

ТЕРМОИОННОЕ ОСАЖДЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК В ОТРАЖАТЕЛЬНОМ ДУГОВОМ РАЗРЯДЕ

*Д.В. Зиновьев,
А.Ф. Целуйко,
А.Г. Чунадра,
Н.Н. Юнаков,
В.И. Фареник*

*Харьковский государственный универси-
тет, 310108, Харьков, пр. Курчатова, 31.
Научный физико-технологический центр,
310145, Харьков, ул. Новгородская 1.*

В настоящей работе предложен новый метод термоионного осаждения простых и синтезированных покрытий на основе пучково-плазменного разряда с накаливаемым катодом, приведено описание плазменного электронно-лучевого устройства термоион-

ного осаждения, отмечены принципиальные особенности построения данных систем, описан механизм автостабилизации системы, представлены результаты экспериментов по нанесению некоторых покрытий.

Термоионное нанесение покрытий широко применяется при изготовлении интегральных микросхем, магнитных пленок, оптических и износостойких слоев. Осаждение пленок в условиях, когда материал поступает на подложку в виде атомов и ионов позволяет в широких пределах изменять композиционный состав покрытия и его структуру. Ионная бомбардировка в ряде случаев способствует снижению внутренних напряжений, возникающих в процессе формирования пленки. К настоящему времени разработаны несколько методов получения пара рабочего вещества с последующей ионизацией тем или иным типом газового разряда.

Одним из наиболее распространенных методов получения интенсивной термоионной плазмы является электронно-лучевое испарение с внешней инжекцией электронного пучка [1]. Его недостатком является то, что электронная пушка и тигель с испаряемым веществом во избежание электрического пробоя пушки вследствие повышения давления при испарении должны быть разнесены в пространстве. Но поскольку мощность испарителя, как правило, составляет 1...10 кВт и более, то для транспортировки такого интенсивного электронного пучка от пушки к тиглю необходима высокая энергия пучка (10 кэВ и выше). Такие энергии существенно превышают энергию максимума сечения ионизации, что заметно снижает эффективность ионизации и, как следствие, долю ионов в общем потоке материала.

Более простыми и надежными при сравнимой эффективности осаждения являются плазменные электронно-лучевые системы, в которых формирование электронного пучка происходит непосредственно у поверхности испаряемого вещества [2]. В таких системах эмиттером электронов служит не катод электронной пушки, а окружающая тигель поверхность плазмы. Ускорение же электронного потока происходит электрическим полем приповерхностного слоя, которое возникает за счет разности потенциалов между плазмой и тиглем. При этом неотъемлемым элементом плазменных электронно-лучевых систем является внешний источник плазмы, основанный на каком-либо типе газового разряда.

Преимуществом плазменных систем является то, что в них практически исключен пробой пушки, поскольку формирование потока происходит в пушке с плазменным эмиттером, т.е., в отсутствие твердотельного отрицательного электрода, на котором, как правило и развива-

ется пробой. Кроме того, ускоряющий промежуток вследствие большой электропроводности плазмы автоматически уменьшает свои размеры с ростом тока при повышении давления, что обеспечивает эффективный проход через него заряженных частиц. Вторая важная особенность — это отсутствие пространства транспортировки между пушкой и тиглем, что делает систему не критичной к энергии пучка и позволяет в широких пределах варьировать ею, делая ее наиболее оптимальной с точки зрения максимальной эффективности ионизации рабочего пара. Мощность нагрева испаряемого вещества в плазменных системах в широких пределах регулируется величиной электронного тока за счет изменения плотности и температуры плазмы.

В настоящей работе приведено описание плазменного электронно-лучевого устройства термоионного осаждения на основе пучково-плазменного разряда с накаливаемым катодом, отмечены принципиальные особенности построения данных систем, описан механизм автостабилизации системы, представлены результаты экспериментов по нанесению простых и синтезированных покрытий.

