

УДК 539.231:533.5

ВЫСОКОВАКУУМНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ТОНКИХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК

А.Н. Морозов¹, В.И. Журба¹, В.Г. Кулиш², В.Н. Белан¹

¹Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»
Украина, 61108, г. Харьков, ул. Академическая, 1, morozov@kipt.kharkov.ua

²Харьковский государственный педагогический университет им. Г.С. Сковороды
Украина, 61029, г. Харьков, ул. Артема, 2

Поступила в редакцию 2 апреля 2004 г.

Представлена высоковакуумная установка, для получения тонких пленок металлов, основным конструкционным элементом которой является охлаждаемый электронно-лучевой испаритель. Криогенная система откачки позволяет, в зависимости от использования жидкого водорода или азота, получить фоновое давление в рабочей камере порядка $\sim 2 \times 10^{-7}$ Па или $\sim 5 \times 10^{-6}$ Па, соответственно. При напылении пленок давление в камере испарителя возрастает, но при этом не превышает $\sim 5 \times 10^{-6}$ Па или $\sim 2 \times 10^{-5}$ Па в зависимости от используемого хладагента. Предварительное разрежение в экспериментальной камере до давления $\sim 3 \times 10^{-5}$ Па создается турбомолекулярным и магниторазрядным насосами. На данной установке были получены пленки никеля, титана и палладия. Анализ химического состава пленок, выполненный с помощью оже-электронной спектроскопии показал, что предложенная установка обеспечивает процесс напыления тонких пленок металлов с содержанием газовых примесей не более 2×10^{-4} ат. %.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: высоковакуумная установка, электронно-лучевой испаритель, металлические пленки, газовые примеси.

Тонкие пленки ($\delta = 10 \dots 10^4$ нм), помимо широкого применения в технике, служат объектом многочисленных лабораторных исследований. Главным требованием, предъявляемым к пленкам, использующимся для исследовательских целей, является их чистота. Присутствие в вакуумной камере химически активных газов затрудняет получение химически чистых пленок. Наибольший вклад в загрязнение вносят O_2 , H_2 , N_2 , H_2O , CO_2 , CH_4 и продукты их разложения. Присутствие примесей способно неконтролируемым образом влиять на структуру, физические и химические свойства получаемых пленок.

Получение беспримесных пленок существенно усложняется в связи с необходимостью малой скорости наращивания, что дает возможность получить пленки заданной наноструктуры [1,2]. Анализ литературных данных показал, что получение тонких металлических пленок с приемлемым содержанием примесей, хотя бы на уровне меньше 10^{-3} вес. % газового компонента, оказывается довольно сложной задачей, в особенности, если речь идет о пленках химически активных металлов [3–6].

В связи с чем, наиболее распространенным методом получения тонких металлических пленок служит испарение навески металла достаточно высокой исходной чистоты в вакууме и конденсация его паров на подложки различной природы. Следует отметить, что при такой технологии получения пленок, источниками примесей могут служить испарители (тигли), подложки, на которых идет конденсация, а также заслонки и другие элементы установки. Наиболее интенсивным источником примесей в напыляемой пленке является газовая среда в камере напыления. Качество напыляемых пленок, как правило, очень сильно зависит как от глубины вакуума, так и от состава остаточного газа в этой камере. Причем, степень разрежения в камере до включения испарителя практически не влияет на качество получаемых пленок. Определяющим является вакуум, который поддерживается в камере непосредственно в процессе напыления пленки. Многие из использующихся в различных лабораториях установок позволяют обеспечить фоновое давление в рабочей камере на уровне 10^{-8} или 10^{-9} Па, но при включении испарителя вакуум ухудшается и во время напыления поддерживается на уровне $10^{-6} \dots 10^{-4}$ Па. В настоящем сообщении приведено описание конструкции и рабочих характеристик высоковакуумной установки, позволяющей производить напыление металлических пленок в вакууме при давлениях не выше $\sim 5 \times 10^{-6}$ Па или $\sim 2 \times 10^{-5}$ Па в зависимости от исследуемого хладагента – жидкого водорода или азота, соответственно.

КОНСТРУКТИВНЫЕ ОСОБЕННОСТИ УСТАНОВКИ

Общий вид и схематический чертеж установки представлены на рис. 1 и 2, соответственно. К основным элементам установки, показанным на рисунках, следует отнести вакуумную камеру (1) объемом $\sim 1,5 \times 10^{-2}$ м³ и систему откачки камеры. В вакуумной камере (1) сконструирован испаритель (2) с навеской распыляемого материала (3), держатель подложек (9) для конденсации, шторку-заслонку (7) между испарителем и держателем

подложек. Смотровое окно (5) позволяет осуществлять визуальный контроль как за процессом испарения, так и за сменой образцов через шлюзовое устройство (8).

