

№ 148

МИСиС

**Процессы микро-
и нанотехнологии**

Ионно-плазменные процессы

Лабораторный практикум

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

№ 148

**МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ИНСТИТУТ СТАЛИ и СПЛАВОВ**
Технологический университет



Кафедра технологии материалов электроники

Процессы микро- и нанотехнологии

Ионно-плазменные процессы

Лабораторный практикум

Рекомендовано редакционно-издательским
советом университета

Москва Издательство «УЧЕБА» 2007

УДК 621.315.592
П78

Рецензент

канд. физ.-мат. наук, доц., зам. директора ИФХМ Ю.В. Осипов

Авторы: Г.Д. Кузнецов, С.П. Курочка, А.Р. Кушхов, Д.Н. Демченкова, А.С. Курочка

Процессы микро- и нанотехнологии. Ионно-плазменные процессы. Лаб. практикум / Г.Д. Кузнецов, С.П. Курочка, А.Р. Кушхов и др. – М.: МИСиС, 2007. – 141 с.

Лабораторный практикум выполняется по курсам «Основы высоких технологий», «Процессы микро- и нанотехнологии» и «Микротехнология слоистых материалов и покрытий».

В нем рассматриваются основы физики взаимодействия ускоренных низкоэнергетических ионов с твердым телом, практические возможности использования эффектов ионного воздействия для получения и травления микро- и наноразмерных пленочных гетерокомпозиций. Приводится методика расчета параметров различных технологических ионно-плазменных процессов обработки тонких пленок и покрытий. Дается методика определения экспериментальных параметров процессов осаждения и травления на реальных промышленных установках.

Практикум предназначен для студентов и магистров, обучающихся по направлению «Электроника и наноэлектроника», специальности 210104 «Микроэлектроника и твердотельная электроника».

ОГЛАВЛЕНИЕ

Лабораторная работа № 1. Нанесение пленок магнетронным распылением мишеней	5
1.1. Теоретическое введение	5
1.2. Вакуумная система и технические характеристики экспериментальной установки	15
1.3. Порядок выполнения работы	16
1.4. Проведение экспериментальных и теоретических расчетов параметров процесса магнетронного распыления	17
1.5. Оформление результатов работы	19
Контрольные вопросы	19
Лабораторная работа № 2. Формирование металлических пленок методом катодного распыления	20
2.1. Теоретическое введение	20
2.2. Конструкция установки и используемые материалы	29
2.4. Оформление результатов	34
Контрольные вопросы	34
Лабораторная работа № 3. Исследование закономерностей электронной эмиссии при ионно-лучевом травлении наноразмерных гетероструктур	35
3.2. Экспериментальная часть работы	41
3.3. Порядок выполнения работы	49
3.4. Оформление результатов	49
Контрольные вопросы	50
Лабораторная работа № 4. Исследование распределения толщины пленок по поверхности подложки и их структурных параметров при ионном распылении мишеней с помощью источника Кауфмана	51
4.1. Теоретическое введение	51
4.2. Применяемое оборудование	69
4.3. Порядок выполнения работы	80
4.4. Оформление результатов	81
Контрольные вопросы	82
Лабораторная работа №5. Исследование угловой зависимости скорости ионно-лучевого распыления мишени и травления поверхности подложек	83
5.1. Теоретическое введение	83
5.2. Конструкция установки и используемые материалы	90

5.3. Порядок выполнения работы.....	93
5.4. Оформление результатов	94
Контрольные вопросы.....	94
Лабораторная работа 6. Электроискровое нанесение покрытий	96
6.1. Теоретическое введение.....	96
6.2. Применяемое оборудование	110
6.3. Связь качества покрытия с условиями его формирования	113
6.4. Порядок выполнения работы.....	120
6.5. Оформление результатов	121
Контрольные вопросы.....	122
Лабораторная работа 7. Плазмохимическое травление диэлектрических пленок	123
7.1. Теоретическое введение.....	123
7.2. Описание установки, используемые материалы.....	135
7.3. Порядок выполнения работы и указания по технике безопасности	136
7.4. Оформление результатов	138
Контрольные вопросы.....	139
Библиографический список	140

Лабораторная работа № 1

НАНЕСЕНИЕ ПЛЕНОК МАГНЕТРОННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ МИШЕНЕЙ

(4 часа)

Цель работы: ознакомление с конструкцией и принципом работы магнетронной распылительной системы, получение пленок магнетронным распылением.

