(19) **Bundesrepublik Deutschland**
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 695 32 617 T2** 2005.02.03

(12) # Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 053 810 B1**
(21) Deutsches Aktenzeichen: **695 32 617.1**
(96) Europäisches Aktenzeichen: **00 118 588.3**
(96) Europäischer Anmeldetag: **22.12.1995**
(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **22.11.2000**
(97) Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA: **25.02.2004**
(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **03.02.2005**

(51) Int Cl.[7]: **B22F 3/00**
B22F 7/04, C23C 14/34, C22C 1/04, C22F 1/04

(30) Unionspriorität:
363397 **23.12.1994** **US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE, FR, GB, IE

(73) Patentinhaber:
Johnson Matthey Electronics Inc., Spokane, Wash., US

(74) Vertreter:
PFENNING MEINIG & PARTNER GbR, 10719 Berlin

(72) Erfinder:
Dunlop, John Alden, Phoenix, AZ 85048, US; Kardokus, Janine Kiyabu, Otis Orchards, Washington 99027, US; Yuan, Jun, 104 Santa Clara, CA 95054, US; Emigh, Roger Alan, Mesa, AZ 85205, US

(54) Bezeichnung: **Target für die Kathodenzerstäubung mit ultrafeinen orienterten Körnern**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Hintergrund der Erfindung

[0001] Es ist bekannt, dass dünne metallische und keramische Schichten durch eine Technik auf ein Substrat aufgebracht werden können, die als "Sputtern" bekannt ist. Durch solche Verfahren kann eine Metallschicht in einer Argonatmosphäre von einem Target des aufzubringenden Materials gesputtert werden, im Allgemeinen als eine Kathode in einer Hochfrequenz- und/oder Gleichstrom-Standardsputtervorrichtung.

[0002] In jüngerer Zeit wurden Sputtertechniken bei der Herstellung von integrierten Schaltungen verwendet, die eine schnelle und ökonomische Metallaufbringung mit Metallleitungsbreiten und Zwischenräumen von weniger als 1 Mikron erfordern. Das Sputtern ist ein besonders nützliches Werkzeug für die Aufbringung von Filmen und Beschichtungen, bei denen Gleichförmigkeit und chemische Reinheit wichtig sind. Die Herstellungskosten können gesenkt werden, indem die Filmgleichförmigkeit und die Aufbringungsrate in Hochgeschwindigkeits-Herstellungsprozessen verbessert werden, die typischerweise bei der Herstellung integrierter Schaltungen angewendet werden. Materialien von besonderer Bedeutung bei der Herstellung integrierter Schaltungen sind Aluminium, Kupfer, Titan, Wolfram und deren Legierungen. Targets dieser Materialien werden verwendet, um einen metallischen oder intermetallischen Film oder eine Beschichtung durch Sputtern auf einem Substrat herzustellen.

[0003] Illustrative Sputterprozesse und -vorrichtungen, bei denen die Erfindung anwendbar sein kann, sind offenbart in Bergmann et al., US-Patente Nrn. 4 889 772 und 4 961 831; Shagun et al, US-Patent Nr. 4 961 832; Shimamura et al. US-Patent Nr. 4 963 239; Nobutani et al., US-Patent Nr. 4 964 962; Arita, US-Patent Nr. 4 964 968; Kusakabe et al., US-Patent 4 964 969 und Hata, US-Patent Nr. 4 971 674; und die Dokumente, auf die hier Bezug genommen ist; Sputter-Targets sind auch diskutiert in Fukaswawa et al. Patente Nrn. 4 963 240 und 4 966 676; und Archut et al., US-Patent Nr. 4 966 676.

[0004] Unter Berücksichtigung der Bedeutung von hohen Aufbringungsgeschwindigkeiten und der Filmgleichförmigkeit für die ökonomische Herstellung von integrierten Schaltungen hoher Qualität wurden Untersuchungen durchgeführt, um die Beziehung zwischen der Natur des Sputter-Targets und der Natur der sich ergebenden aufgebrachten Schicht zu betrachten.

[0005] Es wird angenommen, dass es drei Parameter der Target-Struktur gibt, die einen Bezug zu der Wirksamkeit des Sputterns haben. Ein Faktor ist die Korngröße, da feste Metalle, anstatt eine kontinuierliche Kristallstruktur zu haben, typischerweise aus getrennten und diskreten Körnern aus einem kontinuierlichen Kristallgitter zusammengesetzt sind. Abhängig von der Zusammensetzung und dem Herstellungsverfahren des Metalls können diese Körner in der Größe von einem Millimeterbereich zu einem Mikronbereich variieren. Die Target-Korngröße ist auch wichtig, um hohe Aufbringungsgeschwindigkeiten und gleichförmige aufgebrachte Schichten zu erhalten. Targets mit feineren Korngrößen ermöglichen auch höhere Aufbringungsgeschwindigkeiten als Targets mit größeren Korngrößen, da die Diskontinuitäten an den Korngrenzen während des Sputterns leichter angegriffen werden. Es wurden Korrelationen, wie in **Fig.** 1 gezeigt, zwischen der Korngröße von Targets und der Gleichförmigkeit von aufgebrachten Schichten gefunden.

[0006] Ein zweiter, wichtigerer Faktor ist die kristallographische Orientierung der Körner. Jedes Korn ist ein kontinuierlicher Kristall, wobei sein Kristallgitter in einer besonderen Weise relativ zu einer Bezugsebene wie der Sputteroberfläche des Targets orientiert ist. Da jedes Korn unabhängig von den anderen ist, hat jedes Korngitter seine eigene Orientierung relativ zu dieser Ebene. Wenn die Kornorientierung nicht zufällig ist, sondern wenn die Kristallebenen die Tendenz haben, in irgendeiner Weise relativ zu einer Bezugsebene ausgerichtet zu sein, wird gesagt, dass das Material ein "Gefüge" hat. Diese Gefügt werden unter Verwendung von Standardindizes bezeichnet, die die Richtungen relativ zu kristallographischen Ebenen definieren. Beispielsweise kann ein Target aus einem Metall mit kubischer Kristallstruktur wie Aluminium oder Kupfer ein <100>- ein <110>- oder anderes Gefüge haben. In gleicher Weise kann ein Target aus einem Metall mit hexagonaler Kristallstruktur wie Titanium ein <0002>-Gefüge haben. Die entwickelte genaue Struktur hängt ab von dem Metalltyp und der Bearbeitung und der Wärmebehandlungshistorie des Targets. Die Wirkung der kristallographischen Orientierung eines Sputter-Targets auf die Sputter-Aufbringungsgeschwindigkeit und die Filmgleichförmigkeit wurde beschrieben in einem Artikel von C.E. Wickersham, Jr., betitelt Crystallographic Target Effects in Magnetron Sputtering in J. Vac. Sci. Technol. A5(4), Juli/August 1987, veröffentlicht von der American Vacuum Society. In diesem Artikel zeigt der Autor, dass Verbesserungen der Filmgleichförmigkeit auf einer Siliziumscheibe erzielt werden können, indem der Bearbeitungsvorgang zum Herstellen eines Targets gesteuert wird.

