

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «НОВОСИБИРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ».

Физический факультет

Кафедра общей физики

Скоробогатов Александр Дмитриевич

КУРСОВАЯ РАБОТА

Измерение ВАХ магнетрона для синтеза плёнок углерода на оргстекле.

Электромагнитный практикум, 2 курс, группа №19303

Научный руководитель:

А.С. Золкин доцент, к. ф.-м. н.,
с.н.с. НГУ

Оценка научного руководителя

« _____ » _____ 20__ г.

Преподаватель практикума

к.ф.-м. н. А. А. Симонов
Оценка преподавателя практикума

« _____ » _____ 20__ г.

Куратор практикума:

к.т.н. В.Т. Астрелин
Итоговая оценка

« _____ » _____ 20__ г.

Новосибирск 2020

Аннотация

Рассмотрены физические основы работы магнетронной распылительной системы (МРС) применительно к нанесению углеродного покрытия на полимере. Описана использованная МРС, выделены основные элементы. Рассмотрены теоретические вопросы, связанные с движением электронов в скрещенных магнитных и электрических полях. Измерено напряжение пробоя (зажигания) разряда как функция потенциала мишени, расхода газа (Аргон) и давления в камере. Расход изменялся от 140 до 200 мл/мин. Напряжение изменялось в пределах от 550 до 680 В. Установлено, что напряжение пробоя существенно зависит от расхода газа. Изменение напряжения пробоя может достигать 65В при значительном изменении тока. Измерены ВАХ - зависимости тока газового разряда от напряжения (потенциала) мишени (катода) при его горении для различных уровней расхода рабочего газа (Аргона). Приведены отдельные результаты исследования покрытия на атомно-силовом и сканирующем электронном микроскопах и спектрофотометре.

Ключевые слова: магнетронная распылительная система, углеродные пленки, ВАХ, ионное распыление.

Работа выполнена в лаборатории экспериментальной физики НГУ

Содержание	
1. Введение	4
2 Теоретическая часть	5
2.1 Физические основы работы МРС	5
2.2 Элементарная физика процессов в «Магнитной ловушке».....	6
2.3 Принцип действия спектрофотометра	7
2.3 Принцип действия сканирующего электронного микроскопа.....	7
2.3 Принцип действия атомно-силового микроскопа	8
3 Экспериментальная часть	8
5 Результаты	10
6 Анализ результатов	12
7 Выводы	13
8 Список литературы	13

1 Введение

Технология создания тонких плёнок имеет большую актуальность в промышленности как при создании высокопрочных инструментов, так и в высокоточной электронике. Это обусловлено возможностью с помощью нанесения тонкого покрытия принципиально изменить свойства поверхности объекта, когда важно сохранение его объёмных свойств или при высокой дороговизне создания цельного объекта из материала покрытия.

Среди прочих материалов покрытия выделяется разнообразием областей применения углерод, который уникален своей способностью образовывать различные по свойствам структурные соединения. В частности, среди углеродных покрытий распространены алмазоподобные углеродные плёнки, которые применяются для повышения износостойкости металлических деталей и уменьшения трения в условиях низкой или отсутствующей смазки, а также для протезирования, ввиду сочетания изнosoустойчивости и биосовместимости. Также возможны создания на поверхности вертикальных структур углеродных нанотрубок, обладающих уникальной возможностью создания покрытия обладающего коэффициентом поглощения вплоть до 99,995% [1] .

При создании тонких покрытий конечно-же необходимы и методы контроля результатов. Среди них методы различной высокоточной микроскопии играют ключевую роль в виду возможности непосредственного создания изображения структуры объекта на нано уровне, или даже создания карты интересующих характеристик поверхности в нано-масштабе.

Среди различных методов распыления широко распространены методы ионного распыления. Главным их преимуществом является сохранение (высокой по сравнению с другими газоразрядными методами распыления) степени ионизации газа при малом давлении в камере нанесения, что позволяет сделать получаемый слой свободным от посторонних атмосферных примесей, при этом сохраняя скорость распыления высокой при заданном напряжении. Дополнительно, простота локализации области ионизации у поверхности мишени допускает широкий диапазон конфигурации мишеней. В виду таких преимуществ этого метода в данной работе именно он использовался для выполнения задачи напыления углеродной плёнки на полимер и нахождение характеристик этого процесса и соответствия покрытия требуемым параметрам, как-то: целостность слоя и малый коэффициент пропускания излучения. При выполнении данной работы ставилась цель изучить основы также и популярных методов диагностики наноструктур для чего были выбраны методы сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопии, имеющих непосредственное

применение в промышленности для контроля производства. Для контроля же оптических характеристик образцов был использован классический метод сравнительной спектрометрии.