Для откачки камеры испарителя и поддержания высокого вакуума во время напыления пленок используются охлаждаемый жидким азотом магниторазрядный насос ТРИОН-150 (12) и криогенный насос (10), состоящий из двух коаксиально расположенных сосудов Дьюара, наружный из которых заполняется жидким азотом, а внутренний - жидким водородом или азотом. Наружный сосуд Дьюара, заполняемый жидким азотом экранирует внутренний сосуд от стенок камеры, находящихся при комнатной температуре. Эта система обеспечивает высокую скорость откачки в процессе работы испарителя.



Рис.1. Общий вид высоковакуумной установки для получения тонких пленок металлов

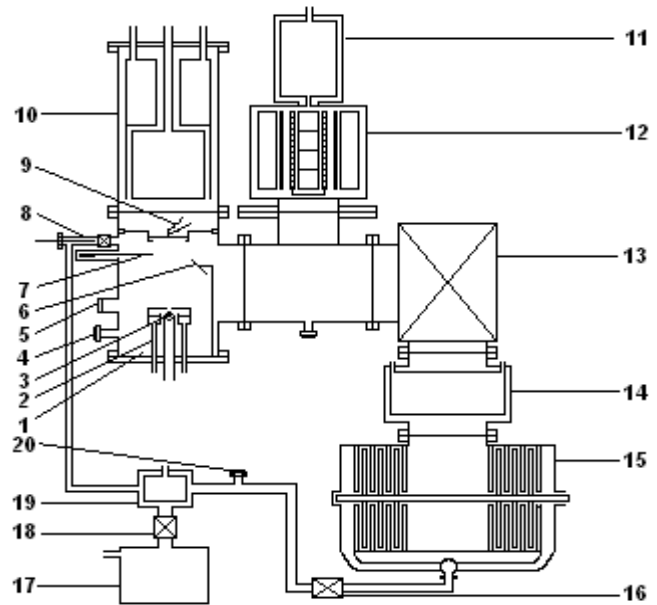


Рис.2. Схематический чертеж установки

1 – камера испарителя; 2 – испаритель; 3 – распыляемый металл (навеска); 4, 20 – вакуумметрические датчики; 5 – смотровое окно; 6 – зеркало; 7 – шторка-заслонка; 8 – шлюзовое устройство; 9 – держатель подложек с термопарой; 10 – криогенный насос; 11, 14, 19 – азотные ловушки; 12 – магниторазрядный насос ТРИОН-150; 17 – форвакуумный насос НВР-5ДМ

Предварительная откачка рабочей камеры осуществляется с помощью высоковакуумного откачивающего агрегата, состоящего из форвакуумного насоса НВР-5ДМ (17) с азотной ловушкой (19) и турбомолекулярного насоса ТМН-500 (15) с азотной ловушкой (14). Агрегат обеспечивает предварительное разрежение в камере испарителя, соответствующее давлению $\sim 2 \times 10^{-5}$ Па. После прогрева и обезгаживания элементов камеры испарителя, магниторазрядного и криогенного насосов производится залив охлаждающих жидкостей (азот, водород). Это обеспечивает в камере испарителя фоновое давление на уровне $\sim 2 \times 10^{-7}$ Па или $\sim 5 \times 10^{-6}$ Па, в зависимости от используемого хладагента (водорода или азота, соответственно).

В качестве подложек для напыления пленок металлов применялись как свежие сколы кристаллов соли NaCl или KCl в виде пластинок толщиной $\delta \sim 1 \dots 1,5$ мм, так и металлические фольги.

Конструкция держателя (9), в зависимости от заданных условий проведения эксперимента, позволяет устанавливать необходимую температуру подложек в диапазоне температур 300...1300 К. Контроль температуры производился с помощью хромель-алюмелевой термопары.

Существенное влияние на чистоту напыляемых пленок оказывают вакуумные условия в камере испарителя. Конструкция испарителя в настоящей установке позволяет: во-первых, предотвратить загрязнение химическими компонентами тигля навески распыляемого материала, во-вторых, уменьшить влияние газовыделения из нагреваемых элементов на вакуумные условия в камере напыления в процессе работы испарителя. Выбранный электронно-лучевой испаритель, прототипом которого послужило устройство, описанное в [7 с.72–73], вполне удовлетворяет условиям нашего эксперимента.

Общий и схематический виды испарителя показаны на рис. 3 и рис. 4, соответственно. Особенностью этого устройства является то, что помимо испаряемой навески единственным нагреваемым элементом служит нить-

катод (3), имитирующая электроны. Необходимо отметить, что все электроды испарителя охлаждаются проточной водой.

