

МІНІСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛІКІ БЕЛАРУСЬ

ГОМЕЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИМЕНИ Ф.СКОРИНЫ

Кафедра оптики

В.А.Емельянов, В.М.Полевиков, Н.Н.Федосенко, В.Г.Шолох, В.Н.Зеленый

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к лабораторным работам по спецкурсу

"КОРПУСКУЛЯРНО-ФОТОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ТОНКИХ ПЛЕНОК"

В двух частях

Часть 2

2014

Б/Н

Установа адукацыі
"Гомельскі дзяржаўны ўніверсітэт
імя Францыска Скарыны"
БІБЛІЯТЭКА

Гомель 1999

Емельянов В.А., Полевиков В.М., Федосенко Н.Н., Шолох В.Г., Зеленый В.П. Методические указания к лабораторным работам по спецкурсу "Корпускулярно-фотонные технологии тонких пленок", ч.2 / Гомельский гос. ун-т им. Ф.Скорины. - Мн. : Интеграл, 1999 - 67 с.

В методических указаниях приведены сведения о процессах формирования тонких пленок в вакууме на основе прогрессивных технологий: лазерной, электронно-лучевой, магнетронной. Рассмотрено современное технологическое оборудование и даны технологические режимы получения покрытий.

Предназначено для студентов физических специальностей высших учебных заведений.

Рекомендовано к изданию методическим советом физического факультета Гомельского государственного университета имени Ф.Скорины.

Рецензент:

В.В. Андреев, к-т физ.-мат. наук, доцент

Лабораторная работа 1

ИЗУЧЕНИЕ ТИПОВЫХ ВАКУУМНЫХ СИСТЕМ. ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОГО ВАКУУМА.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: получить навыки работы на промышленных вакуумных установках; освоить методику получения низких давлений с помощью форвакуумного и паромасляного насосов.

ПРИБОРЫ И ПРИНАДЛЕЖНОСТИ: вакуумный агрегат установки УВН-73П-2, паромасляный насос Н-5, механический насос ВМН-18Г, блок управления вакуумной системой, вакуумметр ионизационно-термометрический ВИТ-2, датчики давления ПМГ-2 и ПМИ-2.

Теоретическое введение

Рассмотрим простейшую вакуумную систему (рис.1), которая состоит из откачиваемого объекта 1, вакуумного трубопровода 2 и насоса 3. Будем считать, что температура газа внутри объекта постоянна, вакуумная система не нагревается, внутри нее нет газовой выделенности. С началом работы насоса начинается перемещение газа из объекта 1 по трубопроводу 2 в насос 3. Количество газа в вакуумной системе непрерывно уменьшается, а так как объем системы и температура газа остаются практически неизменными происходит понижение давления в вакуумной системе. При этом давление P_2 у входа в насос падает быстрее, чем давление P_1 в откачиваемом объекте.

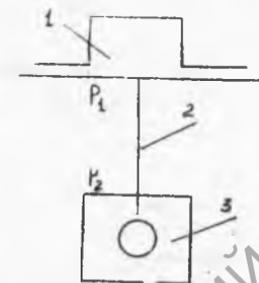


Рис. 1. Простейшая вакуумная система.

Разность $(P_1 - P_2)$ называется движущей разностью давлений.

Процесс откачки характеризуется следующими параметрами:

1. Быстрота откачки объекта S_0 - объем газа, поступающий в единицу времени из объекта в трубопровод при давлении P_1 в откачиваемом объекте:

$$S_0 = \frac{dV_0}{dt} \quad (1)$$

2. Быстрота действия S_H - объем газа, поступающий в насос в единицу времени при впускном давлении P_2 .

$$S_H = \frac{dV_H}{dt} \quad (2)$$

3. Поток газа q' в данном месте вакуумного трубопровода, где давление равно P , а быстрота действия равна S :

$$q' = PS \quad (3)$$

$q'_H = P_2 S_H$ называется производительностью насоса при впускном давлении P_2 .

4. Сопротивление трубопровода газу W или проводимость трубопровода $U = 1/W$:

$$W = \frac{P_1 - P_2}{q'}; \quad U = \frac{q'}{P_1 - P_2} \quad (4)$$

В зависимости от режима течения газа в трубопроводе проводимость определяется:

а) для вязкостного режима течения газа в трубопроводе круглого сечения:

$$U_B = \frac{\pi d^4}{128\eta l} \frac{P_1 + P_2}{2} \text{ м}^3/\text{с}, \quad (5)$$

где η - коэффициент динамической вязкости газа, Па·с;

d и l - диаметр и длина трубопровода, м;

P_1 и P_2 - давления на концах трубопровода, Па.

б) для молекулярного режима течения газа в трубопроводе круглого сечения:

$$U_M = 38,2 \sqrt{\frac{T}{M}} \frac{d^3}{l} \text{ м}^3/\text{с} \quad (6)$$

где T - температура газа, К;

M - молекулярная масса газа;

d и l - диаметр и длина трубопровода, м.

в) для молекулярно-вязкостного режима:

$$U_{M-B} = U_B + U_{M \cdot B} \quad (7)$$

где B - множитель, зависящий от T , M , η , d , P_1 , P_2 .

Формула (7) справедлива для всей области давлений, охватывая значения проводимости при молекулярном, вязкостном и молекулярно-вязкостном режимах течения газа. Однако, ввиду значительного боль-

шой простоты формул (5) и (6) имеет смысл установить границы их применимости, т.е. границы давлений, в пределах которых с допустимой погрешностью (как правило менее 5%) можно рассчитать проводимость трубопроводов по одной из формул (5) или (6). Оценки показывают, что при условии

$$pd \geq 1,33, \text{ Па}\cdot\text{м}$$

справедлива формула (5), а при условии

$$pd \leq 0,02, \text{ Па}\cdot\text{м}$$

справедлива формула (6).

$$\text{Здесь } \bar{P} = \frac{P_1 + P_2}{2}.$$

Уравнение, связывающее основные параметры вакуумной системы S_H и U , называется основным уравнением вакуумной техники. Запишем выражения для S_0 и S_H , воспользовавшись формулами (3) и (4):

$$S_0 = U \frac{P_1 - P_2}{P_1}, \quad S_H = U \frac{P_1 - P_2}{P_2}$$

из которых, исключив P_1 и P_2 получим

$$S_0 = \frac{S_H \cdot U}{S_H + U} \quad (8)$$

— основное уравнение вакуумной техники.

Современные вакуумные насосы работают в области давлений атмосферного (10^5 Па = 10^3 мм рт.ст.) до 10^{-13} Па $\approx 10^{-13}$ мм рт.ст. Все многообразие вакуумных насосов классифицируется следующим образом:

а) По способу откачки:

1. Основанные на перемещении газа путем приложения к нему механических сил;
2. основанные на связывании газа путем сорбции, химической реакции или конденсации.

б) По принципу действия:

1. объемные насосы, работающие на перемещении газа за счет периодического изменения объема рабочей камеры;
2. струйные насосы, захватывающие газ непрерывно истекающей струей рабочей жидкости или газа;

3. молекулярные и турбомолекулярные, перемещающие газ непрерывно движущимися твердыми поверхностями;

4. ионные насосы, осуществляющие перемещение ионизированных молекул газа в электрическом и магнитном полях;

5. сорбционные насосы, использующие связывание газов путем их сорбции поверхностями или объемами твердых тел;

6. конденсационные насосы, в которых газ связывается за счет конденсации на поверхностях, охлаждаемых до сверхнизких (криогенных) температур (~ 20 К и ниже).

в) По области действия:

1. низковакуумные насосы работают в области давлений $10^5 - 10^2$ Па (760 - 1 мм.рт.ст.).

2. средневакуумные насосы работают в области давлений $10^2 - 10^{-1}$ Па ($1 - 10^{-3}$ мм.рт.ст.).

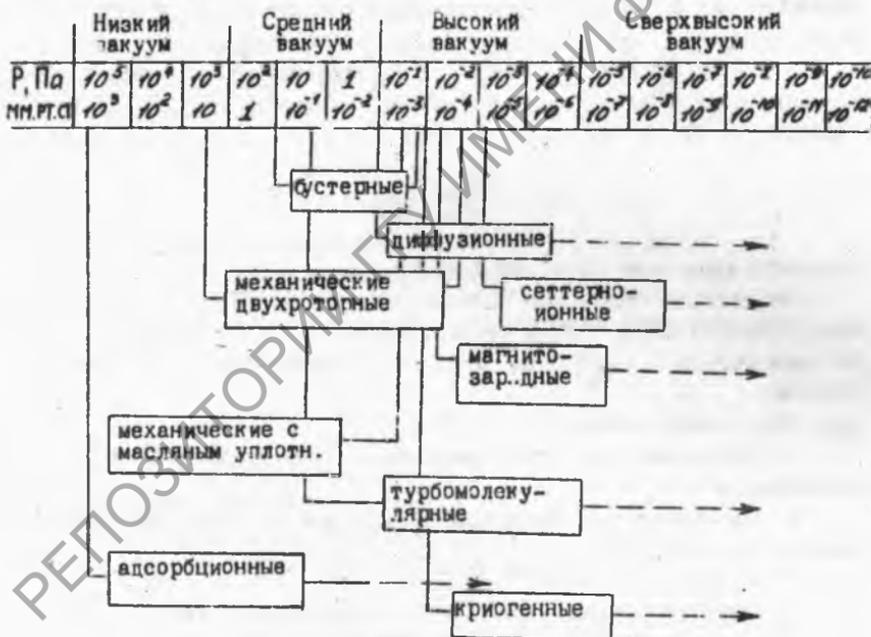


Рис.2. Область действия вакуумных насосов.

3. высоковакуумные насосы работают в области давлений 10^{-1} - 10^{-5} Па (10^{-3} - 10^{-7} мм.рт.ст.).

4. сверхвысоковакуумные насосы работают в области давлений ниже 10^{-5} Па (10^{-7} мм.рт.ст.).

На рис. 2 изображены области действия различных вакуумных насосов.

В названиях насосов не всегда отражается принцип действия, как видно из рис. 2. Однако изучение устройства и принцип работы каждого конкретного типа насосов без труда позволяет отнести его к одной из групп по приведенной выше классификации.

Основными параметрами насосов являются:

- наибольшее впускное (начальное) давление;
- наибольшее выпускное давление;
- остаточное (предельное) давление;
- быстрота действия $S_{Нi}$;
- производительность $Q_{Н} = S_{Н} \cdot P_2$ (п. (3)).

Кроме перечисленных параметров, для правильного выбора и использования насоса необходимо знать ряд эксплуатационных характеристик: потребляемая энергия, расход рабочей жидкости, вес, габариты, уровень шума и вибрации и т.д.

Для улавливания газов с целью предотвращения их проникновения из одной части вакуумной системы в другую, а также для снижения их парциального давления в вакуумных системах используются устройства, называемые ловушками. Так при откачке объема парортутным диффузионным насосом, из которого в вакуумную систему поступают насыщенные пары ртути, имеющие давление 0,1 Па (10^{-3} мм.рт.ст.), для получения более высокого вакуума прибегают к их интенсивной конденсации (вымораживанию) при помощи ловушек с охлаждающими веществами.

Основными техническими параметрами ловушек являются:

- защитная способность β - отношение количества паров рабочей жидкости, поступающих из насоса в откачиваемый объем в единицу времени с ловушкой и без нее;
- удельная проводимость $U_{у.л} = U_{л.}/A$, где $U_{л.}$ - проводимость ловушки, A - площадь входного отверстия ловушки;
- обратный поток - поток паров рабочей жидкости, который поступает в откачиваемый объем помимо естественного испарения.

Основными типами ловушек, нашедших широкое применение в вакуумной технике, являются:

1. Механические (маслоотражательный колпачок, водоохлаждаемая механическая ловушка);
2. Низкотемпературные охлаждаемые (ловушки с хладагентом, термоэлектрические ловушки);
3. Адсорбционные (высоковакуумные, форвакуумные);
4. Электрические.

Порядок выполнения работы.

1. Изучить устройство и принцип работы вакуумной установки УВН-73П-2. Вакуумная установка состоит из следующих основных частей: корпус, затвор высоковакуумный, ловушка азотная, насос паромасляный Н-5, насос механический ВМН-18Г, система клапанов и трубопроводов, система охлаждения, система питания, блок управления. Схема вакуумной установки УВН-73П-2 приведена на рис.3.

Управление элементами вакуумной системы может осуществляться в соответствии со следующими режимами:

- а) ручной, при котором порядок включения элементов выбирается оператором;
- б) автоматический, при котором все операции выполняются без вмешательства оператора;
- в) режим автоматического отключения;
- г) наладочный режим для настройки блокировок.

2. Произвести включение вакуумного агрегата в ручном режиме.

Для этого

- а) включить насос ВМН-18Г и откачать форвакуумную магистраль до давления ниже $5 \cdot 10^{-2}$ мм.рт.ст.;
- б) включить насос Н-5, вывести его на рабочий режим;
- в) откачать рабочий объем камеры, для этого закрыть клапан байпасной магистрали. По достижении давления $5 \cdot 10^{-2}$ мм.рт.ст. закрыть байпасный клапан и открыть форвакуумный;
- г) открыть высоковакуумный затвор, откачать рабочий объем камеры до давления $5 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст.

3. Замерить давление в форвакуумной магистрали с помощью вакуумметров ВИТ-2, ПМБ-8 с целью контроля выхода насоса Н-5 на нормальный режим работы.

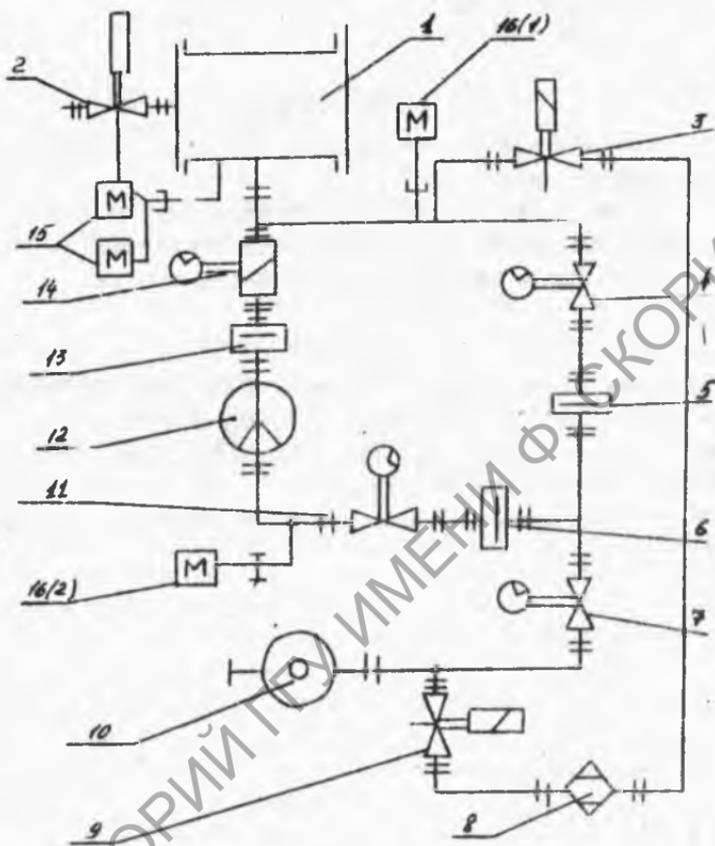


Рис.3 Схемы вакуумной системы установки УВН-73П-2.

