

«Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

На правах рукописи



Тумаркин Александр Владимирович

**ИМПУЛЬСНЫЙ МАГНЕТРОННЫЙ РАЗРЯД
С ГОРЯЧЕЙ МИШЕНЬЮ**

1.3.9 – Физика плазмы

АВТОРЕФЕРАТ

Диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Москва – 2022

Работа выполнена в Национальном исследовательском ядерном университете
«МИФИ»

Научный руководитель:

Казиев Андрей Викторович,
к.ф.-м.н., доцент кафедры физики
плазмы НИЯУ МИФИ

Официальные оппоненты:

Кривобоков Валерий Павлович,
д.ф-м.н., проф., Национальный
исследовательский Томский
политехнический университет

Лесневский Леонид Николаевич,
д.т.н., проф., Московский
авиационный институт

Лузанов Валерий Альбертович,
к.ф.-м.н., Фрязинский филиал
Института радиотехники и
электроники им. В.А. Котельникова
РАН

Защита состоится «15» июня 2023 г. в 15:00 на заседании диссертационного совета МИФИ.1.01 Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте <http://ds.mephi.ru> Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ».

Автореферат разослан « » 2023 г.

Отзывы и замечания по автореферату в одном экземпляре, заверенные печатью, просьба высылать по вышеуказанному адресу на имя ученого секретаря диссертационного совета.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
кандидат физико-математических
наук



Степаненко А.А.

Общая характеристика работы

Актуальность темы исследования

Осаждение покрытий методом распыления материала ионами плазмы в магнетронных распылительных системах (МРС) является одним из наиболее распространенных процессов создания тонких пленок в промышленности и лабораториях. Он применяется в микроэлектронике, оптике, машиностроении, медицине, химии и даже в археологии. К достоинствам МРС относят отсутствие капельной фазы в осажденных покрытиях, воздействие на обрабатываемую поверхность ионами плазмы, простоту и дешевизну установок. Однако у МРС есть существенные недостатки: низкая скорость напыления и наличие примесей в осажденных пленках. Для ряда напыляемых материалов можно нивелировать вышеописанные недостатки, используя магнетроны с расплавленным (разогретым) катодом (МРК). Скорость осаждения покрытий в МРК во много раз выше, чем в классических магнетронах с охлаждаемой мишенью (при описании магнетронных разрядов слова «катод» и «мишень» используются как синонимы), а также в МРК возможен переход в т. н. режим самораспыления. В этом режиме концентрация атомов, эмитированных с поверхности катода вследствие распыления и испарения/сублимации, достаточна для горения разряда без напуска рабочего газа. Это позволяет избавиться от дефектов в покрытии, обусловленных захватом инертного газа пленкой, а также от загрязнений присутствующими в газе примесями.

Для получения покрытий с высокими значениями плотности и адгезии к подложке требуется наличие заметной доли ионов в потоке осаждаемого материала. В стационарных МРС степень ионизации плазмы мала и не превышает долей процента, что в значительной мере ограничивает возможности по управлению свойствами получаемых пленок. Значительное увеличение степени ионизации (вплоть до 90%) может быть достигнуто при использовании сильноточного импульсного магнетронного разряда (СИМР),

открытого в МИФИ. Однако в импульсных формах магнетронного разряда, так же, как и в стационарных, скорость осаждения сравнительно низка, а также присутствует рабочий газ, ухудшающий свойства покрытий.

Объединение технологий СИМР и МРК позволит получить новую технологию осаждения покрытий, сочетающую в себе высокоскоростное нанесение покрытий и высокую степень ионизации плазмы и позволяющую магнетронам работать в области параметров, ранее недоступной для практического применения. Также реализация импульсного магнетронного разряда с раскаленной мишенью в режиме самораспыления приведет к созданию источников ионов распыляемого материала, что представляет огромный интерес для лабораторных применений и наукоемких производств. Для эффективного использования потока заряженных частиц в процессе роста покрытий требуется определить характеристики и исследовать состав разрядной плазмы импульсного магнетрона с расплавленным (разогретым) катодом (ИМРК). Также необходимо провести моделирование и измерения распределения температуры катода, так как именно однородность и значение температуры мишени при различной прикладываемой мощности определяют тот или иной режим горения разряда.

Цели и задачи диссертационной работы

Целью данной работы является реализация и исследование новой формы импульсного магнетронного разряда, горящего в парах материала горячей мишени.

Для достижения цели решались следующие основные задачи:

1. Создание разрядного устройства для формирования импульсного магнетронного разряда в потоке атомов, эмитированных с поверхности горячей мишени.
2. Реализация режима импульсного магнетронного разряда с горячей мишенью в потоке испаренных/сублимированных атомов мишени.

3. Измерение электрических характеристик импульсного магнетронного разряда с горячей мишенью в зависимости от мощности и величины магнитного поля.
4. Измерение пространственных распределений параметров плазмы в разрядах МРК и ИМРК методом зондовой диагностики.
5. Создание модели процессов, определяющих тепловое состояние мишени магнетрона, и сравнение результатов расчетов с экспериментом.

Научная новизна

- Впервые реализован импульсный магнетронный разряд с горячей мишенью, формируемый в парах материала мишени путем приложения мощного импульса к разрядному промежутку без инертного рабочего газа.
- Впервые измерены вольт-амперные характеристики и пространственные распределения параметров плазмы магнетронного разряда с горячей мишенью в импульсном режиме и режиме постоянного тока в широком диапазоне мощности разряда и при различных значениях магнитного поля.

Практическая значимость

- Предложен и экспериментально обоснован способ осаждения пленок с применением импульсного магнетрона с горячей мишенью, в котором объединяются большая скорость осаждения и высокое содержание ионов в потоке на подложку.
- Разработано разрядное устройство и установка для высокоскоростного осаждения покрытий на основе этого способа.
- Разработан многоканальный комплекс зондовой диагностики, позволяющий измерять распределение параметров плазмы в стационарном и импульсном разрядах в условиях высокоскоростного осаждения проводящих покрытий.

- Создана модель, которая позволяет находить режимы осаждения покрытий в ИМРК с наибольшей концентрацией ионов материала мишени в плазме.
- На основании полученных результатов получен патент на разработку технологии защиты поверхности алюминия от коррозии (Патент РФ 2522874).
- На основании полученных результатов подана заявка на изобретение способа генерации потоков ионов твердого тела на основе ИМРК (Заявка 2022103237 от 09.02.2022).

