

Федеральное государственное бюджетное образовательное

«Томский государственный университет систем управления и  
радиоэлектроники»

Кафедра электронных приборов

## **ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ НАНОТЕХНОЛОГИЙ ФОТОНИКИ И ОПТОИНФОРМАТИКИ**

Методические указания к лабораторным работам  
для студентов направления 12.04.03– Фотоника и  
оптоинформатика

## **Орликов, Леонид Николаевич.**

Физические основы нанотехнологий фотоники и оптоинформатики: методические указания к лабораторным работам для студентов направления 200700.68 – Фотоника и оптоинформатика / Л. Н. Орликов; Министерство науки и высшего образования Российской Федерации, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники", Кафедра электронных приборов. - Томск : ТУСУР, 2019. - 75 с.

Пособие содержит методические указания по выполнению лабораторных работ: "Спектрометрия газовой фазы из кристаллов", "Распыление материалов", "Исследование процесса электронно-лучевой обработки материалов в безмасляном вакууме"

Предназначено для студентов очной формы, обучающихся по направлению 12.04.03 - Фотоника и оптоинформатика по курсу «Физические основы нанотехнологий фотоники и оптоинформатики».

© Орликов Леонид Николаевич, 2019

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение

«Томский государственный университет систем управления и  
радиоэлектроники»

Кафедра электронных приборов

УТВЕРЖДАЮ

Зав.кафедрой ЭП

\_\_\_\_\_ С.М. Шандаров

« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2019 г.

ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ НАНОТЕХНОЛОГИЙ  
ФОТОНИКИ И ОПТОИНФОРМАТИКИ

Методические указания к лабораторным работам  
для студентов направления 12.04.03 – Фотоника и оптоинформатика

Разработчик

д-р техн. наук, проф. каф. ЭП

\_\_\_\_\_ Л.Н. Орликов

« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2019 г.

## Содержание

Введение.....	6
Лабораторная работа 1. Спектрометрия газовой выделения из кристаллов.....	7
1 Введение.....	7
2 Теоретическая часть.....	7
2.1 Определение спектрометрии.....	7
2.2 Спектральный анализ.....	7
2.3 Спектральные приборы.....	8
2.4 Цветовая система RGB.....	9
2.5 Контрольные вопросы по теории.....	13
3 Экспериментальная часть.....	13
3.1 Оборудование.....	13
3.1.1 Оптическая часть.....	13
3.1.3 Вакуумная схема установки.....	16
3.1.4 Схема охлаждения.....	17
3.1.5 Схема устройства в вакуумной камере.....	18
3.1.6 Гидравлическая схема.....	18
3.1.7 Форвакуумный насос АВЗ – 20Д.....	19
3.2 Задание.....	22
3.3 Содержание отчета.....	25
Лабораторная работа 2. Молекулярная эпитаксия.....	27
Введение.....	27
2 Теоретическая часть.....	27
2.1 Понятие эпитаксии, виды эпитаксий.....	27
2.2 Виды эпитаксий.....	27
2.3 Теория кинетики процесса эпитаксии.....	30
2.4 Формирование эпитаксиальных пленок путем термического испарения в вакууме.....	39
2.4.1 Этапы процесса нанесения пленок.....	39
2.4.2 Испарение вещества в вакууме.....	39
2.4.3 Взаимодействие потока испаренных атомов в пролетном пространстве.....	40
2.5 Конденсация атомов на подложке.....	40
2.6 Распределение испаряемого вещества по плоской подложке.....	41
2.6.1 Факторы и условия, определяющие толщину пленки.....	41
2.6.2 Расчет толщины наносимой пленки в случае точечного испарителя.....	42
2.7 Контрольные вопросы.....	45
3 Экспериментальная часть.....	46
3.1 Оборудование.....	46
3.2 Задание.....	47
3.3 Порядок выполнения работы и методические указания.....	47
3.4 Содержание отчета.....	49
Лабораторная работа 3. Исследование процесса ионно-плазменного	

распыления материалов .....	50
1 Введение .....	50
2 Теоретическая часть .....	51
2.1 Плазма и ее свойства .....	51
2.2 Ионизация газов .....	53
2.3 Ионно-плазменное распыление .....	53
2.4 Основные требования к оборудованию для ионно-плазменного распыления .....	55
2.5 Электрофизические параметры систем ионно-плазменного распыления .....	56
2.6 Контрольные вопросы .....	58
3 Экспериментальная часть .....	58
3.1 Описание лабораторной установки .....	58
3.1.1 Устройство триодной системы ИПР .....	58
3.1.2 Вакуумная система установки .....	59
3.2 Задание на работу .....	60
3.3 Порядок выполнения работы и методические указания .....	61
3.4 Содержание отчета .....	62
Лабораторная работа 4. Исследование процесса электронно-лучевой обработки материалов в безмасляном вакууме .....	63
1 Введение .....	63
2 Теоретическая часть .....	64
2.1 Особенности процесса откачки .....	64
2.2 Средства для без масляной откачки газа .....	65
2.3 Электронно-лучевая обработка материалов .....	66
2.3.1 Выбор режимов обезгаживания деталей приборов .....	66
2.3.2 Особенности проведения техпроцессов для уменьшения влияния углеводородов .....	67
2.3.3 Выбор мощности электронного пучка .....	68
2.4 Контрольные вопросы .....	69
3 Экспериментальная часть .....	69
3.1 Оборудование .....	69
3.1.1 Вакуумное оборудование .....	69
3.1.2 Экспериментальная модель источника электронов .....	70
3.2 Задание на работу .....	71
3.3 Порядок выполнения работы и методические указания .....	72
3.4 Вопросы для самопроверки .....	73
3.5 Содержание отчета .....	74

**Введение**

:

,

,

,

.

# Лабораторная работа 1. Спектрометрия газовой выделенной из кристаллов

## 1 Введение

В настоящее время производство выходит на новую элементную базу (на кристаллы). Одна из особенностей кристаллов – гигроскопичность (сильное поглощение газов, воды), что препятствует формированию пленок. При формировании пленок важно очистить материал. Важно знать, когда закончиться очистка материала от поверхностных загрязнений в виде окислов, а также от газов, содержащихся в материале. Это можно определить по изменению спектра излучения (цвета) плазмы. Для того чтобы определить изменился ли цвет плазмы необходимо провести качественный спектральный анализ.

При проведении формирования пленки эти газы начинают подниматься вверх из объема кристалла, что способствует ухудшению адгезии пленки. Известные методы повышения адгезии (подслои, ионное облучение, прогрев, химическая очистка) не всегда дают удовлетворительные результаты. Известные методы определения механизма выделения газов по анализу вольт-амперной характеристики источника частиц не достаточно чувствительны.

Качественный анализ газов основан на получении и изучении его спектра.

## 2 Теоретическая часть

### 2.1 Определение спектрометрии

Спектрометрия оптическая (от *спектр* и греч. *metres* - измеряю) - совокупность методов и теория измерений спектров электромагнитного излучения и изучение спектральных свойств веществ и тел в оптическом диапазоне длин волн (~1 нм - 1 мм). Измерения в спектрометрии осуществляются с помощью спектральных приборов. Основные задачи спектрометрии: теория спектральных приборов, модельное рассмотрение условий измерений в типовых вариантах, разработка критериев сравнения приборов, способов оптимизации условий и режимов измерений с целью получения наиболее точных результатов за наименьшее время.

### 2.2 Спектральный анализ

Спектральным анализом называется физический метод определения химического состава вещества, основанный на изучении спектра излучения или поглощения электромагнитных волн этим веществом. Различают качественный и количественный анализ. Задачей качественного спектрального анализа является установление всех химических элементов, из которых

состоит исследуемый образец. Она решается путем измерения длин волн спектральных линий излучения вещества и отождествления их по таблицам с определенными химическими элементами.

В задачу количественного спектрального анализа входит определение концентраций химических элементов, в содержащихся в веществе-источнике излучения. Этот анализ производится путем измерения интенсивностей спектральных линий данного элемента и последующего сравнения их с интенсивностями тех же линий в образцах с известной концентрацией того же элемента.

Спектральный анализ в подавляющем большинстве случаев точнее, быстрее и чувствительнее химических методов и поэтому широко применяется в современном производстве и в научных исследованиях.

«Когда в спектре пламени появляются какие-либо определенные линии, они характеризуют металл, содержащийся в пламени» - в 1834 г. сказал Ф. Тальбо. Для каждого материала характерен свой спектр.

Число спектральных линий одинаковых атомов может быть очень велико. Например спектр железа только в видимой и ультрафиолетовой областях содержат около 60 тысяч линий. Следовательно, не исключено случайное совпадение некоторых частот в спектре различных атомов, что называется в спектроскопии «наложением» линий. Поэтому качественный спектральный анализ следует проводить по нескольким наиболее интенсивным линиям в исследуемом спектре. Совпадение измеренных длин волн этих линий с табличными данными надежно показывает присутствие элемента в источнике излучения.

### 2.3 Спектральные приборы

Спектральные приборы предназначены для анализа сложного излучения, непосредственно излучаемого различными телами или преобразованного в результате взаимодействия излучения с веществом. Эти исследования проводятся в широком диапазоне длин волн от далекой ультрафиолетовой области до миллиметровых радиоволн.

Спектральные приборы позволяют:

1. Разложить исследуемое излучение в спектр, т.е. расположить по длинам волн излучение, которое попадает на вход прибора;
2. Зафиксировать положение отдельных участков спектра или отдельных спектральных линий;
3. Измерить интенсивность какого-либо участка спектра или спектральной линии.

Если на пересечение оптической оси прибора с фокальной плоскостью объектива установить вторую щель (выходную), параллельную входной. Выходная щель при соответствующей ширине вырежет из всего спектра только одну также можно изучить весь спектр только одну спектральную линию. Такие приборы называются монохроматорами. С их помощью также можно изучить весь спектр, но для этого необходимо проворачивать

диспергирующий элемент (диспергирующий элемент - элемент, который осуществляет пространственное разделение излучения разных длин волн, отклоняя их на разные углы). Тогда через входную щель последовательно пройдут все линии спектра. Если за щель поставить фотоприемник с усилителем (фотодиод или фотоэлектронный умножитель), а призму вращать автоматически, то можно записать весь спектр в виде максимумов интенсивности фотосигнала, расположенных в определенном порядке. Фотоэлектрическая запись спектра имеет то преимущество, что на графике одновременно регистрируются длины волн, относительные интенсивности и форма спектральных линий.

Двойной монохроматор — спектральный прибор, состоящий из двух последовательно состыкованных монохроматоров, таким образом, что выходное излучение первого монохроматора является входным излучением второго монохроматора (выходная щель первого монохроматора является входной щелью второго монохроматора). Последовательное использование двух монохроматоров позволяет достичь очень низкого уровня рассеянного света, а также увеличить дисперсию, получаемую на выходе второго монохроматора, почти в 2 раза.

*Двойные монохроматоры* позволяют избавиться от рассеянного света. В вакуумной области спектра такие приборы особенно нужны, так как применение фильтров часто является затруднительным. Наличие рассеянного света, в первую очередь при использовании источников сплошного спектра, сильно искажает результаты, что особенно существенно при определении малых коэффициентов поглощения.

## 2.4 Цветовая система RGB

Субтрактивные схемы легко иллюстрировать с помощью красок. При смешении двух красок мы получаем новую краску. Краски мы наносим на белый лист бумаги. Если смешать две краски, то результат будет насыщеннее и темнее. Итак, субтрактивные схемы при смешении всех базовых цветов дают оттенки серого цвета. Отсутствие составляющих означает белый цвет, а их максимальное количество – чёрный.

Эта аддитивная схема принята в большинстве световых аппаратных решений, включая мониторы. Базовыми являются 3 цвета: красный (**R**ed), зелёный (**G**reen) и синий (**B**lue). На рисунке 2.1 представлена схема смешения цветов.

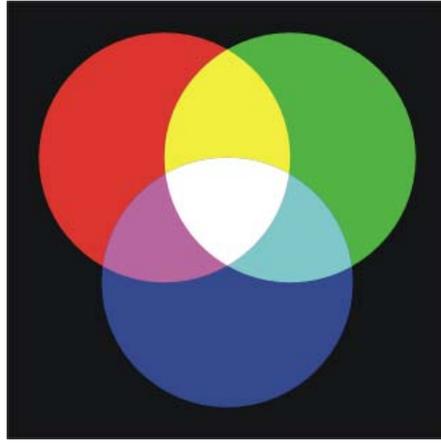


Рисунок 2.1 – Цвета системы RGB

Результат смешения основных компонентов можно наблюдать на рисунке 2.2.

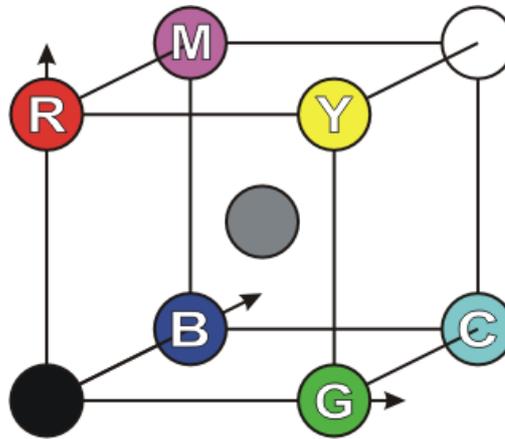


Рисунок 2.2 – Цвета RGB в пространстве

Каждый конкретный цвет в таком случае обозначается точкой в пространстве. Основой человеческого зрения является сетка из сенсоров света, расположенная внутри нашего глаза. Эти сенсоры реагируют на волны различной длины, посылая мозгу комбинации электрических сигналов. Вопрос в том, как эти сенсоры посылают информацию. Разве информация это непосредственно длины волн? Человеческому зрению приходится работать быстро, чтобы справиться с потоком ежесекундно поступающих новых изображений. В удивительной конструкции этой системы используется гораздо более эффективный метод — метод “пакетной обработки” потока волн различной длины. В нашем мозгу видимый спектр разбивается на три доминирующие области – красную, зеленую и синюю, и по этим цветам затем вычисляется совокупная цветовая информация. Таким образом, схема RGB соответствует в некоторой степени методам восприятия цвета глазом.

В таблицу стандартных наблюдений МОК внесены удельные координаты цвета и координаты цветности (таблица 2.1).

Таблица 2.1 – Удельные координаты цвета и координаты цветности

$\bar{r}$	$\bar{g}$	$\bar{b}$	нм	$r_\lambda$	$g_\lambda$	$b_\lambda$
-0.0121	0.0068	0.3167	450	-0.0390	0.0218	1.0172

На основе исследований Райта и Гилда было получено следующее цветовое уравнение:

$$F = r'R + g'G + b'B,$$

где: R,G,B- основные цвета системы;

F – цвет излучения, который по количественной и качественной характеристикам определяется через основной цвет системы;

$r', g', b'$  – координаты цвета;

$r'R, g'G, b'B$  – компоненты цвета.

Координаты цветности системы:

$$r = \frac{r'}{\sigma}; \quad g = \frac{g'}{\sigma}; \quad b = \frac{b'}{\sigma}$$

где:  $\sigma = r' + g' + b' \Rightarrow r + g + b = 1$ .

Равенство суммы координат цветности позволяет построить простую диаграмму цветности, используя известное из геометрии свойство равностороннего треугольника, у которого сумма расстояний от любой точки до его сторон равна высоте треугольника (рис. 2.3):

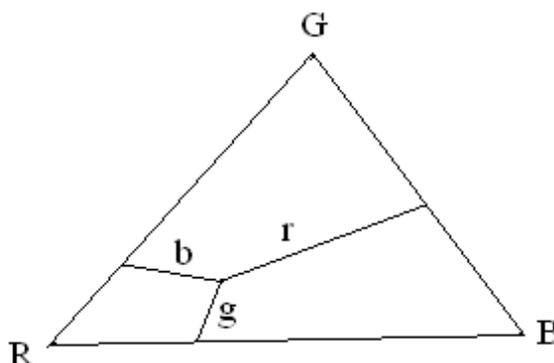


Рисунок 2.3 – Треугольник цветности

Система RGB является основной системой, для которой опытным путем установлены ординаты кривых сложения (удельные координаты цвета) (рис. 2.4):

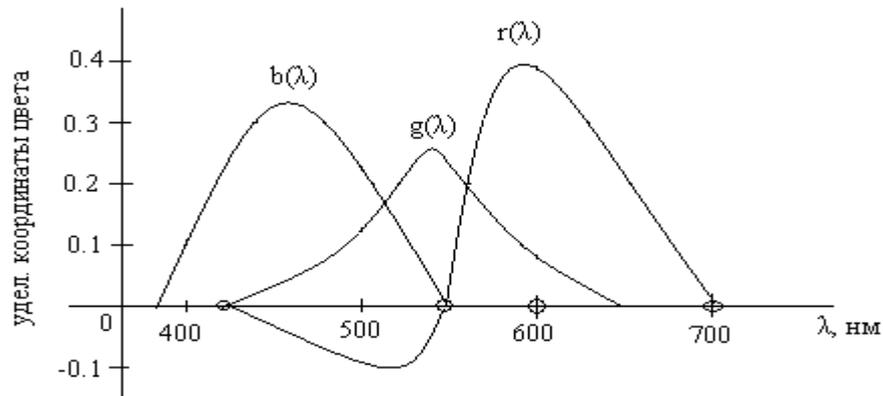


Рисунок 2.4 – Удельные координаты цвета

Все цвета, лежащие внутри цветового треугольника, имеют положительные координаты цветности, а у цветов, лежащих вне этого треугольника, одна координата всегда отрицательна. Система RGB для цветовых расчетов не используется. Основной недостаток этой системы – наличие области отрицательных значений  $r'_\lambda$ , что усложняет определение координат цвета.

Для проведения качественного анализа выбирают характерные линии свечения определенного газа, так как они исчезают в спектре последними при уменьшении концентрации в пробе. Например гелий имеет зеленый цвет свечения, азот – оранжевый, неон – голубой, аргон – розовый. Для идентификации линий применяются специальные атласы цветов и цветовое уравнение. Чувствительность определения различна для разных металлов и газов, в среднем она составляет  $10^{-6} - 10^{-8} \%$ .

Газы могут залегать на поверхности кристалла, в приповерхностных слоях и в глубине кристалла. Разной глубине соответствует разные три механизма выделения газа.

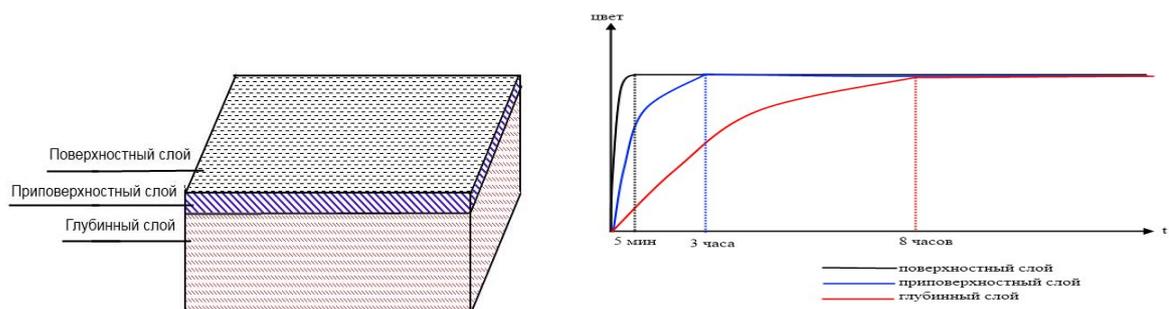


Рисунок 2.5 – Глубина залегания газов, время выделения газа в зависимости от глубины залегания

Механизм определяется по величине выделения газов во времени. При ионно-плазменной обработке изменяется спектр свечения в зависимости от интенсивности выделения газа кристаллом. Механизм выделения газа можно установить по изменению фототока (время изменения  $t$ ,  $t^2$ ,  $\sqrt{t}$  [3 минуты, 5 часов, 8 часов]). Для того чтобы определить какой газ выделяется,

необходимо знать какой спектр преобладает в цвете свечения разряда. Для этой цели применяется монохроматор с установленным внутри фоторезистором, цветовой треугольник, таблица цветности газов.

## 2.5 Контрольные вопросы по теории

1. Как выглядит цветовой треугольник?
2. Какие компоненты входят в цветное уравнение?
3. Как при помощи монохроматора определить какой газ выделяется из кристалла?
4. Из какого слоя материала наиболее долго выделяется газ и по каким причинам?
5. Почему в кристаллах много газов, откуда он там появляется?
6. Какие требования предъявляются к индикатору излучения?
7. Какова чувствительность спектральных методов?
8. Какое время выделения поверхностных и глубинных газов?
9. Как калибруют монохроматор по известным газам?
10. Что такое спектральная чувствительность фотоприемника?

## 3 Экспериментальная часть

### 3.1 Оборудование

#### 3.1.1 Оптическая часть

В данной работе используется двойной монохроматор ДМР-4 (рисунок 3.1). *Двойной монохроматор ДМР-4* состоит из двух призм из кристаллического кварца и стекла ТФ-1; они позволяют производить измерения в области спектра от 210 до 2500 мкм. Входная и выходная щели прибора расположены на его противоположных сторонах. Изменение длины волны выходящего из ДМР-4 излучения управляется градуированным барабаном, его вращение вызывает одновременный поворот обеих парных призм.

*Двойной монохроматор ДМР-4* предназначен для получения монохроматического излучения высокой чистоты в широком диапазоне длин волн.

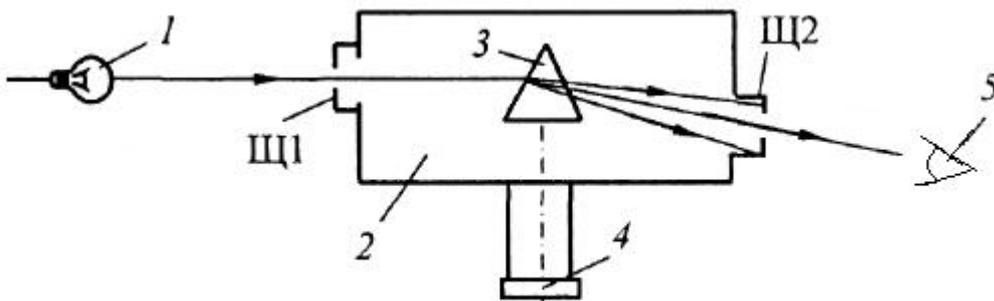


Рисунок 3.1 – Схема монохроматора

Свет от источника *1* поступает в монохроматор *2* - спектральный оптический прибор, выделяющий узкие (квазимонохроматические) участки спектра оптического излучения. Основной частью монохроматора является диспергирующий элемент *3*, пространственно разделяющий излучение с различными длинами волн, отклоняя лучи на разные углы от первоначального направления. Выделение нужного участка спектра осуществляется поворотом диспергирующего элемента на угол  $\varphi$  с помощью барабана *4*. При этом излучение в узком спектральном интервале выводится из монохроматора через щель ШЦ2.

