

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ В. Н. КАРАЗІНА

Отримання тонких плівок магнетронним розпиленням

Методичні вказівки до виконання лабораторної роботи

Харків – 2020

Рецензенти:

В. М. Сухов – кандидат фізико-математичних наук, доцент, доцент кафедри експериментальної фізики Харківського національного університету імені В. Н. Каразіна;

М. О. Макаровський – кандидат фізико-математичних наук, доцент, доцент кафедри фізичної оптики Харківського національного університету імені В. Н. Каразіна.

Затверджено до друку рішенням Науково-методичної ради Харківського національного університету імені В. Н. Каразіна (протокол № 1 від 30.10.2020 р.).

Отримання тонких плівок магнетронним розпиленням: методичні вказівки до виконання лабораторної роботи/уклад. Л. П. Подус, Р. М. Приходько. – Харків: ХНУ імені В. Н. Каразіна, 2020. – с.

При підготовці магістрів з фізики твердого тіла велика увага надається вивченню матеріалознавчих проблем. При цьому детально вивчаються фізичні явища та процеси, які є основою формування фізико-хімічних властивостей матеріалів. Для закріплення теоретичного матеріалу навчальною програмою передбачено виконання лабораторних робіт із застосуванням сучасних методів дослідження та одержання твердих тіл.

Методичні вказівки містять матеріал для теоретичної і практичної підготовки та рекомендації щодо виконання лабораторної роботи з фізичного біоматеріалознавства для бакалаврів і магістрів курсів фізичного факультету.

У методичних вказівках приведені контрольні питання та список літератури, рекомендовані студентам для більш детального вивчення матеріалу.

© Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна, 2020

© Подус Л. П., Приходько Р. М., уклад., 2020

© Дончик І. М., макет обкладинки, 2020

## Зміст

1. Вступ
2. Основні методи отримання тонких плівок
3. Іонно-плазмові розпилення
4. Магнетронне розпилення
5. Принцип дії магнетрона з плоскою мішенню
6. Магнетронна система ВУП-5М
7. Виконання лабораторної роботи
8. Контрольні питання
9. Список рекомендованої літератури

## Вступ

Тонкі плівки – це шари речовини товщиною від кількох нанометрів до декількох мікрометрів, що мають кристалічну структуру, магнітні, електричні й інші фізичні властивості. У разі, якщо плівка складається з наночастинок, вона за властивостями значно відрізняється від масивних матеріалів. Останнім часом бурхливо розвиваються такі напрямки наукових і технологічних досліджень, як «нанонаука» і «нанотехнологія» як основа нової промислової революції.

Тонкі плівки (особливо наноструктуровані) відіграють важливу роль у сучасній техніці. Вони застосовуються в різних областях науки та техніки, наприклад, як захисні покриття, для перетворення сонячної енергії в електричну, в надпровідникових приладах, мікро- та наноелектроніці, комп'ютерній техніці, медицині, сільському господарстві та ін.

## Основні методи отримання тонких плівок

Методи отримання тонких плівок досить різноманітні: хімічне та електролітичне осадження металів і сплавів, вакуумне випаровування з подальшою конденсацією на підкладку, катодне розпилення мішені, іонна імплантація й ін. Фізичні методи поділяють на дві підгрупи: випаровування й іонне розпилення.

Основним і найпоширенішим методом першої підгрупи є метод термічного вакуумного напылення. Це простий і високошвидкісний метод. Випарувана речовина нагрівається до високої температури, якої кінетична енергія атомів і молекул речовини стає достатньою для їхнього відриву від цієї речовини та руху в вакуумі до підкладки. Під час зіткнення з підкладкою атоми та молекули конденсуються на ній. Електрична енергія використовується для нагрівання матеріалу, який випаровується. Матеріал розміщують на човнику з тугоплавкого металу (тантал, молібден, вольфрам) або в виготовлених з таких же металів дротяних кошиках або спіральках. Схема такого процесу представлена на рис.1.

