

04.1

Магнетронное распыление олова из жидкой фазы в режиме стабилизации тока

© В.С. Булычев^{1–3}, А.Е. Дубинов^{1,3}

¹ Российский федеральный ядерный центр — Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики, Саров, Нижегородская обл., Россия

² Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана, Москва, Россия

³ Саровский физико-технический институт — филиал Научно-исследовательского ядерного университета „МИФИ“, Саров, Нижегородская обл., Россия
E-mail: dubinov-ae@yandex.ru

Поступило в Редакцию 14 мая 2024 г.

В окончательной редакции 25 июня 2024 г.

Принято к публикации 12 июля 2024 г.

Продemonстрирована возможность работы магнетронной распылительной системы с жидкометаллическим катодом. Проведены эксперименты по распылению оловянного катода из жидкого состояния в режиме стабилизации тока. Дана оценка значения коэффициента катодного распыления олова при распылении из жидкого состояния.

Ключевые слова: магнетронный разряд, жидкий катод, олово, распыление.

DOI: 10.61011/PJTF.2024.21.58955.19990

Современные технологии невозможно представить без применения различных методов нанесения тонкопленочных покрытий. Нанесение упрочняющих покрытий на различный режущий инструмент (сверла, резцы, фрезы и т.д.) позволяет снизить его износ и увеличить срок службы. Тонкие пленки на поверхности различных оптических деталей позволяют получать требуемые параметры изделий. В технологиях микроэлектроники невозможно обойтись без нанесения покрытий толщиной от нескольких нанометров до десятков микрометров.

В настоящее время для нанесения пленок из различных материалов широко применяется метод магнетронного распыления, при котором в вакуумной камере происходит распыление катода-мишени ионами рабочего газа, в результате чего на деталь наносится тонкопленочное покрытие [1–5].

Основная проблема магнетронных распылительных систем (МРС) — высокая энергетическая цена атома в покрытии [6,7]. Однако перевод катода в жидкую фазу позволяет увеличить скорость нанесения покрытия до 10 раз и снизить энергозатраты до 10 раз при сохранении качества покрытий. При этом скорость образования покрытия становится сравнимой с таковой при использовании метода вакуумно-дугового испарения [1].

Еще одним недостатком МРС с твердофазным катодом являются невысокие значения коэффициента использования материала катода (предельное значение не превышает 40%). При применении МРС с жидким катодом можно увеличить коэффициент использования материала практически до 100%, что заметно снижает экономические затраты и позволяет реализовать безотходное производство.

Целями настоящей работы являются выбор режима и оценка коэффициента катодного распыления и параметров разряда для катода из олова при распылении его из жидкой фазы по данным, полученным из экспериментов.

Распыление катода проводилось с помощью магнетронной распылительной системы на постоянных магнитах, модифицированной для работы с жидкофазным катодом. Магнитная система была выполнена на неодимовых магнитах и размещалась в водоохлаждаемом стальном корпусе, на который сверху устанавливался тигель с катодом. Конструкция тигля обеспечивала минимальный тепловой контакт с водоохлаждаемой магнитной системой, что приводило к быстрому плавлению катода. Максимальное значение параллельной катоду составляющей вектора магнитной индукции на его поверхности составляло 0.1 Т. Катод представлял собой оловянный диск марки О1 толщиной 3 мм и диаметром 55 мм, вставленный в стальной тигель. Температура плавления олова 232°C.

В качестве источника питания МРС использовался блок MKS Instruments RPG-50 с максимальной выдаваемой мощностью 5 kW. Для определения температуры расплава применялся цифровой инфракрасный пирометр ИМРАС IP 140.

Взвешивание катода вместе с тиглем до и после работы для оценки коэффициента катодного распыления производилось на аналитических весах Sartorius CPA225D с точностью ± 0.01 mg.

Схема экспериментального стенда приведена на рис. 1, а. Магнетронная распылительная система 3 помещалась в вакуумную камеру 1. Контроль давления в камере осуществлялся с помощью вакуумметра 2. Камера была заземлена, источник питания 5 с последовательно

