

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
«Томский государственный университет систем управления и  
радиоэлектроники»

Кафедра электронных приборов

## **ВАКУУМНЫЕ И СПЕЦИАЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ТЕХНОЛОГИИ ПРИБОРОВ КВАНТОВОЙ И ОПТИЧЕСКОЙ ЭЛЕКТРОНИКИ**

Учебное пособие  
для студентов направления  
«210100.62 – Электроника и наноэлектроника»

2013

УДК 621.387.002

**Орликов Леонид Николаевич.**

Вакуумные и специальные вопросы технологии приборов квантовой и оптической электроники: учебное пособие для студентов направления «Электроника и наноэлектроника» / Л. Н. Орликов; Министерство образования и науки Российской Федерации, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, Кафедра электронных приборов. - Томск: ТУСУР, 2013. - 102 с.

В пособии рассматриваются:

- физические принципы формирования приборов электроники и наноэлектроники;
- основные приемы построения последовательностей технологических операций при формировании и синтезе оптических материалов;
- современные технологии, применяемые при производстве приборов электроники и наноэлектроники;
- принципиальные схемы последовательностей технологических операций;
- оптимальные режимы проведения технологических операций;
- анализ достоинств и недостатков известных технологий формирования оптических материалов на элементах электроники и наноэлектроники.

Приведены основы конструирования и сервисного обслуживания вакуумных систем.

Пособие предназначено для студентов очной и заочной форм, обучающихся по направлению «Электроника и наноэлектроника» по дисциплине «Основы вакуумных технологий» и дисциплине «Специальные вопросы технологии приборов квантовой и оптической электроники».

© Орликов Леонид Николаевич, 2013

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
«Томский государственный университет систем управления и  
радиоэлектроники»

Кафедра электронных приборов

УТВЕРЖДАЮ  
Зав.кафедрой ЭП  
\_\_\_\_\_ С.М. Шандаров  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 2013 г.

ВАКУУМНЫЕ И СПЕЦИАЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ ТЕХНОЛОГИИ  
ПРИБОРОВ КВАНТОВОЙ И ОПТИЧЕСКОЙ ЭЛЕКТРОНИКИ

Учебное пособие  
для студентов направления  
«210100.62 – Электроника и наноэлектроника»

Разработчик  
д-р техн. наук, проф.каф.ЭП  
\_\_\_\_\_ Л.Н.Орликов  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 2013 г

## Содержание

1	Вакуумная технология .....	6
1.1	Вакуумные системы и установки .....	6
1.2	Единицы измерения давления и потока .....	7
1.3	Режимы течения газа .....	8
1.4	Проводимость и пропускная способность вакуумных коммуникаций .....	8
1.5	Основное уравнение вакуумной техники .....	10
1.6	Технология получения вакуума .....	10
2	Расчет вакуумных систем .....	15
2.1	Методика расчета вакуумных систем .....	15
2.2	Измерение вакуума .....	17
2.3	Методы исследования вакуумных систем на герметичность .....	22
3	Подготовка изделий к технологическим операциям .....	25
3.1	Источники загрязнений при производстве приборов .....	25
3.2	Сорбционные и десорбционные процессы .....	25
3.3	Закономерности газовыделения из изделий .....	27
3.4	Вакуумная гигиена и очистка материалов .....	28
3.5	Ионное травление материалов .....	33
4	Пленочная технология .....	38
4.1	Назначение и типы пленок .....	38
4.2	Методы получения пленок .....	38
4.3	Термовакuumное испарение пленок .....	39
4.4	Условия, влияющие на формирование пленки при термовакuumном напылении .....	43
4.5	Получение пленок равномерной толщины .....	44
4.6	Адгезия пленок .....	44
4.7	Технология получения высококачественных пленок .....	46
4.8	Измерение скорости напыления и толщины пленок .....	49
4.9	Методы измерения параметров напыления .....	50
4.10	Экспресс методы сравнительного анализа толщины пленок .....	54
4.11	Специальные методы нанесения пленок .....	54
4.12	Эпитаксия .....	65
4.13	Технология формирования рельефа подложки .....	66
4.14	Механизмы ориентации и формирования кристаллов при искусственной эпитаксии .....	67
4.15	Методы ориентированной кристаллизации пленок .....	67
4.16	Перекристаллизация пленок .....	69
4.17	Лучевые методы перекристаллизации .....	69
4.18	Боковая эпитаксия .....	70
4.19	Альтернативные методы создания эпитаксиально подобных структур .....	71
4.20	Маркировка эпитаксиальных структур .....	72
4.21	МОС - гидридная эпитаксия из металлоорганических соединений .....	73
4.22	Молекулярно-лучевая эпитаксия .....	73

5	Сертификация технических средств, систем, процессов, оборудования и материалов .....	75
6	Разработка инструкций по эксплуатации используемых технического оборудования и программного обеспечения для обслуживающего персонала .....	76
6.1	Правила устройства электроустановок .....	76
6.2	Инструкция по эксплуатации технического оборудования .....	77
6.3	Инструкции по монтажу вакуумных коммуникаций .....	79
6.4	Инструкции по сервисному обслуживанию электрооборудования вакуумных установок .....	81
6.5	Технология расшифровки процесса молекулярно-лучевой эпитаксии .....	98
6.6	Инструкции по поиску негерметичности вакуумных систем .....	99
6.7	Инструкции по эксплуатации типовых вакуумных установок с масляными средствами откачки .....	100
6.8	Аварийные режимы вакуумного оборудования и методы реанимации режимов .....	101
7	Список рекомендуемой литературы .....	102

## 1 Вакуумная технология

Понятие "вакуум" определяется как состояние газа, при котором его давление ниже атмосферного. Вакуум является рабочей средой для перемещения различного рода нейтральных молекул и заряженных частиц (электронов, ионов). При атмосферном давлении движение многих частиц невозможно из-за большого количества соударений с окружающими молекулами и потерей энергии. Вакуум получают специальными откачными средствами (вакуумными насосами). Место для проведения технологического процесса (вакуумная камера) соединяется с вакуумным насосом специальной трассой в виде трубопровода с встроенными кранами (вентильями), измерителями давления, конструкциями для улавливания масел. Такой набор элементов, снабженный системой электропитания, индикации параметров и управления называется вакуумной установкой.

### 1.1 Вакуумные системы и установки

На рис. 1.1 представлены некоторые схемы вакуумных систем:

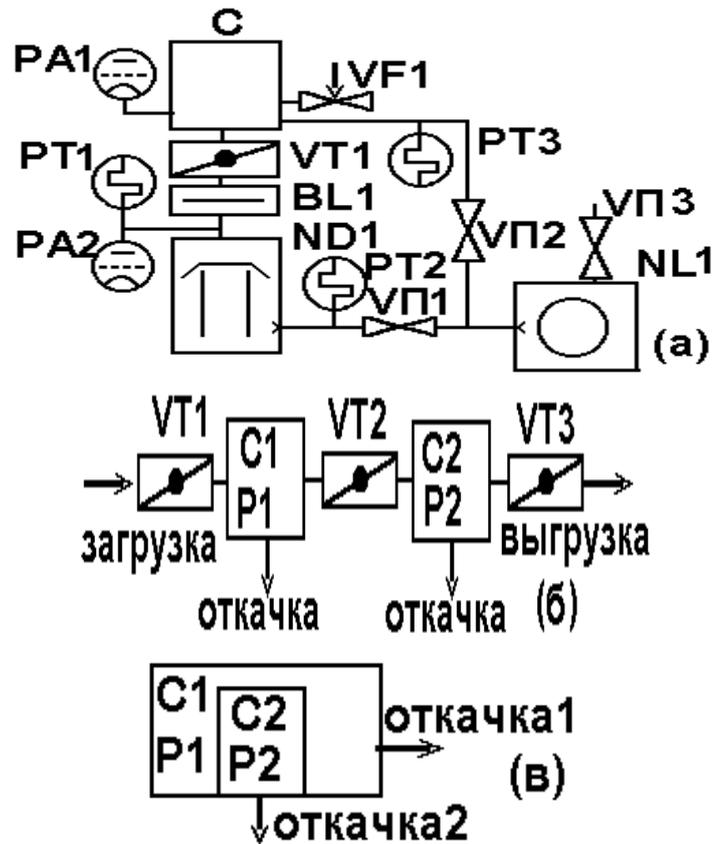
- 1) системы общего назначения (рис. 1.1 а);
- 2) централизованные вакуумные системы;
- 3) системы непрерывного действия (рис 1.1 б);
- 4) системы типа вакуум в вакууме (рис 1.1 в).

*Вакуумные системы периодического действия* имеют относительно малые габариты, просты в обслуживании и нашли широкое распространение в производстве. К таким системам относится большинство электрофизических установок среднего типоразмера (УВН-2М, УРМ-387, КАТОД и др.).

*Системы с централизованной откачкой.* В этом случае механические вакуумные насосы вынесены в отдельное помещение для устранения шума и вибрации.

*Установки непрерывного действия* позволяют обеспечить непрерывность технологического процесса с использованием шлюзовых загрузочных систем.

*Системы типа вакуум в вакууме* широко применяются при необходимости быстрого получения высокого вакуума с минимальным содержанием паров масел.



*BL1* – ловушка масел; *C1*, *C2* – вакуумные камеры; *ND1* – высоковакуумный (диффузионный) насос; *NL1* – форвакуумный (механический) насос; *PA1*, *PA2* – датчики давления; *PT1–PT3* – термopарные датчики; *VF1* – натекагель газа; *VП1–VП3* – вентили; *VT1–VT3* – затворы.

Рисунок 1.1 – Типовые схемы вакуумных систем

## 1.2 Единицы измерения давления и потока

Наиболее распространенными единицами измерения давления считаются Па (Паскаль), мм рт.ст. (миллиметр ртутного столба) и атм. (атмосфера). В научной литературе принято пользоваться международной системой единиц и измерять давление в Паскалях.

$$1 \text{ мм. рт. ст.} = 1 \text{ торр} = 133,3 \text{ Па};$$

$$1 \text{ Па} = 1,3 \cdot 10^{-2} \text{ торр} \approx 10^{-2} \text{ торр};$$

$$1 \text{ атм} = 760 \text{ мм рт.ст.} = 1,01 \cdot 10^5 \text{ Па} \approx 10^5 \text{ Па}.$$

Величина потока газа  $Q$  представляет собой некий объем газа, удаляемого из вакуумной системы при давлении  $P$  со скоростью откачки  $S$ . Величина потока определяется соотношением:

$$Q = PS, \quad (1.1)$$

где  $S$  – скорость откачки единицы объема газа в единицу времени. На практике скорость откачки измеряют в литрах, сантиметрах или

кубических метрах в секунду или в час:

$$1 \text{ см}^3 \text{ атм/с} = 0,76 \text{ торр л/с};$$

$$1 \text{ см}^3 \text{ атм/час} = 2,4 \cdot 10^{-4} \text{ торр л/с};$$

$$1 \text{ торр л/с} = 1,32 \cdot 10^{-4} \text{ Па м}^3 \text{ /с} = 1,32 \text{ Вт}.$$

В последнее время в качестве единиц измерения потока газа используется килограмм в секунду и ватт.

### 1.3 Режимы течения газа

В вакуумной технике преобладают три режима течения газа в зависимости от давления  $P$  и поперечных размеров  $d$  вакуумных коммуникаций: *вязкостный, молекулярно-вязкостный и молекулярный*. В таблице 1.1 представлены критерии оценки режимов течения газа.

Таблица 1.1 - Режимы течения газа

Режим	Число Кнудсена	$Pd$ - Па·м, мм рт.ст.·см
Вязкостный	$10^3 - 5 \cdot 10^{-3}$	$Pd > 1,33$
Молекулярно-вязкостный	$5 \cdot 10^{-3} - 1,5$	$1,33 < Pd < 0,15$
Молекулярный	$> 1,5$	$Pd < 0,015$

Число Кнудсена определяется по соотношению:

$$Kn = \lambda / d, \quad (1.2)$$

где  $\lambda$  – длина свободного пробега молекулы. Если давление выражено в мм рт. ст., то длина свободного пробега в метрах определится соотношением:

$$\lambda = 5 \cdot 10^{-5} / P.$$

### 1.4 Проводимость и пропускная способность вакуумных коммуникаций

При уменьшении давления хаотичное, равновероятное движение молекул вызывает сопротивление откачке, снижая пропускную способность  $U$  вакуумных коммуникаций и скорость откачки объекта  $S_0$ . При последовательном соединении отрезков коммуникаций складываются величины, обратные пропускной способности, сопротивление откачке возрастает (проводимость уменьшается).

$$U = \frac{1}{\sum (1/U_i)} \quad (1.3)$$

При параллельном соединении элементов трассы сопротивление уменьшается (проводимость возрастает).

$$U = \sum U_i$$

Пропускная способность возрастает при увеличении температуры и уменьшается при уменьшении молекулярного веса газа.

$$U = U_o \sqrt{T/m} \quad (1.4)$$

В таблице 1.2 приведены формулы расчета пропускной способности в системе СИ. (Размерность единиц: среднее давление на концах трубопровода  $P^*$  в Па, диаметр  $d$  и длина трубопровода  $L$  в метрах, проводимость в  $\text{м}^3/\text{с}$ ). При молекулярном режиме истечения газа, если диаметр отверстия выражен в сантиметрах, пропускную способность удобно определять по формуле:

$$U_m = 9,1d^2,$$

где  $U$  – л/с;  $d$  – см.

Таблица 1.2 – Некоторые соотношения для расчета пропускной способности в системе СИ

Режим	Трубопровод	Отверстие ( $L < 0,1d$ )
Вязкостный $Pd > 1,33$	$U_B = 1,36 \cdot 10^3 P^* d^4 / L$	$U_B = 157 d^2$
Молекулярно-вязкостный	$U_{MВ} = U_B + 0,8 U_M$	$U_{MВ} = U_B + 0,8 U_M$
Молекулярный $Pd < 0,015$	$U_M = 121 d^3 / L$	$U_M = 91 d^2$

Для более точных оценок следует пользоваться связью расхода газа  $Q$  с пропускной способностью  $U$  и разностью давлений на концах трубопровода, справедливой для любых режимов течения газа и любых профилей каналов для газа:

$$Q = U(P_1 - P_2). \quad (1.5)$$

Ловушки паров масел могут снижать проводимость наполовину. Для большинства практических случаев пропускная способность стандартных ловушек масел составляет 3 л/с на  $\text{см}^2$  площади поверхности.

В таблице 1.3 приведена пропускная способность трубопровода  $U$  (л/с) в зависимости от давления и радиуса трубы  $R$  (см) для длины  $L=1\text{м}$ .

Таблица 1.3 - Пропускная способность трубопровода

$P$ , мм рт ст	$R=1$	$R=2$	$R=3$	$R=4$
1	30	476	2480	7566
$10^{-1}$	3,9	54,7	263	826
$5 \cdot 10^{-2}$	2,14	26,4	121	362
$10^{-2}$	1,26	12,4	49,9	137
$10^{-3}$	0,9	8,23	28,4	69,5

## 1.5 Основное уравнение вакуумной техники

В вакуумной системе при постоянном давлении достигается баланс между количеством поступающего и откачиваемого потока.

$$Q = P_H S_H = P_O S_O = U(P_O - P_H), \quad (1.6)$$

где индексы «н» и «о» относятся соответственно к насосу и к объекту откачки.

Из этого уравнения можно выразить скорость откачки объекта  $S_O$  и необходимую скорость насоса  $S_H$ :

$$S_O = U(P_O - P_H) / P_O,$$

$$S_H = U(P_O - P_H) / P_H.$$

Продолжая преобразования, получим *основное уравнение вакуумной техники*:

$$1/S_O = 1/S_H + 1/U. \quad (1.7)$$

Из основного уравнения вакуумной техники следует, что скорость откачки объекта всегда меньше скорости откачки насоса.

## 1.6 Технология получения вакуума

В основе работы откачных средств лежат следующие физические принципы:

- принцип механического увлечения объема захваченной порции газа (реализуется в механических вакуумных насосах);
- принцип захвата молекул движущейся поверхностью (так называемые турбомолекулярные насосы);
- захват газа струей жидкости или пара (эжекторные, пароструйные, диффузионные насосы);
- ионизация газа с последующим увлечением заряженных частиц (электроразрядные, ионные насосы);
- поглощение частиц (сорбционные насосы).

### 1.6.1 Механические вакуумные насосы

Механические форвакуумные насосы начинают откачку с атмосферного давления. На рис. 1.2 представлены конструкции золотникового (а) и пластинчато-роторного (б) насосов.

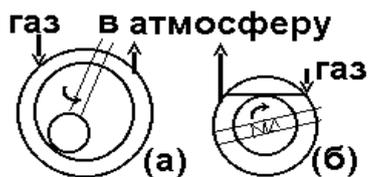


Рисунок 1.2 – Конструкции механических вакуумных насосов

Дополнительный напуск газа в *газобалластное устройство* изменяет соотношение давления насыщенных паров трудно откачиваемых газов (пары воды, бензин и др.). Это предотвращает конденсацию паров внутри насоса.

Предельный вакуум механических насосов при давлениях менее 1 Па ограничен плотностью прилегания элементов и тепловой скоростью молекул. На рис. 1.3 представлена зависимость изменения объема камеры насоса  $V$  от угла поворота ротора и зависимости скорости откачки от давления для двухступенчатых (1) и одноступенчатых (2) механических вакуумных насосов.

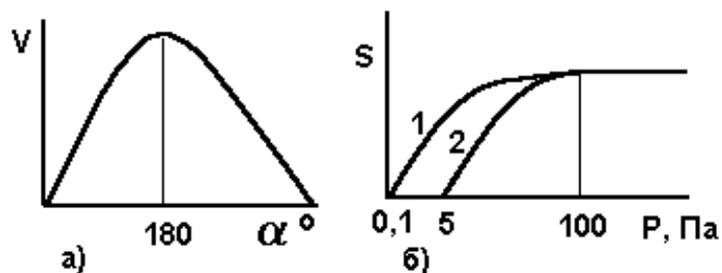


Рисунок 1.3 – а) зависимость объема камеры насоса от угла поворота ротора; б) зависимости стационарной скорости откачки от давления: 1– двухступенчатый насос, 2 – одноступенчатый насос.

Изменение объема камер  $V$  от угла поворота ротора пропорционально времени. Мгновенная скорость откачки  $S_m$  определится выражением:

$$S_m = dV / dt .$$

Мгновенная скорость откачки насоса намного больше усредненной паспортной.

К маслам для форвакуумных насосов предъявляются два основных требования: малое давление насыщенных паров и определенная вязкость. В настоящее время в производстве нашли применение масла марок ВС-1, ВМ-4, ВМ-1, ВМ-6, АЛКАРЕН-35. Не рекомендуется использовать марки не указанные в паспорте откачного средства.

## 1.6.2 Высоковакуумные откачные средства

### Диффузионные и бустерные насосы

На рис. 1.4 представлена схема диффузионного насоса и его зависимость скорости откачки от давления. На дне насоса имеется масло.

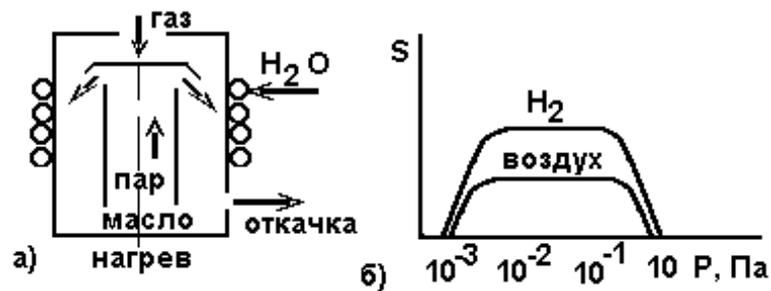


Рисунок 1.4 - а) схема диффузионного насоса; б) зависимость скорости откачки диффузионного насоса от давления

При откачке выхода насоса (форвакуумным механическим вакуумным насосом) в нем обеспечивается давление около 10 Па. Вследствие нагрева пары масел устремляются через круговое сопло на охлаждаемые стенки корпуса. Выходя из сопла, струя пара увлекает молекулы газа за счет эжектирующего эффекта. Пары масел, конденсируясь на стенках корпуса, стекают на дно, где снова возгоняются в пар. Таким образом, при круговороте масла обеспечивается уплотнение газа до давления около 10 Па, при котором возможно его удаление механическим форвакуумным насосом. Предельно достигаемый вакуум объясняется диффузией паров масел из высоковакуумного насоса в откачиваемый объем.

*Бустерные насосы* являются разновидностью диффузионных насосов. Особенностью бустерных насосов является более мощный подогрев масла и соответственно более мощная паровая струя. Такие насосы имеют явно выраженный максимум откачки в диапазоне давлений 1 Па.

Для диффузионных насосов нашли применение масла марок ВМ-1, ВМ-5, ВМ-7, обеспечивающие достижение вакуума на уровне  $10^{-4}$  Па и менее. В последнее время для заправки высоковакуумных насосов применяются более термостойкие масла и кремнеорганические жидкости. Это: Алкарен 1, Алкарен -24, 5Ф4Э и др. Для бустерных насосов широко применяются относительно стойкие к окислению масла марок ВМ-3, ПФМС-1, масло «типа Г», Алкарен- 12.

### 1.6.3 Откачные средства специального назначения

Насосы специального назначения предназначены для удаления газов с минимальным количеством углеводородов в остаточном газе. На рис. 1.5 а представлена схема многопластинчатого форвакуумного насоса типа НВП-6. Такие насосы при скорости откачки 3–6 м<sup>3</sup>/с создают вакуум 500 – 1000 Па (5–10 мм рт.ст.) для пневмотранспорта, для ряда технологических целей.

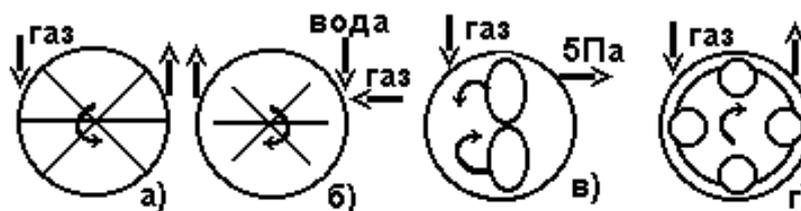


Рисунок 1.5 – Схемы безмасляных форвакуумных насосов; а) – многопластинчатый; б) – водокольцевой; в) – двухроторный; г) – эластомерный.

На рис. 1.5 б представлена схема водокольцевого насоса типа ВВН-3. Такой насос откачивает газ до давления 1 кПа (100 мм рт.ст.) вследствие эжектирующего эффекта, создаваемого вращением воды внутри насоса. Широкое распространение подобные насосы нашли для транспортировки сыпучих материалов. На рис. 1.5 в представлена схема двухроторного насоса типа ДВН-50. Подобный насос применяется для быстрого получения высокого вакуума (0,01 Па) при небольшом количестве углеводородов в остаточном газе. На рис. 1.5 г представлена схема механического безмасляного эластомерного насоса. Срок службы таких насосов определяется прочностью эластичной трубки, по которой катаются ролики (~100 час). В последнее время за рубежом появились безмасляные форвакуумные спиральные насосы с фторопластовым покрытием фирмы VARIAN, развивающие вакуум до  $10^{-2}$  мм рт ст.

*Турбомолекулярные насосы* представляют собой систему расположенных в полости цилиндра дисков, которые вращаются со скоростью до 40 тыс. об /мин. На рис. 1.6 представлена схема турбомолекулярного насоса типа ТМН-3000 и фрагмент спектра остаточных газов на выходе насоса. В последних разработках этих насосов могут изменяться расстояния между дисками, что позволяет им работать с атмосферного давления без предварительной откачки.

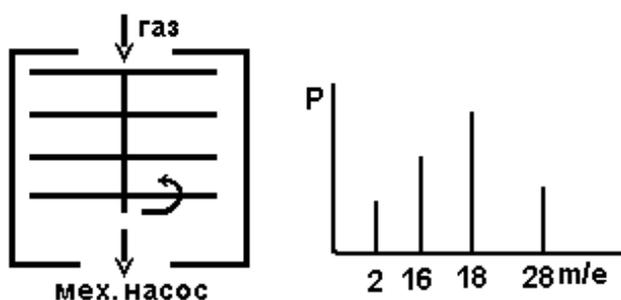


Рисунок 1.6 – Схема турбомолекулярного насоса и спектр остаточных газов на его выходе

*Криогенные насосы* используют принцип прилипания газов к холодным поверхностям. Насос содержит криопанель в виде медной перфорированной поверхности с трубками, по которым прокачивается жидкий азот или гелий. Особенностью является то, что с течением

времени насосы требуют очистки от инея и снега (регенерации).

*Геттерные насосы* работают на принципе поглощения газа парами испаряемого материала: геттера (чаще титана) с последующим химическим соединением газов с геттером и вмуровыванием в стенки корпуса насоса. Испарение геттера производится термическим нагревом (испарительные насосы), в электрической дуге (электродуговые насосы), в электрическом разряде в магнитном поле (магнитные электроразрядные насосы). Они служат для создания сверхвысокого вакуума ( $10^{-8}$  Па). На рис 1.7 представлены схемы электродугового (рис. 1.7 а) и магнитного электроразрядного (рис 1.7 б) насоса типа НОРД 250.

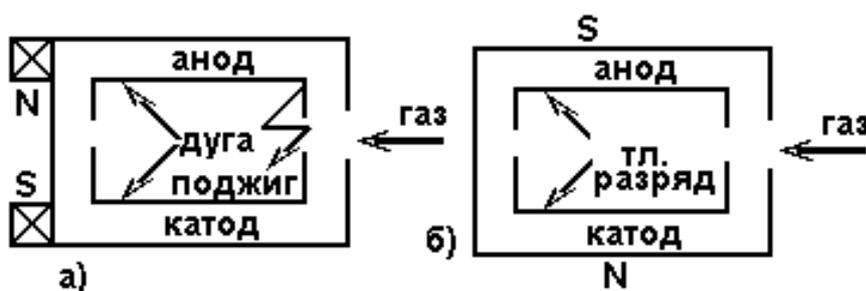


Рисунок 1.7 – Схема электродугового и электроразрядного насосов

Давление запуска для электродугового насоса близко к атмосферному, для электроразрядного насоса – 1 Па.

## 2 Расчет вакуумных систем

### 2.1 Методика расчета вакуумных систем

Расчет вакуумной системы необходим для определения основных ее параметров: требуемой производительности откачных средств и времени откачки до рабочего давления.

Суммарный поток газовой выделению складывается из газовой выделению стенок камеры, газовой выделению из изделий, газовой выделению из различных вводов в камеру и потока напускаемого рабочего газа.

Поток газовой выделению с поверхности камеры  $Q$  определяется произведением площади поверхности  $A$  на коэффициент удельного газовой выделению  $g$  и коэффициент поверхности  $\Omega$ :

$$Q = Ag\Omega. \quad (2.1)$$

Величины удельного газовой выделению приводятся в соответствующей справочной литературе (для стекла и керамики  $g=10^{-4}$  Па м<sup>3</sup>/с с 1 м<sup>2</sup>). Коэффициент поверхности зависит от качества механической обработки материала (для стали достигает 10).

В вакуумной камере всегда имеется более десятка вводов: для датчиков, для термопар, для ввода напряжения и т.д. Поток натекания через такие элементы  $Q$  определяется произведением чувствительности течеискателя  $\kappa = 10^{-6}$  на их число  $N$ .

$$Q = \kappa N. \quad (2.2)$$

Таким образом, суммарный поток газов в вакуумной камере определится выражением:

$$\sum Q = (Ag\Omega)_k + (Ag\Omega)_u + \kappa N + Q_{\text{нап}}, \quad (2.3)$$

где первое слагаемое относится к камере, второе к детали, третье к течеискателю, четвертое к потоку напускаемого газа. Обычно напускаемый поток составляет 30 – 80 см<sup>3</sup> атм/час. Поскольку заводы выпускают оборудование с производительностью в литрах в секунду, то выбранную величину напуска газа следует умножить на переводной коэффициент  $2,4 \cdot 10^{-4}$ , т.е

$$Q_{\text{нап}} = (30-80) \cdot 2,4 \cdot 10^{-4} \text{ тор л/с.}$$

Необходимая скорость откачки высоковакуумного насоса определится отношением суммарного потока в вакуумной камере  $Q$  к рабочему давлению  $P_{\text{раб}}$ , при котором проводится технологический процесс.

$$S_n = \sum Q / P_{\text{раб}}. \quad (2.4)$$

Скорость откачки форвакуумного насоса определяется как отношение газового потока на выходе диффузионного насоса  $Q$  к выходному давлению диффузионного насоса ( $P_{\text{вых}}$ ).

$$S_\phi = \sum Q / P_{\text{вых}}. \quad (2.5)$$

В большинстве диффузионных насосов выходное давление

составляет  $P_{вых} = 10 \text{ Па}$  (0,1 мм рт.ст.). Следует выбрать тот механический насос, который обеспечивает требуемую скорость откачки при давлении 10 Па.

Из основного уравнения вакуумной техники следует, что скорость откачки объекта  $S_o$  всегда меньше скорости откачки насоса  $S_n$ . При проектировании систем, если проводимость коммуникаций неизвестна, выбирают скорость насоса с коэффициентом запаса  $\gamma$ :

$$S_n = \gamma S_o, \quad (2.6)$$

где  $\gamma = 1,25$  для форвакуумных насосов;  $\gamma = 2,00$  для высоковакуумных насосов.

При нестационарном поступлении газа или изменении объема, поток натекания определяется соотношением:

$$Q = d(PV) / dt = PdV / dt + VdP / dt. \quad (2.7)$$

При постоянном объеме камеры поток натекания определится вторым слагаемым.

Время откачки объекта определяется выражением:

$$t = \frac{V \cdot V'}{S_o} \ln \frac{P_1 - \sum Q / S_o}{P_2 - \sum Q / S_n}, \quad (2.8)$$

где  $V$  – объем, откачиваемого объекта;

$V' = 10^3$  – приведенный объем;

$P_1, P_2$  – начальное и конечное давление.

В расчетах времени откачки в диапазоне давлений, когда существенно возрастают газовыделения (от 10 до 0,01 Па и менее) необходимо учитывать приведенный объем  $V'$ , увеличенный пропорционально уменьшению давления. (Например, обеспечение рабочего вакуума от 10 до 0,01 Па соответствует, уменьшению давления на три порядка). Соответственно, приведенный объем составит величину  $V' = 10^3$ .

