

明 細 書

発明の名称：スパッタリングターゲット組立体及び膜

技術分野

[0001] 本開示は、スパッタリングターゲット組立体及び膜に関する。具体的には、本開示は、タングステンスパッタリングターゲット組立体及びこれを用いて製造された膜に関する。

背景技術

[0002] 近年、電極材及び配線材料において、低い電気抵抗率が要求されている。こうした要求を満たす材料として、タングステンが着目されている。

[0003] 特許文献1は、比抵抗の低いタングステン膜を形成することが可能なタングステンスパッタリングターゲットを開示している。具体的には、特許文献1は、比抵抗の低いタングステン膜を得るため、平均粒径が $100\mu\text{m}$ を超えるタングステンスパッタリングターゲットを開示している。

[0004] 特許文献2は、スパッタリングターゲット組立体を開示している。当該スパッタリングターゲット組立体において、ターゲットとバックングプレートとがインサートを介して接合されている。また、ターゲットの材料として、W、Mo、Ti、Ta、Zr、Nb、Al、Ti等の金属及びその合金を用いることができる旨が開示されている。更には、インサートとして、Al、Ag、Cu、Ni又はこれらの合金等を用いることができる旨が開示されている。そして、バックングプレートとして、Al及びAl合金、OFC（無酸素銅）、Cu合金、Ti、Ti合金、SUS（ステンレス鋼）等を用いることができる旨が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2019-090071号公報

特許文献2：特開2000-239837号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] スパッタリングターゲット組立体を製造する際において、いくつかある技術的難点の1つは、脆いターゲットを用いて、スパッタリングターゲット組立体を製造しようとするときターゲットが割れることがある点である。抗折強度が低いターゲットを使用した場合に、この問題は、特に顕著となる。

[0007] そこで、本開示は、抗折強度が低いターゲットを用いたタングステンスパッタリングターゲット組立体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

[0008] 上記目的を達成するため、本開示は、一側面において、以下の発明を包含する。

(発明1)

ターゲットと、バックングプレートと、インサートとを備えるスパッタリングターゲット組立体であって、

前記ターゲットはWから成り、

前記バックングプレートはTi又はTi合金を含み、

前記インサートはCu又はCu合金を含み、

前記ターゲットの抗折強度は350MPa以下である、
スパッタリングターゲット組立体。

(発明2)

発明1のスパッタリングターゲット組立体であって、

前記ターゲットの平均粒径は100μm以上である、

スパッタリングターゲット組立体。

(発明3)

発明1又は2のスパッタリングターゲット組立体であって、

前記ターゲットは、クラックを有さない、

スパッタリングターゲット組立体。

(発明4)

発明1～3いずれか1つに記載のスパッタリングターゲット組立体であって、

て、

前記ターゲットは円形であり、

前記ターゲットと前記バックングプレートの外周領域のうち4点測定したときの最低剥離強度が、 6 kg f / mm^2 以上である、

スパッタリングターゲット組立体。

(発明5)

発明4のスパッタリングターゲット組立体であって、

前記ターゲットと前記バックングプレートの全領域のうち10点測定したときの平均剥離強度が、 6 kg f / mm^2 以上である、

スパッタリングターゲット組立体。

(発明6)

発明1～5いずれか1つに記載のスパッタリングターゲット組立体であって、前記ターゲットの接合面に凹凸加工跡が存在しない、スパッタリングターゲット組立体。

(発明7)

発明1～6いずれか1つに記載のスパッタリングターゲット組立体であって、前記インサートがCu及び不可避免的不純物から成り、Cuの純度が、99.9質量%以上である、スパッタリングターゲット組立体。

(発明8)

発明1～7いずれか1つに記載のスパッタリングターゲット組立体であって、前記インサートがCu及び不可避免的不純物から成り、酸素量が10質量ppm以下である、スパッタリングターゲット組立体。

(発明9)

