



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2015152551, 08.12.2015

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
08.12.2015Дата регистрации:
31.07.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 08.12.2015

(43) Дата публикации заявки: 09.06.2017 Бюл. № 16

(45) Опубликовано: 31.07.2017 Бюл. № 22

Адрес для переписки:

308015, Белгородская обл., г. Белгород, ул.
Победы, 85, НИУ "БелГУ", ОИС, Токтаревой
Т.М.

(72) Автор(ы):

Захвалинский Василий Сергеевич (RU),
Пилюк Евгений Александрович (RU),
Кабилев Зафар Абдусатторович (RU),
Родригес Веласкес Гуни (RU)

(73) Патентообладатель(и):

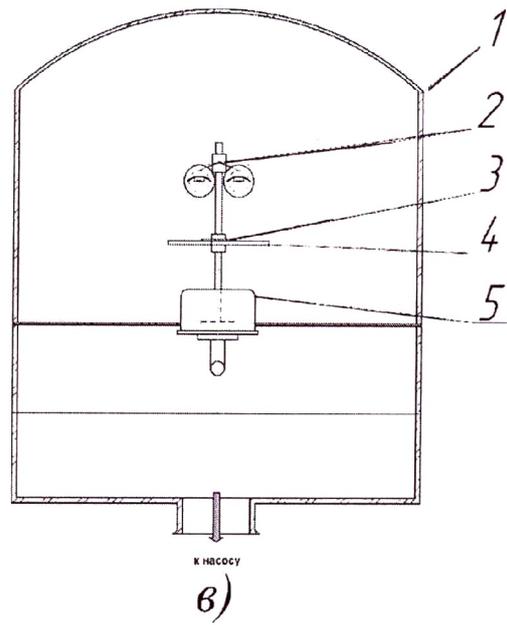
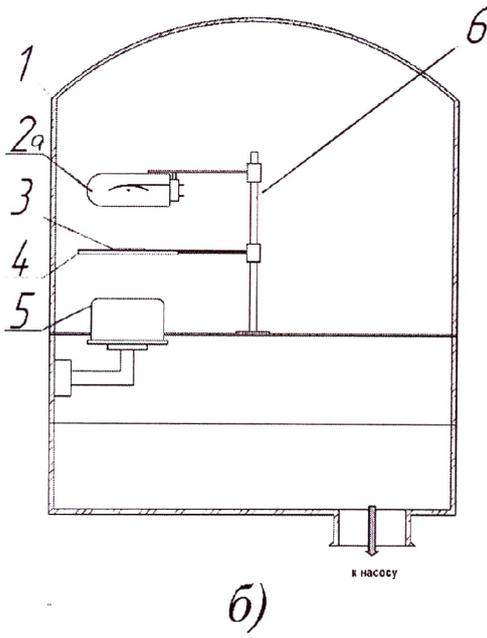
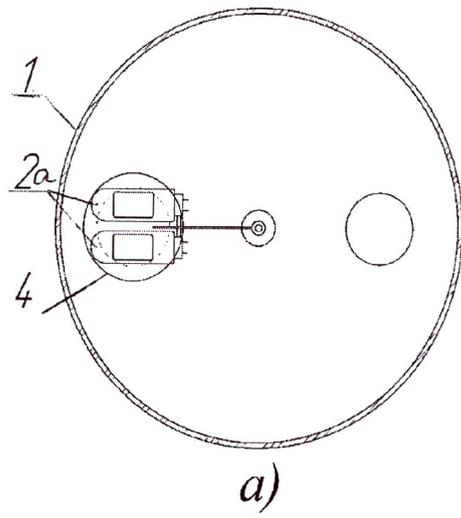
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Белгородский государственный
национальный исследовательский
университет" (НИУ "БелГУ") (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2539757 C1, 27.01.2015. BY 9957
C1, 30.12.2007. SU 910843 A1, 07.03.1982. JPH
08176819 A, 09.07.1996. US 6465347 B2,
15.10.2002.

(54) Устройство оптического нагрева образца в установках магнетронного напыления

(57) Реферат:

Изобретение относится к установке магнетронного напыления тонких пленок из карбидов или нитридов кремния на подложку, выполненную из полупроводникового материала, керамики или стекла. Установка содержит вакуумную камеру, размещенные в ней магнетрон, штатив и закрепленное на нем устройство для оптического нагрева подложки и регулирования ее температуры, которое содержит анод-подложкодержатель для размещения подложки, держатель с установленными на нем

