

# ОСНОВЫ ТЕХНОЛОГИИ ЭЛЕКТРОННОЙ КОМПОНЕНТНОЙ БАЗЫ ТЕХНОЛОГИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК

Методические указания  
к лабораторным работам для студентов РЭФ  
дневного отделения

УДК 539.23(076.5)  
О-753

Составил канд. техн. наук, доцент *А.Б. Беркин*

Рецензент канд. техн. наук, доцент *А.И. Василевский*

Работа подготовлена на кафедре электронных приборов

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Общие закономерности формирования тонких пленок.....	3
Захват примеси объемом пленки в процессе роста.....	10
Работа № 1. Получение тонких пленок методом термического испарения.....	12
Конструкции и материалы испарителей.....	16
Испарение соединений и сплавов.....	17
Работа № 2. Нанесение пленок методом магнетронного распыления.....	20
Принцип действия и характеристики магнетронных распылительных систем (МРС).....	22
Особенности процесса нанесения пленок.....	26
Работа № 3. Нанесение тонких пленок методом реактивного магнетронного распыления.....	28
Влияние внешних параметров разряда на процесс реактивного распыления.....	28
1. Давление и расход плазмообразующего газа.....	28
2. Электрические параметры разряда.....	31
3. Свойства пленок нитрида.....	32
Приложение 1. Измерение поверхностного сопротивления металлической пленки.....	35
Приложение 2. Устройство микроинтерферометра.....	37

## ОБЩИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК

Образование твердой пленки на подложке связано с фазовым переходом пара исходного вещества в твердое состояние вследствие конденсации пара с последующей кристаллизацией (ПТ-переход), или переходом пар–жидкость–твердое тело (ПЖТ), когда кристаллизация происходит из расплава.

Области существования стабильных фаз определяются диаграммой состояния вещества  $P(T)$ , на которой точки на кривых являются точками равновесия фаз при фазовых переходах (рис. 1). Равновесие фаз характеризуется равенством химических потенциалов системы ( $\mu$ ), а фазовый переход – его изменением  $\mu_1(P_1T_1) > \mu_2(P_2T_2)$ . Термодинамически химический потенциал определяется потенциалом Гиббса, приходящимся на одну частицу, и характеризует среднюю энергию системы. Так как спонтанный переход системы возможен только с уменьшением ее энергии, то при конденсации химический потенциал системы уменьшается.

При термодинамическом рассмотрении процесса образования тонкой пленки необходимо учитывать, что диаграммы состояния вещества приводятся для больших объемов, а для пленки возможен сдвиг диаграммы влево (пунктир на рис. 1). Это смещение для отдельных веществ может достигать ста и более градусов.

Если давление паров вещества у поверхности подложки выше давления тройной точки  $P_0$ , то наблюдается ПЖТ-механизм кристаллизации. Этот механизм характерен для многих случаев образования пленок, так как  $P_0 \sim 10^{-1} \dots 10^{-4}$  Па.

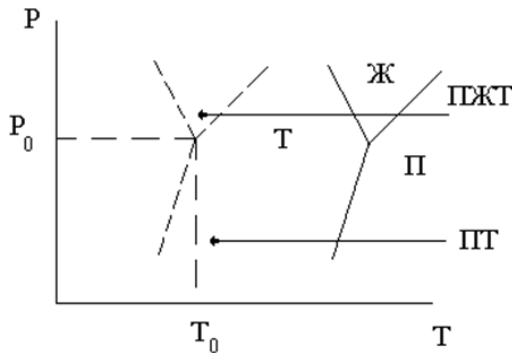


Рис. 1. Диаграмма состояния вещества

При давлениях ниже  $P_0$  происходит конденсация пара (ПТ-механизм), что наиболее типично для эпитаксии в высоком вакууме. Критическая температура конденсации  $T_0$ , ограничивающая ПТ-механизм, составляет для многих материалов  $\sim 2/3 T_{пл}$ . При росте пленки на монокристаллической подложке температурный интервал действия ПТ-механизма расширяется в отличие от кристаллизации на аморфных (неориентированных) подложках.

Процесс образования пленки начинается с адсорбции атомов вещества на поверхности подложки. Время пребывания атомов в адсорбированном состоянии:

$$t = \tau_0 e^{\frac{-E_a}{kT}}, \quad (1)$$

где  $E_a$  – энергия адсорбции атома;  $\tau_0$  – период колебаний атома в потенциальной яме решетки ( $\sim 10^{-13}$  с);  $T$  – температура адатома (адсорбированный атом) на поверхности. В настоящее время наиболее детально разработана термодинамическая модель образования пленки, в основе которой лежит идея о том, что в результате диффузионного движения адсорбированных атомов по поверхности образуются устойчивые комплексы (зародыши). Условие образования зародышей определяется минимумом свободной энергии системы.

В простейшем случае образования сферического зародыша из газовой фазы, т. е. гомогенного зарождения жидких капель, энергия обра-

зования зародыша  $A$  складывается из энергии образования границ раздела и изменения свободной энергии в объеме:

$$A = 4\pi r^2 \sigma + \frac{4}{3} \pi r^3 \Delta\mu, \quad (2)$$

где  $\sigma$  – удельная поверхностная энергия;  $r$  – радиус сферического зародыша;  $\Delta\mu$  – изменение энергии системы при переходе ПЖ, которая затрачивается на изотермическое сжатие пара:

$$\Delta\mu = \frac{kT}{V_m} \ln \frac{P}{P_s} = \frac{kT}{V_m} \ln \frac{G}{G_s}, \quad (3)$$

где  $V_m$  – объем молекулы;  $P$  – давление пара у поверхности;  $P_s$  – равновесное давление пара при температуре подложки;  $G$  и  $G_p$  – поток падающих и реиспаренных атомов.

Критический радиус зародыша определяется из условия  $dA/dr = 0$  (при  $\Delta\mu < 0$ ). После преобразования и введения мольных единиц получаем соотношение Гиббса–Томпсона:

$$RT \ln \frac{P}{P_s} = \frac{2TV}{r_{кр}}, \quad (4)$$

где  $V$  – мольный объем;  $r_{кр}$  – радиус критического зародыша. Эта классическая формула устанавливает связь между  $r_{кр}$  и давлением пара.

Возникший зародыш является неустойчивым образованием, так как отрыв хотя бы одного атома приводит к его распаду, а присоединение атомов – к дальнейшему росту и упрочнению (рис. 2). Критический размер зародыша составляет 10...100 Å. На величину  $r_{кр}$  при гетерогенном росте влияют материал подложки и ее состояние (кристаллическая структура, рельеф поверхности, наличие загрязнений).

Скорость роста отдельного зародыша может быть найдена из соотношения

$$V_3 = C \Delta\mu e^{\frac{U}{kT}} \left( 1 - \frac{r_{кр}}{r} \right), \quad (5)$$

где  $C$  – постоянная, учитывающая плотность, размер и частоту колебаний атомов;  $U$  – энергия атома в зародыше.

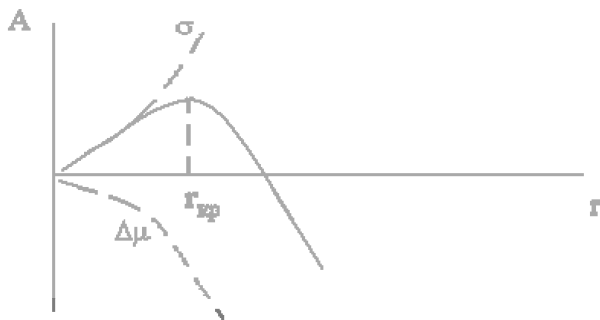


Рис. 2. Зависимость энергии зародыша от его размера

Скорость образования зародышей:

$$j = N \nu e^{\frac{-A_{\text{кр}}}{kT}} e^{\frac{U}{kT}}, \quad (6)$$

где  $N$  – плотность адсорбированных атомов ( $\sim 10^{18} \dots 10^{20} \text{ м}^{-3}$ );  $\nu$  – частота колебаний адатомов ( $\sim 10^{11} \dots 10^{12} \text{ 1/с}$ );  $U$  – энергия фазового перехода ПЖ. Значение  $J$  имеет порядок  $10^{10} \dots 10^{13} \text{ 1/м}^2\text{с}$ .