発明1～8いずれか1つに記載のスパッタリングターゲット組立体を用いて製造された膜。

発明の効果

[0009] 一側面において、上記発明では、インサートはCu又はCu合金を含む。これにより、抗折強度が低いターゲットとバックングプレートとをクラック

を生じることなく接合させて、スパッタリングターゲット組立体を製造することができる。

図面の簡単な説明

[0010] [図1]一実施形態に係るスパッタリングターゲット組立体において、剥離強度を測定する場所を示す。

[図2]一実施形態に係るスパッタリングターゲット組立体において、剥離強度を測定する場所を示す。

[図3]一実施形態に係るスパッタリングターゲット組立体において、剥離強度を測定する場所を示す。

[図4]一実施形態に係るスパッタリングターゲット組立体において、剥離強度を測定する場所を示す。

[図5]一実施形態に係るスパッタリングターゲット組立体において、剥離強度を測定する場所を示す。

[図6]一実施形態に係るスパッタリングターゲット組立体において、剥離強度を測定する場所を示す。

[図7]一実施形態に係るスパッタリングターゲット組立体において、剥離強度を測定する場所を示す。

[図8]一実施形態に係るスパッタリングターゲット組立体において、剥離強度を測定する場所を示す。

[図9]一実施形態に係るスパッタリングターゲット組立体において、剥離強度を測定する場所を示す。

発明を実施するための形態

[0011] 以下、発明を実施するための具体的な実施形態について説明する。以下の説明は、発明の理解を促進するためのものである。即ち、本発明の範囲を限定することを意図するものではない。

[0012] 1. スパッタリングターゲット組立体

一実施形態において、本開示は、スパッタリングターゲット組立体に関する。スパッタリングターゲット組立体は、少なくとも、ターゲット、バッキ

ングプレート、インサートを備える。

[0013] 1-1. ターゲット

(形状)

ターゲットの形状は、特に限定されないが、典型的には平板である。好ましくは、ターゲットを平面視した際の形状は、矩形（例えば、正方形、長方形等）、円形のうちいずれか1つであり、更に好ましくは、円形である。

[0014] (組成)

ターゲットは、タングステン (W) から成る。

[0015] (不純物)

しかし、ターゲットは、タングステン以外に、不可避免的不純物を含んでもよい。不可避免的不純物の種類は、特に限定されないが、例えば、炭素、及び、酸素から成る群から選択される1種以上であってもよい。不可避免的不純物の量の上限值は、特に限定されないが、例えば、50質量ppm以下であってもよく、好ましくは、30質量ppm以下であってもよく、更に好ましくは、20質量ppm以下であってもよく、最も好ましくは、10質量ppm以下であってもよい。好ましくは、不可避免的不純物のうち、酸素の量は、10質量ppm以下であってもよい。不可避免的不純物の量の下限值は、特に限定されないが、例えば、0質量ppm以上であってもよく、典型的には、1質量ppm以上であってもよい。

[0016] 不可避免的不純物（特に炭素及び酸素）の量を抑制することにより、タングステン膜の比抵抗に対する不純物の影響が小さくなる。

[0017] 不可避免的不純物の測定方法は特に限定されず、当分野で行われる公知の方法を実施してもよい。例えば、炭素濃度は、ターゲット、又は、当該ターゲットと由来を同じくする材料（例えば、端材）から試料を調製し、当該試料に対して炭素分析装置〔LECO社製、CSLS600〕を用いて、不活性ガス熔融法を適用することにより測定してもよい。例えば、酸素濃度は、ターゲット、又は、当該ターゲットと由来を同じくする材料（例えば、端材）から試料を調製し、当該試料に対して酸素・窒素同時分析装置〔LECO社

製、TC-600]を用いて、不活性ガス溶融法により測定してもよい。

[0018] (純度)

上述したように、ターゲットは、タングステンから成る。ターゲットの純度は、特に限定されないが、99.999質量%(5N)以上であってもよく、好ましくは、99.9999質量%(6N)以上であってもよい。高純度化することにより、比抵抗の低いタングステン膜を形成することができる。

[0019] (表面形状)

ターゲットの形状が平板である場合、ターゲットは2つの面を有する。第1の面は、スパッタされる側の面であり、第2の面は、接合面、即ち、バックリングプレート側の面である。第2の面の表面形状は、特に限定されない。

[0020] 好ましい実施形態において、第2の面には凹凸加工跡が存在しない。なお、本明細書において、用語「凹凸加工跡が存在しない」とは、凹部が存在しない、及び／又は、凹部が存在したとしても、凹部の深さが0.05mm未満であることを意味する。凹部の深さの値は、例えば、デプスゲージによって測定された値であってもよい。また、深さの測定箇所は、特に限定されず、例えば、面上の任意の箇所に、特定の長さ(例えば、5cm等)の直線を引き、当該直線上において、観察される凹部を測定してもよい。そして、直線上に複数の凹部が存在する場合には、これらの各々の深さの平均値を算出してもよい。

[0021] (相対密度)

ターゲットの相対密度は、特に限定されないが、例えば、99.2%以上であってもよい。この理由は、ターゲット中に含まれるガス成分が少なくなり、これにより、膜を形成した際に、膜の比抵抗を抑えることができるからである。更なる理由は、異常放電によるダスト発生も抑制されるからである。ターゲットの相対密度は、99.5%以上が好ましく、99.7%以上がより好ましく、99.9%以上が更により好ましい。

