

## УГЛОВЫЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИ МАГНЕТРОННОМ РАСПЫЛЕНИИ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МИШЕНЕЙ ИЗ Mg, Al, Si, Ti, Cr, Cu, Zn, Ge, Zr, Nb, Mo, Ag, In, Sn, W, Pt, Au и Bi

© 2020 г. А. В. Рогов<sup>a,\*</sup>, Ю. В. Капустин<sup>a,\*\*</sup>

<sup>a</sup> Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”  
Россия, 123182, Москва, пл. Академика Курчатова, 1

\*e-mail: alex-rogov@yandex.ru

\*\*e-mail: kapura90@yandex.ru

Поступила в редакцию 28.02.2020 г.

После доработки 04.03.2020 г.

Принята к публикации 05.03.2020 г.

Представлены результаты экспериментальных исследований угловых распределений при магнетронном распылении в аргоне на постоянном токе мишеней из Mg, Al, Si, Ti, Cr, Cu, Zn, Ge, Zr, Nb, Mo, Ag, In, Sn, W, Pt, Au и Bi. Условия распыления соответствовали характерным для промышленного напылительного оборудования. Угловое распределение потока материала рассчитывалось по результатам измерения толщины покрытия, напыленного на две гибкие ленточные подложки, размещаемые на подложкодержателе в виде двух скрещенных полуколец, равноудаленных от центра распыляемой мишени (радиус кривизны 100 мм). Также исследовано влияние индукции и формы магнитного поля вблизи поверхности распыляемого катода на угловые распределения. Полученные результаты могут быть использованы в качестве исходных данных для расчета профиля покрытия при магнетронном напылении.

DOI: 10.31857/S003281622004031X

### ВВЕДЕНИЕ

Магнетронное напыление функциональных покрытий является широко распространенным вакуумным технологическим процессом, с помощью которого, в частности, решается задача нанесения покрытий с высокой однородностью по толщине. Магнетронное распылительное устройство формирует неоднородный поток распыленных атомов [1]. Как было показано в [2], использование данных о нормированном угловом распределении и профиле выработки катода, а также экспериментально измеренной энергетической эффективности магнетронного распыления позволяет рассчитать профиль покрытия и оптимальное расположение плоской вращающейся подложки относительно магнетрона, обеспечивающее заданное значение неоднородности покрытия по толщине при минимальных потерях распыленного материала. В связи с этим весьма актуальной задачей является повышение точности измерения угловых распределений для различных металлов при магнетронном распылении.

Предложенная в данной работе модификация методики измерений позволила значительно повысить точность полученных результатов по сравнению с опубликованными в [3] данными по уг-

ловым распределениям при распылении поликристаллических мишеней.

### ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Эксперименты по измерению угловых распределений проводились на установке с цилиндрической вакуумной камерой размером  $\varnothing 380 \times 240$  мм и с безмасляной системой откачки. В качестве распылительного устройства использовался малогабаритный планарный магнетрон с косвенным водяным охлаждением распыляемого дискового катода диаметром 25 мм. Магнитная система состояла из внешнего кольцевого магнита размером  $\varnothing 25 \times \varnothing 18 \times 5$  мм (NdFeB) и центрального цилиндрического размером  $\varnothing 10 \times 10$  мм (NdFeB).

Исследование влияния индукции магнитного поля на нормированное угловое распределение проводилось с использованием одного и того же магнетрона, но с двумя магнитными системами, отличающимися намагниченностью кольцевого магнита. Большая часть измерений проводилась с ослабленной магнитной системой при максимуме горизонтальной компоненты магнитного поля на поверхности корпуса магнетрона  $B_{\parallel} = 0.17$  Тл. По

