

УДК 538.975:537.6

Использование планарного магнетрона для напыления ферромагнитных пленок микронной и нанометровой толщины

А. Н. Юрков, Т. В. Власова, Г. А. Крикунов, М. А. Кононов

Представлен планарный магнетрон на постоянном токе с толстой никелевой, железной или стальной мишенью для напыления ферромагнитных пленок на подложку. Мишень нагревалась магнетронным разрядом выше магнитной температуры Кюри. Измерены вольт-амперные характеристики (ВАХ), скорости распыления мишени, а также осаждения пленок на подложки и электропроводности пленок.

PACS: 81.07.-b

Ключевые слова: магнетрон, напыление, ферромагнитные пленки, распыление, подложка.

Введение

Магнетронное напыление тонких слоев металлов и диэлектриков в плазме разреженного газа находит широкое применение в современной технике, в частности, в микро- и фотоэлектронике. Магнетронное распыление происходит за счет катодного распыления поверхности мишени ионами [1, 2]. Применение скрещенных электрического и магнитного полей позволяет интенсифицировать мощность магнетронного разряда и локализовать его в заданной области мишени [1, 2].

При использовании инертных газов в магнетронном разряде удается получить покрытия, очень близкие по составу к распыляемой мишени, а при применении газов, химически реагирующих с материалом мишени, в чистом виде или в виде добавок к инертному газу — получить покрытия из химических соединений материала мишени с химически активным газом. Эти соединения, в том числе и требующие для своего образования высоких температур, образуются на поверхности мишени магнетрона благодаря инициированию химических реакций ионной бомбардировкой, а затем распыляются и оседают на подложке [3—8].

Все перечисленные технические возможности могут быть использованы для неферромагнитных мишеней. Простая замена мишени в магнетронном распылителе традиционной конструкции на ферромагнитную приводит к тому, что магнитный поток замыкается внутри мишени, и магнетронный разряд не возникает.

Имеются две технические возможности использования ферромагнитной мишени.

Первая состоит в том, что применяется мишень столь малой толщины, чтобы магнитный поток, создаваемый в магнитной системе магнетрона, приводил материал мишени в состояние магнитного насыщения, часть магнитного потока выходила бы на поверхность мишени, создавая возможность возникновения магнетронного разряда. Эта возможность может быть использована в магнетронах традиционной конструкции, однако срок службы тонкой мишени ограничен, так как она быстро "пропыляется" насквозь.

Вторая возможность заключается в том, что перед поджигом разряда ферромагнитная мишень разогревается выше температуры Кюри с помощью специального нагревателя [3], при этом ферромагнитные свойства мишени исчезают и возникает магнетронный разряд. Практически для реализации этой возможности необходим специальный магнетрон.

Работа магнетрона

В данной работе использовался магнетрон традиционной конструкции с толстой мишенью, разогреваемой выше температуры Кюри (T_K) магнетронным разрядом. Для начального разогрева мишени применялся специальный магнетронный разряд над тонкой частью поверхности мишени. Этот разряд питался от того же источника питания, что и разряд для распыления [3].

После достижения T_K разряд переходил на толстую часть поверхности мишени. Магнетрон (рис. 1), используемый в работе, содержит ферромагнитную мишень 1 с кольцевой проточкой 2, крышку магнетрона 3, магнитную систему, состоящую из

Юрков Артур Николаевич, заведующий лабораторией.
Власова Татьяна Викторовна, научный сотрудник.
Крикунов Георгий Александрович, научный сотрудник.
Кононов Михаил Анатольевич, старший научный сотрудник.
Институт общей физики им. Прохорова РАН.
Россия. 119991, Москва, ул. Вавилова, 38.
Тел. (499) 503-87-22.

Статья поступила в редакцию 18 ноября 2009 г.

самарий-кобальтового магнита 4 и магнитопровода 5 корпуса магнетрона.

