

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4596562号
(P4596562)

(45) 発行日 平成22年12月8日(2010.12.8)

(24) 登録日 平成22年10月1日(2010.10.1)

(51) Int.Cl.	F I
C 2 3 C 14/34 (2006.01)	C 2 3 C 14/34 A
C 2 2 C 21/00 (2006.01)	C 2 2 C 21/00 A

請求項の数 5 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願平10-525263	(73) 特許権者	508279926
(86) (22) 出願日	平成9年11月27日(1997.11.27)		アルミニウム ペシネイ
(65) 公表番号	特表2001-504898(P2001-504898A)		フランス共和国, エフー92400 ク
(43) 公表日	平成13年4月10日(2001.4.10)		ルブヴォワ, ラ デファンス 5, ブ
(86) 国際出願番号	PCT/FR1997/002142		ラス デ ヴォージュ, 10
(87) 国際公開番号	W01998/024945	(74) 代理人	100080447
(87) 国際公開日	平成10年6月11日(1998.6.11)		弁理士 太田 恵一
審査請求日	平成16年11月1日(2004.11.1)	(72) 発明者	ルロワ, ミシェル
審査番号	不服2008-23580(P2008-23580/J1)		フランス共和国, エフー38120 サン
審査請求日	平成20年9月16日(2008.9.16)		テグレーヴ, リュデュ リフ トロンシ
(31) 優先権主張番号	96/15116		ャール, 13
(32) 優先日	平成8年12月4日(1996.12.4)	(72) 発明者	ミュレー, ジャン
(33) 優先権主張国	フランス(FR)		フランス共和国, エフー09400 タラ
			スコンーシュールーアリエージュ, シテ
			サン ロック, 47
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルミニウム合金製陰極スパッタリング標的

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

電子回路の相互接続回路の実現のためのアルミニウム合金製陰極スパッタリング標的において、

その活性部分、すなわち陰極スパッタリング作業の際に除去され得る前記標的の部分が、アルミニウム以外の元素の総含有率が重量で0.1%未満であり、

- ・合金元素の含有率が、前記合金の再結晶開始温度が150℃以上となる含有率で；
- ・Cu含有率が15ppm以上で、300ppm以下であり；
- ・Fe含有率が3ppm以上で30ppm以下であり；
- ・アルミニウム以外の合金元素と不純物が、完全に再結晶した標本で測定したとき、前記合金の電気抵抗が、20℃で2.85μΩ・cm未満になる含有率であり；
- ・前記標的の再結晶化後の活性部分は、大きさが0.7mmを超える内部の裂け目がいっさいなく、陰極スパッタリング作業の際に除去され得る金属の1立方デシメートルあたり200μmを超える大きさの内部の裂け目が10未満であり、2mm未満の結晶粒径を有し；
- ・前記合金が、TiとBも含有し、Ti含有率が20ppmと80ppmの間に含まれ、B含有率が4ppmを超え、硼素に対するチタンの重量比率(Ti/B)が2.5と10の間に含まれる；

高純度アルミニウム合金から成ることを特徴とする標的。

【請求項2】

10

20

請求項 1 に記載の標的において、合金元素の含有率が前記合金の再結晶開始温度が 200℃以上になるような含有率であることを特徴とする標的。

【請求項 3】

請求項 1 または 2 に記載の標的において、前記合金の Cu 含有率が 50 ppm 未満であり、前記合金の Fe 含有率が 20 ppm 未満であり、前記合金の Si 含有率が 2 ppm と 30 ppm の間に含まれることを特徴とする標的。

【請求項 4】

請求項 1 から 3 のいずれか一つに記載の標的において、前記合金の不純物総含有率が 0.01% 未満であることを特徴とする標的。

【請求項 5】

請求項 1 から 4 のいずれか一つに記載の標的において、前記合金のアルカリ不純物 (Li、Na、K、Rb、Cs) の総含有率が 0.0005% 未満であることを特徴とする標的。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は各種基盤の金属被覆のための陰極スパッタリング標的に関するものである。より具体的には集積回路の製造、特に相互接続回路の実現のための標的と大型の平面スクリーンモニター（英語で Flat Panels Displays または FPD）の金属被覆領域に関するものである。

【0002】

本発明は特に陰極スパッタリング標的の活性部分に用いられるアルミニウム合金に関するものである。

【0003】

本出願において、元素と不純物の含有量は重量で表すものとする。

【背景技術】

【0004】

技術の現状と課題

電子産業にはアルミニウム系のあるいはアルミニウム合金の電氣的相互接続回路が多用され、特に容量が 4 メガビットを超える DRAM 動的記憶装置などの、集積度が非常に高い回路内、および液晶スクリーン（英語で Liquid Crystal Displays または LCD）、また特に薄膜トランジスタによって制御されるもの（英語で Thin Film Transistor または TFT）などの平面スクリーンモニター（FPD）に多用されている。

