

MERJENJE TEMPERATURE V VAKUUMSKIH SISTEMIH MED PVD-PROCESI NANAŠANJA TANKIH PLASTI

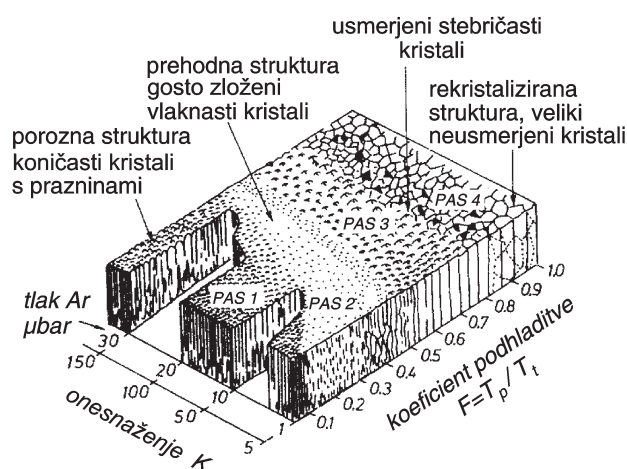
Peter Panjan

Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana

1 UVOD

Natačno merjenje temperature podlag med nanašanjem vakuumskih tankih plasti je, ne glede na to, ali jih segrevamo namenoma ali nenamenoma (npr. segrevanje zaradi visoke temperature lončka za napajanje), zelo pomembno z vidika nadzora procesov, ki potekajo med PVD-postopki nanašanja tankih plasti. Za kinetiko kondenzacije vakuumskih tankih plasti je temperatura kondenzacija eden od najpomembnejših parametrov nanašanja. Z njo je določena podhladitev kondenzata. Vakuumske tanke plasti lahko nastajajo le pri občutni podhladitvi, to je pri razliki med tališčem snovi, ki jo nanašamo, in temperaturo kondenzacije. V veliki večini primerov nanašamo vakuumske tanke plasti pri podhladitvi več sto stopinj Celzija.

Medsebojno primerjavo pogojev za kondenzacijo snovi, ki imajo različne temperature tališča, nam omogoča faktor podhladitve, ki ga določa razmerje temperatur kondenzacije in tališča. Od njega so odvisne številne morfološke podrobnosti rasti snovi z različnimi tališči kakor tudi njihove lastnosti. Zato je faktor podhladitve eden tistih parametrov nanašanja vakuumskih tankih plasti, ki jih mora tehnolog poznati. Vakuumske tanke plasti nastajajo največkrat pri faktorju podhladitve med 0,3 in 0,7.



Slika 1: Vpliv onesnaženja (K) in faktorja podhladitve (F) na mikrostrukturo napršenih tankih plasti bakra. Značilne so štiri strukture, ležeče v pasovih 1, 2, 3 in 4 med koordinatama K in F

Temperatura podlage pa ne vpliva le na lastnosti plasti, ampak tudi na lastnosti materiala podlage. Tako je npr. temperatura nanašanja klasičnih trdih PVD-prevlek okrog $450\text{ }^{\circ}\text{C}$, to je pod temperaturo popuščanja večine orodnih jekel, zato le-ta po nanašanju ohranijo dimenzijske tolerance in trdoto. Pri tej temperaturi tudi dosežemo optimalno adhezijo prevlek, ustrezno mikrostrukturo in druge funkcionalne lastnosti. Ta temperatura nanašanja pa je previsoka za preostala orodna jekla in jekla za strojogradnjo, ki so popuščana pri temperaturi okrog $200\text{ }^{\circ}\text{C}$. Zato se med nanašanjem trdih zaščitnih prevlek razkalijo.

Vsak postopek nanašanja vakuumskih tankih plasti poteka v štirih korakih: segrevanje, jedkanje, nanašanje in ohlajanje. Med temi procesi je veliko različnih dejavnikov, ki vplivajo na temperaturo podlage. To so lahko: energija kondenzacije, reakcijska entalpija pri reaktivnem procesu nanašanja, segrevanje zaradi plazme (obstreljevanje z ioni, elektroni, visokoenergijskimi nevtralnimi delci, obsevanje z UV-svetlobo), segrevanje zaradi sevanja taline v lončku za napajanje, obstreljevanje z elektroni pri naprševanju z "neuravnoveženimi" (unballanced) magnetroni ali obstreljevanje s kovinskimi ioni (pri vseh postopkih nanašanja s plazemskim lokom). Kadar poteka postopek nanašanja vakuumskih tankih plasti v plazmi, je torej temperatura podlag v glavnem odvisna od parametrov plazme. Pri ionskem prekrivanju (nanašanje tankih plasti z negativno ("bias") prednapetostjo na podlagah) je temperatura podlage zelo odvisna od gostote toka visokoenergijskih ionov. Segrevanje podlag zaradi ionskega obstreljevanja pa je zelo težko nadzorovati.

