

## 2. МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ

### 2.1. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

#### 2.1.1. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1. ФОРМИРОВАНИЕ ВАКУУМНОЙ СРЕДЫ И ИЗМЕРЕНИЕ ЕЕ ПАРАМЕТРОВ

**Цель лабораторной работы:** изучение основных методов и средств получения и измерения вакуумной технологической среды для реализации высоковакуумных технологических процессов.

##### **Задание по лабораторной работе**

1. Изучить конструкцию и принцип работы вакуумной системы лабораторной установки вакуумного осаждения покрытий.

2. Провести экспериментальные исследования зависимости давления  $p$  в вакуумной камере СИ (рис. 2.1) от времени  $t$  при откачке спиральным вакуумным насосом и измерении давления термомпарным преобразователем (датчиком низкого вакуума). Построить график зависимости  $p(t)$ , определить предельное давление форвакуумной системы  $p'$ .

3. Провести экспериментальные исследования зависимости давления  $p$  в вакуумной камере СИ от времени  $t$  при откачке турбомолекулярным вакуумным насосом и измерении давления ионизационным преобразователем (датчиком высокого вакуума). Построить график зависимости  $p(t)$ , определить предельное давление высоковакуумной системы  $p'$ .

4. Экспериментально исследовать зависимость давления  $p$  от времени  $t$  при закрытом затворе. Построить кривую потока газонатекания, определить его значение.

5. Проанализировать результаты лабораторной работы, сформулировать краткие выводы, оформить отчет и представить его к защите.

##### **Теоретическая часть**

Для создания требуемого вакуума при проведении высоковакуумных технологических процессов, в частности при нанесении тонкопленочных покрытий, используются различные конфигурации вакуумных насосов, запорной арматуры и вспомогательных элементов вакуумных систем. Их выбор определяется типом процесса, производительностью и размером рабочей камеры вакуумной установки, чистотой вакуумной среды и т. д.

Качество изготовления вакуумной камеры, внутрикамерных элементов, а также качество сборки элементов вакуумной и технологической систем существенно влияют на потоки газовой выделенной и газонатекающей, что в свою очередь влияет на качество получаемых тонких пленок.

### Описание установки вакуумного нанесения

Вакуумная установка ВУП-11М применяется для формирования тонких пленок методом магнетронного распыления. Формирование пленок происходит в вакууме при давлении 0,2 Па. Для создания вакуума установка ВУП-11М оснащена двумя типами насосов: форвакуумным и высоковакуумным. В качестве форвакуумного используется спиральный насос, он позволяет откачать камеру до среднего вакуума (диапазон давлений 10...1 Па), в качестве высоковакуумного — турбомолекулярный насос, откачать камеру до высокого вакуума ( $10^{-3}$ ... $10^{-4}$  Па). Установка имеет три вакуумные магистрали: высоковакуумную — соединяет камеру и турбомолекулярный насос, форвакуумную — соединяет турбомолекулярный и спиральный насосы, и байпасную магистраль — соединяет спиральный насос напрямую с камерой, в обход высоковакуумного насоса. В качестве запорной арматуры применяют электромагнитные клапаны на форвакуумной и байпасной магистралях и шиберный затвор на высоковакуумной магистрали. Принципиальная схема установки ВУП-11М представлена на рис. 2.1.

Общий вид установки ВУП-11М приведен на рис. 2.2.

Технологический процесс работы на установке ВУП-11М начинается с загрузки образца в рабочую камеру, которая изначально находится под атмосферным давлением. Затем для создания рабочей среды из вакуумной камеры откачивается газ с помощью спирального насоса *NR1* по байпасной магистрали через электромагнитный клапан *VE3*. При достижении давления включения турбомолекулярного насоса ~10 Па клапан *VE3* закрывается и открывается клапан *VE1*. Так спиральный насос откачивает газ из турбомолекулярного насоса по форвакуумной магистрали, а турбомолекулярный насос откачивает газ из рабочей камеры через затвор *VT1* по высоковакуумной магистрали. При достижении в рабочей камере остаточного давления  $\sim 10^{-3}$  Па в камеру подается рабочий газ. С помощью регулировки положения тарелки затвора выставляется рабочее давление в камере и запускается процесс формирования тонкопленочного покрытия методом магнетронного распыления. По

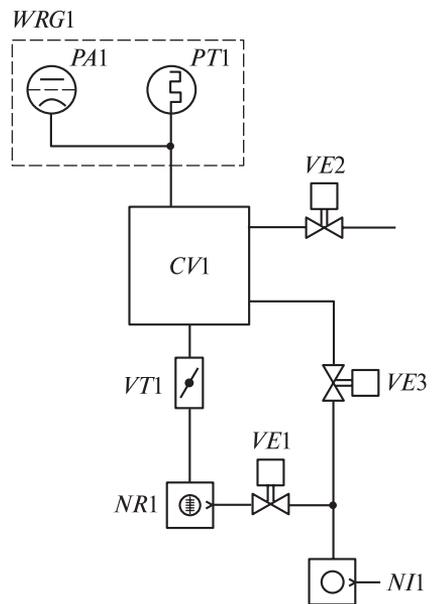
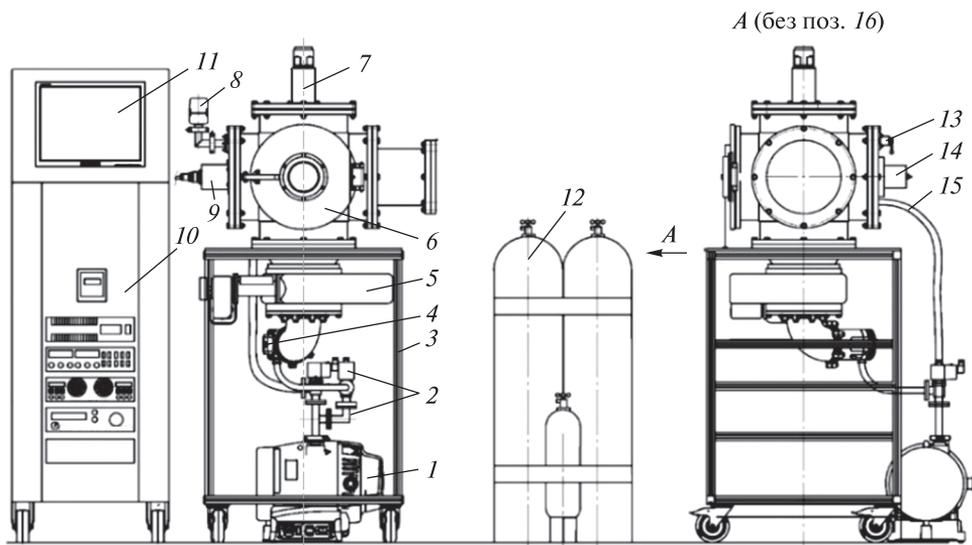


Рис. 2.1. Принципиальная вакуумная схема установки ВУП-11М

завершении процесса нанесения пленки выключается турбомолекулярный насос. После остановки турбомолекулярного насоса выключается спиральный насос, закрывается клапан *VE1*, и в камеру напускается воздух через клапан напуска *VE2*.



