

ВВЕДЕНИЕ

Работа посвящена экспериментальному поиску и теоретическому обоснованию путей управления свойствами ультратонких пленок меди, наносимых методом сильноточного импульсного магнетронного распыления. Известно, что свойства пленок металлов толщиной менее 10 нм кардинально отличаются от свойств объемного материала. Это объясняется увеличением влияния механизма нуклеации пленки на ее итоговые характеристики.

Медь является ярким представителем металлов, начальная стадия роста пленок которых идет по островковому механизму, поэтому тонкие пленки меди имеют, в частности, более высокое удельное сопротивление, пониженную плотность, чем объемный материал. Широкий диапазон существующих и перспективных применений высококачественных пленок меди с толщиной менее 10 нм заставляет искать пути управления их свойствами.

Одним из способов реализации управляемого роста пленок металлов заключается в формировании высококонцентрированных импульсных атомарно – ионно – плазменных потоков. Для этого может быть использован метод сильноточного импульсного магнетронного распыления.

Перспективность данного метода обусловлена рядом важных достоинств. Высокая плотность мощности в режиме сильноточного импульсного распыления позволяет обеспечивать высокую плотность ионных потоков, воздействующих на растущее покрытие. Стоит отметить что, несмотря на активно возрастающую популярность сильноточного импульсного магнетронного распыления, процессы, протекающие при осаждении материала на подложку, остаются сравнительно слабо изученными.

Цель работы - исследование влияния параметров сильноточного импульсного магнетронного распыления на структуру, свойства и итоговые эксплуатационные характеристики ультратонких пленок меди.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие **задачи**:

1. Ознакомиться с современным состоянием дел в области формирования ультратонких пленок. Рассмотреть общепринятые механизмы роста пленок и используемые методы получения тонких покрытий.

2. Собрать экспериментальную установку по напылению ультратонких пленок методом сильноточного импульсного магнетронного распыления;

3. Экспериментально исследовать параметры сильноточного импульсного магнетронного разряда;

4. Получить ультратонкие пленки меди на подложках из стекла в различных режимах сильноточного импульсного магнетронного распыления;

5. Исследовать оптические и электрические характеристики, рельеф поверхности покрытия;

6. Установить зависимость между параметрами сильноточного импульсного магнетронного разряда (импульсная и средняя мощность разряда, частота формирования импульсов, плотность атомарных и ионных потоков на подложку) на структуру, свойства и итоговые эксплуатационные характеристики покрытий.

Практическая значимость настоящей работы заключается в создании задела по технологии производства теплосберегающих покрытий на архитектурных стеклах и полимерной пленке.

1. СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ В ОБЛАСТИ НАПЫЛЕНИЯ УЛЬТРОТОНКИХ ПЛЕНОК

1.1. Механизмы роста пленок.

Развитие техники и технологий получения тонких пленок требует понимания процессов их роста и связей с параметрами осаждения, как следствие этого количество фундаментальных и прикладных работ по данной тематике непрерывно растет. В работах [1,2,3,4] приводится описание физических моделей, описывающих процесс роста пленок и нанокластеров.

Свойства тонких металлических пленок в значительной мере определяется двумя стадиями: стадией зарождения (нуклеации) пленки и стадией ее роста. Общеприняты три различных механизма начальной стадии роста пленки (см. рис. 1.1).

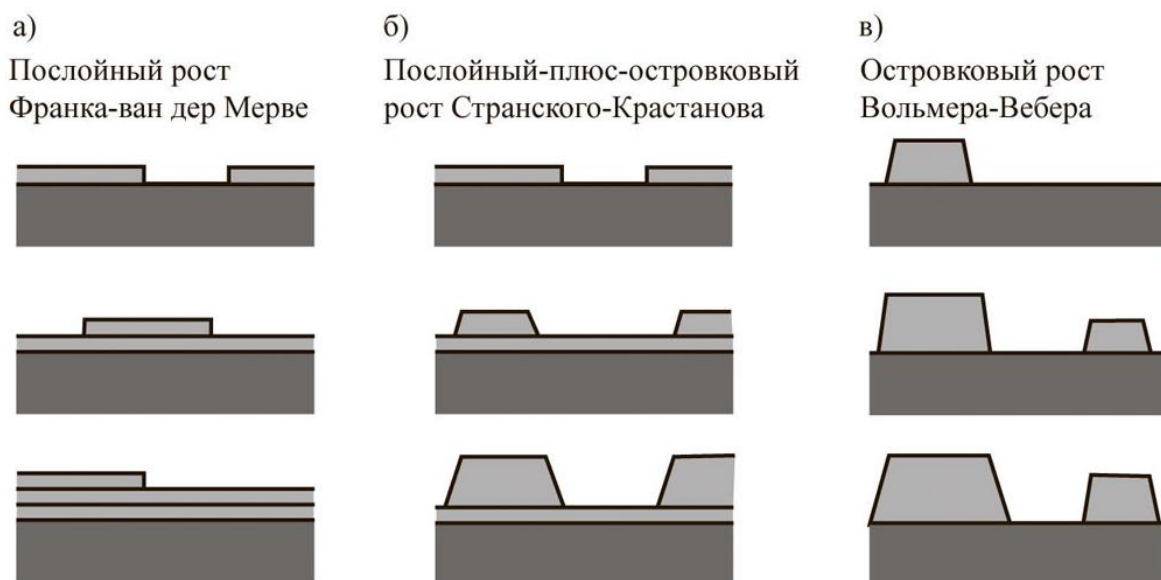


Рисунок 1.1 - Схематическое представление основных механизмов роста пленок

Первая модель Франка – ван дер Мерве описывает послойный рост пленки, в котором осуществляется последовательное заполнение всех вакансий в каждом монослое. Послойный рост относится к случаю, когда атомы пленки обладают более сильной связью с подложкой, чем друг с другом. В результате чего образование каждого слоя начинается только после завершения формирования

предыдущего слоя. Таким образом, обеспечивается строго двумерный рост. Однако, уже после формирования первого слоя механизм может измениться. В этом случае рост принимает островковый характер, реализуется механизм роста Странского — Крастанова [5]. Послойно - островковый механизм роста является промежуточным. После завершения формирования двумерного слоя происходит рост трехмерных островков. Природа и толщина двумерного слоя зависит от конкретных условий. Например, слой может представлять собой поверхностную реконструкцию с субмонослойным покрытием адсорбата или напряженной пленкой толщиной в несколько монослоев [6].

Модель Вольмера – Вебера описывает островковый рост пленок с первоначальным образованием поверхностных кластеров и их последующим слиянием в процессе роста. В этом случае трёхмерные островки зарождаются и растут прямо на поверхности подложки.

Тот или иной механизм роста преобладает в зависимости от свойств подложки, материала пленки и уровня внешнего энергетического воздействия на растущее покрытие.

Для описания последующих стадий роста пленки используется модель Торнтона, в которой выделяется четыре основных механизмов формирования структуры пленки в зависимости от температуры подложки и давления газа. При толщине пленки от единиц до нескольких нанометров определяющую роль играет стадия нуклеации, в которой задается структура и свойства покрытия. При дальнейшем увеличении толщины пленки возрастает влияние факторов, описываемых моделью Торнтона. Основным механизмом начальной стадии роста пленок многих металлов, в частности меди, является островковый. Такая пленка имеет шероховатую поверхность, пониженную плотность, высокое удельное сопротивление и разупорядоченную кристаллическую структуру. Именно этот факт приводит к тому, что характеристики пленок толщиной в единицы нанометров радикально отличаются от характеристик объемного материала. Таким образом, можно сделать вывод, что для управления структурой тонких пленок необходимо искать пути воздействия на процессы их нуклеации и роста.

Проблема управления свойствами тонких пленок в процессе их роста находится в центре внимания ученых, занимающихся физикой поверхности уже несколько десятилетий. Активность исследований в этом направлении поддерживается не только фундаментальным интересом к процессам, происходящим на поверхности твердых тел, но и широким кругом имеющихся и потенциальных применений таких покрытий.

1.2. Методы напыления тонких металлических пленок

В настоящее время используется несколько методов нанесения тонких пленок в вакууме, таких как термическое испарение, электронно–лучевое испарение, ионно-плазменные методы нанесения покрытий: дуговое испарение, катодное распыление, стационарное и импульсное магнетронное распыление. Каждый из перечисленных методов обладает характерными особенностями, обуславливающими его основные достоинства и недостатки. Далее подробнее рассмотрим перечисленные методы напыления покрытий.

Метод термического вакуумного напыления. Этот метод характеризуется простотой и высокой скоростью осаждения. Сущность данного метода заключается в нагреве вещества в вакууме до температуры, при которой кинетической энергии атомов и молекул вещества становится достаточно для их отрыва от поверхности мишени и движения до подложки. При этом давление паров испаренного вещества на несколько порядков превышает давление остаточных газов в камере. Атомарный поток распространяется прямолинейно, а при столкновении с поверхностью подложки атомы и молекулы конденсируются на ней. Главными преимуществами данного метода является его простота, доступность и высокая скорость осаждения, что обуславливает его широкое применение в тонкопленочных технологиях. Однако, пленки, полученные термическим вакуумным напылением, имеют, как правило, неоднородный химический состав и недостаточную стабильность [1,2].

Электронно-лучевое испарение. В данном методе нагрев вещества осуществляется мощным электронным пучком. Обеспечивается высокая скорость осаждения, но низкий энергетический КПД (1...5%), поскольку основная часть энергии расходуется на нагрев тигля, рентгеновское и УФ излучение, а также образование вторичных электронов (до 25% энергии первичного пучка). При этом вторичные электроны воздействуют на подложку, нагревая её до высокой температуры и вызывая образование радиационных дефектов в формирующейся пленке [**Ошибка! Закладка не определена.**].

Вакуумно-дуговое нанесение покрытий (катодно-дуговое осаждение) — это физический метод нанесения покрытий (тонких плёнок) в вакууме, путём конденсации на подложку (изделие, деталь) материала из плазменных потоков, генерируемых на катоде-мишени в катодном пятне вакуумной дуги сильноточного низковольтного разряда, развивающегося исключительно в парах материала электрода [1].

Наряду с высокой скоростью напыления и высокой степенью ионизации распыленного вещества дуговой метод имеет существенный недостаток, ограничивающий его применения в технологиях нанесения ультратонких пленок — наличие микрокапельной фазы в плазменном потоке.

