

ISSN 0869—1738

**ВАКУУМНАЯ  
ТЕХНИКА  
И  
ТЕХНОЛОГИЯ**

**ТОМ 1 №2 1991**



VACUUM SCIENCE AND TECHNOLOGY

## РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Главный редактор **Л. И. КИСЕЛЕВСКИЙ** — академик АН БССР

### Заместители главного редактора

**Л. Н. РОЗАНОВ** — профессор Ленинградского государственного  
технического университета  
195251 г. Ленинград, ул. Политехническая, 29.  
(Вакуумная техника и оборудование)

**В. В. ХОДАСЕВИЧ** — доцент Белорусского  
государственного университета.  
220080, г. Минск, Ленинский пр. 4.  
(Вакуумные технологии)

### Члены редакционной коллегии

И. А. Аброян  
В. П. Гольцев  
В. И. Гороховский  
Г. Ф. Ивановский  
Ф. Ф. Комаров  
А. А. Лабуда  
В. А. Лабунов  
А. М. Мазуркевич  
М. И. Меньшиков  
Л. Й. Пранявичюс  
Г. Л. Саксаганский  
В. В. Углов  
Ю. Ю. Фирцак  
Ю. М. Щекочихин

### Зарубежные члены редакционной коллегии

Ван Дянь-жу (КНР),  
М. Кынев (Болгария),  
А. Халлас (Польша).

### Редакционный совет

С. А. Астапчик  
А. И. Гоев  
А. И. Гродников  
В. И. Гранько  
Ю. Н. Насонов  
С. А. Пелих  
В. В. Понкратов  
О. В. Роман  
Э. В. Ядин

Редакция просит авторов статей направлять материалы в адрес заместителей главного редактора в соответствии с тематикой журнала.

Рекламные материалы направлять секретарю редакции **И. П. ШВЕДКО**: 231000, г. Сморгонь, Гродненской обл, ул. Я. Коласа, 78, тел. 2-24-74.

УДК 621.793:537.534.2

## ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ РАСПЫЛЕНИЯ ИОННЫМ ПУЧКОМ

В. И. ГОРОХОВСКИЙ (г. Киев), А. В. КОСОГОРОВ (г. Москва)

Рассмотрены преимущества ионно-лучевого напыления материалов. Экспериментально показано, что при распылении металлических мишеней широким пучком ионов низкой энергии, выходящим из УЗДП, можно на неподвижную подложку наносить с высокой производительностью плёнки, имеющие равномерную толщину распыляемого материала и хорошие адгезионные свойства. Получена методика, позволяющая расчетным путем определять оптимальную геометрию взаимного расположения мишени и подложки при нанесении покрытий распылением мишени пучком большого диаметра.

В настоящее время в машиностроении, оптической и электронной промышленности все шире применяется техника нанесения тонких пленок на изделия. Подобные пленки должны обладать высокой адгезией к подложке, иметь многослойную композиционную структуру, сохранять стехиометрический состав материала распыляемой мишени и осажденной плёнки при отсутствии капельной фазы. Перечисленные требования хорошо удовлетворяются при использовании ионного распыления (1—3).

В промышленности применяются два способа ионного распыления: ионно-плазменное распыление и распыление ионными пучками (2).

Ионно-плазменное распыление включает: систему распыления в тлеющем разряде постоянного тока с холодными электродами; трехэлектродную систему постоянного тока с термоэмиссионным катодом; двух- и трехэлектродные системы высокочастотного ионного распыления диэлектриков; магнетронные системы.

Наряду с достоинствами ионно-плазменное распыление обладает одним недостатком: распыляемая мишень находится под отрицательным потенциалом относительно плазмы. Вследствие этого на положительные ионы, испускаемые мишенью, действует сила, возвращающая их назад, тогда как отрицательные ионы получают ускорение от мишени. От нежелательного эффекта разделения эмиттируемых ионов можно избавиться, если производить распыление ионным пучком. Отсутствие электрического поля в области поверхности мишени позволяет распылять ионным пучком порошковые материалы без возмущающих сил, действующих на частицы порошка. Мы также избегаем искрения и возникновения дугового разряда на поверхности мишени при ионно-плазменном распылении некоторых материалов (таких, например, как *Pb*, *Zn*, *Ca*).