Тигель (4), на котором находится предварительно сформированная навеска, водоохлаждаемый, что обеспечивает плавку только верхней части навески. Электрод (2) улучшает сбор электронов и фокусировку электронного пучка, а также выполняет роль радиационного экрана, предотвращающего попадание теплового излучения катода и навески на стенки вакуумной камеры. Такая конструкция испарителя позволяет существенно уменьшить термодесорбцию газов как с элементов самого испарителя, так и со стенок вакуумной камеры.

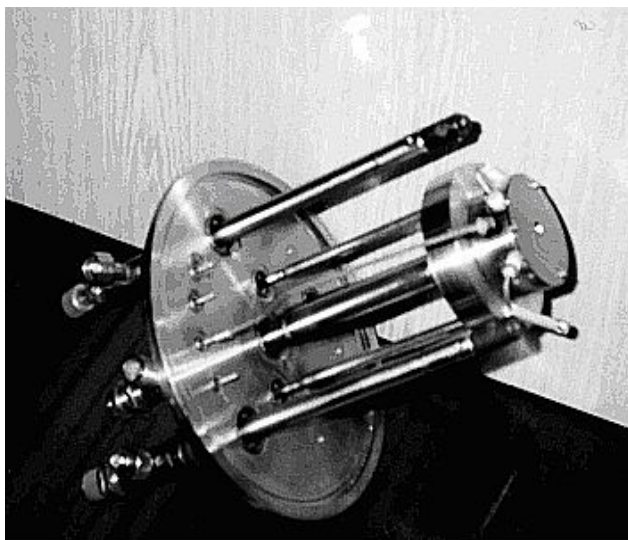


Рис.3. Общий вид электроннолучевого испарителя

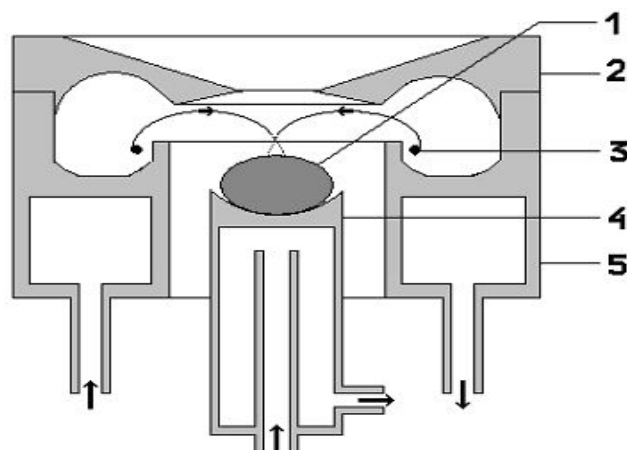


Рис.4. Схематический чертеж электроннолучевого испарителя

1 – испаряемый материал; 2 – фокусирующий электрод;
3 – кольцевой катод; 4 – охлаждаемый анод (тигель);
5 – охлаждаемый экран

ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

На данной установке были получены пленки никеля, титана и палладия. Для оценки чистоты пленок проведен анализ химического состава, выполненный с помощью оже-электронной спектроскопии. В качестве примера, на рис.5 приведен результат послойного анализа состава никелевых пленок, который показал, что их состав практически не отличается от состава эталонного монокристалла Ni, имеющего чистоту по примесям не более 2×10^{-4} ат.%.

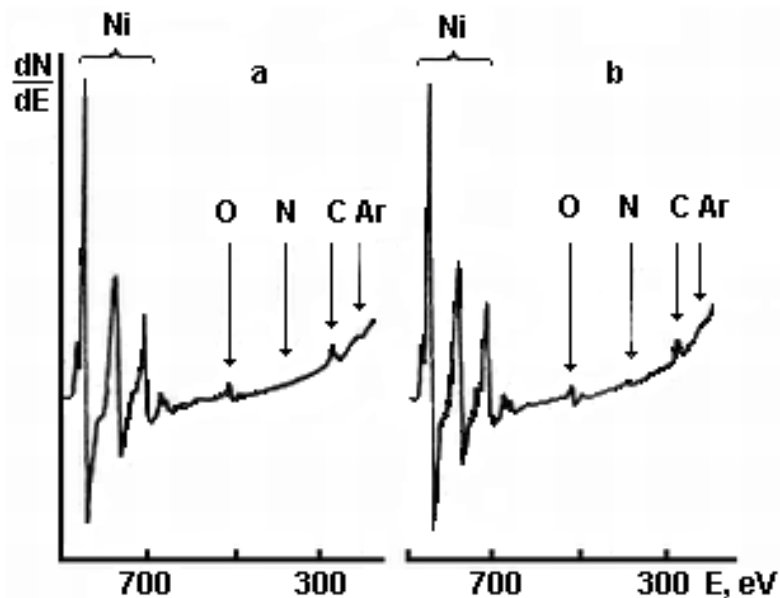


Рис.5. Оже-электронные спектры.

