

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования

ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ СИСТЕМ
УПРАВЛЕНИЯ И РАДИОЭЛЕКТРОНИКИ (ТУСУР)

Кафедра физической электроники

Т. И. Данилина

***ВАКУУМНО-ПЛАЗМЕННЫЕ
МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСТРУКТУР***

Учебное пособие

Томск 2012

Рецензент:

к.т.н., доцент кафедры физической электроники Смирнова К.И.

Данилина Т.И.

Вакуумно-плазменные методы получения наноструктур: Учебное пособие. – Томск: Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, 2012. – 90с.

Учебное пособие предназначено для подготовки бакалавров по направлению 210100.62 «Электроника и наноэлектроника» и 222900.62 «Нанотехнологии и микросистемная техника».

© Данилина Т.И.

2012

© Томский государственный университет систем
управления и радиоэлектроники, 2012

ВВЕДЕНИЕ	5
1 НЕОБХОДИМОСТЬ ВЫСОКОГО ВАКУУМА.....	7
ПРИ ПОЛУЧЕНИИ НАНОСТРУКТУР	7
1.1 Давление газа при осаждении наноструктур	7
1.2 Основное уравнение вакуумной техники	8
1.3 Режимы течения газов по трубопроводам.....	10
1.4 Основные параметры и классификация насосов.....	11
2 МЕХАНИЧЕСКИЕ ВАКУУМНЫЕ НАСОСЫ	13
2.1 Принцип объемной откачки.....	13
2.2 Объемные вакуумные насосы с масляным уплотнением	14
2.3 Молекулярные насосы	16
2.4 Выбор вакуумных насосов.....	19
3 ПАРОМАСЛЯНЫЕ ДИФФУЗИОННЫЕ НАСОСЫ	21
3.1 Принцип откачки	21
3.2 Параметры паромасляных диффузионных насосов.....	23
4 ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ.....	25
ВЫСОКОГО ВАКУУМА	25
4.1 Хемосорбционная откачка	25
4.2 Криогенная откачка.....	26
4.3 Ионная откачка	30
4.4 Ионно-сорбционная откачка.....	31
5 МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ НИЗКИХ ДАВЛЕНИЙ ГАЗА	35
5.1 Общие сведения	35
5.2 Тепловые вакуумметры	36
5.3 Электронные ионизационные вакуумметры.....	41
5.4 Электронные ионизационные манометрические преобразователи для измерения сверхвысокого вакуума.....	44
5.5 Манометрические преобразователи с повышенной чувствительностью и малой мощностью рентгеновского излучения для измерения низких и сверхнизких давлений	45
6 ПРАКТИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ВЫБОРУ ВАКУУМНЫХ УСТАНОВОК ДЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ЦЕЛЕЙ	49
7 ТЕРМИЧЕСКОЕ ИСПАРЕНИЕ В ВАКУУМЕ	51
7.1 Формирование молекулярного потока.....	51
7.2 Испарение вещества	51
7.3 Скорость конденсации	53
7.6 Практические рекомендации	56
8 ИОННО-ПЛАЗМЕННЫЕ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСЛОЕВ	59
8.1 Ионно-плазменное распыление.....	59
8.2 Модель ионного распыления	61

8.3 Скорость осаждения пленок	62
8.4 Получение пленок ионно-плазменным распылением	63

РАЗЛИЧНЫЕ СПОСОБЫ ИОННОГО И ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО ОСАЖДЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК. **ОШИБКА! ЗАКЛАДКА НЕ ОПРЕДЕЛЕНА.**

9 АКТИВИРУЕМЫЕ ПЛАЗМОЙ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСЛОЕВ	66
9.1. Общая характеристика.....	66
9.2. Получение тонких металлических пленок методом магнетронного распыления	70
9.3. Ионное распыление многокомпонентных материалов	72
9.4. Стимулированное плазмой осаждение тонких слоев диоксида кремния	73
9.5. Плазмохимическое осаждение нитрида кремния.....	77
9.6. Ионно-плазменное нанесение тонких пленок нитрида алюминия	79
9.7. Плазмохимическое осаждение кремния	80
9.8. Стимулированное плазмой осаждение металлов	81
9.9. Ионно-плазменное нанесение тонких пленок керамических..... сверхпроводников.....	83
9.10. Нанесение магнитных материалов методом ионно-плазменного распыления	85
9.11. Ионно-стимулированное, ионно-лучевое напыление тонких пленок	86
ЛИТЕРАТУРА.....	88
Учебно-методические пособия.....	89

ВВЕДЕНИЕ

Современный этап развития радиоэлектроники характеризуется широким применением интегральных микросхем (ИМС) во всех радиотехнических схемах. Это связано со значительным усложнением требований и задач, решаемых радиоэлектронной аппаратурой.

В микроэлектронике используются два основных вида интегральных микросхем: пленочные и полупроводниковые ИМС. Пленочные ИМС создаются на диэлектрической подложке путем послойного нанесения пленок различных материалов с одновременным формированием из них микроэлементов и их соединений. Полупроводниковые ИМС создаются путем локального воздействия на микроучастки полупроводникового монокристалла и придания им свойств, соответствующих функциям микроэлементов и их соединений. Комбинации этих технологий позволили создать гибридные и совмещенные ИМС, которые компенсируют некоторые недостатки, имеющиеся у пленочных и полупроводниковых ИМС.

Тонкопленочные технологии находят широкое применение в микро- и нанoeлектронике при изготовлении интегральных микросхем (ИМС), интегральных схем СВЧ-диапазона, для изготовления изделий магнито-, крио-, оптоэлектроники.

В производстве этих изделий широко используются вакуумные технологии для нанесения тонких плёнок, ионного легирования, для плазменного травления и осаждения и др. Речь идёт об использовании вакуума в широком диапазоне давлений от атмосферного 10^5 Па до $(10^{-9}-10^{-10})$ Па. Изменение давления на пятнадцать порядков невозможно обеспечить при применении лишь одного вакуумного насоса, потребуются комбинированные средства откачки, включающие в себя насосы различных типов и различные приборы для измерения давлений.

Новые типы наноструктур, особо чистые материалы, специальные покрытия изготавливаются в вакууме. Вакуум является идеально чистой технологической средой, в которой можно осуществлять электрофизические процессы при изготовлении изделий микро- и нанoeлектроники.

В настоящее время основной технологической проблемой микроэлектроники является изготовление сверхбольших интегральных схем (СБИС) с субмикронными размерами, характеризующимися длиной затвора МОП-транзистора менее 100 нм. Известно, что основным фактором повышения степени интеграции и улучшения характеристик ИМС является масштабирование.

Масштабирование связано с уменьшением длины и ширины каналов (затворов) МОП-транзисторов, толщины подзатворного окисла, ширины канавок под щелевую изоляцию и глубины залегания p-n-переходов, а масштабирование конденсаторных структур – с уменьшением их ширины, увеличением соответственно глубины и высоты, а также с утонением электродов (обкладок) и межэлектродного диэлектрика.

В МОП-транзисторах толщина подзатворного диэлектрика уменьшается до значений 1,2-1,4 нм. Столь малая толщина подзатворного диэлектрика SiO_2 приводит к возрастанию токов утечки затвора. Отсюда возникает необходимость применения диэлектриков с высокой диэлектрической проницаемостью, что позволит увеличить их толщину до технологически приемлемого уровня. Для получения диэлектрических слоёв на основе HfO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 и др. рекомендуются плазменные методы, реализуемые в низкотемпературной плазме.

Логические ИМС, и особенно микропроцессоры, являются основными в выдвигании требований к малым временам задержки сигналов, следовательно, низким значениям ёмкости межслойных диэлектриков и сопротивления систем металлизации. Микропроцессоры требуют систем металлизации на основе меди не только из-за её меньшего удельного сопротивления по сравнению с алюминием, но и для снижения себестоимости изделий за счёт уменьшения количества слоёв металлизации и повышения выхода годных.

Выбор диэлектрика с низкой диэлектрической проницаемостью необходим для межслойной изоляции между уровнями металлизации в технологии СБИС.

Использование медной металлизации требует осаждения адгезионных и барьерных металлизующих слоёв из титана, нитрида титана. Таким образом, быстродействие логических ИМС определяется системой металлизации при использовании Al и SiO₂ ($\epsilon=3,9$) при размерах до 180 нм, а при использовании меди и диэлектрика с $\epsilon=2,5$ при размерах до 90 нм.

Для решения столь разнообразных задач микро- и нанoeлектроники необходимо совершенствовать технологическую базу. Возросшие требования к вакуумно-плазменным методам вызваны использованием в технологии изготовления ИМС более тонких диэлектрических плёнок, разнообразных слоёв металлизации, оптических, защитных покрытий и др.

К вакуумно-плазменным методам относятся: термическое испарение в вакууме, ионно-плазменное распыление, плазмо-химическое осаждение, активируемые плазмой методы получения нанослоёв.

Учебное пособие предназначено для подготовки студентов по направлениям 210100 «Электроника и нанoeлектроника», 210600 «Нанотехнология», 222900 «Нанотехнологии и микросистемная техника».

1 НЕОБХОДИМОСТЬ ВЫСОКОГО ВАКУУМА ПРИ ПОЛУЧЕНИИ НАНОСТРУКТУР

1.1 Давление газа при осаждении наноструктур

Рассмотрим необходимость высокого вакуума на примере термического испарения при напылении тонких пленок. Суть метода заключается в нагреве вещества до температуры испарения, его испарении и последующей конденсации на подложке (рис. 1.1).

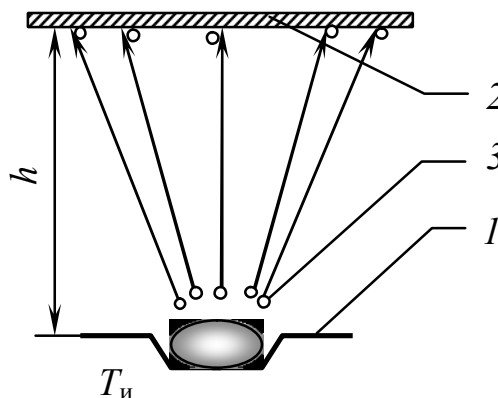


Рис. 1.1 – Схема процесса термического испарения:
1 – испаритель; 2 – подложка; 3 – молекулы испаряемого вещества

Условия в пролетном пространстве (расстояние между испарителем 1 и подложкой 2) должны быть такими, чтобы молекулы испаренного вещества 3 без столкновений с молекулами остаточных газов достигали подложки. При рассмотрении явления переноса массы вещества через газообразное состояние необходимо знать расстояние, которое проходят молекулы между столкновениями. Для оценки этого расстояния вводится понятие «средняя длина свободного пробега $\bar{\lambda}$ » – это усредненное расстояние, которое проходит молекула между двумя последовательными столкновениями.

При термовакуумном напылении $\bar{\lambda}$ должно в несколько раз превысить длину пролетного пространства h (100 – 200 мм). Удобнее характеризовать степень вакуума отношением $\bar{\lambda}/h$:

- при $\bar{\lambda} \leq h$ низкий вакуум;
- при $\bar{\lambda} \gg h$ высокий вакуум.

Испарять можно только в условиях высокого вакуума, когда наблюдаются максимальная скорость испарения и четкий рисунок. Это можно обеспечить при существовании молекулярного потока, распространение которого может быть описано с помощью законов геометрической оптики. Определим $\bar{\lambda}$ для молекул испаренного вещества:

$$\bar{\lambda} = \frac{kT}{p\sqrt{2}\pi\sigma^2}, \quad (1.1)$$

где k – постоянная Больцмана;
 T – усредненная температура газа;
 p – давление газа в рабочем объеме;
 σ – диаметр молекулы испаренного вещества.

Таким образом, для реализации термического испарения необходимое давление можно определить исходя из условия: $\bar{\lambda} = h$ ($h = 10 - 20$ см). Для выполнения этого условия требуется давление 10^{-2} Па и ниже, что можно обеспечить, используя, систему из двух насосов: насоса предварительного разряжения и высоковакуумного насоса. С точки зрения

получения сверхчистых сверхпроводящих пленок и ряда других задач давление остаточных газов должно быть много ниже 10^{-6} Па.

1.2 Основное уравнение вакуумной техники

Рассмотрим вакуумную систему, изображенную на рис. 1.2, которая состоит из откачиваемого объема I , манометрических преобразователей P_1 и P_2 , трубопровода 2 и откачного средства 3 .

Если вакуумная система герметична (отсутствие натекания), то до начала работы насоса давление во всей вакуумной системе одинаково. С началом работы насоса начинается перемещение газа из камеры I по трубопроводу 2 в насос 3 , причем количество газа в вакуумной системе непрерывно уменьшается, происходит понижение давления в вакуумной системе. Давление p_n на входе в насос становится ниже, чем давление p на выходе из откачиваемой камеры 2 . Таким образом, создается разность давлений $p - p_n$, которая обусловлена наличием в системе трубопроводов, кранов и других элементов, оказывающих сопротивление прохождению потока газа. Разность $p - p_n$ принято называть движущей разностью давлений.

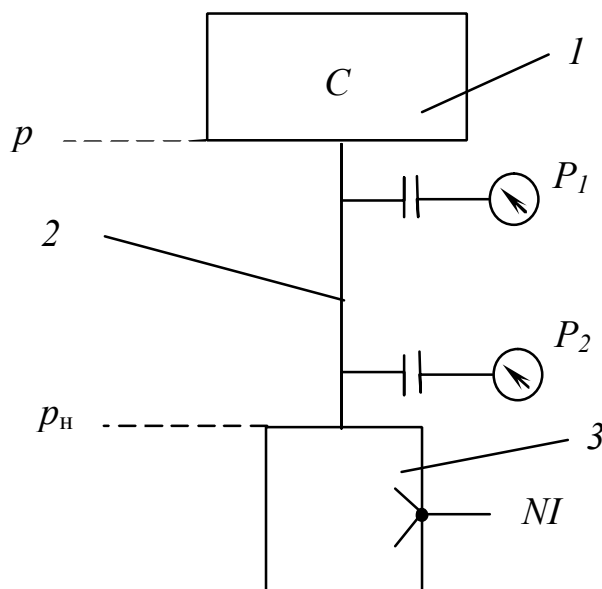


Рис. 1.2 – Простейшая вакуумная система:
 I – камера вакуумная; 2 – трубопровод;
 3 – механический вакуумный насос; P – вакуумметры

В связи с различием в скорости снижения давления в откачиваемом объеме и у входа в насос следует различать понятия о скорости откачки камеры и скорости откачивающего действия насоса.

Скоростью откачки объема или эффективной скоростью откачки S_0 называется объем газа, поступающий в единицу времени из сосуда в трубопровод при данном давлении p в откачиваемом объеме.

Так как S_0 с изменением давления, вообще говоря, изменяется, то ее значение приходится относить к определенному моменту времени; в следующий момент в связи с изменением давления в камере скорость его откачки может принять другое значение. Поэтому для определения скорости откачки сосуда надо брать бесконечно малый промежуток времени dt , в течение которого из откачиваемого сосуда в трубопровод входит бесконечно малый объем газа dV .

По определению

$$S_0 = \frac{dV}{dt}, \quad (1.2)$$

при данном давлении p в сосуде.

Быстротой откачивающего действия или быстротой действия вакуумного насоса S_n при данном впускном давлении p_n называется объем газа, поступающий в работающий насос в единицу времени при этом давлении.

Так как быстрота действия насоса с изменением давления также изменяется, то для ее выражения надо брать бесконечно малый промежуток времени dt , в течение которого в насос поступает бесконечно малый объем газа dV_n , измеряемый при впускном давлении p_n :

$$S_n = \frac{dV_n}{dt}. \quad (1.3)$$

По аналогии с S_0 и S_n можно говорить, что быстрота действия откачки вакуумной системы в любом сечении трубопровода $S_i = dV_i / dt$ при давлении p_i , причем dV_i – объем газа, проходящий через сечение трубопровода за промежуток времени dt и измеряемый при том же давлении p_i .

Поскольку в вакуумной системе отсутствуют натекания и газовыделение, то количество газа Q_i , протекающего в единицу времени в любом сечении трубопровода, может быть определено как произведение давления p_i в этом сечении на объем газа S_i , проходящего через него в единицу времени:

$$Q_i = p_i S_i. \quad (1.4)$$

Это количество газа принято называть потоком газа в данном сечении трубопровода. Обычно поток газа измеряется в следующих единицах:

$$pV / \text{т} = \text{Па}^3/\text{с}. \quad (1.5)$$

Поток газа, протекающий во входном сечении вакуумного насоса, Q_n называется производительностью насоса при данном впускном давлении p_n .

Так как во всех сечениях трубопровода, соединяющего откачиваемый сосуд с насосом, поток газа Q_i одинаков, то можно записать:

$$Q_i = Q_n = p_n S_n = p S_0. \quad (1.6)$$

В целях получения более наглядного представления о процессах, происходящих во время откачки, проводят аналогию между вакуумной системой и электрической цепью. При этом разность давлений $p - p_n$ уподобляется разности потенциалов, поток Q – силе тока, а частное от деления разности давлений на поток называется сопротивлением трубопровода W . При расчетах вакуумных систем чаще пользуются величиной проводимости трубопровода U :

$$U = \frac{1}{W} = \frac{Q}{p - p_n}. \quad (1.7)$$

Проводимость U измеряется обычно в $\text{м}^3/\text{с}$ или л/с.

Тогда для любой разности давлений $p_1 - p_2$ поток определится как:

$$Q = U (p_1 - p_2). \quad (1.8)$$

Установим взаимосвязь между тремя параметрами вакуумной системы: S_0 , S_n и U . Из уравнения (1.4) получаем:

$$S_0 = \frac{Q}{p_1}; \quad S_n = \frac{Q}{p_2} \quad (1.9)$$

или

$$\frac{1}{S_0} = \frac{p_1}{(p_1 - p_2) U}; \quad \frac{1}{S_n} = \frac{p_2}{(p_1 - p_2) U}. \quad (1.10)$$

Получаем основное уравнение вакуумной техники:

$$\frac{1}{S_{0н}} - \frac{1}{S} = \frac{1}{U} \quad (1.11)$$

или

$$S_0 = \frac{S_n \cdot U}{S_n + U} \quad (1.12)$$

Если $U \rightarrow \infty$, то $S_0 \rightarrow S_n$. Введем в основное уравнение коэффициент использования насоса:

$$K_n = \frac{S_0}{S_n}, \quad (1.13)$$

тогда

$$K_n = \frac{U}{S_n + U}; \quad U = \frac{S_n \cdot K_n}{1 - K_n} \quad (1.14)$$

1.3 Режимы течения газов по трубопроводам

В вакуумной технике различают три режима течения газов по трубопроводам:

- вязкостный;
- молекулярный;
- молекулярно-вязкостный.

Вязкостный режим течения наблюдается в низком вакууме, когда длина свободного пробега молекул газа $\bar{\lambda}$ много меньше диаметра трубопровода d ($\bar{\lambda} \ll d$). В этих условиях число столкновений между молекулами намного превышает число ударов о стенки. Газ в целом движется с различной скоростью по поперечному сечению трубопровода.

Молекулярный режим течения газа имеет место в условиях высокого вакуума, когда длина свободного пробега $\bar{\lambda}$ много больше диаметра трубопровода d ($\bar{\lambda} \gg d$). В этом случае молекулы практически не взаимодействуют друг с другом, а сталкиваются только со стенками трубопровода.

Молекулярно-вязкостный режим реализуется при среднем вакууме ($\bar{\lambda} \sim d$), когда длина свободного пробега молекул газа соизмерима с диаметром трубопровода.

Для определения режимов течения газа используются критерии Кнудсена.

Молекулярный режим течения газа имеет место, когда $\frac{\bar{\lambda}}{d} \geq \frac{1}{3}$. Учитывая, что

$$\bar{\lambda} = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi\sigma^2 \bar{p}}, \quad (1.15)$$

получим

$$\frac{\bar{\lambda}}{d} = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi\sigma^2 \bar{p}d} \geq \frac{1}{3}, \quad (1.16)$$

отсюда

$$\bar{p} \cdot d \leq \frac{3kT}{\sqrt{2}\pi\sigma^2}, \quad (1.17)$$

где d – диаметр трубопровода, м;

\bar{p} – среднее давление газа в трубопроводе, Па;

σ – диаметр молекулы газа, м;

k – постоянная Больцмана;
 T – температура газа в трубопроводе, К;
 Для воздуха при $T = 293$ К получим:

$$\bar{p} \cdot d \leq 0,02 \text{ Па}\cdot\text{м.} \quad (1.18)$$

Для вязкостного режима должно выполняться условие $\frac{\bar{\lambda}}{d} \leq 5 \cdot 10^{-3}$, что соответствует:

$$\bar{p} \cdot d \geq 1,33 \text{ Па}\cdot\text{м.} \quad (1.19)$$

Молекулярно-вязкостный режим будет иметь место при условии

$$0,02 \leq \bar{p} \cdot d \leq 1,33 \text{ Па}\cdot\text{м.} \quad (1.20)$$

Проводимость трубопроводов зависит от его геометрии и режимов течения газов. Для трубопроводов круглого сечения имеем:

– вязкостный режим течения газов (воздух при 293 К):

$$U_B = 1,36 \cdot 10^3 \cdot \frac{d^4}{l} \cdot \bar{p}, \quad (1.21)$$

где d, l – диаметр и длина трубопровода, м;

\bar{p} – среднее давление газа в трубопроводе.

U_B – проводимость трубопровода в вязкостном режиме, м³/с.

Среднее давление определяется как

$$\bar{p} = \frac{p_1 + p_2}{2}, \quad (1.22)$$

где p_1, p_2 – давления на концах трубопровода;

– молекулярный режим течения газа:

$$U_M = 38,1 \frac{d^3}{l} \sqrt{\frac{T}{M}}, \quad (1.23)$$

где M – молекулярная масса, кг/кмоль;

T – температура газа, К;

d, l – диаметр и длина трубопровода, м;

U_M – проводимость трубопровода в молекулярном режиме, м³/с.

При откачке воздуха при температуре $T = 293$ К имеем:

$$U_M = 121 \cdot \frac{d^3}{l};$$

– молекулярно-вязкостный режим течения газа:

$$U_{M-B} = b \cdot U_M + U_B, \quad (1.24)$$

где b – функция, зависящая от d и $\bar{\lambda}$.

Когда не требуется большой точности, то можно принять $b = 0,9$. Формулы (1.21, 1.23) справедливы для длинных трубопроводов при $l > d$.

1.4 Основные параметры и классификация насосов

Для характеристики вакуумных насосов обычно применяют четыре основных параметра:

- быстрота действия насоса S_n ;
- предельное давление насоса $p_{пр}$;
- давление запуска вакуумного насоса $p_з$;

— наибольшее выпускное давление $p_{\text{вып}}$.

Предельное давление насоса $p_{\text{пр}}$ — это минимальное давление, которое может обеспечить насос, работая без откачиваемого объекта. Быстрота действия насоса, при приближении к предельному давлению, стремится к нулю. Предельное давление большинства вакуумных насосов определяется газовыделением материалов, из которых изготовлен насос, перетеканием газов через зазоры и другими явлениями, возникающими в процессе откачки.

Давление запуска вакуумного насоса p_3 — это максимальное давление во входном сечении насоса, при котором он может начать работу.

Наибольшее выпускное давление $p_{\text{вып}}$ — максимальное давление в выходном сечении насоса, при котором он может осуществлять работу.

Промышленные вакуумные насосы работают в области давлений от 10^5 до 10^{-12} Па. При большом различии в принципах действия и конструкциях, обусловленном многообразием требований к откачному оборудованию, во всех вакуумных насосах для откачки газа используется один из двух способов:

а) перемещение газа за счет приложения к нему механических сил в некотором месте вакуумной системы, откуда газ выталкивается;

б) связывание газа путем сорбции, химических реакций или конденсации обычно в замкнутой вакуумной системе.

На рис. 1.3 приведены диапазоны давлений для различных типов вакуумных насосов.

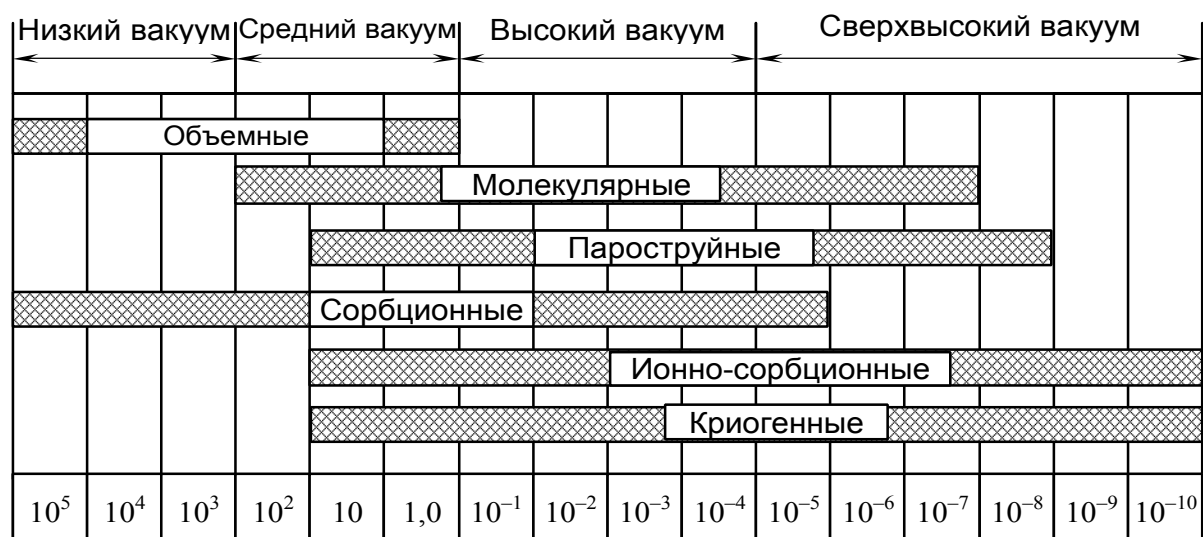


Рис. 1.3 – Области действия вакуумных насосов

Насосы объемного типа используются для откачки газа в диапазоне от 10^5 до 1 Па. В этих насосах откачка осуществляется за счет периодического изменения объема рабочей камеры.

Действие механических молекулярных насосов обусловлено переносом газа движущимися поверхностями твердого тела. Диапазон рабочих давлений от 10^2 до 10^{-7} Па.

Пароструйные насосы осуществляют откачку путем сообщения молекулам откачиваемого газа дополнительной скорости в направлении откачки непрерывно истекающей струей пара рабочей жидкости. Диапазон рабочих давлений от 10 до 10^{-8} Па.

Сорбционные насосы осуществляют откачку газов за счет их сорбции на поверхности или в объеме твердых тел. Диапазон рабочих давлений от 10^5 до 10^{-6} Па. Действие ионно-сорбционных насосов основано на удалении газов в виде ионов за счет электрического поля и сорбции газов на охлажденных поверхностях. Область рабочих давлений от 10 до 10^{-12} Па.

Криогенные насосы осуществляют откачку путем конденсации откачиваемых газов и паров на поверхностях, охлаждаемых до сверхнизких (криогенных) температур. Разновидностями криогенных насосов являются *конденсационные* и *криосорбционные* насосы. Диапазон рабочих давлений от 10 до 10^{-12} Па.

2 МЕХАНИЧЕСКИЕ ВАКУУМНЫЕ НАСОСЫ

2.1 Принцип объемной откачки

В процессе объемной откачки выполняются следующие основные операции:

- 1) всасывание газа за счет расширения объема рабочей камеры насоса;
- 2) уменьшение объема рабочей камеры и сжатие находящегося в ней газа;
- 3) удаление сжатого газа из рабочей камеры в атмосферу или в насос предварительного разрежения.

Объемные вакуумные насосы – это насосы, работа которых основана на использовании закона Бойля–Мариотта: $pV = const$.

Рассмотрим принцип действия объемных вакуумных насосов на примере простейшего поршневого насоса (рис. 2.1).

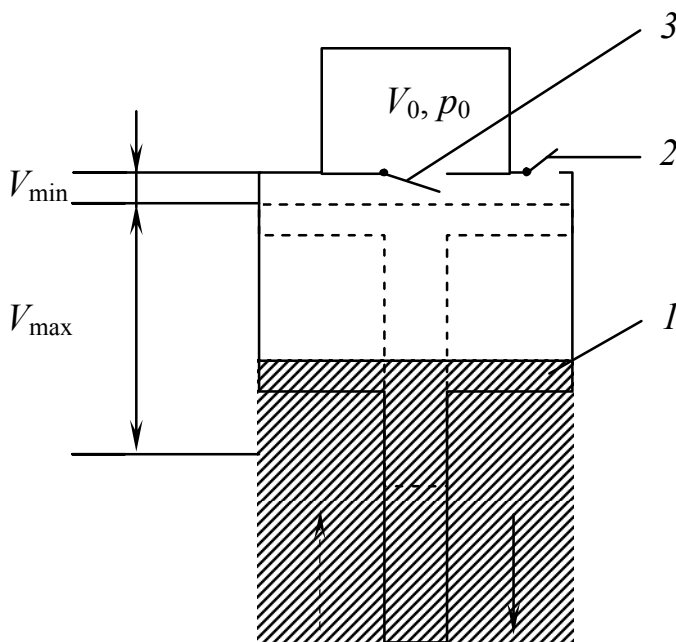


Рис. 2.1 – Схема поршневого насоса:
1 – поршень; 2 – выходной клапан; 3 – входной клапан

Откачиваемый объем V_0 соединен с входом насоса, в котором объем рабочей камеры увеличивается от объема V_{min} до V_{max} . При этом давление p_0 в объеме V_0 снизится до p_1 . Поскольку температура всей системы остается неизменной, то, применяя закон Бойля–Мариотта, получим:

$$p_0 V_0 = p_1 (V_0 + V_{max}) = const. \quad (2.1)$$

После следующего цикла откачки получаем:

$$p_1 V_0 = p_2 (V_0 + V_{max}) \rightarrow p_2 = \frac{p_1}{\left(1 + \frac{V_{max}}{V_0}\right)} = \frac{p_0}{\left(1 + \frac{V_{max}}{V_0}\right)^2}. \quad (2.2)$$

После n циклов:

$$p_n = \frac{p_0}{\left(1 + \frac{V_{\max}}{V_0}\right)^n} \quad (2.3)$$

Теоретически при $n \rightarrow \infty$ давление стремится к нулю. Однако в реальных насосах существует вредное пространство объемом V_{\min} . Это приводит к тому, что после каждого цикла определенное количество газа возвращается в откачиваемый объем. Количество газа, удаляемого в течение одного цикла, равно pV_{\max} , а количество газа, возвращающегося в откачиваемый объем, $-\alpha p_0 V_{\min}$, отсюда:

$$Q = pV_{\max} - \alpha p_0 V_{\min} = pV_{\max} \left(1 - \alpha \frac{p_0 V_{\min}}{p V_{\max}}\right), \quad (2.4)$$

где α – коэффициент, показывающий, какое количество газа из вредного пространства попадает обратно в объем высокого вакуума. Обозначим:

$$\alpha p_0 \frac{V_{\min}}{p_{\text{пр}} V_{\max}} = p \quad (2.5)$$

тогда из (2.4) получаем теоретическую скорость откачки при рабочем давлении p :

$$S_p = V_{\max} \left(1 - \alpha \frac{p_0 V_{\min}}{p V_{\max}}\right) = V_{\max} \left(1 - \frac{p_{\text{пр}}}{p}\right) \quad (2.6)$$

Давление $p_{\text{пр}}$ называется предельным давлением. Предельное давление тем ниже, чем меньше объем вредного пространства V_{\min} , а также чем ниже давление газа во вредном пространстве p_0 .

Скорость откачки уменьшается с уменьшением давления. И при давлении в рабочей камере p , равном предельному давлению $p_{\text{пр}}$, скорость откачки равна нулю.

2.2 Объемные вакуумные насосы с масляным уплотнением

Механические вакуумные насосы с масляным уплотнением относятся к насосам объемного действия и работают за счет периодического изменения объема рабочей камеры. Механические насосы могут быть пластинчато-роторными, пластинчато-статорными и плунжерными (золотниковыми).

На рис. 2.2 приведена схема пластинчато-роторного насоса.

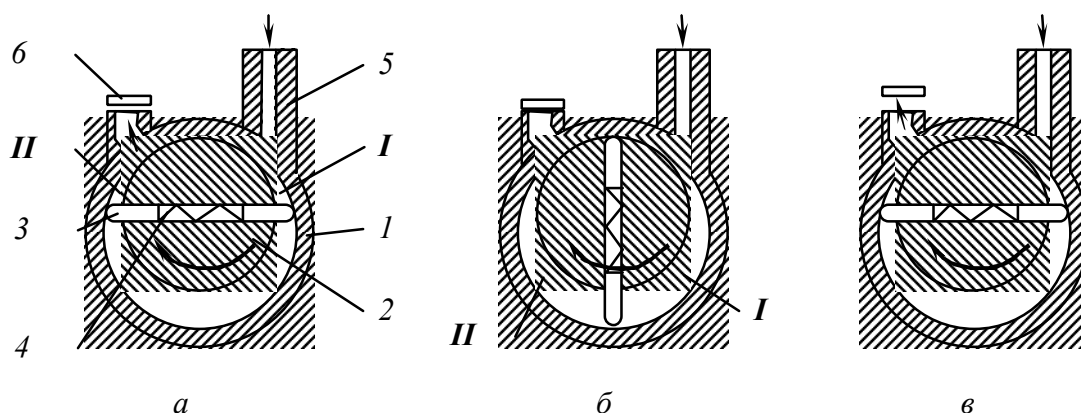


Рис. 2.2 – Схема пластинчато-роторного насоса:

I – полость всасывания; II – полость сжатия;

a – начало откачки; b – максимальный объем камеры всасывания;

v – окончание цикла; 1 – камера; 2 – ротор; 3 – пластины;

4 – пружина; 5 – впускной патрубок; б – клапан

В цилиндрической камере насоса 1 вращается в направлении, указанном стрелкой, эксцентрично расположенный ротор 2, в прорези которого свободно вставлены пластины 3 с пружиной 4. При вращении ротора пластины скользят по внутренней поверхности цилиндра, и в камере насоса образуются две полости переменного объема: I (полость всасывания) и II (полость сжатия). Полость всасывания I при вращении ротора увеличивает свой объем, и в нее поступает газ из впускного патрубка 5, связанного с откачиваемым сосудом. Объем полости сжатия II, расположенный на выпускной стороне, уменьшается при вращении ротора, и в ней происходит сжатие газа. Эта полость соединена с клапаном 6. Когда давление газа в полости II станет достаточным для открытия клапана, произойдет выхлоп. В процессе работы зазоры в роторном механизме уплотняются рабочей жидкостью насоса – маслом, благодаря чему обратное перетекание газа с выхода на вход становится малым. Одновременно масло обеспечивает смазку и частичное охлаждение механизма насоса.

