

真空辐射加热基片的温度分布¹⁾

李帅辉 舒勇华 唐锦荣 樊 菁

(中国科学院力学研究所高温气体动力学重点实验室, 北京 100080)

摘要 真空辐射加热下基片表面温度分布的均匀性是薄膜制备中的关键问题之一。采用数值计算和比色红外测温两种方法, 研究了作者自行研制的真空辐射加热器 (IMCAS-VRH) 的性能。利用 IMCAS-VRH 加热直径 6 in 的单晶硅基片, 当电功率为 3 860 W 时, 基片表面平均温度为 1 093 K, 整个基片上的温度变化的测量值约为 6 K。基片表面温度分布的计算结果与测量数据符合得很好, 进一步的计算分析表明钼丝对辐射的遮挡效应、隔热屏和基片热传导等对基片温度分布均匀性有重要影响。

关键词 薄膜气相沉积, 真空辐射加热, 基片温度分布

THE TEMPERATURE DISTRIBUTION IN A SUBSTRATE RADIATIVELY HEATED IN VACUUM

LI Shuaihui SHU Yonghua TANG Jinrong FAN Jing

(Laboratory of High Temperature Gas Dynamics, Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080, China)

Abstract How to reach a uniformly distributed temperature in a substrate radiatively heated in vacuum is one of the major issues in the thin film deposition. In this article, numerical calculations and infrared colorimetric measurements of temperature are made to analyze a radiation heater used in vacuum, named as IMCAS-VRH. IMCAS-VRH is used to heat a monocrystal silicon substrate with a diameter of 6 inches, under an electric power of 3 860 W. The mean temperature over the substrate is 1 093 K, while the whole temperature variation is within 6 K. The calculated temperature distributions agree well with the measured data, and further computational analysis shows that the Mo filaments' shielding from radiation, the thermal insulation plates, and the thermal conductivity of the radiation cavity all affect significantly either the mean temperature or the temperature distribution uniformity in the substrate.

Key words film vapor deposition, radiant heating in vacuum, substrate temperature distribution

在薄膜气相沉积过程中, 基片表面温度对入射蒸气粒子在基片表面的黏附、迁移、成核和结晶等过程有着非常重要的影响。如何提高基片温度分布的均匀性是高附加值薄膜制备中的一个关键问题。小基片与加热面紧密接触的热传导加热方式^[1~3]难以满足大面积薄膜制备对基片温度均匀性的要求, 因此后者多采用辐射加热方式^[4~9]。辐射加热的另一个优点是对加热面污染小, 可在真空条件下旋转变换基片加热面和沉积面^[5,9], 这在双面薄膜沉积工艺中特别重要。

Clark 等^[6] 假设辐射加热腔表面温度相同, 忽略

腔体表面反射和基片热传导, 利用一维模型计算了基片表面的温度分布。Tsaneva 等^[7] 计算了等温封闭辐射腔在底面基片表面的热流分布。Chen 等^[10] 研究了等温辐射圆筒内的旋转基片的温度均匀性问题。Bellman 等^[11] 计算基片表面热流和温度时, 加热丝简化为点源线, 并忽略了其它部件的影响。这些工作为方便理论分析或计算, 模型简化过多, 也缺乏与实验结果的比较, 还不能用来指导真空辐射加热器的精细设计。实验方面, Geerk 等^[8] 通过在真空室内沿基片表面移动热电偶的方法, 测量了 6 in 基片表面温度沿直径分布。实验基片温度约 1 000 K,

2006-01-19 收到第 1 稿, 2006-02-10 收到修改稿。

1) 中国科学院“十五”装备项目、国家自然科学基金项目(10205024 和 10502051)资助。

中心区域温度变化约 5 K, 5 in 以外区域温度变化迅速增大, 约为 25 K. Westerheim 等^[12,13]利用热电偶测量了基片表面温度和加热功率之间的关系, 为提高测量精度, 采用了直径非常小的 Au-Pt-Pd 热电偶焊接方式. Choi 等^[14,15]利用红外自适应黑体辐射计测量了薄膜沉积过程中基片表面温度分布, 这种测量方式与基片表面性质如形貌等密切相关, 其中人为选取的参数对温度数据的影响较大.

本文数值和实验研究了真空辐射加热下大面积基片表面温度分布, 仔细考察了加热丝遮挡效应、隔热屏、热传导等因素对基片表面温度均匀性的影响.

