

BÀI THỰC TẬP

BÀI 4: CHẾ TẠO MÀNG MỎNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHÚN XẠ MAGNETRON DC

Biên soạn: Ths. Phạm Kim Ngọc

BM. Vật liệu Nano và Linh kiện màng mỏng

1

Thực tập: Phương pháp chế tạo màng mỏng

MỤC LỤC

1. LÝ THUYẾT	3
1.1 Cơ sở lý thuyết.....	3
1.2 Định nghĩa	3
1.3 Mô tả hệ Magnetron	4
1.4 Nguyên lý hoạt động.....	5
1.5. Phún xạ phản ứng	7
1.6 Hệ magnetron cân bằng và không cân bằng	7
2. THỰC TẬP	8
2.1 Chuẩn bị mẫu và bia phún xạ	8
2.2 Quá trình tạo chân không cho buồng phún xạ	9
2.3 Quy trình phún xạ	9
2.4 Quá trình tắt hệ chân không	10
3. BÁO CÁO THỰC TẬP	10

BÀI 1: CHẾ TẠO MÀNG MỎNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHÚN XẠ MAGNETRON DC

Biên soạn: ThS. Phạm Kim Ngọc

BM. Vật liệu Nano và Màng mỏng

Mục tiêu của bài thí nghiệm:

- Cung cấp cho SV những kiến thức cơ bản về cấu tạo, nguyên tắc hoạt động và cách vận hành một hệ máy phun xạ.
- Cung cấp cho SV quy trình chế tạo màng mỏng bằng phương pháp phun xạ.

Yêu cầu sinh viên sau khi học xong bài thí nghiệm:

- SV hiểu rõ nguyên tắc hoạt động, vận hành đúng hệ máy phun xạ.
- SV thực hiện được quy trình chế tạo màng mỏng bằng phương pháp phun xạ.

1. LÝ THUYẾT

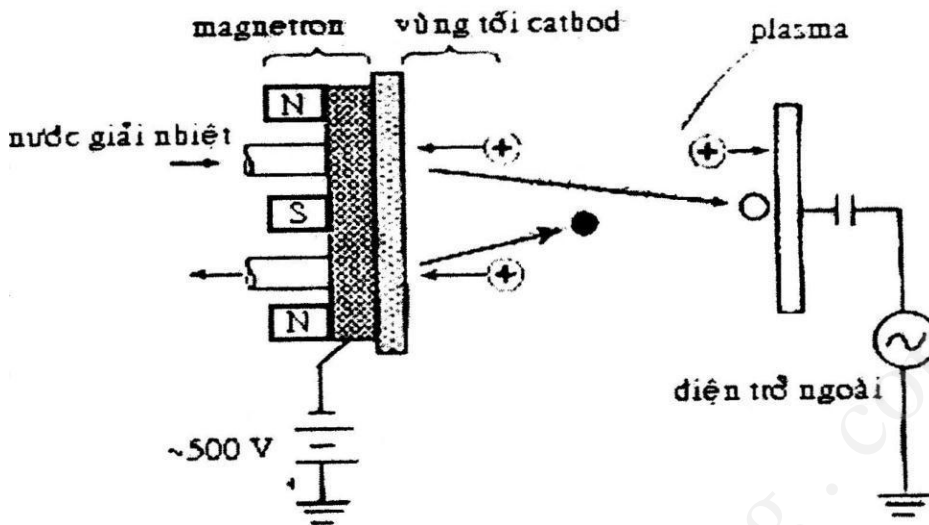
1.1 Cơ sở lý thuyết

Phun xạ là hiện tượng những nguyên tử trên bề mặt vật liệu bị bật ra ngoài khi bị bắn phá bởi các ion có năng lượng cao. Trong điều kiện chân không cao, các hạt (nguyên tử) này chuyển động một cách hoàn toàn ngẫu nhiên cho đến khi tìm được một vị trí phù hợp trên đế. Trong quá trình chuyển động này, nếu các hạt bị tích điện thì dưới tác dụng của điện trường chúng sẽ chuyển động thẳng. Đây có thể xem là một lợi thế của phương pháp phun xạ, vì các hạt vật liệu chuyển động thẳng từ bia đến đế theo cùng một kiểu. Chúng ta có thể điều khiển được độ dày của màng nếu biết tốc độ lắng đọng và chọn thời gian phun xạ thích hợp.

