

تعیین پارامترهای مناسب فرآیند کندوپاش فلز مولیبدنیوم و بررسی اثر لایه‌ای نازک از آن، بر روی گسیل الکترون‌ها از آرایه‌ی گسیل میدان متشکل از نانونوک‌های سیلیکانی

پیام یزدانفر، نوید یثربی، بهرنگ باقری و بیژن رشیدیان

دانشکده مهندسی برق دانشگاه صنعتی شریف، خیابان آزادی، تهران

(دریافت مقاله : ۹۰/۰۸/۱۵ - پذیرش مقاله : ۹۰/۰۹/۳۰)

چکیده

بررسی بر روی پارامترهای فشار عملیاتی و توان فرآیند کندوپاش فلز مولیبدنیوم بر روی مقاومت لایه‌ی نازک ایجاد شده بر روی زیرلایه‌ی شیشه انجام گرفته و مقدار مناسب پارامترهای لایه نشانی تعیین شده اند. آرایه‌ی نانونوک‌های سیلیکانی از پیش ساخته شده طی فرآیندی چند مرحله‌ای، در محیط خلا قرار داده شده است و به منظور کاهش تابع کار گسیل کننده‌ها، لایه‌ای از فلز مولیبدنیوم به روش کند و پاش و بر اساس پارامترهای تعیین شده در مرحله‌ی قبل بر روی نوک‌ها نشانده شده است. مشخصات هندسی گسیل کننده‌ها به کمک تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) قبل و بعد از لایه نشانی مولیبدنیوم ارائه شده است. نشان داده شده است که استفاده از پوشش مولیبدنیومی امکان مشاهده‌ی پدیده‌ی گسیل میدان را در ولتاژهای کمتر از ۱۰۰۰ ولت و در فواصل بین آند و کاتد بالای ۱ میکرومتر فراهم می آورد. منحنی جریان-ولتاژ گسیل الکترون‌ها در فشار کمتر از 3×10^{-7} Torr اندازه‌گیری و رسم شده است.

واژه های کلیدی: کندوپاش، لایه نازک مولیبدن، آرایه‌ی نانونوک‌های سیلیکانی، اندازه‌گیری گسیل الکترونی.

Determination of molybdenum thin film sputtering parameters, and investigation of the effect of Mo thin films deposition on field emission properties of silicon field emitter arrays

P. Yazdanfar, N. Yasrebi, B. Bagheri and B. Rashidian

Department of Electrical Engineering, Sharif University of Technology, Tehran, Iran.

(Received 6 Nov 2011, accepted 21 Dec 2011)

Abstract

Molybdenum (Mo) thin films are deposited using RF sputtering technique, and the effect of operational pressure and RF power on resistivity of the films are investigated. Point of minimum resistivity is determined, and is used to sputter a thin layer of Mo on top of a pre-fabricated, oxidation sharpened, silicon field emitter array (Si-FEA). Geometric and field emission properties of the arrays are investigated before and after deposition of 100nm Mo thin film. I-V characteristics of the FEAs are measured and presented. It is shown that the Mo-covered array shows better emission properties and lower turn-on voltage (<190V), compared to the simple Si-FEA.

Keywords: Sputtering, Molybdenum Thin Films, Field Emission Arrays, Silicon Field Emitter Arrays.

