

УДК 621.3

ОТРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ МЕТАЛЛИЗАЦИИ КЕРАМИЧЕСКИХ ПОДЛОЖЕК

Байбаков Игорь Владимирович⁽¹⁾, Чжо Мьинт У⁽²⁾Студент 6 курса⁽¹⁾, магистр 3 года⁽²⁾,

кафедра «Электронные технологии в машиностроении»

Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана

Научный руководитель: Л.Л. Колесник,

кандидат технических наук, доцент кафедры «Электронные технологии в машиностроении»

Пароструйное осаждение, называемое в англоязычной литературе Jet Vapor Deposition (JVD) – метод, использующий высокоскоростную струю инертного газа для доставки компонентов пленки к подложке. По своей сути метод является разновидностью метода термического испарения, при котором процесс формирования покрытия сопровождается процессом ассистирования струей рабочего газа.

Метод первоначально был разработан американской фирмой Jet Process Corporation и по литературным данным в настоящее время внедрен в коммерческое применение. Пароструйное осаждение используется для различных материалов при нанесении тонко и толсто пленочных покрытий. Он показывает хорошие результаты при нанесении покрытий из многокомпонентных материалов, отличается высокой скоростью и экономичностью [1].

Типовой источник пароструйного осаждения представляет собой цилиндрическую камеру диаметром 7,62 см (3 дюйма), с выходным соплом диаметром около 1 см. Гелий, аргон или азот подается внутрь источника и поступает в вакуумную камеру через сопло.

Схема устройства источника пароструйного осаждения с термическим испарителем показана на рисунке 1 [2].

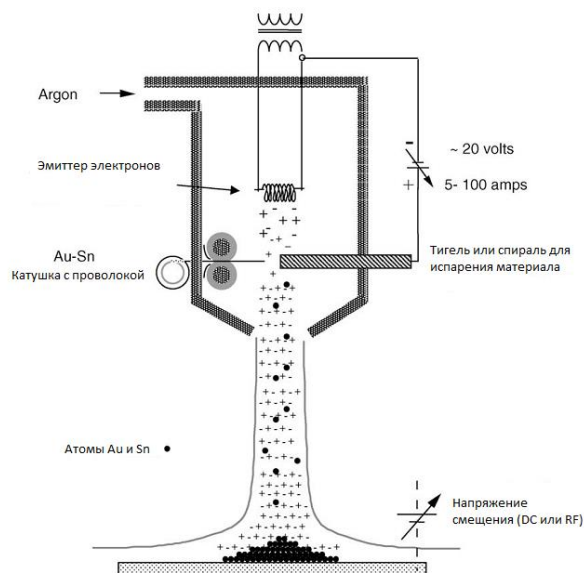


Рисунок 1 – Схема устройства источника пароструйного осаждения (JVD)

Обычно давление внутри источника равно нескольким торрам, а давление в камере составляет 1 торр или менее. Точное соотношение давлений зависит от наносимого материала и требуемых свойств покрытия.

Когда соотношение давлений превышает значение 2, величина потока газа достигает критического значения и скорость газа, проходящего через сопло, достигает скорости звука. Например для гелия при температуре 298 К скорость струи составляет около 105 см/с [1].

Тонкая проволока материала непрерывно подается в зону, нагреваемую с помощью тигля или спирали, сделанной из вольфрама. При контакте проволоки с нагревателем она расплавляется, смачивает спираль и начинает испаряться. Испаряющиеся атомы материала увлекаются потоком газа в сторону сопла, проходят через него со сверхзвуковой скоростью и осаждаются на подложке в виде окружности диаметром около 1 см. Распределение материала в зоне осаждения подчиняется закону Гаусса.

Отработка технологии пароструйного осаждения проводилась на установке, расположенной в лаборатории кафедры электронных технологий в машиностроении в МГТУ им. Н.Э. Баумана.

