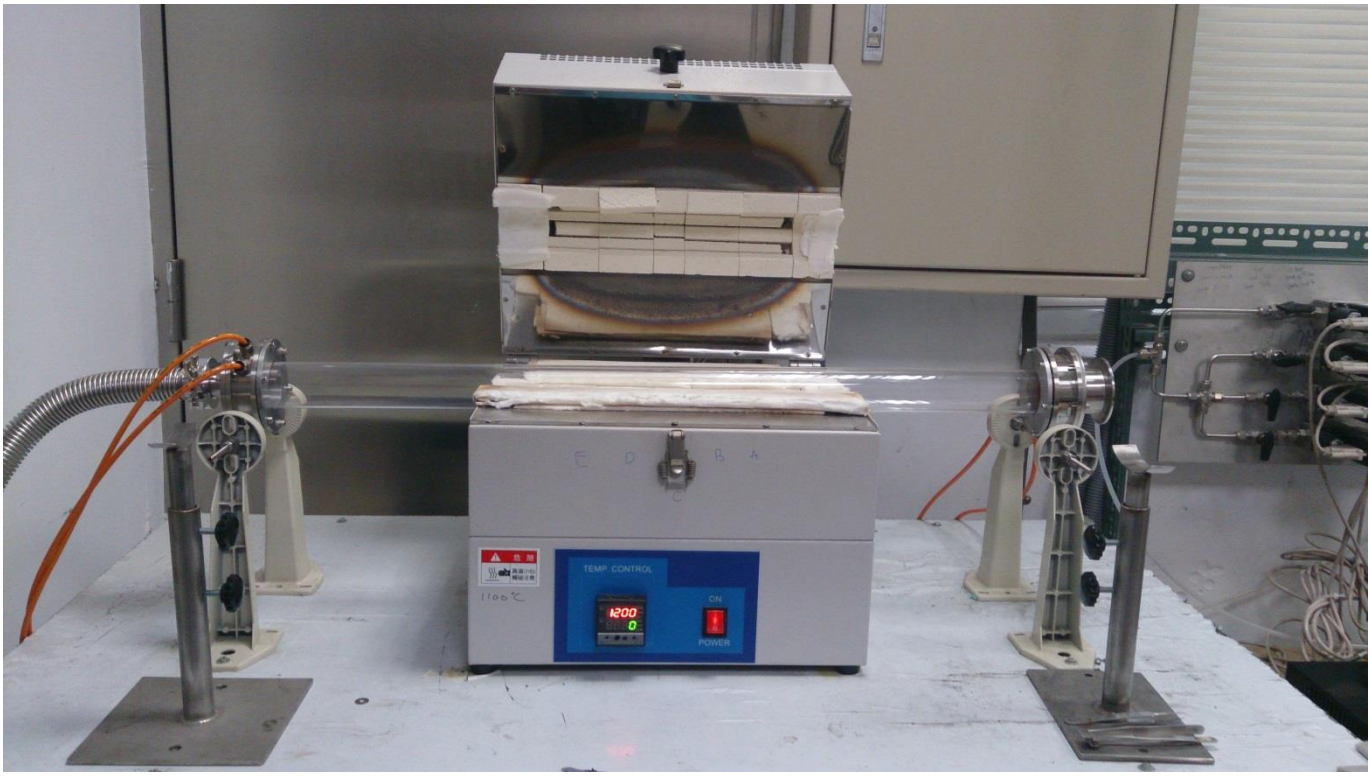
化學氣相沉積 機台規範



機台位置:綜合大樓三樓

先進奈米碳材及再生能源實驗室

管理負責單位名稱:先進奈米碳材及再生能源實驗室

管理負責單位電話:分機 6336

目錄:

一、機台原理.....3

二、機台操作步驟.....4

三、機台緊急聯絡方式.....5

四、機台 A/B 級別考試內容 6

五、機台操作參考範例.....8

六、製程範例 成長石墨烯.....9

七、機台異常警報狀況與排除 17

八、化學氣相沉積校溫機制 18

機台原理

反應氣體在反應器的主氣流裏，藉著反應氣體在主氣流及試片表面間的濃度差，以擴散的方式，經過邊界層傳遞到試片的表面。到達試片表面的反應氣體分子，將有一部份將被吸附(Adsorbed)在試片的表面上。當參與反應的反應物在表面相會後，藉著試片表面所提供的能量，發生化學反應及生成物在試片表面的運動和沉積等。