[0007] Ein dritter Parameter, der bei Legierungstargets anwendbar ist, ist die Größe solcher Bereiche in dem Target, die einen Bestandteil zweiter Phase anstelle des Matrixmetalls aufweisen. Obgleich ein Teil des Legierungselements in dem Matrixmaterial aufgelöst ist, kann ein gewisser "Niederschlag" in der Matrix verteilt sein. Bestimmte Niederschläge sind mit Teilchen während des Sputterns assoziiert, die Ausbeuteverluste während der Herstellung von integrierten Schaltungen bewirken können. Die Minimierung der Größe des Niederschlags kann auch das Leistungsvermögen beim Sputtern von Legierungstargets beeinträchtigen.

[0008] Jedoch gibt es eine Grenze dahingehend, wie fein eine Korngröße, wie stark ein Gefüge und wie klein eine Niederschlagsgröße mit herkömmlichen Metallverarbeitungstechniken für jedes Metallsystem und Legierung sein kann. Beispielsweise ist es in dem Fall von Aluminium üblich, dass ein Target eine Korngröße von 100 Mikron bis 1 Millimeter mit einer weniger als optimalen kristallographischen Orientierung hat. Korngrößen können herabgesetzt werden durch Verwendung von Kornverfeinerungsmitteln wie Titandiborid, aber diese Materialien sollten in Sputter-Targets nicht vorhanden sein, da sie den gesputterten Niederschlag verunreinigen. Solche Legierungselemente, die wünschenswerte Komponenten eines gesputterten Niederschlags sein können, haben keine ausreichende Wirkung auf die Kornverfeinerung, um eine optimale Target-Korngröße zu erzielen.

[0009] Um das Leistungsvermögen von Sputter-Targets zu verbessern, haben Hersteller spezielle Gießtechniken verwendet, um die sich ergebende gegossene Korngröße zu verringern. Auch wurde eine Verformung, gefolgt durch eine Rekristallisierung, angewendet, um die Korngröße des zu einem Sputter-Target zu formenden Metalls herabzusetzen.

[0010] Eine Steuerung der Kornorientierung wurde auch vorgeschlagen. Eine langsame Heißschmiedetechnik, die ein vorherrschendes <110>-Gefüge ergibt, ist in dem US-Patent Nr. 5 087 297 von Pouliquen beschrieben.

[0011] Herkömmliche Gieß-, Form-, Glüh- und Schmiedetechniken haben zu Sputter-Targets mit begrenzten minimalen Korngrößen geführt, wie in der nachfolgenden Tabelle I dargestellt ist:

TABELLE I

Typische minimale Korngröße bei herkömmlichen Metallbearbeitungstechniken

Target-Metall	*Minimale Herkömmliche Korngröße*	*Minimale Herkömmliche Niederschlagsgröße*
Aluminium, Aluminium-Legierungen	~100 Mikron	~10 Mikron
Titan	~10 Mikron	N/A
Kupfer	~30 Mikron	N/A

[0012] Metalle mit relativ kleinen Körnern wurden durch eine Technik erzeugt, die als dynamische Flüssigverdichtung (LDC) bekannt ist, aber nicht bei der Herstellung von Sputter-Targets. Porositätspegel, die herkömmlich mit Sprühformverfahren assoziiert sind, lassen vermuten, dass solche Verfahren nicht geeignet für die Herstellung von Sputter-Targets sind, da die Porosität vollständig unerwünscht ist. Das LDC-Verfahren kann angepasst werden, um eine feine Korngröße und sehr geringe Porositätspegel zu erhalten, aber vor dieser Erfindung gab es keine Anwendung des LDC-Prozesses zur Herstellung von Targets, obgleich, wie jetzt festgestellt wurde, der Einzelschritt-LDC-Prozess kostengünstiger ist als Prozesse, die bisher für die Target-Herstellung angewendet wurden. LDC enthält die Gaszerstäubung von geschmolzenem Metall, um einen sich schnell bewegenden Strahl von flüssigen Metalltröpfchen zu erzeugen. Diese Tröpfchen zerspritzen bei einem Aufprall auf ein Substrat. Eine Fragmentierung und schnelle Kühlung bilden Kerne für kleine Kristalle, um feine Körner mit einer ultrafeinen dendritischen Struktur zu ergeben. Da das zerstäubte Metall auf ein Substrat gesprüht wird, kann ein hochdichtes (größer als 99% Dichte) Metallprodukt gebildet werden, mit einer Korngröße, die

angenähert eine oder zwei Größenordnungen kleiner ist als die durch andere herkömmliche Pulvererzeugungsverfahren erzielte. Es ist auch möglich, Niederschlagsgrößen unter 1 Mikron zu halten. Beispielsweise können bei Aluminiumlegierungen Korngrößen von weniger als 10 Mikron und Niederschlagsgrößen von weniger als 1 Mikron erhalten werden. LDC ist auch das einzige bekannte Verfahren, das in der Lage ist, Sputter-Targets (hochdichte Targets mit geringem Sauerstoffgehalt) mit zufälligem Gefüge herzustellen, die wertvoll für eine Schrittüberdeckung und über eine Füllung sein können.

[0013] Ultrafeine Körner wurden auch durch eine Technik erhalten, die als Gleichkanal-Winkelextrusion (ECAE) bekannt ist, jedoch nicht bei der Herstellung von Sputter-Targets. Vor der vorliegenden Erfindung war der ECAE-Prozess eine technische Kuriosität, wurde aber nicht für irgendeinen bekannten kommerziellen Zweck verwendet. Selbst erfahrene Fachleute auf dem Gebiet des Aluminiumstrangpressens betrachteten einen derartigen Prozess als nicht kommerziell und außerhalb ihres Erfahrungsbereichs. ECAE ist ein Verfahren, das ein Extrusionswerkzeug verwendet, das zwei sich senkrecht zueinander erstreckende Kanäle von im Wesentlichen identischem Querschnitt enthält. Es ist üblich, aber nicht erforderlich, Kanäle zu verwenden, die senkrecht zueinander sind, derart, dass ein Querschnitt der senkrechten Kanäle eine "L"-Form bildet.

