

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2020-164902

(P2020-164902A)

(43) 公開日 令和2年10月8日(2020.10.8)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C23C 14/34 (2006.01)</b>	C23C 14/34 C	4E167
<b>H01L 21/285 (2006.01)</b>	C23C 14/34 A	4K029
<b>B23K 20/00 (2006.01)</b>	H01L 21/285 S	4M104
	B23K 20/00 31OL	
	B23K 20/00 31OF	

審査請求 有 請求項の数 7 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2019-64757 (P2019-64757)  
 (22) 出願日 平成31年3月28日 (2019. 3. 28)  
 (11) 特許番号 特許第6586540号 (P6586540)  
 (45) 特許公報発行日 令和1年10月2日 (2019. 10. 2)

(71) 出願人 502362758  
 J X 金属株式会社  
 東京都港区虎ノ門二丁目10番4号  
 (74) 代理人 110000523  
 アクシス国際特許業務法人  
 (72) 発明者 永津 光太郎  
 茨城県北茨城市華川町白場187番地4  
 J X 金属株式会社磯原工場内  
 (72) 発明者 山田 裕貴  
 茨城県北茨城市華川町白場187番地4  
 J X 金属株式会社磯原工場内  
 Fターム(参考) 4E167 AA01 AA08 AA29 BA05 BA09  
 CB03 DB00

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ターゲット材とバックングプレートとの接合体、および、ターゲット材とバックングプレートとの接合体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ターゲット材とバックングプレートとを所要の強度で接合しつつ、ターゲット材の水素含有量を有効に低減することができるターゲット材とバックングプレートとの接合体、および、ターゲット材とバックングプレートとの接合体の製造方法を提供する。

【解決手段】 ターゲット材とバックングプレートとの接合体であって、Taを含有するターゲット材と、前記ターゲット材に接合されたバックングプレートとを有し、前記ターゲット材とバックングプレートとの引張強度が、20kg/mm<sup>2</sup>以上であり、前記ターゲット材の平均水素含有量が7体積ppm以下である、ターゲット材とバックングプレートとの接合体である。

【選択図】 なし

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

ターゲット材とバックングプレートとの接合体であって、Taを含有するターゲット材と、前記ターゲット材に接合されたバックングプレートとを有し、

前記ターゲット材とバックングプレートとの引張強度が、 $20\text{ kg/mm}^2$ 以上であり、前記ターゲット材の平均水素含有量が7体積ppm以下である、ターゲット材とバックングプレートとの接合体。

**【請求項 2】**

前記ターゲット材のターゲット面位置での水素含有量と、前記ターゲット材の厚み方向の中央位置での水素含有量との差が、2体積ppm以下である、請求項1に記載のターゲット材とバックングプレートとの接合体。

10

**【請求項 3】**

前記ターゲット材中のTaの含有量が、99.99質量%以上である、請求項1又は2に記載のターゲット材とバックングプレートとの接合体。

**【請求項 4】**

前記バックングプレートが、Cu及びZnを含有する、請求項1～3のいずれか一項に記載のターゲット材とバックングプレートとの接合体。

**【請求項 5】**

前記バックングプレート中のCuの含有量が、60質量%～70質量%であり、Znの含有量が、30質量%～40質量%である、請求項4に記載のターゲット材とバックングプレートとの接合体。

20

**【請求項 6】**

ターゲット材とバックングプレートとの接合体を製造する方法であって、

Taを含有するターゲット材及び、バックングプレートをそれぞれ準備する工程と、前記ターゲット材及びバックングプレートを互いに重ね合わせ、不活性ガス雰囲気下で加熱しながら加圧し、前記ターゲット材とバックングプレートとを接合する工程とを含み、

前記ターゲット材とバックングプレートとを接合する工程で、不活性ガス雰囲気中の水素濃度を、5体積ppm以下とし、互いに重ね合わせた前記ターゲット材及びバックングプレートを、600～800の温度に加熱する、ターゲット材とバックングプレートとの接合体の製造方法。

30

**【請求項 7】**

前記ターゲット材とバックングプレートとを接合する工程で、互いに重ね合わせた前記ターゲット材及びバックングプレートを、1時間～5時間にわたって加熱しながら加圧する、請求項6に記載のターゲット材とバックングプレートとの接合体の製造方法。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

