

Institut für Festkörperforschung
Abt. Dünnschichtsysteme und
Nanostrukturen



Institut für
Festkörper- und
Werkstofforschung
Dresden

Hochstabile elektrische Funktionsschichten für miniaturisierte Chipbauelemente

IFW-Teilbericht für das Verbundvorhaben

Neue Keramik- und Dünnschichtwerkstoffe für miniaturisierte Chipbauelemente

Projektlaufzeit 07/96 bis 06/99

Förderkennzeichen 03N 1020E4

Projektbearbeiter

U. Brüstel, A. Heinrich, J. Schumann, H. Vinzelberg

Dezember 1999

Inhaltsverzeichnis

I. Allgemeiner Teil

1. Aufgabenstellung des Vorhabens
2. Voraussetzungen für die Vorhabensdurchführung
3. Planung und Ablauf des Vorhabens
4. Nutzbarer wissenschaftlicher und technischer Stand
5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen

II. Berichtsteil

1. Darstellung der wesentlichen Ergebnisse
 - 1.1. Auswahl des Materialsystems
 - 1.1.1. Literaturdiskussion
 - 1.1.2. Vergleich oxidischer und nitridischer CrSi - Schichten
 - 1.2. Nitridische CrSiAl - Widerstandsschichten
 - 1.2.1. N₂ - reaktive Schichtpräparation
 - 1.2.2. Schichten vom Target Si₄₇Cr₂₃Al₃₀
 - 1.2.3. Schichten vom Target Si₅₃Cr₂₇Al₂₀
 - 1.2.4. Schichten vom Target Si₆₀Cr₃₀Al₁₀
 - 1.3. Muster für Chipbauelemente
 - 1.4. Zusammenfassung und Schlußfolgerungen
2. Voraussichtlicher Nutzen und Verwertung der Ergebnisse
3. Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen
4. Liste der Veröffentlichungen und Patente
5. Literaturzitate

I. Allgemeiner Teil

1. Aufgabenstellung des Vorhabens

Das Ziel der IFW-Teilaufgabe bestand in der Entwicklung von Widerstandsschichten hoher Präzision auf neuartigen im Verbundvorhaben zu entwickelnden keramischen Al_2O_3 - und AlN -Substraten. Unter Präzisionseigenschaften von Widerstandsschichten werden eine hohe Stabilität (geringe Drift $\Delta R/R$ des Widerstandes) bei normgerechter Belastung und ein geringer Temperaturkoeffizient des Widerstandes (TKR) verstanden. Typische angestrebte Werte sind $\Delta R/R < 10^{-3}$ und $\text{TKR} < 25\text{ppm/K}$ zwischen 25°C und 125°C . Diese Präzisionseigenschaften sollten in einem möglichst breiten Widerstandsbereich erreicht werden, wobei das Kerngebiet zwischen $500\Omega/\text{q}$ und $3\text{k}\Omega/\text{q}$ Flächenwiderstand R_F lag.

Die Aufgabenstellung zur Entwicklung von Widerstandsschichten mit erhöhter Präzision ergab sich aus mehreren Gründen. Zum einen folgt sie unmittelbar aus dem neuen Substratkonzept, das die Grundlage für das Verbundvorhaben darstellt. Für Chipwiderstände ermöglichen die neuen durchbrochenen Substrate gegenüber der bisherigen Technologie ein vereinfachtes Kontaktschichtsystem und die Verlagerung des Widerstandsabgleichs in den abschließenden Teil der Chipherstellung. Dies sollte u.a. eine verbesserte Toleranzklasse für die Chipbauelemente ermöglichen, was wiederum eine entsprechend erhöhte Präzision der Widerstandsschichten verlangt.

Ein zweiter Grund liegt in der für Spezialfälle vorgesehenen Verwendung von AlN -Keramik als Substratmaterial, die auf Grund ihrer gegenüber Al_2O_3 -Keramik höheren Wärmeleitfähigkeit höhere Leistungsspitzen zuläßt. Daraus ergibt sich die Forderung nach einer höheren thermischen Stabilität der Schichtsysteme. Weiterhin ergibt sich über die mit den neuen Substraten zusammenhängenden Anforderungen hinaus auch für die klassischen Substrate auf Grund der weitergehenden Miniaturisierung der Chipbauelemente die Notwendigkeit für eine Parameterverbesserung für die Widerstandsschichten insbes. im Hochohm-bereich und damit im Kernbereich dieses Teilvorhabens.

Teil der Aufgabenstellung ist der Nachweis der verbesserten Präzision und insbes. der erhöhten Stabilität in Musterbauelementen. Dafür waren entsprechende Mustersubstrate zur Weiterverarbeitung an die Projektpartner zu übergeben.

2. Voraussetzungen für die Vorhabensdurchführung

In der Abteilung Dünnschichtsysteme und Nanostrukturen des IFW Dresden existieren langjährige Erfahrungen zu Widerstandsschichten mit extremen Parametern. In vorausgegangenen Projekten (BMBF-Verbund „Funktionelle Widerstands- und Kontaktwerkstoffe“ 1992 - 1994 /1/ und AIF - Thema „Werkstoffoptimierung und Technologieentwicklung für passive Chipbauelemente“ 1994 – 1996 /2/) wurden Werkstoffkonzepte für den Niederohm- und Hochohm-bereich entwickelt, mit denen bzgl. des Flächenwiderstandes die jeweiligen physikalisch bedingten Grenzen erreicht wurden, bis zu denen ein TKR nahe Null im Temperaturbereich zwischen -55°C und 125°C noch möglich ist.

Im Niederohmbereich wird diese Grenze mit ungeordneten metallischen Systemen erreicht, in denen es zu einer TKR Kompensation zwischen einem positiven Beitrag vom klassischen Boltzmannverhalten und einem negativen Beitrag von der durch die Unordnung verursachten schwachen Lokalisierung kommt /3/. Der entsprechende spezifische Widerstand liegt bei ca. $50\mu\Omega\text{cm}$, was bei einer noch vertretbaren Schichtdicke von $1\mu\text{m}$ einem Flächenwiderstand $R_F = 0.5\Omega/\text{q}$ entspricht. In /2/ wurde gezeigt, daß CuNiMn Schichten ein geeignetes Materialsystem für diesen Grenzbereich sind, wobei noch NiCr -Unterlage- und Abdeckschichten zur Stabilitätserhöhung notwendig sind. Mit NiCr/CuNiMn/NiCr Schichtsystemen wurde ein Flächenwiderstand von bis zu $R_F = 1\Omega/\text{q}$ mit $\text{TKR} < 50\text{ppm/K}$ erreicht.

Als Materialsystem für den Hochohm-bereich kommen nanodisperse Metall-Isolator Compositssysteme in Betracht. /1,4/. Der maximale Widerstand mit einem geringen TKR

sollte in diesen Systemen nahe dem Metall-Isolator Übergang liegen. Eine entsprechende Abschätzung /5/ ergibt als maximalen Flächenwiderstand $R_F \approx 10\text{k}\Omega/\text{q}$ bei einer minimalen Schichtdicke in der Größenordnung der Kristallitgröße. Je nach Anforderung an die Präzision wird der maximal erreichbare Flächenwiderstand nahe diesem abgeschätzten Wert liegen bzw. bei erhöhten Parameterforderungen deutlich darunter. Von den möglichen Composit-systemen haben sich Schichten auf Cr-Si-O bzw. Ta-N Basis als stabile Widerstandsschichten weitgehend durchgesetzt. Die bisherigen eigenen Arbeiten wurden zum System Cr-Si-Me-O (Me = Al, W) durchgeführt, bei dem Chromsilizide die metallische sowie SiO_x und AlO_y die nichtmetallische Komponente darstellen. Dabei wurde ein Widerstandsbereich von einigen $100\Omega/\text{q}$ bis $10\text{k}\Omega/\text{q}$ betrachtet. Unterhalb von ca. $500\Omega/\text{q}$ haben sich Ni-Cr- und Ta-N Schichten international durchgesetzt, wobei eine sehr hohe Präzision erreicht wurde.

Der für die Dünnschichttechnologie zugängliche Bereich liegt also zwischen $1\Omega/\text{q}$ und $10\text{k}\Omega/\text{q}$. Für das vorliegende Vorhaben wurde der Schwerpunkt auf den Hochohm-bereich gelegt und darin - im Ergebnis der Vorarbeiten - auf einen Bereich bis zu $R_F = 3\text{k}\Omega/\text{q}$, bis zu dem höchste Präzision erreicht werden sollte. Dabei war auch im Hinblick auf die angestrebten Anwendungen wichtig, daß die optimierten Materialien eine homogene Schichtabscheidung mit ausreichender Ausbeute ermöglichen.

Für diese Aufgabenstellung waren HV - Sputteranlagen, Photolithographie und elektrische Meßtechnik vorhanden. Die HV - Sputteranlage vom Typ HSZ 03 war allerdings überaltert und nicht mehr zuverlässig, so daß im Rahmen des Projektes eine neue UHV - Anlage konzipiert, erworben und eingesetzt wurde.

Die Herstellung der Sputtertargets gewünschter Zusammensetzung erfolgte durch Kooperation innerhalb des IFW. Die analytische Charakterisierung wurde mittels Rutherford Rückstreuung (RBS) im FZ Rossendorf und mittels ESMA im IFW durchgeführt.

3. Planung und Ablauf des Vorhabens

Der Arbeitsplan des Gesamtprojektes entsprach der engen Verknüpfung der Teilaufgaben. Besonders verbunden war die Entwicklung der neuen Substrate mit den daraus folgenden Schichtmaterial- und Technologieentwicklungen. Für das IFW Teilvorhaben ergab sich daraus die Aufgabe, möglichst bald die neuen Widerstandsschichten auf den durchbrochenen Al_2O_3 - Substraten sowie auf den ganzflächigen und durchbrochenen AlN - Substraten zu erproben.

Es zeigte sich schon bei den ersten Al_2O_3 - Mustersubstraten, daß die Durchbrüche im Kontaktbereich keine zusätzlichen Probleme für die Erreichung von Präzisionseigenschaften für die Widerstandsschicht bereiten. Die erwarteten neuen Probleme lagen in anderen Technologieschritten. Bei den AlN - Substraten ergab sich dagegen eine deutliche Abhängigkeit der Schichteigenschaften von der Art des Brandes und von der Oberflächenbehandlung, so daß es Rückschlüsse auf die Substratentwicklung gab. Die Durchbrüche in diesen Substraten stellten wie beim Al_2O_3 aber kein zusätzliches Problem dar.

Die Entwicklung der Widerstandsschichten gliederte sich in drei Teile:

1. die Erarbeitung des Materialkonzeptes
2. die eigentliche Schichtentwicklung
3. die Erprobung der Schichtsysteme in Musterbauelementen.

Zu 1.: Als entscheidendes Kriterium wurde die zu erreichende Stabilität angesehen, die eine grundsätzliche Eigenschaft des zu wählenden Materialsystems sein muß. Die angestrebten TKR - Werte sollten sich durch Optimierung zumindest in begrenzten R_F - Bereichen erreichen lassen. Da es zur Stabilität sowohl von nitridischen als auch carbidischen und boridischen Schichten mehrere Veröffentlichungen gab, wurde in Ergänzung zu eigenen Voruntersuchungen eine Literaturstudie durchgeführt. In Summe ergab sich, daß im Hinblick auf die Größe des angestrebten Widerstandsbereiches nur nitridische Schichtsysteme eine realistische Ausgangsbasis darstellen. Karbidische und boridische Systeme ergeben Widerstandsschichten mit hoher Präzision offenbar nur in einem engen und niedrigen R_F -Bereich.

Aus den eigenen Vorarbeiten lag es nahe, das Cr-Si System zur Grundlage der Materialentwicklung zu machen. Es wurde auch keine aussichtsreiche Alternative dazu in der Literatur gefunden.

Zu 2.: Aus Vorarbeiten war bekannt /1,4/, daß das Si/Cr - Verhältnis im Sputtertarget >1.5 sein sollte. Aus einem Vergleich von oxidischen Schichten mit einem Si/Cr Verhältnis zwischen 2 und 3 wurden die Arbeiten auf Schichten mit Si/Cr = 2 konzentriert. Mit Al wurde eine weitere Targetkomponente eingeführt, wodurch eine weitere Möglichkeit zur Schichtoptimierung gegeben war. Die Optimierung erfolgte auf technischen Substraten, die Musterherstellung auf den neuen durchbrochenen Substraten. Zu Vergleichszwecken wurden auch Schichten auf oxidierten Si Scheiben mit untersucht.

Als Präparationsmethode wurde das partiell reaktive DC Magnetronspütern verwendet. Durch elektrische Untersuchungen wurde geprüft, unter welchen Bedingungen eine ausreichende Reproduzierbarkeit und Homogenität des Stickstoffeinbaus gewährleistet ist. Für die Musterherstellung in der HV – Sputteranlage wurden daraus abgeleitete Veränderungen in der Sputteranlage abgeleitet, die auch für die Produktionsanlage beim Projektpartner Microtech GmbH kein Problem darstellen.

Zu 3.: Die Musterherstellung erfolgte in enger Abstimmung mit den Projektpartnern unter Nutzung der HV - Sputteranlage HZM 4P. Damit erfolgte die Schichtabscheidung unter Vakuumbedingungen, die vergleichbar mit denen bei der Microtech GmbH sind. Im Vorfeld wurde beim Partner FEP Dresden gezeigt, daß sich die nitridischen Schichten in ausreichender Genauigkeit mittels Elektronenstrahl abgleichen lassen. Die Ergebnisse zu den Mustern sind im Bericht der Microtech GmbH dargestellt.

