

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Томский государственный университет систем управления и
радиоэлектроники»

Кафедра электронных приборов

Основы вакуумных технологий

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ИОННОЙ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ

Методические указания к лабораторной работе
для студентов направления
« Электроника и наноэлектроника»

2018

621.3
О-662

УДК 621.385:620.165.29(076.5)

Орликов, Леонид Николаевич.

Исследование процесса ионной обработки материалов = Основы вакуумных технологий: методические указания к лабораторной работе для студентов направления «Электроника и нанoeлектроника» / Л. Н. Орликов; Министерство образования и науки Российской Федерации, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, Кафедра электронных приборов. - Томск: ТУСУР, 2018. - 17 с.

Целью настоящей работы является изучение процесса ионной обработки материалов, выяснение механизма ионного травления, расчеты параметров ионного травления.

В ходе выполнения работы у студентов формируются:

– способность строить простейшие физические и математические модели приборов, схем, устройств и установок электроники и нанoeлектроники различного функционального назначения, а также использовать стандартные программные средства их компьютерного моделирования;

– способность аргументировано выбирать и реализовывать на практике эффективную методику экспериментального исследования параметров и характеристик приборов, схем, устройств и установок электроники и нанoeлектроники различного функционального назначения.

Предназначено для студентов очной и заочной форм, обучающихся по направлению «Электроника и нанoeлектроника» по дисциплине «Основы вакуумных технологий».

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Томский государственный университет систем управления и
радиоэлектроники»

Кафедра электронных приборов

УТВЕРЖДАЮ
Зав.кафедрой ЭП
_____ С.М. Шандаров
« ____ » _____ 2018 г.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ИОННОЙ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ

Методические указания к лабораторной работе
для студентов направления «Электроника и наноэлектроника»

Разработчик

д-р техн. наук, проф. каф. ЭП
_____ Л.Н. Орликов
« ____ » _____ 2018 г.

Содержание

1 Введение.....	5
2 Теоретическая часть.....	5
2.1. Модели ионного распыления	5
2.2 Эффективность ионного распыления	6
2.3 Скорость распыления материалов	9
2.4 Влияние рода газа на травление.....	9
2.5 Скорость осаждения пленок при ионном распылении	10
2.6 Вольт-амперная характеристика газоразрядного устройства для обработки материалов	10
2.7 Контрольные вопросы	11
3 Экспериментальная часть.....	12
3.1 Вакуумное оборудование.....	12
3.2 Электронное оборудование	13
3.3 Порядок выполнения работы и методические указания	14
3.4 Вопросы для самопроверки	15
3.5 Содержание отчета	16
Список литературы	16

1 Введение

В науке и технике известны многочисленные применения ионной обработки поверхности; ее используют для ионной очистки получения атомно-чистой поверхности, для ионной полировки, для травления материалов и т.д. Этот процесс играет важную роль в технологии получения современных электронных приборов с новыми функциональными свойствами.

Целью данной работы является изучение газоразрядного устройства на основе высоковольтного тлеющего разряда для ионной очистки полировки и травления материалов; ознакомления с основными приемами ионной обработки; получение навыков в оценке параметров проведения процесса.

В ходе выполнения работы у студентов формируются:

– способность строить простейшие физические и математические модели приборов, схем, устройств и установок электроники и наноэлектроники различного функционального назначения, а также использовать стандартные программные средства их компьютерного моделирования;

– способность аргументировано выбирать и реализовывать на практике эффективную методику экспериментального исследования параметров и характеристик приборов, схем, устройств и установок электроники и наноэлектроники различного функционального назначения

