

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2008-533299

(P2008-533299A)

(43) 公表日 平成20年8月21日(2008.8.21)

(51) Int.Cl.

**B22F 3/15 (2006.01)**  
**C23C 14/34 (2006.01)**  
**C22C 1/04 (2006.01)**

F 1

B 2 2 F 3/15  
C 2 3 C 14/34  
C 2 2 C 1/04  
C 2 2 C 1/04

M

A  
D  
E

テーマコード (参考)

4 K 0 1 8  
4 K 0 2 9

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 20 頁)

(21) 出願番号 特願2008-500698 (P2008-500698)  
(86) (22) 出願日 平成17年11月29日 (2005.11.29)  
(85) 翻訳文提出日 平成19年9月11日 (2007.9.11)  
(86) 國際出願番号 PCT/US2005/043382  
(87) 國際公開番号 WO2006/098781  
(87) 國際公開日 平成18年9月21日 (2006.9.21)  
(31) 優先権主張番号 60/661,292  
(32) 優先日 平成17年3月11日 (2005.3.11)  
(33) 優先権主張国 米国(US)

(71) 出願人 500575824  
ハネウェル・インターナショナル・インコ  
ーポレーテッド  
アメリカ合衆国ニュージャージー州079  
62-2245, モーリスタウン, コロン  
ビア・ロード 101, ピー・オー・ボッ  
クス 2245  
(74) 代理人 100089705  
弁理士 社本 一夫  
(74) 代理人 100140109  
弁理士 小野 新次郎  
(74) 代理人 100075270  
弁理士 小林 泰  
(74) 代理人 100080137  
弁理士 千葉 昭男

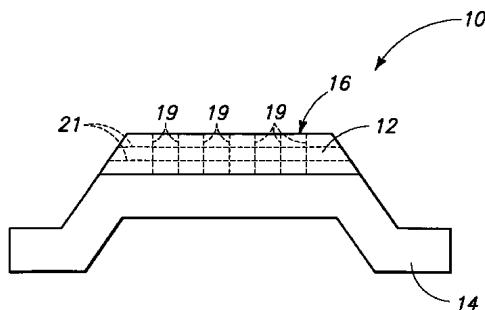
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】金属材料を含むコンポーネント、物理蒸着ターゲット、薄膜、及び金属コンポーネントの形成法

## (57) 【要約】

本発明は金属材料を含有するコンポーネントを含む。金属材料は複数の粒子で構成され、実質的にすべての粒子は実質的に等軸であり、粒子は約30ミクロン以下の平均粒度を有する。コンポーネントは、325メッシュサイズを特徴とする出発金属材料と共に一軸真空ホットプレスを利用することによって形成できる。典型的なコンポーネントはスパッタリングターゲットで、該ターゲットはそのスパッタリング面だけでなくその厚み全体にわたって高度の均一性を有する。

【選択図】図1



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

金属モリブデン、金属ハフニウム、金属ジルコニウム、金属レニウム、金属ルテニウム、金属白金、金属タンタル、金属タングステン及び金属イリジウムからなる群から選ばれる一つ以上の材料からなる金属組成物を含むコンポーネントであって、前記金属組成物は複数の粒子を含み、大多数の前記粒子は実質的に等軸であり、前記粒子は、前記組成物が金属モリブデンを含む場合約30ミクロン以下、前記組成物が金属ルテニウムを含む場合約150ミクロン以下、前記組成物が金属タングステンを含む場合約15ミクロン以下、及び前記組成物が金属ハフニウム、金属レニウム、金属タンタル、金属ジルコニウム、金属白金、又は金属イリジウムを含む場合約50ミクロン以下、の平均粒度を有する、前記コンポーネント。

