

(21)申請案號：100126759

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 07 月 28 日

(51)Int. Cl. : C23C14/34 (2006.01)

C23C14/54 (2006.01)

(30)優先權：2010/07/30 日本

JP2010-172408

(71)申請人：J X 日鑛日石金屬股份有限公司 (日本) JX NIPPON MINING & METALS CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：長田健一 NAGATA, KENICHI (JP)；牧野修仁 MAKINO, NOBUHITO (JP)

(74)代理人：閻啟泰；林景郁

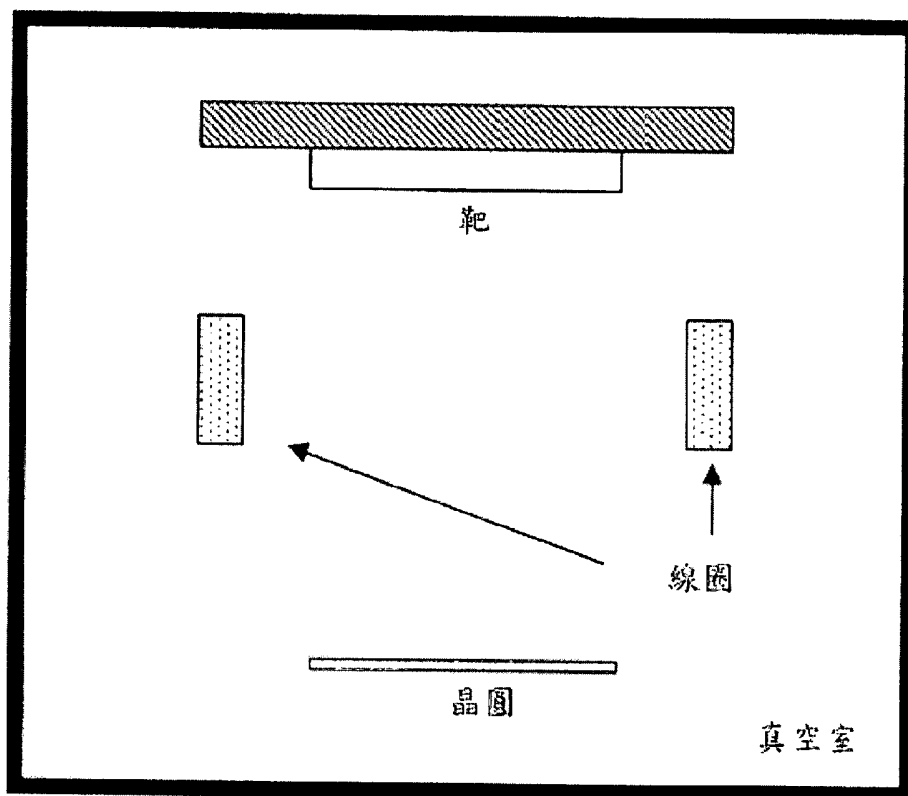
申請實體審查：無 申請專利範圍項數：8 項 圖式數：1 共 29 頁

(54)名稱

濺鍍靶及 / 或線圈以及該等之製造方法

(57)摘要

本發明之濺鍍靶及 / 或線圈之特徵在於：為了封閉濺鍍靶及 / 或電漿而配置於電漿產生區域周圍之線圈的受侵蝕表面之氫含量為 $500\mu\text{L} / \text{cm}^2$ 以下。本發明人等積極研究靶及 / 或線圈表面中之氫含量之減少，認為其氫吸藏之原因在於靶及 / 或線圈之製造步驟尤其是靶及 / 或線圈之表面之加熱之條件，本發明係提供一種濺鍍靶及 / 或線圈以及該等之製造方法，其藉由使該加熱之條件適當而可使靶表面之氫吸藏減少，使濺鍍時之真空度提高且具備均一微細之組織，電漿穩定，且膜之均一性 (uniformity) 優異。



(21)申請案號：100126759

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 07 月 28 日

(51)Int. Cl. : C23C14/34 (2006.01)

C23C14/54 (2006.01)

(30)優先權：2010/07/30 日本

JP2010-172408

(71)申請人：J X 日鑛日石金屬股份有限公司 (日本) JX NIPPON MINING & METALS CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：長田健一 NAGATA, KENICHI (JP)；牧野修仁 MAKINO, NOBUHITO (JP)

