



PATENTCHRIFT 144 281

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.³

(11) 144 281 (44) 08.10.80 3(51) C 23 C 15/00
(21) WP C 23 C / 213 622 (22) 14.06.79

(71) siehe (72)

(72) Schiller, Siegfried, Dr. Dipl.-Phys.; Beister, Günther, Dipl.-Phys.; Schneider, Siegfried, Dipl.-Phys.; Roth, Herbert, Dipl.-Phys.; Büdke, Ekkehard, Dipl.-Phys.; Sieber, Wolfgang, Dipl.-Phys., DD

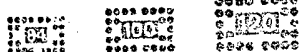
(73) siehe (72)

(74) Horst Schmidt, Forschungsinstitut Manfred von Ardenne, 8051 Dresden, Zeppelinstraße 7

(54) Verfahren zum reaktiven Aufstäuben von dielektrischem Material

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum reaktiven Aufstäuben von dielektrischem Material und findet Anwendung zur Herstellung von optischen und elektrischen Funktions- und Schutzschichten. Das Ziel ist die Erhöhung der Produktivität und Verbesserung der Schichteigenschaften. Die Aufgabe besteht in der vollständigen Reaktion der aufgestäubten Metallatome mit den Restgasmolekülen und der Erhöhung der Metallzerstäubungsgeschwindigkeit. Die Lösung erfolgt durch Zerstäuben eines Metalltargets in einem Reaktionsgas mittels Plasmatronquelle derart, daß gegenüber der normalen Strom-Spannungskennlinie der Druck des Reaktionsgases soweit reduziert wird, bis mit steigender Entladungsspannung der Entladungsstrom einen relativen Maximalwert erreicht, wieder abfällt, danach etwa konstant bleibt und wieder ansteigt. Die Entladung wird bei einer Entladungsspannung betrieben, die über der normalen Plasmatronentladung liegt.

10 Seiten



Verfahren zum reaktiven Aufstäuben von dielektrischem Material

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum reaktiven Gleichspannungszerstäuben für die Vakuumbeschichtung zum Aufstäuben von dielektrischen, insbesondere absorptionsfreien Schichten bei hoher Kondensationsrate mittels der Ringspaltentladung (Plasmatron). Derartige Schichten werden als optische und elektrische Funktionsschichten oder als Schutzschichten verwendet.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bei der Zerstäubung im Vakuum werden durch die in der Entladung gebildeten und auf das Target beschleunigten Ionen eines Arbeitsgases Atome aus dem Target herausgeschlagen, die auf dem Substrat kondensieren. Bei der Zerstäubung mit Gleichspannung besteht das Target aus Metall, und das Arbeitsgas ist ein Edelgas, überwiegend Ar. Durch die bekannte Entwicklung von speziellen, magnetfeldverstärkten Entladungssystemen, der sog. Ringspaltentladung, wurden Kondensationsraten bei einigen Metallen bis zu einigen 10 nm/s erreicht. Durch diese hohen Kondensationsraten wurden der Zerstäubung als Vakuumbeschichtungsverfahren neue Anwendungsgebiete erschlossen, die bisher der Bedampfung vorbehalten waren.

Bei der Herstellung von optischen und elektrischen Funktionsschichten sowie Schutzschichten werden jedoch neben metallischen

auch dielektrische Schichten gefordert. Eine bekannte Möglichkeit der Erzeugung derartiger Schichten ist die reaktive Zerstäubung, bei der die Reaktion des Arbeitsgases, z. B. Sauerstoff, mit dem Targetmaterial zur Bildung einer dielektrischen Schicht ausgenutzt wird. Die bisher bekannt gewordenen Lösungen zur reaktiven Zerstäubung haben jedoch alle den Nachteil, daß die maximal erreichbaren Kondensationsraten im Bereich um $0,1 \dots 1 \text{ nm/s}$ bei der Bildung dielektrischer Schichten betragen und damit um ein bis zwei Größenordnungen unter den entsprechenden Kondensationsraten für Metalle liegen. Infolge der teilweise auf dem Target befindlichen Fremdschichten, wie z. B. Oxide, entstehen sehr häufig elektrische Überschlüsse mit Schichtdefekten durch Spratzer. Diese geringen Kondensationsraten für dielektrische Schichten sind auch durch Anwendung der sog. Hochfrequenz-Zerstäubung, bei der das Target selbst aus dem dielektrischen Material besteht, nicht höher. Für viele Anwendungen der reaktiven Zerstäubung, insbesondere für eine hohe Anlagenproduktivität, ist jedoch eine hohe Kondensationsrate wünschenswert.

