



PATENTSCHRIFT 146 306

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.³

(11) 146 306 (44) 04.02.81 3(51) C 23 C 15/00
(21) WP C 23 C / 215 943 (22) 02.10.79

(71) siehe (72)

(72) Beister, Günther, Dipl.-Phys.; Schneider, Siegfried,
Dipl.-Phys.; Büdke, Ekkehard, Dipl.-Phys.; Nedon, Wolfgang,
Dipl.-Phys.; Roth, Herbert, Dipl.-Phys.; Sieber, Wolfgang,
Dipl.-Phys.; Vetters, Peter, Dipl.-Ing., DD

(73) siehe (72)

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

(54) Verfahren zum reaktiven Aufstäuben dielektrischer Schichten

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum reaktiven Aufstäuben von dielektrischen Schichten mit definierten Eigenschaften mittels einer Plasmatronentladung. Das Ziel der Erfindung ist die Erreichung konstanter Produktionseigenschaften und hoher Ausbeute. Die Aufgabe, reproduzierbare Schichteigenschaften bei hoher Zerstäubungsrate zu erzielen, wird dadurch gelöst, daß die Partialdrücke des Edelgases und des Reaktionsgases derart gewählt werden, daß der Entladungsstrom bei Änderungen des Edelgaspartialdruckes konstant bleibt und die Abhängigkeit des Entladungsstromes vom Reaktionsgaspartialdruck zur Regelung des Gaseinlasses des Reaktionsgases verwendet wird. - Figur -

Verfahren zum reaktiven Aufstäuben dielektrischer Schichten

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum reaktiven Aufstäuben dielektrischer Schichten mit hoher Kondensationsrate für die Beschichtung von Substraten mit definierten Eigenschaften im Vakuum mit Hilfe einer Ringspaltentladung (Plasmatron). Derartige Schichten werden als Interferenzschichten oder Schutzschichten verwendet.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bei der Gleichspannungszerstäubung entstehen die dielektrischen Schichten durch Reaktion der vom Target abgestäubten Metallatome mit den Teilchen des die Zerstäubung bewirkenden Arbeitsgases, das beispielsweise aus Sauerstoff oder Stickstoff besteht. Unter bestimmten Bedingungen, nämlich dann, wenn sich durch Reaktion des Arbeitsgases mit dem Targetmetall bereits auf dem Target eine isolierende Metallverbindung bildet, ist die nutzbare Kondensationsrate für praktische Anwendungen nicht mehr ausreichend. Diese Schwierigkeiten werden umgangen, wenn anstelle des reinen Reaktionsgases ein Gasgemisch aus Edelgas und Reaktionsgas verwendet wird. Durch die Edelgaskomponente im Arbeitsgas bleibt die Targetoberfläche metallisch, die Reaktionsgaskomponente führt zur Bildung der Verbindung auf dem Substrat. Das Verhältnis von Edelgaskomponente zu Reaktionsgaskomponente und der Absolutwert des Entladungsdruckes müssen

im allgemeinen sehr konstant eingehalten werden, wenn bestimmte Schichteigenschaften reproduzierbar erzeugt werden sollen. Bei Abweichungen von diesen Werten ändert sich beispielsweise die chemische Zusammensetzung stark, und bestimmte Beschichtungsparameter, z. B. die Kondensationsrate, werden ebenfalls beeinflusst.

Die Einstellung des benötigten Verhältnisses von Edalgaskomponente zu Reaktionsgaskomponente kann durch Mischung in einem Vorratsbehälter erfolgen, aus dem dann das Gasgemisch über ein Drosselventil in den Entladungsbereich eingeleitet wird. Diese Methode hat den Nachteil des relativ hohen Aufwandes bei der Herstellung des Gasgemisches und der fehlenden Möglichkeit, die Zusammensetzung des Gasgemisches im Versuch bzw. im Verfahren zu variieren. Bei einer Änderung der Kondensationsrate ist weiterhin ungünstig, daß damit der Gasverbrauch der Reaktionsgaskomponente und somit die Gaszusammensetzung verändert wird.

