
**KATEDRA PRZYRZĄDÓW
PÓŁPRZEWODNIKOWYCH I OPTOELEKTRONICZNYCH**

Laboratorium Mikrotechnologii

Inżynieria Wytwarzania

Ćwiczenie 3

Osadzanie próżniowe z fazy lotnej

1. Podstawy teoretyczne

Fizyczne procesy osadzania próżniowego (Physical Vapour Deposition - PVD) obejmują wiele różnych technologii odparowywania osadzanego materiału, np.: odparowanie termiczne z łódki rezystancyjnej, parowanie przy pomocy wiązki elektronowej (działo elektronowe), metoda łuku elektrycznego, rozpylanie magnetronowe i wiele innych. Technologie te są stosowane do osadzania powłok, pokryć, warstw jako konstrukcji zabezpieczających, uszlachetniających lub modyfikujących oryginalną powierzchnię. Grubość osadzanych warstw waha się od kilkudziesięciu angstromów [Å] do kilku mikrometrów. Pokrycia próżniowe mają zastosowanie w wielu dziedzinach techniki – od prostych zastosowań dekoracyjnych do złożonych aplikacji przemysłowych w przemyśle chemicznym, nuklearnym, inżynierii materiałów, medycynie, mikroelektronice i in. Obszary zastosowań tych technologii rozwijają się bardzo szybko, m.in. dlatego, że są to technologie czyste – ale także dlatego, że często ich stosowanie jest jedyną drogą pogodzenia sprzecznych wymagań stawianych przez współczesne konstrukcje i przyrządy – np. spełnienie kombinacji dwóch lub trzech warunków związanych z wysoką temperaturą pracy, naprężeniami mechanicznymi, specyficznymi właściwościami optycznymi, elektrycznymi lub magnetycznymi, twardością powierzchni, jej współczynnikiem tarcia, odpornością na ścieranie, biokompatybilnością, kosztem uzyskania pokrycia. Często pojedynczy materiał nie jest w stanie sprostać stawianym przed nim wymaganiom, stosuje się wtedy związki złożone i ich kombinacje, tworząc układy wielowarstwowe.

Technologie PVD są bardzo wszechstronne, umożliwiają osadzanie wielu rodzajów materiałów, zarówno nieorganicznych (metale, stopy, dielektryki) jak i niektórych organicznych. W mikroelektronice metodę PVD bardzo powszechnie wykorzystuje się do wytwarzania warstw metalizacji, które w połączeniu z techniką fotolitografii umożliwiają wykonanie połączeń elektrycznych struktur półprzewodnikowych wytworzonych wcześniej w krzemie. Do tego celu stosuje się przede wszystkim aluminium (Al), a od końca lat 90. również miedź (Cu).

Przedmiotem procesu osadzania próżniowego jest kontrolowany **transfer atomów ze źródła parowania do elementu pokrywanego**, gdzie następuje formowanie i wzrost danej warstwy. W czasie parowania atomy napyłanej substancji są wyrwane ze źródła dzięki dostarczonej tam znacznej energii termicznej. W naszym laboratorium stosujemy trzy metody parowania:

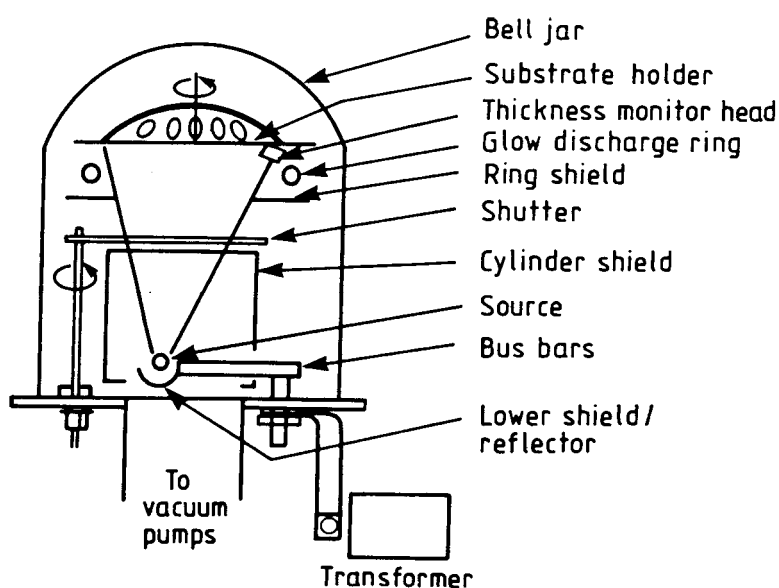
- a) parowanie oporowe (termiczne)
- b) parowanie z użyciem wiązki elektronów (działo elektronowe)
- c) rozpylanie magnetronowe.