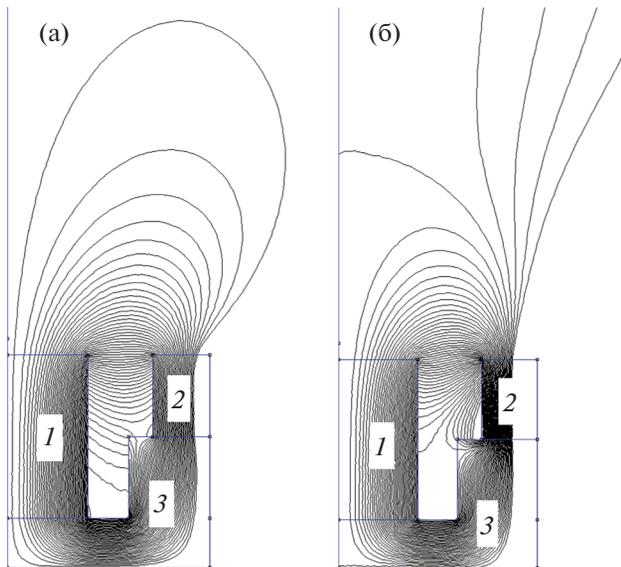


Рис. 1. Конфигурация магнитного поля в области ловушки для системы с ослабленным (а) и сильным (б) периферийным магнитом. 1 – центральный магнит, 2 – периферийный магнит, 3 – магнитопровод.

конфигурации магнитной ловушки такая система близка к сбалансированной. Вторая магнитная система являлась несбалансированной ( $B_{\perp} = 0.29$  Тл). Распределение магнитного поля в области магнитной ловушки при использовании этих магнитных систем представлено на рис. 1 (рассчитано в программе FEMM 4.2 [4]). Горизонтальная компонента магнитного поля измерялась магнетометром ТПУ-02.

Расчет угловых распределений проводился по результатам измерения распределения толщины покрытия после магнетронного напыления. Гибкие ленточные подложки шириной 25 мм и длиной 300 мм (термостойкая прозрачная пленка для лазерной печати) размещались на подложкодержателе в форме двух скрещенных полуколец с радиусом 100 мм. Расположение магнетрона и подложкодержателя с установленными на нем подложками показано на рис. 2.

Точность установки подложкодержателя относительно магнетрона контролировалась с использованием жесткого шаблона с ферромагнитным основанием, который устанавливался непосредственно на поверхность распыляемого катода.

Распределение толщины покрытия измерялось на рентгенофлуоресцентном спектрометре “Clever B23”, снабженном приводом для линейного перемещения образцов [5]. Максимальная толщина покрытия при напылении не превышала 1 мкм, минимальная была более 50 нм, что находится в пределах диапазона линейной зависимости интенсивности сигнала флуоресценции от толщины пленки [6, 7]. Для снижения ошибки,

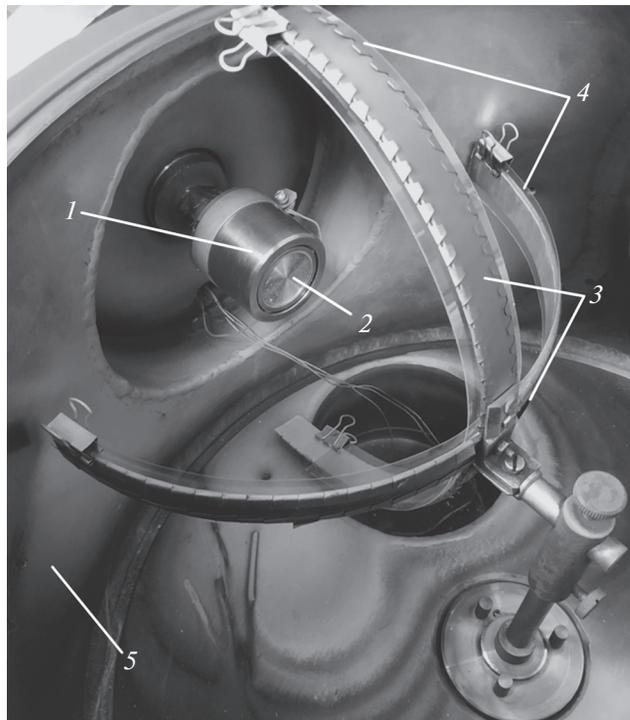


Рис. 2. Схема размещения подложки. 1 – магнетрон; 2 – распыляемый катод; 3 – подложкодержатель; 4 – подложки; 5 – стенки вакуумной камеры.

вызванной поглощением рентгеновского излучения, все измерения проводились в вакууме. Линейный шаг при измерении толщины покрытия составлял 5 мм (соответствует угловому шагу  $\approx 2.87^\circ$ ).