Долгое время основные недостатки метода ионных пучков заключались в том, что облу-

чаемая площадь мишени была мала (1...2 см). Однако в последние годы появились сообщения об использовании в технологии тонких пленок ионных пучков большого диаметра (1,4). В работе (4) было установлено, что максимальная производительность процесса ионного распыления при неизменной величине выделяемой мощности, приходящейся на единицу площади мишени, достигается при бомбардировке мишени ионами с энергией 200...400 эВ. Там же было показано, что одним из самых перспективных устройств для получения потоков ионов с такой низкой энергией и большой плотностью ионного тока ( $j_i \approx 5...20 \text{ mA/cm}^2$ ) при достаточно высоком вакууме ( $p \approx 10^{-3} \text{ Па}$ ) является ускоритель с замкнутым дрейфом электронов и протяженной зоной ускорения (УЗДП).

Одним из важных вопросов, который необходимо решить при нанесении покрытий методом распыления ионным пучком большого диаметра, является оптимизация геометрии взаимного расположения мишени и подложки относительно оси ионного пучка. При этом критериями оптимальности должны быть скорость напыления пленки и равномерность толщины покрытия, распределяемого по длине подложки.

В экспериментальных исследованиях, касающихся выбора оптимальной геометрии, в качестве источника ионного пучка использовался УЗДП, описанный в работе (4). Распыляемая медная мишень размером 200×200 мм закреплялась на водоохлаждаемом коллекторе. Угол  $\alpha$  между поверхностью мишени и продольной осью ионного пучка составлял 10, 15, 30 и 45°. Расстояние от центра мишени до плоскости среза ускорителя равнялось 400 мм. Подложка устанавливалась на подставке, которая вращалась вокруг оси, перпендикулярной оси ионного пучка. Поворачивая подставку, можно менять угол между поверхностью подложки и осью пучка (угол наклона подложки)  $\beta$ . Размеры подложки, выполненной из стекла, равнялись 100×100 мм. Перед нане-

сением покрытия поверхности мишени и подложки очищались ионным пучком в течение 10 мин. Для этого подложка устанавливалась под углом  $\beta=20^\circ$ . Затем подложку помещали под углом  $\beta$  и в течение 10 мин напыляли покрытие. Расстояние между осью поворота подложки (шарниром) и мишенью составляло  $L=150$  мм. Исследования проводились в вакуумной камере при давлении не выше  $10^{-3}$  Па.

Целью данных экспериментов было выявление зависимости скорости напыления от угла наклона мишени  $\alpha$ , а также определение оптимального угла наклона подложки  $\beta_{opt}$ , при котором достигалась максимальная равномерность толщины покрытия.

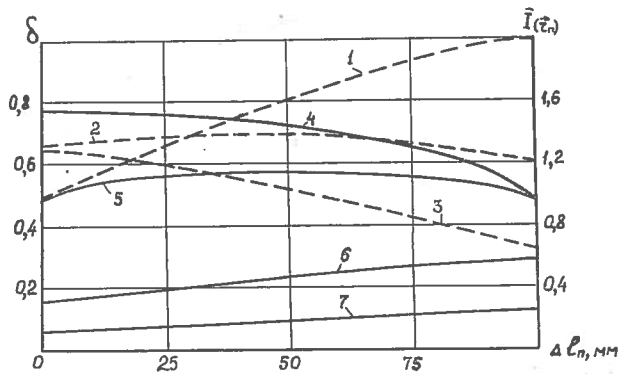


Рис. 1. Пунктирные линии — экспериментальные зависимости относительной толщины наносимой плёнки меди  $\delta = \delta(\Delta l_n)$  вдоль длины подложки от различных углов ее наклона: 1— $\beta=30^\circ$ , 2— $\beta=45^\circ$ , 3— $\beta=75^\circ$ . Сплошные линии — расчетные зависимости плотности потока распыленных атомов на поверхности подложки при  $\beta = \alpha = 30^\circ$ : 4 —  $y_{no} = 80$  мм,  $K = 30\%$ , 5 —  $y_{no} = 100$  мм,  $K = 10\%$ , 6 —  $y_{no} = 150$  мм,  $K = 47\%$ , 7 —  $y_{no} = 200$  мм,  $K = 52\%$ .

На рис. 1 показано изменение относительной толщины наносимой плёнки меди  $\delta$  вдоль длины подложки при различных углах  $\beta$  и при угле наклона мишени  $\alpha = 45^\circ$  (пунктирные кривые). Оптимальный угол наклона подложки, при котором достигается хорошая равномерность покрытия —  $\beta_{opt} \approx 45^\circ$ .

Изменяя угол наклона мишени, можно определить зависимость оптимального угла наклона подложки от угла  $\alpha$  (материал мишени — медь,  $V_y = 300$  В), которая приближенно описывается уравнением:

$$\beta_{opt} \approx 90^\circ - \alpha$$

Равномерность толщины покрытия определялась двумя способами: фотометрированием на приборе МФ-4 и измерением высоты ступенки, получаемой при маскировании части поверхности подложки.