Схема эксперимента представлена на рис. 1а. Основу системы составляет термоэмиссионный электронный источник 1 (ТЭИ), формирующий первичную плазму для электронного эмиттера и стыкуемый с рабочей камерой 2, в которую помещается тигель с испаряемым веществом 3 и водоохлаждаемый подложкодержатель 4. Рабочая камера откачивается посредством высоковакуумного агрегата 5 (ВВА) на основе диффузионного насоса до давления $5 \cdot 10^{-6}$ мм рт.ст. Питание ТЭИ осуществляется посредством системы питания 6 (СП), а напряжение на тигель подается через вакуумный ввод от источника питания 7 (ИП).

Схема ТЭИ показана на рис. 1б. ТЭИ представляет собой охлаждаемую водой газоразрядную трубку 1, стыкуемую торцом с рабочей камерой. В противоположном конце трубки расположен термокатод прямого накала 2 (ТК), окруженный сбоку охранным электродом 3, экранирующим термокатод от радиального электрического поля. Вдоль трубки посредством катушки 4 создается продольное магнитное поле с колоколообразным профилем распределения напряженности. Накал катода ТК осуществляется через водоохлаждаемый коаксиальный токоввод 5 постоянным током ($U_n \sim 10$ В, $I_n = 0 \dots 40$ А). Возбуждение разряда осуществляется приложением постоянного напряжения ($U_p = 0 \dots 400$ В, $I_p = 0 \dots 5$ А) между термокатодом и разрядной трубкой. При этом трубка находится под потенциалом земли, а на катод подается отрицательное напряжение. Продольное магнитное поле введено с целью увеличения времени жизни электронов в системе для повышения эффективности ионизации при пониженном рабочем давлении.

