

ПРИМЕНЕНИЕ РАЗРЯДОВ В ПАРАХ ИСПАРЯЕМЫХ МЕТАЛЛОВ ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ ПЛЁНОК ИЗ ИОНИЗИРОВАННОГО ПОТОКА

Е.Г. Костин

Институт ядерных исследований НАН Украины, Киев, Украина

Тел.: (380-44) 525-23-49, 525-24-36; Факс: (380-44) 525-44-63

E-mail: interdep@kinr.kiev.ua

Приведены результаты исследований разрядного устройства для ионизации паров твердофазных веществ, испаряемых электронной пушкой с отклонением луча на 180° . Ионизирующее разрядное устройство диодного типа размещалось над поверхностью испаряемого материала и находилось в продольном регулируемом магнитном поле. Разряд осуществлялся в скрещенных электрическом и магнитном полях. Частичная ионизация пара производилась первичными и вторичными электронами пушки в облаке пара над испаряемым веществом. Изучались электрофизические свойства и структура осажденных из ионизированного потока плёнок. Проведен сравнительный анализ свойств пленок, осажденных в условиях воздействия бомбардировки ионами испаряемого металла в зависимости от энергии и содержания ионов в потоке частиц на подложку.

PACS: 52.77.-j

1. ВВЕДЕНИЕ

В вакуумных методах осаждения пленок развиваются методы, в которых используют потоки заряженных частиц для воздействия на пленку в процессе ее роста. Такое воздействие является важным средством управления физическими свойствами пленок. Эти методы достаточно разнообразны [1,2]. В технике широко представлены методы, в которых бомбардировка пленки осуществляется ионами инертного газа: катодное распыление с отрицательным потенциалом на подложке (обзор [3]) и «ионное осаждение», то есть термическое испарение в разряде в инертном газе, когда держатель подложки является катодом, а термический испаритель - анодом [4]. Содержание ионов осаждаемого вещества в общем потоке ионов при этом незначительно.

При осаждении из вакуумного дугового разряда с катодными пятнами [5], в потоке ионов на подложке могут быть преимущественно ионы осаждаемого вещества. Однако среди частиц присутствует капельная фаза, что не всегда желательно.

В настоящей работе рассмотрено устройство для ионизации пара и осаждения плёнок при воздействии на них в процессе роста только собственными ионами осаждаемого вещества. Первой работой в этом направлении является, по-видимому, работа [6]. В ней не было ионизатора и ионный поток не был управляемым. Использовалась слабая ионизация пара, которой сопровождается испарение сфокусированным электронным лучом.

В представляемой работе применено устройство на основе электронно-лучевого испарителя, идея которого изложена в [7], но с ионизатором другой конструкции и большей мощности, другими вольтамперными характеристиками и с системой извлечения ионов, описанной в [9] для разрядов в инертных газах и реализованной нами для плазмы в парах металлов. Указанные обстоятельства позволили увеличить ионный ток на подложку. Устройство позволяет в определенных пределах независимо изменять скорость осаждения, содержание ионной компоненты в потоке частиц и энергию ионов.

Эксперименты выполнены в развитие исследований [8], где было показано, что пленки, полученные

данным методом, имеют целый ряд полезных свойств: повышенную отражательную способность, адгезию, износостойкость. Это стимулировало дальнейшее их изучение.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

В камере установки УВН-2М-1 размещали электронно-лучевой испаритель с отклонением луча на 180° и водоохлаждаемым медным тиглем и устройство для ионизации потока пара. Вакуумная система установки дополнялась системой дозированного напуска газов (аргона, кислорода, азота).

Схематическое изображение устройства приведено на Рис.1. Испарение вещества производилось электронной пушкой 6. Характеристики электронной пушки: ускоряющее напряжение $5 \dots 10$ кВ, ток пучка $100 \dots 500$ мА.

