

# 一种钽靶材织构评价方法的模型构建

汪 凯<sup>1,2</sup>, 钟景明<sup>1,2</sup>, 李兆博<sup>2</sup>, 焦红忠<sup>2</sup>, 宿康宁<sup>2</sup>, 王 莉<sup>2</sup>, 马小文<sup>2</sup>

(1. 稀有金属特种材料国家重点实验室, 宁夏 石嘴山 753000;

2. 中色(宁夏)东方集团有限公司, 宁夏 石嘴山 753000)

**摘 要:** 研究了一种钽靶材织构评价方法模型, 关注{100}、{110}、{111}三种面织构的组份含量和分布均匀性, 并对三种织构进行了定义, 规定晶界角度定义为 $\leq 2^\circ$ , 组份含量取与标准织构取向差小于 $15^\circ$ 的晶粒的百分含量; 同时, 对取样方法与测试方法进行了规定, 依据本模型, 可通过织构分布折线图、 $15^\circ$ 取向图和 IPF 图来对钽靶材单点与整靶织构分布情况进行综合评价。

**关键词:** 钽靶材; 织构评价; 方法构建

**中图分类号:** TG372 **文献标识码:** A

DOI:10.19515/j.cnki.1003-1545.2017.04.009

## Model Establishing of an Evaluation Method for Tantalum Target Texture

WANG Kai<sup>1,2</sup>, ZHONG Jingming<sup>1,2</sup>, LI Zhaobo<sup>2</sup>, JIAO Hongzhong<sup>2</sup>,  
SU Kangning<sup>2</sup>, WANG Li<sup>2</sup>, MA Xiaowen<sup>2</sup>

(1. NRMMI State Key Laboratory of Special Rare Metal Materials, Shizuishan 753000, China;

2. CNMC NingXia Orient Group Co., Ltd., Shizuishan 753000, China)

**Abstract:** The model of an evaluation method for tantalum target texture was established, and component contents and distribution uniformity of {100}, {110} and {111} textures were investigated, and the grain boundary angle was decided to be no more than  $2^\circ$ . Texture contents were the percent of grains with the standard texture orientation deviation less than  $15^\circ$ . Meanwhile, sampling method and testing method were regulated. According to the model, single-point texture distribution and multi-point texture distribution could be evaluated by statistical chart,  $15^\circ$  orientation graph and IPF coloring map.

**Keywords:** tantalum target; texture evaluation; method establishment

物理气相沉积(PVD)是半导体芯片生产过程中最关键的工艺之一,溅射靶材就是用于上述工艺中的一个非常重要的关键耗材,常见的溅射靶材有高纯度的 Al、Ti、Ta 和 Cu 等金属。在 130 nm 制程后,与低介电系数介质相结合的铜互连技术逐步代替铝互连,钽靶材(此处指钽靶坯,英文 Blank,下文同)作为用于制备防止 Cu 原子向存储单元 Si 扩散的阻挡层薄膜材料被引入半导体行业,开始大量应用。随着半导体芯片技术的

快速发展,集成电路集成度不断提高,线宽越来越窄,晶圆尺寸愈来愈大,对钽靶材的性能要求也相应提高。特别是在钽靶材织构方面,行业内主要关注{100}、{110}、{111}三种织构,因这三种织构在溅射成膜时溅射速率不同,在织构组份比例不同或分布不均的情况下,溅射时会导致成膜厚度的均匀性波动,进而影响电阻率的均匀性,达不到半导体行业使用要求,因此,钽靶材织构组份比例和分布均匀性成为钽靶材性能的核心

收稿日期: 2017-02-28

基金项目: 国家 02 重大科技专项《300 mm 硅片工艺用溅射靶材研发与产业化》(2009ZX02031)

作者简介: 汪凯, 1976 年生,男,硕士,高级工程师,研究方向: 钽、铌及其合金的制品、靶材加工工艺与组织性能研究,重点在钽靶坯织构控制领域。E-mail: wangk@cnmnc.com。

