

ЗАМКНУТЫЕ ТЕРМИЧЕСКИЕ ИСПАРИТЕЛИ ДИСКРЕТНОГО ДЕЙСТВИЯ  
ДЛЯ ВАКУУМНОГО НАПЫЛЕНИЯ ПЛЕНОК

И.С. Лискер, Е.И. Черепов

Как известно, одной из основных проблем пленочной электроники является разработка технологических приемов, позволяющих получать пленки и пленочные конструкции с заданными и стабильными во времени свойствами.

В работе [1] процесс получения пленок методом термического испарения в вакууме был представлен в виде модели динамической системы, с помощью которой и решается указанная проблема. В [2] подробно рассматриваются достоинства и недостатки существующих типов термических испарителей, дается анализ их молекулярно-кинетических характеристик, а также исследуются переходные процессы в замкнутых термических испарителях дискретного действия.

В данной работе описываются вопросы конструирования замкнутых термических испарителей дискретного действия (ЗИДД), исследуются особенности режима их работы, а также приводятся некоторые экспериментальные данные о свойствах напыленных пленок.

На рис. 1 схематично изображены существующие в настоящее время испарители различных типов: а) цилиндрический тигель [3,4]; б) испаритель типа ячейки Кнудсена [3]; в) испаритель направленного действия [3]; г) испаритель для гранулированных

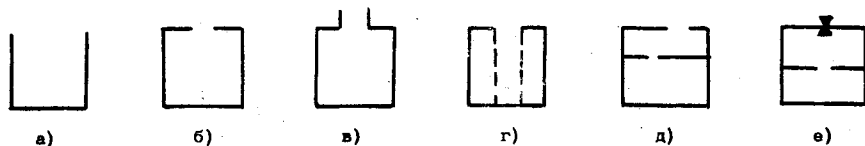


Рис. 1. Типы вакуумных термических испарителей: а - цилиндрический тигель; б - ячейка Кнудсена; в - цилиндрический направленного действия; г - для испарения гранулированных диэлектриков; д - для сепарации частиц вещества и потока молекул; е - закрытый, дискретного действия.

диэлектриков [5]; д) испаритель с сепарацией потока молекул [6]; и, наконец, е) замкнутый испаритель дискретного действия [7].

Для испарителей типа а), б), в), г), д) характерен непрерывный выход паров испаряемого вещества из испарителя; в испарителе типа е) пары испаряемого вещества выходят из испарителя во время напыления на подложку.

Особенность конструкции ЗИДД заключается в том, что при его работе необходимо достаточно быстро перемещать нагретые до высокой температуры тела в высоком вакууме при условии, что соприкасающиеся поверхности атомарно чистые.

Ниже описывается разработанная авторами и В.М. Загоруйко конструкция замкнутого термического испарителя, с помощью которой были получены приводимые ниже экспериментальные данные.

Конструкция замкнутого термического испарителя (рис. 2) состоит из следующих основных частей: камеры I, в которую помещается испаряемое вещество; затвора 2, уплотняющего камеру; электромагнита 3, приводящего в движение затвор; системы экранов 4 и нагревателей 5; датчика температуры 6, расположенного в основании камеры в специальном углублении. Чтобы уменьшить теплопровод по штоку затвора, последний соединяется с сердечником электромагнита посредством керамического стержня 7. Металл и керамика соединены так, чтобы, учитывая ударный характер работы затвора, обеспечить максимально быстрое срабатывание его; для этого учитываются различия в коэффициентах

