

МЕТОД МАГНЕТРОННОГО (ИОННОГО) РАСПЫЛЕНИЯ

С. Л. Гришин, В. П. Токарев

Описано экспериментальное исследование возможности изготовления мишеней из любых тугоплавких материалов и сплавов с помощью метода ионного распыления. Показаны значительные преимущества его по сравнению с обычными методами напыления.

Ионное распыление как способ нанесения тонких пленок известен давно [1 - 3]. Преимущества его связаны в основном с материалами и качеством наносимых пленок:

многокомпонентные материалы (сплавы, соединения и т.п.);
термостойкие материалы (а с дополнительными устройствами даже диэлектрические пленки);

хорошая адгезия;

низкотемпературная эпитаксия;

однородность толщины получаемых пленок на большой площади.

На базе экспериментальных вакуумных установок института ВУП-5М можно осуществить режим магнетронного распыления. Поэтому целью настоящей работы и было экспериментальное исследование возможности изготовления мишеней из тугоплавких материалов. Известно, что получение мишеней из редкоземельных химических элементов, а также из тантала (Ta), ниобия (Nb), молибдена (Mo), вольфрама (W) и др. термовакuumным напылением вообще невозможно, а электронно-лучевое испарение (ЭЛИ) сопряжено с рядом технологических трудностей. Основная из них заключается в том, что прикладываемая большая мощность электронного нагрева из-за высокой температуры плавления этих элементов приводит к существенному загрязнению получаемых мишеней. Это связано с сильным перегревом корпусов экранирующих деталей, которые дают заметный вклад в испарение исходного вещества. Загрязняющие примеси мишеней при этом могут значительно превышать 50 %. Причем длительность напыления при этом составляет десятки часов.

Поэтому большой интерес представляли другие методы изготовления мишеней из тугоплавких материалов и, в частности, вышеупомянутый магнетронный метод.

Магнетронное распыление может использоваться, если распыляемый материал (материнская мишень) имеет форму пластины с хорошей поверхностью и толщиной 1 - 2 мм, чтобы обеспечить однородный тепловой контакт с поверхностью катода. Прикладываемое напряжение между анодом и катодом подбирается эмпирически и должно превышать потенциал ионизации рабочего газа аргона. Нанесение пленок возможно, если тлеющий разряд является аномальным. При этом разряд занимает всю площадь катода - катодное темное пространство (КТП), в котором накапливаются положительные ионы аргона. Поскольку прикладываемая мощность выделяется в виде тепла на катоде из-за бомбардировки его ионами аргона и быстрыми нейтральными атомами, то его необходимо охлаждать. При плохом охлаждении скорость нанесения пленок существенно уменьшается.

Основная техническая задача, которую надо было решить, заключалась в том, чтобы зажечь аномальный разряд и поддерживать в это же время хороший вакуум. Для самостоятельного аномального разряда в атмосфере аргона компромиссная величина давления газа аргона оказалась $\geq 6 \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст. С увеличением давления газа аргона до ≥ 1 мм рт. ст. скорость распыления быстро снижается. Происходит перегрузка мощности насоса, падает вакуум и срывается разряд. При уменьшении давления газа аргона $< 10^{-2}$ мм рт. ст. увеличивается протяженность КТП, а поэтому напряжение, необходимое для

поддержания разряда надо сильно увеличивать. В конечном счете КТП заполняет весь промежуток до анода и с помощью только одного напряжения нельзя ни зажечь, ни поддержать разряд. Кроме того, в рабочей камере необходимо постоянно поддерживать высокий вакуум, иначе примеси остаточных газов кислорода, гелия, паров воды приводят к значительному уменьшению скорости нанесения пленок. Углекислый газ и вода разлагаясь в зоне тлеющего разряда образуют окислы кислорода, которые покрывают и окисляют материнскую мишень на катоде и тогда относительная скорость распыления будет определяться не только чистым материалом, но и его окислами.

По заводской технологии напуск газа аргона в рабочей камере ВУП-5М осуществляется через фторопластовую трубочку, которая значительно удалена от площади катода. Такая система напуска оказалась очень неэффективной и инерционной. После реконструкции системы напуска и подвода рабочего газа непосредственно в зону разряда стало возможным относительно легко зажигать разряд и контролировать оптимальные условия вакуума.