心点。

初期,在 130 nm、90 nm 等制程时,配线宽度相对较宽,钽靶材溅射镀膜时,因织构组分比例不匹配和织构分布不均引起的溅射速率变化,进而导致的膜厚不均和电性能变化,在一定范围内,是可以接受的;但随着制程的进步,特别是进入 45 nm 制程以后,配线宽度愈来愈窄,整个薄膜的电性能对钽溅射薄膜厚度的变化越来越敏感,对溅射速率变化要求提高,这就要求钽靶材的织构组分比例要匹配、织构分布更均匀。

但是,对于钽靶材织构的具体取样与测试方法、织构组份比例评判原则、织构分布均匀性评判原则等问题,就目前世界范围内仅有的几家钽靶材制造商而言,因对其自身方法有严格的技术封锁,不得而知,国内也没有具体的方法;钽靶材织构评价方法的缺失,严重影响到钽靶材的技术交流、产品研发和市场开发,亟待建立一种钽靶材织构评价方法模型。本文立足于钽靶材实际生产与技术研发实践,在钽靶材织构研究已取得成果的基础上,参考行业内极少量关于钽靶材织构评价方法的信息,构建了一种钽靶材织构评价方法,主要针对具体

取样与测试方法、织构组份比例评判、织构分布均匀性评判进行了探究和规定。

## 1 织构定义

### 1.1 晶体取向和织构

根据初始取向  $e$  的定义描述,其示意图见图 1,依据一般的取向  $g$  的定义描述,其示意图见图 2。将一具有  $e$  取向的晶体坐标系,按照规则做转动,使其和材料内一个晶粒 A 的晶体坐标系重合,这样,转动之后的晶体坐标系就具有 A 晶粒晶体坐标系的取向。取向描述了物体从起始状态出发相对于参考坐标系的转动状态,因此,晶体取向表达了基本的晶体坐标系在一参考坐标系内排布的方式<sup>[1]</sup>。可以用具有初始取向  $e$  的晶体坐标系达到实际晶体坐标系时所转动的角度 ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ) 表达该实际晶体的取向(见图 3),与之对应,人们通常用晶体的某晶面、晶向在参考坐标系中的排布方式来表达晶体的取向,在立方晶体轧制样品坐标系中用  $(hkl) [uvw]$  来表达某一晶粒的取向,其中晶粒的取向特征为  $(hkl)$  晶面平行于轧面,  $[uvw]$  方向平行于轧向(见图 4)。