Ziel der Erfindung

Das zu schaffende Verfahren soll eine hohe Anlagenproduktivität gewährleisten und die Mängel der bekannten Verfahren vermeiden. Weiterhin soll der Energieaufwand reduziert und die Schichtqualität erhöht werden.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, mittels einer Ringspaltentladungsquelle (auch Plasmatron oder Magnetron genannt), d. h. durch reaktive Gleichspannungszerstäubung, zunächst die auf der Targetoberfläche befindliche Oxidschicht zu entfernen, eine Neubildung der Oxidschicht zu verhindern, eine hohe Metallzerstäubungsgeschwindigkeit zu erzeugen und eine möglichst vollständige Reaktion der abgestäubten Metallatome mit den Restgasmolekülen zu erreichen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch Zerstäuben eines Targets aus einem Metall mit einer Plasmatronquelle unter Zuführung eines Reaktionsgases dadurch gelöst, daß gegenüber der normalen Strom-Spannungskennlinie der reaktiven Gleichspannungszerstäubung der Druck des Reaktionsgases derart verringert wird, bis der Entladungsstrom mit steigender Entladungsspannung einen relativen Maximalwert erreicht, anschließend wieder abfällt und danach etwa konstant bleibt. Dabei liegt der Entladungsstrom bei vergleichbaren Kondensationsraten unter den Werten der normalen Kennlinie und die Entladungsspannung über der der normalen Plasmatronentladung.

Bei der normalen Plasmatronentladung, d. h. bei dem bekannten Verlauf der Strom-Spannungskennlinie (Kurve A in Fig. 1 und 2), werden mit wachsender Entladungsspannung mehr Reaktionsgasteilchen ionisiert, und der Entladungsstrom steigt an. Die Entladungsleistung nimmt zu und ebenfalls die Kondensationsrate.

Wird die Plasmatronentladung dagegen bei einem bestimmten gemäß der Erfindung geringeren Druck des Reaktionsgases betrieben, so ergibt sich überraschenderweise, daß zunächst auch hier der Entladungsstrom mit zunehmender Entladungsspannung bis zu einem Maximalwert ansteigt. Das Maximum des Entladungsstroms bedeutet, daß sämtliche ionisierten Reaktionsgasteilchen zum Stromfluß beitragen und daß durch Erhöhung der Entladungsspannung zunächst keine weiteren Ladungsträger gebildet werden. Durch Erhöhung der Entladungsspannung wächst jedoch die Zerstäubungsrate, so daß mehr Metallatome aus dem Target herausgeschlagen werden. Die angeregten Metallatome verbinden sich mit den auf dem Target befindlichen Reaktionsgasteilchen und in dem in unmittelbarer Nähe der Targetoberfläche befindlichen Plasma mit den Reaktionsgasionen. Auf diese Weise werden dem ionisierten Reaktionsgas Ionen entzogen. Diese Ionen treffen nicht mehr auf das Target auf, so daß trotz zunehmender Entladungsspannung der Entladungsstrom abnimmt. Gleichzeitig wird die Bindung von Reaktionsgasteilchen an der Targetoberfläche vermindert, wodurch die Zerstäubung wesentlich er-

leichtert wird, was ein starkes Anwachsen der Kondensationsrate bewirkt. In diesem Entladungsbereich sinkt der Entladungsstrom mit steigender Entladungsspannung ("negative Kennlinie") und strebt zunächst trotz wachsender Entladungsspannung einem konstanten Stromwert zu ("stromkonstante Kennlinie"). (Kurve B in Fig. 1 und 2.)