2. Теоретическая часть

2.1 Физические основы работы Магнетронной распылительной системы

Магнетронные распылительные системы (МРС) относятся к системам ионного распыления, то есть распыление материала мишени производится с помощью ионов рабочего газа. Высокоэнергетические ионы бомбардируют поверхность мишени-катода распыляя составляющие её атомы, которые в свою очередь вылетая сталкиваются с подложкой формируя требуемую плёнку. При такой схеме распыления количество падающих на мишень электронов прямо пропорционально току в установке и соответственно потоку частиц мишени на подложку. От напряжения в свою очередь зависит энергия бомбардирующих ионов, что влияет на коэффициент распыления – отношение среднего числа атомов излучаемых подложкой к числу

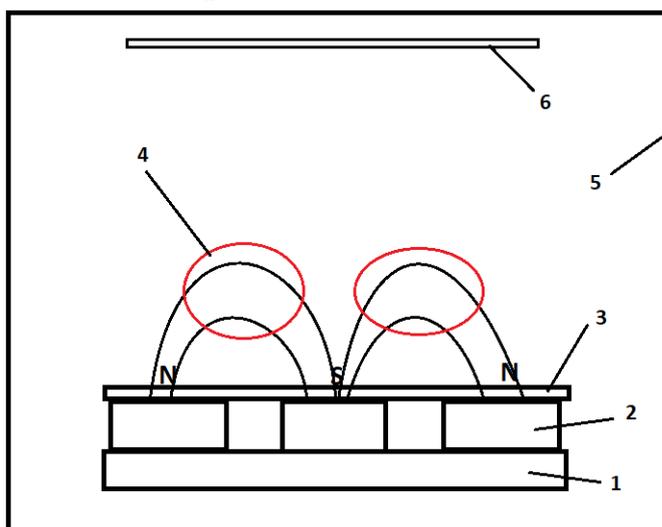


Рис.1 Схема простейшего МРС в поперечном разрезе. 1 - магнитопровод, 2 – постоянные магниты, 3 – мишень-катод, 4 - области «магнитной ловушки» в которых образуется плазма, 5 – внешние стенки камеры-анода, 6 - подложка подвергаемая напылению

столкновений с ней ионов.

При таком методе необходимо низкое рабочее давление чтобы максимизировать длину свободного пробега распылённых атомов, для их беспрепятственного попадания на подложку. В свою очередь низкое давление ведёт за собой низкую эффективность образования ионов в газе в рамках стандартного газового разряда.

Отличие МРС от обычных газоразрядных систем заключается в создании над поверхностью мишени областей перекрёстного электрического магнитного поля, способствующего созданию так

называемой магнитной ловушки. Так как электроны не имеют возможности из неё вырваться в ней повышается их концентрация. Из-за этого в области магнитной ловушки сильно возрастает частота ионизации и образуется область плазмы, что многократно увеличивает ток разряда по сравнению с системой без магнитного поля.

2.2 Элементарная физика процессов в «магнитной ловушке»

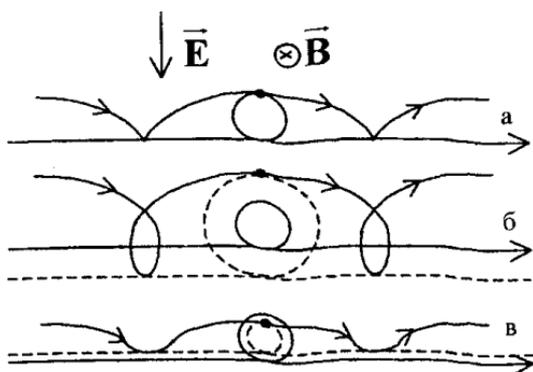


Рис. 2 Траектории движения электронов в скрещенных однородных полях.