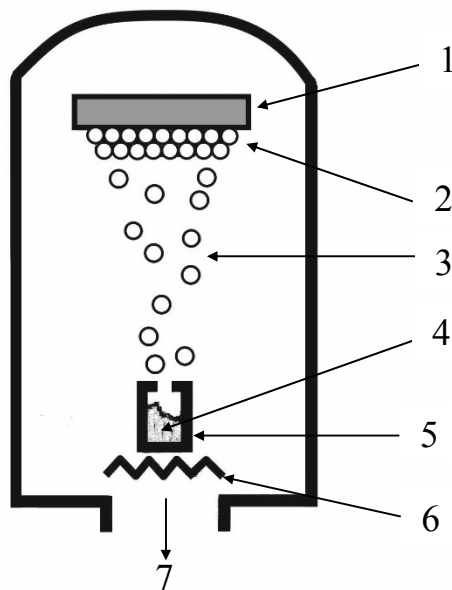


Рис.1. Схема вакуумної камери для резистивного термічного випаровування.  
 1– підкладка, 2– осаджувана плівка, 3 – газоподібний матеріал плівки,  
 4 – випаровуваний матеріал, 5 – випарник, 6 – нагрівник,  
 7 – вихід до вакуумного насоса.

Головною перевагою методу є його простота, доступність і висока швидкість осадження. Цим методом можна наносити покриття на підкладки з металів, пластмас, скла й ін.

Істотним недоліком методу термічного випаровування є його непридатність для напилення тугоплавких матеріалів. Крім того, конденсовані плівки часто мають неоднорідний хімічний склад під час напилення зі сплавів, неоднорідність за товщиною, оскільки вони напилюються з точкового джерела, й ін.

До першої підгрупи також відноситься індукційне випаровування. У відповідних установках випаровуваний матеріал поміщають у тигель, який встановлюється всередині індукційної котушки, наприклад, із міді. Через котушку пропускають змінний струм у кілька кілогерц, який створює змінне магнітне поле, що призводить до виникнення струмів Фуко. Ці вихрові струми розігрівають тигель до температури випаровування речовини. Щоб уникнути перегрівання котушки, застосовується водяне охолодження.

Цей метод використовують у виробництві металізованої поліетиленової пакувальної плівки, для напилення просвітлюючих і відбивальних покриттів в оптиці, у виробництві плоских дисплеїв.

Під час електронно-променевого випаровування на матеріал мішені направляють потік електронів. Електронний промінь нагріває мішень до температури випаровування, який зазвичай поміщають у тигель. У зоні дії електронів температура може підніматися до 10000 °С, що дозволяє отримувати плівки з танталу, молібдену й ін. Цей метод застосовується для виготовлення

термостійких металокерамічних покриттів літаків, лопатей турбін, ріжучих інструментів й ін.

Під час електродугового випаровування використовується електрична дуга для випаровування матеріалу з мішені-катода. Осадження відбувається у високому вакуумі. Температура в області випаровування досягає 15000 °С. Метод застосовують для нанесення плівок металів, оксидів, нітридів й ін., а також для осадження плівок із чистого вуглецю.

Метод лазерного випаровування ґрунтується на використанні монохроматичного лазерного випромінювання на мішень, що приводить до знесення речовини з її поверхні. Цей процес отримав назву «лазерна абляція». Напилення відбувається або в високому вакуумі, або в газовому середовищі, наприклад у кисні. Метод імпульсного лазерного випаровування дозволяє отримувати надтонкі плівки (до 0,5 нм) та багатокомпонентні стехіометричні плівки з використанням однієї мішені. Імпульсне лазерне напилення дуже технологічне, оскільки дозволяє контролювати товщину плівок за кількістю лазерних імпульсів.

До другої підгрупи нанесення плівок зараховують методи, засновані на розпиленні мішені. Їх класифікують як іонно-променеві та іонно-плазмові. При цьому для кожного методу використовується своя розпилювальна система.

Метод катодного розпилення заснований на руйнуванні катода під час його бомбардування іонізованими атомами розрідженого газу. Атоми, що вилітають із поверхні катода під час розпилювання, конденсуються на підкладці, яка розташовується на аноді. Вакуумну камеру відкачують до високого вакууму, після чого напускають у камеру інертний газ (аргон за тиску 1–10 Па). Між катодом і анодом прикладають високу напругу близько 10 кВ для запалювання тліючого розряду. Електрони, що вилітають із катода, стикаються з атомами аргону й іонізують їх. В електричному полі позитивні іони газу прискорюються і бомбардують катод. В результаті бомбардування матеріал катода розпилюється у вигляді атомів і іонів. Розпорошена речовина осідає на підкладці.

