

Л.Осипов¹, Э.Руденко¹, В.Семенюк¹, И.Короташ¹, В.Одиноков², Г.Павлов², В.Сологуб²
metall@imp.kiev.ua¹, info@niitm.ru²

ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫЙ ИСТОЧНИК НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО НАНЕСЕНИЯ ПЛЕНОК И ПОКРЫТИЙ

Формирование инфраструктуры нанотехнологической сети включает создание научно-исследовательских и метрологических инструментов, а также технологического оборудования мирового уровня. В этой связи проведена разработка вакуумно-дугового источника низкотемпературного нанесения пленок, в том числе многослойных и многокомпонентных катализитических слоев для выращивания углеродных наноструктур. Источник создан в Институте металлофизики им. Г.В. Курдюмова Национальной академии наук Украины (Киев)¹. На его основе в ОАО "НИИ точного машиностроения" (Москва)² разрабатывается высокоеффективное вакуумно-технологическое оборудование для нанесения пленок в технологиях радиоэлектронной промышленности и приборах наноэлектроники, а также для формирования покрытий с уникальными физико-техническими характеристиками.

Технология выращивания углеродных нанотрубок и других наноструктур существенным образом связана с нанесением катализитических слоев и формированием в них нанокластеров. Одним из критических параметров этой технологии является адгезия нанокластеров к подложке, поскольку она определяет адгезию выращенных углеродных наноструктур и характеристики наноэлектронных приборов.

Ранее сообщалось [1] об использовании работающего в магнитном поле вакуумно-дугового источника, входящего в состав гибридного плазменного комплекса, предназначенного для формирования нанокластеров металла-катализатора без использования высокотемпературного отжига. Физические характеристики этого источника, обусловленные конфигурацией электродной системы и формой магнитного поля, позволяют также наносить стехиометрические переходные слои нитрида титана при температурах подложки ниже 100°C. Таким образом, реализуется полностью замкнутый низкотемпературный цикл формирования нанокластерных структур, включая стадии создания переходного и пассивирующего слоев [2].

Технологические особенности разработанного источника плазмы металлов позволяют генерировать плотные высокоэнергетичные свободные от микрокапельной фракции по-

токи, в том числе при работе с катодами из нетугоплавких (свинец, олово, медь, алюминий) и из магнитных материалов (железо, никель). При этом обеспечивается формирование качественных (с плотностью, соответствующей объемному переплавленному материалу) одно- и многокомпонентных пленок как на металлах, так и на диэлектриках (включая пласти массы) при температуре подложки ниже 450К.

Принципиальная схема вакуумно-дугового источника представлена на рис.1. Разрядная система включает в себя расположенные coaxialьно водоохлаждаемый катод и анод, подключенные к источнику постоянного тока. Боковая нерабочая поверхность катода покрыта экранирующим электродом. Разрядная система помещена в создаваемое магнитной системой поле. Устройство монтируется на фланце, с помощью которого оно пристыковывается к рабочей вакуумной камере. Формируемый в источнике плазменный поток распространяется от прикатодной области в направлении подложки с углом расходности около 20 град. и имеет на расстоянии до 50 см от катода технологически приемлемую плотность.

Инициирование дугового разряда между катодом и анодом осуществляется инжекцией в разрядный промежуток плазменного сгустка, образующегося при импульсном по-

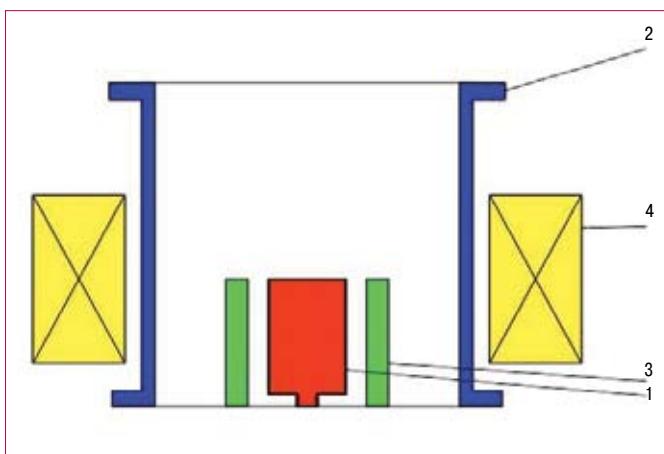


Рис.1 Принципиальная схема вакуумно-дугового источника с магнитным полем: 1 – катод; 2 – анод; 3 – экранирующий электрод; 4 – магнитная система

верхностном пробое металлизированного диэлектрического стержня (не показан), размещенного в зазоре между катодом и экранирующим электродом.