Такую же роль масло выполняет и в других типах насосов с масляным уплотнением.

Работа объемных вакуумных насосов может сопровождаться рядом нежелательных явлений: проникновением паров рабочих жидкостей (масел) из насоса в откачиваемый объем, загрязнением насоса откачиваемыми веществами с высоким давлением насыщенных паров, потерей рабочей жидкости через выхлопной патрубок, утечкой откачиваемого газа и т.д.

Предельное давление объемных насосов определяется, кроме вышеперечисленных причин, объемом вредного пространства и давлением газа в этом объеме (рис. 2.3). Для одноступенчатых насосов давление газа во вредном пространстве равно атмосферному, поэтому количество газа, которое переносится с выпускной стороны на впускную, будет равно $Q_{обр} = p_0 \cdot V_{вр}$. В процессе откачки наступает момент, когда прямой поток $Q_{пр}$, обусловленный откачивающим действием насоса, становится равным обратному потоку $Q_{обр}$. Это соответствует получению предельного давления. Для уменьшения предельного давления насоса необходимо уменьшать объем вредного пространства или давление газа в этом пространстве. Объем вредного пространства уменьшают путем улучшения конструкции насосов, а давление газа уменьшают путем использования нескольких ступеней откачки. Для двухступенчатых насосов первая ступень подключается к откачиваемому объему, а вторая ступень является выпускной. Рабочий объем первой ступени делается больше, чем объем второй ступени, для обеспечения условия непрерывности потока газа: $V_1 p_1 = V_2 p_2$.

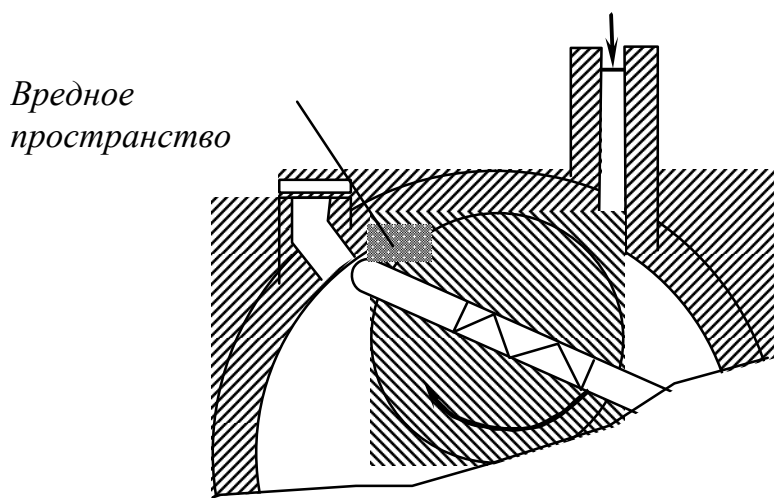


Рис. 2.3 – Вредное пространство пластинчато-роторного насоса

При высоких давлениях (более 10^2 Па) обратный поток паров рабочей жидкости задерживается встречным потоком откачиваемого газа и в применении защитных устройств не возникает необходимости. При более низких давлениях, когда длина свободного пути

молекул газа становится больше диаметра входного патрубка насоса, пары рабочей жидкости могут двигаться навстречу основному потоку и проникать в откачиваемый объем. Если температура насоса выше, чем температура откачиваемого объекта, то обратный поток будет существовать до тех пор, пока вся рабочая жидкость насоса не переместится в откачиваемый объем. Для защиты откачиваемого объема от паров рабочей жидкости используются специальные устройства.

К ловушкам предъявляются следующие основные требования: максимальное защитное действие на заданном сроке службы и минимальное сопротивление основному потоку откачиваемого газа. В качестве дополнительных требований можно назвать возможность регенерации, надежность, простоту и технологичность конструкции, удобство эксплуатации.

Механические ловушки (рис. 2.4) для объемных насосов представляют собой устройства, препятствующие прямому пролету паров рабочей жидкости из насоса в откачиваемый объем. Для получения заметного защитного действия в момент остановки насоса в ловушке должны выполняться условия молекулярного режима течения газа вплоть до атмосферного давления. Для этого применяются пористые элементы *1* из пористого стекла, стекловолокнистых материалов, пористых меди и нержавеющей стали.

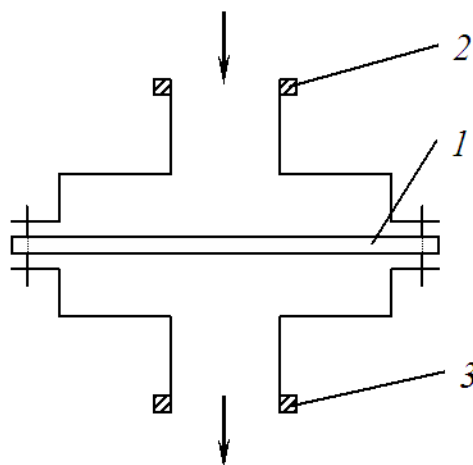


Рис. 2.4 – Схема механической ловушки для паров рабочих жидкостей объемных насосов: *1* – пористый элемент; *2* – входной патрубок; *3* – выходной патрубок

Все механические насосы с масляным уплотнением начинают работу с атмосферного давления $p_{\text{зап}} = 10^5$ Па. Предельное давление насосов зависит от нескольких факторов: количества ступеней, рабочих жидкостей, конструктивных особенностей и т.п. и находится в интервале от $5 \cdot 10^3$ до 10^{-1} Па. Быстрота откачки в рабочем диапазоне давлений от 0,008 до $0,8 \text{ м}^3/\text{с}$.

2.3 Молекулярные насосы

В основе работы механических молекулярных насосов используется специфика явления удара молекул газа о поверхность твердого тела. При таком взаимодействии молекулы газа не отражаются мгновенно, а удерживаются на поверхности некоторое малое время. Если скорость движения поверхности больше или равна скорости теплового движения молекул, то молекулы получают переносную скорость в заданном направлении.

Принцип действия простейшего механического молекулярного насоса показан на рис. 2.5. В статоре *1* с большой скоростью вращается барабан (ротор) *2* радиусом *R*. При вращении ротора молекулы газа будут перемещаться от впускного отверстия *3* к выпускному отверстию *4* через рабочий зазор *d*.

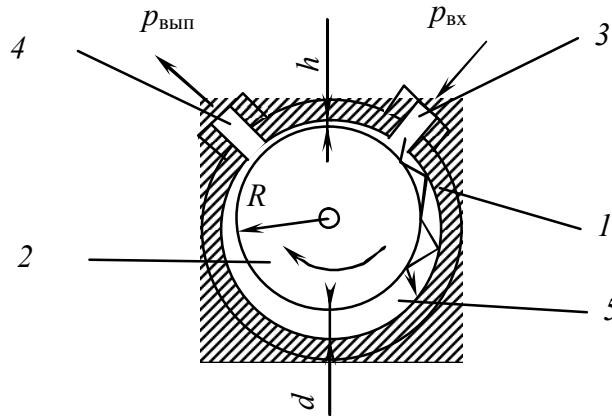


Рис. 2.5 – Схема механического молекулярного насоса:
1 – статор; 2 – ротор; 3 – впускное отверстие; 4 – выпускное отверстие; 5 – канал

Если скорость вращения ротора равна или больше скорости теплового движения молекул газа, то молекулы будут двигаться в направлении вращения. Для современных насосов скорость вращения ротора может достигать 10000–40000 об/мин. В области молекулярного режима течения газа насос работает эффективно, т.к. скорость вращения ротора велика, и при каждом втором соударении молекулы газа получают дополнительную составляющую импульса в направлении откачки. При увеличении давления газа эффективность падает, т.к. уменьшается вероятность ударов молекул газа о поверхность ротора. Поэтому для запуска молекулярных насосов требуется предварительное разряжение. Давление запуска можно определить из условия $\bar{\lambda} \geq d$.

В основной области действия молекулярных насосов, т.е. при низких давлениях, когда в рабочих каналах насоса имеет место молекулярный режим течения газа, определяющим является внешнее трение газа. Молекулы газа, находящиеся в канале с площадью поперечного сечения F между неподвижной стенкой и ротором, движущимся со скоростью v , имеют среднюю переносную скорость $v/2$. Тогда объем газа $V_{пр}$, увлекаемый в единицу времени трением о вращающийся ротор, будет

$$V_{пр} = F \frac{v}{2}. \quad (2.7)$$

Этот объем газа уравнивается при достижении предельного давления газом, протекающим через канал в обратную сторону, т.е. $Q_{пр} = Q_{обр}$. Рабочий канал можно уподобить отрезку трубопровода (рис. 2.6). Обратный поток обусловлен проводимостью канала U и разностью давлений $p_{вып} - p_{вх}$. Для канала круглого сечения согласно формулам (1.8) и (1.23) получим:

$$Q_{обр} = U (p_{вып} - p_{вх}) \approx 2 \frac{r^3}{l} \sqrt{\frac{T}{M}} (p_{вып} - p_{вх}), \quad (2.8)$$

где r, l – радиус и длина канала;
 C_2 – постоянная.

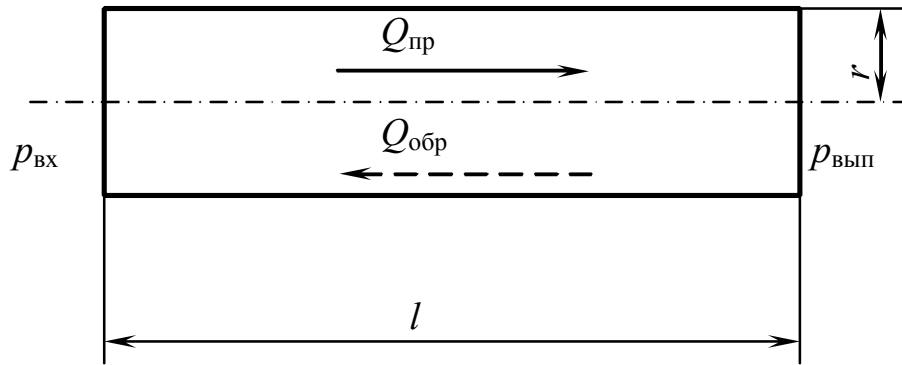


Рис. 2.9 – Модель рабочего канала молекулярного насоса

С другой стороны, обратный поток можно записать через объем газа, т.е. $Q_{обр} = \bar{p}V$, или

$$V_{обр} = \frac{Q_{обр}}{\bar{p}}, \quad (2.9)$$

где $\bar{p} = \frac{p_{вх} + p_{вып}}{2}$.

В области действия молекулярных насосов $p_{вып} \gg p_{вх}$ и можно считать, что $\bar{p} \approx p_{вып}$. Отсюда

$$V_{обр} = \frac{r^3}{l} \sqrt{\frac{T}{M}} \frac{(p_{вып} - p_{вх})}{p_{вып}} \left(1 - C \frac{p_{вх}}{p_{вып}} \right) \frac{r^3}{l} \frac{T}{M} \sqrt{\frac{T}{M}}. \quad (2.10)$$

При достижении предельного давления $p_{вх} = p_{пр}$:

$$F \frac{V}{2} = \left(1 - \frac{p_{пр}}{p_{вып}} \right) \frac{r^3}{l} \sqrt{\frac{T}{M}}. \quad (2.11)$$

Отсюда получаем предельное давление для молекулярных насосов:

$$\frac{p_{пр}}{p_{вып}} = 1 - F \frac{V}{2} \frac{lM}{r^3 \cdot C_2} \sqrt{\frac{T}{M}}. \quad (2.12)$$

Величина, обратная полученному отношению, т.е. $p_{вып}/p_{пр}$, называется коэффициентом компрессии (сжатия). Чем выше коэффициент компрессии, тем эффективнее работает насос.

Быстрота откачки молекулярного насоса равна разности между объемом увлекаемого в единицу времени газа и противотоком $S_n = V_{пр} - V_{обр}$. Скорость откачки будет тем больше, чем больше число оборотов ротора и меньше обратный поток газа. При расчете скорости откачки S_n , помимо противотока в основном канале, необходимо учитывать противоток через малую щель h как вследствие разности давлений ($p_{вып} - p_{вх}$), так и вследствие вращения ротора.

Широкое применение получили турбомолекулярные насосы, которые сочетают принцип молекулярного увлечения и осевого компрессора и напоминают обращенную турбину. Турбомолекулярные насосы имеют много разновидностей и отличаются по своим параметрам.

Быстрота откачки турбомолекулярных насосов слабо зависит от рода газа. Предельное давление насосов находится в пределах $10^{-7} - 10^{-8}$ Па. Наибольшее давление запуска или выпускное давление 1–10 Па. Быстрота действия этих насосов лежит в диапазоне от 0,1 до 18 м³/с.

К достоинствам турбомолекулярных насосов относятся достаточно широкий диапазон давлений, быстрый запуск насоса, практически безмасляная откачка и др.

Недостатком этих насосов является быстрый износ подшипников и других подвижных частей насоса.

2.4 Выбор вакуумных насосов

Выбор вакуумных насосов следует осуществлять, исходя из режимов откачки.

а) Для установившегося (стационарного) режима выполняется условие равенства быстроты откачки (прямой поток $Q_{пр}$) и быстроты натекания, газовыделения (обратный поток $Q_{обр}$):

$$Q = Q_{пр} - Q_{обр} = 0 \quad (2.13)$$

Условие (2.13) выполняется, когда давление в системе равно предельному давлению $p_{пр}$. Воспользуемся уравнением сплошности потока $Q = p \cdot S$ и запишем:

$$S_0 \cdot p = S_{рн} \cdot p_{рн} \quad (2.14)$$

где $S_{р}$ – быстрота откачки насоса, когда давление в рабочем объеме равно p , а на входе насоса будет давление $p_{рн}$.

Отсюда давление на входе насоса будет:

$$p_{рн} = \frac{S_0 \cdot p}{S_{р}} = K_{и} \cdot p \quad (2.15)$$

Таким образом, давление газа на входе насоса должно быть всегда ниже, чем требуемое давление в рабочем объеме p .

Быстроту откачки насоса при давлении $p_{рн}$ можно определить, рассматривая производительность насоса Q :

$$Q = S_{рн} \cdot p_{рн} - Q_{обр} = S_{рн} \cdot p_{рн} - Q_{обр} \quad (2.16)$$

где $S_{рн}$ – максимальная быстрота откачки насоса.

При достижении предельного давления $p_{рн} = p_{пр}$ производительность насоса равна нулю и тогда:

$$S_{р} \cdot p_{рн} = S_{рн} \cdot p_{пр} - Q_{обр} = 0,$$

т.е.

$$Q_{обр} = S_{рн} \cdot p_{пр} \quad (2.17)$$

Из уравнения (2.16) для быстроты откачки $S_{р}$ можно получить:

$$S_{рн} = S_{р} \left(1 - \frac{p_{пр}}{p_{рн}} \right) \quad (2.18)$$

где $p_{пр}$ – предельное давление насоса, которое должно быть ниже, чем $p_{рн}$ на входе насоса.

Для эффективной быстроты откачки будем иметь:

$$S_0 = S_{рн} \cdot K \quad (2.19)$$

или

$$S_{0н} = S_{и} \cdot K - \frac{Q_{обр}}{p} \quad (2.20)$$

Для обеспечения эффективной быстроты откачки S_0 требуется насос с быстротой действия $S_{и}$:

$$S_n = \frac{S_0}{K_n \left(1 - \frac{p_{пр}}{K_n \cdot p} \right)}, \quad (2.21)$$

или

$$S_n = \frac{S_0 \cdot p}{K_n \cdot p - p_{пр}} = \frac{Q_{обр}}{K_n \cdot p - p_{пр}}. \quad (2.22)$$

При выборе должно выполняться два условия:

- 1) $S_n >$ расчетного значения;
- 2) $p_{пр} < K_n \cdot p$.

б) Выбор насоса для неустановившегося режима может быть сделан из условия обеспечения заданного времени работы вакуумной установки. Для давлений, меньших атмосферного, можно принять, что течение газа происходит изотермически:

$$pV = \text{const}. \quad (2.23)$$

Дифференцируем (2.23) и получаем

$$dt = -\frac{V}{S} \cdot \frac{dp}{p}, \quad (2.24)$$

где V – объем рабочей камеры;

S – быстрота откачки, зависящая от давления p .

Рассмотрим два частных случая.

Рассмотрим первый случай: пусть $S = \text{const}$ и $S_0 = S_n \cdot K_n = \text{const}$. Это условие выполняется при молекулярном режиме течения газа:

$$S_n = \text{const}, \quad U = \text{const}, \quad Q = 0. \quad (2.25)$$

Интегрируем уравнение (2.24) в промежутке времени от t_1 до t_2 , что соответствует изменению давления от p_1 до p_2 :

$$t_2 - t_1 = -\frac{V}{S_0} (\ln p_2 - \ln p_1) = \frac{V}{S_0} \ln \frac{p_1}{p_2} = \frac{2,3 \cdot V}{S_0} \lg \frac{p_1}{p_2}. \quad (2.26)$$

$$S_n = \frac{S_0}{K_n}$$

Учитывая, что $S_n = \frac{S_0}{K_n}$, получаем условие для выбора насоса по быстроте действия при высоковакуумной откачке:

$$S_n = \frac{V}{K_n \cdot (t_2 - t_1)} \ln \frac{(p_{1пр} \cdot p)}{(p_{2пр} \cdot p)} = \frac{2,3 \cdot V \cdot \lg \frac{p \left(\frac{p}{p_{пр}} \right)}{p \left(\frac{p}{p_{пр}} \right)}}{K_n \cdot (t_2 - t_1)}. \quad (2.27)$$

В формуле (2.27) учтено предельное давление насоса.

Рассмотрим второй случай: пусть $S_n = \text{const}$, а проводимость трубопровода U зависит от давления p , как $U = C \cdot p$. Этот случай характерен для работы механических насосов в вязкостном режиме. С учетом уравнений (2.12) и (2.24) получаем:

$$dt = -\frac{V \cdot (S_n + U)}{S_n \cdot U} \frac{dp}{p}. \quad (2.28)$$

После интегрирования уравнения (2.28) получаем:

$$S_n = \frac{V \cdot \ln \frac{p_1}{p_2}}{(t_2 - t_1) - \frac{V}{C} \left(\frac{1}{p_2} - \frac{1}{p_1} \right)} = \frac{2,3 \cdot V \cdot \lg \frac{p_1}{p_2}}{t_2 - t_1 - \frac{V}{C} \left(\frac{1}{p_2} - \frac{1}{p_1} \right)}, \quad (2.29)$$

где C – константа, зависящая от геометрии трубопровода.

3 ПАРОМАСЛЯНЫЕ ДИФФУЗИОННЫЕ НАСОСЫ

3.1 Принцип откачки

При пароструйной откачке (рис. 3.1) молекулы газа, поступающие в насос через входной патрубок 1, взаимодействуют со струей пара, имеющей звуковую или сверхзвуковую скорость, и приобретают дополнительную скорость в направлении насоса предварительного разрежения, присоединяемого к выходному патрубку 5.

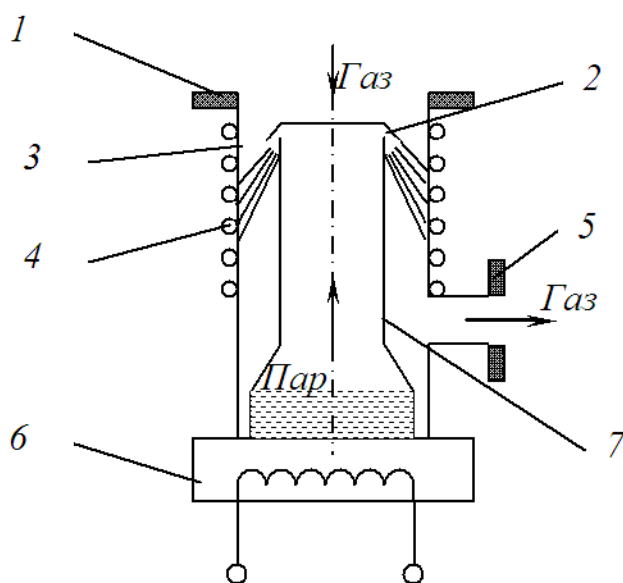


Рис. 3.1 – Схема пароструйной откачки:
1 – входное отверстие; 2 – сопло; 3 – рабочая камера насоса;
4 – охлаждение; 5 – выходной патрубок; 6 – нагреватель; 7 – паропровод

В камере насоса 3 происходит смешение паровой струи, выходящей из сопла 2, и откачиваемого газа. Разделение откачиваемого газа и рабочего пара осуществляется в камере 3 в процессе конденсации рабочего пара на охлажденных поверхностях 4, после чего откачиваемый газ выходит из насоса через выходной патрубок 5, а сконденсировавшийся пар стекает по стенкам холодильника 4 в кипятыльник, где вновь испаряется за счет нагревателя 6 и по паропроводу 7 попадает в рабочее сопло 2, обеспечивая непрерывность процесса откачки.

Взаимодействие откачиваемого газа с паровой струей зависит от степени вакуума. При низком вакууме молекулы, находящиеся в пограничном с паровой струей слое, за счет внутреннего трения увлекают другие слои газа. Такие насосы называют эжекторными. В области высокого вакуума молекулы газа за счет самодиффузии направляются к струе пара. Механизм увлечения газа обусловлен диффузионными процессами. Вследствие разности концентраций газа над паровой струей и в самой струе (очень мала) происходит диффузия газа в струю. Попав в струю, молекулы газа получают импульсы от молекул пара в направлении парового потока и уносятся вместе со струей к стенке корпуса насоса. Пар конденсируется на охлаждаемой стенке, а газ, сжатый в струе до выпускного давления, перетекает вдоль стенки и откачивается насосом предварительного разрежения. Такие насосы называются диффузионными.

В упрощенной модели диффузионного насоса, представленной на рис. 3.2, можно считать, что все молекулы пара начинают свое движение с кольцевого зазора $a-b$, имея постоянную скорость v_p , параллельную оси сопла, и концентрацию n_p . При этом откачиваемый газ имеет начальную концентрацию $n_r(0)$ и давление $p_r(0)$. Молекулы газа

диффундируют в струю пара рабочей жидкости и уносятся в направлении выпускного отверстия. При этом концентрация молекул газа в струе возрастает вдоль оси x и на расстоянии L достигает значения $n_r(L)$.

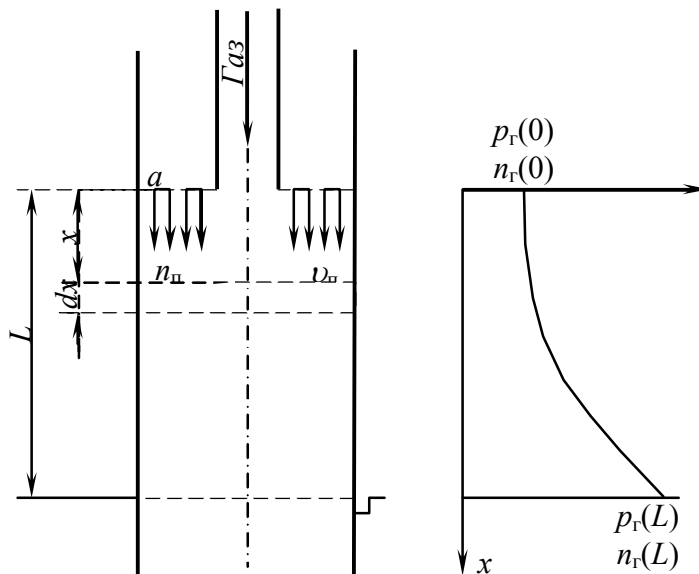


Рис. 3.2 – Упрощенная модель диффузионного насоса

Если достигнут предельный вакуум $p_{пр}$, то число молекул газа, проходящих через произвольное сечение сверху вниз (откачивающее действие струи $Q_{пр}$) и снизу вверх (обратная диффузия $Q_{обр}$), должны быть равны:

$$Q_{пр} = Q_{обр}, \quad (3.1)$$

тогда

$$Q_{пр} = n_r(x) \cdot v_{ш}, \quad (3.2)$$

$$Q_{обр} = D_{гп} \frac{dn_r(x)}{dx}, \quad (3.3)$$

где $D_{гп}$ – коэффициент диффузии газа через струю пара на впускную сторону насоса;
 $\frac{dn_r(x)}{dx}$ – градиент концентрации газа на пути откачки.

Считаем, что газ в струе пара подчиняется уравнению состояния газа

$$\frac{dn_r(x)}{n_r(x)} = \frac{dp_r(x)}{p_r(x)} \quad (3.4)$$

Для случая предельного давления:

$$\begin{aligned} x = 0; & \quad p_r(0) = p_{пр}; \\ x = L; & \quad p_r(L) = p_{вып} \end{aligned} \quad (3.5)$$

получаем:

$$\frac{p_{вып}}{p_{пр}} = \exp\left(\frac{\gamma L}{D_{гп}}\right), \quad (3.6)$$

где $p_{вып}$ – выпускное давление при достижении насосом предельного давления $p_{пр}$.

Уравнение (3.6) позволяет рассчитать предельное давление насоса или коэффициент

сжатия для диффузионного насоса $\frac{p_{вып}}{p_{пр}}$.

Зависимость работы диффузионного насоса от рода газа определяется через константу взаимной диффузии D_0 , связанную с $D_{гп}$ выражением:

$$D_{0гп} = D_{гп} \cdot n \quad (3.7)$$

Константа D_0 для легких газов значительно больше, чем для тяжелых. Поэтому степень сжатия и наибольшее выпускное давление $p_{вып}$ при откачке легких газов будет всегда ниже, чем для тяжелых.

Если рассматривать идеальный случай, когда откачка происходит через щель площадью A , то максимальная быстрота действия насоса будет:

$$S_{н} = \frac{A \cdot \bar{v}_{ар}}{4}, \quad (3.8)$$

где $\bar{v}_{ар}$ – средняя арифметическая скорость молекул газа.

Реальная быстрота откачки будет меньше из-за неполного захвата молекул газа паровой струей. Введем коэффициент χ_0 – вакуум-фактор или коэффициент эффективности диффузионной щели:

$$\chi_0 = \frac{1}{1 + \frac{1}{4} \cdot \frac{\bar{v}_{ар}}{v_{п}}} \quad (3.9)$$

Коэффициент χ_0 зависит от рода газа и мощности подогревателя.

Реальная скорость откачки для диффузионной щели в диапазоне давлений, когда она остается постоянной, будет равна:

$$S_{н} = \frac{A \cdot \bar{v}_{ар}}{4} \chi_0 \quad (3.10)$$

В области давлений, близких к предельному $p_{пр}$, быстрота действия $S_{н}$ диффузионного насоса определяется:

$$S_{н}(p) = \frac{A \cdot \bar{v}_{ар}}{4} \chi_0 \left(1 - \frac{p_{пр}}{p} \right), \quad (3.11)$$

где p – рабочее давление.

3.2 Параметры паромасляных диффузионных насосов

В паромасляных диффузионных насосах используются рабочие жидкости органического происхождения с низким давлением насыщенных паров 10^{-7} – 10^{-9} Па. Эти масла представляют собой смесь фракций с различным давлением насыщенного пара и различной массой. С учетом этого в насосах предусмотрено фракционирование рабочей жидкости за счет многоступенчатой конструкции насоса. На рис. 3.3, а показана схема трехступенчатого насоса, для которого первая ступень является входной, а третья ступень — выходной. Входная ступень определяет предельное остаточное давление и быстроту действия насоса. Плотность струи пара в первой ступени должна быть малой для обеспечения большой скорости диффузии газа в струю. Для выходной ступени, определяющей наибольшее выпускное давление насоса, давление пара рабочей жидкости должно быть возможно большим для получения струи высокой плотности. Фракционирование масла, стекающего в кипятильник по стенке корпуса, осуществляется с помощью лабиринтных колец (рис. 3.3, б). Легкие фракции масла, имеющие низкую температуру кипения, испаряются в наружном кольце лабиринта и поступают в паропровод 3 (см. рис. 3.3, а). Тяжелые фракции, имеющие сравнительно высокую температуру кипения, испаряются во внутреннем кольце лабиринта и направляются в высоковакуумную ступень 1.

Тяжелые фракции имеют низкое давление насыщенного пара и тем самым обеспечивают низкое предельное давление на входе насоса.

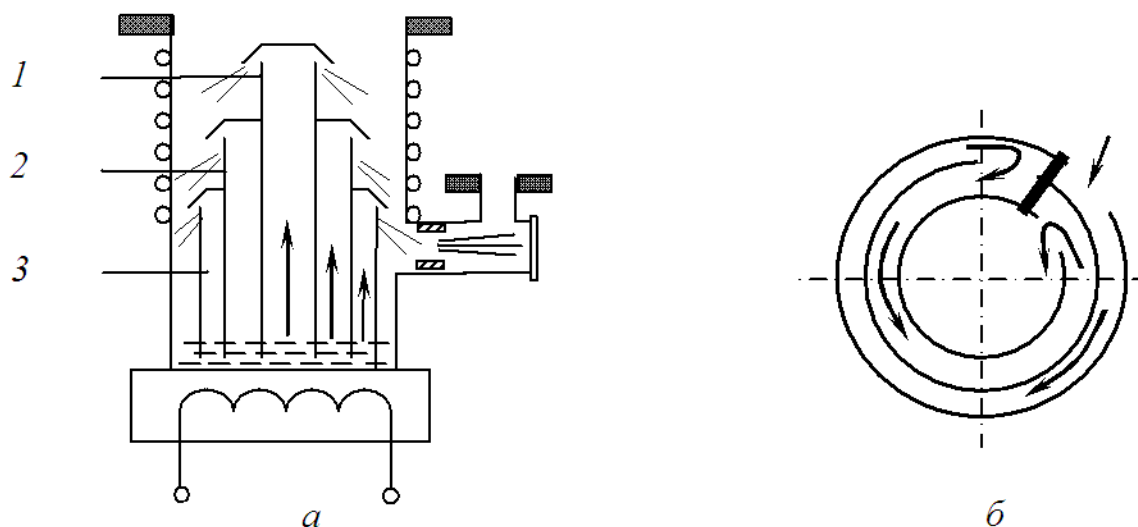


Рис. 3.3 – Трехступенчатый паромасляный диффузионный насос:
 а – расположение паропроводов; б – система фракционирования;
 1, 2, 3 – паропроводы

Основной характеристикой пароструйных насосов является зависимость быстроты действия от давления на входе в насос (рис. 3.4). В средней области рабочих давлений *II* быстрота действия постоянна и равна S_{\max} . При приближении рабочего давления к предельному $p_{\text{пр}}$ (область *I*) она стремится к нулю из-за наличия обратного потока газов и паров из насоса в откачиваемый объем. При низких давлениях количество газа, откачиваемого насосом, $Q_{\text{пр}}$ невелико и соизмеримо с тем количеством газа, которое проникает в откачиваемый объем за счет натекания и газовыделения, $Q_{\text{обр}}$. При увеличении рабочего давления за верхнюю границу молекулярного режима течения (область *III*) быстрота действия уменьшается в связи со снижением скорости диффузии молекул газа в струю пара и при максимальном входном давлении стремится к нулю.

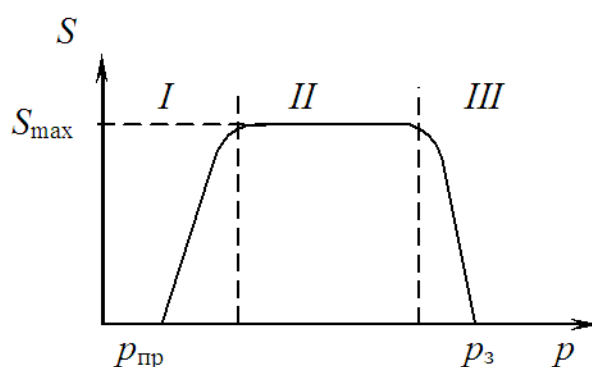


Рис. 3.4 – Зависимость быстроты откачки паромасляного диффузионного насоса от впускного давления

Быстрота откачки зависит от мощности кипятильника, рода газа, температуры газа, рода рабочей жидкости. Мощность кипятильника определяет плотность и скорость струи пара. Механизм увлечения газа струей обусловлен двумя процессами: диффузией газа в струю, зависящей от плотности струи $\rho_{\text{п}}$, и переносом газа струей, зависящей от скорости струи $v_{\text{п}}$. Быстрота действия $S_{\text{н}}$ зависит от совокупности изменения этих параметров. Например, если увеличить $v_{\text{п}}$ при $\rho_{\text{п}} = \text{const}$, $S_{\text{н}}$ увеличивается, а если увеличить $\rho_{\text{п}}$ при

$v_n = \text{const}$, то S_n уменьшается. При увеличении мощности подогрева насоса одновременно возрастают v_n и ρ_n . При этом быстрота действия насоса вначале возрастает за счет увеличения скорости паровой струи v_n , достигает максимального значения при оптимальной мощности, а затем уменьшается из-за сильного увеличения плотности паровой струи ρ_n .

Зависимость быстроты откачки S_n от рода газа описывается соотношением $\frac{S_1}{S_2} = \sqrt{\frac{M_2}{M_1}}$. Однако это соотношение без изменения мощности кипятильника не достигается. Для получения максимальной быстроты откачки по различным газам необходимо установить оптимальный режим подогрева для откачки каждого газа (рис. 3.5).