Катодное распыление (ионное распыление). Данный метод основан на явлении распыления катода в результате бомбардировки его поверхности ионизированными атомами разряженного газа. Атомы, вылетающие с поверхности катода при его распылении, распространяются в окружающем пространстве и конденсируются на подложке. При подаче постоянного напряжения между катодом и анодом ($\sim 1 \dots 5$ кВ) возникает тлеющий разряд. Образующиеся при этом ионы бомбардируют катод и вызывают распыление атомов мишени [1,2,3]. Методы получения пленок ионным распылением материала мишени обладают рядом преимуществ перед другими методами. Во-первых, поскольку ионное распыление является низкотемпературным процессом, возможно синтезирование соединений, которые практически невозможно получить с помощью термического испарения. Наносимые пленки имеют более высокую адгезию к подложке,

обеспечивается постоянство химического состава распыляемого материала и более высокая однородность пленки по толщине. Поскольку распыление осуществляется не из точечного источника, возможно напыление пленок на поверхности большой площади.

Однако катодное распыление обладает недостатками. Оно вызывает эрозию электродов газонаполненных электровакуумных приборов, зондов, используемых для диагностики плазмы, и разрушение электродов. Высокоэнергетичные частицы, воздействуя на подложку, оказывают негативное влияние на качество напыляемого покрытия. Для снижения данных эффектов стараются уменьшить рабочее напряжение. Кроме того, катодное распыление характеризуется относительно низкой скоростью напыления.

Ионно-лучевой синтез. Ионно-лучевой синтез основан на получении тонких пленок с применением ионной имплантации. При ионно-лучевом синтезе энергия внедрения достигает единиц МэВ и более. Для того, чтобы концентрация имплантированных атомов была достаточной для формирования необходимого количества новой фазы, доза внедряемых ионов достигает 10^{16} ион/см². Величина дозы выбирается, исходя из задаваемой структуры синтезируемой пленки (толщина, фазовый состав, сплошность и т.п.). Синтезируемые фазы формируются в тонком приповерхностном слое (<1мкм) в аморфном или кристаллическом состоянии непосредственно в процессе имплантации. Для кристаллизации и улучшения структуры синтезируемого соединения применяют термический, световой, электронный или ионный отжиг.

К преимуществам ионно-лучевого синтеза можно отнести малое время процесса введения примесей, чистота технологии, низкая температура мишени. Недостатком данного метода является высокая стоимость оборудования.

Магнетронное распыление является технологией нанесения тонких плёнок на подложку с помощью катодного распыления мишени в плазме магнетронного разряда - диодного разряда в скрещенных полях. Одним из главных достоинств магнетронного распыления является возможность управления свойствами растущей пленки посредством выбора рабочих параметров (мощность,

давление, плотность ионного тока и т.д.), поэтому магнетронное распыление позволяет существенно продвинуться по пути создания покрытий с управляемыми свойствами. На рис. 1.2 изображена схема магнетронной распылительной системы (МРС) и схема процесса магнетронного распыления.

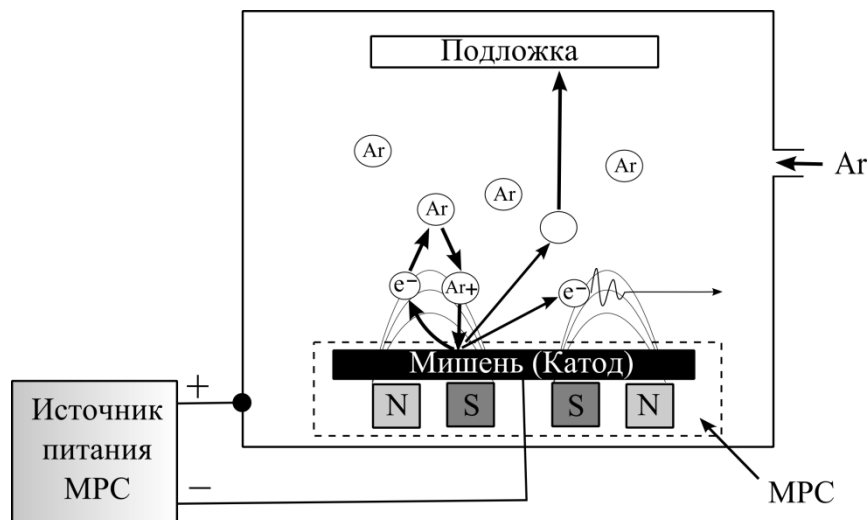


Рисунок 1.2 - Схема МРС и процесса магнетронного распыления.

С точки зрения механизма эмиссии электронов, магнетронный разряд представляет собой аномальный тлеющий разряд. Электроны покидают поверхность катода за счёт ионно-электронной эмиссии под действием ионной бомбардировки. Поскольку коэффициент ионно-электронной эмиссии весьма мал, ионный ток, протекающий на катод, как минимум на порядок превышает электронный ток. Баланс заряженных частиц в плазме обеспечивается ионизацией нейтральных атомов газа электронами, ускоренными электрическим полем в тёмном катодном пространстве.

В отличие от обычного тлеющего разряда, наличие поперечного магнитного поля в магнетронной распылительной системе (МРС) заставляет электрон искривлять свою траекторию под действием силы Лоренца. При достаточной величине магнитного поля электрон возвращается на катод с почти нулевой энергией и вновь начинает ускоренное движение под действием электрического поля. Электрон по циклоиде дрейфует вдоль поверхности катода в направлении, перпендикулярном как электрическому, так и магнитному полю. Находясь в «магнитной ловушке», электрон совершает столкновение с другими частицами.

После чего переходит на новую траекторию, расположенную чуть дальше от катода. Это продолжается до тех пор, пока не ослабнут магнитное и электрическое поля, за счет удаления от поверхности катода и экранирования плазмой. Благодаря «магнитной ловушке» в разрядной системе многократно возрастает эффективность ионизации эмитированными электронами, обеспечивается более высокая плотность плазмы, ионного тока на катоде, а следовательно, скорость распыления. МРС работает при относительно низких давлениях порядка 0,1 Па и ниже.

Одним из важных достоинств магнетронного распыления является уменьшение степени электронного воздействия на подложку. Поскольку, высокоэнергетичные вторичные электроны захватываются магнитной ловушкой, снижается электронная бомбардировка поверхности подложки, вызывающая её нагрев. Данное преимущество позволяет избежать перегрева подложек из материалов с низкой термостойкостью [1,2] .

Благодаря перечисленным достоинствам, метод магнетронного распыления обладает более широкими возможностями применения и является наиболее перспективным из рассмотренных.

В последние годы опубликован ряд работ, освещающих различные аспекты проблем, возникающих в процессе формирования тонких пленок методом магнетронного распыления. В работе [1] исследовано влияние структуры диэлектрической подложки на свойства тонких металлических пленок, наносимых методом магнетронного распыления на постоянном токе. Показано, что при неизменных параметрах процесса распыления, структура подложки существенно влияет на проводимость, структуру и термическую стабильность покрытий на примере пленок серебра. Установлено, что пленки серебра, осаждаемые на аморфном слое оксида цинка (Zn_2SnO_4) является кристаллической, но не имеет преимущественной ориентации, тогда как пленка, осаждаемая на кристаллическом оксиде цинка (ZnO), имеет выделенную структуру, зависящую от ориентации кристаллитов оксида цинка. Результаты данной работы показывают, что в качестве одного из методов управления текстурой пленок может быть использовано

нанесение дополнительного ориентирующего подслоя. В работе [1] исследовано влияние ионной бомбардировки на текстуру металлических пленок наносимых методом ионизованного магнетронного распыления. Приведены веские доказательства в пользу механизма изменения текстуры пленки основанного на повышении подвижности адатомов материала под действием ионной бомбардировки. Показано что максимально текстурированная пленка образуется при энергии бомбардирующих ионов 50 – 100 эВ. Однако из-за низких скоростей осаждения покрытия (менее 1 нм/сек) остается под вопросом возможность применения этого способа управления при высоких скоростях роста пленки и в импульсном режиме. Также исследовались пленки с большой толщиной (более 1 мкм), что не позволяет однозначно судить о важности предложенного механизма на стадии нуклеации. Влияние низкоэнергетичной ионной бомбардировки на формирование тонких пленок, в том числе на стадии нуклеации, более подробно исследовалось в работе [1]. Автором рассмотрены различные эффекты, инициируемые на поверхности твердого тела и границе подложка – пленка, в зависимости от энергии бомбардирующих ионов. Отмечено, что наиболее эффективно использовать для управления процессом нуклеации пленки бомбардировку ионами с энергиями в диапазоне от нескольких десятков до нескольких сотен электрон вольт. Такая бомбардировка позволяет увеличить количество центров нуклеации, повысить плотность пленки, но не приводит к образованию дополнительных дефектов.

Ионная бомбардировка поверхности растущей пленки не всегда может быть реализована в реальной технологии, в частности из-за невозможности подать ускоряющий потенциал на диэлектрическую подложку вследствие её зарядки. Альтернативой ионной бомбардировке может стать импульсное магнетронное распыление, так как это позволяет в несколько раз повышать концентрацию атомарных потоков на подложку по сравнению с режимом постоянного магнетронного распыления при одинаковой мощности. Известно, что это приводит к повышению плотности нуклеации и уменьшению размера зерна (или островков) на поверхности подложки. В результате уменьшается шероховатость

пленок, улучшается их сплошность и стойкость к атмосферным воздействиям [2,3]. Проведенные к настоящему времени исследования показали принципиальную возможность управления основными свойствами тонких металлических пленок в режиме импульсного магнетронного осаждения. Однако эта технология имеет технические ограничения в улучшении свойств пленок, которые связаны с низким отношением ионов к атомам в потоке распыленного материала.