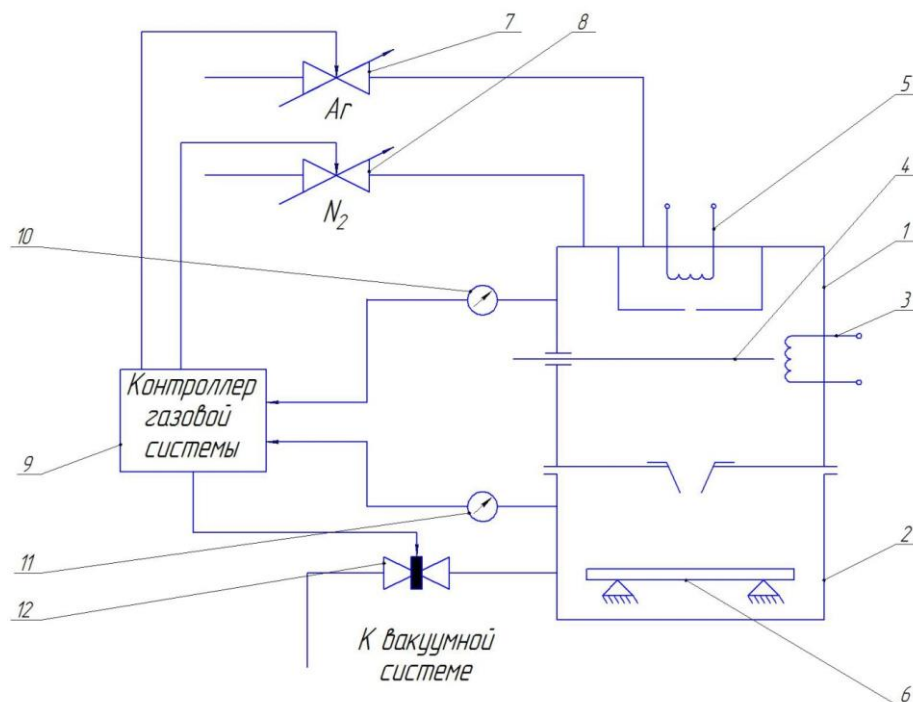
Испарение производится с помощью электрического нагревателя, выполненного из тугоплавкого материала. Источник настроен на использование исходного материала, подаваемого в зону нагрева в виде проволоки. Подача проволоки в зону испарения осуществляется непрерывно, что обеспечивает продолжительную работу источника без необходимости перезарядки испарителя.

Доставка молекул испаряемого материала к подложке осуществляется с помощью сверхзвуковой струи рабочего газа-носителя, что обеспечивает высокую скорость осаждения и максимальный коэффициент использования наносимого материала.

В источнике предусмотрено устройство зажигания разряда для ионизации потока рабочего газа.

Устройство подачи испаряемого материала оснащено шаговым двигателем, что позволяет плавно регулировать скорость подачи проволоки в зону испарения.

Схема управления системой подачи газа и регулирования давления приведена на рисунке 2.



1 – технологический источник, 2 – вакуумная камера, 3 – спираль испарителя, 4 – испаряемый материал, 5 – спираль ионизатора, 6 – подложка, 7 – регулятор расхода рабочего газа (аргон), 8 – регулятор расхода рабочего газа (азот), 9 – контроллер газовой системы, 10 – датчик давления в технологическом источнике, 11 – датчик давления в вакуумной камере, 12 – диафрагмирующий клапан

Рисунок 2 – Схема системы подачи газа и регулирования давления

Принцип работы системы подачи газа и регулирования давления заключается в следующем.

Технологический источник установлен на вакуумной камере, в которой располагается подложка. Благодаря наличию перегородки, в которой установлено сопло, вакуумная камера и источник разделены на два условно независимых объема. Откачка вакуумной камеры ведется через диафрагмирующий клапан-бабочку. Откачка источника ведется только через небольшое по диаметру сопло, которое соединяет полость источника с вакуумной камерой. Такое разделение обеспечивает перепад давлений между камерой и источником, необходимый для возникновения реактивной струи рабочего газа, движущейся со сверхзвуковой скоростью.