2 Теоретическая часть

2.1. Модели ионного распыления

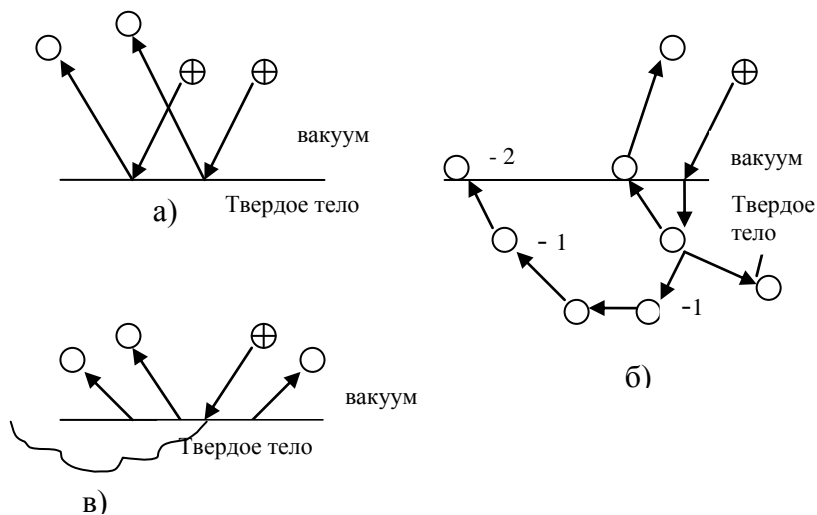
Удар иона об поверхность приводит к двум эффектам: эмиссии нейтральных атомов (распыление материала) и эмиссии вторичных электронов, обеспечивающих поддержание разряда. Единой теории, объясняющей механизм ионного распыления, пока нет. Наиболее удачно экспериментальные результаты по распылению объясняются с позиций импульсного механизма. Модель распыления по этой теории основана на предположении о передаче ионом своей энергии атомам твердого тела в серии последовательных столкновений и предполагает существование трех основных механизмов. Это механизм прямого выгибания атомов, механизм смещения атомов и механизм тепловых пико. На рис.2.1 приведены схемы моделей ионного распыления.

Модель прямого выгибания атомов характерна для ионной обработки одноэлементных материалов.

Модель смещения атомов находит применение для описания процесса распыления материалов сложного состава. В этом случае более легкие атомы вещества подвержены выбиванию, а более тяжелые – смещению. Этот механизм объясняет изменение режимов в процессе

травления, изменение стехиометрии состава поверхности после травления; указывает на рекомендации по выбору массы ионов, бомбардирующих поверхность.

Модель тепловых пиков объясняет процесс ионного распыления под действием термического испарения из локального пятна. Этот режим характерен для предварительно прогретых материалов, когда энергия связи невелика и не наблюдается преимущественного вылета одной компоненты.



- а) – режим прямого выбивания;
- б) – механизм смещения (1 – первично смещенные атомы; 2 – вторично смещенные);
- в) – механизм тепловых пиков.

Рисунок 2.1 - Схема моделей ионного распыления

2.2 Эффективность ионного распыления

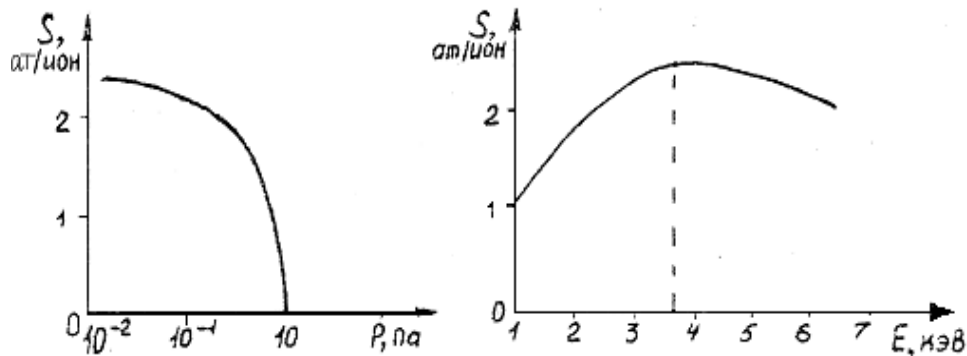
Эффективность ионного распыления η определяется массой вещества m , распыляемой в единицу времени с единицы площади, отнесенной к мощности разряда $W/3$.

$$\eta = \frac{m}{W} \quad (2.1)$$

Скорость распыления материалов в значительной степени зависит от коэффициента распыления S , равного отношению количества распыленных атомов Np к общему числу падающих ионов Nn

$$S = \frac{Np}{Nn} \quad (2.2)$$

Существенное влияние на коэффициент распыления оказывает давление и род рабочего газа, геометрия разрядной системы, состав распыляемой поверхности и ее температура, угол падения ионов и их энергия (рис 2.2).