При обработке полученных результатов, принимая во внимание осевую симметрию углового

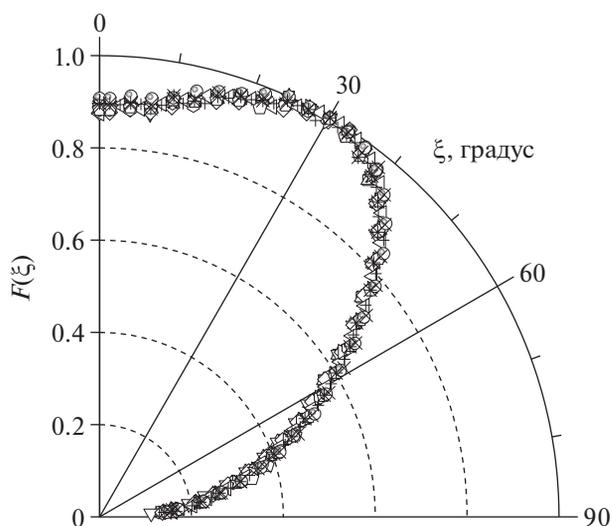


Рис. 3. Результаты четырнадцати независимых экспериментов по измерению углового распределения при распылении Cu.

**Таблица 1.** Элементный состав мишеней, параметры аппроксимации угловых распределений, режим распыления и энергетическая эффективность при магнетронном распылении поликристаллических металлов

Материал катода	Количество (состав примесей), %	$\langle U_d \rangle$ , В	$\langle I_d \rangle$ , мА	$P_{Ar}$ , Па	$K_w$ , мг/(Вт мин)	Параметры аппроксимации				
						$A$	$m$	$B$	$n$	$C$
Mg	0.2% (Pd, Zr)	350	91	0.6	0.055	0.911	0.995	0.239	2.739	0.328
Al	<0.1% (Fe, Cu, Ge)	354	90	0.6	0.026	0.966	1.020	0.261	4.836	0.287
		390	133	0.6	0.024					
Si	<0.1% (Ge, Pd)	706	27	0.6	0.010	1.225	1.236	0.542	3.002	0.315
Ti	4.4% (3% Al, 1.4% Si, Ca, Fe, Zr)	363	86	0.6	0.022	1.494	1.098	0.933	2.758	0.332
Cr	6% (5% Al, 1% S, K, Fe, Ni, Cu)	404	78	0.8	0.061	1.126	0.984	0.426	4.197	0.256
Cu	0.4% (Fe, Se, Ge)	401	78	0.5	0.144	1.128	1.306	0.401	10.04	0.156
		468	111	0.6	0.147					
Zn	0.6% (V, Fe, Se, Co, As)	551	56	0.9	0.186	0.931	1.035	0.202	5.727	0.268
Ge	0.4% (0.3% Mn, 0.1% Zr, Cu)	426	75	0.6	0.082	1.142	1.161	0.282	3.436	0.140
Zr	2.8% (2.6% Nb, 0.2% Cu, Se, Ni)	304	101	0.6	0.052	1.490	1.041	0.807	2.979	0.235
Nb	0.5% (0.4% V, 0.1% Fe)	348	89	0.6	0.054	1.644	1.053	0.922	2.561	0.221
Mo	0.7% (0.5% Cu, 0.2% Fe, Yb, Rb)	358	88	0.8	0.089	1.371	1.098	0.623	5.621	0.102
		412	127	0.6	0.087					
Ag	8.8% (7.7% Al, 1.1% Cu, Pd, Ge)	372	83	0.6	0.325	1.295	1.085	0.432	2.524	0.137
In	0.2% (Fe)	568	54	0.7	0.049	0.973	1.450	0.134	1.448	0.160
Sn	0.1% (Cu, Yb)	479	64	0.6	0.131	0.956	1.158	0.050	5.070	0.094
W	5% (3.4% Cr, 1.6% Se)	359	87	0.8	0.139	1.587	0.967	0.900	2.229	0.268
Pt	0.3% (Fe)	422	75	0.6	0.229	1.836	1.165	0.870	2.444	0.034
Au	9.5% (9.2% Cu, 0.3% Ni)	413	75	0.6	0.382	1.152	1.139	0.173	2.610	0.021
Bi	<0.1%	396	132	0.6	0.854	1.033	1.077	0.097	5.311	0.064

Примечание.  $\langle U_d \rangle$  – среднее напряжение разряда в процессе эксперимента;  $\langle I_d \rangle$  – средний ток разряда в процессе эксперимента;  $P_{Ar}$  – давление аргона в процессе эксперимента.