- | | |
|--|--|
| 1- рабочий объем; | 9- нагреватель для напуска воздуха в форвакуумную магистраль |
| 2- затвор иглочатый | 10- вакуумный механич.насос; |
| 3- затвор для напуска воздуха в рабочий р.объем; | 12- насос паромасляный; |
| 4- байпасный клапан; | 13- ловушка азотная; |
| 5,6 - ловушка цеолитовая; | 14- затвор высоковакуумный; |
| 7- соединительный клапан; | 15,16 (1,2)- манометрический преобразователь. |
| 8- осушитель воздуха силикагелевый; | |

4. Замерить давление в рабочей камере с помощью вакуумметра ВИТ-2 по истечении 10 минут работы насоса Н-5.

5. Отключить агрегат.

Контрольные вопросы.

1. Теоретические основы процесса откачки. Основное уравнение вакуумной техники.

2. Классификация и принцип работы вакуумных насосов.

3. Основные параметры и характеристики вакуумных насосов.

4. Назначение и разновидности вакуумных ловушек.

Литература

1. Технология тонких пленок/ Под ред. Л.Майссела, Р.Гленга. М.: Сов. радио, 1977.- Т.1. С.9-75; Т.2. С.246-477.
2. Физика тонких пленок/ Под ред. Д.Хасса. М.: Мир, 1972.- Т.5.- С.46-81; 1977.- Т.7. С752-106.
3. Б.И. Королев и др. Основы вакуумной техники. М.: Энергия, 1975.- С.69-177.

Лабораторная работа № 2

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ НИЗКИХ ДАВЛЕНИЙ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: освоить методы измерения низких давлений с помощью термопарного и ионизационного преобразователей.

ПРИБОРЫ И ПРИНАДЛЕЖНОСТИ: электронно-лучевая установка УВН-73П-2, вакуумметр ионизационно-термопарный БИГ-2, датчик ионизационный ПМИ-2, датчик ионометрический ПМТ-2.

Теоретическое введение

Приборы для измерения полных малых давлений в вакуумной технике называются манометрами (вакуумметрами).

Большинство манометров состоит из двух элементов: датчика преобразователя сигнала и измерительного блока.

По принципу действия манометры можно свести в следующие классы:

1. Жидкостные манометры, в которых измеряемое давление или разность давлений уравновешивает давление столба жидкости. Различают открытые и закрытые жидкостные манометры.

2. Компрессионные манометры, действие которых основано на законе изометрического сжатия идеального газа. Измерение давления с помощью компрессионных манометров осуществляется методом линейной шкалы либо методом квадратичной шкалы в зависимости от способа градуирования манометра. Особенности работы компрессионных манометров состоят в следующем:

а) в откачиваемый объем проникают пары ртути из манометра, которые загрязняют рабочую камеру и повышают давление в ней.

б) компрессионные манометры проводят разовое измерение давления. Отсчет давления трудно трансформировать в системы записи и управления.

в) компрессионный манометр является абсолютным, т.е. для его градуировки не требуются показания какого-либо другого манометра.

3. Деформационные манометры, использующие в качестве чувствительного элемента мембрану, силфон и т.п., величина деформации которых является мерой давления. Среди них различают трубчатые,

мембранные и сильфонные манометры. Одним из основных достоинств деформационных манометров является независимость их показаний от рода газа.

4. Тепловые манометры, использующие зависимость теплопроводности газа от давления. Среди них различают манометры сопротивления и термопарные манометры. Достоинствами тепловых манометров являются их применимость ко всем газам, возможность непрерывного наблюдения за изменением давления и простота конструкции. Они имеют неограниченный срок службы, не боятся прорыва атмосферы. Недостатками тепловых манометров являются изменение тока накала с течением времени, что требует периодической проверки тока накала а также их относительная инерционность.

5. Ионизационные манометры, в которых давление определяется по значению ионного тока. Все ионизационные манометры делятся на две группы:

а) Электроразрядные (магнитные, электроразрядные), принцип действия которых основан на зависимости параметров электрического разряда в разряженном газе от давления газа. Эта группа манометров классифицируется по взаимному направлению электрического и магнитного полей на две совокупности: датчики с параллельными электрическими и магнитными полями (датчики Пеннинга) и датчики со скрещенными полями. Последние подразделяются на магнетронные и инверсно-магнетронные. Основные особенности магнитных электроразрядных манометров состоят в следующем:

1) они не содержат накаливаемых деталей, вследствие чего не боятся окисления и могут включаться в вакуумную систему при любых давлениях;

2), в силу большой устойчивости датчиков к внешним воздействиям и простоты эксплуатации они нашли широкое распространение для блокировки и управления технологическими процессами;

3) при их использовании наблюдается эффект откачки газов самим датчиком, обусловленный сильным электрическим поглощением газа в объеме прибора, что может существенно исказить результаты измерений;

4) при высоких давлениях в вакуумной системе наблюдается катодное распыление материала, что также приводит к искажению результатов измерения;

б) наличие паров масла или других органических загрязнений нарушает нормальную работу датчика. Для предотвращения загрязнений обычно применяют охлаждаемые ловушки.

б) Электронные ионизационные, принцип действия которых основан на зависимости ионного тока в газе от давления. Их основные особенности:

- 1) они пригодны для измерения давления всех газов;
- 2) показания манометров не зависят от рода газа;
- 3) при измерениях ионизационные манометры необходимо обезгаживать;

- 4) прорыв атмосферы в работающий манометр выводит его из строя;

б) манометр в рабочем режиме может как выделять, так и поглощать газы, при этом давление в объеме манометра может не соответствовать давлению в вакуумной системе.

Кроме классификации манометров по принципу действия их можно разделить на приборы прямого и косвенного действия. Манометрами прямого действия являются приборы, которые непосредственно измеряют давление газа. Отсчет давления манометра прямого действия принципиально не зависит от состава газа и его температуры. К этой группе приборов относятся жидкостные, компрессионные и деформационные манометры. Манометры косвенного действия измеряют не само давление, а некоторую его функцию. Отсчет таких манометров зависит от рода газа и его температуры. Шкалы манометров косвенного действия откалиброваны в единицах давления либо электрических единицах. В последнем случае к ним прилагается градуированный график. К этой группе приборов относятся тепловые и ионизированные манометры.

Герметичность вакуумной системы - это свойство всех ее элементов и их соединений обеспечивать настолько малое проникновение газа через них, чтобы им можно было пренебречь в рабочих условиях. Места нарушения герметичности называются течами. Приборы, предназначенные для обнаружения течей, называются течешкательями. Течешкатель избирательно реагирует на отдельные физико-химические свойства газов, с помощью которых определяют место течи. Эти газы называются пробными. Основным параметром течешкателя является его чувствительность, которая характеризуется либо минималь-

На рис.1 показаны области действия манометров.

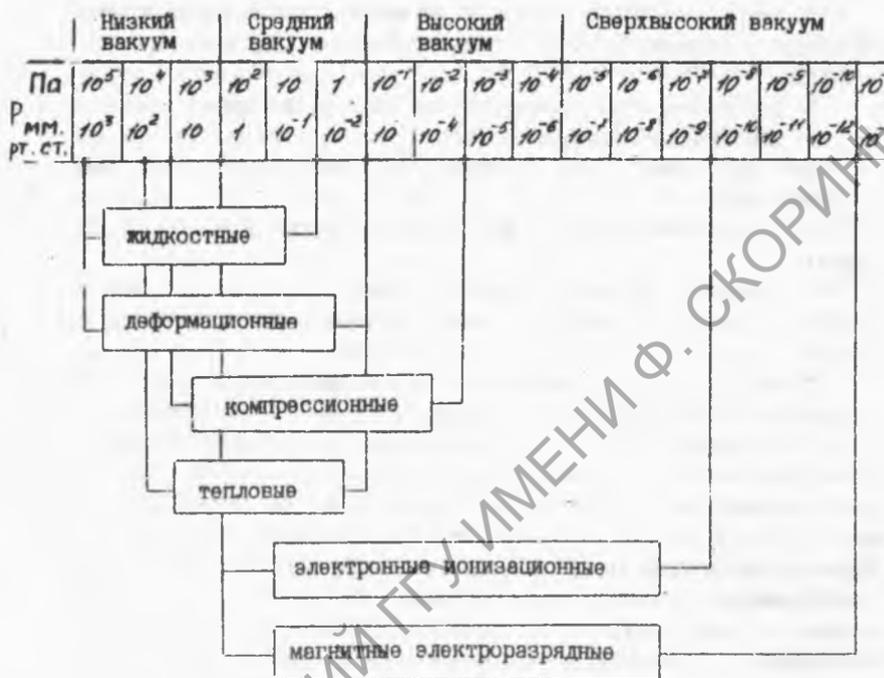


Рис.1 Области действия манометров.

ным потоком пробного газа в атмосфере, которую способен уловить течейскатель. Течейскатели избирательно реагируют на отдельные физико-химические свойства газов, с помощью которых определяют место течи. Эти газы называются пробными. Основным параметром течейскателя является его чувствительность, которая характеризуется либо минимальным потоком пробного газа, определяемым прибором, либо концентрацией пробного газа в атмосфере, которую способен уловить течейскатель.

Краткая характеристика основных методов теческаталя (Q-максимальная определяемая течь).

1. Опредессовка-метод обнаружения течи, при котором, с одной стороны испытуемого объекта создается давление пробного газа, превышающее атмосферное. $Q \sim 10^{-4} \text{ м}^3 \text{ Па/с}$ (10^{-5} л.мм.рт.ст./с).

2. Люминесцентный метод - метод, основанный на способности люминесцирующих веществ, проникающих через течь светиться под действием ультрафиолетового облучения. $Q \sim 10^{-6} \text{ м}^3 \text{ Па/с}$ (10^{-7} л.мм.рт.ст./с).

3. Искровой метод-метод, основанный на проникновении слабо-мощного искрового разряда внутрь откачиваемого стеклянного сосуда через течь. $Q \sim 10^{-2} \text{ м}^3 \text{ Па/с}$ (10^{-3} л.мм.рт.ст./с).

4. Манометрический - метод, основанный на изменении выходного сигнала манометр при проникновении пробного газа через течь. $10^{-5} \text{ м}^3 \text{ Па/с}$ (10^{-6} л.мм.рт.ст./с).

5. Галогенный - метод, основанный на изменении эмиссии ионов нагретой металлической поверхностью при попадании на нее пробного вещества, содержащего галогены. $Q \sim 10^{-6} \text{ м}^3 \text{ Па/с}$ (10^{-7} л. мм.рт.ст./с).

6. Масс-спектрометрический - метод, основанный на принципе разделения ионов разных газов по массам. $Q \sim 10^{-11} \text{ м}^3 \text{ Па/с}$ (10^{-12} л мм.рт.ст./с).

Основными метрологическими характеристиками преобразователей вакуумметров являются градуировочная характеристика - связь между сигналом преобразователя и измеремым давлением, выраженная в графической или в аналитической форме, и характеристика рассеивания результата измерения - значения погрешностей. Необходимо располагать графиком зависимости $I=f(P)$. Рассеивание постоянных отдельных лепт от номинального значения характеризуются относительным средним квадратичным отклонением $S_0(C)$. Среднее отклонение $S_0(C)$ и интервал возможного рассеивания постоянных $\Delta_0(C)$ связаны соотношением: где K -множитель, зависящий при известном законе распределения отклонений от числа n проведенных измерений и выбранных уровнях доверительной вероятности α и доли генеральной совокупности β . Например, при $n = 40$ обнаружено, что рассеивание их постоянных можно достаточно точно аппроксимировать нормальным распределением и что $S_0(C) = 0,17$. Тогда для $\beta=90\%$ относительные

отклонения постоянной C от номинального значения не должны превышать $\Delta_0(C) = \pm 2,05 \cdot 0,17 = \pm 0,35$ (при доверительной вероятности $\alpha = 0,95$). Значения $S_0(C)$ для серийно выпускаемых преобразователей даны в паспортной характеристике.

Сопоставление наибольшего отклонения.

$$\left[\Delta_0(C) \right]_{\max} = \frac{|C_{\text{н}} - C|_{\max}}{C} \sim 100\%$$

позволяет определить степень пригодности преобразователя для проведения измерений.

Порядок выполнения работы.

1. Изучить устройство и принцип работы вакуумметра ВИТ-2.
2. Произвести измерение давления в рабочей камере с помощью термомпарного преобразователя ПМТ-2:

- включить термомпарный преобразователь ПМТ-2; определить его рабочий ток;
- соединить кабелем термомпарный преобразователь с измерительной установкой, установить рабочий ток преобразователя $2,5 \cdot 10^{-2}$ мА;
- произвести измерение напряжения и перевести его единицы давления, воспользовавшись градуировочной кривой преобразователя ПМТ-2.

3. Произвести измерения давления в рабочей камере с помощью ионизационного преобразователя ПМИ-2. Для этого:

- соединить кабелем ионизационный преобразователь ПМИ-2 с измерительной установкой, произвести включение;
- после установки нуля установить ток эмиссии катода (0,5 мА)
- после 10-15 - минутного прогрева произвести измерения ионного тока I (мА) и определить давление в камере P (мм.рт.ст.) по формуле:

$$P = I/K,$$

где K - чувствительность преобразователя; приведенная в паспорте.

4. Провести оценку среднего квадратичного отклонения $S_0(C)$ композиции случайных погрешностей и систематических погрешностей по формуле:

$$S_0(C) = \sqrt{D_0(C) + \delta_0^{2/3}}.$$

где $D_0(C) = D(C)/C$ - относительная дисперсия постоянной C преобразователя, δ_0 - систематическая погрешность постоянной C преобразователя.

Среднее значение постоянной C установить по результатам градуировки преобразователя.

Контрольные вопросы.

1. Классификация приборов для измерения полного давления разреженного газа.
2. Устройство, принцип действия и область применения вакуумметров различных типов:
 - а) жидкостные;
 - б) компрессионные;
 - в) деформационные;
 - г) тепловые;
 - д) электронные ионизационные;
 - е) магнитные.
3. Оценка точности измерений высокого и сверхвысокого вакуума.
4. Герметичность вакуумных систем. Методы течеискания.

Литература

1. Технология тонких пленок. / Под ред. Л. Майссела, Р. Гленга. М., Сов. радио, 1977. Т. 1. - 662 с.
2. Физика тонких пленок. / Под ред. Г. Хасса и Р. Э. Туна. М., Мир, 1972. Т. 5. - 270 с.
3. Кузьмин В.В., Левина А.Е., Творогов И.В. Вакуумметрическая аппаратура техники высокого вакуума и течеискания. М., Энергоиздат, 1984. - 240 с.
4. Грошниковский Я. Техника высокого вакуума. М., Мир, 1975. - 662 с.
5. Королев Б.И. и др. Основы вакуумной техники. М., Энергия, 1975. - 179-248 с.
6. Этбах Г.Л. Практические сведения по вакуумной технике. М., Энергия, 1966. - 296 с.

Лабораторная работа № 3

ПОЛУЧЕНИЕ ПЛЕНОК МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО ИСПАРЕНИЯ.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: изучить принципы работы основных типов электронно-лучевых испарителей, овладеть методикой электронно-лучевого напыления металлических пленок.

ПРИБОРЫ И МАТЕРИАЛЫ: вакуумный агрегат УВН-73П-2, система стабилизации мощности электронного испарителя, регулятор пропорциональности, металлические мишени из алюминия, меди, хрома, никеля, молибдена, подложки из стекла К8.

Теоретическое введение

Технологические процессы с использованием в качестве инструмента электронного луча можно разделить на два типа: термические и нетермические. При термических процессах энергия электронов пучка идет на нагрев, плавление или испарение вещества. При нетермических процессах нагрев вещества невелик, а энергия электронов стимулирует разного рода химические реакции и структурные превращения.