- а) – зависимость от давления;
 б) – зависимость от энергии ионов.

Рисунок 2.2 - Зависимость коэффициента распыления от давления и энергии ионов

Уменьшение коэффициента распыления с ростом давления связано с уменьшением длины свободного пробега частиц. Чтобы удалить атом с поверхности (где на него действует половина связей) требуется энергия E_0 , вдвое превышающая энергию сублимации E_c , а для смещения атома по объему – вчетверо превышающая энергию сублимации. С ростом энергии ионов (см. рис.2.2 б) выше определенного значения коэффициент распыления уменьшается, что связано с имплантацией ионов вглубь материала.

Наиболее строгая и законченная теория катодного распыления материалов разработана Зигмундом. Согласно этой теории коэффициент распыления в области его роста от напряжения выражается следующей формулой (2.3):

$$S = \frac{3 \cdot \beta \cdot M_a \cdot M_i \cdot E}{\pi^2 \cdot (M_a + M_i)^2 \cdot 2 \cdot E_{суб}}, \quad (2.3)$$

где β - безразмерный коэффициент, зависящий от отношения массы материала и массы иона;

E - энергия иона, Дж (эВ);

$E_{суб}$ - энергия сублимации, Дж (эВ).

Зависимость параметра β от отношения масс атома и ионов приведена на рис.2.3

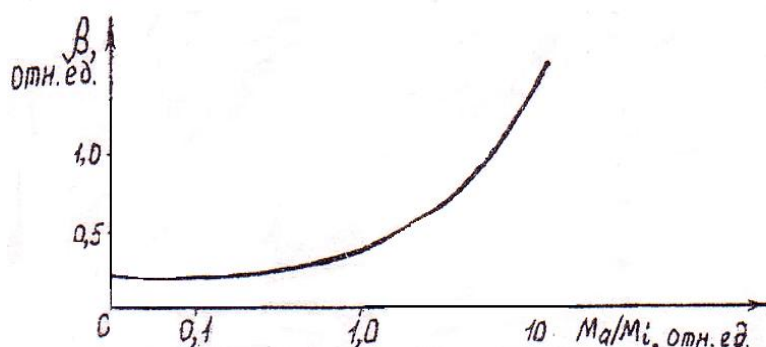


Рисунок 2.3 - Зависимость параметра β от отношения масс атома и иона

Экспериментальные величины коэффициентов распыления для ряда материалов могут существенно отличаться от расчетных. В числе причин отличия могут быть:

- окисление поверхностей в остаточной атмосфере (коэффициенты распыления окислов меньше);
- присутствие остаточных углеводородов и паров воды, при разложении которых высвобождается кислород;
- большое содержание газа в подложке, вызванное плохой очисткой поверхности; присутствие в распыляемом потоке нейтралей.

В табл.2.1 приведены некоторые величины, характеризующие распыление материалов ионами аргона.

Таблица 2.1 – Величины, характеризующие распыление материалов ионами аргона

Элемент	Атомная масса, M_2	Энергия сублимации, $E_{суб}$, эВ	Коэффициент распыления для различных энергий (бомбардировка аргоном)		Плотность атомов мишени $N_o = 10^{-22}$	Коэффициент ионно-электронной эмиссии
			E=2 кэВ	E=5кэВ		
Al	27,0	3,3	1,45	1,7	6,04	10,0
Ti	48,0	4,3	1,50	1,8	5,60	3,2
Cu	63,5	3,5	2,10	2,6	8,52	6,0
Nb	92,0	7,5	1,10	1,5	5,45	5,1
W	184,0	8,7	1,40	2,0	6,09	2,4

