

(12)

Gebrauchsmusterschrift

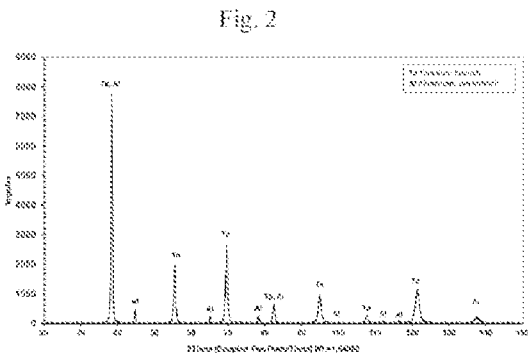
(21)	Anmeldenummer:	GM 50021/2024	(51)	Int. Cl.:	<b>B22F 1/00</b>	(2006.01)
(22)	Anmeldetag:	07.02.2024			<b>B22F 3/10</b>	(2006.01)
(24)	Beginn der Schutzdauer:	15.12.2024			<b>B22F 3/17</b>	(2006.01)
(45)	Veröffentlicht am:	15.12.2024			<b>C22C 21/00</b>	(2006.01)
					<b>C22C 27/02</b>	(2006.01)
					<b>C23C 14/34</b>	(2006.01)
					<b>C22C 1/04</b>	(2006.01)

(56)	Entgegenhaltungen: CN 112111714 A CN 111945121 A EP 2626443 A1 TW 201331396 A EP 1783748 A1 JP H0864554 A JP H0499171 A EP 0243995 A2	(73)	Gebrauchsmusterinhaber: Plansee Composite Materials GmbH 86983 Lechbruck am See (DE)
		(72)	Erfinder: Kolozsvari Szilard 86983 Lechbruck am See (DE) Polcik Peter 86983 Lechbruck am See (DE) Weratschnig Christian 86983 Lechbruck am See (DE)
		(74)	Vertreter: CIESLA Dirk 6600 Reutte (AT)

(54)

Ta-Al Targets

(57) Die Erfindung betrifft ein pulvermetallurgisch hergestelltes Sputtertarget, welches zwischen 25 und 75 at.% Ta, Rest Al, sowie unvermeidliche metallische und nicht-metallische Verunreinigungen umfasst, dadurch gekennzeichnet, dass das Sputtertarget eine Al-Phase und eine Ta-Phase aufweist und frei von intermetallische Phasen ist, und wobei die Al-Phase als auch die Ta-Phase sowohl parallel zu einer Targetoberfläche als auch senkrecht zu einer Targetoberfläche gemessen gleichmäßig im Sputtertarget verteilt sind.



## Beschreibung

### TaAl-TARGET

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Tantal (Ta)-Aluminium (Al)-Target, welches insbesondere als Sputtertarget geeignet ist, und welches pulvermetallurgisch hergestellt wurde. Die vorliegende Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung eines TaAl-Targets über eine pulvermetallurgische Route.

**[0002]** Erfindungsgemäße Targets können in vielen unterschiedlichen physikalischen Gasphasenabscheidungsprozessen (üblicherweise und auch im Folgenden einem PVD-Prozess (**physical vapour deposition** = PVD; physikalische Dampfabscheidung) zum Einsatz kommen, mit deren Hilfe Schichten aus der Gasphase abgeschieden werden, wie beispielsweise die Lichtbogenverdampfung (cathodic arc deposition bzw. Arc-Source-Verdampfungstechnik) oder auch die Kathodenzerstäubung (bereits oben und im Folgenden auch Sputtern bzw. sputter deposition genannt). Insbesondere betrifft die Erfindung daher nicht nur, aber in besonderer Weise Sputtertargets, wie sie in einem PVD-Sputterprozess zur Abscheidung von Schichten auf ein dafür vorgesehenes Substratmaterial verwendet werden. Sputtern ist ein physikalischer Prozess, bei dem Atome durch den Beschuss mit energiereichen Ionen aus einem Sputtertarget herausgelöst werden und in die Gasphase übergehen.

**[0003]** Sputtertargets, welche Ta und Al enthalten, sind bereits aus dem Stand der Technik bekannt. Diese können entweder schmelzmetallurgisch oder pulvermetallurgisch hergestellt werden. Wird ein Sputtertarget pulvermetallurgisch hergestellt, gibt es viele unterschiedliche Möglichkeiten, die entsprechend der Zusammensetzung des Targets unter Berücksichtigung der Eigenschaften der integrierten Elemente gewählt werden müssen. Beispielhaft dafür sind Herstellungsschritte wie Pressen, Sintern, Heißpressen (HP), Heißisostatisches Pressen (HIP), Spark-Plasma Sintern (SPS) sowie verschiedene Kombinationen davon zu nennen. Bei Ta-Al Targets ist jedoch zu beachten, dass insbesondere bei den Schritten des Heißpressens (HP), des Heißisostatischen Pressens (HIP) oder des Spark-Plasma Sinterns (SPS) (sowie Kombinationen davon) sich sogenannte Tantal-Aluminide, d.h. intermetallische Verbindungen/Phasen aus Tantal und Aluminium (wie z.B.  $TaAl_3$  oder  $Ta_2Al$ ), im Target ausbilden. Dies liegt daran, dass die Temperatur bei diesen Herstellungsschritten häufig weniger als  $150^\circ\text{C}$  unterhalb oder bereits oberhalb der Schmelztemperatur des reinen Aluminiums liegt (Schmelztemperatur reines Aluminium:  $660^\circ\text{C}$ ), wodurch Diffusionsvorgänge beschleunigt werden, und die Bildung der intermetallischen Phasen ermöglicht wird. Tantal-Aluminide erhöhen die Sprödigkeit des Targetmaterials und erniedrigen dessen Wärmeleitfähigkeit, so dass es zu Nachteilen des Targets im Betrieb kommen kann. Durch die Bildung dieser intermetallischen Phasen wird die Wärmeleitfähigkeit des Sputtertargets verringert, so dass eine gute Kühlung des Targets im Beschichtungsbetrieb nicht gewährleistet ist. Hohe Anteile der intermetallischen Phasen können zum Bruch des Targets während des Einsatzes als Sputtertarget führen, insbesondere durch den in manchen Beschichtungsanlagen auf die Rückseite des Targets aufgebrachten Drucks des Kühlwassers, was entweder direkt oder über eine flexible Membrane erfolgt. Dieser Effekt verstärkt sich im Laufe der Target-Abnutzung und der sich verringernenden Reststärke des Targets. Ebenso beeinträchtigen die intermetallischen Verbindungen eine homogene Abscheidung des Sputtertargets. Dies ist aufgrund der unterschiedlichen Bindungszustände auf die unterschiedliche Sputterausbeute der intermetallischen Phasen im Vergleich zu den reinen Elementen zurückzuführen.

