

*Este exemplar corresponde  
à redação final da tese  
devidida por Marco An-  
tonio Silveira e aprovada  
pela Comissão julgadora  
em 26 de julho de 1988  
Alaide Pellegrini Hamana*

DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE PULVERIZAÇÃO CATÓDICA  
COM MÚLTIPLOS ALVOS

*agosto de 1988*

Dissertação de Mestrado em Engenharia Elétrica

Marco Antonio Silveira

orientadora: Profa. Dra. Alaide Pellegrini Hamana

Banca Examinadora

Dra. Alaide Pellegrini Hamana (Universidade Estadual de Campinas)  
Dr. Carlos Ignácio Z. Hamana (Universidade Estadual de Campinas e Centro Tecnológico para Informática)  
Dr. Frederico Sequeda (IBM Corporation - Almaden Research Center)

Suplentes

Dr. Gerard J. Srokel (IBM Corporation - Almaden Research Center)  
Dr. Ernst Lueder (Universität Stuttgart)

Julho de 1988

Departamento de Semicondutores, Instrumentos e Fotônica  
Faculdade de Engenharia Elétrica  
Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP

Ofereço este trabalho aos meus filhos Rafael e Leticia,  
duas lindas flores do meu caminho

Este trabalho contou com o apoio financeiro do CNPq, Finep,  
Sociedade Beneficente Guilherme Guinle e Elebra Microeletrônica.

## Agradecimentos

Agradeço a todas pessoas, e não foram poucas, que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho. E, em especial agradeço:

À minha orientadora, profa. Alaide P. Mammanna, pela orientação e pelo exemplo de competência e integridade profissional,

e à minha esposa, Astrid Damasco, por seu auxílio (entre outras coisas nas microscopias eletrônicas realizadas.

Que a jovem Auricélia Gonzales Pinheiro tenha encontrado um bom lugar.

## RESUMO

Neste trabalho são apresentados os resultados obtidos com o desenvolvimento e estudo de um sistema de pulverização catódica (sputtering) com múltiplos alvos, na deposição de filmes finos de tântalo e silício com tensão DC.

São apresentados os detalhes relativos ao projeto e à construção das diversas partes e conjuntos elétricos e mecânicos do sistema, bem como a avaliação dos seus desempenhos.

O estudo realizado compreendeu a caracterização do sistema, visando determinar a interrelação dos diversos parâmetros envolvidos no processo de deposição (corrente de alvo, tensão de alvo, pressão na câmara de deposição, blindagem do alvo, distância entre alvo e substrato, material do alvo, estrutura cristalina do substrato, pressão parcial do gás de trabalho e taxa de deposição do filme) e destes com as características dos filmes obtidos (uniformidade de espessura, aderência ao substrato, resistividade elétrica, estrutura cristalográfica, tamanho de grão e composição química).

Os resultados obtidos com a operação deste sistema mostraram-se bastante promissores, tendo-se caminhado consideravelmente no sentido de compreender os processos envolvidos na deposição de filmes finos pela técnica de pulverização catódica.

# INDICE

Capitulo 1. Introdução	1
Capitulo 2. A Importância da técnica de pulverização catódica na obtenção de filmes finos	4
2.1 A técnica de deposição por pulverização catódica	5
2.1.1 Definições preliminares	10
2.2 Características de filmes finos condutivos para aplicações em microestruturas	16
2.3 Filmes finos condutivos empregados em microestruturas	20
2.4 Considerações finais	24
Capitulo 3. Projeto e construção do sistema de deposição por pulverização catódica	30
3.1 Introdução	30
3.2 Descrição do sistema de pulverização catódica	31
3.2.1 Sub-sistema de vácuo	31
3.2.2 Sub-sistema de alta tensão	33
3.2.3 Câmara de deposição	34
3.3 Projeto e construção do sistema	38
3.3.1 Conjunto para rotação do suporte dos substratos	38
3.3.2 Conjunto para proteção dos substratos	44
3.3.3 Porta-alvo	44
3.3.4 Conjunto para levantamento da tampa da câmara de deposição	45
3.3.5 Acoplador da fonte de alta tensão	49

3.3.6 Conjunto de refrigeração dos alvos	53
3.3.7 Instalação elétrica	53
3.3.8 Circuito de admissão do gás de trabalho	56
<b>Capítulo 4. Técnicas experimentais</b>	<b>58</b>
4.1 Controle da pressão e da atmosfera da câmara de deposição	58
4.2 Preparação do sistema de deposição	60
4.3 Caracterização do sistema de deposição	61
4.3.1 Medidas do bombeamento	61
4.3.2 Medidas dos parâmetros de deposição	62
4.4 Alvos e substratos utilizados	63
4.5 Caracterização dos filmes depositados	65
4.5.1 Medidas de resistividade elétrica	65
4.5.2 Aderência ao substrato	68
4.5.3 Caracterização estrutural	68
<b>Capítulo 5. Resultados e análises dos resultados</b>	<b>70</b>
5.1 Projeto e construção do sistema	70
5.2 Caracterização do sistema de deposição	73
5.2.1 Bombeamento do sistema de deposição	73
5.2.2 Taxa de vazamento da câmara	74
5.2.3 Corrente de alvo	78
5.2.4 Uniformidade de espessura dos filmes depositados	90
5.2.5 Taxa de deposição	101
5.3 Caracterização dos filmes depositados	110
5.3.1 Aderência ao substrato	111
5.3.2 Resistividade elétrica e composição dos filmes	

obtidos

111

5.3.3 Características Estruturais

119

Capítulo 6 Conclusões

125



## 1. Introdução

O domínio da tecnologia de microeletrônica é hoje de fundamental importância para garantir o ingresso do País no concerto das nações desenvolvidas, pelas próprias características dessa tecnologia de permear diversas áreas da atividade humana, com reflexos no comportamento social, de forma a ser chamada de Revolução Microeletrônica. Por depender de instalações e equipamentos de alta confiabilidade em constante evolução, dominar a tecnologia microeletrônica significa também conhecer os problemas afetos ao projeto e construção desses equipamentos. Por estas razões é fácil concluir que, do ponto de vista brasileiro, não basta apenas conhecer os processos de fabricação, mas é importante que se domine também a tecnologia de construção dos equipamentos nela utilizados, de forma a se alcançar uma total autonomia tecnológica.

Dentre os diversos processos necessários para a confecção de dispositivos e circuitos integrados, a tecnologia de filmes finos tem posição destacada, notadamente em circuitos integrados, nos quais esses filmes são empregados principalmente para a confecção de contatos e interconexões. Esta tecnologia é também importante na obtenção de dispositivos de filmes finos para a confecção de matrizes ativas de transistores (AMTFT), para o endereçamento de mostradores de cristal líquido, construídas no próprio vidro do mostrador.

Entre as diversas técnicas existentes para a obtenção de filmes finos, o método de pulverização catódica se destaca como uma importante alternativa, não só por se aplicar a materiais de difícil obtenção (ligas e refratários, por exemplo) e pelas características que confere às camadas depositadas (aderência, estequiometria, entre outras), como por ser processado a baixas temperaturas, conforme discutiremos no capítulo 2.

Dentro deste enfoque de se procurar criar uma capacitação no projeto e construção de equipamentos, é que se insere este trabalho de desenvolvimento e estudo de um sistema de pulverização catódica DC (Sputtering) com múltiplos alvos.

Os sistemas de pulverização catódica com múltiplos alvos têm uma vantagem adicional sobre os sistemas com um único alvo que é permitirem a obtenção de estruturas com múltiplas camadas num mesmo ciclo de vácuo (o que propicia uma interface praticamente isenta de

contaminações) e de se obter ligas e compostos a partir de materiais simples, com a possibilidade de se controlar com facilidade a composição do filme obtido.

Sistemas de pulverização catódica com múltiplos alvos são bastante indicados para se obter silicetos de metais refratários. Estes materiais, compostos formados pelo silício e por um metal, são importantes para a confecção de contatos e interconexões em dispositivos de alta compactação, por apresentarem as compatibilidades físicas e químicas com o processamento e utilização de circuitos integrados comparáveis ao polisilício, tendo uma condutividade elétrica muito superior à deste material, como será visto no item 2.3 deste trabalho.

O desenvolvimento do equipamento objeto deste trabalho demandou o projeto e a construção de diversas partes e conjuntos mecânicos e elétricos, bem como o estudo e a utilização de equipamentos e técnicas de vácuo. O estudo do sistema compreendeu a sua caracterização, visando determinar a interrelação dos diversos parâmetros envolvidos no processo, propiciando assim um conhecimento mais profundo deste equipamento e desta técnica de deposição de filmes finos.

Para a caracterização do sistema trabalhamos com tântalo e silício. Optou-se por trabalhar com estes dois materiais tendo em vista futuras aplicações na confecção de matrizes ativas de transistores de filmes finos, bem como na obtenção de silicetos de metais refratários (tântalo, entre outros). A utilização de dois materiais diferentes também foi importante do ponto de vista do estudo do processo.

Os capítulos subsequentes deste trabalho abordam os seguintes tópicos:

- No capítulo 2 (A Importância da Técnica de Pulverização Catódica na Obtenção de Filmes Finos) é apresentado um estudo sobre esta técnica de deposição de filmes finos, e de alguns conceitos físicos úteis para a análise deste trabalho, notadamente aqueles pertinentes à plasmas de baixa energia. São apresentados também um estudo sobre as características pertinentes à filmes finos para aplicações em contatos e interconexões e sobre os filmes finos empregados nestas aplicações; estes estudos têm o objetivo de melhor situar esta técnica no cenário tecnológico, tendo em vista que é neste campo de aplicação - contatos e interconexões para microestruturas - que a deposição por pulverização catódica se destaca. Por fim é apresentado um estudo comparativo entre esta técnica e as duas outras importantes técnicas de deposição, a

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

saber evaporação e C.V.D. (Chemical Vapor Deposition).

- No capítulo 3 (Projeto do Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos) é feita uma descrição detalhada do sistema por nós desenvolvido, fornecendo-se também os detalhes de seu projeto e construção.
- No capítulo 4 (Técnicas Experimentais) são descritas as técnicas experimentais empregadas nas diversas atividades práticas deste trabalho.
- No capítulo 5 (Resultados e Análise dos Resultados) são apresentados todos os resultados obtidos com o projeto, a construção e a caracterização deste sistema, bem como as análises destes resultados.
- No capítulo 6 (Conclusões) serão comentados os principais resultados obtidos, visando sintetizar as conclusões mais importantes advindas deste trabalho.

## 2. A Importância da Técnica de Pulverização Catódica na Obtenção de Filmes Finos

Diferentes técnicas de deposição encontram espaço no cenário da tecnologia de filmes finos tendo em vista a gama imensa de materiais, aplicações e requisitos necessários ao universo que faz uso destas camadas. Dentre estas, uma das mais destacadas é a técnica de pulverização catódica (Sputtering). Não sendo um processo térmico, é possível se trabalhar com os alvos e os substratos à temperatura ambiente, o que é uma característica bastante vantajosa, principalmente na deposição de materiais com alto ponto de fusão, e ao se utilizar substratos que não suportam altas temperaturas.

Esta técnica de deposição vem sendo utilizada de uma maneira intensa, havendo inúmeros artigos publicados internacionalmente em revistas especializadas, relacionados principalmente com suas aplicações na construção de dispositivos com alta escala de integração (deposição de silicetos de metais refratários) e de transistores de filmes finos.

Procurando fornecer subsídios para uma melhor compreensão dos resultados obtidos com o sistema projetado e construído em nosso laboratório, neste capítulo iremos apresentar um pequeno estudo sobre alguns aspectos relacionados com a deposição de filmes finos por pulverização catódica. E, visando melhor situar esta técnica no cenário tecnológico, também será apresentado um breve estudo sobre as características desejáveis para os filmes finos depositados, e sobre os materiais mais utilizados como contatos e interconexões, por ser este campo de aplicação o mais importante atualmente para a técnica de pulverização catódica, especialmente na deposição de silicetos de metais refratários para dispositivos com alta escala de integração [1], [2] e para aqueles que utilizam transistores de filmes finos onde se emprega esta técnica de deposição não só para a deposição de materiais condutores (como o tântalo, p.e.) [3], mas também de materiais semicondutores, como o silício amorfo [4].

1. D.R.Nichols, J.Vac.Sci.Technol, v.2, n.4, p.771 (1984)
2. S.F.Murarka, Silicides for VLSI Applications, Academic Press, N.Y., 1983.
3. E.Lueder, T.Kallfass, W.Frash and B.Schaible, SID 82 Digest, p.186 (1982)
4. R.A.Kudder, J.W.Cook, J.F.Schetzina and G.Lucovsky, J.Vac.Sci.Technol., v.2, n.2, p.326 (1984)

Concluindo o capítulo, é apresentada uma análise comparativa entre a técnica de pulverização catódica e duas outras importantes técnicas de deposição de filmes finos, a saber, evaporação e deposição por decomposição de vapores (chemical vapor deposition - CVD).

## 2.1 A Técnica de Deposição por Pulverização Catódica

Quando um íon com alta energia bombardeia a superfície de um sólido, uma série de efeitos podem ocorrer, e entre eles a ejeção de espécies neutras deste alvo. Se for colocada uma placa (substrato) na trajetória das partículas ejetadas, estas serão coletadas em sua superfície formando um filme fino. O depósito de filme fino assim realizado é conhecido como deposição por pulverização catódica ("sputtering").

Tanto o alvo como o substrato estão dentro de uma câmara (câmara de deposição), numa atmosfera geralmente de argônio, à baixa pressão, onde é induzida uma descarga luminescente por fonte de alta tensão (RF ou DC). O alvo é mantido negativo em relação ao substrato e ao resto da câmara.

Existem diversas geometrias para o sistema, e todas elas comportam implementações que permitem depositar filmes com características melhores e mais controladas, tais como polarização e controle da temperatura da mesa suporte dos substratos.

A mesa dos substratos pode estar isolada eletricamente do sistema, aterrada ou então polarizada com uma tensão negativa em relação a câmara de deposição. Esta polarização pode ser DC ou RF, e é considerada como uma das mais poderosas ferramentas para o controle das características do filme depositado, inclusive pela liberdade que existe, já que não afeta a estequiometria do filme. Vários trabalhos indicam a influência desta polarização na quantidade de impurezas da fase gasosa incorporada ao filme, densidade do filme, aderência, propriedades elétricas e magnéticas e uniformidade, entre os quais podemos citar a referência [5].

O controle de temperatura da mesa suporte dos substratos também pode ser usada para controlar a qualidade do filme depositado. A temperatura do substrato influencia o tamanho de grão do filme depositado bem como o coeficiente de fixação de uma espécie no

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

substrato, além de promover uma menor incorporação de oxigênio ao filme [6].

Campos magnéticos podem ser aplicados de tal forma que impeçam que os substratos sejam atingidos por partículas carregadas, ou então para que promovam um aumento da ionização da plasma [7].

Existem sistemas nos quais é aplicado um campo magnético junto à superfície do alvo, aumentando a densidade de ions nesta região. São conhecidos como Magnetron, e são encontrados em diversas geometrias. Os sistemas da família Magnetron são os que apresentam maiores taxas de deposição, utilizando tensões relativamente baixas (cerca de 1KV) [8].

Alguns sistemas, como o que foi desenvolvido em nosso laboratório, possuem múltiplos alvos, permitindo a deposição de ligas e compostos por co-deposição de dois ou mais materiais simples. Girando-se os substratos numa velocidade tal que em cada volta se deposite menos que uma monocamada de cada material, pode-se obter filmes bastante homogêneos [1], [9], [10]. Um sistema com múltiplos alvos permite, também, que se depositem estruturas com múltiplas camadas num mesmo ciclo de vácuo, garantindo interfaces praticamente isentas de contaminação.

Pode-se depositar diretamente de um alvo composto, obtendo-se filmes com a proporção atômica desejada, já que mesmo que os elementos tenham uma taxa de ejeção (átomos/ion) muito diferentes entre si, a taxa de remoção guarda a mesma proporção do alvo, pois se num primeiro instante são arrancados mais átomos do elemento com maior taxa de ejeção, esta região ficará rica do elemento com menor taxa de ejeção, havendo um equilíbrio. Este processo de compensação garante que a mesma proporção existente no alvo estará chegando ao filme. Sabendo-se o coeficiente de agregação ao substrato de cada átomo, pode-se fazer uma compensação na composição do alvo a fim de se obter o filme com a composição desejada. Isto em evaporação é mais difícil, e muitas vezes até impossível, para ligas e compostos, formado por elementos com pressão de vapor muito diferentes entre si.

O papel funcional da descarga luminescente (glow discharge) dentro do processo de deposição de filmes finos por pulverização catódica é o

6. L.I.Maissel and R.Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill, N.Y., p.4-19 (1970)
7. L.Holland, Vacuum Deposition of Thin Films, Chapman and Hall, London, pp.410-412
8. Airco Tenescal, Physical Vapor Deposition, Airco inc., Berkeley, pp.114-120 (1976)
9. D.R.Nichols, Microelectronic Manufacturing and Testing, 1982.
10. A.J.Steckl, Anais da IV Oficina Bras. Microeletrônica, S.P., pp.15-22 (1983)

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

de fornecer os ions, os quais, acelerados pelo potencial negativo aplicado ao alvo, bombardeiam sua superficie produzindo a ejeção de espécies neutras deste alvo. Na figura 2.1 é mostrada a arquitetura de uma descarga luminescente (extraído de [11]).

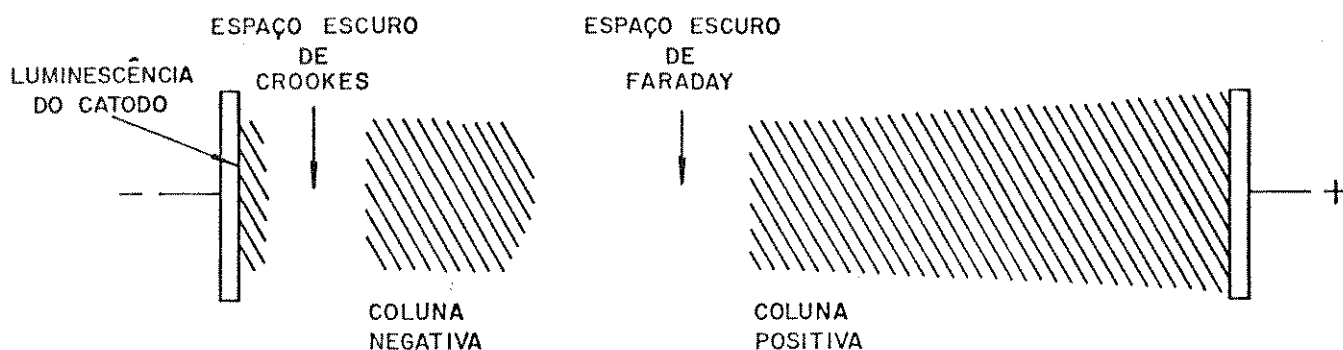


Figura 2.1 Arquitetura de uma descarga luminescente

As descargas luminescentes podem ser classificadas em dois grupos: descargas auto-mantidas (self-sustained glow discharge) e descargas independentes.

As descargas luminescentes auto-mantidas são criadas somente pela aplicação de um potencial elétrico entre dois eletrodos, num ambiente à baixa pressão. A ruptura da rigidez dielétrica do gás ocorre, para um dado gás à uma dada pressão, a partir de uma tensão crítica, a qual é função da geometria do sistema (distância entre eletrodos e configuração dos mesmos), e a descarga é auto-mantida pelos elétrons secundários gerados nas superfícies bombardeadas pelos ions ou elétrons, e através da ionização secundária produzida por espécies neutras presentes na fase gasosa [11].

Na descarga independente, elétrons são gerados termiõnicamente em um filamento (normalmente de tungstênio ou de tântalo), e são acelerados em direção a um anodo auxiliar; a ionização das espécies neutras presentes na fase gasosa ocorre através da colisão com os elétrons gerados no filamento. Para aumentar a eficiência do processo de

11. L.Maissel and R.Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill, N.Y., 4-1 (1970).

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

ionização, pode-se aplicar um campo magnético externo, tornando a trajetória dos elétrons helicoidal.

Nos sistemas que empregam descarga independente, normalmente pode-se operar com pressões mais baixas que nos sistemas com descarga auto-mantida, uma vez que o nível de ionização é maior. Em contrapartida, a uniformidade de espessura do filme obtido normalmente é pior, uma vez que a descarga luminescente não é uniforme ao longo do alvo, e também é maior a possibilidade de contaminação do filme depositado pelo material do filamento.

A geometria de um sistema de pulverização catódica, definida pelo diâmetro do alvo, distância entre o alvo e o substrato e blindagem do alvo, é um fator importante no processo de deposição, tendo influência acentuada nas características do filme depositado.

A distância entre alvo e substrato influe de maneira acentuada no processo de deposição, por ser um dos parâmetros que determina a probabilidade de choques entre as partículas ejetadas do alvo (átomos e elétrons) e as partículas da fase gasosa. Portanto, influe diretamente na densidade de ionização da descarga luminescente, na taxa de deposição e na uniformidade dos filmes depositados. Além disto, existem trabalhos que dão conta da influência deste parâmetro na porcentagem de incorporação do gás de trabalho (argônio) ao filme depositado [12].

O diâmetro do alvo é outro parâmetro que influencia a uniformidade do filme obtido. Assumindo-se que a emissão de partículas é uniforme ao longo do alvo e obedece a uma lei cosseínodal, e desprezando-se o espalhamento pelas colisões na fase gasosa, pode-se calcular a distribuição radial de partículas no substrato em função do diâmetro do alvo e da distância entre alvo e substrato [13], [14].

Um experimento realizado por Schwartz e colaboradores [15] mostrou que a região periférica do alvo é bombardeada por uma maior densidade de ions e sob um ângulo mais rasante, o que aumenta o rendimento do processo de remoção de partículas desta região. O espaço escuro de Crookes tem um efeito de focalização dos ions perto da borda do alvo, de tal sorte que há este aumento da corrente [14].

A geometria da blindagem do alvo, utilizada para confinar o plasma na

12. H.W.Lee and D.Oblas, J.Vac.Sc.Tech., v.7, p.129 (1970)

13. F.Turner, "Sputtering Systems", presented at Varian Associates' 12th Annual Vacuum Technology Seminar, Palo Alto, California, June 5, 1974. (VR-89)

14. L.I.Maissel and R.Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw Hill, N.Y. p.4-14 (1970)

15. G.C.Schwartz, R.E.Jones and L.I.Maissel, J.Vacuum Sc.Tec., v.6, p.351 (1969)



## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

superfície do alvo, é um parâmetro importante no processo de deposição, uma vez que ela influe na distribuição de partículas emitidas ao definir as regiões do alvo que estarão sujeitas ao bombardeamento.

A técnica de deposição por pulverização catódica apresenta uma série de vantagens, as quais passamos a enumerar:

- se aplica à deposição de filmes de praticamente todo tipo de material;
- não sendo um processo térmico, se aplica à deposição de materiais refratários, para os quais temperaturas muito altas seriam necessárias para fundir ou sublimar estes materiais, bem como às ligas com diferentes pontos de fusão;
- as espécies ejetadas guardam a proporção que apresentavam no alvo, facilitando sobremaneira a estequiometria do filme obtido;
- através da deposição reativa, consegue-se obter óxidos, nitretos e outros compostos do material do alvo, tendo-se facilidade em alterar as características dos compostos obtidos pela variação da pressão parcial dos gases reativos;
- em virtude do tamanho dos alvos, que normalmente possuem áreas maiores que 70 cm<sup>2</sup>, e da direção difusa com que as espécies são ejetadas do alvo, obtém-se filmes com boa uniformidade e boa cobertura de degraus;
- os vários parâmetros envolvidos na deposição tornam possível a variação das características dos filmes obtidos;
- próprio da alta energia com que as espécies são ejetadas do alvo, os filmes obtidos normalmente possuem ótima aderência;
- não há problemas com "spitting" (como na evaporação térmica);
- dado o mecanismo de deposição, no qual a direção das espécies ejetadas do alvo depende somente das partículas bombardeantes, é possível obter as mais diferentes geometrias para a câmara de deposição;
- se consegue filmes epitaxiais à temperaturas relativamente mais baixas;
- uma vez estabelecido o processo, é relativamente fácil controlar/reproduzir as espessuras desejadas.

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

- permite a deposição simultânea de dois ou mais materiais, podendo-se, assim, obter compostos ou ligas a partir de materiais simples;
- algumas técnicas adicionais utilizadas durante a deposição (aquecimento e/ou polarização do substrato, etc.) permitem a obtenção de filmes melhores e mais controlados.

### 2.1.1 Definições Preliminares

Serão apresentados alguns conceitos físicos, os quais serão úteis nas análises que serão realizadas neste trabalho. São eles: caminho livre médio, elétron-volt, energia de uma partícula, transferência de energia numa colisão elástica, seção de choque, processos de colisões inelásticas.

#### a) Caminho Livre Médio

Caminho Livre Médio é a distância média percorrida por um átomo, antes que sofra uma colisão com outras partículas presentes no gás. Este valor varia linearmente com o inverso da pressão do gás.

#### b) Eletron-Volt

Eletron-Volt é uma unidade de energia apropriada para utilização em processos envolvendo partículas. Significa a energia que um elétron ganha ao ser acelerado por uma tensão de 1 V; assim sendo:

$$1 \text{ eV} = 1,6 \times 10^{-12} \text{ ergs}$$

#### c) Energia de uma Partícula

Partículas usualmente têm dois tipos de energia: energia cinética própria de seu movimento, e igual a  $\frac{1}{2}mv^2$  para movimento translacional (moléculas possuem também movimentos de vibração e rotação); energia potencial ou interna, a qual pode estar na forma de excitação eletrônica, ionização, etc.

#### d) Transferência de Energia em Colisões Elásticas

Uma colisão elástica é aquela na qual só há troca de energia cinética

entre as partículas envolvidas; nas colisões inelásticas não há restrições, podendo haver alterações também na energia interna das partículas.

Uma partícula de massa  $m_i$ , com uma velocidade  $v_i$ , colide com uma partícula estacionária cuja massa é  $m_e$ , com um ângulo  $\alpha$  em relação à linha que une os centros das duas partículas no momento da colisão. Aplicando-se os princípios da conservação do momento linear e da conservação de energia, pode-se provar que a fração de energia transferida da partícula "i" para a partícula "e" é igual a:

$$\frac{E_e}{E_i} = \frac{4 \cdot m_i \cdot m_e}{(m_i + m_e)^2} \cdot \cos^2 \alpha$$

E a máxima transferência de energia ocorre, para um dado ângulo  $\alpha$ , quando  $m_i$  é igual a  $m_e$ .

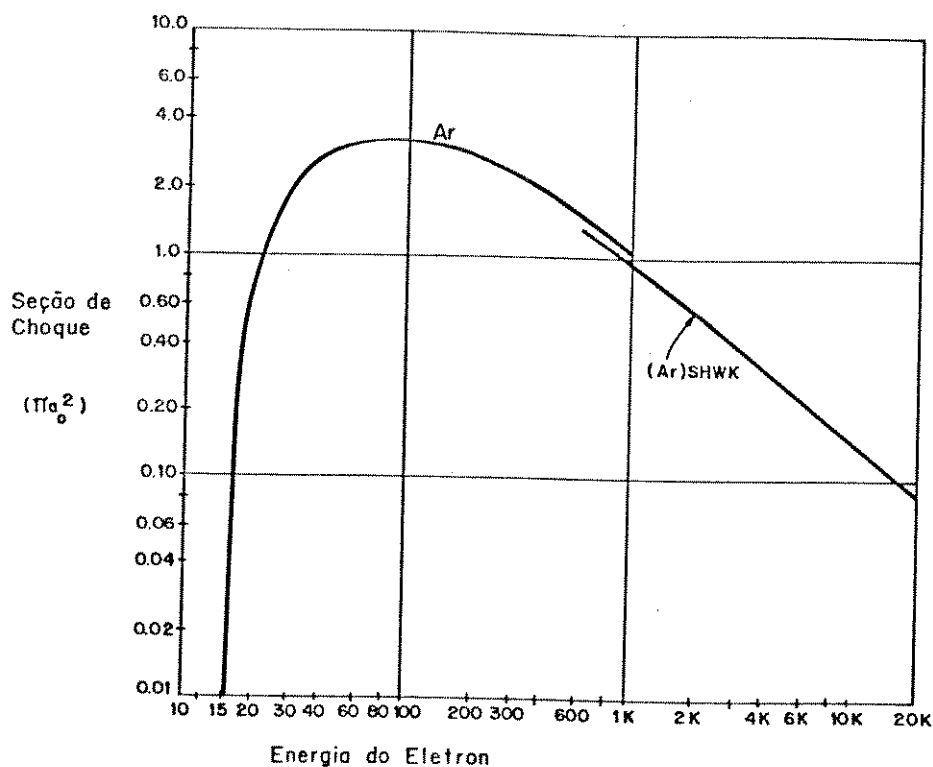
#### e) Seção de Choque

Anteriormente foi visto o conceito de caminho livre médio, o qual é convencionalmente reservado para colisões elásticas. Será introduzido agora o conceito de seção de choque através das interações eletrons-ions, muito embora este conceito seja aplicado para interações entre quaisquer partículas.

Um elétron aproximando-se de um átomo, "vê" este átomo não como uma esfera sólida, como sugere o modelo das bolas de bilhar usado para ilustrar o processo de colisão elástica, mas sim como um sistema de elétrons e íons num imenso espaço vazio. A interação entre o elétron primário e os elétrons e "íons" do átomo ocorre via intensas forças eletrostáticas; desta forma, o resultado desta interação dependerá dos detalhes concernentes à aproximação do elétron (notadamente, sua energia/velocidade). Isto introduz um elemento de probabilidade ou incerteza na interação, em contraste com a certeza existente na colisão elástica entre duas partículas.

A probabilidade acima citada está implícita na definição de seção de choque, sendo que este parâmetro é normalmente fornecido como uma função da velocidade ou energia do elétron. Esta dependência pode ser intuitivamente racionalizada de várias maneiras, como por exemplo, considerando que o tempo de interação decresce com o aumento da velocidade.

Na figura 2.2 é apresentada a secção de choque total para ionização do argónio [16]. A unidade de medida usada nesta figura para a secção de choque é  $\pi a_0^2$ , ao invés de  $\text{cm}^2$ . Nesta unidade,  $a_0$  é o raio da primeira órbita de Bohr do hidrogénio ( $0,53 \cdot 10^{-8}\text{cm}$ ).



- a curva "Ar" foi obtida por Rapp (1965)
- a curva "(Ar)SHWK" foi obtida por Smith (1930) e Schram et al. (1965)

Figura 2.2 Secção de choque total para ionização do argónio (extraído de [16])

16. R.Chapman, Glow Discharge Processes, John Wiley & Sons, N.Y., (1980)

### f) Transferência de Energia em Colisões Inelásticas

A fase gasosa de uma descarga luminescente contém eletrons, vários tipos de ions, átomos e moléculas neutras, além de fotons. Estas partículas interagem entre si, sendo possível a ocorrência de colisões entre diversos pares destas partículas (eletron-átomo, eletron-ion, átomo-ion, etc). Nestas colisões é possível haver transferência de energia de uma partícula à outra, podendo provocar somente alteração da energia cinética (colisões elásticas) ou a alteração da energia interna da partícula, nas colisões inelásticas. Esta alteração da energia interna pode se processar através de vários fenômenos, tais como, ionização, excitação, relaxação, entre outros.

A princípio, poderíamos considerar todas as colisões envolvendo as diversas partículas presentes na fase gasosa. Isto não será feito, tendo em vista que algumas colisões desempenham um papel predominante para a manutenção da descarga luminescente, enquanto outras têm pouca influência no processo de manutenção da descarga. Assim, será dado destaque para as colisões envolvendo eletrons, as quais são dominantes na determinação das condições macroscópicas da descarga. Os dados que serão fornecidos à seguir, foram extraídos da obra de Chapman [16], a qual sugerimos àqueles que desejarem se aprofundar no assunto.

#### - Ionização

A ionização é o processo de um átomo ganhar ou perder eletron(s). A ionização mais importante é a "ionização por impacto de eletron" na qual um eletron primário remove um eletron de um átomo, produzindo um ion positivo e dois eletrons ( vide figura 2.3 ); por exemplo:

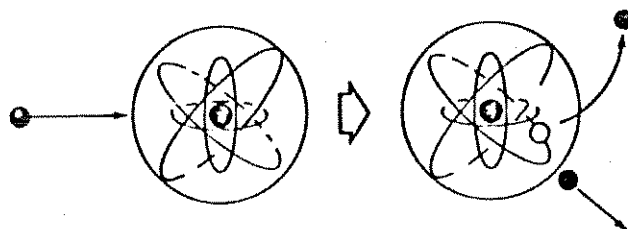
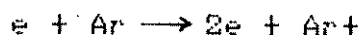


Figura 2.3 Ionização por impacto de eletron (extraído de [16])

Os dois elétrons produzidos pela colisão ionizante podem, então, serem acelerados por um campo elétrico e, assim, provocar a ionização de outros átomos. E por este processo multiplicativo que a descarga luminescente é mantida.

Há uma energia mínima para que ocorra o processo de ionização, que é igual à energia para remover o elétron mais fracamente ligado ao núcleo; esta energia é chamada de "potencial de ionização" e, obviamente, varia de átomo para átomo.

Mas não é só por impacto de elétron que a ionização é produzida. Em princípio, a ionização pode ocorrer através de qualquer energia fornecida ao átomo, sendo que as outras possibilidades existentes em uma descarga luminescente incluem ativação térmica e fotoionização.

No presente contexto, ativação térmica significa a energia recebida pelo impacto com átomos da fase gasosa no seu estado natural ou com átomos das paredes da câmara. No entanto, para as descargas de baixa energia, que são as utilizadas em sistemas de pulverização catódica, este processo de ionização ocorre em níveis praticamente desprezíveis, já que a temperatura da câmara não é muito superior à temperatura ambiente.

A fotoionização também não ocorre em níveis significativos, muito embora, normalmente, tenha mais importância que a ionização por ativação térmica. A fotoionização consiste na liberação de um elétron quando este recebe energia de um fóton.

#### - Excitação

No processo de ionização, um elétron mais externo ao átomo é retirado de sua órbita, tornando-se um elétron livre. Uma transferência de energia menos dramática para este elétron da última camada, seria aquela em que a energia absorvida fosse suficiente para que ele saltasse para um nível de maior energia, dentro do próprio átomo. Este processo é conhecido como excitação e, como na ionização, pode resultar de uma colisão com elétron, de uma fotoexcitação ou de uma excitação térmica, muito embora esta última raramente ocorra em sistemas de relativa baixa energia, como no caso de sistemas de pulverização catódica. Na figura 2.4 está ilustrada uma excitação por impacto de elétron.

Como no caso da ionização, existe uma energia mínima para que ocorra uma excitação, que para o argônio é igual a 11,56 eV (menor que os

15,8 eV necessários para a sua ionização).

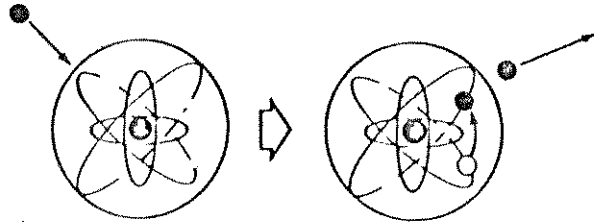


figura 2.4 Excitação por impacto de elétron (extraído de [16])

### - Relaxação

Uma constatação óbvia da descarga luminescente é que ela emite luz. Esta luz emitida é o resultado da relaxação ou "de-excitação" dos átomos e moléculas excitados eletronicamente (vide ilustração na figura 2.5). Os estados excitados que as partículas adquirem quando seus elétrons ganham energia de alguma fonte externa, são estados altamente instáveis, sendo que a partícula rapidamente retorna ao seu estado natural. Esta "volta" ao estado natural é acompanhado pela emissão de um fóton de um comprimento de onda muito específico, devolvendo assim ao sistema a energia que fôra absorvida pela partícula.

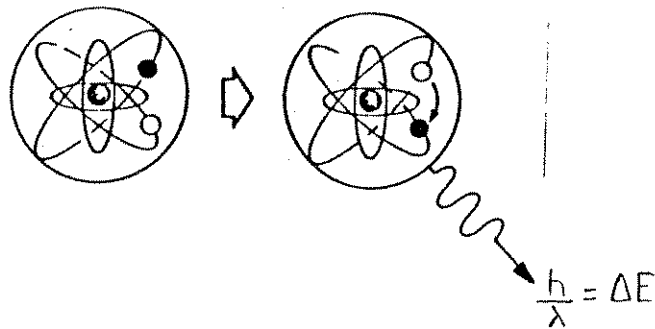


Figura 2.5 Relaxação (ou de-excitação) (extraído de [16])

### - Recombinação

Assim como a relaxação é o inverso da excitação, a recombinação é o inverso da ionização; um elétron coalesce com um íon positivo para formar um átomo neutro, voltando assim ao estado natural (vide ilustração na figura 2.6 ).

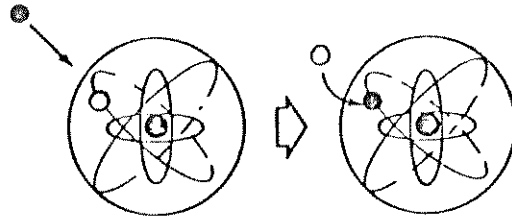


Figura 2.6 Recombinação  
(extraído de [16])

## 2.2 Características de Filmes Finos Condutivos para Aplicações em Microestruturas

São inúmeras, e algumas vezes conflitantes, as características desejáveis para camadas condutivas em dispositivos e circuitos integrados. Compatibilidade físico-química com outros materiais empregados em microeletrônica, bem como compatibilidade com as tecnologias de processamento são características a serem consideradas quando da escolha de um material e do método empregado na confecção destas camadas. Descrevemos a seguir as principais características de filmes finos condutivos para emprego em contatos e interconexões de microestruturas, com o intuito de fornecer mais dados para uma análise da importância da técnica de deposição por pulverização catódica.



### 2.2.1. Resistividade

Elevada condutividade é a característica primeira dos materiais utilizados em contatos elétricos, razão porque são empregados em geral os metais. Além de implicar em menor dissipação de potência, resistividades baixas propiciam maiores velocidades de chaveamento nos dispositivos MOS. Estes dois efeitos assumem uma importância crescente à medida em que aumenta a compactação dos circuitos integrados.

### 2.2.2. Ohmicidade e Resistência de Contato

Dois aspectos importantes devem ser considerados com relação ao comportamento dos contatos: a resistência elétrica e a retificação de correntes. Do mesmo modo como mencionado para a resistividade a resistência de contato tem consequências na dissipação de potência e na velocidade de chaveamento dos dispositivos. Por sua vez a propriedade de retificação está relacionada com a diferença entre as funções de trabalho dos dois materiais empregados, sendo uma característica indesejável na maioria das aplicações.

### 2.2.3. Solubilidade Sólida

Para se construir contatos ôhmicos de boa qualidade os dois materiais devem ser colocados em íntimo contato. Dependendo do diagrama de fase do sistema constituído por ambos, a elevação de temperatura durante ou após o processamento, pode favorecer a dissolução de um material pelo outro [17]. Essa dissolução influe nas características da interface do contato, podendo inclusive comprometer o desempenho dos dispositivos e circuitos integrados. Por exemplo, a ocorrência dessas reações na interface pode provocar a formação de "etch pits" nas áreas de contato os quais podem causar o aparecimento de curto-circuitos, tanto verticalmente como lateralmente, nas junções ativas. A profundidade desses "etch pits" é proporcional à temperatura e ao tempo de aquecimento à que a estrutura é submetida.