【0005】

これらの相互接続回路は、真空下に置くことが可能で、軽微な加熱に耐える各種の基盤の上に、耐熱性または非耐熱性、合金または非合金、伝導性または誘電性の各種の材料を付着させることができる陰極スパッタリングの周知の技術によって工業的に得られる。既知の方法は、一般的に一連の基盤の金属被覆、エッチングおよび金属層の不動態化の作業を含む。金属被覆の際に基盤は、180℃を超える、たいていの場合は 200℃から 250℃程度の、金属被覆温度 (Tm) と呼ばれる温度に一般的に維持されるが、現在の傾向としては 170℃から 200℃程度の金属被覆温度が用いられる。

【0006】

集積度が非常に高い回路において、金属層は典型的には厚みが 0.5 μm から 1 μm 程度であり、エッチングはきわめて細く、典型的には 0.25 から 0.5 μm 程度であり、電流密度は非常に高く、特にエイジング加速試験の場合、ときには 10^6 A/cm^2 を超えることがある。この様な条件において、穴と隆起の形成を招く電子移動現象によって使用される回路の劣化が見られる。この問題を解決するために、Cu、Ti、Si、Sc、Pd およびそれらの組合せなどの、選択された添加元素の含有率が高い、すなわち一般的に 2500 ppm を超えるアルミニウム合金から金属被覆を実現することが周知である。しかしながらこれらの合金は、特に回路エッチングのために使用された試薬に対するアルミニ

10

20

30

40

50

ウムと添加元素の反応性の差のために、エッチングがかなり困難であり、特に乾式エッチング法について、化学エッチング反応で生じた生成物の除去がときには困難であるという欠点がある。

【0007】

同様に、日本の特許出願JP 62. 235451からJP 62. 235454およびJP 62. 240733からJP 62. 240739によって、20から7000ppmの間に含まれる量のチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブウム、タンタル、クロム、モリブデンまたはタングステンなどの耐熱性金属の添加と、20から5000ppmの間に含まれる量の硼素、炭素および／または窒素の添加と組み合わせた銅、コバルト、マンガン、ニッケル、錫、インジウム、金または銀の軽微な、すなわち一般的に200ppm未満の添加を含む高純度のアルミニウム合金の使用も知られている。これらの複雑な合金には製錬、また特に金属間元素の局部的偏析なしの casting が困難であるという欠点があり、それによって標的組成物の異質性を招くことがある。

10

【0008】

しかしながら、平面スクリーンモニターの場合、エッチングの幅は一般的に、10μm以上であり、画像の解像度を上げるために5μm程度の幅を用いることが考えられる。したがって、平面スクリーンモニターのエッチングは超高集積回路のそれよりもはるかに細くない。電流密度もまた、はるかに小さい。このような条件において、電子移動による回路の劣化はほとんど存在しないので、添加元素の含有率が高い合金を使用する理由がなくなる。したがって、合金よりもエッチングがはるかに容易で、極めて高い電導性を有し、耐食性が優れているという大きな利点を示す、非合金の、純度の高いアルミニウムが一般的に用いられる。

20

【0009】

ところで、飛躍的發展を遂げている平面スクリーンモニターの分野における現在の傾向は大スクリーンモニターの生産にある。現在進められている開発は対角線が17"と20"のPCモニターと、対角線が40"の、すなわち最大表面積がおおよそ0.5m²の壁掛けテレビの平面スクリーンに特に向けられている。他方、生産性と効率を理由として、これらのモニターとスクリーンは同じ基盤（「ガラス」とも呼ばれる）からあるいは直接、あるいは裁断して得られている。したがって、現在の傾向として、ガラス基盤のサイズが急速に大きくなっている。約360mm×460mmである現在の標準フォーマットは、近いうちに550mm×650mmになるであろうし、また対角線が17"、20"および40"の平面スクリーンを同時に生産するために約800mm×1000mmの基盤を利用することも考えられている。

30

【0010】

このような傾向のために、モニターの製造方法に固有の熱処理の際に金属被覆膜の表面に穴と隆起（英語では"voids"と"hillocks"と呼ばれる）が発生するという問題が顕著になり、その阻害的な性格はモニターのサイズに応じて急速に悪化する。これが特に当てはまるのが300℃を超える温度での加熱による熱酸化物層（英語でThermal Oxide Films）形成または蒸気相での化学反応による補足層の付着（英語でChemical Vapor DepositionまたはCVD）を含むモニター製造方法である。これらの熱処理で発生した穴と隆起は画質を劣化させるような相互接続の欠陥を発生させることがある。画質の基準は厳しいので、いくつかの欠陥があるだけで生産中のモニター全体が不良品になることもある。

40

【0011】

この問題の原因はまだ解明されていない。一般的に認められている、最新の説明の一つ（P.R. Besser et al., Materials Research Society, Symposium Proceedings, Vol. 309, 1993, p. 181-186 & 287-292）によれば、隆起と穴の出現はアルミニウムフィルムと基盤の間の熱膨張率の大きな差によって引き起こされた非常に大きな応力の出現に特に起因するものである。これらの応力はアルミニウムの弾性限界を大幅に超えることがある。モニターが金属被覆温度を超える温度になったとき、アルミニウムフィルムは圧縮され、より可塑性の高い特定の粒子は隣接する粒子の圧力を受けてフィルムの外に押し出される。

