

## ВЫСОКОВАКУУМНОЕ РЕАКТИВНОЕ МАГНЕТРОННОЕ НАНЕСЕНИЕ ПЛЕНОК ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Доан Х.Т.

Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники  
г. Минск, Республика Беларусь

Научный руководитель: Голосов Д.А. – канд. тех. наук, доцент, доцент кафедры ЭТТ

**Аннотация.** Проведены исследования процессов нанесения пленок оксида алюминия при высоковакуумном импульсном реактивном магнетронном распылении Al мишени в Ar/O<sub>2</sub> смеси газов. Установлены зависимости напряжения разряда магнетрона, скорости нанесения и электрофизических характеристик пленок оксида алюминия от концентрации кислорода в Ar/O<sub>2</sub> смеси газов. Показано, что при высоковакуумном реактивном распылении Al мишени на зависимости напряжения разряда от концентрации кислорода в камере отсутствует гистерезис. Пленки оксида алюминия с высоким оптическим пропусканием ( $T > 85\%$ ), диэлектрической проницаемостью  $\varepsilon = 5 - 8$ , тангенсом угла диэлектрических потерь  $tg\varphi = 0.06 - 0.07$  на частоте 1.0 МГц и напряженностью электрического поля пробоя  $(4.0 - 7.0) \times 10^8$  В/м формируются в реактивном режиме работы системы при концентрациях кислорода в Ar/O<sub>2</sub> смеси газов более 16.7 %. В этой области скорость нанесения пленок имеет низкие значения.

**Ключевые слова.** Диэлектрики с высокой диэлектрической проницаемостью, подзатворный диэлектрик, оксид алюминия, высоковакуумное реактивное магнетронное распыление.

**Введение.** В последнее время все чаще при создании изделий микроэлектроники применяются полупроводники группы  $A^{III}B^V$  (GaAs, GaP, InP и др.) [1]. Такие полупроводники по своим электрическим характеристикам превосходят кремний, имеют более высокую подвижность электронов, большую ширину запрещенной зоны [2]. Одной из проблем использования полупроводников  $A^{III}B^V$  при изготовлении изделий микроэлектроники является неудовлетворительные диэлектрические свойства собственных оксидов этих соединений. Альтернативой собственным оксидам в данном случае выступают диэлектрические слои на основе оксидов некоторых металлов. Одним из таких материалов является оксид алюминия. Оксид алюминия ( $Al_2O_3$ ) имеет более высокие по сравнению с  $SiO_2$  значения диэлектрической проницаемости ( $\varepsilon = 7 - 10$ ) [3], самую большую (после  $SiO_2$ ) ширину запрещенной зоны ( $E_g = 8.9$  эВ), высокие значения напряженности поля пробоя ( $5 - 10$  МВ/м) [4], высокую температурную стабильность (кристаллизуется при температурах более 900 °С) [5]. Однако формирование слоев оксида алюминия на полупроводниках  $A^{III}B^V$  является достаточно трудной задачей. В первую очередь это связано со сложностью получения сверхтонких слоев с требуемыми свойствами и качественными границами раздела диэлектрик – полупроводник. Эта проблема в первую очередь связана с методами формирования диэлектрических пленок. Для нанесения таких слоев необходимо использовать методы, обеспечивающие нанесение пленок при низких температурах и минимальном энергетическом воздействии на растущую пленку. Среди таких методов следует выделить метод реактивного магнетронного распыления. Метод позволяет наносить многокомпонентные тонкие пленки высокого качества с управляемым стехиометрическим составом на большие площади [6]. Таким образом, целью работы являлось исследование процессов нанесения тонких пленок оксида алюминия при высоковакуумном импульсном реактивном магнетронном распылении Al мишени в Ar/O<sub>2</sub> смеси газов и влияния параметров процесса распыления на электрофизические характеристики наносимых пленок.

**1. Эксперимент.** Нанесение пленок оксида алюминия производилось методом высоковакуумного импульсного реактивного магнетронного распыления на установке магнетронного нанесения тонких пленок FERO-001. Схема экспериментальной установки представлена на рисунке 1. Установка выполнена на базе вакуумного поста ВУ-1Б. Камера

вакуумной установки оборудована магнетронной распылительной системой МАРС.011-80 с мишенью  $\varnothing$  80 мм, ионным источником на основе торцевого холловского ускорителя ЕНРМ.100.005 и вращаемым подложкодержателем.