Для более точного и быстрого определения изменения спектра используется приемник излучения поставленный в монохроматор. Для этой цели необходимо рассмотреть различные фоторезисторы, эксплуатационные данные и спектральные характеристики.

Необходимо учитывать, как в реальных условиях работает ФСК-1. То есть, как зависит величина фототока от интенсивности свечения, от расстояния на котором он находится от источника излучения.

После проведения литературного обзора установлено, что для повышения чувствительности монохроматора, необходимо вмонтировать в него приемник излучения. Были рассмотрены различные спектральные характеристики фотоприемников и из них выбран фоторезистор ФСК-1.

Параметры ФСК-1:

#### Предельные эксплуатационные данные

Рабочее напряжение.....	50 В
Мощность рассеяния.....	125 мВт
Минимальная наработка.....	10 000 ч
Срок сохраняемости.....	10 лет
Диапазон рабочей температуры окружающей среды.....	-60...+85 °С

Цоколевка ФСК-1

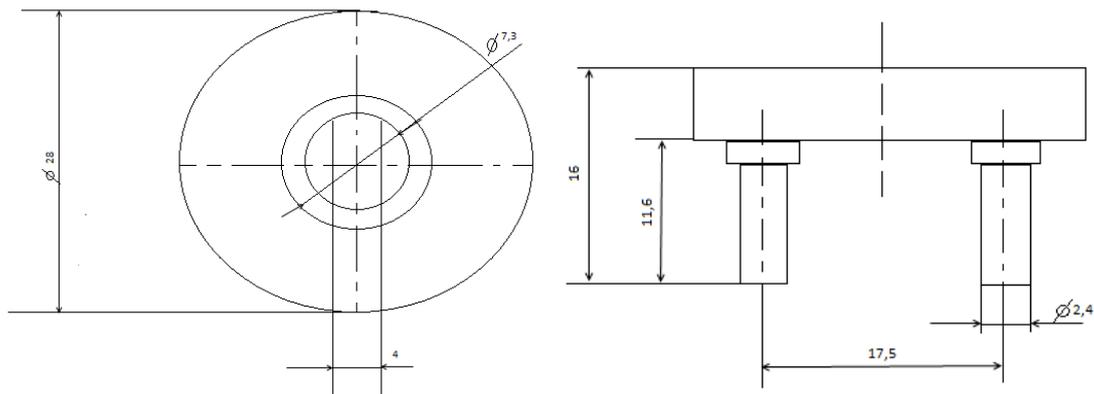


Рисунок 3.2 – Цоколевка и размеры фоторезистора ФСК-1

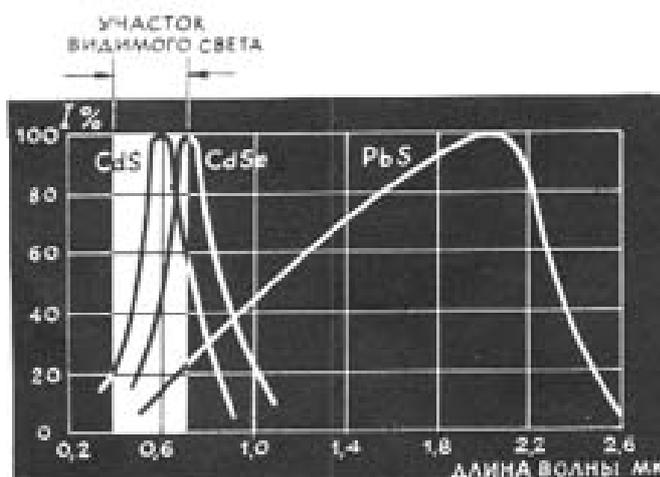


Рисунок 3.3 – Спектральные характеристики фоторезисторов

Как видно из этих характеристик, фоторезисторы с сернисто-кадмиевым светочувствительным элементом имеют максимальную чувствительность в видимой части спектра, фоторезисторы, выполненные на основе селенистого кадмия, наиболее чувствительны к красной и инфракрасной части спектра, а сернисто-свинцовые фоторезисторы имеют максимум чувствительности в инфракрасной, области спектра.

### 3.1.2 Описание вакуумной части экспериментальной установки

Вакуумные установки состоят из нескольких отдельных блоков. Основные из них:

1. Вакуумная схема
2. Схема охлаждения элементов вакуумного оборудования, источника частиц, манипуляторов, испарителей и т.п.
3. Схема пневматического питания сжатым воздухом для открывания шлюзов, затворов приводов;
4. Схема гидравлики
5. Источник частиц и электрическая схема его питания;
6. Силовая электрическая часть привода электродвигателей, нагревателей, элементов экспериментального оборудования;
7. Высоковольтная электрическая часть;
8. Радиоэлектронные блоки функционального управления.

Сервисное обслуживание предполагает ежедневное и плановое в виде профилактик. Ежедневное обслуживание заключается в содержании установки в чистоте, обеспечении свободного доступа вокруг установки, осмотр внешнего вида на отсутствие посторонних предметов, проводов и инструментов на установке.

Плановые профилактические работы проводятся не реже 1 раз год, как правило в период длительной остановки оборудования. В это время проверяется качество электропроводки, проводится опрессовка

водопроводной сети, профилактика вакуумных затворов и т.д.

### 3.1.3 Вакуумная схема установки

В настоящее время установки высокого вакуума находят широкое применение в различных областях науки и техники. Главным образом это связано с интенсивными исследованиями высокоэнергетических частиц (ускорители), развитием космической техники (имитаторы условий космического пространства) и изучением поверхности материалов (различного типа приборы для физико-химического анализа поверхности).

Кроме того, существуют и другие области применения сверхвысокого вакуума, когда важно отсутствие любых загрязняющих примесей, в том числе газов.

Рассмотрим вакуумную схему исследуемой установки. На данной установке возможно проведение различных экспериментов, поэтому каждый год данная установка подвергается модификации, но тем не менее все основные элементы вакуумной схемы остаются неизменными.

Все обозначения на схеме (рисунок 3.4) обозначены согласно ГОСТ .

Сверхвысокий вакуум находит применение главным образом в различных областях науки, но и в технологии, особенно электронных приборов, когда часто необходимы давления ниже  $10^{-6}$  Па. В качестве примера можно привести технологию нанесения эпитаксиальных слоев с помощью молекулярного пучка, используемую при изготовлении интегральных схем, или получение фотокатодов из арсенида галлия, легированного цезием.

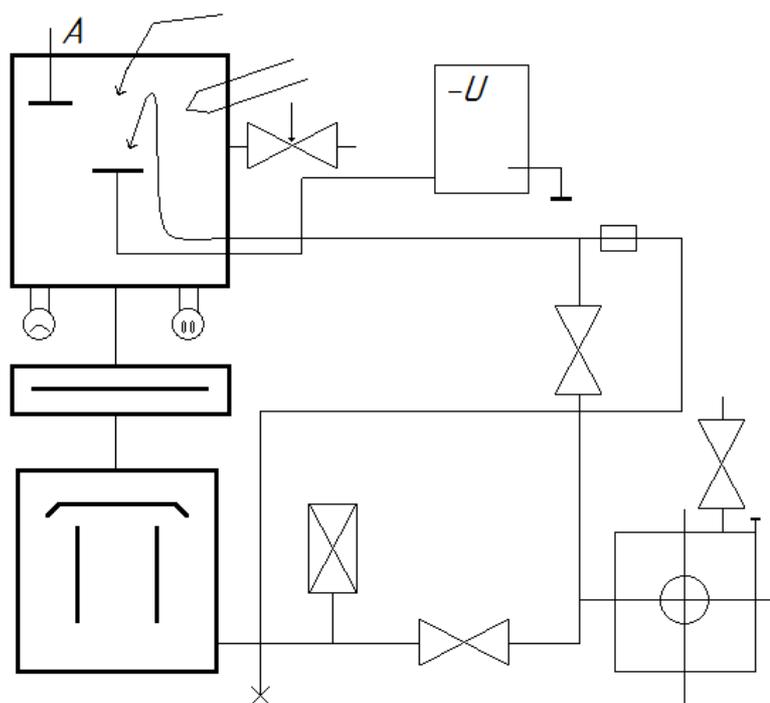


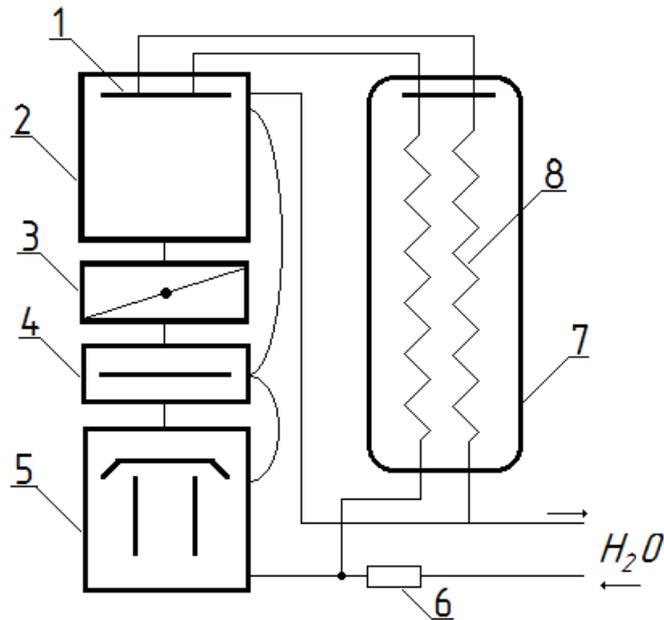
Рисунок 3.4 – Вакуумная схема установки

### 3.1.4 Схема охлаждения

На рисунке 3.5 представлена обобщенная схема водяного охлаждения вакуумной установки. Вода из магистрали подается на водное реле 6, а затем поступает на коллектор. Часть трассы направляется на охлаждение высоковакуумного насоса 5, стенок вакуумной камеры 2, стенок трансформатора, тоководов или элементов привода обрабатываемой детали. Прошедшая вода направляется в выходной коллектор.

Другая часть водяной магистрали из приемного коллектора через длинные шланги (змеевик 5 метров и более) укладывается в емкость 7 из изолятора и направляется на охлаждения катода или мишени 1 находящуюся под высоки потенциалом. После катода шланг опять укладывается в емкость из изолятора и опять направляется к выходному коллектору. В баке располагается масляный насос, прокачивающий охлажденное масло через катод, или мишень.

Сервисное обслуживание системы охлаждения заключается в контроле целостности соединений. Часто трубки водяного охлаждения перекрывается ржавчиной или кусками резины из вентилях водопровода. Вследствие этого на выходе установки должен стоять грубый фильтр. Ржавчину удаляют слабым раствором соляной кислоты или механическим способом. Для запитки ответственных приборов и дорогостоящих установок применяют деионизированную или дистиллированную воду.

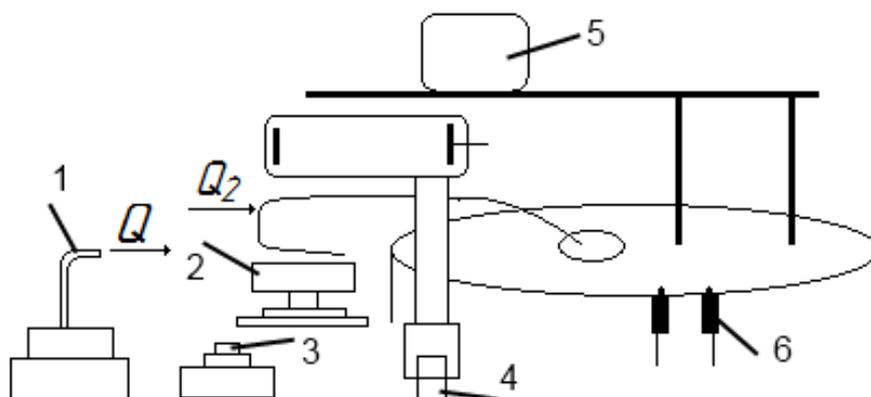


- 1 — катод-мишень, 2 — вакуумная камера,  
 3 — вакуумный затвор, 4 — ловушка паров масел,  
 5 — диффузионный насос, 6 — водное реле,  
 7 — ёмкость, 8 — змеевик.

Рисунок 3.5 – Схема водяного питания вакуумной установки

### 3.1.5 Схема устройства в вакуумной камере

Устройство для генерации плазмы (подколпачное устройство) является одной из важнейшей частей вакуумной установки. На рисунке 3.6 представлено подколпачное устройство установки типа УРМ:



1 – газоподвод, 2 – мишень, 3 – термопара, 4 – катод, 5 – поворотная карусель, 6 – токовводы

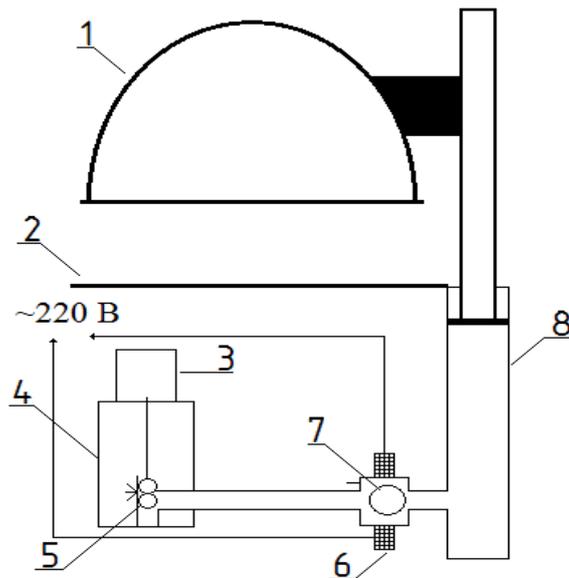
Рисунок 3.6 – Подколпачное устройство УРМ

Основанием служит стальной сварной каркас, закрытый металлическими панелями и панелями пульта управления. Колпак с подколпачным устройством расположен на верхней панели, а внутри каркаса смонтированы все остальные системы и элементы. Для наблюдения за процессом колпак имеет два смотровых окна. Вакуумная камера снаружи обвита змеевиком, предназначенным для пропускания по нему горячей или холодной воды. На цилиндрической части расположены два натекателя. На колпаке находится электродвигатель, служащий для привода с помощью рычага карусели подложек и масок, находящейся под колпаком. Под колпаком расположены карусель подложек и масок, нагреватель подложек и заслонка с электромагнитным приводом.

### 3.1.6 Гидравлическая схема

На рисунке 3.7 представлена гидравлическая схема установки. При нажатии кнопки «Вверх» замыкается цепь электродвигателя.

Шарик поднимается электромагнитом и шестеренчатый насос качает масло в гидроцилиндр 8. В это время вакуумная камера поднимается вверх. При нажатии кнопки «Вниз» замыкается цепь нижнего электромагнита. Шарик уходит вниз и масло сливается обратно в масляной бак.



- 1 — вакуумная камера, 2 — рабочая плита установки, 3 — электродвигатель, 4 — масляный бак, 5 — масляный шестеренчатый насос, 6 — электромагниты, 7 — распределитель с шариком, 8 — гидроцилиндр

Рисунок 3.7 – Гидравлическая схема установки

### 3.1.7 Форвакуумный насос АВЗ – 20Д

Насосы золотниковые вакуумные типа АВЗ (агрегат вакуумный золотниковый) с масляным уплотнением предназначены для откачки воздуха, неагрессивных газов, паров и парогазовых смесей, при создании предварительного разряжения в высоковакуумных установках.

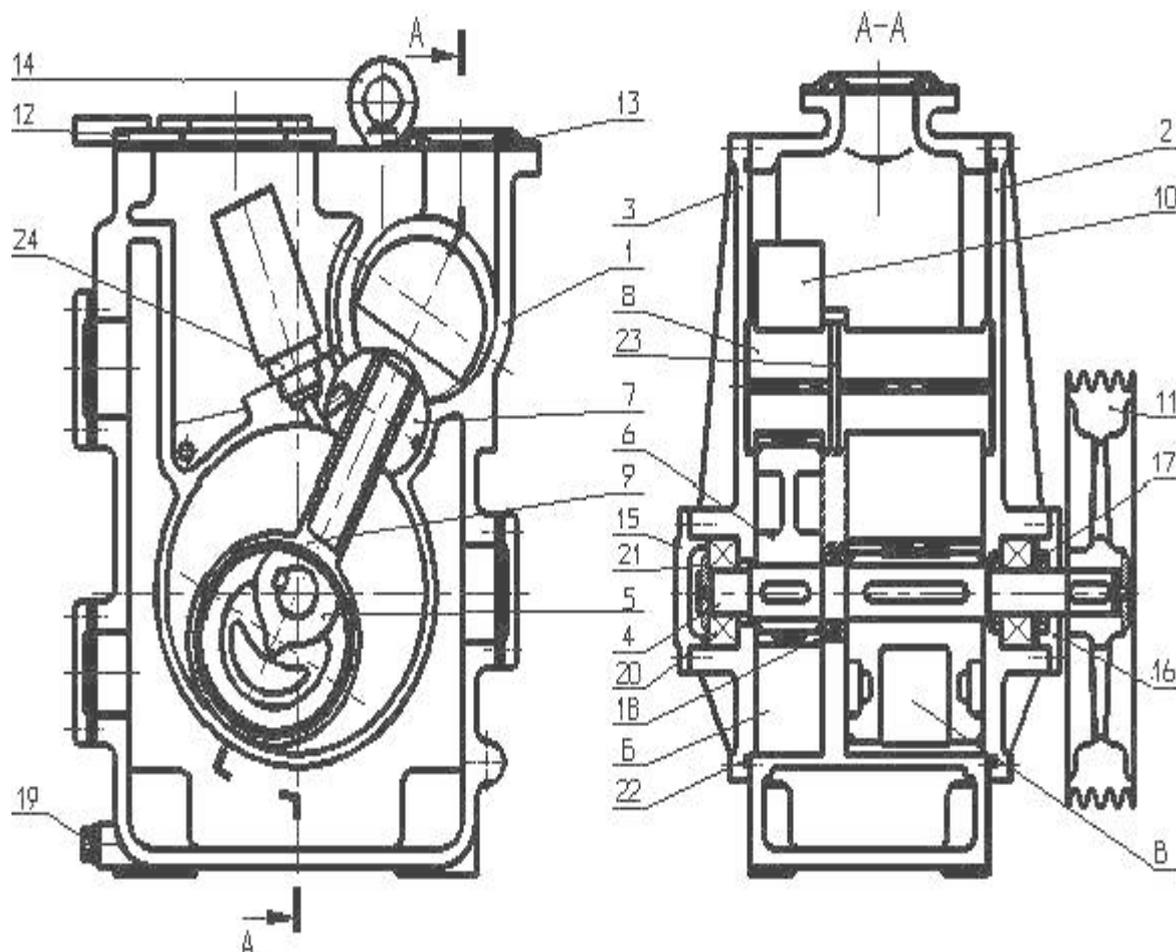
Материалы исполнения проточной части насоса АВЗ - серый чугун, либо сталь обычных марок. Уплотнение вала насоса - манжетное.

Насосы и электродвигатели монтируются на общей фундаментной раме или плите; масса фундамента должна превышать массу агрегата в 2...3 раза; передача вращательного движения от электродвигателя к насосу осуществляется клиноременной передачей.

Технические характеристики золотниковых насосов АВЗ:

Типоразмер насосного агрегата	Быстродействие, л/с (м3/мин л/с (м3/мин	Предельное остаточное давление (полное), Па	Параметры электродвигателя			Габаритные и присоединительные размеры			Масса, кг
			Тип двигателя	Мощность, кВт	п, мин-1	Длина, мм	Ширина, мм	Высота, мм	
<u>АВЗ-20Д</u>	20 (1)	1,1x10 <sup>-3</sup>	АИР90 L4	2,2	1480	650	400	665	175

На рисунке 3.8 представлен разрез вакуумного золотникового насоса АВЗ-20Д.