Рабочий газ подается в источник через два независимых канала с использованием регуляторов расхода газа. Аргон подается в зону эмиттера электронов через регулятор расхода, а азот подается непосредственно в источник через регулятор расхода.

Давление в источнике и в камере контролируется с помощью емкостных датчиков.

Контроллер газовой системы получает давления от обоих датчиков. Анализируя сигнал с датчика, установленного в вакуумной камере, контроллер открывает диафрагмирующий клапан таким образом, чтобы обеспечить требуемое давление в вакуумной камере. Одновременно контроллер анализирует сигнал с датчика, установленного в источнике, и выставляет поток подаваемого газа в величину, необходимую для поддержания заданного давления в источнике.

Независимая регулировка скорости откачки вакуумной камеры и потока подаваемого газа в источник позволит обеспечить требуемый перепад давлений между камерой и источником.

Задачами проводимых исследований были:

1. Определение оптимального значения подачи газа, при котором возникает наибольший перепад давлений в камере и источнике, так как от перепада давлений в системе источник-камера зависит длина струи, движущейся со сверхзвуковой скоростью..
2. Разработка конструкции испарителя и определение параметров, при которых происходит гарантированное испарение подаваемой меди.

Был проведен ряд опытов, анализ которых позволил выбрать параметры, при которых длина сверхзвуковой струи будет максимальна. Известна зависимость для расчета длины сверхзвуковой струи, истекающей в вакуум:

$$L = 0,67d \sqrt{\frac{P_1}{P_2}}$$

где L – длина струи (мм), d – диаметр сопла (мм), P_1 – давление в первой камере, P_2 – давление во второй камере.

В экспериментах первой камерой выступал источник, второй камерой собственно вакуумная камера.

Экспериментальным путем было выяснено, что при напуске газа в камеру источника происходит увеличение отношения давлений, хоть и давления в обеих камерах увеличивается.

Данный эксперимент был проведен с малым соплом диаметра 2 мм и без сопла, диаметр отверстия – 12 мм. Напускаемый газ – аргон. Скорость откачки во время проведения эксперимента составляла

Результаты измерений перепада давления и рассчитанной длины сверхзвуковой струи для разных диаметров сопла представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты измерения давлений для различных диаметров сопел и потоков газа

Поток газа, ст. см ³ /мин	Давление в камере источника P ₁ , мбар		Давление в камере подложки P ₂ , мбар		Отношение давлений P ₁ /P ₂		Диск маха L, мм	
	Ø2	Ø12	Ø2	Ø12	Ø2	Ø12	Ø2	Ø12
0	$8,7 \cdot 10^{-3}$	$3,4 \cdot 10^{-3}$	$2,1 \cdot 10^{-4}$	$1,8 \cdot 10^{-3}$	41,4	1,89	8,62	11,05
25	1,1	$3,8 \cdot 10^{-2}$	$1,9 \cdot 10^{-2}$	$1,4 \cdot 10^{-2}$	57,8	3,36	11,88	14,74
40	1,4	$5,3 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$1,7 \cdot 10^{-2}$	82,3	3,11	12,16	14,18
50	1,5	$6,1 \cdot 10^{-2}$	$1,9 \cdot 10^{-2}$	$1,9 \cdot 10^{-2}$	79	3,21	11,91	14,40
100	2	$1 \cdot 10^{-1}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$1,9 \cdot 10^{-2}$	66,7	3,33	10,94	14,67
150	2,3	$1,3 \cdot 10^{-1}$	$4 \cdot 10^{-2}$	$3,9 \cdot 10^{-2}$	57,5	3,33	10,16	14,67
200	2,5	$1,7 \cdot 10^{-1}$	$4,6 \cdot 10^{-2}$	$4,6 \cdot 10^{-2}$	54,3	3,7	9,88	15,47
250	2,6	$2 \cdot 10^{-1}$	$5,4 \cdot 10^{-2}$	$5,4 \cdot 10^{-2}$	48,1	3,7	9,30	15,47
300	2,8	$2,3 \cdot 10^{-1}$	$6,4 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$	43,75	3,8	8,86	15,67
350	3	$2,7 \cdot 10^{-1}$	$7,2 \cdot 10^{-2}$	$7,1 \cdot 10^{-2}$	41,7	3,8	8,65	15,67
400	3	$3 \cdot 10^{-1}$	$8,1 \cdot 10^{-2}$	$7,9 \cdot 10^{-2}$	37	3,79	8,15	15,65
450	3,1	$3,2 \cdot 10^{-1}$	$8,9 \cdot 10^{-2}$	$8,7 \cdot 10^{-2}$	34,8	3,75	7,91	15,57
500	3,2	$3,5 \cdot 10^{-1}$	$9,4 \cdot 10^{-2}$	$9,2 \cdot 10^{-2}$	34	3,8	7,82	15,67
550	3,2	$3,8 \cdot 10^{-1}$	$1 \cdot 10^{-1}$	$1 \cdot 10^{-1}$	32	3,8	7,58	15,67
600	3,3	$4,1 \cdot 10^{-1}$	$1,1 \cdot 10^{-1}$	$1,1 \cdot 10^{-1}$	30	3,72	7,34	15,51

