

## Исследование зависимости скорости травления сверхпроводящих покрытий WSi от напряжения на сеточном источнике ионов

*Е.И. Малеванная, Д.Д. Васильев, К.М. Моисеев*  
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ул. 2-я Бауманская, 5  
e-mail: d.d.vasiliev@bmstu.ru, k.moiseev@bmstu.ru

*В работе проведено измерение массы двухкомпонентного покрытия WSi при формировании методом магнетронного распыления из двух источников. Измерена скорость травления массы покрытия в зависимости от напряжения на сеточном источнике ионов. Полученные результаты являются подготовительными для разработки комплексной технологии формирования ультратонких сверхпроводящих покрытий WSi с заданными свойствами.*

*Research of the influence of grid ion source voltage on etching rate of WSi superconducting coatings. E.I. Malevannaya, D.D. Vasilev, K.M. Moiseev. The mass of the two-component coating WSi deposited by magnetron co-sputtering is measured. The etching rate of the coating mass as a function of the voltage at the grid ion source is measured. Obtained results are preliminary for developing of the complete technology for deposition of the ultrathin superconducting WSi coatings with required properties.*

### Введение

Ультратонкие (толщиной порядка 7 нм) сверхпроводящие пленки WSi находят свое применение в сверхпроводниковых однофотонных детекторах (SSPD) [1] – устройствах для регистрации малых доз излучения в видимом и инфракрасном диапазоне длин волн. Сверхпроводящие свойства чувствительного элемента этих устройств во многом зависят от качества сформированного тонкопленочного покрытия, в том числе и от структуры [2]. Чаще всего двухкомпонентные сверхпроводящие покрытия формируются методом магнетронного распыления из двух источников для возможности варьирования соотношения компонентов [3]. Одним из способов изменения структуры покрытий является обработка поверхности формируемой пленки направленным ионным пучком [4]. При этом возможно влиять на структуру сообщением дополнительной энергии в процессе роста пленки (ионное ассистирование), либо производить модификацию поверхности и структуры в процессе ионного травления, реализуемого последовательно с процессом магнетронного распыления. Для последующего изучения и выявления влияния структуры на сверхпроводящие характеристики покрытий такие параметры пленок, как толщина и соотношение компонентов, должны быть стабилизированы. Следовательно, необходимо знать точную скорость формирования покрытия и ионного травления источником ионов, что в случае со сверхтонкими покрытиями особенно важно.

Цель работы – исследование зависимости скорости травления сверхпроводящих пленок WSi от напряжения на сеточном источнике ионов для использования полученных зависимостей при формировании сверхпроводящих пленок заданной толщины и соотношением компонентов методом магнетронного распыления с использованием ионной обработки структуры пленок для исследования влияния параметров ионного травления на структуру тонкопленочных покрытий и их сверхпроводящие характеристики.

### Проведение эксперимента

Установка ВУП-11М[5] кафедры «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана оснащена двумя магнетронами, расположенными под прямым углом друг к другу, для формирования двухкомпонентных покрытий WSi и автономным источником ионов (АИИ) сеточного типа для ионной обработки поверхности образцов (рис. 1) [6].

Масса получаемого покрытия и оценка скорости травления массы проводится методом пьезоэлектрического микровзвешивания [7], который относится к гравиметрическим методам измерения толщины покрытий. Суть метода заключается в обратном пьезоэлектрическом эффекте – колебании кварцевой пластины при приложении к ней переменного напряжения [8, 9]. Уменьшение собственной частоты колебаний кварцевого резонатора согласно уравнению Зауэрбрея [10] прямо пропорционально массе нанесенного на кварцевый резонатор слоя:

$$\Delta f = -\frac{2hf_0^2\rho}{\sqrt{\mu\rho_q}} \rightarrow h = -\frac{\Delta f\sqrt{\mu\rho_q}}{2f_0^2\rho}, \quad (1)$$

где:

$\Delta f$  – изменение собственной частоты кварцевого резонатора, Гц;

$f_0$  – собственная частота кварцевой пластины, Гц;

$h$  – толщина нанесенного слоя, нм;

$\rho$  – плотность наносимого материала, г/см<sup>3</sup>;

$\rho_q$  – плотность кварца,  $\rho_q = 2,65 \frac{\text{г}}{\text{см}^3}$ ;

$\mu$  – модуль сдвига кварца,  $\mu = 2,95 \cdot 10^{11} \frac{\text{дин}}{\text{см}^2} = 2,95 \cdot 10^{11} \frac{\text{г}}{\text{см}\cdot\text{с}^2}$ .