當沉積反應完成之後，反應的副產物(By-Products)及部份未反應氣體，將試片的表面上吸解(Desorption)，並進入邊界層，最後流入主氣流裡。這些未反應氣體及副產物，將一起被 CVD 設備裏的真空幫浦所抽離。

機台操作步驟

儀器開機步驟:

1. 開啟冰水機、CVD、流量控制器、真空幫浦的電源
2. 打開氣瓶，將氣體前端閥開啟

腔體抽真空步驟:

1. 試片放入腔體內正中央
2. 將石英管鎖緊
3. 打開真空幫浦開關
4. 真空幫浦閥門順時針開到最大
5. 將壓力控制器打開
6. 等待爐體內壓力 30mtorr 以下，即完成抽真空動作
7. 可以開始進行薄膜的鍍製

注意事項:

1. 開機前先確認冰水機溫度是否為 20℃ 和水位是否正常
2. 確認石英管鎖緊部位是否有冷卻水流動
3. 設定溫度最高不得超過 1100℃
4. 降溫度，溫度沒有降到 250℃，保溫蓋不能打開。
5. 蝴蝶閥要確實關閉。
6. 爐內壓力到達 700mtorr 才可以破真空。
7. 注意氣瓶是否打開或是有氣。

機台緊急聯絡方式；

管理負責單位名稱: 先進奈米碳材及再生能源實驗室

管理負責單位電話: 分機:6336

管理負責老師: 謝建國

管理負責老師電話: 分機 6315

手機 0928260440

106 學年負責學生: 黃楷宸/0918611762

106 學年負責學生: 陳宥文/0919326850

四、機台 A/B 級別考試內容

A 級考試:拆裝機台及更換零件。異常警報排除與處裡。

B 級考試:機台可以獨自操作完成，了解異常警報狀況。

五、機台操作參考範例

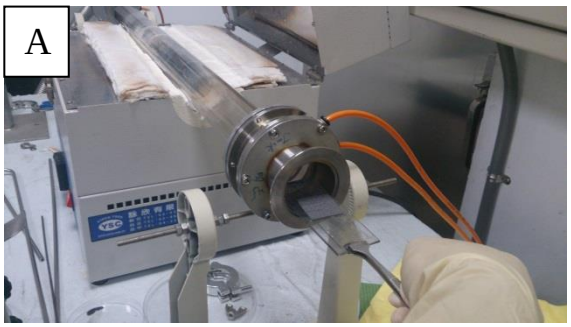
1.開啟冰水機、CVD、流量控制器、真空幫浦

