

10;11,12

Тонкие пленки углерода. I. Техника выращивания пучками заряженных частиц

© А.П. Семенов, И.А. Семенова

Отдел физических проблем при Президиуме Бурятского научного центра СО РАН,
670047 Улан-Удэ, Россия
e-mail: semenov@pres.bsc.buryatia.ru

(Поступило в Редакцию 28 марта 2003 г. В окончательной редакции 18 августа 2003 г.)

Рассмотрим источник ионов и электронов на основе магнетронного разряда с холодным полым и неохлаждаемым стержневым катодами с улучшенными физическими и общетехническими характеристиками.

Введение

Создание оборудования выращивания тонких пленок распылением ионными пучками сводится к разработке эффективных, повышенной надежности газоразрядных ионных источников, среди которых более технологичными выглядят конструкции на основе разрядов с холодным катодом [1]. Общеизвестная выгода использования разрядов с холодным катодом для получения распыляющих ионных пучков обусловлена предельно высоким ресурсом $> 10^3$ h горения разрядов на химически активных газах (ресурс прямонакального термокатода в таких условиях < 10 h) со сравнительно низкой ценой извлеченного иона, достигаемой благодаря уменьшению подводимой к разряду мощности за счет экономии на накальной мощности. Не менее значимыми достоинствами являются рекордно высокая механическая надежность и экономичность конструкций, простота и удобство обслуживания. Эти преимущества, удовлетворяющие в достаточной мере требованиям, предъявляемым к общетехническим характеристикам технологических источников ионов, позволяют расширить возможности процессов выращивания тонких пленок.

Методика эксперимента

В получивших применение плазменных источниках электронов и ионов на базе отражательного разряда с холодным полым катодом энергия, подводимая к разрядному промежутку, в основном выделяется на электродах и отводится соответствующей системой охлаждения. Использование этой энергии для повышения эффективности таких плазменных эмиссионных структур становится возможным благодаря размещению на оси разряда неохлаждаемого стержневого катода, при этом электродная структура отражательного разряда с полым катодом преобразуется в структуру электродов магнетронного разряда с полым катодом [2]. На рис. 1 схематически представлена электродная структура магнетронного разряда с полым катодом, в которой катодный электрод накаляется в разряде до температур, достаточных для термоэлектронной эмиссии. Схема электродов состоит

из катода 3 с коробчатой полостью. На оси коробчатой полости соосно выходной апертуре установлен с зазором катодный стержень 2 диаметром 0.25–4 mm, который при измерении тока в его цепи электрически изолировался от полого катода 3, и образует зазор с отверстием в катоде 6. Стержень коаксиально охватывается цилиндрическим анодом 1 диаметром 18 mm и длиной 12 mm. Индукция осевого магнитного поля 0.1 Т создается в анодном цилиндре кольцевым магнитом 5. Через отверстие в отражательном катоде 6 осуществляется откачка рабочего газа. Оно также может служить эмиссионным каналом при использовании разрядного устройства в качестве генератора плазмы плазменного источника электронов или ионов либо эжекторным соплом, выводящим поток атомарных частиц при использовании разрядной камеры в генераторах атомарного водорода. Прямое измерение температуры стержня выполнялось пирометром ОППИР-017. Плазмообразующий газ (воздух) натекал через отверстие 4 на периферии полости. Скорость напуска составляла $0.8–1.2 \text{ mPa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$. Для измерения параметров плазмы в отверстие катода 6 вводился цилиндрический вольфрамовый зонд диаметром 0.05 mm, рабочая длина которого, составлявшая 1 mm, ограничивалась алундовым покрытием остальной нерабочей части зонда. Для высоковольтного извлечения заряженных частиц из катодной плазмы разряда использовался ускоряющий электрод, устанавливаемый соосно отражательному катоду 6. Ионный источник на основе магнетронного разряда с полым ка-

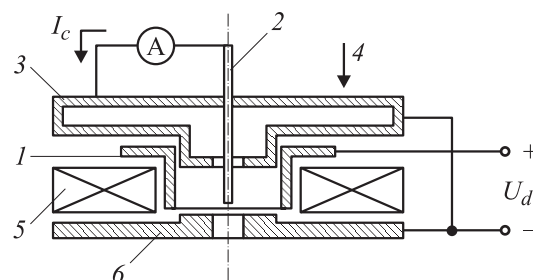


Рис. 1. Электродная схема магнетронного разряда с полым катодом: 1 — анод, 2 — стержневой катод, 3 — полый катод, 4 — напуск газа, 5 — магнит, 6 — эмиссионный катод.



