

ВАКУУМНЫЙ ИСПАРИТЕЛЬ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК СУБЛИМИРУЕМОГО МАТЕРИАЛА

Предложенный вакуумный испаритель может быть использован при вакуумном изготовлении пленок из Cr, Mg, Mn, SiO, GeO, MoO₃, WO₃, ZnS, ZnSe, CdS, CdSe, CdTe путем сублимации. Вакуумный испаритель, содержащий трубчатый элемент с плотно закрытыми плоскими концевыми участками, выполнен из Ta (или Mo) фольги с толщиной (0,05–0,1) мм с высокой температурой плавления и испарения и содержит центральную область радиального поперечного сечения с отверстием в виде овала, расположенную между плоскими концевыми участками, имеющими переменную площадь токового сечения, которая уменьшается в направлении от центра трубчатого элемента к его концам. Предложенный испаритель имеет более широкие эксплуатационные и технологические возможности, так как для изготовления испарителя используются металлическую фольгу, что позволяет при его изготовлении изменять размеры испарителя. При этом предложенный испаритель можно использовать для нанесения пленок неоднократно, выполняя его повторную загрузку без удаления из вакуумной камеры.

Ключевые слова: вакуумный испаритель, изготовление тонких пленок, метод сублимации.

Введение. Известны устройства для вакуумного изготовления тонких пленок различных веществ путем термовакуумного испарения этих веществ из испарителя и последующей конденсации испаренных атомов (или молекул) на подложке [1–16]. Наиболее близким по технической сущности к предложенному в настоящей работе вакуумному испарителю является вакуумный испаритель для нанесения тонких пленок сублимируемых материалов, описанный в патенте US № 5417766 (Int. Cl. F 27B 14/04; F27B 14/10), опублик. 23.05.1995 [16]. Этот испаритель выполнен из металлической трубки (например, из нержавеющей стали) с длиной 38–51 мм, диаметром 1,5 мм и толщиной стенки трубки 0,05–0,1 мм, в центральной части которой выполнен выровненный (плоский) участок поверхности длиной около 6,5 мм с отверстием диаметром 1,5 мм, при этом каждый конец металлической трубки плотно закрыт двумя складками, выровненными с противоположных сторон плоскими участками поверхности, угол между плоскостями которых равен 90°. Загрузку испарителя кусочками испаряемого материала (Sb или Se) выполняют с каждого конца трубки перед изготовлением двух уплотняющих складок на каждом конце трубки. Такая загрузка испарителя испаряемым материалом до завершения его изготовления определяет однократность использования испарителя. Недостатком указанного испарителя является ограниченный диапазон его эксплуатационных и технологических возможностей, обусловленный однократностью ис-

пользования изготовленного испарителя, невозможностью отжига загруженного испарителя в вакууме при высоких температурах после его изготовления перед проведением процесса испарения и осаждения сублимируемого материала и необходимостью использования для его изготовления исходного высокотемпературного материала в виде трубки. Предложенные в настоящей работе конструкция вакуумного испарителя и методика его изготовления позволяют устранить эти недостатки.

Конструкция вакуумного испарителя и методика его изготовления. Конструкция предложенного вакуумного испарителя поясняется чертежами, где на рис. 1а показан в увеличенном масштабе поперечный разрез испарителя (по плоскости А-А); на рис. 1б — вид сверху на испаритель и его поперечный разрез (по плоскости В-В); на рис. 1в — вид сверху на плоскую заготовку из металлической фольги для изготовления трубчатого элемента путем скручивания заготовки относительно ее продольной оси.

Вакуумный испаритель (изображенный на рис. 1) для изготовления тонких пленок сублимируемых материалов выполнен из электропроводящей фольги с высокой температурой плавления и испарения и содержит центральную область 1 радиального поперечного сечения с отверстием 2 в виде овала, расположенную между плотно закрытыми плоскими концевыми участками 3 и 4, имеющими переменную площадь токового сечения, которая уменьшается в направлении от центра трубчатого элемента

