

Б. С. ДАНИЛИН

# ВАКУУМНОЕ НАНЕСЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК

Под общей редакцией проф. Р. А. НИЛЕНДЕРА

«ЭНЕРГИЯ»  
МОСКВА 1967



Данилин Б. С.

Д18 Вакуумное нанесение тонких пленок. Изд-во  
«Энергия», 1967.

312 стр. с илл.

В книге рассматриваются способы получения и обработки, а также методы измерения скорости напыления и толщины тонкопленочных слоев и основные области применения тонких пленок. Излагаются требования к вакууму и составу остаточной среды при термическом испарении и катодном распылении и описываются современные средства получения и измерения вакуума, а также оборудование и аппаратура, используемые при получении тонких пленок.

Книга рассчитана на широкий круг лиц, занимающихся конструированием, монтажом и эксплуатацией вакуумного напылительного оборудования и получением тонких пленок

З-З-12  
273-67

Данилин Борис Степанович

Вакуумное нанесение тонких пленок

Редактор Ю. Л. Голубев

Художественный редактор Д. И. Чернышев

Технический редактор Т. Г. Усачева

Корректор А. Д. Халанская

Слано в набор 20/V 1967 г. Подписано к печати 25/IX 1967 г. Т-10084  
Формат 84×108<sup>1/32</sup> Бумага типографская № 2  
Усл. печ. л. 16,38 Уч. изд. л. 18,31  
Тираж 8 000 экз. Цена 1 р. 10 к. Зак. 261

Издательство «Энергия», Москва, Ж 114 Шлюзовая наб. 10

Московская типография № 10 Главполиграфпрома  
Комитета по печати при Совете Министров СССР.  
Шлюзовая наб., 10.

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Напыление в вакууме за последние 10 лет стало основным технологическим методом получения тонких пленок.

Вряд ли сейчас можно назвать какую-либо область науки, техники или промышленного производства, где бы не применялись тонкие пленки. Металлопленочные элементы используются в точных измерителях мощности и аттенюаторах, вентилях и фильтрах сверхвысоких частот. На основе пленочной технологии изготавливаются комбинированные термопары, металлополупроводниковые болометры, пленочные терморезисторы и тензометры. Тонкие пленки находят широкое применение в металлографических исследованиях, при нанесении оптических покрытий, при изготовлении люминесцентных панелей, а также мишеней, используемых в ядерных экспериментах. Производство многих типов электронных приборов (электроннолучевых трубок, фотоэлектронных умножителей, электронно-оптических преобразователей и др.) немисливо без применения тонкопленочных слоев.

За последние годы возникла новая область электронной техники — микроэлектроника. Она потребовала интенсивного развития принципиально новых методов и приемов для получения требуемой структуры и характера взаимосвязи зон твердого тела, которые позволяли бы преобразовывать сигналы той или иной степени сложности.

В настоящее время намечились два основных направления в создании микросхем: пленочные схемы и твердые схемы, которые по сути дела отражают два различных метода изготовления функциональных блоков твердого тела. Первый метод — это синтез, т. е. нанесение в определенной последовательности многослой-

ных тонкопленочных элементов на изоляционное основание (подложку). Вторым методом — образование во внешнем слое или на поверхности полупроводникового кристалла зон, выполняющих функции отдельных схемных элементов.

В первом случае в качестве основы, образующей твердое тело, используется пластинка из изоляционного материала (стекло, керамика, ситалл, фотоситалл и др.), на которую наносятся резистивные, проводящие полупроводниковые, изоляционные и магнитные пленки, причем полученный таким путем электронный блок оказывается не менее твердым и монолитным, чем само изоляционное основание.

Во втором случае в качестве основы используют кристалл полупроводника, в соответствующих участках которого или на его поверхности образуют отдельные схемные элементы или их комбинации, получая в результате отдельную монолитную функциональную схему или блок. Следует отметить, что хотя технология изготовления тонкопленочных схем и схем на полупроводниковых кристаллах имеет свои специфические особенности, тем не менее в обоих случаях широко используется напыление в вакууме. Так, например, в книге «Тонкопленочная микроэлектроника» под редакцией Л. Холлэнда, которая была выпущена в Англии в 1965 г., описывается как технология нанесения тонкопленочных слоев для изготовления схем на пассивной подложке, так и нанесение тонкопленочных слоев, применяемое при производстве твердых схем. Однако в отечественной литературе, к сожалению, отсутствуют книги, отражающие современный уровень тонкопленочной технологии и используемого для этой цели вакуумного оборудования.

