않는다. 제2 열처리는 2차 재결정을 일으키는지 여부를 조사할 목적으로 온도 1800℃에서 시간 5 h의 열처리이다.

[0106] 공정 6 : 절단

[0107] 1차 또는 2차 재결정 후의 판재를 워터젯으로 직경(ϕ)이 4 inch인 원판이 되도록 절단했다.

[0108] 공정 7 : 절삭 연마

[0109] 공정 6에서 제조한 두께(T)가 7 ㎜인 원판 양면을 절삭 가공으로 두께(T)가 5.5 ㎜ 정도로 마무리했다. GC 연마석에 의한 연마로 두께(T)가 5.0 ㎜로 마무리됨으로써, ϕ4 inch×T 5.0 ㎜의 몰리브덴 원판을 얻었다. 이 때 평탄도는 0.2 ㎜ 이하로 하고, 표면 거칠기는 Ra 1.0 ㎛ 정도로 맞추었다.

[0110] 공정 8 : 본딩 접합

[0111] 공정 7에서 마무리한 몰리브덴을 함유하는 재료로서의 몰리브덴 원판을 구리 백킹 플레이트에 인듐을 접합재로 하여 본딩 접합했다. 이것에 의해 스퍼터링 타겟을 얻었다.

[0112] <평가 방법>

[0113] <몰리브덴 함유율·불순물 함유율>

[0114] 몰리브덴 함유율(질량%)=100%-14 원소[Al, Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Si, Sn, Na, K, W]로 계산했다. 텅스텐(W)은 불순물로 한다.

[0115] Na, K : 원자 흡광법(아날리틱 예나샤 제조 contrAA 300)에 의해 함유율을 측정한다.

[0116] 그 이외 : ICP 발광 분광법(ICP-AES)(시마즈세이사쿠쇼샤 제조 ICPS-8100 CL 형)에 의해 함유율을 측정한다.

[0117] 산소는 참고값으로서, 적외선 흡수법(LECO사 제조 ON836)으로 측정한다.

[0118] <밀도>

[0119] 밀도는 수중 중량법(Archimedes 법)으로 측정한다. 공정 5의 열처리를 실시한 후의 판재를 10 g 이상의 임의의 크기로 절단한다. 공중 중량, 수중 중량, 물의 온도를 측정한다. 이하의 식으로 산출한다. 이것은, JIS Z 8807에 기재된 방법이다.

[0120] 밀도={공중 중량/(공중 중량-수중 중량)}×(물의 밀도-공기의 밀도)+공기의 밀도

[0121] 또는 상대 밀도는 몰리브덴의 이론 밀도를 10.22 g/㎤로 하여, 이하의 식으로 표시한다.

[0122] 상대 밀도[%]=(밀도/10.22)×100

[0123] <결정 입경 1 ㎜ 미만>

[0124] JIS G 0551(2020)에 규정되어 있는 절단법을 이용하여 결정 입경을 측정한다.

[0125] 현미경으로 금속 조직을 관찰하고, 시험선을 1500 ㎛로 한다. 이 시험선을 가로지르는 입계수(P)를 카운트하여 1개 결정 입자당의 평균 선분 길이를 평균 결정 입경으로 한다.

[0126] 구체적으로는, 관찰면은 스퍼터링면에 상당하는 면으로 한다. 압연재의 경우 ND 면(압연면)이 된다.

[0127] 시험선은 관찰면에 대해 세로, 가로 각각 2개씩 합계 4개로 한다. 4개의 시험선으로 둘러싸인 영역은 1500 ㎛ x 1500 ㎛의 정사각형이 된다. 결정 입경은 이하의 식으로 산출했다.

[0128] 1 시험선당의 평균 결정 입경=1500 ㎛/P

[0129] 결정 입경=4개의 시험선으로부터 산출한 평균 입경의 평균값

[0130] 결정 입경이 1 ㎜ 이상인 경우에는, 상기 방법으로는 측정를 할 수 없게 된다. 우선, 상기한 결정 입경이 1 ㎜의 경우에 측정 방법에 따라 결정 입경을 측정하고, 결정 입경이 1 ㎜을 넘었으면, 이하의 방법으로 올바른 결정 입경을 구한다.

[0131] <결정 입경 1 ㎜ 이상>

[0132] 육안으로 또는 저배율의 현미경으로 결정 입자 5 개분의 결정 입계의 세로와 가로의 길이를 측정하고, 상기와 마찬가지로 1 결정 입자당의 평균 선분 길이를 구한다. 세로, 가로각각의 평균 선분 길이를 평균한 값을 결정 입경으로 한다.

