

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ**
«МОСКОВСКИЙ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
(НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ)»
(МФТИ, Физтех)

КАФЕДРА ЭЛЕКТРОНИКИ

**ОТЧЁТ
ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ**

НАПЫЛЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК

Работу выполнил:

Топольский Михаил. Б04-404

Работу принял, оценка:

Долгопрудный, 2025 г.

Цель работы

Ознакомление с методами термовакуумного напыления тонких плёнок, практическое получение алюминиевой плёнки заданной толщины термовакуумным испарением с измерением её параметров.

Теоретическая часть

Термовакуумное напыление – это метод получения тонких плёнок путём испарения материала в условиях высокого вакуума с последующей конденсацией паров на подложке. Основное требование к процессу – обеспечение свободного пробега атомов от источника до подложки без столкновений с молекулами остаточного газа. Для этого необходимо, чтобы длина свободного пробега значительно превышала расстояние между испарителем и подложкой.

Длина свободного пробега при комнатной температуре ($T \approx 300$ К) оценивается по формуле

$$\lambda = \frac{k_B T}{\sqrt{2} \pi d^2 P}, \quad (1)$$

где $k_B = 1,38 \cdot 10^{-23}$ Дж/К – постоянная Больцмана, $d \approx 3,7 \cdot 10^{-10}$ м – эффективный диаметр молекулы воздуха, P – давление остаточного газа.

Испарение алюминия осуществляется с резистивного испарителя – вольфрамовой проволоки, изогнутой в виде спиральки (рис. 1а). Алюминий имеет температуру плавления $T_{\text{пл}} = 660^\circ\text{C}$ и температуру интенсивного испарения $T_{\text{исп}} \approx 1150^\circ\text{C}$. Вольфрам, в свою очередь, плавится при $T_{\text{пл}} \approx 3400^\circ\text{C}$ и обладает пренебрежимо малым давлением насыщенных паров при температурах испарения Al. Это позволяет использовать его в качестве стабильного подогревателя. Важно, что алюминий хорошо смачивает вольфрам, что обеспечивает стабильность капли и равномерность испарения.

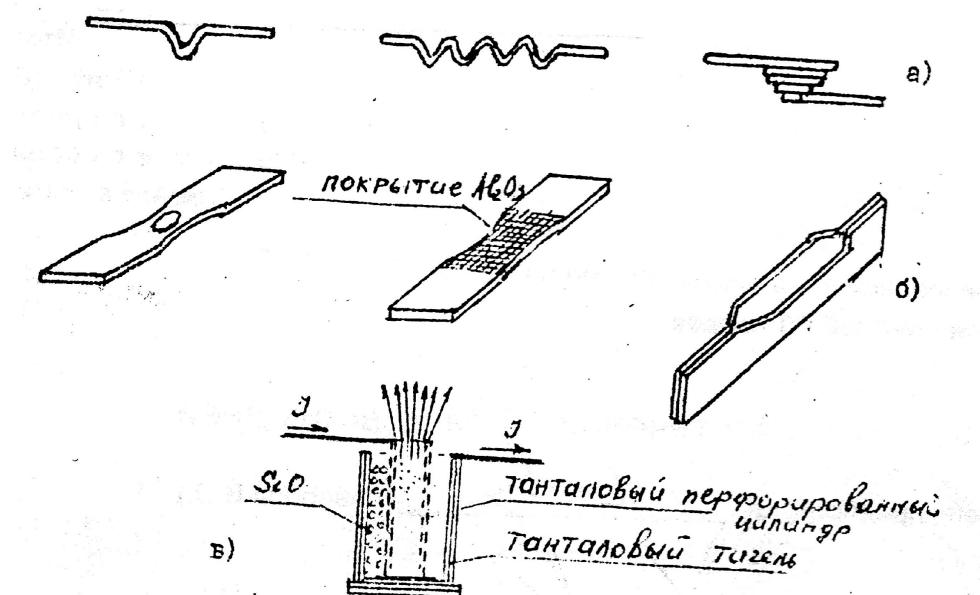


Рис. 1: Испарители: а) из проволоки, б) из металлической фольги, в) для сублимируемых материалов

