

ТЕПЛОВОЙ ПРОЦЕСС НА ПОДЛОЖКЕ ПРИ РАСПЫЛЕНИИ СЭНДВИЧ МИШЕНИ CU/TI

М.О. Иванцов, В.И. Шаповалов, Д.С. Шарковский

АННОТАЦИЯ

В статье представлены результаты исследования тепловых процессов при распылении сэндвич мишени, содержащей медную и титановую пластины. Эксперименты показали, что кинетические кривые нагрева подложки имеют точки перегиба, расположенные на оси времени пропорционально плотности тока разряда и давлению аргона. Установлено, что точка перегиба на каждой кривой появлялась из-за конечного значения постоянной времени нагрева внешней пластины сэндвич мишени. Влияние мишени на кинетику нагрева подложки учтено в аналитическом описании дополнительным экспоненциальным множителем.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

МАГНЕТРОННОЕ РАСПЫЛЕНИЕ, СЭНДВИЧ МИШЕНЬ, НАГРЕВАНИЕ ПОДЛОЖКИ, ПОТОК ЭНЕРГИИ, ТЕПЛОВОЙ ДАТЧИК.

THERMAL PROCESS ON A SUBSTRATE AT SPUTTERING A SANDWICH TARGET CU/TI

M.O. Ivantsov, V.I. Shapovalov, D.S. Sharkovsky

ABSTRACT

The article presents the results of a study of thermal processes during sputtering of a sandwich target containing copper and titanium plates. experiments have shown that the kinetic curves of substrate heating have inflection points located on the time axis in proportion to the discharge current density and argon pressure. it was found that the inflection point on each curve appeared due to the finite value of the heating time constant of the outer plate of the sandwich target. the effect of the target on the substrate heating kinetics is taken into account in the analytical description by an additional exponential factor.

KEYWORDS

MAGNETRON SPUTTERING, SANDWICH TARGET, SUBSTRATE HEATING, ENERGY FLOW, THERMAL SENSOR.

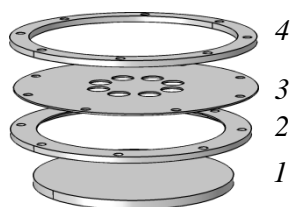
ВВЕДЕНИЕ

Исследование влияния на температуру подложки тока разряда, давления рабочих газов и иных факторов при осаждении пленки с помощью магнетрона всегда привлекало внимание специалистов [1], [2]. Интерес к этой задаче сохранился до последнего времени [3], [4]. В одной из первых работ [1] опубликованы результаты изучения кинетики нагрева подложек при распылении на постоянном токе холодных мишеней, изготовленных из разных металлов. Позднее появились магнетроны, оснащенные горячими мишенями [5]–[10]. Для них нагрев подложки стал еще более актуальной темой. Некоторое время назад нами предложена мишень, состоящая из нескольких пластин, закрепленных на одной оси, которая получила название сэндвич мишень [11]–[14]. Нагревание подложки при работе такого магнетрона до сих пор не изучалось.

Обычно для определения потока энергии на подложку выполняют измерение кинетики ее нагревания и остывания. Для этого используют косвенный метод, в котором подложку заменяют термопарным датчиком [1], [15]. Целью данной работы явилось экспериментальное исследование тепловых процессов на подложке при распылении сэндвич мишени, содержащей медную и титановую пластины.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В настоящей работе был использован цилиндрический сбалансированный магнетрон постоянного тока диаметром 130 мм, оснащенный сэндвич мишенью, содержащей две пластины. На рис. 1 показаны ее конструктивные особенности. Во внешней пластине изготовлены прорезы с суммарной площадью $A_{пр}$, которая, наряду с плотностью тока разряда и давлением аргона, является независимой переменной процесса распыления сэндвич мишени. Однако в этом качестве более удобно использовать относительную суммарную площадь прорезей $\delta_{пр} = A_{пр}/A$ при площади распыляемой области внешней пластины A , имеющей форму кольца. В данной работе была использована мишень с $\delta_{пр} = 0.25$.