[0133] <불순물비 W, K>

[0134] 결정 입경 1 ㎜ 미만의 경우

[0135] 입자 내 불순물량 : 공정 7에서 제조한 판을 극저온에서 미세하게 분쇄한다. 이것에 의해 입계를 파쇄한다. 그 후, 산 에칭함으로써, 입계가 우선적으로 부식된다. 그 결과, 입자 내 샘플을 얻을 수 있다. 이를 수집하여 재차 용해하여 ICP로 분석함으로써, 텅스텐 및 칼륨의 함유율을 구하고, 이를 입자 내의 불순물 함유율로 한다.

[0136] 구체적으로는, 1 × 20 × 20 ㎜의 샘플을 10장 준비한다. 액체 질소로 냉각한 샘플을 유발(乳鉢) 내에서 파쇄한다. 이것은, 입계면을 노출시키기 위함이다. 그 후, 체망 크기 150 ㎛의 체 처리를 한다. 산은 염산(12.0 몰/dm^3), 질산(13.8 몰/dm^3)을 1:3의 체적비로 혼합하여 순수로 체적을 2배로 희석하여 혼합산을 준비한다. 이하, 본 명세서에 있어서의 「혼합산」은, 이 산을 말한다. 파쇄 후에 체로 걸러낸 입자(체망 크기 150 ㎛의 체를 통과한)를 혼합산에 넣고, 8분간 용해한다. 용해되어 남은 것은 입계면이 제거되어 있으며, 이것을 입자 내 불순물 분석 샘플로 한다. 그 샘플을 더 혼합산으로 용해하여 용해액을 ICP로 분석한다.

[0137] 입계 불순물량 : 판을 극저온에서 미세하게 분쇄한다. 이것에 의해 입계를 파쇄한다. 그 후, 산 에칭함으로써, 입계가 우선적으로 부식된다. 그 후, 이 입계 성분을 포함하는 용해액을 ICP로 분석함으로써 텅스텐 및 칼륨의 함유율을 구하고, 이것을 입계의 불순물 함유율로 한다.

[0138] 구체적으로는, 1 × 20 × 20 ㎜의 샘플을 10장 준비한다. 액체 질소로 냉각한 샘플을 유발로 파쇄한다. 이것은, 입계면을 노출시키기 위함이다. 체망 크기 150 ㎛의 체 처리를 한다. 산은 염산, 질산 및 물을 포함하는 혼합산을 사용한다. 파쇄 후에 체로 걸러낸 입자(체망 크기 150 ㎛의 체를 통과한)를 혼합산에 넣고, 15분간 용해하여 입계 불순물 분석용의 용해액으로 한다. 그 용해액을 ICP로 분석한다.

[0139] 결정 입경 1 ㎜ 이상인 경우

[0140] 입자 내 불순물량 : 입계를 포함하지 않도록 1 × 1 × 1 ㎜ 이상의 사이즈가 되도록 판을 절단하여 샘플을 작성한다. 결정 입자의 크기에 맞추어 1 × 1 × 1 ㎜ 이상의 사이즈로 한다. 샘플을 1 g 이상 작성한다. 예컨대, 샘플 하나의 사이즈가 1 × 1 × 1 ㎜이면 샘플을 100개분 작성한다. 합계 1 g 이상의 샘플을 산에 의해 용해한다. 산은 염산, 질산 및 물을 포함하는 혼합산을 사용한다. 그 용해액을 ICP로 분석한다.

[0141] 입계 불순물량 : 입계가 1개 포함되도록 2 × 2 × 2 ㎜ 이상의 사이즈가 되도록 판을 절단하여 샘플을 작성한다. 결정 입자의 크기에 맞추어 2 × 2 × 2 ㎜ 이상의 사이즈로 한다. 샘플을 합계 1 g 이상 작성한다. 예컨대, 샘플 하나의 사이즈가 2 × 2 × 2 ㎜이면 샘플을 13개분 작성한다. 합계 1 g 이상의 샘플을 산에 의해 용해한다. 산은 염산, 질산 및 물을 포함하는 혼합산을 사용한다. 그 용해액을 ICP로 분석한다.