E-mail of corresponding author: rashidia@sharif.edu

مقدمه

از میان پوشش‌های مختلف قابل استفاده، فلز مولیبدنیوم به دلیل داشتن تابع کار کمتر (4.37eV)، دمای ذوب و سختی نسبتاً زیاد [۱۲] بیشتر از سایر فلزات مورد توجه قرار گرفته است. از میان روش‌های لایه نشانی فلز مولیبدنیوم نیز روش کندوپاش به دلایلی نظیر سادگی کنترل فرآیند لایه نشانی (به عنوان مثال ضخامت لایه نشاندۀ شده)، تکرار پذیری بالا، آلودگی بسیار کم به دلیل استفاده از خلأ، چسبندگی مناسب لایه‌ی نشاندۀ شده به سیلیکان [۱۳] روش غالب لایه نشانی به شمار می‌آید. با توجه به کوچکی اندازه‌ی گسیل‌کننده‌ی الکترونی (در حد چند نانومتر) ضخامت لایه‌ی مولیبدنیوم مورد نیاز باید بسیار کوچک باشد. ضمن اینکه ساخت گسیل‌کننده‌ی سیلیکانی فرایندی زمان‌بر و پیچیده می‌باشد. تحت این شرایط تعیین دقیق پارامترهای فرایند کندوپاش جهت رسیدن به حداقل مقاومت لایه‌ی مولیبدنیوم نشاندۀ شده پیش از آغاز لایه نشانی بر روی نمونه‌های اصلی، حائز اهمیت خواهد بود. پیش از این پارامترهای مختلفی از جمله ولتاژ بایاس [۱۴ و ۱۵]، دمای زیر لایه و فشار [۱۶] و ... بر روی مقاومت و نرخ لایه نشانی مولیبدنیوم مورد بررسی قرار گرفته اند. با توجه به حساسیت لایه نشانی بر روی نوک‌های تیز سیلیکانی و وابستگی شدید کیفیت گسیل به پارامترهای لایه نشاندۀ شده، یافتن مقدار مناسب پارامترهای قابل تنظیم در دستگاه مورد استفاده برای کندوپاش حائز اهمیت خواهد بود. در این مقاله مقدار مناسب پارامترهای توان و فشار عملیاتی فرآیند کند و پاش توسط دستگاه کند و پاش Z400 ساخت Leybold جهت ایجاد یک لایه‌ی دارای مقاومت کم مولیبدنیوم طی آزمایشی چند مرحله‌ای با دقت تعیین شده و اثر پوشش مولیبدنیومی بر روی تغییر تابع کار و مقاومت سطح یک آرایه گسیل میدانی سیلیکانی تیز شده با اکسیداسیون [۱۷]، و در نتیجه تغییرات ایجاد شده بر روی منحنی جریان-ولتاژ گسیل میدان آن، مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

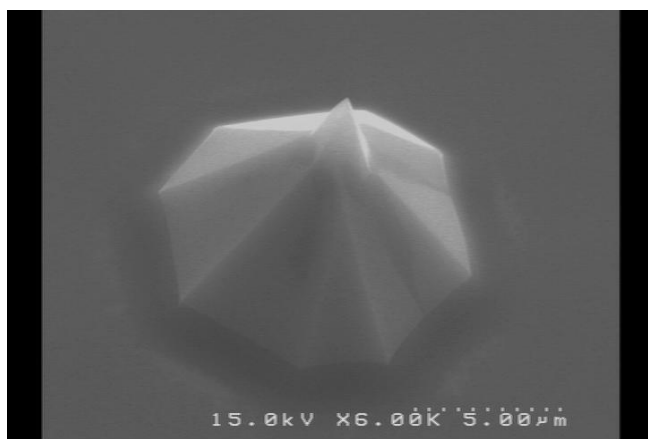
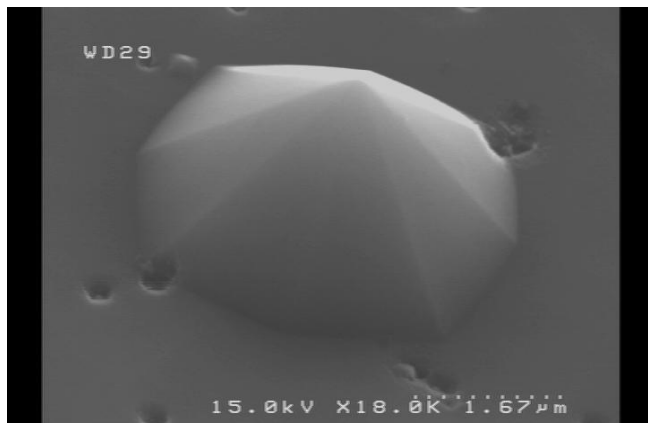
آرایه‌های گسیل میدانی (به عنوان پایه‌ای‌ترین عنصر الکترونیک خلأ) به دلیل قابلیت تولید چگالی جریان‌های بالا در ولتاژهای پایین [۱] و همچنین قابلیت مجتمع سازی [۱]، کاربردهای فراوانی در زمینه‌هایی نظیر نمایشگرهای گسیل میدانی [۲]، لیزرهای الکترون آزاد [۳]، لیتوگرافی باریکه الکترونی آرایه‌ای [۴] و ... دارند. تاکنون آرایه‌های مختلفی از مواد گوناگون نظیر آرایه‌های Spindt ساخته شده از مولیبدنیوم [۵]، آرایه‌های سیلیکانی [۶]، آرایه‌های ساخته شده از نانولوله‌های کربنی [۷]، آرایه‌های ساخته شده از اکسید مس [۸] و بسیاری از مواد دیگر [۹] ساخته و ارائه شده اند. در میان همه‌ی این مواد آرایه‌های سیلیکانی از اهمیت به سزایی برخوردار هستند. فرآیند ساخت این دسته از آرایه‌ها همخوانی زیادی با فرآیندهای استاندارد CMOS دارد و در نتیجه مواد اولیه‌ی آنها ساده و روش‌های مورد استفاده در ساخت آنها، روش‌های معمول و دارای قابلیت تکرار بالا هستند.