**Рис. 2.2.** Общий вид вакуумной установки ВУП-11М

1 — форвакуумный спиральный насос Edwards XDS35i; 2 — электромагнитные клапаны; 3 — рама; 4 — турбомолекулярный насос Edwards nEXT400D; 5 — высоковакуумный затвор; 6 — рабочая камера; 7 — ввод вращения; 8 — датчик измерения вакуума WRG; 9 — магнетрон; 10 — шкаф для блоков питания источников; 11 — компьютер управления; 12 — баллоны с газами; 13 — клапан напуска атмосферы; 14 — автономный источник ионов; 15 — байпасная магистраль

Основными элементами вакуумной системы являются вакуумные насосы, и быстрота откачки рабочей камеры непосредственно зависит от их характеристик. Основные характеристики вакуумных насосов установки ВУП-11М приведены ниже.

Характеристика	Спиральный насос XDS35i	Турбомолекулярный насос nEXT400D
Быстрота действия насоса, л/с.....	12 .....	N <sub>2</sub> — 400 Ar — 380 He — 390 H <sub>2</sub> — 325
Предельное остаточное давление, Па.....	1 .....	1·10 <sup>-6</sup>
Входной фланец ISO.....	KF40 .....	ISO160-K
Выходной фланец ISO.....	KF25 .....	KF25
Мощность двигателя, Вт .....	520 .....	200
Номинальная скорость вращения, об/мин.....	1500.....	60 000

### Измерение вакуума

Для измерения давления в камере используется широкодиапазонный датчик WRG-S. Датчик WRG-S объединяет в себе два типа преобразователей: низкого вакуума типа Пирани и высокого вакуума инверсно-магнетронного типа. Благодаря этому WRG-S может измерять давление в диапазоне от атмосферного до  $10^{-7}$  Па. Датчик давления имеет линейную логарифмическую выходную характеристику давления в зависимости от напряжения питания.

Характеристики вакуумного датчика WRG-S:

Диапазон измеряемых давлений, Па .....	От $10^5$ до $10^{-7}$
Относительная погрешность .....	$\pm 15\%$
Максимальное избыточное давление, кПа .....	600 (абс)
Напряжение питания, В .....	От +14,5 до +36 (DC)
Потребляемая мощность, Вт .....	2
Выходной сигнал, В .....	От 1,8 до 10,2 (DC)
Рабочая температура, °C .....	От +5 до +60

Вакуумный датчик подключают к контроллеру ПИС. Контроллер обеспечивает питание и управление вакуумным датчиком, а также осуществляет индикацию измеренного давления.

### Контрольные вопросы и задания

**1. Как называется насос для предварительной откачки камеры?**

- а) форвакуумный;
- б) высоковакуумный;
- в) байпасный.

**2. На какой линии обычно устанавливается вакуумный затвор?**

- а) на высоковакуумной;
- б) на форвакуумной;
- в) на байпасной.

**3. Для чего служит байпасная линия откачки?**

- 1) для предварительной откачки камеры в обход высоковакуумного насоса;
- 2) для предварительной откачки камеры через высоковакуумный насос;
- 3) для дублирования форвакуумной линии.

## **2.1.2. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2. ТЛЕЮЩИЙ РАЗРЯД В ВАКУУМЕ**

**Цель лабораторной работы:** изучение влияния параметров обработки плазмой тлеющего разряда на состояние поверхности подложки.

### **Задание по лабораторной работе**

1. Ознакомиться с физическими основами процесса формирования газоразрядной плазмы.
2. Ознакомиться с конструкцией и принципом работы вакуумной лабораторной установки.
3. Провести обработку образцов при различных параметрах тлеющего разряда.
4. Исследовать состояние поверхности путем проведения измерений краевого угла смачивания.
5. Проанализировать полученные данные, сделать краткие выводы по лабораторной работе.
6. Подготовить отчет и представить его к защите.

### **Теоретическая часть**

При производстве приборов, их составных частей и изделий микроэлектроники одним из первых этапов технологического маршрута является подготовка поверхности изделия. От чистоты поверхности зависит адгезионная прочность наносимого покрытия. Адгезия (лат. *adhaesio* — прилипание, сцепление, притяжение) — поверхностное явление, которое заключается в образовании механической прочности при контакте поверхностей двух разных тел (конденсированных фаз). Адгезия обусловлена молекулярным притяжением контактирующих фаз или их химическим взаимодействием. Адгезия влияет на работоспособность и срок службы приборов.

### **Виды загрязнений**

Для определения режимов очистки поверхности необходимо понимать, с какими видами возможных загрязнений сталкиваются в производстве.

Основными типами загрязнений и их источниками являются:

- волокна (нейлон, целлюлоза и т. д.): одежда, ткани, бумажные изделия;
- силикаты: горные породы, песок, почва, зола, пепел;
- оксиды и окалина: продукты окисления некоторых металлов;
- масла и жиры: масла от машинной обработки, отпечатки пальцев, жиры с открытых участков тела, средства для волос, мази, лосьоны;
- силиконы: аэрозоли для волос, кремы, лосьоны после бритья, лосьоны для рук, мыло;

– металлы: порошки и отходы машинной обработки и шлифовки, частицы из металлических контейнеров для хранения;

– ионные примеси: продукты дыхания, отпечатки пальцев (хлорид натрия), примеси из очищающих растворов, некоторые флюсы, примеси от химических операций;

– неионные примеси: неионные детергенты, органические материалы для обработки;

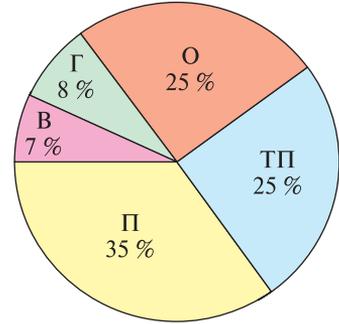
– растворимые примеси: очищающие растворители и растворы.

Распределение основных источников микрочастиц пыли на производстве представлено на рис. 2.3.