Данное соотношение позволяет определить толщину пленки при известной плотности материала. Поскольку плотность материала мишени (массивного материала) может отличаться от плотности полученной пленки, то будем оперировать скоростью осаждения массы материала. То есть преобразуем формулу (1) к виду:

$$h = -\frac{\Delta f\sqrt{\mu\rho_q}}{2f_0^2\rho} \rightarrow V_m = \frac{h\cdot\rho}{t} = -\frac{\Delta f\sqrt{\mu\rho_q}}{2f_0^2} \cdot 10^5 \left[ \frac{\text{мг}}{\text{мм}^2\cdot\text{с}} \right]. \quad (2)$$

Для измерения массы осажденной пленки методом пьезоэлектрического микровзвешивания кварцевый резонатор соединяется с генератором, подключенным к источнику постоянного напряжения, выводы генератора соединены с частотомером для измерения собственной частоты колебаний кварцевой пластины в связи с обратным пьезоэлектрическим эффектом при приложении переменного электрического поля.

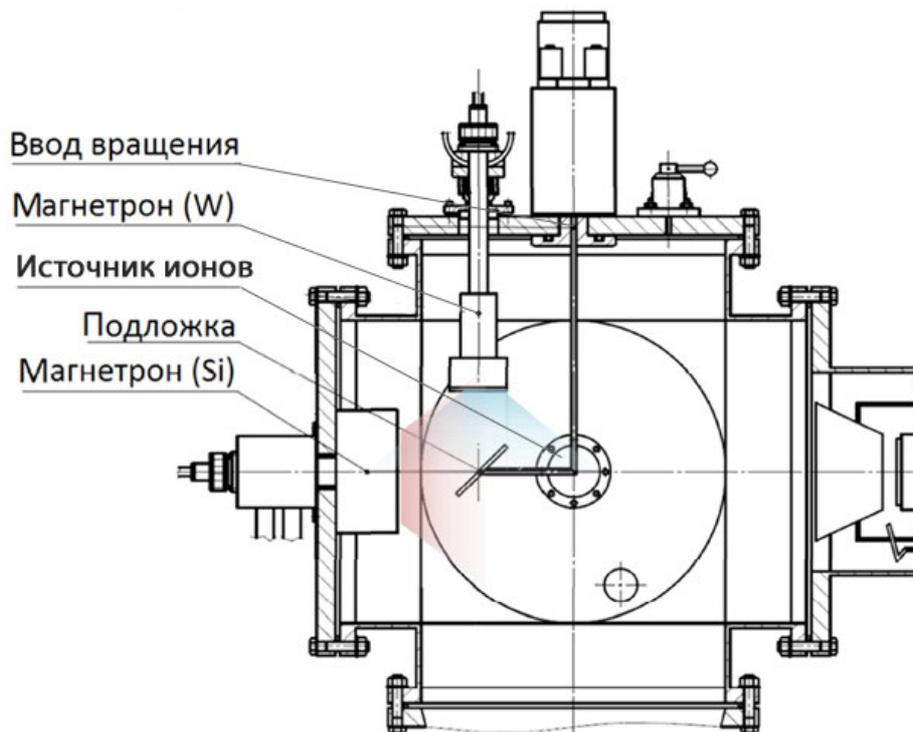


Рис. 1. Расположение технологических источников и подложки в камере установки.

Для минимизации влияния остаточной атмосферы на пленку для повышения точности измерения скорости травления, решено включить магнетроны и АИИ одновременно и используя систему заслонок после осаждения покрытия сразу начать процесс травления. Обычно АИИ сетчатого типа с холодным катодом работает при давлении ниже давления процесса магнетронного распыления. Через источник ионов подается поток аргона 0,156 л/ч. Проведенные пробные запуски показали, что при разделении подачи газа через источник ионов и рядом с магнетроном, при рабочем давлении для магнетронов, работа магнетронов и АИИ стабильна.

Эксперименты проводятся при остаточном давлении  $P_{ост} = 6,0 \cdot 10^{-5}$  мбар, рабочем давлении  $P_{раб} = 2,1 \cdot 10^{-3}$  мбар, суммарном потоке аргона в камеру  $Q_{Ar} = 2,6$  л/ч, из которых 0,156 л/ч подаются через АИИ. Параметры нанесения тонкопленочного двухкомпонентного покрытия WSi являются отработанными для соотношения компонентов в покрытии W/Si=76/24 [3]. Сначала проведено несколько измерений массы формируемого покрытия без обработки источником ионов для измерения удельной массы покрытия перед травлением АИИ (таблица 1). Затем в одном вакуумном цикле проведено нанесение пленок и их обработка АИИ при нескольких значениях напряжения 200, 300 и 400 В (таблица 2).

