

IOAN GABRIEL SANDU

TEHNICI DE DEPUNERE IN VID II

ÎNDRUMAR DE LABORATOR

IAȘI

2018

Cuvânt înainte

Prezentul material se dorește a fi un util instrument de lucru, realizat sub forma unui îndrumar de laborator, ce se adresează studenților care urmează specializări din domeniul Ingineria Materialelor și implicit parcurg disciplina “Tehnici de depunere în vid II”. Această disciplină se regăsește în oferta educațională propusă la specializarea prin master ***Materiale avansate și tehnici de analiză experimentală***, în anul V de studiu, semestrul 2, din cadrul Facultății de Știința și Ingineria Materialelor, Universitatea Tehnică “Gheoghe Asachi” din Iași. Metodologia de predare, conform programei analitice, prevede structurarea pe doua componente, 28 ore curs și 14 ore aplicații, cu evaluare sub forma de examen, la finalul etapei de învățare.

Astfel, cursul **Tehnici de depunere in vid II**, este dedicat aspectelor teoretice privind metodele, procedeele și dispozitivele de depunere, implicit monitorizarea și controlul depunerii de straturi subțiri în vid, alături de metode și mijloace de analiză a suprafeței pentru determinarea compoziției straturilor depuse, dar și de determinare a structurii și grosimii straturilor subțiri depuse în vid. Componenta de aplicații practice propune 4 lucrări de laborator, cu cerințe specifice, a căror rezolvare vor avea o pondere de 30% în nota finală a disciplinei.

Asigurarea performanței, din punct de vedere metodic, este posibilă prin existența unor mijloace de învățare avansate, prin dotarea laboratorului cu tehnică de prezentare și proiecție, cu instalații de depunere a straturilor subțiri, coasistate de tehnici de caracterizare a depunerilor. Astfel, laboratorul, este prevazut cu o instalație de depunere a straturilor subțiri în vid, ce poate funcționa în două regimuri, prin evaporare termică rezistivă sau pulverizare magnetron, capabilă să realizeze depuneri metalice diverse, pe

suporturi metalice și ceramice. Pentru studierea și caracterizarea straturilor depuse, se utilizează tehnicile și metodele de analiză calitativă și cantitativă existente în cadrul Facultății de Știința și Ingineria Materialelor.

Înșușirea cunoștințelor aferente acestei discipline, se raportează la achizițiile realizate de studenți, prin promovarea unor discipline din programul de învățământ de licență, precum: *Chimie, Fizică I și II, Chimie-fizică, Termotehnică, Suprafețe, interfețe, aderență, Acoperiri metalice* etc.

Din punct de vedere al descoperirilor științifice, domeniul depunerilor straturilor subțiri este unul bătătorit de fizicieni, profesori sau cercetători care înțeleg și mănuiesc cu abilitate noțiunile teoretice și practice legate de vid, plasmă, straturi subțiri, dar foarte bine pus în practică de ingineri, cunoscători ai materialelor și a interacțiunii dintre medii, a compatibilității termice, mecanice, chimice.

Algoritmul predării disciplinei ține cont de atingerea obiectivelor generale în cazul predării disciplinelor tehnice:

- formarea și dezvoltarea gândirii tehnice;
- învățarea limbajului tehnic;
- definirea fenomenelor studiate;
- cunoașterea părților componente ale aparatelor și sistemelor tehnice;
- înțelegerea dependențelor funcționale dintre elementele unui sistem tehnic;
- formarea și dezvoltarea vederii în perspectivă (spațiu) a elementelor și sistemelor tehnice;
- realizarea reprezentărilor schematice;
- formarea priceperilor și deprinderilor de a mânui obiectele tehnice, dispozitivele, aparatele de măsură și control;
- identificarea parametrilor care definesc o operație tehnologică;

- cunoașterea succesiunii operațiilor tehnologice, a materialelor, utilajelor, cu ajutorul cărora se realizează aceste operații;
- formarea capacității de a realiza practic anumite produse;
- formarea abilității de a monta, demonta mecanisme, utilajele, specifice domeniului pentru care se califică.

Lucrările de laborator sunt structurate conform planificării prezentate de programa analitică a disciplinei, rezultatele învățării fiind exprimate în competențe cognitive, tehnice sau profesionale, prin familiarizarea cu metodele, procedeele și dispozitivele uzuale de depunere în vid, capacitatea de a realiza depuneri în vid, utilizând tehnicile din dotarea Laboratorului și caracterizarea straturilor depuse în vid.

În speranța realizării unui material de un bun nivel profesional, aduc mulțumiri colegilor, colectivul de cadre didactice din Departamentul de Ingineria Materialelor și Securitate Industrială.

CUPRINS

Cerințe în organizarea mediului de instruire pentru disciplina <i>Tehnici de depunere în vid</i> și reguli generale privind securitatea și sănătatea în muncă	9
Laboratorul numărul 1 Însușirea noțiunilor practice de lucru pe instalația de obținere a straturilor subțiri în vid. Prezentarea instalației, caracteristici, parametrii de lucru, etape tehnologice	13
Laboratorul numărul 2 Realizarea straturilor subțiri în vid prin evaporare termică și condensare din fază de vapori.....	27
Laboratorul numărul 3 Realizarea depunerilor de titan prin pulverizare catodică în regim magnetron	51
Laboratorul numărul 4 Realizarea depunerilor de cupru prin pulverizare catodică în regim magnetron	71
Bibliografie	79

**Cerințe în organizarea mediului de instruire pentru
disciplina *Tehnici de depunere în vid* și reguli generale privind securitate
și sănătate în muncă**

Laboratorul trebuie să îndeplinească anumite cerințe:

- spațiul destinat acestor locații să prevadă pe lângă mediul de instruire și un spațiu anex;
- să fie prevăzut cu scaune, mese, dulapuri, echipamente de comunicare didactică (videoproiector, calculator personal, legături la rețeaua Internet), aparatură tehnică specifică;
- spațiul anex trebuie să asigure depozitarea materialelor și a mijloacelor de învățământ grupate pe teme specifice;
- să asigure climatul optim de desfășurare a activităților didactice specifice disciplinelor tehnice;
- să permită asimilarea noțiunilor tehnice;
- să permită formarea de priceperi și deprinderi practice de execuție a unor procese tehnologice;
- să dezvolte la studenți capacități de investigare și cercetare științifică;
- să permită o perfecționare continuă a lecțiilor.

Ținând cont de factorii ergonomici, mediul de instruire trebuie să îndeplinească și să respecte o serie de norme:

- iluminatul să se realizeze în primul rând natural, apoi mixt și în cele din urmă artificial;
- temperatura trebuie menținută constantă (18 - 20 °C), pentru desfășurarea normală a activității, evitându-se supraîncălzirea sau temperaturile foarte joase, ce influențează atât starea de sănătate a elevilor cât și buna funcționare a aparaturii;

- viteza aerului 0,3 - 0,6 m/s; curenții mai mari de aer pot antrena o serie de resturi provenite de la prelucrările materialelor și pot avea repercusiuni asupra aparatelor și asupra stării de sănătate a elevilor;
- umiditatea aerului este un factor important, ea situându-se între 40 –60 %;
- cromatică mediului de instruire va fi aleasă astfel încât să creeze o stare de confort psihic care stimulează intelectul; se recomandă culori calde, deschise, care reflectă lumina și creează bună dispoziție;

Securitatea și sănătatea în muncă vor fi asigurate prin instruirea studenților la începutul parcurgerii activităților de laborator. Conducătorul de lucrări practice va face cunoscut obiectivul lecției și competențele ce se urmăresc a fi formate, alături de o descriere sumară a instalațiilor, a modului de funcționare și a pericolelor ce pot apărea.

Profesorul răspunde de respectarea legislației și a normelor de securitate a muncii în cadrul spațiilor de învățământ, având următoarele sarcini și obligații:

- să afișeze, în dreptul fiecărei mașini, instalații sau utilaj, instrucțiuni de folosire a acestora și de protecție a muncii;
- să asigure însușirea de către studenți a cunoștințelor și formarea deprinderilor practice profesionale cu respectarea normelor de protecție a muncii, să nu admită la lucru nici o persoană care nu a fost instruită, sau care nu și-a însușit cunoștințele necesare de protecție a muncii;
- să asigure o bună funcționare a dispozitivelor de protecție, a echipamentului individual de protecție și de lucru, răspunzând de aplicarea tuturor măsurilor de apărare individuală la locurile de muncă.

Instrucțiuni specifice utilizării instalației de depunere de straturi subțiri în vid

La această disciplină nu se utilizează substanțe chimice periculoase și nici gaze inflamabile. Toate activitățile vor fi atent supravegheate de cadrul didactic titular. Aparatura electrică va fi verificată și întreținută în mod adecvat, având împamântarea realizată. O atenție deosebită se va acorda manipulării buteliilor cu gaz inert, precum și asupra incintei de lucru vidate. Studenții trebuie să nu procedeze la deconectarea, schimbarea sau mutarea arbitrară a dispozitivelor de securitate ale echipamentelor tehnice, să aducă la cunoștința conducătorului locului de muncă orice defecțiune tehnică sau altă situație care constituie un pericol de accidentare sau îmbolnăvire profesională și să facă cunoscut conducătorului locului de muncă în cel mai scurt timp posibil accidentele de muncă suferite de persoana proprie, de alți angajați sau și/sau studenții în practică.

Se va verifica, înainte de începerea lucrului, corecta funcționare a instalației la parametri corespunzători.

Este obligatorie pornirea instalației de racire înainte de realizarea depunerilor și oprirea ei după 5 minute de la terminarea experimentelor.

La apariția unor defecțiuni echipamentul de depunere se închide de la butonul Off/On.

Se va verifica periodic integritatea cablurilor electrice de alimentare și a furtunurilor.

Se va verifica etanșeitatea legăturilor sub presiune și a incintei vidate.

Dupa utilizarea argonului, se va urmari ca butelia metalica sa fie închisă din robinet.

Dupa terminarea lucrului pe instalatie, se vor deconecta de la tensiune prelungitoarele sursei de curent continuu și a instalației.

Laboratorul numărul 1

**ÎNSUȘIREA NOȚIUNILOR PRACTICE DE LUCRU PE
INSTALAȚIA DE OBȚINERE A STRATURILOR SUBȚIRI ÎN VID.
PREZENTAREA INSTALAȚIEI, CARACTERISTICI, PARAMETRI
DE LUCRU, ETAPE TEHNOLOGICE**

Durata lucrării practice: 3 ore

Locul: laboratorul TDV

Competențe dobândite:

- recunoașterea componentelor și dispozitivelor instalației de depunere de straturi subțiri în vid;
- operarea cu noțiunile specifice tehnologiei de obținere de straturi subțiri în vid;
- planificarea și urmărirea proceselor de obținere a depunerilor în vid;
- citirea și interpretarea dispozitivelor de lucru;

1. Prezentarea instalației

Laboratorul este dotat cu instalație de depunere a straturilor subțiri în vid (fig.1), ce poate funcționa în două regimuri, prin evaporare termică rezistivă și condensare din fază de vapori sau prin procedeul de pulverizare magnetron.

Prezentarea părților componente:

A. **Incinta vidată** (batiscaf – fig.2) – este confecționată din oțel inoxidabil, în formă cilindrică și este prevăzută cu mai multe porturi de acces, cu flanșe de etanșare de vid înalt pe garnitură din cupru. Unul dintre porturile de acces este transparent, cu ecran din sticlă, pentru vizualizarea procesului de depunere.

Deasupra incintei vidate există mai multe porturi de acces pentru traductorii de presiune, robinetul mecanic de reglare a presiunii de gaz și pentru axul de susținere a platanului suport de fixare și așezare a pieselor/probelor pe care se realizează depunerea. Acesta este rotit cu ajutorul unui motor electric (fig.3).



Figura 1. Instalație de laborator pentru realizarea depunerilor de straturi subțiri în vid

1-incintă vidată, 2 – sursă de curent continuu, 3 – panou digital de comandă, 4 – cutia de mascare a instalației de obținere a vidului (pompe de vid), 5 – panou digital de control al traductoarelor de presiune și afișare;

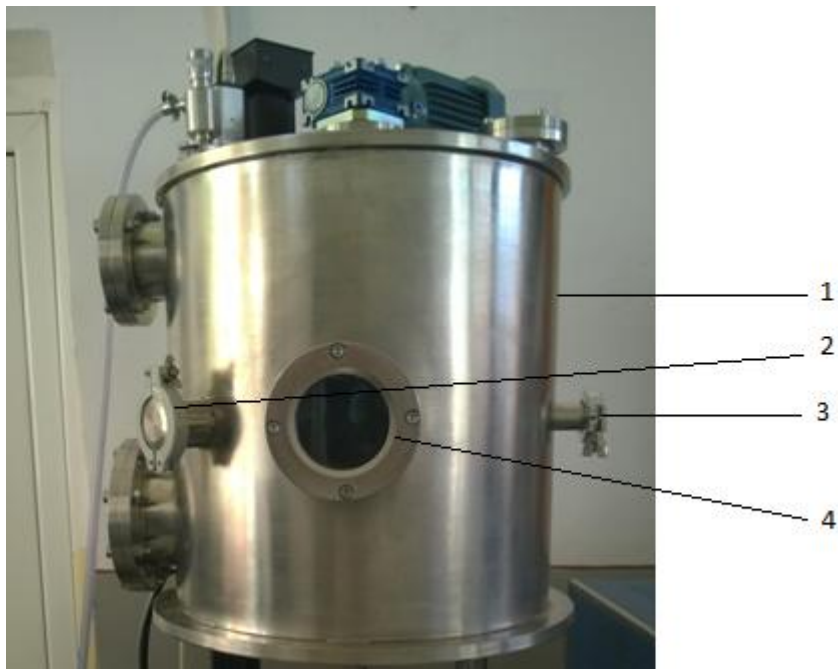


Fig. 2. Incinta de vid: 1- incinta din oțel inoxidabil, 2,3 – porturi de acces, 4- port de vizualizare proces

Deasupra incintei vidate exista mai multe porturi de acces pentru traductorii de presiune, robinetul mecanic de reglare a presiunii de gaz și pentru axul de susținere a platanului suport de fixare și așezare a pieselor/probelor pe care se realizează depunerea. Acesta este rotit în plan orizontal cu ajutorul unui motor electric (fig.3).