17. F. Sequeda, Anais da I Oficina Bras. de Microeletrônica, LED/FEC/UNICAMP, S.P., pp.I.113-I.131 (1979)

#### 2.2.4. Resistência a Migração Eletroquímica ou Eletromigração

A presença de elevadas densidades de correntes contínuas nas pistas de interconexão dos circuitos integrados pode provocar o movimento direcional de íons metálicos ao longo destas pistas. Se existirem inhomogeneidades nestes filmes condutores causadas, por exemplo, por gradientes de temperatura ou por diferenças no tamanho de seus grãos, o fluxo de átomos criado pela corrente elétrica pode ser desuniforme, dando origem à acumulação ou depleção dos átomos do material. Em consequência formam-se acumulações ou montículos do material na direção do contato positivo, enquanto que vazios ou depleções ocorrem na direção do contato negativo. Ambos os defeitos podem comprometer o comportamento do circuito integrado: os montículos podem causar o rompimento da camada de passivação ou perfurar as camadas de isolamento intermetálicas, causando curto-circuitos; por sua vez os buracos induzem um aumento localizado na densidade de corrente e consequentemente na temperatura local, causando a abertura do circuito elétrico. Como esta migração é proporcional ao coeficiente de auto-difusão do material, ela pode também ser induzida por aquecimento dos dispositivos.

#### 2.2.5. Aderência

Apesar de se atribuir pouca importância à propriedade da aderência do filme à superfície do substrato, ela é sem dúvida nenhuma um fator vital na determinação da qualidade dos contatos, no que se refere a durabilidade e a confiabilidade dos dispositivos [18].

#### 2.2.6. Tamanho de Grão

Sendo os filmes condutores constituídos em geral de materiais policristalinos, têm importância os tamanhos de seus grãos, como um fator limitante da definição de linhas nas etapas fotolitográficas, principalmente em se tratando de circuitos integrados de muito alta compactação (VLSI) [19].

18. B.Chappan, Glow Discharge Processes, John Wiley & Sons, N.Y., p.279 (1980)

19. F.Mohawady, Solid State Technology, V.1, pp.65-74 (1981)

Por outro lado, sendo a migração eletroquímica nos metais um fenômeno relacionado com o coeficiente de auto-difusão, é desejável se ter maiores tamanhos de grãos, que por reduzirem este coeficiente, implicam numa diminuição do efeito de eletromigração [17].

#### 2.2.7. Energia de Ativação Necessária à Rescristalização

A energia livre associada a uma estrutura cristalina formada por grãos pequenos é maior do que a energia associada à mesma estrutura formada por grãos maiores. Portanto, desde que haja uma energia de ativação suficiente poderá ocorrer a recristalização, originando-se uma estrutura com maior tamanho de grão. Esta energia pode ser transferida através de processos que envolvam altas temperaturas.

#### 2.2.8. Resistência Química

No processo de fabricação de circuitos integrados, são utilizados produtos químicos, tais como  $H_2SO_4$ ,  $HNO_3$ ,  $HCl$ ,  $HF$ ,  $H_2O_2$ ,  $NH_4OH$ , etc. É desejável que o material utilizado nos contatos resista quimicamente a estes produtos.

#### 2.2.9. Coeficiente de Expansão Térmica

Diferenças acentuadas nos coeficientes de expansão térmica dos materiais em contato podem induzir o aparecimento de tensões mecânicas intrínsecas muito grandes, criando uma elevada densidade de deslocamentos, podendo afetar a estrutura física da estrutura [17].

#### 2.2.10. Cobertura de Degraus

A uniformidade e a continuidade dos filmes condutores ao longo da superfície dos substratos é um fator importante com relação à confiabilidade dos circuitos integrados em que são empregados. Particularmente problemático é o recobrimento dos degraus existentes

como resultado dos processos fotoligráficos. Dependendo da geometria do sistema empregado, a deposição destes filmes pode se processar em ângulo, provocando sombreamento das paredes laterais desses degraus, o que equivale a um recobrimento imperfeito dos substratos.

#### 2.2.11. Resistência à corrosão eletroquímica

É um requisito importante, principalmente no que se refere a confiabilidade de circuitos integrados, especialmente daqueles que não são hermeticamente selados, como nos encapsulamentos plásticos, "beam-lead" ou "flip-chip". A corrosão eletrolítica do metal condutor é promovida pelos campos elétricos presentes entre as pistas condutoras, em presença de vapor d'água e de íons contaminantes. Por exemplo, a corrosão catódica do alumínio é em geral atribuída a íons de fósforo, em excesso na camada de passivação. Por outro lado, sua corrosão anódica é frequentemente promovida pela contaminação por íons de cloro.

#### 2.2.12. Contaminação

Impurezas indesejadas presentes nos filmes podem produzir correntes parasitas nas altas temperaturas [17], aumentar a resistividade e introduzir outros defeitos.

#### 2.2.13. Compatibilidade com Outros Materiais

O material utilizado nos contatos não deve reagir quimicamente com os outros materiais presentes no circuito, o que comprometeria o desempenho da estrutura.

### 2.3 Filmes Finos Condutivos Empregados em Microestruturas

Ainda dentro da proposta de fornecer subsídios de forma a melhor

situar o processo de deposição de filmes finos por pulverização catódica no cenário tecnológico, iremos apresentar neste item um estudo sucinto das várias alternativas possíveis para as aplicações que requeiram materiais condutivos.

Para uma determinada aplicação, seja esta uma linha de interconexão, um eletrodo de porta ou um outro contato, existem, normalmente, algumas alternativas possíveis de materiais, ou grupo de materiais, para serem utilizados. A alternativa mais indicada para uma determinada aplicação será encontrada após terem sido feitas algumas considerações, tais como, desempenho desejado par o dispositivo, disponibilidade de tecnologia, confiabilidade esperada para o dispositivo, custo do processo, entre outras.

### 2.3.1. Alumínio Puro

O alumínio tem sido e provavelmente continuará sendo o metal mais usado em transistores e circuitos integrados [17]. As razões para isto são inúmeras:

- bons filmes de alumínio são obtidos com relativa facilidade, através de processos simples de deposição (evaporação térmica);
- possui ótima aderência com o Si e SiO<sub>2</sub>, dois dos materiais mais utilizados em C.I.'s.
- faz bom contato ôhmico com Si, independente do tipo de dopante (P ou N);
- apresenta facilidade nos processos de litografia;
- pode ser satisfatoriamente interconectado com condutores externos através de solda por ultra-som.

No entanto existem alguns problemas com o alumínio que o desabilita para determinadas aplicações. Um deles é o fato do alumínio apresentar alguns problemas com migração eletroquímica. Isto o torna inapto para aplicações em estruturas com múltiplas camadas percorridas por altas densidades de corrente. No entanto, o mais grave é o problema da interdifusão com o silício.

O alumínio também é usado como material de porta em dispositivos MOS. Os dispositivos assim construídos, no entanto, são geralmente os mais

lentos, sendo seu desempenho, sob este aspecto, comparável ao da família TTL de baixa potência.

### 2.3.2. Alumínio Mais Impurezas

O problema da migração eletroquímica está relacionado com o coeficiente de auto-difusão, podendo ser minimizado com o aumento do tamanho dos grãos. Ou então, pode-se adicionar certas impurezas metálicas ao filme de alumínio, como o Cu (à 4%), Mg, Mn, Cr entre outros.

O problema da interdifusão com Si, pode ser contornado introduzindo-se uma pequena porcentagem (1 a 2%) de Si no filme de Alumínio, preservando-se então a integridade da junção. Isto é largamente usado em "junções rasas". Outra característica, que é inerente à todo material composto, é a maior resistência a recristalização.

### 2.3.3. Outros Metais

Ouro, prata e cobre são metais que apresentam menor resistividade que o alumínio, além de serem mais imunes à problemas de migração eletroquímica. No entanto, estes metais não são usados sózinhos em contato, devido a não possuírem boa aderência ao Si, SiO<sub>2</sub> e outros dielétricos.

Certos metais refratários como o Mo e o W apresentam quase todas características desejáveis a um condutor: possuem praticamente o mesmo coeficiente de expansão térmica do Si, tem baixa resistividade, baixa difusão com Si, altas energias de ativação. No entanto eles se oxidam ao ar em temperaturas superiores a 300 °C e seus óxidos são voláteis, além de não tolerarem os reagentes químicos aplicados na limpeza das lâminas. No entanto, são aplicados (especialmente o Mo) como contatos e interconexões em circuitos VLSI, desde que o dispositivo seja adequadamente passivado [19].

#### 2.3.4. Polissilício

Silício policristalino é usado como material em portas de estruturas MOS, sendo que o dispositivo assim construído apresenta velocidade de chaveamento superiores aos construídos com porta metálica. Além disto, o polissilício apresenta ótimas características de interface com o Si e SiO<sub>2</sub>.

No entanto, para aplicações em alta compactação, algumas de suas deficiências limitam a performance do circuito. Principalmente sua alta resistividade, que produz grandes tempos de atraso.

#### 2.3.5. SnO<sub>2</sub>

Filmes de óxidos metálicos transparentes e condutores, em particular o SnO<sub>2</sub>, vem sendo extensivamente estudados, tendo em vista importantes aplicações em dispositivos optoeletrônicos e de conversão fotovoltaica [20].

#### 2.3.6. Estruturas com Múltiplas Camadas

Devido à impossibilidade de um único elemento satisfazer todos os requisitos necessários aos contatos em dispositivos de alta compactação, bem como àqueles relacionados com alta confiabilidade, estabilidade e durabilidade em dispositivos de uma maneira geral, pode-se usar contatos com estrutura de múltiplas camadas. Este tipo de estrutura pode ser composta de duas camadas: uma primeira camada fina, que promova uma boa aderência ao substrato, bem como boas características de interface; e uma segunda camada de um material que possua baixa resistividade.

Entre a camada de aderência e a condutora ocorre algumas vezes problemas com interdifusão e com migração eletroquímica. Para se contornar estes problemas é incluída uma terceira camada, intermediária entre as anteriores, que funciona como uma barreira à migração de átomos.

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

O material mais utilizado na camada condutora é o Au, no entanto, a prata também é usada, porém de maneira muito mais restrita. Os metais refratários são os mais utilizados como camada intermediária, principalmente W, Mo, Pt e Pd.

Como camada aderente, a grande maioria dos trabalhos indicam o Ti apesar de outros metais e ligas serem também usados. O contato feito através de múltiplas camadas apresenta inúmeras vantagens sob o ponto de vista de desempenho do dispositivo: são suportadas altas densidades de corrente sem que ocorra problemas de migração, melhor resistência a corrosão eletroquímica, boa definição de linhas no processo de litografia, e outros.

As desvantagens do sistema de multi-camadas estão relacionadas com a maior complexidade do processo de deposição.

### 2.3.7. Silicetos

Os silicetos dos metais refratários apresentam todos os requisitos necessários para um bom contato mesmo em circuitos de VLSI, sendo suas compatibilidades físicas e químicas com o processamento do circuito integrado comparável à do polissilício [19]. E tem a vantagem de apresentar alta condutividade, comparada com o polissilício.

As vantagens dos silicetos de metais refratários são inúmeras, e a desvantagem - como no caso das estruturas com múltiplas camadas - fica por conta do processo de deposição.

## 2.4 Considerações Finais

No item 2.2 foram vistas as características desejáveis para camadas condutivas empregadas em microestruturas, sendo que a importância de cada uma destas características depende da aplicação que se pretende dar à estas camadas. Desta forma, mesmo para um dado material, seria precipitado apontar um método de deposição como o sendo o ideal. Diversas considerações devem ser feitas para se encontrar o método de deposição ideal para uma determinada aplicação, tais como:

- características desejáveis ao filme;



## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

- domínio do método de deposição a ser empregado;
- custo do processo de deposição (custo do equipamento, da manutenção e da operação);
- importância do fator econômico;
- disponibilidade dos insumos necessários;
- nível de complexidade do método de deposição;
- nível de qualificação necessário ao pessoal envolvido;
- literatura disponível;

Alguns métodos de deposição apresentam uma série de vantagens que os tornam os mais utilizados, como é o caso da deposição por pulverização catódica, da deposição por evaporação e da deposição por decomposição de vapores (CVD). Estes outros dois métodos de deposição, à semelhança da deposição por pulverização catódica, são métodos largamente empregados, havendo farta bibliografia sobre o assunto. Podemos indicar como referência o livro de Maissel e Glang, para a deposição por evaporação [21], e o trabalho editado por Robinson e colaboradores para a deposição por decomposição de vapores [22].

A deposição de filmes finos por evaporação consiste na transferência de material de um sólido, normalmente de alta pureza, para um ou mais substratos, através da evaporação desta "fonte", total ou parcialmente. O processo ocorre dentro de uma câmara à baixa pressão, de forma que a porção de material da fonte evaporada, possa atingir o substrato sem que uma fração muito significativa seja desviada de sua trajetória, em virtude das colisões com as partículas presentes na fase gasosa. Existem duas maneiras de se conseguir a evaporação da fonte: através de aquecimento por efeito "joule" (evaporação térmica), ou através do aquecimento de regiões localizadas, por um feixe de elétrons (evaporação por canhão de elétrons).

A deposição de filmes finos por CVD (Chemical Vapor Deposition) consiste na obtenção do filme através da decomposição de um composto gasoso, o qual, em presença de um outro gás, reage na superfície do

21. L.I.Maissel and R.Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill, N.Y., pp.1.3-1.130 (1970)

22. McI,Robinson et alli, Proceedings of the 9th International Conference on Chemical Vapor Deposition, Electrochemical Society (1984)

substrato que se encontra normalmente a alta temperatura, formando aí o filme fino. Este processo pode ocorrer à pressão atmosférica ou à baixa pressão.

Cada um destes três métodos de deposição apresentam uma série de vantagens, as quais são dependentes também da variante do método empregada. No entanto, cada um deles apresenta características que são inerentes aos processos físico-químicos envolvidos e que, portanto, estão presentes em todas as variantes.

Na deposição por pulverização catódica, p.e., os substratos podem estar à temperaturas relativamente baixas (inclusive até menores que a temperatura ambiente), o que é extremamente desejável para a maioria das aplicações, uma vez que altas temperaturas modificam perfis de difusão, favorecem a dissolução de um material no outro, propiciam a recristalização com o conseqüente aumento do tamanho dos grãos (o que nem sempre é desejável), podem induzir tensões mecânicas como conseqüência de diferenças acentuadas dos coeficientes de expansão térmica dos materiais utilizados, além de favorecer reações químicas com alguns contaminantes que podem estar presentes no dispositivo.

Os mecanismos de formação de filmes utilizando-se o método da evaporação são mais simples que os outros dois métodos mencionados, o que é vantajoso quando se pretende estabelecer um processo. Além disto, em geral, os filmes obtidos por evaporação são um pouco mais puros que os filmes obtidos por pulverização catódica, tendo em vista que neste método de deposição se trabalha com pressões mais baixas que no método de deposição por pulverização catódica.

Apesar dos mecanismos de formação de filmes por decomposição de vapores envolverem, geralmente, reações complexas, os sistemas de deposição por decomposição de vapores são mais simples que os sistemas de deposição por pulverização catódica e por evaporação. Além disto, as altas taxas de deposição obtidas com este método propiciam a formação de filmes bastante puros.

Como visto no item 2.3, existem várias alternativas possíveis de serem utilizadas como camadas (ou estruturas) condutivas em microestruturas. Dentre estas, destacamos:

- alumínio puro, por ser o material mais utilizado nas aplicações em geral;
- dióxido de estanho ( $\text{SnO}_2$ ), por ser um dos materiais que iremos utilizar na construção de matrizes ativas de transistores de filmes

finos;

- estruturas com múltiplas camadas, metais refratários e seus silicetos, pela aplicação que têm em dispositivos de escala de integração muito alta (VLSI) e em dispositivos de alta confiabilidade.

O método mais utilizado até o presente momento para a deposição de filmes finos de alumínio é a evaporação, em função da baixa temperatura de evaporação deste material, o que permite que se obtenha bons filmes com um processo de deposição relativamente mais simples. No entanto, a deposição por pulverização catódica poderá vir a ser uma boa alternativa, ao menos para algumas aplicações.

O dióxido de estanho pode ser depositado por evaporação ou por pulverização catódica. No entanto, sua deposição pelo método de decomposição de vapores (CVD), tem apresentado bons resultados, utilizando um sistema bastante simples e de fácil operação [20], [23].

Uma aplicação muito importante do método de deposição por pulverização catódica, é na deposição de metais refratários e seus silicetos. Este método de deposição, juntamente com a evaporação por canhão de elétrons são os dois métodos mais empregados para a deposição de silicetos [24], sendo que a co-deposição é o método mais atraente, por causa da flexibilidade permitida para a relação silício/metal [25], o que exige um sistema com múltiplos alvos, para o caso da deposição por pulverização catódica.

A deposição de metais refratários (W, Mo) por CVD, apresenta vantagens como maior taxa de deposição, obtendo-se conseqüentemente filmes de menor resistividade, além do fato de ser um sistema mais simples. No entanto, a deposição de silicetos por CVD tem a desvantagem da formação de fases intermediárias do siliceto [10], ao passo que os silicetos obtidos por pulverização catódica apresentam normalmente uma única fase.

Altas tensões induzem danos ao filme por radiação, principalmente de raio-X. Na evaporação por canhão de elétrons as tensões envolvidas são tipicamente de 5 a 30 kV. No método de deposição por pulverização catódica, versão Magnetron, as tensões são em torno de 1 kV, sendo que nas outras versões as tensões não costumam exceder 5 kV. O

23. S.Kobayashi, F.Z.Matsui e A.P.Mammana, Anais do X Seminário Integrado de Software e Hardware, S.B.C., Campinas, pp.389-401 (1983)

24. T.P. Chow and A.J. Steckl, Appl. Phys. Lett., 36, 297 (1980).

25. S.P. Murarka, J. Vac. Sci. Tech., 17, 775 (1980).

recozimento térmico mostra-se insatisfatório para resolver este problema de radiação, no entanto a literatura indica um tratamento que pode, pelo, menos minimizar este problema [26]. Além disto a potência requerida às fontes utilizadas nos equipamentos de evaporação por canhão de eletrons são maiores.

Como na evaporação, a deposição por pulverização catódica tem a desvantagem de desperdiçar material, que no caso de ser um material muito caro pode ser um problema. Por exemplo, em filmes mais espessos de ouro, onde seria grande a perda deste material que é caro, deposita-se primeiramente uma camada por pulverização catódica, dada a excelente qualidade de aderência do filme obtido por este método de deposição, e, em seguida, deposita-se o restante de ouro por eletrodeposição, onde não há desperdício de material. Para o alumínio isto não é feito, já que o custo deste material não justifica o aumento na complexidade do processo de deposição.

Dos diferentes métodos de deposição de filmes finos existentes, o método de deposição por evaporação é o que apresenta mais semelhanças com o método de deposição por pulverização catódica já que nestes dois métodos a deposição do filme é feita à partir da transferência de material de um sólido para o substrato, num ambiente à baixa pressão. Assim, apresentaremos uma comparação destes dois métodos, baseado no que foi anteriormente exposto neste capítulo, lembrando que cada um destes métodos encontra seu campo de aplicação, não cabendo, portanto, a errônea conclusão de que um método é superior ao outro.

- as tensões utilizadas na evaporação por canhão de eletrons são superiores às tensões utilizadas em pulverização catódica; consequentemente, são maiores os danos causados por radiação. Além disto a evaporação necessita de potências maiores, o que implica em fontes mais caras.

- nos dois sistemas há desperdício de material;

- pulverização catódica trabalha com pressões maiores, o que pode propiciar uma maior contaminação do filme obtido;

- a cobertura de degrau e a uniformidade na deposição por pulverização catódica é superior. Na evaporação aquece-se o substrato para melhorar estes parâmetros, o que pode acarretar uma série de problemas, como visto anteriormente;

26. R.Chapman, Glow Discharge Processes, John Wiley & Sons, N.Y., p.213-215 (1980)

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

- as taxas de deposição das versões mais eficientes de cada um dos dois métodos (magnetron e canhão de elétrons), são comparáveis;
- filmes de alumínio obtidos por Magnetron possuem maior orientação randômica, sendo mais resistentes à recristalização; porém, apresentam mais problemas com eletromigração;
- o método por pulverização catódica não apresenta problema com "spitting" (como na evaporação térmica);
- os filmes obtidos por pulverização catódica apresentam melhor aderência;
- o controle das proporções em filmes compostos é mais fácil no método por pulverização catódica, principalmente se o alvo for composto; a proporção de átomos ejetados é mantida igual à proporção presente no alvo, devendo-se só cuidar do coeficiente de agregação de cada material ao substrato, ao passo que a evaporação exige um controle da taxa de emissão de cada material da fonte; se o alvo for simples o controle também é mais fácil, bastando controlar a taxa de deposição de cada material, através da potência aplicada a cada alvo.
- não sendo um processo térmico, além de ligas e compostos, o método por pulverização catódica é mais indicado para a deposição de metais refratários.

### 3. Projeto e Construção do Sistema de Deposição por Pulverização Catódica

Neste capítulo descrevemos o Sistema de Pulverização Catódica objeto deste trabalho, dando os detalhes sobre o projeto e a construção das partes por nós desenvolvidas.

#### 3.1 Introdução

Dada a importância da técnica de pulverização catódica na deposição de camadas em circuitos integrados, foi proposto em 1976 o desenvolvimento de um sistema de pulverização catódica simples (DC e um alvo), o qual foi objeto de uma tese de mestrado [1]. Com o primeiro protótipo experimental do sistema, chegaram a ser obtidos resistores de nitreto de tântalo para CI's. Se bem que os resultados obtidos tenham sido satisfatórios, o protótipo estava a exigir uma revisão em sua concepção de projeto, tendo em vista ampliar sua aplicações.

Em 1980 foi iniciada a revisão do projeto com o intuito de se implantar um sistema com múltiplos alvos [2]. Nesta época foram construídos 3 novos porta-alvos, o acionador rotativo atmosfera-vácuo e a fonte de alta tensão DC. Todavia, o trabalho não teve continuidade, faltando ainda desenvolver algumas partes que viabilizassem a plena operação do sistema para a obtenção de dispositivos semicondutores.

Quando em 1983 iniciamos este trabalho, o sistema encontrava-se incompleto e não operacional. Coube-nos então continuar seu projeto e construção para o que procedemos a uma avaliação das condições em que se encontrava, com um levantamento das partes já existentes e um estudo preliminar das partes necessárias para a entrada em operação

1. A.V. Melo Jr. e L.Mei, "Desenvolvimento de um Sistema de Deposição de Filmes Finos pela Técnica de Sputtering com Aplicações a Filmes de Ta e TaN", Tese de Mestrado, Publicação FEC/UNICAMP, abril de 1979
2. A.S.Brito e S.S.Saviani, "Relatório de Progresso DT 001 - 3º trimestre 1980", Setor de Documentação LED/FEC/UNICAMP, setembro de 1980

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

com múltiplos alvos [3] e [4]. Formalizado o programa de pesquisa, os recursos financeiros foram conseguidos junto ao CNPq (projeto nº 40.3234/81 e projeto nº 400.313/84) permitindo, assim, a compra de materiais de consumo, componentes e matérias prima, o que tornou possível a continuidade do projeto.

### 3.2 Descrição do Sistema de Pulverização Catódica

O Sistema de Pulverização Catódica é constituído basicamente de 3 sub-sistemas, a saber:

- a) sub-sistema de vácuo;
- b) sub-sistema de alta tensão;
- c) câmara de deposição.

A seguir são descritas as características básicas de cada um destes sub-sistemas.

#### 3.2.1 Sub-Sistema de Vácuo

O sub-sistema de vácuo cujo diagrama esquemático é apresentado na figura 3.1, é constituído de uma bomba difusora, uma bomba mecânica, uma armadilha fria (cold trap), uma válvula de alto vácuo, três válvulas tipo fole (bellows; V1, V2 e V3), dois sensores à termopar (T1 e T2), dois monitores para os sensores à termopar, um sensor à catodo frio (CF) e um monitor para o sensor à catodo frio. Na figura 3.1 mostra-se também a câmara de deposição conectada ao sub-sistema de vácuo.

O bombeamento do sistema é feito pelas bombas difusora e mecânica. A bomba difusora, responsável pelo alto vácuo, é o modelo NRC NHS-6-1500, da Varian; de 6", com 4 estágios de fracionamento, opera com o

3. "Projeto nº 40.3234/81: Sistemas de Pulverização Catódica", Solicitação para Concessão de Auxílio junto ao CNPq, maio 1983
4. "Projeto n 400.313/84: Sistema de Pulverização Catódica", Solicitação para Concessão de Auxílio junto ao CNPq, agosto 1984

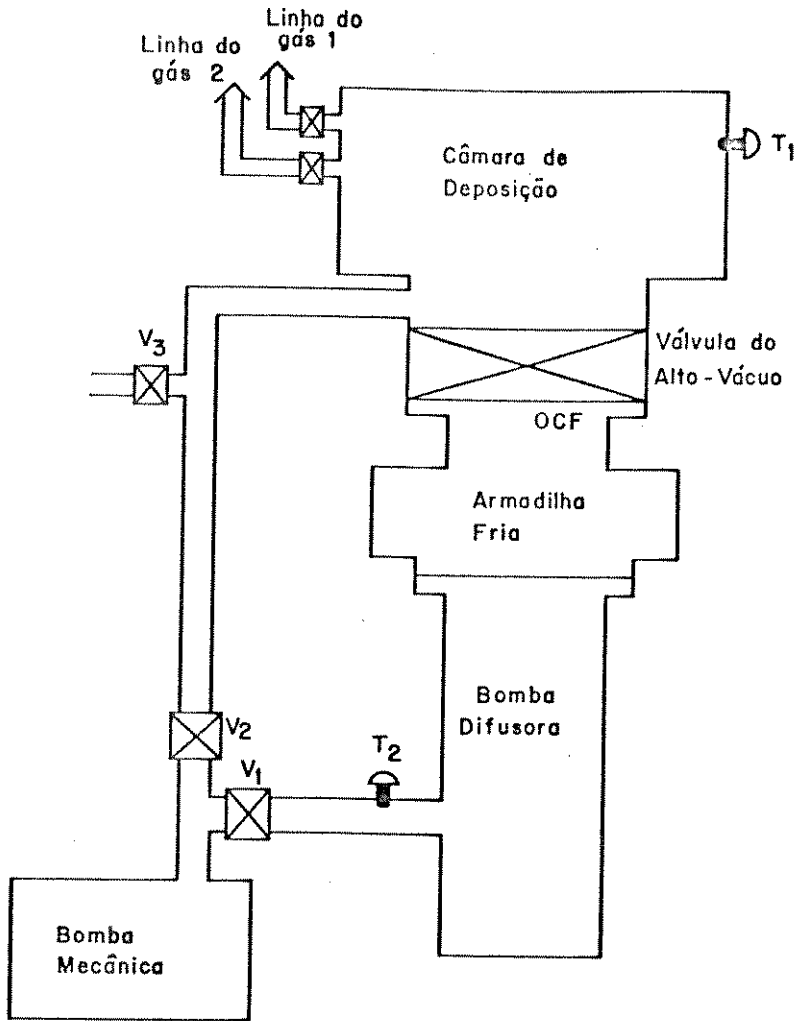


Figura 3.1. Desenho esquemático do sub-sistema de vácuo acoplado a câmara de deposição



## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

Óleo Santovac-5; sua velocidade é de 1500 l/min e a pressão mínima especificada de  $10^{-4}$  mTorr. A bomba mecânica, responsável pelo pré-vácuo, é uma bomba rotatória de dois estágios, com uma capacidade de bombeamento de 300 l/min e uma pressão mínima especificada de 0,1 mTorr; é o modelo 1376B da Sargent-Welch, linha Duo-Seal.

As quatro válvulas de vácuo do sistema são manuais, três das quais tipo fole [bellows]. Uma destas é o modelo NRC-1251-314 da Varian, para a "quebra" de vácuo da câmara de deposição. As outras duas, modelo NRC-1251-518 da Varian, ligam a bomba mecânica independentemente à bomba difusora e à câmara de deposição. A válvula de alto vácuo é do tipo gaveta, de 6", modelo NRC-1279-6 da Varian e é usada para acoplar a bomba difusora à câmara de deposição. Para evitar a contaminação da câmara de deposição pelo óleo da bomba difusora (backstreaming), interpõe-se uma armadilha fria entre aquela bomba e a válvula de alto vácuo. A armadilha fria utilizada é o modelo NRC 0316-6, da Varian, com uma condutância de 1200 l/s, e opera com nitrogênio líquido.

Com os três sensores à termopar, é possível medir pressões entre 1000 a 10 mTorr. Um sensor à termopar está conectado de modo a permitir a medida da pressão na base da bomba difusora (foreline), o segundo permite medir a pressão na saída da bomba mecânica e o terceiro permite medir a pressão na câmara de deposição. Para a medida de pressões na faixa de 10 a  $10^{-4}$  mTorr é utilizado um sensor de ionização à catodo frio, conectado entre a armadilha fria e a válvula de alto vácuo. Os monitores de pressão estão colocados no "rack" de controle, sendo um monitor para o catodo frio, e dois monitores para os termopares; um destes dois monitores é exclusivo do termopar da câmara de deposição.

### 3.2.2 Sub-Sistema de Alta Tensão

O sub-sistema de alta tensão que temos utilizado até agora é constituído basicamente de uma fonte de alta tensão DC, um conjunto de refrigeração dos porta-alvos e um acoplador da fonte de alta tensão. Este sub-sistema foi projetado procurando-se garantir o máximo de segurança para o operador, conforme será descrito adiante (itens 3.3.5 e 3.3.7).

A fonte de alta tensão DC, projetada e construída em nosso laboratório, é uma fonte regulada, sendo que sua tensão de saída

máxima é 2.500 V e a máxima corrente que pode fornecer é 400 mA. Sua tensão de saída é controlada continuamente, de zero ao valor máximo, através da variação da tensão de alimentação; isto é feito empregando-se um Variac.

Sabe-se, conforme mencionado no capítulo 2 deste trabalho, que a deposição de filmes finos por pulverização catódica utilizando tensão RF apresenta vantagens em relação à deposição com tensão DC, principalmente no que se refere à maior taxa de deposição obtida no primeiro caso. Todavia, a qualquer momento o sistema poderá passar a operar com RF, desde que se tenha uma opção de fonte disponível e que se disponham dos recursos financeiros necessários para sua aquisição[\*]. Neste caso, faz-se necessário um acoplador de impedâncias, de forma a minimizar as perdas devido às ondas estacionárias formadas entre a fonte e os eletrodos da câmara.

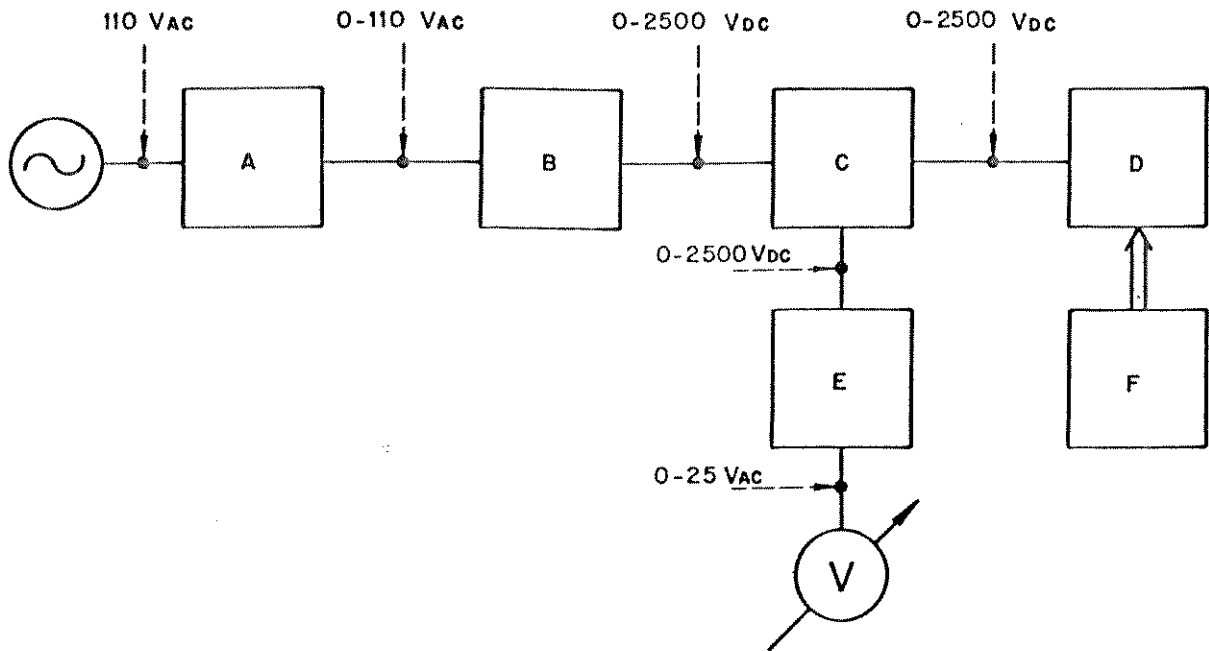
Na figura 3.2 é apresentado o diagrama de blocos do sub-sistema de alta-tensão. Os detalhes sobre o projeto e a construção do acoplador da fonte de alta tensão e do conjunto de refrigeração dos porta-alvos serão discutidos, respectivamente, nos itens 3.3.5 e 3.3.6.

### 3.2.3 Câmara de Deposição

A câmara de deposição foi construída em aço inox, em virtude da baixa taxa de "sputtering" e da baixa reatividade química deste material. Nas figuras 3.3 é apresentada a vista em corte da câmara de deposição, enquanto que nas figuras 3.4 a e 3.4.b são apresentadas, respectivamente, a planta e a vista em elevação da câmara de deposição.

A câmara tem formato cilíndrico, com 20 cm de altura e diâmetro interno de aproximadamente 45 cm. No seu corpo existem 8 aberturas fechadas por flanges, as quais têm diversas funções, a saber, entrada de gases, entrada de sensores, suporte para o mancal do sistema de levantamento da tampa e instalação de visores. Na tampa principal (nº 1 na figura 3.3) estão localizados os três porta-alvos (nº 4 na figura 3.3) e respectivas tampas de proteção (nº 6 na figura 3.3), espaçados de 120 graus um do outro, além do parafuso de entrada do conjunto de proteção dos substratos (shutter; nº 8 na figura 3.3). A saída para o

[\*] O projeto inicial submetido ao CNPq propunha a aquisição de uma fonte de RF que acabou não podendo ser encomendada por terem os recursos ficado insuficientes.



A- Variac

B- Fonte de Alta Tensão

C- Acoplador da Fonte de Alta Tensão

D- Porta-Alvo

E- Ponta Redutora de Alta Tensão ( 1:100 )

F- Conjunto de Refrigeração dos Porta-Alvos

Figura 3.2. Sub-sistema de alta tensão

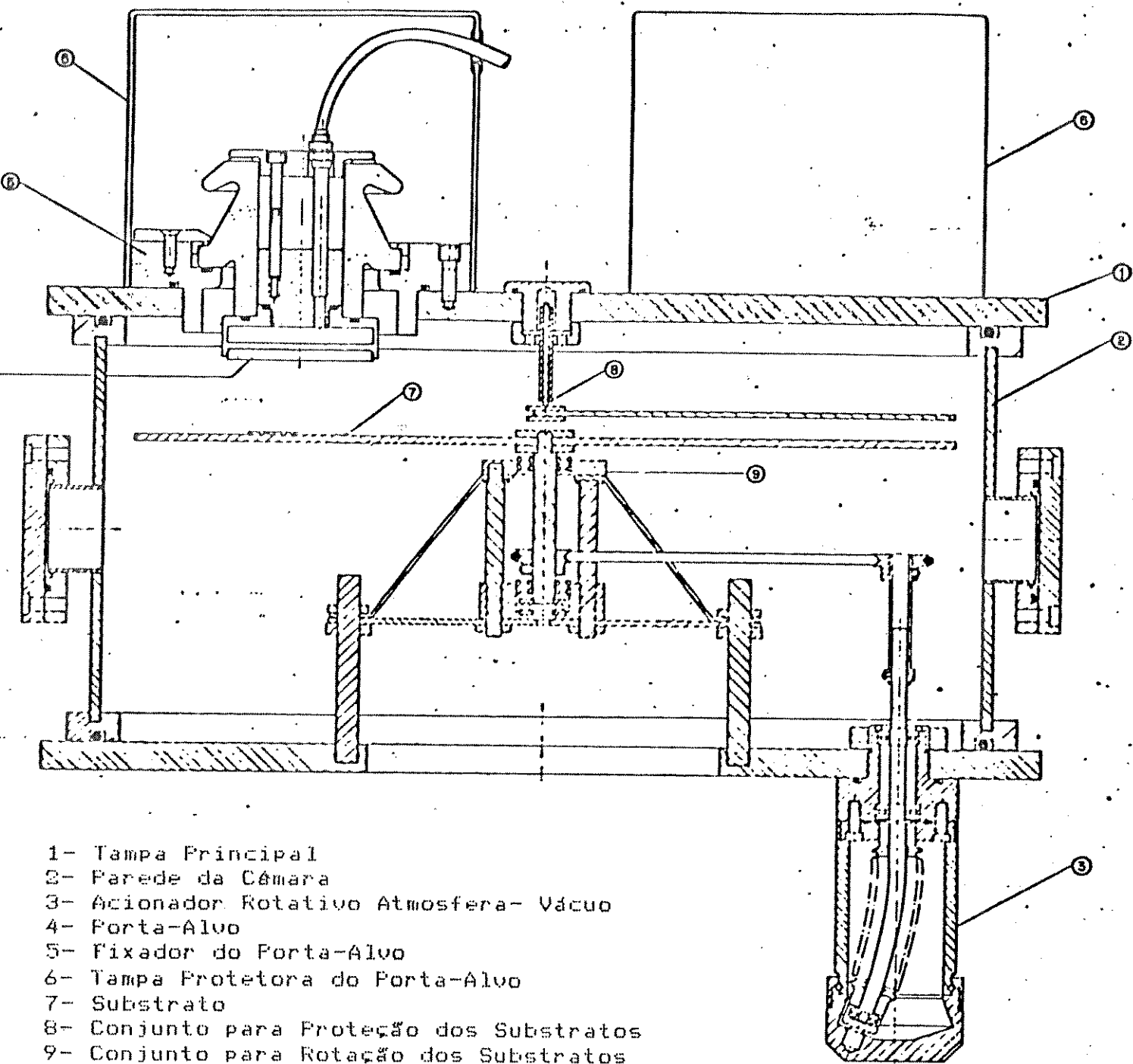


Figura 3.3. Vista em corte da câmara de deposição

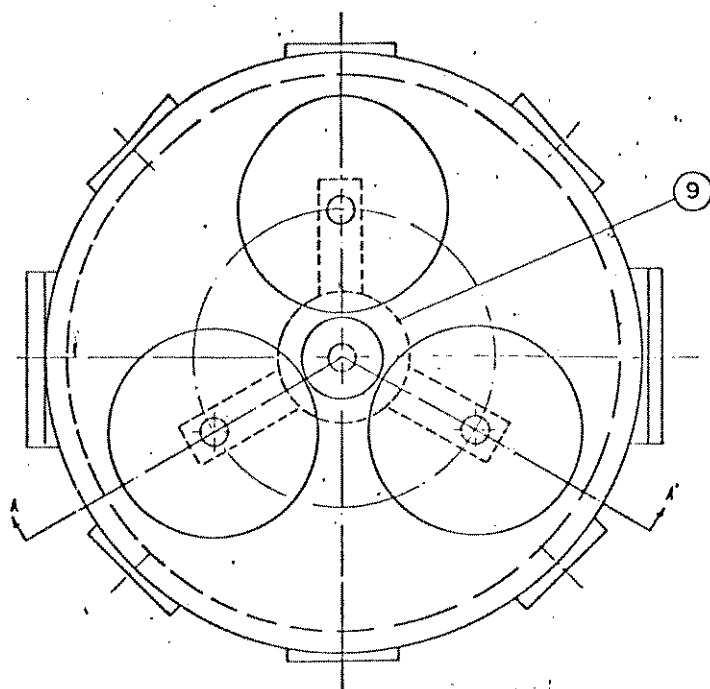
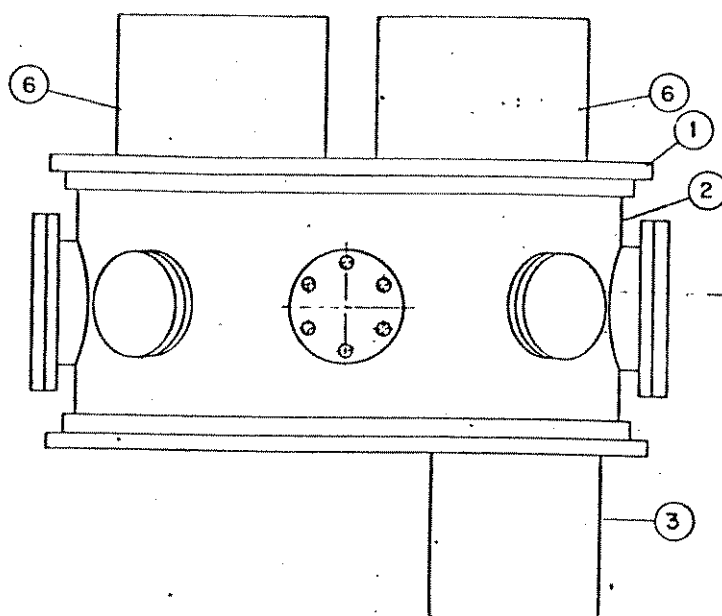


Figura 3.4.a. Planta da câmara de deposição



3.4.b. Vista em elevação da câmara de deposição

o sistema de vácuo é um furo de 18 cm de diâmetro localizado na base da câmara e concêntrico com ela. Nesta base estão também o furo para a entrada do acionador rotativo atmosfera-vácuo (nº 3 na figura 3.3) e os três tirantes que sustentam o suporte giratório dos substratos (nº10 na figura 3.3).