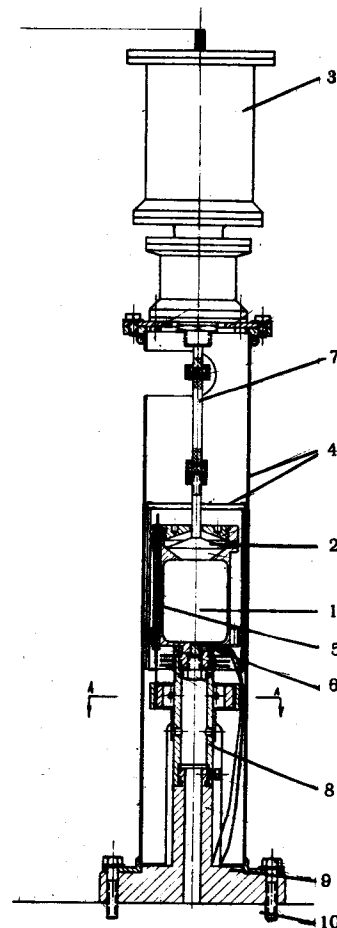


Рис. 2. Чертеж закрытого испарителя дискретного действия.

объемного расширения, а также самоцентрировка затвора в камере. Наиболее подходящей геометрической формой затвора с точки зрения условия наилучшего уплотнения оказалось уплотнение типа конус-конус с углом при вершине до  $120^\circ$ .

Камера испарителя с помощью хвостового стержня 8 крепится к основанию испарителя 9, укрепленному на плите вакуумной установки 10.

Соприкасающиеся между собой поверхности затвора и седла тщательно полируются и притираются. Верхняя часть камеры делается более массивной (теплоинерционной) для того, чтобы во время остывания испарителя затвор не "залипал", т.е. чтобы на нем не конденсировалось испаряемое вещество.

Если по условиям технологического эксперимента за один вакуумный цикл не требуется расходовать все загруженное в испаритель испаряемое вещество и необходимо исключить возможность заполнения камеры ЗИДД атмосферой, то в этом случае температура камеры в области затвора должна понижаться быстрее, чем в области расплава испаряемого вещества. Это приводит к образованию слоя конденсата, который покрывает область затвора со стороны камеры.

Материалы, из которых изготавливаются камеры и затвор, должны не реагировать с испаряемым веществом, обладать соответствующей механической прочностью при рабочих температурах испарителя, а также достаточно легко обрабатываться. Для изготовления камеры и затвора ЗИДД применялись такие материалы, как

молибден, тантал и вольфрам. Наиболее подходящим из них оказался молибден. Вольфрам плохо обрабатывается, тантал легко деформируется под нагрузкой (например, при ударном давлении затвора на камеру).

Резьбовые соединения при взаимодействии с паром (но не с расплавом) испаряемого вещества оказались практически достаточно надежным уплотнением. Было проверено, что в случае необходимости качество уплотнения может быть улучшено за счет введения прокладок или заполнения резьбы порошком из материала, не взаимодействующего с материалом камеры и имеющего больший коэффициент термического расширения (например, для камеры из  $M_0$  хорошей парой является  $Ta$ ). Резьбовые соединения после работы испарителя при температурах до  $2000^\circ K$  остаются разборными (с применением специальных приемов, например, таких, как нагрев в масле ВМ-1 при  $100-150^\circ C$ ).

При заполнении резьбы веществом, образующим твердые растворы с материалом камеры ( $Al, Ti, Zr, Ni, Fe, Cu$ ), могут быть получены механически прочные и вакуумплотные соединения, которые, однако, уже не будут разборными. Возможен вариант изготовления камеры из сплошного куска металла. Такая конструкция несколько сложнее в изготовлении, но зато надежнее и удобнее в эксплуатации. Если верхняя часть камеры, в которой находится затвор, соединяется с остальной частью камеры резьбой без каких-либо заполнителей, то по нашим экспериментальным данным при давлении насыщенных паров внутри камеры до 100 тор натекание через затвор и уплотнение составляет поток испаряемого вещества, который образует на расстоянии 13 см от ЗИДД пленку, толщина которой растет со скоростью  $10 \text{ \AA}/\text{мин}$ . При тех же условиях при открытом затворе пленка будет расти со скоростью  $10^5 \text{ \AA}/\text{мин}$ . Таким образом, отношение полезного потока к фону, принятому за единицу, составляет величину, равную  $10^4$ .