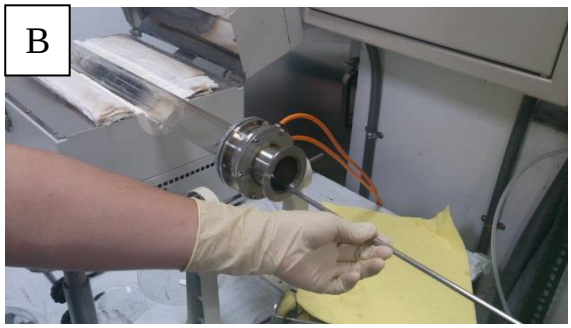
冰水機開關

流量控制器和壓力控制器開關

CVD 開關

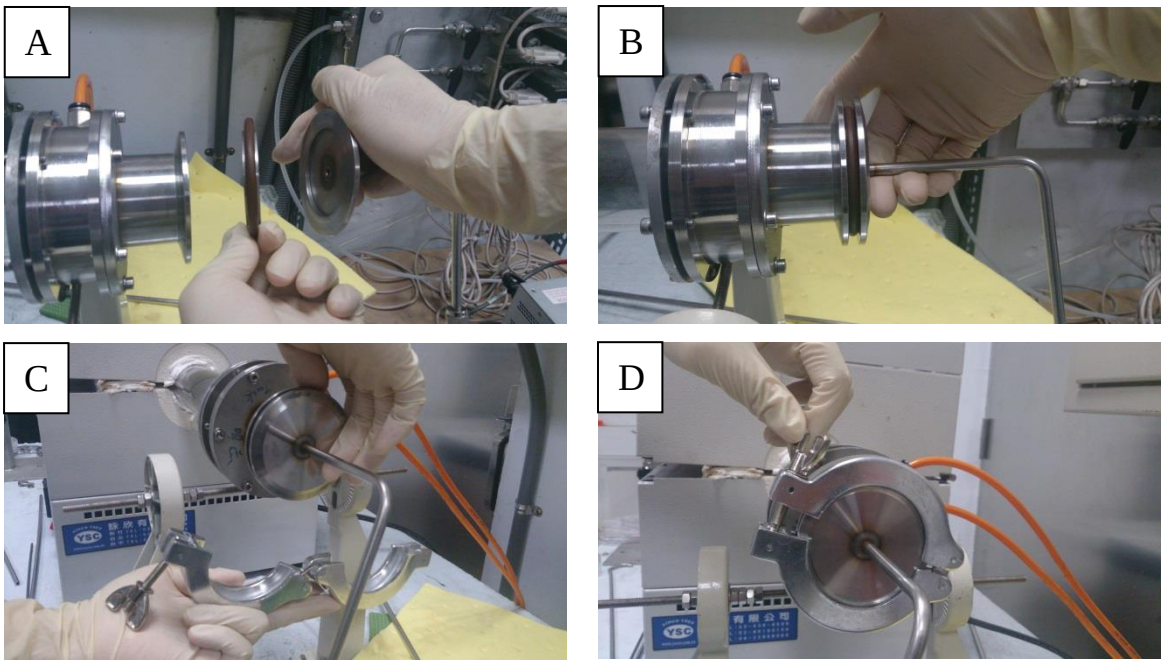
2.試片放入石英管





將試片放入石英管內

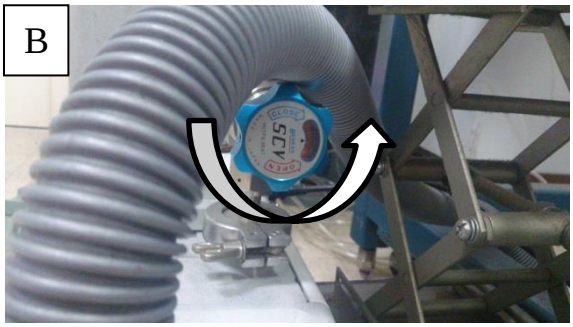
3.將石英管鎖緊，密封



石英管密封程序，橡皮環和進氣端用套環鎖緊

4.抽真空，打開真空幫浦開關，真空閥門開到最大(順時針打開)，將壓力控制器打開

真空幫浦開關



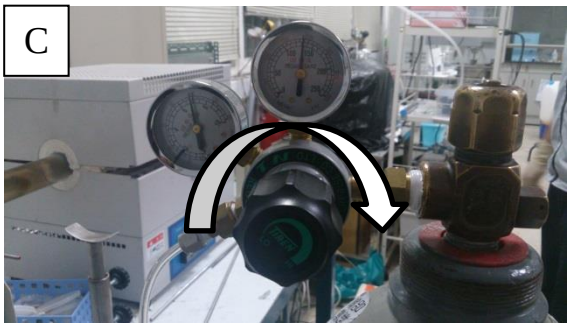
真空幫浦閥門

壓力控制器

內部壓力顯示讀數

5.開啟氣瓶

氣瓶逆時針開起

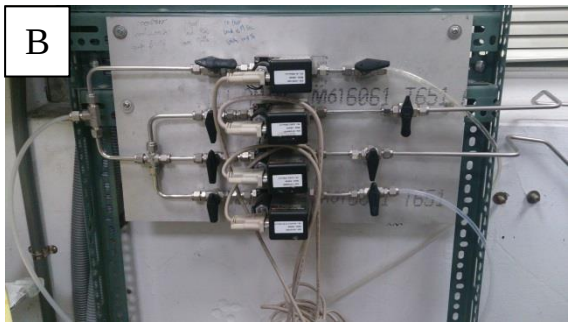


順時針開起氣瓶閥

6.流量控制器設定氣體流量

7.底壓抽到 30mtorr 以下後可以通氣體

8.開啟氣體前閥、後閥



9. Set 切到 Flow 顯示目前流量，Stand by 切到 Gas on 通氣體

8.設定溫度

紅色數字為目前溫度，綠色數字為設定溫度

<鍵可以選擇設定溫度位數

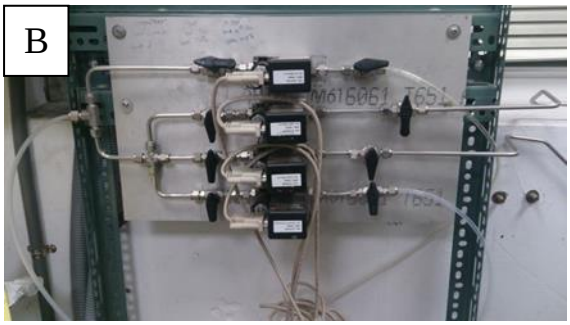
∧∨可以調整設定溫度大小

Set 可以進行設定溫度

9.製程結束，降溫

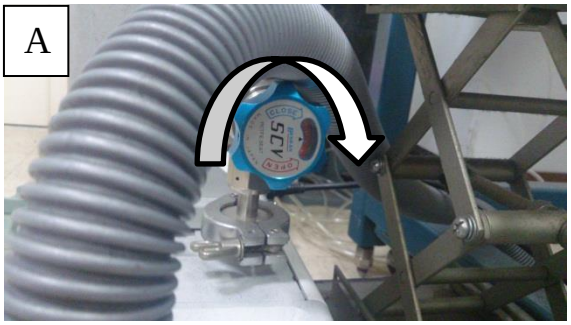
將設定溫度設為 0 進行降溫

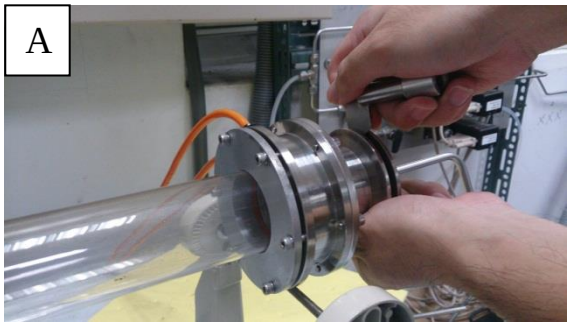
10.關閉氣體，Gas on 切到 Stand by 停止通氣體，先確認氣體流量是否下降，再將 Flow 切到 Set