Instalația este prevăzută cu doi senzori de presiune, care funcționează în cascadă, primul pentru presiuni de până la 10^{-3} mbar și al doilea până la 10^{-6} mbar. În cazul realizării depunerilor prin pulverizare magnetron, în incinta de vid se pot introduce gaze plasmagene sau reactive prin portul de acces prevăzut cu robinet de debit scăzut, cu control manual (fig.3). În cazul în care se dorește îmbunătățirea instalației pentru realizarea de straturi subțiri prin alte metode PVD, există realizate mai multe porturi de acces la incinta de vid.

Incinta vidată prezintă un sistem de urcare – coborâre cu cremalieră, acționat de un motor electric controlat de la panoul de comandă. Etanșarea se face la baza incintei vidate, pe suportul metalic ce susține elementele componente ale dispozitivelor de realizare a depunerilor, cu garnitură de cauciuc umectată în vaselină siliconică.



Fig. 3. Dispozitivele de pe capacul incintei de vid: 1,2 – traductori de presiune, 3- ventil micrometric (robinet mecanic) pentru debit scazut de reglare a presiunii de gaz (plasmagen sau reactiv), 4 – motor electric de acționarea a sistemului rotativ de suport al probelor

În interiorul incintei vidate, la partea superioară, întâlnim sistemul rotativ de suport al probelor, în cazul realizării de depuneri de straturi subțiri prin evaporare termică și condensare din stare de vapori (fig.4). Acest suport este confecționat din oțel inox și este prevăzut cu decupaje pentru expunerea pieselor/probelor și este acționat de motorul electric ce este comandat (pornire și viteză de rotație) de la panoul de comandă (fig.5).

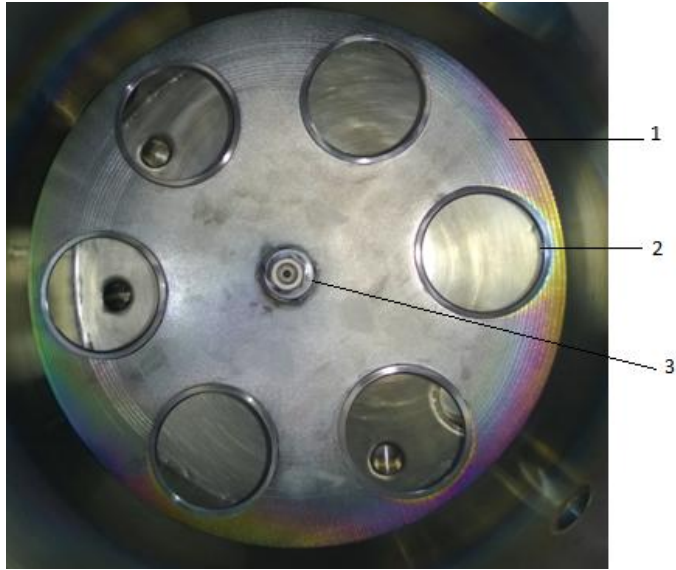


Fig. 4. Suport interior pentru susținerea probelor/pieselor:
1- suport metalic, 2 – decupaj de expunere probă, 3-ax de rotire



Fig. 5. Dispozitiv comandă motor electric și
reglare turație suport

B. În **interiorul incintei vidate** distingem următoarele componente:

1. Sistemul de depunere prin evaporare rezistivă (fig. 6) cu filament de wolfram.

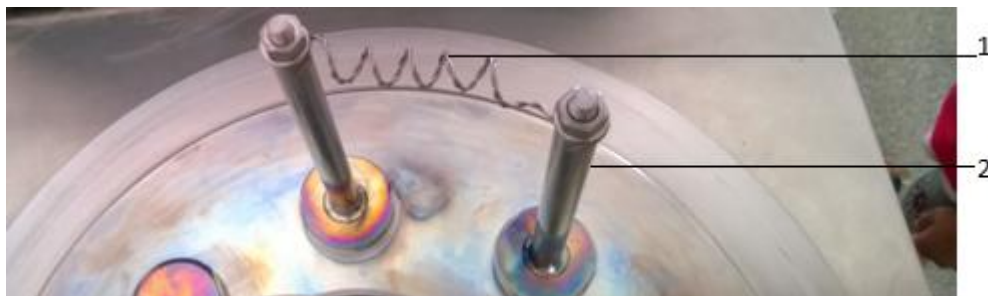


Fig. 6. Sistem de depunere prin evaporare rezistivă:
1 – filament de wolfram, 2 – electrod conductor;

2. Sistem de depunere prin pulverizare magnetron (fig. 7)

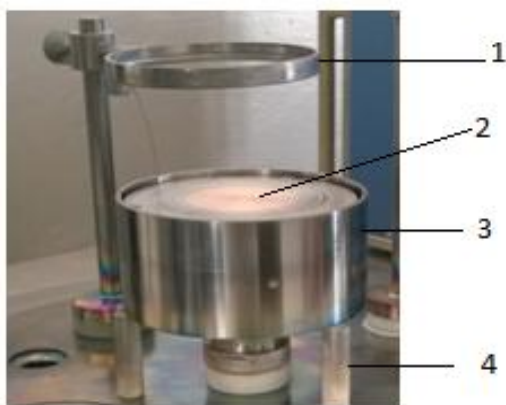


Fig. 7. Sistem tip diodă de realizare a depunerii prin pulverizare magnetron:
1- anod (cu rol de suport al probei/pieseii), 2- catod (ținta din materialul de depunere), 3 – sistem de ecranare a jetului de plasmă, 4- suportii izolatori ceramici;

Observație: Este preferabil ca sistemele de depunere aflate în interiorul incintei să fie protejate cu folie metalică atunci când nu sunt

folosite, lăsat neacoperit doar sistemul care se utilizează în momentul respectiv (fig.8. – amplasarea dispozitivelor în incintă)



Fig. 8. Amplasarea dispozitivelor de depunere

C. Panoul de comandă și control (fig. 9)

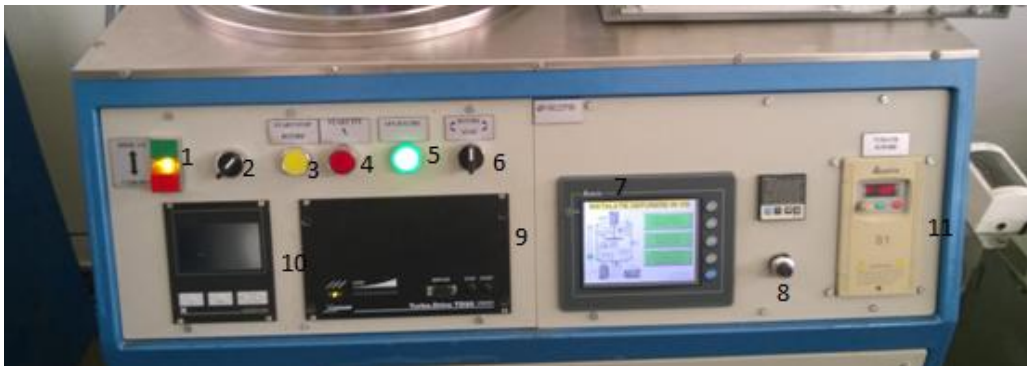


Fig. 9. Panoul de comandă și control: 1- comutator acționare ridicare-coborâre incintă vidată, 2- comutator comandă pornire instalație - întrerupător general, 3 – buton pornire/oprire invârtire sistem suport probe, 4-buton manual pornire/oprire sistem încărcare electrică filament, 5 – semnalizare răcire, 6 – comutator sens rotire, 7- panou digital de comandă a proceselor de depunere, 8 – comutator reglare current, 9 – panou de comandă manual a pompei turbomoleculare, 10 – panou comandă senzori de presiune, 11 – comandă reglare turație suport;

D. Sursa de curent continuu (fig. 10)



Fig. 10. Sursa de curent continuu: 1 – ampermetru, 2 – voltmetru, 3 – buton comandă legare la rețea, 4 – buton reglare tensiune, 5 – buton reglare current, 6- buton pornire, 7-buton schimbare polarizare;

2. Caracteristici și parametri de lucru ai instalației

Instalația este proiectată și realizată în cadrul SC FEPA SA Bârlad, cu componente de control, obținere a vidului și dispozitive de măsurare omologate.

Incinta vidată este confecționată din material metalic (oțel inoxidabil lustruit mecanic și electrochimic), sudurile sunt de tip WIG, cu rata de neetanșeitare (masurată cu spectrometrul de neetanșeitare cu He) mai mică de 5×10^{-8} mbar \times l/s

Agreatul de vid conține următoarele:

1) Pompa turbomoleculară - viteza de pompare pentru N_2 700 l/s, rata de compresie la N_2 de 1×10^{11} , presiune limită $< 1 \times 10^{-10}$ mbar, nivel zgomot < 55 dB(A).

2) Pompa vid preliminar - viteza de pompare la 50 Hz –12.6 m³/h, presiunea totala ultimă -1.3 x 10⁻² mbar.

3) Sonda de vid preliminar - domeniu de masura 1000 - 5x10⁻² mbar, rezolutie de ±15% din citire (1 x 10⁻² - 100 mbar).

4) Sonda vid full-range - domeniu de masura - 5 x 10⁻⁹ - 1000 mbar (3.8 x 10⁻⁹ - 760 Torr), conectare DN 25 ISO-KF, flansa din otel inox.

Catod magnetron - catod magnetron circular plan cu răcire indirecta (tub de 1/4" PFA) si prevazut cu shutter si conexiune electrica pentru polarizare.

Dimensiuni tinta: 90 mm diametru, 5 mm grosime.

Dimensiuni placa de sprijin: 90 mm diametru, 5 mm grosime.

Inductia campului magnetic la suprafata țintei minim 1000 Gauss.

Sistemul de evaporare termică rezistivă este format din doi electrozi metalici din cupru protejați cu manșon din oțel inoxidabil, prevazuți la capete cu sistem de prindere a filamentelor/nacelelor/coșulețelor prin înșurubare.

Sursa de curent continuu, cu urmatoarele caracteristici - tensiuni de ordinul a 1 kV si intensitati de curent de pana la 10 A, reglabila in domeniul Hz-kHz si timp de raspuns de sub 500 nanosecunde, cu polarizare interioară sau exterioară.

V. Ținte și substraturi:

1) Disc de titan, diametrul 112 mm, grosime 6 mm, puritate 99,95%.

2) Disc de cupru, diametrul 112 mm, grosime 6 mm, puritate 99,95%.

3) Substrat de sticlă transparent, dimensiuni: diametrul 95 mm, transparență în domeniul vizibil > 80%.

Principalii parametri tehnici maximi obținuți au fost următorii:

- presiune limita inferioară de ordinul a 5×10^{-6} mbar;
- obținerea descarcării magnetron în argon la presiunea de 10^{-2} mbar;

Instalația este echipată în configurația de baza. Se pot adauga, opțional, sisteme complexe de diagnoza a plasmei și respectiv de monitorizare a straturilor depuse prin pulverizare catodică.

Alimentarea la curent a instalației se face la rețea monofazică de 230 V, prevăzută cu împământare. Acesta acționează pompele de vid și motorul electric pentru ridicarea și coborârea incintei de vid.

3. Etape generale ale proceselor de depunere

Pentru planificarea și desfășurarea proceselor de obținere a depunerilor în vid, trebuie să cunoaștem cronologia secvențelor de lucru pe instalația de depunere, în coroborare cu citirea și interpretarea dispozitivelor de lucru. Pentru fiecare tip de depunere (evaporare termică și pulverizare magnetron), etapele sunt specifice, dar, în continuare vom face referire la etapele generale, absolut necesare pentru o utilizare corectă a echipamentului.

Atenție: Nerespectarea etapelor de lucru și utilizarea incorectă a comenzilor pot duce la deteriorarea componentelor echipamentului!

Etape tehnologice:

1. Curățarea suprafețelor incintei vidate cu lavete îmbibate în acetonă (partile metalice) sau alcool izopropilic (componente ceramice sau polimerice);

2. Pregătirea materialelor/probelor suport pe care se va face depunerea și așezarea lor în instalație;

3. Racordarea echipamentului la sursele de curent;

4. Deschiderea robinetilor sistemului de racire;
5. Realizarea etanșeității incintei vidate;
6. Realizarea vidului;
7. Inițierea și desfășurarea procesului de depunere;
8. Oprirea procesului de depunere;
9. Racirea pompelor de vid și oprirea lor;
10. Deschiderea ventilului de reglare a presiunii și dehidratarea incintei;
11. Ridicarea batiscafului;
12. Decuplarea echipamentului de la sursele de curent;
13. Inchiderea robinetilor sistemului de racire cu apă;
14. Ridicarea și analizarea probelor.

Sarcini de lucru:

Realizarea etapelor preliminare de depunere, prin conducerea procesului de realizare a vidului și consemnarea parametrilor fizici ai instalației.

Se va pregăti instalația de lucru și se va realiza o simulare a unui proces de depunere de straturi subțiri în vid, prin respectarea etapelor tehnologice prezentate, cu scopul de a realiza o planificare cât mai precisă, coroborată cu urmărirea proceselor de obținere a depunerilor în vid și citirea și interpretarea dispozitivelor de lucru, în vederea obținerii unor rezultate valide pentru următoarele lucrări de laborator. Procesul va fi condus până la etapa de realizare a vidului avansat.