(а) - с нулевой начальной скоростью,
(б),(в) - с начальной скоростью перпендикулярной магнитному полю

магнитному полю со скоростью $\frac{E}{B}$. В виду нулевой начальной скорости эта комбинация будет представлять из себя циклоиду с высотой равной удвоенному ларморовскому радиусу.

Взяв характерную кинетическую энергию равную qU характерное напряжение разряда $U = 500\text{В}$, порядковую величину используемого в магнетронах магнитного поля $B = 0,01$ и массу и заряд электрона получим характерную высоту $h = 2 * \sqrt{\frac{2mU}{qB^2}} \approx 1,5 \cdot 10^{-2}\text{м}$ соответствующую примерному размеру области образования плазмы. (Заметим также что если подставить в это-же выражение параметры иона аргона получится характерный размер арки $h \approx 4\text{ м}$ что превышает размер установки. Таким образом влиянием магнитного поля на ионы можно пренебречь.)

Катодные электроны таким образом заперты на довольно ограниченной высоте дрейфуя параллельно поверхности катода. В случае неоднородных полей точная траектория частиц будет гораздо сложнее, но большинство из них так-же будет концентрироваться в определённых областях, и единственной возможностью для них покинуть область, в которой они заперты это случайный дрейф при столкновениях с другими частицами, что определённо приведёт к росту уровня ионизации в области этой магнитной ловушки. Образованная в ней в конечном итоге плазма будет выступать в роли источника заряженных частиц для поддержания разряда и распыления мишени.

Рассмотрим излучаемый катодом с нулевой начальной скоростью электрон, находящийся в область скрещённых под прямым углом магнитного \vec{B} и электрического \vec{E} полей. Предположим что в рассматриваемой области эти поля однородны. Тогда в нерелятивистском случае уравнение его движения в системе СИ будет иметь вид $m \frac{d\vec{v}}{dt} = q\vec{E} + q[\vec{v} \times \vec{B}]$ и решение этого уравнения легко находится как комбинация вращения по ларморовской окружности и движения перпендикулярно электрическому и

магнитному полю со скоростью $\frac{E}{B}$.

В виду нулевой начальной скорости эта комбинация будет представлять из себя циклоиду с высотой равной удвоенному ларморовскому радиусу.

2.3 Принцип действия спектрофотометра

Спектрофотометр- прибор для измерения отношения интенсивности двух световых потоков, обычно отражённых или пропущенных через разные образцы или через образец и эталон. Меняя длину волны излучения можно получить сравнительную характеристику интенсивности света, называемую спектром. Обычная схема спектрофотометра состоит из источника излучения, монохроматора – системы для выделения конкретной длины волны из излучения, отделения для образцов и детектора излучения. В зависимости от конкретных целей монохроматор может преобразовывать свет как перед освещением образца, так и непосредственно перед детектором уже после взаимодействия его с образцом.

2.4 Принцип действия сканирующего электронного микроскопа

При микроскопии в оптическом спектре принципиальным пределом разрешающей способности прибора является длина волны используемого излучения. Для преодоления этого препятствия возможно вместо фотонов использовать частицы с гораздо меньшей длиной волны- электроны. Для изучения поверхности образца излучаемые источником электроны фокусируются в узкий пучок- называемый зонд, сканирующий поверхность образца, после чего детекторами улавливается полученное излучение в зависимости от цели исследования – это могут быть,



Рис. 3 Примерная схема устройства СЭМ

например вторичные или рассеянные назад электроны.

2.5 Принцип действия атомно-силового микроскопа

Для наиболее точной картины поверхности образца нередко применяется атомно-силовой микроскоп – основным принципом его действия является измерения влияния поверхности образца на поднесённый очень близко кончик иглы кантилевера- присоединённой к широкой закрепляемой платформе узкой балки, на одной стороне