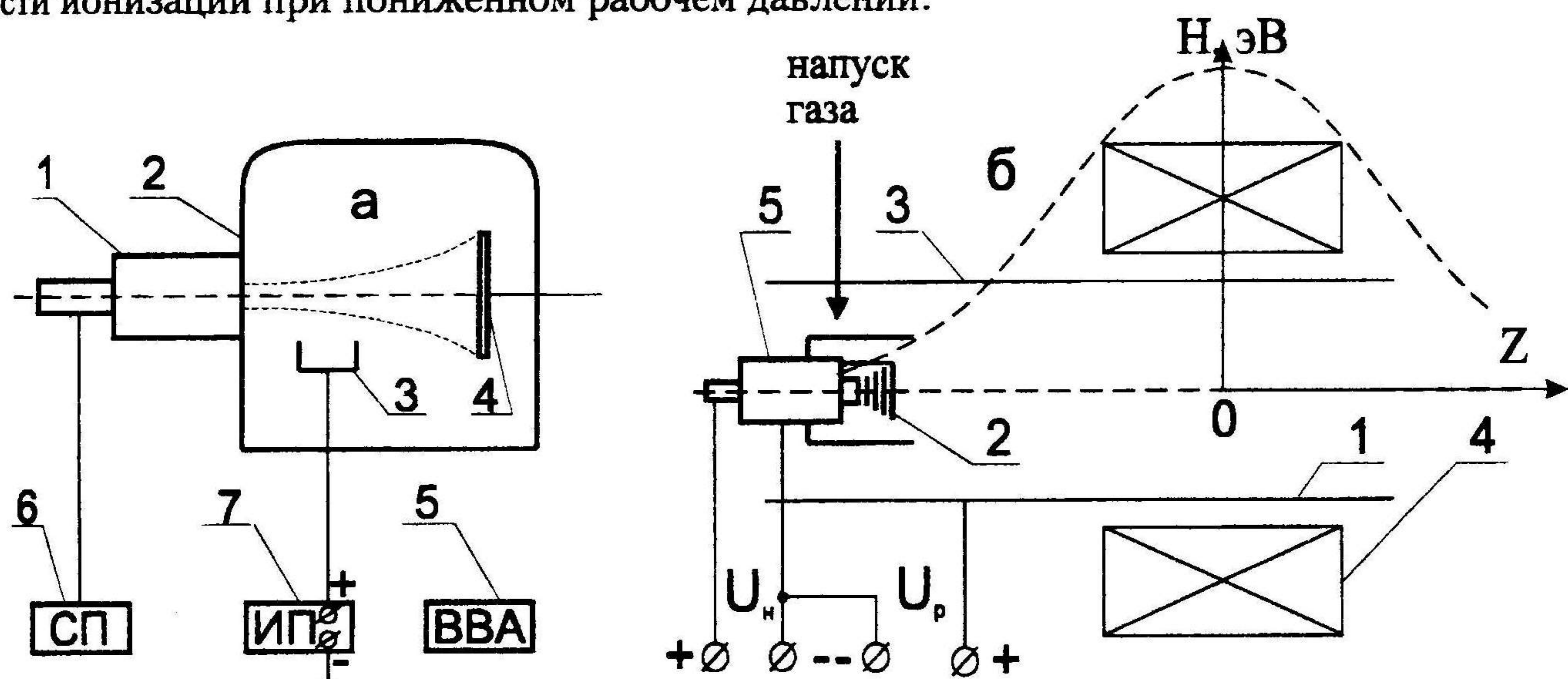


Рис. 1. а) схема плазменно-лучевой системы нанесения покрытий;
б) схема термоэмиссионного ионного источника.

Для снижения давления в рабочей камере напуск газа осуществлялся в прикатодную область. Разрядная трубка в этом случае играла роль вакуумного сопротивления. Ее длина и диаметр выбирались таким образом, чтобы обеспечить десятикратный перепад давления между прикатодной областью p_k и рабочей камерой p_p ($p_k/p_p > 10$). Расчет проводился исходя из реальной скорости откачки высоковакуумного агрегата в 400 л/с.

Выбор пучково-плазменного разряда в качестве плазмообразующего устройства был сделан по двум причинам: в таком разряде сравнительно легко получить разрядные токи в 1...10 А при относительно небольших разрядных напряжениях (50...500 В), и параметры плазмы позволяют формировать электронные токи с плотностью в несколько сотен мА/см².

Процесс образования ионного потока на обрабатываемую подложку происходит следующим образом. Пушкой создается первичный пучок электронов с энергиями порядка нескольких сотен эВ. Атомы рабочего газа в разрядном промежутке ионизируются первичными электронами, создавая плотную газоразрядную плазму. К тиглю с испаряемым веществом прикладывается положительный потенциал, необходимый для создания положительного смещения у поверхности тигля. При этом ток разряда I_p превосходит ток несущую способность плазмы I_a вблизи поверхности тигля [3]:

$$I_p > I_a = \int_{S_a} \vec{j}_{\max}(\vec{r}) d\vec{S}, \quad (1)$$

где S_a — собирающая поверхность тигля, $j_{\max}(r) ds$ — максимальная плотность тока, который может перенести плазма в данной точке.

Величина потенциала положительного смещения тигля U_m (а, равно, энергия электронного потока) выбиралась в пределах 0,5...1,0 кВ. При мощности нагрева тигля $P_m = 1...2$ кВт ток на него I_m лежит в пределах 1...4 А. При рабочей поверхности тигля $S_m \sim 10$ см² плотность электронного тока изменяется в диапазоне 0,1...0,4 А/см².

В целом, для реализации плазменного электронно-лучевого испарения необходимо, чтобы во-первых,

$$I_m = P_m / U_m < D I_p, \quad (2)$$

где $D I_p = I_p - I_{a1}$, I_p — общий ток разряда, I_{a1} — электронный ток на все прочие (кроме тигля) электроды, и, во-вторых, параметры плазмы вблизи тигля были таковы, чтобы

$$\int j_{\max}(r) ds < D I_p \quad (3)$$

Если приведенные условия выполняются, то при подаче положительного смещения на тигель, испаряемое вещество разогревается с образованием потоков ионов и нейтрального пара на обрабатываемую поверхность.