1 - корпус; 2 и 3 - крышки передняя и задняя; 4 - вал; 5 и 6 - эксцентрики; 7 и 8 - направляющие; 9 и 10 - плунжеры; 11 - маховик; 12 - крышка; 13 - кольцо; 14 - рем-болт; 15 и 16 - крышки; 17 и 18 - манжеты; 19 - пробка; 20 - подшипник; 21 - шайба; 22 - кольцо; 23 - перегородка; 24 - клапан. Б и В - роторные камеры

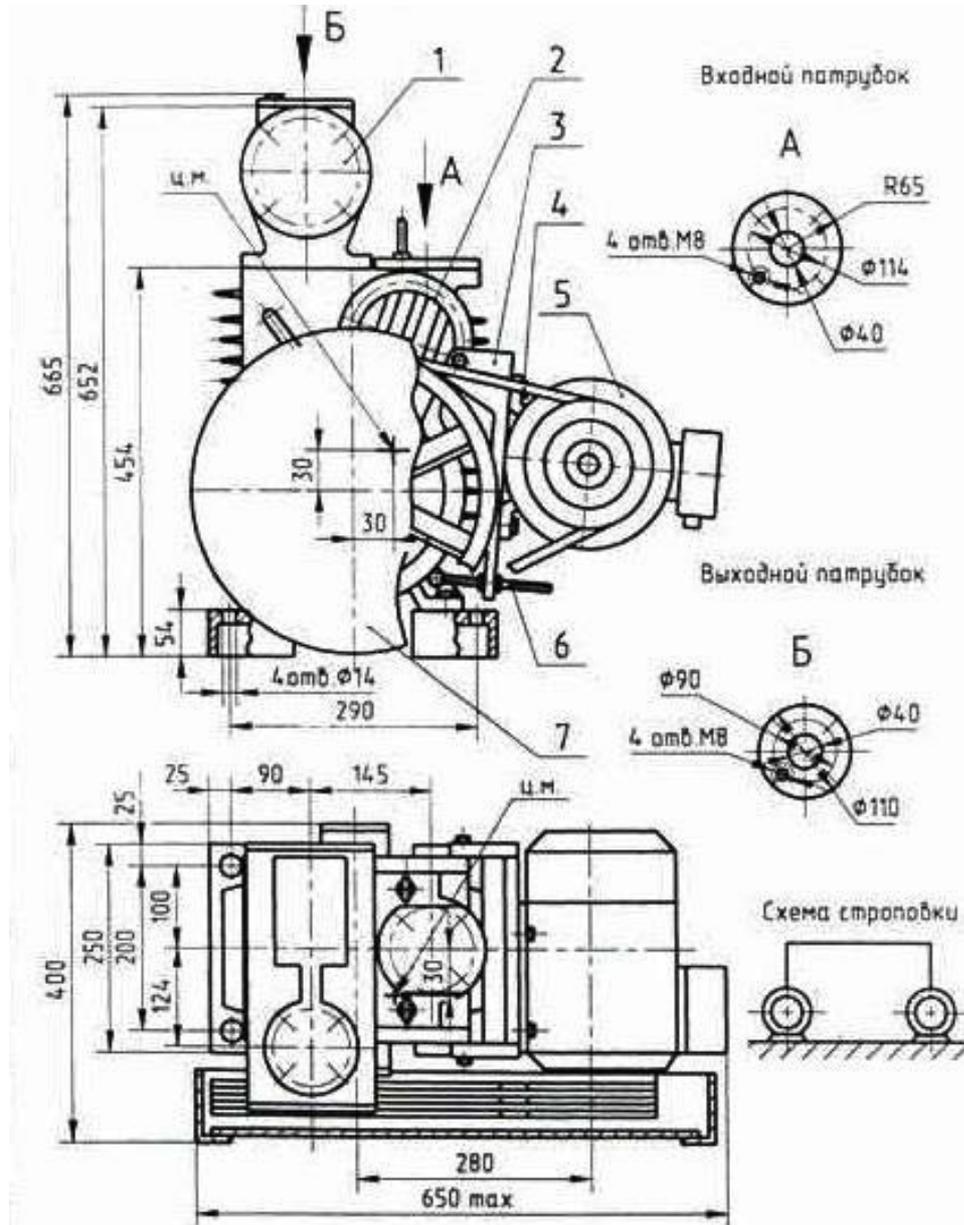
Рисунок 3.8 - Разрез вакуумного золотникового насоса АВЗ-20Д.

Ограничения применения вакуумных насосов АВЗ:

- вакуумные насосы АВЗ непригодны для откачки агрессивных сред, вступающих в реакцию со смазочными маслами и черными металлами;
- вакуумные насосы АВЗ непригодны для перекачки сред из одной емкости в другую;
- предельно допустимая концентрация паров углеводородов, масляного тумана в воздухе должна соответствовать требованиям безопасности ОСТ 38.01402-86;
- не допускаются: работа насоса без охлаждения;

- перегрев насоса;
- выброс откачиваемых газов в помещение, где установлены агрегаты;
- пуск агрегата без предварительного заполнения маслоотделителя вакуумным маслом;
- превышение выходного давления по отношению к атмосферному более чем на 9,3 кПа (70 мм.рт.ст).

На рисунке 3.9 представлен внешний вид насоса АВЗ-20Д и его размеры.



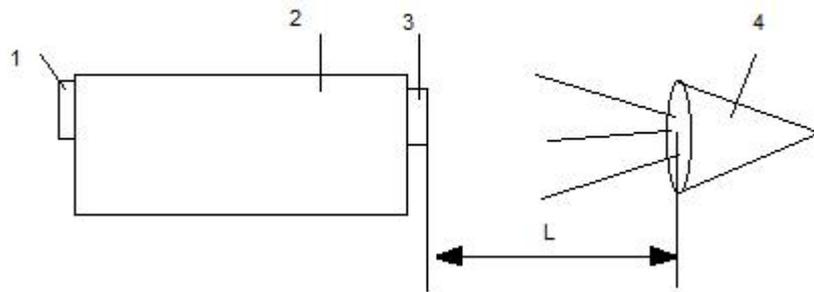
- 1 - маслоотделитель, 2 - насос, 3 - основание, 4 - ремень, 5 - двигатель, 6 - винт натяжений, 7 - ограждение

Рисунок 3.9 – Внешний вид насоса

### 3.2 Задание

#### Эксперимент 1.

Проведите эксперимент на построение цветового треугольника с использованием монохроматора и лампы накаливания. Схема экспериментальной установки представлена на рисунке 3.10.



1 – выходная щель, 2- устройство монохроматор ДМР-4, 3 – входная щель, 4 – источник излучения, L – расстояние от источника излучения до монохроматора.

Рисунок 3.10 – Схема экспериментальной установки

Полученные результаты сравните с теорией цветовых треугольников (рисунок 3.11).

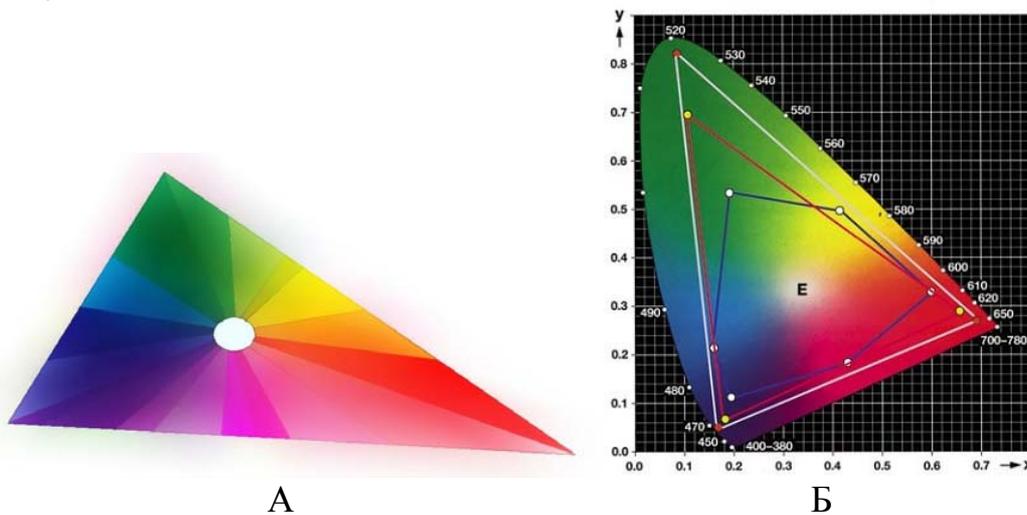


Рисунок 3.11 – А - Экспериментальный цветовой треугольник, Б – Теоретический цветовой треугольник

Если цвет разлагается в пределах шкал монохроматора, то теоретический и экспериментальный цветовой треугольник совпадают. Из этого можно сделать вывод, что монохроматор ДМР-4 дает верные спектральные линии. Следовательно, с помощью этой установки можно проводить полноценный спектральный анализ, который действительно будет давать нам верные результаты. Мы сможем определить начало и конец обезгаживания кристалла в процессе его обработки в плазме.

**Примечание.** Для реальных практических измерений с монохроматором требуется полное затемнение оптического тракта. Интенсивность газовыделения может быть оценена по величине сигнала с фоторезистора ФСК-1.

### Эксперимент 2.

Оптические измерения с фоторезистором вне вакуумной камеры.

На рисунке 3.12 представлена схема для оптических измерений с фоторезистором вне вакуумной камеры

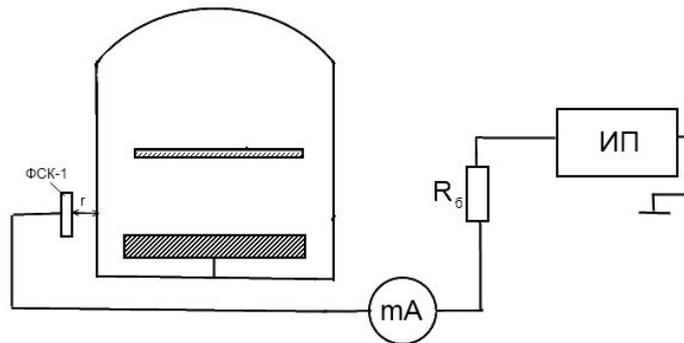


Рисунок 3.12 – Схема эксперимента с фоторезистором вне камеры

**Методические указания.** При измерениях необходимо соблюдать технические паспортные возможности установки. На рисунке 3.13 приведены ориентировочные значения тока разряда и тока фоторезистора.

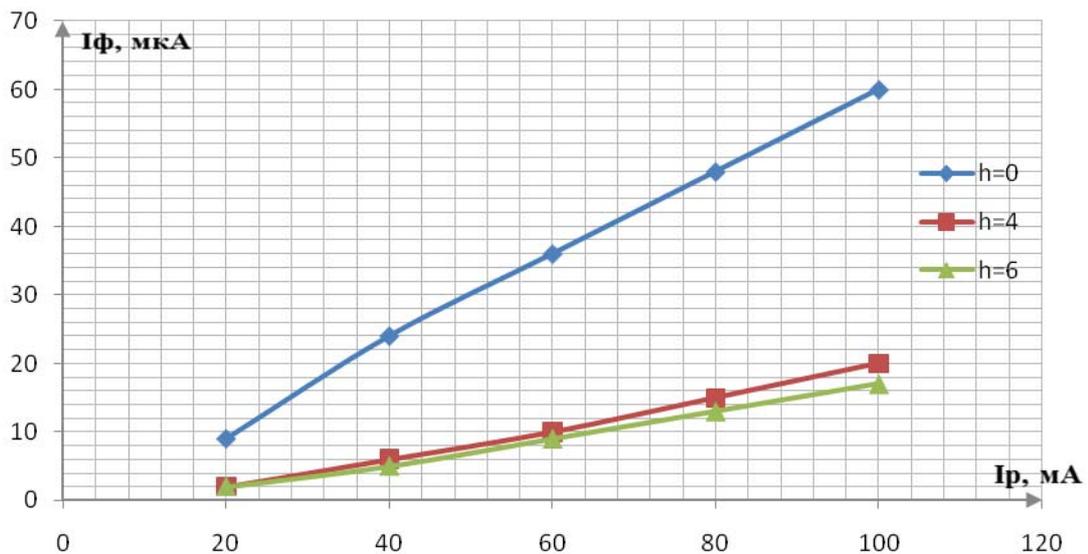


Рисунок 3.13 – Ориентировочный график зависимости  $I_{\text{ф}} = f(I_{\text{р}})$  с фоторезистором вне камеры на разном расстоянии

На рисунке 3.14 приведена ориентировочная зависимость фототока от расстояния при постоянном токе разряда (интенсивность свечения разряда

при этом не изменяется).

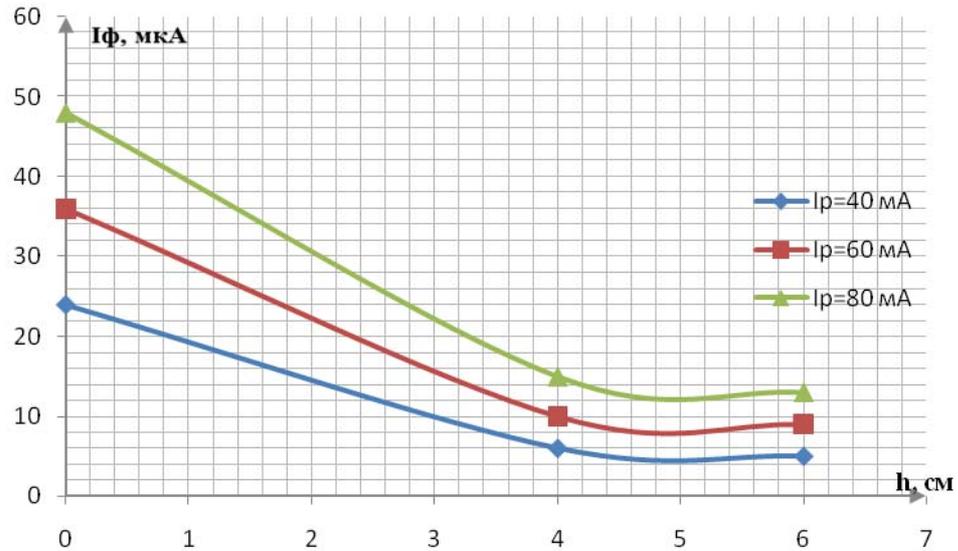


Рисунок 3.14 – Ориентировочный график зависимости  $I_{\text{ф}} = f(h)$  при постоянном  $I_{\text{п}}$ , с ФР вне камеры

### Эксперимент 3.

Оптические измерения с фоторезистором внутри вакуумной камеры.

На рисунке 3.15 представлена схема для оптических измерений с фоторезистором внутри вакуумной камеры.

а). Снимите зависимости фототока от тока разряда при некоторых фиксированных расстояниях.

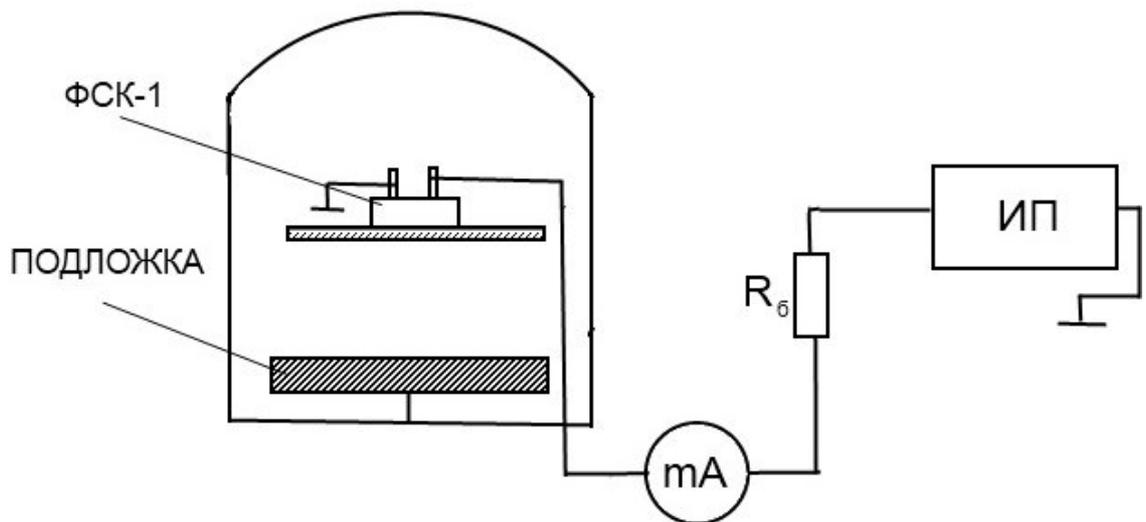


Рисунок 3.15 – Схема эксперимента с фоторезистором внутри камеры

б) Снимите зависимости фототока от расстояния (до окна камеры)

в) Проведите ряд экспериментов с фоторезистором внутри вакуумной камеры и вне камеры на разном расстоянии от смотрового окна. При изменении интенсивности свечения разряда.

**Методические указания.** Заметьте, что внутри камеры фоторезистор хорошо регистрирует излучение разряда и малейшие изменения цвета свечения. При измерениях вне вакуумной камеры кроме расстояния, на интенсивность фототока влияет спектр пропускания окна вакуумной камеры.

#### Эксперимент 4.

##### Оптические измерения с фоторезистором в монохроматоре

После проведения выше указанных экспериментов проведите эксперимент с монохроматором в который установите фоторезистор. Чтобы поставить фоторезистор в монохроматор нужно проверить сможет ли фоторезистор регистрировать излучение вне камеры. Для этого фоторезистор выносим за пределы камеры и ставим его напротив смотрового окна. При этом, проведем эксперимент на разных расстояниях от камеры, поскольку если фоторезистор ставить в монохроматор, то он будет находиться на большом расстоянии от смотрового окна

После проведения всех экспериментов отключите установку, соберите монохроматор. Составьте отчет в котором приведите результаты экспериментов и сравнение полученных результатов с вышеприведенными данными. Сделайте выводы о получившихся результатах.

### 3.3 Содержание отчета

При составлении отчета необходимо руководствоваться общими требованиями и правилами ГОСТ

В соответствующих разделах отчета необходимо представить:

- 1) схему вакуумной системы установки УРМ;
- 2) алгоритм включения и выключения вакуумной установки во времени, что покажет готовность к эксплуатации современного оборудования и приборов;
- 3) расчет вакуумной системы на ЭВМ;
- 4) прогноз механизма выделения газов;
- 5) схему устройства для ионно-плазменного распыления материалов. Обосновать правильность настройки оборудования и способ измерения толщины пленки «на просвет»;
- 6) данные по измерению фототока вне и внутри вакуумной камеры на имеющемся оборудовании;
- 7) таблицы экспериментальных данных;
- 8) последовательность технологических операций подготовки кристалла и разрядной системы (маршрутная карта);
- 9) операционные карты на подложку, вакуумную камеру, элементы газоразрядной системы;
- 10) схему выхлопа отработанных газов;
- 11) выводы: ответы на вопросы о рисках внедрения новых технологий  
Например: какие предприятия могут рискнуть внедрить ионно-

плазменные технологии? Какова степень Вашей готовности быть ответственным за внедрение. Какие преимущества и какие недостатки дает Ваша технология исходя из обзора литературы, анализа маршрутной и операционной карт? Под какую продукцию перестроить оборудование в случае форс-мажорных обстоятельств. Каковы возможности фрагментов работы для оформления патентов на способ, на устройство, на расширение технологических возможностей оборудования или конкретной пользы для человечества.

## Лабораторная работа 2. Молекулярная эпитаксия

### Введение

В настоящее время металлопленочные элементы используются во многих электровакуумных и полупроводниковых приборах, интегральных схемах, в точных измерителях мощности, вентилях и фильтрах сверхвысоких частот.

На основе пленочной технологии изготавливаются термопары, тензометры, пленочные терморезисторы и многие другие приборы электронной техники. Тонкие пленки находят широкое применение в металлографических исследованиях, при нанесении оптических покрытий. Они выполняют функции подложек фотокатодов, защитных и отражающих поверхностей, проводящих и резистивных покрытий, электростатических экранов, высокоэффективных излучателей света и т.д.

Целью настоящей работы является изучение особенностей метода эпитаксии при термическом испарении материалов в вакууме, ознакомление с оборудованием для формирования эпитаксиальных пленок и освоение методов измерения толщины пленки.

## 2 Теоретическая часть

### 2.1 Понятие эпитаксии, виды эпитаксий

Эпитаксия - это процесс получения высококачественной монокристаллической пленки. В таких пленках испытывают нужду новейшие электронные приборы полупроводниковой и лазерной техники, оптоэлектроники, вычислительной техники и многие другие. При толщине 2-25 мкм эпитаксиальные обладают металлической проводимостью (менее 100 ом на квадрат). С помощью прямого процесса напыления такие пленки получать затруднительно вследствие невозможности исключить неконтролируемые примеси в напыляемой пленке.

### 2.2 Виды эпитаксий

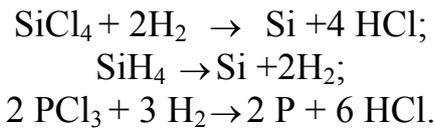
Различают газофазную эпитаксию, МОС-гидридную (эпитаксию металлоорганических соединений), хемозэпитаксию, молекулярно-лучевую эпитаксию (МЛЭ), эпитаксию из расплава солей, пересыщенных растворов и электролитов.

*Эпитаксия из расплава солей*, пересыщенных растворов и электролитов. Процесс такой эпитаксии представляет собой выдержку подложки в определенных растворах при определенной температуре. Примером такой эпитаксии может служить обработка кристаллов ниобата лития или танталата висмута в бензольной кислоте с целью формирования на кристалле волноводной пленки.

**Хемозпитаксия** – ориентированный рост пленки при химическом взаимодействии подложки с материалом пленки. Примером может быть окисление некоторых металлов, когда скорость диффузии катионов через пленку оксида выше скорости диффузии анионов. Вероятность образования бездефектного эпитаксиального слоя вследствие различия химических свойств по кристаллографическим направлениям в этой форме эпитаксии снижается.

### **Газофазная эпитаксия**

Традиционно для получения и легирования эпитаксиальных пленок кремния используют набор поверхностных гетерогенных реакций в форвакууме при температурах около  $1000^{\circ}\text{C}$ :



На рис.2.1 представлена схема проведения традиционного процесса эпитаксии.

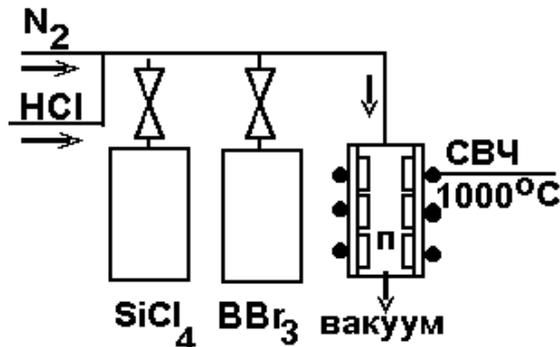


Рисунок 2.1 – Схема проведения процесса газофазной эпитаксии

Недостатки традиционной эпитаксии заключаются в следующем:

- жесткая взаимосвязь потока реагентов с температурой гетерогенной реакции;
- существует степень сегрегации поверхности (часть пленки всегда формируется поликристаллической);
- присутствуют диффузионные процессы из сформированной пленки в подложку вследствие высокой температуры.

Методы решения проблем заключаются в более высококачественном формировании пленок с последующей ориентацией слоев в виде кристаллической решетки. Такой процесс называется *искусственной эпитаксией*. Для его реализации необходим жидкий подслои из золота или специального полимера, (салола) в который напыляются пары для ориентации и формирования зародышей (“льдинок” кристалла) в сплошной монокристалл. На подложке с шагом 50 мкм желательно нанести базовый рельеф в виде сетки или канавок с углами, соответствующими типу кристаллической решетки кристаллизующего материала. Затем пленку перекристаллизуют путем прогрева теплом, лазерным или электронным лучом.