ис. 1. Конструктивные особенности сэндвич мишени, содержащей:
1 – внутреннюю пластину, охлаждаемую водой; 2 – внутреннее крепежное кольцо, обеспечивающее зазор 1 мм между пластинами 1 и 3; 3 – внешнюю пластину, имеющую прорезы с относительной суммарной площадью $\delta_{со}$ и работающую в горячем режиме; 4 – внешнее крепежное кольцо

С описанием экспериментальной установки можно ознакомиться в нашей работе [5]. В качестве распыляющего газа был использован чистый аргон при давлении (2–8) мТорр и токе 1–3 А. Исследование тепловых процессов, происходящих на подложках, выполнено с помощью термопарного датчика, расположенного в плоскости столика для закрепления подложек. При таких измерениях некорректно говорить о температуре подложки, поскольку чувствительный элемент датчика и подложка с осаждаемой пленкой представляют собой разные физические объекты. Эти измерения позволяют лишь определить тепловой поток, падающий на подложку. Однако в качестве оценки температуры подложки они вполне приемлемы. Точность измерения температуры за счет применения хромель-копелевой термопары оказалась в пределах $\pm 5\%$. Для простоты при расчетах предполагалось, что начальная температура подложки равна $T(t=0) = 0$ °С.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 2 приведены типичные экспериментальные кривые нагревания чувствительного элемента теплового датчика при распылении сэндвич мишени.

Хорошо видно, что кривые на рис. 2 имеют точки перегиба, которые далее обозначим через $t_{пер}$. Величина $t_{пер}$ зависит как от плотности тока разряда, так и от давления аргона. На рис. 3 показаны эти зависимости, полученные путем решения уравнения $d^2T_d/dt^2 = 0$.

Ранее для аппроксимации экспериментальных кинетических кривых нагревания подложки с достоверностью более 0.99 нами была использована экспонента вида [5]

$$T_d(t) \approx T_{d\infty}(j) [1 - e^{-t/\tau_d(j)}], \quad (1)$$

где $T_{d\infty}$ – предельная температура и τ_d – постоянная времени нагревания. Оба параметра зависят от плотности тока разряда и давления аргона. Выражение (1) справедливо только при постоянном потоке тепла от мишени. Это условие обеспечивается при работе магнетрона с холодной мишенью. После включения магнетрона, оснащенного горячей мишенью, требуется некоторое время для ее выхода в стационарный тепловой режим. Допустимо считать, что этот процесс во времени тоже описывает экспоненциальная зависимость с соответствующей постоянной времени τ_m .

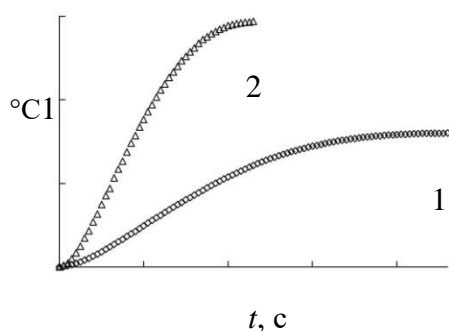


Рис. 2. Нагревание чувствительного элемента сенсора при распылении сэндвич мишени при токе (А): 1 – 1.0; 2 – 3.0 и давлении 4 мТорр

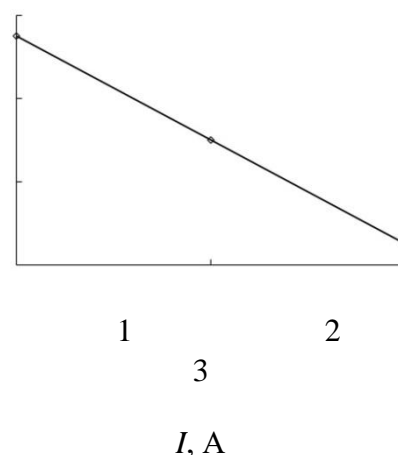


Рис. 3. Типичная зависимость точки перегиба tпер от тока разряда при давлении 4 мТорр