Procesy PVD wykonywane są w próżni. Uzyskiwana technicznie próżnia jest, wbrew pozorom, ośrodkiem złożonym - nie jest ani "pusta", ani obojętna chemicznie. Uwzględnienie wpływu tego środowiska na strumień napyłanego materiału i osadzającą się warstwę jest niezbędne dla uzyskania produktu o pożądanej jakości. Podstawowym parametrem ośrodka próżniowego jest **ciśnienie gazów resztkowych** w nim obecnych - cząstkowe dla każdego z osobna i całkowite dla wszystkich. Parametr ten decyduje o **średniej drodze swobodnej** λ (tab 1.) par napyłanego materiału oraz **możliwości wchodzenia przez nie w reakcje chemiczne.**

Ciśnienie	Średnia droga swobodna parowanych cząstek λ	Uwagi
760 Torr	10 nm	Ciśnienie atmosferyczne
10^{-2} Torr	0,5 cm	
10^{-4} Torr	50 cm	Poziom ciśnienia umożliwiający skuteczne parowanie
10^{-7} Torr	100m	Pożądany poziom ciśnienia przy procesach PVD w zaawansowanej mikroelektronice

Oczywiście, im niższe ciśnienie uda się uzyskać w komorze podczas procesu naporowania, tym lepiej dla procesu, ponieważ zwiększa się strumień cząstek parowanych docierających do podłoża (nie zderzają się one z cząstkami gazów) oraz poprawia się czystość otrzywanej warstwy (brak reakcji z innymi cząstkami i wtrąceń w powstającej warstwie). Jednak otrzymywanie bardzo niskich ciśnień (tzw. głębokiej próżni) jest technicznie niezwykle trudne, czasochłonne i kosztowne, procesowi temu przeciwstawia się bowiem powietrze o ciśnieniu atmosferycznym otaczające urządzenie, które dostaje się do wnętrza reaktora przez wszelkie istniejące nieszczelności układu próżniowego. Wynika stąd konieczność stosowania specjalnych materiałów konstrukcyjnych oraz wydajnych, wielostopniowych systemów pompowych.

Pokazany na rys. 3.1. układ próżniowy przystosowany jest do naporowania metali. Próżnia wytwarzana jest przez dwustopniowy układ pompowy, składający się z pompy rotacyjnej (próżnia wstępna) i olejowej pompy dyfuzyjnej (próżnia wysoka). Pompowanie odbywa się za pośrednictwem podwójnej linii próżniowej z trzema zaworami. Ponadto komora próżniowa wyposażona jest w zawór zapowietrzający, co umożliwia jej otwarcie i załadunek (wyładunek) podłoża.



Rys. 3.1. Schemat typowego układu do naporowania próżniowego ze źródła oporowego.

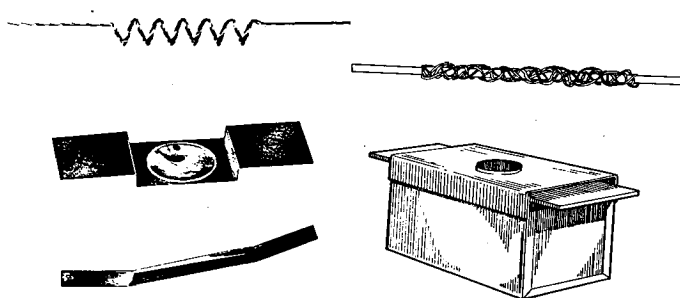
3.1. Napylenie oporowe

Osadzanie cienkich warstw ze źródeł ogrzewanych oporowo było pierwszą użyteczną metodą otrzymywania takich struktur. Sercem układu jest tutaj wykonane z trudnotopliwego metalu **źródło parowania**, w którym umieszcza się przeznaczony do naporowania materiał (rys. 3.1.).

Wybór właściwego źródła parowania (rys. 3.2.) jest decyzją o podstawowym znaczeniu dla poprawnego zaplanowania oporowej metody naporowania próżniowego. Kryteria doboru są następujące:

- **kompatybilność materiału źródła i materiału do naporowania** (niektóre z nich mogą się w sobie rozpuszczać)
- **pojemność źródła**
- **dopuszczalny zakres mocy** (temperatura pracy).

Najczęściej źródła wykonuje się z molibdenu (Mo), tantalu (Ta) lub wolframu (W) - w postaci łódek, tygli, spiral lub innych o specjalnym przeznaczeniu.