この明細書は、ターゲット材とバックングプレートとの接合体、および、ターゲット材とバックングプレートとの接合体の製造方法に関する技術を開示するものである。

**【背景技術】**

40

**【0002】**

たとえば、半導体デバイスにおけるCu配線の製造では、コンタクトホール又は配線溝の凹部に、Cuの拡散防止のためのTa/TaNを含有する拡散バリア層を形成し、その上に、Cuの下地層および、Cuの電解めっき層を順次に形成することが行われる場合がある。

**【0003】**

かかる拡散バリア層は一般に、Taを含有するターゲット材を用いたスパッタリングで、Taを含有する薄膜を生成させることにより形成する。

この種のTaを含有するターゲット材としては、たとえば特許文献1及び2に記載されたもの等がある。

50

## 【0004】

特許文献1には、「(イ)平均結晶粒径が $0.1 \sim 300 \mu\text{m}$ でかつ平均結晶粒径の場所によるばらつきが $\pm 20\%$ 以下であり、(ロ)酸素濃度が $50 \text{ppm}$ 以下であり、そして(ハ)不純物濃度について、 $\text{Na } 0.1 \text{ppm}$ 、 $\text{K } 0.1 \text{ppm}$ 、 $\text{U } 1 \text{ppb}$ 、 $\text{Th } 1 \text{ppb}$ 、 $\text{Fe } 5 \text{ppm}$ 、 $\text{Cr } 5 \text{ppm}$ 、 $\text{Ni } 5 \text{ppm}$ 、そして高融点金属元素( $\text{Hf}$ 、 $\text{Nb}$ 、 $\text{Mo}$ 、 $\text{W}$ 、 $\text{Ti}$ 及び $\text{Zr}$ )の含有量の合計が $50 \text{ppm}$ 以下であることを特徴とするTaスパッターターゲット」が開示されている。また特許文献1では、「Ta膜中に水素原子が含まれる場合、Ta膜の膜応力が高くなるため、スパッタ装置内の部品や側壁から、Ta/TaN膜が剥離し易くなり、ウエハ上のパーティクルの数の増加の原因となる。」とし、「本発明者らは、ターゲット中の水素濃度を $20 \text{ppm}$ 以下にする

10

## 【0005】

特許文献2は、「ターゲットを使用してスパッタリングを行う際に、真空チャンバー内の真空度が上がらないという問題」に着目し、この原因として、「真空チャンバー内の水素分圧が高いこと」、「使用するターゲットの表面に水素がかなり多く吸蔵されており、この水素がスパッタ時に気化するために、チャンバー内の水素分圧が上昇していること」等を挙げている。

そして、特許文献2では、上記のような問題に対し、「スパッタリングターゲット及び/又はプラズマを閉じ込めるためにプラズマ発生域の周囲に配置したコイルの、エロージョンされる表面の水素含有量が $500 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット及び/又はコイル」、「スパッタリングターゲット及び/又はプラズマを閉じ込めるためにプラズマ発生域の周囲に配置するコイルを真空雰囲気下又は不活性ガス雰囲気下で加熱することにより、該ターゲット及び/又はコイルの、エロージョンされる表面の水素含有量を $500 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下とすることを特徴とするスパッタリングターゲット及び/又はコイルの製造方法」が提案されている。

20

## 【0006】

なお、特許文献3には、「スパッタリングターゲットの仕上げ加工において、ターゲット加工面を真空中で局所加熱線源による熱処理を行うことを特徴とするスパッタリングターゲットの製造方法」が提案されている。これによれば、「ターゲット表層の加工変質層(切削歪)を十分に緩和することができると共に、ターゲット表面に吸着、あるいは吸蔵した水素を除去することができる。加工変質層が緩和され、かつ、水素吸着が低減されたターゲットは、スパッタリング時の初期のパーティクルの発生を抑制し、バーンイン時間を短縮することができる。」とされている。特許文献3では、この「スパッタリングターゲット」として、「Cu、Ti、Ta、Al、Ni、Co、W、Si、Pt、Mnからなる群より選択される1種以上の金属からなる」ものを対象としている。

30

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0007】

【特許文献1】特開平11-80942号公報

40

【特許文献2】国際公開第2012/014921号

【特許文献3】特開2016-191103号公報

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0008】

上述したようなターゲット材は通常、ターゲット材の冷却及び電極等の機能を有するバックアッププレートに接合され、ターゲット材とバックアッププレートとの接合体として、スパッタリングに供される。

