

КОНТРОЛЬ СОПРОТИВЛЕНИЯ ТОНКОПЛЕНОЧНОГО ПОКРЫТИЯ В РЕЖИМЕ РЕАЛЬНОГО ВРЕМЕНИ

А.П. Федюнин

fedyunin_42@mail.ru

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация

Аннотация

Одной из приоритетных задач при контроле технологического процесса по формированию тонкопленочного покрытия является его остановка при достижении заданного электрического сопротивления пленки. Рассмотрен контроль толщины проводящего покрытия через его электрическое сопротивление. По данному методу контроля предложена электрическая измерительная система, которая ориентирована на получение островковых наноразмерных структур и встраивается в подложкодержатель внутрикамерной оснастки. Проведены эксперименты по измерению текущего сопротивления тонкой пленки в процессе магнетронного распыления.

Ключевые слова

Контроль сопротивления, эллионные технологии, магнетронное распыление, термическое испарение, тонкие пленки, технологическая установка, аналого-цифровой преобразователь, островковые наноразмерные структуры

Поступила в редакцию 20.07.2017

© МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2017

В настоящее время все большее применение находят тонкопленочные покрытия, состоящие из островковых наноразмерных структур. Такие покрытия обычно получают методами эллионных технологий при сниженных скоростях осаждения с остановкой технологического процесса по достижении требуемой толщины пленки [1].

Методы определения толщины покрытий при их нанесении весьма разнообразны. В случае формирования островковых наноструктурированных пленок из проводящего материала на диэлектрическом основании надежным критерием окончания процесса является достижение пленкой необходимого электрического сопротивления, для чего в промышленности используют и электрические методы контроля технологических процессов [2].

От других методов получения тонкопленочных покрытий магнетронное распыление в вакууме отличается хорошей управляемостью, производительностью и высокой степенью адгезии пленки к подложке. В данной работе рассмотрен эксперимент по определению влияния объемных зарядов, образующихся в рабочей камере при магнетронном распылении, на измерительную систему установки при резистивном контроле наносимого покрытия.

Метод резистивного контроля формирования покрытия. Метод резистивного контроля нанесения тонких пленок основан на том, что по мере их утолщения в процессе роста их сопротивление уменьшается. Это позволяет контролировать сопротивление пленки непосредственно при ее нанесении.

При измерении сопротивления пленки (рис. 1) предварительно изготавливают контрольную подложку (свидетель) 1 из изоляционного материала, на которую наносят контактные площадки 2 из материала высокой проводимости. Затем подложку 1 устанавливают в рабочую камеру как можно ближе к рабочей подложке 3, чтобы при нанесении пленки обе подложки находились в одинаковых условиях. Пленку наносят на контрольную и рабочую подложки одновременно.

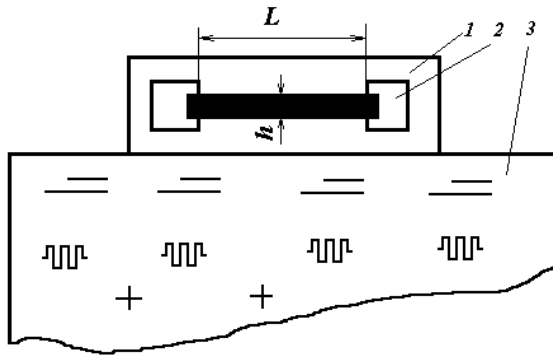


Рис. 1. Схема измерения резистивным методом:

L — длина пленки; h — ширина пленки

Погрешность измерения сопротивления при контроле таким методом составляет примерно $\pm 10\%$, определяется неравномерностью толщины пленки по поверхности и погрешностями средств измерения. Чувствительность метода составляет $1 \dots 5$ нм [3].

Недостатком метода является отсутствие точных данных об удельном сопротивлении пленки, которое может значительно отличаться от такового для объемного образца. Поэтому этот метод удобно использовать в тонкопленочной технологии, когда необходимо измерять не толщину пленки, а ее удельное сопротивление [2–4].

