

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ТОНКИХ ВЫСОКОКАЧЕСТВЕННЫХ ПЛЕНОК С ПОМОЩЬЮ ВАКУУМНОГО ДУГОВОГО РАЗРЯДА В ПАРАХ МАТЕРИАЛА АНОДА

А. Г. Борисенко, В. А. Саенко, Ю. С. Подзирей

Институт ядерных исследований НАН Украины, Киев

Представлены результаты экспериментальных исследований несамостоятельного дугового разряда в парах материала анода и показаны возможности и особенности его использования для целенаправленного формирования безподслояных высококачественных оптических покрытий и резистивных пленок с необходимыми параметрами.

Введение

При нанесении тонких пленок и покрытий обеспечение хорошей адгезии и минимальной пористости формируемых пленок часто оказывается одной из главных задач. Для ее успешного решения большое значение имеет величина коэффициента ионизации плазменного потока, определяемого как доля ионов во всем поступающем на подложку потоке. Ионы потока, взаимодействуя с материалом подложки, способны не только обеспечить хорошую адгезию пленки, но и, оказывая влияние на процесс формирования центров зародышеобразования на подложке, способны изменять процесс роста пленки [1 - 6]. Возможность управления процессом роста пленок за счет создания искусственных центров зарождения позволяет изменять их структуру и свойства. Становится возможным образование сплошных пленок при значительно меньшей их толщине, чем при условиях конденсации без ионной бомбардировки. Вместе с тем наличие значительного числа ионов даже умеренных энергий способно приводить к понижению качества формируемых пленок за счет привносимых дефектов. Снижение качества пленок может иметь место и по другим причинам. Можно выделить некоторые основные требования к используемым устройствам и осаждаемым плазменным потокам, выполнение которых является необходимым условием получения высококачественных тонких пленок [7, 8]. К их числу относятся такие требования, как отсутствие капельно-кластерной фракции в осаждаемых плазменных потоках и ионов высоких энергий в потоке, наличие компенсированного объемного заряда потока, значительной и управляемой доли ионной компоненты вместе с возможностью управления ее энергией, отсутствие примесей посторонних материалов.

В табл. 1 приведены качественные характеристики наиболее распространенных в данное время вакуумных методов нанесения тонких пленок и покрытий с точки зрения их соответствия вышеназванным требованиям.

По совокупности приведенных характеристик видно, что использование дугового разряда в парах материала анода для нанесения тонких пленок является перспективным и может обеспечивать определенные преимущества [8 - 11, 17]. Одним из вариантов этого типа разряда является вакуумный дуговой разряд в парах анода с накалимым катодом. К сожалению, данный тип разряда исследован еще недостаточно полно. Однако имеющиеся к настоящему времени результаты его экспериментальных исследований и практического применения разработанного на его основе источника плазменных потоков твердофазных материалов свидетельствуют о возможностях его широкого и эффективного использования, в том числе и для нанесения тонких пленок [12 - 21]. Формирование оптических пленок является одной из основных практических задач физики тонких пленок. Если рассматривать вопрос создания медных оптических пленок на диэлектрических подложках, то вопрос обеспечения адгезии покрытий выдвигается на одно из первых мест. Обычно медные пленки наносят при использовании промежуточного подслоя хрома. Однако наличие подслоя делает весьма вероятными процессы взаимной диффузии материалов, которые могут быть суще

Требования	Метод			
	Вакуумный дуговой разряд в парах материала анода	Магнетронное распыление (постоянный ток)	Электронно-лучевое испарение	Несамостоятельный дуговой разряд в парах материала анода
Отсутствие капель рабочего вещества в создаваемом плазменном потоке	-	+	+	+
Наличие значительной доли ионной компоненты в потоке	+	-	-	+
Отсутствие ионов высоких энергий	-	-	+	+
Компенсация объемного заряда без дополнительного оборудования	+	-	+	+
Отсутствие примесей	+	≤ 10 %	+	≤ 0,01 %
Возможность управления энергией ионов	-	-	-	+
Наличие качественной адгезии пленок	+	±	-	+
Тип используемых рабочих веществ	Полупроводники Металлы	Полупроводники Металлы	Диэлектрики Полупроводники Металлы	Диэлектрики Полупроводники Металлы