## 【0009】

ところで、ターゲット材とバックアッププレートとの接合体におけるターゲット材中の水

50

素含有量が多い場合、スパッタリング時の、いわゆるバーンイン期間が長くなるという問題がある。このバーンイン期間とは、スパッタリングの際にターゲット表面がある程度使用されてターゲット材のスパッタリング性能が落ち着くまでの、スパッタリングプロセスに適用できない期間をいう。

#### 【0010】

ここで、上記の接合体におけるターゲット材中の水素含有量は、ターゲット材をバックリングプレートと接合する際に増大し得るとの新たな知見が得られた。

特許文献1～3は、バックリングプレートと接合した後のターゲット材中の水素含有量について十分に検討されているとは言い難く、この接合後の水素含有量の更なる低減の余地があるといえる。現に特許文献1、2は、それらの各実施例の記載等より、バックリングプレートに接合する前にターゲット材中の水素含有量を測定しており、接合前の水素含有量に着目していると考えられる。それ故に、特許文献1、2では、バックリングプレートに接合した後のターゲット材で、水素含有量の増大および、それによるバーンイン期間の長期化を招く可能性が否めない。また、特許文献3では、ターゲット材の内部の水素含有量が比較的多い場合がある。

#### 【0011】

この明細書では、ターゲット材とバックリングプレートとを所要の強度で接合しつつ、ターゲット材の水素含有量を有効に低減することができるターゲット材とバックリングプレートとの接合体、および、ターゲット材とバックリングプレートとの接合体の製造方法を開示する。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0012】

この明細書で開示するターゲット材とバックリングプレートとの接合体は、Taを含有するターゲット材と、前記ターゲット材に接合されたバックリングプレートとを有し、前記ターゲット材とバックリングプレートとの引張強度が、 $20\text{ kg/mm}^2$ 以上であり、前記ターゲット材の平均水素含有量が7体積ppm以下であるものである。

#### 【0013】

この明細書で開示するターゲット材とバックリングプレートとの接合体の製造方法は、Taを含有するターゲット材及び、バックリングプレートをそれぞれ準備する工程と、前記ターゲット材及びバックリングプレートを互いに重ね合わせ、不活性ガス雰囲気下で加熱しながら加圧し、前記ターゲット材とバックリングプレートとを接合する工程とを含み、前記ターゲット材とバックリングプレートとを接合する工程で、不活性ガス雰囲気中の水素濃度を、5体積ppm以下とし、互いに重ね合わせた前記ターゲット材及びバックリングプレートを、 $600 \sim 800$  の温度に加熱するというものである。

#### 【発明の効果】

#### 【0014】

上述したターゲット材とバックリングプレートとの接合体、ターゲット材とバックリングプレートとの接合体の製造方法によれば、ターゲット材とバックリングプレートとを所要の強度で接合しつつ、ターゲット材の水素含有量を有効に低減することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0015】

【図1】リスパッタ率の算出に際するウエハーのシート抵抗を測定する49点を示す概略図である。

#### 【発明を実施するための形態】

#### 【0016】

以下に、この明細書で開示する実施の形態について詳細に説明する。

一の実施形態に係るターゲット材とバックリングプレートとの接合体（以下、単に「接合体」ともいう。）は、Taを含有するターゲット材と、ターゲット材に接合されたバックリングプレートとを有し、前記ターゲット材とバックリングプレートとの引張強度が、 $20\text{ kg/mm}^2$ 以上であり、前記ターゲット材の平均水素含有量が7体積ppm以下であるも

10

20

30

40

50

のである。

【0017】

(ターゲット材)

ターゲット材は、主としてTaを含有するものであり、Taの含有量が、好ましくは99.99質量%(4N)以上、より好ましくは99.999質量%(5N)以上である。このようなTaを高純度で含有するターゲット材は、特に、Cu配線の製造時のTa/TaNを含有する拡散バリア層の形成に適している。ターゲット材中のTaの含有量は、たとえば99.9999質量%(6N)以下になることがある。

【0018】

ターゲット材は、Ta以外の不純物元素として、Nb、W及びMoからなる群から選択される少なくとも一種を含む場合がある。仮にそのような不純物元素を含む場合、ターゲット材中の当該不純物元素の含有量は合計で、好ましくは0.01質量%以下、より好ましくは0.001質量%以下である。

【0019】

ターゲット材は一般に、平板形状、なかでも円板形状を有する。かかるターゲット材の表面は、ターゲット面としてスパッタリングにより使用されるものであり、この一方で、ターゲット材の裏面は、後述のバックングプレートに接合される接合面になる。