В работе предложена система измерения сопротивления пленки данным методом, проведены пробные технологические циклы по фиксированию сопротивления покрытия в процессе ее нанесения.

Аппаратная составляющая измерительной системы. Конструкция установки УВН-1М. Эксперименты проведены на установке вакуумного нанесения тонких пленок УВН-1М, сконструированной на кафедре «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана. В настоящее время установка проходит модернизацию, конечной целью которой является повышение степени ее автоматизации при нанесении островковых наноструктурированных покрытий.

Система автоматического управления установкой в каждом технологическом цикле каждую секунду фиксирует информацию, поступающую с датчиков установки. Эта информация описывает текущее состояние ключевых элементов технологической установки, например, частоту вращения вала турбомолекулярного насоса, показания вакууметров и сигнал о сопротивлении пленки.

Рабочая камера установки имеет цилиндрическую форму и с торцов закрыта фланцами. Нижний фланец представляет собой технологический модуль, определяющий метод формирования покрытия. Верхний фланец сочетает функции закрепления подложки, ее нагрева и защиты от окислов, выделяющихся с мишени при выходе на режим.

Конструкция подложкодержателя включает в себя систему, позволяющую фиксировать текущее сопротивление наносимой пленки. Контакт подложки с подложкодержателем обеспечивается электропроводящими прижимами из бериллиевой бронзы. Детали конструкции электрически изолированы друг от друга диэлектрическими элементами.

Измерительная схема. При проведении технологического процесса по нанесению тонких пленок в вакуумной камере возникают мощные потоки заряженных частиц, которые при попадании на щупы подложкодержателя неизбежно вызовут резкое возрастание силы тока в измерительной цепи. Эти наведенные заряды приведут к выходу из строя аттестованных дорогостоящих средств измерения, вследствие чего для данной работы применялась простая и недорогая система измерения.

Схема, с помощью которой измерялось сопротивление пленки, предусматривает использование аналого-цифрового преобразователя (АЦП) промышленного контроллера ADAM5510. АЦП необходим для формирования дискретного сигнала, пропорционального напряжению через формируемую пленку, и передачи его в систему управления. Погрешность такого преобразования составляет $\pm 1,5$ дискреты АЦП.

Измерительная схема (рис. 2) представляет собой делитель напряжения с резисторами R_1 и R_2 , которые подключены последовательно с наносимой пленкой.

При используемой комбинации номиналов резисторов зависимость выходного напряжения цепи U_{out} от сопротивления формируемой пленки R_f имеет вид

$$U_{out}(R_f) = \frac{U_{in}R_2}{R_1 + R_2 + R_f},$$

где U_{in} — входное напряжение цепи, $U_{in} = 24$ В; R_1 — сопротивление первого резистора, $R_1 = 50$ кОм; R_2 — сопротивление второго резистора, $R_2 = 30$ кОм.

На рис. 3 приведены зависимости выходного напряжения цепи от сопротивления пленки. Для упрощения математических расчетов отсутствие пленки (что соответствует бесконечно большому сопротивлению) заменено значением 10 МОм.