Befindet sich auf dem Target kein Reaktionsgas mehr, so steigt bei zunehmender Entladungsspannung der Entladungsstrom wieder in ähnlicher Weise an, wie bei der Zerstäubung des Metalles in einem Inertgas ("sekundäre positive Kennlinie"). Alle auf das Target auftreffenden Reaktionsgasteilchen werden durch das abgestäubte aktivierte Metall sofort gebunden, so daß es zu keiner neuen Belegung des Targets mit Reaktionsgasteilchen mehr kommt.

Die anormale erfindungsgemäß verlaufende Kennlinie B wird im allgemeinen von der normalen Kennlinie A aus erreicht. Hierbei treten jedoch oft Überschläge beim Übergang von der Kennlinie A in die Kennlinie B infolge der hohen Stromdichten auf. Die Überschläge lassen sich vermeiden, wenn zweckmäßigerweise die Entladung zunächst in einer Edelgasatmosphäre gezündet wird (Kennlinie C in Fig. 2) und anschließend der Austausch des Edelgases gegen das Reaktionsgas, z. B. Sauerstoff, erfolgt. Dabei geht die Entladung entlang der Kennlinie D von der Metallbeschichtung in die Metalloxidbeschichtung über, ohne daß es zu Überschlägen kommt.

Es ist zweckmäßig, wenn der Druck des Reaktionsgases im Bereich zwischen $5 \cdot 10^{-3}$ und $1 \cdot 10^{-4}$ Torr, vorzugsweise zwischen $2 \cdot 10^{-3}$ und $8 \cdot 10^{-4}$ Torr gewählt wird.

Als Reaktionsgas wird vorteilhafterweise reiner Sauerstoff oder ein Gemisch aus Sauerstoff und Edelgasen verwendet.

Ausführungsbeispiel

In den zugehörigen Zeichnungen ist der Verlauf der Strom-Spannungskennlinie der normalen Plasmatronentladung dem Verlauf nach der Erfindung gegenübergestellt. Es zeigen:

Fig. 1: den Verlauf der Strom-Spannungskennlinie
beim Zerstäuben eines Targets aus Zinn;

Fig. 2: den Verlauf der Strom-Spannungskennlinie
beim Zerstäuben eines Targets aus Wismut.

In beiden Beispielen wird ein Plasmatron von 5 kW verwendet, und der Abstand zwischen dem Target und dem Substrat beträgt 125 mm.

Im 1. Beispiel (Fig. 1) wird bei einer Leistung von 4 kW Zinn zerstäubt und eine Kondensationsrate von 3 nm/s SnO_2 erreicht. Der eingestellte Druck des Reaktionsgases O_2 beträgt $\geq 2,5 \cdot 10^{-3}$ Torr ($\geq 0,33$ Pa). Die Kennlinie A zeigt die Strom-Spannungskennlinie bei einem Druck von $2,5 \cdot 10^{-3}$ Torr.

Erfindungsgemäß wird der Druck soweit reduziert, bis nach der anfänglich geringen Stromabnahme ein schnelles Sinken des Stromes zu bemerken ist. Der Arbeitspunkt der Plasmatronentladung befindet sich jetzt in dem Maximum der Kennlinie B, die bei einem Druck von $1,4 \cdot 10^{-3}$ Torr erhalten wird. Um wieder die Leistung von 4 kW zu erhalten, muß die Spannung von ursprünglich 350 V auf 800 V erhöht werden. Der Strom sinkt dabei von etwa 11,5 A bei $2,5 \cdot 10^{-3}$ Torr auf etwa 5,0 A bei $1,4 \cdot 10^{-3}$ Torr ab. Die Kondensationsrate steigt durch diese Betriebsweise des Plasmatrons bei gleicher Leistung um den Faktor 4 auf 12 nm/s. Die Kondensationsrate von 12 nm/s SnO_2 in O_2 -Atmosphäre entspricht etwa 75 % der Kondensationsrate von Sn in Ar-Atmosphäre. Bei weiterer Erhöhung nimmt die Stromstärke wieder zu ("sekundäre positive Kennlinie"). Die Kondensationsrate steigt weiter an. Allerdings nimmt die Absorption der aufgestäubten Schichten zu, da infolge der begrenzten

Affinität des Sn zu O_2 in die SnO_2 -Schichten teilweise Sn eingebaut wird.

