

明 細 書

発明の名称：

金属スパッタリングターゲット及びその製造方法、並びに、金属材料及びその製造方法

技術分野

[0001] 本開示は、スパッタリングターゲットに適した金属材料及びその製造方法、並びに該金属材料を備えた金属スパッタリングターゲット及びその製造方法に関する。

背景技術

[0002] クロムやモリブデンをはじめとする体心立方構造を有する金属は、リソグラフィマスク用の遮光膜や、スパッタリングターゲットなど、これらの膜を得るための成膜材料として使用されている。体心立方構造を有する金属をスパッタリングターゲットとして使用する場合、スパッタ粒子は最密充填面方向である $\{111\}$ 面方向で成膜される。そのため、 $\{111\}$ 面の割合が高くすることで、体心立方構造を有する金属をスパッタリングターゲットとすることで、より高い効率でスパッタ膜が成膜できる。

例えば、鍛造処理及び圧延処理の繰り返しにより体心立方構造を有する金属を $\{111\}$ 面配向とすることが検討されている（特許文献1）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：国際公開2020/195121号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 特許文献1では、体心立方構造を有する金属であるニオブを $\{111\}$ 面配向とすることが検討されているが、この方法では、厚み方向に配向度合いの偏りが生じてしまうため、 $\{111\}$ 面への配向が十分ではなく、また、

表面と内部の変形が不均一となり、スパッタリングターゲットなどの成膜材料として適した金属材料が得られなかった。

本開示は、スパッタリングターゲットに適した、体心立方構造を有する金属を含む金属材料、及び、その製造方法、これを含むスパッタリングターゲット、及び、該スパッタリングターゲットを使用する膜の製造方法、の少なくともいずれか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

[0005] すなわち、本発明は特許請求の範囲のとおりであり、また、本開示の要旨は以下のとおりである。

[1] {001} 面、{101} 面及び {111} 面の配向面積率の合計に対する {111} 面の配向面積率の割合が0.45以上であり、体心立方構造を有する金属を含む金属材料。

[2] {001} 面、{101} 面及び {111} 面の配向面積率の合計に対する {111} 面の配向面積率の割合が0.60以上であり、体心立方構造を有する金属を含む金属材料。

[3] 前記金属の {111} 面の配向面積率が20%以上である上記 [1] 又は [2] に記載の金属材料。

[4] 前記金属の {111} 面の配向面積率が80%以上である上記 [1] 乃至 [3] のいずれかひとつに記載の金属材料。

[5] 前記金属の {001} 面の配向面積率が20%以下である上記 [1] 乃至 [4] のいずれかひとつに記載の金属材料。

[6] 前記金属の {001} 面の配向面積率が5%以下である上記 [1] 乃至 [5] のいずれかひとつに記載の金属材料。

[7] 前記金属の平均粒子径が200 μm 以下である上記 [1] 乃至 [6] のいずれかひとつに記載の金属材料。

[8] 前記体心立方構造を有する金属が、クロム (Cr)、鉄 (Fe)、ルビジウム (Ru)、ニオブ (Nb)、モリブデン (Mo)、タンタル (Ta)、バナジウム (V)、及びタングステン (W) の群から選ばれる1以上

である上記〔１〕乃至〔７〕のいずれかひとつに記載の金属材料。

〔９〕 体心立方構造を有する金属からなるインゴットを加圧温度５０℃以上及び加圧速度１５ｍｍ／ｓ未満で加圧処理し、加工インゴットを得る加圧工程、及び、該加工インゴットを８５℃以上で処理する熱処理工程、を有する、上記〔１〕乃至〔８〕のいずれかひとつに記載の金属材料の製造方法。

〔１０〕 前記加圧工程における加圧処理が２回以上である、上記〔９〕に記載の製造方法。

〔１１〕 上記〔１〕乃至〔８〕のいずれかひとつに記載の金属材料を備えたスパッタリングターゲット。

〔１２〕 上記〔１〕乃至〔８〕のいずれかひとつに記載の金属材料を備えたスパッタリングターゲットを使用することを特徴とする膜の製造方法。

発明の効果

〔０００６〕 本開示により、スパッタリングターゲットに適した、体心立方構造を有する金属を含む金属材料、及び、その製造方法、これを含むスパッタリングターゲット、及び、該スパッタリングターゲットを使用する膜の製造方法、の少なくともいずれかを提供することができる。

図面の簡単な説明

〔０００７〕 〔図１〕実施例１のクロム材料の断面の光学顕微鏡観察図（倍率：２００倍）である。

〔図２〕実施例６のモリブデン材料の断面の光学顕微鏡観察図（倍率：２００倍）である。

発明を実施するための形態

〔０００８〕 本開示について、一実施形態を示して詳細に説明する。

<金属材料>

本実施形態は、{００１}面、{１０１}面及び{１１１}面の配向面積率の合計に対する{１１１}面の配向面積率の割合が０．４５以上であり、体心立方構造を有する金属を含む金属材料、である。

本実施形態は体心立方構造を有する金属を含む金属材料に係り、体心立方構造を有する金属（以下、「bcc金属」ともいう。）からなる金属材料であってもよく、bcc金属から構成される金属材料であってもよい。bcc金属であることにより{111}面へ配向しやすくなる。

[0009] 高温下での<111>滑りが生じやすいため、bcc金属はクロム（Cr）、鉄（Fe）、ルビジウム（Ru）、ニオブ（Nb）、モリブデン（Mo）、タンタル（Ta）、バナジウム（V）及びタングステン（W）の群から選ばれる1以上が好ましく、クロム、モリブデン、バナジウム及びタングステンの群から選ばれる1以上がより好ましく、クロム、モリブデン及びタングステンの群から選ばれる1以上が更に好ましく、クロム及びモリブデンの少なくともいずれかが更により好ましく、クロムが特に好ましい。

bcc金属は合金であってもよく、本実施形態の金属材料を構成する合金として、クロム、鉄、ルビジウム、ニオブ、モリブデン、タンタル、バナジウム及びタングステンの群から選ばれる1以上を含む合金、更にはクロム、モリブデン、タンタル、バナジウム及びタングステンの群から選ばれる1以上を含む合金、また更にはクロム、モリブデン及びタングステンの群から選ばれる1以上を含む合金、また更にはクロム及びモリブデンを含む合金、また更にはクロムを含む合金、また更にはクロムーモリブデン合金が例示できる。

