

Физика плазмы и плазменные методы

УДК 533.9.07

Магнетронный разряд с расплавленным катодом

А.В. Тумаркин, Г.В. Ходаченко, А.В. Казиев, И.А. Щелканов, Т.В. Степанова

Представлены результаты диагностики плазмы стационарного магнетронного разряда с расплавленным медным катодом в режиме самораспыления. Для определения параметров плазмы разряда использовалась импульсная зондовая диагностика. Методом оптической эмиссионной спектроскопии определялся элементный состав плазмы. Исследовалась эволюция разрядных параметров. Получены вольт-амперные характеристики устойчивых режимов существования магнетронного разряда с расплавленным катодом в отсутствие подачи рабочего газа. Скорость осаждения покрытия из меди на расстоянии 26 см от поверхности катода составила 12 мкм/мин.

PACS: 52.80.Sm, 52.75.-d, 52.70.-m, 52.25.Xz, 81.15.Cd

Ключевые слова: магнетронный разряд, режим самораспыления, распыление из жидкой фазы, скорость осаждения, импульсная зондовая диагностика, спектроскопия плазмы

Введение

Технология высококачественного осаждения пленочных покрытий востребована в самых разнообразных областях применений. Тонкие металлические покрытия позволяют улучшить внешний вид изделий, защитить их от коррозии, повысить износостойкость, изменить гидрофобные или гидрофильные свойства поверхности, регулировать коэффициенты отражения и поглощения излучения в заданном диапазоне спектра и т.д.

Распространенный способ напыления пленок — магнетронные распылительные системы (МРС). Они обладают такими важными достоинствами, как отсутствие капельной фракции (в отличие от электронно-лучевого испарения или дугового распыления [1]), возможность использования ионного ассистирования, относительная простота и невысокая стоимость установок. Од-

нако у МРС есть и свои существенные недостатки: низкая скорость напыления (по сравнению с дуговыми распылителями и термическим испарением в вакууме [1]), высокая степень содержания примесей в осажденных пленках и низкая энергетическая эффективность [1, 2] за счет отвода мощности разряда системами охлаждения. Также существует ограничение максимальной прикладываемой мощности, обусловленное эффективностью систем охлаждения. Максимальная удельная мощность таких устройств обычно не превышает 70 Вт/см² на катоде [3, 4].

Вышеуказанных недостатков лишены т.н. жидкофазные магнетроны [2–9]. В таких системах в качестве катода используется металл в тигле, теплоизолированный от системы охлаждения и нагреваемый до температуры плавления под воздействием ионов плазмы.

Преимущества жидкофазных магнетронных распылительных систем состоят в большой скорости осаждения пленок и в малой величине удельных затрат энергии на удаление атома мишени. Также подразумевается полная выработка мишени.

Скорость осаждения в жидкофазной магнетронной распылительной системе (ЖФМРС) складывается из двух факторов: распыления и испарения, что позволяет значительно увеличить скорость осаждения покрытий, т.к. при высоких

Тумаркин Александр Владимирович, аспирант.
Ходаченко Георгий Владимирович, доцент.
Казиев Андрей Викторович, аспирант.
Щелканов Иван Анатольевич, инженер.
Степанова Татьяна Владимировна, инженер 1 кат.
НИЯУ «МИФИ».
Россия, 115409, Москва, Каширское шоссе, 31.
Тел. (495) 788-56-99, доб. 8091.
E-mail: avkaziev@gmail.com

Статья поступила в редакцию 20 марта 2013 г.

© Тумаркин А.В., Ходаченко Г.В., Казиев А.В.,
Щелканов И.А., Степанова Т.В., 2013

температурах процесс испарения становится доминирующим [5]. Энергию, идущую на нагрев катода, не нужно отводить из катодного узла системой охлаждения, что позволяет значительно увеличить мощность, вкладываемую в разряд. Максимальная скорость осаждения меди для классических МРС на расстоянии ~ 5 см обычно не превышает 2 мкм/мин [3]. В то же время скорость осаждения меди из жидкой фазы составляет 5,6 мкм/мин (по данным [2]), а также 2 мкм/мин на расстоянии 50 см (что, по оценкам, в 30 раз больше, чем для аналогичных магнетронов с твердой мишенью) [6].

