

Caracterização da Deposição de um Sistema de "Sputtering" DC

Marco Antonio Silveira e Alaide P. Mammana

IM/CTI e FEE/UNICAMP

Resumo

Como parte da caracterização de um sistema de pulverização catódica (sputtering) DC por nós desenvolvido, foram estudados filmes finos de Si e Ta sobre substratos amorfos e cristalinos. Verificou-se a linearidade da taxa de deposição para potências na faixa de 25 a 150 W e pressões na câmara entre 30 a 100 mTorr. Os filmes depositados apresentaram boa aderência aos substratos, tendo revelado a presença de oxigênio e argônio por medidas de RBS. Os filmes de Ta têm resistividade na faixa de 1,8 a 10,1 mohm.cm, dependendo das condições de deposição, densidade de $12,4 \pm 0,3$ g/cm³, com estrutura α (ccc) fortemente orientada na direção (110) e grãos da ordem de 30 Å independentemente do tipo de substrato. Micrografias eletrônicas dos filmes revelaram uma estrutura colunar perpendicular à superfície dos substratos.

Introdução

Visando o desenvolvimento de dispositivos de filmes finos foi estudada a deposição de filmes de Ta e de Si, buscando-se caracterizar o desempenho de um sistema de pulverização catódica projetado e construído em nosso laboratório [1, 2 e 3]. Neste trabalho serão apresentados os resultados obtidos no estudo da variação da taxa de deposição com a pressão na câmara e com a potência entregue ao alvo, para os dois materiais mencionados. Serão apresentados também os resultados da análise dos filmes depositados no que se refere à aderência aos substratos, à densidade volumétrica, à resistividade elétrica, à composição química, à estrutura cristalográfica, ao tamanho de grãos e à morfologia.

Técnicas Experimentais

O sistema de pulverização catódica objeto deste estudo é do tipo diodo DC, operando com uma bomba difusora de 6" e dispondo de três alvos de 100 mm de diâmetro. Maiores detalhes do sistema podem ser obtidos nas referências [1 e 2]. Filmes de Si e de Ta foram depositados so-

bre substratos de vidro sódio-cálcico e de silício tipo P monocristalino (111), submetidos à processos de limpeza específicos [4]. Medidas de espessura foram realizadas em um perfilômetro Sloan Dektak 3030 com precisão de ± 50 Å. Medidas de resistência pelicular foram feitas num sistema de quatro pontas K & S com miliohmímetro Keithley 503. A aderência dos filmes aos substratos foi avaliada qualitativamente pelo método de Strong (com fita adesiva). A densidade volumétrica foi obtida pesando-se amostras de espessura conhecida.

A caracterização estrutural dos filmes foi feita num difratômetro de raios-X Philips PW 1380, usando-se a linha K_{α} do cobre filtrada com níquel. A composição química dos filmes de Si foi determinada por espectrometria de retroespalhamento de Rutherford (RBS), com ions de hélio de 0,8 MeV.

As micrografias dos filmes de Ta foram realizadas com um microscópio eletrônico de varredura Cambridge Stereoscan S4-10. As amostras após terem sido preparadas (embutimento/clivagem/polimento) foram metalizadas com uma fina camada de ouro.

Resultados

Foi estudado o comportamento da taxa de deposição T_d com a potência P_a (fig.1) para o alvo de Ta, pressão na câmara $P = 60$ mTorr e distância entre alvo e substrato $D = 25$ mm, observando-se um crescimento linear de T_d com potências na faixa de 25 a 150 W. Este comportamento reflete a dependência do número de espécies ejetadas do alvo com a corrente de alvo I_a , isto é:

$$T_d = k \cdot I_a$$

onde k é uma constante determinada pelos parâmetros do processo (P , tipo de gás, material do alvo, geometria do sistema e tensão de alvo V_a).