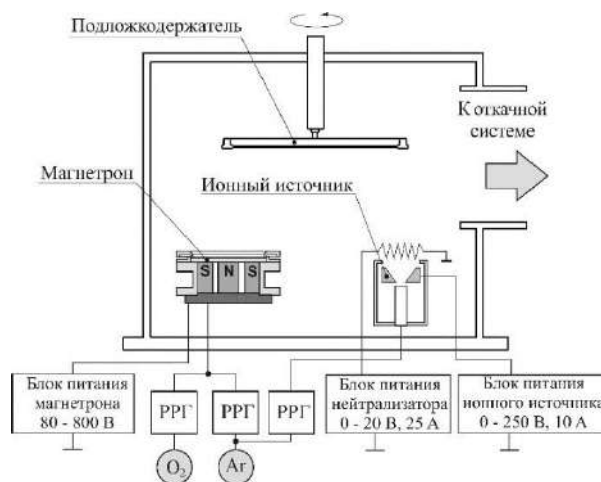


Рисунок 1 – Схема экспериментальной установки магнетронного нанесения тонких пленок

В качестве мишеней использовался диск из  $Al$  (99.999 % чистоты)  $\varnothing$  80 мм и толщиной 6 мм. Для питания магнетрона использовался источник питания *APEL-M-5PDC-800A* мощностью 5.0 кВт. Пленки наносились на подложки из высоколегированного кремния  $n$ -типа  $Si(100)$  и оптического кварца. В ходе экспериментов подложки устанавливались на подложкодержатель. Подложкодержатель располагался на расстоянии 120 мм от поверхности мишени. Смещение оси подложкодержателя относительно оси магнетрона составляло 100 мм. Камера вакуумной установки откачивалась до остаточного давления  $10^{-3}$  Па и производилась ионная очистка подложек. Для этого в ионный источник подавался  $Ar$ . Поток аргона составлял  $Q_{Ar} = 20$  мл/мин. Время очистки, напряжение и ток разряда во всех экспериментах были постоянными и составляли  $t = 2$  мин,  $U_d = 90$  В,  $I_d = 6.0$  А, соответственно. Затем производилась очистка мишени от загрязнений. Для этого подложка отводилась от зоны нанесения. В газораспределительную систему магнетрона подавался  $Ar$  ( $Q_{Ar} = 60$  мл/мин) и производилось включение магнетрона. В процессе очистки мишени ток разряда составлял  $I_t = 1.5$  А. Время очистки 2 мин. Затем производилось нанесение пленок оксида алюминия. Для этого подложка подводилась в зону нанесения. В газораспределительную систему магнетрона подавалась смесь  $Ar/O_2$  рабочих газов. В ходе экспериментов содержание кислорода в камере ( $\Gamma_{O_2}$ ) изменялось от 0 до 40 % при общем расходе 60 мл/мин. При этом давление в камере составляло 0.08 Па. Во всех экспериментах использовался режим стабилизации тока разряда магнетрона  $I_t = 1.5$  А (частота следования импульсов  $F = 10$  кГц, коэффициент заполнения  $D = 80$  %). Толщина нанесенных пленок составляла около 100 нм и регулировалось временем нанесения. Толщина нанесенных пленок определялась на оптическом интерферометрическом профилометре ПОИ-08. Диэлектрические характеристики пленок измерялись на тестовых МДП структурах. Для этого на пленку оксида алюминия методом ионно-лучевого распыления через маску наносился верхний  $Ni$  электрод. Площадь верхней обкладки конденсаторов составляла  $0,096$  мм<sup>2</sup>. Измерения емкости и тангенса угла диэлектрических потерь производились с использованием измерителя иммитанса *E7-20* на частотах  $25 - 10^6$  Гц. Значения диэлектрической проницаемости рассчитывались исходя из толщины диэлектрического слоя и емкости конденсаторной структуры. Напряжение пробоя исследовалось на характеристикографе транзисторов *TR-4805* при ограничении тока 100 мкА. Напряженность поля пробоя рассчитывалась исходя из напряжения пробоя и толщины слоя диэлектрика. Спектры пропускания в диапазоне 190 – 900 нм получены с помощью спектрофотометра Проскан МС-121.