Давление насыщенных паров испаряемого вещества $P_{\text{нас}}$ определяется уравнени-

ем Клаузиуса–Клапейрона:

$$\ln P_{\text{нас}} = -\frac{L}{R_g T} + \text{const}, \quad (2)$$

где L — удельная теплота испарения, $R_g = 8,31 \text{ Дж}/(\text{моль}\cdot\text{К})$ — универсальная газовая постоянная. Для устойчивого испарения обычно выбирают такие температуры, при которых $P_{\text{нас}} \sim 10^{-2} \text{ мм рт. ст.}$, чтобы избежать брызг расплава и обеспечить достаточную скорость напыления.

Атомы алюминия, покидающие поверхность расплава, обладают средней кинетической энергией:

$$E_k = \frac{3}{2}k_B T_{\text{исп}} \approx 0,1 \text{ эВ}, \quad (3)$$

что значительно меньше энергии связи атомов в конденсированной фазе ($\sim 3 \text{ эВ}$) и энергии активации поверхностной миграции ($\sim 0,3 \text{ эВ}$). В результате осаждённые атомы слабо взаимодействуют с подложкой и формируют островковую структуру (режим Вольмера–Вебера). При толщине плёнки $d \gtrsim 50 \text{ нм}$ островки смыкаются, образуя сплошной слой. Оптимальная толщина для зеркальных покрытий — около 100 нм, при которой коэффициент пропускания $T < 10^{-3}$, а коэффициент отражения достигает $R \approx 95\%$.

Геометрическое распределение толщины плёнки

При термовакуумном напылении из точечного источника толщина алюминиевой плёнки в центре подложки определяется массой испарённого вещества m , расстоянием от источника до подложки R_0 и плотностью материала ρ . Предположим, что мы ограничили бы пространство сферой радиуса $(R_0 + t_0)$, то получили бы ситуацию, когда напыляется только "1 точка" — центральная, из всех точек отрезка, принадлежащего пластине:

$$t_0 = \frac{m}{4\pi\rho R_0^2}, \quad \rho_{\text{Al}} = 2,7 \text{ г}/\text{см}^3. \quad (4)$$

Ограничим теперь пространство сферой радиуса $(R + t_1)$, получим ситуацию, когда напыляются все точки на расстоянии L от центра пластины. Толщина плёнки в точке, находящейся на расстоянии $(L + t_1 \sin\theta)$ от центра пластины:

$$t(\theta) = t_1 \cos\theta, \quad (5)$$

где $t_1 = \frac{m}{4\pi\rho R^2}$ — толщина сферы, $R = \sqrt{l^2 + R_0^2}$. Угол θ связан с геометрией соотношением $\cos\theta = \frac{R_0}{R} = R_0/\sqrt{R_0^2 + l^2}$

$$t(\theta) = \frac{m}{4\pi\rho R^2} \cos\theta = \frac{mR_0}{4\pi\rho R^3} \quad (6)$$

относительное изменение толщины можно оценить как:

$$\frac{t_0}{t(l)} = \frac{R^3}{R_0^3} = \left[1 + \left(\frac{l}{R_0} \right)^2 \right]^{3/2}. \quad (7)$$

Такие рассуждения справедливы для любого сечения сферы плоскостью, перпендикулярной пластине. Эти соотношения позволяют рассчитать ожидаемую толщину плёнки при заданной навеске и геометрии напыления, а также объяснить наблюдаемую неоднородность покрытия.

