

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Ta_N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Ta_N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Ta_N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ミ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、スエーピング、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。しかしながら、いずれのタンタルターゲットを用いてスパッタリングを実施しても、スパッタレート(成膜速度)が必ずしも高くなく、スループットが悪いという問題が生じた。

[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。しかし、この場合は、結晶配向を制御することにより、スパッタレートを早め、スループットを向上させるという発想はない。

[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。しかし、結晶配向を制御して、スパッタレートを早め、スループットを向上させるという発想はない。

[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、さらに再結晶化熱処理を行うことが記載されている。しかし、この場合も結晶配向を制御することにより、スパッタレートを早め、スループットを向上させるという発想はない。また、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、プラズマの安定性を向上させるという開示はない。

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11-80942号公報
特許文献4：特開2002-363736号公報
特許文献5：特表2008-532765号公報
特許文献6：特許第4754617号
特許文献7：国際公開2011/061897号
特許文献8：特許第4714123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配向を制御することにより、スパッタレートを早めることができ、短時間で必要な膜厚を成膜することを可能とし、スループットを向上することを課題とし、さらにターゲットのスパッタ面における結晶粒径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、プラズマの安定性を向上させ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Ta₂N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、(200)

面の配向率が70%以下、かつ(222)面の配向率が10%以上であり、さらに平均結晶粒径が50 μ m以上150 μ m以下、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60%以下、かつ、(222)面の配向率が20%以上であり、さらに平均結晶粒径が50 μ m以上150 μ m以下、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50%以下、かつ、(222)面の配向率が30%以上であり、さらに平均結晶粒径が50 μ m以上150 μ m以下、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、

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、を提供する。

[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、圧延及び熱処理することを特徴とする上記1)～3)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、

7) 圧延ロール径500mm以上の圧延ロールを用いて、圧延速度10m/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)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、

8) 圧延及び熱処理を2回以上繰り返し、圧延ロール径500mm以上の圧延ロールを用いて、圧延速度10m/分以上、圧延率60%以上で冷間圧延することを特徴とする上記6)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、

- 9) 温度900℃～1400℃で熱処理することと特徴とする上記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) 鍛造及び再結晶焼鈍を2回以上繰り返すことと特徴とする上記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配向を制御することにより、スパッタレートを早めることができる、これにより、短時間で必要な膜厚を成膜することが可能となり、スルーputを向上することができ、さらにターゲットのスパッタ面における結晶粒径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、プラズマの安定性を向上させる優れた効果を有する。
- 特に、活発なC_u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、Ta膜又はTa₂N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。

図面の簡単な説明

- [0014] [図1]本発明の実施例及び比較例に係る結晶配向とスパッタレートとの関係図である。

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、そのスパッタ面における(200)面の配向率を低くすること、かつ(222)面の配向率を高くすること、さらに平均結晶粒径が50μm以上150μm以下、かつ結晶粒径のばらつきが30μm以下であることが特徴である。この結晶粒径の制御は、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

に、プラズマの安定性を向上させる効果を有する。平均結晶粒径が $50\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下の範囲外では、いずれもプラズマを安定させる効果が減少する傾向にある。

なお、粒径は、光学顕微鏡で組織写真を撮影し、クロスセクションング法にて計算する。粒径のバラつきは、ターゲットの面内9か所で測定した粒径の最大値と最小値の差になる。また、放電電圧は、 $15\text{ kW}-15\text{ sec}$ スパッタしている間の、電圧の平均値になる。放電電圧のバラつきは最大値と最小値の差になる。放電異常発生率は、Waferに成膜したときに、異常が発生した枚数/全枚数 $\times 100$ (%)になる。

[0016] 一方、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、 (222) 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) 面よりもタン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。

[0017] 本発明において、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 (200) 面の配向率は70%以下、かつ (222) 面の配向率は10%以上とすることが好ましい。より好ましくは、 (200) 面の配向率は60%以下、かつ (222) 面の配向率は20%以上とし、さらに好ましくは (200) 面の配向率は60%以下、かつ (222) 面の配向率は20%以上とする。

なお、安定な結晶構造を得るために (200) 面の配向率は50%以上、 (222) 面の配向率は30%以下であることが好ましい。 (200) 面の配向率の下限値は30%、 (222) 面の配向率の上限値は40%とすることが望ましい。

