



รายงานผลโครงการวิจัย

การออกแบบและสร้างแคโทดสำหรับระบบปลูกฟิล์มบาง
อาร์เอฟแมกเนตรอนสปัตเตอริง

Design and construction of RF Magnetron Sputtering Cathode
for Planar Magnetron Sputtering System

งบประมาณเงินรายได้
คณะวิทยาศาสตร์ ประจำปี 2553
ประเภท ส่งเสริมนักวิจัย

รายงานการวิจัย

การออกแบบและสร้างแคโทดสำหรับระบบปลูกฟิล์มบางอาร์เอฟแมกเนตรอนสเปตเตอริง

**Design and construction of RF Magnetron Sputtering Cathode
for Planar Magnetron Sputtering System**

ชื่อผู้วิจัย

รศ.ดร.วรารุณี เถาลัดดา

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดินหรือรายได้ ประจำปีงบประมาณ 2553

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากจากเงินรายได้ ประจำปีงบประมาณ 2553 คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการออกแบบและสร้างแมกเนตรอนแคโทดสำหรับระบบปลูกฟิล์มบางอาร์เอฟแมกเนตรอนสปีดเตอริง แมกเนตรอนแคโทดที่สร้างขึ้นประกอบด้วย แม่เหล็ก ระบบหล่อเย็นและฐานรองเป้า แม่เหล็กที่ใช้เป็นแม่เหล็กนีโอไดเมียมเคลือบกันสนิมด้วยนิกเกิลแทนการใช้แม่เหล็กเฟอร์ไรท์แบบทั่วไป มีค่าสนามแม่เหล็กขนาด 4000 G มีระบบหล่อเย็นแม่เหล็กและเป้าด้วยน้ำ ฐานรองเป้าออกแบบให้รองรับเป้าทรงกลมมาตรฐานขนาด 3 นิ้ว จากการทดลองพบว่า แมกเนตรอนแคโทดสามารถทำให้เกิดพลาสมาดีสชาร์จภายใต้บรรยากาศของก๊าซอาร์กอน ก๊าซไนโตรเจนหรือก๊าซผสมระหว่างอาร์กอนและไนโตรเจนได้ที่ความดัน 2.5×10^{-3} mbar ด้วยกำลังของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่คลื่นวิทยุขนาด 200 W สเปกตรัมการเปล่งแสงของพลาสมาถูกศึกษาด้วยสเปกโตรมิเตอร์ รุ่น HR4000 ของบริษัท Ocean Optics ระบบถูกทดสอบโดยการปลูกฟิล์มบางอลูมิเนียมไนไตรด์ โดยใช้ก๊าซผสมระหว่างอาร์กอนกับไนโตรเจนด้วยอัตราส่วน 5:20 sccm ที่ความดัน 2.5×10^{-3} mbar ด้วยกำลังของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่คลื่นวิทยุขนาด 200 W เป็นเวลา 180 นาที จากการศึกษาภาคตัดขวางด้วย FE-SEM พบว่าฟิล์มมีความหนา 1.458 ไมโครเมตร มีความโปร่งแสงสูง โครงสร้างผลึกของ Aluminium Nitride ถูกวัดด้วยเทคนิค XRD พันระเชิงเคมีของ AlN ถูกยืนยันด้วยเทคนิค FTIR spectroscopy

Abstract

In this research, the magnetron cathode for planar RF magnetron sputtering system was designed and constructed. The constructed magnetron cathode was composed mainly of magnetic part, cooling system and target support. Nickel-plated neodymium magnet with magnetic field of 4000 G was used instead of conventional ferrite magnet. The magnet and the target were cooled by cooling water system. The magnetron was designed to support a 3” standard circular target. The experiment showed that the plasma discharge could be observed in argon, nitrogen or argon-nitrogen gas mixture atmosphere at the pressure of 2.5×10^{-3} mbar with RF power of 200 W. Optical emission of plasma was studied by spectrometer model HR4000 from Ocean Optics Company. The RF magnetron sputtering system was tested by the deposition of Aluminium Nitride thin film. The AlN film was prepared by sputtering the Aluminium target in Ar:N₂ gas mixture with ratio of 5:20 sccm at process pressure of 2.5×10^{-3} mbar. The RF power of 200 W was used and the deposition time was 180 minutes. The FE-SEM cross-section image of the film shows that the film thickness is 1.458 micron. The film is highly transparent. The crystal structure of AlN film was characterized by XRD, Al-N bonding was confirmed by FTIR spectroscopy.

สารบัญเรื่อง

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ.....	i
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ii
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	iii
สารบัญเรื่อง.....	iv
สารบัญรูป.....	v
บทที่ 1 บทนำ.....	1
บทที่ 2 หลักการและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 ชนิดของระบบสปัตเตอร์ริง.....	3
2.1.1 DC Sputtering.....	3
2.1.2 RF Sputtering.....	4
2.1.3 Magnetron Sputtering.....	5
บทที่ 3 การออกแบบและดำเนินการสร้าง.....	7
3.1 การออกแบบและสร้างแมกเนตรอนแคโทด.....	7
3.1.1 ส่วนแม่เหล็กและฐานรองรับแม่เหล็ก.....	7
3.1.2 ส่วนหล่อเย็นแม่เหล็กและฐานรองเป้า.....	8
3.1.3 ส่วนฐานและฝาครอบพลาสมา.....	10
บทที่ 4 ผลการดำเนินงาน.....	12
4.1 การประกอบและทดสอบการเกิดพลาสมาดีสชาร์จ.....	12
4.2 การศึกษาพลาสมาดีสชาร์จด้วยเทคนิค OES.....	15
4.3 การปลูกฟิล์มบาง Aluminium Nitride.....	16
4.3.1 การเตรียมฐานรอง (Substrate preparation).....	16
4.3.2 วิธีการปลูกฟิล์ม.....	17
บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงาน.....	18
ภาคผนวก.....	19
เอกสารอ้างอิง.....	24

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 DC Sputtering.....	3
2.2 RF Sputtering.....	4
2.3 Impedance matching network	5
2.4 Magnetron Sputtering	
(a) โครงสร้างของ Magnetron Sputtering แบบ DC หรือ RF.....	5
(b)-(d) ทิศของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กและการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน.....	5
3.1 แม่เหล็กวงแหวน (ซ้าย) และแม่เหล็กทรงกระบอก (ขวา).....	7
3.2 เป้าฐานรองแม่เหล็ก (ซ้าย) และแม่เหล็กที่ติดตั้งในเป้าฐานรองแม่เหล็ก (ขวา).....	8
3.3 เป้าหล่อเย็นแม่เหล็ก (ซ้าย) และแม่เหล็กที่ติดตั้งในเป้าหล่อเย็น (ขวา).....	8
3.4 ฝาปิดเป้าหล่อเย็นแม่เหล็กทำหน้าที่เป็นฐานรองเป้า.....	9
3.5 แผ่นเป้าที่ติดตั้งบนฐานรองเป้า.....	9
3.6 แมกเนตรอนแคโทดที่ติดตั้งบนส่วนติดตั้งกับห้องสุญญากาศ.....	10
3.7 แมกเนตรอนแคโทดพร้อมฝาครอบพลาสติก.....	11
4.1 เป้าหล่อเย็นที่ติดตั้งบนฐานรอง.....	12
4.2 แม่เหล็กที่ติดตั้งในเป้าหล่อเย็น.....	12
4.3 แมกเนตรอนแคโทดที่มีแผ่นเป้าติดตั้งอยู่.....	13
4.4 ระบบสุญญากาศที่ใช้ในการทดสอบการเกิดพลาสมาดีสชาร์จของแมกเนตรอนแคโทด.....	13
4.5 แมกเนตรอนแคโทดที่ติดตั้งในระบบสุญญากาศที่ใช้ในการปลูกฟิล์มบาง.....	14
4.6 การเกิดพลาสมาดีสชาร์จเหนือแผ่นเป้าอุโมงค์นิยมของแมกเนตรอนแคโทด.....	14
4.7 สเปกตรัมการเปล่งแสงของก๊าซอาร์กอน (เส้นสีแดง) และไนโตรเจน (เส้นสีน้ำเงิน).....	15
4.8 สเปกตรัมการเปล่งแสงของก๊าซผสมอาร์กอนและไนโตรเจน.....	16
4.9 ภาพถ่าย FE-SEM ของภาคตัดขวางของฟิล์มบาง Aluminium Nitride ที่ปลูกเป็นเวลา 180 นาที.....	17

1. บทนำ

การสปัตเตอร์ (sputtering) ได้ถูกนำมาใช้กับระบบเคลือบฟิล์มบางกันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน ทั้งในระดับอุตสาหกรรมและระดับงานวิจัย เนื่องจากเป็นวิธีการปลูกฟิล์มที่มีประสิทธิภาพและยืดหยุ่นต่อการใช้งาน โดยสามารถปลูกฟิล์มบางได้บนพื้นผิวเกือบทุกชนิด โดยฟิล์มดังกล่าวสามารถเป็นได้ทั้งตัวนำไฟฟ้าและฉนวนไฟฟ้า เช่น โลหะ สารกึ่งตัวนำ สารไดอิเล็กตริก รวมถึงอัลลอยและสารประกอบชนิดต่าง ๆ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดแหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้าที่นำมาใช้ โดยฟิล์มของตัวนำไฟฟ้าสามารถปลูกได้โดยใช้แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (d.c. power supply) ในขณะที่ฟิล์มของฉนวนไฟฟ้าสามารถปลูกได้โดยใช้แหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้าความถี่คลื่นวิทยุ (r.f. power supply)

ระบบปลูกฟิล์มบางที่มีประสิทธิภาพสูงซึ่งสามารถปลูกได้ทั้งฟิล์มของตัวนำไฟฟ้าและฟิล์มของฉนวนไฟฟ้า ได้แก่ ระบบอาร์เอฟแมกเนตรอนสปัตเตอร์ริง ซึ่งมีส่วนประกอบหลักและสำคัญที่สุดคือ แมกเนตรอนแคโทด ซึ่งต้องนำเข้าจากต่างประเทศด้วยราคาหลายแสนบาท ในประเทศไทยมีความพยายามในการพัฒนาแมกเนตรอนแคโทดและทำได้สำเร็จอยู่บ้างโดยนักวิจัยหลายกลุ่ม แต่ทั้งหมดเป็นแมกเนตรอนแคโทดที่ใช้กับแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC Magnetron Cathode) โครงการวิจัยนี้เป็นการนำเสนอการพัฒนาแมกเนตรอนแคโทดสำหรับระบบปลูกฟิล์มบางชนิดอาร์เอฟแมกเนตรอนสปัตเตอร์ริง โดยเน้นการใช้วัสดุที่หาได้ภายในประเทศทั้งหมด

การเคลือบฟิล์มบางเป็นกระบวนการที่มีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงหรือเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานหรือวัสดุรองรับให้มีสมบัติตามต้องการ เช่น ให้มีความทนทานถาวรหรือสวยงามขึ้น ตลอดจนถึงการใช้ประโยชน์ด้านอื่น วิธีการเคลือบฟิล์มบางที่มีประสิทธิภาพวิธีหนึ่งคือการเคลือบภายใต้ความเป็นสุญญากาศ ซึ่งสามารถทำได้ทั้งจากกระบวนการทางเคมี (chemical vapor deposition, CVD) หรือกระบวนการทางฟิสิกส์ (physical vapor deposition, PVD) อย่างไรก็ตามการเคลือบภายใต้ความเป็นสุญญากาศที่ได้รับความนิยมมากในปัจจุบัน คือ การเคลือบฟิล์มบางภายใต้ความเป็นสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์ เนื่องจากเป็นกระบวนการเคลือบที่ให้ผลการเคลือบที่ดี กล่าวคือ มีอัตราการเคลือบฟิล์มสูง รวมทั้งฟิล์มบางที่ได้มีความสม่ำเสมอดีมาก ตลอดจนสามารถขยายสเกลจากระดับวิจัยไปสู่ระดับอุตสาหกรรมได้ง่าย (Bunshah, 1994)

