

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並びに同ターゲットを用いて形成した半導体配線用バリア膜

技術分野

[0001] 本発明は、LSIなどの半導体デバイスにおける銅配線のバリア膜を形成するために使用されるタンタルスパッタリングターゲットに関する。

背景技術

[0002] 多層配線構造を有する半導体デバイスでは、タンタルなどからなるバリア膜を銅配線の下に形成することによって、銅の層間絶縁膜への拡散が防止されている。このようなタンタルバリア膜は、一般に、タンタルターゲットをスパッタリングすることによって形成されている。

[0003] 近年、半導体装置の高集積度化に伴い配線の微細化が進むにつれて、狭い配線溝や細いビアホールにバリア膜の膜厚を均一に成膜することが求められており、さらに、微細化に伴うバリア膜の抵抗値（シート抵抗値）のバラツキをより小さくすることが求められている。

[0004] タンタルターゲットは、通常、タンタル原料を電子ビーム溶解・鑄造したインゴット又はビレットを、鍛造、焼鈍、圧延加工、熱処理及び仕上げ加工等することによって、製造されている。ここで、タンタルターゲット及びその製造方法に関して、次のような技術が知られている。

[0005] 例えば、特許文献1には、ターゲットの中心面に位置する結晶配向が（222）優先である結晶組織を備えているタンタルターゲットを製造することにより、ターゲットの結晶配向の組織を改善し、スパッタリングを実施した際の、膜の均一性（ユニフォミティ）を良好にし、スパッタ成膜の品質を向上させ、さらに製造歩留まりを著しく向上できることが記載されている。

[0006] 特許文献2には、全体の結晶配向の総和を1とした時に（100）、（111）、（110）のいずれの配向を有する結晶も面積率が0.5を超えな

いたantalターゲットを製造することにより、成膜速度が大きく、膜の均一性（ユニフォミティ）に優れ、またアーキングやパーティクルの発生が少ない成膜特性に優れ、さらにターゲットの利用効率も良好であることが記載されている。

- [0007] 特許文献3には、金属材をクロック圧延する工程を含む製造方法を用いることにより、集合組織バンドを低減して、金属材の表面及び厚さ全体に亘って均一な細粒組織を得ることが記載されている。また、鍛造によって付与する真歪を約0.75～約2.0とすることが記載されている。

先行技術文献

特許文献

- [0008] 特許文献1：特開2004-27358号公報
特許文献2：国際公開第2005/045090号
特許文献3：特表2008-532765号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0009] 一般に、タンタルスパッタリングをスパッタして微細配線のバリア膜を形成すると、膜厚が不均一になったり、膜の抵抗値にバラツキが生じたりして、半導体装置の品質を劣化させる問題がある。

この問題を解決するために、上記に挙げた文献に記載されているように、スパッタリングターゲットを構成する結晶の配向を特定の方位に揃えたり、分散（ランダム）させたりすることにより、スパッタにより形成した膜の均一性を向上させることが考えられる。

- [0010] しかし、近年の半導体装置の高集積度化に伴う超微細配線の下では、スパッタ成膜した薄膜の均一性を、より一層向上させる必要があり、また、膜の抵抗値（シート抵抗）のばらつきを厳格に制御する必要があり、結晶配向を調整するだけでは不十分であった。

そこで、本発明は上記の問題に鑑みて、スパッタリングによって形成した

薄膜の膜厚均一性をより向上させ、また、膜の抵抗値（シート抵抗）のバラツキを低減させることができる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、本発明者らは鋭意研究を行った結果、鍛造時の真歪量を制御することにより、ターゲットの結晶粒径のバラツキを制御することができ、それにより、このターゲットをスパッタリングして形成した薄膜の膜厚の均一性（ユニフォミティ）をより一層向上させることができるとともに、その膜の抵抗値（シート抵抗）のバラツキを低減できることを見出した。

[0012] このような知見に基づき、本発明は、

1) ターゲットの平均結晶粒径が $50\ \mu\text{m}$ 以上 $200\ \mu\text{m}$ 以下であって、ターゲット面内の結晶粒径のバラツキが 40% 以上 60% 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) 上記 1) 記載のタンタルスパッタリングターゲットを用いて形成した半導体配線用バリア膜であって、ターゲットライフに対するシート抵抗 R_s のバラツキが 5.0% 以下であり、かつ、ターゲットライフに対する膜厚均一性のバラツキが 5.0% 以下であることを特徴とする半導体配線用バリア膜、

