

PLINI ZA PRIPRAVO VAKUUMSKIH (PVD) TANKIH PLASTI

V napravah za nanos tankih plasti potrebujemo zelo čiste pline v fazah čiščenja oz. jedkanja, nanašanja in ohlajanja vakuumске komore. Te pline imenujemo reaktivne, če pride med njimi in materialom, ki ga nanašamo, do kemijske reakcije (npr. dušik pri pripravi TiN). Če pa tak plin uporabimo samo za vzdrževanje razelektritve ali za jedkanje, potem govorimo o inertnem plinu. Večina inertnih plinov je iz VII. skupine periodnega sistema elementov.

Najbolj pomembni lastnosti inertnih plinov sta atomska masa in ionizacijski potencial (slika 1). Če pa se plin uporablja za hlajenje, je pomembna lastnost tudi njihova toplotna prevodnost (slika 1). Če za ustvarjanje vakuumа uporabljamo kriogensko črpalko, potem je pomembna lastnost plinov tudi njihovo tališče. Kriogenska črpalka ima namreč manjšo hitrost črpanja za pline z nižjim tališčem.

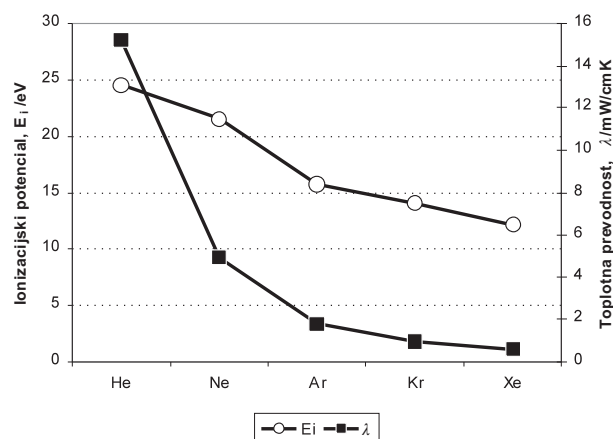
V VII. skupini periodnega sistema se nahajajo helij (2), neon (10), argon (18), kripton (36), ksenon (54) in radon (86). Številke v oklepaju so atomsko število. Tako kot pri drugih skupinah periodnega sistema se elementi, ki imajo višje atomsko število, redkeje nahajajo na Zemlji in so zato bistveno dražji.

V splošnem lahko vse pline iz te skupine uporabimo za vzdrževanje razelektritve. Vendar je atomsko število helija in neona prenizko, da bi prišlo do znatne interakcije (prenosa gibalne količine) ob trku s površinami trdnih snovi (tarčo). Atomi elementov z višjim atomskim številom so bistveno bolj učinkoviti (slika 1)^(2,3). Zaradi relativno nizke cene se za naprševanje najpogosteje uporablja argon. Če je ekonomsko upravičeno, se v nekaterih primerih

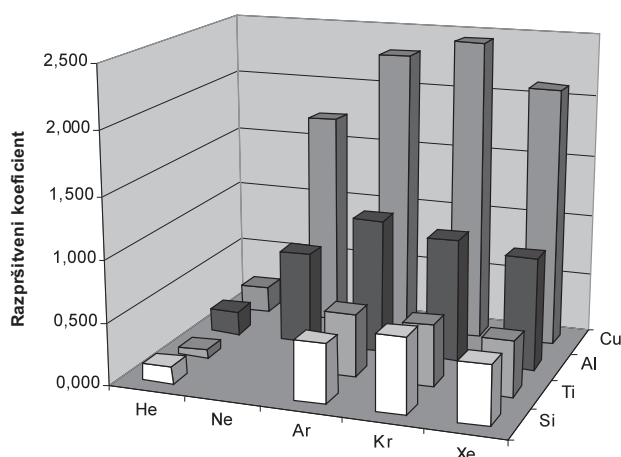
uporablja tudi kripton, ki ga lažje ioniziramo in ker ima večji koeficient razprševanja.