Положения, выносимые на защиту

1. Импульсный магнетронный разряд с горячей мишенью, работая в потоке атомов, эмитированных с поверхности мишени без инертного рабочего газа, характеризуется высокой степенью ионизации (до 60%) и плотностью ($2 \times 10^{13} \text{ см}^{-3}$), что на порядки превышает аналогичные параметры стационарного разряда и позволяет в несколько раз увеличить плотность мощности, приносимую частицами на подложку.
2. Вольт-амперные характеристики импульсного разряда в потоке атомов мишени характеризуются отсутствием области низкой проводимости плазмы в отличие от импульсных магнетронных разрядов в среде рабочего газа.
3. Переход в режим МРК, который происходит при повышении мощности разряда на теплоизолированной мишени, сопровождается резким падением температуры электронов и увеличением плотности плазмы, что связано с увеличением концентрации атомов металла в разрядном промежутке при испарении или сублимации материала мишени.
4. Теоретически рассчитанная импульсная скорость осаждения покрытий в ИМРК в несколько раз превышает скорость осаждения в импульсом магнетроне с охлаждаемой мишенью аналогичной мощности при том же режиме подачи импульсов за счет наличия потока испаренных атомов.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность научных результатов обусловлена их повторяемостью, а также хорошим согласием экспериментальных и расчетных данных. Результаты диссертации были представлены на 21 международных и всероссийских конференциях, основные из которых перечислены ниже:

- Междунар. конф. 6th International Workshop and Summer School on Plasma Physics, Болгария, 2014 (стенд. докл.)
- Междунар. конф. 4th International Conference on Plasma Surface Engineering, Германия, 2014 (стенд. докл.)
- Всерос. конф. Отраслевая научная конференция АТОМТЕХ, Москва, НИЯУ МИФИ, 2014 (устн. докл.)
- Междунар. конф. 7th International Symposium on Advanced Plasma Science and Its Applications for Nitrides and Nanomaterials ISPlasma, Нагоя, Япония, 2015 (стенд. докл.)
- Междунар. конф. HiPIMS Conference 2015, Германия, 2015 (устн. докл.)
- Междунар. конф. International Symposium on Advanced nuclear and energy materials for high temperature application, Корея, 2017 (устн. докл.)
- Всероссийская (с международным участием) конференция «Физика низкотемпературной плазмы» ФНТП-2017, Казань, 2017 (устн. докл.)
- Междунар. конф. 10th Symposium on Vacuum based Science and Technology, Колобжег, Польша, 2017 (устн. докл.).
- Междунар. конф. The International Surfaces, Coatings and Interfaces Conference SurfCoat, Сеул, Корея, 2019 (устн. докл.).
- Междунар. конф. The 3rd European Conference on Plasma Diagnostics, Лиссабон, Португалия, 2019 (стенд. докл.).
- Междунар. конф. 14th International Conference “Gas Discharge Plasmas and Their Applications” GDP 2019, Томск, Россия, 2019 (устн. докл.).

- Междунар. конф. 15th International Conference on Plasma Based Ion Implantation & Deposition (PBII&D 2019), Шэньчжэнь, Китай, 2019 (устн. докл.).
- Всерос. конф. (с междунар. участием) «Физика низкотемпературной плазмы» ФНТП-2020, Казань, 2020 (устн. докл.).
- Междунар. конф. The 9th International Symposium on Functional Coatings and Surface Engineering, Монреаль, Канада, 2021 (дистант. устн. докл.)
- II Междунар. конф. Газоразрядная плазма и синтез наноструктур, Казань, Россия, 1–4 декабря 2021 г. (устн. докл.).

Публикации

Материалы диссертации опубликованы в 10 печатных работах в рецензируемых журналах [1–10], 7 из них в журналах, индексируемых в базах Scopus и Web of Science, 3 работы опубликованы в журналах из перечня ВАК. Получен 1 патент на изобретение [11].

Личный вклад автора

Все выносимые на защиту результаты и положения диссертационной работы получены и разработаны автором лично либо при его непосредственном участии. Автор участвовал в постановке, проведении и обработке результатов всех экспериментов и расчетов.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и библиографии. Общий объем диссертации составляет 117 страниц, включая 54 рисунка, 6 таблиц. Библиография содержит 107 наименований.

Содержание работы

Во введении обоснована актуальность диссертационной работы, сформулирована цель и аргументирована научная новизна исследований, показана практическая значимость полученных результатов, представлены выносимые на защиту научные положения.

В первой главе проведен литературный обзор, в котором проанализированы работы, посвященные некоторым типам магнетронных распылительных системам (МРС) и разрядам, возникающим в них: Рассмотрены классические МРС с охлаждаемой мишенью; магнетроны с горячим (разогретым) катодом (МРК), в которых мишень теплоизолирована от охлаждаемой магнитной системы, а также сильноточные импульсные формы магнетронных разрядов. Выявлены их преимущества и недостатки, влияющие на процесс осаждения покрытий.

Для классических магнетронов характерны низкая скорость осаждения покрытий, отсутствие капельной фазы, наличие рабочего газа, влияющего на качество полученных покрытий, и небольшая доля ионов в потоке частиц на подложку, которой, однако, хватает для ограниченного управления свойствами пленок при подаче потенциала смещения к подложке [12].

Особенностью МРК является теплоизоляция мишени от охлаждаемых узлов магнетрона, из-за чего мишень нагревается под действием ионного потока плазмы разряда до значений температур, при которых становится заметной доля атомов, испаренных или сублимированных с поверхности мишени. Скорость осаждения в МРК значительно выше, чем в МРС с охлаждаемой мишенью при тех же энергетических затратах. Также в пионерской статье был описан [13], т. н. «режим самораспыления», в котором для поддержания разряда достаточно эмитированных с поверхности атомов мишени, и подача рабочего газа (как правило Ar) быть прекращена. Несмотря на увеличение концентрации плазмы до значения $n_i \sim 10^{11} \text{ см}^{-3}$ и наличие ионной компоненты в потоке осаждаемого материала, ее вклад сравнительно мал, на что указывает зернистая структура покрытий, получаемых в МРК [14]. Подобная структура свидетельствует о низкой средней энергии частиц, попадающих на подложку. Это объясняется тем, что энергия испаренных атомов $\sim 0,1 \text{ эВ}$, в то время как распыленные атомы имеют энергию 1–10 эВ. Это означает, что чем выше вклад испаренной компоненты, тем ниже плотность пленок и хуже их адгезия.

В импульсных формах магнетронного разряда, таких как СИМР (Сильноточный Импульсный Магнетронный Разряд) и HiPIMS (High Power Impulse Magnetron Sputtering), несмотря на низкую среднюю скорость осаждения покрытий (ниже, чем в МРК с охлаждаемой мишенью), степень ионизации плазмы значительно выше, чем в стационарных магнетронных разрядах. Причем при импульсе достаточной длительности и энергии происходит локальный перегрев поверхности мишени и замещение рабочего газа атомами, эмитированными с поверхности мишени. Разряд переходит в квазистационарную область горения в режиме самораспыления, схожим с описанным выше для стационарного МРК, но в котором концентрация плазмы имеет характерные значения $n_i \sim 10^{13} \text{ см}^{-3}$, а степень ионизации плазмы достигает 90% [15].

По результатам литературного обзора можно сделать вывод, что реализация импульсного магнетронного разряда с горячей мишенью, объединив технологии СИМР и МРК. В таком разряде ожидается значительное увеличение концентрации и степени ионизации плазмы МРК, что позволит увеличить ионный ток на подложку и тем самым компенсировать дефицит энергии, необходимой для получения пленок с высокими показателями плотности и адгезии. Помимо этого, можно заключить, что в ИМРК существуют режимы работы, в которых не требуется напуск рабочего газа, а формирование сильноточного разряда будет происходить исключительно в потоке атомов, эмитированных с мишени.

Во второй главе описано созданное разрядное устройство (Рисунок 1) для формирования сильноточного импульсного магнетронного разряда с раскаленным катодом, экспериментальная установка «ПИНЧ» (Рисунок 2), и описаны диагностические средства, использованные в работе.

