

REACTIVE MAGNETRON SPUTTERING OF THE ALUMINIUM OXIDE COATING

Jan Dušek

Master Degree Programme (5), FEEC BUT

E-mail: xdusek19@stud.feec.vutbr.cz

Supervised by: Tomáš Fořt

E-mail: fortt@isibrno.cz

Abstract: This contribution deals with design, check and test of deposition parameters for new installed aluminium target. In addition of individual parts of deposition process and hysteresis of sputtering thin films of Al_2O_3 was verified. This made it possible to determine borders of reactive and metallic mode. The designed borders were created technological window for sputtering Al_2O_3 films. The sputtered thin films are tested on mechanical, optical properties and adhesion.

Keywords: Reactive magnetron sputtering, pulse sputtering, aluminium oxide coating

1. ÚVOD

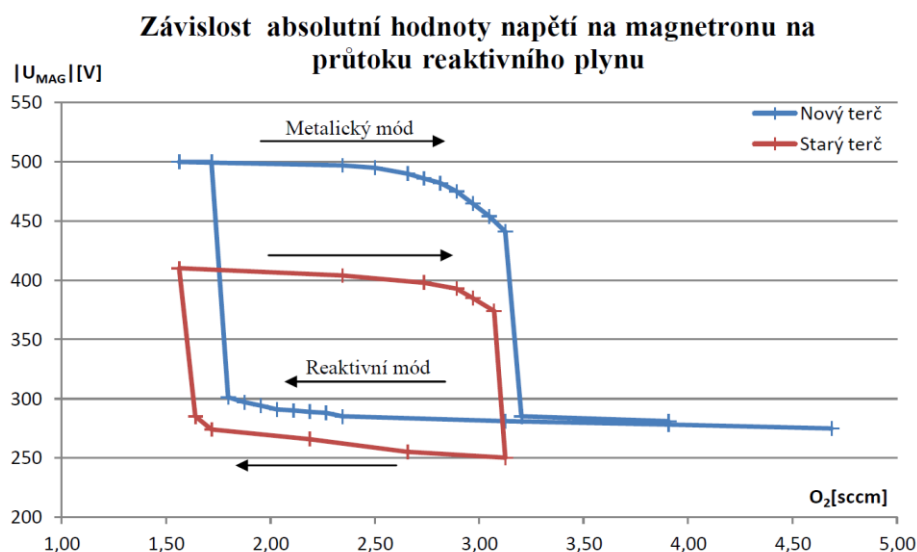
Reaktivní magnetronové naprašování je fyzikální a chemický proces, při kterém je do komory aparatury připouštěn pracovní a reaktivní plyn. Tento reaktivní plyn reaguje s materiálem terče a vytvoří na jeho povrchu sloučeninu požadovaného typu. Tato sloučenina je odprašována z povrchu terče na stolek se vzorky. Díky tomu je možné vytvářet unikátní vrstvy, které se v přírodě nevyskytují. Návrh, ověření a realizace naprašování vrstev Al_2O_3 byla provedena pomocí aparatury PLS160. Vrstva Al_2O_3 byla deponována z nového hliníkového terče za připouštění kyslíku. Dále byla zjištěna odpovídající oblast na hysterezní křivce, která odpovídá reaktivnímu módu. Kromě stechiometrických vrstev Al_2O_3 byl proveden i test pro depozici s nízkým průtokem kyslíku. Díky tomu byly vytvořeny vrstvy hliníku a nestechiometrického Al_2O_3 . Vrstvy vytvořené v reaktivním módu byly podrobeny testům pro optické, mechanické vlastnosti a adhezi.