Скорость образования зародышей  $\sim \exp(-1/\Delta\mu^2)$ , так как

$$A_{\text{кр}} = \frac{16\pi}{3} \frac{\sigma^3}{\Delta\mu^2}$$

при

$$r_{\text{кр}} = \frac{2\sigma}{\Delta\mu},$$

намного превышает скорость роста зерна ( $V_3 \sim \Delta\mu$ ), поэтому в начальный момент практически одновременно возникает огромное количество зародышей. С увеличением размера зародышей появляется взаимодействие между ними (при контакте границ), приводящее к их слиянию. Этот процесс называется коалесценцией. На этом этапе для пленок металлов возникает сквозная проводимость, которая увеличивается по мере роста новых островков и их дальнейшего слияния. Процесс продолжается до образования сплошного слоя.

Если долю поверхности, покрытой пленкой, оценивать по формуле Колмогорова

$$\eta = 1 - e^{-\frac{\pi}{3} JV_3^3 t^3}, \quad (7)$$

то время образования сплошной пленки и соответствующая этому моменту толщина пленки определяются для  $\eta = 0,98$  из следующих соотношений:

$$t_m = 1,6 JV_3^2 \quad d \approx 0,8 \left( \frac{V_3}{J} \right)^{\frac{1}{3}}. \quad (8)$$

Образование сплошной пленки происходит при толщинах  $\sim 0,1 \dots 1$  мкм в зависимости от материала пленки и условий ее роста.

Рассмотренная модель позволяет проанализировать влияние технологических факторов на условия роста пленки.

Отношение давлений (потоков), стоящее под логарифмом выражения (3), называется пересыщением. Важно отметить, что пересыщение убывает с ростом температуры подложки из-за роста знаменателя ( $P_s, G_p$ ). При этом уменьшение пересыщения оказывается более сильным, чем рост температуры, что приводит к уменьшению величины химического потенциала с ростом температуры. Следствием этого является выполнение неравенств:

$$\begin{aligned} \frac{dA_{\text{кр}}}{dT} \Big|_D > 0; \quad \frac{dr_{\text{кр}}}{dT} \Big|_D > 0; \\ \frac{dA_{\text{кр}}}{dT} \Big|_D < 0; \quad \frac{dr_{\text{кр}}}{dT} \Big|_D < 0, \end{aligned} \quad (9)$$

где  $D$  – пересыщение.

Сказанное выше позволяет сформулировать следующие важные выводы.

1. Увеличение температуры подложки при постоянном  $D$  приводит к увеличению  $r_{\text{кр}}$  и уменьшению  $J$ . При превышении некоторой критической температуры ( $D \sim 1$ ) реиспарение начинает преобладать и конденсация невозможна.



2. Увеличение пересыщения при постоянной температуре подложки приводит к повышению скорости зародышеобразования и росту более мелких зерен.

Кристаллическая структура растущей пленки зависит от первоначальной ориентации кристаллов в зародышах, ее изменения в процессе их роста и коалесценции. Монокристаллические пленки формируются, если сливающиеся зародыши имеют близкую ориентацию. Эпитаксия – ориентированный рост пленки – наиболее успешно реализуется на монокристаллических подложках. Для неориентированных подложек несоответствие кристаллических решеток пленки и подложки не должно превышать ~17 % (правило Руалье). Кроме того, для эпитаксии необходимо снижать давление пара у подложки и повышать ее температуру. В случае невыполнения этих требований наблюдается рост поликристаллических пленок, в которых срастающиеся зародыши и отдельные островки имеют произвольную кристаллическую ориентацию и случайным образом распределены в объеме. Область поликристаллической пленки с единой кристаллической структурой называется зерном. Размер зерна определяется числом и размером первоначальных зародышей, а также процессами рекристаллизации при их слиянии. На рис. 3 приведена диаграмма состояний, характеризующая переход от монокристаллической (М) к аморфной (А) структуре в зависимости от давления паров и температуры подложки.

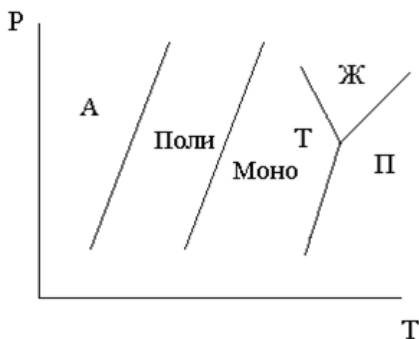


Рис. 3. Диаграмма состояния вещества пленки

Таким образом, получение поликристаллических пленок неизбежно при их росте на неориентированных подложках (стекло, керамика, металлы) при низких температурах. Совершенствование структуры плен-

ки возможно посредством рекристаллизации в процессе отжига, проводимого после или в ходе напыления. Формирование монокристаллической пленки начинается при температурах отжига  $\sim 0,4 \dots 0,6$  температуры плавления.

На процессы роста и кристаллизации могут существенно влиять внешние факторы. Шероховатость поверхности подложки, присутствие на ней загрязнений, адсорбированных атомов остаточной атмосферы вакуумного объема инициирует зародышеобразование, что ухудшает кристаллическую структуру. Воздействие на поверхность энергетических потоков заряженных частиц, фотонов может, наоборот, привести к росту более совершенной пленки.

## **ЗАХВАТ ПРИМЕСИ ОБЪЕМОМ ПЛЕНКИ В ПРОЦЕССЕ РОСТА**

Одновременно с потоком испаряемого материала на поверхность растущей пленки поступают потоки атомов остаточной атмосферы рабочего объема, плазмообразующего газа, продуктов взаимодействия испаряемого вещества с материалом тигля и т. п. Относительное количество примеси, захваченное пленкой:

$$f = \frac{\alpha G_r}{G_k},$$

определяется отношением потоков частиц примесной атмосферы  $G_r$  и наносимого вещества  $G_k$  [ат/м<sup>2</sup>с], а также коэффициентом захвата примеси пленкой ( $\alpha$ ). Очевидно, что для уменьшения количества примеси возможны три способа.

Во-первых, можно увеличивать скорость нанесения. Ограничения в данном случае связаны с возможностью источников питания и требованием к структуре пленки.

Во-вторых, необходимо уменьшить  $\alpha$ . Для этих целей используют различные методы энергетического воздействия на поверхность пленки, предотвращающие адсорбцию примеси: нагрев, электронная, ионная и фотонная бомбардировка, напыление со смещением на подложке (если в объеме есть заряженные частицы).

В-третьих, важно обеспечить минимальное содержание примесей в объеме. Уровень загрязнения пленки атомами остаточной атмосферы определяется предварительным вакуумом, создаваемым в рабочем объеме, и степенью очистки рабочих газов, испарителей и рабочих материалов. В последнем случае целесообразно перед напылением производить обезгаживание испарителей (мишени) в условиях, когда поверхность подложки закрыта от потоков заслонкой. Кроме этого, предварительное испарение вещества создает на стенках камеры большую геттерирующую поверхность, обладающую большой сорбционной способностью для многих газов.

Содержание примесей в пленке можно оценить из соотношения потоков частиц на подложку. Поток атомов наносимого материала удобно выражать через скорость роста пленки, измеренную в процессе напыления:

$$G_k = V_k \frac{\rho N_a}{M} [1 / \text{м}^2 \text{с}], \quad (10)$$

где  $V_k = h / t$  [м/с] – скорость роста пленки;  $h$  – толщина пленки;  $t$  – время напыления;  $\rho$  – плотность материала пленки [кг/м<sup>3</sup>];  $N_a = 6 \cdot 10^{26}$  кмоль<sup>-1</sup>;  $M$  – молярная масса [кг/кмоль].

Поток атомов остаточной атмосферы определяется уравнением

$$G_p = \frac{P}{kT} \frac{V_a}{4} = P_2 \left( \frac{N_a}{2\pi k M_2 T_2} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (11)$$

где  $P_2$  – парциальное давление газа (Па);  $T_2$  – температура газа (К);  $M_2$  – молекулярная масса газа.

Для газов, хорошо сорбируемых растущей пленкой (например, кислород, азот, при напылении металлов), содержание их в пленке практически равно отношению  $G_r / G_k$ .

## Работа № 1

# ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ ТЕРМИЧЕСКОГО ИСПАРЕНИЯ

### ЦЕЛЬ РАБОТЫ

1. Знакомство с оборудованием для термовакuumного нанесения тонких пленок.

2. Изучение процессов нанесения пленок методами электронно-лучевого и резистивного испарения.

Термовакuumный метод получения тонких пленок основан на нагреве вещества до температуры испарения и последующей конденсации паров на подложке.

Практически принято считать температурой испарения такое ее значение ( $T_{\text{исп}}^*$ ), при котором давление насыщенных паров вещества составляет 1,33 Па. Для большинства материалов  $T_{\text{исп}}^*$  выше температуры плавления ( $T_{\text{пл}}^*$ ), поэтому их испарение происходит из жидкого состояния. Процесс перехода вещества из твердого состояния в парообразное, минуя жидкую фазу, называется сублимацией. Он наблюдается для хрома, титана, кремния, некоторых окислов (табл. 1).