50

冷却するときに、フィルムは張力を受け応力緩和のために穴の出現が引き起こされる（英語の文献では "stress-voiding" と呼ばれている現象）。何人かの著者らによれば、隆起の出現は、フィルムが特に組織された構造であるときフィルムの残りの部分に対して非配向的な粒子の区域が存在することに関連づけられるという（D.B. Knorr, Materials Research Society, Symposium Proceedings, Vol. 309, 1993, p.75-86）。最後に、他の著者らは隆起の形成を、特殊な配向の、非常に大きな可動性を有する粒子の特定の結合の存在に起因する、特定の粒子の異常な成長現象に結びつけている（K. Rajan, Electrochemical Society Proceedings, Vol.95-3, 1995, p.81-93）。

【0012】

この問題を解決するために、特に集積半導体回路の分野において、多層相互接続回路、すなわちアルミニウム合金と耐熱性金属の薄い交互の層で形成された回路の使用が提案された。例えば、米国特許US 4 673 623はアルミニウム合金（Al + 1% Si）とチタンまたはタングステンが交互になった複数の層の使用を推奨している。Xerox社の欧州特許出願第681 328によれば、好適には交互の層のそれぞれの厚みは小さな値かつ隆起出現の臨界値未満の値に制限される。IBM社の特許US 5 171 642は、好適には0.5%のCuを含有するアルミニウム合金と、TiAl₃などの、金属間化合物を形成するようにアルミニウムと反応した、好適にはチタンなどの、耐熱性金属が交互になった層の使用を提案している。さらに特許US 5 202 274によってAl-Si、Al-Pd、Al-Ni、Al-GeまたはAl-Wなどのアルミニウム合金製導体の上に酸化アルミニウム層を形成することを提案した。しかしながら、これらの解決法によって得られ、隆起形成に対する十分な耐性を提供する多層相互接続回路は、電気抵抗が高く、最良の場合では、 $3.3 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ を超える。これらの解決法には、製造工程が複雑になるという欠点もあり、そのことが、かなり大きく、さらには断念せざるを得なくなるほど製造コストに重い負担となる。

【0013】

電子移動による劣化の問題を解決するために、超高集積回路に用いられたのと同じ、Al + 0.5% Cu、Al + 0.1% Cu + 0.15% Ti、Al + 0.5% Cu + 1% Siなどの合金を使用することも提案された。同様に、Taが12%の合金、またはTiとBの組合せ含有率が高い、したがって、TiB₂金属間化合物の析出物が豊富な（およそ500 ppm）合金、あるいはさらにNdが重量で10%の合金などの、隆起の出現を制限することのできる添加元素を多量に含む特殊合金の利用が提案された。

【0014】

しかしながら、含有物のある合金、すなわち耐熱性元素の含有率が高い、あるいは添加元素の含有率が高いこれらの合金は標的の製造の際に、その清浄度を増大させることを可能にする条件において、すなわち合金フィルム内のエッチングの際に食刻できない粒子の付着や化学的に異質なフィルムの形成などの、エッチングを阻害する欠点をその後防止するために必須である、気体および／または炭化物、窒化物および酸化物などの、非金属介在物の低い含有率と、巨視的にも微視的にも均質な組成という条件で、製錬および／または casting がきわめて困難になる。

【0015】

特に、反応性の高い、ネオジムなどの希土類を含有する合金は、酸化物、炭化物、などの有害な耐熱性介在物が存在しないことを同時に保証しながら製錬し、連続 casting で casting することがきわめて困難である。これらの介在物は、標的の使用の際に、局所的な微小アークの形成を、また結果的に、金属被覆フィルムの上、および中に粒子または小滴の付着を招き、それがその後エッチングの大きな欠陥を引き起こす。

【0016】

他方、含有された合金も、抵抗率を抑えようとすると存在が避けられない金属間化合物の析出物の存在によってエッチングがかなり困難になる。この困難は銅を含有する合金で特に発生する。実際、アルミニウムのエッチングに適した食刻剤はエッチングの食刻の際に合金内に存在する銅と反応し、揮発が困難で通常の洗浄溶剤に溶けにくい塩化物やフッ化

物などの化合物を生成する。くわえて、銅はエッチングの寸法に比較してそれらのサイズが大きいときにエッチングの障害になるような Al_2Cu の析出物を形成する。

【0017】

フィルムの均質性の基準も、基盤が大型になるにつれていっそう大きな重要性を持つ、なぜなら標的の寸法は一般的に基盤のそれに応じて大きくなるからである。実際、フィルムの均質性は、粒子の細かさ、標的の活性部分全体の中の組成の均質性と均一性に依存し、合金が含有されているとき大きな寸法の標的内では実現が困難になる。ところで、Taおよび TiB_2 を含有する合金のなどのように耐熱性添加物が含有された合金は完全溶融温度が極めて高く、鑄造品内の局部的分離なしに、合金元素の非常に均質の分布を保証するのに唯一適した、連続鑄造の従来の方法による大きな寸法のブランク鑄造の際に重大な問題が課される。