Метод *сильноточного импульсного магнетронного распыления* (СИМР, в зарубежной литературе - High-power impulse magnetron sputtering, HIPIMS) в настоящее время рассматривается как перспективный способ увеличения степени ионизации распыленных атомов [2,3]. Концентрация плазмы вблизи мишени может на несколько порядков превышать значения, характерные для магнетронного распыления на постоянном токе [2], что и приводит к увеличению доли ионов в потоке распыленного материала [20,1]. Степень ионизации может достигать 90% [1], в то время как при магнетронном распылении на постоянном токе она не превышает нескольких процентов. Высокое отношение концентрации ионов к концентрации нейтралов при сильноточном импульсном магнетронном распылении позволяет наносить сверхплотные и гладкие металлические покрытия [2], пленки сложного состава [2] (оксиды, нитриды), а также управлять фазовым составом и увеличивать удельную проводимость покрытий [2]. Далее подробнее рассмотрим особенности сильноточного импульсного магнетронного распыления.

1.3. Сильноточное импульсное магнетронное напыление

Сильноточное импульсное магнетронное распыление – это новая PVD-технология для нанесения покрытий. Толчком к началу активного исследования и применения данного метода в последние десятилетия послужили работы [2,3]. Частота следования сильноточных импульсов может составлять от нескольких сотен герц до нескольких килогерц. При этом энергия каждого импульса может составлять до нескольких сотен Дж.

Для сравнения СИМР с классическим магнетронным разрядом на постоянном токе (DC) обратимся к таблице 1.1 Таблица 1.1, в которой отражены их типичные параметры.

Таблица 1.1 - сравнительные параметры сильноточного импульсного и стационарного магнетронного разряда.

Параметры	СИМР	DC
Рабочее давление	$(10^{-3}) 10^{-2} \div 10$ Па	$10^{-2} \div 10$ Па
Максимальная плотность тока	$J_{\max} \leq 10$ А/см ²	$J_{\max} \leq 1$ А/см ²
Напряжение горения разряда	0,3÷2 кВ	0,3÷0,6 кВ
Концентрация плазмы	$\leq 5 \cdot 10^{13}$ см ⁻³	$\leq 10^{11}$ см ⁻³
Электронная температура	$T_e \leq 5$ эВ	$T_e \leq 15$ эВ
Энергия в одном импульсе	≤ 20 Дж	-
Плотность мощности в разряде	1÷3 кВт/ см ²	< 0,1 кВт/ см ²
Длительность одного импульса	1 – 700 мкс	-
Степень ионизации распыленного материала	> 90%	< 1%

Принципиальным отличием СИМР от классического магнетронного распыления является высокая плотность мощности разряда, которая может достигать уровня нескольких кВт/см². Это в 100 раз больше, чем в традиционном магнетронном распылении на постоянном токе (DC) или в среднечастотном режиме (MF). Чтобы обеспечить столь высокую плотность мощности, относительная длительность импульса (отношение длительности импульса к периоду формирования импульсов) должна быть не более 0.1 (10%). При этом концентрация электронов вблизи мишени магнетрона может достигать уровня

$6 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$. Как уже было отмечено ранее, уровень ионизации атомов рабочего газа и распыленного материала поднимается до 90 %. Это приводит к увеличению степени ионного воздействия на подложку, что позволяет наносить сверхплотные и гладкие металлические покрытия, пленки сложного состава (оксиды, нитриды), управлять фазовым составом и увеличивать удельную проводимость покрытий.

Процесс формирования сильноточного импульсного магнетронного разряда кратко можно описать следующим образом. После подачи к разрядному промежутку напряжения от 500 – 2000 В происходит его пробой. Условия необходимые для инициирования пробоя подробно рассмотрены в работе [2]. После инициирования магнетронного разряда он переходит в сильноточную форму. Для надежного зажигания сильноточного разряда промежуток должен быть предварительно заполнен плазмой.

Длительность и амплитуда импульса разрядного тока ограничивается возникновением неустойчивостей, связанных с нарушением однородности разряда и переходом в дугу [2]. Переход от объемной (неконтрагированной) стадии горения к канальной сопровождается возникновением катодного пятна на поверхности мишени магнетрона. Катодные пятна формируются при переходе от автоэмиссии к взрывной электронной эмиссии. Необходимые для этого условия достигаются благодаря высокой концентрации ионов в катодном слое, а также за счет зарядки диэлектрических пленок, образующихся на поверхности мишени [2]. Согласно литературным данным критическая плотность тока, при которой происходит переход в дуговой разряд составляет приблизительно 100 А/см^2 [2].

На рис. 1.3 представлена вольт-амперная характеристика импульсного магнетронного разряда [2]. Величина амплитуды импульса разрядного тока представлена как функция разрядного напряжения.

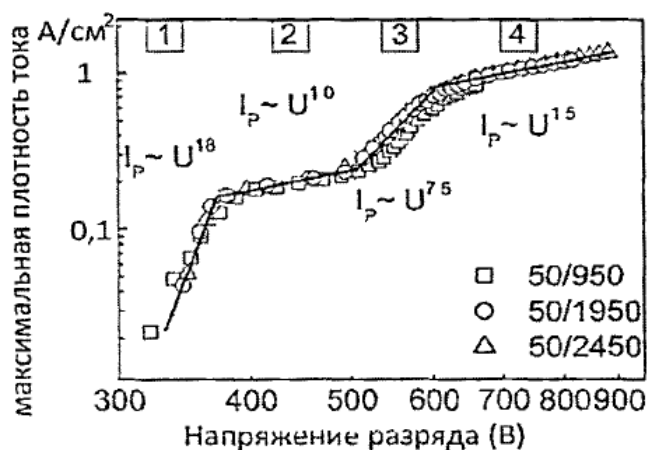


Рисунок 1.3 - Вольт-амперная характеристика $I(U)$ импульсного разряда.

Когда обеспечивается невысокая импульсная мощность, параметры плазмы близки к тем, которые достигаются в режиме стационарного магнетронного распыления (область 1). При увеличении максимального значения тока в области 2 возрастает сопротивление разрядного промежутка. В области 3 степень ионизации плазмы увеличивается, вместе с тем уменьшается её сопротивление. Дальнейшее увеличение амплитуды импульсов тока приводит к установлению режима, в котором доминирует самораспыление атомами мишени. Т.е. плазма становится преимущественно металлической.

В работе [1] показано, что с течением времени разряд переходит в чисто металлическую фазу. В экспериментах использовался импульсный источник питания, позволяющий регулировать амплитуду и длительность импульсов напряжения. На рис. 1.4 приведена осциллограмма импульсов разрядного тока при различной амплитуде импульсов напряжения для меди.

С помощью представленных осциллограмм рассмотрим различные стадии процесса сильноточного импульсного распыления. После подачи напряжения к разрядному промежутку электроны начинают набирать большую энергию на длине свободного пробега. Интенсивная ионизация рабочего газа приводит к резкому росту концентрации плазмы и увеличению электронной температуры. Начинается процесс распыления материала мишени.

За счет интенсивного распыления катода начинается постепенное замещение рабочего газа распыленным металлом. Происходит нагрев газа и вытеснение его распыленными частицами меди. Благодаря более низкому потенциалу ионизации металла начинается интенсивный рост концентрации плазмы, и, как следствие, увеличивается степень ионизации.

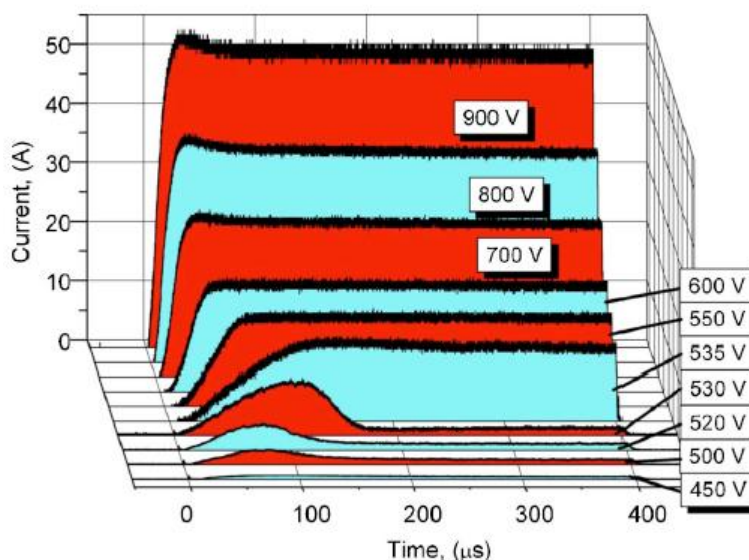


Рисунок 1.4 - Осциллограмма разрядного тока для различных напряжений разряда:
рабочий газ – Ar; материал мишени – Cu.

Приблизительно через 50 мкс после начала импульса происходит практически полное замещение рабочего газа металлом. Ток достигает своего максимального значения.

Как показано на осциллограмме, при амплитуде импульсов более 530 В не происходит падения разрядного тока после 100 мкс длительности импульса. Это указывает на то, что разряд переходит в режим самораспыления. Устанавливается сложное распределение токов в ловушке.

В работе [36] проведен анализ металлических пленок, напыленных различными плазменными методами. Анализ показал, что покрытия, нанесенные с помощью сильноточного разряда, имеют в среднем на 5-15 % более плотную структуру.

При нанесении ультратонких пленок важной задачей является обеспечение высокой прочности сцепления покрытия с подложкой. Импульсный магнетронный разряд высокой мощности является эффективным средством увеличения адгезии [36,37]. Бомбардировка поверхности подложки при сильноточном разряде происходит непосредственно ионами металла, поэтому в приповерхностных слоях не происходит накопление аргона и реструктуризации поверхности, свойственная очистке в аргоновом разряде.

Таким образом, сильноточное магнетронное распыление является наиболее перспективным среди перечисленных методов формирования ультратонких пленок. Перспективность данного метода обусловлена, не только необычными свойствами сильноточного разряда по сравнению со стационарным магнетронным разрядом, но и с возможностями, которые в первую очередь становятся доступны за счет его свойств.

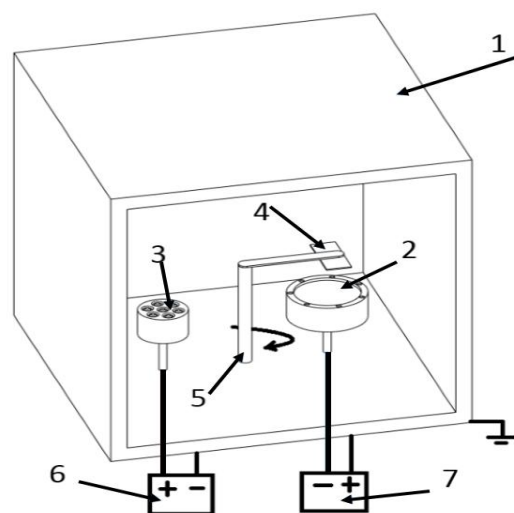
2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ НАПЫЛЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕДИ МЕТОДОМ СИЛЬНОТОЧНОГО ИМПУЛЬСНОГО МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

2.1. Схема экспериментальной вакуумной установки

В процессе выполнения работы была собрана экспериментальная установка на базе вакуумной камеры ННВ–6.6–И1. На рис. 2.1 приведен внешний вид реализованной экспериментальной установки и схема расположения технологических устройств внутри вакуумной камеры.