1 真空辐射加热器

实验系统如图 1 所示, 真空辐射加热器 (IMCAS-VRH) 悬挂在真空室中的二维平面运动机构的导轨上, 真空室壁面为双层水冷; 比色红外测温仪 (CIT-1MD) 镜头透过真空室底法兰中央的一个石英玻璃窗口垂直聚焦于基片表面, 当基片按照预设的平行直线方式运动时, 聚焦点在基片表面扫描而获得整个温度分布. CIT-1MD 测温范围 950~2000 K, 响应时间 67 ms, 可测最小目标直径 5 mm, 重复精度 $\pm 0.2\%$, 分辨率 1 K.

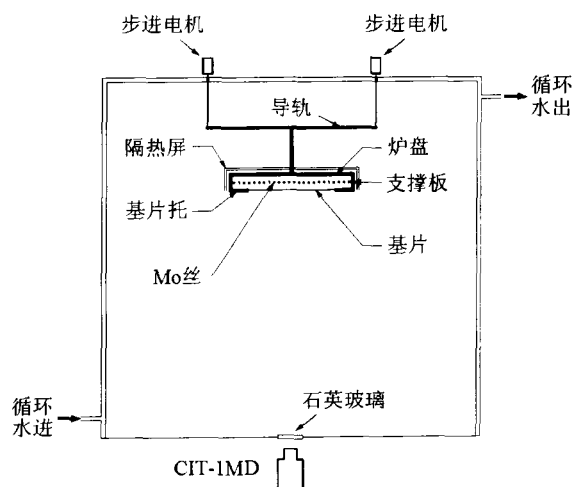


图 1 真空辐射加热大面积基片实验装置示意图

IMCAS-VRH 由加热丝、支撑板、炉盘、基片托和隔热屏组成, 加热丝为直径 3 mm 的钼丝, 其余材料均为 1Cr18Ni9Ti 不锈钢. 钼丝在同一平面内平行均匀布置, 通过支撑板固定, 钼丝轴心距离为 8 mm. 炉盘与钼丝垂直距离为 10 mm, 铂铑-铂 (PtRh-Pt) 热电偶测温端安装在炉盘中心. 基片托与钼丝的垂直距

离为 12 mm, 其上加装不同直径的不锈钢圆圈, 即可放置直径 6 in, 4 in 或 3 in 的基片. 支撑板、炉盘、基片托与基片共同构成了一个 200 mm×200 mm×22 mm 的长方体封闭辐射腔.

根据 Planck 公式, 辐射功率谱分布

$$E(\lambda, T) = \varepsilon(\lambda, T) \frac{c_1 \lambda^{-5}}{\exp(c_2/\lambda T) - 1} \quad (1)$$

其中 $\varepsilon(\lambda, T)$ 为发射率, λ 为波长, T 为温度, c_1 和 c_2 分别为第一和第二辐射常数.

令

$$B = E(\lambda_1, T_s) / E(\lambda_2, T_s)$$

$$\chi = \varepsilon(\lambda_1, T_s) / \varepsilon(\lambda_2, T_s)$$

则被测表面温度

$$T_s = \frac{c_2(\lambda_2^{-1} - \lambda_1^{-1})}{\ln B - \ln \chi - 5 \ln(\lambda_2/\lambda_1)} \quad (2)$$

对于本文关心的非金属单晶硅表面, CIT-1MD 标定的 χ 值为 0.97. 比色测温仪测量 $E(\lambda_1, T_s)$ 和 $E(\lambda_2, T_s)$, 代入式 (2) 即获得 T_s .

2 基片表面温度的计算方法

在电子束真空物理气相沉积过程中, 真空室压力约为 10^{-3} Pa, 气体对流换热可以忽略^[16], 只需考虑加热丝和辐射腔体内表面之间的辐射换热, 以及热传导对每个部件温度分布的影响.

为准确模拟钼丝和辐射腔各个表面的辐射热流, 每根钼丝表面沿轴向和周向均匀细分为 100×50 个面元, 炉盘表面均分为 50×50 个正方形面元, 四周的各个支撑板皆均分为 22×50 个长方形面元, 基片托和基片共同组成的辐射腔下表面均分为 50×50 个正方形面元. 对于基片和基片托交界面元, 若其中心位于基片半径内, 则当作基片面元处理, 反之作为基片托面元.

