

НАНЕСЕНИЕ ТОЛСТЫХ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ В ВАКУУМЕ. ТЕХНОЛОГИЯ И ОБОРУДОВАНИЕ. ЧАСТЬ II *



Для получения толстых диэлектрических покрытий с соблюдением рассмотренных в части I условий и принципов в ООО "ЭСТО-Вакуум" была разработана и изготовлена установка Caroline D 12 B1. Основное назначение установки – нанесение различных покрытий (декоративных, сверхтвердых, износостойких, коррозионно-стойких и т.п.) на металлические изделия (металлорежущий инструмент, термостойкие детали, элементы запорной арматуры и многое, многое другое). Это назначение и обусловило конструктивные особенности установки.

УСТАНОВКА ВАКУУМНОГО НАПЫЛЕНИЯ CAROLINE D 12 B1 Состав установки

Установка Caroline D 12 B1 состоит из вакуумного блока (вакуумная камера, система откачки, газовая система, барабан для крепления изделий) и стойки питания и управления (рис.3). В стойке питания и управления установкой сосредоточены блоки питания всех ее систем и управляющий компьютер, а также блок оборотного водоснабжения. Рассмотрим отдельные блоки установки.

Рабочая камера установки

Система Caroline D 12 B1 оснащена восемью магнетронными источниками напыления (рис.4). Размеры металлических мишеней – (440–100) × (6–15) мм. Магнетроны расположены попарно друг против друга. Это позволяет напылять покрытия одновременно с двух сторон изделия, что особенно важно при нанесении покрытий на изделия сложной формы. При необходимости очистить поверхность мишеней ионным распылением или установить нужный режим процесса реактивного напыления можно перекрывать любую пару магнетронов с помощью заслонки.

Эксперименты проводились с магнетронами с охлаждаемыми и не охлаждаемыми мишенями. В первых мишень охлаждалась через фольгу из нержавеющей стали толщиной 0,1 мм или припаивалась к охлаждаемому водой листу из нержавеющей стали толщиной 4 мм припоем ПОС с температурой плавления 160°C (фольгу и лист обязательно следует

* Часть I см.: ЭЛЕКТРОНИКА: НТБ, 2009, №3, с.66.

Е.Берлин, Л.Сейдман
berlin@esto-vacuum.ru, seidl@yandex.ru

обезгаживать до монтажа в камеру). Чтобы температура не охлаждаемых мишеней во время распыления была достаточно высокой, они с гарантированным зазором прижимались к листу из нержавеющей стали толщиной 4 мм, закрывающему канал охлаждающей воды.

Ионный источник длиной 400 мм, предназначенный для очистки поверхности изделий, и протяженные нагреватели в виде трубчатых электронагревателей с отражателями располагались на загрузочной двери (см. рисунок 3). Ионный источник создавал пучок ионов выбранного газа с током до 1 А. Два нагревателя мощностью 2,5 кВт каждый обеспечивали предварительный нагрев изделий до температуры ~300°C.

Изделия устанавливались на барабане с 20 позициями для тел вращения диаметром до 80 мм и с высотой рабочей зоны до 350 мм. Двухприводный механизм планетарного вращения изделий размещался на верхней крышке камеры. Основной системы привода типа "сцепленные шестерни" являлась большая шестерня, по которой обкатываются малые шестерни вертикальных позиций. Такая независимая двухприводная система вращения позволила не только одновременно вращать диск с изделиями и сами изделия вокруг своей оси, но и осуществлять "пошаговое" напыление, устанавливая один привод так, чтобы изделие оказывалось меж-



Рис.3. Установка Caroline D 12 B1

ду двумя оппозитными магнетронами, вращаясь вокруг собственной оси. В результате обеспечивалось равномерное покрытие изделия сложной формы и даже покрытие единичного изделия, что актуально при отработке технологии напыления на дорогостоящие изделия сложных геометрических форм.