(74)代理人：閻啟泰；林景郁

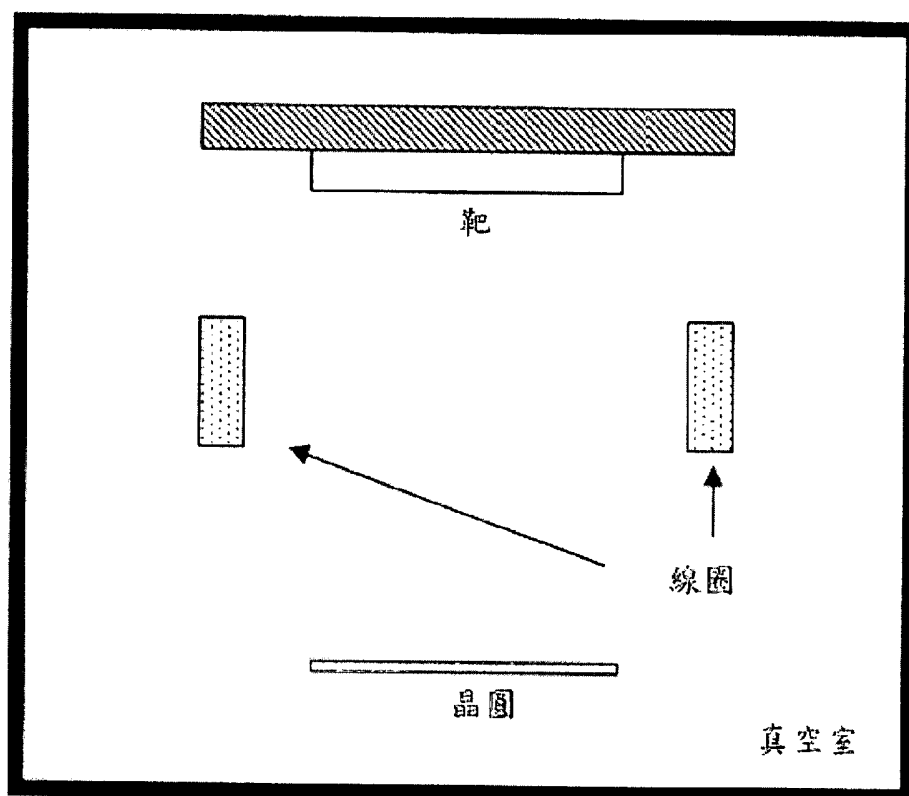
申請實體審查：無 申請專利範圍項數：8 項 圖式數：1 共 29 頁

(54)名稱

濺鍍靶及 / 或線圈以及該等之製造方法

(57)摘要

本發明之濺鍍靶及 / 或線圈之特徵在於：為了封閉濺鍍靶及 / 或電漿而配置於電漿產生區域周圍之線圈的受侵蝕表面之氫含量為 $500\mu\text{L} / \text{cm}^2$ 以下。本發明人等積極研究靶及 / 或線圈表面中之氫含量之減少，認為其氫吸藏之原因在於靶及 / 或線圈之製造步驟尤其是靶及 / 或線圈之表面之加熱之條件，本發明係提供一種濺鍍靶及 / 或線圈以及該等之製造方法，其藉由使該加熱之條件適當而可使靶表面之氫吸藏減少，使濺鍍時之真空度提高且具備均一微細之組織，電漿穩定，且膜之均一性 (uniformity) 優異。



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種濺鍍靶及／或線圈以及該等之製造方法，其可提高濺鍍時之真空度，具備均一微細之組織，電漿穩定，且膜之均一性（uniformity）優異。

【先前技術】

近年來，於電子設備領域、耐蝕性材料或裝飾之領域、觸媒領域及切割、研磨材或耐磨性材料之製作等眾多領域中，會用到形成金屬或陶瓷材料等被膜之濺鍍。

濺鍍法本身於上述領域為廣為人知之方法，但最近尤其是於電子設備之領域，要求適合複雜形狀之被膜之形成或電路之形成、或者阻隔膜之形成等之濺鍍靶。

一般而言，靶係對將成為其原料之金屬、合金等加以溶解、鑄造而成之錠或小坯進行熱鍛、退火（熱處理）、進一步軋延及精（機械、研磨等）加工，從而加工成靶。

另一方面，於使用如此製得之靶實施濺鍍之情形時，藉由利用磨削或研磨之機械加工使靶表面平滑，從而可進行均一之成膜，且製造發弧或微粒之產生較少且具有穩定特性之膜。

然而，於使用靶進行濺鍍時，存在真空室內之真空度不上升之問題。研究其原因可知真空室內之氬分壓較高。

進一步調查其原因，結果發現使用之靶之表面吸藏有頗多之氬，該氬於濺鍍時發生氣化，因此室內之氬分壓上升。

又，關於最近之濺鍍技術，有「於濺鍍靶與基板之間配置線圈，提高電漿之密度且使飛翔之濺鍍粒子極力朝向基板方向」之技術。其結果，濺鍍速度變快，膜之均一性變得良好，可整體地提高向基板堆積之膜之品質。

一般而言，線圈之材料較多使用與靶材料相同之材料、或構成堆積於基板上之濺鍍膜的材料之一部分之構成材料。然而，尤其是只要線圈材料為不污染基板上之薄膜之材料，便不特別限制。又，線圈之形狀從圓形到螺旋式皆有，亦有將該等多級地配置之例。

因此，本發明人等致力於靶及／或線圈表面之氫含量之減少之研究，認為其氫吸藏之原因在於靶及／或線圈之製造步驟，尤其是切割及研磨加工。

然而，先前之機械加工（切割、研磨加工）中，重視加工效率，以高速進行加工，因此一般應用冷卻性優異之水溶性油劑（乳液、可溶油、溶液），僅於該主軸上謀求對策，而未能解決真空度不上升之問題。即，先前之靶及線圈表面之機械加工方法未必可使氫減少。

因此，對靶及／或線圈之表面或存在於靶及／或線圈內部之氫的相關文獻進行了調查。其結果發現如下之文獻。

專利文獻 1 中，藉由將表面之氫含量設為 50 ppm 以下可防止瘤塊（nodule）生成，從而可減少微粒。又，藉由將 Si、Al、Co、Ni、B 之總量設為 500 ppm 以下而可抑制侵蝕面上之微發弧，防止瘤塊之產生，從而減少微粒。有素材設為 Ti、Ta、Cu、Al 之實施例之記載。

然而，其僅把握了靶之組成之問題，存在「真空室內之真空度不上升之問題並未得到根本性的解決且並無關於靶之加工時如何使氬減少之技術性之揭示及暗示」之問題。

專利文獻 2 中，由於氧化鋁、氬而在靶面產生突起，從而成為濺鍍時之異常放電之原因。其中，有將氧化物之量設為 3 ppm 以下且將氬氣之量設為 0.1 ppm 以下之記載。然而，於此情形時亦僅把握了靶之組成之問題，存在「真空室內之真空度不上升之問題並未得到根本性的解決且並無關於靶之加工時如何使氬減少之技術性之揭示及暗示」之問題。