1.1. Теоретическое введение

1.1.1. Принцип действия и рабочие параметры магнетронных распылительных систем

Магнетронные распылительные системы (МРС) получили свое название от СВЧ-приборов М-типа (магнетронных устройств), хотя, кроме наличия скрещенных электрического и магнитного полей, ничего общего с ними не имеют. Магнетронные системы относятся к системам распыления диодного типа, в которых распыление материала происходит за счет бомбардировки поверхности мишени ионами рабочего газа, образующимися в газе аномально тлеющего разряда. Высокая скорость распыления, характерная для этих систем, достигается увеличением плотности ионного тока за счет локализации плазмы у распыляемой поверхности мишени с помощью сильного поперечного магнитного поля.

Принцип действия магнетронной распылительной системы показан на рис. 1.1. Основными элементами устройства являются катод-мишень, анод и магнитная система. Силовые линии магнитного поля замыкаются между полюсами магнитной системы. Поверхность мишени, расположенная между местами входа и выхода силовых линий магнитного поля, интенсивно распыляется и имеет вид замкнутой дорожки, геометрия которой определяется формой полюсов магнитной системы.

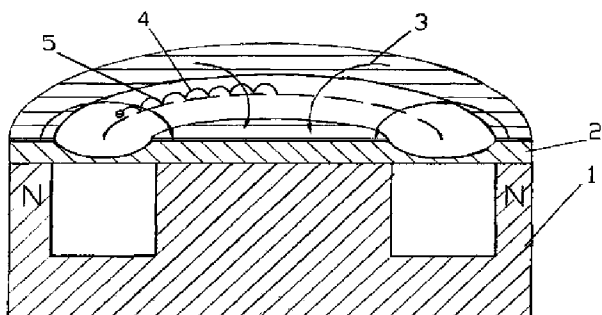


Рис. 1.1. Схема магнетронной распылительной системы с плоской мишенью: 1 – магнитная система; 2 – катод-мишень; 3 – силовая линия магнитного поля; 4 – зона наибольшей эрозии поверхности катода; 5 – траектория движения электрона

При подаче постоянного напряжения между мишенью (отрицательный потенциал) и анодом (положительный или отрицательный потенциал) возникает неоднородное электрическое поле, которое возбуждает аномальный тлеющий разряд. Наличие замкнутого магнитного поля у распыляемой поверхности мишени позволяет локализовать плазму разряда непосредственно у мишени. Эмитированные с катода под действием ионной бомбардировки электроны захватываются магнитным полем, им сообщается сложное циклоидальное движение по замкнутым траекториям у поверхности мишени. Электронам оказываются как бы в ловушке, создаваемой с одной стороны магнитным полем, возвращающим электроны на катод, а с другой стороны - поверхностью мишени, отталкивающей электроны. Электроны циклически перемещаются в этой ловушке до тех пор, пока не произойдет несколько ионизирующих столкновений с атомами рабочего газа, в результате которых электрон потеряет полученную от электрического поля энергию. Таким образом, большая часть энергии электрона, прежде чем он попадет на анод, используется на ионизацию и возбуждение атомов мишени, что значительно увеличивает эффективность процесса ионизации и приводит к возрастанию концентрации положительных ионов у поверхности катода. Это явление, в свою очередь, обуславливает увеличение интенсивности ионной бомбардировки поверхности мишени и значительный рост скорости распыления, а следовательно, и скорости осаждения пленки. Средние скорости осаждения различных материалов с помощью магнетронной распылительной системы, имеющей плоскую диско-

вую мишень диаметром 150 мм, при мощности источника 4 кВт и расположении подложки на расстоянии 60 мм от источника приведены в табл. 1.1.