Естественно, установка выполняет и "пошаговую" очистку изделий. Это существенно повышает эффективность очистки, так как изделие непрерывно находится в зоне действия ионного луча, а подаваемое одновременно напряжение смещения вытягивает ионы из вторичной плазмы ионного пучка источника и не оставляет необработанных "теневых зон" даже при обработке изделий сложной формы.

Вакуумная и газовая системы установки

Внешний вид базового модуля показан на рис.3. Для предварительной откачки камеры применен безмасляный спиральный форвакуумный насос со скоростью откачки от 4 до 16 л/с или двухступенчатый агрегат типа АВР-50 с механической ловушкой на "входе" типа RT-0150-NW40 компании Varian, который на 99% снижает поток паров масла в форвакуумный трубопровод. Для высоковакуумной откачки использовался криогенный насос типа Криоторр-8 с фланцем Ду-200. Его скорость откачки составляет 1500 л/с по азоту и 4000 л/с по парам воды. Предельный вакуум на описываемых установках (с обезгаженной камерой) не хуже $5 \cdot 10^{-4}$ Па.

В установке применена трехканальная система газонапуска, которая вместе с импульсными среднечастотными блоками питания магнетронов под управлением встроенного компьютера позволяет проводить реактивное магнетронное нанесение пленок химических соединений в требуемых режимах стабилизации реактивного процесса. В объем между каждой парой магнетронов через специальный газораспределитель может подаваться реактивный газ. Подачу газов в рабочую камеру к четырем парам магнетронов и к ионному источнику обеспечивает дополнительная система газонапуска, состоящая из пяти отдельных регуляторов расхода газа, каждый из которых подключен к своему газораспределителю или ионному источнику.

Источники напряжения питания магнетронных и ионных источников и напряжения смещения изделия

Установка Caroline D 12 В имеет четыре СЧ импульсных блока питания магнетронов мощностью 18 кВт каждый для обеспечения максимальной производительности установки (скорость нанесения покрытия на вращающийся барабан в зависимости от напыляемых металлов составляет 10–30 мкм/ч). В установке применены унифицированные импульсные СЧ ИП типа ELB-48/1000 [22], содержащие один или два инвертора и ключ-генератор паузы для магнетронов. Инверторы представляют собой унифицированные устройства с однотипными для всех инверторов панелями автономного управления и интерфейсами, средствами самодиагностики и формирова-

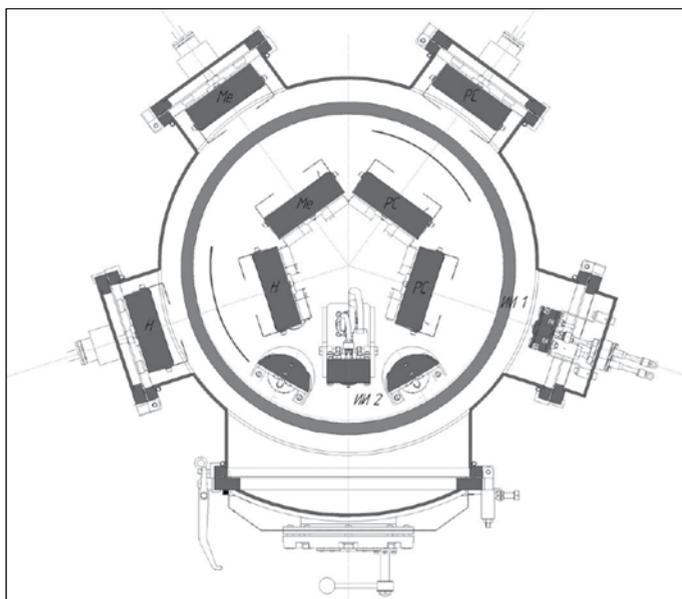


Рис.4. Рабочая камера установки Caroline D 12 В1

ния сигналов тревожной сигнализации. Точность регулирования любого (по выбору) выходного параметра – тока, напряжения или мощности – составляет $\pm 1\%$. Инверторы ИП магнетронных источников, кроме того, имеют встроенные устройства поджига разряда, которые одновременно с импульсами подают на магнетроны постоянное напряжение 1250 В. Инверторы преобразуют напряжение промышленной частоты (50 Гц) в регулируемое (ШИМ-управление) знакопеременное напряжение с частотой 35–50 кГц, которое затем повышается, выпрямляется и сглаживается. Блоки инверторов расположены в стойке управления установкой. Требуемое напряжение по кабелю подается на ключи-генераторы, которые расположены непосредственно вблизи электрических вводов в соответствующую вакуумную камеру.

