

Испарение Алюминия термическим способом

Для термического испарения алюминия можно использовать лодочки из вольфрама или тигель из нитрида бора, который можно нагревать вольфрамовой спиралью

С новой лодочки:

1. Медленно увеличьте ток (50 А/мин) до 200 А
2. Терпеливо подождите расплава алюминия
3. Медленно увеличьте ток до получения ненулевой скорости осаждения
4. Более быстро увеличьте ток до достижения скорости осаждения 10 Å/с
5. Удерживайте данную скорость до достижения требуемой толщины пленки на подложке
6. Медленно уменьшите ток (50 А/мин) до нуля.

Б/у лодочка

1. Медленно увеличьте ток (50 А/мин) до 250 А
2. Подождите 15 мин.
3. Увеличить ток до 300 А
4. Терпеливо подождите расплавления металла. В зависимости от состояния лодочки Вам может понадобиться увеличение тока выше 300 А для расплавления алюминия.
5. Медленно увеличьте ток до достижения ненулевой скорости осаждения
6. Более быстро увеличьте ток до достижения скорости осаждения 10 Å/с
7. Удерживайте данную скорость до достижения требуемой толщины пленки на подложке
8. Медленно уменьшите ток (50 А/мин) до нуля.

Замечания

1. Если увеличивать ток слишком быстро Вы можете разрушить лодочку. Если вентилировать камеру слишком быстро Вы можете разрушить лодочку (Помните про коэффициент термического расширения материала!)
2. Алюминий образует сплав с вольфрамовыми лодочками, поэтому весь алюминий Вы не сможете испарить. Не бойтесь увеличить (но медленно) ток в попытке испарить как можно больше материала, но помните про предохранитель – он может перегореть.

Испарение Алюминия электронно-лучевым источником

Алюминий проблематично испарять, т.к. он реактивен и смачивает поверхность вставки в тигель (лайнера). Это приводит к тому, что горячий расплавленный алюминий начинает ползти вверх по стенкам тигля и может выплеснуться на поверхность электронно-лучевого источника. Алюминий старается «убраться» из горячей зоны, образованной электронным пучком, что может вызвать изменения в скорости осаждения пленки.

Здесь собраны мнения наших заказчиков относительно испарения алюминия:

Заказчик 1: Мы предпочитаем использовать интерметаллический лайнер из TiB₂-BN для испарения алюминия.

Заказчик 2: Мы предпочитаем не использовать лайнеры, а испарять алюминий прямо из кармана электронно-лучевой пушки, т.к мы столкнулись с тем, что лайнеры трескаются со временем

CRYOSYSTEMS

Заказчик 3: Мы воспользовались лайнером из пиролитического графита (PG) и результат нас удовлетворил

Наши рекомендации: использование лайнера (вставки в тигель) является хорошей практикой при испарении алюминия. Применимы лайнеры наряду с вышеупомянутыми, из сплава ZrB_2 -BN, можно использовать лайнер из нитрида бора BN или на крайний случай из графита. Никогда не используйте и не пытайтесь использовать лайнер из меди!

Итак, если у Вас лайнер из Графита:

Алюминий сильно смачивает графит. Отдельные кусочки алюминия легко плавятся при малом токе (примерно 10 мА, но эта величина может отличаться у разных производителей электронно-лучевой пушки), но температура пока еще не достаточна для испарения алюминия и образования паровой фазы. Увеличив ток (до 40 мА) Вы нагреете алюминий до состояния его испарения. Пока алюминий разогревается и температура расплава растет увеличивается термальный контакт алюминия с материалом лайнера и смачиваемость стенок лайнера, что может привести к небольшому падению температуры расплава и уменьшению скорости испарения материала. Алюминия также старается «выбраться» из зоны разогрева пучком электронов, что приводит к тому, что меньшее количество расплава остается между зоной разогрева и стенками лайнера. Это также означает наличие резкого температурного градиента расплава алюминия и температура расплава падает со временем при постоянной мощности пучка. Результатом смачиваемости стенок расплавом и желанием расплава алюминия «выбраться» из под пучка является картина при которой скорость осаждения пленки алюминия быстро растет при установлении тока в районе 40 мА и затем падает со временем. Как только началось смачивание стенок расплав алюминия образует вогнутую поверхность и при достаточном количестве материала в лайнере расплав может выползти по верхнему краю.

