ПРЕЦИЗИОННЫЕ ПОКРЫТИЯ В ПРОМЫШЛЕННОМ МАСШТАБЕ: ТРЕБОВАНИЯ, ТЕХНОЛОГИИ, ОБОРУДОВАНИЕ

PRECISION COATING ON AN INDUSTRIAL SCALE: REQUIREMENTS, TECHNOLOGIES, EQUIPMENT

В.Шенбергер*, П.Фрах*, Х.Бартцш*, Д.Глесс* / waldemar.schoenberger@fep.fraunhofer.de
W.Schönberger*, P.Frach*, H.Bartzsch*, D.Glöss*

Лаборатория прецизионных покрытий Института органической электроники, электронно-лучевых и плазменных технологий общества Фраунгофера (Fraunhofer FEP) разрабатывает технологии нанесения покрытий методом магнетронного напыления и усиленного плазмой CVD для применения в оптике, сенсорике, электронике и других областях. Спектр работ охватывает весь цикл от анализа перспектив технологии и изготовления ключевых компонентов для ее реализации до внедрения процессов в производство.

Laboratory of precision coatings of Institute for Organic Electronics, Electron Beam and Plasma Technology of the Fraunhofer Gesellschaft (Fraunhofer FEP) develops the technologies of film deposition by magnetron sputtering and plasma enhanced CVD for applications in optics, sensors, electronics and other fields. Range of activities covers the entire cycle from the analysis of the prospects of technology and manufacturing of key components for its implementation to introduction in industry.

Одна из важных областей применения вакуумных технологий – нанесение прецизионных покрытий. При этом понятие "прецизионные покрытия" включает в себя обеспечение не только точности толщины наносимой пленки, но и ее определенных свойств. Такими свойствами могут быть индекс преломления света, кристаллическая структура, электрическая проводимость, изоляционные свойства и т.п.

Для применения в промышленности процессы нанесения прецизионных покрытий должны отвечать особо высоким требованиям, в частности, обладать высокой производительностью, воспроизводимостью, стабильностью во времени и равномерностью напыления на всей площади изделия. Кроме того, промышленная реализация требует большей простоты технологических процессов, а также эксплуатации и технического обслуживания оборудования. Таким образом, промышленная реализация нанесения прецизионных покрытий подразумевает совмещение двух противоположных тенденций: одновременно с улучшением характеристик покрытий, что усложняет процесс нане-

сения, управление и техобслуживание оборудования должны быть осуществимы персоналом без глубокой специализации.

Одним из перспективных процессов, который отвечает перечисленным выше требованиям, является магнетронное распыление. Особый интерес представляет реактивный процесс, в котором распыленный материал мишени реагирует с реактивным газом (кислородом, азотом и др.), что позволяет наносить слои с желаемой стехиометрией. Критические пункты этого процесса – как выход на рабочую точку при начале напыления, так и ее стабилизация в течение всего времени использования мишени.

Стабилизация рабочей точки процесса, как правило, осуществляется системами обратной связи, в которых парциальное давление реактивного газа оценивается через косвенные величины, например, оптическую эмиссию плазмы или импеданс разряда. Регулировка парциального давления реализуется при этом изменением потока газа или мощности разряда. Однако, с помощью подобных систем обратной связи может быть достигнута кратковременная

* Fraunhofer FEP (Fraunhofer-Institut für Organische Elektronik, Elektronenstrahl- und Plasmatechnik)

стабилизация рабочей точки процесса, так как прогрессирующая эрозия мишени приводит к изменению магнитного поля на ее поверхности, и, как следствие, – параметров разряда и свойств растущей пленки. Избежать последнего можно, если в течение всего времени работы мишени поддерживать магнитное поле на ее поверхности постоянным, например, изменяя возбуждающий ток в случае применения соленоида или перемещая магнитную систему с постоянными магнитами пропорционально эрозии мишени.

Использование нескольких мишеней из разных материалов или нескольких реактивных газов в одном процессе позволяет создавать пленки из смесей, что существенно расширяет номенклатуру наносимых материалов и, соответственно, свойств пленок. Регулируя состав газа или отношение мощностей отдельных источников в процессе напыления, можно получать слои с градиентными изменениями состава заданного профиля.

Относительно новой технологией нанесения пленок является усиленный плазмой CVD-процесс (плазмохимическое газофазное осаждение), в котором для получения плазмы используется разряд магнетрона. CVD позволяет использовать те же оборудование и процессы, что и магнетронное распыление, причем скорость формирования покрытия может быть существенно увеличена. Состав и свойства пленки определяются в основном используемым прекурсором и параметрами разряда. Дополнительно на свойства пленки можно суще-

Рис.1. Система для нанесения прецизионных покрытий: двойной кольцевой магнетрон, блок управления процессом и источник питания магнетрона

Fig.1. Sputter equipment: double ring magnetron, process control unit and magnetron power supply

ственно воздействовать с помощью материала распыляемой мишени.