Т а б л и ц а 1

### Материалы испарителей, используемых для испарения металлов и окислов

Металл	М	$T_{\text{пл}}, \text{K}$	$T_{\text{исп}}^*, \text{K}$	Материал испарителя		Примечание
				Проволока, фольга	Тигель	
Al	27	933	1493	W	C, BN	Образует сплавы с W
Cr *	52	2176	1670	W, Ta	—	Высокие скорости сублимации
Cu	63,5	1357	1533	W, Mo, Ta	Mo, C, $\text{Al}_2\text{O}_3$	—

О к о н ч а н и е т а б л . 1

Ме- талл	М	$T_{\text{исп}}, \text{K}$	$T_{\text{исп}}^*, \text{K}$	Материал испарителя		Примечание
				Проволока, фольга	Тигель	
Mo*	95,9	2893	2800	—	—	—
Ni*	58,7	1723	1800	W	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , ZrO <sub>2</sub>	Образует сплавы с W
Si*	28	1683	1623	—	BeO, ZrO <sub>2</sub> , C	
Ag	107,9	1234	1400	Mo, Ta	Mo, C	
Ta*	180,9	3273	3323	—	—	—
Ti*	47,9	1973	2023	W, Ta	C, ThO <sub>2</sub>	Реагирует с W, субли- мируется
W*	183,9	3656	3500	—	—	Сублимиру- ется
SiO <sub>2</sub> *		2000	1520	W, Mo	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Взаимодей- ствует с W, Mo
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		2300	2070	W, Mo		—
TiO <sub>2</sub> *		2100	—	—		Разлагается при $T > 2300 \text{ K}$
ZnS		1800	1100	Mo		—
MgF <sub>2</sub>		1530	1400	Mo		Малое раз- ложение
CaF <sub>2</sub>		1700	1570	Mo, Ta		—

\* Рекомендуется использовать ЭЛИ или ионное распыление.

Из молекулярной теории газов известно, что скорость испарения веществ определяется уравнением Герца–Кнудсена:

$$V_{\text{исп}} = \frac{NV_a}{4} = (P_S - P_0) \sqrt{\frac{1}{2\pi mkT_{\text{исп}}}} = 2,6 \cdot 10^{24} \frac{(P_S - P_0)}{\sqrt{MT_{\text{исп}}}} \left[ \text{ат} / \text{м}^2 \cdot \text{с} \right]. \quad (12)$$

Соответственно, массовая скорость испарения имеет вид:

$$V'_{\text{исп}} = mV_{\text{исп}} = 4.4 \cdot 10^{-3} (P_S - P_0) \sqrt{\frac{M}{T_{\text{исп}}}} \quad [\text{кг} / \text{м}^2 \cdot \text{с}]. \quad (13)$$

где  $T_{\text{исп}}$  – температура испарителя;  $N$ ,  $V_a$  – концентрация и средняя арифметическая скорость атомов в объеме;  $m$  – масса атома;  $M$  – молекулярная масса атома;  $P_0$  – статическое давление испаряемого вещества в объеме (оно равно нулю, если ни один из испаряемых атомов не возвращается обратно в испаритель);  $P_S$  – давление насыщенных паров при температуре испарителя. Давление  $P_S$  связано с температурой  $T_{\text{исп}}$  соотношением

$$\lg P_S = A - \frac{B}{T_{\text{исп}}}, \quad (14)$$

где  $A$ ,  $B$  – постоянные для данного вещества.

Механизм переноса атомов вещества от испарителя к подложке зависит от соотношения длины свободного пробега ( $\lambda$ ) и расстояния между испарителем и подложкой ( $H$ ). Длина свободного пробега молекул газа определяется как

$$\lambda = \frac{kT^2}{\sqrt{2} \cdot \pi d_m^2 P (T + C)},$$

где  $d_m$  – диаметр молекулы;  $P$  – давление газа;  $C$  – постоянная Сезерленда.

Для воздуха при  $T = 293 \text{ К}$

$$\lambda = \frac{6,7 \cdot 10^{-3}}{P} \text{ [м]},$$

где  $P$  измеряется в паскалях (Па). При  $\lambda/H \leq 1$  реализуется диффузионный перенос паров, при котором вследствие рассеяния атомы испаряемого вещества теряют энергию и направленный импульс. Это приводит к уменьшению скорости напыления и ухудшению свойств пленки. Если давление в системе не превышает  $10^{-3}$  Па, то  $\lambda \sim 5$  м намного превышает  $H$ , равное обычно 0,1...0,2 м. В этом случае реализуется

молекулярный режим течения пара (рис. 4), когда атомы двигаются к подложке по прямолинейным траекториям без столкновений и рассеяния. К таким потокам можно применить закон Ламберта–Кнудсена, согласно которому распределение плотности частиц от любой точки испарителя пропорционально  $\cos \alpha$  и  $1/H^2$ .

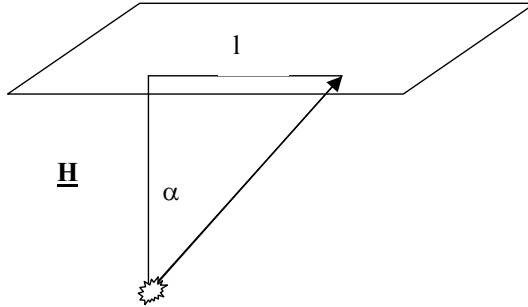


Рис. 4. Расположение испарителя и подложки в объеме

$$d = \frac{m_0}{4\pi\rho H^2 \left[ 1 - \left( \frac{1}{H} \right)^2 \right]^{\frac{3}{2}}}, \quad (15)$$

$$d = \frac{m_0}{4\pi\rho H^2 \left[ 1 - \left( \frac{1}{H} \right)^2 \right]^2}, \quad (16)$$

$$d = \frac{m_0}{4\pi\rho R_{\text{исп}}^2} \left\{ 1 - \frac{1 + \left( \frac{1}{H} \right)^2 - \left( \frac{R_{\text{исп}}}{H} \right)^2}{\sqrt{\left[ 1 - \left( \frac{1}{H} \right)^2 + \left( \frac{R_{\text{исп}}}{H} \right)^2 \right]^2 + 4 \left( \frac{1}{H} \right)^2}} \right\}. \quad (17)$$

На основании этого получены следующие выражения для толщины пленки на плоской подложке для различных испарителей (рис. 4): (15) – для точечного испарителя; (16) – для испарителя малой площади

$(R_{\text{исп}} \ll H, l)$ ; (17) – для дискового испарителя радиуса  $R_{\text{исп}}$ , где  $m_0$ ,  $\rho$  – масса и плотность испаренного вещества;  $R_{\text{исп}}$  – размер испарителя.

Практически удобно распределение толщины пленки по поверхности подложки характеризовать отношением  $d/d_0$ , где  $d_0 = d(l=0)$  – толщина в центре.

Для испарителя произвольной формы распределение по толщине может быть получено интегрированием потоков от элементарных испарителей по всей поверхности.

Для точечного испарителя неравномерность толщины пленки по поверхности плоской подложки может достигать 20 %. Использование планетарных подложкодержателей позволяет снизить неравномерность до 3...4 %.

## КОНСТРУКЦИИ И МАТЕРИАЛЫ ИСПАРИТЕЛЕЙ

Наибольшее распространение получили в настоящее время испарители с резистивным нагревом и электронно-лучевые испарители (ЭЛИ).

Достоинства резистивного нагрева: простота, низкая себестоимость оборудования, хорошая управляемость. Недостатки: возможность загрязнения пленки материалом нагревателя, взаимодействие испаряемого материала с материалом нагревателя, малый ресурс работы испарителей.

Испарители из тугоплавких материалов (вольфрам, молибден, титан) бывают поверхностного типа с резистивным нагревом в форме лодочек, лент, спиралей, а также тигельного типа с косвенным нагревом. Тигельные испарители используют обычно для испарения порошкообразных материалов с плохой тепло- и электропроводностью. Кроме тугоплавких металлов в качестве материала тигля используются графит, нитрид бора, оксид алюминия, оксид тория, высокотемпературная керамика. Нагрев производится внешним или внутренним резистивным нагревателем.

ЭЛИ практически не имеют указанных недостатков резистивных испарителей, отличаются более высокой чистотой получаемых пленок, большой удельной мощностью в пучке, возможностью испарения любых материалов. Ограничения метода: высокая сложность и стоимость



оборудования, трудность испарения материалов с высокой теплопроводностью (медь, алюминий, золото) из водоохлаждаемого тигля, необходимость смены катода.