Вот метод, который я рекомендую при использовании графитового лайнера:

1. Приготовьте лайнер
2. Засыпьте гранулы алюминия до половины, не более
3. Поместите лайнер в карман электронно-лучевой пушки и откачайтесь до менее чем 1×10^{-7} Торра.
4. Расплавьте алюминий на токе 10 мА без сканирования пучком по поверхности, это займет несколько минут.
5. Увеличьте ток до 40-50 мА до начала стабильного осаждения.
6. Включите спиральное сканирование пучка по расплаву
7. Подождите пока скорость осаждения по монитору упадет ниже значения $0,5 \text{ \AA} / \text{с}$
8. Увеличьте ток до 70 мА и ждите пока скорость осаждения снова не упадет
9. Отключите пучок. Смотрите в лайнер. В этой точке алюминий должен был хорошо смочить поверхность лайнера и лайнер имеет вогнутую поверхность с зеркальным отражением. Если Вы наблюдаете большую круглую каплю алюминия на дне лайнера Вы подготовили лайнер

Когда лайнер готов начните процесс испарения.

1. Установите спиральный вид движения пучка по расплаву в виде бублика, т.е с отсутствием пучка в центре. Внимательнее с амплитудой – удостоверьтесь, что пучок не выходит на стенки, край лайнера и на поверхность тигля – это при достаточном токе может разрушить источник.
2. Медленно увеличьте ток до 100-150 мА

CRYOSYSTEMS

пока алюминий не закончит процесс отгаживания. Вы увидите небольшое повышение давления в камере и затем понижение.

3. Осаждение пленки на подложку должно начаться при токе между 150 и 200 мА. Скорость осаждения будет стабильной, наблюдалась скорость 0,2 Å /с при 200 мА, 0,4 Å /с при 220 мА, 1,6 Å /с при 240 мА и 2,0 Å /с при 250 мА.
4. Установите ту скорость осаждения, которая Вам нужна, обнулите показания толщиномера и открывайте заслонку источника.

Если у Вас **лайнер из Нитрида Бора:**

Это отличный лайнер. Алюминий смачивает нитрид бора не так сильно как Графит. Наполните лайнер на 2/3. Наполнение лайнера кусочками алюминия до краев в принципе даст количество расплава на 2/3. Используйте фиксированную позицию пучка при разогреве без сканирования.

Для подготовки лайнера:

1. Начните с 10 мА разогрева до начала отгаживания. Мы наблюдали при использовании масс-спектрометра значительное кол-во парциального давления водяных паров, азота, CO, CO₂ и линии масс, ассоциированных с маслом форвакуумного насоса.
2. Должно наблюдаться голубоватое свечение краев лайнера.
3. Медленно увеличьте ток до 80 мА, приглядывая за парциальными давлениями газов на масс-спектрометре. При этом начинается испарение алюминия.
4. Увеличьте ток до 150 мА в течение минуты до достижения стабильной скорости осаждения.

Лайнер подготовлен:

1. Для испарения используйте фиксированную позицию пучка электронов в центре расплава
2. Осаждение начинайте при примерно 125 мА и скорости 0,1 Å/с – 0,2 Å/с. При 150 мА скорость была 0,5 Å/с, 1,5 – 2,0 Å/с при 175 мА. Скорость упала с 4,6 Å/с до 2,5 Å/с за три минуты осаждения при 200 мА. Увеличение тока до 225 мА дало скорость 5,5 – 6,0 Å/с. При 250 Å/с скорость наблюдалась 12 ±1 Å/с
3. Установите ту скорость осаждения, которая Вам нужна, обнулите показания толщиномера и открывайте заслонку источника.

После использования VN лайнер выглядит хорошо. Алюминий смочил лайнер но не так сильно как графитовый.

Если у Вас остались вопросы по испарению алюминия, напишите нам на tech@cryosystems.ru

CRYOSYSTEMS
CRYOSYSTEMS