Pri celotnem procesu nanašanja vakuumskih tankih plasti in na vseh pozicijah podlag je torej neizogibno potrebno kontrolirati temperaturo. Ker se v vakuumskih sistemih toplota prenaša v glavnem s sevanjem, obstajajo veliki temperaturni gradienti. Obstreljevanje rastoče plasti z ioni (ionsko prekrivanje) je dodatna nevarnost za pregretje podlag z majhnim geometrijskim prerezom. Pogosto zadostuje, da vemo, da določena mejna temperatura, ki bi pomenila poškodbo materiala podlage, ni bila presežena. Tako je npr. pri

nanosu trdih prevlek na jeklo 100Cr6 (jeklo za kroglične ležaje) najvišja dovoljena temperatura 170 °C. Struktura in trdota takšnega jekla se lahko spremeni tudi, če je dolgo časa izpostavljeno temperaturi 160 °C.

2 MERJENJE TEMPERATURE PODLAG V VAKUUMSKIH SISTEMIH

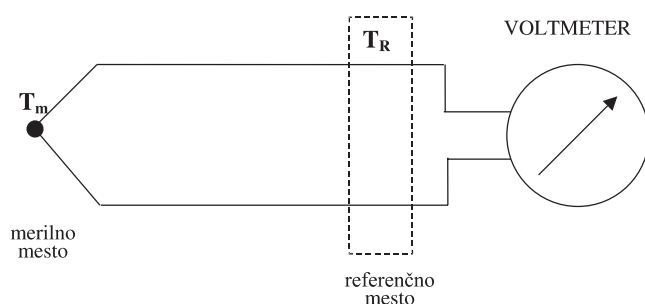
Najpogosteje se za merjenje temperature uporabljajo naslednje metode:

- merjenje s termočlenom, ki je v kontaktu s podlago;
- merjenje s termočlenom, ki ni v kontaktu s podlago;
- nekontaktno merjenje s pirometrom;
- merjenje z mehanskim termometrom (bimetalom), ki je v kontaktu s podlago
- kontrola maksimalne temperature z merjenjem zmanjšanja trdote referenčnega vzorca.

Vsaka od teh metod ima svoje prednosti in slabosti, ki jih bomo v nadaljevanju opisali.

2.1 Merjenje s termočlenom

Delovanje termočlena temelji na Seebeckovem efektu. Le-ta se pojavi med dvema različnima kovinama, ki sta na enem koncu (topli spoj) v stiku, na drugem (hladni spoj) pa sta priključeni na voltmeter. Če sta konca (spoja) na različnih temperaturah, se pojavi na kovinah razlika potencialov, ki jo lahko merimo. Merimo v bistvu samo temperaturno razliko vročega spoja (merilno mesto) in hladnega spoja (referenčno mesto, ki je praviloma na sobni temperaturi). Če je referenčna točka preblizu izvira za nanašanje plasti, obstaja nevarnost, da se segreje. Izmerjena temperatura bo v tem primeru nižja od realne. Vpliv temperature hladnega spoja lahko kompenziramo tako, da imamo dodatni termočlen na konstantni temperaturi (termostat) in oba povežemo, tako da se sprememba temperature hladnega spoja prišteje k merjeni temperaturi. Drugi način je kompenzacija z uporovnim mostičem, ki je sestavljen iz



Slika 2: Shema merilnega sistema za merjenje temperature s termočlenom

treh temperaturno neobčutljivih in enega temperaturno občutljivega upora. Napetost, ki se pojavi na temperaturno občutljivem uporu, se prišteje k merjeni in na ta način kompenzira merilno napako.

Na meritev temperature s termočlenom lahko moteče vplivajo tudi priključni kabli na izvire za nanašanje tankih plasti. To napajanje je pogosto pulzno, priključne moči pa so zelo velike. Če žice termočlena niso dobro zaščitene s kovinskim oklepom, se lahko v njih inducira napetost, ki je lahko veliko večja od sicer majhne termoelektrične napetosti. Priključitev termočlena z zaščitnim oklepom na vakuumsko posodo zahteva posebno izvedbo prirobnice, ki mora biti izdelana iz takšnega materiala, da se izognemo dodatnemu Seebeckovemu pojavu. Termočlen je najpogosteje vstavljen v tanko cevko iz nerjavečega jekla, ki je privarjena na prirobnico iz istega materiala. Pogosto pregibanje termočlena, ki je neizogibno pri priključitvi le-tega na podlage v vakuumskem sistemu, je lahko vzrok za nastanek zelo majhnih netesnosti, ki jih je težko lokalizirati. Če je termočlen vstavljen v tanko cevko iz nerjavečega jekla, lahko njegovo konico pripeljemo do katerekoli točke v vakuumskem sistemu. Problem, s katerim se pogosto srečujemo, je večkratna rotacija podlag ali če je nosilec podlag izmenljiv.