專利文獻 3 中記載有以下內容：由於在 Ta 濺鍍靶、Ta₂N₃ 膜上成膜之 Ta 膜中含有氬而容易發生剝離，從而成為微粒數增加之原因，因此將 Ta 之氬濃度設為 20 ppm 以下。然而，於此情形時亦僅把握了靶之組成之問題，存在「真空室內之真空度不上升之問題並未得到根本性的解決且並無關於靶之加工時如何使氬減少之技術性之揭示及暗示」之問題。

專利文獻 4 中，氧含量為 150 ppm 以下。於濺鍍時產生氧，從而對所形成之膜之電阻值等膜特性有害。其中記載有：微粒之產生數減少與氧含量之減少相反。其並非與氬直接相關，此情形亦僅把握了靶之組成之問題，存在「真空室內之真空度不上升之問題並未得到根本性的解決且並無關於靶之加工時如何使氬減少之技術性之揭示及暗示」之問題。

專利文獻 5 記載有 Cr 為主成分且 Al、Si、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、W、Mo、B 為 10~50 原子%之濺鍍靶，且記載有藉由氧、碳、硫及氫之合計含量設為 3000 ppm 以下而可以高密接力形成硬質氮化膜。然而，其並非僅把握了氫之問題，而是把握了靶之組成之問題，存在「真空室內之真空度不上升之問題並未得到根本性的解決且並無關於靶之加工時如何使氫減少之技術性之揭示及暗示」之問題。

專利文獻 6 中記載有高熔點金屬合金用濺鍍靶，作為其材料僅記載有 W、Mo、Ti 或 Ta，存在「真空室內之真空度不上升之問題並未得到根本性的解決且並無關於靶之加工時如何使氫減少之技術性之揭示及暗示」之問題。

專利文獻 7 中記載有於金屬組織之合成時進行利用氫之掃氣使濺鍍靶之氧水準減少者。此情形亦存在「真空室內之真空度不上升之問題並未得到根本性的解決且並無關於靶之加工時如何使氫減少之技術性之揭示及暗示」之問題。

專利文獻 8 中記載有含 Ti 高純度 Ta 燒結品靶，且記載有以下內容：藉由使 Ta、Ti 為氫化物之形態，粉碎變得容易，於後來之燒結時成為燒結性佳之粒尺寸之粉末，藉由脫氫獲得表面為活性之粉末，從而促進燒結，進一步防止氧之污染。此情形亦存在「真空室內之真空度不上升之問題並未得到根本性的解決且並無關於靶之加工時如何使氫減少之技術性之揭示及暗示」之問題。

專利文獻 9 中記載有於不含氫原子之液狀介質存在下

對真空容器內之內表面進行機械研磨之表面處理方法。且有以下說明：需要該表面處理方法之主要之理由在於：因其自真空用構件表面及內表面擴散、脫離並逐漸釋放至真空系，故使極限真空降低；又，如加速空腔般之裝置中，若於構件中吸藏、固溶化有氫，則得不到充分之加速，因此必須降低真空容器內及機器中吸附、吸藏、固溶化之氫或水分。

設置於該等真空裝置之內壁或其內部之機器通常經過長期亦無損耗，因此一旦進行機械研磨除去吸附、吸藏、固溶化之氫或水分之後，只要不放置於特別之環境下，便不會重新吸附、吸藏、固溶化氫或水分。

然而，濺鍍靶為消耗品，受到侵蝕後靶本身會經時性地損耗，即會出現新侵蝕面，因此不會聯想到靶本身直接影響濺鍍時之真空度。其原因在於，就常識而言認為靶之侵蝕開始後，隨著其進行會一直釋放出氫。

根據該意義，於氫或水分之含有成為問題之情形時，必須針對靶整體（受到侵蝕之整個區域）減少氫或水分，不能認為僅藉由表面之機械研磨即可解決。

於該意義上，專利文獻 9 係用以「防止將真空容器內及機器之初期階段之研磨時的氫或水分吸附、吸藏、固溶化」之解決方法，其後之裝置或機器相對長時間地被使用，因此難以認為其係適用於更換頻率較高之濺鍍靶之技術，且不可謂其已揭示及暗示本發明。

專利文獻 10 中記載有以下方法：對氫吸藏金屬表面使

用磨削油進行研磨之方法中，以不超過磨削油之水分含量之特定值的方式研磨氫吸藏金屬之表面。且記載有以下內容：根據該氫吸藏金屬之磨削方法，表面經磨削之氫吸藏金屬中之氫量為極少量，於氫吸藏金屬之本來之使用時可充分地發揮效果。

一般而言，氫吸藏金屬為利用生成氫化物之反應來進行氫之儲存或熱之儲存之金屬，且為「藉由將氫封入至金屬原子之間隙而吸藏氫，又，釋放封入之氫」之功能優異之金屬。

就專利文獻 10 而言，藉由將水分量較少之磨削油用於磨削劑，氫吸藏金屬表面研磨時產生之活性新生面不會重複直接地暴露於磨削油及大氣中之水分，因此可防止源自水分之氫朝向氫吸藏金屬之吸收，但其終究不過是暫時地抑制氫吸藏金屬之功能而已。

然而，濺鍍靶為消耗品，受到侵蝕後靶本身會經時性地損耗，即會出現新侵蝕面，因此不會聯想到靶本身直接影響濺鍍時之真空度。其原因在於，就常識而言認為靶之侵蝕開始後，隨著其進行會一直釋放氫。