Выращивание кристаллов на подложке из того же материала, что и подложка называется *автоэпитаксией* (например, Si-Si). Процесс роста

кристаллов на инородной подложке называется *гетероэпитаксией* (например, Si- W).

***МОС-гидридная эпитаксия. (Эпитаксия металлоорганических соединений)***

Такая эпитаксия во многом напоминает газофазную эпитаксию. Отличие состоит в том, что эта эпитаксия проводится при более низких температурах ( $700-800^{\circ}\text{C}$ ) с применением водородосодержащих компонент (например, аммиака). Металлоорганические соединения, представляющие интерес для выращивания полупроводниковых слоев – это триметилгаллий –  $\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$ , триэтилгаллий –  $\text{Ga}(\text{C}_2\text{H}_5)_3$ , триметилалюминий –  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ , триметилиндий  $\text{In}(\text{CH}_3)_3$ . В качестве газа – носителя используется чистый водород, или его смесь с азотом. Металлоорганические соединения помещают в контейнеры, через которые пропускают водород при температуре, близкой к комнатной. Непосредственно в реакторе температура среды поддерживается инфракрасными лампами. Широкое распространение получил метод роста из металлоорганических соединений при пониженном давлении.

***Молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ)***

Для изготовления новейших приборов (твердотельных носителей информации, лазеров, солнечных батарей и др.) перечисленные выше методы формирования пленок оказались непригодными. Например, для создания приборов на основе соединений типа  $A_{III}-B_V$  потребовались структуры с периодическим потенциалом. Толщина слоя в ней меньше, чем средняя длина пробега электрона.

Молекулярно-лучевая эпитаксия – это технологический процесс формирования пленок требуемого состава и структуры на кристаллической подложке из направленного потока молекул (или атомов) в условиях сверхвысокого вакуума. При конденсации молекул происходит слоевой рост пленки с последовательной застройкой каждого монослоя. В результате можно получить монокристаллическую пленку с атомно-гладкой поверхностью. Температура подложки должна поддерживаться оптимальной для миграции атомов по поверхности. В методе МЛЭ эта температура гораздо ниже, чем в процессах газовой эпитаксии и не превышает  $450$  градусов. Молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ) является методом наращивания монокристаллических пленок в сверхвысоком вакууме на монокристаллическую подложку при использовании атомарных пучков элементов, составляющих полупроводниковый материал. В отличие от других методов, данный метод эпитаксиального наращивания позволяет проводить послойное легирование каждого атомного слоя выращиваемого материала. Метод также позволяет контролировать рост каждого атомарного слоя пленки непосредственно в ходе выращивания пленки (например, методом дифракции быстрых электронов).

Для ориентированного роста кристаллов при МЛЭ в напыляемой пленке необходимо:

-обеспечение сверхвысокого вакуума (менее  $10^{-7}$  Па);

- оптимальная температура подложки (для кремния  $440^{\circ}\text{C}$ );
- необходима минимальная скорость осаждения пленки (до 10 нм/с).

При большой скорости конденсации происходит интенсивное образование зародышей, сопровождаемое неупорядоченной кристаллизацией и аморфизацией

Процесс МЛЭ обеспечивает легирование пленки до высоких концентраций ( $10^{18}$ - $10^{19}$  см<sup>-3</sup>), малую взаимную диффузию элементов из соседних слоев и возможность выращивания многослойных монокристаллических пленок. Например, на поверхности пластины из арсенида галлия можно вырастить слои с частичным замещением атомов Ga атомами Al, т. е. получить пленку с составом  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ , где  $0.01 < x < 0.2$ . Легируя другие слои оловом, германием или магнием можно изменять тип проводимости растущей пленки. Следует отметить, что плотность дефектов упаковки и дислокаций в ЭС, полученных МЛЭ, почти на порядок выше, чем при получении ЭС газофазным осаждением.

### 2.3 Теория кинетики процесса эпитаксии

Для высокого совершенства структуры эпитаксиального слоя необходима взаимная растворимость материалов подложки и пленки, а также определенная температура процесса, которая устанавливается по диаграмме состояния. Взаимодействие падающих на поверхность атомов с атомами подложки приводит к возникновению переходного эпитаксиального слоя. В этом случае наблюдается когерентный переход одной кристаллической решетки в другую. Качество эпитаксиальной пленки зависит от условий, возникающих на всех стадиях ее формирования.

На начальной стадии атомы из молекулярного потока адсорбируются на поверхности подложки. Адсорбция характеризуется понижением свободной энергии  $\Delta G$  и убылью энтропии  $\Delta S$ . Вследствие потери некоторых степеней свободы адсорбированными атомами. Из уравнения

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S,$$

где  $H$  – энтальпия процесса

Если вся поверхность покрывается атомами в один сплошной слой, то возникает мономолекулярная адсорбция.

На следующей стадии происходит проникновение атомов нарастающей фазы в объем материала подложки за счет диффузии, растворения, движения по стенкам капилляров и границам зерен. Этот процесс называется абсорбцией. Для активирования этого процесса необходимо затратить энергию. Абсорбция – процесс эндотермический. Адсорбирующиеся атомы могут образовывать химические связи с атомами с выделением энергии от 80 до 100 кДж/моль. Такой процесс называется хемосорбцией.

При приближении атома к поверхности на него начинают действовать дальнедействующие силы притяжения: электростатические; индуцированные, возникающие при воздействии полярной и неполярной молекул; дисперсионные, проявляющиеся за счет индукционного дипольного

взаимодействия; резонансные, действующие при обмене молекул фотонами.

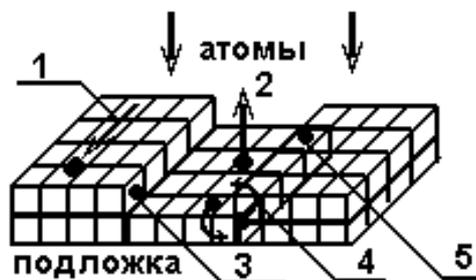
На самой поверхности подложки начинают проявляться короткодействующие силы отталкивания.

В процессе эпитаксии на нейтральных подложках осаждаются обычно неполярные атомы, поэтому наиболее существенно проявляется третий тип сил – дисперсионные. Когда атом приближается к поверхности на малое расстояние и его волновая функция заметно перекрывается с функцией атомов подложки, существенными оказываются короткодействующие силы.

Наиболее важные индивидуальные атомные процессы, сопровождающие эпитаксиальный рост следующие:

- адсорбция составляющих атомов или молекул на поверхности подложки;
- поверхностная миграция атомов и диссоциация адсорбированных молекул;
- присоединение атомов к кристаллической решетке подложки или эпитаксиальным слоям, выращенным ранее;
- термическая десорбция атомов или молекул, не внедренных в кристаллическую решетку

На рис. 2.2 представлена модель роста структур в процессе эпитаксии.



1 – поверхностная диффузия; 2 – десорбция; 3 – встраивание в решетку; 4 – обмен атомов; 5 – поверхностная агрегация (зародышеобразование)

Рисунок 2.2 – Схема процессов при выращивании структур методом эпитаксии

На этом рисунке поверхности подложки и растущего эпитаксиального слоя разделены на «кристаллические участки», с которыми взаимодействуют, поступающие на поверхность из молекулярных источников компоненты. Каждый участок поверхности представляет собой небольшой участок поверхности кристалла и характеризуется индивидуальной химической активностью. Конденсация на подложку нового материала из газовой фазы определяется скоростью столкновения атомов или молекул с подложкой. Число частиц, поступающих за единицу времени на единицу площади определяется соотношением :

$$n = \frac{P}{\sqrt{2\pi MkT}},$$

где  $P$  – давление паров;  $M$  – молекулярный вес частиц;  $k$  – постоянная Больцмана и  $T$  – температура поверхности.

Частица, конденсированная из газовой фазы, может сразу же покинуть поверхность подложки или диффундировать по поверхности. Процесс поверхностной диффузии может привести к адсорбции частицы на поверхности подложки или растущей пленки или к процессу поверхностной агрегации, сопровождающимся образованием на поверхности зародышей новой кристаллической фазы конденсируемого материала. Адсорбция отдельных атомов, как правило, происходит на ступеньках роста или других дефектах. Атомный процесс взаимодиффузии, при котором атомы пленки и подложки обмениваются местами, играют важную роль в процессе эпитаксиального роста. В результате этого процесса граница между подложкой и растущей пленкой становится более гладкой.

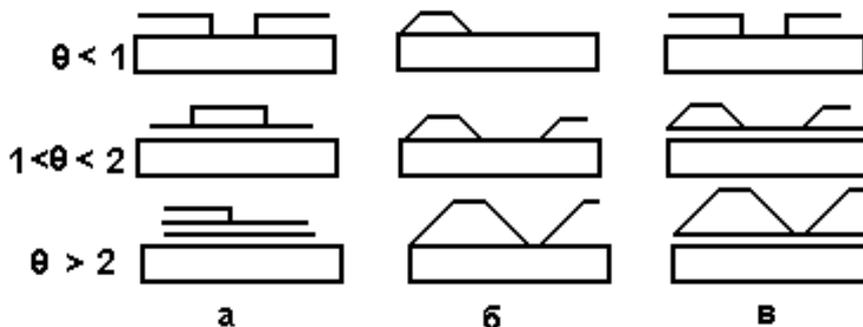
Процессы на поверхности, сопровождающие эпитаксиальный рост при эпитаксии могут быть описаны количественно. Каждый из индивидуальных процессов, рассмотренных выше, характеризуется собственной энергией активации и может быть в первом приближении представлен экспоненциальным законом. Отражение от подложки (десорбция) происходит не сразу. Средняя продолжительность жизни молекулы или атома на поверхности равна:

$$\tau = \tau_0 \exp(E_d / kT)$$

где  $E_d$  – энергия активации процесса десорбции,  $T_s$  – температура подложки.

На феноменологическом уровне различают три основных типа роста тонких эпитаксиальных пленок в зависимости от коэффициента покрытия подложки  $\theta$  [5]. На рис. 2.3 представлены основные модели эпитаксиального роста: послойный (а), островковый (б), рост слоя с островками (в).

*Послойный рост (layer-by-layer growth)*. При этом механизме роста каждый последующий слой пленки начинает формироваться только после полного завершения роста предыдущего слоя. Этот механизм роста называют также ростом Франка-ван дер Мерве (*Frank-van der Merve, FM*). Послойный рост имеет место, когда взаимодействие между подложкой и слоем атомов значительно больше, чем между ближайшими атомами в слое.



послойный (а), островковый (б), рост слоя с островками (в).

Рисунок 2.3 – Основные модели роста кристалла при эпитаксии

*Островковый рост* или рост Вольмера-Вебера (*island growth, Vollmer-Weber, VW*). Этот механизм является полной противоположностью

последующему росту. Условием его реализации является преобладание взаимодействия между ближайшими атомами над взаимодействием этих атомов с подложкой. При островковом механизме роста вещество с самого начала оседает на поверхности в виде многослойных конгломератов атомов.

*Рост слоя с островками* – это промежуточный механизм между первыми двумя механизмами. Это рост Странски-Крастанова (Stransky-Krastanov, SK, layer-plus-islandgrows), при котором первый слой полностью покрывает поверхность подложки, а на нем происходит рост трехмерных островков пленки. К этому механизму могут приводить многие факторы, в частности достаточно большое несоответствие между параметрами кристаллических решеток пленки и подложки.

Условие, разграничивающее реализацию того или иного механизма роста, можно получить из анализа соотношений между коэффициентами поверхностного натяжения между подложкой и вакуумом  $\delta_s$ , между пленкой и вакуумом  $\delta_f$  и между подложкой и пленкой  $\delta_{s/f}$ . (рис. 2.4) Коэффициент поверхностного натяжения поверхности равен свободной энергии единицы поверхности. Соответственно эти коэффициенты определяют силы поверхностного натяжения, действующие на единицу элемента длины границы раздела. Согласно этому определению сила  $dF$ , действующая на бесконечно малый элемент  $dl$  границы раздела двух сред



Рисунок 2.4 – Схема, поясняющая механизм формирования пленки

Из условия равновесия для любого элемента длины линии соприкосновения подложки, трехмерного островка пленки и вакуума (рис.2.4) получим

$$dF = \delta dl$$

$$\delta_s = \delta_{s/f} + \delta_s \cos \varphi$$

где  $\varphi$  - краевой угол, т.е. угол, образованный касательной к поверхности островка пленки и поверхностью подложки.

Если краевой угол равен нулю, то островок “растекается” тонким слоем по поверхности подложки, что соответствует послойному механизму роста. Это условие приводит к следующему соотношению между коэффициентами поверхностного натяжения:

$$dF = \delta dl$$

$$\delta_s \geq \delta_s + \delta_{s/f} ,$$

последний рост ( $\varphi=0$ ).

Если ( $\varphi>0$ ) реализуется механизм роста островков.

Для более полного вывода условий, при которых реализуется тот или иной механизм роста, необходимо учесть влияние на условие равновесия между формируемой пленкой и подложкой газовой фазы в области роста пленки.

Если молекулы адсорбата взаимодействуют друг с другом слабее, чем с подложкой, то имеет место последний режим, а зародыши имеют форму диска, который растет преимущественно в ширину. При слабом взаимодействии с подложкой образуются куполообразные зародыши в форме полусферы (островковый рост).

Последний режим обычно реализуется в системах с близкими параметрами решетки, например, металл-металл или при автоэпитаксии. Данный режим может нарушаться с увеличением числа слоев. В этом случае от слоя к слою нарастает несоответствие параметров решетки подложки и адсорбата, что приводит к островковому росту. Тогда имеет место промежуточный режим. Но условие близости не является достаточным для реализации последнего режима структур. Из экспериментальных данных следует, что в этом случае необходимо задание оптимальных внешних параметров (температуры подложки и молекулярного потока). При уходе от оптимальных условий фронт роста становится трехмерным.

Столкновение атома из молекулярного пучка с поверхностью подложки не всегда приводит к его адсорбции, атом может не задержаться долго на поверхности и десорбироваться. Для десорбции атома необходимо подвести энергию извне, поэтому десорбция – процесс активированный. Вероятность адсорбции на поверхностном центре характеризуется коэффициентом прилипания  $\alpha$ .

Скорость хемосорбции энергией активации  $E$  процесса коэффициентом заполнения поверхности ранее сорбированными атомами. Скорость хемосорбции  $U$  для однородной поверхности оценивается по выражению:

$$U = \frac{\alpha \cdot p}{\sqrt{2\pi M k T}} \cdot f(\theta) \cdot \exp\left(-\frac{E}{kT}\right), \quad (2.1),$$

где  $\alpha$  – коэффициент прилипания;

$p$  – давление;

$M$  – молекулярная масса сорбируемой частицы;

$T$  – температура поверхности;

$k$  – постоянная Больцмана;

$f(\theta)$  - коэффициент заполнения поверхности.

Количество адсорбционных центров оценивается числом  $10^{15}$  см<sup>-2</sup>. При комнатной температуре хемосорбция одиночных атомов, например атомов паров металлов, у которых отсутствуют вращательные и колебательные движения, характеризуется коэффициентом  $\alpha \approx 0.1$ .

Для возникновения и протекания процесса эпитаксии необходимо, чтобы были соблюдены правила структурно-геометрического соответствия, которые состоят в следующем.

1) сетка атомных плоскостей осажденного вещества должна быть идентичной по форме и почти одинаковой по размерам кристаллической решетке поверхности подложки;

2) предельное отклонение периодов решеток не должно превышать 15%, иначе невозможно ориентированное наращивание;

3) ионы осаждаемого на ионный кристалл вещества занимают место соответственно своей полярности.

Однако в ряде случаев наблюдается отклонение от первого и второго правил, когда в плоскости сращивания период наращивающейся решетки из-за упругой деформации может быть равным периоду подложки («поверхностный псевдоморфизм»). Однако слой с аномальной решеткой не должен иметь значительной толщины. По-видимому, обе решетки сопрягающихся кристаллов упруго деформируются. При значительном несоответствии их периодов геометрическое различие ликвидируется частично, а в зоне сращивания появляются дислокации несоответствия кристаллических решеток.

В зависимости от числа направлений, в которых наблюдается соответствие в ориентировках, регулярное сопряжение может быть одно-, дву- и трехмерным.

### **Теория формирования эпитаксиальной пленки по Френкелю**

Согласно теории Френкеля поверхность можно представить в виде потенциального рельефа с чередующимися буграми и впадинами. В условиях динамического равновесия часть атомов десорбируется с поверхности, тогда как оставшиеся на ней могут мигрировать по впадинам. Они сталкиваются между собой, образуя комплексы из двух, трех атомов и более. Образование подобных комплексов сопровождается выделением энергии (увеличение глубины потенциальной впадины), поэтому последующее испарение и разъединение их затруднено. Следовательно, происходит процесс образования зародышей кристаллизации.

Если интенсивность поступления атомов на поверхность превысит некоторую критическую величину, то стационарное состояние адсорбированного слоя нарушается, плотность его непрерывно возрастает, т.е. происходит непрерывное образование пленки. Критическая интенсивность подачи атомов на подложку зависит от температуры ее поверхности:

$$I_{кр} = \frac{1}{4\delta_o\tau_o} \exp\left(\frac{E_o + \Delta E_1}{kT_{кр}}\right),$$

где  $\delta_o$  – эффективная площадь, занятая изолированным адсорбированным слоем;

$E_o$  – энергия десорбции атома;

$\Delta E_1$  – энергия связи атома с соседним адсорбированным атомом.

Основные выводы теории Френкеля сводятся к следующему.

Атомы мигрируют по поверхности в течение некоторого времени  $\tau$ ;

Мигрируя атомы сталкиваются и образуют двумерные частицы;

Время жизни адсорбированного атома экспотенциально зависит от температуры подложки;

Существует критическая интенсивность поступления атомов, выше которой наблюдается рост пленки. Такой механизм роста называется «пар – кристалл» (ПК)

### Теория формирования пленки по Н.Н. Семенову

Другая теория формирования эпитаксиальной пленки была предложена Н.Н. Семеновым. Мигрирующие по поверхности атомы рассматриваются как двумерный газ, переходящий в двумерную жидкость. Жидкость затем кристаллизуется. По мере кристаллизации происходит наращивание моноатомных слоев. Такой механизм получил название «пар – жидкость» (ПЖ)

Двумерный газ характеризуется критическим давлением, ниже которого на поверхности должен быть разреженный газ, а выше – двумерная моноатомная пленка жидкости. Критическое давление конденсации выражается зависимостью:

$$P_{кр} = D \exp\left(-\frac{E_d + \Delta g}{kT_{кр}}\right),$$

где  $E_d$  – теплота десорбции;  $\Delta g$  – теплота испарения двумерной жидкости;  $T_{кр}$  – критическая температура подложки,  $D$  – коэффициент конденсации  
Обе теории подтверждаются экспериментально.

### Фазовая диаграмма процесса роста эпитаксиальных пленок

При определенной для выбранного вещества критической температуре один механизм конденсации сменяется другим. На рис. 2.5 представлен фрагмент фазовой диаграммы для висмута, на которой имеется область жидкой фазы «Ж», область пара – «П», область твердой фазы кристалла – «К», а также область тройной точки «А».

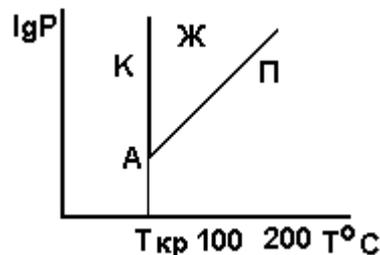


Рисунок 2.5 – Фазовая диаграмма равновесных состояний висмута

В зависимости от давления пара в молекулярном пучке –  $P$ , и

температуры  $T$  реализуется механизм ПК (пар-кристалл) или ПЖ (пар-жидкость). Механизм ПЖ реализуется при давлениях выше тройной точки. На монокристаллических подложках сильнее проявляется ПК – механизм роста. Жидкая фаза неустойчива и кристаллизуется (переход ЖК). Но в конденсате остаются различные дефекты кристаллической структуры.

Согласно термодинамической теории зародышеобразования, система, в которой возникли критические зародыши со скоростью роста большей, чем скорость распада, должна обладать минимальной свободной энергией. Термодинамический подход справедлив для зародышей с большим числом (50-100). В этом случае устанавливается равновесие между паром и адсорбированными зародышами. При значительном времени жизни атомов на поверхности зародыши могут присоединяться друг к другу, мигрировать. *Для начала образования пленки необходимо преобладание сорбции над десорбцией и фазовое превращение.* Новая фаза образуется лишь в системах с пересыщением. Относительное пересыщение характеризуется отношением давлений. Изменение химических потенциалов двух фаз в таком случае можно выразить через коэффициент пересыщения как

$$\Delta\mu = kT \ln(P_1 / P_2).$$

Для установления связи между радиусом сферического зародыша и давлением пара используют соотношение Гиббса — Томсона:

$$RT \ln \frac{P_r}{P_\infty} = \frac{2\delta V_m}{r_{кр}},$$

где  $P_r$  — давление пара над зародышем в виде сферы с радиусом  $r$ ;  $P_\infty$  — равновесное давление пара над плоской поверхностью жидкости;  $V_m$  — молярный объем;  $r_{кр}$  — радиус критического зародыша;  $\delta$  — удельная поверхностная энергия.

Как следует из анализа этого соотношения, для достижения малых значений  $r_{кр}$  следует использовать большие пересыщения. Оценки по вышеприведенной формуле дают значения  $r_{кр} \sim 1-10$  нм.

Если рассматривать возможные атомные модели зародышеобразования, то следует заметить, что при низких температурах подложек критический зародыш может рассматриваться как одиночный атом, но маловероятно, чтобы рост пленки в этих условиях был ориентированным. Ориентирование становится возможным при установлении стабильных двойных связей.

Для возникновения процесса эпитаксии необходимо, чтобы были соблюдены правила структурно-геометрического соответствия:

- 1) сетка атомных плоскостей осажденного вещества должна быть идентичной по форме и почти одинаковой по размерам кристаллической решетке поверхности подложки;
- 2) предельное отклонение периодов решеток не должно превышать 15%;
- 3) ионы осаждаемого на ионный кристалл вещества занимают места

соответственно своей полярности.