การเคลือบฟิล์มภายใต้ความเป็นสุญญากาศด้วยกระบวนการทางฟิสิกส์แบ่งได้เป็น 2 วิธี คือ วิธีการระเหยสาร (evaporation) ทำได้โดยการให้ความร้อนกับสารที่ต้องการเคลือบจนกลายเป็นไอพุ่งเข้าจับชิ้นงานในลักษณะของฟิล์มบาง และ วิธีการสปัตเตอร์ (sputtering) ทำได้โดยการใช้อิออนภาคพลังงานสูงวิ่งเข้าชนสารที่ต้องการเคลือบให้หลุดออกจากพื้นผิวของเป้า (target) เข้าจับชิ้นงานจนเกิดเป็นชั้นของฟิล์มบางจากการศึกษาพบว่า การเคลือบฟิล์มด้วยวิธีการสปัตเตอร์ให้ผลการเคลือบที่ดีกว่าการระเหยสาร โดยเฉพาะ

อย่างยิ่งการเคลือบด้วยแมกเนตรอนสเป็คเตอรืง ที่มีการติดตั้งแม่เหล็กไว้ที่ด้านหลังของคาโทด ซึ่งนอกจากเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของการเคลือบแล้วฟิล์มบางที่ได้ยังมีคุณภาพสูงกว่าอีกด้วย (Bunshah, 1994)

ปัจจุบันมีการนำวิธีการเคลือบฟิล์มด้วยการสเป็คเตอรืมาใช้ในอุตสาหกรรมสำหรับการผลิตเครื่องมือและวัสดุต่าง ๆ มากมาย เช่น การเคลือบแข็งบนพื้นผิวของเครื่องมือกลต่าง ๆ การเคลือบเลนส์ กระจกสะท้อนแสง กระจกเลเซอร์ สารกึ่งตัวนำ ฟิล์มตัวนำและฟิล์มตัวต้านทาน ฯลฯ สำหรับในแง่ของการวิจัย นักวิจัยสามารถใช้การเคลือบด้วยวิธีการสเป็คเตอรืในการเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นฟิล์มบางและมีความเป็นระเบียบ ทำให้ให้นักวิจัยสามารถศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของวัสดุในรูปของฟิล์มบางได้ ซึ่งปกติสมบัติบางประการไม่สามารถวัดได้เมื่ออยู่ในสภาพเป็นก้อน (bulk) สมบัติทางฟิสิกส์ดังกล่าวเป็นข้อมูลที่มีประโยชน์มากในการพัฒนาวัสดุเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมต่อไป (Smith, 1995)

โครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อออกแบบและสร้างแมกเนตรอนแคโทดของระบบปลูกฟิล์มบางอาร์เอฟแมกเนตรอนสเป็คเตอรืงโดยใช้วัสดุที่หาได้ในประเทศทั้งหมด

2. หลักการและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

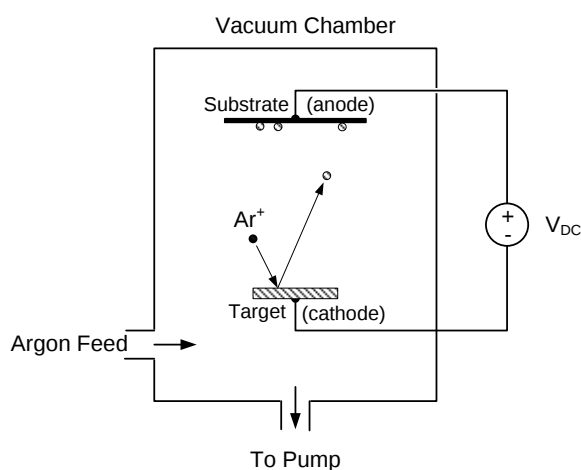
การสปัตเตอร์ คือ การที่อะตอมของวัสดุถูกทำให้หลุดออกจากพื้นผิวเมื่อถูกชนด้วยไอออนหรืออนุภาคที่มีพลังงานสูง กระบวนการสปัตเตอร์จะเกิดขึ้นภายใต้สภาวะสุญญากาศ โดยการป้อนก๊าซเฉื่อยซึ่งโดยทั่วไป คือ ก๊าซอาร์กอน ด้วยอัตราพอเหมาะ เมื่อมีการป้อนศักย์ไฟฟ้าที่เป็นลบแก่วัสดุที่ทำหน้าที่เป็นเป้า (target) เมื่อเทียบกับวัสดุฐานรอง (substrate) ก๊าซอาร์กอนจะแตกตัวเป็นพลาสมา ไอออนบวกในพลาสมาจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้าเข้าชนเป้า อะตอมที่พื้นผิวของเป้ารวมทั้งอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะหลุดออก อะตอมของเป้าจะตกลงบนพื้นผิวของฐานรองเกิดเป็นฟิล์มบาง ในขณะที่อิเล็กตรอนทุติยภูมิมีส่วนช่วยให้สภาวะพลาสมาสามารถดำรงอยู่ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

2.1 ชนิดของระบบสปัตเตอร์

ระบบสปัตเตอร์มีโครงสร้างที่ดัดแปลงให้แตกต่างกันในหลายลักษณะขึ้นอยู่กับการใช้งาน ซึ่งสามารถแบ่งตามโครงสร้างหลัก ๆ ได้ 3 ชนิด ดังนี้

2.1.1 DC Sputtering

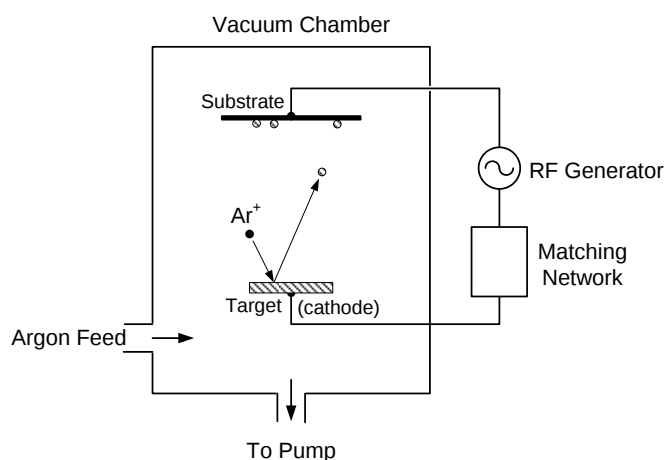
ระบบปลูกฟิล์มบางแบบ DC sputtering ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ววางขนานกัน ได้แก่ target (cathode) และ substrate (anode) ดังแสดงในรูปที่ 2.1 ไฟฟ้ากระแสตรงแรงดันสูงมากกว่า 1 kV จะถูกป้อนระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสองซึ่งวางอยู่ห่างกันประมาณ 2-3 cm ในห้องสุญญากาศ (vacuum chamber) โดยทั่วไป ก๊าซอาร์กอนที่ความดัน 0.1 - 1 torr จะถูกใช้เป็น sputtering gas



รูปที่ 2.1 DC Sputtering

พลาสมาจะเกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนทุติยภูมิที่หลุดออกจากผิวของ cathode ถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า กระแสตรงเข้าชนกับอะตอมของก๊าซอาร์กอน ทำให้ก๊าซอาร์กอนแตกตัวเป็นพลาสมาด้วยกระบวนการ impact ionization ความหนาแน่นของกระแสไอออนที่ขั้ว cathode จะมีค่าประมาณ 1 mA/cm^2 ระบบนี้ไม่สามารถใช้กับ target ที่เป็นฉนวนไฟฟ้าได้ เนื่องจากไฟฟ้ากระแสตรงไม่สามารถเดินทางผ่านฉนวนไฟฟ้าได้

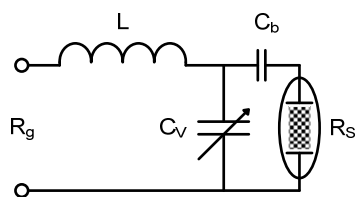
2.1.2 RF Sputtering



รูปที่ 2.2 RF Sputtering

ระบบปลูกฟิล์มบางแบบ RF sputtering มีโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 2.2 ประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ว วางขนานกัน ได้แก่ target (cathode) และ substrate เช่นเดียวกับแบบ DC sputtering แต่ใช้แหล่งจ่ายกำลังไฟฟ้าเป็นความถี่คลื่นวิทยุกำลังสูง (แอมพลิฟายเออร์ในช่วงระหว่าง 0.5 – 1 kV, ความถี่มากกว่า 0.1 MHz) ปกตินิยมใช้ความถี่ 13.56 MHz การใช้สนามไฟฟ้าความถี่สูงทำให้เพิ่มโอกาสในการชนกันระหว่างอิเล็กตรอนทุติยภูมิกับอะตอมของก๊าซเพื่อแตกตัวเป็นพลาสมาให้สูงขึ้น ดังนั้นระบบปลูกฟิล์มบางแบบ RF sputtering จึงสามารถทำงานได้ที่ความดันต่ำกว่ากรณีของ DC sputtering มาก กล่าวคือสามารถทำงานได้ที่ความดันระดับ 1 mtorr

การส่งคลื่นวิทยุความถี่สูงเข้าสู่ระบบ RF sputtering จำเป็นต้องใช้อุปกรณ์ปรับอิมพีแดนซ์ (impedance-matching network) เนื่องจากโดยทั่วไป rf power supply จะมีอิมพีแดนซ์ 50 โอห์ม ในขณะที่พลาสมามีอิมพีแดนซ์ระหว่าง 1 – 10 กิโลโอห์ม ระบบปรับอิมพีแดนซ์โดยทั่วไปจะประกอบด้วยวงจร LC ที่มีตัวเหนี่ยวนำค่าคงที่ 1 ตัว ตัวเก็บประจุปรับค่าได้ 1 ตัว และตัวเก็บประจุค่าคงที่ที่เรียกว่า blocking capacitor 1 ตัว ต่ออยู่กับ target ดังแสดงในวงจรดังรูปที่ 2.3

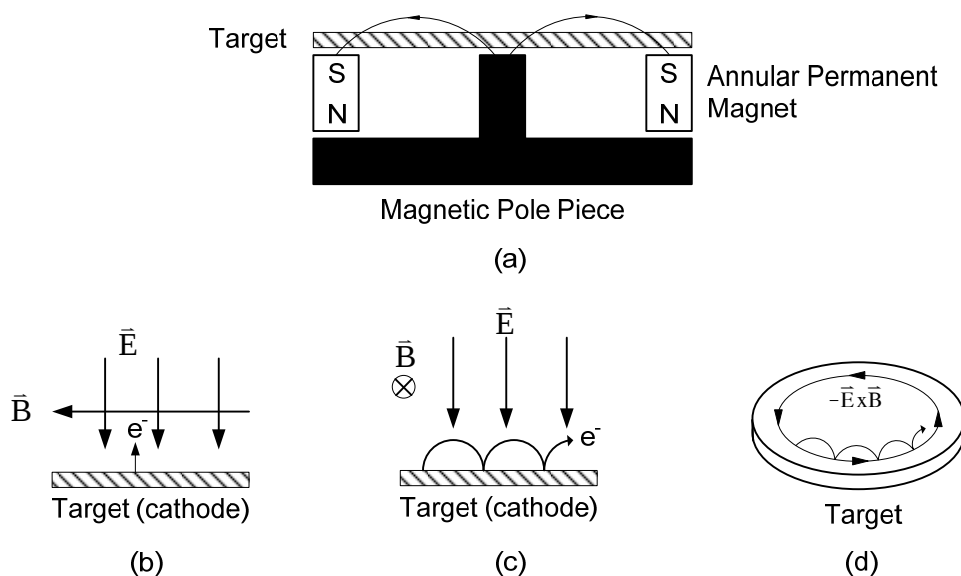


R_g : impedance of rf-generator, C_v : variable capacitor
 R_s : impedance of rf-discharge, C_b : blocking capacitor