Существует большое разнообразие конструкций ЭЛИ. В работе используется ЭЛИ с магнитным поворотом луча на  $180^\circ$  (рис. 5).

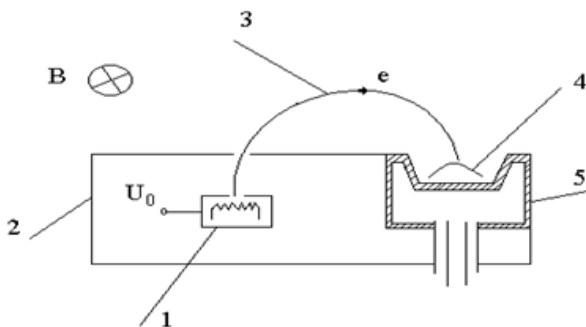


Рис. 5. ЭЛИ с магнитным поворотом луча

Катодный узел 1, содержащий вольфрамовый катод и фокусирующий электрод, находится под потенциалом  $U_0 = 6$  или  $12$  кВ относительно корпуса анода 2. Система поворота, отклонения и фокусировки электронного пучка 3 состоит из двух электромагнитных призм. Первая из них разворачивает пучок на  $180^\circ$  и обеспечивает его перемещение по оси  $X$ . Вторая призма предназначена для отклонения пучка по оси  $Y$ . Испаряемый материал 4 располагается в медном водоохлаждаемом тигле, имеющем три независимые ячейки и систему вращения для последовательного нанесения различных материалов.

## ИСПАРЕНИЕ СОЕДИНЕНИЙ И СПЛАВОВ

При испарении соединений и сплавов часто наблюдается несоответствие стехиометрии состава пленки и исходного материала.

В пленках окислов обычно регистрируется дефицит кислорода из-за диссоциации окислов при испарении и восстановления их при контакте с материалом испарителя. Диссоциация увеличивается с ростом числа атомов кислорода в оксиде и при переходе к металлам третьей (Al) и четвертой группы (Ti, Zr). Большое число соединений (нитриды,

карбиды, сульфиды, соединения  $A^{II}-B^{VI}$ ,  $A^{III}-B^V$  и т. п.) также испаряются с разложением. В результате термического разложения один из элементов может перейти в жидкую или твердую фазу, а другой – в газообразную, вследствие чего давление паров может заметно различаться.

Необходимо учитывать, что тугоплавкие металлы (W, Mo, Ta) и графит легко образуют летучие окислы, которые также могут попадать в пленку.

Составляющие сплавов испаряются подобно чистым металлам независимо друг от друга. Однако в соответствии с законом Рауля давление равновесного пара составляющей ( $p_\beta$ ) над поверхностью расплава уменьшается пропорционально молярной концентрации ( $x_\beta$ ):

$$p_\beta = f_\beta x_\beta p_\beta^*, \quad (18)$$

где  $f_\beta$  – коэффициент активности;  $p_\beta^*$  – равновесное давление пара над чистым веществом  $B$ ,

$$x_\beta = \frac{n_\beta}{n_A + n_B}, \quad (19)$$

$n_A$  и  $n_B$  – молярная концентрация  $A$  и  $B$  в расплаве ( $x_A + x_B = 1$ ). Следовательно, отношение концентрации частиц в потоке пара может быть представлено в виде

$$\frac{p_F}{p_B} = \frac{N_A}{N_B} \frac{f_A x_A p_A^*}{f_B x_B p_B^*} \left( \frac{M_B}{M_A} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (20)$$

где  $M_A$  и  $M_B$  – молярный вес компонентов.

По сравнению с резистивным электронно-лучевое испарение предпочтительно для получения пленок соединений, так как обеспечивает локальный нагрев испаряемого материала и предотвращает его контакт с материалом тигля.

Для получения стехиометрических пленок соединений и сплавов используются также методы реактивного испарения, испарения из нескольких источников, импульсного испарения (импульсные лазерные и электронно-лучевые испарители, электрический взрыв проводников, метод вспышки).

## ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Ознакомиться со схемой вакуумной установки и правилами ее эксплуатации.
2. Ознакомиться со схемой управления ЭЛИ (резистивного испарителя).
3. Ознакомиться с методом и устройством контроля толщины пленки.
4. Напылить по указанию преподавателя контрольные образцы.

## СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Вакуумная схема установки. Параметры откачного оборудования.
2. Схема расположения образцов в рабочем объеме.
3. Определение скорости напыления и разброса пленок по толщине.
4. Оценка концентрации атомов остаточной атмосферы в составе пленки. (Для резисторов определить величину поверхностного сопротивления четырехзондовым методом. См. приложение.)

## КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Термическое испарение в вакууме. Основные закономерности.
2. Механизм переноса атомов от испарителя к подложке. Способы формирования диаграммы направленности потока.
3. Влияние режима испарения, переноса и конденсации на свойства пленок.
4. Материалы и конструкции резистивных испарителей.
5. Конструкции ЭЛИ. Принцип работы.
6. Влияние остаточной атмосферы на качество пленки.
7. Особенности испарения химических соединений и сплавов. Методы обеспечения стехиометрии.
8. Методы повышения равномерности толщины пленки.

## ЛИТЕРАТУРА

1. *Технология тонких пленок*: справочник / под ред. Л. Майсела, Р. Глэнга. – М.: Сов. радио, 1977. – Т. 1.
2. *Готра З.Ю.* Технология микроэлектронных устройств. Справочник. – М.: Радио и связь, 1991.

## Работа № 2

# НАНЕСЕНИЕ ПЛЕНОК МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

### ЦЕЛЬ РАБОТЫ

1. Знакомство с оборудованием для нанесения пленок методом магнетронного распыления.
2. Исследование характеристик МРС и основных закономерностей процесса нанесения пленок металлов.

Ионным распылением называется процесс удаления материала с поверхности твердого тела в результате физического взаимодействия с ней ионов энергией от десятков электронвольт до нескольких килоэлектронвольт.

Энергия и импульс от иона к распыленному атому мишени передаются посредством упругих бинарных столкновений. Итогом последовательных столкновений атомов мишени становится передача поверхностному атому импульса, направленного наружу из материала, и энергии, превышающей работу выхода. Время развития каскада составляет  $10^{-13} \dots 10^{-15}$  с. Пороговая энергия распыления для различных материалов зависит от масс сталкивающихся частиц и лежит в диапазоне 10...50 эВ.

Для количественного описания процесса распыления используется параметр  $K_p$ , называемый коэффициентом распыления. Он характеризует количество атомов мишени, выбитых одним ионом. Коэффициент распыления зависит:

- от характеристик бомбардирующих ионов: массы, энергии, угла падения;
- характеристик материала мишени: массы атома, плотности упаковки;
- кристаллической решетки, энергии связи атомов твердого тела, микрорельефа поверхности;
- условий обработки: давления и состава остаточной атмосферы и рабочего газа, загрязнений на поверхности и т. д.

С увеличением энергии падающего иона до 1 кэВ  $K_p$  возрастает (табл. 2), а при энергиях более 5...10 кэВ – начинает падать вследствие ионного внедрения.

Т а б л и ц а 2

Зависимость  $K_p$  от энергии ионов аргона

Материал	Энергия иона аргона, $E$ , кэВ					
	0,1	0,5	1	1,5	2	5
Al	0,25	1	1,2	1,35	1,45	1,75
Si	0,21	0,8	1	1,15	1,2	1,45
Ti	0,26	0,95	1,2	1,4	1,5	1,8
Cr	0,3	1,15	1,47	1,66	1,82	2,23
Ni	0,25	1	1,29	1,45	1,6	2
Cu	0,35	1,33	1,7	1,92	2,1	2,65
SiO <sub>2</sub>	—	—	0,13	—	—	—
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	0,04	—	—	—

Величина  $K_p$  зависит от угла падения ионов, отсчитываемого от нормали к поверхности. Максимальные значения коэффициента распыления при углах  $\sim 50 \dots 70^\circ$  в 2...3 раза превышают величину  $K_p$ , соответствующую нормальному падению ионов.

С увеличением массы иона коэффициент  $K_p$  растет, а зависимость от атомного номера элемента мишени носит периодический характер. Максимальные значения  $K_p$  имеют элементы с заполненной  $d$ -оболочкой (см. Ag, Au).

Коэффициент распыления с изменением температуры мишени практически не меняется, если это не связано с процессами кристаллизации. В последнем случае  $K_p$  растет при переходе от аморфного к монокристаллическому состоянию.