по меньшей мере двумя лампами со встроенными отражателями, регулятор тока накаливания и температуры подложки. Держатель закреплен на штативе, упомянутые лампы соединены с регулятором тока накаливания и температуры подложки и расположены с ее тыльной стороны. Анод-подложкодержатель содержит сетку из тонких молибденовых нитей для размещения подложки лицевой стороной к магнетрону. 7 ил., 1 табл., 4 пр.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C23C 14/50 (2006.01)
C23C 14/35 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2015152551, 08.12.2015**

(24) Effective date for property rights:
08.12.2015

Registration date:
31.07.2017

Priority:

(22) Date of filing: **08.12.2015**

(43) Application published: **09.06.2017** Bull. № 16

(45) Date of publication: **31.07.2017** Bull. № 22

Mail address:

**308015, Belgorodskaya obl., g. Belgorod, ul. Pobedy,
85, NIU "BelGU", OIS, Toktarevoj T.M.**

(72) Inventor(s):

**Zakhvalinskij Vasilij Sergeevich (RU),
Pilyuk Evgenij Aleksandrovich (RU),
Kabilov Zafar Abdusattorovich (RU),
Rodriges Velaskes Guni (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Belgorodskij gosudarstvennyj
natsionalnyj issledovatel'skij universitet" (NIU
"BelGU") (RU)**

(54) **DEVICE OF OPTICAL HEATING OF THE SAMPLE IN MAGNETIC RECONCILIATION INSTALLATIONS**

(57) Abstract:

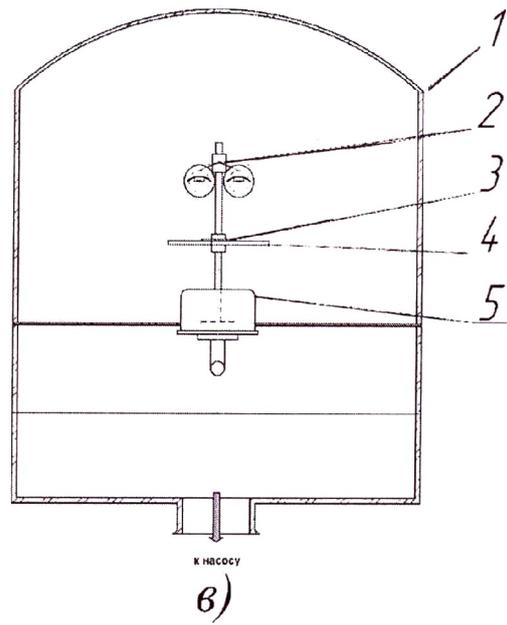
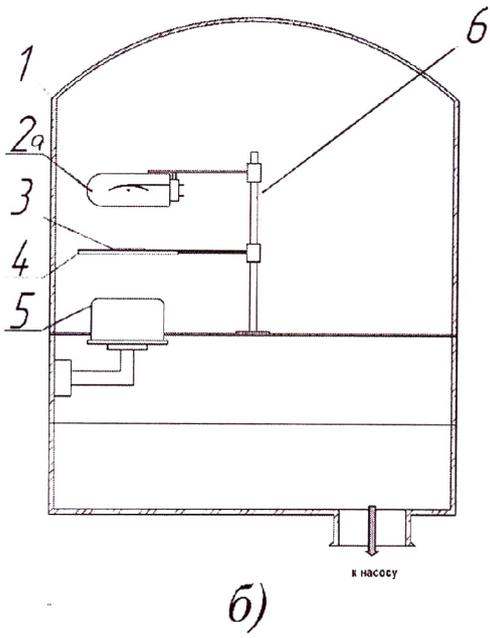
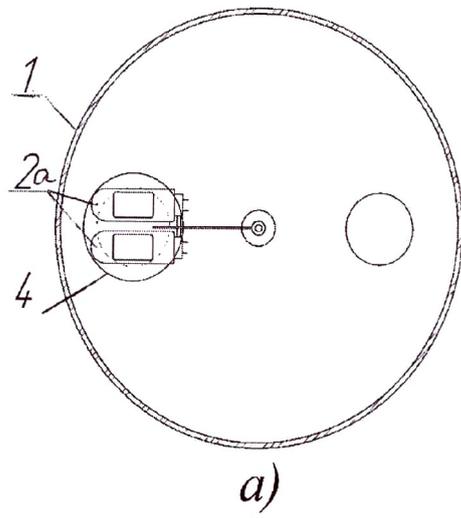
FIELD: physics.

SUBSTANCE: installation comprises a vacuum chamber, a magnetron, a tripod and a device mounted thereon for optically heating the substrate and adjusting its temperature, which comprises an anode-substrate holder for placing the substrate, a holder with at least two lamps mounted on it with integrated reflectors, regulator of a current of an incandescence and temperature of a substrate. The holder is fixed to a

stand, mentioned lamps are connected to the regulator of the incandescent current and the temperature of the substrate and are located on its rear side. The anode-substrate holder contains a grid of thin molybdenum filaments for placing the substrate face-to-face magnetron.

