明　細　書

発明の名称 ： ニオブスパッタリングターゲット

技術分野

[0001]　本発明は、ニオブスパッタリングターゲットに関する。

背景技術

[0002]　エレクトロニクス分野、耐食性材料や装飾の分野、触媒分野、切削・研磨材や耐摩耗性材料の製作等、多くの分野に金属やセラミックス材料等の被膜を形成するスパッタリング法が使用されている。スパッタリング法自体は上記の分野で、よく知られた方法であるが、ディスプレイ装置の表面上に反射防止膜を形成する際にもスパッタリング法が用いられ、反射防止膜にはNb_2O_5膜が使用されることもある。また、最近では量子コンピューターのインターコネクト用途としてもＮｂが注目され、ニオブスパッタリングターゲットの活用が期待される。このような最先端用途に応えるために、膜厚均一性に優れ、反応性スパッタの安定性にも問題のないニオブスパッタリングターゲットが要求されている。なお、ニオブスパッタリングターゲットに関しては、特許文献１が知られている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開２０１４－１９４０７２号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004]　本発明の一実施形態は、ターゲットライフを通した膜厚均一性（同一のニオブスパッタリングターゲットを使用してスパッタリング法で膜を複数回形成した場合におけるその複数の膜の間での膜厚の均一性）に優れたニオブスパッタリングターゲットを提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0005] ［１］

板状のターゲットのスパッタ面の中心と外周との中間の位置において、前記スパッタ面に対して垂直な前記ターゲットの断面を前記スパッタ面の法線方向に前記スパッタ面側から上部、中央部、及び下部に三等分して、その上部、中央部、及び下部の結晶方位分布をＥＢＳＤ法を用いて測定し、前記上部、中央部、及び下部のそれぞれの測定領域について下記式（１）に従って｛１１１｝面積率を求めた場合に、当該上部、中央部、及び下部の｛１１１｝面積率の下記式（２）に示される変化率が２．５以下である、ニオブスパッタリングターゲット。

｛１１１｝面積率＝測定領域における｛１１１｝面が前記法線方向に配向している結晶粒の面積の合計／測定領域の全体の面積・・・式（１）

変化率＝［最大値－最小値］／最小値・・・式（２）

［２］

前記中央部の｛１１１｝面積率が、４０％以下である、［１］に記載のニオブスパッタリングターゲット。

［３］

前記中央部の｛１１１｝面積率が、６０％以上である、［１］に記載のニオブスパッタリングターゲット。

［４］

前記上部、中央部、及び下部の結晶方位分布をＥＢＳＤ法を用いて測定し、前記上部、中央部、及び下部のそれぞれの測定領域について、下記式（３）に従って｛１００｝面積率を求めた場合に、｛１００｝面積率が、それぞれ３０％以上である、［１］～［３］のいずれか一項に記載のニオブスパッタリングターゲット。

｛１００｝面積率＝測定領域における｛１００｝面が前記法線方向に配向している結晶粒の面積の合計／測定領域の全体の面積・・・式（３）

［５］

前記上部、中央部、及び下部の平均結晶粒径がそれぞれ３０～１００μｍである、［１］～［４］のいずれか一項に記載のニオブスパッタリングター

ゲット。

［６］

前記上部、中央部、及び下部の平均結晶粒径について、下記式（４）に示される変化率が１．０以下である、［１］～［５］のいずれか一項に記載のニオブスパッタリングターゲット。

変化率＝［最大値－最小値］／最小値・・・式（４）

発明の効果

[0006] 本発明の一実施形態によれば、ターゲットライフを通した膜厚均一性に優れたニオブスパッタリングターゲットを提供することができる。

図面の簡単な説明

[0007] [図1]本発明の一実施形態に係るニオブスパッタリングターゲットについて、ＥＢＳＤ測定を実施する断面領域を示す模式図である。

[図2]実施例１で得られたニオブスパッタリングターゲットのスパッタ面の中心と外周との中間の位置において、前記スパッタ面に対して垂直な前記ターゲットの断面をＥＢＳＤ測定したときの結晶方位分布である。