1.2 Định nghĩa

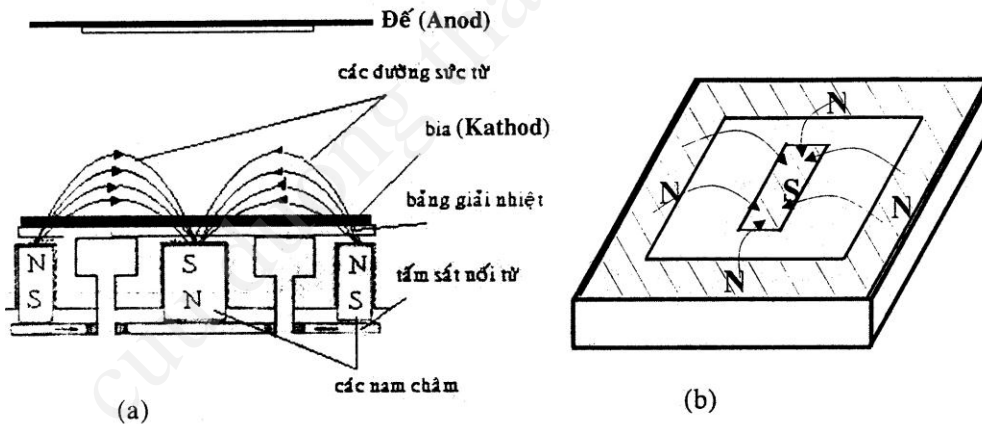
Phương pháp phun xạ magnetron là phương pháp phun xạ có sự tham gia kết hợp của từ trường và điện trường. Chúng ta biết rằng, trong phóng điện khí thường chỉ vài phần trăm các hạt khí bị ion hóa, nhưng phun xạ magnetron đạt được hiệu suất cao do hạn chế được sự mất mát điện tử thứ cấp bằng cách đặt một từ trường trực giao với điện trường và phù hợp với bề mặt bia để tạo thành bẫy điện tử. Bẫy này

tạo dòng cuộn điện tử trong điện từ trường khép kín mình, khi đó có thể đạt được dòng cao và vận tốc phun xáo.



Hình 1. Sơ đồ minh họa phương pháp phun xạ magnetron.

1.3 Mô tả hệ Magnetron



Hình 2. Hệ magnetron phẳng và các đường sức từ trên bề mặt bia.

Hệ phun xạ magnetron phẳng có thể xem như một diod phẳng, trong đó từ trường phối hợp với bề mặt cathod để tạo thành bẫy điện tử. Bẫy đó cần có dạng thích hợp để dòng cuộn điện tử tự khép kín mình.

Anode (để cần phủ màng): được nối đất, đặt song song và đối diện với cathod và được đặt trong vùng chiếu sáng cathod thứ hai của phóng điện ẩn để không cản trở sự phóng điện.

Cathod: được cấp thế âm, khoảng từ 200 – 800 V. Vật liệu cần phủ (bia) dùng để phun xạ là tấm kim loại. Trong quá trình phóng điện, bia bị các ion bắn phá nên nóng lên gây ra hiện tượng nhả khí hay làm nóng chảy vật liệu bia, do đó cathod được gắn chặt với một bảng giải nhiệt. Toàn bộ bia, bảng giải nhiệt tạo thành một tổ hợp cathod. Tổ hợp này được cách điện với đất.