10

**【請求項 2】**

実質的にすべての粒子が実質的に等軸である、請求項1に記載のコンポーネント。

**【請求項 3】**

金属組成物が金属モリブデンを含む、請求項1に記載のコンポーネント。

**【請求項 4】**

金属組成物が金属ハフニウムを含む、請求項1に記載のコンポーネント。

**【請求項 5】**

金属組成物が金属ジルコニウムを含む、請求項1に記載のコンポーネント。

**【請求項 6】**

金属組成物が金属ルテニウムを含む、請求項1に記載のコンポーネント。

20

**【請求項 7】**

金属組成物が金属イリジウムを含む、請求項1に記載のコンポーネント。

**【請求項 8】**

物理蒸着ターゲットである、請求項1に記載のコンポーネント。

**【請求項 9】**

ターゲット／バッキングプレートアセンブリの一部である、請求項8に記載のターゲット。

**【請求項 10】**

一体型ターゲットである、請求項8に記載のターゲット。

30

**【請求項 11】**

コンポーネントのすべての粒子が30ミクロン未満の粒度を有する、請求項1に記載のコンポーネント。

**【請求項 12】**

平均粒度が20ミクロン未満である、請求項1に記載のコンポーネント。

**【請求項 13】**

平均粒度が15ミクロン未満である、請求項1に記載のコンポーネント。

**【請求項 14】**

モリブデンを含む金属組成物を含んでなるコンポーネントであって、前記金属組成物は19ミクロン以下の平均モリブデン粒度を有するコンポーネント。

40

**【請求項 15】**

金属組成物が金属モリブデンからなる、請求項14に記載のコンポーネント。

**【請求項 16】**

金属組成物が金属モリブデンを含む合金である、請求項14に記載のコンポーネント。

**【請求項 17】**

物理蒸着ターゲットである、請求項14に記載のコンポーネント。

**【請求項 18】**

ターゲット／バッキングプレートアセンブリの一部である、請求項17に記載のターゲット。

**【請求項 19】**

50

一体型ターゲットである、請求項 1 7 に記載のターゲット。

【請求項 2 0】

実質的にすべてのモリブデン粒子が実質的に等軸である、請求項 1 4 に記載のコンポーネント。

【請求項 2 1】

コンポーネントのすべてのモリブデン粒子が 1 9 ミクロン未満の粒度を有する、請求項 1 4 に記載のコンポーネント。

【請求項 2 2】

平均モリブデン粒度が 1 4 ミクロン未満である、請求項 1 4 に記載のコンポーネント。

【請求項 2 3】

コンポーネントのすべてのモリブデン粒子が 1 4 ミクロン未満の粒度を有する、請求項 2 2 に記載のコンポーネント。

【請求項 2 4】

金属モリブデン、金属ハフニウム、金属ジルコニウム、金属レニウム、金属ルテニウム、金属白金、金属タンタル、金属タンゲステン及び金属イリジウムの一つ以上からなる物理蒸着ターゲットであって、前記ターゲットはスパッタリング面を有し、該面のいずれかの場所から採ったターゲットのサンプルが該面のいずれかその他の場所から採ったサンプルと 1 シグマで 1 5 % 以内の同じ粒度及びテクスチャを有するようなモリブデン粒度及びテクスチャの均一性を有する、前記物理蒸着ターゲット。

【請求項 2 5】

スパッタリング面のいずれかの場所から採ったターゲットのサンプルが該面のいずれかその他の場所から採ったサンプルと 1 シグマで 1 0 % 以内の同じ粒度及びテクスチャを有する、請求項 2 4 に記載のターゲット。

【請求項 2 6】

スパッタリング面のいずれかの場所から採ったターゲットのサンプルが該面のいずれかその他の場所から採ったサンプルと 1 シグマで 5 % 以内の同じ粒度及びテクスチャを有する、請求項 2 4 に記載のターゲット。

【請求項 2 7】

金属モリブデンからなる、請求項 2 4 に記載のターゲット。

【請求項 2 8】

金属モリブデン、金属ハフニウム、金属ジルコニウム、金属レニウム、金属ルテニウム、金属白金、金属タンタル、金属タンゲステン及び金属イリジウムの一つ以上からなる物理蒸着ターゲットであって、前記ターゲットは実質的に平面のスパッタリング面と、実質的に平面のスパッタリング面に対して実質的に直角方向に伸びる厚みとを有し、前記ターゲットは、ターゲットのいずれかの場所から取ったターゲットのサンプルがターゲットのいずれかその他の場所から取ったサンプルと 1 シグマで 1 5 % 以内の同じ粒度及びテクスチャを有するようなモリブデン粒度及びテクスチャの均一性を厚み全体にわたって有する、前記物理蒸着ターゲット。

【請求項 2 9】

いずれかの場所から取ったターゲットのサンプルがいずれかその他の場所から取ったサンプルと 1 シグマで 1 0 % 以内の同じ粒度及びテクスチャを有する、請求項 2 8 に記載のターゲット。

【請求項 3 0】

いずれかの場所から取ったターゲットのサンプルがいずれかその他の場所から取ったサンプルと 1 シグマで 5 % 以内の同じ粒度及びテクスチャを有する、請求項 2 8 に記載のターゲット。

【請求項 3 1】

金属モリブデンからなる、請求項 2 8 に記載のターゲット。

【請求項 3 2】

請求項 3 1 のターゲットから物理蒸着された薄膜であって、前記薄膜はモリブデンから

10

20

30

40

50

なり、1シグマで0.5%未満の均一性を有する薄膜。

**【請求項33】**

モリブデン、ハフニウム、ジルコニウム、ルテニウム、白金、レニウム、タンタル、タングステン及びイリジウムからなる群から選ばれる材料からなる金属コンポーネントの形成法であって、前記方法は、

325メッシュ以下の粒径であることを特徴とする材料の粉末を用意すること；及び前記粉末を一軸真空ホットプレスにかけること、  
を含む方法。

**【請求項34】**

ホットプレスが少なくとも約1700の温度及び少なくとも約6000psiの圧力  
で少なくとも約2時間実施される、請求項33に記載の方法。 10

**【請求項35】**

金属コンポーネントが物理蒸着ターゲットである、請求項33に記載の方法。

**【請求項36】**

ターゲットをボンディングの前に圧延又は鍛造にかけることなくターゲットをバッキングプレートにボンディングすることをさらに含む、請求項33に記載の方法。

**【請求項37】**

真空ホットプレスで粉末を第一の程度に固化して第一の固化材料を形成し、前記第一の固化材料を熱間等方圧プレスにかけて該材料を第一の程度より大きい第二の程度に固化することをさらに含む、請求項33に記載の方法。 20

**【請求項38】**

モリブデン、ハフニウム、ジルコニウム、ルテニウム、白金、レニウム、タンタル、タングステン及びイリジウムからなる群から選ばれる材料からなる金属コンポーネントの形成法であって、前記方法は、

325メッシュ以下の粒径であることを特徴とする材料の粉末を用意すること；及び前記粉末を熱間等方圧プレスにかけること、  
を含む方法。

**【発明の詳細な説明】**

**【発明の詳細な説明】**

**【0001】**

関連特許のデータ

本願は2005年3月11日出願の米国仮出願第60/661,292号に関連する。

技術分野

本発明は、金属材料を含むコンポーネント、物理蒸着(PVD)ターゲット、高均一性を構成する薄膜、及び金属コンポーネントの形成法に関する。

発明の背景

高純度、高い微細構造均一性、及び全体に小さく均一な粒度を有する金属コンポーネントの形成が求められている。そのようなコンポーネントは例えば物理蒸着ターゲットとして望ましい。

**【0002】**

PVDターゲットが高い微細構造均一性、高純度、及び小さく等軸性の粒度を有していると、PVDプロセス中にターゲットから基板上にスパッタ成膜される薄膜の均一性を改良することができる。例えば、スパッタ成膜プロセス中に使用されるターゲットが高均一性、高純度、及び比較的小さい粒度を有していると、低均一性、低純度及び/又は大きい粒度を有するターゲットから形成される薄膜と比べて、改良された薄膜が金属材料の半導体ウェハ基板上へのスパッタ成膜中に形成できる。

**【0003】**

スパッタ成膜できる典型的材料はモリブデンである。例えば、モリブデンは、弹性バルク波共振器(bulk acoustic wave resonator, BAW)、表面弹性波フィルタ(surface acoustic wave filter, SAW)、及び薄膜弹性バルク波共振器(film bulk acoustic r

