

04;12

## Магнетронный разряд в среде аргона и кислорода при осаждении пленки оксида титана

© А.Е. Комлев, В.И. Шаповалов, Н.С. Шутова

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет „ЛЭТИ“,  
197238 Санкт-Петербург, Россия  
e-mail: vishapovalov@mail.ru

(Поступило в Редакцию 17 августа 2011 г.)

Приведены результаты изучения разряда в плоском магнетроне с титановой мишенью. Установлено, что в среде аргона при постоянном токе увеличение давления от 2 до 6 мТорг приводит к увеличению возбуждения ионов аргона примерно на 20%. Возбуждение нейтральных атомов титана не зависит от давления аргона и определяется только током разряда. Вольт-амперная характеристика магнетрона в среде аргона и кислорода полностью отражает процессы, происходящие на мишени магнетрона.

### Введение

Среди множества методов осаждения пленок оксида титана ( $\text{TiO}_2$ ) большое внимание уделяют реактивно-магнетронному распылению [1–4]. Многочисленные эксперименты показали, что основными независимыми переменными процесса реактивного распыления служат расход кислорода  $Q_0$  и ток разряда  $I_p$  (мощность). Для этой многофакторной технологии характерны нелинейные эффекты [5–7]. Они обусловлены процессами на внутренних поверхностях вакуумной камеры, активированными плазмой разряда. Кривые зависимости парциального давления кислорода  $p$  от величины  $Q_0$  при постоянном  $I_p$  содержат несколько участков (рис. 1):

- при малых значениях  $Q_0$  (начальный участок  $OA$  на кривой 1) величина  $p$  близка к нулю (полное давление газовой смеси равно парциальному давлению аргона), и скорость распыления мишени при этом максимальна;
- при увеличении  $Q_0$  до точки  $A$  заметного изменения величины  $p$  не наблюдается. Стационарное состояние мишени на участке  $OA$  соответствует так называемому „металлическому“ режиму работы мишени, при котором ее поверхность не содержит пленки оксида;
- при достижении точки  $A$  процесс лавинообразно переходит в новое стационарное состояние (точка  $B$ ), в котором поверхность мишени полностью покрыта пленкой оксида („оксидный“ режим);

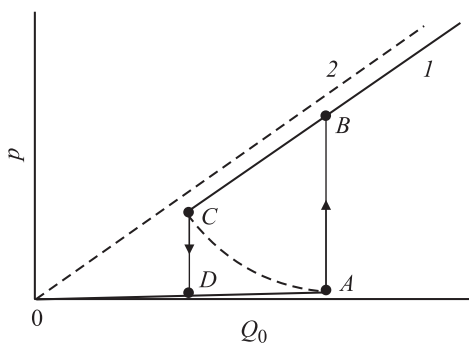


Рис. 1. Основные экспериментальные результаты при реактивном распылении.

- при дальнейшем увеличении  $Q_0$  давление  $p$  растет пропорционально  $Q_0$ , но при любом  $Q_0$  всегда меньше значения, которое измеряют в отсутствие разряда (кривая 2 на рис. 1). В этом новом состоянии скорость распыления мишени уменьшается в несколько раз. Обычно атомы металла в плазме не наблюдаются;

- при уменьшении  $Q_0$  до точки  $C$  наблюдается пропорциональное уменьшению величины  $p$ ;

- при достижении точки  $C$  процесс лавинообразно возвращается в начальное стационарное состояние (точка  $D$ ).

Дополнительную информацию о процессе распыления содержит вольт-амперная характеристика (ВАХ) магнетрона, которая облегчает выбор режима осаждения пленки [1,8].

Целью настоящей работы было изучение общих особенностей ВАХ-разряда в плоском магнетроне при распылении титановой мишени в газовой среде, содержащей смесь  $\text{Ar} + \text{O}_2$ .

### Условия эксперимента

Исследования проведены в высоковакуумной системе, оснащенной паромасляным диффузионным насосом с номинальной быстротой действия  $0.3 \text{ m}^3/\text{s}$  и механическим насосом 2НВР-5Д с номинальной быстротой действия  $0.005 \text{ m}^3/\text{s}$ . Объем вакуумной камеры равен  $0.076 \text{ m}^3$ . Остаточное давление в камере не превышало  $5 \cdot 10^{-2} \text{ мТорг}$ . Для создания рабочей газовой среды использованы аргон ( $\text{Ar}$ ) и кислород ( $\text{O}_2$ ) высокой чистоты. Плоский магнетрон с водоохлаждаемой мишенью диаметром 110 мм из титана ( $\text{Ti}$ ) марки ВТ1-0 работал на постоянном токе (ток разряда 0.4–3.0 А, напряжение на разряде 300–800 В). Эксперименты проведены при парциальном давлении аргона в диапазоне 2–6 мТорг и объемном расходе кислорода 6 ссст.