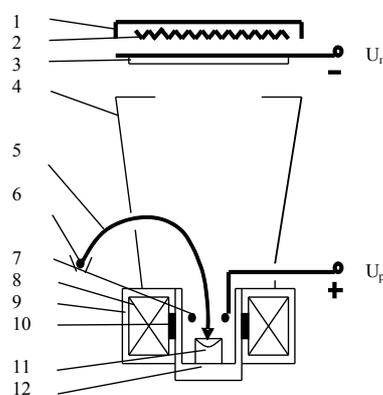


Рис.1. Схематическое изображение устройства для осаждения пленок. 1-экран нагревателя подложки, 2 - нагреватель подложки, 3-подложка на держателе, 4 - конический экран, 5 - электронный луч, 6 -электронная пушка, 7 - анод, 8 - электромагнит, 9 - экран, 10 - магнитопроницаемая вставка, 11 -испаряемое вещество, 12 - тигель

После выхода электронного луча 5 из прожектора пушки 6 электромагнитная отклоняющая система осуществляла его поворот на 180° . Применение системы поворота луча позволило избавиться от загрязнения пленки парами материала катода пушки и защитить электродную систему пушки от контакта с плазмой, присутствующей в зоне испарения.

Испаряемый материал 11 (кроме меди), помещался в тигель 12, где подвергался испарению. Применение электронно-лучевого испарителя с водоохлаждаемым тиглем позволило получать пленки широкого круга металлов без опасности загрязнения их материалом тигля, а также проводить осаждение пленок тугоплавких металлов (Nb, Mo), испарение которых из тиглей другого типа и резистивных испарителей невозможно. Для испарения меди в этом устройстве применялись танталовые или молибденовые тигли-стаканы, поскольку высокая теплопроводность меди не позволяла её испарять при непосредственном контакте с дном медного водоохлаждаемого тигля.

Вокруг тигля расположен электромагнит 8 разрядного устройства, помещенный в магнитопротягивающий экран 9 из армо-железа, заваренный вакуумно-плотным швом с магнитопроницаемой вставкой 10 из меди.

Такая конструкция экрана позволила концентрировать магнитное поле (с целью увеличения ионизации пара) непосредственно в зоне разряда между анодом разрядного устройства 7 и испаряемым веществом 11, являющемся катодом разрядного устройства, а также устранить влияние рассеянного поля электромагнита на магнитное поле отклоняющей системы пушки. Магнитная индукция аксиально-симметричного магнитного поля над испаряемым материалом составляла до 0,04 Тл. Это позволило повысить эффективность ионизации пара за счет увеличения длины пробега электронов, а также дополнительно сфокусировать электронный луч до диаметра 1...3 мм. Фокусировка луча позволяет создать над расплавом область высокой плотности пара при меньшей мощности луча. Еще одно преимущество острой фокусировки луча в том, что создаются условия для "автотигельного" испарения, при котором отсутствует контакт расплавленной зоны материала с тиглем.

В парах металла зажигали разряд с током до 10 А. Поэтому анод разрядного устройства для термической стойкости изготовлен в виде кольца из тугоплавкого материала (Ta, Mo).

Вокруг зоны испарения располагается конический экран 4 с диафрагмой в верхней части. Роль экрана заключается в локализации плазмы, которая при его отсутствии контактирует с деталями камеры, вызывая газоотделение, и в фокусировке ионов с помощью диафрагмы на подложку.

На Рис.2 схематически показано, как распределяются потоки ионов и нейтральных атомов на подложке.

Благодаря присутствию отрицательного потенциала на подложке 3, граница плазмы 5 под диафрагмой экрана 4 прогибается во внутреннюю часть экрана. Отобранные с границы плазмы 5 ионы 7 направляются к подложке 3, образуя сходящийся пучок, попадающий в зону 1. Чем выше потенциал на подложке, тем больше плазма под диафрагмой прогибается во внутреннюю часть экрана и тем меньше диаметр ионного пучка и диаметр зоны 1 на подложке. Нейтральные атомы 6 двигаются по приблизительно прямолинейным траекториям, указанным стрелками, и осаждаются в зоне 1 и 2.