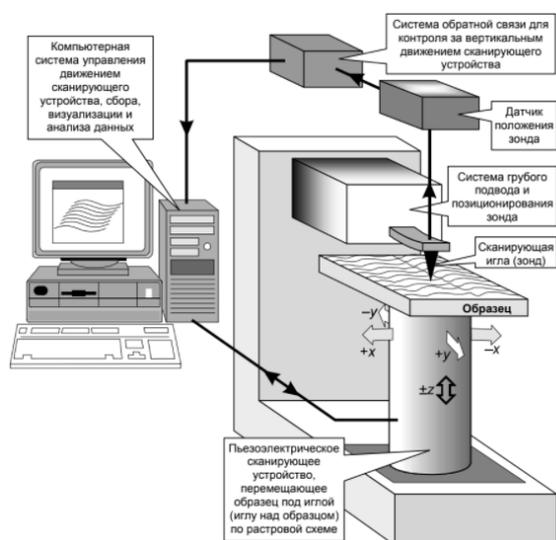


Рис. 4 Примерная схема устройства АСМ

которой на кончике расположена непосредственно игла, а другой придаются зеркальные свойства, для упрощения оптического контроля. С помощью лазера производится измерение положения или частоты собственных колебаний балки, что и позволяет найти различные параметры расположенной под иглой поверхности как-то: её профиль, упругость или коэффициент трения.

3 Экспериментальная часть

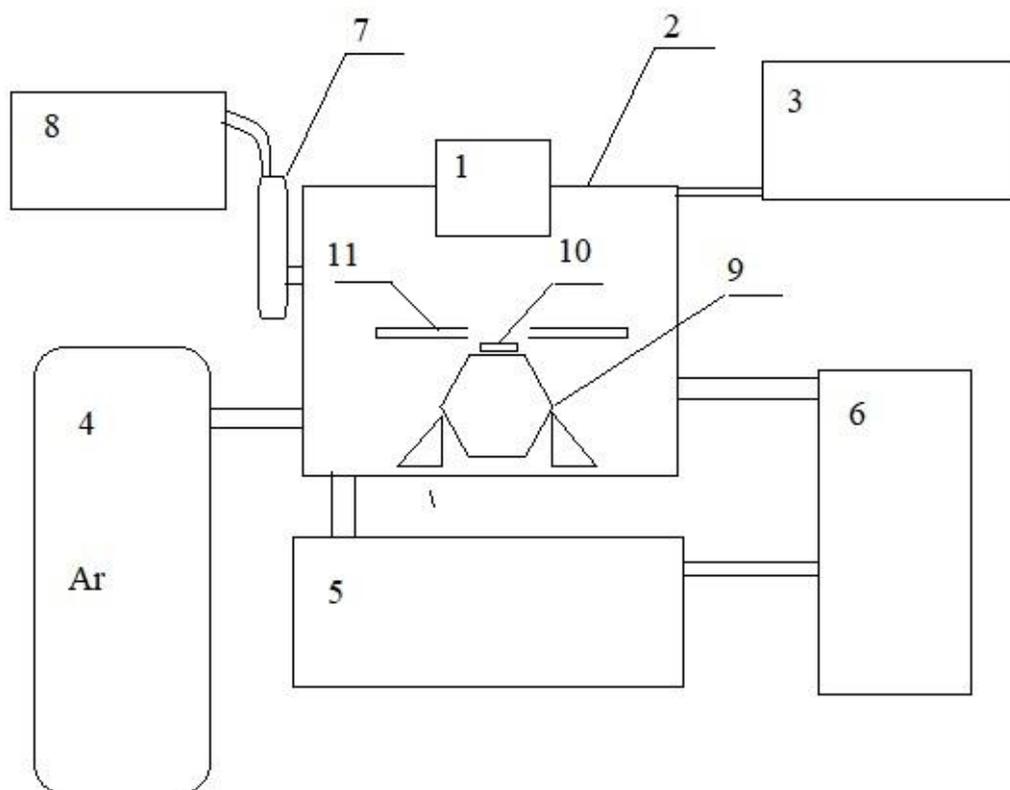


Рис.5. Схема установки напыления, 1 – МРС, 2 – вакуумная камера, 3 – источник напряжения, 4 – баллон с газом, 5 – форвакуумный насос, 6 – диффузионный насос, 7 – вакуумная лампа, 8 – вакуумметр, 9 – барабан, 10 – подложка, 11 – экран