В разработанном устройстве магнитная система охлаждается водой и имеет возможность перемещения для подстройки параметров разряда. Мишень изолирована от магнитной системы с помощью термической развязки и может быть расположена в тигле, если предполагается ее плавление.

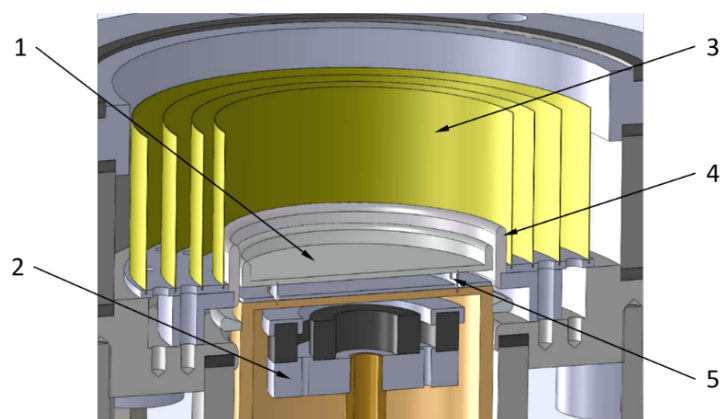


Рисунок 1 – Магнетрон с горячей мишенью: 1 – тигель, 2 – магнитная система, 3 – экраны, 4 – анод, 5 – термическая развязка

Система питания разряда состоит из двух источников: стационарного и импульсного. Стационарный источник служит для формирования магнетронного разряда постоянного тока. Импульсный источник представляет собой накопительную линию с максимальным запасом энергии 6,3 кДж и позволяет подавать на магнетрон прямоугольные импульсы напряжением до 2 кВ, длительностью до 200 мс.

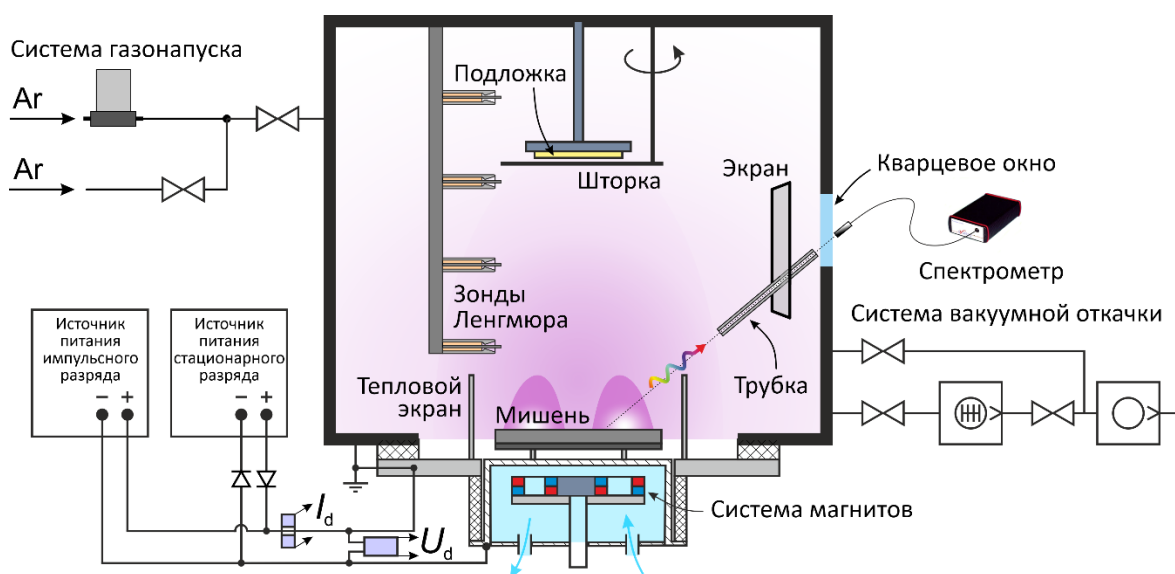


Рисунок 2 – Схема экспериментальной установки

Электрические характеристики разряда измеряются с помощью делителя напряжения и компенсационного датчика тока. Параметры плазмы разряда измеряются с помощью специально разработанного комплекса зондовой диагностики, который состоит из четырех одиночных зондов Ленгмюра,

расположенных на одной вертикали, на которые одновременно подается линейно изменяющееся напряжение с частотой 100–2000 Гц.

Оптическое излучение регистрируется системой оптоволоконной спектromетрии Avantes AvaSpec-2048 в диапазоне 200 – 1160 нм.

В третьей главе представлены описание и результаты экспериментов, проведенных на установке «ПИНЧ». Первая серия экспериментов направлена на изучение вольт-амперных характеристик и измерение параметров плазмы разряда МРК постоянного тока с медной мишенью для разных значений магнитного поля на поверхности мишени и давления рабочего газа.

С помощью зондовой диагностики была получена картина пространственного распределения параметров плазмы (электронной температуры T_e и плотности плазмы n_i) вдоль оси магнетрона при варьируемой мощности разряда 100–1800 Вт (см. Рисунок 3). Измерения проводились после стабилизации температуры мишени, обусловленной термодинамическим равновесием системы. Плавление мишени наблюдалось при $P_d \approx 750$ Вт.

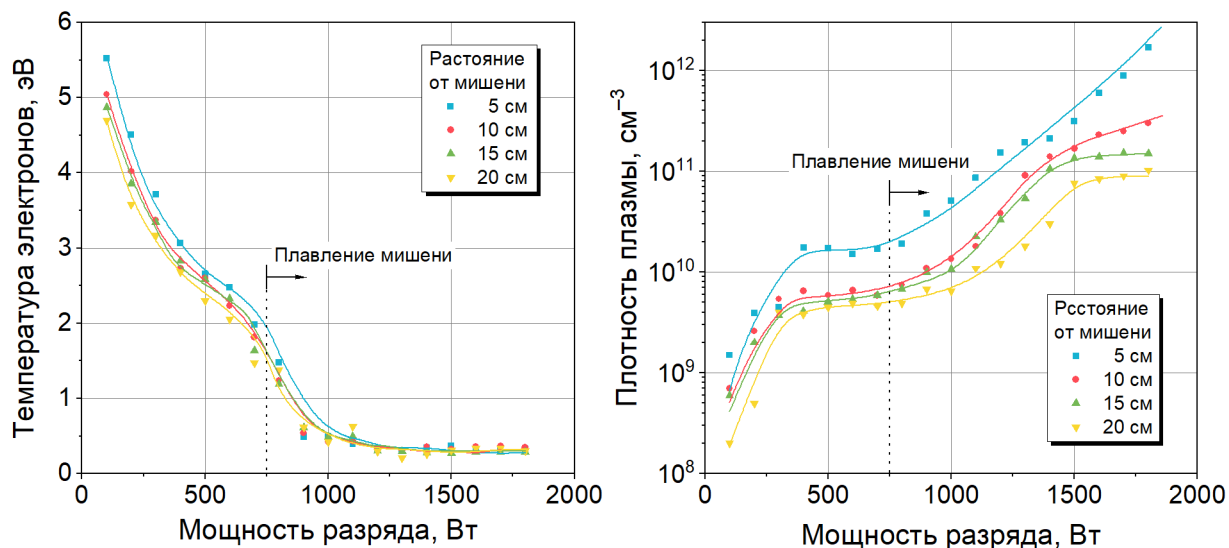


Рисунок 3 – Графики зависимости T_e (а) и n_i (б) от мощности разряда в МРК постоянного тока

Зондовые измерения демонстрируют изменение свойств плазмы с ростом температуры мишени.