علی‌رغم مزایای ذکر شده، استفاده از سیلیکان به جای فلز در ساختار گسیل‌کننده‌ی الکترونی باعث بروز برخی کاستی‌های ذاتی در فرآیند گسیل الکترون‌های می‌گردد. مهم‌ترین نقطه ضعف آرایه‌های سیلیکانی، کمتر بودن توانایی گسیل الکترون‌ها توسط سیلیکان در مقایسه‌ی با فلزاتی نظیر مولیبدنیوم و تنگستن است. علاوه بر این به دلیل پایین‌تر بودن رسانایی سیلیکان در مقایسه با سایر مواد گسیل‌کننده، افت ولتاژ در طول گسیل‌کننده بیشتر بوده و در نتیجه گسیل‌کننده‌های سیلیکانی برای ایجاد میدان موضعی یکسان در محل گسیل الکترون‌ها به ولتاژ بالاتری نیازمندند. این افزایش ولتاژ احتمال بروز شکست و در نتیجه خرابی کاتد را در کاربردهایی که با خلأ معمول سرو کار دارند (نظیر نمایشگرهای گسیل میدانی [۲]) افزایش می‌دهد. بنابراین استفاده از پوشش‌های دارای قابلیت گسیل مناسب بر روی گسیل‌کننده‌های الکترونی سیلیکانی از روش‌های معمول افزایش رسانایی و کاهش تابع کار گسیل‌کننده به شمار می‌آید [۱۰ و ۱۱].