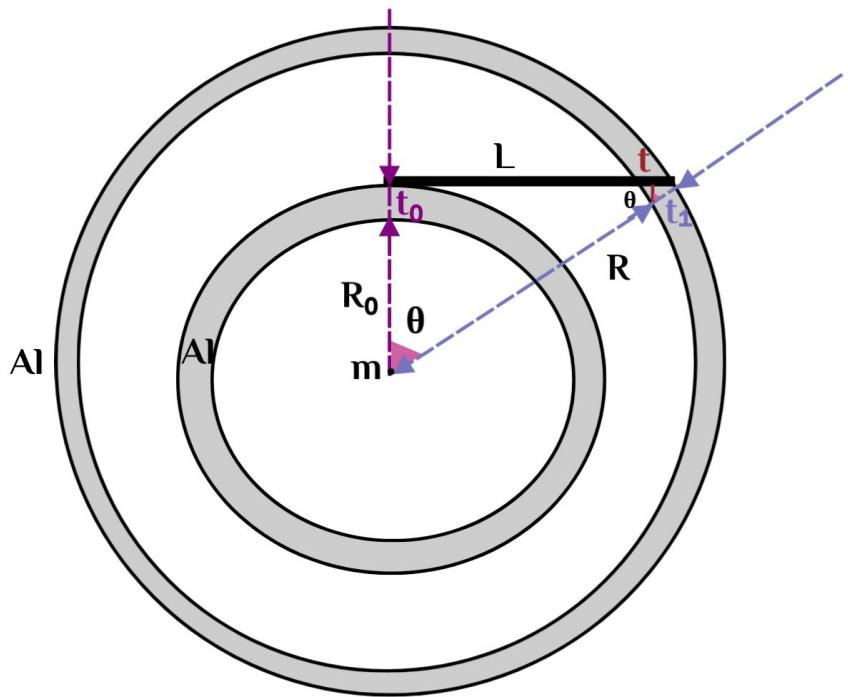


Рис. 2: Распределение толщины плёнки

Для контроля толщины полупрозрачных для света плёнок ($d \lesssim 70$ нм) используется оптический метод, основанный на измерении коэффициента пропускания $T = I/I_0$, где I_0 и I — интенсивности падающего и прошедшего света. Связь $T(d)$ нелинейна и определяется экспериментально (рис. 3). При малых толщинах ($d < 20$ нм) плёнка состоит из разрозненных островков, и пропускание близко к 100%. При $d \approx 50$ нм наблюдается резкое падение T , связанное с перколоацией и формированием сплошного проводящего слоя. Перколоация — явление протекания (просачивания) одной фазы сквозь другую.

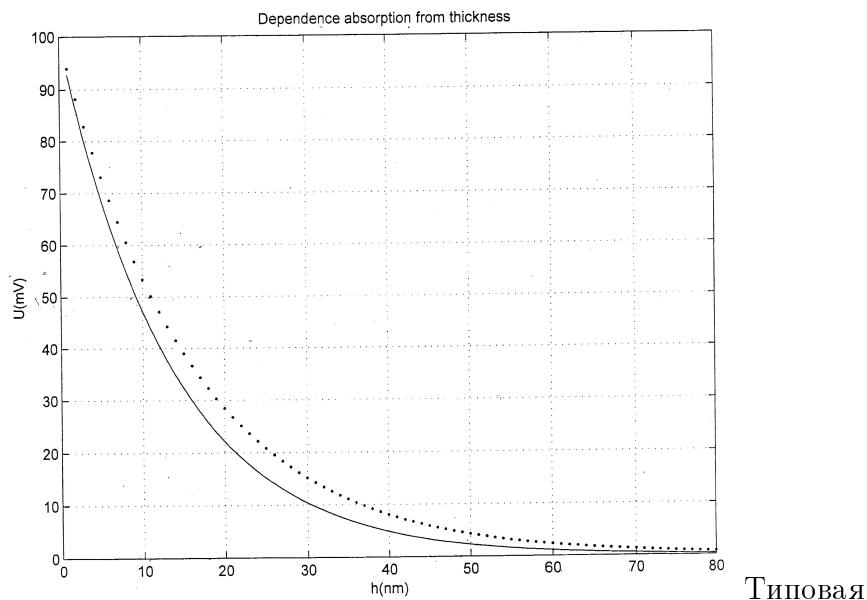


Рис. 3: зависимость напряжения на фотоприёмнике от толщины

Химическая пассивность (инертность) алюминия требует высокого вакуума: при давлениях выше $5 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст. происходит интенсивное окисление с образованием

Al_2O_3 , что ухудшает адгезию и оптические свойства плёнки. Уже при комнатной температуре на поверхности алюминия самопроизвольно формируется оксидный слой толщиной 1–2 нм, однако в условиях вакуумного напыления этот процесс минимизируется.

