

04;11;12

©1994 г.

## НЕУСТОЙЧИВОСТЬ РЕАКТИВНОГО РАСПЫЛЕНИЯ В МАГНЕТРОНЕ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ ПЛЕНОК БИНАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

*B.B. Владимиров, В.Н. Горшков, В.А. Мотрич, О.А. Панченко,  
Б.В. Стеценко, Е.Ф. Скрипник*

Разработан метод расчета величины скорости откачки, при которой режим реактивного распыления устойчив. Значение критической скорости откачки определено в широком интервале изменения геометрических параметров системы и отношения коэффициентов распыления металла и бинарного соединения. На примере покрытий нитрида титана предложен способ определения приближенного аналитического выражения для критической скорости откачки. Показано, что с увеличением скорости откачки характерные времена развития процессов переключения возрастают. Проведенные опыты по исследованию динамики развития неустойчивости при напылении нитрида титана подтверждают ряд выводов теории.

### Введение

В настоящее время технология реактивного распыления (РР) получила обширное промышленное применение для получения защитных, термостойких, оптических и других покрытий [1], среди которых пленки бинарных соединений  $TiN$ ,  $TiO_2$ ,  $Al_2O_3$  занимают видное место. Требуемая стехиометрия достигается балансом потоков материала распыляемой мишени и частиц реактивного газа (РГ) на подложку. При использовании магнетронных распылительных систем (МРС) основная трудность, возникающая при РР, состоит в том, что процесс напыления становится неустойчивым, поскольку при увеличении потока реагирующего газа для получения требуемой стехиометрии возможно переключение МРС в режим с низкой скоростью распыления материала мишени (катода). Если в этом режиме уменьшить поток реактивного газа, то процесс напыления переключается в другой, также невыгодный режим, который характеризуется высокой скоростью распыления материала мишени и содержит избыточную металлическую компоненту. Механизм этой неустойчивости подробно описан в работе [2] и обусловлен положительной обратной связью, возникающей между катодом и геттером в процессе напыления (в дальнейшем под геттером будет подразумеваться поверхность, на которую поступает поток

распыляемого металла). Так, по мере насыщения осаждаемой пленки металла атомами РГ парциальное давление РГ в камере возрастает, что в свою очередь приводит к увеличению площади, покрытой компаундом на капле, и соответственно уменьшению потока металла на геттер в случае, когда материал катода распыляется более эффективно, нежели компаунд. Это вызывает уменьшение содержания металла в осаждаемой пленке и еще больший рост парциального давления РГ — происходит отравление поверхности катода пленкой синтезируемого соединения, результатом чего является резкое снижение скорости насыщения. Уменьшение потока РГ в этих условиях вызывает обратный процесс — очистку поверхности катода. Указанную выше положительную обратную связь, которая приводит к S-образному характеру зависимости основных величин от скорости натекания РГ, можно ослабить, если избыток РГ в атмосфере камеры реактора при отравлении мишени снизить увеличением скорости откачки  $\chi$  ( $\text{см}^3/\text{с}$ ). При определенных значениях  $\chi > \chi_{cr}$  S-образные зависимости параметров системы от потока РГ не возникают, т.е. режим распыления становится устойчивым. В работе [2] значение  $\chi_{cr}$  было рассчитано численными методами для одного частного случая (TiN). В настоящей работе впервые предложен аналитический метод определения  $\chi_{cr}$ , рассчитано значение  $\chi_{cr}$  для различных бинарных покрытий в зависимости от соотношения площадей геттера и катода, получена приближенная аналитическая формула ( $\chi_{cr}$ ) в случае нитрида титана. Исследована динамика переключения для разных скоростей откачки. Показано, что при  $\chi \rightarrow \chi_{cr}$  происходит резкое замедление явлений переключения.

## 1. Расчет критической скорости откачки

Исходные динамические уравнения определяются из условий баланса образования бинарного соединения (БС) на катоде (геттере) и расхода натекающего газа

$$N \frac{d\gamma_1}{dt} = 2\alpha_1 F(1 - \gamma_1) - \frac{j}{e} s_B \gamma_1, \quad (1)$$

$$N \frac{d\gamma_2}{dt} = 2\alpha_2 F(1 - \gamma_2) + \frac{j}{e} s_B \alpha^{-1} \gamma_1 (1 - \gamma_2) - \frac{j}{e} s_M \alpha^{-1} \gamma_2 (1 - \gamma_1), \quad (2)$$

$$\sqrt{\frac{V}{v_T}} \frac{dF}{dt} = q - A_1 F \left[ \alpha_1 (1 - \gamma_1) + \alpha_2 \alpha (1 - \gamma_2) + \kappa \right], \quad (3)$$