รูปที่ 2.3 Impedance matching network

สัญญาณความถี่คลื่นวิทยุจะผ่านระบบปรับอิมพีแดนซ์เข้าสู่ target ซึ่งโดยทั่วไปจะมีพื้นที่ขนาดเล็กมากเมื่อเทียบกับ substrate และผนังห้องสุญญากาศที่ต่อเป็นกราวด์ ความไม่เท่ากันของพื้นที่ของขั้วไฟฟ้าทั้งสองจะเหนี่ยวนำให้เกิดศักย์ไฟฟ้ากระแสตรงที่เป็นลบ (negative dc bias) ขึ้นที่ target ด้วยขนาดเท่ากับแอมพลิจูดของโวลเตจของ rf power supply ศักย์ไฟฟ้านี้เป็นส่วนสำคัญที่ทำให้เกิดกระบวนการสเปคโตริงขึ้นที่ target ถึงแม้ target จะเป็นฉนวนไฟฟ้าก็ตาม

2.1.3 Magnetron Sputtering



รูปที่ 2.4 Magnetron Sputtering

(a) โครงสร้างของ Magnetron Sputtering แบบ DC หรือ RF

(b)-(d) ทิศของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กและการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน

ระบบปลูกฟิล์มบางแบบ Magnetron sputtering ได้รับการพัฒนาขึ้นตั้งแต่ปี 1970 เป็นระบบที่มีอัตราการปลูกฟิล์มสูง ในสถานะสุญญากาศความดันต่ำ จึงทำให้สามารถลดปัญหาการปนเปื้อนลงไปได้มาก ระบบ Magnetron sputtering จะมีการใช้สนามแม่เหล็กร่วมกับสนามไฟฟ้าทั้งแบบกระแสตรง (dc) หรือสนามไฟฟ้าความถี่คลื่นวิทยุ (rf) ทำให้ก๊าซแตกตัวเป็นพลาสมาได้ง่ายขึ้น โครงสร้างของระบบปลูกฟิล์มบางแบบ Magnetron sputtering มีหลายรูปแบบ แต่ที่นิยมใช้และผลิตในเชิงการค้ามีโครงสร้างดังรูปที่ 2.4

โครงสร้างดังรูปประกอบด้วยสนามไฟฟ้าในทิศทางตั้งฉากกับ target ร่วมกับสนามแม่เหล็กในทิศทางตั้งฉากกับสนามไฟฟ้าและขนานกับพื้นผิวของ target อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกกักกัน (trapping) โดยสนามแม่เหล็กทำให้เคลื่อนที่อยู่เหนือพื้นผิวของ target ขึ้นไปเล็กน้อย ผลของการกักกันอิเล็กตรอนเหล่านี้จะทำให้เกิดพลาสมาที่มีความหนาแน่นสูงบริเวณพื้นผิวของ target ดังนั้น การใช้สนามแม่เหล็กร่วมกับระบบปลูกฟิล์มบางแบบ DC sputtering และ RF sputtering จะช่วยให้ระบบทั้งสองมีประสิทธิภาพสูงขึ้น

ผลของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กที่ตั้งฉากกันจะทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ในทิศทาง $-E \times B$ ร่วมกับการเคลื่อนที่แบบ cycloid (cycloidal motion) ดังแสดงในรูปที่ 2.4(c) และ (d) ขนาดของสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กจะมีส่วนสำคัญต่อการกักกันอิเล็กตรอนไว้เหนือ target เช่น ในระบบ DC magnetron sputtering ป้อนศักย์ไฟฟ้า 600 V แก่ target ร่วมกับสนามแม่เหล็กขนาด 165 G จะทำให้อิเล็กตรอนถูกกักกันอยู่เหนือพื้นผิว target ภายในระยะ 0.5 cm เป็นต้น ในทางปฏิบัติจะใช้สนามแม่เหล็กที่มีความเข้มอยู่ระหว่าง 200 – 500 G ร่วมกับศักย์ไฟฟ้า 300 – 700 V (ต่ำกว่าเมื่อไม่มีสนามแม่เหล็กประมาณ 10 เท่า) (Waits, 1978) ที่ความดันระหว่าง 0.5 – 30 mtorr ซึ่งจะทำให้เกิดกระแสไอออนที่ target ระหว่าง 4 – 60 mA/cm² โดยทั่วไป RF magnetron sputtering จะมีประสิทธิภาพต่ำกว่า DC magnetron sputtering ประสิทธิภาพหนึ่ง แต่อย่างไรก็ตาม RF magnetron sputtering มีความจำเป็นในการสเปกโตรวัสดุที่เป็นฉนวนไฟฟ้า

3. การออกแบบและดำเนินการสร้าง

3.1 การออกแบบและสร้างแมกเนตรอนแคโทด

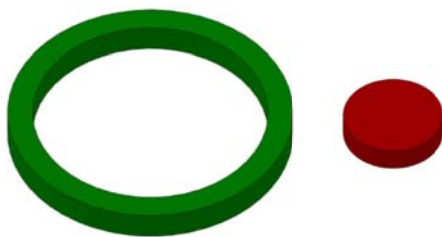
การออกแบบและสร้างแมกเนตรอนแคโทดของระบบปลูกฟิล์มบางอาร์เอฟแมกเนตรอนสเป็คเตอร่าในงานวิจัยนี้เน้นการใช้วัสดุที่หาได้ในประเทศทั้งหมด แมกเนตรอนแคโทดประกอบด้วย เป็นการออกแบบส่วนประกอบทั้งหมดของแมกเนตรอนแคโทด ทั้งขนาด วิธีการจับยึดชิ้นส่วนต่าง ๆ เข้าด้วยกัน การเลือกวัสดุที่เหมาะสมและหาได้ในประเทศไทย ทั้งวัสดุที่เป็นตัวนำไฟฟ้า วัสดุที่เป็นฉนวน วัสดุแม่เหล็ก เป็นต้น ระบบหล่อเย็นรวมทั้งระบบซีลความดันสุญญากาศ จะต้องได้รับการออกแบบและสร้างให้ เหมาะสม ในเรื่องขนาดของแมกเนตรอนแคโทดนั้นจะต้องออกแบบให้สามารถรองรับเป้า (Target) ขนาดมาตรฐานได้

แมกเนตรอนแคโทดที่สร้างขึ้นประกอบด้วยส่วนประกอบหลัก 3 ส่วน ได้แก่

- ส่วนแม่เหล็กและฐานรองรับแม่เหล็ก
- ส่วนหล่อเย็นแม่เหล็กและฐานรองรับเป้า
- ส่วนฐานและส่วนฝาครอบพลาสติก

3.1.1 ส่วนแม่เหล็กและฐานรองรับแม่เหล็ก

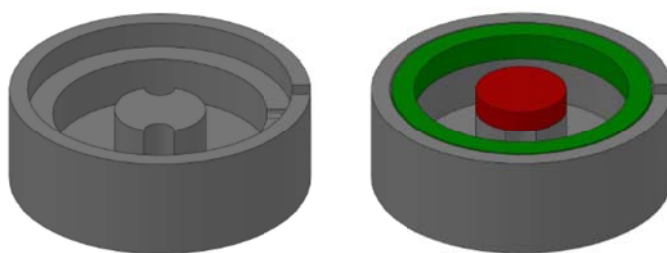
แม่เหล็กที่เลือกใช้งานในงานวิจัยนี้เป็นชนิด Nickel-plated neodymium magnet เป็นแม่เหล็กที่สร้างจาก นีโอไดเมียม เหล็กและโบรอน (NdFeB) แต่เนื่องจากนีโอไดเมียมเป็นวัสดุที่ไม่ทนทานต่อการกัดกร่อน แม่เหล็กชนิดนี้จึงต้องถูกเคลือบด้วยนิเกิลจึงไม่เป็นสนิมเมื่อถูกหล่อเย็นด้วยน้ำ สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูง ระหว่าง 80 ถึง 200 องศา เป็นแม่เหล็กที่ให้ความเข้มสนามแม่เหล็กสูงเมื่อเทียบกับแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ (ferrite) ที่ใช้กับแมกเนตรอนแคโทดที่ผลิตในเชิงการค้า นอกจากแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ไม่สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูงแล้วยังเป็นสนิมได้ง่ายเมื่ออยู่ในสภาพที่ถูกหล่อเย็นด้วยน้ำ



รูปที่ 3.1 แม่เหล็กวงแหวน (ซ้าย) และแม่เหล็กทรงกระบอก (ขวา)

แม่เหล็กที่ใช้ในแมกเนตรอนแคโทดประกอบด้วยแม่เหล็กนีโอไดเมียม 2 ชิ้น คือแม่เหล็กวงแหวนและแม่เหล็กทรงกระบอก ดังรูปที่ 3.1 แม่เหล็กวงแหวนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 57

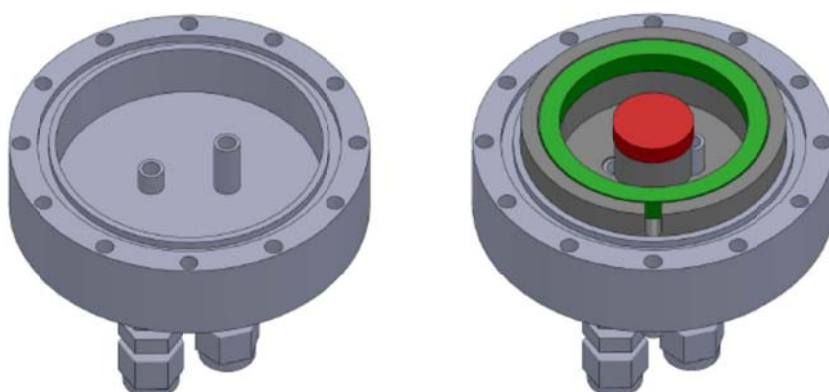
mm เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 47 mm หนา 6 mm มีสนามแม่เหล็กที่ผิว 4000 G และที่จุดศูนย์กลาง 340 G ส่วนแม่เหล็กทรงกระบอกมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 mm หนา 5 mm มีสนามแม่เหล็กที่ผิวบริเวณจุดศูนย์กลาง 2500 G แม่เหล็กทั้งสองจะถูกติดตั้งบนพื้นฐานรองที่ทำจากเหล็กอ่อนชุบกันสนิมด้วยนิกเกิล ด้วยเทคนิค electroless nickel plating ดังรูป 3.2(ซ้าย) เมื่อนำแม่เหล็กมาวางจะมีลักษณะดังรูป 3.2(ขวา) จากนั้นทำการวัดสนามแม่เหล็กที่ผิวของแม่เหล็กทรงกระบอกบริเวณจุดศูนย์กลาง พบว่ามีค่า 4000 G



รูปที่ 3.2 พื้นฐานรองแม่เหล็ก (ซ้าย) และแม่เหล็กที่ติดตั้งในพื้นฐานรองแม่เหล็ก (ขวา)