Рис. 2. Общий вид источника газоразрядной плазмы.

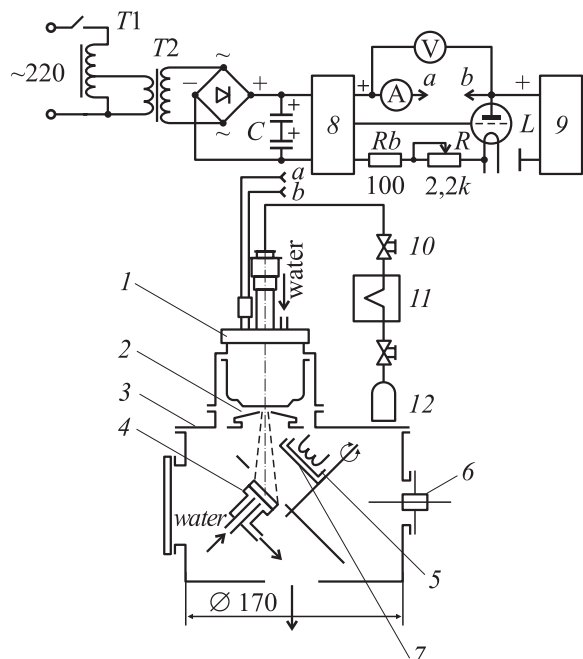


Рис. 3. Конструктивная схема устройства распыления ионным пучком: 1 — плазменный источник заряженных частиц, 2 — ускоряющий электрод, 3 — распылительная камера, 4 — держатель мишени, 5 — печь, 6 — механический привод, 7 — заслонка, 8 — стабилизированный источник тока разряда, 9 — высоковольтный выпрямитель, 10 — натекатель, 11 — расходомер, 12 — баллон с газом.

тодом, общий вид которого показан на рис. 2, был введен в конструкцию вакуумного поста ВУП-5, реконструированного для получения тонких пленок распылением ионным пучком рис. 3. Устройство представляет собой вакуумную камеру 3 с окном для крепления ионного источника 1. Через осевое отверстие в ускоряющем электроде 2 пучок ионов поступал в рабочий объем и попадал на мишень 4. Диск мишени 4 имел диаметр 30–50 мм и был размещен на охлаждаемом проточной водой держателе. Угол между нормалью к поверхности мишени и осевым направлением падения ионного пучка 45–60°. Расстояние от торцевого среза ускоряющего

электрода до поверхности распыляемой мишени составляло 40–70 мм. Молибденовая печь 5 с резистивным вольфрамовым нагревателем поддерживала температуру подложек в диапазоне 373–1473 К. Печь с подложками размещалась вблизи ускоряющего электрода, причем ростовая поверхность подложек была параллельна распыляемой ионами поверхности мишени. Рабочая камера откачивалась до остаточного давления 10^{-3} – 10^{-4} Па. Давление в рабочем объеме при наращивании пленок поддерживалось в пределах 2 – $3 \cdot 10^{-2}$ Па.

Результаты и обсуждение

Свойства магнетронного разряда с полым катодом в значительной степени определяют характеристики газоразрядного источника ионов и электронов рассматриваемого типа. На рис. 4 представлены зависимости токов стержневого катоды (1), полого (кривая 2) и отражательного (кривая 3) катодов и напряжения горения разряда (кривая 4) от тока разряда при радиусе неохлаждаемого стержневого вольфрамового катода $r_c = 0.75$ мм, иллюстрирующие условия горения разряда в области существования различных его режимов. В качестве рабочего газа использовали аргон, воздух, водород, азот, кислород с расходом порядка $1.2 \text{ mPa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$. При этом среднее давление в катодной полости составляло ~ 10 Па. На зависимостях можно выделить характерные режимы горения разряда. При малых токах разряда 0.02–0.05 А возбуждается и горит слаботочный магнетронный разряд с растущей вольт-амперной характеристикой. Ток относительно равномерно распределен между катодами. Проникновению плазмы магнетронного разряда в катодную полость препятствует катодное падение потенциала перед апертурой полости. Прикатодный ионный слой