### 3.3 Projeto e Construção do Sistema

O projeto das partes componentes do sistema de pulverização catódica foi feito com a preocupação de se utilizar somente materiais e insumos nacionais, e os recursos disponíveis nas oficinas da UNICAMP, procurando-se conferir versatilidade de uso e simplicidade de operação ao sistema, além de se buscar a minimização de custos.

Particular atenção foi dada aos conjuntos que trabalham dentro da câmara de deposição, isto é, em vácuo. Nasse sentido, as peças foram construídas de forma a impedir vazamentos virtuais, tendo sido feito rasgos longitudinais em roscas e furos em algumas peças, de modo a reduzir as impedâncias à evacuação. Nas faces em que se fez necessário o selamento do vácuo, foi importante garantir superfícies planas e lisas, evitando-se riscos cruzados. Todas as partes foram construídas dentro dos limites de tolerância de 20 um e as máquinas e ferramentas utilizadas na construção são as convencionais: torno, fresadora, furadeira, serra elétrica, paquímetro, micrômetro e ferramentas comuns (bedames, machos, fresas, brocas, etc.).

Os projetos foram feitos de forma a permitir variações de distâncias dentro da câmara de deposição, facilitar a troca de substratos e facilitar a operação e manutenção do sistema.

A seguir são apresentados os detalhes do projeto e da construção dos conjuntos de rotação do suporte dos substratos, de proteção dos substratos, de levantamento da tampa da câmara de deposição, de refrigeração à água, de refrigeração dos alvos, além do acoplador da fonte de alta tensão e da instalação elétrica do sistema.

#### 3.3.1 Conjunto para rotação do suporte dos substratos

Em um sistema com múltiplos alvos é necessário que estes ou o suporte dos substratos possam ser movimentados. Optamos por um suporte giratório para os substratos, cujo desenho detalhado é mostrado na figura 3.5. Seu projeto foi feito de forma a atender às seguintes exigências básicas: suportar temperaturas de até 160 C, que é a temperatura limite em que os rolamentos podem operar; permitir variação da distância alvo-substrato entre 20 mm e 100 mm; suportar velocidades de até aproximadamente 20 rpm; ter a fonte de movimento deslocada em relação ao centro do suporte e apresentar um movimento praticamente isento de oscilações. A transmissão do movimento de fora para dentro da câmara de deposição é feita através do acionador rotativo atmosfera-vácuo, cuja vista em corte é apresentada na figura 3.6, conforme projeto realizado por Saviani e Brito [5].

Devido às peculiaridades da câmara de deposição (alto-vácuo, ambiente reativo e necessidade de alta pureza), os materiais empregados em sua construção, principalmente os que estarão em contato direto com o plasma, devem ser escolhidos adequadamente. Em função disto, um ponto crítico no seu projeto foi a transmissão do movimento do acionador rotativo atmosfera-vácuo para o eixo de acionamento do suporte giratório dos substratos, afastados entre si de 18 cm, de centro à centro. A transmissão por engrenagem não nos pareceu uma boa alternativa devido à geometria da câmara que exigiria uma alta relação de transmissão, sobrecarregando o acionador atmosfera-vácuo devido às altas velocidades de rotação envolvidas. Optamos pela transmissão por correia, mais apropriada que a transmissão por corrente por serem mais adequados os materiais com que são normalmente construídas. A correia deve apresentar as seguintes características: suportar temperaturas de até 160 C, ter baixa pressão de vapor, não absorver vapor d'água, ter uma elasticidade conveniente e não soltar detritos. A solução encontrada foi empregar um anel "o-ring" de "viton" (10 na figura 3.5) para movimentar o eixo de acionamento (24 na figura 3.5), o qual gira sobre dois rolamentos radiais (8 na figura 3.5). Apesar de serem mais indicados os rolamentos de aço inox, por razões de custo, optamos por utilizar os convencionais de aço-cromo, lubrificados com graxa de silicone. As demais partes deste conjunto foram construídas em aço inox.

O conjunto todo é sustentado por três tirantes (3 na figura 3.5), fixos na base da câmara e dispostos a 120 um do outro, através de três "mãos-francesas" (4 na figura 3.5), que estão apoiadas nas porcas de fixação (6 na figura 3.5), as quais permitem variar a distância alvo-substrato.

Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

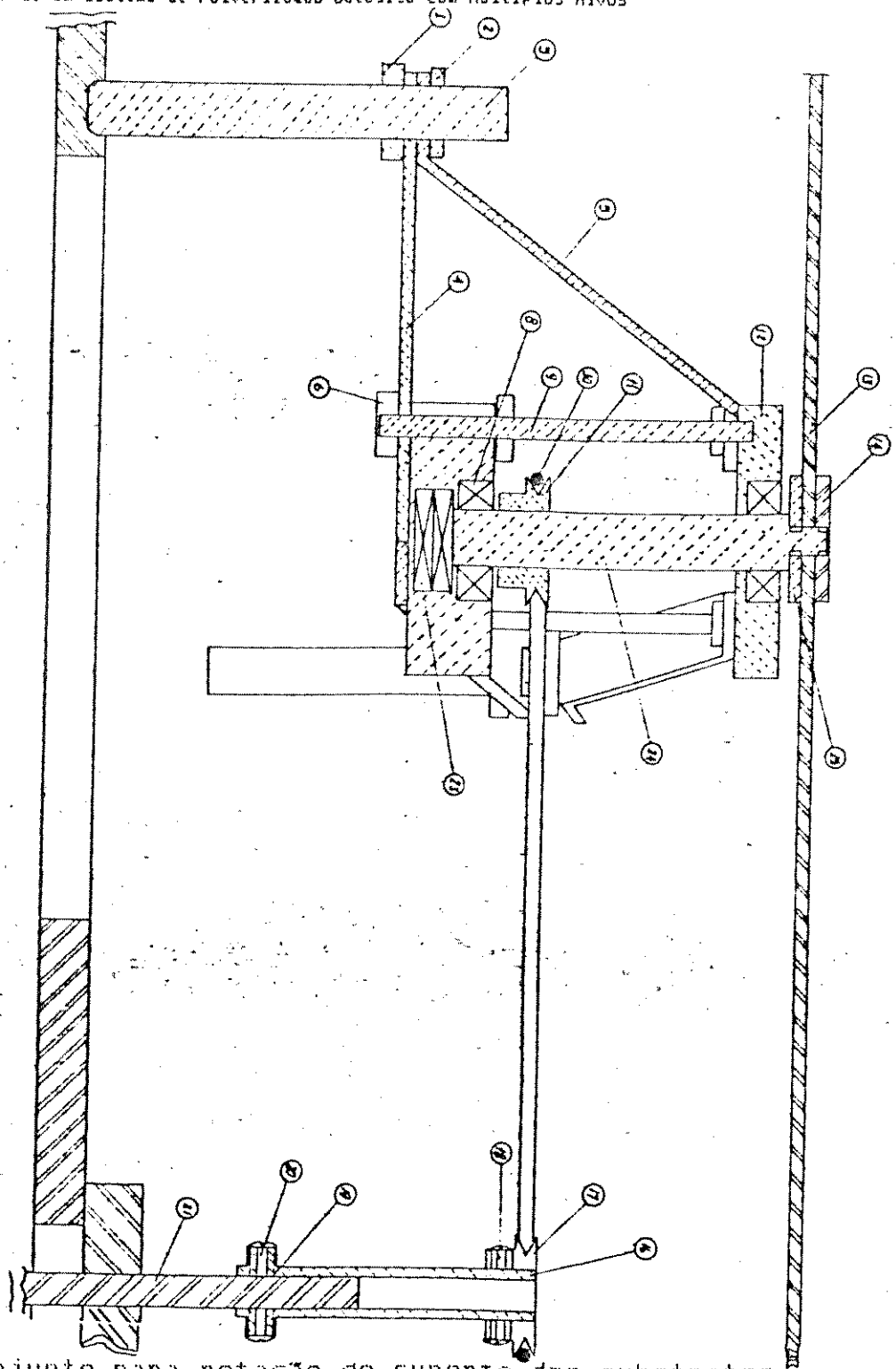


Figura 3.5. Conjunto para rotação do suporte dos substratos



Legenda da figura 3.5:

- 1- Porca de sustentação da mão francesa
- 2- Porca de fixação da mão francesa
- 3- Tirante
- 4,5- Mão francesa (parte inferior e parte superior)
- 6- Porca de fixação da haste de apoio
- 7- Flange inferior
- 8- Rolamento radial de esferas rígidas (SKF, mod. 6.001)
- 9- Haste de apoio
- 10- Correia de "viton" (Parker, mod. 2.356)
- 11- Polia móvel
- 12- Flange superior
- 13- Suporte dos substratos
- 14- Porca de fixação do suporte dos substratos
- 15- Porca de sustentação do suporte dos substratos
- 16- Eixo da polia motora
- 17- Polia motora
- 18- Parafuso de fixação da polia
- 19,20- "Stoper" e respectivo parafuso
- 21- Acionador rotativo atmosfera-vácuo
- 22- Câmara de deposição
- 23- Rolamento axial (SKF, mod. 51.100)
- 24- Eixo de acionamento

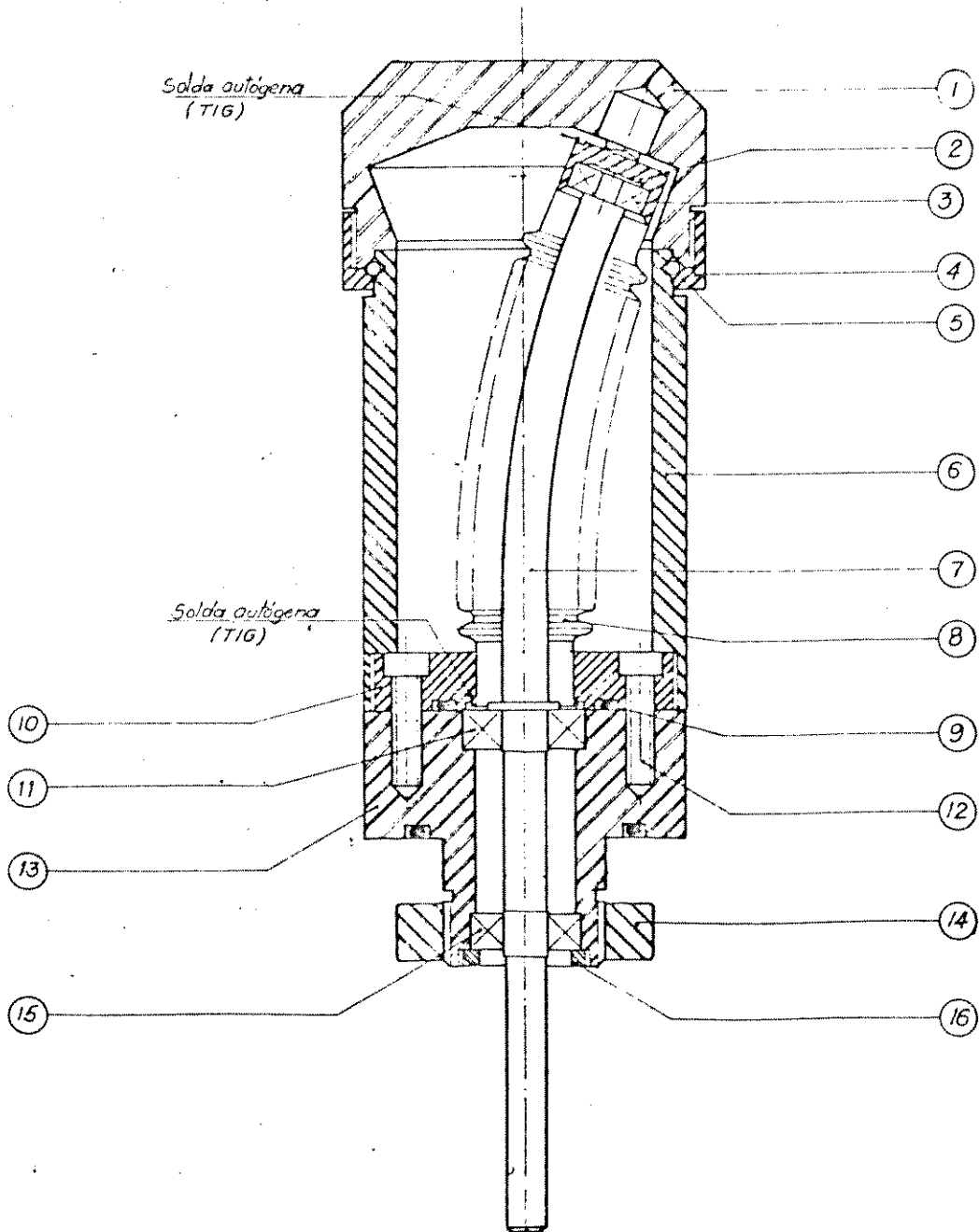


Figura 3.6. Vista em corte do acionador rotativo atmosfera-vácuo (vide legenda na página seguinte)

Legenda da figura 3.6:

- 1- Manopla
- 2- Flange de acionamento
- 3- Rolamento radial (Fag, mod. 625)
- 4- Porca da manopla
- 5- Esferas de aço
- 6- Tubo do acionador
- 7- Eixo acionador
- 8- Fole
- 9- Anel "o-ring" (Parker, mod. 2.215)
- 10- Flange do fole
- 11- Rolamento radial (Fag, mod. 609)
- 12- Parafuso alen
- 13- Porca principal
- 14- Porca de fixação
- 15- Rolamento radial (Fag, mod. 608)
- 16- Porca retentora

O suporte dos substratos é movimentado pela polia (11 na figura 3.5) que lhe é solidária e está apoiada nas flanges (7 e 12 na figura 3.5) através dos dois rolamentos radiais e um axial (23 na figura 3.5). O suporte dos substratos é um disco de aço-inox, de 0,4 cm de espessura e de 40,5 cm de diâmetro.

### 3.3.2 Conjunto para Proteção dos Substratos

Antes de se iniciar a deposição, e já com a câmara em vácuo, faz-se necessário realizar uma limpeza da superfície do alvo de forma a remover suas primeiras camadas atômicas, as quais encontram-se contaminadas por impurezas nelas adsorvidas. Durante esta limpeza os substratos devem estar protegidos para evitar que estas partículas contaminantes se depositem em sua superfície. Assim, foi projetado e construído (em aço inox), um conjunto para proteção dos substratos, cujo vista em corte é mostrada na figura 3.7.

O protetor ("shutter", peça 7 na figura 3.7) é uma placa delgada de aço inox com a forma de um setor de circunferência de 90°, que se interpõe entre o alvo e os substratos, impedindo que as partículas ejetadas do alvo se depositem no substrato. O conjunto foi projetado de forma a permitir que o protetor possa ser facilmente trocado pela remoção da porca de fixação (6). Este sistema permite também que se adapte um rolamento ao eixo de sustentação (5) em torno do qual poderá girar o protetor. Assim, o acionamento pode ser feito externamente, através da força magnética exercida sobre um ímã colocado na borda do protetor. O eixo de sustentação do protetor é rosqueado no tubo de sustentação (4) de tal forma a poder ser movimentado. O tubo de sustentação pode também ser deslocado quando rosqueado na porca principal (2), de modo a se poder ajustar a distância entre o protetor e o alvo (de 20 mm até 100 mm), acompanhando a variação da distância entre o alvo e os substratos.

### 3.3.3 Porta-Alvos

O sistema possui três porta-alvos idênticos, os quais foram projetados por Saviani, e construídos na oficina mecânica do laboratório, em alumínio. Na figura 3.8 é apresentada uma vista em corte de um porta-alvo.

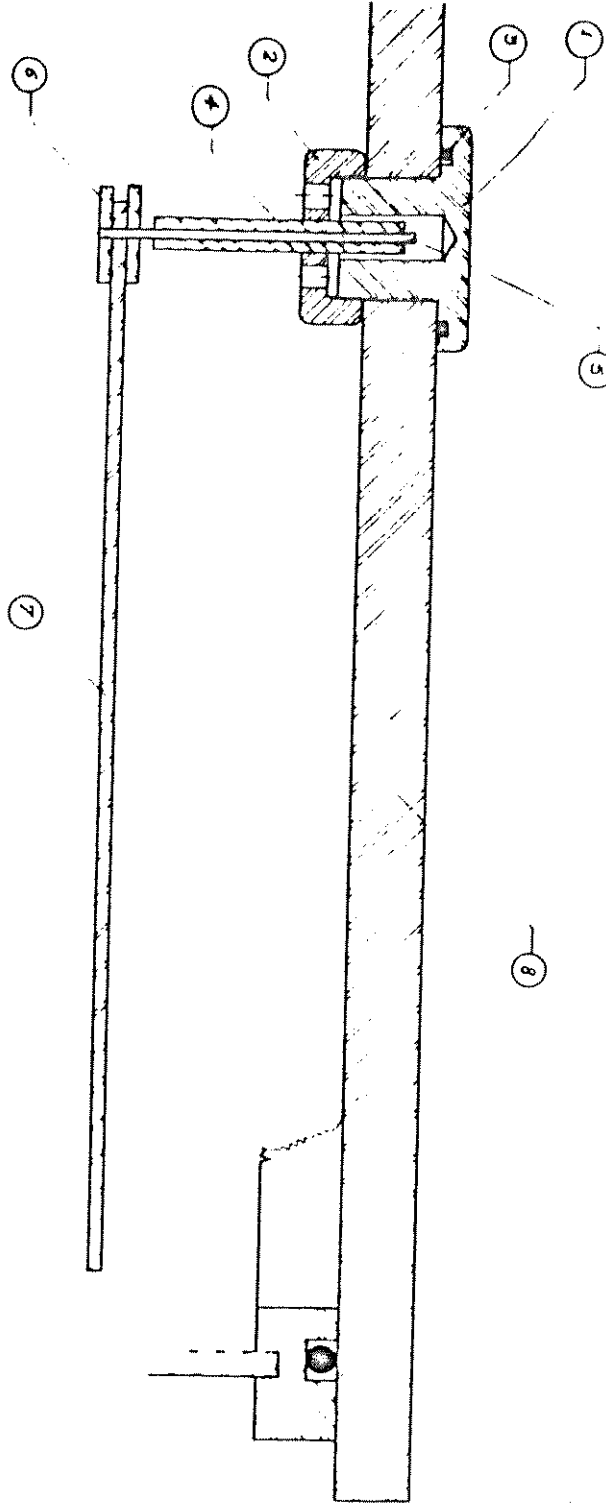
O alvo é colado à um anel de alumínio, sendo que este conjunto é rosqueado ao suporte de alvo (nº 7 na figura 3.8). A refrigeração deste conjunto, necessária durante a deposição, é realizada por um fluido que circula por dentro do tubo apropriado (nº 17 na figura 3.8). O conjunto é fixado à tampa principal da câmara de deposição através de parafusos (nº 11 na figura 3.8), e sua estanqueidade é garantida pelo anel o'ring (nº 10 na figura 3.8). O fixador do porta-alvo (nº 3 na figura 3.8), na sua parte interna à câmara de deposição, tem o formato de um anel que circunda o suporte do alvo; este anel é o responsável pela blindagem eletrostática do alvo.

A geometria da blindagem é fator determinante para a configuração do plasma na região próxima ao alvo e, portanto, tem influência na taxa de deposição e na uniformidade de espessura do filme depositado. Assim sendo, procurou-se estudar o comportamento do sistema introduzindo-se uma alteração na blindagem original do alvo, a qual é apresentada na figura 3.9. Esta consiste em se adicionar à blindagem original um anel suplementar para impedir o bombardeamento das bordas do alvo, como ilustrado esquematicamente na figura 3.10. Conforme mencionado no capítulo 2 deste trabalho, o processo de bombardeamento nas bordas do alvo se dá de maneira mais intensa, e com um melhor rendimento na remoção de espécies que nas outras regiões do alvo; assim sendo, com esta alteração, pretende-se conhecer melhor este mecanismo.

### 3.3.4 Conjunto para Levantamento da Tampa da Câmara de Deposição

Este conjunto fez-se necessário em virtude do peso elevado da tampa da câmara de deposição e da constante movimentação a que ela é submetida, já que o acesso ao interior da câmara exige essa movimentação constante. O acionamento é feito por um cilindro pneumático, sendo que este conjunto está conjugado à estrutura principal do sistema de pulverização catódica, de forma a compactar a área ocupada. Na figura 3.11 é apresentado o diagrama de blocos deste conjunto consistindo de filtro e regulador de pressão do ar comprimido, elemento lubrificante da linha, regulador da pressão na entrada do cilindro, duas válvulas solenóides, regulador da vazão na saída do cilindro, chave de controle das válvulas e o cilindro pneumático para o acionamento da tampa.

Para o levantamento da tampa abre-se a válvula para entrada de ar (E na figura 3.11) permanecendo a outra válvula fechada(G na figura



- 1- Parafuso de entrada
- 2- Forca principal
- 3- Anel "o'ring"
- 4- Tubo de sustentação
- 5- Eixo de sustentação
- 6- Forca de fixação do protetor (shutter)
- 7- Protetor (shutter)
- 8- Tampa principal da câmara de deposição

Figura 3.7. Conjunto para protecção dos substratos

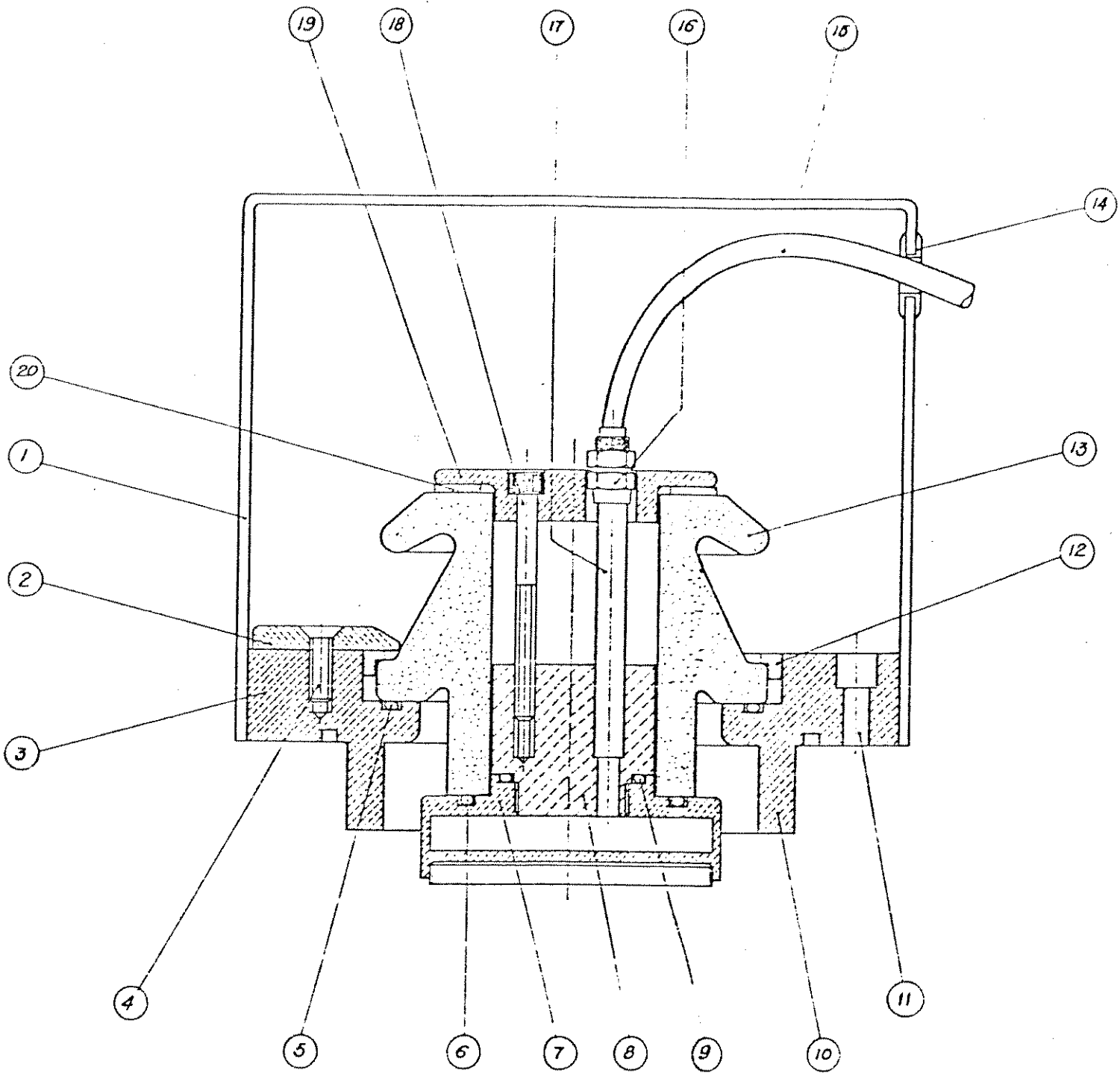


Figura 3.8. Vista em corte do porta-alvo

Legenda da figura 3.8:

- 1- Tampa
- 2- Cunha
- 3- Fixador do porta-alvo
- 4- Parafuso allen
- 5- Anel "o'ring" (Parker, mod. 2-239)
- 6- Anel "o'ring" (Parker, mod. 2-227)
- 7- Suporte do alvo
- 8- Forca do suporte do alvo
- 9- Anel "o'ring" (Parker, mod. 2-219)
- 10- Anel "o'ring" (Parker, mod. 2-251)
- 11- Parafuso para fixação do conjunto
- 12- Arruela da base
- 13- Isolador do porta-alvo
- 14- Tampa protetora do porta-alvo
- 15- Tubo para refrigeração
- 16- Conector
- 17- Cano para refrigeração
- 18- Parafuso allen
- 19- Arruela do porta-alvo
- 20- Arruela de calço



3.11). Para abaixar a tampa fecha-se a válvula "E" e abre-se a válvula "G". O regulador de vazão garante uma descida suave. Igualmente, o regulador de pressão permite que a tampa suba suavemente, através da regulação da pressão do ar comprimido. O eixo do cilindro pneumático está acoplado a um eixo móvel que se movimenta na vertical dentro de dois mancais, num percurso de 152 mm (vide figura 3.11). Na extremidade superior do eixo está o engate da tampa.

### 3.3.5 Acoplador da Fonte de Alta Tensão

Visando prover o subsistema de alta tensão de maior segurança e versatilidade, foi projetado e construído o "Acoplador da Fonte de Alta Tensão", que permite curto-circuitar os terminais da fonte e comutar o alvo a ser alimentado. Seu diagrama esquemático está na figura 3.12 .

Quando se faz necessário tocar as partes sujeitas à alta tensão, é uma boa medida curto-circuitar os terminais da fonte, de forma a descarregar as cargas eventualmente armazenadas nos capacitores de saída, garantindo a integridade física do operador. Sendo este um sistema com múltiplos alvos, algumas vezes se faz necessário comutar o alvo a ser alimentado, uma vez que o sistema não dispõe, pelo menos por enquanto, de uma fonte de tensão para cada alvo.

O conjunto todo está contido numa caixa construída em PVC, sendo que um dos lados foi construído em acrílico, de forma a permitir a visualização do seu interior. A inversão da polaridade da tensão de saída da fonte se faz através de dois conectores BNC ("a" na figura 3.12); um acopla o primeiro terminal da fonte ao circuito do alvo, e o outro aterra o segundo terminal da fonte. O curto-circuitamento dos terminais da fonte de tensão é feito curto-circuitando os dois conectores BNC mencionados, através de uma lâmina de alumínio ("b" na figura 3.12). A comutação dos alvos, é feita através de uma chave de onda com contatos BNC, com 1 entrada e 3 saídas ("e" na figura 3.12). O acoplador possui ainda um fusível de 400 mA de forma a proteger o sistema contra um curto-circuito ("c" na figura 3.12), e uma ponta redutora de alta-tensão ("d" na figura 3.12), a qual reduz a tensão em 100 vezes, de forma a permitir que se meça a tensão fornecida ao alvo com maior segurança.

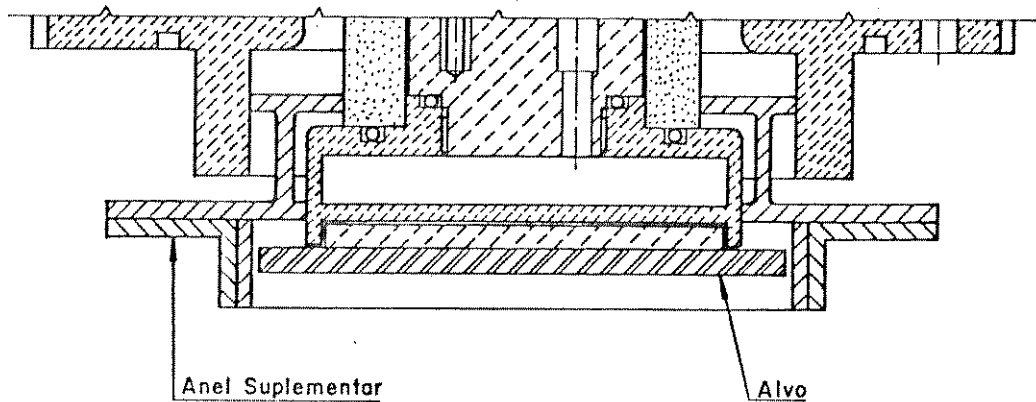


Figura 3.9. Vista em corte do porta-alvo com o anel suplementar

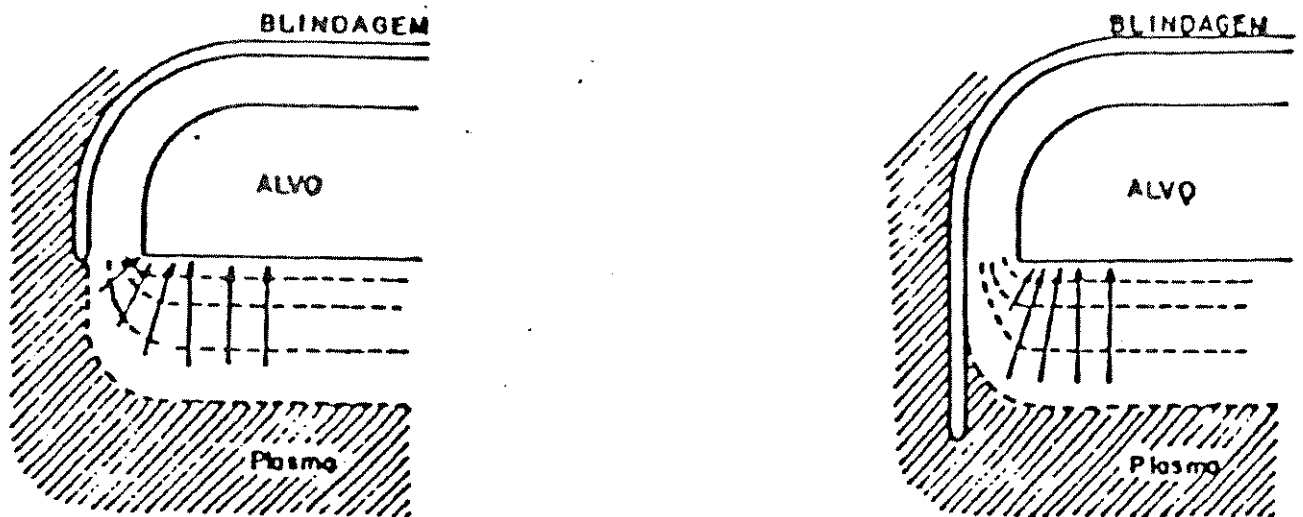
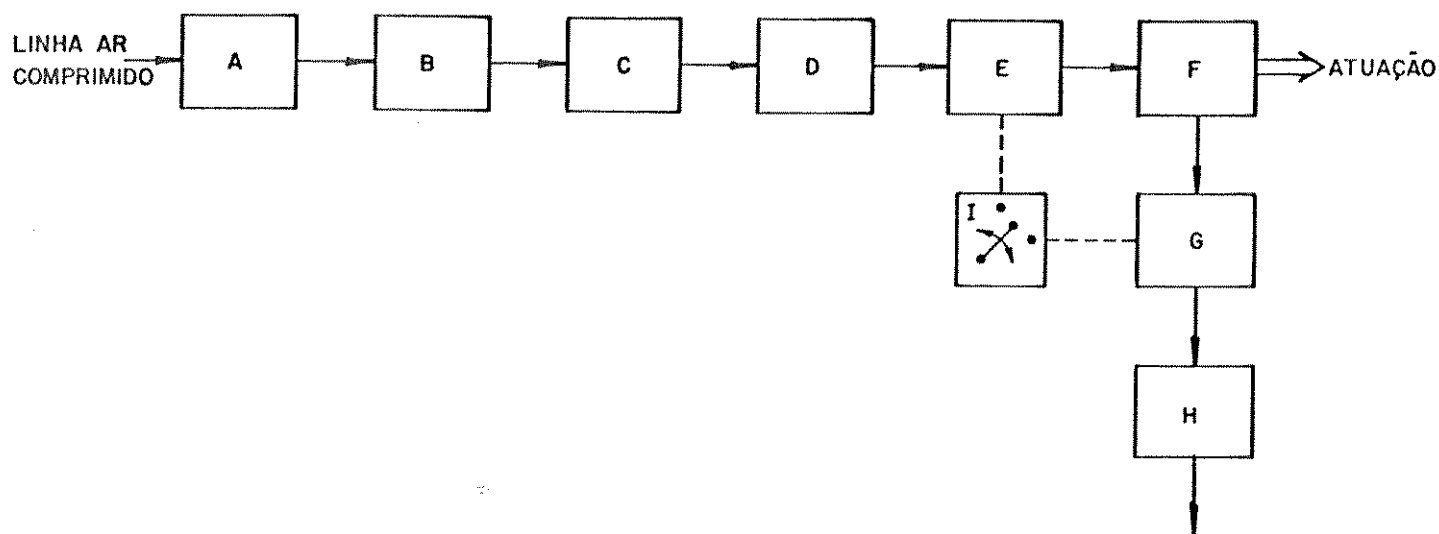
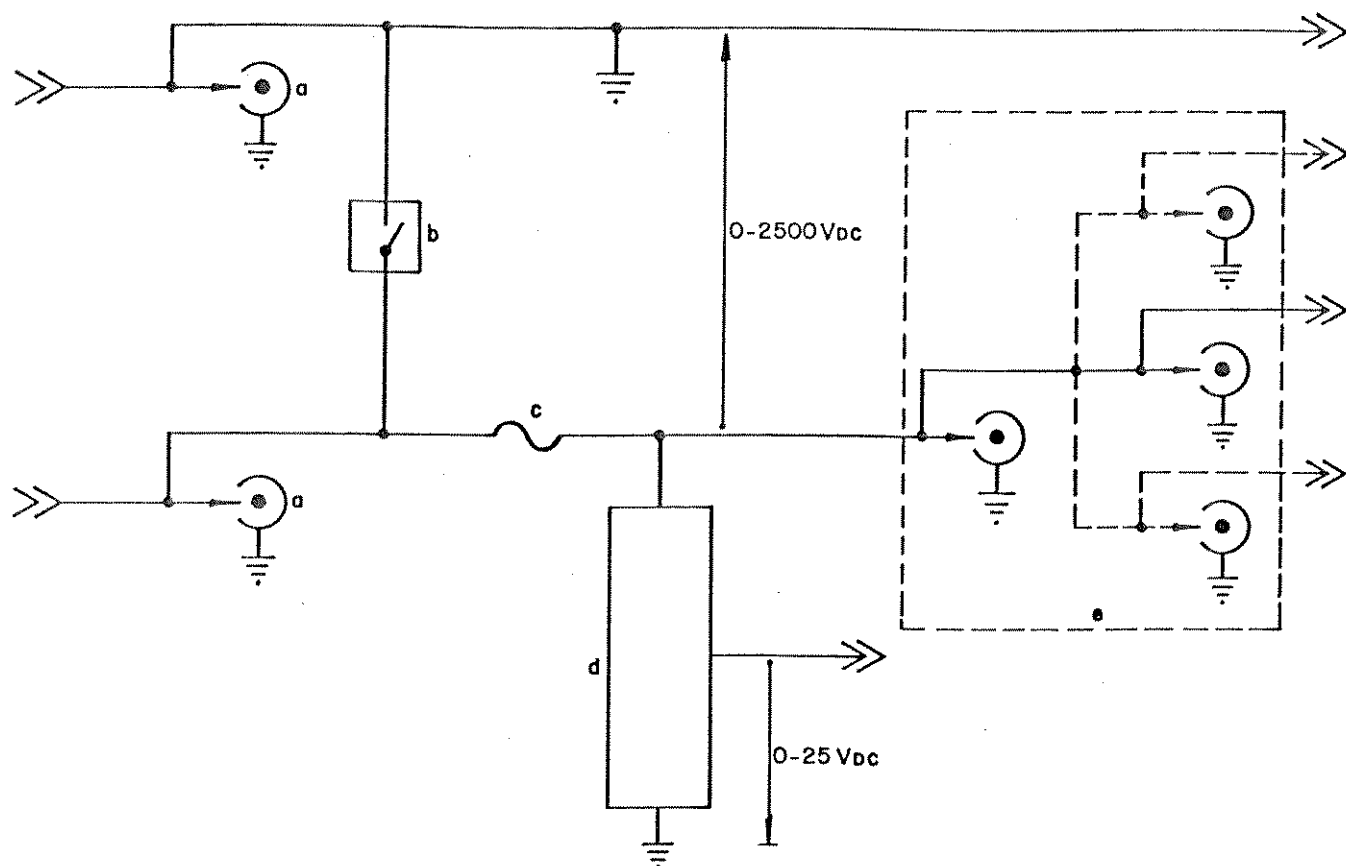


Figura 3.10. (a) Efeito de focalização dos ions nas bordas do alvo  
(b) Eliminação deste efeito com o anel suplementar



- A- Filtro do ar comprimido
- B- Regulador da pressão do ar comprimido
- C- Elemento lubrificante da linha
- D- Regulador da pressão na entrada do cilindro
- E- Válvula solenóide
- F- Cilindro pneumático
- G- Válvula solenóide
- H- Regulador da vazão na saída do cilindro
- I- Chave de controle das válvulas solenóides

Figura 3.11. Diagrama de blocos do conjunto para levantamento da tampa da câmara de deposição



- a- Conector BNC (entre a fonte e o acoplador)
- b- Curto-circuitador de proteção
- c- Fusível de proteção
- d- Ponta redutora de alta-tensão 100:1 (para medida da tensão fornecida ao alvo)
- e- Chave para comutação do alvo a ser alimentado

Figura 3.12. Diagrama esquemático do acoplador da fonte de alta tensão

### 3.3.6 Conjunto de refrigeração de alvos

Como 90% da potência entregue aos alvos é dissipada na forma de calor, faz-se necessário sua refrigeração eficiente. A figura 3.13 mostra o diagrama esquemático do sistema de refrigeração projetado e construído por nós, o qual passamos a descrever.