10

【0018】

くわえて、含有された合金の電気抵抗率は、金属被覆の後に熱処理した場合でも、純粋アルミニウムのそれよりもはるかに高い。実際、使用または予定されている合金の抵抗は熱処理の後でも一般的に $3\mu\Omega\cdot\text{cm}$ を超える。したがって、モニターを使用したときのエネルギー消費量はより大きくなり、とりわけ電池を電源とする可搬式システムの連続使用時間が減少することになる。抵抗が増大すると要素ピクセルのコマンドトランジスタを制御する電気パルスに対する応答遅延も増大することになり、それは高速の画像更新を必要とするビデオ平面スクリーンなどの用途分野では特に障害となる。

【0019】

20

最後に、これらの合金はたいいていの場合、製造コストが高くなりすぎて、断念せざるを得なくなる。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0020】

したがって、出願人は熱処理の際の隆起と穴の出現を大幅に減少させ、同時に純粋アルミニウムのそれに近い電気抵抗とエッチング条件を示し、組成の高い均質性と同様に、溶解気体と介在物の低い含有率を保証することのできる条件において容易に製錬できるようなアルミニウム合金を研究した。

【課題を解決するための手段】

30

【0021】

発明の説明

本発明の第1対象は電子回路の相互接続回路の実現のための陰極スパッタリング標的において、その活性部分、すなわち陰極スパッタリング作業の際に除去されることができる標的の部分が、電気抵抗が 20°C で $3\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 未満でありながら、再結晶温度が室温よりもはるかに高い、すなわち約 20°C よりもはるかに高い、銅と鉄を同時に含有する高純度のアルミニウム合金で構成されることを特徴とする標的である。

【0022】

もっと正確には前記高純度アルミニウム合金はアルミニウム以外の元素の総含有率が重量で0.1%未満であり、

40

- ・特に、CuとFeのような合金元素の含有率が、合金の再結晶開始温度が、 150°C 以上で、さらに好適には 200°C 以上となる含有率；
 - ・Cu含有率が好適には5ppm以上で、1000ppm以下であり、さらに好適には15ppm以上で、300ppm以下である；
 - ・Fe含有率が好適には2ppm以上で、60ppm以下であり、更に好適には3ppm以上で、30ppm以下である；
 - ・アルミニウム以外の元素、特に合金元素と不純物の含有率が、完全に再結晶した標本で測定したとき、合金の電気抵抗が 20°C で $2.85\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 未満になる含有率である；
- ことを特徴とする。

【0023】

50

「アニール」状態とも呼ばれる完全に再結晶した状態での抵抗は、好適には平面スクリーンモニターの製造の既知の方法で達する最高温度を超える、400℃以上の温度で30分以上熱処理した後測定される。

【0024】

再結晶温度は再結晶開始温度 T_c と呼ばれる温度を用いる、再結晶の開始によって、あるいは再結晶終了温度 T_f と呼ばれる温度を用いる、再結晶の終了によって定義される。以下の説明において、再結晶開始温度 T_c はそれを超えると圧延による83%の厚み減少（全体的変形 ϵ が2に相当）に相当する冷鍛を受けた標本がこの温度で15分間保持された後、10%を超える再結晶粒子を有する温度と定義され、再結晶終了温度 T_f はこの温度で15分間保持した後冷鍛粒子が90%を超える再結晶に至る最低温度と定義される。

10

【0025】

その研究の過程で、出願人は実際に意外なことに、極めて高い純度のアルミニウム合金が付着させたフィルムの表面に隆起を形成する傾向は、実際は再結晶現象に結びつけられるらしいことを発見した。隆起や穴の出現に至った合金の再結晶温度は一般的に200℃未満であり、したがって、金属被覆の通常温度未満かほぼ同じである。ただし、この関係の基礎にあるメカニズムはまだ解明されていない。

【0026】

本発明による合金の組成ならびに冶金学的状態は、したがって、電気抵抗を非常に低い値、かつ超純粋アルミニウムのそれにきわめて近い値、すなわち20℃で $3.0 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ よりはるかに低い、完全再結晶状態の標本で20℃で測定したとき、好適には $2.85 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下に維持することを可能にしながら、隆起の出現率とサイズを大幅に減少させるように、前記合金の再結晶開始温度 T_c が好適には150℃以上で、さらに好適には200℃以上になるようなものとする。

20

【0027】

出願人はさらに、合金要素としてFeとCuが、微量ではあるがそれぞれ重量で数ppmを超える量で同時に存在するとき純度が高いアルミニウムの再結晶化温度を大幅に引き上げることが可能であることを確認した（図1と2）。鉄と銅の間のこの相互作用は全く意外なものであり、それぞれが、別個に作用したときは、はるかに低い効果しかない。この様な振る舞いは再結晶化の従来の理論に従うものではなく、この分野で認められている事実に対応せず、例えば、固溶体のほとんど全ての元素は100ppm未満の濃度においてさえも大幅に、再結晶温度を上昇させるはずだという事実に対応しない（特にJ.E. Hatch刊行の "Aluminium-Properties and physical metallurgy" 1984,p.120参照）。

