

04;12

## Распыление мишени магнетронного диода в присутствии внешнего ионного пучка

© В.В. Жуков, В.П. Кривобоков, С.Н. Янин

Федеральное государственное научное учреждение Научно-исследовательский институт ядерной физики,  
634050 Томск, Россия  
e-mail: krivobokov@npi.tpu.ru

(Поступило в Редакцию 24 мая 2005 г.)

Исследовано воздействие внешнего ионного пучка на плазму и мишень магнетронной распылительной системы на постоянном токе при реактивном осаждении покрытий. Создана экспериментальная установка, объединяющая магнетронный диод и ионный источник с замкнутым дрейфом электронов в единую распылительную систему. Рассмотрено влияние пучка ускоренных ионов на формирование разрядных токов, эмиссионные характеристики мишени и скорость ее травления. Показано, что ионное ассистирование значительно расширяет область рабочих параметров магнетронного диода, увеличивает скорость осаждения покрытия, но при этом не влияет на плотность ионизированных состояний в плазме; также существенно сокращается продолжительность тренировки мишени.

PACS: 81.15.Jj

### Введение

Одним из наиболее распространенных методов осаждения оксидных тонкопленочных покрытий является магнетронное распыление материалов на постоянном токе [1]. Магнетронные распылительные системы весьма просты в эксплуатации и обладают хорошими функциональными характеристиками. Но им присущ ряд недостатков, которые ограничивают технологические возможности подобных устройств.

В первую очередь необходимо указать на проблемы, обусловленные взаимодействием мишени с химически активными атомами и ионами в составе плазмы магнетронного разряда. В результате образуется диэлектрическая пленка (обычно в виде оксидов металлов), которая снижает выход атомов мишени при распылении и изменяет ее эмиссионные свойства [2].

Другим обстоятельством, существенно влияющим на характер работы магнетронов, является окисление и загрязнение поверхности мишени при технологической замене рабочего газа или вскрытии вакуумной камеры. Для достижения высокого качества наносимых покрытий необходимо, чтобы распыляемая поверхность была свободна от загрязнений и продуктов химических реакций. Поэтому подготовка магнетрона к работе предполагает предварительную очистку мишени плазмой собственного разряда, что порой занимает очень много времени. Можно повысить устойчивость магнетрона к образованию диэлектрической пленки путем повышения энергии распыляющих ионов (это несколько поднимет коэффициент распыления [3]) либо увеличения плотности их потока. Однако рост приложенного напряжения обычно не приводит к существенному изменению энергии бомбардирующих частиц, а величина разрядного тока и соответственно плотность потока падающих ионов имеет свои ограничения. Поэтому устранить эти проблемы

в классических магнетронных распылительных системах на постоянном токе весьма сложно.

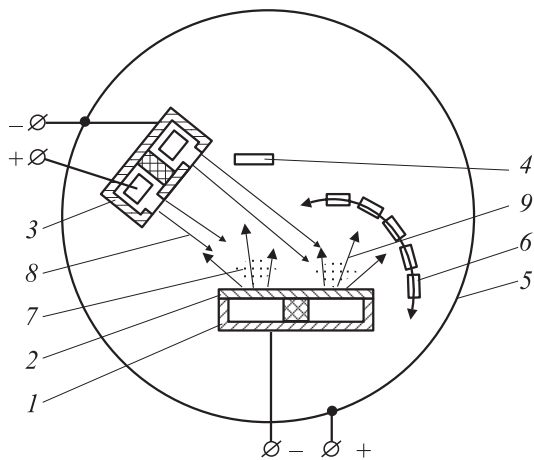
К недостаткам относится неширокий диапазон рабочих параметров (давление газа, разрядное напряжение и др.), что ограничивает область применения подобных устройств. Ситуацию можно улучшить, если поверхность мишени в процессе тренировки подвергнуть воздействию внешнего пучка ускоренных ионов, но при этом должны существенно измениться многие функциональные свойства магнетронной распылительной системы. В настоящее время этот вопрос весьма слабо отражен в научной литературе. Вместе с тем практическая важность его совершенно очевидна. Следует отметить, что подобная система очень трудно поддается математическому моделированию.