[0014] Bei dieser Technik wird ein gut geschmiertes Werkstück aus Metall, gewöhnlich in der Form einer Platte, in einen der Kanäle eingebracht. Der Werkstückquerschnitt ist im Wesentlichen identisch mit dem Kanalquerschnitt, so dass das Werkstück eng in den Kanal passt. Ein Schlag zwingt dann das Werkstück, die Form durch einen zweiten angrenzenden Querkanal zu verlassen. Wenn das Werkstück um die durch die benachbarten Kanäle gebildete Ecke gezwungen wird, bewegt es sich als ein starres Material hindurch und eine Verformung wird durch einfache Scherung in einer dünnen Schicht in der Kreuzungsebene der Kanäle erzielt. Dieses Scheren und eine nachfolgende Wärmebehandlung sind wirksam in der Verringerung der Korngröße in dem Werkstückmetall auf angenähert zwei bis drei Größenordnungen kleiner als bei dem anderen gegenwärtig verfügbaren Verfahren zum Erzielen einer kleinen Korngröße.

[0015] Obgleich strukturelle Anwendungen für Metalle, die durch diese beiden Techniken gebildet wurden, vorgeschlagen wurden, wurden weder LDC noch ECAE für die Erzeugung von Sputter-Targets angewendet. Gemäß der Erfindung werden diese Techniken mit geeigneten Materialien in einer Weise angewendet, die Sputter-Targets mit verbesserten Korngrößen, Gefügen und Niederschlagsgrößen schaffen. Die Verwendung derartig verbesserter Targets führt zu verbesserten Sputterniederschlagsgeschwindigkeiten und verbesserter Sputterfilmqualität.

Zusammenfassung der Erfindung

[0016] Die vorliegende Erfindung ergibt ein Sputter-Target bestehend aus Aluminium und wahlweise bis zu 10 Gewichtsprozent aus zumindest einem Metall ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Kupfer, Silizium, Zirkon, Titan, Wolfram, Tantal, Rhenium, Skandium, Kobalt, Molybdän und Hafnium; bei dem das Aluminium die Form von Körnern mit Abmessungen von weniger von 20 Mikron hat; und das Target ein vorherrschendes <200>- oder <220>-Gefüge senkrecht zur Targetoberfläche hat.

[0017] Bei einem bevorzugten Ausführungsbeispiel weist das Target Aluminium mit bis zu 10 Gewichtsprozent eines Metalls ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Kupfer, Silizium, Zirkon, Titan, Wolfram, Rhenium, Skandium, Kobalt, Molybdän und Hafnium auf.

[0018] Ein Verfahren zum Herstellen eines Sputter-Targets weist das Strangpressen eines Werkstücks aus Metall durch eine Form mit einem Einlass- und einem Auslasskanal, die aneinander grenzen und senkrecht zueinander verlaufen und im Wesentlichen einen identischen Querschnitt aufweisen, wodurch das Werkstück in den Einlasskanal eintritt und aus dem Auslasskanal austritt, und Umarbeiten des stranggepressten Gegenstands in ein Sputter-Target. Der Strangpressschritt kann ein oder mehrere Male vor der Umarbeitung wiederholt werden, um eine besonders kleine Korngröße und bestimmte gewünschte Gefüge zu erzeugen.

Kurzbeschreibung der Zeichnungen

[0019] **Fig.** 1 zeigt die Korrelation zwischen der Korngröße und der Gleichförmigkeit des gesputterten Films (d.h. Niederschlags).

[0020] **Fig.** 2 ist eine schematische Darstellung einer Vorrichtung zum Formen eines Werkstücks aus Metall unter Verwendung der dynamischen Flüssigkeitsverdichtungstechnik ("LDC").

[0021] **Fig.** 3 und 4 sind Fotomikrografien von Al + 0,5 Gew.-% Zr, das durch den LDC-Prozess hergestellt wurde, und Al +,5 Gew.-% Cu, das durch kontinuierliches Gießen erzeugt wurde;

[0022] **Fig.** 5 zeigt Orientierungsverteilungsfunktionen von gesprühtem LDC-Material;

[0023] **Fig.** 6, 7 und 8 sind schematische Darstellungen einer Vorrichtung zum Strangpressen eines Werkstücks aus Metall unter Verwendung der Gleichkanal-Winkelextrusionstechnik ("ECAE") jeweils in verschiedenen Stufen;

[0024] **Fig.** 9 und 10 sind Fotomikrografien von Al + 0,5 Gew.-% Cu, hergestellt durch Standardverformung und Rekristallisierung bzw. durch den ECRE-Prozess; wobei **Fig.** 9 die Standardmikrografie und **Fig.** 10 die ECAE-Mikrografie ist; und

[0025] **Fig.** 11 illustriert die Ergebnisse von Röntgenstrahlen-Beugungsversuchen bei mit den beschriebenen Techniken gebildeten Aluminiumwerkstücken. Das relative Vorherrschen von verschiedenen Kornorientierungen ist gezeigt.

Detaillierte Beschreibung

[0026] Metallsputter-Targets, die in der Industrie allgemein verfügbar sind, haben Korngrößenbegrenzungen wie in der obigen Tabelle 1 gezeigt sowie sich verändernde Grade des Gefüges und der vorherrschenden kristallografischen Orientierung. Derartige Targets können erhalten werden durch Gießen und Bearbeiten des Metalls, gefolgt durch eine Rekristallisierungs-Wärmebehandlung bei einer erhöhten Temperatur. Alternativ können auch hochschmelzende Targetmaterialien ebenfalls gebildet werden durch Verdichten und Erwärmen von feinen Pulvern bei erhöhten Temperaturen. Anhand dieser verschiedenen Techniken hergestellte Metalle werden in der Form eines Targetrohlings erzeugt, d.h., eines Werkstücks, das in ein geeignetes Sputter-Target umgearbeitet wird.

[0027] Es folgen Beispiele, die sich auf die vorliegende Erfindung beziehen, unter Bezugnahme auf die begleitenden Zeichnungen.

[0028] **Fig.** 1 ist ein Diagramm, das die Filmgleichförmigkeit gegenüber der durchschnittlichen Korngröße von sechs Targets aus Aluminium und 0,5 Gewichtsprozent Kupfer zeigt, die durch einen herkömmlichen Prozess enthaltend das Rollen und Rekristallisieren von Barren hergestellt wurden, und das Gleichförmigkeitswerte illustriert, die mit einem Bereich von Korngrößen in herkömmlichen Produkten korrelieren.

[0029] **Fig.** 2 beschreibt ein Ausführungsbeispiel, bei dem eine Legierung aus Aluminium mit 0,5 Gewichtsprozent Kupfer in einem Tiegel **22** durch ein geeignetes Heizelement geschmolzen wird, um Metall zu erzeugen, das bei der Herstellung eines Sputter-Targets zu verwenden ist. Das geschmolzene Metall **20** und der Tiegel **22** bilden einen Teil einer Vorrichtung zur dynamischen Flüssigkeitsverdichtung. Zerstäubungsstrahlen **24** und **26** sind nahe einer Öffnung in dem Boden des Tiegels **22** vorgesehen und werden mit einem Hochdruckgas zugeführt, um das Metall zu zerstäuben, wenn es durch die Tiegelöffnung fließt. Der Metallfluss durch die Öffnung wird durch einen Anschlag **28** gesteuert. Das geschmolzene Metall wird in einem abwärts gerichteten Strahl **30** zerstäubt und bildet ein Werkstück **32**, wenn es sich auf einem Substrat **34** aufbaut.