**2. Результаты.** Проведены исследования зависимостей напряжения разряда и скорости нанесения пленок оксида алюминия от концентрации кислорода  $Ar/O_2$  рабочих газов при высоковакуумном импульсном реактивном магнетронном распылении Al мишени. На рисунке 2а представлена зависимость напряжения разряда от концентрации кислорода в  $Ar/O_2$  смеси газов при увеличении и уменьшении  $\Gamma_{O_2}$ . Зависимость получена в режиме стабилизации тока разряда  $I_t = 1.5$  А. Как видно из рисунка при высоковакуумном реактивном распылении Al мишени гистерезис напряжения разряда, характерный для таких процессов, отсутствовал. Это связано с более низким парциальным давлением кислорода в камере, и как следствие уменьшением процессов "отравления" поверхности мишени. При распылении Al мишени в среде Ar напряжение разряда  $U_t$  составляло 345 В. При добавке  $O_2$  напряжение разряда увеличивалось и достигало максимума  $U_t = 366$  В при  $\Gamma_{O_2} = 8$  %. При дальнейшем увеличении концентрации  $O_2$  напряжение разряда резко снижалось до 268 В при  $\Gamma_{O_2} = 16.67$  % и далее практически не зависело от  $\Gamma_{O_2}$ . Использование униполярного импульсного питания магнетрона ( $F = 10$  кГц,  $D = 80$  %) позволило устойчиво работать магнетрону при концентрациях кислорода до 60 %. При больших  $\Gamma_{O_2}$  разряд магнетрона становился неустойчивым из-за формирования микродуг на поверхности мишени.

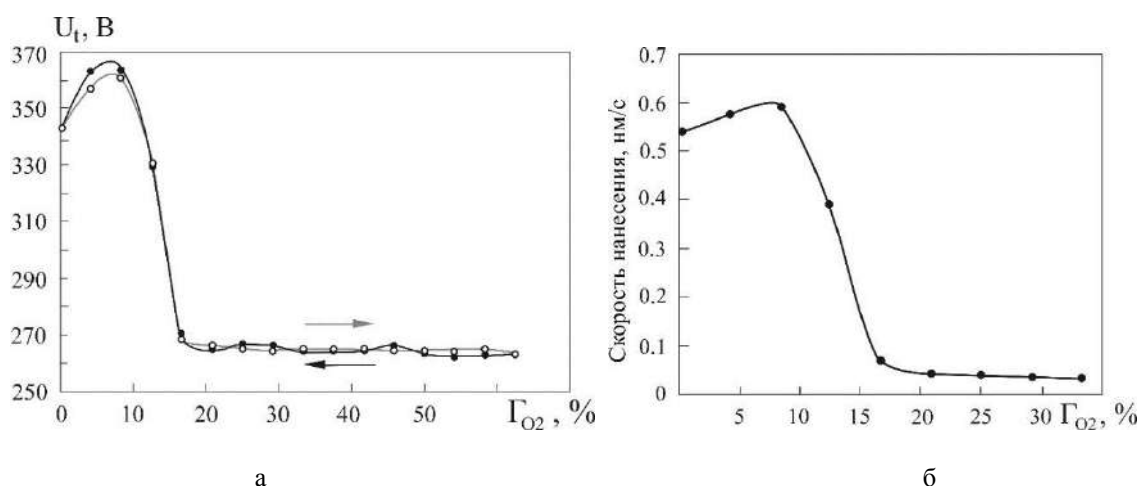


Рисунок 2 – Зависимости напряжения разряда магнетрона (а) и скорости нанесения пленок оксида алюминия (б) от концентрации кислорода в  $Ar/O_2$  смеси газов при распылении Al мишени ( $I_t = 1.5$  А)