30

【0028】

本発明による合金の合金元素と不純物の含有率もエッチングの質を損なったり（特にその大きさがフィルム厚みの約15%を超えるとき）、これらのエッチング形成の障害を引き起こしたりする可能性のある析出物の形成の恐れがあるので制限される。

【0029】

透過型電子顕微鏡による顕微鏡検査によって、本発明による合金によって、つぎに400℃で熱処理された金属被覆フィルム内に存在する Al_2Cu の金属間化合物の析出物の数は、Cu含有率が1000ppm以下の場合には非常に低く、含有率が300ppm以下の場合には全く存在しないことがさらに明らかにされた。

40

【0030】

Fe含有率も、鉄の大半がアルミニウム内の固溶体内に残存し、 Al_3Fe および Al_6Fe などの、鉄の中に含まれるいくつかの析出物の数と大きさが限定されるように制限される。Feが60ppmを超えると、例えば、湿式エッチング作業の際に、アルミニウム合金内の相互接続が腐食する可能性が急激に増大することが認められる。この影響はFeが30ppmを超えるあたりから検出され始める。

【0031】

FeとCuの少ない含有率について、本発明の有利な変型によれば、合金はさらに合金元素としてSiを含有している。特に、Cu含有率が50ppm未満でFe含有率が20p

50

p p m未満のとき、S iの含有率が2 p p mと3 0 p p mの間に含まれるのが有利である。C u、F eとS iの含有率も、再結晶開始温度が1 5 0℃を超え、好適には2 0 0℃を超え、また2 0℃でアニール状態での抵抗が2 . 8 5 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下になるような含有率である。

【0 0 3 2】

実際、出願人は前述の値に制限されたF eまたはC uの含有率について、S iの存在が、わずかではあるが、再結晶温度の上昇に貢献することを認めた。例として、表1は、5 0 p p mと2 0 p p mにそれぞれ制限された銅と鉄の含有率について、不純物、すなわち合金元素F e、C uとS i以外の元素の総含有率が0 . 0 1 %未満のときの、珪素のわずかな含有の影響を示している。したがって、鉄と銅の低含有率で認められる珪素の補足効果は、鉄と銅の含有率がそれぞれ2 0 p p mと5 0 p p mに達したときに弱まる。

【0 0 3 3】

【表1】

表 1

含有率 (重量 p p m)			T c (℃)	T f (℃)
F e	C u	S i		
0	5 0	0	1 3 0	2 2 0
0	5 0	1 0	1 6 0	2 6 0
5	2 5	0	1 8 0	2 7 0
5	2 5	1 0	2 0 0	3 0 0
2 0	5 0	0	2 6 0	3 2 5
2 0	5 0	1 0	2 6 0	3 2 5

【0 0 3 4】

本発明の有利な変型によれば、スパッタリング標的の粒子寸法の十分な精錬を保証し、それによって標的の活性部分の摩耗表面を均一化するように、合金製錬方法は、好適には、合金内のチタン含有率が2 0 p p mと8 0 p p mの間で、硼素の含有率が4 p p mを超え、Bの含有率が、T i / B重量比が2 . 5と1 0の間に含まれるような含有率であり、精錬元素としてのT iとBの同時添加によって構成される精錬を含む。

【0 0 3 5】

本発明の別の変型によれば、合金は本発明による合金製の相互接続回路と併置された他の層の間の界面と接着特性、相互接続の耐食性、および必要に応じて相互接続の表面に形成された酸化アルミニウム層の誘電力を特に向上させることを可能にする、5 p p mを超え、0 . 0 5 %未満の含有率で、希土類などの、補足合金元素を含んでいる。

【0 0 3 6】

不純物、すなわち合金および精錬元素以外の元素の総含有率は、サイズが1 0 μm をこえる金属間化合物の析出物の形成のいっさいの恐れを防止するように、また固体アルミニウムにきわめて溶けやすい元素については、合金の抵抗を下げるように、好適には0 . 0 1 %未満である。

【0 0 3 7】

好適には、本発明による合金のアルカリ不純物 (L i、N a、K、R b、C s) の総含有率は0 . 0 0 0 5 %未満である。アルカリ性不純物含有率は、他の材料との界面に向かう、特に相互接続線に沿った、それらのきわめて高速の転移という事実のためにそれらが持つことのあるきわめて有害な影響によって制限される。

【0038】

本発明による合金は合金元素と、場合によっては、選択された精錬元素を好適には4Nを超える（すなわち、アルミニウムが99.99%を超える）、さらに好適には4N7を超える（すなわちアルミニウムが99.997%を超える）極めて高い純度のアルミニウムマトリックスに添加することによって得ることができる。