[0018] (200) 面の配向率の下限値及び (222) 面の配向率の上限値は、特に制限はないが、 (200) 面の配向率が30%より小さい場合、また (222) 面の配向率が40%より大きい場合は、スパッタレートが $10\text{ }\text{\AA}/\text{sec}$

cを超えるので、薄いTaバリア膜を成膜する際には、成膜時間が短くなりすぎ、均一なバリア膜を得るのが難しくなるためである。しかしながら、必要に応じて上記(200)面の配向率の下限值30%、(222)面の配向率の上限値40%を超えて実施することも可能である。

[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、 $\{ [(200)の測定強度 / (200)のJCPDS強度] / \sum (各面の測定強度 / 各面のJCPDS強度) \} \times 100$ 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Ta_N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Ta_N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、従来に比べてスパッタレートを早くすることができる。このようにスパッタ効率を向上させることができ、結晶粒径の制御により、タンタルターゲットの放電電圧を低くし、プラズマを発生しやすくすると共に、プラズマの安定性を向上させることができるので、従来よりも短時間で必要な膜厚を成膜することができ、当該Ta膜又はTa_N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、スループットを著しく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大きいものがよく、500mm以上のものが好ましい。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。

[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。また、同時に結晶粒径の調整も可能である。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の結晶配向において、(200)配向率を低くし、かつ、(222)配向率を高くすることである。さらに、ターゲットのスパッタ面における結晶粒径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、プラズマの安定性を向上させるという観点から、平均結晶粒径が50μm以上150μm以下、かつ結晶粒径のばらつきが30μm以下とする。

[0025] このように結晶粒径と配向の制御に大きくかかわるのは、主として圧延工程と熱処理である。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)面配向率及び(222)面配向率及び結晶粒径の制御が可能となる。

結晶粒径及び面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、一旦平均結晶粒径が $50\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 以下、かつ結晶粒径のばらつきが $30\mu\text{m}$ 以下とすること、及び(200)面配向率及び(222)面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。

[0026] 通常、ターゲットを製造する場合には、圧延ロール径 500mm 以上の圧延ロールを使用し、圧延速度を $10\text{m}/\text{min}$ 以上、1パスの圧延率を $8\sim 12\%$ とすることが有効である。しかし、本発明の結晶粒径の調整と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。

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

[0027] 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。

[0028] 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 $195\text{mm}\phi$ 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 $150\text{mm}\phi$ とし、これを $1100\sim 1400^\circ\text{C}$ 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 $150\text{mm}\phi$ とし(一次鍛造)、これを再結晶温度 $\sim 1400^\circ\text{C}$ 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150～185mm ϕ 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。

[0029]（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650mmの圧延ロールを用いて、圧延速度20m/min、圧延率92%で冷間圧延して厚さ8mm、直径520mm ϕ 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）配向率が38.6%、（222）配向率が37.8%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は82.1 μ m、結晶粒径のバラツキが18.8 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、スパッタレートが9.52Å/secと良好であり、スパッタ効率を向上させることができた。また、放電電圧は632.8V、放電電圧バラツキは15.0Vであり、放電異常発生率は8.1%と良好であった。この結果を、表1に示す。

[0030] なお、スパッタリングの条件は、以下のとおりである。

電源：直流方式

電力：15kW

到達真空度： 5×10^{-8} Torr

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

[0031]（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650mmの圧延ロールを用いて、圧延速度20m/min、圧延率66%で冷間圧延して厚さ24mm、直径300mm ϕ とし、これを1100℃の温度で熱処理した。再度、これを圧延率67%で冷間圧延して厚さ8mm、直径520mm

φとし、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)配向率が39.6%、(222)配向率が34.5%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は136.9 μm、結晶粒径のバラツキが22.7 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、スパッタレートが9.23 Å/secと良好であり、スパッタ効率を向上させることができた。また、放電電圧は625.6 V、放電電圧バラツキは11.7 Vであり、放電異常発生率は6.9%と良好であった。この結果を表1に示す。

