

МАГНЕТРОННЫЙ РАЗРЯД С ЖИДКОФАЗНЫМ КАТОДОМ

Д.В. Духопельников
В.С. Булычев
Е.В. Воробьев

duh@bmstu.ru
bulvs@mail.ru

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация

Аннотация

Исследовано влияние фазового состояния мишени на коэффициенты катодного распыления при бомбардировке ионами аргона и ионами материала мишени. Исследования проведены на магнетронной распылительной системе с алюминиевыми и медными катодами. Продемонстрирована возможность работы магнетронной распылительной системы с жидкометаллическим катодом. Показана возможность работы жидкометаллического медного катода в режиме самораспыления. Исследована динамика изменения напряжения магнетронного разряда в режиме стабилизации тока при фазовом переходе материала катода из твердого состояния в жидкое. Оценены значения коэффициентов катодного распыления указанных материалов с поправкой на термическое испарение. Показана тенденция к увеличению коэффициента катодного распыления при переходе из твердого состояния в жидкое

Ключевые слова

Коэффициент катодного распыления, разряд магнетронный, режим самораспыления, распыление из жидкой фазы, переход фазовый

Поступила в редакцию 07.07.2016
© МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2018

Введение. Нанесение тонких пленок методом магнетронного распыления применяются в машиностроении, оптике, микроэлектронике, производстве радиоэлектронных компонентов. Указанный метод позволяет наносить плотные пленки с высокой адгезией к подложке [1–3].

Основная проблема магнетронных распылительных систем (МРС) — высокая энергетическая стоимость атома в наносимом покрытии. Наиболее очевидным способом решения этой проблемы является увеличение коэффициента катодного распыления. Как показано в работах [4–7], увеличение коэффициента катодного распыления может происходить при переходе вещества катода из твердого состояния в жидкое.

Перевод катода в жидкую фазу позволяет увеличить скорость нанесения покрытия до 10 раз и снижает энергозатраты до 50...100 В/атом при сохранении качества покрытий. При этом скорость роста покрытия и энергозатраты становятся сравнимыми со скоростью роста покрытия и энергозатратами при методах дугового испарения, электронно-лучевого испарения и гальванике. Это позволяет методу магнетронного распыления конкурировать с перечисленными методами в машиностроении [8] и производстве радиоэлектронных компонентов [4].

Недостатком МРС с твердым катодом также является низкое значение коэффициента использования материала катода (0,15–0,30). Применяя МРС с жидким катодом, можно увеличить коэффициент использования материала с 15...30 % практически до 100 %, что значительно снижает экономические затраты и позволяет создавать безотходное производство [3].

Магнетронные распылительные системы с жидким катодом могут работать при более низких давлениях рабочего газа, чем МРС с твердым катодом. При этом на некоторых металлах с высокими коэффициентами распыления (медь, серебро и т. п.) разряд может гореть без рабочего плазмообразующего газа в парах собственного катода (режим самораспыления) [9].

Одно из первых исследований режимов работы с жидкометаллическим катодом и в режиме самораспыления — исследование, проведенное в работе [4]. Однако в ней не приведена оценка изменения скорости катодного распыления при фазовом переходе. В последующей работе [5] указывалось на то, что скорость распыления (коэффициент распыления) для меди возрастает до 12 раз при переходе меди в жидкое состояние. Исследовано также влияние фазового состояния мишени на скорость роста покрытия. Исследования показали, что скорость роста медной пленки возрастает в режиме самораспыления жидкого катода до 40 раз [7]. При этом в указанных работах хотя и отмечено, что рост скорости распыления и осаждения покрытия связан как с катодным распылением, так и с термическим испарением, но оценки вклада обоих процессов не проведены.

Данные о коэффициенте катодного распыления при переходе из твердого состояния в жидкое крайне важны для расчета МРС с жидкометаллическим катодом, работающих как на постоянном токе, так и в импульсном режиме [6].

Цель настоящей работы — оценка изменения коэффициентов катодного распыления с учетом количества вещества, уносимого с катода за счет термического испарения, и исследование изменения параметров разряда при изменении фазового состояния катода.

Оборудование. Работа проведена на экспериментальной установке, вакуумная камера которой представляет собой горизонтально расположенный цилиндр диаметром 700 мм и длиной 700 мм. Откачка осуществлялась турбомолекулярным насосом *Oerlikon TURBOVAC MAG W 3200 CT* с магнитным подвесом ротора для получения безмасляного вакуума. Остаточный вакуум обеспечивался на уровне $5 \cdot 10^{-4}$ Па.

