

Исследование влияния режимов вакуумного осаждения на скорость роста пленок MoS₂

А.И.Беликов, В.Н.Калинин, А.В.Сиков
Москва, МГТУ имени Н.Э.Баумана, 2-я Бауманская ул., 5,
кафедра МТ-11 ("Электронные технологии в машиностроении")
E-mail: belikov@bmstu.ru

Представлены результаты исследования влияния рабочего давления и мощности разряда на скорость роста тонких пленок дисульфида молибдена на подложках кремния при магнетронном распылении мишени в вакууме. На основании экспериментальных данных разработана эмпирическая модель, связывающая скорость роста пленки с давлением аргона и мощностью разряда на магнетронной распылительной системе.

Research of the influence of vacuum deposition mode on the growth rate of MoS₂ films. A.I.Belikov, V.N.Kalinin, A.V.Sikov. The research results of the working pressure and discharge power influence on the growth rate of molybdenum disulfide thin films on silicon substrates during magnetron sputtering of the target in vacuum are presented. Based on experimental data, an empirical model has been developed that relates the film growth rate to argon pressure and discharge power on a magnetron sputtering system.

Метод магнетронного распыления является одним из широко применяемых методов в производстве. Объясняется это его возможностями: универсальность по отношению к используемым в технологическом процессе материалам (проводящим, полупроводящим и диэлектрическим), нанесение покрытий на изделия сложной формы, получение качественных многокомпонентных покрытий при относительно высоких скоростях осаждения [1].

Тонкопленочные покрытия на основе дисульфида молибдена (MoS₂) широко применяются в качестве антифрикционных в машиностроении, а в последние годы активно изучаются применительно к области нанoeлектроники, где возможно их использование в качестве двумерного полупроводника. На формирование структуры, а в конечном итоге и свойства тонких пленок существенное влияние оказывает скорость осаждения пленкообразующих частиц на подложку. Свойства дисульфида молибдена существенно зависят от толщины пленки [2]. Ультратонкие пленки MoS₂ (монослойные и толщиной до нескольких нанометров) могут использоваться в электронике (транзисторы, различные сенсоры и т.д.) [3]. В этой связи необходимо обеспечивать рост покрытия с определенной скоростью для получения требуемой толщины и структуры покрытия.

Для отработки технологического процесса при формировании новых тонкопленочных покрытий и эффективного подбора технологических режимов магнетронного нанесения необходимо учитывать влияние основных параметров процесса на скорость роста пленок MoS₂. Такими параметрами являются рабочее давление инертного газа в вакуумной камере и мощность разряда. Поэтому в данной работе решалась задача исследования и оценки степени влияния давления аргона и мощности разряда на магнетронной распылительной системе на скорость роста тонких пленок дисульфида молибдена на кремниевых подложках.

Методика измерения толщины покрытий. Толщину нанесенных на кремниевые полированные подложки с шероховатостью поверхности менее 3 нм пленок MoS₂ измеряли с помощью профилометра. В работе использовался профилометр TR220, предназначенный для измерения шероховатости поверхности. Его диапазон измерений шероховатости по параметру Ra составляет от 0.025 мкм до 12.5 мкм. Точность измерения составляет ±10% [4]. Для измерения толщины пленок на подложки устанавливали маски, после нанесения пленок маски удаляли, что обеспечивало формирование профиля-ступеньки, на которой по перепаду высот с помощью полученного на профилометре профиля определяли значение толщины. Кроме того, образцы с пленками были предварительно исследованы на трибометре, в результате чего на их поверхности формировались дорожки трения до полного износа слоя покрытия. Схема образца

с дорожками износа, линией «ступеньки» и планом точек, в которых проводились измерения, показаны на рис.1.

На начальном этапе проход измерительного щупа профилометра обеспечивался от центра подложки. Первые три измерения (от центра до точек 1, 2 и 3) позволял построить и оценить полный профиль поверхности с учетом профилей дорожек износа. Последующее сканирование двухобластей измерения (точки 4 и 5) позволяло получить информацию о толщине покрытия вдоль «ступеньки». Для повышения достоверности измерения повторялись многократно.

Результирующая оценка толщины осуществлялась с использованием как результатов измерений в области «ступеньки», так и на основании полученных профилей дорожек износа.

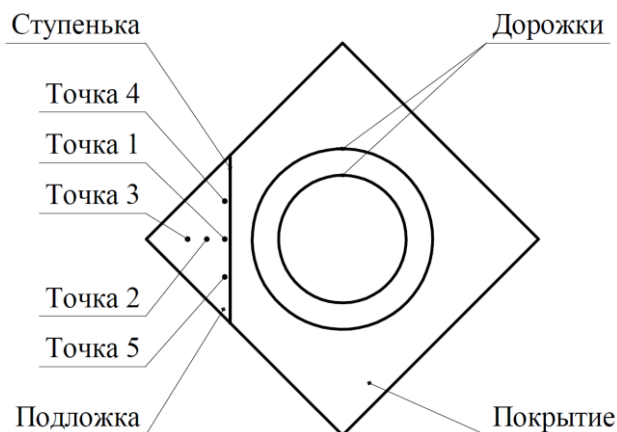


Рис. 1. Схема измерения толщины покрытия на образце.