ственно интенсифицированы при импульсно-периодическом воздействии излучения и возникающих при этом термических процессах. Иницируемые излучением термические процессы и напряжения в многослойных оптических покрытиях могут приводить к ухудшению их показателей и даже разрушению [22]. Поэтому формирование тонких бесподслоиных высокоадгезионных медных пленок на диэлектрических подложках продолжает оставаться актуальным. В настоящей работе представлены результаты, свидетельствующие о возможности использования указанного типа разряда для формирования на диэлектрических подложках высококачественных бесподслоиных медных оптических пленок и некоторых резистивных слоев.

Методика эксперимента

Схема используемого источника плазменных потоков приведена на рис. 1. Разряд между заземленным накаливаемым катодом 1 и анодом 4 зажегся в парах рабочего материала 2, размещаемого в тигле 3 на верхней поверхности анода. Напряжение, прикладываемое между анодом 4 и накаленным катодом 1, приводило к нагреву рабочего материала 2 эмитируемыми с катода термоэлектронами и образованию в зоне между катодом и анодом разряда паров рабочего вещества. Когда величина давления паров достигала определенного значения, происходило зажигание разряда. Для облегчения зажигания разряда и с целью управления параметрами создаваемых плазменных потоков использовались взаимоперпендикулярные электрическое и магнитное поля, генерируемые в зоне разрядного промежутка с помощью цилиндрического электрода 5 и соленоида 7. Потенциал электрода 5 U_5 изменялся относительно заземленного катода разряда. Для измерения параметров плазменных потоков использовался плоский электрический зонд 8. В описываемых экспериментах величина

магнитного поля, которая выбиралась, исходя из условия максимальной величины ионного тока на зонд 8, составляла $B = 80 \cdot 10^{-4}$ Т. Зонд 8 располагался на оси системы и обычно находился под отрицательным относительно катода разряда потенциалом $U_8 = -200$ В. Источник позволял работать с различными твердофазными материалами. В случае нанесения оптических покрытий в качестве рабочего материала использовалась медь, а для формирования резистивных слоев использовались такие материалы, как титан, хром, никель, тантал. В качестве подложек для нанесения оптических медных покрытий использовались кварцевые пластины диаметром 6 см. Для размещения напыляемых подложек использовался подложкодержатель 9. В описываемых экспериментах подложки размещались на расстоянии 14 - 18 см от анода разряда. Измерения коэффициента отражения оптических покрытий производились на длине волны 1,315 мкм и были выполнены сотрудниками Физического института им. П. Н. Лебедева РАН и Государственного оптического института России. Геометрические размеры источника соответствовали размерам цилиндра $\varnothing 17$ см и высотой 20 см. Поэтому он легко размещался в вакуумной камере установки вакуумного напыления УВН 83П-1. Для получения высокого вакуума в данной установке использовался магнитоэлектрический насос. Предельный вакуум в разрядной камере составлял $5 \cdot 10^{-4}$ Па. В режиме напыления давление в вакуумной камере не превышало $1 \cdot 10^{-3}$ Па.

