

Министерство высшего и среднего специального образования  
Р С Ф С Р

Куйбышевский ордена Трудового Красного Знамени авиационный  
институт имени академика С.П.Королева

ИЗУЧЕНИЕ ТЕХНОЛОГИИ НАПЫЛЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК

Утверждено редакционно-на-  
дательским советом института  
в качестве методических  
указаний к лабораторной  
работе № 2

Куйбышев 1983

УДК 621.382

Описывается технология получения тонких пленок методом термовакuumного напыления. Рассматриваются особенности напыления резистивных, диэлектрических и проводящих материалов и способы получения пленок заданной конфигурации. Проводится анализ связи технологического процесса напыления и параметров тонкопленочных элементов.

Рекомендуется для студентов специальности 0701.

Составитель - А.В.Волков

Ц е л ь р а б о т ы – изучение технологических процессов изготовления тонкопленочных резисторов, конденсаторов и проводников – пассивных элементов ГИС.

З а д а н и я :

1. Изучить параметры термовакуумного напыления и способы получения заданной конфигурации тонкопленочных элементов.

2. Напылить резистивные, диэлектрические и проводящие пленки из материалов, указанных преподавателем.

3. Измерить геометрические размеры и номиналы тонкопленочных элементов.

4. Провести анализ связи технологических процессов напыления и параметров тонкопленочных элементов.

## I. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ

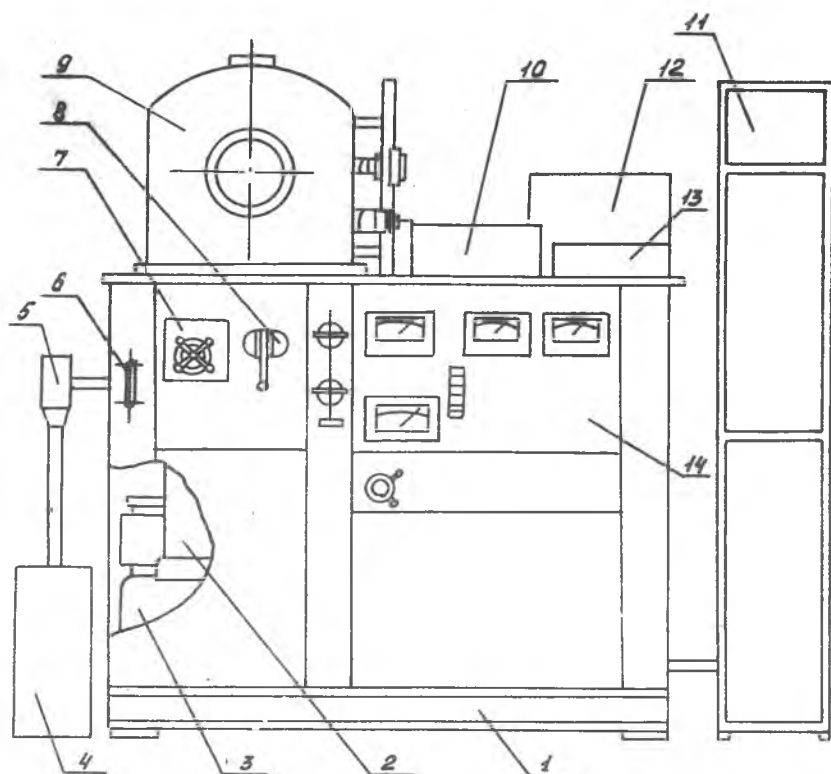
### I.1. Общие сведения о термовакуумном напылении

Тонкие проводящие, резистивные и диэлектрические пленки могут быть получены различными способами: вакуумным термическим напылением; катодным распылением; ионно-плазменным распылением; химическим осаждением и др.

Каждый из перечисленных методов имеет свои достоинства и недостатки. Выбор способа нанесения тонких пленок при производстве гибридных интегральных схем определяется в основном двумя факторами: возможностью получения всех тонкопленочных элементов с высокими конструктивными и эксплуатационными характеристиками при малой трудоемкости. Наиболее универсальным способом, достаточно полно разработанным и широко освоенным промышленностью, в настоящее время является вакуумное термическое напыление.

Установка для нанесения пленок вакуумно-термическим способом схематически изображена на рис.1. Она состоит из рабочей камеры, вакуумной системы и пульта управления.

