

明 細 書

発明の名称：

タンタルスパッタリングターゲット及びその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、タンタルスパッタリングターゲット及びその製造方法に関する。特に、LSIにおける銅配線の拡散バリア層としてのTa膜又はTa₂N₅膜の形成に用いられるタンタル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] 従来、半導体素子の配線材料としてアルミニウムが使用されていたが、素子の微細化、高集積化に伴い、配線遅延の問題が表面化し、アルミに替わって電気抵抗の小さい銅が使用されるようになった。銅は、配線材料として非常に有効であるが、銅自体が活発な金属であるため、層間絶縁膜に拡散して汚染するという問題があり、銅配線と層間絶縁膜との間に、Ta膜やTa₂N₅膜などの拡散バリア層を形成する必要がある。

[0003] 一般に、Ta膜やTa₂N₅膜は、タンタルターゲットをスパッタリングすることにより成膜する。これまでタンタルターゲットについて、スパッタリング時のパフォーマンスに及ぼす影響に関して、ターゲットに含有される各種不純物、ガス成分、結晶の面方位や結晶粒径等が、成膜速度、膜厚の均一性、パーティクル発生等に影響を与えることが知られている。

[0004] 例えば、特許文献1には、ターゲット厚さの30%の位置からターゲットの中心面に向かって(222)配向が優先的である結晶組織にすることにより、膜の均一性を向上させることが記載されている。

また、特許文献2は、タンタルターゲットの結晶配向をランダムにする(特定の結晶方位にそろえない)ことにより、成膜速度が大きく、膜の均一性を向上させることが記載されている。

また、特許文献3には、原子密度の高い(110)、(200)、(211

)の面方位をスパッタ面に選択的に多くすることにより成膜速度が向上し、かつ面方位のばらつきを抑えることでユニフォームティの向上が記載されている。

[0005] さらに、特許文献4には、X線回折により求められる(110)面の強度比の、スパッタ表面部分の場所によるばらつきを20%以内にするることにより、膜厚均一性を向上させることが記載されている。

また、特許文献5には、スエージング、押し出し、回転鍛造、無潤滑の据え込み鍛造をクロック圧延と組み合わせて用い、非常に強い(111)、(100)などの結晶学集合組織を持つ円形の金属ターゲットを作製できると述べられている。

[0006] この他、下記特許文献6には、タンタルインゴットを、鍛造、焼鈍、圧延加工を施し、最終組成加工後、さらに1173K以下の温度で焼鈍を行い、未再結晶組織を20%以下、90%以下とするタンタルスパッタリングターゲットの製造方法が記載されている。

[0007] また、特許文献7には、鍛造、冷間圧延等の加工と熱処理により、ターゲットのスパッタ面のピークの相対強度を(110) > (211) > (200)とし、スパッタ特性を安定化させる技術が開示されている。

[0008] さらに、特許文献8には、タンタルインゴットを鍛造し、この鍛造工程で2回以上の熱処理を行い、さらに冷間圧延を施し、再結晶化熱処理を行うことが記載されている。

しかしながら、上記特許文献のいずれにも、ターゲットのスパッタ面における結晶粒径又は結晶粒径と結晶配向を制御することによって、タンタルターゲットの放電電圧を低くし、プラズマを発生し易くすると共に、成膜中の電圧のふらつきを抑制するという発想はない。

先行技術文献

特許文献

[0009] 特許文献1：特開2004-107758号公報

特許文献2：国際公開2005/045090号

特許文献3：特開平 1 1－8 0 9 4 2 号公報

特許文献4：特開 2 0 0 2－3 6 3 7 3 6 号公報

特許文献5：特表 2 0 0 8－5 3 2 7 6 5 号公報

特許文献6：特許第 4 7 5 4 6 1 7 号

特許文献7：国際公開 2 0 1 1／0 6 1 8 9 7 号

特許文献8：特許第 4 7 1 4 1 2 3 号

発明の開示

発明が解決しようとする課題

- [0010] 本発明は、タンタルスパッタリングターゲットにおいて、ターゲットのスパッタ面における結晶粒径又は結晶粒径と結晶配向を制御することによって、タンタルスパッタリングターゲットの放電電圧を低くし、プラズマを発生し易くすると共に、成膜中の電圧のふらつきを抑制することを課題とする。
- 特に、活発なCuの拡散による配線周囲の汚染を効果的に防止することができるTa膜又はTa_N膜などからなる拡散バリア層の形成に有用なタンタル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

