

УДК 537.52

К. ф.-м. н. А. Г. БОРИСЕНКО

Украина, г. Киев, Институт ядерных исследований НАНУ

E-mail: boris@kinr.kiev.ua

## ИСТОЧНИК БЕСКАПЕЛЬНЫХ ПЛАЗМЕННЫХ ПОТОКОВ ДЛЯ НАНОЭЛЕКТРОНИКИ

*Описан источник потоков плазмы твердофазных материалов, генерируемых вакуумно-дуговым разрядом в парах диффузно испаряемого анода. Источник способен эффективно создавать бескапельные потоки плазмы различных металлов в вакууме, а при напуске в вакуумную камеру необходимых рабочих газов — потоки газовой и газометаллической плазмы. Приведены основные характеристики разряда и параметры создаваемых плазменных потоков, имеющих компенсированный объемный заряд. Источник может быть использован для нанесения островковых и тонких металлических пленок на подложки из различных материалов, в том числе и диэлектрических.*

*Ключевые слова: вакуум, дуговой разряд, анод, наноструктура.*

О возможности формирования тонких функциональных слоев в электронике с помощью катодно-дугового осаждения различных твердофазных материалов известно давно. В широко используемом дуговом разряде в парах материала катода протекающие физические процессы таковы, что делают неизбежным присутствие в создаваемых потоках плазмы капельно-кластерной фазы материала катода [1, 2]. Эти потоки содержат капли катодного материала, размеры которых изменяются от единиц до десятков микрометров. Исследования показали, что плазменные потоки, создаваемые с помощью вакуумной катодной дуги, содержат капли диаметром до 20 мкм, причем доля капель диаметром более 2 мкм в общем массопереносе превышает 90% [3]. Такие макровключения ухудшают характеристики покрытий, т. к. имеют плохое сцепление с подложкой и могут по размерам превосходить толщину покрытия (проступать сквозь него). Поэтому для решения ряда технологических задач в нано- и микроэлектронике такие потоки оказываются неприемлемыми и требуют разработки разных методов их дополнительной фильтрации [4–8]. Однако фильтрация потоков не только способствует удалению капельной фазы, но и приводит к значительному ослаблению интенсивности потоков плазмы на выходе источников [8, 9].

Бескапельные потоки плазмы твердофазных материалов способен генерировать несамостоятельный дуговой разряд в парах материала анода благодаря диффузной привязке разряда на аноде и испарению рабочего материала из широкой зоны [10, 11]. Реализация режима локального испарения рабочего материала с поверхности анода в этом типе разряда весьма

затруднена [12]. Кроме того, этот разряд позволяет изменять в генерируемых им потоках плазмы в довольно широком диапазоне значения коэффициента ионизации потока, т. е. долю ионов в потоке. При этом интенсивность выходящего потока остается практически постоянной. Как известно, воздействие ионов, особенно на начальной стадии процесса осаждения, способно влиять на процессы образования точечных дефектов на поверхности осаждения, процессы поверхностной диффузии, зарождение и развитие металлических кластеров, дальнейший рост и структуру пленки [13, 14]. Поэтому возможность регулирования доли ионов в осаждаемом потоке плазмы может быть дополнительно использована как средство управления процессами зарождения и роста кластеров и пленок, позволяющее целенаправленно влиять на структуру и свойства создаваемых пленок. Отмеченные выше особенности вакуумного дугового разряда в парах материала анода делают целесообразным и актуальным изучение его свойств и характеристик для различных рабочих материалов и в различных диапазонах разрядного тока, а также изучение различных конструкций источников плазмы, создаваемых на его основе.

