

Naprašování – [N]

(Přemysl Fitl, Jan Vlček, Eva Marešová, Šárka Havlová)

1. Úvod

K depozicím kovů bude v rámci této práce využito naprašování, které náleží ke skupině PVD (physical vapor deposition) technologií. Další zástupci z této skupiny technik jsou např. katodový oblouk, napařování z lodičky nebo pulzní laserová depozice.

2. Teorie

2.1. Princip magnetronového naprašování

Princip magnetronového naprašování spočívá v tom, že se na substrátu ukládají atomy a klastry, které odlétávají v důsledku bombardování zdrojového terče urychlenými ionty inertního plynu. Provádí se za podmínek vysokého až středního vakua (desetiny až jednotky Pa) nejčastěji v argonové atmosféře. Argon je vhodný z hlediska nízké reaktivity, relativně vysoké relativní hmotnosti a dobré dostupnosti.

Bombardování terče zajišťuje doutnavý výboj, který se zapálí mezi katodou (terčem) a anodou (vodivým stolem se substráty). Magnetické pole tu hraje důležitou roli, neboť zakřivuje přímočarý pohyb elektronů výboje do spirál, a tak zefektivňuje ionizaci pracovního plynu. Po zažehnutí výboje vzniká z argonu svítivé plasma, směs převážně jednomocných kationtů a volných elektronů. Ar^+ ionty jsou elektrickým polem urychlovány a směřovány na terč. Z terče jsou pro svou značnou kinetickou energii schopny vyrážet jednotlivé atomy či i klastry materiálu. Vyrážené částičky prolétávají prostorem a dopadají na pevný podklad. Než zkondenzují, mohou se v důsledku jejich poměrně vysoké energie na povrchu cílového substrátu ještě krátkou dobu pohybovat. Prodleva před usazením je určena rychlostí disipace jejich kinetické energie.

Naprašovací proces je kvantifikován tzv. naprašovacím výtěžkem, což je počet rozprášených atomů terče ku počtu dopadajících částic. Je nezávislý na teplotě terče i na tom, zda bombardující částice jsou elektricky nabitě nebo neutrální. Ionty argonu v plasmě mohou být před dopadem na terč neutralizovány elektrony plasmy. Naprašovací výtěžky jsou obvykle zjišťovány empiricky (viz tabulka níže). Rychlost odprašování terče R v nm/s je poté dána:

$$R = 6,23 \cdot \frac{J \cdot s \cdot M_a}{\rho},$$

kde J je proudová hustota iontů, v mA/cm^2 , s je výtěžek odprašování, M_a je atomová hmotnost v gramech a ρ je hustota terče v g/cm^3 .

Výtěžky naprašování různých materiálů při použití argonového pracovního plynu

Terč	Energie iontů eV					
	200	500	1000	2000	5000	10000
	Výtěžek naprašování kovů					
Ag	1,6	3,0	-	-	-	8,8
Au	1,1	2,8	3,6	3,6	7,9	-
Cu	1,1	2,3	3,2	4,3	5,5	6,6
Al	0,35	1,2	-	-	2,0	-
Fe	0,5	1,3	1,4	2,0	5,5	-