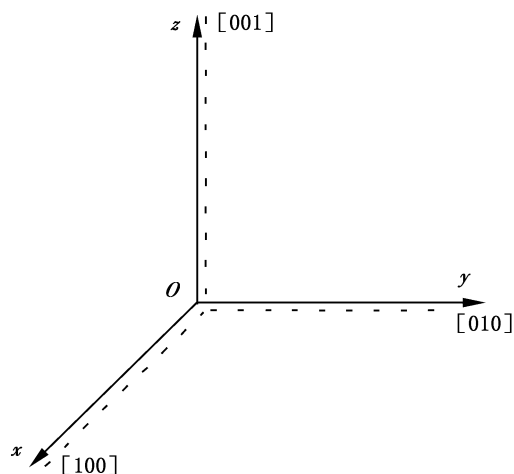


图 1 初始取向  $e$

Fig. 1 Initial orientation  $e$

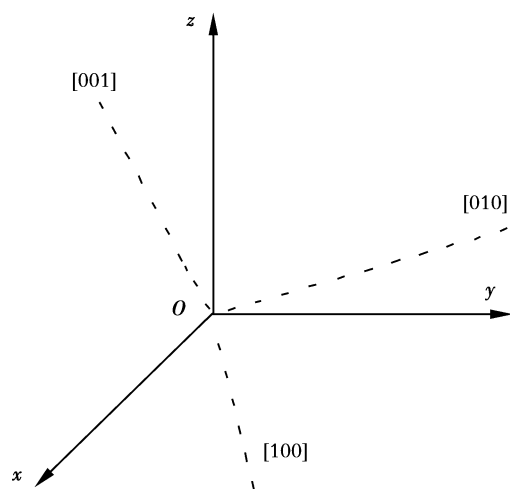


图 2 一般取向  $g$

Fig. 2 General orientation  $g$

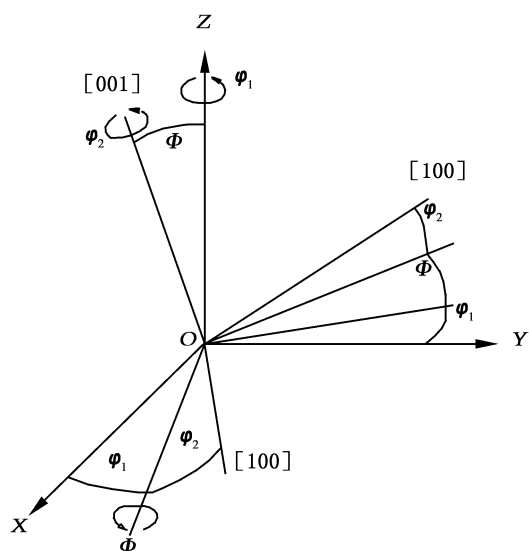


图 3 晶体取向的欧拉转动

Fig. 3 Crystal orientation's euler rotation

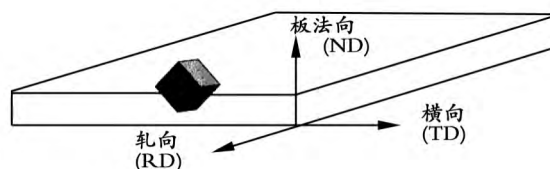


图 4 晶体取向

Fig. 4 Crystal orientation

当多晶体各晶粒的取向聚集到一起时,多晶体内就会表现出织构现象。一般认为,材料中大量晶粒取向集中分布在某一或者某些取向

位置附近时,这一现象称为择优取向。具有择优取向现象的多晶体取向结构,称之为织构(见图 5)。

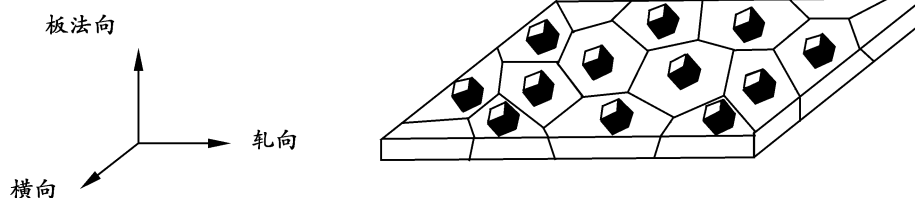


图 5 板材织构

Fig. 5 Sheet texture

## 1.2 钽靶材织构

作为 BCC 金属,钽靶材最后是通过轧制工序完成压力加工的。在轧制时,材料晶体既受拉应力又受压应力,使得某些晶体学方向平行轧向,某些晶面平行于轧面,形成的织构称为板织构,常以  $\{HKL\} \langle UVW \rangle^{[2]}$  表示。但是,由于钽靶材使用时,通过对平行于轧面的平面进行溅射,所以行业内按照面织构来处理,只关注平行于轧面的晶面,不关注其晶向。因此,按照行业惯例,只关注  $\{100\} // ND$ ,  $\{110\} // ND$ ,  $\{111\} // ND$  三种织构情况。统计织构组份含量时,晶界角度定义为  $\leq 2^\circ$ ,组份含量取与标准织构取向差小于  $15^\circ$  的晶粒的百分含量(见图 6)。