Ход работы

Минимальное допустимое расстояние от капли до плёнки

Для выполнения задания необходимо напылить алюминиевую плёнку переменной толщины на стеклянную подложку длиной $2l = 7,5$ см, при этом капля испаряемого алюминия расположена точно над центром подложки. Требуется определить минимальное расстояние R_0 от источника до подложки, при котором разница толщины плёнки между центром и краем не превышает 10%. Согласно геометрической модели точечного источника, толщина плёнки в точке, удалённой на расстояние l от центра, определяется формулой:

$$t(l) = t_0 \cdot \cos\theta = \frac{mR_0}{4\pi\rho R^3} \quad (8)$$

Относительная разница толщины между центром (t_0) и краем ($t(l)$) выражается как

$$\frac{t_0 - t(l)}{t_0} = 1 - \frac{R_0^3}{R^3}. \quad (9)$$

Было поставлено условие: эта разница должна быть $\leq 10\% = 0,1$. Тогда:

$$\begin{aligned} 1 - \frac{R_0^3}{R^3} &\leq 0,1, \\ \frac{R_0^3}{R^3} &\geq 0,9. \\ \frac{R_0}{0,9^{\frac{1}{3}}} &\geq (R_0^2 + l^2)^{1/2}, \\ \frac{R_0^2}{0,9^{\frac{2}{3}}} &\geq R_0^2 + l^2, \\ 0,073 \cdot R_0^2 &\geq l^2, \\ R_0 &\geq \frac{l}{\sqrt{0,073}} = \frac{3,75}{\sqrt{0,073}} = 13,9 \text{ см}, \end{aligned}$$

Таким образом, для обеспечения однородности толщины плёнки в пределах 10% расстояние от источника до стекла должно составлять не менее 13,9 см.

Максимальное допустимое расстояние от капли до плёнки

Для обеспечения свободного перелёта атомов алюминия от источника к стеклу необходимо, чтобы их длина свободного пробега в остаточном газе превышала расстояние между испарителем и стеклом. Длина свободного пробега λ определяется по формуле

$$\lambda = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi d^2 P}, \quad (10)$$

где $k = 1,38 \cdot 10^{-23}$ Дж/К — постоянная Больцмана, $T \approx 293$ К — комнатная температура, $d \approx 3,7 \cdot 10^{-10}$ м — эффективный диаметр молекулы воздуха, P — давление остаточного газа.

При давлении $P \sim 10^{-4}$ Торр $= 1,333 \cdot 10^{-2}$ Па получаем:

$$\lambda = \frac{1,38 \cdot 10^{-23} \cdot 293}{\sqrt{2} \cdot \pi \cdot (3,7 \cdot 10^{-10})^2 \cdot 1,333 \cdot 10^{-2}} \approx 0,49 \text{ м} = 49 \text{ см.}$$

На основе вычисленных значений минимального и максимального расстояния от капли до стекла было решено расположить стекло на высоте около 15 см от вольфрамовой проволоки.

Расчёт массы алюминия

Для получения алюминиевой плёнки заданной толщины d при термовакуумном напылении из точечного источника масса испаряемого алюминия определяется из условия равномерного распределения вещества по поверхности сферы радиуса R_0 :

$$d = \frac{m}{4\pi R_0^2 \rho}, \quad (11)$$

где $\rho = 2,7 \cdot 10^3$ кг/м³ — плотность алюминия. Отсюда масса:

$$m = 4\pi R_0^2 \rho d. \quad (12)$$

В таком случае, для получения плёнки толщиной $d = 50$ нм = $5 \cdot 10^{-8}$ м при расстоянии $R_0 = 15$ см = 0,15 м:

$$m = 4\pi \cdot (0,15)^2 \cdot (2,7 \cdot 10^3) \cdot (5 \cdot 10^{-8}) \approx 3,8 \cdot 10^{-5} \text{ кг} = 38 \text{ мг.}$$

Таким образом, для напыления алюминиевой плёнки требуется кусочек алюминиевой проволоки массой около 38 мг.