Эксперимент по снятию ВАХов проводился на магнетронном распылителе лаборатории НГУ, данные по расходу рабочего газа, которым являлся в эксперименте аргон, и давлению в камере снимались с соответствующих датчиков с помощью программного обеспечения. На соединении рабочей камеры и баллона с газом имеется регулируемый шлюз и измеритель потока, с помощью которых фиксируется необходимая подача газа. При непосредственном напылении ключевым отличием от стандартной схемы напыления является устанавливаемый в камере вращающийся периодически барабан, на котором укреплены подложки и экран перед ними. Эти элементы добавлены для уменьшения теплового потока на подложку во избежание перегрева и плавления или деформации при длительном напылении, необходимом для создания непрозрачной плёнки.

Для непосредственного запуска установки для снятия ВАХов и/или напыления образцов необходимо совершить следующие действия:
включение и проверка системы управления вакуумной установкой, системы охлаждения катода;
герметичное закрывание рабочего объёма и откачка до остаточного давления $\sim 2 \cdot 10^{-3}$ Па с помощью форвакуумных и турбомолекулярного насосов;
напуск рабочего газа - аргона (давление при напуске увеличивается до рабочего $\sim 10^{-2}$ Па)
установка нужного расхода газа;

Для питания установки используется источник напряжения APPEL-M-5PDC. В данном источнике напряжения имеются встроенные вольтметр и амперметр с возможностью регулирования режима работы по I, U или мощности. Вольт-амперная характеристика снимается регулируя напряжение и измеряя соответствующее значение тока.

Для получения снимков поверхности напылённой плёнки использовались АСМ модели Park XE15, СЭМ Hitachi S-3400N.

В случае СЭМ для получения снимков необходимо укрепить образец на специальной подставке, измерив его высоту над ней, во избежание электризации образца при исследовании его электронным зондом исследуемая область плёнки дополнительно заземляется относительно подставки проводящим скотчем. Затем подставка помещается в микроскоп, камера для образца герметично закрывается и происходит откачка атмосферы из камеры. Далее производится грубая настройка фокусного расстояния на образец при помощи оптического микроскопа, и непосредственная точная фокусировка и получение изображения.

При использовании АСМ образец укрепляется вакуумной системой фиксации, во избежание избыточного давления на иглу кантилевера. Образец также заземляется относительно микроскопа на этот раз для избегания действия электростатических сил со стороны образца целиком, а не отдельных атомов на кантилевер. Камера микроскопа также закрывается для изоляции механических колебаний и под контролем оптического микроскопа происходит сначала опускание иглы до малой высоты над поверхностью образца, а затем более точное опускание до контакта и непосредственное сканирование иглой области, и составление топографии поверхности.

Спектральные характеристики пропускания и отражения на двухканальном спектрофотометре SHIMADZU UV-3600. Для этого сначала

проводится калибровка базовой линии- для пропускания – воздух-воздух с пустым отсеком, для отражения- для двух эталонных зеркал. Затем в отсек на свои места помещаются исследуемый образец, спектр которого нужно получить, и образец для сравнения, относительно которого снимается спектральная линия, в качестве образца сравнения для спектра пропускания использовался образец чистого оргстекла аналогичный подвергнутому покрытию, и для спектра отражения эталонное зеркало из комплекта спектрофотометра соответственно.

4.Результаты

Для установления параметров работы магнетрона при распылении графитовой мишени, при различных установленных расходах газа были сняты ВАХ установки при повышении напряжения до зажигания газового разряда и далее до максимального доступного на установке (изменение напряжения в диапазоне 540-684В), и при понижении напряжения при уже горящем разряде (изменение напряжения в диапазоне 684-350В).