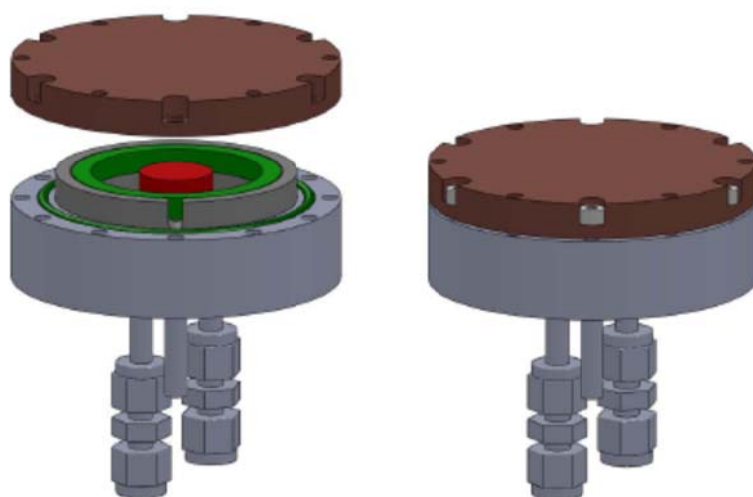
3.1.2 ส่วนหล่อเย็นแม่เหล็กและฐานรองเป้า

เนื่องจากขณะทำการสเปกโตริง เป้าที่วางอยู่เหนือแม่เหล็กจะถูกชนด้วยลำไอออนพลังงานสูง เป็นผลให้เกิดความร้อน เพื่อป้องกันความเสียหายที่จะเกิดกับแผ่นเป้าและแม่เหล็ก จำเป็นต้องมีการระบายความร้อนให้แก่เป้าและแม่เหล็ก ระบบระบายความร้อนที่ใช้โดยทั่วไปคือการระบายความร้อนด้วยน้ำ

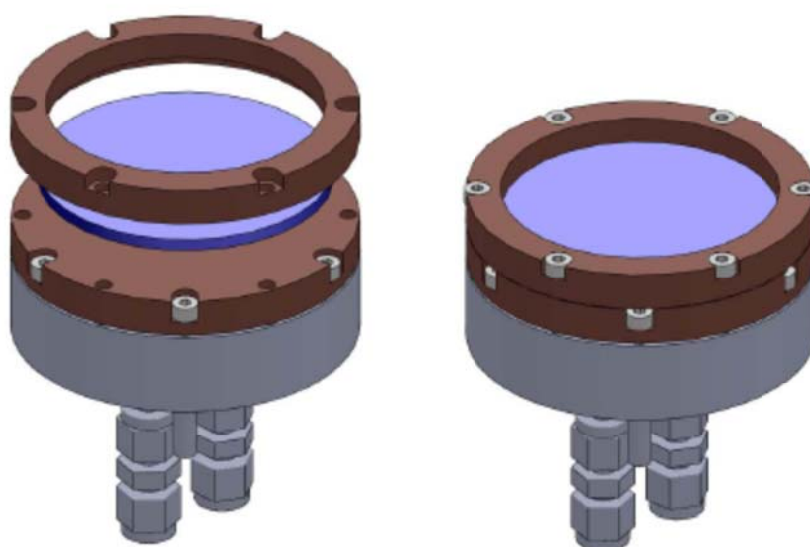


รูปที่ 3.3 เป้าหล่อเย็นแม่เหล็ก (ซ้าย) และแม่เหล็กที่ติดตั้งในเป้าหล่อเย็น (ขวา)

ในงานวิจัยนี้ เบ้าหล่อเย็นทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม มีท่อโลหะสอดผ่านจากด้านล่างสำหรับน้ำเย็นเข้า (ท่อสั้น) และน้ำออก (ท่อยาว) ปลายท่อด้านนอกทั้งสองติดด้วยหัวต่อ swagelok นอกจากนี้ที่ด้านล่างยังมีแท่งโลหะทำหน้าที่เป็นขั้วไฟฟ้าสำหรับต่อไปยังแหล่งกำเนิดสัญญาณ rf อีกด้วย ขอบของเบ้ามีร่องสำหรับยางกันน้ำรั่ว เบ้านี้มีขนาดพอดีที่สามารถรองรับเบ้าฐานรองแม่เหล็กได้ ดังรูปที่ 3.3 ฝาครอบทำด้วยทองแดงเพื่อให้มีการนำความร้อนและนำไฟฟ้าที่ดี ฝาครอบนี้จะถูกปิดเหนือเบ้าหล่อเย็นแล้วผนึกด้วยน็อตเหล็กกล้าไร้สนิมชุบเงินเพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้าระหว่างเบ้ากับฝาครอบ ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ฝาปิดเบ้าหล่อเย็นแม่เหล็กทำหน้าที่เป็นฐานรองเบ้า

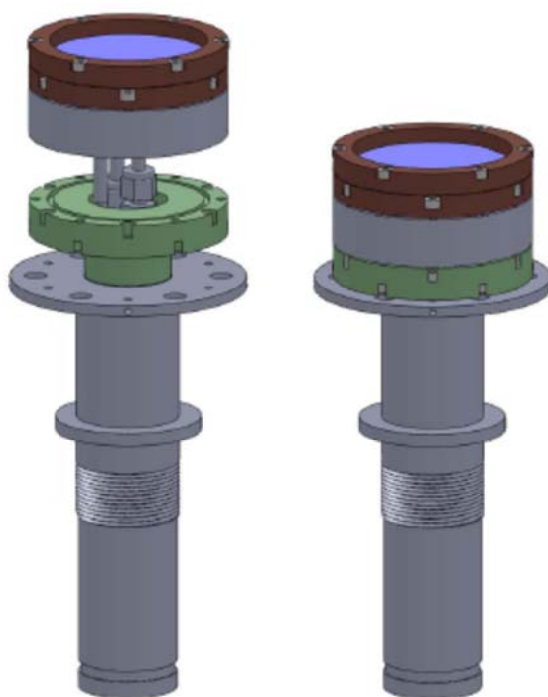


รูปที่ 3.5 แผ่นเบ้าที่ติดตั้งบนฐานรองเบ้า

ฝาคกรอบนั้นนอกจากทำหน้าที่ป้องกันการรั่วของน้ำหล่อเย็นแล้วยังทำหน้าที่เป็นฐานรองเป่าด้วยในการใช้งาน แผ่นเป่าขนาด 3 นิ้ว จะถูกวางไว้เหนือฝาคกรอบและถูกกดทับด้วยแหวนทองแดง ดังรูปที่ 3.5 โดยแหวนทองแดงจะถูกยึดไว้กับฐานรองเป่าด้วยน็อตเหล็กกล้าไร้สนิมชุบเงินเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการนำไฟฟ้าระหว่างแผ่นเป่ากับฐานรองเป่าให้ดียิ่งขึ้น สนามไฟฟ้าความถี่คลื่นวิทยุสามารถส่งผ่านจากแหล่งกำเนิดผ่านทางขั้วไฟฟ้าที่ฐานของเบ้าหล่อเย็นไปยังฐานรองเป่าและเข้าสู่แผ่นเป่าได้สะดวก

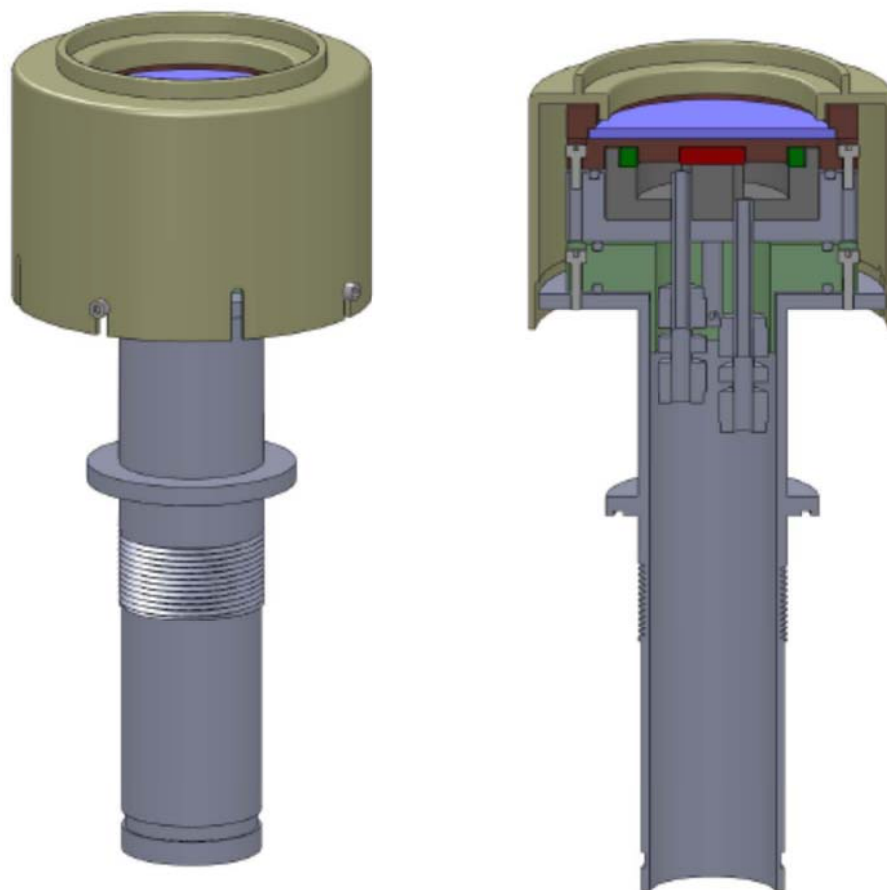
3.1.3 ส่วนฐานและฝาคกรอบพลาสติก

ส่วนฐานของแมกเนตรอนแคโทดประกอบด้วย 2 ส่วน คือส่วนฉนวนไฟฟ้าและส่วนติดตั้งกับห้องสุญญากาศ ส่วนฉนวนไฟฟ้าทำด้วยเทฟลอน ทำหน้าที่แยกส่วนของแมกเนตรอนแคโทดซึ่งต่อกับแหล่งกำเนิดสนามไฟฟ้าความถี่คลื่นวิทยุออกจากส่วนติดตั้งกับห้องสุญญากาศซึ่งเป็นกราวด์ทางไฟฟ้า โดยวางขึ้นอยู่ระหว่างแมกเนตรอนแคโทดกับส่วนติดตั้งกับห้องสุญญากาศดังรูปที่ 3.6 ส่วนของเทฟลอนนี้มีลักษณะเป็นรูตรงกลางเพื่อให้ส่วนของท่อน้ำหล่อเย็นและขั้วไฟฟ้าที่ด้านล่างของเบ้าหล่อเย็นสอดผ่านได้ ที่ขอบด้านบนและด้านล่างมีร่องยางเพื่อติดตั้งยางกันสุญญากาศ ส่วนติดตั้งกับห้องสุญญากาศมีลักษณะเป็นท่อทรงกระบอกมีฐานรองรับส่วนของฉนวนไฟฟ้า ท่อน้ำหล่อเย็นและสายส่งกำลังคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ความถี่วิทยุจะถูกต่อจากนอกห้องสุญญากาศมายังแมกเนตรอนแคโทดผ่านทางท่อนี้ ส่วนแมกเนตรอนแคโทดและฉนวนไฟฟ้าจะถูกยึดด้วยน็อตเหล็กกล้าไร้สนิมเข้ากับส่วนติดตั้งกับห้องสุญญากาศนี้



