

Definizione di un processo di sputtering reattivo di Ta₂O₅ (*)

S. Buratti (+), G. Carcano (+), S. Lazzari (+), M. Magliocco (**)

ITALTEL, A Stet and Siemens Company S.p.A.

(+) BUSR Laboratorio Tecnologie Radio

(**) DRSI UF Laboratorio Sviluppo Tecnologie di Package

(Ricevuto il 16 febbraio 1996. Accettato il 9 maggio 1997)

ABSTRACT – In this paper we describe a method used to get a reactive sputtering process with industrial characteristics, as high deposition rate, yield, uniformity and repeatability, to deposit a Ta₂O₅ dielectric layer with good electrical performances like low dielectric losses, leakage resistance and breakdown. The main steps needed to get ideal conditions of the deposition process were to deepen the knowledge of the reactive sputtering dynamics and to characterize physically the thin films produced; by this information we get able to weight the process parameters and to improve the working point till reaching the right electrical performances required for the film.

RIASSUNTO – Il lavoro svolto ha consentito la messa a punto di un processo di sputtering reattivo con caratteristiche industriali, quali alta velocità di deposizione, resa, uniformità e ripetibilità, per la deposizione di uno strato dielettrico di Ta₂O₅ con buone prestazioni elettriche in termini di basse perdite dielettriche, resistenza di isolamento e breakdown. I passi chiave per individuare le condizioni ideali del processo di deposizione sono stati l'approfondimento della dinamica dello sputtering reattivo e la caratterizzazione fisica di base dei film prodotti; le informazioni raccolte hanno consentito di dare il giusto peso ai parametri di processo permettendo di perfezionare progressivamente le condizioni di deposizione fino ad ottenere le prestazioni elettriche volute.

1. Introduzione

L'attività di definizione e messa a punto di un film sottile di Ta₂O₅ è stata svolta all'interno del progetto di sviluppo *Condensatori a strato sottile* che ha avuto come obiettivo realizzare condensatori integrati in circuiti ibridi in film sottile per applicazioni a microonde comprendenti già resistori integrati.

L'architettura scelta implica l'ottenimento di una struttura Metal Oxide Metal (MOM) piana che consenta valori di capacità relativamente alta, intorno a 0,5 nF/mm², precisioni inferiori a 10% e tensioni di breakdown di almeno 50 V.

Si è scelto di utilizzare il Ta₂O₅ come strato dielettrico per la sua relativamente alta costante dielettrica ($\epsilon = 25$, che implica uno spessore di 4000 Å); per semplicità del processo costruttivo si è scelta come tecnica di deposizione lo sputtering reattivo ed il Palladio come materiale dei counter-electrodes.

2. Obiettivo

L'applicazione richiede la deposizione di un *buon film dielettrico*, cioè:

1. struttura amorfa, che consenta di ridurre i percorsi preferenziali di carica minimizzando la resistenza di leakage e massimizzando la tensione di breakdown;

2. composizione stechiometrica, che implica uno stato di ossidazione completo con conseguente stabilità dello strato.

Il processo deve inoltre avere *caratteristiche industriali*:

1. alto deposition rate, così da ridurre i tempi di deposizione e migliorare la struttura aumentando la densità;
2. integrità dell'ossido (bassa difettosità), così da aumentare le rese dei condensatori;
3. uniformità e ripetibilità, così da avere una buona precisione nei valori capacitivi.

3. Condizioni sperimentali

Il processo di sputtering reattivo del Ta₂O₅ è stato messo a punto su un impianto Leybold Z590 equipaggiato con target circolari PK200 di 8" di diametro in configurazione Magnetron Penning, generatori DC e RF e controllore di pressione parziale PPC Inficon con retroazione su valvole piezoelettriche per la regolazione del gas in entrata.

Le misure di caratterizzazione elettrica sono state eseguite realizzando un pattern di condensatori test su substrato di sviluppo vetro Corning 7059.

I substrati sono stati preparati per il processo di deposizione sottoponendoli ad un classico ciclo di lavaggio basato su miscela cromica.

La struttura MOM necessaria è ottenuta in un unico processo, senza esposizioni intermedie all'atmosfera, così da minimizzare la presenza di contaminanti che possano ridurre le rese.

I condensatori, realizzati, sono quindi sottoposti ad un ci-

(*) Presented at the 13th Italian Conference on Vacuum Science and Technology, February 14-16, 1996, Milan, Italy.