Для надежной работы ЗИДД необходимо, чтобы диаметр проходного отверстия камеры был не менее чем на 0,1 мм больше диаметра тяги затвора.

Затвор приводится в движение при помощи электромагнита<sup>х)</sup>, имеющего две катушки, одна из которых рассчитана на длитель-

х) Электромагнит разработан совместно с И.П. Антоновым (СИБ приборостроения СО АН СССР).

ное время включения (в этом случае затвор закрыт), другая - на кратковременное включение (затвор открыт). Изоляцией электромагнита и втулка, в которой ходит якорь электромагнита, выполнены из фторопласта.

Чтобы нейтрализовать влияние высокой температуры на детали, имеющие различные термические коэффициенты расширения, ход якоря электромагнита делается несколько больше хода затвора.

Нагревать камеру испарителя можно несколькими известными способами: а) электронной бомбардировкой; б) индукционным; в) контактным или г) радиационным. В описываемой конструкции использовались в основном два последних способа нагрева.

При контактном способе часть тепла, подводимого для нагрева испарителя, теряется в виде лучистой энергии с поверхности камеры, когда в нее уложены нагреватели, а в случае радиационного нагревателя - с его наружной поверхности, что, естественно, снижает КПД нагревателя. Кроме того, за счет лучистой энергии нагреваются окружающие испаритель детали вакуумной системы: колпак, механизмы перемещения масок и подложек, а также другие испарители. Для устранения этого недостатка были введены тепловые экраны.

При этом учитывалось, что для концентрических экранов ослабление лучистого теплообмена зависит от их взаимного расположения, так как коэффициенты облученности будут изменяться. В общем случае за счет введения одного экрана со степенью черноты  $\xi_3$  и поверхностью  $S_3$  ослабление лучистого теплообмена  $\gamma$  между излучающей поверхностью (испарителем) со степенью черноты  $\xi_1$  и поверхностью  $S_1$  и приемной поверхностью со степенью черноты  $\xi_2$  и поверхностью  $S_2$  [8] будет

$$\gamma = \frac{\frac{1}{\xi_1} + \frac{S_1}{S_2} \left( \frac{1}{\xi_2} - 1 \right)}{\frac{1}{\xi_1} + \frac{S_1}{S_2} \left( \frac{1}{\xi_2} - 1 \right) + \frac{S_1}{S_2} \left( \frac{2}{\xi_3} - 1 \right)} \quad (I)$$

Исходя из этого выражения, экраны располагались на расстоянии 1 мм от нагревателя и друг от друга. Для изготовления экранов использовались материалы, обладающие высоким коэффициентом отражения (молибден, титан, тантал). Значения  $\xi$  для некоторых материалов, применяемых для изготовления экранов, приведены в работах [8,9].

Закрытый испаритель, камера и затвор которого были изготовлены из молибдена, после 3000 срабатываний затвора при температуре до 2000°K не претерпел заметных изменений и был пригоден к дальнейшему использованию.

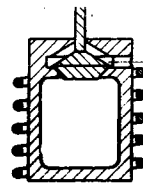
Максимальное давление паров испаряемого вещества в камере ЗИДД достигало  $10^3$  тор. Такое давление пара было получено при испарении висмута (температура испарителя 1850°K). При помощи закрытого испарителя дискретного действия были испарены следующие вещества:  $Au$ ,  $Ag$ ,  $Cu$ ,  $Sn$ ,  $Pb$ ,  $SiO$ ,  $Bi$ ,  $ZnS$ ,  $Se$ ,  $Cd$ . Для сведения укажем, что при помощи испарителя из молибдена могут быть испарены и другие вещества, например:  $Ba$ ,  $Mg$ ,  $Sb$ ,  $Sn$ ,  $Sb_2O_3$ ,  $CaF_2Na_3$ ,  $AlF_3$ ,  $PbS$ ,  $LiF$ ,  $MgF_2$ ,  $AgCl$ ,  $NaCl$ ,  $NaF$ , не реагирующие с  $Mo$  [9, 10].

