ИЗ ОПЫТА РАБОТЫ

Л.П. Ануфриев*, А.С. Турцевич*, В.В. Глухманчук*, Я.А. Соловьев*, В.В. Баранов**

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ ФОРМИРОВАНИЯ НА СВОЙСТВА ТОНКИХ ПЛЕНОК МОЛИБДЕНА, НАНЕСЕННЫХ МАГНЕТРОННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ

*Унитарное предприятие «Завод Транзистор», ул. Корженевского 16, г. Минск, 220016, Беларусь **Учреждение образования "Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники", ул. П. Бровки 6, г. Минск, 220067, Беларусь

Введение

В настоящее время тонкие пленки молибдена находят широкое применение в многослойных системах металлизации при производстве изделий микроэлектроники в качестве барьерного металла [1, 2] и диодов Шоттки, так как хорошо подвергаются сухому травлению, имеют меньший, чем у алюминия, размер зерна, а высота потенциального барьера к кремнию *n*-типа составляет 0,68 В [3].

Основной недостаток тугоплавких металлов – более высокое удельное сопротивление по сравнению с алюминием. Введение же добавок Ті, Сu, Si в алюминий для подавления роста шипов (усов) способствует росту его удельного сопротивления до 0,05 – 0,06 мкОм·м, что делает его сравнимым с удельным сопротивлением объемного молибдена – 0,05 мкОм·м [1].

Таким образом, удельное сопротивление молибдена является одним из основных параметров, определяющих его использование в производстве интегральных схем на современном этапе.

Величины удельного сопротивления объемного молибдена и его тонких пленок, нанесенных различными методами, представлены в табл. 1 [4 – 8].

Метод нанесения	Удельное сопротивление, мкОм·м	Источник информации	Примечание
Электронно-лучевое испарение	10	[4]	Вакуум 6,65·10 ⁻³ Па
То же	0,28 0,1	[5]	Вакуум 6,7·10 ⁻⁵ Па, после отжига 1000°С
Осаждение из газо- вой фазы	1,0	[6]	Пиролиз Мо(ОС) ₆ при тем- пературе 320–370°С
Катодное распыле- ние	0,3	[7]	Давление аргона ≈ 1 Па
То же	0,3	[8]	Геттерная очистка рабочего газа
То же	0,1	[8]	Распыление со смещением подложки
То же	0,07	[8]	Геттерная очистка, распы- ление со смещением
Магнетронное рас- пыление	0,11 – 0,25	Настоящая работа	Установка непрерывного действия

Таблица 1. Удельное сопротивление массивного молибдена и тонких пленок при различных методах нанесения

© Ануфриев Л.П., Турцевич А.С., Глухманчук В.В., Соловьев Я.А., Баранов В.В., Электронная обработка материалов, 2004, № 3, С. 70 – 74. Как видно из табл. 1, удельное сопротивление тонких пленок молибдена может иметь существенное различие в зависимости от метода и условий их нанесения. Несмотря на большой объем проведенных ранее работ, данная проблема требует дополнительного изучения.

Целью настоящей работы является исследование электрофизических свойств тонких пленок молибдена, полученных методом магнетронного распыления на установке непрерывного действия в зависимости от условий получения.

Методика эксперимента

Пленки молибдена наносили на пластины монокристаллического кремния КЭФ 20 (100) толщиной 280 ± 20 мкм методом магнетронного распыления на установке непрерывного действия «Оратория 29» с криогенной системой откачки, обеспечивающей предельное остаточное давление не хуже 10^{-5} Па. Расстояние мишень – подложка составляло 80 мм. Скорость движения подложек по треку $V_k - 110$ мм/мин. Чистота молибденовой мишени не хуже 99,93%. В качестве рабочего газа использовался аргон чистотой не хуже 99,99%. В процессе распыления варьировались следующие условия нанесения: давление аргона P_{Ar} , мощность магнетронного разряда W и ток нагревателя пластин I_h , определяющий температуру подложек при нанесении пленки. Эти факторы принципиально влияют на процесс поглощения рабочего газа пленкой, скорость ее роста и характер зародышеобразования.