O fluido refrigerante utilizado é o óleo naftênico, o qual é usualmente empregado em transformadores; com boa isolamento elétrica (30 KV), boa troca de calor e baixa reatividade química com os demais materiais com que estará em contato (alumínio, cobre e latão), este fluido mostrou-se ideal para esta aplicação. O óleo fica contido num reservatório, sendo resfriado através de um sistema de refrigeração, construído especialmente para este fim, o qual emprega gás "freon". Uma bomba de engrenagem de 1/2", acionada por um motor de indução trifásico de 6 polos, cuja potência é 0,5 HP, faz circular o óleo do reservatório para a linha, construída com mangueiras "poliflo". A linha se subdivide em três, de forma a resfriar os três alvos, sendo que cada linha possui um registro independente. O óleo circula por dentro dos porta-alvos, sendo que a vedação é garantida por um anel de "o-ring" (9 na figura 3.8). Depois da unificação das três linhas, a linha única resultante torna a despejar óleo no reservatório, fechando o circuito. Na entrada da bomba de engrenagem há um filtro que evita a passagem de partículas sólidas.

### 3.3.7 Instalação Elétrica

Em virtude do risco potencial que um sistema de pulverização catódica desta complexidade, trabalhando com alta tensão, apresenta aos operadores e aos equipamentos nele empregados, o aspecto da segurança de operação do sistema norteou também o projeto da instalação elétrica. O esquema elétrico do sistema é apresentado na figura 3.14 .

Os controles das várias partes componentes do sistema são interdependentes, de maneira a prover o sistema de uma sequência obrigatória de operações, diminuindo consideravelmente a possibilidade de que falhas humanas ou técnicas acarretem danos aos operadores ou ao sistema:

- para se ligar a bomba difusora é necessário que a bomba mecânica esteja ligada e que haja um fluxo mínimo de água, o qual pode ser

pré-ajustado através do controle do fluxostato; isto é garantido através das ligações do contato auxiliar normalmente aberto (N.A.) de C1 e do contato N.A. do fluxostato em série com a bobina de C3 (vide figura 3.14):

- o contator C2 ao mesmo tempo que libera a ligação da fonte de alta tensão, liga o motor do conjunto de refrigeração dos alvos, garantindo, assim que não haverá alimentação elétrica dos alvos sem a devida refrigeração. Para ligar C2 é necessário que a tampa do acoplador da fonte de alta tensão esteja fechada, que o Variac de controle da tensão primária da fonte esteja na posição de mínima tensão e que a bomba difusora esteja ligada; as duas primeiras condições são garantidas por "micro-switches" instaladas fisicamente de modo adequado e com seus terminais normalmente fechados (N.F.) ligados em série com a bobina de C2, juntamente com o contato auxiliar N.A. de C3, que garante a terceira condição (bomba difusora ligada).

Todas as partes do sistema possuem fusíveis para proteção contra curto-circuito; os dois motores (da bomba mecânica de vácuo e da bomba de óleo) possuem ainda relés bimetálicos para proteção contra

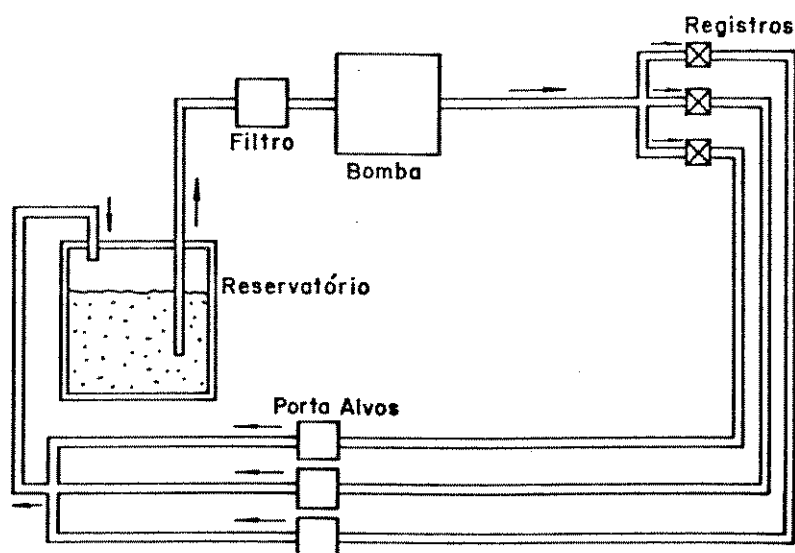
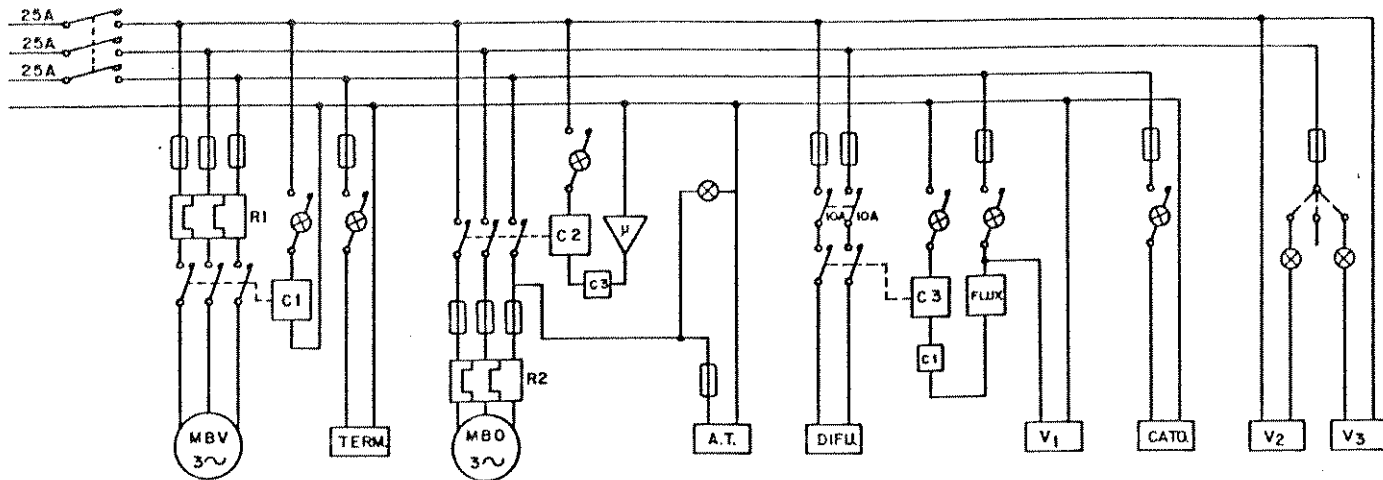


Figura 3.13 Diagrama esquemático do conjunto de refrigeração dos alvos

Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos



CÓDIGO	SIGNIFICADO
R1	Relé do motor da bomba de vácuo
C1	Contator da bomba de vácuo
MBV	Motor da bomba de vácuo
TERM	Monitor do sensor de pressão a termopar
R2	Relé do motor da bomba de óleo
C2	Contator da bomba de óleo
MBO	Motor da bomba de óleo
A.T.	Fonte de alta tensão
C3	Contator da bomba de difusão
DIFU	Bomba de difusão
FLUX.	Fluxostato
V <sub>1</sub>	Válvula da água refrigerada
CATO.	Monitor do sensor de pressão a catodo frio
V <sub>2</sub> , V <sub>3</sub>	Válvulas para acionamento da tampa principal
μ	"Micro-Switch" do acoplador da fonte de Alta tensão

SIMBOLOGIA	
	Carga
	Motor trifásico
	Relé bimetálico trifásico
	Micro-Switch
	Contato auxiliar do contator "a"
	Lâmpada de sinalização
	Disjuntor monofásico
	Contatos principais do contator
	Bobina do contator
	Botoeira com lâmpada de sinalização
	Chave de 3 posições
	Fusível

Figura 3.14. Esquema elétrico do sistema de pulverização catódica

sobre-corrente. Três disjuntores "quick-lag" de 25 A funcionam como chave geral do sistema além de serem uma proteção adicional para cada uma das partes do sistema.

Praticamente toda parte elétrica do sistema está alocada no "rack" de controle, o qual é aterrado, incluindo todos os monitores, componentes eletro-eletrônicos e lâmpadas sinalizadoras.

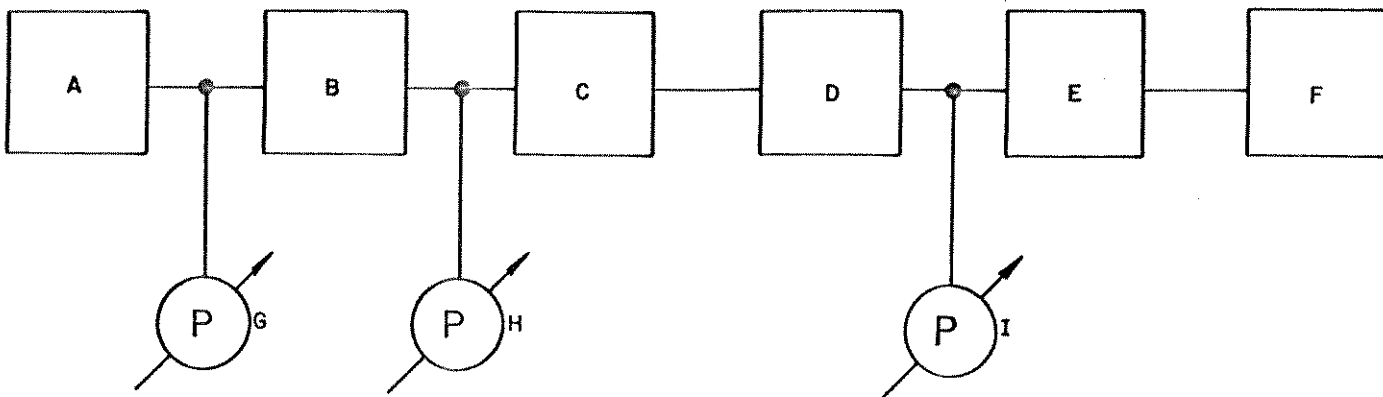
### 3.3.8 Circuito de Admissão do Gás de Serviço

Numa deposição de filmes finos por pulverização catódica pode-se usar um ou mais de um gás de serviço (no caso de uma deposição reativa). Até o momento temos trabalhado somente com um gás, argônio; mas este sistema permite utilizar até dois gases de serviço numa deposição. O diagrama de blocos do circuito de admissão do argônio é apresentado na figura 3.15 .

O gás utilizado é o argônio "U" (ultra-puro) da Oxigênio do Brasil S/A, com uma pureza especificada pelo fabricante de 99,99 %. Ele é armazenado no cilindro apropriado (A na figura 3.15), que possui na sua saída uma válvula redutora de pressão (B na figura 3.15), um registro para abrir e fechar a saída do gás (C na figura 3.15) e dois manômetros, um para medida da pressão interna do cilindro (G na figura 3.15), e outro para medida da pressão de saída do gás (H na figura 3.15). A linha do gás é de "poliflo".

Uma vez que o sistema não possui um fluxímetro para medida do fluxo deste gás, este parâmetro é obtido de forma indireta, conforme será descrito no capítulo 4. Para tanto, é importante que a pressão na entrada da válvula de admissão do gás (F na figura 3.15) seja constante; assim sendo, existe um regulador de pressão (D na figura 3.15) que controla a pressão na linha do gás, a qual é medida por um manômetro (I na figura 3.15). A válvula de admissão do gás é uma válvula agulha, modelo 760, fabricada pela Edwards, a qual está fixada á uma das flanges da câmara de deposição. Antes do gás passar pela válvula de admissão, e daí entrar na câmara de deposição, este é filtrado por um filtro de papel "millipore".





A- Cilindro de argônio

B- Válvula redutora de pressão

C- Registro do cilindro

D- Regulador de pressão

E- Filtro

F- Válvula de admissão do argônio

G- Manômetro para medida da pressão interna do cilindro

H- Manômetro para medida da pressão na saída do cilindro

I- Manômetro para medida da pressão na entrada da válvula de admissão

Figura 3.15. Circuito de admissão do gás de serviço

## 4. Técnicas Experimentais

Neste capítulo serão descritas as técnicas experimentais utilizadas em todas as atividades práticas deste trabalho, a saber, controle da pressão e da atmosfera da câmara de deposição, preparação e caracterização do sistema de deposição, preparação dos substratos e caracterização dos filmes depositados.

### 4.1. Controle da Pressão e da Atmosfera da Câmara de Deposição

Como já foi mencionado no capítulo 2, um dos parâmetros mais importantes no processo de deposição de filmes finos por pulverização catódica é a pressão na câmara de deposição. Importante também é obter uma atmosfera onde o gás de trabalho, no nosso caso o argônio, tenha uma pressão parcial relativa bastante elevada, de modo a garantir uma maior pureza dos filmes depositados.

De modo a entender o mecanismo de controle da pressão parcial do gás de trabalho na câmara de deposição, propusemos um modelo elétrico, baseado nas clássicas analogias pressão/tensão e fluxo/corrente. Na figura 4.1 é apresentado um desenho esquemático simplificado do sub-sistema de vácuo e da câmara de deposição, e o modelo elétrico proposto. A tensão na carga  $V_c$ , a tensão na fonte  $V$ , e a tensão de referencia representam, respectivamente, a pressão na câmara  $P_c$ , a pressão na bomba  $P_b$  e a pressão atmosférica. Os análogos elétricos do fluxo  $Q$  produzido pelas bombas de vácuo, e do fluxo de argônio  $Q_g$  são respectivamente representados pela corrente  $I$  e pela corrente  $I_g$ , gerada pela fonte de corrente ajustável  $J$ . A câmara de deposição é representada pela resistência de carga  $R_c$ , sendo que a resistência variável  $R'$  representa a impedância ao bombeamento produzida pela válvula de alto-vácuo que interliga a câmara de deposição à bomba difusora. A fonte de tensão  $E$  representa o conjunto de bombeamento; tal como uma fonte de tensão real, cuja tensão de saída varia com a corrente fornecida, devido à queda na sua resistência interna  $R_e$ , ocorre um aumento de  $P_b$  com o aumento de  $Q_g$ .

Assim como a tensão na resistência de carga do equivalente elétrico depende dos valores de  $I_g$  e  $R'$ , a pressão na câmara de deposição pode ser controlada tanto pela taxa de admissão de argônio, como pela abertura da válvula de alto-vácuo. E mais, conhecendo-se a taxa de

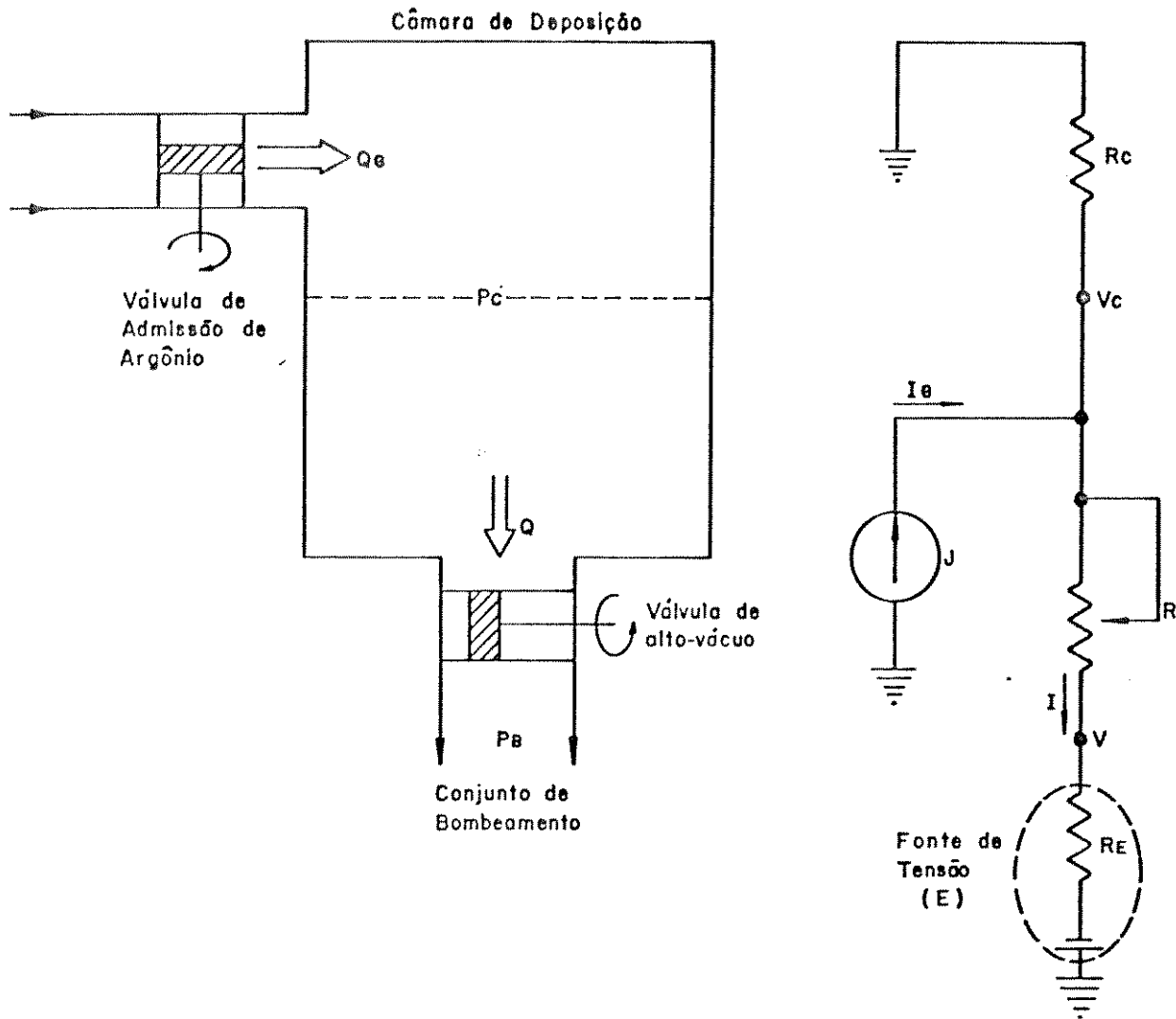


Figura 4.1 - Modelo elétrico do sub-sistema de vácuo

vazamento total da câmara de deposição (soma dos vazamentos real e virtual), adota-se uma taxa de admissão de argônio muito maior, de forma a garantir uma alta relação argônio/impurezas, obtendo-se, assim, filmes mais puros.

Foram realizadas medidas para se determinar a taxa de vazamento da câmara de deposição. Para tanto, utilizou-se um sensor a termopar, modelo NRC 531 da Varian e respectivo monitor, e um cronómetro comum. As medidas foram realizadas fechando-se todas as válvulas de acesso à câmara e medindo-se como a pressão varia no tempo. Para se verificar a estanqueidade do acionador rotativo atmosfera-vácuo, este foi movimentado durante algumas medidas realizadas.

Também foram realizadas medidas com a válvula de admissão de argônio aberta, com o intuito de se determinar experimentalmente a relação entre a taxa de admissão de argônio e as marcas de referência existentes na válvula de admissão deste gás. Para tanto, repetiu-se algumas vezes o método acima mencionado, porém com a válvula de admissão de argônio aberta, sendo que à cada medida variava-se a abertura da referida válvula. Assim foi possível determinar a relação desejada.

#### 4.2 Preparação do Sistema de Deposição

Os substratos são colocados dentro da câmara de deposição através da sua tampa principal, a qual pode ser levantada automaticamente através do conjunto para levantamento da tampa da câmara, descrito no capítulo 3. O suporte giratório dos substratos possui marcas de referência de forma a permitir o correto posicionamento dos substratos; sendo necessário alterar a distância entre o suporte dos substratos e o alvo, isto poderá ser feito conforme descrito no item 3.3.1. Em algumas deposições fez-se necessário a utilização de máscaras mecânicas, as quais foram fixadas aos substratos com grampos de aço inox.

O trabalho dentro da câmara de deposição deve ser feito tendo-se o cuidado de evitar sua contaminação, principalmente com a gordura natural das mãos. Para este trabalho, portanto, deve-se usar luvas, avental e pinça.

Após a preparação da câmara de deposição, estando a tampa no seu devido lugar, passa-se à etapa de bombeamento de todo sistema. Tendo

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

a bomba difusora atingido a pressão de trabalho recomendada, é feito o vácuo primário na câmara de deposição através da bomba mecânica. Atingida a pressão desejada, e após o preenchimento da armadilha fria com nitrogênio líquido, a válvula de alto-vácuo é aberta, quando, então, a câmara de deposição passa a ser bombeada pela bomba difusora, até que se atinja a pressão mínima desejada. Isto feito, é introduzido argônio na câmara, controlando-se o fluxo deste gás através da válvula agulha descrita no item 3.3.7.

Como mencionado no item anterior, através do controle do fluxo de argônio e da abertura da válvula de alto-vácuo, obtém-se a pressão de trabalho desejada, mantendo-se a relação de átomos de argônio por átomos contaminantes no nível desejado (maior ou igual a 150:1), tendo-se o cuidado de não ultrapassar o valor máximo recomendado para a pressão na base da bomba difusora (pressão de "foreline").

Neste ponto o sistema está pronto para se iniciar a deposição.

### 4.3 Caracterização do Sistema de Deposição

O sistema de deposição foi caracterizado em função do desempenho do sub-sistema de vácuo e da inter-relação das diversas variáveis envolvidas no processo de deposição de filmes finos.

#### 4.3.1 Medidas do Bombeamento

Foram realizadas medidas para se determinar os tempos de bombeamento do sistema, visando-se obter dados para avaliar o desempenho do sistema, bem como conhecer os tempos envolvidos numa deposição. Para as medidas de pressão na faixa da pressão atmosférica à 1,0 mTorr utilizou-se o sensor à termopar com o respectivo monitor descritos no capítulo 3; para as medidas de pressão na faixa de 1,0 mTorr à  $1 \times 10^{-4}$  mTorr utilizou-se um sensor de ionização à catodo frio, modelo 524-2 da Varian e respectivo monitor, modelo 860-K2645-301 da Varian. Para as medidas de tempo, utilizou-se um cronômetro comum. As curvas foram obtidas ponto-à-ponto, com o sistema em operação contínua.

#### 4.3.2) Medidas dos Parâmetros de Deposição

Para caracterizar o sistema quanto ao seu desempenho durante a deposição de filmes finos, foi necessário efetuar medidas durante a deposição (pressão na câmara, tensão do alvo e corrente de alvo) e nos filmes obtidos nestas deposições (espessura, resistência pelicular, estrutura cristalográfica e composição química). A seguir serão descritos os métodos utilizados nestas medidas.

##### 4.3.2.1) Pressão na Câmara

As medidas de pressão na câmara de deposição foram realizadas com o sensor à termopar e respectivo monitor já descritos no item 4.1.

##### 4.3.2.2) Tensão e Corrente de Alvo

Para as medidas de corrente do alvo usou-se um multímetro digital Triel de 3 1/2 dígitos; para as medidas da tensão do alvo usou-se um multímetro digital Fluke, modelo 8024-B, de 3 1/2 dígitos ligado a uma ponta de prova redutora de tensão (100:1).

##### 4.3.2.3) Taxa de Deposição

As medidas de espessura, necessárias para caracterizar o sistema em função da taxa de deposição, foram realizadas em um perfilômetro Sloan Dektak 3030, cuja precisão é de  $\pm 50$  Å, e num microscópio interferométrico Leitz Wetzlar, com luz de comprimento de onda de 5460 Å, e precisão de  $\pm 270$  Å. Os degraus no filme, necessários nestes métodos de medida, foram feitos durante a própria deposição, utilizando-se, para isto, máscaras mecânicas, as quais foram fixadas ao substrato através de grampos de aço inox. As medidas de tempo foram realizadas com um cronômetro comum, sendo que o tempo utilizado em praticamente todas as deposições foi 60 min.

##### 4.3.2.4) Uniformidade de Espessura do Filme Depositado

Por dispormos, em nosso laboratório, de um sistema analisador de parâmetros HP 4062 A e de um sistema de medidas de quatro pontas K&S, que nos permitem medir a resistência pelicular ao longo das camadas depositadas (enquanto que medidas de espessura têm que ser feitas em outros laboratórios), optamos por, através dessas medidas de resistência pelicular, indiretamente estudar a uniformidade de espessura dos filmes depositados. Para isto constatamos preliminarmente a constância da resistividade ao longo de substratos depositados numa mesma "fornada", lembrando ainda que não há influência da espessura na resistividade para espessuras superiores a 500 Å@ 111.

Nas primeiras deposições realizadas com o intuito de avaliar a uniformidade de espessura, foram preparados dois substratos de vidro dispostos simetricamente no suporte giratório dos substratos, sendo um com a máscara apropriada para as medidas de resistividade pelo método de Van der Pauw, a qual era fixada ao substrato através de grampos de aço inox, e o outro sem nenhuma máscara, para as medidas pelo método das quatro pontas. Desta forma, pôde-se comparar as medidas de resistividade realizadas por estes dois métodos, as quais se mostraram coerentes. Nas demais deposições realizadas com este intuito, utilizou-se somente o método das quatro pontas.

Maiores informações sobre as medidas de resistividade elétrica estão no item 4.5.1 deste trabalho.

#### 4.4 Alvos e Substratos Utilizados

Neste trabalho foram usados dois alvos, sendo um de tântalo e o outro de silício. Nas diversas deposições efetuadas foram utilizados os seguintes substratos:

- lâminas de silício (111) tipo P, com  $d = 1" \frac{1}{2}$
- lâminas de vidro sódio-cálcico, de formato retangular, com diversas dimensões (4x4 cm<sup>2</sup>, 4x6 cm<sup>2</sup> e 4x9 cm<sup>2</sup>).

##### 4.4.1 Alvos

1. L.I.Maissel and R.Glang; "Handbook of Thin Film Technology". McGraw-Hill Book Company, New York (1970) p.13,8

Os dois alvos utilizados foram fixados aos respectivos porta-alvo através da cola epoxi condutiva Ablebond 71-1, da Ablestik Laboratories. O alvo de tântalo utilizado é da Cerac, Inc. com 4" de diâmetro e 1/8" de espessura, com uma pureza especificada de 99,95 %. O alvo de silício utilizado é uma lâmina tipo F da Heliodinâmica, dopada com boro na concentração de  $21,5 \times 10^{16}$  atm/cm<sup>3</sup>, com resistividade de 1 ohm.cm e estrutura monocristalina com orientação (100).

#### 4.4.2 Substratos

Em virtude do custo relativamente reduzido das lâminas de vidro, estes foram os substratos utilizados durante a primeira fase do trabalho, onde o objetivo principal foi a obtenção das relações entre a corrente de alvo e os demais parâmetros de deposição. Para estas deposições os vidros foram submetidos ao processo de limpeza descrito a seguir [2].

- a) limpeza prévia com água e detergente;
- b) limpeza por ultra-som durante 10 min. em banho de tricloroetileno P.A.;
- c) lavagem em água DI corrente e secagem com jato de N<sub>2</sub>;
- d) limpeza por ultra-som durante 10 min. em banho de etanol P.A.;
- e) lavagem em água DI corrente e secagem com jato de N<sub>2</sub>.

Tendo-se estabelecido as relações entre a corrente de alvo e os demais parâmetros de processo, passou-se à segunda etapa na caracterização do sistema, onde se relaciona os diferentes parâmetros de processo com o filme depositado. Os substratos de vidro utilizados nesta segunda etapa do trabalho foram submetidos à um processo de limpeza mais rigoroso, descrito a seguir [3]:

- a) limpeza prévia com papel absorvente;

2. Limpeza de Substratos de Vidro; IEP nº 05, Laboratório de Mostradores de Cristal Líquido, IH/CTI, dezembro de 1987

3. Limpeza de Substratos de Vidro; IEP nº LP 001, Laboratório de Mostradores de Cristal Líquido, IH/CTI, outubro de 1987.



- b) imersão durante 15 min. numa solução de água DI com 5% de detergente, aquecida à 75°C;
- c) limpeza por ultra-som durante 5 min. numa solução de água DI com 5% de detergente;
- d) lavagem em água DI corrente e secagem com jato de N<sub>2</sub>;
- e) imersão em solução sulfonítrica durante 30 min.;
- f) lavagem em água DI corrente;
- g) imersão em etanol P.A. durante 15 min.;
- h) lavagem em água DI corrente e secagem com jato de N<sub>2</sub>.

Para estudarmos a deposição em substrato monocristalino utilizamos lâminas de silício tipo N de 1"1/2 com orientação (111). Os substratos de silício também foram submetidos a um processo de limpeza desenvolvido no Laboratório de Mostradores de Cristal Líquido [4].

#### 4.5) Caracterização dos Filmes Depositados

Algumas amostras dos filmes depositados foram caracterizados em função da resistividade elétrica, aderência ao substrato, estrutura cristalográfica e composição química.

##### 4.5.1) Resistividade Elétrica

Para avaliação da resistividade elétrica mediu-se a resistência pelicular e a espessura do filme depositado, pois, como se sabe, a resistividade elétrica de uma camada é igual ao produto da sua resistência pelicular (ou, resistência por quadrado ou ainda, resistência de folha) pela espessura desta mesma camada.

As medidas de resistência pelicular foram realizadas utilizando-se

4. "Limpeza de Lâminas de Silício", IEP N209, Laboratório de Mostradores de Cristal Líquido, IM/CTI, janeiro de 1987.

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

dois métodos convencionais de medida, a saber, "Método das Quatro Pontas" e "Método de Van der Pauw". As medidas de espessura foram realizadas com o perfilômetro descrito no item 4.3.2.3.

Para o método de quatro pontas, empregou-se um sistema de quatro pontas da "Kulick & Soffa", acoplado a um miliohmímetro Keithley 503. O arranjo experimental é mostrado na figura 4.2. O sistema de quatro pontas possui uma base isolante onde é colocada a amostra; sua cabeça de quatro pontas igualmente espaçadas, é então manualmente abaixada, até que as pontas entrem em contato com o filme. O miliohmímetro possui uma fonte de corrente e um voltímetro internos, cujos terminais são ligados às pontas, sendo a fonte de corrente ligada às duas pontas externas e o voltímetro às duas pontas internas. A leitura é efetuada em ohms ( $\Omega$ ), e é obtida pela relação entre a tensão aplicada e a corrente injetada. O valor da resistência pelicular é então obtido, multiplicando-se este valor lido no miliohmímetro por uma constante numérica que depende da geometria do sistema (distância e posição das pontas e da forma e tamanho do filme). Nas medidas por nós realizadas, onde a área superficial do filme era bem maior que a distância entre as pontas, esta constante vale  $4,5324 (\pi/\ln 2)$ . Maiores detalhes sobre este método pode ser encontrado no trabalho de Valdes [5], ou em tantos outros que tratam deste assunto.

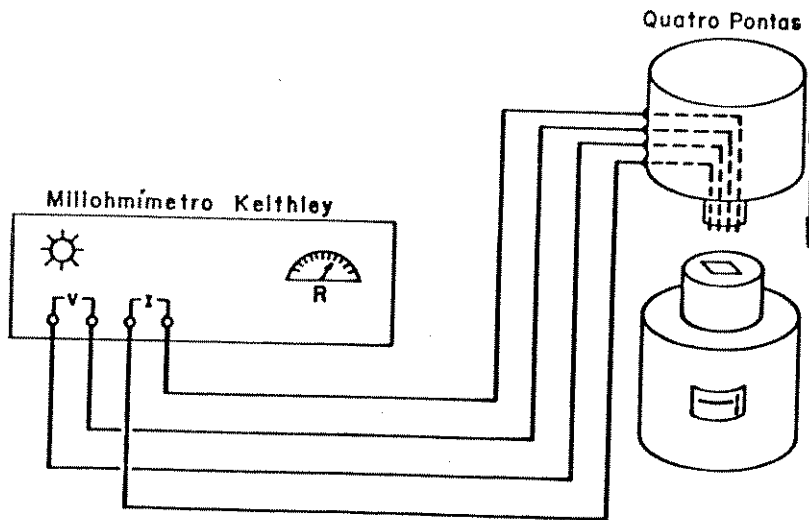


Figura 4.2 Arranjo Experimental Usado na Medida de Resistência Pelicular pelo Método das Quatro Pontas

L.B.Valdes, Proceedings of IRE, pp.420-427 (1954)

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

O método de Van der Pauw foi outro método por nós utilizado para as medidas de resistência pelicular. Ao contrário do método anterior, não requer um grande filme contínuo, aplicando-se à medida da resistividade de filmes de formato arbitrário quando os contatos são suficientemente pequenos e encontram-se localizados no contorno da amostra; além disto, a amostra não deve conter vazios no seu interior. O equipamento utilizado foi um sistema analisador de parâmetros Hewlett Packard 4062 A, acoplado a uma "probe station". Injeta-se corrente pelas duas pontas posicionadas sobre duas ramificações consecutivas, conforme ilustrado na figura 4.3 e mede-se a tensão nas outras duas. A resistência pelicular é dada pela equação abaixo [6]:

$$\rho = 4,53.L[(R_{ab,cd} + R_{bc,da})/2]$$

onde:  $R_{ab,cd} = V_{ab}/I_{cd}$  e  $R_{bc,da} = V_{bc}/I_{da}$

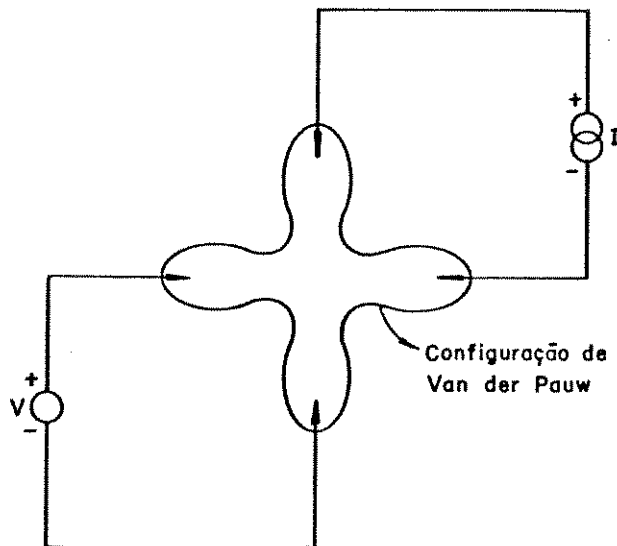


Figura 4.3 Resistência Pelicular Medida pelo Método de Van der Pauw

6. J.M.David and M.G.Buehler, Solid State Electronics, V.20, pp.533-543 (1977)

#### 4.5.2) Aderência ao Substrato

A aderência ao substrato, foi avaliada qualitativamente pelo método desenvolvido por Strong [7], o qual consiste na tentativa de remoção do filme depositado com fita adesiva, e posterior observação desta fita em um microscópio ótico. Tanto para o tântalo como para o silício não houve remoção do filme depositado, atestando a boa aderência dos filmes.

#### 4.5.3 Caracterização Estrutural

A caracterização estrutural dos filmes obtidos foi feita utilizando-se basicamente um difratômetro de raio-X. Utilizou-se também um microscópio eletrônico de varredura para uma análise qualitativa dos filmes de Ta e de Si depositados. Além disto, foram realizadas análises pela técnica de RBS (Rutherford Backscattering Spectrometry) em duas amostras de silício.

As medidas para a caracterização estrutural dos filmes pela técnica de difração de raio-X, foram efetuadas num "difratômetro de raio-X Philips PW 1380". Este equipamento compõe-se de um goniômetro horizontal de 0,01° de precisão na leitura da posição angular (0 e 20 para a posição da amostra e do detetor, respectivamente). Sua tolerância é de 0,0025° para varredura entre 0° e 180°. Opera automaticamente com velocidade de varredura de 1°/min. Sua divergência foi fixada em 1° pelo emprego de uma fenda de divergência (divergence slit) de 1° de abertura, colocada logo à frente da janela do tubo de raio-X. Logo após atravessar o suporte de amostras, os raios-X eram recebidos numa fenda receptora (receiving slit) de 0,2 mm, seguida de um colimador com uma fenda de espalhamento (scatter slit) de 1° de abertura.

O detetor do difratômetro consistia de um fotomultiplicador de 14 dinodos, operando com 1.000 V de tensão entre catodo e anodo, divididos igualmente entre os dinodos. O tubo de raio-X possuía anodo de cobre, cuja linha  $K\alpha$  tem comprimento de onda de 1,542 Å; a radiação do tubo de cobre era filtrada com um filtro de níquel. Nas medidas por nós efetuadas a tensão no tubo foi ajustada em 40 KKV, e sua corrente em 20 mA.

7. K.L.Chopra, Thin Film Phenomena, McGraw-Hill, N.Y., p.314 (1969)

A técnica de difração consiste em se determinar a intensidade da radiação difratada pela amostra em função da posição angular da amostra ( $\theta$ ), ou do detetor ( $2\theta$ ). A intensidade difratada depende da estrutura eletrônica dos átomos do material (fator de estrutura) e de seu arranjo geométrico, cristalino ou não (fator de forma). Desta forma, analisando-se o difratograma é possível se obter informações sobre o tipo de estrutura cristalina do material pela intensidade e posição do(s) pico(s) de difração, se houver, e sobre o tamanho médio de grão através do alargamento deste(s) pico(s).

O Microscópio Eletrônico de Varredura utilizado é da Cambridge. Trabalhou-se com feixes de diferentes energias, tendo em vista as diversas ampliações da imagem obtida. As fotografias foram obtidas através de uma máquina Nikon, utilizando filme preto e branco comercial, ASA 100.

O espectrômetro utilizado para as análises por RBS pertence à Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Na análise por RBS a amostra é bombardeada com íons de hélio de alta energia (neste caso igual a 0,8 MeV). Durante o retroespalhamento, o íon de hélio sofre uma perda de energia que é característica do átomo com que colidiu. Os íons retroespalhados são detectados por meio de detetores de barreira superficial (surface-barrier detectors) e analisadores multicanais. Com esta técnica é possível obter-se informações quantitativas sobre a composição da amostra.

## 5. Resultados e Análises dos Resultados

Neste capítulo descreveremos os resultados obtidos com o sistema de pulverização catódica desenvolvido, bem como as conclusões obtidas destes resultados.

### 5.1 Projeto e Construção do Sistema

Foi projetado e construído, encontrando-se operacional, o sistema de pulverização catódica com múltiplos alvos por nós desenvolvido. O sistema vem operando à contento, já tendo sido realizadas cerca de 150 ciclo de deposições.

Nosso objetivo de construir o sistema utilizando somente materiais e insumos nacionais, e os recursos disponíveis numa oficina mecânica convencional foi alcançado; a única exceção é o sub-sistema de vácuo, uma vez que as bombas, válvulas, sensores e demais componentes deste sub-sistema já haviam sido importados. No entanto, atualmente pode-se encontrar no mercado uma gama bastante variada de componentes e insumos para vácuo, inclusive bombas de alto-vácuo, fabricadas pela indústria nacional. Assim, a construção, hoje no país, de sistemas de pulverização catódica com um alto índice de nacionalização é tarefa perfeitamente exequível.

Detalharemos a seguir os resultados obtidos com a operação das diversas partes componentes do sistema de pulverização catódica.

#### 5.1.1 Conjunto para Rotação do Suporte dos Substratos

O conjunto para rotação do suporte dos substratos, descrito no item 3.3.1 deste trabalho, foi a opção adotada por nós para a movimentação dos substratos dentro da câmara de deposição.

Este conjunto tem apresentado um bom desempenho. O "acionador rotativo atmosfera-vácuo" transmite o movimento para dentro da câmara

sem que se possa detectar qualquer vazamento de ar para dentro da câmara. A transmissão do movimento para o eixo de acionamento do suporte giratório dos substratos também se realiza à contento; o anel "o-ring" de "viton" utilizado como correia não solta detritos e realiza a transmissão com baixo escorregamento, o que é bastante importante quando se deseja um rígido controle de velocidade, como no caso da obtenção de compostos a partir de dois ou mais alvos simples (co-deposição) [1], [2]. O movimento do suporte giratório se processa sem que ocorram oscilações perceptíveis, o que também é bem importante para se manter a distância entre alvo e substrato sempre constante. Temia-se pelos dois rolamentos utilizados, tendo em vista estes não serem de aço inox; no entanto, até o presente momento, nenhum dos dois apresentou qualquer sinal de oxidação, o que atribuímos ao fato de estarem envolvidos em graxa de silicone. Conforme projetado, é possível variar com facilidade a distância entre o alvo e os substratos numa faixa de 20 a 100 mm.