### Методы очистки

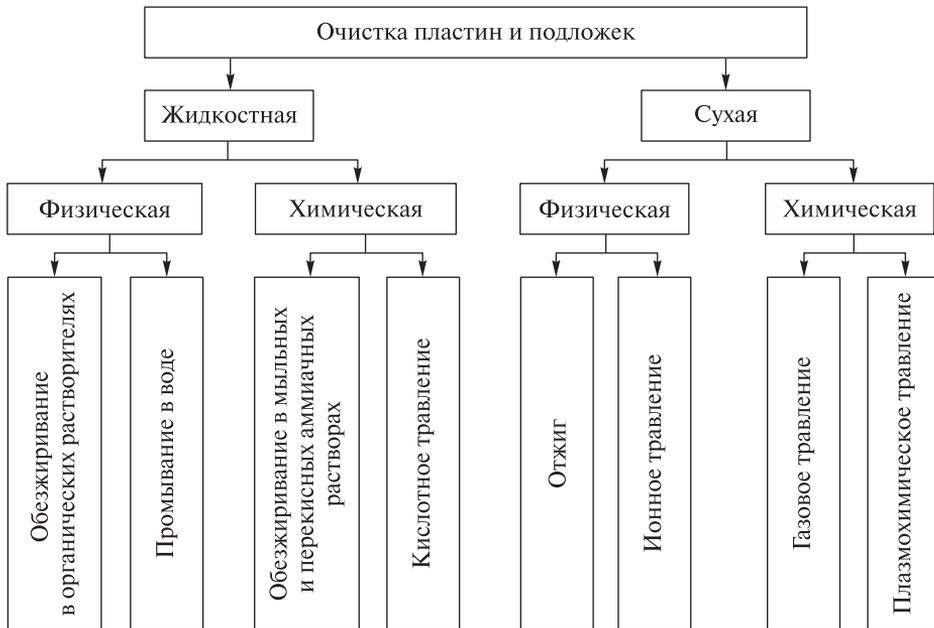
В соответствии с применяемыми средствами очистку подразделяют на жидкостную и сухую. Классификация методов очистки пластин и подложек приведена на рис. 2.4.

Жидкостная очистка выполняется органическими растворителями, разнообразными составами, содержащими щелочи, кислоты, пероксид и другие реактивы. Подобрать жидкое средство, которое одновременно удаляет все поверхностные загрязнения, практически невозможно, поэтому жидкостная



**Рис. 2.3.** Распределение основных источников микрочастиц пыли:

П — обслуживающий персонал; ТП — технологический процесс; О — оборудование, оснастка, средства автоматизации; Г — газы и химикаты; В — воздушная среда



**Рис. 2.4.** Классификация методов очистки пластин и подложек

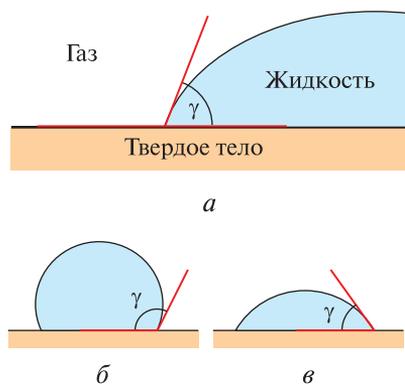
очистка включает в себя ряд последовательных операций. После жидкостной очистки на поверхности остаются капли жидкости, которые при высыхании образуют видимые пятна, изменяющие свойства формируемого покрытия. Во избежание этого капли после очистки следует сдувать струей воздуха или удалять центрифугированием, что усложняет процесс.

Эффективным способом очистки является травление, поскольку происходит удаление приповерхностного слоя материала, в котором обычно присутствуют соединения от взаимодействия с окружающей средой. Химическое травление предусматривает разрушение загрязнений или поверхностного слоя очищаемого объекта в результате химических реакций в растворе травителя. Недостатком жидкостного травления является наличие механически нарушенного слоя и вероятность наличия микропримесей после очистки.

Чистыми методами травления являются ионное, газовое и плазмохимическое травление. Эти методы относятся к сухой очистке. По сравнению с жидкостной очисткой сухая является менее трудозатратной и более прецизионной, поскольку очистка идет на молекулярном уровне.

Ионное травление (ИТ) — процесс очистки распылением слоя вещества с находящимися на его поверхности загрязнениями и адсорбированными газами. Травление выполняют в вакуумных установках путем бомбардировки пластин или подложек ускоренными положительными ионами инертных газов. Этот метод травления является наиболее универсальным методом очистки по сравнению с химическими методами травления, поскольку позволяет очищать подложки от загрязнений любого вида и травить поверхности любых материалов. К недостаткам ионного травления следует отнести низкие скорости травления (0,1...1 нм/с), значительные тепловые воздействия, вызывающие разрушения контактных масок, деградацию электрофизических параметров структур и необходимость охлаждения изделий при травлении.

### Метод контроля чистоты



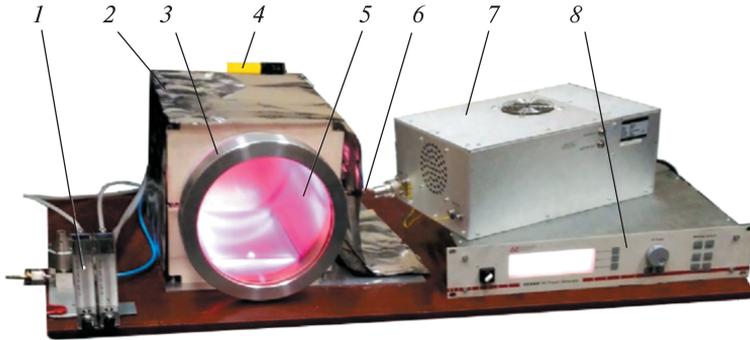
**Рис. 2.5.** Краевой угол смачивания  $\gamma$  (а), смачивание гидрофобной (б) и гидрофильной (в) поверхностей каплей воды

Оценка качества чистоты поверхности проводится измерением краевого угла смачивания. Краевым углом смачивания называется угол, который образует капля жидкости на поверхности твердого вещества к данной поверхности (рис. 2.5). Размер краевого угла между жидкостью и твердым веществом зависит от взаимодействия между веществами на контактной поверхности. Если взаимодействие незначительно, то такие поверхности обладают гидрофобными свойствами и большим краевым углом смачивания. Чем больше краевой угол, тем труднее смочить поверхность и тем меньше приставание чужеродных веществ к поверхности, следовательно адгезия покрытий к такой поверхности будет

низкой. В процессе очистки размер краевого угла уменьшается, поверхность приобретает гидрофильные свойства, адгезия покрытий к очищенным поверхностям повышается. Таким образом, чем меньше краевой угол смачивания, тем чище поверхность.

### Описание лабораторного оборудования

При проведении лабораторной работы осуществляется ионная очистка стеклянных подложек в высокочастотной плазме низкого давления в среде аргона на специальном лабораторном стенде (рис. 2.6).