【0039】

本発明による標的の活性部分は有利には本発明による合金製のアルミニウム板の圧延によって得られる。金属の大きな等方性が得られるように、すなわち構造を除去して、そのことは標的の表面上の均一な摩耗速度を助長するが、圧延条件は再結晶化が圧延の間に、すなわちもっと正確にはアルミニウム板が圧延ロールの間を通過する際に、あるいは通過の直後に実施されるような条件とする。この圧延の際の再結晶化は好適には、 T_f が合金の再結晶終了温度であるとき $T_f + 50^\circ\text{C}$ を超える温度で圧延を実施することによって得られる。圧延は好適には交差して実施され、圧延のそれぞれのパスによって厚みが20%以上減少する。くわえて、好適にはそれぞれのパスの間の待機時間はアルミニウム板の少なくとも50%以上の再結晶化を可能にする。

10

【0040】

好適には本発明による標的の再結晶化後の活性部分は、大きさが0.7mmを超える内部の裂け目がいっさいなく、陰極スパッタリング作業の際に除去されることができる金属の1立方デシメートルあたり200 μm を超える大きさの内部の裂け目が10未満である。これらの制限によって、陰極スパッタリングによる金属被覆化の作業中に起こる標的から引き剥がされた粒子と小滴の再付着によって引き起こされるエッチングの欠陥の出現の頻度が、全く十分なレベルで維持される。

20

【0041】

標的の活性部分の内部健全性、すなわち内部の裂け目の数と大きさは有利には超音波検査によって好適には出願人の名義のフランス特許出願第96 01990号によって周知の方法に従って8MHz以上の周波数で評価される。

【0042】

さらに好適には、再結晶化後の活性部分は、組成の面でも厚みの面でも付着させたフィルムの均質性が十分であるように、および、標的の活性部分の非常に均一な摩耗が得られるように、粒子の寸法が2mm未満である。

30

【0043】

本発明はさらに電気相互接続回路であって、本発明によるアルミニウム合金製の相互接続層を1つ以上備え、前記層が好適には本発明による標的から陰極スパッタリングによって得られ、そのために、優れたエッチング適性と純粋アルミニウムに近い低い固有抵抗を温存しながら、非合金アルミニウムのそれに対してきわめて改善された再結晶耐性を示すことを特徴とする層も対象とする。

【図面の簡単な説明】

【0044】

【図1】再結晶開始温度 T_c に対する本発明によるアルミニウム合金のCu、およびFe含有率の影響を示している。CuとFe以外の元素の総含有率は0.01%以下である。

40

【図2】再結晶終了温度 T_f に対する本発明による合金のCuおよびFe含有率の影響を示している。CuとFe以外の元素の総含有率は0.01%以下である。

【発明を実施するための形態】

【0045】

実施例1

Feの含有率が8ppm、Cu含有率が40ppmになるようにわずかな量のFeとCuを添加した純度が99.998%の精製アルミニウムからアルミニウム合金約4.6トン、電気加熱炉内で、製錬した。得られた合金は9ppmのSiも含有していた。

【0046】

得られた合金をつぎに断面が500mm×1055mm、長さが3200mmの圧延板の

50

形に鑄造した。鑄造の間、合金は、熔融水素と介在物の含有率を下げるように連続した2つのポケット内を通して処理した。第一のポケットは出願人が開発したALPUR法（登録商標）による、アルゴン注入ローターを備えたガス抜きポケットであった。第二のポケットは同じく出願人が開発し、PECHINEY DBF（Deep Bed Filter）という名前で知られている方法による、平板状アルミナの砂利の深床式濾過ポケットであった。

【0047】

次に、板は板の脚部と頭部の隆起部分を除去するように裁断され、その長さは2400mmに調整された。

【0048】

また、固化金属のマクロ組織構造と気体含有率を検査するために、板の頭部と脚部で、鑄造軸に垂直に薄片が採取された。これらの試験から、極めて粗大なマクロ組織構造（すなわちセンチメートル大の断面の、固化の前面に対して垂直に沿った粒子）と、製品の芯に収縮した軽い多孔性と、0.07ppm未満の水素含有率が明らかになった。

【0049】

この様に裁断されたこの板の大きな面はつぎに、鑄造表面層と斑状組織の表面層部分をそこから除去するように、面あたり約8mmをフライス削りによって剥がした。この様に剥がされた板はつぎに気体の再混入を防止しながら顕微鏡レベルでその組成を均質化するように乾燥雰囲気内で電気炉内で580℃に32時間おいて均質化された。この板はつぎに炉内で、環境空気にさらして、500℃まで冷却し、可逆式圧延機の送り台の上に置き、その厚みが75mmに減少するまで、数回のパスで、鑄造軸に平行に圧延した。この圧延の最初の段階が終わった後、帯の温度は約460℃であった。

【0050】

長さが約15.50mの、圧延の作業が終わった帯は、つぎに帯の頭部と脚部の25cmの帯を除去した後、長さが1mの断片にせん断によって切り分けられた。

【0051】

それぞれの断片の大きな面に垂直な軸の周囲で90度回転した後、これらの断片のそれぞれは、その厚みが12.5mmに減少するまで、先の圧延方向に垂直な圧延方向にそって（いわゆる「交差」圧延）、複数のパスで高温で直ちに再圧延した。圧延のこの第二段階が終わったとき、帯の温度は、圧延パスの程度に応じて、370℃と410℃の間であった。