Контроль толщины нанесенных пленок производился при помощи микроинтерферометра МИИ-4, профилометра AlphaStep 200 и растрового электронного микроскопа (РЭМ) S-806 фирмы Hitachi (Япония). Определение поверхностного сопротивления проводилось при помощи измерителя OmniMap RS-30, фирмы Prometrix Corp. (США). Фазовый состав и текстуру пленок исследовали на рентгеновском дифрактометре ДРОН-2. Структурно–морфологические параметры пленок определялись просвечивающим электронным микроскопом (ПЭМ) S-800 фирмы Hitachi (Япония) в режимах «на просвет» и получения «электронограмм».

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 (*a*, *б*) представлены зависимости скорости осаждения и удельного сопротивления пленок от мощности разряда магнетрона соответственно.



Рис. 1. Зависимости от мощности магнетронного разряда: а – скорости осаждения пленки, б – удельного сопротивления при различных токах нагрева: без нагрева (1), ток нагрева 6 A (2) (давление аргона 0,8 Па, скорость конвейера 110 мм/мин)

Как видно из рис. 1, *a*, мощность магнетрона однозначно определяет скорость осаждения тонкой пленки. При этом из рис. 1, *б* видно, что в случае нанесения пленки на холодную подложку кривая зависимости его удельного сопротивления имеет так называемую «полку насыщения» на уровне 0,13 мкОм·м при мощности распыления более 0,7 кВт. При меньших значениях мощности наблюдается рост удельного сопротивления.

В случае осаждения пленок с предварительным нагревом пластин током ИК лампы 6,0 А (что соответствует температуре 480°С) «полка насыщения» находится на уровне 0,11 мкОм·м, начиная со значений мощности более 0,5 кВт. С уменьшением мощности до 0,25 кВт значение удельного сопротивления возрастает до 0,14 мкОм·м.

В табл. 2 представлены данные о влиянии толщины пленки на удельное сопротивление при постоянной скорости нанесения, давлении аргона и без предварительного нагрева.

Сравнение данных на рис. 1, б и табл. 2 позволяет сделать вывод, что нельзя объяснить поведение зависимости удельного сопротивления одним только влиянием толщины пленки, так как при постоянной скорости осаждения уменьшение толщины пленки в три раза приводит к увеличению удельного сопротивления менее чем на 20%.

Таблица 2. Удельное сопротивление при различной толщине пленок молибдена; $W = 1,0 \, \kappa Bm$, $P_{Ar} = 0,8 \, \kappa Bm$, скорость нанесения 4,0 нм/с

Толщина пленки, мкм	Удельное сопротивление, мкОм м	
0,22	0,130	
0,11	0,144	
0,075	0,152	

На рис. 2 представлены ПЭМ-снимки пленок молибдена и их реплик, нанесенных с различными скоростями.



Рис. 2. Микроструктура пленок молибдена: $a - \Pi \Im M$ -фотопленки молибдена при W = 0,25 кВт, $P_{Ar} = 0,5 \Pi a$, $I_h = 6,0 A$; $\delta - морфология$ пленки, нанесенной в предыдущих режимах; $s - \Pi \Im M$ - фотопленки молибдена при W = 0,55 кВт, $P_{Ar} = 0,5 \Pi a$, $I_h = 6,0 A$; $\epsilon - морфология$ пленки

Из рис. 2, *а* и *в* видно, что размер зерна увеличивается с наращиванием мощности разряда от 20 - 40 до 40 - 80 нм, что по нашему мнению, объясняет характер зависимости удельного сопротивления от мощности. Результаты электронографического анализа показали, что образец на рис. 2, *в*, имеет более ярко выраженную текстуру в направлении <110> по сравнению с рис. 2, *а*. Сравнение рис. 2, *б* и *г* также свидетельствует о снижении микронеровностей поверхности пленки при увеличении скорости осаждения

При данной морфологии поверхности и размерах зерна пленок молибдена обеспечивается минимальная неровность края при формировании фотолитографического рисунка.

Таким образом, снижение удельного сопротивления при увеличении скорости осаждения обуславливается увеличением размеров кристаллитов и приобретением ими пространственно–ориентированной текстуры. Однако существует предел мощности разряда, при превышении которого дальнейшего снижения удельного сопротивления не происходит.