Для того, чтобы учесть влияние этого процесса на кинетику нагревания подложки, дополним (1) функцией $0 \leq A_m(t) \leq 1$:

$$T_d(t) \approx T_{d\infty}(j, p) A_m(t) [1 - e^{-t/\tau_d(j, p)}], \quad (2)$$

где

$$A_m(t) \approx A_\infty [1 - e^{-t/\tau_m(j, p)}]. \quad (3)$$

Из (2) следует, что при $A_m(t) = 1$ кинетическая кривая не содержит перегиба. Как следует из (3), это возможно, если выполнено неравенство $\tau_m \ll \tau_d$, которое справедливо, если мишень изготовлена из металла с высокой теплопроводностью, каким, например, является медь. Точка перегиба на зависимости (2) возникает, если τ_m и τ_d имеют один порядок.

Для дальнейшего анализа результатов используем методику из работы [5]:

экспериментальные кривые, часть из которых изображена на рис. 2, обозначим в виде $T^*(t)$ и представим их с учетом (2) в виде:

$$T^*(t) \approx A_m(t) T_d(t), \quad (4)$$

где $T_d(t)$ – описывает нагревание чувствительного элемента датчика при $t \geq 0$, когда источник тепла имеет постоянную мощность. Поскольку этому случаю соответствует $A_m(t)$

$= I$, то для определения функции $T_d(t)$ можно вместе с точкой $T^*(0) = 0$ использовать несколько последних точек экспериментальной зависимости $T^*(t)$;

функцию $T_d(t)$ в (4) аппроксимируем экспонентой

$$T_d(t) \approx T_{d\infty} [1 - e^{-t/\tau_d}], \quad (5)$$

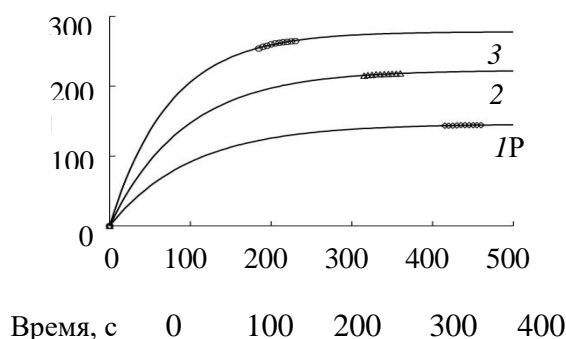


Рис. 4. Аппроксимация экспериментальных точек выражением (5) при давлении аргона 4 мТорр и токе разряда (А): 1 – 1.0; 2 – 2.0; 3 – 3.0

На рис. 4 приведены отдельные результаты аппроксимации с помощью (5). Полные результаты, отражающие зависимости $T_{d\infty}$ от плотности тока при давлении 4 мТорр, показаны на рис. 5, а для τ_d — на рис. 6 (линия 1);

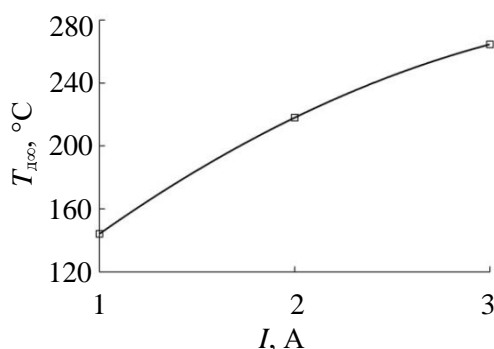


Рис. 5. Зависимость предельной температуры $T_{d\infty}$ от тока разряда при давлении 4 мТорр (точки – эксперимент, сплошная линия – аппроксимация)

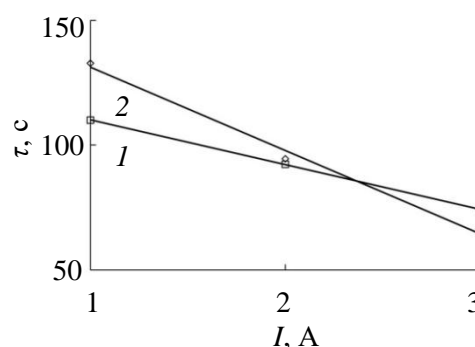


Рис. 6. Зависимости постоянных времени нагрева от тока разряда: 1 – τ_d ; 2 – τ_M (точки – эксперимент, сплошные линии – аппроксимация)

1) учитывая (4), определим экспериментальную функцию $A_M^*(t)$ в виде

$$A_M^*(t) \approx T^*(t)/T_d(t) \quad (6)$$

и аппроксимируем ее выражением (3), определив значения величины τ_M для всех условий. Пример такого вычисления дан на рис. 6 (линия 2).