10

20

30

40

50

esonator, F B A R ) の電極として利用される。このような音波共振器及びフィルタは、多数のいわゆるワイヤレス用途、例えば携帯電話及びWi-Fiデバイスにおける用途に利用できる。

#### 【0004】

前述の典型的な音波デバイス及び音波フィルタデバイスはF B A R フィルタ技術である。この技術は、窒化アルミニウム及び酸化亜鉛のような圧電活性材料、並びにアルミニウム及びモリブデンのような電極材料の薄膜を基にしている。

#### 【0005】

共振器の用途においては周波数制御が非常に重要となりうる。F B A R 共振器の周波数は圧電膜及び電極膜の厚さによって設定されており、0.2%まで正確なのが望ましい。従って、音波共振器及びフィルタに利用されるモリブデン薄膜は非常に厳しい精度の均一性を有することが求められている。音波共振器の用途に求められる高い膜厚精度は、例えば1シグマ (sigma) で0.5%~3シグマで1%であろう。これは典型的な半導体膜の用途よりも厳格な精度の均一性である。

10

#### 【0006】

従来のモリブデンスパッタリングターゲットは所望精度外の均一性しか持たない膜を形成しがちで、さらにターゲットの寿命も、一部はターゲットの微細構造内の粗大粒子のために、望まざるほど低い傾向にある。マグネットロンスパッタリングターゲットはターゲット内の微細構造にムラがあると不均一に浸食されうるので、そのようなターゲットから形成される膜に不均一性が生じ得ることはよく確立されている。

20

#### 【0007】

そこで、高い微細構造の均一性、高純度及び/又は小さい粒度を有する金属コンポーネント（例えばスパッタリングターゲット）を形成する方法の開発が求められている。さらに、例えば半導体デバイスに利用される金属薄膜のスパッタ成膜を含む様々な用途に適したそのようなコンポーネントも求められている。典型的なデバイスは、例えばB A W、S A W及びF B A R のような高周波 (Rf) 微小電気機械システム (micro-electro-mechanical system, M E M S ) などであろう。

#### 【0008】

先行技術の更なる側面においては物理蒸着が多数の半導体製造用途に利用されている。例えば、物理蒸着されたルテニウム及び/又はタンタルは、様々なバリア材料中（例えば銅拡散のバリアとして利用される組成物中）で、そして/又は銅の種なしメッキの基板として利用できる。さらに、又はあるいは、物理蒸着された材料は、コンデンサ、トランジスタゲート、又は集積回路に組み込まれる多数のいずれかその他のデバイスに組み込むことができる。

30

#### 発明の要旨

一側面において、本発明は、スパッタリングターゲットの形成に利用される出発粒子の粒度及び条件を制御する方法を含む。そのような条件は、微細で均一な構造を有し、ターゲット寿命を通じてずっと均一な膜をスパッタ成膜できるターゲットを形成するのに適切なように選ばれる。ターゲットの形成に利用される方法論は、約325メッシュ以下の粒度を有する粉末を利用し、これを一軸真空ホットプレスを用いてプレス及び焼結し、最終のターゲットの構成にすることを含みうる。粉末は、ハフニウム、ジルコニウム、モリブデン、レニウム、ルテニウム、白金、タンタル、タンクスチタン及びイリジウムからなる群から選ばれる金属材料から本質的に成る、又は成る。

40

#### 【0009】

一側面において、本発明は、金属モリブデン、金属ハフニウム、金属ジルコニウム、金属レニウム、金属ルテニウム、金属タンタル、金属タンクスチタン、金属白金及び/又は金属イリジウムを含有する金属組成物で構成されるコンポーネントを含み、該金属組成物は単一元素のみを含有又は一つより多くの元素を含有（例えば合金を含有）する。金属組成物は複数の粒子で構成される。粒子の大多数は実質的に等軸であり均一である。粒子は、本質的にモリブデンからなる組成物の場合約30ミクロン以下、本質的にルテニウムから

50

なる組成物の場合約 150 ミクロン以下、本質的にタンゲステンからなる組成物の場合約 15 ミクロン以下、及び本質的にイリジウムからなる組成物の場合約 50 ミクロン以下の粒度を有しうる。

#### 【0010】

一側面において、本発明は、金属モリブデンからなる組成物で構成されるコンポーネントを含み、該金属モリブデンは 25 ミクロン以下の平均モリブデン粒度を有する。

一側面において、本発明は、金属モリブデンからなる物理蒸着ターゲットを含む。ターゲットはスパッタリング面を有し、該面のいずれかの場所から採ったターゲットのサンプルが該面のいずれかその他の場所から採ったサンプルと 1 シグマで 15 % 以内 (within 15% at 1 sigma) の同じ粒度及びテクスチャ (texture、きめ) を有するようなモリブデンの粒度及びテクスチャの均一性を有する。ターゲットは、実質的に平面のスパッタリング面に対して実質的に直角方向に伸びる厚みも含みうる。ターゲットは、厚みのいずれかの場所から採ったターゲットのサンプルが厚みのいずれかその他の場所から採ったサンプルと 1 シグマで 15 % 以内の同じ粒度及びテクスチャを有するようなモリブデンの粒度及びテクスチャの均一性を厚み全体にわたって有しうる。

10

#### 【0011】

一側面において、本発明は、モリブデンから成り、そして 1 シグマで 0.5 % 未満の均一性を有する薄膜を含む。そのような膜は、例えば、金属モリブデンからなるターゲットから物理蒸着によって形成できる。該ターゲットの金属モリブデンは複数の粒子を含み、実質的にすべての粒子は実質的に等軸であり、約 25 ミクロン以下の平均粒度を有する。

