

В. А. Глинкин, А. А. Бикташев, Р. Н. Муртазин

УСТАНОВКА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ПРОЗРАЧНЫХ ПЛЕНОК ОКСИДА ИНДИЯ МАГНЕТРОННЫМ МЕТОДОМ

Ключевые слова: вакуумная установка, нанесение пленок, оксид индия.

Разработана вакуумная установка для нанесения пленок оксида индия магнетронным методом. Проведено пробное нанесение покрытия. Представлены полученные результаты.

Keywords: vacuum plant, coating, indium oxide.

Vacuum plant was designed for the application of indium oxide films by magnetron sputtering. Was conducted trial coating. The obtained results are shown.

Введение

Современную технику невозможно представить без устройств, в конструкции которых используются прозрачные проводящие материалы, таких как плоские мониторы и другие устройства отображения информации, солнечные батареи, нагревательные элементы на стеклянных конструкциях и гибких полимерных материалах, фотодиоды и оптоэлектронные устройства [1]. Для этих применений требуются вещества, обладающие одновременно высокой прозрачностью и высокой проводимостью.

Для реализации этих задач применяются оксидные полупроводниковые покрытия, среди которых наиболее востребованным является оксид индия-олова (Indium Tin Oxide – ITO) [2-7]. Чистый нелегированный оксид индия относится к вырожденным полупроводникам n-типа [8,9] с широкой запрещенной зоной, концентрация электронов проводимости в нем приблизительно достигает $1 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$. Существование свободных электронов проводимости в материале объясняется наличием кислородных вакансий. Для повышения концентрации электронов проводимости оксид индия легируют четырехвалентным оловом. Концентрация свободных носителей заряда возрастает при этом до 10^{21} см^{-3} , а подвижность свободных носителей заряда составляет от 10 до 30 $\text{см}^2/\text{Вс}$. Для него, как и для всех прозрачных проводящих пленок, приходится искать компромисс между проводимостью и прозрачностью, поскольку увеличение толщины и концентрации носителей заряда увеличивает проводимость материала, но уменьшает его прозрачность – толстые пленки имеют серый или желтоватый оттенок.

Для получения тонких пленок оксида индия-олова применяются различные PVD и CVD методы. Наиболее часто применяются электронно-лучевое испарение и магнетронное распыление.

Метод магнетронного распыления использует реактивное распыление мишени из индия-олова в среде, содержащей кислород, или распылением керамической мишени [2-7]. Метод хорошо разработан и наиболее экономичен при использовании распыления металлической мишени, несмотря на некоторые технологические трудности по сравнению с распылением керамической мишени.

Несмотря на большое число установок для нанесения покрытий типа ITO, выпускаемых в мире серийно, продолжает существовать потребность в разработке и выпуске специализированных установок для отработки технологии и нанесения покрытия на небольшие партии изделий, особенно в сфере оптики и микроэлектроники. Для таких целей и была разработана и создана установка «BATT 450MC».

Описание установки

Установка (рис. 1) периодического действия с цилиндрической камерой из нержавеющей стали для проведения технологического процесса. Доступ в камеру осуществляется через подъемно-поворотную верхнюю крышку.



Рис. 1 - Установка «BATT 450MC»

Установка состоит из рабочего стола и стойки управления. На рабочем столе размещены все элементы системы откачки, вакуумная камера с внутрикамерным оборудованием, системы подъема крышки камеры, система подачи технологических газов и система распределения охлаждающей жидкости. В стойке управления размещены блоки питания магнетрона и смещения и система управления на базе контроллера и компьютера.

Вакуумная камера вертикального исполнения изготовлена из нержавеющей стали. На цилиндрической обечайке расположен патрубок Ду160мм., к которому присоединяется дросселирующая заслонка, а также расположены патрубки для крепления датчиков давления и клапана форвакуумной откачки. В основной рабочей зоне расположено смотровое окно с заслонкой. Все внутренние поверхности камеры защищены экранами.

Крышка камеры, поднимающаяся при помощи электроподъёмника, служит для обслуживания внутрикамерных устройств.

Механизм вращения подложек представляет собой сложную конструкцию, смонтированную на центральном отверстии крышки камеры. Вал ввода вращения в камеру электрически изолирован от крышки и имеет снаружи камеры систему щеточных, графитовых контактов для передачи напряжения смещения в камеру. Корпус ввода вращения имеет каналы охлаждения. Под крышкой к валу присоединяется кассета крепления изделий. Скорость вращения кассеты варьируется от 4 до 40 об/мин. Около кассеты располагается герметичный нагреватель для нагрева изделий.

Система подачи технологических газов состоит из двух линий: линии подачи рабочего газа (аргона) в область расположения подложек и в корпус магнетронного источника распыления, и линии подачи реактивного газа в корпус магнетронного источника распыления. Система построена на регуляторах расхода газа PPG-10 и электромагнитных клапанах XSA1 -12V-SG 24VDC. Управление подачей газов может обеспечиваться как контроллером по заданной программе, так и в ручном режиме.