根據該意義，於氫或水分之含有成為問題之情形時，必須針對靶整體（受到侵蝕之整個區域）減少氫或水分，不能認為僅藉由表面之機械研磨即可解決。

就該意義而言，專利文獻 10 係用以「防止將研磨時之氫或水分吸附、吸藏、固溶化」之解決方法，其後重複進行氫之吸藏、釋放，長時間地被使用，因此難以認為其係

適用於更換頻率較高之濺鍍靶之技術，不可謂其已揭示及暗示本發明。

又，專利文獻 11 中揭示有使用高純度銅作為濺鍍堆積用線圈之技術。於此情形時，其目的在於除去基板上析出之膜之缺陷。

專利文獻 1：日本特開平 11-1766 號公報

專利文獻 2：日本特開平 8-13141 號公報

專利文獻 3：日本特開平 11-080942 號公報

專利文獻 4：日本特開平 6-322529 號公報

專利文獻 5：日本特開 2003-226963 號公報

專利文獻 6：日本特開平 3-257158 號公報

專利文獻 7：日本特開 2001-73128 號公報

專利文獻 8：日本特開平 1-290766 號公報

專利文獻 9：日本專利第 4184344 號公報

專利文獻 10：日本特開平 11-19853 號公報

專利文獻 11：日本特開 2001-214264 號公報

【發明內容】

可知濺鍍時真空度降低之原因，在於為了封閉靶及／或電漿而配置於電漿產生區域周圍之線圈（以下簡稱「線圈」）表面之氫含量；又，可知該氫增加之原因為靶及／或線圈之製造步驟中之氫之吸附或吸藏。

因此，得到以下見解：必須減少該吸附或吸藏之氫，為此，對設置於濺鍍裝置（真空室）之前之靶及／或線圈之表面進行加熱較為有效。藉此，提供一種濺鍍靶及／或

線圈以及該等之製造方法，其可使靶表面之氬之吸附或吸藏減少，使濺鍍時之真空度提高，且具備均一微細之組織，電漿穩定，膜之均一性（uniformity）優異。

可知濺鍍結束後，於更換靶時，對靶及／或線圈之表面進行加熱亦有效且必要，但靶及／或線圈之表面之氬量與濺鍍結束後使其再次運作時的濺鍍室內之真空恢復時間有關，因此，為了改善濺鍍裝置之停工時間，亦必須規定靶及／或線圈之表面之氬量。

本發明得到以下見解：為解決上述之問題，於真空環境下或惰性氣體環境下，對為了封閉濺鍍靶及／或電漿而配置於電漿產生區域周圍之線圈進行加熱，為解決上述課題之有效方法。

本發明根據該見解提供：

1) 一種濺鍍靶及／或線圈，其特徵在於：為了封閉濺鍍靶及／或電漿而配置於電漿產生區域周圍之線圈的受侵蝕表面之氬含量為 $500 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下；

2) 如上述 1) 之濺鍍靶及／或線圈，其特徵在於：濺鍍靶及／或線圈之受侵蝕表面的氬含量為 $300 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下；

3) 如上述 2) 之濺鍍靶及／或線圈，其特徵在於：濺鍍靶及／或線圈之受侵蝕表面的氬含量為 $100 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下；

4) 如上述 1) 至 3) 中任一項之濺鍍靶及／或線圈，其特徵在於：濺鍍靶及／或線圈係由選自由 Cu、Ti、Ta、

Al、Ni、Co、W、Si、Pt、Mn 所組成之群中之至少 1 種以上之元素及不可避免之雜質所構成。

又，本發明提供：

5) 一種濺鍍靶及／或線圈之製造方法，其特徵在於：於真空環境下或惰性氣體環境下，對為了封閉濺鍍靶及／或電漿而配置於電漿產生區域周圍之線圈進行加熱，藉此使該靶及／或線圈之受侵蝕表面的氫含量為 $500 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下；

6) 如上述 5) 之濺鍍靶及／或線圈之製造方法，其特徵在於：使濺鍍靶及／或線圈之受侵蝕表面的氫含量為 $300 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下；

7) 如上述 6) 之濺鍍靶及／或線圈之製造方法，其特徵在於：使濺鍍靶及／或線圈之受侵蝕表面的氫含量為 $100 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下；

8) 如上述 5) 至 7) 中任一項之濺鍍靶及／或線圈之製造方法，其特徵在於：濺鍍靶及／或線圈係由選自由 Cu、Ti、Ta、Al、Ni、Co、W、Si、Pt、Mn 所組成之群中之至少 1 種以上之元素及不可避免之雜質所構成。

本發明具有以下效果：對靶及／或線圈之製造步驟、尤其是設置於濺鍍裝置（真空室）之前之靶及／或線圈之表面進行加熱較為有效，藉此可使靶表面之氫之吸附或吸藏減少，從而可提高濺鍍時之真空度，且可獲得具備均一微細之組織、電漿穩定、膜之均一性（uniformity）優異之濺鍍靶及線圈。

【實施方式】

本案發明中，對設置於濺鍍裝置（真空室）之前之濺鍍靶及／或線圈之表面，於真空環境下或者惰性氣體環境下進行加熱。加熱方法可任意地選擇。必須徹底避免使用成為氫吸藏原因之氫氣。通常受到侵蝕的主要是濺鍍靶，但線圈亦會受到侵蝕，因此於使用用以封閉電漿之線圈之情形時，線圈亦同樣地必須進行脫氫。

可以說較為理想的是：將進行了利用該加熱之脫氫之濺鍍靶及／或線圈迅速地（可以的話立刻）設置於濺鍍裝置（真空室）。其原因在於此期間氫之吸附或吸藏之可能性變高。這段設置前之時間宜為 5 小時以內，較佳為 3 小時以內，進一步較佳為 1 時間以內。