Die benötigte reproduzierbare Einstellung der Partialdrücke kann verbessert werden, indem der Gaseinlaß der Gaskomponente durch getrennte Regelventile erfolgt, die von einem Gasanalysator gesteuert werden. Diese Anordnung hat den Mangel, daß vorausgesetzt wird, daß die Gaszusammensetzung an der Stelle des Gasanalysators der Gaszusammensetzung entspricht, die im Bereich der Entladung vorhanden ist. Örtliche Druckschwankungen im Bereich der Entladung, z. B. durch veränderliche Desorptionsgasströme, werden mit dieser Methode nicht erfaßt.

Weiterhin ist es möglich, die Eigenschaften der Schichten nach deren Herstellung zu bestimmen und anschließend die notwendigen Korrekturen bezüglich der Gaszusammensetzung durchzuführen. Hierbei ist nachteilig, daß beim Beschichten relativ hoher Ausschuß entstehen kann, bis die optimale Gaszusammensetzung gefunden wird, und daß bei Veränderungen der Beschichtungsparameter die ursprünglich ermittelten Werte wiederum korrigiert werden müssen.

Es ist schließlich ein Verfahren vorgeschlagen worden (WP C 23 C/211 929), bei dem die Einstellung eines Arbeitspunktes zur Herstellung stöchiometrischer Schichten bei hohen Kondensationsraten mittels eines Plasmatrons (Magnetron) in einem Argon-Reaktionsgasgemisch mit Hilfe der Entladungskennlinie (Spannungsmaximum) erfolgt. Es werden hierbei konstante Partialdruckverhältnisse benötigt. Ein Nachteil dieses Verfahrens ist, daß für die Erzeugung reproduzierbarer Schichteigenschaften über längere Beschichtungszeiten ein konstantes Saugvermögen der Vakuumpumpen vorhanden sein muß, und daß zur Kontrolle des Argon-Reaktionsgasgemisches eine Partialdruckmessung notwendig ist. Bei Beschichtungsprozessen in Zerstäubungsanlagen muß sowohl mit Saugvermögensschwankungen als auch mit unterschiedlichen Partialdrücken zwischen dem Ort der Druckmessung und dem der Entladung gerechnet werden. Das Verfahren hat weiterhin den Nachteil, daß es sich auf einen ganz bestimmten Punkt der Entladungskennlinie und damit der Schichteigenschaften orientiert und die reproduzierbare Herstellung unterschiedlicher Schichteigenschaften damit nicht möglich ist.

Ziel der Erfindung

Mit dem Verfahren sollen die Mängel des Standes der Technik weitestgehend beseitigt werden, um im Beschichtungsprozeß konstante Produktionseigenschaften sowie hohe Produktivität und Ausbeute zu erreichen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum reaktiven Aufstäuben mit einer Plasmatronquelle im Gleichstrombetrieb zur Herstellung dielektrischer Schichten zu schaffen, mit welchem reproduzierbare Eigenschaften der Schichten mit relativ hoher Zerstäubungsrate erreicht werden.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch Zerstäuben von Targets aus chemischen Reinelementen in einem Edelgas-Reaktionsgas-Gemisch mit einer Plasmatron-Zerstäubungsquelle im Gleichstrombetrieb dadurch gelöst, daß die Entladung in einem Strom / Gas-

nungsbereich betrieben wird, indem Entladungsstrom und Entladungsspannung unabhängig von Änderungen des Partialdruckes der Edelgaskomponente und empfindlich abhängig von Änderungen des Partialdruckes der Reaktionsgaskomponente sind und letztere Abhängigkeit dazu verwendet wird, den Gaseinlaßstrom für das Reaktionsgas durch den Entladungsstrom oder die Entladungsspannung zu regeln.