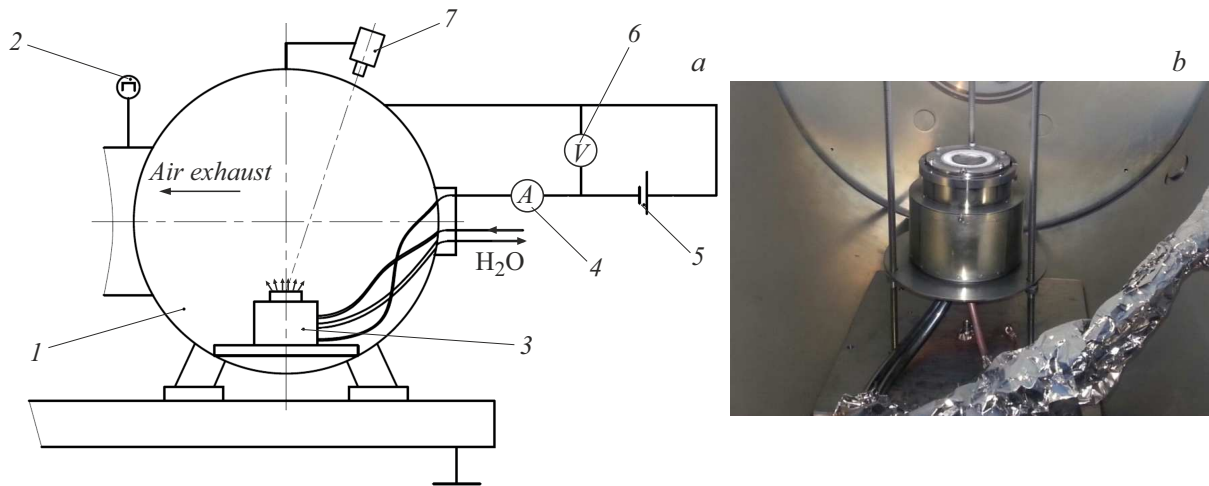


Рис. 1. Экспериментальный стенд. *a* — схема стенда: 1 — вакуумная камера, 2 — вакуумметр, 3 — МРС, 4 — амперметр, 5 — источник питания, 6 — вольтметр, 7 — пирометр. *b* — фотоснимок расположения МРС в камере.

включенным амперметром 4 и параллельно включенным вольтметром 6 подключался к МРС и вакуумной камере. Контроль температуры катода осуществлялся инфракрасным пирометром 7.

На рис. 1, *b* показано расположение МРС в камере. Для уменьшения запыления деталей оловом открытые части (трубки охлаждения, элементы конструкции МРС) закрывались фольгой.

Для проведения экспериментов вакуумная камера откачивалась в течение 30 min до остаточного вакуума $2.5 \cdot 10^{-6}$ Torr. Далее в камеру подавался аргон с расходом 100 Nml/min для обеспечения давления на уровне $4.6 \cdot 10^{-4}$ Torr.

Питание МРС осуществлялось в режиме стабилизации тока. Для минимизации ошибки при определении коэффициента распыления время распыления из жидкого состояния было много больше времени, за которое катод расплавился. Для определения распыленной массы вещества производилось взвешивание катода с тиглем до распыления и после. Измерения температуры поверхности расплава проводились пирометром после полного расплавления катода.

Начальный нагрев катода выполнялся в режиме стабилизации мощности на уровне 600 W в течение 5 min. После полного расплавления катода питание МРС осуществлялось в режиме стабилизации тока со ступенчатым увеличением величины силы тока от 1.1 до 2 A с шагом 0.1 A и далее до значений 2.2, 2.5, 3.0 и 3.5 A. При этом также наблюдалось ступенчатое изменение напряжения питания разряда. Пульсации напряжения объясняются появлением искр на поверхности расплава олова во время работы магнетронной распылительной системы. На рис. 2, *a* приведена временная зависимость, иллюстрирующая динамику изменения напряжения магнетронного разряда при распылении материала катода из жидкой фазы. При этом параметры разряда выбирались таким образом, чтобы катод был полностью в жидком

состоянии и чтобы при данном давлении в вакуумной камере разряд стабильно горел.

Распыление материала из жидкой фазы проводилось в режиме стабилизации тока, так как в этом режиме проще всего определить коэффициент распыления. Суммарное время работы равнялось 2906 с.

По результатам экспериментов была построена вольт-амперная характеристика магнетронного разряда для МРС с жидкометаллическим катодом из олова (рис. 2, *b*). Вольт-амперная характеристика разряда оказалась возрастающей, однако при увеличении тока более 2.5 A напряжение разряда остается практически постоянным на уровне 710–720 V. Но при используемых параметрах разряда достичь режима самораспыления олова не удалось, как, например, при распылении меди из жидкой фазы в работе [8].

