

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7009472号
(P7009472)

(45)発行日 令和4年1月25日(2022.1.25)

(24)登録日 令和4年1月14日(2022.1.14)

(51)国際特許分類	F I			
C 2 3 C 14/34 (2006.01)	C 2 3 C	14/34		A
C 2 2 C 23/06 (2006.01)	C 2 2 C	23/06		
C 2 2 C 28/00 (2006.01)	C 2 2 C	28/00		A

請求項の数 6 (全12頁)

(21)出願番号	特願2019-521980(P2019-521980)	(73)特許権者	000006183 三井金属鉱業株式会社 東京都品川区大崎1丁目11番1号
(86)(22)出願日	平成30年3月30日(2018.3.30)	(74)代理人	110001070 特許業務法人 S S I N P A T
(86)国際出願番号	PCT/JP2018/013739	(72)発明者	竹谷 俊亮 福岡県大牟田市大字唐船2081 三井 金属鉱業株式会社内
(87)国際公開番号	WO2018/220989	審査官	宮崎 園子
(87)国際公開日	平成30年12月6日(2018.12.6)		
審査請求日	令和2年12月7日(2020.12.7)		
(31)優先権主張番号	特願2017-106683(P2017-106683)		
(32)優先日	平成29年5月30日(2017.5.30)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 スパッタリングターゲット

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

YおよびMgを含有し、組成が(1-x)Mg-xYで表されるスパッタリングターゲットであって、

xが、0.2 < x < 0.8であり、

相対密度が98%以上であり、

Mg-Y合金からなる母相、および該母相よりもYの含有率が高いYリッチ相を有し、前記スパッタリングターゲットの断面観察において、前記Yリッチ相が海綿状に観察され、走査型電子顕微鏡を用いて倍率500倍で175μm×250μmの視野を無作為に10視野観察し、そのすべての視野に含まれる、前記Yリッチ相の平均径が50μm以下である、

スパッタリングターゲット。

【請求項2】

電気抵抗率が 1×10^{-3} Ω・cm以下である請求項1に記載のスパッタリングターゲット。

【請求項3】

ビッカース硬度が200HV1以上である請求項1または2に記載のスパッタリングターゲット。

【請求項4】

スパッタリング面の算術平均粗さRaが1.6μm以下である請求項1～3のいずれかに

記載のスパッタリングターゲット。

【請求項 5】

前記 Mg - Y 合金からなる母相の Mg 含有率が 35 ~ 75 原子%であり、Y 含有率が 25 ~ 65 原子%であり、前記 Y リッチ相の Mg 含有率が 0 ~ 50 原子%であり、Y 含有率が 50 ~ 100 原子%である請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載のスパッタリングターゲット。

【請求項 6】

走査型電子顕微鏡を用いて倍率 500 倍で $175 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$ の視野を無作為に 10 視野観察し、そのすべての視野に含まれる、径が $100 \mu\text{m}$ 以上の前記 Y リッチ相の個数が 20 個以下である請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載のスパッタリングターゲット。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はスパッタリングターゲットに関し、詳しくは、少なくとも Y および Mg を含有するスパッタリングターゲットに関する。

【背景技術】

【0002】

建物や乗り物等の窓ガラスやインテリア材料等に調光素子が用いられている。特に近年、冷暖房負荷の低減や、照明負荷の削減、快適性向上等の観点から、調光素子に対する需要や期待が高まっている。

【0003】

調光素子としては、液晶材料やエレクトロクロミック材料を用い、電界の印加により光の透過率を制御する電界駆動方式；温度により光透過率が変化するサーモクロミック材料を用いたサーモクロミック方式；雰囲気ガスの制御により光の透過率を制御するガスクロミック方式が開発されている。

【0004】

光透過率の制御方式としては、調光材料による光の透過および散乱をスイッチングする方法、光の透過および吸収をスイッチングする方法、光の透過および反射をスイッチングする方法が挙げられる。これらの中でも、調光材料の水素化および脱水素化により、光の透過および反射をスイッチングする水素活性型の調光素子は、外光を反射して熱の流入を防止できることから遮熱性に優れ、高い省エネルギー効果が得られるという利点を有する。また、この調光素子は、水素化および脱水素化をガスクロミック方式によりスイッチングできるので、大面積化および低コスト化が可能である。