於將進行了脫氫之濺鍍靶及／或線圈設置於濺鍍裝置（室）內並進行真空抽吸時，於時間不寬裕之情形時（花費長時間之情形時），可將進行了脫氫之濺鍍靶及／或線圈預先密封（真空密閉）而放置。

於此情形時，雖亦根據密封（真空密閉）之程度，但通常可保管 100 小時左右，若進一步提高密閉度則大可保管 12 個月左右。開封（解除真空密封）後只要迅速地設置於濺鍍裝置（室）內即可。

可以說先前技術中，於設置於濺鍍裝置（真空室）之前，未進行此種用以進行濺鍍靶及／或線圈之脫氫之加熱。

加熱方法只要為可加熱濺鍍靶及／或線圈之方法均可。較佳為只要為與加熱該靶及／或線圈之整體相比可僅

加熱表面之方法即可。作為僅加熱表面之方法，可列舉利用雷射、紅外線、燈者。該等可防止濺鍍靶或線圈之變形。又，於使用鋁材料之情形時，可防止該構件之熔解。

藉此，可製造使「導入至濺鍍裝置（真空室）之靶及／或線圈之受侵蝕表面的氫含量」為 $500 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下之濺鍍靶及／或線圈。藉此，可防止濺鍍後之真空室內之氫分壓之上升，從而可改善真空度。

濺鍍靶及／或線圈為消耗品，其原因在於：受到侵蝕後，靶及／或線圈本身會經時性地損耗，即新侵蝕面會持續出現，因此，就常識而言認為靶及／或線圈之侵蝕開始後，隨著其進行會一直釋放氫。不會聯想到靶及／或線圈本身直接影響濺鍍時之真空度。

即，於氫或水分之含有成為問題之情形時，必須針對靶及／或線圈整體（受侵蝕之整個區域）減少氫或水分，不能認為僅藉由表面之機械研磨即可解決。

然而，若研究濺鍍靶及／或線圈之氫或水分之吸附、吸藏之原因，可判明並非靶及／或線圈內部之問題，而是靶及／或線圈表面之機械加工時之問題。

因此，可除去於靶及／或線圈製作之初期階段、即濺鍍靶及／或線圈製作之機械加工時吸附、吸藏之氫或水分，藉此，可有效抑制真空室內氫分壓上升。

進一步，藉由使該氫含量為 $300 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下，可進一步提高氫分壓上升之防止效果。

進一步，藉由使該氫含量為 $100 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下，可進

一步提高氫分壓上升之防止效果。

又，若濺鍍過程中釋放氫氣，則會影響電漿，從而成為濺鍍率下降及偏差變大之原因（大約偏差會自 5% 左右變大至 15% 左右）。

又，藉由使濺鍍靶及／或線圈之氫含量為 $500\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下，進一步為 $300\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下，進一步為 $100\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下，除氫分壓上升之防止效果以外，亦可藉由成膜過程中之氫之減少來提高膜之均一性。又，藉由減少膜中含有之氫，可提高耐電遷移性。

作為本發明之濺鍍靶及／或線圈，可有效地應用於易於吸藏氫之選自由 Cu、Ti、Ta、Al、Ni、Co、W、Si、Pt、Mn 所組成之群中之至少 1 種以上之元素。尤其具有代表性者為鉭（Ta）及鈦（Ti）濺鍍靶及／或線圈。其原因在於，該等大多伴隨精緻之表面加工，吸藏氫之機會較多，又，其原因在於濺鍍膜之氫之含有會成為問題。因此，可以說特別適合應用於該等金屬素材。然而，當然並不限定於該鉭（Ta）及鈦（Ti）濺鍍靶及／或線圈。

本發明之濺鍍靶及／或線圈通常藉由以下步驟製造。若表示其一例，則於使用上述鉭之例中，例如使用 4N（99.99% 以上）之高純度鉭，使其作為靶及／或線圈之原料。將其藉由電子束熔解等進行熔解、純化以提高純度，並將其鑄造，從而製作錠或小坯。雖不必限定於電子束熔解法，其他熔解法亦可，但若謀求高純度化，則電子束熔解法為較佳之熔解法，可獲得 6N 等級純度之材料。

其次，對該錠或小坯進行退火－鍛造、軋延、退火（熱處理）、精加工等一系列加工。藉由鍛造或軋延，可破壞鑄造組織，從而可使氣孔或偏析擴散或者消失，進一步藉由將其退火使其再結晶化，藉由重複進行該冷鍛或冷軋及再結晶退火，可提高組織之緻密化、微細化及強度。

於此情形時，可由鑄造品（錠或小坯）直接製造靶及／或線圈。其後，藉由機械加工、研磨加工等精加工，加工成最終之靶及／或線圈形狀。

關於成為線圈之原料之棒狀材料（含線狀材料），將上述錠或小坯藉由鍛延或擠出而製成棒狀，根據需要將其進行拉線後，使該棒狀材料（線狀材料）作為線圈之原料。

又，於製作線圈之情形時，可使棒狀之線圈材螺旋狀地連續地彎曲而製作，但亦可製作若干類似形狀之線圈片段，最後將該等熔接而製作。

通常會藉由上述製造步驟製造鈿靶及／或線圈，但該製造步驟僅表示一例，本發明於濺鍍靶及／或線圈之加熱之條件之選擇上具有特徵，而非將熔解鑄造、鍛造、熱處理等製造步驟作為發明，因此當然可藉由其他步驟製造，本發明包含該等全部。