【0020】

(バックングプレート)

ターゲット材の接合面に接合されるバックングプレートは、ターゲット材と実質的に同様の平板形状、特に円板形状とすることが一般的である。

このバックングプレートは種々の材質から構成することができるが、Cu及びZnを含有するCu-Zn合金からなるものとするのが好ましい。Cu-Zn合金からなるバックングプレートは、高い強度および、優れた冷却性能その他の所要の性能を発揮し得るからである。なおその他に、バックングプレートは、たとえば、AlもしくはAl合金又はCu-Cr合金(C18000等)からなるものとすることもある。

【0021】

バックングプレートがCu及びZnを含有する場合、バックングプレート中のCuの含有量は60質量%~70質量%であり、またZnの含有量は30質量%~40質量%であることが好ましい。Cu及びZnを含有するバックングプレートは、さらにSnを0.5質量%~1.5質量%で含有することがある。

【0022】

(水素含有量)

上述したようなターゲット材とバックングプレートとの接合体では、詳細については後述するが、主に、それらの接合に際してターゲット材に水素が吸蔵されること等に起因して、接合後にターゲット材の水素含有量が増大する傾向にある。

これに対し、ここで述べる実施形態によれば、接合体におけるターゲット材の水素含有量を有効に低減することができる。

【0023】

具体的には、接合体が有するターゲット材の平均水素含有量は、7体積ppm以下、好ましくは5体積ppm以下である。ターゲット材の平均水素含有量が7体積ppmを超える場合、スパッタリング装置のチャンパー内に水素が排出されて、後述のリスパッタ率が低下する。その結果、スパッタリングの開始から性能が安定するまでのバーンイン期間が長くなる。この場合、Cu配線等の生産性の低下及び製造コストの増大を招く他、実質的にターゲット材をスパッタリングで使用できる量ないし時間が減少する。

【0024】

このような観点から、接合体のターゲット材の平均水素含有量は、7体積ppm以下であることが好ましく、さらに5体積ppm以下であることがより一層好ましい。平均水素含有量は少なければ少ないほど望ましいが、たとえば1体積ppm以上、典型的には2体積ppm以上となる場合がある。

10

20

30

40

50

## 【0025】

ターゲット材の平均水素含有量を算出するには、接合体を構成するターゲット材から、ターゲット材の外周部における、ターゲット面位置と、ターゲット材の厚み方向の中央位置のそれぞれから、試料(2~10g)を切り出す。次いで、それらの各試料に対して、加熱しガス化した後に赤外吸光法(堀場製作所社製、EMGA-930)を用いてそれぞれの水素含有量の測定を行う。その後、各試料の水素含有量の平均値を求めて、これを上記の平均水素含有量とする。

## 【0026】

また、円板状等のターゲット材の外周部における、ターゲット材のターゲット面位置での水素含有量と、ターゲット材の厚み方向の中央位置での水素含有量との差は、2体積ppm以下であることが好ましい。さらに、ターゲット面位置と厚み中央位置での水素含有量の差は、1体積ppm以下であることがより一層好ましい。この差が大きいと、ターゲット面位置または厚み中央位置のいずれかで、水素含有量が多いことになり、それにより、リスパッタ率が低くなる可能性がある。

なお、この水素含有量の差は、上述したところと同様に、接合体を構成しているターゲット材から各試料を切り出して求めた各水素含有量の差として求める。

## 【0027】

(リスパッタ率)

接合体を構成するターゲット材は、スパッタリングに用いた際に、ライフ75kWhrでのリスパッタ率が5.2以上かつ6.5以下になることが好適である。これにより、接合体をスパッタリングに用いた際に、リスパッタ率が安定するまでの期間が短くなる。それに伴い、接合体をスパッタリングに用いたときから、そのターゲット材のスパッタリング性能が安定化するまでのバーンイン期間が短くなる。つまり、スパッタリング性能が早期に安定化する。この場合、ターゲット材のライフ15kWhr~250kWhrまでのリスパッタ率の変動が0.7以下になることもある。

リスパッタ率が5.2未満である場合、又は6.5を超える場合は、当該リスパッタ率が安定するまでの間の膜厚均一性不良となるおそれがある。

## 【0028】

ターゲット材のリスパッタ率は、より好ましくは5.5以上かつ6.0以下である。

## 【0029】

リスパッタ率は、スパッタリング時の薄膜からの再スパッタ(いわゆるリスパッタ)が健全に行われているか確認する指標であり、チャンパー内の水素によって変動し得ると考えられる。

