

04.1

Вакуумный (безгазовый) непрерывный магнетронный разряд с холодным плоским катодом-мишенью

© М.В. Шандриков¹, Е.М. Окс^{1,2}, В.О. Оскирко¹, А.А. Черкасов¹¹ Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия² Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, Томск, Россия

E-mail: shandrikov@oree.hcei.tsc.ru

Поступило в Редакцию 30 августа 2023 г.

В окончательной редакции 27 сентября 2023 г.

Принято к публикации 28 сентября 2023 г.

Реализован непрерывный режим вакуумного (безгазового) магнетронного разряда с холодным плоским катодом-мишенью при остаточном давлении вплоть до $4 \cdot 10^{-3}$ Па и токе разряда 8–12 А ($120\text{--}200$ mA/cm²). Приведены результаты исследований масс-зарядового состава ионов плазмы, а также сравнение основных параметров разряда и скорости нанесения покрытий в вакуумном и газовом режимах.

Ключевые слова: магнетрон, вакуумный режим, ионный состав, скорость осаждения.

DOI: 10.61011/PJTF.2023.22.56594.19716

Магнетронное распыление является распространенным методом нанесения тонких металлических пленок с широким спектром приложений. Процесс магнетронного распыления проводится при давлении в разрядном промежутке, как правило, не ниже $2 \cdot 10^{-1}$ Па. Многочисленные исследования показывают, что присутствие даже инертного газа в процессе магнетронного распыления негативно сказывается на качестве и свойствах напыляемых покрытий [1–3]. По этой причине задача снижения рабочего давления магнетрона вплоть до его реализации в вакуумном (безгазовом) режиме в ряде технологических процессов представляется актуальной.

Для реализации режима самораспыления необходима высокая степень ионизации в разряде. Степень ионизации атомов металла (материала мишени) в непрерывной форме магнетронного разряда, как правило, невысока (менее 10%), и ее увеличение за счет увеличения тока разряда ограничено тепловым режимом работы мишени. Реализация импульсных режимов в магнетроне высокой мощности (high power impulse magnetron sputtering, HiPIMS) с амплитудой тока разряда 100 А и выше позволяет получать плазму, в которой доля металлических ионов превышает долю ионов рабочего газа и разряд переходит в так называемый режим самораспыления, в котором газовые ионы уже не играют ключевую роль в поддержании разряда [4]. Однако такие условия реализуются только в течение длительности импульса разряда. В режиме с высокой скважностью, обычно используемом для получения импульсного режима высокой мощности, металлическая плазма между импульсами успевает распадаться, и единственным условием для инициирования очередного импульса является обеспечение в разрядном промежутке давления газа минимального порогового уровня. Помимо этого увеличение времени задержки зажигания разряда при низком давлении [5] и, как следствие, сокращение длительности импульса и скоро-

сти напыления приводят к необходимости дальнейшего увеличения давления газа. Таким образом, даже в режиме мощного импульсного магнетронного распыления, несмотря на реализацию условий для самораспыления, фактически разряд остается газовым.

Принципиальная возможность реализации непрерывной формы магнетронного разряда планарной геометрии в вакуумном режиме была продемонстрирована более 30 лет назад [6,7]. Несмотря на открывшиеся перспективы практического применения, данные работы не получили продолжения. Одна из причин такой ситуации может заключаться в том, что, как указывают сами авторы этих работ, в экспериментах не удалось исключить в полной мере возможность дополнительного термического испарения из жидкой фазы или сублимации материала катода при высокой мощности разряда. Вклад термических процессов в синтез покрытий заметно повышает скорость их осаждения. Но вместе со снижением управляемости процесса синтеза покрытий испарение или сублимация материала катода также ухудшают качество напыляемых пленок по сравнению с „чисто“ магнетронным процессом, что обусловлено меньшей энергией термически испаренных атомов. Важно также отметить, что, как показали проведенные нами исследования, проблема обеспечения стабильного функционирования магнетронного разряда в вакуумном режиме не была решена в полной мере, что также снижает его привлекательность для практических приложений.