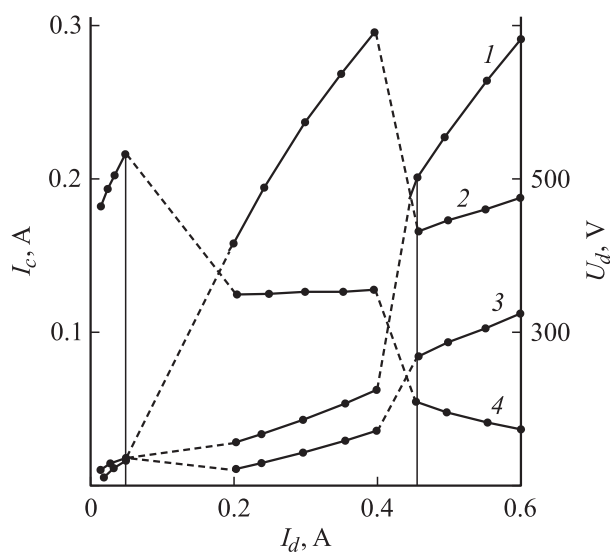


Рис. 4. Зависимости тока стержневого (1), полого (2), отражательного (3) катодов и напряжения горения (4) от тока разряда: $r_c = 0.75$ мм, вольфрам.

Температура стержневого катода при различных токах разряда

Ток разряда, А	Температура катода $T_c \cdot 10^{-3}$, К
0.2	2.3
0.4	2.5
0.66	2.6
1.0	2.65
1.32	2.7
1.77	2.75

перекрывает апертуру катодной полости и отделяет от полости плазму. Полость не оказывает влияние на горение разряда. С ростом тока разряда достигается соотношение $l_c \leq (r_a - r_c)$, где r_a — радиус апертуры полости, r_c — радиус стержня, l_c — протяженность области катодного падения потенциала перед апертурой полости, происходит разрыв ионной оболочки перед апертурой полости, плазма с потенциалом, близким к анодному $U_c \sim 0.8U_d$, проникает в катодную полость. Протяженность l_k уменьшается с увеличением разрядного тока при условии $3I_d d U_d / 2U_d d I_d < 1$ [3]. При этом высокие плотности тока в полой катоде определяются составляющей тока ионов, образованных быстрыми вторичными электронами, поступающими в плазму из области катодного падения потенциала.

Стержневой катод накаляется до температуры $2.3 \cdot 10^3$ К. Источником нагрева катода является энергия, поступающая из прикатодной области разряда.

Показания пирометра оценивались с учетом излучения плазмы. Температуру T_c измеряли после быстрого гашения разряда (см. таблицу). Если принять скорость снижения температуры катода $\sim 10^6$ К/с, то за время распада плазмы $\sim 10^{-5}$ с измеренная температура будет ниже искомой на ~ 10 К. Для измерения T_c на торцевом срезе стержня из вольфрама формировался спай с рением, на основе спая образован термоэлектрический вольфрам-рениевый преобразователь градуировки ВР-5/20. Спай вольфрам–рений разогревался до T_c и не нарушал структуру и режим горения разряда. Распределение тока между катодами существенно изменяется. Резко возрастает ток полого катода I_h , ток стержневого катода I_c увеличивается незначительно, ток отражательного катода I_r уменьшается. Напряжение горения разряда скачком снижается от 525 до 350 В. Участок $0.2 < I_d < 0.4$ А характерен режиму горения тлеющего разряда с полым катодом, для которого ток полого катода существенно превышает токи стержневого и отражательного катодов. Напряжение горения незначительно увеличивается. При токах разряда 0.4 А изменяется режим горения разряда. Температура стержневого катода быстро растет от $2.3 \cdot 10^3$ до $2.5 \cdot 10^3$ К. Резко увеличивается ток стержневого катода от 0.05 до 0.2 А, ток полого катода уменьшается от 0.3 до 0.17 А, причем $I_c > I_h$. Перераспределение катодных токов характеризуется резким снижением напряжения горения разряда