Рабочая камера состоит из цилиндрического съемного колпака и базовой плиты, имеющих вакуумно-плотное сочленение друг с другом. Внутри камеры расположены держатель подложек с подогревателем, маска, обеспечивающая нужную конфигурацию получаемой пленки, и испаритель для нагревания испаряемого вещества, заслонка для управления



Р и с. 1. Установка вакуумного напыления УВН-2М-1:  
 1 - каркас; 2 - вакуумная система; 3 - гидропривод;  
 4 - сосуд Дьюара; 5 - азотный питатель; 6 - шести-  
 позиционная карусель подложек; 7 - рукоятка поворота  
 и совмещения карусели подложек; 8 - вакуумный затвор;  
 9 - вакуумный колпак; 10 - прибор контроля толщины  
 "КИТ"; 11 - установка питания электронного испарителя;  
 12 - прибор контроля и регулировки температуры МСР-1-08;  
 13 - прибор контроля напыляемого сопротивления Ф10;  
 14 - пульт управления

временем осаждения испаряемого вещества, а также датчики для контроля температуры подложки, температуры испарителя, скорости осаждения и толщины пленок, номиналов резисторов и конденсаторов, а также давления остаточных газов. Камера имеет смотровое окно для наблюдения за процессом испарения.

Вакуумная система состоит из промасляного и вращательного насосов, последовательно соединенных между собой. Подключение паромасляного насоса к рабочей камере осуществляется через клапан после обязательного понижения давления в камере с помощью вращательного насоса. Выпускаемые промышленностью вакуумные установки обеспечивают давление в рабочей камере порядка  $1,33 \cdot 10^{-4}$  Па (1 мм рт.ст. = 133,3 Н/м<sup>2</sup> = 133,3 Па).

На пульте управления устанавливаются контрольные приборы для регистрации и поддержания в нужном диапазоне основных параметров технологического режима осаждения пленки: температуры испарителя, температуры подложки, скорости осаждения, давления остаточных газов и др.

## 1.2. Параметры термовакuumного напыления

В соответствии с физическими процессами, протекающими при испарении материалов в вакууме, в вакуумной камере можно выделить три основные области: источника паров; переноса паров; конденсации паров

В области источника паров твердые вещества обычно при нагревании расплавляются, а затем переходят в газообразное или парообразное состояние. Некоторые вещества (*ZnS*, *Cd*, *Cr* и др.) переходят в это состояние, минуя жидкую фазу. Такой процесс называется сублимацией. Испаряемые вещества характеризуются следующими параметрами: давлением насыщенного пара, температурой испарения и скоростью испарения,

Давление пара для любого вещества является функцией температуры и может быть рассчитано по изменению свободной энергии  $\Gamma$  кал/г·моль:

$$P = 2,881 - \Gamma / RT,$$

где  $P$  - газовая постоянная.

Температуру, при которой давление паров вещества над его поверхностью составляет 1,33 Па называют температурой испарения. Температуру испарения вещества обычно выбирают соответствующей давлению его паров порядка 1,33 -  $1,33 \cdot 10^{-1}$  Па. При давлениях менее  $1,33 \cdot 10^{-1}$  Па скорость осаждения пленок настолько мала, что не представляет практического интереса; при давлениях выше 1,33 Па, как правило, наблю-

дается разбрызгивание вещества за счет интенсивного отделения сорбируемых газов, пленка получается рыхлой с сильно развитым рельефом поверхности.

Если система не является замкнутой, то равновесное давление паров существует только над расплавом и уменьшается по мере удаления от источника. При достаточно длительном времени весь расплав испаряется.

Скорость испарения вещества  $\Phi$  (г/с·см<sup>2</sup>) линейно зависит от давления пара над его поверхностью  $P$  и может быть представлена в виде

$$\Phi = I/T^7, I4P(M/T)^{0,5},$$

где

$T$  — абсолютная температура испаряемого вещества;

$M$  — его молекулярный вес.

При молекулярном режиме испарения, когда остаточное давление газов мало, а упругость паров не превосходит 133,3 Па, можно считать скорость испарения не зависящей от давления и определяемой числом частиц, покидающих в единицу времени площади поверхности испаряемого вещества

$$\Phi = 6 \cdot 10^{-4} M/T.$$

Область переноса паров характеризуется в первую очередь средней длиной свободного пробега молекул, которая определяется степенью вакуума в системе.