Целью настоящей работы является реализация вакуумного режима магнетронного разряда с плоской мишенью для исследований методов высокоскоростного напыления покрытий. Помимо преимуществ безгазового режима магнетрона по сравнению с традиционным газовым вакуумный магнетрон также представляет собой альтернативу вакуумно-дуговым системам получения пленок и генерации металлической плазмы, обеспечивая

при этом существенно меньший уровень загрязнения плазмы и напыляемой пленки микрокапельной фракцией. Основными задачами данного исследования являлись реализация устойчивого вакуумного магнетронного разряда в непрерывной форме, исследования масс-зарядового состава ионов плазмы, а также сравнение основных параметров разряда и скорости нанесения покрытий в вакуумном и газовом режимах.

Схема экспериментальной установки показана на рис. 1. В качестве катода магнетрона использовалась медная мишень прямого водяного охлаждения диаметром 100 мм. Толщина мишени составляла 4 мм. Поскольку реализация вакуумного (безгазового) магнетронного разряда возможна только в режиме самораспыления, который реализуется при достижении некоторой пороговой плотности тока разряда, для обеспечения устойчивого горения разряда необходим компромисс между стремлением к повышению плотности тока в результате уменьшения диаметра катода и обеспечением теплоотвода от распыляемой мишени, которое достигается соответствующим увеличением этого диаметра. Отмеченные обстоятельства обусловили выбор оптимального диаметра катода-мишени 100 мм. При этом мишень имела развитую площадь поверхности с обратной стороны. Эффективность теплоотвода подтверждается тем, что при температуре воды на входе в корпус магнетрона $8-10^{\circ}\text{C}$ температура воды на выходе при максимальной мощности разряда 8 kW не превышала 22°C .

Магнитное поле обеспечивалось внешним кольцом с наружным диаметром 90 мм, состоящим из 18 магнитов NdFeB марки N35 размером $10 \times 10 \times 10\text{ mm}$, и центральным магнитом NdFeB марки N35 диаметром 20 мм и высотой 10 мм. Диаметр обозначенного в процессе распыления рейстрекка составлял 55 мм. Величина магнитного поля на поверхности мишени в области рейстрекка составляла порядка 100 Т. Анодом магнетрона служил кольцевой электрод диаметром 100 мм, имеющий один потенциал со стенками заземленной вакуумной камеры и удаленный от края мишени на расстояние 8 см. Удаление анода было связано с необходимостью увеличения длины свободного пробега электронов в вакуумном режиме магнетронного разряда. Эксперименты показали, что при меньших расстояниях магнетронный разряд стабильно инициируется в газовом режиме, но при попытке снижения давления менее $6 \cdot 10^{-2}\text{ Pa}$ перестает функционировать независимо от величины тока разряда.

Магнетрон был установлен на торце вакуумной камеры, выполненной из немагнитной нержавеющей стали. Измерение давления производилось лампой ПМИ-2, установленной на дне камеры, ближе к магнетрону. Предельный вакуум в камере составлял $2.7 \cdot 10^{-3}\text{ Pa}$. Расход газа контролировался электронным регулятором РРГ-10 с последовательно включенным в газовую магистраль механическим клапаном, обеспечивающим

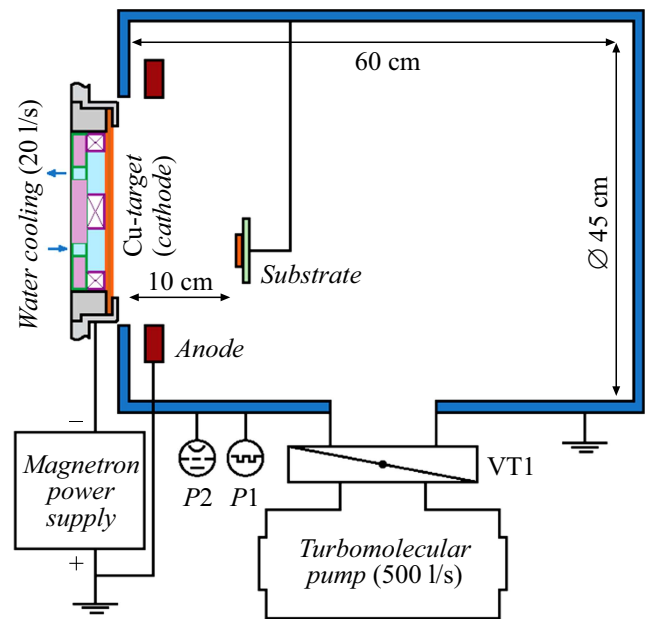


Рис. 1. Схема экспериментальной установки.