[図3]実施例２で得られたニオブスパッタリングターゲットのスパッタ面の中心と外周との中間の位置において、前記スパッタ面に対して垂直な前記ターゲットの断面をＥＢＳＤ測定したときの結晶方位分布である。

[図4]比較例１で得られたニオブスパッタリングターゲットのスパッタ面の中心と外周との中間の位置において、前記スパッタ面に対して垂直な前記ターゲットの断面をＥＢＳＤ測定したときの結晶方位分布である。

発明を実施するための形態

[0008] 以下、本発明は各実施形態に限定されるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲で構成要素を変形して具体化できる。また、各実施形態に開示されている複数の構成要素の適宜な組み合わせにより、種々の発明を形成できる。例えば、実施形態に示される全構成要素からいくつかの構成要素を削除してもよい。更に、異なる実施形態の構成要素を適宜組み合わせてもよい。

[0009] ［１．ニオブスパッタリングターゲット］

（組成）

本発明に係るニオブスパッタリングターゲットの一実施形態においては、不可避不純物以外はニオブ金属から形成される。また、本発明に係るニオブスパッタリングターゲットの一実施形態においては、純度が９９．９５質量％以上であることが望ましい。ターゲット中の不純物は、ディスプレイ装置における反射膜の反射特性を劣化させるほか、量子コンピューターのインターコネクトの信頼性を低下させる要因になる。そのため、できるだけ高純度のものが好ましい。ここで、純度９９．９５質量％以上とは、グロー放電質量分析法（ＧＤＭＳ）にて分析し、Ｎａ、Ａｌ、Ｓｉ、Ｋ、Ｔｉ、Ｃｒ、Ｍｎ、Ｆｅ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｃｕ、Ｚｎ、Ｚｒ、Ｔａ、Ｍｏ、Ｗの合計値が５００質量ｐｐｍ以下であることを意味する。

[0010]（ターゲットの形状）

本発明に係るニオブスパッタリングターゲットの形状としては、板状であれば特に制限されないが、例えば円板状や矩形平板状等の平板状が挙げられる。ニオブスパッタリングターゲットの板厚としては、限定的ではないが、例えば２～１８ｍｍとすることができ、典型的には３～１０ｍｍとすることができる。

[0011]（｛１１１｝面積率の変化率）

ニオブには、歪みを加えると｛１１１｝面が配向する性質がある。板状のニオブスパッタリングターゲットが圧延工程を経て製造される場合、ニオブスパッタリングターゲットには、一般に、厚さ方向の中央部に、結晶粒の｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向した領域（以下、「バンド」ともいう。）が現れる。

[0012] 本発明が限定されることを意図するものではないが、これは以下の理由によると考えられる。圧延工程では、厚さ方向に上下から圧力を加えるため、厚さ方向の中央部は上下から強く圧縮される。また、厚さ方向の上下部は圧延ロールとの摩擦により変形が妨げられる一方、厚さ方向の中央部は圧延ロールと接せず、圧延ロールとの摩擦の影響を受けないため、歪みが厚さ方向

の中央部に集中する。このため、ニオブスパッタリングターゲットは、厚さ方向の中央部に、バンドが現れる。

[0013] しかしながら、バンドが厚み方向の中央部に現れることは、スパッタリングターゲットの厚み方向の中央部において、結晶配向が変化することを意味する。この場合、同様の条件でスパッタしたとしても、スパッタリングターゲットの厚み方向の中央部ではスパッタ特性が異なり、スパッタ膜の膜厚が変化してしまう。その結果、ターゲットライフを通じてスパッタ膜の膜厚均一性が維持できなくなる。

[0014] そこで、ターゲットライフを通じた膜厚均一性を高めるためには、結晶粒の｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向した領域をターゲットの厚み方向全体に広げるか、厚み方向の中央部において、結晶粒の｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向しないようにすることが望ましい。より具体的には、スパッタリングターゲットをスパッタ面の法線方向に前記スパッタ面側から上部、中央部、及び下部に三等分し、各部分について｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向している結晶粒の面積率をＥＢＳＤ法を用いて求めた場合の変化率＝［最大値－最小値］／最小値が小さいことが望ましい。