Tabele de consemnare a caracteristicilor și parametrilor de lucru a instalației

Nr.crt.	Timp (min)	Interval presiune (mbar)
Vid preliminar (PVP)		
Vid avansat (PT)		

Nr. crt.	Interval rotație (rot/min)	Distanță sursă evaporare - probe (mm)	Suprafață (mm ²)
Suport probe depunere rezistivă			
Suport anod (depunere magnetron)	-		

Nr. crt.	Interval I (A)	Interval U (V)	Temp. (K)
Depunere rezistivă			
Depunere magnetron			

	l lungimea filamentului [cm]	d diametrul filamentului [cm]	n nr. de fire în paralel	Suprafața radiantă S _r [cm ²] π·d·l	Puterea radiantă P _T [w]
Caracteristici filament wolfram					

Calculul puterii radiante a filamentului de wolfram

Pentru sârma de wolfram, $P_T = \sigma^* \cdot S_r$

$\sigma^* = \text{radiația specifică} = 7,485 \cdot 10^{-15} \cdot T^{4,7} \text{ [w/cm}^2 \cdot \text{K]}$

$S_r = \text{suprafața de radiație a sârmei de wolfram [cm}^2] = \pi \cdot d \cdot l$, d – diametrul sârmei [cm] și l - lungimea sârmei în cm.

Caracteristici catod magnetron	Diametru [mm]	Suprafață expunere [mm ²]	Suprafață totală [mm ²]
Catod (țintă) titan			
Catod (țintă) cupru			

NOTIŢE:

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

A large rectangular box with a solid black border. Inside the box, there are 18 horizontal dotted lines, evenly spaced, providing a guide for handwriting practice. The lines extend across most of the width of the box, leaving small margins on the left and right sides.

Laboratorul numărul 2

REALIZAREA STRATURILOR SUBȚIRI DE ALUMINIU ÎN VID PRIN EVAPORARE TERMICĂ ȘI CONDENSARE DIN FAZĂ DE VAPORI

Durata lucrării practice: 3 ore

Locul: laboratorul TDV

Competențe dobândite:

- Însușirea noțiunilor și acțiunilor practice de planificare și conducere a proceselor de obținere a depunerilor în vid prin evaporare termică;
- Realizarea practică a unei depuneri de aluminiu prin evaporare termică rezistivă în vid;

1. Considerații teoretice

Metoda de depunere prin evaporare termică rezistivă și condensare din fază de vapori este o metodă fizică de depunere a straturilor subțiri în vid, în care materialul ce trebuie depus este adus în stare de vapori, ca urmare a efectului încălzirii rezistive, până la evaporare și recondensa pe substrat (piesa de acoperit) care se afla la o temperatura mult mai redusă decât a vaporilor.

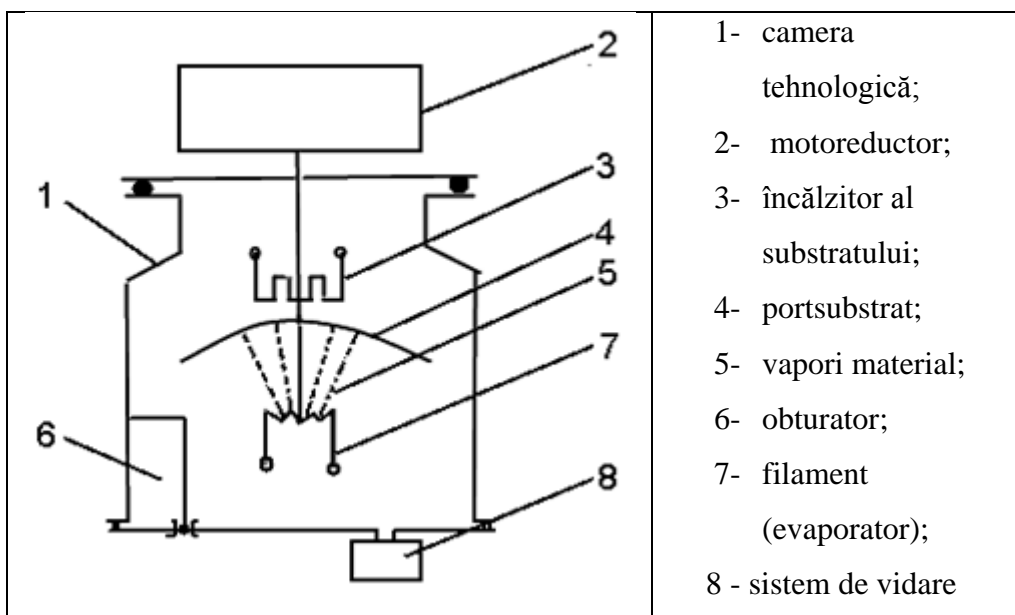
Pentru încălzirea rezistivă directă sau indirectă (atunci când materialul interacționează cu încălzitorul) a materialului solid se utilizează dispozitive speciale, numite surse de evaporare sau evaporatoare, sub formă de filamente, coșulețe, creuzete sau necele, funcție de materialul ce trebuie depus, temperatura de evaporare, grosimea stratului etc.

Materialele utilizate pentru realizarea evaporatoarelor sunt de tipul materialelor refractare simple (W, Mo, Ta) sau complexe (Al_2O_3 , MgO, BN). Utilizarea acestora este dictată de temperatura de topire ridicată și de presiunea de vapori scăzută, chiar și în domeniul temperaturilor ridicate.

În tabelul de mai jos sunt prezentate temperaturile maxime de utilizare a materialelor refractare din care se execută evaporatoarele:

Elementul	Mo	Ta	W	SiO_2	Al_2O_3	BeO	ZrO_2	ThO_2	C
Temp max. de utilizare $^{\circ}\text{C}$	1820	2240	2410	1400	1900	1900	1200	2500	3000

Pentru depunerea prin evaporare termică rezistivă, instalația poate fi reprezentată astfel:



În vidul care se realizează în camera tehnologică 1 cu ajutorul sistemului de vidare 8, molecule de material care se evaporă 5 se răspândesc liber și repede în spațiul tehnologic înconjurător, ajungând în special datorită dispunerii convenabile pe substratul 4, pe care se condensează.

La începutul etapei de evaporare, pentru a evita impurificarea peliculei, din cauza impurităților adsorbite de suprafața materialului de evaporat, se utilizează obturatorul 6 care întrerupe temporar fluxul materialului la substrat. În procesul de depunere se controlează: timpul de depunere, grosimea, rezistența electrică, etc. După obținerea valorii parametrului de măsurat, obturatorul 6 întrerupe din nou fluxul de material către substrat → întreruperea procesului de creștere a peliculei. Încălzirea substratului înaintea depunerii se face cu ajutorul încălzitorului de substrat 3 care asigură desorbția impurităților de la suprafață → îmbunătățirea calității depunerii. Pentru o uniformitate ridicată a depunerii pe substratul 2, se rotește portsubstratul 4 cu o turație reglabilă. Procesul de depunere este scurt deoarece materialul se evaporă repede.

Depunerea straturilor subțiri prin evaporare termică constă în următoarele etape:

1. trecerea materialului din fază condensată (solidă sau lichidă) în fază gazoasă (vapori) prin evaporare termică;
2. traversarea de către vaporii materialului a spațiului dintre sursa de evaporare și substrat (piesa de acoperit);
3. condensarea vaporilor pe substrat

Noțiuni teoretice privind starea de vid

Vid (vacuum) - o stare de rarefiere a gazelor dintr-un spațiu tehnologic dat, folosind echipamente specializate de vidare.

Starea unui gaz conținut într-o incintă ce ocupă în mod uniform întregul volum poate fi definită dacă se cunosc parametrii de stare ai gazului:

- presiunea exercitată de gaz pe pereții incintei;
- temperatura gazului;
- volumul incintei.

Presiunea și temperatura gazului sunt explicate în teoria cinetică moleculară prin agitația termică a moleculelor și atomilor. În orice substanță, moleculele și atomii posedă o agitație termică care încetează atunci când temperatura substanței scade la 0 absolut. Pentru măsurarea presiunii se folosesc 2 stări de referință:

- presiunea atmosferică;
- presiunea zero, corespunzătoare unui vid absolut caracterizată prin lipsa completă a substanței.

Presiunea absolută – presiunea totală exercitată de gaz asupra pereților vasului și este măsurată de la un vid absolut.

Presiunea relativă = suprapresiunea = excesul presiunii gazului față de presiunea atmosferică.

Vid = Presiunea atmosferică – Presiunea remanentă din spațiul tehnologic (măsurarea vidului se face prin măsurarea presiunii exercitate de gaz și nu prin numărarea moleculelor de gaz din unitatea de volum).

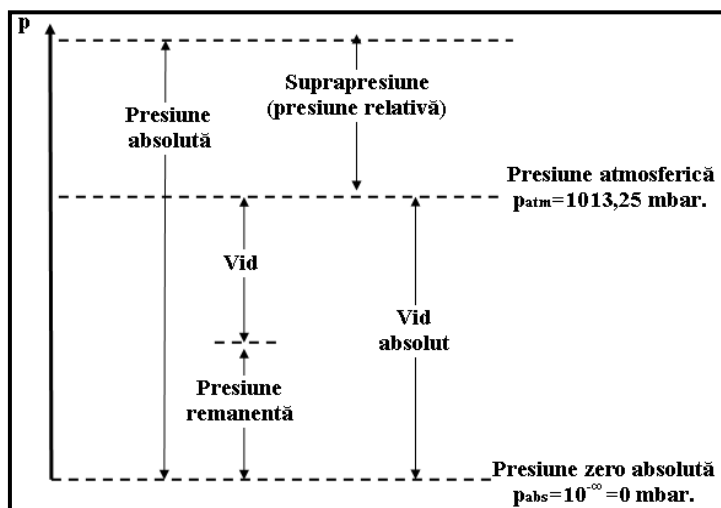


Fig.1 . Moduri de exprimare a presiunii

Unitatea de măsură pentru presiune este Pascalul $\rightarrow 1 \text{ Pa} = 1 \text{ N/m}^2$

Presiunea atmosferică normală = 101325 Pa.

Tabelul 1. Corespondența unităților de măsură a vidului

	Pa	mbar	torr	atm.
1Pa	1	10^{-2}	$7,5 \cdot 10^{-3}$	$9,87 \cdot 10^{-6}$
1mbar.	10^2	1	0,75	$9,87 \cdot 10^{-4}$
1torr= 1mm Hg	$1,33 \cdot 10^2$	1,33	1	$9,87 \cdot 10^{-3}$
1atm.	$1,01 \cdot 10^5$	$1,01 \cdot 10^3$	760	1

1 mol de gaz conține $N_A = 6,023 \cdot 10^{23}$ molecule (numărul lui Avogadro) și ocupă un volum $V_M = 22,414 \text{ dm}^3$ ($1 \text{ dm}^3 = 1 \text{ litru}$; $V_M = \text{volum molar}$).

Concentrația gazelor în condiții fizice normale:

$$n = \frac{N_A}{V_M}$$

$$n = \frac{N_A}{V_M} = \frac{6,023 \cdot 10^{23}}{22,414 \cdot 10^{-3}} = 2,687 \cdot 10^{25} \text{ molecule/m}^3$$

Clasificarea vidului

1. Vidul grosier: presiunea $p = 101325 \text{ Pa} - 100 \text{ Pa}$;
2. Vidul mediu: $p = 100 \text{ Pa} - 0,1 \text{ Pa}$ (10^{-1} Pa);
3. Vidul înaintat: $p = 10^{-1} \text{ Pa} - 10^{-5} \text{ Pa}$;
4. Vidul ultraînaintat: $p < 10^{-5} \text{ Pa}$

Exprimarea vidului în procente se realizează cu relația:

$$Vid \% = \frac{p_{atm} - p_v}{p_{atm}} \cdot 100$$

- pentru un vid cu presiunea $p_v = 6 \cdot 10^3 = 6000 \text{ Pa}$ – valoarea vidului în procente este:

$$Vid \% = \frac{p_{atm} - p_v}{p_{atm}} \cdot 100 = \frac{101325 - 6000}{101325} \cdot 100 = 94\%$$

Tabelul 2. Exprimarea vidului în procente

Presiunea p_v		Vidul	Punctul de fierbere al apei
Pa	Torr	%	°C
101325,0	760	0	100
50662,5	380	50	81,5
30324,0	228	70	69,5
20216,0	152	80	61
13832,0	104	85	54,3
10132,5	76	90	46
7075,6	53,2	93	39,2

Date teoretice privind temperatura gazelor – măsură a agitației termice

Energia cinetică medie a moleculelor este dependentă de temperatura gazelor:

$$W_m = mv_m^2 = \frac{3}{2} \cdot kT$$

unde:

W_m - energia cinetică medie a moleculelor, J;

k - constanta lui Boltzmann = $1,38 \cdot 10^{-23}$ J/grad;

v_m - viteza medie a moleculelor, m/s;

T - temperatura gazelor, K.

În tehnica vidului se lucrează cu amestecuri de gaze, cel mai frecvent cu aerul.

Tabelul 3. Compoziția aerului atmosferic

Gazul	Procente în greutate, %	Procente în volum, %	Presiunea parțială	
			torr	Pa
N ₂	75,51	78,1	594	79194
O ₂	23,01	20,93	159	21199
Ar	1,29	0,93	7,1	947
CO ₂	0,04	0,03	0,23	30,6
Ne	$1,2 \cdot 10^{-3}$	$1,8 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \cdot 10^{-2}$	1,86
He	$7 \cdot 10^{-5}$	$5,24 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-3}$	0,53
CH ₄	$2 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-2}$	2
Kr	$3 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$	$8,4 \cdot 10^{-4}$	0,12
N ₂ O	$6 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$3,8 \cdot 10^{-4}$	0,05
H ₂	$5 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$3,8 \cdot 10^{-4}$	0,05
Xe	$4 \cdot 10^{-5}$	$8,7 \cdot 10^{-6}$	$6,6 \cdot 10^{-5}$	$8,77 \cdot 10^{-3}$
O ₃	$9 \cdot 10^{-6}$	$7 \cdot 10^{-6}$	$5,3 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-3}$

Presiunea totală, exercitată de un amestec de gaze pe pereții unei incinte, este egală cu suma presiunilor parțiale exercitate pe pereții incintei de către fiecare din componentele sale, dacă s-ar găsi în mod separat în incintă:

$$p_{total} = p_1 + p_2 + p_3 + \dots + p_n = \sum_{i=1}^n p_i \quad \text{- Legea lui Dalton}$$

Cu cât presiunea este mai ridicată și temperatura mai scăzută cu atât legea este mai puțin exactă.