Еще одно достоинство ЖФМРС — возможность производить напыление без рабочего газа, в так называемом «режиме самораспыления» [2], т. к. при высокой температуре мишени давление насыщенных паров может быть достаточным для того, чтобы разряд существовал только за счет испаряемых атомов металла. Это обстоятельство позволяет значительно улучшить качество наносимых покрытий, избежать поверхностных деформаций и разрушения пленок частицами рабочего газа.

Тем не менее, проблема определения оптимальных режимов работы ЖФМРС представляет важное практическое направление исследований. Это и составляет цель данной работы. Соответственно, основными задачами работы являлись создание установки для магнетронного напыления с расплавленным катодом, исследование режимов работы магнетрона, определение параметров плазмы устойчивых режимов ЖФМРС, измерение скоростей напыления и проведение анализа полученных данных.

Экспериментальная установка и методика измерений

Описание установки

Для экспериментального исследования ЖФМРС на кафедре физики плазмы НИЯУ МИФИ была создана установка для зажигания стационарного магнетронного разряда (МР) в режиме самораспыления с жидкой (расплавленной) мишенью. Принципиальная схема установки изображена на рис. 1.

В области, где магнитное поле перпендикулярно электрическому, возникает замкнутый $\mathbf{E} \times \mathbf{V}$ -

дрейф электронов, и зажигается магнетронный разряд.

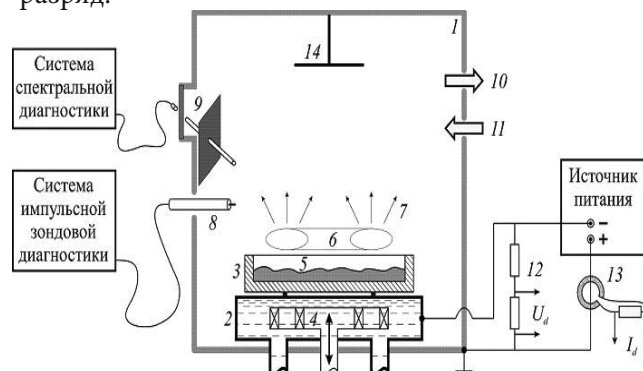


Рис. 1. Принципиальная схема установки: 1 — вакуумная камера; 2 — катод; 3 — тигель; 4 — магнитная система магнетрона, охлаждаемая водой; 5 — расплавленная мишень; 6 — плазма; 7 — поток частиц; 8 — зонд Ленгмюра; 9 — система, подавляющая запыление смотрового окна; 10 — система откачки; 11 — система напуска газа; 12 — омический делитель; 13 — датчик тока; 14 — подложка

На эмиссию и распыление тратится лишь незначительная доля энергии ионов, остальная часть уходит на нагрев мишени [10]. В классических магнетронах это тепло стараются отвести с помощью систем охлаждения, так как в процессе нагрева разряд становится нестабильным. Однако, как было показано авторами [5], по достижении определенной температуры мишени разряд снова становится стабильным.

В разработанной системе катодного узла мишень в виде дисков помещалась в тигель, термоизолированный от катода с помощью тепловой развязки, изготовленной из высокотемпературного материала. Одновременно такая конструкция обеспечивала электрический контакт с низким электрическим сопротивлением.

Также была сконструирована система, позволяющая изменять конфигурацию магнитного поля и величину индукции магнитного поля над поверхностью мишени. Для питания магнетронного узла использовался источник БПМ-6/18, способный давать отрицательное постоянное напряжение 0–1000 В относительно потенциала земли с точностью 5 В с током до 12 А при ограничении максимальной мощности $P_{max} = 6$ кВт. Корпус установки и анод находились под потенциалом земли.