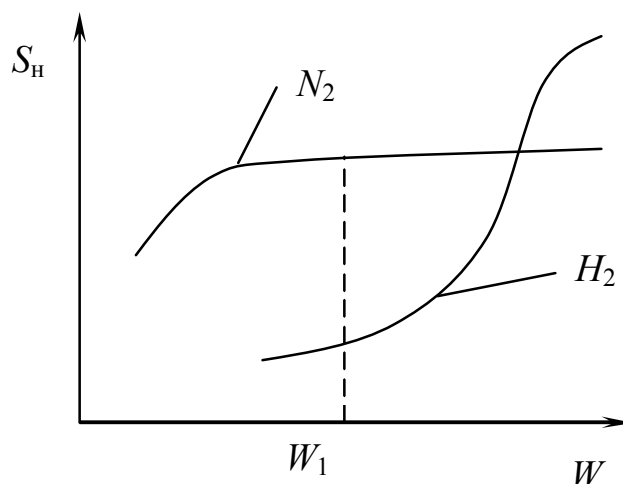


Рис. 3.5 – Зависимость быстроты откачки от мощности кипятильника для разных газов

Например, при постоянной мощности W_1 азот откачивается с максимальной скоростью, а водород — практически не откачивается, что приводит на практике к селективности откачки.

Достоинства паромасляных диффузионных насосов: получение высокого вакуума, простота конструкции, большие скорости откачки.

Недостатки: селективность откачки, наличие паров масел в рабочем объеме и др.

Все паромасляные диффузионные насосы требуют предварительного разряжения и начинают работу с давления $p_3 = (1-10)$ Па. Предельное давление насосов зависит от конструкции насосов, от степени охлаждения корпуса насоса, свойств рабочих жидкостей и т.п. и находится в интервале от 10^{-4} до 10^{-6} Па. При применении азотных ловушек на входе насоса предельное давление можно уменьшить на один-два порядка. Быстрота откачки в рабочем диапазоне давлений от 0,01 до 15 м³/с.

4 ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОГО ВАКУУМА

4.1 Хемосорбционная откачка

Преимущества физико-химических насосов перед механическими и паромасляными заключаются в возможности устранения загрязнения рабочей камеры парами рабочих жидкостей, которые присутствуют в этих насосах. Эти типы насосов подразделяются на испарительные, криосорбционные, ионные и ионно-сорбционные.

Работа испарительных насосов основана на поглощении активных газов на поверхности металлов. Показателем активности газа является теплота адсорбции на данном металле. Наибольшее распространение для хемосорбционной откачки получили следующие

металлы: титан (Ti), цирконий (Zr), тантал (Ta), барий (Ba), молибден (Mo), вольфрам (W). Теплота адсорбции Q_a сильно зависит при малых степенях заполнения поверхности от рода газа. В таблице 4.1 приведены данные для титана, поглощающего все газы, кроме инертных.

Таблица 4.1 – Теплота адсорбции для разных газов на титане

Газ	H ₂	CO	N ₂	O ₂	CO ₂	Ar
Q_a , кДж/моль	19,3	419	356	813	461	8,38

Скорость хемосорбции твердым металлом для единичной площади равна:

$$S_{\text{хим}} = \sqrt{\frac{R}{2\pi}} \cdot \sqrt{\frac{T_r}{M}} \exp\left(\frac{Q_a}{kT}\right), \quad (4.1)$$

где R — универсальная газовая постоянная;

T_r — температура газа;

M — молекулярная масса газа;

T — температура поверхности металла.

Скорость откачки испарительного насоса площадью F будет:

$$S_{\text{исп}} = S_{\text{хим}} \cdot F. \quad (4.2)$$

Для увеличения поверхности металла используются испарение или распыление металла, сопровождающиеся нанесением тонких пленок на электроды или корпус насоса. Возможность непрерывного обновления пленок увеличивает срок службы насоса.

Поглощение газов пленками может носить поверхностный или объемный характер. При поверхностном поглощении количество сорбированного газа прямо пропорционально времени сорбции t . Объемное поглощение происходит за счет диффузии газов в пленку, и количество газа на начальном участке сорбционной кривой пропорционально $\approx \sqrt{t}$. Поверхностный характер сорбции наблюдается при низких температурах, объемный — при высоких температурах. Например, титан поглощает объемно водород при температуре $T > 150$ К, в то время как N₂, O₂, CO и CO₂ начинают поглощаться объемно только при $T > 1000$ К.

Сорбционные характеристики пленок сильно зависят от условий их образования. Пленка, осажденная при низкой температуре, имеет пористую структуру, что приводит к значительному повышению скоростей поглощения газов. Испарительные насосы требуют предварительного разряжения, что необходимо для реализации процессов испарения или распыления.

Испарительные насосы не нашли широкого самостоятельного применения в технике и используются в качестве вспомогательных для улучшения вакуума в установках.

4.2 Криогенная откачка

Криогенная откачка осуществляется за счет конденсации или адсорбции газов и паров на поверхностях твердых тел, охлажденных до очень низких температур.

Принцип криоконденсационной откачки показан на рис. 4.1.

Поверхность твердого тела 1 охлаждается с помощью хладагента 2 до низких температур. Для охлаждения конденсирующей поверхности используются сжиженные газы с низкими температурами кипения T_k : азот ($T_k = 77,3$ К), неон ($T_k = 27,2$ К), водород ($T_k = 20,4$ К), гелий ($T_k = 4,2$ К). Давление насыщенных паров откачиваемых веществ $P_{\text{нас}}$ при температуре криопанели должно быть ниже давления, которое необходимо получить в рабочем объеме.

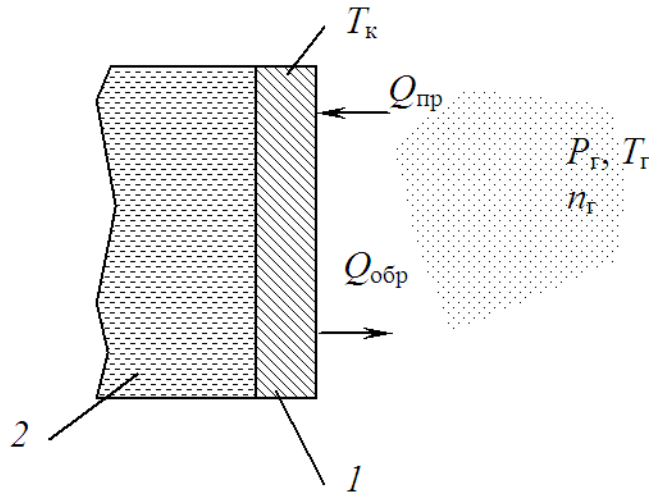


Рис. 4.1 — Схема криоконденсационного насоса:
1 — криопанель; 2 — хладагент

Предельное давление $p_{пр}$, достигаемое при криогенной откачке данного газа, всегда выше, чем давление насыщения этого газа $p_{нас}$ при температуре хладагента T_k . Это объясняется тем, что предельное давление представляет собой равновесное давление между давлением сконденсированного газа на криопанели, имеющей температуру T_k , и давлением газа, находящегося в рабочем объеме при температуре T_r . В этих условиях предельное давление устанавливается при достижении динамического равновесия потоков конденсирующегося $Q_{пр}$ и испаряющегося $Q_{обр}$ газов: $Q_{пр} = Q_{обр}$.

Запишем эти потоки как массовые потоки:

$$Q_{пр} = N_r \cdot m \left[\frac{\text{кг}}{\text{м}^2 \cdot \text{с}} \right], \quad (4.3)$$

где N_r — число молекул газа, соударяющихся с единичной площадью в единицу времени;
 m — масса молекулы газа (масса молекулы азота N_2 будет равна $m = 28 \cdot 1,6 \cdot 10^{-27} = 4,48 \cdot 10^{-26}$ кг)

$$N_r = \frac{1}{4} \cdot n_r \cdot \bar{v}_{ар} = \frac{1}{4} \cdot n_r \sqrt{\frac{8kT_r}{\pi \cdot m}}, \quad (4.4)$$

где $\bar{v}_{ар}$ — средняя арифметическая скорость молекул газа;
 n_r — концентрация газа в единице объема.

В соответствии с молекулярно-кинетической теорией газа:

$$p_r = n_r k T_r \quad \text{или} \quad n_r = \frac{p_r}{k T_r}. \quad (4.5)$$

С учетом (4.4) и (4.5) получаем:

$$Q_{пр} = p_r \sqrt{\frac{m}{2\pi k \cdot T_r}}. \quad (4.6)$$

По аналогии $Q_{обр}$ равно:

$$Q_{обр} = p_{нас} \sqrt{\frac{m}{2\pi k \cdot T_k}}. \quad (4.7)$$

При достижении предельного давления $Q_{пр} = Q_{обр}$:

$$p_{\text{пр}} \sqrt{\frac{m}{2\pi k \cdot T_{\text{г}}}} = p_{\text{нас}} \sqrt{\frac{m}{\pi k \cdot T_{\text{к}}}},$$

отсюда:

$$p_{\text{пр}} = p_{\text{нас}} \sqrt{\frac{T_{\text{г}}}{T_{\text{к}}}}. \quad (4.8)$$

Таким образом, из (5.8) видно, что предельное давление $p_{\text{пр}}$ всегда больше давления насыщенных паров откачиваемого вещества на криопанели $p_{\text{нас}}$.

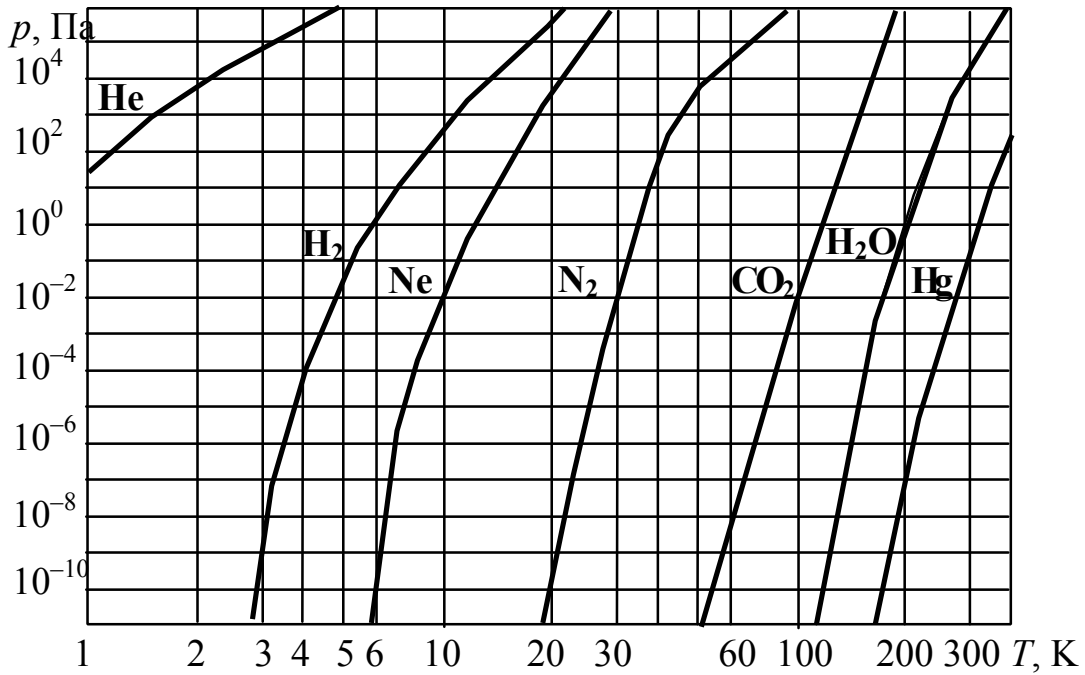


Рис. 4.2 — Зависимости давления насыщенных паров некоторых газов от температуры поверхности криопанели

Из рис. 4.2 видно, что давление насыщенных паров тем меньше, чем ниже температура криопанели. Для получения заданного давления при откачке легких газов требуются более низкие температуры криопанели.

Определим скорость конденсационной откачки как

$$S_{\text{к}} = \frac{Q_{\text{пр}} - Q_{\text{обр}}}{\rho_{\text{г}}},$$

где $\rho_{\text{г}} = m \cdot \frac{p_{\text{г}}}{kT_{\text{г}}}$ — плотность газа, [кг/м³].

Для единичной площади криопанели получаем:

$$S_{\text{к}} = \sqrt{\frac{k \cdot T_{\text{г}}}{2\pi \cdot m}} \left(1 - \frac{p_{\text{нас}} T_{\text{г}}}{T_{\text{к}} \sqrt{\frac{p_{\text{г}}}{p}}} \right) \cdot m \sqrt{\frac{p_{\text{г}}}{p}} \left(\frac{p_{\text{пр}}}{p} \right) \quad (4.9)$$

При $p_{\text{г}} \gg p_{\text{нас}}$ получаем максимальную быстроту действия крионасоса:

$$S_{\text{max}} = \sqrt{\frac{k \cdot T_{\text{г}}}{2\pi \cdot m}}. \quad (4.10)$$

Из уравнения (4.9) следует, что при $p_{\text{г}} = p_{\text{пр}}$ скорость конденсационной откачки равна нулю. Величина S_{max} [м³/(с·м²)] имеет в зависимости от температуры и рода газа следующие значения: при $T_{\text{к}} = 293$ К и 78 К соответственно для N₂ — 118 и 61; O₂ — 110 и 57; Ne — 139

и 72; H_2 — 443 и 228. Однако предельные давления, которые можно получить для легких газов, будут значительно больше, чем для тяжелых газов ($T_k = \text{const}$), т.е. легкие газы откачиваются плохо.

Криоконденсационные насосы требуют предварительного разряжения и используются в сочетании с другими типами насосов.

Криоадсорбционная откачка осуществляется путем адсорбции газов на охлажденных поверхностях — адсорбентах. Количество адсорбированного газа должно составлять значительную часть газа в объеме вакуумной системы, что обычно наблюдается при температурах адсорбирующих поверхностей ниже температуры кипения газа T_k при атмосферном давлении.

Уравнение материального баланса криоадсорбционной откачки можно записать в виде равенства количества газа в адсорбционной и газовой фазах до и после процесса откачки:

$$p_0 v + K_{T_1} p_0 + \int_0^t q_1 dt = p_1 v \frac{T_{K_1} K_{T_2}}{T_{K_2} + K_{T_2} p_1}, \quad (4.11)$$

где p_0 и p_1 — начальное и конечное давления;

$v = V_k/V_a$ — объемная нагрузка насоса;

V_k — объем откачиваемой камеры;

V_a — объем адсорбента в насосе;

q_1 — суммарная производительность газовыделения и натекания на единицу объема адсорбента;

T_{K_1} и T_{K_2} — начальная и конечная температуры адсорбента в насосе, $T_{K_2} < T_{K_1}$;

K_{T_1} и K_{T_2} — коэффициенты адсорбируемости газа соответственно при T_{K_1} и T_{K_2} .

При $q_1 = \text{const}$ имеем:

$$p_1 = \frac{p_0 (v + K_{T_1}) + q_1 t}{v \cdot (T_{K_1} / T_{K_2}) + K_{T_2}}. \quad (4.12)$$

Если обратное газовыделение и натекание $q_1 t$ много меньше $p_0 (v + K_{T_1})$, то:

$$p_1 = \frac{p_0 (v + K_{T_1})}{v \cdot (T_{K_1} / T_{K_2}) + K_{T_2}}. \quad (4.13)$$

Характеристики адсорбентов при поглощении азота приведены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 — Характеристики адсорбентов при поглощении азота

Адсорбент	K_{T_2} (77 К)	K_{T_1} (298 К)	Примечания
Активированный уголь СКТ-2Б	10^8	10^2	
Цеолит СаА-4В	10^8	10^3	алюмосиликаты $\text{RO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, RO — окисел металла (кальция, натрия)
Силикагель	10^7	10^2	твердые кремниевые кислоты — кремнезёмы

Коэффициент адсорбируемости K_{T_2} разных газов на активированном угле при температуре адсорбента 77 К показан в таблице 4.3.

Таблица 4.3 — Коэффициент адсорбируемости K_{T_2} разных газов на угле при $T_k = 77$ К

Газ	He	Ne	H ₂	N ₂	Диапазон рабочих давлений
Параметр					
K_{T2}	2	20	1600	10 ⁸	$p = 10^{-1} \div 10^{-5}$ Па

Подбирая температуру десорбции, можно обеспечить, чтобы $K_{T1} \ll v \ll K_{T2}$, тогда:

$$p_1 \approx p_0 \frac{v}{K_{T2}}. \quad (4.14)$$

Допустим, что к откачиваемому объему параллельно подключено n адсорбционных насосов, для каждого из которых и для всех вместе выполняются условия, указанные для уравнений (4.11—4.14). В этом случае насосы работают последовательно: первый насос откачивает от атмосферного давления до давления p_1 , затем отключается от вакуумной системы и подключается второй насос, который откачивает от p_1 до p_2 , и т.д. При многоступенчатой откачке из n насосов достигается конечное давление:

$$p_n = p_0 \left(\frac{v}{K_{T2}} \right)^n. \quad (4.15)$$

Таким образом, криoadсорбционные насосы могут производить откачку с атмосферного давления до сравнительно низких давлений.

4.3 Ионная откачка

В ионных насосах откачка происходит вследствие перемещения ионизированных молекул газа электрическим полем в направлении пространства предварительного разряжения, где они деионируются и удаляются насосом предварительного разряжения (рис. 4.5.)

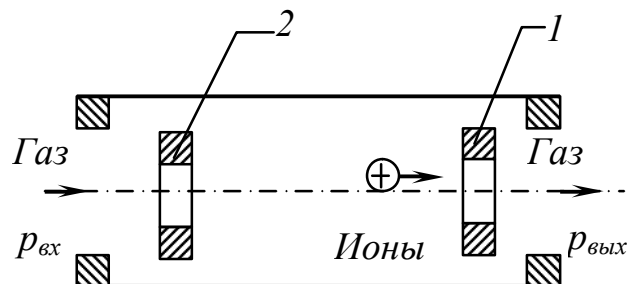


Рис. 4.4 — Схема ионной откачки: 1 — катод; 2 — анод

Насос состоит из корпуса и двух электродов. Катод 1 расположен возле выхода насоса, а анод 2 около впускного патрубка. После откачки газа из системы насосом предварительного разряжения на электроды ионного насоса подается высокое постоянное напряжение. Ионизация молекул газа происходит вследствие их соударений с электронами, перемещающимися от катода к аноду. Положительно заряженные ионы газа под действием электрического поля направляются к катоду. Здесь они отдают свои заряды и превращаются в нейтральные молекулы, которые продолжают движение в область предварительного разряжения (за катод).

Благодаря непрерывному перемещению ионов газа к катоду в пространстве между электродами поддерживается более низкое давление, чем в откачиваемой системе. Поэтому газ из системы непрерывно поступает в трубку и межэлектродную область. Откачка газа

прекращается сразу после гашения газового разряда, т.е. как только снимается напряжение с электродов насоса.

Откачивающее действие такого насоса может быть осуществлено лишь при условии, что количество образующихся ионов будет больше числа молекул газа, диффундирующих в откачиваемую систему из области предварительного разряда.

В таком насосе существует прямой поток откачиваемого газа $Q_{\text{пр}}$, определяемый ионным током I^+ :

$$Q_{\text{пр}} = \frac{kT_{\Gamma} I^+}{q}, \quad (4.16)$$

где q — электрический заряд иона.

Обратный ток нейтральных молекул зависит от проводимости насоса U и разности давлений на входе $p_{\text{вх}}$ и выходе $p_{\text{вых}}$ насоса:

$$Q_{\text{обр}} = U(p_{\text{вых}} - p_{\text{вх}}). \quad (4.17)$$

Эффективная производительность насоса определяется разностью прямого и обратного потоков:

$$Q_{\text{н}} = Q_{\text{пр}} - Q_{\text{обр}} = \frac{kT_{\Gamma} I^+}{q} - U(p_{\text{вых}} - p_{\text{вх}}), \quad (4.18)$$

а быстрота откачки насоса:

$$S_{\text{н}} = \frac{Q_{\text{н}}}{p_{\text{вх}}} = \frac{kT_{\Gamma} I^+}{q \cdot p_{\text{вх}}} - U \left(\frac{p_{\text{вых}}}{p_{\text{вх}}} - 1 \right). \quad (4.19)$$

Из-за трудностей обеспечения эффективной ионизации газа при низких давлениях энергетические затраты на единицу быстроты откачки ионных насосов слишком велики, что препятствует их промышленному применению.

4.4 Ионно-сорбционная откачка

При ионно-сорбционной откачке используют два способа поглощения газа: внедрение ионов в объем твердого тела под действием электрического поля и химическое взаимодействие откачиваемых газов с тонкими пленками активных металлов.

Высокоэнергетические ионы, бомбардируя твердое тело, проникают в него на глубину, достаточную для их растворения. Этот способ удаления газа является разновидностью ионной откачки. На рис. 4.5 показано равновесное распределение концентрации при ионной откачке в объеме неограниченной пластины толщиной $2R$, расположенной внутри вакуумной камеры.

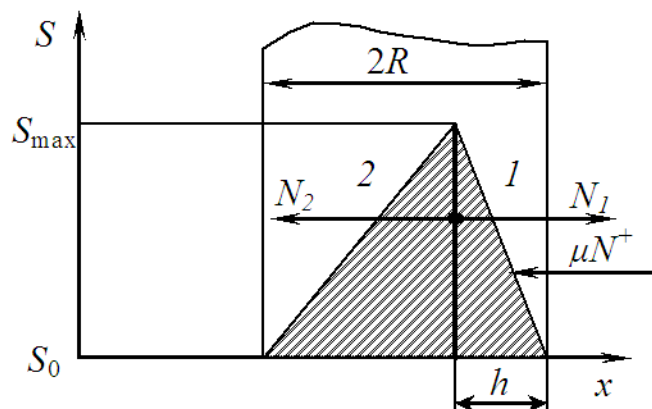


Рис. 4.5 — Распределение концентрации в неограниченной пластине, бомбардируемой высокоэнергетическими ионами

Максимальную удельную геометрическую быстроту ионной откачки можно рассчитать по формуле:

$$S_r = \frac{\mu N^+}{n} = \frac{\mu \cdot j^+}{n q},$$

где N^+ — количество ионов;
 μ — коэффициент внедрения ионов;
 n — молекулярная концентрация газа, [ат/м³];
 j^+ — плотность ионного тока, [А/м²];
 q — заряд иона, [Кл].

$$N^+ = \frac{j^+}{q}$$

Удельная частота бомбардировки $\frac{j^+}{q}$ имеет размерность [ион/м²·с], а удельная быстрота откачки [м³/(м²·с)].

Максимальное значение концентрации растворенного газа при ионной откачке можно определить из условия равновесия потоков:

$$\begin{aligned} \mu \cdot N^+ &= N_1^+ N_2; \\ N_1 &= D \left(\frac{dS}{dx} \right)_1; \quad N_2 = D \left(\frac{dS}{dx} \right)_2, \end{aligned} \quad (4.20)$$

где N^+ — количество ионов;
 N_1 и N_2 — потоки газов соответственно из пластины и вглубь пластины;
 D — коэффициент диффузии молекул газа в твердом теле;
 $\left(\frac{dS}{dx} \right)_1, \left(\frac{dS}{dx} \right)_2$ — градиенты концентраций газов соответственно на первом и втором участках.

Градиенты концентраций определяются следующими соотношениями:

$$\left(\frac{dS}{dx} \right)_1 = \frac{S_{\max} - S_0}{h}; \quad \left(\frac{dS}{dx} \right)_2 = \frac{S_{\max} - S_0}{2R - h},$$

где S_{\max} и S_0 — соответственно максимальная и начальная концентрации поглощенного газа;

$h = CE$ — глубина внедрения ионов (E — ускоряющее напряжение, $C = \text{const}$).

Глубина внедрения h намного меньше толщины пластины $2R$, поэтому N_2 можно пренебречь. Отсюда получаем максимальную концентрацию растворенного газа:

$$S_{\max} = S_0 + \frac{\mu \cdot N^+ h}{D} = S_0 + \frac{\mu \cdot j^+ CE}{q D}. \quad (4.21)$$

За счет внедрения ионов в твердое тело обычно удаляются химически неактивные газы. В качестве пластины для распыления обычно применяют титан. Распыленный титан конденсируется в виде пленок на специальных электродах. На пленках титана хемосорбирует большинство газов из остаточной атмосферы рабочего объема.

Существует два типа ионно-сорбционных насосов: насосы с горячим катодом (термокатодом), в которых титан испаряется за счет бомбардировки, и насосы с холодными электродами, в которых используется явление катодного распыления титана (электроразрядные).

Схема ионно-сорбционного насоса с горячим катодом приведена на рис. 4.6. Насос состоит из термокатода 1, сетчатого анода 2 и корпуса насоса 3 с охлаждением 4. Титановая проволока 5 подается вдоль системы с катушки 6. Такой насос представляет собой своего рода цилиндрический триод, в котором анод имеет положительный потенциал около 1000 В, катод — потенциал около +100 В, а корпус насоса заземляется. Проволока из титана испаряется за счет бомбардировки электронами, которые эмитируются термокатодом. Титан

конденсируется на сетке и на охлаждаемых стенках корпуса насоса. Титан активно поглощает химически активные газы (O_2 , N_2 , CO , CO_2 и др.) в парообразном состоянии и пленками. Электроны из катода ионизируют газы, в том числе и инертные, и образовавшиеся положительные ионы под действием электрического поля движутся к коллектору (корпус насоса), имеющему отрицательный потенциал, и внедряются в его поверхность. Таким образом, газы связываются химически и физически на поверхности и в глубине материала, а также замуровываются непрерывно оседающими парами титана.

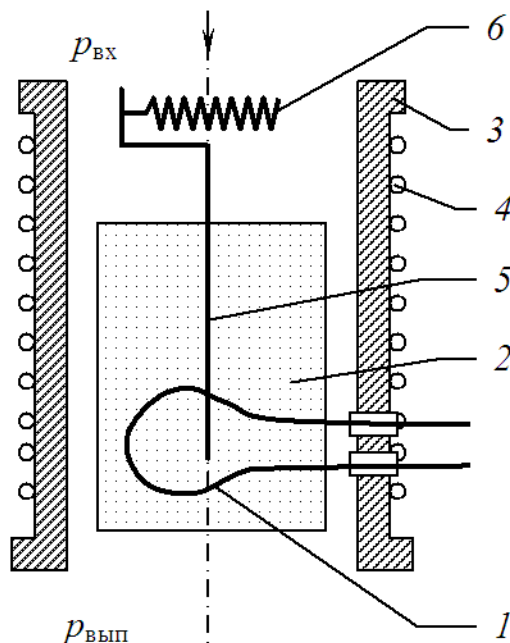


Рис. 4.6 — Схема ионно-сорбционного насоса:
 1 — термокатод; 2 — анод (сетка); 3 — корпус насоса;
 4 — охлаждение; 5 — проволока; 6 — катушка с титановой проволокой

Скорость откачки насоса пропорциональна расходу поглотителя в единицу времени. Например, при испарении титана со скоростью 5 мг/с скорости откачки различных газов будут следующими: по водороду — 3 м³/с; азоту — 2 м³/с; двууглекислому газу — 1 м³/с; воздуху — 0,6 м³/с; аргону — 0,005 м³/с при давлении в объеме порядка 10⁻⁴ Па.

Предварительное разрежение для ионно-сорбционных насосов с накаливаемыми катодами (т.е. давление, при котором насос начинает устойчиво работать) должно быть не больше 10⁻² Па, а предельное давление достигает 10⁻⁶ Па.

Недостатком данных насосов являются: малый срок службы термокатода, селективность откачки.

Электроразрядные насосы с холодными электродами представлены конструкцией магниторазрядного насоса (рис. 4.7). Плоские титановые катоды 1 и анод 2, состоящие из многих прямоугольных или круглых ячеек, образуют электродный блок, который помещается в магнитное поле, создаваемое постоянным магнитом 3. Каждое отверстие в аноде вместе с противоположными участками катодов образует разрядную ячейку насоса.

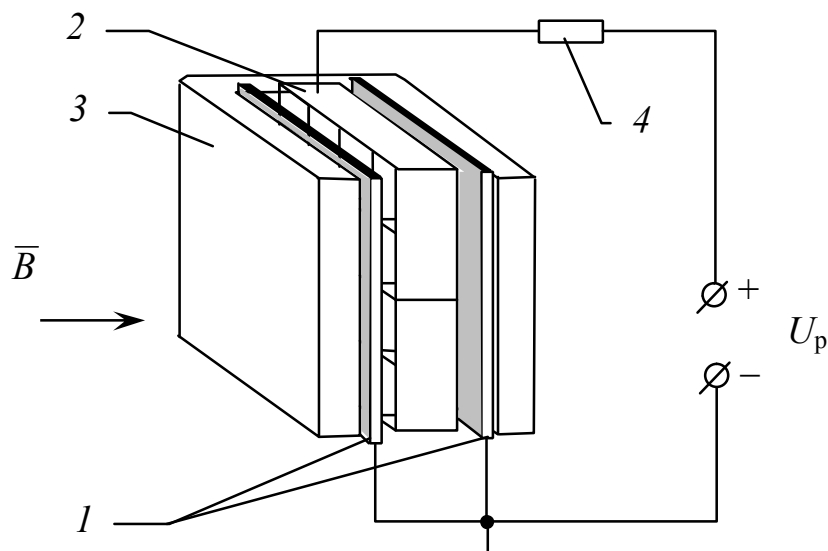


Рис. 4.7 — Принципиальная схема диодного магниторазрядного насоса:
 1 — катоды; 2 — анод; 3 — постоянный магнит; 4 — балластное сопротивление.
 Стрелкой показано направление магнитного поля

При приложении разности потенциалов между электродами разрядного блока, находящегося в вакууме, в ячейках насоса возникает электрический разряд. Для возникновения разряда достаточно случайного присутствия в разрядном промежутке нескольких электронов. Под действием сильного магнитного и электрического полей электроны движутся по спирали вокруг оси разрядной ячейки. На своем пути электроны производят ионизацию газа. Образующиеся положительные ионы, бомбардируя катод, распыляют титан из катодных пластин. Поскольку основная часть распыляемых частиц титана представляет собой электрически нейтральные атомы и молекулы, они осаждаются на все поверхности электродов, но в основном на анод. Активные газы, попадая на непрерывно возобновляемую пленку титана, хемосорбируются ею. Катоды также поглощают газы, но из-за постоянного распыления большей части поверхности вклад катодов в процесс откачки активных газов незначителен.

Таким образом, основным механизмом при откачке активных газов является хемосорбция газов непрерывно напыляемой на аноде пленкой титана. Наряду с этим в магниторазрядных насосах имеет место проникновение ионов в материал катода. Последнее характерно для откачки легких газов — водорода и гелия. Водород легко диффундирует в титане, образуя твердые растворы. Непрерывное поступление ионов водорода на поверхность катодов создает повышенную концентрацию водорода на поверхности, которая приводит к диффузии водорода в глубь катодов. Если в откачиваемом объеме присутствует только водород, поглощение его титановым катодом является основным механизмом откачки, поскольку распыление материала катода в результате бомбардировки его ионами водорода мало и основной механизм откачки магниторазрядных насосов — хемосорбция напыляемой пленкой титана — в значительной степени ослабляется. Если откачивается смесь водорода с более тяжелыми газами, то распыление титана происходит интенсивнее и заметная часть водорода откачивается на других поверхностях насоса.

Откачка тяжелых инертных газов преимущественно осуществляется за счет внедрения ионов в материал катода. Такой механизм, хотя и не создает большой быстроты действия, является основным при откачке инертных газов магниторазрядным насосом.

Поскольку химическая активность различных газов и эффективность распыления титана их ионами различны, быстрота действия магниторазрядных насосов существенно зависит от рода откачиваемого газа. Относительная быстрота действия магниторазрядных насосов по разным газам, выраженная в процентах от быстроты действия по воздуху, представлена в табл. 4.4.

Таблица 4.4 — Относительная быстрота действия диодных магниторазрядных насосов по разным газам

Газ	Быстрота действия, %	Газ	Быстрота действия, %
Водород	250—350	Воздух	100
Метан	300	Азот	100
Аммиак	170	Двуокись углерода	85
Этиловый эфир	135	Кислород	55
Пары воды	130	Гелий	10—20
		Аргон, криптон, неон	1—4

Предельное давление магниторазрядных насосов $10^{-8} \dots 10^{-10}$ Па. Верхний предел рабочих давлений определяется газовыделением из-за перегрева электродов насоса. При давлении более 10^{-3} Па длительная работа насоса возможна лишь при дополнительном охлаждении его электродов. Кратковременная работа насоса при его запуске возможна от давления 1 Па.

Наличие загрязнений на электродах насоса, особенно органических, уменьшает быстроту действия насоса и ухудшает предельное давление, поэтому предварительная откачка этих насосов должна обеспечиваться безмасляными средствами откачки.

5 МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ НИЗКИХ ДАВЛЕНИЙ ГАЗА

5.1 Общие сведения

Наиболее важной характеристикой газовой среды в вакуумной технике является плотность или молекулярная концентрация газа. Эта величина определяет теплоперенос, сорбционно-десорб-ционные процессы, воздействие газа на элементы электронных приборов и другие явления. Однако традиционно состояние газа оценивается давлением. Между давлением газа p и молекулярной концентрацией n существует связь:

$$p \cdot V = n \cdot k \cdot T \quad (5.1)$$

Приборы для измерения давления газа ниже атмосферного называются вакуумметрами. Большинство вакуумметров состоит из двух элементов: манометрического преобразователя сигнала давления в электрический сигнал и измерительного блока.

По принципу действия вакуумметры можно свести в следующие классы:

- 1) жидкостные вакуумметры, непосредственно измеряющие давление;
- 2) компрессионные вакуумметры, действие которых основано на законе изотермического сжатия газа (манометры Мак-Леода);
- 3) деформационные вакуумметры, использующие в качестве чувствительного элемента сильфон, мембрану и т.п.;
- 4) тепловые вакуумметры;
- 5) ионизационные вакуумметры.