2. PULZNÍ REAKTIVNÍ MAGNETRONOVÉ NAPRAŠOVÁNÍ

V procesu magnetronového naprašování je nutné vyčerpát komoru aparatury na úroveň vakua. Poté je připouštěn pomocí průtokoměru pracovní plyn (argon). Tlak v komoře se udržuje od 0,1 Pa do 2 Pa. Pomocí tlakové špičky a záporného napětí na magnetronu je zapálen doutnavý výboj. Díky tomuto výboji začne docházet k ionizaci pracovního plynu. Kladné ionty jsou přitahovány k magnetronu, na kterém je připevněn terč. Elektrony jsou ovlivněny Lorentzovou silou tak, že pohybem po spirálách zvyšují pravděpodobnost ionizace. Po nárazu ionizované částice plynu do terče se uvolní atomy materiálu z povrchu terče. Vyražené atomy se deponují na stolku s vzorky a vnitřním povrchu aparatury. Pulzní reaktivní magnetronové naprašování rozšiřuje magnetronové naprašování. Hlavním rozdílem v procesu pulzního naprašování je připouštění reaktivního plynu (například: kyslík). Během depozice dochází k chemické reakci plynu na povrchu terče a vytvoření sloučenin, jako jsou například oxidy. Ty jsou odprašovány z povrchu terče. Pulzní naprašování se tedy používá zejména k vytváření nevodivých vrstev. Během doby jednoho pulzu na terči vzniká dielektrická vrstva, která je rozprašována. Poté dojde k otočení polarit pulzu a vybití náboje zachyceného v dielektrické vrstvě. Doba deponování vrstvy se tedy nastavuje pomocí střídý.

3. OVĚŘENÍ A STANOVENÍ HYSTEREZNÍ ZÁVISLOSTI

Pro realizaci vrstev Al_2O_3 byla navržena struktura procesu skládající se z čištění podložek, čištění terče, předprašování a naprašování. Jednotlivé kroky a parametry depozičního procesu byly ověřeny a zaznamenány. Pro čištění podložek byl použit vysokofrekvenční generátor Cesar, který byl připojen na stůl s výkonem 20 W a průtoku argonu 30 sccm po dobu 4 minut. Čištění terče bylo realizováno pomocí pulzního generátoru Pinnacle Plus připojeného k terči s výkonem 300W, frekvencí 150 kHz, dobou vybití terče 1 μs po dobu 2 minut za při 10 sccm argonu. Během předprašování bylo do aparatury kromě argonu připouštěno 12 sccm kyslíku, při kterém došlo k otrávení terče. Průtok kyslíku byl dále snížen až k hranici před skokem do metalického módu. V posledním kroku depozice byla otevřena clona a došlo k rozprašování vrstvy z terče. Během hledání optimální oblasti pro naprašování vrstev Al_2O_3 byla proměřena celá hysterezní křivka. Díky tomu bylo možné porovnat procesní parametry starého a nového terče (viz Obrázek 1).



Obrázek 1: Hysterezní závislost absolutní hodnoty napětí na magnetronu na průtoku reaktivního plynu

Z hysterezní křivky pro nový terč je patrný posun v ose napětí pro reaktivní mód a výrazný posun napětí pro metalický mód. Ze závislosti je dále patrný posun hysterezní křivky směrem k vyšším průtokům reaktivního plynu. Kromě zjištěného posunu hysterezní křivky byly vytvořeny vrstvy v reaktivním (Al_2O_3 stechiometrický) a kovovém módu (hliník a Al_2O_3 nestechiometrický).