Процесс осаждения покрытий осуществлялся как при заземленном, так и при изолированном подложкодержателе. В случае изолированного подложкодержателя его поверхность за счет непрерывного потока на нее электронов первичного пучка ТЭИ заряжается отрицательно и начинает притягивать к себе ионы плазмы, тем самым, формируя ионный поток. Характерное распределение потенциала приведено на рис.2а. (Кривая 1 соответствует случаю заземленного подложкодержателя, кривая 2 — изолированного.) Энергия такого ионного потока определяется разностью между потенциалом плазмы и потенциалом поверхности, а ток ионного потока — параметрами плазмы. Здесь ситуация аналогична случаю одиночного ленгмюровского зонда, находящегося под плавающим потенциалом. Формирование ионного потока на изолированную поверхность посредством первичного электронного пучка использовалось для предварительной ионной очистки обрабатываемого образца и при синтезе покрытий на основе сложных химических соединений.

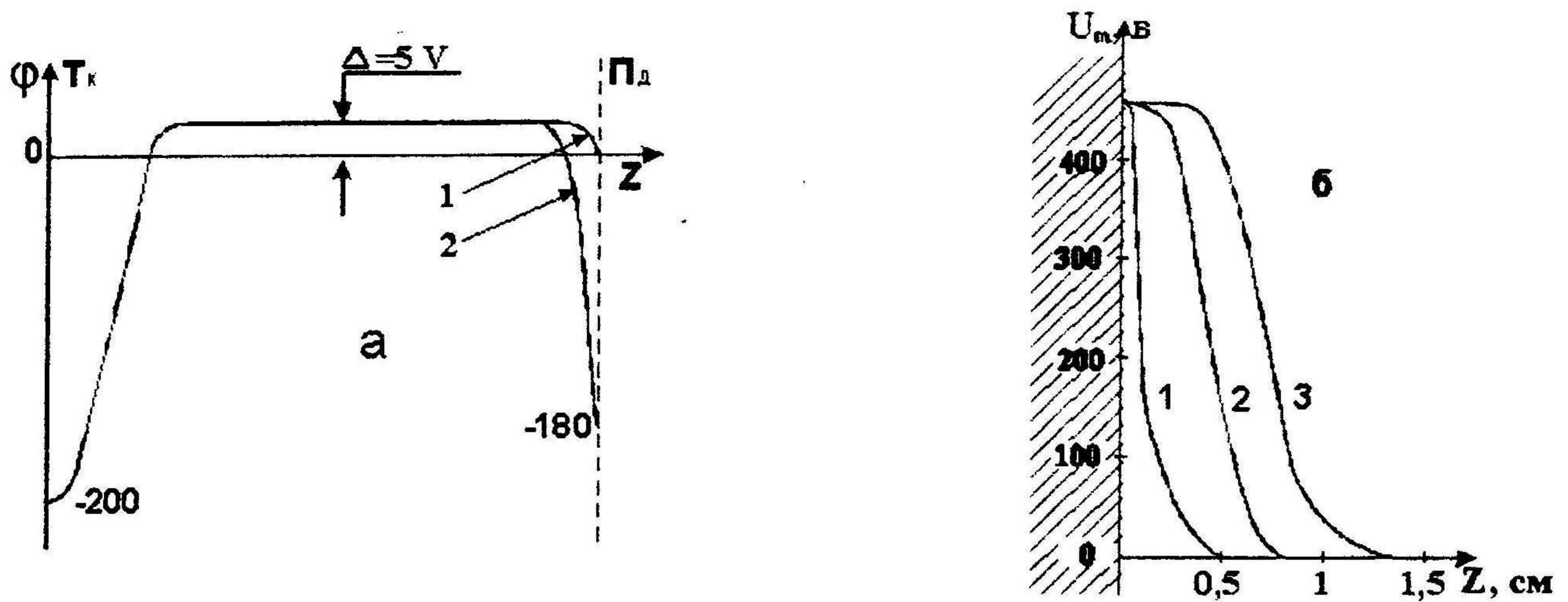


Рис.2. а) продольное распределение потенциала между термокатодом и подложкодержателем P_d (1 — P_d заземлен, 2 — P_d оторван от земли); б) распределение потенциала у поверхности тигля.