[0142] <스퍼터링 성막 시험>

[0143] 몰리브덴의 스퍼터링에는 신코세이키샤 제조 SRV-4320형의 마그네트론 스퍼터 장비를 사용했다. 몰리브덴 타겟에 Si 기판을 대향시키고, 그 위에 몰리브덴 박막을 목표로 두께 300 ㎚로 성막했다. 챔버 내를 5 × 10^{-4} Pa 이하로 진공 상태로 했다. 그 후, 아르곤 가스를 25 sccm으로 흐르게 하고, 출력은 500 W로 했다. 타겟 사이즈는 φ4 inch × T5 ㎜를 사용했다.

[0144] <파티클 발생 수>

[0145] 성막한 몰리브덴 박막의 파티클 수의 측정에는 레자테크샤 제조 레이저 현미경(OPTELICS HYBRID+)을 사용했다. 1 ㎜ × 1㎜의 범위에서 표면 요철을 측정하고, 20 ㎚~1 ㎛ 높이의 요철을 파티클로 정의하여 그 수를 카운트했다.

[0146] <박막 시트 저항>

[0147] 막 저항의 측정에는 나프손샤 제조 RT-70 V형을 사용했다. 성막한 300 nm의 몰리브덴 박막에 측정 프로브를 접촉시킴으로써 시트 저항을 측정했다.

[0148] <평가>

[0149] 표 2 및 3에 있어서의 「분말 그룹」은 표 1에 있어서의 분말 그룹이다.

[0150] 「W 양」의 란에 있어서의 「전체」는, 몰리브덴을 함유하는 재료 전체에 있어서의 텅스텐의 질량 함유율이다. 「입자 내」는 결정 입자 내의 텅스텐의 질량 함유율이다. 「입계」는 결정 입계에서의 텅스텐의 질량 함유율이다. 「입자 내 W」/「입계 W」는 W의 비율이다.

[0151] 「K 양」의 란에 있어서의 「전체」란 몰리브덴을 함유하는 재료 전체에 있어서의 칼륨의 질량 함유율이다. 「입자 내」란 결정 입자 내의 칼륨의 질량 함유율이다. 「입계」란 결정 입계에서의 칼륨의 질량 함유율이다. 「입자 내 K」/「입계 K」는 K의 비율이다.

[0152] 시료 번호 101 내지 117에 있어서는 파티클 수가 34개 이하, 박막 시트 저항이 1.5Ω 이하이며, 양호한 결과를 나타내고 있다. 이것에 대해, 시료 번호 201 내지 212에 있어서는, 파티클 수 및 박막 저항이 증가하고 있는 것을 알 수 있다.

[0153] 시료 번호 118 내지 136에 있어서는 파티클 수가 29개 이하, 박막 시트 저항이 1.5 Ω 이하이며, 양호한 결과를 나타내고 있다. 이것에 대해, 시료 번호 213 내지 222에 있어서는, 파티클 수 및 박막 저항이 증가하고 있는 것을 알 수 있다.

[0154] 2차 재결정과, 2차 재결정에 기인하는 고온에서의 변형의 용이성에 대해서 평가했다.

[0155] 표 5에 있어서의 「2차 재결정」은, 상기한 바와 같이 공업적으로 실시하기 쉬운 1800℃ × 5 h로 1 mm 이상의 결정 입경이 되는지 여부를 기준으로 하고 있다. 그리고, 표 5에서는, 2차 재결정할지 여부에 관계 없이, 시료 번호 118 내지 212에 있어서 두께(T)가 1 mm, 폭(B)이 20 mm, 길이(L)가 120 mm의 샘플을 제조했다.

[0156] 도 3은, 고온에서의 변형의 용이성을 측정하기 위한 장치의 도면이다. 도 3에서 나타내는 바와 같이 2개의 지주(401) 사이의 거리를 100 mm로 했다. 그 위에 샘플(402)을 배치했다. 샘플의 중심에 화살표(403)로 나타내는 방향으로 150 g의 힘이 가해지는 상태를 온도 1800℃에서 10시간 계속했다. 변형량(Z)이 1 mm 미만인 샘플을 표 5의 「고온 변형 1800℃ × 10 h」의 란에 있어서 「A」로 하고, 변형량(Z)이 1 mm 이상인 샘플을 「B」로 했다. 2차 재결정하면, 변형량이 작아지고 있는 것을 알 수 있다.