4. Nutzbarer wissenschaftlicher und technischer Stand

Die in dem Verbundvorhaben kooperierenden Gruppen haben eine eigene langjährige Erfahrung in allen Aspekten der Material- und Technologieentwicklung für Chipwiderstände, die den jeweils anderen Partnern nach Bedarf zur Verfügung stand. Darüber hinaus wurde der Literaturstand ausgewertet.

Für die Entwicklung hochpräziser Widerstandsschichten wurden in der Literatur keine Arbeiten bzw. Anregungen gefunden, die eine Änderung des Materialkonzeptes notwendig gemacht hätten. Eine kritische Diskussion der Literatur wird im Abschnitt 1.1. „Auswahl des Materialsystems“ im Berichtsteil gegeben. Während der Projektarbeit gab es mit der Arbeit /6/ eine Bestätigung des gewählten Basissystems Cr-Si-N durch eine Veröffentlichung des Philips Konzerns.

5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Die Zusammenarbeit mit anderen Stellen konzentrierte sich auf die Partner im Verbundprojekt. Entsprechend dem Arbeitsplan bestanden die Kooperation insbes. in Folgendem:

- mit Ceram-Tech Cadolzburg in der Erprobung der neuen Al_2O_3 – und AlN – Substrate,
- mit FEP Dresden bzgl. des Elektronenstrahlableiches und der Kontaktsysteme für die neuen Widerstandsschichten,
- mit der Microtech GmbH Teltow bzgl. der Musterbauelemente, insbes. zur Homogenität der Widerstands- und TKR Werte auf den Mustersubstraten und zur Parameterdrift während der Musterfertigung.

Zu den anderen Projektpartnern gab es entsprechend der Arbeitsteilung keine direkten Kooperationsbeziehungen. Eine weitere Zusammenarbeit mit anderen Institutionen gab es über eine Auftragserteilung an das FZ Rossendorf zur Schichtanalytik hinaus nicht.

II. Berichtsteil

1. Darstellung der wesentlichen Ergebnisse

1.1. Auswahl des Materialsystems

1.1.1. Literaturdiskussion

Die heute am stärksten verbreiteten Materialsysteme für Dünnschicht-Widerstände haben sich vor ca. 25 bis 30 Jahren aus einer breiten Palette von Möglichkeiten herauskristallisiert. Diese Systeme sind Ni-Cr /7/, Ni-Cr-O /8/ und Ta-N /9/ für den Nieder- und Mittelohmbereich sowie Cr-Si-O /4,10-12/ für den Hochohmbereich (die Literaturzitate sind jeweils nur beispielhaft), wobei die jeweils optimalen Zusammensetzungen einschließlich weiterer Komponenten von den speziellen Zielsetzungen abhängen. Diese weiteren Komponenten sind z.B. im Ni-Cr System Al bzw. Si, um niedrigere bzw. höhere Flächenwiderstände zu erreichen.

Neuere Entwicklungen gab es vor allem in den Grenzbereichen bzgl. des Flächenwiderstandes. Im Niederohmbereich unterhalb des Ni-Cr bzw. Ni-Cr-Al Spektrums liefern Cu-Ni Schichten die besten Eigenschaften /2,6,13/. Eine mögliche Alternative stellen Ta-Al Schichten dar, wobei in /14/ deren Anwendbarkeit als Heizleiter in Tintenstrahldruckern untersucht wurde. Im Mittel- und Hochohmbereich können Alternativen zu Cr-Si und Cr-Si-O solche Systeme sein, die ein anderes Übergangsmetall als metallische Komponente bzw. eine nitridische, carbidische oder boridische Komponente als Dielektrikum besitzen. Man muß bei der Bewertung von Alternativen davon ausgehen, ob es sich lediglich um alternative Möglichkeiten zu Cr-Si und Cr-Si-O handelt, oder ob sich ein Weg für eine höhere Stabilität und Präzision in einem breiten Spektrum des Flächenwiderstandes eröffnet. Auch muß die Schichtherstellung technologisch einfach und die zur Einstellung eines kleinen Temperaturkoeffizienten TKR notwendige Temperaturnähe in vertretbaren Grenzen bleiben.

In der Literatur werden als Alternative zu Cr-Si Widerstandsschichten nur die Systeme Fe-Si und Ni-Si beschrieben /15, 16/, die im Mittelohmbereich von $250\mu\Omega\text{cm}$ bis $3500\mu\Omega\text{cm}$ untersucht wurden. Über deren Stabilitäts- und Präzisionseigenschaften ist nichts bekannt.

Für die Bewertung von Alternativen zu mittel- und hochohmigen Cr-Si-O Schichten für das vorliegende Vorhaben diene als das entscheidende Kriterium eine verbesserte Stabilität (siehe auch Berichtsteil I). Seit längerer Zeit war bekannt, daß sich nitridische Metallschichten durch eine hohe thermische Stabilität auszeichnen können. Dies war Ausgangspunkt für erste eigene Untersuchungen zu Cr-Si-N Schichten mit einem Si/Cr Verhältnis von 74/26 im Target /4,17/. Es ergab sich die erwartete höhere Stabilität gegenüber Cr-Si-O Schichten. In der Literatur wurden neben dem etablierten Widerstandssystem Ta-N für den Niederohmbereich /9/ weitere binäre Metallnitrid – Schichten untersucht, insbesondere W-N, Ti-N, Nb-N, Zr-N, WTi-N und Mo-N. Die Untersuchungen konzentrierten sich überwiegend auf die Eignung dieser Schichten als Leiterbahnen und Diffusionsbarrieren in Abhängigkeit vom N - Gehalt. Nur im Fall des Zr-N wurde eine Anwendung als Widerstandsschicht mit hoher Stabilität angestrebt /18/, und zwar als Heizwiderstand in Thermodruckköpfen.

Carbidische Schichten von Übergangsmetallen fanden als mögliche Dehnmeßstreifen für Anwendungen bei höheren Temperaturen Interesse /19/. Es zeigte sich aber, daß kleine TKR Werte offenbar nur in einem sehr begrenztem Widerstandsbereich möglich sind. Eigene länger zurückliegende Untersuchungen zu partiell reaktiv gesputterten Cr-Si-C Schichten bestätigen dieses Ergebnis. Als Widerstandsschichten fanden zeitweilig amorphe C-Me-H Schichten (Me = Übergangsmetall) Interesse, wegen mangelnder Stabilität dieser Materialien wurden diese Arbeiten u. W. wieder eingestellt.

Für die Boride der Übergangsmetalle gilt ähnliches wie für die Carbide und Nitride. Auch Boride von Übergangsmetallen können eine hervorragende Stabilität besitzen, so wird z.B. HfB_2 als Heizschicht in Thermodruckköpfen verwendet /20/. Es fehlt aber auch hier wie bei den binären Metall-Nitrid und Metall-Carbid Schichten ein zusätzlicher Freiheitsgrad z.B. in Form einer dritten Komponente, um die niederohmigen Schichten auf einen breiteren

Widerstandsbereich zu "verallgemeinern". Es wurden dazu keine zusätzlichen Anregungen in der Literatur gefunden, die über den eigenen Ansatz hinausgehen, in Cr-Si-O die dielektrische Komponente SiO_x durch SiN_y bzw. SiC zu ersetzen.

Interessant ist ein in letzter Zeit mehrfach gegangener Weg, eine hohe Präzision und Stabilität durch Verwendung einer Doppelschicht aus Ta-N und RuO_2 zu erreichen /21/. Durch Wahl des Schichtdickenverhältnisses und des Grades der Interdiffusion hat man einen größeren Spielraum, um Parameter zu optimieren. Es ist aber nicht bekannt, ob bisher ein mit Ni-Cr und Cr-Si vergleichbarer Grad an Präzision erreicht wurde. Gleiches gilt für Widerstandsschichten auf RuO_x Basis /22/.

Für das vorliegende Projekt wurde aus dem Literaturstand und aus eigenen im nächsten Abschnitt zusammengefaßten Untersuchungen die Entscheidung getroffen, die Materialentwicklung für neue Widerstandsschichten auf das Cr-Si-N System zu konzentrieren. Während der Projektbearbeitung gab es mit /6/ eine Bestätigung dieser Entscheidung. In /6/ wird beschrieben, daß mit dem gleichen Basissystem hochohmige Widerstandsschichten entwickelt wurden.

1.1.2. Vergleich oxidischer und nitridischer Cr-Si - Schichten

In Abb. 1 wird die sog. Tempercharakteristik von oxidischen und nitridischen Cr-Si Schichten miteinander verglichen, die durch partiell reaktives DC Sputtern von einem Target mit einem Si/Cr Verhältnis von 74/26 (at%) hergestellt wurden. Unter Tempercharakteristik wird im Folgenden stets die Abhängigkeit des spezifischen Widerstandes bei 300K (bzw. des Flächenwiderstandes) und des TKR zwischen 25°C und 125°C von der Wärmebehandlung verstanden. Der Widerstandsbereich, in dem durch eine ausreichende Temperung ein Nulldurchgang des TKR erreicht wird, heißt der einstellbare Bereich (Einstellung eines TKR ≈ 0).

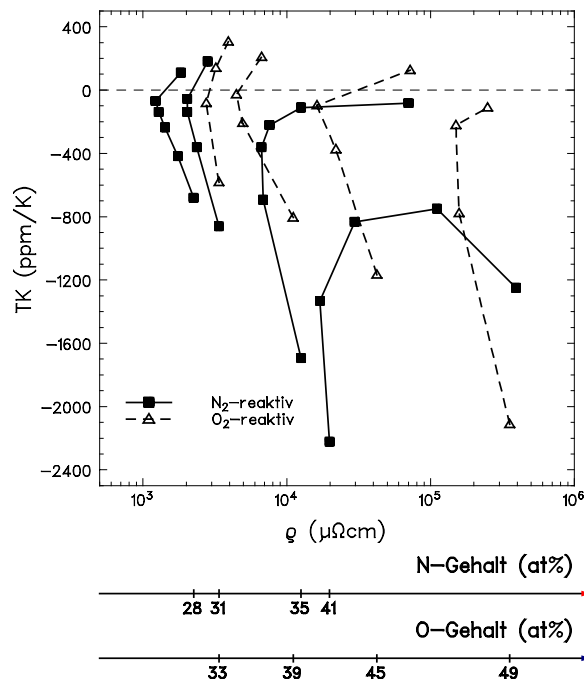


Abb. 1 Tempercharakteristik von Schichten des Targets $\text{Si}_{74}\text{Cr}_{26}$ auf Si-Substrat (Temperung O_2 -reaktiv bis 500°C, N_2 -reaktiv bis 600°C)

Man erkennt in Abb. 1 zwei wesentliche Unterschiede zwischen den oxidischen und nitridischen Schichten. Zum einen ist der einstellbare Bereich der oxidischen Schichten deutlich zu größeren spezifischen Widerständen ausgedehnt als derjenige der nitridischen. Zum anderen sind die Temperaturen, bei denen der TKR – Nulldurchgang stattfindet, deutlich verschieden. Ist der Durchgang für O_2 -reaktive Schichten bei ca. 500°C erreicht,

sind bei N₂-reaktiven Schichten über 600°C erforderlich. Die höhere Einstelltemperatur der nitridischen Schichten ist einer der Gründe für die verbesserte Stabilität dieser Schichten und damit ein für die Zielsetzung des Vorhabens ausschlaggebendes Ergebnis. Der geringere einstellbare Bereich der nitridischen Schichten stellt aber einen schwerwiegenden Nachteil dar. Dies kann zunächst bedeuten, daß der einstellbare Bereich nitridischer Schichten grundsätzlich kleiner ist als bei den oxidischen, oder daß man für die verschiedenen Widerstandsbereiche wesentlich mehr unterschiedliche Targets (d.h. Si/Cr Verhältnisse) verwenden muß als bei den oxidischen Schichten. Es stellte sich aus den weiteren Untersuchungen heraus, daß der einstellbare Bereich nitridischer Schichten grundsätzlich geringer und auf kleinere Widerstandswerte beschränkt ist.

Deshalb wurde zur Schichtoptimierung in einem möglichst großen Widerstandsbereich in Analogie zu oxidischen Cr-Si Schichten [2] mit Al eine weitere Targetkomponente und damit ein weiterer Freiheitsgrad eingeführt. Die Rolle des Al besteht zum einen in der Dotierung der Cr-Silizide, vor allem aber in einem Beitrag zur dielektrischen Komponente durch Bildung von AlN.

Da neben der Stabilität auch der TKR und seine Parabolizität (d.h. der Unterschied ΔTK zwischen dem TKR zwischen 25°C und 125°C und dem zwischen -55°C und 25°C) von hoher Präzision sein sollen, ist man mit der Wahl des Si/Cr Verhältnisses nicht frei. In Abb. 2 wird die Parabolizität des TKR oxidischer Schichten auf Si-Substrat mit einem unterschiedlichem Si/Cr Verhältnis miteinander verglichen. Man erkennt deutlich, daß das Verhältnis Si/Cr = 2 bei vergleichbaren Widerstandswerten zu einer deutlich kleineren Parabolizität ΔTK führt. Damit ergab sich eine Konzentration der Arbeiten auf CrSiAl Targets mit einem Si/Cr Verhältnis von 2.