3) タンタル原料を電子ビーム溶解・鑄造したインゴット又はビレットを 900°C 以上 1400°C 以下で熱処理し、次に、鍛造を行い、その後 850°C 以上 1100°C 以下で熱処理して、真歪 3.0 以上 5.0 以下とし、次に、圧下率 80% 以上 90% 以下で圧延を行い、その後 750°C 以上 1000°C 以下で熱処理し、さらに、これをターゲット形状に仕上げ加工することを特徴とするタンタルターゲットの製造方法、を提供する。

発明の効果

[0013] このように、スパッタリングターゲットを製造する際、鍛造時の真歪の量を制御することにより、結晶粒径が極めて均一なスパッタリングターゲット

を得ることができる。

また、このように調整したスパッタリングターゲットは、スパッタリングによって形成した薄膜のターゲットライフに対する膜厚均一性を著しく向上することができ、さらに、その薄膜のターゲットライフに対する抵抗値（シート抵抗）のバラツキも低減することができるという優れた効果を有する。

図面の簡単な説明

[0014] [図1]本発明の実施例、比較例において、ターゲットの結晶粒径を測定した箇所を示す模式図である。

[図2]本発明の実施例、比較例において、薄膜のシート抵抗値及び膜厚を測定した箇所を示す模式図である。

発明を実施するための形態

[0015] 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ことができる。

まず、タンタル原料として純度99.99%以上の高純度タンタルを用意する。純度に特に制限はないが、良好なデバイス特性を得るためには高純度のものが好ましい。

次に、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。そして、このインゴット又はビレットを、熱処理－鍛造－熱処理－圧延－熱処理－仕上げ加工等の一連の加工を行う。

[0016] 例えば、インゴット－900℃～1400℃の温度での熱処理－冷間鍛造（据え込み鍛造及び鍛伸）－850℃～1100℃の温度での熱処理－冷間（熱間）圧延－750℃～1100℃の温度での熱処理－仕上げ加工（機械加工、研磨加工等）を行うことにより、本発明のスパッタリングターゲットを得ることができる。

[0017] 上記の加工プロセスにおいて、冷間鍛造とその後の熱処理は1サイクルでもよいが、必要に応じて繰り返し行ってもよい。また、冷間（熱間）圧延と、その後の熱処理も1サイクルでもよいが、必要に応じて繰り返し行ってもよい。これによって、ターゲットの組織上の欠陥を効果的に減少させること

ができる。

[0018] 鍛造あるいは圧延によって、鑄造組織を破壊し、気孔や偏析を拡散あるいは消失させることができ、さらに、これを熱処理することにより再結晶化させ、この鍛造又は圧延と熱処理の繰り返しによって、ターゲット組織の緻密化と微細化及びターゲットの強度を高めることができる。

[0019] 本発明では、ターゲットの平均結晶粒径のバラツキを制御するために、真歪を3.0以上5.0以下となるように鍛造を行うことが望ましい。ここで、真歪は、鍛造前後のインゴット又はビレットの高さの比から算出される。例えば、鍛造前のビレットの厚さを a とし、鍛造後のビレットの厚さを b とした場合、真歪は $\ln(a/b)$ で算出することができる($\ln$ は自然対数である)。上述したような冷間鍛造とその後の熱処理を繰り返し行う場合には、鍛造工程全体の積算値 $\sum \ln(a/b)$ で評価する。

[0020] また、本発明では、熱処理した鍛造品を、圧下率80%以上90%以下で冷間(熱間)圧延を行うことが望ましい。これにより、未再結晶組織を消失させることができ、かつ結晶粒径のバラツキを所望の範囲に調整することができる。

[0021] また、本発明では、一連の加工において、鑄造・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ことが必要である。本発明において、溶解鑄造したタンタルインゴット又はビレットに鑄造後の熱処理を900℃～1400℃の温度で行い、圧延後の熱処理を750℃～1000℃の温度で行い、組織を微細で均一化するのが望ましい。