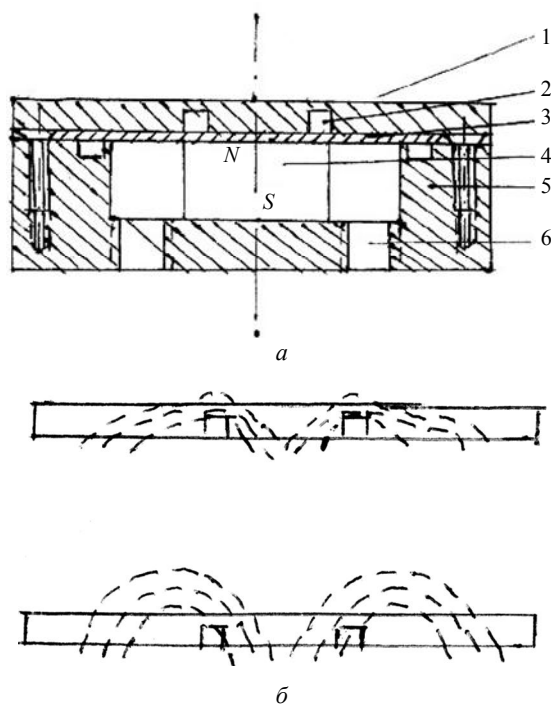


Рис. 1. Магнетрон:

a — схема; *б* — ход магнитных силовых линий в холодной и горячей мишенях

Перемычка над проточкой сделана тонкой (0,5 мм для железа и 0,7 мм — для никеля) и находится в магнитном насыщении, поэтому часть магнитного потока выходит на поверхность мишени (см. рис. 1). В отверстия 6 вкручиваются уплотненные резиновыми кольцами штуцеры, через которые осуществляется охлаждение проточной водой. Крышка 3 из немагнитного материала привинчивается винтами к корпусу 5. Между крышкой и корпусом находится кольцевое резиновое уплотнение. Магнетрон крепится на диэлектрике в окне вакуумной камеры. В диэлектрике для штуцеров сделаны отверстия, через которые они выводятся из камеры. Диаметр корпуса и мишени составляет 64 мм, диаметр магнита 20, высота 25 мм, толщина мишени 3—4 мм. Вокруг магнетрона и под ним сделан заземленный экран из листовой нержавеющей стали. Зазор между магнетроном и этим экраном 1—2 мм.

Блок питания состоит из повышающего трансформатора, напряжение с которого выпрямляется мостом на кремниевых диодах. Первичная обмотка трансформатора подключается к сети через регулировочный трансформатор ЛАТР, а магнетрон через штуцер и нагрузочное сопротивление 314 Ом — подключается к отрицательному полюсу блока питания. Положительный полюс заземляется.

Таким образом, магнетрон питается полуволновыми импульсами синусоидальной формы с частотой 100 Гц. Полное внутреннее сопротивление блока с подключенным нагрузочным сопротивлением составляет 580 Ом. Нагрузочная характеристика блока питания, соответствующая напряжению холостого хода 522 В, представлена на рис. 2 прямой 1. Очевидно, что характеристики, соответствующие другим напряжениям, являются прямыми линиями, параллельными прямой 1.

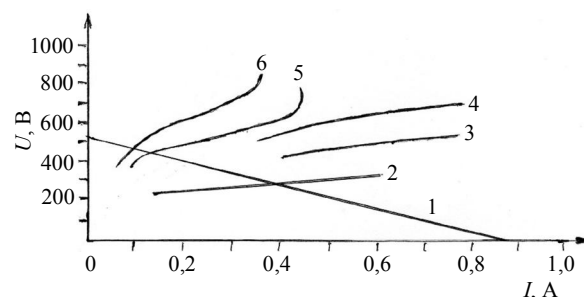


Рис. 2. ВАХ магнетронных разрядов:

1 — нагрузочная блока питания при $U_{\text{хх}} = 522$ В; 2 — на холодной мишени из никеля при $P = 27$ Па; 3 — на горячей железной мишени при $P = 24$ Па; 4 — на горячей стальной мишени при $P = 26$ Па; 5 — на горячей никелевой мишени при $P = 26$ Па; 6 — на горячей никелевой мишени при $P = 19$ Па

После откачки вакуумной камеры и подачи рабочего газа при давлении $P \sim 10\text{—}30$ Па магнетрон подключается к блоку питания. В начальный момент магнетронный разряд возникает в кольце над канавкой — там, где есть магнитное поле (см. рис. 1, б). Разряд начинает разогревать перемычку, и за счет теплопроводности последней разогревается мишень.