от 360 до 210 В и обусловлено переходом разряда в низковольтную сильноточную форму. С ростом тока разряда от 0.45 до 0.6 А напряжение горения плавно снижается, температура стержневого катода увеличивается до $2.6 \cdot 10^3$ К, токи I_h , I_c и I_r , возрастают, причем степень роста I_c значительно выше. Совокупность процессов, протекающих в прикатодной плазме стержневого катода разрядной системы (рис. 1), определяет параметры разряда в целом и может рассматриваться по характеру зависимостей (рис. 4) как проявление доминирующего влияния стержневого катода на свойства разряда (момент перехода горения разряда в режим стержневого катода отмечается скачком напряжения горения и катодных токов при $I_d \sim 0.4$ А) и адекватно проявлению так называемого эффекта полого катода при $I_d \sim 0.1$ А. При проявлении определяющего влияния стержневого катода ток стержневого катода составляет 0.5 разрядного тока, а на полый и отражательный катоды приходится соответственно 0.3 и 0.2. Доля термоэмиссионного тока достигает $(0.3-0.35)I_d$. Появление падающей зависимости напряжения горения от тока разряда, вероятно, обусловлено изменением эмиссионного механизма стержневого катода, когда становится существенным вклад термоэлектронной эмиссии в ионизационные процессы в прикатодной области разряда. Начальные скорости первичных электронов, покидающих поверхность стержневого катода в результате ионно-электронной эмиссии и термоэмиссии, могут существенно различаться. Если предположить, что начальная скорость термоэлектронов меньше скорости электронов, покидающих катод за счет γ -процессов, то в результате этого для термоэлектронов происходит кажущееся усиление магнитного поля и при выполняемом в эксперименте условии $l_c \sim R_l$, где R_l — ларморовский радиус электрона, можно ожидать снижения напряжения горения разряда. Падающий характер зависимости напряжения горения от тока разряда значительно снижает цену извлеченного иона и повышает энергетическую эффективность.

Кроме пирометрических измерений для оценки температуры, до которой разогревается в разряде катодный стержень, и доли термоэмиссионного тока в катодном токе на место катодного стержня 2 (рис. 1) параллельно устанавливались два близко расположенных стержня из вольфрама и рения, изолированных друг от друга и от полого катода 3. Диаметры стержней и расстояние между их осями составляли соответственно 0.25 и 0.75 мм. Ток каждого катодного стержня можно рассчитать по формуле

$$I_c = I_i(1 + \gamma) + I_e, \quad (1)$$

где I_i — ионный ток на стержень, I_e — термоэмиссионный ток, γ — коэффициент ионно-электронной эмиссии.

Полагая, что ионные токи на стержни равны и различие в их охлаждении термоэмиссионными токами, а также в значениях γ и ϵ (излучательная способность)

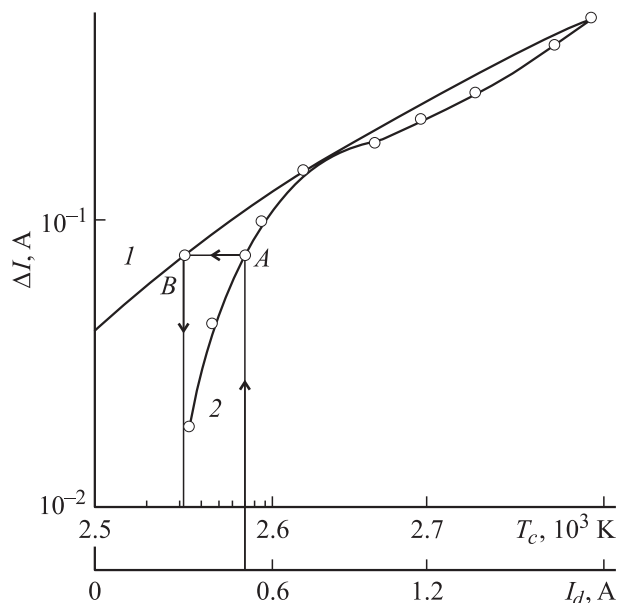


Рис. 5. Расчетная зависимость разности тока стержней от температуры (1) и экспериментальная зависимость от тока разряда (2).