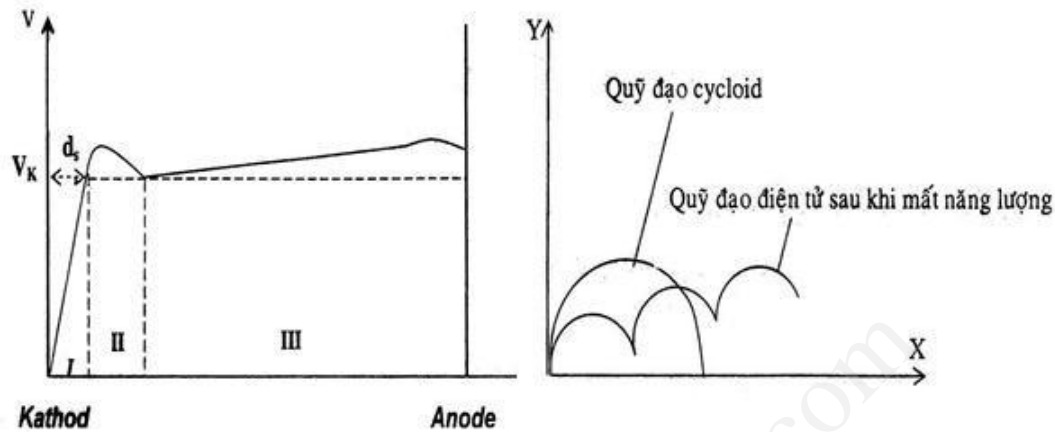
Từ trường được hình thành do một dòng nam châm bên ngoài bao quanh và đối cực với một lõi nam châm ở giữa (Hình 2b). Chúng được nối từ với nhau bằng một tấm sắt (việc nối từ có tác dụng khép kín đường sức từ). Bằng cách bố trí thích hợp vị trí giữa các nam châm ta có thể thu được cường độ từ trường trên bề mặt bia.

1.4 Nguyên lý hoạt động

Khi áp thế âm vào hệ, giữa cathod và anode sinh ra một điện trường E làm định hướng và truyền năng lượng cho các hạt mang điện có trong hệ (thông thường một thể tích khí ở điều kiện thường luôn chứa một số hạt mang điện). Khi áp suất thích hợp, khoảng không gian giữa các nam châm xuất hiện plasma, chứa ion dương, điện tử. Dưới tác dụng của điện trường lớn, ion dương tăng tốc bắn phá bề mặt cathod (bia). Ion có năng lượng lớn hơn công thoát của nguyên tử/phân tử vật liệu, sẽ truyền năng lượng cho các nguyên tử/phân tử làm cho các nguyên tử/phân tử này giải phóng ra ngoài. Quá trình này, đồng thời tạo ra các điện tử thứ cấp, làm tăng nồng độ điện tử.

Các điện tử này được gia tốc trong điện trường E , đồng thời bị tác động bởi điện trường ngang B (có tác dụng làm tăng quãng đường chuyển động của điện tử đến anod), làm ion hóa phân tử khí trơ do va chạm. Ion dương khí trơ lại bay đến catho trực tiếp tham gia vào quá trình phun xạ.

Trong quá trình tạo màng mỏng, nồng độ khí trơ giảm do quá trình ion hóa và do



bơm khuếch tán hút ra ngoài. Vì vậy, trong quá trình phún xạ, phải bổ sung khí liên tục trong suốt quá trình phún xạ.

2. Những đặc trưng riêng của phún xạ

Hình 3. Sự phân bố thế trong phóng điện khí và Quỹ đạo của điện tử.

Theo lý thuyết phóng điện khí, sự phân bố thế trong magnetron phẳng được chia làm 3 vùng:

- *Vùng sụt thế cathod (vùng I)*: điện trường lớn $E_k = V_k/d_s$. Trong vùng này điện tử thứ cấp sinh ra từ cathod sẽ được điện trường gia tốc để đi vào vùng ion hóa theo thương trực giao với nó.
- *Vùng ion hóa (vùng II)*: trong vùng này điện trường rất bé hơn so với E_k , điện tử có đủ năng lượng để ion hóa chất khí, khi va chạm với các phân tử khí, các điện tử sẽ mất năng lượng và quỹ đạo cycloid sẽ nhỏ dần (hình 3), còn các ion sinh ra do quá trình ion hóa sẽ được gia tốc trong vùng sụt thế cathod và thực hiện chức năng phún xạ.
- *Vùng plasma (vùng III)*: điện trường trong vùng này cũng rất bé hơn so với E_k .

Miền phóng điện mạnh nhất ở phía trên bề mặt cathod, tại miền có đường sức từ song song với cathod, đó cũng là miền tương tác chủ yếu giữa điện tử với các hạt khí

trở, cũng tại miền này quá trình ion hóa xảy ra mạnh nhất. Các ion được sinh ra không chịu tác dụng của từ trường sẽ bắn phá lên bề mặt làm phún xạ vật liệu và bị ăn mòn, vùng ăn mòn có dạng hình oval (gọi là đường đua).