Bei der vorgeschlagenen Wahl des Arbeitspunktes der Entladung wird erreicht, daß einerseits relativ große Schwankungen des Partialdruckes der Edelgaskomponente, z. B. durch eine instabile Arbeitsweise der Hochvakuumumpen oder durch örtliche Druckschwankungen infolge von Manipulationen im technologischen Ablauf, eine Veränderung der Strom-/Spannungswerte nicht notwendig machen und andererseits durch die empfindliche Abhängigkeit des Entladungsstromes bzw. der Entladungsspannung vom Partialdruck des Reaktionsgases durch Ausnutzung dieser Abhängigkeit eine sehr genaue Dosierung des Gaseinlasses für das Reaktionsgas über den Entladungsstrom bzw. die Entladungsspannung möglich wird.

Es ist vorteilhaft, wenn die Abhängigkeit der Entladungsspannung vom Partialdruck des Reaktionsgases bei konstantem Entladungsstrom zur Regelung des Gaseinlasses des Reaktionsgases verwendet wird.

Es ist auch vorteilhaft, bei konstanter Entladungsleistung die Abhängigkeit der Entladungsspannung oder des Entladungsstromes vom Partialdruck des Reaktionsgases zur Regelung des Gaseinlasses des Reaktionsgases zu verwenden.

Als Edelgas wird zweckmäßigerweise Argon und als Reaktionsgas Sauerstoff oder Stickstoff verwendet. Das Target ist aus einem Metall mit hoher Affinität zum Sauerstoff, wie z. B. Titan, Aluminium, Chrom.

im allgemeinen sehr konstant eingehalten werden, wenn bestimmte Schichteigenschaften reproduzierbar erzeugt werden sollen. Bei Abweichungen von diesen Werten ändert sich beispielsweise die chemische Zusammensetzung stark, und bestimmte Beschichtungsparameter, z. B. die Kondensationsrate, werden ebenfalls beeinflußt.

Die Einstellung des benötigten Verhältnisses von Edelgaskomponente zu Reaktionsgaskomponente kann durch Mischung in einem Vorratsbehälter erfolgen, aus dem dann das Gasgemisch über ein Drosselventil in den Entladungsbereich eingeleitet wird. Diese Methode hat den Nachteil des relativ hohen Aufwandes bei der Herstellung des Gasgemisches und der fehlenden Möglichkeit, die Zusammensetzung des Gasgemisches im Versuch bzw. im Verfahren zu variieren. Bei einer Änderung der Kondensationsrate ist weiterhin ungünstig, daß damit der Gasverbrauch der Reaktionsgaskomponente und somit die Gaszusammensetzung verändert wird.

Die benötigte reproduzierbare Einstellung der Partialdrücke kann verbessert werden, indem der Gaseinlaß der Gaskomponente durch getrennte Regelventile erfolgt, die von einem Gasanalysator gesteuert werden. Diese Anordnung hat den Mangel, daß vorausgesetzt wird, daß die Gaszusammensetzung an der Stelle des Gasanalysators der Gaszusammensetzung entspricht, die im Bereich der Entladung vorhanden ist. Örtliche Druckschwankungen im Bereich der Entladung, z. B. durch veränderliche Desorptionsgasströme, werden mit dieser Methode nicht erfaßt.

Weiterhin ist es möglich, die Eigenschaften der Schichten nach deren Herstellung zu bestimmen und anschließend die notwendigen Korrekturen bezüglich der Gaszusammensetzung durchzuführen. Hierbei ist nachteilig, daß beim Beschichten relativ hoher Ausschuß entstehen kann, bis die optimale Gaszusammensetzung gefunden wird, und daß bei Veränderungen der Beschichtungsparameter die ursprünglich ermittelten Werte wiederum korrigiert werden müssen.