2.3 Скорость распыления материалов

Скорость распыления (травления) материала V_{mp} определяется как отношение глубины распыляемого (или стравливаемого) материала h к времени распыления t :

$$V_{mp} = h/t \quad (2.4)$$

Для расчета этой величины необходимо знать плотность ионного тока j в сечении, перпендикулярном направлению падения ионов. В [4] выражение для скорости травления имеет вид

$$V_{mp} = 6.25 \cdot 10^{25} \cdot j \cdot S \cdot M_2 / N_a \cdot \rho, \quad (2.5)$$

где M_2 - атомная масса распыляемого материала, г/моль;
 N_a - Число Авогадро.

2.4 Влияние рода газа на травление

Род газа неоднозначно влияет на параметры процесса. Так легко газы (гелий) способствует более ровному профилю поверхности, но меньшей скорости обработки. Аргон относительно дешев, но не всегда предпочтителен при обработке многокомпонентных материалов, в виду нарушения приповерхностного состава. Кислород вызывает образование окислов и резкое уменьшение скорости обработки. Азот при определенной температуре вступает в реакцию с поверхностью. Считается, что галогены типа хлора и фтора активизируют поверхность и способствуют образованию легко распыляемых компонентов, но токсичны и вредно влияют на материалы вакуумной установки.

Величина ускоряющего напряжения для перехода в режим ионного травления для различных газов должна удовлетворять условию:

$$U = C \cdot \frac{1}{4} \cdot \frac{M}{m} \cdot U_i,$$

где C - константа системы ($4 \cdot 10^3$);
 M, m – масса материала и иона;
 U_i - потенциал ионизации газа.

Минимальное ускоряющее напряжение, при котором возможен переход, в режим травления для водорода составит 6,9 кВ, для кислорода – 17 кВ.

Расход газа оказывает существенное влияние на травление материалов. При обработке материалов происходит их нагрев, сопровождаемый выделением газов (чаще это молекулы воды, углекислого

газа и углеродов). Сорбируюсь на холодных местах или вертикальных стенах, пленки этих веществ меняют профиль травления, вызывают поверхностные пробои. Коэффициент распыления таких пленок много меньше коэффициента распыления основного материала.

Подача газа способствует уменьшению концентрации вредных примесей и поддерживают долю ионов, активно участвующих в процессе перезарядки (для ионов кислорода она составляет около 50 %).

2.5 Скорость осаждения пленок при ионном распылении

При расчете скорости осаждения нужно учитывать расстояние от мишени до подложки, скорость распыления, размер электродов. Для параллельно расположенных электродов получена формула:

$$V_{oc} = V_p \cdot \frac{1}{2} \cdot \left\{ 1 + \frac{r_k^2 - h^2 - r_n^2}{\left[r_k^4 + 2 \cdot (h^2 - r_n^2) \cdot r_k^2 + (h^2 + r_n^2)^2 \right]^{1/2}} \right\}, \quad (2.7)$$

где V_p - скорость распыления, м/с;

r_k - радиус катода, м;

h - расстояние между мишенью и подложкой, м;

r_n - радиус подложки, м.

При осаждении пленок играет роль отношение длины свободного пробега частиц распыленного материала L_a при давлении P_a к расстоянию до подложки d .

В таблице 2.2 приведены значения пробегов для различных материалов.

Таблица 2.2 - Значение пробегов для различных материалов

Материал	Cu	Mo	W	Fe
$L_a \cdot 10^{-2}$ Па/м	2,13	3,58	3,95	2,54

Например, при расстоянии до подложки 70 мм необходимо обеспечить давление менее 0,3 Па.

2.6 Вольт-амперная характеристика газоразрядного устройства для обработки материалов

Условие горения разряда в устройстве подчиняется закону Пашена. Наиболее интенсивно процесс травления происходит при бомбардировке поверхности высокоэнергетичными частицами, что соответствует левой

ветви кривой Пашена. При этом на вольт-амперной характеристике с увеличением напряжения наблюдается увеличение тока разряда.