[0032] (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500 mmの圧延ロールを用いて、圧延速度20 m/min、圧延率91%で冷間圧延して厚さ8 mm、直径520 mm φ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)配向率が40.8%、(222)配向率が35.7%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は87.7 μm、結晶粒径のバラツキが13.4 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、スパッタレートが9.19 Å/secと良好であり、スパッタ効率を向上させることができた。また、放電電圧は635.4 V、放電電圧バラツキは8.3 Vであり、放電異常発生率は9.8%と良好であった。この結果を表1に示す。

[0033] (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650 mmの圧延ロールを用いて、圧延速度15 m/min、圧延率65%で冷間圧延して厚さ24 mm、直径300 mm φとし、これを1100℃の温度で熱処理した。再度、これを圧延率67%で冷間圧延して厚さ8 mm、直径520 mm φとし、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)配向率が45.2%、

(2 2 2) 配向率が32.7%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は114.8 μm 、結晶粒径のバラツキが23.8 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、スパッタレートが9.18 $\text{\AA}/\text{sec}$ と良好であり、スパッタ効率を向上させることができた。また、放電電圧は626.1 V、放電電圧バラツキは14.4 Vであり、放電異常発生率は8.2%と良好であった。この結果を表1に示す。

[0034] (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650 mmの圧延ロールを用いて、圧延速度15 m/min、圧延率90%で冷間圧延して厚さ8 mm、直径520 mm ϕ とし、これを1200°C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) 配向率が53.4%、(222) 配向率が21.2%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は129.3 μm 、結晶粒径のバラツキが25.8 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、スパッタレートが8.96 $\text{\AA}/\text{sec}$ と良好であり、スパッタ効率を向上させることができた。また、放電電圧は633.3 V、放電電圧バラツキは18.0 Vであり、放電異常発生率は8.6%と良好であった。この結果を表1に示す。

[0035] (実施例6)

実施例6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、圧延率92%で冷間圧延して厚さ8 mm、直径520 mm ϕ とし、これを900°C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) 配向率が55.4%、(222) 配向率が20.4%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は65.3 μm 、結晶粒径のバラツキが16.2 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、スパッタレート

が $8.91 \text{ Å}/\text{sec}$ と良好であり、スパッタ効率を向上させることができた。また、放電電圧は 636.6 V 、放電電圧バラツキは 9.6 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。

[0036] (実施例7)

実施例7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 $10 \text{ m}/\text{min}$ 、圧延率 90% で冷間圧延して厚さ 8 mm 、直径 $520 \text{ mm } \phi$ とし、これを 1400°C 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) 配向率が 63.9% 、 (222) 配向率が 16.8% の結晶組織を有し、平均結晶粒径は $146.5 \mu\text{m}$ 、結晶粒径のバラツキが $23.2 \mu\text{m}$ 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、スパッタレートが $8.86 \text{ Å}/\text{sec}$ と良好であり、スパッタ効率を向上させることができた。また、放電電圧は 628.5 V 、放電電圧バラツキは 11.3 V であり、放電異常発生率は 7.1% と良好であった。この結果を表1に示す。

[0037] (実施例8)

実施例8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 $20 \text{ m}/\text{min}$ 、圧延率 82% で冷間圧延して厚さ 8 mm 、直径 $520 \text{ mm } \phi$ とし、これを 900°C 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) 配向率が 69.8% 、 (222) 配向率が 12.1% の結晶組織を有し、平均結晶粒径は $74.8 \mu\text{m}$ 、結晶粒径のバラツキが $19.4 \mu\text{m}$ 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、スパッタレートが $8.66 \text{ Å}/\text{sec}$ と良好であり、スパッタ効率を向上させることができた。また、放電電圧は 629.1 V 、放電電圧バラツキは 12.1 V であり、放電異常発生率は 5.6% と良好であった。この結果を表1に示す。

[0038] (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 20 m/min、圧延率 80% で冷間圧延して厚さ 8 mm、直径 520 mm ϕ とし、これを 800°C 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) 配向率が 77.2%、(222) 配向率が 9.6% の結晶組織を有し、平均結晶粒径は 59.4 μ m、結晶粒径のバラツキが 10.2 μ m のタンタルスパッタリングターゲットとなった。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 619.5 V、放電電圧バラツキは 13.8 V であり、放電異常発生率は 9.4% と良好であったが、スパッタレートが 8.27 Å/sec と悪く、スループットを低下させる原因となった。この結果を同様に表 1 に示す。