По методу измерения вакуумметры могут быть разделены на абсолютные и относительные. Показания абсолютных приборов не зависят от рода газа. В приборах для относительных измерений используют зависимость параметров некоторых физических процессов, протекающих в вакууме, от давления. Они нуждаются в градуировке. Вакуумметры измеряют общее давление газов, присутствующих в вакуумной системе.

К вакуумметрам прямого действия относятся жидкостные, компрессионные и деформационные. Эти приборы перекрывают диапазон от 10^5 до 10^{-1} Па. К вакуумметрам косвенного действия относятся тепловые и ионизационные, которые перекрывают диапазон измеряемых давлений от атмосферного до 10^{-11} Па.

В производственных условиях преимущественно используются вакуумметры косвенного действия, которые практически безинерционны, охватывают широкий диапазон давлений и просты в эксплуатации.

5.2 Тепловые вакуумметры

Тепловые вакуумметры нашли широкое применение в вакуумной технике и охватывают диапазон давлений от атмосферного до 10^{-1} Па. Тепловые вакуумметры состоят из двух элементов: теплового преобразователя и измерительного блока.

Принцип действия тепловых преобразователей основан на зависимости теплопередачи через разреженный газ от давления. Передача теплоты происходит от тонкой металлической нити к баллону, находящемуся при комнатной температуре. Металлическая нить нагревается в вакууме путем пропускания электрического тока.

Если в газовой среде находятся тела, нагретые до разных температур, то при соударениях с ними молекулы газа, находящиеся в хаотическом тепловом движении, приобретают дополнительные скорости, соответствующие температуре тела, а значит, и дополнительную тепловую (кинетическую) энергию. Эти молекулы на своем пути между нагретыми телами претерпевают столкновения с другими молекулами газа, обмениваясь с ними кинетической энергией. Таким образом, в газовой среде наблюдается перенос тепловой энергии молекул газа, т.е. теплопроводность газа.

При низких давлениях, когда средняя длина свободного пути больше среднего расстояния между нагретым телом и стенками преобразователя (баллона), теплопроводность газа определяется плотностью частиц, т.е. пропорциональна давлению (молекулярный режим). При более высоких давлениях, когда длина свободного пути молекул значительно меньше среднего расстояния между нагретым телом и стенками преобразователя, теплопроводность не зависит от давления (вязкостный режим). В области промежуточных давлений передача тепла увеличивается с ростом давления до постоянного значения.

Количество тепла dQ , переносимого в единицу времени через площадку dS в направлении нормали x к этой площадке в сторону убывания температуры, равно:

$$dQ = \alpha \cdot \frac{dT}{dx} dS, \quad (5.2)$$

где $\frac{dT}{dx}$ — градиент температуры в направлении x ;
 α — коэффициент теплопроводности газа.

Согласно кинетической теории газов, при условии, что расстояние между точками соударений молекул определяется в основном их тепловым движением:

$$\alpha = \frac{1}{3} \cdot \bar{v}_{ap} \cdot \bar{\lambda} \cdot \rho \cdot C_v, \quad (5.3)$$

где \bar{v}_{ap} — средняя арифметическая скорость теплового движения молекул газа;

$\bar{\lambda}$ — средняя длина свободного пробега молекул газа;

ρ — плотность газа;

C_v — удельная теплоемкость газа при постоянном объеме.

Механизм переноса тепла в этих условиях соответствует вязкостному режиму. При достаточно высоких давлениях, когда длина свободного пробега молекул газа между точками их соударений определяется только межмолекулярными взаимодействиями, теплопроводность газа, как и его вязкость, не зависит от давления, так как при этом $\rho \sim p$, а

$\lambda \sim \frac{1}{p}$.

Условием независимости теплопроводности газа от его давления будет неравенство

$\lambda \ll x$. При этом количество тепла Q , переносимое в единицу времени между пластинами, определяется:

$$Q = \alpha \cdot F \frac{T_1 - T_2}{x}, \quad (5.4)$$

где F, x — соответственно площади поверхности пластин и расстояние между ними;
 $(T_1 - T_2)$ — разность температур пластин ($T_1 > T_2$).

Если перенос тепла происходит между тонкой проволокой, имеющей радиус r_1 , длину l , и стенкой цилиндрической трубки с радиусом r_2 , по оси которой натянута проволока, независимость теплопроводности от давления будет при условии:

$$\lambda \ll (r_2 - r_1) \text{ и } \lambda \ll r_1,$$

в этом случае:

$$Q = 2\alpha \cdot l \cdot \frac{T_1 - T_2}{\ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)} \quad (5.5)$$

где T_1 — температура проволоки;
 T_2 — температура цилиндрической трубки.

По мере уменьшения давления газа, находящегося между теми же нагретыми до разных температур телами, наступает момент, когда число соударений молекул газа между собой за счет теплового движения становится соизмеримым с числом соударений их с поверхностью нагретого тела. С этого момента теплопроводность газовой среды в какой-то мере начинает зависеть от давления газа. При давлениях же, когда λ становится столь большой величиной, что соударения молекул определяются лишь размерами тел и расстоянием между ними, теплопроводность газа будет пропорциональна давлению газа. Условием прямой пропорциональности между теплопроводностью и давлением газа является неравенство $\lambda \gg x$. При этом:

$$Q = \alpha_m \cdot F (T_1 - T_2), \quad (5.6)$$

где α_m — коэффициент теплопроводности газа для молекулярного режима.

Для нагретой цилиндрической проволоки r_1 и длиной l , при $(r_2 - r_1) \gg r_1$, прямая пропорциональность между теплопроводностью газа и его давлением будет при условии $\lambda \gg r_1$, тогда

$$Q = \alpha_m \cdot (T_1 - T_2) \cdot 2\pi \cdot r_1 \cdot l. \quad (5.7)$$

Коэффициент теплопроводности газа для молекулярного режима $\lambda \gg x$ или $\lambda \gg r_1$

$$\alpha_m = \alpha \cdot p \frac{C_v + 0,5R}{\sqrt{2\pi \cdot R \cdot T_r \cdot M}} \quad (5.8)$$

где α — коэффициент аккомодации;
 C_v — молекулярная теплоемкость газа при постоянном объеме;
 R — универсальная газовая постоянная;
 T_r — температура газа в баллоне.

Коэффициент аккомодации α учитывает то, что в результате соударения молекул газа с поверхностью нагретого тела только часть молекул от общего их числа приобретает энергию, соответствующую температуре этого тела. Этот коэффициент является мерой обмена энергией между молекулами газа и нагретым телом. Значение α может колебаться от 0,2 до 0,95.

Зависимость теплопроводности газа от его давления используется в тепловых вакуумметрах. О теплопроводности газа судят чаще всего по температуре нагреваемой

проволоки, расположенной в газовой среде. Температуру проволоки можно регистрировать по изменению ее электрического сопротивления или путем измерения величины термо-ЭДС, генерируемой термопарой. Эти два метода регистрации температуры проволоки определяют два основных вида вакуумметров, основанных на использовании зависимости теплопроводности газа от величины его давления: вакуумметры сопротивления и термопарные вакуумметры.

Положительным качеством тепловых вакуумметров является их способность измерения полного давления газов и паров, возможность непрерывного наблюдения за изменением давления газа в объеме, возможность вести дистанционные измерения. К недостаткам вакуумметров этой группы следует отнести зависимость их показаний от рода газа (α), нелинейность зависимости показаний прибора от давления, наличие относительно большой тепловой инерции и возможность изменения чувствительности датчика в течение срока его эксплуатации, узкий диапазон измеряемых давлений — (50—10⁻¹) Па.

Простейший датчик — манометрический преобразователь теплового вакуумметра представляет собой трубку радиусом r_2 , по оси которой между вводами натянута тонкая проволока радиусом r_1 и длиной l (рис. 5.1). Через проволоку пропускают ток I_n , за счет которого выделяется количество тепла Q . Температура проволоки устанавливается такая, при которой тепловые потери проволоки за счет теплопроводности газа — $Q_{\text{тепл}}$, излучения поверхности проволоки — $Q_{\text{изл}}$, теплоотвода через металлические выводы — $Q_{\text{мет}}$ конвекции газа — $Q_{\text{конв}}$ равны количеству выделившегося тепла Q , т.е.:

$$Q = Q_{\text{тепл}} + Q_{\text{изл}} + Q_{\text{мет}} + Q_{\text{конв}} \quad (5.9)$$

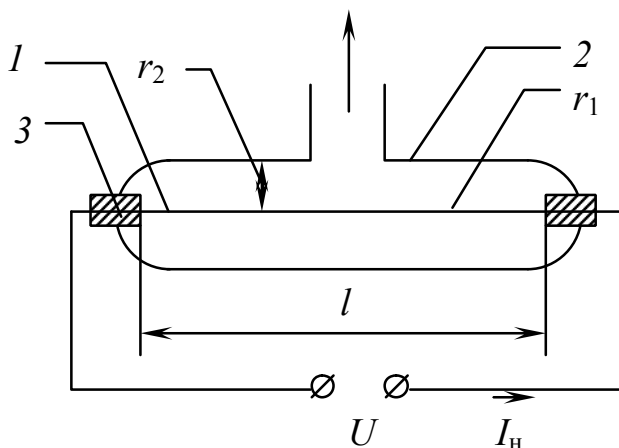


Рис. 5.1 — Схема манометрического преобразователя теплового вакуумметра: 1 — нить накала; 2 — трубка; 3 — металлические вводы

Определим $Q_{\text{тепл}}$, когда $\lambda \gg r_1$. Введем обозначения: $T_1 = T$ — температура проволоки, а температуру T_2 принимаем равной температуре окружающей среды T_0 (температура стенки трубки). Молекулы газа до столкновения с проволокой претерпевают много столкновений со стенкой трубки, благодаря чему молекулы газа приобретают среднюю энергию, соответствующую температуре стенки, т.е. $T_r = T_0$. Поэтому запишем

$$\begin{aligned} Q_{\text{тепл}} &= \alpha p \frac{C_v + 0, \mathcal{R}}{\sqrt{2\pi \cdot R \cdot M}} \pi r_1 l \cdot \frac{(T - T_0)}{\sqrt{T_0}} \\ &= K_r \cdot p \cdot \frac{(T - T_0)}{\sqrt{T_0}} \pi r_1 l, \end{aligned} \quad (5.10)$$

где K_r — коэффициент теплопроводности.
Тепловые потери за счет излучения равны:

$$Q_{\text{изл}} = K_{\text{и}} (T^4 - T_0^4) F, \quad (5.11)$$

где $K_{\text{и}}$ — коэффициент излучения материала нити;
 F — площадь поверхности проволоки.

Количество тепла $Q_{\text{мет}}$, теряемое проволокой за счет теплоотвода через металлические выводы, имеющие температуру, примерно равную температуре внешней среды T_0 , можно определить, если известен удельный тепловой поток q . Величину q для случая, когда температура проволоки по ее длине l убывает линейно от T в середине нити до T_0 на ее концах, можно определить как:

$$q = \alpha_{\text{мет}} \cdot \frac{T - T_0}{l/2}.$$

Для проволоки с двумя выводами

$$Q_{\text{мет}} = 2 \cdot \alpha_{\text{мет}} \cdot \frac{T - T_0}{l/2} \pi r_1^2 \approx 4 \cdot \pi \cdot \alpha_{\text{мет}} \cdot \frac{l r_1^2}{l} (T - T_0), \quad (5.12)$$

где $\alpha_{\text{мет}}$ — коэффициент теплопроводности металла, из которого изготовлена проволока.

Количество тепла, выделяющееся вследствие прохождения тока $I_{\text{н}}$ через проволоку сопротивлением R , радиусом r_1 и длиной l , равно:

$$Q = I_{\text{н}}^2 R = I_{\text{н}}^2 \cdot \rho_{\text{т}} \cdot \frac{l}{\pi \cdot r_1^2} = I_{\text{н}}^2 \cdot \rho_0 \cdot \left[\frac{dT}{T - T_0} \right] \frac{l}{\pi \cdot r_1^2}, \quad (5.13)$$

где $\rho_{\text{т}}$ и ρ_0 — удельные объемные сопротивления проволоки соответственно при температурах T и T_0 ;

a — температурный коэффициент сопротивления (ТКС).

Количество тепла, теряемое за счет конвекции газа $Q_{\text{конв}}$, при давлениях, которые измеряются тепловыми вакуумметрами, мало по сравнению с другими тепловыми потерями, и этими потерями можно пренебречь.

Рассмотрим пределы измерений давлений и чувствительность тепловых вакуумметров. На рис. 5.2 показаны зависимости теплопроводности газа Q и температуры нити T от давления газа. В области высоких давлений газа (область I) теплопроводность и температура нити перестают зависеть от давления газа. Верхний предел измеряемых давлений определяется условием $\lambda \ll r_1, \lambda \ll (r_2 - r_1)$.

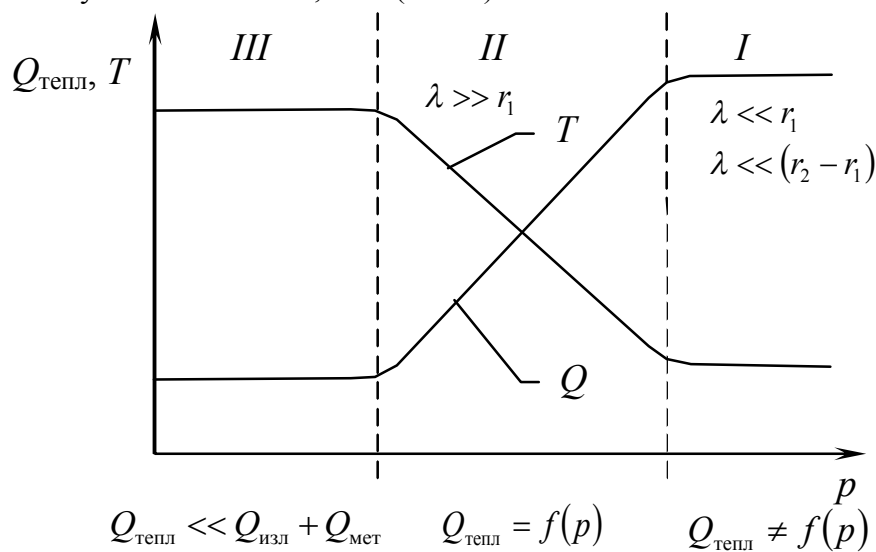


Рис. 5.2 — Зависимости теплопроводности газа $Q_{\text{тепл}}$ и температуры нити T от давления газа

При давлениях, когда $\lambda \gg r_1$, зависимость теплопроводности газа от давления имеет линейный характер и тепловой вакуумметр обладает максимальной чувствительностью (область II). При малых давлениях (область III), когда отвод тепла от проволоки за счет теплопроводности газа становится соизмеримым с тепловыми потерями, т.е. $Q_{\text{тепл}} \leq Q_{\text{изл}} + Q_{\text{мет}}$, температура проволоки будет определяться только величиной тепловых потерь, не зависящих от давления. Отсюда нижний предел измеряемых давлений можно определить из условия:

Используя уравнение (5.11) для $Q_{\text{изл}}$ и уравнение (5.12) для $Q_{\text{мет}}$, получим:

$$p_{\text{min}} = \frac{\sqrt{T_0}}{K_r} \left[K_i \left(\frac{T^4 - T_0^4}{T - T_0} \right) \cdot \alpha \cdot \frac{r_1}{l^2} \right] \quad (5.14)$$

Нижний предел зависит от теплового режима проволоки, ее размеров и коэффициентов K_r , $\alpha_{\text{мет}}$. Для уменьшения p_{min} необходимо использовать длинные проволоки из материала с малой теплопроводностью ($\alpha_{\text{мет}}$). Применение тонких проволок также уменьшает потери к выводам, но увеличивает потери на излучение. Применение длинных тонких проволок с малым $\alpha_{\text{мет}}$ настолько уменьшает $Q_{\text{мет}}$, что величиной этих потерь можно пренебречь по сравнению с потерями на излучение.

Таким образом нижний предел измеряемых давлений будет определяться условием возможности регистрации потерь за счет теплопроводности $Q_{\text{тепл}}$ на фоне потерь за счет

излучения, т.е. отношение $\frac{Q_{\text{тепл}}}{Q_{\text{изл}}}$ должно быть максимально. Доля тепла, теряемая за счет теплопроводности, может быть определена с достаточной точностью, если она имеет порядок хотя бы 10—20% от величины $Q_{\text{изл}}$. В этом случае при $T_0 = 290$ К нижняя граница рабочей области будет определяться давлением порядка 10^{-1} Па.

Верхняя граница рабочей области тепловых вакуумметров определяется тем, что средняя длина пробега молекул становится соизмеримой с радиусом проволоки $\bar{\lambda} \approx r_1$. Если $r_1 = 0,1$ мм, то для воздуха при $T_0 = 290$ К верхняя граница измерения тепловым вакуумметром будет $p_{\text{max}} = 55$ Па. Применение более тонких проволок сдвигает верхнюю границу рабочей области в сторону более высоких давлений. Смещение этой границы в сторону более высоких давлений может быть достигнуто для одной и той же проволоки так же и за счет повышения тока накала.

Чувствительность — это отношение приращения температуры нити к приращению давления, т.е. dT/dp . Для области линейной зависимости $Q_{\text{тепл}}$ от давления чувствительность можно вычислить путем дифференцирования по давлению основного уравнения теплового баланса:

$$Q = Q_{\text{тепл}} + Q_{\text{изл}} + Q_{\text{мет}}$$

Используя формулы (5.10—5.13), после дифференцирования получаем:

$$\frac{dT}{dp} = \frac{KT(T - T_0) \sqrt{T_0}}{\frac{K_r}{\sqrt{T_0}} \cdot p + 4K_i T^3 + 4\pi \cdot \alpha_{\text{мет}} \frac{r_1}{l^2} \cdot \rho_0 a \cdot \frac{1}{\pi^3}} \quad (5.15)$$

Анализ этого уравнения показывает, что чувствительность теплового вакуумметра будет выше, когда ниже температура окружающей среды T_0 , меньше r_1 , больше l , больше удельное объемное сопротивление материала проволоки и ее температурный коэффициент сопротивления (ТКС).

Выпускаемые промышленностью тепловые вакуумметры позволяют измерять давления газа в диапазоне от 100 до 10^{-2} Па.

5.3 Электронные ионизационные вакуумметры

Работа ионизационно-манометрических преобразователей основана на ионизации газа электронами и измерении ионного тока, по величине которого судят о давлении. Ионизация молекул газа производится электронами, эмитируемыми термокатодом и ускоряемыми электрическим полем электрода, на который подается положительный потенциал относительно катода $U_{ке}$.

Если ускоряющее поле сообщает электронам скорость, большую чем скорость, соответствующая потенциалу ионизации U_i данного газа, то при соударении их с молекулами газа произойдет ионизация последних. Образующиеся положительные ионы отводятся из пространства ионизации с помощью электрода, имеющего отрицательный потенциал относительно катода $U_{ки}$. Попадая на этот электрод, ионы создают во внешней цепи ток, который может служить мерой молекулярной концентрации, а значит, и мерой давления газа в пространстве. Ток I_e на положительно заряженный электрод (коллектор электронов) является мерой числа электронов, а ток I_i на отрицательно заряженный электрод (коллектор ионов) — мерой числа положительных ионов, образованных этими электронами. Ионный ток можно охарактеризовать:

$$I_i = K \cdot I_e \cdot p, \quad (5.16)$$

где K — чувствительность манометрического преобразователя.

Значение чувствительности K может быть определено из соотношения:

$$K = \frac{1}{p} \cdot \frac{I_i}{I_e}. \quad (5.17)$$

Если одновременно с измерением величины I_i и I_e измерить каким-либо способом и величину давления p , то при данном давлении p чувствительность будет тем больше, чем

больше будет величина отношения $\frac{I_i}{I_e}$. Если K известно, то давление можно оценить

величиной отношения $\frac{I_i}{I_e}$:

$$p = \frac{1}{K} \cdot \frac{I_i}{I_e}. \quad (5.18)$$

Тогда для данного газа при постоянном I_e величина ионного тока I_i будет мерой его давления p , т.е.

$$I_i = C \cdot p, \quad (5.19)$$

где C — постоянная манометрического преобразователя, характеризующая величину ионного тока на единицу давления.

$$C = K \cdot I_e. \quad (5.20)$$

Тогда

$$p = \frac{1}{C} \cdot I_i. \quad (5.21)$$

Характер зависимости ионного тока от давления при постоянных значениях напряжений на электродах показан на рис. 5.3. Линейный характер сохраняется лишь при малых давлениях газа и малом электронном токе I_e (кривая 1).

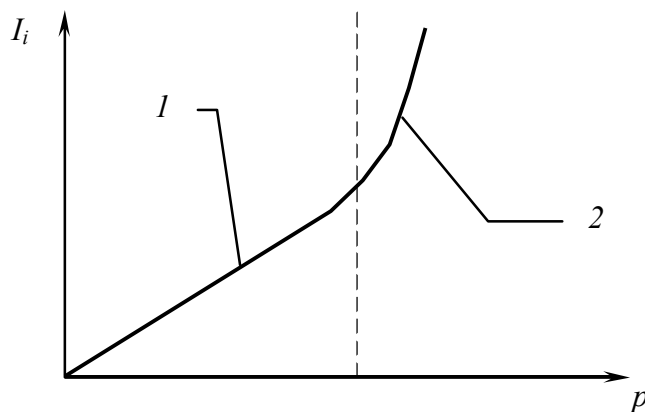


Рис. 5.3 — Зависимость ионного тока от давления газа

При повышенных давлениях газа ($p > 10^{-1}$ Па) и больших I_e величина ионного тока начинает расти быстрее, чем давление (кривая 2). Это объясняется лавинообразным процессом ионизации молекул газа и образованием большого пространственного заряда положительных ионов. Эта область давлений не используется для измерений.

Чувствительность ионизационных вакуумметров зависит от свойств газа, его температуры, электрического режима и геометрии, т.е.

$$K = f(N_i T U_{ке} U_{ки} \Gamma), \quad (5.22)$$

где N_i — удельная ионизация газа;

T — температура газа;

$U_{ке}$ — потенциал коллектора электронов относительно катода;

$U_{ки}$ — потенциал коллектора ионов относительно катода;

Γ — величина, учитывающая влияние геометрии электродов и картину электрического поля между ними.

Удельная ионизация зависит от рода газа. Поэтому вакуумметр должен градуироваться отдельно для каждого газа.

Величина $U_{ке}$ определяет энергию электронов и, следовательно, удельную ионизацию этими электронами молекул газа. Самым выгодным напряжением, ускоряющим электроны, является такое, при котором удельная ионизация газа имеет максимальное значение. Для большинства газов максимум удельной ионизации лежит в пределах 80—220 В. Поэтому $U_{ке} \approx 80—220$ В.

Температура газа меняется за счет его нагрева термокатодом. Она оказывает двойное влияние. При повышении температуры число молекул в единице объема уменьшается и, следовательно, уменьшается I_i , а с другой стороны, при повышении температуры увеличивается вероятность ионизации, вследствие чего I_i возрастает.

Для того чтобы увеличить чувствительность, необходимо максимально увеличить вероятность столкновения электронов с молекулами газа. Это может быть достигнуто при увеличении пути электронов в межэлектродном пространстве за счет увеличения расстояния между электродами или за счет повышения удельной ионизации с помощью электрического поля. Первый путь ограничивается невозможностью изготовления манометрических преобразователей сколь угодно больших размеров. Поэтому увеличение вероятности ионизации достигается удлинением пути электронов на участке ионизации в межэлектродном пространстве за счет соответствующего распределения электрического поля.

Как следует из принципа действия ионизационного преобразователя, он должен иметь три электрода — термокатод, коллектор электронов и коллектор ионов, т.е. это трехэлектродная лампа (рис. 5.4).

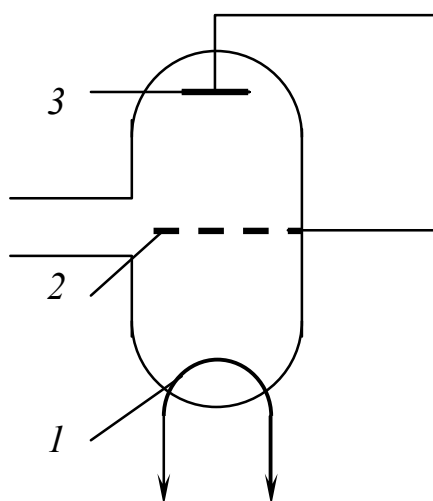


Рис. 5.4 — Схема электронного манометрического преобразователя:
 1 — термокатод; 2 — сетка; 3 — анод

Существуют два способа подачи напряжений на электроды: первый способ — на сетку 2 подается отрицательный потенциал $U_{ки}$, а на анод 3 — положительный потенциал $U_{ке}$; второй способ — на сетку 2 подается положительный потенциал $U_{ке}$, а на анод 3 — отрицательный потенциал $U_{ки}$. Во втором случае распределение электрического поля получается таким, что электроны совершают колебания в межэлектродном пространстве, тем самым увеличивая удельную ионизацию.

Пределы измерения давления зависят от многих факторов. Верхний предел измеряемых давлений определяется возможностью применения горячего (накаленного) катода и сохранения линейной зависимости $I_i = f(p)$. У широко распространенных манометрических преобразователей с катодом из вольфрама он обычно имеет порядок 10^{-1} Па. При этих давлениях еще не наступает резкого снижения срока службы манометрических преобразователей из-за быстрого перегорания катода в результате окисления его кислородом.

Важнейшим фактором, ограничивающим нижний предел давлений, измеряемых ионизационными вакуумметрами, является наличие в цепи коллектора фонового тока $I_{ф}$, не зависящего от давления. Основной частью этого тока является ток фотоэмиссии с коллектора ионов, образующийся вследствие облучения поверхности мягкими рентгеновскими лучами (рис. 5.5). Это рентгеновское излучение возникает при торможении электронов с энергией около 200 эВ на коллекторе электронов. Фотоэлектроны, уходящие с коллектора ионов, создают в его внешней цепи ток того же направления, что и приходящие на него положительные ионы.

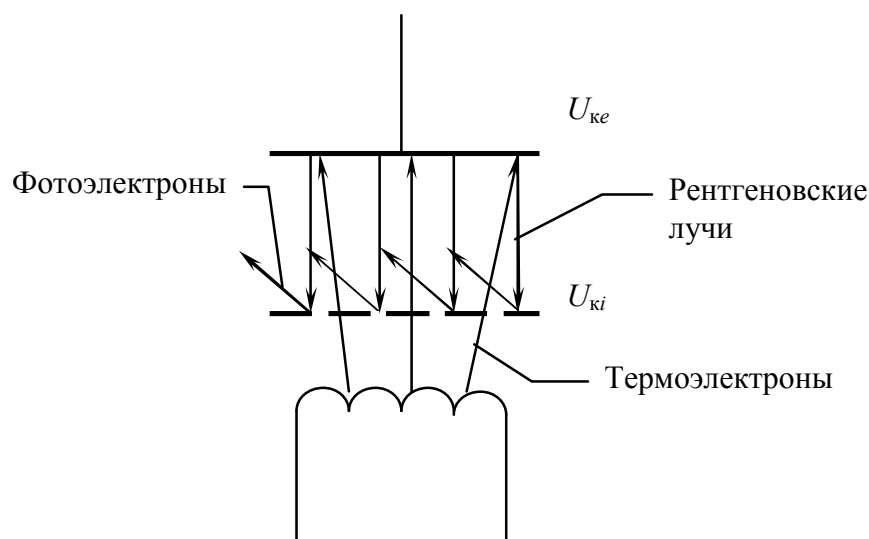


Рис. 5.5 — Схема, поясняющая возникновение фонового тока

Таким образом, ток во внешней цепи коллектора ионов, по которому судят о величине давления, является суммарным:

$$I = I_i + I_{\phi}. \quad (5.23)$$

При относительно больших давлениях, когда $I_i \gg I_{\phi}$, постоянная ошибка за счет фонового тока будет незначительной. При давлениях порядка 10^{-6} Па фоновый ток становится соизмеримым с ионным током. Ошибка за счет фонового тока возрастает настолько, что измерение более низких давлений становится невозможным, если не принять специальных мер к уменьшению I_{ϕ} или увеличению I_i за счет повышения чувствительности манометрического преобразователя. Используются разные меры, связанные как с изменением конструкций манометрических преобразователей, так и с методами их эксплуатации.

В настоящее время удалось добиться сдвига предела измерения низких давлений вплоть до 10^{-13} Па.

Основные недостатки термоэлектронных ионизационных вакуумметров связаны с применением в манометрических преобразователях горячего катода, являющегося источником электронов. Горячий катод разрушается при резком повышении давления и имеет низкий срок службы при относительно высоких давлениях. Кроме того, наличие горячего катода является причиной некоторых ошибок измерения давления, а также ограничивает нижний предел измеряемых давлений (насыщенные пары материала термокатада при 2300°C имеют давление 10^{-8} Па). Ионизационный преобразователь ПМИ-2 имеет линейную зависимость ионного тока в диапазоне давления от 1 до $5 \cdot 10^{-6}$ Па.

5.4 Электронные ионизационные манометрические преобразователи для измерения сверхвысокого вакуума

Как известно, величина фототока пропорциональна току электронов I_e , напряжению на коллекторе электронов $U_{ке}$ и величине площади поверхности коллектора ионов. Величину напряжения, ускоряющего электроны, снижать не представляется возможным, т.к. это вызовет уменьшение электронного тока, обеспечивающего ионизацию газа, и приведет к снижению чувствительности манометрического преобразователя.

Наиболее рациональными мерами, снижающими величину фототока, является уменьшение площади поверхности коллектора ионов. Это может быть осуществлено или путем частичной экранировки, или путем уменьшения площади поверхности до возможно малых размеров.

Наиболее удачным было решение, предложенное Байардом и Альпертом. Они разработали конструкцию манометра со стержневым коллектором ионов, в которой коллектор ионов и термокатод поменялись местами (обращенная конструкция рис. 5.6).

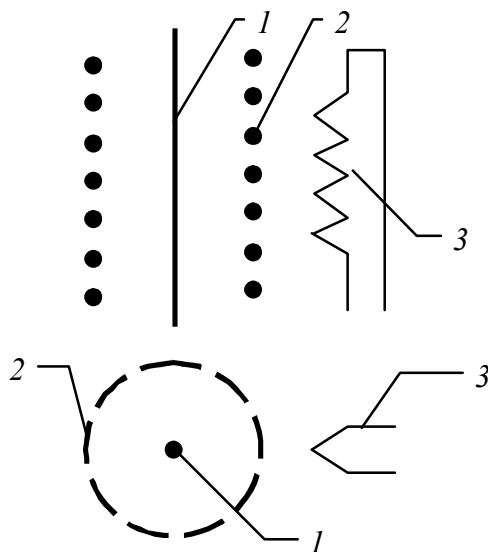


Рис. 5.6 — Схема обращенной конструкции манометра:
 1 — стержневой коллектор ионов; 2 — коллектор электронов; 3 — термокатод

Функцию коллектора ионов выполняет вольфрамовая проволока 1 с минимальной толщиной. Коллектор ионов окружен коллектором электронов 2, выполненным из молибденовой проволоки в виде цилиндрической спиральной сетки. С наружной стороны коллектора электронов расположен прямонакальный катод 3 из вольфрама. Коллектор ионов имеет малую поверхность и перехватывает лишь незначительную часть рентгеновского излучения. Это приводит к резкому снижению величины фототока с поверхности коллектора ионов, что сделало возможным производить измерения ионного тока при понижении давления газа до 10^{-8} — 10^{-9} Па. Наша промышленность выпускает серию электронных ионизационных манометрических преобразователей с осевым коллектором ионов и соответствующий вакуумметр.

5.5 Манометрические преобразователи с повышенной чувствительностью и малой мощностью рентгеновского излучения для измерения низких и сверхнизких давлений

Одним из путей, позволяющим сдвинуть границу измерения в сторону еще более низких давлений, может быть увеличение чувствительности манометра. Для этого необходимо, чтобы электроны проходили в пространстве ионизации по возможности большие расстояния до момента их попадания на коллектор электронов. Тогда вероятность ионизации молекул газа этими электронами значительно возрастает, что приведет к увеличению чувствительности манометра. Увеличение чувствительности в этом случае не сопровождается ростом тока фотоэмиссии коллектора ионов под действием рентгеновского излучения, т.к. представляется возможным снизить величину тока эмиссии катода на несколько порядков.

Наиболее простым способом увеличения длины пути электронов в пространстве ионизации является использование магнитного поля, воздействующего на электроны. Таким образом, дальнейшее расширение диапазона измеряемых давлений в области сверхвысокого вакуума возможно лишь при условии отказа от классической конструкции триода и создания новой, позволяющей осуществить колебания электронов в скрещенных электрических и магнитных полях (рис. 5.7). Коллектор электронов представляет собой полый цилиндр 1. На

экран 3 подается отрицательный потенциал, составляющий ~22 % от величины потенциала коллектора ионов 2. Магнитное поле, направленное вдоль оси коллектора, закручивает электроны, эмитированные термокатодом 4 таким образом, что они не сразу попадают на коллектор электронов. Кроме того, электроны совершают колебательные движения между коллектором ионов 2 и экраном 3. При этом сильно возрастает плотность электронов в межэлектродном пространстве, следствием чего является возрастание вероятности ионизации газа (возрастает ток ионов на несколько порядков).

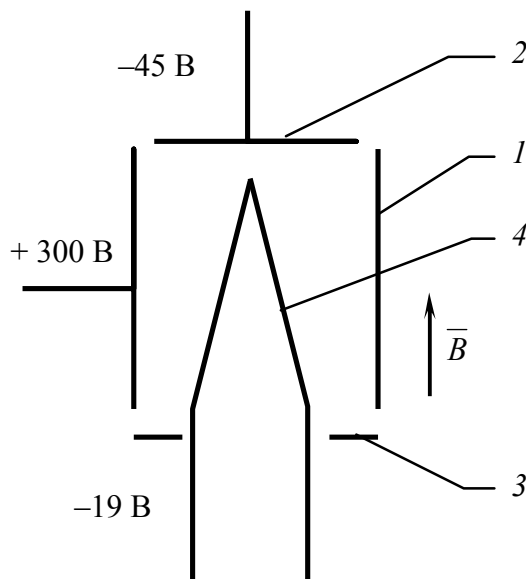


Рис. 5.7 — Схема манометрического преобразователя с повышенной чувствительностью для измерения низких давлений

В области низких давлений наблюдается линейная зависимость $I_{ик}$ от давления, а в области больших давлений ионный ток имеет тенденцию к насыщению. Последнее, очевидно, связано с тем, что при относительно больших давлениях манометрический преобразователь такого типа переходит в режим работы с ограничением тока объемным зарядом. Нижний предел измеряемых давлений определяется величиной 10^{-12} Па. Недостатком таких систем является наличие термокатода.