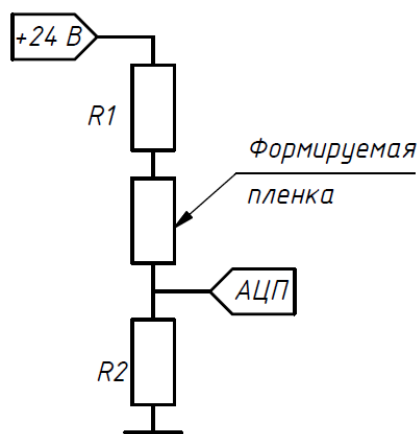


Рис. 2. Измерительная схема

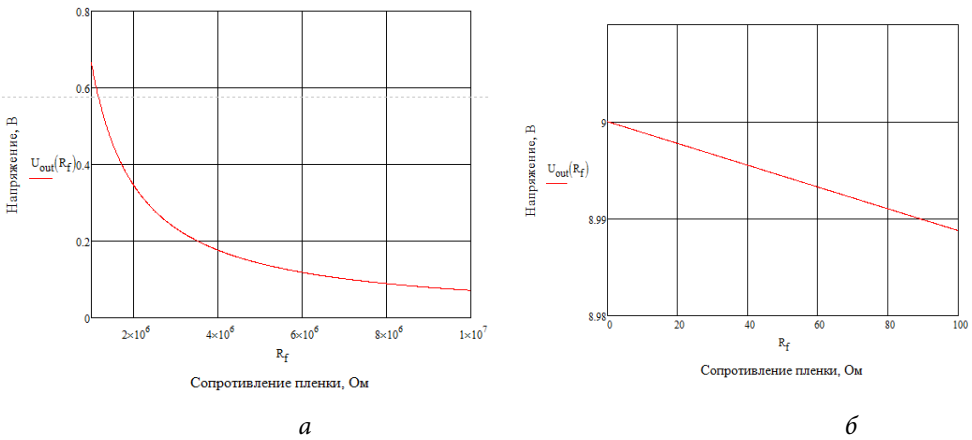


Рис. 3. Зависимости напряжения цепи от сопротивления пленки в различных интервалах R_f :

a — $1 \dots 10$ МОм; *б* — $0 \dots 100$ Ом

Определение зависимости выходного потенциального сигнала от сопротивления покрытия. *Подготовка к эксперименту.* В ходе пробных технологических циклов выявлено, что наиболее существенными факторами, влияющими на точность измерения сопротивления пленки в течение технологического процесса, являются:

- образование «теневого» зоны (рис. 4), где отсутствует контакт между наносимой пленкой и щупами измерительного устройства;
- попадание заряженных частиц, возникающих при магнетронном распылении, на щупы подложкодержателя.

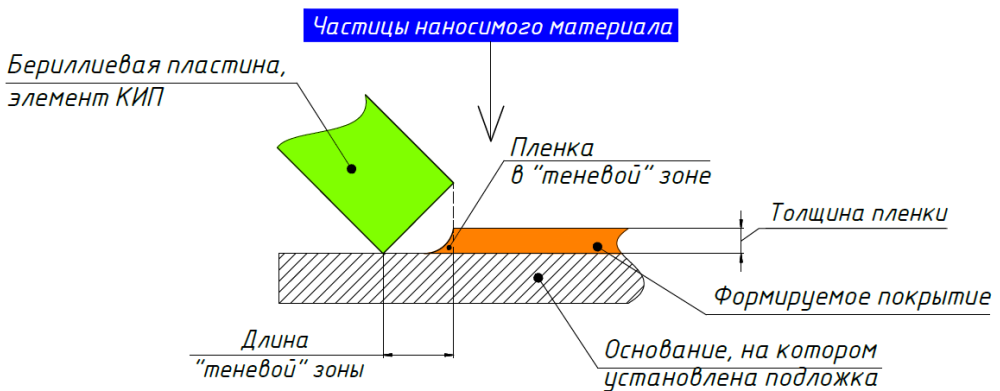


Рис. 4. Образование «теневого» зоны (КИП — контрольно-измерительный прибор)

Для борьбы с первым фактором применялись подложки с предварительно сформированными медными контактными площадками. При использовании таких подложек щупы измерительного устройства попадают на контактные площадки без образования разрывов в цепи. Степень влияния второго фактора изучена экспериментальным путем и рассмотрена далее.

Контактные площадки нанесены методом термического испарения на стеклянную подложку. Маскирование зазора между контактными площадками осуществлялось прижатием к подложке стеклянной пластины. Внешний вид полученных образцов показан на рис. 5.

Промежуточная обработка экспериментальных данных. Для проверки соответствия значений выходных потенциальных сигналов, получаемых в теории и на практике, выполнено измерение фактического падения напряжения на медной пленке в процессе ее нанесения.

Контроль проводили по разностям потенциалов (рис. 6) между землей (точка O) и точкой A — U_{AO} , а также между землей и точкой B — U_{BO} . Точки A и B расположены соответственно до и после формируемой пленки. АЦП в текущем эксперименте не использовали.