На рис. 3 (*a*, *б*) представлены зависимости удельного сопротивления молибденовых пленок и механических напряжений в них от давления аргона при постоянной мощности разряда соответственно.



Рис. 3. Зависимости от давления аргона: a - yдельного сопротивления пленок молибдена при различных токах нагрева I_h , A: 1-0; 2-6 ($W = 0.5 \text{ кBm}, V_k = 110 \text{ мм/мин}$); 6 - механических напряжений [9]

Как известно, атомы рабочего газа всегда присутствуют в нанесенных пленках [8]. Причем их содержание может достигать нескольких процентов. Внедренные таким образом в пленку они будут влиять на процесс ее роста, а значит, и на удельное сопротивление.

При напылении молибдена на подложку без предварительного нагрева, как видно из рис. 3, *a*, удельное сопротивление пленки увеличивается с ростом давления аргона. В случае нагрева подложки увеличение удельного сопротивления с ростом давления происходит не сразу, а начиная с давления аргона 1,2 Па. Данный характер зависимостей обуславливается кинетикой роста пленки на нагретой подложке, то есть атомы рабочего газа, мигрирующие по поверхности вместе с атомами молибдена, успевают в большинстве своем десорбироваться. Так происходит до тех пор, пока их концентрация на поверхности растущей пленки не достигнет критического значения.

Анализ данных ПЭМ показал, что существенных отличий при одинаковой скорости осаждения и токе нагрева по размерам зерен (он составлял 20 – 40 нм) и структуре пленки нет. То есть полученные данные должны интерпретироваться только с точки зрения содержания аргона в пленке.

Таким образом, с увеличением давления аргона происходит рост удельного сопротивления и механических напряжений (соответственно и ухудшение адгезии в подложке) в тонких пленках молибдена, что обуславливает нецелесообразность их использования в указанных диапазонах изменения технологических факторов.

Как видно из рис. 1, 6 и 3, a, нагрев подложек перед нанесением пленки позволяет порой более чем на 20% уменьшить удельное сопротивление тонких молибденовых пленок, что обусловлено увеличением размеров зерна и десорбцией атомов рабочего газа из наносимой пленки. При этом среднеквадратическое отклонение удельного сопротивления снижается вдвое при увеличении тока нагрева от 0 до 6 А.

Таким образом, изменением условий нанесения тонких пленок молибдена можно регулировать их удельное сопротивление, размер зерна, внутренние механические напряжения.

В сравнении с результатами [5], где пленки молибдена были получены магнетронным распылением на подложки, нагретые до 100 – 200°С со скоростью роста 1,5 – 4,0 нм/с, имели средний размер зерна 25 – 35 нм, удельное сопротивление 0,3 – 0,36 мкОм·м с величиной механических напряжений 0,15 – 0,3 ГПа, в данной работе при температуре подложки 480°С и скорости нанесения 2 – 4 нм/с достигнуты значения удельного сопротивления 0,11 мкОм·м, размер зерна 40 – 80 нм, а механические напряжения составляли 0,125 – 1,3 ГПа.

Заключение

Исследовано влияние основных технологических факторов, влияющих на электрофизические свойства тонких пленок молибдена, нанесенных методом магнетронного распыления. Установлены области, где электрофизические свойства слабо чувствительны к влиянию данных факторов. При этом среднеквадратические отклонения по удельному сопротивлению уменьшаются более чем в два раза, что открывает широкие возможности по повышению стабильности и воспроизводимости параметров пленок, и это особенн о важно для обеспечения высокого выхода годных интегральных схем и диодов Шоттки.

Для получения тонких молибденовых пленок с требуемыми параметрами необходимо высокопроизводительное высоковакуумное технологическое оборудование с безмасляными откачными средствами. Более жесткие требования должны предъявляться к чистоте исходных материалов и технологических сред [10]. Дальнейшее улучшение параметров тонких пленок возможно при улучшении ее кристаллической структуры, например, при использовании процесса ионной бомбардировки пленки во время нанесения [11].