20

好適な態様の詳細な説明

以下で本発明の好適な態様を添付の図面を参照しながら説明する。

#### 【0012】

本発明は、高純度、小さい粒度、及びムラのない微細構造の均一性を有する金属コンポーネントの形成法を含む。該金属コンポーネントは、例えばモリブデン、ハフニウム、ジルコニウム、レニウム、ルテニウム、白金、タンタル、タンゲステン及びイリジウムの一つ以上、を含む、から本質的に成る、又はから成ることができる。特別の側面において金属コンポーネントは物理蒸着ターゲットに形成され、高均一性薄膜の成膜に適している。

#### 【0013】

典型的な物理蒸着ターゲット構造物を図 1 及び 2 を参照しながら説明する。構造物は、ターゲット / バッキングプレートアセンブリ 10 の一部として示されている。具体的には、そのようなアセンブリは、バッキングプレート 14 にボンディングされたターゲット構造物 12 を含む。ターゲットとバッキングプレート間のボンドは任意の適切なボンドでよい。例えば拡散ボンド、はんだボンドなどである。図示されていないが、バッキングプレートとターゲットの間に中間層を形成してターゲットのバッキングプレートへのボンディングを増強することもできる。

30

#### 【0014】

ターゲット 12 は多数の金属材料のいずれかを含みうるが、特別の側面においては、金属モリブデン、金属ハフニウム、金属ジルコニウム、金属レニウム、金属ルテニウム、金属タンタル、金属タンゲステン、金属白金及び金属イリジウムからなる群から選ばれる一つ以上の金属材料、を含む、から本質的に成る、又はから成る。ターゲットの金属材料は単一の元素であっても、複数の元素を含んでいてもよい（例えば該材料は複数の元素の合金であってもよい）。

40

#### 【0015】

バッキングプレート 14 は物理蒸着チャンバ内でターゲットを保持するために構成され、多数の材料のいずれかを含みうる。例えば、銅、チタン及び / 又はアルミニウムなどである。バッキングプレートはある側面においては多数の複合材料のいずれかを含むことができ、ある側面では多数の合金のいずれかを含むことができる。例えば、銅、チタン及びアルミニウムの一つ以上を含む合金である。

#### 【0016】

50

図示されたターゲット／バッキングプレートアセンブリ10の構成は、当業者に公知の多数の構成の一つに過ぎない。具体的には、図示された構成は、Applied Materials社のENDURA（登録商標）の構成に対応するが、当業者であれば、本発明の方法論は任意のターゲットアセンブリに適用できることはわかるであろう。また、当該技術分野では、時に、最初にターゲット／バッキングプレートアセンブリを形成せずに物理蒸着チャンバーにターゲットを直接挿入できるような構成のターゲットを製造することもあることは知られている。そのようなターゲットは当該技術分野では一体型(monolithic)ターゲットと呼ばれている。本発明の方法論は、ターゲット／バッキングプレートアセンブリに接着して構成されるターゲットを形成するためだけでなく、一体型ターゲットを形成するためにも利用できる。

10

## 【0017】

ターゲット12はスパッタリング面16を有し、そこから物理蒸着プロセス中に材料がスパッタされる。スパッタリング面は境界を画定した複数の場所（区画）に細分できる。例えば、スパッタリング面は60個の分離された区画を有する図2の格子に細分できる。格子は複数の縦方向に伸びた点線15と複数の水平方向に伸びた点線17を有する。点線15及び17は分離された区画を示すために図中に提供されているが、ターゲット面上に実存するわけではない。格子は、様々な用途のためにもっと粗く、あるいはもっと細かく画定することもでき、一部の側面においてスパッタリング面を少なくとも5個の分離された区画、少なくとも10個の分離された区画、又はさらには少なくとも100個の分離された区画に細分する。典型的な用途では9ポイント（別名、9格子）試験（nine-point test）が利用される。

20

## 【0018】

本発明は、ターゲットが金属材料で形成され、粒度とテクスチャが十分な均一性を有するように形成される、という側面を含む。十分な均一性とは、スパッタリング面のいずれかの区画から採ったターゲットのサンプルが該面のいずれかその他の区画から採ったサンプルと1シグマで15%以内、1シグマで10%以内、又は1シグマで5%以内の同じ粒度及びテクスチャを有するような均一性である。特別の側面においては、スパッタリングターゲットは金属モリブデンからなり、スパッタリング面のいずれかの区画から採ったターゲットのサンプルがいずれかその他の区画から採ったサンプルと1シグマで15%以内、1シグマで10%以内、又は1シグマで5%以内の同じ粒度及びテクスチャを有するような粒度とテクスチャの均一性を有することになる。

30

## 【0019】

図1は、実質的に平面を有するスパッタリング面16を示す。ターゲットは、実質的に平面のスパッタリング面に対して実質的に直角方向に伸びる厚みを有すると考えることができる。その厚みも、スパッタリング面を複数の分離された区画に細分した際の記述と同様に、複数の分離された区画に細分することができる。

## 【0020】

図1は、縦方向に伸びた点線19と水平方向に伸びた点線21を含む格子を示しているが、その格子でターゲットの厚みを24個の区画に細分している。点線は画定された格子を示す図面上の目的のものであり、ターゲット上に存在するわけではない。格子は任意の所望の粗さにすることができる。典型的側面において、格子はターゲットの厚みを少なくとも10個の区画、少なくとも20個の区画、少なくとも50個の区画、又はさらには少なくとも10個の区画に細分することになる。

40

## 【0021】

本発明のある側面において、物理蒸着ターゲットは厚み全体にわたって十分に均一な等軸性の粒度及びテクスチャを有する金属材料からなる。十分な均一性とは、厚みのいずれかの区画から採ったサンプルがいずれかその他の区画から採ったサンプルと1シグマで15%以内、1シグマで10%以内、又は1シグマで5%以内の同じ粒度及びテクスチャを有するような均一性である。典型的側面において、金属ターゲット材料は、モリブデン、ハフニウム、ジルコニア、レニウム、ルテニウム、白金、タンタル、タングステン又は