При откачке на форвакууме газовыделениями пренебрегают ввиду их малости. В этом случае время откачки определяют по формуле:

$$t = V / S_o (\ln P_1 / P_2). \quad (2.9)$$

При откачке газа в диапазоне от атмосферного давления до 133 Па (1 мм рт.ст.) газ достаточно вязкий и проводимость трассы почти не влияет на эффективную скорость откачки. В этом случае время откачки можно рассчитать по формуле:

$$t = 8V / S_n. \quad (2.10)$$

#### *Согласование откачных средств*

На практике согласование проводят графически, строя зависимости производительности откачных средств от давления. На рис. 3.8 представлен вариант графического согласования диффузионного и механического вакуумных насосов. В точке согласования выходное

давление высоковакуумного насоса равно входному давлению форвакуумного насоса, а скорость откачки форвакуумного насоса меньше паспортной, поскольку она зависит от давления.

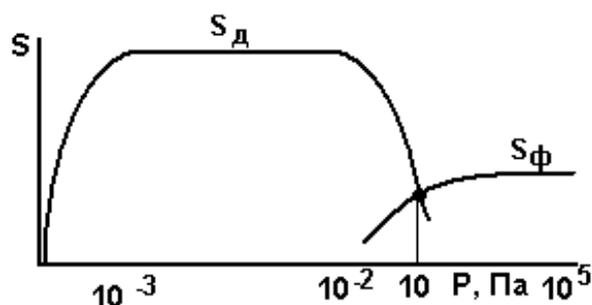


Рисунок 2.1 – Графическое согласование вакуумных насосов

## 2.2 Измерение вакуума

### 2.2.1 Средства измерения давлений

При давлениях, близких к атмосферному давлению, измерение давлений может производиться на основе изменения деформации гофрированной трубки (деформационные вакуумметры, барометры). При уменьшении давления менее 0,1 атм. широкое распространение получили вакуумметры на основе изменения сопротивления прогреваемых металлических нитей от теплоотода газа (вакуумметры сопротивления блокировочные марки ВСБ-1 с датчиком ПМТ-6 – преобразователь манометрической тепловой). Широкое распространение нашли датчики на основе измерения температуры нити с помощью термопары (*термопарные вакуумметры* марки ВТБ, ВИТ с датчиками ПМТ-2, ПМТ-4 – преобразователь манометрической термопарный). На рис. 2.2 представлена схема термопарного датчика и вид его градуировочной кривой.

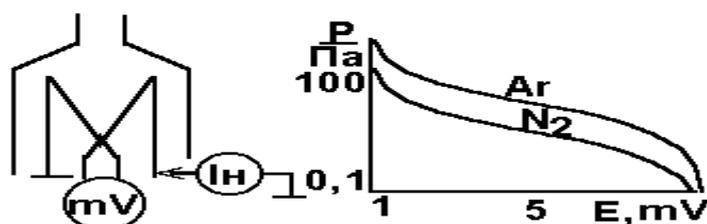


Рисунок 2.2 – Схема термопарного датчика и его градуировочная кривая

Для измерения давления менее 0,1 Па нашли широкое распространение *ионизационные датчики* ПМИ – 2 на основе ионизации газа. Такой датчик устроен по типу трехэлектродной радиолампы (рис. 2.3).

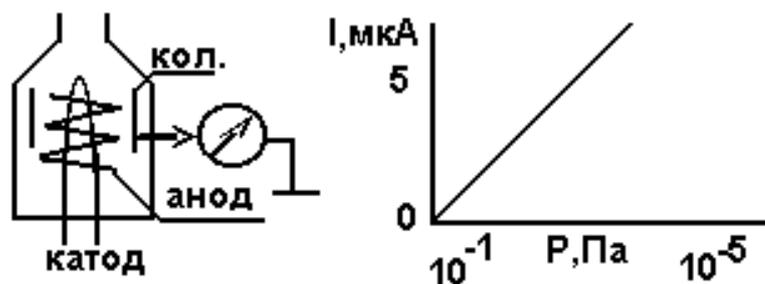


Рисунок 2.3 – Схема ионизационного датчика ПМИ-2 и его градуировочная кривая

Ионизация газа происходит за счет электронов, получаемых с накаливаемого катода. Ионы улавливаются коллектором. Диапазон измерения давлений более 0,1 Па ограничивается перегоранием вольфрамового катода. Для расширения диапазона измерения в сторону более высоких давлений (до 1 Па) используются датчики с иридиево-ториевым катодом. (ПМИ-10 в комплексе с вакуумметром типа ВИ-14). Для измерения давлений от форвакуума (менее 100 Па) до сверхвысокого вакуума ( $10^{-10}$  Па) в последнее время применяются *электроразрядные* датчики с вакуумметрами типа ВМЦБ в комплексе с ЭВМ. На рис. 2.4 представлены схемы электроразрядных датчиков и их характеристика. Работа датчиков основана на зависимости тока разряда от давления. Стимулирование разряда проводится магнитным полем или эмиссией электронов с катода.

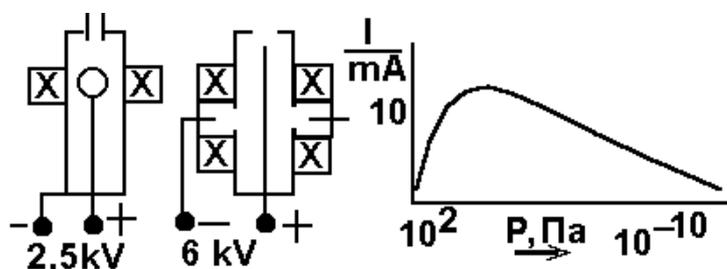


Рисунок 2.4 - Схемы электроразрядных датчиков и типовая зависимость тока разряда от давления

## 2.2.2 Погрешности при измерении давлений

Несколько одинаковых датчиков, помещенных в одной точке измерения, покажут разное давление вследствие технологического разброса при изготовлении.

Чувствительность различных датчиков к роду газа отличается вследствие различий по теплопроводности и коэффициенту ионизации. В табл. 3.4 приведены коэффициенты пересчета чувствительности для некоторых датчиков.

Не рекомендуется проводить измерение вакуума в период горения разряда или испарения материалов и т.п., вследствие десорбции газов из-за нагрева или электронной бомбардировки. В начальный момент измерения

происходят процессы обезгаживания элементов датчика.

Таблица 2.1 – Чувствительность некоторых датчиков давления к роду газа

Датчик	Воздух, азот	Водород	Аргон	Углекислый газ
ПМТ-2	1	0,67	1,56	0,94
ПМИ-2	1	0,43	1,29	1,02

### 2.2.3 Расчеты в течеискании и масспектрометрии

Общее давление газа в вакуумной системе по закону Дальтона складывается из суммы парциальных давлений. Приборы для измерения парциальных давлений называются газоанализаторами или спектрометрами. Принцип работы масспектрометра заключается в ионизации газа с последующим разделением тока ионов  $I_i$  по массам. В случае однозарядной ионизации *массовое число* иона, отнесенное к заряду ( $M / e$ ) равно молекулярной массе иона. На рис. 2.5 приведен фрагмент записи спектра масс. В таблице 2.2 приведено соотношение интенсивностей спектральных линий для расшифровки спектра масс.

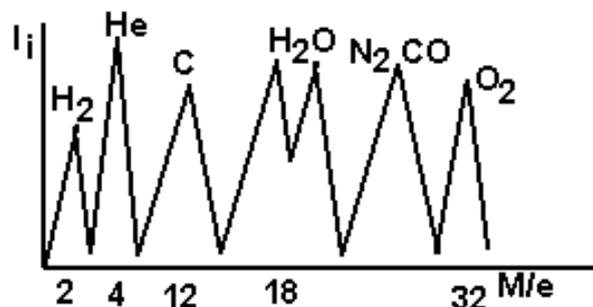


Рисунок 2.5 – Спектр масс

Таблица 2.2 – Соотношение интенсивности спектральных линий для некоторых газов

Газ	Ионы	Масса	Ток, %	Газ	Ионы	Масса	Ток, %
H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> <sup>+</sup>	2	100	He	He <sup>+</sup>	4	100
H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O	18	100	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub> <sup>+</sup>	28	100
O <sub>2</sub>	O <sub>2</sub> <sup>+</sup>	32	100	O <sub>2</sub>	O <sup>+</sup>	16	10
CO	CO	28	100	CH <sub>4</sub>	CH <sub>4</sub>	16	100
	C	12	12		CH <sub>3</sub>	17	81

Для измерителей парциальных давлений характерны следующие параметры:

- 1)  $K$  – газоаналитическая чувствительность к роду газа, равная

отношению парциальной компоненты  $P_n$  к общему давлению.

$$K = P_n / P \text{ [Ампер/Паскаль];}$$

2) предел анализа верхнего давления, т.к. с увеличением давления (более 0,01 Па) возрастает рассеяние ионов.

3) диапазон измеряемых масс;

4) разрешающая способность ( $R$ ) как отношение ионного тока (высоты пика) предполагаемого элемента к разнице масс между пиками:

$$R = M / (M + \Delta M);$$

На рис. 2.6 представлена схема спектрометра с магнитной разверткой.

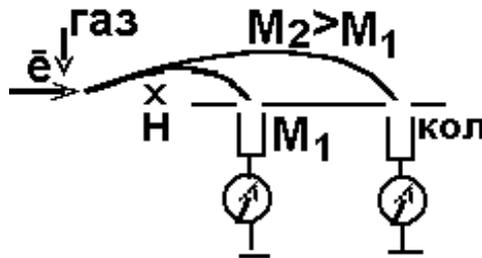


Рисунок 2.6 – Схема спектрометра с магнитной разверткой

Электроны с термокатода ионизируют исследуемый газ. Ионы, в пролетной камере искривляют свою траекторию в магнитном поле под действием силы Лоренца. Радиус искривления  $r$  обратно пропорционален массе иона  $M$  и определяется соотношением:

$$r = 1 / B [2MU / e], \quad (2.11)$$

где  $B$  – индукция магнитного поля;

$U$  – разность потенциалов на пути пролета ионов.

Изменяя разность потенциалов, и напуская известные газы, производят калибровку спектрометра по массам.

По подобному принципу устроены масс-спектрометрические гелиевые течеискатели ПТИ-6, ПТИ-7, ПТИ-10. При обдуве вакуумной системы гелием, течеискатель позволяет отыскивать малейшие негерметичности. Разрешающая способность подобного класса приборов относительно невелика ( $M / \Delta M = 30$ ). В последнее время появились водородно-гелиевые спектрометры-течеискатели СТИ-11, СТИ-12.

В практике вакуумных исследований состава газа широкое применение нашел измеритель парциальных давлений омегатронного типа (ИПДО), у которого произведение разрешающей способности  $R$  на массовое число  $M$  – есть величина постоянная. Это позволяет оперативно определять род газа ( $M$ ) и разрешающую способность по массам ( $\Delta M = M/R$ ). Например, для реперной точки  $M=18$  ( $H_2O$ ) разрешающая способность прибора постоянна  $R=20$ . На рис. 2.7 представлена схема датчика масспектрометра.

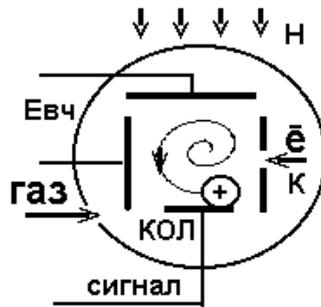


Рисунок 2.7 – Схема датчика омегатрона

При обеспечении в объеме датчика давления менее  $10^{-2}$  Па включается термокатод  $K$  и на пластины подается напряжение  $E_{вч}$  до 5 В с изменяющейся частотой  $f$  от единиц килогерц до 2,5 МГц. Пробный газ подается в датчик, где подвергается ионизации. Ионы начинают вращаться под действием электрического и магнитного полей. Радиус орбиты ионов обратно пропорционален их массе. Масса  $M$ , отбираемых коллектором ( $КОЛ$ ) ионов, обратно пропорциональна частоте вращения ионного облака и определяется выражением:

$$M = c \cdot B / f, \quad (2.12)$$

где  $c$  – постоянная прибора;  $B$  – индукция магнитного поля прибора;  $f$  – частота развертки генератора. (Для ИПДО-1  $c = 15,2$ ;  $B = 0,26$  Тл;  $f = 0,1$  кГц–2,5 МГц).

Регулируя частоту генератора можно отбирать на коллекторе ионы определенной массы, а по уравнению (2.12) проводить расшифровку спектра. Сигнал с коллектора  $КОЛ$  подается на усилитель и записывается на ленту самописца. Разрешающая способность омегатрона  $R$  определяется отношением:

$$R = M / \Delta M. \quad (2.13)$$

На рис. 2.8 представлен фрагмент записи спектра масс с расшифровкой по массам.

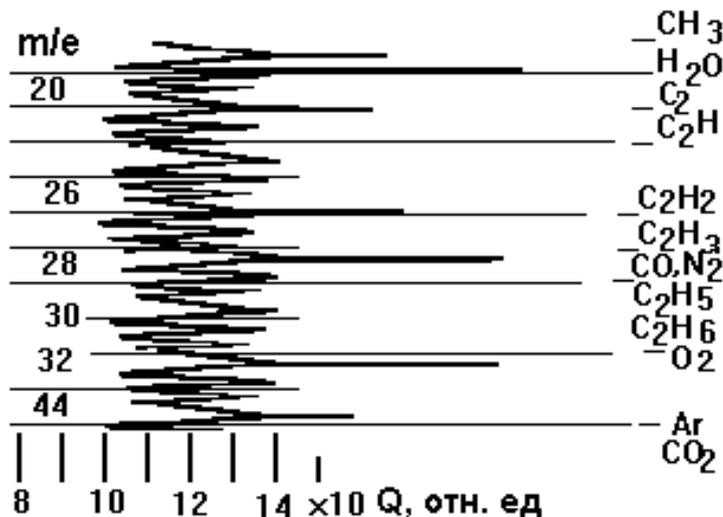


Рисунок 2.8 – Вид диаграммы с расшифровкой спектра

На рис. 2.9 представлена схема времяпролетного масспектрометра (хронотрона). Он содержит стартовую и финишную сетки.

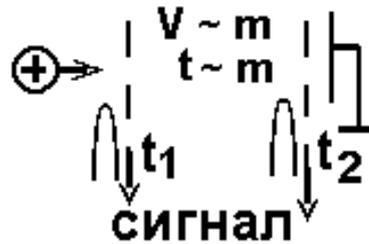


Рисунок 2.9 – Схема времяпролетного масспектрометра (хронотрона)

В хронотроне сигнал прихода ионов со стартовой сетки поступает на ждущий осциллограф. Скорость пролета ионов между сетками пропорциональна массе иона и его энергии. Разрешающая способность масспектрометра достигает 200.

### 2.3 Методы исследования вакуумных систем на герметичность

В числе наиболее часто встречающихся ситуаций следует отметить нарушение герметичности вакуумной системы. Наиболее частыми местами течей являются места проведения профилактических или монтажных работ. Обычно поиск течей следует начинать со снятия распределения давления по последовательно подключаемым элементам вакуумной системы, начиная от откачного средства. На рис. 2.10 представлены варианты распределения давления во времени и характерные для этих случаев неисправности.



Рисунок 2.10 – Кривые откачки для анализа вакуумной системы

Анализ давления проводится как при открытых вакуумных затворах (откачка), так и при закрытых. В случае течи зависимости давления повторяют друг друга. В случае обезгаживания системы, кривые изменения давления не совпадают. Величины потоков натекания или десорбции из анализа кривых откачки рассчитываются по соотношению:

$$Q = V\Delta P / \Delta t, \quad (2.14)$$

где  $V$  – объем измеряемой коммуникации

Среди многообразия методов поиска течи наибольшей

популярностью пользуются следующие методы: опресовка, люминесцентный метод, искровой, манометрический, с использованием течеискателя.

*Метод опресовки* применяется для поиска грубых течей ( $Q > 0,05$  тор · л/с). Для опресовки используется мыльная пена и компрессор.

*Люминесцентный метод* более приемлем для поиска течи в уже отпаянном электровакуумном приборе. Прибор (например, радиолампу) помещают в суспензию с люминофором. По истечении некоторого времени производят засветку подозрительного места с помощью ультрафиолета. Чувствительность метода  $10^{-6}$  Па м<sup>3</sup>/с.

*Искровой метод* основан на способности искры высокого напряжения стремиться через места подсоса газа в вакуум. Метод наиболее приемлем для поиска течей в стеклянных вакуумных системах в области форвакуума (1-10 Па).

*Манометрический метод* основан на изменении давления при смазывании подозрительных мест ваткой, пропитанной в жидкости (ацетоне, спирте). Жидкость, испаряясь в вакуум, повышает давление, что фиксируется датчиком давления.

*Поиск течей течеискателями.* Область применения течеискателя – это системы высокого и сверхвысокого вакуума. На производстве появился большой ассортимент переносных течеискателей (БГТИ, ТИМ), а также системы автоматизированного контроля вакуума с применением ЭВМ. Расширение набора используемых газов (фреон, шестифтористая сера, четыреххлористый углерод) позволило повысить чувствительность за счет регистрации электроотрицательных ионов. Успешно развиваются ультразвуковые течеискатели, течеискатели с мембранами избирательной проводимости, а также с сорбционными капсулами.

### **2.3.1 Тенденции развития вакуумной техники**

#### *Тенденции развития вакуумных насосов*

В последних разработках насосов 2НВР5ДМ изменена конструкция выходного клапана, что позволяет в три раза снизить вылет масла в атмосферу. Для полной очистки выхлопа от паров масел разработан и выпускается фильтр фирмы “Man” (Германия), который обеспечивает степень очистки более 99%. ОАО Вакууммаш разработан откачной пост ПВО -100М на базе агрегата АВДМ -100 с автоматизированной системой запуска.

Для откачки ураносодержащих газов вместо обычно применяемого

агрегата типа АВЗ разработаны агрегаты АВПл-20, АВПл-125.

Разработаны диффузионные насосы марки НД -500, НД- 630 Э с предельным давлением  $3 \cdot 10^{-5}$  Па и с выходным давлением 60 Па.

Разработаны турбомолекулярные насосы марки БМВВН (безмасляный молекулярно-вязкостный вакуумный насос), работающие от атмосферного давления и не требующие форвакуумного насоса на выходе.

#### *Тенденции развития вакуумметрии.*

Тенденция развития средств измерения следует в направлении миниатюризации и вывода сигнала на ЭВМ. В последнее время разработаны вакуумные датчики типа ПДД на принципе тензометрии, позволяющие измерять вакуум от атмосферы до  $10^3$  Па. Разработаны датчики марки ПДТ (преобразователь давления термопарный) с напыленными термопарами и нагревателями. В таблице 2.3 приведены некоторые перспективные марки вакуумметров.

Таблица 2.3 – Некоторые марки вакуумметров

Марка	Диапазон, Па	Датчик	Производитель
УКВ-3/7-001	$10^{-7}$ - $4 \cdot 10^3$	ПТМ-6-3 ПММ-32	ЗАО Токамак, Петушки Владимирская обл
ВДТБ -10	$10^5$ – $10^{-3}$	ПДТ – 13 ПДД-1	СКТБ ТЭ, С-Петербург
12 ВТС2	$10^{-5}$ - $10^2$	ПМТ-2 ПМИ-2	ЗАО Системы контроля, г. Пермь

Среди зарубежных компаний широко известны вакуумметры фирм Varian (приборы Multigage, Multivac), Leybold Vacuum (прибор Membranovac DM-11, Combivac), Alcatel (прибор  $\mu$ Pascal, вакуумметр AHG 111D), Pfeiffer (вакуумметр IKR 270).

### 3 Подготовка изделий к технологическим операциям

#### 3.1 Источники загрязнений при производстве приборов

При производстве электронных приборов неминуемо возникают примеси нежелательных газов, материалов или условий, препятствующих проведению процесса.

Необходимость подготовки изделий под технологические операции вызвана тем, что в приповерхностных слоях материалов располагаются различные солевые и окисные пленки, примеси посторонних веществ, микроорганизмы и т.д. Значительная часть загрязнений заносится от предшествующих заготовительных операций и химических производств. Атомы газов адсорбируются на поверхности материалов (*адсорбция*) и в дальнейшем диффундируют в материал с образованием как химических соединений (*хемосорбция*) так и растворов типа металл-газ (*абсорбция*). При проведении технологических операций эти газы выходят наружу, препятствуют сцепляемости (*адгезии*) пленки с основой, участвуют в деградации поверхностей. Для выбора последовательности технологических операций важно знать, где располагается газ, поскольку прямые и обратные процессы идут одновременно с точностью до констант равновесия.

#### 3.2 Сорбционные и десорбционные процессы

##### 3.2.1 Адсорбция

Адсорбция - это процесс физического притягивания газов к поверхности под действием электростатических сил, действующих на расстояниях порядка  $10^{-8}$  см. В среднем энергия адсорбции для газов составляет величину  $E_a \approx 10 \times 10^6$  Дж/моль ( $\sim 10$  ккал/моль).

##### Десорбционные процессы

Время десорбции (ухода) поверхностных газов составляет  $t_{дес} \sim 10^{-5}$  сек. Эти газы обеспечивают основной поток газовой выделенности в начальный момент откачки. Такие процессы наблюдаются при получении пленок, когда в силу малой энергии адсорбции пары воды, масел и газов конденсируются на подложке вперед напыляемого материала. Поток адсорбированного газа в относительных РВ единицах выражается через поверхностную плотность молекул  $N$  и температуру соотношением:

$$Q = 1,34 \times 10^{-23} \times N/T.$$

В таблице 3.1 представлены значения поверхностной плотности молекул для различных газов при комнатной температуре.

Таблица 3.1 - Значения поверхностной плотности молекул для различных газов

Газ	Ar	CO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub>
$N \times 10^{19}$	0,85	0,53	1,52
$Q_{pv} \times 10^2$ на 1 м <sup>2</sup> (Па/м <sup>3</sup> )	3,43	2,14	6,14

Газ располагается на поверхности островами или слоями в зависимости от давления, температуры и времени. На рис.3.1 представлена модель многослойной адсорбции. Области 1, 2, 3, 4 соответствуют условиям повышения давления или понижения температуры. Практически с давления  $10^{-4}$  Па на внутренних поверхностях вакуумных камер газ располагается монослоем независимо от методов предварительной подготовки. На рис. 3.2 представлена изотерма адсорбции паров масел при комнатной температуре. По оси ординат отложен коэффициент покрытия относительно монослоя.



Рисунок 3.1 - Модель адсорбции

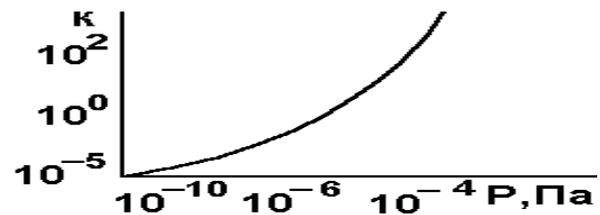


Рисунок 3.2 - Изотерма адсорбции

### 3.2.2 Хемосорбция

Хемосорбция - это процесс формирования химического соединения с газом. (Например, твердой пленки карбидов на поверхности инструмента). Энергия активации такого процесса составляет  $E_a \sim 400$  Дж/кмоль (22-25 ккал/моль ( $\sim 0,8$  эВ)). Время десорбции газов с такими энергиями связи при нормальной температуре составляет  $\sim 10^3 - 10^4$  секунд (час и более). Для уменьшения времени десорбции и лучшей адгезии пленок в установках предусмотрена возможность прогрева подложек или обработки в разряде.

### 3.2.3 Абсорбция

Абсорбция - это процесс образования твердого раствора типа металл-газ. Такие процессы характеризуются тем, что металл, поглощая газ может регенерировать его при обезгаживании. По растворимости газов металлы делятся на две группы: А и Б. Группа Б характеризуется настолько большим газопоглощением, что кристаллическая решетка "разбухает" от

газа. Такие металлы затруднительно штамповать. В таблице 3.2 представлены металлы по убыванию общей поглотительной способности

Таблица 3.2 - Убывающая последовательность поглощающей способности для газов

А	Ni	Fe	Co	Cr	Cu	Ag	Mo	W	Pt
Б	Ti	Zr	La	Ge	V	Th	Nb	Ta	Hf

### 3.3 Закономерности газовой выделения из изделий

#### 3.3.1 Константы равновесия

В металлах находится целый набор газов. Для удаления газа требуется приложить энергию. Существуют табличные константы равновесия “Кр”, характеризующие способность металлов к поглощению или выделению газов в определенной газовой среде. Например, применительно к очистке деталей от воды в водородной печи константа равновесия имеет вид:

$$Kp = P_{H_2O} / P_{H_2}.$$

Константа равновесия почти экспоненциально зависит от температуры. (Например для стекла применительно к обезгаживанию от воды при температуре 100° С Кр=0,1. При температуре 200° С Кр= 1)

#### 3.3.2 Энергия активации процесса

Для прохождения процесса обезгаживания необходимо приложить энергию выше, чем энергия связи. Ниже этой энергии процесс может не происходить. Энергии активации различных процессов являются табличными величинами. В табл. 3.3 представлены энергии, необходимые для испарения некоторых газов для преодоления физической адсорбции с поверхности углерода.

Таблица 3.3 - Энергии активации испарения некоторых газов

Газ	Воздух	Масло	СО	He	H <sub>2</sub> O	CO <sub>2</sub>	Ne
Eх10 <sup>-6</sup> (Дж/кМоль)	5	90	6	0,008	45	25	1,8

При обезгаживании изделий может происходить разложение органических соединений. При этом количество выделившегося газа возрастает. Изменение количества выделившегося газа подчиняется уравнению:

$$Q = c \times n (1 - e^{-kT}),$$

где С- коэффициент поверхности материала;

$n$ - поверхностная концентрация молекул;  
 $K$ - постоянная скорости реакции разложения,  $K = K_0 e^{-E/RT}$ ,  
 где  $K_0$ - константа, зависящая от температуры ( $T = 200^\circ \text{C}$   $K_0 = 1$ ,  
 при  $T = 1000^\circ \text{C}$   $K_0 = 2$ );  
 $E$ - энергия активации;  
 $R$ - универсальная газовая постоянная ( $R = 8,31 \times 10^3 \text{ Дж/Кх моль} = 1,98 \text{ кал/моль град}$ ).

### 3.3.3 Диффузионное газовыделение

Диффузионное газовыделение характеризуется потоком проницаемости газов через материалы и потоком десорбции:

а) *поток проницаемости*. Диффузионное газовыделение характеризуется потоком проницаемости газов через материалы. Например, гелий при давлении  $10^{-7}$  Па почти свободно проникает через стекло, несортную сталь. Вакуумная резина при давлениях менее  $10^{-4}$  Па практически непригодна для уплотнений.

Число молекул  $g^1$ , проходящих через единицу площади сечения в единицу времени определяется соотношением:

$$g^1 = -D(n_1 - n_2)/2h,$$

где  $h$  - толщина материала;

$D$  - коэффициент диффузии;

$n_{1,2}$  - концентрации по обе стороны материала.

При повышении температуры скорость диффузионного газовыделения экспоненциально возрастает;

б) *поток десорбции*. Поток диффузионного газовыделения уменьшается с повышением температуры, а при постоянной температуре с увеличением времени. Нагрев вакуумной системы совершенно необходим при получении сверхвысокого вакуума (меньшего, чем на традиционных промышленных установках с масляными средствами откачки). Для уменьшения потока диффузионного газовыделения подобные вакуумные системы изготавливаются из заранее отожженных в вакууме материалов (нержавеющей стали, медных уплотнительных прокладок и т.п.).

## 3.4 Вакуумная гигиена и очистка материалов

Окружающая среда существенным образом влияет на качество изготовления электронных приборов. Для изготовления приборов необходимо соблюдать чистоту, влажность, микроклимат, минимальное присутствие персонала. Важным является срок хранения материалов и полуфабрикатов. По степени чистоты и контролируемости атмосферы здания делят на категории:

1 категория. К этой категории относятся сборочные цеха. В их состав входят белые залы и боксы с отсосом пыли из вентиляционных решеток, встроенных в пол. Запыленность таких залов не должна превышать 20

пылинок на 1 литр воздуха. Обязательным является переодевание и переобувание персонала;

2 категория. К этой категории относятся подготовительные к сборке цеха. Запыленность таких цехов не должна превышать 300 пылинок на 1 литр воздуха. Кратность обмена воздуха в таких помещениях должна быть не менее 10;

3 категория - это заготовительные цеха.

### 3.4.1 Очистка воздуха для технологических целей

Для очистки воздуха нашли широкое применение полимерные, слоистые фильтры, устанавливаемые на входах в помещения. Внутри помещений применяются электростатические фильтры и фильтры на основе коронного разряда:

Следует отметить, что в случае квазипериодической работы вакуумных установок, при разгерметизации вакуумная камера работает подобно пылесосу. Для пневматических и вакуумных систем воздух следует готовить. На рис. 3.3 представлена последовательность подготовки воздуха для систем пневмоавтоматики, робототехники и вакуумных систем



Рисунок 3.3 - Последовательность операций по подготовке воздуха

### 3.4.2 Общая схема очистки деталей электронных приборов

Для очистки применяются жидкостные и сухие методы с использованием физических и химических методов травления.

*Селективность* характеризует избирательность воздействия химически активных сред на материал.

*Изотропность* характеризует насколько травление вдоль поверхности отличается от травления вглубь материала.

*Показатель анизотропии* характеризует отношение скорости травления материала вглубь к скорости травления по поверхности.

На рис. 3.4 представлена общая схема очистки электронных приборов. В каждой конкретной ситуации в общую схему могут добавляться или исключаться отдельные элементы.