Для процессов очистки или ионной полировки более важна плотность тока. При этом предпочтительна Вольт-амперная характеристика, вблизи минимума кривой левой ветви. Увеличение давления газа при постоянном расстоянии между электродами вызывает увеличение вероятности диссоциации молекул и образование промежуточных соединений. Уменьшение давления вызывает рост доли быстрых электронов в разряде.

В первом приближении уравнение баланса мощности в разряде можно представить уравнением (2.8).

$$P = U \cdot I = \int_s j_e \cdot \left(\frac{2kT_e}{e} + \varphi_0 \right) ds + \int_s j_i \cdot \left(\frac{2kT_i}{e} + U_i - \varphi_0 \right) ds + P_{изл} \quad (2.8)$$

где φ_0 - работа выхода электрона;

U_i - потенциал ионизации газа.

Пренебрегая мощностью на излучение, при $n_e \approx 10^9 \text{ см}^{-3}$, U_p до 30 кВ в разряде имеют место соотношения:

$$I_e \approx 35 \% \text{ от } I_p; \quad \frac{I_e}{I_i} \approx 8 \div 10 = \gamma,$$

где γ является функцией материала (значение γ приведено в таблице 2.1); $T_e \approx 4,5 \cdot 10^4 \text{ K}$.

2.7 Контрольные вопросы

2.7.1. Какие теоретические модели описывают процессы ионного распыления?

2.7.2. Как зависит коэффициент распыления от давления и энергии ионов? Как его рассчитать?

2.7.3. Какие явления на поверхности вещества сопровождают процесс ионного распыления?

2.7.4. От каких параметров зависит скорость травления материалов?

2.7.5. Как влияет род газа на процесс травления?

2.7.6. Как влияет напряжение и ток разряда на обеспечение режима очистки или режима травления поверхности?

2.7.7. Как влияет “масляный” и “безмасляный” вакуум на профиль травления?

2.7.8. От чего зависит скорость осаждения ионно-распыленных пленок?

2.7.9. На кривой Пашена охарактеризуйте области, приемлемые для ионной полировки, очистки и для травления материалов.

2.7.10. Соотношение долей ионного и электронного тока в разряде.

2.7.11. В чем заключается селективность и изотропность ионного травления?

2.7.12. Офрактеризуйте ионно-плазменное, ионно-лучевое, плазмо-химическое ионное травление материалов.