[0010] 以下、本実施形態の金属材料は、該金属材料におけるbcc金属がクロムである場合は「クロム材料」、クロムーモリブデン合金である場合は「クロムーモリブデン材料」等ともいう。

bcc金属の{001}面、{101}面及び{111}面の配向面積率の合計に対する{111}面の配向面積率の割合は、0.45以上であり、0.50以上、0.60以上、0.75以上、又は0.95以上であることが好ましい。{001}面、{101}面及び{111}面の配向面積率の合計に対する{111}面の配向面積率の割合（以下、「配向面積率割合」ともいう。）が0.45未満のbcc金属を含む金属材料をスパッタリング

ターゲット（以下、単に「ターゲット」ともいう。）として使用した場合、基板に積層されるスパッタ粒子の割合が著しく低下し、成膜効率が著しく低下する。配向面積率割合が0.45以上であることで、bcc金属が、いわゆる{111}配向となる。特に、クロム材料については配向面積率割合が0.50以上であることが好ましく、モリブデン材料については配向面積率割合が0.60以上、0.75以上、又は、0.95以上であることが好ましい。

[0011] 本実施形態の金属材料に含まれるbcc金属の配向面積率割合は高いことが好ましいが、1.0以下、1.0未満又は0.99以下であることが例示でき、配向面積率割合の上限及び下限はいずれの組合せであってもよい。配向面積率割合は、0.50以上1.0以下であることが好ましく、0.60以上1.0以下であることがより好ましく、0.75以上1.0未満であることが更に好ましい。

[0012] 配向面積率割合と同様な理由により、bcc金属の{111}面の配向面積率（以下、「配向面積率_{111}」ともいう。）が20%以上であることが好ましく、25%以上、30%以上、50%以上又は80%以上であることがより好ましい。特に、クロム材料については配向面積率_{111}が20%以上、25%以上、又は、30%以上であることが好ましく、モリブデン材料については配向面積率_{111}が50%以上又は80%以上であることが好ましい。配向面積率_{111}は100%以下、100%未満、95%以下又は90%以下であることが挙げられる。クロム材料については配向面積率_{111}が20%以上100%以下であることが好ましく、25%以上100%以下であることがより好ましく、30%以上100%未満であることが更に好ましい。モリブデン材料については配向面積率_{111}が50%以上100%以下であることが好ましく、80%以上100%以下であることがより好ましく、80%以上100%未満であることが更に好ましい。

[0013] bcc金属の{001}面の配向面積率（以下、「配向面積率_{001}」ともいう。）は配向面積率_{111}よりも小さいことが好ましく、20%以下、15

%以下、10%以下又は5%以下であることがより好ましい。特に、クロム材料については配向面積率 $\{001\}$ が15%以下であることが好ましく、モリブデン材料については配向面積率 $\{001\}$ が15%以下又は5%以下であることが好ましい。また、配向面積率 $\{001\}$ は1%以上又は2%以上であることが例示できる。クロム材料については配向面積率 $\{001\}$ が1%以上15%以下であることが好ましく、2%以上15%以下であることがより好ましい。モリブデン材料については配向面積率 $\{001\}$ が1%以上15%以下であることが好ましく、2%以上5%以下であることが好ましい。

[0014] bcc金属の $\{101\}$ 面の配向面積率（以下、「配向面積率 $\{101\}$ 」ともいう。）は15%以下、10%以下、5%以下、又は、2%以下であることがより好ましい。特に、クロム材料については配向面積率 $\{101\}$ が10%以下であることが好ましく、モリブデン材料については配向面積率 $\{101\}$ が5%以下、又は、2%以下であることが好ましい。また、配向面積率 $\{101\}$ は0%以上、0.01%以上、0.10%以上又は1%以上であることが例示できる。クロム材料については配向面積率 $\{101\}$ が0%以上10%以下であることが好ましく、0.10%以上10%以下であることがより好ましい。モリブデン材料については配向面積率 $\{101\}$ が0%以上5%以下であることが好ましく、0.10%以上2%以下であることが好ましい。

[0015] 配向面積率割合、配向面積率 $\{111\}$ 、配向面積率 $\{001\}$ 、及び、配向面積率 $\{101\}$ 、の上限及び下限は、それぞれ、上述のいずれの組合せであってもよい。

[0016] 本実施形態において、結晶面の配向面積率は、以下の条件による査電子顕微鏡－電子線後方散乱回折（以下、「SEM－EBSD」ともいう。）測定により得られるSEM観察図から求めることができる。

観察倍率	: 10倍
加速電圧	: 加速電圧20kV
照射電流	: 100 μ A
ワークディスタンス	: 10mm

ステップ幅 : $5 \mu\text{m}$

[0017] すなわち、SEM観察図を $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ の格子状に分割して格子点とし、これを測定点とする。全測定点の配向面及びその面積を測定し、以下の式から配向面積率を求めればよい。

配向面積率_{111} [%]

$$= \{ \{111\} \text{ 面配向の測定点の合計面積} / \text{全測定点の合計面積} \} \times 100$$

配向面積率_{101} [%]

$$= \{ \{101\} \text{ 面配向の測定点の合計面積} / \text{全測定点の合計面積} \} \times 100$$

配向面積率_{001} [%]

$$= \{ \{001\} \text{ 面配向の測定点の合計面積} / \text{全測定点の合計面積} \} \times 100$$

配向面積率割合

$$= \text{配向面積率}_{\{111\}} / (\text{配向面積率}_{\{111\}} + \text{配向面積率}_{\{101\}} + \text{配向面積率}_{\{001\}})$$

[0018] SEM観察、配向面及びその面積の測定は、一般的なSEM-EBSD装置（例えば、JSM-IT800、日本電子社製）及びその付属の測定／解析プログラム（例えば、AZtec、AZtec Crystal）を使用して行えばよい。

SEM-EBSD測定に先立ち、測定試料（金属材料）はSiC研磨紙及びバフ研磨で鏡面研磨後、5体積％硫酸水溶液で電解エッチングして前処理すればよい。

bcc金属の平均KAM値は、 2° 以下、 1° 以下又は 0.5° 以下であることが好ましい。これにより、金属材料中のひずみが低減されやすくなる。平均KAM値は 0° 以上又は 0.1° 以上であることが好ましい。平均KAM値は 0° 以上 2° 以下であることが好ましく、 0° 以上 1° 以下であることがより好ましく、 0.1° 以上 0.5° 以下であることが更に好ましい。

。

[0019] 本実施形態における平均KAM値は、結晶方位の局所変化を示す指標の一つであり、上述のSEM-EBSD測定によって得られる局所方位差（Kernel Average Misorientation；以下、「KAM値」ともいう。）の平均値である。