В том случае, когда расплав исходного вещества хорошо смачивает материал камеры ЗИДД, необходимо на внутреннюю поверхность верхней части камеры нанести тугоплавкий слой (вместо этого можно ввести прокладки или ограничительные кольца), материал которого не смачивается расплавом данного испаряемого вещества.

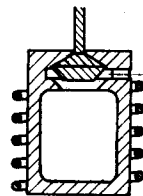
Большое влияние на свойства конденсирующихся пленок (особенно в начальный момент конденсации) оказывает тепловое излучение испарителя [12]. Соответствующие оценки, проведенные для открытого испарителя типа лодочки, показывают, что энергия, получаемая подложкой за счет теплового излучения испарителя, может быть того же порядка, что и энергия, приносимая на подложку конденсирующимися молекулами испаряемого вещества.

Благодаря тому, что в ЗИДД нагретая камера испарителя закрыта экранами, а излучение в сторону подложки происходит только с торца выходного канала, на подложку будет падать энергии теплового излучения на порядок меньше, чем в испарителе типа открытой лодочки (при одинаковых в обоих случаях скоростях испарения).

Ниже приводятся экспериментальные результаты, полученные при исследовании термического испарителя дискретного действия. Исследования проводились при помощи разработанной для этой цели автоматизированной системы проведения технологических экспериментов [11]. Характеристики ЗИДД сняты при одной и той же геометрии его выходного канала. В нашем случае диаметр выходного отверстия равнялся 3 мм. На рис. 3 показан общий вид ис-



Дискретный термический испаритель при закрытом затворе



Дискретный термический испаритель при открытом затворе

Рис. 3. Испаритель при закрытом и открытом положениях затвора.

Из приведенного описания ЗИДД следует, что с его помощью одна и та же толщина пленки может быть получена вариацией двух факторов: давления насыщенных паров исходного вещества (определяемого температурой испарителя) и длительности поддержания затвора в открытом состоянии. Кривая, характеризующая условия получения  $\Delta = const$  при различных комбинациях величин  $p$  и  $t$ , представлена на рис. 7.

На рис. 8 представлены микрофотографии ( $\times 1250$ ) поверхности пленок  $Bi$ , полученных при постоянной температуре ЗИДД. Видно, что при увеличении толщины пленки величина зерна увеличивается. При сравнении микрофотографий  $c, d, e$  можно сделать вывод, что рельеф поверхности пленки для одной и той же толщины не зависит от числа и длительности импульсов пара. В скобках, рядом с микрофотографией, даны длительность (сек) и число импульсов.

С пленок  $Bi$ , полученных при помощи ЗИДД, были сняты электронограммы.<sup>х)</sup> Электронограммы снимались методом отражения на электронографе ЭГ-100А при ускоряющем напряжении 60 кV.

$Bi$  напылялся на стеклянную подложку, которая специально не

х) Электронограммы получены В.А.Покровским.

парителя при закрытом и открытом затворе. На рис. 4 представлена зависимость толщины конденсирующихся пленок  $\Delta$  от времени однократного открытия затвора  $t$  для различных давлений насыщенных паров в камере закрытого испарителя.

На рис. 5 представлена зависимость толщины  $\Delta$  пленок от напыления их группой импульсов (число импульсов в группе -  $n$ , а длительность каждого составляет величину  $\tau$ , т.е. общее время напыления равно  $n\tau$ ).

На рис. 6 представлена зависимость скорости напыления (скорость роста) пленки  $v$  от величины давления насыщенных паров испаряемого вещества при постоянном времени открытия затвора ( $t = const$ ).

Из приведенного описания ЗИДД следует, что с его помощью одна и та же толщина пленки может быть получена вариацией двух факторов: давления насыщенных паров исходного вещества (определяемого температурой испарителя) и длительности поддержания затвора в открытом состоянии. Кривая, характеризующая условия получения  $\Delta = const$  при различных комбинациях величин  $p$  и  $t$ , представлена на рис. 7.