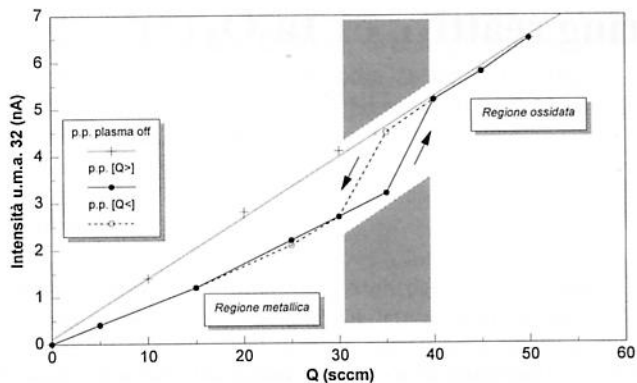


Fig. 1 - Andamento della pressione parziale (p.p.) dell'Ossigeno (riportata come corrente ionica della u.m.a. 32 dell'analizzatore di pressione parziale) in funzione del flusso di gas Ossigeno entrante (Q) [Q > si riferisce alla curva ottenuta a flussi crescenti; Q < quella a flussi decrescenti]. Si osservi la ragione di instabilità, indicata con il tratteggio: è presente un intervallo di flussi per il quale non corrisponde uno stato univoco del processo. [corrente di plasma I = 3,7A; velocità di pompaggio S = 308l/sec].

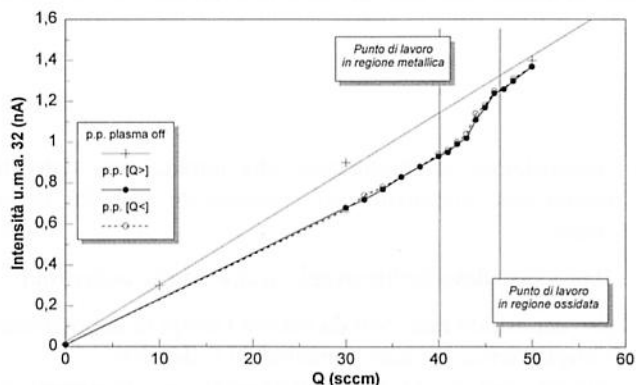


Fig. 2 - Andamento della pressione parziale (p.p.) dell'Ossigeno in funzione del suo flusso entrante (Q); si osservi che non è presente nessuna instabilità; sul grafico sono riportati i due punti di lavoro utilizzati. [corrente di plasma I = 2,5A; velocità di pompaggio S = 600l/sec].

clo di annealing di 3 ore a 350°C in aria: la ragione di questo processo termico è legata alla necessità di stabilizzare i resistori integrati coesistenti nel circuito.

Per le misure elettriche è stato allestito un banco attrezzato con una probe station, con LCR Meter HP 4284A (misure AC nell'intervallo di frequenza 20 ÷ 10⁶Hz) e un High Resistance Meter HP 4339A (misure DC con tensione regolabile fino a 1000 V, corrente massima erogabile 1 · 10⁻⁴ A).

Le tensioni di breakdown sono state determinate applicando ai condensatori delle rampe di tensione di 1 V/sec; le percentuali cumulative di breakdown sono riferite ad un campione di circa 100 condensatori.

Per le misure di stress si è fatto uso di un profilometro P1 Tencor a lunga scansione misurando la differenza di imbarcamento provocata dalla deposizione del film di Ta₂O₅ su di un substrato di caratteristiche elastiche note.

4. Stabilizzazione dello sputtering reattivo

La configurazione DC Magnetron con target metallico è stata scelta per ragioni di miglior controllo di processo e maggior deposition rate rispetto all'RF Magnetron.

La messa a punto del processo di deposizione ha richiesto un approfondimento della dinamica dei processi di sputtering reattivo: è stata svolta una tesi di laurea /1/ che, prendendo spunto da un modello presentato in letteratura /2/, ha consentito di utilizzare al meglio la tecnica.

Il primo risultato è stato la messa a punto di una condizione stabile del processo, cioè priva della caratteristica isteresi presente per certi valori di flusso di gas drogante (nel nostro caso l'Ossigeno), senza far uso di particolari accorgimenti come i Partial Pressure Controller ma solo scegliendo opportunamente la corrente di plasma e la velocità di pompaggio.

Un'isteresi si evidenzia tipicamente monitorando la pressione parziale (p.p.) del gas drogante in funzione del suo flusso entrante (Q): la presenza dell'isteresi indica l'esistenza di un intervallo di flussi di gas drogante al quale non corrisponde uno stato univoco del processo, dipendendo dalla storia dello stesso, né tanto meno uno stato stabile (vedi Figura 1).

