

2. ИЗГОТОВЛЕНИЕ ПЛЕНОК МЕТОДОМ ВАКУУМНОГО ИСПАРЕНИЯ

2.1. Основные положения

Предлагаемый для изучения метод изготовления тонкой пленки основан на испарении рабочего вещества в высоком вакууме за счет нагрева и конденсации паров на подложке. При изучении метода следует выделить три взаимосвязанных процесса:

- формирование потока рабочего вещества;
- перенос частиц рабочего вещества от источника к подложке;
- формирование пленки на подложке.

2.1.1. Формирование потока рабочего вещества

Рабочее вещество (металл, сплав, химическое соединение) находится в твердом состоянии. В условиях термодинамического равновесия при абсолютной температуре T над поверхностью твердой или жидкой фазы находится определенное количество данного вещества в парообразном состоянии. Количественно паровую фазу определяют давлением насыщенного пара. Предположим, что рабочее вещество состоит из одного компонента, и обозначим давление его насыщенного пара через $p_{\text{нас}}$. Значение $p_{\text{нас}}$ можно вычислить, используя стандартные термодинамические функции.

При конденсации паров вне источника рабочего вещества равновесие в системе нарушается. На границе раздела «источник–вакуум» возникает поток рабочего вещества с плотностью $[кг/(м^2 \cdot с)]$:

$$J_{m0} = 0.584 \sqrt{\frac{M}{T_{\text{ист}}}} \cdot \exp \left(2.303 \left(A - \frac{B}{T_{\text{ист}}} \right) \right), \quad (2.1)$$

где M – молярная масса вещества, кг/кмоль; $T_{\text{ист}}$ – температура источника рабочего вещества (иногда эту величину называют температурой испарения), К; A и B – коэффициенты, значения которых для каждого материала можно найти в таблицах (см. литературные источники)

Полный поток вещества G_m от источника с поверхностью A [кг/с] вычисляют по формуле $G_m = AJ_m$.

2.1.2. Перенос рабочего вещества

Плотность потока рабочего вещества на границе раздела «вакуум–подложка», которая расположена на расстоянии h от источника, отличается от значения, найденного по выражению (2.1). Это обусловлено рассеянием частиц вещества на молекулах остаточного газа.

Принято, что закон рассеяния частиц в вакууме определяет вероятность P соударения молекул на расстоянии x от источника: $P = 1 - \exp(-x / L_{T,p})$, где $L_{T,p}$ – средняя длина свободного пробега частиц в вакууме при заданных значениях температуры T и давления p . В этом случае рассеяние потока вещества на расстоянии x от источника определяют в виде

$$J_m(x) = J_{m0} \exp(-x / L_{T,p}). \quad (2.2)$$

При $T = 298$ К и давлении p [Па] значение $L_{T,p}$ [м] можно оценить по формуле

$$L_{T,p} = \frac{6.3}{p} 10^{-3}.$$

Для определения плотности потока на границе раздела «вакуум–подложка» в (2.2) следует подставить $x = h$. Очевидно, что при $h \ll L_{T,p}$ рассеянием частиц на молекулах остаточных газов следует пренебречь, т. е. можно считать, что $J_m(h) \approx J_{m0}$.

2.1.3. Формирование пленки на подложке

При изготовлении пленки обычно контролируют толщину или скорость осаждения. Эти величины зависят от нескольких факторов:

- геометрических размеров подложки;
- распределения в пространстве потока испаряемого вещества, которое зависит от эмиссионных свойств источника;
- ориентации подложки относительно источника;
- скорости и времени испарения рабочего вещества.

Для формирования пленки на плоской подложке, имеющей площадь несколько квадратных сантиметров, источник рабочего вещества обычно имеет плоскую конструкцию. Его в этом случае описывают с помощью модели поверхностного источника (рис. 2.1). Этот источник испаряет вещество только

в два верхних квадранта. Для него скорость роста пленки [м/с] в заданной точке подложки при $h \ll L_{T,p}$ определяется как

$$v_{\text{пл}}(r) = \frac{AJ_{m0} \cos^2 \varphi}{\pi r^2 \rho}, \quad (2.3)$$

где ρ – плотность материала источника, кг/м³.

Исходя из (2.3), получаем выражение для распределения толщины пленки $L(y)$ вдоль плоской подложки (вдоль координаты y на рис. 2.1):

$$L(y) = \frac{AJ_{m0} t}{\pi h^2 \rho \left[1 + (y/h)^2 \right]^2}, \quad (2.4)$$

где t – время проведения процесса, с.

