

明 細 書

アルミニウムまたはアルミニウム合金スパッタリングターゲット

(技術分野)

本発明は、高純度アルミニウムまたは高純度アルミニウム合金スパッタリングターゲットに関するものであり、特にスパッタリングにより薄膜を形成する際にパーティクルの発生が少ない高純度アルミニウムまたはアルミニウム合金スパッタリングターゲットに関するものである。

(背景技術)

スパッタリングターゲットは、スパッタリングにより各種半導体デバイスの電極、ゲート、配線、素子、絶縁膜、保護膜等を基板上に形成するためのスパッタリング源となる、通常は円盤状の板である。加速された粒子がターゲット表面に衝突するとき運動量の交換によりターゲットを構成する原子が空間に放出されて対向する基板に堆積する。スパッタリングターゲットとしては、アルミニウムおよびアルミニウム合金ターゲット、高融点金属および合金(W、Mo、Ti、Ta、Zr、Nb等およびW-Tiのようなその合金)ターゲット、金属シリサイド(MoSi_x、WSi_x、NiSi_x等)ターゲット、白金族金属ターゲット等が代表的に使用されてきた。

このようなターゲットの中でも重要なものの一つが、アルミニウム配線形成用のアルミニウムおよびアルミニウム合金ターゲットである。アルミニウム薄膜はまたコンパクトディスクや光磁気ディスクの反射面にも使用されている。

L S Iの高集積化に伴い、回路の配線幅は1 μ m以下と微細化されつつある。このような中でスパッタリングによる薄膜形成の際のパーティクルが、回路の断線あるいは短絡の原因として大きな問題になっている。「パーティクル」とは、スパッタリングに際してターゲットから飛散する粒子がクラスター化して基板上の薄膜に直接付着したり、あるいは周囲壁や部品に付着・堆積後剥離して薄膜上に付着するものである。アルミニウム(合金)ターゲットにおいても、アルミニ

ウム配線の微細化あるいはコンパクトディスクや光磁気ディスクの反射面の高品質化に伴い、パーティクルを減少させる、特に $0.3\mu\text{m}$ 以上の寸法のパーティクルの数を $50\text{個}/\text{cm}^2$ 以下とすることが所望される。

こうした状況の下で、本発明者らは、アルミニウム（合金）ターゲット中の介在物がパーティクルの原因となること、また、その介在物が主として酸化物からなるものであるとの知見に基づき、ターゲットのスパッタ面に現れる平均直径 $10\mu\text{m}$ 以上の介在物の存在量が $40\text{個}/\text{cm}^2$ 未満であり、さらに該ターゲット中の酸素含有量が 15ppm 未満であることを特徴とするアルミニウムまたはアルミニウム合金スバッタリングターゲットを提案した。（特願平7-192619号）。

特願平7-192619号に記載したように、アルミニウムまたはアルミニウム合金ターゲット中の酸素含有量を低減することによってパーティクルの発生は大幅に抑制することが可能となった。しかしながら、なお、スバッタリング中に突発的にパーティクル数が増加するという問題があることが指摘された。すなわち、スバッタリング中の平均的なパーティクル数は十分に低いレベルにあるにもかかわらず、あるウェハーのロットにおいて、突然、パーティクル数が管理上限値を超えるという現象が生じる。そしてこの突発的なパーティクルの発生がLSI製造工程の歩留まりを低下させる一因となっている。

本発明は、特に、スバッタリングにより薄膜を形成する際の突発的なパーティクルの発生を抑制した高純度アルミニウムまたは高純度アルミニウム合金スバッタリングターゲットを提供することを課題とした。

（発明の開示）

本発明者らは、上記のような問題点を解決するために鋭意努力し、アルミニウムまたはアルミニウム合金ターゲット中の酸素の存在形態に着目して調査を行った。その結果、ターゲット素材の溶解工程で用いるグラファイトルツボに起因すると思われるカーボン粒子とアルミナとが複合した介在物として存在している可能性が高いことを見いだした。

これらの複合介在物は、比較的粗に分布しているために一般的な酸素分析のた

めのサンプリングでは試料中に内包されず、分析値に現れるのは稀であるが、スパッタリングプロセス中ではパーティクルの発生原因となる。また、比較的粗に分布しているが故に、特に低酸素含有量のターゲットの場合に突発性のパーティクル増加を引き起こすものと考えられる。

そして、このような発見を踏まえて、アルミニウムまたはアルミニウム合金ターゲット中のグラファイト・アルミナ複合介在物の存在頻度を示す指標として、ターゲット材の超音波探傷検査におけるインディケーション (Indication) 数を用いることができることを明らかにした。