Таблица 1.1

Скорость осаждения различных материалов

Материал	Si	Ti	Ta	W	Nb	Mo	Al	Cr	Pt	Cu	Au	Ag
Скорость осаждения, нм/с	7	8	8	8	8,5	12	13	17	21	30	37	44

Следует отметить, что плазма разряда существует только в области магнитной ловушки в непосредственной близости от мишени и ее форма определяется геометрией и величиной магнитного поля.

Одним из преимуществ магнетронных распылительных систем является также то обстоятельство, что захват вторичных электронов магнитной ловушкой у поверхности мишени препятствует интенсивному перегреву подложки, что, в свою очередь, позволяет увеличить скорость распыления материалов, а следовательно, и их осаждения. Источниками нагрева подложки в этих системах служат энергия конденсации распыленных атомов, кинетическая энергия осаждаемых атомов, энергия отраженных от мишени нейтрализованных ионов, а также излучение плазмы. Энергия конденсации составляет 3...9 эВ/атом, кинетическая энергия в зависимости от распыляемого материала — от 5 (для алюминия) до 20 эВ/атом (для вольфрама), а излучение плазмы 2...10 эВ/атом. Суммарная тепловая энергия, рассеиваемая на подложке, и температура подложки для различных материалов, осаждаемых в цилиндрической МРС, приведены в табл. 1.2.

Таблица 1.2

Значения тепловой энергии и температуры подложки для различных материалов

Материал	Al	Si	Ta	Cr	Au	Mo	W
Тепловая энергия, эВ/атом	13	17	20	20	23	47	73
Температура подложки, °С	79	110	97	118	106	163	202

Во многих случаях нагрев подложки в магнетронных системах сравним с нагревом при методе термического испарения, а при испарении тугоплавких материалов даже ниже. Это дает возможность использовать магнетронные распылительные системы для нанесения пленок на подложки из материала с низкой термостойкостью.

Основные рабочие параметры магнетронных распылительных систем – напряжение на электродах, ток разряда, плотность тока на

мишени и удельная мощность, величина индукции магнитного поля и рабочее давление. От величины и стабильности перечисленных параметров, которые взаимно связаны между собой, зависят стабильность разряда и воспроизводимость процесса нанесения тонких пленок. Магнетронные системы относятся к низковольтным системам распыления. Напряжение питания не превышает 1000 В постоянного тока. Рабочее напряжение составляет 200...700 В, на мишень обычно подается отрицательный потенциал, а на анод – нулевой потенциал. Однако в магнетронных системах с плоским катодом для более полного улавливания вторичных электронов рекомендуется подавать на анод небольшое положительное смещение (40...50 В). В некоторых системах предусматривается подача отрицательного смещения на подложку (100 В) для реализации распыления со смещением.

Ток разряда зависит от многих факторов, например от рабочего напряжения, давления и вида рабочего газа, индукции магнитного поля, конфигурации магнетронной системы, материала мишени, и ограничивается мощностью источника питания. Плотность тока на мишени очень велика и для системы с полым цилиндрическим катодом составляет в среднем 80 мА/см^2 , с коническим катодом – 160 мА/см , а с плоским катодом – 200 мА/см , причем максимальные плотности тока в центральной части распыления могут быть значительно выше. Значения удельной мощности в магнетронных системах с полым цилиндрическим катодом достигают 40 Вт/см , а с плоским катодом – 100 Вт/см . Предельная допустимая мощность определяется условиями охлаждения мишени и теплопроводностью распыляемого материала.