KAM値は以下の式から求められる値である。

[数1]

$$\text{KAM値} [^\circ] = (\sum_{j=1}^n \alpha_{ij}) / n$$

[0020] 上式において、 α_{ij} は、測定点i－測定点j間の結晶方位差である。nはKAM値の測定対象となる測定点（対象測定点）と隣接する測定点（隣接測定点）の総数である。なお、測定点間の方位差が 10° 以上の結晶方位差は結晶粒界とみなし、該結晶粒界はKAM値の測定対象とはしない。

本実施形態の金属材料をターゲットとして使用した場合のパーティクル発生が抑制されうる範囲であれば、bcc金属は非晶質相を含んでいてもよい。

本実施形態の金属材料の平均結晶粒径は $200\mu\text{m}$ 以下、 $100\mu\text{m}$ 以下又は $70\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。これにより、本実施形態の金属材料をターゲットとして使用した場合に基板へのパーティクル付着が抑制されやすくなる。平均結晶粒径は $10\mu\text{m}$ 以上、又は $30\mu\text{m}$ 以上であればよい。平均結晶粒径は $10\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $10\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、 $30\mu\text{m}$ 以上 $70\mu\text{m}$ 以下であることが更に好ましい。

[0021] 本実施形態において、平均結晶粒径は、JIS G 0551：2020及び付属書JCに準拠した方法で求めることができる結晶粒径の平均値である。

強度が高くなる傾向があるため、本実施形態の金属材料の相対密度は、99.6%以上又は99.8%以上であることが好ましく、また、100%以下であればよい。相対密度は99.6%以上100%以下であることが好ましく、99.8%以上100%以下であることがより好ましい。

[0022] 本実施形態において「相対密度」は、真密度 $[\text{g}/\text{cm}^3]$ に対する実測密度 $[\text{g}/\text{cm}^3]$ の割合 $[\%]$ である。実測密度は、JIS R 1634 に準じた方法により測定される金属材料の体積 $[\text{cm}^3]$ に対する、質量測定により測定される金属材料の質量 $[\text{g}]$ である。真密度は、以下の式から求まる値である。

$$\rho_t = W_t / \{ (W_1 / \rho_1 + (W_2 / \rho_2) + \dots + (W_n / \rho_n) \}$$

[0023] 上式において、 ρ_t は金属材料の真密度 $[\text{cm}^3]$ であり、また、 W_t は質量測定により測定される金属材料の質量 $[\text{g}]$ である。 W_1 乃至 W_n は金属材料に含まれる各 b c c 金属の質量割合 $[\text{g}/\text{g}]$ 、及び、 ρ_1 乃至 ρ_n は金属材料に含まれる各 b c c 金属の真密度 $[\text{g}/\text{cm}^3]$ である。 W_1 乃至 W_n は、金属材料の組成分析により得られる各 b c c 金属の質量割合であり、 W_1 乃至 W_n の合計は 1.0 となる。各 b c c 金属の真密度として、それぞれ、クロムが $7.19 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、鉄が $7.87 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、ルビジウムが $1.53 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、ニオブが $8.57 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、モリブデンが $10.22 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、タンタルが $16.65 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、バナジウムが $6.0 \text{ g}/\text{cm}^3$ 及びタングステンが $19.25 \text{ g}/\text{cm}^3$ 、であることが挙げられる。

[0024] 例えば、60質量%のクロム及び40質量%のモリブデンを含有するクロム－モリブデン合金を含む10gの金属材料の真密度は以下の式から求められる。

$$\rho_t = 10 / \{ (0.6 / 7.19) + (0.4 / 10.22) \}$$

本実施形態の金属材料をターゲットとして使用した場合のパーティクルの発生が抑制されるため、本実施形態の金属材料は金属不純物の含有量が少ないことが好ましく、例えば、本実施形態の金属材料の純度は、99.6%超、99.9%以上又は99.99%以上であることが好ましく、また、100%以下又は100%未満であればよい。本実施形態の金属材料の純度は、99.6%超100%以下であることが好ましく、99.9%以上100%未満であることがより好ましい。なお、本明細書における純度の表記について、「4N」とは純度99.99%以上であることを表し、「5N」とは純

度 99.999%以上であることを表す。

[0025] 本実施形態において金属不純物含有量は、ASTM F 1593に準じたグロー放電質量分析法（以下、「GDMS」ともいう。）によって測定される、金属不純物の含有量である。該金属不純物としては、bcc金属以外の金属や、特定のbcc金属からなる金属材料においては、これ以外の金属であり、例えば、クロム材料及びクロム－モリブデン材料の場合はクロム及びモリブデン以外の金属、更には鉄が挙げられる。測定試料は、10～25 mm×10～25 mm×0.5～15 mm角柱状金属材料であればよい。測定に先立ち、当該測定試料はSiC研磨紙（＃800）を使用しRaが1.6 μm以下になるまで研磨後、純水中で10分間の超音波洗浄、アルコールによる脱水、熱風乾燥及び真空包装することで前処理を施せばよい。

[0026] 本実施形態の金属材料の酸素含有量は200質量ppm以下であることが好ましく、150質量ppm以下、30質量ppm以下又は10質量ppm以下であることが好ましい。これにより、本実施形態の金属材料をスパッタリングターゲット（以下、単に「ターゲット」ともいう。）として使用した場合に、パーティクルの発生が抑制されやすくなる。パーティクル発生が抑制される範囲であれば酸素を含有することは許容され、例えば、酸素含有量が0質量ppm以上、0質量ppm超、1質量ppm以上又は3質量ppm以上であることが挙げられる。酸素含有量は0質量ppm以上200質量ppm以下であることが好ましく、0質量ppm超150質量ppm以下であることがより好ましく、1質量ppm以上30質量ppm以下であることがさらに好ましい。

[0027] 本実施形態において、金属材料の酸素含有量は一般的な酸素・窒素分析装置（例えば、ON736、LECO社製）により測定できる。

平均KAM値、平均結晶粒径、相対密度、純度及び酸素含有量の上限及び下限は、それぞれ、上述のいずれの組合せであってもよい。

本実施形態の金属材料の形状は任意であるが、スパッタリングに適した形状であることが好ましく、例えば、板状、柱状及び円筒状の群から選ばれる

1 以上が挙げられる。

[0028] <スパッタリングターゲット>

本実施形態の金属材料は、b c c 金属の公知の用途に使用することができるが、スパッタリングターゲットとして使用することが好ましく、スパッタリングターゲット用金属材料として使用することがより好ましい。

本実施形態の金属材料を備えたスパッタリングターゲット（以下、「本実施形態のターゲット」ともいう。）は、本実施形態の金属材料からなっているてもよく、バックングプレート及び本実施形態の金属材料を備えたターゲットであってもよい。