[0157] <밀도에 관한 영향>

[0158] 이어서, 밀도에 관한 영향을 조사하기 위해, 공정 1~3에 있어서 원료 1~5를 사용하여 소결체의 두께를 T 15 mm, T 12 mm, T 10 mm로 변화시킨 소결체를 제작했다. 이것을 공정 4에서 T 7 mm까지 압연함으로써, 열간 압연 후의 밀도를 변화시킨 것에 대해서 조사를 행했다. 공정 5에 있어서의 열처리 온도는 제1 열처리 조건인 1300℃ × 1 h로 했다. 얻어진 몰리브덴판을 공정 5~8을 거쳐 몰리브덴 타겟에 가공, 스퍼터링으로 18 성막을 행했다.

표 6

시료 번호	분말 그룹	밀도 조정 방법
137	1	T15mm 소결체→압연
138	2	T15mm 소결체→압연
139	3	T15mm 소결체→압연
140	3	T12mm 소결체→압연
141	4	T15mm 소결체→압연
142	5	T15mm 소결체→압연
223	1	T12mm 소결체→압연
224	1	T10mm 소결체→압연
225	1	HP
226	2	T12mm 소결체→압연
227	2	T10mm 소결체→압연
228	2	HP
229	3	T10mm 소결체→압연
230	3	HP
231	4	T12mm 소결체→압연
232	4	T10mm 소결체→압연
233	4	HP
234	5	T12mm 소결체→압연
235	5	T10mm 소결체→압연
236	5	HP

[0159]

[0160] 또한, 비교로서 몰리브덴 타겟의 제법으로 일반적으로 이용되고 있는 핫프레스(HP)에 의한 제조를 실시했다. HP는 몰리브덴의 HP에서는 일반적인 1600℃ × 40MPa × 3 h의 조건으로 행하여 몰리브덴 소결체를 얻었다. 얻어진 소결체를 압연재와 동일하게 공정 5~8을 거쳐 몰리브덴 타겟으로 가공, 스퍼터링으로 성막을 행했다. 공정 5에 있어서의 열처리 온도는 제1 열처리 조건인 1300℃ × 1 h로 했다.

표 7

[0161]

시료 번호	Mo 함유율	W 량				K 량			
		전체	입자 내	입계	입자 내 W/ 입계 W	전체	입자 내	입계	입자 내 K/ 입계 K
	%	ppm	ppm	ppm		ppm	ppm	ppm	
137	99.95	200	170	230	0.74	6	5	7	0.71
138	99.98	57	50	63	0.79	8	6	9	0.67
139	99.97	130	110	140	0.79	19	16	21	0.76
140	99.97	140	120	150	0.80	19	15	22	0.68
141	99.99	82	75	100	0.75	2.2	1.6	2.3	0.70
142	99.999	2.8	2.5	3.3	0.76	0.4	0.2	0.4	0.50
223	99.95	200	180	220	0.82	6	5	7	0.71
224	99.95	210	180	210	0.86	6	5	6	0.83
225	99.95	210	190	210	0.90	6	6	7	0.86
226	99.98	57	51	62	0.82	9	7	9	0.78
227	99.98	56	51	60	0.85	8	8	9	0.89
228	99.98	58	56	59	0.95	8	8	8	1.00
229	99.97	130	120	140	0.86	20	18	21	0.86
230	99.97	130	130	130	1.00	20	19	21	0.90
231	99.99	80	78	85	0.92	2.0	1.8	2.1	0.86
232	99.99	83	81	84	0.96	2.1	2.0	2.1	0.95
233	99.99	80	79	80	0.99	2.0	1.9	2.0	0.95
234	99.999	2.8	2.6	3.1	0.84	0.4	0.3	0.4	0.75
235	99.999	2.9	2.6	3.0	0.87	0.4	0.3	0.4	0.75
236	99.999	2.9	2.7	3.1	0.87	0.4	0.4	0.4	1.00

표 8

시료 번호	밀도	산소	결정 입경	스퍼터링 성막 결과	
				파티클 발생 수	박막 시트 저항
	g/cm³	ppm	μm	개/mm²	Ω/□
137	10.16	20	260	35	1.5
138	10.15	10	410	31	1.4
139	10.17	10	180	34	1.4
140	10.15	10	190	32	1.5
141	10.16	10	320	28	1.5
142	10.15	10	94	22	1.5
223	10.14	20	290	73	1.7
224	10.08	10	330	170	2.3
225	10.08	250	58	650	2.4
226	10.14	20	460	46	1.8
227	10.09	30	760	180	2.2
228	10.06	330	82	530	2.1
229	10.10	10	260	140	1.9
230	10.09	210	43	490	2.2
231	10.13	30	450	95	1.8
232	10.11	20	530	110	2.2
233	10.07	240	35	450	2.3
234	10.14	30	210	41	1.6
235	10.11	10	370	88	1.9
236	10.11	200	51	160	2.1

[0162]

[0163] 결과로서 밀도 10.15 g/㎤ 이하가 되면 파티클 발생 수가 증가하는 것을 알 수 있었다. 또한, HP 제품은 압연재와 동일한 원료 분말을 사용하여도, 압연재에 비하면 파티클 발생 수가 많은 결과를 보였다.