Табл. Зависимость давления в камере МРС от расхода газа

Расход мл/мин	Давление в камере Па*10 ⁽⁻¹⁾	Давление в камере Торр*10 ⁽⁻³⁾
200	2.4	1.8
180	2.2	1.6
160	2	1.5
140	1.8	1.4

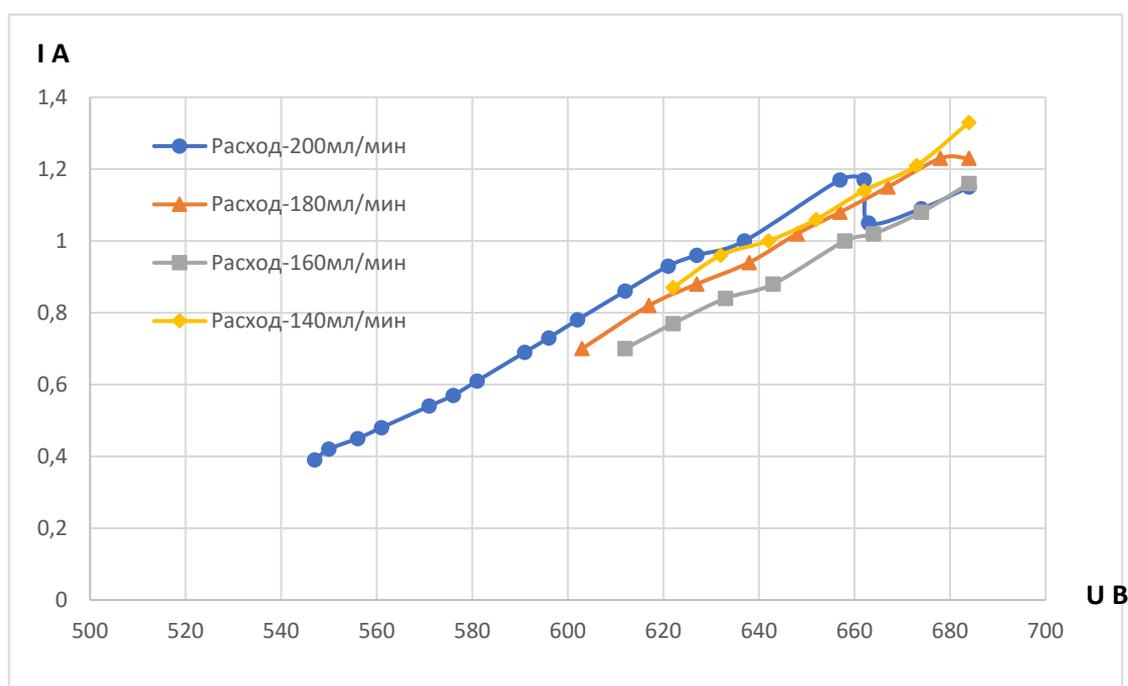


Рис 6. Зависимость тока от напряжения на МРС при заданном расходе рабочего газа при зажигании разряда

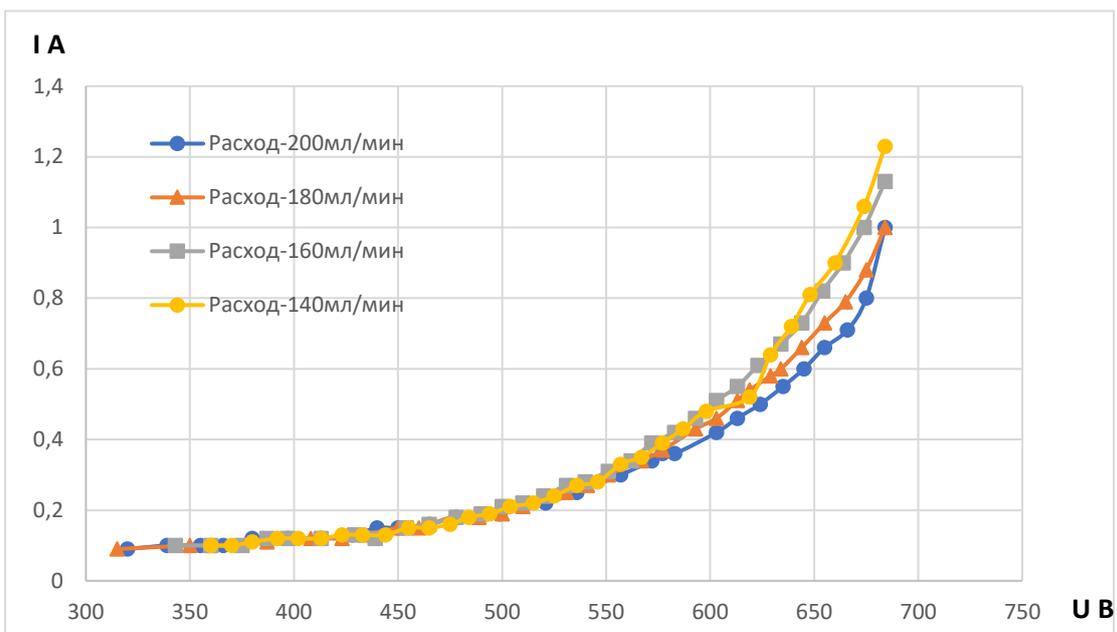


Рис 7. Зависимость тока от напряжения на МРС при заданном расходе рабочего газа при горении разряда