[0022] このようにして得られたタンタルスパッタリングターゲットの組織は、平均結晶粒径が50 μm 以上200 μm 以下であって、ターゲット面内の結晶粒径のバラツキが40%以上60%以下となる。このように、本発明はターゲットの結晶粒径のバラツキが制御されたタンタルスパッタリングターゲットを得ることができる。

[0023] 本発明において、結晶粒径のバラツキは40%以上60%以下、より好ましくは40%以上50%以下とする。結晶粒径のバラツキが大きすぎると、

スパッタ成膜した薄膜の膜厚均一性や比抵抗のバラツキが悪化することとなり、一方、結晶粒径のバラツキをある程度もたせることで、ターゲット組織は混粒組織となって、安定的なスパッタ特性が得られる。

結晶粒径のバラツキは、ターゲット面内5箇所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 × 100を求めた。

なお、結晶粒径は、光学顕微鏡にて、 $1500\mu\text{m} \times 1200\mu\text{m}$ 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。結晶粒径の算出は、ASTMの平均結晶粒面積法に準拠し、結晶粒の面積を円換算して、その円の直径を結晶粒径とした。また、結晶粒径は、図1に示すように、ターゲット中心を1箇所、R(径) × 1 / 2地点を2箇所、R地点(外周部)を2箇所サンプリングして、計5箇所測定を行った。

[0024] 本発明のターゲットをスパッタリングして形成した薄膜は、ターゲットライフに対するシート抵抗 R_s のバラツキが5.0%以下、より好ましくは4.0%以下、さらに好ましくは3.0%以下である。また、シート抵抗 R_s のバラツキは小さいほどよく、本発明では2.2%程度まで達成可能である。

ここで、ターゲットライフとは、ターゲットの使用開始から、スパッタリング現象によるエロージョンの進行によってターゲットの厚みが減少して、ターゲットとして使用できなくなるまでのターゲットの寿命を意味する。

これはスパッタリング時の電力と総スパッタリング時間との積算で表すことができ、例えば、15kWの電力において、100時間使用可能なターゲットのターゲットライフは1500kWhとなる。

本発明において、ターゲットライフに対するシート抵抗 R_s のバラツキは、300kWh毎に1枚のウエハに対してスパッタリングを行い、各ウエハ面内49箇所におけるシート抵抗 R_s の平均値を求め、これを用いて、ウエハ間の平均値と標準偏差を算出することにより、ターゲットライフに対する

バラツキ (%) = ウエハ間の標準偏差 / ウエハ間の平均値 × 100 を求めた。

なお、シート抵抗は、ウエハ中心を1箇所、R (径) × 1 / 3 地点を8箇所 (45° 間隔)、R (径) × 2 / 3 地点を16箇所 (22.5° 間隔)、R 地点 (外周部) を24箇所 (15° 間隔) サンプルングして、計49箇所測定を行った。

[0025] また、本発明のターゲットをスパッタリングして形成した薄膜は、ターゲットライフに対する膜厚均一性のバラツキが5.0%以下、より好ましくは4.0%以下、さらに好ましくは3.0%以下である。また、膜厚均一性のバラツキは小さいほどよく、本発明では1.2%程度まで達成可能である。

本発明において、ターゲットライフに対する膜厚均一性のバラツキは、300kWh毎に1枚のウエハに対してスパッタリングを行い、各ウエハ面内49箇所における膜厚の平均値を求め、これを用いて、ウエハ間の平均値と標準偏差を算出することにより、ターゲットライフに対する膜厚均一性のバラツキ (%) = ウエハ間の標準偏差 / ウエハ間の平均値 × 100 を求めた。

なお、膜厚は、ウエハ中心を1箇所、R (径) × 1 / 3 地点を8箇所 (45° 間隔)、R (径) × 2 / 3 地点を16箇所 (22.5° 間隔)、R 地点 (外周部) を24箇所 (15° 間隔) サンプルングして、計49箇所測定を行った。

実施例

[0026] 以下、実施例および比較例に基づいて説明する。なお、本実施例はあくまで一例であり、この例によって何ら制限されるものではない。すなわち、本発明は特許請求の範囲によってのみ制限されるものであり、本発明に含まれる実施例以外の種々の変形を包含するものである。