Измерение напряжения разряда U_d осуществлялось при помощи омического делителя, имеющего чувствительность 1/1000 В/В. Регистрация разрядного тока I_d осуществлялась при помощи

компенсационного датчика тока Honeywell CSNR 161-002 с чувствительностью 53 мВ/А. Делитель и датчик подключались к цифровому четырехканальному осциллографу Tektronix TPS 2024.

Методика зондовой диагностики плазмы

Для измерения температуры электронов T_e и концентрации плазмы n магнетронного разряда (МР) использовался одиночный зонд, работавший в импульсном режиме (длительность развертки напряжения на зонде < 1 мс).

Согласно работам [11–15], при наложении внешнего магнитного поля вольт-амперная характеристика (ВАХ) одиночного зонда претерпевает определенные изменения, но затрагивают они, в основном, область электронного насыщения. Таким образом, параметры плазмы могут быть рассчитаны из участка ВАХ, удаленного от потенциала плазмы U_{pl} .

Зонд был выполнен из нихромовой проволоки диаметром 0,6 мм и длиной 5 мм. Его конструкция позволяла проводить измерения в условиях высокоскоростного осаждения проводящих покрытий. Это стало возможным благодаря дополнительному керамическому экрану, защищающему от напыления область контакта электрода зонда и основного керамического изолятора. Тем самым обеспечивалась неизменность площади поверхности зонда при высокоскоростном напылении проводящих покрытий.

Значения сигналов тока и напряжения на зонде регистрировались с помощью цифрового запоминающего осциллографа Tektronix TPS 2024. Напряжение подавалось на зонд с помощью импульсного генератора развертки. Опорным электродом служил заземленный анод.

Система оптической диагностики плазмы

Для получения спектра излучения плазмы МР использовался оптоволоконный спектрометр AvaSpec-2048X14-USB2. Диапазон измерений спектрометра составлял 200–1160 нм при спектральном разрешении 0,8 нм.

Так как измерения проводились в условиях скоростного осаждения покрытий, потребовалось снизить скорость осаждения материала на окно вакуумной камеры, чтобы избежать искажений показаний спектрометра. На рис. 1 схематически изображена конструкция 9, примененная для уменьшения скорости запыления окна ваку-

умной камеры. Она состояла из тонкой нержавеющей трубочки диаметром 2,6 мм и длиной 20 см, размещенной на расстоянии 18 см от поверхности мишени под углом 60° к нормали, а также из латунного экрана. Благодаря такой конструкции напыление происходило с небольшого участка мишени, попадающего в телесный угол трубочки, характеризуемый площадью ~ 2 мм².

Экспериментальные результаты

Эволюция и вольтамперная характеристика разряда

Для выбора наиболее эффективного режима работы устройства определялось изменение напряжения U_d и силы тока I_d разряда в зависимости от давления рабочего газа p и величины напряженности магнитного поля над поверхностью катода B_s . Под эффективными режимами разряда понимаются устойчивые режимы с максимальной возможной мощностью при сохранении высоких значений напряжения горения.

Эксперименты проводились на мишени из меди. Предварительный МР мощностью $P = 2,5$ кВт зажигался при давлении рабочего газа (Ar) $p_{Ar} = 3 \cdot 10^{-3}$ Торр и величине магнитного поля на поверхности мишени $B_s = 400$ Гс. Спустя 175 с после начала эксперимента перекрывался напуск рабочего газа, и разряд продолжал гореть в парах меди. Эволюция характеристик представлена на рис. 2.

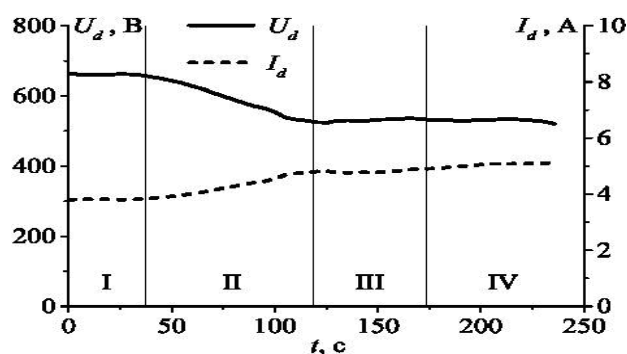


Рис. 2. Эволюция разрядных параметров (напряжения U_d и тока I_d) во времени

На представленных графиках можно выделить четыре характерные стадии развития разряда.