Все электронно-лучевые технологические процессы связаны с передачей энергии от электронов обрабатываему материалу, поэтому наиболее важной характеристикой этих процессов является энергия, выделяемая электронами в единице объема вещества Q_0 (Дж/м³) - объемная удельная энергия, или объемная удельная мощность P (Вт/м³).

Объемная удельная энергия определяется следующим образом:

$$Q = \frac{dE}{V dt} \int_V \frac{1}{e} \cdot \quad (1)$$

где dE/dt - потери энергии электронами (координата направлена нормально поверхности обрабатываемого вещества; на поверхности $X = 0$);

j - плотность тока луча;

τ - время воздействия луча на вещество;

e - заряд электрона.

По мере проникновения электронного луча в вещество и изменяется, т.е. (1) необходимо представить для каждого значения x в виде:

$$Q(x) = \frac{dE}{dx} \cdot j(x) \frac{\tau}{e} = \frac{dE}{dx} \frac{j(x)}{j_0} \frac{j_0 \tau}{e} = \left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{эфф.}} \frac{j_0 \tau}{e}, \quad (2)$$

где j_0 - плотность тока лучей на поверхности вещества;

$\left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{эфф.}} = \frac{dE}{dx} \frac{j(x)}{j}$ - эффективные энергетические потери электронов.

После учета характера зависимости $j(x)$ для эффективных энергетических потерь получено:

$$\left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{эфф.}} = \frac{E_0}{R_B} \left(1 - \frac{x}{R_B} \right)^{5/4} \left(3 - 2e^{-z+\theta} \frac{x}{R_B} \right) \quad (3)$$

На рис. 1 изображены зависимости $\left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{эфф.}} = f(x)$ и $\frac{dE}{dx} = \varphi(x)$.

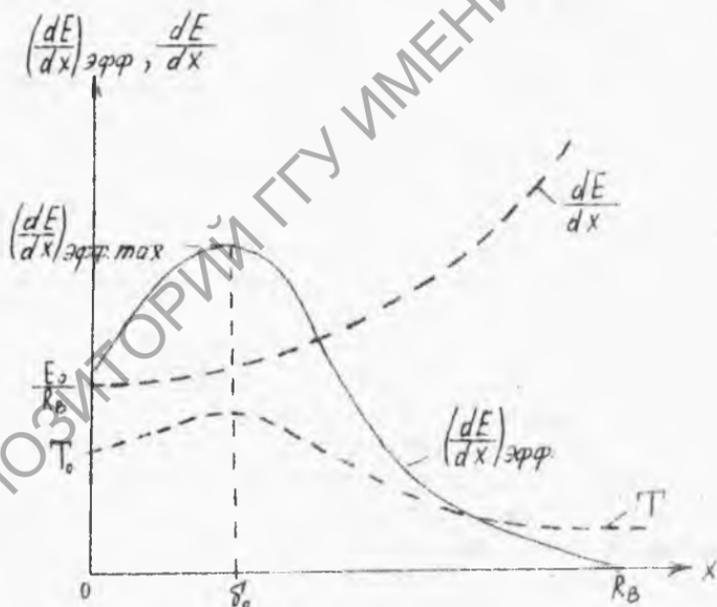


Рис. 1. Энергетические потери электрона в веществе.

Проекционный пробег R_B определяется равенством $R_B = E_0/\rho v_1$, где E_0 - энергия падающего электронного луча в кэВ, ρ - плотность вещества в г/см³, $v_1 \approx (2,1 - 2,5) \cdot 10^{-6} \text{кэВ}^2 \cdot \text{г}^{-1} \cdot \text{см}^2$ константа слабо зависящая от Z (атомного номера) вещества.

Как видно из рис.1, R_B соответствует глубине на которой эффективные энергетические потери электронов становятся равными нулю; δ_0 соответствует глубине, на которой энерговыделение максимально. Отношение δ_0/R_B в достаточно широком интервале энергий и порядкового номера атомов вещества Z лежит в пределах 0,2 - 0,3. Отношение $(dE_0/dx)_{\text{эфф.}}$ к $(dE_0/dx)_{\text{эфф.0}}$ составляет 1,5 - 1,7.

Поскольку как видно из формулы (2), распределение по глубине, поглощенной веществом объемной удельной энергии $Q(x)$ повторяет зависимость $(dE/dx)_{\text{эфф.}}$ от x , кривая распределения $Q(x)$ также отражается графиком, изображенным на рис.1.

Анализ тепловых (термических) процессов при электронно-лучевом воздействии достаточно сложен, особенно при плавлении и испарении материалов. В результате неупругого рассеяния электронов пучка последние теряют энергию. За счет этой энергии протекает ряд процессов, основным из которых является ионизация атомов вещества и появление неравновесных свободных электронов с энергией 100 - 1000 эВ. На первом этапе в результате релаксации избыточная энергия электронов передается решетке, затем происходит нейтрализация атомов. В результате каскада соударений электронов пучка с атомами вещества, вся энергия электронов будет передана решетке, в итоге произойдет ее нагрев. Зависимость температуры вещества от координаты $T(x)$ вытекает из решения уравнения теплопроводности и выражается сложной функцией. Аппроксимируя падающий электронный пучок функцией Гаусса с большим диаметром ($d > R_B$), можно получить выражение для функции $T(x)$, графическое изображение которой приведено на рис.1.

Таким образом, тепловые процессы в веществе при воздействии на него электронного луча можно представить как результат действия теплового объемного источника, "центр" которого расположен на глубине δ_0 от поверхности вещества. Глубина δ_0 определяется энергией падающего электронного луча E_0 и плотностью вещества ρ :

$$\delta_0 \approx 0,25 R_B = 0,25 \frac{E_0}{\rho v_1} \quad (4)$$

Оценки, проведенные по формуле (4), показывают, что для большинства металлов при величине ускоряющего электроны потенциала $U \leq 20$ кВ ($E_0 \leq 20$ кэВ) глубина δ_0 не превышает 1

мкм, и в этих случаях источник теплоты можно рассматривать как поверхностный. По мере увеличения увеличения ускоряющего потенциала δ_0 растет и при $U \sim 10^3$ кэВ достигает десятков мкм.

Поскольку объемный источник теплоты находится внутри вещества, температура вещества на обрабатываемой поверхности определяется как непосредственным нагревом электронным лучом, так и нагревом за счет теплопроводности от объемного источника. Оценочные расчеты температуры поверхности T для некоторых материалов с плотностью ρ и теплопроводностью α при различных ускоряющих потенциалах U приведены в таблице.

Таблица
Температура поверхности материала T при воздействии электронного луча с ускоряющим потенциалом

Материал	$T_{\text{кип}},$ $^{\circ}\text{C}$	$\rho \cdot 10^{-3},$ кг/м^3	$\alpha, \text{Вт/}$ $(\text{м} \cdot ^{\circ}\text{град})$	$T, ^{\circ}\text{C}$		
				$U=20\text{кВ}$	$U=50\text{кВ}$	$U=100\text{кВ}$
Алюминий	2320	2,7	62	4150	3700	2500
Титан	3500	4,5	10	5040	3160	620
Сталь	3050	7,9	15	5100	3450	860
Медь	2360	8,9	320	5750	5650	5400
Вольфрам	5300	19,2	100	15600	15600	15200

Из таблицы видно, что для материалов с высокой теплопроводностью (медь) температура поверхности слабо зависит от энергии электронов (хоть $\delta_0 \sim U^2$); т.е., несмотря на 25-кратное увеличение δ_0 , температура быстро выравнивается на глубине. Для материалов примерно с такой же плотностью (сталь), но со значительно худшей теплопроводностью температура поверхности резко падает с ростом U , в то время как максимальная температура на глубине δ_0 превышает температуру испарения. Для вольфрама, обладающего средним значением α , но высокой плотностью, высокая температура поверхности объясняется малым δ_0 , т.е. локализацией источника теплоты около поверхности.

Если скорость теплоотовода в веществе сравнима со скоростью ввода энергии в вещество, то преобладает нагрев вещества без плавления и испарения. С повышением плотности мощности электронного пучка P выделяемая в зоне разогрева энергия становится достаточной для плавления и испарения вещества. Эмпирически уста-

новлено, что критическая плотность мощности $P_{кр.}$, с которой начинается интенсивное испарение материала может быть определена следующим образом:

$$P_{кр.} = 4 \alpha L_u \frac{\rho \theta_0}{d^2} \quad (5)$$

где $\alpha = \frac{\kappa}{c\rho}$ - коэффициент температуропроводности (κ -теплоемкость)

L_u - удельная энергия испарения;

Оценки показывают, что для большинства материалов интенсивное испарение осуществляется при $P \sim 10^6 - 10^8$ Вт/см².

Скорость испарения V_u (г/см²·с) можно оценить по формуле Дешмана:

$$\lg V_u = c - 0,5 \lg T - \frac{b}{T} \quad (6)$$

где T - температура в зоне обработки;

c и b - табулированные постоянные, зависящие от рода материала.

Общая схема современной технологической установки для электронно-лучевой обработки содержит следующие функциональные узлы: генератор электронного пучка (электронная пушка), систему транспортировки пучка, устройства контроля параметров потока электронов, вакуумную систему и технологическую камеру.

Основное назначение электронной пушки - обеспечение на объекте обработки (мишени) необходимой концентрации мощности электронного потока при заданном его размере. Пушки содержат катод, фокусирующий электрод и анод с отверстием для вывода пучка. Чаще всего применяют генераторы пучков аксиального типа, в которых поток, а также электростатические и магнитные поля имеют осевую симметрию. Управлять потоком электронов из излучателя можно, изменяя температуру катода, ускоряющее анодное напряжение и управляющее напряжение на фокусирующем электроде.

Для оценки влияния собственного объемного заряда электронов используют характеристику пушки, называемую первенсом:

$$P = I_L / U_a^{3/2}$$

где I_L - ток электронного луча;

U_a - анодное напряжение.

Паспортный первенс пушки удобно использовать для оценки допустимых значений тока луча и анодного напряжения. Считается, что если $P > 10^{-8}$ А/В^{3/2}, то влиянием объемного заряда можно пренебречь.

Важной характеристикой пушки является апертура электронного пучка. В наиболее распространенных пушках - трехэлектродной (излучатель Роговского) и двухэлектродной (типа пушки Пирса) эмиссия электронов при тепловой энергии порядка 0,25 эВ происходит с поверхности торцевого катода во все полупространство, т.е. начальная апертура (половина угла раскрытия пучка $\alpha_H = \pi/2$). Ускорение электронов в электростатическом поле уменьшает апертуру:

$$\alpha = \alpha_H (U_0 / U_a)^{1/2},$$

где U_0 - потенциал, эквивалентный начальной тепловой энергии электронов при эмиссии с катода.

При ускоряющих анодных напряжениях $U_a = 100 + 10$ кВ апертура снижается до значения $(1,5 + 5) \cdot 10^{-3}$.

Диаметр электронного пучка в фокусе, или кроссовер пучка, определяет достижимый предел по плотности тока в фокальном пятне. Конечный размер кроссовера обусловлен распределением электронов по скоростям, влиянием объемного заряда, аберрациями электронно - оптических систем и рассеивающим влиянием анодного отверстия.

Важной характеристикой электронных пушек является их яркость, или направленность:

$$R = \frac{\partial^2 I}{\partial F \partial \Omega},$$

где I - ток луча,

∂F - элемент поверхности,

$\partial \Omega$ - элемент телесного угла.

Теоретическая максимальная яркость определяется следующим образом:

$$R = \frac{1}{\pi} J_T \frac{eU_c}{kT},$$

где J_T - плотность тока эмиссии электронов,

k - постоянная Больцмана,

T - температура катода.

Яркость потока электронов в технологических установках лежит в пределах от $5 \cdot 10^4$ до $2 \cdot 10^6$ А/(см²·ср) при J_T от 1 до 12 А/см².

Проведение ускоренных пучков до объекта обработки требует их фокусировки, посредством которых достигаются необходимые размеры зоны обработки и плотности мощности. Фокусировку электронных пучков обычно осуществляют с помощью магнитных, реже электростатических линз. Апертура пучка на поверхности α_p при

масштабе фокусирующей системы M зависит от апертуры луча на выходе пушки α :

$$\alpha_F = \alpha/M$$

Плотность тока в сфокусированном пятне

$$J_F = \pi d_F^2 R$$

Фокусировка потока сопровождается аберрациями, наиболее существенными из которых являются сферическая, хроматическая аберрация и астигматизм.

Метод электронно-лучевого испарения имеет ряд преимуществ:

1. Хорошая фокусировка электронного пучка позволяет получать большую концентрацию мощности (до $5 \cdot 10^9$ Вт/см²) и очень высокую температуру, что обеспечивает испарение тугоплавких материалов с большой скоростью.
2. Быстрое перемещение нагретой зоны в результате отклонения потока электронов, возможность регулирования и контроля мощности нагрева и скорости осаждения создают предпосылки для автоматического управления процессом.
3. Метод позволяет получать высокую чистоту и однородность осаждаемой пленки, поскольку в ряде случаев (при бес тигельном и авто тигельном испарении) удается избежать непосредственного контакта горячей зоны испаряемого материала с материалом испарителя.

Электронно-лучевой испаритель, используемый в установках для осаждения тонких пленок, должен удовлетворять ряду специфических требований: малогабаритность, низкие рабочие напряжения, широкий диапазон удельных мощностей луча, стабильность и воспроизводимость удельной мощности после замены катода и разборки испарителей. Наиболее широкое применение в отечественных установках для осаждения тонких пленок нашли электронно-лучевые испарители типов ИЭЛ-2, ИЭЛ-3 и ИЭЛ-5.

Методу электронно-лучевого испарения присущи и некоторые недостатки: необходимость наличия высоких напряжений (~10 кВ), а также постоянных магнитов или электромагнитов, которые являются источником нежелательного газовыделения в камере осаждения пленок. Кроме того, обеспечивая высокие скорости осаждения (до 80 нм/с), электронно-лучевой нагрев характеризуется очень низким энергетическим КПД, поскольку непосредственно на процесс испарения расходуется от 1 до 5% подводимой энергии, а основная масса энергии идет на нагрев тигеля, рентгеновское и ультрафиолетовое излучение и образование вторичных электронов.

порядок выполнения работы

1. Изучить конструкцию и принцип работы электронно-лучевого испарителя и вакуумного агрегата УВН-73П-2.

2. Откачать рабочую камеру УВН-73П-2 до давления не выше $5 \cdot 10^{-4}$ мм.рт.ст., предварительно загрузив тигель испарителя исходным материалом (по указанию преподавателя) и закрепив подложки.

3. Оценить критическую плотность мощности $P_{кр}$ электронного пучка для заданного материала мишени.

4. Включить блок питания электронного испарителя, предварительно настроив испаритель на рассчитанную критическую плотность мощности.

5. Вывести электронно-лучевой испаритель на режим стабилизации мощности и открыть заслонку испарителя. Произвести нанесение металлической пленки в течение 10 мин.

6. Закрыть заслонку испарителя. Тумблером "Сброс" снизить мощность испарителя, а затем отключить его.

7. Произвести напуск атмосферного воздуха в рабочую камеру, предварительно закрыв высоковакуумный затвор. Извлечь из камеры полученные пленки.

8. Отключить вакуумный агрегат.

Контрольные вопросы

1. Глубина проникновения электронов в твердое тело и энергетические потери.
2. Особенности электронно-лучевого нагрева материалов.
3. Основные характеристики электронных пучков.
4. Преимущества и недостатки метода электронно-лучевого испарения.

Литература

1. Вендик О.Г., Горин Ю.Н., Попов В.Ф. Корпускулярно-фотонная технология. М.; Высшая школа, 1984. 240 с.
2. Лазерная и электронно-лучевая обработка материалов: Справочник. Рыкалин Н.Н., Углов А.А. и др. М.: Машиностроение, 1985. - 496 с.
3. Технология тонких пленок. / Под ред. Л. Майссела, Р. Гленга. М.: Сов. радио, 1977, Т1. - 662 с.