На рис. 8 представлены микрофотографии ( $\times 1250$ ) поверхности пленок  $Bi$ , полученных при постоянной температуре ЗИДД. Видно, что при увеличении толщины пленки величина зерна увеличивается. При сравнении микрофотографий  $c, d, e$  можно сделать вывод, что рельеф поверхности пленки для одной и той же толщины не зависит от числа и длительности импульсов пара. В скобках, рядом с микрофотографией, даны длительность (сек) и число импульсов.

С пленок  $Bi$ , полученных при помощи ЗИДД, были сняты электронограммы.<sup>х)</sup> Электронограммы снимались методом отражения на электронографе ЭГ-100А при ускоряющем напряжении 60 кV.

$Bi$  напылялся на стеклянную подложку, которая специально не

х) Электронограммы получены В.А.Покровским.

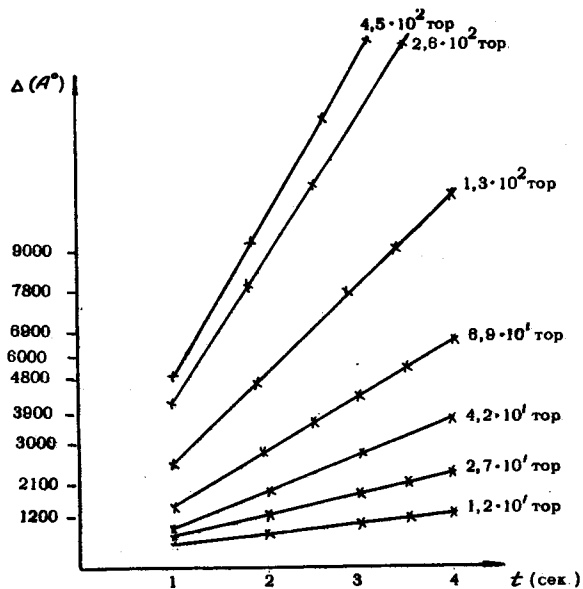


Рис.4. Зависимость толщины пленок от длительности открытого состояния затвора.

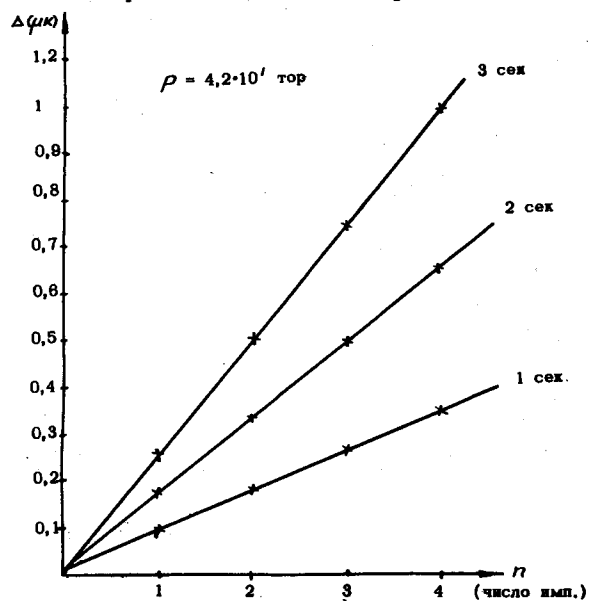


Рис.5. Зависимость толщины пленок от напыления суммированной группы импульсов.