График зависимости длины струи от объема подаваемого газа для разных сопел представлен на рисунке.

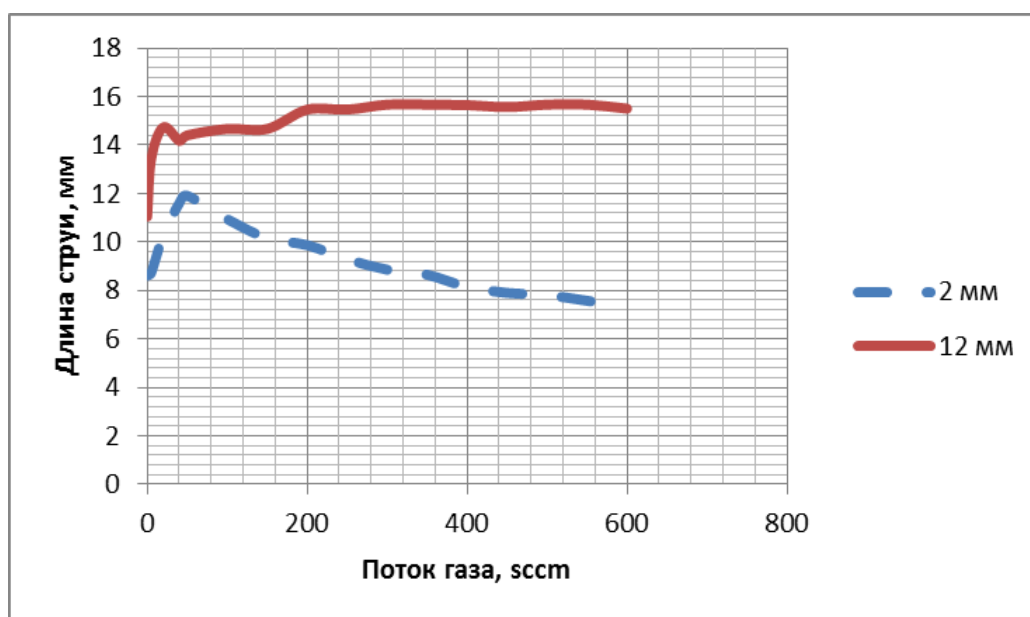


Рисунок 3 – Зависимость длины струи от объема подаваемого газа

Очевидно, что для обоих диаметров сопел имеется максимум – предельное значение количества подаваемого газа, после которого длина струи явно уменьшается.