O efeito de P em T_d é ilustrado na fig. 2, onde são apresentadas as curvas obtidas para Ta e Si, com tensão de alvo $V = 1.500$ V e $D = 25$ mm. Na faixa de pressões

investigadas, T_d cresce linearmente com P , reforçando sua dependência com I_a , uma vez que esta última depende diretamente de P [3]. Na fig.2 constata-se também que a T_d para o Ta é maior que a do Si, em toda a faixa de pressões, apresentando ainda um maior coeficiente angular, o que pode ser atribuído a três fatores: à maior corrente de alvo do Ta, observada para tensões superiores a - 900 V [3]; ao maior rendimento no processo de remoção de átomos de Ta pelos ions de Ar, em toda faixa de energia [5]; e ao maior espalhamento dos átomos de Si nas colisões com os átomos de Ar ionizados ou não, dado ser a massa destes mais próxima do Si do que do Ta [6].

É boa a aderência dos filmes aos substratos, não ocorrendo sua remoção em nenhuma das amostras estudadas, o que confirma como uma característica intrínseca desta técnica a promoção da aderência, atribuída à maior energia das espécies ao atingirem o substrato [7].

A Tabela I ilustra a dependência da resistividade elétrica do Ta com T_d , para $P = 60$ mTorr, $D = 25$ mm, e fluxo de argônio $\phi = 4,5$ torr.l/min. A variação de ρ é atribuída a presença de contaminantes, principalmente por ser o Ta um material altamente reativo, sendo suas características elétricas fortemente influenciadas por contaminantes, especialmente o oxigênio [8].

Estudou-se a influência da pressão parcial do Ar na resistividade elétrica dos filmes e na corrente de alvo para três fluxos do gás, mantendo-se $D = 25$ mm, $P = 100$ mTorr e $V_a = -1.500$ V, sendo os resultados apresentados na Tabela II. O aumento de ρ com a diminuição de ϕ é atribuído à uma maior incorporação de espécies reativas favorecida com o aumento da pressão parcial de contaminantes na câmara.

TABELA I

Resistividade Elétrica dos Filmes de Tântalo

Pa [W]	T_d [Å/min]	ρ [m Ω .cm]
135	280	2,4
100	230	5,1
60	150	10,8

sões parciais de Ar. Uma análise cuidadosa da composição é necessária para uma conclusão inequívoca.

TABELA II

Influência da Atmosfera da Câmara de Deposição

ϕ [Torr.l/min]	T_d [Å/min]	ρ [m Ω .cm]	I_a [mA]
3,0	400	3,0	134
4,5	370	2,6	142
7,5	340	1,8	150

Análise por RBS mostraram que os filmes de Si apresentam concentrações relativamente altas de argônio e oxigênio. Na amostra 103M, obtida a 60 mTorr, com $V = -1750$ V, $I_a = 58$ mA e $T_d = 130$ Å/min, encontrou-se 3,5% de argônio e 7,5% de oxigênio, enquanto que na amostra 95E, obtida a 90 mTorr, $V = -1.500$ V, $I_a = 104$ mA e $T_d = 175$ Å/min, encontrou-se 16% de argônio e 20% de oxigênio.

A incorporação de Ar aos filmes, conforme proposto por Blodgett e Vanderslice [9], resulta da interação entre átomos metaestáveis de Ar e a superfície do substrato. Esta idéia, no entanto, é contraposta por outros autores que sugerem que o aprisionamento dos átomos nobres ocorre pelo impacto com alta energia cinética [10 e 11]. Winters e Kay encontraram que o aprisionamento começa a ocorrer para ions com energias superiores à 100 eV, semelhantemente ao que foi observado por Lee e Oblas, ambos os trabalhos demonstrando que a concentração de argônio nos filmes cresce de forma acentuada com a diminuição da pressão na câmara, ao contrário do que ocorre com a concentração das espécies reativas. Tal efeito é explicado pelo fato de que com o aumento da pressão aumentam as colisões na fase gasosa, fazendo com que uma porcentagem dos átomos de Ar neutralizados e retroespalhados no alvo, percam energia nestas colisões, chegando ao substrato com energia insuficiente para serem armadilhados. Lee e Oblas verificaram ainda, como é de se esperar, que concentração de argônio no filme cresce com o aumento da tensão aplicada ao alvo. Nesse sentido a contaminação de Ar a um nível 4 vezes maior na amostra 95E, obtida com menor tensão de alvo e com maior pressão que a amostra 103M está a exigir uma análise mais cuidadosa, devendo-se efetuar mais medidas. A partir da observação de Lee e Oblas de que concentrações elevadas de Ar (superiores à 10%) parecem comprometer a aderência de filmes de tungstênio sobre Si, gostaríamos de observar que no nosso caso amostras