Для измерения спектров испускания плазмы использована спектрометрическая приставка к компьютеру. Приставка предназначена для регистрации оптических спектров в диапазоне 250–1000 нм со спектральным

разрешением в видимой части спектра не более 2.5 nm и имеет абсолютную ошибку измерения длины волны в видимой части спектра не более  $\pm 0.5$  nm. Вывод оптического сигнала, генерируемого плазмой, из вакуумной камеры выполнен с помощью кварцевого моноволокна диаметром 0.4 mm.

### Обсуждение результатов

Магнетронные распылительные системы обычно работают в режиме аномального тлеющего разряда, что подтверждают ВАХ, приведенные на рис. 2. Очевидно, что при увеличении тока разряда, во-первых, возрастает поток распыленных с мишени атомов Ti, во-вторых, увеличивается степень возбуждения всех частиц в плазме. Поэтому в спектрах испускания плазмы интенсивность линии нейтральных атомов титана Ti I представляет собой нелинейную зависимость от тока (рис. 3), на которую, как оказалось, не влияет давление Ar. Приведенная на рис. 3 соответствующая кривая усреднена по всем зависимостям, измеренным при разных давлениях Ar.

Изменение интенсивности линии ионов Ar II в спектре пропорционально току и зависит от давления так, как показано на рис. 3. При увеличении давления от 2

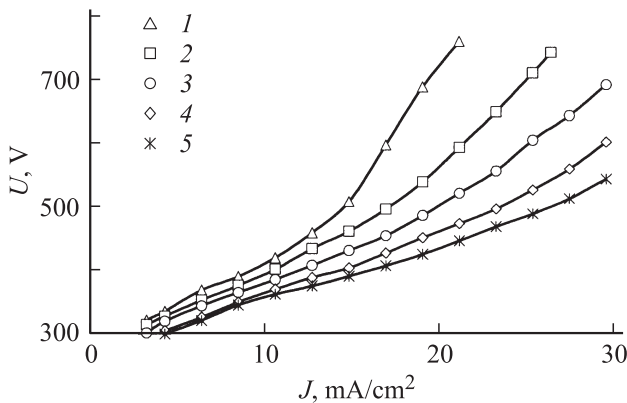


Рис. 2. ВАХ разряда в среде Ar при давлении (в mTorr): 1 — 2.0; 2 — 3.0; 3 — 4.0; 4 — 5.0; 5 — 6.0.

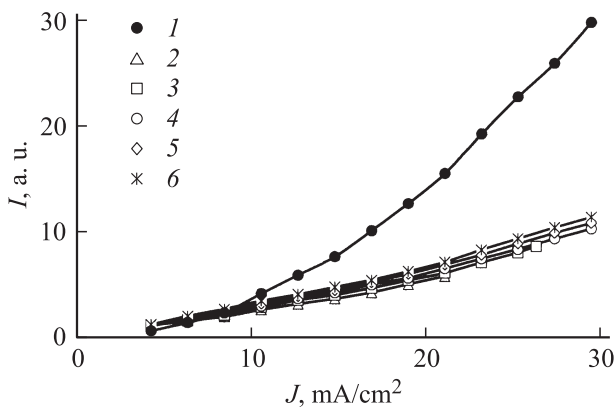


Рис. 3. Интенсивность линий Ti I (I) и Ar II при давлении Ar (в mTorr): 2 — 2.0; 3 — 3.0; 4 — 4.0; 5 — 5.0; 6 — 6.0.

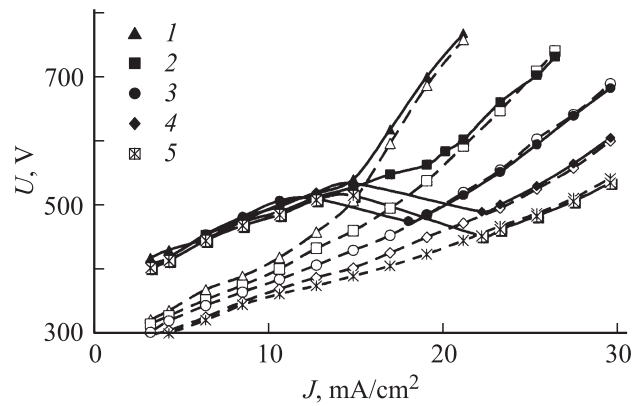


Рис. 4. ВАХ разряда в среде Ar (штриховые линии) и Ar + O<sub>2</sub> (сплошные линии) при увеличении тока разряда и давления Ar (в mTorr): 1 — 2.0; 2 — 3.0; 3 — 4.0; 4 — 5.0; 5 — 6.0.