Методи отримання плівок іонним розпиленням мають такі переваги перед іншими методами:

а) оскільки розпилення є низькотемпературним, то можна отримувати плівки тугоплавких матеріалів і з'єднань, що неможливо досягти термічним випаровуванням;

б) плівки мають високу адгезію до підкладки;

в) оскільки матеріал розпилюється не з точкового джерела, можна отримувати великі площі поверхні плівок.

**Іонно-плазмове розпилення.** На відміну від катодного розпилення, цей процес здійснюється у триелектродній системі (рис. 2). Головна його особливість порівняно з катодним розпиленням полягає в тому, що між мішенню 3 (розпорошувана речовина) і підкладкою 4 запалюється незалежний несамотійний газовий розряд.

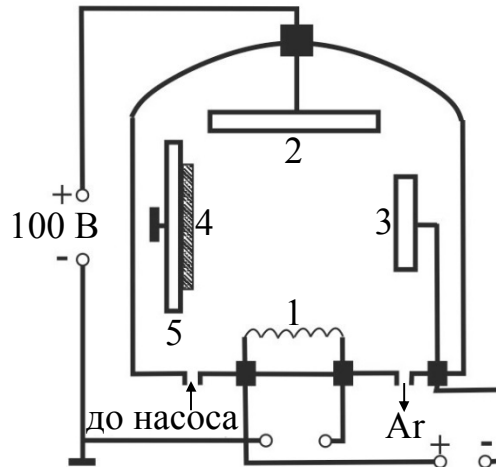


Рис. 2. Схема установки. 1 – термокато́д, 2 – ано́д, 3 – міше́нь, 4 – підкладка, 5 – підкладко́тримач.

Для нього характерна наявність стороннього джерела електронів у вигляді розжарюваного катода 1. Розряд характеризується низькою робочою напругою (десятки вольт) і низьким тиском робочого газу. У процесі напилення на мішень подається негативний потенціал близько 2–3 кВ, достатній для виникнення та підтримки аномального тліючого розряду. Позитивні іони плазми під дією потенціалу вибивають з мішені атоми, які перетинають розрядний проміжок і осідають на підкладку. До переваг цього методу відносять:

- а) велику площу розпиленої речовини, що дозволяє отримувати рівномірні по товщині плівки на підкладках великих розмірів;
- б) мішень являє собою тривале джерело матеріалу;
- в) отримання плівок із тугоплавких матеріалів;
- г) високу адгезію плівки до підкладки й ін.

**Магнетронне розпилення.** Цей метод є розвитком іонно-плазмового розпилення. Серед розглянутих методів він має більш широкі можливості застосування та є найбільш перспективним. У магнетроні під час подачі електричного та магнітного полів плазма локалізується поблизу поверхні катода-мішені, що посилює ефективність розпилення. Позитивні іони, що утворюються у розряді, прискорюються в напрямку катода, бомбардують його поверхню, вибиваючи частинки матеріалу. Локалізація плазми поблизу катода дозволяє досягати великих щільностей іонного струму за менших робочих тисків і забезпечувати більш високі швидкості розпилення.

Недоліком магнетронного розпилення на постійному струмі є неможливість розпилення діелектричних матеріалів, оскільки на мішені з часом виникає позитивний заряд, що відштовхує позитивні іони. Для подолання цих труднощів останнім часом почали застосовувати високочастотне іонно-плазмовоє напилення. На мішень замість постійного потенціалу подають

високочастотну змінну напругу (частотою 13,56 МГц, дозволена для технологічних установок). Маса електронів значно менша за масу іонів. Тому, маючи значно більшу рухливість, електрони встигають слідувати за надзвичайно мінливим полем, переходячи з одного електрода на інший. Іони, які менш рухливі, не встигають помітно переміститися у міжелектродному просторі, внаслідок чого утворюється об'ємний позитивний заряд іонів. Кількість електронів, що надходять на мішень за півперіоду, значно перевищує ту кількість, яка необхідна для нейтралізації заряду іонів на мішені. В результаті на діелектричній мішені накопичується негативний заряд електронів, і розпилення діелектрика триває.