Когда температура мишени достигнет точки Кюри ($T_{\text{К}} = 621$ °С для никеля и $T_{\text{К}} = 1044$ °С для железа), магнитные силовые линии выходят на поверхность над толстой частью мишени (см. рис. 1, б). Магнетронный разряд переходит с малого кольца ($\varnothing 20$ мм) над канавкой на большое кольцо ($\varnothing 40$ мм) над магнитным зазором. Время прогрева мишени составляет несколько минут, время перехода — меньше минуты. ВАХ разрядов для мишеней при разных температурах и давлениях представлены на рис. 2. Значения токов и напряжений, измеряемых амперметром и вольтметром постоянного тока, соответствуют усредненным значениям.

Значения давления для ВАХ указаны по показаниям вакуумметра ВИТ-2, термопарный датчик которого находится вне области разряда при комнатной температуре. При этом использовалась калибровочная кривая датчика ПМТ-2 для воздуха. В зоне разогретой мишени значения концентрации газа были меньшими, чем это следовало из показаний вакуумметра, из-за высокой температуры.

Рабочая точка разряда в начальный момент по напряжению и току соответствует точке пересечения кривых 1 и 2 (см. рис. 2). При достижении T_K рабочая точка начнет перемещаться по нагрузочной прямой 1 на пересечение с кривой 5. За время перемещения рабочая точка несколько раз проходит в прямом и обратном направлениях, заметно заходя за точку пересечения с кривой 5. Крайние левые точки ВАХ на рис. 2 соответствуют минимальной мощности разряда W_{\min} , обеспечивающей поддержание температуры мишени выше T_K . При меньшей мощности разряд с большого кольца переходит на малое. Наблюдая это визуально с учетом тепловой инерции мишени, найдено значение W_{\min} . Численные значения мощности разряда, приведенные к единице верхней площади мишени, представлены в табл. 1.

Таблица 1

W_{\min} , Вт/см ²	Давление, Па	Мишень	Температура Кюри, К
0,69	19,0	Никель	631
0,84	26,0	"	631
5,7	23,0	Железо	1044
7,6	28,0	Сталь	1044

Мощность рассчитывалась как произведение среднего тока на среднее напряжение на магнетроне без учета сдвига по времени между импульсами тока и напряжения.

Теплоотдача мишени происходит в основном за счет инфракрасного (ИК) излучения и газовой теплопроводности узкого вакуумного промежутка между мишенью и водоохлаждаемой крышкой магнетрона.

Для мишени из никеля крайние правые точки ВАХ соответствуют максимальной мощности разряда. На самом краю ВАХ появляется отрицательное сопротивление, что приводит сначала к нестабильности разряда, а затем резкому уменьшению тока и переходу магнетронного разряда в тлеющий.

При отключении блока питания никелевая мишень остается горячей выше T_K несколько минут. Если в течение этого времени опять включить разряд, то он возникает на большом кольце, если позже — то на малом. Была измерена зависимость времени остывания никелевой мишени от температуры, соответствующей мощности разряда 170 Вт, до T_K при значениях давления аргона 19 и 26 Па. Для этого мишень разогревали плазменным разрядом 170 Вт несколько минут, пока не устанавливалась рабочая точка. Потом блок питания отключался. Через несколько минут блок снова включался на несколько секунд, и визуально по диаметру кольца разряда можно было определить, какая температура мишени — выше или ниже T_K . После несколь-

ких попыток удавалось определить время остывания. Для никелевой мишени при давлении аргона 26 Па это время составляло ~400 с, при 19 Па — 500 с, для железной мишени — 105 с при исходной мощности разряда 500 Вт.