распределения, корректировалось возможное отклонение центра подложек от оси магнетрона при напылении. Таким образом, для каждого из исследованных элементов были получены четыре угловых распределения в диапазоне от  $0^\circ$  до  $90^\circ$  в полярной системе координат. Весь массив измеренных значений использовался для расчета параметров аппроксимирующей функции, который проводился методом наименьших квадратов [8]. Полученная функция нормировалась в максимуме на единицу.

Контроль отсутствия текстуры в распыляемых мишенях [9] проводился по наличию аксиальной симметрии и совпадению всех четырех измеренных угловых распределений.

Для измерения массы катодов использовались аналитические весы CAS CAUW-220D точностью  $\pm 0.01$  мг.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ

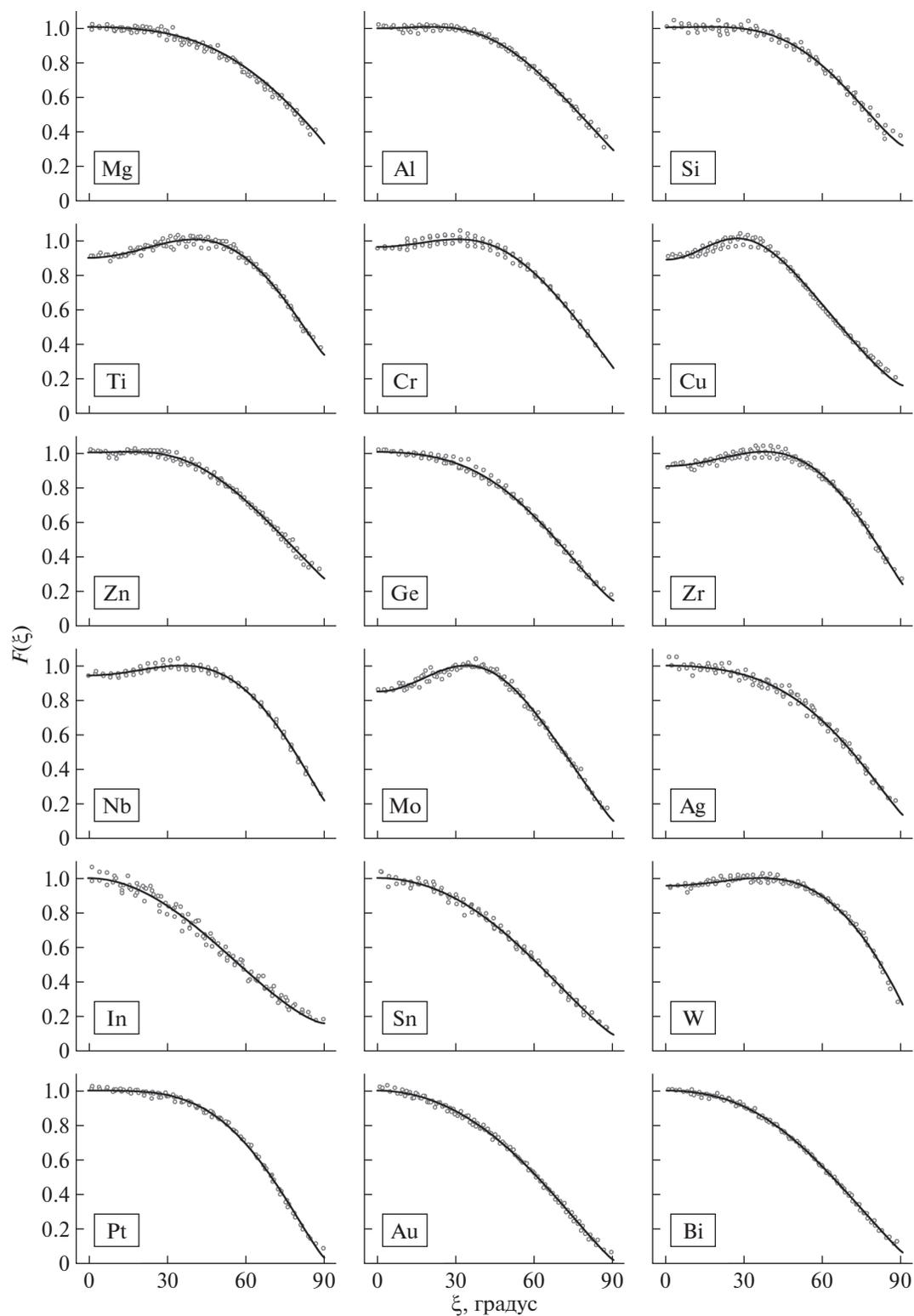
Повторяемость результатов измерений проверялась в серии из четырнадцати независимых экспериментов, в которых использовались катоды из Cu. Распыление проводилось в режиме стабилизации мощности разряда (50 Вт): напряжение разряда 450–500 В, давление Ar 5 мТорр. Результаты измерения угловых распределений в полярной системе координат представлены на рис. 3.