Распыление сплавов и сложных соединений может характеризоваться селективностью, что приводит к обогащению пленки элементами с большими значениями  $K_p$ . Сплавы Al–Si, Ti–Ni, например, теряют в пленках Al и Ti. Окислы с прочными связями компонентов практически сохраняют свой состав при распылении (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, ZnO), а в окислах переходных металлов наблюдается частичное восстановление металлов (TiO<sub>2</sub> до Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> до TaO).

Скорость травления (распыления) поверхности определяется следующим соотношением:

$$V_p = K_p \frac{jM}{eN_a p_m} = 0,104 K_p \frac{jM}{p_m}, \text{ [мкм/с]}, \quad (21)$$

где  $e$  – заряд электрона;  $N_a$  – число Авогадро;  $M$  – атомная масса вещества мишени, г/моль;  $j$  – плотность ионного тока, А/см<sup>2</sup>, плотность материала мишени, г/см<sup>3</sup>.

При бомбардировке мишени основная энергия ионов идет на нагрев мишени и только ~5 % их энергии уходит на распыление. Вид энергетического спектра распыленных атомов слабо зависит от энергии ионов. Их средняя энергия составляет ~20 эВ, что на 1...2 порядка выше энергии испаренных частиц.

Распыление материалов происходит в основном в виде нейтральных частиц. Степень ионизации потока не превышает нескольких процентов.

Распределение распыленных атомов по углам вылета для поликристаллических и аморфных материалов при нормальном падении ионов на поверхность мишени подчиняется закону косинуса. При энергиях ионов 0,1...1 кэВ распределение более изотропно, т. е. оно более полого по сравнению с законом косинуса. При энергиях, больших ~5 кэВ, распределение вытягивается по нормали к поверхности и приближается к распределению Гаусса.

## **ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ И ХАРАКТЕРИСТИКИ МАГНЕТРОННЫХ РАСПЫЛИТЕЛЬНЫХ СИСТЕМ (МРС)**

Магнетронные распылительные системы (МРС) наиболее эффективны, и в связи с этим они наиболее распространенные системы катодного распыления.

Схема планарного магнетрона с кольцевой зоной эрозии показана на рис. 6. Все элементы смонтированы в корпусе 18, присоединенном к рабочей камере через промежуточное изолирующее кольцо 2 и фланец 4 с вакуумными уплотнительными прокладками 1 и 3. Дiskoобразная мишень катод 19 охлаждается проточной водой по трубкам 14 и 17. Напряжение, подаваемое на катод через зажим 16, равно 300...700 В.

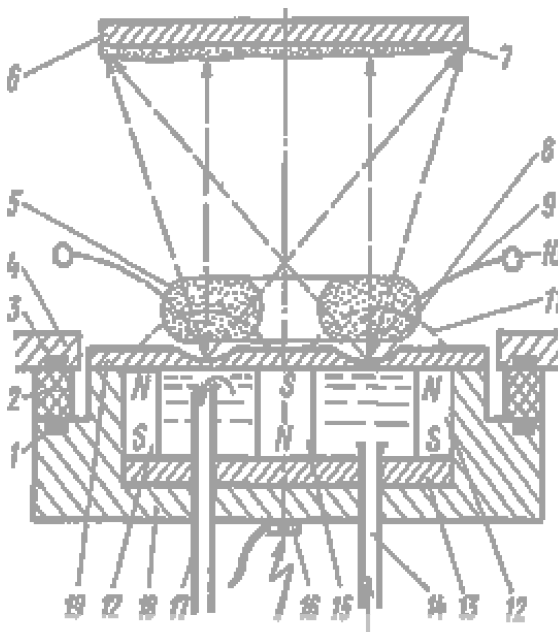


Рис. 6. Кольцевой планарный магнетрон:

1, 3 – уплотнительные прокладки; 2 – изолирующее кольцо; 4 – фланец камеры; 5, 8 – зоны плазмы и эрозии; 6 – подложка; 7 – тонкая пленка; 9, 11 – электрическое и магнитное поля; 10 – анод; 12, 15 – периферийные и центральный магниты; 13 – основание магнитного блока; 14, 17 – трубки подачи и слива воды; 16 – зажим; 18 – корпус; 19 – мишень

Под катодом расположен магнитный блок, состоящий из центрального 15 и периферийных 12 постоянных магнитов, закрепленных на основании блока 13, изготовленного из магнитного материала. Магнитный блок создает над поверхностью катода магнитное поле 11 (примерно 0,02...0,05 Тл). Составляющая этого поля параллельна плоскости катода.

Анод 10 расположен над катодом и может находиться под потенциалом Земли либо под напряжением 30...100 В относительно катода и обеспечивает образование электрического поля 9. Составляющая

этого поля перпендикулярна плоскости катода. Особенностью МРС является локализация плазмы у поверхности мишени. Эмиттированные с катода электроны, попадая в скрещенное электромагнитное поле, двигаются по сложной циклоиде над поверхностью мишени. Так как время присутствия электронов в прикатодной области увеличивается, то большую часть своей энергии, приобретенной в электрическом поле, они затратят на ионизацию и возбуждение атомов плазмообразующего газа. Это увеличивает эффективность ионизации и концентрацию положительных ионов в области катодного падения. В результате на 1...2 порядка возрастают скорость распыления мишени по сравнению с обычным аномальным тлеющим разрядом и, следовательно, скорость нанесения пленки. Основные рабочие характеристики МРС приведены на рис. 7–12. Существенно влияют на ВАХ и мощность разряда давление газа и индукция магнитного поля. Конкретный вид зависимости определяется материалом мишени и ее конфигурацией, геометрией разрядного промежутка, составом плазмообразующего газа. Кроме того, образование выемки в мишени по мере распыления приводит к увеличению индукции магнитного поля у поверхности и сдвигу ВАХ в область меньших рабочих напряжений (или больших скоростей распыления при равных потенциалах мишени).

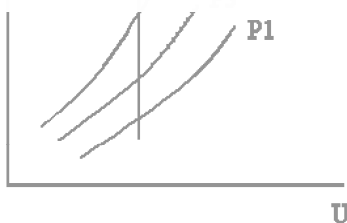


Рис. 7. ВАХ планарной МРС  
( $P_3 > P_2 > P_1$ )

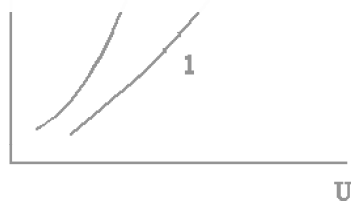


Рис. 8. Изменение ВАХ МРС  
в процессе распыления мишени  
(1 – новая мишень; 2 – мишень  
с большой эрозией)



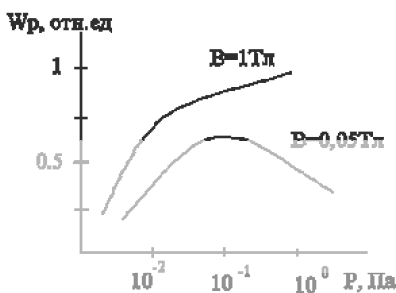


Рис. 9. Зависимость мощности разряда от давления аргона

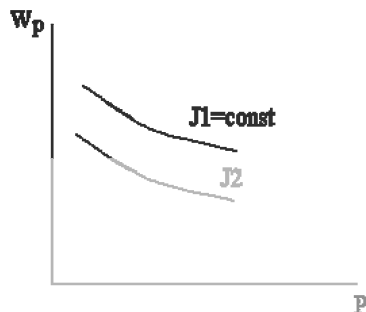


Рис. 10. Зависимость мощности разряда от давления ( $J_1 > J_2$ )

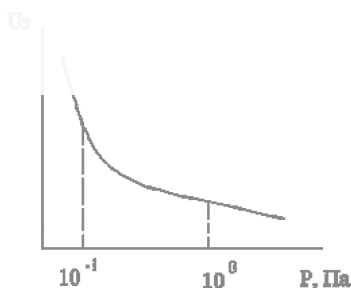


Рис. 11. Зависимость напряжения зажигания от давления

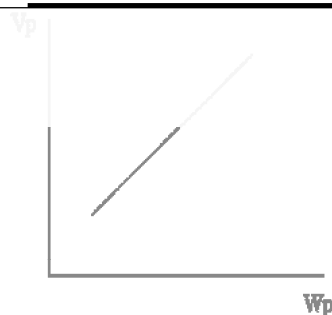


Рис. 12. Зависимость скорости распыления от мощности разряда

Предельная скорость нанесения пленки определяется условиями охлаждения мишени и давлением газа. Влияние давления складывается из двух факторов. Во-первых, с увеличением давления при фиксированном напряжении на катоде растут ток и мощность в разряде и, следовательно, скорость распыления. Во-вторых, с повышением давления длина свободного пробега распыленных атомов уменьшается, что приводит к их рассеянию на атомах плазмообразующего газа и уменьшению скорости напыления. При  $\lambda \sim D$  механизм движения распыленных атомов изменяется с молекулярного на диффузионный. По оценкам весь распыленный материал достигает подложки при  $PD \leq 4 \text{ Па} \cdot \text{см}$  ( $P$  – давление газа;  $D$  – расстояние мишень–подложка). Минимальное расстояние  $D$  определяется условием горения разряда и должно быть

не менее 5...10 см. В итоге при давлениях менее 0,1 Па скорость нанесения растет с увеличением давления. При больших давлениях она быстро уменьшается.