Il processo messo a punto consente invece, variando il flusso di Ossigeno, di variare con continuità la composizione fino all'ossidazione completa del film facendo fare al target una graduale transizione dallo stato metallico a quello «poisoned» (ossidato) (vedi Figura 2).

È da notare che il deposition rate decresce drammaticamente durante la transizione del target (vedi Figura 3).

5. Caratterizzazione base

È stata quindi eseguita una caratterizzazione strutturale di film depositi in diverse condizioni: è stato osservato che esiste un intervallo di flussi di gas drogante (per Q > 38 sccm) dove la densità del film ottenuto è prossima al valore del bulk (~ 8 g/cm³) e dove la composizione, misurata con tecniche

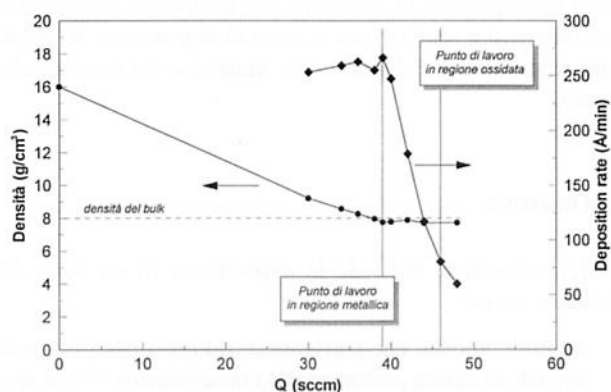


Fig. 3 - Andamento del deposition rate e della densità in funzione del flusso di Ossigeno entrante: pur originando un film di Ta₂O₅ con la stessa densità, i due punti di lavoro indicati hanno deposition rate significativamente diversi. Il valore di densità 8g/cm³ si riferisce al bulk ed è riportato come riferimento.

Auger e XPS /3/, è prossima alla stechiometria (il rapporto O/Ta è superiore a 2) (vedi Figura 3 e Figura 4).

Misure di assorbimento ottico /1/ hanno determinato un energy gap per i film ottenuti in questa regione di $4,16 \div 4,18$ eV da confrontarsi con i 4,2 eV del bulk.

Misure di XRD /4/ in esposizione radente hanno mostrato che i film ottenuti hanno la struttura amorfa richiesta (vedi Figura 5).

Questo intervallo di flussi di gas drogante è da considerarsi interessante per la scelta del punto di lavoro del processo di deposizione del dielettrico cercato: è da notare che nel suo interno si ha un'ampia variazione del valore del deposition rate.

6. Punto di lavoro in regione ossidata

È stato scelto inizialmente un punto di lavoro all'interno della regione ossidata (Figura 2), qui infatti è garantita una maggiore stechiometricità del film, e sono stati ricavati dei condensatori integrati su substrati di vetro Corning 7059 che hanno consentito di ottenere le prime valutazioni elettriche.

In queste prime deposizioni è stato utilizzato un gas ring prossimo al target ed una wing uniformity shield (vedi Figura 6); completano le condizioni di deposizione il grounding dell'anodo ed il riscaldamento a $150 \div 200^\circ\text{C}$ per favorire il degassaggio dei substrati (poi sempre mantenuto).

In queste condizioni si ha un deposition rate di soli $30 \div 45 \text{ \AA}/\text{min}$, il che implica tempi di processo dell'ordine di almeno 100 minuti per deporre lo spessore richiesto di 4000 \AA .

Il problema principale di questo punto di lavoro è una instabilità residua del plasma: improvvisi spikes causano repentini spegnimenti che impediscono un efficace controllo dello spessore del deposito e provocano la formazione di particolato.

La conseguente presenza di impurezze nel film è responsabile delle rese molto basse dei condensatori realizzati.