Из (2.4) следует, что в центре подложки при $y = 0$ толщина пленки максимальна:

$$L_{\text{max}} = \frac{AJ_{m0} t}{\pi h^2 \rho}. \quad (2.5)$$

Очевидно, что на краю подложки:

$$L = L_{\text{min}} = \frac{AJ_{m0} t}{\pi h^2 \rho \left[1 + (l/h)^2 \right]^2}. \quad (2.6)$$

Используя (2.5) и (2.6), введем безразмерный параметр K [%], описывающий неравномерность пленки по толщине:

$$K = \frac{L_{\text{max}} - L_{\text{min}}}{L_{\text{max}}} 100. \quad (2.7)$$

В некоторых случаях используют модель точечного источника, который испаряет вещество равномерно во всех направлениях. Для такого источника выражения (2.3) и (2.4) принимают вид

$$v_{\text{пл}}(r) = \frac{AJ_{m0} \cos^2 \varphi}{4\pi r^2 \rho},$$

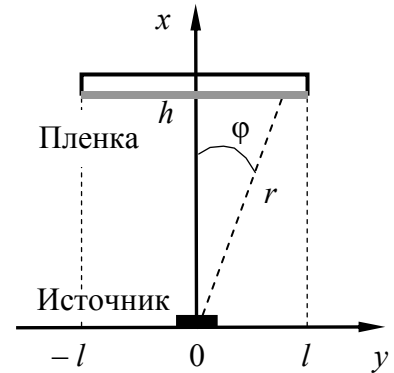


Рис. 2.1. Модель поверхностного источника

$$L(y) = \frac{AJ_{m0} t}{4\pi h^2 \rho \left[1 + (y/h)^2\right]^{3/2}}. \quad (2.8)$$

Используя (2.8), по аналогии с (2.5) и (2.6) легко получить величины L_{\min} и L_{\max} , которые задают коэффициент неравномерности пленки (2.7).

2.2. Лабораторная работа 3. Исследование процесса вакуумного испарения по программной модели

2.2.1. Цели работы

1. Изучение процесса получения пленки.
2. Изучение влияния технологических параметров на скорость роста пленки.

2.2.2. Виртуальная технологическая установка

Модель технологической установки составлена в интегрированной среде LabView таким образом, что в окне на экране дисплея можно (рис. 2.2):

- 1) при открытой камере задавать материал пленки, ее толщину d , массу источника рабочего вещества m , размеры подложки a и b , равномерность пленки K ;
- 2) задавать переменные параметры технологического процесса: ток испарителя I , остаточное давление в вакуумной камере $p_{\text{ост}}$, температуру подложки $T_{\text{п}}$, расстояние между источником и подложкой h ;
- 3) управлять процессом получения высокого вакуума;
- 4) контролировать изменение давления в вакуумном объеме по термпарному и ионизационному вакуумметрам;
- 5) управлять процессом осаждения пленки;
- 6) контролировать процесс осаждения пленки по датчикам давления насыщенного пара $p_{\text{нас}}$, плотностей потока рабочего вещества в плоскостях источника J_{m0} и подложки $J_m(h)$, скорости роста пленки $v_{\text{пл}}$ и ее толщины d , времени проведения процесса t ;
- 7) наблюдать за процессом осаждения пленки непосредственно в вакуумной камере.