У цій лабораторній роботі для отримання тонких плівок застосовується метод магнетронного розпилення на постійному струмі.

### **Принцип дії магнетрона з плоскою мішенню**

Розглянемо принцип дії магнетрона з плоскою мішенню (рис. 3). Основними елементами магнетронних розпилювальних систем є катод-мішень, анод і магнітна система. Під час подачі постійної напруги між анодом (3) і катодом (1) виникає електричне поле  $E$ , яке збуджує аномальний тліючий розряд у робочому газі аргоні. Утворені іони бомбардують катод, що супроводжується емісією електронів і розпиленням поверхні катода-мішені. Розпорошені частинки мішені осідають у вигляді плівки на підкладці, а емітовані з катода під дією іонного бомбардування електрони прискорюються електричним полем  $E$  і рухаються до анода. За наявності магнітного поля  $B$  на заряджену частинку діє сила Лоренца, яка змінює напрямок руху електронів. Електрони починають рухатися складними циклоїдними траєкторіями біля поверхні катода-мішені. Під час свого руху електрони кілька разів стикаються з атомами аргону, що збільшує ефективність процесу іонізації. Це збільшує інтенсивність іонного бомбардування мішені та значне зростання швидкості наплення плівки на підкладку. При цьому підкладка практично залишається холодною, тому що високоенергетичні вторинні електрони захоплюються магнітною пасткою і на підкладку не потрапляють. Це важлива перевага методу, так оскільки у сучасних технологіях широко застосовують різні полімери та композитні матеріали, які не витримують високих температур.



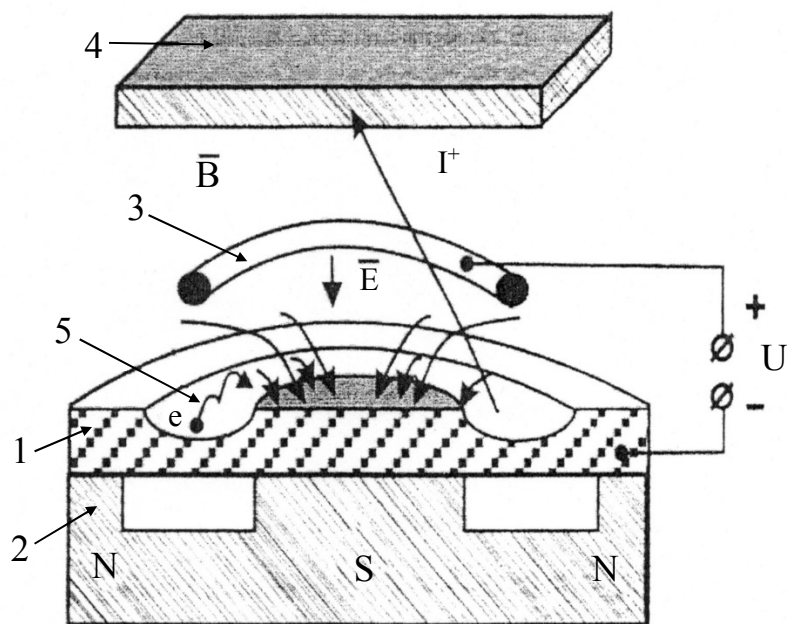


Рис. 3. Схема магнетронної розпилювальної системи з плоским катодом.  
 1 – катод-мішень, 2 – магнітна система, 3 – анод, 4 – підкладка,  
 5 – зона розпилення, N – північний полюс, S – південний полюс постійного  
 магніту,  $\vec{E}$  – вектор напруженості електричного поля,  $\vec{B}$  – вектор  
 електромагнітної індукції, U – напруга,  $I^+$  – анод (підкладка).

### Магнетронна система ВУП-5М

Вакуумний універсальний пост ВУП-5М є «універсальним», тому що призначений як для термічного випаровування речовини з резистивних випарників, так і для отримання плівок із різних електропровідних матеріалів методом магнетронного розпилення на постійному струмі. В установці є робоча камера, вакуумна система, блоки живлення та пульти управління.