[0015] また、バンドは特に、スパッタ面の中心と外周との中間の位置において発達しやすい。つまり、スパッタ面の中心と外周との中間の位置においては、前記上部、中央部、及び下部の間における上記面積率の最大値と最小値の差分が大きくなる。ターゲットライフを通じてスパッタ膜の膜厚均一性を高めるためには、上記面積率の最大値と最小値の差分が大きくなりやすい当該中間の位置において、変化率を制御することが有利である。

[0016] 従って、本発明に係るニオブスパッタリングターゲットの一実施形態においては、板状のターゲットのスパッタ面の中心と外周との中間の位置において、前記スパッタ面に対して垂直なターゲットの断面を前記スパッタ面の法線方向に前記スパッタ面側から上部、中央部、及び下部に三等分して、その上部、中央部、及び下部の結晶方位分布をＥＢＳＤ法を用いて測定し、前記

上部、中央部、及び下部のそれぞれの測定領域について下記式（１）に従って｛１１１｝面積率を求めた場合に、当該上部、中央部、及び下部の｛１１１｝面積率の下記式（２）に示される変化率が２．５以下である。

｛１１１｝面積率＝測定領域における｛１１１｝面が前記法線方向に配向している結晶粒の面積の合計／測定領域の全体の面積・・・式（１）

変化率＝［最大値－最小値］／最小値・・・式（２）

[0017] このように、前記上部、中央部、及び下部の｛１１１｝面積率が大きく変化しない、すなわちバンドの発生が制御されていることで、ターゲットライフを通した膜厚均一性を向上することが可能となる。上記式（２）に示される変化率は、２．３以下であることが好ましく、２．１以下であることがより好ましい。なお、上記式（２）に示される変化率に下限値は特に設定されず、０とすることが最も好ましいが、典型的には０．１以上であり、より典型的には１．０以上である。

[0018] （｛１１１｝面積率）

本発明に係るニオブスパッタリングターゲットの一実施形態においては、前記中央部の｛１１１｝面積率が、４０％以下である。スパッタ面の法線方向に対して｛１１１｝面が配向している場合、最密方向がスパッタ面の法線方向と一致するため、成膜速度が速くなる傾向にある。そこで、前記中央部の｛１１１｝面積率を小さくすることにより、成膜速度を遅くして膜厚を制御し易くすることができる。上述した式（２）に示される変化率が小さいニオブスパッタリングターゲットにおいては、前記中央部の｛１１１｝面積率が小さくなると、前記上部及び下部の｛１１１｝面積率も小さくなるので、スパッタリングターゲット全体として成膜速度を遅くすることができる。膜厚制御性の観点からは、前記中央部の｛１１１｝面積率は、４０％以下であることが好ましく、３５％以下であることがより好ましく、３３％以下であることが更に好ましい。なお、前記中央部の｛１１１｝面積率は、下限値は特に設定されないが、典型的には５％以上であり、より典型的には１０％以上である。

[0019] 本発明に係るニオブスパッタリングターゲットの一実施形態においては、前記中央部の｛１１１｝面積率が、６０％以上である。上述した理由により、前記中央部の｛１１１｝面積率を大きくすることで、成膜速度を速くしてスパッタ時間を短縮することで、生産効率を向上させることができる。上述した式（２）に示される変化率が小さいニオブスパッタリングターゲットにおいては、前記中央部の｛１１１｝面積率が大きくなると、前記上部及び下部の｛１１１｝面積率も大きくなるので、スパッタリングターゲット全体として成膜速度を速くすることができる。

成膜の生産効率を高めるという観点からは、上記中間の｛１１１｝面積率が、６０％以上であることが好ましく、６３％以上であることがより好ましく、６６％以上であることがより好ましい。なお、上記｛１１１｝面積率の上限値は特にないが、典型的には８０％以下である。

[0020] （｛１００｝面積率）

本発明に係るニオブスパッタリングターゲットの一実施形態においては、前記上部、中央部、及び下部の結晶方位分布をＥＢＳＤ法を用いて測定し、前記上部、中央部、及び下部のそれぞれの測定領域について、下記式（３）に従って｛１００｝面積率を求めた場合に、｛１００｝面積率が、それぞれ３０％以上である。