【0005】

水素化および脱水素化により透明状態および反射状態を可逆的にスイッチングできる水素活性型の調光材料としては、イットリウム、ランタン、ガドリニウム等の希土類金属や、希土類金属とマグネシウムとの合金、カルシウム、ストロンチウム、バリウム等のアルカリ土類金属とマグネシウムとの合金、およびニッケル、マンガン、コバルト、鉄等の遷移金属とマグネシウムとの合金が知られている。特に、調光材料としてマグネシウム合金を用いた場合、水素化マグネシウムの可視光透過率が高いことから、透明状態における光透過率の高い調光素子が得られる。

【0006】

マグネシウム合金を用いた調光素子については、特許文献 1 に、マグネシウム・スカンジウム・イットリウム合金調光層およびパラジウムからなる触媒層を備えた調光素子が記載され、特許文献 2 に、Mg - Y 合金からなる調光層および Pd からなる触媒層を備えた調光フィルムが記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【文献】特開 2013 - 83911 号公報

WO 2016/186130

10

20

30

40

50

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

上記のようなマグネシウム合金からなる調光層は、従来複数のターゲットを用いた同時スパッタリングまたは分割ターゲットを用いたスパッタリングにより成膜されていた。特許文献1では、MgターゲットおよびY - Sc合金ターゲットを用いた同時スパッタ並びにMgターゲット、YターゲットおよびScターゲットを用いた同時スパッタにより調光層を作製している。特許文献2では、Mg金属板とY金属板とからなるMg - Y分割ターゲットを用いた同時スパッタリングにより調光層を作製している。

【0009】

しかし、複数のターゲットを用いた同時スパッタリングは、ターゲット毎にスパッタ条件を調整する必要があることなどから、所望の組成の調光層を得ることが難しかった。分割ターゲットを用いたスパッタリングは、ターゲットの組成が膜にそのまま転写されないことなどから、所望の組成の調光層を得ることが難しかった。

本発明は、調光層などに用いられるマグネシウム合金薄膜を所望の組成で効率よく作製することができるスパッタリング技術を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明は、YおよびMgを含有し、組成が $(1 - x) Mg - x Y$ (x は、 $0 < x < 1$ である。) で表されるスパッタリングターゲットである。

前記スパッタリングターゲットにおいて、相対密度が90%以上であることが好ましく、電気抵抗率が $1 \times 10^{-3} \cdot cm$ 以下であることが好ましく、ピッカース硬度が200HV1以上であることが好ましく、スパッタリング面の算術平均粗さRaが $1.6 \mu m$ 以下であることが好ましい。

【0011】

また、前記スパッタリングターゲットは、Mg - Y合金からなる母相、および該母相よりもYの含有率が高いYリッチ相を有している。前記Yリッチ相は、前記スパッタリングターゲットの断面観察において海綿状に観察されることが好ましい。

【発明の効果】

【0012】

本発明のスパッタリングターゲットは、YおよびMgを含有するスパッタリングターゲットである。従来、YおよびMgを含有するスパッタリングターゲットは存在しなかった。本発明のスパッタリングターゲットは、スパッタリングにより、調光層などに用いられるマグネシウム合金薄膜を所望の組成で効率よく作製することができる。

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1】図1は、母相と、海綿状に観察されるYリッチ相を有する本発明のスパッタリングターゲット断面の走査型電子顕微鏡像である。

【図2】図2は、実施例1で得られたスパッタリングターゲット断面の走査型電子顕微鏡像である。

【図3】図3は、参考例3で得られたスパッタリングターゲット断面の走査型電子顕微鏡像である。

【発明を実施するための形態】

【0014】

本発明のスパッタリングターゲットは、YおよびMgを含有し、組成が $(1 - x) Mg - x Y$ (x は、 $0 < x < 1$ である。) で表される。なお、該スパッタリングターゲットは、YおよびMg以外に、不可避的不純物を含有する場合がある。

【0015】

前記 x は、 $0 < x < 1$ であり、好ましくは $0.2 < x < 0.8$ 、より好ましくは $0.3 < x < 0.7$ であり、さらに好ましくは $0.4 < x < 0.65$ である。 x が前記範囲であれ

10

20

30

40

50

ば、本ターゲットをスパッタすることにより、調光層などに用いられる特定組成のマグネシウム合金薄膜を得ることができる。

【0016】

前記のスパッタリングターゲットは、相対密度が90%以上であることが好ましく、95%以上であることがより好ましく、98%以上であることがさらに好ましい。相対密度が90%以上であると、ノジュールやアーキングの発生が少なくなり、効率的なスパッタリングが可能である。相対密度の上限は特に制限はなく、100%を超えてもよい。前記相対密度はアルキメデス法に基づき測定された数値である。