$P$ Па	$1 \cdot 10^5$	133,3	$1,33 \cdot 10^{-2}$	$1,33 \cdot 10^{-4}$	$1,33 \cdot 10^{-6}$
$\lambda$	620 Å	47 мкм	47 см	47 м	47000 км

(для воздуха при  $T = 300^\circ K$ )

Если расстояние между испарителем и подложкой —  $d$ , то при

$\lambda < d$  — низкий вакуум;

$\lambda \approx d$  — средний вакуум;

$\lambda \gg d$  — высокий вакуум.

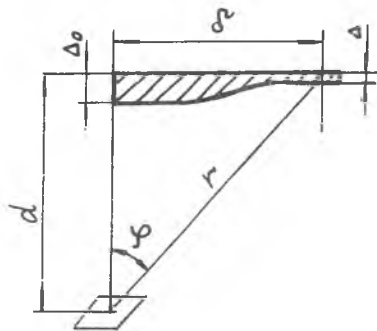
При испарении в высоком вакууме атомы металла, покинув поверхность испарителя, летят независимо друг от друга по прямым линиям без взаимных столкновений и столкновений с молекулами газа, не меняя направления вплоть до конденсации на поверхности подложки или стенок сосуда. Поток испаренных атомов или молекул, не претерпевавших на своем пути столкновений и рассеяний и движущихся вследствие этого прямолинейно, называется молекулярным потоком.

Молекулярный поток в высоком вакууме аналогичен световому потоку

и на него можно распространить закономерности геометрической оптики, применяемые при расчете освещенности (рис.2):

а) интенсивность испускаемых частиц под углом  $\varphi$  относительно нормали  $d$  испускающей плоскости пропорционально  $\cos \varphi$ ; падение молекулярного потока на плоскую поверхность также подчиняется этому закону;

б) количество атомов, падающих в единицу времени на единицу поверхности из точечного источника, обратно пропорционально квадрату расстояния от источника до поверхности.



Р и с. 2. Распределение конденсата по поверхности подложки

Область конденсации паров. Конденсацией называется процесс перехода вещества из газообразной (паровой) фазы в твердую или жидкую.

Скоростью конденсации или удельной плотностью конденсации потока (атомов, молекул) на поверхности называется количество атомов (молекул), которое в единицу времени фактически сцепляется поверхностью подложки:

$$\dot{V}_k = \alpha \dot{V},$$

$\dot{V}_k$  - число молекул, ударяющихся в единицу времени о единицу поверхности подложки;  $\alpha$  - коэффициент конденсации (аккомодации), который тем меньше, чем выше температура подложки и ниже температура испарения вещества.

Для каждого вещества существует критическая температура подложки, выше которой атомы потока полностью отражаются от подложки, и критическая плотность атомного (молекулярного) потока, ниже которой при данной температуре подложки пленка не образуется.

При большой плотности потока реиспарившиеся с поверхности подложки атомы захватываются атомами потока и, вновь осаждаясь на подложке, образуют ядра конденсации и прочно удерживают все атомы, прибывшие позже. При увеличении плотности потока критическая температура подложки увеличивается.

### 1.3. Получение тонких пленок заданной конфигурации

Независимо от типа используемых материалов пленочная микросхема всегда представляет собой определенную геометрическую конфигурацию элементов. Существует много методов придания пленкам заданной конфигурации, однако наиболее широкое распространение получили методы свободной маски и селективного травления (фотолитографический метод).

Метод свободной маски основан на экранировании подложки с помощью специальных съемных трафаретов, кроме тех ее участков, на которые наносятся элементы данного слоя. В этом случае процессы нанесения пленки и придания ей конфигурации совмещены. Для того, чтобы рисунок нанесенной пленки имел четкий край и совпадал с рисунком маски, свободные маски выполняют из тонкой металлической фольги (толщиной 50–100 мкм) и плотно прижимают к подложке с помощью специальных маскодержателей.