｛１００｝面積率＝測定領域における｛１００｝面が前記法線方向に配向している結晶粒の面積の合計／測定領域の全体の面積・・・式（３）

[0021] 体心立方構造を有するニオブは、原子の最密方向は＜１１１＞である。スパッタ面の法線方向に対して｛１００｝面が配向している場合、スパッタ面の法線方向に対する最密方向の角度が大きく（広角に）なるため、スパッタリング時にスパッタリングターゲットから放射状にニオブ原子が弾き出される。このため、スパッタリングで成膜した膜内で部分的に膜が厚くなる箇所が減少し、良好な膜厚の面内均一性を得られる。

[0022] 膜厚の面内均一性を高めるという観点からは、上記上部、中央部、及び下部の｛１００｝面積率は、それぞれ３０％以上であることが好ましく、３２

％以上であることが好ましい。なお、上記上部、中央部、及び下部の｛１００｝面積率の上限値は特にないが、典型的にはそれぞれ６０％以下である。

[0023] （ＥＢＳＤ法を用いた｛１１１｝面積率及び｛１００｝面積率の測定方法）

ＥＢＳＤ法を用いた｛１１１｝面積率及び｛１００｝面積率の求め方について、図１を参照しながら以下に説明する。まず、板状のニオブスパッタリングターゲット１００について、スパッタ面５０の中心Ａを通り、スパッタ面５０に対して垂直な断面４０を切り出して、研磨紙（＃２０００相当（ＪＩＳ　Ｒ　６２５３：２００６））で磨き、さらにポリプラ液を使用してバフ研磨して鏡面に仕上げ、その後、フッ酸、硝酸、塩酸の混合液で処理する。

[0024] 次に、ＥＢＳＤ装置（例示：ＪＳＭ－７００１ＦＴＴＬＳ型　電界放出電子顕微鏡／結晶方位解析装置　ＯＩＭ６．０－ＣＣＤ／ＢＳ）を用いて、研磨した断面４０におけるスパッタ面５０の中心Ａと外周Ｃとの中間Ｂの位置（幅Ｗ：１ｍｍ）の結晶方位分布を測定する。なお、外周Ｃの位置は“最外周から中心方向に１５ｍｍの位置”とする。例えば、半径が１６５ｍｍのニオブスパッタリングターゲットの場合、中心Ａは最外周から中心方向に１６５ｍｍのところであり、外周Ｃは最外周から中心方向に１５ｍｍのところであり、中間Ｂは最外周から中心方向に９０ｍｍのところにある。中間Ｂを中心にして外周方向に０．５ｍｍ、中心方向に０．５ｍｍの合計１ｍｍ幅を測定領域とする。また、中心Ａ又は外周Ｃを測定する場合、中心Ａを中心にして向かい合う外周方向にそれぞれ０．５ｍｍの合計１ｍｍ幅を測定領域とし、外周Ｃを中心にして外周方向に０．５ｍｍ、中心方向に０．５ｍｍの合計１ｍｍ幅を測定領域とすればよい。ＥＢＳＤ装置の測定条件の一例として、加速電圧１５ｋｖ、照射電流３．６ｎＡ、倍率２０倍、傾斜７０°に設定することができる。結晶方位分布は、ニオブスパッタリングターゲット１００の厚さＴを、スパッタ面５０の法線方向にスパッタ面５０側から上部１０、中央部２０、及び下部３０に三等分して、上部１０、中央部２０、及び下部３０のそれぞれの測定領域について、上述した式（１）及び式（３）に従っ

て｛１１１｝面積率及び｛１００｝面積率を求める。

本明細書においては、｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向している結晶粒には、｛１１１｝面のスパッタ面の法線方向に対する方位ずれが１５°以内の結晶粒を含む。また、｛１００｝面がスパッタ面の法線方向に配向している結晶粒には、｛１００｝面のスパッタ面の法線方向に対する方位ずれが１５°以内の結晶粒を含む。