Цель данной работы — экспериментально изучить функциональные возможности магнетронной распылительной системы на постоянном токе при ассистировании ее внешним пучком ускоренных ионов.

### Экспериментальное оборудование

Наша задача заключалась в создании совмещенной распылительной системы, включающей магнетронный диод и источник ускоренных ионов, действующей как единый источник плазмы для осаждения покрытий, и исследования ее основных функциональных характеристик. Мы попытались сравнить ее с автономно работающим магнетроном и ионным источником (в режиме распыления мишени), а также выяснить технологические преимущества подобной совмещенной системы.

С этой целью была создана лабораторная установка для реактивного осаждения оксидных покрытий (см. рис. 1), при нанесении которых окисление мишени особенно сильно препятствует нормальной работе магнетро-



**Рис. 1.** Схема установки: 1 — магнетрон; 2 — мишень; 3 — ионный источник; 4 — подложка; 5 — вакуумная камера; 6 — положения пьезоэлектрического датчика толщины покрытия; 7 — зона горения магнетронного разряда; 8 — поток внешних ионов; 9 — поток распыленных атомов.

на. В качестве распыляемых материалов были использованы алюминий как металл, обладающий высокой химической активностью, и титан. Рабочим газом служил аргон либо его смесь (60–80 ат.%) с кислородом. Рабочее давление в камере лежало в интервале 0.01–1.0 Па и поддерживалось с точностью не хуже  $\pm 5\%$ .

Использованный в работе магнетрон представлял собой классический планарный диод с плоской охлаждаемой металлической мишенью размером  $120 \times 440$  мм. Ионный источник с замкнутым дрейфом электронов имел примерно такие же внешние размеры и представлял собой корпус из углеродной стали с газораспределительными каналами (более подробно описан в работе [4]). Внутри него располагались охлаждаемый анод и магнитная система. Рабочее напряжение лежало в интервале 2–2.5 кВ, а разрядный ток достигал 0.6 А.

Расположение ионного источника было выбрано таким образом, чтобы он отстоял от магнетрона на расстоянии, не превышающем длины свободного пробега иона. При этом пучок проходил через плазму магнетронного разряда и взаимодействовал с мишенью преимущественно в зоне ее наибольшей эрозии. Ионы падали на поверхность мишени под углом примерно  $45^\circ$ . Ионный источник одновременно служил инжектором для равномерного распределения рабочего газа в зоне разряда.

Зависимость скорости роста пленки от условий эксперимента измерялась с помощью пьезоэлектрического датчика толщины покрытия [5], который занимал несколько положений, равноудаленных от центра зоны эрозии мишени на расстояние примерно 10 см.

Эксперимент проходил по следующей схеме: измерялась скорость роста покрытия, осаждаемого магнетроном без ионного источника, попутно фиксировались все его рабочие параметры (напряжение, давление и т.д.).

Также измерялась скорость роста покрытия, наносимого путем распыления мишени ионным пучком (без участия магнетрона). Далее выполнялось то же самое при одновременной работе магнетрона и ионного источника.

Полученные результаты обрабатывались, сравнивались, и на этой основе было сделано заключение о механизме ионного ассистирования магнетронного разряда и его основных свойствах.

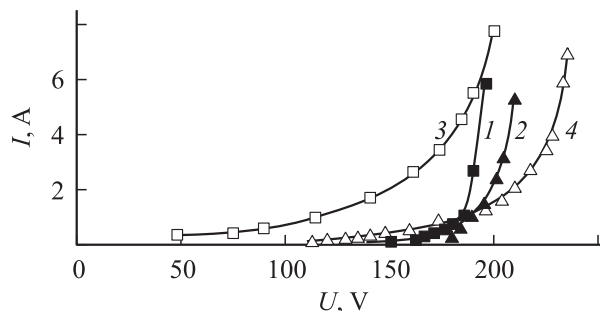
## Результаты и их обсуждение

На рис. 2 представлены вольт-амперные характеристики автономного магнетрона с титановой мишенью и совмещенного с ионным источником. Для исключения возможности окисления мишени (это позволяет избежать необходимости тренировки) эксперимент был выполнен в среде чистого аргона. Здесь и далее индекс „is“ означает, что данный параметр относится к распылительной системе на основе автономного ионного источника, индекс „m“ — к системе на основе автономного магнетрона, индекс „is + m“ — к совмещенной системе на основе ионного источника и магнетрона.