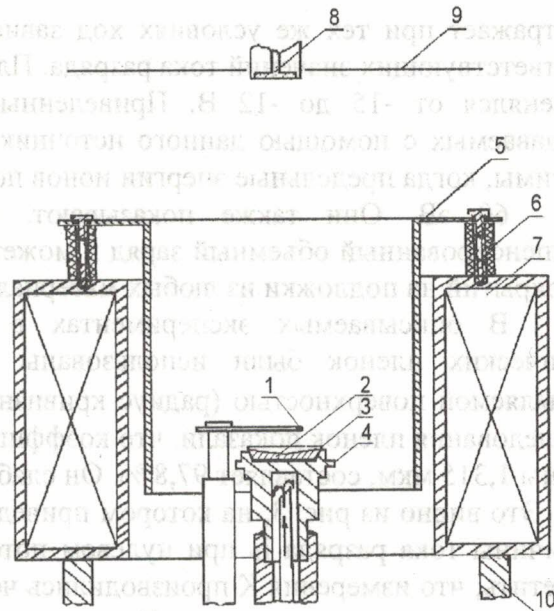


Рис. 1. Схема экспериментального устройства: 1 - катод; 2 - рабочий материал; 3 - тигель; 4 - анод; 5 - цилиндрический электрод; 6 и 10 - стойки крепления; 7 - электромагнит; 8 - зонд; 9 - подложкодержатель.

Результаты исследований

Для нанесения оптических пленок были использованы описываемые ниже режимы разряда. На рис. 2 (кривая 1) приведена типичная вольтамперная характеристика разряда ВАХ, т.е. зависимость напряжения U_p от величины тока I_p , несамостоятельного дугового разряда в парах материала анода с продольным магнитным полем в зоне разрядного промежутка [23]. Вольтамперная характеристика разряда имеет вид, типичный для дуги, т.е. увеличение тока разряда сопровождается уменьшением напряжения разряда. При увеличении тока разряда от 1,5 до 5 А напряжение разряда уменьшалось от 40 до 20 В. Кривая 2 представляет зависимость значений потенциала плазмы потока U_n от величины тока разряда. Потенциал плазмы был измерен с помощью плоского зонда 8, расположенного на оси потока на расстоянии 8 - 14 см от анода разряда. В указанном диапазоне изменения тока разряда потенциал плазмы был положительным и изменялся незначительно - от +8 до +11 В. Кривая

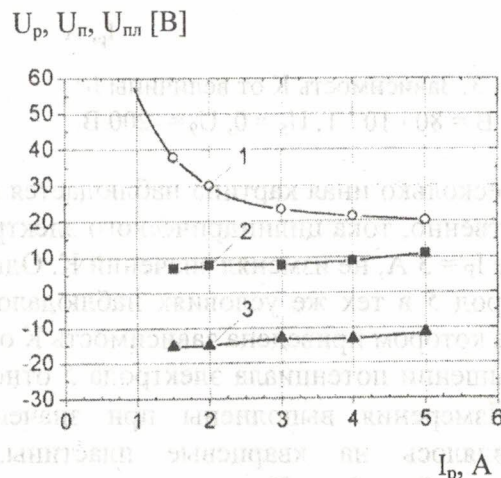


Рис. 2. Зависимости U_p (кривая 1), U_n (кривая 2) и $U_{пл}$ (кривая 3) от величины I_p : Cu, $B = 80 \cdot 10^{-4}$ Т, $U_s = 0$.

3 отражает при тех же условиях ход зависимости плавающего потенциала зонда $U_{пл}$ для соответствующих значений тока разряда. Плавающий потенциал зонда был отрицательным и изменялся от -15 до -12 В. Приведенные зависимости свидетельствуют о том, что в создаваемых с помощью данного источника плазменных потоках могут быть реализованы режимы, когда предельные энергии ионов потока, поступающих на подложку, не превышают 50 - 60 эВ. Они также показывают, что формируемый плазменный поток имеет компенсированный объемный заряд и может быть успешно применен для нанесения пленок и покрытий на подложки из любых материалов.

В описываемых экспериментах в качестве подложек для наносимых медных оптических пленок были использованы кварцевые пластины с плоской и вогнутой напыляемой поверхностью (радиус кривизны напыляемых поверхностей $R = \infty$ и $R = 5$ м). Исследования пленок показали, что коэффициент отражения пленок K , измеренный на длине волны 1,315 мкм, составляет 97,8 %. Он слабо меняется при изменении тока разряда от 1,5 до 4 А. Это видно из рис. 3, на котором приведены зависимости коэффициента отражения K от величины тока разряда I_p при нулевом потенциале цилиндрического электрода 5. Следует отметить, что измерения K производились через несколько недель после их нанесения. Тем не менее, полученные величины K оказываются выше значений K , приведенных в [24].