又，本發明係關於使靶及／或線圈受到侵蝕時產生之氫減少之發明，當然同樣地可應用於存在「具備如此受到侵蝕之靶及／或受到侵蝕之線圈之濺鍍裝置以及此種機器」之真空機器。

實施例

其次，對實施例進行說明。再者，本實施例係表示發明之一例者，本發明並非限制於該等實施例者。即係包含本發明之技術思想所包含之其他態樣及變形者。

以下所示之實施例代表性地使用有 Ta，但選自由上述 Cu、Ti、Ta、Al、Ni、Co、W、Si、Pt、Mn 所組成之群中之至少 1 種以上之元素可經由相同之步驟進行製造，可有效地抑制氫吸藏。

以下對實施例及比較例之機械加工之詳細內容及評價結果進行說明。

再者，實施例及比較例中，需要測定氫氣量，根據以下進行測定。關於各種氫含量之試樣，使用以乾式切成 20 mm×10 mm×8 mm 之樣品。將該樣品加熱至 800℃，且將自表面釋放出之氫氣導入至質譜儀進行測定。

質譜儀之測定條件係使用熱脫附氣相層析質譜儀（Anelva 公司製造，AGS-7000）。將試樣設置於真空加熱用之石英管內，以旋轉泵進行 5 分鐘預排氣後，於高真空下進行 10 分鐘排氣，從而除去吸附水。並且，確認出背景之離子強度下降，以 20℃/min 自室溫升溫至 800℃。其後，於 800℃ 保持 5 分鐘，繼而對進行 5 分鐘冷卻時之產生氣體進行測定。注入一定量之氫進行測定。

（實施例 1）

將純度 99.997% 之鈮原料進行電子束熔解，將其鑄造成厚度為 200 mm 且直徑為 200 mm ϕ 之錠或小坯。其次，將該錠或小坯於室溫進行鍛延後，進行 1500 K 之溫度中之再結

晶退火，從而獲得厚度為 100 mm 且直徑為 100 mm ϕ 之材料。

其次，將其於冷間進行鍛延及頂鍛以及 1173 K 之再結晶退火，其次進行再次冷軋，於 1173 K (900°C) 重複進行 2 次退火之步驟，進行精加工製成厚度為 10 mm 且直徑為 320 mm ϕ 之靶材。

其次，對如上述般製作之靶進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氫。

靶之表面粗糙度：0.2 μ m

靶之加熱條件：真空環境、溫度 900°C、2 小時

將進行了利用加熱之脫氫之濺鍍靶於 2 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，實施例 1 之氫氣量成為 6 μ L/cm²。又，濺鍍前之真空度成為 1×10^{-7} Pa，為良好之結果。

（實施例 2）

對於與上述實施例 1 相同之條件下製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氫。

靶之表面粗糙度：0.2 μ m

靶之加熱條件：真空環境、溫度 700°C、2 小時

將進行了利用加熱之脫氫之濺鍍靶於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，實施例 2 之氫氣量成為 100 μ L/cm²。又，濺鍍前之真空度成為 1×10^{-7} Pa，為良好之結果。

（實施例 3）

對於與上述實施例 1 相同之條件下製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氫。

靶之表面粗糙度： $0.2\ \mu\text{m}$

靶之加熱條件：氫氣環境、溫度 700°C 、2 小時

將進行了利用加熱之脫氫之濺鍍靶於 2 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，實施例 3 之氫氣量成為 $300\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 。又，濺鍍前之真空度成為 $2\times 10^{-7}\ \text{Pa}$ ，為良好之結果。

（實施例 4）

對於與上述實施例 1 相同之條件下製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氫。

靶之表面粗糙度： $0.2\ \mu\text{m}$

靶之加熱條件：真空環境、溫度 500°C 、2 小時

將進行了利用加熱之脫氫之濺鍍靶於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，實施例 4 之氫氣量成為 $350\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 。又，濺鍍前之真空度成為 $5\times 10^{-7}\ \text{Pa}$ ，為良好之結果。

（比較例 1）

對於與上述實施例 1 相同之條件下製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氫。

靶之表面粗糙度： $0.2\ \mu\text{m}$

靶之加熱條件：真空環境、溫度 500°C 、2 小時

將濺鍍靶於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，比較例 1 之氬氣量成為 $550\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 。又，濺鍍前之真空度成為 $1\times 10^{-6}\ \text{Pa}$ ，不良。認為其原因在於加熱溫度較低且脫氬不充分。

（比較例 2）

對於與上述實施例 1 相同之條件下製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氬。

靶之表面粗糙度： $0.2\ \mu\text{m}$

靶之加熱條件：大氣、溫度 700°C 、2 小時

將濺鍍靶於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，比較例 2 之氬氣量成為 $800\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 。又，濺鍍前之真空度成為 $5\times 10^{-6}\ \text{Pa}$ ，不良。認為其原因在於大氣加熱，且其原因在於脫氬不充分。

（比較例 3）

對於與上述實施例 1 相同之條件下製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度。將濺鍍靶於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，比較例 3 之氬氣量成為 $1000\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 。又，濺鍍前之真空度成為 $1\times 10^{-5}\ \text{Pa}$ ，不良。認為其原因在於因未進行利用加熱之脫氬而殘存有加工過程中進入之氬。

