

# Fachpraktikum

## *Mikroelektronik und Sensorik*

### Versuch: Plasmazerstäuben



### Versuchsanleitung Plasmazerstäuben

## 1. Versuchsziel

Kennenlernen der Grundlagen des Katodenzerstäubens (Sputtern). Herstellung einer SiO<sub>2</sub>-Schicht in einer HF-Zerstäubungsanlage. Untersuchung der technologischen Einflüsse auf die Schichteigenschaften.

## 2. Versuchsgrundlagen

Die Festkörperzerstäubung (Sputtern, Katodenzerstäuben) ist ein Abtragen der Oberfläche eines Festkörpers durch energiereiche Teilchen. Diese Teilchen sind im allgemeinen Ionen, die in einer Niederdruckentladung (nichtthermisches Plasma) durch Elektronenstoßprozesse erzeugt werden. Die abgetragenen Teilchen können bei entsprechender Anordnung der Elektroden zur Schichtbildung auf einem Substrat führen. Ein Material lässt sich erst zerstäuben, wenn die Energie der auftreffenden Ionen über der Sublimationsenergie des Targetmaterials liegt. Die Wechselwirkung der Ionen mit dem Targetmaterial ist sehr komplex. Ein Teil der kinetischen Energie der auftreffenden Ionen verteilt sich als Folge unterschiedlicher Stoßprozesse unter Ausbildung einer Stoßkaskade auf das Targetmaterial und führt zur Erwärmung. Es kommt dabei auch zur Rückstreuung von Primärionen bzw. zum Herausschlagen von Sekundärteilchen. Die Zerstäubungsausbeute wird im wesentlichen von der Energie der auftreffenden Ionen, vom Masseverhältnis der Ionen-Target-Kombination, dem Auftreffwinkel und der Struktur des Targetmaterials bestimmt.

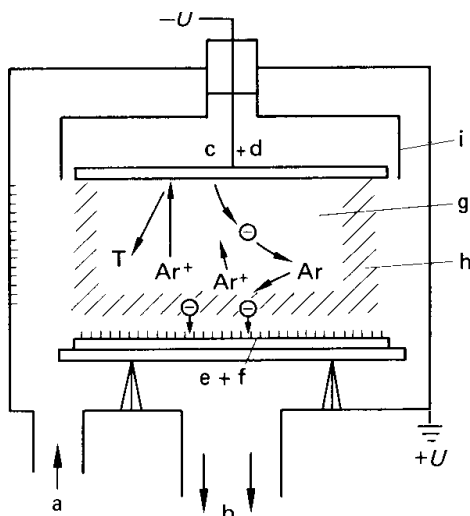
### 2.1 Schichtherstellung durch Plasmazerstäuben

Schichten für elektronische Bauelemente, SAW (Surface Acoustic Wave)-Bauelemente und Sensoren werden häufig durch Sputtern hergestellt. Dabei ist es sowohl möglich, isolierende Targets als auch metallische Targets zu zerstäuben, außerdem kann das reaktive Zerstäuben angewendet werden.

Beim Sputtern erzeugt man im einfachsten Fall in einem Inertgas (bei Drücken um  $10^{-2}$  Torr) eine Gasentladung. Die Ar<sup>+</sup>-Ionen werden im elektrischen Feld beschleunigt und treffen mit hoher Energie auf die Katode, die mit dem zu zerstäubenden Material belegt ist. Von der Oberfläche des Targets werden sowohl durch thermische Verdampfung als auch durch unmittelbare Impulsübertragung mittels Stoßkaskaden Atome und kleinere Molekülfragmente abgelöst. Die Energie der Ar<sup>+</sup>-Ionen erreicht je nach der

angelegten Spannung und dem Sputterdruck einige 100 bis zu einigen 1000 eV, übertrifft also bei weitem die Bindungsenergie der Atome im Festkörperverband. Fraktionierungseffekte beim Sputtern von Mehrkomponentensystemen sind daher geringer als beim thermischen Verdampfen. Das zerstäubte Material besteht zu 99% aus neutralen Teilchen. Sie scheiden sich an der Randzone der Gasentladung, z.B. auf einem entsprechend positionierten Substrat ab.