Для сопла диаметром 2 мм максимальная расчетная длина струи составляет 11,91 мм при потоке газа 50 сссм. Для сопла диаметром 12 мм явного максимума не наблюдалось, однако существует диапазон значений от 200 до 600 сссм, при которых расчетная длина струи практически неизменна и составляет около 15,5 мм.

В результате эксперимента мы получаем, что при использовании малого сопла с диаметром 2 мм разница давлений в камерах существенно выше, чем при использовании сопла диаметра 12 мм. За счет большего диаметра сопла диск Маха при этом получается больше, чем при использовании малого сопла.

Так как по литературным данным диаметр пятна получаемого сопоставим с диаметром сопла, дальнейшие эксперименты по нанесению покрытия проводились с соплом диаметром 12 мм.

Второй задачей являлась разработка конструкции испарителя для продолжительной работы без необходимости его замены.

При работе термических испарителей из-за взаимодействия расплавляемого материала с материалом испарителя постепенно происходит разрушение последнего. Для предотвращения этого обычно используются защитные конструкции из керамики, как правило, оксида циркония.

Наиболее доступным вариантом является использование керамических трубок. Но использование трубок требует изменение конструкции и перехода от спиральных испарителей к испарителям, выполненным в виде стержней.

Установленные токовводы и источник питания не позволяют использовать силы тока более 200 А. Поэтому для разработки конструкции испарителя была проведена серия экспериментов для определения оптимального количества вольфрамовых стержней, используемых для испарения материала.

Были зафиксированы установки (мощность, сила тока), при которых медь испаряется при использовании вольфрамовой спирали, а также оптимальное количество вольфрамовых стержней, чтобы рабочий ток не превышал 200 А.

На основе данных, полученных в ходе опытов, был спроектирован и изготовлен новый испаритель с керамической оснасткой для испарения титана и проведена серия опытов по нанесению меди и титана.

Конструкция разработанного испарителя представлена на рисунке.

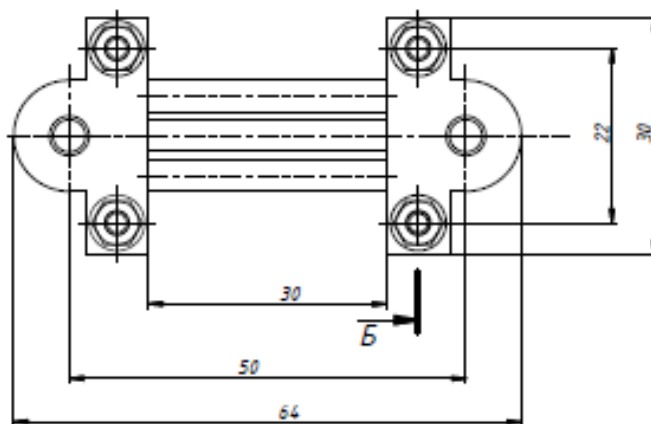


Рисунок 4 – Конструкция испарителя с защитой из керамических трубок

Новый испаритель представляет собой три вольфрамовых стержня с оснасткой из оксида циркония. Стержни закрепляются между двух медных пластин винтами.

Были проведены опыты с изготовленным новым испарителем. Медь начала плавиться при мощности $P=300$ Вт, ток испарителя составил 200 А.

Внешний вид полученного покрытия меди на подложке оксида алюминия представлен на рисунке.



Рисунок 5 – Внешний вид полученного покрытия меди на подложке оксида алюминия

Литература

1. Handbook of deposition technologies for films and coatings: science, applications and technology / ed. by *P.M.Martin*. - 3rd ed. – Burlington; Oxford: William Andrew / Elsevier, 2010. – xviii, 912 p.: ill. – Bibliogr. at the end of the chapters. – Ind.: p.902-912. – ISBN 978-0-8155-2031-3
2. US. Patent 5571332 – Electron Jet Vapor Deposition System, 1996