Таким образом, время остывания мишени зависит от давления газа. При предельно малом давлении остывание идет за счет ИК-излучения.

Напыление никелевых пленок микронной толщины

Были исследованы основные параметры пленок и их связь с параметрами магнетронного разряда. Для поджига последнего использовалось довольно высокое давление (10—40 Па). Вакуумную камеру откачивали насосом 2НВР-5Д. Измеренное натекание посторонних газов в заглушенную вакуумную камеру составляло 0,02 л·Па/с. Предельно низкое давление, создававшееся насосом при отсутствии напуска газа, — 0,5 Па.

Длина свободного пробега атомов при использовавшихся давлениях аргона составляла десятые доли миллиметра [5], длина свободного пробега распыленных атомов никеля — того же порядка.

Распыленные атомы имели большие массу и начальную энергию и импульс от 5 до 10 эВ [8], чем атомы аргона в камере 0,1—0,03 эВ. Часть распыленных атомов никеля после многочисленных столкновений, растеряв начальную энергию и импульс, могли вернуться на мишень, другая часть достигала подложки путем диффузии и образовывала на ней покрытие. В качестве подложек использовали пластины кремния диаметром 60 мм и сапфира, а также их осколки. Подложку помещали на карусель и на время розжига магнетрона вводили в туннель, куда практически не могли попасть распыленные атомы.

После розжига магнетрона и установки требуемого режима разряда подложку из туннеля выводили на позицию напыления над центром магнетрона. Расстояние мишень—подложка составляло 22—25 мм. После запыления подложки магнетрон выключали. После выдержки в камере в течение нескольких десятков минут (до остывания мишени) в камеру напускали воздух и извлекали подложку. Мишень охлаждали в вакууме или аргоне для избежания ее окисления и взаимодействия горячей мишени с азотом воздуха, при котором могут образовываться вредные вещества.

Толщина покрытия измерялась на интерференционном микроскопе МИИ-4 или взвешиванием подложки до и после напыления на аналитических весах АДВ-200 с последующим вычислением средней толщины. По толщине покрытия, времени напыления и мощности разряда вычислялась скорость напыления в нм/мин и нм/(Вт·мин). Измеря-

лось также поверхностное сопротивление пленки четырехзондовым методом при расположении зондов в ряд через 1 мм. Скорость распыления мишени определялась взвешиванием ее на весах до и после напыления.

Приведем несколько характерных примеров. После напыления пленки в рабочей точке ($P = 19$ Па, $U = 840$ В, $I = 0,32$ А) на кремниевую пластину диаметром 60 мм были проведены исследования параметров пленки и получены следующие результаты: скорость напыления на подложку 0,3 нм/(Вт·мин) или 80 нм/мин; скорость убыли веса мишени 1,2 г/(кВт·ч), что соответствует 0,13 см³/(кВт·ч) или скорости распыления мишени ~0,3 атом/ион. Доля атомов никеля, осевших на подложке, составила примерно 30 % от распыленных с мишени. Поверхностное сопротивление пленки — 0,16 Ом/кВ при толщине 770 нм, удельное сопротивление материала пленки — $0,16 \cdot 770 \cdot 10^{-7} = 1,2 \cdot 10^{-5}$ Ом·см.

Напыление на сапфировую пластину диаметром 18 мм в рабочей точке ($P = 13$ Па, $U = 795$ В, $I = 0,26$ А) время напыления 6 мин. Толщина пленки 810 нм, скорость напыления 0,51 нм/(Вт·мин) или 135 нм/мин. Поверхностное сопротивление напыленной пленки — 0,11 Ом/кВ, что соответствует удельному сопротивлению материала пленки $9 \cdot 10^{-6}$ Ом·см. Это близко к табличному значению удельного сопротивления никеля. Отметим, что при напылении слоя на подложку меньшего диаметра, чем мишень, если оснастка камеры не препятствует прохождению атомов никеля за поверхность подложки, на обратной стороне тоже оседает пленка. В этом процессе на обратной стороне подложки толщина пленки составила ~80 нм. Результаты этих и других наиболее характерных процессов приведены в табл. 2.