Скорость напыления плёнки при выбранном расстоянии между подложкой и мишенью  $\alpha$  зависит от энергии ионов (от ускоряющего напряжения  $V_y$ ), угла наклона мишени  $\alpha$  и от

плотности ионного тока. Зависимость скорости напыления плёнки от  $V_y$  и  $j_i$  при  $W = V_y \cdot J_i = \text{const}$  такая же, как и для скорости распыления (см. 4). Зависимость скорости напыления от угла наклона мишени  $\alpha$  при  $\beta = \beta_{opt}$ ,  $V_y = 300$  В и  $J_i = 5$  мА/см<sup>2</sup> имеет максимум при  $\alpha = 15...30^\circ$  ( $h^{max} \approx 0,7$  мкм/мин), который объясняется двумя факторами: возрастанием коэффициента катодного распыления в несколько раз при уменьшении угла  $\alpha$  до  $40...20^\circ$  (3) и увеличением облучаемой площади мишени.

С целью определения оптимальной геометрии взаимного расположения мишени и подложки при нанесении покрытий методом распыления мишени ионным пучком большого диаметра был проведен теоретический анализ процесса.

Предполагая, что размер подложки значительно меньше диаметра пучка, можно принять

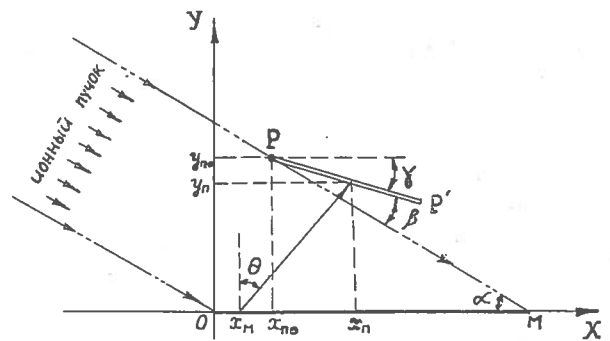


Рис. 2. Схема расчетной модели определения плотности потока распыленных атомов, осаждаемых на неподвижной подложке.

следующую расчетную модель (рис. 2). Рассматриваем квазиплоское приближение, т. е. предполагаем, что пучков ионов, мишень и подложка не ограничены в направлении оси. В плоскости XY пучок падает на мишень, расположенную вдоль оси OX, под углом  $\alpha$ . Подложка закреплена на шарнире (координаты  $(x_{no}, y_{no})$ , причем шарнир свободно перемещается вдоль левого края ионного пучка. Подложка образует с осью пучка угол  $\theta < \beta < 180^\circ$ , а точка P крепления шарнира не может приблизиться к краю мишени M на расстояние, меньшее длины подложки. Длина мишени —  $l_m$ . Обозначим угол между осью OX и подложкой через  $\gamma$ . Тогда  $\alpha \neq \beta + \gamma$ . Для координат произвольной точки подложки можно записать:

$$y_n = y_{no} - (x_n - x_{no}) \text{tg} \gamma, \tag{2}$$

где

$$x_{no} = l_m - y_{no} / \text{tg} \alpha.$$

Угол  $\theta$  (между осью OY и линией, соединяющей произвольные точки на подложке  $\{x_n, y_n\}$  и мишени  $\{x_m, y_m\}$ , определяем следующим образом:

$$\theta = \arccos \left[ \frac{y_n}{\sqrt{(x_n - x_m)^2 + y_n^2}} \right] \tag{3}$$

Пусть угловая зависимость интенсивности ионного распыления мишени задана в виде  $\bar{I}(\Theta) = I(\Theta)/I(\xi)$ , где  $I(\xi)$  — некоторое характерное значение  $I(\Theta)$  при  $\Theta = \xi$ .

Тогда для потока атомов мишени, попадающих в точку  $\{y_n, x_n\}$  подложки, можно записать (5):

$$\bar{I}_r = \int_0^{l_m} \bar{I}(\Theta) \cdot \frac{\cos(\Theta - \gamma)}{r^2} dx_m, \quad (4)$$

где

$$r = \sqrt{(x_n - x_m)^2 + y_n^2}$$

Как следует (из 3, 6), во многих, представляющих практический интерес случаях угловую зависимость распыленных атомов можно аппроксимировать в виде  $\bar{I}(\Theta) = \cos(\Theta + \xi)$ , где  $\xi$  — угол, при котором  $\bar{I}(\Theta)|_{\Theta=\xi} = \bar{I}_{\max}(\Theta)$  (так называемый закон косинуса).