где  $\gamma_1$  и  $\gamma_2$  — степени покрытия бинарным соединением катода и геттера ( $\gamma_{1,2} \leq 1$ );  $F$  — поток реагирующего газа в камере, связанный с парциальным давлением  $p$  этого газа,

$$F = n v_T = \frac{p v_T}{k T},$$

$$v_T = \sqrt{\frac{k T}{2 \pi M}}$$

— наиболее вероятное значение тепловой скорости молекул газа на плоскую поверхность;  $M$ ,  $n$  и  $T$  — масса молекулы, плотность и температура газа;  $N$  ( $\text{см}^{-2}$ ) — поверхностная плотность атомов металла;

$\alpha_1$  и  $\alpha_2$  — вероятности образования двух молекул БС при взаимодействии двухатомной молекулы газа с атомами металла на поверхности катода и геттера ( $\alpha_1, \alpha_2 \leq 1$ );  $s_B, s_M$  — коэффициенты распыления БС и металла на катоде ионами основного разряда;  $\alpha = A_2/A_1$  — отношение площадей геттера и катода;  $V$  — объем камеры;  $q (\text{с}^{-1})$  — скорость натекания реагирующего газа;  $\kappa = \chi/vTA_1$ ;  $j$  — плотность ионного тока на катод;  $e$  — заряд электрона.

При выводе (1)–(3) считалось, что натекающий газ взаимодействует только с атомами металла. Поясним смысл слагаемых в этих уравнениях. В правой части (1) первое определяет темп образования БС на катоде, а второе — скорость его разрушения вследствие распыления БС ионами. В правой части (2) первое определяет скорость образования БС на геттере, второе — аналогичную скорость вследствие прихода на геттер распыленных молекул БС, третье — разрушение БС покрытия на геттере вследствие прихода распыленных атомов металла на места, занятые молекулами БС. Структура второго и третьего слагаемых определяется законами сохранения распыляемых потоков. Правая часть (3) определяет расход натекающего газа на создание БС покрытия катода и геттера, а также поток газа, удалляемый из камеры откачной системой. Ранее анализ стационарных решений системы (1)–(3) проводился [2] с помощью ЭВМ для случая нитрида титана. На примере частного случая ( $\alpha = 10$ ,  $A_1 = 100 \text{ см}^2$ ,  $\alpha_1 = \alpha_2 = 1$ ,  $s = s_B/s_M = 0.2$ ) показано [2], что при достаточно больших значениях  $\chi$  неоднозначность зависимостей величин  $\gamma_1, \gamma_2, F(q)$  исчезает. Ниже мы предложим более простой способ определения  $\chi_{cr}$  и определим значение этой величины для широкого интервала значений параметров системы.

Учитывая (1)–(3), можно получить уравнение для стационарного значения  $\gamma_1$ , приведенное к виду, удобному для качественного анализа,

$$\alpha\tilde{\alpha}\gamma_1(1-\gamma_1)^2 = \left\{ (1-\gamma_1)^2 + \alpha\tilde{\alpha}s\gamma_1 + s\gamma_1(1-\gamma_1) \right\} \left[ \gamma_1^2 - \gamma_1 \left( 1 + z + \frac{\kappa}{\alpha_1} \right) + z \right], \quad (4)$$

где  $\tilde{\alpha} = \alpha_2/\alpha_1$ ,

$$z = \frac{2qe}{js_B A_1},$$

а величины  $F$  и  $\gamma_2$  определяются через  $\gamma_1$

$$F = \frac{s_B j \gamma_1}{2e\alpha_1(1-\gamma_1)}, \quad \gamma_2 = 1 - \frac{(1-\gamma_1)^2}{(1-\gamma_1)^2 + s\alpha\tilde{\alpha}j_1 + s\gamma_1(1-\gamma_1)}. \quad (5)$$

Как видно из (4), характер решений  $\gamma_1(z)$  определяется значением параметров  $\alpha, \tilde{\alpha}, s, \kappa/\alpha_1$ , при этом параметры  $\alpha$  и  $\tilde{\alpha}$  входят в (4) в одной комбинации. Поскольку  $z = q/I$ , где  $I$  — ток разряда, то решения (4) подобны по величине параметра  $q/I$ . В дальнейшем мы покажем, что с ростом  $\alpha$  величина  $\kappa_{cr}$  (или  $\chi_{cr}$ ) увеличивается, поскольку усиливается роль геттера в создании положительной обратной связи. Поэтому при заданном значении  $\alpha$  величину  $\chi_{cr}$  можно уменьшить при снижении значения  $\tilde{\alpha}$  за счет увеличения температуры геттера ( $\alpha_2$  уменьшается). Если же увеличить только температуру катода ( $\alpha_1$

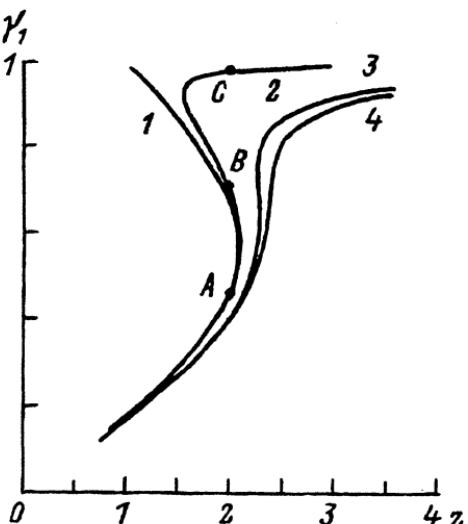


Рис. 1. Зависимость степени покрытия катода нитридом титана ( $s = 0.2$ ) от величины натекающего потока азота для разных скоростей откачки.  
 $\varkappa: 1 - 0, 2 - 0.02, 3 - 0.154, 4 - 0.2$ .