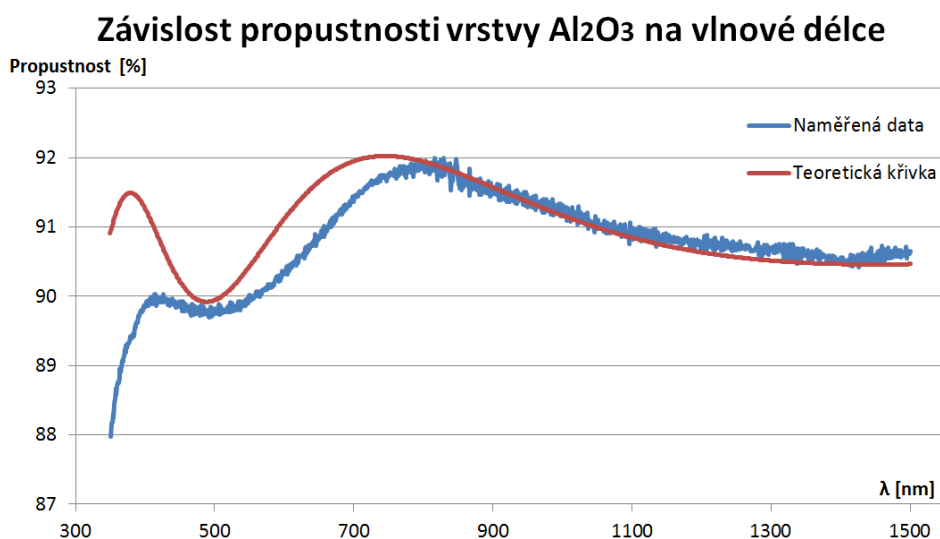
4. TECHNOLOGICKÉ OKNO NOVÉHO TERČE

Díky ověření hysterezní křivky v procesu reaktivního naprašování vrstev Al_2O_3 bylo možné předběžně určit oblast pro naprašování stechiometrických vrstev Al_2O_3 . Tato oblast se nachází v části reaktivního módu velice blízko před skokem do kovového módu. Pro testování byly zvoleny 15 minutové depozice v rozmezí napětí 255 V – 295 V a průtoku kyslíku 1,95 sccm – 10 sccm. Během vyhodnocování výsledků bylo zjištěno, že se s rostoucí tloušťkou začne docházet k loupání vrstev při vysokém průtoku kyslíku. Pro vrstvy o tloušťce kolem 230 nm bylo možné použít rozmezí napětí na magnetronu 275 V – 295 V a průtoku kyslíku 1,95 – 4 sccm. Doba depozice se pohybovala v rozmezí 48 – 68 minut (depoziční rychlost od 3,38 nm/min do 4,8 nm/min).

5. TESTOVÁNÍ VRSTEV Al_2O_3

Pro testování stechiometrických vrstev Al_2O_3 byl zvolen test mechanických vlastností, zejména tvrdosti a modulu pružnosti. Dále adhezi měřenou pomocí scratchtestu. Tyto vlastnosti jsou testovány, ale výsledky zatím nejsou k dispozici. Z optických vlastností je testována propustnost ve

viditelném a infračerveném spektru. Na obrázku níže je možné vidět naměřenou a teoretickou charakteristiku propustnosti vrstvy Al_2O_3 v závislosti na vlnové délce. Naměřený průběh je pro depoziční podmínky napětí na magnetronu 294V a průtok kyslíku kolem 1,95 sccm. Propustnost (viz **Obrázek 2**) byla měřena pomocí spektrofotometru Varian Cary 5E.



Obrázek 2: Závislost propustnosti vrstvy Al_2O_3 na vlnové délce

Ze závislosti propustnosti na vlnové délce lze odečíst propustnost v infračerveném spektru, která se pohybuje kolem 91 %, ve viditelném spektru od 90 % do 92%. Dále je viditelný rozdíl v maximální propustnosti při vlnové délce: $\lambda = 750$ nm. Toto maximum odpovídá teoretické tloušťce vrstvy kolem 240 nm až 250 nm. Tloušťka měřená pomocí profilometru Talystep byla 233 nm.

6. ZÁVĚR

V uvedeném článku byla stručně popsána problematika pulzního reaktivního magnetronového naprašování. Dále byly navrženy a ověřeny parametry pro depozice tenkých vrstev Al_2O_3 spolu s hysterezní křivkou. Z této hysterezní závislosti bylo stanoveno technologické okno. V tomto technologickém okně byly provedeny depozice vrstev Al_2O_3 na vzorky skla a křemíku. Tyto vzorky byly dále podrobeny optickým testům, při kterých byla zjištěna propustnost kolem 91 % - 92 %. Kromě testu propustnosti byly provedeny také testy mechanických vlastností a adheze. Výsledky zbylých měření nejsou v současné době dostupné, protože probíhá jejich zpracování.

REFERENCES

- [1] SPROUL, W. D. Reactive direct current magnetron sputtering of aluminum oxide coatings. *Journal of Vacuum Science* [online]. 13(3), s. 1188- [cit. 2016-03-10]. DOI: 10.1116/1.579859. ISSN 07342101. Dostupné z: <http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvsta/13/3/10.1116/1.579859>
- [2] KELLY, P. J. a R. D. ARNELL. Control of the structure and properties of aluminum oxide coatings deposited by pulsed magnetron sputtering. *Journal of Vacuum Science* [online]. 1999, 17(3), s. 945- [cit. 2016-03-10]. DOI: 10.1116/1.581669. ISSN 07342101. Dostupné z: <http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvsta/17/3/10.1116/1.581669>
- [3] HOUSKA, J., J. BLAZEK, J. REZEK a S. PROKSOVA. Overview of optical properties of Al_2O_3 films prepared by various techniques. *Thin Solid Films* [online]. 2012, 520(16), s. 5405-5408 [cit. 2016-03-10]. DOI: 10.1016/j.tsf.2012.03.113. ISSN 00406090. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S004060901200404X>