【0017】

前記スパッタリングターゲットは、電気抵抗率が $1 \times 10^{-3} \cdot \text{cm}$ 以下であることが好ましく、 $5 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ 以下であることがより好ましく、 $1 \times 10^{-4} \cdot \text{cm}$ 以下であることがさらに好ましい。電気抵抗率が $1 \times 10^{-3} \cdot \text{cm}$ 以下であると、ノジュールやアーキングの発生が少なくなり、効率的なスパッタリングが可能である。電気抵抗率の下限は特に制限はなく、通常 $1 \times 10^{-6} \cdot \text{cm}$ 程度である。

10

【0018】

前記のスパッタリングターゲットは、荷重1kgfでのピッカース硬度が200HV1以上であることが好ましく、210HV1以上であることがより好ましく、220HV1以上であることがさらに好ましい。ピッカース硬度が200HV1以上であると、機械的強度が高く、機械加工が容易である。ピッカース硬度の上限は特に制限はなく、通常300HV1程度である。

20

【0019】

前記のスパッタリングターゲットは、スパッタリング面の算術平均粗さRaが $1.6 \mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $1.0 \mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、 $0.8 \mu\text{m}$ 以下であることがさらに好ましく、 $0.4 \mu\text{m}$ 以下であることが一層好ましい。スパッタリング面の算術平均粗さRaが $1.6 \mu\text{m}$ 以下であると、アーキングが少なくなり、組成がより均質な膜を得ることが可能である。スパッタリング面の算術平均粗さRaの下限は特に制限はなく、通常 $0.1 \mu\text{m}$ 程度である。

【0020】

本発明のスパッタリングターゲットは、たとえば、真空溶解鑄造法、大気溶解鑄造法および半連続鑄造法等の鑄造法により製造することができる。本発明のスパッタリングターゲットは、以下のような溶解工程および鑄造工程を含む溶解鑄造法により効率的に製造することができる。好ましくは、前記溶解工程および鑄造工程に加えて、粉碎工程および焼結工程を含む方法により製造することができる。また、本発明のスパッタリングターゲットは、Mg粉末、Y粉末等の原料粉末を成形し、得られた成形体を焼成することによっても製造することができる。

30

【0021】

本発明のスパッタリングターゲットは、組織中に母相となるMg-Y合金相とYリッチ相を含む。Yリッチ相とは、母相となるMg-Y合金相よりもYの含有率が高い相であり、具体的には、Y単相、または母相よりYの含有率が高いMg-Y合金からなる相である。本発明のスパッタリングターゲットの母相となるMg-Y合金相のMg含有率は通常35~75原子%、Y含有率は25~65原子%であり、好ましくはMg含有率が45~65原子%、Y含有率が35~55原子%であり、より好ましくはMg含有率が50~60原子%、Y含有率が40~50原子%である。

40

【0022】

また、本発明のスパッタリングターゲットのYリッチ相のMg含有率は通常0~50原子%、Y含有率は50~100原子%であり、好ましくはMg含有率が30~50原子%、Y含有率が50~70原子%であり、より好ましくはMg含有率が35~45原子%、Y含有率が55~65原子%である。

【0023】

また、前記Yリッチ相はスパッタリングターゲットの断面観察において海綿状に観察され

50

る場合がある。図 1 に、本発明のスパッタリングターゲットの断面を走査型電子顕微鏡で観察して得られた組織画像の一例を示す。図 1 において、符号 1 a および 1 b で示した薄いグレー部位等が Y リッチ相であり、符号 2 で示した、1 a および 1 b より濃いグレーの部位が母相となる Mg - Y 合金相である。符号 1 a で示した Y リッチ相に付記された枠線は、該 Y リッチ相の外縁を示す線である。なお、本発明において、Y リッチ相の径または Y リッチ相の個数は、この外縁部分を基に測定を行っている。

【0024】

図 1 において Y リッチ相は、海綿状に、すなわち空隙の多い疎な構造状に観察されていることがわかる。断面観察において、Y リッチ相がこのような海綿状で観察されるスパッタリングターゲットは、スパッタリング時にアーキングの発生が少なく、また均質な膜を得ることができる。なお、前記海綿状の Y リッチ相に内包されるように存在する、Y リッチ相より濃いグレーの部位 3 (以下、Y リッチ相の内部の相ともいう) は、母相となる Mg - Y 合金相と略同組成の相である。そのため部位 3 における Mg 含有率は通常 35 ~ 75 原子%、Y 含有率は 25 ~ 65 原子%であり、好ましくは Mg 含有率が 45 ~ 65 原子%、Y 含有率が 35 ~ 55 原子%であり、より好ましくは Mg 含有率が 50 ~ 60 原子%、Y 含有率が 40 ~ 50 原子%である。