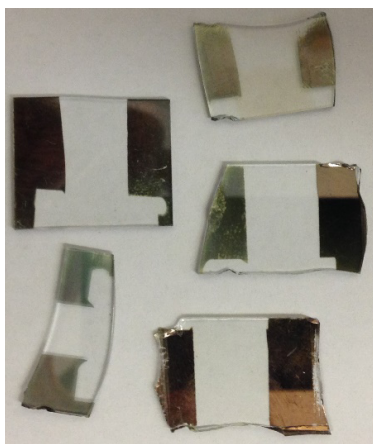


Рис. 5. Внешний вид образцов

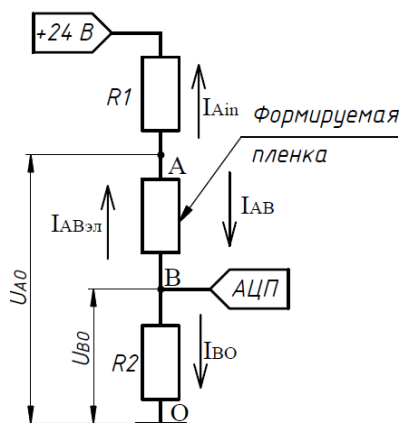


Рис. 6. Схема измерения напряжения

Так как рассматриваются токи в металлической пленке, в качестве правила знаков для определения направления токов принято движение электронов. Иными словами, токи протекают от минуса к плюсу, как показано на рис. 6, а не наоборот, как принято в электротехнике.

В целях соотнесения падения напряжений с сопротивлением пленки проведена интерполяция значений R_f по времени для двух точек (рис. 7), соответствующих началу эксперимента ($R_f = 10$ МОм) и его окончанию ($R_f = 1,65$ кОм).

Интерполяция была использована вследствие невозможности измерять вручную фактическое сопротивление покрытия при распылении. Несмотря на то, что интерполяция является недостаточно точной, она позволяет определить приблизительный вид полученной кривой.

По экспериментальным данным построены графики зависимости напряжения от времени (рис. 8). В первый момент времени напряжения U_{AO} и U_{BO} при выключенном магнетроне составляли соответственно +24 и 0 В. При включении магнетрона наблюдалось появление отрицательных потенциалов на щупах, что свидетельствует о присутствии достаточно высокоэнергетических электронов в зоне формирования пленки.