### Экспериментальное устройство

Принципиальная схема экспериментального устройства приведена на **рис. 1**. Разряд зажигался между охлаждаемым водой анодом 3 и заземленным накаливаемым катодом 1 в парах рабочего материала 2. В качестве рабочих материалов в проведенных экспериментах использовали медь, никель и титан, которые размещали непосредственно на аноде разряда 3 или в установившемся на аноде тигле. Зажигание разря-

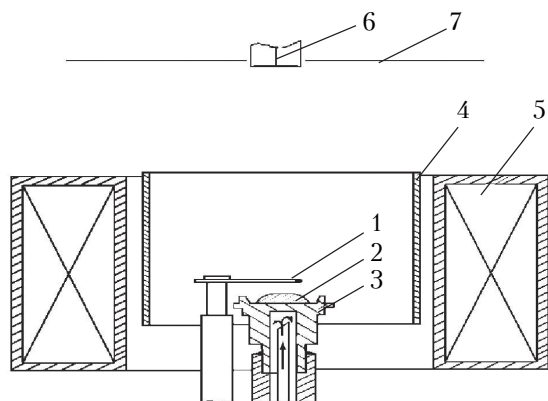


Рис. 1. Схема экспериментального устройства: 1 — накаливаемый катод; 2 — рабочий материал; 3 — водоохлаждаемый анод; 4 — цилиндрический электрод; 5 — магнитная катушка; 6 — электрический зонд; 7 — подложкодержатель

да происходило следующим образом. Между анодом 3 и предварительно накаливаемым катодом 1 прикладывали напряжение, которое приводило к нагреву рабочего материала термоэлектронами, эмитируемыми с катода, и к образованию в зоне между катодом и анодом паров рабочего вещества. Когда давление паров в разрядном промежутке достигало определенного значения, происходило зажигание разряда. Для облегчения зажигания разряда и с целью управления параметрами создаваемых плазменных потоков в зоне разряда использовали скрещенные электрическое и магнитное поля, создаваемые с помощью цилиндрического электрода 4 и магнитной катушки 5. Потенциал электрода  $U_4$  изменялся относительно заземленного катода разряда. В описываемых экспериментах индукция магнитного поля  $B$  в зоне разрядного промежутка составляла  $80 \cdot 10^{-4}$  Тл и была выбрана исходя из условий формирования максимальной доли ионной компоненты в создаваемых плазменных потоках. Для измерения параметров плазменных потоков использовали плоский электрический зонд 6, который располагался на оси системы на расстоянии  $0,17-0,19$  м от анода или  $0,09-0,11$  м от верхней плоскости электрода 4 и обычно находился под отрицательным относительно катода разряда потенциалом  $U_6 = -200$  В.

Источник плазмы позволял работать с различными твердофазными материалами. Для нанесения на подложку оптических покрытий в качестве рабочего материала использовали медь, а для формирования резистивных слоев — такие материалы, как Ni, Ti, Cr, Ta и другие. В качестве подложек при определении скорости осаждения пленок использовали ситалловые пластины Ст. 50 размером  $0,048 \times 0,06$  м, которые размещались на держателе подложек 7. Приводимые ниже скорости осаждения пленок, которые определяли весовым методом, являются усредненными по поверхности подложек. В описываемых экспериментах подложки располага-

лись на расстоянии  $0,180-0,185$  м от анода разряда. Геометрические размеры описываемого источника в целом соответствуют размерам цилиндра  $\varnothing 0,17 \times 0,20$  м, поэтому он легко размещается в вакуумной камере установок вакуумного напыления, например УВН 83П-1, УРМЗ.279.014П. Для получения высокого вакуума использовали магнитоэлектрический или диффузионный вакуумные насосы. Предельное давление в вакуумных камерах составляло  $(0,5-1) \cdot 10^{-3}$  Па. В режиме напыления давление  $P_k$  в вакуумных камерах было близко к предельному и практически не превышало  $1 \cdot 10^{-3}$  Па, а при работе с титаном наблюдалось уменьшение давления в камере примерно на порядок.