[0029] 以下、バックングプレート及び本実施形態の金属材料を備えたターゲットを一例に挙げ、本実施形態のターゲットについて説明する。

バックングプレートは、スパッタリング時の通電及び放熱ができる材料からなっていればよく、例えば、銅（C u）及びアルミ（A l）、チタン（T i）及びS U S（S t e e l U s e S t a i n l e s s）の群から選ばれる1 以上からなるバックングプレートが挙げられる。

本実施形態のターゲットにおいて、金属材料はバックングプレートと接合している。金属材料とバックングプレートとは、直接接合していてもよく、接合材を介して接合していてもよい。接合材は公知の材料であってよく、例えば、インジウム（I n）が挙げられる。

本実施形態のターゲットにおいて、金属材料の形状は、スパッタリングに適した形状であればよく、例えば、板状、柱状及び円筒状の群から選ばれる1 以上が挙げられる。

[0030] 本実施形態のターゲットにおいて、金属材料のb c c 金属の厚み方向における $\{111\}$ 面の配向面積の差の最大値（以下、「配向差 $\{111\}$ 」ともいう。）は、10%以下であり、また、0%以上、2%以上又は5%以上であること好ましい。配向差 $\{111\}$ は0%以上10%以下であることが好ましく、2%以上10%以下であることがより好ましい。また、 $\{001\}$ 面、 $\{101\}$ 面及び $\{111\}$ 面の配向面積の最大差の合計に対する $\{111\}$ 面の

配向面積の最大差の割合（以下、「配向差割合」ともいう。）が0.4以上又は0.5以上であること、また、0.8以下であることが例示できる。配向差 $\{111\}$ 及び配向差割合は、いずれも、ターゲットにおける厚さ方向の結晶配向性のバラツキを示す指標の一つである。配向差 $\{111\}$ 及び配向差割合が上述の範囲となることで、スパッタリングの進行に伴う結晶状態の変化が抑制される。これにより、より均一な膜が成膜されやすくなる。

[0031] 同様な理由により、本実施形態のターゲットにおける金属材料のbcc金属の厚み方向における平均結晶粒径の差の最大値（以下、単に「粒径差」ともいう。）は、 $30\mu\text{m}$ 以下又は $10\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。これにより、パーティクルが発生する場合であっても、その発生挙動の変化が抑制される。粒径差は、 $0\mu\text{m}$ 以上、 $1\mu\text{m}$ 以上又は $3\mu\text{m}$ 以上であることが例示できる。粒径差は、 $0\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $1\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、 $3\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下であることが更に好ましい。

[0032] 配向差 $\{111\}$ 、配向差割合及び粒径差は、以下の方法で求めればよい。すなわち、本実施形態のターゲットにおいて、バックングプレートと接合する金属材料の面（以下、「ボンディング面」ともいう。）に対向する面（以下、「スパッタ面」ともいう。）対して垂直となる方向を厚み方向とみなす。本実施形態のターゲットを厚み方向に三等分に切断して切断片とし、切断片のスパッタ面側の露出面について上述のSEM-EBSD測定を行う。得られる配向面積率 $\{111\}$ 、配向面積率 $\{101\}$ 、配向面積率 $\{001\}$ 及び平均結晶粒径の差から、それぞれ、配向差 $\{111\}$ 、配向差割合及び粒径差を求めればよい。

成膜面積を広くするため、本実施形態のターゲットのスパッタ面の面積は 200cm^2 以上、 350cm^2 以上又は 800cm^2 以上であることが好ましい。スパッタ面の面積は、例えば、 1500cm^2 以下又は 1200cm^2 以下であることが挙げられる。

[0033] <金属材料の製造方法>

本実施形態の金属材料の製造方法は任意であるが、好ましい製造方法とし

て、体心立方構造を有する金属からなるインゴットを加圧温度 500℃以上及び加圧速度 15 mm/s 未満で加圧処理し、加工インゴットを得る加圧工程、及び、該加工インゴットを 850℃以上で熱処理する熱処理工程、を有する、金属材料の製造方法、が挙げられる。

[0034] 加圧工程では、体心立方構造を有する金属からなるインゴットを加圧温度 500℃以上及び加圧速度 15 mm/s 未満で加圧処理し、加工インゴットを得る。

加圧工程に供するインゴットは、体心立方構造を有する金属からなるインゴットであればよく、クロム (Cr)、鉄 (Fe)、ルビジウム (Ru)、ニオブ (Nb)、モリブデン (Mo)、タンタル (Ta)、バナジウム (V) 及びタングステン (W) の群から選ばれる 1 以上からなるインゴットが好ましく、クロム、モリブデン、タンタル、バナジウム及びタングステンの群から選ばれる 1 以上からなるインゴットがより好ましく、クロム、モリブデン及びタングステンの群から選ばれる 1 以上からなるインゴットが更に好ましく、クロム及びモリブデンに少なくともいずれかからなるインゴットが更に好ましく、クロムからなるインゴットが特に好ましい。

[0035] インゴットは合金からなるインゴットであってもよく、クロム、鉄、ルビジウム、ニオブ、モリブデン、タンタル、バナジウム及びタングステンの群から選ばれる 1 以上を含む合金からなるインゴット、更にはクロム、モリブデン、タンタル、バナジウム及びタングステンの群から選ばれる 1 以上を含む合金からなるインゴット、また更にはクロム、モリブデン及びタングステンの群から選ばれる 1 以上を含む合金からなるインゴット、また更にはクロムを含む合金からなるインゴット、また更にはモリブデンを含む合金からなるインゴット、また更にはクロム及びモリブデンを含む合金、また更にはクロム-モリブデン合金からなるインゴットが例示できる。

[0036] 加圧工程に供するインゴットの純度は目的とする金属材料と同等な組成を有していればよく、上述の金属材料と同様な純度及び酸素含有量であることが好ましい。

加圧工程に供するインゴットの相対密度は、99%以上又は99.5%以上であることが好ましい。これにより、得られる金属材料の強度が高くなりやすい。インゴットの相対密度は100%以下が例示できる。

加圧工程に供するインゴットの平均結晶粒径は任意であるが、200 μm 超又は300 μm 以上であることが好ましい。インゴットの平均結晶粒径は2000 μm 以下、1000 μm 以下又は400 μm 以下であればよい。

[0037] 加圧工程に供するインゴットの配向面積率割合は任意であるが、0.45未満又は0.3以下であってよい。インゴットの配向面積率割合は0.1以上であることが挙げられる。

加圧工程では、加圧温度500℃以上でインゴットを加圧する。500℃未満では<111>滑りが生じにくい。加圧温度は600℃以上又は700℃以上であることが好ましい。加圧処理における割れ等の欠陥の発生が抑制されるため、加圧温度は1000℃以下又は900℃以下であることが好ましい。