[0039] (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 500 mm の圧延ロールを用いて、圧延速度 15 m/min、圧延率 80% で冷間圧延して厚さ 8 mm、直径 520 mm ϕ とし、これを 800°C 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) 配向率が 78.7%、(222) 配向率が 8.3% の結晶組織を有し、平均結晶粒径は 66.0 μ m、結晶粒径のバラツキが 11.8 μ m のタンタルスパッタリングターゲットとなった。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 618.7 V、放電電圧バラツキは 14.8 V であり、放電異常発生率は 9.1% と良好であったが、スパッタレートが 8.21 Å/sec と悪く、スループットを低下させる原因となった。この結果を同様に表 1 に示す。

[0040] (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 400 mm の圧延ロールを用いて、圧延速度 10 m/min、圧延率 78% で冷間圧延して厚さ 8 mm、直径 520 mm ϕ とし、これを 1100°C 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) 配向率が85.3%、(222) 配向率が8.0%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は122.8 μm 、結晶粒径のバラツキが19.2 μm のタンタルスパッタリングターゲットとなった。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615.2 V、放電電圧バラツキは12.9 Vであり、放電異常発生率は9.7%と良好であったが、スパッタレートが8.05 $\text{\AA}/\text{sec}$ と悪く、スループットを低下させる原因となった。この結果を同様に表1に示す。

[0041] (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400mmの圧延ロールを用いて、圧延速度10m/min、圧延率75%で冷間圧延して厚さ8mm、直径520mm ϕ とし、これを1200 $^{\circ}\text{C}$ 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) 配向率が87.5%、(222) 配向率が6.8%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は133.4 μm 、結晶粒径のバラツキが23.7 μm のタンタルスパッタリングターゲットとなった。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616.8 V、放電電圧バラツキは17.5 Vであり、放電異常発生率は5.5%と良好であったが、スパッタレートが7.83 $\text{\AA}/\text{sec}$ と悪く、スループットを低下させる原因となった。この結果を同様に表1に示す。

[0042] (比較例5)

比較例5では、得られたターゲット素材を、圧延ロール径650mmの圧延ロールを用いて、圧延速度20m/min、圧延率95%で冷間圧延して厚さ8mm、直径520mm ϕ とし、これを700 $^{\circ}\text{C}$ 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) 配向率が47.2%、(222) 配向率が33.4%の結晶組織を有し、平均結晶粒径は36.8 μm 、結晶粒径のバラツキが20.4 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、スパッタレートが $8.53 \text{ \AA/s}$ と良好であり、スパッタ効率を向上させることができた。しかし、放電電圧は 652.1 V 、放電電圧バラツキは 33.3 V であり、放電異常発生率は 15.5% と不良であった。この結果を表1に示す。

[0043] (比較例6)

比較例6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 、圧延率 65% で冷間圧延して厚さ 24 mm 、直径 300 mm とし、これを 1100°C の温度で熱処理した。再度、これを圧延率 67% で冷間圧延して厚さ 8 mm 、直径 520 mm とし、これを 1000°C 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) 配向率が 60.7% 、 (222) 配向率が 16.9% の結晶組織を有し、平均結晶粒径は $167.2 \mu\text{m}$ 、結晶粒径のバラツキが $30.2 \mu\text{m}$ 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、スパッタレートが $9.16 \text{ \AA/s}$ と良好であり、スパッタ効率を向上させることができた。しかし、放電電圧は 646.9 V 、放電電圧バラツキは 24.2 V であり、放電異常発生率は 18.5% と不良であった。この結果を表1に示す。

[0044] 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スパッタレートが早く、スループットを向上させることができる。また、実施例及び比較例における結晶配向とスパッタレートとの関係を図1に示す。図1に示されるとおり、 (200) 面の配向率が下がるにつれて、また、 (222) 面の配向率が上がるにつれて、スパッタレートが早くなることが分かる。

さらに本願発明は、ターゲットのスパッタ面における結晶粒径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、プラズマの安定性を向上させることができる。

[0045]