【0025】

上記相の Mg 含有率と Y 含有率は、例えばエネルギー分散形 X 線分光器 (EDS) により測定することができる。

スパッタリングターゲットの製造方法の違いにより、形成される Y リッチ相の形状、大きさ等が異なる。本発明のスパッタリングターゲットが、溶解工程および鑄造工程を含む溶解鑄造法により製造されたときには、前述した海綿状の、径が比較的小さい Y リッチ相が形成される傾向がある。Mg 粉末および Y 粉末等の原料粉末から得られた成形体を焼成して製造されたときには、前述した海綿状の Y リッチ相は形成されず、径が比較的大きい Y リッチ相が形成される傾向がある。

【0026】

本発明のスパッタリングターゲットにおいて、Y リッチ相が大きく、また Y リッチ相が偏析した組織を有するターゲットは、スパッタ面におけるバルク抵抗の変動が大きいため、スパッタリング中にアーキングを起こしやすく、またスパッタリングにより得られる薄膜の組織が均一にならない傾向がある。溶解工程および鑄造工程を経て製造されたスパッタリングターゲットは、Y リッチ相の径が小さく、Y リッチ相の偏析が少なく、分散した組織を有するので、ターゲット全体にわたりバルク抵抗の変動が小さく、スパッタリング中にアーキングを起こし難く、また、スパッタリングにより均一な組織を有する薄膜を成膜することができる。また、溶解工程および鑄造工程に加えて粉碎工程および焼結工程を経て製造されたスパッタリングターゲットは、溶解工程および鑄造工程のみを経て製造されたスパッタリングターゲットと比較して、Y リッチ相の径が小さいので、よりスパッタリング中にアーキングを起こし難く、また、スパッタリングにより均一な組織を有する薄膜を成膜することができる。

【0027】

上記の理由から、本発明のスパッタリングターゲットは、Y リッチ相が海綿状に観察される Y リッチ相である場合、その断面を走査型電子顕微鏡で観察して得られた組織画像上において、径が 100 μm 以上の Y リッチ相が 20 個以下であることが好ましく、15 個以下であることがより好ましく、10 個以下であることが更に好ましい。さらに、Y リッチ相の平均径が 80 μm 以下であることが好ましく、60 μm 以下であることがより好ましく、50 μm 以下であることがさらに好ましい。

【0028】

ここで、本発明における Y リッチ相の径は、前記組織画像上で円相当径として求められる。Y リッチ相の円相当径は、具体的には、図 1 において、符号 1 a で示された Y リッチ相に付記された Y リッチ相の外縁を示す線で囲まれた部分に対する円相当径として求められる。円相当径は、走査型電子顕微鏡観察における粒子解析により求められる値である。粒子

10

20

30

40

50

解析には、アメリカ国立衛生研究所（NIH）が提供する画像処理ソフトウェアImageJ 1.5.0i (<http://imagej.nih.gov/ij/>)を用いた。前述した径が100 μ m以上のYリッチ相の個数は、走査型電子顕微鏡を用いて倍率500倍で175 μ m \times 250 μ mの視野を無作為に10視野観察し、そのすべての視野に含まれる、径が100 μ m以上のYリッチ相の個数である。また、Yリッチ相の平均径は、走査型電子顕微鏡を用いて倍率500倍で175 μ m \times 250 μ mの視野を無作為に10視野観察し、そのすべての視野に含まれるYリッチ相の円相当径の平均値である。

【0029】

以下、溶解工程および鑄造工程を含む溶解鑄造法による本発明のスパッタリングターゲットの製造方法、さらに溶解工程および鑄造工程に加えて粉碎工程および焼結工程を含む本発明のスパッタリングターゲットの製造方法について説明する。

10

[溶解工程]

溶解工程では、各金属材料を配合して、溶解して溶湯を得る。

金属材料は、Yの純金属およびMgの純金属である。

各金属材料の配合比率は、通常、この溶解鑄造法により製造されるスパッタリングターゲットの組成が前述した組成となるように調整される。配合された金属材料を溶解炉で溶解する。溶解炉としては、通常の溶解鑄造法で使用される溶解炉を用いることができ、たとえば高周波溶解炉および電気炉等を使用することができる。