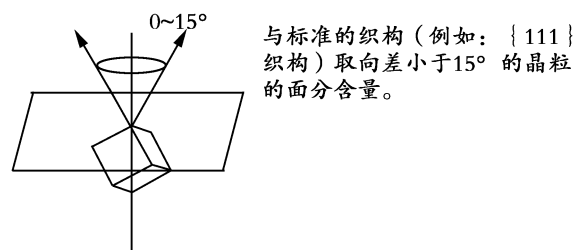


图 6 织构组分定义

Fig. 6 Sub-definition of texture component

## 2 取样制样

按照图 7 的方法从靶材边缘位置切去 1

块测试样,按照图 8 的方法进行标注,其中轧制面法向为 ND 向(其垂面为 N 面),轧制方向为 RD 向(其垂面为 R 面),垂直于轧制方向为 TD 向(其垂面为 T 面)。

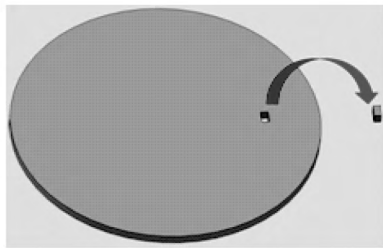


图 7 取样示意图

Fig. 7 Sampling demo

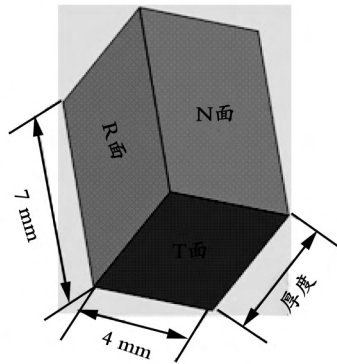


图 8 样品标注示意图

Fig. 8 Marking demo on the sample

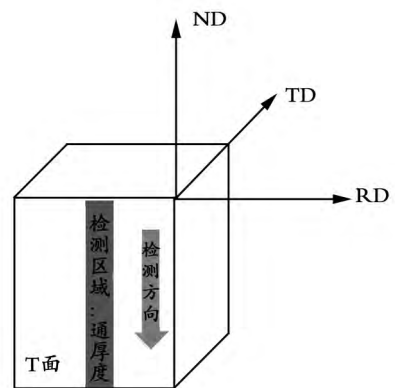


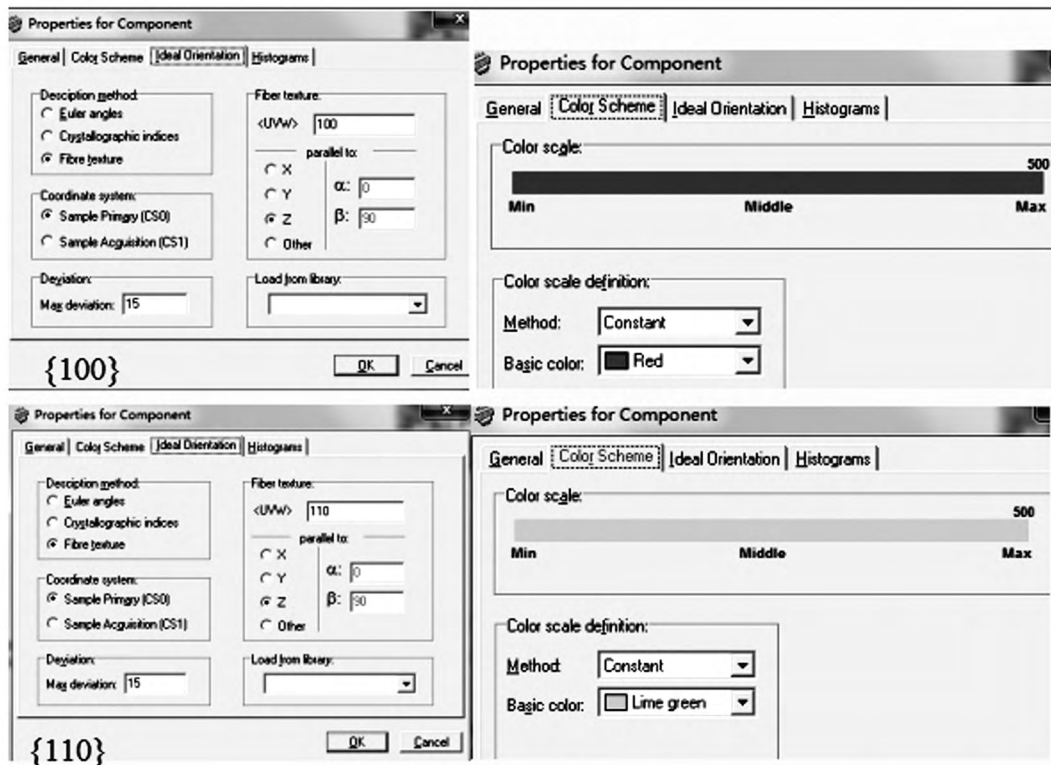
图 9 样品 EBSD 扫描测试示意图

Fig. 9 Demos. of sample EBSD scan inspection

## 3 织构测试

按照图 9 的方法在 T 面沿厚度方向进行全