50

イリジウムの一つ以上からなる。

【0022】

ターゲットの金属材料12内の粒子は、約30ミクロン以下、約20ミクロン以下、約19ミクロン以下、又は約15ミクロン以下の平均粒度を有しうる。小さい粒子は大きい粒子よりもより均一な薄膜の成膜をもたらしうるという点で小さい粒子の方が望ましい。平均粒度が小さいというだけでなく、すべての粒子が一様に小さいということが望ましい。従って、本発明は、実質的にすべての粒子が約30ミクロン以下、約20ミクロン以下、約19ミクロン以下、又はさらには約15ミクロン以下の粒度を有するという側面も含む。“実質的にすべての”粒子が小さい粒度を有するという表現は、粒子が検出及び測定の誤差範囲内の小さい粒度を有することを示すときに使用される。従って、実質的にすべての粒子が約30ミクロン以下の粒度を有するターゲットとは、すべての粒子が検出及び測定の誤差範囲内の約30ミクロン以下の粒度を有するターゲットと定義される。

10

【0023】

本発明の特別の側面において、ターゲット内の大多数の粒子は実質的に等軸である（言い換えると、大多数の粒子はほぼ等軸であり、変形構造の証拠は実質的でない）。等軸粒子は、任意の断面に沿って同一の寸法を有する粒子である。従って完全に等軸性の粒子は完全な球形である。本発明の粒子は、粒子が真に等軸であることの25%以内であることを示すために“実質的に等軸”と称される。言い換えれば、粒子の中心を通る任意の軸に沿って“実質的に等軸”的な粒子を測定すると、粒子の中心を通る任意のその他の軸に沿う測定の25%以内の寸法が得られる。“大多数”的な粒子が実質的に等軸であるという表現は、大きいパーセンテージの粒子が実質的に等軸であることを示す。特別の側面において、それは少なくとも80%の粒子、少なくとも90%の粒子、又はさらには少なくとも99%の粒子でありうる。一部の側面において、実質的にすべての粒子は実質的に等軸である。又は言い換えると、すべての粒子は検出及び測定の誤差範囲内で実質的に等軸である。

20

【0024】

本発明の高均一金属材料の典型的な形成法は、非常に微細な金属材料の粉末を一軸真空ホットプレス内でプレス及び焼結することを含む。例えば、均一な粒度分布を有する325メッシュ（すなわち45ミクロン未満）の金属粉末を一軸真空ホットプレスにかけると、所望形状の金属コンポーネントの形状に近似する形状を有する高密度コンパクトが形成できる。所望であれば、該コンパクトをその後機械加工し、高精度内の所望形状にすることもできる。コンパクトは真空ホットプレス後は何らかの更なる固化にかけないのが好ましい。具体的には圧延又はプレス加工しない。真空ホットプレスから得られた金属材料が物理蒸着ターゲットである用途の場合、該ターゲットは、ターゲットをバッキングプレートにボンディングする前にターゲットを圧延又はプレスにかけずにバッキングプレートにボンディングできる。一軸真空ホットプレスから得られる金属コンパクトは、全体的に所望の実質的に等軸の粒子を有しており、二次的固化をすると粒子に異方的な影響を及ぼして粒子が等軸性を損なうことになりかねない。

30

【0025】

本発明の典型的用途において、金属コンポーネントは、本質的にモリブデンから成る、またはモリブデンから成る、ように形成され、ホットプレスは少なくとも約2時間にわたる少なくとも約1700の温度及び少なくとも約6000psiの圧力を含む。典型的なホットプレス工程は以下のステップ、すなわち、

40

最初に粉末をチャンバに入れ、チャンバ内の真空を $10^{-4}$ トル以下に引き（これによって最終製品内の酸素汚染が削減できる）；

真空ホットプレス内の水圧を約3トン/分で約1250psiに上げ（これで粉末を予備コンパクトできる）；

温度を約400/時の速度で約850に上げ、その温度に約30分間保持し（これで水分を除去でき、ダイ全体及び粉末を加熱して焼きならし(normalize)することが可能になる）；

50

水圧を 4 5 0 0 p s i に上げ、約 6 0 分間保持し（圧力と熱によって緻密化が開始できる）；

温度を約 4 0 0 / 時の速度で約 1 7 4 0 に上げ、圧力を約 6 0 0 0 p s i に上げ、その圧力と温度を約 3 時間保持し（高い温度と圧力によってコンパクトはサイズを縮小及び／又は孔を閉じることによって緻密化できる）；そして

粉末を自然冷却し、プレスされたコンパクト／プランクにかけられていた圧縮を約 1 3 0 0 で解除し、約 1 1 0 0 でチャンバをヘリウムで満たし直し、冷却ファンを起動する

ステップを含みうる。

#### 【0026】

本発明の緻密化法は金属コンポーネント（例えば P V D ターゲット）全体の均一性を改良できるだけでなく、コンポーネントの純度も改良できる。具体的には、真空ホットプレス固化中に利用される高真空は、様々な混入ガス及び低蒸気圧元素（例えばリチウム、ナトリウム及びカリウム）を除去できる。

#### 【0027】

本発明の方法論を利用して得られる金属コンポーネントの密度は、該コンポーネントの金属材料の理論的最大密度の少なくとも約 9 8 % であり得る。

図 3 ~ 5 は、本発明に従って利用できる典型的な熱間等方圧プレス（H I P p i n g ）方法論（図 3 ）及び一軸真空ホットプレス方法論（図 4 ）を図式的に示したものである。

#### 【0028】

最初に図 3 を参照する。これは粉末材料 5 2 をその中に含む装置 5 0 の概略図である。粉末は点々を付けて図示されている。粉末は高圧（矢印 5 4 で示す）及び高温にかけられる。圧力は粉末のどの面にも実質的に等しく、すなわち等方圧的に提供される。矢印はページ面の上方、下方及び側方からの圧力しか示していないが、圧力はページ面と交差する方向からも印加されているので、圧力は真に粉末のあらゆる面に印加されている、すなわち真に等方圧的であることは理解されるはずである。

