

文章编号:1003-7837(2002)01-0021-05

等离子体化学气相沉积的布气装置之设计

黄绍江, 谢红希, 侯惠君, 戴达煌

(广州有色金属研究院材料表面工程技术研究开发中心, 广东 广州 510651)

摘要: 推导了在设计真空镀膜设备时, 计算镀膜室内布气管的直径和出气孔孔径的公式,

$$d_i = [d_1^4 - D^{-4}L \sum_{m=2}^i (n+1-m) \chi(h + 10^{-6}Bq)]^{1/4}$$
 以达到均匀布气的目的. 给出了在等离子体化学气相沉积设备中的计算实例及应用情况. 实践证明, 用此公式设计真空镀膜均匀布气装置是可行的.

关键词: 真空沉积; 结构设计; 流量分布; 管道流动

中图分类号: TG174.444 文献标识码: A

在等离子体化学气相沉积(简称为 PCVD)薄膜时, 首先需要将几种气体混合均匀, 然后将混合好的气体导入镀膜室内. 在辉光放电中, 反应气体在被镀工件表面化合成固体薄膜. 因此, 气体(包括蒸气)在工件表面的浓度(或压力)分布同一与否, 直接影响薄膜厚度的均匀性, 甚至对膜的成分、结构、颜色及性能也会产生影响. 事实上, 当表面上两个邻近区域的气体(按一定比例混合的气体)气压不一致时, 压力大的区域中的气体就会向压力小的区域扩散流动. 由于不同种类气体的扩散速度不同, 在小压力区域及其邻近区域, 到达工件表面的气体比例将会失调, 从而影响膜的质量. 如果布气不均匀性的程度较小, 膜的质量差别也就小, 否则用肉眼都能观察到明显的差别. 通常所说 PCVD 的绕镀性好不足为信. 绕镀性好只是使背着出气口的地方能镀上膜, 但“直镀”与绕镀处由于压力(浓度)差的存在, 镀膜质量肯定不同, 至少在量上有差别. 两处距离越远或工件阻挡得越严重, 则镀膜质量差别就越大. 真空室越大, 镀件越多, 则布气的均匀性对镀膜质量的重要性越突出. 作者十几年来对 PCVD 技术的研究表明, 均匀布气装置是 PCVD 设备保证镀膜质量的关键之一. 布气不均对许多物理气相沉积也会产生同样的影响, 对只有自转而没有公转的更是如此.

1 布气装置的设计

为了把按一定比例混合的反应气体(或单一气体)按要求(一般要求均匀)散布到炉内的被镀件上, 使所有镀件的膜层质量达到要求, 或将其控制在一定的技术指标之内, 需要将气体通过管道装置输送到各处, 让气体通过辉光放电区域自由流动扩散到各处来达到要求, 这对于较

收稿日期: 2001-09-05

作者简介: 黄绍江(1963—), 男, 湖南邵阳人, 高级工程师, 硕士.

万方数据

大尺寸的镀膜空间是非常困难或者是不可行的。

管道装置中最基本的部件就是一些带孔的管道,布气管道装置就是由它们相互连接而成,气体最终通过管道上的小孔散布到镀件上。因此,我们只需要弄清楚一根基本部件上,小孔的尺寸与小孔的出气量、小孔与小孔间的距离及管道内径的关系,即可设计出满足要求的布气装置。

1.1 一般关系式的推导

带孔的管道如图 1 所示 d_i 为第 i 个小孔的直径, Q_i 为第 i 个小孔的出气量, P_i 为第 i 个小孔处的气压, $L_{i-1,i}$ 为第 $i-1$ 个孔与第 i 个孔间的距离, P_c 为真空炉内的压力, Q_0 为管的进气量。