За счет подбора конструкции электродов и величины магнитного поля можно настолько повысить вероятность ионизации газа, что в манометре, и при отсутствии термокатода, можно поддерживать разряд даже при низких давлениях газа. Разряд возникает и поддерживается в виде самостоятельного тлеющего разряда между холодными электродами. Простейший манометр представляет собой разрядную трубку и мерой давления является величина разрядного тока (рис. 5.8).

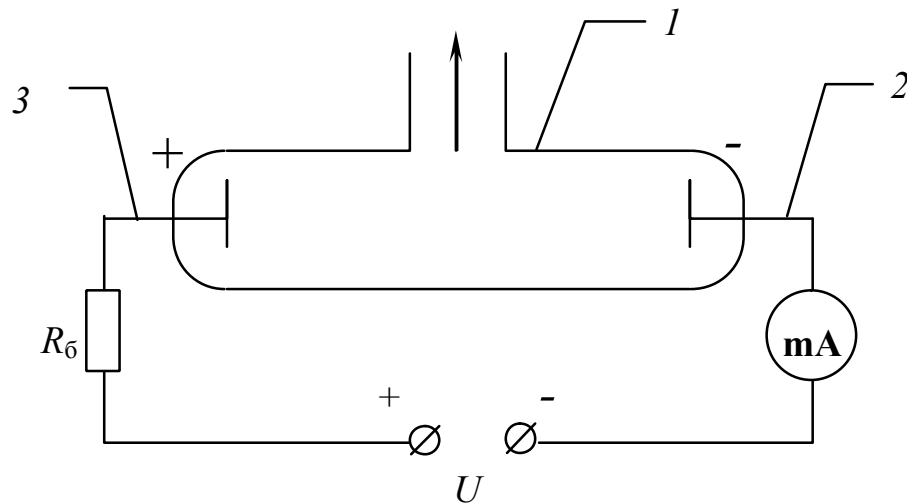


Рис. 5.8 — Схема электроразрядного манометра:
 1 — разрядная трубка; 2 — катод; 3 — анод

При пониженных давлениях газа в трубке 1 и при подаче напряжения на электроды возникает самостоятельный тлеющий разряд между холодными электродами 2 и 3. Для ограничения разрядного тока в цепь анода включено балластное сопротивление R_6 . В отсутствие магнитного поля для установления самостоятельного тлеющего разряда требуется подавать на электроды очень большие напряжения, причем тем больше, чем ниже давление газа.

Применение таких манометров на практике возможно для измерения давлений не ниже 10^{-1} Па. При более низких давлениях для установления самостоятельного тлеющего разряда потребовались бы настолько большие напряжения, что измерить разрядный ток на фоне тока утечки через изоляцию электродов стало бы невозможным.

Существенно облегчаются условия возникновения и поддержания тлеющего разряда, если систему электродов поместить в магнитное поле. В этом случае на каждый электрон, находящийся в скрещенных электрических и магнитных полях, будет действовать сила Лоренца:

$$\vec{F} = -e\vec{E} - e[\vec{v} \times \vec{B}], \quad (5.24)$$

где $\vec{F}_1 = -e\vec{E}$ — сила, действующая на электрон со стороны электрического поля;
 $\vec{F}_2 = -e[\vec{v} \times \vec{B}]$ — сила, действующая на электрон со стороны магнитного поля.

Сила \vec{F}_1 заставляет электрон двигаться по прямой вдоль силовых линий электрического поля. Сила \vec{F}_2 действует лишь на те электроны, вектор скорости \vec{v} которых составляет какой-то угол с вектором \vec{B} . Эта сила заставляет электроны перемещаться по траекториям, представляющим окружности радиуса r :

$$r = \frac{m v}{e B}. \quad (5.25)$$

Так как на электрон одновременно воздействуют две силы \vec{F}_1 и \vec{F}_2 , то его траектория представляет винтовую линию, радиус и шаг которой зависят от соотношения E и B . Электрон, находящийся в скрещенных электрических и магнитных полях, проходит расстояние между электродами по пути несравнимо более длинному, чем в случае воздействия на него лишь одного электрического поля, вследствие чего вероятность ионизации газовых молекул значительно возрастает. Увеличение числа соударений электрона с молекулами газа можно рассматривать и как явление, эквивалентное увеличению плотности газа и, следовательно, его давлению.

При прочих равных условиях зажигание разряда будет происходить при меньших напряжениях, а разрядный ток возрастает настолько, что позволяет осуществить определение по нему значительно более низких давлений.

Существенного увеличения длины пути электронов между электродами можно достигнуть, изменяя конструкцию электродов. Рассмотрим расположение электродов, предложенное Пеннингом (рис. 5.9).

Манометр имеет два плоскопараллельных катода *1* и полый анод *2* в виде петли (рамки, цилиндра). Разряд поддерживается между анодом и катодами, соединенными электрически и расположенными по обе стороны от анода. Постоянные магниты *3* создают равномерное магнитное поле, параллельное оси системы, которое препятствует немедленному уходу на анод электронов.

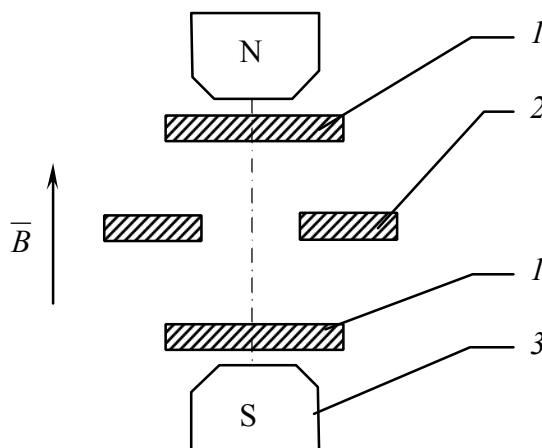


Рис. 5.9 — Магнитоэлектронный манометр Пеннинга:
1 — катод; *2* — анод; *3* — магниты

Из-за большой длины пути электрона сильно повышается вероятность ионизации даже при низких давлениях газа. Образующиеся в результате ионизации молекул электроны движутся, как и первичные электроны, тоже по спиральным траекториям и, в конце концов, после совершения актов ионизации, попадают на анод. Вторичные электроны, выбиваемые из катода положительными ионами, также участвуют в поддержании разряда. Таким образом, благодаря магнитному полю и специальной конструкции электродов тлеющий разряд поддерживается даже тогда, когда средняя длина свободного пути электронов в газе во много раз превышает расстояние между анодом и катодом, что позволяет измерять низкие и сверхнизкие давления газа.

Основным фактором, ограничивающим нижний предел измеряемых давлений, является трудность возникновения самостоятельного тлеющего разряда и его неустойчивость при сильном разрядении газа.

Фототок катода, возникающий под действием рентгеновского излучения анода, в этом типе манометрических преобразователей не является фактором, ограничивающим нижний предел: электрический ток здесь пропорционален давлению и при его уменьшении снижается также и фототок катода. Фоновыми токами, ограничивающими нижний предел, являются токи утечки и автоэлектронная эмиссия катода. Данный вид вакуумметров позволяет измерять давления до 10^{-11} Па.

Верхний предел измеряемых давлений определяется тем, что при повышении давления наступает момент, когда разрядный ток перестает зависеть от давления и определяется только величиной внешнего сопротивления цепи, по сравнению с которым сопротивление разрядного промежутка становится чрезвычайно малым.

По сравнению с термоэлектронными ионизационными вакуумметрами рассматриваемый тип вакуумметров имеет меньшую точность измерения в силу нелинейности зависимости разрядного тока от давления. Внутренние поверхности

запыляются материалом катода за счет катодного распыления. Поэтому такие вакуумметры нуждаются в периодической чистке.

Существенным недостатком является сильное откачивающее действие за счет электрического поглощения газов. Поэтому блок электродов и магнит следует помещать непосредственно в пространство, в котором измеряется давление газа.

Несмотря на отмеченные недостатки, магнитные электроразрядные вакуумметры находят всё большее применение в силу главного своего достоинства — простоты конструкции и отсутствия горячего катода. Последнее приводит к тому, что данные вакуумметры не критичны к попаданию воздуха в камеру, могут быть включены при любом давлении.

Эти вакуумметры не чувствительны к механическим сотрясениям и просты в обращении. Как все — они регистрируют полное давление газов и паров. Промышленностью выпускается несколько типов магниторазрядных вакуумметров.

6 ПРАКТИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ВЫБОРУ ВАКУУМНЫХ УСТАНОВОК ДЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ЦЕЛЕЙ

Различают вакуумные системы для получения низкого, среднего, высокого и сверхвысокого вакуума. В технологических установках при производстве интегральных микросхем, в основном, требуется высокий вакуум 10^{-3} — 10^{-5} Па. Традиционно такие системы создают с помощью высоковакуумных насосов и насосов предварительного разряжения (форвакуумный насос). Рассмотрим вакуумную систему, в которой в качестве высоковакуумных насосов используются паромасляные диффузионные насосы, а в качестве насосов предварительного разряжения — механические масляные вращательные насосы (рис. 6.1).

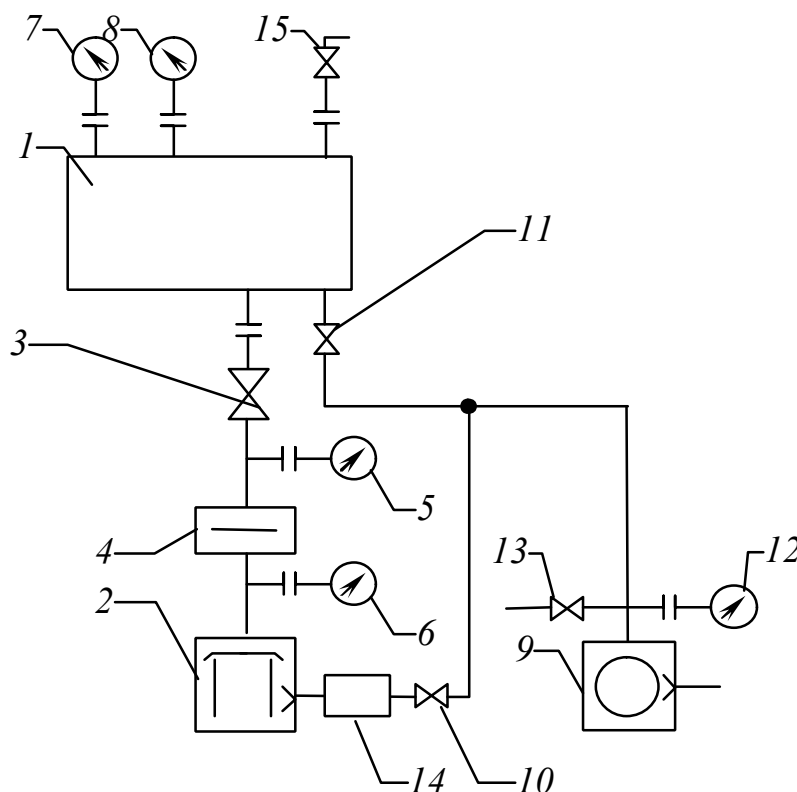


Рис. 6.1 — Схема вакуумной установки:

1 — рабочий объем; 2 — высоковакуумный насос; 3 — затвор; 4 — ловушка; 5—8 и 12 — манометр; 9 — форвакуумный насос; 10, 11, 13, 15 — вентили; 14 — форбаллон

В рабочем объеме 1 высокий вакуум создаётся насосом 2, который подсоединяется к объему через вентиль 3 (вакуумный затвор) и ловушку 4. Ловушка чаще всего охлаждается азотом и снижает обратный поток паров рабочей жидкости (масла) из высоковакуумного насоса в откачиваемый объем 1. Манометры 5, 6 измеряют давления до и после ловушки. Закрывая затвор 3, можно проверить эффективность работы ловушки по манометру 5 и работоспособность насоса по манометру 7. Манометры 7, 8 измеряют давление в вакуумной камере в процессе откачки, а при отключенных насосах позволяют замерить скорость натекания и газовыделения. Насос 9 обеспечивает получение предварительного разряжения и подключается к высоковакуумному насосу 2 через вентиль 10. Работоспособность вращательного насоса 9 может быть проверена при закрытых клапанах 10 и 11 по показаниям термоманометра 12. Клапан 13 применяется для напуска атмосферного воздуха в механический насос во время его остановки, чтобы предотвратить попадание рабочей жидкости форвакуумного насоса в высоковакуумный насос.

В типовой вакуумной системе предусмотрены две линии откачки: основная — для получения высокого вакуума в технологическом объеме и вспомогательная — для предварительной откачки перед включением основной линии. Основная линия откачки: рабочий объем 1 — открытый затвор 3 — ловушка 4 — высоковакуумный насос 2 — форбаллон 14 — открытый вентиль 10 — форвакуумный насос 9 (вентиль 11 — закрыт). После проведения технологического процесса необходимо произвести напуск атмосферы в рабочий объем 1 через натекатель 15. С этой целью предварительно необходимо отключить вакуумную систему от технологического объема, перекрыв затвор 3.

После загрузки рабочего объема в нем необходимо создать предварительное разряжение, что делается с помощью вспомогательной линии. С этой целью закрываем натекатель 15 и вентиль 10, а вентиль 11 открываем. Вспомогательная линия откачки: рабочий объем 1 — открытый вентиль 11 — форвакуумный насос 9. На момент работы вспомогательной линии функцию форвакуумного насоса для высоковакуумного насоса выполняет форбаллон 14. По вспомогательной линии рабочий объем откачивается до давления, достаточного для запуска высоковакуумного насоса. При достижении этого давления необходимо последовательно закрыть вентиль 11, открыть вентиль 10, а затем открыть затвор 3 и продолжать откачивать объем по основной линии откачки.

Основными недостатками этой вакуумной системы являются высокое предельное давление (выше 10^{-5} Па), загрязнение откачиваемой камеры парами рабочей жидкости насосов и др. Для снижения предельного давления и уменьшения загрязненности парами масел рабочую камеру можно предварительно прогреть до 400—450 °С и установить дополнительные ловушки. Эксплуатация вакуумной системы с двумя азотными ловушками позволяет получать вакуум порядка 10^{-8} Па. Применение сорбционных ловушек и паромасляных насосов также позволяет снижать предельное давление до 10^{-8} — 10^{-9} Па. Параметры системы улучшаются с применением специальных сортов масел с низкой упругостью паров (10^{-8} — 10^{-9} Па).

В комбинированной системе откачки получение сверхвысокого вакуума осуществляется с помощью сорбционных, паромасляных и вращательных насосов. Возможность загрязнения остается.

В производстве интегральных микросхем иногда требуются условия в рабочей камере, абсолютно исключаящие наличие паров масел. С этой целью создаются безмасляные вакуумные системы. Например, с помощью трех насосов: высоковакуумный насос — магниторазрядный и два адсорбционных насоса. Запуск и обезгаживание магниторазрядного насоса производится с помощью двух последовательно работающих адсорбционных насосов. Один из них откачивает атмосферный воздух из рабочего объема и вакуумной системы, а второй — поглощает газы, выделяющиеся во время прогрева сверхвысоковакуумной системы и тренировки магниторазрядного насоса. Можно создать вакуумную установку с турбомолекулярным насосом, а в качестве насоса предварительного разряжения использовать механический насос с ловушкой.

7 ТЕРМИЧЕСКОЕ ИСПАРЕНИЕ В ВАКУУМЕ

7.1 Формирование молекулярного потока

Для формирования молекулярного потока условия в пролетном пространстве между испарителем и подложкой должны быть такими, чтобы молекулы испаренного вещества без столкновений с молекулами остаточных газов достигали подложки. Если столкновения часты, то будет мала скорость осаждения пленок, велико подпыление (рис. 7.1, а). Направленное движение молекул вещества к подложке может быть создано за счет достаточно высокого вакуума и путем соответствующей конфигурации испарителей (рис. 7.1, б). Для определения условий существования молекулярного потока удобнее характеризовать степень вакуума не давлением остаточных газов p_2 , а средней длиной свободного пробега молекул $\bar{\lambda}$

$$\bar{\lambda} = \frac{kT_2}{p_2 \pi \sigma^2 \sqrt{2}},$$

где k — постоянная Больцмана;
 T_2 — температура газа;
 p_2 — давление газа;
 σ — диаметр молекул испаряемого вещества.

Уже при давлении $p_2 = 10^{-2}$ Па средняя длина свободного пробега составляет 50 см, что превышает реальное расстояние h от испарителя до подложки (обычно не более 20 см).

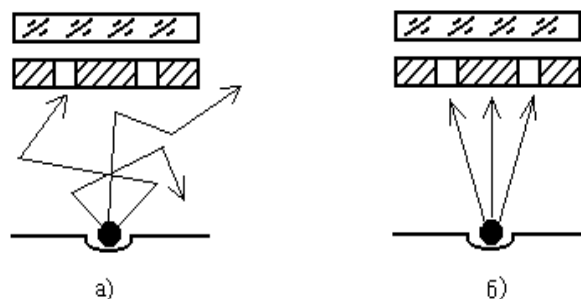


Рис. 7.1 — Осаждение пленок в условиях низкого (а) и высокого (б) вакуума

Таким образом, для создания прямолинейных траекторий движения молекул вещества в пространстве между испарителем и подложкой необходимо давление остаточного газа порядка 10^{-2} — 10^{-3} Па.

7.2 Испарение вещества

Переход твердых тел или жидкостей в газообразное состояние называется испарением и может быть рассмотрен на основе положений термодинамики и кинетической теории газа. Особое значение имеет условие термодинамического равновесия, при котором два состояния вещества, например конденсированная фаза (жидкость, твердое вещество) и ее пар, существуют при одной и той же температуре в контакте друг с другом без каких-либо изменений во времени. Это означает, что количество испаренного вещества должно быть равно количеству сконденсированного вещества за все время, пока поддерживается равновесие (состояние насыщения). При этих условиях твердые тела и жидкости характеризуются определенным давлением насыщенных паров P_s , которое зависит только от

температуры для данного вещества. На первый взгляд может показаться, что равновесное давление пара не имеет непосредственного отношения к процессу вакуумного испарения, поскольку последний заключается в переходе вещества из одного состояния в другое. Тем не менее теория и экспериментальные данные показывают, что скорости испарения не могут превышать некоторого предела, пропорционального равновесному давлению пара. Следовательно, давление P_s над поверхностью твердого или жидкого тела является важной величиной, позволяющей определить способность вещества к испарению и температуры, при которых достижимы необходимые скорости испарения. Из условия равновесия пар-твердое тело, пар-жидкость путем решения уравнений термодинамики получена зависимость давления насыщенного пара от температуры испарения T_u

$$\lg p_s = A - \frac{B}{T_u}, \quad (7.1)$$

где P_s — давление насыщенного пара, Па;

Таким образом, чем выше температура, тем больше давление насыщенного пара и больше скорость испарения. Температуру вещества, при которой давление насыщенного пара $P_s = 1,33$ Па, называют условной температурой испарения. Для некоторых веществ условная температура испарения ниже температуры плавления, т.е. эти вещества достаточно интенсивно испаряются из твердого состояния (возгонка или сублимация).

Применение кинетической теории газов для интерпретации явления испарения позволяет создать теорию процесса испарения. Количественные оценки скорости испарения, с которой вещество из конденсированной фазы переходит в газообразную, связаны с именами Герца, Кнудсена, Ленгмюра.

Скорость испарения определяется числом молекул, уходящих из исходного вещества в единицу времени. Число молекул, обладающих скоростями, достаточными для ухода их в паровое пространство, можно определить из максвелловского распределения, которое показывает, какая доля молекул от всего количества молекул обладает скоростями, лежащими между v и $v+dv$. Для компоненты скорости v_x , перпендикулярной к границе раздела, имеем

$$dn = n \sqrt{\frac{m}{2\pi k T_u}} \exp\left(-\frac{mv_x^2}{2k T_u}\right) v_x dv_x, \quad (7.2)$$

где n — число молекул в единице объема исходного вещества, м^{-3} ;

m — масса молекулы, кг;

k — постоянная Больцмана, Дж/град.;

T_u — температура, до которой нагрето вещество, К.

Скорость испарения будут определять все молекулы, компонента скорости которых, перпендикулярная к границе раздела, превышает некоторую v_{np} . Они покинут поверхность и перейдут в газовую фазу

$$N_u = n \sqrt{\frac{m}{2\pi k T}} \int_{v_{np}}^{\infty} \exp\left(-\frac{mv_x^2}{2k T}\right) v_x dv_x = n \sqrt{\frac{k T_u}{2\pi m}} \exp\left(-\frac{mv_{np}^2}{2k T}\right), \quad (7.3)$$

где N_u — число молекул, испаренных с единицы площади в единицу времени, $\text{м}^{-2}\text{с}^{-1}$.

При рассмотрении процесса испарения можно воспользоваться условием термодинамического равновесия, при котором количество испаренных из исходного вещества молекул равно количеству вновь сконденсированных молекул из парового пространства. Однако конденсироваться могут молекулы с нулевой скоростью. Тогда после интегрирования выражения (7.3) получим

$$N_k = n_{\text{пара}} \sqrt{\frac{k T_u}{2\pi m}}.$$

Воспользуемся уравнением состояния идеального газа

$$p_z = nk T_z, \quad (7.4)$$

где p_g – давление газа, Па;
 n — число молекул газа в единице объема, м⁻³;
 T_g – температура газа, К.

Для пространства, занятого паром, уравнение (7.4) можно записать

$$p_s V = n_{\text{пара}} k T_u.$$

Отсюда для единичного объема

$$n_{\text{пара}} = \frac{p_s}{k T_u}, \quad (7.5)$$

где T_u – температура, до которой нагрето испаряемое вещество.

С учетом (7.5) количество испарившихся молекул будет

$$N_u = N_k = \frac{p_s}{\sqrt{2\pi m k T_u}}. \quad (7.6)$$

Скорость испарения, т.е. количество вещества, покидающее единицу поверхности испарителя в единицу времени, определяется

$$W_u = m N_u = p_s \sqrt{\frac{m}{2\pi k T_u}}, \text{ кг/м}^2\text{с}. \quad (7.7)$$

7.3 Скорость конденсации

Количество вещества, достигающее поверхности подложки, будет зависеть от конфигурации испарителя и подложки. Рассмотрим малую сферу ds_1 , испаряющую вещество с одинаковой скоростью в количестве Q во всех направлениях. Такой испаритель будем называть точечным источником. Для молекулярного потока испарение вещества из точечного источника в телесный угол $d\omega$ в направлении r (рис.7.2) аналогично распространению лучистой энергии и описывается известными оптическими соотношениями. Поток испаренного вещества, приходящийся на единицу телесного угла, есть

$$dQ_1 = \frac{Q}{4\pi}, \quad (7.8)$$

где Q — общее количество вещества, испаренного с испарителя ds_1 за время t , кг.

Величина Q связана со скоростью испарения следующим соотношением

$$Q = W_u ds_1 t. \quad (7.9)$$

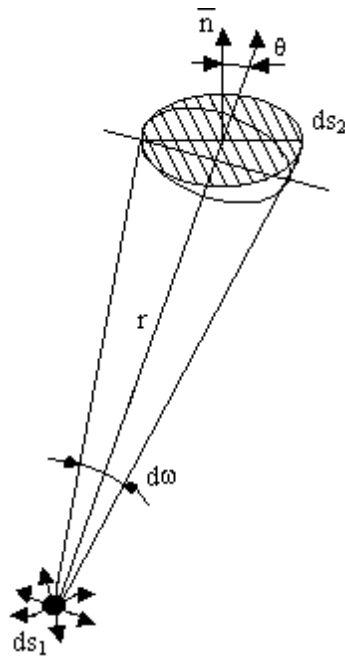


Рис. 7.2 — Испарение вещества из точечного источника в телесный угол $d\omega$ в направлении r

В пределах пространственного угла $d\omega$ на площадку ds_2 поступает

$$dQ = \frac{Q}{4\pi} d\omega \quad (7.10)$$

Через любое сечение конуса, ограниченного $d\omega$, проходит один и тот же поток. Сечение конуса сферической поверхностью с центром в ds_1 и радиусом, равным единице, дает меру телесного угла конуса $d\omega$. Если нормаль \bar{n} к ds_2 составляет угол θ с осью конуса, а расстояние от ds_1 до площадки ds_2 есть r , то

$$d\omega = \frac{ds_2 \cos \theta}{r^2} \quad (7.11)$$

Количество вещества, поступающего на единицу поверхности ds_2 , с учетом (7.10) и (7.11) есть

$$dQ = \frac{Q}{4\pi} \cdot \frac{\cos \theta}{r^2}, \quad (7.12)$$

т.е. это количество обратно пропорционально квадрату расстояния от источника до приемной поверхности и прямо пропорционально косинусу угла, составляемого направлением потока (осью узкого конуса, внутри которого распространяется поток) с нормалью к приемной поверхности.

Рассмотрим маленькую площадку ds_1 , с одной стороны которой испаряется Q вещества (в угол π). Для поверхностного испарителя количество испаренного вещества зависит от направления испарения. Тогда в соответствии с законом косинуса Ламберта—Кнудсена количество вещества, проходящего в телесном угле $d\omega$ по направлению r , образуемому углом φ с нормалью к поверхности испарителя (рис. 7.3), равно

$$dQ = \frac{Q}{\pi} \cos \varphi d\omega \quad (7.13)$$

В отличие от точечного источника количество испаренного вещества с поверхностного испарителя пропорционально $\cos \varphi$. Если вещество поступает на площадку

ds_2 , наклоненную к направлению пучка паров под углом θ , то количество вещества, осажденного на такую площадку, равно

$$dQ = \frac{Q}{\pi} \cos \varphi \cdot \cos \theta \frac{ds_2}{r^2} \quad (7.14)$$

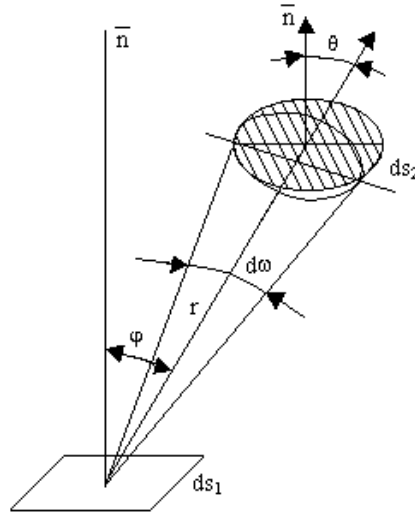


Рис. 7.3 — Испарение вещества с элементарной площадки

Количество вещества dQ можно определить через его плотность γ и объем dV , занимаемый конденсатом на подложке

$$dQ = \gamma dV = \gamma ds_2 d \quad (7.15)$$

где d — толщина пленки, сконденсированная в каждой точке подложки за время напыления.

С учетом (7.9), (7.14) и (7.15) толщину пленки можно определить

$$d = \frac{dQ}{\gamma ds_2} = \frac{Q}{\pi \gamma} \cdot \frac{\cos \varphi \cos \theta}{r^2};$$

$$d = \frac{W_u ds_1 t}{\pi \gamma} \cdot \frac{\cos \varphi \cos \theta}{r^2} \quad (7.16)$$

Аналогичные рассуждения для точечного испарителя приводят к выражению

$$d = \frac{W_u ds_1 t}{4\pi \gamma} \cdot \frac{\cos \theta}{r^2} \quad (7.17)$$

Скорость конденсации определяется как скорость наращивания толщины пленки за единицу времени t , т.е. $W_k = d/t$. Если подложка расположена параллельно поверхности испарителя, то для любой точки подложки (рис. 7.4) имеем

$$\cos \varphi = \cos \theta = h/r, \quad r^2 = h^2 + x^2 + y^2.$$

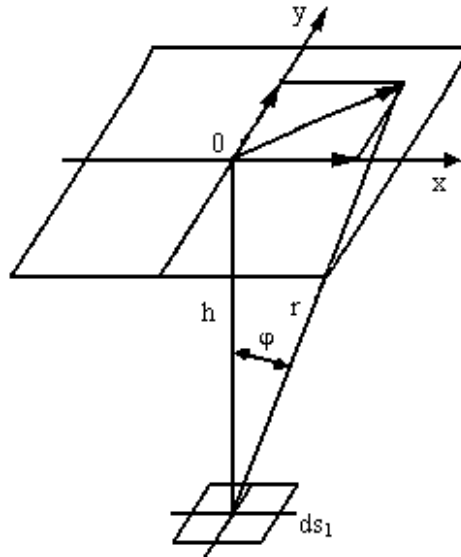


Рис. 7.4 — Испарение с малой площадки ds_1 на параллельную ей плоскую поверхность

Тогда для поверхностного испарителя

$$d = \frac{W_u ds_1 t}{\pi \gamma} \cdot \frac{h^2}{(h^2 + x^2 + y^2)^2}. \quad (7.18)$$

Для точечного испарителя

$$d = \frac{W_u ds_1 t}{4\pi \gamma} \cdot \frac{h}{(h^2 + x^2 + y^2)^{3/2}}. \quad (7.19)$$

Толщина пленки над источником (при $x=0, y=0$) для поверхностного испарителя равна

$$d_0 = \frac{W_u ds_1 t}{\pi \gamma} \cdot \frac{1}{h^2}. \quad (7.20)$$

Отношение толщины пленки в произвольной точке к толщине пленки в центре подложки будет:
для поверхностного испарителя

$$\frac{d}{d_0} = \frac{h^4}{(h^2 + x^2 + y^2)^2} = \frac{1}{\left(1 + \frac{x^2}{h^2} + \frac{y^2}{h^2}\right)^2}; \quad (7.21)$$

для точечного испарителя

$$\frac{d}{d_0} = \frac{h^3}{(h^2 + x^2 + y^2)^{3/2}} = \frac{1}{\left(1 + \frac{x^2}{h^2} + \frac{y^2}{h^2}\right)^{3/2}}. \quad (7.22)$$

Эти отношения используются для оценки равномерности толщины пленки по подложке.

При выводе уравнений (7.16) и (7.17) предполагалось, что оба испарителя имеют бесконечно малую площадь испарения ds_1 . На практике испарение осуществляют из испарителей с конечными размерами. В этом случае толщина может быть получена интегрированием уравнений (7.16) и (7.17).

7.6 Практические рекомендации

Дальнейший выбор конкретного способа испарения определяется особенностями испарения веществ. Большинство металлов испаряется с помощью проволочных или ленточных испарителей. Алюминий испаряется при температуре 1500 К с проволочного испарителя из вольфрама (см. рис. 7.5, *a*). Такой тип испарителя можно отнести к точечному с площадью испарения 0,3–0,6 см². Такие же испарители можно рекомендовать для испарения хрома при температуре 1670 К. Медь можно испарять из проволочных или ленточных испарителей при температуре 1530 К.

Предпочтительным материалом для ленточных испарителей является молибден. Ленточные испарители относятся к поверхностным испарителям с площадью испарения 1–3 см² (см. рис. 7.5, *г–е*). Такой металл, как галлий, имеет низкую температуру плавления (300 К), но достаточно высокую температуру испарения (1400 К), образует сплавы с тугоплавкими металлами, поэтому кадмий испаряют из тигельных испарителей, изготовленных из окиси бериллия (BeO) или окиси алюминия (Al₂O₃). Золото испаряется из жидкой фазы при температуре 1670 К из проволочных ленточных или тигельных испарителей. Золото в расплаве реагирует с танталом, смачивает вольфрам и молибден. Тигли из молибдена выдерживают всего несколько процессов испарения. Молибден можно испарять из твердой фазы при температуре 2800 К непосредственно из молибденовой фольги с малой скоростью за счет сублимации. Предпочтительным является электронно-лучевое испарение. Трудности испарения никеля связаны с тем, что расплав образует сплавы с тугоплавкими металлами, следовательно, загрузка должна быть ограничена. Лучше применять электронно-лучевое испарение с охлаждаемых тиглей (см. рис. 7.6, *б*). Платина испаряется при температуре 2370 К из вольфрамовых испарителей или тиглей из тугоплавких окислов. Поскольку температура испарения высокая, то предпочтительно электронно-лучевое испарение. Серебро легко испаряется с проволочных или ленточных испарителей из молибдена и тантала, но наиболее долговечны тигли из молибдена. Тугоплавкие металлы тантал, вольфрам, ванадий, цирконий и другие следует испарять с помощью электронно-лучевого испарителя (см. рис. 7.7). При этом можно обеспечить большие скорости испарения. При испарении кремния применяются тигли из тугоплавких окислов бериллия и циркония. Однако они разрушаются расплавленным кремнием и пленки загрязняются SiO. Наиболее чистые пленки получаются при электронно-лучевом испарении.

Для испарения Al₂O₃ используется электронный испаритель (см. рис. 7.7). Это соединение почти не разлагается при испарении из W и Mo при температурах 2100–2500 К. Аналогично испаряются окислы бора, бериллия, висмута, кальция и др. Испарение окислов индия (In₂O₃) из платиновых тиглей идет с небольшим разложением. В составе пара фиксируются молекулы In, In₂O₃, O₂. При испарении из Al₂O₃ тиглей при 1300–1700 К молекул In₂O₃ больше, чем молекул In. Окисел сурьмы (Sb₂O₃) при испарении из W переходит в низшие окислы. При использовании нагревателя из Pt разложения нет. Моноокись кремния SiO обычно испаряется при давлении остаточных газов, меньших 10⁻³ Па, и температурах между 1420–1520 К. Диссоциация на Si и O₂ начинается при температурах более 1520 К и может привести к пленкам с недостатком кислорода. Рекомендуемый тип испарителя — поверхностный, выполненный в виде тигля из Ta или Mo. Окись титана (TiO₂) разлагается на низшие окислы при нагреве до 2300 К. При импульсном нагреве электронным лучом получаются почти стехиометрические пленки. При испарении окиси циркония (ZrO₂) из тантала при 2000 К образуется летучая TaO. При испарении из W образуются пленки с дефицитом кислорода. При нагреве электронным лучом окись циркония также теряет кислород.