незначительно, разность токов стержней в разряде можно представить в виде

$$\Delta I = I_{cW} - I_{cRe} \sim (I_{eW} - I_{eRe}). \quad (2)$$

Термоэмиссионный ток рассчитывался по формуле Ричардсона–Дэшмана

$$I_e = AT_c^2 S_c \exp(-e\phi_0/kT_c), \quad (3)$$

где T_c — температура катодного стержня, S_c — площадь стержневого катода, k — постоянная Больцмана, ϕ_0 — работа выхода, A — эмиссионная константа.

В расчетах принималось для вольфрама $A = 7.5 \cdot 10^5 \text{ A/m}^2 \cdot \text{K}^2$, $\phi_0 = 4.54 \text{ eV}$; для рения соответственно $2.6 \cdot 10^6 \text{ A/m}^2 \cdot \text{K}^2$ и 5.0 eV .

На рис. 5 представлены расчетная $\Delta I(T_k)$ и экспериментальная зависимости $\Delta I(I_d)$, где I_d — ток разряда, сопоставление которых позволяет оценить температуру стержней при разных I_d . Например, для тока разряда 0.5 A измеренная разность токов стержней соответствует значению ΔI в точке A (рис. 5). Этой разности на зависимости $\Delta I(T_c)$ соответствует температура $2.53 \cdot 10^3 \text{ K}$ (точка B на рис. 5). Изменение I_d от 0.6 до 2 A соответствует возрастанию температуры катодных стержней от $2.6 \cdot 10^3$ до $2.78 \cdot 10^3 \text{ K}$. При этом различие в токах стержней, как следует из рис. 5, достигает значительных величин. В то же время в экспериментах с двумя вольфрамовыми стержнями различие в токах стержней не превышало 5%, что свидетельствует об идентичности условий, в которых находятся в разряде оба стержня, и о том, что в случае использования стержней из вольфрама и рения

наблюдаемая разность токов ΔI определяется в основном различием их термоэмиссионных свойств. Поскольку разогрев катодного стержня приводит к значительному увеличению эмиссионного тока с него за счет термоэлектронной эмиссии, можно ожидать, что мощность, которую необходимо подводить к разрядной системе для получения определенного разрядного тока, будет зависеть от термоэмиссионных свойств этого стержня.

Оценим возможность получения падающей вольт-амперной характеристики разряда в результате термоэмиссии с катодного стержня при следующих допущениях: плазма имеет потенциал, близкий к потенциалу анода (потенциал плазмы U_0) определялся в точке перегиба вольт-амперной характеристики одиночного цилиндрического зонда, $U_0 \sim (0.8-0.85)U_a$ (U_a — потенциал анода); градиент плотности плазмы вдоль катодного стержня незначителен; стержень равномерно разогревается по длине ионами, ускоренными в прикатодной области; слой пространственного заряда между плазмой и катодным стержнем бесстолкновительный (давление рабочего газа в разрядной камере сравнительно низко $0.9-1 \text{ Pa}$, при этом выполняется условие $\lambda_e > l_c$, λ_e — длина свободного пробега электронов, l_c — протяженность катодного падения потенциала, который определяется законом степени $3/2$).

Ток стержневого катода можно представить в виде

$$I_c = K_1 I_d, \quad (4)$$

где K_1 — коэффициент, определяемый из экспериментальной зависимости $I_c(I_d)$ (рис. 6).