Da Tabela II pode-se ainda inferir um aparente crescimento de T_d com a diminuição de ϕ , o que não deve ser interpretado como um aumento do número de átomos de Ta, mas sim como uma maior incorporação de contaminantes ao filme, tendo em vista o aumento de ρ e a menor I_a obtida nas menores pres-

de Si sobre vidro, com 16% de Ar, apresentaram boa aderência.

A fig. 3 mostra um difratograma típico obtido para filme de Ta depositado sobre vidro, para $V_a = -1.500$ V, $P = 90$ mTorr e $D = 25$ mm, e espessura de 20.000 Å. Uma única reflexão observada em $2\theta = 38,4$ graus, e correspondente ao Ta- α , de estrutura ccc, indica que o filme é policristalino, fortemente orientado na direção (110). Atribuindo-se o alargamento de $1,1$ graus na meia altura do pico ao espalhamento pelos grãos, pode-se calcular o diâmetro médio dos grãos como sendo igual a 26 Å, subtraindo-se o espalhamento instrumental, por comparação com o alargamento obtido em grãos de alumina de diâmetro controlado, nas mesmas condições experimentais [12]. A simetria observada nos picos, independentemente de serem amorfos ou cristalinos os substratos, indica que não há tensões residuais aplicadas aos filmes nas condições de deposição estudadas.

Os difratogramas dos filmes de silício sobre substratos de vidro e de silício (111) não apresentaram picos definidos, mas bandas que, no entanto, não nos permitiram concluir quanto à estrutura dos filmes.

A densidade volumétrica dos filmes de Ta foi determinada como da ordem de $12,4 \pm 0,3$ g/cm³, o que os classifica como de Ta de baixa densidade, em acordo com os valores obtidos para a resistividade elétrica na faixa de 2 a $10 \Omega \cdot \text{cm}$ para o "low density tantalum" de estrutura ccc [7]. Schuetze e colaboradores publicaram o primeiro trabalho mencionando a existência desta estrutura mais porosa do Ta [13], obtida com baixas tensões de alvo, como as por nós utilizadas.

A micrografia eletrônica de varredura apresentada na fig. 4 é uma vista da seção transversal de uma amostra típica de Ta sobre vidro, mostrando também a superfície do filme e a resina de embutimento. Observa-se que o filme cresceu de forma colunar normal à superfície do substrato, dando origem a uma superfície formada por círculos correspondentes ao topo das colunas, que se repetem regularmente com diâmetro médio da ordem de 1.400 Å.

Conclusões

Estudou-se a taxa de deposição de filmes de Ta e de Si em função da potência e da pressão na câmara, observando-se uma variação linear da taxa com a potência na faixa de 25 a 150 W, e com a pressão na faixa de 30 a 100 mTorr, para uma dada geometria da câmara ($D = 25$ mm, diâmetro do alvo de 100 mm e uma dada blindagem de alvo). A taxa de deposição do Ta mostrou-se superior à do Si em todas as condições ensaiadas,

tendo em vista a maior I_a , o maior rendimento no processo de remoção e o menor espalhamento sofrido pelo Ta. Os filmes de Ta e de Si mostraram boa aderência a todos os substratos empregados, independentemente destes serem amorfos ou monocristalinos.

Verificou-se que a resistividade elétrica é fortemente influenciada pela taxa de deposição do filme e pela pressão parcial de argônio na câmara, o que parece refletir a presença de contaminantes no filme.

Apesar de não ter sido exaustivo o estudo difratométrico dos filmes, os resultados indicam que os filmes de Ta obtidos para V na faixa entre -1.000 e -1.500 V, I_a na faixa de 30 a 170 mA e P na faixa de 30 a 100 mTorr, são policristalinos, com estrutura ccc, com uma textura bem marcada na direção (110), e grãos de diâmetro médio de 30 Å, independentemente do substrato.