对于稳态加热过程, 辐射腔任一面元 n 满足能量平衡关系

$$q_{n,i} = q_{n,r} + q_{n,e} + q_{n,c} + q_{n,o} \quad (3)$$

其中 q 为热流, 下标 i, r 和 e 分别表示该面元的内表面 (法线指向辐射腔内部) 的入射、反射和发射辐射, o 表示外表面的净辐射损失, c 表示热传导.

2.1 辐射腔内表面辐射热流

入射辐射热流 $q_{n,i}$ 来源于钼丝表面净辐射热流和辐射腔其它面元内表面的发射与反射辐射热流, 即

$$q_{n,i} = \sum_{k=1}^m F_{k-n} q_{k,r} + \sum_{j=1}^{\ell} F_{j-n} (q_{j,r} + q_{j,e}) \quad (n \neq j) \quad (4)$$

其中 m 为钼丝表面元总数, ℓ 为辐射腔体表面元总数, F 为角系数, 下标 $k-n$ 和 $j-n$ 中的前者表示发射面元, 后者表示接收面元。

一般而言, 非金属物体表面的辐射性质接近于灰体。辐射加热器在高温条件下反复使用, 尤其在原位退火过程中长时间沉浸在富氧环境中, 不锈钢部件表面会形成一层致密氧化膜。氧化膜具有非金属特性, 故辐射腔内外表面可以近似作为灰体处理。

按照灰体表面辐射性质^[17], 式(4)中反射辐射热流

$$q_{j,r} = \beta_j q_{j,i} \quad (5)$$

其中反射系数 β_j 是一个依赖材料表面性质的常数, 不锈钢氧化膜和硅的反射系数分别为 0.20 和 0.06^[18]。

根据 Stefan-Boltzmann 定律, 式(4)中的发射辐射热流

$$q_{j,e} = \varepsilon_j \sigma T_j^4 A_j \quad (6)$$

其中 σ 为 Stefan-Boltzmann 常数, ε_j , T_j 和 A_j 分别为该面元的发射系数、温度和表面积。对于目前关心的无透射灰体, $\varepsilon_j = 1 - \beta_j$, 故不锈钢氧化膜和硅的发射系数分别为 0.80 和 0.94。

角系数 F_{k-n} 表示面元 k 发出辐射能量到达面元 n 的百分比。记这两个面元的中心距离为 $d_{k,n}$, 中心连线与各自法线的夹角分别为 φ_k 和 φ_n 。当 $\varphi_k \geq \pi/2$ 或 $\varphi_n \geq \pi/2$, $F_{k-n} = 0$; 当 $0 \leq \varphi_k, \varphi_n \leq \pi/2$, 并且 $\cos \varphi_k dA_k \ll d_{k,n}^2$, $\cos \varphi_n dA_n \ll d_{k,n}^2$, 有^[17]

$$F_{k-n} = \frac{\cos \varphi_k \cos \varphi_n A_n}{\pi d_{k,n}^2} \quad (7)$$

2.2 辐射腔外表面净热流损失

加热达到稳态时, 辐射腔外表面的辐射热流损失应等于其内、外表面之间的热传导热流, 即

$$\gamma \varepsilon \sigma T^4 \approx \kappa \Delta T / \delta \quad (8)$$

其中 δ 为辐射腔厚度, ΔT 为内外表面温差, κ 为辐射腔热传导系数, γ 是一个常数, 依赖于辐射表面外侧隔热屏层数。

考虑灰体辐射系数为 ε 的两个温度分别为 T_1 和 T_2 的平行平板, 在它们中间平行安放具有相同灰体辐射性质的薄隔热屏, 这两块平板的辐射换热热流^[17]

$$q_{1-2} = \gamma \varepsilon \sigma (T_1^4 - T_2^4) \quad (9)$$

其中 $\gamma = 1/(\omega + 1)$, ω 为隔热屏层数。IMCAS-VRH 的炉盘和支撑板外侧均装有两层隔热屏, 即 $\omega = 2$, 相应的 $\gamma = 1/3$; 基片托和基片外侧没有隔热屏, 故 $\gamma = 1$ 。在典型加热温度 1100 K 下, 单晶硅和 1Cr18Ni9Ti 不锈钢的热传导系数 ($\text{Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$)^[18] 分别为 15 和 35。由式(8)和式(9)容易算出, 0.5 mm 的单晶硅基片内外表面温差 ΔT 约为 1 K, 8 mm 厚的炉盘、支撑板和基片托内外表面的 ΔT 约为 10 K, 它们都远小于 1100 K, 故整个辐射腔内、外表面温度可以认为是近似相等的。IMCAS-VRH 所在的真空室壁面是双层水冷的(图 1), 在典型加热温度 $T_o \approx 1100$ K 下, 热电偶测量的真空室内表面温度 $T_v < 400$ K。根据式(9), 式(3)中的面元 n 的外表面净辐射热流损失