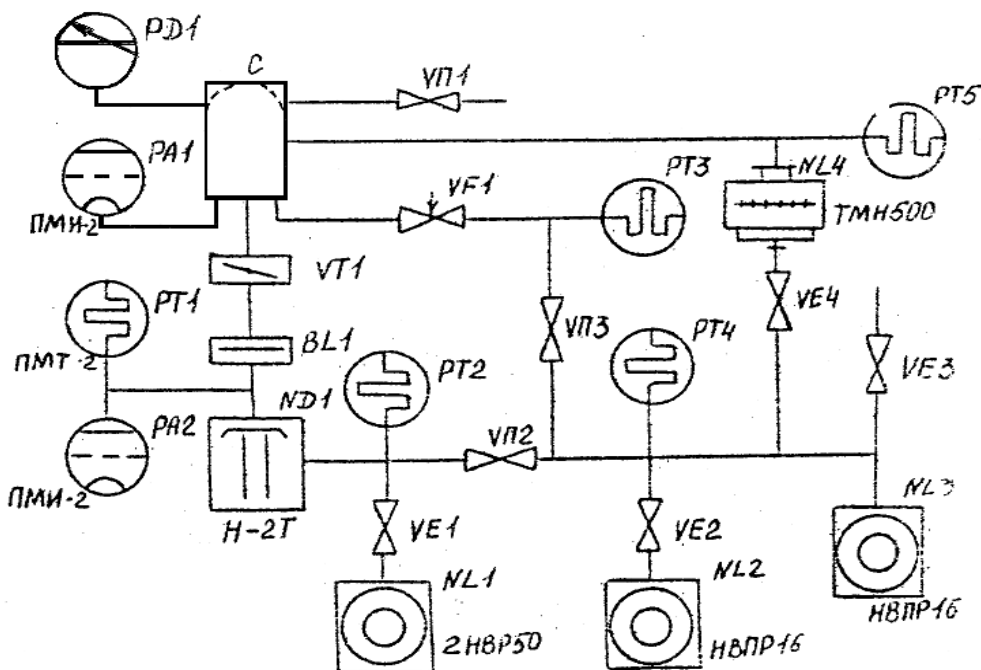
3 Экспериментальная часть

Для выполнения работы используется следующее вакуумное и электронное оборудование:

- 1) вакуумный агрегат установки А-306.05;
- 2) вакуумметрическая аппаратура;
- 3) источник высокого напряжения ПУР-5/50;
- 4) источник ионов.

3.1 Вакуумное оборудование

Схема вакуумной системы приведена на рис.3.1.



ND1, NL1-ND4 – вакуумнасосы; PD1, PA1, PA2, PT1-PT5 – датчики давления; BL – ловушка; VP1-VP3, VT1, VE1-VE4 – вентили.

Рисунок 3.1 - Схема вакуумной системы

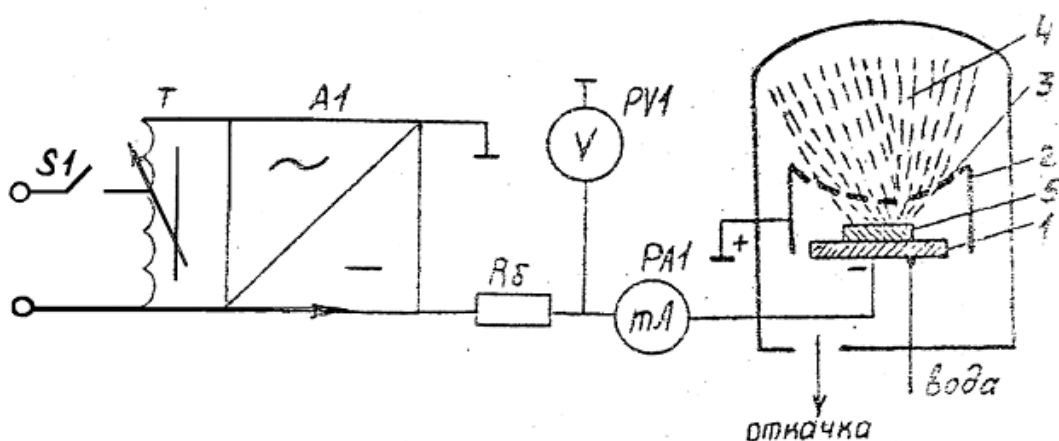
Высоковакуумная насосная группа состоит из высоковакуумного диффузионного (паромасляного) насоса Н-2Т и турбомолекулярного (безмасляного) насоса ТМН-500. Предварительное разряжение в камере и на выходе высоковакуумных насосов обеспечивается форвакуумными насосами НВПР-16 и 2НВР-5 ДМ, связанными общим вакуумпроводом. Связь вакуумных насосов позволяет сокращать время выхода установки

на рабочий режим, обеспечивать согласование с высоковакуумной откачкой группой в режиме обмена газа за счет напуска и откачки, подавлять случайные течи и потоки десорбции, возникающие за счет отражения электронов и ионов от стенок камеры. Вакуумная система снабжена рядом манометрических преобразователей давления, позволяющих оценивать давление в различных точках установки.