Как видно из графика $T_e(P)$, при увеличении вкладываемой в разряд мощности происходит снижение электронной температуры от 5 эВ (что характерно для МРС с охлаждаемой мишенью) при 100 Вт до 0,2–0,5 эВ при 1000 Вт, дальнейшее увеличение мощности не приводит к изменению T_e . Начальное падение $T_e(P)$ соответствует зависимостям для классических магнетронов и определяется повышением количества распыленных атомов в разрядном промежутке. Потенциал ионизации атома меди ($I_{Cu} = 7,7$ эВ) меньше, чем атома аргона ($I_{Ar} = 15,8$ эВ), а максимум сечения ионизации меди электронным ударом смещен в область низких энергий [16]. Следовательно, электроны термализованы до более низкой энергии. Затем в области 700–800 Вт происходит намного более резкое падение T_e , определяющееся быстрым ростом концентрации испаренных атомов мишени.

Зависимости плотности плазмы $n_i(P)$ вблизи мишени (на расстоянии 5 см) и на большем удалении различаются. Вначале на всех расстояниях происходит экспоненциальный рост $n_i(P)$. Затем наблюдается область, отличающая МРК от магнетронов с охлаждаемой мишенью, в которой n_i практически не меняется. Это обусловлено нагревом газа и падением концентрации атомов Ar над мишенью. После плавления мишени экспоненциальный рост возобновляется, причем вблизи мишени (5 см) он продолжается во всем измеренном диапазоне ($n_i = 2 \times 10^{12}$ см⁻³ при $P = 1800$ Вт), а при 10–20 см снова замедляется. Прекращение роста $n_i(P)$ на расстоянии 15–20 см связано с существенным уменьшением длины свободного пробега в плотном паре.

Оптические эмиссионные спектры плазмы свидетельствуют о наличии в ней лишь частиц материала мишени при работе в режиме самораспыления.

Вторая серия экспериментов направлена на определение параметров плазмы ИМРК с медной мишенью, формирующейся при подаче импульсов напряжения различной мощности. Разряд ИМРК возникает при подаче к стационарному разряду МРК импульса напряжения высокой мощности, что вызывает изменение формы течения разряда. Происходит резкое увеличение напряжения и тока в импульсе (см. Рисунок 4), а также наблюдается

увеличение яркости свечения плазмы, все это свидетельствует о переходе разряда в сильноточный режим в течение импульса.

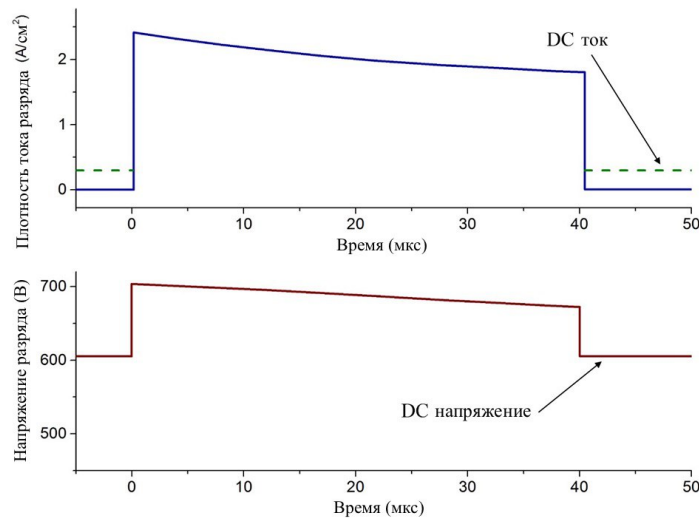


Рисунок 4 – Типичные осциллограммы тока и напряжения ИМРК с Cu мишенью. Плотность мощности в импульсе 1660 Вт/см^2

На Рисунке 5 представлены профили T_e и n_i , полученные при различной плотности мощности импульса. Длительность импульса τ_i составляла 40 мс, рабочий газ не напускался – разряд горел в потоке атомов мишени. Зонды были расположены на оси магнетрона на расстоянии 2,5 см друг от друга. Мощность разряда постоянного тока $P_d = 1,5 \text{ кВт}$.

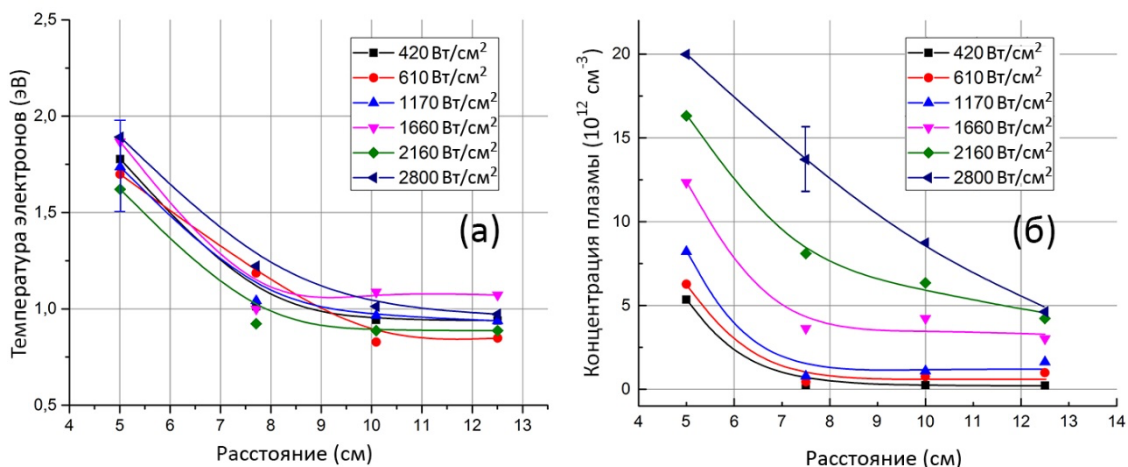


Рисунок 5– Графики зависимости T_e (а) и n_i (б) от мощности разряда в ИМРК

Температура электронов достигает 2 эВ на высоте 5 см над мишенью, уменьшается до 1 эВ между 5 и 7,5 см, а затем остается практически

неизменной до 12,5 см. Температура электронов в плазме слабо зависит от мощности разряда и значительно ниже, чем в обычных импульсных магнетронных разрядах с твердотельными мишенями и сопоставима с T_e стационарного МРК.

Установлено сильное влияние мощности импульса на плотность плазмы, последняя находится в пределах от $5 \times 10^{12} \text{ см}^{-3}$ до $2 \times 10^{13} \text{ см}^{-3}$ при $z = 5 \text{ см}$. Эти значения типичны для разрядов СИМР и HiPIMS с охлаждаемой мишенью. Подобно T_e , профили n_i плазмы имеют нисходящий характер. При 420 Вт/см^2 , 610 Вт/см^2 и 1170 Вт/см^2 в промежутке между 5 и 7,5 см плотность плазмы резко уменьшается до $n_i = 10^{12} \text{ см}^{-3}$ и почти не меняется с дальнейшим увеличением расстояния. Увеличение мощности импульса приводит к уменьшению градиента плотности плазмы и при 2800 Вт/см^2 n_i падает почти линейно, что указывает на расширение плазмы. Оценка степени ионизации плазмы при такой плотности мощности импульса дает величину $\alpha \sim 60\%$.