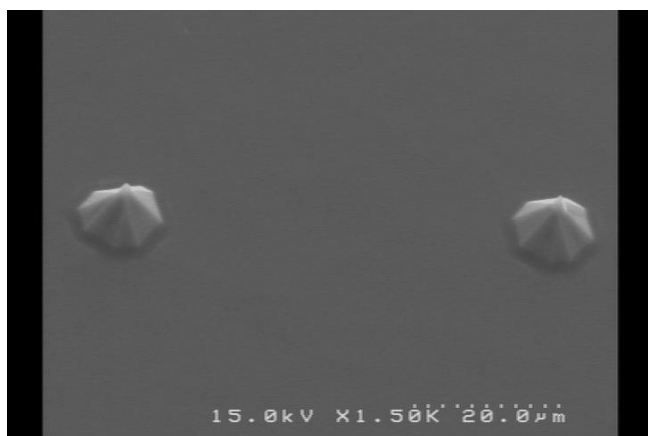
آزمایش

ساخت نمونه‌ی اولیه‌ی آرایه‌ی سیلیکانی بر روی ویفر سیلیکانی نوع n، دارای جهت کریستالی (۱۰۰) انجام شده است. این آرایه طی فرایندی چند مرحله‌ای به دقت طراحی شده و قابل تکرار شامل شستشوی استاندارد (RCA) ویفر سیلیکانی در محلول‌های پیرانا، SC1 و SC2 [۱۸]، زدایش اکسید ذاتی سطح ویفر در محلول HF، اکسیداسیون حرارتی مرطوب در دمای ۱۱۵۰ درجه در محیط تخلیه شده توسط نیتروژن، لیتوگرافی نوری اکسید (شامل مراحل طراحی و ساخت ماسک مناسب، نشان دادن رزیست، پخت و نوردهی)، زدایش شیمیایی اکسید حرارتی و حذف باقی مانده‌ی رزیست، زدایش سطح سیلیکان آزاد شده توسط محلول KOH با غلظت مناسب و در محیط دارای دمای کنترل شده و در نهایت یک مرحله تیز کردن نوک های ایجاد شده با استفاده از روش اکسیداسیون حرارتی خشک در محیط و حذف نهایی تمامی اکسید باقی مانده، ساخته شده است. شکل ۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی یکی از نوک های ایجاد شده را قبل و بعد از فرآیند تیز کردن و شکل ۲ دو عدد از نوک‌های موجود در آرایه‌ای دارای بیش از ۱۰۰۰۰ نوک را نمایش می‌دهد.

به منظور تعیین مقدار مناسب پارامترهای اساسی فرایند کندوپاش مورد استفاده پیش از انجام لایه نشانی بر روی نمونه های اصلی، فرایند کندوپاش فلز مولیبدنیوم به طور مجزا و در چندین آزمایش مختلف بر روی زیر لایه‌ی شیشه تمیز انجام گرفته است. نمونه‌های حاصل از نظر مقاومت و همواری سطح به ترتیب به کمک پروب چهار نقطه‌ای و میکروسکوپ نیروی اتمی مورد مطالعه قرار گرفته اند. به منظور تعیین فشار و توان بهینه‌ی فرآیند کندوپاش (به منظور رسیدن به حداقل مقاومت لایه)، ابتدا لایه نشانی در چندین فشار مختلف و در توان ثابت انجام گرفته و نقطه‌ی حداقل مقاومت ثبت شده است. سپس فشار فرآیند در نقطه‌ی مینیمم مرحله‌ی قبل ثابت نگه داشته شده و با تغییر توان، مقدار بهینه‌ی پارامتر توان نیز تعیین شده است. این دو نقطه به عنوان پارامترهای مناسب جهت لایه‌نشانی بر روی نمونه‌های اصلی

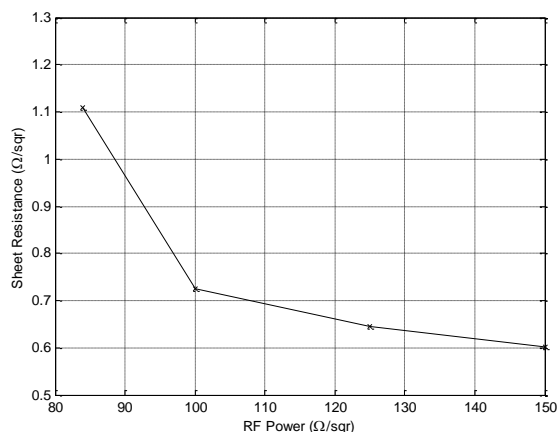


شکل ۱. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی یکی از نوک‌های ساخته شده: بالا: قبل از فرآیند تیز کردن، پایین: پس از فرآیند تیز کردن



شکل ۲. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از بخشی از آرایه‌های گسیل میدان اولیه پس از فرایند تیز کردن.