Im 2. Beispiel (Fig. 2) erfolgt die reaktive Zerstäubung von Wismut. Da sich das Bi-Target mit einer sehr dichten Oxidschicht bei der Zerstäubung in einer O_2 -Atmosphäre überzieht, erreicht man im Bereich der normalen Kennlinie A bei einem O_2 -Druck von $\geq 2,5 \cdot 10^{-3}$ Torr nur sehr geringe Kondensationsraten auf dem Substrat, etwa 0,3 nm/s bei 1 kW Leistung.

Man könnte nun entsprechend dem ersten Beispiel den O_2 -Druck auf $1,0 \cdot 10^{-3}$ Torr senken, um in die Bereiche der negativen, der stromkonstanten oder der sekundären positiven Kennlinie B zu gelangen. Das hätte aber zur Folge, daß es in dem Bereich des Strommaximums zu starken Überschlägen infolge des Aufreißens der Oxidschicht kommt, und das Target würde beschädigt.

Deshalb wird zunächst Bi in einer reinen Ar-Atmosphäre bei $1,5 \cdot 10^{-3}$ Torr zerstäubt (Kennlinie C). Anschließend wird das Ar durch O_2 von einem Druck von $1,0 \cdot 10^{-3}$ Torr ausgetauscht. Dabei wird die Kennlinie D durchwandert, ohne daß es zu Überschlägen kommt, da sich eine geschlossene Oxidschicht auf dem Target nicht erst ausbilden kann. Auf diese Weise wird im Bereich der negativen Kennlinie bei einer Leistung von 1 kW (300 V, 3,3 A) eine Kondensationsrate von etwa 4,5 nm/s erreicht. Bei Erhöhung der Spannung sinkt infolge der raschen Abnahme des Stromes durch die fortschreitende Abnahme der Oxidbedeckung des Targets zunächst die Leistung, während die Kondensationsrate stetig ansteigt. Bei 400 V, 2,5 A wird im Bereich der stromkonstanten Kennlinie wiederum eine Leistung von 1 kW erreicht, während die Kondensationsrate 6 nm/s beträgt. Das bedeutet eine Steigerung der Kondensationsrate von Bi_2O_3 bei gleicher Leistung um den Faktor 20 gegenüber der normalen Kennlinie A bei wesentlich reduzierter Spratzerzahl und bei einem um den Faktor 2,5 verminderten Entladungsdruck.

Im Bereich der sekundären positiven Kennlinie nimmt die Absorption des Bi_2O_3 infolge von Metalleinbau oberhalb von 1,5 kW (Kondensationsrate 8 nm/s) zu.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zum reaktiven Aufstäuben von dielektrischem Material durch Zerstäuben eines Targets aus Metall mit einer Plasmatronquelle in einem Reaktionsgas, dadurch gekennzeichnet, daß gegenüber der normalen Strom-Spannungskennlinie der Druck des Reaktionsgases soweit verringert wird, bis mit steigender Entladungsspannung der Entladungsstrom einen relativen Maximalwert erreicht, wieder abfällt und danach etwa konstant bleibt und schließlich wieder ansteigt, wobei die Entladung bei einer Entladungsspannung betrieben wird, die über der normalen Plasmatronentladung liegt.
2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Druck des Reaktionsgases im Bereich zwischen $5 \cdot 10^{-3}$ und $1 \cdot 10^{-4}$ Torr, vorzugsweise zwischen $2 \cdot 10^{-3}$ und $8 \cdot 10^{-4}$ Torr eingestellt wird.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Reaktionsgas reiner Sauerstoff oder Gasgemische aus Sauerstoff und Edelgasen verwendet werden.
4. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Entladung zunächst in einer reinen Edelgasatmosphäre gezündet wird und anschließend durch einen Gaswechsel das Edelgas durch das Reaktionsgas ersetzt wird, wobei der Arbeitspunkt in den gewünschten Kennlinienbereich verschoben wird.