### Результаты исследований

На рис. 2 для разных рабочих материалов приведены типичные вольт-амперные характеристики (ВАХ) разряда, т. е. зависимости напряжения разряда  $U_p$ , от величины разрядного тока  $I_p$ . Видно, что ВАХ такого разряда имеет вид, типичный для вакуумной дуги, т. е. увеличение тока разряда сопровождается уменьшением разрядного напряжения. В нашем случае

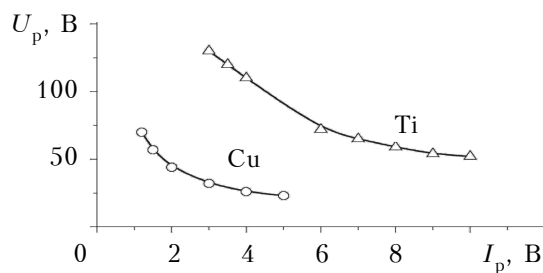


Рис. 2. ВАХ разряда, полученного в парах меди и в парах титана при  $U_4 = 0$

при увеличении  $I_p$  в парах меди от  $1,5$  до  $5$  А напряжение  $U_p$  уменьшалось от  $57$  до  $23$  В. Для разряда в парах титана  $U_p$  изменялось от  $130$  до  $52$  В при увеличении  $I_p$  от  $3$  до  $10$  А. Вольт-амперная характеристика описываемого типа разряда кардинально отличается от ВАХ несамостоятельного дугового разряда в газе, для которого рост разрядного тока сопровождается не понижением, а повышением напряжения разряда.

С учетом того, что в ряде случаев необходимы плазменные потоки, в состав которых входят и частицы металлов, и газы, нами были изучены характеристики разряда в таких комбинированных средах. На рис. 3 приведены ВАХ несамостоятельного дугового разряда в парах титана при различном давлении газа, напускаемого в вакуумную камеру. В качестве рабочего газа был использован азот. Кривая 1 представляет собой типичную ВАХ разряда в парах Ti (при  $P_k = 1,3 \cdot 10^{-3}$  Па) без напуска рабочего газа в вакуумную камеру, а кривая 6 получена в чистом азоте (при  $P_k = 4 \cdot 10^{-2}$  Па), т. е. при отсутствии испаряемого рабочего материала на аноде. Кривые 2—5 получены при различном

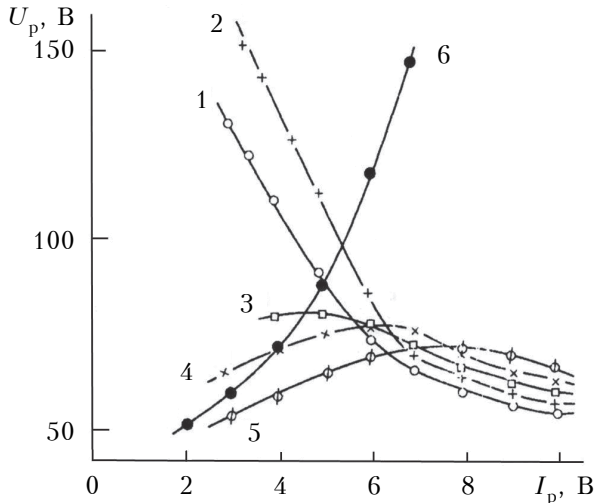


Рис. 3. ВАХ разряда в парах Ti при  $P_k=1,3 \cdot 10^{-3}$  Па (1), в чистом азоте при  $P_k=4 \cdot 10^{-2}$  Па (6) и в смеси паров Ti и азота, напускаемого в камеру при различном давлении (в Па):

2 –  $2,7 \cdot 10^{-2}$ ; 3 –  $3,3 \cdot 10^{-2}$ ; 4 –  $4 \cdot 10^{-2}$ ; 5 –  $5,5 \cdot 10^{-2}$

давлении напускаемого в вакуумную камеру газа и демонстрируют динамику изменения вольт-амперной характеристики несамостоятельного дугового разряда в смеси паров материала анода и газа при различных соотношениях их давления в разрядном промежутке. Они свидетельствуют о возможности реализации устойчивого горения разряда в таких комбинированных средах и о возможности использования данного типа разряда для создания потоков газометаллической плазмы. Приведенные данные свидетельствуют также о возможности осуществления непрерывного перехода с одной рабочей среды на другую и обратно в условиях постоянного горения разряда и демонстрируют степень влияния появляющихся в газовом разряде металлических примесей на его вольт-амперную характеристику (кривые 4 и 6).