**[0004]** Die japanische Patentanmeldung JP2021110004 A beschreibt ein Sputtertarget-Material, welches Aluminium und eines oder mehrere Refraktärmetalle M (ausgewählt aus Ta, W, Nb und Mo) enthält. Der Aluminiumanteil in diesem Target liegt zwischen 1 at.% und 70 at.% und der Anteil an Refraktärmetall(en) zwischen 30 at.% und 99 at.%. Bei der Herstellung des erfindungsgemäßen Targets dieser Anmeldung wird ein Sinter-Schritt (bevorzugt zwischen  $800-1250^\circ\text{C}$ ) ausgeführt, wodurch der Aluminiumanteil schmilzt, während der Anteil an Refraktärmetall(en) nicht schmilzt, so dass die Dichte des Targetmaterials erhöht wird. Dabei können Diffusionsvorgänge zwischen den beiden Phasen Ta und Al stattfinden, wodurch intermetallische Phasen auf-

treten, welche mittels Röntgenstrukturmessung (X-Ray diffraction measurement) nachgewiesen werden können (siehe Fig. 1: Beugungsmuster für das Ta-Al System mit intermetallischen Phasen gemäß der Erfindung der JP2021110004).

**[0005]** Im Gegensatz dazu zeigt das Sputtertarget der vorliegenden Erfindung (siehe Fig. 2: Phasenanalyse für das erfindungsgemäße Sputtertarget) keine intermetallischen Phasen.

**[0006]** Die chinesische Patentanmeldung CN112111714 A beansprucht ein Verfahren bei welchem 86,5 bis 87,5 Gew.% (49 bis 51 at.%) Ta-Pulver, Rest Aluminium-Pulver und unvermeidbare Verunreinigungen eingesetzt werden. Im Verfahren wird ein Heißpress-Sintering Schritt bei 1050 bis 1150°C ausgeführt (d.h. bereits weit oberhalb der Schmelztemperatur von Aluminium). Daher ist davon auszugehen, dass sich entsprechend der Phasenanalyse für das System Ta-Al, intermetallische Phasen bilden, was in der Anmeldung jedoch nicht erwähnt wird. Die Anmeldung beschreibt nur eine gleichmäßige Struktur - eine genaue Beschreibung der Mikrostruktur des Targets bzw. verschiedener Phasen im Target gibt es in der Anmeldung nicht.

**[0007]** Die chinesische Patentanmeldung CN111945121 A beansprucht ebenfalls ein Verfahren zum Herstellen eines Ta-Al Sputtertargets. Hier soll die Menge an Aluminium 12,5 bis 13,5 Gew.% (48,9 bis 51,1 at.% Al) betragen. Im erfindungsgemäßen Verfahren wird ein zweistufiger Schritt des heiß-isostatischen Pressens durchgeführt, wobei der zweite Schritt bei einer Temperatur von 750-950°C durchgeführt wird. Daher ist, wie bereits oben beschrieben, auch in diesem Target davon auszugehen, dass sich intermetallische Phasen bilden. Die Anmeldung beschreibt keine Mikrostruktur.

**[0008]** Die japanische Patentanmeldung JPH09241835 A beschreibt ein Sputtertarget aus Al und M (M= Ta, Zr, Ti, Hf, Nb, Cr, W) wobei M in einer Menge von 0,5 bis 30 at.% vorhanden ist. Hier soll das Sputtertarget einen Konzentrationsgradienten von M entlang der Dicke des Sputtertargets aufweisen.

**[0009]** Die Patentanmeldung EP 0 243 995 A2 offenbart ein Verfahren zur Herstellung eines Targets für die Kathodenzerstäubung, wobei sich das Target aus Aluminium mit Blei, Titan und/oder Tantal, zusammensetzt. Im einzigen Ausführungsbeispiel dieser Anmeldung wird ein Aluminium/Titan-Target (im Atomverhältnis 1:1) hergestellt. Die Beschreibung offenbart aber nicht welche Mengen an Blei, Tantal und/oder Kombinationen der Elemente Blei, Tantal und Titan eingesetzt werden sollen.

**[0010]** Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, ein Ta-Al Sputtertarget mit einer hohen Dichte bereitzustellen, welches eine gleichmäßige bzw. homogene Verteilung einer reinen Al-Phase und einer reinen Ta-Phase sowohl an der Oberfläche des Sputtertargets als auch im gesamten Volumen des Sputtertargets aufweist. Dadurch ist ein gleichmäßiges Sputtern möglich, so dass die verschiedenen Phasen gleichzeitig in der gleichen Menge vom Target abgetragen werden. Ebenso weist das erfindungsgemäße Target keine intermetallischen Phasen auf, so dass über das gesamte Volumen des Targets ausschließlich reine Al und Ta Phasen homogen verteilt sind. Somit wird ein Sputtertarget zur Verfügung gestellt, dass eine besonders hohe Wärmeleitfähigkeit aufweist, was eine gute Kühlung des Targets im Beschichtungsbetrieb gewährleistet und vorteilhaft für den PVD-Prozess ist. Dadurch ist wiederum eine hohe Leistung beim Sputtern erlaubt was zu entsprechend hoher Geschwindigkeit des Wachstums der abgeschiedenen Schichten führt. Darüber hinaus ist ein geringeres Risiko zum Bruch des Targets gegeben.

**[0011]** Weiters ist es Aufgabe der Erfindung, ein Herstellverfahren für ein Ta-Al Sputtertarget unter Vermeidung der erwähnten Nachteile bereitzustellen. Das erfindungsgemäße Herstellverfahren soll die Herstellung eines Ta-Al Sputtertargets mit hohem Reinheitsgrad sowie homogenem und feinkörnigem Gefüge ermöglichen. Weiters soll das Herstellverfahren kostengünstig und reproduzierbar sein.

**[0012]** Die technische Aufgabe der vorliegenden Erfindung wird gelöst durch ein Sputtertarget mit den Merkmalen des Anspruchs 1 sowie ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 9. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung sind den abhängigen Ansprüchen zu entnehmen, die untereinander frei kombinierbar sind.

**[0013]** Gemäß der vorliegenden Erfindung umfasst das Sputtertarget zwischen 25 und 75 at.% Ta, Rest Al, sowie unvermeidliche metallische und nicht-metallische Verunreinigungen, und ist dadurch gekennzeichnet, dass das Sputtertarget eine Al-Phase und eine Ta-Phase aufweist und frei von intermetallischen Phasen ist, wobei die Al-Phase als auch die Ta-Phase sowohl parallel zu einer Targetoberfläche als auch senkrecht zu einer Targetoberfläche gemessen gleichmäßig im Sputtertarget verteilt sind.