Hierzu 2 Blatt Zeichnungen

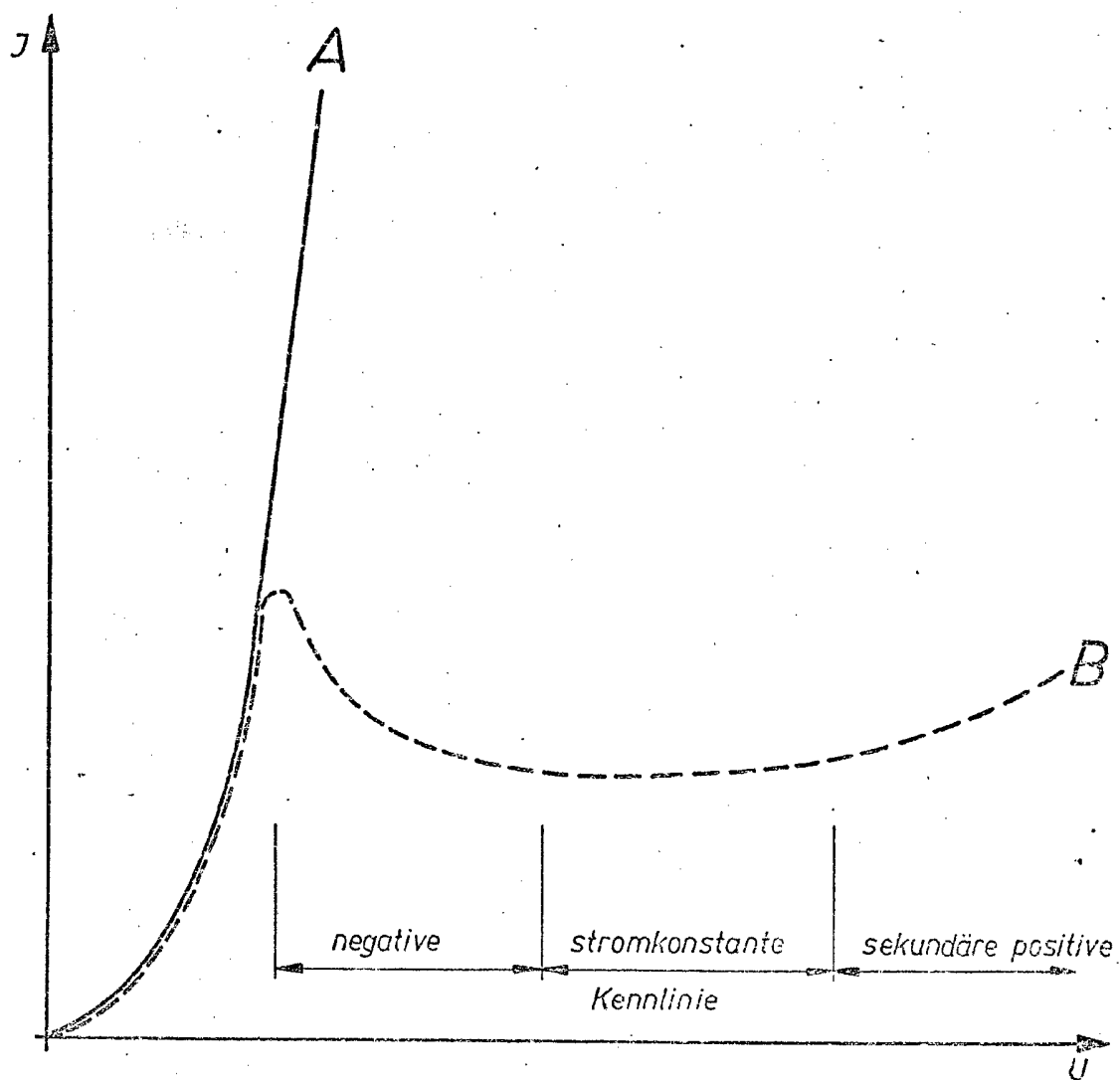