Основной технологический эффект использования ключей – устранение условий возникновения пробоев вследствие формирования кратковременных пауз (прерываний) длительностью 2–10 мкс с частотой 20–100 кГц при подаче напряжения инвертора на магнетрон. В то же время при воз-

никновении случайного пробоя ключи-генераторы выполняют функцию дугогашения путем быстрого (2 мкс) отключения передачи питающего напряжения на магнетрон с регулируемой длительностью отключенного состояния (паузы). При скорости нарастания тока нагрузки более 1 А/мкс время отключения питающего напряжения составляет 50 мкс, а при превышении током нагрузки установленного значения тока защиты – 300 мкс. Это обеспечивает стабильность процессов нанесения диэлектрических пленок химических соединений (оксидов, нитридов, оксинитридов и т.п.). Энергия, передаваемая в нагрузку и выделяемая локально в пятне пробоя за время отключения ключа, не превышает 50–174 мДж в зависимости от применяемого ключа и начальных установок его уровней (до четырех) срабатывания защит.

В установке Caroline D 12 B1 можно также применять двухканальную импульсную систему питания ИВЭ-157-ДС с гальванически изолированными выходами и отрицательной полярностью выходных напряжений [23]. Система предназначена для питания дуальных магнетронов при синхронной встречно-параллельной работе входящих в нее каналов, а также для подачи напряжения "смещения подложки". Предусмотрена стабилизация одного из выходных параметров ИП: мощности в диапазоне 0,6–12 кВт, напряжения в диапазоне от -65 до -650 В или тока в диапазоне 0,8–30 А. Система ИВЭ-157-ДС представляет собой источник вторичного электропитания с бестрансформаторным сетевым входом, работающим на частоте преобразования 45–55 кГц. Она выполнена на сборках транзисторных конверторных ячеек, питаемых от сети через общий трехфазный помехоподавляющий сетевой ВЧ-фильтр. Это позволяет уменьшить электромагнитные помехи, которые поступают в питающую сеть. Конверторные ячейки управляются посредством двух модулей управления. Основное отличие этой системы от рассмотренных ранее импульсных СЧ ИП – преобразование напряжения с помощью 24 одинаковых модулей конверторов мощностью 1 кВт каждый, содержащих корректор коэффициента мощности. Выходное напряжение конверторов равно -650 В. Соединены они в блоке параллельно. Модули конверторов расположены в четырех силовых крейтах (модулях).

Четыре ключа-коммутатора, расположенные в крейтах управления системой, преобразуют постоянное напряжение -650 В в пульсирующее однополярное или биполярное напряжение с одновременной быстродействующей защитой, отключающей цепь питания нагрузки от модулей конверторов. Длительность рабочих импульсов в дуальном режиме может быть установлена равной 7–40 мкс.

Используемый метод непрерывного пропорционально-интегрально-дифференциального (ПИД) регулирования выходных параметров обеспечивает высокую длительную стабильность (0,1–2,5%), малый уровень пульсаций (0,2–3%) и широкий диапазон регулирования выходных параметров (5–100%).

Благодаря жесткой стабилизации режимов достигается высокая воспроизводимость технологических процессов.

Напряжение поджига, необходимое для надежного возникновения магнетронного разряда в дуальных магнетронах (от -1220 до -1270 В), формируется внешним блоком вольтодобавки. Как известно, сбой в работе магнетрона вызывает в первую очередь снижение напряжения разряда и лишь потом увеличение тока. Поэтому в установке Caroline D 12 B1 при падении напряжения срабатывает система дугозащиты. Полное время срабатывания дугозащиты не превышает 2 мкс с последующей паузой в 50 мкс, что приводит к полному подавлению микродуг. Паразитная энергия дугогашения не превышает 14 мДж. Предусмотрена дополнительная защита по максимуму тока разряда 116 А.