EFFECT: device improvement.

7 dwg, 1 tbl, 4 ex



Фиг. 1

Устройство относится к области физики и может быть использовано для производства гетероструктур для микроэлектронных приборов и устройств, например, содержащих тонкие пленки карбидов и нитридов кремния.

Потенциальные возможности применения магнетронных распылительных систем в настоящее время еще далеко не полностью выяснены и реализованы. Но уже сейчас применение магнетронных установок весьма широко. Они заняли прочные позиции в технологиях изготовления полупроводниковых приборов и интегральных микросхем. В частности, применяются для формирования контактов к различным полупроводниковым и пассивным элементам схем. Это изготовление резистивных пленок гибридных микросхем, магнитных пленок, низкоомных контактов и многое другое. Кроме того, они широко используются в промышленных установках для нанесения тонкопленочных покрытий. Это – всевозможные фильтрующие, отражающие, защитные и теплосберегающие оптические покрытия на стеклах.

Магнетронные распылительные системы широко применяются в научных исследованиях и промышленности. Метод магнетронного распыления позволяет получать тонкие пленки высокого качества с рекордными физическими характеристиками (толщина, пористость, адгезия и пр.). Метод допускает проведение реактивного и не реактивного напыления пленок, а также проведение послойного синтеза новых гетероструктур и сверхрешеток [Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. М.: Радио и связь, 1982. 72 с.; А.Я. Шик, Л.Г. Бакуева, С.Ф. Мусихин, С.А. Рыков, Физика низкоразмерных систем, Санкт-Петербург, Наука, 2001, с.160].

Рост пленки происходит поэтапно: образование зародыша на поверхности подложки и рост зародыша. На поверхности подложки образуются скопления адсорбированных атомов, имеющих тенденцию к дальнейшему росту, который происходит за счет присоединения мигрирующих по поверхности атомов, осаждаемых атомов и мелких кластеров. Постепенно происходит образование сплошной пленки. При этом в зависимости от скорости осаждения, соотношения параметров элементарной ячейки и фазового состава подложки и осаждаемого материала возможны различные механизмы роста пленки: Франка–ван дер Мерве (FM), Фолмера–Вебера (VW) и Странского-Крастанова (SK). Эти механизмы реализуют островковый рост, послойный рост, послойно-островковый или смешанный рост пленки. На механизм роста и, следовательно, на свойства пленки оказывают влияние параметры процесса магнетронного напыления. Основные рабочие характеристики магнетронных распылительных систем: напряжение на электродах, ток разряда, плотность тока на мишени и мощность, величина индукции магнитного поля и рабочее давление. Эти характеристики связаны между собой и влияют на стабильность разряда и воспроизводимость процесса нанесения тонких пленок. Как правило, эти характеристики хорошо контролируются и регулируются в серийно выпускаемых установках магнетронного напыления. Однако механизмы роста пленок чувствительны также к такому параметру, как температура подложки. В силу специфики конструкции и принципа действия установок магнетронного напыления диапазон регулирования температуры и контроль стабильности температуры подложки ограничен 300°C.

Основными элементами устройства магнетронного распыления являются катод-мишень, анод и магнитная система. Силовые линии магнитного поля замыкаются между полюсами магнитной системы. Поверхность мишени, расположенная между местами входа и выхода силовых линий магнитного поля, интенсивно распыляется и имеет вид замкнутой дорожки, геометрия которой определяется формой полюсов магнитной

системы [Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. М.: Радио и связь, 1982. 72 с.].

При подаче напряжения между мишенью с отрицательным потенциалом и анодом с положительным потенциалом возникает неоднородное электрическое поле и возбуждается тлеющий разряд. Наличие замкнутого магнитного поля у распыляемой поверхности мишени позволяет локализовать плазму разряда непосредственно у мишени. Эмитированные с катода электроны оказываются как бы в ловушке, создаваемой с одной стороны магнитным полем, возвращающим электроны на катод, а с другой стороны – поверхностью мишени, отталкивающей электроны. Электроны циркулируют в этой ловушке до тех пор, пока не произойдет несколько ионизирующих столкновений с атомами рабочего газа, в результате которых электрон потеряет полученную от электрического поля энергию [Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. М.: Радио и связь, 1982, 72 с.].