**Рис. 2.6.** Лабораторный стенд плазменной очистки

1 — ротаметр; 2 — экран; 3 — крышка; 4 — датчик давления; 5 — рабочая камера с внешними электродами; 6 — кабель для подключения ВЧ-генератора; 7 — согласующее устройство; 8 — ВЧ-генератор

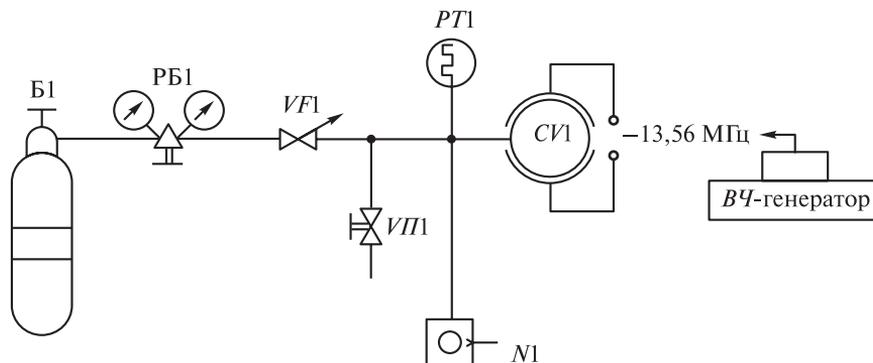
### Технические характеристики лабораторного стенда

Объем рабочей камеры, л .....	11,7
Размер камеры, мм .....	∅235×300
Материал камеры .....	Кварцевое стекло
Мощность, макс, Вт .....	200 Вт
Частота, МГц .....	13,56
Количество рабочих газов .....	2

Откачка камеры проводится со стороны задней стенки. На задней стенке расположен датчик давления, диапазон измерения которого  $1,0 \cdot 10^5 \dots 1,0 \cdot 10^{-4}$  Торр. Остаточное давление камеры варьируется в диапазоне 20...30 мТорр. Через коаксиальный кабель коммутируются внешние электроды и ВЧ-генератор с согласующим устройством, которое предотвращает потерю мощности. Генерация плазмы в камере осуществляется за счет подачи напряжения питания на внешние электроды. В качестве рабочего газа используется аргон. Схема лабораторного стенда представлена на рис. 2.7.

Измерение краевого угла смачивания осуществляется на специальном приборе — гониометре.

Гониометр ЛК-1 (рис. 2.8) позволяет получать изображение лежащей на подложке капли с помощью цифровой видеокамеры, экспортировать

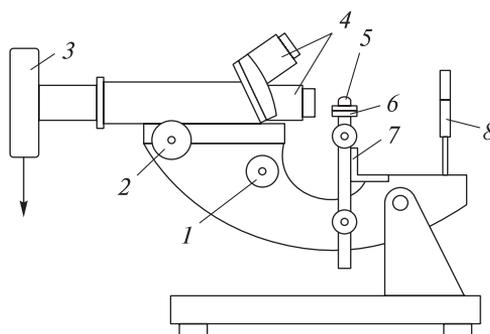


**Рис. 2.7.** Схема лабораторного стенда:

Б1 — баллон с рабочим газом; РБ1 — баллонный редуктор; VF1 — ротаметр; ВП1 — клапан напуска атмосферы; PT1 — датчик давления; CV1 — рабочая камера; N1 — спиральный насос; СУ — система управления

изображение в компьютер, определить краевой угол смачивания методом касательной и на основе описания формы контура капли уравнением Лапласа.

Исследуемую подложку помещают на специальный горизонтальный столик, который закреплен на препаратоводителе. На подложке микрошприцом



**Рис. 2.8.** Схема гониометра ЛК-1:

1, 2 — ручки регулировки точной и грубой фокусировки; 3 — видеоокуляр; 4 — объективы; 5 — капля на подложке; 6 — столик; 7 — препаратоводитель; 8 — зеркало

формируются каплю воды определенного размера. Препаратоводитель позволяет перемещать подложку в горизонтальной и вертикальной плоскости так, чтобы изображение капли на подложке располагалось по центру в поле зрения. Фокусировка проводится горизонтальной подачей в режиме непрерывной передачи изображения капли на экран ПК с помощью видеоокуляра. При этом используется объектив с четырехкратным увеличением, подсветка капли оптимизируется вращением зеркала.

### Измерение краевого угла смачивания

Последовательность действий при измерении краевого угла смачивания:

1. Подготовить подложку и микрошприц с дистиллированной водой.
2. С рабочего стола компьютера запустить программу **DropShape**.
3. В открывшейся программе создать новый файл (меню **Файл**→**Создать**).
4. Активировать модуль захвата изображений с камеры (меню **Файл**→**Захват**).

5. В появившемся окне **Захват изображения** указать путь сохранения изображений каплей, выбрать устройство захвата **UCMOS01300KPA**, разрешение кадра **1280×1024 RGB** (выставляется автоматически). Возникает изображение с видеоокуляра.

6. Поместить подложку (образец) на столик препаратоводителя.

7. Отрегулировать зеркало так, чтобы добиться максимально равномерного освещения объектива.

8. Вращая подачи препаратоводителя, установить подложку в нижней части кадра.

9. При необходимости отрегулировать горизонтальность положения камеры. Для этого повернуть камеру так, чтобы изображение подложки было горизонтально.

10. Поместить каплю исследуемой жидкости на подложку с помощью дозиметра. Объем капли должен быть 4...10 мкл (выбранный объем капли соблюдать во всей проводимой серии измерений).

11. Сфокусировать микроскоп на каплю, используя грубую и точную настройку, с помощью ручек регулировки. При необходимости отрегулировать положение капли и освещение зеркалом.

12. Нажать кнопку **Захват**, при этом изображение появится слева в основном окне программы.

*Примечание:* желательно выполнять пункты 11, 12 как можно быстро, так как помещенная на подложку капля быстро высыхает.

13. После захвата изображения можно приступить к измерению краевого угла смачивания. В основном окне программы кликнуть изображение для обработки. Оно появится справа, в основной части окна.

14. С помощью команды **Подложка** на панели графических инструментов



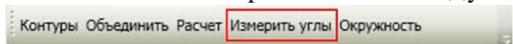
указать положение подложки на изображении. Для этого кликнуть мышью в точку пересечения подложки и контура капли слева и, удерживая левую клавишу мыши, провести отрезок до правой точки пересечения. При необходимости полученный отрезок можно отредактировать.

15. С помощью команд **Левый контактный угол** и **Правый контактный угол**



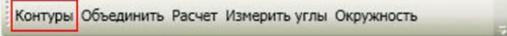
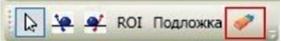
провести касательные к профилю капли в точке пересечения профиля с подложкой слева и справа соответственно.