#### 【0029】

図 4 は図 3 の代替的側面を示す。装置 5 0 は、一方向のみからの圧力、言い換えれば一軸的な圧力をかけるように構成されている。

図 3 及び 4 の側面は、本発明のある側面においては組み合わせて利用することもできる。例えば、ある側面においては、金属粉末の固化の際、一軸真空ホットプレスの後に H I P p i n g してもよい。真空ホットプレスで粉末を第一の程度に固化して、第一の程度に固化された第一の固化材料を形成し、H I P p i n g で第一の固化材料を第一の程度より大きい第二の程度に固化することができる。

#### 【0030】

H I P p i n g を利用するかどうかにかかわらず、真空ホットプレスは利用され、又は H I P p i n g と真空ホットプレスの組合せが利用され、図 3 及び 4 の粉末は金属コンポーネントに固化される。図 5 は、装置 5 0 内で粉末 5 2 の金属材料（図 3 又は図 4 ）から形成された典型的な金属コンポーネント 5 6 を示す。

#### 【0031】

図 6 は、装置 5 0 （図 5 ）から取り出された金属コンポーネント 5 6 を示す。示されている本発明の側面において、金属コンポーネントはターゲットプランクの形状又はバッキングプレートへのボンディングに適切なプレフォームの形状である。しかしながら、本発明の方法論に従って形成された金属コンポーネントは、任意の所望の形態を取ることができるので、P V D ターゲット以外の他の用途にも利用できることは理解されるはずである。しかしながら、本発明は、ターゲット内に形成される高均一性の粒度及びテクスチャのおかげで、該ターゲットから高均一の薄膜がスパッタ成膜できるという点で、P V D ターゲットの製造に特に有用であり得る。例えば、本発明の方法論に従って形成された（本質的に）モリブデンから成るターゲットは、（本質的に）モリブデンから成り、1 シグマで 0 . 5 % 未満の均一性を有する薄膜の成膜に利用できる。薄膜の均一性は当該技術分野で

10

20

30

40

50

公知の様々な方法、例えば薄膜の抵抗の測定によって判定できる。そのように高均一性のモリブデン薄膜は、音波共振器及びフィルタに組み込むのに特に有用であり得る。

### 【0032】

本発明のある側面において、本発明の加工法に従って形成され、金属モリブデン、金属ハフニウム、金属ジルコニウム、金属レニウム、金属ルテニウム、金属白金、金属タンタル、金属タンクスチーン及び金属イリジウムの一つ以上から成るPVDコンポーネント(例えばターゲット)は、集積回路製造用の高均一性薄膜を形成するのに利用できる。

### 【0033】

本発明の側面に従って形成されたターゲット材料の厚み全体にわたる粒度及びテクスチャの均一性は、ターゲットの全寿命を通じて高均一性の薄膜をターゲットから一貫して製造することを可能にする。