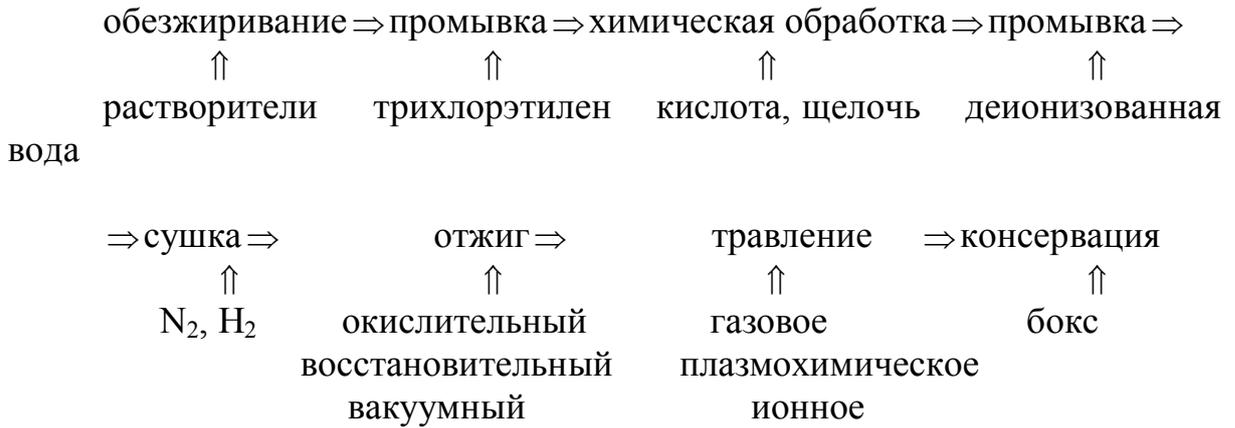
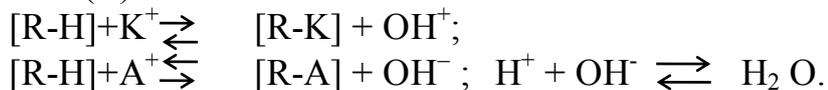


Рисунок 3.4 - Общая схема очистки деталей

**Обезжиривание.** Наличие жиров препятствует смачиваемости изделий при химической обработке. Индикатором наличия масел является ультрафиолетовое излучение. В последнее время обезжиривание сочетается с операциями промывки и химического травления, проводится с помощью горячих щелочей и моющих средств, с поверхностно-активными веществами. Перемешивание растворов проводится с помощью ультразвуковых колебаний. Находят широкое распространение электрохимические методы очистки и травления как на постоянном токе (с плотностью тока до 100 А/дм<sup>2</sup>), так и импульсных токах (порядка килоампер и длительностью несколько микросекунд).

**Очистка воды.** Вода для технологических целей должна иметь большое удельное сопротивление, не иметь цвета и запаха. В наибольшей степени для этого подходит дисцилированная вода двойной перегонки. В последнее время в больших количествах получают, так называемую, *деионизованную воду* путем обработки водопроводной воды гранулированными ионообменными смолами. В процессе ионного обмена происходит связывание катионов (K<sup>+</sup>) и анионов (A<sup>-</sup>) с примесями, радикалами (R) и кислотными остатками:



Следует отметить, что деионизованная вода имеет ограничения к обработке полупроводниковых материалов. В этом случае используются мембранно-молекулярные фильтры из инертных материалов (в частности из фторопласта). Срок службы деионизованной воды ограничен 1-2 месяцами.

**Очистка отжигом.** Отжигом достигается разложение органических остатков и их удаление, либо окисление поверхности (окислительный отжиг) и удаление окислов механическими способами. Для ряда материалов, таких как W, Mo, Ni, отжиг проводится в печах с напуском водорода (восстановительный отжиг). В ряде случаев отжиг проводится в

вакууме (вакуумный отжиг). Температура отжигов близка к температуре красного каления ( $600-800^{\circ}\text{C}$ ) и составляет величину:

$$T_{\text{от}} = 0,75 T_{\text{пл}},$$

где  $T_{\text{пл}}$  - температура плавления.

Исключение составляют материалы, для которых при температуре более  $700^{\circ}\text{C}$  наблюдается *рекристаллизация* (например в вольфраме начинают расти кристаллы WC). В этом случае температура отжига не должна превышать температуру рекристаллизации  $T_{\text{р}} = 0,4 T_{\text{пл}}$ . Чаще материалы отжигают в восстановительной среде (в водороде или водородосодержащих смесях). Температура восстановительного отжига определяется соотношением:  $T_{\text{в}} = 0,5 T_{\text{пл}}$ . С учетом времени процесс восстановительного отжига определяется соотношением:

$$T_{\text{в}}(1 + 0,075 \lg t) = 0,5 T_{\text{пл}}.$$

Время отжига является экспериментально-расчетной величиной и составляет для большинства процессов 1-2 часа.

**Газовое травление.** Газовое травление применяется для очистки кремниевых элементов в среде горячих газов HF, HCl, HBr при температурах  $600-100^{\circ}\text{C}$ . Скорость такого травления составляет около 1 мкм/мин.

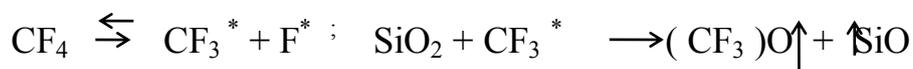
**Особенности очистки пластмасс.** Пластмасса представляет собой прессованный из гранул материал с возможными органическими и неорганическими включениями. Пластмасса требует более тщательного обезжиривания и активации поверхности. Активация поверхности пластмасс заключается в поочередном промывании с щелочах и кислотах (так называемое декапирование) с последующей промывкой в дисцилированной воде и горячей сушкой.

### 3.4.3 Электрофизические методы очистки

Традиционные “мокрые” методы очистки имеют ряд недостатков. Основные из них: насыщение поверхности кислотными и щелочными остатками, вредные экологические соединения, избирательность (*селективность*) травления различных материалов, недостаточное отношение скорости травления вглубь к скорости травления вдоль материала (*показатель анизотропии*). Часть материалов нечувствительны к кислотам и щелочам. В последнее время успешно развиваются методы очистки и травления материалов в вакууме с применением разрядов и плазмы.

**Плазмохимическая очистка.** Системы плазмохимической очистки представляют собой вакуумную камеру с электродами, системой подачи галогеносодержащих газов (на основе фтора, хлора и др.) и подложкой для

материала. При обеспечении в камере давления 1-10 Па и подаче на электроды потенциала до 10 кВ или напряжения сверхвысокой частоты (СВЧ), между электродами возникает разряд. В разряде происходит разложение молекул напускаемого газа на активные частицы, которые производят химические реакции с травимым материалом, образуя летучие соединения.



На рис. 3.5 представлены некоторые системы очистки и травления.

Достоинства плазмохимического травления перед химическим травлением состоит в возможности расширения ассортимента обрабатываемых материалов, в отсутствии необходимости финишной обработки, в возможности автоматизации процесса с применением ЭВМ.

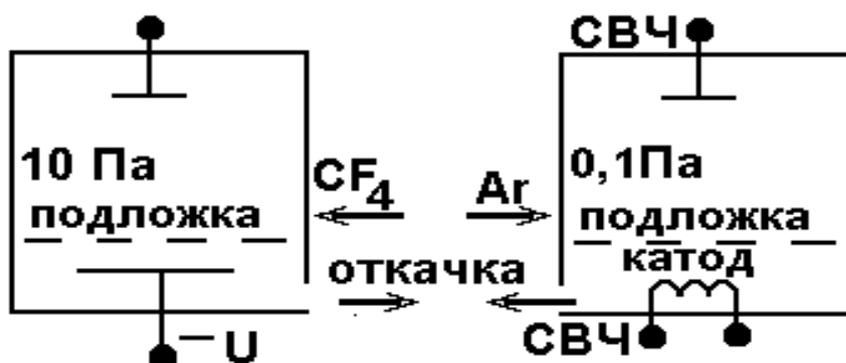


Рисунок 3.5 - Системы плазменной очистки

По экологическим соображениям в последнее время очистка и травление проводятся в среде инертного газа с применением СВЧ излучения. Частота СВЧ колебаний выбирается около 12,5 мГц, что близко к частоте поверхностных колебаний атомов. В ряде случаев система содержит накаливаемый катод для генерации электронов, способствующих ионизации газа. Достоинства применения СВЧ излучения состоит в возможности обработки диэлектрических материалов, в отсутствии зарядки поверхности. В числе недостатков систем с СВЧ излучением следует отметить небольшую скорость распыления (~5 нм/мин), перепыление материала на стенки камеры, необходимость защиты от СВЧ излучения.

**Ионная очистка материалов в тлеющем разряде.** В ряде электрофизических установок очистка материалов проводится с помощью тлеющего разряда, зажигаемого в вакуумной камере при напряжениях от 0,5 до 10 кВ и токе до нескольких ампер. Важно, чтобы очищаемая деталь (мишень) находилась под отрицательным потенциалом, что дает возможность бомбардировать поверхность ионами. Обработка

поверхности осуществляется при давлениях 1-10 Па. В качестве рабочих газов используется воздух или инертные газы (чаще аргон). Ионная очистка обладает хорошими качественными показателями, но имеет особенности, присущие всем газоразрядным системам:

1) все параметры разряда взаимосвязаны. Скорость обработки зависит от вольтамперной характеристики разрядной системы, расположения электродов, рода и расхода газа и т.д.;

2) для каждого материала существует максимальный коэффициент распыления равный отношению числа выбитых атомов к общему числу ионов на мишень;

3) напуск рабочего газа требует увеличения производительности откачных средств. Кроме того, наличие разряда стимулирует процессы газовой выделения из стенок вакуумной камеры;

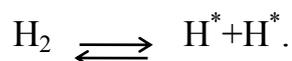
4) при обработке полупроводниковых материалов возможна генерация дефектов. В связи с этим напряжение обработки выбирается минимальным, однако, это стимулирует полимеризацию масел на обрабатываемых поверхностях. При обработке полупроводников имеет место неодинаковая скорость обработки по направлениям кристаллографических осей.

**Контроль качества очистки.** Контроль качества очистки производится из анализа углов смачивания капли травителя. Если капля расплывается на изделии, то оно чистое. Если капля травителя катается по изделию - то оно грязное. На стеклянных изделиях качество очистки проверяется по конденсату влаги при легком дыхании на стекло. Стабильность границы тумана свидетельствует о грязном изделии.

## 3.5 Ионное травление материалов

### 3.5.1 Виды ионного травления

Под ионным травлением понимается процесс разрушения поверхности материала (мишени) под действием ионной бомбардировки. Ионное травление часто применяется в микроэлектронике для локального удаления материала или проделывания углублений. Материалом распыляемой мишени можно наносить пленки. Системы для распыления материалов делятся на ионно-лучевые, ионно-плазменные и комбинированные. Для стимулирования процесса травления в рабочую камеру кроме инертного газа могут напускаться газы, дающие активные радикалы (радикальное травление). Примером такого травления является травление в среде водорода:



При напуске активных газов, вступающих в химические реакции с поверхностью различают реактивное ионно-лучевое и реактивное ионно-плазменное травление. Существенное отличие ионно-лучевого травления в наличии ионного источника для генерации ионного луча. Например, в

технологии изготовления микросхем в качестве активного газа широко применяется кислород, иногда с небольшими добавками (до 5%) водорода, азота или аргона. Активные частицы получаются в результате диссоциации молекул в плазме газового разряда.

### 3.5.2 Механизмы ионного травления

Различные материалы травятся по-разному. Существует более десятка теорий, поясняющих особенности ионного травления. В настоящее время наибольшей популярностью пользуются три механизма разрушения поверхности под действием ионной бомбардировки: механизм прямого выбивания атомов, механизм смещения атомов и механизм тепловых пиков. На рис. 3.6 представлены схемы указанных механизмов.

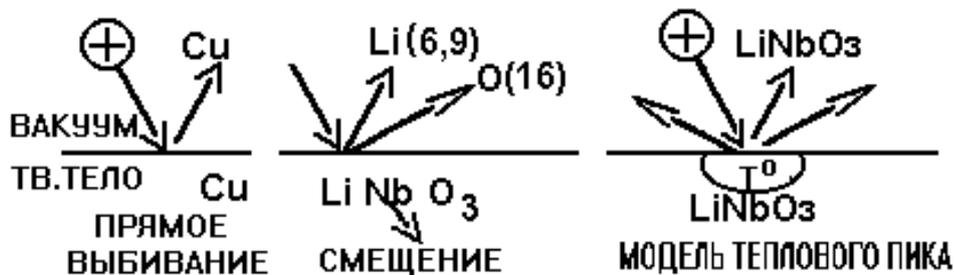


Рисунок 3.6 - Механизмы распыления поверхности под действием ионной бомбардировки

Механизм прямого выбивания характерен для одноэлементных материалов. Количество распыленного материала пропорционально коэффициенту распыления.

Механизм смещения атомов характерен для многоэлементных материалов. Элементы меньшего относительно бомбардирующего иона атомного веса подвержены выбиванию, а более тяжелые - в основном смещаются. В итоге травимый материал обедняется легкими компонентами.

По модели теплового пика считается, что ион в месте падения на поверхность формирует зону локального разогрева за счет пикового, локального роста температуры. Это способствует локальному термическому испарению материала без нарушения состава. Модель дает неплохие совпадения с экспериментом на предварительно прогретых подложках.

### 3.5.3 Типы распылительных систем

По конструкции распылительные системы для травления материалов принципиально не отличаются от систем ионной очистки. По техническому исполнению такие системы подразделяются на *диодные*,

*триодные, тетродные, а также системы с автономными ионными источниками.*

Диодные системы (см. рис 3.5) просты в устройстве, дешевы, обладают достаточной равномерностью травления, допускают работу на реактивных газах. В числе недостатков таких систем следует отметить зависимость коэффициента распыления от давления газа, нестабильность вольтамперной характеристики, нарушение поверхностного состава (*стехеометрии*) при нанесении покрытий, малая скорость травления (30 нм/мин).

Триодная система в отличие от диодной имеет дополнительный управляющий электрод, который дает возможность организации дополнительного низковольтного разряда с напряжением 100-150 В. Дополнительный разряд служит источником плазмы и позволяет изменять вольтамперную характеристику без изменения давления газа. Такие системы имеют возможность очистки электродов и способны работать при давлениях близких к 0,1 Па. Уменьшение рабочего давления повышает качество напыляемой пленки. Дальнейшее уменьшение давления может быть достигнуто применением способов, стимулирующих ионизацию газа, например с помощью магнитного поля. Недостатком триодных систем является взаимовлияние разрядов друг на друга и возможность перехода вспомогательного электрода в режим анода.

Тетродные системы имеют две автономных управляющих системы: по высокому напряжению и по низковольтному управлению. На рис. 3.7 представлена тетродная система ионно-плазменного распыления материалов. Положительно заряженные ионы газа (аргона) бомбардируют мишень 2, находящуюся под отрицательным потенциалом. Накаленный катод 1 служит источником электронов, способствующих ионизации газа. Атомы распыленного материала оседают на подложку 3. Для отсечки низкоэнергетичных ионов, ухудшающих адгезию пленки, на подложку подается отрицательный потенциал (до 200 В). Ток эмиссии электронов поддерживается с помощью анода 4.

В последнее время интенсивно развиваются системы травления на основе автономных ионных источников. На рис.3.8 представлена принципиальная схема газоразрядного ионного источника. Выход ионов обеспечивается за счет высокого извлекающего напряжения.

Травление с помощью автономных ионных источников в меньшей степени зависит от параметров подложки, ионный пучок можно локализовать в узкий пучок. В ионном источнике можно получать не только ионы газов, но и металлов.

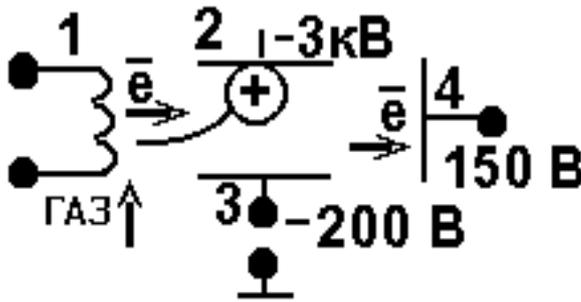


Рис. 3.7. Тетродная система ионно-плазменного распыления материалов

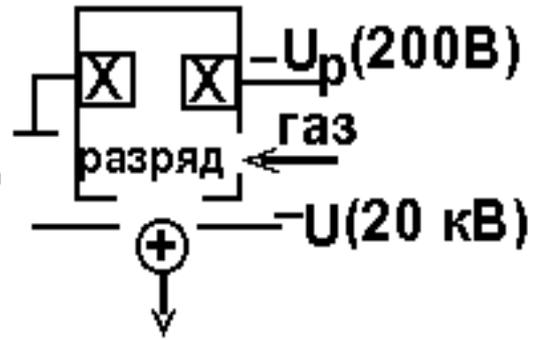


Рис.3.8. Принципиальная схема газоразрядного ионного источника

### 3.5.4 Факторы, влияющие на скорость травления

Скорость травления зависит от множества факторов. В наибольшей степени на скорость травления влияют род газа, ток и напряжение разряда, давление и расстояние до мишени и подложки. На рис. 3.9 представлены основные зависимости скорости распыления ( $V$ ) и коэффициента распыления  $K_p$  от параметров разряда. Скорость травления прямо пропорциональна плотности ионного тока. Уменьшение скорости травления с увеличением давления или расстояния до подложки связано с увеличением числа соударений с остаточным газом. С возрастанием напряжения возрастают ударные процессы, что ведет к росту коэффициента распыления.

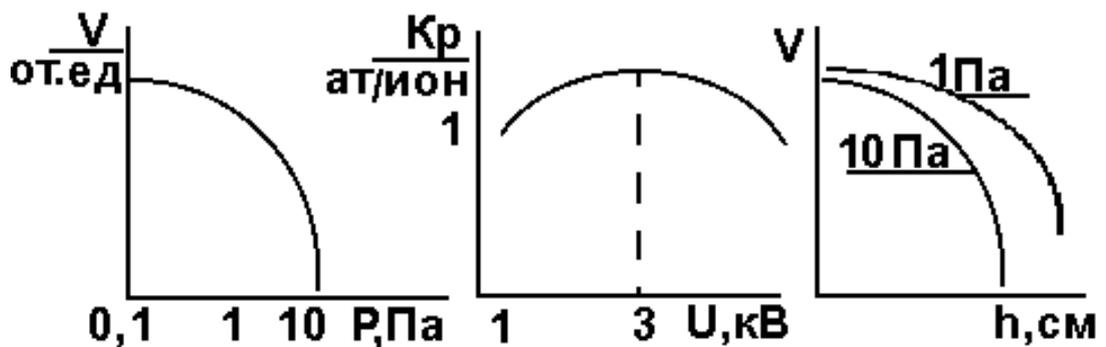


Рисунок 3.9 - Основные зависимости скорости распыления ( $V$ ) и коэффициента распыления  $K_p$  от параметров разряда

При энергиях свыше трех киловольт возрастает доля ионов внедренных в поверхность, что несколько снижает коэффициент распыления.

### 3.5.5 Оценка параметров травления

**Оценка начала травления.** Процесс травления материала начинается не сразу. Первоначально ионной обработке подвергаются окислы и остатки органических веществ на поверхности материала. Окислы довольно устойчивы к ионному распылению и имеют коэффициент распыления много меньший единицы. По истечении некоторого времени (в зависимости от плотности тока) вольтамперная характеристика устройства для травления начинает изменяться, что свидетельствует о начале горения разряда в парах травимого материала. Цвет разряда при этом также меняется.

**Оценка скорости травления.** При ускоряющих напряжениях до 10 кВ скорость травления  $V$  в нм/мин рассчитывается по формуле:

$$V = (6,23 \times 10^{25} \times J \times K \times M_i) / (N \times \rho),$$

где  $J$  - плотность тока ( $\text{А}/\text{м}^2$ );

$N$  - число Авогадро  $N = 6 \times 10^{23}$ ;

$\rho$  - плотность материала  $\text{кг}/\text{м}^3$ .

Наиболее удобно измерять скорость травления по изменению толщины пленки во времени. В последнее время установки для травления оснащаются аппаратурой для регистрации ионного тока или толщины пленки, оседаемой на индикаторе вследствие проведения процесса. Широкое распространение получил метод кварцевого генератора, при котором эталонная частота сравнивается с частотой, изменяемой вследствие напыления пленки на двухпластинчатый конденсатор.

## **4 Пленочная технология**

### **4.1 Назначение и типы пленок**

В настоящее время пленки различных материалов применяются в качестве покрытий различного назначения (декоративные, антикоррозионные, диэлектрические, упрочняющие и многие другие). В зависимости от назначения пленки и условий ее эксплуатации пленки наносят различными способами. Это получение пленок из растворов, а также методами напыления в вакууме и при атмосферном давлении, методами осаждения из паров солей и аэрозолей при градиенте температур, методами распыления материалов ионной бомбардировкой и т.д. В зависимости от конкретных условий осаждения, пленки одного и того же вещества подразделяются на 4 типа:

- 1) аморфные - характеризующиеся пористой структурой, отсутствием кристаллической решетки. Подобные пленки имеют очень большое поверхностное сопротивление;
- 2) мелкозернистые (размер кристаллов менее 100 ангстрем);
- 3) крупнозернистые, с размером зерен более 100 ангстрем;
- 4) монокристаллические (эпитаксиальные). Пленки этого типа представляют собой кристаллическую решетку атомов данного материала и обладают малым сопротивлением.

### **4.2 Методы получения пленок**

Среди большого разнообразия методов получения пленок наибольшее распространение получили пленки, получаемые следующими способами:

1) напыление пленок методом термического нагрева и испарения материалов в вакууме. По способу нагрева испарителя термовакуумное испарение подразделяют на токовое, электронно-лучевое, лазерное, с использованием СВЧ нагрева и др.;

2) напыление пленок может осуществляться в разряде при ионном распылении материала катода (катодное распыление). Разряд может быть стимулирован продольным магнитным полем (нанесение пленок в разряде Пеннинга) или скрещенным магнитным и электрическим полями (магнетронное напыление). Следует отметить, что этому методу присуща более низкая, по сравнению с термическим методом, скорость нанесения пленки;

3) напыление пленок может производиться из материала электродов, испаряемых при горении дугового разряда.

### 4.3 Термовакуумное испарение пленок

Среди множества методов изготовления пленок наибольшее распространение получил метод термического испарения материалов в вакууме. На рис. 4.1 представлены схемы реализации некоторых методов термовакуумного нанесения пленок. Процесс токового испарения пленки (рис. 4.1, а) происходит следующим образом.

В камере достигается давление, достаточное для пробега молекулами пара размеров камеры ( $\sim 10^{-2}$  Па). В процессе откачки газа включается нагреватель (Н) и проводится прогрев и обезгаживание подложки (П), затем происходит нагрев испарителя (И) с расположенной на нем навеской. После этого, с помощью электромагнита, открывается заслонка (З) и материал пылится на подложку через трафарет.

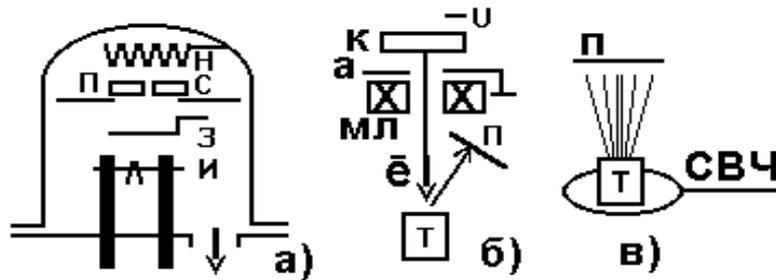


Рисунок 4.1 - Схемы термовакуумного испарения пленок

О толщине напыления свидетельствует расположенное рядом с подложкой стекло, называемое свидетелем (С).

Главное достоинство этого метода его универсальность, т.е. возможность получать на одной и той же вакуумной установке всю пассивную часть пленочной микросхемы, состоящую из слоев металлов, сплавов и диэлектриков, имеющих различные толщину и конфигурацию. В установках промышленного типа предусмотрена возможность многократного напыления без разгерметизации рабочей камеры. Для этого создаются карусели подложек и испарителей, способные перемещаться в вакууме относительно друг друга. Наличие каруселей позволяет, испаряя различные вещества с разных испарителей, получать многослойные тонкие пленки.

На рис. 4.1, б представлена схема электронно-лучевого испарения. На катод (К) электронно-лучевой пушки подается отрицательный потенциал. Электроны устремляются в направлении анода (а), фокусируются магнитной линзой (МЛ) и попадают в тигель (Т). Пары материала формируются на подложке (П). На рис 4.1, в представлена схема испарения пленок на основе СВЧ нагрева. Одно из достоинств этого метода заключается в возможности испарения дозированной навески без дорогостоящего тигля (“на лету”) в условиях конвейерного производства.

### 4.3.1 Процессы термического испарения материалов

За температуру испарения материала принята температура, при которой давление испаряемых паров равно 1 Па ( $\sim 10^{-2}$  мм рт.ст.). Эта температура гораздо выше температуры плавления и приводится в соответствующей справочной литературе.

Большинство испаряемых в вакууме веществ являются частичными или полными сублиматорами (т.е. возгоняются с частичным плавлением или без него). Яркие сублиматоры: Cr, Zn, Cd. Частичные сублиматоры: Pb, Ti, Fe.

Для получения качественных пленок к испарителю предъявляется ряд требований:

1) у испарителя должно быть малое давление насыщенных паров, чтобы пары испарителя в меньшей степени подмешивались к парам испаряемого материала;

2) испаритель должен удерживать расплавленный материал некоторое время (т.е. быть смачиваемым);

3) испаритель не должен давать сплава или химической реакции с навеской.

Удовлетворяют вышеперечисленным требованиям незначительное число металлов. В качестве испарителей, нагреваемых электрическим током, используют W, Mo, Ni, Fe, Ta, Pt. В качестве материалов тиглей используют нитриды, карбиды, оксиды: AlN, TiN, TiC, SiC, ThO, BeO, ZrO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Существуют таблицы с рекомендациями предпочтительного метода испарения и материала испарителя. Тугоплавкие материалы рекомендуется испарять электронным лучом или в разряде. В таблице 4.1 представлен фрагмент сочетаемости материалов при термическом испарении пленок

Таблица 4.1 - Сочетаемость некоторых материалов при напылении пленок

Навеска	Pb	Al	Ti	BaO	Zr
Испаритель	Fe	W	тигель ZrO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .	Gf
Метод	Токовый	Токовый	эл.луч	СВЧ	эл.дуга

Коэффициент полезного действия при испарении материалов невысок. Это связано с тем, что не все пары перехватываются подложкой, кроме того, часть паров рассеивается на газе или образует с ним интерметаллические соединения. При испарении материалов выполняется баланс между числом испаренных молекул ( $N_i$ ) и числом конденсированных ( $N_k$ ), площадью, в которую происходит испарение ( $S_i$ ) и площадью подложки ( $S_p$ ):

$$N_k S_p = N_i S_i;$$

$$\text{КПД} = S_p / S_i.$$

Число испаренных молекул может быть определено через поверхностную плотность атомов  $N_s$  и энергию испарения ( $E$ ) по соотношению:

$$N_{и} = N_s e^{-E/kT}.$$

Для металлов поверхностная плотность атомов при температуре испарения  $N_s = 10^{15}$   $1/\text{см}^2$ . Энергии испарения являются табличными величинами (для алюминия  $E = 3$  эВ). Удельную скорость испарения материала ( $\text{г/с с } 1 \text{ см}^2$ ) можно определить по формуле:

$$V = 6 \times 10^{-4} \sqrt{M/T},$$

где  $M$  - молекулярный вес,  $T$  - температура.

Концентрация молекул газа в остаточной среде в вакуумной камере может быть определено по соотношению:

$$N_{г} = P_{г} / (2 \pi n k T)^{0,5}.$$

Расчет показывает, что при температуре испарения при давлении в камере  $10^{-3}$  Па концентрация газа составляет  $\sim 10^{14}$   $1/\text{см}^3$  (т.е. близка к концентрации испаряемых паров). В таблице 4.2 представлена тенденция изменения концентрации испаренных атомов от температуры.

Таблица 4.2 - Тенденция изменения концентрации паров от температуры для испарения железа

$T + \Delta T$	$T^0$ С	$N_{исп}$ $1/\text{м}^3$
$T_{исп}$	1500	$10^{17}$
$T_{исп} + 0,1 T$	1650	$10^{18}$
$T_{исп} + 0,2 T$	1800	$10^{19}$

Даже незначительное увеличение температуры испарения значительно изменяет концентрацию испаренных атомов.

Скорость конденсации пленки при термическом испарении определяется выражением:

$$V = f P / \sqrt{2 \pi m k T},$$

где  $f$  - коэффициент конденсации,  $P$  - давление паров испаряемого материала,  $m$  - молекулярный вес конденсируемого материала,  $K$  - постоянная Больцмана ( $K = 1,38 \times 10^{-23}$  Дж/К).

Толщина образующейся пленки определяется по формуле:

$$d = G / 4 \pi L \rho,$$

где  $G$  - вес испарившегося вещества,  $L$  - расстояние между испарителем и подложкой,  $\rho$  - плотность материала  $\text{кг/м}^3$ .

Можно определить толщину конденсата пленки  $d$ , если известна скорость испарения  $V$   $\text{кг/сек}$  с  $1 \text{ м}^2$ , плотность потока  $\gamma = 1/\text{м}^3$  и расстояние до подложки  $r$ :

$$d = V \cos \beta / 4 \pi \gamma r^2,$$

где  $\beta$  - угол осаждения конденсата в градусах.

### 4.3.2 Электронно-лучевое испарение

Способность электронного луча развивать большую температуру используется для испарения материалов. Электронный луч направляется в тигель с испаряемым материалом или фокусируется на материал, подверженный испарению (безтигельное испарение). Особенности электронно-лучевого испарения состоят в следующем:

1) электроны, отражаясь от окрестности тигля, производят ионизацию газа, стимулируют процессы десорбции газа. Это требует увеличения производительности откачных средств;

2) напыляемая поверхность может заряжаться статическим зарядом. Заряд поверхности может вызывать пробой по пленке и нарушать ее адгезию (степень сцепления с подложкой);

3) пары испаряемого материала могут попадать в объем электронной пушки, вызывать металлизацию электродов, менять вольтамперную характеристику, вызывать пробой межэлектродного промежутка. Эти обстоятельства требуют автоматических устройств, для поддержания стабильности напряжения и тока разряда, фокуса электронного пучка и давления газа.