[0022] 本明細書で述べる相対密度は、実測密度と理論密度との比を指す。実測密

度については、純水を溶媒として用いたアルキメデス法にて測定を行った値を指す。理論密度については、タングステン含有量100%のときの理論密度を用いる。

[0023] (抗折強度)

一実施形態において、本開示のスパッタリングターゲット組立体で使用されるターゲットは比較的脆い。具体的には、ターゲットの抗折強度は、350 MPa以下であってもよい。好ましくは、ターゲットの抗折強度は、300 MPa以下であってもよい。下限値は特に限定されないが、ターゲットの抗折強度は、例えば、250 MPa以上であってもよい。

[0024] ここで抗折強度は、JIS R 1601に準拠して測定することができる。前記JIS規格では、試料の厚みは3 mmに定められている。当該厚みに加工する目的で、ターゲットの表面及び裏面から同じ量だけ研削する。そして、4×40 mmの矩形サイズになるよう、任意の部分から試料を切り出す。具体的には以下のとおりである。

(抗折強度の測定条件)

試験方法 : 3点曲げ試験

支点間距離 : 30 mm

試料サイズ : 3×4×40 mm

支持具の曲率半径 : 5 mm

ヘッド速度 : 0.5 mm/min

[0025] (平均粒径)

上述したようにターゲットは、タングステンから成る。ここで、タングステンの結晶の平均粒径は、100 μm以上である。平均粒径が所定以上であることで、膜を形成したときに比抵抗を十分に低くすることができる。半導体分野では著しく低い比抵抗が要求されることがあるという理由から、タングステンの結晶の平均粒径の下限値は、好ましくは、110 μm以上であってもよく、更に好ましくは、130 μm以上であってもよい。平均粒径の上限値は、特に限定されないが、例えば、300 μm以下であってもよい。

- [0026] 本明細書において、タングステン結晶の平均粒径は、JIS G 0551 : 2013の切断法に基づいて測定された値を意味する。具体的には、タングステン結晶の平均粒径は、以下の手順で求めた値を意味する：
- ・ターゲット表面を0.5 mol/Lの水酸化ナトリウム水溶液を使用してエッチングする。
 - ・光学顕微鏡によってターゲット表面の組織を観察し、組織画像のデータを保存する。
 - ・組織画像中に平行の3本の直線を引く。なお、各々の直線の長さは特に限定されないが、好ましくは、少なくとも10個以上の結晶粒子が含まれるような長さである。
 - ・それぞれの直線上に存在する粒子数(N)と直線の総長さ(L)を用い、 L/N を算出し、それぞれの算出結果の平均値を、その観察部位の平均粒径とみなす。

[0027] 1-2. バッキングプレート

バッキングプレートは、Ti又はTi合金を含む。好ましい実施形態において、バッキングプレートは、Ti又はTi合金から成る。バッキングプレートがTiを含む、又は、Tiから成る場合、当該用語「Ti」は純Tiを意味する。しかし、バッキングプレートのTiは不可避免の不純物を含んでもよい（例えば、2N5以上）。

- [0028] Ti及びTi合金は、ターゲットとの拡散接合中の反り低減を通じた割れ防止に寄与することができる。

- [0029] また、Ti合金の具体例として、例えば、Ti-6Al-4Vなどが挙げられる。また、Ti合金の熱膨張率の上限値は、 $11 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下が好ましく、 $9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下が更に好ましい。Ti又はTi合金を含むバッキングプレートの熱膨張率についても、上述した上限値の範囲が好適である。

[0030] 1-3. インサート

インサートは、ターゲットとバッキングプレートの中に位置し、ターゲットとバッキングプレートのみでは接合できない板材を結合させる役割を果

たし、割れなどを防止する。一実施形態において、インサートは、Cu又はCu合金を含む。好ましい実施形態において、インサートは、Cu又はCu合金から成る。Cu又はCu合金は、タングステンから成るターゲットと、Ti又はTi合金を含むバックングプレートとの接合を促すのに好適である。また、Cu又はCu合金は比較的融点の高い金属である。従って、ターゲットとバックングプレートとを接合させる際に高い温度で処理（例えば、プレス）することが可能となる。そして、高い温度で処理することにより、ターゲットとバックングプレートとの間の剥離強度が高まる。

