



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr

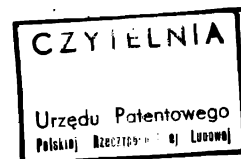
Int. Cl.³ H01G 4/06
H01L 49/02

Zgłoszono: 21.03.79 (P. 214314)

Pierwszeństwo:

Zgłoszenie ogłoszono: 08.04.80

Opis patentowy opublikowano: 31.05.1983



**Twórcy wynalazku: Anna Górecka-Drzazga, Tadeusz Berlicki,
Eugeniusz Prociów**

**Uprawniony z patentu tymczasowego: Politechnika Wrocławska,
Wrocław (Polska)**

Sposób wytwarzania cienkich warstw dielektrycznych na podłożach izolacyjnych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania cienkich warstw dielektrycznych na podłożach izolacyjnych, znajdujący zastosowanie w produkcji cienkowarstwowych kondensatorów do mikroelektronicznych obwodów hybrydowych oraz linii typu RC o stałych rozłożonych.

Znane sposoby wytwarzania cienkich warstw dielektrycznych polegają na anodowym utlenianiu cienkiej folii aluminiowej lub warstwy aluminium uprzednio naniesionej na podłoże izolacyjne. Podczas elektrochemicznego utleniania cienkich warstw aluminium powstają duże naprężenia w tlenku, powodujące zrywanie się warstw z podłoża, wskutek czego maksymalna grubość tlenku jest ograniczona do 100 nm. Próby poprawy przyczepności warstw przez zwiększenie szybkości nanoszenia i podniesienie temperatury podłoża, wywołują natomiast niekorzystny efekt zwiększania się tekstury krystalicznej warstw aluminium. Prowadzi to do powstawania w anodowym tlenku wielu punktów nieodpornych na przebicie elektryczne. Z powyższych względów znane sposoby otrzymywania warstw dielektrycznych na bazie cienkich warstw aluminium nie znajdują zastosowania na skalę przemysłową.

Znane są także sposoby wytwarzania cienkich warstw dielektrycznych na podłożach izolacyjnych przez anodowe utlenianie uprzednio naniesionej na podłoże warstwy tantalu. Dielektryk uzyskany tym sposobem charakteryzuje się jednak gorszymi od warstwy tlenku aluminium parametrami elektrycznymi, zwłaszcza większą stratnością dielektryczną.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania cienkich warstw dielektrycznych na podłożach izolacyjnych, polegający na próżniowym naniesieniu warstw, wygrzewaniu w powietrzu oraz poddawaniu utlenianiu anodowemu. Istota wynalazku polega na tym, że najpierw nanosi się cienką warstwę tytanu, kontrolując jej rezystywność powierzchniową aż do osiągnięcia 20–350 omów a następnie warstwę aluminium o grubości 500–1000 nm, po czym tak uzyskaną dwuwarstwę wygrzewa się w temperaturze 573–773 K przez czas zależny od temperatury, ale nie przekraczający 5 godzin i następnie poddaje się utlenianiu anodowemu przy napięciu do 300 V.

Podczas badań okazało się, że jeżeli najpierw podłoże pokryje się cienką warstwą tytanu, a następnie znacznie od niej grubszą warstwą aluminium i tak uzyskaną dwuwarstwę podda się wygrzewaniu w podwyższonej temperaturze, to następuje związanie się części tytanu z podłożem. Jednocześnie występuje dyfuzja pozostałej części warstwy tytanu do warstwy aluminium i wytworzenie się stopu tytan–aluminium na granicach ziaren i częściowo w ziarnach aluminium. Tak domieszkowane aluminium charakteryzuje się bardzo zbliżonymi warunkami utleniania anodowego do warunków dla warstw aluminium o dużej czystości.

Równocześnie powstaje możliwość podwyższenia górnej granicy wartości napięcia anodyzacji. Pozwala to w rezultacie na wytwarzanie cienkich warstw dielektrycznych amorficznego tlenku aluminium o grubości około 500 nm, co było niemożliwe do uzyskania znanymi wcześniej sposobami. Tak otrzymana struktura dielektryczna ma dobrą przyczepność do podłoża i wykazuje znacznie mniejszą ilość defektów, dzięki czemu zwiększa się do 90% uzysk elementów przydatnych do wykorzystania. Dzięki tym zaletom sposób ten nadaje się szczególnie dobrze do zastosowania w przemysłowych procesach wytwarzania cienkowarstwowych struktur pojemnościowych.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładowym wykonaniu, dotyczącym wytwarzania cienkowarstwowych kondensatorów na podłożu ze szkła amorficznego lub grubokrystalicznego. Podłoże to pokrywa się warstwą tytanu odparowaną metodą termiczną w próżni lepszej niż 10^{-5} Tr, z szybkością większą niż 10 nm/s, przy utrzymywaniu temperatury podłoża na stałym poziomie 323 K. Podczas procesu naparowywania tytanu kontroluje się rezystywność powierzchniową i gdy osiągnie ona wartość w granicach 100–160 omów, przerywa się proces nanoszenia. Naparowana warstwa tytanu ma grubość od 5–20 nm. Następnie w tych samych warunkach nanosi się warstwę aluminium o czystości 99,99% do grubości 600 nm. Uzyskaną dwuwarstwę wygrzewa się w powietrzu w temperaturze 593 K przez 3 godziny, a następnie poddaje się utlenianiu anodowemu, aż do wytworzenia warstwy tlenku o grubości 300 nm. Utlenianie wykonuje się w 17% roztworze pięcioboranu amonu w glikolu etylenowym w temperaturze 300 K, prądem o gęstości $0,5 \text{ mA/cm}^2$, przez 14 minut do napięcia 200 V, po czym stosuje się stabilizację napięciową przez 40 minut. Na warstwę kontaktową do kondensatorów stosuje się chromonikiel—nikiel, który nanosi się metodą naparowywania w tych samych warunkach próżniowych, przy temperaturze podłoża 423 K. Wytworzone w ten sposób struktury pojemnościowe charakteryzują się następującymi parametrami elektrycznymi:

- napięcie przebicia — $U_p \approx 100 \text{ V}$
- tangens kąta strat — $\text{tg} \approx 50 \cdot 10^{-4}$
- temperaturowy współczynnik pojemności — $\text{TWC} \approx 500 \cdot 10^{-6}/\text{K}$
- względna stała dielektryczna — $\epsilon_r \leq 9$

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania cienkich warstw dielektrycznych na podłożach izolacyjnych, polegający na próżniowym nanoszeniu warstw, wygrzewaniu w powietrzu oraz poddawaniu utlenianiu anodowemu, **znamienny tym**, że najpierw nanosi się cienką warstwę tytanu, kontrolując jej rezystywność powierzchniową aż do osiągnięcia 20–350 omów, a następnie warstwę aluminium o grubości 500–1000 nm, po czym tak uzyskaną dwuwarstwę wygrzewa się w temperaturze 573–773 K przez czas zależny od temperatury, ale nie przekraczający 5 godzin i następnie poddaje się utlenianiu anodowemu przy napięciu do 300 V.