[0027] (実施例1)

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鋳造して厚さ5.4mm、直径195mmφのビレットとした。その後、1200℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、900℃の温度で熱

処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び900℃の温度で熱処理を実施した。次に、再びこれを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、900℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は4.1であった。次いで圧下率88%で冷間圧延し、次に800℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が68.1μmであり、そのバラツキは47.9%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（12インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが2.3%、膜厚均一性のバラツキが2.0%といずれも小さく、均一性に優れた非常に良好な薄膜が得られた。

[0028]（実施例2）

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ54mm、直径195mmφのビレットとした。その後、1100℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、900℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び900℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、900℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は4.1であった。次いで圧下率88%で冷間圧延し、次に800℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が69.7μmであり、そのバラツキは47.3%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（12インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが4.5%、膜厚均一性のバラツキが1.2%といずれも小さく、均一性に優れた非常に良好な薄膜が得られた。

[0029] (実施例3)

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ54mm、直径195mmφのビレットとした。その後、1200℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、900℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び900℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、900℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は4.0であった。次いで圧下率87%で冷間圧延し、次に850℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が71.0μmであり、そのバラツキは50.1%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ(12インチ)にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが3.7%、膜厚均一性のバラツキが1.2%といずれも小さく、均一性に優れた非常に良好な薄膜が得られた。

[0030] (実施例4)

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ54mm、直径195mmφのビレットとした。その後、1000℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、900℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び900℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、900℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は4.2であった。次いで圧下率88%で冷間圧延し、次に800℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が67.9μmであり、そのバラツキは48.2%であった。ま

た、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（１２インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表１に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが２．３％、膜厚均一性のバラツキが２．１％といずれも小さく、均一性に優れた非常に良好な薄膜が得られた。

[0031]（実施例５）

純度９９．９９７％のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ５４ｍｍ、直径１９５ｍｍφのビレットとした。その後、１３００℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、９００℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び９００℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、９００℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返した結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は４．２であった。次いで圧下率８８％で冷間圧延し、次に８００℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ１０ｍｍ、直径４５０ｍｍφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が７０．３μｍであり、そのバラツキは４８．２％であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（１２インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表１に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが２．２％、膜厚均一性のバラツキが３．９％といずれも小さく、均一性に優れた非常に良好な薄膜が得られた。

[0032]（実施例６）

純度９９．９９７％のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ５４ｍｍ、直径１９５ｍｍφのビレットとした。その後、１３５０℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、８５０℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び８５０℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、８５０℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返した結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は４．４であった。次いで圧下率８

9%で冷間圧延し、次に750℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が34.4μmであり、そのバラツキは53.6%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（12インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが3.5%、膜厚均一性のバラツキが4.7%といずれも小さく、均一性に優れた非常に良好な薄膜が得られた。

[0033]（実施例7）

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ54mm、直径195mmφのビレットとした。その後、1200℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、1250℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び1100℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、1100℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は3.8であった。

次いで圧下率85%で冷間圧延し、次に1000℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が154.3μmであり、そのバラツキは43.4%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（12インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが3.0%、膜厚均一性のバラツキが2.6%といずれも小さく、均一性に優れた非常に良好な薄膜が得られた。

[0034]（実施例8）

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ54mm、直径195mmφのビレットとした。その後、1200℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、1000℃の温度で

熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び1000℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、1000℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、1000℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は3.6であった。次いで、圧下率82%で冷間圧延し、次に900℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が102.1μmであり、そのバラツキは46.3%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（12インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが3.1%、膜厚均一性のバラツキが3.8%といずれも小さく、均一性に優れた非常に良好な薄膜が得られた。

[0035]（比較例1）

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ54mm、直径195mmφのビレットとした。その後、1200℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、1100℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び1100℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、1100℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は2.2であった。次いで、圧下率82%で冷間圧延し、次に1000℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が137.9μmであり、そのバラツキは36.7%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（12インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示す

ように、シート抵抗 R_s のバラツキが3.2%と小さいが、膜厚均一性のバラツキが6.9%と大きく、均一性に劣る薄膜が得られた。

[0036] (比較例2)