در نظر گرفته شده است. در غیر این صورت افزایش توان باعث ایجاد پدیده‌ی شکست به جای تشکیل پلازما در فرآیند لایه نشانی می‌گردد. مطابق با شکل افزایش توان باعث کاهش مقاومت شده است. این پدیده را می‌توان به افزایش نرخ لایه نشانی در اثر افزایش فشار نسبت داد.



شکل ۴. منحنی تغییرات مقاومت صفحه‌ای بر حسب تغییرات توان منبع تغذیه در فشار ثابت 6×10^{-2} mbar.

در نتیجه‌ی این مراحل توان و فشار مناسب برای لایه‌نشانی به ترتیب 150 W و 6×10^{-2} mbar تعیین می‌گردد. لازم به ذکر است که دمای زیرلایه در کلیه‌ی آزمایشات در 35 درجه سانتیگراد ثابت نگاه داشته شده است.

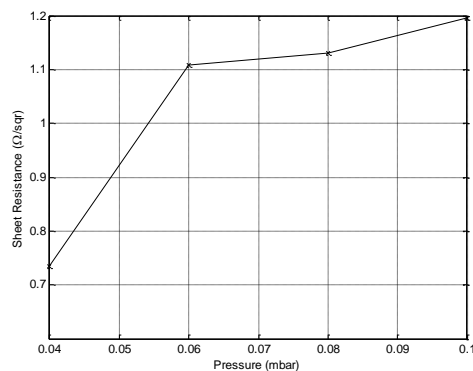
شکل ۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی یکی از نوک‌های آرایه را قبل و بعد از لایه نشانی مولیبدنیوم نمایش می‌دهد. همانگونه که مشاهده می‌شود، لایه نشانی مولیبدنیوم باعث افزایش شعاع نوک از کمتر از 15 nm به حدود 40 nm شده است. لازم به ذکر است که ضخامت سنج تعبیه شده در درون دستگاه کندوپاش در این حالت ضخامت 100 nm را برای لایه‌ی نشانداده نمایش می‌دهد. تفاوت موجود بین این مقدار و مقدار واقعی نشانداده شده بر روی سطح نوک‌های آرایه به دلیل انحنای زیاد نوک در مقایسه‌ی با سطح ضخامت سنج کوارتزی و در نتیجه عدم وجود امکان در نظر گرفتن آن به عنوان یک سطح صاف برای کندوپاش است. لازم به یادآوری است که کندوپاش برای پوشاندن پله‌های تیز روش

نشانداده شده در تمامی مراحل با دقت کنترل و ثبت شده است. پس از طی تمامی مراحل ذکر شده، یکی از نمونه‌ها به محفظه‌ی خلأ منتقل شده و اندازه‌گیری گسیل میدان از آن در فشار کمتر از 10^{-7} Torr انجام گرفته و مشخصه‌ی جریان-ولتاژ آرایه ثبت گردیده است. سپس نمونه‌ی مورد نظر به محفظه‌ی کندوپاش منتقل شده و به کمک روش کندوپاش RF، ضخامت مورد نیاز از فلز مولیبدنیوم بر روی آن نشانداده شده است. اندازه‌گیری مجدد گسیل میدان از نمونه دارای پوشش مولیبدنیوم اثر این پوشش را بر گسیل میدان مشخص می‌نماید.