厚度电子背散射衍射分析(简称 EBSD)测试。软件中三种织构设置见图 10(本文图中依次用深黑、灰色、浅灰颜色表示)实际图像显示为红、绿、兰颜色,反极图(简称 IPF 图)设置见图 11。



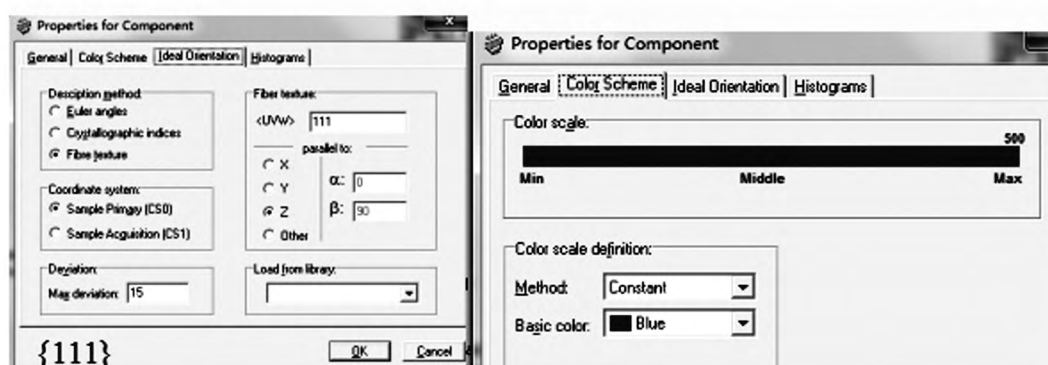


图 10 三种织构设置

Fig. 10 Setting for three textures

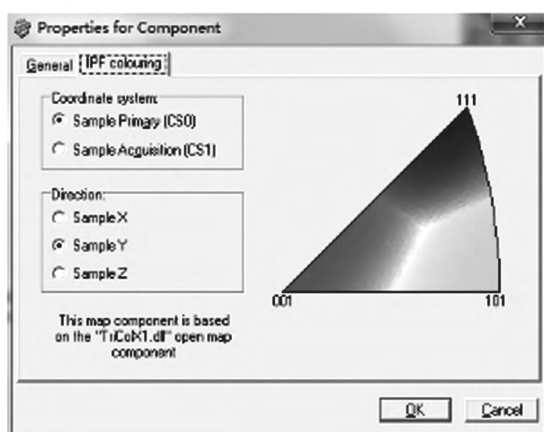


图 11 IPF 图设置

Fig. 11 Setting for IPF coloring map

## 4 织构评价

### 4.1 钽靶材单点位置织构分布评价

在钽靶材某一位置取样,进行 EBSD 测试,将所有扫描区域数据进行处理,然后将各扫描区域按照顺序拼接在一起,形成钽靶材通厚度 15° 织构组份统计图、15°取向图及 IPF 图。表 1 为钽靶材通厚度各扫描区域 15° 织构组份含量,图 12 为钽靶材通厚度 15° 织构组分统计图,图 13 为钽靶材通厚度织构 15°取向图(其中图像显示实际是红色代表{100} 织构,绿色代表{110},蓝色代表织构{111} 织构,本文中依次用深黑、灰色、浅灰颜色表示),图 14 为钽靶材通厚度织构分布 IPF 图。