Полупроводниковые соединения CdS , CdSe , CaTe , PbS и другие испаряются из лодочек (Ta, Mo) тигельных испарителей (графит, Al_2O_3) с диссоциацией и состав пленок отличается от стехиометрического. При испарении соединения Sb_2Se_3 из Ta-лодочки при 780–880 К наблюдается фракционирование и осаждение пленки с переменным составом. Для получения пленок из сложных соединений стехиометрического состава рекомендуется одновременное испарение из двух испарителей (см. рис. 7.9).

Метод взрывного испарения (см. рис. 7.8) рекомендуется для получения пленок сплавов Au-Cd , Ni-Fe , Ni-Cr и пленок из смеси порошков металл-диэлектрик $(\text{Cr+SiO}, \text{Cr+Si})$. Этим же методом можно получать пленки сложных соединений. При испарении порошка арсенида галлия (GaAs) образуются эпитаксиальные пленки на кристаллах GaAs и Ge . Аналогично получают пленки соединений GaSb , InP , InAs , InSb и др.

8 ИОННО-ПЛАЗМЕННЫЕ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСЛОЕВ

8.1 Ионно-плазменное распыление

Ионно-плазменное распыление — это процесс распыления мишени, выполненной из требуемого материала, высокоэнергетическими ионами инертных газов. Распыленные ионами атомы материала мишени, осаждаясь на подложке, формируют пленку материала. Ионно-плазменное распыление можно реализовать путем распыления материала катода в плазме газового разряда ионизированными молекулами разряженного газа (катодное распыление) либо путем распыления мишени в высоком вакууме сформированным пучком ионов (ионное распыление).

Распыление ионной бомбардировкой, как и испарение в вакууме, позволяет получать проводящие, резистивные, диэлектрические, полупроводниковые и магнитные пленки, но, по сравнению с термическим вакуумным напылением, имеет ряд преимуществ.

Катодное распыление основано на явлении разрушения катода при бомбардировке его ионизированными молекулами разряженного газа. Атомы, вылетающие с поверхности катода при его разрушении, распространяются в окружающем пространстве и осаждаются на приемной поверхности, которой является подложка. Схема процесса катодного распыления изображена на рис. 8.1. В рабочей камере 1 установлена двухэлектродная система, состоящая из «холодного» катода 2, изготовленного из материала, подвергаемого распылению, и анода 4, на котором располагается подложка 5. Между катодом и анодом расположена заслонка (на рисунке не показана), которая так же, как и при термическом напылении, предназначена для перекрывания потока распыляемого вещества по мере надобности. Из рабочей камеры откачивается воздух, после чего в камеру напускается рабочий газ, давление которого устанавливается равным 1–10 Па.

Затем между катодом и анодом подается высокое напряжение, порядка нескольких киловольт, которое вызывает пробой газового промежутка и поддержание разряда.

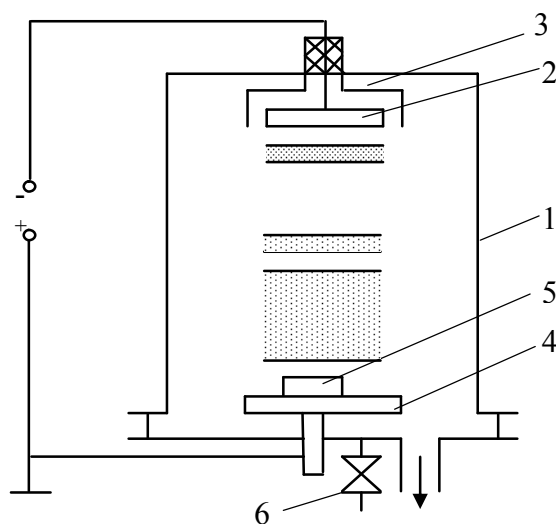


Рис. 8.1 — Схема процесса катодного распыления: 1 — рабочая камера; 2 — катод; 3 — экран; 4 — анод; 5 — подложка; 6 — натекатель

Тлеющий разряд имеет характерное распределение потенциала между катодом и анодом, изображенное на рис. 8.1. Непосредственно у самого катода располагается светящаяся область, называемая катодным свечением. Прилегающая к ней область темного катодного пространства характеризуется наибольшим изменением потенциала. Затем следует область отрицательного свечения, за которой наблюдается темная, с размытыми краями область фарадеева пространства. Примыкающая к аноду область называется

положительным столбом. С точки зрения физики разряда наиболее важной является область темного катодного пространства. Основная часть приложенного напряжения падает на темном катодном пространстве, что объясняется большой разностью концентраций положительных ионов на границах катодного пространства. Толщина области приблизительно равна среднему расстоянию, которое проходят эмитированные катодом электроны до первого ионизирующего столкновения. Из-за большой напряженности электрического поля в катодном темном пространстве вторичные электроны пересекают его быстро. Однако как только они достигают границы отрицательного свечения и вызывают генерацию большого числа электронно-ионных пар, положительный объемный заряд быстро спадает и начинается нейтральная область, содержащая приблизительно одинаковое число электронов и положительных ионов. Так как ионы экранируются электронами, они движутся в области отрицательного свечения посредством диффузии. Когда же ион достигает границы темного катодного пространства, он быстро устремляется к катоду и бомбардирует его с энергией, равной или меньшей энергии, соответствующей падению напряжения на темном катодном пространстве, в зависимости от того, испытал ли он на пути к катоду столкновения или нет. Удар иона о катод приводит к двум эффектам: к эмиссии нейтральных атомов (катодное распыление материала) и к эмиссии вторичных электронов. Вторичные электроны служат для поддержания разряда. Когда электроны попадают в область отрицательного свечения, они, по существу, обладают энергией, соответствующей полному катодному падению потенциала. Эта энергия затем теряется в серии столкновений, ионизирующих или возбуждающих атомы газа. В конце концов энергия электронов уменьшается настолько, что при последующих столкновениях они уже не могут ионизовать атомы газа. Соответствующий участок разрядного промежутка определяет дальнюю границу отрицательного свечения. Поскольку здесь не происходит ионизации газа, электроны накапливаются в этой области и образуют небольшой пространственный заряд. Энергии электронов недостаточно даже для возбуждения атомов газа, поэтому эта область темная и получила название фарадеево темное пространство. В оставшейся части разряда от края фарадеева темного пространства и до анода имеется слабое электрическое поле — положительный столб. Электроны ускоряются к аноду. Так как существование самостоятельного разряда зависит только от эмиссии достаточного числа электронов с «холодного» катода за счет его бомбардировки положительными ионами, то изменение расположения анода будет слабо влиять на электрические характеристики разряда до тех пор, пока его не придвинуть к краю темного катодного пространства. В этом случае разряд погаснет, так как это расстояние становится меньше длины пробега электронов, необходимой для ионизации газа. Это явление используется на практике для подавления побочных разрядов с нерабочей стороны катода. С этой целью вокруг катода устанавливается экран 3 (см. рис. 8.1), находящийся под потенциалом анода и на расстоянии меньше длины темного катодного пространства. Расположение подложки в пространстве между катодом и анодом оказывает большое влияние на условия осаждения пленок. Чем больше расстояние от катода до подложки, тем большее число распыленных атомов катода не доходит до подложки вследствие столкновений с молекулами газа, тем меньше скорость осаждения. Однако при приближении подложки к области темного катодного пространства распыление катода начинает замедляться в результате задержки ионов подложкой. Кроме того, на нее будут попадать из области отрицательного свечения электроны с большими энергиями, что неблагоприятно влияет на свойства пленок. Оптимальным является расстояние от подложки до катода, вдвое превышающее ширину темного катодного пространства.

Эффективность ионного распыления характеризуется коэффициентом распыления S , который равен числу атомов, распыляемых под воздействием одного иона

$$S = \frac{N_a}{N_u},$$

где N_a — число выбитых (распыленных) атомов;

N_u — число падающих ионов.

Коэффициент распыления не является обычно целым числом и должен рассматриваться как статистическое среднее.

8.2 Модель ионного распыления

Единой теории, объясняющей механизм катодного распыления, пока не существует. Одной из теорий является теория «горячего пятна», которая объясняет распыление термическим испарением локально нагретого участка мишени вследствие бомбардировки ионами. Существуют также различные гипотезы о химическом взаимодействии заряженной частицы с распыляемым веществом и образованием на поверхности мишени летучих соединений.

Наиболее удачно экспериментальные результаты по ионному распылению объясняются с позиций импульсного механизма. Модель ионного распыления по этой теории можно рассмотреть на схеме, представленной на рис. 8.2.

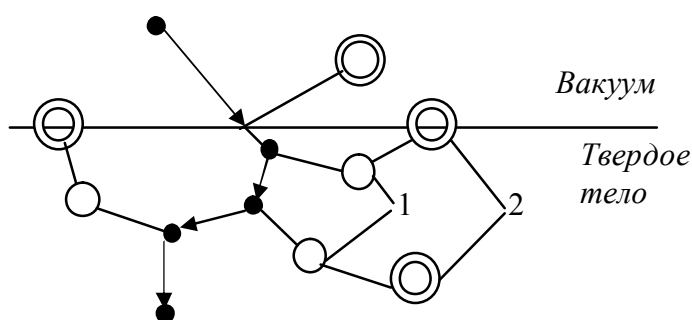


Рис. 8.2 — Схема процесса ионного распыления:
1 — первично смещенные атомы; 2 — вторично смещенные атомы

Движущийся на катод (мишень) ион газа массой M_1 передает свою энергию E атомам решетки в серии последовательных столкновений. Если при столкновении атому мишени массой M_2 передается энергия, превосходящая энергию связи атомов в решетке (энергию смещения) $E_{см}$, он покидает свое равновесное положение, превращаясь в первично смещенный атом. Смещенный атом, в свою очередь, сталкивается с окружающими атомами решетки, производя вторичные смещения, и т.д. Этот процесс длится до тех пор, пока энергия атома не уменьшится до уровня, ниже которого передача энергии, большей $E_{см}$, становится невозможной. Затем атомы продолжают сталкиваться, но уже не смещают атомы и замедляются до энергии сублимации $E_{суб}$ и затем принимают участие в тепловом движении атомов решетки.

Максимальная энергия, которую может ион передать атому при лобовом соударении, равна

$$E_{\max} = \frac{4M_1M_2}{(M_1 + M_2)^2} \cdot E, \quad (8.1)$$

где M_1, M_2 — масса иона и атома мишени;
 E — энергия иона.

Смещенный атом характеризуется средней энергией \bar{E} , величина которой зависит от вида взаимодействия. Если смещенный атом получит энергию больше $E_{см}$ и импульс энергии будет направлен в сторону поверхности, то он может покинуть эту поверхность и стать распыленным атомом. Энергию смещения можно оценить, зная энергию сублимации для материала мишени $E_{суб}$. При сублимации происходит удаление атомов с поверхности, где действует только половина связей. Для удаления атома из объема мишени уже необходима энергия $2E_{суб}$. При столкновениях атом не только выбивается из занимаемого положения, но и внедряется в решетку, смещая другие атомы. Для удаления таких атомов необходима

энергия не меньше $4E_{\text{суб}}$. Следовательно, процесс выбивания атомов из поверхности и их выброс в вакуум будет иметь место, если смещенные атомы получают энергию более $4E_{\text{суб}}$.

Вылет атомов из мишени в вакуум зависит как от энергии, так и от импульса, полученного им от иона или от быстрых смещенных атомов. Действительно, атом, который получил импульс, направленный внутрь мишени, не сможет вылететь из вещества. Если в результате соударения с другими атомами он получит импульс, направленный к поверхности, и сохранит при своем движении к ней достаточную энергию, чтобы преодолеть энергию связи, то такой атом вылетит из вещества. Импульсную теорию ионного распыления подтверждают следующие экспериментальные результаты.

При бомбардировке мишени электронами для распыления была бы необходима намного большая кинетическая энергия (например, 500 кэВ для меди), чем для ионов. Это обусловлено тем, что обмен энергиями между легким электроном и тяжелым атомом мишени весьма неэффективен. Ток вторичных электронов, измеренный при распылении, очень мал. Это говорит о том, что отсутствует нагрев до высоких температур и термоэлектронная эмиссия.

Для поликристаллических и аморфных материалов в диапазоне температур до 600 К значение коэффициента распыления не зависит от температуры мишени. При дальнейшем повышении температуры коэффициент распыления должен уменьшаться, так как сечение смещения атомов материала бомбардирующими ионами уменьшается с ростом температуры. Наблюдаемые в ряде случаев аномальные зависимости от температуры мишени могут быть вызваны удалением загрязнений, структурными превращениями или началом испарения материала.

Зависимости коэффициента распыления от массы бомбардирующих ионов, их энергии, угла падения ионов и кристаллической структуры мишени также объясняются импульсным механизмом распыления.

8.3 Скорость осаждения пленок

Для количественной характеристики процесса ионного распыления вводится величина скорости распыления, определяемая коэффициентом распыления S , количеством бомбардирующих ионов N_u и плотностью материала мишени N_o

$$V_p = \frac{N_u S}{N_o}. \quad (8.4)$$

Величина N_u зависит от плотности ионного тока в ионном пучке j , поступающем на мишень (катод)

$$N_u = \frac{j}{q} = \frac{j}{en}, \quad (8.5)$$

где q — заряд иона;
 n — кратность заряда иона;
 j — плотность ионного тока;
 e — заряд электрона.

При расчете скорости осаждения пленок на подложке необходимо кроме скорости распыления учитывать расстояние от мишени до подложки и конфигурацию электродов. Для дисковой мишени и круглой подложки, расположенных параллельно друг другу, получена следующая формула для скорости осаждения

$$V_{oc} = V_p \cdot \frac{1}{2} \left\{ 1 + \frac{r_k^2 - h^2 - r_n^2}{\left[r_k^4 + 2(h^2 - r_n^2) \cdot r_k^2 + (h^2 + r_n^2)^2 \right]^{1/2}} \right\}, \quad (8.6)$$

где r_k — радиус мишени (катода);
 h — расстояние между мишенью и подложкой;

r_n — радиус подложки;
 V_p — скорость распыления.

Зная скорость осаждения, можно определить толщину пленки d , наращиваемую за определенное время в разных точках подложки. Это позволяет оценить равномерность толщины пленки по подложке.

В экспериментальных исследованиях наблюдается уменьшение скорости осаждения пленок, когда давление рабочего газа превышает 1 Па. Это объясняется увеличением вероятности возвращения распыленных атомов на мишень из-за обратной диффузии и обратного рассеяния (отражения) с ростом давления газа.

8.4 Получение пленок ионно-плазменным распылением

Получение чистых пленок полупроводников, металлов, сплавов и соединений реализуется путем распыления соответствующих мишеней в инертном газе, чаще всего в аргоне. Для реализации ионного распыления вакуумная установка предварительно откачивается до высокого вакуума (10^{-2} — 10^{-3}) Па, затем напускается аргон до рабочего давления, при котором можно зажечь разряд. В диодных системах распыления (см. рис. 8.1) разряд поддерживается при требуемых параметрах разряда U_p и токе разряда. Ионы аргона, ускоренные катодным падением потенциала, близким к U_p , бомбардируют поверхность катода. Катод выполняется из распыляемого материала или изготавливается специальная мишень. Энергию ионов можно приблизительно считать равной U_p . Разрядный ток определяет количество ионов, падающих на мишень, а следовательно, и скорость распыления. Ионное распыление рекомендуется для получения пленок тугоплавких металлов вольфрама, молибдена, тантала, рения, циркония и др. Этот метод широко используется для получения пленок алюминия с добавкой кремния для металлизации в технологии полупроводниковых интегральных схем.

Для осаждения пленок сплавов метод ионного распыления имеет ряд преимуществ перед методом термического испарения. Химический состав напыленных пленок обычно соответствует составу катода-мишени даже в том случае, если компоненты сплава характеризуются различными коэффициентами распыления. Это объясняется тем, что спустя некоторое время после того, как компонент с наибольшей скоростью распыления покинет катод, поверхность катода обогащается другим компонентом до тех пор, пока не установится «стационарный» состав поверхности. По достижении этого состояния напыленная пленка будет иметь тот же состав, что и катод. Иначе обстоит дело при испарении: из-за высокой температуры испарения вещество из внутренних участков быстро диффундирует к поверхности. Если бы при распылении температура катода повысилась настолько, что диффузия из объема стала бы значительной, то напыленные пленки по составу отличались бы от катода.

При распылении сложных соединений не происходит диссоциации, что позволяет получать пленки стехиометрического состава. Этим способом получены пленки таких составов, как InSb, GeSb, Bi_2Te_3 , PbTe и др. с хорошей стехиометрией.

С помощью ионного распыления можно проводить эпитаксиальное наращивание различных металлических и полупроводниковых пленок. При ионном распылении эпитаксиальный рост может происходить при меньших температурах, чем при напылении. Были получены монокристаллические пленки Au, Ag, Fe, Ni, Co и др. на NaCl при комнатной температуре. Венер получил монокристаллические пленки германия на подложке из германия при температуре подложки 300 °С.

Достоинством ионного распыления является возможность получения пленок тугоплавких соединений, таких, как бориды, оксиды, нитриды и др. Процесс распыления практически не зависит от температуры плавления материала. Однако следует помнить, что если мишень выполнена из изолирующего материала, то производить распыление на постоянном токе невозможно. При отрицательном потенциале на мишени она зарядится

положительно и далее на нее поступать ионы не будут. Поэтому прибегают к распылению на высокой частоте.

Преднамеренное введение реакционно-способного газа в распылительную среду с целью изменения или управления свойствами пленок называют реактивным распылением. Этим методом были получены пленки изолирующих и полупроводниковых соединений различных металлов. Это достигалось путем введения в распылительную среду кислорода или использования чистого кислорода. Кроме того, были получены нитриды, карбиды и сульфиды с помощью соответственно азота, метана или окиси углерода и сернистого водорода. Для осаждения диэлектриков чаще всего используют смесь инертного газа с относительно небольшой добавкой активного газа. В зависимости от давления активного газа реакция образования соединения может протекать либо на катоде (мишени) и тогда к подложке переносится готовое соединение, либо на подложке в процессе образования пленки. При низких давлениях более вероятен второй из указанных механизмов, при высоких — первый. Считается также, что реакция может протекать и в паровой фазе между атомами распыляемого материала и атомами газа, но такой процесс маловероятен.

Метод реактивного распыления — один из важнейших в тонкопленочной технологии, позволяющий управляемо изменять свойства пленок. Это можно продемонстрировать на примере распыления тантала в различных средах с добавлением активных газов. На рис. 8.5 показана зависимость удельного сопротивления получаемых пленок от парциального давления активных газов.

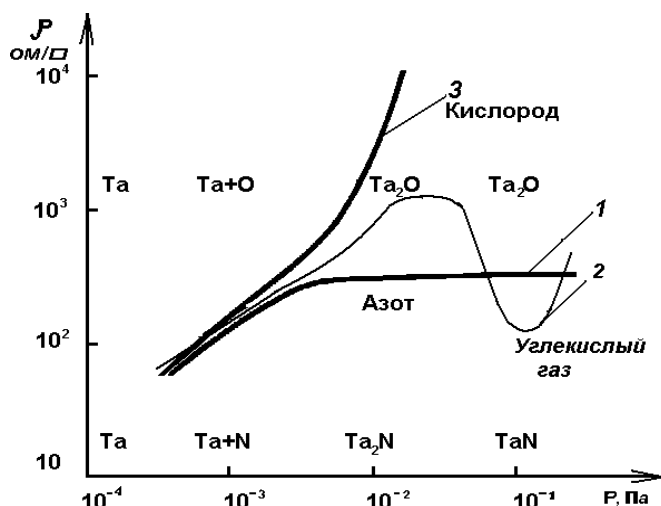


Рис. 8.5 — Зависимость удельного сопротивления пленок тантала от парциального давления активных газов: 1 — азот; 2 — углекислый газ; 3 — кислород

Наименьшее из показанных парциальных давлений 10^{-4} Па соответствует остаточному давлению перед напуском рабочего газа, состоящего из смеси аргона и активного газа. Суммарное давление смеси газов составляет 1 Па. По мере повышения давления азота сопротивление растет вследствие захвата пленкой азота с образованием соединения Ta_2N . При дальнейшем увеличении давления азота состав пленок изменяется, пока не образуется фаза, приписываемая TaN . По мере увеличения парциального давления кислорода до относительно высокого уровня пленка по составу приближается к окиси тантала и удельное сопротивление ее быстро увеличивается. При введении окиси углерода образуются пленки карбида тантала с переменным сопротивлением. Таким образом, на основе пленок тантала можно изготовить тонкопленочную интегральную схему с проводниками из тантала, резисторами из нитрида тантала и конденсаторами тантал-окисел тантала-золото.

Ионное распыление является достаточно технологичным методом для получения пленок Al_2O_3 , Si_3N_4 , SiO_2 путем реактивного или высокочастотного распыления.

Магнитные пленки, служащие носителем информации, такие, как Fe-Ni, с точным содержанием компонент получают как термическим испарением в высоком вакууме, так и в чистых условиях ионным распылением. В первом случае борьба ведется с нестехиометричностью полученной пленки, во втором случае — с процессами окисления осаждаемого слоя.

Распыление с разделением камеры формирования разряда и камеры осаждения пленок служит для получения чистых пленок для нужд микроэлектроники.

9 АКТИВИРУЕМЫЕ ПЛАЗМОЙ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСЛОЕВ

9.1. Общая характеристика

В настоящее время различают несколько методов ионного и ионно-плазменного нанесения тонких пленок:

- ионно-плазменное нанесение тонких пленок, основанное на применении электрического разряда в атмосфере инертного газа, при котором мишень и подложка играют роль электродов;
- реактивное ионно-плазменное нанесение тонких пленок, основанное на химическом взаимодействии распыляемых из мишени атомов с активным газом, введенным в виде добавки к инертному газу;
- плазмохимическое нанесение тонких пленок, основанное на использовании эффектов ускорения химических реакций в поле плазмы тлеющего разряда;
- ионное и ионно-лучевое нанесение тонких пленок путем осаждения инжектируемых источником ионов на подложку;
- плазменно-дуговое нанесение тонких пленок, основанное на использовании плазмы электродугового разряда.

В технологии полупроводниковых ИС в зависимости от назначения требуется формировать пленки следующих типов:

1) металлизующее контактное покрытие, которое должно иметь низкие собственные механические напряжения, воспроизводимую технологию осаждения, высоту потенциального барьера на кремнии *n*- и *p*-типов не более 0,5 эВ, должно быть металлургически стабильно, обладать низким сопротивлением контактов и хорошей совместимостью с вышележащим изолирующим слоем и межслойной изоляцией;

2) металлизующее покрытие затвора. Оно должно отличаться более высокой проводимостью, чем сильнолегированный поликремний, иметь воспроизводимое напряжение плоских зон в контакте с тонким затворным оксидом, не должно реагировать с затворным оксидом;

3) межэлементная изоляция. Изолирующие пленки должны легко связываться с поверхностью, противостоять электромиграции и коррозии, эффективно покрывать ступенчатый рельеф, типичный для структур после химической и плазменной обработки, и в то же время должны позволять вести контролируемое травление узких линий (с шириной менее 0,5 мкм);

4) диэлектрические материалы для защиты и пассивации кристалла. Они должны иметь низкие собственные механические напряжения, малую плотность проколов, хорошее покрытие ступенчатого рельефа, управляемую скорость травления;

5) металлизация для присоединения кристалла. Пленка для контактов должна обладать высокой надежностью и возможностью производства ультразвуковой микросварки золотых и алюминиевых выводов.

Кроме этих тонких слоев, в технологии полупроводниковых ИС получили применение и тонкие пленки из материалов со специальными свойствами, основанными на использовании оптических, магнитных, акустооптических, сверхпроводящих и других эффектов.

Ионно-плазменное нанесение включает в себя процессы создания пленок в вакууме на полупроводниковых и диэлектрических подложках, в которых необходимый для получения пленки материал переводится из твердой в газовую фазу распылением мишени энергетическими ионами инертных газов. При этом источником энергетических ионов является низкотемпературная плазма. Распыленные энергетическими ионами частицы (атомы и ионы), осаждаясь на поверхность подложки, формируют пленку материала.

Процесс ионно-плазменного нанесения тонких пленок является комплексным и состоит из нескольких этапов, основными из которых являются: ионизация рабочего газа,

бомбардировка и распыление энергетическими ионами материала мишени, перенос распыленного материала в пространстве мишень-подложка, осаждение распыленного материала на подложке. Основным параметром процесса ионно-плазменного нанесения является скорость осаждения V_{oc} , определяемая соотношением

$$V_{oc} = (V_p \alpha / s) \cdot \int \beta ds,$$

где V_p — скорость распыления материала;

α — коэффициент прилипания распыленных частиц материала к подложке;

β — вероятность поступления распыленных с элемента поверхности мишени ds частиц на подложку;

s — площадь распыляемой мишени.

Скорость распыления V_p , в свою очередь, является сложной функцией энергии и распределения по энергиям бомбардирующих ионов и имеет от них интегральную зависимость

$$V_p \sim \int K(E) \cdot j(E) dE,$$

где $K(E)$ — коэффициент распыления;

$\int j(E) dE$ — распределение по энергиям плотности тока ионов, бомбардирующих мишень.

Сопоставляя оба выражения, получаем, что скорость осаждения изменяется по закону двойного интеграла

$$V_{oc} \sim (\alpha / s) \int \int \beta K(E) \cdot j(E) dE ds.$$

Из приведенного выражения следует, что эффективность протекания процесса ионно-плазменного нанесения определяется всеми тремя параметрами: распылением (скорость распыления V_p), переносом (параметр β), конденсацией (параметр α). Каждый из параметров этапов влияет на совокупную скорость ионно-плазменного нанесения. Еще в большей степени параметры влияют на качество получаемых пленок. Распыленные под действием ионов частицы имеют нейтральный электрический заряд. Как правило, это молекулы или нейтральные атомы. Степень ионизации распыленных частиц мала и не превышает 1%. Когда ионная бомбардировка перпендикулярна плоскости мишени, то частицы скорее всего распыляются в перпендикулярном направлении от мишени. При энергиях ионов от 1 до 3 кэВ, распределение распыленных частиц близко к закону Ламберта-Кнудсена (закону косинуса).

При термическом испарении атомов существует закон распределения атомов по скоростям, при котором максимальное значение скорости составляет примерно 1 км/с. Это соответствует энергии частиц примерно 2 эВ. При катодном распылении скорость распыленных атомов близка к 3,5 км/с, что соответствует энергии частиц 4 эВ, но некоторая часть частиц достигает скорости 5 км/с и выше (≈ 25 эВ).

Из табл. 9.1 следует, что распыленные ионами атомы попадают на подложку с энергией, которая существенно превышает энергию атомов при термическом испарении. Следовательно, энергия распыленных атомов достаточна, чтобы на поверхности подложки вызвать десорбцию слабо адсорбированных молекул газов и тем самым осуществить частичное обезгаживание поверхности. Некоторая часть распыленных атомов, обладающих высокой энергией (50–100 эВ), способна распылить подложку, тем самым создавая центры зародышеобразования. При ионном распылении зародыши равномерно распределены по поверхности и их распределение мало зависит от состояния поверхности. Образование зародышей и рост покрытий при ионном распылении осуществляется более или менее одинаково, как и при термическом испарении. Однако следует отметить две особенности ионно-распыленных покрытий:

- благодаря равномерному распределению и большой плотности зародышей, сплошной слой образуется при меньшей толщине покрытия поверхности;

- вследствие большой плотности зародышеобразования зерна (кристаллиты) в распыленных покрытиях, как правило, меньше, чем в термически напыленных пленках.

Таблица 9.1 – Энергия и скорость распыляемых частиц

Материал мишени	Энергия атомов при выходе из мишени, эВ	Средняя скорость распыленных атомов, км/с	Наиболее вероятная энергия атомов в потоке, эВ
Au	21	4,7	2,5
Be	7	11	6,3
Al	9	9,3	3,5
Si	10	8	2,6
Ti	13,6	7,4	4
V	11	6,5	2,5
Cr	13,2	7,1	3,4
Co	12	6,4	3,2
Ni	17,5	7,5	2,8
Cu	9,2	5,4	1,8
Mo	22	6,5	4,8
Ag	33,5	6	7,8
Ta	34,5	6	7,8
W	39,5	6,4	9,6

Считается, что благодаря этим особенностям пленки, полученные ионным распылением, имеют лучшую адгезию к подложке, чем покрытия, полученные термическим испарением. Очень часто получаются даже аморфные пленки. Если же нагревать покрытие во время распыления или после него, то можно наблюдать увеличение зерна до 1 мкм. Пленки, получаемые ионным распылением, растут неравномерно. В связи с шероховатостью подложки, теневыми эффектами и распределением центров зародышеобразования вещество главным образом осаждается в перпендикулярном направлении к подложке. Поэтому для пленок характерна столбчатая структура, которая зависит от температуры и давления рабочего газа. Чем выше давление, тем меньше плотность столбцов и тем меньше плотность пленки, чем выше температура, тем толще столбцы и выше их плотность в структуре. Следует отметить, что существует некоторое оптимальное давление газа, определяющее наиболее эффективный режим нанесения. Давление, при котором достигаются наивысшие скорости процесса ионно-плазменного распыления, определяется совокупностью противодействующих факторов. С увеличением давления растет плотность тока ионов, соударяющихся с мишенью под углами, отличающимися от нормального, в результате чего происходит увеличение коэффициента распыления. С другой стороны, энергия ионов теряется в столкновениях, скорость распыления падает, растет вероятность столкновений распыленных атомов с ионами газов. Столкновения и ионизация атомов электронами плазмы могут привести к режиму самораспыления, когда ускоренные в направлении мишени электрическим полем ионы распыленного материала сами распыляют материал. Устойчивый режим самораспыления легко достигается при распылении меди и алюминия, причем коэффициент самораспыления меди в 2,5 раза выше, чем для алюминия.

В реактивном ионно-лучевом и реактивном ионно-плазменном нанесении пленок используется эффект повышения химической активности молекул реактивного газа в разряде и эффект энергетической активации поверхности, осаждаемой в процессе нанесения пленки для формирования ее состава. При этом по крайней мере один из компонентов в составе получаемых на подложках пленок вводится в рабочую камеру в виде газа. Меняя состав и давление реактивного газа, возможно получать в виде тонких пленок различные сложные соединения. Химическое соединение распыляемого материала и реактивного газа может образоваться как на поверхности мишени и растущей пленки, так и внутри потока

распыляемых частиц. Существует некоторое критическое давление реактивного газа, при котором образование химического соединения идет на поверхности мишени. В этом случае распыляется не исходный материал, а новое соединение. При достижении критического значения давления происходит резкое падение скорости распыления. Это связано с более высокой энергией связи атомов материала в соединении, чем в структуре исходного материала, так, например, атомы алюминия имеют энергию связи порядка 5 эВ, а в структуре оксида алюминия энергия связи достигает величины 19 эВ. Объяснить наблюдаемое падение скорости ионно-плазменного распыления при увеличении парциального давления реактивного газа, например кислорода, возможно на основе кинетической теории газов.

Число молекул кислорода, поступающих на поверхность распыляемой мишени,

$$n_o = 1/4 N_o \bar{V}_{ap},$$

где N_o — число молекул кислорода в единице объема;
 \bar{V}_{ap} — средняя арифметическая скорость молекул газа.

Полная скорость распыления материала мишени складывается из скоростей распыления собственно материала и адсорбированного на поверхности кислорода

$$V_p = (1 - \theta)V_{pm} + \theta V_{po},$$

где θ — доля атомов материала мишени, закрытых адсорбированным кислородом;
 V_{pm} — скорость распыления материала мишени;
 V_{po} — скорость распыления кислорода.

Критическое давление кислорода P_k , необходимое для образования оксида

$$p_k = 5,4 \cdot 10^{10} \frac{V_{pm}}{\Delta G},$$

где ΔG — свободная энергия образования оксида.

При непосредственной бомбардировке мишени ионами кислорода скорость образования оксида существенно возрастает и критическое давление уменьшается. Атомарный кислород химически более активен, чем молекулярный. То же относится и к атомарному водороду и азоту. Образование на мишени химического соединения в процессе реактивного распыления не означает, что соединение затем переносится на подложку в сформированном виде. При ионно-плазменном распылении соединения может происходить нарушение его стехиометрии. Стехиометрия пленок, получаемых ионно-плазменным и ионно-лучевым реактивным распылением, зависит от температуры подложки. При высоких скоростях нанесения и низких температурах обычно получают пленки низкого качества и с плохо воспроизводимым составом.

Под ионным осаждением понимают процесс осаждения пленок в вакууме, при котором конденсация материала на подложке осуществляется из потока низкоэнергетических ионов, при этом процесс осаждения сопровождается ионной активацией поверхности подложки и растущей пленки. Метод ионного осаждения является совокупностью двух методов: ионно-лучевого распыления и термического испарения. Как правило, осуществление метода происходит в три стадии:

- термическое испарение осаждаемого материала с помощью резистивного, лазерного или электронно-лучевого нагрева;
- ионизация испаренных атомов материала с помощью неоднородного электрического поля, лазерного луча или высокоэнергетического пучка электронов;
- фокусировка ионов в пучок необходимой конфигурации и их последующая транспортировка на подложку.

Метод позволяет изменять в широких пределах такие параметры ионного потока, как энергия ионов, их плотность и соотношение в потоке ионов и нейтральных атомов. Главной отличительной особенностью процесса ионного осаждения является то, что он

осуществляется в условиях высокого вакуума, порядка $10^{-5} - 10^{-6}$ Па. Это приводит к существенному улучшению качества пленок и уменьшению вероятности захвата растущей пленкой остаточных газов. Конденсирующий материал более равномерно распределяется по подложке, происходит сглаживание поверхности пленки и увеличение ее плотности. Так плотность танталовых пленок, полученных ионным осаждением, на 10 % выше, чем распыленных ионно-плазменным методом. Кроме того, при одновременной или чередующейся с процессом конденсации ионной бомбардировке происходит уменьшение эффекта затенения.