уменьшается), то величина критической скорости откачки уменьшается незначительно, так как возрастает значение  $\bar{\alpha}$ . Поскольку  $\varkappa \sim \chi/A_1$ , то при небольших значениях площади катода ( $A_1$ ) величина  $\chi_{cr}$  будет ниже при фиксированном значении  $\alpha$ . Таким образом, при небольшой площади катода устойчивый режим достигается при сравнительно умеренной скорости откачки и проблема неустойчивости реактивного распыления характерна именно при напылении больших площадей.

Отметим, что при  $\varkappa_B = 0$  стационарные решения уравнений (1)–(3)  $\gamma_1 = 1$ ,  $\gamma_2 = 1$ ,  $F = q/A_1 \varkappa = (qv_T)/\varkappa$  соответствуют полному “отравлению” катода и геттера, при этом весь поток РГ удаляется откачной системой. Естественно, что в этом случае напыляется только один слой, после чего процесс напыления прекращается. По сути этот случай соответствует значению  $\chi_{cr} = \infty$ . Таким образом, процесс распыления бинарного соединения на катоде способствует получению многослойных покрытий, поскольку он препятствует “отравлению” катода и геттера. Поэтому при увеличении  $s$  величина  $\chi_{cr}$  должна уменьшаться, что и подтверждается дальнейшими расчетами. На рис. 1 представлены характерные зависимости  $\gamma_1(z)$ , рассчитанные с помощью (4) на ЭВМ для случая  $\alpha_1 = \alpha_2 = 1$ ,  $\alpha = 5$ ,  $s = 0.2$  (нитрид титана) и различных скоростях откачки ( $\varkappa$ ). В соответствии с выводами [2] неоднозначность зависимости  $\gamma_1(z)$  исчезает при достаточно больших значениях  $\varkappa$  ( $\varkappa_{cr} = 0.17$ , при этом  $\chi_{cr} = 220$  л/с, если  $A_1 = 100$  см<sup>2</sup>,  $v_T = 1.3 \cdot 10^4$  см/с). Рассмотрим эффективность напыления в точках  $A$ ,  $B$ ,  $C$  ( $z = 2$ ) S-образной характеристики (кривая 2 на рис. 1), понимая, однако, что в точке  $B$  система не может находиться в стационарном состоянии. Процесс напыления эффективен, если основная часть натекающего РГ взаимодействует с геттером, при этом степень покрытия нитридом достаточно велика ( $\gamma_2 \lesssim 1$ ). Отношения потока РГ на геттер ( $q_g$ ) к потокам РГ на катод ( $q_c$ ) и удаляемому откачной системой ( $q_\varkappa$ ) определяются выражениями ( $\alpha_{1,2} = 1$ ).

$$\frac{q_g}{q_c} = \frac{(1 - \gamma_2)\alpha}{1 - \gamma_1}, \quad \frac{q_g}{q_\varkappa} = \frac{(1 - \gamma_2)\alpha}{\varkappa}. \quad (6)$$

Таблица 1.

Точка	$\gamma_1$	$\gamma_2$	$q_g/q_c$	$q_g/q\chi$
A	0.45	0.623	3.42	94
B	0.68	0.876	1.94	31
C	0.98	0.9996	0.1	0.1

В табл. 1 приведены значения  $\gamma_1$ ,  $\gamma_2$  и величин (6) в точках A, B, C. Как видно из этой таблицы, в точке A низка степень покрытия геттера пленкой BC, поскольку ввиду малости  $\gamma_1$  на геттер поступает большой поток распыляемого металла. В точке C величина  $\gamma_2$  близка к единице ("отравление") и основной поток натекающего РГ распределяется между катодом и откачной системой, т.е. скорость напыления BC на геттере мала. В точке B велико значение  $\gamma_2$ , при этом основная часть РГ поглощается геттером, т.е. положение рабочей точки в петле гистерезиса крайне выгодно, но этот режим неустойчив.