なお、ここでは、ニオブスパッタリングターゲット１００の形状が円板状を例示したが、ニオブスパッタリングターゲットの形状が矩形平板状等の平板状である場合には、円板状と同様にスパッタ面の中心と外周との中間の位置において、そのスパッタ面に対して垂直なターゲットの断面をＥＢＳＤ測定すればよい。

[0025]（平均結晶粒径）

本発明に係るニオブスパッタリングターゲットの一実施形態においては、スパッタ面の中心と外周との中間の位置における、前記上部、中央部、及び下部の平均結晶粒径がそれぞれ３０～１００μｍであることが好ましい。スパッタリングターゲット内の結晶粒の粒径は、ターゲットの強度等の機械的特性、組織の均一性、成膜速度に影響を及ぼし、更には異常放電とパーティクル発生の程度にも影響を及ぼすため、適切に制御することが有効である。本実施形態によれば、ターゲットの厚み方向全体にわたって粒径が上記範囲内であることで、スパッタリングのエロージョンによって表面に逐一現れる結晶粒径の変動がスパッタリングの進行に伴っても小さく、ターゲットライフを通して安定したスパッタリング特性を達成できる。

[0026] 前記上部、中央部、及び下部の平均結晶粒径は、それぞれ１００μｍ以下であることが好ましく、８０μｍ以下であることがより好ましく、７０μｍ以下であることが更に好ましい。また、前記上部、中央部、及び下部の平均結晶粒径は、それぞれ３０μｍ以上であることが好ましく、４０μｍ以上であることがより好ましく、５０μｍ以上であることが更に好ましい。

[0027]（平均結晶粒径の評価法）

前記上部、中央部、及び下部の平均結晶粒径については、｛１１１｝面積率及び｛１００｝面積率を測定するときと同様に、ＥＢＳＤ法で測定可能である。具体的には、ＥＢＳＤ法によって前記上部、中央部、及び下部のそれぞれの測定領域の面積中に含まれる結晶粒の数を算出し、測定領域内に存在する１粒当たりの平均面積を求め、その円相当径を平均結晶粒径とする。

[0028]（平均結晶粒径の変化率）

また、本発明に係るニオブスパッタリングターゲットの一実施形態においては、前記上部、中央部、及び下部の平均結晶粒径について、下記式（４）に示される変化率が１．０以下であることが好ましい。

変化率＝［最大値－最小値］／最小値・・・式（４）

前記上部、中央部、及び下部の平均結晶粒径が、上記変化率の範囲内であることは、上部、中央部、及び下部の平均結晶粒径が大きく変化しないことを意味するので、ターゲットライフを通した膜厚均一性を向上することに寄与する。

上記式（４）に示される変化率は、１．０以下であることが好ましく、０．５以下であることがより好ましく、０．２以下であることが更に好ましい。なお、上記式（４）で示される変化率に下限値は特に設定されず、０であることが最も好ましいが、典型的には０．０１以上である。

[0029] ［２．ニオブスパッタリングターゲットの製造方法］

（第一製造方法）

最初に、結晶粒の｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向するのを抑制することで｛１１１｝面積の変化率が小さく制御されたニオブスパッタリングターゲットを製造する方法を説明する。まず、ニオブを溶解し、これを鋳造してインゴットを作製した後、このインゴットを鍛造する。その後、インゴットを締め鍛造してビレットとし、これを適当なサイズに切断した後、熱処理を行う。その後、鍛造と熱処理を２度繰り返す。また、熱処理の温度は特に限定されないが、鍛造組織の調整の観点から、７００℃以上が好ましく、７２０℃以上がより好ましく、７５０℃以上が更に好ましい。ただし、

上記熱処理の温度は、結晶粒の過度な成長を防止する観点から、９００℃以下が好ましく、８５０℃以下がより好ましく、８００℃以下が更に好ましい。なお、鍛造回数は、鍛造組織の調整のために適宜選択することができる。

[0030] すべての鍛造工程の終了後、ビレットをさらに２つに切断することで、鍛造体内部に形成された集合組織を切断面に露出させ、集合組織による影響を次工程である圧延工程に引き継ぎにくくすることができる。ビレットを２分割することは、特に厚み方向の中央部において、結晶粒の｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向するのを抑制するのに有用である。