Возможная скорость роста осаждаемых пленок и покрытий относится к основным характеристикам технологических источников плазменных потоков. На рис. 4 приведены полученные для описываемого экспериментального устройства зависимости скорости роста  $q$  осаждаемых покрытий от тока разряда  $I_p$  для различных рабочих материалов: Cu, Ti и Ni. Результаты по-

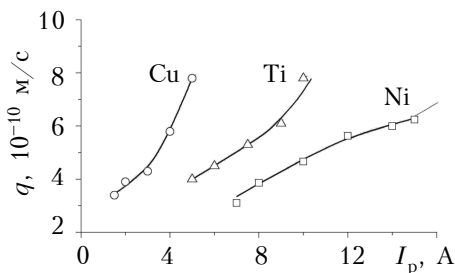


Рис. 4. Зависимости скорости роста осаждаемых покрытий от тока разряда для различных материалов

лучены в одной установке путем простой замены рабочего вещества на аноде разряда. Обращает на себя внимание тот факт, что при минимальных токах горения разряда значения  $q$  для трех материалов близки по величине. Это свидетельствует о том, что зажигание разряда для исследованных материалов происходит при одинаковых или близких значениях давления паров используемых рабочих материалов в разрядном промежутке. То есть, как и следовало ожидать, зажигание разряда происходит при некоем минимальном значении давления паров, практически одинаковом для разных рабочих материалов. При этом значение тока разряда зависит от материала. На рис. 4 также видно, что на начальной стадии, сразу после зажигания разряда, изменение  $q$  с увеличением тока разряда для всех материалов может быть аппроксимировано зависимостью, близкой к линейной. С ростом тока разряда характер зависимости  $q(I_p)$  для Cu и Ti изменяется — рост  $q$  превышает линейный, а для Ni наблюдаемое изменение  $q(I_p)$  остается близким к линейному и даже проявляет тенденцию к дальнейшему насыщению. Для прояснения этой ситуации требуются дополнительные исследования. В целом же, приведенные на рис. 4 данные показывают, что представленное экспериментальное устройство позволяет осаждать медные, титановые или никелевые покрытия со скоростью от 0,3 до 0,8 нм/с при токах разряда до 5, до 10 и до 15 А соответственно.

Проведенные измерения показали, что изолированный зонд, размещенный на оси создаваемых плазменных потоков, приобретает отрицательный потенциал, который незначительно изменяется по всему диаметру плазменного потока. Эти данные свидетельствуют о том, что формируемый плазменный поток имеет компенсированный объемный заряд и может быть успешно использован для нанесения кластеров и пленок на подложки из любых материалов, не только металлических и полупроводниковых, но и диэлектрических.

Проблема получения кластеров, наноструктур и пленочных систем с необходимыми свойствами требует поиска методов воздействия на составляющие комплексного процесса их роста. Использование регулируемой скорости осаждения и управление коэффициентом ионизации  $\alpha$  поступающего на подложку плазменного потока может быть отнесено к числу основных таких методов. Поэтому измерение этих величин является важным и с научной, и с практической точек зрения. Как следует из рис. 4, изменяя ток разряда в парах меди от 1,5 до 5 А, можно менять  $q$  от 0,3 до 0,7 нм/с. Измерения показывают, что при этом одновременно изменяется коэффициент  $\alpha$ , который также может быть определен как доля ионов в осаждаемом плазменном потоке. Способ измерения коэффициента иони-