Não foram conclusivas as análises estruturais dos filmes de Si, acreditando-se serem amorfas. Análises realizadas em duas amostras revelaram a presença de oxigênio e argônio em altas concentrações, o que se atribui às baixas taxas de deposição.

Medidas da densidade volumétrica confirmaram que os filmes de Ta são do tipo "low density". Sua estrutura porosa, formada por colunas que crescem perpendicularmente à superfície do substrato, pode ser vista através de micrografias eletrônicas.

Um estudo mais aprofundado das características físico-químicas dos filmes e de suas dependências do processo de deposição demandam uma análise mais cuidadosa, baseada em medidas da composição química do filme e da atmosfera da câmara num número bem maior de amostras. Este estudo deverá ser realizado em continuação à este trabalho.

Agradecimentos

A física Astrid Damasco e à técnica Rita H.B.Jacom pelas micrografias, à eng^a Maria de Fátima de Gouveia pelas medidas da densidade dos filmes e ao Dr. Joel Pereira de Souza pelas medidas de RBS.

Bibliografia

1. M.A.Silveira, A.P.Mammana e C.I.Z. Mammana, Rev.Brasil.Apl.Vac. 1, pp.11-18 (1984)
2. M.A.Silveira, A.P.Mammana e C.I.Z. Mammana, Anais do IV Simpósio Bras. Microeletrônica, pp.539-548 (1985).
3. M.A.Silveira e A.P.Mammana, Anais do III Congresso Bras. Microeletrônica, pp.199-210 (1988)
4. Limpeza de Substratos de Vidro; IEP n° LP 001 e LP 004, Lab. de Mostradores de Cristal Líquido, IM/CTI, (1987).

5. B.Chapman, Glow Discharge Processes, John Wiley & Sons, New York, p.378 (1980).
6. *ibid*, p.25 (1980).
7. L.I.Maissel and R.Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill Book Company, N.Y., p.18-12 (1970).
8. *ibid*, p.4.20 (1970).
9. K.B.Blodgett and T.A.Vanderslice, J.Appl.Phys., v.31, p.1017 (1960).
10. H.F.Winters and E.Kay, J.Appl.Phys., v.38, p.3928 (1967).
11. W.W.Lee and D.Oblas, J.Vac.Sc.Tech., v.7, p.129 (1970).
12. W.H.Zachariasen, Theory of X-Ray Diffraction in Crystals, Dover Publications, N.Y., p.102 (1967).
13. H.J.Schuetze, H.W.Ehlbeck and G.G.Doerbeck, Trans. 10th Natl.Vacuum Symp., p.434 (1963).

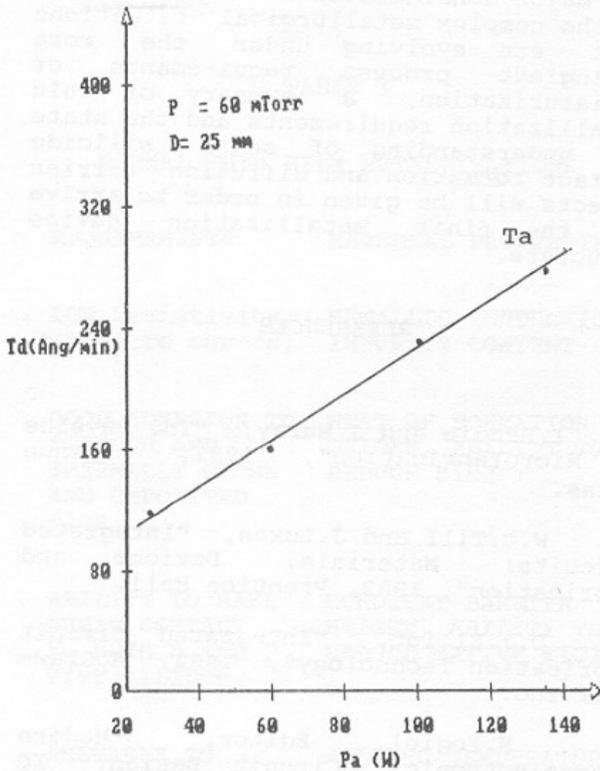


Fig.1 Taxa de deposição como função da potência entregue ao alvo (Ta)