Участок I характеризуется распылением твердой мишени, с высоким напряжением и низким током разряда; величина этих параметров слабо меняется с течением времени.

На участке II повышается давление паров мишени, и за счет испаренных атомов ток разряда растет, а напряжение падает. На 50-й секунде начинается процесс плавления мишени под областью локализации плазмы, и к 75-й секунде мишень плавится полностью. Данный процесс сопровождается обильным искрением.

Начиная с участка III, ток и напряжение меняются слабо, и их значения практически сохраняются при прекращении напуска рабочего газа (участок IV). Т.е. уже на участке III роль рабочего газа становится незначительной, и разряд переходит в режим самораспыления. Небольшой рост тока на данных участках обусловлен дальнейшим ростом температуры мишени до достижения термодинамического равновесия системы.

Напряжение и ток разряда на участке I определяются выбранными значениями давления рабочего газа и индукции магнитного поля, а на участке IV, очевидно, только магнитным полем.

Также в работе снимались ВАХ разряда при распылении твердой мишени и распылении жидкой мишени в режиме самораспыления при зажигании МР мощностью от 50 Вт до 6 кВт. На рис. 3 представлено семейство ВАХ разряда на твердой мишени при величине индукции магнитного поля 650 Гс для различных значений давления рабочего газа.

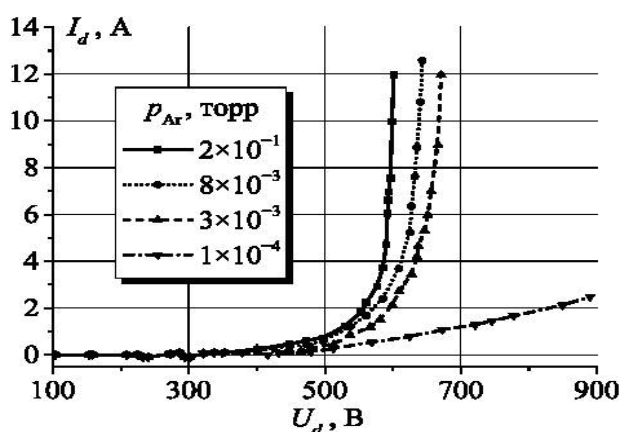


Рис. 3. ВАХ МР на твердой мишени для различных давлений рабочего газа ($B_s = 650$ Гс)

Из рис. 3 видно, что при работе с данным источником питания и в неизменной конфигурации магнитного поля магнетронный разряд на твердой мишени следует создавать при давлении $p_{Ar} \sim (3-8) \cdot 10^{-3}$ Торр, т.к. в этом случае достигаются наибольшие значения мощности, поступающей на катод. Чем выше эта мощность, тем быстрее происходит переход катода в расплавлен-

ное состояние, а разряда — в режим самораспыления.

Для нахождения ВАХ МР в режиме самораспыления разряд зажигался при давлении рабочего газа $p_{Ar} = 5 \cdot 10^{-3}$ Торр, величине индукции магнитного поля 650 Гс и мощности 2,5 кВт. Затем разряд выводился в режим самораспыления, после чего отключалась подача рабочего газа. На рис. 4 представлено семейство ВАХ МР в режиме самораспыления при различных значениях индукции магнитного поля.