[0031] なお、Cu又はCu合金を含むインサートは、特に限定されない。例えば、Cu合金におけるCuの含有量又はインサートに含まれるCuの含有量は、80質量%以上が好ましく、90質量%以上が更に好ましい。インサートで使用されるCu若しくはCu合金の融点、又は、これらを含むインサートの融点は、1000℃～1200℃である。また、Cu合金の具体例として、例えば、丹銅（例えば、JIS H 3100、C2100、JIS H 3100、C2200等）などが挙げられる。

[0032] 好ましくは、インサートはCuから成る。しかし、インサートは、Cu以外に、不可避免の不純物を含んでもよい。

[0033] インサートにおけるCuの純度は高いほうが好ましい。例えば、Cuの純度は、99.9質量%以上であってもよく、好ましくは99.90質量%以上であってもよく、更に好ましくは、99.95質量%以上であってもよく、最も好ましくは99.99質量%以上であってもよい。

[0034] Cuは、例えば、以下を含む：タフピッチ銅、無酸素銅等。これらのなかで、好ましいのは無酸素銅である。無酸素銅は、例えば、日本工業規格により、JIS H 3100、C1020、JIS H 3510、C1011のうちいずれかで特定されるCuであってもよい。あるいは、無酸素銅は、例えば、UNS (unified numbering system) データベースにおいて、C10100、C10200、C11000のうちいずれかで特定されるCuであってもよい。

[0035] 純度を上げることにより、ターゲットとバックングプレートとの剥離強度を向上させることができる。特に好ましい例において、不純物としての酸素量を減らすことにより、ターゲットとバックングプレートとの剥離強度を向上させることができる。また、抗折強度の低いターゲットを用いてスパッタリングターゲット組立体を製造する場合に、クラックが生じないという利点もある。

[0036] インサートがCuから成る場合における不可避的不純物としての酸素量の上限値は、100質量ppm以下であってもよく、好ましくは、10質量ppm以下であってもよい。酸素量の下限値は、特に限定されないが、例えば、0質量ppm以上であってもよく、典型的には、1質量ppm以上であってもよい。酸素濃度は、インサートから試料を調製したのち、当該試料に対して酸素・窒素同時分析装置[LECO社製、TC-600]を用いて、不活性ガス溶融法を適用することにより測定してもよい。

[0037] 1-4. スパッタリングターゲット組立体の剥離強度

本開示の一実施形態のスパッタリングターゲット組立体では、ターゲットとバックングプレートとの間の剥離強度が高い。

[0038] ターゲットとバックングプレートとが接合する場合、特に外周領域における接合強度が高いことが重要となる。この理由として、外周領域の面積は、中心部の面積と比べて大きいこと、そして、面積の大きい領域における接合強度が高いことが、ターゲットとバックングプレートとの接合の強度の向上に大きく寄与することが挙げられる。

[0039] この観点において、一実施形態における本開示のターゲットとバックングプレートとの外周領域のうち4点測定したときの最低剥離強度は、6kgf/mm²以上であってもよい。

[0040] 測定対象となる4点は、ターゲットが円形である場合、以下の手順で特定する。

(A) 図1に示すように、互いに直行する2本の直線を、円の中心を通るようにひく(第1の直線、第2の直線)。

(B) 図2に示すように、第1の直線においては、円の中心(図1の丸)からの距離が $8R/10$ となる点を特定する(R は半径)。

(C) 図2に示すように、当該点から、第1の直線に直交する垂線を引く(第3の直線)。

(D) 図2に示すように、第1の直線と第3の直線の交点から、第3の直線に沿って、 $1R/10$ となる2点を特定する(第1の測定箇所、第2の測定箇所)。

(E) 上記(B)～(D)と同様の手順を第2の直線においても実施して、 $1R/10$ となる2点を特定する(第3の測定箇所、第4の測定箇所)。

[0041] 図3に示すように、矩形の場合には、中心位置から、頂点までの距離を、上述した円形のパターンの半径 R とみなして、上述した(A)～(E)の手順を実施してもよい。あるいは、図4に示すように、矩形の場合には、中心位置から、各辺までの距離を、上述した円形のパターンの半径 R とみなして、上述した(A)～(E)の手順を実施してもよい。そして、これらの測定箇所から試験片を採取し、各試験片において引張試験を行い、最小の強度を採用してもよい。

[0042] 一実施形態における本開示のターゲットとバックングプレートとの外周領域のうち4点測定したときの最低剥離強度は、上述の通り、 6 kg f/mm^2 以上であってもよく、好ましくは 7 kg f/mm^2 以上、より好ましくは 8 kg f/mm^2 以上であってもよい。上限値は特に限定されないが、 10 kg f/mm^2 以下であってもよい。