- [0011] 上記の課題を解決するために、本発明は、以下の発明を提供するものである。
- 1) タンタルスパッタリングターゲットのスパッタ面において、平均結晶粒径が50 μ m以上150 μ m以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが30 μ m以下であることを特徴とするタンタルスパッタリングターゲット。
 - 2) タンタルスパッタリングターゲットのスパッタ面において、(200)面の配向率が70%を超え、かつ(222)面の配向率が30%以下であり、さらに平均結晶粒径が50 μ m以上150 μ m以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが30 μ m以下であることを特徴とするタンタルスパッタリングターゲット
 - 3) タンタルスパッタリングターゲットのスパッタ面において、(200)面の配向率が80%以上、かつ(222)面の配向率が20%以下であり、

さらに平均結晶粒径が $50\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが $30\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするタンタルスパッタリングターゲット

4) 上記1)～3)のいずれかに記載のスパッタリングターゲットを用いて形成した拡散バリア層用薄膜

5) 上記4)記載の拡散バリア層用薄膜が用いられた半導体デバイス

[0012] また、本発明は、

6) 溶解鑄造したタンタルインゴットを鍛造及び再結晶焼鈍した後、圧延及び熱処理し、ターゲットのスパッタ面において、平均結晶粒径が $50\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが $30\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするタンタルスパッタリングターゲットの製造方法

7) 溶解鑄造したタンタルインゴットを鍛造及び再結晶焼鈍した後、圧延及び熱処理し、ターゲットのスパッタ面において、(200)面の配向率が70%を超え、かつ、(222)面の配向率が30%以下であり、平均結晶粒径が $50\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが $30\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするタンタルスパッタリングターゲットの製造方法

8) 溶解鑄造したタンタルインゴットを鍛造及び再結晶焼鈍した後、圧延及び熱処理し、ターゲットのスパッタ面において、(200)面の配向率が80%以上、かつ、(222)面の配向率が20%以下であり、平均結晶粒径が $50\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが $30\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする上記5)記載のタンタルスパッタリングターゲットの製造方法。

9) 圧延ロール径 500mm 以下の圧延ロールを用いて、圧延速度 $10\text{m}/\text{分}$ 以上、圧延率80%超で冷間圧延することを特徴とする上記6)～8)のいずれかに記載のタンタルスパッタリングターゲットの製造方法。

10) 温度 900°C ～ 1400°C で熱処理することを特徴とする上記6)～

9) のいずれかに記載のタンタルスパッタリングターゲットの製造方法。

11) 圧延及び熱処理後、切削、研磨により表面仕上げを行うことを特徴とする上記6)～10)のいずれかに記載のタンタルスパッタリングターゲットの製造方法、を提供する。

発明の効果

[0013] 本発明のタンタルスパッタリングターゲットは、ターゲットのスパッタ面における結晶粒径又は結晶粒径と結晶配向の双方を制御することによって、タンタルスパッタリングターゲットの放電電圧を低くし、プラズマを発生し易くすると共に、成膜中の電圧のふらつきを抑制することができるという優れた効果を有する。特に、活発なCuの拡散による配線周囲の汚染を効果的に防止することができるTa膜又はTa₂N₅膜などからなる拡散バリア層の形成に優れた効果を有する。

発明を実施するための形態

[0014] 本発明のタンタルスパッタリングターゲットは、そのスパッタ面における平均結晶粒径が50 μm以上150 μm以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが30 μm以下であることが特徴の一つである。平均結晶粒径はタンタルスパッタリングターゲット放電電圧に影響を与える。すなわち、平均結晶粒径を上記の範囲で調整することにより放電電圧を低くしプラズマを安定させるとともに成膜中の電圧のふらつきを抑制することができるので、上記のようなスパッタリング時の放電異常の発生を抑制することが可能となる。特に、放電電圧を620 V以下且つ、放電電圧バラつきを20 V以下とすることが可能となり、放電異常発生率を低減することが可能となる。平均結晶粒径が50 μm以上150 μm以下の範囲外では、いずれもプラズマを安定させるとともに成膜中の電圧のふらつきを抑制する効果が減少する傾向にある。