В условиях нанесения этих пленок увеличение I_p сопровождалось одновременно как ростом скорости напыления пленок q от 0,4 до 1,0 нм/с, так и увеличением коэффициента ионизации осаждаемого плазменного потока α от 11 до 19 %. Ход зависимостей этих величин от I_p приведены на рис. 4. Поэтому определить степень независимого влияния α и q на величину K в этих условиях не представляется возможным.

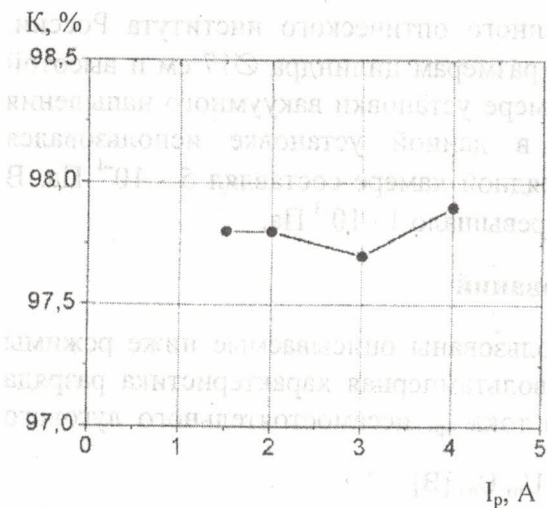


Рис. 3. Зависимость K от величины I_p : Cu , $B = 80 \cdot 10^{-4}$ Т, $U_5 = 0$, $U_9 = -200$ В.

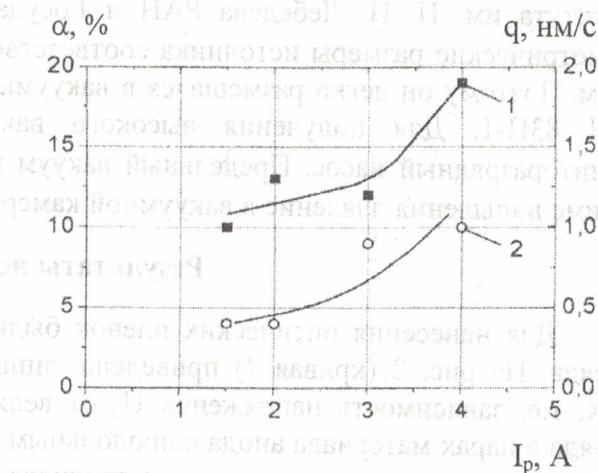


Рис. 4. Зависимости α (кривая 1) и q (кривая 2) от I_p : Cu , $B = 80 \cdot 10^{-4}$ Т, $U_5 = 0$.

Несколько иная картина наблюдается при увеличении положительного потенциала и, соответственно, тока цилиндрического электрода 5 I_5 . Рост I_5 от 0 до 0,5 А, при неизменной величине $I_p = 3$ А, не изменял значений K . Однако при больших величинах электронного тока на электрод 5 в тех же условиях наблюдалось значительное уменьшение K . Это видно из рис. 5, на котором приведена зависимость K от I_5 . Увеличение тока I_5 от 0 до 2 А имело место при повышении потенциала электрода 5 относительно заземленного катода разряда от 0 до 150 В. Измерения выполнены при значениях $I_p = 3$ А и $B = 80 \cdot 10^{-4}$ Т. Напыление осуществлялось на кварцевые пластины, имеющие радиус кривизны напыляемой поверхности $R = 5$ м. Подложкодержатель 9 в процессе напыления имел отрицательный потенциал -200 В относительно катода разряда. Увеличение тока I_5 от 0,5 до 2 А приводило к уменьшению K от 99,1 до 98,2 %. Как показали измерения (рис. 6), в условиях повышения

