

15

## Влияние разряда на температуру подложки при напылении пленки

© В.Б. Широков<sup>1,2</sup>, С.П. Зинченко<sup>1,2</sup><sup>1</sup> Южный научный центр РАН, Ростов-на-Дону, Россия<sup>2</sup> Южный федеральный университет, Ростов-на-Дону, Россия

E-mail: shirokov-vb@rambler.ru

Поступило в Редакцию 3 декабря 2018 г.

В окончательной редакции 20 февраля 2019 г.

Принято к публикации 20 февраля 2019 г.

Исследован процесс нагрева подложки на начальном этапе синтеза пленки методом катодного высокочастотного распыления мишени. С помощью оптического интерферометрического метода определена температура, до которой разогревается подложка при включении разряда. В рабочем режиме напыления пленки титаната бария-стронция на подложку оксида магния температура превышает тысячу градусов по шкале Цельсия.

DOI: 10.21883/PJTF.2019.10.47747.17617

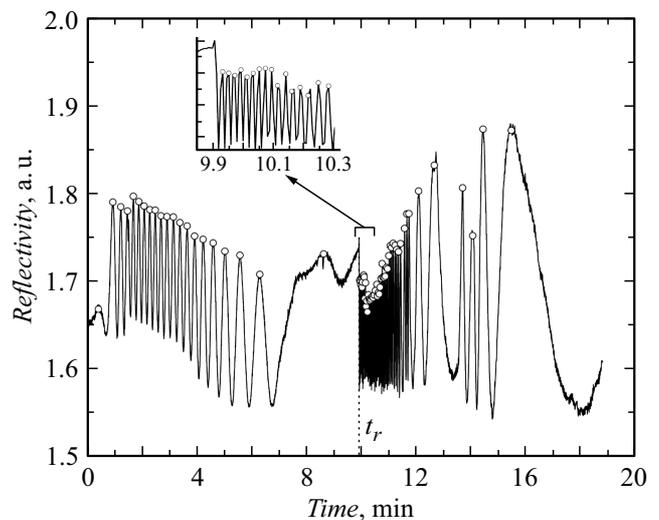
При нанесении пленки на подложку температура последней значительно влияет на качество пленки. Известно, например, что, меняя режимы напыления, можно получить пленки титаната бария-стронция, обладающие различными свойствами [1]. Основным фактором, влияющим на свойства пленки, является вынужденная деформация (misfit strain) [2], появляющаяся из-за несоответствия величин теплового расширения пленки и подложки. Абсолютная величина вынужденной деформации в рамках линейной теории упругости пропорциональна разности между температурой напыления и температурой измерения свойств [3,4]. Поэтому температура подложки при напылении является важным фактором, влияющим на свойства пленки.

Считается, что в методе сильнооточного высокочастотного (ВЧ) распыления температура подложки не превышает 750°C [5]. При этом температура подложки измеряется с помощью термопары, расположенной рядом с подложкой. При синтезе пленок температура подложки формируется за счет потоков энергии от нагревательной печи, поглощения излучения плазмы газового разряда, поглощения кинетической и внутренней энергии частиц осаждаемого материала и зависит от излучательной и поглощательной способности материала. Очевидно, что эффективность каждого из этих процессов на подложке и термопаре различна, и, как следствие, их температуры могут не совпадать.

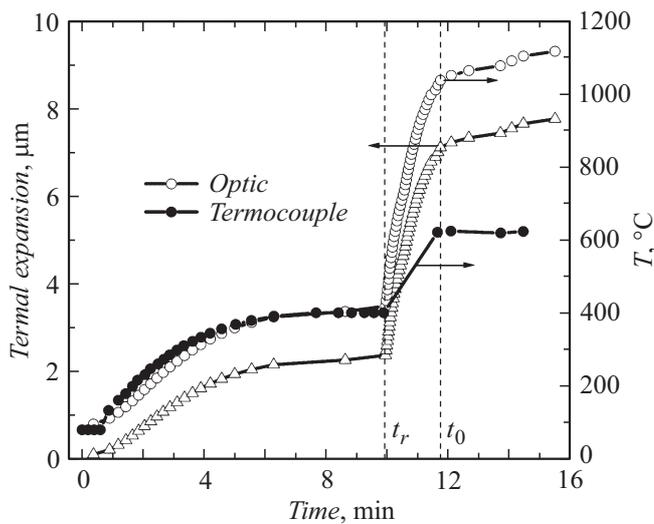
Для непосредственного измерения температуры подложки мы использовали интерферометр, изготовленный из пластинки оксида магния толщиной 0.5 mm с двусторонней полировкой. Измерения выполнены с помощью оптической измерительной схемы, описанной ранее [6], которая использовалась для измерения толщины пленки в процессе напыления. Луч лазера с длиной волны 650 nm и ТН-поляризацией направлялся через кварцевые окна камеры напыления на подложку под углом 75°. Регистрация излучения проводилась с помощью фотодиода в режиме синхронного детектирования сигнала. Модуляция лазерного излучения осуществлялась по питанию.

На рис. 1 приведены результаты изменения со временем  $t$  интенсивности отраженного излучения в процессе нагрева подложки до ( $t < t_r$ ) и после ( $t > t_r$ ) включения ВЧ-разряда. Время  $t_r$  включения разряда выделено на кривой отражения. Кружками для удобства отмечены интерференционные максимумы интенсивности.