3.2 Электронное оборудование

Схема питания устройства для ионной обработки материалов и его принципиальная конструкция представлена на рис. 3.2. Устройство состоит из дискового катода 1 и кольцевого анода 2. Катод выполняет роль извлекающего электрода для ионов и выполнен из нержавеющей стали, имеющей низкий коэффициент распыления. Анод выполнен из алюминия и имеет большой коэффициент ионно-электронной эмиссии, что способствует генерации электронов внутри устройства и обеспечивает поддержание разряда. Устройство позволяет изменять геометрию и взаимное расположение электродов, что влияет на его вольтамперную характеристику. Таким образом, производится перестройка устройств в режим очистки, полировки или травления материала мишени, помещенной извлекающем электроде. Анод закрывается сеткой из нержавеющей стали, что выравнивает электрическое поле и способствует выравниванию плотности тока на мишени. Охлаждение мишени проводится проточной водой через длинные резиновые шланги, что предотвращает утечку высокого напряжения в водопроводную систему.

При обеспечении давления 10⁻⁵ Па и подаче на катод 1 высокого напряжения отрицательной полярности в разрядной системе возбуждается высоковольтный тлеющий разряд, ток которого ограничивается балластным сопротивлением R_b .



- 1 – катод; 2 – анод;
- 3 – сетка; 4 – плазма; 5 – образец.

Рисунок 3.2 - Схема устройства для ионной обработки материалов

Основными областями разряда является область катодного падения потенциала и область плазмы. В области катодного падения потенциала сосредоточено почти все напряжение разряда диффундирует к границе области катодного падения и ускоряются электрическим полем в направлении катода. Под действием бомбардировки с поверхности катода выбиваются частицы материала, вторичные электроны, нейтральные молекулы. Управление током разряда осуществляется посредством воздействия на плотность плазмы регулировкой давления газа. При небольшом напряжении разряда (до 20 мА) в основном происходит очистка материалов. При увеличении тока разряда увеличивается приповерхностный нагрев материала и реализуется режим ионной полировки. С течением времени (около 20 мин) приповерхностный слой окислов удаляется и разряд начинает гореть в парах распыляемого материала. Вольтамперная характеристика разряда при этом меняется (увеличивается напряжение, уменьшается ток), что свидетельствует о начале интенсивного травления материала.

3.3 Порядок выполнения работы и методические указания

3.3.1. Работа проводится на основании плана эксперимента, предварительно составленного студентом и обсужденного с преподавателем на предмет технической возможности проверки гипотез и моделирования процесса на ЭВМ. В эксперимент могут входить:

- 1) определение вольтамперной характеристики на различных газах, при различной форме электродов и различном их взаимном расположении;
- 2) ионная полировка материалов;
- 3) исследование равномерности травливания различных пленок;
- 4) оценка профиля травления в “масляном” и “безмасляном” вакууме.

3.3.2. Перед работой рекомендуется ознакомиться с вакуумной схемой установки, диапазоном работы датчиков и откачного оборудования; осмотреть конструкцию источников ионов для обработки материалов и измерить его размеры; провести теоретические расчеты ожидаемого коэффициента распыления; составить схему технологического цикла.

3.3.3. Очистить подложки (не менее четырех), измерить толщину пленки, установить подложки в источнике ионов, зафиксировать размеры, закрыть вакуумную камеру.

3.3.4. Закрыть все вентили, натекателя, проверить, все ли тумблеры выключены. Включить форвакуумный насос и через обводную систему откачать камеру до давления 10 Па.

3.3.5. Включить водяное охлаждение установки, открыть вентиль, сообщающий выход диффузионного насоса (через 50-60 мин. Насос выйдет на рабочий режим).

3.3.6. Установить расход газа, соответствующий давлению 5 Па, дать системе прийти в равновесие в течение 5 мин.

3.3.7. Подключить расходомер, измерить расход газа, соответствующий давлениям 1, 3, 7 Па.

3.3.8. Включить напряжение разряда. Снять вольтамперные характеристики при различных давлениях в камере, соответствующие началу процесса обработки. Поддерживая напряжение разряда постоянным, снять зависимость тока разряда от давления газа. Выбрать рабочий режим устройства.

3.3.9. Провести процесс обработки материала в течение 20 мин.

3.3.10. Снять вольтамперную характеристику в конце процесса.

