

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4981233号

(P4981233)

(45) 発行日 平成24年7月18日(2012.7.18)

(24) 登録日 平成24年4月27日(2012.4.27)

(51) Int.Cl. F I
GO 1 N 29/04 (2006.01) GO 1 N 29/10 5 O 1
GO 1 N 29/44 (2006.01) GO 1 N 29/22 5 O 1
C 2 3 C 14/34 (2006.01) C 2 3 C 14/34 A

請求項の数 13 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2001-583175 (P2001-583175)	(73) 特許権者	500190801 トーソー エスエムディー, インク. アメリカ合衆国 オハイオ 43123 グローブ シティ ゲインズ ロード 3 600
(86) (22) 出願日	平成13年5月4日(2001.5.4)		
(65) 公表番号	特表2003-532895 (P2003-532895A)	(74) 代理人	100097319 弁理士 狩野 彰
(43) 公表日	平成15年11月5日(2003.11.5)	(74) 代理人	100067530 弁理士 新部 興治
(86) 国際出願番号	PCT/US2001/014403	(72) 発明者	ライボヴィッチ, アレキサンダー アメリカ合衆国 オハイオ 43026 ヒリアード ジレット アベニュー 52 83
(87) 国際公開番号	W02001/086282		
(87) 国際公開日	平成13年11月15日(2001.11.15)		
審査請求日	平成20年4月30日(2008.4.30)	審査官	比嘉 翔一
(31) 優先権主張番号	60/203,568		最終頁に続く
(32) 優先日	平成12年5月11日(2000.5.11)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

(54) 【発明の名称】 音波の位相変化の検出を使用する、スパッターターゲット清浄度の非破壊評価のための方法と装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

スパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法であって、

a) 基準試料を使用して、波形位相反転欠陥、即ち欠陥境界において超音波パルス波形の位相を180度変化させる欠陥であり結果として波形位相反転を引き起こす欠陥、に関する基準値と波形位相反転欠陥、即ち欠陥境界において超音波パルス波形の位相を180度変化させない欠陥であり結果として波形位相反転を引き起こさない欠陥、に関する基準値とを得、

b) 前記スパッターターゲット材料の試験試料の表面上の複数の位置で、該試験試料に音響エネルギーを順次照射し、

c) 前記音響エネルギーによって誘起される高周波エコー波形を検出し、

d) 背景組織関係の後方散乱ノイズを前記エコー波形と区別して、高周波エコー波形信号を得、

e) 前記高周波エコー波形信号を、180°の波形位相反転に関してモニターし、

f) 前記複数の位置の各々に伴う高周波エコー波形信号を、前記波形位相反転基準値および前記波形位相反転基準値と比較して、ボイド状欠陥、粒子状欠陥、および無欠陥に対応するそれぞれのデータ点を得、

g) 波形位相反転欠陥、波形位相反転欠陥、および無欠陥に対応するデータ点をカウントして、波形位相反転欠陥に対応する欠陥カウント数 C_{FI} 、波形位相反転欠陥に対応する欠陥カウント数 C_{FN} 、欠陥カウント総数 C_{FT} 、およびデータ点総数 C_{DP} を決定し、

h) 総清浄度ファクター $F_{CT} = (C_{FT} / C_{DP}) \times 10^6$ 、位相反転欠陥に対応する清浄度ファクター $F_{CI} = (C_{FI} / C_{DP}) \times 10^6$ 、および位相非反転欠陥に対応する清浄度ファクター $F_C = (C_{FN} / C_{DP}) \times 10^6$ を計算する、
各ステップから成ることを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記基準試料が一定深さと直径の平底盲孔を有することを特徴とする請求項 1 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法。

【請求項 3】

前記基準試料が意図的に埋め込まれた特定寸法のアルミナ粒子を有することを特徴とする請求項 1 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法。

10

【請求項 4】

前記試験試料が前記スパッターターゲット材料から成る円柱形物体であることを特徴とする請求項 1 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法。

【請求項 5】

前記円柱形物体が円板形試験試料に成形されることを特徴とする請求項 4 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法。

【請求項 6】

前記円板形試験試料が前記円柱形物体の圧延によって成形されることを特徴とする請求項 5 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法。

【請求項 7】

20

前記円板形試験試料が前記円柱形物体の鍛造によって成形されることを特徴とする請求項 5 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法。

【請求項 8】

前記円板形試験試料が第一および第二の平坦表面を有することを特徴とする請求項 5 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法。

【請求項 9】

前記第一および第二の平坦表面がダイヤモンドカッター切断によって作られることを特徴とする請求項 8 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法。

【請求項 10】

前記音響エネルギーがトランスジューサーによって生成されることを特徴とする請求項 1 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法。

30

【請求項 11】

さらに、前記試験試料を浸漬タンク内の脱イオン水に浸漬し、前記トランスジューサーを、前記音響エネルギーが前記脱イオン水中を伝播して、前記試験試料の上表面に実質的に垂直に前記試験試料に当たるように、配向するステップを含むことを特徴とする請求項 10 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法。

【請求項 12】

前記トランスジューサーが圧電トランスジューサーであり、約 114 mm の水中での固定焦点距離、約 8 MHz (−6 dB) の帯域幅を伴う約 9.15 MHz のピーク周波数、を有し、