2.2. Schéma procesu

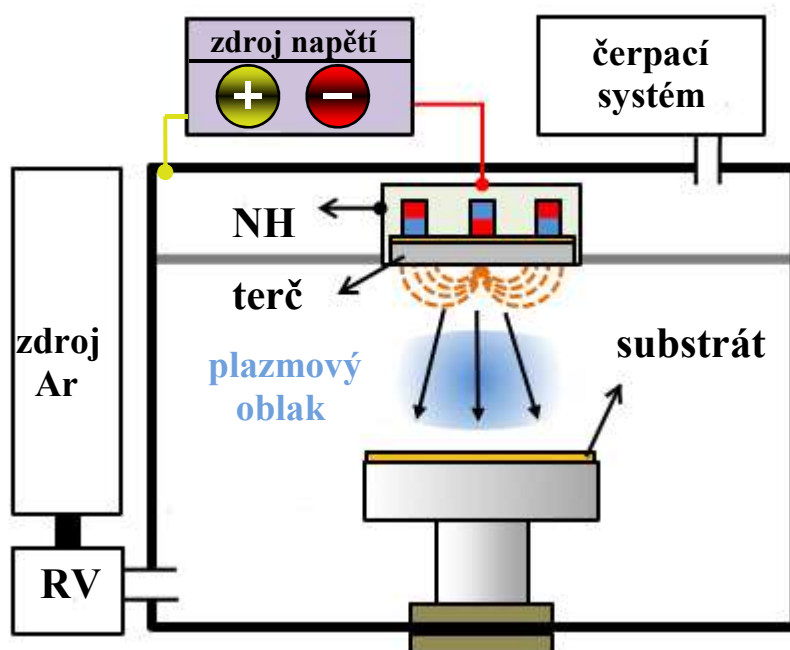


Schéma naprašovacího procesu. NH je naprašovací hlava (sputter head) a RV regulační ventil nastavující optimální proud argonu. Oranžové přerušované půlkružnice naznačují siločáry magnetického pole, které zefektivňuje ionizaci bombardovacího média. Naprašovací hlava má při depozicích zápornou polaritu, stolek se substráty i zbytkem komory je nabit kladně.

2.3. Použitelnost naprašování

DC magnetronové naprašování je vhodnou technikou pro přípravu tenkých vrstev z vodivých materiálů, které nepoškodí bombardování vysokoenergetickými částicemi. Používá se tedy zejména v případě kovů. Naprašování nevodivých materiálů, například keramik, je principiálně možné pouze v případě, když se místo stejnosměrného napětí aplikuje RF pole.

Naprašování obecně je možno dělit na reaktivní a nereaktivní. Nereaktivní verze je popsána výše. Reaktivní se odlišuje v tom, že k pracovnímu plynu se připouští reaktivní plyn, například kyslík nebo dusík. Za vhodných podmínek lze takto připravovat oxidové respektive nitridové vrstvy.

3. Cíl práce

1. Seznamte se s naprašovačkou Denton DESK V, včetně vakuového systému.
2. Dle pokynů připravte a vyčistěte substráty pro naprašování – mikroskopová krycí skla.
3. Připravené substráty vložte dle pokynů na stolek do naprašovací komory.
4. Vyčistěte povrch substrátů před samotným procesem naprašování pomocí inverzního procesu, kdy je odleptáván povrch substrátu.
5. Naprašte na povrch substrátů kovovou vrstvu zadaného kovu.
6. Ukončete proces naprašování a po bezpečném zastavení vývěv a zapuštění naprašovací komory na atmosférický tlak vyjměte připravené vzorky kovových vrstev.
7. Vypočtete o kolik se zeslabil kovový terč v průběhu naprašování kovové vrstvy.

4. Popis zařízení

4.1. Základní pokyny pro práci s naprašovačkou/ leptačkou Denton DESK V HP TSC

**!Před započatím jakékoliv práce s naprašovačkou, otevřeme tlakovou láhev s argonem!
Dodržujeme přísnou čistotu-se vzorky i součástmi zařízení pracujeme v rukavicích, aby
nedošlo ke kontaminaci a zbytečnému znečištění-především vnitřních částí!**