Precision coating is one of the crucial areas in the application of vacuum technology. The concept of "precision coating" includes not only the thickness precision of deposition, but also its certain properties. Examples of such properties are the light refraction index, crystal structure, electrical conductivity, insulating capacity, etc..

In industrial applications, the process of precision coating has to meet very high requirements. In particular, it must be characterized by high efficiency, reproducibility,

stability over time and sputtering uniformity on the entire product. Besides, industrial implementation implies greater simplicity of technological processes, equipment operation and maintenance. Thus, industrial implementation of precision coating means combining two opposite trends: while improved coating characteristics complicates the coating process, the staff must be able to control and maintain the equipment without deep specialization.

One of the promising processes that meets all the above

requirements is magnetron sputtering. A reactive process of inducing the sputtered material of the target to react with a reactive gas (oxygen, nitrogen, etc.) is of particular interest, because this process allows coating with the desired stoichiometry. The critical stages of this process are getting to the set point in the beginning of sputtering and its stabilization all the way of using the target.

Stabilization of the set point is usually achieved by feedback systems, in which the partial pressure of the reactive gas is assessed

Для реализации вышеописанных процессов необходимы следующие основные компоненты: источник питания, магнетронный источник, система управления процессом. Существует целый ряд разработок подобного оборудования, в том числе система, созданная в Институте органической электроники, электронно-лучевых и плазменных технологий общества Фраунгофера в Дрездене.

В этой системе (рис.1) используется импульсный источник питания, состоящий из двух источников постоянного тока и двухканального модулятора прямоугольных импульсов UBS-C2 (FER). Модулятор UBS-C2 обеспечивает гибкую настройку частоты и коэффициента нагрузки для каждого из двух каналов, а также генерацию пакетов импульсов. Каждый из каналов может индивидуально конфигурироваться для поддержания постоянными рабочих характеристик (мощности, напряжения или тока разряда) и параметров распознавания и подавления пробоев. Соответственно числу каналов возможна работа с двумя магнетронами в униполярном или биполярном режимах.

Могут использоваться протяженные прямоугольные и двойные кольцевые магнетроны. В магнетронах обоих типов реализована подвижная система из постоянных магнитов, которая в процессе напыления в соответствии с настройками постепенно автоматически отводится от мишени. Протяженные магнитроны могут иметь разную длину и находят широкое приме-

нение в динамическом напылении, например, на рулонный материал или листовое стекло. Двойной кольцевой магнетрон состоит из двух соосных кольцевых магнетронов, каждый из которых может работать как самостоятельный источник. При правильном подборе режима работы отдельных магнетронов, в результате суперпозиции могут наноситься покрытия на неподвижные изделия диаметром до 200 мм с погрешностью по толщине до 0,5% (рис.2).

Для стабилизации и управления процессом напыления используется контрольный модуль PCUplus. К нему могут быть подключены датчики, фиксирующие параметры разряда (напряжение, ток, оптическую эмиссию и т.п.), и регуляторы потока, мощности разряда и пр. Стабилизация разряда в рабочей точке настраивается с помощью ПИД-регулятора. Для лучшей стабилизации процесса магнетронного распыления включены опции, обеспечивающие подстройку системы в случае пробоев, а также возможность многоуровневого контроля.

В усовершенствованной версии регулятора S-PCU применяется оптический спектрометр, что позволяет работать с процессами, в которых управление по импедансу затруднено. Спектральная информация позволяет гибко конфигурировать систему контроля в зависимости от распыляемой мишени. Использование оптического сигнала в линии обратной связи обеспечивает эффективное подавление помех. Также возможно получение нескольких сигналов

Рис.2. Принцип суперпозиции распределения толщины пленки при напылении двойным кольцевым магнетроном

Fig.2. Superposition of film thickness distributions when using the double ring magnetron

using indirect values, such as the optical emission of plasma or the discharge impedance. In this case, the partial pressure is adjusted by changing the gas flow or the discharge power. However, using such feedback systems stabilizes the set point only for a short time, because the progressive erosion of the target causes changes in the magnetic field on its surface, and, subsequently, changes in the discharge parameters and the properties of the growing film. This problem can be avoided, if the magnetic field at its surface is maintained constant during the entire time of using the target, for example, by

Рис.3. СЭМ-снимок и спектр рентгеновской дифракции пьезоактивного слоя нитрида алюминия

Fig.3. SEM-image and X-ray diffraction spectrum of aluminum nitride piezo-active layer

(например, от эмиссионных линий кислорода и азота) для независимой регулировки парциального давления различных газов. Модуль S-PCU подключается к персональному компьютеру только для конфигурации сигнала, в остальном же он работает автономно, благодаря чему повышена надежность и простота управления.