11.關閉壓力控制器

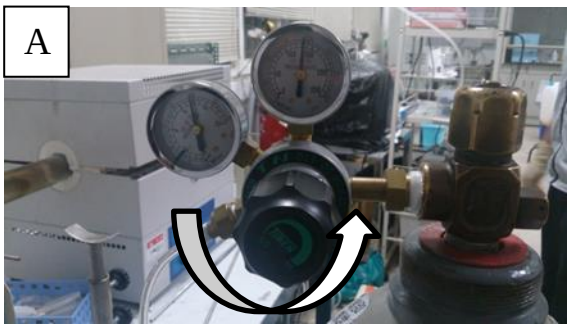
12.關閉真空幫浦，破真空，取出試片



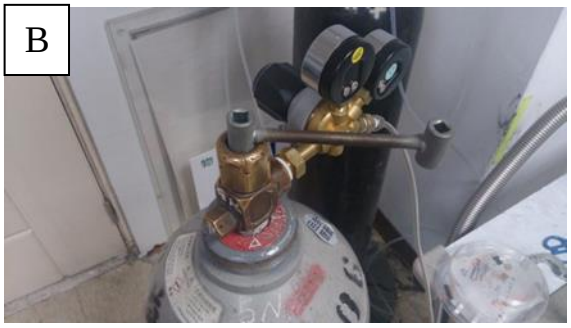


13.關閉氣瓶

A



B



C

將氣瓶閥逆時針關閉，氣瓶順時針鎖緊

15.使用完後，關閉冰水機、CVD、流量控制器、真空幫浦

六、製程範例 石墨烯成長

1.準備鍍好鎳箔的試片

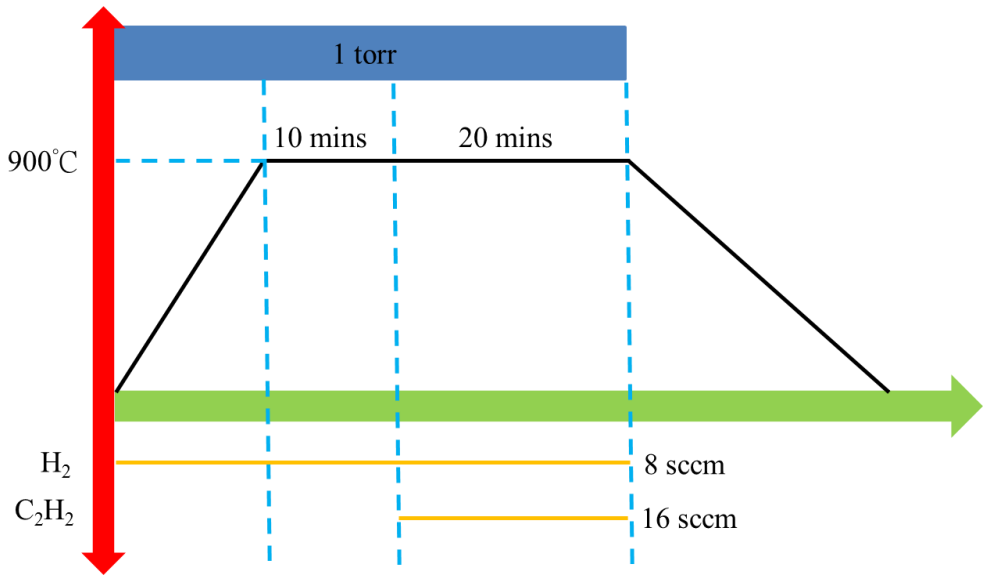
2.將真空幫浦抽底壓至 $2.0x10^{-2}$ torr