[0015] 上記平均結晶粒径の調整と、(200)面の配向率を高くし(222)面の配向率を低くすることにより、さらにスパッタリング時の放電異常の発生を抑制するという特性を向上させることができる。

タンタルの結晶構造は体心立方格子構造（略称、BCC）であるため、（2

22) 面の方が(200)面よりも隣接する原子間距離が短く、(222)面の方が(200)面よりも原子が密に詰まっている状態にある。このため、スパッタリングの際、(222)面の方が(200)面よりもタソタル原子をより多く放出して、スパッタレート(成膜速度)が早くなると考えられる。

[0016] 本発明において、タソタルスパッタリングタソターゲツトは、タソタルスパッタリングタソターゲツトのスパッタ面において、平均結晶粒径が $50\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが $30\mu\text{m}$ 以下とし、さらにそのスパッタ面における(200)面の配向率は70%を超え、かつ(222)面の配向率は30%以下とするものである。好ましくは、(200)面の配向率は80%以上、かつ、(222)面の配向率は20%以下とする。

[0017] このようにスパッタ面における(200)面の配向率を高く、(222)面の配向率を低くすることにより、通常の条件ではスパッタレート(成膜速度)が遅くなることを考えられる。しかし、成膜速度を過度に上げることが無い場合には、タソタルスパッタリングタソターゲツト放電電圧を低くすることができるので、プラズマが発生し易くなり、プラズマを安定させることができるというメリットがある。

[0018] 通常、スパッタリングによりタソタル膜を成膜するときに、設定した投入電力にて放電を維持できるように電圧および電流が調整される。しかし、何らかの影響により電流が低下し、電力を一定値に維持しようとして電圧が上昇することがあり、一般に、このような状態を放電異常と呼ぶ。

本発明は、タソタルスパッタリングタソターゲツトにおいて、タソターゲツトのスパッタ面における結晶粒径又は結晶配向を制御し、必要に応じて(200)面の配向率を高くし(222)面の配向率を低くすることにより、タソタルスパッタリングタソターゲツトの放電電圧を低くし、プラズマを安定させることができるので、上記のようなスパッタリング時の放電異常の発生を抑制することを可能となる。特に、放電電圧を 620V 以下且つ、放電電圧バツつきを 20V 以下とすることで、放電異常発生率を低減することが可能

となる。

[0019] 本発明において配向率とは、X線回折法によって得られる(110)、(200)、(211)、(310)、(222)、(321)それぞれの回折ピークの測定強度を標準化し、それぞれの面方位の強度の総和を100とした時の、特定の面方位の強度比を意味する。なお、標準化にはJCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standard)を用いた。

例えば、(200)面の配向率(%)は、
$$\left[\frac{[(200)の測定強度 / (200)のJCPDS強度]}{\sum (各面の測定強度 / 各面のJCPDS強度)} \right] \times 100$$
となる。

[0020] 本発明のタンタルスパッタリングターゲットは、銅配線におけるTa膜又はTa₂N膜などの拡散バリア層を形成するために用いることができる。スパッタ時の雰囲気窒素を導入してTa₂N膜を成膜する場合においても、本発明のスパッタリングターゲットは、

ターゲットのスパッタ面における結晶粒径又は結晶粒径と結晶配向を制御し、さらに(200)面の配向率を高くし(222)面の配向率を低くすることによって、タンタルスパッタリングターゲットの放電電圧を低くし、プラズマを発生し易くすると共に、プラズマの安定性を向上させることができるという優れた効果を有するので、当該Ta膜又はTa₂N膜などの拡散バリア層を備えた銅配線形成、さらに、その銅配線を備えた半導体デバイス製造において、製品歩留まりを向上することができる。

[0021] 本発明のタンタルスパッタリングターゲットは、次のような工程によって製造する。その例を示すと、まず、タンタル原料として、通常4N(99.99%)以上の高純度タンタルを使用する。これを電子ビーム溶解等により溶解し、これを鋳造してインゴット又はビレットを作製する。次に、このインゴット又はビレットを、鍛造、再結晶焼鈍、を行う。具体的には、例えば、インゴット又はビレット—締め鍛造—1100～1400℃の温度での焼鈍—冷間鍛造(一次鍛造)—再結晶温度～1400℃の温度での焼鈍—冷間鍛