При использовании метода селективного травления процессы нанесения тонкой пленки, и придания ей необходимой конфигурации проводятся раздельно. Вначале на всю поверхность подложки осаждают пленку нужного материала будущей микросхемы, затем на эту пленку наносят слой специального фоточувствительного лака (фоторезиста) и с помощью фототехники придают слою требуемую конфигурацию.

С несатщенных фоторезистом участков осажденную тонкую пленку удаляют химическим травлением. Главным достоинством этого метода является возможность создания сложных конфигураций слоя с минимальными размерами элементов и высокой точностью.

Свободные маски, используемые при изготовлении пленочных элементов и схем, должны удовлетворять следующим требованиям:

иметь узкие прорези  $< 0,1$  мкм с погрешностью изготовления  $\pm 0,005$ ;

прорези в масках должны иметь четкие контуры без шероховатостей по кромке, которые были бы видны при 50-ти кратном увеличении;

обладать достаточной жесткостью и упругостью, быть достаточно тонкими, чтобы не образовывать при напылении теней и полутеней;

иметь минимальные неровности в плоскости маски (не более  $\pm 0,05$  мкм) для плотного прилегания к подложке;

выдерживать достаточно высокую температуру (до 400°C) при высоком разрядении без заметных деформаций;

материал масок должен иметь низкое давление собственных паров и обладать минимальной газоотдачей.



В наибольшей степени этим требованиям удовлетворяют биметаллические маски, основой которых являются медь, ее сплавы (латунь, бронза), а также специальные сорта стали.

На основу после термообработки и очистки наносят тонкий слой фоторезиста светочувствительного слоя и экспонируют ее через негатив. Та часть фоторезиста, на которую попадает свет от специального источника, изменяет свойства и приобретает способность растворяться при проявлении. В процессе проявления растворимые участки пленки удаляются, а нерастворимые остаются, образуя копию негатива, затем пленку задубливают и подвергают термообработке.

Обратную сторону основы покрывают тонким слоем лака. Электрохимическим методом наносится никель по рисунку. После снятия задубленного фоторезиста и лака маску отжигают в печи, вновь покрывают лаком, сушат и подвергают химическому травлению.

Разность между размерами элементов на негативе и биметаллической маске очень невелика (порядка нескольких микрон).

В последние годы значительные усилия прилагаются в направлении разработки электроннолучевых обрабатывающих устройств, в которых электронный луч фокусируется в малое пятно и используется для вырезания нужного изображения. При этом электронный луч можно перемещать по обрабатываемой поверхности. Другой способ заключается в перемещении изделия относительно неподвижного луча.

Основная трудность при проектировании подобных устройств состоит в получении узкого электроннолучевого зонда.

#### 1.4. Термическое испарение некоторых материалов

При изготовлении пассивных элементов ГИМС, к числу материалов, нашедших наибольшее применение относятся: хром, никель, кермет-резистивные пленки; моноокись кремния, моноокись германия – диэлектрические пленки конденсаторов и защитный слой; алюминий – проводники, обкладки конденсаторов; медь-проводники, контактные площадки.

Хром, никель, кермет. Испарители для хрома могут быть двух типов: ленточные и провололочные.

Ленточные испарители изготавливаются в виде лодочек из вольфрамовой ленты толщиной 0,02–0,1 мм. Ширина лодочек 6+10 мм, длина – по клеммам.

Лодочки загружаются хромом в зернах (диаметр зерна около 0,5 мм) Перед испарением необходимо обезгазить лодочку и навеску хрома путем прокаливании их при температуре несколько меньшей температуры испаре-

ния хрома. Сила тока зависит от толщины и ширины ленты и подбирается экспериментально, температура испарения хрома при хорошем тепловом контакте  $1200^{\circ}\text{C}$ . Подложка предварительно подогревается до  $300\text{--}400^{\circ}\text{C}$ . Величину тока на испарителе необходимо повышать плавно.

Проволочные испарители изготавливаются из вольфрамовой проволоки диаметром около 1 мм. Вольфрамовые спирали чистятся одним из способов, принятых в гальваническом производстве, или прокаливаются в вакууме и затем хромируются. Толщина хрома должна быть не менее 0,15 мкм.

