

一种钽靶材织构评价方法的模型构建

汪 凯^{1,2}, 钟景明^{1,2}, 李兆博², 焦红忠², 宿康宁², 王 莉², 马小文²

(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≤2°, 组份含量取与标准织构取向差小于15°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°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^{1,2}, ZHONG Jingming^{1,2}, LI Zhaobo², JIAO Hongzhong²,
SU Kangning², WANG Li², MA Xiaowen²

(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°. Texture contents were the percent of grains with the standard texture orientation deviation less than 15°. 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°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

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，因组织组分比例不匹配和组织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，这就要求钽靶材的组织组分比例要匹配、组织分布更均匀。

但是，对于钽靶材组织的具体取样与测试方法、组织组份比例评判原则、组织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；钽靶材组织评价方法的缺失，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组织评价方法模型。本文立足于钽靶材实际生产与技术研发实践，在钽靶材组织研究已取得成果的基础上，参考行业内极少量关于钽靶材组织评价方法的信息，构建了一种钽靶材组织评价方法，主要针对具体

取样与测试方法、组织组份比例评判、组织分布均匀性评判进行了探究和规定。

1 组织定义

1.1 晶体取向和组织

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参考坐标系内排布的方式^[1]。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）。

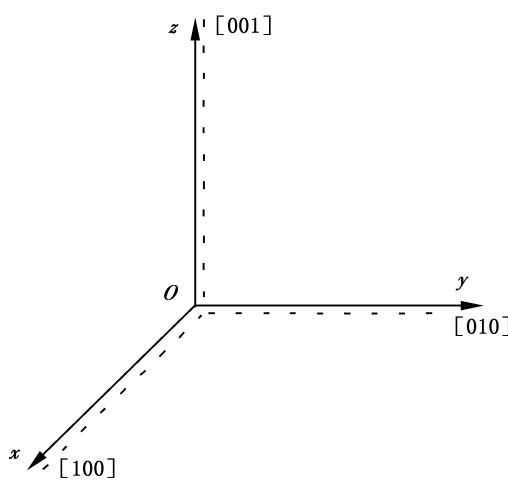


图1 初始取向 e

Fig. 1 Initial orientation e

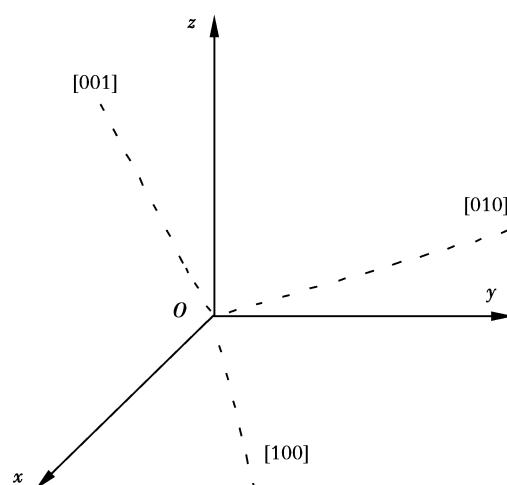


图2 一般取向 g

Fig. 2 General orientation g

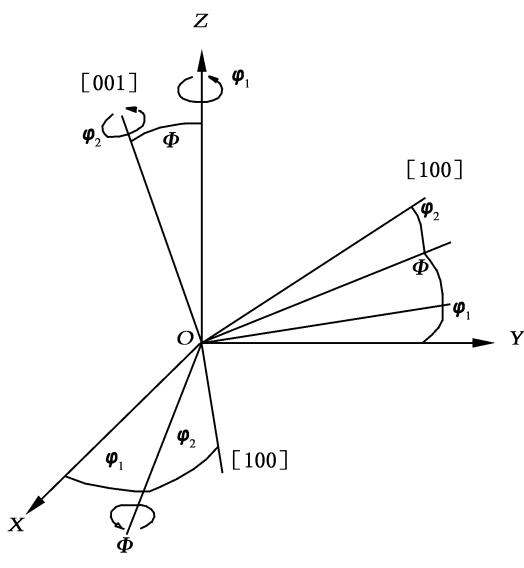


图3 晶体取向的欧拉转动

Fig. 3 Crystal orientation's euler rotation

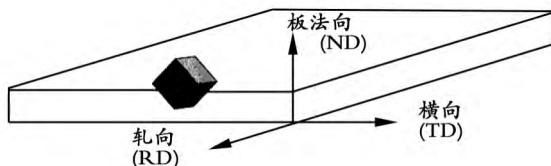


图4 晶体取向

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）。

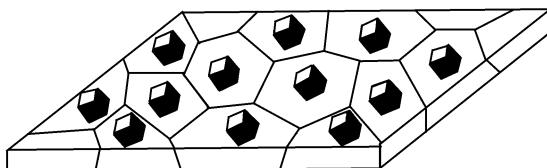
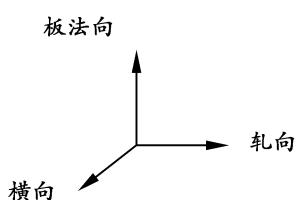


图5 板材织构

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 $\{HKL\} < UVW \rangle^{[2]}$ 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° 的晶粒的百分含量（见图6）。