Известно, что в некоторых установках анод, на котором закреплена подложка, подогревается до температуры порядка 300°C, например, в установках ВУП 5М или ВН 2000. При этом нагрев осуществляется оптическим либо резистивным методом опосредованно, через нагрев держателя подложки. В установках типа МАГНА ТМ производства НИИ ТМ г. Зеленоград оптический нагрев подложки осуществляют с помощью разового оптического импульса до начала процесса магнетронного напыления, т.е. в процессе роста пленки температура меняется, но не контролируется [МВУ ТМ Магна-Т Малогабаритная вакуумная установка магнетронного напыления., Производитель: ОАО Научно-исследовательский институт точного машиностроения, г. Зеленоград, Россия, <http://niitm.ru/technology/infliction/magnetron/>].

В то же время температура подложки в любой технологии получения тонких пленок является параметром, непосредственно влияющим на качество, фазовый состав и скорость роста пленки [Нанoeлектроника: учебное пособие /А. А. Шука; под ред. А. С. Сигова. - 2-е изд. - М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. - 342 с.].

Аналогом является магнетронная напылительная установка ВН 2000 [интернет-ссылка: <http://prylad.ru/mass-spektrometry/vakuumnye-napylitelnye-ustanovki/novyyu-tovar>], в которой вакуумная камера содержит подложку, анод, выполняющий роль подложкодержателя, магнетрон, нагреватель, обеспечивающий температуру в районе подложки порядка 300°C. Недостатком является невозможность обеспечить высокотемпературный нагрев, что особенно актуально при получении тонких пленок карбидов и нитридов кремния, поскольку влияет на степень кристалличности пленки и фазовый состав.

За прототип принят патент РФ №2539757, В82В3/00 (Опубликовано: 27.01.2015. Заявка: 2013130758/28, 04.07.2013) на изобретение «Способ формирования наноточек на поверхности кристалла», в котором описано устройство на базе вакуумного универсального поста ВН 2000, содержащее вакуумную камеру, магнетрон, закрепленную на штативе подложку, средство для нагрева и регулирования температуры подложки, в качестве которого предложено использовать нагревательный элемент РТС 706 с рабочей температурой 75°C...230°C.

Недостатком является невозможность обеспечить высокотемпературный нагрев и точную регулировку высокой температуры подложки непосредственно в процессе магнетронного напыления пленок, что особенно актуально при получении тонких пленок карбидов и нитридов кремния, поскольку влияет на степень кристалличности пленки и фазовый состав и является залогом воспроизводимости технологического процесса.

Задача изобретения - разработка устройства оптического нагрева подложки из полупроводника, керамики или стекла в процессе магнетронного напыления тонких пленок карбидов и нитридов кремния.

5 Технический результат - возможность повышения температуры подложки из полупроводника, керамики или стекла до 800°C с обеспечением контроля и регулировки температуры подложки непосредственно в процессе роста пленки, включая плавный нагрев и охлаждение.

10 Поставленная задача достигается предложенным устройством оптического нагрева образца, которое может быть размещено внутри вакуумной камеры магнетронной напылительной установки, например, установки ВН-2000, включающей вакуумную камеру, магнетрон, средство для нагрева и регулирования температуры подложки, закрепленной на штативе, в которую внесены следующие новые признаки:

15 - в качестве средства для нагрева и регулирования температуры подложки используют закрепленное на штативе с тыльной стороны образца оптическое нагревательное устройство, содержащее держатель, в котором установлено не менее двух ламп со встроенными отражателями, при этом лампы соединены с регулятором тока накаливания. Наличие встроенных отражателей обеспечивает достижение температуры на поверхности подложки до 800°C и равномерность нагрева всей поверхности подложки, а регулятор тока накаливания позволяет задавать как режим изменения 20 температуры, включая плавный нагрев и охлаждение, так и точно устанавливать необходимую температуру оптического нагрева подложки из полупроводника, керамики или стекла;

25 - закрепленная на штативе подложка расположена на аноде-подложкодержателе, выполненном в виде сетки из тонких молибденовых нитей, что способствует быстрому нагреву и тонкой регулировке температуры подложки за счет низкой теплоемкости анода в виде сетки из тонких молибденовых нитей.

30 Использование предложенного оптического нагревательного устройства в сочетании с низкой теплоемкостью анода-подложкодержателя позволяет точно устанавливать температуру оптического нагрева образца из полупроводника, керамики или стекла благодаря возможности регулировки тока накаливания в лампах со встроенными отражателями. Кроме того, предложенное оптическое нагревательное устройство позволяет производить кратковременный отжиг образца, т.к. оптическое нагревательное устройство расположено с тыльной стороны подложки и за счет того, что теплоемкость анода – невелика, способствует быстрому нагреву и тонкой регулировке температуры 35 подложки.

Изобретение характеризуется следующими чертежами.

На Фиг. 1 схематически изображено расположение устройства оптического нагрева образца внутри вакуумной камеры в разрезе. На фигуре 1(а) приведен вид сверху, на фигуре 1 (б) - вид сбоку, и фигура 1 (в) - фронтальный вид вакуумной камеры.