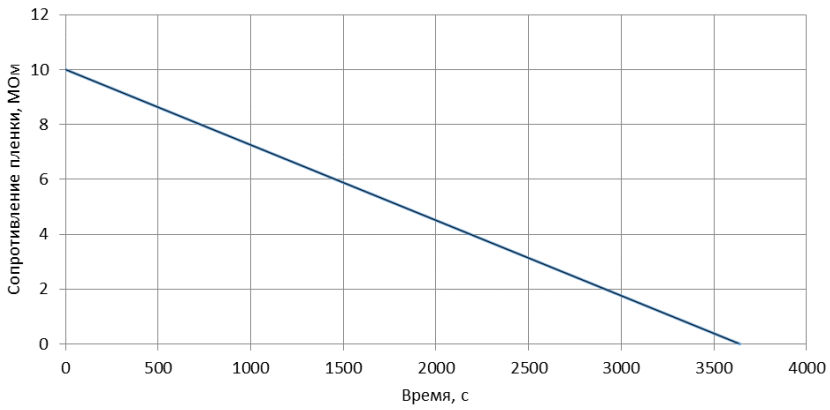
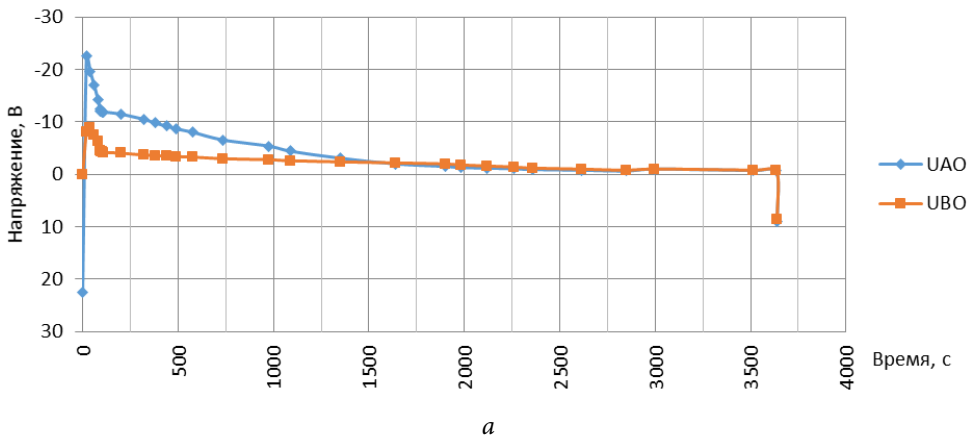
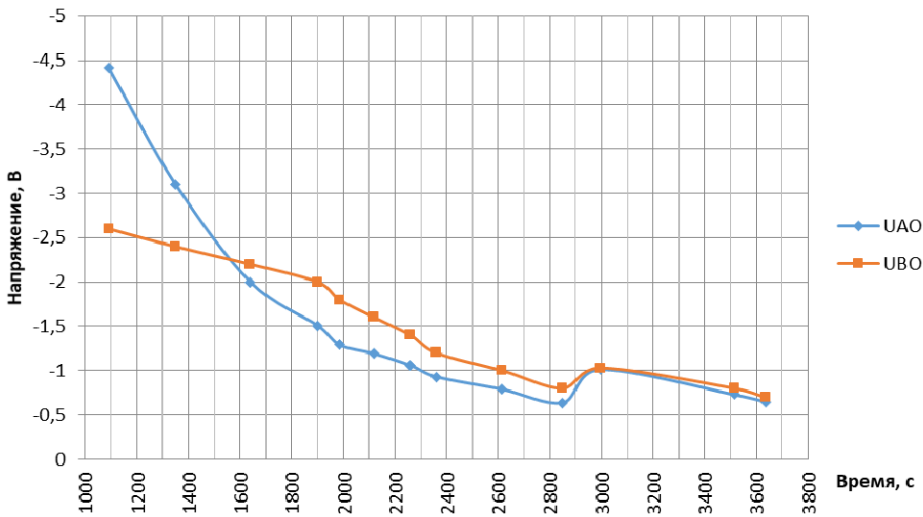


Рис. 7. Интерполяция сопротивления пленки



а



б

Рис. 8. Экспериментальная зависимость напряжений U_{AO} и U_{BO} от времени (а) и ее укрупненный фрагмент (б)

Как видно из графиков, напряжение U_{BO} , которое в теоретической модели имело лишь положительный знак, фактически имеет только отрицательные значения. Это свидетельствует о большом отрицательном потенциале, наводимом заряженными частицами на щупы измерительной системы. При этом нельзя отрицать наличие в рабочей камере и положительно заряженных частиц. Наводимый отрицательный потенциал в 2 раза превосходит положительный, подаваемый на вход измерительной цепи, поэтому необходимо разработать новую модель, учитывающую наличие наведенных зарядов.

Полученные данные о разности потенциалов на резисторах позволяют оценить электронные токи, наводимые на щупы измерительной системы (рис. 9).