С помощью пирометра была измерена температура поверхности расплавленного катода в зависимости от мощности разряда (рис. 3). Эта зависимость хорошо аппроксимируется прямой линией, описываемой уравнением

$$T = 148.5 + 0.122P, \quad (1)$$

где T — температура поверхности катода [°C], P — мощность разряда [W]. При этом величина достоверности аппроксимации оценена как $R^2 = 0.9552$, что означает хорошее совпадение аппроксимирующей прямой с результатами измерений. При этом почти все измеренные значения температуры находятся выше температуры плавления.

Коэффициент катодного распыления S определялся по разности масс катода до и после процесса распыления Δm :

$$S = \frac{e\Delta m}{m_p M_a \sum I_i \Delta t_i}, \quad (2)$$

где $e = 1.6 \cdot 10^{-19}$ C — элементарный электрический заряд, $m_p = 1.67 \cdot 10^{-27}$ kg — масса протона, M_a —

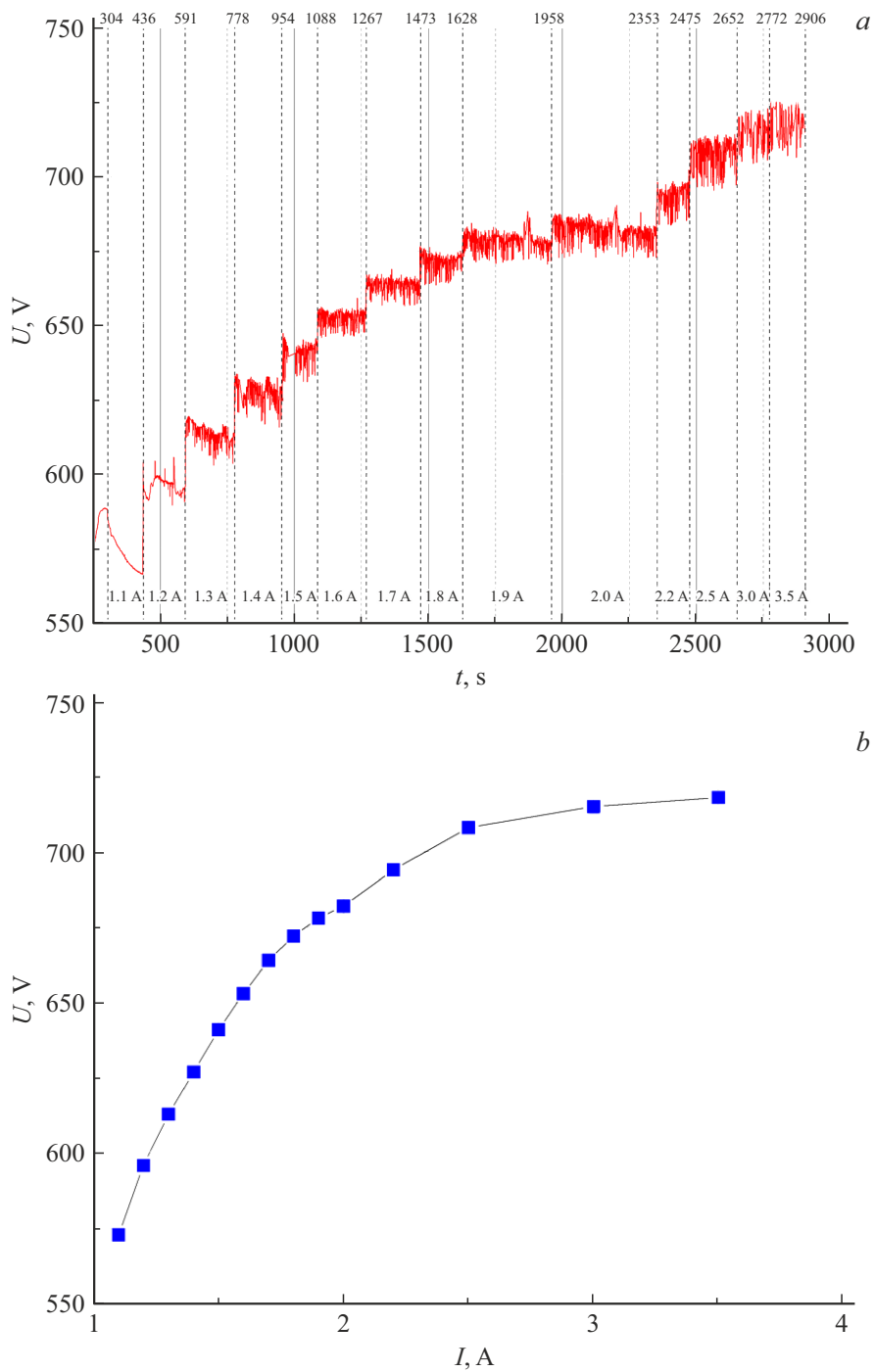


Рис. 2. Электротехнические характеристики магнетронного разряда. *a* — динамика изменения напряжения разряда в режиме стабилизации тока; *b* — вольт-амперная характеристика разряда.