126

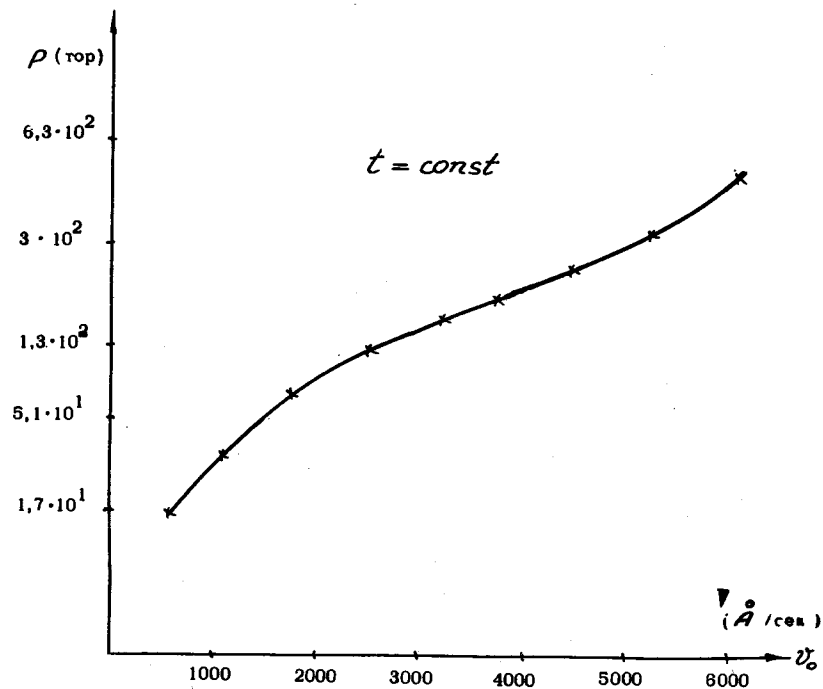


Рис.6. Скорость роста толщины пленки от давления насыщенных паров исходного вещества.

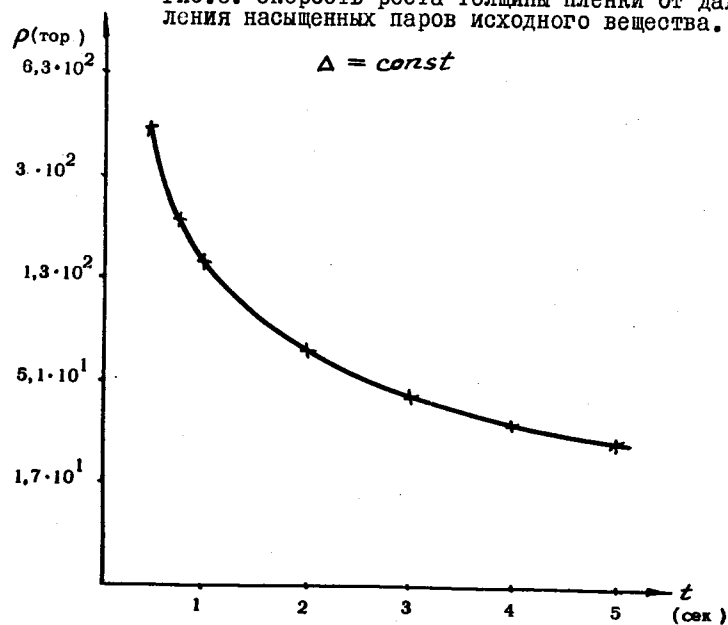


Рис.7. Кривая постоянной толщины пленки в зависимости от вариации давления пара и длительности открытого затвора.

127



a.  $\Delta = 1300 \text{ \AA}$   
(0,3 x 3)



b.  $\Delta = 2700 \text{ \AA}$   
(0,8 x 3)



c.  $\Delta = 4050 \text{ \AA}$   
(0,5 x 5)



d.  $\Delta = 4100 \text{ \AA}$   
(0,4 x 8)



e.  $\Delta = 4000 \text{ \AA}$   
(0,9 x 3)



f.  $\Delta = 5400 \text{ \AA}$   
(0,6 x 8)

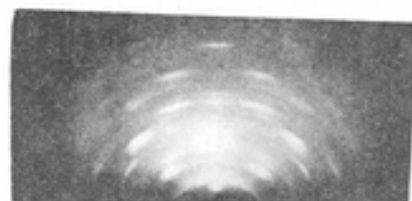
Рис.8. Микрофотография пленок ВІ.  
128



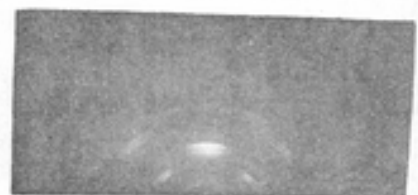
a.  $\Delta = 4050 \text{ \AA}$   
 $T_U = 1815^\circ \text{K}$