Če je termočlen pravilno vgrajen, je to zelo natančna in poceni metoda merjenja temperature podlag med nanašanjem vakuumskih tankih plasti. Odzivni čas termočlena je kratek, električni signal, ki ga daje, pa omogoča procesno kontrolo.

2.2 Merjenje s pirometrom

Pirometer preko optičnega sistema zajema toploto, ki jo izseva površina podlage, in jo primerja s sevanjem, ki ga oddaja vgrajena vroča nitka. Pirometer omogoča merjenje temperature na večje razdalje in brez kontakta s podlago. Merjenje temperature s preprostim pirometrom zahteva podatek o koeficientu emisije površine podlage. Le-ta pa se lahko med procesom nanašanja spreminja. Temu problemu se izognemo, če uporabimo pirometer, ki meri sevanje pri dveh različnih valovnih dolžinah in ki avtomatsko izračuna koeficient emisije. Pri merjenju temperature podlag v vakuumski posodi med nanašanjem tankih plasti je dodaten problem okno, skozi katerega prihaja sevanje. To okno, ki mora biti seveda presojno za svetlobo, ne sme biti izpostavljeno nanašanju tankih plasti. Zaščitimo ga s premično loputo, ki jo odpremo samo za kratek čas, ko traja meritev. Fokus optičnega sistema moramo nastaviti na podlago, katere temperaturo želimo izmeriti. Če se podlage vrtijo, lahko pirometer izmeri temperaturo stene vakuumske posode. Na izmerjeno vrednost temperature podlag s



Slika 3: Bimetalni površinski termometer (levo) in temperaturno občutljiva nalepka (desno)

pirometrom vpliva tudi temperatura okna in sevanje iz plazme, še zlasti pri nizkih temperaturah podlag.

2.3 Merjenje s površinskim termometrom

Če moramo samo preveriti, ali je v našem primeru najvišja procesna temperatura pod dovoljeno mejo, in nas ne zanima, kako se je le-ta med nanašanjem tanke plasti spreminjala, potem lahko uporabimo bimetralni površinski termometer ali temperaturno občutljivo nalepko. Takšen termometer lahko namestimo na poljubno mesto in ne potrebujemo nobenih povezav z žicami. Bimetralni površinski termometer je v bistvu vzmet, navita v spiralo. Bimetalna vzmet med segrevanjem odmakne kazalec, ki obstane na mestu, ki ustreza najvišji temperaturi med procesom nanašanja tanke plasti. Ker je takšen termometer majhen, ga lahko postavimo praktično na katerokoli pozicijo.

Temperaturno občutljiva nalepka ima vrsto kanalov, ki so napolnjeni s termokromnimi kemikalijami.

Če temperatura preseže določeno vrednost, pride do ireverzibilne spremembe barve v izbranem kanalu merilnika.

2.4 Merjenje spremembe trdote

V nekaterih primerih lahko kontroliramo temperaturo podlag tako, da pripravimo vzorce iz ustreznega jekla, ki je bilo kaljeno in popuščano pri želeni temperaturi. Tak način kontrole procesne temperature ima to prednost, da lahko pripravimo vzorec, ki ima enako geometrijo kot obdelovanec oz. podlaga, na katero nanašamo tanko plast. Med ionskim obstreljevanjem podlag se pogosto zgodi, da vsi deli orodja nimajo enake temperature. Z merjenjem trdote preskusnega vzorca po profilu lahko iz izmerjene trdote ugotovimo, kateri deli orodja so bili najbolj segreti. Sprememba trdote zaradi pregretja je v splošnem majhna, zato ta način kontrole temperature ni najbolj natančen.

3 SKLEP

Vse opisane metode merjenja temperature podlag med nanašanjem vakuumskih tankih plasti imajo svoje prednosti in omejitve. Če nas zanima zgolj najvišja temperatura med nanašanjem, potem so vse metode primerne za uporabo. Če pa želimo med nanašanjem temperaturo podlag natančno nadzorovati ali jo spreminjati preko močnostnih napajalnikov za izvire za nanašanje, potem so omejitve pri uporabi zgoraj opisanih merilnih metod precejšnje.