Таким образом, используемые в установке СЧ ИП обеспечивают электропитание дуальных магнетронных систем. Они способны формировать:

- униполярные, близкие к прямоугольным импульсы напряжения с длительностью 20 мкс и частотой 40/100 кГц;
- симметричные, близкие по форме к прямоугольным, импульсы напряжения длительностью 20 мкс, разделенные паузами в 5 мкс, для питания дуальных магнетронов. Таким образом, их период и частота составляют соответственно 50 мкс и 20 кГц;
- пакеты (5–200) униполярных импульсов напряжения. Полярность пакетов чередуется. Пауза между пакетами составляет 5 мкс. Это позволяет выполнять так называемое пакетное распыление.

В разработанной установке для достижения высоких значений адгезии и плотности покрытий обязательно электрическое смещение изделий. Для подачи смещения применен отдельный источник питания одного из описанных выше типов, вырабатывающий отрицательные импульсы частотой 100 кГц и мощностью до 1 кВт. Применение модуля защиты от пробоев позволяет избежать появления микродуг на барабане с изделиями.

Блок обратного водоснабжения

В задачи блока обратного водоснабжения входит:

- охлаждение всех элементов установки постоянным потоком чистого теплоносителя (дистиллированная вода, спирто-водяная смесь и т.п.), формируемого с помощью собственного насоса системы охлаждения установки;
- теплообмен теплоносителя установки с охлаждающей водой предприятия через теплообменник, не смешивая эти среды;
- обеспечение регулируемой температуры теплоносителя и отсутствия конденсата в рабочей камере установки при любых условиях эксплуатации.

Число таких блоков (от одного до трех) в установке определяется максимальной мощностью используемых в камере устройств. Благодаря применению этих блоков удается избе-

жать ржавчины и окисления технологических устройств при использовании систем оборотного водоснабжения предприятия. Блок оборотного водоснабжения существенно снижает потребление водопроводной воды предприятия, так как автоматика устанавливает минимально необходимый для отвода тепла поток. На стенках открытой вакуумной камеры установки, к которой не подключены линии горячего водоснабжения, не образуется конденсат. Эти линии на многих предприятиях демонтированы или вообще отсутствуют.

Гидроподъемник установки может поднимать крышку камеры с закрепленными на ней механизмами и (при необходимости) изделиями как отдельно, так и вместе с камерой в случае, если они "сцеплены" друг с другом с помощью струбцин. Вместе с крышкой камеры поднимается и шлейфодержатель, по которому на нее подается питание и охлаждающая вода или смесь.

Работа установки

Биполярное импульсное распыление

В установке Caroline D 12 B1 дуальные магнетроны расположены друг против друга (оппозитно) и подключены к одному биполярному среднечастотному источнику питания. Для получения окисных покрытий мишени циркония, кремния, титана, алюминия в большинстве случаев распылялись в среде смеси аргона и кислорода. Кроме того, были проведены

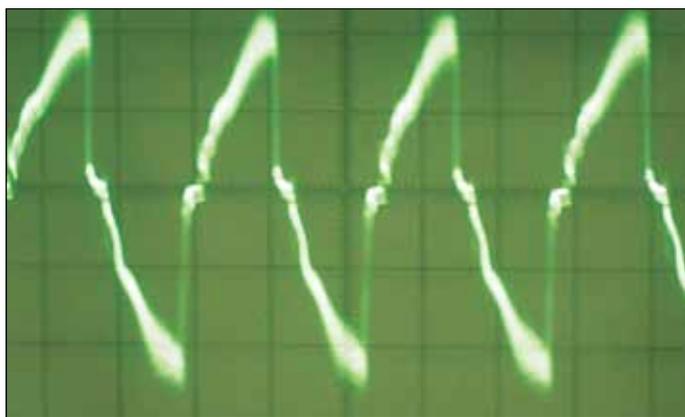


Рис.5. Эпюры биполярных импульсов тока

процессы нанесения покрытий из нитридов. В первых экспериментах с выхода ИП снимались симметричные биполярные прямоугольные импульсы. Это позволяло проводить реактивное распыление практически без пробоев и избегать проблемы "исчезающего анода".