[0043] 更なる実施形態において、ターゲットとバックングプレートとが接合する場合、外周領域だけでなく、領域全体における接合強度が高いことが好ましい。

[0044] この観点において、ターゲットとバックングプレートの、全領域のうち10点測定したときの平均剥離強度が、 6 kg f/mm^2 以上であってもよく、好ましくは 8 kg f/mm^2 以上、更に好ましくは 9 kg f/mm^2 以上であってもよい。上限値は特に限定されないが、 12 kg f/mm^2 以下であっても

よい。

[0045] 測定対象となる10点は、円形の場合には、以下のようにして設定される（図5及び図6参照）。

（a）上述した4点の測定対象を特定する手順を実施する（第1～第4の測定箇所）。

（b）上述した4点の測定対象を特定する手順（A）～（E）の内容のうち、「8R/10」を、「5R/10」に変更して、実施する（第5～第8の測定箇所）。

（c）上述した2点の測定対象を特定する手順（A）～（D）の内容のうち、「8R/10」を、「1R/10」に変更して、実施する（第9～第10の測定箇所）。

[0046] 一方で矩形、例えば、正方形の場合には、図7に示すように、中心位置から、頂点までの距離を、上述した円形のパターンの半径Rとみなして、上述した（a）～（c）の手順を実施してもよい。あるいは、矩形、例えば、正方形の場合には、図8に示すように、中心位置から、各辺までの距離を、上述した円形のパターンの半径Rとみなして、上述した（a）～（c）の手順を実施してもよい。そして、これらの測定箇所から試験片を採取し、各試験片において引張試験を行い、平均の強度を採用してもよい。なお、ターゲットが、長方形の場合には、（c）の手順は、長辺側と短辺側のいずれでも実施可能である。典型的には、（c）の手順は、長辺側で実施される（図9参照）。

[0047] 引張試験は、以下のようにして行われる。

- ・ターゲット、インサート、バックングプレートから構成される積層体の試験片を準備し、ターゲットとバックングプレートが剥離する最大荷重（kgf）を測定する。試験速度は、0.5mm/分に設定する。
- ・測定された最大荷重を、接着面積（mm²）で除する。

[0048] 引張試験のための機器は特に限定されないが、例えば、φ6mmの引張試験サンプル片を作製し、（株）島津製作所製精密万能試験機（オートグラフ

) AG-100kNX plusを用いて、剥離強度を測定することができる。なお、引張試験サンプル片は、ターゲット、インサート、バックングプレートが含まれる長さとし、それぞれの接合面が引張試験サンプル片の表面と平行になるように作製する。

[0049] 一実施形態における本開示のターゲットは、上述した剥離強度を持っており、この特徴は、ターゲットの粒径が大きい場合（例えば、平均粒径が40 μm 以上、好ましくは100 μm 以上）に特に有用となる。ターゲットの粒径が大きい場合、抵抗が低くなるというメリットをもたらす一方で、ターゲットの強度が低くなる傾向があり、割れが生じる可能性が高くなる。割れを低減する方法として、応力集中点をなくす方法が挙げられる。しかし、応力集中点が無い形状だと、ターゲットとバックングプレートとの接合強度の低下が発生する。一実施形態における本開示のターゲットは、このような接合強度の低下を回避又は補償するのに寄与する。

[0050] 1-5. スパッタリングターゲット組立体のターゲットのクラック

上述したように、一実施形態において、本開示のスパッタリングターゲット組立体で使用されるターゲットは比較的脆い。このことが原因となって、スパッタリングターゲット組立体を製造すると（例えば、HIP処理などで力を加えると）、ターゲットにクラックが生じる可能性がある。

[0051] しかし、一実施形態において、本開示のスパッタリングターゲット組立体は、適切なインサート及びバックングプレートを使用して製造されており（製造方法については後述する）、これにより、ターゲットにクラックが生じる可能性を低減している。したがって、一実施形態において、ターゲットはクラックを有さない。ここで、クラックを有さないとは、目視で確認できるサイズ（長さ0.5 cm以上）のクラックが、ターゲット表面（実際には、ターゲットのスパッタ面）において存在しないことを意味する。

[0052] 2. 製造方法

一実施形態において、本開示は、上述したスパッタリングターゲット組立体の製造方法に関する。

[0053] 前記方法は、例えば、以下の工程を含むことができる。

- ・ターゲット、インサート、及び、バックングプレートを提供する工程
- ・上からターゲット、インサート、及び、バックングプレートの順に積層し、HIP（熱間等方圧加圧）接合する工程