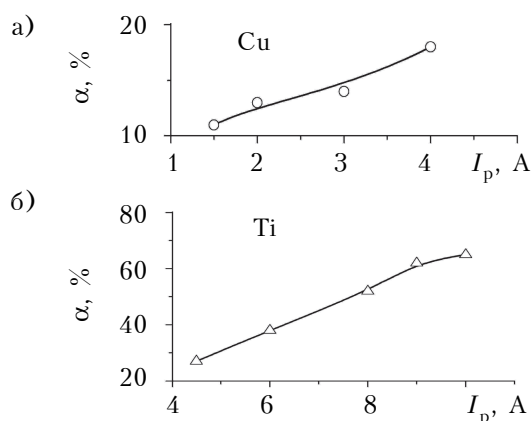


Рис. 5. Зависимость коэффициента ионизации плазменного потока  $\alpha$  от тока разряда в парах меди (а) и в парах титана (б) при  $I_4 = 0$

зации плазменного потока подробно описан в [10]. Из рис. 5, а видно, что  $\alpha$  в этих условиях изменяется от 10 до 19%. Для разрядов в парах Ni и Ti наблюдались более высокие значения коэффициентов ионизации создаваемых плазменных потоков. Так, из рис. 5, б видно, что для разряда в парах Ti повышение тока разряда от 5 до 10 А позволяет создавать потоки титановой плазмы с изменяемыми от 25 до 60% значениями  $\alpha$ .

Существует и дополнительная возможность изменения коэффициента ионизации плазменного потока — путем подачи положительного относительно катода разряда потенциала на цилиндрический электрод 4 и реализации дополнительного разряда в скрещенных электрическом и магнитном полях. Приведенные на рис. 6 данные демонстрируют зависимость  $\alpha$  от тока дополнительного разряда  $I_4$  при горении разряда в парах трех разных материалов. Видно, что для меди при увеличении  $I_4$  от 0 до 2 А можно изменять величину  $\alpha$  от 11 до 48%. Эксперименты показали, что увеличение  $\alpha$  происходит при незначительном изменении  $q$ . Для случаев разряда в парах Ti и Ni при токе основного разряда 10 А подача положительного потенциала на цилиндрический электрод 4 и увеличение тока

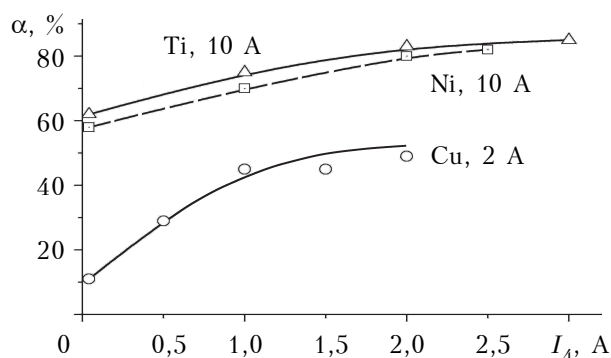


Рис. 6. Зависимость коэффициента ионизации  $\alpha$  плазменного потока различных материалов от тока  $I_4$  при разных значениях тока основного разряда

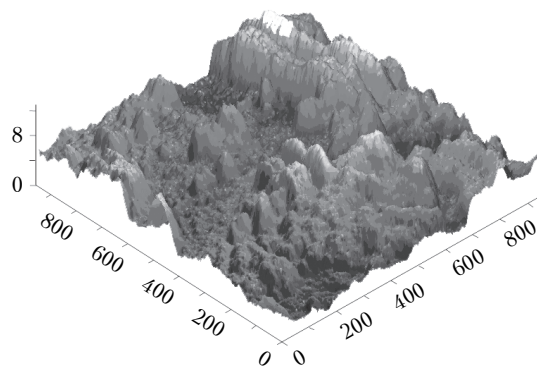


Рис. 7. Фотография участка титановой пленки (размеры — в нм)

дополнительного разряда от 0 до 3 А позволяет повышать  $\alpha$  до 85%. Потенциал электрода 4 в этих условиях не превышает 145 В.