Третья серия экспериментов была направлена на определение электрических свойств ИМРК — напряжения и плотности тока разряда. Типичная ВАХ ИМРК представлена на Рисунке 6б. На Рисунке 6а показана известная из литературы типичная ВАХ СИМР (HiPIMS) [17].

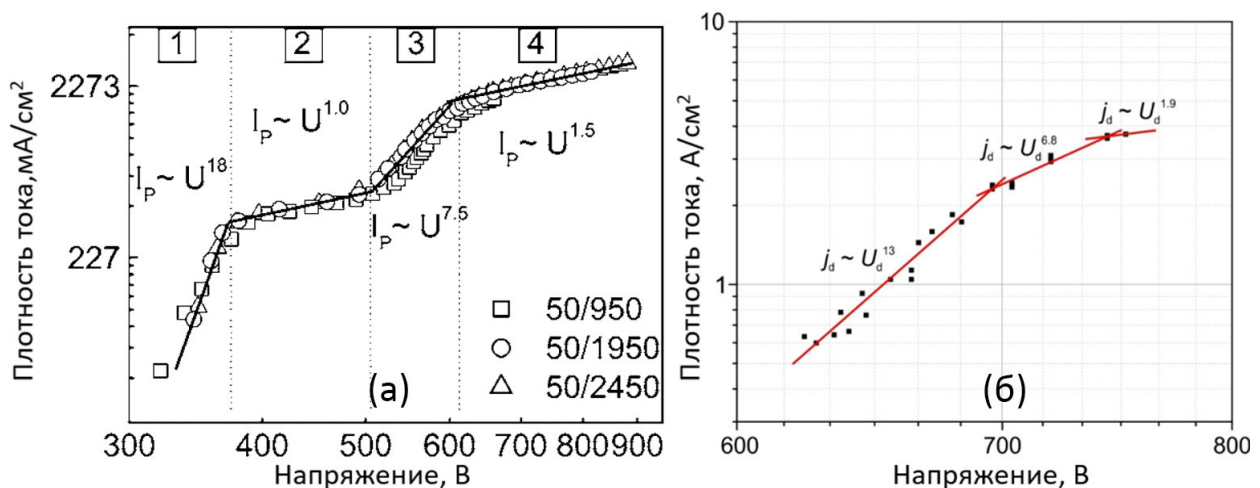


Рисунок 6 – Вольт-амперные характеристики HiPIMS (а) и ИМРК (б)

Как видно, проводимость плазмы в ИМРК достаточно высока, что свидетельствует о высокой плотности плазмы. Широко известно, что в распыляющих магнетронах (как постоянного, так и импульсного тока) плотности тока разряда j_d и напряжения U_d подчиняются закону $j_d = kU_d^n$, где k – коэффициент пропорциональности, а n обычно находится в интервале 5–15 для магнетронов постоянного тока и 1–20 для импульсных режимов [17]. ВАХ ИМРК, построенная в логарифмическом масштабе (см. Рисунок 6б), состоит из трех участков. При $j_d < 2,3 \text{ А/см}^2$ наблюдается низкоимпедансный режим с $n = 13$. Затем при $2,3 \text{ А/см}^2 < j_d < 4,0 \text{ А/см}^2$ наклон уменьшается до $n = 6,8$ и в конечном итоге до $n = 1,9$, что указывает на последовательный рост степени ионизации и плотности плазмы. Сравнение ВАХ ИМРК с известными результатами для СИМР (HiPIMS) показывает, что в случае ИМРК отсутствует промежуточная область с $n \sim 1$, где проводимость плазмы понижается из-за разрежения рабочего газа. В ИМРК рабочий газ не используется, а процесс испарения постоянно снабжает область плазмы металлическими частицами, поэтому область перед мишенью не обедняется атомами. Обнаруженный эффект отличает ИМРК от известных типов магнетронного разряда.

Для демонстрации применения ИМРК для работы с различными материалами проведены измерения ВАХ стабильных режимов разряда для Cu (Рисунок 7а), Cr (Рисунок 7б) и Si (Рисунок 7в) мишеней при различных значениях магнитного поля магнетрона.

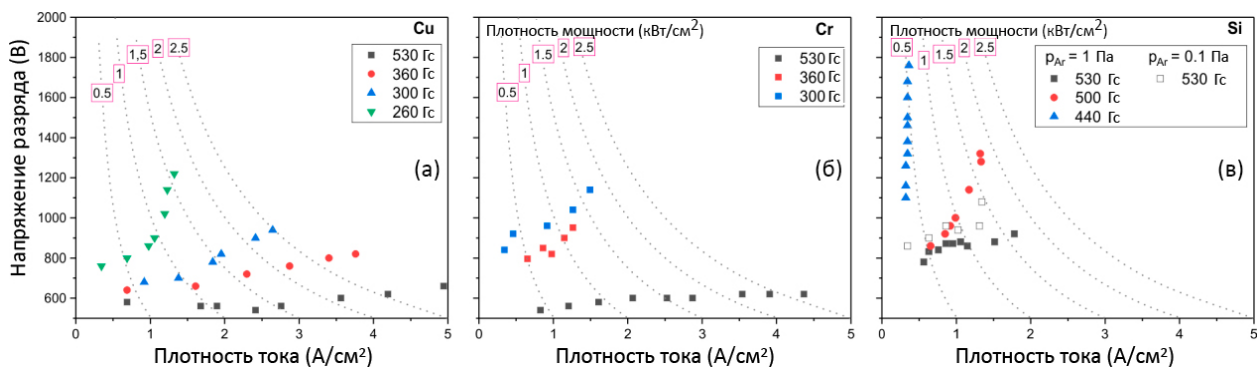


Рисунок 7 – Вольт-амперные характеристики разряда в ИМРК.

Импульсный магнетронный разряд с горячим катодом формировался с Cu и Cr мишенью в безгазовом режиме (режиме самораспыления). Для Si мишени были получены стабильные режимы при давлениях аргона 1 Па и 0,1 Па, однако получить разряд вовсе без рабочего газа не удалось. Полученные результаты полезны для практического применения ИМРК в задачах осаждения покрытий из меди, хрома и кремния.

Проведена оценка потока энергии, приносимой частицами на подложку, в ИМРК и МРК при одинаковой средней мощности разряда. Наложение импульсного питания мощностью всего 500 Вт повышает среднюю плотность мощности, приносимую частицами на подложку, в 2,4 раза. При этом, в соответствии с диаграммой Торнтон, описывающей зависимость структуры покрытий от параметров осаждения в МРС, в ИМРК возможно получение более плотных пленок, чем в МРК.

В четвертой главе описано построение тепловой модели мишени магнетрона, результаты проведенных по ней расчетов, а также производится сравнение расчетов с экспериментальными данными.