（實施例 5）

對高純度鈦之錠於 700°C 進行熱加工，其後，於 275°C

將加工比設為 2.0 進行溫加工，於 600℃ 對靶整體實施 1 小時均一之熱處理，從而製成厚度為 10 mm 且直徑為 320 mm ϕ 之靶材。

以下對實施例及比較例之機械加工之詳細內容及評價結果進行說明。

其次，對如上述般製作之靶進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氫。

靶之表面粗糙度：0.2 μ m

靶之加熱條件：真空環境、溫度 900℃、2 小時

將進行了脫氫之濺鍍靶預先密封（真空密閉）保管，其後，經過 1 個月之後解除上述密封（真空密閉），並於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，實施例 5 之氫氣量成為 10 μ L / cm^2 。又，濺鍍前之真空度成為 1×10^{-7} Pa，為良好之結果。

（實施例 6）

對於與上述實施例 5 相同之條件製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氫。

靶之表面粗糙度：0.2 μ m

靶之加熱條件：真空環境、溫度 700℃、2 小時

將進行了脫氫之濺鍍靶預先密封（真空密閉）保管，其後，經過 1 個月之後解除上述密封（真空密閉），並於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，實施例 6 之氫氣量成為 130 μ L / cm^2 。又，濺鍍前之真空度成為 1×10^{-7} Pa，為良好之結果。

(實施例 7)

對於與上述實施例 5 相同之條件下製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氫。

靶之表面粗糙度： $0.2\ \mu\text{m}$

靶之加熱條件：氫氣環境、溫度 700°C 、2 小時

將進行了脫氫之濺鍍靶預先密封（真空密閉）保管，其後，經過 1 個月之後解除上述密封（真空密閉）內，並於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）。其結果，實施例 7 之氫氣量成為 $300\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 。又，濺鍍前之真空度成為 $2\times 10^{-7}\ \text{Pa}$ ，為良好之結果。

(實施例 8)

對於與上述實施例 5 相同之條件下製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氫。

靶之表面粗糙度： $0.2\ \mu\text{m}$

靶之加熱條件：真空環境、溫度 500°C 、2 小時

將進行了脫氫之濺鍍靶預先密封（真空密閉）保管，其後，經過 1 個月之後解除上述密封（真空密閉），並於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，實施例 8 之氫氣量成為 $400\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 。又，濺鍍前之真空度成為 $6\times 10^{-7}\ \text{Pa}$ ，為良好之結果。

又，對上述實施例 1~4 中製作之鉭靶進行脫氫後，與上述相同地進行真空密閉而保管，其後，經過 1 個月之後

解除上述密封（真空密閉），並於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，未見氫氣量之上升，又，亦未見濺鍍前之真空度之降低，於鈮靶中與鈦靶相同地亦得到了良好之結果。

（比較例 4）

對於與上述實施例 5 相同之條件下製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氫。

靶之表面粗糙度： $0.2\ \mu\text{m}$

靶之加熱條件：真空環境、溫度 500°C 、2 小時

將濺鍍靶於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，比較例 4 之氫氣量成為 $550\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 。又，濺鍍前之真空度成為 $1\times 10^{-6}\text{Pa}$ ，不良。認為其原因在於加熱溫度較低且脫氫不充分。

（比較例 5）

對於與上述實施例 5 相同之條件下製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度，於下述之條件下進行靶之脫氫。

靶之表面粗糙度： $0.2\ \mu\text{m}$

靶之加熱條件：大氣、溫度 700°C 、2 小時

將濺鍍靶於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，比較例 5 之氫氣量成為 $950\ \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 。又，濺鍍前之真空度成為 $5\times 10^{-6}\text{Pa}$ ，不良。認為其原因在於大氣加熱，且其原因在於脫氫不充分。

(比較例 6)

對於與上述實施例 5 相同之條件下製作之靶材進行精加工，藉此調整表面粗糙度。將濺鍍靶於 1 小時以內設置於濺鍍裝置（真空室）內。其結果，比較例 6 之氬氣量成為 $1200 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 。又，濺鍍前之真空度成為 $1 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ ，不良。認為其原因在於因未進行利用加熱之脫氬而導致殘存有加工過程中進入之氬。

(實施例與比較例之綜合評價)

關於上述實施例及比較例，對鉭（Ta）與鈦（Ti）進行了說明，但對於由 Cu、Al、Ni、Co、W、Si、Pt、Mn 所構成之元素亦確認出相同之結果。對於該等元素，靶之製造步驟中之加工種類及熱處理條件僅根據各元素而不同，關於對製作之靶進行精加工且調整表面粗糙度進一步進行靶之脫氬而成之材料處於本發明之條件中者，可充分將氬氣量減少至 $300 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下，又，濺鍍前之真空度成為 $1 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ 以下，獲得了良好之結果。反之，關於偏離本發明之條件者，氬氣量增大，又，濺鍍前之真空度無法達到 $1 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ ，不良。

又，關於上述實施例及比較例，對靶進行了說明，但關於為了封閉電漿而配置於電漿產生區域周圍之線圈，藉由進行相同之處理，亦確認出獲得相同之結果。

[產業上之可利用性]

本發明具有以下優異之效果：藉由使靶及／或線圈之製造步驟尤其是使靶及／或線圈之表面之加熱之條件適

當，可使靶表面之氬吸藏減少，因此，藉由於對靶及／或線圈進行濺鍍而使用時減少自靶及／或線圈釋放之氬氣量，從而可抑制晶圓更換時之真空室內之真空度之劣化，且可提高濺鍍時之處理量（throughput）（即每小時或每次濺鍍之基板之處理數）。

又，因其具有「靶及／或線圈具備均一微細之組織、濺鍍時之電漿穩定、可獲得膜之均一性（uniformity）優異之濺鍍靶及／或線圈」之效果，故作為適合電子設備之領域尤其是複雜形狀之被膜之形成或電路之形成或者阻隔膜之形成等的靶及／或線圈甚為有用。