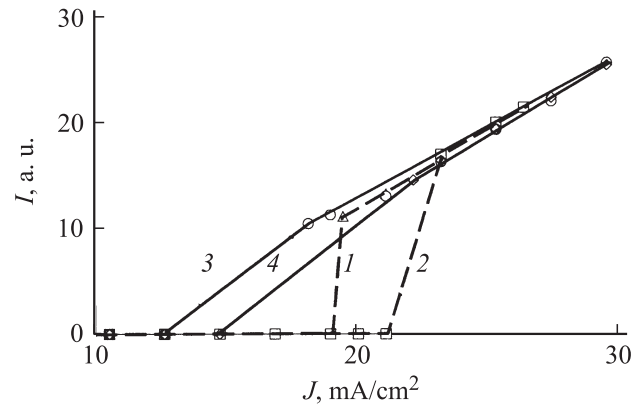


Рис. 5. Интенсивность линий нейтральных атомов титана Ti I при давлении Ar (в mTorr): 1 — 2.0; 2 — 3.0; 3 — 4.0; 4 — 5.0.

до 6 mTorr интенсивность этих линий возрастает примерно на 20%. Поскольку концентрация ионов аргона в плазме определяется только величиной тока, то можно предположить, что обнаруженное влияние давления при неизменном токе возникло из-за изменения среднего пути свободного пробега частиц, в связи с чем изменяется степень их возбуждения.

В газовой среде Ar + O<sub>2</sub> ВАХ-магнетрона существенно изменяются (рис. 4). Для сравнения на рис. 4 штриховыми линиями показаны кривые из рис. 2. Из рис. 4 видно, что при любом давлении Ar ВАХ содержит три различных участка:

- в области малых токов ВАХ не зависит от давления Ar. Мишень в этом случае находится в оксидном режиме [6,7], когда ее поверхность покрыта пленкой оксида титана, а газовая среда содержит смесь Ar + O<sub>2</sub>. Атомы титана в плазме отсутствуют (см. рис. 5). При этих условиях параметры разряда определяет главным образом кислород;

- в области, соответствующей точкам C и D на рис. 1, происходит резкое изменение ВАХ, которое зависит от давления Ar. При давлении более 3 mTorr в кривых возникает участок с отрицательной производной. Увели-

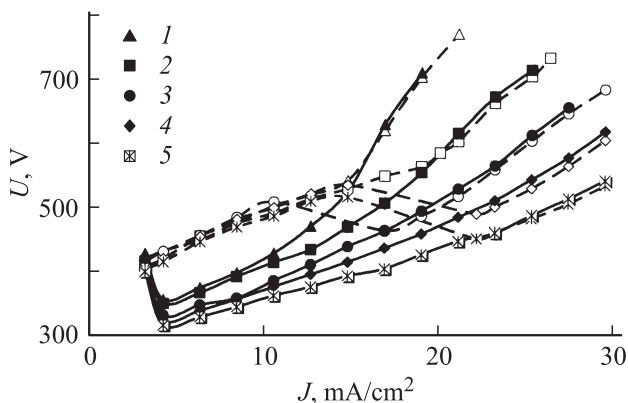
чение тока с изменением (увеличением или уменьшением) напряжения на разряде в этой области происходит самопроизвольно, поскольку возникает процесс очистки мишени от пленки оксида;

- в области больших токов все ВАХ приобретают вид кривых, полученных без кислорода, поскольку мишень входит в металлический режим, при котором весь введенный в камеру кислород сорбируется стенкой.