Для аппроксимации экспериментальных данных использовалась функция [2]:

$$F(\xi) = A \cos^m(\xi) - B \cos^n(\xi) + C, \quad (1)$$

где:  $A$ ,  $m$ ,  $B$ ,  $n$  – параметры аппроксимации;  $C$  – измеренное значение под углом  $90^\circ$  к оси магнетрона;  $\xi$  – угол между нормалью к плоскости катода магнетрона и направлением вылета распыленных частиц.

По сравнению с функцией, использованной для аппроксимации угловых распределений в [3],



**Рис. 4.** Аппроксимационные зависимости и экспериментально измеренные угловые распределения при магнетронном распылении Mg, Al, Si, Ti, Cr, Cu, Zn, Ge, Zr, Nb, Mo, Ag, In, Sn, W, Pt, Au, Bi (см. табл. 1).

в выражении (1) добавлен параметр  $C$ , величина которого определяется взаимодействием потока распыленных атомов с плазмой магнетронного

разряда и буферным газом при транспортировке до подложки. Относительное отклонение аппроксимационной зависимости от эксперимен-

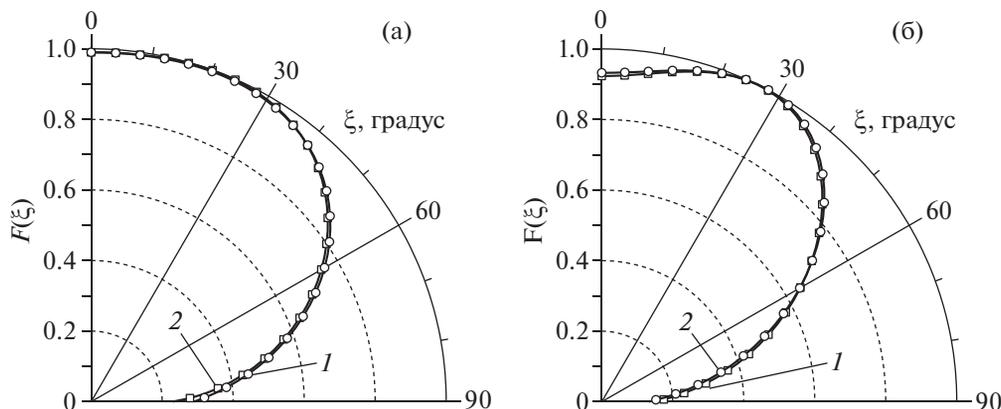


Рис. 5. Сравнение результатов измерения угловых распределений для Al (а) и Cu (б) для системы с ослабленным (1) и сильным (2) периферийным магнитом.

тально измеренных значений для всех исследованных элементов не превышало 5%.

Катоды из Mg, Al, Cr, Cu, Mo, Nb и W были изготовлены из заготовок в виде прутков методом токарной обработки; катоды из Si и Ge — из полированных монокристаллических пластин толщиной 0.8 и 0.4 мм соответственно. Катоды из Ag и Au изготавливались методом переплавки с последующей холодной прокаткой на вальцах; In- и Sn-мишени — методом вакуумной плавки с последующей токарной обработкой. Толщина катодов, если это не было оговорено отдельно, составляла  $1.5 \pm 0.1$  мм.

Коэффициент энергетической эффективности распыления, используемый при расчете профиля покрытия [3], рассчитывался по формуле:

$$K_W = \frac{m_0 - m_1}{W_d T}, \quad (2)$$

где:  $m_0$ ,  $m_1$ , мг — соответственно масса катода до и после распыления;  $W_d$ , Вт — средняя мощность магнетронного разряда;  $T$ , мин — время распыления.

Режимы распыления, результаты расчетов и значения параметров аппроксимации для экспериментально измеренных угловых распределений представлены в табл. 1.