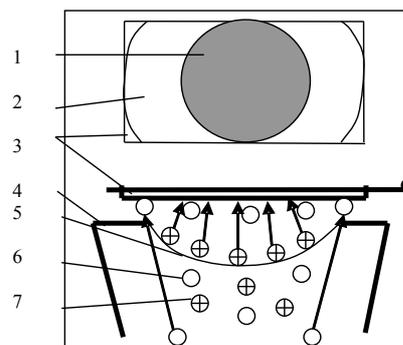


Рис.2. Схема формирования зоны ионной бомбардировки при осаждении: 1 - зона ионной бомбардировки, 2 - зона осаждения нейтральных атомов, 3 - подложка, 4 - заземлённый экран, 5 - граница плазмы (условно), 6 - нейтральные частицы, 7 - ионы. Стрелками показаны направления движения ионов и нейтральных частиц

Таким образом, подложка 3 и экран 4 с диафрагмой в верхней части являются простейшей ионно-оптической системой для извлечения ионов в данном устройстве. Подобная система извлечения ионов описана в [11] для разрядов в инертных газах, а в нашем случае она реализована для плазмы паров металлов.

Распределение ионного тока по подложке определялось вращающимся зондом. Поток ионов N^+ (ион/см²·с) рассчитывали по усредненной плотности тока в зоне бомбардировки, а поток нейтральных атомов N (ат./см²·с) – по толщине пленки вне зоны действия ионного пучка. Величина N^+/N выражает количество ионов, приходящихся на один конденсирующийся атом.

Осаждение проводилось на подложки из ситалла при температурах предварительного нагрева подложек до 550°С. Вакуум поддерживался в интервале: $P=3 \cdot 10^{-4} \dots 7 \cdot 10^{-4}$ Па.

Наличие двух зон на одной подложке позволило сравнить свойства плёнок при других одинаковых условиях осаждения, тем более, что обе зоны легко различались визуально из-за различия в коэффициенте оптического отражения.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

На Рис.3,а,б представлены зависимости тока разряда от напряжения разряда $I_p(U_p)$ в парах ниобия при разных мощностях W_e электронной пушки и соответствующие им токи ионов на подложку (без поправки на коэффициент вторичной ионно-электронной эмиссии). Зависимости для разряда в парах молибдена качественно подобны зависимостям для ниобия и поэтому не приводятся.

Из Рис.3,а видно, что зависимости $I_p(U_p)$ с уменьшением мощности испарителя сдвигаются в сторону больших напряжений разряда. После превышения потенциала однократной ионизации U_i (для ниобия 6.88 эВ) токи разряда и ионные токи на подложку на всех кривых начинают медленно возрастать.

Ионный ток на подложку (Рис.3,б) отличается от нуля даже при напряжении разряда равном нулю. Это означает, что в паровом облаке над испаряемым веществом пар частично ионизирован, и чем больше

мощность электронного луча, тем больше вытягиваемый на подложку ионный ток. Таким образом,

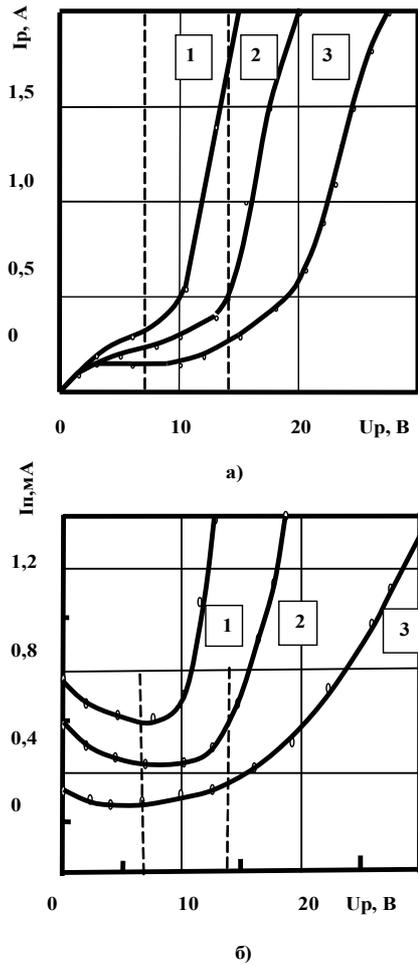


Рис.3. Семейство зависимостей тока разряда I_p (а) и тока ионов на подложку I_n (б) от напряжения разряда U_p при различной мощности электронного луча: 1 - 1,52 кВт, 2 - 1,40 кВт, 3 - 1,28 кВт. Напряжение на подложке $U_n = -2$ кВ. Вертикальные пунктирные линии соответствуют потенциалам однократной (6,88 эВ) и двукратной (13,9 эВ) ионизации