Таким образом, имеем для плотности потока распыленных атомов, падающих на подложку в окрестности точки  $\{x_n, y_n\}$ ,

$$\bar{I}_r = \int_0^{l_m} \frac{\cos(\Theta + \xi) \cdot \cos(\Theta - \gamma)}{[y_n^2 + (x_n - x_m)^2]} dx_m. \quad (5)$$

Учитывая, что  $\cos(\Theta + \xi) = \cos \xi (\cos \Theta - \text{tg} \xi \sqrt{1 - \cos^2 \Theta})$ ,  $\cos(\Theta - \gamma) = \cos \gamma (\cos \Theta + \text{tg} \gamma \sqrt{1 - \cos^2 \Theta})$ , а также уравнение (3), получим (из 5)

$$\bar{I}_r = \cos \xi \cdot \cos \gamma \left\{ \frac{1 - \text{tg} \gamma \cdot \text{tg} \xi}{2y_n} \left( \arctg \frac{x_n}{y_n} - \arctg \frac{x_n - l_m}{y_n} \right) - \frac{(x_n - l_m)(1 + \text{tg} \xi \cdot \text{tg} \gamma) - y_n(\text{tg} \gamma - \text{tg} \xi)}{2[y_n^2 + (x_n - l_m)^2]} + \frac{x_n(1 + \text{tg} \xi \cdot \text{tg} \gamma) - y_n(\text{tg} \gamma - \text{tg} \xi)}{2(y_n^2 + x_n^2)} \right\}$$

где  $y_n$  определяется из 2. (6)

Таким образом,  $\bar{I}_r = \bar{I}_r(y_{no}, \alpha, \beta, x_n)$ . Здесь  $y_{no}, \alpha, \beta$  — параметры, подлежащие оптимизации;  $x_n$  — текущая абсцисса точки, лежащей на подложке.

Нами проведен расчет оптимальных геометрических параметров для конкретных условий эксперимента, описанного в данной работе. Оптимизировались два параметра:  $y_{no} = L$  и  $\beta$ , которые изменялись в указанных пределах. На основании экспериментальных результатов принято  $\alpha = 30^\circ$ .

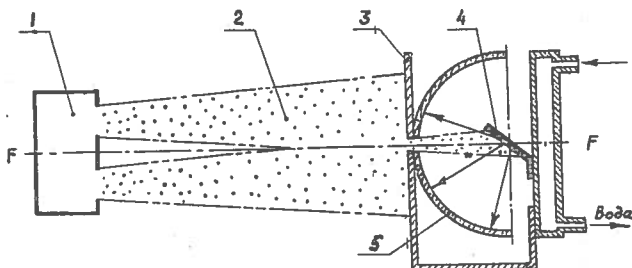


Рис. 3. Схема эксперимента по определению направления максимального потока эмиттированных атомов.

Угол направления максимальной интенсивности и эмиттированных атомов  $\xi$  для данного угла  $\alpha$  определялся экспериментально по схеме, приведенной на рис. 3. Из ионного пучка (2), выходящего из ускорителя (1), вырезался с помощью диафрагмы (3) узкий луч. Выбитые из мишени (4) атомы меди осаждались на цилиндрический стеклянный коллектор (5), геометрическая ось которого перпендикулярна к оси ионного луча, пересекается с ней и проходит через центр мишени. Угловое распределение определялось путем фотометрирования напыленной полупрозрачной медной плёнки. Из диаграммы углового распределения эмиттированных атомов было найдено, что  $\xi \approx 30^\circ$ ,  $\alpha = 30^\circ$  и  $V_y = 300$  В. Полученный результат хорошо согласуется с известными данными углового распределения вторичных ионов (6).

В качестве критерия равномерности покрытия принято условие:

$$K = \frac{\bar{I}_r^{\max} - \bar{I}_r^{\min}}{\bar{I}_r^{\max}} \cdot 100 \%,$$

где  $\bar{I}_r^{\max}$  и  $\bar{I}_r^{\min}$  — максимальная и минимальная плотность потока осаждаемых атомов для конкретных  $y_{no}$  и  $\beta$ .