В отсутствие откачки зависимость  $\gamma_1(z)$  двузначна при  $z \geq 1$ . Нетрудно найти корни (4) при  $\kappa = 0$ ,  $z = 1$  ( $\alpha_1 = \alpha_2 = 1$ ). Из четырех корней два равны единице, третий является фиктивным

$$\gamma_{1\Phi} = \frac{2 + \alpha - \alpha s - s}{1 - s} > 1 \quad (\alpha \gg 1),$$

а четвертый  $\gamma_{1,4} = (\alpha + 2 - \alpha s - s)^{-1} \ll 1$ . При больших значениях  $z$  стационарного состояния не существует ( $\kappa = 0$ ) ввиду накопления РГ в камере. Таким образом, в отсутствие откачки невозможно реализовать устойчивый режим напыления нитрида титана с высокими значениями  $\gamma_2$ . Ниже мы рассмотрим относительно простой способ определения критической скорости откачки (для случая  $\alpha_1 = \alpha_2 = 1$ ). Приведем уравнение (4) к виду

$$\Phi(\gamma_1) = (1 - s)\gamma_1^4 + A\gamma_1^3 + B\gamma_1^2 + (\gamma_1 + z) = 0, \quad (7)$$

где

$$A = -[\alpha + 3 - 2s - s\alpha + \kappa(1 - s) + z(1 - s)],$$

$$B = 2\alpha + 3 - s\alpha - s + \kappa(2 - s\alpha - s) + z(3 - 2s - s\alpha),$$

$$C = -[\alpha + 1 + \kappa + z(3 - s\alpha - s)].$$

Из 4 корней уравнения (7) один всегда является фиктивным ( $\gamma_1 > 1$ ). При  $\kappa = \kappa_{cr}$ , когда многозначность  $\gamma_1(z)$  исчезает, остальные три корня сливаются в один ( $\gamma_{1cr} < 1$ ) при определенном значении  $z = z_{cr}$ , значение  $\gamma_{1cr}$  является точкой перегиба функции  $\Phi(\gamma_1)$ . Таким образом, (7) имеет три совпадающих корня, если выполняются условия

$$\frac{d\Phi}{d\gamma_1}, \quad \frac{d^2\Phi}{d\gamma_1^2} = 0. \quad (8)$$

Учитывая (7), (8), можно показать, что

$$\gamma_{1cr} = \frac{6(1-s)C - AB}{3A^2 - 8(1-s)B} \Big|_{z, \kappa=z_{cr}, \kappa_{cr}} \quad (9)$$

при выполнении соотношений

$$AC - \frac{B^2}{3} - 4z(1-s) = 0, \quad (10)$$

$$zA^2 + (1-s)C^2 - 4z(1-s)B - \frac{B^2}{27} = 0. \quad (11)$$

Фиктивный корень (при  $\kappa = \kappa_{cr}$ )

$$\gamma_{1\Phi} = -\frac{A}{1-s} - 3\gamma_{1cr} > 1. \quad (12)$$

Уравнения (10), (11) являются системой алгебраических уравнений для определения  $z_{cr}$  и  $\kappa_{cr}$ . Учитывая значения коэффициентов  $A, B, C$ , запишем их в виде

$$K_2 z_{cr}^2 + K_1 z_{cr} + K_0 = 0, \quad (13)$$

$$L_3 z_{cr}^3 + L_2 z_{cr}^2 + L_1 z_{cr} + L_0 = 0, \quad (14)$$

где

$$K_2 = s \left[ \alpha - \frac{s}{3}(1 + \alpha + \alpha^2) \right],$$

$$K_1 = \frac{s}{3} \cdot \left\{ \alpha(\alpha - 4) + s(2 + 3\alpha + \alpha^2) + \kappa_{cr} [7\alpha - 1 - s(1 + 3\alpha + 2\alpha^2)] \right\},$$

$$K_0 = \frac{1}{3} \cdot \left\{ -\alpha^2 + s\alpha(\alpha + 1) - s^2(\alpha + 1)^2 + \kappa_{cr} [-2\alpha + s(1 + s\alpha + 4\alpha^2) - 2s^2(\alpha + 1)^2] + \kappa_{cr}^2 [-1 + s(1 + 4\alpha) - s^2(\alpha + 1)^2] \right\},$$

$$L_3 = s \cdot \left[ 9\alpha - 3s(1 + 4\alpha + \alpha^2) + \frac{s^2}{3}(2 + \alpha)^3 \right],$$

$$L_2 = s \cdot \left\{ 3\alpha(4\alpha - 1) + s(3 + 16\alpha - s\alpha^2 - 2\alpha^3) - s^2(\alpha + 1)(5 + 5\alpha - \alpha^2) + \kappa_{cr} [3(7\alpha - 1) - 2s(1 + 13\alpha + 4\alpha^2) + s^2(\alpha + 1)(\alpha + 2)^2] \right\},$$

$$L_1 = -3\alpha^2 + s\alpha(-9 - 4\alpha + 4\alpha^2) + s^2(3 + 4\alpha + 6\alpha^2 - 4\alpha^3) + s^3(\alpha + 1)^2(\alpha + 2) + 2\kappa_{cr} [-3\alpha + 2s\alpha(13 + 5\alpha) - s^2(4 + 25\alpha + 14\alpha^2 + 2\alpha^3) + s^3(\alpha + 1)(2 + 3\alpha + \alpha^2)] + \kappa_{cr}^2 [-3 + 2s(1 + s\alpha) - s^2(2 + 18\alpha + 7\alpha^2) + s^3(\alpha + 2)(\alpha + 1)^2],$$