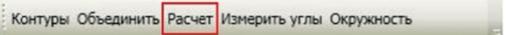
16. Активизировать команду **Измерить углы** на панели команд



. В нижней части основного окна программы появятся значения краевых углов слева и справа, а также среднего краевого угла.

17. Для автоматического определения краевого угла по контуру капли, проведенному на основании уравнения Лапласа, необходимо распознать положение контура капли. Для этого командой **ROI** на панели графических инструментов  выделить участок изображения, содержащий каплю и подложку. По возможности исключить неоднородно освещенные участки фона.

18. Активировать команду **Контур** на панели команд . При плохом качестве распознавания контура удалить ненужные контуры клавишей **Del** и ненужные фрагменты контуров с помощью команды **Ластик** на панели графических инструментов .

19. Для расчета угла по контуру капли активировать команду **Расчет** на панели команд. Рассчитанный краевой угол появится в нижней части основного окна .

20. Результаты обработки могут быть сохранены и заново открыты в основном окне программы (меню **Файл**→**Сохранить** и **Файл**→**Открыть**).

Для каждого образца необходимо провести по три измерения, записать результаты значений краевого угла в таблицу и рассчитать среднее значение краевого угла смачивания.

### **Ионно-плазменная обработка образцов**

Последовательность действий при очистке образцов:

1. Загрузить подложку в камеру.
  2. Закрывать и придерживать крышку камеры.
  3. Включить откачку камеры и отпустить крышку.
  4. Достичь остаточного давления 20...40 мТорр.
  5. Вращать ручку ротаметра до достижения давления 250 мТорр.
  6. Включить питание ВЧ-генератора.
  7. Выставить необходимую мощность.
  8. Включить автоматическую настройку согласующего устройства, нажав на кнопку Auto.
  9. Нажать на кнопку On.
  10. Провести обработку в течение определенного времени.
  11. Нажать на кнопку Off.
  12. Вращать ручку ротаметра до закрытия подачи рабочего газа.
  13. Выключить откачку камеры.
  14. Открыть клапан напуска атмосферы.
  15. Выгрузить образец.
- Повторить действия 1–5 и 9–15 для остальных образцов.

## Контрольные вопросы

**1. Основным источником пыли в чистых производственных помещениях является:**

- а) персонал;
- б) оборудование;
- в) технологический процесс.

**2. Очистка подложек в плазме газового разряда относится к группе методов:**

- а) сухой очистки;
- б) жидкостной очистки;
- в) механической очистки.

**3. При каком давлении происходит плазменная очистка подложек?**

- а) при пониженном давлении (в вакууме);
- б) при атмосферном давлении;
- в) при давлении выше атмосферного.

### **2.1.3. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3. ФОРМИРОВАНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТОДАМИ ТЕРМИЧЕСКОГО ИСПАРЕНИЯ И МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ**

**Цель лабораторной работы:** изучение технологических процессов и оборудования для формирования тонкопленочных покрытий методами термического испарения и магнетронного распыления.

#### **Задание по лабораторной работе**

1. Ознакомиться с физическими основами процесса нанесения тонких пленок методами термического испарения и магнетронного распыления.

2. Получить у преподавателя задание и таблицу с физическими параметрами испаряемых и распыляемых материалов.

3. Установить в рабочую камеру установки испаритель, испаряемый материал и предварительно очищенные подложки с закрепленными на них масками.

4. Провести осаждение пленки методом термического испарения, замерить время осаждения, записать параметры.

5. Разгерметизировать камеру и извлечь образцы.

6. Установить в рабочую камеру установки мишень распыляемого материала и предварительно очищенные подложки с закрепленными на них масками.

7. Провести осаждение пленки методом магнетронного распыления, замерить время осаждения, записать параметры.

8. На основании выражений для нахождения скоростей выполнить расчеты толщин осажденных пленок.

9. Подготовить отчет и представить его к защите преподавателю.

#### **Теоретическая часть**

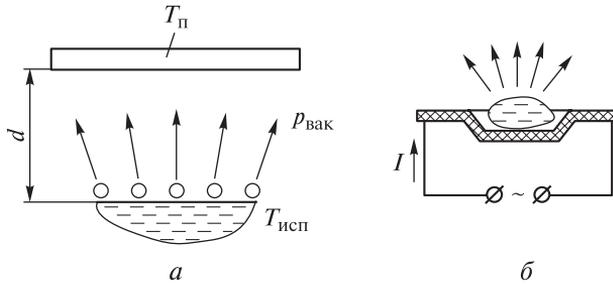
В лабораторной работе осаждение тонких пленок в вакууме осуществляется методами термического испарения и магнетронного распыления.

#### **Нанесение тонких пленок методом термического испарения**

Процесс термического испарения (рис. 2.9) можно разбить на пять этапов:

**1. Термовакuumное испарение вещества.** Вещества переходят в пар при любой температуре выше абсолютного нуля, но чтобы увеличить интенсивность парообразования, их нагревают. С увеличением температуры повышается средняя кинетическая энергия атомов и вероятность разрывов межатомных связей. Атомы отрываются от поверхности и распространяются в свободном пространстве, образуя пар.

Давление пара  $p_{\text{нас}}$ , соответствующее равновесному состоянию системы, когда число атомов, покидающих поверхность вещества, равно числу



**Рис. 2.9.** Формирование пленок методом термического испарения (а) и схема резистивного нагрева (б)

возвращающихся атомов, называют давлением насыщенного пара. Это давление значительно зависит от температуры. Приращения температуры на каждые 5–10 % сверх температуры испарения приводят к увеличению давления насыщенного пара, а следовательно, и скорости испарения на один порядок.

Скорость термического испарения чистого металла (количество вещества в килограммах, покидающее  $1 \text{ м}^2$  поверхности за 1 с)

$$v_{\text{и}} = 5,83 \cdot 10^{-3} p_{\text{нас}} \sqrt{\frac{M_{\text{м}}}{T_{\text{и}}}}, \quad (2.1)$$

или в нм/с

$$v_{\text{и}} = 5,83 \cdot 10^{-3} p_{\text{нас}} \sqrt{\frac{M_{\text{м}}}{T_{\text{и}}}} \frac{10^9}{\rho}, \quad (2.2)$$

где  $p_{\text{нас}}$  — давление пара испаряемого вещества при температуре испарения, Па;  $M_{\text{м}}$  — молекулярная масса испаряемого материала, кг/кмоль;  $T_{\text{и}}$  — температура испарения, К;  $\rho$  — плотность испаряемого вещества.