Для питания магнетрона используется инверторный блок питания «ELM-12/600S-R». Он имеет встроенный ключ-генератор, и обеспечивает в нагрузке как напряжения постоянного тока, так и импульсное напряжение с регулируемой частотой следования импульсов и паузой между импульсами.

Для питания электрического смещения используется инверторный блок питания «ELB-5/1250S». Он используется для создания потенциала смещения поверхности подложек в процессе нанесения тонкопленочных покрытий, а также для питания тлеющего разряда внутри вакуумной камеры на этапе ионной очистки.

Вакуумная система (рис.2) построена на основе высоковакуумного турбомолекулярного насоса EXT556 – NR1, предназначенного для откачки камеры до давления $1,33 \times 10^{-3}$ Па и поддержания рабочего давления в камере во время технологического процесса. Турбомолекулярный насос работает совместно с пластинчато-роторным насосом E2M40 – NL1.

Для контроля технологического процесса используется мембранно-емкостный датчик давления CMR274 – PD и кварцевый измеритель толщины «Sycon 500-080» – G1.

На днище камеры – 1 (Рис. 3) расположены отверстия для герметичного ввода кольцевого электрода – 2 в камеру, а также отверстие для монтажа круглого магнетрона – 3. Охлаждение

осуществляется через каналы в корпусе каждого из элементов. Кольцевой электрод – 2 предназначен для воздействия на разряд магнетрона, путем подачи на него различных потенциалов. Этот электрод может быть использован и как дополнительный анод.

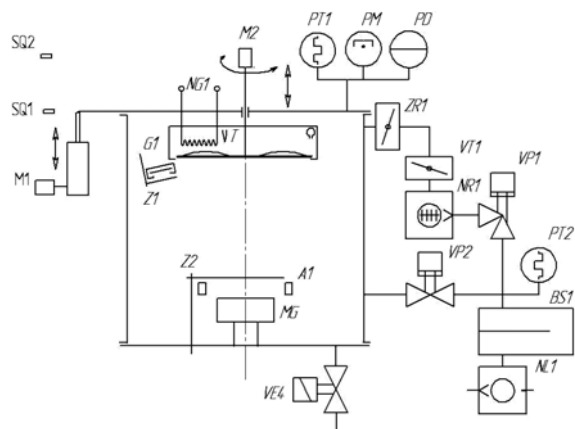


Рис. 2 - Вакуумная схема установки «ВАТТ 450МС»

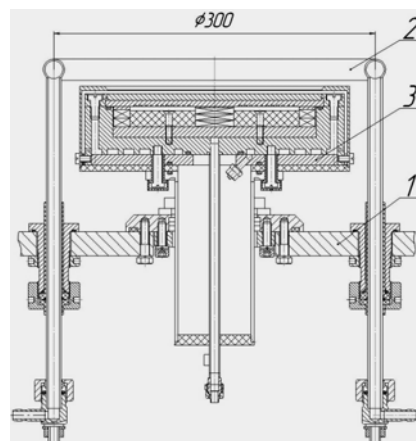


Рис. 3 - Технологические элементы на днище камеры

Некоторые характеристики установки:

- предельное остаточное давление - $1,3 \times 10^{-3}$ Па;
- рабочее давление - $0,133 \div 1,33$ Па;
- максимальные размер подложки - $\varnothing 150$ мм x 20 мм;
- максимальная рабочая температура подложек - 150С;
- диаметр мишени магнетрона – 202 мм;
- габариты вакуумной камеры - $\varnothing 450$ мм, высота 300мм;
- габаритные размеры установки - 1000x1220x1900 мм;
- потребляемая электрическая мощность – 7,1 кВт;
- вес установки – 800 кг.

Пробное нанесение покрытия

Были проведены пробные измерения покрытия получаемого на установке. Целью измерений была оценка равномерности получаемой пленки, как по толщине, так и по составу.

В качестве подложки использовалась кремниевая пластина 100КДБ. Подложка располагалась в подложкодержателе эксцентрично так, чтобы можно было изерить толщину пленки от

центра до края подложкодержателя. Состав мишени – 90% In₂O₃, 10% SnO₂ по весу. Расстояние от мишени до подложки – 100мм. Нанесение покрытия проводилось при комнатной температуре.

Измерение проводилось с помощью спектрального эллипсометрического комплекса "Эллипс 1891 САГ" и энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного спектрометра серии EDX 800 HS (Shimadzu).

Результаты измерения оптической толщины приведены на графике.

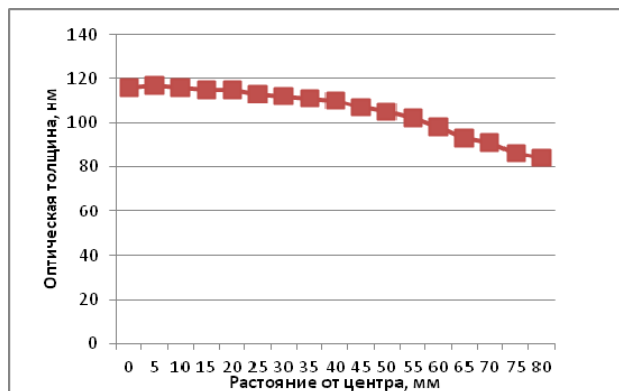


Рис. 4 - Оптическая толщина пленки в зависимости от расстояния до оси

Полученная неравномерность на расстоянии 50 мм от центра подложкодержателя - 9%, а на расстоянии 80мм - 30%.