### 4.3.3 Испарение сплавов

По закону Рауля *составляющие сплава испаряются независимо друг от друга*, подобно чистым металлам. Как следствие этого закона особенность испарения сплавов состоит в том, что при изменении температуры состав пленки меняется относительно состава сплава. Это связано с различным давлением паров испаряемых компонент. Переход в газовую фазу связан с разложением (диссоциацией) или соединением (ассоциацией) молекул. Для каждого сплава степень ассоциации и диссоциации различна.

### 4.3.4 Процессы конденсации пленок

При конденсации пленок из точечного источника выполняется косинусный закон распределения толщины напыляемой пленки. Это связано с тем, что интенсивность напыления обратно пропорциональна

расстоянию, а расстояние между испарителем и подложкой по оси системы меньше.

Конденсация пленки начинается с центров конденсации. Зародышеобразование пленки формируется в местах минимума поверхностной энергии (чаще в местах недостаточно подвергнутых очистке). На рис. 4.2 представлена потенциальная диаграмма и фрагмент реальной поверхности, иллюстрирующие процесс формирования пленки.



Рисунок 4.2 - Потенциальная диаграмма и фрагмент реальной поверхности

В первую очередь на подложку "салятся" молекулы газов с низкой энергией связи. Для таких газов как  $\text{N}_2$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{H}_2$ ,  $\text{CO}_2$   $E_{\text{конд}}=0,05$  ЭВ, для металлов  $E \sim 1-2$  эВ. Для повышения качества пленок (в первую очередь адгезии) подложку прогревают для десорбции газов и низкоэнергетичных комплексов. При этом скорость напыления несколько снижается т.к. уменьшается вероятность прилипания паров вследствие Максвелловского распределения энергии молекул.

Существует оптимальное экспериментально подобранное соотношение температуры подложки и толщины пленки для каждого испаряемого материала.

#### 4.4 Условия, влияющие на формирование пленки при термовакuumном напылении

При напылении пленок необходимо выполнить несколько условий, существенно влияющих на конденсацию пленок. Основные условия из них следующие:

**соотношение между давлением остаточных газов и давлением насыщенных паров.** Оно влияет на количество газа, содержащегося в пленке. В последнее время развиваются методы импульсного напыления, при которых роль остаточной атмосферы минимальна;

**степень разрежения.** Глубина вакуума влияет на среднюю длину свободного пробега молекул, которая приблизительно рассчитывается по формуле:

$$L=0,63 \times 10^{-3} / P,$$

где  $P$  - в Па, а  $L$  - в м.

Глубина вакуума влияет на степень загрязнения пара окислами, карбидами, нитридами и прочими соединениями. Установлено, что для напыления качественных пленочных проводников, резисторов, индуктивности и емкостей достаточны условия технически высокого вакуума, а для получения полупроводниковых пленок необходимы условия сверхвысокого вакуума  $10^{-7}$  -  $10^{-10}$  Па;

**структура поверхности подложки.** Степень шероховатости и загрязнение подложки препятствуют сплошности роста конденсата пленки, препятствуют адгезии. Пленки придают хороший вид изделиям при предварительной обработке изделий до уровня зеркальной полировки (12-14 класс).

Таким образом, способы улучшения качества пленок сводятся в первую очередь к увеличению скорости напыления, подготовке подложки, уменьшению давления газа.

#### 4.5 Получение пленок равномерной толщины

Обычно толщина пленки распределяется по закону косинуса относительно оси испарителя. В ряде случаев при напылении больших поверхностей, или ответственных покрытий требуется малый разброс толщины (~2%). Для обеспечения равномерности прибегают к увеличению расстояния между подложкой и испарителем, применению нескольких испарителей, к вращению подложки или диафрагмированию потоков.

При увеличении расстояния между испарителем и подложкой кривая распределения толщины “расплывается”. Однако увеличение равномерности в этом случае достигается потерей скорости напыления.

Применение нескольких испарителей удорожает стоимость напыления за счет дорогостоящего испарителя. Перемещение подложки в процессе напыления несколько ухудшает адгезию пленки. Диафрагмирование потоков пара находит применение при изготовлении приборов в лабораторных условиях.

#### 4.6 Адгезия пленок

Степень сцепления пленки с поверхностью называется адгезией. На сегодняшний день эта тема является предметом неустанный внимания исследователей и эксплуатационников.

##### 4.6.1 Методы оценки адгезии

В настоящее время общепризнанными являются три метода оценки адгезии:

- царапание ногтем или абразивной резиной;
- изгибание с последующей проверкой на шелушение;

– измерение усилия на отрыв приклеенной или приваренной к пленке площадки размером  $1 \text{ см}^2$ .

Наибольшее распространение получил метод измерения на отрыв. Неплохой считается адгезия на полимерах  $\sim 15 \text{ кг/см}^2$ , на металлах  $\sim 50 \text{ кг/см}^2$ .

В числе условий, влияющих на адгезию можно назвать:

- 1) наличие механических напряжений вследствие разных коэффициентов линейного расширения пленки и подложки;
- 2) наличие промежуточных слоев газа и загрязнений между пленкой и подложкой;
- 3) проникновение паров воды под пленку в процессе эксплуатации;
- 4) деградация приповерхностного слоя подложки с течением времени (особенно это относится к стеклу).

Оптимальная толщина пленки, соответствующая максимальной адгезии, различна для различных материалов и колеблется в пределах 150-200 ангстрем.

Наличие загрязнений на подложке оказывает существенное влияние на адгезию и на электрофизические свойства пленок, поэтому перед осаждением необходимо тщательно очищать подложки и защищать их от масляных пленок, которые могут возникнуть в результате миграции паров рабочих жидкостей из насосов. Эффективным способом очистки является ионная бомбардировка поверхности подложки в плазме тлеющего разряда. Для этой цели в рабочей камере вакуумной установки обычно предусматриваются электроды, на которые от маломощного высоковольтного источника подается напряжение в несколько киловольт током до нескольких ампер. Электроды чаще всего изготавливаются из алюминия, поскольку среди металлов он имеет самую низкую скорость катодного распыления.

#### 4.6.2 Методы повышения адгезии

**Метод подслоя.** Адгезия пленки в очень сильной степени зависит от наличия окисного слоя, который может возникнуть в процессе осаждения между пленкой и подложкой. Такой окисный слой образуется, например, при осаждении железа и никрома, чем и объясняется хорошая адгезия этих пленок. Пленки из золота, которое не подвержено окислению, имеют плохую адгезию, и поэтому между золотом и подложкой приходится создавать промежуточный подслой из материала с высокой адгезией (хрома или его сплава, никеля, ванадия и др.) Желательно, чтобы образующийся слой окисла был сосредоточен между пленкой и подложкой. На образование окислов сильное влияние оказывает состав остаточных газов в рабочем объеме установки и в особенности наличие паров воды. В настоящее время пока нет однозначной теории увеличения адгезии за счет подслоя. Считается, что материал подслоя должен иметь

хорошую растворимость в пленке и подложке, либо иметь большую энергию связи с поверхностью.

**Метод вспышки.** Для уменьшения количества газа под пленкой в ряде случаев навеска сбрасывается на уже нагретый испаритель. Этим, так называемым, методом вспышки достигается превышение концентрации паров над концентрацией остаточного газа. Разновидностью этого метода является импульсное электронно-лучевое и импульсное взрывное лазерное испарение.

**Взрывное испарение** применяется для напыления пленок из многокомпонентных материалов (сплавов или смесей) с различным давлением насыщенных паров компонент.

**Метод отжига и вжигания пленок.** Отжиг пленок применяется для снятия термических напряжений после напыления. Для большинства пленок на стеклоподобных материалах отжиг проводится при температурах  $\sim 250^{\circ}\text{C}$ . В течение 15-30 минут. Повышение температуры может привести к изменению спектра десорбированных газов и к отравлению пленки. Вжигание пленок проводят при максимально возможных температурах. В этом случае молекулы входят на границу режима поверхностной диффузии, а пленка спекается с поверхностью. Следует отметить, что при отжиге или вжигании может уменьшиться технологическая толщина пленки, поэтому напыление проводят с запасом. Отжиг и вжигание пленок лучше проводить в вакууме с добавлением инертных газов.

**Метод ускорения молекул.** Молекулы лучше пристают к поверхности, если им придана скорость больше тепловой. К таким методам относятся специальные методы нанесения пленок, заключающиеся в ионизация паров и ускорение ионов электрическим полем с последующим вбиванием в поверхность (ионная имплантация).

**Оксидные пленки.** Это в основном диэлектрические пленки, применяемые в декоративной технологии, а также для изоляции между слоями микросхем.

Оксидные пленки могут быть получены:

- 1) в парах воды (при давлении 760 мм рт ст или более);
- 2) в газовом разряде ( $0.1 \text{ мм рт ст Ag}+5\%\text{O}_2$ );
- 3) оксидирование в кислороде (в печь подается  $\text{O}_2$  или  $\text{CO}_2$ ).

#### 4.7 Технология получения высококачественных пленок

Процесс напыления в вакууме связан с десорбцией различных материалов вакуумной системы в зависимости от истории ранее проводимых операций. Это приводит к многовариантности протекания газофазных реакций с образованием различных труднопрогнозируемых соединений в составе пленки. В результате воспроизводимость параметров пленок может носить вероятностный характер.

По данным масспектрометрии в остаточной атмосфере типовой вакуумной установки основными компонентами являются: вода (8 %), азот (20-30 %), углерод и его производные (40-60 %). Этот состав несколько меняется в зависимости от используемых материалов и методов их обработки. На рис. 4.3 представлена статическая зависимость интенсивности газовой выделения наиболее преобладающих компонент при линейном росте температуры.

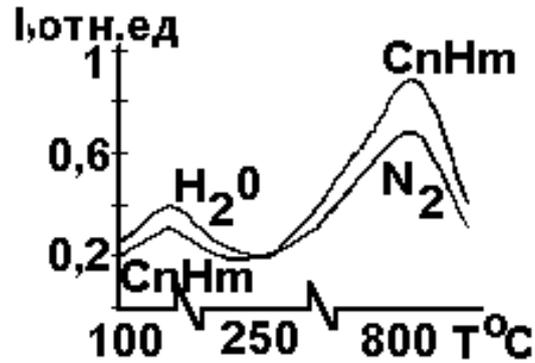


Рисунок 4.3 - Зависимость интенсивности газовой выделения от температуры

При повышении температуры поток газовой выделения возрастает в следующей последовательности: углекислый газ, азот, окислы азота, углеводороды. Характер зависимости газовой выделения в диапазоне температур до 250<sup>0</sup> объясняется разложением поверхностных органических соединений и достижением энергии активации адсорбционной связи. Дальнейшее увеличение температуры способствует приоритетной десорбции углеводородов и азота, а также присутствием термоионизированных атомов на фоне общего роста потока газовой выделения. Наибольшее высокотемпературное газовое выделение наблюдается при температуре близкой к 800<sup>0</sup> С, что связано с достижением энергии хемосорбции атомов и разложением нестабильных фаз, сформировавшихся в процессе напыления. В первом приближении для формирования определенной газовой реакции на поверхности пленки необходимо соотношение между температурой, давлением, концентрацией и временем проведения процесса (соотношение Гиббса).

Вероятность газовой реакции определяется соотношением:

$$\varphi = e^{-\Delta H/RT} e^{\Delta S/RT},$$

где  $\Delta H$  - энтальпия проведения процесса (в первом приближении соизмерима с энергией образования соединения  $E_a$  и является табличной величиной, например, для окислов титана  $E_a=1400$  кал/моль);

$\Delta S$  - энтропия реакции, зависящая от температуры и являющаяся табличной величиной. (Для большинства металлов, распыляемых в вакууме  $\Delta S \sim 10$  кал/град моль).

Анализ условий испарения материалов показывает, что генерация потока пара, а также его взаимодействие с преградой в виде подложки сопровождается изменением параметров потоков по газодинамическим функциям. В свете выше указанных представлений видно, что протекание газофазной реакции носит локальный характер. В зависимости от энергетического состояния системы возможно протекание определенной газофазной реакции распыляемых материалов с формированием нитридов, карбидов, окислов, гидридов и т.д. (Например, для титана соответственно TiN, TiC, TiO, TiH). Направление проходящей на подложке реакции определяет количество поглощенного газа Q по соотношению:

$$Q = kFt (P_1 - P_2) / \ln(P_1/P_2),$$

где k - константа реакции ( k=0,2 при T=300<sup>0</sup> К ; k= 2 при T=1000<sup>0</sup> К);

F - площадь подложки;

t - время процесса;

P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub> - общее давление газа до и после проведения процесса;

P<sub>i</sub> - давление i-той компоненты в составе газа.

В таблице 4.3 приведены отдельные значения количества поглощенного газа при формировании некоторых соединений титана для температуры испарения 1700<sup>0</sup> С

Таблица 4.3 - Количество поглощенного газа при испарении титана

Соединение	Карбиды	Оксиды	Нитриды	Гидриды
Qx10 <sup>-8</sup> Вт	200	389	250	160

На практике направление возможной реакции испаряемого материала с остаточным газом в первом приближении может быть определено исходя из изменения давления в камере во времени по соотношению:

$$Q = V dP/dt,$$

где V - объем камеры.

Для прогнозирования возможных соединений для некоторых материалов составлены *фазовые диаграммы*, в которых по оси ординат отложена температура, а по оси абсцисс процент поглощенного пленкой газа. На рис. 4.4 представлен фрагмент фазовой диаграммы. Следует отметить, что фазовая диаграмма является довольно сложным документом, иллюстрирующим многообразие фазовых переходов. В ряде случаев на практике пользуются понятием *изобарного потенциала*, определяемого выражением:

$$\Delta Z_i = -RT \ln P_i,$$

где  $i$ - обозначает род газа.

На рис. 4.5 представлена диаграмма изобарного потенциала применительно к напылению титана.

С повышением температуры фазы располагаются в следующей последовательности: гидридная, оксидная, карбидная, нитридная. Изменение параметров потока ведет к изменению рабочих точек диаграммы по шкале концентраций. Например, увеличение скорости потока (путем увеличения скорости испарения или степени вакуума в рабочей камере) ведет к уменьшению функций плотности, температуры и смещению диаграммы в сторону меньших концентраций.

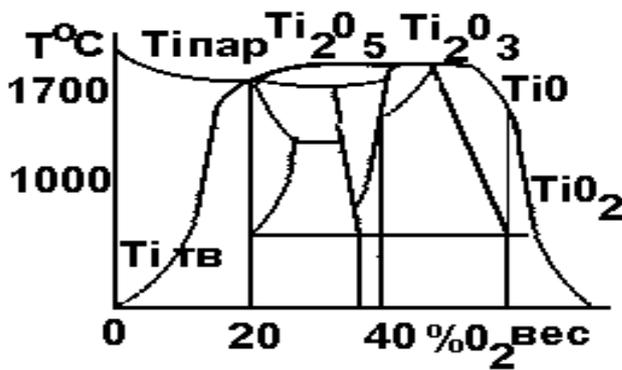


Рис.4.4. Фрагмент фазовой диаграммы

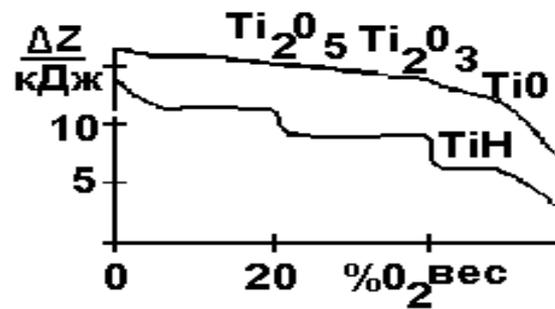


Рис. 4.5. Диаграмма изобарного потенциала

Для оптоэлектроники представляет интерес наиболее стабильное соединение окиси титана ( $TiO_2$ ). Диаграмма изобарного потенциала позволяет корректировать ход процесса во времени, поскольку количество поглощенного газа линейно зависит от времени.

#### 4.8 Измерение скорости напыления и толщины пленок

Скорость напыления пленки и ее толщина взаимосвязаны. Зная толщину пленки можно определить скорость ее конденсации на подложке.

Толщину пленок в настоящее время измеряют самыми различными методами.

Ряд методов основан на микровзвешивании, на изменении электрической емкости напыляемых конденсаторов. Оптические методы основаны на пропускании света, на интерференции. Используются также контроль электрического сопротивления пленок, наведенные вихревые токи и т.д. К средствам измерения скорости напыления и толщины пленок предъявляется ряд требований:

- 1) минимальная погрешность измерения;
- 2) независимость измерений от состава среды;

3) одновременность измерения скорости напыления и толщины пленки;

4) пригодность для различных пленок.

Свойства тонких пленок очень чувствительны к технологии их изготовления. Пленки, имеющие одинаковую толщину, в зависимости от условий их получения могут иметь совершенно различные удельные сопротивления, температурные коэффициенты сопротивления, диэлектрические потери, коэффициенты поглощения света и т. п. Поэтому в технологии часто более важно не измерение толщины пленки после ее получения, а возможность управлять толщиной в процессе нанесения.

Следует отметить, что измерение пленок дает большую погрешность даже в пределах одного типа пленки. Одна пленка, измеренная разными способами, будет иметь разную толщину. Для устранения таких противоречий ввели понятие *истинной и технологической толщины пленок*.

#### 4.8.1 Истинная и технологическая толщина пленок

Ранее отмечалось, что пленки бывают аморфные, мелко и крупнозернистые, а также эпитаксиальные. Пленки обладают разной плотностью, разным сопротивлением. Будучи напыленными одним количеством вещества и имея одинаковую массу, они обладают одной истинной толщиной, но пригодны для различных целей. Заказчики пленок пользуются технологической толщиной и заказывают тип пленки, ее толщину и методы измерения. Этим уменьшается погрешность в измерениях между заказчиком и изготовителем. Истинная толщина пленки - это толщина, которую обеспечивает изготовитель. Технологическая толщина - это толщина, при которой пленка выполняет потребности заказчика.

#### 4.9 Методы измерения параметров напыления

На рис. 4.6 представлены схемы реализации методов измерения толщины пленок, по изменению сопротивления (рис. 4.6, а), по изменению емкости (рис. 4.6, б), по просвету пленки (рис. 4.6, в).

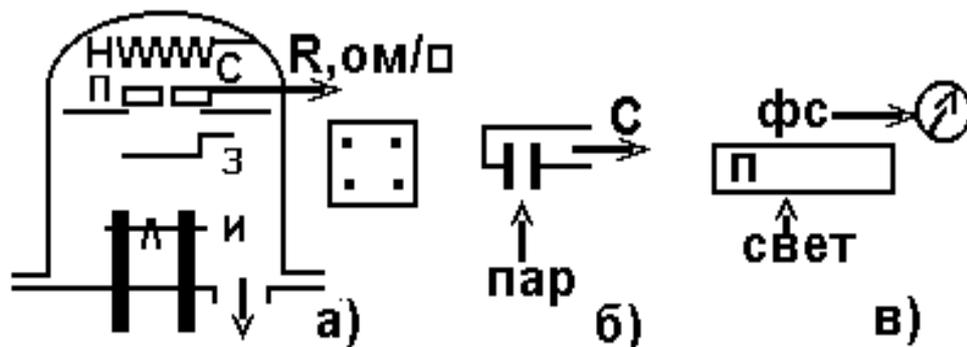


Рисунок 4.6 - Схемы реализации методов измерения толщины пленок

#### 4.9.1 Резистивный метод измерения толщины пленок

Из закона Ома известна зависимость сопротивления  $R$  от длины  $l$  и площади поперечного сечения  $S$ :

$$R = \rho l / S,$$

где  $\rho$  - удельное сопротивление пленки.

Учитывая, что для пленки площадь поперечного сечения равна произведению толщины  $d$  на ширину “ $B$ ” т.е.:

$$S = dxB,$$

разрешая исходное уравнение относительно  $d$ , находим:

$$d = \rho xl / R_{\Pi} B,$$

где под  $R_{\Pi}$  - понимается поверхностное сопротивление пленки (неявным образом указывающее на способ его получения). Единица измерения поверхностного сопротивления - ом/П (ом на квадрат)

Диапазон измеряемых толщин резистивным методом составляет 1-5 мкм.

Для измерения электрического сопротивления в установке для нанесения пленки рядом с рабочей подложкой помещается специальная контрольная непроводящая подложка в виде квадратной пластины, на края которой заранее нанесены проводящие контакты. Эта контрольная пластина включается в одно из плеч мостовой схемы. По мере роста толщины пленки и снижения ее сопротивления происходит разбаланс мостовой схемы. Метод нашел широкое применение при напылении резисторов микросхем.

В числе недостатков метода следует отметить малую чувствительность вначале напыления, а также зависимость удельного сопротивления пленки от параметров технологического процесса (давления газа, скорости конденсации, температуры подложки). В ряде случаев пленка может быть повреждена электрическим пробоем вследствие пропускания высокого напряжения (~250 В) измерительными цепями при измерении высоких сопротивлений (~мОм). Метод непригоден для измерения толщины диэлектрических пленок.

#### 4.9.2 Емкостной метод измерения толщины пленок

Этот метод контроля толщины пленок основан на измерении емкости между пластинами плоского конденсатора, помещенного на пути паров. Особенно хорошо зарекомендовал себя этот способ на пленках из диэлектрических материалов. При емкостном методе измерения толщины диэлектрических пленок также используется специальная контрольная подложка из диэлектрического материала, расположенная рядом с рабочей

подложкой. На контрольной подложке изготовлен конденсатор такой конструкции, что, его емкость изменяется при нанесении на поверхность конденсатора тонкой диэлектрической пленки. Обкладки конденсатора представляют собой гребенчатые структуры, сформированные на узких полосках проводящего материала.

Система измерения снабжена опорным кварцевым генератором, а также имеет систему сравнения опорных и измеряемых частот. Метод реализован в приборе типа КСТ-1. Применяем для измерения пленок SiO<sub>2</sub>, Cu, Cr, Mo, Re, W, сапфира, стекла. Погрешность прибора в диапазоне толщин 5-100 мкм не превышает 5% и не зависит от температуры. Прибор снабжен дифференцирующей цепью, что позволяет измерять скорость напыления.

К недостаткам метода следует отнести необходимость калибровки под каждый материал, а также необходимость чистки и травления электродов.

### 4.9.3 Оптический метод измерения толщины пленок

В основу оптического метода измерения толщины нанесенной пленки положена зависимость коэффициента пропускания света от толщины пленки. Световой поток  $I$  после прохождения света через пленку толщиной  $d$  определяется относительно первоначального потока  $I_0$  соотношением Бугера-Ламберта:

$$I = I_0 \exp(-kd),$$

где  $k$  - коэффициент поглощения, зависящий от материала пленки.

При использовании этого соотношения необходимо учитывать, что полученная пленка может обладать значительным коэффициентом отражения, и отраженный поток следует вычесть из падающего потока. В табл. 4.4 приведены коэффициенты поглощения для некоторых пленок и материалов.

Таблица 4.4 - Коэффициенты поглощения излучения

Материал	алюминий	Медь	Серебро	Золото	Никель	стекло
К	$1 \times 10^6$	$5 \times 10^5$	$8 \times 10^5$	$6 \times 10^5$	$7,8 \times 10^5$	$7 \times 10^{-1}$

Оптический метод позволяет измерять полупрозрачные пленки от 100 до 800 ангстрем.

В числе недостатков метода следует отметить неудобство использования в процессе напыления вследствие паразитной подсветки накаливаемым добела испарителем. Кроме того, источник подсветки часто запыляется.

#### 4.9.4 Ионизационный метод измерения толщины пленок

В основе метода лежит принцип сравнения сигналов с ионизационных датчиков давления с паром и без пара. На рис. 4.7 представлена схема реализации метода на базе двух ионизационных датчиков давления типа ПМИ-2.

На экране осциллографа отслеживается разность сигналов. В последних разработках подобных приборов (ИСТИ-1, ИСТИ2) предусмотрены пересчетные устройства для обработки разности сигналов. Погрешность метода  $\sim 10\%$ .

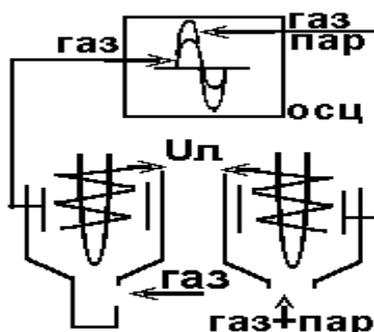


Рисунок 4.7 - Метод на базе двух ионизационных датчиков давления хода при эллипсометрическом измерении толщины пленки

#### 4.9.5 Эллипсометрический метод измерения толщины пленок

Метод основан на эффекте разности коэффициентов отражения поляризованного света от пленки. На рис.4.8 представлена схема реализации метода.



Рисунок 4.8 - Эффект разности

Известно, что свет представляет собой электромагнитную волну. Луч света можно представить в виде небольшой окружности с осями E и H, аналогично осям X и Y. При освещении подложки под углом Брюстера (для стекла  $57^\circ$ ) синусоида H-волны идет параллельно поверхности и отражается от нее. Синусоида E-волны идет перпендикулярно поверхности и врезается в нее на толщину пленки. Затем E-волна отражается от основания пленки и выходит из нее. В результате чего после отражения возникает разность хода E и H волн (излучение оказывается эллиптически поляризованным). Разность фаз между E и H волнами ( $\Delta$ ) пропорциональна яркости отраженного излучения и несет

информацию о толщине пленки. Угол поворота осей эллипса (определяемый поворотом линз поляриметра при минимуме отраженного света) пропорционален показателю преломления пленки. Метод позволяет измерять толщину пленки в пределах 20-15000 ангстрем с точностью 2-3%. К недостаткам метода следует отнести приспособленность в основном к пленкам  $\text{SiO}_2$ , сложность настройки и обслуживания эллипсометра.

#### 4.10 Экспресс методы сравнительного анализа толщины пленок

Наряду с объективными способами измерения, существует ряд методов сравнительного анализа толщины пленок. Основные из них следующие:

1) микроскопический анализ. Анализ пленки производят под измерительными микроскопами типа МИИ-4, МИМ-7. Микроскоп МИИ-4 измеряет толщину по сдвигу интерференционных полос. Микроскоп типа МИМ-7 позволяет непосредственно увидеть и измерить толщину пленки. Для лучшей визуализации деталь с пленкой разрезается, срез полируется и травится в разбавленной азотной или соляной кислоте;

2) эталонный анализ. В ряде случаев толщину пленки сравнивают с эталоном. Широкое распространение получил визуальный контроль полупрозрачных пленок толщиной 200- 700 ангстрем. Свыше 700 ангстрем металлические пленки непрозрачны;

3) микровзвешивание. Технически этот способ реализуется напылением паров на развитую стрелку измерительного прибора;

4) метод стравливания. Этот метод основан на относительно постоянной скорости травления пленок в определенном травителе. Иногда в травитель добавляют уксусную кислоту для уменьшения скорости травления;

5) метод вихревых токов. При большой толщине пленки ее толщину можно оценить по ЭДС, наведенной вихревыми токами. Этот метод реализован в приборах типа ВН-30 Н и ВТ-40 НЦ;

6) метод электрического пробоя. Этот метод широко применяется для испытаний диэлектрических пленок;

7) метод пропускания излучения. Этот метод нашел применение при анализе пленок драгоценных металлов. В качестве зондирующего излучения применяется рентген, бетта и гамма излучение, ультразвук.

#### 4.11 Специальные методы нанесения пленок

Специальные методы нанесения пленок рассчитаны в основном на повышение адгезии. Наиболее универсальный способ напыления высокоадгезионной пленки состоит в ионизации паров и придании молекулам пара скоростей, превышающих тепловые. В основном это методы ионного нанесения покрытий, связанные с распылением

материала ионами в различных условиях. Эти методы похожи на методы ионной очистки материалов. Принципиальное отличие состоит в том, что ионная очистка заканчивается после снятия поверхностных соединений и подходе к подложке, а ионное распыление материала только начинается.

#### 4.11.1 Конденсация ионно-распыленных атомов

При формировании пленок методами ионного распыления мишеней в направлении подложки летят следующие компоненты:

- ионы остаточного газа (в основном углеводороды);
- ионы рабочего газа, бомбардирующего мишень (чаще аргона);
- нейтральные молекулы;
- соединения (карбиды, нитриды, оксиды и др.);
- ионы катода;
- пары металла катода.

Соотношение компонент зависит от способа и параметров напыления.

Таким образом, состав пленки, полученной ионными методами очень сложен. Поэтому ионные и плазменные методы формирования пленок чаще применяются не для промежуточных, а для финишных операций.

#### 4.11.2 Плазменные методы ионного осаждения пленок

Плазменными называются методы, у которых для образования ионного потока на подложку используется газовый разряд при давлениях  $10^{-2}$  - 10 Па независимо от способа образования частиц пара. На подложку может подаваться отрицательное напряжение смещения ( $E_{cm}$ ). Рабочими газами являются как инертные газы, так чистые реактивные газы ( $O_2$ ,  $N_2$ ,  $CH_4$  и др.).

На рис. 4.9, а представлена схема ионно-плазменного нанесения пленок методом катодного распыления. На рис 4.9, б представлена схема нанесения пленок с помощью автономных ионных источников.

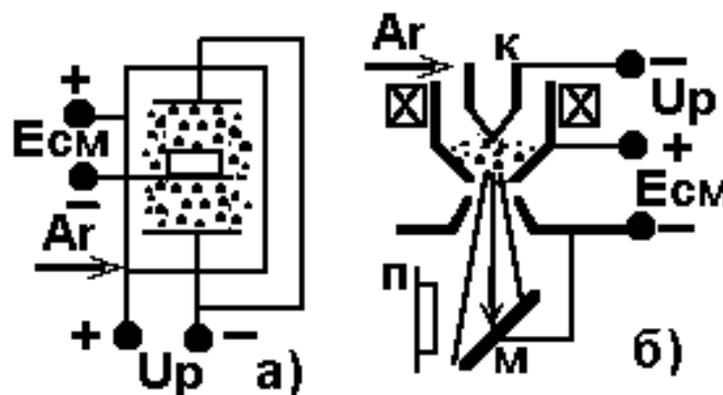


Рисунок 4.9 - Схемы нанесения пленок

### 4.11.3 Ионно-лучевые методы нанесения пленок

При ионно-лучевых методах осаждения пленок процесс конденсации осуществляется в высоком вакууме ( $< 10^{-2}$  Па). Для образования ионов используется ионно-лучевой источник. При подаче рабочего газа (чаще аргона) происходит его термическая ионизация. В объеме источника зажигается разряд напряжением  $U_p$  (1-2 кВ). Ионы газа извлекаются экстрактором и ускоряются в направлении мишени (М) и бомбардируют ее. Материал мишени направляется на подложку (П). Если подложка металлическая, то на нее можно подать отрицательное смещение потенциала (Есм) для повышения эффективности бомбардировки положительными ионами. Ионно-лучевые методы находят широкое применение для напыления износостойких и антикоррозионных покрытий.