### DC-Sputtern



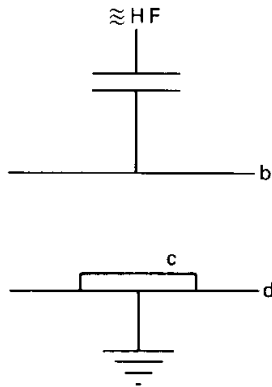
**Abb.1** DC-Katodenzerstäubung mit Diodenanordnung: a-Gaszuführung, b-Saugstutzen, c-Katode, d-Target, e-Anode, f-abgeschiedene Schicht, g-Katodendunkelraum, h-positive Säule, i-Abschirmung

und lagern sich auf der Oberfläche des Substrates ab. Die DC-Zerstäubung ist nur für elektrisch leitende Targets anzuwenden. Um zu verhindern, dass die Rückseite der Katode oder die Zuleitung zur Katode zerstäuben, wird ein Dunkelraumschild angebracht. Diese Abschirmung muss dabei so dicht die abzuschirmenden Teile umschließen, dass der Abstand kleiner ist als die zum Brennen der Entladung nötige Breite des Dunkelraumes vor der Katode. Unter dieser Bedingung kann hinter der Katode kein Plasma entstehen und eine Zerstäubung des Katodenhalters wird verhindert. Zwischen Katode und Substrat befindet sich immer eine Blende (Shutter), die es erlaubt, über eine längere Zeit Vorzusputtern, ohne dass sich auf dem Substrat eine Schicht abscheidet. Dadurch wird einerseits die Targetoberfläche von adsorbierten Gasmolekülen gereinigt und andererseits werden Restgasmoleküle gegettert.

### HF-Sputtern

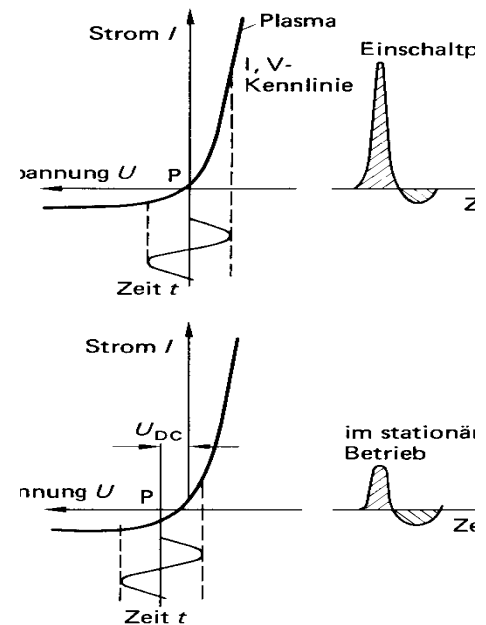
**Abb. 1** zeigt eine Dioden-Anordnung zum DC-Sputtern. In dem Rezipienten stehen sich im Abstand von einigen Zentimetern zwei Elektroden gegenüber. Die Katode liegt am negativen Ausgang einer DC-Versorgung mit einigen kV Spannung, die Anode an Masse. Nach dem Evakuieren des Rezipienten auf Drücke kleiner  $10^{-5}$  Torr lässt man das Sputtergas bis auf einen Druck von etwa  $10^{-2}$  Torr ein und zündet die Plasmaentladung. In der Nähe der Katode ist die Crookesche Zone als dunkler Raum zu beobachten. In dieser Zone liegt der größte Teil des Potentialgefälles, der Rest der Entladung verläuft fast equipotential. In der dunklen Zone werden die im Plasma erzeugten Ionen beschleunigt. Die Ionen bombardieren die Katode mit einer Energie von einigen kV und schlagen aus ihr Atome heraus. Diese Atome bewegen sich regellos

Eine hohe Ionisierung des Sputtergases kann auch durch Anlegen einer Hochfrequenzspannung von einigen MHz erhalten werden. Am gebräuchlichsten sind HF-Diodenanordnungen wie in **Abb. 2** dargestellt.



**Abb.2** Schematischer Aufbau einer Hochfrequenzsputteranlage in Diodenanordnung: (a) Katode, (b) Substrat, (c) Anode

Man legt in die Verbindungsleitung zum Target einen Blockkondensator. Aufgrund der höheren Beweglichkeit gelangen, wenn die positive Halbwelle an dieser Elektrode anliegt, viel mehr Elektronen zu ihr als Ionen in der negativen Halbwelle, siehe **Abb. 3**. Dadurch lädt sich diese Elektrode solange negativ auf, bis ein Gleichgewicht zwischen Ionen- und Elektronenstrom herrscht - es entsteht ein DC-Potential. Die Folge ist, dass nur noch die Elektrode zerstäubt wird, in deren Zuleitung der Kondensator liegt. Die gebräuchlichste Frequenz