Le caratteristiche dello strato ottenuto sono riassunte in Tabella 1; complessivamente:

1. la dispersione nell'altezza dello strato di Ta_2O_5 , dovuta sia alla disuniformità della deposizione ($4 \div 5\%$) che della ripetibilità, è di $\pm 360 \text{ \AA}$.
Questo significa una bassa precisione nell'ottenimento dei valori capacitivi: si ha che la densità di capacità $C/A = 560 \text{ pF}/\text{mm}^2 \pm 9\%$ solo per questo effetto; a questo valore occorre poi aggiungere il peso della dispersione fotolitografica nel definire l'elettrodo superiore (quello inferiore non è definito) che è di $3 \div 5\%$.
2. Le rese dei condensatori più grandi sono molto basse anche se migliorano al diminuire dell'area; sono accettabili solo per capacità inferiori a 50 pF (Figura 7).
Il principale fattore estrinseco che abbassa il breakdown e lo rende dipendente dall'area è il particolato; il valore di campo elettrico di breakdown intrinseco dello strato di Ta_2O_5 depositato è superiore ai $3,5 \cdot 10^6 \text{ V}/\text{cm}$ (140 V).
3. È da notare che le caratteristiche elettriche dello strato di per sé sono buone: costante dielettrica (ϵ) e fattore di dissipazione (o angolo di perdita, $\tan \delta$) sono buoni così come lo è la resistenza di isolamento (R_{leak}).
4. Il valore dello stress misurato è indicativo di un film compressivo, condizione che ne facilita la stabilità meccanica.

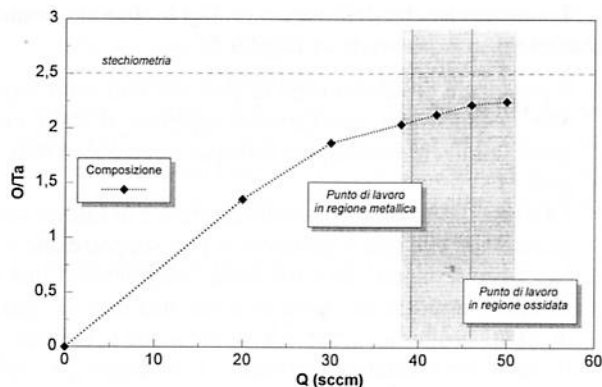


Fig. 4 - Andamento della composizione del film di ossido di Tantalio al variare del flusso di gas drogante; il valore di $O/Ta = 2,5$ indica la composizione stechiometrica, la zona grigia indica l'intervallo di flussi per i quali $O/Ta > 2$.

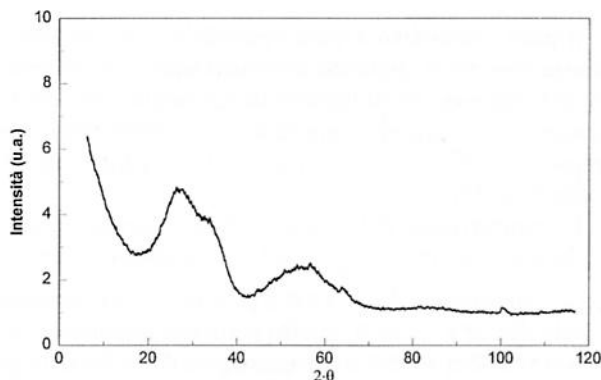


Fig. 5 - Tipico spettro di diffrazione X (intensità vs. angolo di diffrazione) in esposizione radente ($0,5^\circ$) di un film di Ta_2O_5 : l'assenza di picchi definiti indica una struttura amorfa; le bande indicano la presenza di cristalliti con dimensione inferiore alla decina di Ångstron.

7. Punto di lavoro in regione metallica

Per superare il problema degli spikes presenti nel plasma si è deciso di spostare il punto di lavoro in regione metallica dove la densità è ancora prossima a quella del bulk ma dove il rapporto O/Ta decresce leggermente.

Per sfavorire l'ossidazione del target privilegiando quella del film, così da ottenere un film ben ossidato pur lavorando in regione metallica, sono stati utilizzati degli accorgimenti presentati in letteratura /5/ e suggeriti da Leybold A.G.

Innanzitutto l'eliminazione del gas ring attorno al target introducendo il gas in camera direttamente a livello dei substrati, quindi l'introduzione di una inverse uniformity shield, calcolata appositamente per il nostro processo da Leybold, così da migliorare l'uniformità anche a distanza target-substrati ravvicinata (vedi Figura 6).

7.1 Condizione anodo grounded

In queste condizioni la stabilità del plasma è raggiunta ed il deposition rate è decisamente incrementato: si hanno circa $270 \text{ \AA}/\text{min}$ (Figura 3), il che significa ottenere 4000 \AA in circa 15 minuti.

Le caratteristiche dello strato di Ta₂O₅ ottenuto in queste condizioni sono riassunte in Tabella 2.

1. Il principale problema sono le rese che non sono migliorate: i condensatori con capacità superiore ai 50 pF continuano ad avere breakdown estrinseci non accettabili (Figura 8).