Магнетронная распылительная система располагалась внутри камеры на стальной плите (рис. 1). Магнитная система была выполнена на постоянных магнитах и размещалась в водоохлаждаемом корпусе, на который сверху устанавливался тигель с катодом. Конструкция тигля обеспечивала минимальный тепловой контакт с водоохлаждаемой магнитной системой, что приводило к быстрому плавлению катода. Максимальное значение параллельной катоду составляющей вектора магнитной индукции на его поверхности составляло 0,1 Тл.



Рис. 1. Расположение МРС (1) с жидкометаллическим катодом (2) в вакуумной камере

Взвешивание катода вместе с тиглем до и после работы для оценки коэффициента катодного распыления проводили на аналитических весах *Sartorius CPA225D* с точностью 0,01 мг.

Питание разряда магнетронной распылительной системы осуществлялось от источника *MKS Instruments RPDG-50*.

Эксперимент. Остаточное давление в камере составляло $5 \cdot 10^{-4}$ Па, давление рабочего газа (аргона) при работе с медным катодом — $5 \cdot 10^{-2}$ Па, при работе с алюминиевым катодом — $1 \cdot 10^{-1}$ Па.

При нагреве катода до температуры выше температуры плавления, кроме катодного распыления, значительную роль начинают играть процессы термического испарения. Поэтому для более точной оценки коэффициента катодного распыления из жидкой фазы необходимо минимизировать испарительную составляющую. Для этого мощность, вкладываемую в разряд, подбирают так, чтобы температура расплавленного катода в стационарном режиме была выше температуры плавления на 50 К.

Источник питания МРС работал в режиме стабилизации тока. Температура оценивалась оптическим пирометром. При этом фиксировалось изменение разрядного напряжения. Для медного катода ток разряда для поддержания температуры расплавленного катода, близкой к температуре плавления, составлял 1 А, для алюминиевого катода — 0,4 А.

После завершения эксперимента тигель с расплавленным катодом охлаждался в вакууме при остаточном давлении в течение 1 ч для устранения окисления материала катода.

Для корректной оценки коэффициента катодного распыления материала в расплавленном состоянии время работы t выбиралось так, что время распыления катода в жидком состоянии значительно превышало время плавления катода.

Распыление медных катодов из жидкого состояния проводили в двух режимах: 1) в среде аргона; 2) в режиме самораспыления. В указанных случаях по

мере нагрева катода напряжение разряда возрастало вплоть до начала плавления, когда на поверхности катода образовывалась узкая дорожка расплавленного металла (рис. 2, а). Плавление катода сопровождалось значительным падением напряжения разряда, которое к моменту полного расплавления катода практически совпадало с напряжением разряда на холодном твердом катоде. При работе в среде аргона напряжение разряда при токе 1 А на холодном и полностью расплавленном катодах составляло 486 В. В момент начала плавления катода напряжение составляло 727 В.