表 1 钽靶材通厚度各扫描区域 15° 织构组份含量

Table 1 15° texture proportion of each scanning area along the thickness direction

| 位置                    | 平均晶粒尺寸/ $\mu\text{m}$ | {100} 织构        | {110} 织构 | {111} 织构 |
|-----------------------|-----------------------|-----------------|----------|----------|
| 沿<br>厚<br>度<br>方<br>向 | 1                     | 33.921 ± 20.519 | 28.8     | 3.97     |
|                       | 2                     | 32.175 ± 19.39  | 21.4     | 2.7      |
|                       | 3                     | 34.333 ± 20.495 | 22.6     | 3.37     |
|                       | 4                     | 35.593 ± 21.482 | 29       | 3.78     |
|                       | 5                     | 37.552 ± 23.861 | 22.1     | 1.89     |
|                       | 6                     | 37.434 ± 22.675 | 27.8     | 3.76     |
|                       | 7                     | 37.248 ± 24.259 | 41.3     | 2.33     |

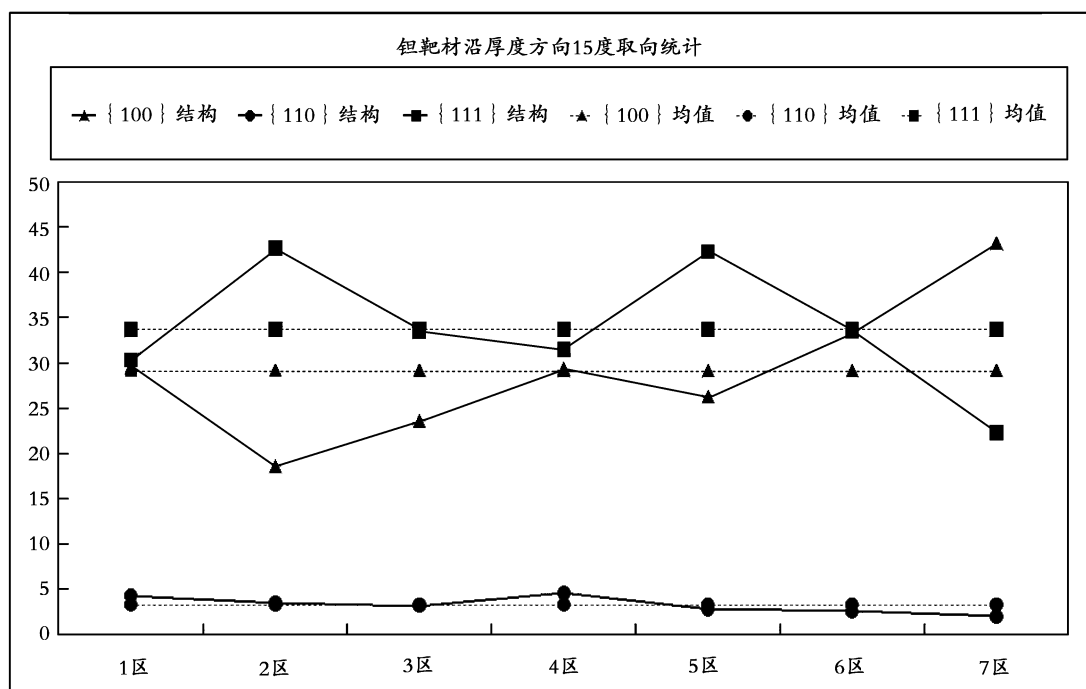


图 12 钽靶材通厚度 15° 织构组分统计图

Fig. 12 Statistical chart of 15° texture proportion for tantalum target along the thickness direction