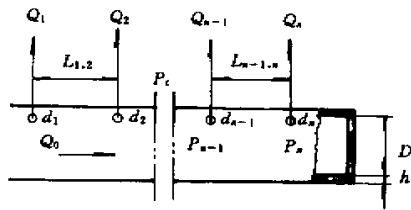


图 1 布气装置基本部件

Fig.1 Sketch map of a basic component of the gas distributor

通过计算雷诺数或克努曾数(计算判定过程在此不再叙述),我们可以判断,在我们研究的范围内,气体在管道内流动属于粘滞流,且满足下列条件(1)气体没有被压缩(2)气体没产生湍流(3)紧贴管壁的气层的流速为零。

根据泊肃叶公式,长圆管中的体积流速 $S = 10^{-6} \pi R^4 (P_1 - P_2) \gamma / 8 \eta L$, 令 $\bar{p} = (P_1 + P_2) / 2$ 为管道中平均压力,则质量流速 $Q = \bar{p} S$, 而流导 C 的定义就是 $C = Q / (P_1 - P_2)$ 。所以,对于 d_{i-1} 与 d_i 之间这样的圆管的流导为

$$C_{i-1,i} = 10^{-6} \pi D^4 \bar{p}_{i-1,i} / 128 \eta L_{i-1,i} \quad i = 1, 2, \dots, m. \quad (1)$$

公式采用 SI 单位,即 C 为 m^3/s , 直径 D 、长度 L 均为 m , 内摩擦系数(粘滞系数) η 为 Pa/s , P 为 Pa 。

当管不够长时,例如对厚度为 h 的小孔(因 h 与 d_i 可以比拟,所以把孔看成短管),因气体进入管口并使之流动完全展开所必需的过渡长度与管长不能忽略,式(1)需加上一修正因子^[1],变为

$$C_i = 10^{-6} \pi d_i^4 \bar{p}_i [1 + (1.14 \times 10^{-3} \mu / 8 \pi \eta R T) Q_i / h]^{-1} / 128 \eta h \quad i = 1, 2, \dots, m. \quad (2)$$

$$\bar{p}_i = (P_i + P_c) / 2 \quad i = 1, 2, \dots, m. \quad (3)$$

式中 R 为气体普适常数, μ 为气体分子量, T 为气体温度。根据 $Q = CP$, 可以列出:

$$Q_i = C_i (P_i - P_c) \quad i = 1, 2, \dots, m. \quad (4)$$

$$\sum_{j=i}^n Q_j = C_{i-1,i} (P_{i-1} - P_i) \quad i = 2, 3, \dots, m. \quad (5)$$

为方便起见,令

$$B = 1.14 \times 10^3 \mu / 8 \pi \eta R T \quad (6)$$

$$A_i = \pi / 128 \eta (10^6 h + B Q_i) \quad (7)$$

把(2)(3)(7)式代入(4)式得:

$$P_i^2 = P_c^2 + 2 Q_i / A_i d_i^4 \quad i = 1, 2, \dots, m. \quad (8)$$

$$\text{令 } E_{i-1,i} = 10^{-6} \pi D^4 / 128 \eta L_{i-1,i} \quad i = 2, 3, \dots, m. \quad (9)$$

将(1)(9)式代入(5)式,得

$$P_{i-1}^2 - P_i^2 = 2 \sum_{j=i}^n Q_j / E_{i-1,i} \quad i = 2, 3, \dots, m. \quad (10)$$

在设计布气装置时, $P_c, m, Q_1, Q_2, \dots, Q_n, L_{1,2}, L_{2,3}, \dots, L_{n-1,n}$ 是由镀膜工艺和设备结构决定的, m, n 是自由选择的,只要选定 d_1, d_2, \dots, d_n 中任意一个以适当的值作为参照基准,

那么用(6)(7)(8)(9)(10)式即可求出其余 $n-1$ 个 d_i 值.