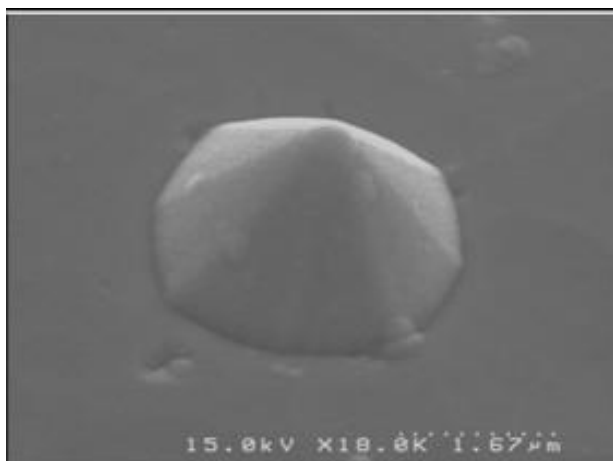
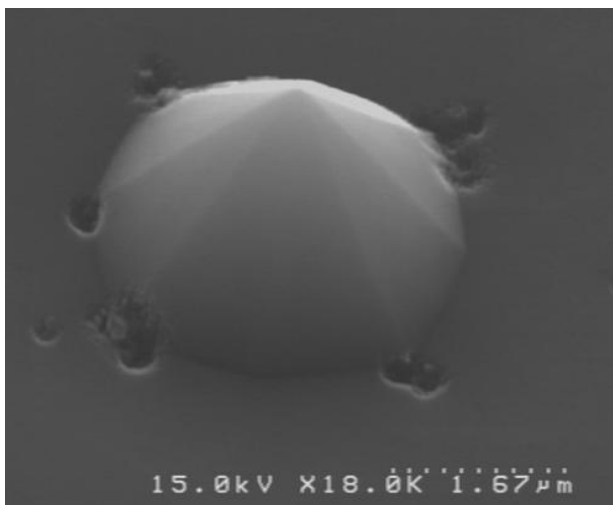
نتایج و بحث

شکل ۳ اثر تغییرات فشار عملیاتی فرآیند کندوپاش را بر روی مقاومت صفحه‌ای نمونه‌های لایه نشانی شده در توان RF ثابت و برابر 84 وات، نمایش می‌دهد. مطابق با این شکل افزایش فشار باعث افزایش مقاومت شده و در نتیجه فشار مناسب برای لایه نشانی برابر با 4×10^{-2} mbar تعیین می‌گردد. دلیل این پدیده افزایش میزان ذرات موجود در محیط و در نتیجه بر خورد بیشتر ذرات با سطح است که باعث افزایش ناهمواری سطح و در نتیجه افزایش میزان پراکنش الکترون‌ها می‌گردد.

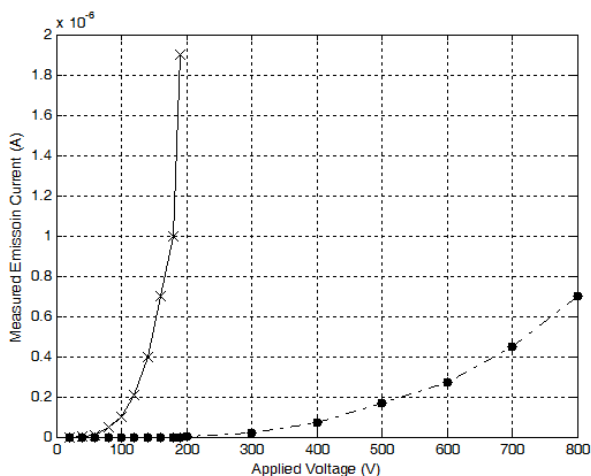
شکل ۴ اثر تغییرات توان کندوپاش را بر روی مقاومت نمونه‌های تهیه شده، نمایش می‌دهد. به دلیل محدودیت موجود در سیستم کندوپاش مورد استفاده در توان‌های بالا، فشار عملیاتی این مرحله از آزمایش به جای 4×10^{-2} mbar، 6×10^{-2} mbar



شکل ۳. تغییرات مقاومت صفحه‌ای بر حسب تغییرات فشار کندوپاش در توان ثابت 84 وات.