Calcularea parametrilor teoretici de lucru

Pentru evaporarea materialului sunt necesare îndeplinirea unor condiții. Astfel, presiunea vaporilor p_s , corespunzătoare stării de echilibru a sistemului se numește **presiune de saturație a vaporilor**, iar vaporii astfel obținuți se numesc **vapori saturați**. Dependența presiunii vaporilor saturați de temperatură este dată de relația:

$$\ln p_s = A - \frac{B}{T} \quad (1)$$

unde:

A, B – constante de material.

Experimental s-a demonstrat că procesul de depunere se produce cu viteză acceptabilă dacă presiunea de vapori are valoarea de 1,3 Pa.

Temperatura convențională de evaporare = T_{cev} = temperatura materialului la care $p_s = 1,3$ Pa.

Presiunea vaporilor materialului nu va atinge niciodată valoarea de saturație, materialul îndepărtându-se din evaporator cu o viteză determinată de relația

$$w = \frac{c(p_s - p)}{p_0} \quad (2)$$

unde:

w - viteza de evaporare = cantitatea de material în grame ce părăsește 1 cm² de suprafață în timp de 1 secundă;

c – constantă;

p_s – presiunea vaporilor saturați;

p₀ – presiunea gazelor reziduale din camera tehnologică;

p – presiunea adevărată de dezechilibru a vaporilor.

Rata (viteza) de evaporare – este dată de formula lui Langmuir:

$$w = 4,38 \cdot 10^{-3} \cdot p_s \cdot \sqrt{\frac{M}{T}} \quad (3)$$

unde:

w – viteza de evaporare (Kg/m²s);

M – masa moleculară a materialului (Kg/Kmol);

T – temperatura evaporatorului (a materialului) la evaporare (K)

p_s – presiunea vaporilor saturați (Pa).

Viteza de evaporare v_e - numărul de molecule evaporate în unitatea de timp și pe unitatea de suprafață.

$$v_e = \left(\frac{1}{4}\right) \cdot n \cdot v_m \quad (4)$$

unde:

n – concentrația moleculelor de vapori evaporați;

v_m – viteza medie a vaporilor de material.

Ținând cont că:

$$v_m = \sqrt{\frac{8kT}{m}} \quad (5)$$

se obține

$$p_s = n \cdot k \cdot T \quad (6)$$

$$p_s = \exp\left(A - \frac{B}{T}\right) \quad (7)$$

$$w = m \cdot v_e = \frac{M}{N_A} \cdot v_e \quad (8)$$

unde:

M – masa moleculară (g/mol).

Energia atomilor evaporați poate fi evaluată cu formula:

$$w_v = (3/2)kT \quad (9)$$

unde:

k – constanta Boltzman = $1,6 \cdot 10^{23}$ J/K;

T – temperatura de evaporare, K.

În fenomenul de deplasare a vaporilor de material de la evaporator la substrat vom ține cont de faptul că probabilitatea moleculelor de material de a străbate fără ciocniri distanța de la evaporator la substrat poate fi descrisă de relația:

$$P = e^{-L/\lambda} \quad (10)$$

unde:

λ – drumul liber mijlociu al moleculelor gazului rezidual;

L – distanța de la evaporator la substrat.

Legea I a lui Knudsen - dacă întreaga cantitate de material ce se evaporă în unitatea de timp, în toate direcțiile, de pe suprafața sursei, se notează cu m^* (g/s) atunci cantitatea de material $d m^*$ ce va trece printr-un unghi solid $d\Omega$ este dată de relația:

$$d m^* = \left(\frac{m^*}{4\pi}\right) \cdot d\omega \quad (11)$$

Ținând cont că $d\Omega = ds \cdot \cos \theta / r^2$

unde:

d_s – suprafața elementară pe care se face depunerea;

θ – unghiul de înclinare al suprafeței ds .

rezultă:

$$dm^* = \left(\frac{m^*}{4\pi}\right) \cos \frac{\theta}{r^2} \cdot ds \quad (12)$$

Legea II a lui Lambert- Knudsen pentru evaporare, denumită și **legea cosinusoidală Knudsen** – se referă la intensitatea fasciculului de vapori pusă în libertate de evaporatoare plane pe un substrat aflat la un unghi φ față de normala la suprafața evaporatorului.

Cantitatea de material d_m^* depusă prin unghiul solid $d\omega$ pe suprafața elementară ds , înclinată cu unghiul φ față de normala la suprafața ce emite este dată de relația:

$$dm^* = \left(\frac{m^*}{\pi}\right) \cos \varphi \cdot d\omega = \left(\frac{m^* \cdot ds}{\pi}\right) \frac{\cos \theta \cos \varphi}{r^2} \quad (13)$$

Grosimea peliculei depuse în unitatea de timp va fi:

$$t^* = dm^* / \rho \cdot ds \quad (\text{cm/s}) \quad (14)$$

Condensarea materialului pe substrat

Materialul ce se depune pe substrat este neutru din punct de vedere electric, iar energia particulelor este de 0,1 – 0,5 eV.

Când atomii incidenți ai materialului evaporat se apropie la mai puțin de câteva distanțe atomice de substrat, ei intră în câmpul de forță al suprafeței substratului unde au loc următoarele interacții posibile:

1. Reflexia atomilor incidenți ca urmare a ciocnirilor elastice cu atomii substratului, atomii reflectați își păstrează în cea mai mare parte energia inițială;

2. Adsorbția fizică a atomilor incidenți ca urmare a stabilirii de legături van der Waals cu atomii de suprafață ai substratului (cu valori de 0,01 – 0,1 eV);
3. Adsorbția chimică a atomilor (chemisorbția). Chemisorbția atomilor incidenți, ca urmare a stabilirii de legături între atomii incidenți și atomii de suprafață ai substratului, are loc dacă energia de chemisorbție este mai mare de 100 Kcal/mol;
4. Asocierea atomilor sau moleculelor de gaz cu atomi sau grupări de atomi ai materialului evaporat deja absorbiți de substrat. Numărul de molecule (atomi) de gaz rezidual ce ajung la substrat în condiții de echilibru este dat de relația:

$$N_g = 3,513 \cdot 10^{22} \cdot p_g \sqrt{M_g T_g} \quad (\text{molecule/cm}^2\text{s}) \quad (15)$$

În teoria de condensare a lui Frenkel bazată pe fenomenele de adsorbție – desorbție se consideră că tranziția vapori – fază solidă are la bază următoarele ipoteze cantitative și calitative:

- a.** Atomii substanței evaporate, lovindu-se de suprafața suportului condensor se mențin adsorbiți pe această suprafață o durată de timp dată de relația:

$$t_s = \left(\frac{1}{\nu}\right) \cdot e^{-E_{des}/kT} \quad (16)$$

unde:

ν – frecvența de vibrație a adatomului (atomul adsorbit);

E_{des} – energia de desorbție (kcal/mol);

k – constanta lui Boltzman;

T – temperatura absolută a substratului (K).

- b. În procesul de migrare superficială atomii adsorbiți se întâlnesc cu alți atomi adsorbiți (adatomii) și pot forma dubleți (centre de condensare de mai mare stabilitate) sau tripleți.
- c. Când fasciculul atomic (molecular) incident are o densitate mai mare decât densitatea critică, el reține și întoarce pe suport particulele reevaporate de pe suprafața acestuia formând pe suport nuclee de condensare. Densitatea critică a fasciculului atomic, pentru o temperatură a suportului T_s mai mică decât temperatura critică T_e poate fi exprimată prin relația:

$$j_c = A \cdot e^{U_1/k_0T_s} \quad (17)$$

unde:

U_1 – energia de legătură a atomului adsorbit cu un atom din fasciculul incident, cu care formează un dublet – centru de condensare;

A – constantă ce depinde de natura substanței condensate;

k_0 – constanta Boltzman.

Viteza de condensare m definită ca număr de atomi (molecule) care s-au condensat în unitatea de timp, se calculează luând în considerare coeficientul de acomodare α și numărul total M de atomi care cad pe substrat în unitatea de timp:

$$m = \alpha M \quad (18)$$

Dimensionarea filamentelor

În alegerea mărimii filamentului de wolfram utilizat pe instalație se va ține cont de ecuația bilanțului energetic la echilibru termic. Astfel, puterea disipată prin efect Joule-lentz P_j = puterea radiată de fața exterioară a filamentului P_{rfil}

$$P_j = P_{rfil} \quad (19)$$

$$P_j(T) = U^2 / R(T) \quad (20)$$

considerând filamantul realizat din fire în paralel se poate scrie:

$$R(T_0) = \frac{1}{n} \rho(T) \frac{l}{\frac{\pi d^2}{4}} = \frac{4\rho(T) l}{n \pi d^2} \quad (21)$$

unde: $\rho(T_0)$ – rezistivitatea filamentului la temperatura de echilibru [ohm cm]

l – lungimea filamentului [cm]

d – diametrul filamentului [cm]

n – nr. de fire în paralel

Puterea radiată de un corp încălzit la temperatura T (K) se poate calcula:

$$P_T = \varepsilon \sigma T^4 S_r \text{ [w]} \quad (22)$$

unde : ε – emisivitatea suprafeței radiante

σ - $5,67 \cdot 10^{-8}$ [w/m² · K⁴]

T – temperatura K

S_r – suprafața radiantă, cm²

Pentru sârma de wolfram, $P_T = \sigma^* \cdot S_r$

σ^* = radiația specifică = $7,485 \cdot 10^{-15} \cdot T^{4,7}$ [w/cm² · K]

S_r = suprafața de radiație a sârmei de wolfram [cm²] = $\pi \cdot d \cdot l$, d – diametrul sârmei [cm] și l - lungimea sârmei în cm.

Pentru un filament cu n spire avem:

$$S_{r\text{fil w}} = \pi \cdot d \cdot l \cdot n \cdot k_{u1} \quad (23)$$

k_{u1} - coeficientul de umbrire a firelor, datorită răsucirii = 0,75 – 0,90

$$P_{r\text{fil}} = P_{r\text{w}} \cdot K_{u2} \quad (24)$$

K_{u2} – coeficient de umbrire, datorită înfășurării în spirală a filamentului =

0,75 – 0,90

Prin înlocuirea valorilor $P_{r\text{fil}}$ și P_j se obține:

$$d = \sqrt{\frac{4\rho(T_0)10^{15}}{7,485 \pi^2 T^{4,7} k_{u1} K_{u2} n^2}} \quad (25)$$

Lungimea filamentului poate fi determinată din relația de definiție a puterii maxime disipate de filament.

Materialul de evaporat sub formă de sârmă, falie, tablete se pune în evaporatoare în cantitatea necesară acoperirii integrale a suprafeței evaporatorului. Dacă cantitatea de material introdusă este mare, la topire, o parte din material cade de pe acesta.

În instalațiile industriale, cu surse de evaporare centrale și coșuri rotitoare pentru piese, materialul care cade de pe evaporatoare poate crea defecte pe suprafața de acoperit. Astfel, cantitatea de material pentru fiecare evaporator se determină experimental și depinde de valorile tensiunilor superficiale de suprafață ale wolframului pentru fiecare material topit. Anumite materiale care sublimază, cum este cromul, poate fi evaporat de pe filamentele de wolfram dacă este depus galvanic pe filament.

Din coșulețe pot fi evaporate și materiale care nu udă sau udă foarte puțin wolframul, deoarece spirala coșulețului este foarte strânsă și materialul topit este menținut prin tensiunile de suprafață. Spiralele coșulețului sunt în general acoperite cu un strat izolator de alumina, oxid de beriliu sau oxid de siliciu, pentru a împiedica scurtcircuitarea lor de materialul de evaporat cu materialul sursei de evaporare.

Avantaje ale utilizării filamentelor și coșulețelor, ca surse de evaporare:

- Sunt simple și economice,
- Pot fi procurate ușor, gata confecționate,
- Se poate modifica configurația și forma,
- Asigura viteze mari de evaporare,
- Se pot realiza surse cu suprafețe mari de evaporare,
- Se pot evapora materiale uzuale care udă wolframul (Al, Ag, Au) dar și metale care nu udă (Cu, Cr, Zn), folosind coșulețele.

Dezavantaje:

- Au o viață limitată (la Al rezistă 5 – 20 de șarje)
- Cantitatea de material ce poate fi depusă este limitată
- Stratul depus poate fi neuniform (evaporare în toate direcțiile)
- Temperaturile maxime de evaporare sunt limitate de temperatura de topire a materialului evaporatorului
- Se poate produce contaminarea materialului de depunere cu materialul evaporatorului, ca urmare a evaporării slabe a materialului din care acesta este confecționat și ca urmare a evaporării compușilor de reacție dintre evaporator și materialul de evaporat.