1.5. Phún xạ phản ứng

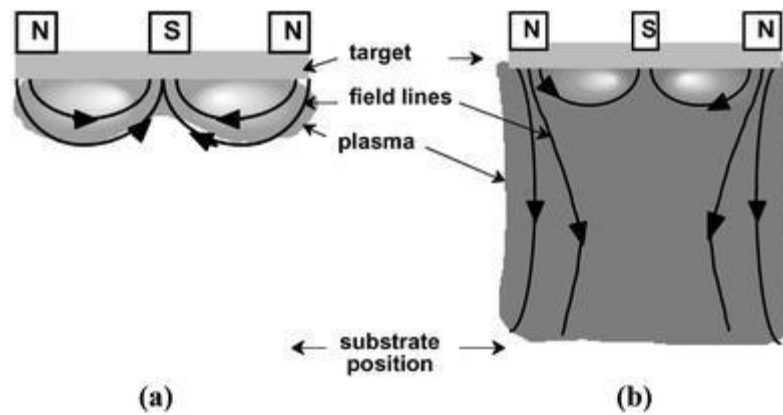
Phún xạ phản ứng là sự phún xạ bề mặt kim loại trong môi trường có khí hoạt tính như O_2 , N_2 , N_2O ... Màng mỏng tạo được là hợp chất giữa hạt phún xạ và khí hoạt tính.

Quá trình phún xạ trong plasma, các nguyên tử khí trung hòa va chạm với điện tử biến thành các chất khí có hoạt tính cao (khả năng tương tác hóa học lớn), các khí hoạt tính này phản ứng với hạt phún xạ trên bề mặt, trên đế và trong môi trường plasma. Trong đó, phản ứng tạo thành hợp chất chủ yếu xảy ra trên bề mặt và trên đế, còn trong môi trường plasma xảy ra ít hơn do có sự giới hạn của các định luật bảo toàn xung lượng.

Hạn chế của quá trình phún xạ phản ứng là tốc độ hình thành màng thấp và hồ quang. Tốc độ hình thành màng thấp là do năng lượng liên kết của các hợp chất cao hơn nên hiệu suất phún xạ hợp chất thấp. Còn hồ quang có thể được kiểm soát bởi phún xạ RF, vì trong phún xạ RF ion bắn phá bề mặt bề mặt trong suốt một chu kỳ và trong chu kỳ kế, nên điện tử trung hòa với điện tích vừa thành lập.

1.6 Hệ magnetron cân bằng và không cân bằng

Hệ magnetron cân bằng: các nam châm có cường độ như nhau, nam châm ở giữa khá mạnh để có thể kéo hầu hết các đường sức từ phát ra từ nam châm bên ngoài nên có đường sức từ trường khép kín. Do đó, các điện tử chịu tác dụng mạnh của từ trường ngang, các điện tử chủ yếu chuyển động gần bề mặt, ít bị va đập vào đế, đế ít bị đốt nóng, thích hợp tạo màng cho các loại đế không chịu được nhiệt độ cao.



Hình 4. Hệ magnetron cân bằng (a) và không cân bằng (b)

Hệ magnetron không cân bằng: nam châm ở giữa có cường độ yếu hơn, không đủ mạnh để có thể kéo vào tất cả các đường sức phát ra từ các nam châm vòng ngoài bao quanh nó. Chính vì thế, một vài đường sức không kéo vào, nó lượn uốn cong ra ngoài hướng vào để dẫn đến đường sức từ trường không khép kín. Do đó các điện tử ít chịu tác dụng của từ trường ngang, điện tử sẽ theo từ trường đến đến với vận tốc lớn, để bị điện tử va đập mạnh làm cho nó bị đốt nóng nhiều, thích hợp để tạo màng yêu cầu nhiệt độ cao.

2. THỰC TẬP

2.1 Chuẩn bị mẫu và bia phún xạ

Mẫu được sử dụng trong bài thực tập này là lam thủy tinh trong suốt và đế Si có diện tích 2 cm x 2 cm. Các bước xử lý bề mặt đế thủy tinh như sau:

Bước 1. Ngâm đế trong dung dịch NaOH loãng khoảng 30 phút, rửa lại bằng xà phòng và nước sạch.

Bước 2. Đánh siêu âm trong nước cất 15 phút. Bước 3. Đánh siêu âm trong acetone 15 phút.