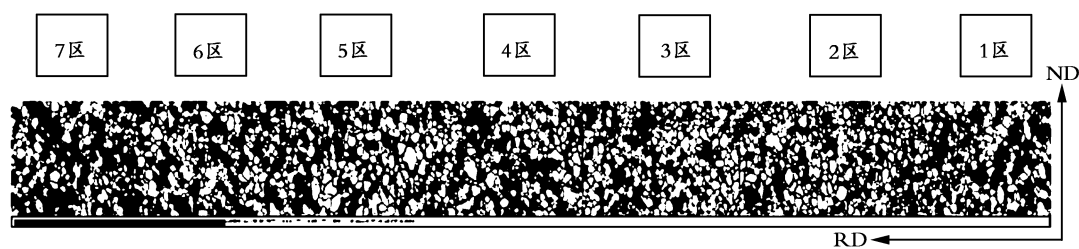


图 13 钽靶材通厚度织构 15° 取向图

Fig. 13 15° Orientation figure of tantalum target

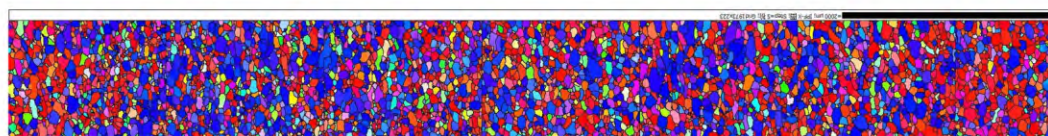


图 14 钽靶材通厚度织构分布 IPF 图

Fig. 14 IPF map of tantalum target along the thickness direction

上述是在钽靶材某个单点位置取样,通过测试织构,来表征钽靶材此位置沿厚度方向织构组分比例及分布均匀性;通过表 1、图 12、图 13、图

14 可反映钽靶材此位置织构分布情况;随着对钽靶材织构要求的提高,要求在单点位置, {100}、{110}、{111} 三种织构比例分布均匀,而且各组

份比例要与溅射机台的 Base line 靶材一致。

#### 4.2 钽靶材整靶织构分布评价

按照图 15 所示位置进行整靶多点织构分析,来评价整靶织构分布情况,同样要求多点处  $\{100\}$ 、 $\{110\}$ 、 $\{111\}$  三种织构比例分布均匀,而且比例组份要与溅射机台的 Base line 靶材一致。图 16 为整靶多点  $15^\circ$ 取向分布图,从图中可看出,整靶织构分布较均匀,以  $\{100\}$  为主。