3.通入氫氣 8sccm 並將製程壓力維持 1 torr

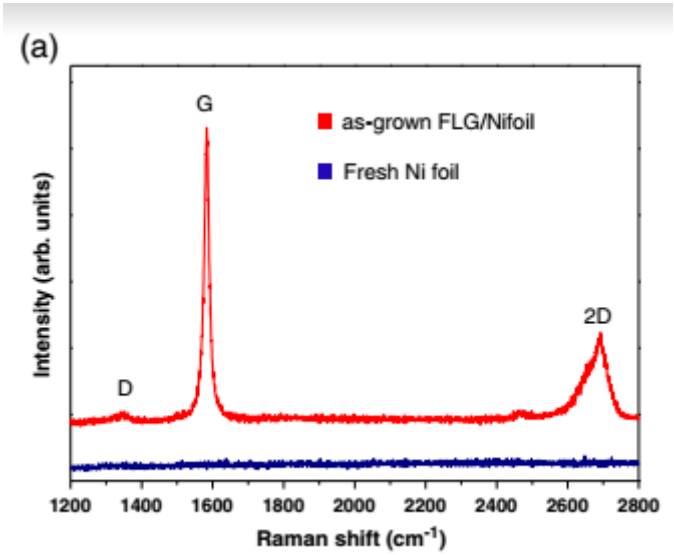
4.將 CVD 升溫至 900℃

5.持溫 10 分鐘後，通入乙炔 16sccm 20 分鐘

6,降溫取出後，石墨烯成長完成



上圖為石墨烯備製流程圖



標準製程拉曼分析圖

七、機台異常警報狀況與排除

狀況 1: 無預警停電

處理方式:將製程氣體氣瓶關閉、主電源關閉

狀況 2:氣瓶洩漏

處理方式:將氣瓶關閉，打開門窗，人員離開實驗室，等待氣體揮散

狀況 3:製程溫度降不下來

處理方式:將加熱系統關閉