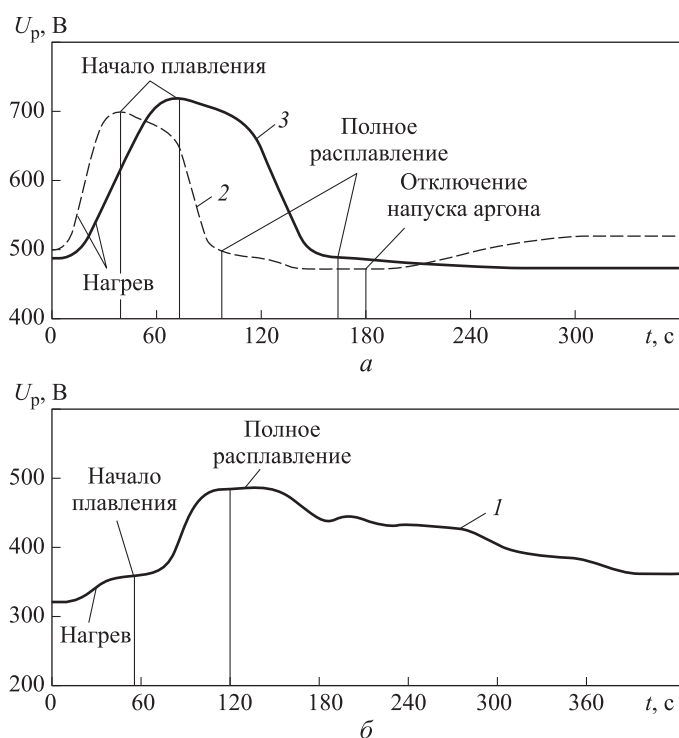


Рис. 2. Динамика изменения напряжения магнетронного разряда на медном (а), алюминиевом (б) катодах при его фазовом переходе в режиме стабилизации тока в среде рабочего газа (1, 2) и в режиме самораспыления (3)

При работе в режиме самораспыления разряд зажигался в среде аргона при давлении $5 \cdot 10^{-2}$ Па и токе 2 А. При этом напряжение разряда составляло 498 В. После полного плавления катода ток разряда принудительно снижался в режиме стабилизации до 1 А, напряжение разряда уменьшалось до 476 В (см. рис. 2, а), и подача аргона прекращалась. Давление в камере устанавливалось на уровне $8 \cdot 10^{-4}$ Па, а напряжение разряда монотонно возрастало до 528 В.

При распылении алюминия в среде аргона напряжение разряда при токе 1 А на холодном катоде составляло 325 В. По мере нагрева катода напряжение разряда возрастало до начала его плавления и достигало 354 В (рис. 2, б). Дальнейшее плавление катода сопровождалось в отличие от меди ростом напряжения разряда, ко-

торое к моменту полного расплавления катода составляло 486 В. После полного расплавления катода ток принудительно снижался в режиме стабилизации до 0,4 А, напряжение разряда устанавливалось на уровне 366 В. В экспериментах на алюминиевом катоде достичь режима самораспыления не удалось.

Эффективный коэффициент катодного распыления определяли по разности масс катода до и после процесса распыления с учетом массы, унесенной за счет термического испарения:

$$S = \frac{e(m_0 - m_k - m_{\text{исп}})}{m_p M_a I t}, \quad (1)$$

где $e = 1,6 \cdot 10^{-19}$ Кл — элементарный электрический заряд; $m_p = 1,67 \cdot 10^{-27}$ кг — масса протона; m_0 , m_k — массы катода с тиглем до и после распыления, кг; $m_{\text{исп}}$ — масса испаренного вещества, кг; M_a — атомная масса исследуемого материала, а.е.м.; I — ионный ток, А; t — время работы магнетрона, с.

Унос массы $m_{\text{исп}}$ рассчитывали по закону Герца — Кнудсена [10]:

$$\frac{dm}{dt} = \alpha F \sqrt{\frac{M_a m_p}{2\pi k T}} (p^* - p_0). \quad (2)$$

Здесь m — масса атома, кг; α — коэффициент испарения; F — площадь испарения, м²; $k = 1,38 \cdot 10^{-23}$ Дж/К — постоянная Больцмана; T — температура испаряемого вещества, К; p^* — давление насыщенного пара при температуре T , Па; p_0 — гидростатическое давление испаряемого вещества в газовой фазе, Па.

Зависимость давления насыщенного пара от температуры определяется по следующей формуле [11]:

$$p^* = 133 \cdot 10^{A - \frac{B}{T}}, \quad (3)$$

где A , B — постоянные величины, известные для каждого вещества.

Коэффициент α зависит от степени загрязнения поверхности, с которой происходит испарение. Поскольку испарение происходит в вакууме, в условиях ионной бомбардировки, поверхность испарения остается неокисленной и $\alpha = 1$ [10]. Расчет по выражению (3) показывает, что для алюминия и меди при температуре $T_{\text{Al}} = 984$ К и $T_{\text{Cu}} = 1407$ К давление насыщенных паров составляет $p_{\text{Al}}^* = 3,9 \cdot 10^{-5}$ Па и $p_{\text{Cu}}^* = 10^{-1}$ Па. При этом в режиме самораспыления для меди давление в системе $p = 8 \cdot 10^{-4}$ Па, что значительно меньше давления $p_{\text{Cu}}^* = 10^{-1}$ Па. Это позволяет при таких скоростях испарения считать парциальные давления для меди и алюминия меньше давления насыщенных паров и не учитывать их в выражении (2).