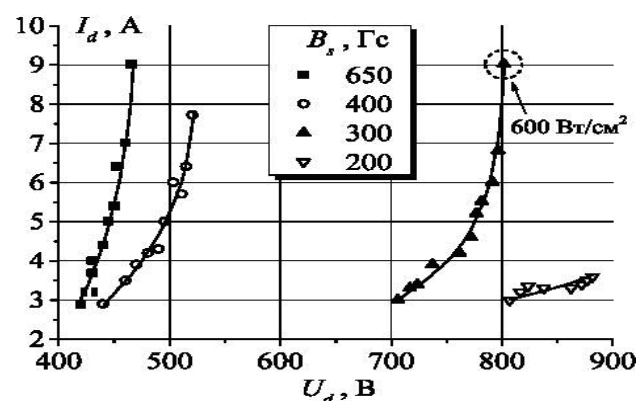


Рис. 4. ВАХ МР на расплавленной мишени при различных значениях индукции магнитного поля (подача рабочего газа отключена)

Из рис. 4 видно, что максимальные значения мощности разряда при работе в режиме самораспыления достигаются путем снижения магнитной индукции до величины $B_s \sim 300$ Гс. При этом поддерживается достаточно высокое напряжение на разрядном промежутке с целью увеличения потока распыленных атомов с поверхности расплавленного катода.

В целом, экспериментальные данные, приведенные на рис. 3 и 4, позволяют определить значения p_{Ar} и B_s , при которых реализуются наиболее эффективные режимы работы устройства, характеризующиеся высокими значениями U_d и I_d и максимальным потоком распыленных атомов материала расплавленного катода. Максимальная полученная удельная мощность разряда на медном катоде составила 600 Вт/см^2 в режиме самораспыления ($p_{Ar} = 0$, см. рис. 4).

Зондовые измерения

Для измерения температуры электронов T_e , плотности плазмы n и плавающего потенциала U_{fl} использовался импульсный зонд Ленгмюра, располагавшийся на расстоянии не менее 4 см от по-

верхности катода, напротив разрядного кольца. В качестве рабочего газа использовался Ar при $p_{Ar} = 8 \cdot 10^{-3}$ Торр. Величина магнитного поля на поверхности мишени составляла 650 Гс, а в области размещения зонда — менее 50 Гс. Измерения проводились для МР на медной мишени в различных режимах: 1) мишень в твердом состоянии, 2) мишень в состоянии плавления, 3) расплавленная мишень в среде рабочего газа, 4) расплавленная мишень в отсутствие рабочего газа в режиме самораспыления. Мощность разряда поддерживалась постоянной: на уровне $P = 1,5$ кВт. На основании измеренных значений U_{fl} и T_e рассчитаны значения потенциала плазмы U_{pl} согласно формуле:

$$U_{pl} = U_{fl} + \frac{kT_e}{e} \ln \left(\frac{2,72}{\sqrt{4\pi}} \sqrt{\frac{M_i}{m_e}} \right),$$

где k — постоянная Больцмана, e — элементарный заряд, M_i — масса иона, m_e — масса электрона. Результаты экспериментов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Результаты зондовых измерений

Состояние мишени	Напряжение разряда, В	Ток разряда, А	T_e , эВ	n , см ⁻³	U_{pl} , В
Твердая мишень	790	1,9	7	8×10^{10}	22
Мишень с расплавленной областью в зоне разряда	575	2,6	5,3	10^{11}	14
Расплавленная мишень в среде рабочего газа	562	2,7	5,2	10^{11}	12
Расплавленная мишень в отсутствие рабочего газа	550	2,8	3	10^{11}	10

Полученные результаты свидетельствуют о том, что по мере нагрева мишени плотность плазмы разряда практически не меняется, в то время как электронная температура падает. Повидимому, это связано с увеличением давления пара мишени [18].

Спектральный состав излучения

Для качественной оценки элементного и ионного состава плазмы жидкофазного магнетрона при распылении твердой мишени в среде рабочего газа Ar при давлении $8 \cdot 10^{-3}$ Торр и при распылении жидкой мишени без рабочего газа применялся ме-

тод эмиссионной спектроскопии. Величина магнитного поля на поверхности мишени составляла 650 Гс. В ходе эксперимента регистрировалось интегральное излучение плазменного образования в области локализации плазмы. Идентификация эмиссионных спектров проводилась с использованием данных [16, 17]. Для регистрации спектра излучения разряда с твердой мишенью зажигался слаботочный МР мощностью ~ 100 Вт ($U_d = 530$ В, $I_d = 0,2$ А). После этого мощность разряда увеличивалась до $P = 2,1$ кВт, и он выводился в режим самораспыления. Затем подача рабочего газа отключалась, и снова проводилась регистрация спектра излучения плазмы. Результаты измерений приведены на рис. 5.