Для испарения хрома в зернах берется гальванический хром, измельчается в стальной ступке, затем заливается горячей водой и нагревается в течении 30 мин. Пять-шесть раз промывается горячей водой. Затем заливается концентрированной азотной кислотой и выдерживается для освобождения от примеси железа, меди и других включений, которые растворятся в кислоте. Затем порошок хрома промывается дистиллированной водой до исчезновения реакции на кислоту (индикатор-метилоранж). Промытый хром нейтрализуется в 2-3%-ном растворе кальцинированной соды и промывается водой, после чего сушится при температуре  $105\text{--}115^{\circ}\text{C}$ .

Удаление хрома с поверхности колпак и деталей арматуры очень затруднено, поэтому рекомендуется перед испарением предварительно покрыть колпак и арматуру слоем алюминия; слой хрома, осевший на слой алюминия легко удаляется 20%-ным раствором щелочи.

Нихром испаряется с вольфрамового испарителя, на который наматывается проволока из нихрома. Диаметр испарителя следует выбирать по возможности большим, так как никелевая составляющая нихрома растворяется в вольфраме. При диаметре вольфрамовой проволоки порядка 1,5 мм растворимость никеля в вольфраме не оказывает влияния на процесс испарения нихрома.

Для предохранения нихрома от стекания применяется вспомогательная вольфрамовая спираль из тонкой проволоки. При температуре  $1600^{\circ}\text{C}$  нихром испаряется без заметного разложения на отдельные составляющие.

Пленка нихрома отличается очень хорошей адгезией к стеклу, керамике, слюде, стеклокристаллическим материалам. Температура подложки при напылении нихрома поддерживается  $300\text{--}350^{\circ}\text{C}$ .

Керметная смесь  $\text{Cr-SiO}$  в виде спиртовой суспензии наносится на поверхность молибденовых или танталовых лодочек. Температура испарения кермета зависит от процентного соотношения компонентов. Осаждение ведется на подложку, нагретую до температуры  $200\text{--}300^{\circ}\text{C}$ .

Моноксид кремния, моноксид германия. Термическое испарение  $\text{SiO}(\text{GeO})$  производится из кварцевого, вольфрамового или графитового тигля, в который засыпается порошок  $\text{SiO}(\text{GeO})$  предварительно тща-

тельно очищенный и измельченный в сапфировой ступке.

В тигель загружается примерно 3 мг порошка на 2-3 испарения. Температура испарения  $SiO_2$  равна  $1200^\circ C$  ( $GeO_2 \sim 900^\circ C$ ). Испарение производится при плавном увеличении тока через испаритель до 50-60 А ( $GeO_2$  до 30-40 А). Время испарения 5-10 мин в зависимости от требуемой толщины пленки. Температура подложки при напылении поддерживается около  $200^\circ C$ .

**Алюминий.** Для испарения алюминия используется обычно вольфрамовая проволока диаметром 1,0 мм, на которую в виде спирали наматывается вольфрамовая проволока диаметром 0,2-0,5 мм.

Предварительно испарители в течении нескольких секунд прокаливают в вакууме при разрежении порядка  $1,33 \cdot 10^{-2}$  Па. Прокаленные спирали хранятся в закрытой коробке. Проволока из алюминия ГОСТ 3549-55 или алюминиевая лента толщиной 0,4-0,5 мм ГОСТ 1946-50, разрезанная на полоски шириной 1 мм, заготавливается в виде кусков длиной по 10 мм, последние сгибают посередине под углом  $45^\circ$ . Полученные гусарики протравливают в 10%-ном растворе щелочи (пока раствор не начнет интенсивно кипеть), потом промывают водой, затем 3%-ной азотной кислотой, опять промывают водой водопроводной и дистиллированной и сушат на фильтровальной бумаге; хранятся они в чистой стеклянной баночке с крышкой.

Гусарики для нанесения алюминиевых слоев могут быть изготовлены из проволоки диаметром 1,1-1,3 мм, вес каждого гусарика около 50 мг. Расстояние подложки от испарителя - в пределах от 200 до 300 мм в зависимости от необходимой толщины наносимого слоя. Выбор величины тока для каждого испарителя производится из условия нагрева. На расплавленном алюминии хорошо просматривается слой окиси  $Al_2O_3$  серого цвета. После оплавливания алюминия ток в испарителе необходимо поднимать очень медленно до начала испарения алюминия (до разрушения целостности окисной пленки). При резком нагревании пленка окиси алюминия разрушается внезапно, что приводит к быстрому разбрызгиванию металла.