Для построения модели рассмотрены вклады мощности в нагрев и охлаждение мишени. Полная картина показана на Рисунке 7. Вклады в нагрев мишени обозначены как: W_{ion} — за счет ионной бомбардировки, W_{rp} — за счет излучения из плазмы, W_{J} — за счет Джоулева нагрева. Потери тепла: Q_{ee} — за счет электронной эмиссии, Q_{sput} — за счет распыления, Q_{evap} — за счет испарения, Q_{tc} — за счет теплопроводности термической развязки, Q_{rad} — за счет излучения.

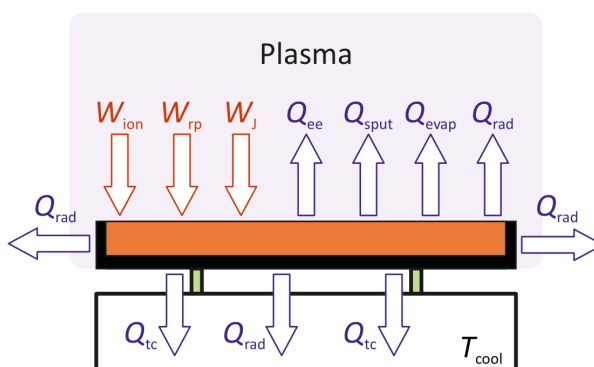


Рисунок 8 – Баланс тепловых потоков мишени.

Таким образом, в этих обозначениях уравнение для температуры мишени T имеет вид:

$$mc(T) \frac{dT}{dt} = W_{ion} + W_{rp} + W_J - Q_{sput} - Q_{evap} - Q_{tc} - Q_{ee} - Q_{rad} \quad (1)$$

где $c(T)$ — удельная теплоемкость, m — масса материала.

Основной вклад в уравнение (1) вносят следующие компоненты:

- Нагрев за счет ионного потока

$$W_{ion} = S \frac{j_i}{e} [eV_{sh}(1 - R_{iE}) + eU_i] \quad (2)$$

где j_i — плотность ионного тока на мишени, V_{sh} — падение напряжения в катодном слое, R_{iE} — энергетический коэффициент отражения ионов, U_i — потенциал ионизации, S — площадь поверхности.

- Охлаждение за счет излучения мишени:

$$Q_{rad} = S\sigma\varepsilon(T^4 - T_{amb}^4) \quad (3)$$

где $\sigma = 5,67 \times 10^{-8}$ Дж/м²К — постоянная Стефана–Больцмана, ε — коэффициент излучения серого тела; T — температура излучающего объекта; T_{amb} — температура окружающей среды.

- Охлаждение за счет распыления:

$$Q_{sput} = S \sum \frac{j_i}{e} \int E \left[\frac{dN_{Y_i}}{dE_i}, T \right] dE \quad (4)$$

где E — энергия налетающей частицы, Y_i — коэффициент распыления.

- Охлаждение за счет испарения:

$$Q_{evap} = \left(\frac{m}{2\pi kT} \right)^{\frac{1}{2}} p_{sat}(T) \left(q_0 - \frac{RT}{2M} \right) S \quad (5)$$

где m — атомная масса, k — постоянная Больцмана, p_{sat} — давление насыщенного пара, q_0 — теплота сублимации при 0 К, T — температура поверхности мишени, R — газовая постоянная, M — молярная масса материала мишени.

- Охлаждение за счет теплопроводности через термическую развязку мишени:

$$Q_{tc} = -\lambda S \left(\frac{\Delta T}{l} \right) \quad (6)$$

где λ — коэффициент теплопроводности материала изолятора, S — площадь сечения термической развязки, l — расстояние от мишени до холодильника.

Задача о тепловом балансе мишени решалась численно методом конечных элементов с помощью программы COMSOL Multiphysics для реальной геометрии катодного узла.

Рассчитанные значения T мишени сравнивались с измеренными в эксперименте с помощью термопары в МРК постоянного тока с Cu и Cr мишенями. На Рисунок 9 представлены графики динамики рассчитанных температур мишени в точке 1, расположенной в зоне эрозии, и в точке 2, где был установлен термопарный датчик, а также показания самого датчика. Мощность разряда МРК для все случаев составляла $P_d = 2$ кВт, начальная температура Cu мишени $T_{\text{init}} = 511^\circ\text{C}$, в случае Cr мишени $T_{\text{init}} = 46^\circ\text{C}$.

Рассчитанное значение T в точке 2 находится в хорошем согласии с экспериментом. В случае с Cu наблюдается небольшое расхождение с экспериментом в области температуры плавления мишени $T_{\text{Cu}} = 1085^\circ\text{C}$. Отклонение от расчета в случае Cr вызвано дополнительным нагревом мишени под действием дуг, возникших в переходной области разряда.

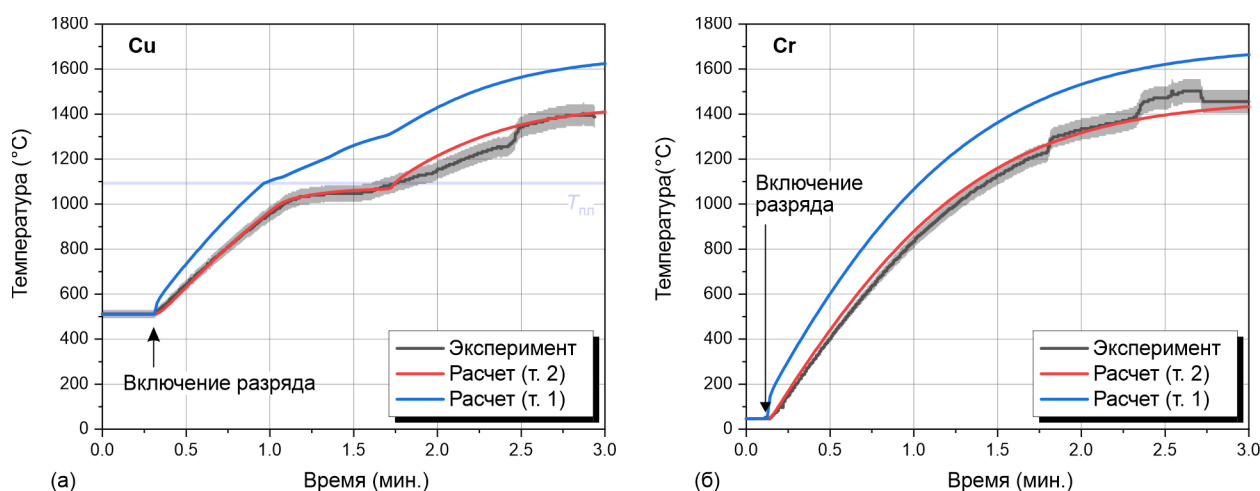


Рисунок 9 – Результаты моделирования (т. 1 и т. 2) и экспериментального измерения динамики температуры Cu (а) и Cr (б) мишеней в разряде МРК постоянного тока при $P_d = 2$ кВт. Точка 1 расположена в области ионного распыления, точка 2 в месте крепления термопарного датчика

Результаты экспериментов и моделирования зависимости установившейся температуры мишени от мощности разряда МРК представлены на Рисунок 10 для медной (а) и хромовой (б) мишеней.