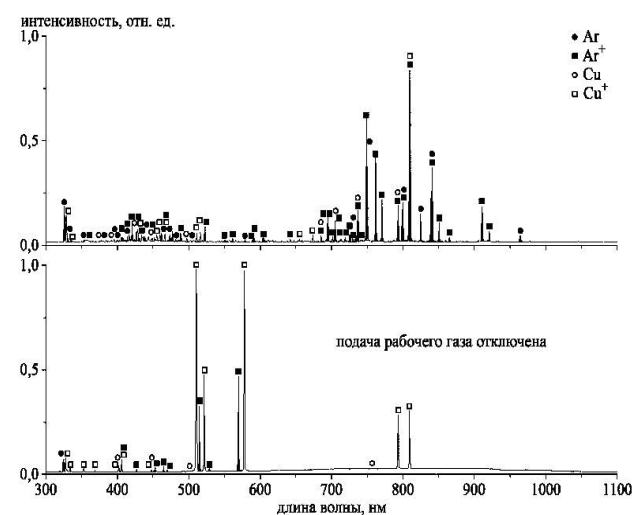


Рис. 5. Интегральный спектр излучения плазмы магнетронного разряда с твердой мишенью (сверху, $U_d = 530$ В, $I_d = 0,2$ А, время экспозиции 300 мс) и с расплавленной мишенью без рабочего газа (снизу, $U_d = 520$ В, $I_d = 4$ А, время экспозиции 4 мс)

Сравнение экспериментальных данных с эталонными спектрами атомарного и однократно ионизованного аргона и меди показали наличие в плазме разряда Ar, Ar⁺, Cu и Cu⁺. Из рис. 5 видно, что при отключении подачи рабочего газа в излучении преобладают линии Cu и Cu⁺.

Измерение скорости осаждения покрытий

Для измерения скорости осаждения покрытий в плазме ЖФМРС в качестве подложки использовалась пластинка из тантала прямоугольной формы площадью 4 см², располагавшаяся на оси симметрии системы на расстоянии 26 см от поверхности мишени. Толщина нанесенного покрытия определялась методом последующего взвешивания. МР мощностью 2 кВт зажигался в среде Ar

при $p_{Ar} = 8 \cdot 10^{-3}$ Торр и $B_s = 650$ Гс. После выхода разряда в режим самораспыления перекрывалась подача рабочего газа, и устанавливалась различная мощность разряда. Измерены скорости осаждения пленки в режиме самораспыления для значений $P = 2$ кВт, 3 кВт и 4 кВт. Результаты измерений, а также значения удельной мощности, выделяемой на катоде, приведены в табл. 2.

Таблица 2
Величина скорости напыления при различных значениях мощности разряда

Состояние мишени	Мощность разряда, кВт	Удельная мощность на катоде, Вт/см ²	Скорость напыления, мкм/мин
Твердая	2	100	0,08
Расплавленная	2	170	3
Расплавленная	3	250	8
Расплавленная	4	330	12

Для сравнения была измерена скорость напыления в МР с твердой мишенью до момента плавления при $P = 2$ кВт на том же расстоянии до катода. Ее значение составило ~ 0.08 мкм/мин. Из данных табл. 2 видно, что скорость напыления при той же мощности в режиме самораспыления возрастает почти в 40 раз.

Заключение

В результате настоящей работы разработана и создана магнетронная система, работающая на парах расплавленного катода. Проведены исследования режимов горения разряда; реализованы режимы, характеризующиеся высокой удельной мощностью разряда — до 600 Вт/см² на катоде. Проведены измерения концентрации плазмы и температуры электронов магнетронного разряда зондовым методом в режиме самораспыления. Их значения составили $T_e \sim 3$ эВ и $n \sim 10^{11}$ см⁻³, соответственно. Проведены эксперименты по исследованию элементного и ионного состава плазмы магнетронного разряда в режиме самораспыления методом оптической эмиссионной спектроскопии.