С применением выше описанного оборудования успешно реализованы процессы напыления покрытий для получения оптических элементов, состоящих как из дискретных слоев (фильтры, просветляющие системы), так и из

градиентных систем, преимущественно для лазерной оптики. Также были получены изолирующие слои для производства солнечных батарей – применение тонких пленок значительно упрощает процесс изготовления последних, но требует уменьшать число дефектов в пленке, чтобы гарантировать ее высокую электрическую прочность на всей площади изделия. Нанесение активных слоев в производстве сенсоров и пьезоэлектрических слоев нитрида алюминия требует поддержания параметров процесса в рамках минимальных погрешностей для стро-

changing the excitation current in case of using a solenoid, or by moving the magnetic system with constant magnets proportionally to the target erosion.

Multiple targets from different materials or multiple reactive gases in one process may be used to create films from mixtures, which provides a significantly wider choice of coating materials and, accordingly, deposition properties. By adjusting the composition of gas or the power ratio of individual sources during the coating process, coating may be realized in layers with gradient changes in the composition according to a preset profile.

A relatively new technology of film deposition is a plasma enhanced CVD process, in which a magnetron discharge is used to produce plasma. The CVD can be done with the same equipment and processes as magnetron sputtering, but the speed of coating can be significantly increased. The composition and properties of the film are mainly defined by the used precursor and the discharge parameters. Additionally, the film properties may be significantly adjusted by choosing the material of the sputtered target.

The main components required to implement the above processes are

power supply, magnetron source and process control system. This type of equipment has been developed in multiple embodiments, including the system created at the Institute for Organic Electronics, Electron Beam and Plasma Technology of the Fraunhofer Gesellschaft in Dresden.

This system (fig.1) uses a switching power supply consisting of two DC power sources and two-channel modulator of rectangular pulses UBS-C2 (FEP). The UBS-C2 modulator provides flexible adjustment of the frequency and load factor for each of its two channels, as well as the generation of pulse packets. Each channel can be individually configured

Рис.4. Оптимизация пьезокоэффициента d_{33} нитрида алюминия добавлением скандия

Fig.4. Optimization of the piezoelectric coefficient d_{33} of aluminum nitride by the addition of scandium

того соблюдения кристаллической структуры (рис.3). Благодаря наличию двух независимых магнетронов возможно использование мишеней из двух различных материалов и настройка концентрации смеси через отношение мощностей каждого из магнетронов. Примером может служить вариация добавки скандия в нитрид алюминия и оптимизация пьезокоэффициента (рис.4).

Обширный опыт лаборатории прецизионных покрытий в области развития пилотных технологий от исследовательского уровня до промышленного внедрения обеспечивает постоянный спрос и доверие клиентов. Мы заинтересованы в расширении сотрудничества в России и странах СНГ.

to maintain constant operating characteristics (i.e. power, voltage or current), and the parameters of breakout recognition and suppression. According to the number of the channels, the device can work with two magnetrons in a unipolar or bipolar mode.

The system may have linear and double ring magnetrons. Both the types of magnetrons have a moving system of constant magnets that gradually move away from the target in an automatic mode during the coating process according to their settings. Linear magnetrons may have different lengths and they are widely used in dynamic sputtering, for example, on rolled materials or panes. A double ring magnetron consists of two coaxial annular magnetrons, each of which can operate as a standalone source. With a proper selection of the operation mode of individual magnetrons, fixed products with a diameter up to 200 mm may be coated in a superposition with a thickness error of up to 0.5% (fig.2).

The coating process is stabilized and controlled by the PCUplus control module. The module may be connected to sensors that read the parameters of the discharge (voltage, current, optical emission,

etc.), and flow regulators, discharge power and so on. The discharge stabilization in the set point is adjusted using a PID controller. For a better stabilization of the magnetron sputtering, the process includes options for a fine adjustment of the system in case of disruptions and options for a multi-level control.

The improved version of the S-PCU controller uses an optical spectrometer enabling work with processes where the impedance control is complicated. The spectral information is used for a flexible configuration of the control system depending on the sputtered target. The optical signal in the feedback line ensures effective suppression of interferences. Besides, the system can receive multiple signals (e.g., signals from oxygen and nitrogen emission lines) for separate adjustment of the partial pressure of different gases. The S-PCU module is connected to a personal computer only to configure the signal. Other than that, it works completely offline, which ensures improved reliability and simplicity of control.

The above-described equipment has been successfully used to coat optical elements comprising both discrete layers (filters, antireflective system) and gradient systems,

mainly, in laser optics. It was also used to produce insulating layers for the production of solar batteries, and the use of thin films greatly simplifies the process of manufacturing such batteries, but requires reducing the number of defects in the film to ensure the high dielectric strength on the entire area of the product. The coating with active layers in the manufacture of sensors and piezoelectric layers of aluminum nitride requires maintaining the process parameters within the minimum error to maintain the crystal structure (fig.3). Due to the presence of two independent magnetrons, it is possible to use the targets of two different materials and to adjust the concentration of the mixture through the power ratio of each magnetron. An example of this is a variation of adding scandium in aluminum nitride and optimization of the piezo-coefficient (fig.4).

The wide experience of the Laboratory of precision coatings in the sphere of developing pilot technologies from a research level to a commercial production ensures a constant demand and trust of customers. We are interested in expanding our cooperation in Russia and the CIS countries.