В процессе нарастания слоев изменение периодов образующейся фазы может достигать десятков процентов. В плоскости сращивания разница периодов может приводить к упругой деформации (поверхностный псевдоморфизм). При значительном несоответствии периодов геометрическое различие ликвидируется возникновением дислокаций.

В зависимости от числа направлений, в которых наблюдается соответствие в ориентировках, регулярное сопряжение может быть одно-, дву- и трехмерным.

Итак, для проведения процесса эпитаксии необходимо физико-химическое взаимодействие поступающих на поверхность атомов с подложкой. В результате этого взаимодействия образуется переходный кристаллический слой, обеспечивающий постепенный переход одной решетки в другую. Для получения высокого совершенства структуры необходимы взаимная растворимость веществ молекулярного потока и подложки и строго поддерживаемая в определенном интервале температура процесса. Этот интервал определяют по диаграмме состояний взаимодействующих веществ.

Часто в литературе рассматривают еще один механизм роста – *статистическое осаждение*. При этом механизме роста пленки атомы осаждаемого вещества располагаются на поверхности согласно распределению Пуассона так, как если бы их бросали случайно и они просто прилипали бы на месте падения.

Итак, для проведения процесса эпитаксии необходимо физико-химическое взаимодействие поступающих на поверхность атомов с подложкой. В результате этого взаимодействия образуется переходный кристаллический слой, обеспечивающий постепенный переход одной решетки в другую. Для получения высокого совершенства структуры необходимы взаимная растворимость веществ молекулярного потока и подложки и строго поддерживаемая в температура процесса. Эту температуру определяют по диаграммам состояний взаимодействующих веществ.

Структура эпитаксиального слоя будет определяться следующими условиями:

- 1) природой испаряемого вещества;
- 2) степенью чистоты подложки и ее микрорельефом;
- 3) температурой подложки;
- 4) соответствием структур пленки и подложки;
- 5) интенсивностью молекулярного потока;
- 6) составом и давлением остаточной газовой среды в рабочей камере;
- 7) углом падения молекулярного потока на поверхность;
- 8) толщиной эпитаксиальной пленки.

## 2.4 Формирование эпитаксиальных пленок путем термического испарения в вакууме

### 2.4.1 Этапы процесса нанесения пленок

Процесс нанесения на различные подложки тонких пленок веществ путем термического испарения в вакууме может быть разделен на три этапа:

- 1) испарение вещества в вакууме;
- 2) взаимодействие потока испаренных атомов в пролетном пространстве;
- 3) конденсация атомов на подложке.

### 2.4.2 Испарение вещества в вакууме

Испарение металлов и неметаллов производится путем нагрева испаряемого вещества в вакууме. Для этой цели служат различного вида испарители.

При нагреве вещества кинетическая энергия молекул и атомов в поверхностном слое увеличивается, они отрываются от поверхности и распространяются в свободном пространстве. С повышением температуры и увеличением энергии молекул возрастает количество частиц способных оторваться от поверхности испаряемого вещества. Обычно при нагревании вещество сначала плавится, а затем испаряется с заметной скоростью. Некоторые вещества (магний, кадмий, цинк, хром) переходят в парообразное состояние, минуя жидкую фазу (сублимируют).

Испаряемые частицы обычно представляют собой атомы вещества. Исключение составляют элементы V и VI-а подгрупп, которые испаряются в виде молекул. Поэтому поток пара вещества называют атомарным или молекулярным.

Из условия равновесия пар-твердое тело, пар-жидкость путем решения уравнений термодинамики получена зависимость давления насыщенного пара от температуры

$$\lg P_s = A - \frac{B}{T},$$

где  $P_s$  - давление насыщенного пара, Па;  
 $A$  и  $B$  - постоянные, характеризующие вещество;  
 $T$  - температура испаряемого вещества, К.

Значения  $A$  и  $B$  для ряда веществ приведены в справочниках.

Температура вещества, при которой давление насыщенного пара  $P_s$  равно 1,33 Па ( $10^{-2}$  торр), называют условной температурой испарения.

При  $P_s$  меньших  $10^{-2}$  Па и давлении остаточного газа в технологической камере не более  $10^{-2}$  Па скорость испарения, т.е. количество вещества, покидающее единицу поверхности испарителя в единицу времени, определяется:

$$W = P_s \sqrt{\frac{m}{2\pi kT}},$$

где  $W$  - скорость испарения, кг / (м<sup>2</sup> · с);  
 $m$  - масса молекулы, кг;  
 $k$  - постоянная Больцмана;  
 $T$  - температура испарения, К.

### 2.4.3 Взаимодействие потока испаренных атомов в пролетном пространстве

В пролетном пространстве должны быть созданы условия для образования атомарного потока. Тогда траектории атомов будут прямолинейны. При этом тень за маской на подложке будет четкой и для атомарного потока станут справедливы законы геометрической оптики Ламберта. Эти условия будут выполняться, если длина свободного пробега молекул газа в технологической камере будет превышать расстояние между испарителем и подложкой. Если принять расстояние между испарителем и подложкой 10- 20 см, то рабочее давление газа в камере распыления должно быть ниже 10<sup>-2</sup> Па.

### 2.5 Конденсация атомов на подложке

Конденсацией называется процесс перехода вещества из газообразной фазы в твердую или жидкую.

Если на пути движения атомарного потока испаряемого вещества поместить подложку, то на ее поверхности образуется пленка конденсированного вещества. Однако не все, ударившиеся о подложку атомы остаются на ней, происходит частичное отражение испаряемых атомов от поверхности подложки.

Конденсация атомного пучка на поверхности существенно зависит от температуры поверхности. Существует некая критическая температура, выше которой атомы испаренного вещества полностью отражаются от подложки. Критическая температура зависит от природы конденсируемого вещества, от природы подложки, степени ее чистоты, а также плотности падающего атомного пучка.

Критическая температура возрастает с увеличением интенсивности падающего пучка и при большой плотности пара возможно образование тонкой пленки при температурах значительно более высоких, чем при малой плотности пара.

Кроме понятия критической температуры при данной плотности атомного пучка вводится понятие критической плотности. Критической плотностью атомного пучка при фиксированной температуре подложки называется такая плотность этого пучка, ниже которой конденсированная пленка не может быть образована на плоской подложке.

По теории Френкеля конденсация происходит следующим образом:

атомы пучка, ударяясь о поверхность подложки, остаются на ней в течение некоторого отрезка времени, двигаясь по этой поверхности подобно двумерному газу (так называемая миграция или подвижность атомов), а затем могут вновь испаряться с поверхности подложки. При своем движении по поверхности адсорбированные атомы встречаются с другими адсорбированными атомами и образуют с ними центры большой стабильности - преимущественно группы из двух атомов или дублеты. Дублеты имеют значительно большую среднюю продолжительность жизни на поверхности подложки, чем отдельные атомы, поэтому они играют роль центров конденсации.

Чем выше температура подложки и чем ниже температура кипения данного вещества, тем вероятнее вторичное испарение атомов с поверхности подложки. При большой плотности пара испаряющиеся с подложки атомы захватываются вновь образующимися частицами и, осаждаясь на подложке, совместно образуют ядра конденсации и прочно удерживают все атомы, прибывающие позже.

Структура и свойства тонких пленок, полученных путем термического испарения в вакууме, в значительной мере определяются условиями конденсации и зависят от природы испаряемого вещества, соответствия его структуры и структуры подложки, природы подложки, степени ее очистки, микрорельефа и температуры поверхности, степени вакуума и состава остаточной среды в процессе испарения вещества и его конденсации, скорости испарения вещества, угла падения атомарного потока на подложку, толщины пленки. Адгезия (прилипание) пленки к подложке во многом определяется степенью очистки последней. При очистке поверхности подложки должны быть удалены жиры, адсорбированная влага и другие загрязнения, препятствующие образованию прочного сплошного слоя.

## **2.6 Распределение испаряемого вещества по плоской подложке**

### **2.6.1 Факторы и условия, определяющие толщину пленки**

Распределение испаряемого вещества по плоской поверхности подложки зависит от формы испарителя и взаимного расположения его относительно подложки. В зависимости от формы испарителя испарение может происходить равномерно во всех направлениях (точечные испарители) или в каком-либо предпочтительном направлении (плоскостные, тигельные испарители). При расчете распределения испаряемого вещества по приемной поверхности делаются следующие допущения:

- 1) испарение производится при достаточно высоком вакууме, так что количество столкновений испаряемых частиц с молекулами газа пренебрежимо мало и поток испаряемых частиц можно считать атомарным;
- 2) интенсивность пара мала, что влиянием столкновений между

атомами испаряемого вещества можно пренебречь;

3) каждый атом испаряемого вещества конденсируется на подложке при первом ударе.

### 2.6.2 Расчет толщины наносимой пленки в случае точечного испарителя

Количество вещества, достигающее поверхности подложки, будет зависеть от типа испарителя и расположения подложки относительно испарителя. За точечный испаритель можно принимать малую сферу  $dS_1$ , испаряющую вещество с одинаковой скоростью в количестве  $M$  во всех направлениях. Для молекулярного потока испарение вещества из точечного источника в телесный угол  $d\omega$  в направлении  $r$ , аналогично распространению лучистой энергии и описывается известными оптическими соотношениями. Поток испаренного вещества, приходящийся на единицу телесного угла, есть

$$dM = \frac{M}{4\pi},$$

где  $M$  - общее количество вещества, испаренного с испарителя  $dS_1$  за время  $t$ , кг

В пределах пространственного угла  $d\omega$  на площадку  $dS_2$  подложки поступает

$$dM = \frac{M}{4\pi} d\omega \quad (2.2)$$

Через любое сечение конуса, ограниченного  $d\omega$ , проходит один и тот же поток. Сечение конуса сферической поверхностью с центром в  $dS_1$  и радиусом, равным единице, дает меру телесного угла конуса  $d\omega$ . Если нормаль к  $dS_2$  составляет угол  $\varphi$  с осью конуса, а расстояние от  $dS_1$  до площадки  $dS_2$  есть  $r$ , то

$$d\omega = \frac{dS_2 \cdot \cos \varphi}{r^2}. \quad (2.3)$$

Количество вещества, поступающего на единицу поверхности подложки, с учетом выражения (2.2) и (2.3) есть

$$dM = \frac{M}{4\pi} \cdot \frac{\cos \varphi}{r^2}, \quad (2.4)$$

т.е. это количество обратно пропорционально квадрату расстояния от испарителя до приемной поверхности (подложки) и прямопропорционально косинусу угла, составляемого направлением потока с нормалью к подложке.

Толщину пленки можно определить через плотность и объем конденсата на подложке

$$dM = \rho \cdot dV = \rho \cdot dS_2 \cdot d, \quad (2.5)$$

где  $\rho$  - плотность конденсата;

$V$  - объем конденсата;

$d$  - толщина пленки на подложке.

С учетом выражения (2.5) и (2.4) получаем выражение для толщины пленки

$$d = \frac{M}{4\pi\rho} \cdot \frac{\cos\varphi}{r^2}, \quad (2.6)$$

Если подложка представляет собой плоскую поверхность, расположенную на расстоянии  $h$  от испарителя, то толщина пленки на подложке в любой точке  $A$  с координатами  $X$ ,  $Y$  может быть определена по выражению:

$$d(x, y) = \frac{M}{4\pi\rho} \cdot \frac{h}{(h^2 + x^2 + y^2)^{3/2}}$$

Толщина пленки над испарителем (точка  $O$  при  $X=0$ ,  $Y=0$ )

$$d_o = \frac{M}{4\pi\rho} \cdot \frac{1}{h^2}.$$

Отношение толщин в точках  $A$  и  $O$  будет:

$$\frac{d(x, y)}{d_o} = \frac{h^3}{(h^2 + x^2 + y^2)^{3/2}} = \frac{1}{\left(1 + \frac{x^2}{h^2} + \frac{y^2}{h^2}\right)^{3/2}}.$$

#### *Измерение толщин тонких пленок*

Толщина тонких пленок является одним из важных параметров, определяющих ее свойства. Однако, вследствие неопределенности структуры, зависящей от условий нанесения и отличия параметров тонких пленок от параметров соответствующих массивных материалов, измерение толщин тонких пленок представляет определенную трудность.

В настоящее время разработано большое количество разнообразных методов определения толщины пленки:

- 1) путем взвешивания;
- 2) химические и электрические (измерения электрического сопротивления или емкости пленки);
- 3) оптические методы (по измерениям интенсивности света, его поляризации, интерференционные методы и др.).

Однако существующие методы определяют не истинную, а некоторую «условную» толщину пленки, которая определяется различным образом в зависимости от исходных параметров, положенных в основу этого определения.

При определении толщины пленки путем взвешивания принимают, что плотность пленки равна плотности массивного материала. При этом под условной толщиной пленки понимают ту толщину, которую имел бы слой, если бы образующий его материал был равномерно распределен по поверхности подложки с плотностью, равной плотности массивного металла.

При определении толщины пленки электрическим способом, путем измерения сопротивления нанесенной пленки, принимают, что удельное сопротивление пленки равно удельному сопротивлению массивного металла.

Оптические методы определения толщины пленки, основанные на

измерении таких параметров как коэффициенты отражения и прозрачности, фазовые сдвиги, вносимые присутствием пленки, угловая зависимость этих сдвигов и т.п., исходя из выбранных параметров определяют условную толщину пленки.

Следует заметить, что значения условных толщин тонкой пленки, полученных различными методами, не соответствуют друг другу. При выборе того или иного метода определения эффективной толщины в качестве основного следует ориентироваться на требования, связанные с дальнейшим использованием тонких пленок.

Толщина тонкой пленки может быть измерена после извлечения подложки из технологической камеры или непосредственно в процессе ее нанесения.

В первом случае нельзя управлять процессом нанесения пленки, можно только судить о правильности выбранных режимов испарения.

Во втором случае контролируется сам процесс нанесения пленки, который может быть остановлен по достижении требуемой толщины.

В работе используются электрический (резистивный) и оптический методы измерения толщины пленки. Резистивный метод позволяет контролировать рост пленки в процессе нанесения по величине ее электрического сопротивления. В основу оптического метода измерения толщины нанесенной пленки положена зависимость коэффициента пропускания света от толщины пленки.

Согласно закону Бугера-Ламберта

$$I\lambda = I_0\lambda \cdot e^{-\kappa^l d}$$

где  $I_0\lambda$  и  $I\lambda$  - интенсивности монохроматического излучения до и после прохождения через испытуемое вещество (пленку);

$\kappa$  - коэффициент поглощения излучения, зависящий от природы вещества пленки и от длины волны падающих лучей,  $\text{см}^{-1}$ ;

$d$  - толщина пленки, см

Значения  $\kappa^l$  для ряда металлов приведены в табл.2.1. Эти значения получены для излучения с длиной волны 589 нм.

Таблица 2.1 - Коэффициент поглощения излучения

Наименование параметра	Материал пленки					
	Алюминий	Медь	Никель	Серебро	Золото	Стекло
Коэффициент поглощения излучения, $\text{см}^{-1}$	$1 \cdot 10^6$	5,59- $10^5$	$7,8 \cdot 10^5$	$8 \cdot 10^5$	$6 \cdot 10^5$	$7,23 \cdot 10^{-1}$

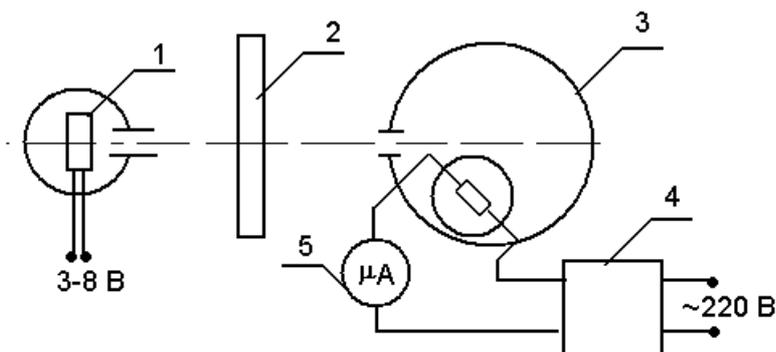
При использовании формул необходимо учитывать то обстоятельство, что полученная пленка обладает значительным коэффициентом отражения. В этом случае значение  $I_0\lambda$  может быть

определено как разница между интенсивностями падающего и отраженного света и формула примет вид:

$$I\lambda = (I_{пад} - I_{отр})e^{-\kappa^1 d}, \quad (2.7)$$

где  $I_{пад}$  – интенсивность падающего света;  
 $I_{отр}$  – интенсивность отраженного света.

Для измерения толщины пленки используется схема, представленная на рисунке 2.6.



1- светодиод, 2- измеряемый образец, 3- фотометрическая головка, 4- источник питания, 5- индикатор фототока.

Рисунок 2.6 – Структурная схема установки для измерения световых потоков

Фотосопротивление работает на линейном участке своей световой характеристики и питается от регулируемого стабилизированного источника напряжения 4. Показания прибора 5, измеряющего фототок, пропорциональны интенсивности света, проникающего в фотометрическую головку 3. Фотометрическая головка выполнена так, что исключено влияние на измерения внешнего рассеянного света. При измерении потока отраженного света угол падения устанавливается равный  $20^\circ$ .

## 2.7 Контрольные вопросы

1. Назначение разметки подложки в процессе эпитаксии
2. Назначение жидкого подслоя при эпитаксии
3. Как влияет скорость осаждения потока пара на формирование кристалла
4. Условия проведения эпитаксии в вакууме
5. Фазовая диаграмма роста эпитаксиальных пленок
6. Схема оборудования в вакуумной камере для проведения эпитаксии
7. ОЖЕ- спектрометрия при анализе роста нанослоев
8. Анализ роста структур на основе дифрактометрии быстрых электронов
9. Обеспечение вакуумной гигиены при эпитаксии
10. Устройство молекулярных источников



шестипозиционная карусель для подложек, резистивные испарители и нагреватели подложек. Температура подложек с помощью электронного регулятора может поддерживаться на заданном уровне в пределах от 50 до 400 °С.

### 3.2 Задание

3.2.1. Исходя из типа предложенного резистивного испарителя и толщины формируемой пленки, рассчитать навеску испаряемого материала, используя понятие КПД.

3.2.2. Выбрать необходимую температуру подложки.

3.2.3. Выбрать температуру испарителя.

3.2.4. Оценить продолжительность напыления при условии полного испарения навески.

3.2.5. Подготовить ответы на контрольные вопросы.

3.2.6. Подготовить установку к работе, произвести напыление пленки и сравнить расчетные результаты с экспериментальными.

### 3.3 Порядок выполнения работы и методические указания

3.3.1. В исходном состоянии все клапаны установки должны быть закрыты.

Открыть клапан *VIII* (НАПУСК ВОЗДУХА В КАМЕРУ). После прекращения поступления воздуха в камеру закрыть клапан *VIII*.

3.3.2. Убедившись, что тумблеры СЕТЬ всех вакуумметров и других электрических блоков находится в положении ВЫКЛЮЧЕНО, а ручки регуляторов в крайнем левом положении, подать электропитание на установку. О подаче напряжения будет указывать сигнальная лампа СЕТЬ.

3.3.4. Поднять колпак. Для этого надавить на кнопку ГИДРОПРИВОД "В" и держать ее в нажатом состоянии до тех пор, пока колпак поднимется на необходимую высоту.

3.3.5. Установить в держатели новый испаритель и поместить на него навеску испаряемого вещества. Пространство вокруг испарителя закрыть стеклянными или металлическими экранами.

3.3.6. Установить на раму подложкодержателя подложку. Смазать подложку составом для приема паров

3.3.7. Опустить колпак, нажав на кнопку ГИДРОПРИВОД "Н".

3.3.8. Включить механический насос 2 НВР-5ДМ.

3.3.9. Открыть клапан *III*. Для этого ручку клапана повернуть против часовой стрелки и вытянуть на себя до отказа. О снижении давления под колпаком судят по показаниям деформационного манометра *PD1*. При достижении давления порядка 100-200 Па включить термopарную часть вакуумметра ВИТ-2, подсоединив к его входу манометрический преобразователь *PT2*. Одновременно может быть включен вакуумметр ВТ-2 для контроля давления непосредственно на входе насоса 2НВР-5ДМ с

помощью манометрического преобразователя *PT4*.

3.3.10. При достижении под колпаком давления 6-10 Па клапан *VII3* закрыть и открыть клапан *VII2*. Вакуумметр ВИТ-2 переключить на манометрический преобразователь *PTI*. Когда давление в насосе Н-2Т достигнет значения 6-10 Па, подать в рубашку насоса охлаждающую воду и включить питание нагревателя насоса тумблером ПАРОМАСЛЯНЫЙ НАСОС, предварительно убедившись, что нагреватель одет на насос. Не закрывая клапана *VII2*, открыть клапан *VII3*. Время выхода диффузионного насоса Н-2Т на рабочий режим 30-40 мин.

3.3.11. Когда давление на входе насоса Н-2Т станет меньше  $1,3 \cdot 10^{-2}$  Па закрыть клапан *VII3* и открыть затвор *VTI*. Давление на входе насоса несколько возрастет и после некоторого времени откачки вновь достигнет значений, меньших  $1,3 \cdot 10^{-2}$  Па. После этого можно переходить на измерение давления с помощью ионизационной части вакуумметра ВИТ-2 и манометрического преобразователя *PAI*.

3.3.12. После снижения давления под колпаком до  $(5-7) \cdot 10^{-3}$  Па включить нагрев подложки. Переключатель ИСПАРИТЕЛЬ-НАГРЕВАТЕЛЬ перевести в положение НАГРЕВАТЕЛЬ. Выключатель нагревателя соответствующей подложки. НАГРЕВАТЕЛЬ перевести в верхнее положение. Медленно вращая вправо ручку ТОК НАГРЕВАТЕЛЯ, установить по амперметру ток нагревателя порядка 20-30 А. Через смотровое окно колпака проверить нагрев подогревателя подложки. Цвет свечения нагревателя должен быть красный, соответствующий температуре 650 - 750 °С. Из-за тепловой инерционности нагревателя рабочий режим его устанавливается в течение 15-30 с. После стабилизации тока нагревателя и при температуре подложки меньше требуемой, перевести переключатель ИСПАРИТЕЛЬ-НАГРЕВАТЕЛЬ в положение ИСПАРИТЕЛЬ. При этом токовый прибор переключается в цепь питания резистивного испарителя.