リスパッタ率は、図1に例示するようなウエハー49点のシート抵抗Rsを測定することにより得られる。具体的には、マグネトロンスパッタリング装置により、ベースレシピというレシピで成膜したウエハーAと、ベースレシピ リスパッタレシピというレシピで成膜したウエハーBについて、それぞれ49点の各点で、シート抵抗Rsから換算されるウエハーAとウエハーBの膜厚差を算出し、その膜厚差の49点の平均値をスパッタ時間15sで除したものをリスパッタ率とすることができる。ベースレシピは、電源:DC、電力:25kW、ウェハーバイアス:400W、成膜時間:25secの条件とし、リスパッタレシピは、電源:DC、電力:0.5kW、ウェハーバイアス:1kW、成膜時間:15secの条件とする。ウエハーのサイズは、12インチとすることができる。

## 【0030】

ターゲット材のリスパッタ率を上述した所定の範囲にするため、先に述べたような、ターゲット材の平均水素含有量、ターゲット面位置と厚み方向中央位置の水素含有量の差等を調整することができる。リスパッタ率は特に、ターゲット材の平均水素含有量に大きく依存することができる。

## 【0031】

(引張強度)

接合体では、ターゲット材とバックングプレートとが所要の強度で接合されていること

10

20

30

40

50

が必要である。接合体におけるターゲット材とバックングプレートとの引張強度は、 $20 \text{ kg/mm}^2$ 以上であることが好ましい。引張強度は、より好ましくは $20 \text{ kg/mm}^2 \sim 30 \text{ kg/mm}^2$ である。

【0032】

引張強度が $20 \text{ kg/mm}^2$ 未満である場合は、スパッタ中にターゲット材とバックングプレートが接合界面で脱離するおそれがある。なお、引張強度は典型的には、 $30 \text{ kg/mm}^2$ 以下になることがある。なお、このようなターゲット材とバックングプレートとの所定の接合強度は、後述するように、ターゲット材とバックングプレートとを接合する際に所定の温度および圧力とすること等により実現することができる。

【0033】

ターゲット材とバックングプレートとの引張強度は、島津製作所製オートグラフAG-25TAを用いて、試験速度は $0.5 \text{ mm/min}$ とし、ターゲット材とバックングプレートとの接合面の破断時の応力を引張強度とし、ターゲット材とバックングプレートとの接合箇所における中心1箇所、半径の $1/2$ の位置1箇所及び外周部1箇所から採取した各サンプルについての測定値の平均値とする。

【0034】

(製造方法)

以上に述べたターゲット材とバックングプレートとの接合体は、たとえば次のようにして製造することができる。

ここでは、少なくとも、Taを含有するターゲット材および、Cu-Zn合金等からなるバックングプレートのそれぞれを準備する工程と、それらのターゲット材及びバックングプレートを、互いに重ね合わせた状態で、不活性ガス雰囲気中で加熱しながら加圧して接合する工程とを行う。

【0035】

ターゲット材およびバックングプレートを準備する工程で、Taを含有するターゲット材を作製するには、たとえば、 $4N(99.99\text{質量}\%)$ 以上等の所定の高純度のタンタル原料に対し、電子ビーム溶解法等による溶解及び鑄造し、Taを含有するインゴット又はピレットを得る。電子ビーム溶解法を用いることにより、高純度のインゴット又はピレットが得られるが、他の溶解法を用いることも可能である。

【0036】

その後、上記のインゴット又はピレットを、必要に応じて所定の寸法形状に切断し、鍛造、圧延、熱処理および、バックングプレートとの接合前の機械加工等を順次に行う。ここでは、鍛造及び圧延により、鑄造組織が破壊されて、気孔や偏析を拡散し、又は消失させることができる。鍛造及び圧延の後の熱処理では、たとえば真空雰囲気中で $800 \sim 1000$ 程度に加熱し、再結晶化を促進させる。これらの処理により、組織の緻密化及び微細化、強度の増大を図る。

【0037】

ターゲット材とバックングプレートとを接合する工程では、不活性ガス雰囲気の下、ターゲット材及びバックングプレートの相互を、加熱しながら加圧することで、拡散接合により熱圧着させる。