รูปที่ 3.6 แมกเนตรอนแคโทดที่ติดตั้งบนส่วนติดตั้งกับห้องสุญญากาศ

แมกเนตรอนแคโทดนี้จะถูกครอบด้วยฝาครอบพลาสติกซึ่งทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิมเพื่อป้องกันการเกิดพลาสมาบริเวณอื่นรอบ ๆ แมกเนตรอนแคโทดยกเว้นบริเวณด้านบนที่ติดตั้งแผ่นเป้าไว้เท่านั้น เมื่อติดตั้งฝาครอบพลาสติกกับแมกเนตรอนแคโทดแล้วจะมีลักษณะดังรูปที่ 3.7

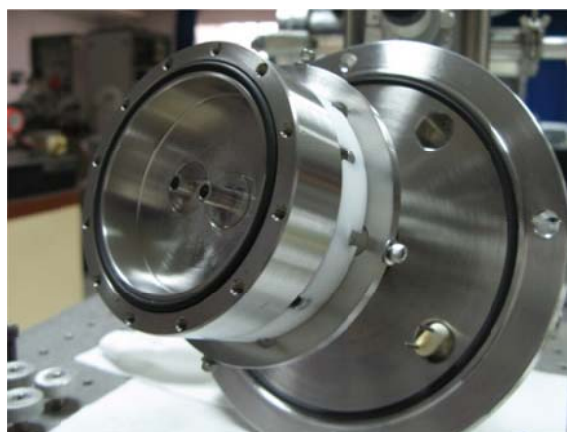


รูปที่ 3.7 แมกเนตรอนแคโทดพร้อมฝาครอบพลาสติก

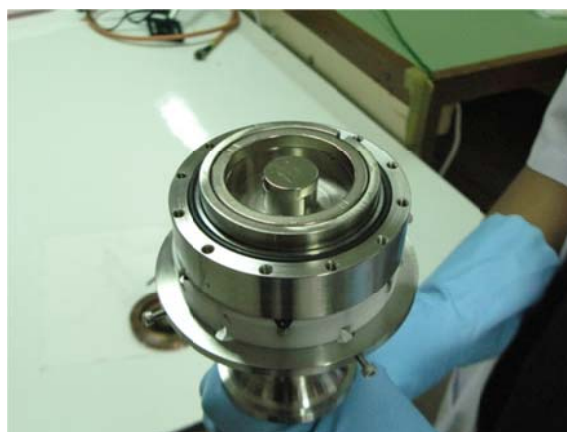
4. ผลการดำเนินงาน

4.1 การประกอบและทดสอบการเกิดพลาสมาดีสชาร์จ

ชิ้นส่วนของแมกเนตรอนแคโทดได้รับการประกอบเข้าด้วยกัน โดยเริ่มต้นที่การยึดฐานฉนวนไฟฟ้าซึ่งทำด้วยเทฟลอนบนส่วนติดตั้งกับห้องสุญญากาศ ดังรูปที่ 4.1(ซ้าย) จากนั้นต่อสายน้ำหล่อเย็นเข้ากับเบ้าหล่อเย็นแม่เหล็ก นำไปติดตั้งบนฐานฉนวนไฟฟ้าที่ยึดอยู่บนฐานของส่วนติดตั้งกับห้องสุญญากาศ เมื่อประกอบเสร็จจะได้ลักษณะดังรูปที่ 4.1(ขวา)



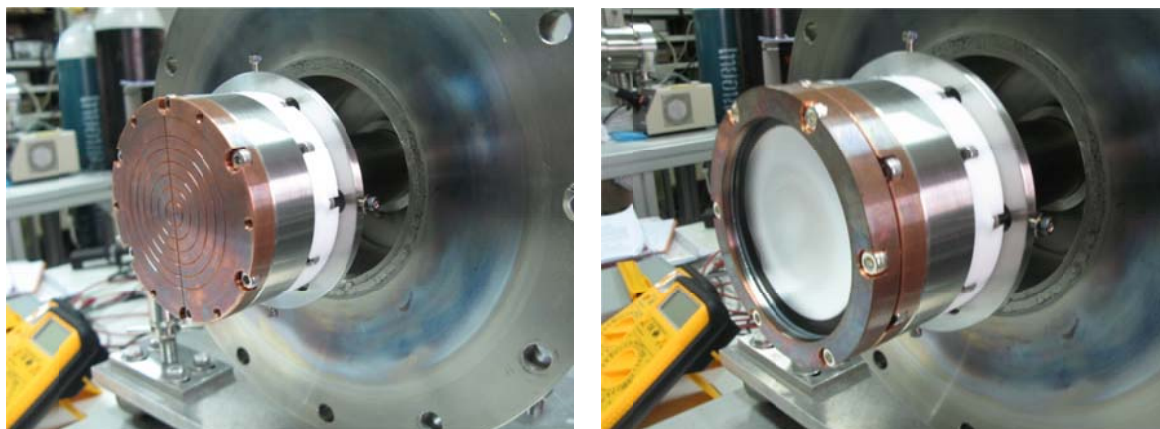
รูปที่ 4.1 เบ้าหล่อเย็นที่ติดตั้งบนฐานรอง



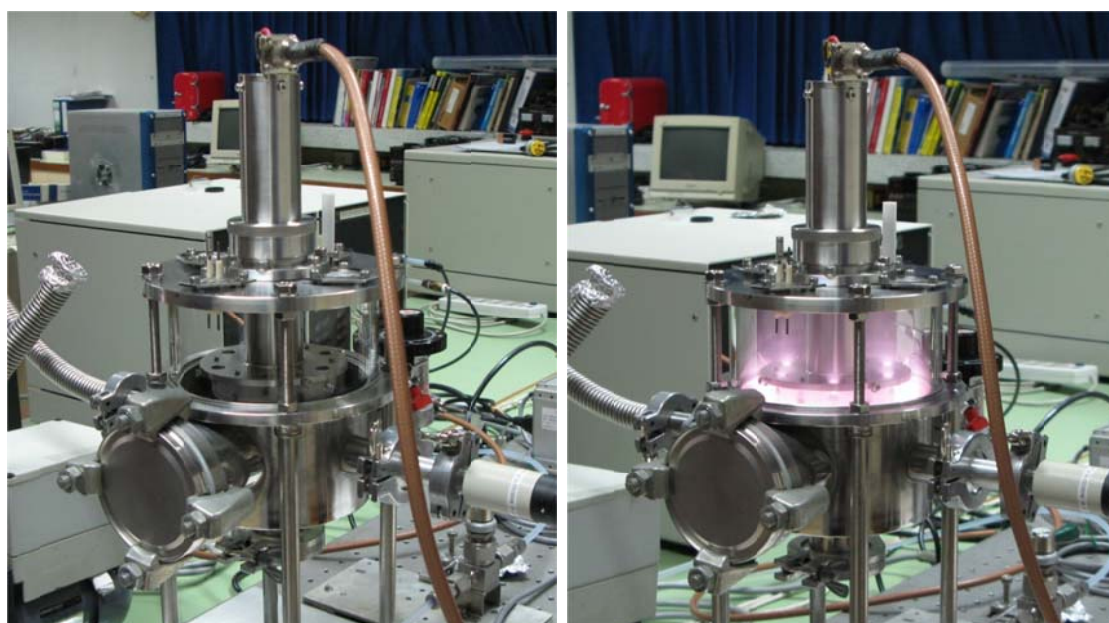
รูปที่ 4.2 แม่เหล็กที่ติดตั้งในเบ้าหล่อเย็น

นำแม่เหล็กมาติดตั้งบนฐานรองรับแม่เหล็ก ดังรูปที่ 4.2(ซ้าย) แล้ววางลงในเบ้าหล่อเย็น ดังรูปที่ 4.2(ขวา) จากนั้นปิดสลักกันน้ำรั่วด้วยฝาครอบ ดังรูปที่ 4.3(ซ้าย) ทำการทดสอบการรั่วซึมโดยการป้อนน้ำ

เข้าสู่เป็หล่อเย็น เมื่อพบว่าไม่มีการรั่วซึมของน้ำจึงนำแผ่นเป่าซึ่งในกรณีนี้คือเป่าอลูมิเนียม วางบนฝาครอบ แล้วยึดด้วยวงแหวนสำหรับยึดเป่า ดังรูปที่ 4.3(ขวา)



รูปที่ 4.3 แมกเนตรอนแคโทดที่มีแผ่นเป่าติดตั้งอยู่

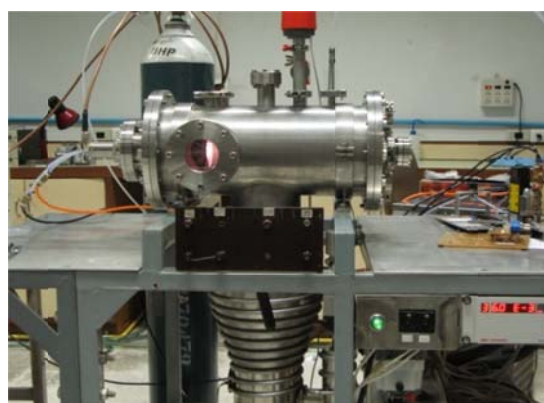


รูปที่ 4.4 ระบบสุญญากาศที่ใช้ในการทดสอบการเกิดพลาสมาดีสชาร์จของแมกเนตรอนแคโทด

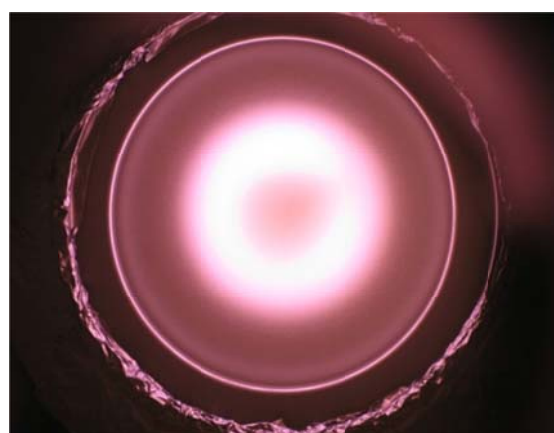
เมื่อระบบถูกประกอบถึงส่วนนี้แล้ว ได้ทดสอบการทำงานเบื้องต้นของแมกเนตรอนแคโทด การทดสอบการเกิดพลาสมาดีสชาร์จของแมกเนตรอนแคโทดทำโดยการนำแมกเนตรอนแคโทดที่ประกอบเรียบร้อยแล้วไปติดตั้งเข้ากับระบบสุญญากาศขนาดเล็ก ดังรูปที่ 4.4(ซ้าย) ปัมอากาศออกจากห้องสุญญากาศพบว่าสามารถทำความดันประมาณ 1×10^{-3} mbar ด้วยปั๊มสุญญากาศชนิดโรตารี แสดงว่าระบบที่ออกแบบและประกอบขึ้นนั้นไม่มีการรั่วของอากาศเข้าสู่ระบบ จึงทำการป้อนก๊าซอาร์กอนเข้าสู่ระบบจนมีความดัน

ประมาณ 1×10^{-2} mbar จากนั้นป้อนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่คลื่นวิทยุ ด้วยกำลังประมาณ 150 W แก่แมกเนตรอนแคโทด ผลการทดสอบพบว่าเกิดพลาสมาดีสชาร์จเป็นแสงสีม่วงซึ่งเป็นพลาสมาของอาร์กอนขึ้นรอบ ๆ แมกเนตรอนแคโทด ดังรูป 4.4 (ขวา) แสดงว่าระบบที่ประกอบขึ้นสามารถทำงานได้ตามเป้าหมาย