【圖式簡單說明】

圖 1 係表示配置於濺鍍裝置（真空室）內之靶、基板（晶圓）、線圈之位置關係之圖。

【主要元件符號說明】

無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：100126759

※申請日：100.7.28

※IPC 分類：

C23C14/34 (2006.01)
14/54 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

濺鍍靶及／或線圈以及該等之製造方法

二、中文發明摘要：

本發明之濺鍍靶及／或線圈之特徵在於：為了封閉濺鍍靶及／或電漿而配置於電漿產生區域周圍之線圈的受侵蝕表面之氫含量為 $500 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下。本發明人等積極研究靶及／或線圈表面中之氫含量之減少，認為其氫吸藏之原因在於靶及／或線圈之製造步驟尤其是靶及／或線圈之表面之加熱之條件，本發明係提供一種濺鍍靶及／或線圈以及該等之製造方法，其藉由使該加熱之條件適當而可使靶表面之氫吸藏減少，使濺鍍時之真空度提高且具備均一微細之組織，電漿穩定，且膜之均一性 (uniformity) 優異。

三、英文發明摘要：

七、申請專利範圍：

1.一種濺鍍靶及／或線圈，為了封閉濺鍍靶及／或電漿而配置於電漿產生區域周圍之線圈之受侵蝕表面的氫含量為 $500 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下。

2.如申請專利範圍第 1 項之濺鍍靶及／或線圈，其中，濺鍍靶及／或線圈之受侵蝕表面的氫含量為 $300 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下。

3.如申請專利範圍第 2 項之濺鍍靶及／或線圈，其中，濺鍍靶及／或線圈之受侵蝕表面的氫含量為 $100 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下。

4.如申請專利範圍第 1 至 3 項中任一項之濺鍍靶及／或線圈，其中，濺鍍靶及／或線圈係由選自由 Cu、Ti、Ta、Al、Ni、Co、W、Si、Pt、Mn 所組成之群中之至少 1 種以上之元素及不可避免之雜質所構成。

5.一種濺鍍靶及／或線圈之製造方法，係於真空環境下或惰性氣體環境下，對為了封閉濺鍍靶及／或電漿而配置於電漿產生區域周圍之線圈進行加熱，藉此使該靶及／或線圈之受侵蝕表面的氫含量為 $500 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下。

6.如申請專利範圍第 5 項之濺鍍靶及／或線圈之製造方法，其中，使濺鍍靶及／或線圈之受侵蝕表面的氫含量為 $300 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下。

7.如申請專利範圍第 6 項之濺鍍靶及／或線圈之製造方法，其中，使濺鍍靶及／或線圈之受侵蝕表面的氫含量為 $100 \mu\text{L}/\text{cm}^2$ 以下。

8.如申請專利範圍第5至7項中任一項之濺鍍靶及／或線圈之製造方法，其中，濺鍍靶及／或線圈係由選自由Cu、Ti、Ta、Al、Ni、Co、W、Si、Pt、Mn所組成之群中之至少1種以上之元素及不可避免之雜質所構成。

八、圖式：

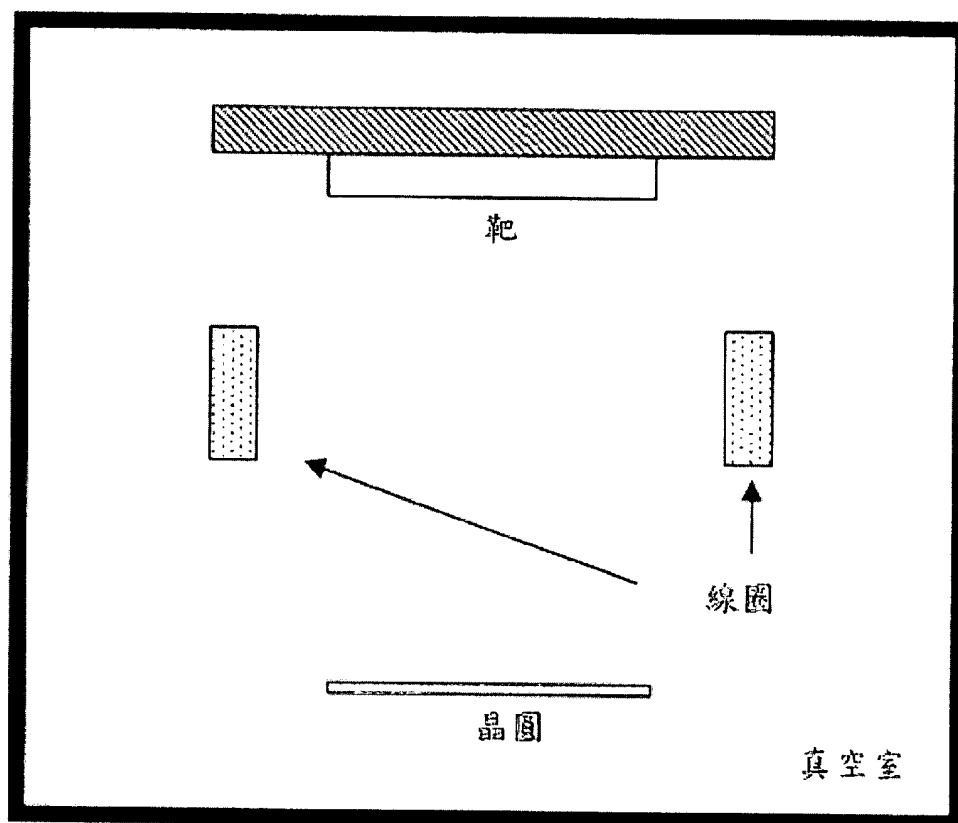


圖1

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：圖 1。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無