[0030] Das Massenflussverhältnis (Verhältnis zwischen der Massenflussgeschwindigkeit des zerstäubenden Gases und der Massenflussgeschwindigkeit des geschmolzenen Metalls, die Überhitzung des geschmolzenen Metalls, der Druck des Zerstäubungsgases und der Abstand zwischen Düse und Substrat müssen sämtlich ausgeglichen sein, um einen festen und dichten Kompaktkörper anstelle eines Pulvers zu ergeben. Das Massenflussverhältnis hat die Neigung, anzusteigen, wenn der Druck zunimmt, und die Korngröße wird kleiner. Jedoch bewirkt ein zu hoher Druck eine Porosität. Eine niedrigere Überhitzung hat die Tendenz, dass der Abstand zwischen Düse und Substrat verringert werden muss, und sie kann ebenfalls Porositätsprobleme hervorrufen. Andererseits wird es durch eine zu große Überhitzung schwierig, die Wärme rasch herauszuziehen, und die Korngröße nimmt zu. Ein illustrativer Satz von Bedingungen, der auf ein Sputter-Target aus Aluminiumlegierung anwendbar ist, ist in der nachfolgenden Tabelle gezeigt:

TABELLE II

Typische Sprühparameter für Targets aus Aluminiumlegierung

Überhitzung 100°C bis 400°C	100°C bis 400°C
Zerstäubungsdruck	80 bis 800 psig
Abstand zwischen Düse und Substrat	20 bis 40 cm
Verhältnis der Massenfluss geschwindigkeit von Gas zu Metall	0,2 bis 0,6

[0031] Die Fotomikrografien nach den **Fig.** 3 und 4 zeigen einen guten Kontrast zu den Korngrößen, die durch die Verfahren zur dynamischen Flüssigverdichtung und zum kontinuierlichen Gießen erhalten werden. Wie ersichtlich ist, erzeugt LDC kleine Niederschläge und kann eine bessere Verteilung von Legierungselementen vorsehen, wodurch ein grober Niederschlag von Legierungselementen vermieden wird, der sich aus kontinuierlichem Gießen ergibt.

[0032] Als ein Beispiel kann der vorstehend beschriebene Zerstäubungsprozess verwendet werden, um ein Aluminium-Kupfer-Werkstück mit zufällig orientierten Aluminium-Kupfer-Legierungskörnern von etwa 10 Mikron Größe zu erzeugen, und ohne bei 100 facher Vergrößerung in diesen Körnern sichtbare dendritische Strukturen. Im Gegensatz hierzu erzeugen herkömmliche Gießverfahren Körner im Millimeterbereich mit einer deutlichen dendritischen Struktur. Darüber hinaus hat herkömmlich gegossenes Aluminium auch die Tendenz zu einem gewissen Grad eines <100>-Gefüges, da diese Achse die Tendenz hat, sich mit der Wärmeströmung während des Kühlens auszurichten. Obgleich für gewisse Zwecke eine zufällige Kornorientierung nicht ein optimales Sputter-Target erzeugt, wird angenommen, dass ein Werkstück mit zufällig orientierten Körnern (d.h., kein Gefüge) ein wünschenswertes Startmaterial für nachfolgende Formungstechniken ist, die auf die Orientierung der Körner gerichtet sind, um ein gewünschtes Gefüge für Sputter-Targets zu erzeugen. Zusätzlich kann eine zufällige Orientierung optimal für gewisse Sputterbedingungen sein. Auf diese Weise erzeugte Werkstücke zeigen auch wenige Niederschlagsbereiche, die mehr als 1 Mikron messen. Mit herkömmlichen Gießtechniken werden viel größere Niederschläge des Materials der zweiten Phase erzeugt.

[0033] Obgleich Aluminium mit Kupfer ein Material ist, das mit der LDC-Technik zu einem Sputter-Target erzeugt werden kann, können viele andere Materialien ebenfalls verwendet werden. LDC ist auch besonders nützlich zum Herstellen von Sputter-Targets mit ungewöhnlichen Legierungskombinationen wie Aluminium und Titan, Wolfram, Tantal, Rhenium, Skandium, Kobalt, Molybdän und Hafnium, um Probleme des Niederschlags aus der Matrixphase während des Kühlens bei herkömmlichen Gießtechniken oder die Schaffung von Niederschlagsbereichen, die zu groß für die Verwendung als annehmbare Sputter-Targets sind, zu vermeiden. Der LDC-Prozess ermöglicht die Schaffung von Legierungen dieser Metalle mit sehr kleinen Niederschlägen, und Targets mit hohen Konzentrationen der Legierungselemente können so geschaffen werden.

[0034] Um die Targetherstellung zu erleichtern, kann das Substrat 34 in **Fig.** 1 während der Bildung des Vorformlings bewegt werden, wenn das zerstäubte Metall aufgebracht wird, um die Lage des Materials zu steuern, so dass die Gestalt des Vorformlings der gewünschten des fertigen Sputter-Targets näher ist (bekannt als "Herstellen nahe der Nettoform"), indem ein unerwünschtes Aufbringen vermieden wird. Der Vorformling kann in ein Sputter-Target mit verschiedenen Formen umgearbeitet werden, wobei Ringe eine übliche Form durch Bearbeitung, z.B. spanabhebende Bearbeitung sind.

[0035] Das aufgebrachte Gefüge eines LDC-Vorformlings ist zufällig, wie durch die Orientierungsverteilungsfunktion in **Fig.** 5 gezeigt ist. Das zufällige Gefügt kann nützlich sein hinsichtlich der Fähigkeit des Sputter-Targets, Durchgänge zu füllen und eine gute Stufenabdeckung zu ergeben.

[0036] Jedoch kann in Abhängigkeit von den Anforderungen an die gewünschten Filme und dem Sputteraufbringungssystem eine nachfolgende Verarbeitung erforderlich sein. Eine Möglichkeit ist das Heißschmieden des Vorformlings, um orientierte Körner zu schaffen, wie im US-Patent Nr. 5 087 297 beschrieben ist. Eine andere Alternative besteht darin, sowohl eine zusätzliche Verringerung der Korngröße als auch eine gewünschte Kornorientierung zu erzielen, indem die ECAE-Technik bei dem durch LDC gebildeten Vorformling angewendet wird, wie nachfolgend diskutiert wird.