ขั้นตอนสุดท้ายของการประกอบก็นำส่วนฝาครอบพลาสมามาสวมทับส่วนของแมกเนตรอนแคโทดที่ประกอบไว้แล้ว แล้วยึดติดกับฐานของส่วนติดตั้งกับห้องสุญญากาศด้วยน็อตเหล็กกล้าไร้สนิม ดังรูปที่ 4.5(ซ้าย) จากนั้นนำไปติดตั้งเข้ากับระบบสุญญากาศที่ใช้สำหรับการปลูกฟิล์มบาง ดังรูปที่ 4.5(ขวา) แล้วทำการทดสอบการเกิดพลาสมาดีสชาร์จโดยใช้ขั้นตอนเดียวกับการทดสอบก่อนหน้านี้ ผลการทดสอบพบว่าเกิดพลาสมาดีสชาร์จมีลักษณะเป็นวงแหวนสีม่วงปรากฏเหนือแผ่นเป้า ดังรูปที่ 4.6 พลาสมาที่ปรากฏเป็นวงแหวนนี้เกิดเนื่องจากอิทธิพลของสนามแม่เหล็กที่ติดตั้งอยู่ภายในแมกเนตรอนแคโทดร่วมกับสนามไฟฟ้าของคลื่น rf นั่นเอง



รูปที่ 4.5 แมกเนตรอนแคโทดที่ติดตั้งในระบบสุญญากาศที่ใช้ในการปลูกฟิล์มบาง

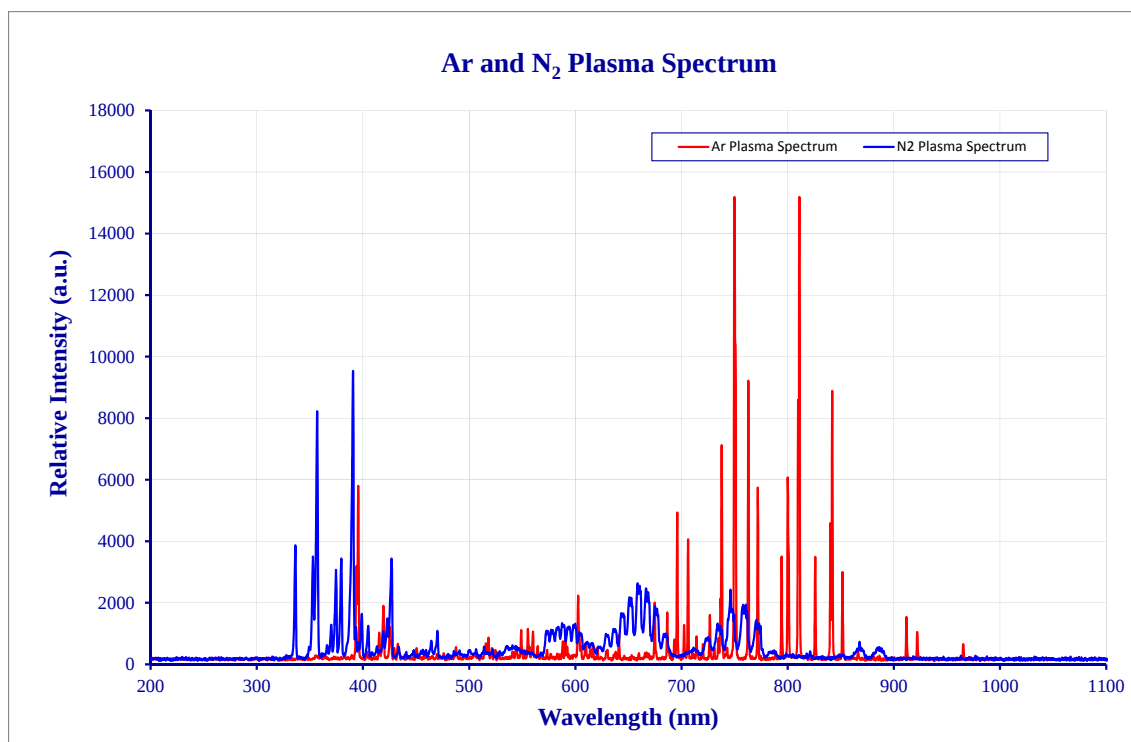


รูปที่ 4.6 การเกิดพลาสมาดีสชาร์จเหนือแผ่นเป้าลุ่มิเนียมของแมกเนตรอนแคโทด

4.2 การศึกษาพลาสมาดีสชาร์จด้วยเทคนิค OES

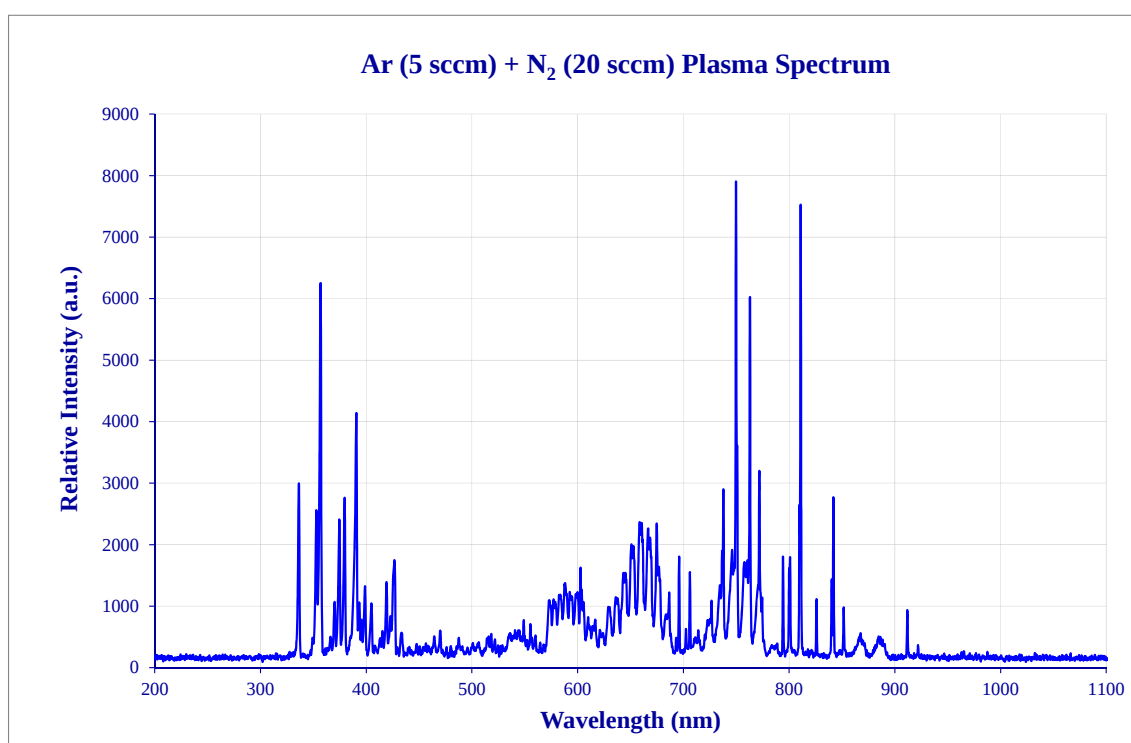
การศึกษากการแตกตัวเป็นพลาสมาของก๊าซเหนือแมกเนตรอนแคโทดหลังจากมีการป้อนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่คลื่นวิทยุให้แก่แมกเนตรอน ทำโดยการศึกษาสเปกตรัมของแสงที่เปล่งออกมาจากการแตกตัวเป็นพลาสมาของก๊าซ ซึ่งเรียกเทคนิคนี้ว่าการศึกษาสเปกตรัมการเปล่งแสง (Optical Emission Spectroscopy, OES)

ทำการปั๊มระบบสุญญากาศจนมีความดันประมาณ 2×10^{-6} mbar ด้วย Diffusion pump ขนาด 700 l/s ป้อนก๊าซอาร์กอนเข้าสู่ระบบผ่านทาง mass flow controller ด้วยอัตราการไหล 20 sccm ปรับ HV valve ของ Diffusion pump เพื่อลดอัตราการปั๊มลงจนความดันของระบบสุญญากาศเพิ่มขึ้นเป็น 2.5×10^{-3} mbar ป้อนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่คลื่นวิทยุ ด้วยกำลัง 200 W พบว่าเกิดการแตกตัวเป็นพลาสมาเหนือแผ่นเป้า ทำการวัดสเปกตรัมของแสงด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ รุ่น HR4000 ของบริษัท Ocean Optics ได้สเปกตรัมแสดงด้วยเส้นสีแดงในรูปที่ 4.7 จากนั้นทำการทดลองเช่นเดียวกันแต่เปลี่ยนเป็นก๊าซไนโตรเจน ได้สเปกตรัมแสดงด้วยเส้นสีน้ำเงินในรูปที่ 4.7 ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า แมกเนตรอนแคโทดที่สร้างขึ้นสามารถทำให้ก๊าซอาร์กอนและไนโตรเจนแตกตัวเป็นพลาสมาได้ดีเมื่อทำงานที่ความดัน 2.5×10^{-3} mbar ด้วยกำลังงานของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่คลื่นวิทยุขนาด 200 W



รูปที่ 4.7 สเปกตรัมการเปล่งแสงของก๊าซอาร์กอน (เส้นสีแดง) และไนโตรเจน (เส้นสีน้ำเงิน)

การออกแบบและสร้างแมกเนตรอนแคโทดของงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อใช้ในการปลูกฟิล์มบาง Aluminium Nitride ซึ่งต้องใช้ก๊าซผสมระหว่างอาร์กอนและไนโตรเจนในอัตราส่วน (Ar:N₂) 5:20 sccm จึงได้ทำการศึกษาการเปล่งแสงของพลาสมาผสมระหว่างอาร์กอนและไนโตรเจน โดยการป้อนก๊าซอาร์กอนด้วยอัตราการไหล 5 sccm และไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 20 sccm ปรับความเร็วปั๊มของ Diffusion pump จนความดันของระบบสุญญากาศมีค่า 2.5×10^{-3} mbar ได้สเปกตรัมการเปล่งแสงของพลาสมาดังรูปที่ 4.8 ผลการวัดแสดงให้เห็นว่าทั้งก๊าซอาร์กอนและไนโตรเจนสามารถแตกตัวได้ดีทั้งอยู่ในสถานะของก๊าซผสมที่ความดัน 2.5×10^{-3} mbar ด้วยกำลังงานของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่คลื่นวิทยุขนาด 200 W



รูปที่ 4.8 สเปกตรัมการเปล่งแสงของก๊าซผสมอาร์กอนและไนโตรเจน

4.3 การปลูกฟิล์มบาง Aluminium Nitride

แมกเนตรอนแคโทดที่ออกแบบและสร้างขึ้นในงานวิจัยนี้ ได้ถูกนำมาทดลองใช้ในการปลูกฟิล์มบาง Aluminium Nitride บนแผ่นแก้วสไลด์ โดยใช้ระบบสุญญากาศดังกล่าวข้างต้น โดยมีวิธีการดำเนินงานดังนี้

4.3.1 การเตรียมฐานรอง (Substrate preparation)

ในการทดลองนี้ใช้แผ่นแก้วสไลด์เป็นฐานรอง แผ่นแก้วนี้ถูกทำความสะอาดโดย piranha solution ซึ่งประกอบด้วย H₂SO₄ และ H₂O₂ ในอัตราส่วน 3:1 ที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 30 นาที ตามด้วยการล้างด้วยน้ำ DI เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นล้างด้วยน้ำ DI ในอ่าง ultrasonic เป็นเวลา 30 นาที เป่า