В начале испарения вакуум может ухудшаться, а при испарении последней порции металла еще больше. Подложку предварительно прогревают до температуры  $100^\circ C$  с помощью подогревателя.

После произведенного напыления необходимо очистить колпак от осевших на нем частиц алюминия. Очистка производится 20%-ным раствором щелочи. Сначала колпак ополаскивают водой, затем для нейтрализации щелочи обрабатывают в 10%-ном растворе азотной кислоты, снова промывают водой и протирают ватным тампоном с толченым мелом до исчезновения несмазываемых водой участков (особенно у краев колпака), еще раз ополаскивают и сушат.

Медь. Гранулы меди загружаются в испаритель в виде лодочки из вольфрамовой или танталовой жести толщиной 0,02–0,1 мм. Испарение расплавленной меди происходит при температуре 1270°C (ток через испаритель 50–60 А). Подслои из никрома или хрома используются для улучшения (повышения) адгезии пленки меди к ситалловой подложке. Температура подложки при напылении меди поддерживается порядка 200°C, а скорость осаждения 2–3 Å/с.

## 2. ОПИСАНИЕ ЛАБОРАТОРНОЙ УСТАНОВКИ

Лабораторная установка содержит вакуумную установку УВН-2М-1, микроскоп МЕС-9 (МЕС-2), интерферометр МИИ-4 и необходимые материалы (см. описание).

## 3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Изучить описание вакуумной установки УВН-2М-1.
2. Ознакомиться с особенностью напыления материалов, предложенных преподавателем.
3. Произвести напыление резистивных, диэлектрических и проводящих пленок согласно ОСТ4 ГО.054.028.
4. Измерить геометрические размеры и номиналы тонкопленочных элементов.

## 4. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Схема технологического процесса изготовления пассивных элементов ГИС.
2. Таблица режимов изготовления пленочных элементов.
3. Эскиз пленочных элементов, их геометрические размеры и параметры.
4. Результаты анализа связи технологического процесса напыления и параметров тонкопленочных элементов.

## 5. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Вакуумные условия в процессе испарения. Низкий, средний и высокий вакуум.
2. Сущность процесса испарения материалов в вакууме. Плавление. Сублимация. Температура испарения. Скорость. Давление пара.

3. Длина свободного пробега молекул и ее связь с величиной вакуума в камере.
4. Скорость конденсации.
5. Свободная и контактная маски. Требования к ним.
6. Технологические режимы напыления пленок резисторов, конденсаторов и проводников.
7. Взаимосвязь электрических параметров тонких пленок и элементов на их основе с технологическим процессом напыления.

## 6. ВОПРОСЫ К ЗАЩИТЕ

1. Особенности процесса испарения *Cr*, *NiCr*, *Al* и *SiO*.
2. Зависимость свойств пассивных элементов от степени вакуума при напылении материалов.
3. Влияние температуры подложки в процессе напыления на свойства ТПР и ТПК.
4. Взаимосвязь скорости напыления материалов, структуры пленок и параметров пассивных элементов.
5. Порядок и содержание операций при напылении ТПР и ТПК.

## Л и т е р а т у р а

1. Черняев В.Н. Технология производства интегральных микросхем.- М.:Энергия, 1977.
2. Ермолаев Ю.П., Пономарев М.Ф., Кроков Ю.Г. Конструкции и технология микросхем. -М.:Сов.радио, 1980.

Составитель-Алексей Васильевич Волков

ИЗУЧЕНИЕ ТЕХНОЛОГИИ НАПЫЛЕНИЯ  
ТОНКИХ ПЛЕНОК

Редактор Е.Д.А н т о л о в а  
Техн.редактор Н.М.К а л е н я к  
Корректор М.И.Л о г у н о в а

Подписано в печать 12.01.84. Формат 60x84 1/16.  
Бумага оберточная белая. Печать оперативная.  
Усл.п.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,9. Тираж 300 экз.  
Заказ № 1141 Бесплатно.

Куйбышевский ордена Трудового Красного Знамени авиационный  
институт имени академика С.П.Королева, г.Куйбышев, ул.Моло-  
догвардейская, 151.

Областная типография им. В.П.Мяги, г.Куйбышев, ул.Венцека, 60.