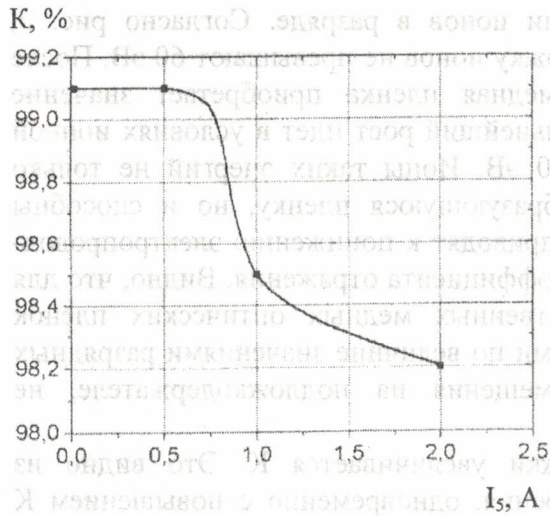


Рис. 5. Зависимость K от величины I_5 :
 $\text{Cu}, B = 80 \cdot 10^{-4} \text{ T}, I_p = 3 \text{ A}, U_9 = -200 \text{ В}$.

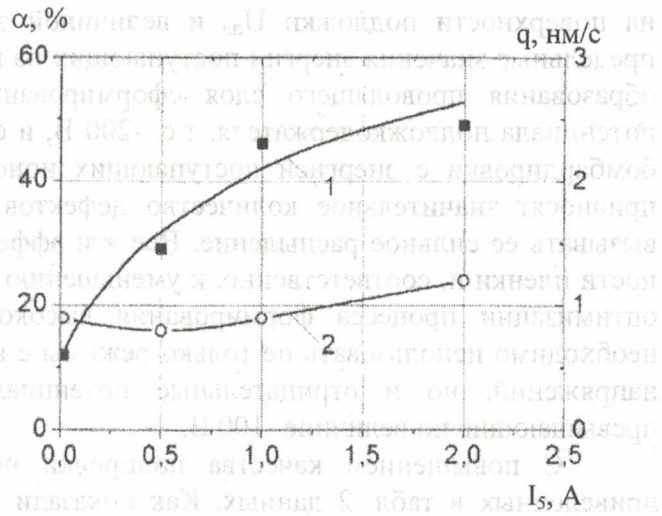


Рис. 6. Зависимости α (кривая 1) и q (кривая 2) от
 величины I_5 : $\text{Cu}, B = 80 \cdot 10^{-4} \text{ T}, I_p = 3 \text{ A}$.

потенциала цилиндрического электрода 5 имеет место существенное увеличение доли ионной компоненты в осаждаемом плазменном потоке. Коэффициент α с ростом тока I_5 увеличивается от 11 до 49 %. При этом q меняется незначительно - от 0,9 до 1,2 нм/с. Таким образом, можно считать, что основной причиной уменьшения K в этих условиях является увеличение α . На рис. 7 представлена полученная при этом предположении зависимость K от величины α . Как следует из этого графика, использование плазменных потоков с $\alpha > 30$ % при нанесении медных оптических пленок ведет к уменьшению коэффициента отражения падающей электромагнитной волны. Следует заметить, что для формируемых из паров меди плазменных потоков подобные значения коэффициента ионизации являются довольно большой величиной и, без дополнительных методов ионизации потока, могут быть достижимы лишь с помощью некоторых типов разряда.

Приведенные данные соответствуют отрицательному потенциалу подложкодержателя 9, $U_9 = -200 \text{ В}$. Данные, демонстрирующие влияние величины отрицательного потенциала подложкодержателя на K представлены на рис. 8. Энергии поступающих на диэлектрическую подложку ионов меди в начальной стадии формирования медной пленки определяются значением создаваемого потоком плазмы локального плавающего потенциала