La causa del breakdown estrinseco non è in questo caso il particolato, che non è presente; si può supporre che il veloce accrescimento del film, forse congiunto ad una non completa ossidazione, porti ad avere una densità spaziale di difetti strutturali, precursori di breakdown, elevata.

Il valore del breakdown intrinseco è superiore a $3 \cdot 10^8$ V/cm (120 V).

2. La disuniformità è migliorata al $3 \div 4\%$, così la dispersione dell'altezza.

7.2 Condizione anodo Biased

Il passo successivo è stata l'introduzione di un Bias intorno a $60 \div 70$ V applicato all'anodo usando il generatore RF: lo scopo è quello di favorire un riarrangiamento del film durante l'accrescimento aumentando la mobilità degli atomi depositi; si noti che in questo modo è accresciuta anche la reattività del film.

Le caratteristiche dello strato di Ta₂O₅ ottenuto in queste condizioni sono riportate in Tabella 3; complessivamente:

1. La disuniformità è al $3 \div 4\%$ e la dispersione complessiva dell'altezza è ± 190 Å; questo porta una dispersione di $C/A = 570$ pF $\pm 4 \div 5\%$ a cui aggiungere il $3 \div 5\%$ di dispersione dovuta alla fotolitografia.

La precisione finale nell'ottenimento delle capacità è quindi accettabile.

2. Le rese sono decisamente migliorate: il breakdown estrinseco è stato efficacemente ridotto e risultano integrabili condensatori con capacità fino a 1 nF; si hanno rese in-



Fig. 6 – Wing (in basso) e Inverse (in alto) Uniformity Shield.

Tab. 1 – Caratteristiche fisiche dello strato di Ta₂O₅ ottenuto dal punto di lavoro posto in regione ossidata.

Caratteristiche strutturali		Caratteristiche elettriche	
Struttura:	amorfa	ϵ (1 MHz):	$25 \div 26$
Densità:	$\sim 7,6$ g/cm ³	$\tan \delta$ (1 MHz):	$1,1 \div 1,4 \cdot 10^{-3}$
O/Ta:	$\approx 2,3$	R _{leak} (50 V):	$8 \cdot 10^{10} \Omega$
Stress:	$-1 \div -4 \cdot 10^9$ dine/cm ²		

Tab. 2 – Caratteristiche fisiche dello strato di Ta₂O₅ ottenuto dal punto di lavoro posto in regione metallica con l'anodo grounded.

Caratteristiche strutturali		Caratteristiche elettriche	
Densità:	$\sim 7,8$ g/cm ³	ϵ (1 MHz):	$25,5 \div 26,9$
		$\tan \delta$ (1 MHz):	$1,1 \div 1,4 \cdot 10^{-3}$
		R _{leak} (50 V):	$5 \cdot 10^7 \Omega$

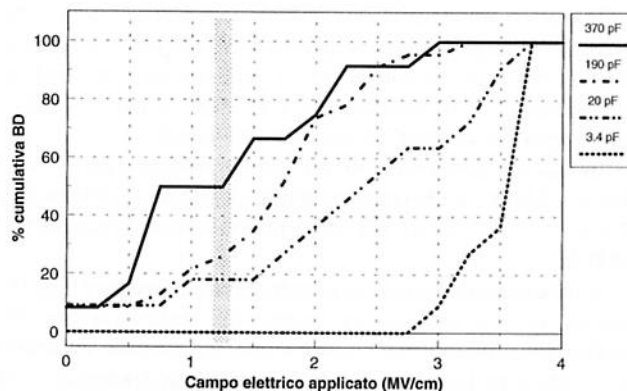


Fig. 7 – Percentuali cumulative dei breakdown (BD) in funzione del campo elettrico applicato per diversi valori di capacità ottenuti da uno strato di Ta₂O₅ depositato con il punto di lavoro in regione ossidata. Il valore di $1,25 \cdot 10^6$ V/cm si riferisce alla tensione di riferimento di 50 V.