【0038】

このとき、不活性ガス雰囲気中の水素濃度を、 $5 \text{ ppm}$ 以下と十分に低くすることが重要である。これは、接合時の加熱及び加圧に際する不活性ガス雰囲気中の微量の水素が、Taを含有するターゲット材中を拡散してTaに水素が吸蔵され、接合体を構成するターゲット材の水素含有量の増大を招くという新たな知見が得られたことに基づくものである。なお、かかる水素の供給源は、アルゴン等の不活性ガスにそもそも含まれ得る微量の水素や、外部から持ち込まれた水分と推測される。

【0039】

不活性ガス雰囲気中の水素濃度を $5 \text{ ppm}$ 以下にすることにより、製造される接合体を構成するターゲット材の水素含有量を有効に低減することができる。この観点から、

10

20

30

40

50

不活性ガス雰囲気中の水素濃度は、5体積ppm以下、さらに4体積ppm以下とすることが好ましい。不活性ガス雰囲気中の水素濃度は、たとえば1体積ppm以上、典型的には2体積ppm以上となることがある。

なお、不活性ガス雰囲気中の水素濃度は、ガスクロマトグラフ法により測定することができる。

【0040】

なお、不活性ガス雰囲気の不活性ガスは、アルゴンガス、ヘリウム、クリプトン等とすることができるが、なかでもアルゴンガスが、生産性の観点から好ましい。

【0041】

不活性ガス雰囲気からターゲット材に到達する水素の量は、上記の不活性ガス雰囲気中の水素濃度の他、加熱時の温度や時間にも依存し得ると考えられる。

10

【0042】

それ故に、ターゲット材とバックングプレートとを接合する工程では、互いに重ね合わせたターゲット材及びバックングプレートを、600～800の温度に加熱することが好ましく、さらに650～750の温度に加熱することがより一層好ましい。

接合後のターゲット材の水素含有量を低減するとの観点からは、接合温度を低くすることが望ましい。但し、接合時の加熱温度が低すぎると、ターゲット材とバックングプレートとの密着性ないし接合強度が低下することが懸念される。接合時の加熱温度が高すぎると、接合後のターゲット材の水素含有量が増大する可能性がある他、粒成長、再結晶が生じて、ターゲット材のスパッタリング性能が変動するおそれがある。

20

【0043】

また、ターゲット材とバックングプレートとを接合する工程では、互いに重ね合わせたターゲット材及びバックングプレートを、好ましくは1時間～5時間、より好ましくは2時間～4時間にわたって加熱しながら加圧することが好ましい。この場合、水素吸蔵量低減、反り抑制という利点がある。

加熱及び加圧の時間が長すぎると、水素吸蔵量過多、接合体の反りの発生の可能性があり、また短すぎると、接合不十分となる懸念がある。

【0044】

接合体におけるターゲット材の内部まで水素含有量を十分に低減するには、特に拡散接合、ターゲット材の最終熱処理等の条件を調整することが望ましい。

30

【0045】

なお、ターゲット材とバックングプレートとを接合する工程では、互いに重ね合わせたターゲット材及びバックングプレートに、たとえば1300kgf/cm<sup>2</sup>～1500kgf/cm<sup>2</sup>、好ましくは1350kgf/cm<sup>2</sup>～1450kgf/cm<sup>2</sup>の圧力を作用させることができる。圧力が低すぎると、ターゲット材とバックングプレートとの密着性ないし接合強度が低下する可能性があり、圧力が高すぎると、水素吸蔵量過多、材料の変形が懸念される。

【0046】

ターゲット材とバックングプレートとを接合する工程の後には、必要に応じて、仕上げ加工、表面処理等を行う。これにより、ターゲット材とバックングプレートとの接合体を製造することができる。

40

【0047】

(タンタル薄膜)

上述したターゲット材とバックングプレートとの接合体を用いて、スパッタリング装置で基板上等にスパッタリングすることにより、タンタル薄膜を生成することができる。

【0048】

このタンタル薄膜はTaを含有するものであり、ターゲット材と実質的に同様の組成を有する。より詳細には、タンタル薄膜中のTaの含有量は、99.99質量%以上であることがある。タンタル薄膜は、Nb、W及びMoからなる群から選択される少なくとも一種の不純物を合計0.01質量%以下で含有することがある。

50

## 【0049】

また、タンタル薄膜は、水素含有量が少ないターゲット材を用いて成膜されたことに起因して、自身の水素含有量も有効に低減されている。たとえば、タンタル薄膜の単位体積当たりには含有される水素量SIMS分析強度比（水素量SIMS H/Ta 二次イオン強度比）は、3000以下、さらには2500以下になることがある。これにより、膜応力が小さい良質なタンタル薄膜となる。なお、タンタル薄膜の当該水素量SIMS分析強度比は、2000以上、さらに2500以上になる場合がある。