3.3.13. При достижении температуры подложки заданного значения, перейти к процессу нанесения пленки.

Затем подать охлаждающую воду в колпак, для чего переключатель КОЛПАК перевести в левое положение.

Переключатели ТОК ИСПАРИТЕЛЯ и ВЫБОР ИСПАРИТЕЛЯ перевести в положения, соответствующие номеру испарителя и его рабочему току. Эти параметры указываются преподавателем. Включить тумблер ИСПАРИТЕЛЬ. Заслонка должна при этом находиться в закрытом состоянии. Медленно увеличивая ток испарителя вращением вправо ручки регулятора ТОК ИСПАРИТЕЛЯ и следя через смотровое окно за состоянием нагрева испарителя и навески испаряемого материала, довести температуру испарителя до начала плавления навески. После расплавления навески открыть заслонку и увеличить температуру испарителя до значения, соответствующего температуре испарения материала навески. Контроль температуры испарителя можно вести с помощью термопары, по току испарителя или цвету свечения.

О полном испарении навески можно судить визуально или по

свидетелю. После завершения испарения закрыть заслонку и выключить питание испарителя и нагревателя подложки. Ручки регуляторов установить в крайние левые положения.

До начала напуска воздуха под колпак температура подложки должна стать менее 50 °С.

3.3.14. После охлаждения подложки выключить ионизационные вакуумметры согласно инструкции по эксплуатации. Особое внимание обратить на порядок выключения вакуумметра ВИТ-2. Затем закрыть клапан *VII* и выключить нагреватель диффузионного насоса. Для ускорения охлаждения насоса с него снимается нагреватель и включается вентилятор для обдува насоса воздухом. Нагреватель снимается лаборантом, либо преподавателем. Через 20 мин закрыть клапан *VII2*, выключить механический насос и напустить воздух на вход насоса 2НВР-5ДМ посредством клапана *VE1* путем нажатия кнопки НАТЕКАТЕЛЬ

Напустить воздух под колпак, открыв клапан *VIII*, затем поднять колпак и извлечь подложку.

#### Методика обработки результатов

3.3.15. Визуально оценить состояние испарителя (полноту испарения навески, степень растекания испаряемого материала по поверхности испарителя, наличие повреждений испарителя).

3.3.16. Пользуясь инструментальным микроскопом, определить вид пленки (аморфная, кристаллическая), а также характер распределения локальной толщины пленки.

Измерить сопротивление холодной пленки и рассчитать ее толщину.

3.3.17. Оптическим методом определить толщину полученной пленки и сравнить ее значения со значением, найденным резистивным методом, а также со значением, определяемым количеством испаренного материала.

3.3.18. По изменению фокусного расстояния оценить высоту кристаллов, зарисовать их внешний вид. Ориентировочно определить угол между гранями соседних кристаллов.

### 3.4 Содержание отчета

1. Цель эксперимента
2. Схема вакуумной системы.
3. Алгоритм включения и выключения различных блоков во времени. Это покажет готовность к эксплуатации современного оборудования и приборов.

4. Прогноз сегрегатного состава пленки и оптических свойств полученного покрытия.

5. Схема устройства для формирования пленки. Обосновать правильность настройки оборудования и способ измерения толщины пленки «на просвет».

6. Данные по измерению толщины и равномерности пленки
7. Данные по исследованиям на микроскопе МИМ-7.
8. Последовательность технологических операций (маршрутная карта)
9. Операционные карты на подложку, испаритель, навеску, нагреватель подложки, вакуумную камеру
10. Схему выхлопа отработанных газов
11. Ответы на вопросы о рисках внедрения новых технологий

Например: какие предприятия могут рискнуть во внедрении технологий формирования покрытий? Какова степень Вашей готовности быть ответственным за внедрение. Какие преимущества и какие недостатки дает Ваша технология исходя из маршрутной и операционной карт? Под какую продукцию перестроить оборудование в случае форс-мажорных обстоятельств. Каковы возможности фрагментов работы для оформления патентов на способ, на устройство, на расширение технологических возможностей оборудования или конкретной пользы для человечества.

### **Лабораторная работа 3. Исследование процесса ионно-плазменного распыления материалов**

#### **1 Введение**

Современная микроэлектроника использует методы планарной технологии для получения активных элементов полупроводниковых интегральных схем (ИС) и методы пленочной технологии для металлизации, создания пассивных элементов и гибридных ИС. Повышение точности и качества изготовления элементов ИС является наиболее характерной тенденцией развития технологии микроэлектроники. Здесь используются такие процессы: как диффузия, эпитаксия, окисление и др., среди которых особо важное место занимают процессы конденсации тонкопленочных покрытий из молекулярных потоков в вакууме.

По способу создания молекулярных пучков веществ, превращенного в парообразное состояние, существующие методы подразделяются на вакуумно-термическое испарение и ионно-плазменное распыление (ИПР).

В настоящее время наблюдается тенденция к расширению применения ионно-плазменного оборудования и методов, использующих плазму как источник ионов, бомбардирующих мишень с целью ее распыления, что позволяет решить ряд важных задач, таких как:

- 1) повышение процента выхода годных изделий;
- 2) повышение качества выпускаемой продукции;
- 3) снижение трудоемкости и экономия материалов;
- 4) получение пленок стехиометрического состава;
- 5) получение пленок тугоплавких материалов.

Задачей данной работы является детальное рассмотрение триодной системы ИПР с целью изучения ее принципа конструирования, электрофизических характеристик.

## 2 Теоретическая часть

### 2.1 Плазма и ее свойства

Плазмой называется ионизованный газ, в котором атомы (все или их значительная часть) потеряли по одному или несколько принадлежащих им электронов и превратились в положительные ионы. В этом случае можно считать, что плазма представляет собой смесь трех компонент: свободные электроны, положительные ионы и нейтральные атомы или молекулы. Основное условие существования плазмы – равенство концентрации положительно  $n^+$  и отрицательно  $n^-$  заряженных частиц (условие квазинейтральности).

Плазму называют четвертым состоянием вещества, поскольку ее свойства существенным образом отличаются от свойств трех других состояний, плазма это:

- естественное состояние вещества, нагретого до очень высокой температуры;
- динамическая система – объект приложения электромагнитных сил;
- самое распространенное состояние материи (звезды, северное сияние, ионосфера, радиационные пояса и. д.); в лабораторных условиях плазмой является электрический разряд;
- материальная среда, где взаимодействие частиц друг с другом обеспечивается электростатическими силами.

Электрические силы, связывая разноименные заряды в плазме, обеспечивают ее квазинейтральность. Всякое разделение зарядов приводит к возникновению электрических полей, стремящихся скомпенсировать возмущение. При высокой плотности плазмы (до  $10^{15}$  ион·см<sup>-3</sup>) разделение зарядов в пределах объема 1 см<sup>3</sup> вызвало бы напряженность электрического поля  $E = 10^{11}$  В·см<sup>-1</sup>, что привело бы к немедленному восстановлению квазинейтральности.

В плазме частицы одного знака экранируются частицами другого знака. При этом область существования сильного электрического поля вокруг заряженной частицы ограничена сферой с радиусом  $\delta$  (называемым дебаевским радиусом экранирования):

$$\delta = \sqrt{\frac{k \cdot T}{4 \cdot \pi \cdot n_- \cdot e^2}} = 7430 \cdot \sqrt{\frac{T}{n_-}}; \quad (2.1)$$

где  $T$  – средняя температура равновесной плазмы, К;

$k$  – постоянная Больцмана;

$n_-$  – концентрация электронов в плазме, см<sup>-3</sup>;

$e$  – элементарный электрический заряд, Кл.

В общем случае в плазме различают электронную  $T_e$  и ионную  $T_i$

температуры, причем при малой или средней плотности плазмы газового разряда  $T_e$  значительно превосходит  $T_i$ , что обусловлено разницей масс электронов и ионов. Внешние источники электрического питания передают им тепловую энергию с коэффициентом, пропорциональным отношению масс. Поэтому в газовом разряде  $T_e=5-10$  эВ (50000 – 100000 К), а  $T_i$  не превышает 1эВ. Эта разница уменьшается с повышением концентрации плазмы, т.к. число столкновений растет пропорционально квадрату концентрации.

Одним из важнейших свойств плазмы является ее управляемость с помощью электрических и магнитных полей. Под действием магнитного поля плазма теряет изотропию и проявляет анизотропию проводимости вдоль и поперек магнитного поля. Заряженная частица в однородном магнитном поле движется по винтовой линии, независимо от исходных направления и скорости движения, пересекая одну и ту же силовую линию. Перемещение электронов и ионов поперек силовых линий магнитного поля возможно лишь благодаря диффузии, вызванной градиентом их концентрации и столкновениями частиц плазмы. Плазма, частицы которой оказываются как бы замороженными в силовые линии, повторяя их направление, называется намагниченной. При этом, как правило, к намагниченному полю привязаны электроны, а ионы удерживаются в той же области пространства электрическим полем электронной компоненты плазмы.

Если в плазму ввести плоский электрод (зонд Легмюра) и подать на него отрицательный относительно плазмы потенциал, то вблизи электрода произойдет возмущение плазмы. На некотором расстоянии от электрода образуется граница плазмы, характеризующая тем, что в области между ней и электродом наблюдается поток ионов из плазмы и их ускорение. Эти ионы бомбардируют электрод и распыляют его поверхность. Вне границы плазма сохраняет свои свойства.

Плотность ионного тока, отбираемого на такой электрод (получивший название мишень в системах ионно – плазменной обработки), определяется уравнением:

$$j_i = 0,4 \cdot e \cdot n_+ \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot k \cdot T_e}{m_i}} = 8 \cdot 10^{-16} \cdot n_+ \cdot \sqrt{\frac{T_e}{M}} \quad (2.2)$$

где  $j_i$  – плотность ионного тока на мишень,  $A \cdot m^{-2}$ ;

$n_+$  – концентрация ионов в плазме,  $m^{-3}$ ;

$T_e$  – температура электронов в плазме, К;

$M$  – молекулярный вес иона по отношению к водороду ( $M=1$  для водорода).

Уравнение (2.2) показывает, что плотность тока не зависит от величины потенциала, приложенного к мишени, а зависит от свойств плазмы. Ток ионов является током насыщения, определяемой концентрацией плазмы, и для его изменения необходимо воздействовать на плазму, способ ее возбуждения и формирования.

## 2.2 Ионизация газов

В лабораторных и производственных условиях плазму возбуждают при электрическом разряде в разряженном газе.

Если в длинной стеклянной трубке с двумя плоскими электродами на концах (катод-анод) создать разряжение порядка  $10^{-2} - 10^{-3}$  Па и медленно повышать разность потенциалов между электродами, можно обнаружить электрический ток в цепи порядка  $10^{-12} - 10^{-6}$  А, появляющийся вследствие ионизации остаточного газа космическими частицами. Эта ионизация создает пары ион-электрон, электроны направляются на анод, а ионы – на катод; цепь замыкается и возникает темный разряд, нашедший применение в счетчиках космического излучения.

Если трубку заполнить газом при давлении порядка  $10^1 - 10^2$  Па, то при прочих равных условиях ток возрастает настолько, что происходит превращение темного разряда в нормальный тлеющий разряд с характерным свечением междуэлектродного пространства. При этом существенную роль начинают играть процессы в пространстве анод- катод, способствующие ионизации газа, что приводит к снижению падения потенциала между электродами и повышению тока в цепи. В интервале двух-трех порядков величины тока разряда ( $10^{-5} - 10^{-2}$  А) наблюдается постоянное падение потенциала. Затем наступает резкое повышение напряжения и тока – это область аномального тлеющего разряда, когда увеличивается площадь катода, участвующая в разряде, и отрицательное свечение покрывает весь катод. Такой аномальный тлеющий разряд используют в диодных системах для интенсификации процессов, протекающих на катоде, и чтобы при напряжении 1 - 2 кВ получить плотность тока до  $1 \text{ А} \cdot \text{см}^{-2}$ .

При дальнейшем увеличении тока (порядка 1 А) зажигается третий вид самостоятельного разряда – дуга. Дуговой разряд широко используется в плазменных источниках заряженных частиц.

## 2.3 Ионно-плазменное распыление

Большинство газоразрядных распылительных систем работает при давлениях порядка 1 Па ( $10^{-2}$  мм рт.ст.). При таких относительно высоких давлениях процесс распыления недостаточно эффективен, т.к. ионы имеют большую вероятность передать свой заряд нейтральным атомам, которые имеют большую вероятность отражаться без процессов распыления. Это приводит к необходимости уменьшать давление газа и повышать напряжение разряда. Чтобы поддерживать разряд при меньших давлениях газа необходимо иметь дополнительный источник электронов для повышения эффективности ионизации газа.

Схема ионно-плазменного распыления в разряде, поддерживаемом термоэмиссией, приведена на рис. 2.1

Схема ионно-плазменного распыления.



Рисунок 2.1 – Схема ионно-плазменного распыления

Принцип действия систем, использующих плазму как источник бомбардирующих поверхность ионов, основан на известном явлении ионного распыления. Метод ионного распыления заключается в выбивании атомов распыляемого материала в результате бомбардировки мишени энергетическими ионами. При нанесении пленок методами ИПР используется взаимодействие энергетических ионов с твердым телом, в результате чего поверхностные атомы и молекулы распыляемого материала, который называется мишенью, переносятся на подложку. Процесс этот носит характер чисто физического распыления, если вероятность того, что бомбардирующий ион образует химические связи с атомами обрабатываемого материала, ничтожно мала. Для ИПР используют ионы инертных газов:  $He$ ,  $Ne$ ,  $Ar$ ,  $Kr$ ,  $Xe$ . Согласно современным представлениям считается, что в результате проникновения иона в твердое тело возникает каскад упругих столкновений смещенных атомов, при котором происходит обмен импульсом и энергией. Конечным результатом каскада столкновений является передача поверхностному атому энергии и импульса достаточной величины и необходимой направленности для преодоления сил связи атома в материале, в результате чего он распыляется.

Коэффициент распыления (КР) материалов  $S$ , определяемый как количество распыленных атомов, приходящихся на один бомбардирующий ион, является основным параметром, характеризующим распыляемость данного материала:

$$S = \frac{N_a}{N_i} = \frac{N_A \cdot \Delta m \cdot Z \cdot e}{A \cdot Q} = 96495 \frac{Z \cdot \Delta m}{A \cdot Q}, \quad (2.3)$$

где  $N_a$  - число распыляемых атомов мишени;  
 $N_i$  - число бомбардирующих ионов;  
 $N_A$  - число Авогадро,  $атом \cdot ион^{-1}$ ;  
 $\Delta m$  - масса удаленных с поверхности атомов,  $г$ .  
 $Z$  - кратность заряда ионов;  
 $e$  - элементарный электрический заряд,  $Кл$ ;  
 $A$  - атомный вес материала,  $г \cdot моль^{-1}$ ;

$Q$  - общий заряд ионов, пришедших на мишень, Кл,

$Q = I_i \cdot t$ ;  $I_i$  - ионный ток, А;  $t$  - время обработки, с.

Для большинства материалов КР находится в пределах  $0.1 - 10 \text{ атом} \cdot \text{ион}^{-1}$ . КР является многофакторной функцией и зависит от энергии бомбардирующего иона, его угла падения на распыляемую мишень, вида и массы иона и атома распыляемой мишени, состояния поверхности, давления рабочего газа в зоне распыления, вторичной электронной эмиссии мишени.

Практически установлено, что КР достигает максимального значения для данной комбинации ион-атом при энергии бомбардирующего иона до 1 кэВ ( $1,6 \cdot 10^{-16}$  Дж), где зависимость носит линейный характер  $S \sim E$ , и при угле падения иона на мишень  $55 - 70^\circ$ .

Было отмечено, что КР уменьшается, когда давление рабочего газа превышает 1-2 Па. Это объясняется возвращением распыленных атомов на мишень из-за обратной диффузии низкоэнергетических атомов и обратного рассеяния высокоэнергетических атомов на атомах инертного газа.

#### 2.4 Основные требования к оборудованию для ионно-плазменного распыления

Среди ряда требований, предъявляемых к установкам ИПР, использующим плазму в качестве инструмента при нанесении покрытий, можно выделить следующие основные требования:

- 1) высокая производительность установок;
- 2) равномерность толщины наносимых плёнок;
- 3) относительно высокий вакуум в зоне обработки;
- 4) способность вакуумной системы откачивать химически активные вещества (кислород, фреон и т.д.);
- 5) надежность, удобство эксплуатации, возможность автоматизации процессов.

Рассмотрим составные элементы отмеченных требований.

Производительность оборудования обычно рассчитывается в двух параметрах:

- 1) количество изделий, обрабатываемых в единицу времени ( $\text{изделие} \cdot \text{ч}^{-1}$ ) – параметр, характеризующий возможность использования установки в данном технологическом процессе;
- 2) объем, осаждаемого в единицу времени вещества ( $\text{нм} \cdot \text{м}^2 \cdot \text{с}^{-1}$ ) – параметр, имеющий физический смысл, определяющий валовый перенос вещества на все изделия в установке и характеризующий мощность используемого устройства ИПР.

Производительность установки зависит от её геометрии и формы, эффективности использования подводимой мощности и принятой системы транспортировки обрабатываемых изделий. Установки могут быть циклического непрерывного действия.

Первый тип характеризуется загрузкой партии изделий и их последующей обработкой.

В установках второго типа происходит непрерывная передача изделий через шлюзовые камеры. Кроме выигрыша в производительности (к.п. - использования рабочего времени в установках циклического действия составляет 10% и менее), непрерывность процесса существенно повышает качество обработки изделий.

Равномерность толщины наносимых пленок зависит от формы потока выбитых с мишени частиц. В большинстве установок ИПР равномерность обеспечивается перемещением изделий по сложным траекториям. В высокочастотных установках равномерность нанесения зависит от равномерности разряда, равномерности потока газа, питающего плазму и равномерности плазмы. Особенно важно поддерживать равномерность плазмы в тех системах, где изделия неподвижны при нанесении пленок.

Величина вакуума в зоне обработки зависит прежде всего от применяемой системы ИПР. Так, в системах с автономным ионным источником и в системах ИПР давление определяется только быстротой откачки и может варьироваться в широких пределах. В системах ИПР с самостоятельным тлеющим разрядом определенное давление рабочего газа является основным условием поддержания разряда, что определяет ограничения по вакууму и связанные с этим такие недостатки, как загрязнение пленок и снижение производительности за счет обратной диффузии и обратного отражения распыленных частиц.

Вакуумная система должна обеспечивать откачку химически активных газов – новая проблема, касающаяся в первую очередь масел для диффузионных и форвакуумных насосов. Наиболее перспективно применение криогенной откачки, когда в вакуумный объем вводится охлаждаемая до сверхнизких температур поверхность. В этом случае обеспечивается откачка всех газов, исключая гелий.

Требование надежности предъявляются ко всем технологическим установкам, используемым в микроэлектронике. Установки ИПР легко поддаются автоматизации, т.к. плазменные и ионные потоки сами являются носителями информации (ионный ток, разрядный ток, доза облучения и т.д.) и могут быть запрограммированы.

## **2.5 Электрофизические параметры систем ионно-плазменного распыления**

Производительность системы ИПР определяется количеством нанесенного на поверхность изделия распыленного с мишени материала в единицу времени и выражается формулой (2.4):

$$Q_H = K_u \cdot V_p \cdot F_m, \quad (2.4)$$

где  $Q_H$  - количество материала, наносимого на поверхность подложки в единицу времени,  $нм \cdot м^2 \cdot с^{-1}$ ;

$K_u$  - коэффициент использования распыленного с мишени материала ( $K_u \leq 0,8$ );

$V_p$  - скорость распыления с единицы поверхности материала мишени,  $мм \cdot с^{-1}$ ;

$F_m$  - площадь мишени,  $см^2$ ;

Скорость распыления  $V_p$  может быть определена по формуле (2.5):

$$V_p = 6,25 \cdot 10^{22} \cdot j_i \cdot S \cdot A \cdot N_A^{-1} \cdot \rho, \quad (2.5)$$

где  $j_i$  - плотность ионного тока на мишень,  $мА \cdot см^{-2}$ ;

$S$  - коэффициент распыления,  $атом \cdot ион^{-1}$ ;

$A$  - атомный вес распыляемого материала,  $г \cdot моль^{-1}$ ;

$N_A$  - число Авогадро,  $атом \cdot моль^{-1}$ ;

$\rho$  - плотность распыляемого материала,  $г \cdot см^{-3}$ .

Приведенные выражения показывают, что увеличение производительности системы ИПР связано прежде всего с увеличением плотности ионного тока на мишени, площади мишени и площади подложки.

В свою очередь плотность ионного тока  $j_i$  можно повысить, главным образом, за счет увеличения концентрации ионов в плазме (см. формулу (2.2)).

В устройствах ИПР эта задача решается:

- 1) применением тлеющего разряда с термокатодом;
- 2) повышением давления в области разряда при снижении давления в области напыления.

Кроме того, плотность плазмы над мишенью зависит от параметров разряда, в основном от тока разряда  $I_p$ , который, в свою очередь, связан с током накала катода и давлением рабочего газа в области разряда.

Исходя из зависимостей электрических параметров, выбирается оптимальный режим работы устройства ИПР при максимальной его экономичности, которая определяется величиной ионного тока мишени, приходящегося на единицу мощности, подводимой к устройству:

$$H = \frac{I_i}{W}. \quad (2.6)$$

Одним из основных требований, предъявляемых к устройствам ИПР при их разработке и конструировании, является обеспечение высокой газовой экономичности, определяющей эффективность использования рабочего газа. Газовая экономичность представляет собой отношение числа атомов рабочего газа, превращенных в ионы плазмы, к общему числу атомов рабочего газа, подводимого к устройству:

$$h = \frac{N_{Ar}^+}{N_{Ar}} = \frac{I_i \cdot 3600 \cdot 100}{e \cdot Q \cdot n_0}, \quad (2.7)$$

где  $h$  - газовая экономичность, %;

$I_i$  - ионный ток на мишень, *мА*;  
 $e$  - заряд электрона, Кл;  
 $Q$  - расход рабочего газа при нормальных условиях ( $P = 1,02 \cdot 10^5 \text{ Па}$ ,  $T = 273 \text{ К}$ ),  $\text{см}^3 \cdot \text{ч}^{-1}$ ;  
 $n_0$  - число молекул газа, содержащихся в  $1 \text{ см}^3$  при нормальных условиях ( $n_0 = 2,687 \cdot 10^{19} \text{ молекул} \cdot \text{см}^{-3}$ ).