Fig.1

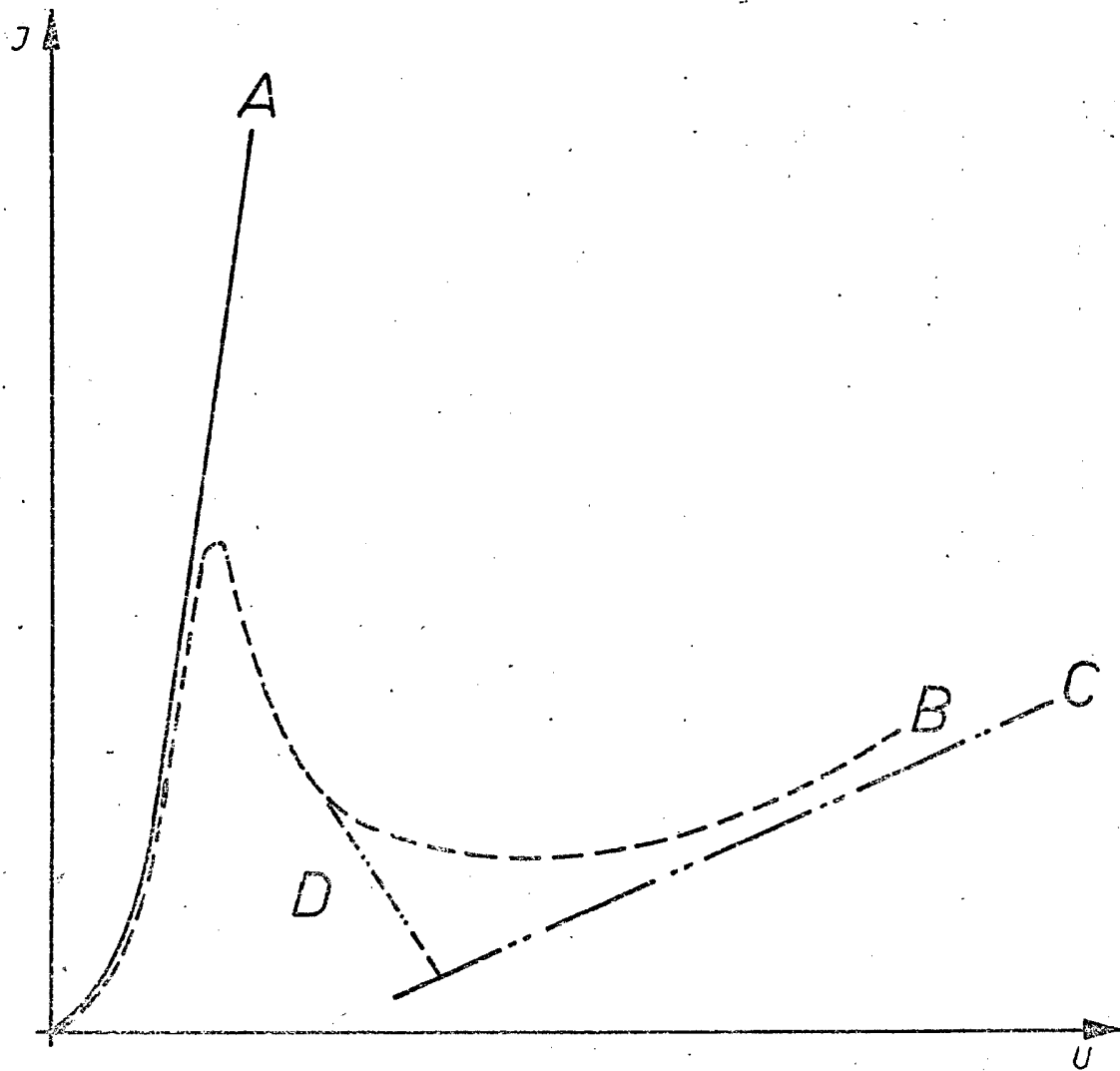


Fig. 2