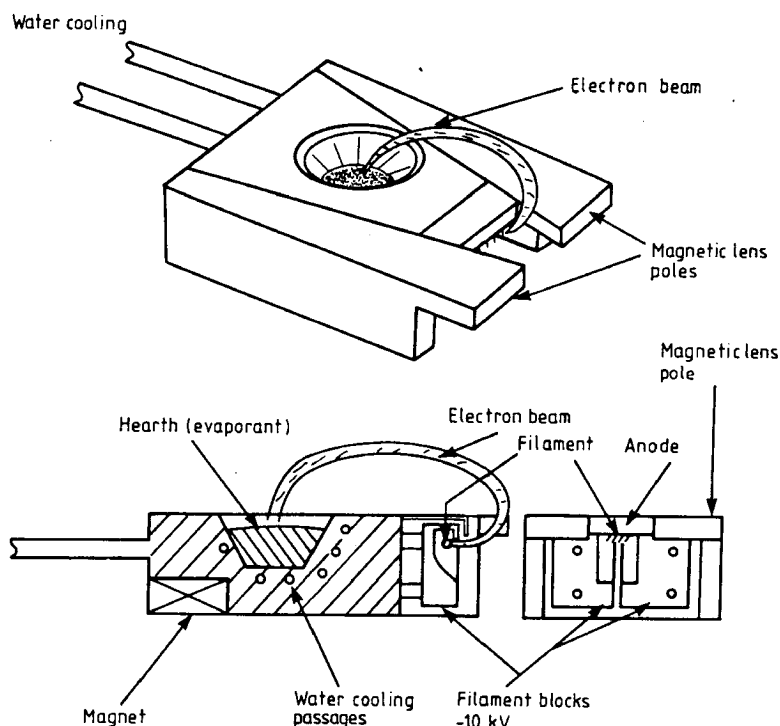
Rys. 3.2. Źródła do parowania oporowego.

Metoda ta jest najprostszym sposobem prowadzenia procesu osadzania próżniowego (oprócz właściwej próżni wymaga jedynie prostego zasilania łódki), charakteryzuje się jednak istotnymi wadami:

- **punktowe źródło parowania** – otrzymanie równomiernej warstwy na podłożu o dużej powierzchni wymaga dalekiego odsunięcia go od źródła parowania, co z kolei zmniejsza szybkość parowania i zwiększa wymagania odnośnie ciśnienia końcowego podczas procesu
- **możliwość parowania tylko czystych pierwiastków** – podgrzewane związki mogą parować niejednakowo
- **możliwość zachodzenia niekontrolowanych reakcji chemicznych** pomiędzy rozgrzaną łódką i parowanym materiałem
- **mała pojemność łódki.**

3.2. Naparowanie przy użyciu działa elektronowego

Naparowanie przy zastosowaniu **działa elektronowego** (rys. 3.3.) także polega na dostarczeniu do materiału energii cieplnej i jego odparowaniu. W odróżnieniu jednak od metody oporowej, ciepło dostarczane jest w wyniku uderzenia wiązki elektronów w parowany materiał (tzw. **target**). Możliwe jest



Rys. 3.3. Źródło parowania z zastosowaniem działa elektronowego.

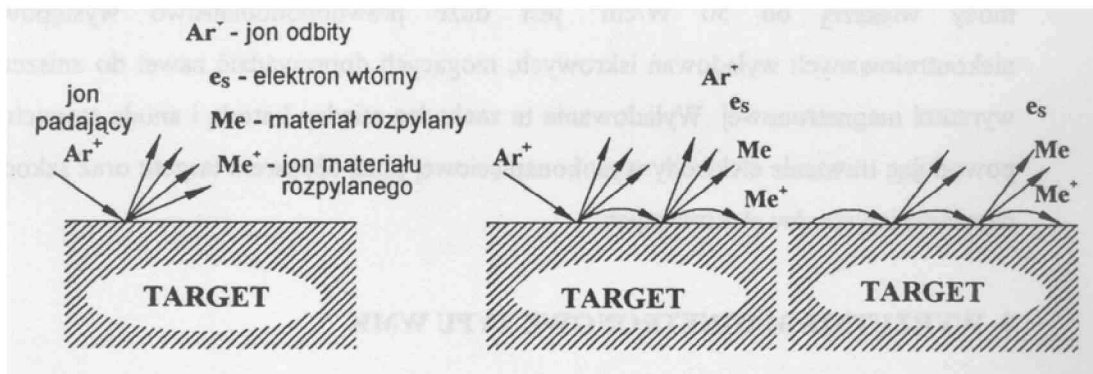
dzięki temu lokalne **uzyskanie temperatur wyższych**, niż w przypadku metody oporowej, ponadto umieszczenie targetu w chłodzonym wodą tyglu praktycznie **uniemożliwia reakcje chemiczne** między nimi. Daje nam to zatem bardziej uniwersalne źródło parowania niż w przypadku metody oporowej. Nadal jednak jest to **źródło punktowe**, predestynowane do **osadzania warstw z czystych pierwiastków**. Układ do naparowania działem elektronowym składa się z 2 głównych elementów: zasilacza i źródła parowania. Zasilacz składa się z 3 niezależnych połączonych ze sobą elementów zapewniających:

- wysokonapięciowe przyspieszanie wiązki elektronów,
- podgrzewanie włókna katody - źródła elektronów
- zasilanie magnesów ogniskujących i odchylających wiązkę.

Źródło parowania składa się z działła elektronowego, cewek odchylających i ogniskujących (soczewki magnetyczne) oraz tygla z materiałem do naparowania. Wiązka elektronów wytwarzana jest w działle, przechodzi przez soczewki i jest skupiana w tyglu, powodując rozgrzanie umieszczonego tam materiału.

3.3. Rozpylanie magnetronowe

W przypadku rozpylania magnetronowego stosuje się inną metodę uzyskiwania par materiału osadzanego. Stosuje się tzw. **magnetron**, w którym silne pole magnetyczne powoduje jonizację gazu (np. argonu) w pobliżu targetu przez elektrony. Jony te przyspieszane są w polu elektrycznym i z bardzo dużą energią bombardują go – rozpylają (rys. 3.4.).



Rys. 3.4. Zasada działania magnetronu.

W tym rozwiązaniu target ma najczęściej postać płaskiego walca o powierzchni porównywalnej z powierzchnią podłoża. Dzięki temu nie występują trudności związane z punktowym źródłem parowania (rozpylanie odbywa się na całej powierzchni targetu), a dodatkową zaletą jest możliwość otrzymania warstwy o ściśle określonym składzie chemicznym (zdefiniowanym przez skład targetu).

2. Wykonanie ćwiczenia

2.1. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z wyglądem, budowa i zasadą działania urządzenia do osadzania próżniowego (**napylarki próżniowej**) oraz przeprowadzenie pełnego procesu parowania oporowego metalu na podłoża krzemowe. Obejmować on będzie:

- odpompowanie powietrza w reaktorze napylarki (uzyskanie możliwie niskiego ciśnienia)
- rozgrzanie łódki zawierającej miedź i naparowanie cienkiej warstwy miedzi na podłoża krzemowe (metalizacja krzemu)
- zapowietrzenie reaktora napylarki, wyjęcie płytek z naparowaną warstwą Cu
- sprawdzenie jakości warstwy Cu, oszacowanie jej grubości.

2.2. Naparowanie próżniowe

Przebieg procesu oporowego naparowania cienkiej warstwy:

1. Należy zapewnić obieg wody chłodzącej (zawory znajdują się na ścianie)
2. Włączyć zasilanie elektryczne na panelu napylarki – rys 3.5 (włączyć pompę obrotową, zawór Z2 i pompę dyfuzyjną). UWAGA: Pompa dyfuzyjna musi się rozgrzewać min. 30 min. zanim będzie można ją wykorzystać w procesie pompowania.



Rys. 3.5. Panel napylarki.



Rys. 3.6. Wnętrze reaktora napylarki.