【0052】

この様にして得られた厚み12.5mm、幅1000mm、長さ6.3mの15の帯を、後で陰極スパッタリング標的に加工できるような、厚み12.5mm、幅1000mm、長さ900mmの90のアルミニウム板が得られるように剪断によって再度切断した。

【0053】

再結晶温度の測定は初期の精製アルミニウム上とCuとFeを添加した後得られた合金上で実施した。これらの測定によって、一方では初期精製合金の再結晶開始温度および再結晶終了温度が25℃未満であり、他方では得られた合金の再結晶開始温度および再結晶終了温度がそれぞれ250℃と320℃であることが確認できた。

【0054】

アルミニウム板標本に対する顕微鏡検査も実施して、得られたアルミニウム板の粒子の大きさが均質から微細で、大きな面に平行に2mm未満であり、これに平行に平坦化されていることがわかった。比較すると、鑄造軸に平行に圧延しただけの帯では圧延方向に沿った粒子が最大3mmに達し、さらに圧延構造の残留、すなわち圧延方向に偏った配向が認められた。

【0055】

補足的顕微鏡試験では金属間化合物の析出物がないことがわかった。

【0056】

アルミニウム板から採取した再結晶標本で、20℃で測定した、金属の抵抗は2.70μΩ・cmを超えなかった。

【0057】

これらの圧延、切断、ついで冷却作業の後で、それぞれのアルミニウム板は周波数10MHzで、浸漬超音波検査にかけ、記録した超音波反響を直径300μmの平坦な底のそれと比較した。これらの測定によってアルミニウム板を検査した金属の1立方デシメートルあたり200μmを超える等価サイズの反響数によって、10を超える反響を示すもの（8枚）、2から10の反響を示すもの（27枚）、2未満の反響を示すもの（55枚）の3つの区分に分類することができた。

【0058】

これらの試験に続いて、これら3つの区分のそれぞれから1枚のアルミニウム板を採取し、厚みを10mmに減らすためにダイヤモンドのツールで表面加工し、ついで最終的な板の寸法が790mm×880mm×10mmになるように側面を加工した。これらの板を、陰極スパッタリング標的製作の既知の技術によって、電氣的接続媒体および冷却媒体に接続した。

10

【0059】

これら3つの標的は、非常に高い（5N）のアルミニウムベースの相互接続の製造に通常用いられる技術に従って、平面スクリーンの生産に適した寸法550×650mmのガラス基盤の金属被覆に用いられた。付着の間の基盤温度は200℃、すなわちTc未満であり、不動態化は320℃で、すなわちTcに近い温度で実施された。

【0060】

光学顕微鏡検査による、製造検査でこのとき、試験にかけた3つの標的について、隆起出現頻度は、FeとCuをそれぞれ2ppm未満含有する超高純度のアルミニウム製の標的によって金属被覆したモニターについて観察された頻度のおよそ2分の1未満であり、特にこれらの隆起の高さが大幅に減少し、最大高さが0.5μmから0.2μmになることが示された。くわえて、本発明によるアルミニウム合金フィルムの粒子サイズは大幅に小さくなり、非ドーピング5Nアルミニウムで観察されたもののおよそ3分の1になった。

20

【0061】

高さが0.2μmに満たない隆起はスクリーン製造作業の後工程に完全に許容できるものと見なされ、反対に高さが0.3μmを、さらには0.4μmを超える隆起は致命的であることが多いが、それはアルミニウム合金または純粋アルミニウム製の相互接続の表面に後から付着または形成されるフィルムの厚みを超えるからである。

30

【0062】

しかしながら第一の区分に属する（すなわち活性部分の1立方デシメートルあたり200μmを超える寸法の欠陥を10以上含む）標的から製造したモニターは、他の2つの標的から製造したモニターのそれをはるかに超える数のエッチング欠陥を示し、そのため10%を超える製造されたモニターが不良品になった。これらのエッチング欠陥は、金属被覆作業の際に微小アークが出現して標的から引き剥がされた液滴が、アルミニウムフィルムの上に、再付着したことに結びつけられた。

【0063】

実施例2

鑄造の際のアルミニウム合金製錬手順を除いて、実施例1と同じ条件で試験を実施した。

40

【0064】

鑄造の際に、重量で5%のTiと1%のBを含有する高純度アルミニウム合金線を用いて、液体金属内に連続してBとTiの添加を実現した。ワイヤ導入速度は鑄造合金内のTi含有率が50ppm程度、Bの含有率が10ppm程度になるように調整した、すなわち鑄造金属1トンあたり1kgの合金ワイヤを導入した。

【0065】

粗板の両端の裁断の際に採取したマクロ組織薄片から、このとき前述の実施例よりもはるかに微細な金属の顆粒構造と板の中心部分の収縮した孔の大幅な減少が明らかになった。

【0066】

圧延の後で、実施例1と同一の条件で、アルミニウム板の粒子はやはりより微細であり、

50

その直径はどの方向でも 1 mm を超えなかった。アルミニウム板の標本で測定した抵抗は 20℃で 2.80 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ を超えなかった。さらに、超音波検査では製造した 90 枚の アルミニウム板 中の 2 枚だけが金属 1 立方デシメートルあたり 200 μm を超える等価なサイズの 10 を超える反響を示した。