Последовательность проведения эксперимента заключается в следующем:

- 1 Магнетроны и АИИ работают совместно при давлении отработанного процесса формирования пленок –  $P_{раб} = 2,1 \cdot 10^{-3}$  мбар. Часть потока рабочего газа пропускается через АИИ.
- 2 В течение 2-х минут проводится формирование двухкомпонентной пленки WSi, после чего в течение 1-ой минуты происходит обработка сформированного покрытия с помощью АИИ при заданном значении напряжения (200, 300 или 400 В).
- 3 Измеряется масса полученного после обработки покрытия, и это значение сравнивается с значением массы покрытия без обработки АИИ, после чего делается вывод о скорости травления пленки.

При каждом значении напряжения проводится по 3 процесса для оценки воспроизводимости получаемых результатов. Для чистоты эксперимента предварительно проведена рандомизация последовательности проведения экспериментов.

### Результаты измерений

Результаты измерения массы покрытия при оценке воспроизводимости процесса формирования покрытия отражены в таблице 1. В таблице 2 представлены результаты измерения скорости травления покрытия при нескольких значениях напряжения на АИИ.

Таблица 1. Результаты измерений удельной массы покрытия WSi без обработки АИИ.

Номер эксперимента	Удельная масса, кг/м <sup>2</sup>
1	$6,4338 \cdot 10^{-4}$
2	$6,3989 \cdot 10^{-4}$
3	$6,3646 \cdot 10^{-4}$
Среднее	$6,3991 \cdot 10^{-4}$
3σ	$8,48 \cdot 10^{-6}$ (1,32%)

Таблица 2. Результаты измерений скорости травления покрытия WSi при разных режимах обработки АИИ.

Номер эксперимента	Скорость травления при U=200 В, кг/м <sup>2</sup> ·с	Скорость травления при U=300 В, кг/м <sup>2</sup> ·с	Скорость травления при U=400 В, кг/м <sup>2</sup> ·с
1	$2,7678 \cdot 10^{-7}$	$7,4804 \cdot 10^{-7}$	$1,9134 \cdot 10^{-6}$
2	-	$5,1525 \cdot 10^{-7}$	$1,6943 \cdot 10^{-6}$
3	-	$9,5104 \cdot 10^{-7}$	$1,8928 \cdot 10^{-6}$
Среднее	$2,7678 \cdot 10^{-7}$	$7,3811 \cdot 10^{-7}$	$1,8335 \cdot 10^{-6}$
3σ	-	$5,3415 \cdot 10^{-7}$ (72,3%)	$2,9640 \cdot 10^{-7}$ (16,1%)

Отклонение результатов измерений удельной массы покрытия от среднего значения не превышает 1,32%, что говорит о воспроизводимости процесса формирования двухкомпонентной пленки. Скорость травления сформированного покрытия при напряжении на АИИ, равном 200 В, оказалась слишком мала (стравлено 2,6% покрытия), поэтому при данном значении был проведен только один эксперимент. Для напряжения 300 В и 400 В скорость травления покрытия составила  $7,3811 \cdot 10^{-7} (\pm 72,3\%)$  кг/м<sup>2</sup>·с и  $1,8335 \cdot 10^{-6} (\pm 16,1\%)$  кг/м<sup>2</sup>·с, соответственно.

