

Vakuové napařování tenkých vrstev

Úloha č. 6

1. Teoretický úvod

Jednou z technologických aplikací vakuové techniky je příprava tenkých vrstev vakuovým napařováním. Základem této metody je usazování, kondenzace, par žádaného materiálu na podložce. Materiál se vypařuje ze zdroje, kde je ohřátý na teplotu, při níž je tlak jeho nasycených par větší než ~ 1 Pa. Celý proces probíhá v prostředí o nízkém tlaku plynu, aby molekuly atmosféry nepřekážely přímému přenosu molekul materiálu nanášeného na podložku. Tlak zbytkové atmosféry musí být tak nízký, aby:

1. Střední volná dráha molekul napařovaného materiálu byla větší, než vzdálenost podložky od vypařovacího zdroje.
2. Hustota toku napařovaných molekul na podložku výrazně převyšovala hustotu toku molekul atmosféry.
3. Chemické reakce atmosféry s napařovaným materiálem a materiálem zdroje byly zanedbatelné.

To běžně představuje požadavek na tlak $p < 10^{-2}$ Pa, a čím nižší tento tlak je, tím lépe. Při požadavcích na velmi čisté prostředí se používá čerpání iontosorpčními vývěvami se startem pomocí kryosorpčních vývěv, příp. s pomocí sublimační vývěvy. Běžně je aparatura pro vakuové napařování čerpána kombinací difuzní olejové vývěvy a rotační olejové vývěvy, s pracovním tlakem plynu zbytkové atmosféry kolem 10^{-2} Pa. V současnosti se difuzní olejová vývěva nahrazuje vývěvou turbomolekulární.

Recipient menších a laboratorních zařízení obvykle tvoří zvon, překlápěný shora na rovnou základovou desku, na níž jsou uspořádány a dobře přístupny detaily napařovací sestavy. Větší napařovačky mívaly recipient tvaru skříně s vnitřním prostorem dobře přístupným velkými odklápěnými dveřmi.

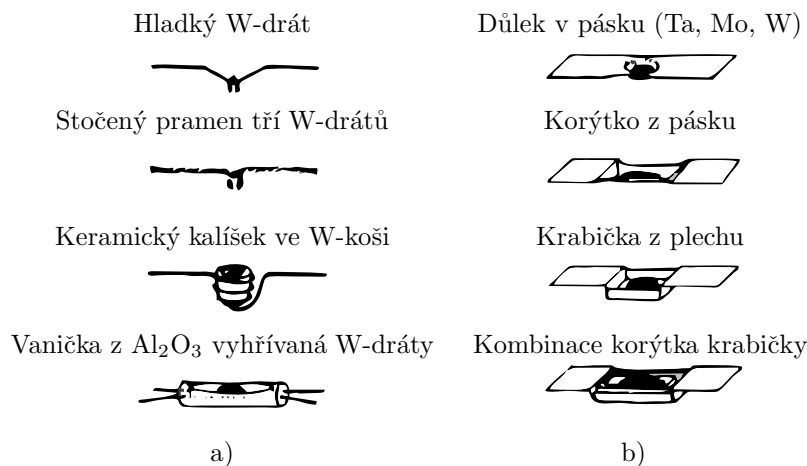
Vypařovací zdroje jsou v principu dvojího typu:

1. s odporovým ohřevem průchodem proudu,
2. s bombardováním materiálu elektronovým svazkem

Zdroje s odporovým ohřevem bývají buď různě tvarované wolframové dráty průměru 0,5 až 1,5 mm (ukázky některých tvarů jsou na Obrázku 1a), nebo tenké pásky z wolframu, molybdenu nebo tantalu, tvarované jako různé „lodičky“, viz Obrázek 1b), případně „lodičky“ z grafitu, kterými přímo prochází proud. Vypařovaný materiál se vkládá buď přímo na tyto topné elementy nebo se vkládá do nádoby či „lodičky“ ze žáruvzdorné keramiky (např.: Al_2O_3), nesené a vyhříváné kovovými topnými elementy. Vždy je třeba dbát na možné vzájemné reakce! Žhavicí příkon, který bývá dodáván ze žhavicího transformátoru s napětím řádu jednotek V, se pohybuje od desítek wattů do několika kilowattů.