ЛИТЕРАТУРА

1. Пасынков В.В., Сорокин В.С. Материалы электронной техники. Санкт-Петербург, 2001.

2. Достанко А.П., Баранов В.В., Шаталов В.В. Пленочные токопроводящие системы СБИС. Минск, 1989.

3. Зи С. Физика полупроводниковых приборов / В 2-х книгах. Кн.1. Пер. с англ. М., 1984.

4. *Черняев В.Н., Буханова А.А., Блохин В.Г., Шишкина Т.И.* Структура и электрофизические свойства тонких резистивных пленок молибдена на сапфире // Электронная техника. Сер. «Материалы». 1979. Вып. 3. С. 3 – 6.

5. Румак И.В. Компоненты МОП-интегральных микросхем. Минск, 1991.

6. *Абрамова Л.И., Качурина Е.Е., Сопов О.В и др.* Исследование электрофизических свойств МОП–структур с металлическими электродами, изготовленными различными методами // Электронная техника. Сер. 2. 1977. Вып. 7. С. 3 – 9.

7. Диденко В.Д., Иванова Е.В. Исследование молибденовых пленок, полученных катодным распылением // Электронная техника. Сер. «Материалы». 1974. Вып. 2. С. 14–19.

8. Технология тонких пленок (справочник) / Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. Пер. с англ. Т. 1. М., 1977. 664 с.

9. Баранов В.В., Глухманчук В.В., Соловьев Я.А., Тарасиков М.В. Механические напряжения в тонких пленках на основе молибдена // Тонкие пленки в электронике и оптике. Харьков, 2003. С. 339 – 342.

10. *Турцевич А.С., Гранько В.И., Красницкий В.Я.* Специальные технологические среды в производстве СБИС и УБИС // Зарубежная электронная техника. 1991. № 4. С. 3 – 38.

11. Достанко А.П., Баранов В.В., Ануфриев Л.П. и др. Повышение стабильности твердотельных структур при ионной бомбардировке // Электронная обработка материалов. 2001. № 2. С. 43 – 45.

Поступила 28.08.03

Summary

The study of the basic electrophysical parameters of thin Mo films obtained by magnetron sputtering depending on the conditions of deposition was made. It is shown that the films obtained at deposition rate about 4 nm/s and at less than 1 Pa Argon pressure to the substrates heated up to temperature over 450°C have the best reproducibility.

S. Ababei, I. Gheorghiu

THE INFLUENCE OF POLUTION ON THE ELECTRICAL INSULATORS

University of Bacau, 157 Calea Marasesti str., RO-5500, Bacau, Romania

Introduction

The pollutant agents that are present in the environmental air have a direct influence on the electrical properties of insulators. The surface properties of the insulators are the first ones to be affected.

Test conditions

A study on the influence of some pollutant agents on the electrical insulator was done. Electrical insulator types 2025, 2026, PSG6, PSG12 and VLKS were tested individually or in groups of two or more elements, in gradually increasing pollution conditions.

Nitrogen oxide, chlorine and sodium chloride were used as pollutant agents, because, these gases usually are emitted by chemical plants. Electrical insulators with a clean surface as well as covered with silicone vaseline were used. These insulators were exposed during a six month period to polluted medium with nitrogen oxides and sulfuric anhydride.

The tests were performed in the following conditions:

- The insulators were tested individually or in groups, in conditions of constant humidity and constant applied voltage while the concentration of pollutant agent in the environment air was gradually increasing.

- The insulators were tested individually or in groups in conditions of constant pollutant agent concentration in environmental air and constant applied voltage while relative air humidity was gradually increasing.

- The insulators were tested individually or in groups in conditions of constant pollutant agent concentration in environmental air and constant humidity while applied voltage was gradually increasing.

Theoretical considerations

Applied voltage and humidity effects on the polluted surface of insulator results in the appearance of leakage currents. The values of these currents are determined by the conductivity of superficial film on the surface. This leads to the conclusion that the dependence of leakage current on conductivity and applied voltage is as follows:

[©] Абабей С., Георгиу И., Электронная обработка материалов, 2004, № 3, С. 74 – 80.