Распыление железной мишени

Распыление железа проводили аналогично распылению никеля после простой замены никелевой мишени на железную. Отличие состояло в том, что для розжига плазмы и разогрева мишени железа выше температуры Кюри требовалась большая мощность разряда, при этом мишень была изготовлена из безуглеродного железа типа "армко".

После поджига разряда на малом кольце прогревали мишень, и разряд выходил на большое кольцо, на что требовалось 3—4 мин. Затем регулировали подаваемое напряжение и давление рабочего газа и выставляли рабочую точку. Для описываемого конкретного процесса была выбрана рабочая точка ($P = 13$ Па; $U = 750$ В; $I = 0,36$ А).

Напыление проводили на кремниевую пластину. Скорость убыли массы мишени составляла ~1 г/(кВт·ч), удельная скорость напыления пленки — 0,5 нм/(Вт·мин), доля материала, распыленного с мишени и попавшая на подложку, — примерно 50 %.

Поверхностное сопротивление пленки толщиной 2,5 мкм равнялось 0,088 Ом/кВ, что соответствовало удельному сопротивлению материала пленки $\sim 3 \cdot 10^{-5}$ Ом·см и было в три раза больше табличного значения удельного сопротивления чистого железа. Для вакуумных условий, имевшихся в работе, это вполне удовлетворительный результат для химически более активного железа, чем никеля.

Распыление стальной мишени

Распыление стальной мишени, содержащей 0,45 % углерода (сталь 45), резко отличается от распыления железной мишени по скорости распыления и параметрам пленки, образующейся на под-

Таблица 2

Мишень	Давление, Па	Напряжение разряда, В	Ток разряда, А	Скорость напыления		Толщина пленки, мкм	Удельное сопротивление материала пленки, 10^{-5} Ом·см
				нм/(Вт·мин)	нм/мин		
Ni	19	830	0,32	0,3	80	0,760	1,2
Ni	13	800	0,26	0,64	135	0,810	0,9
Ni	21	600	0,32	0,47	90	0,270	—
Ni	26	485	0,19	0,24	30	0,270	20
Ni	13	710	0,18	0,52	90	1,860	1,3
Ni	13	515	0,13	0,60	41	1,150	—
Fe	13	750	0,36	0,50	170	3,550	3,1
Сталь 45	26	550	0,5	0,07	19	0,700	100
Сталь 45	13	520	0,62	0,22	93	2,200	100

Анализируя данные табл. 2, видим, что скорость напыления пленки растет с увеличением мощности разряда и уменьшением давления. Удельное сопротивление материала близко к табличному значению, которое должно составлять, согласно [6], $(1—0,6) \cdot 10^{-5}$ Ом·см.

ложке. В рабочей точке ($P = 26$ Па, $U = 550$ В, $I = 0,5$ А) скорость распыления мишени равнялась 0,3 г/(кВт·ч), скорость образования покрытия — 0,07 нм/(Вт·мин), доля распыленного материала, попавшего на пластину, — примерно 30 %.

Верхняя поверхность мишени приобретала черный цвет, нижняя сторона, имевшая ту же температуру, что и верхняя, но не облучаемая ионами, не была черной, однако выглядела окисленной. При распылении при меньшем давлении (13 Па) увеличивалась только удельная скорость образования покрытия, равная 0,22 нм/(Вт·мин), а доля осевшего на подложку материала составляла ~50%. На подложке в обоих случаях образовывались блестящие черные пленки толщиной 0,7—2,2 мкм и поверхностным сопротивлением 1—0,5 кОм/кВ, что соответствовало удельному сопротивлению материала покрытия ~10⁻² Ом·см и было в 1000 раз больше удельного сопротивления железа. По-видимому, при разогреве стальной мишени происходила диффузия углерода на ее поверхность, при этом углерод под воздействием ионного облучения образовывал какие-либо химические соединения железа, которые и высаживались на подложке.