Em virtude de ainda não terem sido desenvolvidos o aquecedor do suporte dos substratos e o conjunto para movimentá-lo, não foi possível verificar a temperatura e a velocidade de rotação máximas do conjunto para rotação do suporte dos substratos. No entanto, com base nas especificações dos componentes deste conjunto, pode-se afirmar que os valores previstos no projeto (respectivamente, 160 °C e 20 RPM) serão alcançados.

### 5.1.2 Conjunto para Proteção dos Substratos

O conjunto para proteção dos substratos, descrito no item 3.3.2 deste trabalho, é usado durante a limpeza dos alvos antes de cada deposição, para impedir que as partículas contaminantes da superfície do alvo se depositem nos substratos.

O protetor, peça 23 deste conjunto (vide figura 3.7), que está sendo usado, com a forma de um setor de circunferência de 90°, tem sido suficiente até o momento, já que normalmente temos trabalhado com poucas lâminas dentro da câmara; no entanto, havendo necessidade de se utilizar um protetor maior, ou que permita acionamento externo à câmara, isto poderá ser feito, uma vez que o projeto prevê estas possibilidades.

1. A.J.Steckl, Anais da IV Oficina Bras. de Microeletrônica, 15(1983)
2. D.R.Nichols, J.Vac.Sci.Technol., 4, 771(1984)

### 5.1.3 Conjunto para Levantamento da Tampa da Câmara de Deposição

Tendo em vista que os substratos são colocados dentro da câmara de deposição através da sua tampa, e que esta é difícil de ser manipulada em virtude do peso, se fez necessário construir um conjunto para executar tal função. A descrição detalhada do conjunto para levantamento da tampa da câmara de deposição pode ser encontrada no item 3.3.3.

Este conjunto tem funcionado bem, de maneira bastante repetitiva; uma vez tendo regulado as velocidades de subida e descida da tampa, estas se mantêm estáveis, não tendo sido necessário até o momento nenhuma regulagem adicional. Portanto, está atendendo a contento os objetivos propostos.

### 5.1.4 Acoplador da Fonte DC

Conforme já mencionado na descrição do seu projeto (vide item 3.3.4), este conjunto foi construído visando prover o sub-sistema de alta-tensão de maior segurança e versatilidade.

A única falha ocorrida com este conjunto aconteceu na chave de onda, responsável pela interligação entre a fonte de alta tensão e os três alvos, em virtude da baixa resistência de isolamento de seus terminais. Isto acarretou uma alta corrente para terra, provocando a queima do fusível de proteção da fonte. Com a troca da chave de onda defeituosa, o problema foi sanado, não tendo ocorrido nenhum outro incidente.

Quando for adquirida uma fonte de RF para o sistema, este acoplador poderá continuar sendo utilizado, uma vez que os conectores da chave de onda são próprios para trabalhar com alta frequência. No entanto, como é usual, deverá ser acrescentado ao circuito "fonte-alvo" um casador de impedâncias, de forma a minimizar as perdas devido às ondas estacionárias.

### 5.1.5 Conjunto de Refrigeração dos Alvos

O conjunto de refrigeração dos alvos, cujo projeto está descrito no item 3.3.5, utilizando óleo naftênico como fluido refrigerante, vem



operando a contento o que tem garantido um bom funcionamento deste conjunto.

O fato do reservatório de óleo naftênico não ser hermético, permite que uma quantidade deste líquido se evapore ao longo do tempo; desta forma, periodicamente se faz necessário adicionar ao sistema a quantidade de óleo perdida por evaporação durante o período.

### 5.1.6 Instalação Elétrica

No item 3.3.6 deste trabalho, foi descrito o projeto de instalação elétrica do sistema, tendo sido apresentado o esquema elétrico de ligação de todo sistema.

Toda parte elétrica do sistema tem funcionado de maneira bastante satisfatória, não tendo ocorrido praticamente nenhum incidente que se possa destacar; a única exceção foi um problema com o fluxostato que em uma oportunidade não respondeu à queda do fluxo da água que refrigera a bomba difusora, o que ocasionou um sobreaquecimento desta bomba. No entanto, a bomba difusora possui um termostato para evitar problemas deste tipo, o qual desligou a alimentação elétrica da bomba, evitando danos.

## 5.2 Caracterização do Sistema de Deposição

Neste item será estudado o comportamento do sistema em função das diversas variáveis envolvidas no processo de deposição, incluindo o bombeamento do sistema.

### 5.2.1 Bombeamento do Sistema de Deposição

Conforme descrito nos itens 4.1 e 4.3.1, as medidas da pressão na câmara de deposição e no compartimento da bomba difusora (entre a armadilha fria e a válvula de alto-vácuo) foram feitas utilizando-se, respectivamente, um sensor à termopar e um sensor de ionização à catodo frio, tendo em vista as faixas de pressão a serem medidas.

Na figura 5.1 é apresentada a curva de bombeamento do sistema com a válvula de alto-vácuo fechada. Num tempo de aproximadamente 90 minutos alcança-se a pressão de  $3 \cdot 10^{-7}$  Torr, quando então a válvula é aberta para que se processe a evacuação da câmara de deposição. Nesta figura observa-se ainda que a pressão nestas condições pode chegar a  $2 \cdot 10^{-4}$  mTorr, para um tempo maior de bombeamento.

Na figura 5.2 é apresentada a curva de bombeamento da câmara quando a válvula de alto-vácuo é aberta. A pressão da câmara, no momento de abertura da válvula, é de aproximadamente 30 mTorr. Com aproximadamente uma hora de bombeamento, a câmara atinge a pressão de  $2 \cdot 10^{-6}$  Torr, quando, então, esta se encontra pronta para a admissão do gás de serviço.

Tanto os tempos de bombeamento do sistema, cerca de 3 horas, como as pressões finais alcançadas, na faixa de  $10^{-4}$  mTorr, podem ser consideradas adequadas às aplicações na deposição de filmes finos para dispositivos semicondutores, isto é, o tempo de espera é razoável para se atingir o vácuo desejado, e a pressão final garante a manutenção das condições de limpeza da câmara, antes e durante a deposição, essencial para a qualidade dos filmes obtidos. Pode-se também observar que os tempos de bombeamento crescem quando o sistema fica inativo e exposto à pressão atmosférica.

### 5.2.2 Taxa de Vazamento da Câmara

Na figura 5.3 é apresentada a taxa de vazamento da câmara na faixa de pressão de trabalho, medida conforme descrito no item 4.1. O valor é de aproximadamente 1 mTorr/min para a faixa de pressões entre 10 e 110 mTorr (a faixa de interesse é de 30 a 100 mTorr). Isto garante que com a válvula de admissão de argônio aberta de modo a se ter uma taxa de admissão igual a 150 mTorr/min (que para esta câmara cujo volume útil é 30 l, corresponde à um fluxo de 4,5 Torr.l/min), mantém-se uma alta relação argônio-contaminantes, conforme já foi discutido no item 4.1.

Observa-se uma forte dependência da taxa de vazamento (total) com as condições de limpeza da câmara de deposição, como era de se esperar, uma vez que ela depende da taxa de vazamento virtual que é função destas condições de limpeza. A curva da figura 5.3 apresenta valores típicos para o sistema em operação contínua. Nestas condições, a taxa de vazamento pode ser considerada num nível bastante bom para sistemas de deposição de filmes finos, estando de acordo com os

Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

padrões utilizados internacionalmente, conforme tivemos oportunidade de discutir com o Dr. J. Coburn, quando de sua visita a nosso

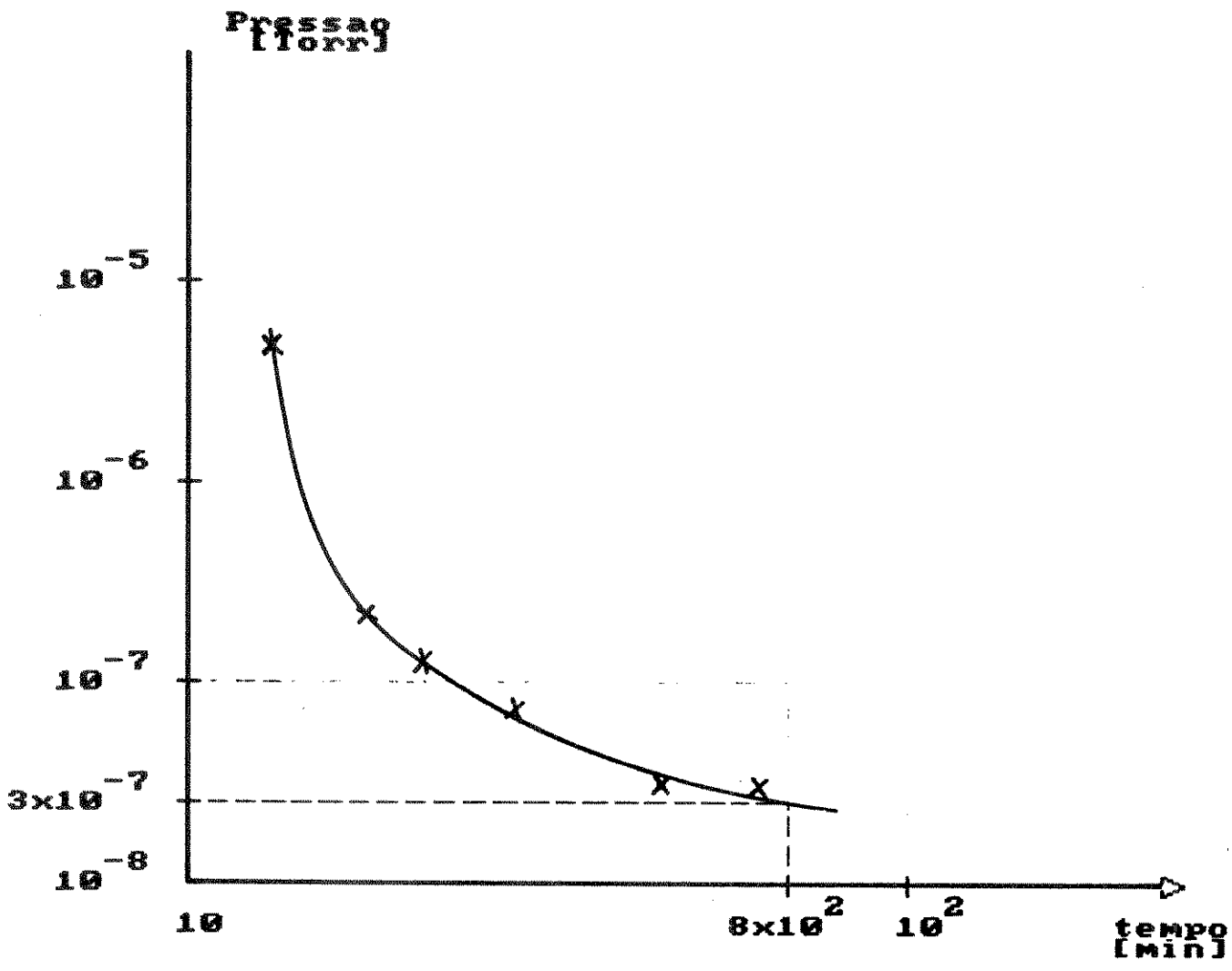


Figura 5.1. Curva de Bombeamento do Sistema com a Válvula de Alto Vácuo Fechada

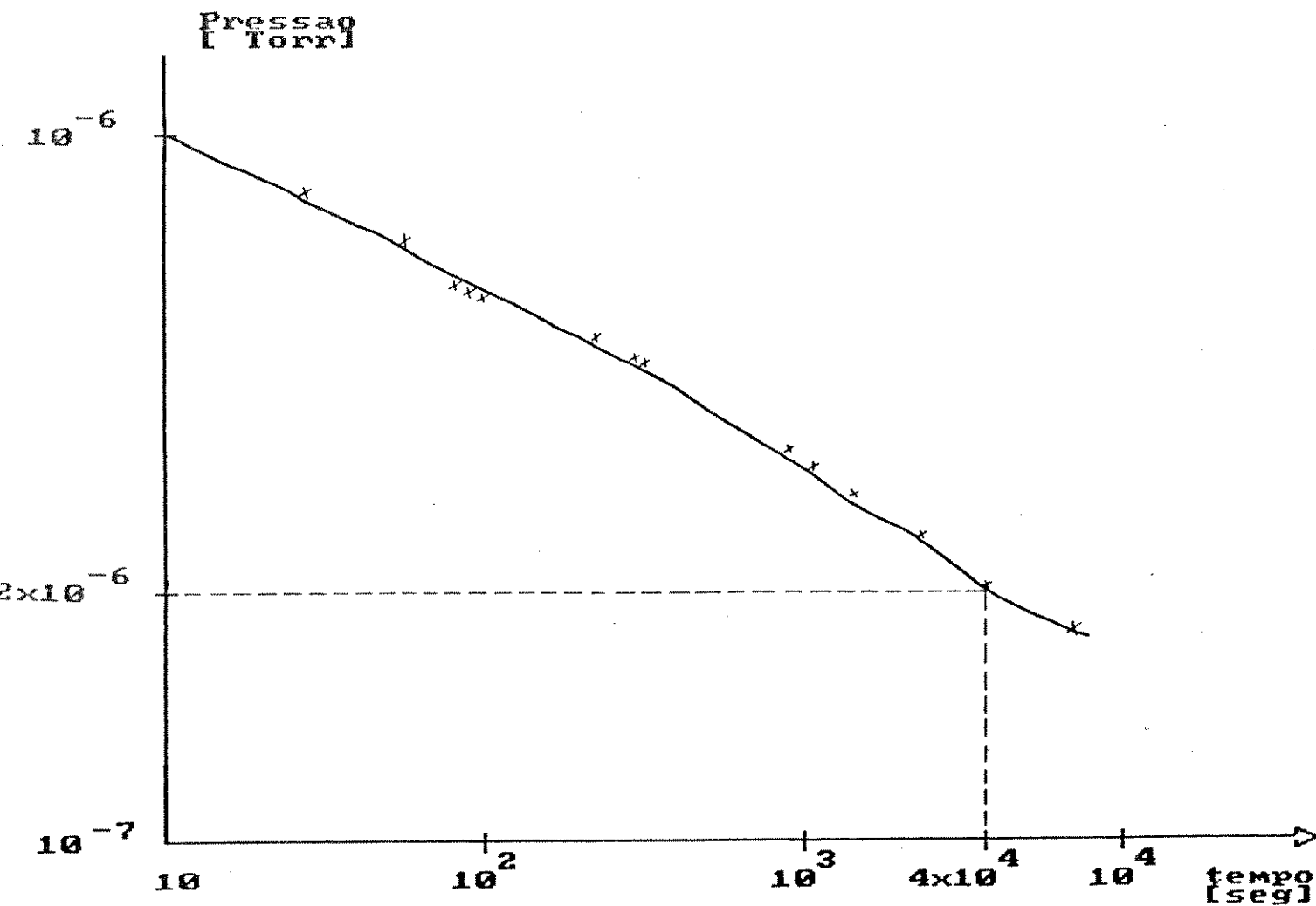


Figura 5.2. Curva de Bombeamento do Sistema com a Válvula de Alto Vácuo Aberta

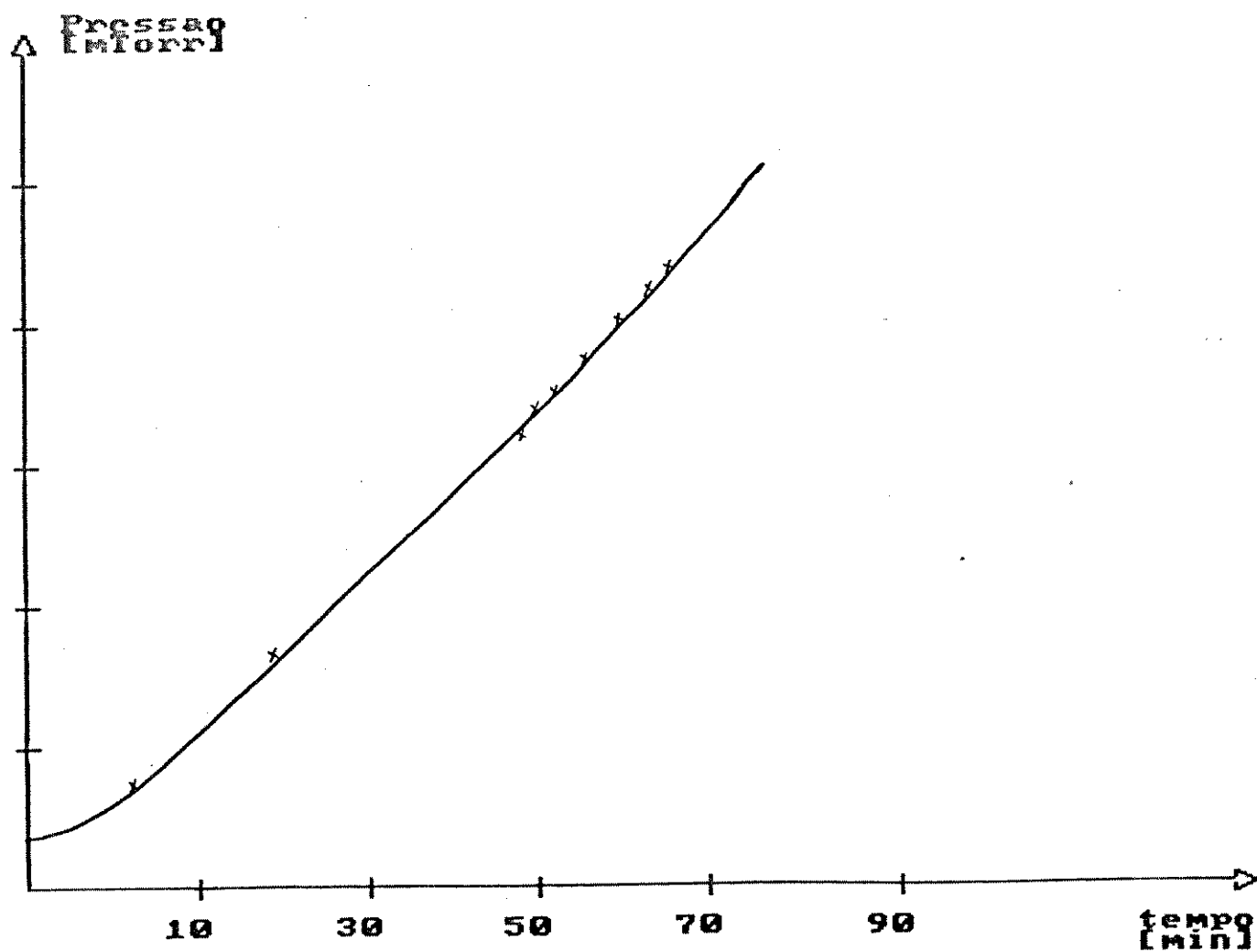


Figura 5.3. Taxa de Vazamento da Câmara de Deposição

laboratório [3]. Isto é de suma importância para a qualidade do filme obtido, já que elementos gasosos estranhos presentes na câmara podem se depositar alterando a composição do filme [4].

Com relação ao "acionador rotativo atmosfera-vácuo", seu desempenho é satisfatório, não tendo sido detectado nenhum vazamento de ar para a câmara quando de sua operação.

Conforme já mencionado no item 4.1, o controle da taxa de admissão de argônio é feito através de marcas de referência existentes no corpo da válvula de admissão. No entanto, depois de algumas deposições, a impedância ao fluxo de argônio oferecida pelo elemento filtrante aumenta em virtude das partículas nele acumuladas, provocando uma diminuição na taxa de admissão esperada. Para evitar este problema, aconselha-se a troca periódica do elemento filtrante, sendo que a periodicidade depende das condições gerais de limpeza do circuito de admissão de argônio.

Para as deposições reativas, nas quais utilizam-se outros gases de trabalho juntamente com o argônio, é recomendável a utilização de fluxômetros (mass flow meters) para se ter um bom controle do fluxo dos gases para a câmara. Tal instrumento não foi adquirido, tendo em vista seu custo elevado (pois o fluxo de gás para a câmara é muito baixo, não sendo detectado pelos fluxímetros convencionais).

### 5.2.3 Corrente de alvo

A corrente que flue para o alvo num sistema de pulverização catódica é uma soma da corrente de ions que o atinge e da corrente de eletrons que o abandona em direcção à fase gasosa (eletrons secundários). A importância da corrente iônica para o processo de deposição por pulverização catódica é bastante evidente, uma vez que o mecanismo de remoção das espécies do alvo envolve a transferência do momento mecânico destes ions para os átomos do alvo. Por outro lado, a corrente de eletrons secundários também desempenha um papel fundamental neste processo, uma vez que é a colisão dos eletrons com as partículas presentes na fase gasosa o principal mecanismo de ionização que sustenta a descarga luminescente.

3. M.A.Silveira e A.P.Mammana, "Relatório de Progresso PJ 037 - 1º trimestre/1985", Setor de Documentação LEE/FEC/UNICAMP, março de 1985.

4. L.T.Lamont, J.Vac.Sci.Technol. 10, 251(1973)

Pelo exposto no parágrafo anterior, pode-se avaliar a importância da corrente de alvo neste método de deposição e, como está relacionada com todos os demais parâmetros do processo, ela pode ser tomada como uma figura de mérito na caracterização do desempenho do sistema. Daí a importância de estudar seu comportamento em função dos demais parâmetros de deposição.

Sabe-se que o coeficiente de emissão de elétrons secundários ( $\beta_i$ ) depende das condições da superfície do alvo, conforme visto no capítulo 2. Desta forma, no início do bombardeamento do alvo, quando suas primeiras camadas atômicas estão contaminadas pela exposição à atmosfera, a corrente de alvo tem um valor maior que a corrente em regime. Observou-se que a variação da corrente, embora dependente de alguns fatores (notadamente das condições de limpeza da câmara de deposição e do tempo de exposição do alvo à pressão atmosférica), é em média de 10% do seu valor inicial, e o tempo para atingir a condição de regime gira em torno de 10 minutos, dependendo da pressão na câmara. Observou-se, também, que o tempo para atingir a condição de regime é ligeiramente superior para o alvo de silício, o que pode ser explicado pelo fato da corrente de alvo para o silício ser menor que a corrente para o tântalo. Pelo que foi aqui exposto, optamos por iniciar a deposição propriamente dita, após 15 minutos de limpeza do alvo (pré-bombeamento).

Usando-se as técnicas descritas no capítulo 4, mediu-se o comportamento da corrente do alvo em regime, como função dos diversos parâmetros que nela influem, a saber, tensão do alvo, pressão na câmara de deposição, material do alvo, distância alvo-substrato e blindagem do alvo. A seguir são apresentados e analisados os resultados obtidos para a corrente de alvo em regime.

#### 5.2.3.1 Comportamento da Corrente de Alvo com a Tensão de Alvo e com a Pressão na Câmara

A tensão do alvo foi medida conforme descrito no item 4.3.2.2., para pressões entre 25 mTorr e 100 mTorr, usando-se alvo de silício e a blindagem original, fixando-se a distância entre alvo e substrato em 25 mm e 45 mm. As tensões foram variadas até -1600 V, que é o limite imposto pela fonte de tensão. As figuras 5.4 e 5.5 ilustram o comportamento da família de curvas  $[I_a \times V_a]_{Pc}$ , para distância entre alvo e substrato igual a 45 mm e 25 mm, respectivamente. A figura 5.6 ilustra o comportamento da família de curvas  $[I_a \times P_c]_{V_a}$ , para distância entre alvo e substrato igual a 45 mm.

**CORRENTE DE ALVO**  
**X**  
**TENSÃO DE ALVO**

Alvo de silício  
Blindagem Original  
D=45 mm

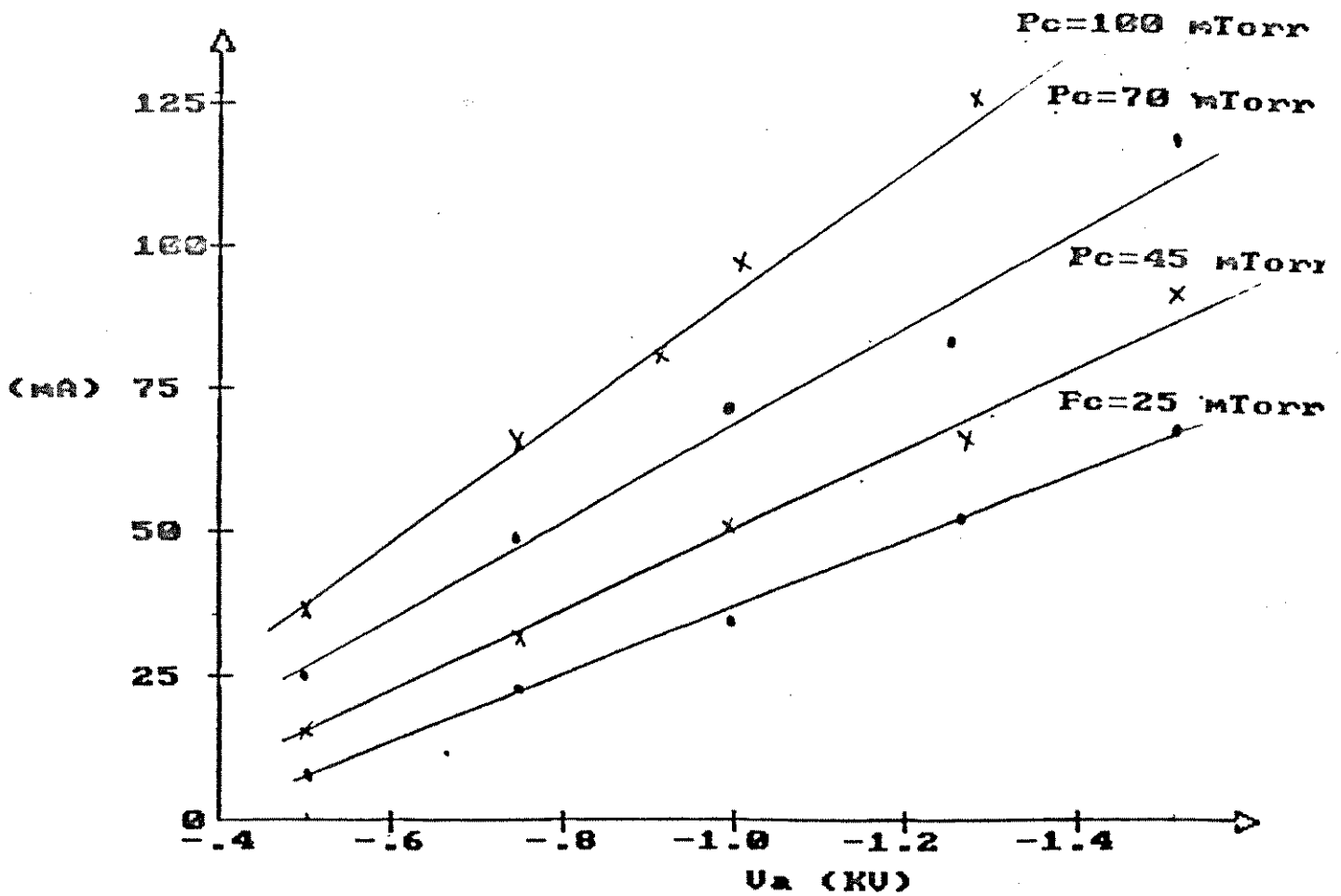


Figura 5.4. Corrente de Alvo como Função da Tensão de Alvo  
(Distância Alvo-Substrato= 45 mm)



**CORRENTE DE ALVO**  
**X**  
**TENSAO DE ALVO**

Alvo de silício  
Blindagem Original  
D=25 mm

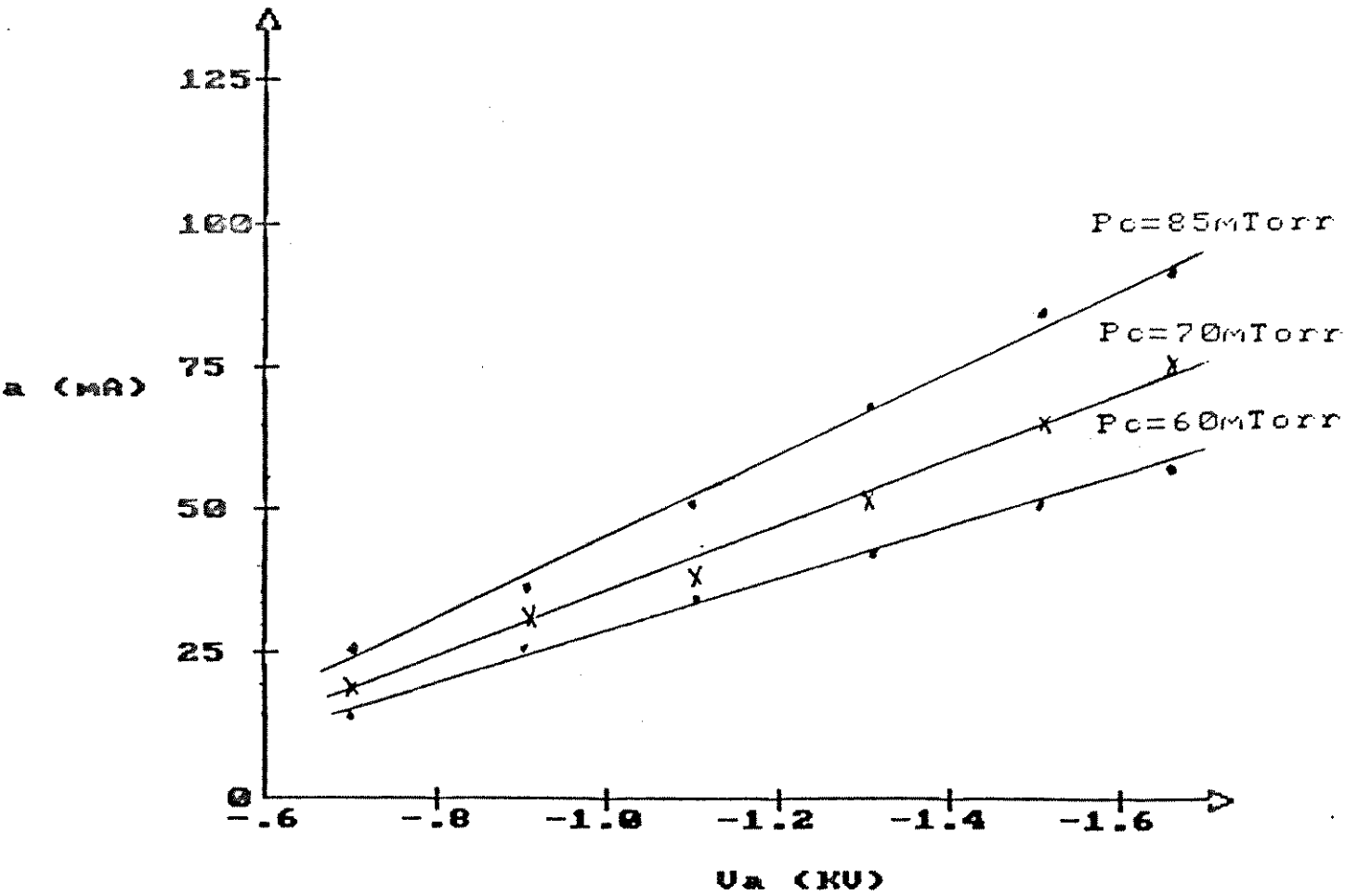


Figura 5.5. Corrente de Alvo como Função da Tensão de Alvo  
(Distância Alvo-Substrato= 25 mm)

### CORRENTE DE ALVO X PRESSAO NA CAMARA

Alvo de silício  
Blindagem Original  
D= 45 mm

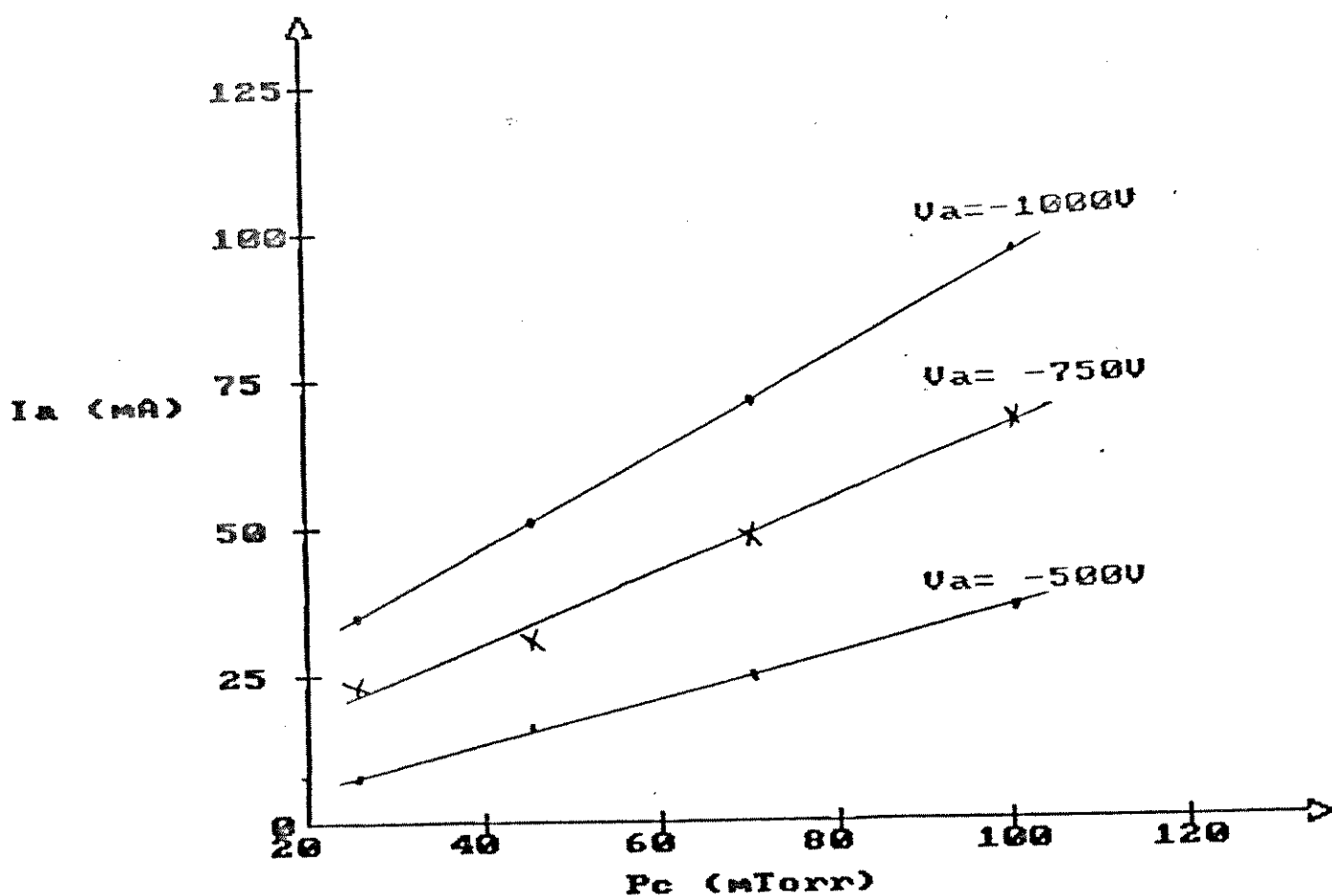


Figura 5.6 Corrente de alvo como função da pressão na câmara

As figuras 5.4 e 5.5 mostram que na faixa de tensões medidas a relação entre a corrente e a tensão de alvo é linear, sendo o coeficiente angular das retas crescente com a pressão na câmara. Para tensões menores que 500 V esta relação apresentou um comportamento não linear, não tendo sido, no entanto, estudado por não apresentar interesse prático. Estes resultados por nós obtidos estão de acordo com o observado por outros autores que também encontraram um comportamento ôhmico para o plasma numa faixa de tensão, com a resistência do plasma diminuindo quando a pressão aumenta. O resultado obtido por Key e colaboradores [5] é apresentado na figura 5.7.

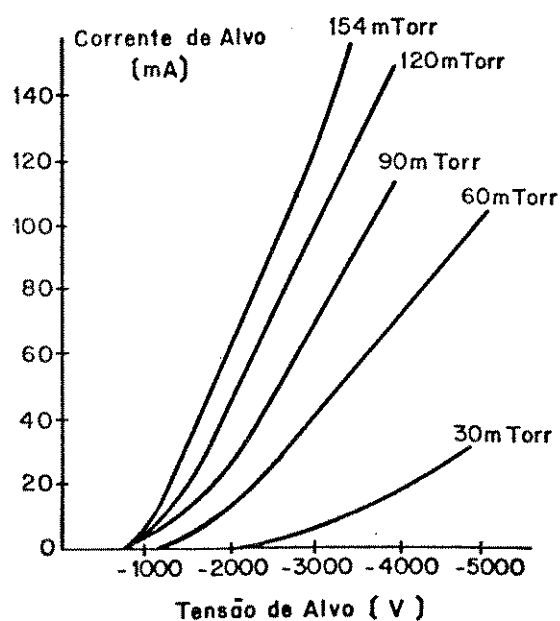


Figura 5.7. Corrente de Alvo como Função da Tensão de Alvo [5.5]

A figura 5.6 mostra que a corrente de alvo cresce linearmente com a pressão na câmara, refletindo o crescimento da densidade de ionização do plasma em virtude do aumento da probabilidade de colisões entre as

5. B.Chapman, Glow Discharge Processes, John Wiley & Sons, N.Y., p.189 (1980).

partículas. Isto ocorre uma vez que o caminho livre médio das partículas diminui linearmente com o aumento da pressão. Este resultado confirma o que foi apresentado por outros autores, entre os quais o obtido por Glang para alvo de molibdênio, tensão de alvo igual a 3.000 V e distância entre alvo e substrato igual a 32 mm [6].

### 5.2.3.2 Influência da Distância Alvo-Substrato

Na figura 5.8 são apresentadas duas curvas  $I_{ax}V_a$  obtidas com alvo de silício, blindagem original e pressão na câmara igual a 70 mTorr; uma curva foi obtida com a distância alvo-substrato igual a 45 mm, e a outra curva com esta distância igual a 25mm.

O aumento da corrente de alvo com a distância entre alvo e substrato, ilustrado na figura 5.8, reflete o aumento da densidade de ionização da fase gasosa, decorrente do aumento do número de choques sofridos pelos elétrons secundários emitidos pelo alvo.

### 5.2.3.3 Influência do Alvo

A corrente de alvo para dois diferentes materiais (tântalo e silício) foi estudada medindo-se seu valor em função da pressão na câmara, mantendo-se a distância entre alvo e substrato igual a 25 mm, a tensão de alvo igual a 1.500 V e utilizando-se a blindagem original, conforme ilustrado na figura 5.9 .

A maior corrente observada para o alvo de tântalo em toda a faixa de pressões investigada é atribuída à maior emissão de elétrons secundários por este material em relação ao silício, para a tensão de alvo utilizada (-1.500 V). Este resultado está de acordo com o que foi observado por Winters e colaboradores [7], particularmente os 21 % a mais para o tântalo, obtidos por nós na pressão de 70 mTorr, comparável aos 29 % obtidos por estes autores, na mesma pressão e com o mesmo gás de trabalho, porém com tensão de -2.000 V e espaçamento entre alvo e substrato de 40 mm. Esta emissão de elétrons proporcionalmente maior, explica também o maior coeficiente angular da curva obtida com o alvo de tântalo em relação ao silício.