40

前記トランスジューサーが、アルミニウム中での約 21 mm の焦点領域 (−6 dB) と直径 0.8 ~ 0.9 mm の焦点スポットとを有する、パルスを生成する、
ことを特徴とする請求項 10 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法。

【請求項 13】

前記試験試料が約 28 cm 程度の幅の上表面を有し、
前記上表面の全体にわたって、x 方向、即ち上表面の横軸方向、および y 方向、即ち上表面の縦軸方向、の両方向において、約 0.9 mm のステップのラスタ走査のような段階的な動きにより前記データ点を取得する、

ことを特徴とする請求項 12 に記載のスパッターターゲット材料の特性決定のための非破

50

壊的方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、金属スパッターターゲット材料の内在欠陥のタイプを識別する、非破壊試験法と装置とに関する。より詳しくは、高周波エコー波形の位相変化の検出を使用する、固体介在物の識別と計数のための非破壊的方法と装置とに関する。

【0002】

カソードスパッターリングは、必要な基板たとえば半導体ウェーハ上に、スパッターターゲットから材料薄層または薄膜を蒸着するために広く使用されている。基本的には、スパッターターゲットを収容したカソードアセンブリが、アノードとともに、不活性ガス好ましくはアルゴンを充填した室内に配置される。必要な基板は、室内のアノード近くに配置され、受け面がカソードアセンブリとアノードとの間の経路に垂直に配向される。高圧電場がカソードアセンブリとアノードとの間に加えられる。

【0003】

カソードアセンブリから放出された電子が不活性ガスをイオン化する。次に、不活性ガスの正帯電イオンが、電場により、スパッターターゲットのスパッターリング面に向かって加速される。イオン衝撃によってスパッターターゲットから叩き出された物質は、室を横断して、基板の受け面に付着し、薄層または薄膜を生じる。

【0004】

スパッターリング工程によって生成される層または膜の質に影響する一つの要因は、スパッターターゲットを製造する材料の“清浄度”である。“清浄度”という言葉は、半導体産業で広く使用されており、特に、高純度および超高純度材料の特性を示すのに使用されている。通常、習慣では、“清浄度”は材料の内部純度を表す。不純物は、たとえば、スパッターターゲット材料中に分散または局在した形の痕跡量の外来元素として存在する。清浄度は、通常、不純物原子の数とサンプルとされた原子の総数との比を定める、百万あたりの原子（particle）数（“ppm”）または10億あたりの原子数（“ppb”）を単位として測定される。

【0005】

スパッターターゲットが製造される材料の清浄度が該ターゲットによって生成される層または膜の質に影響するので、明らかに、スパッターターゲットの製造には比較的清浄な材料を使用するのが望ましい。これは、当業者にとって、高品質のスパッターターゲットの製造に適した清浄度のスパッターターゲットブランクの選択のための非破壊検査技術の必要があることを意味する。公知の破壊検査法たとえばグロー放電質量分析法およびLECO技術は、この目的のためには適当でない。

【0006】

スパッターリング工程によって生成される層または膜の質に影響するもう一つの要因は、スパッターターゲット材料中の“欠陥”の存在である。ここで使用する“欠陥”という言葉は、スパッターターゲット材料中に存在する微小体積欠陥たとえば介在物、気孔、空洞、および微小層（micro-lamination）を意味する。しかし、スパッター性能に及ぼす劣化作用に関して、すべての欠陥が“同様である”というわけではない。ある種の欠陥、たとえば、微小空洞、または収縮気孔は、スパッター性能に対して割合に“穏やかな”劣化作用を及ぼすが、他の欠陥、たとえば誘電体介在物は、スパッター工程において深刻な妨害作用を示す。したがって、当業者にとっては、スパッターターゲット材料中に存在するいろいろな種類の欠陥を識別し、個別に計数する非破壊的方法が必要である。

【0007】

図1は、アルミニウムおよびアルミニウム合金スパッターターゲット材料の特性を決定するための先行技術の非破壊超音波“欠陥”検出法を示す。図1に示す方法は、Aluminum PechineyのPCT特許出願PCT/FR 96/01959号明細書において、アルミニウムまたはアルミニウム合金ブランクの単位体積あたりに検出される

10

20

30

40

50

内部“デコヒージョン (decohesion)”の寸法と数により、スパッターターゲットの製造に適したブランクを類別するのに使用するために、提案されているものと類似のものである。

【0008】

図1の先行技術の方法においては、平坦な上表面12とこれに平行な平坦下表面14とを有する試験試料10に対して実施されるパルスエコー法が使用される。この方法においては、焦点の定められた超音波トランスジューサー16が、試験試料10の上表面12上の一連の位置を、少なくとも5MHz好ましくは10～50MHzの周波数を有する、単一の短持続時間、高周波数の超音波パルス18によって照射する。そのあと、超音波トランスジューサー16は検出モードに切り替えられ、超音波パルス18によって誘起された一連のエコー20を検出する。

10

【0009】

これらのエコー20に寄与する要因の一つは、試験試料10内の欠陥22による、超音波パルス18からの音響エネルギーの散乱である。試験試料10に誘起されるエコーの振幅と、試験試料の組成に類似の組成ならびに一定深さおよび直径の平底盲孔を有する基準試料（図示せず）に誘起されるエコーの振幅とを比較することにより、試験試料10内の欠陥22を検出し、カウントすることができる。