### 4.11.4 Термоионное напыление

Процесс термоионного осаждения пленок представляет собой комбинацию термовакuumного и ионных методов. На рис. 4.10 представлены схемы реализации метода.

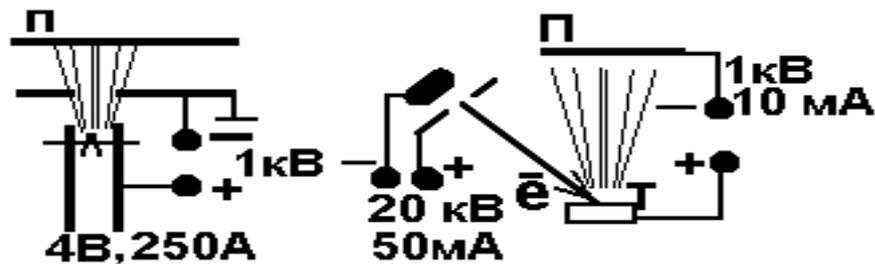


Рисунок 4.10 - Процесс термоионного осаждения пленок

Процесс проводится следующим образом. После откачки вакуумной камеры на высокий вакуум, прогрева подложки и обезгаживания испарителей, в камеру напускается рабочий газ до давления, обеспечивающего зажигание газового разряда в области подложка-испаряемый материал (1-10 Па). Подача отрицательного потенциала на подложку обеспечивает ее бомбардировку ионами и производит очистку от загрязнений и ионное травление поверхности катодным распылением. Далее без выключения разряда начинается прогрев и испарение напыляемого материала. Прилегающие к подложке начальные слои пленки состоят из смеси атомов подложки и осаждаемого материала, что увеличивает адгезию за счет поверхностной диффузии, стимулированной электрическим полем. В ряде случаев нагрев материала производят электронным лучом в тигле (Т). Расфокусированный электронный луч может быть использован для обезгаживания внутренних элементов вакуумной камеры и подложки.

На скорость нанесения пленки влияет множество факторов. Наибольшее влияние оказывает масса бомбардирующего мишень газа, род газа, ток и напряжение разряда. Для ионных методов нанесения пленок часто применяется инертный газ аргон. Присутствие азота может вызывать нитрирование пленки, присутствие соединений углерода или кислорода – окислирование или карбидирование. При увеличении напряжения увеличивается коэффициент распыления ( $K=N_{\text{выб}}/N_{\text{пад}}$ ). Скорость напыления пропорциональна ионному току. Повышение давления уменьшает длину свободного пробега пара.

В ряде случаев термоионное нанесение пленок реализуется при электродуговом напылении пленок из материала электродов. При большой мощности дуги испарение материала электродов происходит с присутствием капельной фракции в пленке. Для уменьшения брызгового эффекта следует иметь в виду, что для каждого металла существует *предельная плотность мощности на электродах*, начиная с которой происходит брызгообразование. Например для титана предельная величина  $g_{\text{Ti}} \sim 10^8 \text{ Вт/см}^2$ ,  $g_{\text{Mo}} \sim 10^6 \text{ Вт/см}^2$ . В ряде случаев под углом к парам устанавливают отражатели, однако, при этом уменьшается скорость напыления. В ряде случаев в поток пара вводят отрицательный электрод, что разбрасывает капли электростатическим потенциалом. Уменьшению капельной фракции способствует подача отрицательного потенциала на подложку.

В последнее время успешно развивается напыление пленок из плазмы магнетронного разряда. В этом случае отрицательный потенциал подается на подложку, помещенную в магнитное поле.

#### **4.11.5 Электрофизические методы формирования пленок на вакуумных установках**

##### **Установки магнетронного ионного распыления (типа «МИР»)**

В основу установки положен магнетрон, представляющий собой газоразрядную систему, помещенную в магнитное поле. На рис. 4.11 а представлена схема магнетрона.

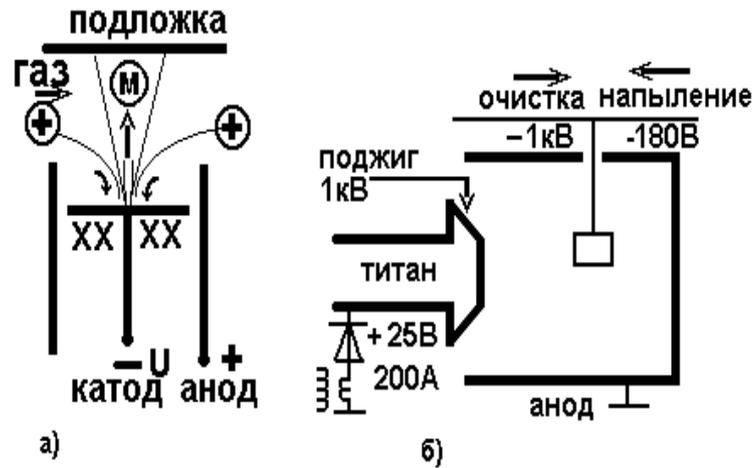


Рисунок 4.11 – Схема магнетронной и электродуговой систем формирования покрытий

При подаче напряжения между электродами зажигается разряд, поддерживаемый магнитным полем. Ионы из плазмы разряда попадают на катод (мишень), из которого выбивают частицы металла ( $m$ ). Магнитное поле закручивает электроны вокруг силовых линий под действием силы Лоренца. Магнитное поле обеспечивает движение электронов вокруг силовых линий магнитного поля. Это способствует ионизации газа и поддержание разряда. Зная скорость частицы в направлении, перпендикулярном линиям магнитного поля  $V$ , можно найти величину минимального расстояния траектории электрона между катодом и анодом системы, так называемый, *ларморовский радиус*  $R$ :

$$R = V \cdot m / eZB, \quad (4.1)$$

где  $V$  – скорость, перпендикулярная линиям магнитного поля

$$V = 5,9 \cdot 10^5 \sqrt{U}; \quad (4.2)$$

где  $m$  – масса частицы

$Z$  – кратность заряда (в первом приближении  $Z=1$ );

$e$  – заряд электрона,  $e=1,6 \cdot 10^{-19}$  кл.

$B$  – индукция магнитного поля.

Достоинства магнетронных систем состоят в следующем:

- 1) напыление происходит в виде мелкой фракции, что позволяет формировать высококачественные покрытия;
- 2) магнетроны имеют очень большую скорость распыления (близкую к скорости термического испарения материалов в вакууме);
- 3) магнетроны просты по конструкции, устойчивы в работе и могут работать в широком диапазоне давлений.

Недостатки магнетронных систем состоят в следующем:

- 1) на подложку вместе с распыляемым материалом попадает часть электронов, что повышает ее нагрев. Это ограничивает применение магнетронных систем для обработки полимеров. Кроме того, в подложку

вмуровывается много газа и интерметаллических соединений.

2) все параметры магнетрона взаимосвязаны, что влияет на вольт-амперную характеристику при изменении магнитного поля, рода распыляемого материала или геометрических размеров системы.

### **Электродуговое формирование покрытий в вакууме на установках типа Булат**

Подобная обработка поверхности подразделяется на ряд направлений, различающихся физической картиной формирования упрочняющего покрытия:

1) электродуговое распыление материала электродов и его ионноплазменное осаждение на изделие. (Установки марок УРМ типа «Булат»);

2) распыление материала электродов с осаждением паров на изделие и последующей ионной имплантацией путем подачи импульсов с напряжением  $\sim 100$  кВ. Модификация поверхности достигает 5-7 мкм за времена около 20 минут;

3) воздействие на поверхность разовыми (до 5 раз) импульсными сильноточными ионными или электронными пучками током 10-20 кА и напряжением  $\sim 100$  кВ. Упрочнение происходит без изменения размеров. Глубина модифицированного слоя достигает 130 мкм.

### **4.11.6 Технология формирования покрытий методом электродугового напыления**

#### **Катодные пятна**

Для работы электродуговых источников паров металлов важен материал, генерируемый с катодного пятна. При относительно небольшом токе дуги (единицы ампер) на катоде формируется *катодное пятно первого рода*. Для такого пятна свойственно движение по катоду под действием силы Лоренца и генерация легких углеводородных фракций с массопереносом  $10^{-7}$  г/кулон. Скорость плазмы составляет  $10^7$  см/с. С ростом тока дуги до нескольких десятков ампер формируются *катодные пятна второго рода*, для которых свойственен брызговой вынос материала электродов с массопереносом около  $10^{-4}$  г/кул. Скорость такой плазмы составляет  $10^3$ -  $10^4$  см/с. Такой режим работы дуги наиболее характерен для электродуговых источников частиц. При разогреве катода до температуры, близкой к температуре плавления, возрастает термоэмиссия с катода. В этом случае формируется *катодное пятно третьего рода* с диффузным испарением материала. Этот режим работы источников пока слабо изучен и на практике почти не применяется.

Типичным представителем электродугового формирования покрытий являются установки УРМ (БУЛАТ) (см. рис. 4.11 б).

Источник состоит из катода (чаще титанового), анода (корпус камеры), электродов для инициирования дуги (поджигающий электрод), и

электрода для очистки деталей в тлеющем разряде.

При обеспечении давления на уровне 0,1 Па на деталь подается отрицательный потенциал 1 кВ и в камере зажигается тлеющий разряд. Ионы из плазмы разряда устремляются на деталь и производят ее очистку.

При обеспечении в камере давления азота на уровне  $10^{-2}$  Па, между катодом и анодом от дугового трансформатора подается напряжение около 25-40 В. Затем между катодом и поджигающим электродом подаются импульсы напряжения  $\sim 1$  кВ для организации искрового пробоя и зажигания дугового разряда.

После зажигания дуги током 100-200 А на деталь подается отрицательный потенциал (-180 В), а в камеру подается рабочий газ – азот и производится формирование покрытия – нитрида титана.

Особенностью работы установок напыления упрочняющих покрытий типа «Булат» является эрозия катода и унос материала с катода. Унос массы « $M$ » при эрозии электродов определяется соотношением:

$$M = gIt, \quad (4.3)$$

где  $g$  – удельная эрозия материала, кг;  $I$  – ток, А;  $t$  – время, с.

Унос массы пропорционален объему эрозии  $W$  и плотности материала:

$$M = \rho W \quad (4.4)$$

Особенность работы установок Булат состоит в необходимости поддержания соотношения давления, температуры и концентрации.

### **Формирование покрытий методом напыления с последующей имплантацией**

Работа установок подобного типа подобна работе установок типа Булат. Отличие состоит в том, что для улучшения адгезии и сегрегатного состава покрытий катоды могут выполняться составными: из нескольких металлов, а извлекающее напряжение для ионов увеличено до 100-150 кВ. Установки характеризуются набором дозы  $10^{17}$  1/см<sup>2</sup> за времена порядка 20 минут. Глубина модифицированного слоя составляет 5-7 мкм. В последнее время установки находят применение для формирования карбонитридных покрытий, покрытий из нитрида циркония и др. В числе особенностей работы следует отметить необходимость согласования производительности откачного оборудования с десорбционными газовыделениями, возникающими при подаче импульсов напряжения.

### **Модификация поверхностей сильноточными ионно-электронными пучками на основе вакуумно-дугового разряда**

Для получения плазмы в этих источниках используется вспомогательный разряд по поверхности диэлектрика.

На рис. 4.12 представлена схема сильноточного вакуумно-дугового ионно-электронного источника.

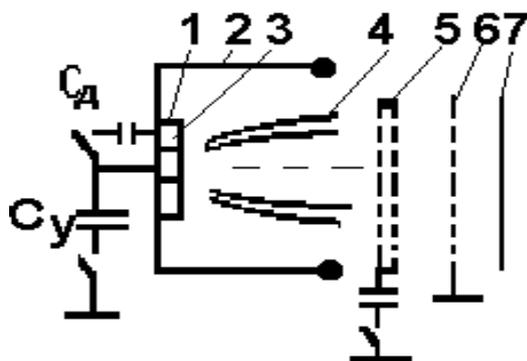


Рисунок 4.12 – Схема сильноточного ионного источника. 1 – катод; 2 – анод; 3 – изолятор; 4 – поток плазмы; 5 – магнитное поле; 6 – извлекающий электрод; 7 – деталь.

Генератор плазмы образован катодом 1 и анодом 2, которые разделены изолятором 3. При подаче напряжения (несколько киловольт) от емкости  $C_d$  в полости анода зажигается вакуумный дуговой разряд, инициируемый пробоем по поверхности изолятора. Плазма разряда заполняет полость анода и поступает в ускоряющий промежуток, образованный анодом 2 и извлекающим сетчатым электродом 6. При подаче ускоряющего напряжения (+100 кВ) от емкости  $C_u$  с поверхности потока плазмы 4 происходит отбор ионов в направлении коллектора 7. Электроны могут накапливаться на силовых линиях поперечного магнитного поля 5, создаваемого протеканием тока по проводникам от разряда емкости. При подаче отрицательного потенциала от емкости  $C_u$  происходит отбор электронов.

Поток частиц (электронов или ионов), достигая детали, создает термоудар ( $10^6$  К/с) на ее поверхности. Поверхность частично расплавляется. Создается ударноволновое воздействие на поверхность. При электронном воздействии создается термическая закалка и радиационно-стимулированная диффузия легко диффундирующих компонент к поверхности, в частности хрома. С поверхности частично улетучиваются окисные и углеродные пленки. С повышением числа импульсов (более 10) на поверхности формируется бугристый модифицированный слой в виде «апельсиновой корки».

При подаче на катод положительного потенциала из источника извлекаются ионы. В этом случае, кроме модификации поверхности, ионы внедряются в поверхность и замещают ионы атомов. Качественно картина может быть представлена в виде куба, из центра которого выбили атом малых размеров и заместили атомом больших размеров (например, замещение атома углерода на атом свинца). Изменение межатомного расстояния «напрягает» внутренние связи атома и приводит к упрочнению. Эффект упрочнения сопровождается радиационно-стимулированной диффузией хорошо диффундирующих металлов к поверхности (в частности хрома) и перемешиванием приповерхностных слоев с глубиной

модификации 130-150 мкм. Число импульсов ионного воздействия более 5 может привести к отпуску детали и эрозии ее поверхности. Подобный режим реализуется на установках типа ННВ-6. Обычно плотность ионного тока составляет десятки килоампер на квадратный сантиметр.

Особенность упрочнения с помощью подобных источников заключается в том, что деталь не изменяет размеры, и не требует дальнейших обработок. Для упрочнения берутся детали новые, не бывшие в эксплуатации.

### **Оценка некоторых параметров электронно-ионных источников и генераторов плазмы**

Обычно перед анализом источника задаются его параметрами: ускоряющим напряжением  $U$ , током разряда  $I$ , расстоянием от катода до анода  $d$ , площадью зоны эмиссии с катода  $S$ , рабочим давлением  $P$ , родом рабочего газа и потенциалом его ионизации  $U_i$ , величиной индукции магнитного поля  $B$ , оценивают тип разряда (дуговой, тлеющий) и принцип генерации частиц.

Кинетическая энергия заряженной частицы (электрона или иона) определится соотношением:

$$\frac{m \cdot V^2}{2} = e \cdot U \quad (4.5)$$

Отсюда можно найти скорость частицы в абсолютном вакууме, приобретенную в электрическом поле на участке пробега:

$$V = \sqrt{\frac{2eU}{m}} \quad (4.6)$$

Напряженность электрического поля определится соотношением:

$$E = U / d \quad (4.7)$$

Плотность электрического тока определится соотношением:

$$J = I / S$$

В первом приближении можно допустить, что ток разряда равен току эмиссии, если вся площадь катода занята разрядом. Например, для тлеющего разряда максимальная плотность тока разряда  $J \sim 200$  мА/см<sup>2</sup>.

Концентрация плазмы  $n$  определится из соотношения:

$$J = e \cdot n_e \cdot V_e, \quad (4.8)$$

где под  $J$  понимается плотность тока эмиссии.

Электронная температура  $T_e$  определится из того, что при зажигании разряда происходит ионизация. Для полного разделения зарядов необходима энергия меньше тепловой. При 100% ионизации выполняется условие:

$$\frac{3}{2} k T_e = e U_i \quad (4.9)$$

где  $k$ - постоянная Больцмана.

$$T_e = \frac{2eU_i}{3k}$$

ПРИМЕР. В таблице 4.5 приведены некоторые соотношения для качественной оценки параметров источников частиц. Принятые условия:  $U=2000\text{В}$ , давление  $P=5\text{ Па}$ , рабочий газ- гелий ( $U_i=24\text{ В}$ ), индукция магнитного поля  $B=0,3\text{ Тл}$ .

Таблица 4.5 – Параметры плазмы разряда

№	Параметр	Формула	Значение
1	2	3	4
1	Скорость электрона в электрическом поле в вакууме	$V_e = \sqrt{\frac{2eU}{m}}$	$2,6 \cdot 10^7\text{ м/с}$
2	Скорость иона в электрич поле	$V_i$	$6 \cdot 10^5\text{ м/с}$
3	Тепловая скорость электрона	$V_e$	$6,79\text{ м/с}$
4	Температура газа	$T = P/n \cdot k$	$319\text{К}$
5	Электронная температура ( $T_e$ )	$\frac{3}{2}kT_e = eU_i$	$1,1 \cdot 10^5\text{ К}$
6	Энергия, получаемая электроном на участке пробега	$\Delta W = e \cdot E \cdot \lambda_e$	$1,8 \cdot 10^{-19}\text{ Дж}$
7	Энергия теплового движения электрона	$W_T = 3/2 \cdot k \cdot T_e$	$2,67 \cdot 10^{-19}\text{ Дж}$
8	Коэф термического равновесия	$\Delta W / W_T$	$0,67$
9	Плотность электрического тока	$J = I / S_{\text{э}}$	$5 \cdot 10^{-4}\text{ А/см}^2$
10	Напряженность поля	$E = U / d$	$2 \cdot 10^4\text{ В/м}$
11	Концентрация плазмы	$J = e \cdot n_e \cdot V_e$	$1,2 \cdot 10^8\text{ 1/см}^3$
12	Частота столкновений электронов	$\nu_e = (ne^2 / \pi m)^{1/2} = 8980 \cdot n^{1/2}$	$1012\text{ Гц}$
13	Пробег молекулы газа ( $\lambda_{\text{газ}}$ )	$(\lambda_{\text{газ}}) = 5 \cdot 10^{-5} / P$	$10\text{-}3\text{ м}$
14	Пробег иона	$\lambda_i = \sqrt{2} \lambda_{\text{газ}}$	$1,41 \cdot 10^{-3}\text{ м}$
15	Пробег электрона	$\lambda_e = 4\sqrt{2} \lambda_{\text{газ}}$	$5,64 \cdot 10^{-3}\text{ м}$
16	Время пробега электрона	$\tau_{\text{es}} = \lambda_e / V_e = 1 / V_e n_e Q_e$	$0,83 \cdot 10^{-3}\text{ сек}$
17	Минимальное сеч взаимодействия	$S_e = n_e Q_e$	$10^{-6}\text{ 1/см}$
18	Коэф амбиполярной диффузии	$D = 1/3 V_i \cdot \lambda_i$	$2,79 \cdot 10^2\text{ м}^2/\text{с}$
19	Подвижность электронов	$\mu_e = V_e / E$	$1,3 \cdot 10^3\text{ м}^2/\text{В}\cdot\text{с}$
20	Подвижность ионов	$\mu_i = V_i / E$	$30\text{ м}^2/\text{В}\cdot\text{с}$

## Окончание таблицы 3.8

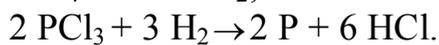
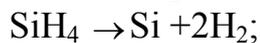
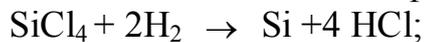
1	2	3	4
21	Дебаевский радиус	$r = 5\sqrt{\frac{T_e}{n}}$ см	$1,7 \cdot 10^{-1}$ см
22	Степень термической ионизации (СИ) ( $T=2500\text{K}$ )	$\alpha=0,2 \cdot 10^{-2}$ $\frac{a}{\sqrt{P}} T^{5/4} \exp(-\frac{5800U_i}{T_e})$	0,7
23	Коэффициент вторичной эмиссии	$\gamma e^{ad} = 1$	$\gamma=2,9 \cdot 10^{-3}$
24	Напряжение пробоя ( $B=300$ , $A=15$ , $d=4$ см )	$U = \frac{Bpd}{\ln[Apd / \ln(1/\gamma)]}$	760 В
25	Проводимость плазмы	$\delta = n_e e V_e / E$	$25 \text{ ом/м}^2$
26	Кулоновский логарифм	$\Lambda = 23,4 - 1,51 \ln T_e$ $\Lambda = -3,45 \lg T_e$	8,4
27	Ленгмюровская (плазменная) частота	$\omega_0 = (\frac{4\pi n e^2}{m_e})^{1/2}$	$5,94 \cdot 10^3$
28	Время существования области декомпенсации зарядов	$\tau_d = 1/\omega_0$	$1,6 \cdot 10^{-2}$ сек
29	Ларморовский радиус ( $B=0,3\text{Tл}$ )	$R = mV / eB$	$5,68 \cdot 10^{-5}$ м
30	Ларморовская частота	$f = gH / mc$	$2,55 \cdot 10^{-2}$
31	Ларморовская круговая частота вращения	$\omega = 2\pi f = 1/T$	$5,6 \cdot 10^9$
32	Период вращения электрона	$T = 2\pi m / eB$	$178,4 \cdot 10^{-12}$
33	Мера замагниченности	$\lambda R$	$10^2$
34	Коэффициент диффузии ( $B=0$ )	$D_0 = \lambda_e V_e / 3$	$4,88 \cdot 10^4$
35	Коэффициент диффузии поперек линий магнитного поля	$D_{\perp} = \frac{\lambda_e V_e}{3} \cdot \frac{1}{(\omega_H \tau_e)^2}$ $= \frac{D_0}{(\omega_H \cdot \tau_e)^2}$	$1,87 \cdot 10^{-9}$
36	Параметр Холла	$\omega_e \tau_e$	4,93
37	Коэффициент анизотропии	$D_0 / D_{\perp}$	$2,6 \cdot 10^{13}$
38	Эквивалентное давление	$P_E = P_0 \sqrt{1 + (\omega\tau)^2}$	$30 \cdot 10^6$

Приведенные соотношения носят качественный характер для идеального вакуума, для плоских электродов, для однородного магнитного поля и др. Полученные данные следует сравнивать с некоторыми известными величинами. Например, скорость частицы не может быть больше скорости света. Концентрация плазмы не может быть больше концентрации частиц в жидкости ( $10^{19}$  1/см<sup>3</sup>). Электронная температура для источников с применением тлеющего разряда соизмерима с  $T_e \sim 10^4$  К,

для дугового  $T_e \sim 10^5$  К. Коэффициенты ионизации и рекомбинации в условиях работы источников  $\sim 10^{-2}$ .

#### 4.12 Эпитаксия

Эпитаксия - это процесс получения высококачественной монокристаллической пленки чистого состава. В таких пленках испытывают нужду новейшие электронные приборы полупроводниковой и лазерной техники, оптоэлектроники, вычислительной техники и многие другие. Такие пленки толщиной 2-25 мкм обладают металлической проводимостью (менее 100 ом на квадрат). С помощью прямого процесса напыления такие пленки получать затруднительно вследствие невозможности исключить неконтролируемые примеси в напыляемой пленке. Традиционно для получения и легирования эпитаксиальных пленок кремния используют набор поверхностных гетерогенных реакций при давлении близком к атмосферному и температурах около  $1000^{\circ}\text{C}$ :



На рис. 4.13 представлена схема проведения традиционного процесса эпитаксии.

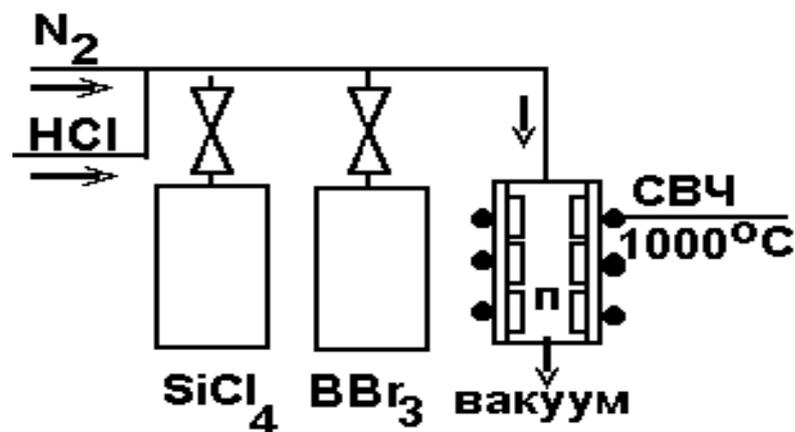


Рисунок 4.13 - Схема проведения традиционного процесса эпитаксии

Недостатки традиционной эпитаксии заключаются в следующем:

- жесткая взаимосвязь потока реагентов с температурой гетерогенной реакции;
- существует степень сегрегации поверхности (часть пленки всегда формируется поликристаллической);
- вследствие большой температуры имеют место диффузионные процессы из сформированной пленки в подложку.

Методы решения проблемы заключаются в более высококачественном напылении пленок с последующей ориентацией слоев

в виде кристаллической решетки. Такой процесс называется *искусственной эпитаксией*.

#### 4.12.1 Искусственная эпитаксия

Искусственная эпитаксия - это процесс получения монокристаллических пленок на подложке. Рост кристаллов на подложке из того же материала, что и подложка называется *автоэпитаксией* (например, Si-Si). Процесс роста кристаллов на инородной подложке называется *гетероэпитаксией* (например, Si- W).

**Условия проведения процесса эпитаксии.** Для ориентированного роста кристаллов в напыляемой пленке необходимо выполнение нескольких условий:

- 1 - обеспечение сверхвысокого вакуума (менее  $10^{-7}$  Па);
- 2 - оптимальная температура подложки (для кремния  $440^{\circ}$  С)
- 3 - необходима минимальная скорость осаждения пленки (до 10 нм/с).

При большой скорости конденсации происходит интенсивное образование зародышей, сопровождаемое неупорядоченной кристаллизацией и аморфизацией пленки;

4 - необходим жидкий подслои из золота или специального полимера, (салол) в который напыляются пары для ориентации и формирования зародышей (“льдинок” кристалла) в сплошной монокристалл;

5 - на подложке с шагом 50 мкм следует нанести базовый рельеф в виде сетки или канавок с углами, соответствующими типу кристаллической решетки кристаллизуемого материала.

#### 4.13 Технология формирования рельефа подложки

На рис. 4.14 представлены рекомендации, по разметке подложки исходя из порядка оси симметрии кристаллической решетки формируемого материала.

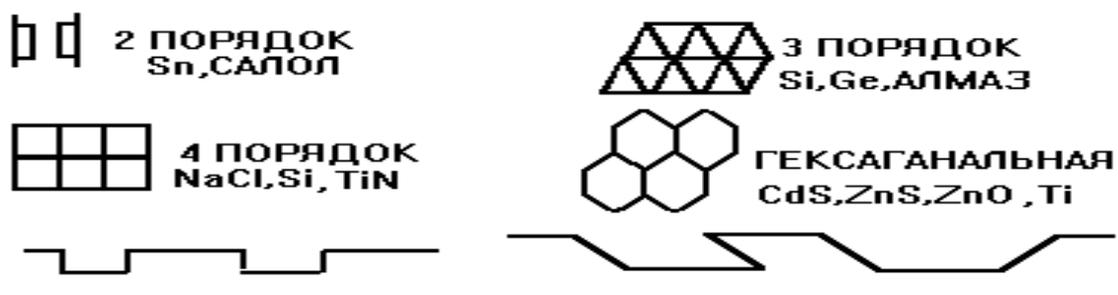


Рисунок 4.14 - Рекомендации по разметке подложки для эпитаксии

В последнее время в эпитаксии нашел применение легкоплавкий полимер “салол” ( $T_{пл}=42^{\circ}$ ). На нем можно вырастить кристаллы высших порядков, при прямоугольной разметке подложки.

#### **4.14 Механизмы ориентации и формирования кристаллов при искусственной эпитаксии**

Процесс формирования и ориентации кристаллов напоминает явление ледостава на реке в тихую снежную погоду.

Если на подложке есть ванна расплава, то пары формируются из зародышей в конгломераты и ориентируются друг относительно друга за счет:

- действия закона Архимеда и капиллярных сил. При плавании кристалла формируется мениск, крутизна которого зависит от расстояния до стенок;
- под действием базового рельефа на подложке;
- под действием температурного рельефа;
- под действием внутренних напряжений и анизотропной деформации.

В расплаве всегда существует конвекция. Разность температур является источником напряжений и анизотропных деформаций. Для усиления деформаций часто напыляют подслои меди.

Рост кристаллов наиболее интенсивен на изломах, на боковых гранях. Механизм роста предполагает участие жидких и жидкоподобных слоев. В ряде случаев для улучшения ориентации необходимы отжиг пленок при максимально возможной температуре в течение двух часов. Ориентация сильно зависит от толщины пленки. Наиболее оптимальный интервал толщин составляет 20-40 нм. При большей толщине возрастают поверхностные напряжения, что спонтанно перестраивает пленку.

#### **4.15 Методы ориентированной кристаллизации пленок**

##### **4.15.1 Кристаллизация из пара через слой жидкости**

Примером такого процесса является выращивание кремния из газовой смеси  $\text{SiCl}_4$ . Траектория технологического процесса состоит из следующих этапов:

- подготовка подложки (очистка);
- покрытие подложки слоем 1-5 мкм из золота или серебра. Для улучшения адгезии золото пылят на подслои из тантала, молибдена или вольфрама;
- нанесение рельефа в виде косой сетки с углами 60 и 120°;
- осаждение паров (например, из газовой смеси по традиционной схеме).