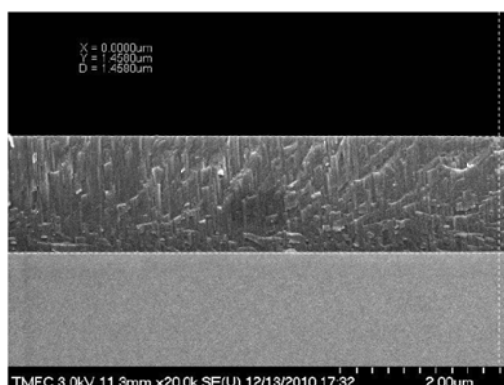
แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปติดตั้งในระบบสุญญากาศเหนือแมกเนตรอนแคโทดเป็นระยะ 80 mm

4.3.2 วิธีการปลูกฟิล์ม

ก่อนทำการปลูกฟิล์มระบบสุญญากาศจะถูกปั๊มจนมีความดัน 2×10^{-6} mbar จากนั้นทำการ presputtering เพื่อทำความสะอาดผิวหน้าของแผ่นเป้าอลูมิเนียม โดยการปิด shutter เพื่อป้องกันฐานรองที่เป็นแผ่นแก้วสไลด์ ป้อนก๊าซอาร์กอนเข้าสู่ระบบด้วยอัตรา 20 sccm ปรับอัตราการปั๊มจนระบบมีความดัน 1.5×10^{-3} mbar จ่ายคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่คลื่นวิทยุขนาด 200 W เพื่อให้เกิดพลาสมาเหนือแผ่นเป้าเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นลดอัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนลงเหลือ 5 sccm แล้วป้อนก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่ระบบด้วยอัตราการไหล 20 sccm รักษาระดับความดันไว้ที่ 2.5×10^{-3} mbar จากนั้นทำการ presputtering ต่อไปในบรรยากาศของก๊าซผสม Ar/N_2 เป็นเวลา 20 นาที

การปลูกฟิล์มจะเริ่มขึ้นในเงื่อนไขเกี่ยวกับการ presputtering ในบรรยากาศของก๊าซผสม Ar/N_2 ก่อนหน้านั้นเพียงแต่เปิด shutter เพื่อให้เกิดฟิล์มของ Aluminium Nitride บนแผ่นแก้วสไลด์เป็นเวลาดังต้องการ จากนั้นจึงปิด shutter และปิดกำลังของแหล่งกำเนิดคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่คลื่นวิทยุ ทั้งแผ่นแก้วสไลด์ที่มีฟิล์มของ Aluminium Nitride ไว้ในบรรยากาศของอาร์กอนที่ความดัน 1.5×10^{-3} mbar ต่อไปเป็นเวลา 60 นาที เพื่อให้ฟิล์มเย็นตัวลงสู่อุณหภูมิห้อง

ฟิล์มที่ปลูกได้ถูกนำไปถ่ายภาพตัดขวางด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ผลปรากฏว่า ในการปลูกฟิล์มเป็นเวลา 180 นาที ได้ฟิล์มหนา 1.458 ไมโครเมตร ดังแสดงดังรูปที่ 4.9 ฟิล์มมีความโปร่งแสงสูง โครงสร้างผลึกของ Aluminium Nitride ถูกวัดด้วยเทคนิค XRD พันธะเชิงเคมีของ AlN ถูกยืนยันด้วยเทคนิค FTIR spectroscopy รายละเอียดการทดลองและผลการวิเคราะห์แสดงไว้เอกสารงานวิจัยเรื่อง “Structural and Optical Characteristics of Aluminum Nitride Thin Films Deposited by Reactive RF Magnetron Sputtering” ในภาคผนวก



รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย FE-SEM ของภาคตัดขวางของฟิล์มบาง Aluminium Nitride ที่ปลูกเป็นเวลา 180 นาที

5. สรุปผลการดำเนินงาน

งานวิจัยนี้ได้ทำการออกแบบและสร้างแมกเนตรอนแคโทดสำหรับระบบปลูกฟิล์มบางอาร์เอฟแมกเนตรอนสปีดเตอริง แมกเนตรอนแคโทดที่สร้างขึ้นนี้ใช้หลักการทำให้ก๊าซแตกตัวเป็นพลาสมาด้วยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่วิทยุ (RF) ภายใต้อิทธิพลของสนามแม่เหล็ก แมกเนตรอนแคโทดที่สร้างขึ้นประกอบด้วยส่วนประกอบหลัก 3 ส่วน ได้แก่

- ส่วนแม่เหล็กและฐานรองรับแม่เหล็ก
- ส่วนหล่อเย็นแม่เหล็กและฐานรองเป้า
- ส่วนฐานและส่วนฝาครอบพลาสมา

แมกเนตรอนแคโทดที่สร้างขึ้นได้รับการทดสอบด้วยการศึกษาการเกิดพลาสมาดีสชาร์จด้วยระบบ OES โดยศึกษาการเกิดพลาสมาของก๊าซอาร์กอน ก๊าซไนโตรเจนและก๊าซผสมระหว่างอาร์กอนและไนโตรเจน ผลการทดสอบพบว่าแมกเนตรอนแคโทดสามารถทำให้เกิดพลาสมาดีสชาร์จได้กับก๊าซอาร์กอน ก๊าซไนโตรเจนหรือก๊าซผสมระหว่างอาร์กอนและไนโตรเจน ที่ความดัน 2.5×10^{-3} mbar ด้วยกำลังงานของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่คลื่นวิทยุขนาด 200 W

แมกเนตรอนแคโทดที่สร้างขึ้นนี้ถูกนำไปทดลองปลูกฟิล์มบาง Aluminium Nitride บนฐานรองที่เป็นแผ่นแก้วสไลด์ ในบรรยากาศของก๊าซผสมระหว่างอาร์กอนและไนโตรเจนด้วยอัตราส่วน 5:20 ที่ความดัน 2.5×10^{-3} mbar ด้วยกำลังงานของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าย่านความถี่คลื่นวิทยุขนาด 200 W พบว่าโดยการปลูกฟิล์มเป็นเวลา 180 นาที ได้ฟิล์มบาง Aluminium Nitride ที่มีความหนา 1.458 ไมโครเมตร ฟิล์มมีความโปร่งแสงสูง โครงสร้างผลึกของ Aluminium Nitride ถูกวัดด้วยเทคนิค XRD พันธะเชิงเคมีของ AlN ถูกยืนยันด้วยเทคนิค FTIR spectroscopy รายละเอียดการทดลองและผลการวิเคราะห์แสดงไว้เอกสารงานวิจัยเรื่อง “Structural and Optical Characteristics of Aluminum Nitride Thin Films Deposited by Reactive RF Magnetron Sputtering” ในภาคผนวก

ภาคผนวก



Structural and Optical Characteristics of Aluminum Nitride Thin Films Deposited by Reactive RF Magnetron Sputtering

A. Thedsakhulwong* and W. Thowladda

*Laser and Surface Physics Research Laboratory, Department of Physics, Faculty of Science,
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok, 10520, Thailand*

*Corresponding author. E-mail: amn_scii@hotmail.com

Abstract

Aluminum nitride (AlN) thin films of different thickness were deposited on glass substrates using a RF-reactive magnetron sputtering. Industrial grade aluminum sputtering targets were sputtered in a gas mixture of Ar:N₂ plasma. The thicknesses of the films at different deposition time were determined by means of spectroscopic reflectometry and the deposition rate could be carried out. The cross-section views of the films by field emission scanning electron microscope (FE-SEM) were used to verify the thickness. The Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) study confirmed the formation of Al-N bonding occurring on a thin film layer. The structural properties of the films were determined using X-ray diffraction (XRD). The optical band gap energy of AlN films on glass substrates was examined by optical transmittance measurement method. The film deposition rate of the system found to be 8.05 nm/minute with process pressure of 2.5×10^{-3} mbar, Ar:N₂ gas mixture of 5:20 sccm and RF power of 200 W. Peak corresponding to (002) plane of hexagonal wurtzite structure of AlN was observed in the XRD data, indicating the perpendicular orientation of c axis to the glass substrate surface. The FTIR peak at position of 675 cm⁻¹ indicated the occurrence of Al-N bonding. The optical band gap energy calculation using Tauc's relation was found to vary from 4.08 to 4.14 eV. AlN films were highly transparent in the visible region with an average transmittance of more than 90%.

Keywords: Aluminum nitride, Optical properties, RF-reactive magnetron sputtering

Introduction

Aluminum nitride (AlN) having wurtzite crystal structure is a wide band gap III-V semiconductor. AlN films have received considerable interest due to some important properties such as chemical stability, high thermal conductivity ($260 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$), wide direct band gap of 5.9-6.2 eV, high electrical resistivity ($\sim 10^{14} \Omega \text{ cm}$) and high acoustic velocity. Thus, AlN films are used for insulating layers, optical sensors in the ultra violet (UV) spectral range and surface acoustic wave devices [1-4].

Many techniques, such as sputtering CVD, PLD, and MBE, have been used to prepare AlN films on different substrates for different kinds of applications. In most of the above said methods the preparation temperature is very high which has the potential disadvantage of degradation of the substrate and the AlN thin film during deposition due to thermal damage. Hence, room temperature preparation of AlN is attractive and very important. The radio-frequency reactive magnetron sputtering is a quite effective and inexpensive method for the fabrication of the AlN thin films at low temperature.

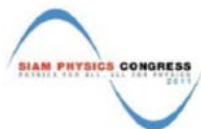
In this work, we report on the deposition of AlN thin films on glass substrates by RF reactive magnetron sputtering. We report their structural characterization by X-ray diffraction (XRD), the formation of Al-N bonding by FTIR spectroscopy, the

film thickness determination by spectroscopic reflectometry method. In addition, we examined the optical transmission in wavelength range of 200 – 900 nm. Based on these results, the band gap is calculated by using the Tauc model.

Materials and Methods

System Configuration

The AlN films were deposited in a RF-reactive magnetron deposition system. A stainless steel vacuum chamber equipped with a diffusion pump of 700 l/s pumping speed was used as a deposition chamber. The working pressure was controlled manually via butterfly valve mounted on the inlet port of the pump. Ultra-high purity argon and nitrogen gases were used as sputtering and reactive gases, respectively. The flow rates and gas mixture ratios of argon and nitrogen introduced into the chamber were controlled separately by mass flow controllers (SIERRA Model 810C MFC). The active inverted magnetron gauge (Edwards Model AIM-X-NW25) was used to monitor the pressure in the chamber. The magnetron sputtering source with a 3 inch-diameter industrial grade (purity: 99.9%) aluminum target was operated by a 650 W, 13.56 MHz radio frequency (RF) power supply.



Substrate preparation

The microscope glass slide substrates were cleaned in piranha solution. This solution was composed of H_2SO_4 and H_2O_2 with a mixture ratio of 3:1. The cleaning process was carried out at a solution temperature of 120 °C for 30 minutes followed by rinsing with DI water for 5 minutes. Then the substrates were ultrasonically cleaned in DI water for 30 minutes and dried with nitrogen gas immediately. Finally, the substrates were baked at temperature of 120 °C for 30 minute. After cleaning, a substrate was placed at 80 mm along vertical axis from the aluminum target on an uncooled sample holder.

Deposition methods

Prior to any deposition, the sputtering chamber was evacuated to below 2.0×10^{-6} mbar and then performed a presputtering process to clean the target. By this process the target was sputtered with a shutter closed in argon atmosphere for 30 minutes at argon flow rate of 20 sccm, chamber pressure of 1.5×10^{-3} mbar and RF power of 200 W. After that, argon and nitrogen gases were introduced into chamber with Ar:N₂ flow ratio of 5:20 sccm and a chamber pressure was maintained at 2.5×10^{-3} mbar then sputtering was continued in Ar/N₂ atmosphere 20 minutes.