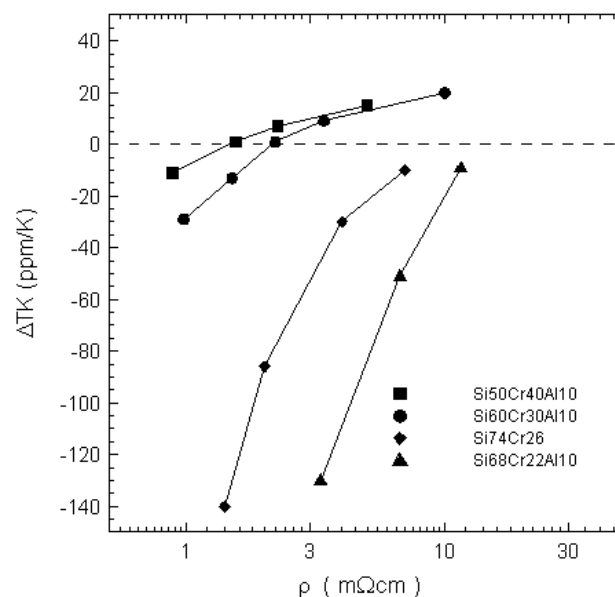


Abb. 2 Parabolizität ΔTK von Cr-Si-Al-O Schichten mit unterschiedlichem Si/Cr – Verhältnis

Eine weitere offene Frage für das Materialkonzept bezog sich auf die zu verwendenden Substrate. Neben der kommerziell üblichen Al₂O₃-Keramik mit rauher Oberfläche (Dickschichtqualität, Rubalit 708) und vergleichenden Untersuchungen zur Dünnschichtkeramik (Rubalit 710) sollte auch AlN Keramik erprobt werden. Inwieweit dadurch neue Probleme entstehen können, wurde an oxidischen Cr-Si-Al Schichten untersucht. In Abb. 3 werden für Schichten vom Target Si60Cr20Al20 die Temperaturcharakteristik für Rubalit 708 und AlN Keramik miteinander verglichen. Offensichtlich zeigen die Schichten auf technischer Al₂O₃ Keramik und auf noch nicht optimierter AlN Keramik grundsätzlich vergleichbare Eigenschaften. Jedenfalls ist zu erwarten, daß aus der Verwendung von AlN Substraten keine neuen Probleme entstehen, die auf das Materialkonzept für hochpräzise Widerstandsschichten Einfluß haben.

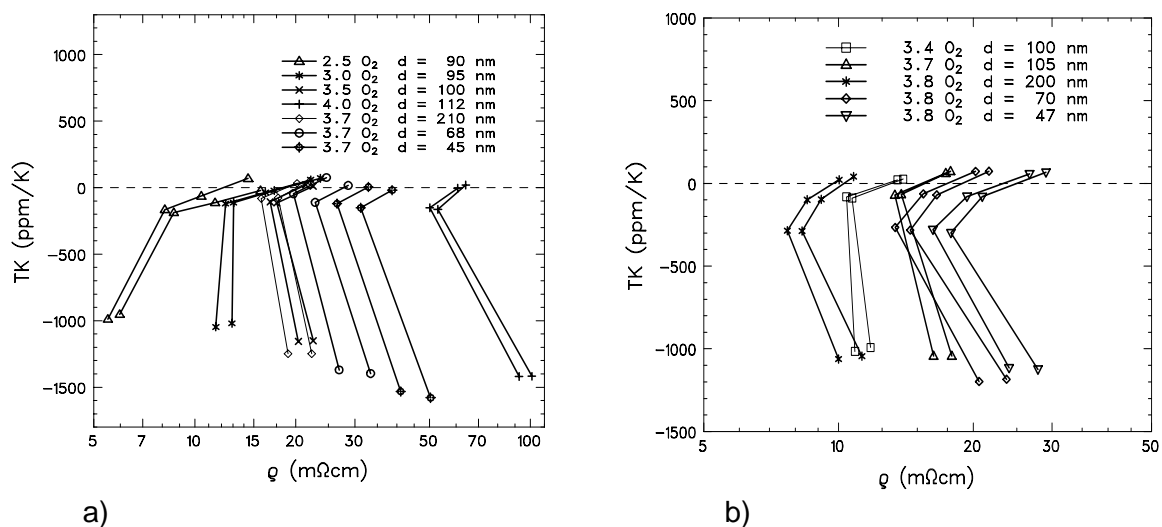


Abb. 3 Tempercharakteristik von O₂ partiell reaktiv gesputterten Schichten vom Target Si60Cr20Al20 auf Al₂O₃ Keramik (a) und AlN Keramik (b) (O₂-Durchfluß in sccm, Temperatur:25,450,500,550°C je 2h an Luft)

1.2. Nitridische CrSiAl - Widerstandsschichten

Im Folgenden werden die Ergebnisse zu nitridischen Widerstandsschichten zusammengefaßt, die auf ganzflächigen Keramiksubstraten und oxidierten Si Wafer erhalten wurden. Von Vorzugsvarianten wurden Musterchargen auf den neuen durchbrochenen Substraten hergestellt, die bei den Verbundpartnern für Chipmuster weiter verarbeitet wurden. Die Ergebnisse zu diesen Schichten und Bauelementen sind im Teilbericht der Microtech GmbH Teltow enthalten.

1.2.1. N₂ - reaktive Schichtpräparation

Für die Sputterdarstellung nitridischer Schichten können grundsätzlich unterschiedliche technologische Verfahren in Betracht gezogen werden /23-25/:

- *Deposition von nitridischen Targets*
- *Partiell-reaktive Deposition von Legierungstargets*

Die Realisierung des Stickstoffeinbaues über eine partiell-reaktive Abscheidung hat den Vorteil, sowohl die vorhandenen Targets als auch die DC-Magnetron-Anlagentechnik nutzen zu können, wobei letztere lediglich mit einem zusätzlichen Gaseinlaßkanal ergänzt werden müßte. Da zur Herstellung von Dünnschichtwiderständen bislang überwiegend DC-Sputteranlagen zur Verfügung stehen und eingesetzt werden, wurde im vorliegenden Projekt eine Präparationstechnologie zur Darstellung nitridischer Cr-Si-Al-Schichten im partiell-reaktiven DC-Betrieb entwickelt und untersucht.

Aus Untersuchungen zur partiell-reaktiven Sputtern ist bekannt /26,27/, daß es in Abhängigkeit von den eingesetzten Gasen unterschiedliche Einbaumechanismen beobachtet werden. Entscheidend für den Einbauweg eines Gases in die wachsende Schicht ist die Größe des Haftkoeffizienten der betreffenden Gase an der Schichtoberfläche. Während bei Sauerstoff hohe Haftkoeffizienten beobachtet werden, was zu einem vollständigen Einbau des angebotenen Sauerstoffs an der Substratoberfläche führt, findet man bei Stickstoff nahezu keine Anlagerung am Substrat über Sorption. Vielmehr geht Stickstoff eine Targetreaktion ein, wird dort durch Argonionen-Bombardement abgestäubt und trägt dann als Sputterspezies in gleicher Weise wie die Hauptkomponenten des Targets zum

Schichtwachstum bei. Bei mehratomigen Gasen beobachtet man zunächst eine Ionisation im Plasmaraum, eine nachfolgende Beschleunigung zum Substrat ermöglicht den Einbau in die Schicht.

Die dargestellten unterschiedlichen Einbauwege der Reaktivgase müssen bei der apparativen Prozeßgestaltung in Betracht gezogen werden. So sollte Sauerstoff für einen optimalen Einbau in die Schicht in Substratnähe eingelassen werden. Dahingegen muß bei Stickstoff dafür gesorgt werden, daß eine Targetreaktion ablaufen kann, wozu der Stickstoffstrom zum Target hin gerichtet werden muß. Im Zusammenhang damit ist es zweckmäßig, Argon und Stickstoff außerhalb der Anlage zusammenzuführen und dann beide Gase gemeinsam in den Quellenraum einzuleiten. Für eine reproduzierbare Prozeßgestaltung im partiell-reaktiven Regime bedarf es einer präzisen Gassteuerung, die sich vorteilhafterweise mittels mass flow controller realisieren läßt. Dabei sollten für die einzelnen Gase Geräte mit angepaßten Durchflussmengen verwendet werden, da für das Sputtergas Ar deutlich höhere Werte erforderlich sind als für die Reaktivgase.

Für die im Projektzeitraum durchgeführten Arbeiten standen drei Anlagen mit unterschiedlicher konstruktiver Ausstattung zur Verfügung.

In der Schleusenanlage **HZS-03** bestand die Möglichkeit unter produktionsnahen Bedingungen nitridische Widerstandsschichten herzustellen. Für die stickstoffreaktive Abscheidung von Schichten des Systems Cr-Si-Al wurde eine der Deltaquellen der Anlage durch eine 160mm-Rundquelle ersetzt. Der Gaseinlaß erfolgt über eine zweikanalige MFC-gesteuerte Einlaßvorrichtung, bei der Sputtergas und Reaktivgas bereits gemischt in den Rezipienten in Quellennähe einströmt. Die Beschichtungen konnten sowohl im Drehteller als auch im Planetentellerbetrieb ausgeführt werden. Die diffusionsgepumpte Anlage gewährleistete einen Startdruck von ca. 1.0×10^{-6} mbar, der sich bei Betrieb einer Stickstoffkühlfalle um ca. eine Größenordnung absenken ließ. Aufgrund der Möglichkeit, eine große Anzahl von Substraten gleichzeitig zu beschichten, wurde die Anlage in der Regel für Musterserien eingesetzt. Die Beschichtungsbedingungen ähneln denen in der Anlage HZM-4P, die Beschichtung erfolgt jedoch auf hängende Substrate. Allerdings mußte diese Anlage aufgrund ihrer sehr hohen Störanfälligkeit und des damit verbundenen unvermeidbar hohen Wartungsaufwandes etwa zur halben Projektlaufzeit stillgelegt werden.

Als weitere Beschichtungsanlage kam die Sputterapparatur **HZM-4P** zum Einsatz, die analog zur Anlage HZS-03 mit 160mm-Quellen ausgestattet ist, jedoch über keine Schleuse verfügt. Als Hauptpumpe besitzt diese Anlage eine Turbomolekularpumpe, für die Gasversorgung ist die Anlage mit einer MFC-Steuerung ausgestattet und kann darüberhinaus mit Hilfe eines regelbaren Schieberventils unter variabler Saugleistung betrieben werden. Zur Absenkung des Wasserdampfpartialdruckes wird die Anlage während der Beschichtungsversuche mit einer stickstoffgekühlten Tiefkühlfalle betrieben. Die Substrate werden in dieser Anlage auf einen Drehteller aufgelegt und während der Beschichtungen mit einer Geschwindigkeit von 15 min^{-1} bewegt. Die wesentlichen Präparationsbedingungen sind nachfolgend zusammengestellt:

- *Startdruck:* $6 \dots 8 \times 10^{-7}$ mbar
- *Sputterdruck:* $3 \dots 8 \times 10^{-3}$ mbar
- *Argonfluß:* 25... 100 sccm
- *Stickstofffluß:* 3... 8 sccm
- *Quellenleistung:* 200W... 500W
- *Kondensationsrate:* 4.5... 11.0 nm/min
- *Substrattemperatur:* 300 K
- *Target-Substrat-Abstand:* 55 mm

Für Sonderversuche stehen für diese Anlage optional auch zwei Planetenteller zur Verfügung, auf dem jedoch nur jeweils zwei Substrate beschichtet werden können. Im Drehtellerregime eignet sich die Anlage für Klein- und Musterserien zu entweder 12×2 "-Substraten oder 8×3 "-Substraten.

Als Ersatz für die ausgesonderte Schleusenanlage HZS-03 sowie mit der Zielstellung der Vertiefung des Verständnisses des Einflusses der Depositionsbedingungen auf die Schichteigenschaften wurde im vorliegenden Projekt eine UHV-Beschichtungsapparatur (**BESTEC**) aufgebaut und in Betrieb genommen. Bei dieser Apparatur handelt es sich um eine ganzmetallgedichtete Vakuumanlage, die mit einer Kryopumpe ausgestattet ist und als Vorpumpen Membranpumpen besitzt, wodurch eine treibmittelfreie Vakuumherzeugung erreicht wird. Die Apparatur verfügt über eine Beschickungsschleuse. Damit muß die Kammer zur Beschickung und Entnahme von Proben nicht belüftet werden. Die Arbeitsparameter dieser Anlage liegen in den nachfolgend aufgeführten Bereichen:

- *Startdruck:* $2...6 \times 10^{-9}$ mbar
- *Sputterdruck:* $3 \times 10^{-3} ... 2 \times 10^{-2}$ mbar
- *Argonfluß:* 25...80 sccm
- *Stickstofffluß:* 2...8 sccm
- *Kondensationsrate:* 3...20nm/min
- *Quellenleistung:* 140W...450W
- *Substrattemperatur:* 300 K...600 K
- *Target-Substrat-Abstand:* 50... 150mm

Im Sputterbetrieb wird der Dreistellungsschieber in die Drosselstellung gebracht, um die Kryopumpe in einem optimalen Arbeitsbereich zu halten, die Einstellung der Sputter- und Reaktivgasdrücke erfolgt über die mass flow controller. Die Kondensationsraten wurden vorwiegend mit der Quellenleistung eingestellt, sie können aber auch über den Target-Substrat-Abstand beeinflusst werden. Dieser ist in bequemer Weise mit Hilfe des Z-Manipulators einzustellen, der als Träger des Substratkarussells dient. Die Substrate befinden sich während der Beschichtung in hängender Position, wodurch eine geringe Partikelbelastung gewährleistet wird. In der Anlage können während einer Charge drei 4"-Substrate beschichtet werden, somit ist diese Anlage stärker für grundlegende Untersuchungen zum Einfluß der Beschichtungsbedingungen auf die Schichteigenschaften prädestiniert als zur Präparation von Kleinserien und Mustern.