شکل ۵. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نوک‌ها قبل (تصویر بالا) و بعد از لایه نشانی فلز مولیبدنیوم (تصویر پایین)



شکل ۶. مشخصه‌ی جریان-ولتاژ آرایه‌ی ۱۰۰ تایی سیلیکانی قبل (نقطه چین) و بعد (علامت‌های x) از لایه نشانی فلز مولیبدنیوم. پوشش مولیبدنیوم باعث بهبود کارایی آرایه شده است.

مناسبی به حساب نمی‌آید. بدین معنا که ضخامت لایه‌ی نشانده شده در لبه‌ها از ضخامت لایه در سایر نقاط کمتر خواهد بود. این مسئله ممکن است در ظاهر نامناسب جلوه نماید. در حالیکه کمتر بودن قطر لایه در محل نوک عدم تغییرات بسیار زیاد شعاع نوک به نسبت شعاع اولیه را تضمین می‌نماید. این مسئله کندوپاش را به روش مناسبی برای ایجاد پوشش‌های این چنینی بر روی کاتدهای گسیل میدانی مبدل می‌سازد.

لازم به ذکر است که در پوشش دادن یک نانونوک گسیل کننده‌ی میدان، افزایش شعاع نوک به نوبه‌ی خود باعث کاهش ضریب افزایش میدان موضعی در سطح گسیل کننده و در نتیجه کاهش گسیل میدان می‌گردد و بنابراین نازک بودن لایه-ی نشانده شده حائز اهمیت خواهد بود. شکل ۶ منحنی جریان ولتاژ گسیل از سطح دو آرایه‌ی دارای پوشش و معمولی را برای فاصله‌ی بین دو الکتروود ۱ μm و آندی از جنس لایه‌ی نازک اکسید قلع-ایندیم نمایش می‌دهد. فاصله‌ی بین آند و کاتد به کمک یک سیستم تنظیم فاصله‌ی دقیق و به کمک میکروسکوپ با دقت تنظیم شده است. همانگونه که در شکل مشاهده می‌شود، استفاده از لایه‌ی مولیبدنیوم علی‌رغم افزایش شعاع نوک‌های آرایه ولتاژ مورد نظر برای رسیدن به جریان قابل اندازه‌گیری را تا ۴ برابر کاهش داده است. دلایل اصلی این بهبود گسیل را می‌توان بدین شرح بیان نمود. اولاً مقاومت الکتریکی بالای سیلیکان باعث افت ولتاژ در مسیر زیر لایه تا نوک شده و در نتیجه پوشش مولیبدنیومی با کاهش مقاومت مسیر عملاً میدان موضعی مؤثر را افزایش داده و باعث بهبود کارکرد آرایه می‌گردد. ثانیاً پوشش مولیبدنیومی باعث کاهش تابع کار در سطح گسیل کننده و در نتیجه‌ی آن افزایش احتمال تونل‌زنی الکترون‌ها و افزایش جریان گسیل می‌گردد.

نتیجه‌گیری

لایه‌ای نازک از فلز مولیبدنیوم به کمک کندوپاش RF بر روی زیر لایه‌ای از شیشه ایجاد شده و با ارائه‌ی منحنی‌های تغییرات مقاومت بر حسب تغییرات فشار و توان کندوپاش نشان داده شد که مقاومت این لایه در شرایطی که فشار عملیاتی کندوپاش برابر با 6×10^{-2} mbar و توان RF برابر با ۱۵۰W باشد به حداقل خود می‌رسد. سپس گسیل میدان از آرایه‌ای سیلیکانی از پیش ساخته شده قبل و بعد از پوششی ۱۰۰ نانومتری از فلز مولیبدنیوم اندازه‌گیری شده و نشان داده شد که استفاده از پوشش مولیبدنیومی امکان دستیابی به جریان $1/87 \mu A$ را در ولتاژ ۱۹۰ ولت فراهم می‌آورد.