【0030】

溶解炉内の雰囲気は、不活性ガス雰囲気、たとえばアルゴンガス雰囲気であることが好ましい。

20

溶解温度は、1160 \sim 1170 $^{\circ}$ Cが好ましい。Mgの融点は650 $^{\circ}$ C、沸点は1107 $^{\circ}$ Cである。Yの融点は1490 $^{\circ}$ Cである。Yの融点は、Mgの融点より大幅に高く、Mgの沸点よりも高い。Mg合金の製造では、通常Mgの融点よりやや高い温度である700 $^{\circ}$ C程度で溶解を行うが、この温度はYの融点より大幅に低いので、この温度ではYはほとんど融解せず、MgおよびYの溶解は行うことができない。一方、Yが完全に融解する温度だと、Mgの沸点を大幅に超えるので、MgおよびYの溶解は行うことができない。溶解温度を1160 \sim 1170 $^{\circ}$ Cに設定することにより、Mg、Yの融解状態を適切に調整することができるようになり、MgおよびYの溶解を適正に行うことができる。

【0031】

30

[鑄造工程]

鑄造工程では、溶解工程で得た溶湯を鑄型に注入し、次にこれを冷却して鑄塊を得る。

鑄型は、従来の溶解鑄造法で使用される鑄型を使用することができる。鑄湯速度および冷却速度などは、従来の溶解鑄造法に従い適宜決定することができる。

スパッタリングターゲットの寸法に適合した鑄型を用い、得られた鑄塊に適宜加工を施すことにより、スパッタリングターゲットを得ることができる。

【0032】

[粉碎工程]

粉碎工程では、鑄造工程で得られた鑄塊を粉碎して、合金の粉末を得る。

粉碎に用いられる粉碎機には特に制限はなく、ジョークラッシャー等が好適に用いられる。粉碎により得られる粉末のメジアン径D50は、通常5 \sim 300 μ m、好ましくは20 \sim 120 μ m、より好ましくは40 \sim 60 μ mである。粉碎により得られた粉碎物をふるい分けして、粉末の粒径を調整してもよい。

40

粉碎により得られた粉末に、Mg、Yの粉末を適宜加えて、次の焼結工程に供してもよい。

【0033】

[焼結工程]

焼結工程では、粉碎工程で得られた粉末を焼結する。

焼結方法には特に制限はなく、ホットプレス（HP）等が好適に用いられる。

ホットプレスにより焼結する場合、前記粉末をグラファイト製の焼結ダイ等に粉末を充填する。焼結雰囲気は、不活性ガス雰囲気、たとえばアルゴンガス雰囲気等が好ましい。焼

50

結温度は、通常700～900、好ましくは750～850である。焼結時間は通常0.5～3時間、好ましくは1～2時間である。焼結時の圧力は、通常10～50MPa、好ましくは20～30MPaである。焼結後は、自然炉冷すればよい。

【0034】

上記焼結により得られた焼結体に適宜加工を施すことにより、スパッタリングターゲットを得ることができる。

本発明のスパッタリングターゲットは、その形状には制限はなく、たとえば平板状および円筒形状等にすることができる。

【0035】

本発明のスパッタリングターゲットは、バックングプレートまたはバックングチューブに接合することにより、スパッタリングに供される。接合に用いるボンディング材としては、特に制限はなく、たとえばインジウム製半田等を使用することができる。バックングプレートおよびバックングチューブの材質には、特に制限はなく、たとえば銅、チタン、ステンレス等が挙げられる。

【実施例】

【0036】

実施例で用いた測定方法は以下のとおりである。

1. 相対密度

スパッタリングターゲットの相対密度は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質量を体積（スパッタリングターゲットの水中質量 / 計測温度における水比重）で除し、理論密度（ g/cm^3 ）に対する百分率の値を相対密度（単位：%）とした。理論密度（ g/cm^3 ）はターゲットの製造に用いた原料の質量%および密度から算出した。具体的には下記式（1）により算出した。

$$= \{ (C_1 / 100) / \rho_1 + (C_2 / 100) / \rho_2 \}^{-1} \cdots (1)$$

C_1 ：ターゲットの製造に用いたMg原料の質量%

ρ_1 ：Mgの密度（ $1.74 g/cm^3$ ）

C_2 ：ターゲットの製造に用いたY原料の質量%

ρ_2 ：Yの密度（ $4.47 g/cm^3$ ）

【0037】

2. 電気抵抗率

電気抵抗率は、三菱化学製、ロレスタ（登録商標）HP MCP-T410（直列4探針プローブTYPE ESP）を用いて、AUTO RANGEモードでスパッタリングターゲット表面にプローブをあてて測定した。

【0038】

3. ビッカース硬度

ビッカース硬度測定装置（松沢精機（株）製）により、荷重1kgfでのビッカース硬度HV1の測定を行った。スパッタリングターゲット表面の10個所を測定して、その平均硬度値をそのスパッタリングターゲットのビッカース硬度とした。