Характерное распределение потенциала после приложения к тиглю положительного смещения представлено на рис.2б. Здесь, кривая 1 соответствует моменту разогрева тигля. Необходимо отметить, что падение потенциала в данном случае происходит в слое отрицательного объемного заряда электронов, ускоряемых в сторону тигля. По мере разогрева испаряемого вещества начинает повышаться давление пара у поверхности, что ведет к уменьшению длины свободного пробега электронов и появлению генерации заряженных частиц в приповерхностном слое. Рождающиеся в результате ионизации пара рабочего вещества ионы ускоряются навстречу электронам, появляется биполярный ток в слое. Как только скорость генерации заряженных частиц у поверхности достигнет такой величины, что между слоем пространственного заряда и облучаемой поверхностью возникнет слой плазмы, первоначальный одиночный слой объемного заряда превратится в двойной слой (ДС) [4] со встречным ускорением электронов и ионов и соотношением между плотностями электронного и ионного токов, определяемым выражением Ленгмюра [5]

$$j_i / j_e = (m_e / m_i)^{1/2} \quad (4)$$

Здесь j_i — плотность ионного тока, втекающего из приповерхностной плазмы в слой, j_e — плотность электронного тока, поставляемого в слой первичной фоновой плазмой, m_e и m_i — масса электрона и иона соответственно. Соотношение дано для случая однократно ионизованных ионов. Распределению потенциала с ДС на рис.2б соответствует кривая 2.

По мере развития процесса ионизации, плотная приповерхностная плазма за счет своего газокINETического давления будет "отжимать" ДС от поверхности. Отход слоя сопровождается двумя эффектами: увеличением внешней поверхности слоя и снижением интенсивности разогрева тигля вследствие появления плазменной прослойки, эффективно тормозящей электронный пучок за счет коллективного взаимодействия [6]. Динамика распределения потенциала соответствующая отходу ДС дается кривой 3. Рост внешней поверхности ДС ведет к увеличению тока на тигель, и в случае, когда поверхность слоя достигает такой величины, что нарушается соотношение (3), исчезают условия образования ДС. С разрушением ДС прекращается ускорение электронов и, как следствие, заканчивается разогрев и испарение вещества, а также его интенсивная ионизация и образование плотной приповерхностной плазмы. После распада плотной плазменной оболочки вновь восстанавливаются условия возникновения положительного смещения потенциала у тигля, с повтор-

ным возникновением которого динамика процессов начинается разворачиваться сначала. В периодическом появлении и исчезновении ДС проявляется стабилизирующий механизм поддержания разряда в плазменном электронно-лучевом испарителе.

Возможен и другой механизм стабилизации процесса формирования термоионного потока. В случае, когда скорость генерации частиц в приповерхностной плазме вследствие отхода ДС будет падать быстрее, чем увеличение его внешней собирающей поверхности, возможна ситуация, когда плотность периферийной области плазменной оболочки, на фронте которой находится ДС, сравнивается с плотностью первичной фоновой плазмы. Если при этом по-прежнему будут выполняться условия существования ДС, то положение слоя будет застabilизировано на этом уровне. (Стабилизация положения слоя является следствием необходимости выполнения условия (2)).

Возможности плазменного электронно-лучевого способа термоионного осаждения покрытий исследовались при осаждении пленок на основе Al, Co, Cr, Cu, Ni, Ti, а также в условиях синтеза оксидов и нитридов перечисленных металлов. В качестве материала тигля использовался графит. Выбор графита был обусловлен его электропроводностью и температурной стойкостью.

Осаждение металлических покрытий осуществлялось в атмосфере аргона при давлении 10^{-4} мм рт.ст. В случае Al и Cu энергия испаряющего электронного пучка поддерживалась на уровне $\sim 0,5$ кэВ, а его ток — в пределах 1...1,5 А. Энергия и ток первичного электронного пучка составляли 200 эВ и 2,5 А соответственно. Нанесение покрытий на проводящие подложки производилось как при заземленном, так и при изолированном подложкодержателе. В случае же диэлектрических поверхностей — только при изолированном. Испарение более тугоплавких Co, Cr, Ni, Ti требовало подъема энергии пучка-испарителя до 1 кэВ одновременно с увеличением его тока до 2,5...3 А. Такие токи делали необходимым повышение тока первичного электронного пучка до 3,5...4 А. При этом, ток последнего в широких пределах мог варьироваться изменением лишь тока накала термокатода, что позволяло проводить различные процессы практически в одинаковых вакуумных условиях.