электронный луч и вторичные электроны являются в данном случае внешним ионизатором, интенсивность которого растёт с ростом We . Вследствие наличия такого внешнего ионизатора на зависимостях $I_p(U_p)$ нельзя указать напряжение зажигания разряда. На начальной стадии роста напряжения на аноде (при U_p меньше U_i), ионный ток на подложку уменьшается. Это означает, что часть ионов, которые раньше образовывались электронным лучом и вытягивались на подложку из облака пара, запираются положительным потенциалом анода. После превышения на аноде потенциала однократной ионизации ток ионов на подложку начинает возрастать вследствие дополнительной ионизации пара в разряде.

В ток на анод разрядного устройства при низком напряжении (0...5 В) входит также ток медленных электронов (термоэмиссионных электронов из нагретого металла и медленных вторичных электронов), которые не образуют при этом напряжении анода до-

полнительной ионизации. На этом участке вольт-амперные характеристики 1,2,3 на Рис.3,а подобны характеристикам вакуумного газонаполненного диода с внешним ионизатором различной интенсивности. Роль внешнего ионизатора выполняет первичный электронный луч, упруго отражённые первичные электроны, и вторично-эмиссионные электроны. Согласно [12] энергия собственно вторичных электронов в среднем составляет 10...12 В при U_e меньше 1 кэВ. То есть их энергия выше потенциала однократной ионизации атомов ниобия.

С дальнейшим ростом напряжения разрядный ток возрастает до значений в несколько ампер и разряд переходит в самостоятельный дуговой.

Необходимо отметить, что с увеличением мощности электронного луча не только возрастает производимая им ионизация, но и растёт скорость испарения материала или, другими словами, растёт давление пара в разрядном устройстве. Поэтому ВАХ 1,2,3 на Рис.2,а относятся к различным давлениям пара и выделить влияние на ВАХ только ионизирующей способности электронов пушки затруднительно.

Сложным является и влияние магнитного поля на ВАХ разряда. В данном устройстве изменение магнитного поля вызывало изменение фокусировки электронного луча, а это, в свою очередь, приводило к изменению давления пара. Поэтому сначала снимали вольт-амперную характеристику при максимально острой фокусировке луча, а затем расфокусировали луч путем как уменьшения, так и увеличения поля магнита. В обоих случаях происходило изменение ВАХ качественно подобное тому, как на Рис.3,а,б при уменьшении мощности луча, поскольку падала скорость испарения. Однако при расфокусировке луча путем увеличения магнитного поля разрядный ток и ток ионов на подложку были больше, чем при расфокусировке при уменьшении поля.

Вид ВАХ разрядов в парах металлов, у которых при температуре испарения термоэлектронная эмиссия отсутствует (Си) или незначительна (Ni) [10], качественно отличается от приведенных выше для Nb. На Рис.4,5 представлены ВАХ и соответствующие ионные токи на подложку при испарении никеля и меди.

Увеличение напряжения на аноде разрядного устройства вплоть до 100 В не вызывает появления на ВАХ круто возрастающего участка разрядного тока, который на ВАХ для Nb и Mo означал переход в самостоятельный дуговой разряд с амперными токами.

Таким образом, можно предположить, что вторично-эмитируемых электронов луча пушки, вытягиваемых на анод разрядного устройства, не достаточно для развития дугового разряда. При этом скорость осаждения меди (а значит и давление пара) была почти в 50 раз выше, чем при испарении ниобия и разряд сопровождался интенсивным зелёным свечением плазмы.