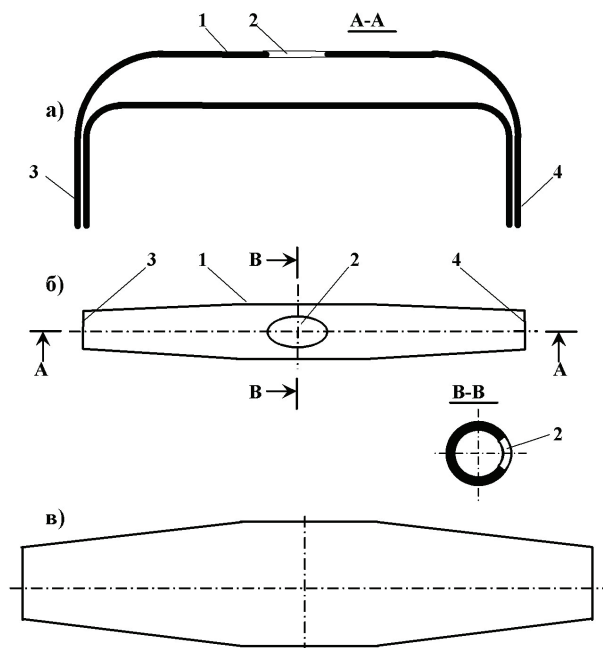


Рис. 1. Вакуумный испаритель для изготовления тонких пленок сублимируемого материала:
 а — поперечный разрез предложенного испарителя (по плоскости А-А);
 б — вид сверху на испаритель и его поперечный разрез (по плоскости В-В);
 в — вид сверху на плоскую заготовку из металлической фольги для изготовления трубчатого элемента путем скручивания заготовки относительно ее продольной оси

к его концам 3 и 4, при этом трубчатый элемент выполнен из танталовой или молибденовой фольги толщиной 0,05–0,1 мм.

В конкретном примере выполнения предложенного вакуумного испарителя для изготовления тонких пленок сублимируемого материала, изображенного на рис. 1а и рис. 1б, используемого для получения тонких пленок SiO, испаритель выполнен из танталовой фольги толщиной 0,1 мм и содержит центральную область 1 радиального поперечного сечения диаметром 6 мм с отверстием 2 в виде овала с размерами 3,5×5 мм, расположенную между плотно закрытыми плоскими концевыми участками 3 и 4, имеющими переменную площадь токового сечения, которая уменьшается в 1,7 раза на длине 20 мм в направлении от центра трубчатого элемента к его концам 3 и 4. Переменная площадь токового сечения концевых участков 3 и 4, которая уменьшается в направлении от центра трубчатого элемента к концам участков 3 и 4, обеспечивается в результате изготовления трубчатого элемента из плоской заготовки, выполненной из танталовой (или молибденовой) фольги, форма которой (вид сверху) показана на рис. 1в. Длина этой заготовки равна 65 мм, ширина заготовки в ее центре — 20 мм, ширина заготовки на ее концах — 12 мм, увеличение ее ширины до 20 мм имеет место на длине 20 мм. Изготовление трубчатого элемента выполняют путем скручивания танталовой заготовки на ее концевых участках до диаметра 3 мм относительно продольной оси заготовки. При этом сначала формируют концевые участки с конической поверхностью с минимальным диаметром 3 мм на концах. Затем формируют плоские концевые участки 3 и 4 путем прессования конических концевых участков

на длине 10 мм и загибают плоские участки 3 и 4 на требуемый угол относительно продольной оси центральной области 1, например, на угол 90°, как показано на рис. 1а. При изготовлении двух концевых участков с конической поверхностью с минимальным диаметром 3 мм на концах в центре трубчатого элемента формируется отверстие, которое развальцовывают до получения отверстия в виде овала (с размерами 3,5×5 мм) после формирования плоских концевых участков 3 и 4.

Предложенный вакуумный испаритель для изготовления тонких пленок сублимируемого материала работает следующим образом. Перед началом работы вакуумный испаритель устанавливают в вакуумной камере, при этом плоские концевые участки 3 и 4 испарителя закрепляют в контактных зажимах, обеспечивающих пропускание по испарителю электрического тока с измеряемой величиной 50–150 А. После установки вакуумного испарителя в вакуумной камере выполняют его вакуумный отжиг в течение 4–5 минут при давлении (10^{-3} – 10^{-4}) Па и температуре трубчатого элемента в интервале 1200–1300 °С. Затем охлаждают испаритель до температуры 100–150 °С и заполняют трубчатый элемент гранулами испаряемого материала (SiO) через овальное отверстие 2. После этого откачивают воздух из вакуумной камеры до давления (10^{-3} – 10^{-4}) Па и производят нагрев испаряемого материала до температуры его испарения: в случае SiO — (1050–1100) °С. При этом испаренные молекулы испаряемого материала конденсируются на рабочих подложках, образуя на них тонкие пленки испаренного материала. Выполнение концевых участков 3 и 4 испарителя с переменной площадью токового сечения, которая уменьшается в направлении от центра трубчатого элемента к концам участков 3 и 4, позволяет уменьшить отвод тепла от испарителя в контактные зажимы и увеличить выделение тепла и, соответственно, температуру концевых участков 3 и 4, что обеспечивает более однородный нагрев испаряемого материала в испарителе.