Перед началом напыления производился предварительный нагрев подложки нагревателем, находящимся непосредственно под ней. Температура измерялась с помощью термопары, расположенной в непосредственной близости от подложки. Для установления теплового равновесия между подложкой и термопарой нагрев (при отсутствии разряда) осуществлялся достаточно медленно. На рис. 2 темными кружками показана температура, измеренная с помощью термопары. Изменение температуры подложки приводит за счет теплового расширения к изменению толщины пленки. В результате на кривой отражения появляются осцилляции интенсивности отра-



**Рис. 1.** Изменение интенсивности отраженного от подложки излучения лазера при подогреве и начале напыления пленки. Время  $t_r$  — момент включения разряда.



**Рис. 2.** Изменение температуры (кружки) и толщины (треугольники) подложки при нагреве печкой и на начальной стадии синтеза пленки после включения разряда. Светлые символы — расчет толщины и температуры подложки согласно результатам оптических измерений, темные кружки — измерения с помощью термопары.  $t_r$  — момент включения ВЧ-разряда,  $t_0$  — момент окончания нагрева подложки.

женного излучения. Согласно [7], показатель преломления оксида магния на длине волны 650 nm практически не меняется в диапазоне температур от комнатной до 1500°C. Используя результаты [8] для теплового расширения подложки MgO толщиной 0.5 mm, получим, что в этом температурном диапазоне толщина подложки меняется на величину 2259 nm. Отсюда изменение толщины, приходящейся на одну осцилляцию интенсивности отраженного лазерного излучения, равно  $\Delta = 108$  nm. Исходя из этой величины и учитывая количество осцилляций интенсивности, можно рассчитать ее утолщение при нагреве и, следовательно, рост ее температуры после включения разряда, т.е. в ходе напыления пленки (рис. 2). После установления температуры подложки (момент времени  $t_0$ , определяемый по установлению постоянной температуры на термопаре) ее величина составляла 1020°C и отличалась почти в 1.5 раза от измеренной термопарой.

Из формул для отражения от плоскопараллельной пластинки [9] следует, что период осцилляций равен  $\Delta = \lambda / (2n_2 \cos \theta_2)$ , где  $\theta_2$  — угол наклона луча в подложке относительно нормали пластинки, который вычисляется из закона Снеллиуса. С показателем преломления MgO на длине волны 650 nm  $n_2 = 1.73$  получим  $\Delta = 226$  nm, что почти в 2 раза отличается от значения, полученного в результате измерений. Это различие связано с особенностями измерительной установки. В используемой нами оптической схеме применялась фокусировка лазерного луча. При фокусировке на фотодиоде интерферируют лучи, отраженные от верхней и нижней поверхностей подложки во втором порядке. Если в интерференции участвует только дважды отраженный

внутри подложки луч, то это приводит к увеличению оптического пути, т.е. увеличению эффективной толщины подложки в 2 раза. В этом случае расчетный период осцилляций будет равен  $\Delta = 113$  nm, что близко к экспериментально наблюдаемой величине. В связи с отмеченным выше во избежание ошибочных результатов период нагрева подложки внешним нагревателем (без разряда) следует расценивать как калибровочный, позволяющий учесть погрешности экспериментальных измерений и в результате получить исходные данные для расчета температуры подложки в режиме напыления.

Таким образом, истинная температура подложки в процессе напыления пленки методом ВЧ-распыления мишени отличается от показаний термопары более чем в 1.5 раза. Это следует учитывать при отработке технологии и стабилизации режимов напыления для получения качественных гетероструктур. Установившаяся температура подложки при низком давлении газа в основном определяется радиационными потоками излучающих и поглощающих поверхностей. Поэтому изменение геометрии расположения подложки по отношению к последним всегда будет приводить к изменению температуры подложки. Наши результаты относятся к подложке MgO. Для подложек из других материалов соотношение истинной температуры подложки и измеренной термопарой будет определяться радиационными свойствами подложки.

## Финансирование работы

Работа выполнена в рамках реализации госзадания ЮНЦ РАН (проект № 01201354247).

## Список литературы

- [1] Мухортов В.М., Головки Ю.И., Бирюков С.В., Анохин А., Юзюк Ю.И. // ЖТФ. 2016. Т. 86. В. 1. С. 93–98.
- [2] Schlom D.G., Chen L.-Q., Fennie C.J., Gopalan V., Muller D.A., Pan X., Ramesh R., Uecker R. // MRS Bull. 2014. V. 39. P. 118–130. DOI: 10.1557/mrs.2014.1
- [3] Широков В.Б., Юзюк Ю.И., Dkhil B., Леманов В.В. // ФГТ. 2008. Т. 50. В. 5. С. 889–896.
- [4] Lyu J., Fina I., Solanas R., Fontcuberta J., Sánchez F. // Sci. Rep. 2018. V. 8. P. 495 (1–10). DOI: 10.1038/s41598-017-18842-5
- [5] Мухортов В.М., Юзюк Ю.И. Гетероструктуры на основе наноразмерных сегнетоэлектрических пленок: получение, свойства и применение. Ростов н/Д: Изд-во ЮНЦ РАН, 2008. 224 с.
- [6] Зинченко С.П., Ковтун А.П., Толмачёв Г.Н. // Рос. нанотехнологии. 2010. Т. 5. № 5–6. С. 77–80.
- [7] Tsay Y.F., Bendow B., Mitra S.S. // Phys. Rev. B. 1973. V. 8. P. 2688–2696. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.8.2688>
- [8] Fiquet G., Richet P., Montagnac G. // Phys. Chem. Miner. 1999. V. 27. N 2. P. 103–111. <https://doi.org/10.1007/s002690050>
- [9] Born M., Wolf E. Principles of optics. 7th ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2002. 956 p.