2. Realizarea depunerii unui strat subțire de aluminiu prin evaporare termică și condensare din fază de vapori

Etape de lucru

a. Pregătirea probelor:

- depunerea se va realiza pe suport transparent de sticlă, în prealabil degresat, spălat și uscat. Probele sunt realizate astfel încât să poată fi așezate în incinta vidată pe suportul metalic (fig. 4, lucrarea 1) prevăzut cu decupaje de expunere;
- ca material de depus se va utiliza aluminiu de puritate 99,99%, sub formă de sârmă, cu diametrul de 2 mm, tăiat sub formă de cârlige pentru a putea fi așezat pe spirele filamentului de wolfram. Cantitatea de aluminiu va ține cont de dimensionarea filamentului. Cârligele trebuie să acopere în totalitate diametrul spirei de wolfram, pentru un contact cât mai bun. Acestea se vor așeza la baza fiecărei spire, în cazul nostru realizându-se 5 cârlige. În cazul în care cantitatea de Al e prea mare (cârligele prea lungi), o parte din materialul topit nu se va evapora, ci va contamina masa de lucru. După dimensionarea corectă a cârligelor de aluminiu, acestea se vor cântări.

b. Inițierea procesului de depunere:

Se coboară incinta vidată și din panoul digital se alege modul de lucru al instalației – depunere rezistivă (fig. 1)

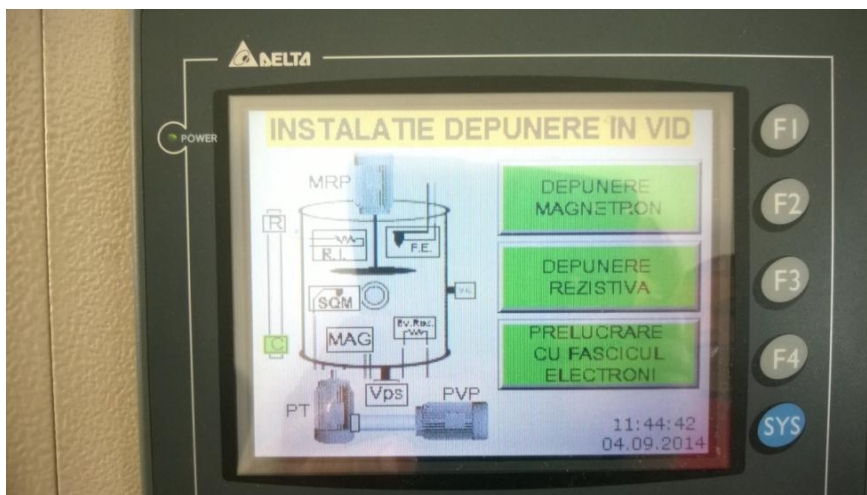


Fig. 1. Panou digital de comandă

Instalație trece în modul de lucru rezistiv, procesul fiind comandat digital din panoul de comandă (fig. 2)

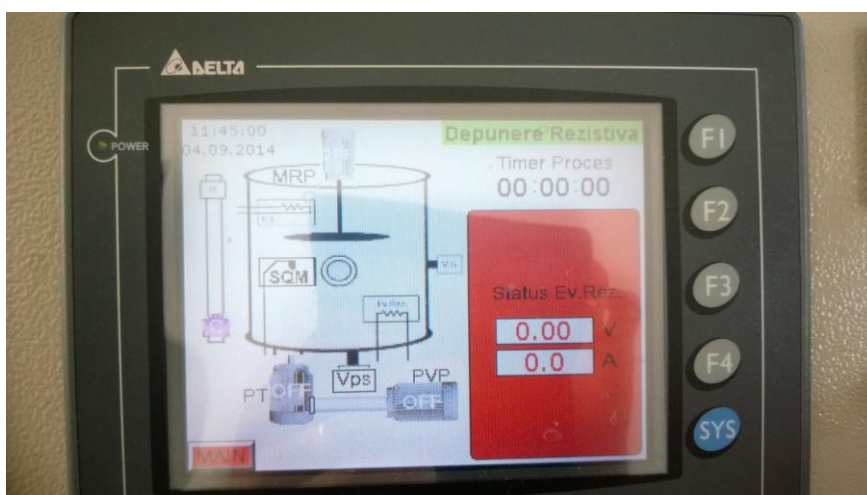


Fig. 2. Afișaj digital de comandă a depunerii rezistive

c. Realizarea vidului: se pornește pompa de vid preliminar (PVP), iar după atingerea presiunii de 1×10^{-2} mbar se pornește pompa turbomoleculară. Procesul va continua până la atingerea presiunii de 10^{-6} mbar.

d. Realizarea procesului de evaporare:

- după atingerea presiunii de lucru, se pornește motorul de acționare a rotirii suportului cu probe;

- se inițiază topirea rezistivă aluminului, notându-se caracteristicile curent-tensiune ale sistemului;

- procesul se menține activ, prin urmărirea prin fanta de vizualizare, până la evaporarea completă a materialului de pe spirele de wolfram, după care se decuplează sursa de putere;

- se oprește motorul de acționare a rotirii suportului cu probe;

e. Oprirea instalației:

- se opresc pompele de vid în sens invers deschiderii lor;

- se realizează devidarea incintei și ridicarea batiscafului;

- se închid robinetii de racire;

- se decuplează instalația de la sursa de curent;

f. Ridicarea probelor de pe suport și analiza calității depunerii.

3. Interpretarea rezultatelor

Consemnarea parametrilor de lucru:

Material de depunere - aluminiu 99,99%, 5 probe sub forma de cârlig;

Material depunere	M1	M2	M3	M4	M5	Total
Greutate (g)						

Material suport strat de aluminiu: 6 discuri de sticla, diametrul 140mm

Suport	S1	S2	S3	S4	S5	S6	Total
Greutate inițială (g)							
Greutate finală (g)							
Suprafață expusă depunerii (cm ²)							

Rata de evaporare :

Suport	Temp de topire (°C)	Temp de fierbere (°C)	Presiunea de vapori la temp de topire (mbar)	Temp convențională de evaporare p=13,3 ⁻² mbar (°C)	Rata de evaporare (g/cm ² s)
Aluminiu	660	2056	1,6 x 10 ⁻⁶	966	0,85 x 10 ⁻⁴

Nr.suport depunere	Tip strat depos	Parametrii depunerii				
		Presiune (mbar)	Tensiune (V)	Timp funcționare instalație (min)	Timp depunere (min)	Viteză rotație suport rot/min
1	Al					
2	Al					

3	Al					
4	Al					
5	Al					
6	Al					

Nr. suport depunere	Caracterizare strat			
	Aspect macroscopic	Uniformitate	Microstructură strat SEM	Observatii
1				
2				
3				
4				
5				
6				

Procesul de depunere este caracterizat de următoarele valori ale parametrilor:

S – suprafața sursei = $25\pi \text{ cm}^2$;

ρ_{Al} - 2700 Kg/m^3 ;

ds – suprafața elementară pe care se face depunerea;

$A = 11,11$ (coeficient pentru starea solidă a Al)

$B = 15630$ (coeficient pentru starea solidă a Al);

$T_{\text{topire Al}} = 660 + 273 = 933 \text{ K}$;

$T_{v, \text{Al}}$ – temperatura convențională de evaporare (temperatura materialului la care $p_s = 1,3 \text{ Pa}$) = $1150 + 273 = 1423 \text{ K}$.

Se observă că $T_{\text{topire}} < T_v \rightarrow \text{Al}$ se evaporă foarte intens în stare solidă (sublimează)

M – masa atomică a Al = 27 g/mol .

Se determină următorii parametri experimentali:

- a. p_s – presiunea vaporilor corespunzătoare stării de echilibru a sistemului = presiunea de saturație a vaporilor;
- b. w – rata de evaporare a materialului;
- c. dm^* - cantitatea de material depusă;
- d. h^* - grosimea peliculei depuse în unitatea de timp.

REZOLVARE

Depunerea prin evaporare termică în vid a aluminiului

- a. p_s - presiunea de saturație a vaporilor

$$\ln p_s = A - \frac{B}{T_{cev}} = 11,11 - \frac{15630}{1423} = 11,11 - 10,98 = 0,13$$

$$\ln p_s = 0,13 \Rightarrow \ln p_s = \ln e^{0,13} \Rightarrow p_s = e^{0,13} = 1,1388 \text{ Pa}$$

- b. w - viteza de evaporare a materialului

$$w = 4,38 \cdot 10^{-3} \cdot p_s \cdot \sqrt{\frac{M}{T_{cev}}} = 4,38 \cdot 10^{-3} \cdot 1,1388 \cdot \sqrt{\frac{27}{1423}} = 4,38 \cdot 10^{-3} \cdot$$

$$1,1388 \cdot \sqrt{0,0189} = 0,685 \cdot 10^{-3} \text{ Kg/m}^2 \cdot \text{s}$$

- c. dm^* - cantitatea de material depusă

m^* - cantitatea de material ce se evaporă în unitatea de timp, în toate direcțiile de pe suprafața sursei (g/s)

$$S - \text{suprafața sursei} = \pi r^2 = \pi 5^2 = 25\pi \text{ cm}^2$$

θ - unghiul dintre suport și normala la țintă = 90°

$$\boxed{dm^* = \left(\frac{m^*}{4\pi}\right) \cos \frac{\theta}{r^2} \cdot ds} \text{ - legea I Knudsen}$$

$$m^* = w \cdot S = 0,685 \cdot 10^{-3} \text{ Kg/m}^2\text{s} \cdot 25\pi \text{ cm}^2 = 0,685 \cdot 10^{-3} \cdot 10^3 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^2\text{s} \cdot 25\pi \text{ cm}^2 = 0,685 \cdot 10^{-4} \cdot 25\pi = 53,772 \cdot 10^{-4} \text{ g/s}$$

$$dm^* = \left(\frac{m^*}{4\pi}\right) \cos \frac{\theta}{r^2} \cdot ds = \frac{53,772 \cdot 10^{-4}}{4\pi} \cdot \cos \frac{90}{5^2} \cdot \pi \cdot 25 = \frac{53,772 \cdot 10^{-4}}{4\pi} \cdot \cos 3,6 \cdot \pi \cdot 25 = \frac{53,772 \cdot 10^{-4}}{4\pi} \cdot 0,99 \cdot \pi \cdot 25 = 53,772 \cdot 10^{-4} \frac{0,99 \cdot 25}{4} = 53,772 \cdot 6,1875 \cdot 10^{-4} = 332,714 \cdot 10^{-4} \text{ g}$$

d. h^* - grosimea peliculei depuse în unitatea de timp

$$\rho_{\text{Al}} - 2700 \text{ Kg/m}^3 = 2,7 \text{ g/cm}^3$$

$$h^* = \frac{dm^*}{\rho \cdot ds} = \frac{332,714 \cdot 10^{-4}}{2,7 \cdot 25 \cdot \pi} = \frac{332,714 \cdot 10^{-4}}{211,95} = 1,57 \cdot 10^{-4} \frac{\text{cm}}{\text{s}} = 1,57 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s} = 0,00157 \text{ mm/s}$$

Observații: se va face o corelație între cantitatea de aluminiu depus pe suprafețele materialului suport, rata de evaporare și cantitatea totală de aluminiu evaporat.

NOTIȚE

A series of 15 horizontal dotted lines for writing notes.

A large rectangular box with a solid black border. Inside the box, there are 15 horizontal dotted lines spaced evenly from top to bottom, providing a guide for handwriting practice.

Laboratorul numărul 3

REALIZAREA DEPUNERILOR DE TITAN PRIN PULVERIZARE CATODICĂ ÎN REGIM MAGNETRON

Durata lucrării practice: 3 ore

Locul: laboratorul TDV

Competențe dobândite:

- Însușirea noțiunilor și acțiunilor practice de planificare și conducere a proceselor de obținere a depunerilor în vid prin pulverizare catodică în regim magnetron;
- Realizarea practică a unei depuneri de titan în vid prin pulverizare catodică în regim magnetron;
- Trasarea caracteristicii voltamperice și optimizarea parametrilor de lucru în vederea creșterii ratei de depunere.

1.Considerații teoretice

Plasma – stare specială de agregare a materiei

Plasma – un sistem fizic, cvasineutru din punct de vedere electric, în componența căruia intră particule pozitive, negative, neutre și fotoni.

Particulele pozitive sunt întotdeauna ioni atomici sau moleculari, iar cele negative sunt de obicei electronii.

Grad de ionizare al plasmei: α = raportul dintre numărul de particule ionizate din unitatea de volum și numărul total de particule din aceeași unitate de volum.

$$\alpha = \frac{n_i}{n_i + n_n} \quad (1)$$

unde:

n_i – numărul de particule ionizate;

n_n – numărul de particule neutre din unitatea de volum.

Comportarea unui gaz adus în stare de plasmă poate fi descrisă sintetic astfel:

1. în plasmă au loc ciocniri neelastice care conduc la ionizări, disocieri de molecule, molecule excitate în diferite stări cuantice;
2. procesele ce au loc datorită ciocnirilor neelastice determină transformarea gazului dintr-un gaz omogen într-un amestec de particule diferite (particule neutre, ioni pozitivi, ioni negativi, electroni, fotoni);
3. existența electronilor și ionilor conferă plasmei proprietatea de a interacționa cu câmpuri electrice și magnetice exterioare;
4. între particulele încărcate forțele de interacțiune sunt de tip coulombian (descresc lent cu distanța) → orice particulă încărcată interacționează simultan cu un număr mare de particule încărcate din jurul ei.

Plasma nu poate fi riguros neutră pe distanțe sau volume oricât de mici și de aceea este mai corect să se menționeze despre cvasineutralitatea ei și nu de neutralitate. Presupunând că la un moment dat sarcinile pozitive și negative sau separat, formează un condensator plan mic, cu suprafața S și distanța dintre plăci x , se poate exprima intensitatea câmpului electric de restaurare a neutralității plasmei ca fiind câmpul electric ce ia naștere în spațiul acestui condensator:

$$E = \frac{U}{x} = \frac{Q}{C \cdot x} = \frac{e \cdot n_e \cdot S \cdot x}{\frac{\epsilon_0 \cdot S}{x} \cdot x} = \frac{e \cdot n_e}{\epsilon_0} \cdot x \quad (2)$$

unde:

E – intensitatea câmpului electric de restaurare a neutralității plasmei, V/mm;

U – tensiunea dintre plăcile condensatorului

Q – sarcina totală dintre plăcile condensatorului;

C – capacitatea condensatorului;

n_e – concentrația electronilor;

e – sarcina electronului = $1,6 \cdot 10^{-19}$ C (coulomb);

S – suprafața condensatorului;

x – distanța dintre plăcile condensatorului;

ϵ_0 – permitivitatea absolută a vidului = $8,85 \cdot 10^{-12}$, $C^2/N \cdot m^2$

O plasmă de laborator de concentrație $n_e = 10^{20}$ electroni/ m^3 în care s-a produs la un moment dat o separare totală a sarcinilor sub forma unui condensator, pe o distanță de un milimetru, va avea o intensitate a câmpului electric restaurator de $E = 10^9$ V/m = 10^{12} V/mm.