**[0014]** Bei der Al-Phase bzw. der Ta-Phase handelt es sich um die reinen/elementaren Komponenten Al (d.h. Al-Körner) und Ta (d.h. Ta-Körner), wie sie auch als Anfangskomponenten eingesetzt werden. Damit ergibt sich eine zweiphasige Mikrostruktur im Sputtertarget, die mit Hilfe eines metallographischen Schliffs und der Beurteilung unter einem Lichtmikroskop oder Rasterelektronenmikroskop auf einfache, dem Fachmann bekannte Weise, analysiert werden kann. Unter der zweiphasigen Mikrostruktur bzw. dem zweiphasigen Gefüge des Sputtertargets versteht man das Vorkommen einer reinen Al-Phase sowie einer reinen Ta-Phase. Jedoch können weitere zusätzliche Phasen wie Oxide oder auch Poren im Targetmaterial vorhanden sein. Der Anteil dieser Phasen sollte jedoch so gering wie möglich gehalten werden, da sie sich negativ auf das Sputterverhalten, insbesondere die Homogenität der Abscheidung und die Rauheit der Schichten, auswirken können. So können Oxide beispielsweise das Auftreten von lokalen Aufschmelzungen (Arcing) begünstigen, was wiederum zur Entstehung von Partikeln (Droplets) und erhöhter Rauheit der Schichten führen kann. Die Mikrostruktur ist über das gesamte Volumen des Sputtertargets gleichbleibend bzw. homogen, d.h. sowohl parallel als auch senkrecht zur Targetoberfläche. Es gibt keine(n) makroskopischen Konzentrationsgradienten bzgl. der eingesetzten Elemente im Target.

**[0015]** Bevorzugt ist der Gesamtanteil der elementaren Al- und Ta-Phasen im Sputtertarget mindestens 98%, besonders bevorzugt mindestens 99%. Der Gesamtanteil an elementaren Al- und Ta-Phasen wird über die Reinheitsgrade der eingesetzten Pulver, sowie den Anteil an gemessenen metallischen Verunreinigungen im Sputtertarget ermittelt.

**[0016]** Das Vorkommen einer reinen Al-Phase sowie einer reinen Ta-Phase in einem erfindungsgemäßen Sputtertarget kann sehr einfach mittels Röntgendiffraktometrie (XRD) (unter Berücksichtigung der jeweiligen röntgenographischen Nachweisgrenze) unter Verwendung der relevanten JCPDS-Karten (**J**oint **C**ommittee on **P**owder **D**iffraction **S**tandards) nachgewiesen werden.

**[0017]** Mit dem Begriff intermetallische Phasen werden Phasen bezeichnet, die in binären, ternären oder auch Mehrstoffsystemen auftreten und die sich von den reinen Komponenten unterscheiden. Sie besitzen häufig von den Kristallstrukturen der reinen Komponenten abweichende Kristallstrukturen sowie Anteile an nichtmetallischen Bindungstypen. Intermetallische Phasen sind vor allem durch eine enge stöchiometrische Zusammensetzung, gekennzeichnet. Intermetallische Phasen sind häufig spröde, besitzen also geringe Zähigkeit, was sich in weiterer Folge meist nachteilig auf das Targetmaterial auswirkt. Darüber hinaus haben intermetallische Phasen den Nachteil, dass ein im Vergleich zu den elementaren Phasen unterschiedlicher Abtrag über das Targetmaterial entsteht, und damit das Wachstum der abgeschiedenen Schichten beeinflusst werden kann.

**[0018]** Das vorliegende Sputtertarget ist frei von intermetallischen Phasen. Dies kann sehr einfach mittels Röntgendiffraktometrie (XRD) (unter Berücksichtigung der jeweiligen röntgenographischen Nachweisgrenze) unter Verwendung der relevanten JCPDS-Karten nachgewiesen werden.

**[0019]** Wie bereits oben ausgeführt treten bei Aluminium-haltigen Targets solche intermetallischen Phasen bevorzugt dann auf, wenn beim Herstellungsverfahren Temperaturen knapp unter (weniger als 150°C) oder über 660°C (Schmelztemperatur von reinem Aluminium) eingesetzt werden.

**[0020]** Mit dem Begriff „unvermeidliche Verunreinigungen“ werden herstellbedingte Verunreinigungen an Gasen oder begleitenden Elementen bezeichnet, die aus den verwendeten Rohstoffen stammen. Dabei kann zwischen metallischen und nicht-metallischen Verunreinigungen unterschieden werden. Metallische Verunreinigungen sind beispielsweise Fe, Co, Ni, Cr, Mn, Mo, W,

Cu, Zn, Si, Ca, Ti etc. Der Anteil solcher Verunreinigungen im erfindungsgemäßen Sputtertarget liegt bevorzugt im Bereich von unter 3000 µg/g (entspricht 3000 ppm), bevorzugt unter 2000 µg/g, besonders bevorzugt unter 1500 µg/g. Nichtmetallische Verunreinigungen können Gase wie C, O, N, H, S etc. sein. Hier liegt der bevorzugte Bereich unter 2000 µg/g, bevorzugt unter 1000 µg/g. Geeignete Verfahren zur chemischen Elementanalyse sind bekanntlich abhängig vom zu analysierenden chemischen Element. Für die chemische Analyse der erfindungsgemäßen unvermeidbaren Verunreinigungen wurde Heiextraktionsanalyse für die Elemente O oder N (siehe ASTM E 1019:2018) oder Verbrennungsanalyse für die Elemente C und S (siehe ASTM E 1019:2018) oder ICP-MS (induktiv gekoppelte Plasmamassenspektroskopie) oder ICP-OES (Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma) verwendet. Die chemische Analyse der Hauptbestandteile Al und Ta im erfindungsgemäßen Sputtertarget wurde mittels Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA oder engl.: X-ray fluorescence spectroscopy) durchgeführt.

**[0021]** Das Sputtertarget aus dem Verbundwerkstoff Ta-Al zeichnet sich durch eine besonders gute Wärmeleitfähigkeit aus, was wiederum hohe Leistungen beim Sputtern erlaubt. Ebenso ist beim erfindungsgemäßen Target ein besonders gleichmäßiges Abtragen zum Abscheiden von dünnen Schichten mittels PVD möglich. Hier können sowohl metallische Schichten als auch reaktive nitridische oder karbidische Schichten und deren Mischungen abgeschieden werden. Die TaAl basierten Schichten können sowohl als metallische Schutzschichten für elektronische Komponenten in Mikroprozessoren, als auch als metallische Leiterbahnen eingesetzt werden, oder auch in keramischer Form (z.B. mittels Zugabe von Stickstoff während des Beschichtungsprozesses) als Hartstoffschichten zur Minimierung des Verschleißes von Werkzeugen oder Komponenten dienen.