$$q_{n,o} = \gamma_n \varepsilon_n \sigma (T_o^4 - T_v^4) A_n \approx \gamma_n \varepsilon_n \sigma T_n^4 A_n \quad (10)$$

2.3 钼丝表面净辐射热流与遮挡效应

钼丝是唯一的主动热源, 式(4)中的钼丝面元 k 的净辐射热流 $q_{k,r}$ 可以通过如下迭代方法确定。记 W_h 为 IMCAS-VRH 稳态电加热功率, 假设所有钼丝面元的输出功率是相同的, 初始值 $q_{k,r} = W_h/m$, 计算对应的辐射腔外表面总的辐射消耗功率

$$W_c = \sum_{n=1}^{\ell} \gamma_n \varepsilon_n \sigma T_n^4 A_n \quad (11)$$

若 $W_c < W_h$, 增大 $q_{k,r}$; 反之, 减小 $q_{k,r}$, 直到 $|1 - W_c/W_h| \leq \varepsilon_h$ 。在计算中 $\varepsilon_h = 0.001$ 。

IMCAS-VRH 共有 24 根加热钼丝, 其轴向截面积之和与辐射腔在钼丝轴线平面的截面积之比为 0.36, 因此必须考虑钼丝对辐射的遮挡效应。

建立直角坐标系, 原点 O 取在辐射腔钼丝轴线截面中心, x 轴垂直向下指向基片表面, y 轴和 z 轴分别垂直和平行于钼丝轴线。考虑两个中心坐标分别为 (x_1, y_1, z_1) 和 (x_2, y_2, z_2) 的面元 1 和 2, 其连线方程

$$\frac{x - x_1}{x_2 - x_1} = \frac{y - y_1}{y_2 - y_1} = \frac{z - z_1}{z_2 - z_1} \quad (12)$$

当 $x_1 = x_2$, $y_1 = y_2$ 或 $z_1 = z_2$, 方程 (10) 退化为 $x = x_1$, $y = y_1$ 或 $z = z_1$, 下述求解过程略有简化.

中心坐标为 $(0, y_0, 0)$ 、半径为 r_f 的钼丝表面方程为

$$x^2 + (y - y_0)^2 = r_f^2 \quad (13)$$

联立方程 (12) 和 (13) 给出其交点方程. 若直线与圆柱面无交点, 这时该钼丝对面元 1 和 2 的辐射换热无遮挡; 若有交点, 记作 (x_i, y_i, z_i) , 则当 $\min(x_1, x_2) < x_i < \max(x_1, x_2)$, $\min(y_1, y_2) < y_i < \max(y_1, y_2)$, $\min(z_1, z_2) < z_i < \max(z_1, z_2)$, 并且 $-l_f/2 \leq z_i \leq l_f/2$ 时, 该钼丝对面元 1 和 2 的辐射换热有遮挡, 否则无遮挡.

2.4 热传导影响

由 Fourier 热传导定律, 式 (3) 中 $q_{n,c}$ 等于面元 n 通过热传导方式流向 4 个相邻面元的热流之和. 以基片和基片托组成的辐射腔下表面为例

$$q_{n,c} = \kappa \delta \Delta y \frac{(T_{j,k} - T_{j,k+1}) + (T_{j,k} - T_{j,k-1})}{\Delta z} + \kappa \delta \Delta z \frac{(T_{j,k} - T_{j+1,k}) + (T_{j,k} - T_{j-1,k})}{\Delta y} \quad (14)$$

其中下标 j 和 k 分别表示该面元在 y, z 方向上的指标.

基片托通过 3 点悬挂在支撑板上, 支撑板与炉盘通过点焊方式连接, 基片和基片托接触面积也很小, 故辐射腔各部件交界面在热传导计算中可以作为绝热边界条件处理.