На рис. 1 (сплошные линии) представлены зависимости плотности потока распыленных атомов на поверхности подложки (что на практике соответствует зависимостям относительной толщины напыляемой плёнки, распределяемой вдоль длины подложки) при  $\beta = \alpha = 30^\circ$ ,  $l_n = l_m = 100$  мм и нескольких значениях координаты шарнира  $y_{no}$ . Там же приведены соответствующие значения критерия равномерности  $K$ . На рис. 4 показано изменение расчет-

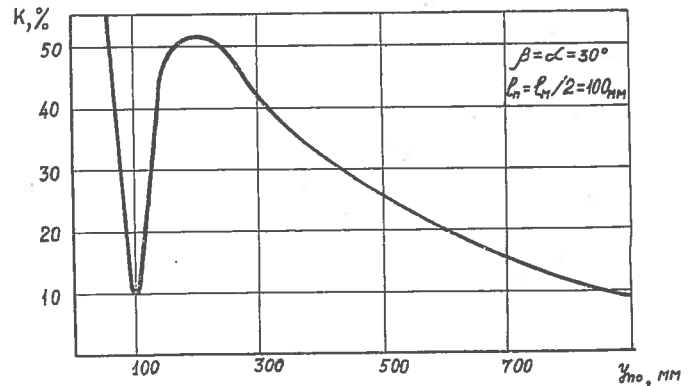


Рис. 4. Зависимость критерия равномерности  $K$  от расстояния между шарниром и поверхностью мишени ( $y_{no} = L$ ).

ного критерия  $K$  от  $y_{no}$  при  $\beta = \alpha = 30^\circ$ . Минимальное значение  $K \approx 10\%$  достигается при  $y_{no} = 100$  мм, т. е. при расстоянии между шарниром и мишенью, равном длине подложки  $L_n = l_n$ . Покрытие с хорошей равномерностью ( $K < 10\%$ ) можно получить и при  $y_{no} > 900$  мм. Но при таких больших расстояниях между подложкой и мишенью интенсивность потока осаждаемых атомов, а следовательно и производи-

тельность процесса, уменьшается более чем на два порядка.

Дальнейшее уменьшение параметра равномерности покрытия  $K$  можно обеспечить оптимизацией угла наклона подложки  $\beta$ . Распределение интенсивности потока распыленных атомов вдоль длины подложки, полученное расчетным путем при различных углах  $\beta$  и  $\alpha$  при условии, что  $u_{\text{по}} = L = 150$  мм,  $\alpha = 30^\circ$ ,  $I_n = I_m/2 = 100$  мм, дает максимальную равномерность покрытия ( $K \approx 7\%$ ) при  $\beta_{\text{опт}} \approx 56^\circ$  (что хорошо согласуется с данными эксперимента: по формуле 1 получаем  $\beta_{\text{опт}} \approx 90^\circ - 30^\circ = 60^\circ$ ). Равномерности покрытия можно достичь также за счет изменения соотношения размеров подложки и мишени (т. е. уменьшения  $I_n/I_m$ ), но при этом экономичность технологического процесса снижается.

Адгезионные свойства наносимых плёнок изучались в зависимости от двух факторов: от подготовки поверхности подложки до нанесения покрытия и от энергии ионов. Относительная прочность сцепления плёнки, определяемая в соответствии с ГОСТом 21306—75, п. 4.1, оказалась в три раза выше при ионной очистке в течение 10 мин, чем без нее. При дальнейшем увеличении продолжительности ионной очистки ( $V_y = 300$  В,  $J_i = 5$  мА/см<sup>2</sup>) относительная прочность сцепления плёнки с подложкой практически не увеличивается. Изменение ускоряющего напряжения в пределах от 200 до 400 В почти не влияет на адгезию покры-

тия. При  $V_y = 400$  В относительная прочность сцепления оказалась такой же, как и при  $V_y = 300$  В и всего в 1,2 раза выше, чем при  $V_y = 200$  В.

Таким образом, как показано экспериментально, при распылении металлических мишеней широким пучком ионов низкой энергии, выходящим из УЗДП, можно с высокой производительностью наносить на неподвижную подложку плёнки, имеющие равномерную толщину распыляемого материала и хорошие адгезионные свойства. Получено аналитическое выражение плотности потока распыленных атомов, осаждаемых на неподвижной подложке, которое позволяет расчетным методом определять оптимальную геометрию взаимного расположения мишени и подложки при нанесении покрытий распылением мишени пучком большого диаметра. Данная расчетная методика хорошо согласовывается с экспериментом.

#### ЛИТЕРАТУРА:

1. Hudson W. R. — AIAA Paper, vol. 76, p. 1015.
2. Технология тонких плёнок. Под ред. Л. Майссела и Р. Гленга. Т. 1. — М.: Сов. радио, 1977.
3. Плещивцев Н. В. Катодное распыление. — М.: Атомиздат, 1968.
4. Гришин С. Д. и др. — ОМП, 1979, № 11, с. 30.
5. Саксаганский Г. Л. Молекулярные потоки в сложных вакуумных структурах. М.: Атомиздат, 1980.
6. Векслер В. И. Вторичная ионная эмиссия металлов. — М.: Наука, 1978.