Результаты свидетельствуют, что наличие внешнего ионного источника значительно снижает напряжение зажигания магнетронного разряда и позволяет работать при весьма низких давлениях рабочего газа, когда существование разряда для автономного магнетрона невозможно.

Следует отметить, что при ионном ассистировании разряда крутизна вольт-амперной характеристики магнетрона существенно снижается. Тем самым упрощается управление им на высоком уровне мощности.

Важным является вопрос о механизмах формирования носителей заряда в магнетронном разряде. Электроны образуются в результате ионно-, фото-, авто- и термоэлектронной эмиссии с поверхности мишени, а также в плазме разряда в результате ионизации атомов рабочего газа и материала мишени. Оценим вклад каждого из этих процессов в разрядный ток.



**Рис. 2.** Вольт-амперные характеристики распылительных систем при различных давлениях аргона: 1, 2 — автономно работающий магнетрон ( $P = 0.17$  и  $0.09$  Па соответственно); 3, 4 — совмещенная система ( $P = 0.17$  и  $0.09$  Па, напряжение и ток ионного источника соответственно равны  $U_{is} = 2.2$  кВ;  $I_{is} = 440$  и  $120$  мА).

Автоэлектронная эмиссия является существенной при напряженности электрического поля выше  $10^7$  V/m [2], в то время как для магнетронного разряда характерны значения  $\sim 10^5$  V/m [1]. Термоэлектронная эмиссия имеет место при температурах выше  $1000^\circ\text{C}$  [2] и не характерна для магнетронных мишеней, охлаждаемых проточной водой. Что касается фотоэлектронной эмиссии, то мощность, затрачиваемая плазмой на излучение света, составляет менее 2% от суммарной потребляемой мощности, что также пренебрежимо мало [6].

Таким образом, оценка вкладов эмиссионных компонент электронного тока показывает, что существенную роль играет только ионно-электронная эмиссия, плотность тока которой можно записать как  $j_e^{ie} = \gamma_i j_i$ , где  $\gamma_i$  — коэффициент вторичной электронной эмиссии под действием ионной бомбардировки мишени,  $j_i$  — плотность тока в пучке. Обычно для металлов  $j_i \sim 0.1$  электронов на ион при энергии ионов аргона до 1 keV [1]. Следовательно, выражение для плотности электронного тока можно окончательно представить в следующем виде  $j_e = j_e^{pl} + \gamma_i j_i$ , где  $j_e^{pl}$  — плотность тока электронов, рождающихся при ионизации.

Плотность тока ионов на поверхности мишени в прикатодной области разряда, по данным работы [7], составляет  $j_i = (0.925-0.975)j_d$ , где  $j_d$  — плотность суммарного разрядного тока.

Таким образом, основная масса носителей заряда в совмещенной распылительной системе образуется в плазме и обусловлена исключительно процессами, связанными с работой магнетрона. Внешний ионный пучок практически не создает ионизированных состояний, поскольку при энергии ионов порядка 1 keV и менее сечение их неупругого взаимодействия с атомами рабочего газа весьма мало [8].

Вторичная электронная эмиссия от внешнего ионного пучка не вносит существенного вклада в общий разрядный ток, но весьма важна с точки зрения поддержания стабильной работы магнетрона. Именно она, на наш взгляд, обеспечивает пологие вольт-амперные характеристики совмещенного источника.

С целью изучения вклада внешнего пучка ионов в процесс распыления мишени нами были исследованы угловые диаграммы скорости роста пленки на подложке. Начало координат диаграмм привязано к центру зоны эрозии мишени (рис. 3). Направление падения внешнего ионного пучка показано стрелкой и на диаграмме соответствует углу  $135^\circ$ . Давление смеси Ar (75%)—O<sub>2</sub> (25%) в вакуумной камере во всех случаях равнялось 0.07 Па.