4.2. Postup - LEPTÁNÍ (etching)

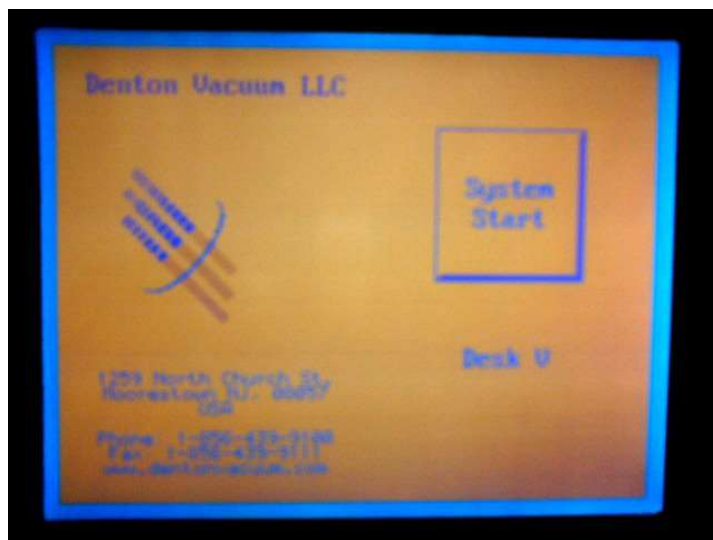
Zapnete naprašovací zařízení tlačítkem zapnout/vypnout ze zadní strany. Víko otevřít do horizontální polohy viz obr. 1. **POZOR !!. pokud je víko pod úhlem, mohlo by spadnout, musí být ve VODOROVNÉ poloze viz obr. 1.**

Clonu zavíráte pomocí otočného knoflíku „Shutter“. Když je clona zavřená je nápis Shutter vodorovně. Když je závěrka otevřená je nápis kolmo. **POZOR!!** Když clonu zavíráme je nutné ji otočit až do krajní polohy a pak se vrátit zpět, aby byl nápis vodorovně-takto je zakrytý celý stolek. Rozsah závěrky si lze zkontrolovat před uzavřením víka.



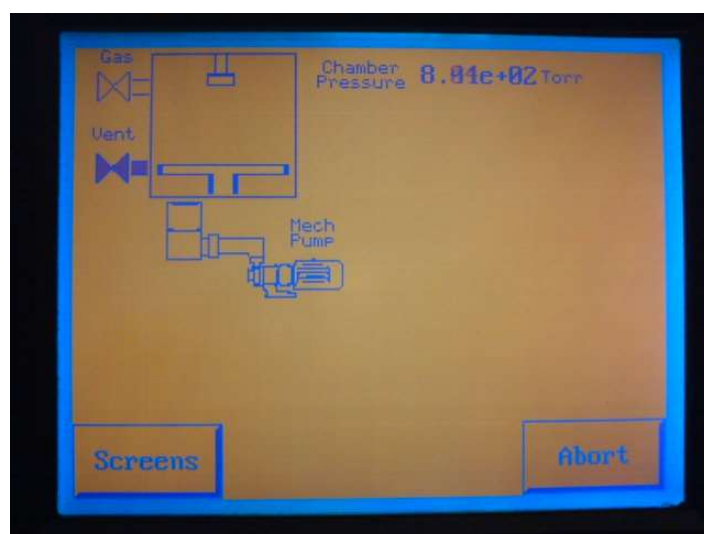
Obr. 1.: Správná poloha otevřeného víka komory

Vložíte vzorek na stolec a zavřete víko. Na aktivním dotykovém displeji následně stiskněte volbu „**System start**“ viz **obr. 2**.



Obr. 2.: Displej po zapnutí přístroje

Stisknete „**Screens**“ viz **obr. 3**.

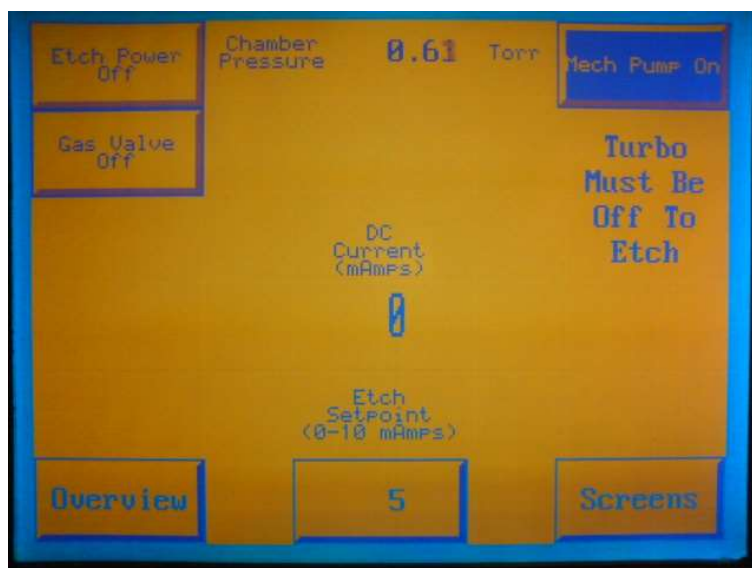


Obr. 3.: Displej po spuštění „**Systém start**“. V pravém horním rohu je ve schematickém nákresu je to co je zapnuté zvýrazněno tmavým zbarvením.