Детальный анализ кинетики нагрева чувствительного элемента сенсора в данной работе был выполнен с помощью производной [5]:

$$\left(\frac{dT_d}{dt} \right) = A - CT_d. \quad (7)$$

Если коэффициент A в (7) задает скорость нагревания элемента, то C определяет скорость его остывания, который является конкурирующим процессом. Значения коэффициента A , полученное из (7) дает возможность оценить мощность, выделенную на подложке:

$$q = mcA, \quad (8)$$

где m и c – масса и удельная теплоемкость чувствительного элемента датчика, соответственно. Пример зависимости этой величины от тока разряда приведен на рис. 7.

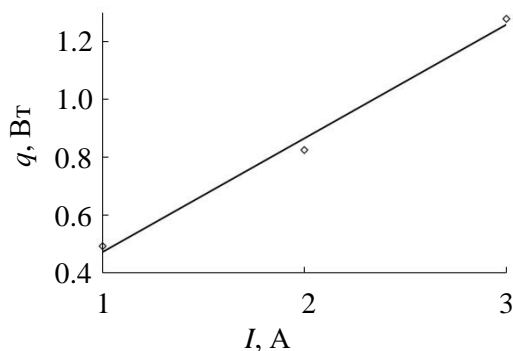


Рис. 7. Аппроксимация экспериментальных точек выражением (5) при давлении аргона 4 мТорр и токе разряда (А): 1 – 1.0; 2 – 2.0; 3 – 3.0

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследование тепловых процессов при распылении сэндвич мишени с током разряда в диапазоне 1-3 А и давлением аргона 2-8 мТорр позволило установить ряд их закономерностей. Основная из них состояла в том, что кинетические кривые нагревания чувствительного элемента сенсора имеют точки перегиба, причиной появления которых стало относительно медленное нагревание титановой пластины. Постоянные времени этого процесса сравнимы с постоянными времени нагревания чувствительного элемента датчика. Положение точек перегиба на оси времени пропорционально указанным выше факторам. Для учета кинетики нагревания мишени в аналитическую формулу, описывающую кинетику нагревания элемента датчика, введен безразмерный экспоненциальный множитель. Постоянные времени нагревания мишени и элемента сенсора обратно пропорциональны току разряда. Предельная температура нагревания чувствительного элемента датчика связана с плотностью тока полиномом второго порядка. При этом мощность, выделяемая на нем пропорциональна току разряда.

Результаты исследований вносят новый вклад в науку о процессах распыления и имеют практическое значение. В частности, при напылении пленки сплава Cu-Ti с помощью изученного магнетрона при токе 3 А и давлении аргона 4 мТорр температура подложки может повысится до равновесного значения примерно за 200 с и достичь примерно 260–280°C

Работа была выполнена в порядке инициативы при подготовке магистерской выпускной работы.