Масса испаренного вещества

$$m_{\text{исп}} = \frac{1}{F} \frac{dm}{dt} S t = \sqrt{\frac{M_a m_p}{2\pi k T}} p^* S t, \quad (4)$$

где S — площадь катода, м²; t — время испарения, с.

Время испарения алюминиевого катода в среде аргона $t = 1\ 630$ с. Значения коэффициентов A и B для алюминия: $A = 9,67$; $B = 15\ 940$. Температура расплава $T = 984$ К. Тогда масса испаренного вещества $m_{\text{исп}} = 1,11 \cdot 10^{-7}$ кг. Масса катода за время работы МРС уменьшилась на $\Delta m_{\Sigma} = 1,9 \cdot 10^{-4}$ кг. Поскольку $m_{\text{исп}} \ll \Delta m_{\Sigma}$, можно сделать вывод, что для алюминиевого катода доля испаренного вещества по сравнению с распыленным мала и ею можно пренебречь.

Время испарения медного катода в среде аргона $t = 1280$ с. Значения коэффициентов A и B для меди: $A = 8,96$; $B = 16\ 980$. Температура расплава $T = 1407$ К. Тогда масса испаренного вещества $m_{\text{исп}} = 2,95 \cdot 10^{-4}$ кг. Масса катода за время работы МРС уменьшилась на $\Delta m_{\Sigma} = 2,1 \cdot 10^{-3}$ кг. Доля испаренного вещества катода по отношению к изменению массы катода $m_{\text{исп}} / \Delta m_{\Sigma} \approx 14\ %$. В этом случае в выражении (1) уже нельзя пренебречь уносом массы за счет испарения.

Время испарения для медного катода в режиме самораспыления $t = 934$ с. Значения коэффициентов A и B для меди: $A = 8,96$; $B = 16\ 980$. Температура расплава $T = 1407$ К. Тогда масса испаренного вещества $m_{\text{исп}} = 2,15 \cdot 10^{-4}$ кг. Масса катода за время работы МРС уменьшилась на $\Delta m_{\Sigma} = 2,82 \cdot 10^{-3}$ кг. Доля испаренного вещества катода по отношению к изменению массы катода $m_{\text{исп}} / \Delta m_{\Sigma} \approx 8\ %$. В этом случае тоже нельзя пренебречь испарением.

Средняя энергия ионов, бомбардирующих катод МРС, может быть оценена как [12, 13]:

$$\varepsilon_i = 0,8eU_p, \quad (5)$$

где U_p — напряжение разряда, В.

Полученные значения коэффициентов распыления алюминия и меди в жидком состоянии по сравнению со значениями коэффициентов распыления в твердом состоянии при одинаковых средних энергиях ионов (400 эВ для меди и 300 эВ для алюминия) приведены ниже.

**Значения коэффициентов распыления меди и алюминия
в различных фазовых состояниях**

Коэффициент распыления:	Медь	Алюминий
из твердого состояния.....	1,8	0,6
из жидкого состояния в среде аргона	2,1	1,0
из жидкого состояния в режиме самораспыления ...	4,2	–

Заключение. Коэффициенты катодного распыления меди и алюминия из жидкого состояния превышают коэффициент катодного распыления из твердого состояния. При этом увеличения коэффициента катодного распыления не столь значительно, как показано в работе [5].

Наибольший рост коэффициента катодного распыления у меди достигается в режиме самораспыления.

При постоянном токе разряда динамика изменения напряжения магнетронного разряда при нагреве катода до начала его плавления одинакова для меди и алю-

миния. При нагреве катода вплоть до начала плавления напряжение возрастает. При дальнейшем полном расплавлении катода напряжение разряда падает.

Полученные данные показывают, что увеличение скорости уноса массы с катода (возрастание скорости роста покрытия) связано как с возрастанием коэффициента катодного распыления, так и с повышением скорости термического испарения. При высоких температурах катода скорость термического испарения может значительно превышать скорость катодного распыления.