The AlN deposition process was carried out in Ar/N₂ atmosphere under the same conditions as the last presputtering but with shutter opened. To achieve different thicknesses, the deposition time was varied while the other parameters, such as gas composition (Ar and N₂), pressure and RF power were kept constant. After the deposition time was complete, the film was kept in argon atmosphere at the chamber pressure of 1.5×10^{-3} mbar for 60 minute for cooling down the substrate to room temperature.

Film characterization

The crystalline structure of the aluminum nitride films was characterized by X-ray diffraction (XRD; Bruker: D8 Advanced). Also, the Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR; IRPrestige-21 Shimadzu Scientific Instruments) was used to identify the chemical composition of the deposited films on glass slide substrates. The thicknesses of the films were determined by means of spectroscopic reflectometry (HR4000, Ocean optics) in the wavelength range of 400-800 nm with resolution of 0.2 nm. This reflectometry is composed of a visible light source and a spectrometer which is used to measure interference spectrum of the visible light reflected at front and rear surfaces of the film. The field emission scanning electron microscope cross-section images (FE-SEM, Hitachi S-4700) were used to verify the film thicknesses. To determine the optical properties of the deposited films on glass substrates, transmittance spectra at normal incidence were measured with a spectrophotometer (T90+ UV/VIS Spectrometer PG Instruments Ltd.) in the range of 200 – 900 nm with accuracy of 0.5 nm.

Results and Discussion

Films Thickness and Deposition rate

The process parameters for deposition are listed in Table 1. The thicknesses of AlN films with various deposition times are obtained using spectroscopic reflectometry. These thicknesses obtained by comparing the wavelengths at maximum interference with a theoretical dataset are shown in Figure 1. It can be seen that an increase in deposition time results in a linearly increase in the AlN film thickness. Based on this result, the deposition rate is found to be 8.05 nm per minute.

Table 1: Process parameters for the deposition of AlN deposition

Objects	Specification
Target	Al (99.9%)
Substrate	Glass slide
Target to substrate distance	80 mm
Base pressure	2.0×10^{-6} mbar
Working pressure	2.5×10^{-3} mbar
Sputtering gas (Ar:N ₂)	5:20 sccm
RF Power	200 W
Deposition time	15 – 240 min

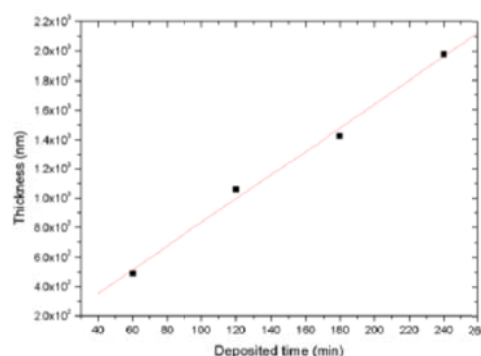


Figure 1 The film thickness as function of deposition time.

The FE-SEM cross-section image of AlN with deposition time of 180 minutes is shown in Figure 2. The film exhibited highly-oriented columnar structure perpendicular to the surface of glass substrate, where the grain boundaries among columns and good cohesion between the AlN film and the glass substrate were obviously observed. The cross-section image depicts the films thickness of 1,458 nm. This value is in the vicinity of 1,428 nm which is obtained from reflectometry method with an error of approximately 2%.

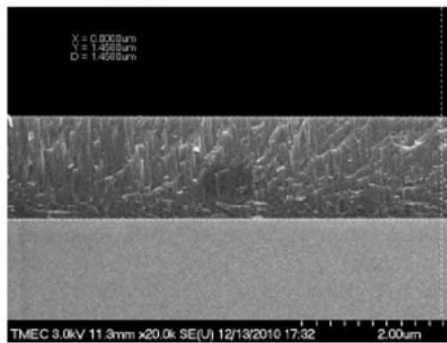


Figure 2 FE-SEM cross-section image of Aluminum nitride film with deposition time of 180 minutes.

Compositional and structural analyses

The XRD patterns of AlN films deposited on glass substrates at different deposition time are shown in figure 3. Peaks corresponding to the (002) and (103) planes AlN were observed at 2θ values of 35.9° and 66.0° respectively [5]. The other peak, centered at 37.8° , represents the diffraction from the AlN (101) plane. This peak has disappeared at deposition time of 30 minutes. All the peaks are indexed on the basis of the hexagonal wurtzite structure. The AlN (002) peaks are observed for all of films. This indicates the preferential AlN growth orientation along the c-axis perpendicular to the surface of substrate. The (103) diffraction peak appears at deposition time of 120, 180 and 240 minutes. This peak confirms the formation of polycrystalline AlN due to higher substrate temperature as increasing in deposition time.

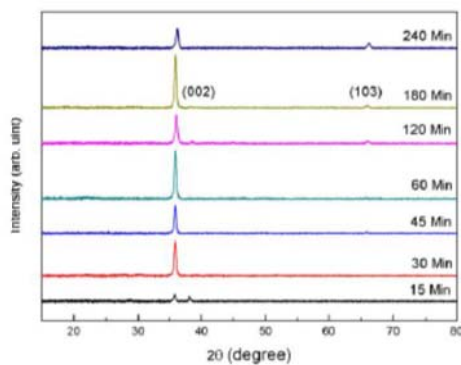


Figure 3 XRD pattern of Aluminum nitride films on glass substrate with different deposition time.

In order to confirm the formation of aluminum nitride, the FTIR spectrometry preferred for measurement. The spectra in Figure 4 exhibit a single absorption peak at wavenumbers of 675 cm^{-1} responding to the characteristic of transverse optical (T_0) E_1 mode of aluminum nitride [6].

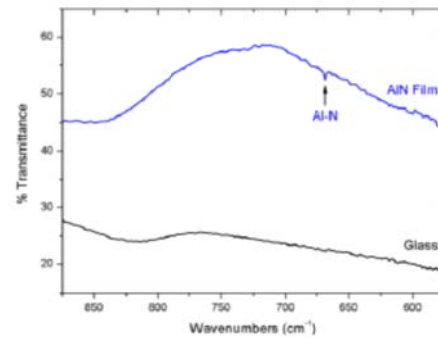


Figure 4 FTIR spectrum of Aluminum nitride films on glass substrates.

Optical properties

The optical transmittance spectra of all AlN films are represented in Figure 5. The results show that films are highly transparent with corresponding to transmittance of 80-100 % in the visible region. Precipitous transmission spectra are clearly observed in the wavelength region of 290-335 nm reflecting the excellent semiconductor behavior with direct optical band gap. The corresponding optical band gap energy of AlN films can be calculated by following equation:

$$\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^{1/2} \quad (1)$$

Where E_g is optical band gap energy, $h\nu$ is photon energy, A is constant, α is absorption coefficient which is calculated from the following expression:

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln \frac{I_0}{I} = \frac{1}{d} \ln \frac{1}{T} \quad (2)$$

where d is the film thickness and T is transmittance. The corresponding optical band gap energies interpreted from the interception of $(\alpha h\nu)^2$ versus $h\nu$ are depicted as shown in Figure 6. The results indicate that the optical band gap energies of AlN films are in the vicinity 4.08 – 4.14 eV.

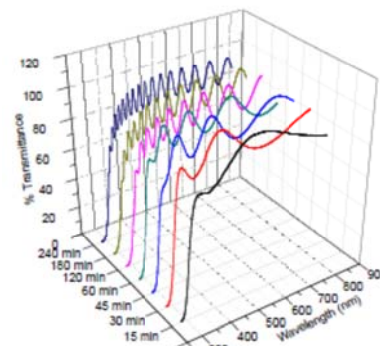
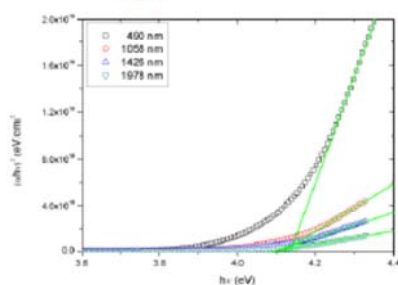
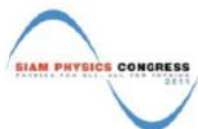
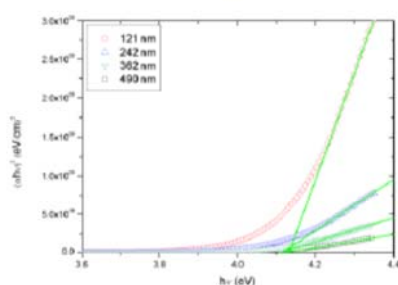


Figure 5 Transmittance spectrum of Aluminum nitride films with different deposition time.



(a)



(b)

Figure 6 Optical band energy of Aluminum nitride films with different films thickness.

Conclusions

The aluminum nitride films grown on glass substrates by RF-reactive magnetron sputtering method have been studied. The film thickness obtained by spectroscopic reflectometry method is an error approximately 2% in comparison to thickness from FE-SEM image. The deposition rate of the sputtering system was 8.05 nm per minute. The XRD peak corresponding to (002) plane of hexagonal

wurtzite structure of AlN was observed in the XRD data, indicating the perpendicular orientation of c axis to the glass substrate surface. The FTIR transmittance peak at position of 675 cm^{-1} indicated the occurrence of Al-N bonding. The films are highly transparent with corresponding average transmittance of 90 % in the visible region and the optical band gap energies are in the range 4.08–4.14 eV corresponding to other report [7].

Acknowledgments

We would like to thank Dr. Wisanu Pecharapa and Miss. Russameeruk Noonuruk for the UV-Vis spectrometry measurement. We acknowledge support from Physics department, Faculty of science, KMITL.

References

1. J. Hwang, W. Schaff, B. Green, H. Cha, L. Eastman, *Solid-State Electron*, **48** (2004) 363.
2. C. Men, Z. Xu, Z. An, X. Xie, M. Zhang, C. Lin, *Phys., B Condens. Matter*, **324** (2002) 229.
3. W. Smetana, R. Reicher, *Sens. Actuators, A, Phys.*, **58** (1997) 213.
4. V. Mortet, A. Vasin, M. Djouadi, *Surf. Coat. Technol*, **176** (2003) 88.
5. G. S. Chung, J. M. Chung, T. W. Lee, "Deposition of AlN thin films on Si substrates using 3C-SiC as buffer layer by reactive magnetron sputtering", *Electronics Letters*, **44** (2008), 17.
6. T. Prokofyeva, J. Vanbuskirk, M. Holtz, "Vibrational properties of AlN grown on (111)-oriented silicon", *Physical Review B*, **63** (2001) 125313.
7. D.-Y. Wang, Y. Nagahata, M. Masuda, Y. Hayashi, "Effect of nonstoichiometry upon optical properties of radio frequency sputtered Al-N thin films formed at various sputtering pressures", *J. Vac. Sci. Technol. A*, **14** (1996) 3092.

เอกสารอ้างอิง

1. สุรสิงห์ ไชยคุณ, นิรันดร์ วิทิตอนันต์, สกฤต ศรีญาณลักษณ์ และ จักรพันธ์ ถาวรธรา, 2543, การออกแบบและสร้างระบบเคลือบสุญญากาศแบบดีซี แมกนีตรอน สเป็คเตอริง, การประชุมทางวิชาการของมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 38, (หน้า 271-278), กรุงเทพฯ
2. พิเชษฐ์ ลิ้มสุวรรณ, สมชาย ปัญญาอินแก้ว และสุพัฒน์พงษ์ ดำรงรัตน์, 2547, การวิจัยและพัฒนาการเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธี sputtering, รายงานการวิจัย ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ
3. Bunshah, R.F., 1994, Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, New Jersey, Noyes.
4. Smith, D.L., 1995, Thin-film Deposition: Principle and Practice, New York, McGraw-Hill.
5. Waits, R.K., 1978, Planar Magnetron Sputtering, J.Vac.Sci.Technol. 15(2), 179.