【0039】

4. 算術平均粗さRa

表面粗さ測定器（サーフコーダSE1700 / 株式会社小坂研究所製）を用いてスパッタリング面の算術平均粗さRaを測定した。スパッタリング面の10個所を測定して、その平均値をそのスパッタリングターゲットの算術平均粗さRaとした。

【0040】

5. Yリッチ相

スパッタリングターゲットを切断して、切断面を鏡面研磨し、その断面を走査型電子顕微鏡（日本電子（株）製、JSM-6380A）により倍率500倍で観察した。175 μ m \times 250 μ mの視野を無作為に10視野観察し、そのすべての視野における、径が100 μ m以上のYリッチ相の個数およびYリッチ相の平均径を計測した。

【0041】

10

20

30

40

50

6. アーキング回数の測定

得られたスパッタリングターゲットを用いて下記条件でスパッタリングを行った。

(スパッタリング条件)

- ・到達真空度： 2.0×10^{-4} Pa 未満
- ・アルゴン流量：49 sccm
- ・スパッタ圧：0.55 Pa
- ・印加電力：8.1 W/cm²

【0042】

(アーキング特性の評価)

積算投入電力量 (28.4 Wh/cm^2) に対するアーキング回数によってアーキング特性を評価した。積算投入電力量に対するアーキング回数が少ないほど、アーキング防止能が高いといえる。具体的には、アークカウンターとして $\mu\text{Arc Monitor (MAM Genesis)}$ (ランドマークテクノロジー社製) を用いた。測定条件を、検出モード；エネルギー、アーク検出電圧；100 V、大 - 中エネルギー境界；50 mJ、ハードアーク最低時間；100 μs として、積算投入電力量が 28.4 Wh/cm^2 となるまでの累積アーキング回数を測定した。

10

【0043】

[実施例1]

純度3NのMgインゴットおよび純度3NのYインゴットを、Mg40、Y60の原子比となるように秤量し、カーボン製のるつぼに入れ、1160℃で溶解して、MgおよびY

20

からなる溶湯を得た。この溶湯をカーボン鑄型に注入した。カーボン鑄型に注入された溶湯を約20℃/minの冷却速度で冷却して鑄塊を得た。

この鑄塊を、ジョークラッシャーを用いて粉碎し、得られた粉碎物を目開き50 meshのふるいにてふるい分けを行い、メジアン径D50が50 μm である合金粉末を得た。

この合金粉末をグラファイト製の160 mm x 250 mmの焼結ダイに充填し、下記条件でホットプレス焼結して、縦160 mm、横250 mm、厚み4.5 mmの焼結体を得た。

【0044】

(ホットプレス焼結条件)

- 焼結雰囲気：Ar 雰囲気
- 昇温時間：10 min
- 焼結温度：800℃
- 焼結保持時間：90 min
- 圧力：25 MPa
- 降温：自然炉冷

30

【0045】

前記焼結体に、放電加工機および平面研削機を用いて加工を行い、組成が40 Mg - 60 Yで表わされるMg - Y合金製スパッタリングターゲットを得た。スパッタリングターゲットの寸法は、縦150 mm、横220 mm、厚み3 mmであった。

【0046】

このスパッタリングターゲットの断面を走査型電子顕微鏡で観察して得られた組織画像を図2に示す。図2より、このスパッタリングターゲットは海綿状のYリッチ相を有していることが確認された。このスパッタリングターゲットをエネルギー分散形X線分光器(EDS)により測定したところ、母相であるMg - Y合金相のMg含有率は55.3原子%、Y含有率は44.7原子%であり、Yリッチ相のMg含有率は40.1原子%、Y含有率は59.9原子%であった。なお、Yリッチ相の内部の相のMg含有率とY含有率は母相と同様であった。

40

【0047】

このスパッタリングターゲットにつき、相対密度、電気抵抗率、ピッカース硬度、算術平均粗さRa、径が100 μm 以上のYリッチ相の個数およびYリッチ相の平均径を上記方

50

法により求めた。結果を表 1 に示す。

【 0 0 4 8 】

前記スパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートにインジウム製半田で接合した。このスパッタリングターゲットを用いて、上記方法でスパッタリングを行った。組成が 4 0 M g - 6 0 Y で表わされる均質な M g - Y 合金の薄膜が得られた。また、スパッタリング中に発生したアーキングの回数を求めた。結果を表 1 に示す。

【 0 0 4 9 】

[参考例 2]