Покрытия на основе оксидов и нитридов выше перечисленных металлов формировались путем синтеза непосредственно на обрабатываемой поверхности. При этом, металлическая фаза в виде частично ионизованного пара поступала с накаливаемого тигля, а кислород или азот (также в частично ионизованном виде) — из области транспортировки первичного электронного пучка. Необходимо отметить, что помимо атомов и ионов кислорода либо азота, на обрабатываемую поверхность параллельно шел поток ионов и нейтральных атомов аргона, которые частично распыляли осаждаемую пленку. Энергия ионов металла соответствовала положительному смещению потенциала на тигле и лежала в пределах 0,5...1 кэВ (более высокая энергия соответствует металлам с более высокой температурой плавления). Энергия ионов газа-реагента посредством изменения энергии первичного электронного пучка поддерживалась в диапазоне 100...200 эВ, что было вполне достаточно для протекания реакции синтеза и не приводило к чрезмерному распылению осаждаемых покрытий.

Проведенные эксперименты показали высокую эффективность плазменного электронно-лучевого метода осаждения покрытий на основе оксидов и нитридов металлов. Скорость роста, например, покрытия из нитрида титана составляла порядка 0,2...0,3 мкм/мин., что вполне сравнимо с системами типа "Булат" при меньших энергозатратах (суммарная мощность, затрачиваемая на обработку поверхности площадью 0,1 м² при данных скоростях осаждения не превышала 2,5 кВт, включая мощность, расходуемую на создание магнитного поля и накал термокатода). Скорости осаждения оксидных и нитридных пленок других металлов несколько отличались в ту или другую сторону, но были того же порядка. Полу-

ченные покрытия показали хорошую прочность и высокую адгезию, как на металлических, так и на диэлектрических поверхностях.

Таким образом, в настоящей работе описан новый метод термоионного осаждения пористых и синтезированных покрытий на основе пучково-плазменного разряда. Данная система по эффективности находится на уровне установок типа "Булат", но имеет существенные преимущества. Во-первых, поскольку имеет место термоиспарение из тигля, находящегося под положительным относительно плазмы потенциалом, то полностью исключено образование катодных пятен и, как следствие, наличие капельной фазы и микрочастиц, что характерно для дуги с холодным катодом. Это снимает необходимость в применении магнитных сепараторов и позволяет существенно приблизить обрабатываемый объект к испаряемой мишени, что в свою очередь значительно уменьшает потери материала и увеличивает эффективность его использования. Во-вторых, данная система позволяет независимо регулировать потоки металлической и газовой фаз, а также энергию их ионных компонент при формировании покрытий на основе сложных химических соединений. Поэтому, применение данного метода существенно расширяет возможности формирования синтезированных покрытий и повышает производительность процессов напыления.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Б.С.Данилин. Применение низкотемпературной плазмы для нанесения тонких пленок. М.: Энергоатомиздат, 1989. 328 с.
- [2] А.Ф.Целуйко., Д.В.Зиновьев и др. Магнетронное напыление пленок нитридов титана и хрома стимулированное ВЧЕ-разрядом. Труды Украинского вакуумного общества, т. 1, Киев, 1995, с. 251-255.
- [3] D.Andersson. Double layer formation. Plasma Phys., 1982, V. 24, № 6. p. 639-660.
- [4] L.P.Blok. Potential double layers in the ionosphere. Cosmic Electrodynamic., 1972, V.3, № 2, p. 349-376.
- [5] I.Langmuir., H.Mott-Smith. Gen. Electric Rev. 1924. V. 27, № 2. p. 449-473.
- [6] М.В.Незлин. Динамика пучков в плазме. М.: Энергоиздат, 1982. 264 с.