タンタル薄膜の単位体積当たりの水素量SIMS分析強度比は、たとえばSiO<sub>2</sub>ウエハーに成膜した30～40nmのタンタル薄膜に対し、測定装置：PHI ADEPT 1010、一次イオン種：s<sup>+</sup>、一次加速電圧：3.0kV、検出領域：155×155（ $\mu\text{m} \times \mu\text{m}$ ）の条件によるSIMS分析を行って測定する。

10

## 【実施例】

## 【0050】

(実施例1)

純度99.997質量%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、鑄造して直径195mmのインゴットを作製した。次に、このインゴットを冷間で締め鍛造し、直径150mmとした後に必要長さで切断し、ピレットを得た。

これを1100～1400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150mmとし（一次鍛造）、これを再結晶温度～1400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。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15m/min、圧延率80～90%で冷間圧延して、厚さ8mm、直径500mmとし、これを800～1000の温度で熱処理した。

20

次に、機械加工を行って、厚さ8mm、直径450mmの円板状タンタルターゲット材を作製した。

## 【0051】

バックングプレートとしては、Zn：34質量%、Sn：0.8質量%、残部CuのCu合金を使用し、直径540mm、厚さ25mmのバックングプレートを作製した。

## 【0052】

そして、4体積ppmの水素を含むArガス雰囲気の下、ターゲット材及びバックングプレートの相互を、2～4時間800で加熱しながら1450kgf/cm<sup>2</sup>の圧力で加圧することで、拡散接合により熱圧着させた。

30

## 【0053】

(実施例2)

実施例1と同様にしてターゲット材及びバックングプレートを作製した後、5体積ppmの水素を含むArガス雰囲気としたことを除いて実施例1と同様に、ターゲット材及びバックングプレートの相互を拡散接合により熱圧着させた。

## 【0054】

(実施例3)

実施例1と同様にしてターゲット材及びバックングプレートを作製した後、5体積ppmの水素を含むArガス雰囲気及び750の加熱温度としたことを除いて実施例1と同様に、ターゲット材及びバックングプレートの相互を拡散接合により熱圧着させた。

40

## 【0055】

(実施例4)

実施例1と同様にしてターゲット材及びバックングプレートを作製した後、750の加熱温度としたことを除いて実施例1と同様に、ターゲット材及びバックングプレートの相互を拡散接合により熱圧着させた。

## 【0056】

(実施例5)

50

実施例 1 と同様にしてターゲット材及びバックングプレートを作製した後、650 の加熱温度としたことを除いて実施例 1 と同様に、ターゲット材及びバックングプレートの相互を拡散接合により熱圧着させた。

【0057】

(実施例 6)

実施例 1 と同様にしてターゲット材及びバックングプレートを作製した後、5 体積 ppm の水素を含む Ar ガス雰囲気及び 650 の加熱温度としたことを除いて実施例 1 と同様に、ターゲット材及びバックングプレートの相互を拡散接合により熱圧着させた。

【0058】

(実施例 7)

実施例 1 と同様にしてターゲット材及びバックングプレートを作製した後、5 体積 ppm の水素を含む Ar ガス雰囲気及び 600 の加熱温度としたことを除いて実施例 1 と同様に、ターゲット材及びバックングプレートの相互を拡散接合により熱圧着させた。

【0059】

(比較例 1)

実施例 1 と同様にしてターゲット材及びバックングプレートを作製した後、500 の加熱温度としたことを除いて実施例 1 と同様に、ターゲット材及びバックングプレートの相互を拡散接合により熱圧着させた。

【0060】

(比較例 2)

実施例 1 と同様にしてターゲット材及びバックングプレートを作製した後、30 体積 ppm の水素を含む Ar ガス雰囲気としたことを除いて実施例 1 と同様に、ターゲット材及びバックングプレートの相互を拡散接合により熱圧着させた。

【0061】

(比較例 3)

実施例 1 と同様にしてターゲット材及びバックングプレートを作製した後、35 体積 ppm の水素を含む Ar ガス雰囲気及び 750 の加熱温度としたことを除いて実施例 1 と同様に、ターゲット材及びバックングプレートの相互を拡散接合により熱圧着させた。

【0062】

(比較例 4)