Зависимость скорости нанесения пленок оксида алюминия от концентрации кислорода в  $Ar/O_2$  смеси газов имела сходный характер (рисунок 2 б). При распылении в среде Ar скорость нанесения составляла 0.54 нм/с. При добавке  $O_2$  скорость нанесения увеличивалась и достигала максимума 0.6 нм/с при  $\Gamma_{O_2} = 8$  % и далее резко уменьшалась до 0.07 нм/с при  $\Gamma_{O_2} = 16.67$  %. При дальнейшем увеличении концентрации  $O_2$  скорость нанесения составляла около 0.026 нм/с и не зависела от  $\Gamma_{O_2}$ . Снижение напряжения разряда и скорости нанесения пленок при увеличении концентрации кислорода связаны с формированием на поверхности мишени тонкой пленки оксида алюминия. Коэффициент ионно-электронной эмиссии (КИЭЭ) оксида алюминия больше чем у чистого алюминия. Это приводит к увеличению вторичной эмиссии электронов и, как следствие, увеличению проводимости разряда. Снижение скорости нанесения является следствием уменьшения коэффициента распыления.

Также проведены исследования влияния параметров процесса реактивного распыления на электрофизические характеристики наносимых пленок оксида алюминия. На рисунке 3 представлены частотные зависимости диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь пленок оксида алюминия, нанесенных при различной концентрации кислорода в  $Ar/O_2$  смеси газов. Как видно из рисунка, нанесенные пленки оксида алюминия обладали сильной частотной дисперсией. При увеличении частоты диэлектрическая проницаемость пленок монотонно снижалась. Особенно этот эффект наблюдался для пленок, нанесенных при низких концентрациях кислорода, где при увеличении частоты с 25 Гц до 1.0 МГц диэлектрическая проницаемость снижалась практически в два раза. Наблюдаемое

монотонное уменьшение диэлектрической проницаемости пленок оксида алюминия свидетельствует о релаксационной дисперсии [7]. Тангенс угла диэлектрических потерь на высоких частотах увеличивался. При увеличении концентрации кислорода в  $Ar/O_2$  рабочих газов происходило снижение диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь (рисунок 4). При концентрациях кислорода более 16.7 % получены пленки оксида алюминия с диэлектрической проницаемостью  $\epsilon = 5 - 8$  и тангенсом угла диэлектрических потерь  $tg\varphi = 0.06 - 0.07$  на частоте 1.0 МГц. Напряженность электрического поля пробоя (рисунок 5) при увеличении концентрации кислорода линейно увеличивалась с  $10^8$  В/м при  $\Gamma_{O_2} = 7.5$  % до  $7 \times 10^8$  при  $\Gamma_{O_2} = 25$  % и далее не зависела от  $\Gamma_{O_2}$ .

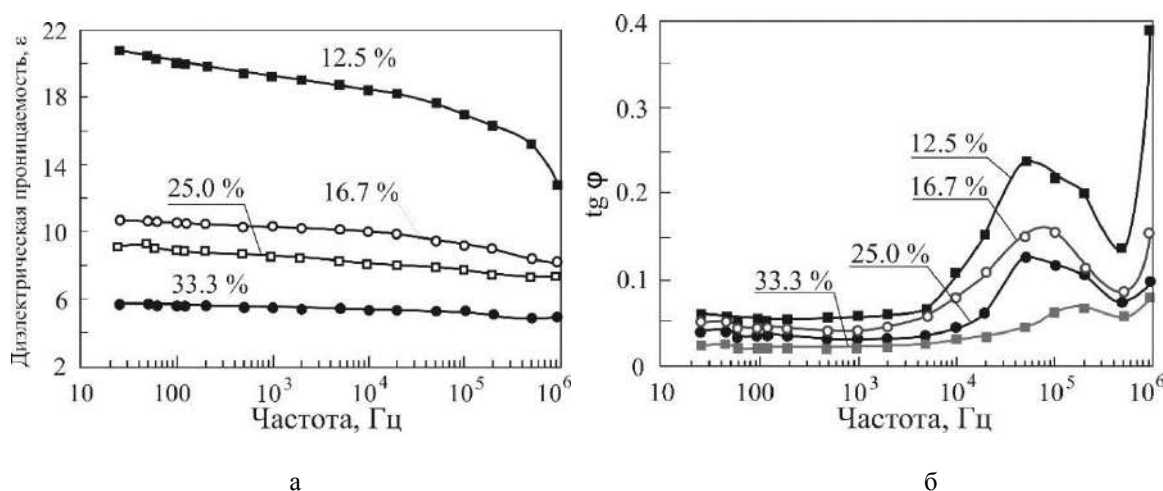


Рисунок 3 – Частотные зависимости диэлектрической проницаемости (а) и тангенса угла диэлектрических потерь (б) пленок оксида алюминия, нанесенных при различной концентрации кислорода в  $Ar/O_2$  смеси газов