Напыление образцов пленок из титана (Ti). Температура плавления титана 1665°C . Из чистой титановой жести был заготовлен круг диаметром 39 мм, толщиной 1 мм и укреплен в круглом пазу на катоде с хорошим тепловым контактом. На расстоянии 2 см выше катода устанавливается предметное стекло с напыленной солью ($\leq 30 \text{ мкг/см}^2$) для осаждения испаряемого материала. После откачки и тренировки на высокий вакуум перекрывается фиберная заслонка, напускается аргон, включается источник питания магнетрона. При напряжении 200 В и токе 250 мА зажигается плазма. За 15 мин была получена с блестящей поверхностью образцового качества пленка толщиной 100 мкг/см^2 . Исследованы возможности получения пленок при увеличении расстояния L. Оказалось, что при этом только увеличивается время напыления, а при $L \geq 5 \text{ см}$ предметное стекло оказывалось уже выше зоны плазмы и осаждение не наблюдалось. Таким образом, геометрия технологического процесса при $L = 2 \text{ см}$ была наиболее оптимальной.

Напыление ниобия (Nb). Ниобий - светло-серый тугоплавкий металл с температурой плавления 2500°C . При тех же технологических режимах и геометрии были получены пробные образцы пленок из ниобия. За 7 мин получена тонкая пленка толщиной 50 мкг/см^2 . Однако через несколько часов она лопнула. После исследования этого явления оказалось, что минимальная толщина получаемых пленок из ниобия, которые приобретали устойчивость и прочность, была $\geq 100 \text{ мкг/см}^2$. При этом время осаждения было $\geq 14 \text{ мин}$.

Напыление молибдена (Mo). Молибден - светло-серый тугоплавкий металл с температурой плавления 2620°C . В тех же условиях была получена за 10 мин качественная и прочная пленка толщиной 100 мкг/см^2 .

Напыление вольфрама (W). Вольфрам - светло-серый тугоплавкий металл с температурой плавления 3410°C . Обычными методами напылить пленки из вольфрама практически невозможно. Поэтому для этих целей исследовался метод магнетронного напыления. Было показано, что при тех же технологических условиях, как указывалось выше, получена всего за 10 мин очень качественная пленка толщиной 180 мкг/см^2 .

Нужно особо отметить, что даже при напылении методом электронно-лучевого испарения на эту процедуру требуются многие часы. Причем из-за большой мощности разогрева W-образца экранирующие детали рабочей камеры установки сильно перегреваются и дают вклад в пары испаряемого вольфрама. Так что получаемые пленки из вольфрама имеют более 50 % загрязняющих примесей.

Таким образом, особенность метода ионного распыления заключается в том, что если выдержаны все его технологические режимы, то можно за короткое время получать образцового качества пленки из любых высокоплавких материалов и сплавов. Кроме того, поскольку расстояние между катодом и предметным стеклом малое (2 см), а площади их перекрытия значительные, то такая геометрия процесса напыления существенно уменьшает

потери распыляемого материала на стенки рабочей камеры. Высококачественные пленки были достаточно однородными. Цвет, который являлся мерой визуального определения распределений их толщин, был однородным по насыщенности для всей площади. Получаемые этим методом пленки имели более прочную кристаллическую структуру при более высокой плотности и лучшей адгезии, чем те, которые получены электронно-лучевым испарением. Первая причина этого заключается в том, что ионы аргона, бомбардирующие материнскую мишень, выбивают отдельные атомы, в то время как при электронно-лучевом испарении эммитируются целые кластеры, которые и обуславливают рыхлую структуру образующейся пленки. Вторая причина этого связана с тем, что энергия распыляемых атомов с материнской мишени гораздо больше и достигает 100 эВ (энергия бомбардирующих ионов аргона при этом 200 - 1000 эВ) по сравнению с 0,1 - 1 эВ для других методов испарения. Чистота получаемых пленок зависит только от чистоты или элементного состава исходного материала - материнской мишени.

Таким образом, главные преимущества метода ионного распыления, кроме короткого времени процесса осаждения, заключаются в том, что при этом достигается очень высокая эффективность сбора распыляемого материала ($\geq 40\%$), а также высокая однородность и прочность получаемых пленок, что не достижимо для обычных методов напыления.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Holland L.* The Vacuum Deposition of Thin Films. John Wiley and Sons. Inc. New York. - 1956.
2. *Kay E.* // *Advan. Electron. Phys.* - 1962. - Vol. 17. - P. 245.
3. *Francombe M. H.* Basic Problems Thin Film Physics. Vandenhoeck and Ruprecht. Goettingen. - 1966. - P. 52.

МЕТОД МАГНЕТРОННОГО (ИОННОГО) РОЗПИЛЕННЯ

С. Л. Гришин, В. П. Токарев

Описано експериментальне дослідження можливості виготовлення мішеней з різних тугоплавких матеріалів і сплавів за допомогою метода іонного розпилення. Показано значні переваги його порівняно із звичайними методами розпилення.

MAGNETRONIC (IONIC) PULVERIZATION METHOD

S. L. Grishin, V. P. Tokarev

The experimental examination of the opportunity of targets manufacture from any high-melting materials and alloys with the help of the ionic pulverization method is described. The considerable advantages are shown in the comparison to usual methods of raising dust.