

**ДОКУМЕНТАЦИЯ К ПРОЕКТУ (ЧАСТЬ)**

**ТЕХНОЛОГИЯ ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ  
МНОГОСЛОЙНОГО ПОКРЫТИЯ**

**УСТАНОВКА ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО НАНЕСЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК**

## КОМПЛЕКТАЦИЯ УСТАНОВКИ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО НАНЕСЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК

1. Турбомолекулярный вакуумный пост Leybold PT 1000; состоящий из:
  - Форвакуумный роторный насос Leybold TRIVAC B (D40B)
  - Сильфонный шланг DN 40 KF ca. 860 mm
  - Адсорбционная ловушка Leybold DN 40 KF
  - Крест
  - Измеритель форвакуумный
  - Турбомолекулярный насос Leybold TORBOVAC 1000
  - Клапан вакуумный ( до высоковакуумной части установки)
  - Прогрев турбонасоса
  - Управление вакуумным постом Leybold PT 1000 с TURBOTRONIK NT 1000/1500 VH
2. Высоковакуумный шибер Leybold DN 150 CF
3. Камера ионно-плазменного нанесения тонких пленок; с дополнительным оборудованием:
  - Измерители давления:  
Pirani (Leybold Thermovac TR 301) и Penning (Leybold Penningvac PR 35) с Leybold COMBITRON CM 351  
Ионизационные измерители Leybold IONIVAC смонтированные с IONIVAC IM 221
  - Регуляторы давления:  
Регулятор давления (батерфляй) MKS Type 653B с регулятором давления (контроллер давления) MKS Type 651C и измерителем давления MKS Baratron Type 127A
  - Натекатели газосмеси:  
Mass-Flow-Controller MKS Type 1259C (100sccm) – 2 штуки, с 4-х канальным MKS считывающим устройством
  - Оборудование для ионно-плазменного нанесения тонких пленок, состоящее из:  
2-х планарных магнетронов US GUN II (3-х дюймовых) для ионно-плазменного нанесения тонких пленок с 2-мя высокочастотными генераторами типа PGF 600 RF от F. Hüttinger GmbH  
1 устройство согласования PFM, управляемое от PFG 600 RF, от F. Hüttinger GmbH  
1 высокочастотный электронный коммутатор 24V типа B 87-0058 / No03401
  - Привод вращения  
шаговый электродвигатель Phytron Typ ZSS 52-200-2,5
  - устройство блокировки C41-0142  
драйвер мотора для ZSS 52-200 (PLG 52.1 8:1)

# **Описание и назначение установки ионно-плазменного нанесения пленок**

## **1. Введение**

Цель данного проекта состояла в том, чтобы в рамках создания электронного синхротрона BESSY II на базе научно-исследовательского центра в Адлерсхофе (Берлин) наладить там же технологию по созданию многослойных оптических элементов для спектральной области VUV (вакуумного ультрафиолетового) мягкого рентгеновского излучения.

Основными направлениями промышленного использования достижений, полученных на BESSY II, являются такие области, как рентгенолитография, фотохимия, очищение поверхностных структур и граничных поверхностей, исследование и создание новых материалов, применение в биологии (субоптическая микроскопия живых объектов). Поэтому предполагается, что специальные многослойных оптических элементов, такие как металлические слои и многослойные системы, которые используются также в качестве дисперсионных элементов в монохроматорах или в качестве рефлекторов, при использовании BESSY II для научно-исследовательских работ в промышленности имеют важнейшее значение.

### **1.1. Многослойное осаждение посредством магнетронного распыления**

По сравнению с термическими способами осаждения (например: испарением из тигля, нагреваемого пропусканием тока (резистивный), электронно-лучевым и CW-лазерным испарением) магнетронное распыление имеет ряд преимуществ.

Так, например, средняя кинетическая энергия частиц, падающих на подложку, существенно больше, чем у перечисленных термических способов. Это оказывает влияние на прочность, адгезию при относительно высокой плотности слоев. Осажденные слои имеют очень маленькую собственную шероховатость поверхности. В магнетронном источнике плазма сосредоточена в области антикатода и не достигает подложки, поэтому поверхность подложки слабо подвергается воздействию источника.

На свойства выращиваемых слоев в первую очередь оказывают влияние подложка и условия в камере осаждения. С помощью соответствующих материалов подложки, регулирования вакуума, подачи газа высокой чистоты и точного регулирования плазмы, благодаря использованному генератору, управление процессом осаждения идет с хорошей воспроизводимостью, в результате чего образуются функциональные слои высокого качества.

Многослойность может быть получена за счет параллельного режима работы двух источников с разными материалами антикатодов. Подложка, которая должна быть покрыта слоями, соответствующим образом перемещается через поток, а нежелательное смешение материалов предотвращается благодаря заслонкам, которые отделяют друг от друга области осаждения источников.

Способ отличается также тем, что дает возможность наносить однородные слои.

## **1.2. Общее – краткий обзор литературы**

Прогресс, достигнутый в области тонкопленочной технологии за последние десятилетия, дал возможность экспериментальной реализации многослойных систем для VUV (вакуумного ультрафиолета) и рентгеновской области /1-1/, /1-2/.

Рентгеновские зеркала представляют собой одномерные периодические структуры, состоящие из материалов с переменным высоким и низким (комплексным) показателем преломления. Периодичность слоев модулирует в этом случае плоскости решеток естественного кристалла, так что структуры можно использовать для дифракции рентгеновского излучения.

Многослойные системы используются в рентгеновской оптике, рентгеновской микроскопии, рентгеновской астрономии, а также в рентгеновской литографии. В области синхротронного излучения многослойность используют для улучшения VUV зеркал и в качестве дисперсионных элементов.

В области мягкого рентгеновского излучения длины волн обычно в сто раз меньше, чем в видимой спектральной области, так что благодаря теоретическому увеличению разрешающей способности в рентгеновской оптике можно рассчитывать на такое же значение.

Это расширение ограничивается, однако, реальной структурой слоистых конструктивных элементов для области рентгеновского излучения. В особенности, это касается шероховатости внутренних граничных поверхностей, которая приводит к значительному ухудшению оптических свойств.

Длины волн в VUV и области рентгеновского излучения обуславливают то, что толщина отдельных слоев, необходимая для многослойных структур, составляет меньше нанометра. Так как оптические свойства (в основном комплексный показатель преломления) многих материалов в этой спектральной области отличаются друг от друга лишь в малой степени, то для достижения желаемых свойств необходимо большое число отдельных слоев. Таким образом, воспроизводимость управления процессом осаждения многослойных систем становится одним из важнейших вопросов.

Для осаждения слоя пригодны все способы, которые позволяют регулировать толщину осаждаемого слоя на уровне нанометров.

Для осаждения слоистых систем Шпиллер /1-3/ использовал электроннолучевое испарение. В частности, он осуществлял мониторинг отражения света в процессе осаждения за счет установки источника рентгеновского излучения и детектора в установку для нанесения слоев. В последние годы способ получил дальнейшее развитие /1-4/ и позволяет осуществлять полное автоматическое осаждение подобных систем.

Недостаток термического испарения заключается в том, что конденсируемые частицы имеют только маленькую энергию ( $<0,3\text{eV}$ ), поэтому осаждаются слои с незначительной плотностью, столбчато - кристаллической структурой и внутренними напряжениями. В этом случае может помочь ионное-электроннолучевое испарение, так как низкоэнергетичные ионы приводят к увеличению подвижности атомов и тем самым к более плотным структурам.

Ранее для осаждения многослойных систем применялась также молекулярно-лучевая эпитаксия /1-5/.

Способы распыления основываются на распылении материала антикатада посредством бомбардировки ионами инертного газа. Распыленные нейтральные частички достигают подложки с высокой энергией, так что могут быть осаждены плотные слоистые структуры. В частности, для осаждения применяются магнетроны /1-6/, которые отличаются высокой степенью ионизации и лучшими показателями нанесения слоев, а также отделением плазмы от подложки. Как было показано Штеарнсом с коллегами /1-7/, качество граничных поверхностей (шероховатость) в многослойной системе сильно зависит от давления газа в процессе распыления. Чем ниже было парциальное давление рабочего газа (Ar), тем более гладкими были наблюдаемые граничные поверхности внутри многослойных структур Mo/Si.

При распылении ионным пучком возможно точное, независимое регулирование его параметров, так что слои осаждаются с высокой скоростью, причем скорость роста слоев меньше, чем в случае магнетронного распыления /1-8/.

Гапоновым /1-9/ применялось импульсное испарение лазером для осаждения слоев. В этом случае речь идет не о термическом испарении. Из-за попадания фокусированного лазерного луча частички взрывоопасно распределяются на антикатоде с более высокой энергией. Однако пучок частиц имеет очень острую характеристику направленности, что приводит к проблемам при покрытии больших поверхностей. Кроме того, при импульсном испарении лазером, как правило, необходимы большие затраты для растривания антикатада лазерным лучом и для устранения возникновения капелек (как

правило с диаметром порядка 1 нм) на подложке. Преимущества импульсного испарения лазером проявляются там, где нужно иметь слои из комплексных соединений (высокотемпературные сверхпроводники) с возможностью корректировки стехиометрии.

### 1.3. Конструкция установки для нанесения слоев

Для осаждения отдельных слоев и многослойных структур из молибдена и кремния для VUV (вакуумного - ультрафиолета) и рентгенооптической спектральной области на рис. 1.1 представлен чертеж установки UHV.

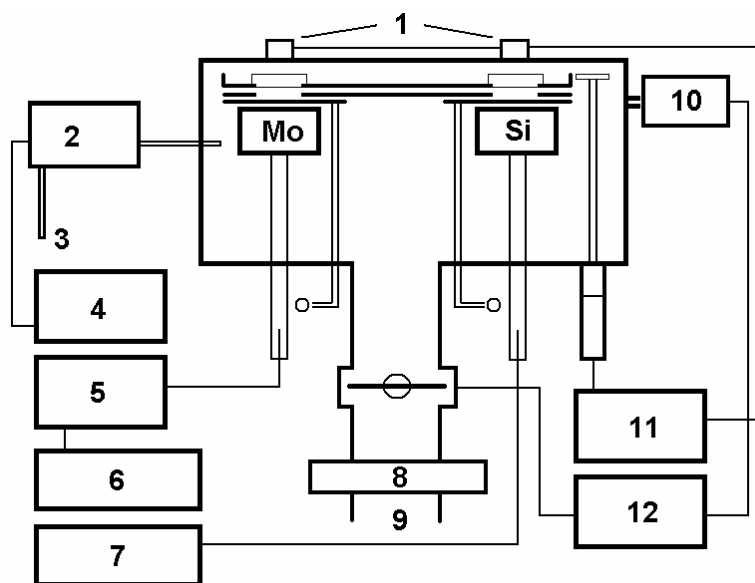


Рис.1.1. Установка для осаждения слоевых систем для мягкого рентгеновского излучения посредством магнетронного распыления

1. Герконовые реле для управления вращением
2. Регулятор потока газа (MFC)
3. Напуск аргона
4. Управление MFC
5. Согласующий блок
6. RF-генератор
7. DC-генератор
8. UHV блокирующий клапан
9. К турбонасосу
10. Баратрон
11. Система регулирования шагового двигателя
12. Система дроссельного управления

Камера откачивается с помощью турбомолекулярного насоса, причем остаточное давление составляет  $5 \cdot 10^{-7}$  mbar. Во время осаждения слоев рабочий газ (аргон) проходит через регулятор потока газа (MFC) в камеру. Парциальное давление аргона измеряется баратроном, который соединен с PID-регулятором (пропорционально-интегрально-дифференциальным), который управляет дроссельным клапаном. Посредством реализованного таким образом регулирования парциальное давление аргона во время осаждения слоев регулируется с точностью  $\pm 1\%$  от установленного значения (если нет других указаний, до 0,01 mbar).

Внутри вакуумной камеры находятся два магнетронных источника для распыления (US-GUN II), каждый из которых имеет диаметр антикатада, равный 4 дюймам. Источники могут работать как в режиме RF, так и в режиме DC. Питание источников распыления осуществляется от генераторов с выходной мощностью до 1500W (DC) и 600W (RF). Во время осаждения подведенная мощность для обоих источников соответственно регулируется до достижения заранее установленного значения. Кремний распыляется в режиме DC, а Mo осаждается в режиме RF. Разные рабочие режимы выбираются для того, чтобы оба источника при заданном давлении при схожих мощностях могли бы работать с желаемой интенсивностью распыления.

Подложки, на которые следует наносить слои, находятся на вращающемся держателе на уровне 6,5 см над источниками распыления. На высоте примерно 55 мм выше источников расположено отверстие (диаметром 60мм) ди, которое задает области осаждения. Вместе с двумя поворотными блокирующими щитками заслонка отделяет пространство с подложкой от зоны источников. На рис. 1.1 заслонки не изображены, т.к. из-за них не будут видны источники.

Шаговый электродвигатель с программным управлением позволяет осуществлять контролируемое движение подложки над источниками распыления. Вращение в области осаждения происходит с заранее выбранной скоростью, которая устанавливает время экспозиции вместе с диаметром диафрагмы и подложки для каждого слоя. Примененный шаговый электродвигатель вместе с установленным редуктором позволяет развивать скорость вращения 0,1-9,9 об/мин.

При скорости вращения 0,1 об/мин для центра подложки время осаждения составляет  $t_{\text{осажд}} = 46,3\text{с}$ . Так как круглая подложка перемещается над таким же отверстием диафрагмы по кольцевой траектории, то для внешнего и внутреннего края диафрагмы время осаждения, зависящее от диаметра подложки, сократится. Для 2-го слоя самое короткое время осаждения  $t_{\text{осажд}} = 22,5\text{с}$  (при 0,1 об/мин).

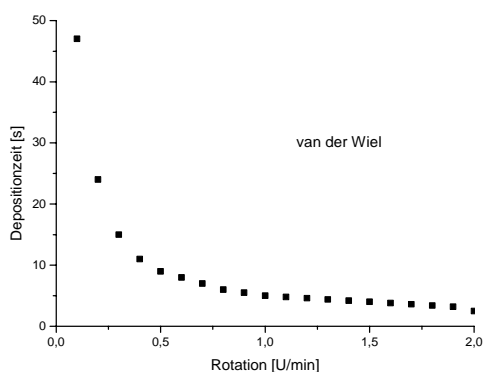


Рис.1.2. Типовое время осаждения в качестве функции скорости вращения субстрата

На рис.1.2 показано время осаждения для центра диафрагмы в зависимости от скорости вращения (0,1-2,0 об/мин). Видно, что время осаждения в области низких скоростей варьировать точно сложно, а с увеличением скорости возможность настройки становится выше.

Для того чтобы свести к минимуму время осаждения для многослойных структур и, по возможности, избежать попадания загрязнений, подложка перемещается за пределами зоны осаждения с более высокой скоростью. Переключение происходит с помощью двух магнитов, установленных на вращающейся части. Два герконовых реле, установленных сверху установки, дают сигнал управлению двигателя для изменения скорости при прохождении магнитов. Для осаждения слоистых систем одновременно приводятся в действие источники, и подложка проходит последовательно зоны осаждения отдельных источников с заранее выбранной скоростью.

Для тестирования установки осаждались многослойные структуры из молибдена и кремния для рентгеновской спектральной области с длинами волн  $\lambda > 124$  нм. Толщина отдельных слоев подобных систем варьируется обычно в диапазоне 5-2нм. Надо было получить многослойные структуры с толщиной отдельных слоев 3,6нм для Mo и 3,2нм для Si.

Из литературы [1-7] известно, что минимальное парциальное давление аргона наиболее позитивно воздействует на шероховатость поверхности отдельных слоев и четкость границ слоев. Таким образом, было установлено минимальное парциальное давление аргона 0,01 mbar, при котором источники могли устойчиво работать. Давление ограничивалось DC-источник, разряд которого затухал при более низких давлениях. С помощью RF-генератора оба источника (независимо от антикатада) можно было стабильно приводить в действие до достижения давления  $1,5 \cdot 10^{-3}$  mbar. Для установления лучших данных осаждения первые отдельные слои были осажены на стеклянных подложках. После того, как параметры и характеристики установки были приблизительно определены, производилось осаждение отдельных слоев на Si - подложке с диаметром 2 дюйма. Осаждение слоев на Si - подложке по сравнению подложками BK7 имело то преимущество, что при спектральном эллипсометрическом анализе толщины отсутствовало отражение от обратной стороны подложки, и оценка поэтому становилась более достоверной.

В процессе экспериментов был выявлена наиболее оптимальная последовательность действий для осаждения многослойных структур. В установке, очищенной и снабженной необходимыми затеняющими диафрагмами, отдельные слои Mo и Si при постоянном парциальном давлении Ar и постоянных мощностях распыления осаждают на Si



подложке. При этом рекомендуется минимальную скорость вращения удваивать и брать приблизительно четыре пробы материала. После этого, эллипсометрическим методом определяют толщину отдельных слоев. На основании полученных данных можно рассчитать скорость вращения для напыления материала с более низким коэффициентом распыления для достижения необходимой толщины слоя. При проведении второй серии опытов (также приблизительно 4 отдельных слоя) мощность распыления для второго материала систематически менялась, так что можно было построить кривую зависимости толщины слоя как функции мощности распыления. С помощью этих результатов можно рассчитать мощность распыления для второго материала при заранее заданной скорости вращения и толщине слоя. При этом все эксперименты следует проводить по возможности с одновременно работающими источниками, чтобы обеспечить сопоставимые условия. Более достоверные данные при эллипсометрическом методе определения толщины слоя можно получить, если наиболее толстые из осаждаемых слоев проверять с помощью АФМ или калиброванного, механического контактного прибора.

При проведении теста на напыление, установленные величины для фактически полученных толщин слоев можно еще раз проверить для каких-то отдельных слоев и осуществить более точную корректировку. На следующем этапе происходит осаждение многослойной структуры. Коэффициент отражения полученной структуры можно проверить рентгеновским дифрактометром при заданной длине волны (например, Cu K). Оценка рентгеновских измерений позволяет сделать вывод о средней толщине и шероховатости отдельных слоев материала. Полученные таким образом результаты используются для усовершенствования эллипсометрического метода определения толщины слоев. Описанный процесс поясняет влияние экспериментов по дифракции рентгеновских лучей на модели, входящие в эллипсометрическое определение толщины.

### **Список литературы**

- 1-1 M.P.Bruijn, J.Verhoven, E.Puik, M.J. van der Wiel, SPIE 984 (1988) 54
- 1-2 T.W.Barbee, Opt.Eng. 25 (1986) 898
- 1-3 E.Spiller, A.Segmüller, J.Rife, R.P.Haelbich, Appl.Phys.Lett. 37 (1980) 1048
- 1-4 M.P.Bruijn, P.Charkratborty, H.W. van Essen, M.J. van der Wiel, Opt.Eng. 25 (1988) 75
- 1-5 D.W.Schulze, J.M.Slaghter, C.M.Falco, SPIE Vol. 984 (1988) 75
- 1-6 A.F.Jankowski, R.J.Foreman, D.M.Makoiecki, SPIE Vol 1547 (1991) 14
- 1-7 D.G.Sterns, R.S.Rosen, S.P.Vernon, J.Vac.Sci.technol. A9 (5) (1991) 2662
- 1-8 S.Ogura, M.Niibe, Y.Watanabe, M.Hayashiday, T.Iizuka, SPIE Vol.984 (1988)
- 1-9 S.V.Gaponov, E.S.Gluskin, S.A.Glusev, Opt.Comm. 38 (1981) 7