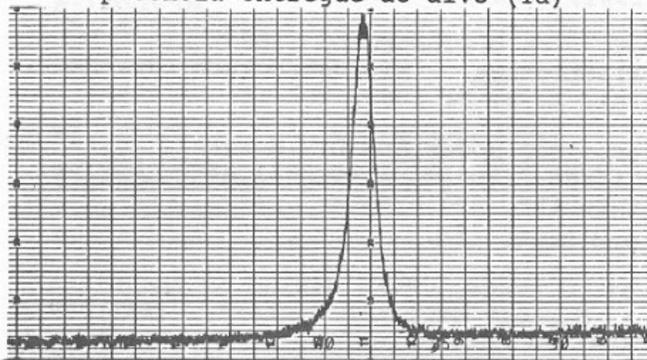


Fig.3 Difratoograma típico de filme de Ta sobre vidro

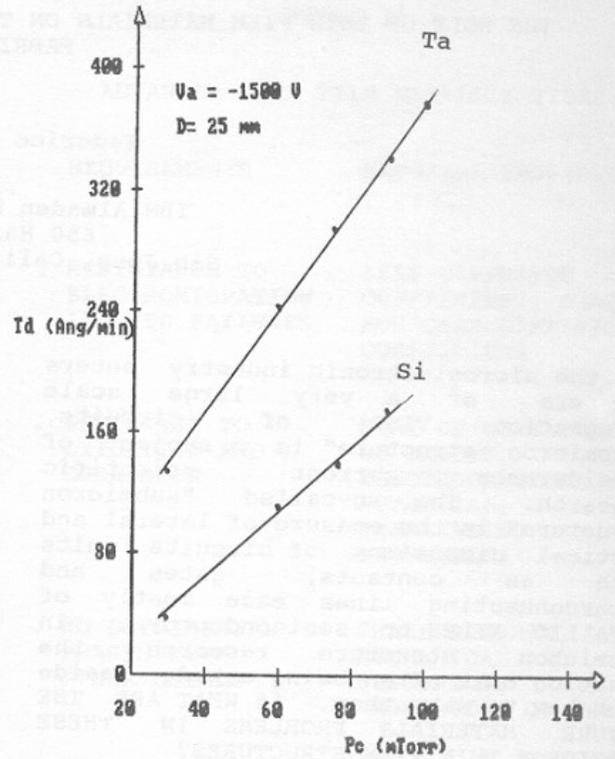


Fig.2 Taxa de deposição como função da pressão na câmara (Ta e Si)

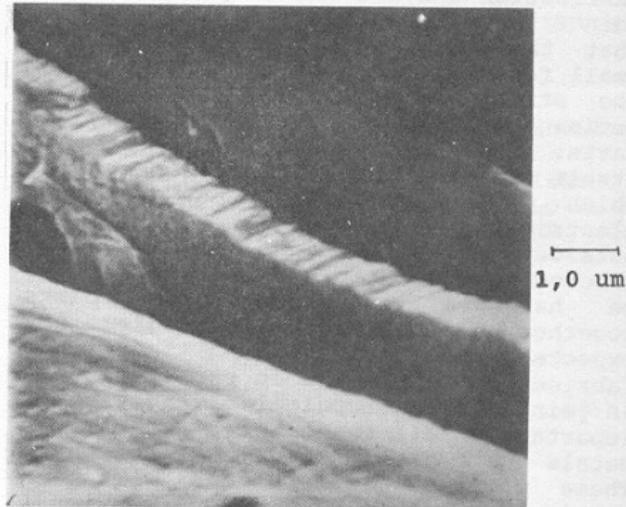


Fig.4 Micrografia eletrônica mostrando a seção transversal e a superfície de uma filme de Ta sobre vidro