Свойства пленок, полученных под воздействием ионного пучка, сравнивались со свойствами пленок, сформировавшихся одновременно вне зоны действия пучка при прочих равных условиях. Необходимость

такого сравнения обусловлена тем, что ионной бомбардировке в ряде случаев сопутствует некоторый дополнительный тепловой нагрев пленок. Поэтому представляет интерес выяснить, отличаются ли свойства пленок, полученных под воздействием ионного пучка, от свойств пленок, осажженных на предварительно нагретую внешним нагревателем подложку.

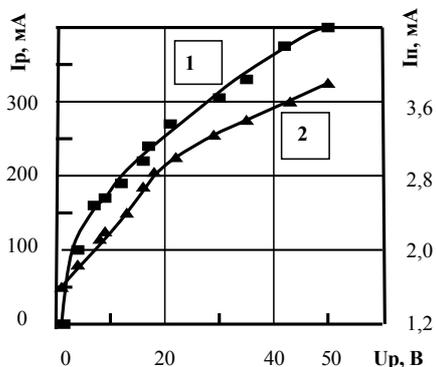


Рис.4. Зависимость тока разряда I_p (1) и тока ионов на подложку I_n (2) от напряжения разряда U_p при испарении Ni. Потенциал подложки - 2 кВ, параметры луча: $U_e = 6,8$ кВ, $I_e = 180$ мА. Скорость осаждения 3 нм/с

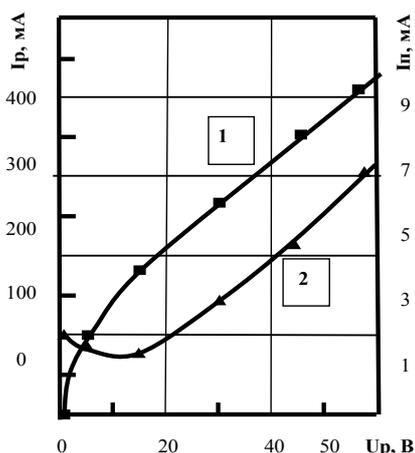


Рис.5. Зависимость тока разряда I_p (1) и тока ионов на подложку I_n (2) от напряжения разряда U_p при испарении Si. Потенциал подложки - 2 кВ, параметры луча: $U_e = 6$ кВ, $I_e = 170$ мА. Скорость осаждения 50 нм/с

Удельное электросопротивление плёнок является структурно чувствительным свойством, поэтому его изучение представляет интерес в связи с выяснением специфики воздействия ионной бомбардировки, по сравнению с традиционными методами воздействия (скоростью конденсации, температурой подложки).

Многочисленные измерения, проведенные в данной работе для ряда металлов, позволили заключить, что бомбардировка в процессе роста приводит к снижению удельного сопротивления конденсатов. Эксперименты были проведены как с пленками тугоплавких металлов (W, Ta, Mo, Nb), поскольку с увеличением температуры плавления можно было ожидать закалки радиационных дефектов, так и с пленками титана, у которого прирост сопротивления, вызываемый присутствием точечных дефектов, велик. Например, на 1% пар Френкеля прирост

удельного сопротивления составляет для титана 41 мкОм см /ат.%. Этот эффект наблюдался для диапазона температур подложек 20...600°C в диапазоне энергии ионов 0...4 кэВ. Примеры представлены на Рис.6.

Характер изменения сопротивления в зависимости от температуры подложки – монотонное уменьшение с увеличением температуры – одинаков для всех металлов. С увеличением отношения потока ионов к потоку нейтральных атомов N^+/N при постоянном напряжении смещения, как и при постоянном N^+/N , но с увеличением потенциала подложки, также происходит уменьшение удельного сопротивления.