1.2 均匀布气时关系式的推导

在实际应用中,常常要求均匀布气,因此有

$$q = Q_1 = Q_2 = \dots = Q_n = Q_0/n \quad (11)$$

$$L = L_{1,2} = L_{2,3} = \dots = L_{n-1,n} \quad (12)$$

把(11)式代入(7)式,得

$$A = A_i = \pi/128 \eta (10^6 h + Bq) \quad i = 1, 2, \dots, m. \quad (13)$$

把(12)式代入(9)式,得

$$E = E_{i-1,i} = 10^{-6} \pi D^4 / 128 \eta L \quad i = 1, 2, \dots, m. \quad (14)$$

把(11)(13)式代入(8)式,得

$$P_i^2 = P_c^2 + 2q/Ad_i^4 \quad i = 1, 2, \dots, m. \quad (15)$$

把(11)(14)式代入(10)式,得

$$\left. \begin{aligned} P_1^2 - P_2^2 &= \chi_{(n-1)} q/E \\ P_2^2 - P_3^2 &= \chi_{(n-2)} q/E \\ \dots\dots \\ P_{n-1}^2 - P_n^2 &= 2q/E \end{aligned} \right\} \quad i = 1, 2, \dots, m. \quad (16)$$

把(16)式中的式子相加可以得到

$$P_i^2 = P_1^2 - 2q \sum_{m=2}^i (n+1-m) \chi E \quad i = 2, 3, \dots, m. \quad (17)$$

将(15)式代入(17)式,经整理得到

$$d_i = [d_1^{-4} - D^{-4} L \sum_{m=2}^i (n+1-m) \chi (h + 10^{-6} Bq)]^{-1/4} \quad i = 2, 3, \dots, m. \quad (18)$$

(18)式即为所要求的关系式.式中的 B 只与混合气体的种类、比例、温度有关.

对于 d_i 基准的选择,要求以小为好,这样可以使气流稳定均匀,但又不能太小,主要是考虑机加工困难,另外也考虑小孔的流导要满足在不破坏粘滞流条件下的出气量的要求.一般是令 d_1 取某一个适当的数值作为基准.因为 d_{i+1} 总是大于 d_i 的,所以只要选定的 1 号孔是合适的,其它的孔就没有上面提到的麻烦.

2 计算设计实例

我们在设计用于硬质合金刀片的 DHQC—850 型镀膜机的均匀布气装置时,采用了 48 支相同的基本部件作为末端管,至于每支管子之间的均匀布气问题,可以用上述相同的方法来计算和指导设计.每支管子上定有 $n=7$ 个孔的位置,孔间距 $L=7.0 \times 10^{-2}$ m,管子内径 $D=8.0 \times 10^{-3}$ m,壁厚 $h=1.0 \times 10^{-3}$ m.混合气体中, $V(\text{N}_2): V(\text{H}_2): V(\text{TiCl}_4)=1:2.5:0.2$, $Q(\text{N}_2)=6.756 \times 10^{-1}$ Pa·m³/s,则总的布气量 $Q=(1+2.5+0.2) \times 6.756 \times 10^{-1}=2.50$ Pa·m³/s, $Q_0=Q/48$, $q=Q_0/n=7.44 \times 10^{-3}$ Pa·m³/s.

2.1 $B=1.14 \times 10^3 \mu/8\pi\eta RT$ 的计算

因为是混合气体,所以分子量 μ 取加权平均值,

$$\mu = (2.5 \mu(\text{H}_2) + \mu(\text{N}_2) + 0.2 \mu(\text{TiCl}_4)) / (2.5 + 1.0 + 0.2) = (5 + 28 + 38) / 3.7 \approx 19$$

在 0℃ 时 $\mu(\text{H}_2)=8.45 \times 10^{-6}$ Pa/s, $\mu(\text{N}_2)=16.64 \times 10^{-6}$ Pa/s.而在温度为 T 时的值为

$$\eta = (T/T_0)^{3/2} [(T_0 + C)/(T + C)] \eta_0 \quad (19)$$

式中 $C = 112 \text{ K}$ 为肖节伦特常数. 在真空室内, 镀件温度为 500°C 左右时, 估计并假设反应气体在管内的温度为 127°C , 把 $T = 400 \text{ K}$, $T_0 = 273 \text{ K}$ 代入(19)式, 得 $\eta_1 = \eta(\text{H}_2) = 11.26 \times 10^{-6} \text{ Pa/s}$, $\eta_2 = \eta(\text{N}_2) = 22.2 \times 10^{-6} \text{ Pa/s}$. 由于 $\eta(\text{TiCl}_4)$ 的原始数据没有, 再加上 TiCl_4 量少, 这里暂且不提. 混合气体的 η 值由下式给出,