[0054] 前記方法は、上記以外の工程を含むことができる。例えば、前記方法は、ターゲット、及び、バックングプレートのうちいずれかに対して機械加工（例えば、切削、表面加工、表面粗化処理等）を行う工程を含んでもよい。例えば、前記方法は、ターゲット、及び、バックングプレートのうちいずれかの表面に対して、別の成分を表面にコーティングする処理を更に含んでもよい。或いは、前記方法は、ターゲット、及び、バックングプレートのうちいずれかの表面に対して、別の成分からなる層を形成する処理を更に含んでもよい。

[0055] 2-1. ターゲットの製造

ターゲット、インサート、及び、バックングプレートを提供する工程は、ターゲットを製造することを含んでもよい。ターゲットの製造は、溶解鑄造によって行うこともできる。この場合には、圧延、切断などの加工を更に行ってもよい。或いは、ターゲットの製造は、粉末を焼結することによって行うこともできる。好ましくは、ターゲットは、粉末焼結によって製造する。

[0056] ターゲットを粉末焼結によって製造する場合、製造条件などは特に限定されず、当分野で公知の製造条件を採用することができる。

[0057] 好ましくは、粉末焼結の以下の手順を含むことができる。

- ・HP（ホットプレス）を実施
- ・HIP又は圧延処理を実施

[0058] まずHP工程は、所定の型に原料となるタングステン粉末を充填し、これに荷重を加えて熱処理するものである。ここで用いるタングステン粉末としては、粒径が $5\mu\text{m}$ 以下であるものが好ましい。HP工程では、適切な昇温速度で温度を上昇させつつ、温度領域毎に適した荷重を加えてHP温度まで温度を上昇させ、HP温度で所定の時間保持する。この際、昇温速度は2～

10℃/分程度であることが好ましい。このHP工程では、600～1200℃未満の温度領域と、1200℃以上の温度領域とで加える荷重を適切に調整して変更することが好ましい。HP工程では昇温の初期において脱ガスが生じるため、この過程で高い荷重を加えてしまうと十分な脱ガスが行われないまま焼結が進行してしまい、焼結体が高密度化せず、内部に酸素等の残留ガス成分を多く含むものになってしまう。そこで、HP工程では、低温領域では荷重を低く加え、高温領域ではより高い荷重を加えることで焼結体を高密度化し、酸素残留量の少ない焼結体とすることができる。具体的には、600～1200℃未満の温度領域での荷重圧は80～150kgf/cm²程度、1200℃以上の温度領域での荷重圧は200～350kgf/cm²程度とすることが好ましい。また、昇温工程中に、一定時間一定温度で保持する工程を数回導入することが高密度でランダム配向の焼結体を得る上で有効である。この際のHP温度は、1600～1900℃程度であることが好ましい。HP温度が低いと密度が十分に上がらず、高過ぎてもタングステン表面の炭化層の形成が進行してしまうため好ましくない。昇温速度が速すぎる場合、HP中の脱ガスが十分に進行しないため好ましくない。昇温速度が遅すぎても生産性の低下を招いて好ましくないことは明らかである。本工程の保持時間は30～480分程度であり、温度等の条件を考慮の上で適宜調整できる。HP温度での保持時間も同様に設定、調整することができる。HP工程の雰囲気は、真空雰囲気が好ましい。

[0059] HP処理した成形体について、タングステン結晶の平均粒径を増大させ、成形体を高密度化するためには、HP成形体をHIP処理することが有効である。一実施形態において、HIP処理時における温度が1600℃以上、処理時間が2時間以上であってもよい。好ましくは、HIP処理時における温度が1800℃以上、処理時間が5時間以上であってもよい。HIP処理の条件を上記好ましい条件とすることで、タングステン結晶の平均粒径が100μmを超えるタングステンスパッタリングターゲットを得ることができる。HIP処理の圧力は1600～1900kgf/cm²を目安として調整

できる。H I P 処理時における温度の上限は特に制限はないが、コストの面から 2 2 0 0 ℃以下であることが好ましい。H I P 処理の時間の上限は特に制限はないが、コストの面から 8 時間以下であることが好ましい。H I P 処理の雰囲気は、アルゴン雰囲気等の不活性雰囲気が好ましい。

[0060] 2-2. スパッタリングターゲット組立体の製造

ターゲットを製造した後は、当該ターゲットと、インサートと、バックングプレートとを組み立てて、スパッタリングターゲット組立体を製造する。具体的には、上からターゲット、インサート、及び、バックングプレートの順に積層し、H I P 処理を行うことにより、これらを接合させることができる。