В работе используется планарный магнетрон со следующими параметрами: диаметр мишени 100 мм, рабочая поверхность – кольцо с диаметрами 60 и 80 мм, ток разряда 1...2,5 А, мощность до 1 кВт, рабочие давления 0,5...0,05 Па.

## **ОСОБЕННОСТИ ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ ПЛЕНОК**

В настоящее время удельный вклад методов магнетронного распыления в технологии тонких пленок производства ИС достигает более пятидесяти процентов и продолжает расти. Практически полностью этим методом получают металлизующие покрытия ИС, сплавы металлов в качестве согласующих, защитных, резистивных слоев и т. п.

Основные преимущества метода:

- 1) высокая энергия конденсируемых частиц и возможность ионной обработки поверхности в процессе напыления обеспечивают хорошую структуру и адгезию пленок при низких температурах подложки;
- 2) большая поверхность мишени обеспечивает высокую равномерность пленки по толщине;
- 3) возможность распыления тугоплавких металлов и сплавов без изменения состава;
- 4) большой ресурс работы мишени позволяет создавать установки с непрерывным циклом работы.

Недостатки метода:

- 1) сравнительно высокое давление рабочего газа, что приводит к большему загрязнению пленок, чем при вакуумно-термическом испарении;
- 2) взаимодействие заряженных частиц с изолированной поверхностью подложки может приводить к накоплению поверхностных зарядов и пробой тонких диэлектрических пленок;
- 3) присутствие в объеме паров масла вакуумных насосов и остаточной атмосферы ведет к образованию на поверхности мишени пленок, которые снижают скорость распыления и изменяют состав наносимых пленок.

Указанные недостатки успешно преодолеваются непрерывным контролем технологического процесса, рабочих газов и термических обработок полученных пленок.

## ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Ознакомиться со схемой вакуумной установки и правилами ее эксплуатации.
2. Снять зависимости, характеризующие МРС.
3. Напылить пленки металла (режимы указываются преподавателем).
4. Определить скорость напыления, разброс по толщине и удельное сопротивление пленок.

## СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Схема МРС. Основные параметры МРС и вакуумной системы.
2. Экспериментальные зависимости и результаты расчетов.
3. Объяснения результатов и выводы.

## КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Принцип действия МРС.
2. От каких факторов зависит скорость распыления.
3. Основные характеристики МРС.
4. Влияние давления плазмообразующего газа на скорость напыления.
5. Влияние давления остаточной атмосферы на условия получения и свойства пленок.
6. Как влияет расстояние мишень–подложка на скорость нанесения и свойства пленок?
7. Как влияет контакт с плазмой на свойства пленок?

## ЛИТЕРАТУРА

1. *Ивановский Г.Ф., Петров В.И.* Ионно-плазменная обработка материалов. – М.: Радио и связь, 1986.
2. *Данилин Б.С., Сырчин В.К.* Магнетронные распылительные системы. – М.: Радио и связь, 1982.

## **Работа № 3**

# **НАНЕСЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ РЕАКТИВНОГО МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ**

## **ЦЕЛЬ РАБОТЫ**

Изучение технологии и оборудования для получения пленок методом реактивного распыления.

Метод получения пленок соединений посредством распыления металлической мишени в присутствии химически активного газа называется реактивным распылением. Он широко используется для нанесения пленок окислов, нитридов, сульфидов и других сложных материалов.

Для процесса реактивного распыления характерна более сложная зависимость скорости нанесения и состава пленки от внешних параметров разряда, таких как парциальное давление активного газа, полное давление в объеме, мощность в разряде, потенциал мишени, температура и потенциал подложки. Далее будут рассмотрены основные закономерности процесса нанесения пленки нитрида титана, однако обсуждаемые результаты типичны для большинства процессов реактивного магнетронного распыления.

## **ВЛИЯНИЕ ВНЕШНИХ ПАРАМЕТРОВ РАЗРЯДА НА ПРОЦЕСС РЕАКТИВНОГО РАСПЫЛЕНИЯ**

### **1. Давление и расход плазмообразующего газа**

Хотя реактивное распыление можно проводить в среде только активного газа, этот вариант используется крайне редко из-за низких скоростей нанесения и дополнительных проблем с получением пленки стехиометрического состава. Обычно плазмообразующий газ представляет собой смесь аргона и азота. Аргон обеспечивает необходимое рабочее давление и высокую скорость распыления титана, а азот – образование пленки нитрида.

Количество аргона, поглощаемого растущей пленкой, пренебрежимо мало, поэтому поток аргона, напускаемого в камеру ( $Q_{Ar}$ ), и его

парциальное давление ( $P_{\text{Ar}}$ ) связаны между собой соотношением  $Q_{\text{Ar}} = SP_{\text{Ar}}$ , где  $S$  – эффективная быстрота откачки аргона из камеры. Быстрота откачки камеры определяется производительностью вакуумного насоса.

Напуск азота в камеру приводит к изменению как параметров плазмы, так и состояния мишени. Рассмотрим влияние расхода азота на скорость распыления мишени ( $V_M$ ) при постоянной мощности в разряде (рис. 13 и 14).

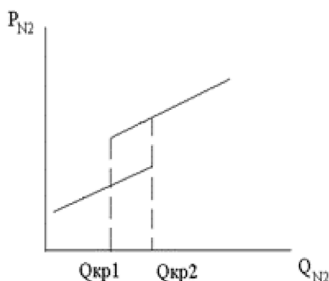


Рис. 13. Зависимость парциального давления от расхода азота

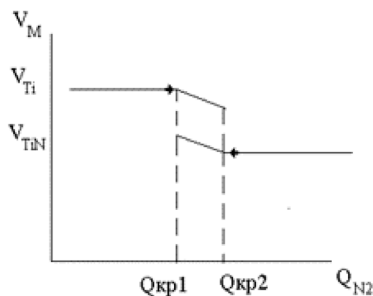


Рис. 14. Зависимость скорости распыления мишени от расхода азота

Когда разряд отсутствует, парциальное давление азота ( $P_{\text{N}_2}$ ) растет пропорционально его потоку. При включении разряда давление азота остается практически равным нулю, пока  $Q_{\text{N}_2} > Q_{\text{кр1}}$  вследствие интенсивного поглощения его конденсируемой на подложке и стенках камеры пленкой титана (система работает как магниторазрядный насос). Скорость распыления мишени остается постоянной и равной скорости распыления титана. При  $Q > Q_{\text{кр2}}$  давление скачком возрастает, а скорость распыления мишени падает в 3...6 раз. Это происходит из-за изменения состояния поверхности мишени. До этого она была чистой (титановой), а после скачка покрыта пленкой нитрида титана. Обратная смена состояния мишени происходит также скачком, но уже при другом критическом потоке  $Q_{\text{кр1}}$ . Ширина гистерезисной петли тем больше, чем меньше разница между скоростью поглощения

азота пленкой титана и скоростью его откачки вакуумным насосом. При относительно малых скоростях распыления графики представляют собой непрерывную зависимость с резким изломом в области  $Q_{кр1} - Q_{кр2}$ . Аналогичные скачки наблюдаются на зависимости мощности и напряжения разряда от расхода азота. Наибольший практический интерес представляет область рабочих давлений азота в районе  $Q_{кр1}$ , так как здесь можно обеспечить максимальные скорости распыления соответствующей титановой мишени, и давление азота, необходимое для получения стехиометрических пленок нитрида. В этих условиях содержание азота в смеси с аргоном не превышает 10...20 %.

Для предварительной оценки критического парциального давления азота можно воспользоваться следующим соотношением, вытекающим из равенства скоростей откачки азота пленкой и вакуумной системой:

$$P_{кр} = 2,3 \cdot 10^{-3} I \sqrt{\frac{K_{Ti} K_{TiN}}{\alpha S G_m}}, \text{ Па}, \quad (22)$$

где  $I$  – ток разряда (А);  $K_{Ti}$ ,  $K_{TiN}$  – коэффициенты распыления титана и нитрида;  $\alpha$  – коэффициент прилипания азота к поверхности мишени;  $S$  – эффективная быстрота откачки камеры ( $\text{м}^3/\text{с}$ );  $G_m$  – площадь мишени. Так, для  $S = 0,06 \text{ м}^3/\text{с}$ ,  $K_{Ti} = 0,6$ ,  $K_{TiN} = 0,1$ ,  $\alpha = 1$ ,  $I = 2 \text{ А}$  величина  $P_{кр} \sim 5,3 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$ .