[0038] 加圧工程では、加圧速度を15 mm/s未満とする。加圧速度が15 mm/s以上であると、インゴットに急激に圧力がかかるため、<111>滑りを伴わずにインゴットが圧縮される。加圧速度は15 mm/s未満又は10 mm/s以下であることが好ましく、また1 mm/s以上又は3 mm/s以上であればよい。加圧速度は1 mm/s以上15 mm/s未満であることが好ましく、3 mm/s以上10 mm/s以下であることがより好ましい。

[0039] 加圧処理の方法は、インゴットに圧力が印加され得る任意の方法であればよく、例えば、鍛造、引拔加工、押出加工及び圧延の少なくともいずれかが挙げられる。

加圧工程における加圧処理は2回以上であることが好ましく、3回以上あることが好ましい。上述の条件による加圧処理を複数回施すことにより、インゴット割れ等の欠陥を発生させずに、ひずみを導入することができる。その結果、配向面積率割合が高い金属材料が得られやすくなる。得られる金属材料の表面と内部がより均一な組織となりやすいため、加圧処理は20回以

下又は10回以下であることが好ましい。加圧処理は2回以上20回以下であることが好ましく、3回以上10回以下であることがより好ましい。

[0040] 加圧処理の前後でインゴットの温度は低下する場合がある。加圧工程における加圧処理が複数回である場合、各回の加圧処理が上記の加圧温度で行われるよう、各加圧処理前のインゴットを加圧温度まで加熱してから加圧処理を施せばよい。

加圧工程後の加工インゴットの総圧下率は50%以上又は60%以上であることが好ましい。総圧下率は以下の式から求めればよい。

総圧下率 [%]

$$= (1 - \text{加工インゴットの厚み} / \text{加工工程前のインゴットの厚み}) \times 100$$

熱処理工程では、該加工インゴットを850℃以上で熱処理する。これにより、再結晶化が促進され、{111}配向の結晶粒子が生成され、本実施形態の金属材料が得られる。

[0041] 熱処理は850℃以上であり、900℃以上であることが好ましい。850℃未満では、再結晶化が進行しにくい。熱処理はエネルギーコストの観点から必要以上に高くする必要はなく、1300℃以下又は1100℃以下であればよい。熱処理は850℃以上1300℃以下で行うことが好ましく、900℃以上1100℃以下で行うことがより好ましい。

熱処理雰囲気は任意であり、酸化雰囲気、還元雰囲気又は真空雰囲気であればよく、酸化雰囲気であることが好ましい。簡便であるため、熱処理雰囲気は大気雰囲気であることがより好ましい。

[0042] 熱処理時間は、熱処理工程に供する加工インゴットの大きさや、熱処理炉の性能などにより適宜調整すればよく、例えば、1時間以上5時間以下が挙げられる。

得られる金属材料を所期の形状とするため、本実施形態の製造方法は、熱処理工程に先立ち、加工インゴットを加工する加工工程を有していてもよい。加工方法は任意であり、例えば、切削加工が挙げられる。

また、金属材料の表面粗さを低減するため、本実施形態の製造方法は、熱処理工程後、金属材料を表面加工する表面加工工程をしてもよい。

[0043] <スパッタリングターゲットの製造方法>

本実施形態のターゲットは、本実施形態の金属材料をそのまま使用してもよい。一方、本実施形態のターゲットは、本実施形態の金属材料と、バッキングプレートとを接合する接合工程を有する製造方法により製造することができる。

接合工程における接合方法は、バッキングプレートと金属材料が接合され得る任意の方法であればよく、例えば、拡散接合、溶剤ボンディング及び摩擦攪拌接合の群から選ばれる1以上が挙げられる。

[0044] <成膜方法>

本実施形態の金属材料を備えたスパッタリングターゲットは、これ使用する膜の製造方法に使用することができる。当該膜はスパッタリング法により成膜される。

膜の製造方法（成膜方法）は任意であるが、例えば、以下の条件による膜の製造方法が挙げられる。これにより、膜、更には薄膜、また更にはスパッタ膜、また更にはb c c金属スパッタ膜が得られる。

[0045]	到達真空度	:	$1 \times 10^{-4} \text{ Pa}$
	プロセスガス	:	Ar
	ガス分圧	:	0.5 Pa
	成膜温度	:	室温
	基板	:	ガラス基板
	放電出力	:	10 W/cm^2
	成膜時間	:	60 sec

実施例

[0046] 以下、本開示について実施例を示して説明する。しかしながら、本開示は以下の実施例に限定されるものではない。

[0047] （配向面積率）

結晶面の配向面積率は、SEM-EBSD装置（装置名：JSM-IT800、日本電子社製）、測定プログラム（ソフト名：AZtec）及び解析プログラム（ソフト名：AZtec Crystal）を使用し、以下の条件によるSEM-EBSD測定により得られるSEM観察図から求めた。

- [0048] 観察倍率 : 10倍
 加速電圧件 : 加速電圧20kV
 照射電流 : 100 μ A
 ワークディスタンス : 10mm
 ステップ幅 : 5 μ m

SEM観察図を5 μ m $\times$ 5 μ mの格子状に分割して格子点とし、これを測定点とし、全測定点の配向面及びその面積を測定し、上述の式から、それぞれ、配向面積率_{111} [%]、配向面積率_{101} [%]、配向面積率_{001} [%] 及び配向面積率割合を求めた。

- [0049] 測定試料には、直径330mmの円板状の金属材料を使用した。測定に先立ち、該測定試料を厚み方向に切断し、得られた切断面を測定面とした。該測定面をSiC研磨紙及びバフ研磨により鏡面研磨した後に、5体積%の硫酸水溶液で電解エッチングとすることで、前処理を施した。（測定試料の直径中心から60～63mm（幅3mm）の距離） $\times$ （測定試料の厚みt）を測定領域とし、該測定領域についてSEM-EBSD測定を行った。

- [0050] （配向差_{111} 及び配向差割合）

配向差_{111} は、測定試料として、金属材料試料を厚さ方向に3等分となるように切断して得られた各分割試料のスパッタ面及び切断片のスパッタ面側の露出面について、上述と同様な方法で、配向面積率_{111} [%] を求め、その差を求めた。

同様な方法で、各分割試料の配向面積率_{001} [%] 及び配向面積率_{101} [%] を求め、配向差割合を求めた。

- [0051] （酸素含有量）

酸素含有量は、酸素・窒素分析装置（装置名：ON736、LECO製）

により測定した。測定試料は、4 mm×4 mm×5 mmの角柱状に切り出した金属材料を使用した。

(平均結晶粒径)