**2. Распространение молекулярного потока испаряемых частиц от испарителя к подложке.** Молекулярный поток испаряемых частиц на своем пути встречает молекулы остаточного газа. Возникающие при этом неблагоприятные столкновения, изменяя траектории частиц пара, оказывают влияние на физико-механические свойства осаждаемых пленок, приводят к потерям испаряемого материала за счет нанесения на внутрикамерную оснастку и стенки камеры, уменьшают скорость нанесения пленки. Такие столкновения не происходят, если длина свободного пробега молекул пара  $\lambda$  превышает расстояние «испаритель–подложка»  $d$ :

$$\lambda \gg d; \quad (2.3)$$

$$\lambda \approx \frac{5 \cdot 10^{-3}}{p}, \quad (2.4)$$

где  $p$  — давление остаточного газа, Па.

Начиная с давления  $p \approx 10^{-3}$  Па, средняя длина свободного пробега частиц газа становится больше расстояния от источника до подложки, которое в промышленных установках не превышает 30 см. С этого давления вероятность столкновений в пролетном пространстве с молекулами остаточных газов невелика. Можно считать, что частицы напыляемого вещества беспрепятственно распространяются прямолинейно направленным молекулярным потоком, сохраняя свою энергию до встречи с подложкой.

**3. Конденсация пара на поверхности подложки.** Конденсация пара зависит от температуры подложки и плотности атомарного потока. Молекулы (атомы) пара, достигшие подложки, могут мгновенно отразиться от нее (упругое столкновение), адсорбироваться и через некоторое время отразиться от подложки (реиспарение), адсорбироваться и после кратковременного мигрирования по поверхности окончательно остаться на ней (конденсация).

Конденсация молекул (атомов) происходит, если их энергия связи с подложкой больше средней энергии атомов подложки, в противном случае молекулы отражаются. Если подложка нагрета, энергия ее атомов выше, вероятность конденсации пара ниже. Температура, выше которой при данной плотности потока пара все молекулы отражаются от подложки и пленка не образуется, называется критической температурой конденсации. Она зависит от природы материала пленки и подложки и от состояния поверхности подложки. При определенной температуре подложки, меньшей критической, конденсация пара возможна только при условии пересыщения пара, т. е. для конденсации существует критическая плотность потока. Критической плотностью потока для данной температуры подложки называется наименьшая плотность, при которой молекулы конденсируются на подложке.

**4. Образование зародышей.** Образование зародышей происходит в результате нахождения молекулами мест сильной связи (сил Ван-дер-Ваальса) с подложкой, соответствующих минимуму свободной энергии системы «молекула—подложка». Если на пути своего движения обладающая избытком энергии молекула встречает место слабой связи с подложкой, то происходит реиспарение. Рост зародышей продолжается за счет присоединения новых молекул, мигрирующих по поверхности или попадающих в зародыши непосредственно из пролетного промежутка «источник—подложка».

**5. Рост пленки.** По мере конденсации зародыши растут, между ними образуются соединяющиеся мостики, зародыши сливаются в крупные островки. После этого наступает стадия слияния островков с образованием единой сетки. Сетка переходит в сплошную пленку, которая начинает расти в толщину. С этого момента влияние подложки исключается, и частицы пара от поверхности пленки практически не отражаются.

Скорость осаждения пленки  $v_0$  зависит от скорости испарения, площади испарителя  $S_{\text{и}}$ , расстояния  $r$  между испарителем и подложкой и углов испарения  $\varphi$  и конденсации  $\theta$ .

$$v_0 = \frac{v_{\text{и}} S_{\text{и}} \cos(\varphi) \cos(\theta)}{4\pi r^2}, \quad \frac{\text{кг}}{\text{м}^2 \cdot \text{с}}, \quad (2.5)$$

где  $\varphi$  — угол между направлением пучка паров и нормалью к поверхности испарителя;  $\theta$  — угол между направлением потока паров и нормалью к поверхности подложки.

Скорость осаждения пленки и давление остаточных газов в рабочей камере определяют такие параметры пленок, как размер зерна, пористость, удельное сопротивление, оптические свойства и т. п.

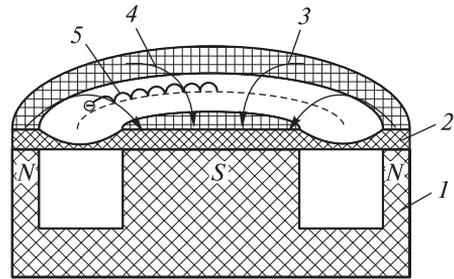
### Нанесение тонких пленок методом магнетронного распыления

Схема магнетронной распылительной системы (МРС) с плоской мишенью представлен на рис. 2.10. Методика формирования тонких пленок методом магнетронного распыления на установке MANTIS QPREP 500 приведена в прил. 5.

Основными элементами устройства являются катод-мишень, анод и магнитная система. Силовые линии магнитного поля замыкаются между полюсами магнитной системы. Поверхность мишени, расположенная между местами входа и выхода силовых линий магнитного поля, интенсивно распыляется и имеет вид замкнутой дорожки, геометрия которой определяется формой полюсов магнитной системы.

При подаче постоянного напряжения между мишенью (отрицательный потенциал) и анодом (положительный или отрицательный потенциал) возникает неоднородное электрическое поле и возбуждает аномальный тлеющий разряд. Наличие замкнутого магнитного поля у распыляемой поверхности мишени позволяет локализовать плазму разряда непосредственно у мишени. Эмитированные с катода под действием ионной бомбардировки электроны захватываются магнитным полем, им сообщается сложное циклоидальное движение по замкнутым траекториям у поверхности мишени. Электроны оказываются как бы в ловушке, создаваемой, с одной стороны, магнитным полем, возвращающим электроны на катод, а с другой — поверхностью мишени, отгалкивающей электроны. Электроны циркулируют в этой ловушке до тех пор, пока не произойдет несколько ионизирующих столкновений с атомами рабочего газа, в результате которых электрон потеряет полученную от электрического поля энергию.

Таким образом, большая часть энергии электрона, прежде чем он попадет на анод, используется на ионизацию и возбуждение, что значительно увеличивает эффективность процесса ионизации и приводит к возрастанию концентрации положительных ионов у поверхности катода. Это в свою очередь обуславливает увеличение интенсивности ионной бомбардировки



**Рис. 2.10.** Схема магнетронной распылительной системы с плоской мишенью:

1 — магнитная система; 2 — катод-мишень; 3 — силовая линия магнитного поля; 4 — зона наибольшей эрозии поверхности катода; 5 — траектория движения электрона

поверхности мишени и значительный рост скорости распыления, а следовательно, и скорости осаждения пленки.

Следует отметить, что плазма разряда существует только в области магнитной ловушки в непосредственной близости от мишени и ее форма определяется геометрией и величиной магнитного поля.

Одним из преимуществ магнетронных распылительных систем является то обстоятельство, что захват вторичных электронов магнитной ловушкой у поверхности мишени препятствует интенсивному перегреву подложки. Это позволяет увеличить скорость распыления материалов, а следовательно, и скорость их осаждения.