Лабораторная работа № 4

ПОЛУЧЕНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОГО ИСПАРЕНИЯ.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: изучить технологические особенности нанесения металлических пленок методом лазерного испарения при использовании импульсного лазерного излучения.

ПРИБОРЫ И ПРИНАДЛЕЖНОСТИ: импульсный лазер ГОС-301, установка УВН-73П-2, подложки из стекла К8, кварца СБ-1, металлические мишени из молибдена, алюминия, никеля, меди.

Теоретическое введение

В настоящее время является общепринятой точкой зрения, что лазерное разрушение металлов носит тепловой характер. Процесс разрушения происходит в несколько стадий, причем в некоторых случаях различные стадии могут сосуществовать одновременно. Вот эти стадии:

- а) нагрев и плавление металла;
- б) выброс жидкой и газовой фаз;
- в) нагрев и ионизация выброшенного материала;
- г) нагрев и разлет образовавшейся плазмы.

При воздействии мощного лазерного излучения с металлом в зависимости от плотности мощности излучения P реализуется один из следующих режимов:

1. При плотности мощности $P \sim 10^5 - 10^6$ Вт/см² тепло распространяется в объеме мишени посредством теплопроводности. Поверхность мишени при этом достигает температуры плавления. Количество выброшенного материала незначительно. Это режим нагрева и плавления. Основную роль здесь играет теплопроводность материала в твердой фазе.

2. При плотности мощности лазерного излучения, превышающей характерное пороговое значение P_0 , происходит перераспределение энергетического баланса в процессе взаимодействия. Теплопроводность не успевает отводить вглубь мишени всю энергию, выделяющуюся в виде тепла в поверхностном слое, и часть лазерной энергии, поглощенной металлом, расходуется на механический выброс материала. Наступает режим развитого испарения. Этот

режим для большинства металлов наблюдается при $P = 10^6 - 10^8$ Вт/см².

3. Для большинства металлов при $P \sim 10^8 - 10^9$ Вт/см² энергия, расходуемая на нагрев, плавление и испарение, становится малой по сравнению с энергией, необходимой для ионизации и нагрева образующейся плазмы. С этого момента под действием излучения образуется лазерный эрозионный факел - реализуется режим нагрева и ионизации эрозионной плазмы.

Для нанесения пленок методом лазерного испарения интерес представляют процессы, протекающие в режиме развитого испарения (2) и режиме нагрева и ионизации эрозионной плазмы (3).

Установление режима (2) оценочно характеризуется пороговым значением плотности мощности P_v , зависящим от материала мишени:

$$P_v \approx \frac{L_v \rho}{1 - R} \sqrt{\alpha / \tau} \quad (1)$$

где L_v - удельная (на грамм-атом) теплота испарения*

R - отражательная способность*

α - коэффициент температуропроводности*

τ - длительность лазерного воздействия*

ρ - плотность вещества мишени.

Приближенные расчеты показывают, что температура испарения T_v достигается за время τ_v с момента начала действия лазерного излучения с плотностью мощности P :

$$\tau_v = \frac{\tau}{4} \frac{\alpha \rho C}{P^2} (T_v - T_0)^2 \quad (2)$$

где C - теплоемкость вещества мишени*

T_0 - начальная температура мишени.

Формулы (1), (2) позволяют сделать быструю оценку и, однако точность этих расчетов низка. Для более точного определения необходимо учесть ряд теоретических критериев.

Тогда

$$P_v = P_m^u + P_v + L_v l / A_e \quad (3)$$

где $P_m^u = P_m (t_m / \tau)^{1/2}$; P_m - плотность мощности, необходимая для плавления материала мишени* t_m - время, необходимое для нагрева до плавления;

$R_v = (\pi \alpha_e c_e t_{pm})^{1/2} (T_v - T_m) / 2 A_e \alpha_e$ - коэффициент поглощения материала; c_e - удельная теплоемкость жидкого материала;

$t_{pm} = \tau - t_m \cdot l = (\pi \alpha_e t_{pm} / 4 c_e)^{1/2}$ - диффузная длина; α_e - коэффициент поглощения расплава; A_e - поглощательная способность металла в расплавленном состоянии.

При $P > P_v$ в режиме развитого испарения связь между температурой мишени T и плотностью мощности падающего излучения P имеет вид:

$$\exp(L_v / T) \approx (P_f / P) (L_v / T)^{1/2},$$

где $P_f = \rho \sqrt{L_v} / ((1-R) \sqrt{2\pi M})$; M - атомная масса вещества мишени.

Анализ процессов, протекающих в режиме развитого испарения, позволяет сделать следующие выводы:

а) в режиме развитого испарения фазовый переход жидкость-пар является неравновесным;

б) вследствие того, что давление в жидкой фазе меньше давления насыщенного пара, заметного выброса жидкой фазы в направлении нормали к поверхности не происходит и имеет место перегрев жидкой фазы;

в) поскольку жидкие металлы обладают большими коэффициентами поверхностного натяжения, влияние объемного испарения (вскипания) в режиме развитого испарения пренебрежимо мало.

Процессы, происходящие на поверхности материала под воздействием лазерного импульса миллисекундной длительности, существенно отличаются от процессов, вызванных импульсами с длительностью, лежащей в наносекундном диапазоне. Для коротких импульсов с очень высокой мощностью характерно слабое испарение и малое количество вынесенного с поверхности вещества, в то время как действие импульсов с большей длительностью и меньшей мощностью, которые получаются в режиме обычной генерации, приводит к образованию в материале глубоких и узких кратеров. На процесс испарения оказывает влияние пиковый характер генерации. Каждый отдельный пикок нагревает поверхность и вызывает испарение. В промежутке между пичками испарение почти полностью прекращается. Существующие лазеры дают возможность легко получать в

миллисекундном режиме выходную энергию порядка 10 Дж. Типичная величина площади фокального пятна при использовании короткофокусных линз составляет 10^{-3} см². Для плотности энергии 10^4 Дж/см² типичные глубины разрушения лежат в пределах от нескольких десятых долей миллиметра до нескольких миллиметров. Для сфокусированного импульсного излучения с энергией в несколько джоулей типичные величины выброшенной массы составляют около 1 мг. При увеличении полной энергии в миллисекундном лазерном импульсе до сотен джоулей диаметр кратера растет быстрее, чем его глубина, так что глубины могут измеряться еще миллиметрами, но выброшенная из мишени масса уже достигает десятков и сотен миллиграммов.

Таким образом, испарение в миллисекундном режиме лазерных импульсов с плотностью мощности 10^6 - 10^7 Вт/см² можно рассматривать как происходящее при нормальной температуре кипения металла при постоянном отводе испаряемого вещества от поверхности, движущейся вглубь металла. При увеличении плотности потока до величин порядка 10^9 - 10^{10} Вт/см², характерных для импульсов лазера с моделированной добротностью, возникают уже существенно новые явления. В этом режиме необходимо учитывать явления, отличные от тех, которые были характерны для плотностей потока порядка 10^6 - 10^7 Вт/см². В качестве важного отличия по сравнению со случаем испарения миллисекундным лазерным импульсом следует отметить влияние испаренного вещества или вещества, выброшенного с поверхности под действием лазерного нагрева.

Испаренное вещество оказывает большое давление на поверхность, что приводит к изменению условий испарения. Кроме того, оно может поглощать свет и экранировать поверхность от лазерного излучения. Наконец, поскольку вещество сильно нагревается, оно может передавать поверхности значительный импульс отдачи. При испарении импульсами лазера с модулированной добротностью кратеры имеют малую глубину, обычно порядка нескольких микрон для плотностей потока около 10^9 Вт/см². Для сравнения глубины кратеров, образующихся под действием импульсов лазеров с моделированной добротностью и обычных лазерных импульсов, представлены в таблице 1.

Таблица 1. Измерение глубины кратеров (в см.),
образующихся под действием излучения лазера

Материал	10^9 Вт/см ² * 44 мс	$8,3 \cdot 10^6$ Вт/см ²	Материал	10^9 Вт/см ² * 44 мс	$8,3 \cdot 10^6$ Вт/см ²
Нержавеющая сталь	0,00011	0,061	Сп	0,00022	0,090
			№1	0,00012	0,058
Латунь	0,00025	0,078	Al	0,00036	0,078

Данные таблицы соответствуют типичным параметрам импульсов, получаемых от стандартных лазерных систем на рубине или неодимовом стекле при фокусировке простой линзой.

Наносекундные импульсы относительно малоэффективны для удаления вещества из мешени. При больших плотностях потока небольшая масса металла поглощает энергию и сильно нагревается; в дальнейшем она ведет себя как взрывающееся вещество. Вынос массы вещества на единицу подводимой энергии оказывается меньше, чем в том случае, когда можно считать, что вещество испаряется вблизи нормальной точки кипения.

Порядок выполнения работы

1. Включить на откачку форвакуумную магистраль УВН-73П-2, включить парамасляный насос. Получить вакуум в форвакуумной магистрали не хуже $5 \cdot 10^{-4}$ мм.рт.ст.
2. Подготовить подложки из стекла К8 и кварца С5-1, обезжирив их хромовой смесью, промыв в дистиллированной воде и просушив.
3. Закрепить подложки на вращающейся карусели в рабочей камере.
4. Закрепить держатели одной из мишеней (по указанию преподавателя).
5. Закрыть рабочую камеру и получить в ней вакуум не хуже $3 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст.
6. Включить импульсный лазер ГОС-301 согласно инструкции по эксплуатации.

7. Произвести напыление металлической пленки методом лазерного испарения в течение 6-7 мин.
8. Отключить лазер и вакуумный агрегат, извлечь из камеры полученные пленки.

Контрольные вопросы

1. Основные стадии процесса взаимодействия мощного лазерного излучения с веществом.
2. Закономерности "режима развитого испарения".
3. Испарение металлов лазерным излучением с различной длительностью импульса.

Литература

1. Прохоров А.М. и др. Взаимодействие лазерного излучения с металлами.- М.: Наука, 1988.- С.207-279.
2. Комник Ю.Ф. Физика металлических пленок.-М.:Атомиздат,1979. С.7-48.
3. Вендик О.Г., Горин Ю.Н., Попов В.Ф. Корпускулярно-фотонная технология.- М.: Высшая школа, 1984.-240 с.
4. Сурменко Л.А., Самаркин Ю.Д., Якушева Т.Л., Федосенко И.Н. Лазерное напыление материалов, применяемых в электронной технике. Ч.1. Сер.7. Вып.6 (1440). М.: ЦНИИ "Электроника". 52 с.
5. Дж. Рэди. Действие мощного лазерного излучения. " ; "Мир", 1974. 470 с.

Лабораторная работа № 5

ПОЛУЧЕНИЕ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОГО ИСПАРЕНИЯ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ НЕПРЕРЫВНОГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: освоить методику нанесения тонких диэлектрических и полупроводниковых пленок в вакууме и методом лазерного испарения.

ПРИБОРЫ И ПРИНАДЛЕЖНОСТИ: непрерывный CO_2 - лазер ЛНГ-703, установка УВН-73П-2, блок питания СИТ-24 М, подложки из NaCl , плавленного кварца СЗ-1, материал мишени SiO_2 , TiO_2 , ZrO_2 .

Теоретическое введение

Несмотря на повышенный интерес к процессу лазерного напыления, серийный выпуск специализированного лазерного технологического оборудования для него не производится. Структурный анализ требуемого оборудования позволяет выделить в нем три основных, во многом самостоятельных, модуля: 1) вакуумный пост; 2) вакуумная (рабочая) камера; 3) лазер. Высокая самостоятельность модулей позволяет реализовать требуемое лазерное технологическое оборудование на базе существующих установок традиционного напыления за счет незначительных переделок самой камеры и дополнением их источником лазерного излучения, а также упростить процесс разработки оригинального оборудования.

Первый модуль является достаточно отработанным блоком, и целесообразность использования того или иного средства откачки в основном определяется требованиями, предъявляемыми к вакууму и производительности оборудования, оснащенностью производства.

Вакуумная камера имеет одну особенность, отличающую ее от используемых в традиционных напылительных установках, - наличие прозрачного для лазерного излучения окна с целью ввода энергии лазера в камеру. Остальные подколпачные устройства, такие как гермовводы, системы перемещения мишени и подложки, многопозиционные устройства, контрольно-измерительная аппаратура, могут использоваться почти без изменения.

Основные сложности возникают с организацией распространения излучения. Свойство распространения лазерного эрозийного факела

(ЛЭФ) по нормали к поверхности мишени определяет основные условия компоновки подколпачных устройств. Следует отметить, что, несмотря на высокую направленность ЛЭФ и локальность его распространения, помещение в камере оптических элементов, направляющих и фокусирующих лазерное излучение, заметно сказывается на их долговечности. Увеличение срока службы оптических элементов достигается лишь применением различных защитных систем (вплоть до самых простых защитных стекол) либо вынесением этих элементов за пределы вакуумной камеры. Однако, в последнем случае это влечет за собой использование длиннофокусной оптики, что обуславливает большие площади облучения на поверхности мишени и соответственно низкую плотность мощности в зоне действия лазерного излучения. Свойство распространения лазерного эрозионного факела (ЛЭФ) по нормали к поверхности мишени определяет основные условия компоновки подколпачных устройств. Следует отметить, что, несмотря на высокую направленность ЛЭФ и локальность его распространения, помещение в камере оптических элементов, направляющих и фокусирующих лазерное излучение, заметно сказывается на их долговечности. Увеличение срока службы оптических элементов достигается лишь применением различных защитных систем (вплоть до самых простых защитных стекол) либо вынесением этих элементов за пределы вакуумной камеры. Однако, в последнем случае это влечет за собой использование длиннофокусной оптики, что обуславливает большие площади облучения на поверхности мишени и соответственно низкую плотность мощности в зоне действия лазерного излучения. Выбор конкретной компоновки камеры определяется решаемой задачей.

Третий модуль – собственный лазер – является практически самостоятельным блоком. Выбор лазера, его режимов работы целиком зависит от оптических и теплофизических свойств мишени, ее элементного состава и определяется требованиями к получаемым пленкам.

Рассмотрим процессы, протекающие при воздействии мощного лазерного излучения (ЛИ) на вещество с образованием лазерного эрозионного факела (ЛЭФ): начальную стадию процесса лазерного напыления можно разделить на несколько совместно протекающих процессов: нагрев мишени в зоне действия лазерного излучения и формирование направленного выноса продуктов разрушения – ЛЭФ.

1) $q_0 < q < q_1$ - можно выделить два этапа формирования ЛЭФ:
 а) в начальный период происходит поверхностное испарение;
 б) по достижении на поверхности мишени температуры развитого испарения T_v поступление материала в факел происходит, в основном, за счет вытеснения фазы, что определяет фазовую многокомпонентность его состава.