Магнетронная распылительная система может работать в диапазоне давлений от 10^{-2} до 1 Па и выше. Важнейшими параметрами, во многом определяющими характер разряда в ней, являются геометрия и величина магнитного поля, индукция которого у поверхности мишени составляет 0,03...0,1 Тл.

Одной из основных характеристик разряда является вольт-амперная характеристика (ВАХ), определяемая выражением

$$I = \beta(U - U_0)^b,$$

где I – значение рабочего тока, А;

β – параметр, характеризующий наклон ВАХ;

U – рабочее напряжение, В;

U_0 – минимальное напряжение, необходимое для устойчивого горения разряда, В.

Значение U_0 зависит от рабочего давления и природы газа. При высоком давлении стабильный разряд зажигается при низком напряжении: 250 В при $p = 1$ Па и 400 В при $p = 10^{-1}$ Па. Показатель степени b характеризует силу магнитного поля магнетрона, удерживающего электроны у поверхности подложки. Его сравнительно небольшое значение (2...5) указывает на то, что магнитное поле ослабло из-за большой суммарной толщины мишени и ее основания. Толщину мишени можно уменьшить, но при этом сократится срок ее службы и уменьшится коэффициент использования.

Существенное влияние на вид вольт-амперной характеристики оказывают рабочее давление и индукция магнитного поля B .

С уменьшением давления ВАХ сдвигается в область больших рабочих напряжений и приближается к линейной зависимости (рис. 1.2,а). Аналогичным образом влияет и индукция магнитного поля (рис. 1.2,б). Характеристики, близкие к линейной зависимости, наблюдаются при больших значениях индукции. На ВАХ разряда влияют также материал мишени (рис. 1.3,а) и ее форма, которая изменяется по мере распыления материала. Образование выемки в плоской мишени приводит к сдвигу ВАХ в область меньших рабочих напряжений из-за улучшения условий локализации плазмы, причем этот сдвиг растет с увеличением p (рис. 1.3,б). В этом случае определяющим является не только геометрический фактор, но и переход зоны разряда в область более сильного магнитного поля по мере распыления мишени.

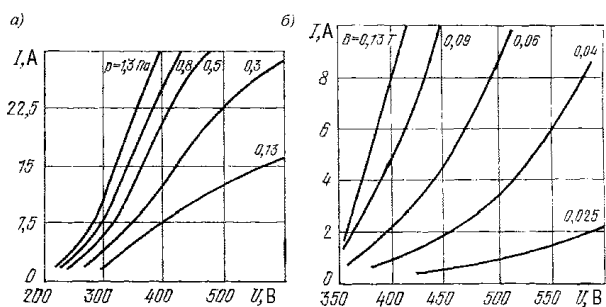


Рис. 1.2. Вольт-амперные характеристики магнетронных систем распыления с алюминиевой мишенью: а – размером 40×60 см при постоянном магнитном поле 0,03 Тл и различном давлении аргона; б – диаметром 160 мм при постоянном давлении аргона 0,3 Па и различной индукции магнитного поля

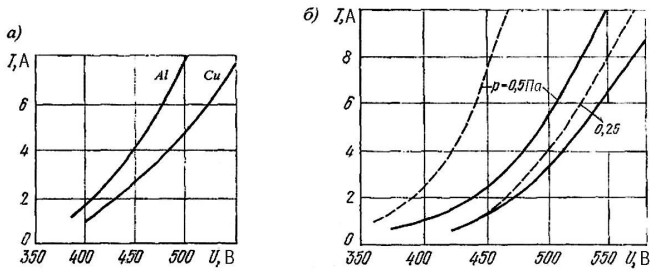


Рис. 1.3. Вольт-амперные характеристики магнетронной системы распыления: а – с плоской мишенью из различных металлов при постоянном давлении 0,5 Па и индукции магнитного поля 0,08 Тл; б – с конической новой (сплошные линии) и эродированной (штриховые линии) мишенями при индукции магнитного поля 0,06 Тл и различном давлении

Важным параметром разряда, определяющим скорость распыления, является электрическая мощность, причем скорость осаждения пленки почти линейно зависит от приложенной мощности (рис. 1.4,а). В свою очередь, мощность разряда при постоянной мощности источника зависит от p и B .