造（二次鍛造）－再結晶温度～1400℃の温度での焼鈍を行う。

[0022] 次に、冷間圧延を行う。この冷間圧延の条件を調整することで、本発明のタンタルスパッタリングターゲットの配向率を制御することができる。具体的には、圧延ロールはロール径が小さいものがよく、500mm以下のものが好ましい。また、圧延速度はできるだけ速い方がよく、10m/min以上が好ましい。さらに、圧延を1回のみ実施する場合は、圧延率は高く80%超であることが好ましく、圧延を2回以上繰り返す場合は、圧延率は60%以上とし、ターゲットの最終厚みを圧延1回の場合と同じにする必要がある。圧延率は総計で80%超とするのが望ましい。

[0023] 次に、熱処理を行う。冷間圧延の条件と併せて、冷間圧延後に行う熱処理条件を調整することで、本発明のタンタルスパッタリングターゲットの配向率を制御することができる。具体的には熱処理温度は高い方が良く、好ましくは900～1400℃とする。圧延で導入される歪みの量にもよるが、再結晶組織を得るためには900℃以上の温度で熱処理する必要がある。一方、1400℃超で熱処理することは、経済的に好ましくない。この後、ターゲットの表面を機械加工、研磨加工等の仕上げ加工によって、最終的な製品に仕上げる。

[0024] 上記の製造工程によってタンタルスパッタリングターゲットを製造するが、本発明において、特に重要なことは、ターゲットのスパッタ面における結晶粒径又は結晶粒径と結晶配向を制御し、必要に応じて、さらにターゲットのスパッタ面の結晶配向において、(200)面の配向率を高くし、かつ、(222)面の配向率を低くすることである。

結晶粒径及び結晶配向の制御に大きくかかわるのは、主として圧延工程である。圧延工程においては、圧延ロールの径、圧延速度、圧延率等のパラメータを制御することにより、圧延時に導入される歪みの量や分布を変えることが可能となり、(200)面の配向率及び(222)面の配向率の制御が可能となる。

結晶粒径又は配向率の調整を効果的に行うには、ある程度の繰り返しの条件

設定が必要であるが、一旦結晶粒径及び（２００）面の配向率及び（２２２）面の配向率の調整ができると、その製造条件を設定することにより、恒常的特性の（一定レベルの特性を持つ）ターゲットの製造が可能となる。

[0025] 通常、ターゲットを製造する場合には、圧延ロール径５００mm以下の圧延ロールを使用し、圧延速度を１０m/min以上、１パスの圧延率を８～１２％、パス回数は１５～２５回とすることが有効である。しかし、本発明の結晶配向が達成できる製造工程であれば、必ずしも、この製造工程のみに限定する必要はない。一連の加工において、鍛造・圧延で鑄造組織を破壊するとともに、再結晶化を十分に行うという条件設定が有効である。冷間圧延のロールの材質（セラミックスロール、金属製ロール）に特に制限はないが、剛性の高いロールを使用するのが、より有効である。

さらに、溶解鑄造したタンタルインゴット又はビレットに鍛造し、圧延等の加工を加えた後は、再結晶焼鈍し、組織を微細かつ均一化するのが望ましい。

実施例

[0026] 次に、実施例に基づいて本発明を説明する。以下に示す実施例は、理解を容易にするためのものであり、これらの実施例によって本発明を制限するものではない。すなわち、本発明の技術思想に基づく変形及び他の実施例は、当然本発明に含まれる。

純度９９．９９５％のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して直径１９５mmφのインゴットとした。次に、このインゴットを室温で締め鍛造して直径１５０mmφとし、これを１１００～１４００℃の温度で再結晶焼鈍した。再度、これを室温で鍛造して厚さ１００mm、直径１５０mmφとし（一次鍛造）、これを再結晶温度～１４００℃の温度で再結晶焼鈍した。さらに、これを室温で鍛造して厚さ７０～１００mm、直径１５０～１８５mmφとし（二次鍛造）、これを再結晶温度～１４００℃の温度で再結晶焼鈍して、ターゲット素材を得た。

[0027] （実施例１）

実施例1では、得られたターゲット素材を、圧延ロール径400mmの圧延ロールを用いて、圧延速度10m/min、10%の圧延率で20パス、トータルの圧延率88%で冷間圧延して厚さ14mm、直径520mm ϕ とした。これを1400℃の温度で熱処理した。その後、表面を切削、研磨してターゲットとした。