При циркониевой мишени и токах разряда менее 20 А форма импульсов была близка к треугольной с выпуклой кривой нарастания тока (рис.5 и 6а). Это означает, что ток разряда приближался к результирующему (установившемуся) току, т.е. тому току, который был бы в разряде при значительно более длительном импульсе. При токе разряда более 20 А и неохлаждаемых

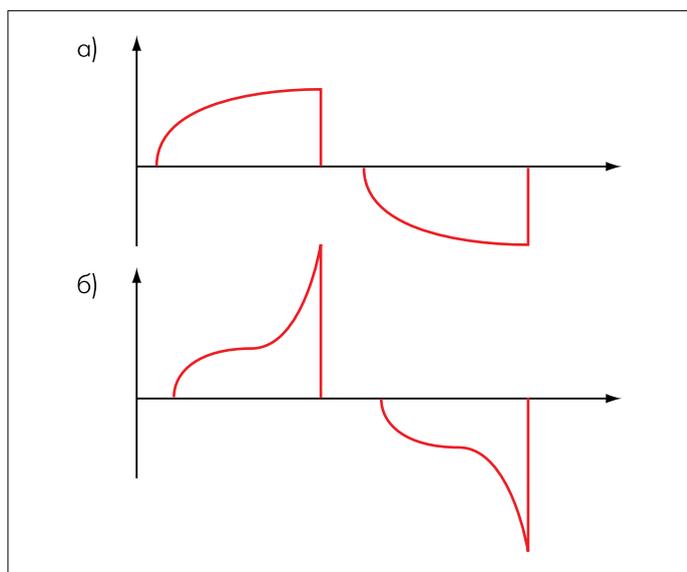


Рис.6. Эпюры биполярных импульсов тока при неохлаждаемых мишенях и токе разряда менее 20 А (а) и более 20 А (б)

мишенях эта выпуклая кривая становилась вогнутой (рис.6б). С прогревом неохлаждаемых мишеней, когда они уже светились оранжевым цветом, нарастание тока в импульсе по вогнутой кривой при токах разряда более 20 А проявлялось и усиливалось, т.е. происходило как бы самоускорение процесса ионизации. Это нарастание наблюдалось при разряде как в аргоне, так и в смеси газов. Возможно, причина такого нарастания – увеличение коэффициента вторичной электронной эмиссии в результате прогрева мишени. Из-за этого плотность плазмы повышалась, и результирующий (установившийся) ток разряда увеличивался. Одновременно возрастала и скорость достижения этого установившегося значения. Этим объясняется более резкое нарастание тока в конце импульса при горячих мишенях.

При охлаждаемых мишенях установившийся ток разряда был значительно меньше, чем при неохлаждаемых мишенях, из-за значительно меньшей вторичной электронной эмиссии. Поэтому амплитуда импульса тока, достигаемого за 20 мкс, меньше равновесного (установившегося) значения тока разряда с неохлаждаемыми мишенями, и ток в импульсе нарастает по выпуклой кривой (см. рисунок 6а).