На лицьовій стороні стаціонарного пульта керування розміщено ряд кнопок, ручок, мікроамперметр і мікрровольтметр, а також дисплей для індикації температури підкладок і ступеня розрідження в робочій камері. Із виносного пульта управління забезпечується вихід у робочий режим вакуумної системи та комутація вакуумної системи під час роботи установки. Схема вакуумної комутації показана на рис. 4, а загальний вигляд установки ВУП-5М показаний – на рис. 5.

У робочій камері (рис. 6) встановлено три магнетронні розпилювачі з плоскою мішенню (типу 2 на рис. 3). Перед напильням на будь-якому з розпилювачів встановлюють катод-мішень (3), закріплюють підкладку (6) на тримачі (4), перевіряють роботу заслінки (7) і відкачують вакуумну камеру до

вакууму  $10^{-3}$  Па ( $10^{-5}$  мм рт. ст.). За допомогою крана (12) напускають робочий газ аргон, і на катод подають негативну напругу щодо анода.

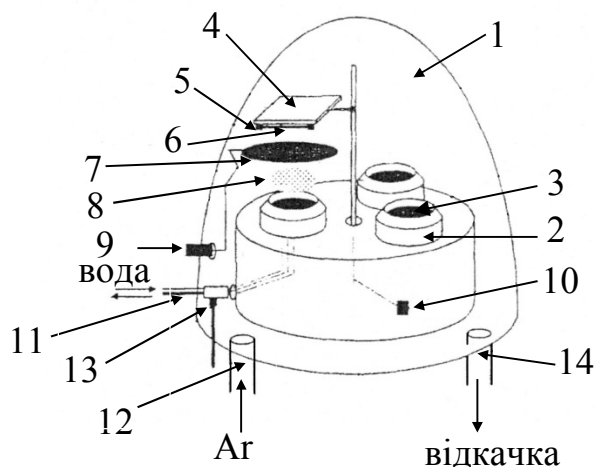


Рис. 4. Робоча камера магнетронної розпилювальної системи ВУП-5М.

1 – робочий об'єм, 2 – анод, 3 – зйомна мішень-катод, 4 – підкладкотримач, 5 – зажим, 6 – підкладка, 7 – заслінка, 8 – плазма тліючого розряду, 9 – ручка для обертання заслінки в робочому об'ємі, 10 – ручка для обертання підкладкоутримувача в робочому об'ємі, 11 – водяний шланг, 12 – кран напуску робочого газу, 13 – високовольтний увід, 14 – відкачка дифузійним насосом.

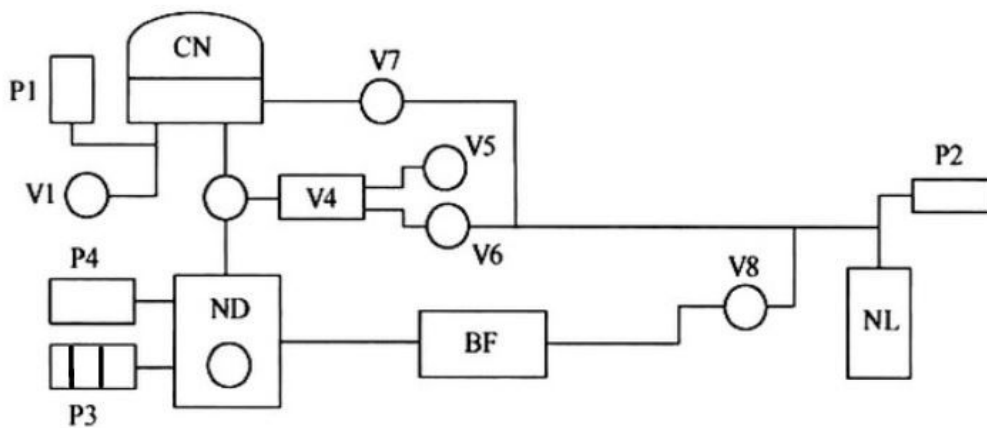


Рис. 5. Схема вакуумної комутації ВУП-5М. CN – робочий об'єм, ND – насос дифузійний, NL – насос форвакуумний, BF – балон форвакуумний, V1 ... V8 – клапани комутації вакуумної системи, P1, P2, P4, – датчики термопарні ПМТ-2, P3 – датчик іонізаційний ПМИ-2.