ЛИТЕРАТУРА

1. Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. М.: Радио и связь, 1982. 72 с.
2. Кузьмичёв А.И. Магнетронные распылительные системы. Кн. 1. Введение в физику и технику магнетронного распыления. Киев: Аверс, 2008. 244 с.
3. Духопельников Д.В. Магнетронные распылительные системы. В 2 ч. Ч. 1. Устройство, принципы работы, применение. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2014. 55 с.
4. Осаждение металлических пленок путем распыления из жидкой фазы / Б.С. Данилин, М.В. Какурин, В.Е. Минайчев, В.В. Одинокоев, В.К. Сырчин // Электронная техника. Сер. Микроэлектроника. 1978. № 2 (74). С. 84–87.
5. Гвоздев В.В. Исследование магнетронных распылительных систем с жидкометаллическим катодом с целью увеличения производительности и снижения энергозатрат процесса катодного распыления. Дис. ... канд. техн. наук. М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 1999. 131 с.
6. Блейхер Г.А., Кривобоков В.П. Эрозия поверхности твердого тела под действием мощных пучков заряженных частиц. Новосибирск: Наука, 2014. 248 с.
7. Магнетронный разряд с расплавленным катодом / А.В. Тумаркин, Г.В. Ходаченко, А.В. Казиев, И.А. Щелканов, Т.В. Степанова // Успехи прикладной физики. 2013. Т. 1. № 3. С. 276–282.
8. Марахтанов М.К., Духопельников Д.В., Воробьев Е.В., Кириллов Д.В. Трибологические свойства серебряных покрытий, полученных методом магнетронного распыления // Нанотехнологии. 2014. № 9 (39). С. 30–32.
9. Марахтанов М.К., Понкратов А.Б. Разряд низкого давления в парах металла собственного катода // Письма в ЖТФ. 1989. Т. 15. № 4. С. 91–94.
10. Майссел Л., Гленга Р. Технология тонких пленок. Справочник. Т. 1. М.: Советское радио, 1977. 644 с.
11. Грошковский Я. Техника высокого вакуума. М.: Мир, 1975. 623 с.
12. Елистратов Н.Г. Экспериментальное моделирование взаимодействия плазмы изотопов водорода с элементами стенки реактора ИТЭР. Дис. ... канд. техн. наук. М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2004. 194 с.
13. Хохлов Ю.А. Плазменные ускорители с азимутальным дрейфом электронов для получения тонких оптических пленок. Дис. ... канд. техн. наук. М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 1987. 254 с.

Духопельников Дмитрий Владимирович — канд. техн. наук, доцент кафедры «Плазменные энергетические установки» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1).

Булычев Вячеслав Сергеевич — аспирант кафедры «Плазменные энергетические установки» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1).

Воробьев Евгений Валентинович — ассистент кафедры «Плазменные энергетические установки» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1).

Просьба сослаться на эту статью следующим образом:

Духопельников Д.В., Булычев В.С., Воробьев Е.В. Магнетронный разряд с жидкофазным катодом // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Естественные науки. 2018. № 1. С. 95–103. DOI: 10.18698/1812-3368-2018-1-95-103

MAGNETRON DISCHARGE WITH LIQUID-PHASE CATHODE

D.V. Dukhopelnikov

duh@bmstu.ru

V.S. Bulychev

bulvs@mail.ru

E.V. Vorobyev

Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation

Abstract

This research investigated the influence of the target phase state on the cathode sputtering yield in the bombardment of argon ions and ions of the target material. The experiments conducted on the magnetron sputtering system with aluminum and copper cathodes demonstrated the ability of magnetron sputtering systems to work with a liquid metal cathode. As a result, we showed the possibility of working with a liquid metal copper cathode in the self-sputtering mode. Moreover, we investigated the dynamics of changing the magnetron discharge voltage in the mode during the cathode material phase transition from a solid to a liquid state. Finally, we estimated the values of the cathode sputtering yield of these materials, adjusted for thermal evaporation and demonstrated the tendency to increase the cathode sputtering yield with the phase transition from a solid to a liquid state

Keywords

Cathode sputtering yield, magnetron discharge, self-sputtering mode, liquid phase sputtering, phase transition

Received 07.07.2016

© BMSTU, 2018

REFERENCES

- [1] Danilin B.S., Syrchin V.K. Magnetronnye raspylitel'nye sistemy [Magnetron sputtering systems]. Moscow, Radio i svyaz' Publ., 1982. 72 p.
- [2] Kuz'michev A.I. Magnetronnye raspylitel'nye sistemy. Kn. 1. Vvedenie v fiziku i tekhniku magnetronnogo raspilyeniya [Magnetron sputtering systems. P. 1. Introduction to the physics and technology of magnetron sputtering]. Kiev, Avers Publ., 2008. 244 p.
- [3] Dukhopelnikov D.V. Magnetronnye raspylitel'nye sistemy. V 2 ch. Ch. 1. Ustroystvo, printsipy raboty, primeneniye [Magnetron sputtering systems. P. 1. Construction, principles of operation and application]. Moscow, Bauman MSTU Publ., 2014. 55 p.