Принципиальным отличием данного источника от известных плазменно-дуговых систем [3] является дополнительная интенсивная бомбардировка катода ионами плазмы его материала и рабочего газа (инертного или реактивного) из существующей в пространстве над катодом зоны повышенной ионизации в скрещенных постоянных электрическом и магнитном полях. Достигается это за счет оптимального выбора взаимного расположения катода, анода и источника магнитного поля.

Разрядный ток на анод замыкается за счет дрейфа электронов поперек магнитного поля. Это приводит к возникновению в плазме большого радиального электрического поля, возрастающего с увеличением напряженности магнитного поля. Такое электрическое поле при взаимодействии с неоднородным, спадающим в направлении распространения плазменного потока магнитным полем приводит к ускорению ионного потока в этом направлении до энергий, близких к величине падения напряжения на разряде, растущем с увеличением индукции магнитного поля и составляющем для типичных условий разряда от 20 до 100 В. Ускоренный до таких энергий плазменный поток, содержащий ионы и связанные с ними в силу квазинейтральности электроны, является ском-

пенсированным по объемному заряду, что позволяет наносить качественные пленки не только на проводящие подложки, но и на диэлектрики.

Следует отметить, что высокая степень ионизации в потоке, составляющая 80–90%, обеспечивает формирование пленки главным образом поступающими ускоренными заряженными частицами. Это, с одной стороны, значительно повышает качественные характеристики наносимых пленок, в том числе адгезию и плотность, а с другой, – позволяет контролировать их толщину по перенесенному на подложку интегральному заряду.

Единственное дополнительное условие, при котором реализуется указанный выше механизм ускорения плазменного потока – превышение электронной циклотронной частоты над частотой столкновений электрон – нейтраль (условие замагниченности). Это условие позволяет не ограничивать область рабочих давлений значениями, где длина свободного пробега частиц превышает расстояние между катодом и анодом, как это имеет место в традиционных вакуумно-дуговых системах. При этом величина индукции магнитного поля у анода вблизи расходуемой поверхности катода не должна быть ниже 50 Гс, поскольку при более низких ее значениях существенно уменьшается плотность ионного потока материала пленки, и в результате нивелируются основные преимущества источника, связанные с высокой адгезией и плотностью наносимой пленки.

Сверху величина магнитного поля ограничена только энергоемкостью магнитной системы, поскольку принципиальное ограничение, связанное с отсутствием замагниченности или намагниченности ионной компоненты плазмы, в реальных устройствах не достигается. Практически целесообразно ограничиться величиной индукции в 400–500 Гс, что обеспечивает эффективную работу устройства вплоть до давлений 50–60 Па. Это делает ПДУ совместимым по рабочему давлению с гелиоконным источником, работающим в режимах как ионно-плазменной очистки, так и парофазного осаждения.

Малая доля микрокапельной фракции, а также высокая степень ионизации потока плазмы, достигающая 80–90%, позволяют, применяя известные методы электромагнитной сепарации с поворотом потока, эффективно сепарировать его от микрокапель. При этом скорость нанесения пленки уменьшается не более чем на 30–40%. Фотографии плазменного потока без поворота и при повороте на различные углы представлены на рис.2.

Важная роль дополнительного воздействия ионного потока проявляется также при горении дуги в атмосфере реактивного газа, когда на поверхности катода образуются диэлектрические или слабопроводящие пленки. Регулируя

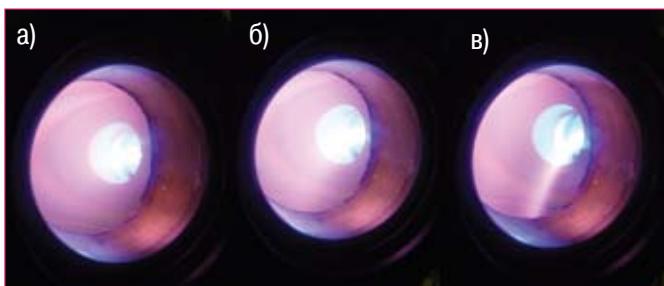


Рис.2 Фотографии плазменного потока из вакуумно-дугового источника при различных углах поворота: а) без поворота; б) поворот на 70 град.; в) поворот на 90 град.

интенсивность дополнительного ионного потока и его энергию (изменением тока и напряжения разряда), можно поддерживать такое состояние пленки на катоде, при котором она обеспечивает дополнительное усиление электрического поля у поверхности катода, но не приводит к генерации твердых фрагментов вследствие растрескивания. Установлено, в частности, что для получения качественных прозрачных (не менее 85% в видимом диапазоне длин волн) пленок из нитрида алюминия энергия ионов, движущихся по направлению к катоду и бомбардирующих его, должна превышать 65–70 эВ. При этом наблюдаются ассоциации катодных пятен, независимо возникающих за счет дополнительного воздействия потока газовых и металлических ионов из области удержания электронов в скрещенных полях и усиления электрического поля у катода.