**[0022]** Vorzugsweise besteht das erfindungsgemäße Sputtertarget aus 25-75 at.% Ta, Rest Al und einen max. Anteil an unvermeidlichen metallischen Verunreinigungen von  $\leq 3000$  µg/g und nicht-metallischen Verunreinigungen von  $\leq 2000$  µg/g. Ist der Ta-Gehalt über 75 at.%, kann die plastische Verformung des TaAl-Targets während der Verdichtung nicht mehr in vollem Umfang gewährleistet werden, d.h. das Target wird poröser, spröder und dadurch bruchanfälliger. Die Menge an Tantal im Target liegt bevorzugt zwischen 40 bis 60 at.%.

**[0023]** Insbesondere liegt der Sauerstoffgehalt des erfindungsgemäßen Sputtertargets unter 1000 µg/g, besonders bevorzugt unter 800 µg/g. Der Sauerstoffgehalt kann einfach über Heiextraktionsanalyse bestimmt werden.

**[0024]** In einer bevorzugten Ausführungsform ist die metallische Reinheit der Sputtertargets größer als 98 wt.%, bevorzugt größer 99 wt.%, noch bevorzugter größer 99,7 wt.%.

**[0025]** Ein erfindungsgemäßes Sputtertarget weist bevorzugt eine Dichte von mehr als 95% der theoretischen Dichte auf. Besonders vorteilhaft ist eine Dichte von mehr als 97% der theoretischen Dichte. Die theoretische Dichte ist die maximal erreichbare Dichte des Ta-Al Targets, vorausgesetzt dass keine inneren Hohlräume oder Verunreinigungen als auch keine intermetallischen Phasen vorhanden sind. Je höher die Dichte des Targets umso vorteilhafter sind dessen Eigenschaften. Targets mit geringer Dichte weisen einen höheren Anteil an Poren auf. Diese Poren können während des Fertigungsprozesses (z.B. während der Bearbeitung) Verunreinigungen, wie Schmiermittel, aufnehmen. Diese Verunreinigungen würden später die Qualität der abgeschiedenen Schichten negativ beeinflussen. Außerdem neigen Targets mit geringer Dichte dazu, Wasser aus der Umgebung aufzunehmen, was zu schwer kontrollierbaren Vakuumprozessen führen kann. Außerdem ist die Wärmeleitfähigkeit von nur gering verdichtetem Material niedriger als von Material mit höherer Dichte.

**[0026]** Die theoretische Dichte von metallischen Verbundwerkstoffen kann bekanntlich arithmetisch aus den Dichten der einzelnen reinen Metalle und deren Gewichtsanteilen berechnet werden. Die Dichte kann z.B. im Archimedes Verfahren durch Bestimmung des Gewichtes des Targets an Luft und im Wasser bestimmt werden.

**[0027]** Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform weist das erfindungsgemäße Sputtertarget eine mittlere Korngröße der Ta-Phase (d.h. der Ta-Körner in der Ta-Phase) und Al-Phase (d.h. der Al-Körner in der Al-Phase) von jeweils kleiner 80 µm auf, bevorzugt eine mittlere Korngröße

von jeweils weniger als 63  $\mu\text{m}$ , besonders bevorzugt jeweils kleiner als 45  $\mu\text{m}$ . Eine mittlere Korngröße der Ta- und Al-Phasen von weniger als 80  $\mu\text{m}$  führt zu einem besonders gleichmäßigen Sputterverhalten und damit zur Abscheidung besonders homogener Schichten.

**[0028]** Die mittlere Korngröße der Phasen kann auf einfache Weise durch ein Linienschnittverfahren, z.B. nach ASTM E112, an einem metallografischen Schliff bestimmt werden.

**[0029]** In einer bevorzugten Ausführungsform zeigt das erfindungsgemäße Sputtertarget ein texturiertes Gefüge mit einer Kornstreckung von mindestens 1,2, bevorzugt mindestens 1,4. Die Texturierung ergibt sich dabei durch ein uniaxiales Umformen, bevorzugt durch Schmieden, des pulvermetallurgisch hergestellten Sputtertargets. Die Kornstreckung senkrecht zur Umformrichtung wird dabei aus der Bildung eines Verhältnisses der mittleren Sehnenlängen der Al-Körner berechnet, wobei die mittleren Sehnenlängen der Al-Körner parallel zur Targetoberfläche als auch senkrecht zur Targetoberfläche gemessen werden. Zu diesem Zweck wird die mittlere Sehnenlänge der Aluminium-Körner in dem Gefüge, zum einen entlang der Streckung der Körner (senkrecht zur Umformrichtung) und zum anderen senkrecht dazu (parallel zur Umformrichtung) bestimmt. Abschließend wird das Verhältnis zwischen den beiden so ermittelten mittleren Sehnenlängen gebildet.

**[0030]** Die Gefügeaufnahmen zur Bestimmung der Kornstreckung werden an metallographischen Querschliffen angefertigt deren Fläche parallel zur Umformrichtung bzw. Schmiederichtung orientiert ist. Bei 100facher Vergrößerung werden Linien in äquidistanten Abständen von Bildrand zu Bildrand in das Bild gelegt und die mittlere Sehnenlänge der Al-Körner in beide Richtungen (Umform- und Normalrichtung dazu) ausgemessen und die Kornstreckung berechnet.

**[0031]** Durch Einbau eines erfindungsgemäßen Sputtertargets in unterschiedlichen Beschichtungsanlagen sowie für die Beschichtung von Substraten unterschiedlicher Geometrien werden verschiedene geometrische Anforderungen an ein erfindungsgemäßes Sputtertarget gestellt. So kann ein solches Target in der Form eines Flachtargets, beispielsweise als Platte oder Scheibe, in der Form einer Stange, in der Form eines Rohrtargets oder als anderer komplex geformter Körper vorliegen.

**[0032]** Bevorzugt ist ein erfindungsgemäßes Sputtertarget ein rundes Flachtarget.

**[0033]** In einer bevorzugten Ausführungsform weist das Sputtertarget (als rundes Flachtarget) einen Durchmesser von mehr als 280 mm auf. Diese Größe stellt besondere Anforderungen hinsichtlich einer optimalen und homogenen Mikrostruktur. Für die Umformung von Ronden mit diesen Abmessungen muss zum einen ein Pulvergemisch zur Verfügung gestellt werden, dass eine homogene, entmischungsfreie Mischung der elementaren Bestandteile des Werkstoffes gewährleistet. Dies ist hinsichtlich der großen Unterschiede in den Dichten der Elemente (2,7  $\text{g/cm}^3$  für Al und 16,7  $\text{g/cm}^3$  für Ta) schwierig. Zum anderen muss eine hohe Schmiedekraft aufgebracht werden, die das Erreichen einer hohen Dichte des Verbundwerkstoffes erlaubt, unter Beachtung von moderaten (mindestens 150°C unterhalb des Schmelzpunktes von reinem Aluminium) Schmiedetemperaturen, um die Ausbildung von intermetallischen Phasen zwischen Ta und Al zu vermeiden.