Spațiul maxim în care pot apare abateri de la cvasineutralitatea plasmei este dat de sfera Debye, a cărei rază se calculează cu formula:

$$\lambda_D = \sqrt{\frac{\epsilon_0 \cdot k \cdot T_e}{e^2 \cdot n_e}} \quad (3)$$

unde:

λ_D – raza Debye, m;

k – constanta Boltzmann = $1,38 \cdot 10^{-23}$, J/Kg;

T_e – temperatura gazului electronic, °C.

Înlocuind valorile constantelor în relația (3) obținem relația:

$$\lambda_D = 69 \sqrt{\frac{T_e}{n_e}} \quad (4)$$

Procesul de pulverizare constă în accelerarea ionilor pe o direcție incidentă la suprafața materialului țintă cu scopul de a elibera atomii de la suprafață pentru a fi depuși pe suprafața unui suport sau substrat. Ionii sunt obținuți printr-o descărcare electrică într-o atmosferă gazoasă, la o presiune joasă. Ionii sunt furnizați de atomii gazului folosit în incinta de depunere.

Depunerea se face într-o incintă la presiune joasă pentru a înlătura impuritățile și atomii diferiți din atmosferă pentru a obține un material cu puritate mare.

Pentru aprinderea plasmei care conține ioni se introduce un gaz în incintă, de obicei argon și menținut la o presiune cuprinsă între 0,5 Pa și 12 Pa.

Ionii de argon Ar^+ din plasmă sunt accelerați și atrași de catod. Sub acțiunea bombardamentului cu ioni de Ar, catodul emite electroni care sunt captați de câmpul magnetic și obligați la mișcări cicloidale la suprafața țintei.

Electronii emiși de catod ciocnesc atomii de argon ionizându-i și contribuind la intensificarea bombardamentului suprafeței țintei.

Emisia de electroni ai catodului se intensifică conducând la intensificarea pulverizării de material spre anod, respectiv substrat.

Etapile principale ale procesului de pulverizare în regim magnetron

1. Planificarea modului de lucru în funcție de aplicația și rezultatele urmărite;
2. Verificarea instalației;
3. Montarea țintei și a substratului sau a pieselor;
4. Pregătirea vidului în incinta de depunere cu ajutorul sistemelor de pompare;
5. Pulverizarea materialului de depus (Ti) pe substrat (declanșarea descărcării luminescente în vid);

6. Oprirea procesului de pulverizare în vid;
7. Reglarea presiunii în incinta de lucru;
8. Scoaterea substratului depus cu titan din incinta de lucru;
9. Verificarea calității stratului depus.

Principiu de bază al acestui tip de depunere este prezentat în figura de mai jos (Fig.1.)

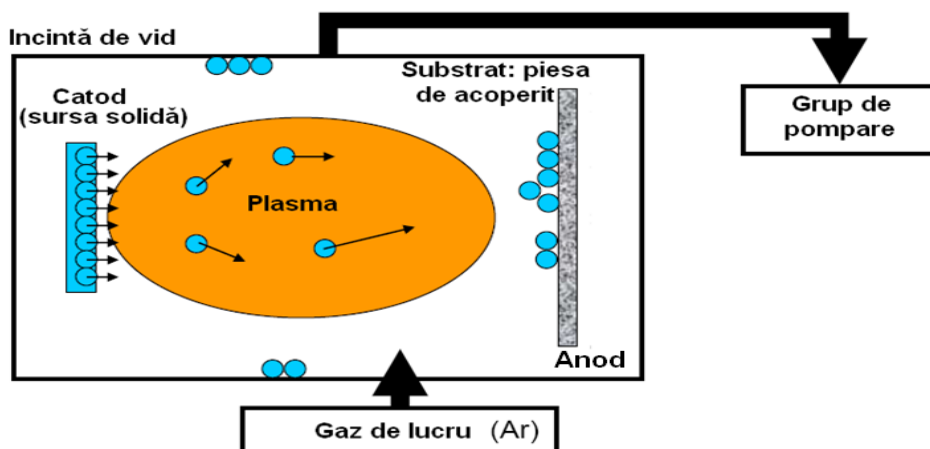


Fig.1. Pulverizarea catodică în regim magnetron – principiul de bază

În spatele catodului se află un sistem de magneți care are rolul de a aduna ionii pe suprafața țintei. Acești ioni prin atragerea lor la suprafața țintei vor pulveriza material spre anod (piesa).

În figura 2 este prezentat schema fluxului de atomi și ioni în incinta de depunere în regim magnetron.

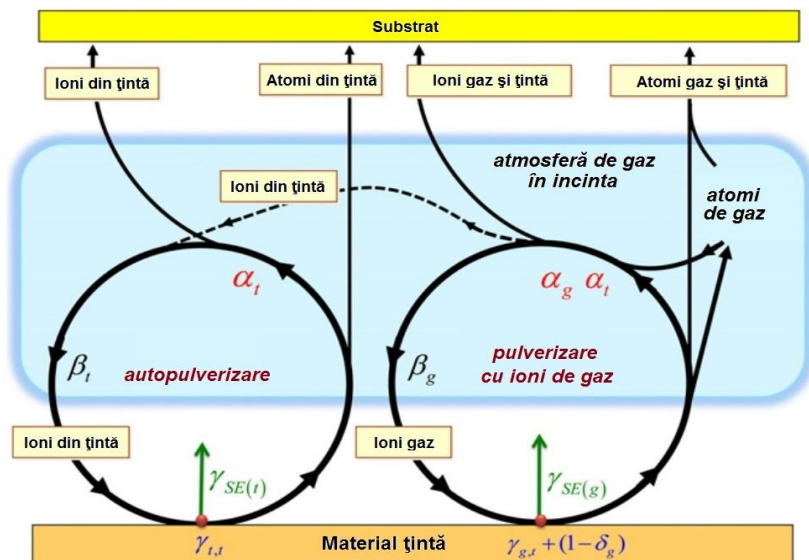


Fig.2. Schema fluxului de atomi și ioni în incinta de depunere în regim magnetron

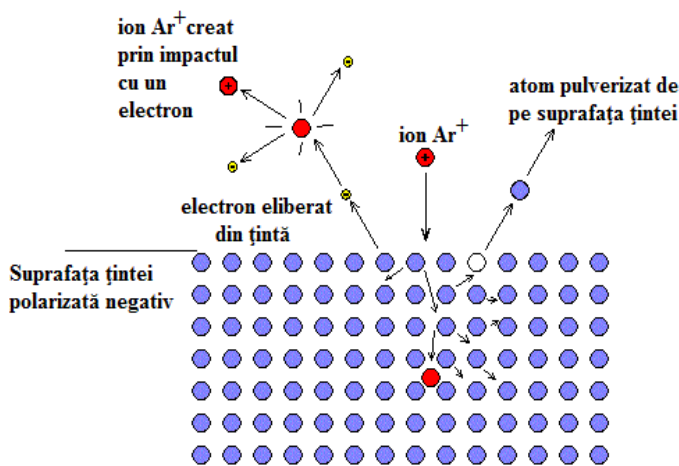


Fig.3. Mecanismul transferului de energie dintre atomii de Ar și atomii țintei

Efectul magnetron presupune suprapunerea câmpului magnetic B perpendicular pe câmpul electric E . Acest efect are loc la scăderea presiunii de lucru: $P_{lucru} < 1 \text{ Pa}$ ($1 \text{ Pa} = 1 \text{ N/m}^2 = 10^{-2} \text{ mbar} = 7,5 \cdot 10^{-3} \text{ torr}$), iar creșterea randamentului fără uzură eterogenă a sursei solide (catod).

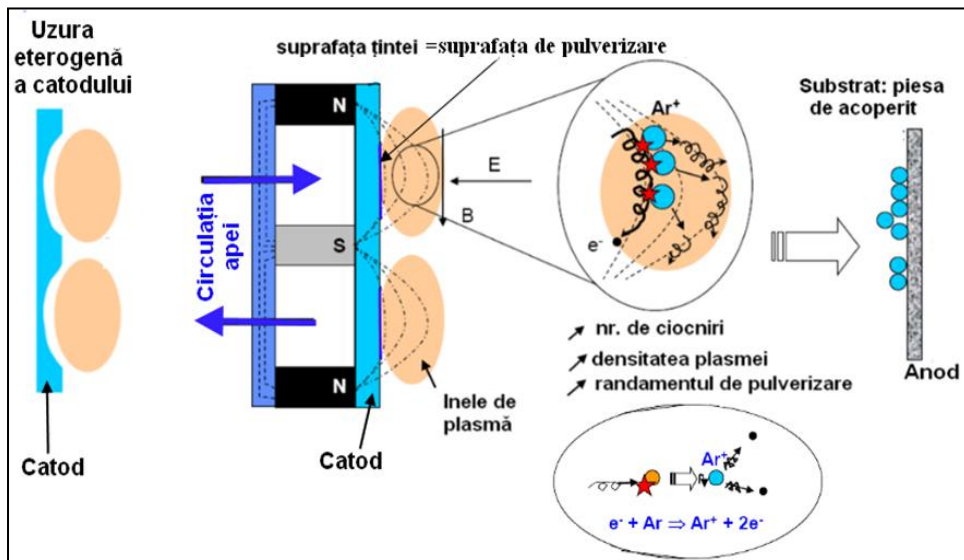


Fig.4. Efectul magnetron

Electronii emiși de catod datorită încălzirii sub acțiunea câmpurilor electric E și magnetic B încrucișate execută o mișcare de drift (coloidală) de-a lungul suprafeței țintei. Această mișcare se execută până când lungimea drumului parcurs este mai mare decât lungimea drumului liber mediu pentru ciocnirile ionizate;

După aceasta au loc ciocnirile ionizate între electroni și atomii gazului de lucru (Ar). Electronii rezultați se îndepărtează față de suprafața de pulverizare (suprafața țintei) pe o distanță egală cu o rază Larmor, iar ionii de Ar după formare ies din zona de ionizare (lumina negativă) spre suprafața de pulverizare fiind accelerați spre catod.

Accelerarea ionilor spre catod determină emisia de electroni secundari, încălzirea catodului și intensificarea pulverizării materialului țintei spre anod.

Pulverizarea magnetron - etape

1. Liniile de forță ale câmpului magnetic B se închid în polii sistemului magnetic formând un tunel magnetic închis.
2. Suprafața țintei depusă pe catod (suprafața de pulverizare) este dispusă între intrarea și ieșirea liniilor de forță ale câmpului magnetic;
3. La aplicarea tensiunii continue de 300 – 700 V între anod și catod datorită apariției câmpului electric E se produce o descărcare luminiscentă (plasma);
4. Prezența câmpului magnetic B închis la suprafața țintei de pulverizare, perpendicular pe câmpul electric E, permite localizarea plasmii descărcării în imediata vecinătate a suprafeței țintei;
5. Electronii emiși de catod, datorită încălzirii, sub acțiunea bombardamentului cu ioni de Ar sunt captați de câmpul magnetic B și obligați la mișcări cicloidale cu traiectorii închise la suprafața țintei;
6. Electronii emiși de catod se comportă ca într-o capcană (câmpul magnetic B reîntorc electronii la catod iar suprafața țintei îi respinge);
7. În mișcarea lor electronii emiși de catod ciocnesc atomii gazului de lucru (Ar), ionizându-l (Ar⁺) și contribuind la intensificarea bombardamentului suprafeței țintei;
8. Emisia de electroni a catodului se intensifică conducând la intensificarea pulverizării de material spre anod și în final la creșterea vitezei de depunere a straturilor subțiri.

Parametrii de bază ai pulverizării catodice magnetron

1. tensiunea între electrozi (tensiunea anod catod);
2. curentul (sau densitatea de curent) în descărcare, respectiv puterea medie disipată în descărcare;
3. mărimea inducției câmpului magnetic;
4. presiunea de lucru.

Sistemele de pulverizare magnetron sunt sisteme de pulverizare la tensiune scăzută. Tensiunea de alimentare în sistemele de pulverizare magnetron nu depășește 1000 V c.c. Tensiunea practică de lucru pentru pulverizarea țintei este de 300- 700 V. Ținta, cu rol de catod, este polarizată negativ, iar anodul de regulă este la potențial nul.

Tensiunea de amorsare reprezintă valoarea minimă a tensiunii dintre catod și anod pentru care se activează plasma sau descărcarea electrică în gaz. Deville arată că această valoare este specifică materialului țintei și este în legătură directă cu produsul presiune x distanța dintre catod și anod și este dată în relația:

$$U = \frac{\sigma \cdot V_I}{k \cdot T} \cdot \frac{p \cdot d}{\ln(p \cdot d) + c} \quad (5)$$

unde:

U - potențialul de amorsare;

p- presiunea din incintă;

d- distanța dintre anod și catod;

V_i - potențialul de ionizare;

σ - coeficientul de eficacitate a coliziunilor electronice;

k - constanta lui Boltzmann;

c- factorul ce depinde de k, T, σ , și de probabilitatea de extracție a electronilor secundari de la catod;

T- temperatura, K.