【0010】

図1の方法によって検出された欠陥の数は、いろいろな寸法と形状の試験試料の比較を容易にするために、規格化しなければならない。通常、欠陥の数は体積によって規格化される。すなわち、スパッターターゲット材料は、“立方センチメートルあたりの欠陥数”を単位として、特性が示される。試験試料10のそれぞれの照射からのエコー20に属する体積は、大体、試験試料10内のパルス18の有効断面積を評価することによって決定される。

20

【0011】

散乱エネルギーの一部は、試験試料10を構成する物質によって減衰する。さらに、問題の欠陥一つ一つの寸法は、約0.04～0.8mmの範囲にあり、金属中の超音波の波長と同程度であり、（たとえば、周波数範囲が10MHzから50MHzの場合のアルミニウム中での音波の波長は、0.6mmから0.12mmである）、したがってパルス18は欠陥22のまわりに屈折する傾向を有し、そのため散乱強度が低下する。

30

【0012】

欠陥22によって散乱される音響エネルギーを検出する、トランスジューサー16の能力を損なうもう一つの要因は、欠陥物質の物理的性質、またはより正確には、欠陥マトリックス材料境界における音響インピーダンスの不整合の大きさである。このインピーダンス不整合は、相境界における超音波の反射および透過特性に直接影響する。マトリックス－欠陥境界における超音波ビームの反射係数は、簡単な式 $R = (I_2 - I_1) / (I_2 + I_1)$ によって表すことができる。この式で、 I_2 は欠陥材料の音響インピーダンスであり、 I_1 はマトリックス材料の音響インピーダンスである。この式の簡単な考察から、いくつかの重要な結論を得ることができる。第一に、欠陥の音響インピーダンス I_2 がマトリックス I_1 の音響インピーダンス I_1 よりも小さい場合には、 R 係数は負になる。 R が負であるということは、音響パルス波形の 180° の位相変化であると解釈される。たとえば、欠陥が、音響インピーダンスが $0.93 \text{ g} / (\text{cm}^2 \cdot \text{sec}) (\times 10^6)$ (空気) またはこれよりも小 (真空) の、気体が満たされるかまたは真空の (収縮) ボイドである場合、超音波パルス波形の位相は境界で 180° だけ変化する。第二に、欠陥が音響インピーダンス $17.2 \text{ g} / (\text{cm}^2 \cdot \text{sec}) (\times 10^6)$ の、アルミニウムマトリックス中のガスが満たされるかまたは真空のボイドである場合、反射係数値は単位すなわち 100% に近く、反射信号の振幅は欠陥寸法と超音波ビーム焦点スポット寸法との間の関係のみの関数となる。第三に、欠陥が固体粒子、たとえば、アルミニウムマトリックスの音響インピーダンス $(17.2 \text{ g} / (\text{cm}^2 \cdot \text{sec}) (\times 10^6))$ の二倍以上である音響インピーダンス $39.6 \text{ g} / (\text{cm}^2 \cdot \text{sec}) (\times 10^6)$ を有するアルミナ介在物である場合、

40

50

超音波波形は欠陥境界における位相反転を起こさず、またアルミナ介在物の場合、反射係数は入射パルスの振幅の39.5%を超えない（波の干渉効果を考えない場合）。この場合、反射信号の振幅は二つの変数の関数、すなわち、第一に欠陥寸法とビーム焦点スポット寸法との間の関係、第二に欠陥マトリックス境界における音響インピーダンスの不整合の大きさ、の関数である。

【0013】

したがって、最終的な結論は、同じ寸法のボイド状欠陥とアルミナ介在物とは非常に異なった形で超音波エネルギーを反射するということである。ボイド状欠陥からの反射信号は、波形位相の反転ということのほかに、振幅がアルミナ粒子介在物からの反射信号の場合に比して少なくとも二倍である。したがって、アルミナ介在物の検出能力は、一般に、ボイド状欠陥の検出能力に比して小さく、また反射信号の位相情報が振幅情報と同時に引き出せない場合には、試験結果は、実際には大きなアルミナ粒子であるものを小さなボイド状欠陥と取り違えることにより、またその逆により、誤りに導くものとなりうる。

10

【0014】

欠陥22によって散乱される音響エネルギーを検出するトランスジューサー16の能力を損なうもう一つの要因は、異なる配向（texture）を有する粒子間の境界におけるパルス18の散乱によって生成されるノイズである。実際、この背景組織に関係する（texture-related）ノイズは、数mmの程度の粒径を有する高純度アルミニウムの場合、非常に大きく、そのため約0.05mm以下の寸法範囲の小さな欠陥は検出できない、ということになりうる。粒径が大きい場合、欠陥によって散乱される音響エネルギーにおけるSN比は、粒界によって誘起されるノイズのために、低下する。

20

【0015】

図1の方法の感度と分解能に影響するその他の要因としては、パルス周波数、持続時間と波形、ビーム収束（focus）の程度と焦点スポット寸法、結合条件（すなわち、音響エネルギーがトランスジューサー16から試験試料10まで伝わる時の効率）、およびデータ取得システムパラメータ、その他がある。