純度 3 N の M g インゴットおよび純度 3 N の Y インゴットを、M g 4 0、Y 6 0 の原子比となるように秤量し、カーボン製のるつぼに入れ、1 1 6 0 で溶解して、M g および Y からなる溶湯を得た。

10

【 0 0 5 0 】

この溶湯をカーボン鋳型に注入した。カーボン鋳型に注入された溶湯を約 2 0 / m i n の冷却速度で冷却して、縦 2 0 0 m m、横 2 5 0 m m、厚み 1 0 m m の鋳塊を得た。

この鋳塊に、放電加工機および平面研削機で加工を行い、組成が 4 0 M g - 6 0 Y で表わされる M g - Y 合金製スパッタリングターゲットを得た。スパッタリングターゲットの寸法は、縦 1 5 0 m m、横 2 2 0 m m、厚み 3 m m であった。

【 0 0 5 1 】

このスパッタリングターゲットの断面を走査型電子顕微鏡で観察して得られた組織画像より、このスパッタリングターゲットは海綿状の Y リッチ相を有していることが確認された。このスパッタリングターゲットをエネルギー分散形 X 線分光器 (E D S) により測定したところ、母相である M g - Y 合金相の M g 含有率は 5 5 . 0 原子%、Y 含有率は 4 5 . 0 原子%であり、Y リッチ相の M g 含有率は 4 0 . 4 原子%、Y 含有率は 5 9 . 6 原子%であった。なお、Y リッチ相の内部の相の M g 含有率と Y 含有率は母相と同様であった。

20

【 0 0 5 2 】

このスパッタリングターゲットにつき、相対密度、電気抵抗率、ピッカース硬度、算術平均粗さ R a、径が 1 0 0 μ m 以上の Y リッチ相の個数および Y リッチ相の平均径を上記方法により求めた。結果を表 1 に示す。

【 0 0 5 3 】

前記スパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートにインジウム製半田で接合した。このスパッタリングターゲットを用いて、上記方法でスパッタリングを行った。組成が 4 0 M g - 6 0 Y で表わされる均質な M g - Y 合金の薄膜が得られた。また、スパッタリング中に発生したアーキングの回数を求めた。結果を表 1 に示す。

30

【 0 0 5 4 】

[参考例 3]

純度 3 N の M g 粉末および純度 3 N の Y 粉末を、M g 4 0、Y 6 0 の原子比となるように秤量し、袋混合を行って混合粉末を得た。

この混合粉末をグラファイト製の 1 6 0 m m × 2 5 0 m m の焼結ダイに充填し、下記条件でホットプレス焼結して、縦 1 6 0 m m、横 2 5 0 m m、厚み 4 . 5 m m の焼結体を得た。

【 0 0 5 5 】

40

(ホットプレス焼結条件)

焼結雰囲気 : A r 雰囲気

昇温時間 : 1 0 / m i n

焼結温度 : 4 0 0

焼結保持時間 : 9 0 m i n

圧力 : 2 5 M P a

降温 : 自然炉冷

【 0 0 5 6 】

前記焼結体に、放電加工機および平面研削機を用いて加工を行い、組成が 4 0 M g - 6 0 Y で表わされる M g - Y 合金製スパッタリングターゲットを得た。スパッタリングターゲ

50

ットの寸法は、縦 1 5 0 mm、横 2 2 0 mm、厚み 3 mmであった。

【 0 0 5 7 】

このスパッタリングターゲットの断面を走査型電子顕微鏡で観察して得られた組織画像を図 3 に示す。図 3 より、このスパッタリングターゲットは Y リッチ相を有しているが、その Y リッチ相は前述した海綿状ではないことが確認された。このスパッタリングターゲットをエネルギー分散形 X 線分光器 (E D S) により測定したところ、母相である Mg - Y 合金相の Mg 含有率は 5 3 . 2 原子%、Y 含有率は 4 6 . 8 原子%であり、Y リッチ相の Mg 含有率は 5 . 4 原子%、Y 含有率は 9 4 . 6 原子%であった。このスパッタリングターゲットにつき、相対密度、電気抵抗率、ピッカース硬度、算術平均粗さ R a を上記方法により求めた。結果を表 1 に示す。なお、径が 1 0 0 μ m 以上の Y リッチ相の個数および Y リッチ相の平均径は、Y リッチ相の径が大きすぎて倍率 5 0 0 倍の視野では測定できなかった。

10

【 0 0 5 8 】

前記スパッタリングターゲットを銅製のバックングプレートにインジウム製半田で接合した。このスパッタリングターゲットを用いて、上記方法でスパッタリングを行った。組成が 4 0 Mg - 6 0 Y で表わされる Mg - Y 合金の薄膜が概ね得られたが、一部組成にムラが見られた。また、スパッタリング中に発生したアーキングの回数を求めた。結果を表 1 に示す。