а)



б)

Рисунок 2.1 - а) Внешний вид экспериментальной установки; б) Схема вакуумной камеры: 1 - вакуумная камера, 2 - МРС с медным катодом, 3 - ионный источник с замкнутым дрейфом электронов, 4 - подложка, 5 - вращаемый подложкодержатель, 6- источник питания ионного источника, 7 - импульсный источник питания магнетрона.

МРС (2) была установлена на дно вакуумной камеры, которая одновременно являлась анодом разрядной системы. Катод магнетрона представлял собой медный диск диаметром 100 мм и толщиной 6 мм с прямым водяным охлаждением. Аксиально-симметричная магнитная система магнетронов состояла

из кольцевых центрального и периферийного постоянных магнитов (NdFeB) и магнитопровода. Предельно допустимая средняя рабочая мощность МРС составляла 3 кВт. Магнетрон подсоединялся к сильноточному импульсному источнику питания (7). Далее в работе подробно рассматривается конструкция и параметры импульсного источника электропитания.

Корпус вакуумной камеры выполнен в виде водоохлаждаемого цилиндра диаметром 600 мм и высотой 600 мм. Корпус и дверца с двойными стенками, образующими полость водоохлаждения (или подогрева при откачке камеры). С задней стороны камера снабжена патрубком для присоединения вакуумной системы. В боковой стенке имеется два фланца диаметром 300 мм (по отверстиям крепежа) для установки технологических источников. Дверца и верхняя плоскость корпуса также имеют фланцы. Напыляемый образец размещается на поворотном столе с регулируемой скоростью вращения.

Система водоохлаждения состоит из панели водораспределения и трубопроводов. Все водоохлаждаемые узлы установки питаются от магистрали. В панели водораспределительной установки предусмотрена воронка для визуального контроля протока воды, а также датчики сигнализаторов уровня, которые при прекращении подачи воды включают звуковую и световую сигнализации.

Расход воды регулируется вентилями, установленными на коллекторе водораспределителя. Для ускорения обезгаживания внутренней поверхности камеры и дверцы предусмотрен обогрев горячей водой путем естественной циркуляции по замкнутому контуру.

2.2. Вакуумная система и система газового питания

Вакуумная система и система газового питания изображена на рис. 2.2.

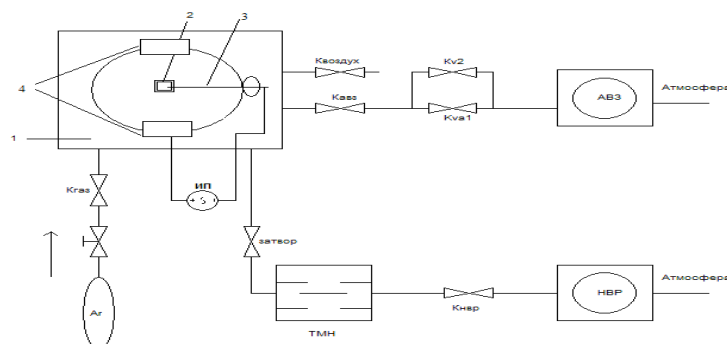


Рисунок 2.2 - Схема вакуумной системы и системы газонапуска:

— — - электромагнитные вакуумные клапаны и затворы; — — - регулятор расхода газа; ↑ - напуск рабочих газов; НВР, АВЗ – форвакуумные насосы; ТМН – турбомолекулярный насос; 1 – вакуумная камера; 2 - образец; 3 – держатель образца; 4- МРС с источником питания

В вакуумной камере предварительное разряжение создается форвакуумным насосом АВЗ, который обеспечивает скорость откачки 1200 л/с, с предельным разряжением 1 Па. Для создания высокого вакуума используется высоковакуумный турбомолекулярный насос ТМН-500, обеспечивающий скорость откачки 500 л/с. и предельное давление 10^{-3} Па. Контроль давления в вакууме осуществляется с использованием вакуумного преобразователя ПМИ-2. Напуск рабочего газа или смеси осуществляется через натекатели расходомеры РРГ-10. С помощью натекателя подается в вакуумную камеру воздух, для разгерметизации установки и проведения экспериментов с воздушной смесью. Газовый разряд в вакуумной камере зажигается в атмосфере аргона.

2.3. Источник электропитания для сильноточного импульсного магнетронного распыления

Для возбуждения сильноточного импульсного магнетронного разряда используется импульсный источник электропитания АРЕL–М-5НІРІMS (см.

рис. 2), разработанный в лаборатории прикладной электроники ИСЭ СО РАН.



Рисунок 2 - Внешний вид источника питания для возбуждения сильноточного импульсного магнетронного разряда.

В таблице 2.1 приведены основные параметры импульсного источника электропитания для сильноточного магнетронного распыления. Для получения высокой импульсной мощности источник питания обеспечивает увеличенное выходное напряжение (до 1000 В), а амплитуда выходного тока может достигать 1 кА.

Таблица 2.1 - Характеристики источника питания для возбуждения сильноточного импульсного магнетронного разряда.

Параметр	Значение
Входное напряжение	3-х фазная сеть 380/220 В, 50 Гц
Входное напряжение	3-х фазная сеть 380/220 В, 50 Гц
Максимальная мощность	2 кВт
Диапазон регулирования вых. напряжения	300 ÷ 1000 В
Диапазон изменения выходного тока	0 ÷ 800 А
Тип выходного напряжения	импульсно-периодическое
Полярность вых.имп.	отрицательная
Длительность импульса	3 ÷ 250 мкс с шагом 1 мкс

Диапазон регулирования частоты импульсов	$1 \div 15$ кГц с шагом 1 Гц
Режимы стабилизации	напряжения
Точность стабилизации	3%
Устройство индикации	ЖК-дисплей
Охлаждение	воздушное
Масса	не более 30 кг
Корпус 19"	6U (287 мм х 450 мм х 483 мм)

На рис. 2.4 приведена схема выходного формирователя импульсов источника питания, являющегося ключевым звеном в схеме источника питания.

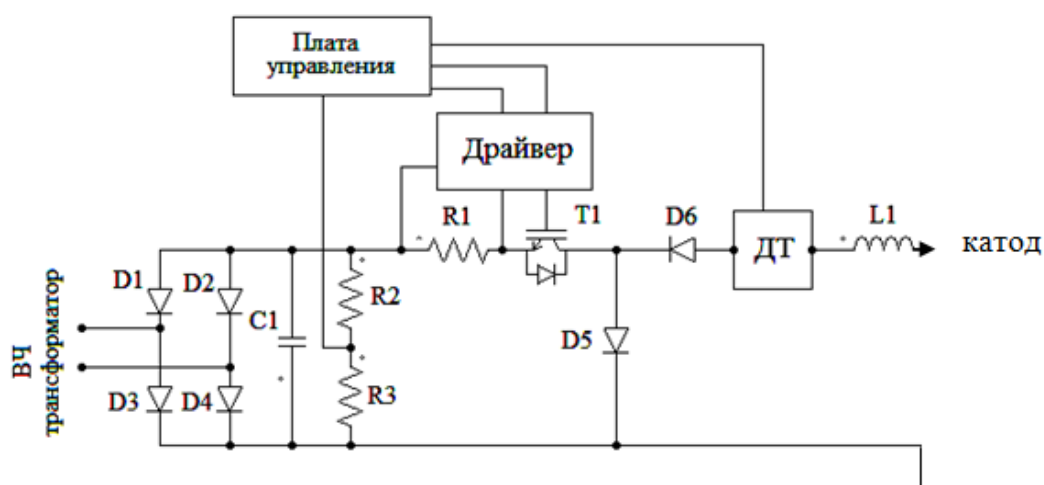


Рисунок 2.4 - Схема выходного преобразователя ИП для СИМР.

На входе формирователя расположен высокочастотный выпрямительный мост, заряжающий накопительную емкость C_1 (2 мФ). Таким образом, энергозапас емкости может превышать 1 кДж. В качестве ключа T_1 , соединяющего накопительную емкость с нагрузкой, используется IGBT модуль с импульсным рабочим током до 1 кА. Выходная паразитная индуктивность источника питания L_1 составляет приблизительно 5 мкГн. Она ограничивает максимальную скорость роста выходного тока на уровне 200 А/мкс. Для безопасного размыкания T_1 в конце импульса или в случае возникновения дугового разряда в схеме

предусмотрен обратный диод D_5 . Через него протекает ток, разогнанный в выходной цепи источника питания, когда T_1 находится в разомкнутом состоянии. Рассматриваемый источник питания является источником напряжения с низким внутренним сопротивлением.

3. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СИЛЬНОТОЧНОГО ИМПУЛЬСНОГО МАГНЕТРОННОГО РАЗРЯДА И УЛЬТРОТОНКИХ ПЛЕНОК

3.1. Методы исследования параметров разряда и режимы напыления покрытий

В процессе экспериментов было проведено исследование параметров сильноточного импульсного магнетронного разряда.

Основными параметрами, которые изменялись в ходе экспериментов по исследованию характеристик сильноточного импульсного магнетронного разряда и напыляемых покрытий, были: амплитуда тока импульсного разряда и частота следования импульсов. Регулировка давления в вакуумной камере осуществлялась изменением расхода рабочего газа, который напускался непосредственно в камеру. Рабочее давление составляло 0.2 Па. Максимальный импульсный ток разряда изменялся в диапазоне от 5 до 700 А, частота следования импульсов регулировалась в диапазоне от 0,5 до 5 кГц. Длительность выходных импульсов в процессе экспериментов оставалась постоянной 20 мкс.