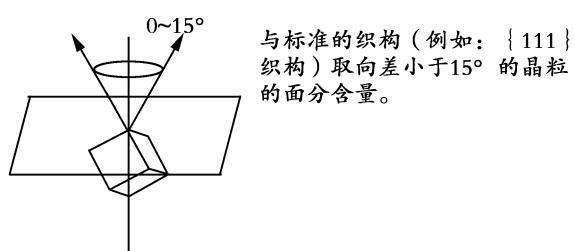


图6 织构组分定义

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)。

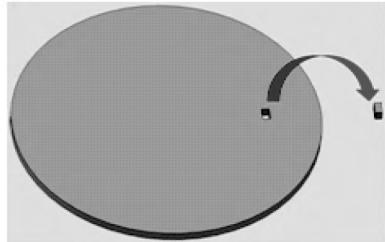


图 7 取样示意图

Fig. 7 Sampling demo

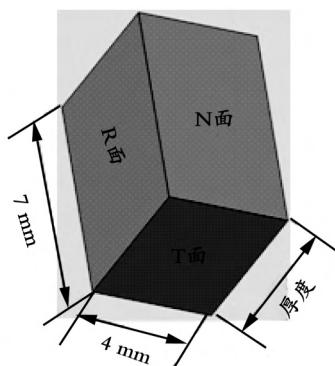


图 8 样品标注示意图

Fig. 8 Marking demo on the sample

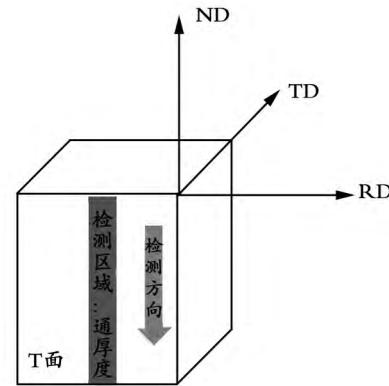


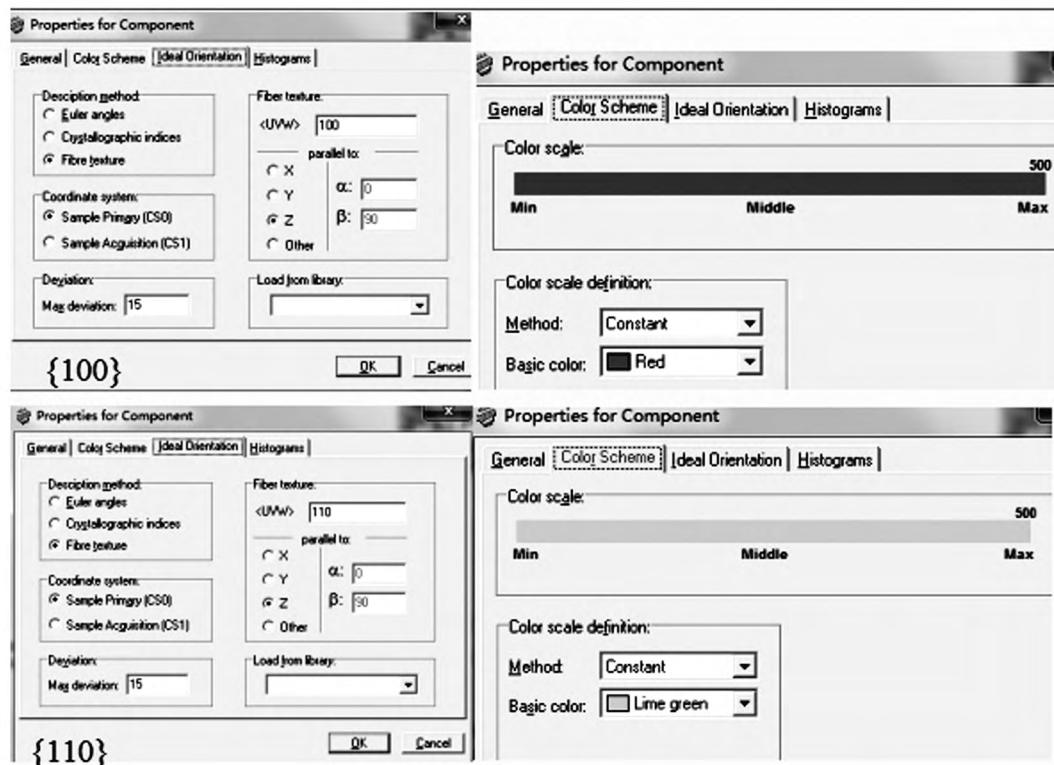
图 9 样品 EBSD 扫描测试示意图

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。