J I S G 0 5 5 1 : 2 0 2 0 及び付属書 J C に準拠し、インゴット組織内の結晶粒を横切る線分の1結晶粒あたりの平均線分長からターゲットの平均結晶粒径を算出した。上記観察範囲内のすべての結晶粒子に対し、平均結晶粒径 (μm) を算出した。

[0052] (粒径差)

配向差 $\{111\}$ と同様な方法で得られた3つの分割試料の平均結晶粒径を求め、その最大値と最小値の差をもって粒径差とした。

(相対密度)

J I S R 1 6 3 4 に準じた方法により、実測密度を測定した。上述の式により得られる金属材料試料の真密度に対する、実測密度の割合から、試料の相対密度 [%] を求めた。

(平均K A M値)

配向面積率の測定と同様なS E M－E B S D測定で得られた結果使用し、上述の方法でK A M値を求め、その平均値をもって平均K A M値とした。

[0053] 実施例 1

クロム粉末（純度4 N、酸素含有量6質量ppm）150kgを350mm×350mm×350mmの軟鉄製の缶に封入し、以下の条件でH I P処理した。

H I P 処理雰囲気 : アルゴンガス雰囲気

H I P 処理温度 : 1150℃

H I P 処理圧力 : 100MPa

H I P 処理時間 : 2時間

[0054] 得られたH I P処理体を研削及び切削して形状を調整し、直径180mm×厚み50mmの円板状のインゴットを得た。

得られたインゴットを800℃に加熱した後、加熱したインゴットに対し

、加圧速度が7 mm／秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を8回繰り返す、直径330 mm×厚さ15 mm（総圧下率が70％）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返すにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が450℃以下の場合は、インゴットを800℃まで加熱した後、加圧処理を施した。

加工インゴットを、大気中、1000℃で1時間処理し、直径330 mm×厚さ15 mmの円板状のクロム材料を得、これを本実施例のクロム材料とした（純度4 N、酸素含有量6質量ppm）。図1に本実施例のクロム材料の断面の光学顕微鏡観察図を示す。

[0055] 実施例2

クロム粉末（純度4 N、酸素含有量15質量ppm）を使用したこと以外は実施例1と同様な方法でHIP処理、並びに、研削及び切削し、インゴットを得た。

得られたインゴットを600℃に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が5 mm／秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を4回繰り返す、直径330 mm×厚さ15 mm（総圧下率が70％）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返すにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が500℃以下の場合は、インゴットを600℃まで加熱し、加圧処理を施した。

加工インゴットを、大気中、1100℃で1時間処理し、直径330 mm×厚さ15 mmの円板状のクロム材料を得、これを本実施例のクロム材料とした（純度4 N、酸素含有量15質量ppm）。

[0056] 実施例3

各加圧処理後のインゴットの温度が400℃以下の場合は、インゴットを600℃まで加熱し、加圧処理を施したこと、及び、加圧処理を8回繰り返したこと以外は実施例2と同様な方法で、直径330 mm×厚さ15 mm（総圧下率が70％）であるインゴット（加工インゴット）を得た。

加工インゴットを、大気中、1000℃で2時間処理し、直径330 mm

×厚さ 15 mm の円板状のクロム材料を得、これを本実施例のクロム材料とした（純度 4 N、酸素含有量 15 質量 ppm）。

[0057] 実施例 4

クロム粉末（純度 4 N、酸素含有量 120 質量 ppm）を使用したこと以外は実施例 1 と同様な方法で HIP 処理、並びに、研削及び切削し、インゴットを得た。

得られたインゴットを 850℃ に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が 5 mm/秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を 8 回繰り返し、直径 360 mm × 厚さ 12.5 mm（総圧下率が 75%）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返しにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が 600℃ 以下の場合、インゴットを 850℃ まで加熱し、加圧処理を施した。

加工インゴットを、大気中、1000℃ で 3 時間処理し、直径 360 mm × 厚さ 12.5 mm の円板状のクロム材料を得、これを本実施例のクロム材料とした（純度 4 N、酸素含有量 120 質量 ppm）。

[0058] 実施例 5

モリブデン粉末（純度 5 N、酸素含有量 20 質量 ppm）210 kg を 350 mm × 350 mm × 350 mm の軟鉄製の缶に封入し、以下の条件で HIP 処理した。

HIP 処理雰囲気 : アルゴンガス雰囲気

HIP 処理温度 : 1250℃

HIP 処理圧力 : 150 MPa

HIP 処理時間 : 5 時間

得られた HIP 処理体を研削及び切削して形状を調整し、直径 180 mm × 厚み 50 mm の円板状のインゴットを得た。

得られたインゴットを 1000℃ に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が 7 mm/秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を 8 回繰り返し、直径 330 mm × 厚さ 1

5 mm（総圧下率が70％）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返しにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が800℃以下の場合は、インゴットを800℃まで加熱した後、加圧処理を施した。

加工インゴットを、アルゴン雰囲気中、1200℃で1時間処理し、直径330 mm×厚さ15 mmの円板状のモリブデン材料を得、これを本実施例のモリブデン材料とした（純度5 N、酸素含有量10 ppm）。

[0059] 実施例6

モリブデン粉末（純度4 N、酸素含有量100質量ppm）210 kgを350 mm×350 mm×350 mmの軟鉄製の缶に封入し、以下の条件でHIP処理した。

HIP処理雰囲気 : アルゴンガス雰囲気

HIP処理温度 : 1250℃

HIP処理圧力 : 150 MPa

HIP処理時間 : 5時間

得られたHIP処理体を研削及び切削して形状を調整し、直径180 mm×厚み50 mmの円板状のインゴットを得た。

得られたインゴットを1000℃に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が7 mm/秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を8回繰り返し、直径330 mm×厚さ15 mm（総圧下率が70％）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返しにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が800℃以下の場合は、インゴットを800℃まで加熱した後、加圧処理を施した。

加工インゴットを、アルゴン雰囲気中、1200℃で1時間処理し、直径330 mm×厚さ15 mmの円板状のモリブデン材料を得、これを本実施例のモリブデン材料とした（純度4 N、酸素含有量60 ppm）。図2に本実施例のモリブデン材料の断面の光学顕微鏡像を示す。

[0060] 実施例7

モリブデン粉末（純度5 N、酸素含有量20質量ppm）210 kgを3

50 mm×350 mm×350 mmの軟鉄製の缶に封入し、以下の条件でHIP処理した。

HIP処理雰囲気 : アルゴンガス雰囲気

HIP処理温度 : 1250℃

HIP処理圧力 : 150 MPa

HIP処理時間 : 5時間

得られたHIP処理体を研削及び切削して形状を調整し、直径180 mm×厚み50 mmの円板状のインゴットを得た。

得られたインゴットを1200℃に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が7 mm/秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を8回繰り返し、直径330 mm×厚さ15 mm（総圧下率が70%）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返しにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が1000℃以下の場合、インゴットを1000℃まで加熱した後、加圧処理を施した。