[0037] Die schematischen Illustrationen in den **Fig.** 6, 7 und 8 illustrieren die Praxis der Erzeugung von Material für Targets durch das ECAE-Verfahren. Wie in diesen Figuren gezeigt ist, in denen sich gleiche Zahlen auf gleiche Teile beziehen, wird der Prozess unter Verwendung einer Vorrichtung mit einem Stößel **50** und einer ECAE-Form **70** durchgeführt. Die Form enthält einen Einlasskanal **72** und einen Auslasskanal **74**, der senkrecht zu dem Einlasskanal **72**, aber an diesen angrenzend ist. Ein Werkstück **60**, das ein durch den in Verbindung mit **Fig.** 1 illustrierten LDC-Prozess erzeugtes Werkstück sein kann, wird durch die Form extrudiert. Die **Fig.** 6, 7 und 8 zeigen unterschiedliche Stufen der Herstellung, enthaltend jeweils das Werkstück, die Form und den Stößel vor dem Laden; das Hineingleiten des Werkstücks in die Form, wobei der Stößel folgt (zu dieser Zeit wird keine Kraft ausgeübt); und eine Schnittansicht eines teilweise extrudierten Werkstücks in der Form, wobei es teilweise aus dem Auslasskanal austritt.

[0038] Bei dem in den **Fig.** 6, 7 und 8 gezeigten Ausführungsbeispiel ist der durch LDC geschaffene Vorformling eine im Wesentlichen quadratische Platte **60**, z.B. nominal 17 Zoll auf einer Seite und 1 Zoll dick. Die Kanäle **72** und **74** der Stahlextrusionsform haben einen im Wesentlichen identischen Querschnitt wie die Platte von bei diesem Beispiel 17 Zoll mal 1 Zoll, so dass die Platte eng passt, wenn sie kantenweise in den Einlasskanal **72** eingeführt wird. Der Auslasskanal **74** ist angrenzend und erstreckt sich von dem Einlasskanal **72** und hat einen im Wesentlichen identischen Querschnitt mit dem des ersten Kanals. Bei diesem Beispiel stehen die Kanäle im Wesentlichen senkrecht zueinander, aber die Kanäle können Winkel von mehr als 90° zueinander aufweisen. Die Kanäle sind relativ zueinander so orientiert, dass bei Eintritt in den Einlasskanal die großen Flächen des Werkstücks vertikal sind und beim Eintritt aus dem Auslasskanal die großen Flächen des Werkstücks horizontal sind. Jeder Kanals endet an der Kanalschnittstelle in der Weise, dass die beiden quer verlaufenden Kanäle einen einzelnen angrenzenden Durchgang mit einem "L"-förmigen Längsquerschnitt bilden.

[0039] Das Werkstück **60** ist vorteilhaft mit einem bekannten Gleitschmiermittel geschmiert, so dass ein Stößel **50** das Werkstück in den Einlasskanal **72** drückt. Wenn das Werkstück das Ende des Einlasskanals erreicht, setzt der Stößel den Druck auf das Werkstück fort, wodurch er bewirkt, dass es entlang der Schnittebene der beiden Kanäle geschert wird. Wenn der Stößel fortfährt, das Werkstück herunterzudrücken, wird das Werkstück gezwungen, die Form durch den Auslasskanal **74** zu verlassen, wobei es kontinuierlich entlang der Kanalschnittebene geschert wird, wenn es durch die Schnittstelle hindurchgeht. Der Stößel wird dann zurückgezogen und das Werkzeug wird aus dem Auslasskanal herausgezogen. Obgleich die Illustration den Einlass- und den Auslasskanal in einem Winkel von 90° zueinander zeigt, können andere Winkel zwischen den Kanälen bestehen.

[0040] Es gibt viele Vorteile dieser Technik gegenüber den herkömmlichen Rollen- oder Schmiedeformen. Ein Vorteil besteht darin, dass bei jedem Durchgang eine große wirksame Verformung erzielt wird. Zwei Durchgänge durch eine ECAE-Form können eine äquivalente Flächenreduktion von 90% erzeugen. Diese große Verformung reduziert die Korngröße mit weniger Durchgängen als es mit herkömmlichen geradlinigen Extrusionsverfahren möglich ist, und die Verformung ist auch durch das extrudierte Werkstück hindurch mit Ausnahme der Oberfläche gleichförmig. Solche Ergebnisse sind bei Verwendung herkömmlicher Verfahren schwierig zu erzielen.

[0041] Der zum Durchführen einer ECAE-Extrusion erforderliche Pressdruck ist viel geringer als der bei herkömmlichen Extrusionstechniken erforderliche, typischerweise ist das Verhältnis des Pressdrucks zu der Fließbeanspruchung für einen 90°-Winkel gleich 1. Da das extrudierte Werkstück dieselbe Größe und Form wie der Vorformling vor der Extrusion hat, erhält man nur wenig oder keinen Materialabfall, wie dies während erheblichen Flächenreduktionen durch Formen mittels Rollen oder Schmieden der Fall ist.

[0042] Bei einem Werkstück aus einer Aluminium- und 0,5 Gew.-% Kupfer-Legierung hat eine Gleichkanalextrusion und nachfolgende Wärmebehandlung von bis zu 400°C während drei Stunden keine unterscheidbaren Körner unter einem optischen Mikroskop mit tausendfacher Verstärkung gezeigt. Jedoch hat eine Röntgenstrahlenbeugung eine Korngröße von angenähert 1 Mikron gezeigt. Eine ähnliche Wärmebehandlung nach einem herkömmlichen Verformungsprozess ergibt Korngrößen von 100 Mikron oder größer.

[0043] Von besonderem Interesse bei der Herstellung von Sputter-Targets ist die Erzeugung von gesteuerten Gefügen bei Verwendung des ECAE-Prozesses. Das Gefüge kann gesteuert werden durch Variieren der Temperatur, der Geschwindigkeit und der Anzahl von nachfolgend wiederholten ECAE-Extrusionen mit demselben Werkstück. Wenn das Werkstück gedreht wird, so dass anfänglich verschiedene Kanten in die ECAE-Form eingeführt werden, ist die Scherebene unterschiedlich gegenüber dem Werkstück orientiert. Somit kann durch Drehen oder "Kippen" des Werkstücks vor einigen oder allen Wiedereinführungen in den Extrusionskanal, um eine vorbestimmte Folge von Extrusionen durchzuführen, ein endgültiges Extrusionsprodukt mit einem beson-

deren Gefüge, das für ein besonderes Sputter-Target geeignet ist, erhalten werden. Somit können durch Ändern der Folge von Werkstückorientierungen in nachfolgenden Wiederextrusionsvorgängen unterschiedliche Gefüge geschaffen werden, die besonders für bestimmte Targetanwendungen geeignet sind.