**[0034]** Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung eines pulvermetallurgisch hergestellten Ta-Al Sputtertargets, welches zwischen 25 und 75 at.% Ta, Rest Al, sowie unvermeidliche metallische sowie nicht-metallische Verunreinigungen umfasst, ist gekennzeichnet durch die nachfolgenden Schritte:

- Mischen des Al-Pulvers und des Ta-Pulvers zu einem Pulvergemenge;
- Kalt-Pressen des Pulvergemenges zu einem Formkörper;
- Schmieden des Formkörpers bei Temperaturen unterhalb der Schmelztemperatur von Aluminium, wobei es zur Verdichtung des Targets kommt,

dadurch gekennzeichnet, dass das Sputtertarget eine Al-Phase und eine Ta-Phase aufweist und frei von intermetallischen Phasen ist, und wobei die Al-Phase als auch die Ta-Phasen sowohl parallel zu einer Targetoberfläche als auch senkrecht zu einer Targetoberfläche gemessen

gleichmäßig im Sputtertarget verteilt sind.

**[0035]** Die Herstellung einer Pulvermischung, die für das erfindungsgemäße Verfahren verwendet werden kann, erfolgt durch Mischen der entsprechenden Mengen von Ta und Al. Die Pulver werden in eine geeignete Mischvorrichtung gefüllt und so lange gemischt, bis eine homogene Verteilung der Komponenten im Pulvergemenge gewährleistet ist. Die Morphologie der eingesetzten Pulver als auch die Verteilungsbreite der Partikelgrößen der eingesetzten Pulver sind so gewählt, dass eine homogene, entmischungsfreie Mischung gebildet wird.

**[0036]** Das so hergestellte Pulvergemenge wird für die Implementierung des Kompaktierschritts, hier des Kaltpressens, in eine Matrize oder einen Schlauch gefüllt anschließend zu einem Formkörper gepresst. Bevorzugt wird dies in einem kalt-isostatischen Schritt (dabei wirkt der hydraulische Druck von allen Seiten auf das Pulver ein) durchgeführt. Beim Pressen in der Matrize wird der Körper in einem Werkzeug uniaxial verdichtet.

**[0037]** Anschließend wird der Formkörper mittels Schmiedepressen, bevorzugt in nur einem einzigen Schritt des Schmiedepressens, unterhalb der Schmelztemperatur von Aluminium verdichtet. Bevorzugt kommt hier ein hydraulisches Schmiedepressen mit halboffenen, offenen oder geschlossenen Gesenken zum Einsatz. In einer bevorzugten Ausführungsform wird die Temperatur beim Schmieden auf 350 bis 450°C eingestellt. Die Erwärmung der Formkörper erfolgt in einem Ofen für 1-3 Stunden in einer Schutzgasatmosphäre, um die Oxidation oder Nitrierung der Bestandteile Al und Ta des Formkörpers zu verhindern. Das Schmiedegesenk selbst wird vor dem Schmieden auf Temperatur um die 150 bis 250°C vorgewärmt.

**[0038]** Das in diesem Verfahren hergestellte Sputtertarget besitzt in der Regel eine Dichte von mindestens 95% der theoretischen Dichte, bevorzugt mindestens 97% der theoretischen Dichte. Durch den Schritt des Schmiedens wird gezielt ein texturiertes Gefüge mit einer Kornstreckung von mindestens 1,2, bevorzugt 1,4 gebildet. Wie bereits oben beschrieben wird die Kornstreckung aus der Bildung eines Verhältnisses der mittleren Sehnenlängen der Al- Körner berechnet, wobei die mittleren Sehnenlängen der Al-Körner parallel zur Targetoberfläche als auch senkrecht zur Targetoberfläche gemessen werden. Bei dem Schmiedevorgang erfolgt neben der Verdichtung des Werkstoffes auch das Fließen vom Zentrum zum Rand des Schmiedegesenkes was in diesem Zusammenhang zur Umorientierung und Streckung der Körner bzw. Kornagglomerate führt.

**[0039]** Die finale Bearbeitung des geschmiedeten Rohlings zu einem Target nach Zeichnung mit den geforderten Abmessungen und Toleranzen erfolgt durch spanabhebende Verfahren wie Drehen und/oder Fräsen.

**[0040]** In einer bevorzugten Ausführungsform weist der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Formkörper einen Durchmesser von mehr als 280 mm auf. Diese Größe stellt besondere Anforderungen hinsichtlich einer optimalen und homogenen Mikrostruktur. Wie bereits oben ausgeführt muss für einen Formkörper mit diesen Abmessungen ein Pulvergemisch zur Verfügung gestellt werden, dass eine homogene, entmischungsfreie Mischung der elementaren Bestandteile des Werkstoffes gewährleistet. Dies ist hinsichtlich der großen Unterschiede in den Dichten der Elemente (2,7 g/cm<sup>3</sup> für Al und 16,7 g/cm<sup>3</sup> für Ta) schwierig. Des Weiteren muss eine hohe Schmiedekraft aufgebracht werden, die das Erreichen einer hohen Dichte des Verbundwerkstoffes unter Beachtung von moderaten (mindestens 150°C unterhalb des Schmelzpunktes von reinem Aluminium) Schmiedetemperaturen erlaubt, um die Ausbildung von intermetallischen Phasen zwischen Ta und Al zu vermeiden.

**[0041]** Weitere Vorteile und Zweckmäßigkeiten der Erfindung ergeben sich anhand der nachfolgenden Beschreibung von einem Ausführungsbeispiel unter Bezugnahme auf die beigefügten Figuren.

**[0042]** Von den Figuren zeigen

**[0043]** Fig. 1: Phasendiagramm des Systems Ta-Al (Quelle: ASM Handbook Vol. III, Alloy Phase Diagrams 1992);

**[0044]** Fig. 2: Röntgendiffraktogramm einer Probe eines erfindungsgemäßen TaAl-Sputter-

targets, reine Al-Phase und reine Ta-Phase nachweisbar;

- [0045]** Fig. 3: Mikrostruktur eines erfindungsgemäßen TaAl-Sputtertargets (in der Vergrößerung 100-fach) in einer lichtmikroskopischen Aufnahme;
- [0046]** Fig. 4: Mikrostruktur des erfindungsgemäßen TaAl-Sputtertargets von Fig. 3 in der 200-fachen Vergrößerung.