Рентгенофлуоресцентный анализ показал следующие результаты:

а) при измерении в центре подложкодержателя
 - толщина пленки 77.820 нм;
 - процентное содержание индия в пересчете на In₂O₃ 91.920 %;
 - процентное содержание олова в пересчете на SnO₂ 8.0797%.

б) при измерении в точке на расстоянии 75мм от центра подложкодержателя
 - толщина пленки 72.786 нм;
 - процентное содержание индия в пересчете на In₂O₃ 93.659 %;
 - процентное содержание олова в пересчете на SnO₂ 6.3413 %.

Из полученных данных видно, что толщина пленки в центре по данным рентгенофлуоресцентного анализа (77.820нм) отличается от данных полученных эллипсометрическим методом (115 нм). Это объясняется тем, что показатель преломления полученной пленки несколько отличается от показателя преломления пленки заложенный в базу данных прибора "Эллипс 1891 САГ".

Полученная неравномерность покрытия на расстоянии 80мм от центра рентгенофлуоресцентный

методом составляет 6,5%, а эллипсометрическим методом составляет 30%.

Можно сделать предположение, что химический состав пленки с краю подложкодержателя отличается от центра в виду того, что имеет место "касание" плазмы магнетрона края подложки, в результате чего свойства пленки отличаются.

Выводы

В результате проделанной работы можно сделать следующие выводы:

1) Созданная установка работоспособна и позволяет наносить покрытия в широком диапазоне параметров и представляет значительный интерес для исследования покрытий типа ИТО.

2) Необходимо проведение дальнейших исследований с целью получения более равномерных покрытий, как по толщине, так и по составу.

3) Основные пути совершенствования процесса нанесения покрытий связаны с оптимизацией конфигурации магнитного поля магнетрона, конфигурации электрического поля подложка-камера-магнетрон и геометрии внутрикамерных устройств

Литература

1. Кисляков, П.П. Получение и применение полимерной пленки с прозрачным электропроводящим покрытием на основе оксида индия, легированного оловом. / П.П. Кисляков, Ю.А. Хохлов, А.Г. Крынин, С.В. Кондрашов// Электронный журнал «Труды ВИАМ», 2013. №11. 8с.
2. Glaser, H.J. Large area glass coating / H.J.Glaser – Dresden.: VON ARDENNE GMBH, 2000. 473 p.
3. Lee, C.C. The Characteristics of Indium Tin Oxide (ITO) Film Prepared by Ion-Assisted Deposition / C.C.Lee, S.C.Shiau, Y.Yang. // 42rd Annual Technical Conference Proceedings SVC. Chicago. 1999. P. 261-264.
4. Bright, C. Optical Constants of Evaporated and Sputtered Transparent Conductive Oxides / C. Bright. // 36rd Annual Technical Conference Proceedings SVC. Dallas, 1993. P.63-67.
5. Глинкин, В.А. Нанесение покрытий в вакууме на листовое стекло: учебное пособие/ В.А. Глинкин – Казань: Изд-во Казан. гос. технол. ун-та, 2006. 184 с.
6. Хубатхузин, А.А. Плазмохимическая обработка материалов./ А.А.Хубатхузин, И.Ш. Абдуллин, М.Ф.Шаехов, А.А.Башкирцев// Вестник Казан. технол. ун-та. – 2012. - № 15.- С.48-52.
7. Хубатхузин А.А., Абдуллин И.Ш., Христоробова В.И., Христоробов Н.Р. Электрофизические методы обработки углеродистой инструментальной стали У8. Вестник Казан. технол. ун-та. 2014. Т.17, №10, с.30-33
8. Granqvist, C.G. Transparent and conducting ITO films: new developments and applications / C.G. Granqvist, A. Hultaker // Thin Solid Films. 2002. Vol. 411. P. 1–5.
9. Амосова, Л.П. Магнетронное напыление прозрачных электродов ИТО из металлической мишени на холодную подложку./ Л.П. Амосова, М.В. Исаев// Журнал технической физики, 2014, том 84, вып. 10. С.127-132.

© В. А. Глинкин – старший преподаватель кафедры ВТЭУ КНИТУ, vladvac@mail.ru; А.А. Бикташев – генеральный директор ЗАО «Ферри Ватт», info@magnetron.ru; Р.Н. Муртазин – инженер технолог ЗАО «Ферри Ватт», ferrivatt@gmail.com.

© V. A. Glinkin - senior lecturer in vacuum technology, Kazan Technological University, vladvac@mail.ru; A. A. Biktashev – General director of «Ferry Watt», info@magnetron.ru; R. N. Murtazin – engineer technologist of «Ferry Watt», ferrivatt@gmail.com.