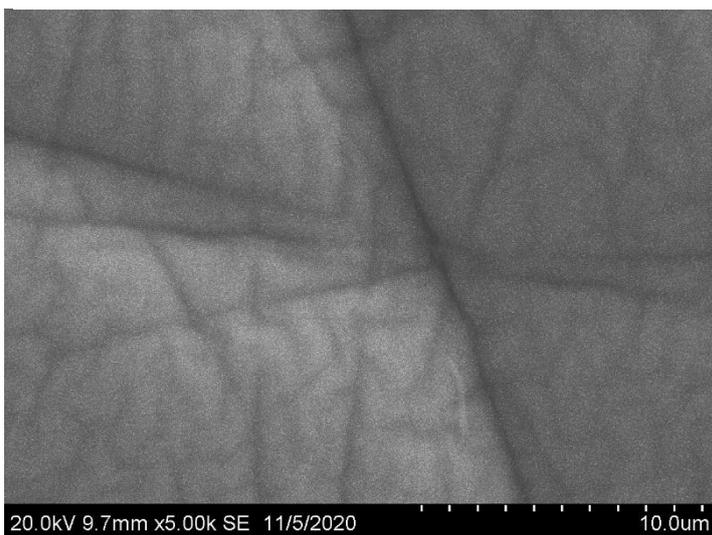


Рис.8 Изображение поверхности покрытия полученное на СЭМ при увеличении 5000 раз

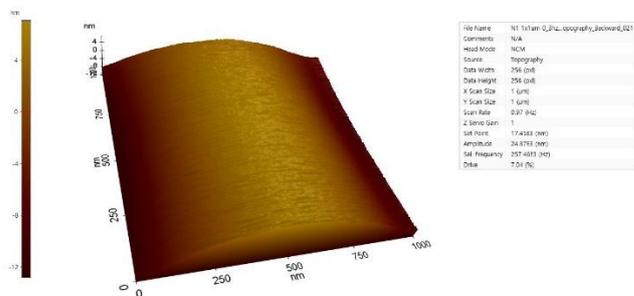


Рис.9 Топография участка поверхности покрытия 1x1 мкм полученное на АСМ

Кроме того, для плёнок получены спектры отражения и пропускания покрытия, в диапазоне для отражения 800-3200 нм для пропускания- 300-2200нм, границы снятого спектра выбраны для отсеечения шумов на границе рабочего диапазона прибора, а также возникающих в малой прозрачности самого оргстекла.