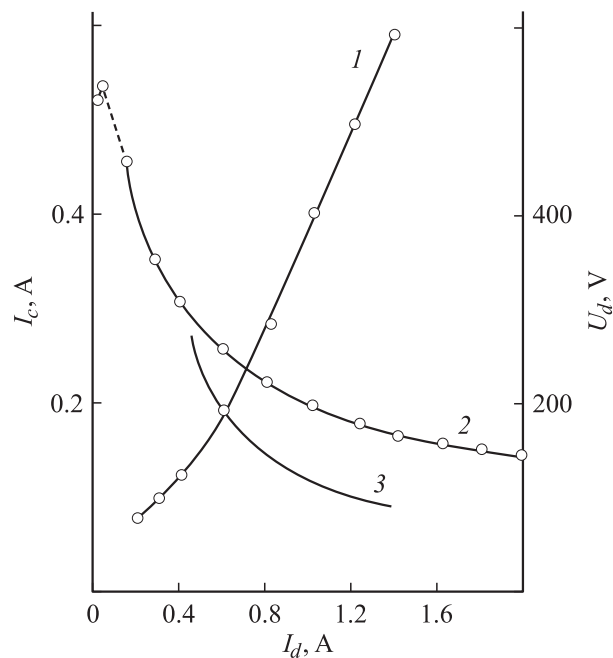


Рис. 6. Зависимости тока стержневого катода (I) и напряжения разряда от тока разряда: 2 — экспериментальная, 3 — расчетная.

Температура катодного стержня определяется балансом энергии, выделяемой ускоренными в катодном падении потенциала ионами и излучаемой стержнем

$$T_c = (K_2 I_i U_d)^{1/4}, \quad (5)$$

где I_i — ионный ток на стержень, U_d — напряжение разряда, $K_2 = (6\pi L r_c \varepsilon \sigma)^{-1}$; L и r_c — длина и радиус стержневого катода соответственно, ε — излучательная способность; σ — постоянная Стефана–Больцмана.

Соотношение для тока термоэлектронной эмиссии стержня с учетом действующего у поверхности электрического поля приводится к виду

$$I_e = K_3 T_c^2 \exp(K_4 U_d^{-1/8} - K_5 T_c^{-1}), \quad (6)$$

где $K_3 = A S_c$, $S_c = 2\pi r_c L$, $K_4 = (e^{11} M_i)^{1/8} \times (2^{5/2} \pi^2 k^4 K_2 \varepsilon_0^3 S_c)^{-1/4}$, ε_0 — диэлектрическая постоянная, M_i — масса иона, e — заряд электрона, $K_5 = e \varphi_0 k^{-1}$, $e \varphi_0$ — эффективная работа выхода.

Подставляя (4)–(6) в (1), находим связь U_d с I_d

$$K_1 I_d = K_6 T_c^4 U_d^{-1} + K_3 T_c^2 \exp(K_4 U_d^{-1/8} - K_5 T_c^{-1}), \quad (7)$$

где $K_6 = (1 + \gamma) K_2^{-1}$.

Расчетная зависимость $U_d(I_d)$, полученная при подстановке экспериментальных значений T_c при различных значениях тока разряда с вольфрамовым стержневым катодом, приведена на рис. 6. Видно, что падающий характер вольт-амперной зависимости магнетронного разряда с разогревающимся катодным стержнем может быть обусловлен термоэлектронной эмиссией катодного стержня в рассматриваемых экспериментальных условиях. Это подтверждается также более низкими значениями напряжений горения разряда с катодными стержнями, обладающими более высокими термоэмиссионными свойствами. Рассмотренная электронная структура магнетронного разряда с полым катодом и катодным стержнем позволяет реализовать эффективную эмиссию заряженных частиц из присоединенной плазмы разряда с током электронов, составляющим 0.4–0.45 от тока разряда, ионов — 0.08–0.12. Корреляция эмиссионной характеристики с зависимостью плотности плазмы от разрядного тока, измеренной в отсутствие ускоряющего напряжения, косвенно свидетельствует о незначительном влиянии эмиссии на плотность плазмы в разряде, а также разрядного тока на площадь открытой эмиссионной поверхности плазмы. Достигнутые плотности эмиссионного электронного тока 40 А/см² и ионного 0.6–0.75 А/см² указывают на весьма высокие эмиссионные свойства плазмы магнетронного разряда с полым катодом. На этом принципе разработан источник ионов и электронов с неохлаждаемым стержневым катодом (рис. 2). Несмотря на то что катодный стержень накаляется в разряде до температуры электронной эмиссии, такому катоду нехарактерны общеизвестные недостатки прямонакальных катодов. Преимущества