а – никелевая пленка; б – эталонный монокристалл Ni.

В спектрах эталона и исследуемого образца пики O (кислород) и C (углерод) одинаковы по величине, что соответствует концентрациям порядка 2...4 ат.%. Столь высокий уровень примесей в эталонном образце

свидетельствует о загрязнении анализируемых поверхностей в самом анализаторе. Пик Ar (аргон) связан с имплантацией ионов аргона, использовавшихся для травления образцов ионной бомбардировкой при послойном анализе. Другие примеси не превышают уровня шумов прибора.

Вышеизложенное дает возможность утверждать, что предложенная установка обеспечивает процесс напыления тонких пленок металлов в условиях сверхвысокого вакуума ($\sim 5 \times 10^{-6}$ Па или $\sim 2 \times 10^{-5}$ Па при использовании жидкого водорода или жидкого азота, соответственно) с содержанием газовых примесей не более 2×10^{-4} ат. %.

Работа поддержана Фондом фундаментальных исследований Украины, проект № Ф7 / 525-2001.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. В.И. Перекрестов, С.Н. Кравченко, А.В. Павлов. Механизмы роста и структура пленок Ti, полученных методом магнетронного распыления на постоянном токе // ФММ. – 1999. – Т.88. – № 5. – С.72–77.
2. В.И. Перекрестов, А.В. Павлов. Фазовый состав пленок системы Ti–C, полученных при технологических условиях, алмазобразования и содержания углерода свыше 50 ат. % // Письма в ЖЭТФ. – 2001. – Т. 73. – № 1. – С. 17–20.
3. В.И. Перекрестов, С.Н. Кравченко. Изменение состава остаточных газов в вакуумной камере в процессе осаждения пленки Ti // ПТЭ. – 2002. – № 3. – С. 123–126.
4. В.С. Коган, А.Л. Серюгин. Исследование влияния парциального давления отдельных компонент криогенного вакуума на структуру и свойства тонких пленок // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Низкотемпературная адсорбция и криогенный вакуум. – 1971. – Вып. 1. – С. 117–124.
5. I.M. Belii, F.F. Komarov, V.S. Tishkov. Formation of chemical compounds by ion bombardment of thin transition metal films // Phys.Stat.Sol.(a). – 1978. – V. 45. – P. 343–352.
6. И.М. Белый, Ф.Ф. Комаров, В.С. Тишков, В.М. Янковский. Образование химических соединений при ионной бомбардировке тонких пленок переходных металлов // ФХОМ. – 1979. – №1. – С. 48–53.
7. Технология тонких пленок. Справочник. Т.1. / Под редакцией Л. Майссел, Р. Глэнг.: Пер. с англ. / Под редакцией М.И. Елинсона, Г.Г. Смолко М.: Советское радио. – 1977. – 664 с.

THE HIGHVACUUM PLANT SET FOR MANUFACTURING OF THIN METAL FILMS

A.N. Morozov, V.I. Zhurba, V.G. Kulish*, V.N. Belan

National Science Center "Kharkov Institute of Physics and Technology"

Akademicheskaya str.1, 61108 Kharkov, Ukraine, E-mail: morozov@kipt.kharkov.ua

**Kharkov State Pedagogical University of named G.S. Skovoroda, Artem str. 2, 61108 Kharkov, Ukraine*

You can see a highvacuum plant set for reception of thin metal films, where the basic constructional element is the cooled electronic-beam evaporator. The cryogenic system of pumping out allows to receive the background pressure in the working chamber about 2×10^{-7} Pa or 5×10^{-6} Pa in depending on usage of liquid hydrogen or nitrogen. While evaporate films pressure in the chamber of the evaporator grows, but thus does not exceed $\sim 5 \times 10^{-6}$ Pa or 2×10^{-5} Pa depending in used coolant. Preliminary underpressure in the experimental chamber up to pressure $\sim 3 \times 10^{-5}$ Pa is created with turbomolecular and magnetdischarge pumps. On the given installation have been received a film of a nickel, a titan and a palladium. The analysis of a chemical compound films, executed with the help of Auger-electronic spectroscopy has shown, that the suggested installation provides process evaporation thin films metals with the contents of gas impurity no more than 2×10^{-4} ат. %.

KEY WORDS: highvacuum plant set, electron beam evaporation, metal films, contamination gases.