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ54mm、直径195mmφのビレットとした。その後、1100℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、1100℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び1100℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、1100℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は2.4であった。次いで、圧下率82%で冷間圧延し、次に1000℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が137.0μmであり、そのバラツキは36.1%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ(12インチ)にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが6.3%、膜厚均一性のバラツキが5.3%といずれも大きく、均一性に非常に劣る薄膜が得られた。

[0037] (比較例3)

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ54mm、直径195mmφのビレットとした。その後、1350℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、1100℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び1100℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、1100℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は2.2であった。次いで圧下率82%で冷間圧延し、次に1000℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が $135.9\mu\text{m}$ であり、そのバラツキは 37.3% であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（ 12 インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが 4.6% と小さいが、膜厚均一性のバラツキが 6.3% と大きく、均一性に劣る薄膜が得られた。

[0038]（比較例4）

純度 99.997% のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ 54mm 、直径 $195\text{mm}\phi$ のビレットとした。その後、 1300°C で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、 900°C の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び 900°C の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、 900°C の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返した結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は 5.2 であった。次いで圧下率 91% で冷間圧延し、次に 800°C で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ 10mm 、直径 $450\text{mm}\phi$ のターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が $50.0\mu\text{m}$ であり、そのバラツキは 23.6% であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（ 12 インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、膜厚均一性のバラツキが 3.5% と小さいが、シート抵抗 R_s のバラツキが 6.5% と大きく、均一性に劣る薄膜が得られた。

[0039]（比較例5）

純度 99.997% のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ 54mm 、直径 $195\text{mm}\phi$ のビレットとした。その後、 1100°C で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、 900°C の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び 900°C の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、

900℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は5.3であった。次いで圧下率91%で冷間圧延し、次に800℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が67.1μmであり、そのバラツキは22.2%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（12インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが3.7%と小さいが、膜厚均一性のバラツキが6.3%と大きく、均一性に劣る薄膜が得られた。

[0040]（比較例6）

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ54mm、直径195mmφのビレットとした。その後、1300℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、1000℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び1000℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、1000℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は5.5であった。次いで圧下率95%で冷間圧延し、次に900℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径450mmφのターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が99.8μmであり、そのバラツキは35.8%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（12インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが2.9%と小さいが、膜厚均一性のバラツキが5.6%と大きく、均一性に劣る薄膜が得られた。

[0041]（比較例7）

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して

厚さ 54 mm、直径 195 mm ϕ のビレットとした。その後、1100℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、850℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び850℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、850℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は5.4であった。次いで圧下率95%で冷間圧延し、次に775℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10 mm、直径450 mm ϕ のターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が39.0 μ mであり、そのバラツキは66.2%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（12インチ）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表1に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが2.8%と小さいが、膜厚均一性のバラツキが17.3%と大きく、均一性に劣る薄膜が得られた。

[0042]（比較例8）

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鑄造して厚さ54 mm、直径195 mm ϕ のビレットとした。その後、1200℃で熱処理した。次に、このビレットを室温で鍛伸した後、1200℃の温度で熱処理した。次に、これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、再び1200℃の温度で熱処理を実施した。次に、再度これを室温で鍛伸及び据え込み鍛造し、1200℃の温度で熱処理を実施した。このように鍛造と熱処理を繰り返し行った結果、鍛造工程全体の真歪の積算値は2.0であった。

次いで、圧下率80%で冷間圧延し、次に1100℃で熱処理を行い、その後仕上げ加工を行って厚さ10 mm、直径450 mm ϕ のターゲットとした。

以上の工程により得られたターゲットを電子顕微鏡で解析したところ、平均結晶粒径が214.3 μ mであり、そのバラツキは67.2%であった。また、このターゲットをスパッタリングして、シリコンウエハ（12インチ

）にタンタル薄膜を形成し、シート抵抗を測定した。その結果、表 1 に示すように、シート抵抗 R_s のバラツキが 6.6 %、膜厚均一性のバラツキが 16.2 %といずれも大きく、均一性に優れた非常に良好な薄膜が得られた。

[0043]

[表1]