Результаты, приведенные на рис. 5, показывают, что при давлении менее 4 мТорр (штриховые линии) полная очистка мишени от пленки оксида титана происходит при токе, который превышает на 20–30% значение, наблюдаемое на рис. 4 в соответствующих ВАХ. Об изменении режима работы мишени свидетельствует появление в спектре испускания плазмы линии титана. Штриховым кривым на рис. 5 соответствуют ВАХ на рис. 4, в которых отсутствует участок с отрицательной производной. Отмеченные особенности свидетельствуют о том, что при этих давлениях Ag ВАХ не в полной мере отражает переход мишени из оксидного в металлический режим. Возможно, что после вскрытия мишени не происходит быстрой полной очистки ее поверхности от пленки оксида. Но частичное разрушение этой пленки приводит к изменению эмиссии электронов с мишени, что проявляется в ВАХ.

На рис. 6 представлены результаты, полученные при увеличении (перенесены с рис. 4) и последующем уменьшении тока. Из рис. 6 видно, что при любом давлении Ag переход мишени из металлического режима работы в оксидный (сплошные кривые на рис. 6) происходит при существенно меньшем токе, чем обратный переход (эффект гистерезиса). Причем это значение тока практически не зависит от давления Ag.

Обращает на себя внимание то, что при уменьшении тока, когда мишень работает в металлическом режиме, ВАХ разряда совпадает с ВАХ, полученной в среде без кислорода (ср. штриховые линии на рис. 4 и сплошные линии на рис. 6).



**Рис. 6.** ВАХ разряда в среде Ag + O<sub>2</sub> при увеличении (штриховые линии) и уменьшении (сплошные линии) тока разряда и давлении Ag (в мТорр): 1 — 2.0; 2 — 3.0; 3 — 4.0; 4 — 5.0; 5 — 6.0.

## Заключение

Исследование плоского магнетрона с титановой мишенью позволило установить, что его ВАХ имеют несколько особенностей:

- 1) в среде только Ag ВАХ соответствуют режиму аномального тлеющего разряда. В области малых токов мощность выделяемая на мишени магнетрона, практически не зависит от давления;

- 2) в спектрах испускания плазмы интенсивность линии нейтральных атомов титана Ti I не зависит от давления аргона и определяется только током разряда;

- 3) изменение интенсивности линии ионов аргона Ag II пропорционально току и зависит от давления;

- 4) ВАХ-магнетрона в среде Ag + O<sub>2</sub> содержит 3 участка, отражающие режим работы мишени: оксидный, переходный и металлический;

- 5) при уменьшении тока, когда мишень работает в металлическом режиме, ВАХ разряда в среде Ag + O<sub>2</sub> совпадает с ВАХ, полученной в среде без кислорода, причем при любом давлении аргона переход мишени из металлического режима работы в оксидный происходит при существенно меньшем токе, чем обратный переход (эффект гистерезиса).

Можно допустить, что выявленные особенности ВАХ плоского магнетрона характерны для процесса распыления титановой мишени и могут быть обнаружены в любой другой системе распыления на постоянном токе. Подобные исследования дают возможность выбрать режим осаждения пленки оксида титана по току разряда. Из рис. 4 следует, что независимо от парциального давления Ag пленки оксида титана следует осаждать в области малых токов, когда мишень устойчиво работает в оксидном режиме.

Исследования проводятся в рамках ФЦП „Научные и научно-педагогические кадры инновационной России“ на 2009–2013 г. (госконтракт № 16.740.11.0374 от 01 декабря 2010 г.).

## Список литературы

- [1] Гончаров А.А., Евсюков А.Н., Костин Е.Г. и др. // ЖТФ. 2010. Т. 80. Вып. 8. С. 127–135.
- [2] Jung M.J., Kim Y.M., Chung Y.M. et al. // Thin Sol. Films. 2004. Vol. 447–448. P. 430–435.
- [3] Venkataraj S., Severin D., Mohamed S.H. et al. // Thin Sol. Films. 2006. Vol. 502. P. 228–234.
- [4] Martin N., Lintymer J., Gavaille J. et al. // Sur. Coat. Technol. 2007. Vol. 201. P. 7733–7738.
- [5] Audronis M., Bellido-Gonzalez V., Daniel B. // Sur. Coat. Technol. 2010. Vol. 204. P. 2159–2164.
- [6] Barybin A.A., Shapovalov V.I. // J. Appl. Phys. 2007. Vol. 101. P. 054905–1–10.
- [7] Барыбин А.А., Шаповалов В.И. Пленки оксидов переходных металлов: физика и технология реактивного распыления. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ „ЛЭТИ“, 2009. 176 с.
- [8] Блонский И.В., Гончаров А.А., Демчишин А.В. и др. // ЖТФ. 2009. Т. 79. Вып. 7. С. 127–132.