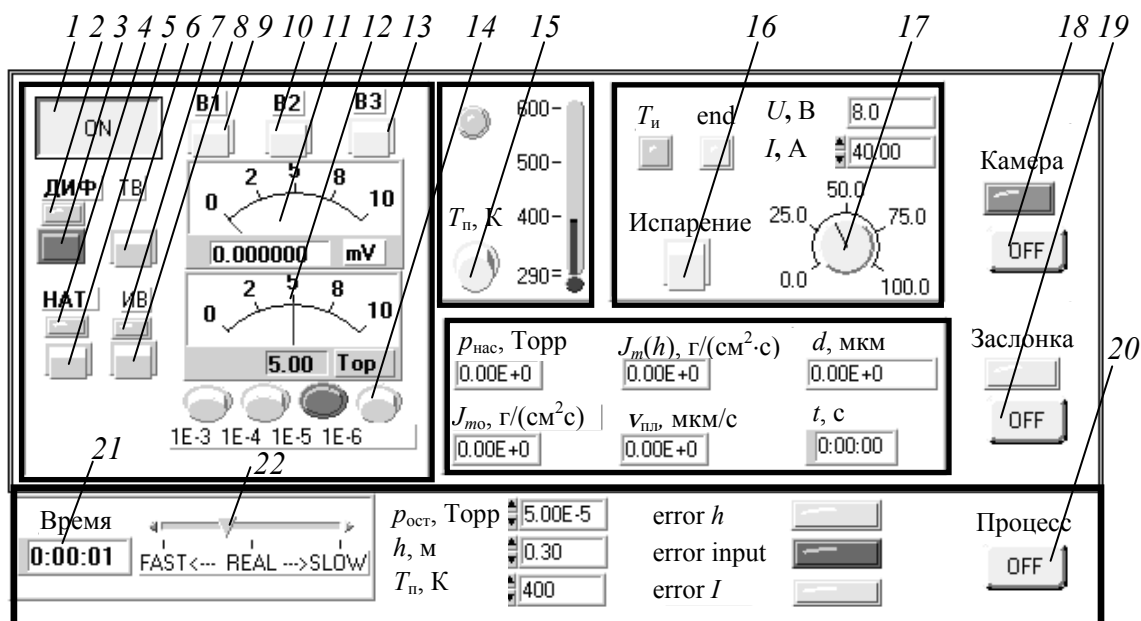


Рис. 2.2. Компьютерная модель технологической установки

Для изготовления пленки необходимо выполнить следующие действия:

• *Подготовка установки*

1. Включить установку кнопкой 1, одновременно с этим включится форвакуумный насос. Индикатор 21 начнет отсчет общего времени работы установки.
2. Включить термопарный вакуумметр кнопкой 6.
3. Открыть вентиль В1 (кнопка 9), затвор В3 (кнопка 13) должен быть закрыт. Включить диффузионный насос (кнопка 3). Для ускорения процесса воспользоваться множителем времени (индикатор 22). Готовность насоса показывает цветовой индикатор 2.

• *Загрузка камеры*

1. Создать в камере атмосферное давление (кнопка 5).
2. Открыть камеру (кнопка 18). В появившемся окне задать материал пленки, ее толщину d , массу источника рабочего вещества m , размеры подложки a и b , равномерность пленки K . Закрыть камеру (кнопка 18).
3. Задать технологические параметры процесса: ток испарителя I (регулятор 17), остаточное давление в вакуумной камере (индикатор $p_{\text{ост}}$), температуру подложки (индикатор $T_{\text{п}}$), расстояние между источником и подложкой (индикатор h).

• *Получение вакуума*

1. Закрывать натекаТЕЛЬ и получить в камере высокий вакуум, используя вентили В1, В2 (кнопки 9 и 10), затвор В3 (кнопка 13) и контролируя изменение давления с помощью термопарного 11 и ионизационного 12 вакуумметров. Ионизационный вакуумметр включается кнопкой 8 при зеленом цвете индикатора 7. Отсчет давления по шкале прибора 12 следует производить с учетом множителя, установленного на переключателе 14. Порядок получения высокого вакуума описан в 1.2.2.

2. При достижении заданного значения давления остаточных газов приступить к выполнению технологического процесса.

При изготовлении пленки в камере должен непрерывно поддерживаться высокий вакуум, который обеспечивают насосы при открытых В1 и В3.

• *Технологический процесс*

1. Включить нагрев подложки кнопкой 15. Достижение заданной температуры отражает индикатор.

2. Приступить к испарению:

- перевести множитель времени в положение REAL;
- включить испаритель кнопкой 16;
- все параметры процесса будут отражены на индикаторах, имеющих соответствующие надписи;
- процесс испарения можно наблюдать визуально, нажав кнопку 20.

3. После записи результата эксперимента выключить кнопку 20, испаритель, нагрев подложки, ионизационный вакуумметр, закрыть затвор и создать в камере атмосферное давление. В таком состоянии установка готова к проведению следующего эксперимента.

Следует иметь в виду, что при достижении пленкой заданной толщины заслонка автоматически закроется. При полном испарении навески загорится индикатор end.

После завершения всех экспериментов установка должна быть выключена. Установку выключают после выполнения последнего эксперимента, не открывая натекаТЕЛЬ, для того чтобы в камере при выключенной установке был вакуум.

• *Выключение установки*

1. Выключить ионизационный вакуумметр, закрыть затвор.