### 【図面の簡単な説明】

### 【0034】

【図1】図1は、本発明の典型的側面を示す典型的ターゲット/バックキングプレートの構成を示す図式的断面図である。

【図2】図2は、ターゲット/バックキングプレートの構成を示す図式的上面図であり、図1の断面図は線1-1に沿ったものである。

【図3】図3は、本発明の典型的な方法論的側面に従う予備的加工段階を示す図式的断面図である。

【図4】図4は、図3とは別の、本発明の典型的な方法論的側面に従う予備的加工段階を示す図式的断面図である。

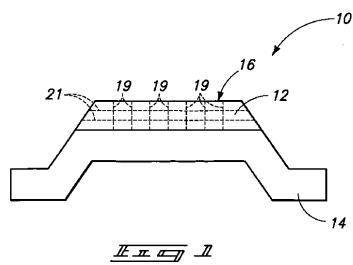
【図5】図5は、図3又は図4のいずれかの後の加工段階を示す図式的断面図である。

【図6】図6は、本発明の典型的側面に従って形成された典型的な物理蒸着ターゲットを示す図式的断面図である。

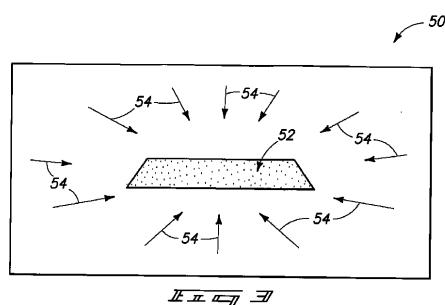
10

20

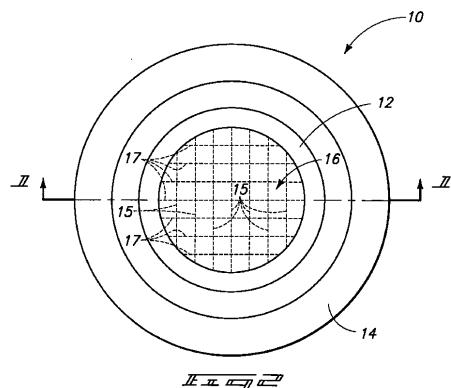
【図1】



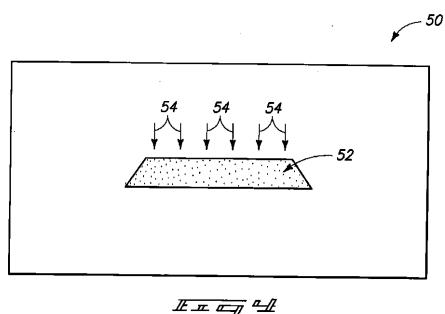
【図3】



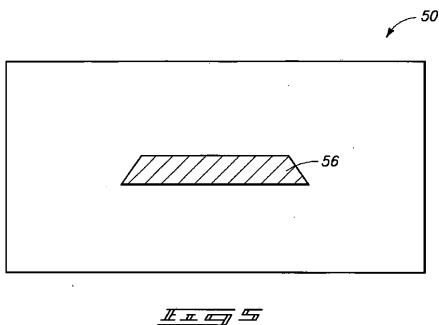
【図2】



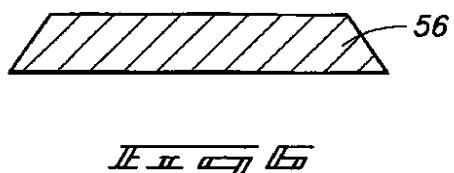
【図4】



【図5】



【図6】



## 【手続補正書】

【提出日】平成19年9月14日(2007.9.14)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

金属モリブデン、金属ハフニウム、金属ジルコニウム、金属レニウム、金属ルテニウム、金属白金、金属タンタル、金属タングステン及び金属イリジウムからなる群から選ばれる一つ以上の材料からなる金属組成物を含むコンポーネントであって、前記金属組成物は複数の粒子を含み、大多数の前記粒子は実質的に等軸であり、前記粒子は、前記組成物が金属モリブデンを含む場合約30ミクロン以下、前記組成物が金属ルテニウムを含む場合約150ミクロン以下、前記組成物が金属タングステンを含む場合約15ミクロン以下、及び前記組成物が金属ハフニウム、金属レニウム、金属タンタル、金属ジルコニウム、金属白金、又は金属イリジウムを含む場合約50ミクロン以下、の平均粒度を有し、そして、該コンポーネントは、該コンポーネントのある面のいずれかの場所から採ったサンプルが該面のいずれかその他の場所から採ったサンプルと1シグマで15%以内の同じ微細構造を有するような微細構造均一性を有する、前記コンポーネント。

## 【請求項2】

実質的にすべての粒子が実質的に等軸である、請求項1に記載のコンポーネント。

## 【請求項3】

モリブデンを含む金属組成物を含んでなるコンポーネントであって、前記金属組成物は19ミクロン以下の平均モリブデン粒度を有し、該コンポーネントは、該コンポーネント

のある面のいずれかの場所から採ったサンプルが該面のいずれかその他の場所から採ったサンプルと 1 シグマで 15 % 以内の同じ微細構造を有するような微細構造均一性を有する、前記コンポーネント。

【請求項 4】

金属組成物が金属モリブデンからなる、請求項 3 に記載のコンポーネント。

【請求項 5】

金属モリブデン、金属ハフニウム、金属ジルコニウム、金属レニウム、金属ルテニウム、金属白金、金属タンタル、金属タンクスチーン及び金属イリジウムの一つ以上からなる物理蒸着ターゲットであって、前記ターゲットは実質的に平面のスパッタリング面と、実質的に平面のスパッタリング面に対して実質的に直角方向に伸びる厚みとを有し、前記ターゲットは、ターゲットのいずれかの場所から取ったターゲットのサンプルがターゲットのいずれかその他の場所から取ったサンプルと 1 シグマで 15 % 以内の同じ粒度及びテクスチャを有するようなモリブデン粒度及びテクスチャの均一性を厚み全体にわたって有する、前記物理蒸着ターゲット。

【請求項 6】

金属モリブデンからなる、請求項 5 に記載のターゲット。

【請求項 7】

請求項 6 のターゲットから物理蒸着された薄膜であって、前記薄膜はモリブデンからなり、1 シグマで 0.5 % 未満の均一抵抗性を有する薄膜。

【請求項 8】

モリブデン、ハフニウム、ジルコニウム、ルテニウム、白金、レニウム、タンタル、タンクスチーン及びイリジウムからなる群から選ばれる材料からなる金属コンポーネントの形成法であって、前記方法は、

325 メッシュ以下の粒径であることを特徴とする材料の粉末を用意すること；及び  
前記粉末を熱間等方圧プレスにかけること、  
を含む方法。

## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

In international application No  
PCT/US2005/043382

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
INV. C23C14/34

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, INSPEC, PAJ

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	SRIVATSAN T S ET AL: "The microhardness and microstructural characteristics of bulk molybdenum samples obtained by consolidating nanopowders by plasma pressure compaction" INTERNATIONAL JOURNAL OF REFRACTORY METALS AND HARD MATERIALS, ELSEVIER PUBLISHERS, BARKING, GB, vol. 20, no. 3, May 2002 (2002-05), pages 181-186, XP004382008 ISSN: 0263-4368 paragraph [02.1]; figure 4	1-3, 11-16, 20-23, 33
Y		8-10, 17-19, 34-37
		-/-

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

\* Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

\*T\* later document published after the International filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

\*X\* document of particular relevance; the claimed Invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

\*Y\* document of particular relevance; the claimed Invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

\*Z\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

25 August 2006

06/09/2006

Name and mailing address of the ISA/  
European Patent Office, P.B. 5818 Palentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Ekhult, H

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/US2005/043382

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	ZHANG JIUXING ET AL: "Fracture toughness of sintered Mo-La203 alloy and the toughening mechanism" INTERNATIONAL JOURNAL OF REFRACTORY METALS & HARD MATERIALS, vol. 17, 1999, pages 405-409, XP002378918 uk paragraphs [02.1], [0004]; figure 3	1-3, 11-16, 20-23
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2000, no. 05, 14 September 2000 (2000-09-14) & JP 2000 045066 A (HITACHI METALS LTD), 15 February 2000 (2000-02-15) abstract	14-19, 24-31, 38
Y		8-10, 17-19, 34-37
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2003, no. 12, 5 December 2003 (2003-12-05) & JP 2003 342720 A (NIPPON STEEL CORP), 3 December 2003 (2003-12-03) abstract	24-31
X	COOK N ET AL: "Kinetic electron ejection by scattered neutralized positive ions" JOURNAL OF PHYSICS D7, no. 7, 11 May 1975 (1975-05-11), pages 812-819, XP002380435 gb paragraphs [0002], [0003]	24-32
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2003, no. 09, 3 September 2003 (2003-09-03) & JP 2003 129232 A (HITACHI METALS LTD), 8 May 2003 (2003-05-08) abstract	1-3, 8-23, 33-38
P,X	WO 2005/084242 A (HOWMET CORPORATION) 15 September 2005 (2005-09-15) paragraphs [0006] - [0015]	1-3, 8-23
X	EP 1 066 899 A (HITACHI METALS, LTD) 10 January 2001 (2001-01-10) figures 3A,3B; example 2; tables 3,4	1,6
A	US 6 036 741 A (SHINDO ET AL) 14 March 2000 (2000-03-14) column 3, lines 36-67	1,6
A	EP 1 067 208 A (PRAXAIR S.T. TECHNOLOGY, INC) 10 January 2001 (2001-01-10) paragraph [0012]	1