Скорость распыления

$$v_p = \frac{j_{и} S_p M_m \cdot 10^9}{q_e N_{Ar}}, \frac{\text{нм}}{\text{с}}, \quad (2.6)$$

где  $j_{и}$  — плотность ионного тока, А/м<sup>2</sup>;  $S_p$  — коэффициент распыления (КР), атом/ион;  $q_e$  — заряд электрона ( $1,6 \cdot 10^{-19}$  Кл).

Коэффициент распыления  $S_p$  зависит от многих факторов, основным из которых является энергия бомбардирующих ионов  $E_n$  и угол падения ионов  $\alpha$  на поверхность распыляемого материала. С ростом  $\alpha$  от 0° (отсчет ведется от нормали к поверхности) до 60...70° наблюдается увеличение  $S_p$ .

Для большинства используемых материалов зависимость  $S_p$  от  $\alpha$  в этой области можно оценить по формуле

$$S_p(\alpha) = \frac{S_p(0)}{\cos \alpha}, \quad (2.7)$$

где  $S_p(0)$  — коэффициент распыления при нормальном падении ионов.

Скорость осаждения пленки  $v_o$  на подложке зависит от энергетических характеристик источника и его площади распыления  $S_{п}$ , угла распыления  $\varphi$ , угла конденсации  $\theta$ , расстояния между подложкой и мишенью  $r$ , коэффициента прилипания молекул осаждаемого материала к подложке  $\alpha_m$ :

$$v_o = \frac{v_p S_{п} \cos \varphi \cos(\theta) \alpha_m}{\pi r^2}, \frac{\text{нм}}{\text{с}}. \quad (2.8)$$

При установившемся процессе осаждения, когда на поверхности подложек образовалась пленка из нескольких атомных слоев, коэффициент прилипания  $\alpha_m$  можно считать равным единице.

## Контрольные вопросы

**1. При каком методе осаждения тонких пленок длина свободного пробега молекул больше?**

- а) при термическом испарении;
- б) при магнетронном распылении;
- в) одинакова для обоих методов.

**2. Для какого метода осаждения тонких пленок необходимо подавать в камеру рабочий газ?**

- а) для магнетронного распыления;
- б) для термического испарения;
- в) для осаждения взрывом.

**3. При каком методе осаждения тонких пленок энергия частиц выше?**

- а) при магнетронном распылении;
- б) при термическом испарении;
- в) одинакова для обоих методов.

#### **2.1.4. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4. ИССЛЕДОВАНИЕ ГЕОМЕТРИЧЕСКИХ И ФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ТОНКИХ ПЛЕНОК**

**Цель лабораторной работы:** изучение способов контроля и измерения геометрических (толщина) и физических (адгезия) характеристик тонкопленочных покрытий, сформированных различными методами.

##### **Задание по лабораторной работе**

1. Изучить на практике общую конструкцию интерференционного микроскопа МИИ-4М с фотоэлектрическим микрометром и адгезиметра Elcometer.

2. Изучить базовые принципы работы с автоматизированной программой вычисления микроинтерферометра МИИ-4М в режиме измерения толщины тонкопленочного покрытия.

3. На полученных в лабораторной работе № 3 образцах провести измерения толщины и адгезии тонкопленочного покрытия.

4. Выполнить анализ полученных результатов адгезии и толщин, сравнение с расчетными значениями, полученными в лабораторной работе № 3.

5. Сформулировать краткие выводы по лабораторной работе, оформить отчет и представить его к защите.

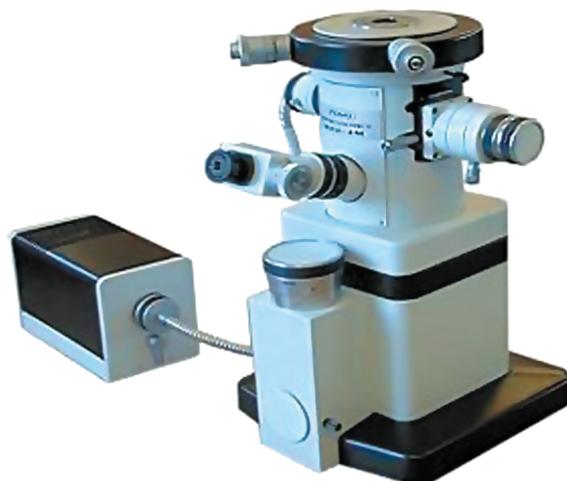
##### **Теоретическая часть**

##### **Изучение принципов работы интерференционного микроскопа МИИ-4М**

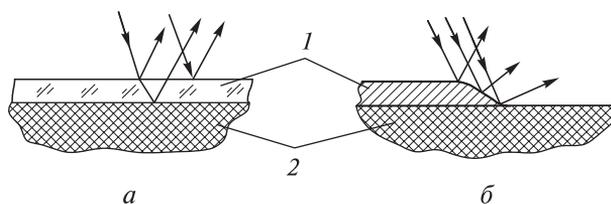
Интерференционный метод позволяет оценить толщину прозрачных и непрозрачных пленок, нанесенных на подложку в диапазоне 100...1000 нм. Интерференционный метод реализуется с помощью микроскопа МИИ-4М (рис. 2.11). Действие прибора основано на многолучевой интерференции света, получаемой разделением пучка лучей, исходящего из одной точки источника света, на два пучка (рис. 2.12). В точках поля, где разность хода кратна половине длины волны, в результате сложения двух систем волн в фокальной плоскости окуляра наблюдаются интерференционные полосы в виде темных линий. Пучок интерферируемого света, попадая на прозрачный слой, приводит к появлению двух групп полос, а попадая на ступеньку из непрозрачного слоя — вызывает искривление системы полос (рис. 2.13).

Толщина прозрачного тонкопленочного покрытия

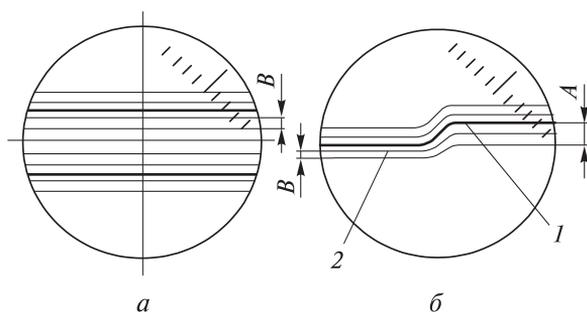
$$D = k \frac{\lambda}{2n}, \quad (2.9)$$



**Рис. 2.11.** Внешний вид интерференционного микроскопа МИИ-4М



**Рис. 2.12.** Схема измерения толщины пленок:  
*a* — прозрачных; *б* — непрозрачных; 1 — пленка;  
 2 — подложка



**Рис. 2.13.** Поле зрения окуляра микроскопа МИИ-4 при измерении толщины пленок:  
*a* — прозрачных; *б* — непрозрачных; 1 — пленка;  
 2 — подложка

где  $A$  — расстояние между двумя системами полос;  $B$  — расстояние между отдельными полосами;  $k$  — коэффициент, зависящий от длины волны света;  $n$  — показатель преломления пленки.