возможность полного перекрытия газового канала. Электрическое питание разряда осуществлялось стабилизированным источником тока серии APEL-M-20DC-1000SS (ООО „Прикладная электроника“). Напыление пленок производилось на подложки из кремния и стекла, которые располагались напротив рейстрекка на расстоянии 10 см от мишени. Время напыления составляло 15–30 с. Масс-зарядовый состав ионов в плазме магнетрона исследовался модифицированным квадрупольным масс-спектрометром на базе анализатора остаточной атмосферы RGA-200 [8].

Для реализации вакуумного режима самораспыления магнетронный разряд предварительно инициировался в стандартном газовом режиме при подаче рабочего газа в камеру до давления уровня $2 \cdot 10^{-1}\text{ Pa}$. После инициирования разряда и повышения тока до уровня 8–12 А подача рабочего газа в вакуумную камеру прекращалась перекрытием магистрали механическим клапаном. По мере снижения давления в вакуумной камере вплоть до предельных значений начиная с тока разряда 8 А и соответственно средней плотности мощности на мишень уровня 75 W/cm^2 разряд не погасал. При стабилизации тока разряда наблюдалось увеличение напряжения горения разряда. В среднем переход от газового к вакуумному режиму приводил к увеличению напряжения горения на 40–50 В. При этом в вакуумном режиме магнетронный разряд имел слаборастущую вольт-амперную характеристику (рис. 2, а). При увеличении тока разряда с 8 до 12 А напряжение горения увеличивалось с 594 до 600 В. В газовом режиме в этом же диапазоне значений тока изменение напряжения горения разряда составляло порядка 20 В. Необходимо отметить, что в процессе функционирования разряда продолжительно-