Параметры плазмы в источнике исследовались с помощью подвижных одиночных цилиндрического и плоского зондов и четырехэлектродного электростатического анализатора энергий. Геометрические размеры электродов анализатора таковы, что они позволяли работать вплоть до давлений 2–3 Па. (При больших рабочих давлениях исследовалась только пространственная структура плазменного потока).

Типичные характеристики ПДУ при работе с катодами диаметром 50–70 мм следующие: напряжение на разряде устанавливается в пределах 20–100 В, при этом ток разряда поддерживается в диапазоне 25–150 А, плотность ионного потока достигает 20 мА/см² с максимальной энергией до 150 эВ. (Типичные спектры энергий ионов в потоке приведены в [1].) В результате формируются направленные потоки плазмы материала пленки с углом расходности не более 20 град. при рабочих давлениях до 100 Па.

При изменении диаметра катода от 40 до 90 мм верхнее значение тока разряда изменяется примерно пропорционально площади рабочей поверхности катода.

По сравнению с использованием дугового разряда без магнитного поля плотность ионного потока при работе нового источника на оси возрастает почти на порядок. При разрядном токе 90 А она составляла 10–30 мА/см² в зависимости от расстояния до рабочей поверхности катода. Степень ионизации в потоке плазмы – 80–90%, причем по мере удаления от рабочей поверхности катода она увеличивалась благодаря фокусировке плазменного потока. Энергетические спектры ионов в потоке не изменялись по мере удаления от катода в диапазоне 25–50 см. На расстояниях от оси, превышающих радиус катода, функция распределения ионов по энергиям сдвигалась в область больших энергий и особенно обогащалась ионами с энергией, превышающей 50 эВ.

Анализ энергетического распределения электронов на оси потока показал, что они имеют энергию направленного движения не более 2–3 эВ. Электронная температура

в зависимости от условий эксперимента лежит в пределах от 2 до 4 эВ.

Измерения, выполненные на удалении 0,3 см от рабочей поверхности катода, показали, что электрическое поле разряда вне области катодного падения сосредоточено, главным образом, в кольцевой зоне между катодом и анодом. При этом плотность плазмы в этой зоне в несколько раз превышает плотность плазмы в сгустке, инициирующем дуговой разряд между анодом и катодом при его стартовом поджиге. При введении в разряд рабочего газа при работе в магнитном поле плотность плазмы в указанной области возрастает примерно в два раза. При отсутствии магнитного поля при введении газа плотность плазмы в прикатодной области практически не меняется.

При решении задач формирования углеродныхnanoструктур разработанный ионно-плазменный дуговой источник может быть использован для реализации следующих технологических процессов:

- нанесение адгезивных подслоев;
- нанесение пассивирующих слоев;
- формирование каталитических нанокластеров.

Следует отметить, что все эти процессы реализуются при низких температурах подложки (менее 450К) без использования стадии высокотемпературного отжига.

С использованием разработанного ионно-плазменного источника были осуществлены следующие уникальные технологические процессы, в том числе созданы:

- антакоррозионные покрытия из хромоникелевой нержавеющей стали;
- антакоррозионные покрытия из никеля, латуни и бронзы;
- износостойкие прозрачные покрытия из нитрида алюминия;
- износостойкие покрытия из хрома и нитрида хрома;
- электроизоляционные покрытия из оксида магния;
- электропроводящие покрытия из меди для металлизации отверстий в диэлектрике двухсторонних печатных плат;
- электропроводящие прозрачные покрытия из оксидов индия и олова;
- сверхпроводящие пленки на основе Y-Ba-Cu-O керамики;
- сегнетоэлектрики на основе Pb-Zr-Ti-O керамики.

ЛИТЕРАТУРА

1. Шпак А., Руденко Э., Короташ И., Семенюк В., Шамрай К., Одиноков В., Павлов Г., Сологуб В. Плазменный источник низкотемпературного формирования нанокластеров металла-катализатора. – Наноиндустрия, 2009, № 4, с. 12–15.
2. Вартапетов С., Ильичев Э., Набиев Р., Одиноков В., Павлов Г., Петрухин Г., Полторацкий Э., Рычков Г., Сологуб В., Шелепин Н. Эмиссионная электроника на основеnano- (микро-) структурированных углеродных материалов. – Наноиндустрия, 2009, № 4, с. 4–10.
3. Sanders D.M. – J. Vac. Sci. Technol., 1989, A7 (3), p. 2339.