#### HERSTELLUNGSBEISPIEL:

**[0047]** Als Rohstoffe wurden Tantal-Pulver mit einer Partikelgröße von weniger als  $63\ \mu\text{m}$  (D90 Messung nach Malvern) und Aluminium-Pulver mit einer Partikelgröße von weniger als  $63\ \mu\text{m}$  (D90 Messung nach Malvern) verwendet. Es wurde darauf geachtet Pulver mit niedrigen Anteilen an Verunreinigungen, insbesondere niedrigen Mengen an Sauerstoff und Eisen, zu verwenden. Die Pulver wurden im Verhältnis 45 at.% Ta und 55 at.% Al in einen geschlossenen Behälter gegeben und in einem Freifallmischer vermischt. Ist ein homogener Mischgrad erreicht wird das Pulvergemisch in eine Schlauchpressform eingefüllt und mittels einer hydraulischen Presse kaltisostatisch mit einem Druck von ca. 200 MPa zu einem scheibenförmigen Grünkörper mit einer relativen Dichte von circa 90% und einem Außendurchmesser von etwa 300 mm gepresst. Der so hergestellte Grünling wurde auf den Stirnseiten plangedreht. Anschließend wurde der Grünling auf eine Temperatur von  $360\ ^\circ\text{C}$  erwärmt und durch Schmieden verdichtet. Das Gesenk wurde auf circa  $180^\circ\text{C}$  vorgewärmt. Dabei reichte ein einziger Schmiedeschritt aus, um die Solldicke von 23 mm zu erreichen. Nach dem Verdichten durch Schmieden wurde das Target durch mechanisches Bearbeiten in seine runde Form mit einem äußeren Durchmesser von ca. 298 mm und 19 mm Dicke gebracht. Das so hergestellte Target wurde in einer industriellen PVD Sputteranlage eingesetzt und konnte dort mit hohen Raten zerstäubt werden.

**[0048]** Figur 2 zeigt das Röntgenbeugungsmuster dieses Beispiels. Für die Auswertung der Beugungsmuster wurden die JCPDA-Karten 00-0040788 (Ta) (entspricht der Ta-Phase), 00-0040787 (Al) (entspricht der Al-Phase) verwendet. Aus dieser Abbildung ist ersichtlich, dass es sich um reine Phasen handelt - 2Theta Winkel für reines Ta bei 38,5; 55,5; 69,5; 82,5; 95; 107,5; 121,5 sowie 2Theta Winkel für reines Al bei 38,5; 44,5; 65; 78; 82,5; 137,5. Aus dieser Abbildung ist ersichtlich, dass keine intermetallischen Phasen (wie z.B.  $\text{Ta}_2\text{Al}$ , TaAl, oder  $\text{TaAl}_3$ ) gebildet werden. Die Peaks entstehen aufgrund der reinen Al-Phase und der reinen Ta-Phase.

**[0049]** Fig. 3 und Fig. 4 zeigen die lichtmikroskopischen Aufnahmen dieses Beispiels in einer entsprechend dem Maßstabsbalken angezeigten Vergrößerung. Die Mikrostruktur zeigt Ta- Körner bzw. Ta-Körner Agglomerate (dunkelgraue Farbe) sowie Al-Körner (helle Farbe). Die schwarze Farbe zeigt Poren, die durch die pulvermetallurgische Herstellung entstanden sind, oder Artefakte, die bei der Herstellung des Schliffbilds entstanden sind.



## Ansprüche

1. Pulvermetallurgisch hergestelltes Sputtertarget, welches zwischen 25 und 75 at.% Ta, Rest Al, sowie unvermeidliche metallische sowie nicht-metallische Verunreinigungen umfasst, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Sputtertarget eine Al-Phase und eine Ta-Phase aufweist und frei von intermetallischen Phasen ist, und wobei die Al-Phase als auch die Ta-Phase sowohl parallel zu einer Targetoberfläche als auch senkrecht zu einer Targetoberfläche gemessen gleichmäßig im Sputtertarget verteilt sind.
2. Sputtertarget gemäß Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Anteil an Ta zwischen 40 und 60 at.% beträgt.
3. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der maximale Anteil an metallischen Verunreinigungen im Sputtertarget  $\leq 3000$  ppm beträgt.
4. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der maximale Anteil an nicht-metallischen Verunreinigungen im Sputtertarget  $< 2000$  ppm beträgt.
5. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Dichte des Sputtertargets mindestens 95% beträgt.
6. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Sputtertarget eine mittlere Korngröße der Ta-Phase und der Al-Phase von jeweils kleiner 80  $\mu\text{m}$  aufweist.
7. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Sputtertarget ein texturiertes Gefüge mit einer Kornstreckung von mindestens 1,2 aufweist, wobei die Kornstreckung aus der Bildung eines Verhältnisses der mittleren Sehnenlängen, welche parallel zur Targetoberfläche als auch senkrecht zur Targetoberfläche gemessen werden, der Al-Körner in der Al-Phase berechnet wird.
8. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Sputtertarget ein rundes Flachtarget ist und einen Durchmesser von mehr als 280 mm aufweist.
9. Verfahren zur Herstellung eines Ta-Al Sputtertargets, welches zwischen 25 und 75 at.% Ta, Rest Al, sowie unvermeidliche metallische sowie nicht-metallische Verunreinigungen umfasst, über die pulvermetallurgische Route, gekennzeichnet durch nachfolgende Schritte:
  - Mischen des Al-Pulvers und des Ta-Pulvers zu einem Pulvergemenge;
  - Kalt-Pressen des Pulvergemenges zu einem Formkörper;
  - Schmieden des Formkörpers bei Temperaturen unterhalb der Schmelztemperatur von Aluminium, wobei es zur Verdichtung des Targets kommt,**dadurch gekennzeichnet**, dass das Sputtertarget eine Al-Phase und eine Ta-Phase aufweist und frei von intermetallischen Phasen ist, und wobei die Al-Phase als auch die Ta-Phase sowohl parallel zu einer Targetoberfläche als auch senkrecht zu einer Targetoberfläche gemessen gleichmäßig im Sputtertarget verteilt sind.
10. Verfahren zur Herstellung eines Ta-Al Sputtertargets nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Schmieden bei einer Temperatur zwischen 350°C und 450°C erfolgt.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 oder 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass nach dem Schmieden ein weiterer mechanischer Bearbeitungsschritt erfolgt.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Formkörper sowohl nach dem Kalt-Pressen als auch nach dem Schmieden rund ist und einen Durchmesser von mehr als 280 mm aufweist.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Target nach dem Schmieden ein texturiertes Gefüge mit einer Kornstreckung von mindestens 1,2 aufweist, wobei die Kornstreckung aus der Bildung eines Verhältnisses der mittleren Sehnenlängen, welche parallel zur Targetoberfläche als auch senkrecht zur Targetoberfläche gemessen werden, der Al-Körner in der Al-Phase berechnet wird.