Von den Untersuchungen an oxidischen Cr-Si-(Al)-Schichten ist bekannt, daß bei partiell-reaktiver Prozeßführung die Erzielung einer guten lateralen Homogenität besonderer Anstrengungen bedarf. Für einen homogenen Sauerstoffeinbau erwies sich der Einsatz einer speziellen Ringdusche in Substratnähe, die den Sauerstoffstrom möglichst homogen auf das Substrat richtet, als brauchbare technische Lösung.

Für die stickstoff-reaktive Prozeßführung stellte sich heraus, daß sich die für Magnetronquellen üblicherweise benutzten Aperturblenden zur lateralen Homogenisierung als nachteilig erweisen. Die Ursache dafür ist in dem behinderten Stickstoffzutritt zur Targetoberfläche zu sehen, da - wie im vorangegangenen erläutert - für den Stickstoffeinbau eine Targetoberflächenreaktion erforderlich ist. Die an der Anlage HZM-4P durchgeführten Untersuchungen belegen, daß bei blendenfreiem Betrieb eine mittlere Widerstandsinhomogenität von 4% erreicht werden kann, die sich im Hochohmereich auf 8% erhöht. Das ist eine deutliche Verbesserung gegenüber dem Blendenbetrieb, bei dem die Inhomogenität bis zu 30% betragen hatte. Die im blendenfreien Betrieb erzielte Homogenität von $\leq 10\%$, die sich beim Bauelement-Endabgleich weiter kompensieren läßt, sollte für eine technologische Nutzung eine akzeptable Größe sein.

Die in der UHV-Sputteranlage ausgeführten Untersuchungen hinsichtlich erzielbarer Homogenitäten zeigten einen Zusammenhang zwischen Sputterleistung, Kondensationsraten und der Widerstandsdrift über den Wafer. Da sich darüberhinaus herausstellte, daß bei einer Versuchsführung bei geringer Leistung die hochohmigsten einstellbaren Schichten erzielen ließen, ist die gefundene Tendenz der Homogenitätsverbesserung in Übereinstimmung mit der Zielstellung nach hohen Flächenwiderständen. Die ermittelten Homogenitätsdaten sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

Tab. 1. Laterale Homogenität in Abhängigkeit von der Sputterleistung bei stickstoff-reaktiver Beschichtung für ein Si(60)Cr(30)Al(10)-Target (Sputterdruck $p_{Ar}=1.2 \times 10^{-2}$ mbar, $I_{Ar}=80$ sccm, $I_{N_2}=8$ sccm, $d_{Target-Substrat}=60$ mm, $T_{sub}=300$ K)

Sputterleistung (W)	Kondensationsrate (nm/min)	Max. Widerstandsdrift im Ausgangszustand über ein (62×62)mm ² -Substrat (%)
450	11.0	30
300	9.4	19
200	6.8	8
140	4.7	7

Wie aus der Tab. 1 ersichtlich, ergibt sich bei niedrigen Sputterleistungen eine deutlich abgesenkte Widerstandsdrift über die Scheibe. Das bedeutet, daß die sich bei niedrigen Leistungen einstellenden geringen Kondensationsraten den Stickstoffeinbau homogenisieren. Verursacht wird diese Homogenisierung offensichtlich durch eine verminderte Redeposition von Stickstoffatomen während der Kondensation der Targetkomponenten an der Schichtoberfläche (siehe dazu auch Abschnitt 1.2.4.).

1.2.2. Schichten vom Target Si47Cr23Al30

Die Untersuchung der Eigenschaften der N₂-reaktiv abgeschiedenen Schichten unterschiedlicher Zusammensetzung (siehe auch 1.23 und 1.24) ergaben, daß mit dem Target der Zusammensetzung Si47Cr23Al30 die geforderten Präzisionseigenschaften am besten erreichbar sind. Der Schwerpunkt der experimentellen Arbeiten konzentrierte sich daher auf die Optimierung der N₂-reaktiven Abscheidung und der Schichteigenschaften in Abhängigkeit von den Darstellungs-, Einstell- und Auslagerungsbedingungen dieser Targetzusammensetzung und auf den Nachweis der Präzisionseigenschaften. Ein weiterer Schwerpunkt bei der Projektbearbeitung war die Bewertung des Einflusses der unterschiedlichen Substratzusammensetzungen und deren Oberflächen auf die geforderten Präzisionseigenschaften.

In einem Überblicksbild (Abb.4) ist die prinzipielle Tempercharakteristik, der bei unterschiedlichem N₂-Fluß (angegeben in sccm) auf der als Standardsubstrat eingesetzten Al₂O₃ Keramik Rubalit 708 (R08) und auf glatten oxidierten Si-Substraten an der hochohmigen Grenze des auf TKR≈0 einstellbaren Widerstandsbereiches, dargestellt. Man erkennt, daß auf dem Si-Substrat diese Grenze bei ca. 5 mΩcm liegt und auf dem Keramiksubstrat zwischen 10 und 30 mΩcm. Schichten mit Ausgangswerten des TKR unter –1500 ppm/K lassen sich nicht mehr reproduzierbar auf TKR≈0 einstellen. Nicht enthalten sind die Kurven für nichtreaktiv und schwach reaktiv hergestellte Schichten, da diese nicht stabil einstellbar sind. Der Unterschied zwischen beiden Substraten ist durch die Rauigkeit der Keramikoberfläche bedingt. Aus den Untersuchungen an Schichten auf unterschiedlichen Substraten in Abhängigkeit von der Reaktivität folgt, daß der Überhöhungsfaktor im Widerstand zwischen der Keramik und dem ebenen Substrat, der sog. Keramikfaktor, mit dem Reaktivitätsgrad und bei abnehmender Schichtdicke zunimmt. Eine Schichtdicke von ca. 50 nm sollte nicht unterschritten werden, da dann die Widerstandsstreuung beim TKR-Einstellen stark ansteigt und auch die geforderte Stabilität nicht erreicht wird. Technologisch beherrschbar auf TKR≈0 einstellen lassen sich die Schichten des Targets Si47Cr23Al30 im Widerstandsbereich von 3 mΩcm bis 15 mΩcm, was bei den für Widerstandsschichten üblichen Schichtdicken zwischen 50nm und 200 nm einem Flächenwiderstand von 150 Ω/q bis 3kΩ/q entspricht. Der TKR-Anstieg bei der Einstelltemperung bei Temperaturen von 610±20°C beträgt 5 ppm/K².

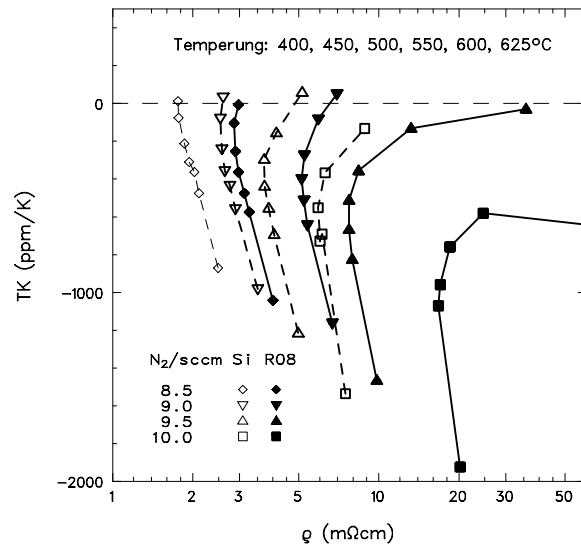


Abb. 4 Tempercharakteristik von N₂-reaktiv gesputterten Schichten des Targets Si₄₇Cr₂₃Al₃₀ auf Silizium- und Keramiksubstrat

Als ein Maß für die Langzeitstabilität von Widerstandsbauerelementen gegenüber unterschiedlichen Belastungsarten (Wärme, Feuchte, elektrische Last,...) hat sich die Auslagerung nichtabgedeckter Schichten bei 155°C trockener Wärme bewährt. Die Abb. 5 zeigt die charakteristische Zeitabhängigkeit der Alterung für N₂-reaktiv gesputterte Schichten mit unterschiedlichem spezifischen Widerstand.

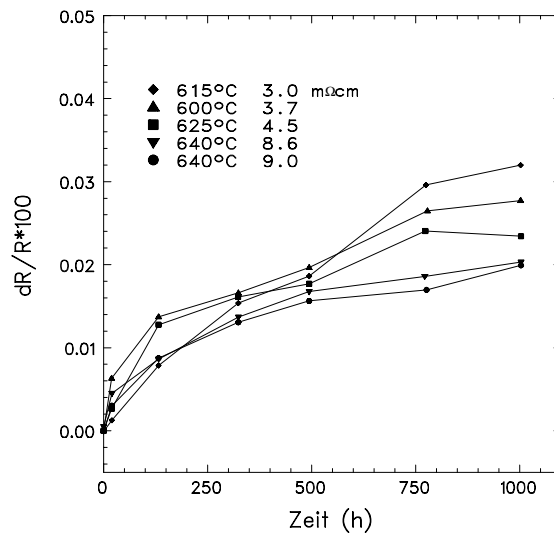
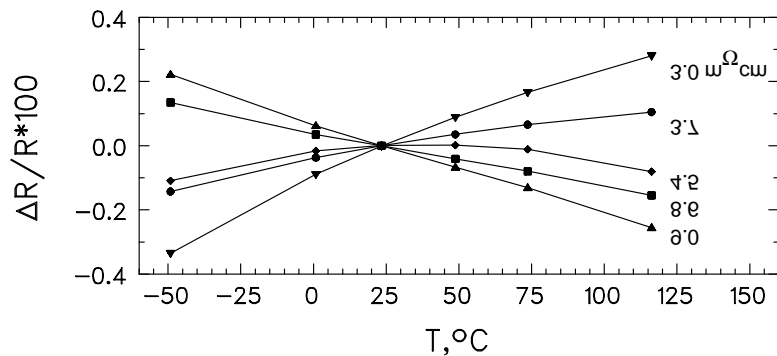


Abb. 5 Zeitabhängigkeit der Widerstandsdrift von eingestellten Schichten des Targets Si₄₇Cr₂₃Al₃₀ auf Keramiksubstrat Rubalit 708 bei 155°C Auslagerung.

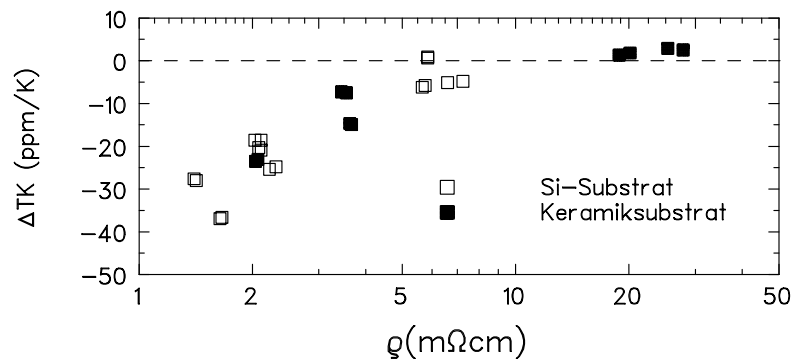
Die Widerstandsdrift $\Delta R/R$ nach 1000h ist im gesamten ρ -Bereich mit deutlich $< 0.1\%$ sehr gering. Eine Abhängigkeit der Drift vom spezifischen Widerstand bzw. von der höheren Einstelltemperatur bei den hochohmigeren Schicht ist zu erkennen, was auch auf anderen Substraten und bei geringeren Reaktivitäten nachgewiesen wurde. Die höhere Drift bei geringer Reaktivität kann auf unvollständig gebundenes Al zurückgeführt werden. Wie von oxidischen CrSiAl-Schichten bekannt, ist ein Mindestgehalt an Metalloid notwendig, um ausreichend gute Stabilitäten zu erhalten. Beobachtet wird auch immer, daß besonders in

den ersten 50 Stunden Auslagerung ein großer Teil der Gesamalterung erfolgt. Damit hat man die Möglichkeit durch eine entsprechende Voralterung die Langzeitstabilität von Bauelementen zu verbessern.

Für die Präzisionsanwendungen ist eine geringe Parabolizität ΔTK der $R(T)$ -Kurven gefordert (1.1.2). In den Abb. 6a und 6b sind die Ergebnisse für die nitridischen Schichten des Targets $\text{Si}_{47}\text{Cr}_{23}\text{Al}_{30}$ im Temperaturbereich von -55°C bis 125°C dargestellt.



g)



p)

Abb. 6 Parabolizität von nitridischen Schichten des Targets $\text{Si}_{47}\text{Cr}_{23}\text{Al}_{30}$

a) Temperaturabhängigkeit des Widerstandes

b) ΔTK eingestellter Schichten in Abhängigkeit vom spezifischen Widerstand

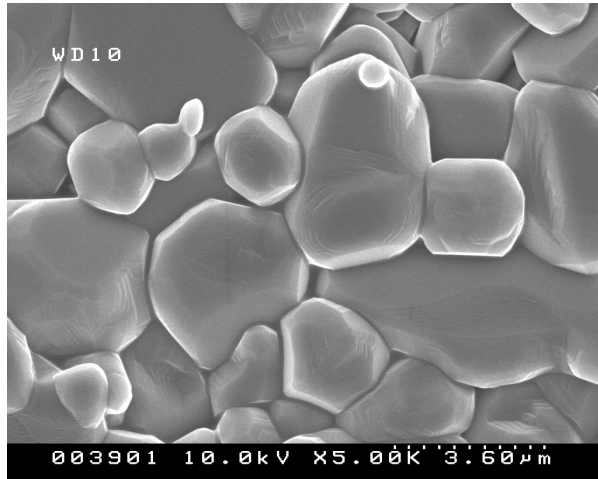
Man erkennt, daß die Parabolizität mit zunehmendem Reaktivitätsgrad abnimmt. Die kleinsten ΔTK -Werte nahe Null werden bei spezifischen Widerständen an der oberen Grenze des Einstellbereiches erreicht. Im technologisch interessanten Bereich von $3 \text{ m}\Omega\text{cm}$ bis $15 \text{ m}\Omega\text{cm}$ ist der ΔTK kleiner 15 ppm/K und somit sind die angestrebten TKR-Werte von 25 ppm/K sicher erreichbar.