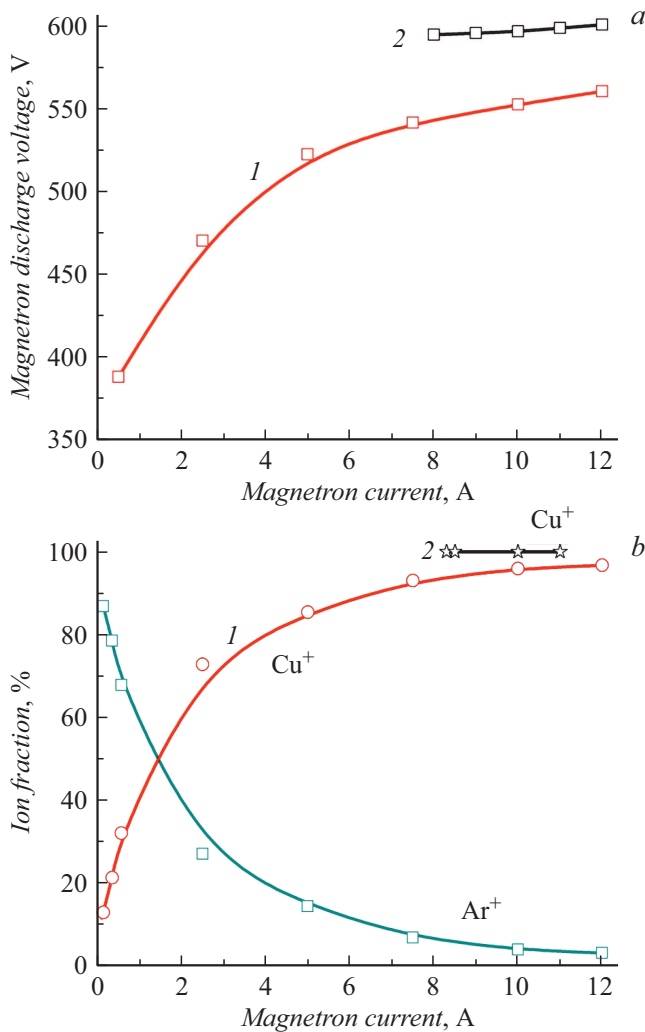


Рис. 2. Вольт-амперная характеристика магнетронного разряда (а) и зависимость доли ионов в плазме магнетрона от тока разряда (б) для газового и вакуумного режимов горения. 1 — газовый режим ($p = 2 \cdot 10^{-1}$ Па), 2 — вакуумный режим ($p = 6.5 \cdot 10^{-3}$ Па).

стью вплоть до 2 min изменение напряжения горения разряда, как и повышение давления в камере, не наблюдалось. Отмеченные обстоятельства вместе с близкой к линейной зависимостью скорости роста покрытий от тока разряда (рис. 3) свидетельствуют о слабом влиянии процессов термического испарения катода-мишени на процессы горения разряда.

На рис. 2, б представлены зависимости от тока разряда долевого отношения ионов газа и металла для магнетрона в газовом и вакуумном режимах. Важно отметить, что для всех случаев горения магнетронного разряда в плазме генерируются практически только одnorазрядные ионы. В газовом режиме в диапазоне значений тока, характерных для вакуумного режима магнетрона (8–12 А), доля ионов рабочего газа не превышала 5–10%. Обращает на себя внимание корреляция

доли металлического ионного компонента в плазме и напряжения горения разряда (рис. 2, а).

Эксперименты по измерению скорости осаждения медных пленок в газовом и вакуумном режимах (рис. 3) показали, что при столь высоких значениях тока разряда и соответственно плотности мощности в зоне рейстрекса скорость роста покрытий достигает $2 \mu\text{m}/\text{min}$, что сравнимо с производительностью вакуумно-дуговых распылительных систем [9]. Как видно из рис. 3, в вакуумном случае скорость напыления ниже приблизительно на 20–30%. Снижение скорости напыления происходит даже на фоне снижения транспортных потерь, обусловленных взаимодействием распыленных атомов с атомами газа, а также увеличения коэффициента распыления, обусловленного ростом разрядного напряжения и соответственно энергии ионов. Данный эффект не отмечался авторами в работах, посвященных исследованию непрерывной формы вакуумного магнетронного разряда [6,7]. Одной из причин такого эффекта может быть то, что в отсутствие ионов аргона при том же значении тока разряда часть распыленных атомов мишени после ионизации вынуждена вернуться на катод для генерации вторичных электронов и поддержания разряда. Подобный эффект отмечался рядом авторов для сильноточной импульсной формы при увеличении тока разряда [10,11]. Несмотря на некоторое снижение скорости осаждения покрытий, вакуумный режим магнетрона тем не менее имеет ряд преимуществ, заключающихся в отсутствии внедрения атомов рабочего газа в формируемую пленку, а также в отсутствии термализации распыленных атомов и возможности проведения процессов напыления в бесстолкновительном режиме („line-of-sight“).

Экспериментальное сравнение качества медных пленок, полученных с применением вакуумного дугового и вакуумного магнетронного разрядов, ожидаемо пока-

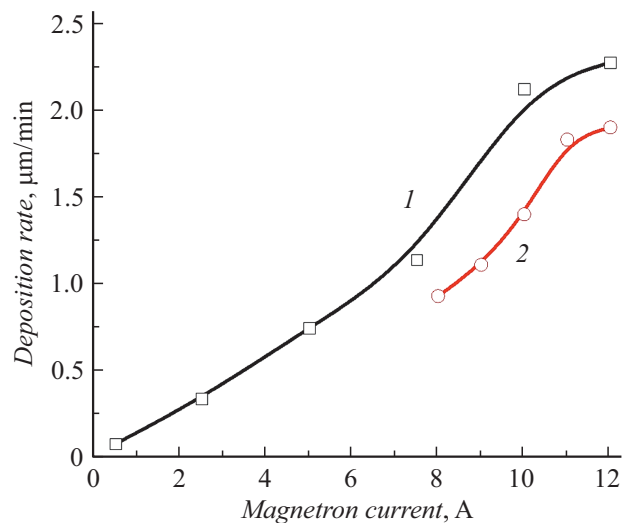


Рис. 3. Зависимость скорости напыления пленки меди от тока разряда в газовом и вакуумном режимах магнетрона. 1 — газовый режим ($p = 2 \cdot 10^{-1}$ Па), 2 — вакуумный режим ($p = 6.5 \cdot 10^{-3}$ Па).