Hierzu 2 Blatt Zeichnungen

1/2

Fig. 1

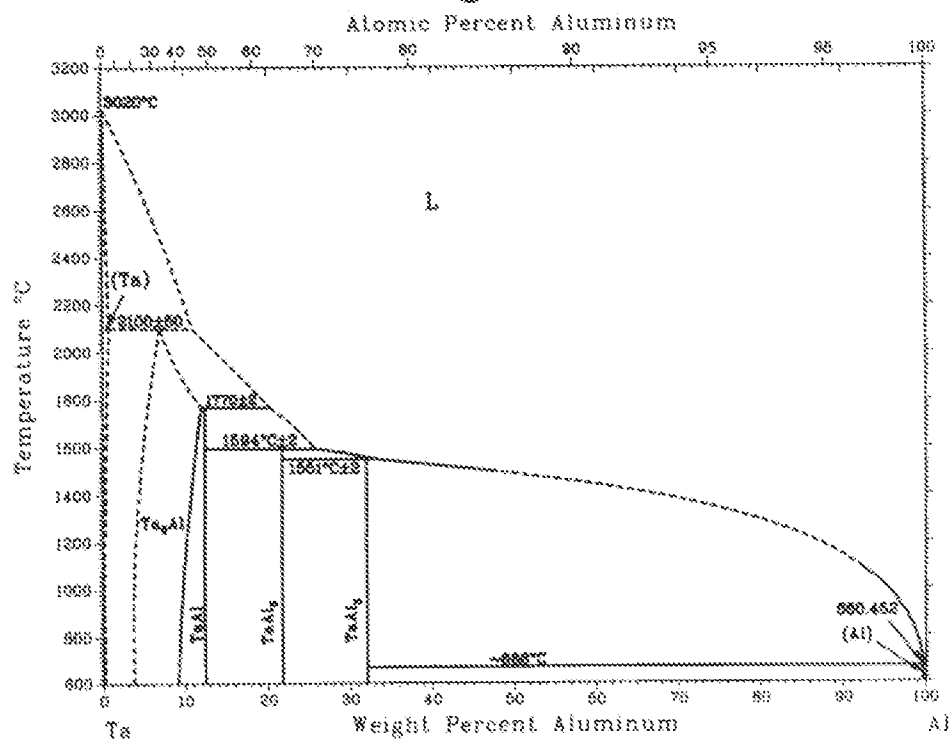
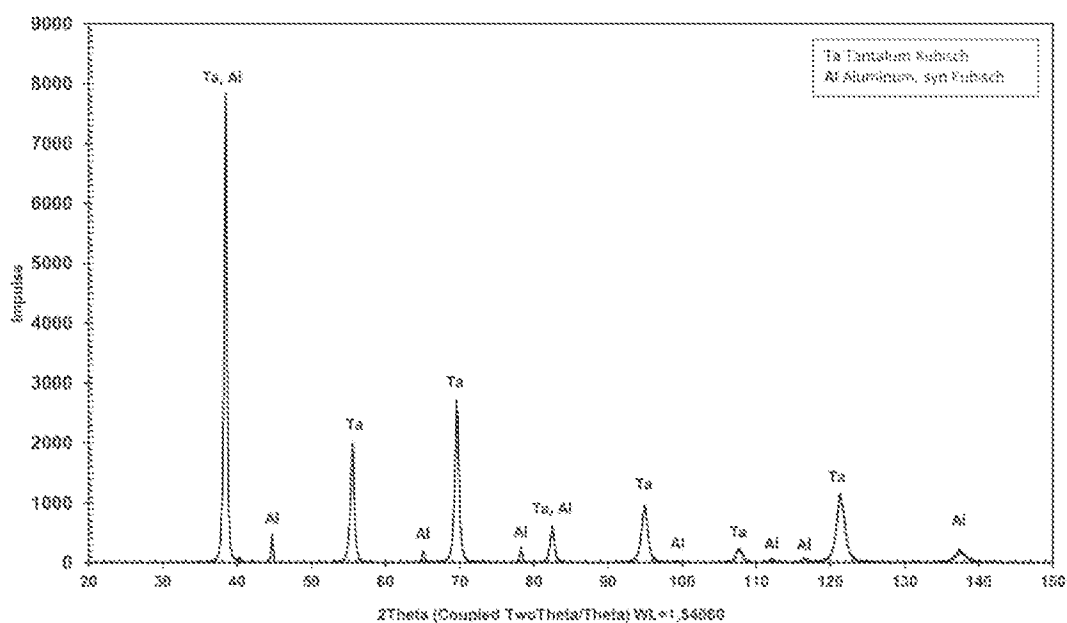