Угловые диаграммы существенно различаются в зависимости от типа распылительной системы. Если в первом случае (автономно работающий магнетрон) диаграмма вытянута в направлении, перпендикулярном поверхности мишени, то во втором (распыление ионным пучком), как и следовало ожидать, в направлении рассеяния ионов пучка. Необходимо отметить, что потребляемые мощности этих двух систем в процессе эксперимен-

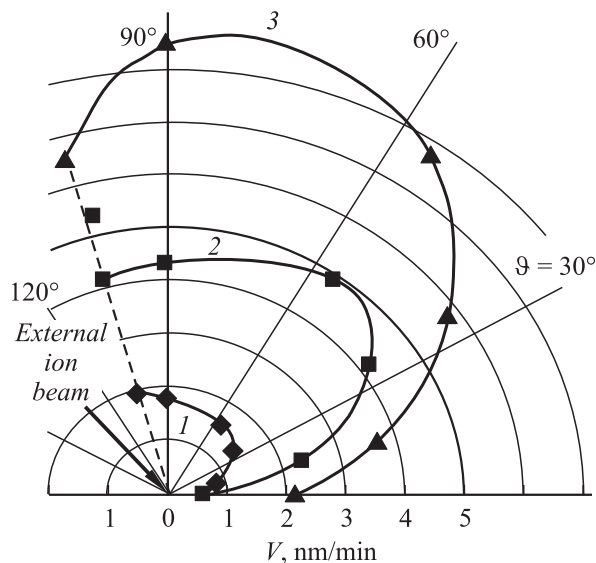


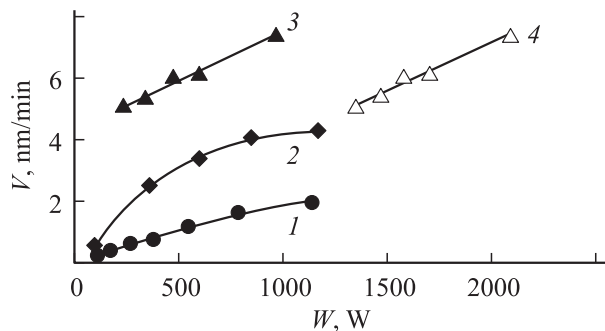
Рис. 3. Угловые диаграммы скорости роста пленки Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, свойственные различным распылительным системам: 1 — автономному магнетрону; 2 — ионному источнику; 3 — совмещенной системе.

та были равны  $W_{is} = W_m = 1200$  W, а в случае совмещенной системы — их сумме  $W_{is+m} = W_{is} + W_m = 2400$  W.

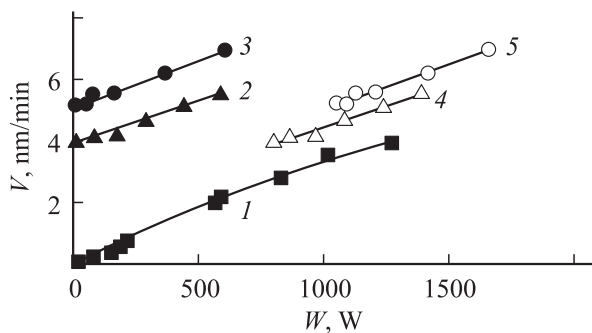
Полученные результаты свидетельствуют о том, что скорость роста пленок, свойственная совмещенной системе  $V_{is+m}$ , заметно превосходит сумму скоростей, характерных для напыления классическим магнетроном  $V_m$  и ионным источником  $V_{is}$  в диапазоне углов  $\vartheta$  от  $50^\circ$  до  $90^\circ$  с максимальным отличием в 1.4 раза в направлении, перпендикулярном поверхности распыляемой мишени. Это указывает на весьма значительную роль ионов внешнего источника в общем балансе потока распыленных атомов. Они кроме непосредственного участия в процессе распыления атомов в результате столкновительных процессов удаляют диэлектрическую пленку, образующуюся на поверхности мишени. Этот прирост скорости (в предположении, что процессы распыления мишени ионами разных источников независимы друг от друга) можно оценить как  $(V_{is+m} - V_{is})/V_m \approx 2-3$ .