Подготовка и нанесение напыления

Для проведения термовакуумного напыления алюминия был подготовлен резистивный испаритель на основе вольфрамовой проволоки. Отрезок вольфрамовой проволоки был тщательно протёрт салфеткой со спиртом для удаления поверхностных загрязнений и оксидов. Затем проволока была изогнута в форме галочки (шпильки) для закрепления алюминиевой проволоки.

Испаритель был установлен в вакуумной камере под стеклянным колпаком и подключён к электродам. Перед загрузкой алюминия проволока была прокалена: вакуумная камера откачивалась до давления $\sim 10^{-4}$ Торр, после чего через проволоку пропускался ток, вызывающий её нагрев до красно-оранжевого свечения ($\sim 1000^\circ\text{C}$). Это позволило удалить остатки адсорбированных газов и графитовой смазки.

После остывания проволоки на нижний конец галочки был намотан кусочек алюминиевой проволоки рассчитанной ранее массой. Подложка из стекла была закреплена на держателе на расстоянии $R_0 \approx 15$ см от источника. Камера вновь была герметизирована и откачана до рабочего давления $\sim 10^{-4}$ Торр.

Напряжение на испаритель подавалось постепенно. Сначала наблюдалось тёмно-красное свечение, при котором алюминий начал плавиться и образовывать каплю, смачивавшую поверхность вольфрама. При дальнейшем увеличении тока проволока начала излучать очень яркий свет, и началось интенсивное испарение алюминия. Однако в процессе нагрева произошёл разрыв вольфрамовой проволоки. В результате не весь алюминий успел испариться, однако на стеклянной подложке образовалась полупрозрачная алюминиевая плёнка, пригодная для оптического контроля толщины.

Определение толщины напыления

После получения напыления была проведена оценка толщины алюминиевой плёнки оптическим методом. Для этого использовался спектрометр, подключённый к ноутбуку, а в качестве источника света применялась настольная лампа.

Сначала была измерена интенсивность света без каких-либо преград – её значение составило $I_0 \approx 8250$ усл. ед. Затем была измерена интенсивность света, прошедшего через стекло с напылением: $I = 7000$ усл. ед.

Отсюда был найден коэффициент пропускания плёнки:

$$T = \frac{I}{I_0} = \frac{7000}{8250} \approx 0,848.$$

Из справочных данных было определено значению $T \approx 0,85$ соответствует толщина $t_0 \approx 1,2$ нм. Сопоставим теоретическую толщину с практической:

$$t_0^T = \frac{m}{4\pi\rho R_0^2} = \frac{38 \cdot 10^{-3}}{2,7 \cdot 4\pi \cdot 15^2} = 0,5 \cdot 10^{-9} \text{ м} = 0,5 \text{ нм}$$

Выводы

В ходе лабораторной работы было осуществлено напыление алюминиевой плёнки на стеклянную подложку с использованием резистивного испарителя из вольфрамовой проволоки. После напыления толщина плёнки была оценена оптическим методом по коэффициенту пропускания света и сопоставлена со справочными данными.

Эксперимент подтвердил работоспособность используемого метода для получения тонких металлических плёнок. Однако были выявлены несколько его существенных недостатков:

1. Расчёт толщины основан на предположении о точечном источнике и изотропном испарении, однако в действительности капля имеет собственный объём, а неравномерное распределение температуры по капле и влияние формы испарителя не соответствуют идеальной модели.
2. Не учитывается частичное окисление алюминия остаточными газами, что снижает эффективную массу осаждённого металла и искажает оптические свойства плёнки.
3. При перегорании вольфрамовой проволоки процесс напыления прервался, что свидетельствует о том, что метод не всегда является надёжным.

Для улучшения качества эксперимента можно предложить следующие варианты:

1. Использование более надёжных испарителей (фольга, тигли).
2. Создание более низкого давления в установке и более плавный нагрев испарителя.
3. Прямой контроль толщины во время напыления для точного получения необходимой толщины плёнки.