В конечном итоге, достигнута высокая скорость осаждения покрытия из меди на танталовую подложку, составившая 12 мкм/мин на расстоянии 26 см от поверхности катода при $P = 4$ кВт.

Литература

1. Кузьмичев А.И. Магнетронные распылительные системы. — Киев: Аверс, 2008
2. Данилин Б.С., Какурин М.В., Минайчев В.Е. и др. // Электронная техника. Сер. 3 Микроэлектроника. 1978. Вып. 2 (72). С. 84
3. Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. — М.: Радио и связь, 1982
4. Берлин Е.В., Сейдман Л.А. Ионно-плазменные процессы в тонкопленочной технологии. — М.: Техносфера, 2010
5. Третьяков Р.С., Кривобоков В.П., Янин С.Н. // Известия вузов. Физика. 2007. Т. 50. № 9 (Приложение). С. 487
6. Берлин Е.В. // Интеграл. 2009. № 6. С. 50
7. Zhukov V.V., Kosmin D.M., Krivobokov V.P., Yanin S.N. // Proc. 7th Intern. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. 2004. Tomsk. P. 277
8. Кривобоков В.П., Жуков В.В., Янин С.Н. // Физика. 2006. № 8 (Приложение). С. 30
9. Блейхер Г.А., Кривобоков В.П., Третьяков Р.С., Юрьева А.В. // Известия вузов. Физика. 2009. Т. 52. № 11/2 (Приложение). С. 180
10. Беграмбеков Л.Б. Процессы в твердом теле под действием ионного и плазменного облучения. — М.: МИФИ, 2008
11. Чан П., Тэлбот Л., Турян К. Электрические зонды в неподвижной и движущейся плазме, пер. с англ. — М.: Мир, 1978
12. Козлов О.В. Электрический зонд в плазме. — М.: Атомиздат, 1969
13. Low-Temperature Plasma // J. Phys. IV. 1997. V. 7. No. 4. P. 397
14. Sanmartin J. R., // Journal. 1970. V. 13. No. 1. P. 103
15. Brussaard G. J. H., van der Steen M., Carrère M., et al. // Phys. Rev. E. 1996. V. 54. No. 2. P. 1906
16. Зайдель А.И., Прокофьев В.К., Райский С.М. и др. Таблицы спектральных линий. — М.: Наука, 1977
17. NIST Atomic Spectra Database: [Электронный ресурс]. 1995–2012. URL: <http://www.nist.gov/pml/data/asd.cfm> (Дата обращения: 18.12.2012)
18. Gudmundsson J.T., Sigurjonsson P., Larsson P., et al. // J. Appl. Phys. 2009. V. 105. P. 123302

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (соглашение 14.A18.21.1174 и ГК № 11.519.11.6009).

Magnetron discharge with a melted cathode

A.V. Tumarkin, G.V. Khodachenko, A.V. Kaziev, I.A. Shchelkanov, and T.V. Stepanova

National Research Nuclear University "MEPhI", Plasma Physics Department.
31 Kashirskoe highway, Moscow, 115409, Russia
E-mail: avkaziev@gmail.com

The results of the plasma diagnostics of the DC magnetron discharge with melted copper cathode operated in self-sputtering mode are presented. Pulsed probe diagnostics method was utilized for plasma parameters measurements. Optical emission spectroscopy was used to obtain information about the plasma elemental composition. The discharge characteristics evolution was investigated. Copper film deposition rate in self-sputtering DC magnetron regime was measured by sample weighing method. The deposition rate at 26 cm from the target surface reached 12 $\mu\text{m}/\text{min}$.

PACS: 52.80.Sm, 52.75.-d, 52.70.-m, 52.25.Xz, 81.15.Cd

Keywords: magnetron discharge, liquid metal sputtering, deposition rate, pulsed probe diagnostics, plasma spectroscopy.

Bibliography - 18 references

Received March 20, 2013