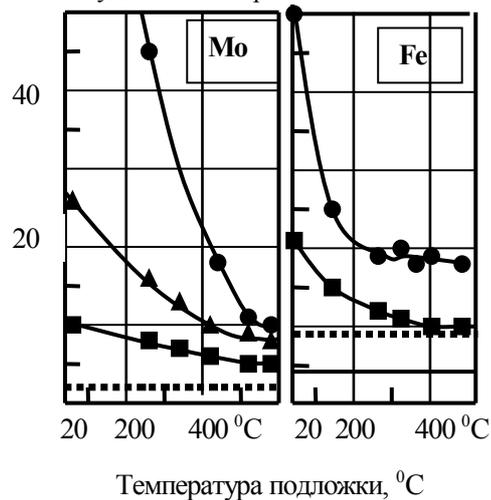


Рис.6. Зависимость удельного электросопротивления ρ плёнок Mo и Fe от температуры подложки. ● – вне зоны бомбардировки, ■ ▲ – в зоне бомбардировки: ▲ – Mo, $U_n = - 2$ кВ, $N^+/N=0,05$, ■ – Mo, $U_n = - 4$ кВ, $N^+/N=0,16$; Fe, $U_n = - 3$ кВ, $N^+/N=0,06$

В работах по осаждению пленок катодным распылением со смещением [3] был установлен эффект снижения сопротивления плёнок тугоплавких металлов (Ta, Nb) под влиянием бомбардировки ионами аргона с энергией до 300 эВ. При более высоких энергиях сопротивление возрастало. В настоящей работе, хотя бомбардировка осуществлялась более тяжелыми ионами и при более высоких энергиях, возрастания сопротивления не наблюдалось.

Для оценки влияния начальных стадий на удельное сопротивление плёнок молибдена были проведены эксперименты по следующей методике. В течение времени, необходимого для получения пленки толщиной 2...5 нм, производилось электронно-лучевое испарение. Затем включалось разрядное устройство и подавалось ускоряющее напряжение на подложку и дальнейшее осаждение проходило в условиях бомбардировки. Сопоставление значений удельного электросопротивления таких пленок и пленок, которые бомбардировались постоянно, включая начальные стадии, не выявлено различий (в пределах ошибки эксперимента) для образцов толщиной 200...500 нм. Установленный факт свидетельствует о том, что влиянием начальных стадий на величину удельного сопротивления пленок можно пренебречь.

Для оценки прироста температуры подложки проделан следующий эксперимент. К осажженной на подложку из ситалла металлической пленке, помещен-

ной в позицию напыления, приваривалась термопара и измерялась температура при напылении с ионным пучком и без него. Прирост температуры составлял ~70°C при удельной мощности пучка 0,5 Вт/см². на уровне 300°C при напылении без пучка. Такой прирост температуры подложки недостаточен, чтобы вызвать уменьшение сопротивления в плёнках, аналогичное показанному на Рис.6, и необходимо привлечь другие механизмы для объяснения этого эффекта.

Отметим, что увеличением скорости осаждения также не удавалось добиться снижения удельного сопротивления в той степени, как при ионной бомбардировке.

При изучении кристаллической структуры рентгенографическим методом было установлено, что кристаллиты в плёнках Mo и Nb имеют преимущественную ориентацию (текстуру), перпендикулярную поверхности подложки. Причём, в то время как возрастание температуры подложки приводит к появлению и совершенствованию аксиальной текстуры <110>, ионная бомбардировка, несмотря на вызываемый ею дополнительный нагрев подложки, вызывает появление и совершенствование текстуры <111>. С увеличением потенциала подложки (и одновременным возрастанием поверхностной мощности ионного пучка) температурная область существования текстуры <111> расширяется за счет сохранения этой ориентации до более высоких температур. Поэтому можно заключить, что влияние бомбардировки одноименными ионами на структуру плёнок (как и на сопротивление) носит специфический характер и не сводится к дополнительному нагреву, вызываемому термализацией кинетической энергии ионов при торможении.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе приведены результаты исследований ВАХ разрядного устройства диодного типа для ионизации паров твердофазных веществ, испаряемых электронной пушкой с отклонением луча. Разряд осуществлялся в скрещенных электрическом и магнитном полях над поверхностью испаряемого материала.

Показано, что ионизация пара первичным электронным пучком малоэффективна. Исследованы зависимости ионных токов на подложку в зависимости от режимов разряда.

Описаны особенности в режимах разрядов для металлов с высокой электронной термоэмиссией и металлов, не обладающих термоэмиссией при температуре испарения.

