

Получение наногradientных покрытий для лазерных приборов методом магнетронного распыления

Н.Ф.Абрамов, О.Д.Вольпян, Ю.А.Обод, Р.В.Дронский

Показаны значительные преимущества магнетронного метода нанесения сложных высококачественных оптических покрытий для лазерных приборов. Рассмотрены технологические аспекты эффективного получения таких покрытий. Описаны возможности разработанного автоматизированного технологического и контрольного оборудования.

Ключевые слова: наногradientные покрытия, магнетронное распыление, тонкопленочные элементы, оптические покрытия.

1. Введение

Для получения различных тонкопленочных элементов электронных, оптоэлектронных и оптических приборов и устройств необходимо использовать вакуумные установки с системами образования молекулярных паров, конденсации паров на подложки и измерения параметров осаждаемых структур. Подобные вакуумные установки оснащены сложными схемами электропитания, точными мехатронными системами, а также устройствами оптико-электронного контроля.

Наногradientный композитный тонкопленочный элемент представляет собой наноразмерную пленку, состоящую из различных материалов, в одном, двух или трех измерениях одного из физических параметров которой (диэлектрическая и магнитная проницаемости, модуль упругости и т.д.) происходит gradientное изменение. Толщина d , на которой происходит изменение этого параметра, меньше или порядка 100 нм. Это соответствует условию $d \ll \lambda$ или, по крайней мере, $d < \lambda$ для длин волн УФ, видимого и ближнего ИК излучения. Отсутствие у gradientных покрытий большого количества границ между слоями различных материалов приводит к снижению рассеяния излучения и, как следствие, к снижению оптических потерь в покрытии [1].

Для применения в лазерных системах, например в приборах дальнометрии, такие покрытия должны удовлетворять следующим основным требованиям: одновременная работа на нескольких длинах волн, глубокая модуляция амплитудных характеристик, высокое спектральное разрешение ($\Delta\lambda \leq 20 \text{ \AA}$ при коэффициенте пропускания $T > 0.8$ в области $0.5 \text{ мкм} < \lambda_{\text{опер}} < 5 \text{ мкм}$), малые оптические потери ($1 - T - R \leq 5 \times 10^{-5}$), высокая устойчивость к интенсивному (свыше 10^9 Вт/см^2) излучению, нечувствитель-

ность спектральных характеристик к изменению параметров покрытия (температурный уход толщин слоев, «старение» покрытия).

Разработанное технологическое и контрольное оборудование, а также программное обеспечение делают процесс получения gradientных пленок полностью автоматизированным.

2. Магнетронное распыление

В последнее десятилетие магнетронный метод активно вытесняет традиционные методы нанесения лазерных покрытий, например электронно-лучевой. К основным преимуществам магнетронного метода относятся большая скорость роста покрытия, возможность точного контроля процесса, высокая равномерность нанесения покрытий на подложки больших диаметров, очень плотная структура покрытия с малым числом дефектов, хорошая адгезия, высокопроизводительное распыление как металлических, так и диэлектрических мишеней, а также возможность получения стехиометрических покрытий [2, 3].

Магнетронные системы относятся к системам распыления диодного типа, в которых распыление материала происходит в результате бомбардировки поверхности мишени магнетрона ионами рабочего газа, образующимися в плазме аномального тлеющего разряда (рис.1). В этих устройствах электроны, эмиттируемые с мишени под дей-

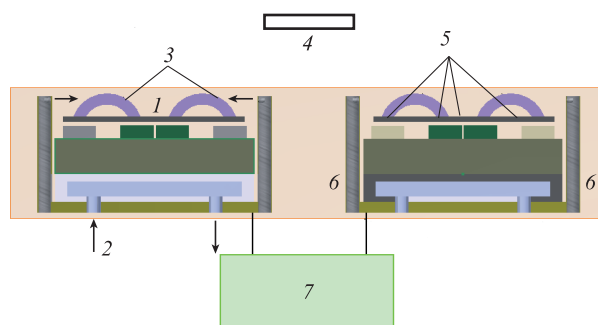


Рис.1. Конструктивная схема дуального магнетрона: 1 – мишень; 2 – система охлаждения; 3 – плазменный разряд; 4 – подложка; 5 – магнитная система; 6 – газовая система; 7 – источник питания магнетронов.