В процессе эксперимента проводилось измерение напряжения и тока на выходе импульсного источника питания. Для этого использовался осциллограф LeCroy WA1002 с пробниками напряжения Hoden H-9258 и Hoden H-9250 [97] и пояса Роговского с чувствительностью 10 и 100 А/В. Полученные осциллограммы сохранялись в электронном виде на USB-устройстве, подключенному к осциллографу, и далее обрабатывались на компьютере в редакторе Microsoft Office Excel 2007.

В процессе экспериментов проводилось измерение плотности ионного тока, протекающего на подложку в течение импульса. Для определения плотности ионного тока ρ_i на подложке были проведены зондовые измерения с использованием плоского зонда с охранным кольцом. Центральный электрод зонда, изготовленный из нержавеющей стали, имел площадь 5.5 см². Для минимизации краевых эффектов он был окружен охранным кольцом,

находящимся под тем же потенциалом. Зонд располагался на месте подложки таким образом, чтобы его поверхность лежала в плоскости подложки.

Нанесение тонких покрытий осуществлялось путем сканирования подложки над магнетроном за один проход. При этом скорость напыления покрытия и толщина пленки при постоянной мощности магнетронного разряда регулировалась скоростью сканирования подложки. В качестве подложек использовались образцы из архитектурного стекла размером 20x20x4 мм, расположенные на расстоянии 80 мм от магнетрона.

Выбор стеклянных подложек связан с тем, что результаты исследований по работе были использованы для создания задела по технологиям производства теплосберегающих покрытий повышенной стойкости на основе меди на архитектурных стеклах. Часть экспериментов по осаждению пленок проводились на подложках, подвергнутых предварительной ионно-плазменной модификации (ионной очистке). Это связано с тем фактом, что свойства подложки во многих случаях определяют процесс нуклеации, роста и последующей деградации пленки.

3.2. Методы исследования покрытий

Для исследования оптических и электрических свойств ультратонких пленок меди использовалось специализированное оборудование.

Интегральный коэффициент отражения покрытия в диапазоне длин волн от 2,5 мкм до 20 мкм определялся инфракрасным Фурье-спектрометром ФСМ 2201.

Поскольку обычные методы измерения толщин покрытий не подходят для исследования пленок с нанометровой толщиной, толщина пленок измерялась с помощью атомно-силового микроскопа Solver P47. Для этого предварительно удалялась часть покрытия. В результате между покрытием и подложкой образовалась ступенька. Далее, с помощью атомно-силового микроскопа снималась картина рельефа пленки и подложки. Из полученной картины вычислялась высота ступеньки, которая определяла толщину пленки.

Измерение удельного сопротивления покрытий проводились

четырёхзондовым методом при комнатной температуре.

Для исследования структуры поверхности покрытий использовались методики на основе атомно-силовой микроскопии. Поскольку данный метод позволяет исследовать структуру ультратонких (до 10 нм) плёнок на микро- и наноуровне.

Для исследования рельефа поверхности покрытия использовалась оптическая микроскопия поверхности.

4. ИССЛЕДОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ СИМР И УЛЬТРОТОНКИХ ПЛЕНОК МЕДИ

4.1. Временные и вольтамперные характеристики сильноточного импульсного магнетронного разряда

На начальном этапе работы были получены временные и вольтамперные характеристики СИМР. На рис. 4.1. приведена осциллограмма, демонстрирующая типичную форму импульса тока СИМР при питании прямоугольными импульсами напряжения длительностью 20 мкс. Как можно видеть, разрядный ток нарастает экспоненциально в течение всего импульса. По мере роста разрядного тока происходит увеличение интенсивности распыления катода и замещение распыленным материалом рабочего газа. Скорость роста тока и концентрации плазмы увеличивается, поскольку распыленный металл обладает более низким потенциалом ионизации, по сравнению с рабочим газом.

Как показано на рис. 4.1, увеличение разрядного тока сопровождается спадом напряжения на разрядном промежутке.

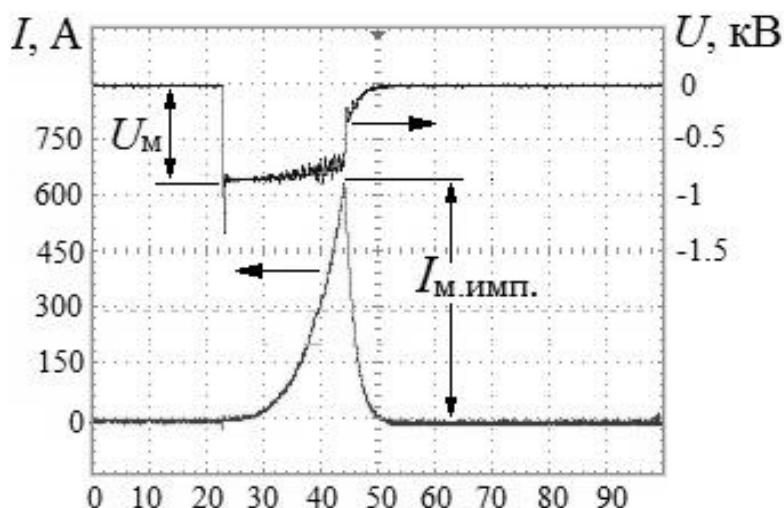


Рисунок 4.1 - Характерные осциллограммы напряжения и тока СИМР
при длительности импульса 20 мкс.

Снижение напряжения связано с частичной разрядкой накопительной емкости источника питания и падением напряжения на паразитной индуктивности

проводов, соединяющих источник питания с МРС. За время импульса разряд не успевает перейти в квазистационарную фазу. Поэтому форма импульса тока при заданной длительности импульса имеет практически треугольную форму. На осциллограмме показаны основные параметры импульсов напряжения и тока: амплитуда импульса напряжения U_m и амплитуда импульса тока $I_{m.имп.}$.

На рис. 4.2 представлена вольтамперная характеристика сильноточного импульсного магнетронного разряда, отражающая зависимость амплитуды импульса тока $I_{m.имп.}$ от максимального напряжения U_m при длительности импульса 20 мкс. Как показано на графике, увеличение амплитуды импульса напряжения U_m от 550 до 850 В вызывает увеличение разрядного тока от 20 до 700 А. Безусловно, увеличение амплитуды импульсов тока связано с увеличением скорости роста разрядного тока.

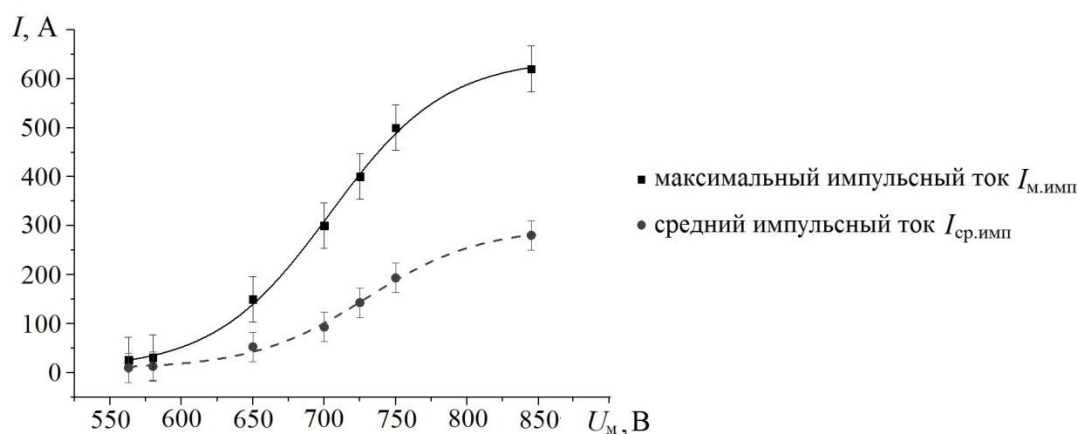


Рисунок 4.2 - Вольтамперная характеристика сильноточного магнетронного разряда при длительности импульса 20 мкс и рабочем давлении 0.2 Па.

Среднее значение тока в течение импульса увеличивается от 6 до 280 А. Максимальный и средний токи увеличиваются практически пропорционально. При увеличении напряжения выше 750 В рост тока замедляется, поскольку увеличивается влияние паразитной индуктивности соединительных проводов. Дело в том, что при высокой скорости роста тока часть напряжения источника питания выделяется на паразитной индуктивности. В результате уменьшается напряжение, прикладываемое к разрядному промежутку, и ограничивается скорость роста тока.

Стоит отметить, что при увеличении пикового тока выше предельного значения 700 А происходит переход разряда от тлеющей формы к дуговой (с образованием катодного пятна).

Как уже отмечалось ранее, увеличение разрядного тока и плотности мощности на катоде магнетрона приводит к увеличению концентрации плазмы в разрядном промежутке и повышению плотности ионного тока, протекающего на подложку. На рис. 4.3 приведена осциллограмма импульса разрядного тока и ионного тока, протекающего на плоский зонд с охранным кольцом, расположенный на расстоянии 100 мм от поверхности катода МРС.

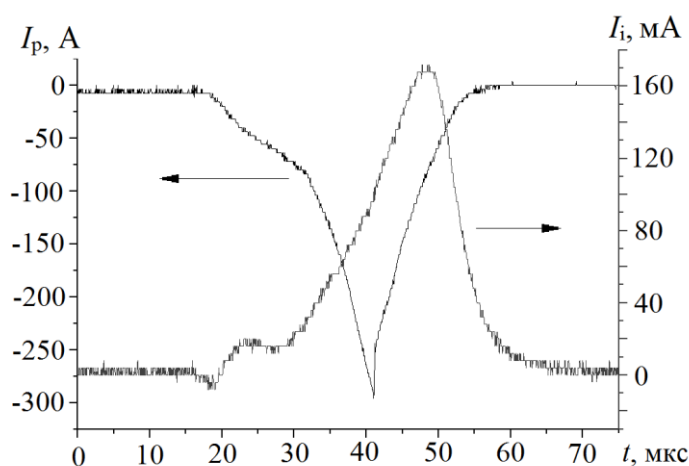


Рисунок 4.3 - Осциллограмма импульса тока сильноточного магнетронного разряда и импульса ионного тока, протекающего на подложку.

Для исключения электронной составляющей тока, протекающего на зонд, к нему был приложен потенциал смещения (-40 В) обеспечиваемый лабораторным источником питания.