**Abb.3** Aufbau einer negativen Gleichspannung an der Katode in einer HF-Sputteranlage hervorgerufen durch die unterschiedliche Beweglichkeit von Elektronen und Ionen: (a) Anlaufzustand, (b) Verschiebung des Arbeitspunktes

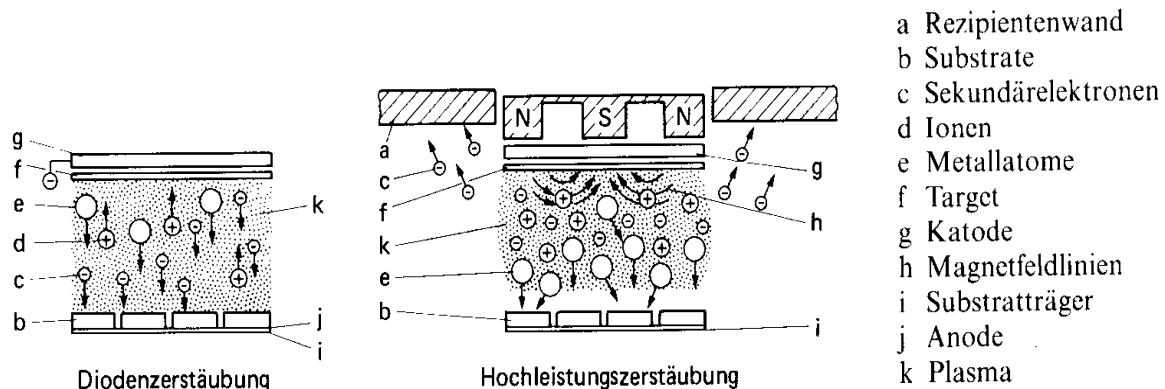
liegt bei 13,56 MHz. Dieses Sputterverfahren erlaubt die Zerstäubung von leitenden und nichtleitenden Materialien.

### Magnetronspütern

**Abb. 4** vergleicht die Anordnung beim Dioden- und beim Magnetronzerstäuben. Bei der Magnetronzerstäubung wird dem elektrischen Feld  $E$  der Glimmentladung ein Magnetfeld  $B$  überlagert. Dazu ordnet man hinter der wassergekühlten Katode Permanentmagnete an, deren Feld die Katode und das darauf befestigte Target durchdringen. Durch das Zusammenwirken von elektrischem und magnetischen Feld bewegen sich

die Ladungsträger im Plasma auf Spiralbahnen. Durch die Konzentration der Elektronen vor dem Target ist die Ionisierungswahrscheinlichkeit der Sputtergasatome viel höher, der Ionisierungsgrad des Plasmas vor dem Target nimmt zu. Durch die höhere Ladungsträgerdichte sinkt die Entladungsspannung auf 200-

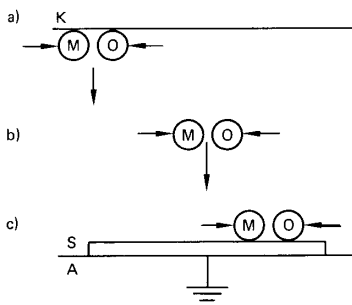
600 V und die thermische Targetbelastung sinkt. Mit der Magnetronzerstäubung werden wesentlich höhere Sputterraten als mit Diodenanordnungen erreicht.



**Abb.4** Schematische Darstellung der konventionellen DC-Katodenzerstäubung und der Magnetronzerstäubung (Hochleistungszerstäubung)

### Reaktives Sputtern

Beim reaktiven Sputtern kommen die Atome, die die Schicht auf dem Substrat bilden, nicht allein vom Target. Mindestens eine Komponente der späteren Schicht stammt aus der Gasphase. In dem Rezipienten wird dazu ein reaktives Gas eingelassen. Dieses Gas oder seine ionisierten Bestandteile reagieren mit dem Targetmaterial oder dessen herausgeschlagenen Atomen chemisch. Die dabei entstehenden Verbindungen lagern sich auf dem Substrat ab.



**Abb.5** Mögliche Reaktionen zwischen Metall und Sauerstoff beim reaktiven Sputtern: K - Katode; S - Substrat; A - Anode: (a) Das Oxid wird bereits an der Katode gebildet; (b) Das Oxid bildet sich im Gasraum; (c) Das Oxid bildet sich auf dem Substrat

So entsteht, zum Beispiel, beim reaktiven Sputtern von Zn in einem Sauerstoffplasma ZnO oder beim Sputtern von Al in einem Stickstoffplasma AlN.