Н.Ф.Абрамов, О.Д.Вольпян, Ю.А.Обод. ОАО «НИИ «Полус» им. М.Ф.Степеля», Россия, 117342 Москва, ул. Введенского, 3, корп.1; e-mail: polus813isd@mail.ru
Р.В.Дронский. ООО «НПК ФОТРОН-АВТО», Россия, 117105 Москва, наб. Новоданиловская, 8

Поступила в редакцию 24 апреля 2013 г., после доработки – 9 августа 2013 г.

ствием ионной бомбардировки, захватываются магнитным полем и совершают сложное циклоидальное движение по замкнутым траекториям вблизи поверхности мишени. Это движение будет продолжаться до тех пор, пока не произойдет несколько ионизирующих столкновений с атомами рабочего газа, после которых электрон потеряет полученную от электрического поля энергию. Таким образом, большая часть энергии электрона расходуется на ионизацию и возбуждение, что приводит к возрастанию концентрации положительных ионов у поверхности мишени. Силовые линии магнитного поля замыкаются между полюсами магнитной системы.

На рис.1 изображена конструктивная схема дуально-го магнетрона, представляющего собой, по сути, два классических магнетрона, но с общим разрядным промежутком. В состав простейшего магнетрона входят дисковая мишень из необходимого для распыления материала и магнитная система. Также предусмотрены устройства водяного охлаждения, подачи газа и электропитания магнетронов. Подложка располагается параллельно магнетронам.

3. Технологические аспекты магнетронного распыления

Нанокompозитный материал на подложке получают одновременным осаждением на нее двух или более компонентов путем импульсного реактивного магнетронного распыления материалов, образующих композит. Для получения наноградиентной $1D_2$ композитной пленки в ней создается осевой градиент концентраций образующих ее компонентов. В разработанной установке используется система нескольких одновременно действующих магнетронов, оснащенная оптико-электронным контролирующим устройством. Положение подложки относительно магнетронов, а также мощности распыления каждого магнетрона определяют композитный наноградиентный состав тонкой пленки. Ниже описаны основные технологические процессы, повышающие производительность нанесения и качество градиентных покрытий для лазерных приборов.

Ионно-плазменная очистка подложек. Предварительная очистка поверхности подложки от загрязнений и оксидов имеет важное значение при нанесении покрытий. Несовершенства и загрязнения поверхности подложек изменяют условия конденсации атомов металлов и подвижность атомов, что сказывается на структуре пленки.

Среди классических методов очистки поверхности выделяют химические, гальванические и ионные. Из них только последние в полной мере удовлетворяют современным требованиям к качеству. В этом методе очистки ионный источник формирует направленный поток ионов инертного газа, ускоренных до высокой энергии. Они бомбардируют подложку, вызывая её распыление, и таким образом происходит ее очищение [3]. Адгезия при нанесении покрытия зависит от материала пленки, чистоты поверхности подложки, скорости осаждения и температуры подложки. Ионная очистка поверхности позволяет получать атомную чистоту поверхности, что обеспечивает улучшение адгезии между наносимым покрытием и подложкой, а также активизирует поверхность и способствует образованию центров роста.

Процесс предварительной очистки подложек бомбардировкой ионами кислорода (или любого другого рабо-

чего газа) проводится с помощью отдельно установленного ВЧ магнетрона очистки.

Ионно-плазменная очистка мишеней. Для стабилизации процесса напыления технологический цикл также включает в себя этап предварительной очистки мишеней от оксидных пленок плазмой собственного разряда магнетрона [4, 5]. Для того чтобы распыленный при этом материал не осаждался на подложки, используется специальная заслонка.

Ионно-плазменное ассистирование. Обеспечение эффективного окисления осажденного на подложку материала является одной из наиболее важных задач в получении высококачественных диэлектрических покрытий.

Разработанное устройство для окисления покрытия представляет собой автономный генератор ионов кислорода, являющийся по сути системой с одним магнетроном. Для электропитания используется импульсное СЧ или ВЧ напряжение. Задача этого магнетрона – поставлять активный кислород к подложке как во время, так и после работы основных магнетронов, распыляющих материал.

Процесс ионно-плазменного ассистирования позволяет улучшить механические свойства получаемых покрытий, в том числе твердость и стойкость к истиранию.

Лазерное ассистирование. Лазерное ассистирование применяют для того, чтобы инициировать и интенсифицировать физико-химические процессы, способствующие получению высоких функциональных характеристик покрытия (требуемый химический и фазовый состав, механическая, термостойкость и лучевая устойчивость и т.д.).