Atomii metalici pulverizați de pe suprafața unei ținte posedă o energie medie de ordinul a 5-8 eV. Distribuția spațială a acestor atomi influențează procesul de depunere prin pulverizare catodică. Energiile în cazul pulverizării catodice sunt în general inferioare valorii de 1KeV, în aceste condiții după Dobranski, eficacitatea de pulverizare este dată de relația:

$$Y = \frac{3\alpha}{4\pi} \cdot \frac{4m_1m_2}{4\pi(m_1+m_2)} \cdot \frac{E}{E_0} \quad (6)$$

unde:

α - o mărime adimensională;

m_1 - masa ionului incident;

m_2 - masa atomului pulverizat;

E - energia bombardamentului ionic;

E_0 - energia de legătură a atomilor de la suprafața țintei.

După Billard, valoarea energiei E transferată de un ion de Ar cu masa m_{Ar} , cu viteza V_{Ar} și energia E_i a unui atom de Ti de pe țintă este dată de relația:

$$E = \frac{4m_{Ar}m_{Ti}}{(m_{Ar}+m_{Ti})^2} \cdot E_i \quad (7)$$

Această energie E de transfer trebuie să fie mai mare sau cel puțin egală cu energia de legătură dintre atomii țintei pentru a avea loc fenomenul de pulverizare ($E \geq E_0$). Este cunoscut faptul că între atomii din straturile superficiale și atomii din interiorul stratului există diferențe din punct de vedere al energiei de legătură. Pulverizarea primului strat de atomi și crearea de vacanțe în stratul superficial conduce de fapt la trecerea atomilor din

interior aflați în stare de echilibru energetic, spre exterior fiind predispuși apoi fenomenului de pulverizare.

- Puterea medie obținută în sistemele de pulverizare este de 40 W/cm^2 pentru magnetronul cu catod cilindric, 80 W/cm^2 pentru cel cu țintă conică și de 100 W/cm^2 pentru magnetronul cu țintă plană.
- Puterea maximă admisă în sistemele de pulverizare magnetron este limitată de condițiile de răcire ale țintei de pulverizare și de conductibilitatea termică a materialelor.
- Parametrul cel mai important pentru multe caracteristici determinante ale pulverizării magnetron este geometria și mărimea inducției câmpului magnetic la suprafața țintei de pulverizare. În sistemele de pulverizare magnetron, componenta orizontală a inducției magnetice la suprafața țintei de pulverizare se află în intervalul $0,03 - 0,1 \text{ T}$.

Sistemele de pulverizare magnetron pot lucra de la presiuni de lucru de la 10^{-2} Pa la 2 Pa . Pentru a elimina impurificarea particulelor depuse cu gaze reziduale și pentru a asigura distanțe mai mari între ținta de pulverizare și substrat, este util să se folosească presiuni de lucru cât mai scăzute.

Caracteristica voltamperică a pulverizării catodice magnetron

Caracteristica de bază a descărcării magnetron este caracteristica voltamperică CVA. Această caracteristică pentru un magnetron dat și o anumită presiune de lucru se modifică în funcție de natura materialului țintei de pulverizare.

CVA este puternic influențată de presiunea de lucru și de inducția câmpului magnetic la suprafața țintei. La scăderea presiunii de lucru, p , sau a inducției B , CVA se deplasează în domeniul tensiunilor de lucru mai mari.

La valori mai mari ale inducției de 0,13 T, CVA are aspect liniar. Pe măsură ce ținta se pulverizează se adâncește șanțul de erodare al țintei iar CVA se deplasează către tensiuni de lucru mai mici deoarece inducția B la suprafața țintei crește. Funcție de caracteristica voltamperică a magnetronului și de caracteristica de sarcină a sursei de alimentare a magnetronului se stabilește punctul de funcționare al magnetronului căruia îi va corespunde o anumită putere disipată. Raza de pulverizare a unui sistem de pulverizare magnetron depinde în mod direct proporțional de puterea electrică disipată în descărcare. La alimentarea magnetronului de la o sursă de putere constantă, puterea în descărcare va depinde de p și B .

Pentru un magnetron dat descrierea analitică a CVA este exprimată de relația:

$$I = k \cdot U^n \quad (8)$$

unde:

I - curentul de descărcare;

U – tensiunea de descărcare (anod-catod);

k – coeficient de proporționalitate;

n – coeficient dependent de eficacitatea capcanei magnetice pentru captarea electronilor secundari.

- pentru magnetroane plane $n=5 - 9$;

- pentru magnetroane cilindrice $n=3 - 5,5$.

Deoarece: $P = U \cdot I$, puterea electrică în descărcare electrică de tip magnetron este exprimată prin relația:

$$P = k \cdot U^{n+1} \quad (9)$$

Modificările mici ale tensiunii în descărcare duc la modificări importante ale curentului în descărcare, de aceea pentru menținerea

stabilității descărcării este necesară menținerea constantă a curentului în descărcare.

Atât timp cât CVA este neschimbată, prin menținerea constantă a curentului în descărcare se menține constantă și puterea în descărcare, ceea ce permite prin stabilirea unei durate a depunerii să se poată reproduce cu exactitate o grosime dată a peliculei depuse.

Pentru asigurarea reproductibilității și stabilității procesului de depunere a straturilor subțiri, în cazul stabilizării procesului după curent, curentul în descărcare este necesar să se mențină constant cu o precizie de $\pm 2\%$, iar în cazul stabilizării procesului după putere este necesară o menținere a stabilității de $\pm 20\text{ W}$, pentru intervalul de reglare 0 - 10 kW. Pentru asigurarea stabilității și reproductibilității procesului de depunere trebuie ca și presiunea de lucru să fie menținută constantă cu o precizie de $\pm 5\%$.

2. Realizarea practică a unei depuneri de titan prin pulverizare magnetron

Pentru realizarea activității practice de laborator se va utiliza instalația de depunere prezentată în primul laborator.

Etape preliminare:

a. Ne asigurăm că instalația se află în stare normală de lucru prin verificarea etanșeității sistemului de răcire și cel de transfer al gazului de lucru (argon) – se verifică butelia de gaz, presiunea citită în manometru, racordurile spre incinta vidată.

- b. Verificăm starea suportului pe care vom face depunerea (proba din sticlă au metal), în prealabil spălată, degresată/decapată, lustruită și uscată, după care o vom fixa în rama suport cu rol de anod.
- c. Incinta vidată trebuie să nu prezinte urme de impurități, să fie curată și degresată, iar ținta să fie fixată corespunzător pe catodul instalației.
- d. Se verifică starea portului de vizualizare (vizorului), pentru observarea și conducerea corectă a etapelor procesului de pulverizare.

Etape principale:

- a. Deschiderea robinetilor sistemului de răcire;
- b. Realizarea etanșeității incintei vidate, prin centrarea corectă pe masa de lucru și coborârea batiscafului;
- c. Din panoul digital de comandă se alege tipul de depunere dorit și se inițiază procesul de realizare a vidului (Fig. 5)



Fig. 5. Panou digital de comandă

- d. Se declanșează pompa preliminară de vid PVP și se urmărește parametrul presiune pe panoul de citire și comandă a traductoarelor de presiune;

- e. La atingerea unei presiuni în jurul valorii de 10^{-2} mbar, se acționează digital pompa turbomoleculară și se pornește traductorul 2 de presiune, pentru vid înaintat;
- f. Se urmărește procesul până la atingerea valorii de 10^{-6} mbar a presiunii din incintă (atenție: nerealizarea acestei presiuni are consecințe asupra gradului de puritate și a uniformității depunerii)
- g. Se introduce argon în spațiul de lucru, prin acționarea microventilului mecanic și se stabilizează debitul de gaz de lucru până la valoarea de 2×10^{-2} mbar;
- h. Se inițiază descărcarea luminescentă în plasmă prin acționarea sursei de curent continuu și se stabilizează sistemul (urmărit vizual) la valori optime de curent/tensiune (reglare manual) - ionizarea gazului (plasma), respectiv descărcarea luminescentă are loc la valori ale tensiunii între 400 – 700 V;
- i. Durata de depunere a stratului subțire este de 2-3 minute, funcție de grosimea dorită pentru stratul depus (Fig.6);

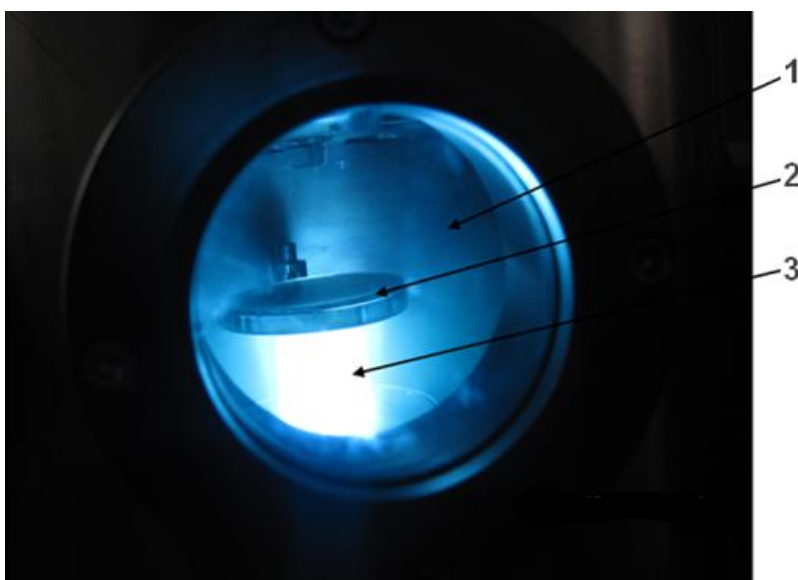


Fig. 6. Urmărirea procesului de depunere: port vizualizare interior incintă; 2 – substrat; 3 – descărcare luminescentă magnetron (plasma)

- j. Se oprește alimentarea cu argon și se reglează presiunea din incinta de lucru gradual, pentru un anumit timp necesar răcirii pompelor de vid – atenție: pompele au sistem de siguranță care nu permite oprirea lor până nu se realizează o răcire adecvată;
- k. Se întrerupe alimentarea instalației de răcire;
- l. Se acționează butonul de ridicare a camerei tehnologice și se extrage suportul pe care s-a realizat depunerea;
- m. se analizează calitatea stratului depus.

3. Prelucrarea datelor experimentale

Lucrarea de laborator are în vedere analiza macroscopică a stratului depus prin pulverizare în regim magnetron. Acesta este analizat din punct de vedere al aspectului macroscopic, avându-se în vedere uniformitatea și eventuala prezență a porozităților. Structura peliculei și compoziția se pot analiza prin microscopie electronică cuplată cu spectroscopie de raze x.

Rezultate experimentale

Nr.crt	Tip strat depus	Parametrii depunerii				
		Presiune (mbar)	Tensiune (V)	Intensitate (A)	Timp funcționare instalație (min)	Timp depunere (min)
1	Ti					
2	Ti					
3	Ti					

Caracterizare strat				
Aspect macroscopic	Uniformitate	Porozitate	Microstructură strat SEM	Observații



Fig.7. Substrat cu peliculă de titan depusă prin pulverizare catodică în regim magnetron cu instalația de laborator

- parametri de lucru: $p= 2 \times 10^{-2}$ mbar; $U= 550V$; $t_f=90$ min; $t_d= 2,5$ min;
 - aspect macroscopic: orespunzător;
 - uniformitate: nu sunt vizibile denivelări la nivel macroscopic;
 - porozitate: la mărimi de 50X nu sunt semnalate insule și culoare de separare.

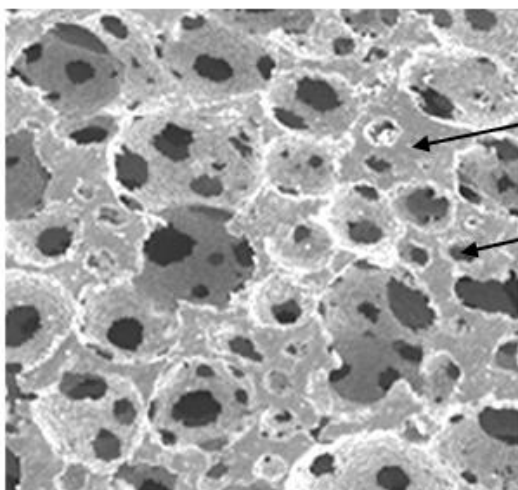


Fig.8. Microstructură strat titan SEM, 100X, 1- peliculă de titan; 2 – pori;

- parametri de lucru: $p= 2 \times 10^{-2}$ mbar; $U= 550V$; $t_f= 90$ min; $t_d= 2,5$ min. aspect macroscopic: corespunzător; uniformitate: nu sunt vizibile denivelări la nivel macroscopic; porozitate: la mărimi de 100X sunt semnalate zone cu pori.

Determinarea caracteristicii voltamperice a pulverizării catodice magnetron realizate

Se vor înregistra minim 3 valori voltamperice pentru o valoare constantă a presiunii de argon și se va calcula:

$$I = k \cdot U^n$$

unde:

I - curentul de descărcare;

U – tensiunea de descărcare (anod-catod);

k – coeficient de proporționalitate;

n=6 coeficient dependent de eficacitatea capcanei magnetice pentru captarea electronilor secundari.

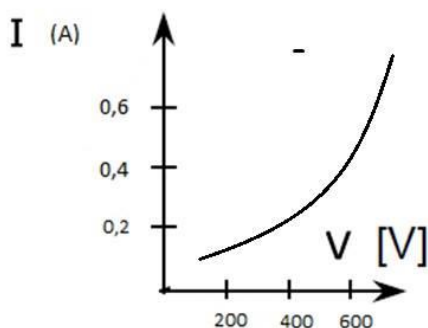
Pentru valorile înregistrate, se va calcula coeficientul de proporționalitate k.

Astfel se va calcula puterea electrică în descărcare electrică de tip magnetron:

$$P = k \cdot U^{n+1}$$

Se va realiza grafic caracteristica voltamperică a descărcării, rata de depunere a pulverizării magnetron fiind proporțională cu puterea electrică injectată în plasmă.