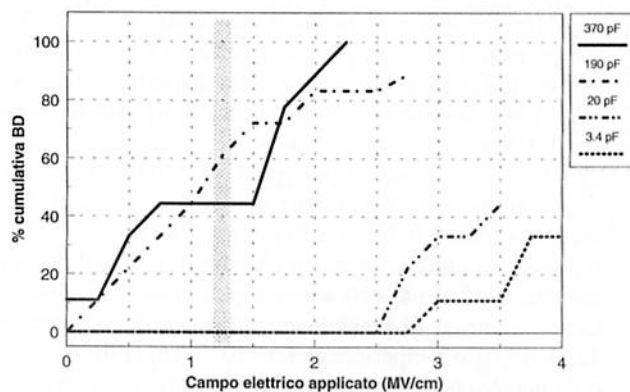


Fig. 8 – Percentuali cumulative dei breakdown (BD) in funzione del campo elettrico applicato per diversi valori di capacità ottenuti da uno strato di Ta₂O₅ depositato con il punto di lavoro in regione metallica con anodo grounded. Il valore di $1,25 \cdot 10^6$ V/cm si riferisce alla tensione di riferimento di 50 V.

Tab. 3 – Caratteristiche fisiche dello strato di Ta₂O₅ ottenuto dal punto di lavoro posto in regione metallica con l'anodo Biased. (Struttura e composizione sono in corso di misura).

Caratteristiche strutturali		Caratteristiche elettriche	
Densità:	~ 7,6 g/cm ³	ε (1 MHz):	25,0 ± 26,4
Stress:	-2 · 10 ⁹ dyne/cm ²	tan δ (1 MHz):	1,1 ± 1,4 · 10 ⁻³
		R _{leak} (50 V):	2 · 10 ⁸ Ω

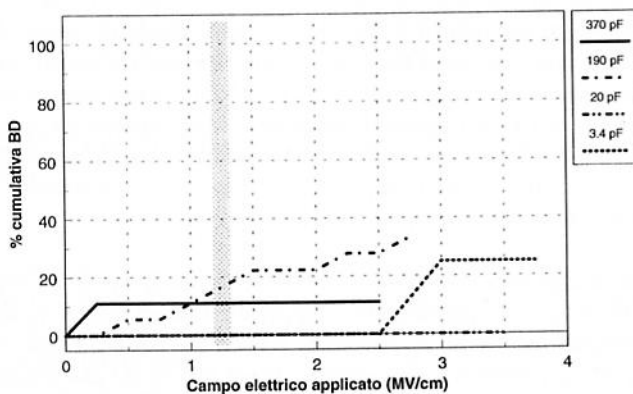


Fig. 9 – Percentuali cumulative dei breakdown (BD) in funzione del campo elettrico applicato per diversi valori di capacità ottenuti da uno strato di Ta₂O₅ deposto con il punto di lavoro in regione metallica con anodo Biased. Il valore di 1,25 · 10⁶ V/cm si riferisce alla tensione di riferimento di 50 V.

torno a 80 ± 90% per breakdown di 1,25 · 10⁶ V/cm (50 V) (Figura 9).

Il breakdown intrinseco è superiore a 3,5 · 10⁶ V/cm (140 V).

Dal punto di vista delle rese, si tenga presente che ci si aspetta un incremento ulteriore quando saranno investigate tutte le problematiche di contaminazione legate alla pulizia dell'ambiente, dei substrati e della camera di deposizione.

3. Una particolare considerazione deve essere rivolta alla resistenza isolamento (R_{leak}) il cui valore non è particolarmente alto anche se accettabile (Tabella 3).

L'attività in corso è rivolta proprio all'ottimizzazione della struttura dello strato di Ta₂O₅ così da accrescerne il valore; le variabili interessanti sono la tensione di Bias e la temperatura di deposizione (per valori superiori a 300°C).

4. Lo strato mantiene la caratteristica di film compressivo.

8. Conclusioni

L'approccio usato ci ha consentito di raggiungere l'obiettivo posto: la messa a punto di uno strato dielettrico in Ta₂O₅ con buone prestazioni elettriche.

Ci preme sottolineare che solo la conoscenza approfondita e generale della dinamica dello sputtering reattivo congiunta alla caratterizzazione fisica dei film prodotti ci ha consentito di dare il giusto peso ai parametri di processo permettendoci così di individuare le condizioni ideali per ottenere il prodotto voluto.

References

- 1/ S. Buratti, *Deposizione per sputtering reattivo e caratterizzazione di un film di Ossido di Tantalio*, tesi di laurea in Fisica presso l'Università degli Studi di Milano, anno 1992-93.
- 2/ T. Larsson, *A model for reactive sputtering with magnetrons*, *Vacuum*, **39** (10) 1989, p. 949.
- 3/ Misure eseguite presso il CISE, Rapporto n. 7842 del 1993.
- 4/ Misure eseguite presso Silena, 1993.
- 5/ M. Sherer e P. Wirz, *Reactive high rate D.C. sputtering of oxides*, *Thin Solid Films*, **119**, 1984, p. 203.