[表1]

	圧延ロール径 (mm)	圧延速度 (m/min)	1パスの圧延率 (%)	1回目		2回目		(200) 配向率 (%)	(222) 配向率 (%)	結晶粒径 (μm)	粒径 バラツキ (μm)	タスバット レート ($\text{\AA}/\text{sec}$)	放電電圧 (V)	電圧 バラツキ (V)	異常放電 発生率 (%)	判 定
				圧延率	熱処理温 度	圧延率	熱処理温 度									
実施 例1	650	20	10~12	92%	1000°C	/	/	38.6	37.8	82.1	18.8	9.52	632.8	15.0	8.1	◎
実施 例2	650	20	8~10	66%	1100°C	67%	900°C	39.6	34.5	136.9	32.7	9.33	625.6	11.7	6.9	◎
実施 例3	500	20	10~12	91%	1000°C	/	/	40.8	35.7	87.7	13.4	9.19	635.4	8.3	9.8	◎
実施 例4	650	15	10~12	65%	1100°C	67%	900°C	45.2	32.7	114.8	23.8	9.18	626.1	14.4	8.2	◎
実施 例5	650	15	8~10	90%	1200°C	/	/	53.4	31.2	129.3	25.8	8.98	633.3	16.0	8.6	○
実施 例6	500	20	8~10	92%	900°C	/	/	55.4	20.4	65.3	16.2	8.91	636.6	9.6	9.6	○
実施 例7	500	10	10~12	90%	1400°C	/	/	63.9	16.8	146.5	23.2	8.86	628.5	11.3	7.1	○
実施 例8	500	20	10~12	82%	900°C	/	/	69.8	12.1	74.8	19.4	8.66	629.1	12.1	5.6	○
比較 例1	650	20	8~10	80%	800°C	/	/	77.2	9.6	59.4	10.2	9.27	619.5	13.8	9.4	×
比較 例2	500	15	8~10	80%	800°C	/	/	78.7	8.3	66.0	11.8	8.21	618.7	14.8	9.1	×
比較 例3	400	10	10~12	78%	1100°C	/	/	85.3	8.0	122.8	19.2	8.05	615.2	12.9	9.7	×
比較 例4	400	10	8~10	75%	1200°C	/	/	87.5	6.8	133.4	23.7	7.63	616.8	17.5	5.5	×
比較 例5	650	20	10~12	95%	700°C	/	/	47.2	33.4	36.6	20.4	8.53	652.1	33.3	15.5	×
比較 例6	500	20	8~10	65%	1100°C	67%	1000°C	60.7	16.9	167.2	30.2	9.16	646.9	24.2	18.5	×

判定: ◎はスバットレート9.0 $\text{\AA}/\text{sec}$ 以上、かつ、異常放電発生率10%未満
 ○はスバットレート8.5 $\text{\AA}/\text{sec}$ 以上、かつ、異常放電発生率10%未満
 ×はスバットレート8.5 $\text{\AA}/\text{sec}$ 未満、または、異常放電発生率10%以上

産業上の利用可能性

[0046] 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配向を制御することによって、スパッタレートを早めることができ、これにより、短時間で必要な膜厚を成膜することが可能となり、スループットを向上することができ、さらに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、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、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、(200)面の配向率が70%以下、かつ(222)面の配向率が10%以上であり、さらに平均結晶粒径が $50\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 以下、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。
- [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60%以下、かつ(222)面の配向率が20%以上であり、さらに平均結晶粒径が $50\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 以下、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請求項1記載の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50%以下、かつ(222)面の配向率が30%以上であり、さらに平均結晶粒径が $50\mu\text{m}$ 以上 $150\mu\text{m}$ 以下、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請求項1記載の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、圧延及び熱処理することを特徴とする請求項1～3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7] 圧延ロール径 500mm 以上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請求項6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8] 圧延及び熱処理を2回以上繰り返し、圧延ロール径 500mm 以上の圧延ロールを用いて、圧延速度 $10\text{m}/\text{分}$ 以上、圧延率60%以上で冷間圧延することを特徴とする請求項6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9] 温度 900℃～1400℃で熱処理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] 鍛造及び再結晶焼鈍を2回以上繰り返す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。