Величина полного рабочего давления газовой смеси определяется следующими требованиями: получение пленки требуемого состава, достижение максимальных скоростей распыления, обеспечение стабильности горения разряда. Следует помнить, что при  $P < 10^{-2} \text{ Па}$  разряд гаснет из-за малой скорости ионизации. Максимальное давление ограничивается условием молекулярного переноса распыленных атомов к подложке, т. е. условием  $\lambda_0 / d > 1$ , где  $\lambda$  – длина свободного пробега атомов;  $d$  – расстояние мишень–подложка. При более высоких давлениях возможен процесс обратной диффузии атомов титана и их рассеяние на атомах рабочей атмосферы.

## 2. Электрические параметры разряда

Скорость распыления титана в магнетронном источнике зависит как от мощности разряда, так и от напряжения на мишени.

В реактивном разряде при фиксированном потоке азота скорость распыления пропорциональна мощности разряда, но в зависимости от состояния мишени динамика изменения скорости распыления различна. При малых мощностях, когда мишень покрыта нитридом, скорость распыления мала, так как мал коэффициент распыления нитрида.

Напряжение магнетронного разряда изменяется в диапазоне 300...600 В в зависимости от мощности разряда, толщины и площади мишени, степени ее срабатывания, напряженности магнитного поля, давления и состава плазмообразующего газа. Так как в этой области зависимость коэффициента распыления от напряжения достаточно крутая, то при заданной мощности скорость распыления будет определяться напряжением разряда, которое можно регулировать, изменяя конструкцию магнетрона и давление газа.

Для разряда в чистом аргоне мощность и напряжение разряда увеличиваются с ростом тока и уменьшением давления газа (рис. 15). Характерные значения температуры и концентрации электронов для  $I \sim 2$  А и  $P \sim 10^{-1} \dots 10^{-2}$  Па составляют 5...10 эВ и  $10^{16} \dots 10^{19} \text{ м}^{-3}$  соответственно.

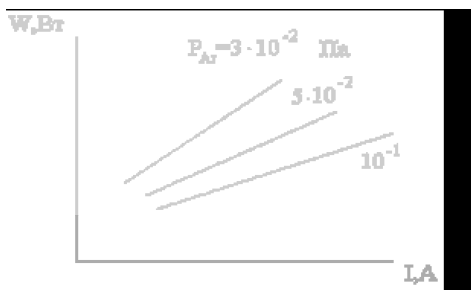


Рис. 15. Зависимость мощности разряда от давления азота

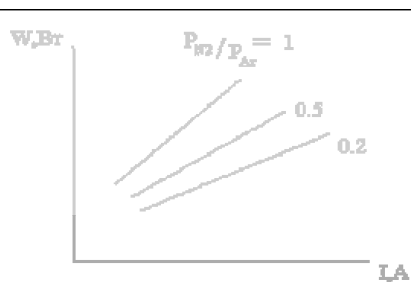


Рис. 16. Зависимость мощности разряда от парциального давления азота

При добавлении азота характер зависимости меняется (рис. 16). При постоянном полном давлении увеличение парциального давления азота ведет к возрастанию мощности и напряжения разряда, что объясняется большими потерями энергии электронов на неупругие столкновения в молекулярном газе.

Плавающий потенциал изолированной подложки в аргоне составляет 40...80 В при  $I = 2$  А (при  $P = 10^{-1}$  и  $10^{-2}$  Па соответственно). С ростом парциального давления азота он уменьшается на 10...30 В. Этот потенциал снижает электронную бомбардировку и соответственно нагрев подложки. Возникающая в этом случае ионная бомбардировка влияет на структуру и состав пленок.

### 3. Свойства пленок нитрида

В зависимости от парциального давления азота при распылении получают пленки химических соединений  $\text{TiN}_x$ . На рис. 17 приведены зависимости удельного сопротивления и цвета пленок от величины  $x$ .

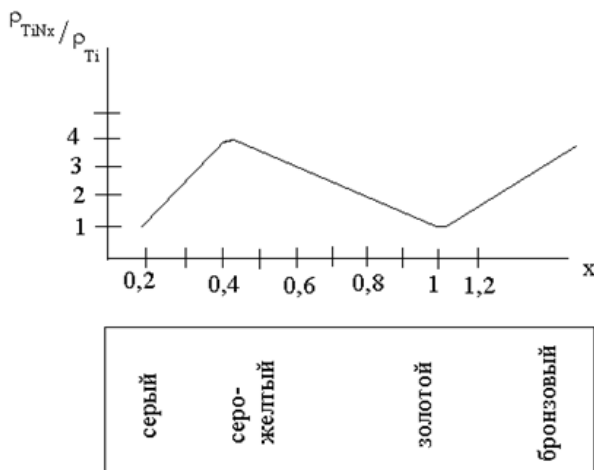


Рис. 17. Зависимость удельного сопротивления и цвета пленок от содержания азота

Характерной особенностью зависимости  $\rho(x)$  является наличие максимума при  $0,25 \leq x \leq 0,4$  и минимума для пленок стехиометрического состава при  $x = 1$ . Давление азота, соответствующее  $x = 1$ , обычно составляет  $(2...4)10^{-2}$  Па. При больших давлениях азота  $x$  медленно растет до 1,1...1,2. Величина удельного сопротивления пленки, соот-



ветствующая  $x = 1$ , зависит от условия получения и кристаллической структуры пленки. Минимальные значения для поликристаллической пленки составляют  $10 \dots 20$  мкОм/см.

Основной примесью в пленках TiN является кислород. Из-за высокой активности кислорода при его давлении более  $10^{-2}$  Па содержание  $\text{TiO}_2$  в пленке может быть значительным, особенно при избытке нитрида на мишени. Вследствие присутствия кислорода экспериментально наблюдаемый разброс сопротивлений пленок нитрида составляет  $20 \dots 10^4$  мкОм · см.

Снижение удельного сопротивления происходит с увеличением скорости нанесения пленки и при подаче отрицательного смещения на подложку  $\sim 50 \dots 100$  В. Для снижения доли кислорода улучшают предварительный вакуум и проводят предварительное распыление мишени в аргоне.

## ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Ознакомиться с правилами эксплуатации установки для магнетронного распыления.
2. Для полного давления плазмообразующего газа  $10^{-1} - 5 \cdot 10^{-2}$  Па снять зависимость мощности разряда от парциального давления азота. Определить величину  $P_{\text{кр}}$  (ток разряда 2 А).
3. Напылить пленку TiN для значений  $P_{\text{кр}}$ , определенных в пункте 2. Зафиксировать значение давления остаточной атмосферы до и после нанесения пленки.
4. Измерить толщину и поверхностное сопротивление полученных образцов. Оценить разброс параметров по площади пластины.

## СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Схема подколпачного устройства с указанием на ней положения образцов.
2. Экспериментальные зависимости  $W(P)$  и  $U(P)$  при  $I_p = 1,5 \dots 2$  А.
3. Результаты расчета скорости напыления пленки, данные о неравномерности толщины и поверхностного сопротивления.
4. Объяснение полученных результатов.

## КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Механизм образования пленки нитрида.
2. Влияние мощности и напряжения разряда на процесс распыления.
3. Влияние расхода и давления азота на скорость нанесения пленки.
4. Влияние внешних параметров процесса на состав и свойства пленок нитрида.
5. Ионная бомбардировка подложки и ее влияние на свойства пленок.
6. Методы контроля процесса реактивного распыления.
7. Влияние кислорода на свойства пленок.
8. Взаимосвязь цвета и состава пленки нитрида.

## ЛИТЕРАТУРА

1. *Сейдман Л.А.* Получение пленок нитрида титана методом магнетронного распыления (обзоры по электронной технике). – М.: Электроника, 1985.
2. *Ивановский Р.Ф. Петров В.Н.* Ионно-плазменная обработка материалов. – М.: Радио и связь, 1986.