以上の工程により、(200)面の配向率が82.6%、(222)面の配向率が13.4%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は127.1 μ m、結晶粒径のバラツキが28.0 μ mのタンタルスパッタリングターゲットを得ることができた。

[0028] なお、結晶粒径は、電子顕微鏡にて、1500 μ m $\times$ 1200 μ mの視野で撮影した結晶組織写真に対して、analySIS FIVE (Soft Imaging System)を用いて測定した。また、結晶粒径のバラツキは、ターゲット面内5箇所〔中心+4箇所（直角方向に外周2箇所及び中心と外周2箇所の半分の点）〕における結晶粒径を測定し、その平均値と標準偏差を算出して、（バラツキ(%)）＝標準偏差／平均値 $\times$ 100)を求めた。以下の実施例、比較例も同様にして測定した。

このスパッタリングターゲットを使用して、スパッタリングを実施したところ、放電電圧は615.3V、放電電圧バラツキは14.5Vであり、放電異常発生率は5.3%と良好であった。この結果を、表1に示す。

[0029] 通常、放電異常発生率を計算する場合は、電圧が電源の上限値である1000Vまで達した回数を全放電回数で割り返すことで行うが、本実施例においても、同条件で行った。タンタル膜の成膜は、下記の条件で行った（以下の実施例、比較例も同様とした）。

<成膜条件>

電源：直流方式

電力：15kW

到達真空度：5 $\times$ 10⁻⁸Torr

雰囲気ガス組成：Ar

スパッタガス圧： 5×10^{-3} Torr

スパッタ時間：15秒

[0030]（実施例2）

実施例2では、得られたターゲット素材を、圧延ロール径400mmの圧延ロールを用いて、圧延速度15m/min、9%の圧延率で25パス、トータルの圧延率90%で冷間圧延して厚さ14mm、直径520mmφとし、これを800℃の温度で熱処理した。その後、表面を切削、研磨してターゲットとした。

以上の工程により、(200)面の配向率が77.6%、(222)面の配向率が7.0%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は66.3μm、結晶粒径のバラツキが19.0μmのタンタルスパッタリングターゲットを得ることができた。

このスパッタリングターゲットを使用して、スパッタリングを実施したところ、放電電圧は611.4V、放電電圧バラツキは12.6Vであり、放電異常発生率は3.1%と良好であった。この結果を、表1に示す。

[0031]（実施例3）

実施例3では、得られたターゲット素材を、圧延ロール径400mmの圧延ロールを用いて、圧延速度20m/min、8%の圧延率で23パス、トータルの圧延率85%で冷間圧延して厚さ14mm、直径520mmφとし、これを1000℃の温度で熱処理した。その後、表面を切削、研磨してターゲットとした。以上の工程により、(200)面の配向率が74.1%、(222)面の配向率が11.9%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は80.4μm、結晶粒径のバラツキが25.6μmのタンタルスパッタリングターゲットを得ることができた。

このスパッタリングターゲットを使用して、スパッタリングを実施したところ、放電電圧は612.3V、放電電圧バラツキは9.8Vであり、放電異常発生率は6.4%と良好であった。この結果を、表1に示す。

[0032]（実施例4）

実施例 4 では、得られたターゲット素材を、圧延ロール径 50 mm の圧延ロールを用いて、圧延速度 15 m/min、12% の圧延率で 18パス、タータルの圧延率 90% で冷間圧延して厚さ 14 mm、直径 520 mm として、これを 900℃ の温度で熱処理した。その後、表面を切削、研磨してターゲットとした。以上の工程により、(200) 面の配向率が 71.7%、(222) 面の配向率が 14.9% の結晶組織を有し、平均結晶粒径は 51.9 μ m、結晶粒径のパラッキが 16.4 μ m のタンタルスパッタリングターゲットを得ることができた。

このスパッタリングターゲットを使用して、スパッタリングを実施したところ、放電電圧は 611.8 V、放電電圧パラッキは 17.7 V であり、放電異常発生率は 4.5% と良好であった。この結果を、表 1 に示す。

[0033] (実施例 5)