[0031] 次に、圧延工程では、鍛造体に対して予め定めた所定の圧下率で圧延を繰り返し、所定の板厚みの圧延板を得る。この時、強圧延によって結晶粒の｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向するのを抑制する観点からは、１パスごとの圧下率が１８％以下であることが好ましく、１５％以下であることがより好ましく、１２％以下であることが更に好ましい。なお、１パスごとの圧下率は、生産効率上の観点から、典型的に２％以上であり、より典型的に４％以上である。このとき、圧延パス回数は、例えば１１回以上行う。上記圧延パス回数は、｛１００｝面が前記法線方向に配向している結晶粒の割合を相対的に増やすという観点から、１１回以上であることが好ましく、１５回以上であることがより好ましく、１８回以上であることが更に好ましい。また、上記圧延パス回数は、生産効率上の観点から、４０回以下であることが好ましく、３０回以下であることがより好ましく、２５回以下であることが更に好ましい。

[0032] また、圧延工程においては、結晶粒の｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向するのを抑制するという観点からは、鍛造体を圧延する圧延方向を、１パスごとに、圧延面に平行に７５～１０５°回転することが好ましく、８５～９５°回転することがより好ましい。１パスごとに圧延方向を所定の角度回転させることで、バンドの発生を抑制することができる。

[0033] 更に、上記圧延パス回数後に、圧延板の形状を整えるために圧延方向を適宜変えながら数回圧延してもよい。その際、トータルの圧延率は、均一で微

細な結晶粒を得るという観点から、７５％以上となるように調整することが好ましく、８０％以上となるように調整することがより好ましい。

[0034] また、圧延中に熱処理を行っても良いが、むしろ圧延中に熱処理を行わずに、最終圧延後に熱処理（好ましくは４時間以上）することが推奨される。ここで、熱処理の温度は特に限定されないが、再結晶組織を得るという観点から、７００℃以上が好ましく、７５０℃以上がより好ましく、８００℃以上が更に好ましい。ただし、上記熱処理の温度は、結晶粒の過度な成長を防止する観点から、９００℃以下が好ましく、８７０℃以下がより好ましく、８５０℃以下が更に好ましい。

[0035] その後、これを所望の形状に機械加工してターゲットとする。圧延加工や熱処理により形成される集合組織は、ＥＢＳＤ法により、どの面が優先的に配向しているか把握し、その結果を圧延加工や熱処理の条件にフィードバックすることにより、所望の組織配向を得ることができる。

[0036]（第二製造方法）

次に、結晶粒の｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向した領域をターゲットの厚み方向全体に広げることで｛１１１｝面積の変化率が小さく制御されたニオブスパッタリングターゲットを製造する方法について説明する。まず、鍛造工程の終了までは第一製造方法と同様に実施する。ただし、すべての鍛造工程の終了後、ビレットを分割しないことが好ましい。ビレットを分割しないことで、結晶粒の｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向しやすくなるからである。次に、圧延工程では、鍛造体を圧延する圧延方向を一定にするという以外は、第一製造方法で説明したパス回数と圧下率の範囲内で圧延を繰り返せばよい。当該圧延工程により、結晶粒の｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向した領域をターゲットの厚み方向全体に広げることができる。圧延後の工程は、第一製造方法と同様である。但し、第二製造方法においては、圧延工程における１パスごとの圧下率及びトータル圧下率は第一製造方法よりも高くすることで、更に結晶粒の｛１１１｝面がスパッタ面の法線方向に配向した領域をターゲットの厚み方向全体に広げるこ

とも可能である。

実施例

[0037] 本発明を実施例、比較例に基づいて具体的に説明する。なお、本実施例は発明の一例を示すためのものであり、本発明はこれらの実施例に制限されるものではない。すなわち、本発明の技術思想に含まれる他の態様及び変形を含むものである。

[0038]（実施例１）

純度９９．９５質量％のニオブ原料を電子ビーム溶解し、鋳造して長さ６００ｍｍ×直径２４５ｍｍφのインゴットとした。次に、このインゴットを冷間で締め鍛造し、直径１５０ｍｍφとした後に必要長さで切断し、ビレットを得た。次に、１０００℃の温度で熱処理し、再び冷間で一次鍛造し、８００℃で一次熱処理し、次いで冷間で円柱状に二次鍛造を行い、鍛造ビレットを２分割し、再度８００℃で二次熱処理した。