## Приложение 1

### ИЗМЕРЕНИЕ ПОВЕРХНОСТНОГО СОПРОТИВЛЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПЛЕНКИ

Сопротивление резистора прямоугольного сечения  $a \cdot h$  длиной  $l$  определяется известным соотношением (рис. П1):

$$R = \rho \frac{l}{ah},$$

где  $\rho$  удельное сопротивление материала. Если  $a = l$ , то

$$R = \frac{\rho}{h} = R_s.$$

Величина  $R_s$  называется поверхностным сопротивлением и представляет собой сопротивление одного квадрата пленки ( $a \times l$ ). Поверхностное сопротивление не зависит от размера квадрата, а определяется только отношением  $\rho/h$ . Величина  $R_s$  выражается в омах на квадрат. Измерение  $R_s$  позволяет найти удельное сопротивление пленки  $\rho = R_s h$  без прямых измерений  $R$ ,  $l$ , которые не всегда возможны.

Для измерения поверхностного сопротивления широко используется четырехзондовый метод, схема которого приведена на рис. П2.

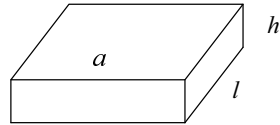


Рис. П1. Прямоугольный резистор сечения  $a \times h$  длиной  $l$

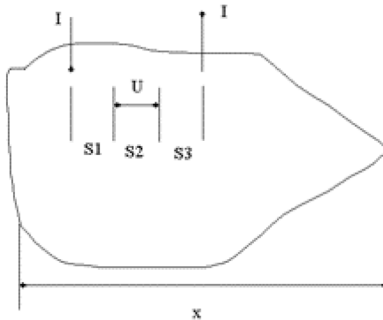


Рис. П2. Схема четырехзондового метода измерения

Если резистивный материал, на который устанавливаются зонды, представляет собой бесконечно тонкую пластину (т. е.  $x \gg S$ ) на изолирующей подложке, то с погрешностью менее 5 процентов

$$R_s = 4,532 \frac{U}{I}.$$

Обычно расстояние между зондами  $S_1 = S_2 = S_3$  составляет 1...0,25 мм. Схема запитывается от источника постоянного тока. При протекании тока между крайними зондами на участке  $S_2$  вольтметром фиксируется падение напряжения  $U$ .

## УСТРОЙСТВО МИКРОИНТЕРФЕРОМЕТРА

Микроинтерферометр МИИ-4 имеет круглое основание 18 (рис. ПЗ), на котором может быть установлен фотоаппарат 19 или рамка 20 с матовым стеклом. К верхнему торцу основания привинчена полая цилиндрическая колонка 21, на которой установлен предметный столик 22. При помощи двух микрометрических винтов 23 столик можно перемещать в двух взаимно перпендикулярных направлениях, величину перемещения столика отсчитывают по шкалам барабанов винтов. Столик можно также поворачивать вокруг вертикальной оси и стопорить винтом 24. Столик можно также поворачивать вокруг вертикальной оси и стопорить винтом 24.

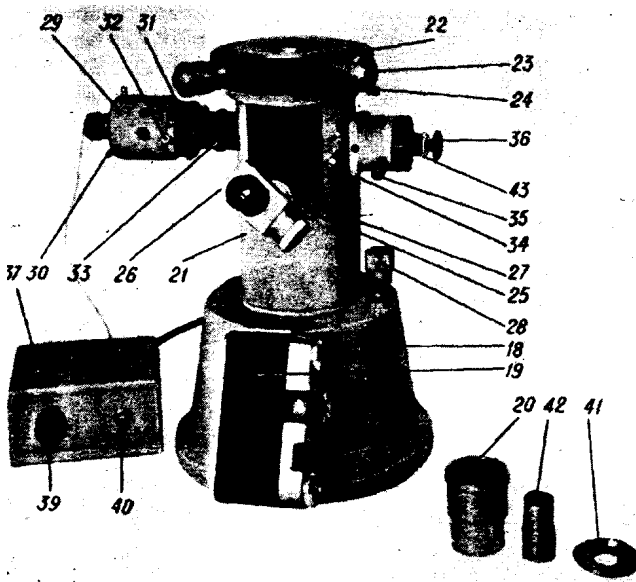


Рис. ПЗ. Устройство микроинтерферометра

В колонке 21 под углом  $70^\circ$  к вертикальной оси расположен визуальный тубус 25, в отверстие которого устанавливают прикладываемый к микроинтерферометру симметричный окуляр  $15\times$  со шкалой или сеткой.

Для измерения величины искривления интерференционных полос на наружный диаметр тубуса вместо окуляра устанавливают окулярный микрометр 26 (МОВ-1-16<sup>х</sup>).

На тубусе имеется кольцо 27, вращением которого можно вводить в оптическую систему или выводить из нее зеркало визуального тубуса. При визуальном наблюдении или измерении зеркало 9 должно быть введено в оптическую систему, а при фотографировании выведено.

Фокусировка микроскопа на объект осуществляется перемещением интерференционной головки при вращении микрометрического винта 28. Величина вертикального перемещения интерференционной головки может быть отсчитана по шкале барабана микрометрического винта.

Интерференционная головка укреплена на внутреннем стекле микроинтерферометра. Она состоит из левой, средней и правой частей.

Левая часть головки включает в себя фонарь 29 с винтами 30 (для центровки лампы) и трубку 31, в которую вмонтирована осветительная часть системы. В трубке установлена горизонтально выдвигающаяся пластинка 32 с тремя отверстиями. В двух крайних отверстиях этой пластинки закреплены светофильтры разных спектральных характеристик (зеленый или желтый) для получения монохроматического света, среднее отверстие, свободное, используется при работе в белом свете. Вращением кольца 33 с накаткой изменяется диаметр отверстия апертурной диафрагмы (от 1/1 до 1/8 диаметра).

В среднюю часть интерференционной головки ввинчен объектив. В корпусе средней части установлены разделительная пластинка и компенсатор. Рукоятка 34 служит для включения шторки. При включенной шторке лучи не попадают в объектив, в этом случае на микроинтерферометре можно работать как на металлографическом микроскопе. На торце рукоятки 34 нанесена стрелка, указывающая положение шторки.

В правой части головки установлены объектив и эталонное зеркало. Эта часть имеет устройство для изменения ширины и направления интерференционных полос. Ширина полос изменяется вращением винта 35 вокруг его оси. Изменение направления полос производится этим же винтом путем вращения его вокруг оси интерференционной головки. Винт 36 служит для смещения интерференционных полос в поле зрения микроскопа.

## Измерение толщины пленки

Толщина пленки  $H$  вычисляется в долях интервала между интерференционными полосами по формуле

$$H = \frac{\lambda}{2} \frac{N_3 - N_4}{N_1 - N_2},$$

где  $\lambda$  – длина волны света ( $\lambda = 0,54$  при работе в белом свете);  $N_3, N_4$  – отсчеты по шкалам окулярного микрометра при измерении изгиба полосы;  $N_2, N_1$  – отсчеты при измерении интервала между полосами.

## Порядок измерений

Интерференционная картина, наблюдаемая на резкой границе пленка–подложка имеет вид, показанный на рис. ПЗ. Для измерений следует установить винтовой окулярный микрометр МОВ-1-16 так, чтобы одна из нитей перекрестия совпала с направлением интерференционной полосы, а другая – с направлением границы раздела пленка–подложка. Дальнейшие положения перекрестия, соответствующие отсчетам  $N_i$ , ясны из рис. П4.

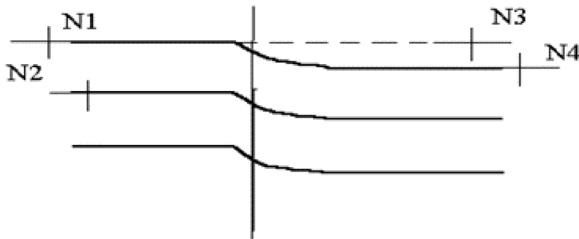


Рис. П4. Измерение толщины пленки

**№ 4120**

**53**

**О-753**

# **ОСНОВЫ ТЕХНОЛОГИИ ЭЛЕКТРОННОЙ КОМПОНЕНТНОЙ БАЗЫ ТЕХНОЛОГИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК**

**Методические указания**

**НОВОСИБИРСК  
2012**



**ОСНОВЫ ТЕХНОЛОГИИ  
ЭЛЕКТРОННОЙ КОМПОНЕНТНОЙ БАЗЫ  
ТЕХНОЛОГИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК  
Методические указания**

Редактор *И.Л. Кескевич*  
Выпускающий редактор *И.П. Брованова*  
Корректор *Л.Н. Кинит*  
Компьютерная верстка *Н.М. Шуваева*

---

Подписано в печать 05.04.2012. Формат 60 × 84 1/16. Бумага офсетная  
Тираж 50 экз. Уч.-изд. л. 2,32. Печ. л. 2,5. Изд. № 435/11. Заказ №  
Цена договорная

---

Отпечатано в типографии  
Новосибирского государственного технического университета  
630092, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20