Der Einfluß der Oberfläche und der Unterschied zwischen Al_2O_3 - und AlN -Keramik auf die Präzisionseigenschaften wird an Hand vergleichender Untersuchungen an gleichzeitig beschichteten SiO_x -, Al_2O_3 - und AlN - Substraten diskutiert. Vier unterschiedliche Substratqualitäten von Ceramtec Marktredwitz mit folgender Charakteristik wurden eingesetzt:

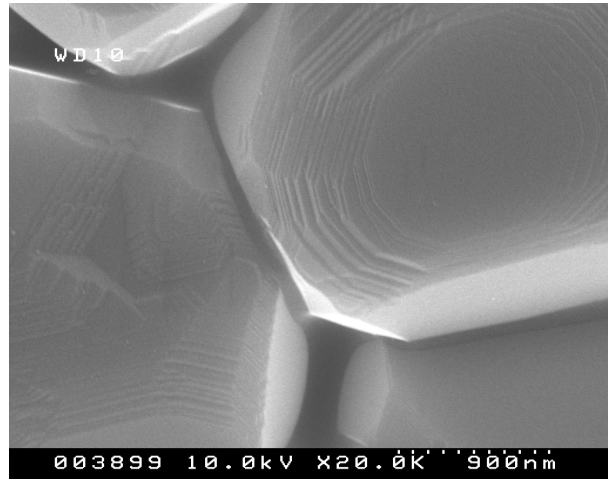
- Brand A as fired
- Brand B as fired, aber anderes Temperregime bei der Herstellung
- Brand C wie Brand B, zusätzlich geschliffen
- Brand D wie Brand C, zusätzlich nachgesintert

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen dieser Oberflächen im Vergleich zum standartmäßig eingesetzten Al_2O_3 -Substrat (Abb.7) zeigen, daß das Al_2O_3 -Substrat eine wesentlich gleichmäßigere Kornstruktur mit gerundeten Kornkanten hat gegenüber den AlN -

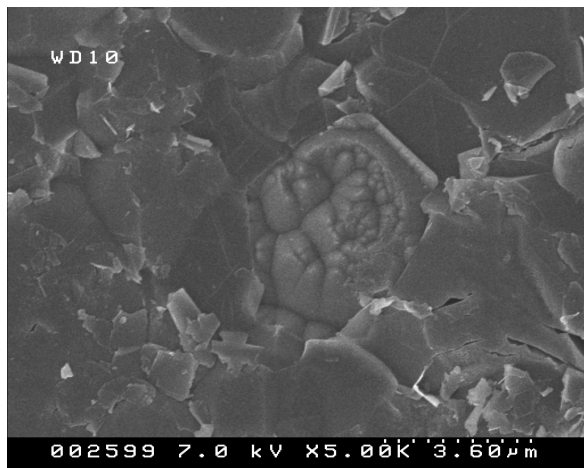
Substraten, mit scharfen Stufen zwischen den Körnern und stark schwankenden Korngrößen. Neben diesen Körnern gibt es noch kleinere, stark irreguläre und zerklüftete Strukturen im sub- μm Bereich. An geschliffenen Substraten sind Löcher durch das Herausbrechen von Körnern beim Schleifprozeß zu erkennen. Das Nachsintern bleibt ohne sichtbaren Einfluß auf die Oberflächenbeschaffenheit.



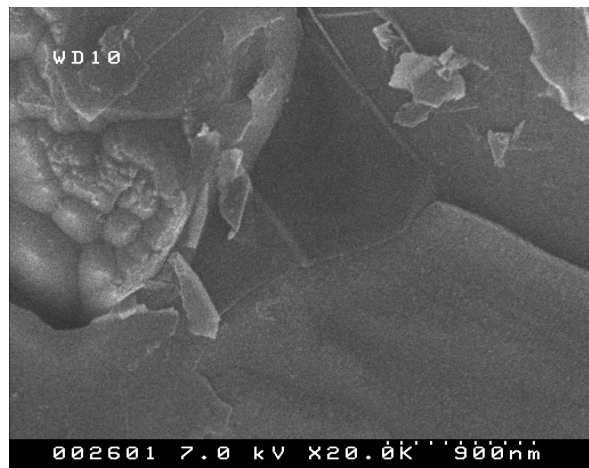
Al_2O_3 -Keramik



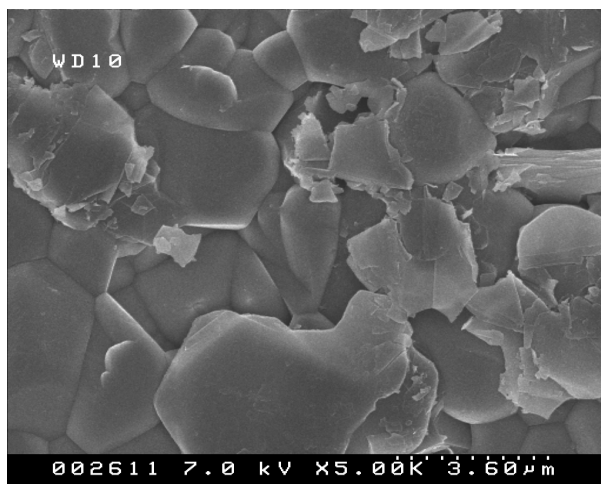
Rubalit 708



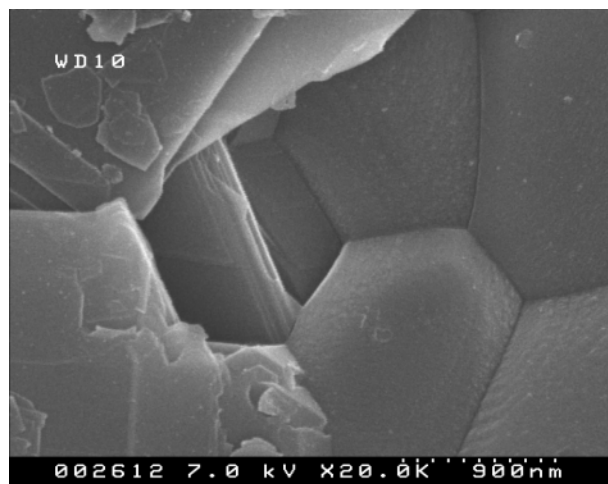
AlN Brand A



as fired

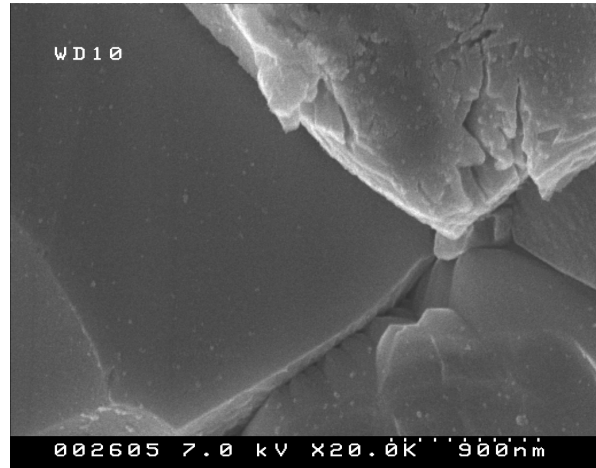
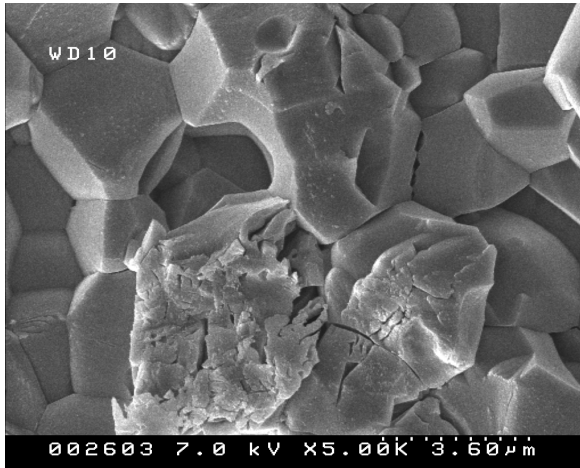


AlN Brand B

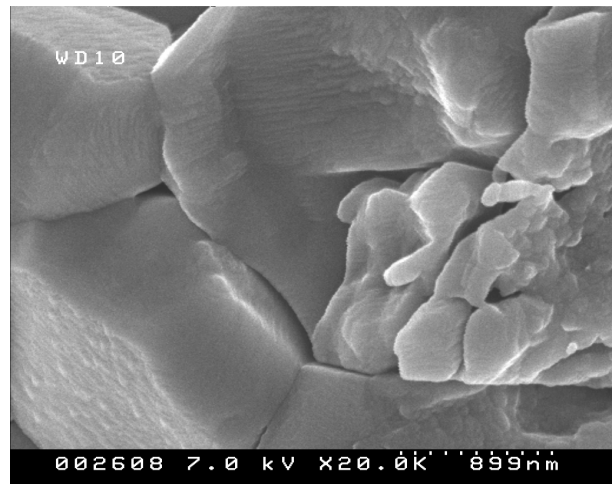
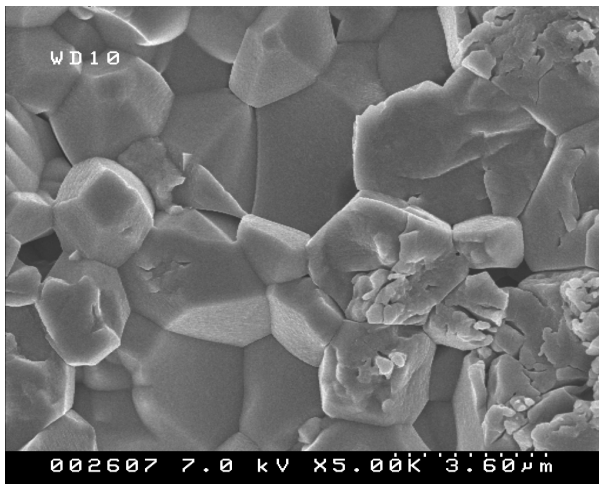


as fired

Abb.7a Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von Keramiksubstraten



AlN Brand C geschliffen



AlN Brand D geschliffen und nachgesintert

Abb.7b Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von AlN-Keramiksubstraten

Drei Chargen mit unterschiedlichen Reaktivitäten wurden hergestellt, wobei gleichzeitig die 6 zu vergleichenden Substrate - oxidierter Si-Wafer, Dickschicht Al_2O_3 -Keramik und die oben angegebenen 4 AlN-Substrate - in der Anlage beschichtet worden sind. Die Tempercharakteristik dieser Chargen (Abb.8) zeigt, daß sich innerhalb einer Charge nur durch die unterschiedlichen Oberflächeneigenschaften der Widerstand um den Faktor 4 ändert, das Tempverhalten aber auf den verschiedenen Substraten vergleichbar in dem Sinne ist, daß die relativen Widerstandsänderungen bei vergleichbaren Temperaturen auftreten, bzw. die Widerstandsverhältnisse zwischen den unterschiedlichen Keramiksorten beim Tempern erhalten bleiben. Man erkennt eine systematische Verschiebung des Ausgangs-TKR zu negativeren Werten mit zunehmendem spezifischen Widerstand auf den rauheren Substraten. Schichten auf den AlN-Substraten C und D sind im Ausgangszustand um etwa den Faktor 2 hochohmiger als auf den as-fired Oberflächen A bzw. B, welche mit dem Al_2O_3 -Substrat Rubalit 708 vergleichbar sind. Dieser Faktor wird durch die auch im Rasterelektronenmikroskop beobachtete veränderte Mikrostruktur der Oberfläche nach dem Schleifen hervorgerufen. Die Nachsinterung der Substratcharge D gegenüber C ergibt nur eine geringe Widerstandverkleinerung, was durch einen gewissen Glättungseffekt der AlN-Körner auf mikroskopischer Ebene erklärbar ist.