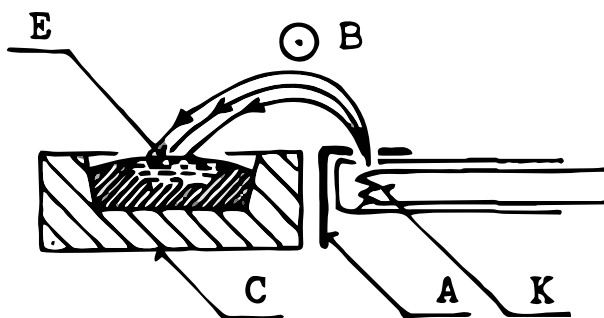
Zdroje s elektronovým bombardováním jsou univerzálnější. Při dosahovaných teplotách až 3500 °C, s výkonem i přes 10 kW, umožňují odpařování všech materiálů. Elektrony z termoemisioní katody, urychlené napětím až 10 kV, bombardují odpařovaný materiál a tím mu dodávají potřebný odpařovací výkon. Elektronová děla pro tyto účely bývají provedena s magnetickým polem tak, že dráhy urychlených elektronů jsou mezi katodou a dopadem na odpařovaný materiál zakřiveny o 180 nebo 270 stupňů. Zdroj elektronů a držák odpařovaného materiálu (intenzivně chlazený), jsou při tom umístěny těsně vedle sebe, jak ukazuje schematicky Obrázek 2.

Při nanášení tenkých vrstev je důležitá čistota plochy, na kterou se vrstva napařuje. Proto se povrch podložky před napařováním různými způsoby čistí. V každém případě musí být dobře odmaštěn a pak také zbaven případných zbytků použitých činidel. Do vakua musí podložka přijít zcela suchá! Ještě i ve vakuu je vhodné, aby napařovaná plocha byla zbavena adsorbované vrstvy plynů a par. To lze provést buď ohřátím podložky na několik set stupňů Celsia, nebo působením doutnavého výboje. Ten se vybudí v napařovacím prostoru, naplněném pro



Obrázek 1: Příklady vypařovacích zdrojů s odporovým ohřevem

ten účel plynem (např. argonem) o tlaku řádu jednotek Pa. Pro vlastní napařování po takovém očištění „in situ“ následuje vyčerpání recipientu na tlak řádově 10^{-3} Pa. Odpařovaný materiál také na počátku svého ohřevu odplyňuje a uvolňuje případné nečistoty ze svého povrchu. Proto je vhodné před vlastním napařováním vyhřát vypařovací zdroj při zakryté podložce (aby se na ni nepřenesly uvolňované nečistoty) a teprve po chvíli, až se jeho povrch očistí (odplyní), exponovat napařovanou plochu.

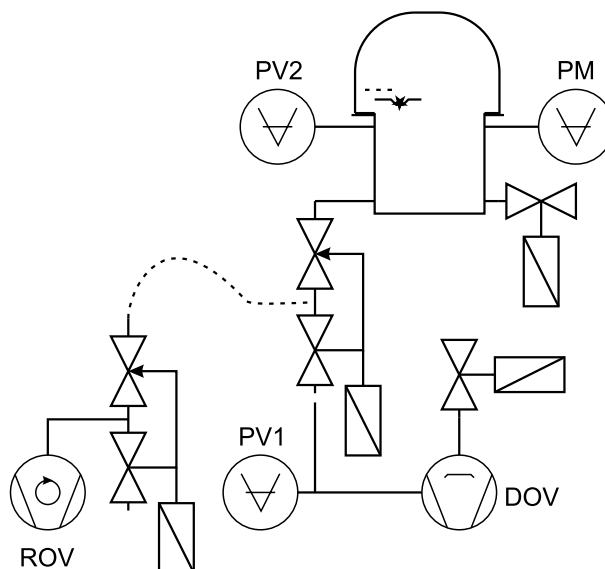


Obrázek 2: Principiální schéma vypařovacího zdroje s ohřevem elektronovým bombardováním; B – magnetické pole, K – katoda, A – anoda, C – vodou chlazený kelímek, E – vypařující materiál

Při definovaném napařování se měří tloušťka napařené vrstvy obvykle tak, že se souběžně napařuje vrstva na křemenný krystal v oscilačním obvodu. Změna jeho rezonanční frekvence je pak přímo úměrná hmotnosti vrstvy, napařené na krystal. V praxi se tak detekují vrstvy o hmotnosti řádu 10^{-8} g/cm². Rychlost napařování (v počtech atomů na jednotku plochy za jednotku času) je také možno měřit přes hustotu toku par vypařovaného materiálu, které se nechají procházet vhodným ionizátorem. Je to obdoba měření tlaku (lépe hustoty) plynu ionizačním manometrem.

2. Napařování tenkých vrstev

V tomto cvičení bude použita napařovačka, upravená na vakuové aparatuře AV 63, sestávající z difuzní a rotační olejové vývěvy, s automatickým programovaným řízením. Schema vakuové aparatury a vlastní napařovací sestavy je na Obrázku 3. Pro napařování lze použít několik různých typů odporově vyhříváných vypařovacích tělísek (W-drát, Ta-lodička, wolframovým drátem vyhříváná lodička z Al₂O₃, ...). K dispozici je literatura s příklady různých vypařovacích tělísek, vlastnostmi jednotlivých napařovaných materiálů a k nim materiály tělísek pro vypařované materiály (fremní materiál firmy Balzers).