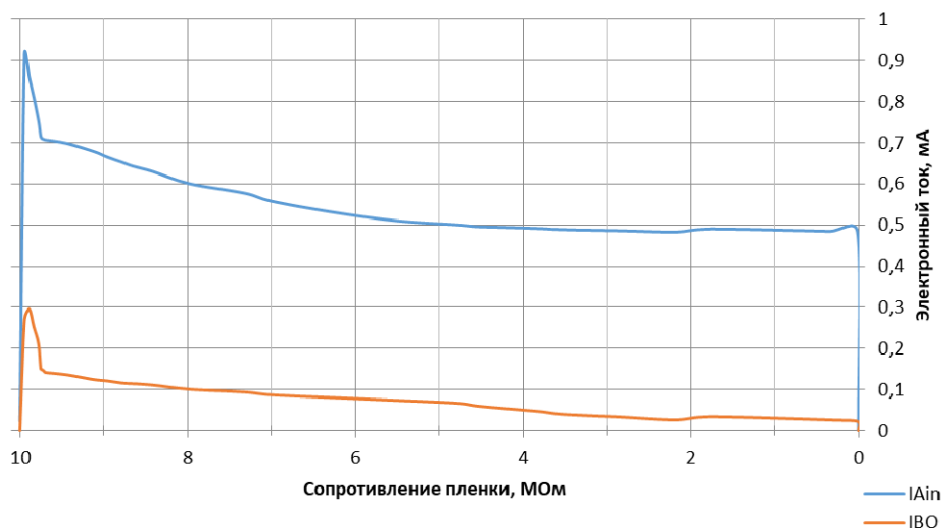


Рис. 9. Зависимость электронных токов I_{Ain} и I_{BO} от сопротивления пленки

Согласно рис. 9 и правилу знаков на рис. 6, на разных щупах направления электронных токов противоположны. При этом на проводящую пластину в точке A наводится больший заряд, чем в точке B .

Кроме того, стало возможным оценить поток электронов, попадающих в точки A и B , в зависимости от сопротивления пленки (рис. 10).

Различия в значениях потоков могут быть объяснены наличием в точке A в начальный момент времени положительного потенциала и несимметричностью расположения щупов.

Влияние магнетронного распыления на измерительную систему. Для построения новой математической модели зависимости выходного напряжения от текущего сопротивления пленки можно применить два подхода. Первый основан на сугубо теоретическом изучении вопроса: в рамках этого подхода необходимо рассчитать количество отрицательно заряженных частиц, падающих на оба электрода (число частиц будет разным, так как потенциалы электродов неодинаковые), причем это число частиц по мере образования пленки будет меняться.

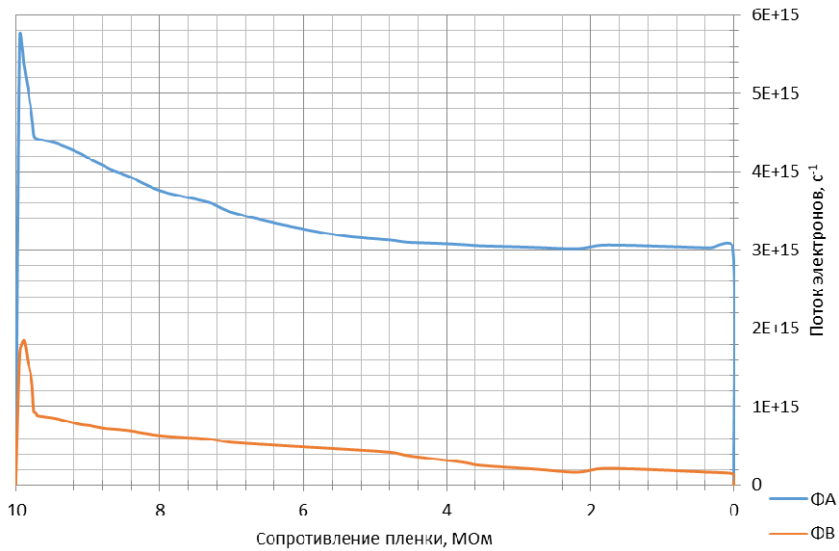


Рис. 10. Зависимость падающих на щупы потоков электронов Φ_A и Φ_B от сопротивления пленки

Второй подход представляет собой построение полиномиальной регрессии указанной зависимости по полученным экспериментальным данным. Преимущество такого подхода заключается в отсутствии необходимости учитывать все возникающие факторы при нанесении тонкой пленки.

С помощью вычислительных программных пакетов определено уравнение регрессии четвертой степени:

$$U_{out} = -9 \cdot 10^{-27} \cdot R_f^4 + 2 \cdot 10^{-19} \cdot R_f^3 - 9 \cdot 10^{-13} \cdot R_f^2 + 2 \cdot 10^{-6} \cdot R_f - 1,08.$$

На рис. 11 график уравнения регрессии соотнесен с экспериментальными результатами.