На рис. 7 приведено фото осажденной с помощью экспериментального устройства титановой пленки. Учитывая, что размерность отложенных по осям величин — нанометры, можно сказать, что фото свидетельствует о полном отсутствии капель в осаждаемом потоке плазмы. Можно также говорить о том, что минимальная толщина формируемых сплошных пленок не превышает 7 нм.

Следует отметить, что при самых неблагоприятных режимах работы источника максимальное содержание примесей в нанесенных медных покрытиях не превышало 0,05%, а работа в стандартных режимах позволяла легко создавать лазерные зеркала с коэффициентом отражения более 99% на длине волны 1,315 мкм.

### Заключение

Таким образом, приведенные результаты исследований показывают, что описываемый источник плазмы действительно позволяет создавать бескапельные и высокоионизированные плазменные потоки и позволяет управлять ионизацией потока в достаточно широких пределах. Необходимо также отметить возможность успешного использования данного источника и для создания потоков газометаллической плазмы [11].

Представленные данные показывают возможность и целесообразность практического использования источников бескапельных плазменных потоков на основе несамостоятельного дугового разряда в парах материала анода для нанесения тонких пленок в технологиях нанoeлектроники. Компенсированный объемный заряд создаваемых плазменных потоков позволяет наносить функциональные слои на подложки из различных материалов, включая диэлектрические. Возможность управления изменением долей ионов в создаваемых потоках плазмы может быть использована для целенаправленного влияния на процессы зародышеобразования металлических кластеров и пленок, в том числе на размер и плотность образующихся зародышей, структуру и

свойства возникающих на поверхности подложки образований.

ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Daalder J. E. Components of cathode erosion in vacuum arc // J. Phys. D: Appl. Phys. — 1976. — Vol. 9, N 11. — P. 2379—2395.

2. Аксенов И. И., Коновалов И. И., Кудрявцева Е. Е. и др. Исследование капельной фазы эрозии катода стационарной вакуумной дуги // ЖТФ. — 1984. — Т. 54, Вып. 8. — С. 1530—1533. [Aksenov I. I., Konovalov I. I., Kudryavtseva E. E. i dr. // ZhTF. 1984. Vol. 54, Iss. 8. P. 1530]

3. Хороших В.М. П. Капельная фаза эрозии катода стационарной вакуумной дуги // Физическая инженерия поверхности. — 2004. — Т. 2, № 4. — С. 200—213. [Khoroshikh V.M. P. // Fizicheskaya inzheneriya poverkhnosti. — 2004. Vol. 2, N 4. P. 200]

4. Anders A. Approaches to rid cathodic arc plasma of macro- and nanoparticles: a review // Surface and Coatings Technology-1999. — Vol. 120—121. — P. 319—330.

5. Бизюков А. А., Ромащенко Е. В., Середа К. Н. и др. Динамика капельной фазы в плазме дугового разряда низкого давления // Вісник Харківського університету. Серія фізична «Ядра, частинки, поля». — 2004, № 642. — Вип. 3/25/. — С. 42—46. [Bizyukov A. A., Romashchenko E. V., Sereda K. N. i dr. // Visnik Kharkivs'kogo universitetu. Seriya fizichna «Yadra, chastinki, polya». 2004, N 642. Iss. 3/25/. P. 42]

6. Белоус В. А., Хороших В. М. Динамика плазмы вакуумной дуги в магнитном поле и системы формирования плазменных потоков // Физическая инженерия поверхности. — 2005. — Т. 3, № 1—2. — С. 108—126. [Belous V. A., Khoroshikh V. M. // Fizicheskaya inzheneriya poverkhnosti. 2005. Vol. 3, N 1—2. P. 108]