Как можно видеть на осциллограмме, при амплитуде разрядного тока 300 А максимальное значение ионного тока на зонд достигает 170 мА. Запаздывание между максимумом разрядного тока и максимумом ионного тока на зонд составляет приблизительно 6 - 8 мкс. Очевидно, что запаздывание пика ионного тока связано с конечной скоростью разлета плазмы, генерируемой вблизи катода. В данном случае скорость движения плазмы по направлению к подложке составляет приблизительно 0.6 – 0.8 см/мкс.

Исходя из площади зонда, была получена зависимость максимальной плотности ионного тока $\rho_{i, \text{макс.}}$, протекающего на зонд, от амплитуды разрядного тока, показанная на рис. 4.4. Максимальная плотность ионного тока на подложку $\rho_{i, \text{макс.}}$ практически линейно зависит от амплитуды импульса разрядного тока $I_{\text{м.имп.}}$.

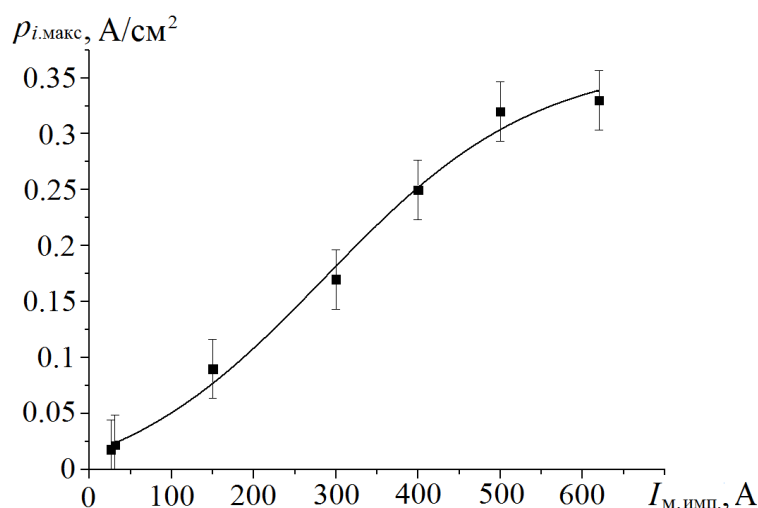


Рисунок 4.4 - Зависимость максимальной плотности ионного тока, протекающего на зонд, от амплитуды импульса разрядного тока.

При использовании импульсного питания одним из важных параметров, определяющих степень ионного воздействия на подложку, является частота формирования импульсов питания f . На рис. 4.5.а приведен график зависимости среднего разрядного тока и средней плотности ионного тока на зонд от частоты формирования импульсов при постоянной средней мощности разряда 500 Вт.

Поскольку средняя мощность в процессе эксперимента оставалась неизменной, увеличение частоты формирования импульсов f приводило к уменьшению коэффициента скважности импульсов. В результате происходило увеличение средней величины разрядного тока $I_{\text{ср.}}$, как показано на рис. 4.5.а, и уменьшалась амплитуда импульсов напряжения $U_{\text{м.}}$.

Вместе с увеличением среднего разрядного тока происходит рост средней плотности ионного тока на зонд (см. рис. 4.5.а). При этом, происходит снижение амплитудных значений разрядного тока и плотности ионного тока на зонде, как

показано на рис. 4.5.б.

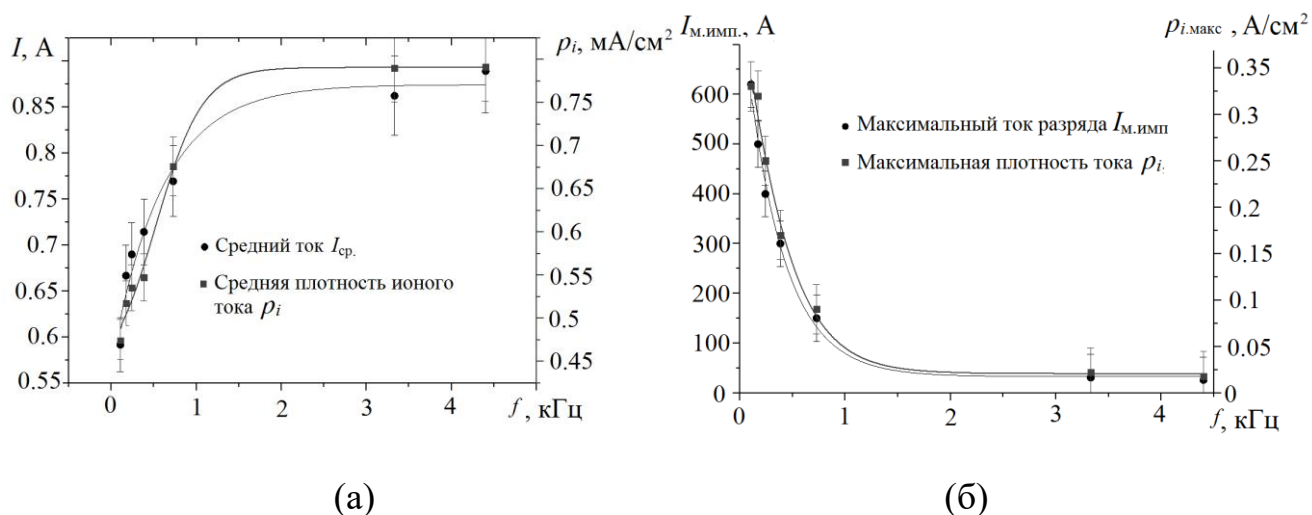


Рисунок 4.5 - а) Зависимость среднего разрядного тока и средней плотности ионного тока на зонд от частоты формирования импульсов; б) Зависимость амплитуды импульсов тока и максимальной плотности ионного тока на зонд от частоты формирования импульсов питания СИМР.

Для сравнения были определены параметры ионного воздействия на подложку в режиме стационарного магнетронного распыления (на постоянном токе). Плотность ионного тока на подложке при средней мощности магнетронного разряда 500 Вт составила 0.77 мА/см².

4.2. Влияние средней мощности разряда на свойства покрытий

На втором этапе работ производилось напыление тонких медных пленок толщиной от 3 до 15 нм. Распыление осуществлялось при фиксированной длительности импульса 20 мкс. Частота формирования импульсов регулировалась в диапазоне от 500 Гц до 5 кГц. Скорость напыления регулировалась путем изменения скорости вращения подложкодержателя, на котором располагались образцы (см. рис. 2.1.б).

Для исследования влияния средней мощности разряда на свойства покрытий было произведено напыление пленок при различной средней мощности разряда

(500 Вт и 1.5 кВт) и фиксированной частоте формирования импульсов (1.5 кГц). После напыления покрытия было произведено измерение их толщины, удельного сопротивления и отражение в ИК диапазоне длин волн. Как показано на рис. 4.6-а, пленки, полученные при средней мощности 1500 Вт, при одинаковой толщине обладают меньшим удельным сопротивлением, чем пленки, полученные при средней мощности 500 Вт.

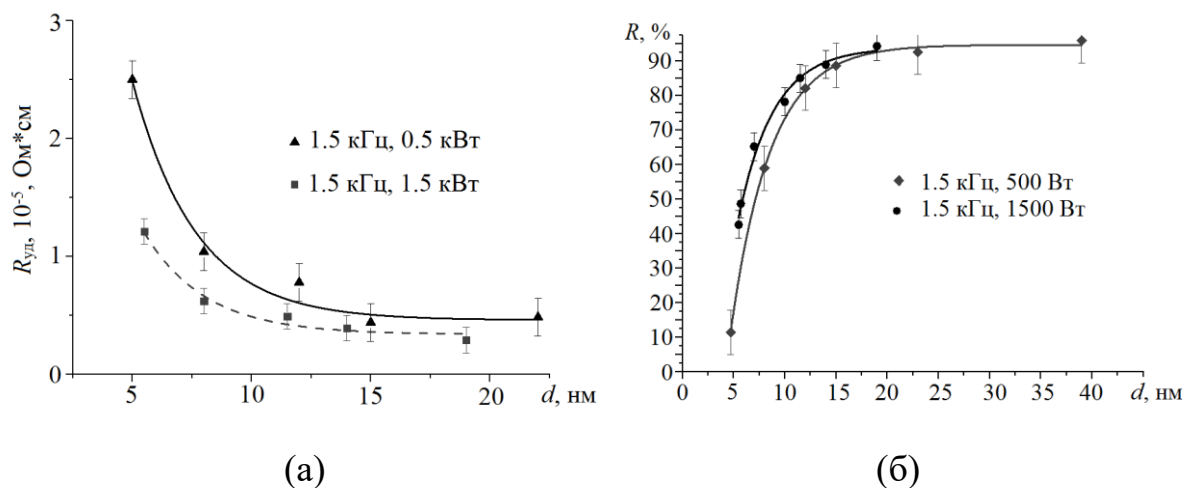


Рисунок 4.6 - а. Зависимость удельного сопротивления от толщины при различной мощности СИМР; б. Зависимость коэффициента отражения покрытий в ИК диапазоне, полученных при различной мощности СИМР.

На рис. 4.6-б приведены зависимости коэффициента отражения полученных покрытий в ИК диапазоне длин волн. В диапазоне от 5 до 20 нм пленки, полученные при 1.5 кВт средней мощности разряда, имеют более высокий коэффициент отражения, чем пленки, полученные при 500 Вт.

4.3. Влияние частоты формирования импульсов на параметры покрытий

Также было исследовано влияние частоты формирования импульсов при фиксированной средней мощности разряда на параметры покрытий. Для этого была получена серия образцов в четырех различных режимах, включая режим стационарного магнетронного распыления (DC). На рис. 4.7 приведена

зависимость удельного сопротивления $R_{уд}$ медных покрытий от толщины и параметры режимов распыления.