Fig. 2



2/2

Fig. 3

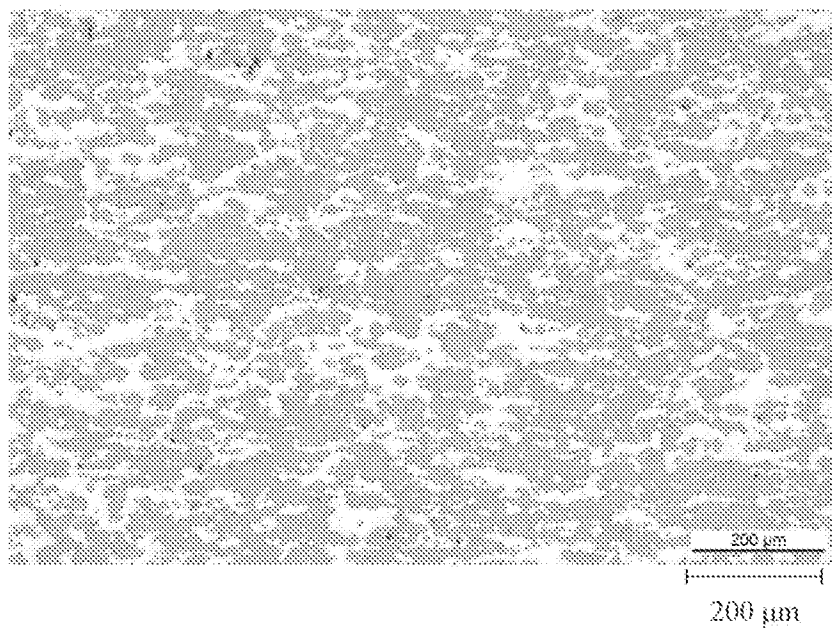
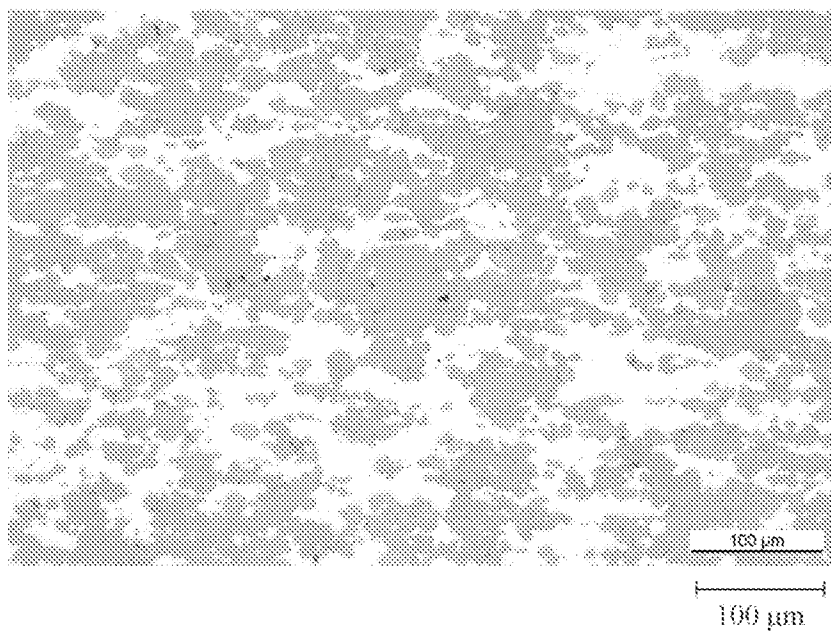


Fig. 4



Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß IPC: <b>B22F 1/00</b> (2006.01); <b>B22F 3/10</b> (2006.01); <b>B22F 3/17</b> (2006.01); <b>C22C 21/00</b> (2006.01); <b>C22C 27/02</b> (2006.01); <b>C23C 14/34</b> (2006.01); <b>C22C 1/04</b> (2006.01)		
Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß CPC: <b>B22F 1/09</b> (2023.08); <b>B22F 3/10</b> (2013.01); <b>B22F 3/17</b> (2013.01); <b>C22C 21/00</b> (2021.01); <b>C22C 27/02</b> (2013.01); <b>C23C 14/3407</b> (2013.01); <b>C23C 14/3414</b> (2013.01); <b>C22C 1/0416</b> (2023.01); <b>C22C 1/045</b> (2023.01)		
Recherchierter Prüfstoff (Klassifikation): B22F, C22C, C23C		
Konsultierte Online-Datenbank: EPODOC, WPI, Volltext-Patentdatenbanken EN und DE		
Dieser Recherchenbericht wurde zu den am <b>07.02.2024</b> eingereichten Ansprüchen <b>1 - 13</b> erstellt.		
Kategorie <sup>*)</sup>	Bezeichnung der Veröffentlichung: Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich	Betreffend Anspruch
A	CN 112111714 A (KONFOONG MATERIALS INT CO LTD) 22. Dezember 2020 (22.12.2020) (automatische Übersetzung durch TXPMTCEA/EPO am 12.06.2024) Beschreibung gesamt; Fig. 1; Ansprüche 1 - 10	1 - 13
A	CN 111945121 A (KONFOONG MATERIALS INT CO LTD) 17. November 2020 (17.11.2020) (automatische Übersetzung durch TXPMTCEA/EPO am 12.06.2024) Beschreibung gesamt; Fig. 1; Ansprüche 1 - 3, 7 - 10	1 - 13
A	EP 2626443 A1 (KOBELCO RES INST INC [JP]) 14. August 2013 (14.08.2013) Beschreibung, [0001], [0011], [0025], [0029] - [0031]; Ansprüche 1, 2, 19, 20	1 - 13
A	TW 201331396 A (KOBELCO RES INST INC [JP]) 01. August 2013 (01.08.2013) (automatische Übersetzung durch TXPMTCEA / EPO am 12.06.2024) Beschreibung, [0040] - [0070]; Ansprüche 1 - 8	1 - 13
A	EP 1783748 A1 (HERAEUS INC [US]) 09. Mai 2007 (09.05.2007) Beschreibung, [0013] - [0076]; Fig. 5; Ansprüche 16 - 31	1 - 13
A	JP H0864554 A (MITSUBISHI MATERIALS CORP) 08. März 1996 (08.03.1996) (automatische Übersetzung durch TXPMTJEA / EPO am 12.06.2024) Beschreibung, [0005], [0008]; Anspruch 1	1 - 13
A	JP H0499171 A (KOBELCO RES INST INC [JP]) 31. März 1992 (31.03.1992) (automatische Übersetzung durch TXPMTJEA / EPO am 12.06.2024) Beschreibung, [0001]; Anspruch 1	1 - 13
A	EP 0243995 A2 (PLANSEE METALLWERK [AT]) 04. November 1987 (04.11.1987) Beschreibung, Spalte 3, Zeile 25 - Spalte 5, Zeile 5; Ansprüche 1 - 3	1 - 13
Datum der Beendigung der Recherche: 12.06.2024		Seite 1 von 1
		Prüfer(in): AIGNER Martin
<sup>*) Kategorien der angeführten Dokumente:</sup> <b>X</b> Veröffentlichung <b>von besonderer Bedeutung</b> : der Anmeldungsgegenstand kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden. <b>Y</b> Veröffentlichung <b>von Bedeutung</b> : der Anmeldungsgegenstand kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese <b>Verbindung für einen Fachmann naheliegend</b> ist.		
<b>A</b> Veröffentlichung, die den allgemeinen <b>Stand der Technik</b> definiert. <b>P</b> Dokument, das von <b>Bedeutung</b> ist (Kategorien <b>X</b> oder <b>Y</b> ), jedoch <b>nach dem Prioritätstag</b> der Anmeldung veröffentlicht wurde. <b>E</b> Dokument, das <b>von besonderer Bedeutung</b> ist (Kategorie <b>X</b> ), aus dem ein „ <b>älteres Recht</b> “ hervorgehen könnte (früheres Anmeldedatum, jedoch nachveröffentlicht, Schutz ist in Österreich möglich, würde Neuheit in Frage stellen). <b>&amp;</b> Veröffentlichung, die Mitglied der selben <b>Patentfamilie</b> ist.		