2. Выключить диффузионный насос, который охладится через 30 мин.
3. Закрыть вентиль В1, выключить термодатный вакуумметр.
4. Выключить установку.

2.2.3. Задания

1. Изучить программную модель технологической установки.
2. Получив индивидуальное задание, выполнить серию экспериментов.
3. Исследовать влияние технологических параметров на скорость роста пленки.

2.2.4. Порядок выполнения заданий

1. Изучить порядок управления программной моделью.
2. Задание на проведение процесса включает:
 - состав материала пленки;
 - толщину пленки d ;
 - массу испаряемого материала m ;
 - размеры подложки $a \times b$;
 - неравномерность пленки по толщине K ;
 - температуру подложки $T_{\text{п}}$;
 - расстояние «испаритель–подложка» h . Возможно, что в задании значения величин a , b , K и h не согласованы. При заданных a , b и K минимальное расстояние h можно оценить по формуле

$$h = (a^2 + b^2)^{1/2} \left[(1 + K)^{-1/2} - 1 \right]^{-1/2}.$$

Если заданное значение h будет меньше минимального, то на панели появится сигнал ошибки (error h);

- давление остаточных газов $p_{\text{ост}}$;
- ток испарителя I .

3. Провести эксперименты по индивидуальному заданию. В каждом эксперименте определить скорость роста пленки $v_{\text{пл}}$, устанавливая значения I , $p_{\text{ост}}$ и h по плану, приведенному в табл. 2.1. В одной или нескольких строках табл. 2.1 выполнить дублирование эксперимента (по указанию преподавателя). Результаты записать в последний столбец табл. 2.1.

4. По результатам экспериментов построить модель, отражающую зависимость $v_{\text{пл}} = f(I, p_{\text{ост}}, h)$.

План эксперимента в табл. 2.1 составлен для линейной модели первого порядка:

Таблица 2.1

Номер опыта	I , А	$p_{\text{ост}}$, мТорр	h , м	$v_{\text{пл}}$, мкм/с
1	I_{\min}	$p_{\text{ост min}}$	h_{\min}	v_1
2	I_{\min}	$p_{\text{ост min}}$	h_{\max}	v_2
3	I_{\min}	$p_{\text{ост max}}$	h_{\min}	v_3
4	I_{\min}	$p_{\text{ост max}}$	h_{\max}	v_4
5	I_{\max}	$p_{\text{ост min}}$	h_{\min}	v_5
6	I_{\max}	$p_{\text{ост min}}$	h_{\max}	v_6
7	I_{\max}	$p_{\text{ост max}}$	h_{\min}	v_7
8	I_{\max}	$p_{\text{ост max}}$	h_{\max}	v_8

$$\tilde{y} = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3,$$

где b_0, b_1, b_2, b_3 – неизвестные коэффициенты, которые вычисляются по результатам эксперимента; x_1, x_2, x_3 – безразмерные нормированные факторы, связанные с реальными факторами соотношением

$$x_j = \frac{x'_j - x'_{j0}}{I_j}.$$

Здесь x'_j – физический фактор, причем

$x'_1 = I$, $x'_2 = p_{\text{ост}}$, $x'_3 = h$; $x'_{j0} = (x'_{j\max} + x'_{j\min}) / 2$ – центр плана эксперимента по j -му фактору; $I_j = (x'_{j\max} - x'_{j\min}) / 2$ – интервал варьирования j -го фактора; $x'_{j\max}, x'_{j\min}$ – максимальный и минимальный уровни j -го фактора.

Порядок расчета оценок коэффициентов модели приведен в прил. П.4.4.

5. Проанализировать адекватность модели по методике, изложенной в прил. П.5.

2.2.5. Содержание отчета

1. Цели работы.
2. Основные расчетные соотношения.
3. Исходные данные для проведения процесса.
4. Таблицы с экспериментальными результатами.
5. Таблицы с результатами вычислений.
6. Анализ полученных результатов.
7. Выводы.

2.2.6. Контрольные вопросы

1. Как зависит скорость роста пленки от тока испарителя?

2. Как зависит скорость роста пленки от остаточного давления в камере?
3. Как зависит скорость роста пленки от расстояния «источник–подложка»?
4. Как зависит равномерность пленки от геометрических размеров подложки?
5. Как зависит равномерность пленки от расстояния «источник–подложка»?