【0016】

図1の方法の一つの主要な欠点は、異なる種類の欠陥を区別することができない、特に、ボイド状欠陥と固体粒子介在物たとえばアルミナ粒子とを区別できないということである。エコー振幅の測定に頼るこの方法は、欠陥の物理的存在のみを確認するものである。欠陥の物理的性質および実際の寸法は、正しく評価されず、欠陥タイプの仮定にもとづいてのみ推論される。内部“デコヒージョン”（ボイド状欠陥）がターゲット材料中の唯一の欠陥である場合、この方法（図1）に用いられる技術によって十分に欠陥を検出し、寸法を決定することができる。しかし、実際には、この方法（図1）で言われる内部“デコヒージョン”は、ターゲット材料中に存在しうる複数の欠陥タイプの一部である。たとえば、金属組織学的検査によれば、スパッターターゲット用のアルミニウム中には酸化アルミニウム粒子も観察される。したがって、この方法（図1）に用いられる技術は、複数の欠陥タイプを区別し見分けることができない。波形位相変化情報が見過ごされているからである。

30

【0017】

したがって、当業者においては、依然として、複数の欠陥タイプを有するスパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法に対する要求がある。また、依然として、特定グループの欠陥たとえばボイド状欠陥（空洞、微小層、“デコヒージョン”）および固体介在物に関するターゲット内部体積清浄度を個別に比較する技術に対する要求もある。

40

【0018】

Sonix, Inc. (8700 Morrisette Dr., Springfield, VA 22152) が FlexSCAN-C で実施している一つの像観察法である C 走査 (C-scanning) においては、マトリックス欠陥境界における波形の位相反転を検出する位相ゲーティング法が使用されている。この方法では、“Texas Instruments” 位相反転アルゴリズム (SONIX, Inc. にライセンス供与

50

）が使用されている。この方法では、 180° の位相変化が検出された場合にのみ、二次元試料像上に欠陥を写像する。したがって、この方法は、インピーダンスが欠陥境界において大から小に変化する場合、ボイド状欠陥の検出と写像に限定される。しかし、スパッターターゲットに使用する場合、アルミナ粒子介在物の検出と識別が絶対に必要であるが、Sonix, Inc. が使用している位相反転法はこの場合には機能しない。波形がこの欠陥の境界においてはその位相を変えないからである。

【0019】

また、それぞれのアルミナ粒子介在物を個別に検出して寸法決定する方法に対する要求も依然として存在する。

【0020】

これらの要求その他は、
 スパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法であって、
 スパッターターゲット材料の試験試料の表面上の複数の位置で、該試験試料に音響エネルギーを順次照射し、
 前記音響エネルギーによって誘起されるエコーを検出し、
 背景組織関係の後方散乱ノイズを前記エコーと区別して、未修正の高周波エコー波形信号を得、
 前記未修正エコー波形信号を、 180° の波形位相反転に関してモニターし、
 前記位相反転基準値および前記位相非反転基準値の各々の少なくとも一つと未修正波形信号を比較して、ボイド状欠陥と粒子状欠陥データ点を別々に得、また無欠陥データ点を得

、
 各欠陥タイプに対応する欠陥データ点を個別にカウントすると同時に合計をカウントして、欠陥カウント総数 $C_{FT(合計)}$ 、 $C_{FI(位相反転あり)}$ 、位相非反転欠陥カウント数 $C_{FN(位相反転なし)}$ を決定し、欠陥データ点と無欠陥データ点をカウントして、データ点総数 C_{DP} を決定し、

総清浄度ファクター $F_{CT} = (C_{FT} / C_{DP}) \times 10^6$ 、ならびにそれぞれの種類の欠陥に対する個別の清浄度ファクター $F_{CI} = (C_{FI} / C_{DP}) \times 10^6$ 、および $F_C = (C_{FN} / C_{DP}) \times 10^6$ を計算する、

各ステップから成ることを特徴とする方法、
 によって満たされる。

【0021】

前述の先行技術の方法と異なり、本発明の方法によれば、ボイド状欠陥と粒子状欠陥とを別々に識別し、カウントすることによる、スパッターターゲット材料の特性決定が行われる。清浄度ファクターを異なる種類の欠陥に対応する成分に分離することは、異なる種類の欠陥の識別と寸法決定とにより、不合格基準をより正確なものに洗練するものである。

【0022】

Sonix, Inc. の方法と異なり、本発明の方法は、波形位相反転欠陥と位相非反転欠陥との両方の特性決定を行うものである。したがって、スパッターターゲット用途において第一に重要な波形位相非反転欠陥を見逃す危険が小さくなる。

【0023】

清浄度ファクター技法はスパッターターゲット材料の特性決定に有効なものであるが、ヒストグラムにより、さらなる知見が与えられうる。もっと詳しく言うと、このスパッターターゲット試験法は、

各タイプ（波形反転および非反転）の欠陥に関する複数の振幅バンドを定め、
 前記修正振幅信号を測定して、修正振幅信号強度を決定し、
 前記修正振幅信号強度を前記複数の振幅バンドと比較して、前記修正振幅信号の前記強度の部分集合を定め、
 修正振幅信号強度の前記部分集合をカウントして複数の修正振幅信号カウント数を得て、
 前記複数の振幅信号カウント数の各修正振幅信号カウント数を前記複数の振幅バンドの一つに対応させ、