6. L.I. Maissel and R. Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw Hill, N.Y., p.4-18 (1970).

7. H.F. Winters, J.W. Coburn and E. Kay, J. Appl. Phys. 48(12), pp.4973-4983(1977)

**CORRENTE DE ALVO**  
**X**  
**TENSAO DE ALVO**

Alvo de silício  
Blindagem Original  
 $P_0 = 70 \text{ mTorr}$

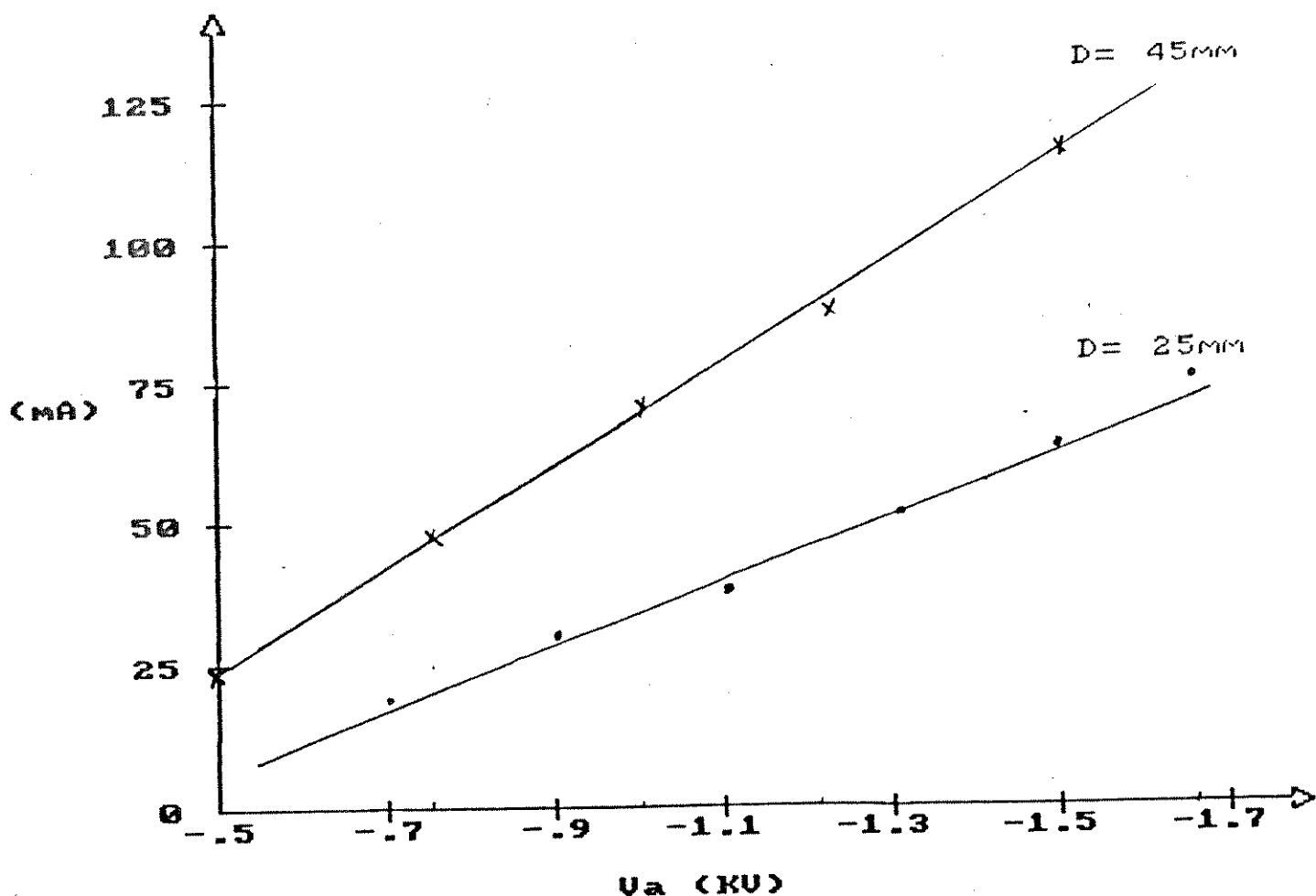


Figura 5.8. Corrente de Alvo como Função da Tensão de Alvo (para diferentes distâncias alvo-substrato)

CORRENTE DE ALVO  
X  
PRESSAO NA CAMARA

$U_a = -1500v$   
Blindagem Original  
 $D = 25 \text{ mm}$

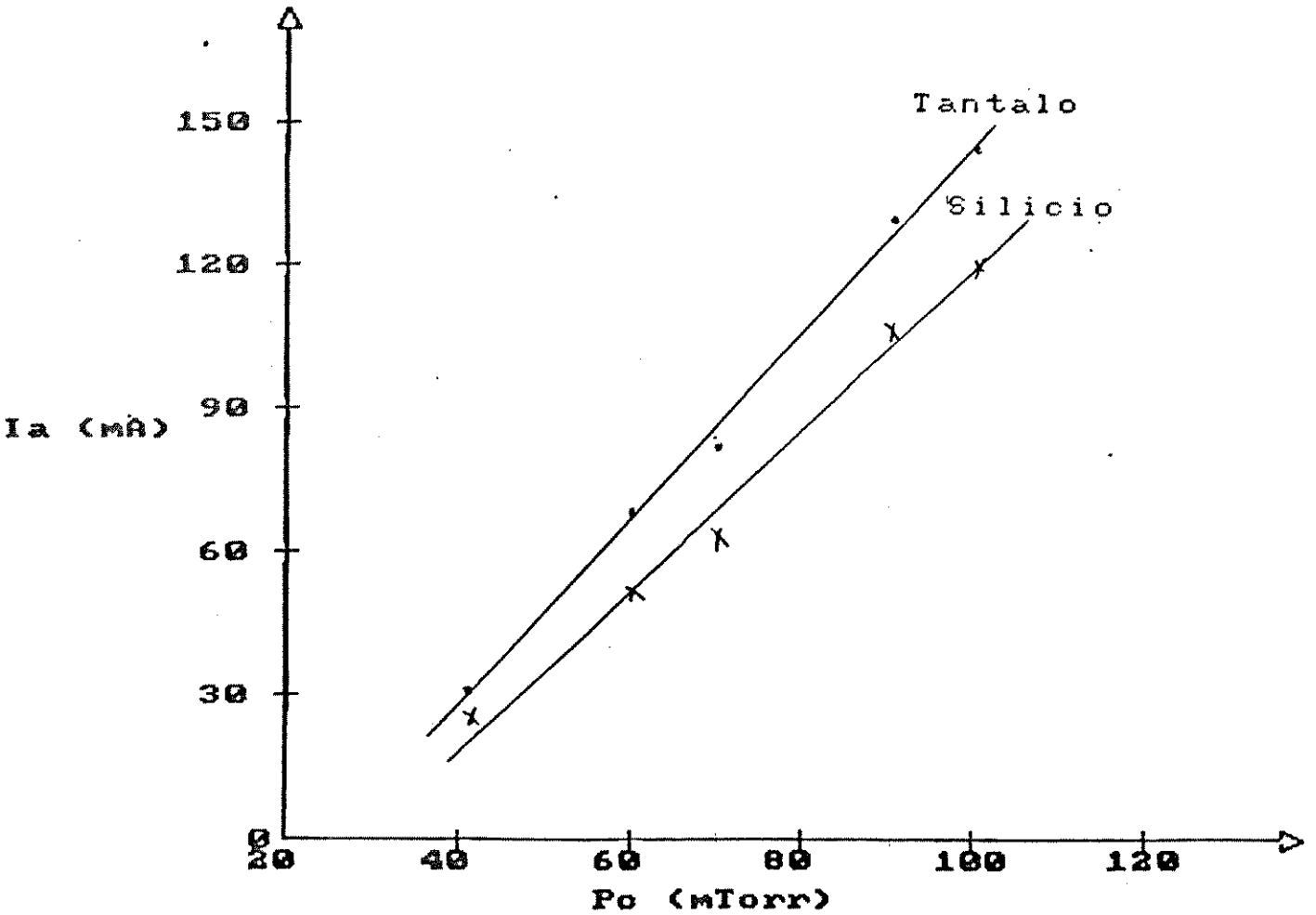


Figura 5.9. Corrente de Alvo como Função da Pressão na Câmara (para diferentes alvos)

Estudou-se também a corrente de alvo em função da tensão de alvo para os dois materiais. Na figura 5.10 é apresentado o resultado obtido mantendo-se a distância entre alvo e substrato igual a 25 mm, a pressão na câmara igual a 60 mTorr e utilizando-se a blindagem original.

A figura 5.10 mostra que para tensões de alvo maiores que -900 V a corrente para o tântalo é maior que para o silício, sendo que abaixo deste valor a situação se inverte; este mesmo comportamento foi observado para a pressão na câmara igual a 90 mTorr. Esses resultados levam-nos a suspeitar que o coeficiente de emissão de eletrons secundários do tântalo deve superar o do silício nas tensões acima de 900 V, sendo inferior na faixa de tensões abaixo deste valor. Infelizmente os valores do coeficiente de emissão de eletrons secundários (para impacto com ions de argônio) para esses materiais, reproduzidos na tabela I [8], são incompletos para a faixa de tensões estudada.

Tabela I

Coeficiente de Emissão de Eletrons Secundários  
para Impacto com Ions de Argônio [8]

Material	Energia do Ion de Argônio		
	10 eV	100 eV	1000 eV
Silício (100)	0,024	0,027	0,039
Tântalo	0,009	0,015	-----

#### 5.2.3.4 Influência da Blindagem do Porta-Alvo

O papel da blindagem foi estudado medindo-se a corrente de alvo em função da pressão na câmara para as duas geometrias disponíveis, isto é, apenas a blindagem original e esta com o anel suplementar. Na

8. B.Chapman, Glow Discharge Processes, John Wiley & Sons, N.Y., pp.135-147 (1980).

### CORRENTE DE ALVO X TENSÃO DE ALVO

$P_0 = 60 \text{ mTorr}$   
Blindagem Original  
 $D = 25 \text{ mm}$

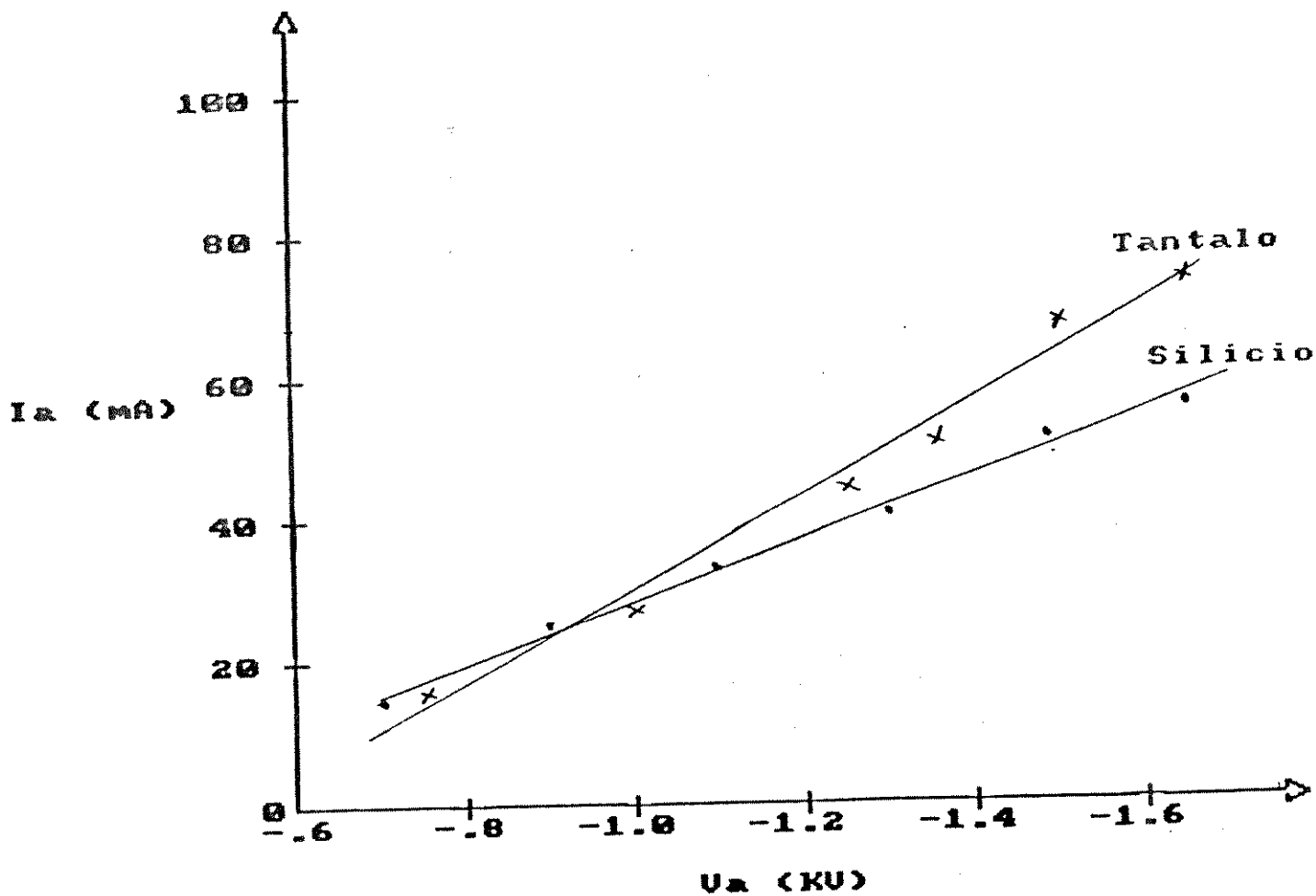


Figura 5.10. Corrente de Alvo como Função da Tensão do Alvo (para diferentes alvos)



figura 5.11 são apresentadas as duas curvas  $I_{ax}P_c$  obtidas com alvo de silício, tensão do alvo igual a  $-1000$  V e distância alvo-substrato igual a  $45$  mm; na figura 5.12 são apresentadas outras duas curvas  $I_{ax}P_c$ , obtidas com alvo de tântalo, tensão de alvo igual a  $-1.500$  V e distância alvo-substrato igual a  $25$ mm.

Nas duas figuras anteriormente mencionadas, obtidas em condições diferentes de deposição, constata-se o mesmo comportamento da curva  $I_{ax}P_c$ , ou seja, a corrente de alvo e o coeficiente angular das curvas obtidas com a blindagem original são maiores que as das curvas obtidas com a outra blindagem. Esse comportamento permite-nos entender que a introdução do anel suplementar implica na redução da área bombardeada do alvo, uma vez que ele impede que os íons atinjam a região periférica do alvo onde, como já mencionado no capítulo 2, é maior o bombardeamento e mais eficaz em virtude da incidência mais rasante.

#### 5.2.4 Uniformidade de Espessura do Filme Depositado

A uniformidade de espessura do filme depositado é um parâmetro de suma importância, principalmente para aplicações que utilizam substratos de áreas relativamente grandes, como é o caso das matrizes ativas de transistores de filme fino. A uniformidade de espessura foi avaliada através do método de medida descrito no item 4.3.2.4 deste trabalho, o qual está baseado na medida da resistência pelicular ao longo do filme depositado (que é função da espessura do filme).

Estudou-se a variação da uniformidade de espessura dos filmes de tântalo com a variação da pressão na câmara de deposição, da distância alvo-substrato e da blindagem do alvo. O diâmetro do alvo é outro parâmetro que influencia fortemente a uniformidade do filme obtido, difícil no entanto de ser estudado experimentalmente quando não se dispõe de alvos com diferentes dimensões. Assumindo-se no entanto, que a emissão de partículas é uniforme ao longo do alvo e obedece a uma lei cosseínodal, e desprezando-se o espalhamento pela fase gasosa, pode-se calcular a distribuição radial de partículas no substrato em função do diâmetro do alvo e da distância entre alvo e substrato [9], [10].

9. F. Turner, "Sputtering Systems", presented at Varian Associates' 12th Annual Technology Seminar, Palo Alto, California, June 5, 1974, (VR-89)

10. L.I. Maissel and R. Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill, N.Y., p.4-14 (1970).

**CORRENTE DE ALVO  
X  
PRESSAO NA CAMARA**

Alvo de silício  
 $U_a = -1000 \text{ V}$   
 $D = 45 \text{ mm}$

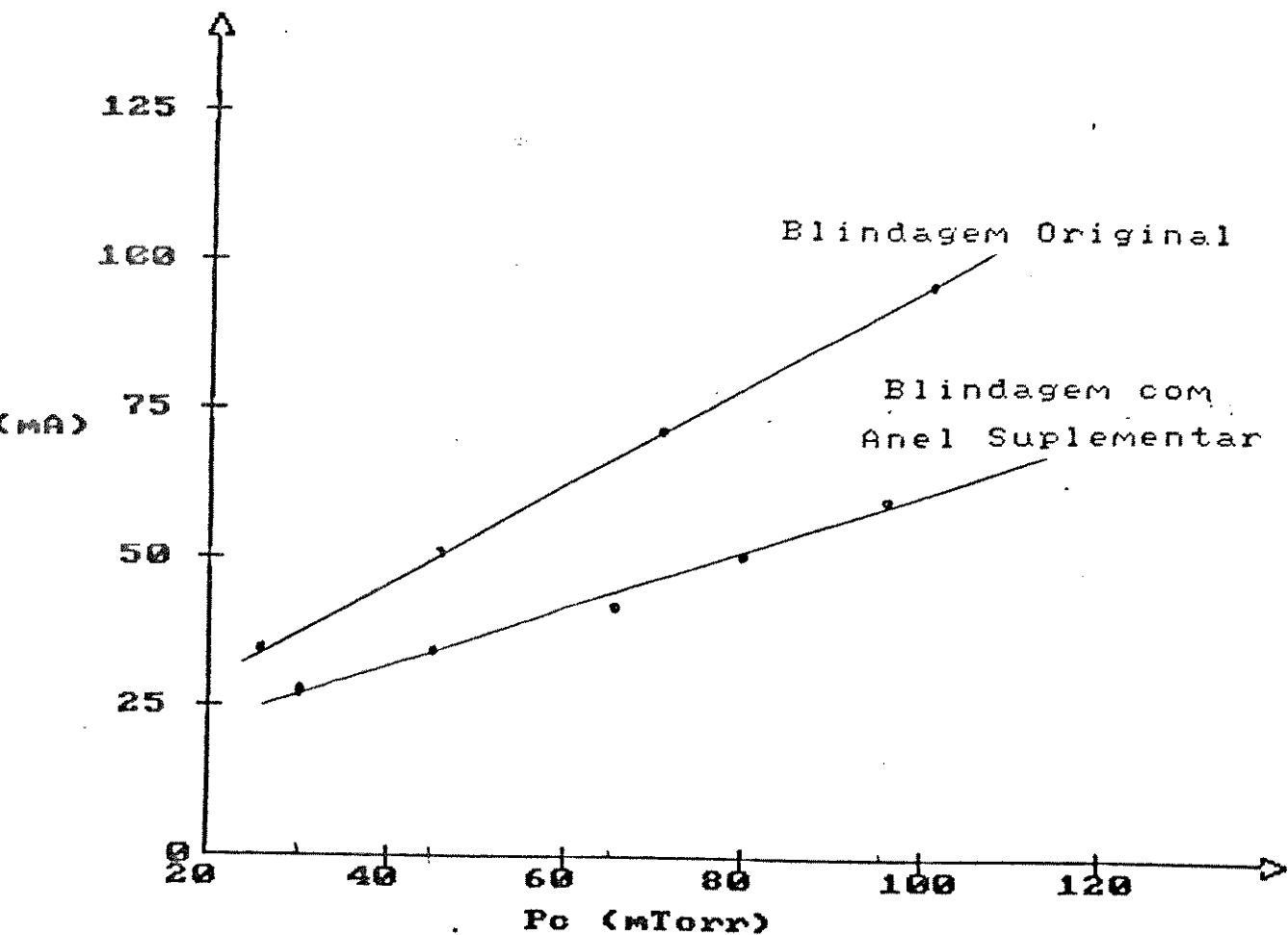


Figura 5.11. Corrente de Alvo como Função da Pressão na Câmara (para diferentes blindagens)

### CORRENTE DE ALVO X PRESSÃO NA CÂMARA

Alvo de tantalato  
 $U_a = -1500 \text{ V}$   
 $D = 25 \text{ mm}$

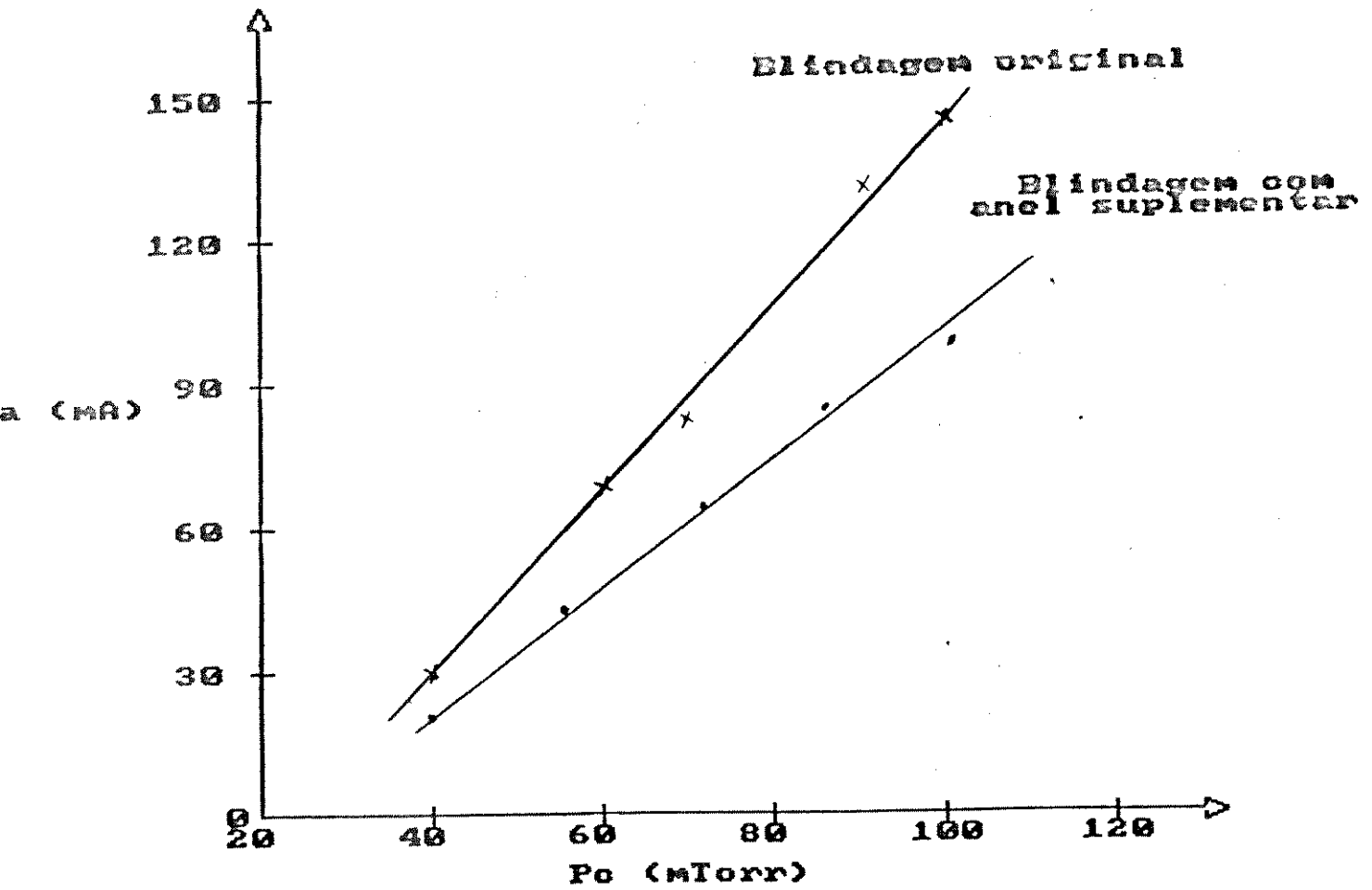


Figura 5.12. Corrente de Alvo como Função da Pressão na Câmara (para diferentes blindagens)

A variação da uniformidade de espessura para o filme de silício não foi estudada. Sabe-se que o material do alvo influencia também a uniformidade do filme depositado, mas de forma bem menor que os outros parâmetros mencionados (pressão, distância entre eletrodos, blindagem e diâmetro do alvo). Em seu trabalho [11], Hajzak encontrou que a mesma uniformidade de espessura obtida para o filme de cobre é reproduzida para o filme de alumínio simplesmente aumentando a distância entre alvo e substrato.

#### 5.2.4.1 Influência da Blindagem do Alvo

A influência da blindagem do alvo na uniformidade de espessura dos filmes depositados pode ser avaliada através da figura 5.13, cujas curvas foram obtidas com o alvo de tântalo, fixando-se a pressão em 70 mTorr e a distância entre alvo e substrato em 25 mm. Com a utilização da blindagem original a uniformidade de espessura foi de  $\pm 3,5\%$  ao longo de substratos de 50 mm (espessura na periferia igual a aproximadamente 93 % da espessura no centro do substrato), enquanto que com o anel suplementar esta uniformidade é de  $\pm 10\%$  (espessura na periferia igual a 80 % da espessura no centro); para substratos de diâmetros maiores a diferença é ainda mais pronunciada (p.e., para diâmetros de 75 mm as uniformidades são  $\pm 10\%$  e  $\pm 34\%$ , respectivamente para a blindagem original e com anel suplementar).

O resultado ilustrado na figura 5.13 demonstra a importância da contribuição da região da borda do alvo na uniformidade do filme depositado. Como visto no capítulo 2, na borda do alvo é maior a densidade da corrente iônica, sendo que a incidência dos ions é mais rasante que nas outras regiões do alvo (o que favorece o rendimento no processo de remoção de espécies). Desta forma a densidade de partículas ejetadas da borda é maior que nas outras regiões do alvo. Com o anel suplementar evita-se que a região da borda do alvo seja atingida; já com a blindagem original a região da borda do alvo é atingida, e as espécies ejetadas em excesso desta região irão se depositar nas regiões do substrato mais afastadas do centro, contribuindo para uma melhor uniformidade do filme depositado ao longo do substrato.

UNIFORMIDADE DE ESPESSURA PARA DIFERENTES  
BLINDAGENS UTILIZADAS

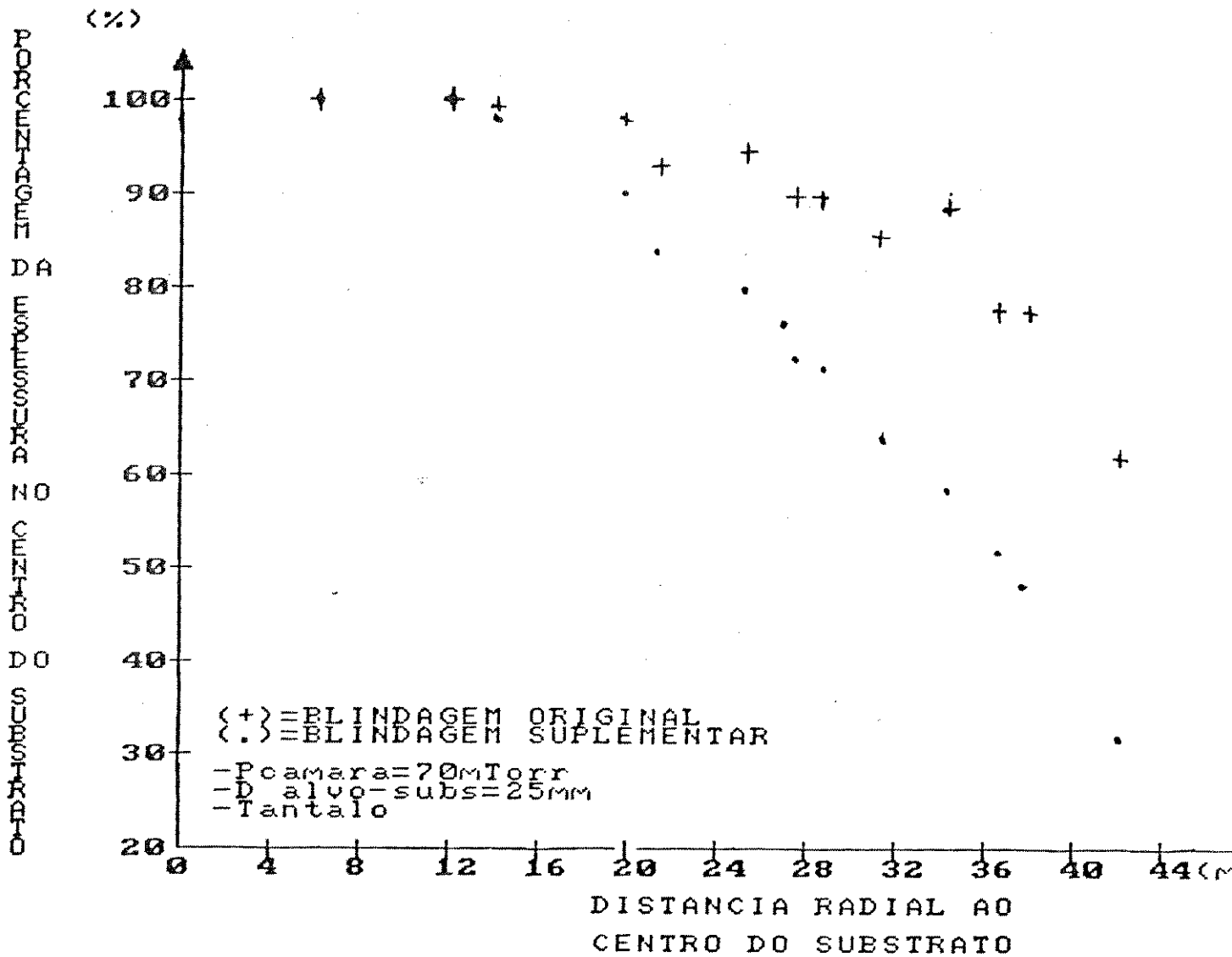


Figura 5.13. Uniformidade de Espessura como Função da Distância Radial ao Centro do Substrato (para diferentes blindagens)

Para a distância de 45 mm entre alvo e substrato a diferença na uniformidade obtida para as duas blindagens é menos acentuada, como pode ser observado na figura 5.14. Atribue-se este fato ao maior espalhamento sofrido pelas espécies ejetadas do alvo ao atravessar a fase gasosa.

#### 5.2.4.2 Influência da Distância Alvo-Substrato

A figura 5.15 contribui para a análise da influência da distância entre alvo e substrato na uniformidade de espessura ao mostrar três curvas obtidas para o alvo de tântalo com a blindagem original, à pressão de 70  $\mu$ Torr, para três distâncias alvo substrato, 20, 25 e 45 mm. A análise dessa figura confirma ser a uniformidade de espessura muito sensível à variação da distância entre alvo e substrato; quando ela é muito grande, o filme é mais espesso no centro do substrato, e quando ela é muito pequena, o filme é mais espesso em suas bordas. Esse comportamento ocorre normalmente em todos os sistemas de pulverização catódica [11], refletindo o efeito na borda do alvo, mencionado no item anterior.

Conforme pode-se verificar na figura 5.15, o valor ótimo para a distância entre alvo e substrato no que se refere à uniformidade de espessura dos filmes de tântalo para esta geometria do sistema (blindagem original e alvo de 100 mm de diâmetro) é 25 mm. Nestas condições, e com a pressão na câmara igual a 70  $\mu$ Torr, consegue-se uniformidades de  $\pm 3,5\%$  em substratos com diâmetro de 50 mm (2").

#### 5.2.4.3 Influência da Pressão na Câmara

O papel da pressão na uniformidade de espessura das camadas depositadas é ilustrada pelas figuras 5.16 e 5.17. As curvas apresentadas nestas duas figuras foram obtidas com alvo de tântalo e com a blindagem original, sendo 25 mm e 45 mm a distância entre alvo e substratos, para as figuras 5.16 e 5.17 respectivamente.

Nas duas figuras mencionadas anteriormente, observa-se que com o aumento da pressão na câmara a uniformidade de espessura do filme obtido decresce, confirmando o que havia sido observado por Schwartz et alii [12], ao determinar experimentalmente que a relação entre a densidade de espécies ejetadas pela periferia do alvo (e que alcançam

UNIFORMIDADE DE ESPESSURA PARA DIFERENTES  
BLINDAGENS UTILIZADAS  
(D=45mm)

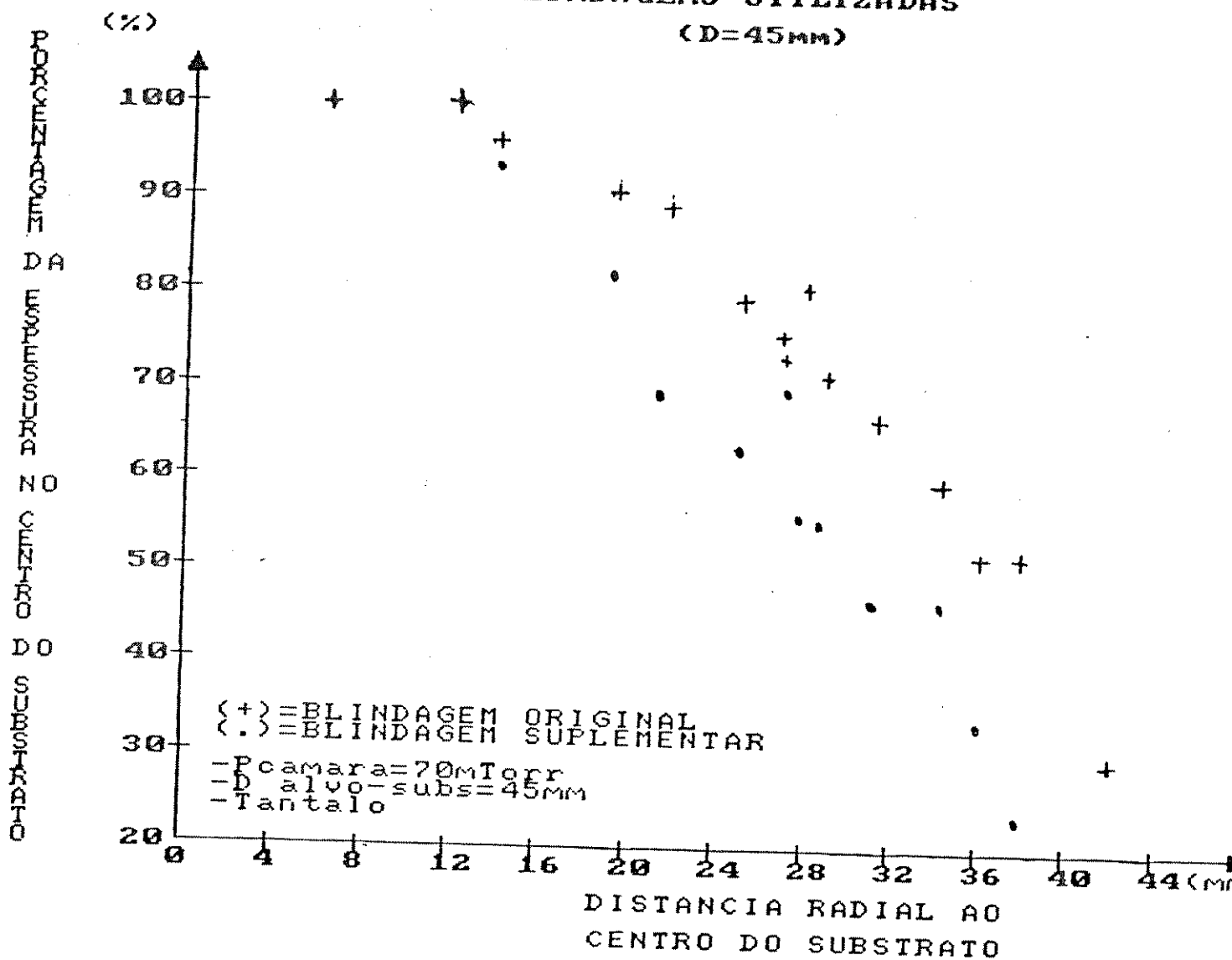


Figura 5.14. Uniformidade de Espessura como Função da Distância Radial ao Centro do Substrato (para diferentes blindagens)

### UNIFORMIDADE DE ESPESSURA PARA DIFERENTES DISTANCIAS ALVO-SUBSTRATO

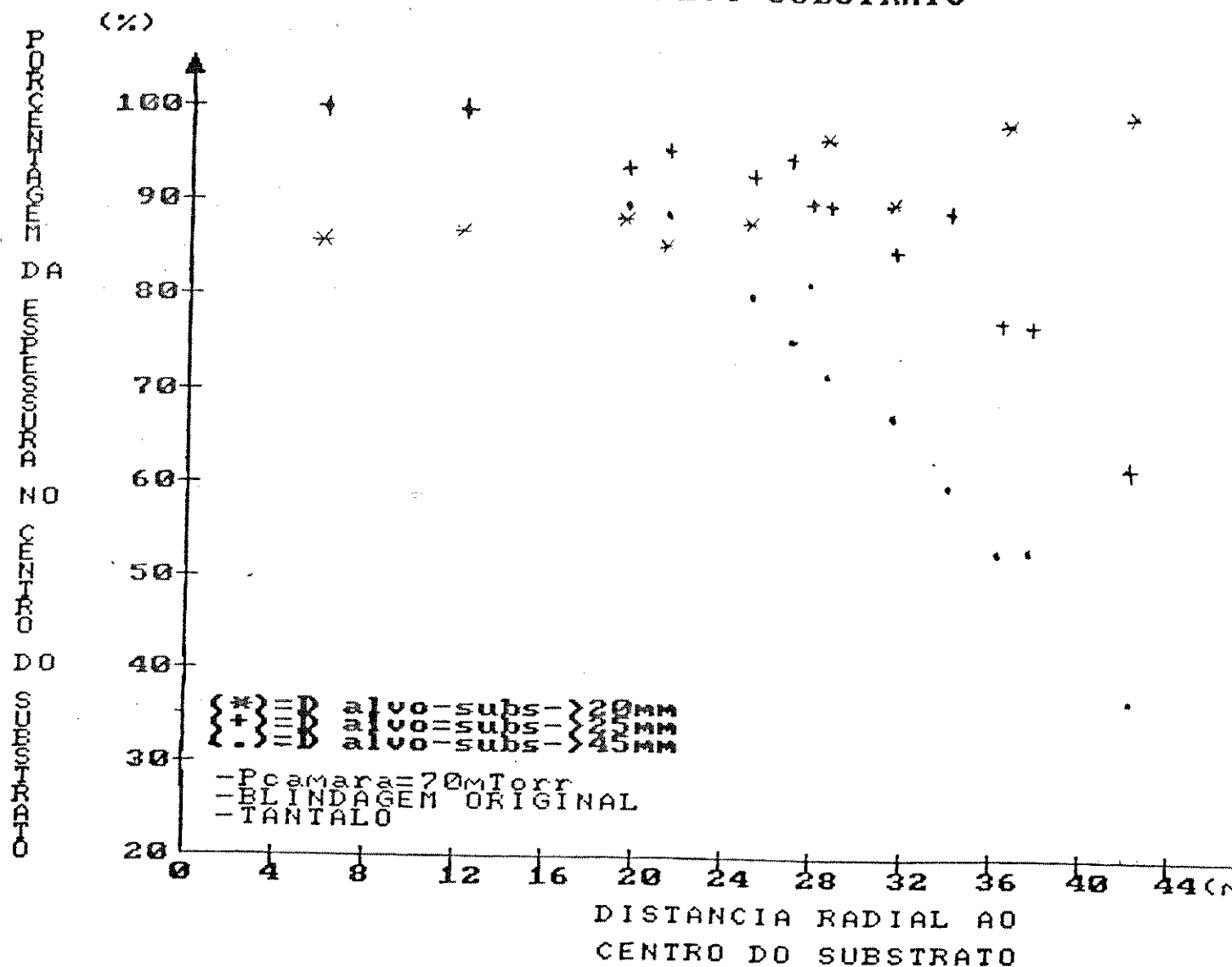


Figura 5.15. Uniformidade de Espessura como Função da Distância Radial ao Centro do Substrato (para diferentes distâncias alvo-substrato)



o substrato), e a densidade de espécies ejetadas pelas demais regiões do alvo (e que, igualmente, chegam ao substrato), decresce com a pressão, conforme se limitou a registrar.

Acreditamos que a razão deste comportamento da uniformidade de espessura com a pressão seja a maior randomização das espécies ejetadas do alvo como consequência do aumento das colisões com as partículas presentes na fase gasosa, à exemplo do que ocorre com distâncias entre alvo e substrato maiores.