[0039] 次に、鍛造ビレットを冷間圧延した。圧延工程は、圧延方向を１パス（圧下率：１１％）ごとに圧延面に平行に９０°回転させながら合計２０回繰り返した。トータルの圧下率は、８９％であった。圧延後、これを８００℃で熱処理した。次に、得られた厚さ８ｍｍ×直径４００ｍｍφのターゲット素材に対して仕上げ機械加工を行って、厚さ６．３５ｍｍ×直径３２２ｍｍφのニオブスパッタリングターゲットを作製した。

[0040]［ＥＢＳＤ測定］

（結晶方位分布）

得られたニオブスパッタリングターゲットについて、ＥＢＳＤ装置（例示：ＪＳＭ－７００１ＦＴＴＬＳ型　電界放出電子顕微鏡／結晶方位解析装置　ＯＩＭ６．０－ＣＣＤ／ＢＳ）を用いて、先述した手順でＥＢＳＤ測定を行い、スパッタ面の中心と外周との中間の位置における、前記上部、中央部、及び下部の結晶方位分布を得た（図２）。ＥＢＳＤ装置の測定条件は、加速電圧１５ｋｖ、照射電流３．６ｎＡ、倍率２０倍、傾斜７０°に設定した。

[0041] 得られた結晶方位分布に基づき、前記上部、中央部、及び下部のそれぞれの測定領域について、｛１１１｝面積率を求め、その変化率＝［最大値－最小値］／最小値を算出した。同様に、スパッタ面の中心と外周との中間の位置における前記上部、中央部、及び下部のそれぞれの測定領域について、｛１００｝面積率を求め、その変化率＝［最大値－最小値］／最小値を算出した。結果については、表１に示す。

[0042] また、得られたニオブスパッタリングターゲットについて、スパッタ面の中心及び外周についても、同様にＥＢＳＤ測定を行い、上部、中央部、及び下部の結晶方位分布を得た。得られた結晶方位分布に基づき、前記上部、中央部、及び下部のそれぞれの測定領域について、｛１１１｝面積率を求め、その変化率＝［最大値－最小値］／最小値を算出した。

[0043]（平均結晶粒径）

上記ＥＢＳＤ測定により、スパッタ面の中心と外周との中間の位置における前記上部、中央部、及び下部のそれぞれの測定領域における平均結晶粒径を求め、その変化率＝［最大値－最小値］／最小値を算出した。結果については、表１に示す。

[0044]（実施例２）

一次熱処理までを実施例１と同様の方法を用いて角状に鍛造し、その後分割を行わず、最終熱処理８００℃で角状鍛造ビレットを作製した。次に、鍛造ビレットを冷間圧延した。圧延工程は、圧延方向を変えることなく一方向に１９パス（１パスの圧下率：１１％）だけ圧延を繰り返した。トータルの圧下率は、８９％であった。圧延後、８００℃で熱処理した。次に、得られた厚さ９ｍｍ×幅２２０ｍｍ×長さ４８０ｍｍの角状ターゲット素材に対して仕上げ機械加工を行って、厚さ７ｍｍ×直径１８０ｍｍφのニオブスパッタリングターゲットを作製した。

[0045] 得られたニオブスパッタリングターゲットについて、実施例１と同様の方法を用いて、ＥＢＳＤ測定を行ない、スパッタ面の中心と外周との中間の位置における、前記上部、中央部、及び下部の結晶方位分布を得た（図３）。

そして、実施例１と同様の評価を行った。更に、スパッタ面の中心と外周においても、実施例１と同様にＥＢＳＤ測定を行い、上部、中央部、及び下部の結晶方位分布を得た。結果については、表１に示す。