	製造後乾燥温度 (°C)	乾燥後重量 増減率(%)	製造後乾燥温度 (°C)	重量増減率(%)	乾燥後乾燥温度 (°C)	テープ状の乾燥状態			シート状のバ ラツキ	標準バ ラツキ	判定*
						平均(μm)	最小(μm)	最大(μm)			
実施例1	1200	4.1	900	59	800	66.1	30.1	134.0	2.5%	2.5%	◎
実施例2	1100	4.1	900	58	800	69.7	30.1	204.1	4.5%	1.2%	○
実施例3	1200	4.0	900	57	850	71.0	50.2	234.5	3.7%	1.5%	○
実施例4	1000	4.2	900	59	800	67.9	30.1	159.7	2.3%	2.1%	◎
実施例5	1300	4.2	900	58	900	70.3	30.1	192.2	2.7%	3.5%	◎
実施例6	1300	4.4	950	59	750	34.4	2.1	69.0	3.5%	4.7%	○
実施例7	1300	3.6	1100	55	1000	154.3	50.2	282.9	3.0%	2.5%	◎
実施例8	1200	3.6	1000	83	900	102.1	40.8	185.4	3.1%	3.8%	○
比較例1	1200	2.2	1100	83	1000	137.9	59.2	242.9	3.2%	6.9%	×
比較例2	1100	2.4	1100	92	1000	137.0	59.8	233.7	6.5%	5.5%	×
比較例3	1350	2.3	1100	62	1000	126.9	62.3	239.6	4.6%	6.2%	×
比較例4	1300	5.2	900	91	900	90.0	32.4	69.1	6.9%	3.5%	×
比較例5	1100	5.3	900	91	800	67.1	40.1	90.8	22.2%	6.5%	×
比較例6	1300	5.5	1000	95	900	99.8	30.3	159.5	7.9%	5.0%	×
比較例7	1100	5.4	950	85	775	99.0	1.3	73.1	2.8%	17.3%	×
比較例8	1200	2.0	1200	60	1100	214.3	75.6	393.2	6.6%	16.5%	×

*判定: ◎はシート状のバラツキが3%以下、且つ標準バラツキが3%以内の場合

○はシート状のバラツキが3%超5%以下、あるいは標準バラツキが3%超5%以内の場合

×はシート状のバラツキが5%超、標準バラツキのいずれかが5%超の場合

[0044] このように、実施例 1 ～ 8 のいずれにおいてもタンタルターゲットの平均結晶粒径のバラツキは 40%以上 60%以下であることが確認された。こうした組織構造が、膜厚や比抵抗を均一にするために非常に重要な役割を有することが分かった。

また、実施例 1 ～ 8 では、鍛造と熱処理の一連の工程を 3 ～ 4 回繰り返した行ったが、1 回又は前記以外の繰り返し回数であっても真歪が 3.0 以上 5.0 以下であるときは、良好な結果が得られた。

産業上の利用可能性

[0045] 本発明は、タンタルスパッタリングターゲットの平均結晶粒径のバラツキを制御することにより、そのターゲットを用いて形成した薄膜の膜厚や比抵抗に均一性を向上することができる。したがって、本発明のターゲットを使用すれば、微細な配線を安定的に作製することが可能となる。半導体装置における配線層用バリア膜を成膜するのに使用されるタンタルスパッタリングターゲットとして有用である。

請求の範囲

- [請求項1] ターゲットの平均結晶粒径が $50\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ 以下であって、ターゲット面内の結晶粒径のバラツキが40%以上60%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] 請求項1記載のタンタルスパッタリングターゲットを用いて形成した半導体配線用バリア膜であって、ターゲットライフに対するシート抵抗 R_s のバラツキが5.0%以下であり、かつ、ターゲットライフに対する膜厚均一性のバラツキが5.0%以下であることを特徴とする半導体配線用バリア膜。
- [請求項3] タンタル原料を電子ビーム溶解・鑄造したインゴット又はビレットを 900°C 以上 1400°C 以下で熱処理し、次に、鍛造を行い、その後 850°C 以上 1100°C 以下で熱処理して、真歪3.0以上5.0以下とし、次に、圧下率80%以上90%以下で圧延を行い、その後 750°C 以上 1000°C 以下で熱処理し、さらに、これをターゲット形状に仕上げ加工することを特徴とするタンタルターゲットの製造方法。