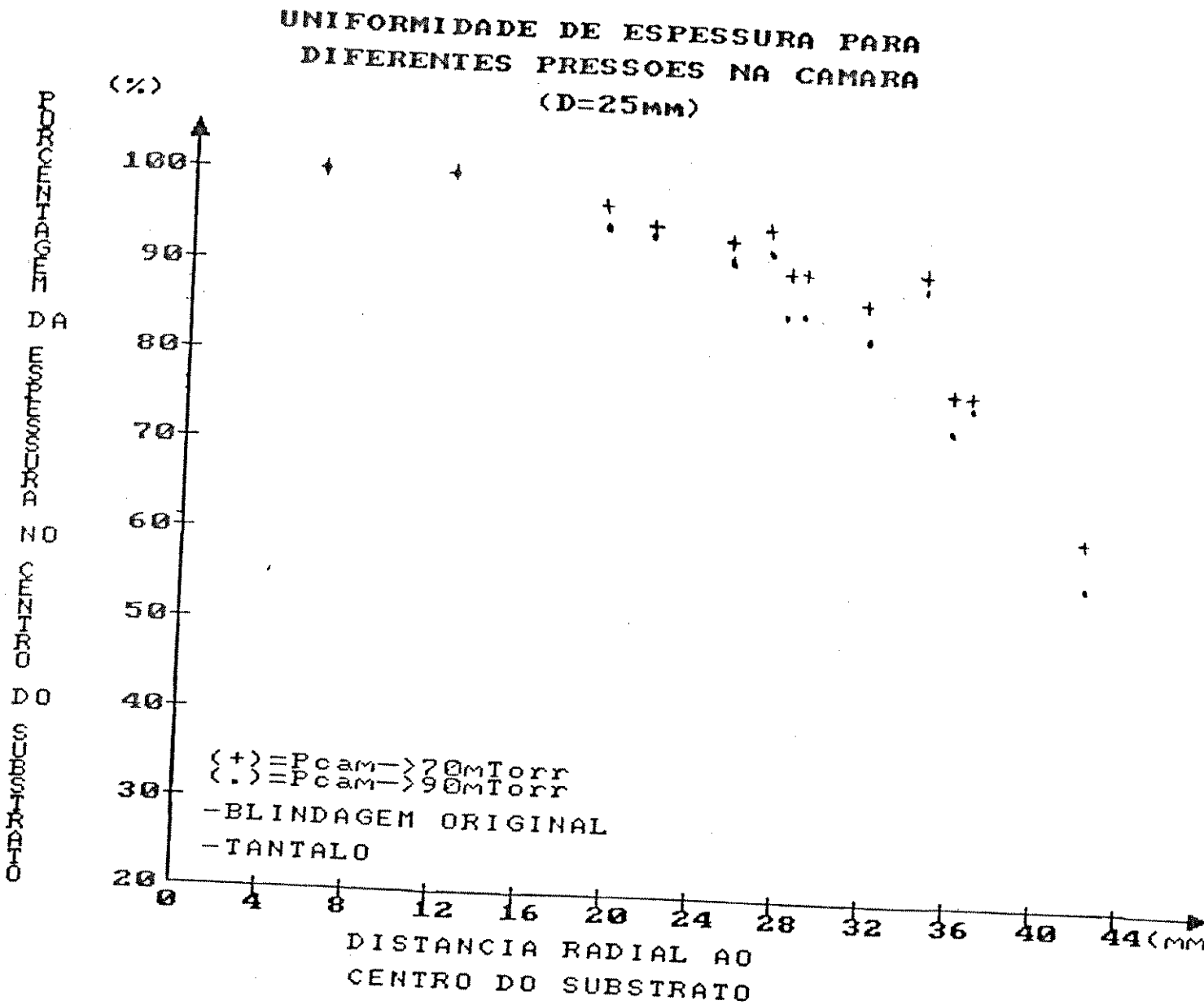


Figura 5.16. Uniformidade de Espessura como Função da Distância Radial ao Centro do Substrato (para diferentes pressões na câmara)

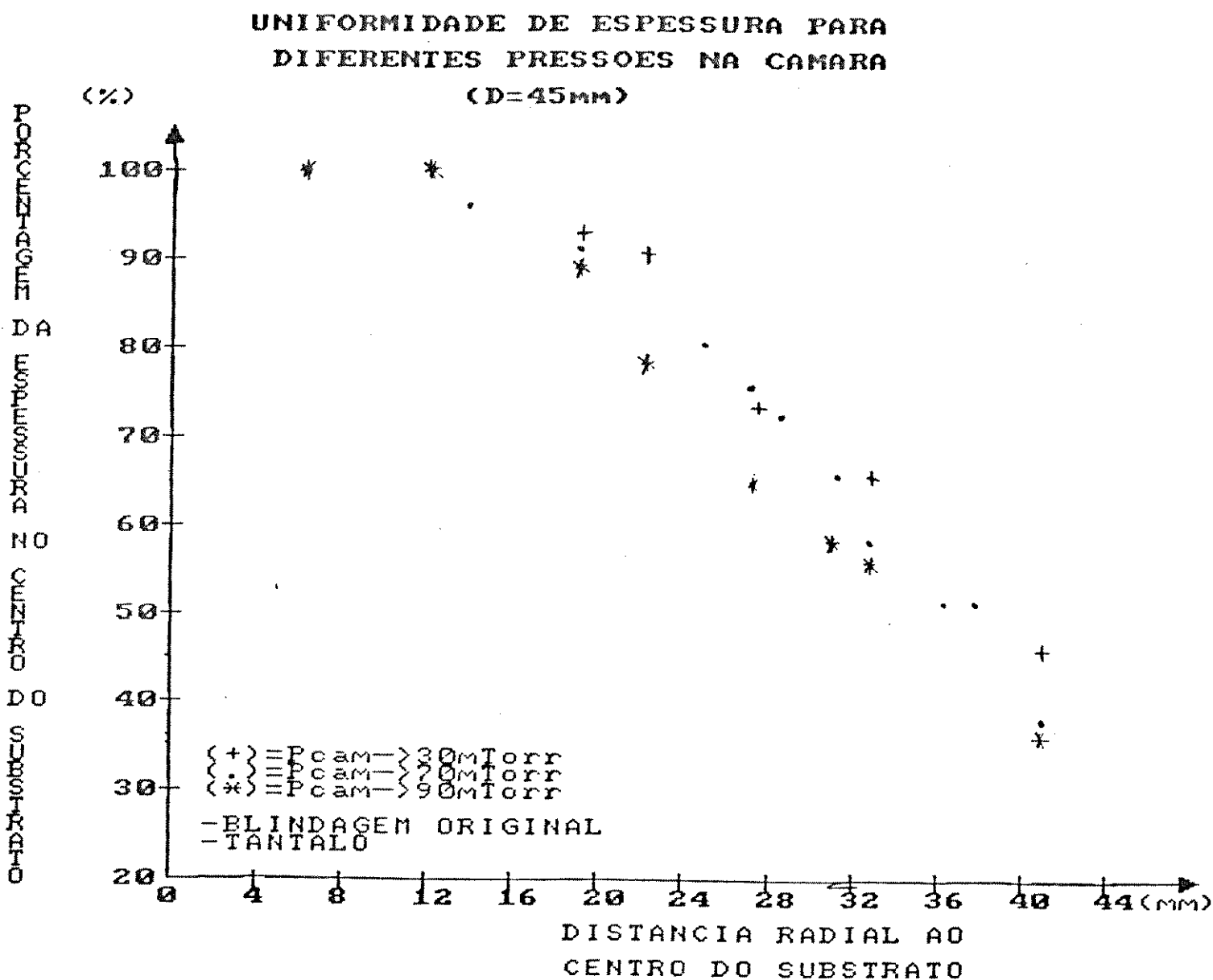
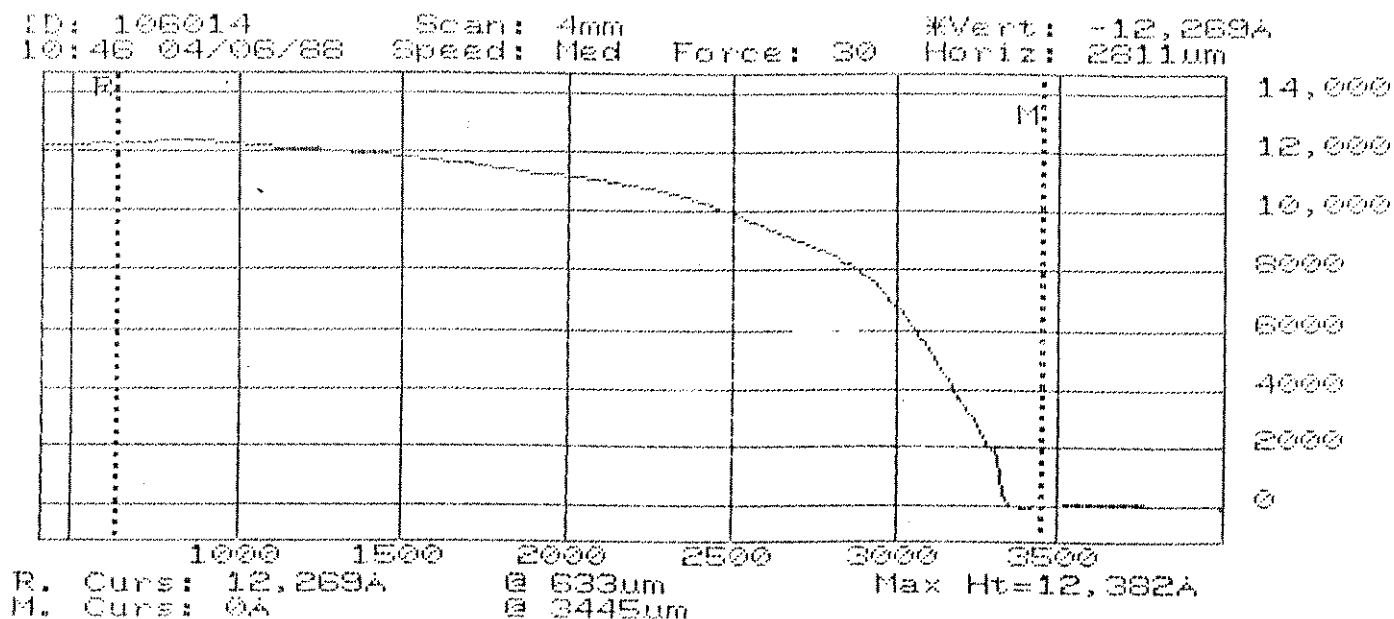


Figura 5.17. Uniformidade de Espessura como Função da Distância Radial ao Centro do Substrato (para diferentes pressões na câmara)

## 5.2.5 Taxa de Deposição

Um parâmetro bastante importante para um sistema de deposição de filmes finos é a taxa de deposição, principalmente pelo fato de que a composição do filme obtido depende da velocidade com que este filme é depositado. Assim sendo, foi estudado o comportamento do sistema com a variação de algumas condições de deposição, a saber, pressão na câmara, potência entregue ao alvo e material do alvo. Como já descrito no capítulo 4, a taxa de deposição foi obtida medindo-se o tempo decorrido em cada deposição e, posteriormente, a espessura do filme depositado. Foram utilizados dois diferentes métodos para a medida da espessura, a saber, interferometria ótica e perfilometria; o tempo, fixo em 60 minutos, foi medido com um cronômetro comum. Na figura 5.18 é apresentado, à título de ilustração, um dos perfilogramas obtidos com o perfilômetro Sloan Dektak 3030, por nós utilizado.



Sloan DEKTAK 3030 Rev. 1.4/1.8

Figura 5.18 Perfilograma Típico Obtido  
 (tântalo depositado sobre vidro)

Embora não tenhamos feito nenhuma medida, sabe-se que, mantidas as mesmas condições de deposição, a taxa de deposição para um dado material é constante ao longo do tempo [13].

Não foram estudadas as influências da distância alvo-substrato e da blindagem do alvo na taxa de deposição, em virtude da acentuada influência destes dois parâmetros na distribuição do filme depositado ao longo do substrato, conforme pode ser observado nas curvas já apresentadas.

Pode-se observar uma forte influência das condições de limpeza da câmara na taxa de deposição. Isto era esperado, uma vez que, como visto no capítulo 2, a taxa de remoção de espécies varia intensamente com o ion bombardeante (fator de 100 ou mais vezes). Para os principais átomos contaminantes (oxigênio, hidrogênio e nitrogênio), a taxa de remoção das espécies do alvo é muito menor que para o argônio; provavelmente porque, tendo um diâmetro menor que o diâmetro de um átomo de argônio, estes átomos penetram mais profundamente no alvo, o que aumenta as perdas [14]. No caso do oxigênio, há ainda formação de uma camada de óxido na superfície do alvo, o que contribui para reduzir ainda mais a taxa de remoção das espécies do alvo. Mas para o hidrogênio o problema é ainda mais grave, uma vez que sendo um átomo de massa pequena, a fração de corrente de ions de hidrogênio é substancialmente maior que sua concentração, e, a taxa de remoção para o hidrogênio é aproximadamente igual à zero [15].

#### 5.2.5.1 Influência da Potência do Alvo

A curva TdxPa obtida com a blindagem original, alvo de tântalo, pressão na câmara igual a 60 mTorr e distância alvo-substrato igual a 25 mm é apresentada na figura 5.19. Nas condições em que esta curva foi obtida, a variação da taxa de deposição com a potência entregue ao alvo é linear.

13. L.Holland; "Vacuum Deposition of Thin Films", McGraw-Hill, N.Y., p.413 (1963)

14. L.I.Maissel and R.Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill, N.Y., p.3-24 (1970).

15. *ibid.*, p.4-18 (1970).

TAXA DE DEPOSICAO  
X  
POTENCIA DO ALVO

Blindagem original

P = 60 mTorr

D = 25 mm

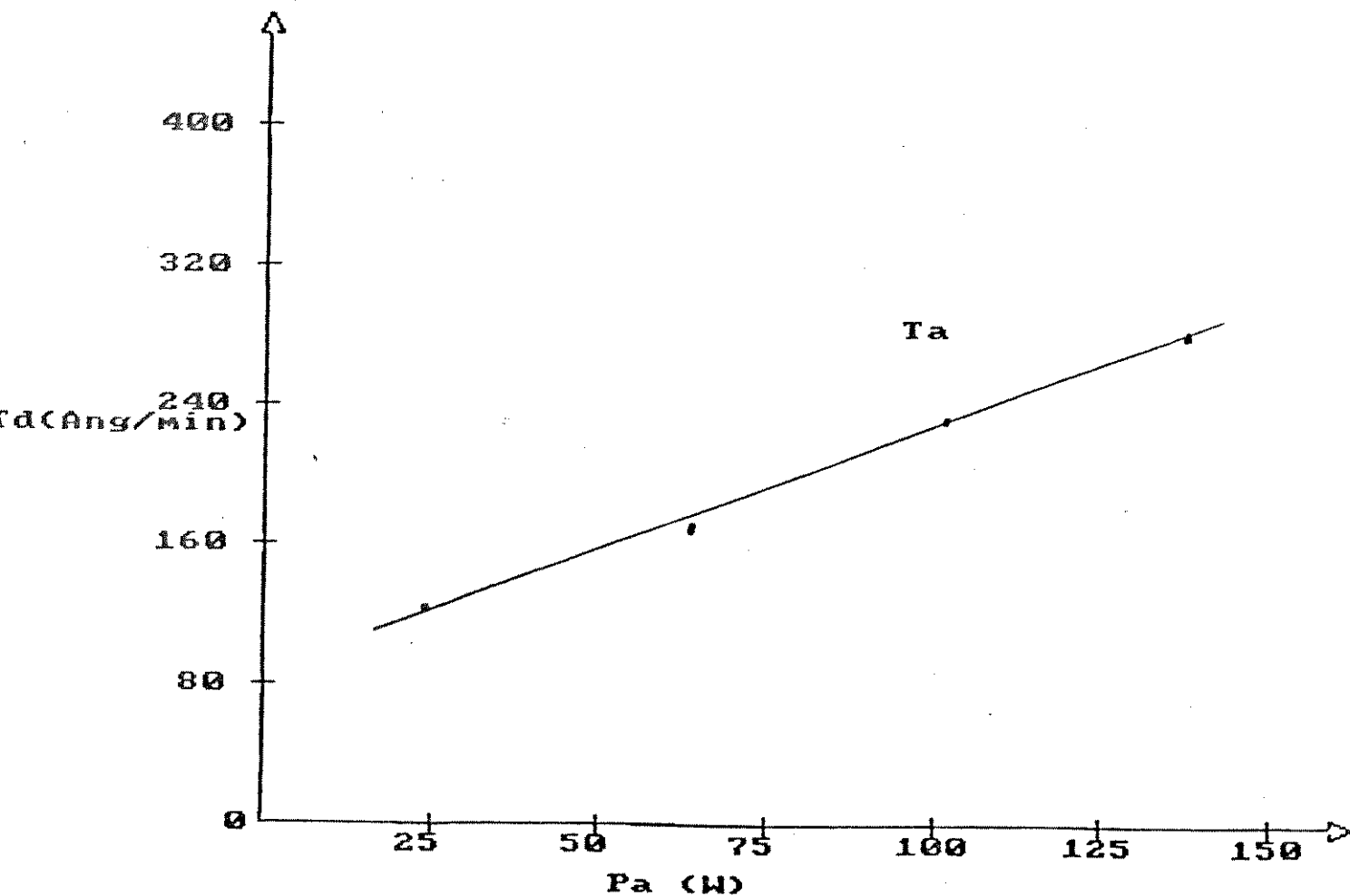


Figura 5.19. Taxa de Deposição como Função da Potência Entregue ao Alvo (para alvo de tântalo)

Na figura 5.20 (obtida de [16]) é apresentada a curva do rendimento no processo de remoção de átomos de tântalo para bombardeamento por ions de argônio na faixa de energia de 0 a 300 eV. Na figura 5.21, obtida de [17], também é apresentada a curva do rendimento no processo de remoção de átomos de tântalo (e de silício) para bombardeamento por ions de argônio de até 600 eV. Na figura 5.20 observa-se que pra ions com energia na faixa de 26 eV (limiar de energia para remoção de átomos de tântalo) a 100 eV, o rendimento do processo de remoção de átomos (yield) cresce muito rapidamente, saltando de  $10^{-4}$  para mais de  $10^{-1}$  átomos ejetados por ion bombardeante. A curva do rendimento no processo de remoção continua crescendo para ions com energia superior à 100 eV porém com uma inclinação bem menos acentuada, caminhando para a saturação nas energias superiores à 600 eV, como pode ser verificado na figura 5.21. Desta forma, conclue-se que o aumento da energia dos ions tem uma influência acentuada no rendimento do processo de remoção de átomos somente até cerca de 100 eV; acima deste valor, a curva mencionada cresce numa taxa bem menor, tornando-se praticamente constante para ions com energia nos limites superiores à 600 eV, sendo que acima de uma energia limiar (que não é mostrada nestas figuras) o rendimento do processo de remoção de átomos começa a decrescer, uma vez que os ions de mais alta energia penetram no alvo (à exemplo da implantação iônica), não produzindo ejeção de átomos.

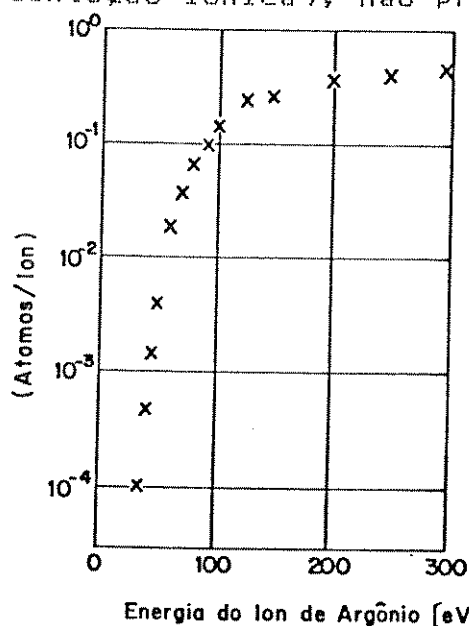


Figura 5.20 Rendimento no Processo de Remoção de Átomos do Alvo de Tântalo para Ions de Argônio na Faixa de 0 a 300 eV

16. R.V.Stuart and G.K.Wehner, J.Appl.Phys., v.33, p.2345 (1962)

17. R.Chapman, Glow Discharge Processes, John Wiley & Sons, New York, p.378 (1980)

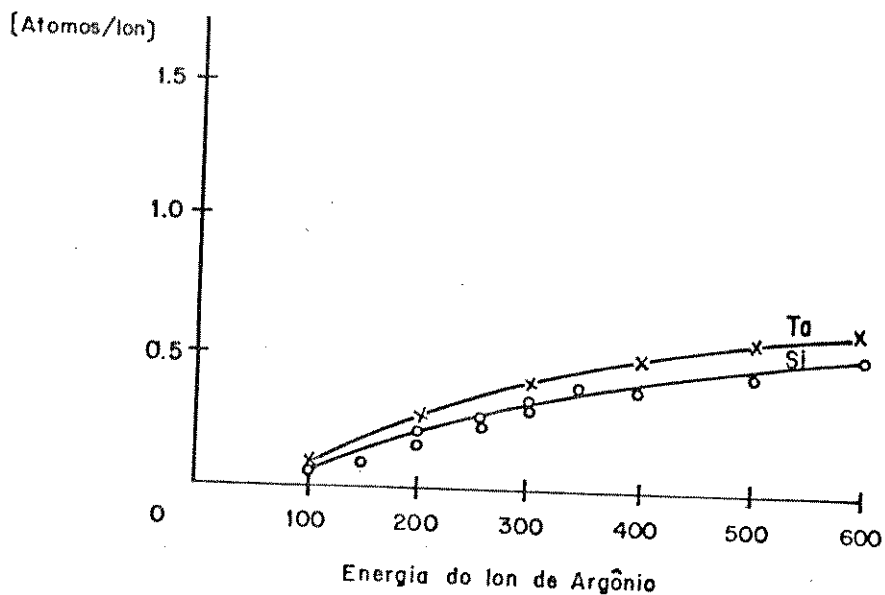


Figura 5.21 Rendimento no Processo de Remoção de Átomos do Alvo de Tântalo por Íons de Argônio na Faixa de 100 a 600 eV

Vários autores estudaram também a distribuição de energia dos íons de argônio ao colidir com o eletrodo negativo numa descarga DC (onde fica o alvo). Um trabalho bastante relevante sobre este assunto foi realizado por Davis e Vanderslice [18], e confirmado posteriormente por Houston e Uhl [19]. O resultado por eles obtido, de interesse no momento para nós, está ilustrado na figura 5.22. Como pode ser observado nesta figura, obtida à pressão de 60 mTorr, com -600 V aplicada ao catodo, para cada 100 íons que atingem o alvo praticamente sem energia (e que, portanto não irão produzir a ejeção de átomos deste alvo), 49 íons o atinge com energia equivalente a 10% da tensão aplicada, sendo que muito poucos atingem este alvo com energia equivalente a 60% da tensão aplicada.

Pelo que foi exposto nos parágrafos anteriores, é de se esperar que a influência do aumento da tensão do alvo na faixa medida por nós (-1.000 V a -1.750 V), seja menos pelo aumento na energia média dos íons que colidem com o alvo e mais pelo acréscimo na corrente, como decorrência do aumento da tensão. E, como foi visto no item 5.2.3.1, a corrente varia linearmente com a tensão de alvo nesta faixa de valores, o que explica o comportamento linear da taxa de deposição com a potência entregue ao alvo (produto da tensão pela corrente de alvo).

18. W.D.Davis and T.A.Vanderslice, Phys. Rev., **131**, 219 (1963)

19. E.Chapman, Glow Discharge Processes, John Wiley & Sons, New York, p.102 (1980)



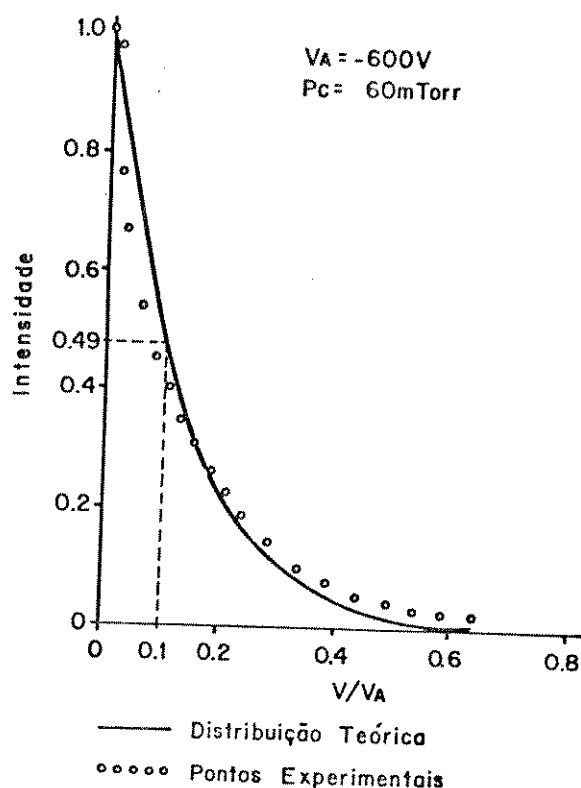


Figura 5.22 Intensidade Relativa de Ions de Argônio Colidindo com um Alvo em Função da Energia de Colisão dos Ions (referida à tensão do alvo)

#### 5.2.5.2 Influência da Pressão na Câmara

Na figura 5.23 é apresentada a curva  $Td \times P_c$  obtida com a blindagem original, alvo de tântalo, tensão de alvo igual a  $-1500V$  e distancia alvo-substrato igual a  $25mm$ . Na faixa de pressão investigada a variação da taxa de deposição com a pressão na câmara cresce linearmente, o que era esperado e está coerente com os resultados obtidos por outros autores, entre os quais podemos mencionar o trabalho de Glang et al. [20].

Uma vez que a corrente de alvo cresce linearmente com a pressão e que

20. R.Glang et al.; "Handbook of Thin Film Technology", McGraw-Hill Book Company, New York (1970) pp.4-18

O número de espécies removidas do alvo por partícula incidente se mantém constante, a taxa de deposição também cresce linearmente com o aumento da pressão na câmara. No entanto, este comportamento ocorre até que se atinja um valor da pressão em que, o número de espécies ejetadas do alvo e que não atingem o substrato em virtude do espalhamento sofrido na fase gasosa (que aumenta em virtude da diminuição do caminho livre médio das partículas) seja maior que o acréscimo de espécies ejetadas produzido pelo aumento da corrente em virtude da maior pressão.

### 5.2.5.3 Influência do Alvo

Na figura 5.24 são apresentadas duas curvas  $I_{dx}P_c$  obtidas com a blindagem original, tensão do alvo igual a  $-1.500$  V, distancia alvo-substrato igual a  $25$  mm; uma curva foi obtida para o alvo de tântalo, e a outra para alvo de silício.

Como esperado, a taxa de deposição para o silício é menor, e isto pode ser atribuído a três fatores, os quais iremos expor em seguida.

Como foi visto no item 5.3.3.4, a corrente de alvo é maior para o tântalo, tendo em vista este material possuir um coeficiente de emissão de elétrons secundários maior que o silício. Muito embora a remoção das espécies do alvo seja fruto do bombardeamento iônico, cumpre lembrar que uma maior corrente de elétrons secundários implica numa maior densidade de ionização na fase gasosa, o que produzirá uma maior corrente iônica se dirigindo ao alvo de tântalo.

O rendimento no processo de remoção de átomos para alvo de tântalo é um pouco superior ao rendimento para alvo de silício, como pode ser visto na curva apresentada na figura 5.21. Naquela curva pode-se ver que, para cada  $1.000$  ions com energia de  $400$  eV que colidam nas mesmas condições com os alvos de silício e de tântalo, haverá a remoção de aproximadamente  $500$  átomos de tântalo contra  $400$  de silício.

Em terceiro lugar citamos o maior espalhamento na fase gasosa sofrido pelos átomos de silício, o qual pode ser observado na própria figura 5.24. Nesta figura observa-se que para a pressão na câmara igual a  $100$   $\mu$ Torr a taxa de deposição para o silício começa a decrescer (fruto do que foi mencionado no item anterior), enquanto que para o tântalo a taxa de deposição ainda está crescendo com o aumento da pressão na câmara.

TAXA DE DEPOSICAO  
X  
PRESSAO NA CAMARA

Blindagem original

$U_a = -1500 \text{ V}$

$D = 25 \text{ mm}$

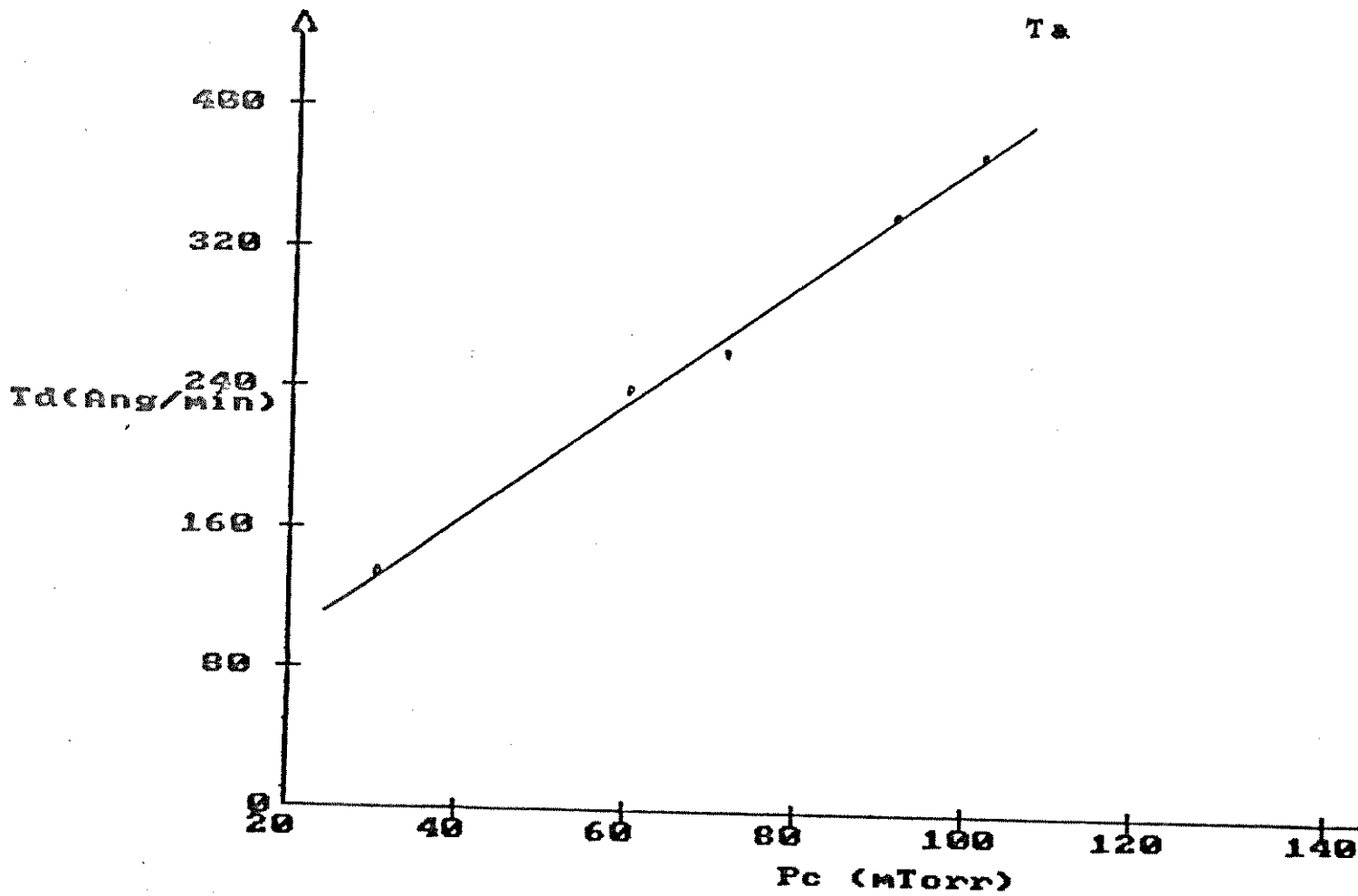


Figura 5.23 Taxa de Deposição como Função da Pressão na Câmara (para alvo de tântalo)

### TAXA DE DEPOSICAO X PRESSAO NA CAMARA

Blindagem original

$U_a = -1500 \text{ U}$

$D = 25 \text{ mm}$

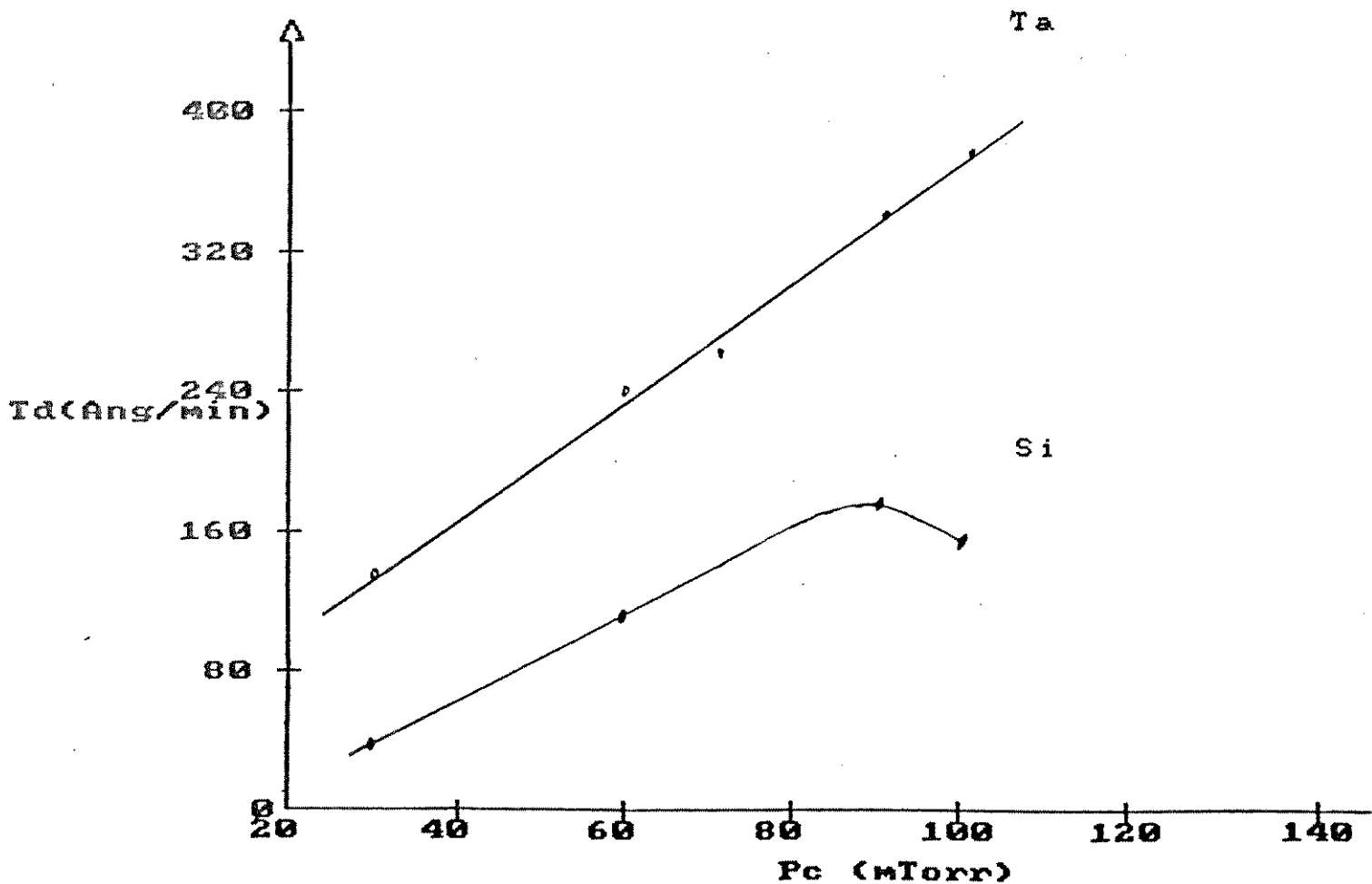


Figura 5.24 Taxa de Deposição como Função da Pressão na Câmara (para diferentes alvos)

O maior espalhamento sofrido pelos átomos de silício era esperado, uma vez que seu peso atômico é aproximadamente igual ao peso atômico do argônio (respectivamente, 38 e 40), enquanto que o peso atômico do tântalo é bem mais alto (180). Como se sabe, a transferência de energia numa colisão elástica é máxima quando as massas das partículas são iguais, diminuindo com o aumento da diferença entre estas massas. Para avaliarmos estes fatos, vamos lançar mão da expressão da transferência de energia numa colisão elástica entre duas partículas, já apresentada no capítulo 2 deste trabalho.

$$\frac{E_t}{E_i} = \frac{4 \cdot m_i \cdot m_t \cdot \cos^2 \theta}{(m_i + m_t)^2}$$

onde:  $E_i$  = energia inicial da partícula incidente

$E_t$  = energia transferida à outra partícula

$m_i$  = massa da partícula incidente

$m_t$  = massa da outra partícula

$\theta$  = ângulo de colisão

Considerando um átomo de argônio como sendo a partícula que recebe a energia, o silício poderá transferir até 97% da sua energia ao átomo de argônio, enquanto que o átomo de tântalo poderá transferir no máximo 60% da sua energia ao átomo de argônio. Isto significa que a probabilidade de um átomo de silício ser desviado na fase gasosa é maior que a probabilidade para um átomo de tântalo.

### 5.3 Caracterização dos Filmes Depositados

Visando obter mais subsídios para um melhor entendimento do processo de deposição, foram realizadas medidas de resistividade elétrica, aderência ao substrato, estrutura cristalográfica e composição química em algumas amostras dos filmes obtidos. Nos itens subsequentes serão apresentados os resultados obtidos, bem como uma análise das possíveis correlações destes resultados com o processo de deposição.

### 5.3.1 Aderência ao Substrato

A aderência ao substrato foi avaliada através do método desenvolvido por Strong que, como já mencionado no capítulo 4, consiste na tentativa de remoção do filme depositado por uma fita adesiva, e posterior observação desta fita e do filme em um microscópio ótico.

Foram realizados testes tanto para filmes de silício como para filmes de tântalo, depositados em substratos de vidro e em substratos de silício monocristalino com orientação (111). Não houve remoção do filme em nenhum caso, atestando a boa aderência dos filmes o que, como já mencionado no capítulo 2, é fator importante para a confiabilidade dos dispositivos a serem construídos com estes filmes.

Este resultado já era esperado, por ser uma característica intrínseca à esta técnica de deposição. A boa aderência do filme ao substrato é decorrente da alta energia média com que as espécies ejetadas do alvo atingem o substrato, inclusive havendo evidências de que muitas destas espécies têm energia para penetrar 2 a 3 monocamadas dentro da superfície do substrato [21]. Uma confirmação indireta deste efeito foi obtida em um experimento de Mattox e McDonald [22] que obtiveram filmes de cádmio sobre ferro com boa aderência, utilizando tensões de alvo superiores a -1.500 V; cádmio e ferro são mutuamente insolúveis e filmes evaporados de cádmio sobre ferro tem uma aderência muito ruim.

### 5.3.2 Resistividade Elétrica e Composição dos Filmes Obtidos

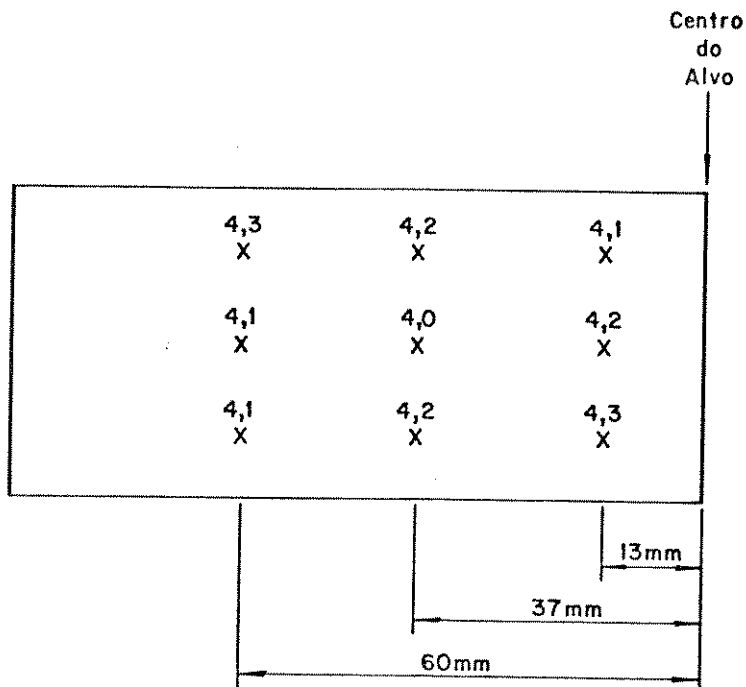
A resistividade elétrica é um parâmetro importante na caracterização do processo de deposição, uma vez que ela nos dá uma indicação sobre a composição e a estrutura dos filmes depositados. Assim sendo, procurou-se determinar a resistividade elétrica dos filmes depositados para diferentes condições de processo, tendo-se inicialmente a preocupação de estudar sua uniformidade ao longo do substrato.