加工インゴットを、アルゴン雰囲気中、1300℃で1時間処理し、直径330 mm×厚さ15 mmの円板状のモリブデン材料を得、これを本実施例のモリブデン材料とした（純度5 N、酸素含有量20 ppm）。

[0061] 実施例8

モリブデン粉末（純度4 N、酸素含有量100質量ppm）210 kgを350 mm×350 mm×350 mmの軟鉄製の缶に封入し、以下の条件でHIP処理した。

HIP処理雰囲気 : アルゴンガス雰囲気

HIP処理温度 : 1250℃

HIP処理圧力 : 150 MPa

HIP処理時間 : 5時間

得られたHIP処理体を研削及び切削して形状を調整し、直径180 mm×厚み50 mmの円板状のインゴットを得た。

得られたインゴットを900℃に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が7 mm/秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を8回繰り返し、直径330 mm×厚さ15 mm（総圧下率が70%）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返しにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が700℃以下の場合は、インゴットを700℃まで加熱した後、加圧処理を施した。

加工インゴットを、アルゴン雰囲気中、1200℃で1時間処理し、直径330 mm×厚さ15 mmの円板状のモリブデン材料を得、これを本実施例のモリブデン材料とした（純度4 N、酸素含有量40 ppm）。

[0062] 実施例9

モリブデン粉末（純度5 N、酸素含有量20質量ppm）210 kgを350 mm×350 mm×350 mmの軟鉄製の缶に封入し、以下の条件でHIP処理した。

HIP処理雰囲気 : アルゴンガス雰囲気

HIP処理温度 : 1250℃

HIP処理圧力 : 150 MPa

HIP処理時間 : 5時間

得られたHIP処理体を研削及び切削して形状を調整し、直径180 mm×厚み50 mmの円板状のインゴットを得た。

得られたインゴットを900℃に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が7 mm/秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を8回繰り返し、直径400 mm×厚さ10 mm（総圧下率が80%）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返しにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が700℃以下の場合は、インゴットを700℃まで加熱した後、加圧処理を施した。

加工インゴットを、アルゴン雰囲気中、1300℃で1時間処理し、直径400 mm×厚さ10 mmの円板状のモリブデン材料を得、これを本実施例のモリブデン材料とした（純度5 N、酸素含有量20 ppm）。

[0063] 実施例 10

クロム粉末（純度 4 N、酸素含有量 120 質量 ppm）を使用したこと以外は実施例 1 と同様な方法で H I P 処理、並びに、研削及び切削し、インゴットを得た。

得られたインゴットを 850℃ に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が 5 mm/秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を 8 回繰り返し、直径 400 mm × 厚さ 100 mm（総圧下率が 80%）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返しにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が 600℃ 以下の場合は、インゴットを 850℃ まで加熱し、加圧処理を施した。

加工インゴットを、大気中、1200℃ で 5 時間処理し、直径 400 mm × 厚さ 100 mm の円板状のクロム材料を得、これを本実施例のクロム材料とした（純度 4 N、酸素含有量 120 質量 ppm）。

[0064] 実施例 11

クロム粉末（純度 4 N、酸素含有量 120 質量 ppm）を使用したこと以外は実施例 1 と同様な方法で H I P 処理、並びに、研削及び切削し、インゴットを得た。

得られたインゴットを 850℃ に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が 5 mm/秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を 8 回繰り返し、直径 400 mm × 厚さ 100 mm（総圧下率が 80%）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返しにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が 800℃ 以下の場合は、インゴットを 850℃ まで加熱し、加圧処理を施した。

加工インゴットを、大気中、1000℃ で 5 時間処理し、直径 400 mm × 厚さ 100 mm の円板状のクロム材料を得、これを本実施例のクロム材料とした（純度 4 N、酸素含有量 120 質量 ppm）。

[0065] 比較例 1

クロム粉末（純度 4 N、酸素含有量 30 質量 ppm）を使用したこと以外

は実施例 1 と同様な方法で H I P 処理、並びに、研削及び切削し、インゴットを得た。

得られたインゴットを 800℃ に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が 15 mm/秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を 48 回繰り返し、直径 330 mm×厚さ 15 mm（総圧下率が 70%）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返しにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が 450℃ 以下の場合、インゴットを 800℃ まで加熱し、加圧処理を施した。

加工インゴットを、大気中、800℃ で 1 時間処理し、直径 330 mm×厚さ 15 mm の円板状のクロム材料を得、これを本比較例のクロム材料とした（純度 4 N、酸素含有量 30 質量 ppm）。

[0066] 比較例 2

実施例 1 と同様な方法で得られた H I P 処理体を、直径 180 mm×厚み 50 mm の円板状に切削及び研削し、インゴットとした。当該インゴットを本比較例のクロム材料とした（純度 4 N、酸素含有量 6 質量 ppm）。

[0067] 比較例 3

クロム粉末（純度 4 N、酸素含有量 15 質量 ppm）を使用したこと以外は比較例 1 と同様な方法で H I P 処理、並びに、研削及び切削し、インゴットを得た。

得られたインゴットを 800℃ に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が 5 mm/秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。

当該加圧処理を 32 回繰り返し、直径 232 mm×厚さ 30 mm（総圧下率が 40%）であるインゴット（加工インゴット）を得た。加圧処理の繰り返しにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が 450℃ 以下の場合、インゴットを 800℃ まで加熱し、加圧処理を施した。

加工インゴットを、大気中、1000℃ で 1 時間処理し、直径 232 mm×厚さ 30 mm の円板状のクロム材料を得、これを本比較例のクロム材料と

した（純度4 N、酸素含有量15質量ppm）。

[0068] 比較例4

クロム粉末（純度4 N、酸素含有量15質量ppm）を使用したこと以外は比較例1と同様な方法でHIP処理、並びに、研削及び切削し、インゴットを得た。

得られたインゴットを850℃に加熱した後、加熱したインゴットに対し、加圧速度が5mm/秒となるように該インゴットの厚さ方向に加圧する加圧処理を行った。当該加圧処理を24回繰り返し、総圧下率が70%であるインゴット（加工インゴット）を得た。

加圧処理の繰り返しにあたり、各加圧処理後のインゴットの温度が450℃以下の場合、インゴットを850℃まで加熱し、加圧処理を施した。

加工インゴットを、大気中、1100℃で1時間処理し、直径330mm×厚さ15mmの円板状のクロム材料を得、これを本比較例のクロム材料とした（純度4 N、酸素含有量15質量ppm）。