Stisknete v nabídce „**Manual Etch**“. Pozn.: Možnost „**Timed Etch**“ pro účely laboratorní práce nepoužívejte!

Následně zavřete jehlový ventil.

Přepnete na „**Mechanical Pump On**“ Tím spustíte rotační olejovou vývěvu. Po spuštění pole ztmavne viz obr. 4.



Obr.4.: Displej po spuštění rotační olejové vývěvy

Po poklesu tlaku pod 1 Torr, je možno otevřít ventil „**Gas Valve**“. Přepnutím na „**Gas Valve On**“ pole ztmavne. Ventil někdy nelze otevřít napoprvé. Po pokusu o otevření tlak vystoupá na >1Torr. Pak je nutné vyčkat, až tlak poklesne opět pod 1Torr a znovu se pokuste o otevření.

Aby mohl být spuštěn režim leptání, musí tlak dosáhnout hodnoty $0,2 \pm 0,01$ Torr. Regulaci tlaku provádíme pomocí jehlového ventilu viz obr. 5.

Mezitím si nastavíte procházející proud pomocí „**Etch Setpoint**“, kdy se pomocí zobrazené dotykové klávesnice nastaví hodnota leptacího proudu (1-10 mA). Uprostřed displeje je zobrazen skutečný procházející proud: „**DC Current (mAmps)**“ v mA. Když bylo spuštěno „**Etch Power On**“, je nutné vizuálně zkontrolovat, jestli není výboj nestabilní (neblíká). Důkazem nestálosti výboje je také nestabilita měřeného leptacího proudu (problikávání 0 mA). Při spuštění leptání se tato nestabilita může projevit, ale během krátké doby (5s) by se měla hodnota procházejícího proudu ustálit. Pokud se hodnota proudu neustálí, je nutno vypnout „**Etch Power Off**“, nechat ustálit tlak a poté zkusit znovu spustit leptání „**Etch Power On**“.



Obr.5.: Šipka ukazuje na jehlový ventil, kterým lze zvýšit nebo snížit přítok argonu a tím měnit pracovní tlak v komoře



Obr. 6.: Displej po spuštění procesu leptání

Proces leptání je časově omezen a to na 10 minut. Pokud tuto hodnotu překročíme, hrozí poškození přístroje v důsledku přehřátí. Leptání slouží v našem případě především k čištění vzorku (substrátu) před naprašováním. Po odstranění nečistot leptáním lze spustit žádaný proces naprašování.

5. Postup práce

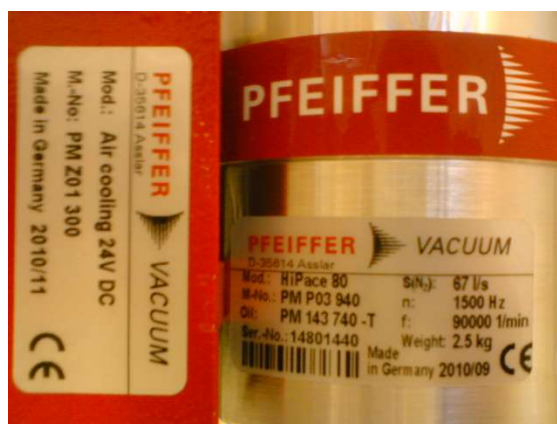
5.1. NAPRAŠOVÁNÍ (sputtering)

Vypnete leptání: „**Etch Power Off**“.

„**Gas Valve On**“, ten nevyplínáte, pouze musíte zavřít jehlový ventil.

Přes tlačítko „**Screens**“ se vrátíte do hlavního menu a zvolíte položku „**Manual Sputter**“.