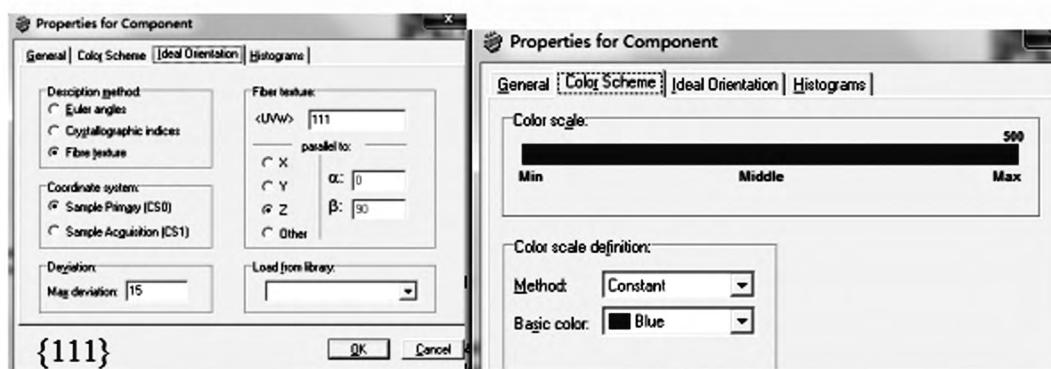


图10 三种织构设置

Fig. 10 Setting for three textures

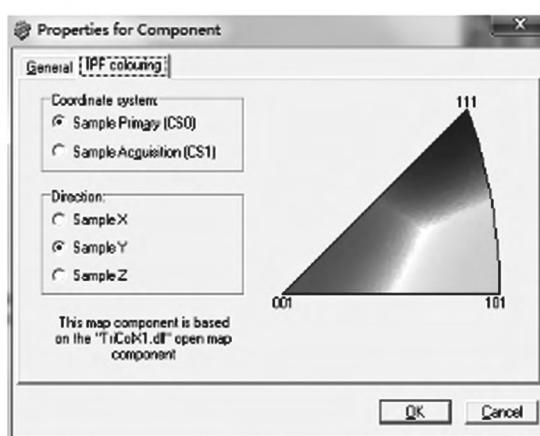


图11 IPF图设置

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/ μm	{100}织构	{110}织构	{111}织构
	1	33.921 ± 20.519	28.8	3.97	27
沿	2	32.175 ± 19.39	21.4	2.7	41
厚	3	34.333 ± 20.495	22.6	3.37	35
度	4	35.593 ± 21.482	29	3.78	29.2
方	5	37.552 ± 23.861	22.1	1.89	40.2
向	6	37.434 ± 22.675	27.8	3.76	35.8
	7	37.248 ± 24.259	41.3	2.33	24.4