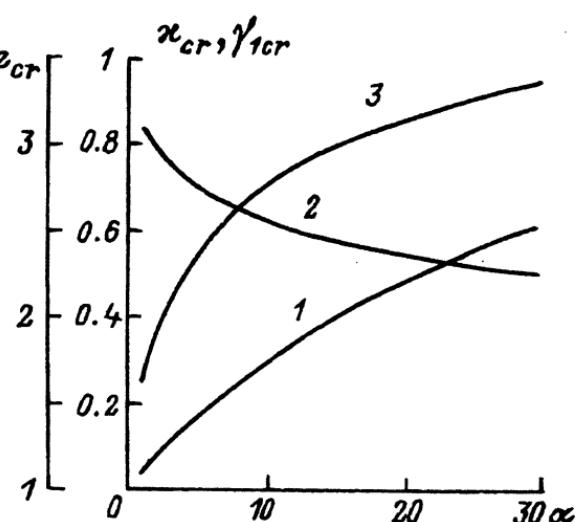


Рис. 2. Зависимость скорости критической откачки  $x_{cr}$  (1), величин  $\gamma_{1cr}$  (2) и  $z_{cr}$  (3) от соотношения площадей геттера и катода ( $\alpha$ ) в случае нитрида титана.

$$L_0 = -\frac{\alpha^2}{3}(9 + s\alpha) + s\alpha(3 + 7\alpha + 4\alpha^2) - s^2(\alpha + 1)^2(2\alpha + 3) + \frac{s^3}{3}(\alpha + 1)^3 +$$

$$+ x_{cr} \left[ -2\alpha(3 + 4\alpha) + s(\alpha + 1)(3 + 20\alpha + 4\alpha^2) - 4s^2(\alpha + 1)^2(2 + \alpha) + s^3(\alpha + 1)^3 \right] +$$

$$+ x_{cr}^2 \left[ -3 - s\alpha + s(7 + 24\alpha + s\alpha^2) - s^2(\alpha + 1)^2(7 + 2\alpha) + s^3(\alpha + 1)^3 \right] -$$

$$- x_{cr}^3/3[2 - s(\alpha + 1)]^3.$$

С помощью (13), (14) можно непосредственно рассчитывать величины  $x_{cr}$ ,  $z_{cr}$ ,  $\gamma_{1cr}$ , используя ЭВМ. На рис. 2 представлены эти результаты для случая нитрида титана ( $s = 0.2$ ) в широком интервале значений  $\alpha$ , а на рис. 3 — для других значений  $s$ .

В табл. 2 приведены значения  $\gamma_2$ ,  $q_g/q_c$ ,  $q_g/q_x$ , а также абсолютные значения  $\chi$  и  $q_{cr}$  ( $A_1 = 100 \text{ см}^2$ ,  $v_T = 1.3 \cdot 10^4 \text{ см}/\text{с}$ ,  $I = 10 \text{ А}$ ,  $s_B = 0.02$ ),

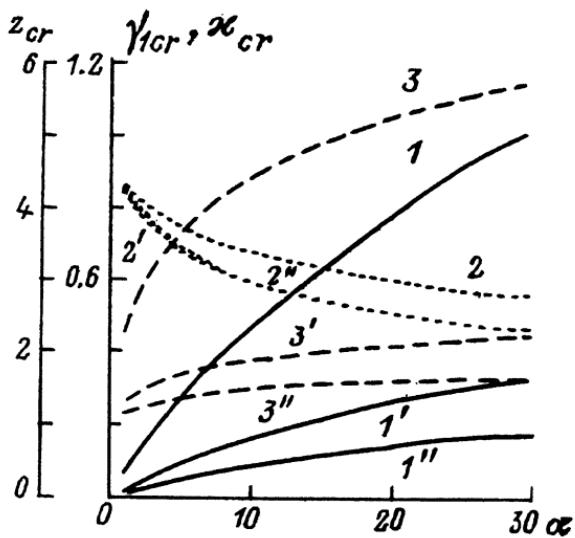


Рис. 3. Зависимости  $x_{cr}$  (1, 1''),  $\gamma_{1cr}$  (2, 2''),  $z_{cr}$  (3, 3''), от соотношения площадей геттера и катода для разных значений  $s$ .  
 1-3 —  $s = 0.1$ , 1'-3' — 0.35,  
 1''-3'' — 0.5.

Таблица 2.