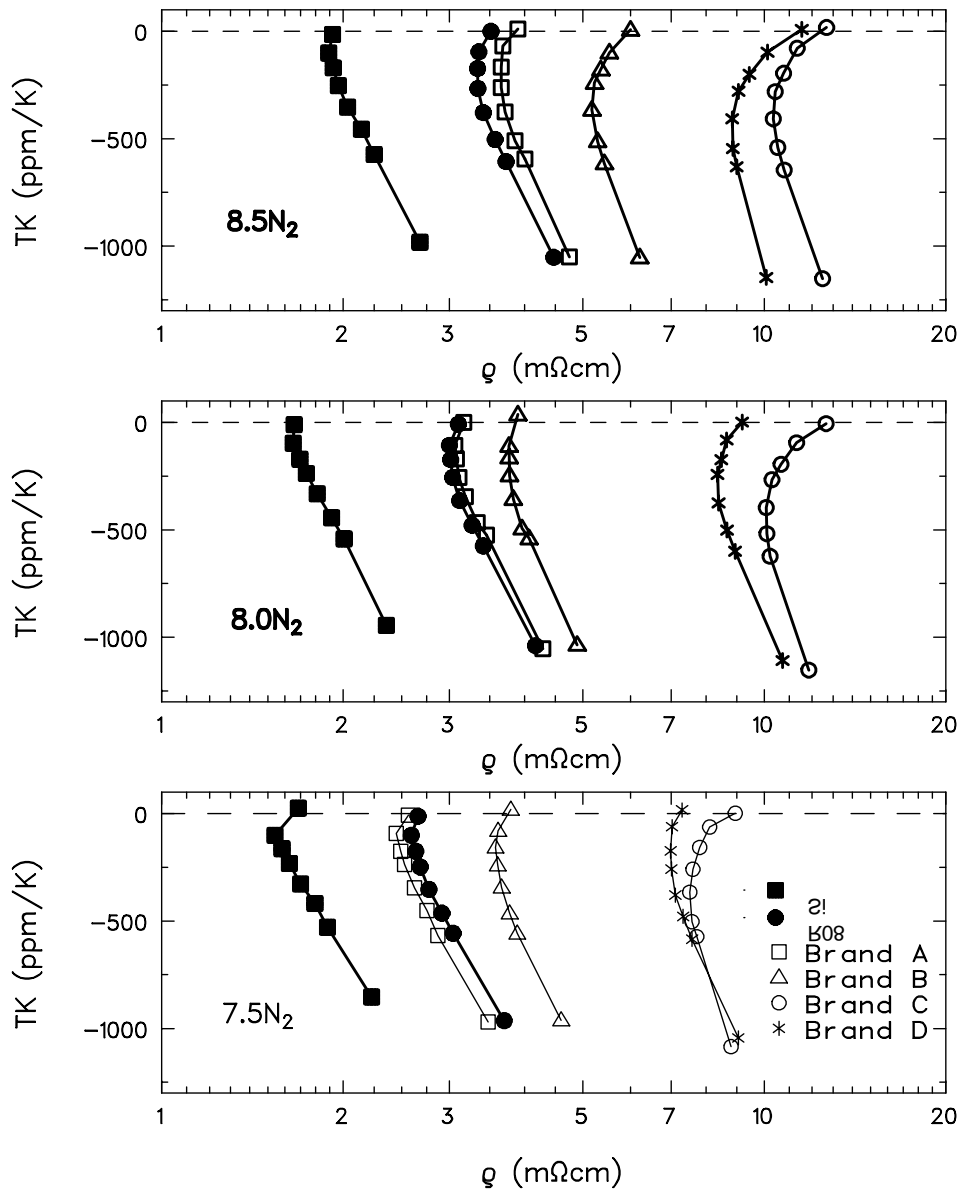


Abb.8 Temperverhalten von nitridischen Schichten des Targets $\text{Si}_{47}\text{Cr}_{23}\text{Al}_{30}$ hergestellt bei drei verschiedenen Reaktivitäten auf Substraten mit unterschiedlicher Oberflächenrauigkeit (Temperung: 23,400,450,500,550,575,600,625°C je 2h Luft)

Das gemessene Driftverhalten bei der Langzeitauslagerung (Abb. 9) ergab, daß für alle Keramiksubstrate ein einheitliches Stabilitätsniveau von +0.03 - +0.05 % erreicht wird. Auf der glatten Si-Scheibe wurde ein etwas höherer Wert von +0.07 % ermittelt. Die geforderte Stabilität von 0.1 % wird auf allen Substraten erreicht. Die Stabilität der Schicht ist daher vorwiegend vom eingesetzten Targetmaterial und dem gewählten Sputterverfahren abhängig; die Oberflächenqualität des Substratwerkstoffes erweist sich dagegen nur von untergeordneter Bedeutung für die Alterung bei der Auslagerung an Luft.

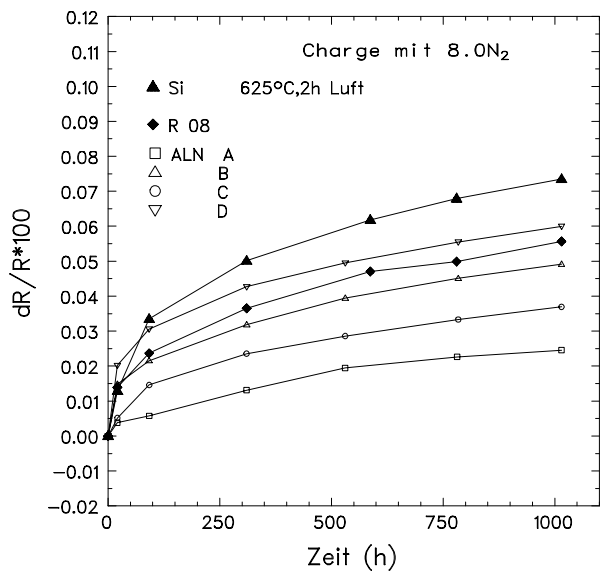


Abb. 9 Stabilität von Schichten des Targets Si₄₇Cr₂₃Al₃₀ auf unterschiedlichen Substraten

Für die Herstellung von nitridischen Chipmusterchargen war die Homogenität der Widerstandswerte über das Substrat bei der für O₂-reaktive Beschichtungen ausgelegten Anlage nicht ausreichend. Daher wurde wie bereits in 1.21 beschrieben die Blendenanordnung optimiert. Es wurde eine symmetrische Verteilung des Flächenwiderstandes über dem Substrat erreicht. Die Widerstandsvariation (Inhomogenität) konnte auf 4% reduziert werden (im Hochohmbereich 8% - 10%). Die Abb. 10 zeigt die Widerstandsverteilung über den Substraten für eine Reaktivität (8.0N₂) der Versuchsserie zur Untersuchung des Substrateinflusses, die vor dem Anlagenumbau durchgeführt worden war (offene Symbole), im Vergleich mit Schichten auf Si-Substrat und Keramik R08 nach der Blendenoptimierung (ausgefüllte Symbole). Die Verbesserung ist deutlich zu erkennen.

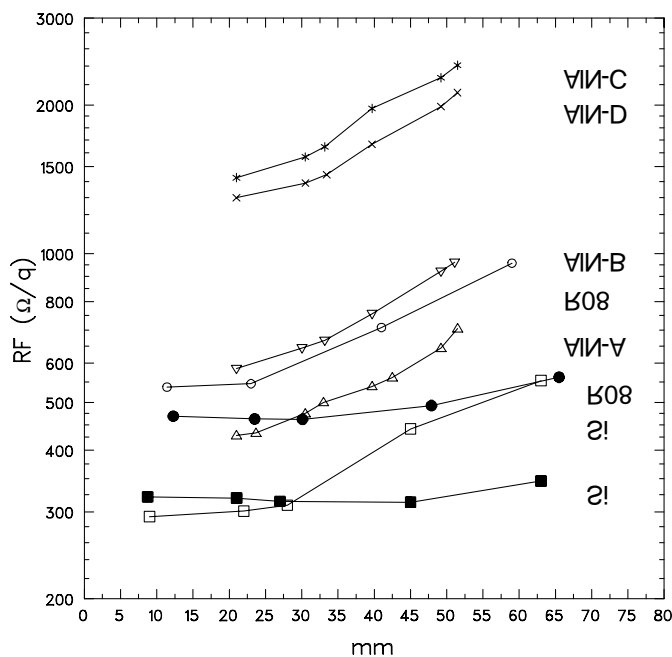


Abb. 10 Homogenität des Widerstandes auf unterschiedlichen Substraten N₂-reaktiver Schichten vor und nach Optimierung der Blenden.

1.2.3. Schichten vom Target Si53Cr27Al20

Einen Überblick über das Tempverhalten von Widerstandsschichten des Targets Si53Cr27Al20 auf dem Keramiksubstrat Rubalit 708 zeigt Abb. 11

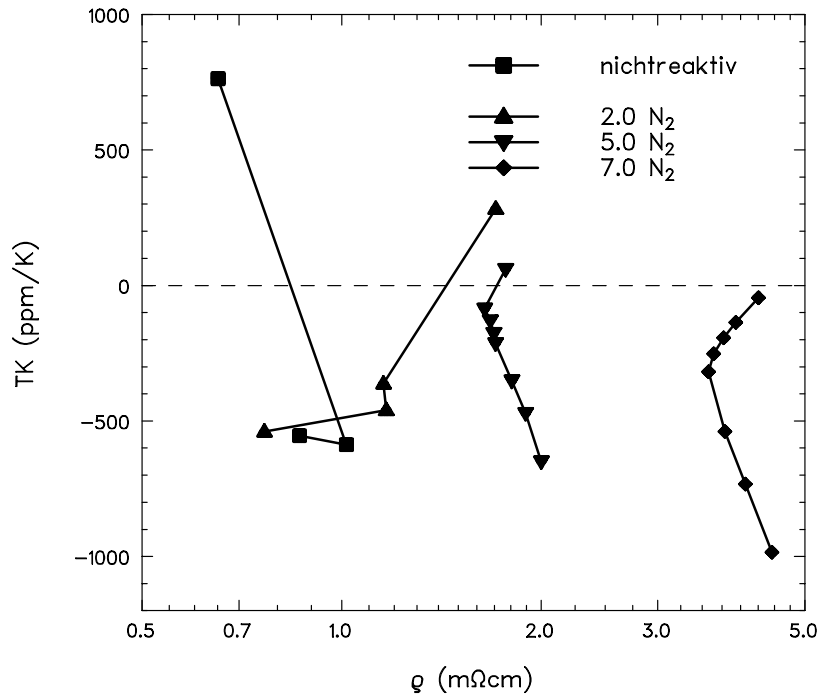


Abb. 11 Überblick zum Tempverhalten von Schichten des Targets Si53Cr27Al20 auf Keramiksubstrat Rubalit 708 (Temperatur: 23,300,400,500,525,550,575,600°C,2hLuft)

Dargestellt sind die Kurven für N₂-Flüsse von 0 (nichtreaktiver Prozeß), 2, 5 und 7 sccm. Bei zu geringem N₂-Fluss sind die TKR=0 Durchgänge zu steil und damit nicht gezielt technologisch zu beherrschen, während beim einem Fluß von 10 sccm keine Werte um TKR=0 erreicht werden (zu hoher Anteil der isolierenden Komponente in der Schicht – TKR bleibt negativ).

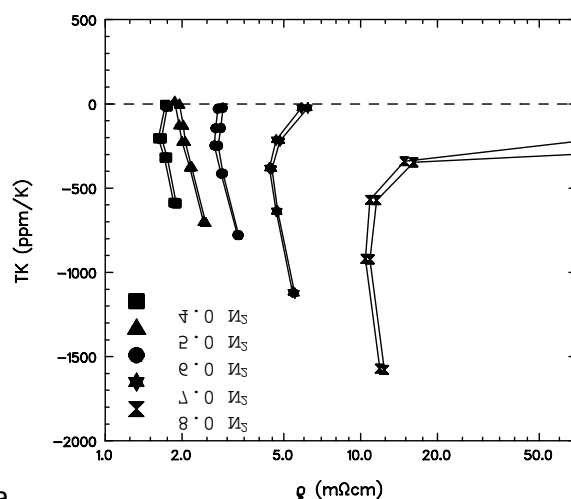


Abb. 12a

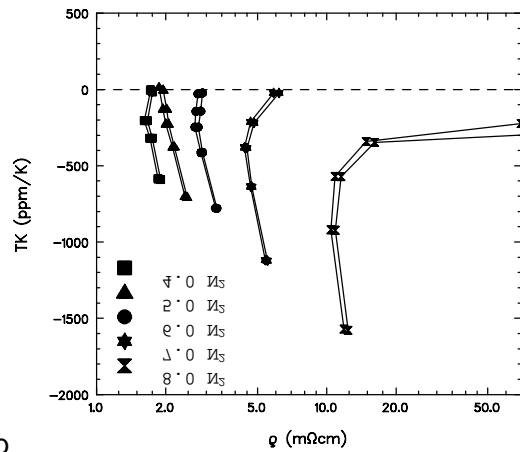


Abb. 12b

Abb.12 Tempercharakteristik auf Si-Substrat (a) und auf Al₂O₃-Keramik (b)
(Temperung: 23,400,500,550,600°C je 2h an Luft)

In den Abb.12 a und b ist die Tempercharakteristik im Bereich 4 - 8sccm N₂-Fluss auf Si- und Keramiksubstrat dargestellt. Die optimale Tempertemperatur zur TKR=0-Einstellung liegt bei 600°C unabhängig vom Reaktivitätsgrad des Sputterprozesses. Die niederohmige Grenze der TKR=0-Einstellbarkeit liegt bei einem Wert von 2 mΩcm und die hochohmige bei ca. 8 mΩcm auf der Al₂O₃-Keramik. Die TKR-Änderung bei der Einstellungstemperung beträgt 3 - 4 ppm/K², ist also höher als beim Target Si60Cr30Al10, aber geringer als beim Target Si47Cr23Al30.

Das Langzeitstabilitätsniveau liegt bei den untersuchten Proben ebenfalls deutlich besser als 0.1% und damit in der erwarteten Größenordnung (Abb.13). Die besten Stabilitäten werden auf beiden Substraten für die hochohmigen Schichten erreicht.

