

УДК. 621.384.8.

ПРИМЕНЕНИЕ РАДИОЧАСТОТНОГО МАСС-СПЕКТРОМЕТРА ДЛЯ КОНТРОЛЯ
ВАКУУМНОГО ОСАЖДЕНИЯ МАГНИТНЫХ ПЛЕНОК

В.А. Каплин, Б.П. Малых

1. Широкое применение электронных схем с пленочным исполнением элементов (микросхемы) станет возможным только при условии их высокой надежности. Успехи в изучении физических свойств и процессов в тонких пленках, прогресс вакуумной технологии позволяют надеяться на решение проблемы воспроизводимости и стабильности электрофизических характеристик пленочных элементов в ближайшем будущем.

2. Тенденция к изготовлению пленочных микросхем в сверхвысоком вакууме ($P \approx 10^{-8} + 10^{-9}$ тор) вряд ли приемлема в условиях промышленного производства элементов вычислительной среды (ВС). В условиях массового производства большого количества однородных по структуре элементов при не очень жестких требованиях к их надежности будет рациональным использование непрогрываемых вакуумных установок с откачными средствами, обеспечивающими предельный вакуум $\sim 5 \cdot 10^{-7}$ тор, большой срок службы, высокую скорость откачки, малое время готовности.

Второй подход предполагает эффективный контроль и удаление из рабочей камеры газов и паров, существенно влияющих на электрофизические характеристики пленок [1].

Решение этой задачи связано с применением динамического масс-спектрометрического контроля парциального состава газовой среды в течение всего технологического процесса осаждения пленочных структур с целью поддержания концентраций некоторых активных компонент в безопасных пределах.

3. В связи с этим представляют интерес результаты, полученные при изучении влияния остаточных газов на электрофизические ха-

рактеристики напыляемых в вакууме металлических [2,3], ферромагнитных [4] и полупроводниковых [5] пленок. Например, в работе [3] показано, что пленки Sn, напыленные при классическом вакууме ($\sim 10^{-6}$ тор), имели такие же электрические характеристики, как и пленки, напыленные при сверхвысоком вакууме. Но при этом для скорости осаждения $\sim 50 \text{ \AA} / \text{сек}$ парциальные давления кислорода, углекислого газа и паров воды в рабочей камере не должны превышать следующих значений: $P_{O_2} \approx 5 \cdot 10^{-8}$ тор; $P_{CO_2} \approx 8 \cdot 10^{-7}$ тор; $P_{H_2O} \approx 4 \cdot 10^{-7}$ тор.

4. Чтобы оценить эффективность применяемых технологических приемов и выяснить специфические требования к масс-спектрометрической аппаратуре, нами был применен радиочастотный масс-спектрометр (РМС) [6] для контроля вакуумного осаждения магнитных пленок сплава Fe-Ni.

Описание установки

Эксперименты по масс-спектрометрическому контролю за испарением металлов (Ni) и сплавов (Fe-Ni) проводились на установке, оборудованной форвакуумным механическим насосом типа ВН-1-МГ и диффузионным паромасляным насосом со скоростью откачки 500 л/сек. К рабочей камере, оснащенной вольфрамовым испарителем, датчиками температуры подложки и общего давления, подключался датчик парциальных давлений (масс-анализатор) РМС.

Технологический цикл напыления пленок Fe-Ni включал следующие операции:

1. откачку рабочей камеры до стартового давления $\sim 8 \cdot 10^{-6}$ тор;
2. прогрев подложки и обезгаживание испарителя при $t^{\circ} = 1000 - 1300^{\circ}C$ в течение 5 мин;
3. испарение навески сплава 80% Ni + 20% Fe. Длительность испарения 3 - 5 минут;
4. выключение испарителя. Охлаждение рабочей камеры.

Испаритель представляет собой вольфрамовую спираль из проволоки диаметром 0,3 мм, намотанную на вольфрамовый стержень диаметром 1 - 2 мм и длиной 70 мм.

Трехкаскадный П-8-5-цикловый радиочастотный масс-анализатор смонтирован на фланце из нержавеющей стали диаметром 100 мм с уплотнениями из фторопласта и непосредственно размещен в ра-

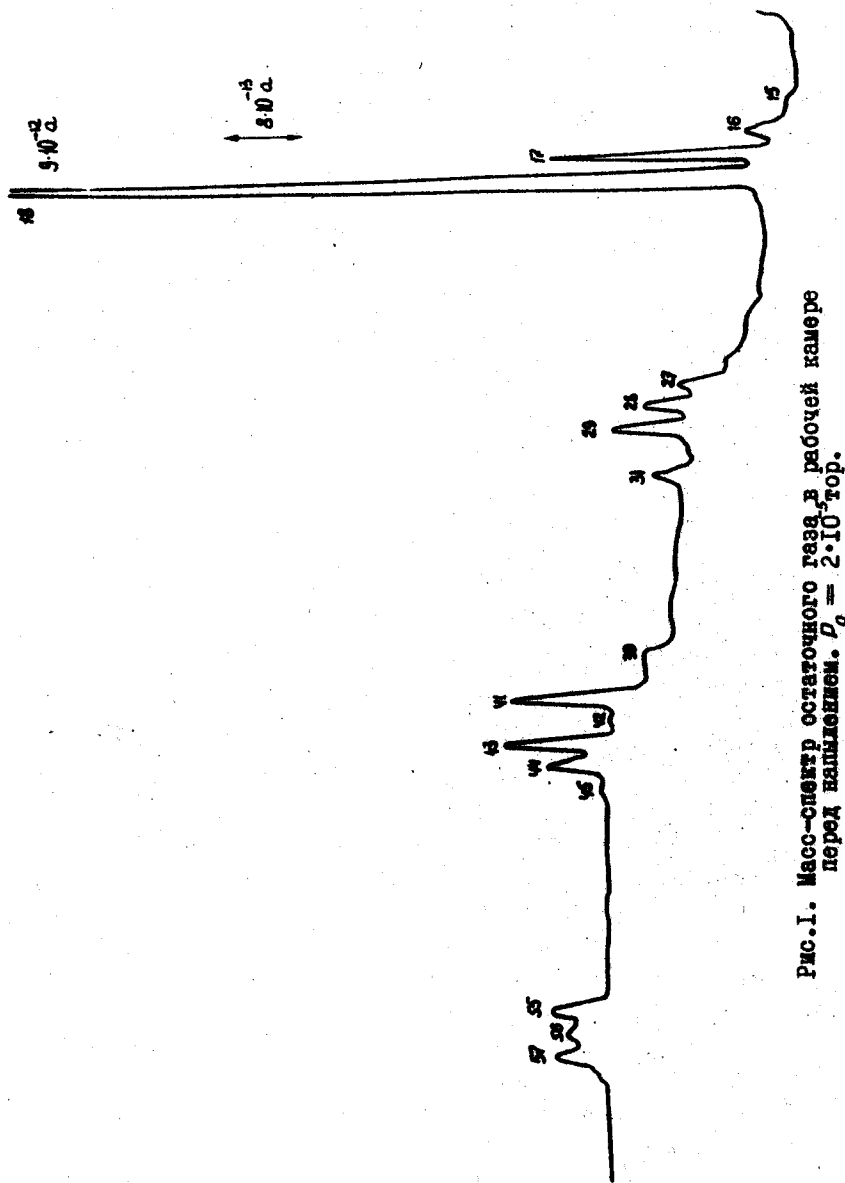


Рис.1. Масс-спектр остаточного газа в рабочей камере перед наполнением. $P_0 = 2 \cdot 10^{-6}$ тор.

бочей камере. Поток паров с испарителя вводился в ионный источник вдоль оси анализатора через входное отверстие диаметром 10 мм. Масс-анализатор с радиотехнической измерительной частью [7] обеспечивал разрешающую способность ~ 70 по уровню 0,5 высоты пиков в диапазоне массовых чисел 12 - 64.

Обсуждение результатов

Состав остаточной атмосферы в испарительной камере перед стартом (началом наполнения) представлен на рис. 1.

Преобладающими компонентами являются пары воды (пики с массовыми числами 18, 17) и пары рабочей жидкости - масла насосов (пики 16, 27, 29, 31, 39, 41, 43, 55, 56, 57).

Влияние режимов работы испарителя на парциальное давление паров масла оценивалось по изменению интенсивности осколочного пика с массовым числом 55 (рис. 2). В течение первых 20 секунд

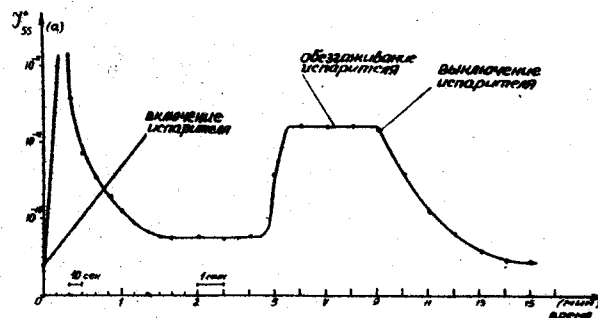


Рис.2. Изменение парциального давления паров масла в рабочей камере в процессе обезгаживания испарителя.

после включения испарителя идет интенсивная десорбция масла с поверхности испарителя. Процесс десорбции и откачки десорбированных паров масла заканчивается через 1,5 минуты. Дальнейший прогрев испарителя (увеличение t^0 испарителя) вызывает десорбцию паров масла со стенок рабочей камеры.

Пленка N_2 , распыленная на стенки камеры, интенсивно "откачивает" пары масла. Вследствие сорбции парциальное давление паров масла в рабочей камере уменьшается примерно на порядок (рис. 3).

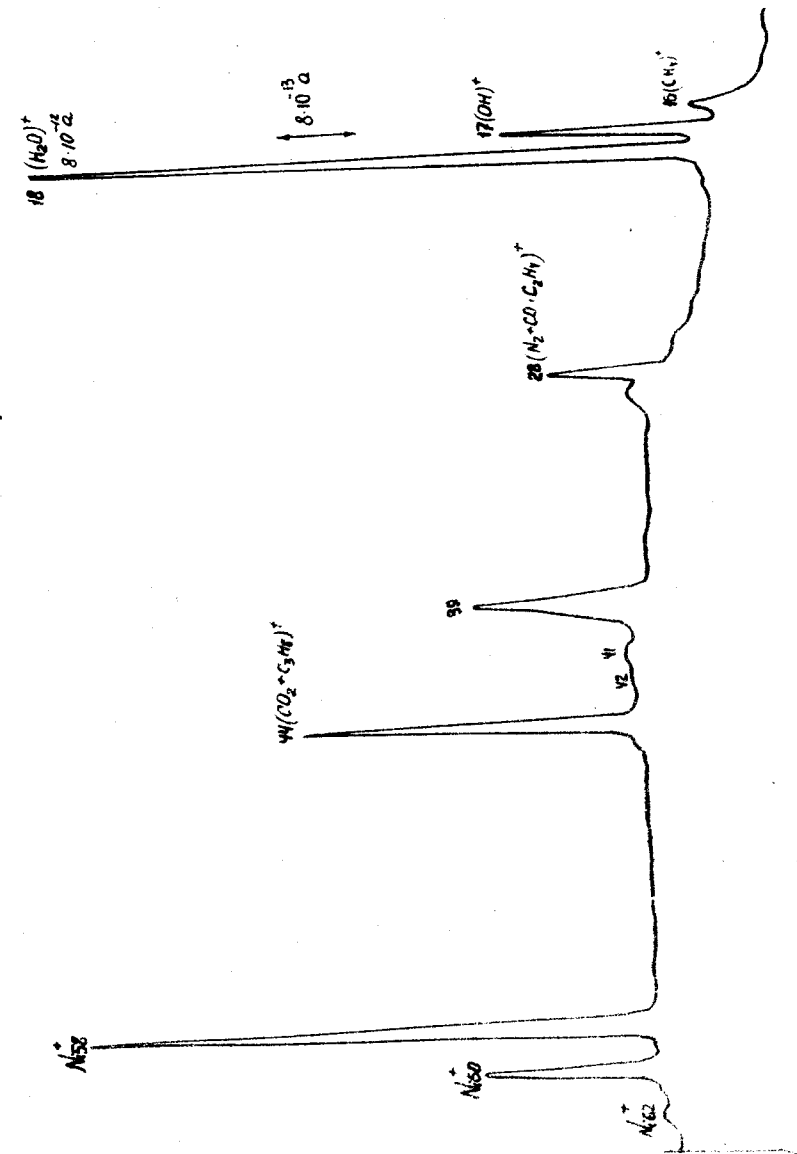


Рис.3. Масс-спектр газов в рабочей камере в процессе испарения никеля. $P_c = 2 \cdot 10^{-6}$ тор.

Увеличение интенсивности пиков с массовыми числами 44, 28 (см. рис. 2,4) и одновременное уменьшение концентрации паров воды (пики 18, 17) может быть объяснено крекингом паров масла на вольфрамовом испарителе и образованием CO_2 и CO в присутствии паров воды (соответственно пики 44 и 28) по схеме: $3H_2O + 2C = CO_2 + CO + 3H_2$.

В эксперименте с испарением сплава $Fe-Ni$ ПМС настраивался на развертку группы пиков с массовыми числами 55 - 62 а.е.м. Частота сканирования была 0,1 гц. Общее давление в камере в процессе напыления изменялось от $8 \cdot 10^{-6}$ до $4 \cdot 10^{-5}$ тор. Результаты эксперимента представлены на рис. 4, из которого следует:

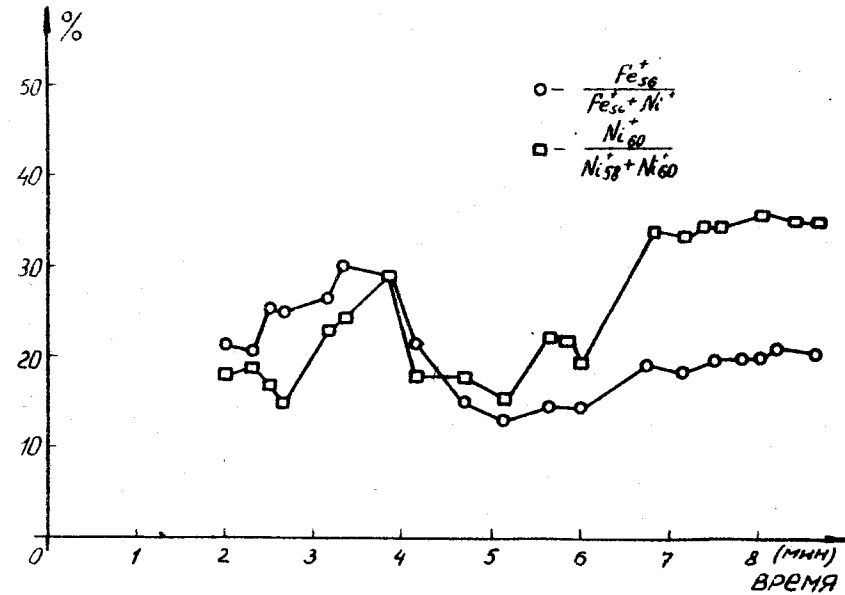


Рис.4. Фракционная разгонка компонентов при испарении сплава "пермаллой".

1. В течение цикла испарения процентное содержание паров Fe и Ni в потоке паров конденсата не остается постоянным, причем в начале цикла (рис. 4) процентное содержание паров железа достигает 30% - существенно больше, чем в исходном сплаве. К концу испарения (на 5-й минуте) конденсат обогащается никелем и содержит его больше, чем исходный сплав. Подъем кривой (рис.4) после 6-й минуты вызван подачей дополнительного напряжения на испаритель.

2. Содержащийся в сплаве никель имеет следующий изотопный состав: $Ni^{58} = 76\%$; $Ni^{60} = 23\%$; $Ni^{62} = 1\%$. Погрешность определения изотопного состава Ni с помощью РМС не более $\pm 10\%$ по сравнению с табличными значениями абсолютной распространенности изотопов Ni [8].

3. В используемой конструкции вакуумной камеры и входной части РМС контроль состава конденсата при испарении сплава $Fe-Ni$ в интервале массовых чисел 55 - 62 а.е.м. затруднен тем, что в измерения вносится ошибка вследствие значительного "фона" от осколков органических веществ (пики 55, 56, 57). Относительная величина этого фона особенно велика в начале цикла испарения. Избежать наложения фона можно, применив метод модуляции молекулярного пучка [9].

З а к л ю ч е н и е

Применение РМС позволило осуществить непрерывный контроль состава газов и паров в испарительной камере на всех этапах наполнения, а также оценить эффективность подготовительных технологических операций - откачки, обезгаживания, очистки атмосферы от паров масла.

Масс-спектрометрический контроль за испарением сплава "пермаллой" в динамике обнаружил фракционную разгонку компонентов Fe и Ni , а также Ni^{58} и Ni^{60} . Эти результаты в основном совпадают с данными Финегана и Голда [10], которые определяют состав конденсата методом рентгенофлуоресценции.

Л и т е р а т у р а

1. H.L.C a s w e l l. Analysis of the Residual Gases in Several Types of High-Vacuum Evaporators. IBM Journal of Research and Development, vol.4, N 2, 1960, p.130-142.
2. H.L.C a s w e l l. Effect of Residual Gases on the Properties of Indium Films. Journal of Applied Physics, vol. 32, N 12, 1961, p.2641-2645.
3. H.L.C a s w e l l. Effect of Residual Gases on Superconducting Characteristics of Thin Films. Journal of Applied Physics, vol.32, N 1, 1961, p.105-114.

4. M.C.P a u l and M.M.H a n s o n. Effects of Gases on the Properties of Vapour-Deposited Ni-Fe Films. Journal of Applied Physics, vol.37, N 10, 1966, p.3743-3750.
5. D.M.H u g h e s, G.C a r t e r. An Ultrahigh Vacuum System for the Preparation and Study of Surface Properties of Cadmium Sulfide Thin Films. Vacuum, vol.17, N 10, 1967, p. 555.
6. А.Н.В о р с и н и др. Радиочастотный масс-спектрометр. Изд-во АН СССР, 1959.
7. В.А.К а п л и н, В.В.О л ь ш а н е ц к а я, А.И.Т р у б е ц к о й. Радиочастотный масс-спектрометр для контроля пленочной технологии. Труды Всесоюзной конференции "Вычислительные системы". 5-11 июня 1967 г. Новосибирск. Вып. 6. "Автоматизация физико-технологических исследований".
8. Дж. К э й и Т. Л э б и. Таблицы физических и химических постоянных. Физматгиз, 1962.
9. Ю.С.Р у т г а й з е р. Повышение чувствительности масс-спектрометра методом модуляции молекулярного пучка. Журнал технической физики, т. 37, № 3, 1967, с.562-565.
10. J.J.F i n e g a n, P.R.G o u l d. Time Resolved Studies of Vacuum Deposited Alloy Films by X-Ray Emission Spectroscopy. Trans. 9th Nat. Vac. Sympos. Americ. Vac. Soc. 1962. Pergamon Press, p. 129.

Поступила в редакцию
5.VI.1968 г.