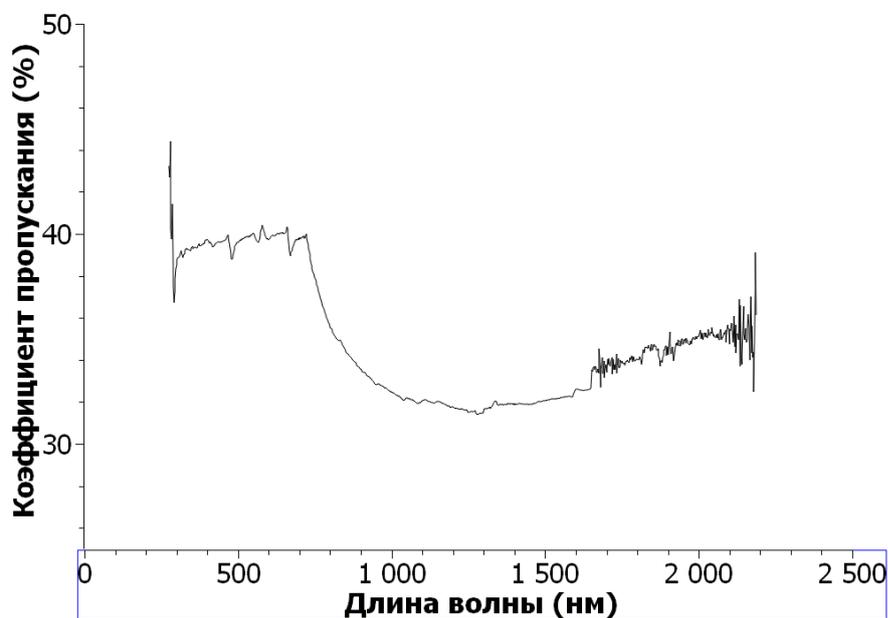


Рис 10. Спектр пропускания плёнки

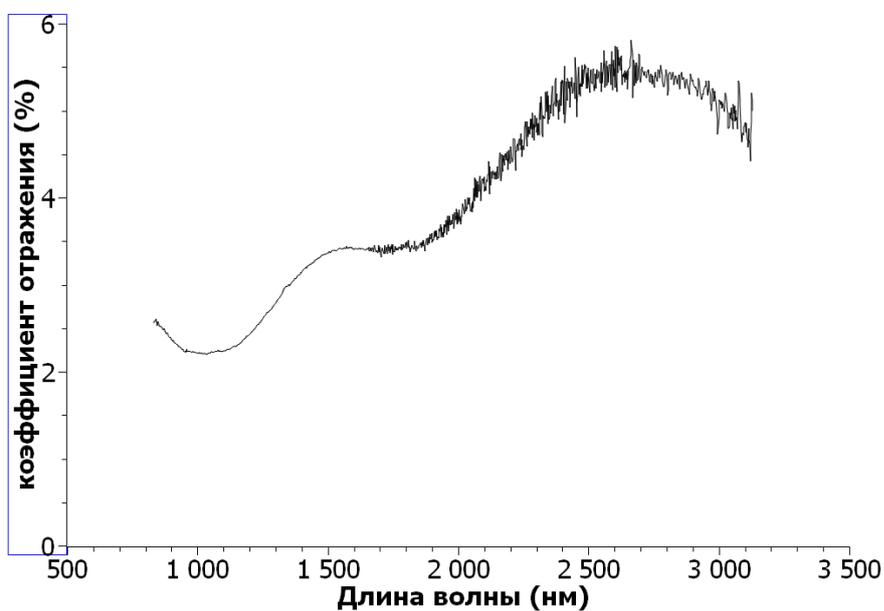


Рис 11. Спектр отражения плёнки

5. Анализ результатов

Для ВАХ зажигания магнетрона при понижении давления в камере на 0,6 Па наблюдается повышение напряжения пробоя на 75 В, что согласуется с теоретическим повышением напряжения необходимого для возникновения самоподдерживающегося разряда при понижении концентрации газа. Для горения же разряда полученные данные показывают незначительную при малых напряжениях зависимость тока магнетрона от рабочего давления, и, на высоких напряжениях, даже повышение проходящего тока при понижении расхода газа.

Для снимков-же плёнки наблюдается малая развитость структуры на микроуровне.

6. Выводы

Полученные данные ВАХ показывают, что при понижении расхода газа на 30%, что само по себе снижает затраты на производство, можно на определённых напряжениях повысить ток разряда, который непосредственно, (в простейших случаях прямо пропорционально) влияет на интенсивность распыления мишени, на значение вплоть до 23% что позволяет значительно оптимизировать режимы работы магнетрона.

Анализ снимков поверхности позволяет предположить необходимость дальнейшего снижения интенсивности теплового потока на подложку, так как образец не имеет возможности получить развитую структуры покрытия, необходимую для повышения коэффициента поглощения.

7. Список литературы

1 <http://news.mit.edu/2019/blackest-black-material-cnt-0913>

2 **Суворов Э.В.** Методы исследования реальной структуры и состава материалов: Учебно-методический комплекс дисциплины. – М.: Изд. Дом МИСиС, 2010

3 **Кузьмичёв А.И.** Магнетронные распылительные системы. Кн 1. Введение в физику и технику магнетронного распыления. Киев: Аверс, 2008.