Процесс образования и углубления кратера, а следовательно и формирования ЛЭФ, носит циклический (пульсирующий) характер. До тех пор, пока температура поверхности мишени в зоне действия ЛИ не достигает величины T_v , скорость углубления кратера (V_k) и реактивное давление паров (P_{Φ}) сравнительно малы. При достижении T_v величина P_{Φ} резко возрастает и становится достаточной для удаления верхнего слоя материала мишени, находящегося в жидком состоянии. Обнажившаяся поверхность мишени имеет температуру $T_h < T_v$ и интенсивное испарение прекращается до тех пор, пока температура поверхности вновь не достигнет величины T_v . Количество вещества, удаляемого в паровой (m_v) и жидкой (m_m) фазах приблизительно можно оценить так:

$$m_v \approx 2r_r \sqrt{\alpha \rho q} / L_v \sqrt{M / 2\pi k T_v^*}; \quad (1)$$

$$m_m \approx \rho h \approx 4kT_v \rho / \alpha q (1-\eta). \quad (2)$$

где L_v - удельная теплота испарения материала; M - масса атома испаренного материала; h - толщина удаляемого за импульс слоя жидкой фазы:

$$\eta = \sqrt{T_h / T_v};$$

r_r - расстояние, на которое удаляется жидкая фракция. В грубом приближении r_r можно положить равным расстоянию до области, где реактивное давление становится пренебрежимо мало в сравнении со значением в зоне действия ЛИ, тогда:

$$r_r \approx \sqrt{2kT_a / L_v M_{\sigma}}; \quad (3)$$

T_a - значение температуры T_h в центре пятна ЛИ * σ - коэффициент сосредоточенности теплового источника, вводимый для гауссова распределения ЛИ с максимальной плотностью мощности в центре q_m выражением:

$$q(r) = q_m \exp(-\sigma r^2) \quad (4)$$

Соотношения (3) и (4) в грубом приближении могут быть использованы в других диапазонах q , где существует двухфазный вынос массы.

Полное количество удаленного вещества можно оценить по формуле (1), подставляя вместо D значение скорости роста кратера V_k . В рассматриваемом диапазоне усредненная за импульс ЛИ скорость углубления кратера приблизительно рассчитывается по формуле:

$$\bar{V}_k = h/\tau + \beta_v q \left[1 - \left[-\frac{q_0}{q} \right] \right] \quad (5)$$

где h , - глубина проплавления в момент начала интенсивного испарения;

$$\beta V = kT_v / (q(1-R)l_0),$$

l_0 - характерная толщина зоны энерговыведения ЛИ в твердом теле.

Верхняя оценка границы интервала здесь условна:

$q_1 = q_0 / \sqrt{\varepsilon}$, где ε - безразмерный нормировочный множитель;

2) $q_1 < q < q_2$ - в течение большей части действия импульса происходит интенсивное испарение, скорость V_k контролируется вытеснением жидкой фазы со дна и стенок кратера и может быть оценена по формуле:

$$V_k = h/\tau \approx \alpha q / (\rho L_v) \quad (6)$$

где $h = (1-\eta)\tau$; τ - время нагрева дна кратера от T_h до T_v .

Оценка m_v и r_r в этом диапазоне по формулам (1) и (3) довольно груба.

Верхняя граница диапазона приблизительно может быть оценена выражением:

$$q_2 = \frac{1}{\alpha} \frac{2\varepsilon L_v k \sqrt{\rho T_v} (1-\eta)}{r_r \sqrt{L_v} \sqrt{M/2} \pi k T_v} \quad (7)$$

3) $q_2 < q < q_3$ - энергетические затраты на вытеснение жидкости и испарение сопоставимы. Величину q_3 можно оценить соотношением:

$$q_3 = \varepsilon q_2^{-4/3} \quad (8)$$

4) $q_3 < q < q_4$ - механизм, контролирующим скорость углубления кратера, является испарение, однако, учет вытеснения жидкого материала все же необходим и только в диапазоне $q > q_4$ этим процессом можно пренебречь. При этом для q_4 справедливо выражение :

$$l_4 \sim (L_u / L_v)^{2/3} \quad q_3 = (L / \varepsilon^2 L_v)^{2/3} q_2. \quad (9)$$

В области $q > q_4$ скорость углубления кратера дается формулой:

$$V_k = \alpha q / \rho L_u \quad (10)$$

Присутствие жидкой фазы в ЛЭФ, кроме того, может быть обусловлено фазовым взрывом или объемным испарением в прогретой зоне.

СТЕХИОМЕТРИЧЕСКИЙ СОСТАВ. Сохранение стехиометрического состава пленок сложных соединений - одна из основных задач напыления. Для большинства способов напыления, особенно связанных с низкими скоростями нагрева, эта задача решается в основном, за счет точного учета элементного и химического состава напыляемого материала в процессе испарения и инерциального разлета и подготовки состава мишени с учетом этих изменений. Одним из основных достоинств метода лазерного напыления, отмеченным еще на заре развития лазерной технологии, является сохранение стехиометрического состава сложных многокомпонентных материалов. Это подтверждается большим числом экспериментальных данных, например, при напылении многослойных диэлектрических покрытий из тугоплавких окислов ZrO_2 , SiO_2 или при напылении большой группы полупроводниковых соединений типа A_3B_4 и A_3B_5 .

Однако известны случаи, когда лазерное напыление не обеспечивает сохранение стехиометрического состава. Взаимосвязь между условиями напыления, характеристиками лазерного излучения и сохранением стехиометрии в общем виде еще не установлена, хотя в некоторых конкретных случаях причина нарушения состава пленки, по сравнению с исходной мишенью, хорошо видна и легко устранима. Так, при напылении In_2Te_3 отклонение фазового состава пленки от стехиометрического состава становится заметным при конденсации на подложку, имеющую температуру $T > 420-450^\circ C$. С одной стороны, повышение температуры подложки способствует совершенствованию

структуры пленки, однако становится существенным реиспарение теллура, происходит рост укрупненных кристаллов - все это способствует нарушению стехиометрического состава. В приведенном примере так же, как и во всех случаях сохранения стехиометрии, можно говорить о конгруэнтном испарении. То есть независимо от исходного элементного состава мишени, даже смеси материалов с различными теплофизическими и термодинамическими свойствами, за счет высокой скорости нагрева и интенсивности лазерного излучения происходит расплытие материала мишени практически однородно для всех ее компонентов. Высокая скорость разлета и незначительное, на фоне таких скоростей, рассеяние мишень-подложка, как правило, обеспечивают одновременное попадание продуктов испарения на подложку.

Если на этапе инерциального разлета лазерного факела нет количественных изменений в его составе, то есть не происходит обеднение или обогащение одного (или нескольких) из элементов, то при кристаллизации пленки может сохраняться стехиометрический состав исходной мишени. Можно считать это необходимым условием сохранения стехиометрического состава, но недостаточным, так как в конечном результате структура пленки, ее фазовый и элементный состав будут зависеть от природы, состояния и температуры подложки.

Традиционно считается, что наиболее приемлемые режимы работы лазера, обеспечивающие постоянство стехиометрического состава, качественное напыление сложной структуры, - это импульсный, с минимально короткой длительностью лазерного излучения. Тем не менее бывает исключение, когда короткие и ультракороткие длительности импульса лазерного излучения не являются гарантией сохранения стехиометрии или неизменности химического состава пленки. Сохранение стехиометрии напыленной плотности мощности, обеспечивающей сравнительно низкую температуру мишени в зоне облучения, когда испарение материала происходит практически с поверхности жидкой ванны, не сопровождается диссоциацией молекул материала и не содержит заметного количества конденсированной фазы в ЛЭФ.

СТРУКТУРА ПЛЕНОК. Лазерное напыление позволяет получать пленки различных материалов, обладающие разнообразными структурами, составом, свойствами. Как показывает анализ литературы,

основные закономерности формирования структуры лазерно-напыленных покрытий не отличаются от общих законов кристаллизации и фазовых переходов, присущих традиционным методам напыления. Например, структура покрытия, напыленного лазерным излучением, также зависит от температуры, материала подложки и ее ориентации (для монокристаллов), фазового и энергетического состояния продуктов, поступающих на подложку.

Существенные отличия конденсации и формирования структуры при лазерном напылении, в основном, связаны с такими свойствами ЛЭФ, как его сложный фазовый и энергетический состав. Значительное различие суммарной разницы продуктов эрозии, поступающих за один импульс лазерного излучения (или в единицу времени при импульсно-периодическом и непрерывном режимах), при сравнении с массой подложки в сочетании с высокой энергетичностью потока частиц позволяет варьировать условия конденсации и получать весь спектр – от аморфной до монокристаллической, что свидетельствует о преимущественном влиянии теплофизических условий конденсации. Это позволяет существенно расширить технологические возможности процессов лазерного напыления, включая в число параметров управления такие факторы, как скорость поступления продуктов конденсации, расстояние мишень-подложка, плотность мощности лазерного излучения. Становится значимым и такой параметр процесса, как частота поступления порций конденсата на подложку при частотном и импульсно-периодическом лазерном напылении, которая позволяет поддерживать необходимый уровень температуры и условия конденсации.

Для лазера, работающего в непрерывном режиме, становится важным и общее время напыления: тонкие ($< 0,1$ мкм) и толстые (2–3 мкм) пленки, напыленные на различные подложки (стекло, кварц, GaF_3 , $NaCl$, KBr , KCl) излучением непрерывного CO_2 -лазера в течение 15 минут, характеризуются аморфной структурой. Такие по толщине пленки, напыляемые на кварц и GaF_3 , при времени напыления 30 минут и больше уже проявляют поликристаллическую структуру. Причем на кварце кристаллиты становятся заметны раньше и имеют большие размеры.

Следует отметить существенную неоднозначность зависимости напыляемой структуры от подложки. С одной стороны, сохраняется традиционная зависимость структуры пленки от подложки: монокрис-

таллические подложки способствуют формированию более плотных и однородных пленок. С другой стороны, структура подложки очень часто (стекло, кварц, флюорит, кремний, сколы $NaCl$) практически не влияют на структуру лазерно-напыленных пленок.

Электрические свойства пленок

Свойства пленок, в том числе и электрофизические, во многом зависят от структуры и степени совершенства напыленного покрытия, что справедливо и для лазерного напыления. Технологические возможности лазерного напыления позволяют получить пленки различных материалов, обладающих электрофизическими свойствами, изменяющимися в широком диапазоне - от диэлектрических до сверхпроводящих.

Легко объяснить тот факт, что реже всего используют лазерное напыление проводников, то есть обычные металлические пленки, так как эти покрытия гораздо проще и дешевле получить традиционными методами. Исключение, пожалуй, составляют случаи, когда требуется реализовать специфические свойства покрытия, например, получить сверхтонкие слои требуемой кристаллической структуры и ее ориентированности. Более широкое распространение получило лазерное напыление диэлектрических покрытий, что в первую очередь связано с простотой процесса напыления, обусловленного легкостью лазерного распыления материалов, обладающих диэлектрическими свойствами, особенно оксидов различных элементов, имеющих, как правило, высокие температуры плавления и испарения. Для напыления оксидных диэлектриков наиболее эффективно использование CO_2 -лазера, работающего в частотном и непрерывном режимах, что обусловлено высокой поглощательной способностью оксидов на длине волны излучения $\lambda = 10,6$ мкм. Элементный состав и структура диэлектрических покрытий легко корректируется при напылении в химически активной разряженной среде, когда в качестве варьируемых параметров можно использовать парциальное давление и состав газовой среды. Промежуточными (по электропроводности) свойствами между диэлектрическими и резистивными покрытиями обладают лазерно-напыленные пленки на основе оксидов олова, кадмия, сурьмы и индия.

Величина электропроводности оксидных пленок связана нелинейно с количеством адсорбированных газов и их элементным

составом. Так, при напылении оксида индия с большой (до 10 %) добавкой оксида олова после отжига достигается сопротивление порядка $10^2 - 10^4$ Ом. Добавочное облучение пленки УФ - излучением снижает величину поверхностного сопротивления еще на один порядок. Стабильность характеристик процесса лазерного напыления и эффективная скорость испарения материала мишени и ее конденсации на подложке позволяют не только получать резистивные пленки с высокой стабильностью электрических параметров, но и получать фоторезистивные органические покрытия.

Порядок выполнения работы

1. Включить лазер ЛГН-703, произвести его калибровку, ввод его излучения в вакуумную камеру и фокусировку на мишень. В качестве испаряемых мишеней использовать SiO_2, TiO_2, ZrO_2 (по указанию преподавателя).

2. Подготовить подложки из плавленного кварца СБ-1 стекла КР для нанесения пленок.

3. Включить вакуумную установку УВН-73П-2. Запустить механический насос ВН-18Г. Откачать форвакуумную магистраль до давления $P < 1 \cdot 10^{-2}$ мм.рт.ст.

4. Отключить клапан откачки форвакуумной магистрали, включить байпасную магистраль и достичь давления $P < 1 \cdot 10^{-2}$ мм.рт.ст.

5. Включить паромасляный насос Н-5, предварительно открыв вентиль охлаждения контура паромасляного насоса. Вывести насос в рабочий режим, включить охлаждение ловушки. Открыть высоковакуумный затвор, произвести откачку камеры до давления $P < 1 \cdot 10^{-4}$ мм.рт.ст.

6. Включить лазер ЛГН-703. Используя систему контроля толщины получаемых пленок, нанести пленки указанных материалов заданной толщины.

7. Отключить лазер, отключить установку УВН-73П-2.

Контрольные вопросы

1. Оборудование для лазерного напыления пленок.
2. Физические процессы, протекающие в лазерном эрозионном факеле.
3. Особенности получения тонкопленочных покрытий методом лазерного испарения.

Литература

1. Вендик О.Г., Горин Ю.Н., Попов В.Ф. Корпускулярно-фотонная технология. - М.: Высшая школа, 1984. - 240 с.
2. Сурменко Л.А. и др. Лазерное напыление материалов, применяющихся в электронной технике. Ч.1. Сер.7. Вып.6(1440) - М.: ЦНИИ Электроника. - 52 с.
3. Рэнн Дж. Действие мощного лазерного излучения. - М.: Мир, 1974. - 470 с.

ИЗУЧЕНИЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО МЕТОДА ПОЛУЧЕНИЯ
ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: изучить технологические основы получения тонких пленок ионно-плазменным распылением.

ПРИБОРЫ И ПРИНАДЛЕЖНОСТИ: установка УВН-73П-2, высоковольтный блок питания, боллоны с кислородом и аргоном, редуктор и игольчатый натекатель, мишени из титана, тантала, циркония, никеля, молибдена, подложки из стекла К8, поликора, кварца С5-1.

Теоретическое введение

При бомбардировке поверхности твердого тела (мишеней) ионами может произойти множество явлений. Какое из них будет иметь преобладающее значение, зависит в большей степени от кинетической энергии бомбардирующих ионов E .

При $E < 5$ эВ ион либо отразится от поверхности мишени, либо придет с ней в термическое равновесие, отдав веществу мишени избыточную энергию. За счет этой энергии могут активизироваться процессы десорбции, химических реакций и т.д. на поверхности мишени.

При E , превышающих некоторое пороговое значение $E_{\text{п}}$ преобладающее значение имеют процессы выбивания атомов поверхности и их выброс в газовую фазу. Этот процесс называется физическим ионным распылением.

В качестве бомбардирующих частиц используются положительные ионы (как правило инертных газов Ne , Kr , Xe , Ar), мишень в системе ионного распыления является катодом (имеет отрицательный потенциал). Поэтому процесс ионного распыления называют катодным. Для ионов Ar^+ , наиболее часто использующихся в качестве бомбардирующих, значения $E_{\text{п}}$ колеблются в зависимости от вещества мишени в интервале 7 - 40 эВ. Физической моделью катодного распыления является так называемая модель "атомного бильярда", состоящая в том, что атом мишени переходит в газовую фазу за счет кинетической энергии, полученной от иона в результате ряда последовательных независимых парных столкновений атомов мишени.

При энергии бомбардирующих ионов $E > 5$ кэВ преобладающим процессом является проникновение ионов вглубь вещества мишени, в результате чего в нем образуются различного рода радиационные дефекты.

Для тонкопленочной технологии интерес представляет процесс катодного распыления, интенсивно протекающий при бомбардировке мишени ионами с кинетической энергией, лежащей в пределах $5 - 5 \cdot 10^3$ эВ.