Экспериментальные данные и результаты их аппроксимации (с коэффициентами из табл. 1) представлены на рис. 4.

Различие точности измерений для разных элементов определяется интенсивностью характеристической рентгеновской спектральной линии, которая для исследованных материалов может отличаться более чем в 30 раз (например, для Cu и In).

Наличие влияния магнитного поля на поверхности корпуса магнетрона на угловое распределение потока распыленных атомов проверялось путем сравнения результатов, полученных при ис-

пользовании катодов из двух материалов — Al и Cu. Результаты измерений представлены на рис. 5.

По результатам измерений не обнаружено какого-либо влияния распределения, индукции и степени сбалансированности магнитного поля в магнитной системе распылительного магнетрона на угловые распределения потока атомов при распылении как Al, так и Cu. Такую инвариантность при использовании столь значительно различающихся магнитных систем можно объяснить следующим: уменьшение намагниченности приводит к повышению напряжения разряда (см. табл. 1) и соответственно энергии ионов, бомбардирующих катод. Однако изменение энергии распыляющих ионов столь мало, что оно слабо влияет на каскадный механизм при распылении мишени и соответственно на угловое распределение.

Из-за того что вольт-амперная характеристика магнетронного разряда нелинейна, весь рабочий диапазон изменения напряжения разряда (вне зависимости от конструкции, рабочего давления и распыляемого материала) не превышает  $\approx 100$  В. На этом основании можно сделать вывод, что режим распыления по току также слабо влияет на угловые распределения при магнетронном распылении. Это позволяет сделать предположение, что угловые распределения не зависят от конструктивных особенностей магнетронных распылительных устройств, что значительно повышает практическую значимость представленных экспериментальных данных.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представленные результаты измерений угловых распределений и коэффициентов энергетической эффективности при магнетронном распылении поликристаллических мишеней из Mg, Al, Si, Ti, Cr, Cu, Zn, Ge, Zr, Nb, Mo, Ag, In, Sn, W, Pt, Au и Bi показали, что совершенствование ме-

тодики позволило существенно повысить точность измерения угловых распределений по сравнению с результатами, опубликованными авторами ранее в [3]. Выявлено, что индукция магнитного поля в магнетронном распылительном устройстве и степень сбалансированности его магнитной ловушки слабо влияют на этот параметр, что значительно повышает практическую значимость полученных результатов. Все измерения проводились при сходных вакуумных условиях, соответствующих технологическим режимам при магнетронном напылении покрытий, и могут быть использованы как для дальнейшего совершенствования теории распыления в области низких энергий, так и для широкого круга прикладных задач, связанных с магнетронным распылением и напылением функциональных покрытий.

#### ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена при поддержке НИЦ “Курчатовский институт” (приказ от 16.07.2019 г. № 1575).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Horkel M., van Aeken K., Eisenmenger-Sittner C., Depla D., Mahieu S., Leroy W.P.* // Journal of Physics D: Applied Physics. 2010. V. 43. № 7. 075302. <https://doi.org/10.1088/0022-3727/43/7/075302>
2. *Рогов А.В., Капустин Ю.В.* // ПТЭ. 2019. № 1. С. 103. <https://doi.org/10.1134/S0032816219010221>
3. *Мартыненко Ю.В., Рогов А.В., Шульга В.И.* // Журнал технической физики. 2012. Т. 82. Вып. 4. С. 13. <https://doi.org/10.1134/S1063784212040196>
4. *Meeker D.C.* Finite element method magnetics. 2018. Version 4.2. URL: <http://www.femm.info>
5. URL: <http://www.eleman.ru/clever-b23.html>
6. *Sitko R.* // X-Ray Spectrom. 2008. V. 37. P. 265. <https://doi.org/10.1002/xrs.1012>
7. *Giurlani W., Berretti E., Innocenti M., Lavacchi A.* // Coatings. 2019. V. 9. Issue. 2. P. 79. <https://doi.org/10.3390/coatings9020079>
8. *Линник Ю.В.* Метод наименьших квадратов и основы математико-статистической теории обработки наблюдений. 2-е изд. М.: Гос. изд-во физ.-мат. лит., 1962.
9. *Рогов А.В., Мартыненко Ю.В., Белова Н.Е., Шульга В.И.* // ВАНТ. Серия: Термоядерный синтез. 2011. Вып. 4. С. 65.