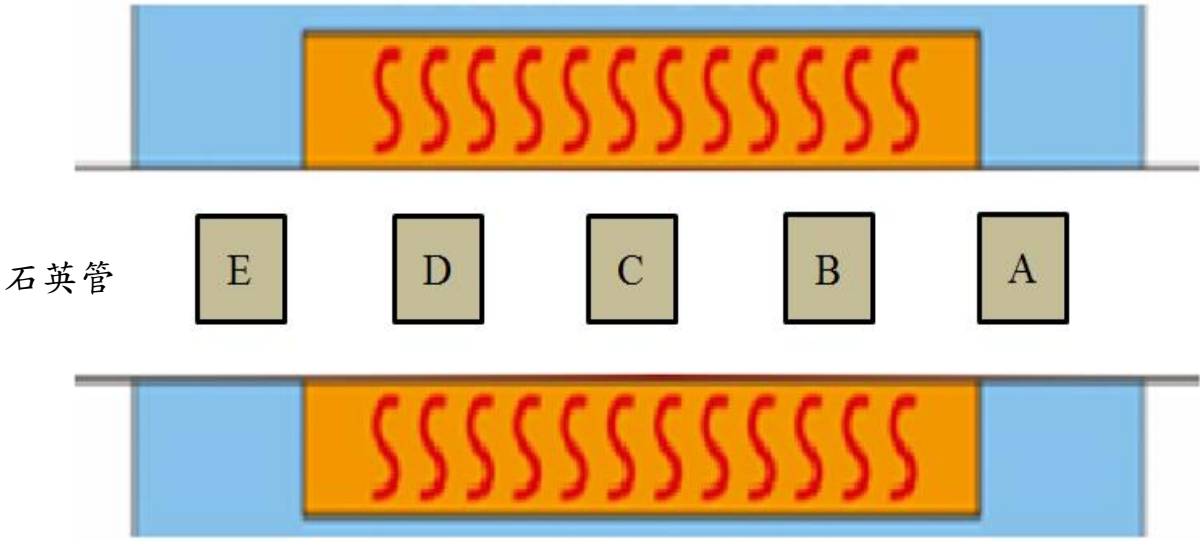
狀況 4:真空幫浦抽不到底壓

處理方式:通氬氣可以幫助抽真空

八、化學氣相沉積校溫機制

校溫機制:

為了確定化學氣相沉積機台設定的製程溫度與實際溫度是否相同，我們透過透明導電玻璃在不同的溫度下，電阻值會改變來進行溫度校正。將 CVD 分為 ABCDE 區，各放一塊透明導電玻璃，加熱到特定溫度，加熱完畢後，以四點探針來量測電阻值。



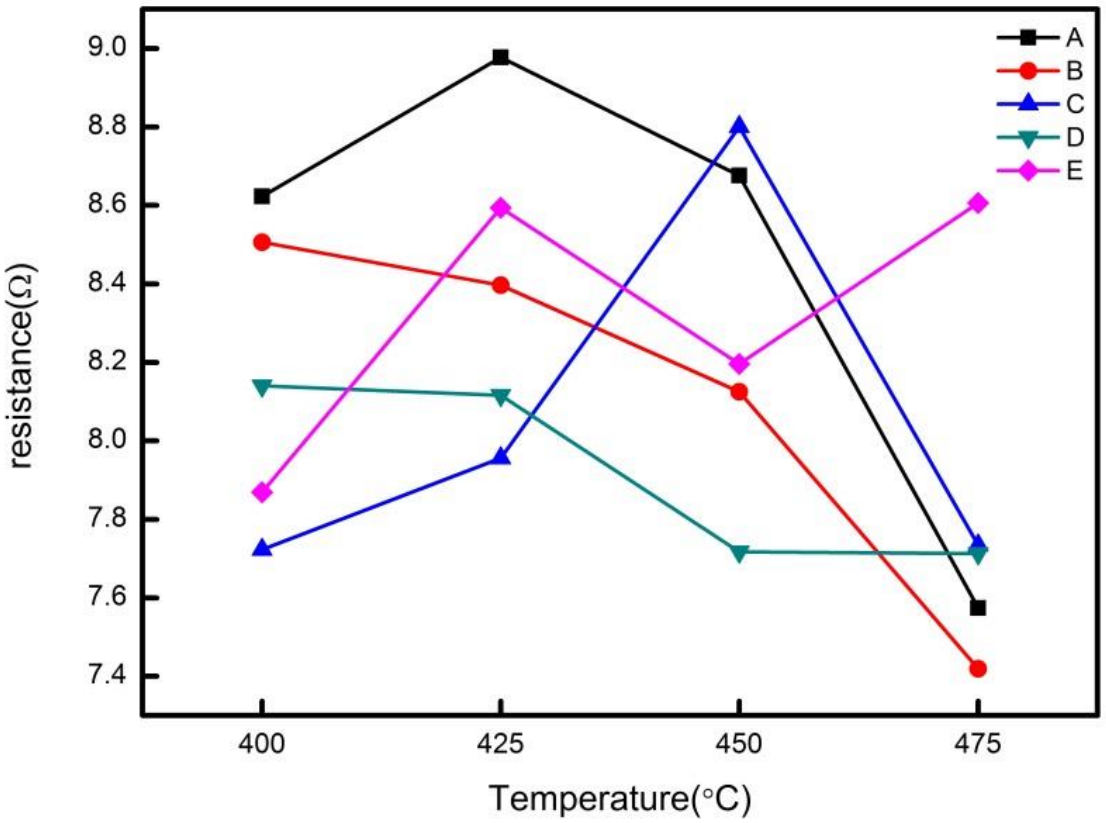
上圖為石英管的透明導電玻璃放置位置

校溫步驟:

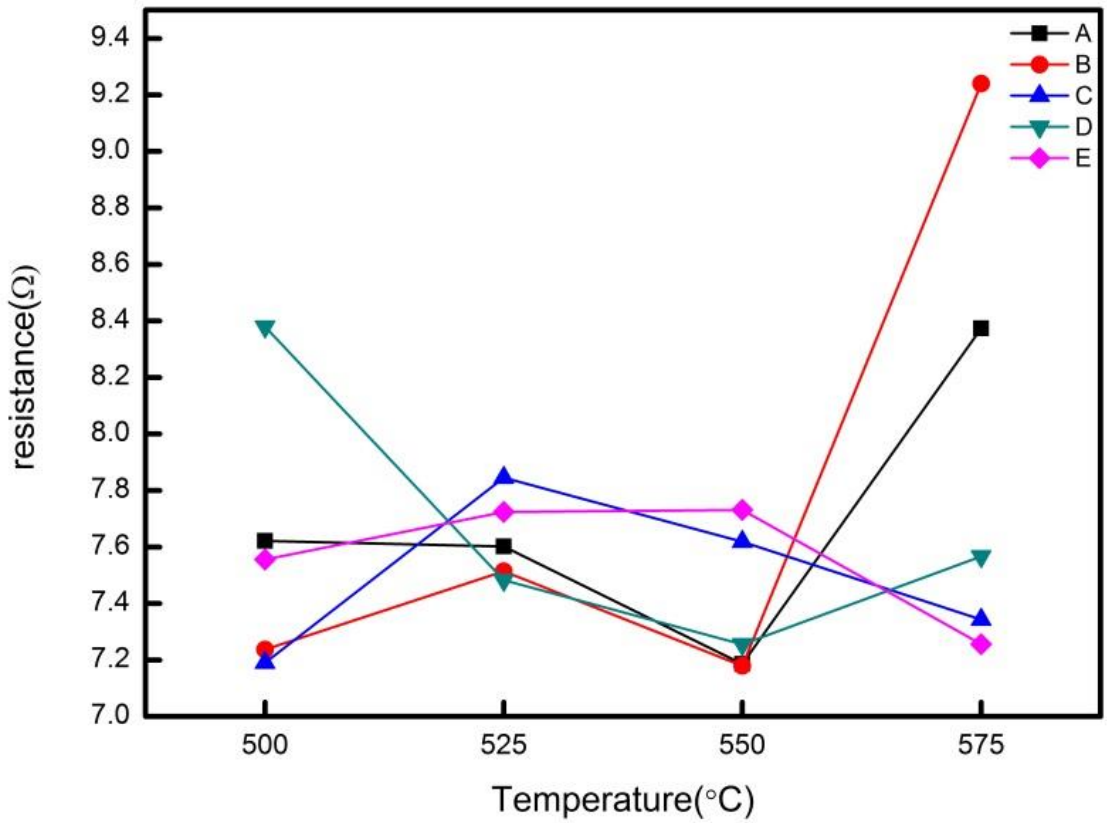
1. 準備一片大片完整的透明導電玻璃，用四點探針測量透明導電玻璃的角落四個點及中心點，確認其電阻值是否正常(透明導電玻璃的正常值為 7Ω 左右)
2. 將透明導電玻璃破片成 1x1cm，製作 20 片
3. ABCDE 區域各擺上一片透明導電玻璃，加熱 10 分鐘(每加熱一次就要換新的透明導電玻璃)
4. 銅石英管 CVD 分別以 400℃、425℃、450℃、475℃ 進行加熱
   鎳石英管 CVD 分別以 500℃、525℃、550℃、575℃ 進行加熱
5. 將加熱完後的透明導電玻璃，做四點探針的量測

校溫數據:

銅石英管 CVD 在各溫度的電阻值比較



鎳石英管 CVD 在各溫度的電阻值比較



結論:

兩台 CVD 分別以銅石英管和鎳石英管為區別進行校溫，利用 CVD 升溫方式使 FTO 溫度升高，當 FTO 溫度升高時電阻值也會上升，加熱前，FTO 的電阻值大約為 7Ω，加熱後的電阻值大約在 7Ω 到 9Ω 之間，加熱後 FTO 的電阻值在 10Ω 以下為正常，所以表示 CVD 機台控溫機制沒有問題。