проявляются благодаря накаливанию катода плазменными ионами, ускоренными на катод электрическим полем пристеночного слоя. При этом отпадает необходимость использования накальных цепей, содержащих сильноточные вакуумные токовводы, и мощных накальных источников питания, требующих высоконадежной электрической изоляции, так как обычно находятся под высоким электрическим потенциалом поля, ускоряющего из плазмы ионы. Одностороннее крепление стержня за участок, примыкающий к охлажденному торцу, предельно упрощает конструкцию электронно-ионного источника, позволяет устранить действие разрушающих механических напряжений, возникающих обычно при нагревании и охлаждении прямонакальных катодов и при работе катодов в сильном магнитном поле. Прямокальные катоды эффективно эмитируют электроны при пропускании накальных токов десятки ампер. В этом случае возможен перегрев катода на сравнительно коротком участке, вследствие чего срок службы катода сокращается. В сравнении стержневой катод сохраняет свои рабочие характеристики даже при предельном утончении до 10⁻² мм в зоне интенсивного нагрева. Падающий характер зависимостей напряжения горения от тока разряда и пропорциональный рост плотности катодной плазмы с наращиванием тока разряда до предельных значений ~ 2 А, определяемых плавным переходом тлеющего разряда с полым катодом в дуговой разряд, обуславливают рекордно высокие технологические характеристики ионных и электронных источников в рассмотренном варианте электродов с полым катодом. Напряжение горения 85–180 В, ток разряда 2 А, ток ионного пучка 0.1–0.15 А, цена извлеченного иона 1–2 Вт/мА, что в 2–5 раз ниже, чем у типовых ионных источников, ток электронного пучка 1 А, энергетическая эффективность 15 мА/Вт, что в 6 раз выше электронных эмиттеров на основе отражательного разряда с полым катодом. Эмиссионные ионные и электронные токи на выходе такого эффективного газоразрядного источника могут быть существенно увеличены после плавного переключения тлеющего разряда в режим диффузионного горения дугового разряда $I_d > 2$ А.

Заключение

Электродная схема магнетронного разряда с полым катодом позволяет более рационально решить задачу генерирования сильноточных ионных пучков с низкой ценой извлеченного иона и электронных пучков с высокой энергетической эффективностью [4,5]. Рассмотренные свойства разряда позволяют получать плазму более высокой плотности благодаря термоэмиссии электронов, приводящей с ростом тока разряда к плавному переходу магнетронного разряда с полым катодом в сильноточный режим горения вакуумной дуги без катодного пятна и выявляют более широкие возможности его применения, такие как формование (затачивание) ионным распыле-

нием вольфрамовых острий (игл), эффективное генерирование атомарного водорода высокотемпературной активацией молекулярного водорода, что особенно важно при выращивании тонких пленок алмазоподобного углерода и обработки поверхностей полупроводников.

Работа поддержана INTAS (проект № 2001-2399) и получила частичную финансовую поддержку Лаврентьевского конкурса молодых ученых СО РАН (проект № 37).

Список литературы

- [1] Семенов А.П. Пучки распыляющих ионов: получение и применение. Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН, 1999. 207 с.
- [2] Семенов А.П. // А.С. SU 1375024. МКИ Н 01 J 17/00. 3/02. 1985.
- [3] Завьялов М.А., Крейнделъ Ю.Е., Новиков А.А. и др. Плазменные процессы в технологических электронных пушках. М.: Энергоатомиздат, 1989. 256 с.
- [4] Семенов А.П., Семенова И.А. // Изв. вузов. Физика. 2001. № 9. С. 69–76.
- [5] Семенов А.П., Семенова И.А. // Тр. V Междунар. конф. „Вакуумные технологии и оборудование“. Харьков, 2002. С. 227–235.