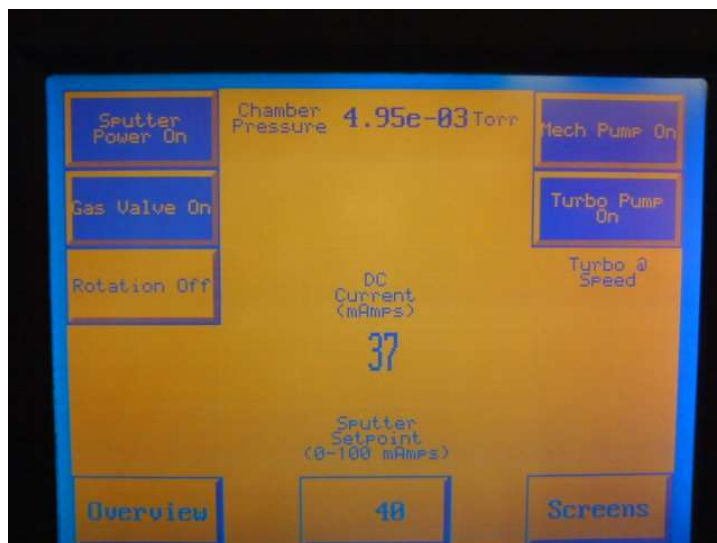
Následně je nutné zapnout turbomolekulární vývěvu (TMP) přepnutím na „**Turbo Pump On**“. Spuštění TMP lze poznat pomocí rychle klesajícího tlaku. (Je i dobře slyšet). To, že TMP pracuje na plný výkon nám dokládá rozsvícení nápisu „**Turbo Speed @**“.



Obr.7.: Turbomolekulární vývěva(TMP) je součástí naprašovacího zařízení

Před zahájením procesu naprašování je nutné dosáhnout minimálně tlaku $5 \cdot 10^{-3}$ Torr. Jakmile se TMP roztočí na plný výkon, začne tlak v komoře prudce klesat. Pracovní tlak lze zvýšit připouštěním Argonu, který je pro proces naprašování pracovním plynem. Množství připouštěného plynu je možno řídit pomocí jehlového ventilu.

Proud pro naprašování nastavíte prostřednictvím voliče „**Sputter Setpoint**“ například na 40 mA. Reálný proud protékající výbojem je opět indikován na panelu (hodnota procházejícího proudu může být nižší než je hodnota nastavená (např. při nastavení $I_{\text{sput}}=40$ mA, prochází reálně pouze 38-39 mA).



Obr. 8.: Displej po spuštění procesu naprašování

K naprašovacímu zařízení je připojena krystalová měrka SQM-160, která měří tloušťku naprašované vrstvy na QCM senzoru. Před startem naprašování je nutné ji vynulovat pomocí tlačítka „ZERO“. Na měrce lze zároveň sledovat dobu naprašování, která by neměla také přesáhnout 10 minut.

Pozn.: Možnost „**Timed Sputter**“ v rámci práce nepoužívejte.



Obr.9.: Krystalová měrka po spuštění procesu naprašování

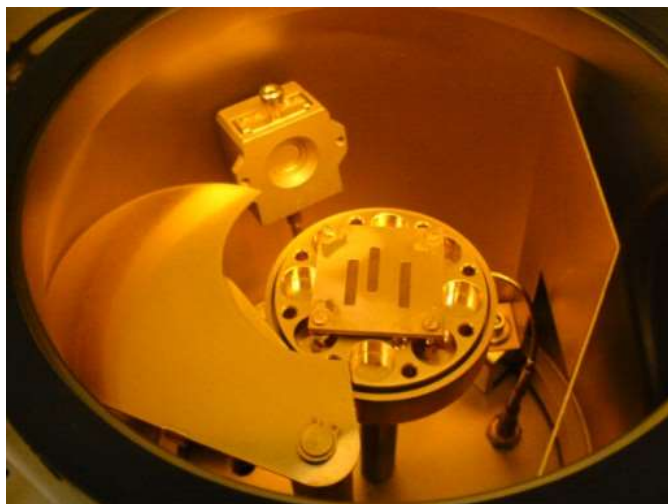
Zapnete naprašování „**Sputter Power On**“ a zároveň otevřete clonu. Započne naprašování na vložené substráty. Rychlost naprašování a tloušťka vrstvy jsou měřeny pomocí krystalové měrky Inficon SQM-160 viz **obr. 9**.