Ein wesentlicher Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß durch die Verwendung des Entladungsstromes bzw. der Entladungsspannung als Regelgröße für den Partialdruck des Reaktionsgases eine Druckmessung bzw. Partialdruckmessung nicht mehr notwendig ist und die Information für den einzustellenden Partialdruck des Reaktionsgases unmittelbar aus dem Bereich der Beschichtung gewonnen wird. Eine Druck- bzw. Partialdruckmessung kann nicht direkt im Beschichtungsbereich erfolgen und weist dadurch immer den Nachteil auf, daß wegen der Unterschiede des Druckes bzw. Partialdruckes am Ort der Schichtentstehung und am Ort der Druckmessung reproduzierbare Schichteigenschaften nicht erzeugt werden können.

Ausführungsbeispiel

In der zugehörigen Zeichnung ist die Abhängigkeit des Entladungsstromes I vom Druck des Gasgemisches bei der reaktiven Gleichspannungszerstäubung eines Ti-Targets zur Herstellung von TiO_2 -Schichten mit einer 5-kW-Plasmatronquelle dargestellt.

Nach Evakuierung der Vakuumanlage auf einen Druck von $\lesssim 7 \cdot 10^{-4}$ Pa wird die Edelgaskomponente Ar eingelassen. Bei einer Entladungsspannung von ca. 400 V steigt der Entladungsstrom zunächst mit steigendem Ar-Druck an, bis er bei ca. $7 \cdot 10^{-2}$ Pa einen Sättigungswert erreicht. Bei weiterer Erhöhung des Ar-Druckes ändert sich der Entladungsstrom bis zu Druckwerten von $1,5 \cdot 10^{-1}$ Pa nicht mehr. Ein Ar-Druck von ca. $8 \dots 9 \cdot 10^{-2}$ Pa reichte im vorliegenden Fall aus, um die auftretenden Druckschwankungen der Edelgaskomponente abzufangen. Anschließend wird die Reaktionsgaskomponente O_2 eingelassen. In Abhängigkeit vom eingelassenen Partialdruck des O_2 durchläuft der Entladungsstrom die unterbrochen gezeichnete Kurve. Stöchiometrische TiO_2 -Schichten mit maximaler Kondensationsrate werden nur im mit A gekennzeichneten Punkt erhalten. Bei geringeren Sauerstoffdrücken wird die Absorption der

TiO₂-Schichten durch die Einlagerung von Ti-Anteilen zu hoch, und bei höheren Sauerstoffdrücken nimmt die Kondensationsrate relativ schnell ab. Im vorliegenden Beispiel werden bei einem Target-Substrat-Abstand von 120 mm Kondensationsraten von 1,7 nm/s erreicht. Der Brechungsindex n der TiO₂-Schichten beträgt 2,41 und der Absorptionsindex k $3 \cdot 10^{-3}$.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zum reaktiven Aufstäuben dielektrischer Schichten in einem Edelgas-Reaktionsgas-Gemisch mit einer Plasmatron-Zerstäubungsquelle, dadurch gekennzeichnet, daß bei konstanter Entladungsspannung die Summe und das Verhältnis der Partialdrücke von Edelgas und Reaktionsgas derart gewählt werden, daß der Entladungsstrom bei Änderung des Edelgaspartialdruckes konstant bleibt und die Abhängigkeit des Entladungsstromes vom Partialdruck des Reaktionsgases zur Regelung des Gaseinlasses des Reaktionsgases verwendet wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei konstantem Entladungsstrom die Abhängigkeit der Entladungsspannung vom Partialdruck des Reaktionsgases zur Regelung des Gaseinlasses des Reaktionsgases verwendet wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei konstanter Entladungsleistung die Abhängigkeit der Entladungsspannung oder des Entladungsstromes vom Partialdruck des Reaktionsgases zur Regelung des Gaseinlasses des Reaktionsgases verwendet wird.
4. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Edelgas Ar eingesetzt wird.
5. Verfahren nach Punkt 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Reaktionsgas O_2 oder N_2 eingesetzt wird.
6. Verfahren nach Punkt 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß Metalle als Target verwendet werden, die eine hohe Affinität zu O_2 haben, z. B. Ti, Al, Cr.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