[0164] 압연재에서는, 압연 후의 열처리로 재결정이 일어날 때에 대폭적인 입계 이동이 일어난 반면, HP 제품은 소결만 처리가 되기 때문에 W와 K의 임계 편석이 충분하지 않았다.

[0165] (부기 1)

[0166] 결정 입경 25 ㎛ 이상, 밀도 10.15 g/㎤ 이상, 몰리브덴 함유율이 99.95 질량% 이상, 및 입자 내 텅스텐 함유율/입계 텅스텐 함유율의 질량비(입자 내 W/입계 W)가 0.8 이하인, 몰리브덴 함유 재료.

[0167] (부기 2)

[0168] 결정 입경이 1 ㎜ 이상이며, 상기 입자 내 W/입계 W의 값이 0.7 이하인, 부기 1에 기재된 몰리브덴 함유 재료.

[0169] (부기 3)

[0170] 입자 내 칼륨 함유율과 입계 칼륨 함유율의 비인 입자 내 K/입계 K의 값이 0.7 이하인, 부기 1 또는 2에 기재된 몰리브덴 함유 재료.

[0171] (부기 4)

[0172] 상기 입자 내 K/입계 K의 값이 0.6 이하인, 부기 3에 기재된 몰리브덴 함유 재료.

[0173] (부기 5)

[0174] 밀도 10.18 g/㎤(99.8%) 이상인, 부기 1 내지 4 중 어느 한 항에 기재된 몰리브덴 함유 재료.

[0175] (부기 6)

[0176] 몰리브덴의 함유율이 99.999 질량% 이상인, 부기 1 내지 5 중 어느 한 항에 기재된 몰리브덴 함유 재료.

[0177] (부기 7)

[0178] 텅스텐의 함유율이 200 ppm 이하인, 부기 1 내지 6 중 어느 한 항에 기재된 몰리브덴 함유 재료.

[0179] (부기 8)

[0180] 칼륨의 전체 함유율이 20 ppm 이하인, 부기 1 내지 7 중 어느 한 항에 기재된 몰리브덴 함유 재료.

[0181] (부기 9)

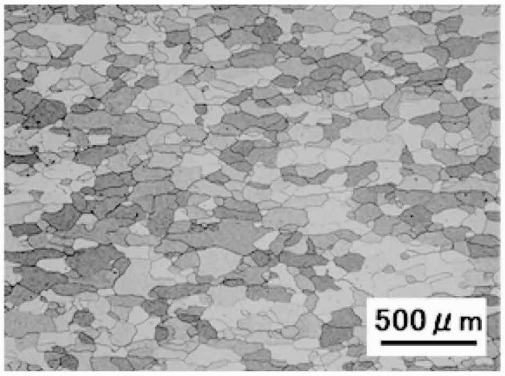
[0182] 판 또는 타겟의 형상을 갖는, 부기 1 내지 8 중 어느 한 항에 기재된 몰리브덴 함유 재료.

[0183] 이번에 개시된 실시 형태 및 실시예는 모든 점에서 예시로서, 제한적인 것은 아니라고 생각되어야 한다. 본 발명의 범위는 상기한 설명이 아니라 청구의 범위에 의해 나타내고, 청구의 범위와 균등의 의미 및 범위 내에서의 모든 변경이 포함되는 것이 의도된다.

도면

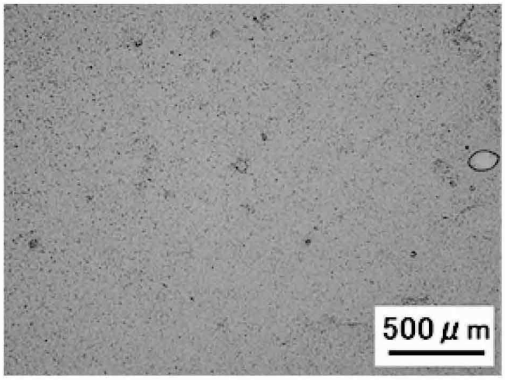
도면1

1차 재결정 입자의 조직예



도면2

2차 재결정 입자의 조직예



도면3