Плазменно-дуговое напыление используется в электронной промышленности при изготовлении эмиссионных, антиэмиссионных, геттерных, поглощающих СВЧ-энергию и электроизоляционных покрытий. В настоящее время разработано большое число конструкций электродуговых нагревателей газа. Наиболее простой вариант представляет дуговой электрический разряд, горящий между двумя торцевыми электродами, обдуваемый газом в осевом или перпендикулярном направлении. В этом случае за разрядом образуется плазменная струя с высокой температурой. Для получения газовых потоков с высокой среднемаксимальной температурой необходимо подвести газ в плазмотроне так, чтобы основная часть его взаимодействовала с дуговым разрядом. Электродуговые плазмотроны позволяют получить следующие параметры плазменных струй: скорость нагретого газа на выходе из плазмотрона от 10 м/с до 1 км/с; максимальная температура на оси струи от 10^4 до $5 \cdot 10^4$ К при работе на одноатомных газах и $5 \cdot 10^3$ К при работе на двухатомных газах (азот, водород). Таким образом, подавая в струю газа порошкообразный материал, возможно за короткое время довести его до плавления и в виде капельной фазы транспортировать на подложку. Существует проблема плавной подачи порошка в газовую струю. Высокий градиент температур плазменного факела приводит к неравномерному плавлению частиц в центре и на периферии струи, что особенно заметно для порошков с различными транспортными свойствами. Последние определяются формой и размером зерен, насыпной массой, теплоемкостью материала, а также наличием адсорбированной влаги и другими факторами.

Типовой технологический процесс изготовления плазменно-дуговых покрытий состоит из следующих операций: выбора напыляемого материала; ситового анализа порошка; обезгаживания порошка в вакууме; подготовки поверхности подложки под напыление; напыления и финишной обработки покрытия (термической или механической). Наибольшее распространение плазменно-дуговые процессы получили при распылении диборида циркония, титана и гидрида титана на сетки мощных генераторных ламп.

9.2. Получение тонких металлических пленок методом магнетронного распыления

Из многочисленных методов ионно-плазменного распыления (диодных, триодных и др.) наибольшее применение имеют магнетронные распылительные системы как на постоянном токе, так и с использованием высокочастотных источников тока. Основной областью применения магнетронных распылительных систем в технологии кремниевых ИС является получение тонких пленок алюминия. При переходе в производстве ИС на кремниевые подложки больших размеров (диаметром 200 мм и более) важной становится проблема получения однородной по составу, структуре и толщине пленки на всей поверхности подложки, что не достижимо при применении компактных источников распыления. В магнетронных распылительных системах используется протяженный источник, у которого зона эрозии распыляемого материала имеет форму кольца, эллипса или прямоугольника. При этом обеспечивается как бы бестеневое освещение всего сложного рельефа подложки, в том числе и ступенек. Если распыляемую мишень изготовить в виде диска радиусом R и разместить параллельно ей на расстоянии L подложку, то плотность

потока атомов мишени $J_n(r)$, достигающих поверхности подложки будет изменяться по мере удаления от оси системы по закону

$$J_n(r) = J_0 / 2 \left\{ 1 + \left(\frac{R^2 - L^2 - r^2}{R^2} \right) / \left[\left(\frac{L^2 + R^2 - r^2}{R^2} \right) + \frac{(2rL)^2}{R^4} \right]^{1/2} \right\},$$

где J_0 — плотность потока распыляемых с поверхности мишени атомов;

r — расстояние по поверхности подложки от проекции центра дисковой мишени на плоскость осаждения.

При выводе этой формулы предполагалось, что плотность ионного потока по всей поверхности мишени одинакова, что распределение распыляемых частиц по углам вылета подчиняется закону косинуса, и что рассеяние атомов на пути от мишени до подложки не происходит.

Значительная энергия выбитых с мишени атомов позволяет им мигрировать по поверхности подложки, в результате чего выравнивается толщина пленки по поверхности ступеньки. Пленки алюминия, полученные магнетронным распылением, обладают еще одним преимуществом. При химическом травлении пленки в месте пересечения со ступенькой не образуется раковина или пора, что типично для пленок, получаемых термическим испарением. При использовании магнетронных систем имеет место диффузионное рассеяние атомов осаждаемого металла на атомах аргона, что улучшает покрытие ступенек. Вследствие более высокой кинетической энергии, которой обладают распыленные атомы мишени (по сравнению с испаренными атомами при термическом распылении), обеспечивается хорошая адгезия пленки к подложке, однако в пленке при этом возникают избыточные механические напряжения.

Характерной особенностью магнетронных распылительных систем является бомбардировка подложек и растущей пленки вторичными электронами и отраженными от мишени атомами аргона. Разогреву подложки способствует также радиация от сконцентрированной около мишени плазмы и энергия, выделяемая в процессе конденсации атомов осаждаемого материала. Суммарная тепловая энергия, рассеиваемая на кремниевой подложке, а также температура подложки диаметром 76 мм при распылении различных материалов магнетроном мощностью 2,5 кВт приведены в табл. 9.2.

В планарной магнетронной распылительной системе основная тепловая нагрузка на подложку (до 60 %) создается потоком вторичных электронов от мишени. Существенное снижение этого потока может быть достигнуто путем изоляции держателя подложек от корпуса установки и улучшением условий их охлаждения.

Таблица 9.2 – Выделяющаяся тепловая энергия и температура кремниевой подложки при магнетронном распылении

Параметры	Материал мишени						
	Al	Cu	Ta	Cr	Au	Mo	W
Тепловая энергия, эВ/атом	13	17	20	20	23	47	73
Температура подложки, К	350	380	370	380	370	430	540

Одним из недостатков магнетронного распыления является низкая эффективность (не более 50 %) использования материала мишени. Как уже отмечалось, при магнетронном распылении зона эрозии сосредоточена в зоне максимальной напряженности магнитного поля. Поскольку стоимость сверхчистых материалов, используемых для мишеней в полупроводниковой электронике, очень велика, то необходимо максимально увеличивать срок службы мишеней путем оптимизации условий их распыления. Одним из путей повышения эффективности использования материала является использование магнитного

блока с межполюсными зазорами типа «трехлопастный пропеллер». Увеличению ресурса работы мишени препятствует часто наблюдающееся при многократном циклическом магнетронном распылении изменение структуры и физических свойств ее приповерхностных слоев по мере выработки. Это может быть обусловлено как изменением состава материала, так и взаимодействием распыленных частиц с остаточной газовой средой. Особенно сильно этот эффект проявляется при распылении мишени из сплава АК-1 (Al-Si, содержание Si ~ 1 %). В образовании измененного слоя на поверхности мишени могут участвовать различные процессы: селективное распыление, имплантация атомов отдачи, каскадное смешивание, радиационно-стимулированная диффузия и сегрегация. Влияние каждого из них в отдельности установить трудно, но можно предположить, что значительная глубина (до 0,4 мкм) измененного слоя обусловлена радиационно-стимулированной диффузией. Другой причиной ухудшения качества напыляемых пленок сплава Al-Si является их неконтролируемое загрязнение тяжелыми углеводородами. Источником углеводородов в газовой фазе могут быть пары масла диффузионных и форвакуумных насосов. Углеводороды могут накапливаться в объеме и на стенках вакуумной камеры. Уменьшение их концентрации достигается путем применения соответствующих средств, например сорбционных ловушек.

9.3. Ионное распыление многокомпонентных материалов

Процесс ионного распыления соединений, таких, как оксиды, несомненно более сложен, чем распыление мишеней из простых веществ. Передача импульса от падающего иона эмитируемому атому посредством нескольких атомных столкновений является интенсивным процессом. Энергия, которая при этом передается, может, несомненно, превышать энергию химической связи, типичная величина которой порядка нескольких электрон-вольт. В результате возможен разрыв многих связей. Например, в случае распыления оксида можно ожидать, что разрыв химических связей приведет к преимущественному распылению кислорода. Уменьшение числа атомов кислорода на поверхности мишени означает, что под действием ионной обработки поверхность оксида восстанавливается до металла. По-видимому, степень восстановления зависит от силы связи атомов, т.е. энергии диссоциации. Действительно, для меньших энергий диссоциации степень восстановления оказывалась большей. Значительное потемнение мишеней отмечалось в случае грубо обработанных поверхностей, так как распыление кислорода становится более эффективным, когда соударения проводятся в микротрещинах и дефектах поверхности, где энергия связи заметно ослаблена.

Преимущественное распыление кислорода из оксида наиболее заметно при ионной бомбардировке вблизи порога распыления. Для системы, подобной оксиду тантала, бомбардируемого гелием при достаточно низких энергиях, фактически ни один атом тантала не может быть смещен из своего узла, тогда как передача энергии атомам кислорода может быть весьма эффективной. При более высоких энергиях в режиме линейных каскадов влияние массы намного слабее. Для гомогенной мишени, т.е. для потока низкой плотности, получено следующее отношение коэффициентов распыления K_i, K_j для двух компонентов i и j в сплаве с беспорядочным расположением атомов

$$K_i / K_j = (\alpha_i / \alpha_j) (M_j / M_i)^{2m} (E_j / E_i)^{(1-2m)},$$

где $\alpha_i, \alpha_j, M_j, M_i, E_j, E_i$ — атомная доля, масса и энергия поверхностной связи атомов типа i и j соответственно.

Ключевой величиной в уравнении является параметр m ($0 < m < 1$), который связан с крутизной потенциала отталкивания при взаимодействии атомов мишени. Он характеризует торможение и рассеяние атомов мишени при энергиях, близких к E_j и E_i . Очевидно, что при $m = 0,055$ влияние массы будет слабым, но при других значениях m вполне заметным. Для данного сочетания массы и энергии ионов, массы атомов твердого тела, температуры и

параметров его ориентации коэффициент распыления становится функцией углов падения ионов относительно кристаллографических направлений. В первом приближении для кристаллических твердых тел и строго для аморфных коэффициент распыления K_i возрастает от минимального значения, соответствующего нормальному падению ионов ($\alpha = 0$), до максимального значения при некотором угле α_{\max} , затем уменьшается до нуля при скользящем падении ионов ($\alpha \rightarrow \pi/2$). Для плотности потока ионов dJ , падающих под углом α относительно нормали к элементу поверхности, скорость распыления является произведением коэффициента распыления и проекции плотности потока на плоскость поверхности. Для твердого тела с плотностью атомов N_0 скорость распыления по нормали к поверхности равна

$$V_p = [dJ \cdot (\cos \alpha) / N_0] \cdot K(\alpha).$$

Если поток ионов распределен в пространстве неравномерно, то это уравнение интегрируют (или суммируют для нескольких i дискретных потоков) по всем направлениям падения. Если поток однонаправленный, но изменяется в пространстве и времени, то уравнение имеет вид

$$V_p = [J(x_i t) \cdot (\cos \alpha) / N_0(x_i t)] \cdot K(\alpha).$$

Здесь коэффициент распыления и атомная плотность представлены в общем виде, учитывающем их возможные пространственные и временные изменения в неоднородном твердом теле. Флуктуации потока ионов также приводят к тому, что поверхность мишени распыляется неравномерно, в связи с чем на поверхности формируется сложный микрорельеф.

В результате проведенных экспериментов было установлено:

- 1) под действием ионов всех типов морфология поверхности претерпевает характерные изменения, включая образование ямок травления и зачастую пирамид;
- 2) бомбардировка более легкими ионами вызывает образование только ямок травления с малой плотностью;
- 3) бомбардировка более тяжелыми ионами приводит к образованию рельефа большей плотности с лучше выраженной геометрией.

9.4. Стимулированное плазмой осаждение тонких слоев диоксида кремния

Прежде чем перейти к рассмотрению процессов плазмохимического осаждения пленок материалов, целесообразно рассмотреть специфику воздействия плазменного разряда на химические реакции. Обычно выделяют три эффекта воздействия плазмы низкого давления на процессы осаждения слоев из газовой фазы:

1) кинетический эффект. Под этим термином подразумевается увеличение скорости протекания реакций. При этом с термодинамической точки зрения протекание реакции в данных условиях возможно и без плазмы, но скорость осаждения чрезвычайно мала для практического использования. Воздействие плазмы открывает возможность для новых реакций, в которых участвуют радикалы, ионы и электроны. Разряд с низкой плотностью тока, $\leq 1 \text{ мА/см}^2$, обычно достаточен для значительного увеличения скорости реакции;

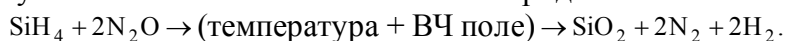
2) термодинамический эффект. В интенсивном плазменном разряде, с плотностью тока $\geq 100 \text{ мА/см}^2$, преобладают обратные реакции с участием радикалов, присутствующих в газовой смеси. В результате этих реакций в системе устанавливается уникальное химическое равновесие, не имеющее аналогов при обычном химическом осаждении слоев. При введении плазменного возбуждения реагентов равновесие системы сдвигается и слои осаждаются при меньших температурах;

3) эффект воздействия плазмы на структуру материала. При осаждении тонких слоев в плазме подложки могут находиться либо под потенциалом, близким к потенциалу плазмы, либо при большом отрицательном смещении.

Рассмотрим эти случаи. При отрицательном потенциале подложки 5–20 В относительно плазмы поверхность подложки подвергается бомбардировке медленными электронами и ионами с энергиями соударения в несколько электрон-вольт, что ниже порога распыления. В ходе поглощения энергии поверхностью растущего слоя и ее перераспределения в материале образуются термодинамически стабильные структуры, обладающие большой плотностью, сжимающими напряжениями, малым размером зерен, улучшенной адгезией.

В случае, когда подложка находится при большом отрицательном смещении относительно плазмы, поверхность растущего слоя бомбардируется ионами с энергией 100 эВ и более. В результате такого взаимодействия образуются нестабильные структурные фазы. Таким образом, воздействие плазмы на химическую реакцию состоит, с одной стороны, в ее ускорении, а с другой – во влиянии на структуру образующего слоя материала. Влияние плазмы на протекание процессов осаждения тонких слоев сводится не только к изменению механизмов протекания химических реакций в газовой фазе и на поверхности подложек, но и к изменению тех характеристик процесса, которые «отвечают» за профили концентрации реакционных частиц в объеме реактора, за равномерность и дефектность осаждаемых слоев.

В качестве исходных реагентов при получении диоксида кремния обычно используется силан и закись азота или кислород



В качестве источника кремния может служить также тетрахлорсилан, тетраэтоксисилан, а в качестве окислителя – диоксид углерода. Однако применение этих реагентов ограничено необходимостью более высоких температур для получения качественных пленок и возможностью загрязнения пленок хлором и углеродом.

Осаждение диоксида кремния обычно проводится в системах с внутренними плоскопараллельными электродами. Как правило, они представляют вакуумную камеру с плоскими электродами, между которыми поддерживается ВЧ-разряд (рис. 9.1).

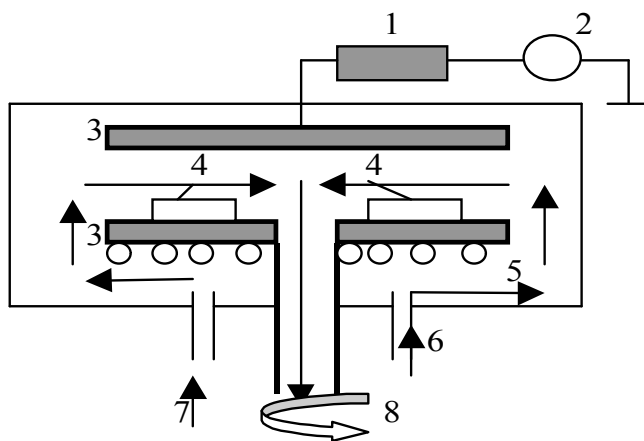


Рис. 9.1. Схема устройства с плоско-параллельными электродами для плазмохимического осаждения пленок

Диаметр электродов в промышленных установках составляет 40–60 см, а расстояние между ними 5–10 см. Эта конструкция, включающая электроды 3, радиально к центру направленные потоки газов 6, 7, горизонтальное размещение пластин на нижнем заземленном и подогреваемом электроде 5, получила распространение с 1973 года. При движении газовой смеси к центру электрода концентрация химически активной компоненты в ней уменьшается, а концентрация продуктов реакции возрастает, что, казалось бы, должно привести к низкой равномерности осаждаемых слоев. Однако надо учитывать, что плотность электронов обычно увеличивается к центру системы, так как на периферии сказывается их диффузия на стенку, и скорость протекания газа растет по мере приближения к

расположенному в центре электрода откачному отверстию, так как сечение потока уменьшается. Поэтому правильным выбором условий процесса можно уравновесить противоположные эффекты и оптимизировать равномерность.

Для согласования ВЧ-цепи (13,5 МГц) между источником питания 2 и электродом 3 помещается устройство согласования 1. Как правило, оно представляет собой катушку индуктивности, шунтирующую на землю электрод, к которому подводится ВЧ-мощность, и таким образом предотвращающую его отрицательное самосмещение, так что среднее значение потенциала на обоих электродах оказывается примерно равным. Стенки реактора могут быть кварцевыми или покрытыми слоем изолятора, чтобы, находясь под плавающим потенциалом по отношению к плазме, не подвергаться ионной бомбардировке и распылению. Обычно к электродам прикладывается разность потенциалов в несколько сотен вольт, что достаточно для получения в разряде электронов с энергией 1–10 эВ, необходимой для того, чтобы вызвать диссоциацию и ионизацию большинства газовых молекул, участвующих в процессах осаждения. Плотность свободных электронов и положительных ионов составляет $10^9 - 10^{12} \text{ см}^{-3}$. Поскольку подвижность электронов в 1000 раз выше подвижности ионов, любая поверхность, помещенная в плазму, получает большой отрицательный заряд и приобретает отрицательный потенциал по отношению к плазме. При высокочастотном разряде в симметричной системе, когда потенциалы электродов примерно равны, поток частиц через темное приэлектродное пространство примерно одинаков и состоит из электронов, положительных ионов, нейтральных и возбужденных атомов и молекул, радикалов и фотонов. При указанном выше уровне энергии электронов их средняя температура составляет $10^4 - 10^5 \text{ К}$, тогда как температура подложки и газа лежит в пределах 500–700 К.

Основными факторами, влияющими на скорость осаждения и равномерность пленки, являются ВЧ-мощность, расход газа и давление в камере.

Установлено влияние мощности разряда на скорость осаждения пленки SiO_2 из смеси силана SiH_4 , закиси азота N_2O , кислорода O_2 с небольшим количеством аргона в качестве газоносителя при двух значениях давления газовой смеси в камере — 95 и 125 Па. Расход газа составлял: $\text{SiH}_4 - 70$, $\text{N}_2\text{O} - 2500$, $\text{O}_2 - 14$, $\text{Ar} - 100 \text{ см}^3 / \text{мин}$. Температура подложки — 650 К. В качестве основного окислителя использовалась закись азота, препятствующая зародышеобразованию в газовой фазе. При работе только с N_2O скорость осаждения SiO_2 в конце реактора выше, чем в начале. Кислород же, наоборот, обеспечивает более высокую скорость в начале реактора. Таким образом, подбором отношения $\text{N}_2\text{O}/\text{O}_2$ можно добиться равномерной скорости осаждения по всей длине рабочей зоны. Скорость осаждения почти линейно возрастает с увеличением мощности, потребляемой разрядом. Понижение давления при сохранении расхода газа повлечет уменьшение скорости осаждения.

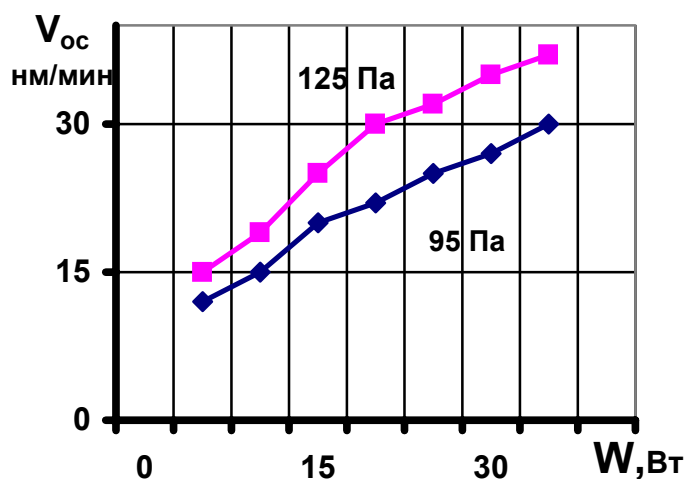


Рис. 9.2. Влияние ВЧ-мощности на скорость осаждения диоксида кремния в разряде из смеси силана, закиси азота, кислорода и аргона

Степень стехиометричности и плотность пленок диоксида кремния могут быть оценены по ИК-спектрам и изменению коэффициента преломления. На показатель преломления существенное значение оказывает отношение N_2O/SiH_4 . При меньших значениях отношения показатель преломления увеличивается из-за захвата большого количества азота и образования обогащенной кремнием пленки. Значение показателя менее 1,5 может быть достигнуто при величине отношения более 55, но равномерность толщины пленки по длине продольного реактора при таких соотношениях реагентов снижается. Пленки диоксида кремния с близким к стехиометрии составом и показателем преломления 1,46 могут быть получены в плазме из смеси силана с кислородом. При этом необходимы низкая температура осаждения, низкий уровень мощности и высокий расход газа-носителя для предотвращения образования частиц в газовой фазе и их высаживания на подложках. В оксидных пленках, осажденных в плазме, содержится также 5–10 % водорода в виде SiH, SiOi и H_2O . Концентрация водорода сильно зависит от температуры осаждения, причем большей температуре соответствует меньшая концентрация водорода.

В большинстве случаев пленки диоксида кремния на кремниевых и арсенид галлиевых подложках испытывают при комнатной температуре напряжения сжатия. Величины напряжения, достигающие $4-10^8 \text{ Н/м}^2$, зависят, главным образом, от температуры подложки и скорости осаждения.

Электрические свойства пленок, такие, как напряжение пробоя и величина диэлектрической проницаемости, также зависят от условий осаждения. В пленках толщиной 120 нм, полученных при температуре 300–525 К, напряженность поля пробоя составляет $(4-8) \cdot 10^6 \text{ В/см}$. В зависимости от величины соотношения N_2O/SiH_4 диэлектрическая проницаемость на частоте 1 кГц изменялась от 4 до 10, причем значения 4–5 получаются для пленок без избыточного содержания кремния. Плотность поверхностного заряда, для нанесенных в плазме оксидных пленок обычно высока ($\geq 10^{12} \text{ см}^{-2} \cdot \text{эВ}^{-1}$), что, вероятно, связано с воздействием ионизирующего излучения в процессе осаждения. Для уменьшения плотности поверхностных состояний после осаждения применяют отжиг в смеси азота с водородом при температуре 625 К.

Перекрытие ступенек рельефа, достигаемое с помощью плазменных пленок диоксида кремния, может изменяться от удовлетворительного до совершенно неприемлемого. Как показал анализ степени перекрытия при различной топологии рельефа, хорошее перекрытие возникает при равномерной концентрации реагентов на поверхности, устанавливающейся за счет быстрой миграции адсорбированных частиц, тогда как плохое перекрытие связывается с

отсутствием существенной миграции этих частиц. В общем, для целого ряда применений в технологии ИС степень перекрытия можно рассматривать как удовлетворительную. Кроме того, она превосходит перекрытие, характерное для других низкотемпературных покрытий.

Уменьшение толщины слоев и улучшение их качества возможно достичь путем использования электронного циклотронного резонанса (ЭЦР) плазменных источников. Основным узлом камеры для получения тонких пленок диоксида кремния является герметичный цилиндрический СВЧ-резонатор (рис. 9.3), одновременно выполняющий функции плазмохимического реактора. Ввод СВЧ-энергии в резонатор осуществляется через волновод, отделенный от реактора прозрачным для СВЧ-излучения кварцевым окном. СВЧ-плазма образуется в центральной части реактора и практически не соприкасается с его стенками и кварцевым окном.

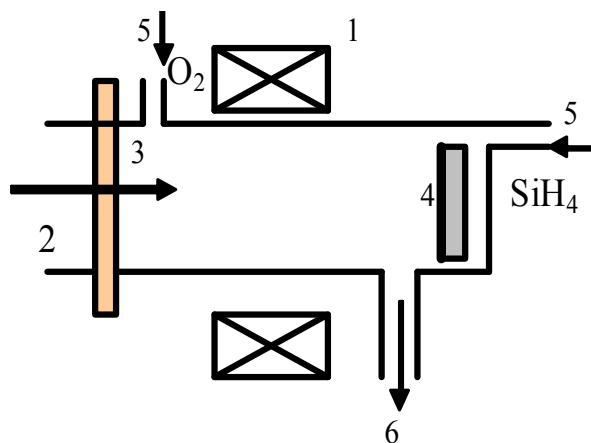
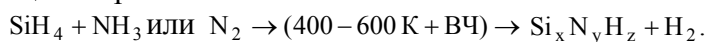


Рис. 9.3. Схема ЭЦР плазменной камеры для осаждения тонких пленок SiO₂ :
 1 - электромагнит; 2 - ввод СВЧ-энергии; 3- кварцевое окно; 4- подложка с подложкодержателем; 5- напуск газов; 6- вакуумная откачка

Камера может быть вакуумирована при использовании турбомолекулярного насоса до $1,3 \cdot 10^{-4}$ Па. Тонкие пленки SiO₂ осаждались при давлении 0,13–0,26 Па, скорости общего газового потока $30 \text{ см}^3 / \text{мин}$ и поглощаемой мощности 8 Вт ($0,25 \text{ Вт/см}^2$) при ЭЦР на частоте 2,45 ГГц. Температура подложки в процессе роста поддерживалась порядка 625 К. Кислород применяется в качестве окислителя. Перемещая электромагнит вдоль реактора, возможно локализовать плазменное облако и создать таким образом либо обычный вариант плазмохимического осаждения, либо внезарядовый вариант. В обычном режиме SiH₄ и кислород непосредственно возбуждаются СВЧ-плазмой. Во внезарядовом варианте SiH₄ вводится в кислородную плазму. Возбужденный кислород выносится из области плазмы и смешивается с SiH₄, в результате чего протекает химическое парофазное осаждение на нагретой поверхности.

9.5. Плазмохимическое осаждение нитрида кремния

Для осаждения нитрида кремния Si₃N₄ в тлеющем ВЧ-разряде обычно используются те же реакторы, что и для получения диоксида кремния. Преимущественно используются исходные реагенты в виде силана SiH₄ и аммиака NH₃ или азота N₂, и реакция протекает следующим образом:



Когда в качестве источника азота используют молекулярный азот, то из-за его значительно меньшей скорости диссоциации по сравнению с SiH₄ нужен больший избыток азота ($\text{N}_2 / \text{SiH}_4 \geq 10^2 - 10^3$), чтобы избежать образования обогащенной кремнием пленки.

Аммиак, напротив, может диссоциировать многоступенчато с потреблением малой энергии, что обеспечивает формирование пленки активным азотом. Поэтому отношение NH_3/SiH_4 может быть существенно ниже и находиться в диапазоне 5–20. В табл. 9.3 приведены значения энергии ионизации и энергии диссоциации для некоторых реакций, протекание которых в тлеющем разряде сопровождается образованием нитрида кремния.

Благодаря низкой энергии диссоциации NH_3 составом осаждаемых слоев можно управлять в широком диапазоне параметров процесса. Обогащенные кремнием слои, как правило, менее плотные и содержат большое количество дефектов, таких, как Si-оборванные связи, Si-Si-связи, группы Si-H. Эти дефекты образуют локализованные состояния в запрещенной зоне и играют роль ловушечных или рекомбинационных центров в нитриде кремния. Все это приводит к ухудшению диэлектрических свойств, т.е. увеличению токов утечки, уменьшению напряжения пробоя, ухудшению зарядовых характеристик, а также к сдвигу края оптического поглощения в слоях нитрида кремния в область больших длин волн. Плазмохимический нитрид кремния содержит большое количество водорода (10–40 %), образующего связи Si-H и N-H, что существенно изменяет свойства пленок. При более высокой концентрации водорода уменьшается плотность и коэффициент преломления пленок, при этом увеличивается скорость их травления в жидкостных травителях. Ухудшается термическая стабильность, а также другие электрофизические свойства. Отжиг при температуре 870–970 К приводит к разрыву водородных связей, однако, при этом возможно образование в пленке микроскопических пузырьков и пор, вызванных накоплением водорода.

Таблица 6.3 – Энергия ионизации и энергия связи в некоторых реакциях, возможных при образовании нитрида кремния

Процесс ионизации	Энергия, эВ	Процесс диссоциации	Энергия, эВ
$\text{SiH}_4 \rightarrow \text{SiH}_3^+ + \text{H} + e$	12,2	$\text{SiH}_4 \rightarrow \text{SiH}_3^+ + \text{H}$	4,07
$\text{SiH}_4 \rightarrow \text{SiH}_3^+ + \text{H}_2 + e$	12,2	$\text{SiH}_4 \rightarrow \text{Si} + \text{H}$	3,09
$\text{NH}_3 \rightarrow \text{NH}_3^+ + e$	10,2	$\text{NH}_3 \rightarrow \text{NH}_2 + \text{H}$	4,76
$\text{NH}_2 \rightarrow \text{NH}_2^+ + e$	11,4	$\text{NH}_2 \rightarrow \text{NH} + \text{H}$	3,9
$\text{NH} \rightarrow \text{NH}^+ + e$	13,1	$\text{NH} \rightarrow \text{N} + \text{H}$	3,42
$\text{N}_2 \rightarrow \text{N}_2^+ + e$	15,57	$\text{N}_2 \rightarrow \text{N}$	9,83

В пленках нитрида кремния, полученных плазмохимическим осаждением, обнаруживается значительное количество кислорода, связанного с кремнием. Как оказалось, оно равно 2 ат.% в пленках, осажденных при температуре 525 К, и 13 ат.% при температуре осаждения 373 К. Присутствие кислорода подтверждается также меньшей величиной показателя преломления пленок нитрида кремния, полученных при меньшей температуре, но при одинаковом соотношении реагентов. При значении отношения NH_3/SiH_4 , равном 10, показатель преломления пленок, осажденных при 650 К, равен 2,00, а при 570 К – 1,95.

Плотность поверхностных состояний на границе нитрид кремния – кремний увеличивается в диапазоне $(1-7) \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2} \text{ эВ}^{-1}$ с ростом потока силана, с уменьшением температуры осаждения, мощности и определяется числом свободных связей кремния. Распределение плотности поверхностных состояний по энергии имеет максимум при 0,86 эВ или на 0,2–0,3 эВ ниже дна проводимости. Напряженность электрического поля пробоя пленок нитрида кремния достигает 10^7 В/см , а диэлектрическая проницаемость лежит в диапазоне от 6 до 9. Хотя пленки нитрида кремния достаточно проницаемы для Na^+ и других примесей, они широко применяются в качестве пассивирующих слоев, особенно в

приборах с пластмассовой герметизацией. Низкая температура осаждения, хорошие диэлектрические и механические характеристики делают их пригодными для применения в качестве межслойного диэлектрика. Однако использование нитрида кремния и диоксида кремния, полученных в ВЧ-плазме, на активной области ИС не практикуется из-за связанного с плазменным нанесением увеличением встроенного заряда и других побочных явлений, происходящих под действием ионной, электронной и фотонной бомбардировки.

Одним из путей улучшения характеристик пленок нитрида кремния является использование СВЧ-плазмы, возбужденной методом электронного циклотронного резонанса. Схема источника СВЧ-плазмы (ЭЦРП) описана в предыдущем подразделе. При получении нитрида кремния азот подавался в плазменную камеру, а силан SiH_4 — в камеру осаждения.

Диапазон рабочих давлений $10^{-1} - 10^{-3}$ Па. Напряженность магнитного поля уменьшается от камеры к подложке, что образует расходящийся поток заряженных частиц. Благодаря большой подвижности электроны отрицательно заряжают подложку, которая электрически изолирована от камеры с плазмой. Под действием разности потенциалов между образцом и зоной плазмы происходит ускорение ионов до энергии 20–50 эВ, что способствует увеличению скорости осаждения и улучшению качества слоев. При подаче на подложку смещения можно получить полностью планарную поверхность и уменьшить длительность процесса планаризации при различных отношениях толщины проводящего слоя к зазору между проводниками.

9.6. Ионно-плазменное нанесение тонких пленок нитрида алюминия

Применение тонких слоев нитрида алюминия для пассивации и маскирования поверхности ИС обуславливает интерес к разработке и совершенствованию методов их получения. Большой интерес представляет применение нитрида алюминия в структурах полупроводник-нитрид алюминия-полупроводник на основе кремния и арсенида галлия или карбида кремния, которые являются альтернативой структурам типа кремний на сапфире (КНС-структуры), а также могут быть использованы для создания многоуровневых БИС и в оптоэлектронных устройствах.

Среди вакуумных методов наибольший интерес представляет способ планарного ВЧ-магнетронного распыления, как наиболее эффективный и универсальный. Скорость роста слоев зависит от ВЧ-мощности и давления реакционных газов. При температуре осаждения 625 К скорость роста достигает 5 мкм/ч. Для повышения эффективности и улучшения однородности толщины слоев по подложке предложены новые варианты распылительных устройств, например ионно-распылительный. Рабочая камера с противоположно расположенными мишенями предусматривает использование двух мишеней из алюминия, расположенных на расстоянии 100 мм одна от другой (рис. 9.4). Распыление ведут при давлении 1,0–2,6 Па со скоростью осаждения на подложку, размещенную вблизи зоны тлеющего разряда, 1,6–13,0 нм/мин, температура кремниевых подложек 300–823 К. В результате получают пленки с размером зерна 400 нм. Для формирования гладких слоев высокого качества распыленные частицы должны были достигать подложки при некоторой оптимальной энергии, позволяющей им свободно мигрировать по поверхности растущего слоя. Но при бомбардировке поверхности частицами с большой энергией происходит аморфизация осаждаемых слоев. Поэтому рекомендуется проводить осаждение либо в ВЧ-разряде с большой скоростью, либо на постоянном токе, но при очень малой скорости. Полученные магнетронным распылением слои даже при относительно низких температурах имеют высокий уровень внутренних механических напряжений. Вероятно, причиной возникновения этих напряжений является электронно-ионная бомбардировка растущего слоя.