Следует отметить, что вышеописанный вакуумный испаритель был использован для получения тонких пленок сублимируемых материалов: Cr, SiO, GeO, MoO₃, WO₃ и CdS при выполнении студентами лабораторных, курсовых и дипломных работ, а также в составе экспериментального устройства при разработке простого способа оценки толщины нанометровой прозрачной пленки SiO в процессе ее термовакuumного осаждения [17]. При изготовлении тонких пленок этих материалов были использованы литературные данные, в основном из работы [1, с. 91–95], касающиеся температуры, при которой давление насыщенного пара испаряемого вещества равно 10^{-2} мм рт. ст. (условная температура испарения вещества) и молекулярного состава пара при условной температуре испарения этого вещества, а именно: Cr — 1400 °С (состав пара: Cr), SiO — 1025 °С (состав пара: SiO), GeO — 700 °С (состав пара: GeO), MoO₃ — 610 °С (состав пара: (MoO₃)₃, (MoO₃)_{4,5}), WO₃ — 1140 °С (состав пара: (WO₃)₃, WO₃), и CdS — 670 °С (состав пара: S₂, Cd, S₃, S₄). Для получения в вакуумном испарителе температур, близких к этим значениям условных температур, с целью уменьшения отклонения стехиометрического состава материала пленок от состава исходного испаряемого материала, в настоящей работе использовалась зависимость температуры испарителя от измеряемого электрического

тока накала. Эта зависимость измерялась с помощью термопары хромель-алюмель *предварительно* после изготовления испарителя и установки его в вакуумной камере, при этом спай термопары устанавливали внутрь испарителя и электрически изолировали от него порошком SiO_2 .

Во время осаждения прозрачных тонких оксидных пленок и пленок CdS процесс увеличения толщины тонких пленок контролировали по изменению цвета интерференционной окраски пленки на контрольной стеклянной подложке, покрытой пленкой Ti с толщиной 0,07–0,1 мкм, и помещенной в металлическую маску с рабочими стеклянными подложками [17]. После изготовления тонких пленок этих материалов выполнялось измерение толщины тонких пленок с помощью интерференционного микроскопа МИИ-4. Измеренные значения толщины изготовленных тонких пленок находились в интервалах: Cr — (0,05–0,2) мкм, SiO_2 — (0,05–0,6) мкм, GeO — (0,4–0,6) мкм, MoO_3 — (0,4–0,6) мкм, WO_3 — (0,4–0,9) мкм и CdS — (0,4–0,6) мкм. После измерения толщины тонких пленок выполняли исследования их электрических и оптических свойств.

Заключение. Таким образом, в настоящей работе предложена структура и методика изготовления вакуумного испарителя для изготовления тонких пленок сублимируемых материалов. Предложенный испаритель содержит трубчатый элемент с плотно закрытыми плоскими концевыми участками, выполнен из электропроводящей фольги с высокой температурой плавления и испарения и содержит центральную область радиального поперечного сечения с отверстием в виде овала, расположенную между плоскими концевыми участками, имеющими переменную площадь токового сечения, которая уменьшается в направлении от центра трубчатого элемента к его концам, при этом трубчатый элемент выполнен из танталовой или молибденовой фольги толщиной 0,05–0,1 мм. Выполнение вакуумного испарителя из фольги металла с высокой температурой плавления и испарения позволяет при его изготовлении изменять размеры испарителя (и, соответственно, массу загружаемого в испаритель испаряемого материала) в соответствии с возникающими эксплуатационными и технологическими задачами. При этом изготовленный испаритель можно использовать для осаждения пленок неоднократно, выполняя его повторную загрузку испаряемым материалом без удаления из вакуумной камеры.