[0044] Die in den **Fig.** 9 und 10 gezeigten Fotomikrografien illustrieren das unterschiedliche metallurgische Gefüge, das durch den ECAE-Prozess erhältlich ist. Das Gefüge des standardgerollten und kristallisierten Materials (**Fig.** 9) ist nicht annähernd so fein oder geordnet wie bei dem ECAE-Produkt (**Fig.** 10) für dieselbe Zusammensetzung.

[0045] Bestimmte Gefüge sind als wünschenswert für verschiedene Zwecke bekannt. Beispielsweise wurde für die Dickengleichförmigkeit des aufgebrachten Films bei der Herstellung von Aluminiumlegierungs-Targets mit einer planaren Sputterfläche gefunden, dass es wünschenswert ist, mehr Körner mit {200}-Ebenen angenähert parallel zu der Target-Sputterfläche als Körner mit {220}-Ebenen der Target-Sputterfläche zugewandt oder parallel zu dieser zu haben. Demgegenüber wurde gefunden, dass Aluminium-Targets mit konischen Sputterflächen geeigneter sind, wenn es weniger Körner mit {200}-Ebenen, die der Target-Sputterfläche zugewandt oder angenähert parallel zu dieser sind, gibt als Körner mit {220}-Ebenen, die der Target-Sputterfläche zugewandt oder parallel zu dieser sind. Andere gewünschte Eigenschaften des aufgebrachten Films (Stufenabdeckung, Durchgangsfüllung usw.) erfordern unterschiedliche Gefüge oder sogar zufällige Orientierung.

[0046] Die Bestimmung des Materialgefüges erfolgt typischerweise durch eine Röntgenstrahlen-Beugungsmessung. Diese Messungen sind in **Fig.** 11 für zwölf verschiedene Sätze von ECAE-Extrusionen und ein Sputter-Target, das mit vorher bekannten Techniken gebildet wurde. gezeigt. Dargestellt in **Fig.** 11 sind die relativen Intensitäten von reflektierten Röntgenstrahlen entsprechend unterschiedlichen Korngitterorientierungen relativ zu einer Werkstückoberfläche. Wie ersichtlich ist, ist eine große Verschiedenheit von Kornorientierungen möglich.

[0047] Von besonderem Interesse sind die Proben **2B** und **2C** in **Fig.** 11. Die Probe **2B** zeigt ein viel größere {220}-Intensität als {200}. Wenn die {220}-Intensität größer als die {200}-Intensität ist, zeigt die Probe ein vorherrschendes <220>-Gefüge senkrecht zu der Targetoberfläche. Demgegenüber zeigt die Probe **2C** eine viel stärkere {200}- als eine {220}-Intensität. Wenn die {200}-Intensität größer als die {220}-Intensität ist, zeigt die Probe ein vorherrschendes <200>-Gefüge senkrecht zu der Targetoberfläche. Ein starkes <220>-Gefüge ist assoziiert mit konischen Aluminium-Sputtertargets hoher Qualität, die eine gute Gleichförmigkeit des Sputterfilms ergeben, während ein starkes <200>-Gefüge mit Planaren Aluminium-Sputtertargets assoziiert ist, die eine gute Gleichförmigkeit des Sputterfilms ergeben.

Patentansprüche

1. Sputter-Target bestehend aus Aluminium und wahlweise bis zu zehn Gewichtsprozent aus zumindest einem Metall ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Kupfer, Silizium, Zirkon, Titan, Wolfram, Tantal, Rhenium, Scandium, Kobalt, Molybdän und Hafnium, bei dem das Aluminium die Form von Körnern mit Abmessungen von weniger als 20 Mikron hat; und das Target ein vorherrschendes <200>- oder <220>-Gefüge senkrecht zur Targetoberfläche hat.

2. Target nach Anspruch 1 mit Niederschlagsbereichen, worin die Niederschlagsbereiche Abmessungen von weniger als einem Mikron haben.

3. Target nach Anspruch 1, worin die Aluminiumkörner Abmessungen von weniger als 2 Mikron haben.

4. Target nach Anspruch 1, aufweisend bis zu zehn Gewichtsprozent zumindest eines Metalls ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Kupfer, Silizium, Zirkon, Titan, Wolfram, Tantal, Rhenium, Scandium, Kobalt, Molybdän und Hafnium.

5. Target nach Anspruch 4 mit Niederschlagsbereichen, worin die Niederschlagsbereiche Abmessungen von weniger als einem Mikron haben.