Сравнительно недавно на русский язык была переведена книга С. Метфесселя «Тонкие пленки, их изготовление и измерение», в которой в основном систематизированы способы измерения толщины пленочных слоев. Однако, поскольку оригинал книги написан С. Метфесселем в 1950 г., в ней не рассматриваются ионизационные, радиотехнические и электротехнические методы измерения толщины тонких пленок, которые за последние годы находят все более широкое применение.

Значительно более полной и систематизированной является монография Л. Холлэнда «Нанесение тонких

пленок в вакууме», русский перевод которой был выпущен Госэнергоиздатом в 1963 г. Однако за 10 лет, прошедших с выхода в свет английского издания этой книги, напыление в вакууме непрерывно совершенствовалось и развивалось; появились совершенно новые области применения тонкопленочной технологии, в частности для микроминиатюризации радиоэлектронной аппаратуры, которые, естественно, не смогли найти своего отражения в книге Л. Холлэнда. Эти вопросы не получили должного отражения и в отечественной литературе. Так, например, книга В. В. Слуцкой «Тонкие пленки в технике сверхвысоких частот», Госэнергоиздат, 1962 г., рассматривает технологию получения тонких пленок применительно к изготовлению нагрузочных резисторов, элементов для измерения мощности и локальных поглотителей, используемых в технике СВЧ.

В книге В. А. Югова «Тонкие пленки и их применение в радиоизмерительной технике» приведены способы получения и свойства пленочных приборов, используемых в радиотехнических измерениях. Следует отметить, что в обеих книгах почти не рассматриваются вопросы, связанные с конструированием высоковакуумного оборудования, используемого в тонкопленочной технологии, в то время как за последние годы произошел значительный прогресс в этой области техники.

На смену хрупким и малонадежным стеклянным вакуумным установкам пришли цельнометаллические вакуумные системы, обладающие высокой прочностью, надежностью и удобством в эксплуатации. Для проектирования подобного рода систем необходимо четко представлять себе требования к вакууму и составу остаточной среды при напылении тонких пленок и знать современные средства получения и измерения вакуума.

Эта книга состоит из трех глав. В гл. 1 в краткой форме излагаются вопросы получения и применения тонких пленок. Помимо термического испарения и катодного распыления рассматривается обработка пленок с помощью электронных и ионных пучков и лазеров, фотохимическая обработка пленок, а также осаждение пленок из паровой и газовой фазы. Показана специфика применения тонких пленок в оптическом производстве, в технике СВЧ и в запоминающих устройствах цифровых вычислительных машин. Значительное внимание

уделяется способам изготовления тонкопленочных микросхем.

В гл. 2 рассматриваются требования к вакууму и составу остаточной среды при напылении тонких пленок, современные средства получения и измерения вакуума, а также масс-спектрометры для измерения парциальных давлений остаточных газов.

В гл. 3, которая написана автором совместно с инж. В. Е. Минайчевым, описывается вакуумное оборудование и приборы для измерения технологических параметров, применяемые при напылении тонких пленок, приводятся конструкции вентилях, затворов, ловушек и испарителей, используемых в напылительных установках, и показаны типовые конструкции напылительных установок и линий.

В заключение автор благодарит академика С. А. Векшинского за просмотр рукописи, ценные советы и замечания и заслуженного деятеля науки и техники РСФСР профессора Р. А. Нилендера за большой труд по редактированию рукописи.

*Б. Данилин*

## Глава первая

### ПОЛУЧЕНИЕ И ПРИМЕНЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК

#### 1-1. ТЕРМИЧЕСКОЕ ИСПАРЕНИЕ В ВАКУУМЕ

В настоящее время наиболее широкое применение получил метод напыления тонких пленок путем термического испарения в вакууме. Основное достоинство метода — его универсальность. На одной и той же вакуумной установке можно получить однородные слои металлов, сплавов, полупроводников и диэлектриков различной толщины, а также получить тонкие пленки из разнородных веществ с определенным соотношением составных частей и различной толщиной каждого слоя.

На рис. 1-1 схематически показано устройство вакуумной установки, применяемой для получения тонких пленок путем термического испарения в вакууме. Установка состоит из рабочей камеры, вакуумной системы и пульта управления.

Рабочая камера 1 выполнена в виде цилиндрического колпака из нержавеющей стали со смотровыми окнами 2, краном для напуска воздуха — натекателем 4 и манометрами 5 для измерения давления. Этот колпак устанавливается на базовой плите, через которую проходят все провода от колпака. Вакуумно-плотное соединение рабочей камеры с базовой плитой достигается с помощью прокладки 7 из эластомера, обладающего незначительным газовыделением.