両方の欠陥種に関する個別のパレートヒストグラムを組み合わせて一つのパレートヒストグラムを作成し、前記修正信号カウント数を前記複数の振幅バンドに関係付ける、各ステップから成ることを特徴とするということが出来る。このヒストグラムは、スパッターターゲット材料表面に沿う欠陥の位置を直接写像しようとするものではないので、スケーリングの問題の影響を受けない。

【0024】

もっとも好ましくは、試験試料を、たとえば圧延または鍛造によって、一つの寸法の方向に圧縮してから、該寸法に大体沿って（すなわち、表面に対して斜めまたはより好ましくは垂直に）伝播する音響エネルギーを照射する。この圧縮は、材料中のある種の欠陥（酸化アルミニウム薄膜クラスターおよびボイド）を平坦にしかつ広げるという追加効果を有する。このように欠陥を広げることにより、欠陥によって散乱される音響エネルギーの強度が増大し、また音響エネルギーが欠陥のまわりに屈折する可能性が小さくなる。

10

【0025】

スパッターターゲット材料の特性を決定するこれらの方法は、スパッターターゲットを製造する工程で使用することができる。前述のように、スパッターターゲットの清浄度、特に非位相反転欠陥に関する清浄度は、そのターゲットによって生成される層または膜の質を決定する主要因子である。スパッターターゲットを作るためのある基準条件に合う清浄度ファクターまたはヒストグラムを有するスパッターターゲットブランクのみを成形し、そのような基準に合わないブランクを不合格とすることにより、製造されるスパッターターゲットが高品質の層または膜を生じる可能性が高められる。

20

【0026】

したがって、本発明の一つの目的は、スパッターターゲット材料の特性決定のための非破壊的方法を提供することである。本発明のその他の目的は、以下の説明、添付の図面、および特許請求の範囲によって明らかになるであろう。

【0027】

図3に、欠陥を分類し、スパッターターゲット材料の清浄度を決定するための特に好ましい方法を示す。この方法においては、スパッターターゲット材料（好ましくは、金属または合金（metal alloy）から成る）の円柱状試料50が圧縮または加工されて、円板状試験試料52が作られる。試料52は、平坦な上表面54と平坦な下表面56とを有し、下表面56は上表面54に大体平行である。そのあと、焦点の定められた超音波トランスジューサー60が上表面54の近くに配置される。トランスジューサー60は、試験試料52の上表面54に、単一の、短持続時間、メガヘルツ周波数範囲の音響エネルギーパルス62を照射する。そのあと、トランスジューサー60は音響エネルギーパルス62によって試験試料52内に誘起されるエコー64を検出する。トランスジューサー60は、このエコーを高周波電気信号に変換し（図示せず）、この電気信号が処理されて、波形位相と最大振幅の情報が取り出される。

30

【0028】

もっと詳しく言うと、試料50は、図2に示すように、まず寸法70の方向に圧縮され、図3に示すような円板状試験試料52が作られる。好ましくは、試料50は試料50の鍛造または圧延によって圧縮され、そのあと、ダイヤモンドカッター切断により、平坦表面54と56が形成される。寸法70の減少は0～100%の範囲内の任意の値とすることができる。試料50の圧縮により、ある種の欠陥72が平坦になり、広げられ、したがって寸法70に垂直な欠陥表面積が増大する。

40

【0029】

図4に示すように、試験試料52は次に通常の浸漬タンク80内の脱イオン水（図示せず）に浸漬される。トランスジューサー60は機械的X-Yスキャナー82に取りつけられ、スキャナー82は制御器84たとえばPC制御器に電氣的に接続されている。制御器84は、機械的X-Y走査装置82が、試験試料52の上表面54を横断するラスタ走査のような段階的運動によりトランスジューサー60を動かすように、通常のやり方で、プログラムされている。

50

【0030】

図3に戻ると、ここで好ましいトランスジューサー60は、ULTRAN USA が名称WS50-10P4.5で市販しているものである。これは固定焦点距離114mm（水中）を有する長焦点距離の圧電トランスジューサーである。帯域幅8Hz（-6dB）のピーク周波数約9.15MHzにおいて、このトランスジューサーは、アルミニウム中で、約21mmの焦点領域（focal zone）（-6dB）と直径0.8~0.9mmの焦点スポットを有する音響エネルギーパルス62を発生させる。

【0031】

もっとも好ましくは、試料52の上表面54は、約28cmの程度の幅または直径を有する。“x”方向および“y”方向の両方における約0.9mmのデータ取得ステップにより、露出領域の重なりなしで、-6dBの検出レベルで0.25mmの平底孔の検出が可能である。この場合、上表面54上で約100,000の試験点の照射を行う。

10

【0032】

もっとも好ましくは、トランスジューサー60は、音響エネルギーパルス62が浸漬タンク80内の脱イオン水（図示せず）中を伝播して、上表面54に大体垂直に試験試料52にあたるように、配向される。さらに、トランスジューサー60は、好ましくは、音響エネルギーパルス62が上表面54の下方約3~24mmで試験試料52の帯域86に焦点を結ぶように、上表面54から離して配置される。音響エネルギーパルス62は試料52と相互作用してエコー64を誘起し、エコー64は、脱イオン水（図示せず）中を伝播して、音響エネルギーパルスが送り出されてから約60μsec後に、トランスジューサー60に戻る。