これらの知見に基づいて、本発明は、高純度アルミニウムまたは高純度アルミニウム合金スパッタリングターゲットにおいて、該ターゲット中の酸素含有量が 5 ppm 未満であり、さらに該ターゲット表面から行った超音波探傷検査における、平底穴 (Flat Bottom Hole) 0.5 mm ϕ 以上相当のインディケーション (Indication) 数が 0.014 個/cm² 未満であることを特徴とする、アルミニウムまたはアルミニウム合金スパッタリングターゲットを提供する。

(図面の簡単な説明)

第1図は、ターゲットA (比較例) およびターゲットB (実施例) を用いた場合の各ロット毎のパーティクル数の推移を示す図である。

第2図は、ターゲットC (比較例) およびターゲットD (実施例) を用いた場合の各ロット毎のパーティクル数の推移を示す図である。

(発明を実施するための最良の形態)

スパッタリングの際のパーティクルは、ターゲット中の介在物が破裂することにより発生する。さらに破裂により開いた孔の近傍に粒子の再付着が生じ、この再付着物が剥離してこれもまたパーティクルの原因となる。パーティクルの原因となる介在物は、主として酸化物からなるものであるため、ターゲット中の酸素含有量を 5 ppm 未満とする。さらに、ターゲット表面から行った超音波探傷検査における、平底穴 (Flat Bottom Hole) 0.5 mm ϕ 以上相当のインディケーション (Indication) 数を 0.014 個/cm² 未満とすることにより、グラフ

ァイト・アルミナ複合介在物を低減し、突発性のパーティクルの発生を十分少なくすることができる。

本発明のスパッタリングターゲットの素材として用いる高純度アルミニウムとは4N(99.99%)以上のアルミニウムを意味し、アルミニウム合金とはスパッタリングターゲットとして通常添加されるSi、Cu、Ti、Ge、Cr、Ni、Mo、B、Zr、Nd、Ta等の元素を高純度アルミニウムに一種または二種以上を10重量%以下含有するものである。

また、本発明のスパッタリングターゲットの製造に用いる原料としては、市販の高純度アルミニウム材料および上記の合金添加成分材料を使用することができるが、電子デバイス等に悪影響を及ぼす放射性元素、アルカリ金属等の不純物含有量を極力低減したものが好ましい。

ターゲットは通常、原料を溶解及び鑄造し、鑄造後の素材を、結晶組織、粒径等を適切なものとするため熱処理および加工処理を施し、その後円盤状等の最終ターゲット寸法に仕上げることにより作製される。圧延や鍛造等の塑性加工と熱処理を適切に組み合わせることによりターゲットの結晶方位等の品質の調整を行うことができる。

介在物は、主として原料の溶解、鑄造の過程で発生し、酸化物、窒化物、炭化物、水素化物、硫化物、珪化物などであるが、主として酸化物からなるものであることから、ターゲットを製造する際に使用するルツボ、湯口、モールドなどは還元性のある材料を使用するのが良い。また、溶融したアルミニウムまたはアルミニウム合金の鑄造を行う前に、溶融した金属の表面に浮かんでくる酸化物等のスラグを十分に除去する必要がある。溶解、鑄造は非酸化性雰囲気中、好ましくは真空中で行う。

スパッタリングの際のパーティクルは、ターゲット中の介在物が破裂することにより発生する。さらに破裂により開いた孔の近傍に粒子の再付着が生じ、この再付着物が剥離してこれもまたパーティクルの原因となる。パーティクルの原因となる介在物は、主として酸化物からなるものであり、ターゲット中の酸素含有量が5ppm以上になると、特に、パーティクルの発生が多くなる。従って、ターゲット中の酸素含有量は5ppm未満になるようにする。

さらに、突発性のパーティクルの原因となるグラファイト・アルミナ複合介在物を低減する必要があるが、これらの介在物は比較的粗に分布しているため、一般的な酸素分析のためのサンプリングでは試料中に内包されず分析値に現れるのは稀である。そこで、ターゲット材の表面から超音波探傷検査を行い、その結果観察される、平底穴 (Flat Bottom Hole) $0.5\text{ mm } \phi$ 以上相当のインディケーション (Indication) 数をグラファイト・アルミナ複合介在物の存在頻度を示す指標とした。

超音波探傷によるインディケーション (Indication) の測定は、Indication までの距離、Indication の大きさ、形状等によって異なる反射エコーの強さから求めることができる。一般的には、種々の深さ、大きさに機械加工を行った平底穴 (Flat Bottom Hole) からの反射エコーを用いて測定した D G S 線図と Indication エコーの強さを比較することにより Indication の大きさを推定する。従って、平底穴 (Flat Bottom Hole) $0.5\text{ mm } \phi$ とは、その深さの直径 0.5 mm 径の平底穴からの反射エコーと同等の強さをもつ Indication の大きさを表すものであり、等価直径とも呼ばれる。