[0046]（比較例１）

一次熱処理までを実施例１と同様の方法を用いて角状に鍛造し、その後分割を行わず、最終熱処理８００℃でビレットを作製した。次に、鍛造ビレットを冷間圧延した。圧延工程は、圧延方向を１パス（圧下率：１１％）ごとに圧延面に平行に９０°回転させながら、計２２回繰り返した。トータルの圧下率は、８９％であった。圧延後、８００℃で熱処理した。次に、得られた厚さ９ｍｍ、４００ｍｍ角の角状ターゲット素材に対して仕上げ機械加工を行って、厚さ７ｍｍ×直径１８０ｍｍφのニオブスパッタリングターゲットを作製した。

[0047] 得られたニオブスパッタリングターゲットについて、実施例１と同様の方法を用いて、ＥＢＳＤ測定を行ない、スパッタ面の中心と外周との中間の位置における、前記上部、中央部、及び下部の結晶方位分布を得た（図４）。そして、実施例１と同様の評価を行った。更に、スパッタ面の中心と外周においても、実施例１と同様にＥＢＳＤ測定を行い、上部、中央部、及び下部の結晶方位分布を得た。結果については、表１に示す。

[0048]（比較例２）

一次熱処理までを実施例１と同様の方法を用いて円柱状に鍛造し、その後分割を行わず、最終熱処理８００℃でビレットを作製した。次に、鍛造ビレットを冷間圧延した。圧延工程は、圧延方向を１パス（圧下率：１１％）ごとに９０°回転させながら、計２０回繰り返した。トータルの圧下率は、８６％であった。圧延後、８００℃で熱処理した。次に、得られた厚さ８ｍｍ×直径３７０ｍｍφのターゲット素材に対して仕上げ機械加工を行って、厚さ６．３５ｍｍ×直径３２２ｍｍφのニオブスパッタリングターゲットを作製した。

[0049] 得られたニオブスパッタリングターゲットについて、実施例１と同様の方

法を用いて、ＥＢＳＤ測定を行ない、スパッタ面の中心と外周との中間の位置における、前記上部、中央部、及び下部の結晶方位分布を得た。そして、実施例１と同様の評価を行った。更に、スパッタ面の中心と外周においても、実施例１と同様にＥＢＳＤ測定を行い、上部、中央部、及び下部の結晶方位分布を得た。結果については、表１に示す。

[0050]

[表1]

		{111}面積率(%)			中間の位置における{100}面積率(%)	中間の位置における平均結晶粒径(μm)
		中心	中間	外周		
実施例1	上部	10.3	16.4	13.5	44.6	56.7
	中央部	19.1	32.3	21.5	32	61.5
	下部	5.8	10.5	14.1	53.6	57
	変化率	2.29	2.08	0.59	0.68	0.08
	最大値－最小値	13.3	21.8	8	21.6	4.8
実施例2	上部	30.4	42.1	58	14.9	47.4
	中央部	57.1	66.1	64.9	4.6	47.9
	下部	21.7	26.2	46.7	17.8	48
	変化率	1.63	1.52	0.39	2.87	0.01
	最大値－最小値	35.4	39.9	18.2	13.2	0.6
比較例1	上部	12.9	10.6	11.2	53.9	－
	中央部	56	73.3	66.3	0.9	－
	下部	11.9	9.3	6.9	53.9	－
	変化率	3.71	6.88	8.61	58.9	－
	最大値－最小値	44.1	64	59.4	53	－
比較例2	上部	15.9	12.7	25	56	－
	中央部	25.4	49.1	35.2	22.6	－
	下部	9.5	10.1	21.8	60.7	－
	変化率	1.67	3.86	0.61	1.69	－
	最大値－最小値	15.9	39	13.4	38.1	－

産業上の利用可能性

[0051] 本実施形態に係るニオブスパッタリングターゲットは、その組織配向を所定の状態とすることにより、ターゲットライフを通した膜厚均一性に優れた

薄膜を形成することができる。したがって、ディスプレイ装置における反射防止膜の薄膜形成に使用するニオブスパッタリングターゲットとして有用である。

符号の説明

[0052] １０　上部

２０　中央部

３０　下部

４０　断面

５０　スパッタ面

１００　ニオブスパッタリングターゲット

Ａ　中心

Ｂ　中間

Ｃ　外周

Ｔ　厚さ

Ｗ　幅