3. Otworzyć komorę próżniową – rys.3.6 (przy zamkniętych zaworach Z1 i Z3 otworzyć zawór Z4 – zapowietrzanie i uruchomić podnośnik). Za pomocą wagi laboratoryjnej zważyć podłoże i umocować je w uchwycie nad łożką nr 2 lub 3. Odważyć miedź przeznaczoną do parowania i umieścić ją w łożce. Zamknąć komorę.
4. Odpompować wysoką próżnię:
 - a) zamknąć zawór Z2, otworzyć zawór Z3 i wytworzyć próżnię wstępną w komorze – ciśnienie $\sim 10^{-2}$ hPa (1 hPa = 1,33 Torr)
 - b) zamknąć Z3, otworzyć Z2 i wytworzyć próżnię wstępną w pompie dyfuzyjnej
 - c) otworzyć Z1 i poczekać na wytworzenie wysokiej próżni w komorze - ciśnienie mniejsze niż 10^{-3} hPa (proces ten trwa ok. 15 minut)
5. Naparowanie (możliwa obserwacja przez okienko):
 - a) wybrać (panel BD1) i włączyć (panel BP1) odpowiednie źródło parowania
 - b) powoli zwiększać prąd łożki - obrót potencjometru w lewo!
 - c) po wstępnym stopieniu miedzi utrzymać moc na stałym poziomie przez kilka sekund, a następnie zwiększyć moc i poczekać aż do całkowitego odparowania materiału
 - d) zmniejszyć moc do zera i wyłączyć zasilanie źródła
6. Odczekać kilka minut (dla ochłodzenia podłoża), zamknąć Z1 i zapowietrzyć komorę – zawór Z4
7. Otworzyć komorę, wyjąć płytkę, zamknąć komorę.
8. Zważyć płytkę z naparowaną warstwą miedzi.
9. Zamknąć Z4, otworzyć Z3 - odpompować próżnię wstępną w komorze.
10. Zamknąć Z3, otworzyć Z2 i wyłączyć pompę dyfuzyjną
11. Po ok. 15 min. zamknąć Z2 i wyłączyć pompę obrotową

Po wykonaniu naparowania sprawdzić rezultaty procesu pod mikroskopem. Zwrócić uwagę na jednorodność warstwy, obecność zanieczyszczeń, przyczepność do podłoża.

Pomiar masy przy użyciu wagi laboratoryjnej (rys. 3.7)



Rys. 3.4. Waga laboratoryjna.

1. Włączyć zasilanie oświetlenia wagi
2. Odsunąć lewą szybkę boczną i położyć ważony element (pęsetą!) na lewej szlacie, zasunąć szybkę.
3. Jeżeli masa ważonego elementu przekracza 1000 mg na prawej szalce umieścić odpowiedni odważnik dodatkowy
4. Przesunąć dźwignię (1) do tyłu i dobrać odpowiednie obciążenie prawej szalki pokrętkiem (2) tak, aby możliwy był odczyt na ekranie (3)
5. Poczekać na ustabilizowanie się wskazania wagi.
6. Odczytać wynik pomiaru z dokładnością do 0,01mg sumując masę dodatkowych odważników (pełne gramy), odważników umieszczonych za pomocą pokrętła (setki i dziesiątki mg) oraz wskazania wagi na ekranie (jednostki, dziesiąte i setne części mg).
7. Przed odsunięciem szybki i zdjęciem ważonego elementu lub odważnika dodatkowego przesunąć dźwignię (1) do przodu.
8. Po pomiarze wyłączyć zasilacz oświetlenia wagi.

2.3. Szacowanie grubości naniesionej warstwy

Precyzyjna kontrola grubości parowanej warstwy realizowana jest najczęściej za pomocą **miernika z czujnikiem kwarcowym**, umieszczanym w pobliżu podłoża podczas procesu. Czujnik ten jest elementem elektrycznym generatora częstotliwości. Wraz z osadzaniem się materiału parowanego częstotliwość rezonansowa czujnika zmniejsza się, co umożliwia bieżącą kontrolę grubości i szybkości osadzania w danym procesie.

Podczas zajęć należy zastosować dwie uproszczone metody pozwalające na oszacowanie grubości warstwy otrzymanej w procesie naparowania.

Metoda 1

Znając gęstość i masę miedzi użytej w danym procesie należy obliczyć teoretyczną grubość naparowanej warstwy przy następujących założeniach:

- odległość między źródłem parowania i podłożem wynosi 14 cm
- w komorze panuje idealna próżnia
- miedź zostaje z całości wyparowana
- cały parowany materiał odparowuje równomiernie w górną półsferę (którą można traktować jak połowę sfery o promieniu 14 cm).

Metoda 2

Należy zważyć podłoże przed i po procesie naparowania. Przyjmując, że warstwa miedzi ma jednakową grubość na całej powierzchni płytki krzemowej, można ją traktować jak walec o znanej średnicy. Znając gęstość miedzi można obliczyć wysokość walca, czyli grubość naparowanej warstwy.

3. Sprawozdanie

W sprawozdaniu należy zamieścić opis przebiegu ćwiczenia, wyniki obserwacji i obliczeń. Na podstawie uzyskanych danych porównać wyniki pomiaru grubości dwoma metodami (określić czynniki mogące wpływać na ich dokładność). Zamieścić własne wnioski i spostrzeżenia.

4. Literatura

1. R. Beck, *Technologia krzemowa*, PWN, Warszawa, 1991
2. Praca zbiorowa, *Procesy Technologiczne w elektronice półprzewodnikowej*, WNT, Warszawa, 1980