Caracteristica voltamperică are forma:



Calculul vitezei de accelerare a electronilor rezultați prin ionizarea gazului de lucru sau care pătrund în capcana magnetică sub influența câmpului electric.

$$v = \sqrt{\frac{2eU}{m_e}},$$

unde U = tensiunea anod-catod maximă înregistrată în sistemul stabilizat de depunere;

$$v = \sqrt{\frac{2 \cdot 1,6 \cdot 10^{-19} \cdot U}{9 \cdot 10^{-31}}} \text{ [m/s]}$$

Pentru $U_{\max} = 1000 \text{ V}$,

$$v = \sqrt{\frac{2 \cdot 1,6 \cdot 10^{-19} \cdot 10^3}{9 \cdot 10^{-31}}} = 2 \cdot 10^7 \text{ [m/s]}$$

NOTIȚE

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

A large rectangular box with a solid black border. Inside the box, there are 18 horizontal dotted lines, evenly spaced, providing a guide for handwriting practice. The lines extend across most of the width of the box, leaving small margins on the left and right sides.

REALIZAREA DEPUNERILOR DE CUPRU PRIN PULVERIZARE CATODICĂ ÎN REGIM MAGNETRON

Durata lucrării practice: 3 ore

Locul: laboratorul TDV

Competențe dobândite:

- Însușirea noțiunilor și acțiunilor practice de planificare și conducere a proceselor de obținere a depunerilor în vid prin pulverizare catodică în regim magnetron;
- Realizarea practică unei depuneri de cupru în vid prin pulverizare catodică în regim magnetron;
- Trasarea caracteristicii voltamperice și optimizarea parametrilor de lucru în vederea creșterii ratei de depunere.

Pentru efectuarea acestei lucrări de laborator se vor utiliza noțiunile teoretice de la lucrarea anterioară.

Aceasta se desfășoară respectând etapele de la lucrarea anterioară, diferența fiind dată de înlocuirea ținetei catodice de titan cu țintă de cupru (fig.1.).

Atenție: la scoaterea țintei de titan din suportul catodic (prin deșurubare mecanică) se va avea grijă ca apa de racire să nu ajungă la gura de absorbție a incintei vidate, pentru a nu periclita funcționarea pompelor de vid. În prealabil, din instalație se scoate agentul de răcire, iar zona magnetronului va fi protejată cu material hidrofîl.

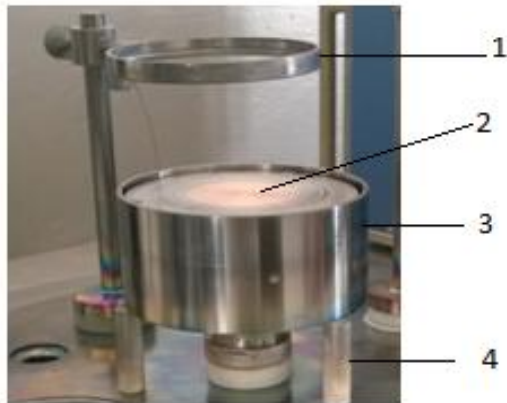


Fig. 1. Sistem tip diodă de realizare a depunerii de cupru prin pulverizare magnetron:

1- anod (cu rol de suport al probei/pieseii), 2- catod (ținta din materialul de depunere - Cu), 3 – sistem de ecranare a jetului de plasmă, 4- suport izolatori ceramici;

1. Realizarea practică a unei depuneri de titan prin pulverizare magnetron

Pentru realizarea activității practice de laborator se va utiliza instalația de depunere prezentată în primul laborator.

Etape preliminare:

a. Ne asigurăm că instalația se află în stare normală de lucru prin verificarea etanșeității sistemului de răcire și cel de transfer al gazului de lucru (argon) – se verifică butelia de gaz, presiunea citită în manometru, racordurile spre incinta vidată.

- b. Verificăm starea suportului pe care vom face depunerea (proba din sticlă sau metal), în prealabil spălată, degresată/decapată, lustruită și uscată, după care o vom fixa în rama suport cu rol de anod.
- c. Incinta vidată trebuie să nu prezinte urme de impurități, să fie curată și degresată, iar ținta să fie fixată corespunzător pe catodul instalației.
- d. Se verifică starea portului de vizualizare (vizorului), pentru observarea și conducerea corectă a etapelor procesului de pulverizare.

Etape principale:

- a. Deschiderea robinetilor sistemului de răcire;
- b. Realizarea etanșeității incintei vidate, prin centrarea corectă pe masa de lucru și coborârea batiscafului;
- c. Din panoul digital de comandă se alege tipul de depunere dorit și se inițiază procesul de realizare a vidului (Fig. 2)

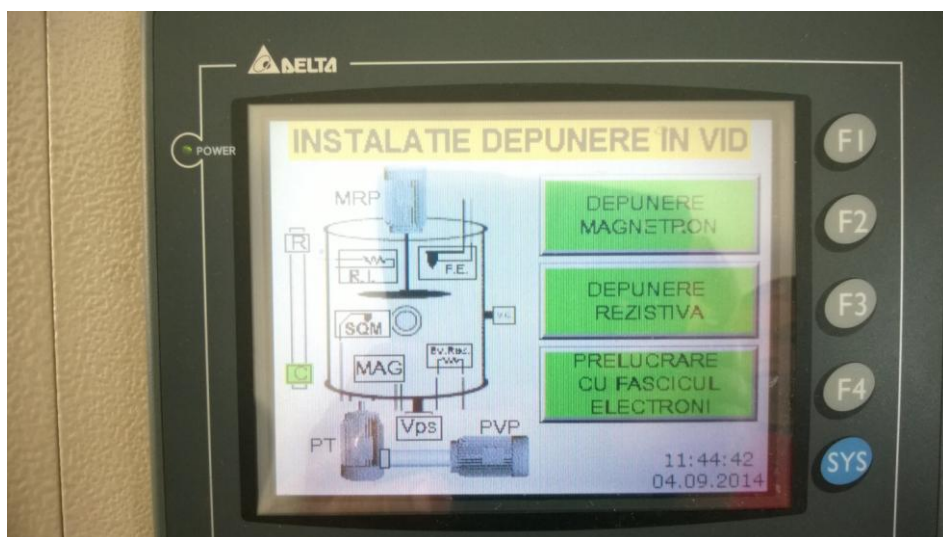


Fig. 2. Panou digital de comandă

- d. Se declanșează pompa preliminară de vid PVP și se urmărește parametrul presiune pe panoul de citire și comandă a traductoarelor de presiune;

- e. La atingerea unei presiuni în jurul valorii de 10^{-2} mbar, se acționează digital pompa turbomoleculară și se pornește traductorul 2 de presiune, pentru vid înaintat;
- f. Se urmărește procesul până la atingerea valorii de 10^{-6} mbar a presiunii din incintă (atenție: nerealizarea acestei presiuni are consecințe asupra gradului de puritate și a uniformității depunerii);
- g. Se introduce argon în spațiul de lucru, prin acționarea microventilului mecanic și se stabilizează debitul de gaz de lucru până la valoarea de 3×10^{-2} mbar;
- h. Se inițiază descărcarea luminescentă în plasmă prin acționarea sursei de curent continuu și se stabilizează sistemul (urmărit vizual) la valori optime de curent/tensiune (reglare manual) - ionizarea gazului (plasma), respectiv descărcarea luminescentă are loc la valori ale tensiunii între 400 – 700 V;
- i. Durata de depunere a stratului subțire este de 2-3 minute, funcție de grosimea dorită pentru stratul depus (fig.3);

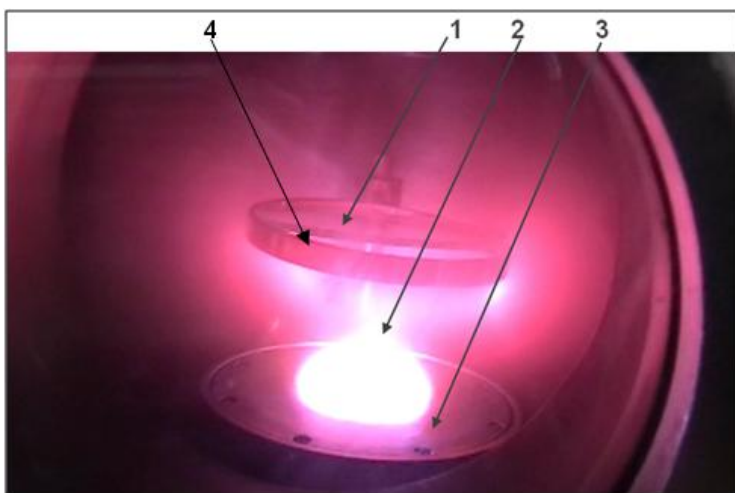


Fig. 3. Depunere prin pulverizare magnetron a unui strat de cupru
1 - substrat; 2 – descărcare luminescentă în regim magnetron (plasma); 3-
catod; 4 – suport substrat

- j. Se oprește alimentarea cu argon și se reglează presiunea din incinta de lucru gradual, pentru un anumit timp necesar răcirii pompelor de vid – atenție: pompele au sistem de siguranță care nu permite oprirea lor până nu se realizează o răcire adecvată;
- k. Se întrerupe alimentarea instalației de răcire;
- l. Se acționează butonul de ridicare a camerei tehnologice și se extrage suportul pe care s-a realizat depunerea;
- m. se analizează calitatea stratului depus.

Prelucrarea datelor experimentale

Lucrarea de laborator are în vedere analiza microscopică a stratului depus prin pulverizare în regim magnetron. Acesta este analizat din punct de vedere al aspectului microscopic, avându-se în vedere uniformitatea și eventuala prezență a porozităților. Structura peliculei și compoziția se pot analiza prin microscopie electronică cuplată cu spectroscopie de raze x.

Rezultate experimentale

Nr.crt	Tip strat depus	Parametrii depunerii				
		Presiune (mbar)	Tensiune (V)	Intensitate (A)	Timp funcționare instalație (min)	Timp depunere (min)
1	Cu					
2	Cu					
3	Cu					

Caracterizare strat				
Aspect macroscopic	Uniformitate	Porozitate	Microstructură strat SEM	Observații

Determinarea caracteristicii voltamperice a pulverizării catodice magnetron realizate

Se vor înregistra minim 3 valori voltamperice pentru o valoare constantă a presiunii de argon și se va calcula:

$$I = k \cdot U^n$$

unde:

I - curentul de descărcare;

U – tensiunea de descărcare (anod-catod);

k – coeficient de proporționalitate;

n = 6 coeficient dependent de eficacitatea capcanei magnetice pentru captarea electronilor secundari.

Pentru valorile înregistrate, se va calcula coeficientul de proporționalitate k.

Astfel se va calcula puterea electrică în descărcare electrică de tip magnetron:

$$P = k \cdot U^{n+1}$$

Se va realiza grafic caracteristica voltamperică a descărcării, rata de depunere a pulverizării magnetron fiind proporțională cu puterea electrică injectată în plasmă.

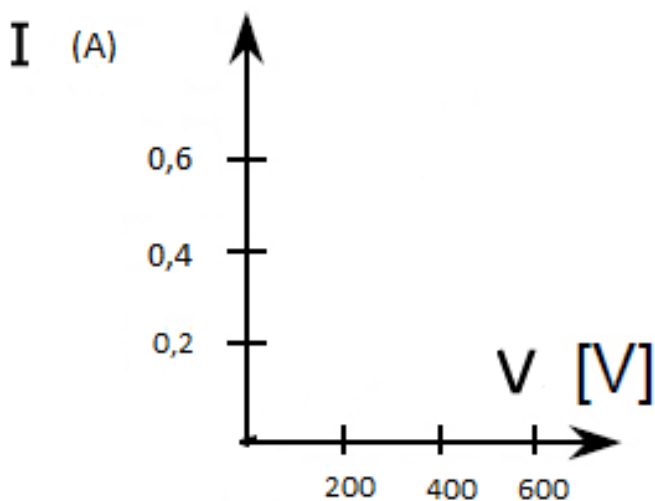
Calculul vitezei de accelerare a electronilor rezultați prin ionizarea gazului de lucru sau care pătrund în capcana magnetică sub influența câmpului electric.

$$v = \sqrt{\frac{2eU}{m_e}},$$

unde U = tensiunea anod-catod maximă înregistrată în sistemul stabilizat de depunere;

$$v = \sqrt{\frac{2 \cdot 1,6 \cdot 10^{-19} \cdot U}{9 \cdot 10^{-31}}} \text{ [m/s]}$$

Trasarea caracteristicii voltamperice:



La sfârșitul lucrării se vor observa și detalia diferențele față de lucrarea anterioară (parametrii de lucru, calitatea depunerii, caracteristica voltamperică).

NOTIȚE

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

A large rectangular box with a solid black border. Inside the box, there are 18 horizontal dotted lines, evenly spaced, providing a guide for handwriting practice. The lines extend across most of the width of the box, leaving small margins on the left and right sides.

Bibliografie

1. Corăbieru A. (2014), *Tehnici de depunere în vid (1)* – Curs, Editura Tehnopress, Iași, ISBN 978-606-687-160-0;
2. Corăbieru A. (2014), *Tehnici de depunere în vid – Lucrări de laborator (1)*, Editura Tehnopress, Iași, 2014, ISBN 978-606-687-161-7;
3. Gh. Mateescu (1998), *Tehnologii avansate. Straturi subțiri depuse în vid*, Ed. Dorotea, București;
4. Gh. Popa, M. Gheorghiu (1998), *Aplicații tehnologice ale plasmei*, Ed. Universității Al. I. Cuza, Iași;
5. I. I. Popescu (1981), *Fizica plasmei și aplicații*, Ed. Științifică și Enciclopedică, București .
6. Gh. Marin, (1983), *Tehnica vidului și aplicații în industrie*, Ed. Tehnică, București.