Že najmanjša prisotnost nečistoč ali drugih elementov v inertnem ali reaktivnem plinu vpliva na oprijemljivost, barvo ali druge lastnosti vakuumskih tankih plasti. Zato moramo uporabiti zelo čiste pline (npr. 99,99 %). Čistočo plinov pogosto zapisujemo z dvema številčkama. Prva pove število devetk, druga, ki jo zapišemo za piko, pa je prva številka v volumenskem deležu, ki ni devetka. Zgled: Ar s čistočo 99,995 % ima oznako 4.5, če pa je čistoča 99,999, ima oznako 5.0. Pred uporabo lahko inertne pline, vodik in dušik dodatno očistimo tako, da jih vodimo skozi komoro, v kateri je segreti plošča iz urana, titana ali bakra. Na vročih kovinskih površinah pride do reakcije kisika in vodne pare. Nekatero pline lahko očistimo tudi tako, da difundirajo skozi vročo membrano. Tako lahko vodik očistimo z difuzijo skozi platino, kisik z difuzijo skozi srebro, helij pa z difuzijo skozi kremen.

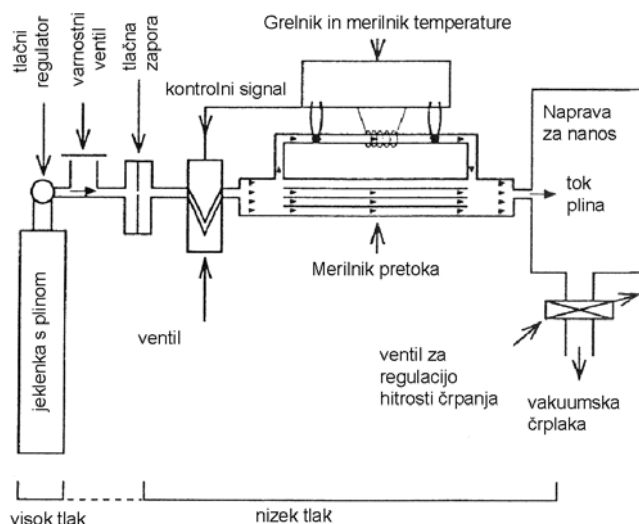
V napravah za nanos tankih plasti uporabljamo pline, ki so v jeklenkah pri visokih tlakih (do 200 bar). Plin iz jeklenke gre skozi tlačni regulator, ki zmanjša pritisk na 1 bar do 10 bar. Plin nato potuje skozi merilnik pretoka. Ti v splošnem ne zdržijo tlačne razlike, ki nastane v primeru, če odpove tlačni regulator. Da bi preprečili tlačno preobremenitev komponent, moramo za tlačnim regulatorjem vgraditi varnostni ventil in tlačno zaporo (slika 3)⁽⁴⁾. Če odpove tlačni regulator, potem tlačna zapora zmanjša pretok plina v smeri proti merilniku pretoka, zaradi velikega pritiska v prostoru pred njo, pa se odpre varnostni ventil. Z



Slika 1: Ionizacijski potencial in toplotna prevodnost inertnih plinov



Slika 2: Razpršitveni koeficienti ionov inertnih plinov pri obstreljevanju Si, Ti, Al in Cu



Slika 3: Varna priključitev plina na vakuumski sistem⁽⁴⁾

vidika varnosti je zelo pomembno, da so jeklenke pritrjene na zid, saj bi se v primeru padca lahko odtrgal tlačni regulator, jeklenka pa bi se spremenila v projektil.

Še tako čist plin nam nič ne pomaga, če je posoda s plinom napačno priključena na vakuumsko napravo ali če zamenjava ni narejena korektno. Ko novo jeklenko priključimo na vakuumsko napravo in odpremo ventil, potem se zrak iz priključne cevi pomeša s čistim plinom iz jeklenke. V primeru nove in polne jeklenke se koncentracija nečistoč poveča za največ 1 ppm. Če pa jeklenko večkrat menjamo ali če uporabimo delno izpraznjeno jeklenko, lahko nastane znatna kontaminacija. Zato je nujno potrebno, da po vsaki zamenjavi priključno cev izčrpamo, preden odpremo ventil na jeklenki.