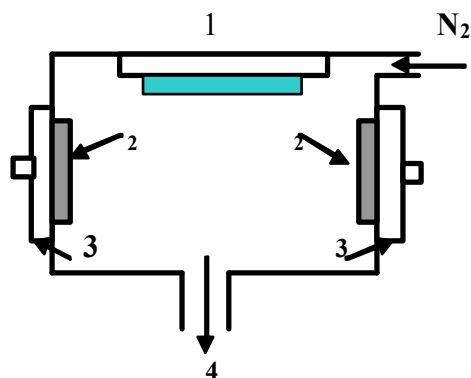


Рис. 9.4. Схема ВЧ-магнетронной распылительной установки с двумя противоположно-расположенными мишенями: 1- подложкодержатель с подложкой и нагревателем; 2 - мишени из алюминия; 3 – ВЧ-магнетроны; 4- откачка

Ионно-плазменные методы позволяют получить чрезвычайно однородные по толщине зеркально-гладкие слои и обрабатывать подложки в полунепрерывном процессе партиями, даже из нетугоплавких материалов, например, арсенида галлия, алюминия, стекла, полимеров и др.

В то же время при использовании этих методов скорость осаждения была относительно низкая, технологический цикл продолжительный, и кроме того, наблюдалось нарушение стехиометрии состава для низкотемпературного осаждения.

9.7. Плазмохимическое осаждение кремния

С помощью плазмохимического осаждения могут быть получены эпитаксиальные слои кремния, аморфный (аморфизированный или, как его обозначают, α -Si) кремний, поликристаллический или микрокристаллический кремний. Последний тип структуры представляет собой микрокристаллы, включенные в аморфную матрицу. Основное влияние на структуру слоев оказывает температура их получения. Условно эту температуру можно разделить следующим образом: эпитаксиальные слои растут при температуре выше ~ 1025 К, поликристаллические — 725 – 1025 К, микрокристаллические — 470 – 770 К, аморфные — при температуре ниже 470 К. Кроме температуры, на структуру осажденных слоев влияют состав газовой фазы, уровень ВЧ-мощности, ионная бомбардировка поверхности растущего слоя. Основным исходным реагентом для получения слоев поликремния и аморфного кремния с помощью плазмохимического осаждения является моносилан или его смесь с фосфином или арсином. Кроме того, использовались дихлорсилан и смесь дихлорсилан-фосфин-аргон. Поликристаллические слои получают при достаточно высоких температурах осаждения, что накладывает определенные ограничения на тип используемого оборудования. Для этих целей применяют главным образом многоэлектродные реакторы с «горячими стенками», в которых осуществляется интенсивный нагрев корпуса реактора с помощью галогенных ламп или резистивных нагревателей (рис. 9.5).

Галогенные лампы 4 размещаются снаружи цилиндрического реактора 2, ВЧ-мощность подается к секционной электродной системе 3, состоящей из чередующихся плоских параллельных электродов, причем на каждом втором электроде располагаются подлежащие нанесению полупроводниковые подложки. Поток рабочего газа в данном типе реактора вводится таким образом, чтобы обеспечивалось его продольное ламинарное течение относительно поверхности полупроводниковых пластин.

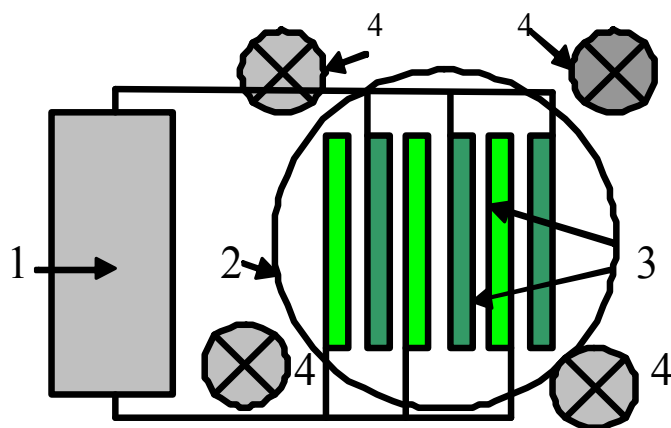


Рис. 9.5. Схема реактора для плазмохимического осаждения с плоскими параллельными электродами, продольным протоком газа и «горячими стенками»:
 1— ВЧ-генератор с согласующим устройством; 2 — реактор; 3 — электроды;
 4 — галогенные лампы

Слои аморфного кремния, используемые для изготовления солнечных элементов, получают при очень низких температурах (325–470 К). Такие слои содержат очень большое количество водорода (до 50%) которое зависит от температуры осаждения. В технологии создания солнечных элементов обычно используют слои с содержанием водорода 10–25 ат.% (α -Si-H). При низких температурах осаждения водород благоприятствует зарождению микрокристаллитов. Поэтому ключевым фактором начального роста микрокристаллов является отношение концентрации радикалов H^*/SiH^* в плазме моносилана.

Аналогичное влияние на снижение температуры фазового перехода оказывают фосфин или диборан, присутствующие в газовой смеси. Известны определенные пределы плотности мощности, выше которых осажденные слои кремния будут поликристаллическими, а ниже – аморфными. С увеличением плотности мощности возрастает также доля микрокристаллитов в слое кремния. Важную роль играет ионная бомбардировка поверхности слоя в образовании микрокристаллической структуры.

Дальнейшее развитие технологии осаждения α -Si-H из газовой фазы с активацией в плазме базируется на использовании частот СВЧ-диапазона, обеспечивающих технику осаждения в условиях электронного циклотронного резонанса (ЭЦР). В отличие от ВЧ-разряда ЭЦР обеспечивает большие возможности воздействия на характеристики плазмы рабочих газов. Основное достоинство метода ЭЦР — расширение технологических возможностей, например резкое повышение скорости осаждения α -Si-H без предварительного прогрева подложек с сохранением высоких электрофизических характеристик слоев, что обусловлено снижением уровня высокоэнергетических частиц, бомбардирующих растущую поверхность более чем на порядок. Осуществление ионизации газа СВЧ-излучением в магнитном поле позволяет активно воздействовать на параметры плазмы, а следовательно, и на процесс осаждения α -Si-H. В условиях ЭЦР возможно осуществлять ионизацию газа, начиная с минимального давления $1,33 \cdot 10^{-4}$ Па и доведя его до атмосферного, управлять температурой электронов и ионов, а также областями их локализации. Это достигается путем изменения степени неоднородности постоянного магнитного поля вдоль резонатора. В области низких давлений могут быть достигнуты как высокая степень ионизации газа, так и ограничение поперечного ухода частиц из разряда.

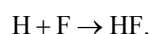
9.8. Стимулированное плазмой осаждение металлов

Сравнительно чистые пленки вольфрама, осажденные в тлеющем ВЧ-разряде в атмосфере из смеси гексафторида вольфрама WF_6 и водорода H_2 , получены в реакторе с

параллельными электродами и радиальным протеканием газа при общем давлении 25 Па. Чистый WF_6 непригоден для использования в стимулированных плазмой процессах осаждения вольфрама из-за того, что при температуре подложки выше ~ 360 К преобладает травление, а не осаждение слоя. Это наблюдение соответствует указаниям о том, что атомы фтора являются основными травящими агентами вольфрама. Действительно, в результате соударения с электроном генерируются атомы фтора и неопределенные фториды вольфрама

$$e + WF_6 \leftrightarrow WF_{6-x} + xF + e.$$

Если атомы фтора не связываются, то происходит травление вольфрама. Введение водорода подавляет травление пленки вследствие взаимодействия водорода с фтором, которое может протекать несколькими путями, причем все они допустимы с термодинамической точки зрения. Например, атомы водорода, полученные в результате диссоциации молекул при столкновении с электронами, могут реагировать с атомами фтора следующим образом



Добавление водорода позволяет использовать повышенную температуру подложки, что обеспечивает получение гладких пленок вольфрама без сквозных проколов. В диапазоне температур 470–670 К при плотности мощности 0,06 Вт/см² и отношении расходов H_2/WF_6 , равном 3, зависимость скорости осаждения вольфрама от температуры подчиняется закону Аррениуса.

После соответствующей подготовки поверхности и выбора условий процесса осаждения как при атмосферном, так и при пониженном давлении можно произвести осаждение пленки вольфрама селективно на кремний, тогда как на расположенный рядом слой диоксида кремния вольфрам осаждаться не будет. Селективное осаждение может оказаться невозможным в реакторе с параллельными электродами из-за ионной бомбардировки, производящей нарушение поверхности, в результате которого центры адсорбции возникают и на диоксиде кремния.

Локальное осаждение пленок вольфрама может осуществляться тремя способами восстановления гексафторида вольфрама: кремнием — $2WF_6 + Si \rightarrow 2W + 3SiF_4$; водородом — $2WF_6 + H_2 \rightarrow 2W + 6HF$; си-ланом — $WF_6 + 4SiH_4 \rightarrow 3W + 4SiF_4 + 2HF + 7H_2$. Первая реакция является самоограничивающейся. При толщине пленки вольфрама 10–15 нм лимитируется доставка кремния через образовавшуюся пленку и дальнейший рост вольфрама осуществляется по второй реакции.

Исследование поперечного сечения пленок вольфрама, осажденных в стимулированном плазмой процессе, позволило установить, что пленка имеет столбчатую структуру и совпадает со структурой пленок, полученных другими методами. Причем образование столбчатых зерен происходит при росте как на аморфной (термический диоксид кремния), так и на кристаллической (сапфир) подложке. Величина удельного сопротивления пленки вольфрама непосредственно после процесса осаждения зависит от соотношения H_2/WF_6 . По-видимому, при увеличении концентрации водорода происходит более интенсивное связывание фтора и, следовательно, уменьшается его захват осаждающейся пленкой. Однако практически для всех условий осаждения кратковременная термообработка пленок при температуре 1225 К приводит к снижению удельного сопротивления пленок до 8 мкОм·см, что близко к сопротивлению массивного вольфрама (5,3 мкОм·см).

Пленки молибдена осаждали из смеси гексафторида молибдена MoF_6 или пентахлорида молибдена $MoCl_5$ с водородом, причем во всех случаях чистота пленок и их удельное сопротивление сильно зависят от применяемых рабочих газов. Осаждение молибдена в ВЧ-разряде из MoF_6 и H_2 при температуре выше 470 К приводит к получению пористых пленок, легко окисляющихся при отношении H_2/MoF_6 меньше 4. Однако при отношении H_2/MoF_6 , равном 7, получают гладкие стабильные пленки молибдена. Но эти

пленки недостаточно чистые, основной примесью является фтор. Это обусловлено образованием из MoF_6 устойчивого твердого вещества MoF_3 . Это вещество не восстанавливается водородом и не переводится в неопределенные фториды при температуре ниже 670 К. Чтобы избежать образования стабильного MoF_3 , применяют при осаждении в ВЧ-разряде смесь MoCl_5 и H_2 при давлении 130 Па и температуре подложки 450-700 К. При использовании MoCl_5 вследствие его низкой летучести требуется подогрев как реактора, так и подводных коммуникаций. Эта мера позволяет не допустить конденсации пентахлорида молибдена.

Если в разряд, содержащий галоидные или карбонильные соединения переходных металлов, добавить кремнийсодержащее вещество (обычно силан), то в получаемой пленке будут содержаться переходный металл и кремний. Силициды вольфрама ($\text{W}_x\text{Si}_{1-x}$) могут быть осаждены также из смеси WF_6 и SiH_4 . Поскольку в разряде имеется водород, необходимый для связывания фтора, осаждение пленки превалирует над травлением. И действительно, пленка образуется легко и быстро. Скорость ее осаждения превышает 0,05 мкм/мин, что на порядок выше, чем скорость осаждения вольфрама. Такое ускорение процесса может быть связано с усилением зародышеобразования в присутствии кремния на поверхности вольфрамовой пленки. Изменение соотношения WF_6/SiH_4 в смеси изменяет и соотношение элементов в пленке. Удельное сопротивление пленки зависит от содержания в ней вольфрама. Большое содержание кремния приводит к получению пленок с сопротивлением, близким к поликремнию. И наоборот, пленки, содержащие почти чистый вольфрам, характеризуются низким сопротивлением. В любом случае, сопротивление пленок силицидов вольфрама, полученных стимулированным плазмой осаждением, близко к сопротивлению этих пленок, полученных распылением. Как и в случае пленок вольфрама, осажденных в плазме, сопротивление пленок $\text{W}_x\text{Si}_{1-x}$ снижается при последующих за осаждением термообработках, что, по-видимому, связано с выделением из пленки фтора.

9.9. Ионно-плазменное нанесение тонких пленок керамических сверхпроводников

Среди различных методов приготовления тонких керамических пленок сверхпроводников ионное распыление является одним из лучших, благодаря легкости контроля толщины, планарности получаемой поверхности, однородности и хорошей адгезии к подложке и к другим слоям. Распыление производят как из компактных мишеней заранее синтезированного состава, так и из мишеней, содержащих отдельные компоненты керамики. Для этих целей используются различные ионно-плазменные источники: от простейших диодного и триодного типов до сложных, содержащих несколько различных ионных источников. В качестве примера рассмотрим установку ионно-лучевого распыления с источником Кауфмана с одной мишенью, полученной спеканием порошков исходных оксидов иттрия, бария, меди и имеющих химический состав, соответствующий $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ (рис. 9.6). Источник Кауфмана 1 располагается на одной из стенок вакуумной камеры таким образом, чтобы пучок ионов аргона был равномерно направлен на мишень 3, распыленные атомы мишени осаждаются на сапфировую подложку 2, которая обдувается потоком кислорода. Кислород в этом случае используется с целью сохранения необходимого химического состава сверхпроводящей пленки на подложке, так как в противном случае неизбежна потеря распыляемой части кислорода за счет интенсивной вакуумной откачки 4.

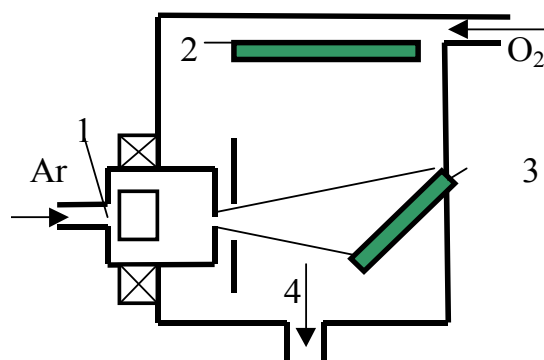


Рис. 9.6. Схема ионно-лучевого распыления с источником Кауфмана

Для нанесения пленок необходимы следующие условия: рабочий газ (смесь аргона с 10 % кислорода), давление 6,66 Па, ускоряющее напряжение 1 кВ, ионный ток 20 мА, скорость нанесения 7 нм/мин. Нанесенные пленки, как правило, имеют высокое сопротивление и нуждаются в последующем отжиге, который осуществляется на воздухе или в атмосфере кислорода в диапазоне температур 975–1225 К и длительности до 10 часов. При использовании магнетронного распыления главным является обеспечение стехиометрии состава пленки. Для этого применяют мишени с различным соотношением компонентов или несколько мишеней. Для распыления используются мишени соединений — Y Cu и Ba Cu, так как барий не обладает достаточной стабильностью на воздухе. Варьируя относительные скорости распыления двух мишеней, можно получить требуемый состав $Y_x Ba_{1-x} Cu$, где x — отношение скоростей распыления. Логическим развитием метода распыления является использование не двух, а трех мишеней, с тем чтобы обеспечить управление скоростью распыления каждого компонента. Скорость распыления каждой мишени устанавливали отдельно для получения необходимой стехиометрии состава, общая скорость напыления составляет порядка 25 нм/мин. Распыление производят в атмосфере аргона при давлении около 0,3 Па, причем в непосредственной близости от поверхности растущей пленки подают кислород. При различных схемах распыления важнейшей причиной отличия состава пленки от состава мишени является перераспыление. Эта причина остается пока малоизученной в приложении к распылению сверхпроводящих материалов. Предполагают, что ею является бомбардировка поверхности растущей пленки ионами кислорода и электрически нейтральными частицами. При распылении композиций, содержащих элементы с большой разницей в электроотрицательности, например кислород и редкоземельные металлы, образующиеся отрицательные ионы ускоряются от мишени и бомбардируют поверхность растущей пленки. Такого эффекта можно избежать распылением при более высоких давлениях 10–13 Па, так как высокоэнергетические ионы будут рассеиваться на атомах инертного газа, не попадая на поверхность подложки. Однако при этом резко замедляется скорость напыления пленки и ухудшается стехиометрия ее состава. Более эффективным для устранения перераспыления является использование метода, когда мишени находятся под углом к подложке.

Получил распространение и метод создания сверхпроводящих пленок с помощью электронно-лучевого испарения с одновременным воздействием на пленку кислородной ВЧ-плазмы. Объемы, содержащие испаряющийся материал и подложку, разделены (рис. 9.7) и имеют различное давление: 10,7 мПа и 0,4 Па. Камеры соединены отверстием диаметром 10 см, что позволяет поддерживать высокий вакуум в зоне испарения и необходимое давление в зоне осаждения. На поверхность подложки направляется возбужденная ВЧ-генератором кислородная плазма. В процессе осаждения пленки подложка поддерживается при температуре 815 К и вращается со скоростью 6 об/мин.

Большое распространение для получения тонких пленок высокотемпературных сверхпроводников получили лазерные распылительные системы. Для этих целей используются импульсные эксимерные лазеры, а также лазеры с модуляцией добротности на

итрий-алюминиевом гранате. Напыление из лазерной плазмы, в силу того, что в этом процессе материал мишени переносится практически без изменения стехиометрии состава, может быть с успехом использовано для нанесения материалов сложного состава, таких, например, как BiSrCaCuO . Было определено, что для распыления висмутовой керамики, с сохранением стехиометрии состава, необходима более высокая плотность энергии, чем при распылении мишени типа YBaCuO . Тем не менее в случаях, когда необходимым является точное воспроизведение стехиометрии состава мишени на подложке, лазерное распыление позволяет добиться хороших результатов.

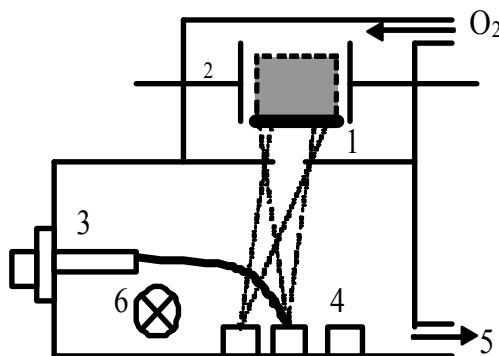


Рис. 9.7. Схема электронно-лучевого распыления в ВЧ-плазме:
 1 — подложка; 2 — ВЧ-электродная система с низкотемпературной плазмой;
 3 — электронная пушка; 4 — сменные тигли с испаряемым веществом;
 5 — откачка; 6 — электромагнит для управления

Успехи в получении тонких пленок сверхпроводников методом реактивного лазерного распыления дали толчок использованию его и для осаждения тонких слоев нитрида кремния. Распыление кремния проводили с помощью импульсных эксимерных лазеров в вакуумной камере, которую откачивали до давления $4 \cdot 10^{-4}$ Па, после чего ее заполняли аммиаком при давлении до 500 Па. Пленки нитрида кремния имели толщину 200–500 нм и очень хорошую адгезию к кремниевой подложке. Содержание кремния в пленке изменялось от 45 % в верхней части пленки до 56 % в нижней.

9.10. Нанесение магнитных материалов методом ионно-плазменного распыления

В отличие от вакуумного испарения ионно-плазменное распыление проводится при более низком вакууме, а рост пленки осуществляется в условиях бомбардировки заряженными частицами. Эти особенности определяют механизм роста пленок и объясняют преимущества и недостатки метода. К преимуществам ионно-плазменного распыления магнитных материалов относятся:

- отсутствие дефектов, связанных с испарением крупных агломератов;
- состав пленки близкий по отношению к составу мишени;
- более высокая однородность толщины и характеристик формируемых слоев. В зависимости от параметров процесса распыления можно изменять структуру слоев и, следовательно, магнитные характеристики, в частности анизотропию;
- более высокая адгезия к поверхности подложки.

Недостатками этого процесса являются относительно низкая скорость осаждения пленок (< 300 нм/мин) и сильный разогрев подложки (особенно при параллельном расположении мишени и подложки в результате ионной бомбардировки, ионно-электронной рекомбинации, излучения от горячих участков мишени и подколпачных устройств).

Для распыления магнитных материалов наиболее распространен метод магнетронного распыления. Однако при магнетронном распылении магнитных материалов возникают

сложности, связанные с тем, что мишень обуславливает существование короткозамкнутой магнитной цепи. Степень экранирования магнитного поля магнитным материалом мишени возрастает с увеличением ее толщины. В то же время напряженность магнитного поля 30 кА/м на поверхности мишени, которая требуется для ее магнетронного распыления, может быть превышена для большинства магнитных материалов (Ni, Co, NiFe) при толщине мишеней 6–8 мм. Толщина мишени из железа должна быть меньше 3 мм. Можно использовать мишень, приведенную в состояние магнитного насыщения с помощью специальной намагничивающейся системы. При снижении толщины мишени и ее магнитном насыщении усиливается неоднородность эрозии, что приводит к возрастанию неоднородности толщины формируемых магнитных пленок. В планарных магнетронах при малой толщине мишени достичь равномерности практически невозможно. При мощности разряда 20 Вт/см^2 , площади магнитной мишени $500 \times 90 \text{ мм}$, толщине 8 мм скорость распыления может составлять 10 нм/с. Эффективность распыления магнитных мишеней при магнетронном распылении в основном определяется ее составом. Эффективность распыления мишени, состоящей из Co – 30 %, Ni – 7,5 %, Cr – 62,5 % — 10%, мишени Co – 20 %, Ni – 10 %, Cr – 70 % — 23 %. В то же время срок службы второй мишени в два раза выше, чем первого, а изменение вольтамперных характеристик разряда при ее распылении в процессе эксплуатации незначительно.

В большинстве типов магнетронов используется распыление на постоянном токе. Скорость роста пленок зависит от температуры подложки и уменьшается по мере ее увеличения. Наличие примесей газов сказывается на скорости распыления, снижая ее вследствие адсорбции на поверхности мишени. Бомбардировка подложки заряженными частицами сильно влияет на механизм формирования пленки. На подложке, помещенной в плазму, накапливается отрицательный заряд, что является следствием более высоких скоростей электронов и большего их рассеяния на частицах плазмы. Отрицательный заряд усиливает бомбардировку растущей пленки положительно заряженными ионами инертного газа, вследствие чего ее обратное распыление увеличивается. Таким образом, скорость роста пленок при катодном распылении является функцией потенциала подложки, который, в свою очередь, определяется ее расположением относительно мишени.

Замечательным свойством магнитных пленок, полученных магнетронным распылением, является анизотропия магнитных свойств. Особенно четко это явление проявляется тогда, когда поток распыляемых атомов падает на подложку под большим углом. Установлено, что при напылении железа, никеля и кобальта толщиной 10-100 нм под углом 80° первые два имеют кубическую кристаллическую структуру, а кобальт характеризуется наличием кубической и гексагональной фаз. Коэрцитивность магнитных пленок, полученных данным способом, достигает 80 кА/м. Вследствие эпитаксиального роста кристаллитов магнитного слоя на таких частицах развивается магнитная анизотропия формы, степень которой уменьшается с увеличением температуры подложки и давления аргона при распылении. При более низком давлении, когда анизотропия магнитных параметров увеличивается, коэрцитивная сила снижается.

9.11. Ионно-стимулированное, ионно-лучевое напыление тонких пленок

Во многих случаях традиционные методы испарения или распыления не позволяют получить тонкие слои с требуемыми свойствами, что оправдывает применение более сложных физических методов, в частности, с использованием пучков частиц. Основным отличием физических методов от «хаотических» процессов, к которым относятся испарение и распыление, является возможность контроля кинетических свойств частиц, падающих на подложку, и варьирования в широких пределах кинетической энергии и угла падения частиц. Для устранения зарядки образца при осаждении с помощью ионных пучков диэлектрических слоев или при осаждении на изолирующие подложки обычно вместо ионных использовались плазменные пучки.

Необходимым условием осаждения пленок с помощью пучков частиц является их низкая энергия, такая, чтобы вероятность прилипания была бы равна единице, а распыление подложки и растущего слоя пренебрежимо мало. Эта методика удобна для контролируемого осаждения бинарных соединений в процессе ионного перемешивания осажденных частиц. Энергия частиц в подобном процессе выбирается таким образом, чтобы получить равные единицы вероятности прилипания и однородные концентрации. Современные источники плазменных пучков позволяют получать чрезвычайно однородные пучки нейтральных частиц с кинетическими энергиями от нескольких десятков до тысяч электрон-вольт, при которых имеет место значительное перемешивание атомов за счет диффузии на границе раздела. Вследствие нейтральности плазменного пучка в процессе роста слоев не изменяются условия осаждения проводящих пленок на диэлектрические подложки и диэлектрических пленок на проводящие подложки, чем определяется высокая степень контроля в плазменном осаждении первичным пучком. Другим достоинством этого метода является возможность формирования сложных соединений за счет взаимодействия осаждаемых частиц с атомами подложки. Например, при бомбардировке поверхности Al пучком плазмы Ar-N с энергией 480 эВ получена фаза AlN. Это означает, что необходимая для реакции энтальпия поставляется за счет кинетической энергии ионов плазмы.

Хотя частицы, используемые для выращивания пленок, могут быть доставлены на подложку различными способами, включая испарение и просто воздействие газовой среды, наибольшую гибкость процесса обеспечивают системы с двумя и более пучками (рис. 9.8).

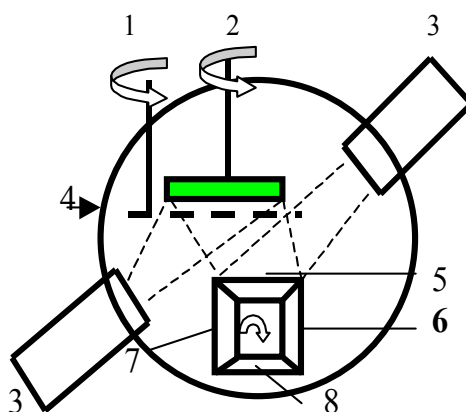


Рис. 9.8. Схема устройства для осаждения тонких пленок с двумя ионными источниками: 1— заслонка; 2 — привод вращения подложкодержателя; 3 — источники ионов; 4— вакуумная камера; 5,6,7, 8 — сменные мишени из SiO₂, TiO₂, Ti и Si соответственно

В состав двухпучковой системы входят источник первичных ионов для распыления одной или нескольких мишеней и второй ионный источник, направленный на подложку с растущей пленкой. С помощью источников создаются независимые пучки различных ионов с контролируемой энергией для бомбардировки мишени и подложки под различными углами. При наличии механического управления мишенью или подложкой в системе можно реализовать практически любые геометрические условия для бомбардировки. Системы с двумя пучками используются для осаждения пленок сложных соединений, образующих твердые покрытия или защитные слои. Например, для осаждения пленок AlN контролируемого состава применялось распыление мишени из Al ионами Ar⁺ с энергией 1500 эВ в сочетании с воздействием на подложку пучка ионов N⁺ с энергиями 100–500 эВ. Стехиометрические пленки AlN получены при отношении скоростей поступления N и Al не менее 1. Избыточные частицы азота выбрасываются из растущей пленки, как только она становится стехиометрической. Бомбардировка подложки Ta в атмосфере O₂ ионами аргона

Ar с энергией 2 кэВ стимулирует реакцию между адсорбированными O_2 и Ta, что позволяет получить тонкие пленки со стехиометрией, близкой к равновесной фазе Ta_2O_5 .

Наряду с частицами малых энергий, пучки быстрых частиц играют важную роль в изготовлении тонких пленок. Последние могут использоваться как для легирования слоев путем ионной имплантации, так и для перемешивания границы раздела пленки и подложки или отдельных слоев.

Специалистами фирмы «Лейбольд» (ФРГ) для получения тонких многослойных оптических покрытий используются как методы ионного распыления в присутствии второго источника, так и методы электронно-лучевого испарения с ионной поддержкой (рис. 9.9). Многослойные оптические покрытия Ta_2O_5 - SiO_2 - TiO_2 - SiO_2 широко используются для лазерной оптики в качестве зеркал, широкополосных и узкополосных фильтров. Основными характеристиками этих покрытий являются коэффициент поглощения и коэффициент отражения в рабочем диапазоне длин волн. Для этого требуется мелкозернистые, ровные и гладкие пленки. Наиболее успешные результаты получены при использовании ионно-лучевого распыления мишеней в присутствии вторичного ионного пучка, причем первичный ионный пучок состоит из ионов аргона, а вторичный из ионов кислорода.

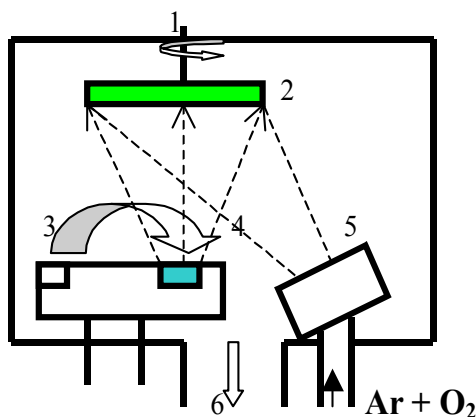


Рис. 9.9. Схема установки электронно-лучевого испарения с дополнительной ионной бомбардировкой мишени: 1 — привод вращения подложкодержателя; 2 — подложка с подложкодержателем; 3 — электронная пушка; 4 — тигель с испаряемым веществом; 5 — ионный источник; 6 — откачка

ЛИТЕРАТУРА

Основная:

1. Данилина Т.И. Технология тонкопленочных микросхем. – Уч. пособие. Томск: ТУСУР, 2007. – 151 с. (50 экз.)
2. Данилина Т.И., Макрушин А.С. Вакуумная техника. – Учебное пособие. – Томск: ТУСУР, 2007. – 95 с. (50 экз.)
3. Т.И.Данилина, С.В.Смирнов Ионно-плазменные технологии в производстве СБИС: Учебное пособие.- Томск: Томск.гос.ун-т систем управления и радиоэлектроники, 2000.-140с. (52 экз.)
4. Данилина Т.И. Вакуумно-плазменные методы получения наноструктур.- Учебное пособие. Томск: ТУСУР, 2012.- [электронный ресурс] - адрес: miel.tusur.ru.

Дополнительная:

1. Данилина Т.И., Кагадей В.А., Анищенко Е.В. Технология кремниевой нанoeлектроники: Учебное пособие.-Томск: В-Спектр, 2011.-262 с. ISBN 978-5-91191-203-1. (3 экз.)

2. Берлин Е., Двинин С., Сейдман Л. Вакуумная технология и оборудование для нанесения и травления тонких плёнок.-М.:Техносфера, 2007.- 176 с. [электронный ресурс] - адрес:
http://www.litagents.ru/library/books/vakuumnaya_tehnologiya_i_oborudovanie_dlya_nane_seniya_i_trav.html
<http://goraknig.org/tehnika/?kniga=NTU1OTU2>
3. Голишников А.А., Путря М.Г. Вакуумные плазменные технологии в производстве СБИС. Ч.1.: Получение и измерение вакуума. Основные понятия физики плазмы: учеб.пособие.-М.:МИЭТ,2010.- ?? с. [электронный ресурс] - адрес:
4. Голишников А.А., Путря М.Г. Учебное пособие по дисциплине «Плазменные технологии в нанoeлектронике».-М.: МИЭТ, 2011.-172 с.: с ил. ISBN 978-5-7256-0656-0 .- [электронный ресурс] -адрес:<http://nano.fcior.edu.ru>.
5. Процессы плазменного травления в микро- и нанотехнологиях. Учебное пособие / В.А Галперин, Е.В.Данилкин, А.И.Мочалов / под ред. С.П.Тимошенкова.: М.: Бином.Лаборатория знаний, 2010.- 283с. [электронный ресурс] -адрес: e.lanbook.com.

Учебно-методические пособия

1. Данилина Т.И., Чистоедова И.А. Технология тонкопленочных микросхем. Учебно-методическое пособие по аудиторным практическим занятиям и самостоятельной работе. Томск: ТУСУР, 2007 . – 73 с. (50 экз.)
2. Данилина Т.И., Макрушин А.С. Вакуумная техника. – Учебно-методическое пособие по самостоятельной работе для студентов специальности 210104 «Микроэлектроника и твердотельная электроника». – Томск: ТУСУР, 2007. – 50 с. (50 экз.).
3. Т.И.Данилина, А.С.Макрушин. Вакуумная техника.- Методические указания по выполнению лабораторных работ для студентов специальности 210104 «Микроэлектроника и твердотельная электроника»: Томск.: Изд-во ТУСУР -2007.- 41с. (50 экз.)
4. Т.И.Данилина, Ю.В.Сахаров Технология тонкопленочных микросхем: Методические указания по выполнению лабораторных работ.-Томск: Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, 2007.-63 с. (50 экз.)
5. А.А.Голишников, М.Г.Путря: Лабораторный практикум по дисциплине «Плазменные технологии в нанoeлектронике».-М.:МИЭТ, 2011.- 100с.:с ил.- [электронный ресурс] - адрес:<http://nano.fcior.edu.ru>.
6. А.А.Голишников, М.Г.Путря: Учебно-методическое пособие для самостоятельной работы студентов по дисциплине «Плазменные технологии в нанoeлектронике».- М.:МИЭТ, 2011.- 40 с.:с ил. - [электронный ресурс] -адрес:<http://nano.fcior.edu.ru>.