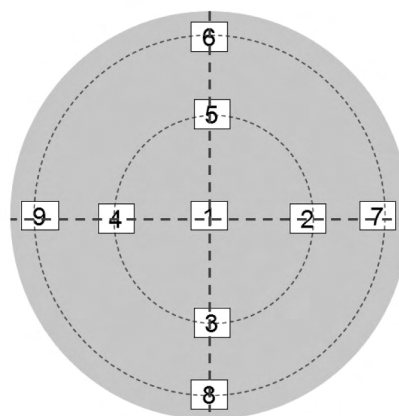


图 15 钽靶材整靶织构分布评价取样图

Fig. 15 Sampling demo of tantalum target multipoint texture analysis

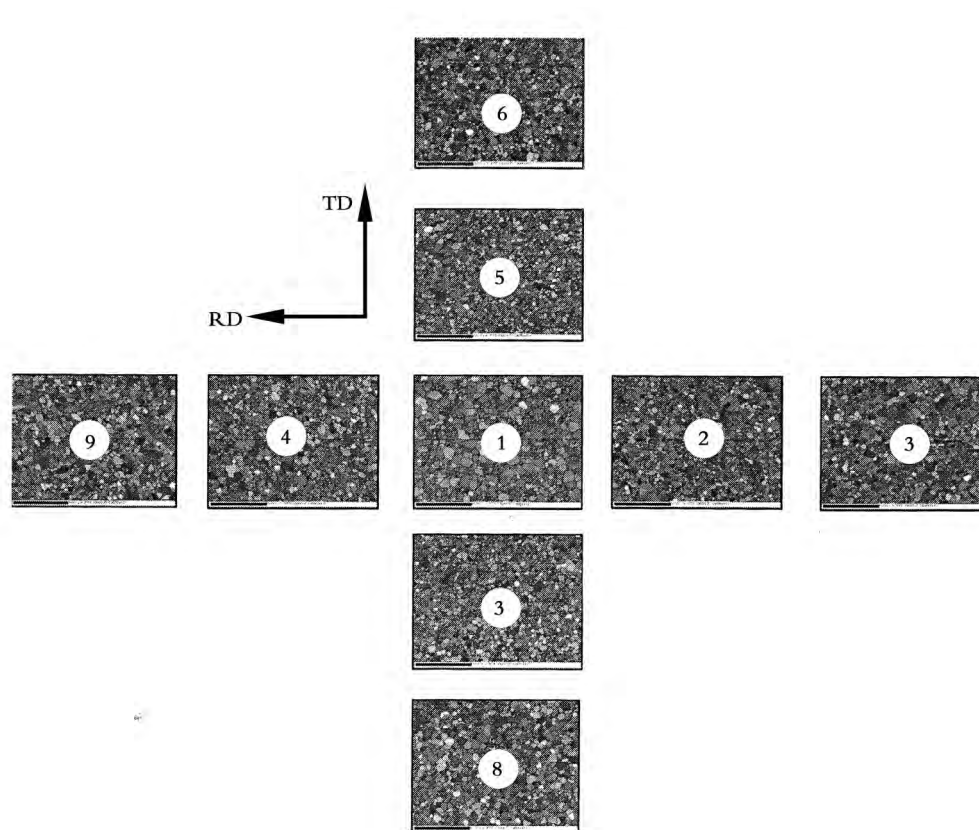


图 16 钽靶材整靶多点  $15^\circ$ 取向分布图

Fig. 16  $15^\circ$  Orientation distribution figure of tantalum target multipoint texture

## 5 结论

(1) 本文论述了建立一种钽靶材织构评价方法模型的必要性,半导体工艺制程进步对钽靶材织构要求提高,进行更为严格的钽靶材织构评价是建立模型的推动力;

(2) 研究小组以实际生产实践和织构研究成果为基础,构建了一种钽靶材织构评价方法模型,关注 $\{100\}$ 、 $\{110\}$ 、 $\{111\}$ 三种面织构,规定晶界角度定义为 $\leq 2^\circ$ ,组份含量取与标准织构取向差小于 $15^\circ$ 的晶粒的百分含量,规定了取样方法与测试方法;

(3) 依据本方法模型,可通过织构分布折线图、 $15^\circ$ 取向图和 IPF 图来对钽靶材单点与整靶织构分布情况进行评价。

### 参考文献:

- [1] 毛卫民. 材料的晶体结构原理[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2007.
- [2] 杨平. 电子背散射衍射技术及其应用[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2007.
- [3] 张悦. 典型金属的剧烈塑性变形成组织性能演变[D]. 南京: 南京理工大学, 2010.
- [4] 杨平. EBSD 技术在微织构分析中的应用[J]. 中国体视学与图像分析, 2005(4): 211—224.
- [5] 刘志民, 罗俊锋, 王俊忠, 等. Al 互连线和 Cu 互连线的 EBSD 分析[C]. 2005 年全国计算材料、模拟与图像分析学术会议论文集, 河北省北戴河: 2005: 441—442.
- [6] 王海, 赵西成, 杨西荣, 等. EBSD 分析技术在 ECAP 变形材料研究中的应用[J]. 热加工工艺, 2012(3): 73—75.

(编辑: 张迎元)