40 На Фиг.2 приведено более подробное изображение в разрезе размещения устройства оптического нагрева образца на штативе, где на Фиг.2 (а) представлен вид сбоку и на фиг. 2 (б) - фронтальный вид.

На Фиг. 3 приведена конструкция анода-подложкодержателя, где на Фиг. 3 (а) представлен вид сверху и 3(б) - вид сбоку.

45 На Фиг. 4 приведены изображения, полученные с использованием атомно-силового микроскопа NTEGRA Aura, NT-MDT, на которых представлены результаты исследования морфологии поверхности пленки Si₃N₄, полученной высокочастотным магнетронным напылением при температуре подложки 40 и 300°C на фиг. 4а, 500 и 800°C на фиг.4б.

На Фиг.5 приведены изображения поверхности пленки Si_3N_4 , полученной при температуре подложки 40°C , где на фиг 5 (а) - изображение, полученное с использованием атомно-силового микроскопа NTEGRA AuraNT-MDT, а на фиг 5(б) - это же изображение, подготовленное к статистической обработке.

5 На Фиг. 6 показано изменение среднего размера частиц поверхности пленки Si_3N_4 в зависимости от температуры подложки при высокочастотном магнетронном напылении: 6(а) – при температуре 40°C , 6(б) - при температуре 300°C , 6(с) - – при температуре 500°C , 6(d) - при температуре 800°C .

10 На Фиг. 7 показана иллюстрация влияния оптического нагрева подложки с помощью предложенного устройства оптического нагрева образца на свойства пленки при исследовании электронной дифракции на просвечивающем электронном микроскопе тонких фольг пленок $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$, полученных магнетронным напылением на подложки различной температуры.

15 На фиг.8 представлена таблица, в которую сведены результаты статистической обработки изображений пленок Si_3N_4 , полученных на атомно-силовом микроскопе для температуры подложек $T=40^\circ\text{C}$, 300°C , 500°C , 800°C .

20 На фиг. 1-3 представлено расположенное в вакуумной камере 1 устройство оптического нагрева образца, содержащее держатель 2, в котором закреплены две лампы 2а, имеющие соединение с регулятором тока накаливания (на фиг. не показан), образец в виде подложки 3 расположен на аноде-подложкодержателе 4 лицевой стороной к магнетрону 5. Анод-подложкодержатель 4 содержит выполненную из тонких молибденовых нитей сетку 7, а также термопару 8, которые расположены на насадке 9, закрепленной на штативе 6. При этом оптическое нагревательное устройство с
25 помощью держателя 2 также закреплено на штативе 6, но с обратной стороны подложки. Устройство работает следующим образом.

30 Подложку 3 в виде образца пластины из полупроводника, керамики или стекла располагают на сетке 7 анода-подложкодержателя 4 лицевой стороной в сторону мишени магнетрона 5. Производят вакуумирование камеры 1 и затем напускают аргон. Включают блоки питания магнетрона 5, подают разность потенциалов между катодом, роль которого выполняет магнетрон 5, и анодом-подложкодержателем 4, зажигают плазму и включают лампы 2а со встроенными отражателями, укрепленные с помощью держателя 2 на штативе 6 с тыльной стороны подложки 3. С помощью регулятора тока накаливания (на фигурах не показан) задают режим изменения температуры или точно
35 устанавливают температуру оптического нагрева подложки в виде образца из полупроводника, керамики или стекла. На лицевой стороне подложки 3 происходит контролируемый рост пленки карбидов или нитридов кремния, температура подложки 3 фиксируется термопарой 8.

40 Теплоемкость подложки 3, обычно в виде пластин полупроводника, керамики или стекла толщиной сотни микрон – невелика, что способствует быстрому нагреву и тонкой регулировке его температуры. Термостабилизации подложки 3 способствует низкая теплопроводность сетки 7 из тонких молибденовых нитей анода-подложкодержателя 4 и разреженная газовая среда вакуумной камеры 1 установки для напыления.

45 Осуществимость работы установки магнетронного напыления с предложенным устройством подтверждает серия экспериментов по напылению пленок Si_3N_4 и $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$ на подложку из монокристаллического кремния толщиной 230 мкм, р-типа проводимости и ориентации (100). Высокочастотное неактивное магнетронное напыление было произведено при различных температурах в диапазоне от 40 до 800°C , полученных с

использованием в предложенном устройстве двух ламп со встроенным внутренним отражателем. Для эксперимента были использованы лампы К-21-150 по ТУ 16-535.728-78, предназначенные для узкоплочных кинопроекторов, а также лампы К-21,5-150 по ТУ 16-535.728-78. Морфология поверхности и фазовый состав были исследованы методами рентгенофазового анализа, методами атомно-силовой и электронной микроскопии, результаты которых представлены на фигурах 4-8.

Изображения на фиг. 4 подтверждают существенное влияние температуры оптического нагрева образца подложки на свойства полученных пленок из Si_3N_4 , применяемых при создании солнечных элементов. Видно, что увеличение температуры образца подложки, выполненной из полированной монокристаллической пластины р-Si(100), от 40 до 800°C позволяет получать наноструктурированные пленки Si_3N_4 с более развитой поверхностью. Это важно для увеличения светопоглощательной способности и КПД солнечных элементов, т.к. относительная площадь поверхности является важной характеристикой для гетероструктур, применяемых при создании солнечных элементов.

Изображения на фиг. 6 согласуются с изображениями на фиг.4 и 5 и иллюстрируют возможность при использовании предложенного устройства оптического нагрева получать пленки Si_3N_4 с заранее заданным средним размером частиц пленки. Видно, что при повышении температуры подложки с 40°C до 800°C средний размер частиц пленки Si_3N_4 значительно изменяется.

Исследования рамановской спектроскопии пленок $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$ показали, что уже при температуре 400°C полученные на подложке пленки представляли смесь аморфной и нанокристаллической фазы.

При этом с повышением температуры подложки степень кристалличности пленки $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$ возрастала, что подтверждают изображения на фиг. 7. Так, на Фиг 7 (а) хорошо видно, что на холодной подложке при температуре 40°C выросла аморфная пленка $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$, что подтверждается наличием размытых диффузных колец и отсутствием выраженной дифракции электронов на левой части фиг.7(а) и отсутствием наноразмерных кристаллитов на правой части Фиг 7 (а). На Фиг. 7 (б) слева для пленки $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$, полученной на горячей подложке при температуре $T=400^\circ\text{C}$, хорошо видна дифракция электронов, по которой можно рассчитать межплоскостные расстояния. На правой части Фиг. 7 (б) можно рассмотреть наличие нанокристаллитов и оценить их размеры.

Даже достаточно развитая поверхность пленки Si_3N_4 , полученной при температуре подложки 40°C (фиг.5) в результате повышения температуры подложки в процессе роста температуры до $T=800^\circ\text{C}$, увеличивает относительную площадь поверхности более чем в 10 раз (таблица на фиг.8).

Таким образом, можно утверждать, что поставленная задача решена и достигнут заявленный технический результат - возможность повышения температуры подложки до 800°C с обеспечением контроля и регулировки температуры подложки непосредственно в процессе роста тонких пленок карбидов и нитридов кремния, включая плавный нагрев и охлаждение, за счет использования в установке магнетронного напыления предложенного устройства оптического нагрева образца.

(57) Формула изобретения

Установка для магнетронного напыления тонких пленок из карбидов или нитридов

кремния на подложку, выполненную из полупроводникового материала, керамики или
стекла, содержащая вакуумную камеру, размещенные в ней магнетрон, штатив и
закрепленное на нем устройство для оптического нагрева подложки и регулирования
ее температуры, которое содержит анод-подложкодержатель для размещения подложки,
5 держатель с установленными на нем по меньшей мере двумя лампами со встроенными
отражателями, регулятор тока накаливания и температуры подложки, при этом
держатель закреплен на штативе, упомянутые лампы соединены с регулятором тока
накаливания и температуры подложки и расположены с ее тыльной стороны, а анод-
подложкодержатель содержит сетку из тонких молибденовых нитей для размещения
10 подложки лицевой стороной к магнетрону.