Основными параметрами катодного распыления являются: коэффициент катодного распыления S , пороговая энергия распыления E_{II} , скорость распыления E_{II} , средняя кинетическая энергия распыленных частиц T . Рассмотрим эти параметры подробнее.

1. Коэффициент катодного распыления S - число распыленных атомов, приходящихся на один ион:

$$S = N_a / N_O \quad (1)$$

где N_a - число распыленных атомов вещества

N_O - число бомбардирующих ионов.

В процессе распыления часть распыленных атомов переходит в ионизированное состояние. Для определения числа распыленных ионов вводят коэффициент распыления ионов (коэффициент вторичной ионной эмиссии) K_{II} :

$$K_{II} = N_u / N_O = \alpha N_a / N_O = \alpha S \quad (2)$$

где α - степень ионизации потока распыленных частиц вещества.

Коэффициент распыления S зависит от ряда величин, важнейшими из которых являются энергия бомбардирующих ионов E , угол падения ионного пучка на поверхность мишени α , атомные номера Z_u , Z_a и массы M_u , M_a элементов бомбардирующих ионов и атомов мишени соответственно.

Зависимость коэффициента распыления как от природы иона (т.е. Z_u), так и от природы атомов мишени (т.е. Z_a) обнаруживает периодичность, обусловленную периодичностью физико-химических свойств атомов. Наибольшие коэффициенты распыления характерны для ионов инертных газов, наименьшие - для ионов элементов, расположенных в центральных столбцах периодической системы. Причем коэффициенты распыления изменяются значительно сильнее в зависимости от Z_u (в 100 и более раз), чем в зависимости от Z_a (~ в 10 раз).

Зависимость $S(E)$ имеет сложный характер:
при $E < E^*$

$$S = k E, \quad (3)$$

$$\text{где } k = \frac{3\beta \frac{M_u M_a}{\pi^2 (M_a + M_u)^2 2E_0}}$$

E_0 - энергия сублимации

$\beta = 0,2 - 1,0$;

при $E > E^*$

$$S = B \sqrt{E}, \quad (4)$$

где B - сложная функция M_u, M_a, Z_u, Z_a .

Энергия E^* , при которой изменяется характер зависимости $S(E)$, определяется следующим образом:

$$E^* = 615 \alpha^2 Z_u Z_a \left[(M_u + M_a) / M_a \right];$$

где $\alpha = 0,885 \alpha_0 z^{-1/3}$ - параметр экранирования,

$\alpha_0 = 0,55 \cdot 10^{-10} M$ - боровский радиус.

На рис.1 показана зависимость коэффициента распыления различных материалов ионами Ar^+ от энергии нормально падающих ионов.

Если распыление мишени производится ионным пучком, то наблюдается сильная зависимость коэффициента распыления от угла падения ионного пучка α (см. рис.2). Для многих материалов $S(\alpha)$ может быть записана в виде:

$$S(\alpha) = S(0) \cos \alpha,$$

где $S(0)$ - коэффициент распыления при нормальном падении ионов.

2. Пороговая энергия распыления $E_{\text{п}}$ - минимальная энергия ионов, при которой наблюдается заметное распыление. Чтобы оторвать атом от поверхности вещества, необходимо затратить энергию смещения $E_{\text{см}}$. Обычно $E_{\text{см}}$ оценивают по энергии сублимации $E_{\text{суб}}$ вещества. При сублимации происходит удаление атомов с поверхности, где действует только половина связей. Чтобы удалить атом из объема вещества, необходимо затратить энергию $2E_{\text{суб}}$. Так как при этом происходит и смещение соседних атомов, то для аморфных и поликристаллических материалов принято, что $E_{\text{см}} \approx 4E_{\text{суб}}$. Значение $E_{\text{см}}$ для большинства материалов лежит в интервале 10-30 эВ. Если известна для вещества $E_{\text{см}}$, то пороговая энергия распыления

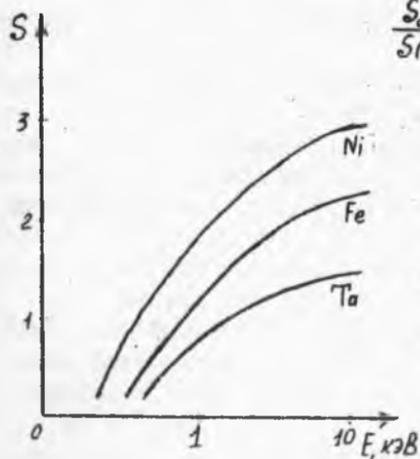


Рис.1 Зависимость коэффициента катодного распыления материалов от энергии ионов.

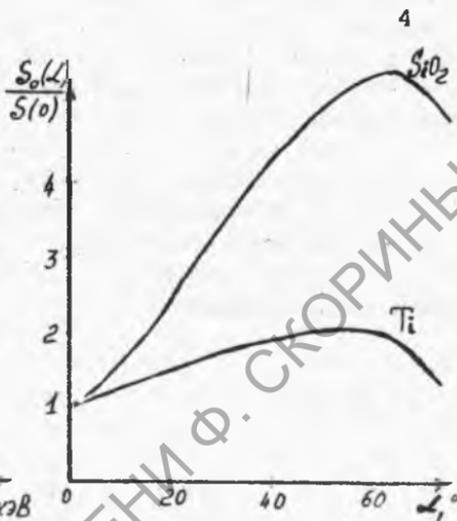


Рис.2 Зависимость коэффициента катодного распыления от угла падения ионов.

легко может быть найдена:

$$\eta = \frac{(M_u + M_a)^2}{2M_u \cdot M_a} \cdot E_{cm}$$

3. Скорость распыления V_p - толщина слоя мишени, удаляемого при распылении в единицу времени. Она может быть рассчитана следующим образом (в мкм/с):

$$V_p = 0,104 (M_a S / \rho) j_i, \quad (6)$$

где ρ - плотность материала мишени, г/см³

j_i - плотность ионного тока, А/см².

При практических ориентировочных оценках скорости ионного распыления удобно пользоваться не значениями коэффициента распыления S , а параметром $\gamma = M_a S / \rho$. На рис.3 приведены зависимости $V_p = f(j_i)$ при различных значениях параметра γ .

4. Распыленные частицы покидают мишень с различными скоростями, и охарактеризовать этот процесс можно, воспользовавшись понятиями среднеквадратичной скорости или средней кинетической энергии. Основные результаты экспериментальных исследований можно обобщить следующим образом:

- атомы, испускаемые под малыми углами к поверхности мишени, обладают более высокими энергиями*

- средняя кинетическая энергия распыляемых атомов с увеличением энергии бомбардирующих ионов растет и при $E \sim 1$ кэВ приближается к постоянной величине. В то же время S еще увеличивается почти пропорционально E^*

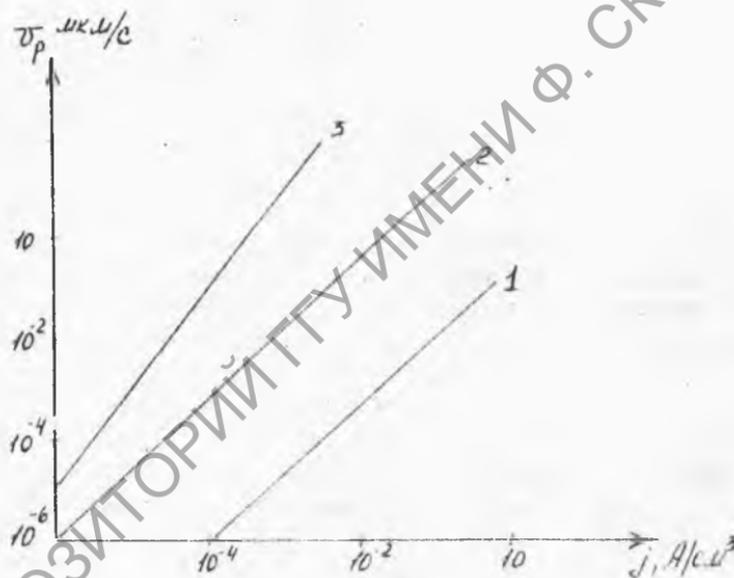


Рис.3. Зависимость скорости распыления от плотности ионного тока при различных значениях параметра γ :

$$1 - 1 \frac{\text{ат} \cdot \text{см}^3}{\text{ион} \cdot 2}; \quad 2 - 100 \frac{\text{ат} \cdot \text{см}^3}{\text{ион} \cdot 2}; \quad 3 - 1000 \frac{\text{ат} \cdot \text{см}^3}{\text{ион} \cdot 2};$$

- материалы с более высоким коэффициентом распыления имеют, как правило, меньшие энергии испускания.

Ионное распыление материалов с целью нанесения пленок осуществляется на промышленных установках, в которых применяются различные схемы распылительных устройств (схемы устройств прилагаются).

В диодных распылительных устройствах рабочее давление поддерживается на уровне 10^{-1} Па. Между держателем подложки (анодом) и мишенью (катодом) зажигается самостоятельный тлеющий разряд в атмосфере инертного газа. В установках этого типа достигаются относительно малые скорости распыления (0,02-0,03 мкм/мин.). Поэтому получить чистые пленки трудно.

В триодных системах используются термокатод, эмитирующий электроны. Давление в таких системах составляет 10^{-1} Па, а основной разряд развивается между термокатодом и анодом. На мишень подается отрицательный относительно плазмы потенциал.

В тетродной системе в установку введен дополнительный анод, располагаемый вблизи термокатода. В результате эффективность ионизации рабочего газа повышается, и разряд устойчив вплоть до давления 10^{-2} Па.

Устройство с дополнительным ионным источником позволяет регулировать энергию ионов и их общий ток. Процесс нанесения пленок осуществляется в вакууме $\sim 10^{-3}$ - 10^{-4} Па. При этом появляется возможность распылять пленки одновременно из нескольких тиглей.

Эффективным источником ионов любого токопроводящего материала является вакуумно-дуговой плазменный ускоритель. Дуга в парах материала катода возбуждается между сменным катодом и коаксиально расположенным анодом. Магнитное поле позволяет регулировать плотность заряженных частиц в плазме и способствует стабильности горения разряда. Дополнительный напуск химически активных газов позволяет выращивать пленки сложных соединений.

В магнетронных системах аномальный тлеющий разряд подерживается между катодом (держателем мишени) и анодным сетчатым электродом. Плазма разряда существует только в непосредственной близости от мишени. Значительная замагниченность электронов у ее поверхности способствует повышению эффективности ионизации. Скорость распыления в этих системах достигает $\sim 0,3 - 2$ мкм/мин.

В устройствах с источником Кауфмана дуговой разряд горит между термокатодом и цилиндрическим анодом. Ионы вытягиваются с помощью системы сетчатых электродов в виде потока диаметром 75-100 мм. Объемный заряд пучка можно компенсировать электронами из катода-нейтрализатора.

В системах высокочастотного распыления с высокой эффективностью распыляются диэлектрические и полупроводниковые мишени. При давлении рабочего газа $\sim 10^3$ Па проводится напыление пленок со скоростью $\sim 10^{-2}$ мм/мин.

Порядок выполнения работы

1. Включить вакуумный агрегат установки УВН-73П-2, откачать форвакуумную магистраль до остаточного давления $5 \cdot 10^{-2}$ мм.рт.ст. и включить нагреватель паромасляного насоса.

2. Открыть камеру и установить мишень из Ti , Mo , Ta , Zr , Ni (по указанию преподавателя). Очистить с помощью хромовой смеси подложки и закрепить в держателе на карусели в рабочей камере.

3. Откачать рабочую камеру до давления $5 \cdot 10^{-2}$ мм.рт.ст. и открыть высоковакуумный затвор, предварительно убедившись в выходе паромасляного насоса на режим. Получить вакуум в рабочей камере не хуже $5 \cdot 10^{-4}$ мм.рт.ст.

4. Открыть редуктор подачи рабочего газа и с помощью игольчатого натекателя получить парциальное давление в камере в пределах $1 \cdot 10^{-1}$ - $4 \cdot 10^{-2}$ мм.рт.ст.

5. Подать с высоковольтного блока питания постоянное напряжение, убедиться в появлении плазмы тлеющего разряда в камере. Подавать напряжение в пределах от 1 до 10 кВ (по указанию преподавателя).

6. Установить ток при горении плазмы разряда в пределах 300 - 500 мА, открыть заслонку и нанести пленку на подложку в течение 10-15 мин.

7. Закрыть заслонку, отключить высоковольтный блок питания, закрыть редуктор и закрутить игольчатый натекатель по часовой стрелке до упора.

8. Открыть рабочую камеру. Выключить вакуумный агрегат, поставив его на режим автоматического отключения.

Контрольные вопросы

1. Физический механизм распыления материалов под действием ионной бомбардировки.
2. Основные параметры ионного распыления.
3. Варианты схем устройств для ионного распыления.

Литература

1. Технология тонких пленок / Под ред. Л. Майссела, Р. Гленга.- М.: Сов. радио, 1977. Т.1.- 662 с.
2. Вендик О.Г., Горин Д.Н., Попов В.Ф. Корпускулярно-фотонная технология.- М.: Высшая школа, 1984.- 240 с.
3. Курносов А.И., Юдин В.В. Технология производства полупроводниковых приборов и интегральных микросхем.- М.: Высшая школа, 1986.- 368 с.

ИЗУЧЕНИЕ ЛАЗЕРНОГО ТЕРМОУПРОЧНЕНИЯ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: Освоить методику проведения измерений микротвердости на приборе ПМТ-3; изучить особенности технологического процесса лазерного термоупрочнения и закалки пленочных элементов.

ПРИБОРЫ И ПРИНАДЛЕЖНОСТИ: Микротвердомер ПМТ-3, лазерная установка термообработки "Квант-15", пленочные элементы, тонкие фольги из меди, алюминия, латуни, шлифовальная бумага: 60-240.

Теоретическое введение

Большинство лазерных технологических процессов основывается на тепловом действии лазерного излучения на непрозрачные среды. Процесс взаимодействия излучения лазера с веществом достаточно хорошо изучен и в широком диапазоне плотностей потоков вплоть до 10^9 Вт/см² удовлетворительно описывается тепловой моделью, согласно которой воздействие луча лазера на непрозрачные среды можно условно разделить на несколько характерных стадий:

- 1) поглощение светового потока и передача его энергии тепловым колебаниям решетки твердого тела; нагревание вещества без его разрушения;
- 2) развитие испарения вещества в зоне действия луча лазера и разлет продуктов разрушения;
- 3) остывание вещества после окончания действия лазерного излучения.

В материале протекают диффузионные и химические процессы, а также фазовые превращения, оказывающие существенное влияние на характер воздействия излучения лазера на вещество. Количество поглощенной энергии зависит от оптических и теплофизических свойств материалов, особенно для металлов, и с увеличением длины волны излучение уменьшается. Отражательная способность для большинства металлов в оптическом диапазоне составляет 70-95%, а коэффициент поглощения составляет $\sim 10^5 - 10^6$ см⁻¹.

Стадию нагрева вещества излучением лазера следует считать основной при анализе и исследовании ряда технологических процессов, выполняемых без разрушения материалов (термообработка, пайка

и др.). Для технологических процессов с использованием лазеров, в том числе термообработка, значительный интерес представляет рассмотрение ряда интегральных характеристик стадии нагрева, таких, как распределение температуры в металле в области обработки, скорости нагрева и охлаждения, глубина прогретого слоя. Такие характеристики можно получить из решения задач теплопроводности. Вводя параметр $b = T_{\text{зак}} / T_{\text{пов}}$ (где $T_{\text{зак}}$ - температура нагрева под закалку для данной стали; $T_{\text{пов}}$ - температура на поверхности), можно найти глубину закаленного слоя $Z_{\text{зак}}$ в центре светового пятна:

$$\operatorname{erfc} \left[\frac{Z_{\text{зак}}}{2\sqrt{\alpha\tau}} \right] = \frac{b}{\sqrt{\pi}} \quad (1)$$

где τ - длительность импульса излучения лазера,
 α - коэффициент теплопроводности.