атомная масса исследуемого материала [a.m.u], I_i — ионный ток для i -го интервала времени [A], Δt_i — i -й интервал времени [s].

Приведем результаты экспериментов, в которых время работы расплавленного катода в среде аргона составляло $t = 2600$ s. Начальная масса катода с тиглем равнялась 423.4 g, масса после распыления составила 414.5 g. Тогда масса катода за время работы MPC умень-

шилась на величину $\Delta m = 8.9$ g. В итоге по формуле (2) получаем коэффициент катодного распыления $S = 1.47$.

При магнетронном распылении катода из жидкой фазы часто наблюдается увеличение скорости эрозии катода в сравнении со случаем распыления из твердого состояния. В работе [9] при сравнении распыления олова из жидкой и твердой фаз сообщается об увеличении эрозии мишени, вызванном не только фазовым перехо-

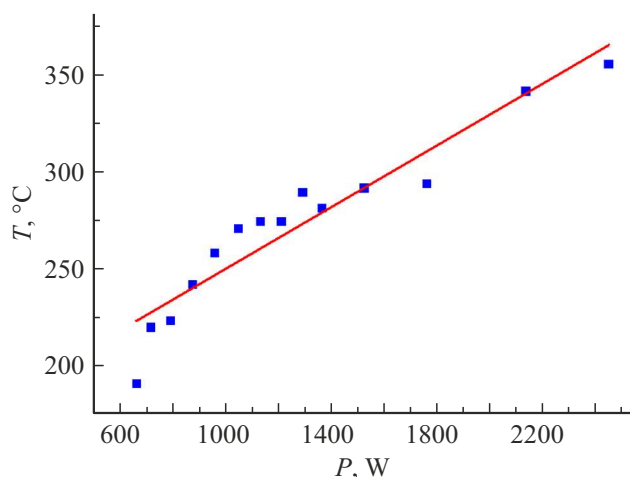


Рис. 3. Зависимость температуры катода от мощности разряда.

дом, но и вылетом капель олова из катода. Нами также изучалась подложка с напыленным на нее оловом. При рассмотрении в микроскоп (разрешение до 110 nm в плоскости и до 10 nm по вертикали) капля на поверхности замечено не было. Возможно, это вызвано разными условиями экспериментов в настоящей работе и в [8].

Таким образом, в работе получена вольт-амперная характеристика магнетронного разряда на расплавленном олове. Из анализа полученной зависимости следует, что при увеличении тока разряда выше 2 А напряжение слабо изменяется и остается практически постоянным на уровне 710–720 V.

Построена зависимость температуры поверхности расплавленного олова от мощности разряда. Полученная зависимость хорошо аппроксимируется прямой линией. По результатам экспериментов определен коэффициент распыления олова из жидкой фазы $S = 1.47$.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Б.С. Данилин, В.К. Сырчин, *Магнетронные распылительные системы* (Радио и связь, М., 1982).
- [2] P.J. Kelly, R.D. Arnell, *Vacuum*, **56** (3), 159 (2000). DOI: 10.1016/S0042-207X(99)00189-X
- [3] G. Bräuer, B. Szyszka, M. Vergöhl, R. Bandorf, *Vacuum*, **84** (12), 1354 (2010). DOI: 10.1016/j.vacuum.2009.12.014
- [4] D. Lundin, T. Minea, J.T. Gudmundsson, *High power impulse magnetron sputtering* (Elsevier, Amsterdam, 2020).
- [5] Д.В. Духопельников, *Магнетронные распылительные системы* (Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, М., 2014), ч. 1.
- [6] М.К. Марахтанов, *Магнетронные системы ионного распыления* (Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, М., 1990).
- [7] G.A. Bleykher, V.P. Krivobokov, A.V. Yurjeva, I. Sadykova, *Vacuum*, **124** (1), 11 (2016). DOI: 10.1016/j.vacuum.2015.11.009
- [8] Д.В. Духопельников, В.С. Булычев, Е.В. Воробьев, *Вестн. МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер.: Естественные науки*, № 1(76), 95 (2018). DOI: 10.18698/1812-3368-2018-1-95-103
- [9] K. Sasaki, H. Koyama, *Appl. Phys. Express*, **11** (3), 036201 (2018). DOI: 10.7567/APEX.11.036201