6. Sputter-Target nach Anspruch 4, worin die Aluminiumkörner Abmessungen von weniger als 2 Mikron haben.

Es folgen 9 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

Fig. 1

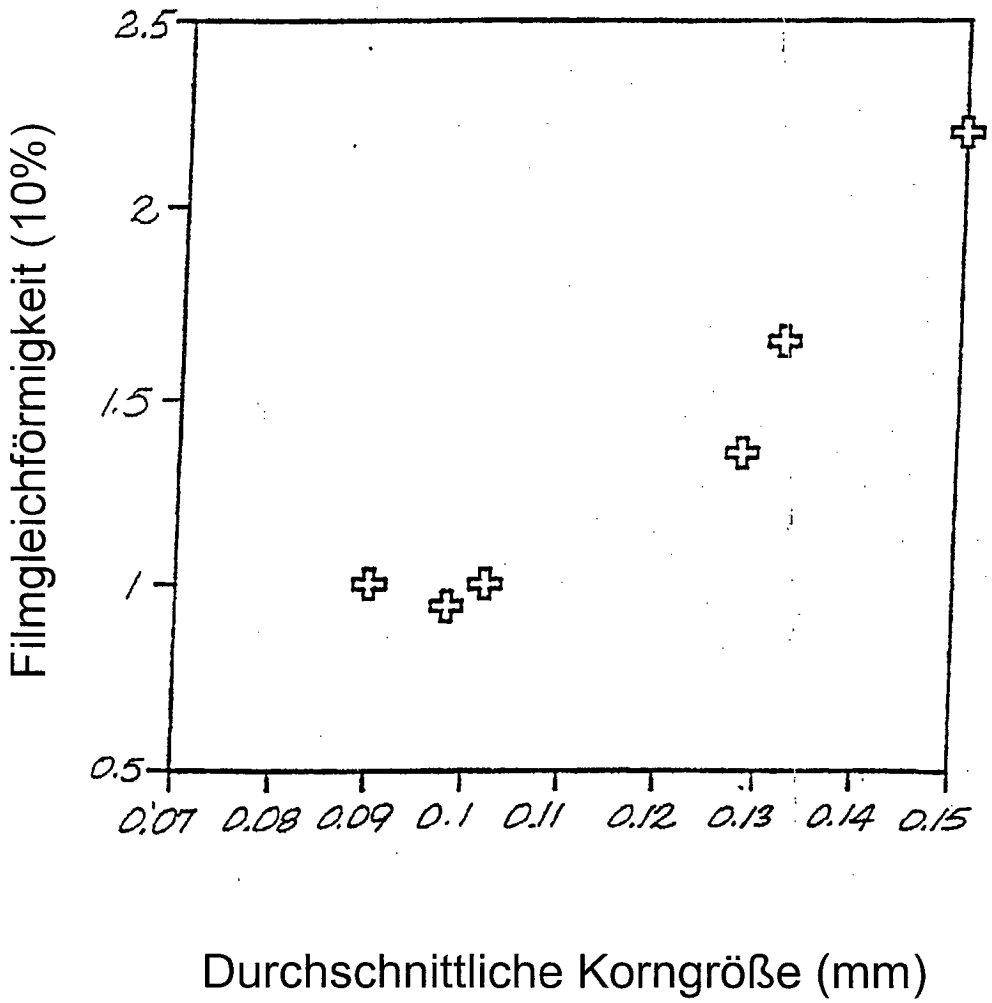


Fig. 2

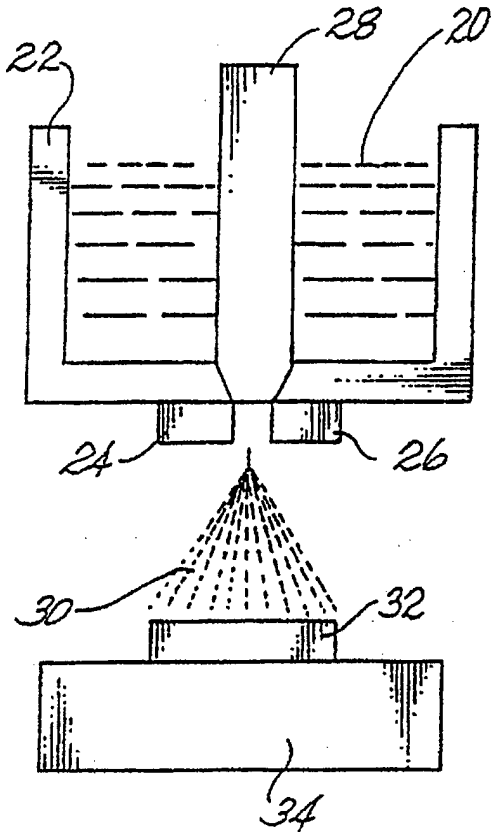


Fig.3

Dynamische Flüssigkeitsverdichtung

100x

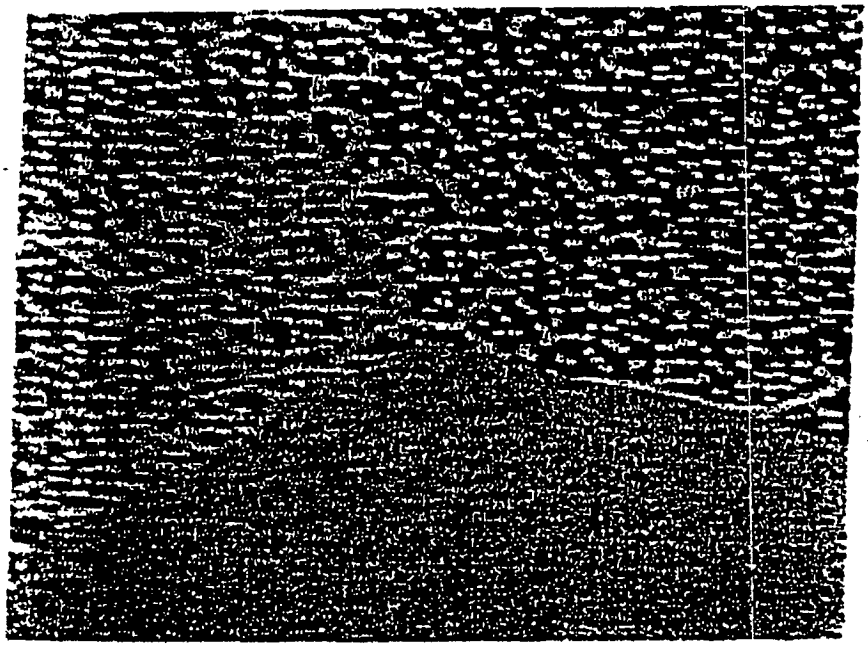


Al + 0.5% Zr

Fig. 4

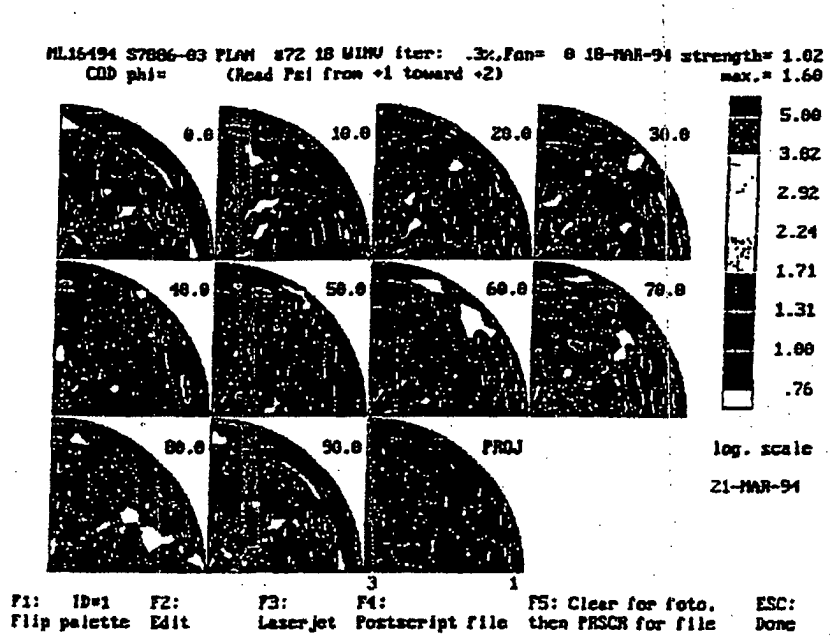
Kontinuierlich gegossenes Aluminium

100x



Al + 0.5%Cu