Бомбардирующий ион отдает энергию и импульс твердому телу, превращаясь при этом в нейтральную частицу, которую необходимо откачать из рабочей камеры. Следовательно, газовая экономичность определяет требуемые параметры вакуумной откачной системы и рабочее давление в камере в зоне нанесения пленки. Увеличение газовой среды, чему способствует:

- 1) рациональная конструкция разрядной камеры;
- 2) рациональная конструкция системы подачи газа в зону ионизации;
- 3) повышение давления газа в разрядной камере;
- 4) использование магнитного поля;
- 5) осцилляция электронов в разряде.

## 2.6 Контрольные вопросы

1. Какова схема ионно-плазменного распылительного устройства?
2. Какие Вы знаете методы стимулирования разряда?
3. Как уменьшить количество газа в пленке?
4. Как оценить начало травления материала?
5. Как рассчитать коэффициент распыления?
6. Какие газы рекомендуется подавать при травлении материалов?
7. Какая плотность тока необходима для начала травления?
8. Как зависит скорость травления от тока, от напряжения?
9. Какие материалы имеют высокий коэффициент распыления?
10. Каково назначение балластного сопротивления в цепи разряда?

## 3 Экспериментальная часть

### 3.1 Описание лабораторной установки

#### 3.1.1 Устройство триодной системы ИПР

В лабораторной работе исследуются характеристики триодной распылительной системы, схема устройства которой приведена на рис. 3.1.

Катод  $K$  распылительной системы выполнен из трех вольфрамовых проволок диаметром 0,7 мм, длиной 160 мм, сложенных параллельно и свитых в спираль. Катод закреплен на водоохлаждаемых токоподводах, расположенных в медной водоохлаждаемой камере. Камера закрыта медной крышкой со щелевой диафрагмой, формирующей столб разряда прямоугольной формы. С одной стороны столба разряда расположена медная

водоохлаждаемая мишень  $M$ , с другой – стеклянная подложка  $\Pi$ . Анод разрядной системы выполнен в виде диска из алюминия. Напуск рабочего газа аргона  $Ar$  производится непосредственно в область катода. На катодную камеру через сопротивление  $R$  подается напряжение от источника анодного питания  $A2$ . Такое включение электродов разрядной системы к источникам питания облегчает зажигание разряда. При горении разряда ток в цепи катодной камеры не превышает  $0,2\text{ А}$ .

Регулятор накала катода расположен в правой стойке ВУП-4, а регулятор напряжения анода и напряжения мишени в нижней части левой стойки. Для включения блоков питания катода и мишени необходимо одновременно нажать кнопки  $SB1$  и  $SB2$  (ВЫПР и ИСП).

Триодная система ИПР смонтирована в рабочей камере откачного поста ВУП-4.

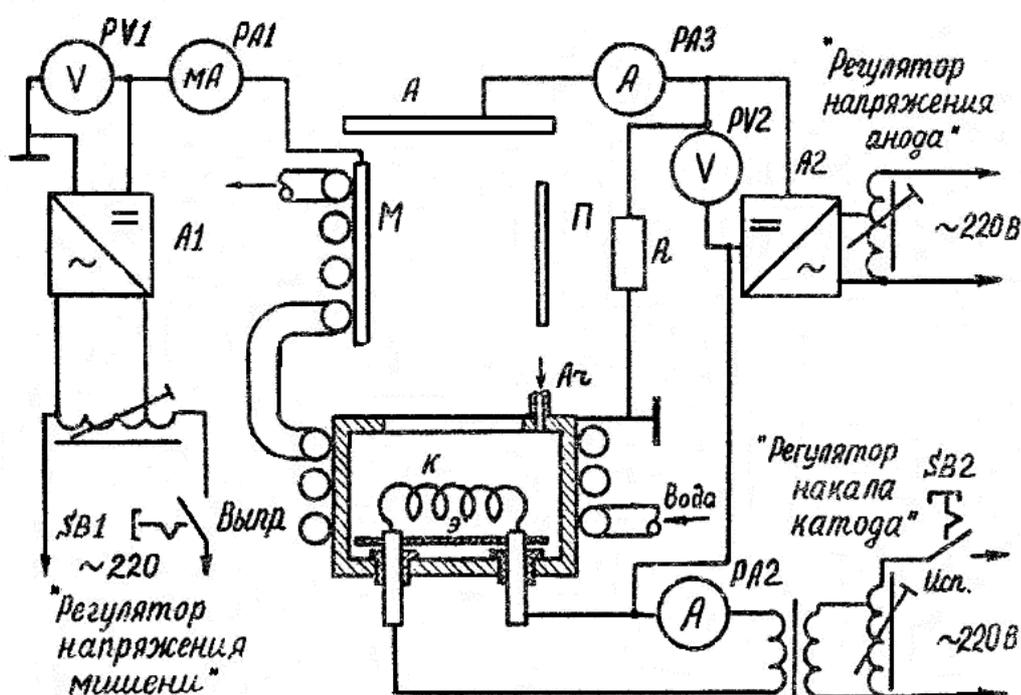


Рисунок 3.1 – Схема устройства триодной системы ИПР

### 3.1.2 Вакуумная система установки

Схема вакуумной системы откачного поста ВУП-4 приведена на рис.3.2.

Откачка камеры  $C1$  может осуществляться механическим насосом 2НВР-5ДМ ( $NL1$ ) и высоковакуумным диффузионным насосом Н-160/700 ( $ND1$ ), имеющим скорость откачки  $0,7\text{ м}^3 \cdot \text{с}^{-1}$ . В форвакуумную магистраль введен дроссель  $DP1$ , который совместно с манометрическими датчиками  $PT3-PN6$  типа ПМТ-6 входит в состав потокомера. Потокомер градуирован по аргону.

Органы управления насосами, электромагнитными клапанами  $VE1$  и

$VE2$ , натекателем  $VF1$  расположены в правой стойке поста ВУП-4. Там же расположен вакуумметр, к входу которого подключены манометрические преобразователи  $PT2$  (ПТМ-2) и  $PA2$  (ПМИ-2). Электрические блоки остальных вакуумметров и потокомера расположены в стойке ВМБС-1.

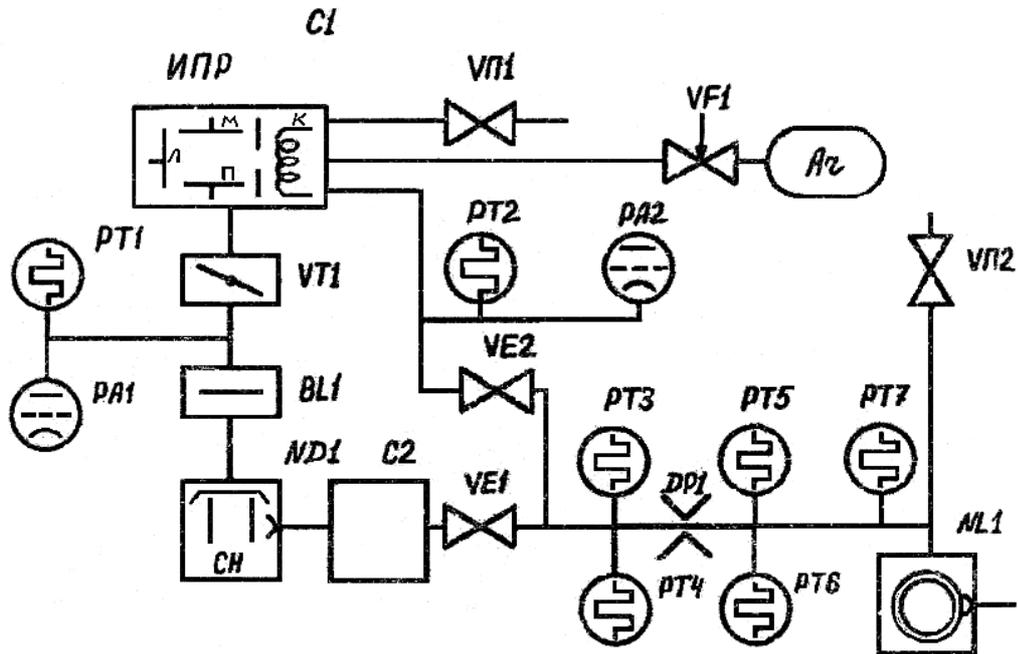


Рисунок 3.2 – Схема вакуумной системы установки

### 3.2 Задание на работу

3.2.1. Ознакомление с конструкцией триодной системы ИПР.

3.2.2. Исходя из геометрических размеров катода и анализа уравнения Ричардсона-Дэшмана, подсчитать максимально допустимое значение тока накала и величину тока эмиссии катода при его рабочей температуре.

3.2.3. Изучить принцип работы потокомера, применяемого в данной работе.

3.2.4. Снять зависимости тока разряда от давления рабочего газа при различных значениях тока накала катода и постоянном напряжении разряда.

3.2.5. Снять зависимости тока разряда от напряжения разряда при различных давлениях рабочего газа и для принятой рабочей температуры.

3.2.6. Снять зависимости тока разряда от тока накала катода при различных давлениях рабочего газа и постоянном напряжении разряда.

3.2.7. Снять зависимости тока мишени от напряжения мишени при различных значениях тока разряда.

3.2.8. Снять зависимости расхода рабочего газа от давления в разрядной камере.

3.2.9. На основании полученных зависимостей определить оптимальный режим работы системы ИПР и подсчитать ее газовую экономичность.

### 3.3 Порядок выполнения работы и методические указания

3.3.1. Для получения доступа к работе необходимо ответить на все поставленные вопросы.

3.3.2. Запустить вакуумную систему поста ВУП-4 и откачать объем рабочей камеры до предельного давления. Запуск вакуумной системы производится следующим образом. Проверить состояние клапана *VII2* (см. рис.3.2). Клапан должен быть закрыт (клапан находится на задней стенке ВУП-4). Запустить насос 2НВР-5ДМ (*NL1*) нажатием кнопки ФН (форвакуумный насос). Включить вакуумметр ВИТ-1А в стойке ВМБС-1 и проверить работоспособность насоса *NL1*. У нормально работающего насоса давление на входе его через 3-5 мин. После запуска должно быть не более 10 Па.

Откачать рабочую камеру *C1* механическим насосом. Для этого открыть клапан *VE2* путем нажатия кнопки ПВ (предварительный вакуум). После снижения давления в камере до 8-10 Па (по вакуумметру поста ВУП-4 с преобразователем *PT2*) приступить к запуску диффузионного насоса Н-160/700 (*ND1*). Для этого открыть клапан *VE1* (тарельчатый клапан *VT1* должен быть закрыт) нажатием кнопки ВВ (высокий вакуум). Электрическая схема управления клапанами сначала закроет клапан *VE2*, а затем через 1-2 с. откроет клапан *VE1*. Когда давление *ND1* достигнет 6-10 Па (по вакуумметру ВИТ-1А стойки ВМБС-1), подать воду в систему охлаждения насоса и электродов устройства ИПР. Затем включить нагреватель насоса *ND1* нажатием кнопки ДН (диффузионный насос).

После выхода насоса *ND1* на рабочий режим (через 50-80 мин.) (контроль ведется по показателям вакуумметра ВИТ-1А). Выключить катод манометрического преобразователя *PA1* и, если давление в камере *C1* не более 20 Па, открыть клапан *VT1*. Когда давление на входе насоса *ND1* вновь станет меньше  $1 \cdot 10^{-1}$  Па, включить катод преобразователя *PT1*. После этого включить электрический блок потокомера и вращением ручки УСТАНОВКА НУЛЯ вывести стрелку показывающего прибора потокомера на нулевое деление.

Когда в вакуумном объеме *C1* будет достигнут предельный вакуум, необходимо произвести корректировку нуля показывающего прибора потокомера и приступить к выполнению экспериментов, предусмотренных заданием.

При использовании характеристик триодной распылительной системы давление в объеме поддерживать в пределах  $(4-9,8) \cdot 10^{-4}$  мм рт.ст. (вакуумметр поста ВУП-4 проградуирован в миллиметрах ртутного столба). Ток накала катода не должен превышать 80-90 А, а ток анода – 3 А. Напряжение, подаваемое на мишень, изменять в пределах 200-2000 В.

Перед подачей напряжения на катод ИПР установить в камере *C1* максимальное давление аргона ( $9,8 \cdot 10^{-4}$  мм рт.ст.) посредством натекателя *VF1*.

Эксперимент следует начинать со снятия зависимостей тока разряда от давления рабочего газа при различных значениях тока накала и напряжения на аноде. Одновременно определяется зависимость расхода рабочего газа от давления в разрядной камере. При построении данной зависимости следует пользоваться градуировочной кривой потокомера, приведенной на рис.3.3.

3.3.3. Остановка вакуумной системы поста ВУП-4 производится следующим образом.

Закрывать натекатель  $VF1$  и выключить ионизационные вакуумметры (катоды ламп ПМИ-2). Выключить питание электродов ИПР. Закрывать клапан  $VT1$  и отключить нагреватель насоса  $ND1$  кнопкой ДН. Для ускорения охлаждения насоса включить вентилятор, находящийся внутри корпуса установки. Через 30-40 мин закрыть клапан  $VE1$  нажатием кнопки ОТКЛ. (отключено). Выключить термопарные вакуумметры и остановить механический насос. Открыть на 1-3 с. клапан  $VII2$  и вновь его закрыть. Перекрыть воду в системе охлаждения установки. Выключить вентилятор и отключить установку отжатием кнопки СЕТЬ.

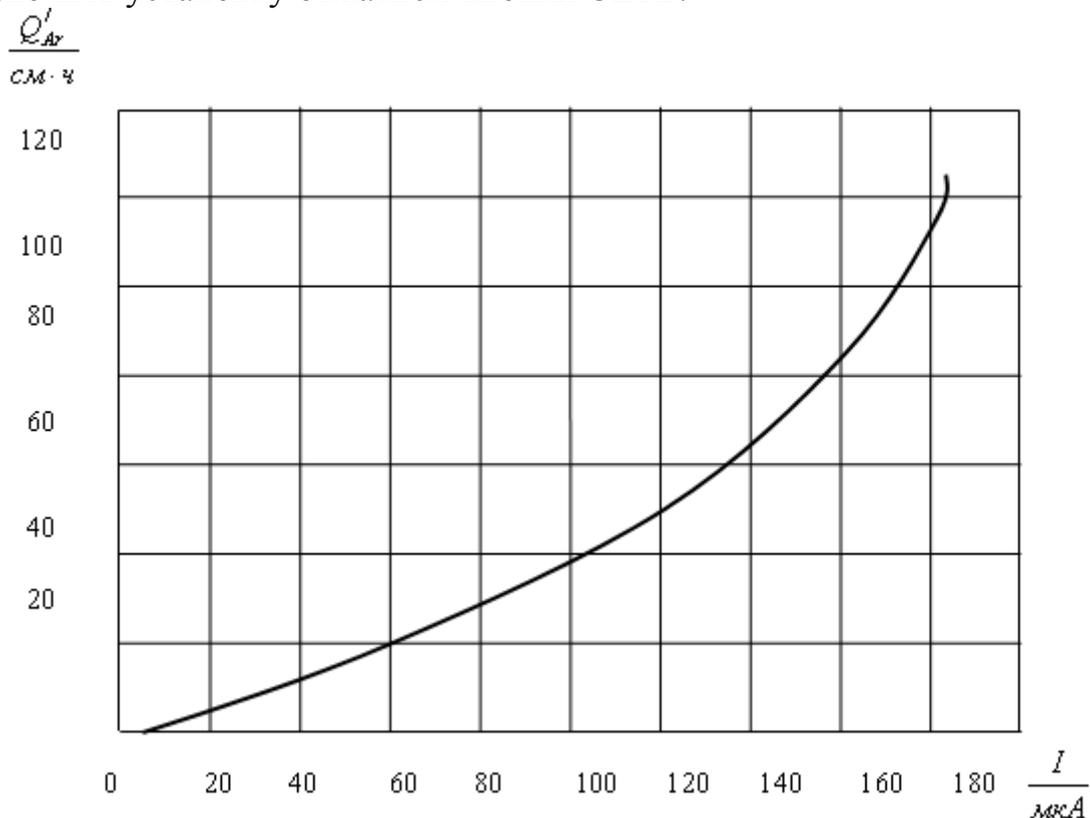


Рисунок 3.3 – Градуировочная кривая потокомера

### 3.4 Содержание отчета

При составлении отчета необходимо руководствоваться общими требованиями и правилами оформления отчета о лабораторной работе.

В соответствующих разделах отчета необходимо представить:

- 1) схему вакуумной системы поста ВУП-4;
- 2) алгоритм включения и выключения вакуумной установки во времени, что покажет готовность к эксплуатации современного оборудования

и приборов;

- 3) расчет вакуумной системы на ЭВМ;
- 4) прогноз сегрегатного состава пленки и оптических свойств полученного покрытия;
- 5) схему устройства для ионно-плазменного распыления материалов. Обосновать правильность настройки оборудования и способ измерения толщины пленки «на просвет» ;
- 6) данные по измерению толщины и равномерности пленки на имеющемся оборудовании;
- 7) таблицы экспериментальных данных;
- 8) последовательность технологических операций (маршрутная карта)
- 9) операционные карты на подложку, испаритель, навеску, нагреватель подложки, вакуумную камеру;
- 10) схему выхлопа отработанных газов;
- 11) выводы: ответы на вопросы о рисках внедрения новых технологий

Например: какие предприятия могут рискнуть внедрить ионно-плазменные технологии? Какова степень Вашей готовности быть ответственным за внедрение. Какие преимущества и какие недостатки дает Ваша технология исходя из маршрутной и операционной карт? Под какую продукцию перестроить оборудование в случае форс-мажорных обстоятельств. Каковы возможности фрагментов работы для оформления патентов на способ, на устройство, на расширение технологических возможностей оборудования или конкретной пользы для человечества.

При составлении схем следует соблюдать ГОСТ

## **Лабораторная работа 4. Исследование процесса электронно-лучевой обработки материалов в безмасляном вакууме**

### **1 Введение**

В настоящее время бурно развиваются технологии с использованием ионной имплантации, ионного легирования, а также получения качественных пленок с применением электрического разряда, лучевых и плазменных методов. Большинство этих процессов требует высокого и чистого вакуума. Подавляющее количество электронно-лучевых установок в настоящее время содержит масляные средства откачки на базе диффузионных паромасляных насосов. Однако простота получения высокого вакуума диффузионными насосами оборачивается тем, что в откачиваемом объеме присутствуют углеводороды с давлением насыщенных паров равном предельному давлению насосов. Это приводит к осаждению углеродных пленок в нежелательных для технологии местах, к изменению состава остаточной атмосферы, к нарушению адгезии пленок, изменению их стехиометрического состава, изменению электрической прочности изоляторов и другим нежелательным последствиям. Особенно необходим чистый вакуум при

нанесении пленок, т.к. энергия адсорбции паров масел меньше, чем энергия адсорбции паров испаряемого материала.

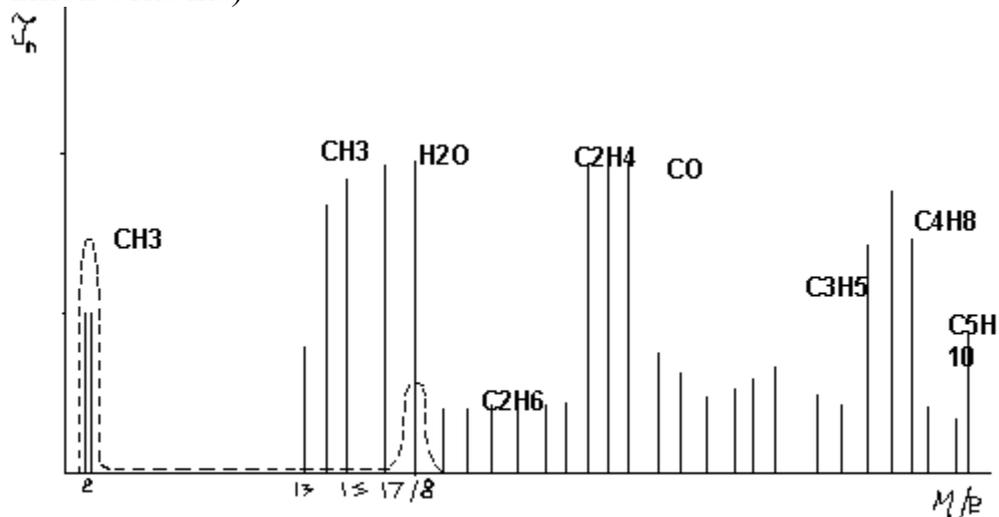
В данной работе исследуется обработка материала в безмасляном вакууме с помощью электронного луча. Проводится анализ вакуумной среды, содержащей и не содержащей углеводороды на производство электронных приборов. Рассматриваются подходы к математическому моделированию процессов.

## 2 Теоретическая часть

### 2.1 Особенности процесса откачки

Работа электровакуумного прибора требует наличия в нем высокого вакуума на уровне  $10^{-3}$ - $10^{-5}$  Па. При этих давлениях обеспечивается беспрепятственный пролет большинства электронов от катода к аноду. При уменьшении давления газа в приборе или при повышении температуры происходит выделение различных газов из материалов прибора (в основном это углеводороды: вода, азот, водород).

При разработке режимов масляной откачки требуется знание возможности откачных средств и вакуумной арматуры по удержанию паров рабочих масел, а также знание спектра газовыделений материалов, из которых изготовлен прибор. На рис. 2.1 представлен спектр остаточных газов для масляной и безмасляной откачки (штриховая линия соответствует безмасляной откачке).



\_\_\_\_\_ для безмасляной откачки;  
 ----- для паромасляной откачки

Рисунок 2.1 - Спектр остаточных газов

## 2.2 Средства для без масляной откачки газа

Для безмасляной откачки с атмосферного давления существует несколько типов насосов: эластомерные механические, криогенные чаще двухтактные с автономными ожижителями), эжекторные (газовые, паровые, водяные и водокольцевые), электродуговые, адсорбционные, турбомолекулярные.