Bước 4. Lau mẫu và sấy khô. Bước 5. Gắn mẫu vào buồng

Bước 6. Làm sạch bia và để vào hệ phún xạ, kiểm tra tiếp xúc điện.

Đối với đế Si thì quy trình tương tự nhưng bước 1 ngâm trong dung dịch HF loãng.

2.2 Quá trình tạo chân không cho buồng phún xạ

Bước 1. Kiểm tra điện, nước, khí nén.

Bước 2. Mở cầu dao điện, mở khí nén, mở nước giải nhiệt cho bơm khuếch tán, cho hệ magnetron.

Bước 3. Mở bơm sơ cấp, mở valve sơ cấp – buồng cho đến khi chân không đạt khoảng 10^{-2} torr.

Bước 4. Đóng valve sơ cấp – buồng. Mở valve sơ cấp – khuếch tán khoảng 5 phút. Mở bơm khuếch tán.

Bước 5. Sau khoảng 60 phút: đóng valve sơ cấp khuếch tán, mở valve sơ cấp – buồng cho mức chân không buồng phún xạ đạt khoảng 10^{-2} torr.

Đóng valve sơ cấp – buồng, mở sơ cấp – khuếch tán, mở valve khuếch tán – buồng.

Bước 6. Khi chân không buồng phún xạ đạt được khoảng 10^{-4} torr thì đợi thêm 30 phút, sau đó tiến hành quá trình phún xạ.

2.3 Quy trình phún xạ

Bước 1. Hút sạch đường ống khí. Cho khí Ar vào buồng phún xạ ở áp suất 7 mtorr. Điều chỉnh thế cấp vào magnetron tăng dần, sau đó xuất hiện plasma. Thay đổi giá trị thế để đạt dòng tẩy bia như mong muốn.

Bước 2. Sau khi tẩy bia sạch (plasma màu xanh), tắt thế, khóa khí, hút hết khí Ar trong đường ống ra ngoài.

Bước 3. Cho hỗn hợp khí phún xạ vào buồng theo đúng áp suất cần phún xạ. Bật công tắc nguồn phún xạ. Điều chỉnh giá trị điện thế cấp điện cho hệ magnetron tăng dần. Khi xuất hiện plasma, điều chỉnh dòng phún xạ (hay công suất phún xạ) theo điều kiện thực nghiệm.

Bước 4. Đưa mẫu vào vùng plasma. Tính thời gian phún xạ. Khi nào đạt được thời gian yêu cầu thì tắt thế phún xạ, tắt khí, tắt valve chính.

Bước 5. Đợi khoảng 1 giờ thì xả khí vào buồng, mở buồng, lấy mẫu ra.

2.4 Quá trình tắt hệ chân không

Bước 1. Tắt valve khuếch tán – buồng. Tắt bơm khuếch tán. Đợi khoảng 2 giờ cho bơm khuếch tán nguội.

Bước 2. Tắt valve sơ cấp – khuếch tán. Tắt bơm sơ cấp. Xả bơm sơ cấp. Bước 3. Tắt nước, tắt máy nén khí, tắt điện.

3. BÁO CÁO THỰC TẬP

1. Độ sạch của đế ảnh hưởng như thế nào đến độ bám dính và tính chất của màng mỏng?
2. Trình bày cấu tạo của hệ magnetron, vai trò của nam châm trong hệ magnetron. Nếu không có nam châm thì có thể thực hiện phún xạ được không? Tại sao?
3. Tại sao cần phải có nước giải nhiệt cho hệ magnetron trong quá trình phún xạ?
4. Trình bày quy trình phún xạ màng mỏng TiO_2 .
5. Nhận xét về màng mỏng chế tạo được (độ bám dính, màu sắc)

Ghi chú: SV làm bài báo cáo bằng bản in trên giấy A4, ghi rõ họ tên, mã số sinh viên và nhóm thực tập.

Tài liệu tham khảo:

1. Nguyễn Hữu Chí, Vật lý và kỹ thuật chân không, Trường ĐH Tổng hợp Thành phố Hồ Chí Minh, 1992.
2. Nguyễn Năng Định, Vật lý và kỹ thuật màng mỏng, NXB ĐHQG Hà Nội, 2005.
3. Kiyotaka Wasa, Thin film Materials Technology, Springer, 2004.

cuu duong than cong . com