Большую роль играет смачивание подложки и наличие на ней жидкого слоя. Жидкой фазе способствует золото.

#### **4.15.2 Выращивание кристаллов из паров металлов**

Примером такого выращивания является формирование кристаллов олова на KCl или NaCl путем напыления в безмасляном вакууме при давлении  $10^{-7}$  Па. Родственный тип решетки Sn и щелочногаллоидных материалов (прямоугольный) облегчает процесс эпитаксии и не требует прогрева подложки.

#### **4.15.3 Формирование кристаллов из расплавов**

Примером такого формирования является кристаллизация германия на поликристаллическом вольфраме. Последовательность технологических операций подобного процесса выглядит следующим образом:

- 1 - подложку из вольфрама механически царапают через 50 мкм (создают рельеф с углами  $60$  и  $120^{\circ}$ );
- 2 - методом испарения наносят слой германия толщиной 1-10 мкм;
- 3 - расплавление пленки и ее перекристаллизация под влиянием рельефа подложки.

#### **4.15.4 Выращивание кристаллов из растворов и электролитов**

Этот прием формирования кристаллов не требует вакуума и реализуется за малый отрезок времени. В настоящее время метод широко применяется для получения кристаллов 2 и 4 порядка типа Sn, KCl, NaCl. После разметки подложки готовят пересыщенные водные растворы солей в смеси разбавленных кислот. Методом последовательного окунания намывают кристаллы необходимого размера. В ряде случаев процесс стимулируют пропусканием электрического тока. Зарождение и рост кристаллов зависит от изменения тока и напряжения с течением времени.

#### **4.15.5 Ионно-лучевые методы формирования кристаллов**

При этом методе кремниевую мишень распыляют малоэнергетичным (до 15 кВ) ионным пучком. При проведении процесса у отвесных стенок формируются кристаллы кремния. Особенность процесса состоит в необходимости подачи аргона и применении безмасляных откачных средств. Известны зарубежные и отечественные газоразрядные системы для выращивания эпитаксиальных слоев на форвакууме.

#### **4.15.6 Методы анализа пленок на монокристалличность**

Для анализа на кристалличность применяются микроскопические исследования и зондовые измерения сопротивлений. В микроскоп с небольшим увеличением (до 100 крат) должны быть видны кристаллы размерами 10 мкм и более. При общем взгляде на пленку угол непараллельности кристаллов относительно друг друга не должен

превышать  $20^0$  . Поверхностное сопротивление должно быть менее 100 ом/квadrat.

#### 4.16 Перекристаллизация пленок

Для ряда приборов, таких как фотоэлементы, бытовая техника и т.п., допускаются эпитаксиальные пленки с некоторым количеством дефектов. Так называемые островковые пленки. Они формируются на субграницах фазовых или температурных переходов и имеют повышенное сопротивление. Часть дефектов обусловлена дефектами в полупроводниках. Такие пленки могут быть улучшены путем дополнительной переплавки и перекристаллизации. Переплавка может быть проведена в вакууме или при атмосферном давлении в ваннах с инертным газом тяжелее воздуха (аргон). В качестве нагревателей используется тепловой узкополосный нагрев, лазерный, электронный или СВЧ нагрев. Применение метода открывает возможность получения принципиально новых приборов: фотодетекторов, фотоответчиков, элементов памяти с фотостиранием и т.д.

#### 4.17 Лучевые методы перекристаллизации

Общие требования к лучевым методам в эпитаксии заключаются в возможности менять форму луча для обеспечения температурного рельефа. Для увеличения выхода годных пленок применяют *островковый метод*, заключающийся в разметке подложки по более сложному рисунку (в виде островков).

##### 4.17.1 Электронно-лучевые методы перекристаллизации

В последнее время в практике перекристаллизации наиболее широко распространилось применение электронного луча. Электронный луч относительно дешев, имеет неограниченные возможности по вариации профиля сечения пучка и глубины сосредоточения мощности относительно поверхности пленки. На рис. 4.15 представлены некоторые профили сечения электронных пучков для эпитаксии и профили островков.

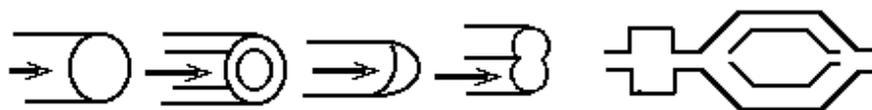


Рисунок 4.15 - Профили сечения электронных пучков для эпитаксии и профили островков

Размеры островков соизмеримы с размерами луча и составляют десятки мкм. Увеличение размеров связано с ростом механических

напряжений и ростом неориентированных нитевидных дендридов. Скорость прохода составляет 1-5 см/с. Очень важен процесс контролируемого остывания островков.

#### 4.17.2 Лазерные методы перекристаллизации пленок

Особенность применения лазера заключается в отражении излучения. Кроме того, важен спектр излучения, поскольку излучение может плохо поглощаться пленкой и хорошо подложкой. Для проведения процесса необходим технологический лазер мощностью около 5 Вт. Состав лазерной Среды зависит от комбинации пленка-подложка. Например, для перекристаллизации кремния на кварце необходим  $\text{CO}_2$  лазер, а для арсенид-галлия на ситтале-аргоновый или гранатовый лазер.

#### 4.17.3 Перекристаллизация методом зонной плавки

В основу перекристаллизации методом зонной плавки положено явление перехода примесей и дефектов в более холодное место. В этом случае кроме очистки кристаллов, происходит их температурное ориентирование. На рис. 4.16 представлена схема формирования субграницы, а также схема реализации метода зонной плавки.

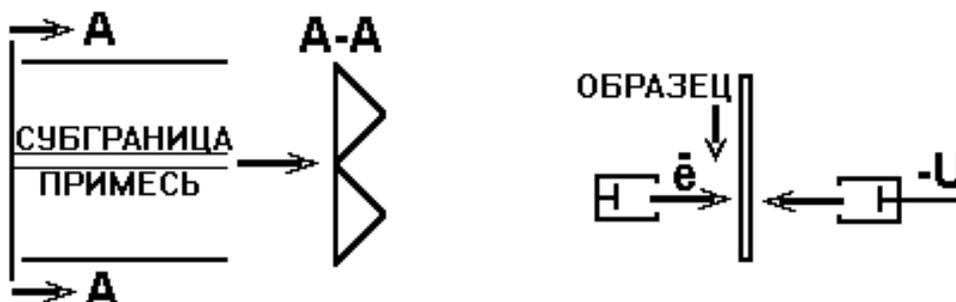


Рисунок 4.16 - Схема формирования субграницы

По окончании зонной плавки получают сильно вытянутые кристаллы размером  $1 \times 10$  мкм.

#### 4.18 Боковая эпитаксия

Сущность боковой эпитаксии заключается в том, что ориентирующим фактором служит монокристаллическая подложка (*затравка*), от которой пленка растет вбок и переходит на аморфную подложку (чаще от Si на  $\text{SiO}_2$ ). В ряде случаев кристалл-затравку помещают на конце иглы в центр напыленной пленки, подлежащей кристаллизации. Температурное поле создают радиально симметричным, чтобы кристалл-затравка не расплавился и служил инициатором монокристаллического роста. Этот метод широко применяется в комплексе с методом зонной плавки.

Методы кристаллизации при боковой эпитаксии аналогичны известным методам искусственной эпитаксии. Скорость продвижения фронта кристаллизации от затравки невелика и составляет  $\sim 5$  мкм за 10 часов.

#### 4.19 Альтернативные методы создания эпитаксиально подобных структур

Развитие оптоэлектроники, трехмерных интегральных микросхем, фототранзисторов и прочей техники 5-6 поколения требует развития более дешевых способов получения эпитаксиальных структур. Переход к субмикронной технике требует получения более тонких пленок (менее 0,5 мкм), а это связано с нарастанием дефектов.

##### 4.19.1 Ионная имплантация - как альтернатива эпитаксии

Сущность метода состоит в том, что ионы кислорода или азота с энергией 100-200 кэВ внедряют в кремний на глубину 0,1-0,3 мкм. На рис. 4.17 представлена условная схема процесса.

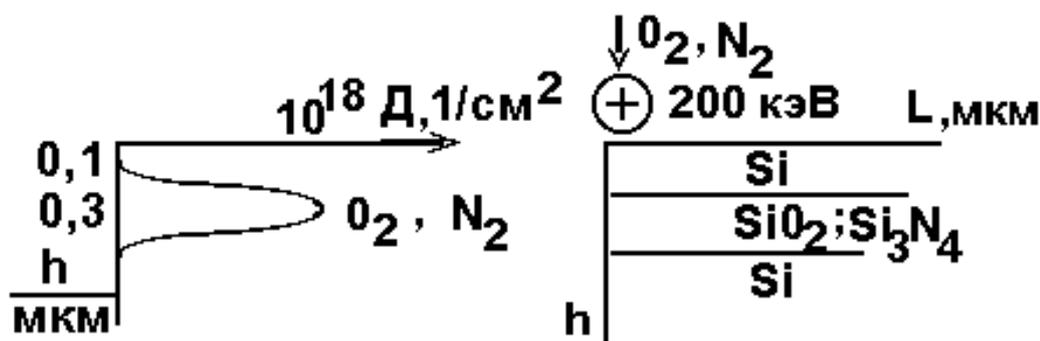


Рисунок 4.17 - Условная схема процесса ионной имплантации

После отжига при  $T=1100-1200^{\circ}\text{C}$  формируется слой окиси кремния  $\text{SiO}_2$  или нитрида кремния  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , обладающий хорошими изолирующими свойствами.

Особенности проведения процесса ионной имплантации состоят в следующем:

- существует пороговая доза облучения ( $D$ ) для протекания процесса;
- нужны источники с током ионов  $\sim 100$  мА с сепаратором ионов по энергиям;
- при облучении полупроводников возможно образование дислокаций.

#### 4.19.2 Селекция затравок при ионном облучении

Этот метод ориентированной кристаллизации основан на взаимодействии ионов с твердым телом. Процесс состоит из следующих стадий:

- на аморфную подложку (керамика) осаждают пленку с некоторой ориентацией кристаллов (кремний);
- экранируют затравочный кристалл от ионного потока и облучают пленку ионами (аморфизация);
- отжигают всю пленку при температуре 500-700<sup>0</sup> С.

В итоге получают ориентацию с углами разброса ориентаций граней не превышающих 4<sup>0</sup>.

#### 4.20 Маркировка эпитаксиальных структур

Маркировка позволяет определить основные параметры эпитаксиальных структур. Маркировку проводят в виде дроби с числителем, характеризующим эпитаксиальный слой и знаменателем, характеризующим подложку.

На рис. 4.18 представлен вариант расшифровки эпитаксиальной структуры.

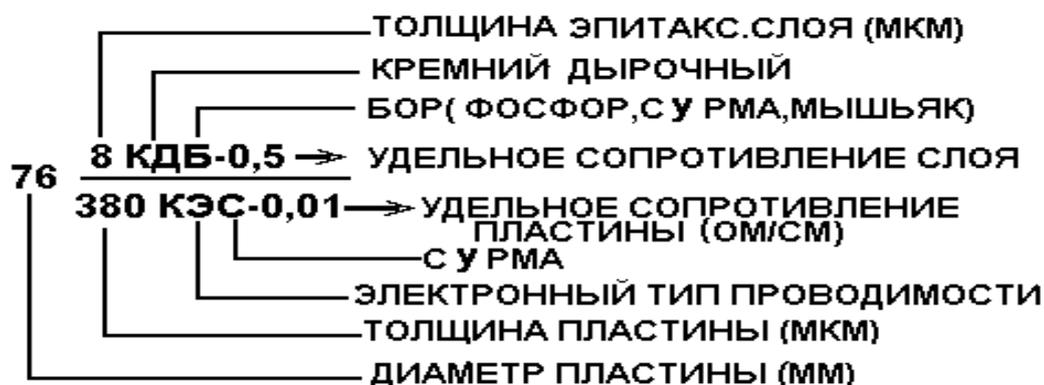


Рисунок 4.18 - Вариант расшифровки эпитаксиальной структуры

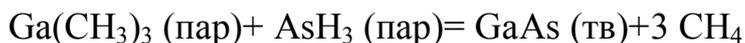
При многослойных структурах обозначение принимает вид этажерки. Каждый этаж обозначает следующие параметры:

- первая цифра-толщина контактного  $n^+$  слоя в мкм;
- следующие буквы обозначают название материала (например, АГЭ-арсенид галлия эпитаксиальный, АГЧТ-3 арсенид галлия третьей группы);
- затем указывается концентрация носителей заряда (например, 1-18 обозначает концентрацию  $1 \times 10^{18} \text{ 1/см}^3$ );
- последняя цифра (А, Б, В, Г, Д и т.д.) указывает группу допуска параметров из технологической таблицы.

Вместе с тем следует заметить, что иногда в маркировку вводят не название материала, а его марку, вводятся буквы, характеризующие легирующие элементы.

#### 4.21 МОС - гидридная эпитаксия из металлоорганических соединений

В основе газовой реакции из металлоорганических соединений (МОС) лежат реакции пиролиза легколетучих соединений. С помощью МОС-гидридной эпитаксии выращивается большинство полупроводниковых соединений  $A^{III}B^V$ ,  $A^{II}B^{VI}$ ,  $A^{IV}B^{VI}$ . Наиболее известно получение таким способом современного материала арсенида галлия – GaAs. Некоторые металлоорганические соединения:  $Ga(CH_3)_3$  – триметилгаллий (ТМГ),  $Al(CH_3)_3$  – триметилалюминий (ТМА),  $In(C_2H_5)_3$  – триметилиндий (ТМИ). Некоторые гидриды:  $AsH_3$  – арсин,  $PH_3$  – фосфин. Суммарной реакцией образования соединений типа  $A^{III}B^V$  является реакция типа:



На рис 1.10 представлена схема установки для МОС – гидридной эпитаксии.

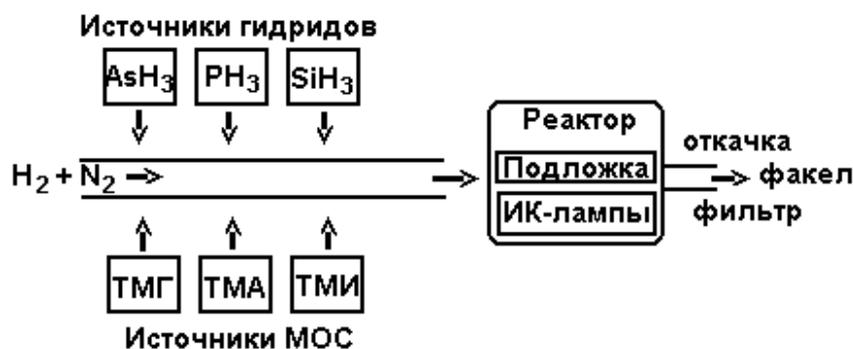


Рисунок 1.10 - Схема процесса МОС-гидридной эпитаксии

В качестве газа-носителя используется водород или его смесь с азотом. Благодаря реакциям в паровой фазе и пиролизу металлоорганических соединений, на подложках выделяется металлический алюминий, галлий или индий. Для легирования примесями акцепторного типа чаще применяют диэтилцинк  $Zn(C_2H_5)_2$ , донорного –  $H_2S$ ,  $H_2Se$  или  $SiH_4$ .

#### 4.22 Молекулярно-лучевая эпитаксия

Молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ) – это технологический процесс формирования наноматериалов в виде пленок требуемого состава и структуры на кристаллической подложке из контролируемого потока молекул (или атомов) в условиях сверхвысокого вакуума.

В последнее время альтернатива эпитаксии является ионная имплантация. Сущность метода ионной имплантации состоит в том, что ионы кислорода или азота с энергией 100-200 кэВ внедряют в кремний на глубину 0,1-0,3 мкм.

## **5 Сертификация технических средств, систем, процессов, оборудования и материалов**

Под сертификацией понимается стандартно-выпускаемое заводом оборудование, имеющее технический паспорт. Следует отличать устройство от установки. К устройству подводится однофазная сеть и оно имеет установленную мощность до 1000 Вт. К установке подводится трехфазная сеть. Установка имеет установленную мощность свыше 1 кВт. Установка может иметь подводку воды, воздуха, технических газов. Различают оборудование первого габарита (до 3-х кВт), второго габарита (до 10 кВт) и третьего габарита (свыше 10 кВт). Различают оборудование до 1000 В и высоковольтное – свыше 1000 В.

По своему построению типовые электрофизические установки подразделяются на напылительные, распылительные, упрочняющие, электронно-лучевые, ионно-лучевые, ионно-плазменные, смешанные.

По типу генерации паров материалов установки делятся на установки с генерацией паров путем термического, (в том числе электронно-лучевого нагрева). Распылительные установки предназначены для распыления материалов путем ионного или высокочастотного распыления, а также для формирования пленок в разряде или плазме.

Некоторые марки установок расшифровываются следующим образом: УВН – установка вакуумного напыления; ВУП – вакуумный универсальный пост; ЭЛУ – электронно-лучевая установка; МИР – установка для формирования пленок в магнетронном разряде; УРМ – установка реактивно-магнетронного распыления в плазме или в дуге (УРМ 387.2 – БУЛАТ). Обычно после марки установки стоят цифры, отражающие модификацию разработки.

В последнее время успешно развиваются установки смешанного типа (например, марки КАТОД), которых в одной установке реализованы системы нескольких способов формирования покрытий.

Отдельную группу составляют высоковольтные лучевые установки для размерной обработки материалов (типа ЭЛУРО), для легирования полупроводниковых материалов ионными потоками (типа ВЕЗУВИЙ), для упрочнения металлов (типа ННВ).

Современные технологические установки могут быть снабжены системой автозапуска, аварийной остановки, компьютером, электронным бортовым журналом.

## **6 Разработка инструкций по эксплуатации используемых технического оборудования и программного обеспечения для обслуживающего персонала**

### **6.1 Правила устройства электроустановок**

Электроустановки устанавливаются с разрешения строительного надзора предприятия, главного энергетика и санитарно-эпидемиологической станции. Монтаж установок и приспособлений желательно проводить на первых этажах зданий с нагрузкой на перекрытие до  $400 \text{ кг/м}^2$ . По линии техники безопасности составляется перечень опасных факторов, и прилагаются режимы использования оборудования (ускоряющее напряжение высоковольтного оборудования, перечень используемых материалов и методы утилизации отходов, инструкции и журналы по технике безопасности, расчеты доз облучения персонала, а также другие документы по запросу).

Для монтажа установок составляется план помещения с указанием мест энергопотребления электричества, воды, сжатого воздуха и т.д. При расчете энергопотребления составляется ориентировочная последовательность технологических операций с указанием потребляемой мощности. При разработке проекта электропитания установки следует обратить внимание на поэлементную проверку схемы на пропускаемый ток и напряжение.

К работе на установках допускается только обученный персонал, имеющий удостоверения от службы техники безопасности. К работе с напряжением свыше  $1000 \text{ В}$  допускается персонал с опытом работы на установках не менее 3-х лет.

Установка должна располагаться так, чтобы был свободный доступ ко всем элементам во время проведения пусконаладочных и профилактических работ. Проходы между установками должны составлять не менее  $1,2 \text{ м}$  по выступающим частям. От стены проход должен составлять не менее  $0,7 \text{ м}$  для удобства технического обслуживания. В помещении должна располагаться только одна высоковольтная установка и не содержаться оборудование, непосредственно не относящееся к процессу. Все профилактические и сервисные работы должны проводиться при выключенном питании установки.

Рабочие параметры оборудования обычно фиксируются в технических паспортах или экспериментальных журналах. В последнее время начинают распространяться паспорта с записью технологического процесса в электронном виде на специальную карту – «flash». Ежедневное обслуживание заключается в содержании оборудования в чистоте, обеспечении свободного к элементам, осмотр внешнего вида на отсутствие посторонних предметов, проводов и инструментов на установках. Плановые профилактические работы проводятся не реже 1 раз в год, как правило, в период длительной остановки оборудования.

## **6.2 Инструкция по эксплуатации технического оборудования**

### **6.2.1 Профилактика**

#### *Профилактика новых форвакуумных насосов*

Перед подключением вакуумного насоса следует установить правильное направление вращения его ротора (указывается на корпусе насоса). Для этого необходимо снять крышку с электродвигателя и включить насос на 1 секунду. Если направление вращения в противоположную сторону, то меняют местами подключение любые из двух фаз.

Рекомендуется после нескольких часов работы нового насоса сменить в нем масло. В насос можно заливать только рекомендованное заводом масло, что связано со смазывающими свойствами, вязкостью и кислотностью масла. Эксплуатация насоса при входном давлении более 40 мм рт ст запрещена.

#### *Профилактика механических вакуумных насосов*

Механический вакуумный насос является изделием точной механики и требует определенных навыков его проведения. Целесообразно проанализировать условия работы насоса, проверить уровень масла в насосе, слить из насоса старое масло, промыть насос свежим, осушенным маслом.

Часто пластинчато-роторные вакуумные насосы имеют заводской дефект – течь в газобалластное устройство, или в клапан, выравнивающий давление при остановке насоса. Иногда возникает заклинивание насоса или «медленное раскручивание ротора». Это связано с попаданием инородного тела в насос (ваты, резины, стекла от датчиков) или с разбуханием от влаги пластин ротора, выполненного из текстолита. В этом случае насос следует разобрать, шлифовать пластины, удалить ржавчину, прочистить отверстия выхлопных клапанов. При разборке следует четко запоминать ориентацию всех деталей и отверстий в них.

#### *Профилактика диффузионных вакуумных насосов*

Если диффузионный насос не обеспечивает паспортный вакуум, то его разбирают, проводят чистку элементов от нагара. Часто недостаточный вакуум связан с недостаточным охлаждением насоса. Вода на выходе работающего насоса должна быть холодной с расходом ~ 10 мл/с. Для очистки системы охлаждения диффузионного насоса используется смесь перекиси водорода и нашатырного спирта 1:1. Смесь создает избыточное давление, удаляющее хлопья коррозии или посторонние включения. Работу необходимо проводить в резиновых перчатках.

Часто потеря скорости откачки по потоку происходит из-за ошибочного подключения вакуумного трубопровода не к выходу

диффузионного насоса, а к служебному патрубку, служащему для свинчивания элементов насоса. В этом случае не используется последняя эжекторная ступень диффузионного насоса, обеспечивающая выходное давление 10 Па и более. Полезно проверить щупом зазоры сопел насоса. Часто сопла бывают погнутыми, а зазоры нарушенными.

Для перестройки диффузионного насоса под более глубокий вакуум (не ниже  $10^{-6}$  мм рт ст) необходимо применить вакуумное масло с более низким давлением паров (например VM-5, VM-7). Кроме того, необходимо провести полировку внутри стального корпуса насоса, а также уменьшить зазор в самом верхнем сопле насоса путем снятия регулировочного кольца.

### **6.2.2 Инструкции по сервисному обслуживанию различных типов вакуумных установок**

Вакуумные установки состоят из нескольких отдельных схем. Это: вакуумная схема, схема охлаждения, схема пневматического или гидравлического питания для открывания камер, шлюзов, затворов, приводов, силовая электрическая часть, высоковольтная электрическая часть, источник частиц со схемой питания, пуль управления.

### **6.2.3 Сервисное обслуживание вакуумных камер**

КПД формирования пленок невысок и составляет единицы процента. Все остальное «садится» на элементы вакуумной камеры и формирует покрытие с большим содержанием газов. При разгерметизации вакуумная камера работает как пылесос.

Чистка вакуумных камер и отдельных элементов установок от ранее распыленных материалов должна проводиться только по специальной технологии, разрешенной отделом техники безопасности. Не допускается чистка камер механическими средствами или наждачными шкурками без использования вытяжных пылесосов и противогазов с протяженными воздуховодами. В некоторых случаях очистка мелких деталей может проводиться путем прокаливания.

### **6.2.4 Инструкции по сервисному обслуживанию безмасляных вакуумных установок**

Форвакуумный тракт безмасляной откачки должен иметь прогреваемую электрическим током ловушку масел, а также ловушку, охлаждаемую жидким азотом. При давлении  $\sim 2$  Па необходимо залить жидкий азот в форвакуумную ловушку. (Более раннее заливание азота может привести к сильному росту инея, уменьшению проводимости вакуумных коммуникаций и выделению воды). Понижение давления до 0,1- 0,01 Па ( $10^{-3}$ -  $10^{-4}$  мм рт ст) проводится криогенными или

криосорбционными насосами. Понижение давления от 0,01 Па проводится электроразрядными или турбомолекулярными насосами. Запуск электроразрядных насосов на давлении более  $10^{-2}$  Па нежелателен из-за «науглероживания» вследствие прогрева элементов и газовыделения углеводородов.

Особенностью турбомолекулярных насосов является необходимость обеспечения давления 1 Па ( $\sim 10^{-2}$  мм рт ст) на выходе насоса. К сожалению, незначительное число механических вакуумных насосов даже прогрессивной серии обеспечивает это давление при рабочем потоке газа. На входе электроразрядных и турбомолекулярных насосов необходимо иметь сетки, предупреждающие попадание посторонних предметов.

### 6.3 Инструкции по монтажу вакуумных коммуникаций

Гибкие вакуумные трубопроводы, предназначенные для работы на форвакууме, выполняются из вакуумных трубок. Существуют вакуумные трубки с толщиной, равной внутреннему диаметру 2x2, 3x3, 5x5, 6x6, 8x8, 12x12, 18x18 и более. Вакуумные трубопроводы из металла принято выполнять в виде входящих друг в друга труб. Это позволяет подстраивать трубопровод по высоте, по длине и по радиусу. На рис. 6.1 представлена схема такого трубопровода.

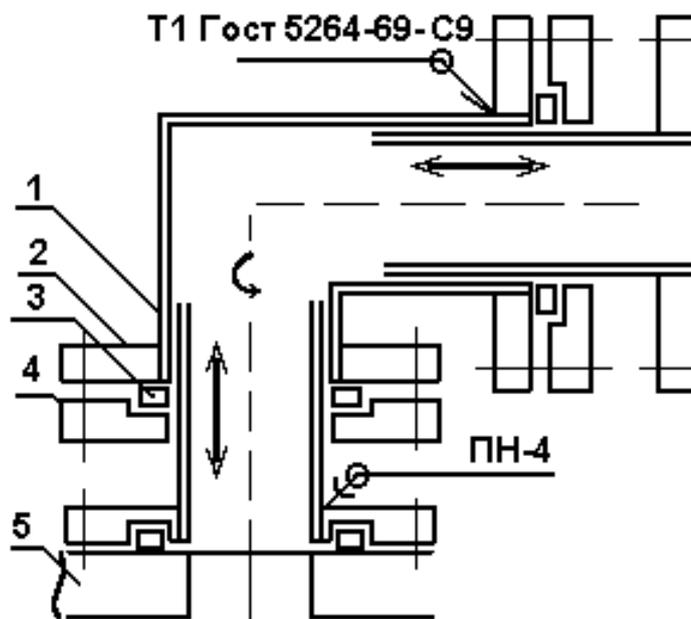


Рисунок 6.1 – Фрагмент вакуумного трубопровода: 1 – труба; 2 – приваренный фланец; 3 – уплотнение (резина); 4 – накидной фланец; 5 – фрагмент корпуса (вакуумного насоса или вакуумной камеры)

Сварка трубы с фланцем тавровым соединением с одной стороны (Т1) выполнена вкруговую по ГОСТ 5264-69-С9. Фланец по резьбе можно навинтить на трубу, а затем герметично припаять. (ПН-4 указывает пайку внахлестку в виде телескопического соединения по ГОСТ 19249-73).

На рис. 6.2 а) представлен вариант стыковки источника заряженных частиц на вакуумную камеру. На рис. 6.2 б) представлена схема низковольтного токоввода через стенку вакуумной камеры.

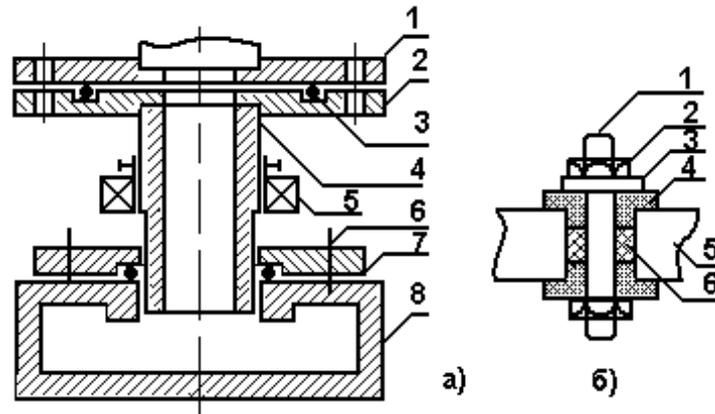


Рисунок 6.2. – а) схема установки источника частиц на вакуумную камеру. 1 – фланец источника частиц; 2 – переходной фланец; 3 – уплотнение; 4 – трубка из немагнитного материала; 5 – магнитная линза; 6 – шпилька; 7 – посадочный фланец; 8 – вакуумная камера. б) 1 – шпилька; 2 – гайка; 3 – шайба; 4 – диэлектрик; 5 – стенка камеры; 6 – уплотнение.

### ***Вводы в вакуум***

На рис. 6.3 представлена схема подвижного соединения для ввода поступательного или вращательного движения в вакуум, обеспечиваемый механическим вакуумным насосом.

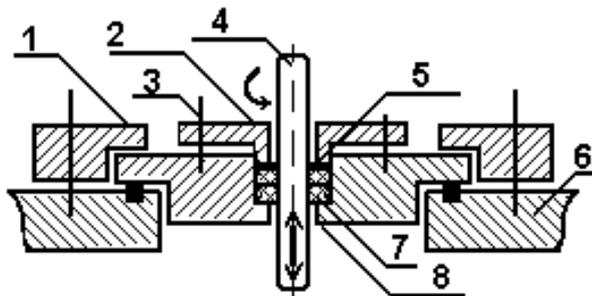


Рисунок 6.3. – Схема подвижного соединения. 1 – фланец, 2 – шайба, 3 – шпилька, 4 – шток, 5 – металлическая прокладка, 6 – стенка вакуумной камеры, 7 – наборные уплотнительные шайбы, 8 – монтажный фланец.