Поверхность металла в центре пятна нагрева к моменту окончания импульса излучения лазера имеет наибольшую температуру, определить которую можно из выражения:

$$T_{\text{пов}} = 2g_0 \sqrt{\alpha\tau} / (\sqrt{\pi} \lambda) \quad (2)$$

Скорость нагрева в общем случае в зоне воздействия луча лазера без существенного разрушения поверхности металла определяется следующим образом:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{q_0 \sqrt{\alpha}}{\lambda \sqrt{\tau}} \frac{1}{\sqrt{\pi}} e^{-z^2/4\alpha\tau} \quad (3)$$

где λ - коэффициент теплопроводности,
 q_0 - плотность мощности теплового источника.

Например, для стали 45 при $q_0 = 10^5 \text{ Вт/см}^2$, $\tau = 1 \text{ мс}$, $\alpha = 0,1 \text{ см}^2/\text{с}$, $\lambda = 0,335 \text{ Вт/(см}^{\circ}\text{C)}$ на глубине $Z = 10^{-3} \text{ см}$ скорость нагрева $\partial T/\partial t = 1,7 \cdot 10^{60} \text{ C/с}$, а на поверхности зоны обработки $\partial T/\partial t = 1,6 \cdot 10^{60} \text{ C/с}$. С увеличением глубины при постоянной длительности излучения лазера скорость нагрева материала уменьшается. Так, для глубины $Z = 5 \cdot 10^{-2} \text{ см}$ $\partial T/\partial t = 3,38 \cdot 10^{30} \text{ C/с}$, а для $Z = 10^{-1} \text{ см}$ $\partial T/\partial t \approx 0$.

Распределение градиента температуры по глубине прогретого слоя описывается выражением:

$$\partial T / \partial Z = -q_0 / \lambda \operatorname{erfc} (Z / (2\sqrt{\alpha t})) \quad (4)$$

При приведенных выше параметрах импульса излучения лазера для стали 45 на поверхности ($Z = 0$) получено $\partial T / \partial Z = -4,8 \cdot 10^5 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{см}$, а на глубине $Z = 5 \cdot 10^{-3} \text{ см}$ $\partial T / \partial t = -2,7 \cdot 10^5 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{см}$.

Следует отметить, что одинаковые значения градиента температуры по глубине при более высоких значениях времени t (но не превосходящих длительность импульса лазера) охватывают большие значения Z , чем при меньших t . Так, $\partial T / \partial t$ при $t = 1 \text{ мс}$ сохраняет значение, равное $2,5 \cdot 10^{50} \text{ } ^\circ\text{C}/\text{см}$ вплоть до $Z = 5 \cdot 10^{-3} \text{ см}$; то же значение $\partial T / \partial Z$ при $t = 10^{-5} \text{ с}$ наблюдается лишь при $Z = 5 \cdot 10^{-4} \text{ см}$.

Особенности лазерной обработки, заключающиеся в больших скоростях нагрева и охлаждения, недостижимых при других способах обработки материалов, должны приводить к существенным изменениям их свойств в зонах воздействия. В то же время величина изменений структуры, состава и свойств обрабатываемых материалов наряду с другими факторами, например, технологическими параметрами обработки, в значительной мере обуславливает эффективность лазерной технологии поверхностного упрочнения широкого круга металлов, сплавов.

Зоны действия излучения лазера в режиме свободной генерации в образцах из армко-железа, сталей 20, 45, У8, серого и белого чугунов состоят из двух слоев, между которыми наблюдается четкая граница раздела, обусловленная тем, что металл в первом слое накопился в жидком состоянии.

Характерной особенностью микроструктуры первого слоя большинства исследованных материалов (кроме сталей ХВГ и ШХ 15) является его столбчато-дендритное строение. Вследствие высоких скоростей кристаллизации происходит преимущественный рост главных осей дендритов, направленных перпендикулярно к границе раздела слоев.

Электронно-микроскопические исследования (при увеличении $\times 5000$ и более) также подтверждают, что строение столбчатых кристаллов первого слоя является дендритным, при этом вследствие больших скоростей кристаллизации получает значительное развитие микроскопическая упаковка кристаллитов.

В поперечном сечении столбчатые кристаллы выглядят как

равноосные зерна, состоящие из отдельных блоков, ориентированных определенным образом в пределах каждого зерна, причем внутри блоков наблюдаются мелкие дендритные ветви.

В армко-железе в результате воздействия излучения лазера на CO_2 (мощность излучения - 700 Вт - 1кВт, время обработки 5 сек, скорость перемещения 1 м/мин) на неподвижный образец в слое толщиной до 0,55 мм наблюдается измельчение зерна до размеров 10-15 мкм (исходный размер ферритных зерен ~50-60 мкм), проходящее наиболее сильно в слое глубиной до 0,35-0,55 мм. В областях, прилегающих к кратеру, встречаются и более крупные зерна. Микротвердость армко-железа $H_{\mu} = 4000$ МПа. Следует отметить, что фронт расплавления выражен нечетко. Слой, образовавшийся на месте ранее расплавленного металла, обладает значительной пористостью, обусловленной отсутствием достаточного количества элементов-раскислителей.

Три вида поверхностного упрочнения - термоупрочнение (закалка) вследствие структурных изменений в тонком поверхностном слое материала (0,05 - 1,0 мм), плакирование и легирование требуют плотности потока излучения $g \approx 10^4 - 10^5$ Вт/см² и плотности поглощаемой энергии $\sim 10^4$ Дж/см².

Процесс аморфизации протекает при плотности потока излучения $g \approx 10^6 - 10^7$ Вт/см² и плотности поглощаемой энергии $\sim 1 - 10^2$ Дж/см², а ударное упрочнение - при плотности потока $\sim 10^9$ Вт/см², энергии - 10^2 Дж/см² и длительности излучения $\sim 10^{-7}$ сек.

Исходное распределение легирующих примесей в зоне, прилегающей к кратеру, должно быть отлично от конечного. Эффективная глубина внутри материала, где существенны эффекты изменения содержания элементов, не может превышать глубину тепловой диффузии, т.е. $k \alpha t$, где t - суммарная длительность времени нагрева и остывания материала. При $t \approx 10^{-2}$ с, $\alpha = 0,1$ см²/с, длина диффузии $l_g \approx 600$ мкм, здесь k - коэффициент, зависящий от рода материала. Экспериментальные данные не противоречат этому значению. Диффузионная глубина существенно зависит от температурного поля в зоне кратера, так как коэффициент D для большинства случаев:

$$D = D_0 \exp.(-\epsilon^* / kT), \quad (5)$$

где D_0 - предельное значение коэффициента диффузии;
 ϵ^* - энергия активации.

Порядок выполнения работы

1. Включить установку "Квант-15" согласно инструкции по эксплуатации. Подготовить образцы для проведения локального термо рочнения, предварительно обезжирив их и при необходимости отполировав рабочую поверхность.

2. С помощью установки "Квант-15" произвести локальную термообработку образцов со скоростью до 5 импульсов в секунду и диаметром лазерного пятна 2-3 мм. Скорость термообработки должна составлять до 1000 мм/мин. Энергию излучения в монопольном режиме выбирать в диапазоне 5-12 Дж.

3. Снять с рабочего столика термоупрочненные образцы и подготовить для проведения измерений микротвердости.

4. Изучить назначение и инструкцию по эксплуатации микротвердомера ПМТ-3.

5. Установить и закрепить прижимными лапками образец на предметном столике ПМТ-3.

6. Навести на фокус поверхность исследуемого образца, установить на резкость нити окулярного микрометра.

7. Выбрать на поверхности образца место, не подверженное лазерному воздействию, и подвести его под перекрестки нитей окуляра.

8. Выбрать груз и поместить его на шток нагружающего механизма.

9. Произвести вдавливание алмазной пирамиды, для чего медленно и равномерно повернуть рукоятку ориентира на себя.

10. Снять нагрузку и произвести измерение диагонали полученного отпечатка.

11. Повторить пункты 7-10 для нескольких участков поверхности, лежащих в зоне обработки лазером.

12. Определить твердость по формуле: $H_0 = 1854 P/d^2$ кг/мм²,

где P - нагрузка на пирамиду в г*

d - диагональ отпечатка в мк.

13. Провести анализ полученных результатов, полученные результаты записать в таблицу испытаний.

Контрольные вопросы

1. Физические основы упрочнения металлов и сплавов лазерным излучением.
2. Изменение структуры и свойств металлов и сплавов в зонах обработки импульсным лазерным излучением.
3. Воздействие непрерывного лазерного излучения на сплавы на основе железа.
4. Технологические особенности лазерного упрочнения деталей.
5. Процессы массопереноса в зоне кристаллизации термического влияния.

Литература

1. Основы лазерного термоупрочнения сплавов: Учеб. пособие для вузов / А.Г. Григорьянц, А.Н. Сафонов. Под ред. А.Г. Григорьянца.- М.: Высшая школа, 1988.- 159 с.
2. Лазерная и электронно-лучевая обработка материалов: Справочник / Н.Н. Рыкалин, А.А. Углов, И.В. Зуев, А.Н. Кокора.- М.: Машиностроение, 1985.- 496 с.
3. Лазерная технология / В.П. Вейпо, М.Н. Либенсон, А.М. Молочев и др. Обзоры по электронной технике. Вып.: 68 (137). М.: Электроника, 1970.-216 с.

Лабораторная работа № 8

ИЗУЧЕНИЕ ИОННО-ЛУЧЕВОГО МЕТОДА РАСПЫЛЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: изучить технологические основы получения тонких пленок ионно-плазменным распылением.

ПРИБОРЫ И ПРИНАДЛЕЖНОСТИ: установка УВН-73П-2, высокочастотный блок питания, боллон с аргоном, редуктор и игольчатый нагнетатель, мишени из прессованного порошка In_2O_3 и SrO_2 , подложки из стекла К8, поликора, кварца СБ-1, источник ионно-лучевого распыления "Аида-4".

Теоретическое введение

Выбор конкретного типа ионного источника для использования в технологической этой установке осуществляют на основе их основных технических характеристик. Ионный поток характеризуют следующие основные параметры:

1) общий ток ионного пучка, максимальное значение которого определяется в первую очередь яркостью источника; обычно яркость ионных источников не превышает $100 \text{ A/cm}^2 \cdot \text{sr}$;

2) однородность, определяемая составом пучка по массам, а также зарядность ионов;

3) распределение ионов по энергиям;

4) стабильность тока;

5) расходимость.

Эксплуатационные особенности ионных источников определяются следующими характеристиками:

1) тип источника в зависимости от вида ионообразования;

2) режим работы (стационарный или импульсный);

3) возможность ионизации веществ в их различных состояниях (газ, жидкость, твердое тело);

4) коэффициент использования рабочего вещества;

5) энергия ионов на выходе;

6) необходимость в принудительном охлаждении.

Наиболее простым по конструкции является источник с поверхностной термической ионизацией. Принцип его действия основан на

явлении поверхностной ионизации, когда адсорбирующиеся на разогретой поверхности атомы, имеющие меньший потенциал ионизации, чем работа выхода электронов из адсорбента, отдают ему свой внешний электрон. Конструкция такого источника может состоять из прямоканального вольфрамового ядра, на поверхность которого помещают соль щелочного или щелочноземельного металла (например, KI, NaCl, CaCl₂ и др.). Получаемые ионные потоки положительных (Na⁺, Cs⁺, K⁺ и т.д.) или отрицательных (I⁻, Cl⁻, Br⁻ и др.) характеризуются малым энергетическим разбросом, относительной чистотой состава. Плотность ионных токов не превышает 10⁻⁴ - 10⁻³ А/см².

Широкое распространение получили источники с ионизацией электронным ударом. Примерами таких источников могут быть пеннинговские, плазмотронные, дуговые, высокочастотные и др.

На рис. 1. представлена схема одного из типов пеннинговских источников с горячим катодом.

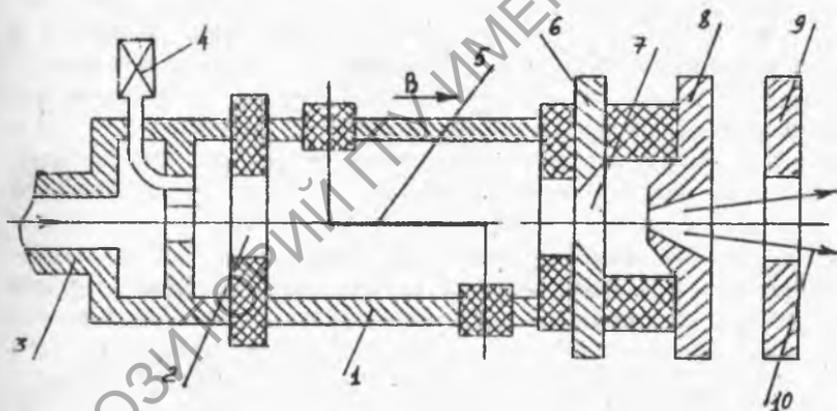


Рис.1. Источник ионов типа источника Пеннинга

1 - камера; 2 - система напуска газа; 3 - диафрагма; 4 - манометрический преобразователь; 5 - термоэлектрод; 6 - антикатод; 7 - отверстие для формирования ионного пучка; 8 - вытягивающий электрод; 9 - ускоряющий электрод; 10 - поток ионов

В цилиндрическую камеру - анод 1 (диаметром 30-50 мм и длиной 80-100 мм) подается поток рабочего газа через систему 2. Диафрагма 3 равномерно распределяет поток газа по сечению камеры. Вдоль оси ионизационной камеры натянут прямоканальный вольфрамовый проволочный термокатод 5. Эмиттируемые им электроны ускоряются к аноду - внутренней поверхности камеры. С обоих концов камера ограничена антикатадами 6, находящимися под потенциалом катода и ограничивающими движение электронов в осевом направлении. Разрядная камера помещена в постоянное магнитное поле, направленное по ее оси. Магнитная индукция поля такова, что максимальный циклотронный радиус при движении электронов не превышает радиус камеры. Электроны длительное время осциллируют внутри камеры, осуществляя ионизацию молекул газа. Через отверстие 7 в одном из антикатодов происходит извлечение ионов из разряда с помощью внешнего электрода 8. Потенциал на этом электроде определяет энергию ионов в потоке. В этом типе источников ионов падение напряжения в разряде составляет сотни вольт, магнитная индукция $5 \cdot 10^{-3}$ Тл, а диапазон рабочих давлений - 0,1 - 1 Па.

Во многих установках находят применение ионные источники в высокочастотном (ВЧ) разряде. Ускоряясь в электрическом высокочастотном поле, электроны приобретают энергию, достаточную для ионизации атомов рабочего газа. В диапазоне давлений 10^{-10} - 10^{-2} Па в рабочей камере источника поддерживается разряд. Плазма этого разряда и является поставщиком ионов. При наложении внешнего магнитного поля эффективность источника повышается. ВЧ источники различаются по способу возбуждения разряда (емкостные, индуктивные), по направлению внешнего магнитного поля (продольное или поперечное по отношению к оси разряда в источнике), по мощности и общим выходным токам. На рис. 2 изображена схема ионного ВЧ источника с поперечным магнитным полем. От внешнего ВЧ генератора мощность подается на индуктор 1, между витками которого расположена кварцевая колба 2. Внутри колбы поддерживается разряд в рабочем газе. В рассматриваемой конструкции реализуется разряд Н-типа, наведенный радиальной составляющей электрического поля индуктора. Чтобы исключить прямое взаимодействие плазмы с металлическими электродами, поверхность анода 6 экранирована кварцевой вставкой 5. Соосно с отверстием во вставке юстируется цилиндрический канал в вытягивающем электроде 7. ВЧ источники при отно-

сительной простоте конструкции надежны и удобны в работе, обладают высокой газовой экономичностью, но создают ВЧ помехи в измерительных каналах.