Толщина непрозрачного тонкопленочного покрытия

$$D = k \frac{A}{B}, \quad (2.10)$$

где  $A$  — значение искривления системы полос.

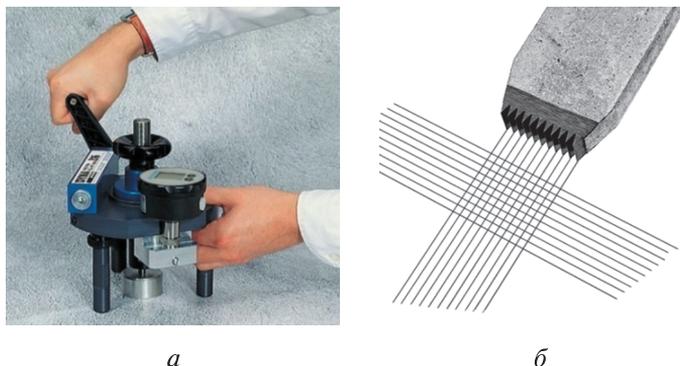
Коэффициент  $k = 0,27$  для белого света,  $0,295$  — для желтого,  $0,265$  — для зеленого.

### Методы измерения адгезии

Наиболее распространенные способы контроля адгезии: метод отрыва и метод скрайбирования. Метод отрыва выявляет количественное значение адгезии в МПа, а скрайбирование дает качественную оценку адгезионной прочности.

При исследовании покрытия методом отрыва на образец с пленкой наклеивают специальные элементы — грибочки, которые впоследствии отрывают адгезиметром (рис. 2.14, *а*), в результате чего регистрируют приложенную для отрыва силу.

Метод скрайбирования заключается в нанесении на поверхность пленки серии поперечных насечек движущейся иглой, на которую действует вертикальная нагрузка (рис. 2.14, *б*). Далее на зону с насечками плотно приклеивают клейкую ленту и быстро удаляют. Оставшиеся после отклеивания ленты сегменты пленки показывают качественную картину проведенного



**Рис. 2.14.** Приспособления для оценки адгезионной прочности покрытий методами отрыва (*а*) и скрайбирования (*б*)

контроля, которую оценивают по классификации ISO. Поскольку метод скрайбирования качественный, для оценки адгезии необходимо провести серию экспериментов, чтобы оценить, в каком случае адгезия выше.

### Измерение адгезии

Адгезия измеряется качественным методом скрайбирования адгезиометром Elcometer 107 (рис. 2.15).

Измерение проводится в следующей последовательности.

1. При измерении следует поместить режущую кромку адгезиометра перпендикулярно на образец, аккуратно надавить и потяните инструмент к себе одним плавным движением, чтобы сделать серию параллельных насечек длиной примерно 20 мм (рис. 2.16). Необходимо приложить достаточное усилие, чтобы прорезать покрытие до подложки.



Рис. 2.15. Адгезиометр Elcometer 107

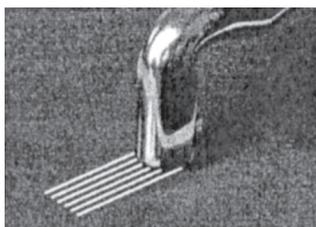


Рис. 2.16. Параллельные насечки

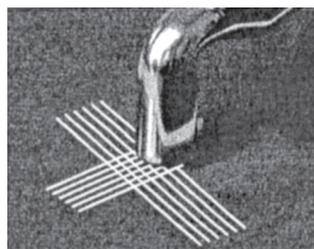


Рис. 2.17. Решетчатый узор на образце

2. Затем поместить режущий инструмент на образец под углом  $90^\circ$  к первому разрезу и создать решетчатый узор на покрытии (рис. 2.17).

3. Далее очистить поверхность щеткой, и удалить мусор, проверьте, чтобы насечки были нанесены насквозь до подложки (рис. 2.18).

4. Выбрать подходящую клейкую ленту, отрезать кусок длиной примерно 75 мм.



Рис. 2.18. Очистка поверхности образца

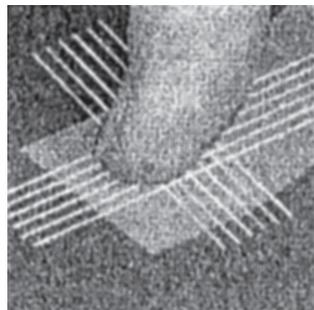
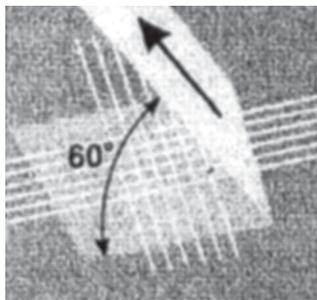


Рис. 2.19. Наклеивание и разглаживание ленты на образец



**Рис. 2.20.** Отклеивание ленты

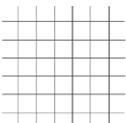
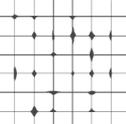
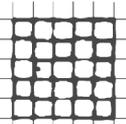
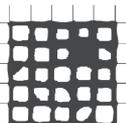
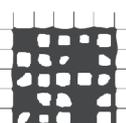
Отцентрировать отрезанный кусок ленты над решеткой и разгладить на месте пальцем (рис. 2.19).

5. Удалить ленту, плавно потянув под углом  $60^\circ$  (рис. 2.20).

6. Оценить адгезию покрытия, сравнив решетку разрезов с классификацией адгезии ISO (табл. 2.1).

*Таблица 2.1*

**Классификация адгезии ISO**

Поверхность	Описание	ISO
	Покрытие полностью осталось на подложке	0
	Не более 5 % покрытия было удалено	1
	5–15 % покрытия было удалено	2
	15–35 % покрытия было удалено	3
	35–65 % покрытия было удалено	4
—	Более 65 % покрытия было удалено	5

## Контрольные вопросы

**1. В каком диапазоне толщин тонких пленок возможно измерено интерференционным микроскопом?**

- а) от 100 до 1000 нм;
- б) от 10 до 100 нм;
- в) от 10 до 1000 нм.

**2. Какой характеристикой является адгезия?**

- а) энергетической;
- б) геометрической;
- в) математической.

**3. Какой метод дает численное (количественное) значение показателя адгезии?**

- а) метод отрыва;
- б) метод скрайбирования;
- в) оба метода.