そして、この Flat Bottom Hole $0.5\text{ mm } \phi$ 以上相当の Indication 数が $0.014\text{ 個}/\text{cm}^2$ 以上の場合に、突発性のパーティクルの増加が顕著になる。従って、Flat Bottom Hole $0.5\text{ mm } \phi$ 以上相当の Indication 数は $0.014\text{ 個}/\text{cm}^2$ 未満となるようにする。なお、この値は、通常の高純度アルミニウムまたはアルミニウム合金スバックリングターゲット、すなわち直径 300 mm 、厚さ $10\sim15\text{ mm}$ のターゲットにおいて 10 個未満に相当するものである。

こうして、本発明により、平均的なパーティクルの数を低減すると同時に突発的なパーティクルの発生をも抑制することができ、今後のアルミニウム (合金) ターゲットへの要求に対応することができる。

(実施例)

実施例 1

2 種類の A1 - 0.5% Cu 合金ターゲット (直径 $300\text{ mm } \phi$ 、厚さ 10 mm)

m) を作製した。ターゲット中の酸素含有量を測定した。また、ターゲット表面から超音波探傷検査を行った。超音波探傷検査の条件は以下の通りであった。

振動子の直径 : 9.5 mm ϕ

振動子面積 : 68 mm²

振動子形状 : 円形

超音波周波数 : 5 ~ 10 MHz

それぞれのターゲットの酸素含有量および、単位面積当たりの超音波探傷検査における Flat Bottom Hole 0.5 mm ϕ 以上相当の Indication 数は以下の通りであった。

	酸素含有量 (ppm)	Flat Bottom Hole 0.5mm ϕ 以上 相当の Indication 数 (個/cm ²)
ターゲット A (比較例)	1	0.0453
ターゲット B (実施例)	2	0.0042

これらのターゲットを用いて、スパッタリング試験を行った。直径8インチのシリコンウエハー上にスパッタ膜を成膜し、0.3 μ m 以上のパーティクルの数をパーティクルカウンタ (Tencor製 6420) で測定した。各ロット毎のパーティクル数の推移を図1に示す。

ここで、ロット No. 1 ~ 32 はターゲット A を、ロット No. 33 ~ 40 はターゲット B を、そして、ロット No. 41 ~ 49 は再びターゲット A を用いてスパッタリングを行ったものである。

ターゲット A を用いた場合には、突発的なパーティクル数の増加 (第1図の*印) が見られたのに対して、ターゲット B ではこのような突発的なパーティクル数の増加はみられず安定していた。

実施例 2

実施例 1 と同様に、2種類の Al - 0.5% Cu 合金ターゲット (直径 300 mm ϕ 、厚さ 10 mm) を作製した。ターゲット中の酸素含有量を測定した。また、ターゲット表面から超音波探傷検査を行った。

それぞれのターゲットの酸素含有量および、単位面積当たりの超音波探傷検査における Flat Bottom Hole 0.5 mm ϕ 以上相当の Indication 数は以下の通りであった。

	酸素含有量 (ppm)	Flat Bottom Hole 0.5mm ϕ 以上 相当の Indication 数 (個/cm ²)
ターゲット C (比較例)	0.5	0.0325
ターゲット D (実施例)	0.5	0.0127

これらのターゲットを用いて、スパッタリング試験を行った。直径8インチのシリコンウェハー上にスパッタ膜を成膜し、0.3 μ m以上のパーティクルの数をパーティクルカウンタ (Tencor製6420) で測定した。各ロット毎のパーティクル数の推移を図2に示す。

ここで、ロット No. 1～17はターゲット Cを、ロット No. 18～33はターゲット Dを用いてスパッタリングを行ったものである。

ターゲット Cを用いた場合には、管理上限値 (この場合には30個) を超えるような突発的なパーティクル数の増加 (第2図の*印) が見られるのに対して、ターゲット Dではこのような突発的なパーティクル数の増加はみられず安定していた。

(産業上の利用可能性)

本発明の高純度アルミニウムまたは高純度アルミニウム合金スパッタリングターゲットを用いることにより、スパッタリングの際の突発的なパーティクルの発生を低減することが可能である。



WO 98/01598

PCT/JP97/02287

請 求 の 範 囲

1. 高純度アルミニウムまたは高純度アルミニウム合金スパッタリングターゲットにおいて、該ターゲット中の酸素含有量が5 ppm未満であり、さらに該ターゲット表面から行った超音波探傷検査における、平底穴 (Flat Bottom Hole) 0.5 mm ϕ 以上相当のインディケーション (Indication) 数が0.014個/cm² 未満であることを特徴とする、アルミニウムまたはアルミニウム合金スパッタリングターゲット。