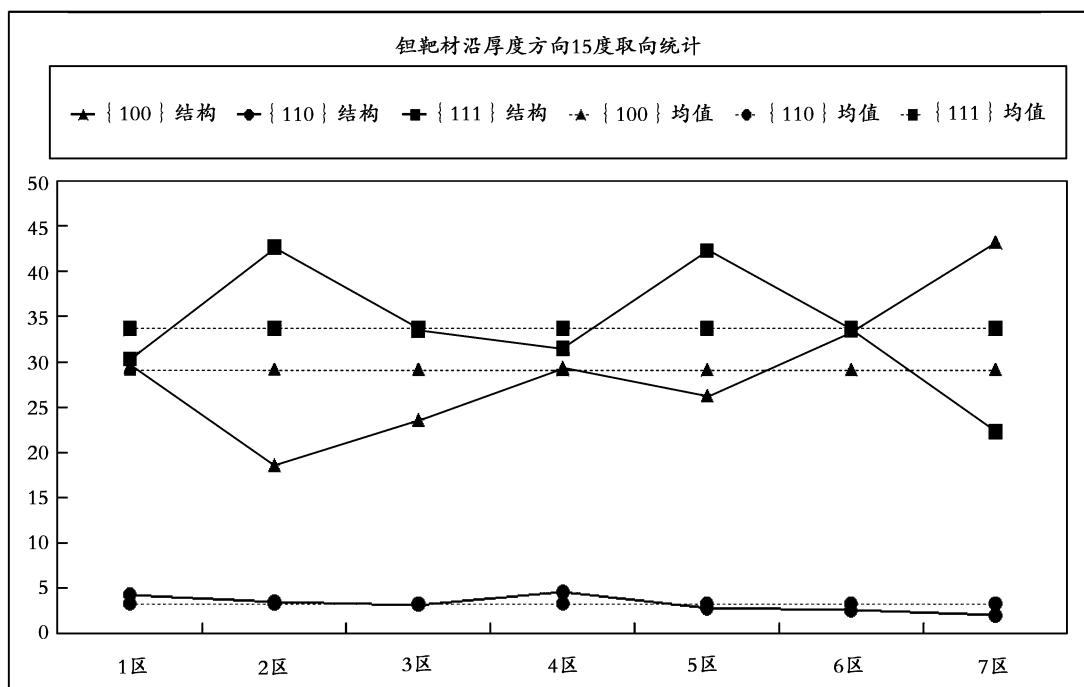


图 12 钽靶材通厚度 15° 织构组分统计图

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

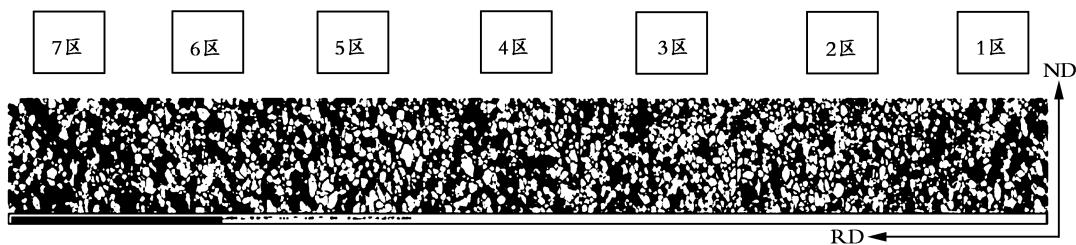


图 13 钽靶材通厚度织构 15° 取向图

Fig. 13 15° Orientation figure of tantalum target

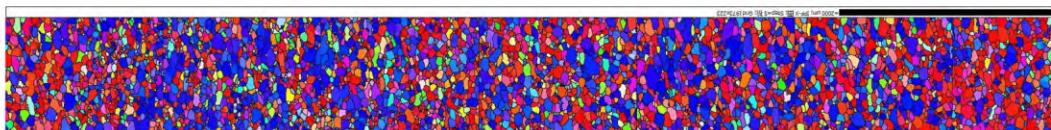


图 14 钽靶材通厚度织构分布 IPF 图

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组织组份比例及分布均匀性;通过表 1、图 12、图 13、图