Предельное давление, развиваемое насосами, зависит от давления насыщенных паров используемых рабочих веществ и материалов.

Часто, по экономическим соображениям, для получения безмасляного вакуума используют масляные средства откачки с последующим улавливанием паров масел механическими, электроразрядными сорбционными, либо вымораживающими ловушками. Каждый тип ловушек характеризуется пропускной способностью (около 2,5 лсм<sup>2</sup>) и обратным потоком паров масел (10-8-10-10 Торр лс).

В последнее время появились термостойкие рабочие жидкости с очень низким давлением насыщенных паров, позволяющие получать вакуум по спектральному составу неотличающийся от безмасляного. Среди отечественных рабочих жидкостей это следующие: ВМ-8, ВМ-9, ФМ-2, ПФМС-2, ПФМС-13. среди зарубежных: это масла – ДС-702, ДС-703, ДС-705.

По принципам создания высокого вакуума (безмасляного) откачные средства можно разделить на следующие: электрофизические, криогенные, механические, сорбционные, прочие.

Электрофизические откачные средства предполагают существование разряда в объеме насоса. Откачка предполагает использование сорбирующих свойств электрического разряда и распыляемого в разряде материала. К таким насосам можно отнести электроразрядные, орбитронные, геттерно-ионные, геттерные, электродуговые.

Криогенные откачные средства удаляют газ посредством одсорбции газа холодной поверхности. Хладоагентом чаще служит жидкий азот, гелий. Конструкция криогенных откачных средств может быть самой разнообразной. Отличительной особенностью криогенных насосов является развитая рабочая поверхность (например, в виде пчелиных сот), наличие внешней тепловой изоляции, необходимость удаления льда после проведения процесса.

В качестве прочих откачных безмасляных средств могут выступать насосы, имеющие совокупность эффектов откачки, либо новые явления в удалении газов (на основе взрыва диффузии, облучения и т.д.).

Широкое распространение в техники нашли механические турбомолекулярные насосы, в которых откачка производится посредством наклонных прорезей в дисках быстровращающейся турбины. Преимущество турбомолекулярных насосов перед другими типами откачных средств заключается в следующем:

- не загрязняют вакуумную систему рабочим веществом по сравнению

с крионасосами, а адсорбционными и электрофизическими свойствами;

- откачивают труднооткачиваемые газы такие как: водород, гелий, неон;
- допускают откачку кислородосодержащих средств, имеют быструю готовность к работе;
- имеют откачку на выходе, что обеспечивает согласование с вакуумной системой по потоку газа.

Диапазон рабочих давлений турбомолекулярных насосов зависит от количества дисков в турбине. С уменьшением их количества давление запуска возрастает вплоть до атмосферного.

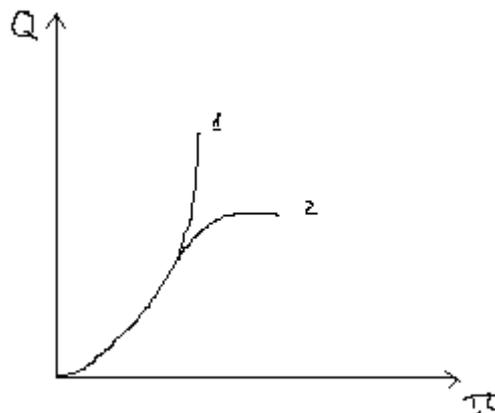
К недостаткам турбомолекулярных насосов следует отнести:

- невозможность прогрева элементов насоса;
- большая металлоемкость по отношению к скорости откачки;
- невозможность профилактики турбины при попадании в насос посторонних или крекинговых материалов.

## 2.3 Электронно-лучевая обработка материалов

### 2.3.1 Выбор режимов обезгаживания деталей приборов

При давлении в вакуумной системе менее 10 Па основной поток газа составляет газы выделения с элементов. Длительность и полнота обезгаживания прибора в большой степени зависит от материала деталей, режима предварительной обработки. Это определяет состав остаточных газов и их количество. На рис.2.2 показаны типичные кривые газы выделения для различных типов нагрева.



1 - электронный нагрев; 2 - термический нагрев

Рисунок 2.2 – Зависимость потока газы выделения от температуры.

Электронный нагрев, по сравнению с температурным, способствует высвобождению газа из глубины материала (на один электрон высвобождается около десяти молекул газа), а также способствует высвобождению газа из-за диссоциации ионизированных молекул.

Спектр выделившихся газов зависит от температуры обрабатываемого

материала. На рис.2.3 представлен график суммарного потока газовыделений стекла от температуры.

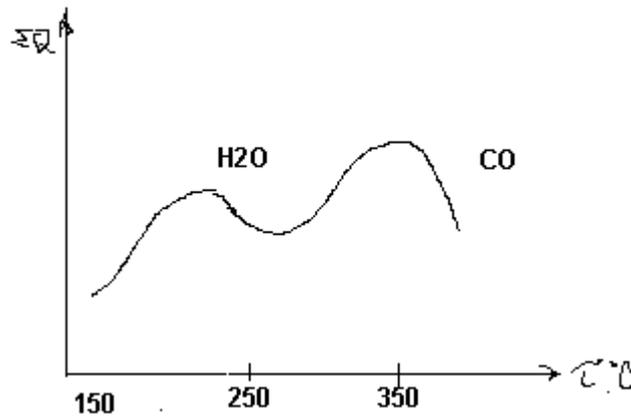


Рисунок 2.3 – График суммарного потока газовыделений

### 2.3.2 Особенности проведения техпроцессов для уменьшения влияния углеводородов

Перед проведением процесса рекомендуется провести анализ всех материалов вакуумной системы и источника электронов, предельных режимов эксплуатации оборудования, составить последовательность технологических операций. Проанализировать температуру держателей, экранов, подложки. При масляной откачке с атмосферного давления рекомендуется как можно с более высокого давления включать высоко вакуумное откачное средство, не переходя грань аварийного режимам. Рекомендуется обеспечить обезгаживание элементов в режимах, составляющих около 80 % от рабочих, в течение времени нескольких десятков, минут. Спектральный состав выделившихся газов зависит от энергии адсорбции веществ. В табл.2.1 приведены теплоты адсорбции некоторых веществ.

Таблица 2.1 – Теплоты адсорбции некоторых веществ

Вещество	Воздух	Углекислый газ	Вода	Масло	Водород	Окись углерода	Алюминий
$H, \times 10^{-6}$ дж/кмоль	20	33	92	90	9	12,6	96

Из таблицы 2.1 видно, что легче всего оседают на поверхность пары масла и воды.

Проводить технологический процесс рекомендуется при напуске газе (лучше инертного), что разбавляет концентрацию нежелательных примесей.

Напыление пленок желательно проводить с максимальными скоростями, при локальном распылении газопоглотителя, при охлаждении стенок камеры.

### 2.3.3 Выбор мощности электронного пучка

Электроны проникают в материал на глубину так называемого проекционного пробега  $R$

$$R = U^2 / \rho * b \quad (2.1)$$

где  $U$  - ускоряющее напряжение, В ;

$\rho$  - плотность материала, г см;

$b$  - константа зависящая от материала (для металлов  $b=2.1 \cdot 10^{-12}$ )

Например, при энергии электронов 60 кэВ проекционный пробег электронов в стали составляет 10 мм.

Максимум энерговыделения происходит на глубине  $\delta$ , определяемой выражением :

$$\delta = (0.2 \div 0.4)R \quad (2.2)$$

Технологические применения электронного пучка зависят от его параметров. Диаметр пучка пропорционален току и обратно пропорционален напряжению. В первой приближении связь диаметра пучка  $d$  с током  $I$  определяется выражением

$$d = S(I/U)^{3/8} \quad (2.3)$$

где  $S$  - постоянная электронно-оптической системы.

Мощность пучка, необходимую для проведения технологической операции подбирают исходя из критической мощности  $W$ , необходимой для испарения вещества

$$W = 4aL\rho\delta / d^2 = UI \quad (2.4)$$

где  $a$  - теплопроводность материала;

$L$  - удельная энергия испарения вещества, кал.моль

$$L = 1.9Tk * \ln 82 * Tk$$

где  $Tk$  - температура кипения материала

В табл. 2.2 приведены значения теплопроводности различных материалов.

Таблица 2.2 - Значения теплопроводности различных материалов

Материал	<i>Ag</i>	<i>Au</i>	<i>Cu</i>	<i>W</i>	<i>Si</i>
Теплопроводность $M^2/c \cdot 10^4$	.1,7	1,2	1,1	0,62	0,53

Для проведения операции нагрева детали массой  $m$  в течении времени

$\Delta t$  требуется затратить количество энергии  $Q$

$$Q = c * m * \Delta t = UI\Delta t \quad (2.5)$$

где  $c$  - удельная теплоемкость материала (для стали  $c=0,164$  )

$\Delta t$  - разность температур.

## 2.4 Контрольные вопросы

2.4.1. Какие факторы влияют на спектр остаточных газов при безмасляной откачки?

2.4.2. Основные параметры ловушек для паров масел ?

2.4.3. Какие марки отечественных масел имеют низкое давление паров ?

2.4.4. Чем обусловлена зависимость производительности откачных средств от давления и рода газа?

2.4.5. Какие достоинства и недостатки турбомолекулярных насосов?

2.4.6. Из каких материалов предпочтительно изготавливать элементы вакуумной системы и Электронного источника?

2.4.7. Особенности проведения технологического процесса для уменьшения количества паров масел на подложках

2.4.8. Какие преимущества электронно-лучевого обезгаживания материалов перед термическим?

2.4.9. Что такое проекционный пробег?

2.4.10. Как связаны ток, напряжение и диаметр пучка?

2.4.11. Как определить мощность электронной пушки для проведения технологического процесса?

## 3 Экспериментальная часть

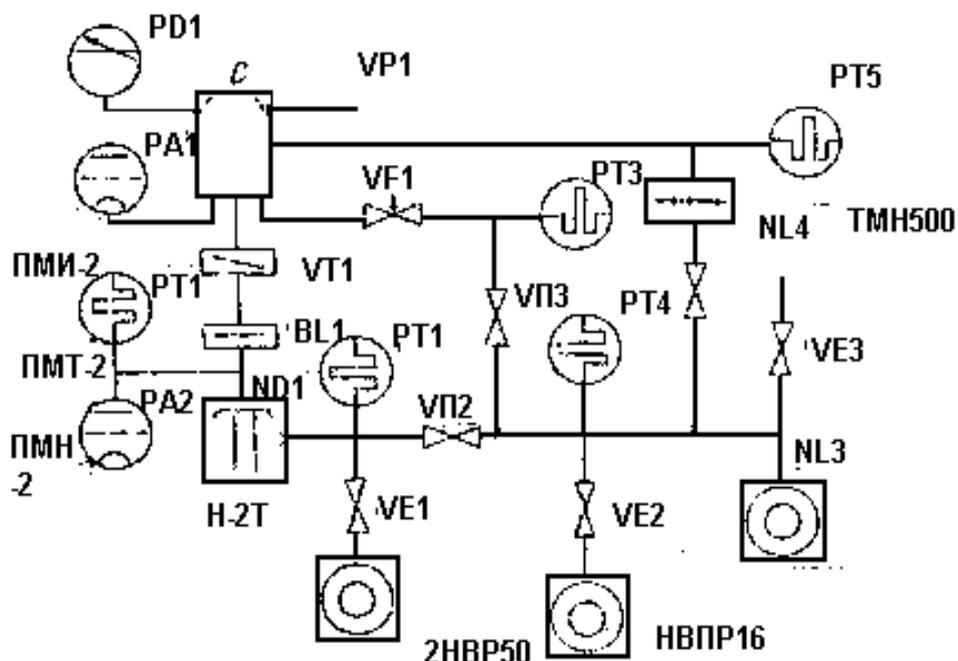
### 3.1 Оборудование

Для выполнения работы используется следующее вакуумное и электронное оборудование:

- 1) вакуумный агрегат установки А-3Об.05;
- 2) вакуумметрическая аппаратура;
- 3) источник высокого напряжения ПУР-5/50;
- 4) источник электронов.

#### 3.1.1 Вакуумное оборудование

Схема вакуумной системы приведете на рис.3.1. Высоковакуумная насосная группа состоит из высоковакуумного диффузионного (паромасляного) насоса Н-2Т и турбомолекулярного (безмасляного) насоса ТМН-500.



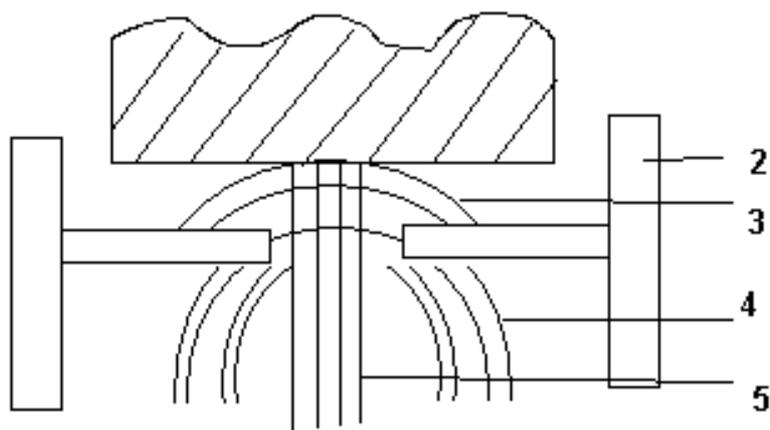
ND1, NL1-NL4 - вакуумнасосы; PD1, PA1, PA2, PT1-PT5- датчики давления; BL1-ловушка; VP1-VP3, VT4, VE1-VE4-вентили.

Рисунок 3.1 – Схема вакуумной системы установки

Предварительное разряжение в камере и на выходе высоковакуумных насосов обеспечивается форвакуумными насосами НВР-16 и 2НВР-5ДМ, связанными общим вакуумпроводом. Связь вакуумнасосов позволяет сокращать время выхода установки на рабочий режим, обеспечивать согласование с высоковакуумной откачной группой в режиме обмена газа за счет напуске 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 давления в различных точках установки.

### 3.1.2 Экспериментальная модель источника электронов

Для проведения исследований используется электронная пушка основе высоковольтного тлеющего разряда, разрядная схема которой изображена на рис.3.2. Разрядная система образована холодным катодом I и анодом 2.



1 - катод; 2 - анод; 3 - линии электрического поля; 4 - плазма разряда;  
5 - электронный луч

Рисунок 3.2 – Схема электронной установки

При обеспечении давления 1—10 Па (развиваемого только форвакуумными насосами) и подачи на катод высокого (более  $10^3$  В) напряжения в системе электродов возбуждается высоковольтный тлящий разряд. Разряду соответствуют условия левой ветви кривой – Пашена. Пространство разряда заполняют в основном две области: область катодного падения потенциала (на которой сосредоточено практически все напряжение разряда) и область прианодной плазмы, на которую приходится менее 0,5% приложенного напряжения. Ионы из плазмы разряда 4 (см. рис.3.2) диффундируют в область катодного падения, ускоряются электрическим полем 3 в направлении катода, ионизируют газ, испытывают перезарядку. В результате этих процессов на катод попадают и быстрые нейтральные атомы. Под действием ионно-электронной эмиссии с поверхности катода выбиваются электроны, которые формируются в пространстве катодного падения потенциала в электронный луч 5 (см. рис.3.2). Электроны производят дополнительную ионизацию, способствуя поддержанию разряда.

Величина тока разряда регулируется плотностью плазмы за счет газа, чем легче газ, тем выше давление.

Электронная пушка питается от выпрямителя ПУР-5/50 через балластное сопротивление. Особенностью пушек подобного типа является несколько меньшая яркость электронного тучка, по сравнению с термокатодом; эрозия катода под действием ионной бомбардировки и вследствие этого ухудшение параметров пучка; малая плотность тока на катоде (до 1 А/см<sup>2</sup>)

### 3.2 Задание на работу

3.2.1. Снять вольт-амперные характеристики пушки для нескольких значений давлений и построить их.

3.2.2. Установить определенное значение давления, довести

ускоряющее, напряжение до 5 кВ, измерить значения тока разряда и тока цилиндра Фарадея. Повторить эксперимент для нескольких давлений. Построить зависимость тока разряда от давления при постоянном напряжении разряда.

3.2.3. В точке фокуса электронного пучка снять зависимость тока магнитных линз от ускоряющего напряжения.

3.2.4. Снять зависимость тока разряда и тока цилиндра Фарадея от ускоряющего напряжения. оценить долю потери тока по элементам устройства.

3.2.5. Оценить плотность мощности на мишени. Сопоставить минимально необходимую для процесса мощность с экспериментальной.

3.2.6. Оценить давление паров испаряемого материала по температуре испарения.

3.2.7. Оценить параметры пленки: толщину, адгезию, равномерность скорости нанесения.

### **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 или моделирования процесса на ЭВМ. В эксперимент могут входить фрагменты поискового характера отдельные работы, связанные с функционированием предприятия и т.п.

3.3.2. Перед работой рекомендуется составить схему вакуумной и электрической части установки, определить рабочие диапазоны насосов, датчиков, источников питания, рассчитать время достижения рабочих режимов, рассчитать мощность, необходимую для проведения процесса.

3.3.3. Провести монтаж изделий в вакуумной камере, зарисовать схему эксперимента с обязательным указанием геометрии разрядной системы и расположения изделий относительно пучка. Составить технологический цикл, на все проведение работы и таблицы для снимаемых экспериментальных величин.

3.3.4. Закрыть все вентили, натекатели, проверить, все ли тумблеры выключены. Включить рубильник. Включить форвакуумный насос. Открыть обводную систему откачки камеры. Открыть воду для охлаждения мишени насосов и источника питания. Через 2-3 мин открыть трассу основной откачки. Откачать камеру до давления 5 Па.

3.3.5. Включить насос откачки выхода ТМН-500 . Откачать выход ТМН-500 до наименьшего давления (5 $\cdot$ 10<sup>-3</sup> мм. рт.ст.). Перевести тумблер частоты в положение ЧАСТОТА 150 Гц. Включить кнопку МАСЛОНАСОС, и кнопку ДВИГАТЕЛЬ ТМН. При этом загорится лампочка ПУСКОВОЙ РЕЖИМ. Погасание лампочки соответствует 9000 об/мин.

3.3.6. Провести измерения распределения давления по вакуумной системе. Снять зависимость давления на входе ТМН от расхода газа.

3.3.7. Перевести тумблер частоты в положение ЧАСТОТА 300 Гц. Вновь загорится лампочка ПУСКОВОЙ РЕЖИМ. Погасание лампочки соответствует 18000 об/мин. Снять зависимость предельного давления от времени откачки. Провести калибровку термпарного датчика, снять расходные характеристики, провести работы по заданию преподавателя.

#### 3.3.8. Выключение установки

1. Выключить двигатель ТМН, не выключая маслонасоса и форвакуумного насоса.

2. Провести газовое торможение ротора путем напуска воздуха в осушитель при давлении 10 Па. При этом время торможения составит около 15 мин.

3. Закрыть вентили входа и выхода ТМН, перекрыть входы форвакуумных насосов. Выключить насосы. Сделать напуск газа в насосы, закрыть воду. Перевести тумблеры в выключенное состояние, сдать установку преподавателю.

### 3.4 Вопросы для самопроверки

3.4.1. Почему для форвакуумных насосов нарастание паров масел проявляется при давлении менее 10 Па, а для диффузионных - при давлении менее 10-3 Па?

3.4.2. Что общего в спектре остаточных газов при масляной и безмасляной откачке?

3.4.3. Какие газы выделяются при обезгаживании деталей и как они влияют на спектр остаточных газов?

3.4.4. В чем преимущества электронно-лучевого обезгаживания перед термическим?

3.4.5. Какие средства применяются для безмасляной откачки с атмосферного давления?

3.4.6. Чем объясняется зависимость скорости откачки от рода газа для турбомолекулярного насоса?

3.4.7. Как получить высокий безмасляной вакуум с помощью масляных откачных средств?

3.4.8. Как графически обозначаются безмасляные откачные средства?

3.4.9. Какой диапазон работы откачного и измерительного оборудования в эксперименте?

3.4.10. Что такое ионно-электронная эмиссия?

3.4.11. При каких давлениях работает источник электронов?

3.4.12. Какой принцип работы электронной пушки?

3.4.13. Как регулируются периметры разряда?

3.4.14. Как влияет материал катода и анода на характеристики пушки?

3.4.15. Влияет ли род газа на рабочее давление и почему?

3.4.16. Какое назначение балластного сопротивления?

3.4.17. Какие достоинства и недостатки пушек на основе высоковольтного тлеющего разряда?

### 3.5 Содержание отчета

При составлении отчета необходимо руководствоваться общими требованиями и правилами оформления отчета о лабораторной работе.

В соответствующих разделах отчета необходимо представить:

- 1) схему вакуумной системы установки ПУР5-50;
- 2) алгоритм включения и выключения вакуумной установки во времени, что покажет готовность к эксплуатации современного оборудования и приборов;
- 3) расчет вакуумной системы на ЭВМ;
- 4) прогноз сегрегатного состава пленки и оптических свойств полученного покрытия;
- 5) схема устройства для электронно-лучевой обработки материалов. Обосновать правильность настройки оборудования и способ измерения толщины пленки «на просвет»;
- 6) данные по измерению толщины и равномерности пленки на имеющемся оборудовании;
- 7) таблицы экспериментальных данных;
- 8) последовательность технологических операций (маршрутная карта);
- 9) операционные карты на подложку, источник электронов, навеску, нагреватель подложки, вакуумную камеру;
- 10) схему выхлопа отработанных газов.

11) выводы: ответы на вопросы о рисках внедрения новых технологий

Например: какие предприятия могут рискнуть внедрить электронно-лучевые и плазменные технологии? Какова степень Вашей готовности быть ответственным за внедрение. Какие преимущества и какие недостатки дает Ваша технология исходя из маршрутной и операционной карт? Под какую продукцию перестроить оборудование в случае форс-мажорных обстоятельств. Каковы возможности фрагментов работы для оформления патентов на способ, на устройство, на расширение технологических возможностей оборудования или конкретной пользы для человечества.

Учебное пособие

Орликов Л.Н.

Физические основы нанотехнологий фотоники и оптоинформатики

Методические указания к лабораторным работам

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