[0061] H I P 処理の条件について、H I P 処理の圧力は 1 0 0 0 ~ 2 2 0 0 k g f / c m²を目安として調整でき、好ましくは、H I P 処理の圧力は 1 7 0 0 k g f / c m²以上である。また、温度は、4 0 0 ℃以上であってもよく、好ましくは、5 0 0 ℃以上であってもよい。上限値は特に限定されないが、インサート及びバックングプレートのうち少なくともいずれかの融点を上回らない温度に設定することが好ましく、例えば、8 0 0 ℃以下であってもよい。

[0062] 時間は、2 時間以上であってもよく、好ましくは、4 時間以上であってもよい。上限値は特に限定されないが、例えば、1 0 時間以下であってもよい。

[0063] 3. 応用

上述したスパッタリングターゲット組立体は、スパッタリングによる薄膜形成の目的で 사용할 ことができる。従って、一実施形態において、本開示は、上述したスパッタリングターゲット組立体を使用して、製造されたタングステン膜、及びその製造方法に関する。好ましくは、一実施形態において、本開示は、上述したスパッタリングターゲット組立体を使用して製造されたタングステン膜を有する半導体、及び、その製造方法に関する。

[0064] 例えば、当該製造方法は、基板と、スパッタリングターゲット組立体とを

、対向するようにチャンバー内に配置する工程、不活性ガス（例えば、Ar）を導入する工程、電圧を印加して薄膜を形成する工程等を含んでもよい。

[0065] 本開示の一実施形態におけるスパッタリングターゲット組立体においては、抗折強度の低いターゲットを使用しているにも関わらず、クラックが生じない。また、本開示の一実施形態におけるスパッタリングターゲット組立体は高い剥離強度を有する。従って、本開示の一実施形態におけるスパッタリングターゲット組立体は、スパッタ時のトラブル発生を抑制する点で、有利である。

実施例

[0066] タングステンから成るターゲットを複数種類準備した。具体的には、種々の平均粒径を有するタングステンから成るターゲットを複数準備した（粒径の測定方法については、「1-1. ターゲット」の「（平均粒径）」を参照）。なお、実施例1、2、3、及び、比較例1、2では、光学顕微鏡の倍率を50倍にして約1900 μm の直線を3本引き、 L/N を算出し、それぞれの算出結果の平均値を5 μm 刻みにした値（例えば、127.5 μm 以上132.5 μm 未満の場合は130 μm ）を平均粒径としている。また、参考例1では、光学顕微鏡の倍率を200倍にして約475 μm の直線を3本引き、 L/N を算出し、それぞれの算出結果の平均値を5 μm 刻みにした値を平均粒径としている。

[0067] ターゲットの端材を用いて抗折強度を測定した（抗折強度の測定については「1-1. ターゲット」の「（抗折強度）」を参照）。端材はターゲットの1R/2の部分から10個採取して測定し、これらの最大応力の平均値を表1に示す。また、端材の算術平均粗さRaは、例えば2～5.5 μm である。なお、比較例2の試料においては、抗折強度の測定は行っていないが、実施例1～3及び比較例1の試料の抗折強度と同程度と考えられる。

[0068] インサートについては、Alから成るインサート（比較例2、及び、参考例1）と、Cuから成るインサート（実施例1～3、及び、比較例1）を準備した。Cuから成るインサートは、無酸素銅（JIS H 3100、

C1020)、及び、タフピッチ銅(JIS H 3100, C1100)のインサートを採用した。

[0069] なお、比較例2、及び、参考例1では、ターゲットとバックングプレートとの接合を強化するため、ターゲット側の接合面に対して、WO2016/017432に記載の方法により凹凸加工を実施した。

[0070] バックングプレートについては、CuZnから成るバックングプレート(比較例1～2及び、参考例1、Cu63質量%、Zn37質量%)と、Tiから成るバックングプレート(実施例1～2)と、Ti合金(具体的には、Ti-6Al-4V)から成るバックングプレート(実施例3)とを準備した。

[0071] 表1に示す組み合わせの条件に基づいて、上から、ターゲット、インサート、バックングプレートの順番で積層させた。積層体に対してHIP処理を行った。HIP処理の圧力は、圧力1800kgf/m²に設定した。昇温速度は、100～300℃/hに設定した。雰囲気は、アルゴンガスに設定した。温度及び時間は、表1に示す条件に設定した。

[0072] HIP処理により接合した後、目視により、ターゲットのスパッタ面におけるクラックの有無を確認した。そして、クラックが生じていないスパッタリングターゲット組立体から、図5に示す箇所で試料片を切り出した。そして、試料片ごとに、0.5mm/minの速度でターゲット等の接合面と垂直な方向に引っ張り、剥離強度を測定した。当該測定のための装置として、(株)島津製作所製 精密万能試験機(オートグラフ)AG-100kN X plusを使用して測定した。