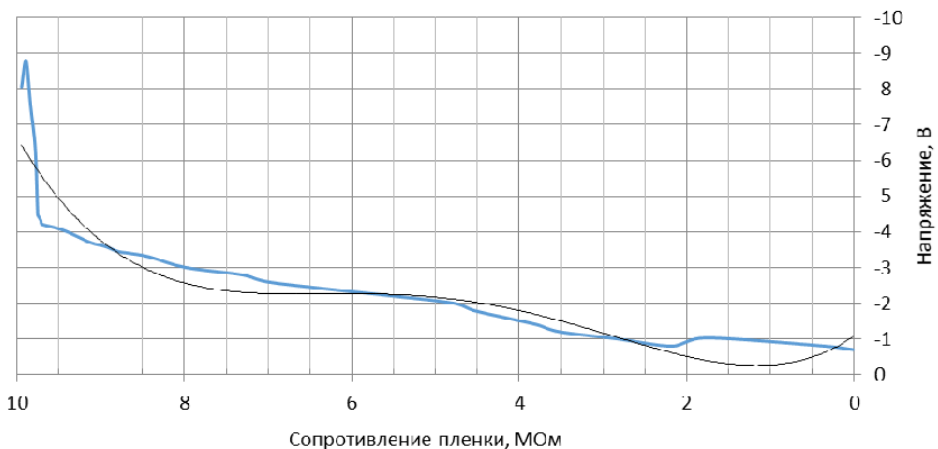


Рис. 11. Зависимость напряжения от сопротивления пленки, полученная при моделировании (черная кривая) и эксперименте (синяя кривая)

Модель проверена на работоспособность путем точечной оценки коэффициента детерминации. Коэффициент детерминации R характеризует точностные свойства регрессионной модели, изменяясь в пределах $0 \dots 1$ [4]:

$$R^2 = 0,8334$$

Такое значение коэффициента детерминации соответствует достаточно точному соответствию результатов, предсказываемых моделью, действительности.

Обсуждение результатов и выводы. Эксперименты показали, что в процессе магнетронного распыления в рабочей камере вблизи подложки в потоке молекул меди присутствуют электроны, причем их плотность достаточно высока. Электроны вызывают существенные погрешности в измерении сопротивления и интерпретации результатов. Экспериментальные данные позволили определить зависимость выходного потенциального сигнала, получаемого контроллером установки, от текущего сопротивления пленки.

Причины различия результатов теоретической модели и эксперимента могут заключаться в следующем. Суть метода магнетронного распыления состоит в ионизации атомов инертного газа в электронной ловушке. Затем положительно заряженные ионы газа бомбардируют мишень с распыляемым материалом, атомы материала из-за бомбардировки приобретают кинетическую энергию и осаждаются на подложке. Вероятно, часть заряженных частиц имеет энергию, достаточную для преодоления сил электромагнитного поля ловушки и попадания на щупы измерительной системы.

Кроме того, возможным неосновным источником отрицательных зарядов, наводимых на щупы подложкодержателя, является вторичная электронная эмиссия, проявляющаяся при бомбардировке подложки и подложкодержателя атомами меди с высокой кинетической энергией. Далее эти электроны вместе с электронами из потока атомов меди от мишени попадают на щупы подложкодержателя и вызывают электронные токи в измерительной цепи.

Для получения более полного представления происходящего в рабочей камере при магнетронном распылении необходимо провести дополнительные эксперименты. В первую очередь речь идет о снятии нескольких кривых зависимости выходного напряжения от сопротивления пленки, так как проведенная интерполяция по двум точкам недостаточно точна. Иными словами, следует одновременно выполнять замеры напряжения и сопротивления пленки, не напуская атмосферу в камеру.

Далее в целях борьбы с наводимыми зарядами в области щупов измерительной системы следует провести эксперимент с доработанной вакуумной технологической оснасткой. Доработка должна заключаться во внедрении в рабочую камеру электрода, на который будет подаваться высокий положительный потенциал. Создаваемое этим электродом электрическое поле будет притягивать к себе возникающие при магнетронном распылении заряды.