[4] Danilin B.S., Kakurin M.V., Minaychev V.E., Odinokov V.V., Syrchin V.K. Metal films deposition by diffusion from liquid phase. *Elektronnaya tekhnika. Ser. Mikroelektronika*, 1978, no. 2, pp. 84–87 (in Russ.).

[5] Gvozdev V.V. Issledovanie magnetronnykh raspylitel'nykh sistem s zhidkometallicheskim katodom s tsel'yu uvelicheniya proizvoditel'nosti i snizheniya energozatrat protsessy katodnogo raspyleniya. Dis. kand. tekhn. nauk [Investigation of magnetron sputtering systems with liquid-metal cathode in order to increase performance and reduce energy consumption of cathode sputtering process. Cand. tech. sci. diss.]. Moscow, Bauman MSTU Publ., 1999. 131 p. (in Russ.).

[6] Bleykher G.A., Krivobokov V.P. Eroziya poverkhnosti tverdogo tela pod deystviem moshchnykh puchkov zaryazhennykh chastits [Erosion of a solid body surface under impact of powerful charged particle beams]. Novosibirsk, Nauka Publ., 2014. 248 p.

[7] Tumarkin A.V., Khodachenko G.V., Kaziev A.V., Shchelkanov I.A., Stepanova T.V. Magnetron discharge with a melted cathode. *Uspekhi prikladnoy fiziki* [Advances in Applied Physics], 2013, vol. 1, no. 3, pp. 276–282 (in Russ.).

[8] Marakhtanov M.K., Dukhopelnikov D.V., Vorobyev E.V., Kirillov D.V. Tribological properties of silver coatings made with magnetron sputtering system. *Nanoinzheneriya* [Nano Engineering], 2014, no. 9 (39), pp. 30–32 (in Russ.).

[9] Marakhtanov M.K., Ponkratov A.B. The low-pressure discharge in metal vapor of its own cathode. *Pis'ma v ZhTF*, 1989, vol. 15, no. 4, pp. 91–94 (in Russ.).

[10] Maissel L., Glang R. Handbook of thin film technology. New York, McGraw-Hill Book Company, 1970. 800 p.

[11] Groszkowski J. Technika wysokiej próżni. Warszawa, Wydawnictwa naukowo-techniczne, 1972. 564 s.

[12] Elistratov N.G. Eksperimental'noe modelirovanie vzaimodeystviya plazmy izotopov vodoroda s elementami stenki reaktora ITER. Dis. kand. tekhn. nauk [Experimental simulation of interaction of hydrogen isotopes plasma with wall elements of ITER reactor. Cand. tech. sci. diss.]. Moscow, 2004. 194 p. (in Russ.).

[13] Khokhlov Yu.A. Plazmennye uskoriteli s azimutal'nym dreyfom elektronov dlya polucheniya tonkikh opticheskikh plenok. Dis. kand. tekhn. nauk [Plasma accelerators with azimuthal electron drift producing thin optical films. Cand. tech. sci. diss.]. Moscow, Bauman MSTU Publ., 1987. 254 p. (in Russ.).

Dukhopelnikov D.V. — Cand. Sc. (Eng.), Assoc. Professor of Plasma and Power Plants Department, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, str. 1, Moscow, 105005 Russian Federation).

Bulychev V.S. — post-graduate student of Plasma and Power Plants Department, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, str. 1, Moscow, 105005 Russian Federation).

Vorobyev E.V. — Assistant of Plasma and Power Plants Department, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, str. 1, Moscow, 105005 Russian Federation).

Please cite this article in English as:

Dukhopelnikov D.V., Bulychev V.S., Vorobyev E.V. Magnetron Discharge with Liquid-Phase Cathode. *Vestn. Mosk. Gos. Tekh. Univ. im. N.E. Baumana, Estestv. Nauki* [Herald of the Bauman Moscow State Tech. Univ., Nat. Sci.], 2018, no. 1, pp. 95–103 (in Russ.).
DOI: 10.18698/1812-3368-2018-1-95-103