ВНИМАНИЕ. Процессы натекания газа, процессы газоотделения носят инерционный характер. Во избежание аварийной ситуации категорически запрещается оставлять работающую установку без присмотра.

3.3.11. Выключить напряжение разряда, выключить нагреватель диффузионного насоса (он остывает 40 мин.). Закрыть все вентили, кроме откачки выхода диффузионного насоса.

3.3.12. Проверить, закрыт ли вход диффузионного насоса. Провести напуск воздуха в рабочую камеру для ее разгерметизации. Дать остыть устройству для обработки материалов.

3.3.13. Провести микроскопические исследования поверхности обработки. Оценить толщину стравливания по светопропусканию, установив образец на зеркало микроскопа МБС-10. Провести анализ профиля обработки. По микроскопу МИМ-7 провести качественные измерения профиля неровностей. Провести эллипсометрические измерения профиля поверхности.

3.3.14. Закрыть вентиль выхода диффузионного насоса. Закрыть воду, выключить форвакуумный насос и провести в него напуск газа. Сдать установку лаборанту или преподавателю. Подписать результаты предварительной обработки экспериментов у преподавателя.

3.4 Вопросы для самопроверки

3.4.1. Каковы условия, влияющие на равномерность ионного распыления?

3.4.2. Каковы схемы устройств для ионной обработки поверхностей?

3.4.3. Какие физические процессы лежат в основе ионной очистки, полировки и травления многокомпонентных материалов?

3.4.4. Как по вольтамперной характеристике определить начало травления материала?

- 3.4.5. Как оценить соотношение доли ионного и электронного тока в разряде?
- 3.4.6. Какова принципиальная схема питания ионного источника?
- 3.4.7. Какие физические процессы лежат в основе операций технологического цикла?
- 3.4.8. Как провести измерение толщины травления пленок?
- 3.4.9. Поясните механизмы ионного травления.
- 3.4.10. Каков алгоритм включения и выключения установки?

3.5 Содержание отчета

Отчет должен содержать:

- 1) схему вакуумной установки с диапазоном работы оборудования;
- 2) схему ионного источника;
- 3) вольтамперные характеристики устройства при трех различных давлениях в камере (10, 5, 1 Па);
- 4) вольтамперные характеристики на рабочем давлении:
 - в начале проведения процесса;
 - в конце процесса;
- 5) зависимость расхода газа от давления в камере;
- 6) зависимость тока разряда от давления;
- 7) расчет электрофизических параметров;
- 8) алгоритм включения и выключения установки;
- 9) расчет скорости осаждения распыленной пленки по теории и эксперименту;
- 10) привести последовательность технологических операций подготовки и проведения процесса травления поверхности;
- 11) против каждой операции указать оптимальные параметры ее проведения (давление, температура, время);
- 12) задаваясь минимальными и максимальными значениями рабочих режимов, построить графики изменения электрофизических величин относительно друг друга. Подготовить презентацию по исследованию;
- 13) привести эскизы и спецификацию фрагментов сертифицированных вакуумных элементов и оборудования, рекомендуемых для реализации процесса травления в производстве.

Список литературы

1. Барыбин В.Г. Физико-технологические основы электроники. Санкт-Петербург, Лань, 2001.-270 с.
2. Данилина Т.И., Смирнова К.И., Илюшин В.А., Величко А.А. Процессы микро- и нанотехнологий / учеб. пособие. – Томск.: Томск. гос. ун-т систем упр. и радиоэлектроники., 2005. – 316 с.

3. Орликов Л.Н. Вакуумные и специальные вопросы технологии приборов квантовой и оптической электроники: учебное пособие. – Томск: Томск. гос. ун-т систем упр. и радиоэлектроники, 2013. – 102 с.

Учебное пособие

Орликов Л.Н.

Исследование процесса ионной обработки материалов

Методические указания к лабораторной работе
по дисциплине «Основы вакуумных технологий»

Усл. печ. л. _____. Препринт
Томский государственный университет
систем управления и радиоэлектроники
634050, г.Томск, пр.Ленина, 40