2.3. Лабораторная работа 4. Изучение технологического процесса изготовления пленки на установке резистивного испарения

2.3.1. Цели работы

1. Изучение установки резистивного испарения.
2. Приобретение практических навыков изготовления пленок и пленочных элементов методом термического испарения в высоком вакууме.

2.3.2. Описание лабораторной установки

Лабораторная работа выполняется на установке вакуумного напыления УВН-2М-1. Установка смонтирована на стальном каркасе, закрытом съемными кожухами. Рабочей камерой установки является колпак из нержавеющей стали (диаметр 0.5 м, высота 0.64 м). Внутрикамерная технологическая оснастка показана на рис. 2.3, где отмечены следующие элементы: 1 – вакуумная камера (колпак); 2 – нагреватель подложек; 3 – подложки; 4 – маски; 5 – защитные экраны; 6 – заслонка; 7 – испарители; 8 – токоведущие вводы; 9 – изоляция вводов; 10 – вакуумное уплотнение; 11 – вакуумный стол.

Для прогрева или охлаждения колпака с помощью горячей или холодной воды на его наружной поверхности имеется змеевик. Колпак поднимается с помощью гидропривода, вакуумное соединение колпака с базовой плитой достигается при помощи резиновой уплотняющей прокладки. На колпаке размещены два смотровых окна и натекаТЕЛЬ для напуска воздуха. Приборы контроля технологических параметров и элементы управления установкой смонтированы на пульте.

Вакуумная система установки расположена внутри каркаса и содержит следующие элементы (рис. 2.4): 1 – вакуумная камера; 2 – натекаТЕЛЬ; 3 –

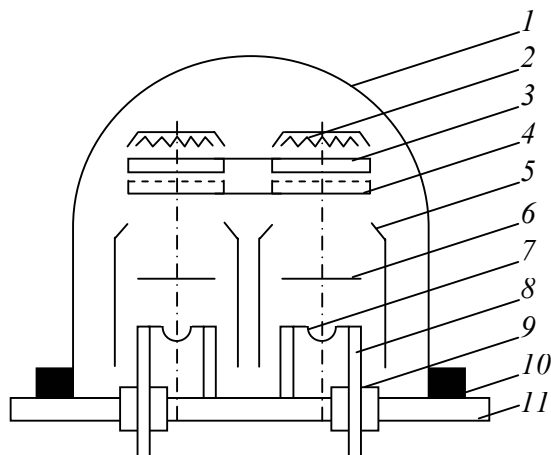


Рис. 2.3. Вакуумная камера установки

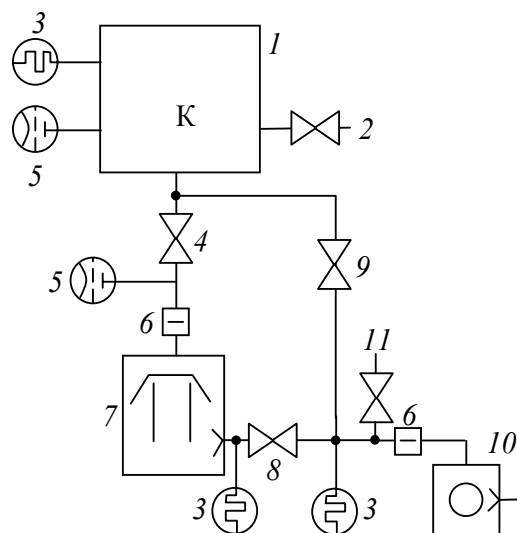


Рис. 2.4. Упрощенная схема вакуумной системы установки

ваккуумметры термопарные; 4 – высоковакуумный клапан (затвор); 5 – вакуумметры ионизационные; 6 – ловушка, охлаждаемая жидким азотом; 7 – диффузионный паромасляный насос; 8 – клапан на выходе диффузионного паромасляного насоса; 9 – клапан на входе форвакуумного насоса; 10 – насос вакуумный (форвакуумный); 11 – натекатель.

2.3.3. Задания

1. Изучить устройство установки вакуумного напыления, используя инструкцию по эксплуатации установки УВН-2М-1.
2. Изготовить пленочные резисторы на подложке из ситалла.
3. Оценить качество проведенного процесса.

2.3.4. Порядок выполнения задания

1. Ознакомиться с устройством установки и технологической оснасткой вакуумной камеры. Для изготовления резисторов использовать свободную маску, имеющую необходимые прорези. При этом в работе предусмотрено изготовление трех резисторов разной конструкции (рис. 2.5).