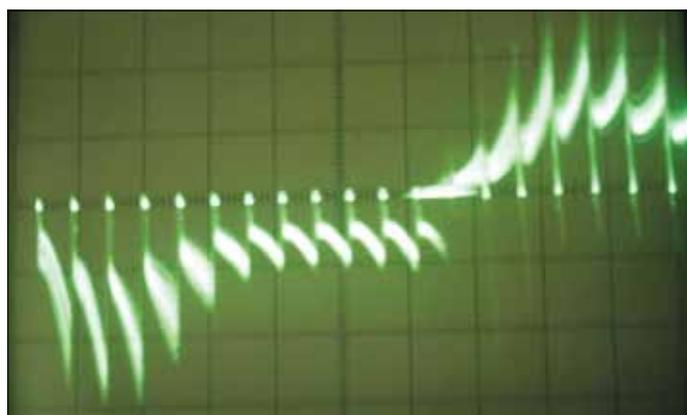


Рис.7. Эпюра импульсов тока при пакетном распылении

Пакетное импульсное распыление

Применение пакетного импульсного распыления сразу выявило его преимущества. В установке Caroline D 12 B1 использован следующий режим пакетного распыления: длительность импульса – 22 мкс, пауза между импульсами – 3 мкс, длительность пакета импульсов – 1,2 мс, пауза между пакетами – 5 мкс. Уже первые эксперименты на установке показали, что при биполярном распылении эффективность работы импульсных биполярных ИП невелика, поскольку форма импульсов далека от прямоугольной. При пакетном импульсном распылении описанный эффект заметно выражен только у первых импульсов пакета. В дальнейшем плазма не успевает рассеяться в паузе между униполярными импульсами и ток разряда нарастает быстрее даже без подачи поджигающего напряжения. Поэтому форма импульсов тока, кроме нескольких первых, трапецеидальная (рис.7), причем ток в конце импульса в два раза выше, чем в его начале.

Наращение степени ионизации в объеме между магнетронами и тока разряда во время подачи пакетных импульсов, как видно из рис.7, происходит в течение всего импульса и прерывается только по его окончании. Это говорит о том, что установившийся ток разряда значительно превышает значение тока в конце импульса. Характерно, что амплитуды начальных импульсов тока пакета больше, чем у последующих импульсов (см. рис.7), возможно из-за того, что во время предыдущего пакета мишень была анодом, и в результате на нее из другого магнетрона был нанесен излишний диэлектрик. После удаления этого излишнего диэлектрика первыми импульсами пакета амплитуда импульсов снижалась и далее не менялась. Это подтверждается и тем, что в первых импульсах скорость нарастания тока до возможного установившегося значения выше, чем в последующих. Кроме того, эксперимент показал, что превышение амплитуды первых импульсов амплитуды последующих тем меньше, чем больше давление аргона, что объясняется более быстрой очисткой поверхности мишени.

При использовании в магнетронах более сильных магнитов из сплава самарий-кобальт, окончания импульсов тока стали острее, и ток во время одиночного импульса нарастал быстрее. В этом случае плазма сильнее прижата к мишени, поэтому время диффузии ионов к другой мишени больше, соответственно больше запаздывание и больше крутизна нарастания тока. Равновесное значение тока существенно выросло. Средний ток разряда при новых магнитах резко увеличился с 4 до 24 А при напряжении 455 В. Значение тока разряда и форма токовых импульсов по-прежнему сильно зависели от давления аргона.

Средний ток разряда при пакетном (15 импульсов) распылении по сравнению с распылением одиночными импульсами вырос с 10 до 18 А при напряжении 400 В. Более длинный пакет (45 импульсов) длительностью 1,2 мс с паузой между пакетами 5 мкс вызвал увеличение среднего тока до 30 А при том же напряжении.

Процесс нанесения покрытия на установке Caroline D 12 B1

При распылении циркониевых и кремниевых мишеней импульсный СЧ ИП работал в режиме стабилизированного напряжения, при распылении ниобия и титана – в режиме стабилизированного тока. Покрытия наносили, распыляя неохлаждаемые металлические мишени в среде аргона и кислорода при токе разряда 24–25 А, близком к предельному для использованного ИП.

Если напряжение смещения подавалось до зажигания магнетронного разряда, он зажигался с трудом. Поэтому смещение включали, когда разряд в аргоне уже горел. Выключение смещения увеличивало ток разряда всего на 4%, т.е. слабо влияло на магнетронный разряд после его возникновения. Когда магнетронный разряд горел в аргоне при пониженном токе, равном 5 А, подача на подложку СЧ смещения 1300 В при токе 1,3 А (мощность 1,7 кВт) приводила к разогреву образца до температуры свечения. Стойки кассеты при этом светились ярче и были оранжевыми. В этом режиме проводили окончательную очистку поверхности изделий. Простой расчет показал, что скорость травления пленки, растущей в таком режиме, больше скорости осаждения этой пленки. Затем ток разряда увеличивали до номинального значения 24–25 А и на подложку наносили адгезионный слой распыляемого металла толщиной 0,1–0,5 мкм.