実施例 5 では、得られたターゲット素材を、圧延ロール径 50 mm の圧延ロールを用いて、圧延速度 20 m/min、12% の圧延率で 15パス、タータルの圧延率 85% で冷間圧延して厚さ 14 mm、直径 520 mm として、これを 1200℃ の温度で熱処理した。その後、表面を切削、研磨してターゲットとした。以上の工程により、(200) 面の配向率が 70.3%、(222) 面の配向率が 16.1% の結晶組織を有し、平均結晶粒径は 9.1 μ m、結晶粒径のパラッキが 24.8 μ m のタンタルスパッタリングターゲットを得ることができた。

このスパッタリングターゲットを使用して、スパッタリングを実施したところ、放電電圧は 612.6 V、放電電圧パラッキは 7.6 V であり、放電異常発生率は 9.6% と良好であった。この結果を、表 1 に示す。

[0034] (比較例 1)

比較例 1 では、得られたターゲット素材を、圧延ロール径 650 mm の圧延ロールを用いて、圧延速度 15 m/min、15% の圧延率で 10パス、タータルの圧延率 80% で冷間圧延して厚さ 14 mm、直径 520 mm として、これを 800℃ の温度で熱処理した。その後、表面を切削、研磨してタ

ーゲットとした。以上の工程により、(200)面の配向率が43.6%、(222)面の配向率が39.1%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は74 μ m、結晶粒径のバラツキが48.2 μ mのタンタルスパッタリソグターゲットを得ることができた。

ろ、放電電圧は622.5V、放電電圧バラツキは17.0Vであり、放電異常発生率は16.6%と悪かった。この結果を、表1に示す。

[0035] (比較例2)

比較例2では、得られたターゲット素材を、圧延ロール径500mmの圧延ロールを用いて、圧延速度10m/min、13%の圧延率で11パス、トータルの圧延率78%で冷間圧延して厚さ14mm、直径520mmとし、これを800℃の温度で熱処理した。その後、表面を切削、研磨してターゲットとした。以上の工程により、(200)面の配向率が64.8%、(222)面の配向率が15.1%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は64 μ m、結晶粒径のバラツキが49.6 μ mのタンタルスパッタリソグターゲットを得ることができた。

このスパッタリソグターゲットを使用して、スパッタリングを実施したところ、放電電圧は627.0V、放電電圧バラツキは18.0Vであり、放電異常発生率は20.5%と悪かった。この結果を、表1に示す。

[0036] (比較例3)

比較例3では、得られたターゲット素材を、圧延ロール径500mmの圧延ロールを用いて、圧延速度20m/min、7%の圧延率で23パス、トータルの圧延率90%で冷間圧延して厚さ14mm、直径520mmとし、これを800℃の温度で熱処理した。その後、表面を切削、研磨してターゲットとした。以上の工程により、(200)面の配向率が71.2%、(222)面の配向率が18.3%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は39.8 μ m、結晶粒径のバラツキが10.9 μ mのタンタルスパッタリソグターゲットを得ることができた。

このスパッタリングターゲットを使用して、スパッタリングを実施したところ、放電電圧は610.4 V、放電電圧バラツキは24.2 Vであり、放電異常発生率は26.2%と悪かった。この結果を、表1に示す。

[0037] (比較例4)

比較例4では、得られたターゲット素材を、圧延ロール径500 mmの圧延ロールを用いて、圧延速度20 m/min、20%の圧延率で9パス、トータルの圧延率86%で冷間圧延して厚さ14 mm、直径520 mmφとし、これを1000℃の温度で熱処理した。その後、表面を切削、研磨してターゲットとした。以上の工程により、(200)面の配向率が71.6%、(222)面の配向率が12.1%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は142.0 μm、結晶粒径のバラツキが46.8 μmのタンタルスパッタリングターゲットを得ることができた。

このスパッタリングターゲットを使用して、スパッタリングを実施したところ、放電電圧は603.4 V、放電電圧バラツキは28.4 Vであり、放電異常発生率は18.3%と悪かった。この結果を、表1に示す。

[0038] 以上の実施例及び比較例が示すように、本願発明の条件の範囲にあるものはタンタルスパッタリングターゲットの放電電圧を低くしてプラズマを発生し易くすると共に、プラズマの安定性を向上させる効果を有する。すなわち、比較例に比べて、放電電圧を下げることができ、放電電圧のバラツキを低く抑えることができ、さらに放電異常発生率を低減できるという優れた効果を有する。

[0039]

[表1]