$\alpha$	$\gamma_2$	$q_g/q_c$	$q_g/q\chi$	$\chi_{cr}, \text{л/с}$	$q, 10^{18} \text{ с}^{-1}$
5	0.884	3.41	1.87	220	1.48
10	0.9	3.45	2.63	377	1.71
20	0.905	3.91	3.91	611	1.97
30	0.916	4.06	4.85	806	2.1

соответствующие данным рис. 2 (т.е. при  $\chi = \chi_{cr}$ ). Как видно из табл. 2, при  $\chi = \chi_{cr}$  осуществляется эффективный режим напыления: высоко значение  $\gamma_2$  и основной поток азота расходуется на покрытие геттера.

Уравнения (13), (14) можно свести к уравнению шестой степени для критической скорости откачки. Мы нашли его решения в предельных случаях  $\alpha \gg 1$  и  $\alpha \ll 1$ . Так, при  $\alpha \gg 1$  ( $\chi_{cr} = \chi_\infty$ )

$$\chi_\infty = \frac{1-s}{s}, \quad (15)$$

т.е. величина  $\chi_{cr}$  насыщается с ростом  $\alpha$ , при этом  $z_{cr} = 1/s$ . Случай  $s \rightarrow 0$  соответствует  $\chi_\infty \rightarrow \infty$ . При  $s = 0.2$   $\chi_\infty = 4$ .

Если  $\alpha \ll 1$ , то уравнение для  $\chi_{cr} = \chi_0$  имеет вид

$$(\chi_0 s)^3 - 3\alpha^2(1-s)(\chi_0 s)^2 + 3\alpha^4(1+7s+s^2)\chi_0 s - \alpha^6(1-s)^3 = 0, \quad (16)$$

откуда

$$\chi_0 = \frac{\alpha^2}{s}\varphi, \quad (17)$$

где  $\varphi$  определяется из уравнения

$$\varphi + 6\sqrt{s}\operatorname{sh} \frac{\Psi}{3} = 1-s, \quad (18)$$

где

$$\operatorname{sh} \Psi = \frac{1-s}{2s^{1/2}}.$$

При  $s \rightarrow 0$   $\varphi \rightarrow 1$ , а при  $s \rightarrow 1$   $\varphi \rightarrow 0$ . Для нитрида титана ( $s = 0.2$ )  $\varphi \approx 0.072$  и  $\chi_0 = 0.36\alpha^2$ . Учитывая предельные выражения (15), (17) можно предложить следующую приближенную формулу для  $\chi_{cr}$  в случае нитрида титана:

$$\chi_{cr} = \frac{0.36\alpha^2}{1 + D\alpha + D_1\alpha^{3/2} + 0.09\alpha^2}, \quad (19)$$

которая переходит при  $\alpha \rightarrow \infty$  и  $\alpha \rightarrow 0$  в предельные выражения (15), (17). Коэффициенты  $D$  и  $D_1$  могут быть выбраны из условия совпадения (19) с результатами численных расчетов (рис. 2) по каким-либо двум точкам, например при  $\alpha = 5$  ( $\chi_{cr} = 0.17$ ) и  $\alpha = 10$  ( $\chi_{cr} = 0.29$ ).

В этом случае  $D = 6.38$ ,  $D_1 = 1.59$ . Соответствующая формула (19) принимает вид

$$\kappa_{cr} = \frac{0.36\alpha^2}{1 + 6.38\alpha + 1.59\alpha^{3/2} + 0.09\alpha^2} \quad (20)$$

и с точностью до 1% согласуется с результатами численных расчетов  $\kappa_{cr}$  (рис. 2) при любых других значениях  $\alpha$ . Аналогично могут быть выведены приближенные соотношения для  $\kappa_{cr}$  и при других значениях  $s$ .

Как видно из рис. 3, значение  $\kappa_{cr}$  заметно уменьшается с увеличением  $s$ , поскольку в этом случае не происходит заметного накопления бинарного соединения на катоде.

## 2. Расчет динамики процессов переключения

На рис. 4, а, б приведены временные развертки процессов переключения между состояниями  $a \rightarrow b$  (кривая +) и  $b' \rightarrow a'$  (кривая -) (см. вставку на рис. 4, а), рассчитанные с помощью системы (1)–(3) на ЭВМ для разных значений скорости откачки  $\kappa$ . Расчеты проведены для случая  $\alpha = 5$ ,  $s = 0.2$ ,  $\alpha_1 = \alpha_2 = 1$ ,  $V = 65$  л. Кривая + соответствует переключению в состояние с избытком нитрида на катоде и геттере, кривая - — переключению в состояние с избытком титана. Как видно из этих рисунков, время переключения заметно возрастает при увеличении скорости откачки. При малых  $\kappa$  (рис. 4, а) ввиду асимметрии зависимости  $\gamma_1(z)$  (рис. 1) переход + более затянут, нежели переход -. При переходе +, согласно (5) и данным рис. 1, парциальное давление азота увеличивается в 40 раз, а при переходе - уменьшается в 26 раз (рис. 4, а) с этим, по-видимому, и связано различие времен переключения при  $\kappa = 0.02$ . При больших скоростях откачки (рис. 4, б) времена переключения + и - приблизительно совпадают, поскольку зависимость  $\gamma_1(z)$  (рис. 1) более симметрична. Согласно данным рис. 4, приближенные значения времени переключения следующие ( $s_B = 0.02$ ,