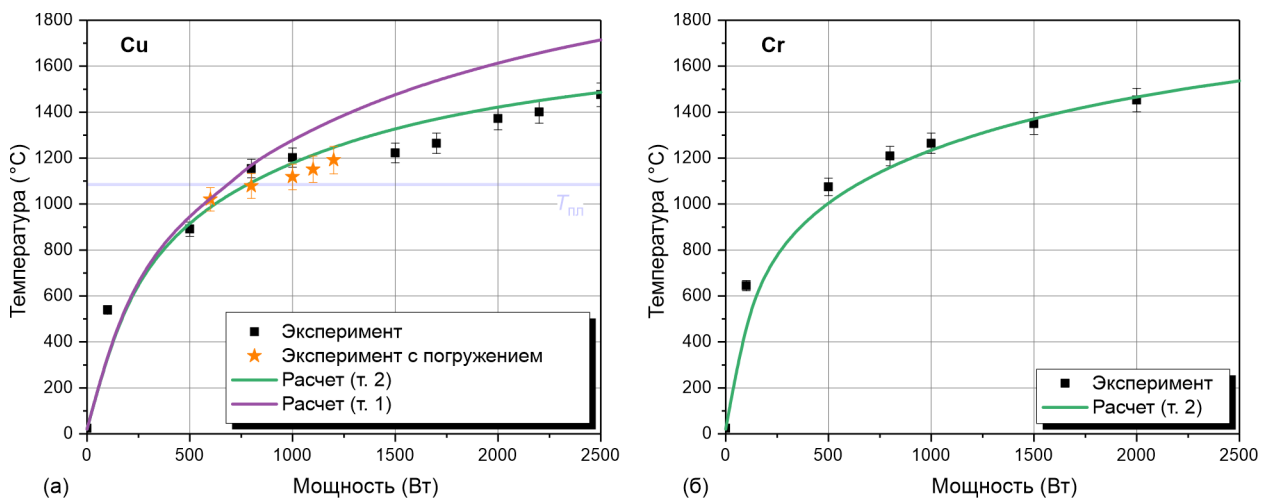


Рисунок 10 – Результаты экспериментов и моделирования зависимости установившейся температуры мишени от мощности разряда МРК постоянного тока: (а) медная мишень, (б) хромовая мишень

Каждая экспериментальная точка измерялась в квазиравновесном тепловом состоянии, при котором скорость изменения температуры падала ниже 10 К/мин. Видно, что расчеты также хорошо согласуются с экспериментом.

Для определения преимуществ применения ИМРК в процессах осаждения покрытий, используя верифицированную модель, рассчитана динамика температуры мишени при подаче импульсов высокой мощности. Результаты показаны на Рисунок 11.

В отличие от разряда постоянного тока, в импульсном режиме существенно нагревается только тонкий поверхностный слой зоны эрозии мишени. Из-за различий в теплопроводности температура поверхности мишеней из разных материалов будет разной при одинаковой мощности импульса.

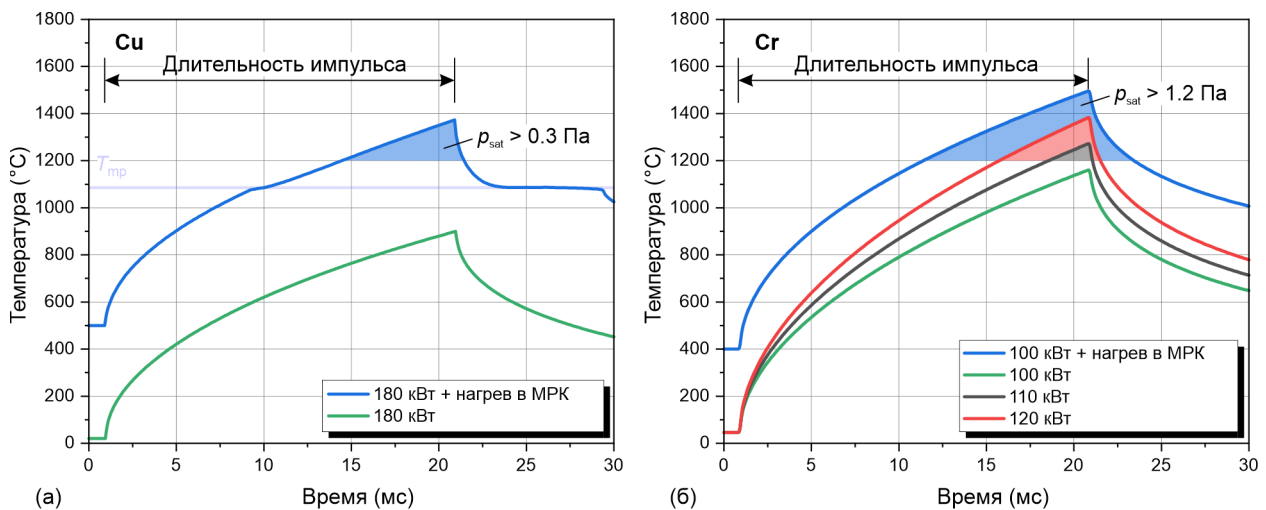


Рисунок 11 – Результаты расчетов эволюции температуры мишеней из меди (а) и из хрома (б) в режиме ИМРК с наличием предварительного нагрева в МРК и без него

Для материалов с низкой теплопроводностью, например, титана [15], тонкий поверхностный слой может быть расплавлен одним длинным импульсом даже в обычном магнетронном устройстве с охлаждаемой мишенью. Это сопровождается интенсивным испарением материала и приводит к существенному увеличению скорости осаждения. Однако это невозможно для материалов с хорошей теплопроводностью (например, меди [15]). Это ограничение может быть преодолено в ИМРК, когда возможно осуществить предварительный нагрев мишени (см. Рисунок 11). При этом будет реализован переход в режим ИМРК в течение одного импульса.

Из Рисунок 11а следует, что холодная поверхность медной мишени при воздействии высокой импульсной мощности 180 кВт (20 кВт/см^2) не может достичь достаточно высоких значений температуры. Однако после предварительного нагрева до 500°C , когда еще не наблюдается интенсивного испарения, температура в импульсе может превысить точку плавления. Уже при температуре свыше 1200°C давление насыщенных паров меди $p_{\text{Cu}} \geq 0,3 \text{ Па}$. Это означает, что в случае разряда с медным катодом в импульсе $\tau_{\text{и}} = 20 \text{ мс}$ около 30% длительности приходится на режим с интенсивным испарением. Для хромовой мишени, нагретой выше 1200°C , давление насыщенных паров $p_{\text{Cr}} > 1,3 \text{ Па}$. При осуществлении предварительного нагрева

хромовой мишени, 60% импульса длительностью 20 мс приходится на режим с интенсивной сублимацией металла.

Таким образом, продемонстрирована возможность формировать большие потоки ионов металла внутри одного импульса ИМРК, благодаря предварительному нагреву в разряде МРК постоянного тока. Такие режимы перспективны для технологических приложений из-за высокого содержания ионов металла и повышения скорости осаждения за счет быстрого увеличения потока испаренных частиц внутри каждого импульса. При этом между импульсами активного испарения не происходит, и пленка растет в основном в импульсной стадии с высокой степенью ионизации плазмы. Ионным потоком на подложку можно управлять так же, как и в известных процессах ионно-ассистированного осаждения СИМР, добиваясь высокой плотности покрытий, их улучшенной адгезии и желаемых функциональных характеристик.