Die verschiedenen Varianten der Bildung neuer chemischer Verbindungen ist in **Abb.5** dargestellt. Läuft die Reaktion am Target ab, dann wird das Reaktionsprodukt gesputtert. Alternativ dazu ist die Bildung der chemischen Verbindung auch durch Reaktion am Substrat selbst möglich. Bei genügend hohem Arbeitsdruck im Rezipienten kann die Reaktion auch im Plasma stattfinden.

## 2.2. Schichtwachstum beim Sputtern

Die Schicht wird von den aus dem Plasma auftreffenden Atomen gebildet. Sie übertragen ihre kinetische Energie auf das Gitter des Substrats und werden zu lose gebundenen Adatomen. Diese Adatome können sich in Abhängigkeit von ihrer kinetischen Energie und der Substrattemperatur auf der Oberfläche bewegen. Das Wachstum einer dünnen gesputterten Schicht beginnt mit der Keimbildungsphase. Die ersten Moleküle, die die Oberfläche erreichen, bilden in regelmäßigen Abständen Wachstumskeime. Diese Keime dehnen sich in Oberflächenrichtung aus. Die Keimdichte hängt wesentlich von der Oberflächenbeweglichkeit infolge der Substrattemperatur ab. Die Keime können bereits eine Orientierung besitzen. Die Keime wachsen, bis die ganze Oberfläche bedeckt ist. Die Schicht hat dann eine Dicke von einigen Atomlagen.

Thornton entwickelte ein allgemein akzeptiertes Modell für das Wachstum gesputterter Schichten (**Abb. 6**). Dieses Modell stellt die Struktur der gesputterten Schicht in Abhängigkeit vom Gesamtdruck und der Substrattemperatur dar. Thornton unterteilt den Wachstumsprozess in Abhängigkeit von den Prozessbedingungen in drei Zonen, die jeweils einer bestimmten Morphologie entsprechen. Um das Modell auf verschiedene Materialien anwenden zu können, wird die Temperatur dimensionslos gemacht, indem die Substrattemperatur auf die Schmelztemperatur des Schichtmaterials bezogen wird.

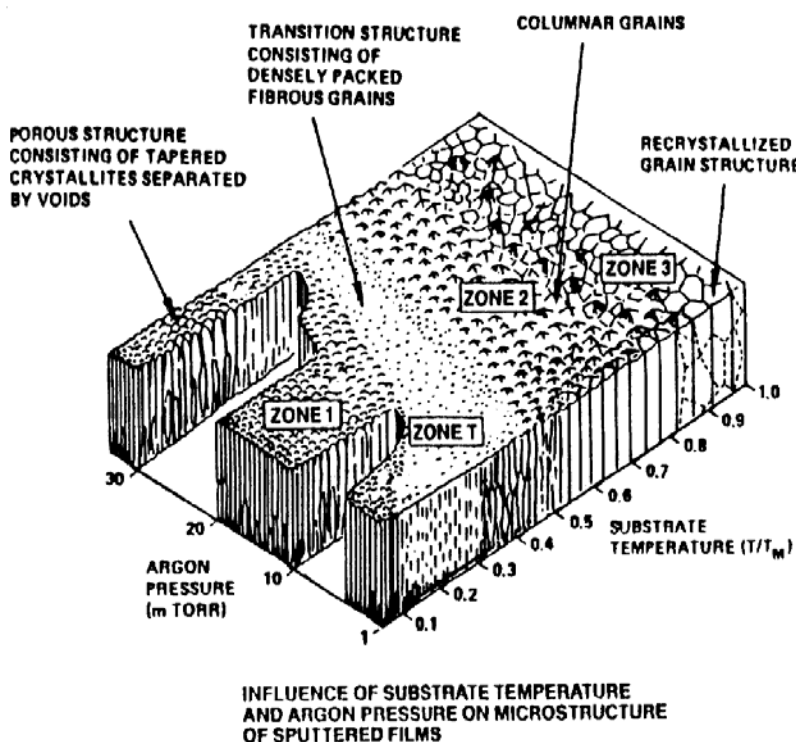
### Zone 1:

Die Struktur dieser Zone ist für niedrige Substrattemperaturen und hohe Drücke charakteristisch. Dadurch haben die auftreffenden Atome eine geringe Beweglichkeit auf der Oberfläche und die Morphologie der Substratoberfläche bestimmt weitgehend die Schichtstruktur. Die Struktur kann sowohl amorph als auch polykristallin sein. Die Schicht besteht aus sich verzweigenden Kristalliten, die eine poröse Schicht mit eingebauten Hohlräumen bilden. Die Kristallite weisen eine hohe Fehlordnungsdichte auf.