Obrázek 3: Schéma napařovací vakuové aparatury

2.1. Úkol 1: Vakuová aparatura AV 63

1. Seznamte se s aparaturou fyzickou prohlídkou a prostudováním návodu k obsluze (str. 27 - 30).
2. Podle návodu uveďte aparaturu do chodu, čerpejte do oblasti vysokého vakua a sledujte funkci aparatury podle schématu.
3. Po dosažení tlaku $\sim 10^{-3}$ Pa vyzkoušejte zavzdušnění recipientu.

2.2. Úkol 2: Příprava Ag drátku a skleněných podložek

Stříbro je voleno proto, abychom měli z pohledu na odpařovaný vzorek informaci o teplotě vypařovaného materiálu. Stříbro má bod tání $961\text{ }^{\circ}\text{C}$, zhruba na dolní hranici intervalu vhodné teploty pro jeho napařování. Přechod z pevného do kapalného stavu nám dá signál pro napařování, viz níže. Pro napařování stříbra bude zvolena vanička ze slinutého korundu Al_2O_3 .

1. Spočtete délku stříbrného drátku (průměr $0,5\text{ mm}$), který potřeba připravit na napaření poloprůhledné **10 nm vrstvy** stříbra, pokud víte, že vzdálenost od vaničky ke sklíčku je 125 mm .
2. Předpokládejte izotropní vypařování do horního poloprostoru nad vaničkou!
3. Připravte si skleněné podložky (podložní sklíčka).
4. Očistěte viditelné nečistoty.
5. V kádince smíchejte 100 ml destilované vody a několik kapek saponátu, sklíčka do ní opatrně vložte.
6. Takto připravenou kádinku se sklíčky vložte do ultrazvukové pračky na $2 - 3$ minuty.
7. Poté sklíčka vyjměte (použijte pinzetu), opláchněte destilovanou vodou a zbytek vody stáhněte tamponem.
8. Před vložením do napařovačky ještě sklíčko očistěte acetonem.
9. Sklíčko do napařovačky musí přijít suché!

2.3. Úkol 3: Napaření poloprůhledné vrstvy stříbra

1. Vložte připravený stříbrný drátek do Al_2O_3 vaničky v recipientu.
2. Zakryjte drátek otočnou clonkou!
3. Vložte připravené sklíčko na podložku do recipientu.
4. Napařovačku uzavřete skleněným zvonem a případně očistěte její vnitřní plochy, aby bylo možné pozorovat děje uvnitř recipientu.

5. Začněte čerpat do vysokého vakua.
6. Po dosažení tlaku 0,1 Pa nastavte na regulačním trafu 20 dílků. Měli byste vidět jak wolframové drátky, držící vaničku, začnou žhnout. Keramika se začne vyhřívat a odplyňovat.
7. Po dosažení tlaku řádu 10^{-3} Pa zvyšte napětí trafo na 40 dílků.
8. Teplota se bude pomalu blížit teplotě tání stříbra. Počkejte několik minut a zvyšte napětí na 50 dílků – stříbrný drátek se postupně smrskne do kuličky.
9. Odstraňte clonku a sledujte keramickou vaničku. Jakmile kulička zmizí (stříbro se odpařilo) stáhněte napětí na nulu a několik minut počkejte na vychladnutí horkých částí.
10. Zavzdušněte recipient, sejměte skleněný zvon a vyjměte opatrně sklíčko.
11. V dalším se přesvědčíte o vlivu nečistoty na napařování.
12. Na další očištěné sklíčko otiskněte palec a opakujte napařovací proces.
13. Další sklíčka můžete zkusit napařit přes masku z alobalu.

3. Požadované výsledky

1. Popis vakuové napařovací aparatury.
2. Výpočet délky stříbrného drátku.
3. Komentujte vliv nečistot na napařování a případně další pozorované jevy během měření.
4. Volitelně: přiložte fotografie napařených sklíček.

Reference

- [1] KRÁL, JAROSLAV: *Cvičení z vakuové techniky*, Skriptum FJFI ČVUT, Praha, 2015
- [2] ČEŠPÍRO, ZDENĚK: *Vakuová technika*, Skriptum FJFI ČVUT, Praha, 1973
- [3] JOUSTEN, KARL: *Handbook of Vacuum Technology*, 2nd edition, ISBN 978-3-527-41338-6, Berlin, 2016