Vse to velja tudi za reaktivne pline. Dušik lahko uporabimo kot reaktivni plin med nanašanjem tanke plasti, lahko pa tudi kot inerten plin za hlajenje. Za gorljive pline ni potrebno, da bi bili tako čisti kot inertni. Za metan je npr. čistoča 3.5 povsem zadostna. Vendar pa moramo pri uporabi gorljivih plinov poskrbeti za posebne varnostne ukrepe, da bi preprečili eksplozijo naprave.

Eksplozija lahko nastane, če priključna cev pušča, plin, ki uhaja, pa se akumulira v delovnem prostoru. Glavni ukrep za zmanjšanje nevarnosti eksplozije je dobro prezračevanje prostora, kjer je jeklenka. Le-ta mora biti v omari, ki je ognjezdružna in ki je stalno prezračevana (DIN EN 14470-2). Za dodatno varnost je priporočljivo, da je jeklenka v oklepu, ki ga moramo tudi prezračevati.

Na izhodni strani črpalke, kjer izhajajo plini iz vakuumske posode, so glede varnosti potrebne podobne zahteve kot na vhodni strani. Tudi na tej strani moramo zagotoviti dobro prezračevanje ali pa speljati izhodne pline skozi vodo v posodi in nato v ozračje. Dodatni varnostni ukrep je vgradnja senzorja, ki samodejno zapre dovod plina, če zazna puščanje.

Pri vakuumskih postopkih nanašanja tankih plasti v izjemnih primerih uporabljamo tudi nekatere strupene pline. Primer je npr. reaktivno nanašanje boridov ali silicidov, kjer kot izvir borovih atomov uporabimo pare diborana (B_2H_6), kot izvir silicija pa silan (SiH_4). Oba plina sta strupena in eksplozivna. Tudi pri plazemskem čiščenju ali jedkanju zelo pogosto uporabljamo potencialno strupene in korozivne pline. Primer je CCl_4 , ki se ob prisotnosti vodne pare spremeni v fosgen ($COCl_2$), ki je izjemno strupen bojni plin. Le-ta se pri črpanju lahko ustvarja in akumulira v olju vakuumske predčrpalke. Izhodne pline moramo razgraditi termično (npr. piroliza) ali kemijsko. Za dovod nevarnih plinov moramo uporabiti cevi z dvojno steno.

Da bi povečali hitrost ohlajanja po končanem nanosu tanke plasti spustimo v vakuumsko posodo inerten plin. Največji dovoljeni tlak plina, ki ga dopuščajo vakuumske posode, je 1 bar. Ta tlak določa hladilni učinek plina, saj je prenos toplote zaradi konvekcije sorazmeren s tlakom. V nekaterih vakuumskih sistemih obstaja možnost, da hladilni plin kroži, kar poveča hitrost ohlajanja.

Najcenejši inerten plin za ohlajanje je dušik, ki pa ima srednje veliko toplotno prevodnost. Toplotna prevodnost vodika je desetkrat večja od dušika, vendar je eksploziven. Če potrebujemo hitro ohlajanje, moramo uporabiti helij, ki pa je bistveno dražji od dušika.

LITERATURA

¹<http://www.apsidium.com/elements/054.htm>

²<http://www.4pvd.de/4pvdNews26gb.pdf>

³Sputtering by Particle Bombardment, Ed. R. Behrisch, Springer Verlag, Berlin, 1981, 166-190

⁴Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing, D. M. Mattox, Noyes Publications, 1998

dr. Peter Panjan
Institut "Jožef Stefan"
Jamova 39
1000 Ljubljana