В качестве смазки обычно применяется касторовое масло, имеющее хорошие смазочные свойства при малом давлении насыщенных паров  $\sim 10^{-5}$  Па. В качестве уплотнений может использоваться резина или фторопласт.

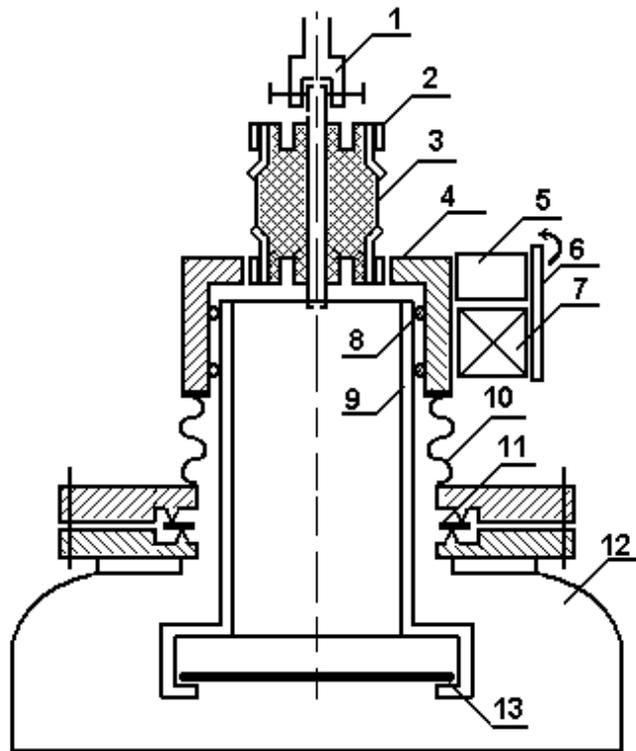


Рисунок 6.4. – Схема сверхвысоковакуумных уплотнений и вводов манипулятора молекулярно-лучевой эпитаксии. 1 – клемма, 2 – кольцо металлокерамического спая, 3 – керамический изолятор, 4 – немагнитная нержавеющая труба, 5 – электродвигатель, 6 – червячная передача, 7 – магнит, 8 – подшипник, 9 – стальная труба, 10 – сильфон, 11 – медная прокладка, 12 – вакуумная камера, 13 – подложка.

#### 6.4 Инструкции по сервисному обслуживанию электрооборудования вакуумных установок

Всю измерительную аппаратуру, в которой нет постоянной необходимости, следует выключать. Это связано со случайными наводками на все, даже выключенные цепи. При включении аппаратуры необходимо проверить положение всех ручек и выключателей (должны быть влево, вниз). Прежде, чем подать сигнал на вход аппаратуры необходимо провести анализ формы сигнала, его амплитуды и длительности и сравнить с паспортными возможностями. Сигналы от газоразрядных цепей должны подаваться через так называемый, проходной конденсатор или разрядник, шунтирующий вход аппаратуры в случае случайного пробоя высокого напряжения.

#### Трансформаторы

В устройствах электропитания трансформаторы применяются для преобразования напряжения, преобразования числа фаз в фазовращателях и т.д. Ниже приводится упрощенная методика расчета силового трансформатора с достаточной для практики точностью.

Площадь сердечника  $S$  определяются по мощности трансформатора

$$S = k\sqrt{P_2}, \text{ см}^2, \quad (6.1)$$

где  $k = 1,1 - 1,4$  – коэффициент соотношения между объемом стали и объемом меди. Для маломощных трансформаторов берется большее значение;

$P_2$  – мощность во вторичной обмотке, Вт.

Число витков на 1 В определяется соотношением:

$$N = (40 - 45) / S, \quad (6.2)$$

где (40-55) – коэффициент качества стали. Для трансформаторов до 1000 Вт берется сталь худшего качества с повышенным коэффициентом.

Число витков в первичной и вторичной обмотках с учетом потерь определится

$$N_1 = U_1 N; \quad (6.3)$$

$$N_2 = 1,1 \cdot U_2 N. \quad (6.4)$$

Диаметр проволоки для рабочего тока  $I_p$  при плотности тока  $\sim 2,5 \text{ А/мм}^2$  определится по формуле:

$$D = 0,7 \sqrt{I_p}. \quad (6.5)$$

В трансформаторах и ряде аппаратов высокого напряжения элементом изоляции может быть трансформаторное масло. В процессе эксплуатации происходит старение и полимеризация масла, увлажнение, окисление. Уход за трансформаторным маслом выражается в сушке масла при давлении 0,1 мм рт ст при температуре  $\sim 200^\circ\text{С}$ .

### Автотрансформаторы

В электрофизических установках нашли применение несколько схем регулирования напряжения. Наиболее распространенная схема – это схема с автотрансформатором. На рис. 6.5 представлены схемы с применением автотрансформаторов.

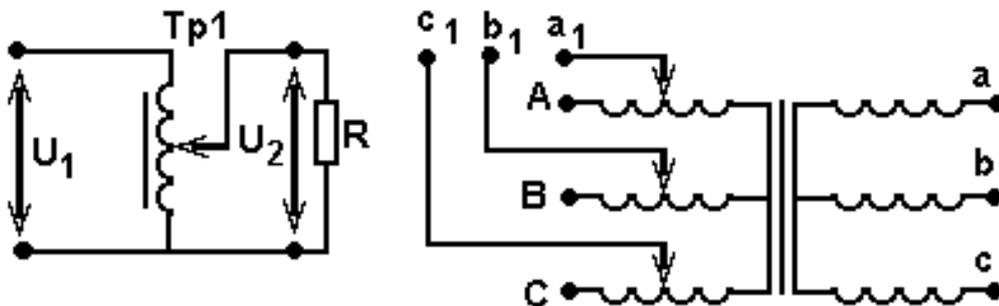


Рисунок 6.5 – Схемы автотрансформаторного регулирования

При переключении вторичных обмоток со звезды на треугольник напряжение уменьшается в  $\sqrt{3}$  раз, что дает дополнительные возможности регулирования. Достоинством схем с авторегуляторами являются:

- плавная регулировка напряжения до нуля;

- передача синусоиды напряжения без искажений.

Недостатком автотрансформаторных схем являются:

- отсутствие развязки по напряжению. (При малом снятом напряжении относительно конца обмотки, напряжение относительно «земли» равно 220 В);
- наличие подвижного изнашиваемого контакта провоцирует сьем напряжения сразу с двух соседних витков. Вследствие этого возникает КЗ-виток и загорание регулятора.

### Потенциал – регуляторы

В качестве плавного регулятора переменного напряжения находит применение асинхронный двигатель с фазным заторможенным ротором. Асинхронный двигатель можно рассматривать как вращающийся трансформатор. Поворот ротора осуществляется с помощью червячного редуктора. На рис. 6.6 представлена схема потенциал-регулятора.

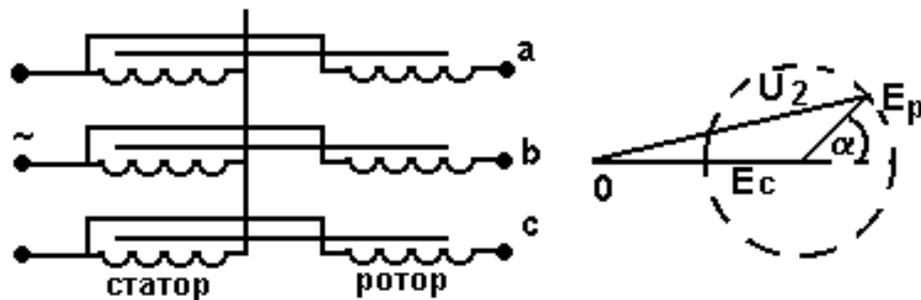


Рисунок 6.6 – Схема потенциал-регулятора и векторная диаграмма изменения напряжения.

Недостатками потенциал – регуляторов являются большие габариты, высокая стоимость, низкий коэффициент мощности ( $\cos \varphi$ ).

### Тиристорные регуляторы

Регулирующим элементом могут выступать сами электронные приборы. Наиболее широкое распространение получили титорные регуляторы. На рис. 6.7 представлены некоторые схемы регуляторов на тиристорах.

Тиристорные схемы позволяют регулировать напряжение по первичной и по вторичной обмотке трансформатора (рис. 6.7 а). Тиристор открывается импульсами, подаваемыми от генератора Г. Схема (рис. 6.7 б) состоит из двух тиристоров, собранных по симметричной схеме. Тиристоры защищены от воздействия обратного напряжения с помощью шунтирующих диодов. На рис. 6.7 в представлена схема промышленного тиристорного биполярного преобразователя – регулятора температуры БПРТ.

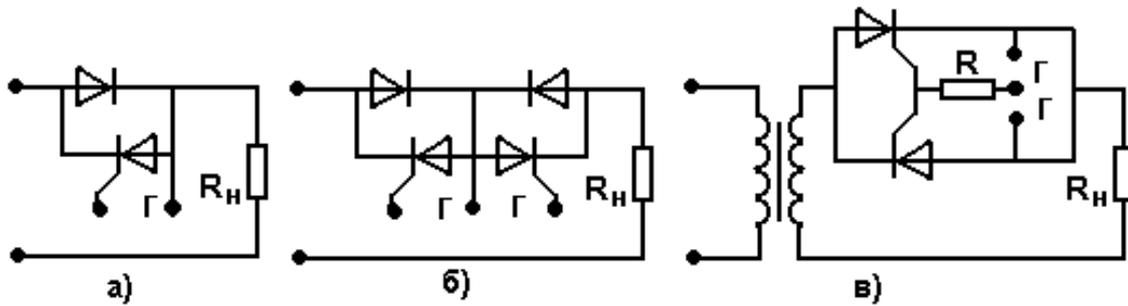


Рисунок 6.7 – Схемы регуляторов на тиристорах

К недостаткам тиристорных схем относится следующее:

- выбросы пиков напряжения при работе на индуктивную нагрузку, что провоцирует возникновение разряда и полимеризацию масел в элементах вакуумной системы;
- регулировка напряжения происходит в диапазоне 120-220 В. Расширение диапазона регулировки до нуля связано с усложнением схемы.

### **Выпрямительные устройства**

Известно достаточно большое количество выпрямительных устройств. Однополупериодные схемы содержат один выпрямляющий диод на фазу и нагрузку. Такие схемы применяются при небольших мощностях нагрузки и малых требованиях к пульсациям напряжения.

На рис. 6.8 приведены наиболее распространенные в установках двухтактные схемы выпрямления.

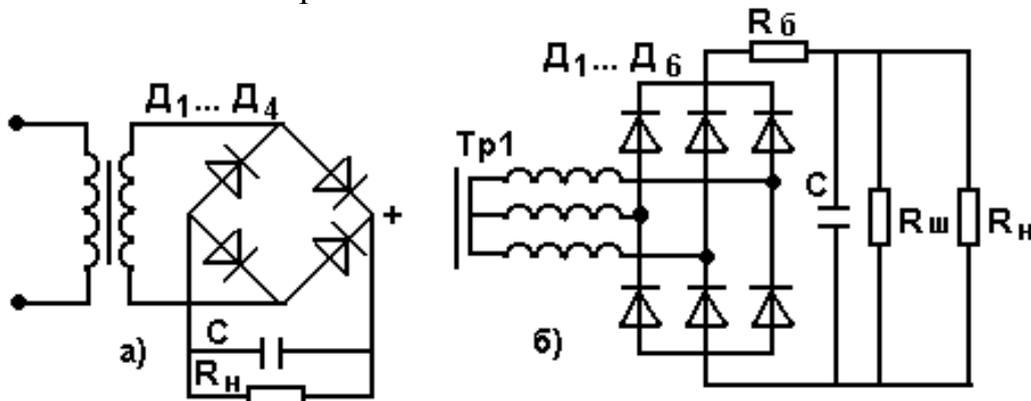


Рисунок 6.8 – Двухтактные схемы выпрямления

Схема *a)* содержит емкость  $C$  для сглаживания пульсаций на нагрузочном сопротивлении  $R_n$ . Достоинства трехфазных схем (схема *б)* в лучшем использовании трансформатора, в равномерной нагрузке на электрическую сеть.

Особенностью сервисного обслуживания выпрямляющих устройств являются:

- необходимо обязательно шунтировать выходные емкости высокоомным резистором  $R_{ш}$  для предотвращения попадания обслуживающего персонала под напряжение;
- необходимо иметь в схеме сопротивление, ограничивающее ток

при случайном коротком замыкании ( $R_6$ ), особенно в высоковольтных цепях.

#### 6.4.1 Сервис отдельных блоков электрофизических установок

##### Электрическая схема вакуумного агрегата

Для получения вакуума в рабочей камере служит вакуумный агрегат, электрическая схема которого представлена на рис. 6.9. Электродвигатель форвакуумного насоса  $\Phi H$  соединен с электросетью 220/380 В через плавкие предохранители  $F_u$  и включается замыканием контактов магнитного пускателя  $П1$  через тумблер  $K1$ , расположенный на пульте управления. Сигнальные неоновые лампы  $Л$  подключены параллельно контактам пускателя через резисторы  $R$  величиной по 150 кОм и свидетельствует о наличии напряжения на выводах электродвигателя.

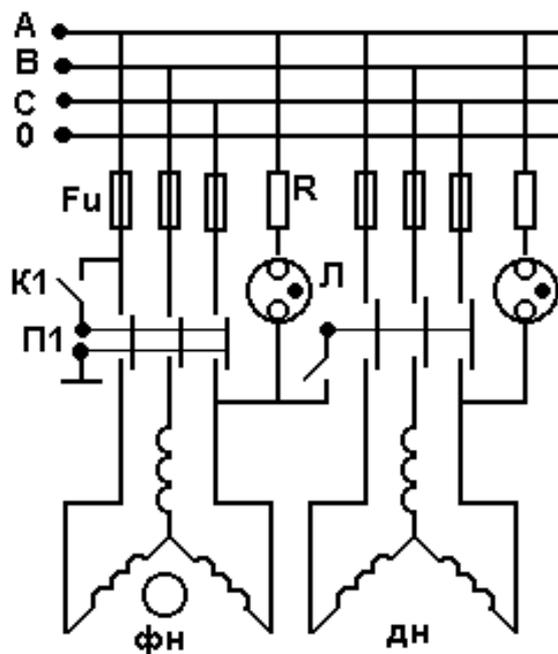


Рисунок 6.9 – Электрическая схема вакуумного агрегата

Практика эксплуатации вакуумных агрегатов показала, что вакуумный насос является равномерной нагрузкой, поэтому тепловой защиты двигателя не требуется.

Паромасляный диффузионный насос содержит нагреватель, который также подключен к контактам своего пускателя. В последних разработках вакуумных установок катушка этого пускателя подключается через пускатель механического насоса. Это предотвращает включение паромасляного насоса без включения механического насоса при неквалифицированном включении установки.

### Схема питания испарителей вакуумного агрегата

Рассмотрим схему питания испарителей установок вакуумного напыления, представленную на рис. 6.10. Сетевое напряжение 220 В поступает через предохранитель и пусковой контакт на регулирующий автотрансформатор и с его выхода на понижающий трансформатор. Напряжение на вторичной обмотке составляет 4 – 32 В. Нагреватели испарителей  $R_{и}$  имеют очень малое сопротивление ( $\sim 0,01$  Ом) и подключаются к питающему напряжению с помощью симисторов  $D$ , предназначенных для коммутации токов  $\sim 300$  А, после сильноточного переключателя  $П$ .

В последних разработках вместо симисторов с широкоимпульсной модуляцией выходного напряжения (ШИМ-выход) применяются симметричные тиристоры с ограничительным резистором  $R \sim 50$  Ом в цепи управляющего электрода.

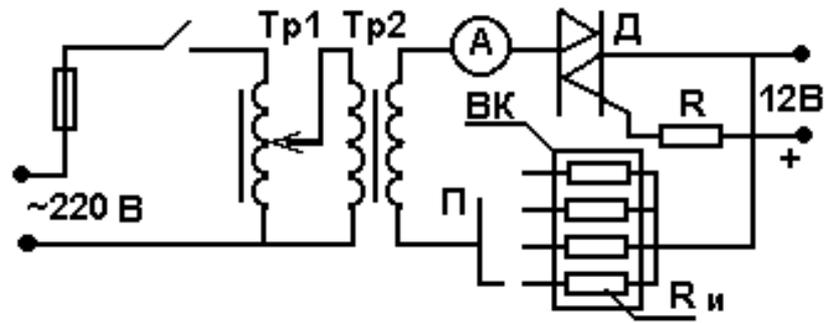


Рисунок 6.10 – Схема питания испарителей

Одним из недостатков таких схем является ненадежность полупроводниковых элементов, вызванная очень малым сопротивлением испарителя и большими токами нагрузки. В случае неработоспособности полупроводниковых элементов их исключают из цепи, а управление нагревом проводят от регулирующего трансформатора  $TP1$ .

### Схема газоразрядной очистки

В установках вакуумного напыления перед нанесением покрытия подложка тщательно очищается от органических загрязнений в тлеющем разряде. На рис. 6.11 представлена схема питания электродов газоразрядной очистки.

На пульте управления включается пакетный выключатель  $K1$ . С помощью автотрансформатора  $TP1$  производится регулирование режима газового разряда. Регулируемое напряжение поступает на первичную обмотку повышающего трансформатора. Высокое напряжение (до 3000 В) с вторичной обмотки выпрямляется мостовой схемой, выполненной на диодах  $D1 - D8$ . Резисторы  $R1 - R8$  ( $\sim 6$  кОм, 150 Вт каждый) служат для ограничения тока разряда. Реле «максимального тока»  $P1$  служит для защиты схемы от коротких замыканий в газоразрядной камере. Ионная

бомбардировка проводится при давлении  $\sim 0,5$  Па. Для процесса очистки необходима плотность тока  $\sim 3-5$  мА/см<sup>2</sup>.

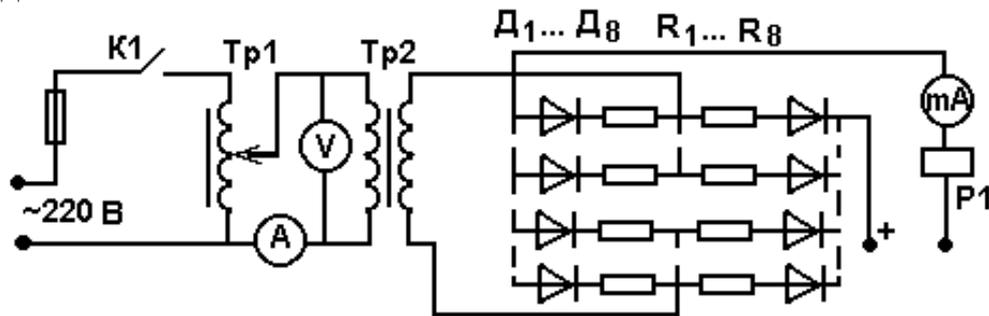


Рисунок 6.11. – Схема питания электродов газоразрядной очистки

#### 6.4.2 Сервисное обслуживание систем охлаждения элементов вакуумного оборудования

*Воздушное охлаждение* применяется для охлаждения источников частиц с выделяемой тепловой мощностью до 1 кВт. Чаще всего охлаждается катод, находящийся под высоким потенциалом. Высокооборотная турбина должна располагаться на расстоянии большем, чем может развиться пробой по воздуху на турбину.

*Водяное охлаждение.* На рис.6.12 представлена упрощенная схема водяного охлаждения электрофизических установок.

Вода из магистрали подается на водяное реле *б*, а затем поступает на коллектор. Часть трассы направляется на охлаждение высоковакуумного насоса *5*, стенок вакуумной камеры *2*, стенок трансформаторов, токовводов или элементов привода обрабатываемой детали.

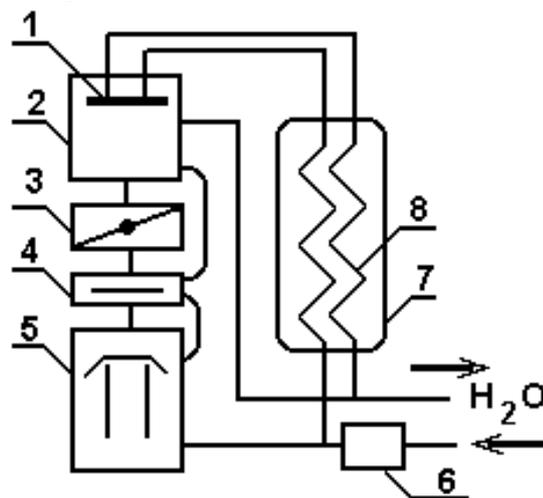


Рисунок 6.12 – Схема водяного питания вакуумной установки: *1* – катод-мишень; *2* – вакуумная камера; *3* – вакуумный затвор; *4* – ловушка паров масел; *5* – диффузионный насос; *6* – водяное реле; *7* – емкость; *8* – змеевик.

Другая часть водяной магистрали из приемного коллектора через длинные трубки (змеевик 5 метров и более) укладывается в емкость 7 из изолятора и направляется на охлаждение катода или мишени 1, находящихся под высоким потенциалом. После катода трубка опять укладывается в емкость из изолятора. Длинная трансмиссия трубок обеспечивает *водяное сопротивление*, чтобы ток утечки через воду не превышал 2-3 мА при напряжении 20 кВ. В ряде случаев для сокращения габаритов и повышения рабочего напряжения водяное охлаждение подводят к баку с маслом. В баке располагается шестеренчатый масляный насос, прокачивающий охлажденное масло через катод, или мишень. Для охлаждения ответственных приборов и дорогостоящих установок применяют деионизованную воду.

### 6.4.3 Сервисное обслуживание пневматических систем вакуумных установок

Пневматические системы широко распространены на электрофизических установках типа УРМ (установках БУЛАТ). На рис. 6.13 представлена схема пневматической системы установки БУЛАТ.

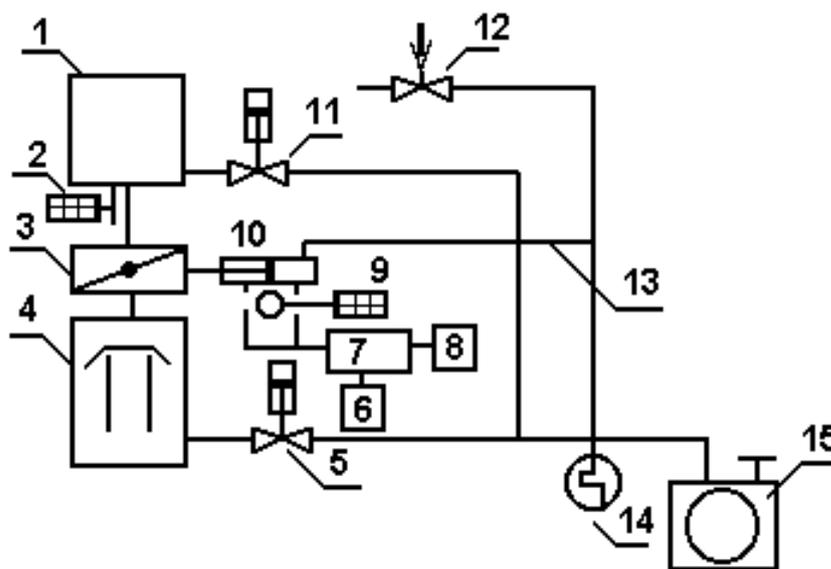


Рисунок 6.13 – Схема пневматической системы установки БУЛАТ: 1 – вакуумная камера; 2 – клапан напуска газа в камеру; 3 – высоковакуумный затвор; 4 – диффузионный насос; 5, 11, 12 – вентили; 6 – компрессор; 7 – коллектор; 8 – реле давления; 9 – электромагнитный клапан; 10 – пневматический цилиндр; 13 – трасса напуска воздуха; 14 – датчик давления; 15 – вакуумный насос.

Наибольшего сервисного внимания требуют соединения и разветвления пневматической системы. При не герметичности концы трубок ровно отрезают и, прогревая горячим воздухом, закрепляют специальной муфтой.

#### 6.4.4 Сервисное обслуживание систем гидравлики

На рис. 6.14 представлена схема гидравлической системы типовых вакуумных установок типа УВН, УРМ.

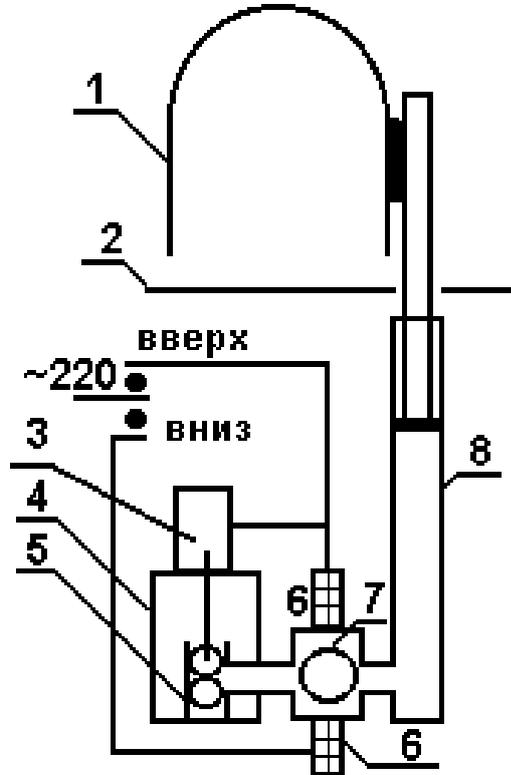


Рисунок 6.14 – Схема гидравлической системы вакуумной установки: 1 – вакуумная камера; 2 – рабочая плита установки; 3 – электродвигатель; 4 – масляный бак; 5 – масляный шестеренчатый насос; 6 – электромагниты; 7 – распределитель с шариком; 8 – гидроцилиндр.

При нажатии кнопки «ВВЕРХ» замыкается цепь электродвигателя и верхнего электромагнита. Шарик поднимается электромагнитом и шестеренчатый насос качает масло в гидроцилиндр 8. В это время вакуумная камера поднимается вверх. При нажатии кнопки «ВНИЗ» замыкается цепь нижнего электромагнита. Шарик уходит вниз и масло сливается обратно в масляный бак. Наиболее частый дефект, требующий сервиса – отсутствие подъема колпака. Для устранения дефекта следует проверить предохранители электродвигателя и концевые выключатели на гидроцилиндре 8.

#### 6.4.5 Сервисное обслуживание систем напуска рабочего газа

*Напуск рабочего газа.* Рабочие газы подаются от баллона, (в котором давление достигает 150 атм) через специальный редуктор, на выходе которого давление снижается до 1-2 атм. Для уменьшения углеводородов

тракт подачи должен быть выполнен из металлической трубки. Далее газ поступает через расходомер. В большинстве случаев величина расхода газа для промывки систем, травления материалов или формирования декоративных покрытий не превышают 30 – 80 см<sup>3</sup> атм/час. Это соответствует скоростям откачки механического вакуумного насоса 5- 16 л/с. Обычно установка должна иметь как минимум два канала для напуска газа для работы на смесях газов. Особую осторожность следует соблюдать с кислородом, реагирующим с маслом и водородом, дающим гремучую смесь при соотношении кислорода и водорода 1:7. На рис. 6.15 представлены варианты газового питания вакуумных установок.

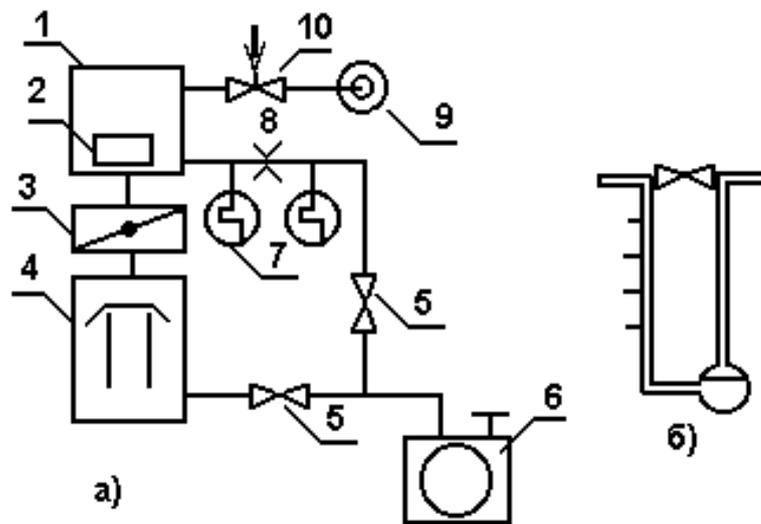


Рисунок 6.15 – Схема газового питания электрофизической установки:  
 1 – вакуумная камера; 2 – генератор газа; 3, 5, 10 – вентили; 4, 6 – вакуумные насосы; 7 – датчики давления; 8 – диафрагма; 9 – расходомер;  
 б) конструкция лабораторного расходомера.

Часто в вакуумных установках используются генераторы газа в виде замороженных исследуемых продуктов (воды и др), или соединений, выделяющих газ при нагревании ( $\text{CuCl}_2$  для генерации хлора, аспирин для генерации азота и многие др.). В современных установках используются расходомеры с установкой диафрагмы между датчиками давления. Далее разность давлений оцифровывается и подается на ЭВМ.

#### 6.4.6 Сервисное обслуживание систем очистки воздуха

Для производства приборов микроэлектроники применяется очищенный воздух с количеством пылинок не более 3-4 шт на 1 м<sup>3</sup> (класс помещения 1000). Из атмосферы с помощью мощного вентилятора через специальный фильтр воздух подается через кондиционер в систему воздушного питания помещения. В ряде случаев кондиционеры могут

иметь системы обратного воздушного потока или системы с улучшением спектрального состава воздуха.

Перед модулями загрузки и выгрузки устанавливается бокс дополнительной очистки воздуха. На рис. 6.16 представлен типовой модуль очистки воздуха «ЛАДА».