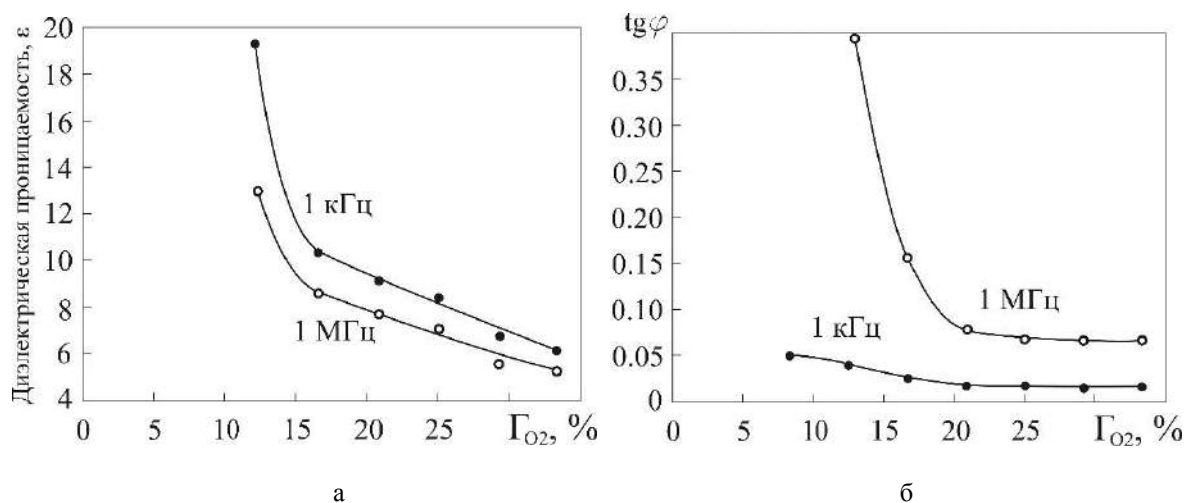


Рисунок 4 – Зависимости диэлектрической проницаемости (а) и тангенса угла диэлектрических потерь (б) пленок оксида алюминия от концентрации кислорода в  $Ar/O_2$  смеси газов

Для анализа ширины запрещенной зоны были получены спектры оптического пропускания пленок оксида алюминия (рисунок 6). Установлено, что пленки, нанесенные при концентрации кислорода менее 15 %, имели высокое оптическое поглощение. При увеличении концентрации кислорода в  $Ar/O_2$  смеси газов оптическое пропускание пленок увеличивалось, и при  $\Gamma_{O_2}$  более 25 % пленки имели высокое пропускание во всем диапазоне длин волн. Средний коэффициент пропускания составлял около 88 %. В коротковолновой области спектра на длине волны 190 нм пропускание достигало 50 – 60 %. Низкое поглощение пленок в коротковолновой области спектра не позволило определить ширину запрещенной зоны по краю полосы поглощения.

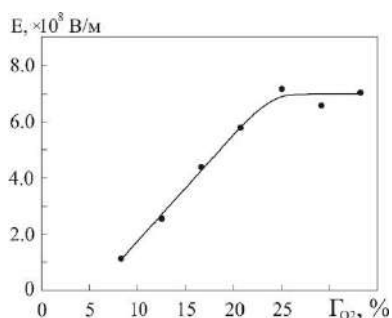


Рисунок 5 – Зависимость напряженности поля пробоя пленок оксида алюминия от концентрации кислорода в  $Ar/O_2$  смеси газов