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

1 International application No  
PCT/US2005/043382

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1998, no. 12, 31 October 1998 (1998-10-31) & JP 10 183341 A (HITACHI METALS LTD), 14 July 1998 (1998-07-14) abstract	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2003, no. 12, 5 December 2003 (2003-12-05) & JP 2003 226964 A (NIPPON STEEL CORP), 15 August 2003 (2003-08-15) abstract	1
A	US 6 328 927 B1 (LO CHI-FUNG ET AL) 11 December 2001 (2001-12-11) column 2, line 25 – column 3, line 57	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 014, no. 140 (M-0950), 16 March 1990 (1990-03-16) & JP 02 008304 A (CENTRAL GLASS CO LTD), 11 January 1990 (1990-01-11) abstract	1

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.  
PCT/US2005/04382

**Box II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)**

This International Search Report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1.  Claims Nos.: because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
  
  
  
2.  Claims Nos.: 32 because they relate to parts of the International Application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful International Search can be carried out, specifically:  
see FURTHER INFORMATION sheet PCT/ISA/210
  
  
  
3.  Claims Nos.: because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

**Box III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)**

This International Searching Authority found multiple inventions in this International application, as follows:

see additional sheet

1.  As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers all searchable claims.
2.  As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3.  As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

1-3, 6, 8-31, 33-38

4.  No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this International Search Report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

**Remark on Protest**

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.  
 No protest accompanied the payment of additional search fees.

International Application No. PCT/US2005 /043382

**FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210****Continuation of Box II.2****Claims Nos.: 32****1.**

Present claims 24-31 relate to a target defined (*inter alia*) by reference to the unusual parameter "sigma". The use of this unusual parameter in the present context is considered to lead to a lack of clarity because the claim does not clearly identify the products encompassed by it as the parameters cannot be clearly and reliably determined by indications in the description or by objective procedures which are usual in the art. This makes it impossible to compare the claims to the prior art. As a result, the application does not comply with the requirement of clarity under Article 6 PCT and PCT Guidelines 9.22.

The lack of clarity is to such an extent that the search of claims 24-31 was limited to molybdenum sputtering targets sputtering targets with a uniformity of grain size and texture such that a sample of the target taken from any location of the face has the same grain size and texture as a sample taken from any other location of the face to within 15%.

**2.**

Present claim 32 relates to a thin film defined by reference to the following unusual parameter "uniformity". The use of this unusual parameter in the present context is considered to lead to a lack of clarity because the claim does not clearly identify the thin films encompassed by it as the parameters cannot be clearly and reliably determined by indications in the description or by objective procedures which are usual in the art. This makes it impossible to compare the claim to the prior art. As a result, the application does not comply with the requirement of clarity under Article 6 PCT. The lack of clarity is to such an extent, that no meaningful search of claim 32 could be performed.

The applicant's attention is drawn to the fact that claims relating to inventions in respect of which no international search report has been established need not be the subject of an International Preliminary Examination (Rule 66.1(e) PCT). The applicant is advised that the EPO policy when acting as an International Preliminary Examining Authority is normally not to carry out a preliminary examination on matter which has not been searched. This is the case irrespective of whether or not the claims are amended following receipt of the search report or during any Chapter II procedure. If the application proceeds into the regional phase before the EPO, the applicant is reminded that a search may be carried out during examination before the EPO (see EPO Guideline C-VI, 8.5), should the problems which led to the Article 17(2) declaration be overcome.

International Application No. PCT/US2005/043382

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210

This International Searching Authority found multiple (groups of) inventions in this international application, as follows:

1. claims: 1-3, 8-31, 33-38

Metallic molybdenum components and targets and their methods for manufacturing.

2. claims: 1,4

Metallic hafnium components.

3. claims: 1,5

Metallic zirconium components.

4. claim: 1

Metallic rhenium components.

5. claims: 1,6

Metallic ruthenium components.

6. claim: 1

Metallic platinum components.

7. claim: 1

Metallic tantalum components.

8. claim: 1

Metallic tungsten components

9. claims: 1,7

Metallic iridium components.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family members

 International application No  
 PCT/US2005/043382

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
JP 2000045066	A	15-02-2000	JP	3743740 B2		08-02-2006
JP 2003342720	A	03-12-2003	NONE			
JP 2003129232	A	08-05-2003	JP	3748221 B2		22-02-2006
WO 2005084242	A	15-09-2005	US	2005189401 A1		01-09-2005
EP 1066899	A	10-01-2001	JP US	2001020065 A 6589311 B1		23-01-2001 08-07-2003
US 6036741	A	14-03-2000	JP TW	11050163 A 406058 B		23-02-1999 21-09-2000
EP 1067208	A	10-01-2001	JP TW US	2001064769 A 573036 B 6165413 A		13-03-2001 21-01-2004 26-12-2000
JP 10183341	A	14-07-1998	JP	3244167 B2		07-01-2002
JP 2003226964	A	15-08-2003	NONE			
US 6328927	B1	11-12-2001	AU WO	1826200 A 0038861 A1		31-07-2000 06-07-2000
JP 02008304	A	11-01-1990	NONE			

---

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,NL,PL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KN,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,LY,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100096013

弁理士 富田 博行

(74)代理人 100133765

弁理士 中田 尚志

(72)発明者 モラレス, ダイアナ・エル

アメリカ合衆国ワシントン州99037, ヴェラデール, ロッチフォード サウス 1220

(72)発明者 ストロサーズ, スザン・ディー

アメリカ合衆国ワシントン州99217, スポーケン, ノース・フォーカー・ロード 12426

F ターム(参考) 4K018 AA02 AA19 AA21 AA40 BA01 BA09 BA20 BB04 EA13 EA14

KA29

4K029 CA05 DC03 DC07