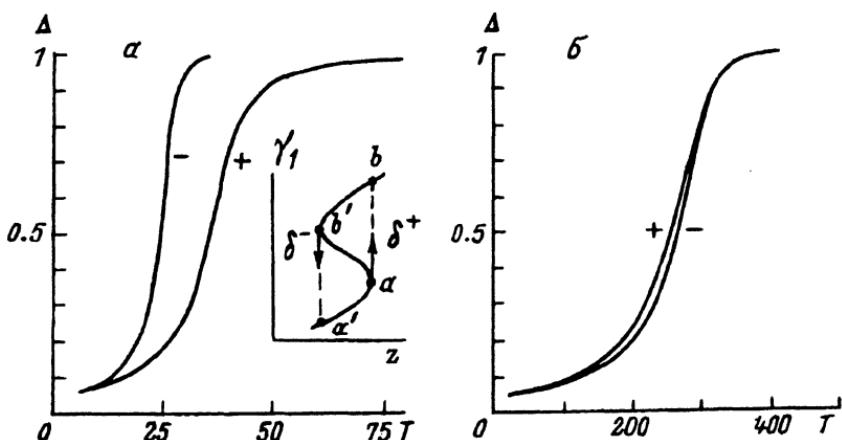


Рис. 4. Динамика переключения из состояний  $a \rightarrow b$  (+) и  $b' \rightarrow a'$  (-) (см. вставку).

$$\Delta_+ = \frac{\delta_+}{b - a}, \quad \Delta_- = \frac{\delta_-}{b' - a'}, \quad T = \frac{j s_B t}{e N}; \quad a - \kappa = 0.02, \quad \delta - 0.154.$$

$j = 70 \text{ A/cm}^2$ ,  $N = 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ): а)  $\kappa = 0.02$ ,  $t_+ \approx 8 \text{ с}$ ,  $t_- \approx 4 \text{ с}$ ;  
б)  $\kappa = 0.154$ ,  $t_+ \approx t_- \approx 40 \text{ с}$ .

Поскольку при больших скоростях откачки (но  $\kappa < \kappa_{cr}$ ) процессы переключения развиваются медленно, то возможно использование простых способов регулировки тока и напекания азота, при которых рабочая точка системы находится в петле гистерезиса, т.е. осуществляется оптимальный режим напыления в нестационарном режиме.

### 3. Эксперимент

Эксперименты выполнены для МРС линейного типа, материалом мишени служил титан. Основой катодного узла являлся магнитопровод прямоугольной формы размером  $10 \times 40 \text{ см}$ , вдоль длинной оси в его центральной части были расположены постоянные магниты, обеспечивающие магнитную индукцию на уровне  $\sim 0.1 \text{ Тл}$  у поверхности катода, что позволяло зажигать разряд в диапазоне давлений от  $0.3 \text{ Па}$  и выше. Площадь зоны эрозии мишени составляла  $100 \text{ см}^2$ . Рабочим газом являлся аргон, реактивным — азот. Объем вакуумной камеры составлял  $65 \text{ л}$ , основной поток распыляемого  $\text{Ti}$  осаждался на стеклянную подложку размером  $15 \times 40 \text{ см}$ , которая располагалась на расстоянии  $70 \text{ мм}$  от поверхности катода. Блок питания с электронной стабилизацией тока позволял повышать удельную мощность до  $10 \text{ Вт}/\text{см}^2$  (ток  $\sim 15 \text{ А}$ ). Для откачки использовался диффузионный паромасляный насос производительностью до  $500 \text{ л}/\text{с}$  с криоловушкой, рабочее давление в камере регулировалось диафрагмой; эффективная скорость откачки изменялась в пределах  $5\text{--}100 \text{ л}/\text{с}$ . Концентрация титана и азота в разряде контролировалась по эмиссионной яркости излучения на длинах волн  $364.27$  и  $380.49 \text{ нм}$  [3] соответственно. Излучение из камеры выводилось через трубку с кварцевым окном, ось трубы проходила параллельно катоду на расстоянии  $25 \text{ мм}$  от него.