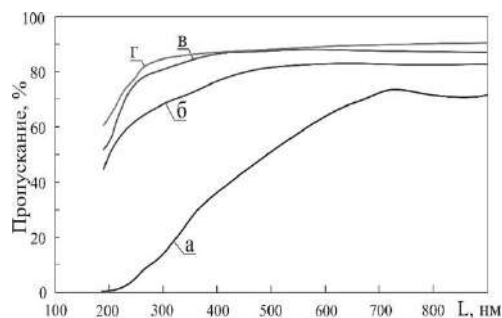


Рисунок 6 – Спектры оптического пропускания пленок оксида алюминия, нанесенных при различной концентрации кислорода в  $Ar/O_2$  смеси газов: а – 12.5 %, б – 16.7 %, в – 25.0 %, г – 33.3 %

**Заключение.** Проведены исследования электрофизических характеристик пленок оксида алюминия, нанесенных методом высоковакуумного импульсного реактивного магнетронного распыления. Установлено, что при высоковакуумном распылении Al мишени в среде  $Ar/O_2$  рабочих газов на зависимости напряжения разряда от  $\Gamma_{O_2}$  отсутствует гистерезис. Пленки оксида алюминия с высоким оптическим пропусканием, диэлектрической проницаемостью  $\epsilon = 5 - 8$ , тангенсом угла диэлектрических потерь  $tg\varphi = 0.06 - 0.07$  на частоте 1.0 МГц и напряженностью электрического поля пробоя  $(4.0 - 7.0) \times 10^8$  В/м формируются в реактивном режиме работы системы распыления при концентрациях кислорода более 16.7 %. В этой области скорость нанесения пленок имеет низкие значения.

### Список литературы

1. Seredin P.V., Glotov A.V., Domashevskaya E.P., Arsentyev I.N., Vinokurov D.A., Tarasov I.S. // *Appl. Surf. Sci.* – 2013. – Vol. 267. – p. 181.
2. Середин П.В., Домашевская Э.П., Арсентьев И.Н., Винокуров Д.А., Станкевич А.Л., Пруцкий Т. // *ФТП.* – 2013. – Vol. 47 (1). p. 3.
3. Presence and origin of interface charges at atomic-layer deposited  $Al_2O_3/III$ -nitride heterojunctions / S. Ganguly [et al.] // *Appl. Phys. Lett.* – 2011. – Vol. 99. – P. 193504.
4. GaAs metal-oxide-semiconductor field effect transistor with nanometer-thin dielectric grown by atomic layer deposition / P.D. Ye [et al.] // *Appl. Phys. Lett.* – 2003. – Vol. 83, № 1. – P. 180–182.
5. Crystallization behavior of thin ALD- $Al_2O_3$  films / S. Jakschik [et al.] // *Thin Solid Films.* – 2003. – Vol. 425. – P. 216–220.
6. Xuan Y., Wu Y.Q., Lin H.C., Shen T., Peide D. Ye. // *IEEE Electron. Dev. Lett.* – 2008. – Vol. 28. – p. 935.
7. Пасынков, В. В. *Материалы электронной техники* / В.В. Пасынков, В.С. Сорокин. – М.: Высшая школа, 1986. – 368 с.

UDC 621.3.049.77: 621.793

## LOW-PRESSURE REACTIVE MAGNETRON DEPOSITION OF ALUMINUM OXIDE FILMS

Doan T.H.

Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, Minsk, Republic of Belarus

Goloso D.A. – PhD, assistant professor, associate professor of the department of ICT

**Annotation.** The processes of deposition of aluminum oxide films under low-pressure pulsed reactive magnetron sputtering of an Al target in an  $Ar/O_2$  gas mixture have been studied. The dependences of the magnetron discharge voltage, deposition rate, and electrophysical properties of aluminum oxide films on the oxygen concentration in the  $Ar/O_2$  gas mixture are established. It is shown that there is no hysteresis in the dependence of the discharge voltage on the oxygen concentration under low-pressure reactive Al sputtering of the target. Aluminum oxide films with high optical transmission, dielectric constant  $\epsilon = 5 - 8$ , dielectric loss tangent  $tg\varphi = 0.06 - 0.07$  at a frequency of 1.0 MHz and breakdown electric field strength  $(4.0 - 7.0) \times 10^8$  V/m are deposited in the reactive mode of the sputtering system at oxygen concentrations in the  $Ar/O_2$  gas mixture of more than 16.7%. In this region, the rate of film deposition is low.

**Keywords:** High-k dielectrics, gate dielectric, alumina, low-pressure reactive magnetron sputtering.