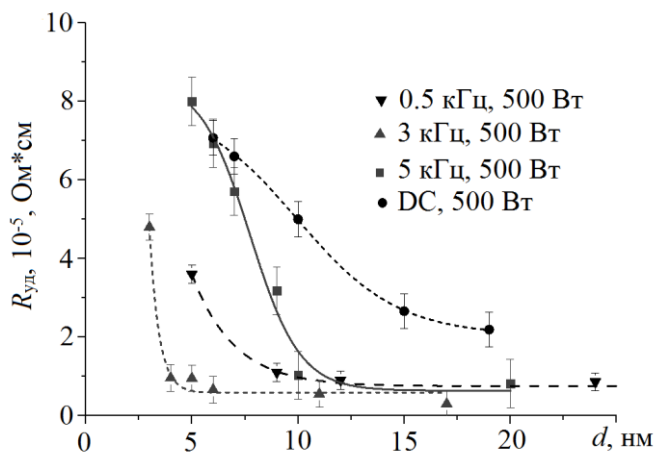


Рисунок 4.7 - Зависимость удельного сопротивления медных пленок от толщины покрытий, полученных в различных режимах распыления.

Известно, что пленки меди, как и большинства металлических покрытий, начинают свой рост с изолированных островков, которые по мере роста соединяются в замкнутые цепочки, сеточную структуру, после чего образуется сплошная пленка. Когда формирование пленки находится на стадии изолированных островков, покрытие обладает большим удельным сопротивлением и низким значением коэффициента отражения в ИК диапазоне длин волн.

По мере увеличения толщины покрытия происходит уменьшение коэффициента прозрачности в видимом диапазоне длин волн и начинает происходить ослабление прохождения света сквозь покрытие вследствие его рассеяния на этих островках.

При этом прозрачность покрытия еще велика, а коэффициент отражения в ИК области имеет низкие значения. По мере того как площадь, занимаемая островками растущей пленки, увеличивается, прозрачность системы в видимом диапазоне длин волн резко падает, а в инфракрасном резко увеличивается.

На стадии коалесценции островков формируется сплошная пленка, это сопровождается резким снижением удельного сопротивления покрытия и

увеличением коэффициента отражения ИК излучения. Толщина, при которой образуется сплошное покрытие, как показано на рис. 4.7 и рис. 4.8, в зависимости от режима распыления лежит в диапазоне от 5 до 20 нм. При частоте 3 кГц, сплошная пленка образуется уже при толщине 5 нм. При этом пленки, полученные в данном режиме, обеспечивают максимальное значение коэффициента отражения в ИК диапазоне (см. рис. 4.8).

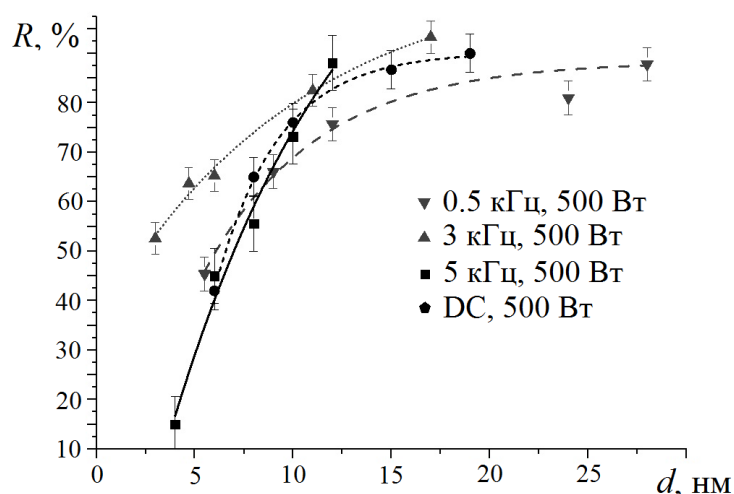


Рисунок 4.8 - Зависимость отражения в ИК-диапазоне от толщины покрытий, полученных в различных режимах распыления.

Таким образом, исходя из оптических и электрических свойств полученных пленок меди, оптимальная частота формирования импульсов при средней мощности магнетронного разряда 500 Вт и длительности импульсов 20 мкс составляет 3 кГц.

Чтобы понять причины изменения свойств пленок при изменении параметров магнетронного разряда, необходимо оценить степень ионного воздействия на подложку в процессе формирования покрытия.

4.4. Скорость напыления покрытий и степень ионного воздействия на подложку

Степень ионного воздействия на подложку можно охарактеризовать отношением плотности ионного потока на подложку Φ_i к плотности потока атомов меди Φ_{Cu} , образующих покрытие. Поток атомов меди на поверхность подложки можно оценить, зная скорость роста покрытия v и его плотность ρ . Для упрощения пренебрежем наличием примесей в покрытии и примем, что его плотность соответствует плотности исходного материала мишени:

$$\Phi_{Cu} \approx \frac{v \cdot \rho_{Cu}}{m_{Cu}} \quad (4.1)$$

где $m_{Cu} = 1.05 \cdot 10^{-25}$ кг – масса атома меди, $\rho_{Cu} = 8.6 \cdot 10^6$ кг/м³ – плотность меди. Величину потока ионов можно оценить, исходя из средней плотности ионного тока, протекающего на подложку (см. рис. 4.5-а.):

$$\Phi_i = \frac{\rho_i}{e} \quad (4.2)$$

где ρ_i – средняя плотность ионного тока, протекающего на подложку, и $e = 1.6 \cdot 10^{-19}$ кг/м³ – заряд электрона.

В таблице 4.1 приведены основные параметры режимов напыления, в которых были получены исследуемые покрытия.

Таблица 4.1 - Параметры режимов напыления покрытий.

f , кГц	Ср. имп. плот. мощ., Вт/см ²	Ср. имп. Ток $I_{ср.имп.}$, А	Ср. плот. ионного тока, мА/см ²	Deposition rate v , нм/с	Поток атомов на подложку F_{Cu} , 10^{16} см ⁻² с ⁻¹	Поток ионов на подложку F_i , 10^{16} см ⁻² с ⁻¹	Отнош. ион/атом F_i/F_{Cu}
0,5	980	61	30	1.8	1.5	18.8	12.7
1,5	330	25	13	2.8	2.5	8.1	3.2
3	170	17	6.5	3.6	2.8	4.1	1.5

5	100	10	3	4.3	3.5	1.9	0.54
20	25	2.5	1	4.7	3.9	0.63	0.16
DC	10	1.3	0.8	4.9	4.0	0.56	0.14

На рис. 4.9 приведена зависимость скорости напыления покрытия от частоты формирования импульсов при постоянной средней мощности магнетронного разряда 500 Вт. Как показано на графике, при уменьшении частоты формирования импульсов ниже 5 кГц происходит значительное снижение скорости осаждения покрытий. Это является одной из особенностей СИМР. Дело в том, что большинство распыленных атомов материала ионизируются, поэтому на них влияет электрическое поле, действующее между анодом и катодом разрядной системы. Под воздействием электрического поля большинство ионизированных атомов меди возвращается обратно на мишень МРС. При увеличении частоты формирования импульсов до 20 кГц и более степень ионизации распыленного материала уменьшается до уровня нескольких процентов, характерного для режима постоянного тока. Соответственно увеличивается скорость распыления материала. Как показано на рис. 4.9, в зависимости от частоты формирования импульсов при постоянной средней мощности магнетронного разряда скорость напыления покрытий в режиме СИМР составляет от 40 до 90 % от скорости напыления в режиме постоянного тока.

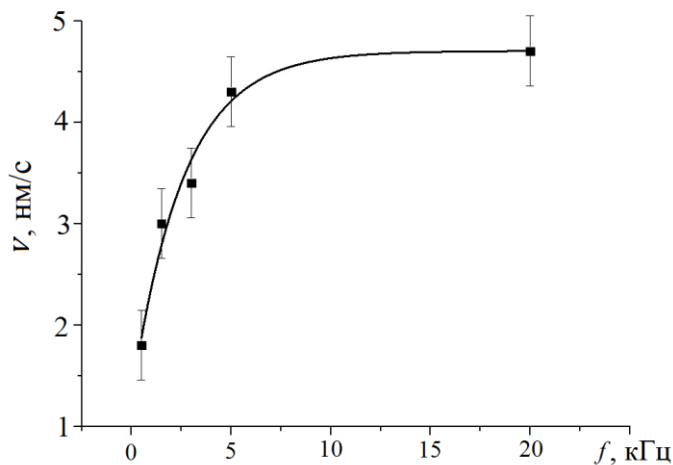


Рисунок 4.9 - Зависимость скорости напыления покрытия от частоты формирования импульсов при постоянной средней мощности разряда 500 Вт.

На рис. 4.10 приведены зависимости плотности потока ионов и атомов меди на поверхность подложки от частоты формирования импульсов. Как показано на графике, при увеличении частоты импульсов происходит увеличение плотности потока ионов и плотности потоков атомов меди, формирующих покрытие. В диапазоне от 500 Гц до 3 кГц поток ионов на подложку увеличивается интенсивно. При частоте импульсов более 3 кГц ионный поток практически не увеличивается. Поток атомов на подложку при увеличении частоты увеличивается интенсивно в диапазоне от 500 Гц до 10 кГц. При частоте более 10 кГц рост потока атомов практически прекращается и соответствует потоку атомов в режиме постоянного тока.

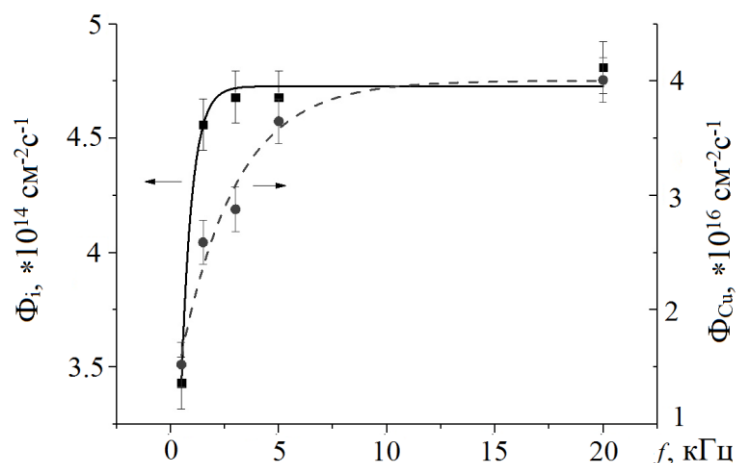


Рисунок 4.10 - Зависимости потока ионов и потоков атомов, протекающих на подложку, от частоты формирования импульсов при фиксированной средней мощности разряда 500 Вт.

На рис. 4.11 приведена зависимость отношения Φ_i/Φ_{Cu} от частоты формирования импульсов. Как показано на рисунке, при увеличении частоты импульсов от 500 Гц до 10 кГц происходит снижение коэффициента Φ_i/Φ_{Cu} на 50 %.