[0073] 外周領域のうち4点(図1及び図2参照)測定したときの最低剥離強度、及び、全領域のうち10点(図5及び図6参照)測定したときの平均剥離強度を表1に示す。

[0074]

[表1]

	抗折強度にて測定した最大応力平均 (Mpa)	Wターゲット 平均粒径 μm	凹凸加工	インサート	バック キング プレート	HIP条件 温度 (°C)	HIP条件 時間 (h)	外周領域のうち 4 点の最低剥離強度 (k g f /mm ²)	全領域のうち10 点の 平均剥離強度 (k g f /mm ²)
実施例1	279	150	なし	タフピッチ銅	Ti	525	4	7.00	8.25
実施例2	292	130	なし	無酸素銅	Ti	525	4	8.96	10.00
実施例3	332	135	なし	無酸素銅	Ti-6Al-4V	525	4	7.82	6.25
比較例1	303	130	なし	無酸素銅	CuZn	525	4	クラックが生じたため測定不可	クラックが生じたため測定不可
比較例2	未測定	130	あり	Al	CuZn	290	1	クラックが生じたため測定不可	クラックが生じたため測定不可
参考例1	580	30	あり	Al	CuZn	290	1	5.60	5.89

- [0075] バックキングプレートがCuZnから成るスパッタリングターゲット組立体（比較例1）と比べて、バックキングプレートがTi又はTi合金からなるスパッタリングターゲット組立体（実施例1～3）は、クラックが生じることなく製造できた。同様に、インサートがAlから成るスパッタリングターゲット組立体（比較例2）と比べて、インサートがCuからなるスパッタリングターゲット組立体（実施例1～3）は、クラックが生じることなく製造できた。さらに、実施例1～3のスパッタリングターゲット組立体においては、外周領域及び全領域において十分な剥離強度が確保できていた。参考例1と、実施例1～3とを比較すると、凹凸加工によって剥離強度の強化が行われた参考例1よりもさらに高い剥離強度を、実施例1～3においては実現できていた。
- [0076] 以上、発明の具体的な実施形態について説明してきた。上記実施形態は、具体例に過ぎず、本発明は上記実施形態に限定されない。例えば、上述の実施形態の1つに開示された技術的特徴は、他の実施形態に適用することができる。また、特記しない限り、特定の方法については、一部の工程を他の工程の順序と入れ替えることも可能であり、特定の2つの工程の間に更なる工程を追加してもよい。本発明の範囲は、特許請求の範囲によって規定される。

請求の範囲

- [請求項1] ターゲットと、バックングプレートと、インサートとを備えるスパッタリングターゲット組立体であって、
前記ターゲットはWから成り、
前記バックングプレートはTi又はTi合金を含み、
前記インサートはCu又はCu合金を含み、
前記ターゲットの抗折強度は350MPa以下である、
スパッタリングターゲット組立体。
- [請求項2] 請求項1のスパッタリングターゲット組立体であって、
前記ターゲットの平均粒径は100μm以上である、
スパッタリングターゲット組立体。
- [請求項3] 請求項1又は2のスパッタリングターゲット組立体であって、
前記ターゲットは、クラックを有さない、
スパッタリングターゲット組立体。
- [請求項4] 請求項1～3いずれか1項に記載のスパッタリングターゲット組立体であって、
前記ターゲットは円形であり、
前記ターゲットと前記バックングプレートの外周領域のうち4点測定したときの最低剥離強度が、6kgf/mm²以上である、
スパッタリングターゲット組立体。
- [請求項5] 請求項4のスパッタリングターゲット組立体であって、
前記ターゲットと前記バックングプレートの全領域のうち10点測定したときの平均剥離強度が、6kgf/mm²以上である、
スパッタリングターゲット組立体。
- [請求項6] 請求項1～5いずれか1項に記載のスパッタリングターゲット組立体であって、前記ターゲットの接合面に凹凸加工跡が存在しない、スパッタリングターゲット組立体。
- [請求項7] 請求項1～6いずれか1項に記載のスパッタリングターゲット組立

体であって、前記インサートがCu及び不可避免の不純物から成り、Cuの純度が、99.9質量%以上である、スパッタリングターゲット組立体。

[請求項8] 請求項1～7いずれか1項に記載のスパッタリングターゲット組立体であって、前記インサートがCu及び不可避免の不純物から成り、酸素量が10質量ppm以下である、スパッタリングターゲット組立体。

[請求項9] 請求項1～8いずれか1項に記載のスパッタリングターゲット組立体を用いて製造された膜。