зывает существенно меньшее количество дефектов на поверхности покрытия во втором случае. Тем не менее их присутствие в случае вакуумного магнетронного осаждения вызывает ряд вопросов. Микроструктурный анализ показал, что состав этих дефектов полностью идентичен материалу мишени и не содержит примеси других материалов, дефекты имеют выпуклую форму, а не форму кратеров, что исключает в качестве причины образование катодных пятен на поверхности напыляемой подложки. Одной из причин их появления может быть кратковременное дугообразование (микродуги) на катоде магнетрона. Однако проведенные эксперименты не показали какой-либо зависимости количества таких дефектов от тока разряда. Другой причиной появления таких дефектов могут быть условия вакуумной чистоты. Данный вопрос требует дальнейших исследований.

Тем не менее результаты проведенных исследований однозначно свидетельствуют о возможности практической реализации вакуумного магнетронного распыления в непрерывном режиме в отсутствие влияния на параметры и характеристики разряда процессов испарения материала катода-мишени. Скорости нанесения покрытий, сравнимые с таковыми для вакуумно-дуговых систем, делают использование вакуумного магнетрона перспективным в качестве альтернативного метода высокоскоростного получения качественных покрытий.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] L. Hultman, B.O. Johansson, J.E. Sundgren, L.C. Markert, J.E. Greene, *Appl. Phys. Lett.*, **53**, 1175 (1988). DOI: 10.1063/1.100014
- [2] А.В. Корнилов, Н.П. Мухин, С.Ф. Миндолин, *Фундаментальные исследования*, № 4-3, 623 (2013).
- [3] А.С. Джумалиев, Ю.В. Никулин, Ю.А. Филимонов, *Радиотехника и электроника*, **63** (1), 90 (2018). DOI: 10.7868/S0033849417010132 [A.S. Dzhumaliev, Yu.V. Nikulin, Yu.A. Filimonov, *J. Commun. Technol. Electron.*, **63** (1), 80 (2018). DOI: 10.1134/S1064226918010023].
- [4] E.M. Oks, A. Anders, *Rev. Sci. Instrum.*, **81**, 02B306 (2010). DOI: 10.1063/1.3272797
- [5] G.Yu. Yushkov, A. Anders, *IEEE Trans. Plasma Sci.*, **38**, 3028 (2010). DOI: 10.1109/TPS.2010.2063041
- [6] W.M. Posadowski, *Surf. Coat. Technol.*, **49**, 290 (1991). DOI: 10.1016/0257-8972(91)90071-4
- [7] W.M. Posadowski, Z.J. Radzinski, *J. Vac. Sci. Technol. A*, **11**, 2980 (1993). DOI: 10.1116/1.578679
- [8] M.V. Shandrikov, A.A. Cherkasov, E.M. Oks, *AIP Adv.*, **12**, 025017 (2022). DOI: 10.1063/5.0081234
- [9] I.I. Beilis, Y. Koulik, R.L. Boxman, *Surf. Coat. Technol.*, **258**, 908 (2014). DOI: 10.1016/j.surfcoat.2014.07.060
- [10] A. Anders, *J. Vac. Sci. Technol. A*, **28**, 783 (2010). DOI: 10.1116/1.3299267

- [11] M. Rudolph, N. Brenning, M.A. Raadu, H. Hajihoseini, J. Gudmundsson, A. Anders, D. Lundin, *Plasma Sources Sci. Technol.*, **29**, 05LT01 (2020). DOI: 10.1088/1361-6595/ab8175