15

20

25

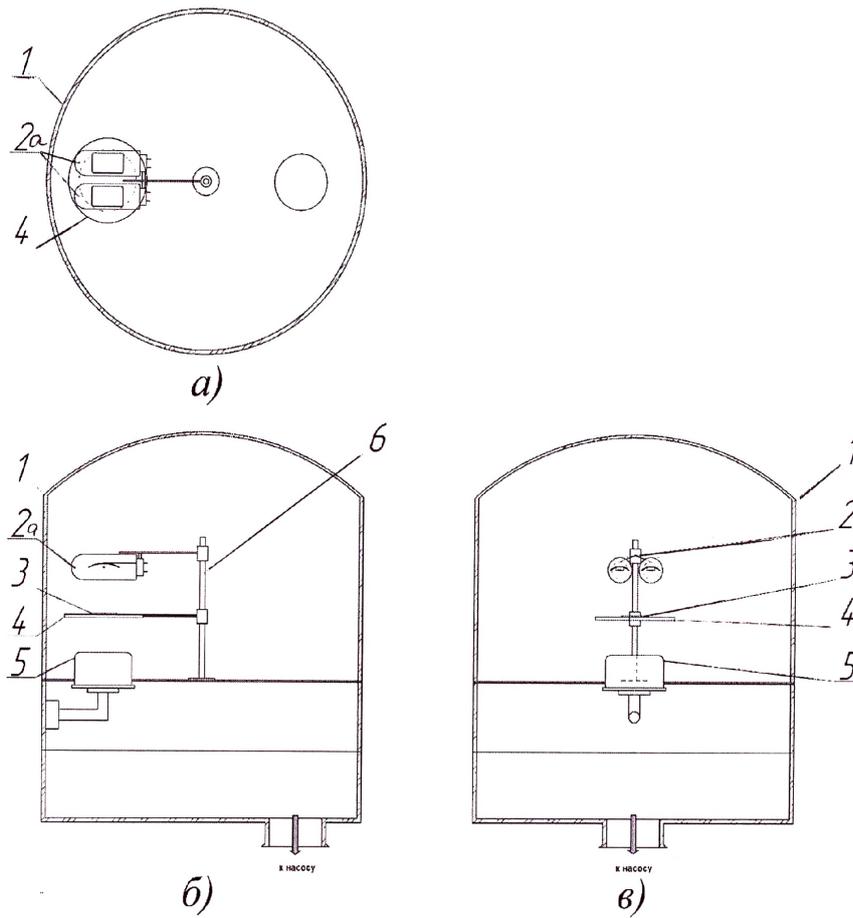
30

35

40

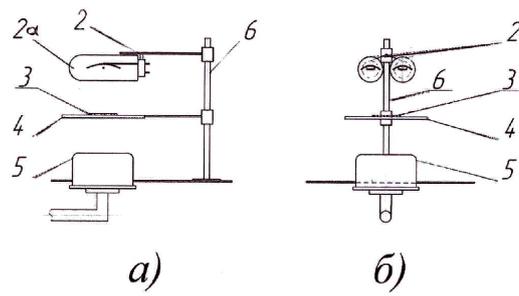
45

Устройство оптического нагрева образца
в установках магнетронного напыления

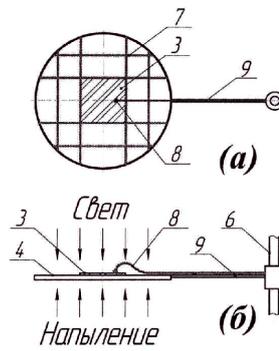


Фиг. 1

Устройство оптического нагрева образца
в установках магнетронного напыления

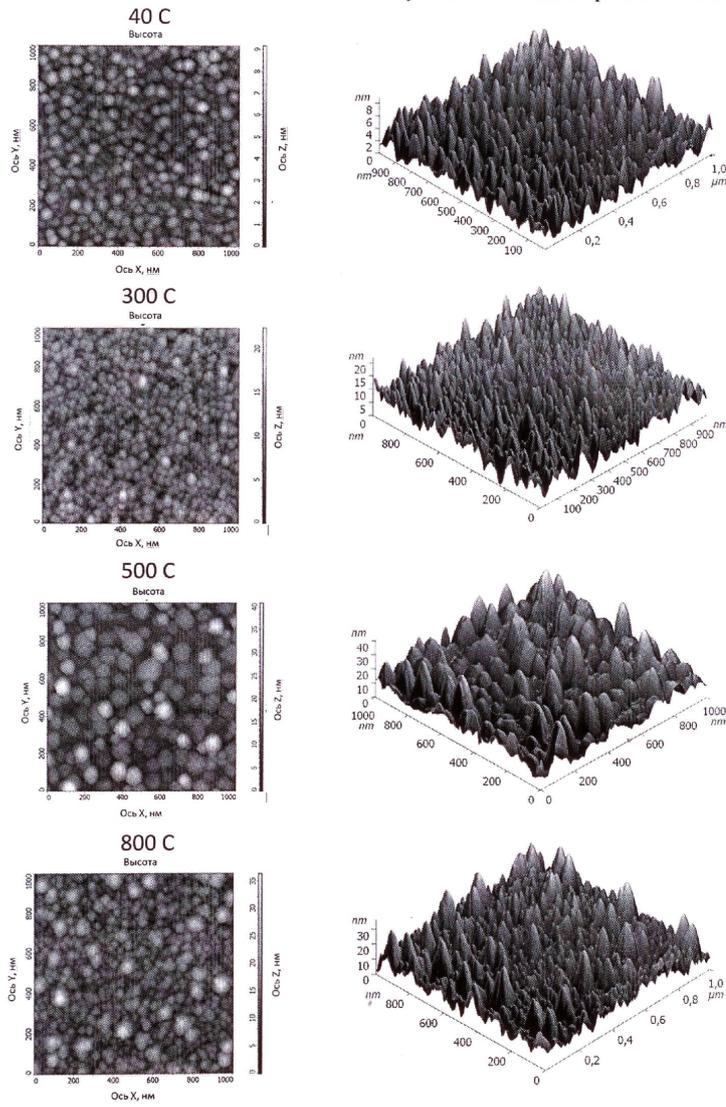


Фиг. 2



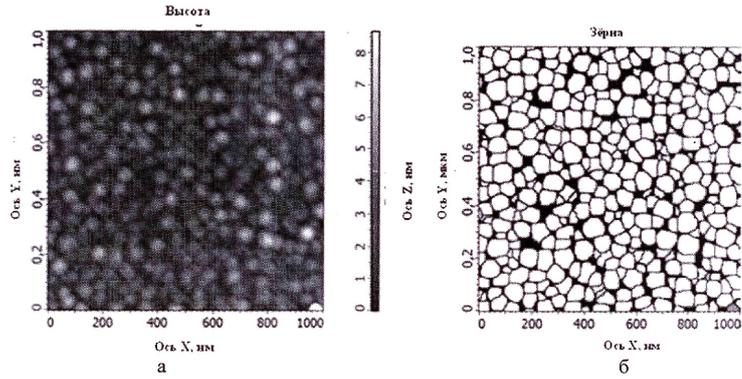
Фиг. 3

Устройство оптического нагрева образца
в установках магнетронного напыления

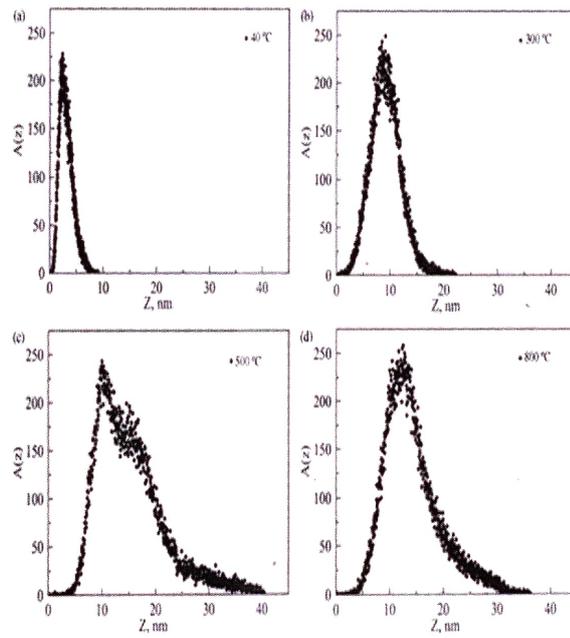


Фиг. 4

Устройство оптического нагрева образца
в установках магнетронного напыления

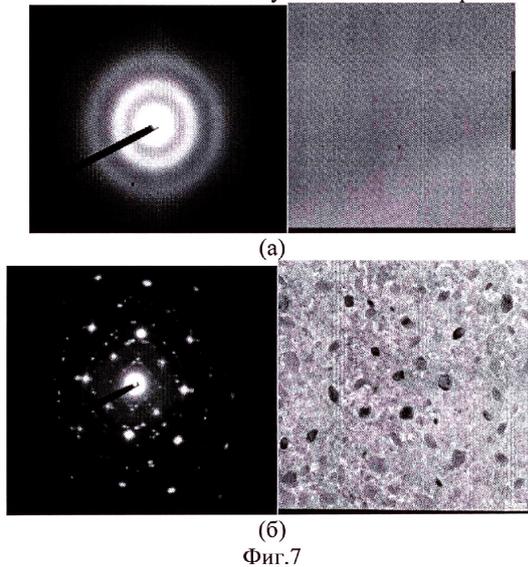


Фиг. 5



Фиг. 6

Устройство оптического нагрева образца
в установках магнетронного напыления



Фиг.7

Результаты статистической обработки изображений плёнок Si_3N_4 полученных на атомно-силовом микроскопе для температуры подложек $T = 40^\circ\text{C}, 300^\circ\text{C}, 500^\circ\text{C}, 800^\circ\text{C}$.

параметры	T_s			
	40°C	300°C	500°C	800°C
S_z , Максимальная высота пика, нм	9.1	22.3	43.6	36.3
S_a , Средняя шероховатость, нм	1.1	2.2	4.9	3.9
S_q , Среднеквадратичное значение (RMS), нм	1.3	2.8	6.3	5.1
Средний диаметр, нм	46.5	39.3	60.6	38.8
S_{dr} , Относительная площадь поверхности, %	0.8	4.1	7.6	8.9

Фиг.8