$$\eta = \eta_1 / \{1 + [r/(1-r)] [(\sigma_1 + \sigma_2) / 2 \sigma_1]^2 \cdot [(M_1 + M_2) / 2 M_2]^{1/2} \} \quad (20)$$

式中 $r = n_2 / (n_1 + n_2) = 2/7$, 分子有效直径 $\sigma_1 = d(\text{H}_2) = 2.75 \times 10^{-10} \text{ m}$, $\sigma_2 = d(\text{N}_2) = 3.75 \times 10^{-10} \text{ m}$. 将其代入(20)式中, 得到 $\eta = 11.6 \times 10^{-6} \text{ Pa/s}$, 考虑 TiCl_4 的因素, 令 $\eta = 1.2 \times 10^{-5} \text{ Pa/s}$, 则 $B = (1.14 \times 10^3 \times 19) / (8\pi \times 1.2 \times 10^{-5} \times 8.315 \times 400) = 2.16 \times 10^4$.

2.2 d_i 的计算

取 $d_1 = 1.0 \text{ mm}$ 根据式(18), 先算出 $D^{-4} L / (h + 10^{-6} Bq) = 147.3 \times 10^8$, 则

$$d_2 = [10000 - 147.3 \times (8 - 2)]^{-1/4} \times 10^{-2} = 1.02 \text{ mm}$$

$$d_3 = [10000 - 147.3 \times (6 + 5)]^{-1/4} \times 10^{-2} = 1.04 \text{ mm}$$

$$d_4 = [10000 - 147.3 \times (6 + 5 + 4)]^{-1/4} \times 10^{-2} = 1.06 \text{ mm}$$

$$d_5 = 1.08 \text{ mm}$$

$$d_6 = 1.09 \text{ mm}$$

$$d_7 = 1.10 \text{ mm}.$$

3 分析与讨论

一般而言, 希望炉内所有镀件的镀层厚度和颜色等均匀一致. 但是这个一致性却受到气流速度与密度的均匀性、夹具对镀件的遮挡程度以及温度等因素的影响. 让气体通过管道输送而不是自由流过辉光放电区域来均匀布气是大批量均匀涂镀的必要条件.

3.1 管道尺寸间的影响

从(18)式可以看出, D 和 d_1 对 d_i 的影响最大. d_1 越小, d_i 之间的差别就越小; D 越大, d_i 之间的差别也越小; d_i 不受 P_c 的影响. 为使(18)式具有物理意义, 要求 $d_n \leq D$, 即

$$d_1^{-4} - D^{-4} L \sum_{m=2}^n (n+1-m) / (h + 10^{-6} Bq) \geq D^{-4} \quad (21)$$

将(21)式整理后得

$$d_1 \leq D [1 + n(n-1)L / (h + 10^{-6} Bq)]^{-1/4} \quad (22)$$

$$\text{或} \quad D \geq d_1 [1 + n(n-1)L / (h + 10^{-6} Bq)]^{1/4} \quad (23)$$

也就是说, 在选定 D 以后, 选取 d_1 值时必须小于一定值, 否则气体就会从 1 号孔中流出过多, 即使后面的孔径跟 D 一样也不可能均匀布气; 或者说, 在 d_1 先选定之后, 必须使 D 大于一定值, 以保证管子有足够大的流道来输送足够量的气体给后面的布气孔. 按上面第 2 节所述条件, 必须 $D \geq 6 \text{ mm}$ 或 $d_1 \leq 1.34 \text{ mm}$ 才能进行均匀布气.