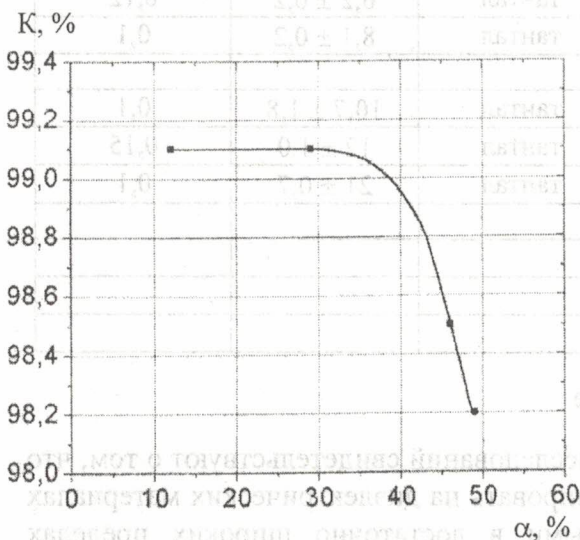


Рис. 7. Зависимость K от величины α :
 $\text{Cu}, B = 80 \cdot 10^{-4} \text{ T}, I_p = 3 \text{ A}, U_9 = -200 \text{ В}$.

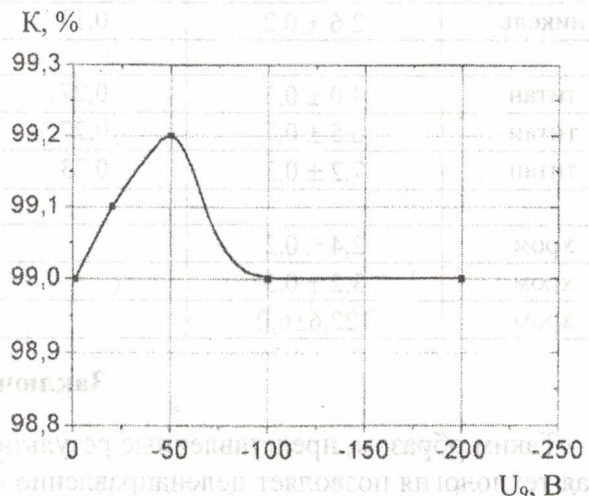


Рис. 8. Зависимость K от величины U_9 :
 $\text{Cu}, B = 80 \cdot 10^{-4} \text{ T}, I_p = 3 \text{ A}, U_5 = 0$.

на поверхности подложки $U_{пл}$ и величиной энергии ионов в разряде. Согласно рис. 2, предельные значения энергии поступающих на подложку ионов не превышают 60 эВ. После образования проводящего слоя сформированная медная пленка приобретает значение потенциала подложкодержателя, т.е. -200 В, и ее дальнейший рост идет в условиях ионной бомбардировки с энергией поступающих ионов 200 эВ. Ионы таких энергий не только привносят значительное количество дефектов в образующуюся пленку, но и способны вызывать ее сильное распыление. Все эти эффекты приводят к понижению электропроводности пленки и, соответственно, к уменьшению ее коэффициента отражения. Видно, что для оптимизации процесса формирования высококачественных медных оптических пленок необходимо использовать не только режимы с низкими по величине значениями разрядных напряжений, но и отрицательные потенциалы смещения на подложкодержателе, не превышающие по величине -100 В.

С повышением качества полировки подложки увеличивается К. Это видно из приведенных в табл. 2 данных. Как показали измерения, одновременно с повышением К увеличивается и лучевая прочность оптических пленок.

Таблица 2

Полировка	Диаметр образца, мм	Толщина покрытия, нм	К, %
Полировка на сукне	60	140	98,4 ± 0,5
Обычная полировка	50	210	98,6 ± 0,5
Глубокая шлифовка-полировка	40	140	99,2 ± 0,5

Технология на основе дугового разряда в парах материала анода, или ADVAM-технология, Arc Discharge in the Vapors of the Anode Material, может также использоваться для управляемого формирования тонких металлических пленок с необходимыми характеристиками. В частности, авторы использовали ее для получения высокоадгезивных безподслойных пленок никеля, титана, тантала, хрома с различными значениями поверхностного сопротивления R_s на диэлектрических подложках. Полученные значения R_s приведены в табл. 3.

Таблица 3.