Далее проведена оценка скорости осаждения покрытий в ИМРК и показано, что в случае, когда мишень предварительно нагревается стационарным разрядом мощностью 180 Вт (20 Вт/см^2), скорость осаждения увеличивается в 5 раз по сравнению с аналогичным импульсным разрядом с охлаждаемой мишенью.

В **заключении** приведены основные результаты данной диссертационной работы:

1. Создано разрядное устройство для формирования сильноточного импульсного магнетронного разряда в потоке атомов, эмитированных с поверхности горячей мишени, и установка для его исследования.
2. Разработан и создан многоканальный комплекс зондовой диагностики, позволяющий измерять распределение параметров плазмы в стационарном и импульсном разрядах в условиях высокоскоростного осаждения проводящих покрытий.
3. Реализован режим импульсного магнетронного разряда с горячими (теплоизолированными) мишенями из меди, хрома и кремния.

4. Измерены пространственные распределения параметров плазмы, их зависимости от плотности мощности, а также вольт-амперные характеристики в разрядах МРК постоянного тока и импульсных режимах. Показано, что интенсивное испарение материала мишени приводит к резкому снижению температуры электронов и росту плотности плазмы.
5. Сравнение параметров импульсного разряда с разрядом постоянного тока выявило увеличение концентрации плазмы до $\sim 10^{13} \text{ см}^{-3}$, что на порядок превышает значения плотности плазмы в МРК постоянного тока. При этом степень ионизации плазмы с медным катодом достигала 60%.
6. Обнаружен и объяснен эффект отсутствия на ВАХ ИМРК области высокого сопротивления, характерного для известных типов импульсных магнетронных разрядов в среде рабочего газа.
7. Создана модель тепловых процессов на теплоизолированной мишени магнетрона. Проведены численные расчеты в программе COMSOL Multiphysics. Модель верифицирована путем сравнения результатов расчетов с экспериментом.

Основные публикации по теме диссертации

1. Зибров М. С., Ходаченко Г. В., **Тумаркин А. В.**, Казиев А. В., Степанова Т. В., Писарев А. А., Атаманов М. В. Создание защитных металлических покрытий на алюминии методом магнетронного распыления // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2013. № 12. С. 45–51 (**ВАК**)
2. Казиев А. В., Хромов П. А., Щелканов И. А., Ходаченко Г. В., Степанова Т. В., **Тумаркин А. В.** Экспериментальное исследование сильноточного импульсного магнетронного разряда с управляемой конфигурацией внешнего магнитного поля // Успехи прикладной физики. 2013. Т. 1, № 2. С. 173–178 (**ВАК**)

3. **Тумаркин А. В.**, Ходаченко Г. В., Казиев А. В., Щелканов И. А., Степанова Т. В. Магнетронный разряд с расплавленным катодом // Успехи прикладной физики. 2013. Т. 1, № 3. С. 276–282 (**БАК**)
4. **Тумаркин А. В.**, Казиев А. В., Колодко Д. В., Писарев А. А., Харьков М. М., Ходаченко Г. В. Осаждение медных покрытий в магнетроне с расплавленным катодом // Ядерная физика и инжиниринг. 2014. Т. 5, № 11–12. С. 1010–1013 (**БАК**)
5. **Tumarkin A. V.**, Kaziev A. V., Kharkov M. M., Kolodko D. V., Ilychev I. V., Khodachenko G. V. High-current impulse magnetron discharge with liquid target // Surface and Coatings Technology. 2016. Vol. 293. P. 42–47 / doi:10.1016/j.surfcoat.2015.12.070 (**WoS, Scopus, Q1**)
6. **Tumarkin A. V.**, Zibrov M. S., Khodachenko G. V., Tumarkina D. S. High-rate deposition of silicon films in a magnetron discharge with liquid target // Journal of Physics: Conference Series. 2016. Vol. 768. P. 012015 / doi: 10.1088/1742-6596/768/1/012015 (**WoS, Scopus**)
7. Kaziev A. V., **Tumarkin A. V.**, Leonova K. A., Kolodko D. V., Kharkov M. M., Ageychenkov D. G. Discharge parameters and plasma characterization in a dc magnetron with liquid Cu target // Vacuum. 2018. Vol. 156. P. 48–54 / doi:10.1016/j.vacuum.2018.07.001 (**WoS, Scopus, Q1**)
8. **Tumarkin A. V.**, Kaziev A. V., Leonova K. A., Kharkov M. M., Kolodko D. V., Khomyakov A. Yu. Langmuir probe diagnostics of an impulse magnetron discharge with hot Cr target // Journal of Instrumentation. 2019. Vol. 14. P. C09004 / doi:10.1088/1748-0221/14/09/C09026 (**WoS, Scopus, Q1**)
9. Kaziev A. V., Leonova K. A., Kharkov M. M., **Tumarkin A. V.**, Kolodko D. V., Khomyakov A. Yu., Ageychenkov D. G. Current–voltage characteristics of an impulse magnetron discharge in target material vapor // Journal of Physics: Conference Series. 2020. Vol. 1686. P. 012019 / doi:10.1088/1742-6596/1686/1/012019 (**WoS, Scopus**)
10. **Tumarkin A. V.**, Kaziev A. V., Kolodko D. V., Kharkov M. M., Lisenkov V. Yu., Sergeev N. S. Comparison of thermal properties of a hot target

magnetron operated in DC and long HIPIMS modes // Surface & Coatings Technology. 2021. Vol. 409. P. 126889 / doi:10.1016/j.surfcoat.2021.126889 (WoS, Scopus, Q1)

Патенты

11. Зибров М. С., Ходаченко Г. В., Тумаркин А. В., Казиев А. В., Степанова Т. В., Писарев А. А., Атаманов М. В. Способ защиты поверхности алюминия от коррозии. Патент РФ № 2522874. Приоритет 05.04.2013

Список используемой литературы

12. Кузмичев А.И. Магнетронные распылительные системы. Киев: Аверс, 2008. Т. 1. 244 с.
13. Данилин Б.С., Какурин М.В., Минайчев В.Е., Одинокоев В.В., Сырчин В.К. Осаждение металлических пленок путем распыления из жидкой фазы // Электронная техн. Сер. 3 Микроэлектроника, 1978. В. 2 (72). С. 84–87
14. Юрьева А.В. Осаждение металлических покрытий с помощью магнетрона с жидкофазной мишенью: дис. ...канд. техн. наук: 01.04.07 / Юрьева Алена Викторовна. Томск, 2017. 118 с.
15. Щелканов И.А. Сильноточный импульсный магнетронный разряд с автоускорением плазмы: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.08 / Щелканов Иван Анатольевич. М., 2011.
16. Pavlov S. I., Rakhovskii V.I. and Fedorova G. M. Measurement of cross sections for ionization by electron impact at low vapor pressures // J. Exptl. Theoret. Phys., 1967. V.52. P. 21–28
17. Alami J., Sarakinos K., Marg G., Wuttig M. On the deposition rate in a high power pulsed magnetron sputtering discharge // Appl. Phys. Lett. 2006. Vol. 89. 154104
18. Rossnagel S.M., Kaufman H.R. Current-voltage relations in magnetrons // J. Vac. Sci. Technol. 1988. A 6. P. 223-229

Научное издание

Тумаркин Александр Владимирович

АВТОРЕФЕРАТ диссертации на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук на тему: Импульсный магнетронный разряд с
горячей мишенью.