Обращает на себя внимание то, что наибольшая скорость роста пленки в случае совмещенной распылительной системы соответствует направлению, перпендикулярному поверхности мишени. Это может представлять большой практический интерес. В присутствии внешнего ионного источника форма диаграммы скорости роста пленки изменяется незначительно по сравнению с автономным магнетроном, но при этом существенно (более чем в четыре раза) возрастает абсолютное значение скорости осаждения покрытия.

Поэтому мы попытались более детально исследовать скорость роста оксидных покрытий (на примере Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и TiO<sub>2</sub>) непосредственно над зоной эрозии мишени в зависимости от мощности, приложенной к распылительным системам. Эти результаты применительно к Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> пред-



**Рис. 4.** Зависимость скорости роста пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  от приложенной мощности: 1 — для автономного магнетрона; 2 — для автономного ионного источника; 3 — как функция мощности магнетрона для совмещенной распылительной системы; 4 — как функции суммарной мощности.



**Рис. 5.** Зависимость скорости роста пленки  $\text{TiO}_2$  от приложенной мощности: 1 — для автономного магнетрона; 2, 3 — как функция мощности магнетрона для совмещенной распылительной системы; 4, 5 — как функция суммарной мощности.

ставлены на рис. 4. Давление смеси  $\text{Ar}$  (75%)– $\text{O}_2$  (25%) во всех случаях равнялось 0.07 Па. Для того чтобы проанализировать вклад ионного источника в совмещенную распылительную систему, мощность ионного источника поддерживалась на максимальном уровне и составляла  $W_{is} = 1200$  W, а мощность, подаваемая на магнетрон, изменялась.

В работе [9] рассмотрены электрофизические характеристики ионного источника с замкнутым дрейфом электрона, близкого по конструкции к нашему, в частности, энергетический спектр ионов. Экстраполируя эти данные на наш случай, можно показать, что средняя энергия ионов нашего источника при напряжении 2.5 kV лежит в пределах 700–800 eV. Это значительно больше, чем энергия ионов плазмы магнетронного разряда [1,10]. Так как в области  $10^2$ – $10^3$  eV коэффициент распыления пропорционален энергии [3], эффективность ионов нашего источника в процессах распыления значительно выше, чем магнетрона. Поэтому они способны дать заметный вклад в поток распыленных атомов, что хорошо видно при сравнении кривых 1 и 2 на рис. 4. Во всем изученном интервале потребляемой мощности скорость

напыления пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ионным источником выше, чем магнетроном. Инжекция внешнего пучка ионов в разряд позволила увеличить скорость осаждения  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в 5–6 раз.

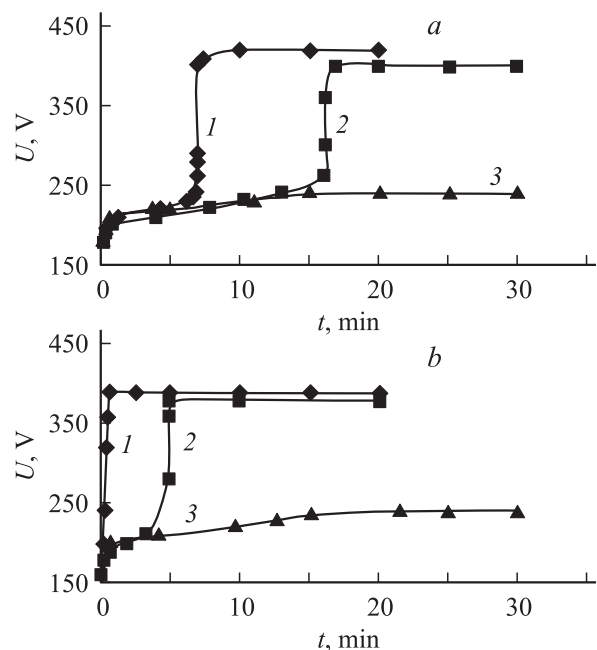
На рис. 5 представлены подобные зависимости для скорости осаждения пленки  $\text{TiO}_2$ . Давление смеси составляло 0.12 Па, расположение пьезоэлектрического датчика было таким же, как и в предыдущем эксперименте, мощность ионного источника была постоянной, на уровне 800 (кривые 2 и 4) и 1000 W (кривые 3 и 5).