14 可反映钽靶材此位置组织分布情况;随着对钽靶材组织要求的提高,要求在单点位置,{100}、{110}、{111}三种组织比例分布均匀,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° 取向分布图, 从图中可看出整靶织构分布较均匀, 以 $\{100\}$ 为主。

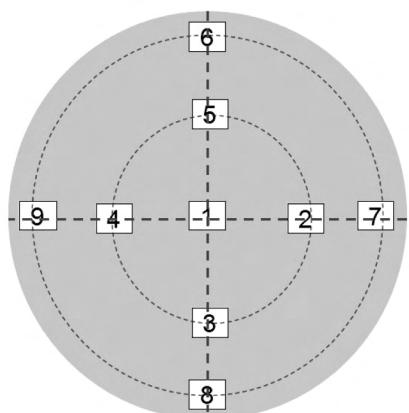


图 15 钽靶材整靶织构分布评价取样图

Fig. 15 Sampling demo of tantalum target multipoint texture analysis

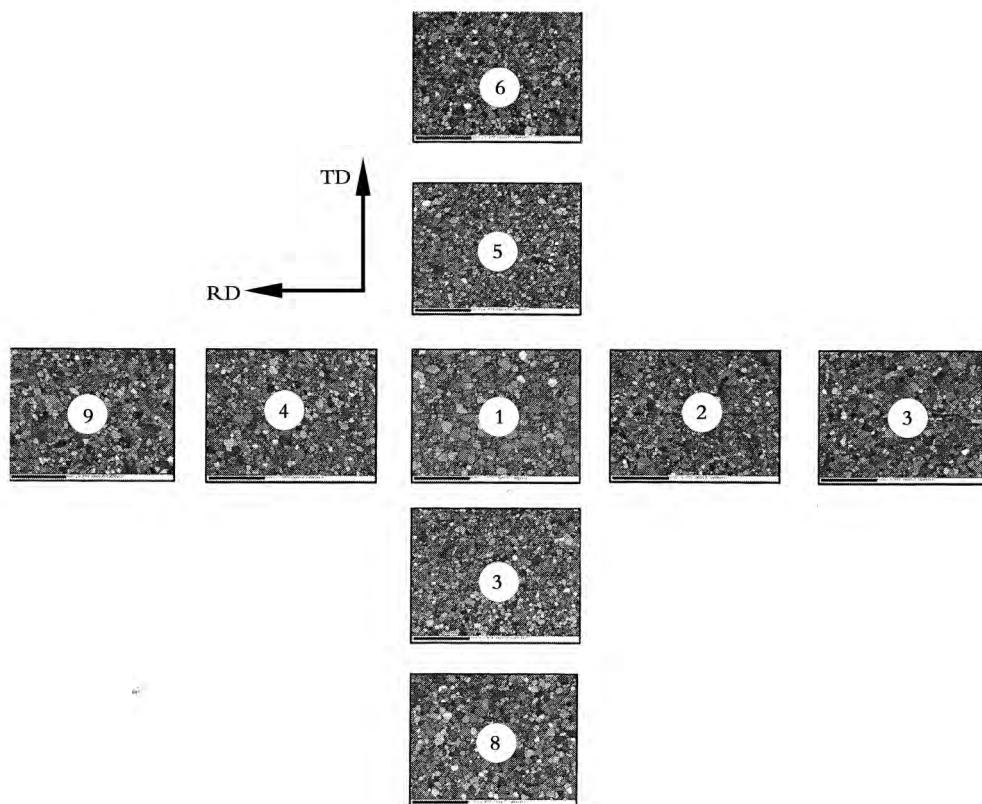


图 16 钽靶材整靶多点 15° 取向分布图

Fig. 16 15° 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° 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° 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)