Um resultado típico para a uniformidade da resistividade elétrica ao

21. R.J.MacDonald and E.Haneman, J. Appl. Phys., N.37, p.3049 (1966)

22. B.M.Mattox and J.E.McDonald, J. Appl. Phys., N.34, p.2493 (1963)

longo de um substrato é apresentado na figura 5.25. Nesta figura estão alocados os valores da resistividade em 9 diferentes pontos de um filme de tântalo depositado sobre vidro com tensão de alvo igual a -1.500 V, pressão na câmara igual a 70 mTorr, distância alvo-substrato igual a 25 mm e blindagem original.



- os valores da resistividade elétrica são fornecidos em "mΩ.cm"

Figura 5.25 Medidas da resistividade elétrica de um filme de tântalo ao longo de um substrato de vidro (escala 1:1)

Observa-se que para esta amostra (96E) a resistividade se mantém em aproximadamente 4,2 mΩ.cm, com um desvio de ±3 % dentro de um raio de 60 mm. Os valores de resistividade para esta amostra foram obtidos utilizando-se o método de Van der Pauw para as medidas de resistência pelicular, sendo que as figuras necessárias à este método foram conseguidas durante a própria deposição através da utilização de uma máscara fixada ao substrato, e o perfilômetro para as medidas de espessura. Os detalhes referentes à estes métodos de medida, bem como ao método das quatro pontas, estão descritos no capítulo 4.

No mesmo ciclo de deposição foi obtida uma outra amostra (96D) simétrica (em relação ao centro do alvo) à amostra 96E. Mediu-se a resistência pelicular do filme depositado sobre a amostra 96D nos pontos equivalentes àqueles mostrados na figura 5.25 utilizando-se o método das quatro pontas. Houve um desvio médio de  $\pm 12\%$  nas medidas realizadas na amostra 96D em relação aos pontos simétricos da amostra 96E. Mesmo não tendo como avaliar melhor este resultado, pois não é possível medir a espessura nos diversos pontos da amostra 96D (pois o filme é contínuo, não tendo os degraus necessários à medida com perfilômetro), nem tampouco avaliar os erros no posicionamento dos substratos de forma a garantir a simetria em relação ao centro do alvo, pode-se dizer com base nestes resultados que as medidas realizadas com os dois métodos de avaliação da resistência pelicular são coerentes entre si e que existe uma simetria do perfil de espessura dos filmes em relação ao centro do alvo.

A uniformidade da resistividade elétrica observada ao longo de cada substrato levou-nos a utilizar as medidas da resistência pelicular como um indicador da uniformidade de espessura do filme depositado, conforme já descrevemos no item 5.2.4.

Nas tabelas II e III, apresentadas a seguir, relaciona-se a resistividade elétrica dos filmes de tântalo com a taxa de deposição. Para a construção da Tabela II foram realizadas 5 deposições, variando-se a pressão na câmara entre 30 e 100 mTorr e mantendo-se a tensão de alvo em  $-1.500\text{ V}$  e, para a construção da Tabela III foram realizadas outras 3 deposições, nas quais a pressão da câmara foi fixada em 60 mTorr, variando-se a potência entregue ao alvo entre 25 e 130 W. Em todas estas deposições utilizou-se a blindagem original, mantendo-se a distância entre alvo e substrato em 25 mm e o fluxo de argônio igual a aproximadamente 4,5 Torr.l/min.

Analisando-se essas duas tabelas, conclui-se que é forte a influência da taxa de deposição na resistividade elétrica dos filmes depositados. Isto já era esperado, principalmente para o tântalo que é um material altamente reativo, e que tem suas características elétricas fortemente influenciadas por contaminantes, especialmente o oxigênio [21]. O método de deposição por pulverização catódica, de uma forma geral, favorece a contaminação pois o coeficiente de aderência ao substrato das espécies presentes na descarga luminescente é relativamente alto, por estas estarem normalmente na forma atômica e ionizadas [23]. Por outro lado, pela fonte de tensão

23. L.I. Maissel and R. Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill Book Company, N.Y., p.4-20 (1970)



TABELA II

Resistividade Elétrica dos Filmes de Tântalo  
(Tensão de Alvo: -1,500 V)

Pressão [mTorr]	Taxa [A/min]	Resistividade [mΩ.cm]	Potência [W]
100	370	2,6	213
90	340	2,8	192
70	260	4,2	120
60	230	5,1	100
30	130	10,1	40

Blindagem Original

Distância Alvo-Substrato = 25 mm

Fluxo de Argônio = 4,5 Torr.l/min

TABELA III

Resistividade Elétrica dos Filmes de Tântalo  
(Pressão na Câmara: 60 mTorr)

Potência [W]	Taxa [A/min]	Resistividade [mΩ.cm]
135	280	2,4
100	230	5,1
25	150	10,8

Blindagem Original

Distância Alvo-Substrato = 25 mm

Fluxo de Argônio = 4,5 Torr.l/min

utilizada neste trabalho ser DC e não alcançar altos valores de tensão (-3.000 V ou mais), há necessidade de se trabalhar com pressões relativamente altas (o que contribui para o aumento da contaminação) para se ter taxas de deposição significativas.

Como a fonte de tensão disponível no momento não possui controle de corrente, com o crescimento da pressão na câmara a corrente de alvo cresce proporcionalmente, não sendo possível, portanto, manter a potência entregue ao alvo constante. Mesmo assim, comparando os resultados apresentados nas Tabelas II e III é possível se entender o efeito associado à influência da taxa de deposição na resistividade elétrica do filme depositado, como exposto a seguir.

A resistividade elétrica do filme depositado diminuiu de 10,8 para 3,4 mΩ.cm quando a taxa de deposição aumentou de 150 para 280 Å/min, mantendo-se a pressão constante (vide tabela III), enquanto que para um aumento na taxa de deposição de 130 para 260 Å/min em virtude do aumento na pressão de 30 para 70 mTorr, a resistividade diminuiu de 10,1 para 4,1 mΩ.cm (vide tabela II). Ou seja, mantida a mesma pressão (e mesmo fluxo de argônio), para um aumento de 87% na taxa de deposição a resistividade elétrica do filme diminuiu 78 %, enquanto que para um aumento na taxa de deposição de 100 %, acompanhado por um aumento da pressão na câmara (mantido o mesmo fluxo de argônio), a diminuição da resistividade elétrica foi de somente 41 %. Estes dados provavelmente refletem a maior incorporação de oxigênio ao filme quando este é depositado com uma maior pressão na câmara.

Realizou-se um outro estudo com o intuito de se conhecer um pouco mais a influência da atmosfera da câmara de deposição (no que diz respeito à pressão parcial do gás de trabalho utilizado) no processo de deposição e assim podermos confirmar também a hipótese de que a incorporação de espécies reativas ao filme é responsável pelo aumento da sua resistividade elétrica. Para isto programaram-se três deposições onde todas as condições de processo foram as mesmas, à exceção do fluxo de argônio. Numa deposição o fluxo de argônio foi mantido em aproximadamente 4,5 Torr.l/min, que é o valor utilizado em praticamente todas as deposições realizadas neste trabalho; nas outras duas deposições os fluxos de argônio utilizados foram 3,0 Torr.l/min e 7,5 Torr.l/min. As outras condições utilizadas nestas três deposições foram: pressão na câmara igual a 100 mTorr, distância alvo-substrato igual a 25 mm, tensão do alvo igual a -1.500 V e blindagem original. Na tabela IV são apresentados os resultados obtidos.

TABELA IV

Influência da Atmosfera da Câmara de Deposição  
(Variação da Pressão Parcial de Argônio)

Fluxo de Argônio (Torr.l/min)	Taxa [Å/min]	Resistividade [mΩ.cm]	Corrente de Alvo (mA)
3,0	400	3,0	134
4,5	370	2,6	142
7,5	340	1,8	150

Blindagem Original

Distância Alvo-Substrato = 25 mm

Pressão na Câmara = 100 mTorr

Tensão do Alvo = -1,500 V

Pela tabela IV podemos verificar que a resistividade elétrica do filme é fortemente influenciada pela presença de contaminantes reativos na atmosfera da câmara de deposição. Com uma menor pressão parcial do gás de trabalho é maior a resistividade elétrica do filme obtido, o que deve refletir o aumento da incorporação de espécies reativas à sua composição; isto se dá em virtude do argônio influenciar menos a condutividade elétrica do filme que as espécies reativas, notadamente o oxigênio.

Outro dado disponível na tabela IV é que com a diminuição do fluxo do gás de trabalho, e conseqüentemente, da sua pressão parcial na câmara de deposição, a taxa de crescimento do filme cresce, dando a falsa impressão de ser um aumento do número de átomos oriundos do alvo (no caso, átomos de tântalo). Na verdade, o que deve estar ocorrendo é uma incorporação maior de contaminantes ao filme tendo em vista o aumento da resistividade dos filmes e a menor corrente de alvo obtida para atmosferas com menor pressão relativa de argônio.

A corrente de alvo é uma medida do número de ions que colide com o alvo (e do número de eletrons secundários ejetados do alvo), de maneira que sua diminuição, mantida todas as outras condições

inalteradas, indica uma diminuição do número de espécies sendo ejetadas do alvo. Além disto, os principais contaminantes (oxigênio, hidrogênio e nitrogênio) concorrem também para uma diminuição no rendimento do processo de remoção de elétrons e átomos do alvo; o hidrogênio e o nitrogênio por serem mais leves que o argônio, e o oxigênio, que além de ser mais leve, forma uma camada de óxido na superfície do alvo dificultando ainda mais o processo de remoção.

Pela faixa de valores obtidos para a resistividade elétrica (2 a 10 mΩ.cm), acredita-se que tenhamos obtido filmes de tântalo na forma "low density" conforme comparação com resultados da literatura [24]. A fotografia de um filme de tântalo depositado sobre vidro mostrada na figura 5.28, a qual foi realizada com um microscópio eletrônico de varredura (ampliação de 8.000x), revela uma porosidade que é característica dos filmes com esta estrutura.

A baixa faixa de tensão de alvo utilizada para a deposição dos filmes (-1.000 a -1.750 V) é um fator que contribui para a formação de filmes com estrutura "low density". Schuetze e colaboradores que divulgaram o primeiro trabalho mencionando a existência desta estrutura para os filmes de tântalo [25], descobriram que esses filmes depositados com baixas tensões de alvo têm uma estrutura mais porosa que o normal, o que provoca uma resistividade maior que nas estruturas "α" e "β" normais (100 mΩ.cm com -1.000 V e 1 mΩ.cm com -2.300 V).

Infelizmente não pudemos fazer uma medida da composição química destes filmes de tântalo, o que nos permitiria concluir de forma inequívoca as hipóteses formuladas.

Com as técnicas de que dispunhamos não foi possível medir a resistência pelicular dos filmes de silício depositados, em virtude da sua alta resistividade elétrica. E, em face aos resultados obtidos para os filmes de tântalo, optamos por realizar análise elementar em duas amostras de silício depositado sobre vidro. Esta análise foi realizada utilizando a espectrometria por retroespalhamento Rutherford (RBS) já mencionada no item 4.5.3 deste trabalho.

As medidas de R.B.S. revelaram que os filmes de silício apresentam uma contaminação em taxas relativamente altas. Em uma amostra (nº 103M) obtida à pressão de 60 mTorr, tensão de alvo -1.750 V,

24. L.I. Maissel and R.Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill Book Company, N.Y., p.18-13 (1970)

25. H.J. Schuetze, H.W. Ehrbeck and G.G. Doerbeck, Trans. 10th Natl. Vacuum Symp., p.434 (1963)

corrente de alvo 58 mA e taxa de deposição de 130 Å/min, encontrou-se 3,5 % de argônio e 7,5 % de oxigênio. Em outra amostra (nº 95E), obtida à pressão de 90 mTorr, tensão de alvo -1.500 V, corrente de alvo 104 mA e taxa de deposição de 175 Å/min, encontrou-se 16 % de argônio e 20 % de oxigênio.

O resultado obtido para a amostra de nº 95E é por si só surpreendente pela alta taxa de contaminação presente no filme. E se torna mais surpreendente ainda quando comparado com o resultado obtido para a amostra nº 103M. Senão vejamos. Existem vários trabalhos realizados visando estudar a incorporação de argônio ao filme depositado. Em um deles, Blodgett e Vanderslice postularam que gases nobres, e entre eles argônio, podem ser incorporados ao filme em crescimento como resultado da interação entre átomos metaestáveis e a superfície do substrato [26]. No entanto, a idéia dominante [27], [28] é que o impacto de átomos de argônio de alta energia cinética com a superfície do substrato durante o crescimento do filme é o único mecanismo que contribui significativamente para o armadilhamento de átomos de argônio; Winters e Kay encontraram que os ions armadilhados têm energias superiores à 100 eV. Os resultados obtidos por Winters/Kay e por Lee/Oblas são semelhantes, sendo que nos dois trabalhos se demonstra que a concentração de argônio no filme cresce de forma acentuada com a diminuição da pressão na câmara, ao contrário do que ocorre com a concentração das espécies reativas. Tal efeito é explicado pelo fato de que com o aumento da pressão aumentam as colisões na fase gasosa, fazendo com que uma porcentagem dos átomos de argônio neutralizados e retroespalhados no alvo com energia superior à 100 eV, percam energia nestas colisões, chegando ao substrato com energia insuficiente para serem armadilhados. No trabalho de Lee e Oblas também se verificou que, como é de se esperar, a concentração de argônio no filme cresce com o aumento da tensão aplicada ao alvo.

Portanto é de se estranhar que na amostra 95E, obtida com tensão de alvo menor e pressão na câmara maior que a amostra 103M, haja uma contaminação de argônio 4 vezes maior. Lee e Oblas verificaram também que a aderência do filme de tungstênio ao substrato (silício) era muito ruim para filmes com concentração de argônio superior à 10 %. A aderência ao substrato (vidro) verificada na amostra 95E é bastante boa.

Um estudo mais aprofundado sobre a correlação entre o processo de

26. K.B. Blodgett and T.A. Vanderslice, J. Appl. Phys., v.31, p.1017 (1960)

27. H.F. Winters and E. Kay, J. Appl. Phys., v.38, p.3928 (1967)

28. W.W. Lee and B. Oblas, J. Vac. Sc. Tech., v.7, p.129 (1970)

deposição e as características físico-químicas dos filmes obtidos demandam uma análise mais cuidadosa, baseada em medidas da composição química do filme e da atmosfera da câmara num número bem maior de amostras. Este estudo deverá ser realizado em continuação à este trabalho.

### 5.3.3 Características Estruturais

Foram realizadas análises estruturais de forma a se determinar a influência dos parâmetros do processo de deposição nas características dos filmes depositados, especialmente a orientação preferencial (textura) e o tamanho dos grãos, bem como o papel da estrutura cristalina dos substratos, tendo-se estudado filmes sobre substratos amorfos (vidro sódio-cálcico) e monocristalinos (silício (111)). As técnicas empregadas nessas análises foram a difratometria de raios X e a microscopia eletrônica, conforme já descrito no capítulo 4.

Os filmes de tântalo e de silício foram submetidos à análise por difração de raio-X, utilizando-se o difratômetro descrito no item 4.5.3, operado com um tubo de cobre e filtro de níquel, de forma a se obter radiação monocromática (linha  $K\alpha$  do Cu de 1,5412 Å).

Na figura 5.26 é mostrado um difratograma típico obtido para filme de tântalo depositado sobre substrato de vidro sódio-cálcico. Esta amostra (amostra 95A) foi depositada com uma tensão de alvo igual a -1.500 V, pressão de 90 mTorr, distância alvo-substrato de 25 mm e blindagem original, tendo uma espessura de 20.000 Å. A tensão e a corrente do tubo de raio-X foram, respectivamente, 40 KV e 20 MA.

Fez a relação de Bragg:

$$m.\lambda = 2.d.\text{sen}\theta$$

pode-se calcular o espaçamento interplanar para esta reflexão, ocorrida para  $2\theta$  igual a 38,4 graus (portanto,  $\theta$  igual a 19,2 graus), como sendo  $d = 2,338$  Å, que corresponde à reflexão de primeira ordem do tântalo na estrutura cúbica de corpo centrado (tântalo  $\alpha$ ), conforme comparação com os padrões internacionais [29]. A inexistência dos demais picos de reflexão do policristal, indica que o filme é fortemente orientado na direção (110).

29. Tabela ASTM, obtido de microfilme (código I-16-E12)

O pico de reflexão é simétrico com um alargamento acentuado, correspondente a 1,1 graus na meia altura ( $\epsilon$ ), atribuído ao pequeno tamanho médio dos grãos. Subtraindo-se o espalhamento instrumental, por comparação com o diagrama obtido, nas mesmas condições de medida, para pó de alumina de grão de diâmetro controlado (10.000 Å), calculamos o diâmetro médio aproximado dos grãos de tântalo como sendo igual a 26 Å através da seguinte expressão [30]:

$$D = \frac{\sqrt{\log 2}}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{\lambda}{\epsilon \cdot \cos \theta}$$

Na figura 5.27 é apresentado o difratograma obtido para um filme de tântalo depositado sobre substrato de silício monocristalino (111) (amostra 100 B), obtido com tensão de alvo de -1.750 V, pressão na câmara igual a 60 mTorr, distância alvo-substrato 25 mm e blindagem original, com espessura igual a 16.800 Å. No difratograma da figura 5.2 observa-se um pico intenso correspondente à reflexão (111) do silício, em 38,5 graus, uma vez que não se suprimiu a difração pelo monocristal pela inclinação do substrato. Além deste aparece um pico de menor intensidade em 38,4 graus, correspondente à reflexão (110) do filme de tântalo, na forma cúbica de corpo centrado. Este diagrama indica que o filme de tântalo é policristalino, fortemente orientado na direção (110), do mesmo modo como foi observado para os filmes depositados sobre substratos amorfos. Também neste caso o pico de reflexão é simétrico com um alargamento acentuado, indicando ser pequeno o diâmetro médio dos grãos, da ordem de 29 Å e comparável ao valor típico obtido para os filmes sobre substrato amorfo.

Uma análise qualitativa dos picos de difração mostra que há simetria nesses picos, independentemente de serem amorfos ou cristalinos os substratos, o que indica que não há tensões residuais aplicadas aos filmes nas condições de deposição estudadas.

Apesar de não ter sido exaustivo o estudo difratométrico dos filmes, o mesmo resultado pode ser observado para amostras depositadas em condições distintas de deposição, indicando como um resultado geral que filmes de tântalo obtidos por pulverização catódica DC, com tensões de alvo na faixa por nós estudada (entre -1000 V e -1750 V), para correntes na faixa de 30 a 169 mA e pressões entre 30 e 100 mTorr, são policristalinos, com estrutura cúbica de face centrada, com uma textura bem marcada na direção (110), e grãos de pequeno

30. W.H.Zachariasen, Theory of X-Ray Diffraction in Crystals, Dover Publications, N.Y., p.102 (1967)

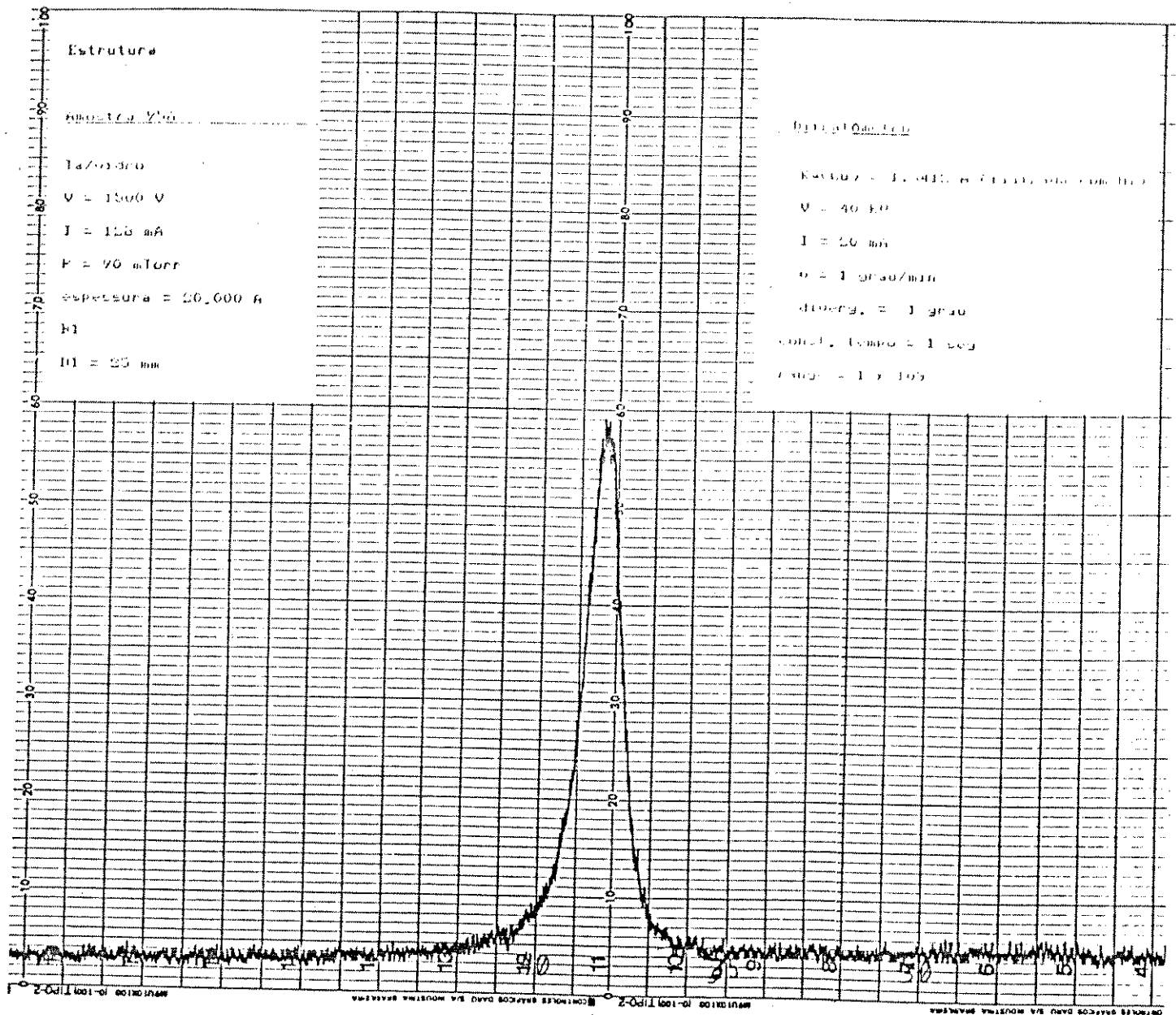


Figura 5.36 Difratograma para Filme de Tântalo sobre Substrato de Vidro



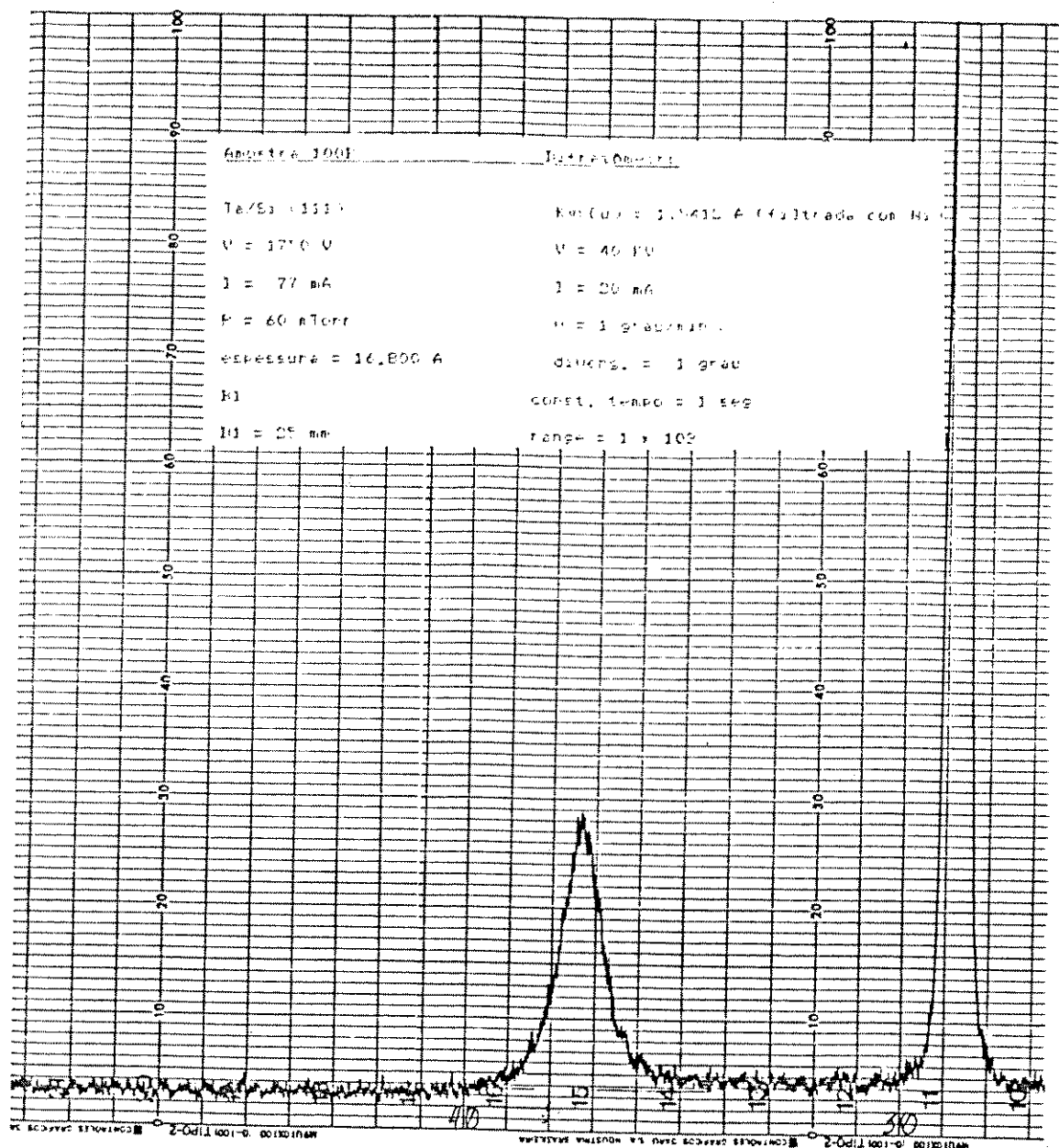


Figura 5.27 Difratoograma para Filme de Tântalo sobre Substrato de Silício Monocristalino (111)

diâmetro médio. Não foi observada influência do tipo de substrato, se amorfo ou monocristalino (no caso silício (111)), não havendo razão para que estas características possam ser influenciadas pela distância alvo-substrato ou pela blindagem.

O papel da orientação não parece tão evidente, podendo, por exemplo, ser responsável por uma maior estabilidade química, conforme vem sendo estudado recentemente no caso do alumínio, em que a eletromigração e a eletrocorrosão podem ser influenciados pela orientação.

A fotografia mostrada na figura 5.28 é uma ampliação de 8.000 vezes de um filme de tântalo sobre vidro (amostra 95A, mencionada anteriormente) obtida com o microscópio eletrônico descrito no capítulo 4. A tensão de aceleração do feixe de elétrons utilizada

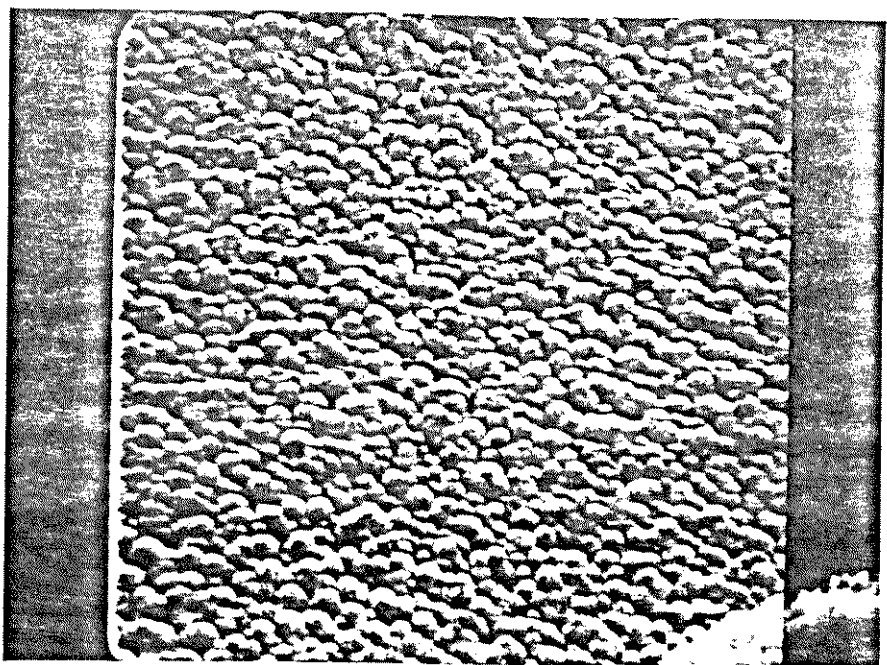


Figura 5.28 Fotografia de um Filme de Tântalo sobre Vidro Obtida com Microscópio Eletrônico de Varredura (ampliação 8.000x)

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

para a realização desta fotografia foi de 6 KV, o que proporciona a ampliação de 8.000 vezes citada. Nesta fotografia observa-se aglomerados de grãos cujo diâmetro médio (dos aglomerados) é de aproximadamente 2.500 Å. Para a revelação destes aglomerados a amostra após ter sido limpa com acetona, foi submetida a um ataque de ácido fluorídrico diluído em água numa proporção de 50 % durante 30 segundos.

Foi realizada também análise por difração de raio-X em amostras de filmes de silício depositados sobre substratos de vidro e sobre silício monocristalino com orientação (111). No entanto, não se verificou nenhum pico de reflexão correspondente ao filme. Como não pudemos concluir quanto à estrutura, devemos efetuar mais medidas.

## 6. Conclusões

Apresentamos neste trabalho os detalhes do projeto, da construção e da caracterização de um sistema de pulverização catódica com múltiplos alvos por nós desenvolvido. O sistema encontra-se operacional, permitindo a deposição de até três materiais num mesmo ciclo de vácuo, sendo que com o estudo realizado foi possível estabelecer a relação entre os principais parâmetros envolvidos com o processo de deposição.

As diversas partes projetadas e construídas para prover o sistema das facilidades necessárias à sua operação, de forma segura, têm apresentado um desempenho satisfatório. São elas: conjunto para rotação do suporte dos substratos, conjunto para proteção dos substratos, conjunto para levantamento da tampa da câmara de deposição, acoplador da fonte DC, conjunto de refrigeração dos alvos e toda instalação elétrica, projetada com uma lógica de controle que garante a integridade dos operadores e dos equipamentos.

O desempenho do sistema sob o aspecto de vácuo é bastante bom. Os tempos envolvidos no bombeamento, a pressão final alcançada na câmara de deposição e a taxa de vazamento nela verificada estão em níveis compatíveis com a aplicação à que se destina este sistema, qual seja, a de obtenção de filmes finos para utilização em Microeletrônica.

Por ainda não dispormos de um medidor do fluxo de argônio para a câmara utilizamos um método indireto para essa, através da medida da taxa de vazamento da câmara (variação da pressão com o tempo). Com base nas clássicas analogias pressão/tensão e fluxo/corrente utilizamos um modelo elétrico para o processo de evacuação e admissão de gás deste sistema, de modo a explicar como são controladas a pressão e a atmosfera da câmara de deposição.

A corrente de alvo, que é uma medida da corrente de ions que flue para o alvo e da corrente de eletrons que o abandonam em direcção à fase gasosa (e que são os principais responsáveis pela manutenção da descarga luminescente), foi utilizada neste trabalho como uma figura de mérito para a caracterização do sistema, uma vez que se relaciona com todos os demais parâmetros de processo. Foram obtidas as curvas que ilustram seu comportamento com a da tensão de alvo, a pressão na

## Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

câmara, a distância entre alvo e substrato, a blindagem do alvo e o tipo de alvo utilizado. Procurou-se explicar os resultados obtidos, lançando-se mão de trabalhos consagrados publicados nesta área.

A uniformidade de espessura dos filmes de tântalo foi caracterizada em função da blindagem utilizada, da distância entre alvo e substrato e da pressão na câmara. Para estas caracterizações empregamos um método de medida indireto, utilizando medidas da resistência pelicular dos filmes obtidos através do método das quatro pontas e do método de Van der Pauw. Este método de avaliação da uniformidade de espessura mostrou-se bastante rápido e confiável, sendo uma alternativa muito interessante em lugar das medidas diretas de espessura, principalmente quando não se dispõe, como no nosso caso, de um equipamento para a medida de espessura com a precisão desejada.

Foram obtidas as curvas da taxa de deposição do tântalo em função da potência entregue ao alvo e da pressão na câmara; para o silício obteve-se a curva da taxa de deposição em função da pressão na câmara. Para as faixas de pressão e potência estudadas, a taxa de deposição do tântalo apresentou um crescimento linear com estes dois parâmetros de deposição. A taxa de deposição do silício cresce linearmente com a pressão na câmara até aproximadamente 90 mTorr; acima deste valor, o número de átomos ejetados do alvo de silício e que não alcançam o substrato (por causa das colisões com as partículas da fase gasosa) se torna proporcionalmente maior, de forma que a relação deixa de ser linear.

Foram realizadas medidas de resistividade elétrica, aderência ao substrato, estrutura cristalográfica e composição química em algumas amostras dos filmes de tântalo e de silício, com o objetivo de compreender melhor o processo de deposição. Verificou-se que é bastante acentuada a influência da taxa de deposição e da pressão relativa de argônio na resistividade elétrica dos filmes de tântalo depositados, o que parece refletir a presença de contaminantes no filme. Estes resultados mostram a necessidade de se obter maiores taxas de deposição, o que trará como consequência direta uma porcentagem menor de contaminantes incorporados ao filme. É possível aumentar a taxa de deposição do sistema, simplesmente com a troca da atual fonte por outra fonte de tensão DC que permita alcançar maiores valores de tensão (por volta de 4 KV), ou, o que é preferível, uma fonte de tensão RF a qual, operando à mesma tensão, produz uma ionização na fase gasosa maior que a tensão DC.

As medidas realizadas nos filmes de tântalo indicam que se trata de material policristalino, com forte orientação preferencial na direção (110), apresentando estrutura "c" (cúbica de corpo centrado) de baixa

densidade (low density), com tamanho médio de grãos igual à aproximadamente 30 Å. Estas características foram obtidas independentemente do substrato utilizado ser monocristalino ou amorfo.

Os filmes de silício não puderam ser caracterizados do ponto de vista estrutural; no entanto acredita-se que estes apresentem uma estrutura amorfa. As análises realizadas em duas amostras de silício revelaram a presença de oxigênio e argônio em altas concentrações, o que se atribue à baixa taxa de deposição obtida com a fonte de tensão ora em uso.

O fato de se obter para o tântalo esta estrutura de baixa densidade é atribuído às relativamente baixas tensões de alvo utilizadas na sua deposição. Os filmes com esta estrutura têm uma resistividade elétrica bem maior que com as estruturas "a" e "B" normais, sendo que no nosso caso a resistividade ficou na faixa de 2 a 10 mΩ.cm, para as diversas condições de deposição ensaiadas. A investigação da correlação, se elas existirem, das características estruturais (tamanho de grão, orientação preferencial, estrutura) com a resistividade elétrica, resistência a eletromigração, resistência a eletrocorrosão, entre outras, deverá ser efetuada em continuação à este trabalho.

O sistema de pulverização catódica objeto deste trabalho apresenta um alto índice de nacionalização. A exceção dos componentes do subsistema de vácuo, as demais partes componentes do sistema foram adquiridas no mercado local, ou construídas em nossas oficinas. Isto demonstra a viabilidade técnica de se construir equipamentos similares no País, sendo a sua viabilidade prática uma questão somente da demanda de mercado; inclusive, o parque industrial instalado no país já oferece uma parte considerável de equipamentos para alto-vácuo, inclusive bombas de difusão.

Os dois materiais empregados neste trabalho, silício e tântalo, são de nosso interesse por suas futuras aplicações tanto na construção de matrizes ativas de transistores de filmes finos, como na obtenção de silicetos de metais refratários (tântalo, entre outros). Este sistema de deposição mostrou-se bastante apropriado para a obtenção de filmes finos à serem utilizados nas aplicações aqui mencionadas, sendo que sua operação está bastante simplificada pelas facilidades nele implantadas. Permitindo deposições de até três materiais diferentes num mesmo ciclo de vácuo, se presta à inúmeras aplicações, possibilitando a obtenção de compostos (silicetos, entre outros) a partir de materiais simples e de estruturas com múltiplas camadas.

Dentro da dinâmica natural de um processo de pesquisa novas

facilidades deverão ser acrescidas ao sistema, visando adequá-lo cada vez mais às aplicações em uso. Apontamos como sendo a principal necessidade a aquisição de outra fonte de tensão que permita aumentar a taxa de deposição, e com isto obter filmes mais puros. Outros recursos para o controle das características dos filmes depositados, tais como o aquecimento ou a polarização do suporte dos substratos poderão ser acrescidos oportunamente. Instrumentos para controle da composição da atmosfera da câmara, tais como fluxímetros (mass flow meter) para controle da entrada dos gases de trabalho, também são bastante úteis, sendo suas aquisições dependentes da disponibilidade de recursos.

Longe de se ter esgotado o assunto, dado que se trata de uma técnica complexa, envolvendo um grande número de parâmetros que se interrelacionam, caminhou-se consideravelmente no sentido de compreender os processos envolvidos na deposição de filmes finos com a técnica de pulverização catódica. Além disto, gostaríamos de destacar como outros resultados importantes do trabalho:

- termos disponível em nosso laboratório um equipamento bastante versátil, a um custo bem inferior à um similar comercial, o que de outra forma seria impossível pelas dificuldades financeiras que enfrentamos. Sua capacidade e dimensões permitem sua utilização não só para a investigação de materiais e dispositivos a nível de laboratório, como para aplicações industriais;
- a caracterização de seu desempenho, de forma a permitir escolher as condições de deposição mais apropriadas para a obtenção de filmes com controle de suas características.
- a metodologia de trabalho no estabelecimento de um processo de deposição para tântalo e sílico, a partir de um sistema inoperante;
- o uso de técnicas alternativas de projeto mecânico e de medidas de modo a contornar a falta de recursos apropriados verificada em diferentes etapas do trabalho (alguns materiais para os diversos conjuntos construídos, equipamentos para medida da uniformidade de espessura e para controle da composição da atmosfera da câmara), as quais podem ser úteis também em outros trabalhos;
- a contribuição para o desenvolvimento de uma competência em projeto, construção e operação de sistemas para processamento em Microeletrônica e para a formação de pelo menos 3 técnicos em vácuo, em mecânica, na operação do sistema e nas medidas efetuadas.

Como uma continuação natural deste trabalho já estão em andamento

Desenvolvimento e Estudo de um Sistema de Pulverização Catódica com Múltiplos Alvos

alguns outros trabalhos quais sejam, o de estudo e obtenção do óxido de tântalo anodizado com e sem nitretação ( $TaO_xNy$  e  $Ta_2O_5$ ), a obtenção de silício amorfo hidrogenado ( $a-Si:H$ ) e a construção de transistores de filmes finos empregando estes materiais.