Библиографический список

1. Технология тонких пленок (справочник). В 2 т. / Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга; пер. с англ. под ред. М. И. Елинсона, Г. Г. Смолко. М.: Советское Радио, 1977. Т. 1. 664 с.
2. Courvoisier J. C., Haidinger W., P. Jochems P. J. W. [et al.]. Evaporation-condensation method for making germanium layers for transistor purposes // Solid-State Electronics. 1963. Vol. 6. P. 265–270. DOI: 10.1016/0038-1101(63)90084-4.
3. Glang R., Kren J. G., William J. P. Vacuum Evaporation of Cadmium Telluride // Journal of the Electrochemical Society. 1963. Vol. 110, no. 5. P. 407–412. DOI: 10.1149/1.2425775.
4. Carithers M. D. Evaporation of Silicon Monoxide from Graphite Cloth // Review of Scientific Instruments. 1968. Vol. 39. P. 920–921. DOI: 10.1063/1.1683540.
5. John J., DeTuerk Jr. Folded, Baffled, Evaporation Source // Journal of Vacuum Science & Technology. 1968. Vol. 5. P. 88–89. DOI: 10.1116/1.1492587.

6. Riemer W. An Evaporation Source for Decrepitating Materials // Review of Scientific Instruments. 1969. Vol. 40. P. 1642. DOI: 10.1063/1.1683891.

7. Singh A. New evaporation geometry for deposition of silicon monoxide film // Review of Scientific Instruments. 1978. Vol. 49. P. 272–273. DOI: 10.1063/1.1135388.

8. Singh A. Improved evaporation geometry for powdered materials // Review of Scientific Instruments. 1982. Vol. 53. P. 1932. DOI: 10.1063/1.1136916.

9. А. с. 765399 Российская Федерация, М.Кл.3 C23C 13/00. Испаритель для нанесения покрытий в вакууме / Димант А. Б., Волков В. В., Мулюков М. Ш. [и др.]. № 2310636/18-21; заявл. 04.01.76; опубл. 23.09.80, Бюл. № 35.

10. Пат. 188587 U1 Российская Федерация, МПК C23C 14/24. Испаритель с изменяемой геометрией для вакуумного нанесения тонких пленок / Бурлаков Р. Б., Кузин А. Г. № 2018125350; заявл. 10.07.18; опубл. 17.04.19, Бюл. № 11.

11. Пат. 188872 U1 Российская Федерация, МПК C23C 14/24. Испаритель для вакуумного нанесения тонких гибридных пленок металлов и полупроводников / Бурлаков Р. Б., Кузин А. Г. № 2018125351; заявл. 10.07.18; опубл. 25.04.19, Бюл. № 12.

12. Radike R. P., Blair W. E. Vacuum vaporizing fixture. US patent 3129315; filed December 26th, 1961; published April 14th, 1964.

13. Adams G. D. Evaporant source for vapor deposition. US patent 3466424; filed August 31st, 1967; published September 9th, 1969.

14. Zucchinelli M. Metal vapor generators. US patent 3598384; filed September 10th, 1969; published August 10th, 1971.

15. Witten R. G. Resistance heated vaporizer. US patent 3598384; filed December 17th, 1974; published December 21st, 1976.

16. Floryan R. F., Frisch D. D. Channel evaporator. US patent 5417766; filed April 26th, 1994; published May 23rd, 1995.

17. Бурлаков Р. Б. Простой способ оценки толщины нанометровой прозрачной пленки SiO₂ в процессе ее термовакuumного осаждения // Омский научный вестник. 2018. № 5 (161). С. 115–118. DOI: 10.25206/1813-8225-2018-161-115-118.

БЛЕСМАН Александр Иосифович, кандидат технических наук, доцент (Россия), заведующий кафедрой «Физика», директор Научно-образовательного ресурсного центра «Нанотехнологии» Омского государственного технического университета.

SPIN-код: 6809-3460

AuthorID (РИНЦ): 144661

ORCID: 0000-0003-2837-3469

AuthorID (SCOPUS): 11539204200

ResearcherID: B-3079-2014

Адрес для переписки: physics@omgtu.ru

БУРЛАКОВ Руднарий Борисович, кандидат физико-математических наук, доцент (Россия), доцент кафедры «Прикладная и медицинская физика» Омского государственного университета им. Ф. М. Достоевского.

AuthorID (РИНЦ): 37654

Адрес для переписки: burlakovrb@e-mail.omstu.ru

Для цитирования

Блесман А. И., Бурлаков Р. Б. Вакуумный испаритель для изготовления тонких пленок сублимируемого материала // Омский научный вестник. 2019. № 6 (168). С. 80–82. DOI: 10.25206/1813-8225-2019-168-80-82.

Статья поступила в редакцию 23.10.2019 г.

© А. И. Блесман, Р. Б. Бурлаков