Также рассматривается монтаж на камеру системы магнитов, создающих магнитное поле. При нанесении тонкой пленки магнетронным распылением

вследствие действия магнитного поля на заряженные частицы они будут отклоняться к стенкам камеры, перестанут интенсивно бомбардировать щупы подложкодержателя и прекратят наводить помехи на систему измерения. Преимуществом такого способа является перехват магнитным полем как отрицательно, так и положительно заряженных частиц.

Литература

- [1] Сидорова С.В., Юрченко П.И. Формирование островковых наноструктур в вакууме. *Наука и образование. Научное издание*, 2011, № 10.
URL: <http://old.technomag.edu.ru/doc/259672.html>.
- [2] Булан Д.И. Сравнительный анализ и методы измерения толщины оптического покрытия в процессе нанесения. *Материалы X Республиканской научно-практической конференции молодых ученых и студентов БНТУ*.
URL: <https://rep.bntu.by/bitstream/handle/data/10167/%D0%A1.%20103-04.pdf?sequence=1&isAllowed=y> (дата обращения 30.06.2017).
- [3] Бхушан Б., ред. *Справочник Шпрингера по нанотехнологиям*. В 3 т. Т. 1. Москва, Техносфера, 2010, 590 с.
- [4] Маркелов Г.Е. *Регрессионные модели*. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2010. 1 электрон. опт. диск (CD-R). ФГУП «Информрегистр» № 0321000570.

Федюнин Артем Павлович — студент кафедры «Электронные технологии в машиностроении», МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация.

Научный руководитель — В.Т. Рябов, канд. техн. наук, доцент кафедры «Электронные технологии в машиностроении», МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация.

MONITORING RESISTANCE OF A THIN-FILM COATING IN REAL TIME

A.P. Fedyunin

fedyunin_42@mail.ru

Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation

Abstract

One of the priority problems in controlling manufacturing processes of forming thin-film coatings is stopping the process when the electrical resistance of the film reaches a preset value. The study deals with controlling the thickness of a conductive coating by means of its electrical resistance. We suggest an electric measuring system for implementing this control technique, which is aimed at obtaining nanoscale island structures and may be built into the substrate holder of the chamber hardware. We conducted experiments in measuring actual resistance of a thin film during the process of magnetron sputter deposition.

Keywords

Resistance monitoring, electron and ion beam technologies, magnetron sputter deposition, evaporation, thin films, processing station, analog-to-digital convertor, nanoscale island structures

© Bauman Moscow State Technical University, 2017

References

- [1] Sidorova S.V., Yurchenko P.I. Islet nanostructures formation in vacuum. *Nauka i obrazovanie: nauchnoe izdanie* [Science and Education: Scientific Publication], 2011, no. 10. Available at: <http://old.technomag.edu.ru/doc/259672.html>.
- [2] Bulan D.I. Sravnitel'nyy analiz i metody izmereniya tolshchiny opticheskogo pokrytiya v protsesse naneseniya [Comparative analysis and measurement technique for measuring thickness of optical coating in process of its depositing]. *Materialy X Respublikanskoj nauchno-prakticheskoy konferentsii molodykh uchenykh i studentov BNTU* [Proc. X Republic Sci.-Practice Conf. of Young Scientists and Students]. Available at: <https://rep.bntu.by/bitstream/handle/data/10167/%D0%A1.%20103-04.pdf?sequence=1&isAllowed=y> (accessed 30 June 2017).
- [3] Bhushan B., ed. Springer handbook of nanotechnology. Springer, 2010, 1964 p. (Russ. ed.: Spravochnik Shpringera po nanotekhnologiyam. V 3 t. T. 1. Moscow, Tekhnosfera publ., 2010, 590 p.).
- [4] Markelov G.E. Regressionnyye modeli [Regression models]. Moscow, Bauman MSTU, 2010. 1 CD-R. FGUP «Informregistr» № 0321000570.

Fedyunin A.P. — student, Department of Electron Beam Technologies in Mechanical Engineering, Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation.

Scientific advisor — V.T. Ryabov, Cand. Sc. (Eng.), Assoc. Professor, Department of Electron Beam Technologies in Mechanical Engineering, Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation.