

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОТОПОГРАФИИ ПОВЕРХНОСТИ ПЛЁНОК Al_2O_3 , ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ ПРИ НИЗКОМ ДАВЛЕНИИ



В.В. Тесленко-Пономаренко

Окончила Харьковский Национальный университет в 2003 году

**ННЦ «Харьковский физико-технический институт»,
61108 г. Харьков, Украина**

Методом магнетронного распыления Al при давлении в камере $\sim 10^{-2}$ Па получены плёнки Al_2O_3 . Определены структура, пористость, микротвёрдость, микротопография поверхности плёнок для ряда режимов их нанесения. Получены квазиаморфные плёнки с микротвёрдостью 13...15 ГПа. Установлено наличие на поверхности плёнок локальных неоднородностей, обусловленных микропробоями на мишени, которые возникают во время осаждения плёнок.

ВВЕДЕНИЕ

Широкое применение плёнок оксида алюминия в различных областях науки и техники, например, микроэлектронике, оптоэлектронике, оптическом приборостроении обусловлено рядом их свойств, в частности, химической инертностью в значительном числе агрессивных коррозионных сред, твёрдостью, износостойкостью, малым коэффициентом трения, прозрачностью [1]. В зависимости от способа нанесения покрытий и оборудования, на котором он реализуется, а также технологических параметров процесса осаждения, получаемые покрытия по своим свойствам могут существенно отличаться друг от друга. Так, например, плёнки Al_2O_3 , полученные с помощью магнетронных распылительных систем (МРС) обладают более высокой адгезией по сравнению с нанесёнными термическим или электронно-лучевым испарением Al, что обеспечивается, в частности, формированием покрытий из ионизованной фазы. МРС обладает высокой эффективностью процесса плазмообразования. Поэтому в настоящее время проводятся многочисленные исследования по установлению взаимосвязи между технологическими параметрами процесса нанесения покрытий и характеристиками покрытий. Данная работа принадлежит к классу таких работ и представляет результаты по изучению свойств плёнок Al_2O_3 , полученных при магнетронном способе распыления мишени из Al с последующим осаждением продуктов распыления на подложку в среде реактивного газа (O_2).

ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Покрытия для исследований получены на экспериментально-технологической установке, схема которой показана на рис. 1. Вакуумная камера, выполненная из нержавеющей стали, имеет цилиндрическую форму, к торцу которой подсоединён магнетрон. Откачка камеры производится форвакуумным и

диффузионным насосами до остаточного вакуума $2 \cdot 10^{-3}$ Па. Для напуска рабочих газов используется двухканальная система СНА-2. По одному каналу напускается инертный газ – аргон, который служит для распыления алюминиевой мишени, по второму каналу напускается кислород для формирования плёнок Al_2O_3 .

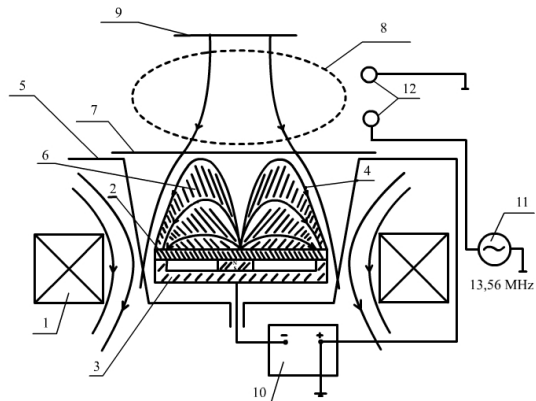


Рис. 1. Схема магнетронной установки:

1 - катушка встречного внешнего магнитного поля; 2 - мишень; 3 - магнитная система магнетрона; 4 - силовые линии магнитного поля; 5 - экран; 6 - область магнетронного разряда; 7 - заслонка; 8 - область ВЧИ разряда; 9 - столик с образцами; 10 - источник питания магнетрона; 11 - ВЧ-генератор; 12 - индуктор

Магнетронная система выполнена по принципу несбалансированного магнетрона (см. рис.1). В неё входят плоский магнетрон постоянного тока с источником питания к нему и соленоид внешнего магнитного поля.

Магнетрон постоянного тока имеет следующие параметры: диаметр распыляемой мишени 190 мм; расстояние мишень-подложка 100...500 мм.

Параметры источника питания магнетрона постоянного тока следующие: напряжение до 1 кВ, ток до 20 А, мощность 6 кВт.

На рис. 2 приведены вольт-амперные характеристики (ВАХ) магнетронного разряда на чистом аргоне и на смеси аргона с кислородом. Видно, что в первом случае наблюдается рост величины разрядного тока с увеличением напряжения, а во втором ВАХ имеет более сложную форму. На ВАХ для второго случая указан интервал изменения параметров разряда, при которых наносили покрытия.

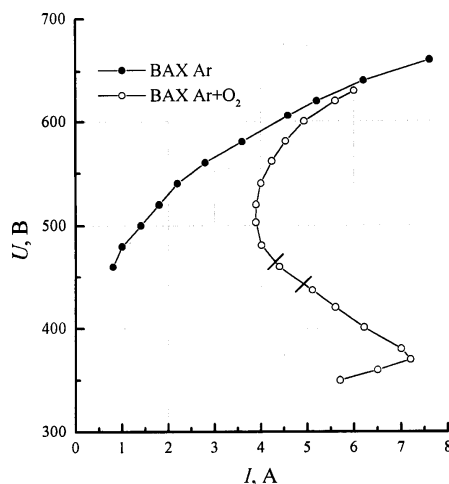


Рис. 2. Вольт-амперная характеристика магнетронного разряда

Покрывают наносили на подложки из нержавеющей стали и стекла. Очистку поверхности проводили с помощью бензина, ацетона, спирта и последующей плазменной обработке в ВЧ индукционном разряде в течение 10 мин. Затем проводили тренировку мишени, для чего при закрытой заслонке зажигали магнетронный разряд в атмосфере чистого аргона. Разряд поддерживали в течение ~ 5...10 мин, после чего напускали кислород, устанавливали необходимые параметры разряда (см. рис.2) и проводили процесс осаждения плёнки на подложки.

Структуру плёнок исследовали с помощью электронного микроскопа и рентгеновского дифрактометра, толщину определяли с помощью оптического интерференционного метода, а твёрдость — нанотвердометра (ННТ).

Для исследования микро топографии поверхности плёнок применён микроскоп OMICRON UHV AFM/STM технического университета Клаусталля, ФРГ. Особенностью данного микроскопа является совмещённость сканирующих атомно-силовой (АСМ) и туннельной (СТМ) микроскопий [2,3]. Это даёт возможность получать топографию поверхности тонких плёнок как в случае проводящих, так и в случае непроводящих образцов. Для проводящих и полупроводящих в режиме туннельной, а для изолирующих - в режиме атомно-силовой микроскопии. На рис.3 и 4 приведены принципы работы микроскопа в режиме АСМ и СТМ. Как видно из рисунков, изображение формируется в результате переме-

щения острого микрозонда (иглы) над исследуемой поверхностью и регистрации в первом случае силового взаимодействия иглы и поверхности, а во втором — электрического тока, возникающего в цепи при величине смещения ($V_{см}$) от единиц милливольт до нескольких вольт.

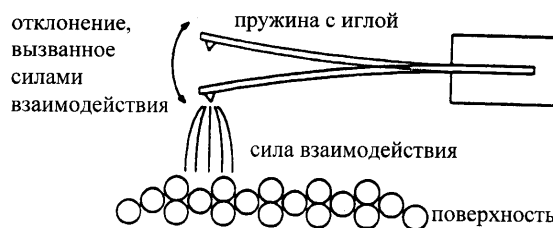


Рис. 3. Принцип действия атомно-силовой микроскопии

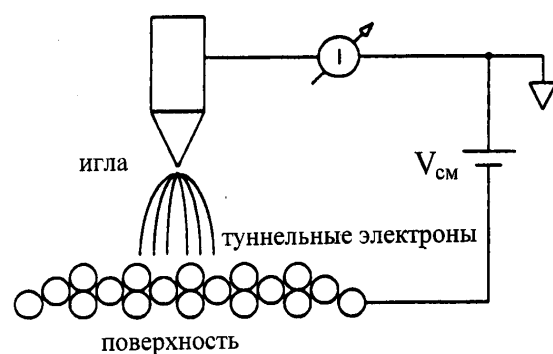


Рис. 4. Принцип действия сканирующей туннельной микроскопии

Микроскоп работает при сверхвысоком вакууме (10^{-8} Па). Данным микроскопом за одно сканирование можно исследовать максимальную область образца $X \times Y \times Z = 8 \times 8 \times 3 \text{ мкм}^3$. При сканировании одной линии производится 300 измерений. Весь формат сканирования разбивается на 300 линий. Измерения производятся при передвижении иглы в прямом и обратном направлении. Поэтому при сканировании выбранного участка плёнки получаем два АСМ- или СТМ-изображения. Скорости передвижения иглы в обоих направлениях равны между собой и выбираются из расчёта прохождения одной линии в одном направлении не менее чем за одну секунду. Разрешающая способность по x и y зависит от размеров выбранного поля сканирования. Чем меньше размеры поля, тем выше разрешающая способность. Она равна инкременту, т.е. $x/300$ и $y/300$, где x и y от 5 нм до 8 мкм. При лучшем разрешении более отчётливо видна шероховатость поверхности. Разрешающая способность по z данного микроскопа равна 0,01 нм.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Для получения данных о возможных максимальных скоростях нанесения покрытий проведён цикл исследований по измерению толщины плёнок в зависимости от величины тока разряда и расстояния от мишени магнетрона до подложки при условии устойчивости работы установки, стабильности получаемых данных и качества плёнок. Как показали исследования для нанесения прозрачных плёнок Al_2O_3 с хорошей адгезией, параметры разряда должны соответствовать области ВАХ, отмеченной на рис. 2. Если параметры разряда соответствуют области выше отмеченной, то в плёнке возникает избыток алюминия, и она имеет чёрный цвет. Для параметров разряда соответствующих более низким значениям ВАХ скорость напыления Al_2O_3 резко падает, а в некоторых режимах происходит срыв разряда. Определенное для отмеченной области параметров ВАХ значение скорости напыления соответствует 6 мкм/ч при следующих других параметрах, характеризующих процесс: расстояние от мишени магнетрона до подложки – 20 см; напряжение разряда $U=480$ В; ток разряда $I=4,4$ А; рабочее давление газовой смеси при напылении – 8,7(10-2 Па; давление газовой смеси при отсутствии разряда – 11(10-2 Па. Исследование структуры таких плёнок показало, что плёнки квазиаморфны. Твёрдость полученных покрытий порядка 13...15 ГПа.

Изучение топографии поверхности проведено на образцах плёнок,

условия получения которых приведены в таблице.

Номер образца	12
Время напыления, t, мин.	515
Расстояние от мишени магнетрона до подложки, см	1525
Напряжения разряда, U, В	480
Ток разряда I, А	4,45
Рабочее давление газовой смеси при напылении, Па	8,7(10-28,5(10-2
Давление газовой смеси при отсутствии разряда, Па	11(10-211,2(10-2
Материал подложки	стекло

На рис. 5 показана топография сканируемого участка пленки образца № 1 размером 200(200 нм с помощью АСМ. Белой стрелкой указано направление, вдоль которого по специальной компьютерной программе построен рельеф поверхности. По оси абсцисс отложено положение на выделенном отрезке, а по оси ординат – высота рельефа. Видно, что на длине 100 нм максимальная высота равна 5 нм. Исследования на длине 200 нм показали, что максимальное отклонение равно 8 нм.

Так как для получения полного представления о рельефе плёнке её сканирование надо проводить не менее чем в десяти различных участках с различными размерами сканируемой площади поверхности, то для исследуемого образца плёнки были проведены такие исследования и на рис.6 приведен результат сканирования участка 500(500 нм с помощью АСМ. Как и на рис.5, стрелкой показано направление, вдоль которого построен рельеф. Видно, что на этом участке имеется максимальное отклонение, соответствующее величине 120 нм. Это наибольшее значение,

полученное для данного образца. Исследования этого образца пленки с помощью сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) для участка 1000(1000 нм приведены на рис.7. Данные рисунка показывают, что на изучаемом участке плёнки имеется пора. Изучение пористости на макроучастках площадью $\sim 300 \text{ мкм}^2$ проведено по ГОСТ 9.302 покрытий, нанесённых при этом же режиме на подложку из нержавеющей стали 1Х18Н9Т. При толщине покрытия 1 мкм средняя пористость 1,1 поры на см^2 .

Рис. 5. Структура поверхности оксидо-алюминиевого покрытия образца №1, полученная методом АСМ. (Рельеф поверхности вдоль линии в левом верхнем углу.) Рис. 6. Структура поверхности оксидо-алюминиевого покрытия образца №1, полученная методом АСМ. Участок $500 \times 500 \text{ нм}$

Для образца плёнки № 2, полученного при других условиях осаждения, результат исследования сканируемого участка $20 \times 20 \text{ нм}$ с помощью АСМ показан на рис.8. Видно, что для этого участка плёнки характерна минимальная глубина рельефа, равная 0,2 нм. Такая же величина получена и для других участков, что, очевидно, обусловлено условиями осаждения пленки.

Рис. 7 Структура поверхности оксидо-алюминиевого покрытия образца №1, полученная методом СТМ

Проведённые исследования показали, что разработанный способ на-

несения покрытий имеет преимущества перед традиционным сбалансированным магнетронным распылением [4]. Так, например, высота рельефа Al-покрытий, полученных в работе [5], составляет $\sim 30 \text{ нм}$, в то время как покрытия, полученные с помощью несбалансированного магнетронного распыления в оптимальном режиме, имеют высоту рельефа $\sim 1 \text{ нм}$.

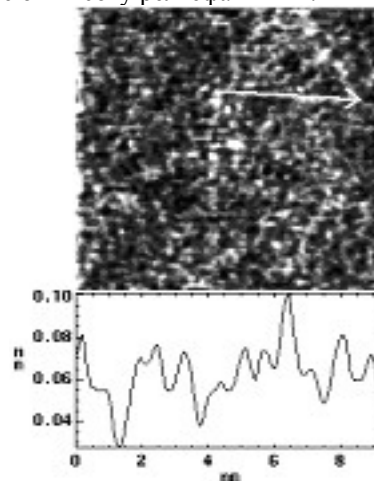


Рис. 8. Структура поверхности оксидо-алюминиевого покрытия образца №2, полученная методом АСМ

ВЫВОДЫ

Таким образом, проведённые исследования плёнок Al_2O_3 , полученных методом магнетронного распыления Al при давлении газовой смеси менее 10^{-2} Па , показали, что плёнки квазиаморфны, имеют микротвёрдость 13...15 ГПа и микро топографию поверхности, зависящую от технологических параметров процесса осаждения, в частности, возможности возникновения микродуг на поверхности мишени.

Автор выражает благодарность А.В. Зыкову за предложенную тему и помощь в проведении экспериментов, Ларсу Бойрману (ФРГ) за помощь в проведении измерений микро топографии поверхности плёнок, В.Г. Маринину за поддержку работы и полезные советы при её оформлении.

ЛИТЕРАТУРА

1. S.M. Arnold, B.E. Cole. Ion Beam Sputter Deposition of Low Loss Al_2O_3 Films for Integrated Optics; *Thin Solid Films*, 1988, v.165, p. 1-9.
2. А.А. Бухараев. Диагностика поверхности с помощью сканирующей туннельной микроскопии (обзор) // *Заводская лаборатория*. 1994, №10, с.15-25.
3. А.А. Бухараев, Д.В. Овчинников, А.А. Бухараева. Диагностика поверхности с помощью сканирующей силовой микроскопии (обзор) // *Заводская лаборатория*. 1997, №5, с. 10-27.

4. Б.С. Данилин, В.К. Сырчин. *Магнетронные распылительные системы*. М.: «Радио и связь», 1982.
5. В.Н. Кеменов, С.Б. Нестеров, О.С. Зилова, Е.Н. Капустин. Исследование качества тонкоплёночных покрытий, полученных на установках магнетронного и вакуумного плазменно-дугового осаждения, с использованием метода СЗМ // *Сборник докладов Международного научно-практического симпозиума “Функциональные покрытия на стёклах”*. Харьковская Научная Ассамблея, 2003, с. 113-117.

ДОСЛІДЖЕННЯ МІКРОТОПОГРАФІЇ ПОВЕРХНІ ПЛІВОК Al_2O_3 , ОТРИМАНИХ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РОЗПИЛЕННЯ ПРИ НИЗЬКОМУ ТИСКУ

В.В. Тесленко-Пономаренко

ННЦ «Харківський фізико-технічний інститут», 61108 м. Харків, Україна

Методом магнетронного розпилення Al при тиску в камері $\sim 10^{-2}$ Па отримані плівки Al_2O_3 . Визначено структуру, пористість, мікротвердість, мікротопографія поверхні плівок для ряду режимів їхнього нанесення. Отримані квазіаморфні плівки з мікротвердістю 13...15 ГПа. Установлено наявність на поверхні плівок локальних неоднорідностей, обумовлених мікропробоями на мішені, що виникають під час осадження плівок.

THE RESEARCH OF MICROTOPOGRAPHY OF SURFACES OF Al_2O_3 FILMS OBTAINED BY THE METHOD OF MAGNETRON SPUTTERING UNDER LOW PRESSURE

Victorija Teslenko-Ponomarenko

NSC “Kharkiv institute of physics and technology”, 61108 Kharkiv, Ukraine

The films Al_2O_3 were obtained with the help of the method of magnetron sputtering of Al under pressure in the chamber $\sim 10^{-2}$ Pa. The structure, porosity, microhardness, microtopography of the surface of films were determined for the number of regimes of the deposition. Quasiamorphous films with microhardness 13...15 GPa were obtained. The presence of local non-uniformities on the surface was determined. These non-uniformities are conditioned by the microarcs on the target which appear during film deposition.