При добавлении в разряд кислорода, необходимого для проведения реактивного процесса, ток смещения на подложку быстро возрастал до 3 А. Объясняется это тем, что с появлением пленки окисла на нагретой подложке коэффициент вторичной эмиссии увеличивается. Так как выходная характеристика ИП падающая, то одновременно снижалась до 350 В и напряжение смещения (мощность 1,05 кВт). В этом режиме при подаче смещения скорости травления и осаждения пленки близки. Поэтому, чтобы не было заметного распыления растущей пленки, после запуска кислорода напряжение смещения снижали до 100–150 В.

Для нагрева подложки, окруженной экраном (неохлаждаемыми мишенями) с температурой 700°C, до 800°C по расчету необходима удельная мощность 12 кВт/м². На одной позиции осаждения устанавливаются подложки с площадью поверхности 0,03 м², поэтому необходимая мощность равна 0,36 кВт. Тогда при напряжении смещения 100 В ток смещения должен составлять 3,6 А. Таким образом, используемого источника смещения вполне достаточно, чтобы довести температуру подложки до 800°C.

После нанесения слоя окисла толщиной 100–150 мкм емкость образованного конденсатора с площадью поверхности 0,03 м² составляет не менее 0,077 мкФ. При частоте источника смещения 40 кГц и напряжении 100 В ток конденсатора будет равен 1,85 А. Это значит, что в течение большей части процесса нанесения можно поддерживать задан-

ную температуру нагрева и даже разогревать подложку заново после длительной паузы в напылении.

Эксперимент показал, что разогрев подложки только до начала осаждения слоя толщиной 150 мкм не обеспечивал требуемой его адгезии и термостойкости. Достаточная адгезия и термостойкость покрытия были получены при разогреве подложки током СЧ смещения, равном 3 А, в течение всего процесса нанесения покрытия.

Управление работой установки

Особенность установки Caroline D 12 В – ее полная автоматизация, за исключением лишь загрузки и выгрузки подложек. Компьютерное управление всеми системами установки позволяет проводить процессы нанесения пленок в режимах стабилизации:

- давления или потока напускаемых газов,
- тока ионного источника путем контроля расхода рабочего газа,
- тока магнетрона за счет контроля расхода реактивного газа при заданном напряжении,
- напряжения разряда контролем расхода реактивного газа при заданном токе разряда и т.п.

Полная автоматизация технологических процессов благодаря проведению серии повторяющихся процессов в запрограммированном режиме позволяет исключить "человеческий фактор", влияющий на воспроизводимость результатов технологических процессов, и сосредоточить внимание на ключевых проблемах технологии напыления слоев. Немаловажный фактор в современных условиях – снижение требований к квалификации оператора вакуумной установки и сокращение срока его обучения. В результате потребитель может проводить техпроцесс в автоматическом режиме с запоминанием его параметров с привязкой к текущему времени и созданием библиотеки технологических программ и т.д.

Экспериментальная эксплуатация установки Caroline D 12 B1 показала возможность получения высокой адгезии покрытий за счет предварительной, непосредственно перед нанесением покрытия, очистки поверхности изделий пучком ионов аргона с током 1 А и их термообработки в вакууме при температуре 800–900°C. Скорость нанесения диэлектрических покрытий в зависимости от их материала составляет 10–30 мкм/час. Установка позволяет наносить покрытия из диэлектрических материалов (окислов или нитридов) толщиной 2–150 мкм, достаточной для использования этих защитных покрытий в режущих инструментах и в изделиях, работающих в окислительной среде при высоких температурах.

ЛИТЕРАТУРА

22. <http://www.esto-vacuum.ru/invertors.htm>
23. <http://www.plazmateh.ru>