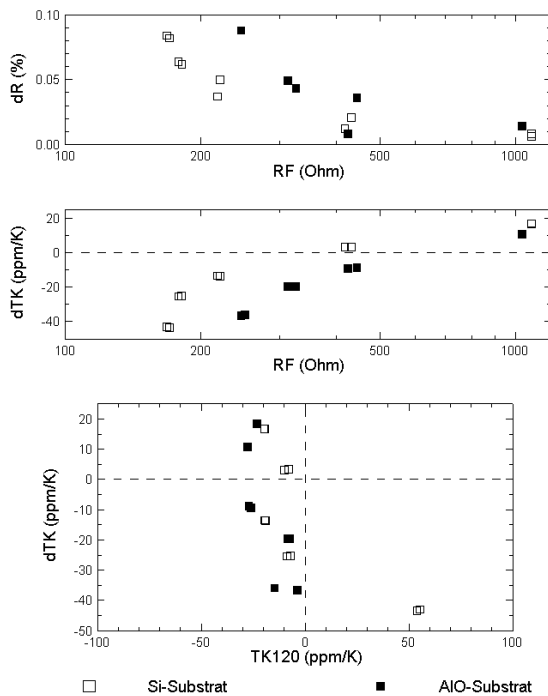


Abb.13 Präzisionseigenschaften von Schichten des Targets Si53Cr27Al20
a) Widerstandsänderung der Schichten nach 1000h Auslagerung bei 155°C
b) Parabolizität eingestellter Schichten in Abhängigkeit vom Flächenwiderstand
c) Erreichte Parabolizität Δ TK eingestellter Schichten

Mit der Vergrößerung des Flächenwiderstandes verringert sich die Parabolizität ΔTK . Die kleinsten Werte ergeben sich für die hochohmigsten der untersuchten Schichten. TKR-Werte < 25 ppm/K sind im gesamten einstellbaren Widerstandsbereich erreichbar (Abb.13)

Die Eigenschaften der Widerstandsschichten des Targets Si53Cr27Al20 sind damit im wesentlichen vergleichbar mit dem Target Si47Cr23Al30, wobei beim letzteren der einstellbare Bereich etwas größer ist und auch bei der Langzeitstabilität bessere Resultate erreicht wurden.

1.2.4. Schichten vom Target Si60Cr30Al10

Die Untersuchungen des Targetmaterials Si60Cr30Al10 erfolgte in der neuen UHV-Beschichtungsanlage BESTEC (1.21), die u.a. gegenüber der für die anderen Targetzusammensetzungen eingesetzten HV-Anlage HZM4P ein besseres Startvakuum und eine Schleuse besitzt. Der spezifische Widerstand der abgeschiedenen Schichten ist analog durch den Ar-Druck, den N₂-Fluss und die Sputterleistung veränderbar. Dabei ist festzustellen, das ein relativ hoher Ar-Druck und hoher N₂-Fluss für hohe ρ -Werte nötig ist. Hochohmige Schichten sind nur mit sehr geringen Leistungen und damit verbunden geringen Sputterraten erreichbar. Der überstrichene Widerstandsbereich ist aber mit dem der anderen Targetvarianten auf der Anlage HZM4P vergleichbar. In den Abb. 14 und 15 sind die Tempercharakteristiken bei Variation der Leistung, des N₂-Flusses und der Schichtdicke dargestellt. Im ungetemperten Ausgangszustand liegen die Temperaturkoeffizienten mit Werten zwischen -500 und -700 ppm/K nicht so stark negativ wie bei den beiden anderen Targetvarianten. Die optimale Tempertemperatur liegt bei 575°C und damit 25 – 35 K niedriger als bei den anderen Targetzusammensetzungen.

Die Steilheit des TKR=0-Durchgangs mit nur ca. 2 ppm/K² bei der Einstelltemperatur ist günstiger als bei den anderen Targetvarianten und ermöglicht eine bessere technologische Sicherheit, auch für die TKR-Streuung der Widerstände innerhalb eines Substrates.

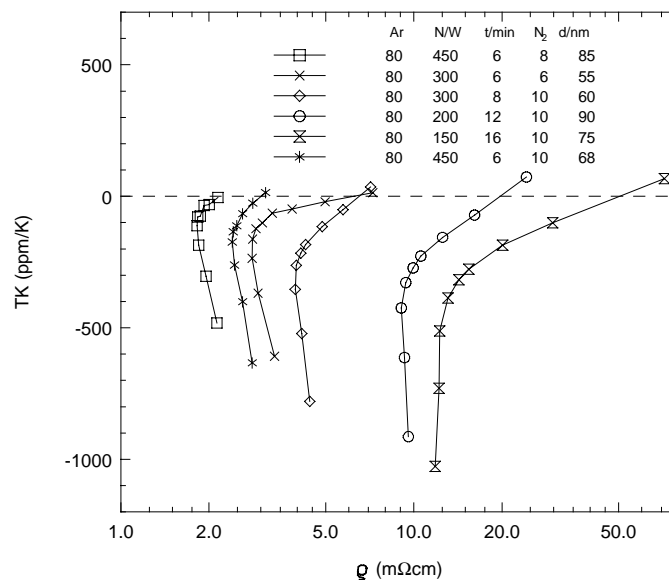


Abb. 14 Temperverhalten von Schichten des Targets Si60Cr30Al10 auf Keramiksubstrat bei Variation der Leistung und des N₂-Flusses
 ((Temperung: 23,300,400,450,500,525,550,575°C je 2h an Luft)

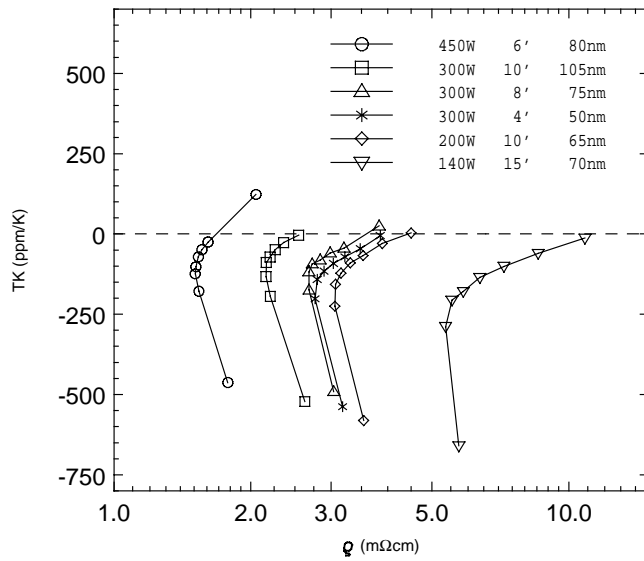


Abb. 15 Temperverhalten von Schichten des Targets Si60Cr30Al10 auf Keramiksubstrat bei Variation der Leistung und der Schichtdicke
 ((Temperung: 23,300,400,450,500,525,550,575°C je 2h an Luft)

Die Parabolizität ΔTK ist wieder systematisch vom spezifischen Widerstand abhängig (Abb. 16). Auch hier werden bei den hochohmigen Schichten die günstigsten Werte erreicht. Am unteren Bereich der noch einstellbaren Widerstandswerte - vergleichbar mit dem der

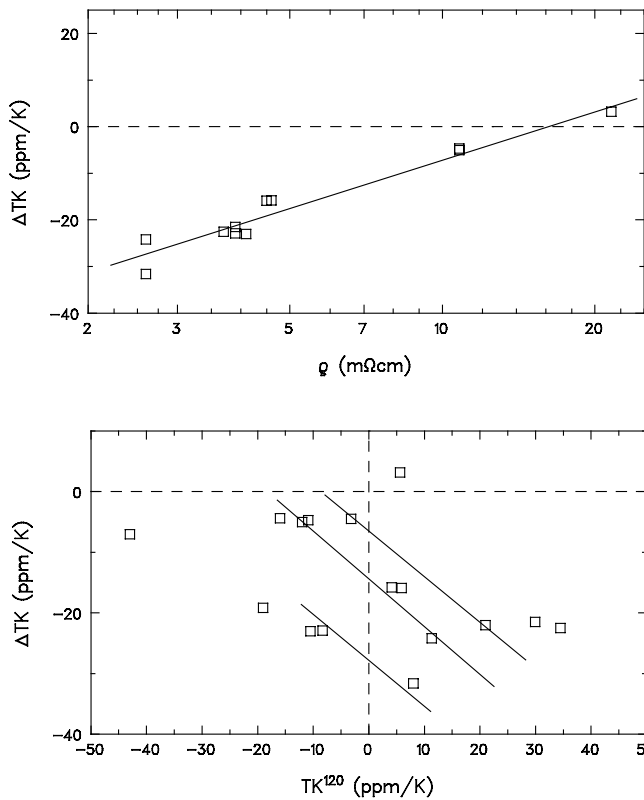


Abb.16 Parabolizität in Abhängigkeit vom spezifischen Widerstand (a) und deren Änderung bei der TKR-Einstellung (b) auf Keramiksubstraten

anderen Zusammensetzungen - ist sie jedoch größer. In der Abb.16b ist das auch für die anderen Targets charakteristische Verhalten der Parabolizität ΔTK bei der Einstelltemperatur dargestellt. Sie wird negativer bei positiver werdendem TKR. Da bei den untersuchten Targetzusammensetzungen im einstellbaren Widerstandsbereich die Parabolizität ΔTK immer negativ ist, ist es zur Erzielung kleiner TKR-Werte im gesamten Temperaturbereich günstig, den TKR leicht negativ einzustellen.

Die Widerstandsänderungen bei den Stabilitätsuntersuchungen der Schichten des Targets Si60Cr30Al10 ergeben auch wieder Werte $< 0.1\%$, wobei in der Tendenz zu den Schichten, die in den HV-Anlagen gesputtert werden, die Stabilität etwas geringer ist.

1.3. Muster für Chipbauelemente

Wenn es die Projektbearbeitung erforderte, sind Chip-Musterchargen u.a. zur Überprüfung der Eignung der unterschiedlichen Substratmaterialien und Substratgeometrien in Verbindung mit den nitrischen CrSiAl-Schichten hergestellt worden. Die entsprechenden Substrate wurden in der produktionsnahen Anlage HZM4P beschichtet. Nach einer Vorcharakterisierung wurden sie auf $TKR=0$ eingestellt und zur Weiterverarbeitung der Microtech GmbH übergeben.

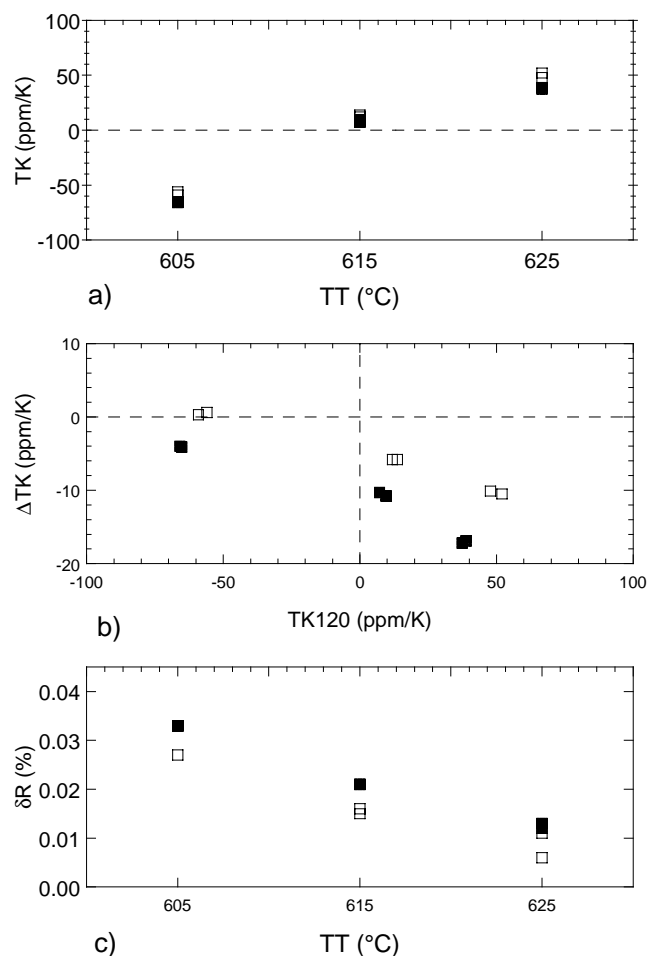


Abb. 17 Präzisionseigenschaften von Chipmusterchargen mit $R_F=600 \Omega/q$ (ausgefüllte Quadrate) und $R_F= 1 \text{ k}\Omega/q$ (offene Quadrate)
a) TKR-Einstellung, b) Parabolizität, c) Stabilität

Dort sind sie zu abgeglichenen Bauelementen verarbeitet worden, wobei u.a. die Drift im Fertigungsprozeß nach dem Elektronenstrahlabgleich, die Widerstands- und TK-Streuung und die Änderungen nach den verschiedenen Stabilitätstests untersucht worden sind. Die Abb.17 zeigt für eine Chip-Musterserie beispielhaft, welche Präzisionseigenschaften auf parallel zu den Chipsubstraten beschichteten Keramiksubstraten erreicht worden sind. Aus der Abb.17a folgt für diese Charge eine Einstelltemperatur von 610°C. Die Parabolizität ΔTK ist bei der Einstelltemperatur von 610°C kleiner 10 ppm/K² und auch die Stabilität ist mit <0.03% sehr gut. An den abgeglichenen Bauelementen sind bei der Microtech GmbH Widerstandsstreuungen von typisch 0.1% und TKR-Streuungen von ± 15 ppm/K gemessen worden.