20

【0033】

図4に戻ると、特に好ましいエコー取得システムは、低ノイズのゲート付き（gated）前置増幅器90、一組の較正ずみ減衰器を有する低ノイズ直線増幅器92、12ビット（2.44mV/bit）のAD変換器94、および受信機アナログ出力に接続されたデジタルオシロスコープ95を有する。エコーがトランスジューサー60に到着するのに十分な時間が経過したとき、制御器84がトランスジューサー60を送信モードからゲート付き電子受信モードに切り替える。エコー64はトランスジューサー60によって受信され、RF電気信号（図示せず）に変換される。このRF信号は前置増幅器90と低ノイズ直線増幅器92によって増幅されて、修正振幅信号が生成され、オシロスコープ95の画面上に表示されて、波形位相情報が引き出される。次に、修正振幅信号は、AD変換器94によってデジタル化されてから、制御器84に送られる。このAD変換は、アナログ修正振幅信号からの振幅情報を保存するように行われる。

30

【0034】

それぞれの欠陥の性質（ボイド状またはアルミナ介在物）の決定は、デジタルオシロスコープ95により、波形位相反転をモニターすることによってなされる。それぞれの欠陥の寸法は、試料52から得られたデジタル化修正振幅信号を、試験試料10と大体同じ組成と、一定深さおよび直径の平底盲孔または基準試料材料中に意図的に埋め込んだ所定寸法のアルミナ粒子とを有する基準試料（図示せず）に関して実施された試験から導かれる基準値（または検量値）と比較することにより、検出される。

40

【0035】

特に好ましいPC制御器84は、データ取得過程を制御する。このデータ取得システムとともに使用するのに特に好ましいソフトウェアパッケージとして、Structural Diagnostics, Inc. から、SDI-5311 Winscanの名称のものを購入することができる。

【0036】

PC制御器84は、試料50、52の材料の総清浄度ファクターと、分類された欠陥の特性を示す各清浄度ファクターとを計算するためにも、プログラムされている。もっと正確に言えば、背景組織による後方散乱ノイズを識別し、さらに“ボイド状欠陥データ点をアルミナ粒子状欠陥データ点と”区別するようにプログラムされる。PC制御器84は、試

50

試験試料 5 2 の試験中に検出される欠陥データ点のカウントを続け、欠陥カウント数 “ C_{FT} ”、“ C_{FI} ”、“ C_{FN} ” を決定する。

【0037】

PC 制御器 8 4 は、また、“無欠陥データ点”を識別するようにもプログラムされる。“無欠陥データ点”というのは、基準値と比較したとき、欠陥の非存在を示す振幅を有するデジタル化修正振幅信号のことである。

【0038】

この PC 制御器は、また、データ点の総数 “ C_{DP} ”、すなわち欠陥カウント数 C_{FT} と無欠陥データ点の数との合計、をも決定する。データ点の総数は欠陥データ点と無欠陥データ点のカウントを続けることによって決定することもできるが、好ましくは、試験試料 5 2 がトランスジューサー 6 0 によって照射される上表面 5 4 に沿う位置の総数 “ C_I ” をカウントし、デジタル化 RF 信号の数 “ C_N ” を引き去ることによって決定する。“ C_N ” というのは、ノイズその他の原因で、データ取得回路が、欠陥データ点であるか無欠陥データ点であるかを決定できない信号の数である。（あるいは、“ノイズカウント数” C_N は、欠陥データ点も無欠陥データ点も検出されない、上表面 5 4 に沿う位置の数であるということもできる。）

【0039】

PC 制御器は、欠陥カウント数 C_{FT} 、 C_{FI} 、 C_{FN} とデータ点の総数 C_{DP} を決定したあと、清浄度ファクター $F_{CT} = (C_{FT}/C_{DP}) \times 10^6$ 、 $F_{CI} = (C_{FI}/C_{DP}) \times 10^6$ 、 $F_{CN} = (C_{FN}/C_{DP}) \times 10^6$ を計算して、試料 5 0、5 2 を構成する材料の特性決定を行うようにプログラムされる。先行技術の“立方センチメートルあたりの欠陥数”と異なり、この清浄度ファクターの大きさは、パルス断面積の評価値に依存しない。この清浄度ファクターは、体積ではなく、無次元係数 $C_{DP} \times 10^{-6}$ によって規格化されるので、“立方センチメートルあたりの欠陥数”という単位に比して、ppm および ppb 単位により密接に関係している。

【0040】

ここで開示する発明による清浄度ファクターを決定するのに適当なプログラムの作成は、当業者の通常の技量の範囲内にあり、不当に高い実験技術を要するものではない。

【0041】

試料 5 0、5 2 を構成する材料の特性を決定するもう一つの方法は、試験試料 5 2 内での欠陥の寸法分布を決定することによるものである。もっと詳しく言うと、振幅バンドまたは範囲を定め、いくつかのタイプの欠陥（位相反転および位相非反転）に関するデジタル化修正振幅信号によって表される振幅を前記振幅バンドと比較して前記修正振幅信号の部分集合を定め、修正振幅信号のこれらの部分集合をカウントして各振幅バンドおよび各タイプの欠陥に関して修正振幅信号カウント数を決定し、修正信号のカウント数を前記複数の振幅バンドに関係づけるパレートヒストグラムを構成する、ことによって試料 5 2 の清浄度の特性決定を行うことができる。各タイプの欠陥に関するデジタル化修正振幅信号によって表される振幅が、試料 5 2 内で検出される欠陥の寸法に関係づけられるので、このヒストグラムは試料 5 2 内の欠陥寸法分布を表示するものとなる。