実施例 1 と同様にしてターゲット材及びバックングプレートを作製した後、33 体積 ppm の水素を含む Ar ガス雰囲気及び 650 の加熱温度としたことを除いて実施例 1 と同様に、ターゲット材及びバックングプレートの相互を拡散接合により熱圧着させた。

【0063】

(比較例 5)

実施例 1 と同様にしてターゲット材及びバックングプレートを作製した後、35 体積 ppm の水素を含む Ar ガス雰囲気及び 500 の加熱温度としたことを除いて実施例 1 と同様に、ターゲット材及びバックングプレートの相互を拡散接合により熱圧着させた。

【0064】

10

20

30

【表 1】

No.	Arガス中の 水素濃度 (ppm)	Taターゲット中の 水素含有量(ppm)			拡散材接合 温度 (°C)	リスパッタ率(A /sec)の変動(Life 15kWhr~250kWhr)	Ta/CuZn 引張強度 (kg/mm <sup>2</sup> )	Ta膜中の水素量 SIMS H/Ta 二次イオン強度比
		表面	中心	平均 差				
実施例1	4	7	7	0	800.0	0.6	27.5	2964.6
実施例2	5	6	5	5.5	800.0	0.5	25.4	2826.9
実施例3	5	5	5	0	750.0	0.4	26.1	2875.2
実施例4	4	4	3	3.5	750.0	0.3	26.8	2875.2
実施例5	4	3	2	2.5	650.0	0.2	20.5	2529.4
実施例6	5	1	1	1	650.0	0.1	24.7	2438.1
実施例7	5	1	1	1	600.0	0.1	20.1	2256.4
比較例1	4	1	1	1	500.0	0.1	8.2	2247.2
比較例2	30	10	12	11	800.0	1.5	26.4	6921.3
比較例3	35	15	13	14	750.0	0.9	26.8	6022.3
比較例4	33	12	14	13	650.0	0.8	27.4	4528.4
比較例5	35	4	5	4.5	500.0	0.2	7.9	3215.6

## 【0065】

実施例1～7及び比較例1～5のターゲット材とバックングプレートとの接合体のそれぞれについて、先に述べた方法により、リスパッタ率の変動及び、ターゲット材とバックングプレートとの引張強度を測定した。

## 【0066】

また、実施例1～7及び比較例1～5のターゲット材とバックングプレートとの接合体のそれぞれを用いて、Applied Materials社製マグネトロンスパッタリング装置(Endura)で、電源:DC、電力:25kW、ウェハーバイアス:400W、成膜時間:25secの条件の下、スパッタリングを行い、基板上にTa膜を成膜した。このTa膜について、先に述べた方法に従って、水素量SIMS分析強度比を測定し

10

20

30

40

50

た。

【 0 0 6 7 】

表 1 に示すところから、ターゲット材とバックングプレートとの接合時の加熱温度を 600 ~ 800 とし、不活性ガス雰囲気中の水素濃度を 5 体積 ppm 以下とした実施例 1 ~ 7 は、ターゲット材とバックングプレートとの引張強度が 20 kg / mm<sup>2</sup> 以上で、ターゲット材の平均水素含有量が 7 体積 ppm 以下になった。また、これにより、Ta 膜中の水素量 SIMS 分析強度比が小さくなり、膜応力が小さい良質な Ta 薄膜が得られた。

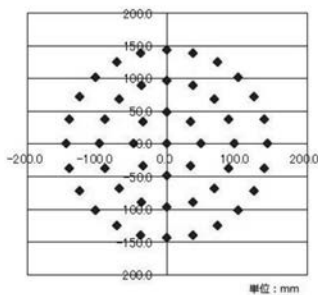
【 0 0 6 8 】

比較例 1 は、接合時の加熱温度が低かったことにより、ターゲット材とバックングプレートとの引張強度が小さくなった。比較例 2 ~ 4 は、不活性ガス雰囲気中の水素濃度が高かったことに起因して、ターゲット材の平均水素含有量が多くなった。

比較例 5 は、不活性ガス雰囲気中の水素濃度が高かったが、接合時の加熱温度を低くしたことにより、ターゲット材の平均水素含有量の増大は抑制された。しかしながら、加熱温度が低かったことから、ターゲット材とバックングプレートとの引張強度が小さくなった。

10

【 図 1 】



---

フロントページの続き

Fターム(参考) 4K029 AA06 AA24 BA16 BC03 BD02 CA05 DC03 DC08 DC22 DC34  
DC39  
4M104 BB17 DD37 DD40 HH20