Результаты этого эксперимента также свидетельствуют о том, что инжекция внешнего пучка ионов в разряд магнетрона способствует увеличению скорости роста пленки  $\text{TiO}_2$  в 3–4 раза (кривые 2 и 3) по сравнению с возможностями аналогичной автономно работающей магнетронной распылительной системы (кривая 1). Увеличение мощности ионного источника с 800 (кривая 2) до 1000 W (кривая 3) также привело к росту скорости осаждения покрытия на 15–20%.

Авторы [3] сообщают, что для большинства оксидов, в том числе и для  $\text{TiO}_2$ , коэффициенты распыления по порядку величины совпадают с аналогичными параметрами для металлов, образующих эти оксиды. Исключение составляют  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  и  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , коэффициенты распыления которых в 2–5 раз ниже, чем у соответствующих металлов. Наши результаты подтверждают это утверждение. В частности, скорость осаждения пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  при магнетронном напылении значительно ниже, чем у  $\text{TiO}_2$ . Так, например, при  $W_m = 500$  W они отличаются в два раза, в то время как скорость пленки металлического алюминия в 1.5 раза выше, чем титана [1]. При ионном ассистировании приращение скорости осаждения  $\text{Al}_2\text{O}_3$  гораздо выше (в 5–6 раз) в отличие от  $\text{TiO}_2$  (в 3–4 раза). Тем самым подтверждается наше предположение о том, что инжекция внешнего пучка ионов в плазму магнетронного разряда обеспечивает удаление оксидных пленок с поверхности мишени, способствуя распылению атомарно-чистой металлической поверхности. В пользу последнего утверждения можно привести еще один факт.

При нанесении оксидных пленок магнетроном и ионным источником, работающими автономно, зависимость скорости напыления от мощности выходит в насыщение, в отличие от их совместной работы, когда она в пределах условий эксперимента оставалась линейной. Это также указывает на сходство механизмов распыления мишени при ионном ассистировании и магнетронном нанесении металлических пленок, так как в последнем случае наблюдается линейная зависимость между скоростью роста пленки и приложенной мощностью [1].

На практике выход магнетрона на рабочий режим после инициации разряда всегда характеризуется относительно низкими разрядными напряжениями и большими токами, связанными с наличием диэлектрической пленки на поверхности мишени. После тренировки напряжения и токи принимают свои типичные значения. Сравнение продолжительности этого процесса для автономного



**Рис. 6.** Временные зависимости разрядного напряжения магнетрона, работающего в автономном режиме (*a*) и совместно с ионным источником (*b*) при постоянном давлении аргон-кислородной смеси (0.09 Па) и различных парциальных давлениях кислорода: 1 — 0.016 Па (18%); 2 — 0.028 Па (30%); 3 — 0.034 Па (38%).

магнетрона и совмещенного с ионным источником характеризует эффективность ионного ассистирования при тренировке распылительной системы.

В этой связи нами были изучены временные характеристики разрядного напряжения для обоих случаев в режиме стабилизации тока при различных парциальных давлениях кислорода в вакуумной камере (давление аргон-кислородной смеси было постоянным и равнялось 0.09 Па).

Эксперименты по тренировке проводились на пониженном уровне мощности магнетрона, соответствующем плотности тока на поверхности мишени порядка  $30 \text{ A/m}^2$ . Перед началом тренировки магнетрон выдерживался на воздухе при комнатной температуре в течение 20 min, для того чтобы создать оксидную пленку, результаты приведены на рис. 6.