【 0 0 5 9 】

【表 1】

20

	実施例 1	参考例 2	参考例 3
ターゲットの組成	Mg40-Y60	Mg40-Y60	Mg40-Y60
製造方法	溶解→鋳造→粉碎→ 焼結	溶解→鋳造	焼結のみ
相対密度 (%)	1 0 1 . 0	9 6 . 2	9 0 . 2
電気抵抗率 (Ω・cm)	4.14×10^{-5}	7.82×10^{-5}	3.27×10^{-4}
ピッカース硬度 (HV1)	2 5 9	2 3 9	2 0 2
算術平均粗さ R a (μm)	0 . 3	0 . 3	0 . 8
円相当径が 100 μ m 以上である Y リッチ相の個数	3	1 1	測定不能
Y リッチ相の平均円 相当径 (μm)	3 6	5 1	測定不能
アーキング回数	1 2	2 2	6 4
得られた薄膜	組成が 40Mg-60Y で表 わされる均質な Mg-Y 合金薄膜	組成が 40Mg-60Y で表 わされる均質な Mg-Y 合金薄膜	組成が 40Mg-60Y で表 わされるほぼ均質な Mg-Y 合金薄膜

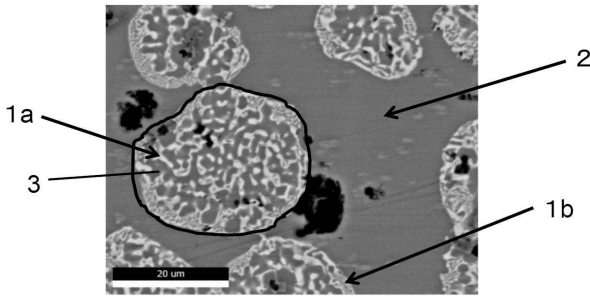
30

40

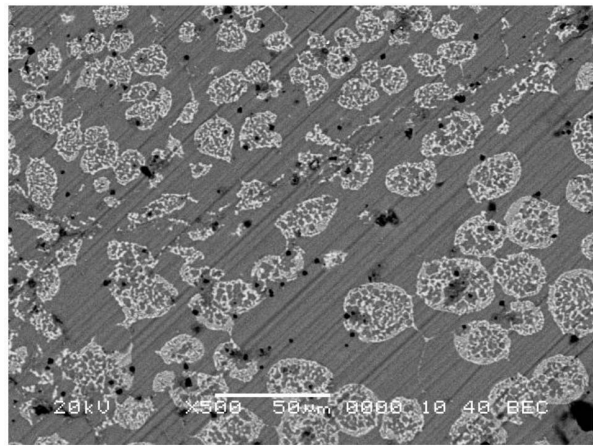
50

【図面】

【図 1】

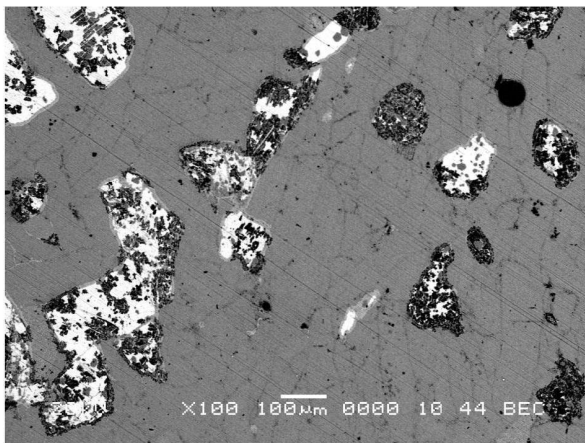


【図 2】



10

【図 3】



20

30

40

50

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開 2 0 1 2 - 1 2 2 1 3 8 (J P , A)
特開 2 0 1 4 - 0 2 6 2 6 2 (J P , A)
KRISTINA SCHLUTER , Corrosion performance and mechanical properties of sputter-deposited MgY and MgGd alloys , Corrosion Science , 2014年 , Vol.78 , p.43-54
Y.YAMADA , Film thickness change of switchable mirrors using Mg-Y alloy thin films due to hydrogenation and deh , Solar Energy Materials & Solar Cells , 2014年 , Vol.126 , p.237-240
- (58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)
C 2 3 C 1 4 / 3 4
C 2 2 C 2 3 / 0 6
C 2 2 C 2 8 / 0 0
C A p l u s / R E G I S T R Y (S T N)