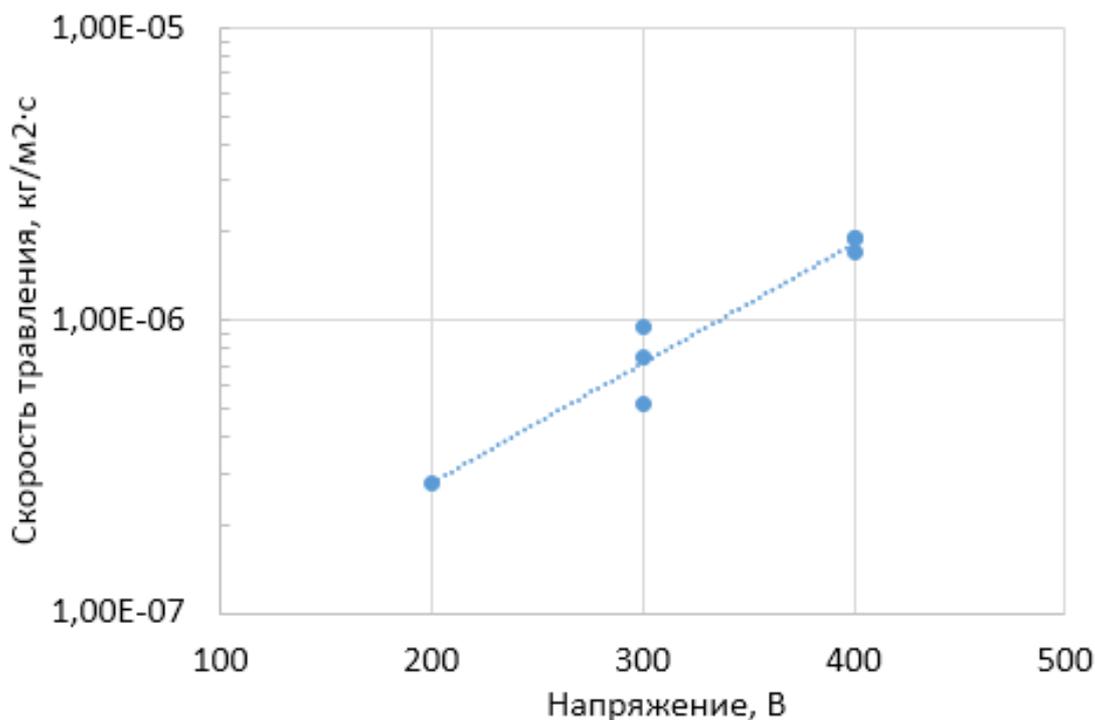


Рис. 2. Скорость травления WSi от напряжения на АИИ.

### Выводы

1. Результаты измерения удельной массы при формировании покрытия WSi показали, что отклонение значения массы при осаждении в течении 2 мин. не превышает 1,32%, что говорит о воспроизводимости экспериментов.
2. Скорость травления покрытия при напряжении на АИИ 200 В оказалась мала – стравлено 2,6% пленки, в дальнейших экспериментах данный режим использоваться не будет.
3. Для напряжения на АИИ 300 В и 400 В скорость травления покрытия составила  $7,3811 \cdot 10^{-7} (\pm 72,3\%)$  кг/м<sup>2</sup>·с и  $1,8335 \cdot 10^{-6} (\pm 16,1\%)$  кг/м<sup>2</sup>·с, соответственно.

### Заключение

При разделении подачи газа рядом с магнетроном и через источник ионов, при рабочем давлении для тлеющего разряда, наблюдается стабильная совместная работа магнетронов и АИИ.

Доверительный интервал скорости травления при 400 В меньше, что может быть следствием более стабильного процесса обработки и больших скоростей травления, при которых уменьшается влияние других погрешностей, таких как измерения, осаждения и др. В связи с тем, что толщина покрытия значительно влияет на выходные параметры детектора, то при большом разбросе скорости травления следует располагать на подложкодержателе совместно с подложкой кварцевый резонатор для контроля удельной массы в конце процесса и учета результатов при измерении параметров детектора.

В дальнейшем полученные зависимости планируется применить для исследования структуры сформированных ультратонких сверхпроводящих покрытий в зависимости от параметров ионной обработки пленок, и влияния структуры на сверхпроводящие характеристики покрытий.

#### Литература

1. High-efficiency WSi superconducting nanowire single-photon detectors for quantum state engineering in the near infrared /Hanna Le Jeannic at al. / Optics Letters. – 2016. – Vol. 41, Issue 22. – P. 5341-5344.
2. S. Kondo 1992 Journal of materials research 7(04) pp 853-860.
3. V.A. Seleznev, A.V. Divochiy, Yu.B. Vakhtomin, P.V. Morozov, P.I. Zolotov, D.D. Vasil'ev, K.M. Moiseev, E.I. Malevannaya and K.V. Smirnov Superconducting detector of IR single-photons based on thin WSi films // Journal of Physics: Conference Series. – 2016. Vol. 737. – №1 (012032).
4. В.Ф.Бочкарев Ионно-стимулированное получение тонких пленок. [Текст]:дисс. на соиск. степ. докт. техн. наук: 05.27. 06 / Бочкарев Владимир Федорович. – Ярославль, 2014. – 215 с.
5. К.М.Моисеев. Многопозиционные вакуумные технологические установки // Наноинженерия. – 2014. – № 8. – С. 18-21.
6. D D.Vasilev, E I. Malevannaya and K M. Moiseev 2017 J. Phys.: Conf. Ser. 872 012027.
7. Малов, В.В. Пьезорезонансные датчики /В.В. Малов. – М.: Энергоатомиздат, 1989. – 272 с.
8. C. Lu, A.W. Czanderna Applications of Piezoelectric Quartz Crystal Microbalances // Elsevier Methods and Phenomena. – 2012. – Vol. 7. – P. 408.
9. Технология тонких пленок: справочник. В 2 т. Т. 1. / ред. Л.Майссел, Р.Глэнг. Нью-Йорк, 1970. Пер. с англ. Под ред. М.И. Елинсона, Г.Г. Смолко. М.:Советское радио – 1977. – 664с. [Handbook of Thin Film Technology / edited by L.I.Maissel, R.Glang. New-York. McGraw-Hill, 1970. 800 p.].
10. G. Sauerbrey Verwendung von Schwingquarzen zur Wägungdünner Schichtenund zur Mikrowägung // Zeitschriftfuer Physik. – 1959. – Vol. 155. – P. 206-222.