После инициации магнетронного разряда в течение какого-то времени наблюдается низкое разрядное напряжение. Далее оно растет примерно вдвое, а затем стабилизируется при параметрах, соответствующих вольт-амперной характеристике магнетрона с чистой металлической мишенью. Низкое напряжение при фиксированной мощности в начальный момент времени обусловлено большим разрядным током, связанным с наличием оксидной пленки на поверхности мишени, обеспечивающей более низкую работу выхода электронов по сравнению с металлами. В частности, для металлического алюминия она равна 4.25 eV, а для

пленки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  на металле, полученной окислением его в кислородной плазме, — 2.0–2.4 eV [2]. Кроме того, во время тренировки на поверхности мишени всегда присутствуют искровые разряды, рождение которых, видимо, происходит в местах коллективного выхода электронов с дальнейшим лавинным развитием пробоев газа. Это приводит к значительному смещению вольт-амперных характеристик разряда в область больших токов.

Поведение кривых 1 и 2 на рис. 6, *a, b* свидетельствует о том, что при заданных условиях разряда скорость распыления оксидной пленки превышает скорость ее образования на мишени. Причем воздействие внешних ионов сокращает время тренировки более чем в три раза при парциальном давлении кислорода 0.028 Па и приблизительно в семь раз при 0.016 Па.

По мере увеличения парциального давления кислорода до 0.034 Па процесс образования пленки на поверхности мишени начинает преобладать над процессом распыления (кривые 3 на рис. 6, *a, b*) и выход магнетрона в режим распыления металла при заданных плотностях тока становится невозможным.

## Заключение

Использование внешнего ионного пучка для ассистирования магнетронного разряда приводит к эффектам, перечисленным ниже.

1. Увеличивается скорость осаждения покрытия и расширяется область параметров устойчивой работы магнетрона.

2. Значительно повышается интенсивность распыления мишени при реактивном осаждении покрытий. Скорость роста пленки  $\text{TiO}_2$  возрастает в 3–4 раза, а  $\text{Al}_2\text{O}_3$  — в 5–6 раз. Это обусловлено, на наш взгляд, эффективным удалением более высокоэнергетичными ионами внешнего источника пленок оксидов с поверхности мишени.

3. Продолжительность тренировки мишени существенно снижается благодаря внешнему пучку ионов.

## Список литературы

- [1] Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. М.: Радио и связь, 1982. 72 с.
- [2] Фоменко В.С. Эмиссионные свойства материалов: Справочник. Киев: Наукова думка, 1970. 148 с.
- [3] Распыление твердых тел ионной бомбардировкой. Вып. II. Распыление сплавов и соединений, распыление под действием электронов и нейтронов, рельеф поверхности: Пер. с англ. / Под ред. Р. Бериша. М.: Мир, 1986. 488 с.
- [4] Жуков В.В., Кривоногов В.П., Янин С.Н. // Изв. Томского политехнического университета. 2004. Т. 307. № 7. С. 40–45.
- [5] Малов В.В. Пьезорезонансные датчики. М.: Энергия, 1978. 248 с.

- [6] *Kelkar U.M., Gordon M.H., Roe L.A. et al. // J. Vac. Sci. Technol.* 1999. A17(1). P. 125–132.
- [7] *Гвоздев В.В., Курзанов М.А., Марахтанов А.М. // Физика плазмы.* 1999. Т. 25. № 5. С. 488–492.
- [8] *Буренков А.Ф., Комаров Ф.Ф., Кумахов М.А. и др. Пространственное распределение энергии, выделенной в каскаде атомных столкновений в твердых телах. М.: Энергоатомиздат, 1985. 248 с.*
- [9] *Zakharov A.N., Bugaev S.P., Kovsharov N.F. et al. // Proc. of V Int. Congress on Modification of materials with particle beams and plasma flows. Tomsk. 2000. P. 211–213.*
- [10] *Yanin S.N., Zhukov V.V., Krivobokov V.P. et al. // Proc. of VII Int. Conf. on Modification of materials with particle beams and plasma flows. Tomsk. 2004. P. 332–335.*