Исходя из зависимости, представленной на рис. 4.11, можно сделать следующий вывод: снижение скорости напыления покрытия и плотности потока атомов меди на подложку превалирует над снижением средней плотности ионного тока на подложку и плотности потока ионов, бомбардирующих её поверхность, в результате отношение Φ_i/Φ_{Cu} возрастает.

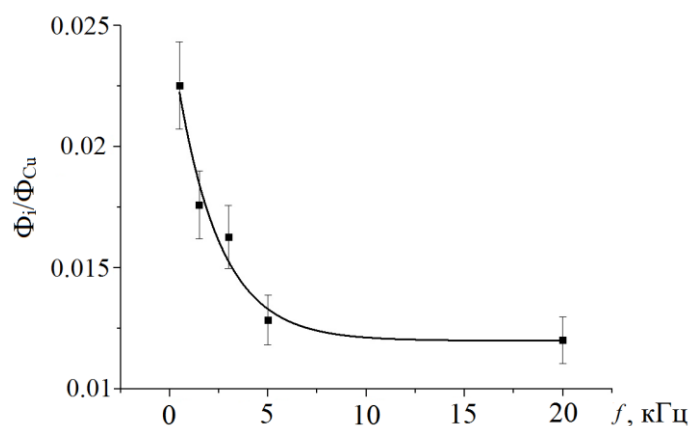


Рисунок 4.11 - Зависимость отношения потока ионов к потоку атомов меди на поверхности подложки от частоты формирования импульсов.

Несмотря на увеличение отношения Φ_i/Φ_{Cu} при снижении частоты формирования импульсов ниже уровня 3 кГц происходит снижение качества напыляемого покрытия. Пленки, полученные при частоте 5 кГц, обладают более высоким удельным сопротивлением и меньшим значением коэффициента отражения ИК излучения, по сравнению с пленками, полученными при частоте импульсов 3 кГц, как показано на графиках (см. рис. 4.12 и рис. 4.13).

Мы предполагаем, что снижение качества напыляемых покрытий при снижении частоты формирования импульсов ниже 3 кГц связано с процессами, протекающими на подложке в течение паузы между импульсами разрядного тока. Как отмечалось ранее, во время формирования импульса в процессе СИМР происходит вытеснение рабочего газа распыленным материалом, в том числе в области подложки. Во время паузы рабочий газ постепенно заполняет вытесненное пространство. Кроме рабочего газа (Ar) в вакуумной камере могут присутствовать молекулы остаточного газа, которые могут вступать реакцию с атомами меди, образуя химические соединения на поверхности подложки и газовые включения в покрытиях, тем самым вызывая увеличение его сопротивления. При фиксированной длительности импульса снижение частоты приводит к увеличению времени, доступного для заполнения рабочим газом объема перед подложкой и взаимодействия примесных атомов/молекул с напыляемым покрытием.

4.5. Морфология поверхности покрытий

В процессе исследования покрытий было проведено исследование морфологии их поверхности. В таблице 4.2 приведены результаты измерения шероховатости поверхности образцов методом атомно-силовой микроскопии на участках размером 5×5 мкм. Толщина исследуемой пленки составляла 5 нм. Повторные измерения шероховатости, проведенные через 30 дней после нанесения пленок, показали ярко выраженные изменения в морфологии поверхности пленок.

Таблица 4.2 - Шероховатость поверхности образцов.

Режим	Шероховатость после напыления, нм	Шероховатость после естественной деградации, нм
3 кГц, 500Вт, 20 мкс	0,238	23,810
0,5 кГц, 500 Вт, 20 мкс	0,245	21,095
1,5 кГц, 500 Вт, 20 мкс	0,323	22,155
5 кГц, 500 Вт, 20 мкс	0,312	36,028
DC, 500 Вт	0,288	28,132

Видно, что сразу после осаждения поверхность пленок обладает приблизительно одинаковой шероховатостью. После 30 дней поверхность образцов существенно меняется, происходит агломерация пленки с укрупнением ее зернистой структуры и увеличением шероховатости приблизительно на два порядка.

Изменение рельефа поверхности пленок можно оценить на АСМ-снимках поверхности образцов, приведенных на рис. 4.14. Исходя из полученных данных, можно сделать вывод, что изменение плотности ионного потока на подложку не оказывает влияние на рельеф поверхности пленки. Существенное изменение рельефа происходит в результате естественной деградации пленки в результате

взаимодействия её поверхности с атмосферой. Для предотвращения деградации поверхности ультратонкой пленки необходимо наносить дополнительные защитные слои на основе MeOx .

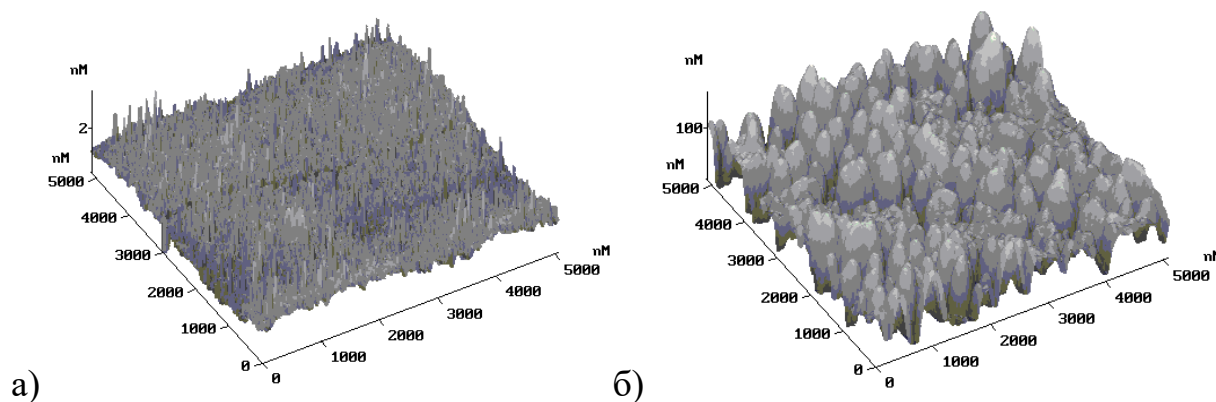


Рисунок 4.14 - Снимки поверхности ультратонкой пленки меди, полученной в режиме: 3кГц, 500 Вт, 40 мкс: а) после напыления, б) после 30 суток.

На рисунке 4.15 показан рельеф поверхности пленок, полученных в двух различных режимах. Как видно из приведенного графика, для DC режима (2) рост пленки происходит по модели Волмера-Вебера – наблюдается ярко-выраженный островковый рост пленки. В свою очередь в режиме 3 кГц, 500 Вт, 40 мкс (1) при такой же толщине пленка уже является сплошной.

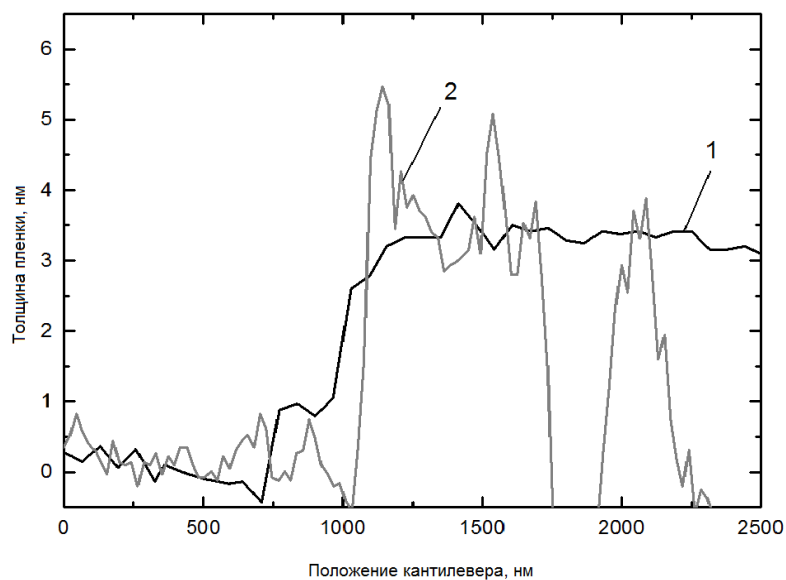


Рисунок 4.15 - Рельеф поверхности: 1 – пленка, полученная в режиме 3кГц, 500 Вт, 40 мкс; 2 – пленка, полученная в режиме DC, 500 Вт.

Это значит, что рост пленки происходит по механизму Франка – ван дер Мерве, либо коалесценция островков и формирование сплошной пленки происходит при меньшей толщине, вследствие более интенсивной ионной бомбардировки.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В процессе выполнения работы получены следующие основные результаты и сделаны выводы:

1. Собрана экспериментальная установка для сильноточного импульсного магнетронного осаждения тонкопленочных медных покрытий, оснащенная магнетронной распылительной системой (МРС), ионным источником с замкнутым дрейфом электронов и источниками электропитания для этих устройств;

2. Показано, что снижение частоты формирования импульсов в режиме СИМР при фиксированной частоте и длительности импульсов приводит к увеличению амплитудных значений и уменьшению средних значений разрядного тока и ионного тока, протекающего на подложку и снижению скорости напыления покрытий. В результате чего происходит увеличение отношения плотности потока ионов к потоку атомов, протекающих на подложку в процессе напыления;

3. Обнаружено, что существует оптимальный режим напыления тонких медных пленок, который достигается при частоте формирования импульсов 3 кГц. В данном режиме отношение потока ионов на подложку к потоку атомов меди равняется 1.63. При частоте 3 кГц образование сплошной пленки происходит при толщине всего 5 нм. Пленки толщиной от 4 до 20 нм, полученные в данном режиме, имеют наиболее высокий коэффициент отражения в ИК диапазоне. Предположено, что снижение качества напыляемых покрытий при уменьшении частоты формирования импульсов связано с процессами, протекающими на подложке в течение паузы между импульсами разрядного тока.

4. Результаты исследования рельефа поверхности покрытий показывают, что изменение плотности ионного потока на подложку не оказывает влияние на рельеф поверхности пленки. Существенное изменение рельефа происходит в результате естественной деградации пленки при взаимодействии её поверхности с атмосферой.