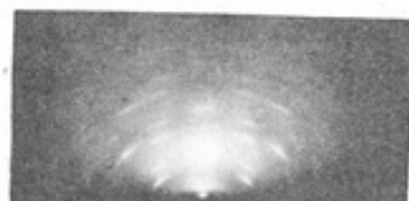
d.  $\Delta = 1400 \text{ \AA}$   
 $T_U = 1410^\circ \text{K}$



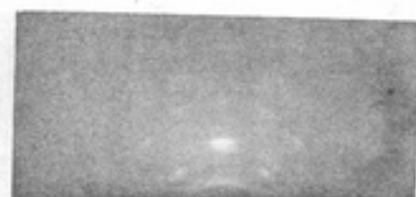
b.  $\Delta = 4000 \text{ \AA}$   
 $T_U = 1870^\circ \text{K}$



e.  $\Delta = 1350 \text{ \AA}$   
 $T_U = 1510^\circ \text{K}$



c.  $\Delta = 4100 \text{ \AA}$   
 $T_U = 1845^\circ \text{K}$



f.  $\Delta = 1300 \text{ \AA}$   
 $T_U = 1875^\circ \text{K}$

Рис.9. Электрограммы пленок ВІ.

нагревалась. Из приведенных электронограмм (рис. 8) видно, что все образцы текстурированы. Ось текстуры (001) нормальна к подложке. С увеличением температуры испарителя текстура становится более совершенной (фотографии  $\alpha, \beta, \gamma$  или  $d, e, f$  на рис. 9) при одной и той же толщине пленок. Варьируя два параметра — длительность импульса и температуру, — можно получить пленку не только заданной толщины, но и с заданной степенью совершенства. При введении еще одного управляемого параметра — предварительного нагрева подложки — такая возможность, естественно, увеличивается.

Таким образом, в отличие от ранее существовавших испарителей непрерывного действия, разработанная конструкция закрытого испарителя дискретного действия позволяет получать воспроизводимые характеристики конденсирующихся пленок, а также управлять их свойствами.

#### Л и т е р а т у р а

1. И.С. Лискер. О возможности создания динамической системы получения пленок. — Данный сборник, стр. 89–98.
2. Е.И. Черепов. К вопросу о некоторых молекулярно-кинетических характеристиках термических испарителей. — Данный сборник, стр. 99–117.
3. Л. Холлэнд. Нанесение тонких пленок в вакууме. Госэнергоиздат, Москва, 1963.
4. Л.С. Палатник и др. Физика металлов и металловедение, том 21, вып. 3, 1964.
5. Современная вакуумная техника. Сб. статей. ИЛ., М., 1963.
6. В.Ф. Кузнецов и др. ПТЭ, № 2, 1967.
7. И.С. Лискер, Е.И. Черепов, В.М. Загоруйко. Устройство для термического напыления пленок. Авторское свидетельство № 201484 (1007181/21-9 от 10.У.65 г.).
8. А.Г. Блох. Основы теплообмена излучением. Госэнергоиздат, М., Л., 1962, Ленинград.
9. Физико-химические свойства элементов. "Наукова думка". Киев, 1965.
10. А.А. Корнилов и др. Металлохимические свойства элементов периодической системы. "Наука", Москва, 1966.

II. И.С. Лискер, В.А. Стерелюхин, Е.И. Черепов. Автоматизированная система напыления пленок. — Данный сборник, стр. 133–145.

I2. G. Cafner. Philos. Mag., 5, N58 (1960).

Ленинградский агро-  
физический институт.  
Институт математики  
СО АН СССР.

Поступила в редакцию  
14.У.1967