Результаты и обсуждение. Подготовка образцов осуществлялась на вакуумной установке, оснащенной магнетронной распылительной системой с планарными мишенями. Для распыления использовали мишени, полученные прессованием порошка марки ДМИ-7. Диаметр мишени – 75 мм, толщина – 5 мм. Остаточное давление в камере установки составляло 10^{-3} Па. Рабочий газ – аргон. В качестве варьируемых параметров были выбраны мощность разряда P , [Вт] (фактор 1) и давление аргона p , [Па] (фактор 2). Выходной параметр – средняя скорость роста пленки V , [нм/мин]. В качестве контролируемых и стабилизируемых факторов выступали: температура нагрева подложки – 250°C, потенциал смещения на подложке – потенциал земли, время нанесения покрытия – 60 минут, расстояние между магнетроном и подложкой – 100 мм. Результаты измерений толщины пленок для трех, выполненных в различное время, серий измерений, представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Экспериментальные данные (толщина пленок MoS_2).

| P, Вт | $p = 10^{-2}$ Па | | | $p = 4 \cdot 10^{-1}$ Па | | |
|-------|------------------|----------|----------|--------------------------|----------|----------|
| | 20 | 0.17 мкм | 0.14 мкм | 0.11 мкм | 0.62 мкм | 0.67 мкм |
| 40 | 0.27 мкм | 0.24 мкм | 0.25 мкм | 0.92 мкм | 0.95 мкм | 1.00 мкм |
| 60 | 0.23 мкм | 0.27 мкм | 0.28 мкм | 1.71 мкм | 1.78 мкм | 1.83 мкм |
| 80 | 0.47 мкм | 0.45 мкм | 0.50 мкм | 2.56 мкм | 2.62 мкм | 2.67 мкм |

Давление в вакуумной камере контролировалось с помощью датчиков AP6100 ХМ (тепловой сопротивления Пирани, погрешность – 15%) и АИМ-ХЕdwards (инверсно-магнетронный, погрешность – 30%).

Режимы работы магнетронной распылительной системы (мощность, ток и напряжение разряда) устанавливались с использованием блока питания АРЕL-М-3, контролировались встроенной системой измерения с микроконтроллером управления (погрешность 3 %).

Расстояние между магнетроном и подложкой контролировалось штангенциркулем (погрешность 0.05 мм).

Время нанесения контролировалось секундомером (погрешность 0.01 с)

Поток рабочего газа устанавливался и контролировался с помощью регуляторов расхода газа с компьютерным управлением (погрешность 0.5 %).

Температура подложки измерялась термопарой (погрешность 0.5 °С), регулировалась контроллером температуры.

Толщина покрытия контролировалась профилометром TR220 компании "TimeGroup" (погрешность $\leq 10\%$).

С учетом времени нанесения покрытий (60 минут) были рассчитаны средние скорости роста пленок, результаты приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Экспериментальные данные (скорости роста пленок).

| P, Вт | p = 10 ⁻² Па | | | p = 4 · 10 ⁻¹ Па | | |
|-------|-------------------------|------------|------------|-----------------------------|-------------|-------------|
| | | | | | | |
| 20 | 2.8 нм/мин | 2.3 нм/мин | 1.8 нм/мин | 10.3 нм/мин | 11.5 нм/мин | 12.3 нм/мин |
| 40 | 4.5 нм/мин | 4.0 нм/мин | 4.2 нм/мин | 15.3 нм/мин | 15.8 нм/мин | 16.7 нм/мин |
| 60 | 3.8 нм/мин | 4.5 нм/мин | 4.7 нм/мин | 28.5 нм/мин | 29.7 нм/мин | 30.5 нм/мин |
| 80 | 7.8 нм/мин | 7.5 нм/мин | 8.3 нм/мин | 42.7 нм/мин | 43.7 нм/мин | 44.5 нм/мин |

В результате регрессионного анализа экспериментальных данных была составлена математическая модель (1):

$$y = 16,3 + 9,5X_1 + 11,2X_2 + 6,7X_1X_2 \quad (1)$$

Как следует из модели (1), коэффициент b_2 у фактора X_2 больше коэффициента b_1 фактора X_1 в 1.18 раз, следовательно, фактор X_2 (давление) в большей мере влияет на скорость роста пленки, чем фактор X_1 (мощность разряда). Совместное влияние этих двух факторов меньше влияния только одного фактора X_1 в 1.42 раза, и меньше фактора X_2 в 1.67 раз.

Заключение. В результате проведенных исследований установлено влияние мощности магнетронного разряда и давления аргона в камере на толщину и скорость роста пленок дисульфида молибдена. Согласно полученной математической модели, при уменьшении давления скорость роста покрытия увеличивается так же, как и при увеличении мощности разряда.

Полученная модель может быть использована для подбора режимов осаждения тонких пленок дисульфида молибдена с заданной скоростью роста и получения пленок требуемой толщины путем расчета необходимой мощности разряда для определенного рабочего давления аргона.

Литература

1. Кирюханцев-Корнеев Ф.В., D.Horwat, J.F.Pierson, Е.А.Левашов. Сравнительный анализ покрытий Cr-V, полученных с помощью магнетронного напыления при постоянном токе и в режиме высокоомощного импульсного распыления // Письма в ЖТФ . 2014. №14. С. 1-2.
2. Xiaorong Gan, Huimin Zhao, Xie Quan Two-dimensional MoS₂: A Promising Building Block for Biosensors // Biosensors & Bioelectronics. - 2016. - №89. - С. 56-70.
3. Rui Cheng, Shan Jiang, Yu Chen, Yuan Liu Few-layer molybdenum disulfide transistors and circuits for high-speed flexible electronics // Nature Communications. - 2014. - №5.
4. Измеритель шероховатости TR220 // Компания ООО "ГЕО-НДТ" Режим доступа: <https://www.geo-ndt.ru/pribor-268-izmeritel-sherohovatosti-tr220.htm> (дата обращения: 29.07.2019).