Bezüglich der Einzelheiten zu den Eigenschaften der Chipbauelemente der verschiedenen Muster-Serien wird auf den Berichtsteil der Microtech GmbH verwiesen.

1.4. Zusammenfassung und Schlußfolgerungen

Im Mittelpunkt der Projektbearbeitung stand die Entwicklung von Widerstandsschichten mit Präzisionseigenschaften, d. h. mit hoher Stabilität $\Delta R/R < 10^{-3}$, mit geringem Temperaturkoeffizienten des Widerstandes $TKR < 25$ ppm/K in einem möglichst breiten Widerstandsbereich des Flächenwiderstandes $500\Omega/q < R_F < 3k\Omega/q$. Zur Einhaltung der gebräuchlichen Standards müssen diese Werte unter normgerechter Belastung und in einem Temperaturbereich $25^\circ C < T < 125^\circ C$ nachweisbar sein. Ein weiteres Projektziel bestand darin, den Einsatz von neuartigen Substratmaterialien, die eine höhere thermische Belastbarkeit sowie eine Technologievereinfachung bei gleichzeitiger Verbesserung der Auslieferungstoleranz ermöglichen. Eine wesentliche Forderung für die Projektbearbeitung bestand darin, eine Beschichtungstechnologie unter anwendungsnahen Bedingungen zu entwickeln, so daß möglichst eine unmittelbare Übertragung auf Produktionsanlagen ermöglicht werden kann.

Während der Projektlaufzeit wurden drei Werkstoffe des Legierungssystems Cr-Si-Al unter stickstoffreaktiver Prozeßführung vergleichend miteinander untersucht. Als Substratmaterialien wurden oxidierte Siliziumwafer, Aluminiumoxid- und Aluminiumnitridkeramik verschiedener Gefüge- und Oberflächenqualität sowie Sonder-substrate mit spezieller lateraler Strukturierung in ihrer Eignung als Chipwiderstandsträger miteinander verglichen. Die wesentlichen Ergebnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Der in früheren Untersuchungen gefundene Hinweis, daß das Cr-Si-Al System unter Stickstoffeinbau hohe Stabilität aufweist, konnte durch systematische Untersuchungen an unterschiedlichen Legierungszusammensetzungen qualitativ und quantitativ nachgewiesen und untermauert werden.
- Als wesentliches Ergebnis der Optimierung des stickstoffreaktiven Abscheideprozesses wurde gefunden, daß zur Erzielung einer guten Widerstandshomogenität über das Substrat keine Quellenblenden eingesetzt werden dürfen, was im Zusammenhang mit der speziellen Art des Reaktivgaseinbaues über eine Targetreaktion steht.
- Aufbauend auf dem am oxidischen Cr-Si-Al erreichten Wissensstand wurden Legierungszusammensetzungen eingesetzt, die einen hohen Si-Gehalt aufweisen. Dabei wurde berücksichtigt, daß sich für Si/Cr-Verhältnisse > 2 das Einstellverhalten deutlich verschlechtert. Aus diesem Grunde wurden als zu untersuchende Legierungen drei Zusammensetzungen mit konstanten Si/Cr-Verhältnis $c_{Si}/c_{Cr} = 2$ und variablem Al-Gehalt $c_{Al} = 10 \dots 30 \text{ At.-%}$ gewählt.
- Generell kann festgestellt werden, daß mit den drei ausgewählten Legierungszusammensetzungen Si60Cr30Al10, Si53Cr27Al20 und Si47Cr23Al30 die geforderten Leistungsparameter hinsichtlich Stabilität, Temperaturkoeffizient und Parabolizität erreicht werden können. Unterschiede ergeben sich bei den erforderlichen

Wärmebehandlungsbedingungen und in der erreichbaren Parameterstreuung und Treffsicherheit.

- Die Legierungszusammensetzung Si60Cr30Al10 zeichnet sich durch die am wenigsten negativen TK-Werte (-500...-700ppm/K) für den ungetemperten Zustand aus. Daraus resultierten auch die deutlich niedrigeren optimalen Tempertemperaturen von ca. 575°C im Vergleich zu den anderen Zusammensetzungen. Die Parabolizität ΔTKR liegt am unteren Rand des Einstellbereiches bei ca. -30ppm/K und verschiebt sich mit steigendem Flächenwiderstand in Richtung kleinerer Absolutwerte. Der Vorteil der Si60Cr30Al10-Zusammensetzung besteht in der geringen Steilheit des TKR=0-Durchganges $\Delta\text{TK}/\Delta T_{\text{ann}} \approx 2\text{ppm}/\text{K}^2$, was dieser Zusammensetzung eine gute technologische Treffsicherheit verleiht.
- Die Variante Si53Cr27Al20 ist mit Start-TKR-Werten von -600...-1200ppm/K deutlich negativer als die Al-10%-haltige Legierung. Die erforderliche Tempertemperatur liegt bei etwa 600°C. Die Schichten lassen sich in einem Widerstandsbereich von ca. 2 ... 8 mΩcm einstellen. Kleine Parabolizitäten von ca. -20ppm/K werden bei Flächenwiderständen oberhalb 300Ω/q erreicht und zeigen fallende Tendenz mit steigendem Widerstand.
- Die Materialvariante Si47Cr23Al30 erfordert innerhalb der untersuchten Systeme die höchsten Einstelltemperaturen im Bereich zwischen 605°C und 625°C. Bei sehr guten Langzeitstabilitäten nach 1000h Auslagerung bei 155°C von $\Delta R/R < 0.1\%$ lassen sich Flächenwiderstände im Bereich von 150Ω/q bis 3kΩ/q erzielen, wobei die Steilheit des TKR=0-Durchganges bei etwa 5ppm/K² liegt..
- Die Untersuchungen in der UHV-Sputteranlage BESTEC zeigten, daß zur Erzielung analoger Widerstandswerte im Hochohmbereich höhere Flußraten für das Reaktivgas im Vergleich zu den HV-Anlagen erforderlich sind. Aufgrund des um mehr als zwei Größenordnungen besseren Startvakuum in der UHV-Anlage wird damit deutlich, daß in HV-Anlagen die Restgaskomponenten partiell zum Reaktivgaseinbau beitragen. Aus den elektrischen Messungen konnten keine Unterschiede zwischen HV- und UHV-abgeschiedenen Schichten gefunden werden. Eine Detailaufklärung dieser Frage mittels analytischer Methoden steht gegenwärtig noch aus.
- Die für den Anwendungsfall hoher Impulsbelastungen erprobten AlN-Keramik-Substrate zeigten im Vergleich zu Al₂O₃-Keramik nur Detailabweichungen, d. h. sowohl die Ausgangswerte als auch das Erreichen der TKR=0-Werte stimmt für beide Substratmaterialien gut überein. Die geforderte Stabilität von 0.1% wird auf allen Substraten erreicht. Damit wurde nachgewiesen, daß AlN-Keramik auch für Präzisionswiderstände eingesetzt werden kann.

2. Voraussichtlicher Nutzen und Verwertung der Ergebnisse

Mit den im vorliegenden Projekt erzielten Ergebnissen sind die Grundlagen geschaffen wurden, eine Verfahrensentwicklung für hochohmige Präzisionschipwiderstände in der Microtech GmbH Teltow aufzunehmen. Schon in der Endphase des Projektes wurden seitens der Bearbeitergruppe des IFW die beschichtungstechnischen Erfahrungen bei der Durchführung der stickstoffreaktiven Abscheidung an die Teltower Bearbeiter übergeben. Mit der Bereitstellung der Targets und der Unterstützung bei der Inbetriebnahme der Quellen hat das IFW Dresden einen wesentlichen Beitrag zur Schaffung der produktionstechnischen Voraussetzungen für die Herstellung stickstoffhaltiger Cr-Si-Al-Schichten geleistet.

Auf der Basis der im Bericht dargestellten Ergebnisse besteht nun für den Produzenten von Chipwiderständen eine relativ hohe Sicherheit, die Produktionseinführung erfolgreich zu

gestalten. Die durchgeführten Untersuchungen zur Variation der Abscheidebedingungen und der Wärmebehandlung der Schichten stellen eine wesentliche Orientierungshilfe für eine effektive Optimierung des Fertigungsprozesses von Chipwiderständen dar.

Auf der Grundlage der gesammelten Erfahrungen werden die Bearbeiter des IFW auch zukünftig den Mitarbeitern in der Microtech GmbH zu Konsultationen zu Verfügung stehen.

3.Fortschritt auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Aus der Marktanalyse hinsichtlich diskreter elektronischer Bauelemente ist bekannt, daß Präzisionswiderstände im Hochohmbereich bislang nicht in ausreichender Weise bereitgestellt werden können. Es ist ferner bekannt, daß mehrere Firmen, z. B. die Beyschlag GmbH Heide, die Siegert TFT GmbH Hermsdorf u. a. bemüht sind, im Hochohmspektrum leistungsfähige Bauelemente anzubieten, dabei aber offenbar auch an technologische Grenzen stoßen.

Das vorliegende Projekt berührt damit einen aktuellen Problemkreis, an dem von mehreren Unternehmen intensive Bemühungen unternommen werden. Mit den im Projekt erarbeiteten Lösungen wird die Microtech GmbH Teltow in die Lage versetzt, konkurrenzfähige Bauelemente zu entwickeln, die den heutigen technischen Anforderungen gerecht werden.

4. Liste der Veröffentlichungen und Patente

1. U. Brüstel, A. Heinrich, H. Vinzelberg, J. Schumann, "Hochstabile Dünnschicht-Widerstandsschichten auf Cr-Si-Basis", Vortrag auf der Werkstoffwoche 1998, 12.-15. Okt. 1998, München.
2. A. Heinrich U. Brüstel, H. Vinzelberg, J. Schumann, "High resistive nanocrystalline material for thin film resistor application: Correlation between PVD preparation conditions and electrical transport properties", in Vorbereitung für *Thin Solid Films*.

5. Literaturzitate

- /1/ Schlußbericht "Funktionelle Widerstands- und Kontaktwerkstoffe für neue Technologien und elektronische Chipbauelemente in Dünnschichttechnik", Förderkennzeichen des BMBF 03 M 3040, Microtech GmbH Teltow, 1994.
- /2/ Schlußbericht "Werkstoffoptimierung und Technologieentwicklung für passive Chipbauelemente", AiF Projekt 9956 B, IFW Dresden, 1997.
- /3/ C.C. Tsuei, Phys. Rev. Lett. 57 (1986) 1943.
- /4/ A. Heinrich, J. Schumann, H. Vinzelberg, U. Brüstel, and C. Gladun, Thin Solid Films 223 (1993) 311.
- /5/ Y. Imry and M. Strongin, Phys. Rev. B 24 (1981) 6353.
- /6/ J.J. Vandenbroek, J.J. Donkers, R.A.F. Vanderrijt, J.T.M. Janssen, Philips Journal of Research 51 (1998) 429.
- /7/ J. Griessing, Electrocomp. Sci. Technol. 4 (1977) 133.
- /8/ G. Nocerino and K.E. Singer, J. Vac. Sci. Technol. 16 (1979) 145.
- /9/ L. Bos, IEEE Transact. CPMT A 17 (1994) 359.
- /10/ R. Glang, R.A. Homewood, and S.R. Herd, J. Vac. Sci. Technol. 4 (1967) 1963.
- /11/ V. Fronz, B. Rösner, and W. Storch, Thin Solid Films 65b (1980) 33.
- /12/ L. Bierbrauer, A. Müller, J. Partzsch, U. Heisig, and A. Heinrich, Vakuum Technik 37 (1992) 5.
- /13/ W. Brückner, S. Baunack, D. Elefant, and G. Reiss, J. Appl. Phys. 79 (1996) 8516.

- /14/ D.S. Wu, C.C. Chan, R.H. Horng, W.C. Lin, S.L. Chiu, and Y.Y. Wu, Appl. Surf. Science 145 (1999) 315.
- /17/ W. Brückner, H. Griessmann, I. Mönch, G. Schubert, and A. Heinrich, Thin Solid Films 221 (1992) 140.
- /18/
- /19/ F.F. Lei, H. Okimura, and J.O. Brittain, Mater. Science and Engineering A 123 (1990) 129.
- /20/ D.S. Wu, M.L. Lee, T.Y. Lin, and R.H. Horng, Mater. Chemistry and Physics 45 (1996) 163.
- /21/ E. Ma and W.A. Anderson, Mater. Science and Engineering B 47 (1997) 161.
- /22/ K. Kuramasu, S. Saito, K. Okano, Y. Takahashi, J. Ceram. Society Japan 104 (1996) 844.
- /23/ A. Heinrich, G. Weise, "Wer macht was in den Physikalischen Technologien", Hrg. VDI-Technologiezentrum Physikalischen Technologien Düsseldorf, Düsseldorf 1990, Band I, S. 225.
- /24/ A. Heinrich, H. Vinzelberg, W. Brückner, G. Sobe, and J. Schumann, Proceedings ELMAT 1991, Essen, VDE-Verlag Berlin, 1991, S. 173.
- /25/ A. Heinrich, J. Schumann, H. Vinzelberg, U. Brüstel, and C. Gladun, Thin Solid Films 223(1993)311.
- /26/ G. Sobe, G. Weise, H. Schreiber, "Wer macht was in den Physikalischen Technologien", Hrg. VDI-Technologiezentrum Physikalischen Technologien Düsseldorf, Düsseldorf 1990, Poster I, S. 216.
- /27/ G. Sobe, H. Schreiber, G. Weise, and A. Heinrich, Contrib. Plasmaphys. 32(1992)663.