Рис. 6. Загальний вигляд установки ВУП-5М.

### **Виконання лабораторної роботи**

**Метою** даної лабораторної роботи є ознайомлення студентів з отриманням тонких плівок із застосуванням магнетронного розпилення, яке являється найбільш перспективним та технологічним методом нанесення покриттів.

**Об'єкт** лабораторної роботи: мідні диски товщиною  $\sim 3$  мм і діаметром 40 мм.

### **Техніка безпеки**

Безпечна експлуатація установки ВУП-5М включає в себе вимоги:

- електробезпеки;
- пожежної безпеки;
- дотримання заходів безпеки під час поводження з газовими балонами.

1. Небезпеку враження електричним струмом у разі дотику до корпусу, який опинився під напругою, можна запобігти швидким відключенням пошкодженої установки від мережі живлення.

До роботи на установці ВУП-5М допускаються співробітники та студенти після проведення інструкції з техніки безпеки й апробації установки.

Перед експлуатацією необхідно перевірити контур заземлення установки. Елементи заземлення розміщені на задній стінці установки. Налагоджувальні роботи, огляд і ремонт установки провадити тільки після відключення ВУП-5М від мережі живлення.

2. Для уникнення пожежі робоче приміщення повинно оснащуватися засобами пожежогасіння. У спеціально відведених місцях установлюється вогнегасник і пісок. У разі виникнення загоряння потрібно негайно знеструмити установку та викликати пожежну охорону. Телефон:101.

3. До роботи з газовими балонами допускаються особи, які пройшли інструктаж і мають відповідне посвідчення. Не допускається робота з несправними балонами, а також із балонами, які мають вичерпаний термін зберігання. Під час зберігання на балонах повинні бути закриті всі вентиля та встановлені заглушки.

### **1. Підготовка установки до напилювання**

1.1. Увімкнути загальний рубильник 380 В.

1.2. Відкрити воду через дифузійний насос (дифнасос) і магнетрони.

1.3. Натиснути кнопку «мережа» на стаціонарному блоці управління (загоряється індикатор під цією кнопкою).

1.4. Натиснути кнопку «НФ» (насос форвакуумний). Загоряється індикатор під цією кнопкою.

1.5. Після досягнення вакууму  $\sim 1,5 \cdot 10^{-1}$  мм рт. ст. на форвакуумному насосі (на стаціонарному блоці управління на індикаторі вакууму «Д2» у зоні «індикація» це 300 поділок) натиснути кнопку «БФ» на виносному пульті управління для попереднього відкачування буферного балона і дифнасоса.

1.6. Після досягнення вакууму  $\sim 1,5 \cdot 10^{-1}$  мм рт. ст. у дифнасосі (на індикаторі «Д4»  $\sim 300$  поділок) включити дифнасос натисканням кнопки «НД» на пульті управління (загоряється червоний неоновий індикатор на дифнасосі ND).

Час відкачування 45 хв (на індикації «Д4»  $\sim 900$  поділок).

### **2. Установлення підкладок**

2.1. Напустити повітря в робочий об'єм (РО) натисканням кнопки «НВ» на виносному пульті.

2.2. Відкинути ковпак РВ.

2.3. Встановити підкладку на тримач – скло розміром  $\sim 40 \times 60$  мм<sup>2</sup> і підтиснути його пружиною.

2.4. Встановити мішень із речовини розпилення на катод магнетрона (мідний диск діаметром 40 мм і завтовшки 1 мм).

2.5. Перевірити роботу заслінки, виставити підкладку над мішенню та закрити РВ.