ЛИТЕРАТУРА

1. Thornton J.A. Substrate heating in cylindrical magnetron sputtering sources, *Thin solid films*, 54 23–31 (1978). [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090\(78\)90273-0](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6090(78)90273-0).
2. Stahl M., Trottenberg T., Kersten H.A. Calorimetric probe for plasma diagnostics, *Rev. Sci. Instrum.* 81 023504 (2010). <http://dx.doi.org/10.1063/1.3276707>.
3. Králík T., Hanzelka P., Musilová V., Srnka A., Urban P. Near field radiative heat transfer between macro-scale metallic surfaces at cryogenic temperatures, *Cryogenics*, 113 103156 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.cryogenics.2020.103156>.
4. Zhu M., Zhang D., Jiang S., Liu S., Qi H., Yang Y. Phase evolution and thermochromism of vanadium oxide thin films grown at low substrate temperatures during magnetron sputtering, *Ceram. Int.* 47 15491-15499 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.02.115>.
5. Shapovalov V.I., Bondarenko A.S., Baykov P.B., Karzin V.V. Substrate heating and cooling during magnetron sputtering of copper target, *Phys. lett. A*, 380 882–885 (2016). <https://doi.org/10.1016/j.physleta.2015.12.021>.
6. Lapshin A.E., Levitskii V.S., Shapovalov V.I., Shutova E.S., Myl'nikov I.L. Composition and Structure of Copper Oxide Films Synthesized by Reactive Magnetron Sputtering with a Hot Target, *Glass Phys. Chem.* 42 359–362 (2016). <http://dx.doi.org/10.1134/S108765961604009X>.
7. Shapovalov V.I., Karzin V.V., Bondarenko A.S. Physicochemical Model for Reactive Sputtering of Hot Target, *Phys. lett. A*, 381 472–475 (2017). <http://dx.doi.org/10.1016/j.physleta.2016.11.028>.
8. Shapovalov V.I., Minzhulina E.A. Studying heating of magnetron target based on measurement of substrate temperature, *Vacuum*, 161 324–327 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2019.01.001>.
9. Grailot-Vuilecot R., Anne-Lise T., Lecas T., Cachoncinlle C., Millon E., Caillard A. Hot target magnetron sputtering process: Effect of infrared radiation on the deposition of titanium and titanium oxide thin films, *Vacuum*, 181 109734 (2020). <http://dx.doi.org/10.1016/j.vacuum.2020.109734>.
10. Shapovalov V.I., Zav'yalov A.V., Meleshko (Morozova) A.A. Current-voltage characteristics of a magnetron with a hot titanium target in chemically active environments, *Surf. Coat. Technol.* 417 127189 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127189>.
11. Shapovalov V.I. Deposition of solid solution films using reactive magnetron sputtering of a sandwich target, *J. Phys.: Conf. Ser.* 1954 012041 (2021). <http://dx.doi.org/10.1088/1742-6596/1954/1/012041>.
12. Kozin A.A., Shapovalov V.I. Modeling of thermal processes in magnetron with single hot target and sandwich-target, *Surf. Coat. Technol.* 359 451-458 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.070>.
13. Kozin A.A., Shapovalov V.I., Shestakov D.S., Rudakov A.V., Shabalin A.E., Pavlov V.A. Magnetron with sandwich target for solid composite film deposition $\text{Mo}_x\text{Cr}_{1-x}\text{N}$, *J. Phys.: Conf. Ser.* 1799 012018 (2021). <http://dx.doi.org/10.1088/1742-6596/1799/1/012018>.
14. Shapovalov V.I. Physicochemical model for reactive sputtering of a sandwich target, *J. Appl. Phys.* 133 085301 (2023). <https://doi.org/10.1063/5.0128399>.
15. Wiese R., Kersten H., Wiese G., Bartsch, R. Energy influx measurements with an active thermal probe in plasma-technological processes, *EPJ Techniq. Instrum.* 2 1–10 (2015). <http://dx.doi.org/10.1140/epjti/s40485-015-0013-y>.

16. 16. Komlev A.A., Minzhulina E.A., Smirnov V.V., Shapovalov V.I. Influence of argon pressure and current density on substrate temperature during magnetron sputtering of hot titanium target, *Appl. Phys. A.* 124 48–52 (2018). <http://dx.doi.org/10.1007/s00339-017-1458-4>.
17. 17. Anders A. Deposition rates of high power impulse magnetron sputtering: Physics and economics, *J. Vac. Sci. Technol. A Vac. Surf. Films*, 28(4) 783–790 (2010). <http://dx.doi.org/10.1116/1.3299267>.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Иванцов Максим Олегович – магистрант, Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ" им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, maх1738nat@mail.ru

Шаповалов Виктор Иванович – д-р техн. наук, профессор (ORCID: 0000-0003-2196-6851), Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ" им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, vishapovalov@mail.ru

Шарковский Даниил Сергеевич – студент, Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет "ЛЭТИ" им. В. И. Ульянова (Ленина), Санкт-Петербург, sharkovskiy.d@yandex.ru