Используемое в установке устройство лазерного ассистирования состоит из лазерного прожектора на основе УФ твердотельного лазера, излучение которого направляется через окно камеры на подложки, и оптического устройства контроля лазерного пятна (видеокамера) и температуры подложек при лазерном воздействии. В прожектор входит устройство, обеспечивающие фокусирование излучения прожектора на подложку и его сканирование по ней.

Лазерное ассистирование способствует снижению шероховатости изготавливаемых магнетронным распылением металлических и диэлектрических пленок.

Нагрев подложек. Перед нанесением пленок подложки нагреваются ИК излучением. Эксперименты показали, что температура подложки значительно влияет на структуру осаждаемой пленки, прежде всего на ее однородность. Также нагрев подложки способствует увеличению адгезии покрытия.

4. Оборудование для нанесения наноградиентных покрытий

Рабочая камера установки и вакуумная система. Рабочая камера установки содержит полный набор устройств, необходимых для решения различных исследовательских и технологических задач. В набор входят четыре магнетронных источника, магнетрон для плазменной очистки подложек, генератор ионов кислорода, система оптико-электронного контроля *in situ*, система измерения спектральных характеристик покрытия и его физической толщины, механизм перемещения образцов.

В качестве рабочих газов используются аргон и кислород, которые могут подаваться независимо при контроле парциальных давлений. Поток газов независимо ав-

томатически контролируется трехканальными регуляторами расхода газов с запорными клапанами. Уменьшение давления в камере во время процесса способствует получению пленок высокой чистоты. Управление трехканальной прецизионной системой подачи газа производится в автоматическом режиме согласно технологической программе.

При нанесении за один цикл нескольких слоев различных материалов механизм автоматически устанавливает подложку напротив магнетрона из требуемого материала. Высота и смещение каждого магнетрона выбраны таким образом, чтобы обеспечить максимальные равномерность покрытия и скорость напыления.

Система контроля. С помощью спектровизора и лазерного толщиномера измеряются *in situ* толщина, показатель преломления, а также текущие спектральные характеристики покрытия. Поскольку скорость распыления поддерживается во время процесса постоянной, возможен также контроль по времени напыления. Разработанное программное обеспечение позволяет полностью контролировать основные параметры системы: рабочее давление, расход газа, разрядный ток, положение подложки и т. п., обеспечивая, таким образом, полностью автоматизированную (не требующую участия человека) технологию.

Система питания магнетронов. Различные варианты магнетронного метода давно применяются в оптических технологиях, при этом на магнетроны подается постоянное, переменное, импульсное СЧ или ВЧ напряжение. Питание магнетрона постоянным током, при котором на мишень подается отрицательный постоянный потенциал относительно камеры, используется сейчас все реже из-за большого числа недостатков, таких как возникновение дуг и микродуг, эффект «исчезновения анода» и низкая плотность плазмы у подложки при реактивных процессах. В случае СЧ источника питания, использованного в нашей установке, на магнетроны подается импульсное или переменное напряжение прямоугольной формы с частотой, изменяющейся в пределах 20–100 кГц.

Возможны два режима работы: униполярный и дуальный. Униполярный режим обладает практически теми же недостатками, что и при электропитании постоянным током, но в меньшей степени. При дуальном режиме поверхность стенок камеры не участвует в разряде, благодаря чему такой режим свободен от указанных выше недостатков. В итоге использование СЧ диапазона позволяет решить проблему «исчезающего анода», а в дуальном режиме увеличивается производительность, т. к. распыление материала происходит в оба полупериода. Питание магнетрона ВЧ напряжением используется для распыления диэлектрических мишеней.

Анализ систем питания магнетронов показывает, что использование дуальных магнетронов с СЧ питанием имеет подавляющие преимущества по наиболее важным для процесса параметрам [2,6]. Разработанная система питания позволяет изменять средний разрядный ток в плазме, скважность и частоту следования импульсов, а также осуществлять стабилизацию по току, напряжению или мощности магнетронного разряда. Этим достигается постоянная скорость распыления материала. Выходное напряжение блока питания магнетрона является доточным для того, чтобы гарантировать возникновение разряда в плазме во всем диапазоне рабочих давлений и его работу с любым типом мишеней и реактивных газов.