Процесс осуществляется в одном технологическом цикле с помощью двух масок (без напуска атмосферы при замене маски). Одна маска служит для формирования рабочих тел резисторов из какого-либо высокоомного материала (хром, нихром, тантал и т. д.). Другая маска предназначена для создания контактных площадок резисторов из меди и перемычек для резисторов.

сторы $R3$. Обе маски имеют фигуру совмещения в виде креста.

2. Подготовить подложку и навески испаряемых материалов для тел резисторов и контактных площадок. Уточнить массы навесок.

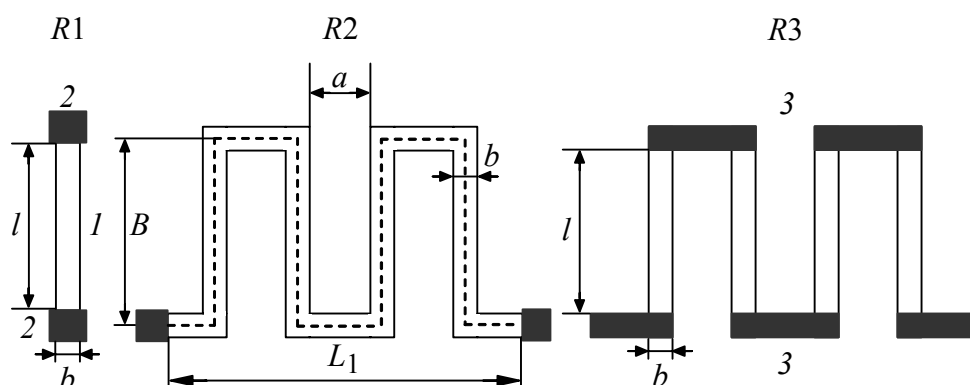


Рис. 2.5. Конструкции резисторов

3. Загрузить рабочую камеру:

- измерить геометрические размеры подложки;
- измерить расстояние от испарителя до подложки, определить тип испарителя;

- установить маски;
- установить держатель с подложкой;
- загрузить навески испаряемого материала.

4. Откачать камеру до рабочего вакуума и провести напыление, записав режимы процесса:

- произвести полное испарение навески высокоомного материала;
- перевести подложку на вторую позицию;
- произвести полное испарение навески меди.

5. Рассчитать толщину и неравномерность напыляемых пленок по формулам (2.5) – (2.8).

6. Рассчитать пленочные резисторы по формуле $R = \rho l / b L_{\max}$ или $R = k_f \rho_{\square}$, где ρ – удельное сопротивление материала резистора; l – длина резистора; b – ширина резистора; L_{\max} – максимальная толщина резистивной пленки; k_f – коэффициент формы резистора; $\rho_{\square} = \rho / L_{\max}$ – удельное поверхностное сопротивление резистивной пленки. При расчете брать для Cr $\rho_{\square} = 200 \dots 500 \text{ Ом}/\square$, для NiCr $\rho_{\square} = 300 \text{ Ом}/\square$, для Ta $\rho_{\square} = 100 \text{ Ом}/\square$. Для расчета коэффициентов формы $R1$, $R2$ и $R3$ использовать выражения

$$k_{\Phi} = \frac{l}{b}, k_{\Phi} = \frac{L_1(B+a)}{b(b+a)} \text{ и } k_{\Phi} = \frac{5l}{b} \text{ соответственно.}$$

Таблица 2.2

Параметр	R1		R2		R3	
	1	2	1	2	1	2
L_{\max} , мкм						
K , %						
R , Ом						

7. Измерить толщину полученной пленки (с помощью интерференционного микроскопа МИИ-4) и номиналы пленочных резисторов, данные занести в табл. 2.2.

2.3.5. Содержание отчета

1. Цели работы.
2. Вакуумная схема установки.
3. Устройство внутрикамерной оснастки, эскиз испарителя.
4. Технологический режим процесса.
5. Таблица с расчетными и экспериментальными значениями.
6. Анализ полученных результатов.
7. Выводы.

2.3.6. Контрольные вопросы

1. Какие процессы лежат в основе вакуумно-термического испарения?
2. Как влияют на качество пленки остаточные газы?
3. Какие из практически используемых испарителей можно отнести к точечным, а какие к поверхностным?
4. Как отличаются по толщине и по равномерности пленки, полученные из точечного и поверхностного источников?
5. Какие основные факторы влияют на адгезию пленки?