2.5 辐射腔体的温度

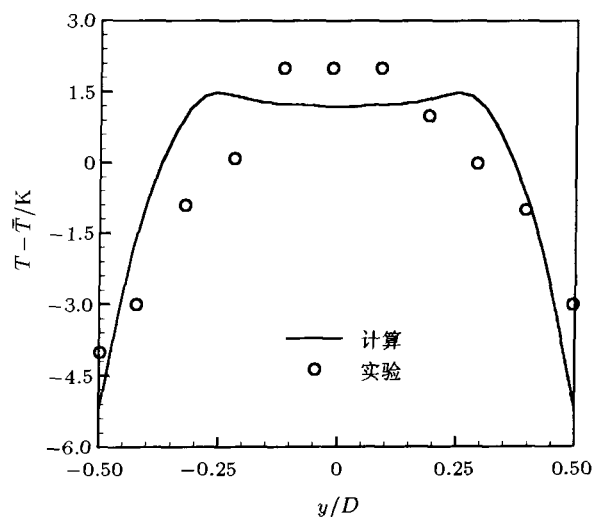
将入射、发射和反射辐射热流表达式 (4)~(6), 外表面的净辐射热流损失式 (10) 和热传导热流式 (14) 代入方程式 (3), 就得到了面元 n 的能量平衡方程. 本文采用最速下降法^[20] 联立求解所有辐射腔面元的能量平衡方程. 对于初始假设的辐射腔表面温度分布, 通过计算每个面元的各种辐射热流和热传导热流, 得到一个新的温度分布. 重复这个过程, 直到所有面元温度变化的绝对值之和满足精度要求.

为了检验计算程序, 考虑一种无钼丝的理想情况: 直径 6 in 基片的初始温度为 300 K, 其它部件温度均为 T_0 , 辐射腔体的外表面是绝热的. 本文分别计算了 $T_0 = 800$ K, 1000 K, 1200 K 和 1400 K 四种情况, 基片温度理论上应逐渐趋近并稳定在 T_0 , 4 种情况下计算与理论值的偏差都小于 0.16 K. 计算的

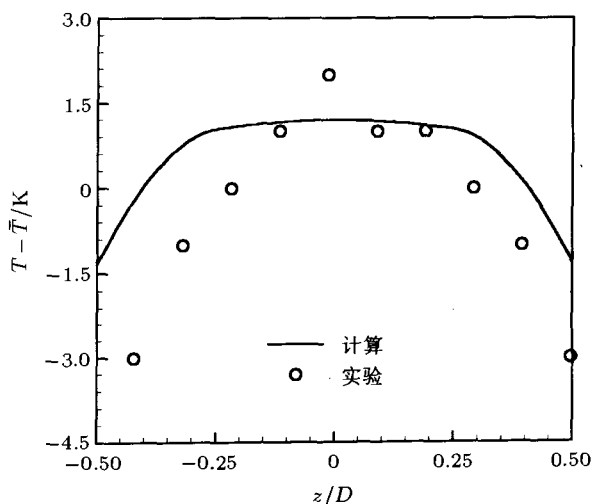
基片外围温度略高于中心是因为外围与支撑板距离相对近, 那里的角系数计算误差略有增大. 总的来说, 计算精度令人满意, 验证了目前的网格划分和计算程序的准确性.

3 基片表面温度计算和实验结果比较

图 2 比较了直径 6 in 单晶硅基片表面温度变化分布的计算和实验结果, IMCAS-VRH 的电加热功率 $W_h = 3860$ W. 计算结果和实验数据符合得很好, 与基片的平均温度 1093 K 相比, 中心温度测量值大约高 2 K, 外缘测量值低 4 K, 整个基片温度相对变化仅 5%, 令人满意.



(a) 垂直于钼丝轴线方向



(b) 平行于钼丝轴线方向

图 2 直径 6 in 单晶硅基片表面温度分布的计算结果和红外比色测量数据的比较. $D = 6$ in, $\bar{T} = 1093$ K

本文还通过数值计算进一步考察了各种因素对基片表面温度分布的影响。分析表明钼丝之间的遮挡效应不利于基片表面温度均匀，而钼丝对辐射腔面元的遮挡有利于基片表面温度均匀，综合而言，钼丝遮挡不利于基片温度均匀。无隔热屏与有两层隔热屏相比，不仅基片表面平均温度降低了 44 K，而且温度分布的均匀性也明显下降。比较炉盘、支撑板和基片托表面辐射开和关两种情况定性类似隔热屏的作用，但对基片表面的平均温度和均匀性的定量影响程度更为严重。另外，热传导也对基片表面温度分布的均匀性有一定影响，其主要原因是钼丝的遮挡效应导致基片表面入射辐射热流不均匀，而热传导可以在一定程度上弱化或消除这种不均匀性。