Представлены результаты изучения электрофизических свойств и структуры плёнок, осаждённых из ионизированного потока. Проведен их сравнительный анализ и показано, что изменения свойств, вызванные влиянием бомбардировки, отличаются от изменений, вызываемых традиционными методами воздействия при осаждении (скоростью конденсации, температурой подложки).

ЛИТЕРАТУРА

1. М.Д. Габович, Н.В. Плешивцев, Н.Н. Семашко. *Пучки ионов и атомов для управляемого термоядерного синтеза*. М.: «Энергоатомиздат», 1986, с.152-202.
2. В.А. Саенко. Устройства термоионного осаждения (обзор) // *ПТЭ*. 1985, №3. с.9-21.
3. Л. Майссела, Р. Гленга. *Технология тонких пленок* / Справочник под редакцией М.: «Советское радио», 1977, т.1, с.428-438.
4. D.M. Mattox. Fundamentals of Ion Plating // *J.Vac. Sci. Technol.* 1973, v.10, №1, p.47-52.
5. В.Г. Падалка, В.Т. Толок. Методы технологий высоких энергий // *Атомная энергия*. 1978, т.44, №5. с.476-478.
6. E.F. Krimmel. Ion source // *Rev.Sci.Instr.* 1966, v.37, №4, p.678-681.
7. В.П. Белевский, В.М. Коптенко. Устройство для ионизации материала, испаряемого электронным лучом // *ПТЭ*. 1970, №4, с.188-190.
8. В.П. Белевский, М.В. Белоус, Е.Г. Костин, В.Н. Чугаев. Влияние ионной бомбардировки в процессе осаждения пленок на формирование их структуры, электрофизические и физико-технологические свойства // *Электронная техника. Сер.3.: Микроэлектроника*. М.: ЦНИИ «Электроника», 1977, вып.5(84), с.104-111.
9. М.Д. Габович. *Плазменные источники ионов*. К.: «Наукова думка», 1964, с.134-153.
10. В.И. Гапонов, *Электроника. Ч.1, Физические основы*. М.: «Физматгиз». 1960, с.317, 293.

APPLICATION OF DISCHARGES IN VAPOR OF EVAPORATED METALS FOR THE FILM DEPOSITION FROM THE IONIZED STREAM

E.G. Kostin

Results of researches of the discharge device for ionization of the vapor of solid materials are presented. Evaporation of a material was made by an electron gun with a deviation of a beam on 180°. Diode type discharge device for ionization was placed above a surface of evaporated metal and was in a longitudinal adjustable magnetic field. Discharge was carried out in crossed electric and magnetic fields. Partial ionization of the vapor was made by primary and secondary electrons of the gun in a vapor cloud above evaporated substance. Physical properties and structure of the films. The comparative analysis of the films properties, besieged in conditions of influence of bombardment by ions of evaporated metal were studied depending on energy and the contents of ions in a stream of particles on a substrate.

ЗАСТОСУВАННЯ РОЗРЯДІВ В ПАРІ ВИПАРОВУЄМОГО МЕТАЛУ ДЛЯ ОСАДЖЕННЯ ПЛІВОК З ІОНІЗОВАНОГО ПОТОКУ

Є.Г. Костін

Наведені результати досліджень розрядного пристрою для іонізації пару твердофазних речовин. Випаровування речовини проводилось електронною гарматою з відхиленням променя на 180°. Іонізуючий розрядний пристрій діодного

типу розміщувався над поверхнею випаровуємого матеріалу і знаходився в продольному регулюємому магнітному полі. Таким чином розряд відбувався в схрещених електричному і магнітному полях. Часткова іонізація пару здійснювалась первинними та вторинними електронами електронної гармати в щільній парі над випаровуємою речовиною. Досліджувались електрофізичні властивості та структура плівок, осаджених з іонізованного потоку. Проведено порівняльний аналіз властивостей плівок, які осаджені в умовах впливу бомбардування іонами металу, що випаровується, в залежності від енергії іонів та відносного вмісту іонів у потоці частинок на підкладину.