### **3. Відкачування**

- 3.1. Натиснути кнопку «ПВ» (попередній вакуум) на виносному пульті.
- 3.2. Натиснути кнопку свідчення вакууму «Д2» і чекати досягнення вакууму  $\sim 10^{-2}$  мм рт. ст. ( $\sim 350$  поділок).
- 3.3. Натиснути кнопку «ВВ» (високий вакуум) на виносному пульті.
- 3.4. Чекати досягнення вакууму  $\sim 10^{-4}$  мм рт. ст. ( $\sim 900$  поділок) за натиснутої й утримуючої кнопки «Д1» (вакуум в РО).
- 3.5. Відкрити редуктор газового балона повільним обертанням головки балона до упору сильфона в металеву перегородку.
- 3.6. Включити джерело живлення магнетрона, натиснувши кнопки «травлення» і «Вк» зони «випарники».
- 3.7. Обертати ручку «ток ІТР» до загорання неоновому індикатора «напуск». За допомогою цієї ручки за натиснутої й утримуючої кнопки «Д1» (індикація вакууму в РО) виставити тиск в РВ 350–500 поділок.
- 3.8. Натиснути кнопку «Вкл» у зоні «режим» і ручкою «Потужність 1» повільним обертанням за годинниковою стрілкою виставити на приладах струм і напругу  $\sim 250$  мА і  $\sim 280$  В відповідно. При цьому в РО виникає плазмовий розряд.
- 3.9. Через 5–10 с відкрити заслінку, провести розпилення міді протягом 30 с і закрити заслінку.
- 3.10. Ручкою «Потужність» зняти напругу, повернувши її проти годинникової стрілки до упору і вимкнути кнопку «Вкл» у зоні «режим».
- 3.11. Віджати кнопку «Травлення вкл.», ручку «ток Ітр.» повернути проти годинникової стрілки до упору.

### **4. Виймання зразка-підкладки з РО**

- 4.1. Натиснути кнопку «НВ» на пульті.
- 4.2. Через 3–5 хв відкинути ковпак і вийняти скляну підкладку.
- 4.3. Поставити нову скляну підкладку та повторити напilenня в описаному вище порядку упродовж 100 с.

### **5. Вимкнення установки ВУП-5М**

- 5.1. Закрити ковпак РО.
- 5.2. Відкачати РО до  $\sim 900$  поділок по кнопці «Д1».
- 5.3. Натиснути кнопку «Стоп» на пульті управління.
- 5.4. Дочекатися охолодження дифнасоса (приблизно 40 хв).
- 5.5. Вимкнути форнасос – відтиснути кнопку «ФН».
- 5.6. Відтиснути кнопку «Мережа».
- 5.7. Закрити воду охолодження дифнасоса та магнетронів.

### **6. Вимірювання товщини отриманих плівок**

На основі промислового люксметра (рис. 7) змонтовано прилад для вимірювання товщини одержаних плівок.

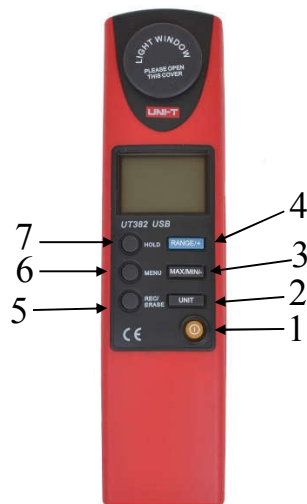


Рис. 7. Промисловий люксометр.

Сам люксометр призначений для вимірювання освітленості приміщень і робочих місць і показує величину освітленості в люксах або в європейських одиницях фут-канделах. Люксометр має світлочутливе дзеркало, що закривається кришкою, дисплей із показами вимірювальних величин і семи кнопок для перемикання режимів і його налаштувань. Основні функції кнопок такі:

1. Кнопка вкл. / викл. Тривале натискання – вкл., коротке – викл.
2. Кнопка вибору одиниць вимірювання – люкс, фут-кандела.
3. Кнопка вибору макс. і мін. Вимірювань.
4. Кнопка автоматичного та ручного вимірювань.
5. Кнопка запису та видалення даних.
6. Кнопка меню входу в режим установки функцій. Для виходу з меню – кнопка 7.
7. Кнопка фіксації даних на індикаторі. Її повторне натискання – вихід із режиму фіксації даних.