1986 年, 作者曾用 $D = 3 \text{ mm}$ 和 4 mm , $h = 1 \text{ mm}$ 的管子为直径 500 mm , 长度 650 mm 的真空室布气, 其 $d_1 = 1 \text{ mm}$, $L = 60 \text{ mm}$. 到 d_4 及其以后的位置, 出气量就很少了. 无论减小 L , 还是加大 d_i 及增多 n 都无济于事, 镀层颜色的差别非常明显, 厚度差别可达一倍以上. 1997 年, 在 DHQC—850 型设备中, 如第 2.2 节中计算出的 d_1 与 d_7 的差别比较小, 考虑到加工条件的限制, 我们将 d_1 到 d_7 的孔都加工成直径 1 mm 的孔. 在直径 800 mm , 高 1050 mm 的真空

室内布气装置覆盖 800 余片 $18\text{ mm} \times 18\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ 左右的硬质合金刀片. 对室内上、下、中、边镀件的抽样检测结果表明, 镀件厚度的最大偏差在 $\pm 10\%$ 以内.

当上述条件不变, $h = 0.5\text{ mm}$ 和 2.0 mm 时, $d_7 = 1.22\text{ mm}$ 和 1.05 mm . 可见管壁变薄对均匀布气的影响比管壁变厚要大很多.

3.2 小孔对管道气流的扰动

如果考虑小孔的存在对管道气流的扰动, 可把 d_{i-1} 与 d_i ($i = 2, 3, \dots, n$) 间的管道当作短管考虑. 经计算表明其结果在保留三位有效数时, 与上面的当作长管考虑时计算结果是一致的.

3.3 流量变化的影响

当流量变化范围为原设定量的 5 倍范围内时, d_7 只需要变化 1.8% 即可均匀布气. 因此无需顾虑流量波动对布气均匀性的影响.

3.4 气体种类、比例和温度的影响

气体种类、比例的变化对 d_i 的影响表现在 μ 和 η 的大小. 当 μ/η 的变化范围在 6 倍以内时, d_7 只需要变化 4.7% 即可均匀布气. 因此对不同的镀膜工艺, 装置的布气均匀性是一样的. 由此可以得出, 前面用估算出的 η 值得到的 d_i 值是可靠的.

气体温度即使从 400 K 变化到 600 K , d_7 也只需变化 1.8% 即可均匀布气. 由此也可以得出, 前面用估计的 T 值得到的 d_i 值也是可靠的. 还可以说, 使用不同导热系数的材料做成的布气管其性能是一样的. 实际上, 气体种类、比例和温度不会有如此大的变化.

4 结论

在大多数真空反应气相沉积过程中, 让气体通过管道输送而不是自由流过辉光放电区域来均匀布气是大批量均匀涂镀的必要条件. 实践证明, 上面介绍的计算方法与公式是正确的;

采用的数据和计算结果在实用的精度上是可信的. 用 $d_i = [d_1^{-4} - D^{-4}L \sum_{m=2}^i (n+1-m) \mathcal{X}(h + 10^{-6}Bq)]^{-1/4}$ 来设计真空镀膜均匀布气装置是可行的.

参考文献:

- [1] 高本辉, 崔素言. 真空物理 [M]. 北京: 科学出版社, 1983.

Design of gas distributor on plasma chemical vapour deposition

HUANG Shao-jiang, XIE Hong-xi, HOU Hui-jun, DAI Da-huang

(Research & Development Center for Materials & Surface Engineering Technique under Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510651, China)

Abstract: In this paper, the formulas of the diameter of gas spreader in deposition room and its hole diameter, $d_i = [d_1^{-4} - D^{-4}L \sum_{m=2}^i (n+1-m) \mathcal{X}(h + 10^{-6}Bq)]^{-1/4}$, were calculated during design of vacuum deposition. Uniform distribution gas can be conducted according to these formulas, and its application example was given in the plasma chemical vapour deposition device. These formulas were proved to be practicable in design of uniform gas distributor for vacuum deposition.

Key words: 布气数据; vacuum deposition; structural design; flow distribution; pipe flow