	(2 0 0)配向率 (%)	(2 2 2)配向率 (%)	平均粒径 (μm)	粒径のバラつき (μm)	放電電圧 (V)	最大 (V)	最小 (V)	放電電圧バラつき (V)	放電異常発生率 (%)
実施例1	82.6	13.4	127.1	28.0	615.3	615.1	600.6	14.5	5.3
実施例2	77.6	7.0	66.3	19.0	611.4	617.5	604.9	12.6	3.1
実施例3	74.1	11.9	80.4	25.6	612.3	617.2	607.4	9.8	6.4
実施例4	71.7	14.9	51.9	16.4	611.8	619.3	601.6	17.7	4.5
実施例5	70.3	16.1	98.1	24.8	612.6	616.4	608.8	7.6	9.6
比較例1	43.6	39.1	74.4	48.2	622.5	631.0	614.0	17.0	16.6
比較例2	64.8	15.1	64.2	49.6	627.0	636.0	618.0	18.0	20.5
比較例3	71.2	18.3	39.8	10.9	610.4	617.8	593.6	24.2	26.2
比較例4	71.6	12.1	142.0	46.8	603.4	620.7	592.3	28.4	18.3

産業上の利用可能性

[0040] 本発明は、タンタルスパッタリングターゲットを提供するものであり、ターゲットのスパッタ面における結晶粒径又は結晶粒径と結晶配向を制御することによって、タンタルスパッタリングターゲットの放電電圧を低くしてプラズマを発生し易くすると共に、プラズマの安定性を向上させる効果を有する。本発明のタンタルスパッタリングターゲットは特に、活発なCuの拡散による配線周囲の汚染を効果的に防止することができるTa膜又はTa₂N膜などからなる拡散バリア層の形成に有用である。

請求の範囲

- [請求項1] タンタルスパッタリングターゲットのスパッタ面において、平均結晶粒径が $50\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが $30\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするタンタルスパッタリングターゲット。
- [請求項2] タンタルスパッタリングターゲットのスパッタ面において、 (200) 面の配向率が 70% を超え、かつ (222) 面の配向率が 30% 以下であり、さらに平均結晶粒径が $50\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが $30\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするタンタルスパッタリングターゲット。
- [請求項3] タンタルスパッタリングターゲットのスパッタ面において、 (200) 面の配向率が 80% 以上、かつ (222) 面の配向率が 20% 以下であり、さらに平均結晶粒径が $50\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが $30\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするタンタルスパッタリングターゲット。
- [請求項4] 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を用いて形成した拡散バリア層用薄膜。
- [請求項5] 請求項4記載の拡散バリア層用薄膜が用いられた半導体デバイス。
- [請求項6] 溶解鋳造したタンタルインゴットを鍛造及び再結晶焼鈍した後、圧延及び熱処理し、ターゲットのスパッタ面において、平均結晶粒径が $50\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが $30\text{ }\mu\text{m}$ 以下である結晶組織を形成することを特徴とするタンタルスパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項7] 溶解鋳造したタンタルインゴットを鍛造及び再結晶焼鈍した後、圧延及び熱処理し、ターゲットのスパッタ面において、 (200) 面の配向率が 70% を超え、かつ (222) 面の配向率が 30% 以下であり、さらに平均結晶粒径が $50\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが $30\text{ }\mu\text{m}$ 以下である結晶組織を形成することを特

徴とするタンタルスパッタリングターゲットの製造方法。

- [請求項8] 溶解鑄造したタンタルインゴットを鍛造及び再結晶焼鈍した後、圧延及び熱処理し、ターゲットのスパッタ面において、(200)面の配向率が80%以上、かつ(222)面の配向率が20%以下であり、さらに平均結晶粒径が50 μm 以上150 μm 以下であり、かつ結晶粒径のばらつきが30 μm 以下である結晶組織を形成することを特徴とするタンタルスパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項9] 圧延ロール径500 mm以下の圧延ロールを用いて、圧延速度10 m／分以上、圧延率80%超で冷間圧延することを特徴とする請求項6～8のいずれかに記載のタンタルスパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項10] 温度900℃～1400℃で熱処理することを特徴とする請求項6～9のいずれかに記載のタンタルスパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項11] 圧延及び熱処理後、切削、研磨により表面仕上げを行うことを特徴とする請求項6～10のいずれかに記載のタンタルスパッタリングターゲットの製造方法。