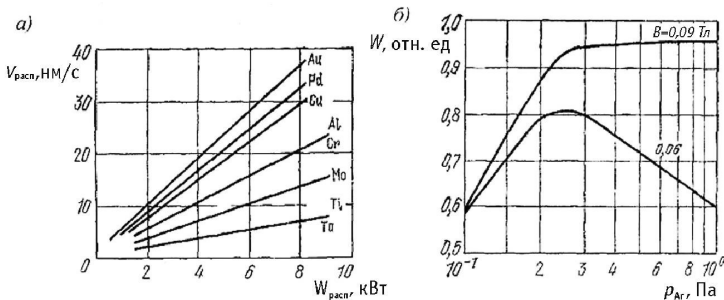


Рис. 1.4. Зависимости скорости осаждения различных материалов от мощности разряда (а) и мощности разряда от рабочего давления при различной индукции магнитного поля (б)

В достаточно слабых магнитных полях существует такое значение p , при котором на разряде выделяется максимальная мощность (рис. 1.4,б). С ростом B (до 0,04 Тл) при низких значениях p мощность разряда сначала резко возрастает, затем замедляется и при $B = 0,08 \dots 0,1$ Тл становится максимальной. При достаточно высоком p максимальная мощность достигается уже при $B = 0,04 \dots 0,06$ Тл (рис. 1.5,а).

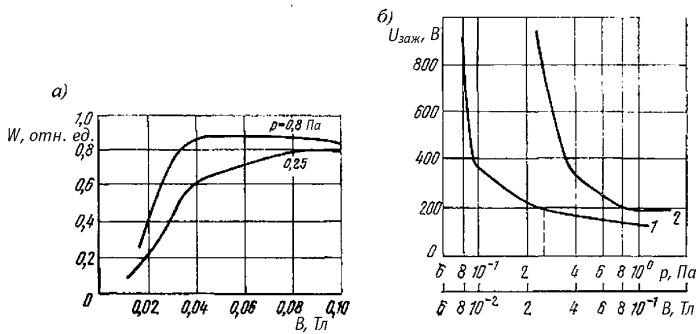


Рис. 1.5. Зависимости мощности разряда от индукции магнитного поля при различном давлении аргона (а) и напряжения зажигания от давления при постоянной индукции магнитного поля 0,06 Тл (кривая 1) и индукции магнитного поля при постоянном давлении (кривая 2) (б)

Напряжение зажигания в магнетронной системе значительно ниже, чем в обычных диодных системах. Это объясняется тем, что еще до наложения электрического поля электроны, всегда присутствующие в рабочей камере и обеспечивающие первые акты ионизации в развитии лавинного пробоя газового промежутка, захватываются магнитной ловушкой, вследствие чего их концентрация в этой области оказывается выше, чем в объеме камеры, что и способствует возникновению разряда при более низких напряжениях. Установлено, что зависимости напряжения зажигания от давления рабочего газа и индукции магнитного поля аналогичны (см. рис. 1.5). Сходство приведенных зависимостей указывает на тот факт, что магнитное поле и рабочее давление оказывают одинаковое влияние на возникновение и развитие разряда в МРС. Как видно из приведенных выше зависимостей, эффективность работы магнетронной распылительной системы зависит от правильного выбора рабочих параметров, а стабильность этих параметров определяет постоянство скорости осаждения пленки и воспроизводимость свойств получаемых пленок. Следует отметить, что практическое применение МРС значительно определило разработку теории их расчета. С достаточным приближением можно утверждать, что скорость распыления $v_{расп}$ подчиняется соотношению

$$v_{расп} = \frac{1,04 \cdot 10^{-5} \cdot jS(E_U)M_2}{\rho},$$

где j – плотность ионного тока в сечении, перпендикулярном направлению падения ионов, А/см²;
 $S(E_U)$ – коэффициент распыления, атом/ион;
 M_2 – масса атома мишени, г;
 ρ – плотность материала мишени, г/см³.