Основной материал	R_s , Ом/□	Толщина, мкм	Основной материал	R_s , Ом/□	Толщина, мкм
никель	1,8 ± 0,2	0,15	тантал	4,8 ± 0,2	0,15
никель	2,3 ± 0,2	0,13	тантал	6,2 ± 0,2	0,12
никель	2,6 ± 0,2	0,13	тантал	8,1 ± 0,2	0,1
титан	4,0 ± 0,3	0,27	тантал	10,7 ± 1,8	0,1
титан	6,5 ± 0,7	0,27	тантал	12 ± 1,0	0,15
титан	7,2 ± 0,3	0,23	тантал	21 ± 0,7	0,1
хром	2,4 ± 0,2				
хром	3,2 ± 0,3				
хром	122,6 ± 6,0				

Заключение

Таким образом, представленные результаты исследований свидетельствуют о том, что данная технология позволяет целенаправленно формировать на диэлектрических материалах тонкие пленки различных металлов с изменяемыми в достаточно широких пределах значениями поверхностного сопротивления. Сопоставление полученных значений R_s со справочными данными [25] показывает, что эта технология позволяет, по крайней мере, расширить диапазон получаемых значений R_s .

Приведенные данные свидетельствуют также и о том, что технология нанесения тонких пленок на основе дугового разряда в парах материала анода, ADVAM-технология, является весьма перспективной для получения оптических отражающих слоев в инфракрасной области спектра. Показанная возможность использования дугового разряда в парах материала анода для формирования высококачественных оптических пленок и полученные высокие значения коэффициента отражения, в свою очередь, свидетельствует об отсутствии существенных примесей в создаваемых плазменных потоках.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Палатник Л.С., Фукс М.Я., Косевич В.М. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок. - М.: Наука, 1972. - 320 с.
2. Достанко А.П., Грушецкий С.В., Киселевский Л.И. и др. Плазменная металлизация в вакууме. - Минск: Наука и техника, 1983. - 279 с.
3. Ивановский Г.Ф., Петров В.И. Ионно-плазменная обработка материалов. - М.: Радио и связь, 1986. - 232 с.
4. Раджабов Т.Д., Буравлев Ю.М., Лиходзиевский Ю.С. и др. // Поверхность. Физика, химия, механика. - 1989. - № 1. - С. 100 - 103.
5. Иевлев В.М., Бугаков А.В., Трофимов В.И. Рост и субструктура конденсированных пленок. - Воронеж, ВГТУ, 2000. - 386 с.
6. Шагинян Л.Р. Механізм формування тонких плівок, отримуваних різними методами іонно-плазмового осаджування: Автореф. ... д-ра фіз.-мат. наук. - Київ, ІПМ НАН України, 2001. - 36 с.
7. Saenko V.A. Devices for thermoionic deposition // Instrum. Experim. Techn. - 1985. - Vol. 28, No. 3. - P. 509 - 522.
8. Саенко В.А. Источники плазмы и ионов с однородно испаряемым электродом // Проблемы специальной электротехнологии. - 1997. - № 3. - С. 35 - 60.
9. Miller H.C. Anode Modes in Vacuum Arcs // XVII-th Int. Symp. on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum, Berkeley, 1996.
10. Polishchuk V.P., Yartsev I.M. Vacuum arcs on evaporating hot anodes // Thermophys. High Temperatures. - 1996. - Vol. 34, No. 3. - P. 385 - 391.
11. Beilis I.I., Boxman R.L. A Hot Refractory Anode Vacuum Arc: Nonstationary Plasma Model // IEEE Trans. Plasma Science. - 2001. - Vol. 29, No. 5. - P. 690 - 694.
12. Borisenko A.G., Vladimirov A.I., Goryuk S.V. et al. The metal vapor plasma accelerator // IV All-Union Conf., Plasma Accelerators Ion Injectors, Short Commun., Dnepropetrovsk, Ukraine. - 1986. - P. 250 - 251.
13. Vladimirov A.I., Goryuk S.V., Saenko V.A. A plasma source of metal vapors // Instrum. Experim. Techn. - 1987. - Vol. 30, No. 2. - P. 395 - 398.
14. Борисенко А.Г., Кравченко А.В., Саенко В.А. Формирование диаграммы направленности ионной компоненты плазменного металлизатора диэлектриков // Сибирский физико-технический журнал. - 1991. - Вып. 6. - С. 78 - 82.
15. Borisenko A.G., Kravchenko A.V., Saenko V.A. Magnet-less plasma metallizer // Instruments and Experimental Techniques. - 1992. - Vol. 35, No. 2. - P. 257 - 261.
16. Musa G.S., Ehrich H., Mausbach M. Studies on thermionic cathode anodic vacuum arcs // Vac. Sci. Technol. - 1994. - Vol. 12. - P. 2887 - 2895.
17. Борисенко А.Г., Саенко В.А. Несамостоятельный дуговой разряд в парах материала анода как источник технологического плазменного потока // Тр. Украинского вакуумного общества. - Киев, 1995. - Т. 1. - С. 106 - 109.
18. Musa G.S., Ehrich H., Schuhmann J. Pure Metal Vapor Plasma Source with Controlled Energy of Ions // IEEE Trans. Plasma Science. - 1997. - Vol. 25, No. 2. - P. 386 - 391.
19. Borisenko A.G., Saenko V.A., Rudnitsky V.A. Nonself-sustaining arc discharge in anode material vapors. // IEEE Trans. Plasma Science. - 1999. - Vol. 27, No. 4. - P. 877 - 881.
20. Nikitin N.N., Egorov V.A. Proc. of the 2-nd Int. Symp. "Equipment and Technologies of Heat Treatment of Metals and Alloys in Engineering" (Part II). - Kharkov, Ukraine, Sept. 2001. - P. 123 - 127.
21. Borisenko A.G., Saenko V.A. Vacuum Arc Discharge in Anode Material Vapors with the Gas Inlet // 19-th Int. Symp. on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum. - Xi'an, China, 2000. - P. 309 - 311.