【0067】

実施例 1 と同一の手順に従って、この合金から製造し、おなじく同一の条件で試験した標的で得られた結果は、隆起出現頻度とそのサイズに関して若干改善され、これと平行して、400℃で不動態化処理した後のフィルムの粒子のサイズもより小さくなることが確認された。

【0068】

これらの試験から微量の B と T i を同時に添加する精錬は、本発明が対象とする特徴を温存しながら、さらにはそれらを若干改善しながら、内部の裂け目の数とサイズに関して満足できる アルミニウム板 の比率を大幅に増加させることを可能にすることが示された。

【発明の効果】

【0069】

利点

したがって、出願人が実施した試験は、意外なことに、また既知の教示とは反対に、きわめて低い電気抵抗と大きなエッチング適性を始めとして、超高純度アルミニウムに近い使用特性を示しながら、これらの合金から陰極スパッタリングによって得られたフィルムの表面の隆起と穴の出現を大幅に制限することを可能にする、特定の元素をわずかに含むアルミニウム合金の成分変化を設計することが可能であることを示している。

【0070】

微量ではあるが、それぞれ重量で数 ppm を超える量の F e と C u が同時に存在することによって、電気抵抗を非常に低く、超高純度アルミニウムのそれにきわめて近い値、すなわち 20℃で 3.0 $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ よりはるかに低い値に維持することを可能にしながら、きわめて純粋なアルミニウムに対して再結晶温度の大幅な上昇との関連して、隆起の出現率とサイズを大幅に減らすことを可能にする。

【0071】

本発明による標的は技術を変更することなしに陰極スパッタリングによる金属被覆の既知の方法に使用が可能であり、超高純度のアルミニウムに使用される条件と同じ条件でエッチングを可能にする。

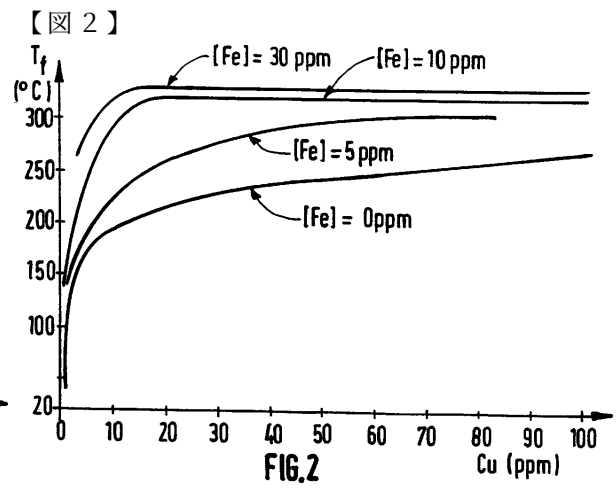
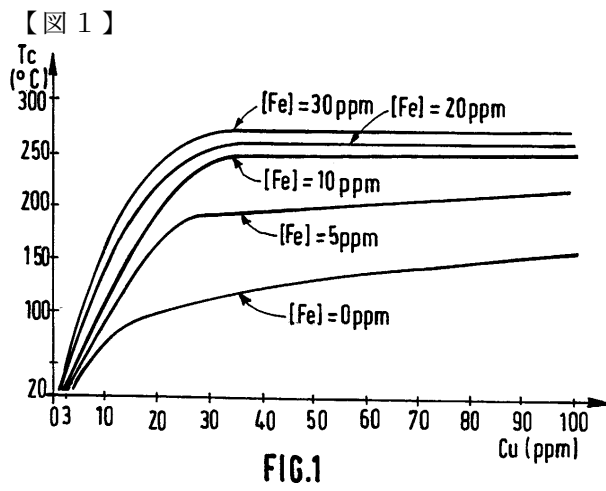
【0072】

本発明による相互接続回路は、隆起形成に対する高い耐性のほかに、非合金の超高純度アルミニウムで得られる抵抗と同等の電気抵抗を示し、非常に微細な粒子を有し、再結晶温度が高いので超純粋アルミニウム（5 N を超える）のそれよりも優れたこの微細さでの耐熱性を提供する。

10

20

30



フロントページの続き

(72)発明者 シュナル, ブリュノ
フランス共和国, エフー 3 8 9 6 0 サンーティエンヌードゥークロッセイ, ロティッスマン
リヴォワール

合議体

審判長 山田 靖

審判官 植前 充司

審判官 大橋 賢一

(56)参考文献 特開平 4-9 4 6 6 (J P, A)
特開昭 6 2-2 3 5 4 5 1 (J P, A)
特開平 6-7 6 3 6 0 (J P, A)
特開平 4-2 4 6 1 7 0 (J P, A)
特開平 6-2 9 9 3 4 2 (J P, A)
特開平 9-2 2 9 9 1 3 (J P, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., D B名)
C23C14/00-14/58