致谢 刘宏立博士和谢翀助理研究员参加了部分热电偶测温的工作，在此表示感谢。

参 考 文 献

- 1 Robbie CJ, Stoddart CT. A substrate heater for use in the vacuum deposition of thin films. *Journal of Scientific Instruments*, 1968, 1: 56~57
- 2 Oh B, Robertazzi RP. Heater for high T_c oxide superconducting thin film deposition. *Rev Sci Instrum*, 1991, 62(2): 3104~3105
- 3 Jones TE, McGinnis WC, Briggs JS. Compact substrate heater for use in an oxidizing atmosphere. *Rev Sci Instrum*, 1994, 65(4): 977~800
- 4 Champion R, Ormson RG, Bashford CA, et al. Design and performance of a reliable and low cost substrate heater for superconducting thin film deposition. *Vacuum*, 1995, 46(2): 195~197
- 5 Kinder H, Berberich P, Utz B, et al. Double sided YBCO films on 4" substrates by thermal reactive evaporation. *IEEE Trans Appl Supercond*, 1995, 5(2): 1575~1580
- 6 Clark JC, Maria JP, Hubbard KJ, et al. An oxygen-compatible radiant substrate heater for thin film growth at substrate temperature up to 1050°C. *Rev Sci Instrum*, 1997, 68(6): 2538~2541
- 7 Tsaneva VN, Tsanev VI, Tarte EJ, et al. Study of the radiative heating for deposition of high- T_c superconducting thin films. *Vacuum*, 2000, 58: 454~463
- 8 Geerk J, Zaitsev A, Linker G, et al. A 3-Chamber deposition system for the S simultaneous double-sided coating of 5-inch wafers. *IEEE Trans Appl Supercond*, 2001, 11(1): 3856~3858
- 9 Liu C, Macrander A. Simple vacuum heater and its application for annealing TiO₂ films. *J Vac Sci Technol A*, 2001, 19(5): 2703~2705
- 10 Chen JJ, Tao BW, Liu XZ, et al. Some considerations on heater design for simultaneous deposition of large-area high- T_c superconducting thin films. *J Vac Sci Technol A*, 2004, 22(2): 255~259
- 11 Bellman R, Raj R. A tungsten filament high temperature heater for thin film deposition. *Rev Sci Instrum*, 1996, 67(11): 3958~3960
- 12 Westerheim AC, Anderson AC, Cima MJ. Substrate temperature measurements using ultrasonically bonded Platinum II thermocouples. *Rev Sci Instrum*, 1992, 63(4): 2282~2287
- 13 Westerheim AC, Choi BI, Flik MI, et al. Radiative substrate heating for high- T_c superconducting thin-film deposition: Film-growth-induced temperature variation. *J Vac Sci Technol A*, 1992, 10(6): 3407~3410
- 14 Choi BI, Anderson AC, Westerheim AC, et al. In situ substrate temperature measurement in high- T_c superconducting film deposition. *J Vac Sci Technol A*, 1989, 11(6): 3020~3025
- 15 Wagner G, Gonzales EG, Numssen K, et al. Sputter Deposition of Large Area YBa₂Cu₃O_{7- δ} Thin Films, Habermeyer, *Physica C*, 1994, 235: 637~638
- 16 Visser RJ. Determination of the power and current densities in argon and oxygen plasmas by in situ temperature measurements. *J Vac Sci Technol A*, 1989, 7: 189~194
- 17 Incropera FP, DeWitt DP. *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*. New York: John Wiley & Sons, 1996
- 18 Yeh LT, Chu RC. *Thermal Management of Microelectronic Equipment*. New York: ASME Press, 2002
- 19 Croft DR, Lilley DG. *Heat Transfer Calculations Using Finite Difference Equations*. Applied Science Publishers Ltd, London, 1977
- 20 Peressini AL, Sullivan FE, Uhl Jr JJ. *The Mathematics of Nonlinear Programming*. New York: Springer-Verlag, 1988