5. Результаты экспериментов

Для изготовления наногradientного покрытия использовался СЧ источник питания магнетронов, содержащих мишени из кремния и тантала. В покрытии низкорефракционным материалом является SiO_2 , а высокорефракционным – Ta_2O_5 . Расчетная заданная зависимость показателя преломления n наногradientного покрытия от его толщины d представлена на рис.2 [7]. В процессе распыления материалов исходные электрические и газовые режимы работы магнетронной распылительной системы не изменялись. Таким образом, требуемый профиль показателя преломления получался только в результате осуществления рассчитанного закона движения подложки.

На рис.3 приведены теоретическая и экспериментальная зависимости пропускания наногradientного покрытия от длины волны, которые практически полностью совпадают в области наибольшего пропускания.

На рис.4 приведены результаты измерения методом рентгеновской рефлектометрии, полученные в НИТУ «МИСиС», демонстрирующие соответствие теоретического и экспериментального профилей. Профиль плотности находится в диапазоне толщин 0–140 нм.

Испытания полученных покрытий показали их высокую устойчивость к жестким условиям эксплуатации, в

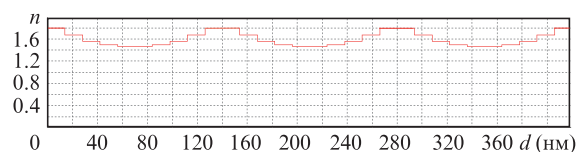


Рис.2. Зависимость показателя преломления наногradientного покрытия от его толщины.

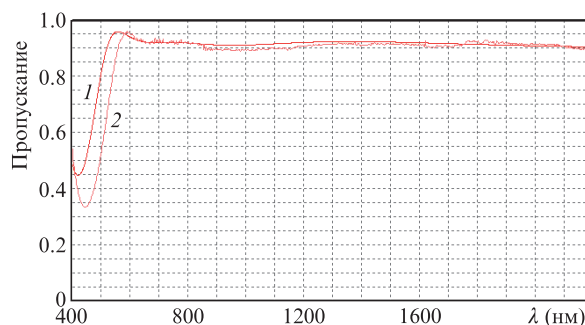


Рис.3. Теоретическая (1) и экспериментальная (2) зависимости пропускания наногradientного покрытия от длины волны.

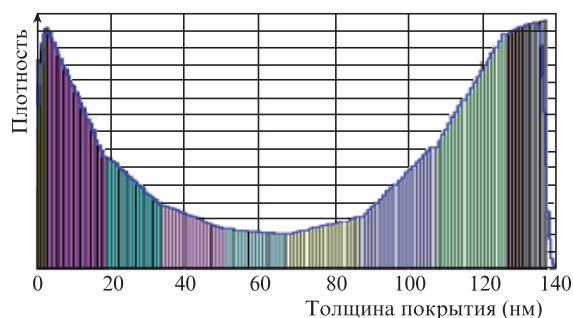


Рис.4. Экспериментальный профиль наногradientного покрытия, полученный методом рентгеновской рефлектометрии.

том числе к температурным, механическим, термоклиматическим и лучевым воздействиям.

Таким образом, использованный метод магнетронного распыления для получения наногradientных покрытий для лазерных приборов имеет значительные преимущества перед аналогичными методами нанесения сложных оптических покрытий. Разработанная автоматизированная установка магнетронного распыления является перспективной для нанесения уникальных наногradientных композитных покрытий. Высокая стабильность процесса, точный контроль параметров напыления и разработанное программное обеспечение позволяют получать покрытия высокого качества.

1. Вольпян О.Д. *Прикладная физика*, № 6, 47 (2012).
2. Вольпян О.Д., Кузьмичев А.И. *Прикладная физика*, №3, 34 (2008).
3. Кузьмичёв А.И. *Магнетронные распылительные системы. Кн. I. Введение в физику и технику магнетронного распыления* (Киев: Аверс, 2008).
4. Вольпян О.Д., Яковлев П.П., Мешков Б.Б., Обод Ю.А. *Оптич. журн.*, **68** (7), 36 (2001).
5. Вольпян О.Д., Обод Ю.А., Яковлев П.П. *Оптич. журн.*, **71** (7), 81 (2004).
6. Вольпян О.Д., Кузьмичёв А.И. *Электроника и связь*, № 2, 28 (2010).
7. Вольпян О.Д., Кузьмичёв А.И. *Отрицательное преломление волн. Введение в физику и технологию электромагнитных материалов* (Киев: Аверс, 2012).