【0042】

図 5 と 6 には、斜方晶構造を有し、結晶粒径が 0.08 ~ 0.12 mm の範囲にある二つの A1-0.5 wt % Cu 合金スパッターターゲット材料の特性を示すヒストグラムを示す。図 5 の材料は図 6 の材料よりも“清浄”である。図 5 の材料は、250 の清浄度ファクター C_{FT} および 100 の清浄度ファクター C_{FN} を有するが、図 6 の材料は 1,200 の清浄度ファクター C_{FT} および 300 の清浄度ファクター C_{FN} を有する。強調すべき重要なことは、スパッターリング用途の場合、小さな C_{FN} 値を有するということ、小さな C_{FT} 値を有するよりも重要であるということである。欠陥観察領域は、持続時間 7 μ sec のゲート内にあり、ゲート遅れは 1 μ sec である。

【0043】

図 5 のパレートヒストグラムの横軸 155 は、0.8 mm の平底盲孔を有する基準試料に

誘起されたエコー振幅の、百分率として規格化された振幅を示す。図5の縦軸157は、各振幅における修正信号カウント数を、対数目盛りで示す。この欠陥カウントにおけるエコー振幅しきい値は12%に設定した。実験で確認したところでは、すべての試験アルミニウム合金において、背景組織によるエコー振幅は10%を越えなかったからである。図6のヒストグラムの横軸161と縦軸163も同様に目盛っている。

【0044】

図4および5のヒストグラムは、欠陥寸法の分布が、試験試料の表面積に相対的な欠陥寸法を表示する(図示せず)必要なしで表現できるという点で、先行技術の像観察法にま

【0045】

ここで開示する発明にしたがって図5および6に示すようなヒストグラムをプロットするのに適当なプログラムの作成は、当業者の通常の技量の範囲内にあり、不当に高い実験技術を要しない。

【0046】

清浄度ファクターまたは図5および6に示すようなヒストグラムは、スパッターターゲットの製造工程で使用することができる。前述のように、スパッターターゲットの清浄度は該ターゲットによって生成される層または膜の質を決定する一つの要因である。基準清浄度ファクターよりも小さな清浄度ファクター特に C_{FN} を有するか、または基準値よりも小さな選択コラムまたは面積のヒストグラムを有するスパッターターゲットブランクのみを成形してスパッターターゲットを作り、これらの条件に合わないブランクを不合格とすることにより、そのようにして製造されたスパッターターゲットが高品質の層または膜を生成する可能性を高めることができる。

【0047】

ここで述べた方法、および該方法を実施するための装置の形態は、本発明の好ましい実施形態を構成するものであるが、本発明はこの方法と装置の形態の細部にわたってまで限定されるものではなく、特許請求の範囲に定める本発明の範囲から逸脱することなくどちらも変更することができる、と理解すべきである。

【図面の簡単な説明】

【図1】 超音波組織解析のための先行技術の方法を示す模式図である。

【図2】 本発明による超音波清浄度特性決定のために使用される、特に好ましい試験試料の圧縮前のものを示す斜視図である。

【図3】 本発明による、図2に示す試験試料を圧縮したものを使用する、特に好ましい超音波清浄度特性決定法を示す模式図である。

【図4】 図3の方法を実施するための試験装置の模式図である。

【図5】 本発明の特に好ましい実施形態による、割合に“清浄な”Al-0.5wt% Cu材料の特性を示すヒストグラムである。

【図6】 本発明の特に好ましい実施形態による、前記のものより“清浄”でないAl-0.5wt% Cu材料の特性を示すヒストグラムである。

【符号の説明】

50 円柱状試料

52 円板状試験試料

54 上表面

56 下表面

60 トランスジューサー

62 超音波パルス

64 エコー

70 寸法

72 欠陥

80 浸漬タンク

82 X-Yスキャナー

10

20

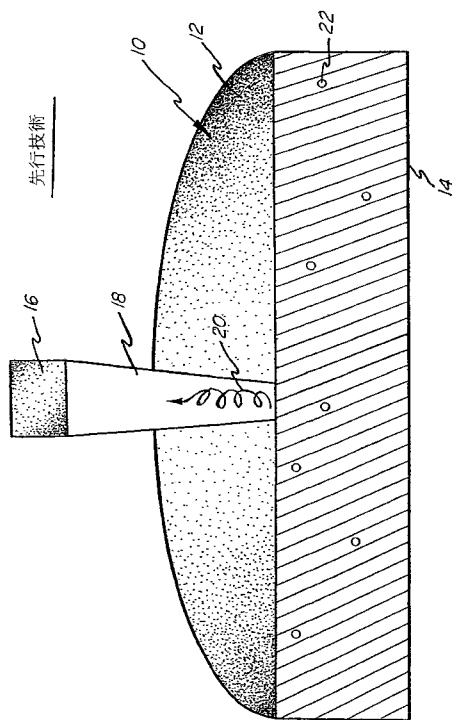
30

40

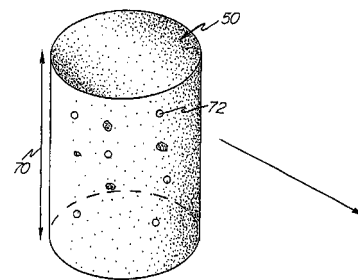
50

- 8 4 制御器
- 8 6 超音波パルスが焦点を結ぶ帯域
- 9 0 前置増幅器
- 9 2 直線増幅器
- 9 4 A D変換器
- 9 5 デジタルオシロスコープ
- 1 0 0 マイクロプロセッサ
- 1 5 5 横軸
- 1 5 7 縦軸
- 1 6 1 横軸
- 1 6 3 縦軸