Для энергий ионов до 1 кэВ коэффициент распыления определяется следующим выражением:

$$S(E_U) = \frac{3\alpha M_1 M_2 E_U}{\pi^2 (M_1 + M_2)^2 2E_{\text{суб}}}$$

где α – безразмерный коэффициент;
 M_1 – масса бомбардирующей частицы, г;
 E_U – энергия иона, эВ;
 $E_{\text{суб}}$ – энергия сублимации.

Толщина осажденной пленки h в данной точке подложек определяется по выражению

$$h = \Pi(v_{\text{расп}}) \frac{\cos \varphi \cos \psi}{r^2} \tau,$$

где $\Pi(v_{\text{расп}})$ – постоянный параметр для данной установки, пропорциональный скорости распыления;
 φ – угол падения;
 ψ – угол конденсации;
 r – расстояние между подложкой и мишенью, см;
 τ – время осаждения пленки.

Необходимая скорость осаждения пленки в магнетронной системе с достаточной точностью может поддерживаться за счет постоянства таких параметров процесса, как ток разряда или подводимая мощность. Эти функции может выполнять источник питания, благодаря чему управление конечной толщиной пленки достигается, если задается время осаждения. Однако можно управлять ростом пленки с помощью прямых методов контроля, например с помощью кварцевого датчика, поскольку плазма в магнетронной системе локализована и не воздействует на датчик. Как показывает практика, для обеспечения воспроизводимости и стабильности процесса напыления пленки ток разряда необходимо поддерживать с точностью $\pm 2\%$, а при стабилизации процесса по мощности разряда точность ее поддержания

составляет ± 20 Вт в диапазоне регулирования от 0 до 10 кВт. При этом рабочее давление должно быть постоянным (отклонение не должно превышать $\pm 5\%$).

1.1.2 Конструкции магнетронных распылительных систем

Конструкции современных магнетронных распылительных систем весьма разнообразны.

В одной из таких систем используется коаксиальный магнетрон (рис. 1.6). Он состоит из электродов, выполненных в виде концентрических цилиндров, катода-мишени, являющегося внутренним электродом, и подложек, расположенных на внутренней поверхности внешнего цилиндра. Магнитное поле направлено вдоль оси цилиндров. На вылетающие с поверхности катода электроны действуют пересекающиеся электрическое и магнитное поле, которые удерживают их в катодном темном пространстве. Покинуть это пространство электроны могут, потеряв свою энергию в процессе ионизации газа. Потери энергии приводят к тому, что при движении к аноду электроны описывают сжимающиеся спирали. Это приводит к повышению эффективности ионизации и существенному уменьшению энергии, рассеиваемой электронами на аноде. Такая система может использоваться для создания разрядов в постоянных и переменных полях.

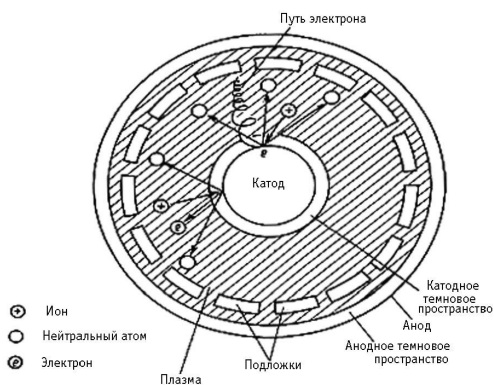


Рис. 1.6. Схема коаксиального магнетрона: электрон в аксиальном магнитном и радиальном электрическом полях, вылетевший из катода и ускоренный в катодном темновом пространстве, движется по спиральной траектории с уменьшающимися радиусами по мере потери своей энергии в плазме в направлении анода