### Zone 2:

Bei höheren Substrattemperaturen und geringerem Gesamtdruck ist die Beweglichkeit der Atome auf der Oberfläche der bestimmende Faktor für die Ausbildung der Kristallstruktur der aufwachsenden Schicht. Die Atome können sich dadurch an energetisch günstigen Plätzen anlagern. Die Kristallite haben eine

Säulenstruktur und sind durch scharfe, dichte Korngrenzen getrennt. Fehl-ordnungen treten vorrangig an den Korngrenzen auf. Die Kristallite können die gleiche Orientierung wie die Keime aufweisen. Bei dickeren Schichten überwiegt beim Schichtwachstum die Orientierung mit der höchsten Wachstumsgeschwindigkeit, das ist beim Wurzitgitter die Richtung parallel zur c-Achse. Zwischen Zone 1 und 2 befindet sich die Überganszone T, die durch schmale, faserartige Kristallite gekennzeichnet ist.



### Zone 3:

**Abb.6** Thornton-Modell zum Wachstum gesputterter Schichten

Durch die hohe Substrattemperatur überwiegt in Zone 3 die Volumendiffusion. Dominierende Prozesse sind Rekristallisation und Kornwachstum. Es entstehen Körner mit einer dichten Kristallstruktur. Die Topologie des Substrates hat keinen Einfluss auf die Struktur der Schicht.

### 3. Aufgaben zur Vorbereitung

- 3.1. Vergleichen Sie den technologischen Ablauf und dessen Einfluss auf die Schichteigenschaften beim Sputtern mit anderen Verfahren der Schichtherstellung.
- 3.2. Informieren Sie sich über die Anwendung von Sputterprozessen zur Strukturierung.
- 3.3. Welche Materialien lassen sich durch reaktives Zerstäuben abscheiden? Welche Vorzüge bietet diese Methode im Vergleich zur HV-Aufdampfung?



3.4. Erläutern Sie den Einfluss wichtiger Prozessparameter auf die Schichteigenschaften.

#### 4. Praktikumsaufgaben

4.1. Bereiten Sie die SiO<sub>2</sub>-Abscheidung vor, indem Sie das SiO<sub>2</sub>-Target im Plasma reinigen (Leistung P = 400W, Zeit t = 10min, Partialdruck p<sub>Ar</sub> = 8·10<sup>-3</sup> Torr)!

4.2. Beschichten Sie 3 Siliziumsubstrate unter folgenden Bedingungen:

- (1) P=400 W, t = 20 min, P<sub>Ar</sub> = 8×10<sup>-3</sup> Torr;
- (2) P=400 W, t = 20 min, P<sub>Ar</sub> = 4×10<sup>-3</sup> Torr; P<sub>O<sub>2</sub></sub> = 4×10<sup>-3</sup> Torr;
- (3) P=400 W, t = 20 min, P<sub>O<sub>2</sub></sub> = 8×10<sup>-3</sup> Torr.

4.3. Bestimmen Sie mit dem Ellipsometer die Dicke und die Brechzahl der hergestellten Oxidschichten! Vergleichen Sie die Ergebnisse der gesputterten Oxide untereinander sowie mit Oxiden, die durch thermische Oxydation hergestellt wurden!

#### 5. Literatur

- [1] Dünnschichttechnologie, Hrsg. Frey H. und Kienel G., VDI-Verlag, Düsseldorf, 1987.
- [2] Thornton J.A. High rate thick film growth, Ann.Rev. Mater.Sci. **7** (1977) 239 -260.
- [3] van der Drift A. Evolutionary selection, a principle governing growth orientation in vapour-deposited layers, Philips Res.Repts. **22** (1967) 267 - 288.
- [4] van de Pol F.C.M., Blom F.R. and Popma Th.J.A. R.F. planar magnetron sputtered ZnO films I: Structural properties, Thin Solid Films, **204** (1991) 349 - 364.

Erstellt von Dr. Ing. Th. Stauden