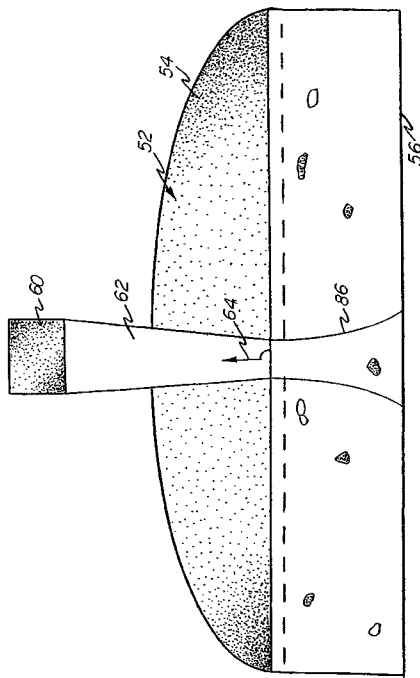
【図 1】



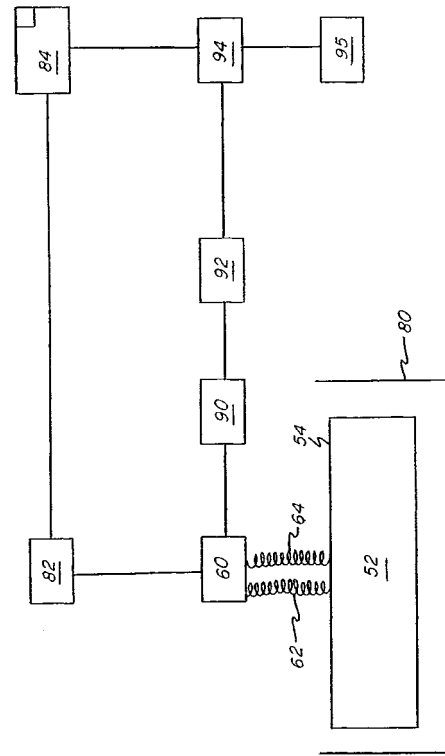
【図 2】



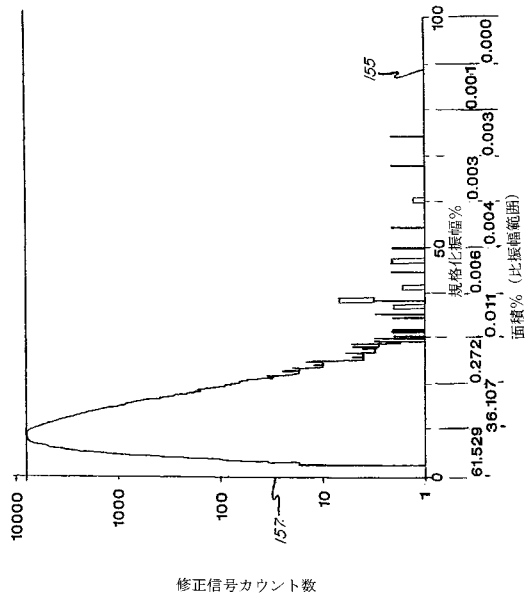
【図 3】



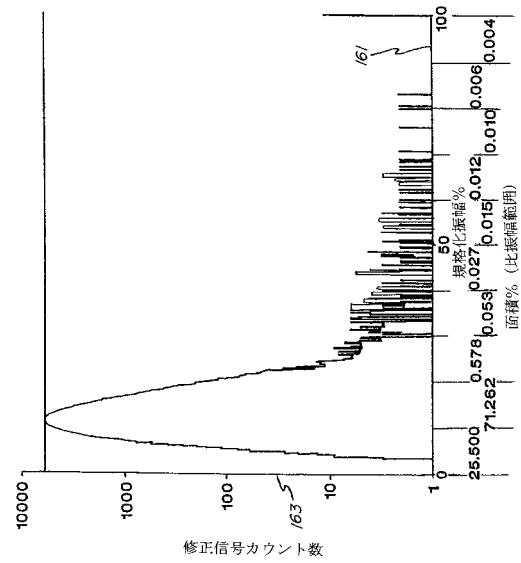
【図 4】



【図 5】



【図 6】



フロントページの続き

- (56)参考文献 国際公開第99/064854 (WO, A1)
特開2000-129434 (JP, A)
特開平09-171005 (JP, A)
特開平11-118775 (JP, A)
特開昭64-050957 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G01N 29/00-29/52
C23C 14/00-14/58
JSTPlus(JDreamII)