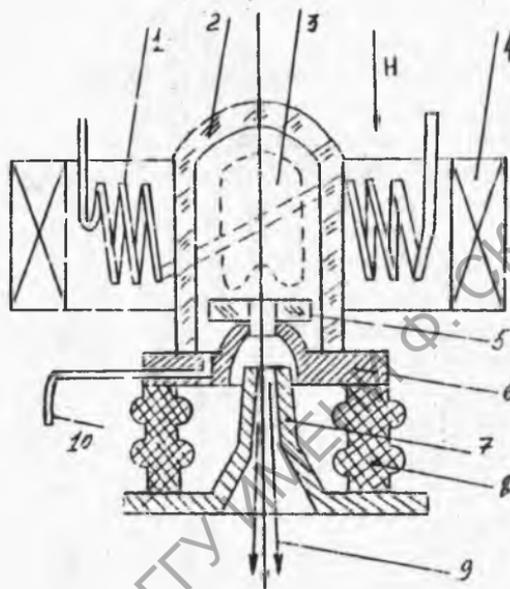


Рис.2. Высокочастотный ионный источник:

1 - индуктор; 2 - колба; 3 - зона раздела; 4 - катушка электромагнита; 5 - экран; 6 - анод; 7 - вытягивающий электрод; 8 - изолятор; 9 - ионный пучок; 10 - система напуска газа

Эффективными ионными источниками являются источники на основе дугового разряда. Концентрацию ионов в них увеличивают или механическим путем, пережимая разряд сужением внутреннего канала специального электрода, или формируя плазменный разряд и уменьшая его поперечное сечение воздействием внешнего магнитного поля с необходимой конфигурацией силовых линий. Способ двойного сжатия плазмы разряда реализуется в дуоплазматронах. На рис.3 приведена схема дуоплазматрона с термокатодом. Термокатод 2 эммитирует электроны, которые ускоряются электрическим полем к промежуточному электроду 3.

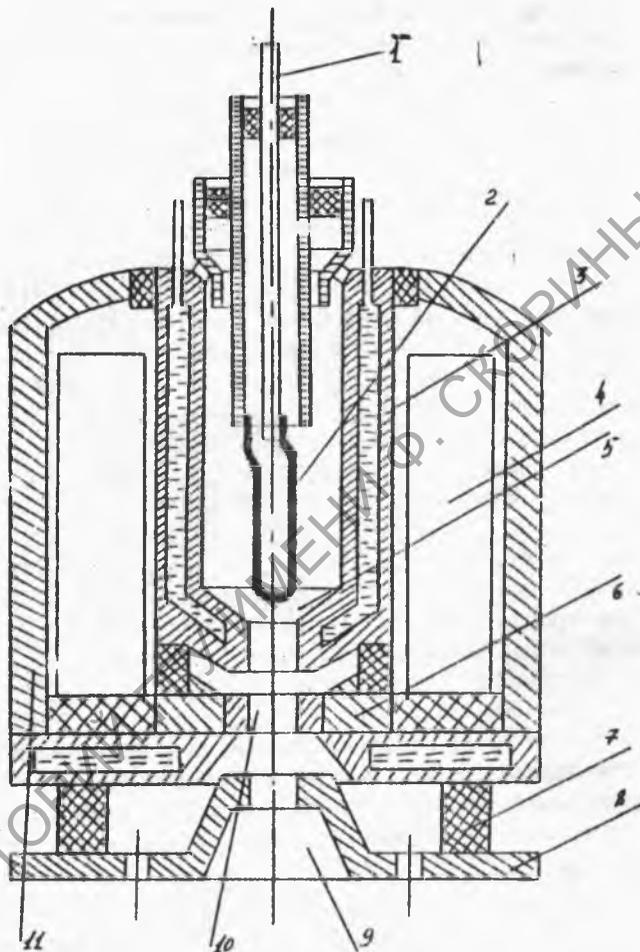


Рис.3. Конструкция дуоплазматрона:

1 - система напуска газа; 2 - термокатод; 3 - промежуточный электрод; 4 - обмотка электромагнита; 5 - область начального зажигания разряда; 6 - анод; 7 - изолятор; 8 - вытягивающий электрод; 9 - выход ионного пучка; 10 - тугоплавкая анодная вставка; 11 - корпус.

При рабочем давлении $0,1 - 1$ Па между ними зажигается дуговой разряд. После включения напряжения на основной анод 6 разряд перебрасывается на него. Внутренний канал промежуточного электрода механически сжимает разряд, а магнитное поле в зазоре стягивает плазменный разряд в шнур малого диаметра. В результате концентрация заряженных частиц увеличивается до $10^{13} - 10^{14}$ ион/см³. Именно эта область плазмы, примыкающая к анодному отверстию, и является поставщиком ионов. Их извлечение осуществляется электрическим полем, приложенным между анодом и вытягивающим электродом 8. Практически все конструкции дуоплазмотронов отличаются высокой газовой экономичностью, почти полной (~ 90%) степенью ионизации газа.

Из любого типа источника ионы необходимо извлекать с наибольшей эффективностью, ускорить до энергий, необходимых для технологических целей, выделить поток ионов с заданной массой M , (сепарировать поток). Для этого используются различного рода системы формирования и сепарации. Первичное формирование ионных пучков осуществляется с помощью систем типа пушек Пирса. В режиме пространственного заряда изменение вытягивающего напряжения ($U_{\text{ввт}}$, обычно выбирают в пределах от 3 до 15 кВ) приводит к изменению расстояния между границей плазмы и вытягивающим электродом так, что плотность ионного тока должна оставаться постоянной. Это условие реализуется при

$$U_{\text{ввт}}^{3/2} / d^4 = \text{const}$$

Для сообщения ионам более высоких энергий используют два типа систем ускорения в одиночном зазоре между двумя электродами и в многозазорных ускорительных секциях. Ускорение в одиночных зазорах обеспечивает повышение энергии ионов до 20-40 кэВ. В секционных ускорительных устройствах энергия ионов постепенно возрастает на 15 - 20 кэВ в каждом зазоре, количество секций может доходить до 25; в промышленных установках с их помощью увеличивают энергию ионов до 350 - 400 кэВ.

Чтобы сфокусировать ионные пучки с энергией от сотен электронвольт до ~ 500 кэВ, наиболее подходящими являются электростатические линзы. Для ионов с энергиями ~ 10^6 эВ целл зообразно применение магнитных фокусирующих систем. Особенность фокусировки ионных пучков по сравнению с электронными связано с проявле-

нием сильного электростатического расталкивания ионов при больших плотностях ионного тока. Это приводит к увеличению размеров пучка, затрудняет фокусировку до малых поперечных размеров. Собственный пространственный заряд потока может значительно исказить распределение электрических полей в линзах. Так как плотность объемного заряда ионов при равных плотностях токов и ускоряющих направлениях превышает плотность заряда в электронных пучках в $\sqrt{M_i/m_e}$ раз (для ионов аргона это увеличение составляет ~ 300), то при сравнении ионных пучков с электронными целесообразно пользоваться значением эквивалентного перванса:

$$P_i = \frac{I}{U^{3/2}} \left(\frac{M_i}{m_e} \right)^{+1/2}$$

Для ионных потоков уширение пучка начинает проявляться при первансах, превышающих $10^{-9} - 10^{-8} \text{ А/В}^{3/2}$. Эффективным методом снижения влияния пространственного заряда считается нейтрализация его вводимыми из посторонних источников электронами. Основными видами aberrаций электростатических линз являются сферическая и хроматическая aberrации. С целью уменьшения сферической aberrации ограничивают диаметр ионного пучка так, чтобы он был в 3-5 раз меньше апертуры электроде линзы. Для снижения хроматической aberrации используют высокую степень стабилизации вытягивающих, ускоряющих и фокусирующих напряжений, например $\Delta U_{\text{выт}}/U_{\text{выт}} < 10^{-4}$.

Сепарация ионного пучка с целью выделения потока ионов с заданной массой M основана на взаимодействии движущихся ионов с магнитными и электрическими полями. В устройствах используются как постоянные так и переменные ВЧ электрические поля. Наибольшее распространение получили следующие устройства сепарации: с постоянным магнитным полем, с взаимно ортогональным магнитным и электрическим полями (фильтр Вина), с одновременным воздействием постоянного и переменного электрических полей.

Поясним принцип разделения (сепарации) ионов по M_i/q (q -заряд иона) в однородном магнитном поле (рис.4). На ионы, влетающие вдоль оси OY в магнитное поле, направленное перпендикулярно плоскости XOZ , действует сила Лоренца. В результате ионы движутся по окружности с радиусом r :

$$r = (1,4395 \cdot 10^6 / \text{В}) \sqrt{ (M_i \cdot U_{\text{уск}}) / q } \quad (1)$$

где B - магнитная индукция, Тл;
 $U_{\text{уск}}$ - ускоряющее напряжение, В;
 M_i - масса иона, а.е.м.;
 n - кратность заряда иона.

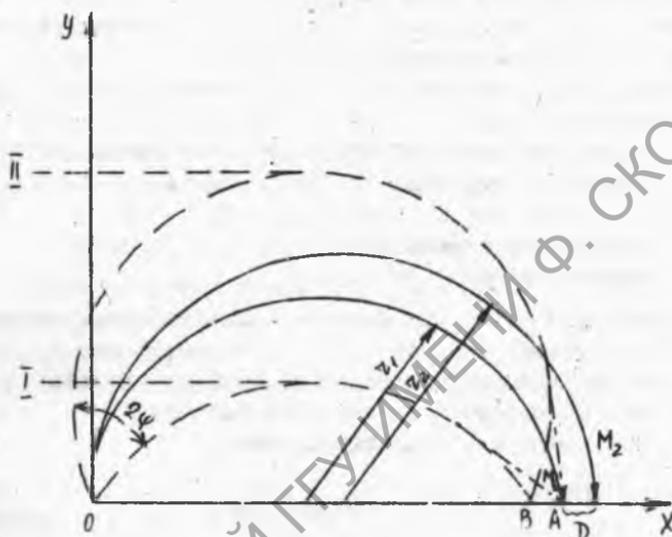


Рис. 4. Траектории движения ионов в поперечном магнитном токе

Как следует из выражения (1), ионы различных масс при одинаковых других параметрах процесса сепарации двигаются по различным траекториям. Поместив на определенной выбранной траектории коллектор ионов, можно последовательно подводить к нему ионные потоки разделенных в пространстве масс. При этом применимы два вида развертки по массам: медленное изменение во времени магнитной индукции или ускоряющего напряжения. В описанных выше сепараторах одновременной с разделением общего потока ионов происходит фокусировка каждого выделенного потока. Вследствие

начальной расходимости пучка в точке O поток ионов с заданной массой фокусируется в линию АВ. Одна из возможностей снижения такого рода aberrаций – применение неоднородных полей. Например, если ослабить магнитное поле ниже траектории OA до ординаты 1 и выше ординаты 11, то траектории ионов одной массы, движущиеся по внутренним и внешним окружностям (штриховые линии), несколько распрямятся и сфокусируются в точке А.

Метод ионного распыления имеет ряд преимуществ перед другими методами получения пленок:

- возможность получать многокомпонентные материалы (сплавы, соединения);
- возможность распыления термостойких материалов;
- возможность получения диэлектрических пленок;
- высокая адгезия получаемых покрытий;
- однородность толщины пленки на большой площади;
- низкотемпературная эпитаксия.

Ограничения в использовании метода ионного распыления состоят в следующем:

- распыляемый материал должен иметь форму пластины;
- скорость осаждения не превышает 200 нм/мин;
- необходимость охлаждения подложки.

Порядок выполнения работы

1. Включить установку УВН-73П-2, открыть дверь рабочей камеры и установить детали из стекла марки КВ на подложкодержатель. Установить мишень из пресованного порошка In_2O_3 или SnO_2 и закрыть дверь рабочей камеры.
2. Откачать вакуумную камеру до давления не выше 10^{-4} мм.рт. и подать воду в систему охлаждения источника "Аида - 4".
3. Подать в источник рабочий газ аргон и установить датчиком расход газа, соответствующий давлению в вакуумной камере в диапазоне $(1 - 8) \cdot 10^{-3}$ мм.рт.ст.
4. Включить систему электропитания источника "Аида - 4" и дать прогреться в течение 5 мин.
5. Установить ток соленоида в диапазоне 0,5 - 3 А.
6. Постепенно, не допуская резкого нагрева катода, поднять ток накала катода от нуля до значения в диапазоне 15 - 25 А.

Катод должен светиться ярко-желтым светом.

7. Плавно увеличить анодное напряжение до зажигания разряда, направить плазму разряда на мишень и расплывать ее в течение 15 - 20 мин. на подложки из стекла.

8. Выключить источник согласно схеме:

- снять разрядное напряжение*
- постепенно, не допуская резкого охлаждения катода, снизить до нуля ток накала*

- снять питание соленоида магнитной системы*

- перекрыть подачу рабочего газа*

- напустить воздух в вакуумную камеру не ранее, чем через 5 мин. после включения источника. Достать полученные образцы.

9. Отключить вакуумный агрегат.

Контрольные вопросы

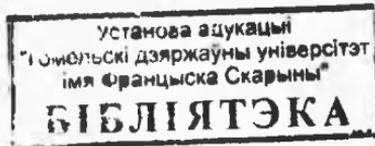
1. Характеристики ионных источников.
2. Разновидности источников ионов.
3. Системы формирования и сепарации ионных пучков.
4. Преимущества и недостатки метода ионного распыления.

Литература

Вендик О.Г., Горин Ю.Н., Попов В.Ф. Корпускулярно - фотонная технология. - М.: Высшая школа, 1984. - 240 с.

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа №1 Изучение типовых вакуумных систем. Получение высокого вакуума	3
Лабораторная работа №2 Методы измерений низких давлений	11
Лабораторная работа №3 Получение пленок методом электронно-лучевого испарения	18
Лабораторная работа №4 Получение металлических пленок методом лазерного испарения	26
Лабораторная работа №5 Получение диэлектрических пленок методом лазерного испарения при использовании непрерывного лазерного излучения	32
Лабораторная работа №6 Изучение ионно-плазменного метода получения тонкопленочных покрытий	42
Лабораторная работа №7 Изучение лазерного термуспрочнения	50
Лабораторная работа №8 Изучение ионно-лучевого метода распыления материалов	56



**ЕМЕЛЬЯНОВ ВИКТОР АНДРЕЕВИЧ
ПОЛЕВИКОВ ВЛАДИМИР МИХАЙЛОВИЧ
ФЕДОСЕНКО НИКОЛАЙ НИКОЛАЕВИЧ
ШОЛОХ ВАЛЕНТИНА ГРИГОРЬЕВНА
ЗЕЛЕНЬКИЙ ВАЛЕРИЙ ПЕТРОВИЧ**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
к лабораторным работам по спецкурсу
"КОРПУСКУЛЯРНО-ФОТОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ТОНКИХ ПЛЕНОК"**

В двух частях

Часть 2

Подписано к печати 25.02.99 Формат 60x84/16
Бумага офсетная № 1. Печать офсетная. Усл. п. л. 4
Тираж 100 Заказ № 361

514
Отпечатано на ротационном НПО "Интеграл"
220064, г. Минск, пл. Казинца