Для вимірювання товщини плівок люксометр поміщений у контейнер із оргскла, на якому закріплена лампочка на 3.5 В, що підключається до блоку живлення постійного струму. Лампочка призначена для освітлення плівки, нанесеної на скляну підкладку.

## 7. Отримання даних для визначення товщини плівки

Увага! Проводити вимірювання на приладі необхідно вдалині від вікон, щоб світло від них не освітлювало пластинку з плівкою.

7.1. Покладіть скляну пластинку з нанесеною на неї плівкою на світлочутливе дзеркало, попередньо знявши з нього кришку (краще – у фотокімнаті).

7.2. Увімкніть люксометр.

7.3. Виберіть одиницю вимірювання освітленості люкс (кнопка 2).

7.4. Установіть діапазон вимірювань освітленості 2000 (кнопка 4).

7.5. Під'єднайте блок живлення лампочки до мережі 220 В.

7.6. Запишіть показання дисплея.

7.7. За градувальним графіком залежності товщини плівки від освітленості (рис. 8) визначіть товщину плівки.

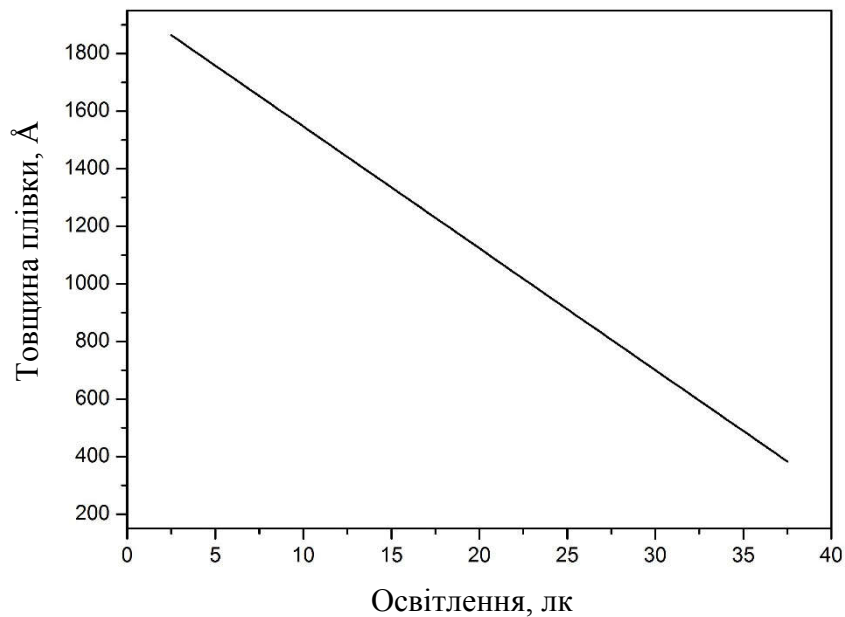


Рис.8. Градувальний графік залежності товщини плівки від освітлення.

### Контрольні запитання

1. Основні методи отримання тонких плівок. Принципи, що лежать в основі цих методів, їхні переваги та недоліки.
2. Класифікація систем іоно-плазмового розпилення матеріалів.
3. Принцип дії магнетронної системи розпилення. Розпилення на постійному струмі.
4. Рух заряджених частинок у схрещених електричному та магнітному полях.
5. Порядок роботи під час нанесення плівок магнетронним методом на установці ВУП-5М.

## Література

1. Технология тонких пленок.: справочник. Т. 1/ под ред. Л. Майсела, Р. Гленча. – М. : Сов. радио, 1977. – 664 с.
2. Кузьмичев А. Магнетронные распылительные системы. Книга 1. Введение в физику и технику магнетронного распыления. / А. Кузьмичев. – М. : Аверс. 2008. – 244 с.
3. Данилин Б. С. Применение низкотемпературной плазмы для нанесения тонких пленок. / Б. С. Данилин. – М. : Энергоатомиздат, 1989. – 328 с.
4. Данилин Б. С. Высокочастотное ионное распыление/ Б. С. Данилин, В. И. Логунов// Зарубежная электронная техника. – 1971. – Вып. 3. – С. 3–24.
5. Пост вакуумный универсальный ВУП-5М. Техническое описание и инструкция по эксплуатации.