Напыление никелевых пленок нанометровой толщины

При исследовании возможности осаждения нанометровых пленок использовались режимы напыления, приведенные в табл. 2. Скорости осаждения в этих режимах брались такие, что для напыления пленок нанометровой толщины требовались экспозиции, измеряемые секундами и их долями.

Попытка снизить скорость напыления приводила к увеличению загрязнения нанопленок нежелательными примесями со стенок вакуумной камеры и окружающего газа. Время выдвижения пластины на позицию напыления должно быть, по крайней мере, на порядок меньше времени экспозиции, т. е. составлять десятые, а лучше сотые доли секунды, так как край пластины, вышедший раньше, дольше запыляется и, следовательно, вносит дополнительную неравномерность в толщину покрытия в пределах пластины. Создание такого механизма — непростая техническая задача.

В данной работе испытан метод, состоящий в том, что магнетрон сначала разжигается, разогревается мишень, затем отключается разряд. При этом плазма гаснет за время не более 10⁻² с, а

мишень остается горячей достаточно долго. Сразу после этого, используя карусель, выводится пластина, подлежащая напылению. Далее разряд включается на заданное время, обеспечивая требуемую экспозицию. На горячую мишень, в принципе, могут сесть нежелательные примеси со стенок вакуумной камеры и из рабочего газа. Однако из-за высокой температуры мишени примеси, вероятнее всего, улетают, кроме тех, которые образуют химические соединения с материалом мишени, стойкие при высокой температуре.

После розжига разряда мишень прогревается при мощности разряда 250—300 Вт, затем последняя снижается и устанавливается на уровне ~200 Вт, и магнетрон сразу отключается. Пластину немедленно выводят из туннеля и устанавливают над центром магнетрона на прогрев с целью удалить какие-либо примеси ИК-излучением магнетрона. В этом положении пластина в разных случаях выдерживалась от 0 до 90 с. Затем включался разряд и через требуемое время (0,5—15 с) отключался.

Если предположить, что теплоотдача никелевой и железной мишеней приблизительно одинаковая, то, как следует из данных табл. 1, температура никелевой мишени при отжиге заметно превышала 1044 К. Напыление проводили на осколки сапфировых или кремниевых пластин. После этого на атомно-силовом микроскопе Р4-ЗРМ-МДТ просматривали изображение пленки и по сделанной риске определяли ее толщину (рис. 3). Основные результаты приведены в табл. 3.

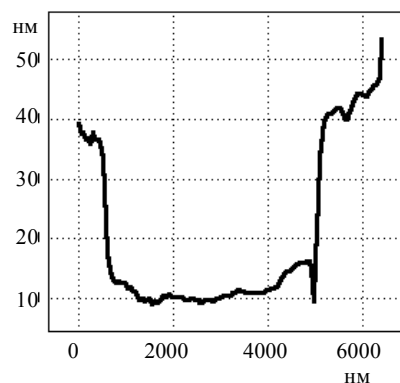


Рис. 3. Профиль риски на пленке толщиной 25 нм, полученный на атомно-силовом микроскопе

Таблица 3

Мишень	Давление, Па	Напряжение разряда, В	Ток разряда, А	Скорость напыления		Толщина пленки, нм	Удельное сопротивление материала пленки, 10 ⁻⁵ Ом·см
				нм/(Вт·мин)	нм/мин		
Ni	19	765	0,34	1,5	—	82	62
Ni	27	570	0,37	1,3	280	70	290
Ni	27	580	0,36	1,4	300	40	40
Ni	30	600	0,40	1,6	375	25	270
Ni	27	600	0,35	—	—	20	123
Ni	30	560	0,46	0,93	270	20	∞
Ni	30	580	0,40	—	—	15	68
Ni	24	600	0,32	1,4	270	67,5	—