22. Сагитов С.И. Зеркала для ультрафиолетовой и инфракрасной областей спектра // Инфракрасные лазеры с когерентной накачкой и лучевая стойкость оптических материалов (Тр. ФИАН, т. 136): Сб. ст. - М.: Наука. 1982. - С. 118 - 164.
23. Borisenko A.G., Saenko V.A., Podziray J. Plasma flow parameters of vacuum arc discharge in the vapors of anode material. // 20-th Int. Symp. on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum. - Tours, France, 2002. - P. 346 - 349.
24. Свойства элементов. В 2 ч. Ч. 1. Физические свойства: Справ. - 2-е изд. - М.: Металлургия, 1976. - 600 с.
25. Готра З.Ю. Справочник по технологии микроэлектронных устройств. - Львов: Каменяр, 1986. - 287 с.

**ОСОБЛИВОСТІ ФОРМУВАННЯ ТОНКИХ ВИСОКОЯКІСНИХ ПЛІВОК
ЗА ДОПОМОГОЮ ВАКУУМНОГО ДУГОВОГО РОЗРЯДУ
В ПАРАХ МАТЕРІАЛУ АНОДА**

А. Г. Борисенко, В. А. Саенко, Ю. С. Подзирей

Представлено результати експериментальних досліджень несамостійного дугового розряду в парах матеріалу анода й показано можливості й особливості його використання для цілеспрямованого формування безпідшарових високоякісних оптичних покриттів і резистивних плівок із необхідними параметрами.

**PECULIARITIES OF THE THIN HIGH-QUALITY FILMS FORMATION
BY THE VACUUM ARC DISCHARGE IN THE VAPORS OF AN ANODE MATERIAL**

A. G. Borisenko, V. A. Saenko, Yu. S. Podzirey

The results of experimental investigations of a nonself-sustained arc discharge in the vapors of an anode material are presented. The possibilities and the peculiarities of the discharge for a purpose formation of the sublayer-free high quality optical films and resistive layers with necessary parameters are shown.

Поступила в редакцію 08.04.03,
после доработки — 16.07.03.