実施例及び比較例で得られたクロム材料、及びモリブデン材料の評価結果を下表に示す。

[0069] [表1]

	相対密度 [%]	平均粒径 [μm]	平均粒径 最大差 [μm]	平均KAM 値 [°]	配向面積率 [%]			配向面積の最大差 [%]			配向面積率 の割合
					{001}	{101}	{111}	{001}	{101}	{111}	
実施例1	100	65.6	7.9	0.20	9.5	8.2	30.0	1.6	1.8	7.4	0.63
実施例2	99.9	66.9	7.9	0.20	9.2	9.4	25.9	2.3	1.0	6.6	0.58
実施例3	100	64.4	3.6	0.20	11.6	8.6	21.9	4.7	0.3	3.4	0.52
実施例4	100	45.1	4.4	0.20	7.8	6.5	42.4	2.7	3.4	8.0	0.75
実施例5	100	85.6	2.5	0.19	1.7	0.1	84.0	1.2	0.2	2.3	0.98
実施例6	100	65.3	5.3	0.19	2.1	0.2	86.4	2.2	0.3	9.8	0.97
実施例7	100	105.4	18.5	0.20	10.0	0.0	39.6	2.0	0.1	37.9	0.80
実施例8	100	66.0	8.4	0.18	1.9	1.1	87.9	2.1	1.6	9.8	0.97
実施例9	100	85.4	12.0	0.18	0.6	0.0	94.5	1.4	0.1	4.5	0.99
実施例10	100	352.7	105.4	0.21	0.0	0.0	96.2	0.0	0.0	3.3	1.00
実施例11	100	116	3.8	0.31	2.0	0.3	76.6	1.6	0.5	16.6	0.97
比較例1	99.8	65.7	27.6	0.20	16.1	15.4	11.4	5.3	5.3	3.3	0.27
比較例2	99.7	227.1	35.0	0.23	7.3	28.4	14.2	4.6	7.1	5.9	0.28
比較例3	100	73.6	8.3	0.18	11.5	15.8	10.7	2.6	3.2	1.4	0.28
比較例4	99.9	71.3	4.6	0.19	21.2	7.4	22.3	6.9	2.0	7.9	0.44

[0070] <成膜特性の評価>

実施例及び比較例で得られたクロム材料を、それぞれ、機械加工した後、無酸素銅製バックングプレートと接合し、スパッタリングターゲットとした。各ターゲットを使用し、以下の条件でスパッタリングを行い、成膜レートを測定した。結果を下表に示す。

ガス種	: A r
ガス分圧	: 0. 5 P a
電力密度	: 7. 4 W / c m ²
成膜時間	: 6 0 秒
基板	: ガラス基板（円板状）
基板温度	: 室温
基板回転	: 無し

[0071] 成膜レートは以下の式により算出した。

$$\text{成膜レート} [\text{\AA} / \text{秒}] = \text{平均膜厚} [\text{\AA}] / \text{成膜時間} [\text{秒}]$$

上式において、平均膜厚は測定点の膜厚の平均値、及び、成膜時間は60秒である。膜厚の測定に際し、測定点は、成膜後のガラス基板（スパッタ膜を有するガラス基板）の（1）中心、（2）該基板の直径の1／4に相当する直径を有する同心円の円周上における等間隔の5点、（3）該基板の直径の2／4に相当する直径を有する同心円の円周上における等間隔の10点、及び、（4）該基板の直径の3／4に相当する直径を有する同心円の円周上における等間隔の15の計31点とした。各測定点の膜厚は、針式プロファイラー（装置名：D e k t a k X T、B r u k e r 製）を使用して測定した。得られた各測定点の膜厚の平均値をもって平均膜厚を求めた。

[0072]

[表2]

	成膜レート [Å/Sec]
実施例1	0.70
実施例2	0.68
実施例3	0.68
実施例4	0.72
比較例1	0.63
比較例2	0.54

[0073] なお、本出願は、2022年05月19日出願の日本国特許出願（特願2022-082420）及び2022年09月02日出願の日本国特許出願（特願2022-140342）に基づいており、その全体が引用により援用される。また、ここに引用されるすべての参照は全体として取り込まれる。

請求の範囲

- [請求項1] $\{001\}$ 面、 $\{101\}$ 面及び $\{111\}$ 面の配向面積率の合計に対する $\{111\}$ 面の配向面積率の割合が0.45以上であり、体心立方構造を有する金属を含む金属材料。
- [請求項2] $\{001\}$ 面、 $\{101\}$ 面及び $\{111\}$ 面の配向面積率の合計に対する $\{111\}$ 面の配向面積率の割合が0.60以上であり、体心立方構造を有する金属を含む請求項1に記載の金属材料。
- [請求項3] 前記金属の $\{111\}$ 面の配向面積率が20%以上である請求項1又は2に記載の金属材料。
- [請求項4] 前記金属の $\{111\}$ 面の配向面積率が80%以上である請求項1乃至3のいずれかひとつに記載の金属材料。
- [請求項5] 前記金属の $\{001\}$ 面の配向面積率が20%以下である請求項1乃至4のいずれかひとつに記載の金属材料。
- [請求項6] 前記金属の $\{001\}$ 面の配向面積率が5%以下である請求項1乃至5のいずれかひとつに記載の金属材料。
- [請求項7] 前記金属の平均粒子径が $200\mu\text{m}$ 以下である請求項1乃至6のいずれかひとつに記載の金属材料。
- [請求項8] 前記体心立方構造を有する金属が、クロム (Cr)、鉄 (Fe)、ルビジウム (Ru)、ニオブ (Nb)、モリブデン (Mo)、タンタル (Ta)、バナジウム (V)、及びタングステン (W) の群から選ばれる1以上である請求項1乃至7のいずれかひとつに記載の金属材料。
- [請求項9] 体心立方構造を有する金属からなるインゴットを加圧温度 500°C 以上及び加圧速度 15mm/s 未満で加圧処理し、加工インゴットを得る加圧工程、及び、該加工インゴットを 850°C 以上で処理する熱処理工程、を有する、請求項1乃至8のいずれかひとつに記載の金属材料の製造方法。
- [請求項10] 前記加圧工程における加圧処理が2回以上である、請求項9に記載

の製造方法。

[請求項11] 請求項 1 乃至 8 のいずれかひとつに記載の金属材料を備えたスパッタリングターゲット。

[請求項12] 請求項 1 乃至 8 のいずれかひとつに記載の金属材料を備えたスパッタリングターゲットを使用することを特徴とする膜の製造方法。