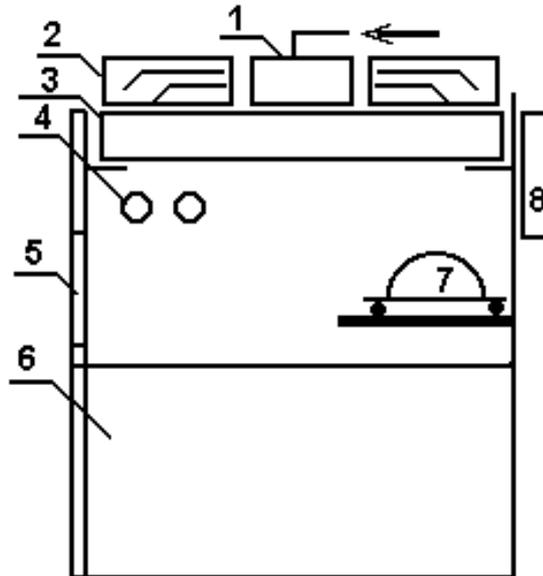


Рисунок 6.16 – Принципиальная схема модуля очистки воздуха ЛАДА:  
 1 – вентилятор; 2 – газораспределитель; 3 – фильтр; 4 – лампы освещения;  
 5 – рабочее окно; 6 – герметичное ограждение; 7 – емкость для изделий; 8 – блок электрической разводки.

Выхлопные газы ( $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{C}_n\text{H}_m$ ,  $\text{NO}$  и др.) от вакуумного механического насоса должны удаляться системой выхлопа. В передвижных течеискателях на выход механического насоса рекомендуется надеть специальный фильтр (например, от противогАЗа).

#### 6.4.7 Сервисное обслуживание специальных установок

##### *Сервисное обслуживание ударных упрочняющих установок*

В последнее время начинают широко применяться установки для упрочнения материалов методом воздействия плазмы высокой энергии. В первом приближении такие установки содержат генератор импульсного напряжения (ГИН) в виде системы конденсаторов или индуктивностей. При производстве профилактических работ емкости должны находиться под постоянным заземлением, поскольку установки подобного типа имеют свойство накапливать электрический заряд в самых неожиданных местах (на корпусах конденсаторов, на кабелях и т.д.). Многие элементы схем и измерительного оборудования являются антеннами, наводящими потенциал на контуры оборудования. При изменении взаимного расположения элементов могут меняться параметры системы.

### ***Сервисное обслуживание оборудования для проведения диффузии***

Для проведения диффузии используются термические установки. Они содержат камеру загрузки, пульт управления, печь с автоматикой для программного задания температуры и систему газового питания. Поточные линии (типа АПЛД-24-100), кроме вышеуказанного термического оборудования снабжены системами пылезащиты.

Управление основывается на сигнале с термопары. Термопара представляет собой две сваренные проволоки из разных материалов. Наибольшее распространение получили термопары следующих марок: ХА (хромель-алюмель), ХК (хромель-капель), Pt-Ro (платина-родий), ПП (платина-платинородий). Градуировка термопар проводится измерением термо ЭДС в кипящей воде.

Диффузенты являются ядами, что требует развития специальных предохранительных мероприятий. Высокая температура процесса ограничивает выбор материалов нагревателей по термостойкости и газовой выделению. Перспективным нагревателем до 1500 С является нитрид кремния. Каждый материал имеет допустимую скорость подъема температуры вследствие возникновения температурных напряжений. Для кристаллов безопасная скорость подъема температуры  $\sim 2^{\circ}/\text{мин}$ , для стекла  $\sim 5^{\circ}/\text{мин}$ .

### ***Эксплуатация и сервисное обслуживание установок нанотехнологии типа Катунь***

Установки молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) используются в нанотехнологиях для изготовления пленок и слоистых структур при создании приборов на арсениде галлия (GaAs), легированного различными элементами. К таким приборам относятся лавиннопролетные диоды, переключающие СВЧ-диоды с прыжковой проводимостью, полевые транзисторы с барьером Шоттки, интегральные оптические структуры, одноэлектронные транзисторы. Некоторые из установок МЛЭ: ЦНА, ЭПН-2, Ангара, Катунь, Ribier. Французская фирма «Рибер» выпускает установки MBE-500 и MBE-1000 (Molecular Beam Epitaxy).

Установки принципиально не отличаются и в зависимости от марки оборудованы различными откачными средствами и аналитическим оборудованием.

#### ***Вакуумная система установки МЛЭ типа «Катунь»***

На рис.6.17 представлена вакуумная схема отечественной установки МЛЭ типа КАТУНЬ.

Предварительно очищенные подложки устанавливаются в магазине модуля загрузки. После откачки загрузочного модуля и камеры роста до давления  $10^{-4}$  Па, подложки по конвейеру через шлюзовое устройство подаются в камеру роста, где захватываются манипулятором. На манипуляторе происходит прогрев подложек до температуры  $\sim 600^{\circ}$  С.

Затем давление понижается до  $10^{-8}$  Па, производится ионная очистка подложки и формирование пленки арсенида галлия. Контроль параметров роста проводится дифрактометром быстрых электронов. В камере анализа проводятся дополнительные исследования полученной пленки и состава газовой среды

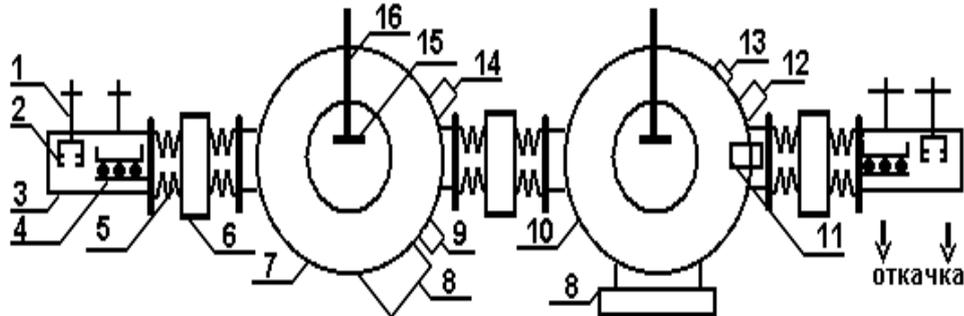


Рисунок. 6.17. – Схема установки МЛЭ. 1 – вакуумный затвор, 2 – магазин, 3 – корпус модуля загрузки, 4 – конвейер, 5 – сильфон, 6 – пневматический шлюз, 7 – камера роста структур, 8 – испарители, 9 – ионный источник, 10 – камера анализа структур, 11 – ОЖЕ- спектрометр, 12 – квадрупольный масс- спектрометр, 13 – ВИМС, 14 – дифрактометр быстрых электронов, 15 – подложка, 16 – манипулятор.

На рис. 6.18 представлена вакуумной камеры установки КАТУНЬ.

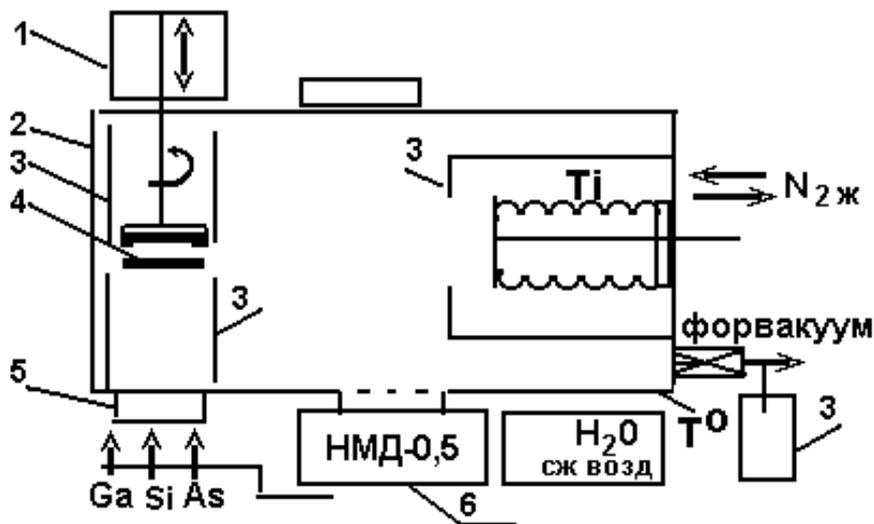


Рисунок 6.18 – Схема установки МЛЭ: 1 – манипулятор; 2 – вакуумная камера; 3 – криогенные панели; 4 – подложка; 5 – испарители; 6 – электроразрядный насос.

Для создания и поддержания вакуума используют магниторазрядные и сублимационные насосы совместно. Откачка до сверхвысокого вакуума с обезгаживанием всей системы длится обычно 20 – 48 ч. Прогрев вакуумной

камеры проводится до температуры  $\sim 150^\circ \text{C}$ . Обезгаживание материалов (в частности мышьяка) выполняют при температуре  $250\text{--}400^\circ \text{C}$  в специальных нагревательных устройствах.

Отечественные установки для МЛЭ выполняются одно- и многокамерными. Они имеют до 8 молекулярных сменных источников с электропневматическими заслонками. С помощью манипулятора подложка перемещается внутри камеры и вращается вокруг оси, что позволяет выставлять ее не только под молекулярные пучки, но и последовательно устанавливая на позиции контроля. Возможен нагрев подложек до  $1000^\circ \text{C}$ . Пределы регулирования температуры источников  $300\text{--}1300^\circ \text{C}$  с допуском поддержания температуры  $1^\circ \text{C}$ . Манипуляторы рабочих камер имеют по 4 степени подвижности, с поворотом вокруг оси на  $360^\circ$ . Погрешность воспроизведения положения подложки при перемещении вдоль одной из координатных осей менее  $\pm 1 \text{ мм}$ .

Аналитическая камера служит для анализа газовой среды и поверхности подложек. Камера может эксплуатироваться и самостоятельно для анализа различных объектов – в этом преимущество трех камерной установки. На аналитической камере установлены оже-спектрометр и квадрупольный масс-спектрометр с дифференциально откачиваемой сканирующей ионной пушкой. Диапазон регистрируемых массовых чисел  $1\text{--}1000 \text{ а. е. м}$ .

Тигель помещен внутри электронагревателя и танталового экрана. Ёмкость тигля  $1.6 \text{ см}^3$ . Он может выполняться из графита, пиролитического нитрида бора или карбида бора. Легирующие материалы помещаются в нескольких тиглях, каждый из которых монтируется внутри съемной ячейки и имеет свои блоки питания, контроля температуры и управления. Над источниками молекулярных потоков (ячейками Кнудсена) устанавливается вымораживающая система (криопанель) для уменьшения потока загрязнений.

Через шлюз подложка вводится в камеру для анализов, где: ее поверхность очищают ионной бомбардировкой. Степень очистки контролируется оже-спектрометром и масс-спектрометром. Затем с помощью конвейера подложка перемещается в рабочую камеру и устанавливается в держателе манипулятора для проведения процесса эпитаксии.

### ***ОЖЕ- спектрометр***

Для анализа состава подложек методом ОЖЕ- спектрометрии используется закономерность отражения низкоэнергетических ( $\sim 100 \text{ эВ}$ ) электронов от рода материала.

На рис. 6.19 представлена схема ОЖЕ- спектрометра. Подложка располагается под углом к вторичному электронному умножителю (ВЭУ). Электроны, отраженные от поверхности пленки, попадают на ВЭУ и усиливаются. По распределению тока судят о качестве структуры. В

установках имеется анализатор для регистрации медленных электронов с энергией от 10 до 1000 эВ. В ряде случаев облучение полученной пленки проводят электронами с энергией 1—12 кэВ. В этом случае используют сцинтиллятор и фотоэлектронный умножитель (ФЭУ).

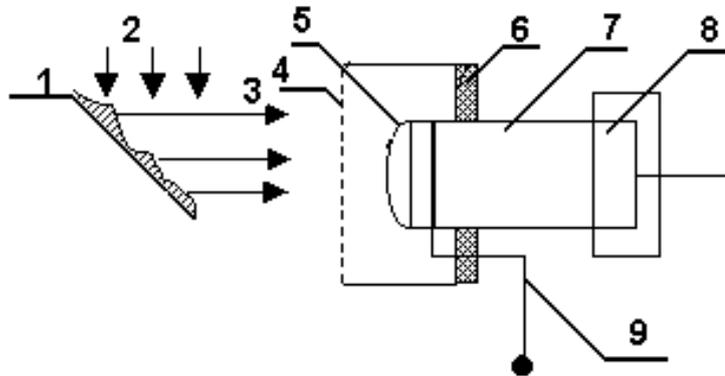


Рисунок 6.19 – Схема регистрации вторичных электронов: 1 – объект; 2 – поток электронов; 3 – вторичные электроны; 4 – сетка; 5 – сцинтиллятор; 6 – изолятор; 7 – световод; 8 – ФЭУ; 9 – высоковольтный ввод.

Удары электронов с энергией 10-12 кэВ о поверхность сцинтиллятора вызывают световые вспышки. Световые кванты через световод передаются в ФЭУ, который преобразует их в электрические сигналы.

### *Молекулярные источники*

На рисунке 6.20 изображен типовой источник молекулярного потока.

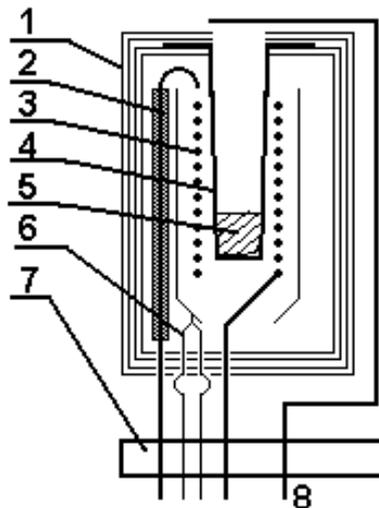


Рисунок 6.20 – Схема испарителя: 1 – экран; 2 – ввод нагревателя; 3 – нагреватель; 4 – тигель; 5 – испаряемый материал; 6 – термопара; 8 – привод заслонки

Тигель 4 из нитрида бора разогревается электрическим током, проходящим по танталовой проволоке 3, протодетой в сапфировые капиллярные трубки. Многослойные экраны 1 из танталовой фольги

толщиной 0,12 мм экранируют тигель так, что для поддержания температуры 1210°C требуется мощность всего 26 Вт.

Спираль нагревателя тигля изготовлена из молибдена. Тигель выполнен из пиролитического нитрида бора. Тепловые экраны выполнены из тантала.

### ***Манипулятор***

Манипулятор служит для захвата подложки и удержания ее на период формирования структуры. На рис. 6.21 представлена схема манипулятора.

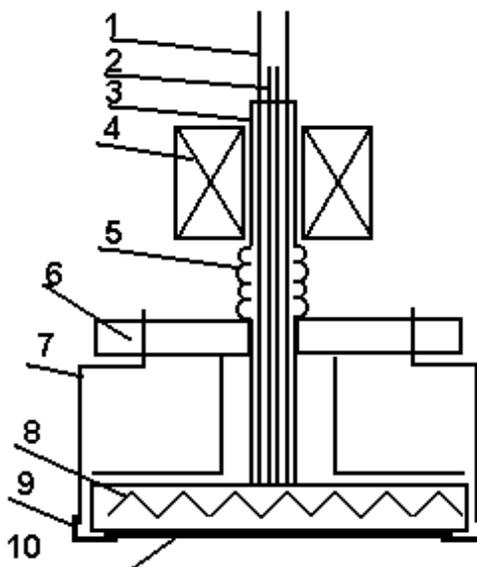


Рисунок 6.21 – Устройство манипулятора: 1 – нагреватель; 2 – термопара; 3 – втулка; 4 – магнитный привод вращения; 5 – сильфон; 6 – монтажный фланец; 7 – держатель; 8 – нагреватель подложки; 9 – захватчик подложки; 10 – подложка.

Манипулятор позволяет линейно перемещать подложку на длину не менее 1500 мм с погрешностью фиксации 1 мм. В рабочей технологической камере максимальная температура нагрева подложки на манипуляторе достигает 800°C с допуском поддержания выбранной величины 1°C.

### ***Дифрактометр быстрых электронов***

Дифрактометр быстрых электронов (рис. 6.22) представляет собой источник электронов с прямонакальным катодом. Электронная пушка дифрактометра быстрых электронов с энергией до 20 кэВ формирует пучок диаметром менее 200 мкм. При дифракционных измерениях с помощью быстрых электронов, угол падения электронного пучка равен 1°, а

дифрактограмму наблюдает оператор на экране диаметром 100 мм. Оператор может определить степень кристаллизации, отсутствие ее, а также параметры элементарной ячейки решетки.

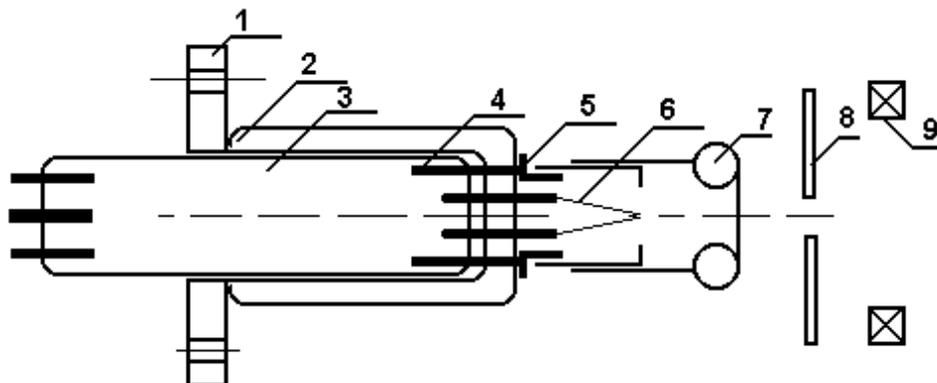


Рисунок 6.22 – Конструкция дифрактометра установки КАТУНЬ. 1 – посадочный фланец, 2, 3 – изоляторы; 4 – токовводы, 5 – токоввод модулятора, 6 – катод; 7 – выходной электрод; 8 – анод; 9 – магнитная линза

Диагностический электронный пучок фокусируется на подложке, отражается от нее и направляется на люминесцентный экран.

Сервисное обслуживание источников частиц заключается в их чистке, замене отдельных элементов, профилактике систем ввода напряжения и т.д. Особенностью является предварительное ознакомление со сборочным чертежом, а также соблюдение последовательности сборки и разборки. Источники с накаливаемым катодом часто требуют смены вольфрамового прямонакального катода. Чаще всего катоды готовятся предварительно. Для этого вольфрам очищается в щелочи от поверхностного защитного покрытия (акводага), а затем на оправке формуется сам катод. Для уменьшения изломов при формировании катод может подогреваться горелкой до температуры ниже температуры рекристаллизации (до слабого красного каления). Держатели катода крепятся к вольфрамовой проволоке на контактную сварку. Для улучшения качества соединения сварка проводится через никель.

Обработка электродов проводится металлическими щетками, наждачной бумагой. В ряде случаев высоковольтные электроды могут полироваться алмазными пастами например из эльбора. Чем белее паста – тем она мельче. Однако после паст необходимо тщательно удалять масла бензином «калоша» и спиртом. После переборки источник необходимо подвергать тренировке на напряжениях выше номинальных.

### *Электронно-лучевой испаритель тугоплавких материалов*

Для испарения тугоплавких материалов в установке эпитаксии предусмотрен электронно-лучевой испаритель. На рис. 6.23 представлена его схема.

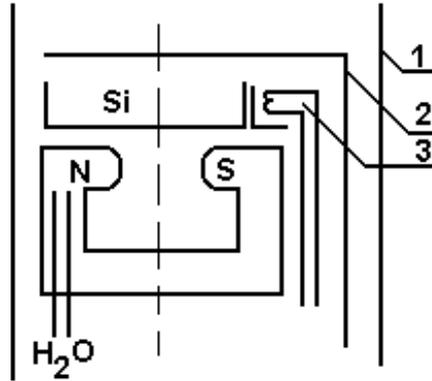


Рисунок 6.23 – Схема электронно-лучевого испарителя материалов: 1 – экран; 2 – заслонка; 3 – катод.

Электронно-лучевой испаритель рассчитан на напряжение до 5 кВ при токах до 100 мА. Наличие катода 3 обеспечивает эмиссию электронов. Электроны сосредотачиваются в области максимума магнитного поля и нагревают материал (кремний).

### *Дополнительное ионно-лучевое оборудование установки МЛЭ*

В установке МЛЭ имеются две ионные пушки с энергиями газовых ионов 0,5–5 кэВ и диаметром пучков 2–5 мм. Плотность тока ионов аргона из ионной пушки типа С-40 для очистки подложек можно изменять от 0 до 200 мкА/см<sup>2</sup>, а их энергию от 30 эВ до 3 кэВ. В процессе очистки ионный пучок диаметром 2,5 мм сканирует по площади до 100 мм<sup>2</sup>. Это позволяет проводить не только очистку подложек, но и их послойное травление.

В составе установки имеется квадрупольный масс-спектрометр для анализа спектра потоков и остаточных газов.

## **6.5 Технология расшифровки процесса молекулярно-лучевой эпитаксии**

Процесс роста эпитаксиальной пленки арсенида галлия наблюдается методом дифрактометрии быстрых электронов (ДБЭ)

Электронный пучок падает на кристаллическую поверхность под углом 1-2° (рис. 6.24). Пучок отражается от рядов кристалла и формирует на люминесцентном экране отражение (рефлекс) в виде световых точек или полос (тяжей). Расстояние между рефлексами  $d$  связано с расстоянием  $a$  между рядами атомов (периодом) соотношением:

$$ad = L\lambda, \quad (6.6)$$

где  $L$  – расстояние от образца до экрана;  $\lambda$  – длина волны де Бройля.

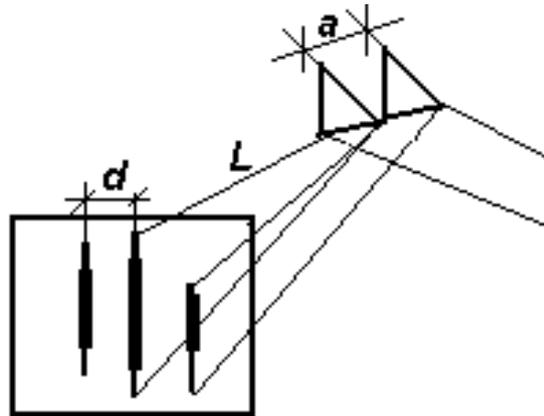


Рисунок 6.24 – Схема формирования рефлексов методом ДБЭ  
В табл. 6.1 представлена расшифровка картины ДБЭ.

Таблица 6.1 - Расшифровка картины ДБЭ

Вид картины	Свойства	Вид картины	Свойства
Диффузный фон	Аморфный материал	Полукольцо	Поликристалл
Толстый рефлекс	Грубая поверхность	Распад полосы в крупную сетку	Грубая поверхность
Ряды точек, тяжей	Монокристалл		
Тяжи вейером (линии Кикучи)	Высокое совершенство	Исчезание линий вейера	Огрубление поверхности
Длинные тяжи	Большой зародыш	Узкие тяжи	Совершенная поверхность
V-образный рефлекс	Наложение от двойниковой упаковки		

Число тяжей совпадает со степенью совершенства.

## 6.6 Инструкции по поиску негерметичности вакуумных систем

Наибольшей трудностью при сервисе вакуумных систем является нахождение мест нарушения герметичности (мест течей). Обычно течи происходят в местах проведения работ. Это источники частиц, токовводы, вводы охлаждения.

Во фланцевых соединениях в основном изнашиваются прокладки. Необходимо избегать изготовления прокладки путем склейки резинового шнура. В последнее время в качестве уплотнений применяется паста «герметик» – силиконовая резина. После заполнения канавки пасте дают высохнуть 1-2 дня.

Иногда в качестве прокладок применяют медь, алюминий, свинец. Такие прокладки являются одноразовыми. Наиболее часто течи через металлические уплотнения возникают в местах перекоса при монтаже системы. Наиболее эффективным способом поиска течи является метод пробной жидкости. В качестве инструмента используется медицинский шприц, заполненный ацетоном. При поиске течей в диапазоне 1-0,1 мм рт ст, где: мало измерительного оборудования применяют метод поэлементного поиска течи от затвора до затвора, а также затяжку всех уплотнений вакуумной системы.

### **6.7 Инструкции по эксплуатации типовых вакуумных установок с масляными средствами откачки**

*Алгоритм включения* установки рекомендуется проводить в следующей последовательности:

- 1) составить вакуумную схему установки;
- 2) закрыть все вентили;
- 3) перевести все тумблеры влево/вниз;
- 4) провести внешний осмотр установки на наличие нагревателя на диффузионном насосе, наличие воды для охлаждения, отсутствие посторонних предметов, проводов и т.п.;
- 5) провести импульсное включение механического насоса. (При отсутствии системы автозапуска включение провести «рывками»). Такой запуск необходим для удаления остатков масла из плунжерных камер, а также для предотвращения гидравлического удара и сохранения муфты между электродвигателем и вакуумным насосом.
- 6) открыть обводную (байпасную) систему для откачки рабочей камеры;
- 7) по достижении вакуума  $\sim 0,1$  мм рт. ст. включить нагреватель диффузионного насоса и ждать  $\sim 45$  минут до выхода установки на высокий вакуум.

*Алгоритм выключения* установки рекомендуется проводить в следующей последовательности:

- производится выключение измерительной аппаратуры;
- закрывается вентиль на входе диффузионного насоса. Выключается нагреватель диффузионного насоса. Выдерживается время  $\sim 40$  мин для остывания диффузионного насоса;
- закрываются вентили на выходе диффузионного насоса;
- выключается форвакуумный насос;

– выключается охлаждение установки.

Вакуумная система всегда будет работать, если на выходе диффузионного насоса поддерживать давление не более 10 Па ( $10^{-1}$  мм рт ст). Высоковакуумный (диффузионный) насос часто не обеспечивает предельный вакуум по следующим причинам:

- 1) мало масла в насосе. Рекомендуется 70 грамм на 100 литров откачки;
- 2) масло потеряло фракционирующие свойства из-за окисления;

## **6.8 Аварийные режимы вакуумного оборудования и методы реанимации режимов**

Несоблюдение последовательности включения или выключения установки, отключение электричества или воды, приводит к потере служебных характеристик установки.

Ниже приводится перечень наиболее встречающихся неприятностей при работе на установках и возможные приемы реанимации работоспособности:

1) *прекратилась подача воды* - необходимо выключить нагрев диффузионного насоса. Необходимо, чтобы работал механический насос до полного остывания диффузионного насоса;

2) прекратилась подача электроэнергии - необходимо перекрыть все вентили и выключить установку. Остудить диффузионный насос;

3) *забыли включить механический насос*, но включили диффузионный насос. Если прошло не более 10-15 мин необходимо снять нагрев, включить механический насос. Если прошло более 15 мин выключить установку и произвести переборку диффузионного насоса и заменить в нем масло;

4) *забыли открыть воду при запуске диффузионного насоса*. Необходимо снять нагрев диффузионного насоса. Пустить воду в насос после его остывания;

5) *открыли входной или выходной вентиль* работающего диффузионного насоса на атмосферу. Для реанимации необходима замена масла в диффузионном насосе;

6) *выключили форвакуумную откачку* при горячем диффузионном насосе. В этом случае необходимо включить форвакуумный насос и провести откачку горячего диффузионного насоса в течение 2-3 часов. Если по истечении этого времени диффузионный насос не обеспечит рабочий вакуум - провести замену масла в диффузионном насосе;

7) *начали измерение высоковакуумным датчиком ПМИ-2* при форвакууме в вакуумной системе. Последствия - сгорает катод датчика. В этом случае продолжают работать «вслепую», ориентируясь по термопарному датчику.

Реанимация: по окончанию работ и выключении установки провести замену датчика;

8) *выключили форвакуумный насос не закрыв вакуумные затворы.* После остановки насоса атмосферное давление выдавливает масло из форвакуумного насоса на выход диффузионного насоса. Подмес форвакуумного масла к высоковакуумному приведет к потере работоспособности диффузионного насоса. Если форвакуумный насос двухступенчатый – то выдавливание происходит в течение 5-10 минут. Если насос одноступенчатый – то происходит «выстрел» масла из форвакуумного насоса в диффузионный;

9) *вакуумные затворы закрыли, но не напустили атмосферный воздух в форвакуумный насос.* Масло из форвакуумного насоса поднимается до затвора. Лечение: провести напуск воздуха во всю вакуумную систему, прокрутить вакуумный насос вручную;

10) *нештатная ситуация:* изменение звука работающего механического насоса, запах масла, прорыв воды внутри установки или в вакуумной камере, оставление ручек и других посторонних предметов и т.п. В этих случаях следует принять меры по выключению установки.

#### ИНСТРУКЦИИ ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ ЭВМ

Плазма является источником высокочастотных колебаний на различных частотах. Элементы ЭВМ могут выступать антеннами, на которых выделяется высокочастотная мощность. Не рекомендуется располагать ЭВМ вблизи высокочастотных генераторов, ударных установок, разрядных цепей.

## 7 Список рекомендуемой литературы

1. Барыбин А.А. Электроника и микроэлектроника. Физико-технологические основы: учебное пособие/ А.А. Барыбин. – Физматлит 2006. – 424 с – ISBN 5- 9921-0679-1.

2. Браун Я., Келлер Р, Холмс А и др. Физика и технология источников ионов. – М.: Мир, 1998. – 500 с.

3. Герасименко Н.Н., Пархоменко Ю.Н. Кремний – материал нанoeлектроники.//уч. пособие для вузов. Сер.Мир материалов и технологий. – М.: Техносфера, 2007. – 352 с.

4. Данилина Т.И., Смирнова К.И., Илюшин В.А, Величко А.А. Процессы микро– и нанотехнологии. – Томск: ТУСУР, 2005. – 315 с.

5. Розанов Л.Н. Вакуумная техника – М.: Высшая школа, 1990.- 320 с.

6. Орликов Л.Н. Технология и автоматизация производства электронных приборов. – Томск: ТМЦДО, 2001. – Ч.1-2. – 150 с.

7. Орликов Л.Н. Специальные вопросы технологии. – Томск: ТУСУР, 2007.– 229 с.

Учебное пособие

Орликов Л.Н.

Вакуумные и специальные вопросы технологии приборов  
квантовой и оптической электроники

Учебное пособие по дисциплине «Основы вакуумных технологий»  
и дисциплине «Специальные вопросы технологии приборов  
квантовой и оптической электроники.

Усл. печ. л. 12,19. Препринт  
Томский государственный университет  
систем управления и радиоэлектроники  
634050, г.Томск, пр.Ленина, 40