Doba naprašování je omezena také na maximálně 10 minut, obzvláště při maximálním výkonu (Maximální výkon naprašovacího zařízení je 40 W, pracovní proud 100 mA (max), napětí zdroje 400 V.)

Po nanesení požadované tloušťky vrstvy proces ukončíte přepnutím na „**Sputter Power Off**“.

Ihned poté vypnete turbomolekulární vývěvu přepnutím položky „**Turbo Pump Off**“. Nyní je nutné počkat 600 sekund (10minut), odpočítávání běží na displeji přístroje po sekundách. Následně je možné vypnout rotační olejovou vývěvu (turbomolekulární pumpa je již zastavena). Rotační olejovou vývěvu vypnete přepnutím položky „**Mechanical Pump Off**“. A současně se automaticky vypne i ventil „**Gas Valve Off**“. Po vypnutí se pracovní komora začne automaticky zapouštět atmosférou z laboratoře.

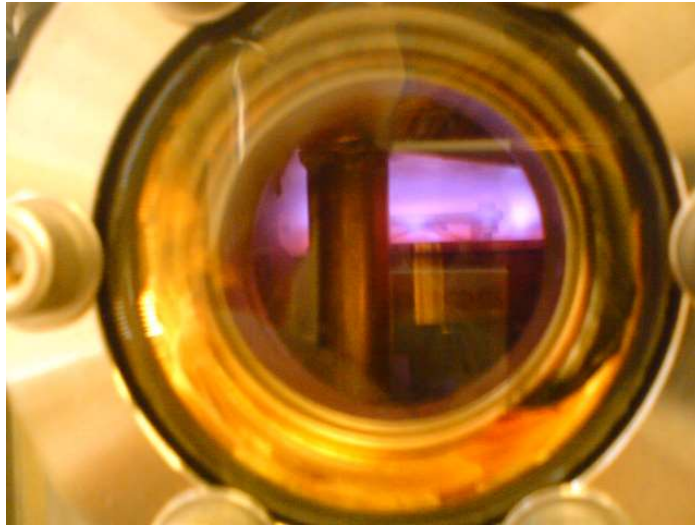
Před otevřením víka je nutné chvíli počkat na vyrovnání tlaku. Zapouštění aparatury trvá cca 30-60 sekund. Víko musí jít nadzvednout bez použití hrubé síly aby nedošlo k poškození gumového těsnění.



Obr.10.: Vzorek uvnitř komory po ukončení naprašování

DŮLEŽITÉ:

Po každém úplném ukončení činnosti u naprašovacího zařízení očistěte okno do komory (pozn. z vnitřní strany) hadříkem namočeným do isopropylalkoholu. Naprašováním kovů se okno zanáší a nedá se přes něj vizuálně kontrolovat zažehnutí a stabilita výboje viz **obr. 11**. Pokud je okno čištěno pravidelně, není nutné přístroj zbytečně rozebírat. Tenkou vrstvou kovu je možné očistit snadněji. Pokud bude zanesení příliš velké, je zde možnost použít k mechanickému očištění diamantovou pastu, která je v laboratoři k dispozici.



Obr. 11. Vizuální kontrola průběhu výboje při naprašování

Po ukončení práce přístroj vypneme tlačítkem na zadní straně. Taktéž vypneme krystalovou měрку SQM-160. Nezapomeneme zavřít přívod argonu na tlakové láhvi!

**V PŘÍPADĚ JAKÝCHKOLIV NEJASNOSTÍ NEBO NESTANDARTNÍHO CHOVÁNÍ PŘÍSTROJE
ZAVOLEJTE VYUČUJÍCÍHO ASISTENTA!**