Orientierungsverteilungsfunktionen von gesprühtem LDC-Material



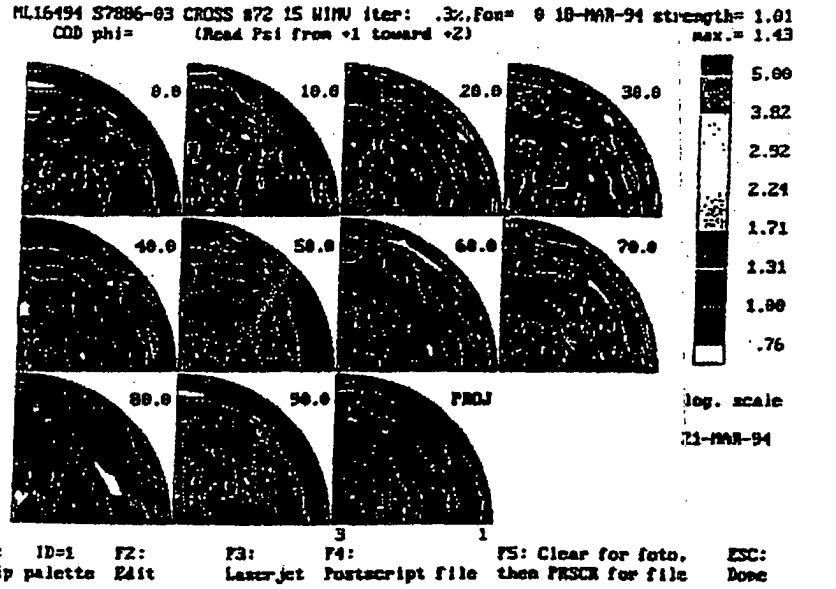


Fig. 5

Fig. 8

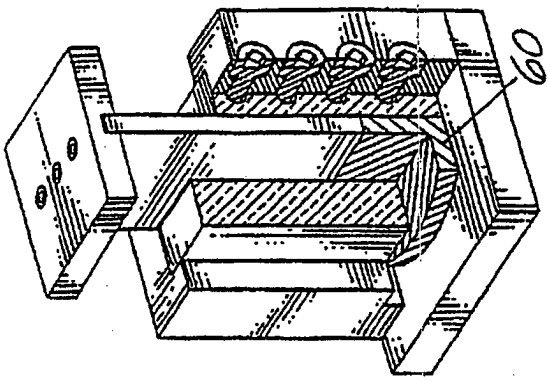


Fig. 7

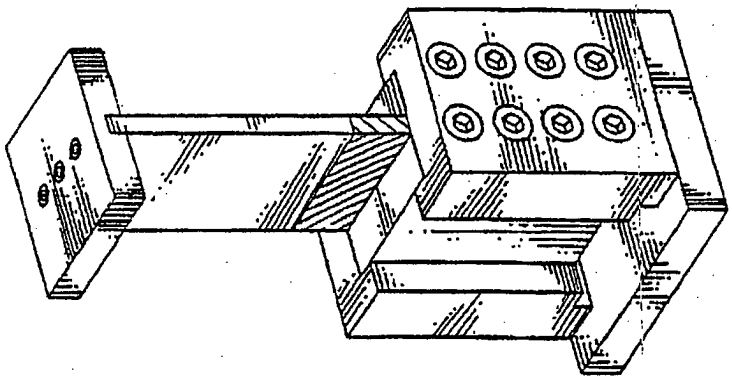
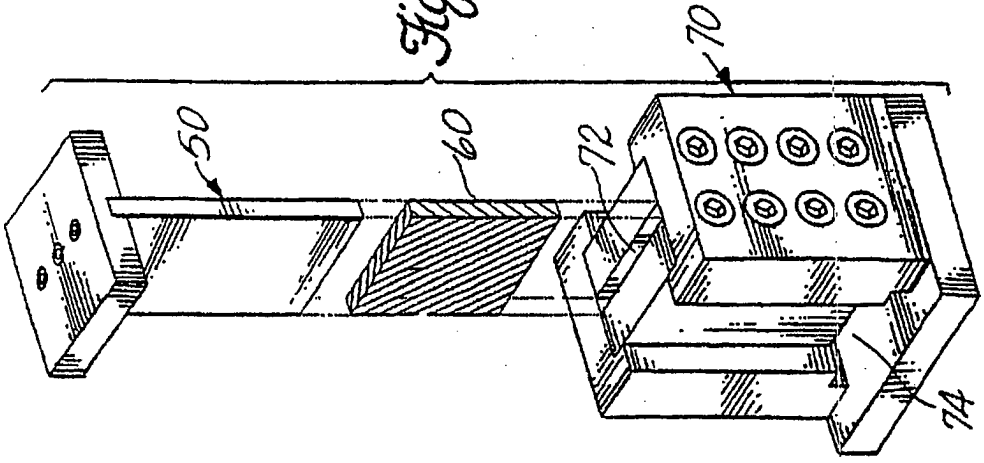


Fig. 6



Standardverformung und Rekristallisation

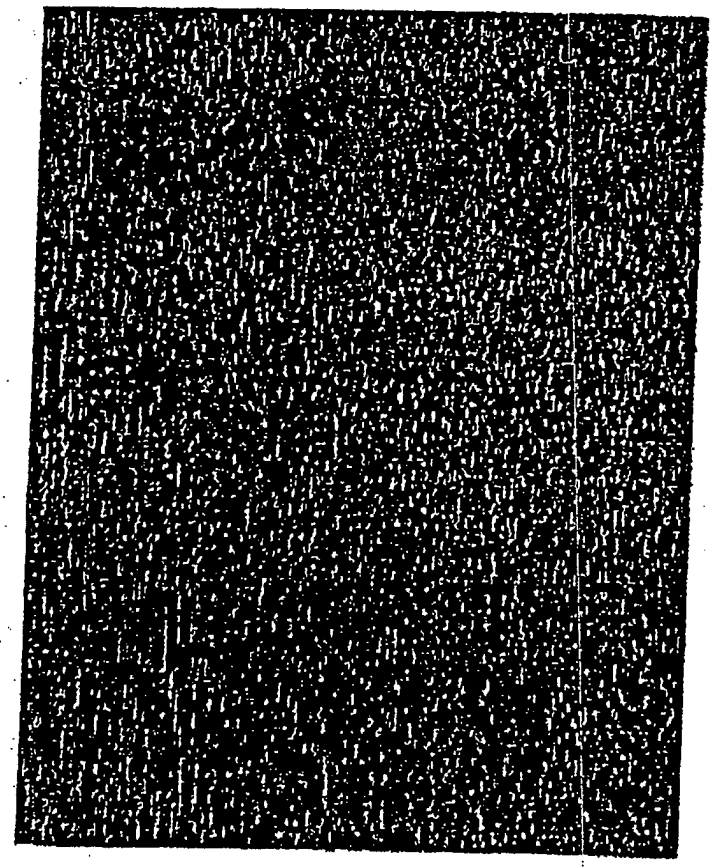
100x

Fig.9



Al + 0,5%Cu

Gleichkanal-Winkelextrusion 100x



Al + 0.5%Cu

Fig. 10

Fig. 11

GEFÜGE VON ECAE EXPERIMENT 1