7. Аксёнов Д. С., Аксёнов И. И., Стрельницкий В. Е. Подавление эмиссии макрочастиц в вакуумно-дуговых источниках плазмы // Вопросы атомной науки и техники. — 2007. — № 6. — С. 106—115. [Aksyonov D. S., Aksyonov I. I., Strel'nitskii V. E. // Voprosy atomnoi nauki i tekhniki. 2007. N 6. P. 106]

8. Anders A. Cathodic Arcs: From Fractal Spots to Energetic Condensation. — New York: Springer, 2008.

9. Хороших В. М., Комарь А. А., Бровина М. А. Об эффективности вакуумно-дуговых источников плазмы с сепарацией капельной фазы эрозии катода // Физическая инженерия поверхности. — 2009. — Т. 7, № 1—2. — С. 54—59. [Khoroshikh V. M., Komar' A. A., Brovina M. A. // Fizicheskaya inzheneriya poverkhnosti. 2009. Vol. 7, N 1—2. P. 54]

10. Borisenko A. G., Saenko V. A., Rudnitsky V. A. Nonself-sustained arc discharge in anode material vapors // IEEE Trans Plasma Science. — 1999, August. — Vol. 27, N 4. — P. 877—881.

11. Borisenko A. G., Saenko V. A., Rudnitsky V. A. Semi-self sustained arc discharge in mixtures of metal vapors with gas // High Temperature. — 1999. — Vol. 37, N 1. — P. 1—8.

12. Borisenko A. G., Saenko V. A., Podziray J. S. Destruction of the arc discharge in vapors of the anode material by the gas entering into the vacuum chamber // Proceeding Int. Conf. on Plasma of Low Temperature Plasma, PLTP-03. — Ukraine, Kyiv. — 2003. — P. 6-2-5.

13. Палатник Л. С., Фукс М. Я., Косевич В. М. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок. — Москва: Наука. Главная редакция физ.-мат. литературы, 1972. [Palatnik L. S., Fuks M. YA., Kosevich V. M. Mekhanizm obrazovaniya i substruktura kondensirovannykh plenok. Moscow: Nauka. Glavnaya redaktsiya fiz.-mat. literatury, 1972]

14. Гусева М. Б. Ионная стимуляция в процессах образования тонких пленок на поверхности твердого тела // Соросовский образовательный журнал. — 1998. — № 10. — С. 106—112. [Guseva M. B. // Sorosovskii obrazovatel'nyi zhurnal. 1998. N 10. P. 106]

Дата поступления рукописи  
в редакцию 05.04 2013 г.

Borisenko A. G. **The source of macroparticle-free plasma flows for nanoelectronics.**

*Keywords: vacuum, arc discharge, anode, nano-structure.*

The paper describes the source of solid-phase materials plasma flow generated by vacuum-arc discharge in vapors of diffuse evaporated anode. The source can efficiently create macroparticle-free plasma flows of various metals in vacuum, and provided the vacuum chamber is filled with required working gases, the source creates gas and gas-metal plasma flows. The main characteristics of the discharge and the parameters of the plasma flows with compensated volume charge are presented. The source can be used for application of island and thin metal films on substrates of different materials, including dielectrics.

Ukraine, Kiev, Institute for Nuclear Research of NASU.

Борисенко А. Г. **Джерело безкраплинних плазмових потоків для наноелектроніки.**

*Ключові слова: вакуум, дуговий розряд, анод, наноструктура.*

Описано джерело потоків плазми твердофазних матеріалів, генерованих вакуумно-дуговим розрядом в парях дифузно випаровуваного аноду. Джерело здатне ефективно створювати безкраплинні потоки плазми різних металів у вакуумі, а при напусканні у вакуумну камеру необхідних робочих газів — потоки газової та газометалічної плазми. Наведено основні характеристики розряду та параметри створюваних плазмових потоків, що мають компенсований об'ємний заряд. Джерело може бути використане для нанесення острівцевих і тонких металевих плівок на підкладки з різних матеріалів, в тому числі й діелектричні.

Україна, м. Київ, Інститут ядерних досліджень НАНУ.