Самая тонкая пленка (толщиной 15 нм) была сплошной, поэтому на ней удалось измерить удельное сопротивление. При напылении пленки толщиной ~8 нм при дозе мощности 6 Вт·мин сплошного покрытия не образовывалось, поскольку поверхностное сопротивление стало бесконечно большим. Сравнение скоростей напыления пленок микронной (см. табл. 2) и нанометровой толщин (см. табл. 3) показывает, что при сходных условиях разряда измеренные скорости напыления нанометровых пленок оказываются в несколько раз выше. Для объяснения причин этого явления требуются дополнительные исследования.

Заключение

Планарный магнетрон, работающий на постоянном токе, с ферромагнитной мишенью, разогреваемой выше температуры Кюри, может быть использован для напыления ферромагнитных пленок как микронной, так и нанометровой толщины с использованием простых средств откачки и механических приспособлений.

Определены основные режимы распыления никеля, железа и стали.

Исследованы электропроводные свойства ферромагнитных пленок, скорости их осаждения, которые оказались близкими к тем, которые получают при традиционном магнетронном распылении неферромагнитных металлов.

Предложен технологический прием напыления пленок нанометровой толщины, состоящий в том, что для обеспечения короткого времени запыле-

ния подложки при интенсивном потоке распыленного материала она выводится над предварительно разогретую мишень, а магнетрон за секунды или доли секунды включается на полную мощность. Короткое время запыления подложки обеспечивает малое количество примесей, попадающих в осаждаемую пленку. Показано, что скорость напыления пленок нанометровой толщины может оказаться в несколько раз выше скорости напыления пленок микронной толщины.

Полученные результаты могут быть использованы в микроэлектронике, микрофотоэлектронике, а также учтены в разных нанотехнологиях.

Литература

1. Минайчев В. Е., Одинокоев В. В., Гюфеева Г. П. Магнетронные распылительные устройства (магнетроны): Обзор по электронной технике. Сер. 7. Технология, организация производства и оборудование. 1979. Вып. 8 (859).
2. Данилин Б. С. Получение тонкопленочных слоев с помощью электронной системы ионного распыления// Зарубежная радиоэлектроника. 1978. Вып. 4. С. 87—105.
3. Симонов В. А., Юрков А. Н., Аксенов В. Г., Горяев А. И. Источник магнетронного распыления ферромагнитных материалов: А. с. 3226786/18-21 от 29.12.1980.
4. Заявка Японии 55.-32789; кл. С 23С 15/00, 1980.
5. Розанов Л. Н. Вакуумная техника. — М.: Высш. шк., 1982.
6. Григорьев И. С., Мейлихов У. З. Физические величины: Справочник. — М.: Энергоатомиздат, 1991.
7. Иванов Р. Д. Магнитные металлические пленки в микроэлектронике. — М.: Сов. радио, 1980.
8. Фридрихов С. А., Мовми С. М. Физические основы электронной техники. — М.: Высш. шк., 1982.

Planar magnetron use for micron and nanometer thickness ferromagnetic film deposition

A. N. Yurkov, T. V. Vlasova, G. A. Krikunov, M. A. Kononov

Prokhorov General Physics Institute, Russian Academy of Sciences, 38 Vavilon str.,
Moscow, 119991, Russia
Тел. (499) 503-87-22

Planar magnetron with a thick nickel, iron or steel cathode was used for ferromagnetic film deposition on substrates. The cathode was heated up the temperature exceeding the Curie temperature with the use of magnetron discharges. The measured parameters included current/voltage characteristics, cathode sputtering rates, the rates of film deposition on substrates and film conductivity.

PACS: 81.07.-b

Keywords: magnetron, deposition, ferromagnetic films, sputtering, substrate.

Bibliography — 8 references.

Received 18 November 2009