Для проверки выводов теории измерена зависимость пороговых токов переключения между состояниями с низкой и высокой степенью покрытия титанового катода пленкой нитрида титана от величины  $q$ . Величины токов переключения в состояние с высокой степенью покрытия ( $a \rightarrow b$ , рис. 4,а) и обратного перехода  $b' \rightarrow a'$  —  $I_+$  и  $I_-$  соответственно определялись следующим образом. При фиксированных потоках азота, аргона и установленной скорости откачки камеры поверхность мишени подвергалась ионной бомбардировке разрядом большой мощности для полной очистки катода, интенсивность эмиссионной линии  $\text{Ti}$  при этом возрастала и выходила в насыщение. Затем величина тока уменьшалась так, чтобы система могла перейти из одного стационарного состояния в другое (точка  $a$  на рис. 4,а). О переходе свидетельствовало уменьшение интенсивности излучения титана, увеличение яркости линии азота и увеличение суммарного давления в камере. После установления нового стационарного состояния (т.е.  $b$ , рис. 4,а), которому соответствует отравление катода, весь цикл мог быть проведен в обратном порядке. Так, в точке  $b'$  (рис. 4,а) начинался процесс очистки мишени, интенсивность эмиссионной линии азота уменьшалась практически до нуля, а яркость линии титана увеличивалась. На рис. 5 приведены экспериментальные данные, которым соответствует зависимость критических токов  $I_+$  и  $I_-$  от величины потока азота. Обе зависимости аппроксимируются прямыми с разными наклонами. При

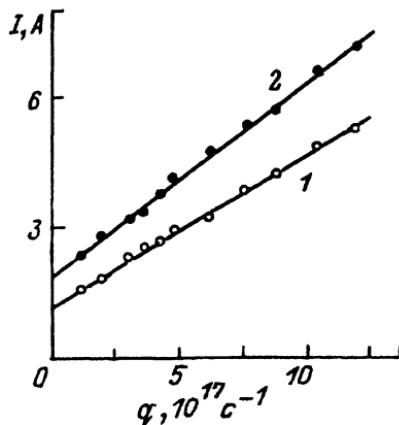


Рис. 5. Зависимость токов переключения между состояниями  $a \rightarrow b$  (1) и  $b' \rightarrow a'$  (2) от величины натекающего потока азота. Скорость откачки 24 л/с.

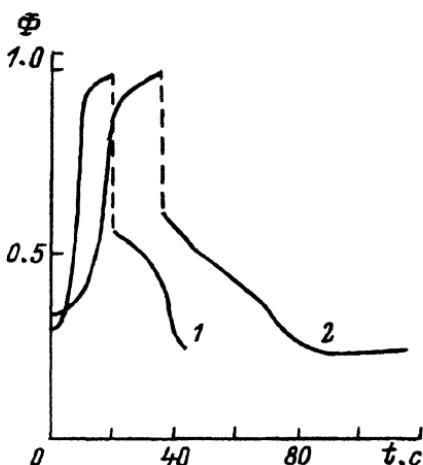


Рис. 6. Временная зависимость интенсивности линии 364.27 нм (Ti) для скоростей откачки 12 (1) и 80 л/с (2). Поток азота  $8.3 \cdot 10^{17} \text{ с}^{-1}$ , токи переключения  $I_+ = 3.3 \text{ A}$   $I_- = 4.6 \text{ A}$  (1);  $I_+ = 3.6 \text{ A}$ ,  $I_- = 4.4 \text{ A}$  (2).

скорости откачки 24 л/с величины наклонов  $dI_-/dq = 4.55 \cdot 10^{-18} \text{ с} \cdot \text{А}$  и  $dI_+/dq = 3.33 \cdot 10^{-18} \text{ с} \cdot \text{А}$ . Линейная зависимость  $I_{\pm}(q)$  соответствует принципу подобия, отмеченному выше (раздел 1). Отношение этих наклонов  $\approx 1.36$ . Указанное соотношение можно рассчитать учитывая положение точек поворота ( $z_n$ ) зависимости  $\gamma_1(z)$  рис. 1. На этом рисунке кривая 2 рассчитана для случая, соответствующего условиям опытов (рис. 5). Расчетное значение отношения наклонов равно 1.37 ( $z_n = 1.6$  и 2.2). На рис. 6 приведены кривые релаксации системы из одного состояния в другое. Из рис. 6 видно, что 1) время перехода в обогащенное нитридом состояние значительно превышает время обратного перехода, 2) с возрастанием скорости откачки оба времени возрастают. Эти результаты соответствуют расчетным данным (рис. 4, а, б). Хорошее согласование данных эксперимента и модельных расчетов позволяет сделать вывод об адекватности модельного описания.

### Заключение

В настоящей работе на основе модели неустойчивости реактивного распыления, предложенной в работе [2], разработан метод расчета величины скорости откачки, при которой режим реактивного распыления устойчив. Показано, что характерные времена развития процессов переключения возрастают с увеличением скорости откачки. Результаты работы представляют интерес при выборе оптимальных технологических параметров магнетронных систем напыления.

Авторы выражают благодарность ГКНТ Украины за финансовую помощь.

## Список литературы

- [1] *Westwood W.D.* // Physics in Thin Films / Ed. by M.H.Francombe, J.L.Vossen. Boston, 1989. P. 1-79.
- [2] *Larsson T., Blom H.-O., Neder C., Berg S.* // J. Vac. Sci. Technol. 1988. Vol. A6 (3). P. 1832-1836.
- [3] *Зайдель А.Н.* Таблицы спектральных линий. М., 1969. 699 с.

Институт физики  
Киев

Поступило в Редакцию  
31 мая 1993 г.

---