منابع

1. C. A. Spindt, C. E. Holland, A. Rosengreen, and I. Brodie, *Field-Emitter Arrays for Vacuum Microelectronics*, IEEE Transactions on Electron Devices, 38 No. 10 (1991) 2355-2363.
2. D. Temple, *Recent Progress in field emitter array development for high performance applications*, Materials Science and Engineering, R24 (1999) 185-239.
3. R. Ganter, K. Li, M. Dehler, J. Gobrecht, L. Rivkin and A. Wrulich, *Field Emitter arrays for a free electron laser application*, Technical Digest of the 17th IVNC, IEEE (2004) 112-113.
4. L. R. Baylor, W. L. Gardner, S. J. Randolph, Y. F. Guan, P. D. Rack, J. A. Moore, and M. N. Ericson, *Operation of the Digital Electrostatic e-beam Array Lithography (DEAL) prototype with dose control*, 20th IVNC, (2007) 197-19.
5. C. A. Spindt, I. Brodie, L. Humphrey, and E. R. Westerberg, *Physical properties of thin-film field emission cathodes with molybdenum cones*, Journal of Applied Physics, 74 (1976) 5248-5263.
6. D. Temple, W. D. Palmer, L. N. Yadon, J. E. Mancusi, D. Velenga, and G.E. McGuire, *Silicon field emitter cathodes: Fabrication, performance, and applications*, Journal of Vacuum Science and Technology A, 16 (1998) 1980-1990.
7. C. Li, Y. Zhang, M. Mann, D. Hasko, W. Lei, B. Wang, D. Chu, D. Pribat, G. Amaratunga, and W.I. Milne, *High emission current density, vertically aligned carbon nanotube mesh, field emitter array*, Applied Physics Letters, 97 (2010) 113107.
8. R. Z. Zhan, J. Chen, S. Z. Deng, N. S. Xu, *Fabrication of gated CuO nanowire field emitter arrays for application in field emission display*, J. Vac. Sci. Technol. B, 28 (2010) 558.
9. N. S. Xu, S. Ejaz Huq, *Novel Cold cathode materials and applications*, Material Science and Engineering: R: Reports, 48 (2005), 47-189.
10. D. W. Branston, D. Stephani, *Field emission from metal coated silicon Tips*, IEEE Transaction on Electron Devices, 38 (1991), 2329-2333.
11. D. Nicolaescu, T. Sato, M. Nagao, V. Filip, S. Kanemaru, J. Itoh, *Characterization of enhanced field emission from HfC-coated Si emitter arrays through parameter extraction*, J. Vac. Sci. Technol. B, 22 (2004), 1227-1233.
12. H. W. Park, B. K. Jut, Y. H. Lee, M. H. Oh, *Emission Characteristics of the Molybdenum-coated Silicon FEA*, Japanese Journal of Applied Physics, 35 (1996), L1301.
13. J. D. Plummer, M.D. Deal, P. B. Griffin, *Silicon VLSI Technology Fundamentals, Practice and Modeling*, Prentice Hall (2000).
14. T. T. Bardin, J. G. Pronko, *The Effects of Oxygen Concentration in sputter-deposited Molybdenum Films, Preparation and Characterization*, Thin Solid Films, 165 (1988), 243-247.
15. J. S. Lin, R. C. Budhani, R. F. Bunshah, *Effects of substrate bias on the resistivity and microstructure of molybdenum and molybdenum silicide films*, Thin Solid Films, 153 (1987), 359-368.
16. J. R. Bosnell, U. C. Voisey, *The effect of deposition parameters on the structure and resistivity of molybdenum films*, Thin Solid Films, 6 (1970), 107-111.
17. H. H. Busta, *Vacuum Microelectronics*, Journal of Micromechanics and Microengineering, 2 (1992), 43-74.
18. K. Reinhardt and W. Kern, *Silicon Wafer Cleaning Technology*, William Andrew Inc., 2008, pp. 24-27.