Внутри рабочей камеры расположены нагреватели 6 для обезгаживания, испаритель 8 для нагрева напыляемых веществ, трафарет (маска) 9, обеспечивающий заданную конфигурацию тонкопленочного слоя, и подложка 10, на которой конденсируется испаряемое вещество. Между испарителем и маской помещена заслонка 3, позволяющая прекращать процесс напыления, как только толщина напыляемой пленки достигает требуемой величины.

Вакуумная система представляет собой последовательно соединенные паромасляный 12 и вращательный 13 насосы.

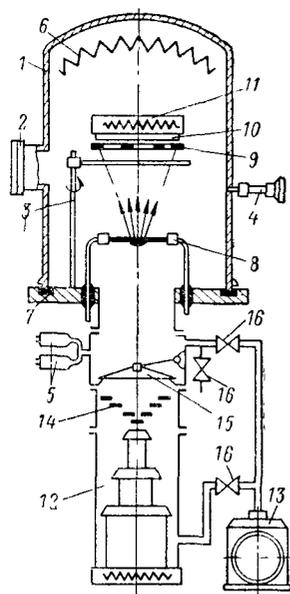


Рис. 1-1. Принципиальная схема вакуумной напылительной установки.

1 — рабочая камера; 2 — смотровое окно; 3 — заслонка; 4 — нагреватель; 5 — манометры; 6 — нагреватель; 7 — прокладка из эластомера; 8 — испаритель; 9 — трафарет (маска); 10 — подложка; 11 — нагреватель подложки; 12 — паромасляный насос; 13 — вращательный насос; 14 — охлаждаемая ловушка; 15 — затвор; 16 — вентили

Пульт управления состоит из высоковольтного и низковольтного источников питания, с помощью которых нагревается испаряемое вещество и зажигается тлеющий разряд между электродами для ионизации откачиваемого газа. Высоковольтный источник необходим также, если испарение материалов и очистка подложек осуществляются путем электронной бомбардировки. На пульте управления устанавливаются контрольные приборы для ионизационного и термопарного манометров, для определения скорости напыления и толщины полученных пленок, температуры подложки и др.

Процесс получения пленок путем термического испарения в вакууме состоит из испарения вещества и последующей конденсации его паров на подложке.

Для испарения вещество нагревают. Для этого чаще всего используют джоулево тепло, выделяющееся в проводниках при прохождении через них электрического тока. Применяется также нагрев электронным

пучком, высокочастотным полем и электрической дугой. При нагреве вещество плавится, а затем переходит в парообразное состояние. Некоторые вещества (например, магний, кадмий, цинк и др.) переходят в парообразное состояние, минуя жидкую фазу.

Температурой испарения вещества условно принято называть температуру, при которой давление его паров достигает  $10^{-2}$  мм рт. ст. Скорость испарения, т. е. количество вещества, испаряемого в 1 сек с  $1 \text{ см}^2$  поверхности испарителя, может быть вычислена в формуле

$$\omega = 0,0585 p \sqrt{\frac{M}{T}} \approx 6 \cdot 10^{-4} \sqrt{\frac{M}{T}},$$

где  $\omega$  — скорость испарения,  $\text{г/см}^2 \cdot \text{сек}$ ;

$p$  — давление насыщенного пара ( $10^{-2}$  мм рт. ст.);

$M$  — молекулярный вес;

$T$  — абсолютная температура, °К.

Температура плавления, кипения и испарения, а также давление паров и скорость испарения некоторых веществ приведены в приложении 1 [Л. 4].

На основании исследований кинетики процесса кристаллизации тонких пленок [Л. 8—11] было установлено существование двух различных механизмов конденсации металлов и сплавов: «пар—кристалл», т. е. конденсация из парообразного состояния непосредственно в кристаллическое и «пар—жидкость», т. е. конденсация пара в жидкость, которая может остаться в переохлажденном аморфном состоянии или закристаллизоваться.

Структура и свойства тонких пленок, полученных путем термического испарения в вакууме, в значительной степени определяются условиями их конденсации и зависят от природы испаряемого вещества и соответствия его структуры структуре подложки; природы подложки, степени ее очистки, микрорельефа и температуры поверхности в процессе конденсации на ней испаряемого вещества; степени вакуума и состава остаточной среды в процессе испарения вещества и его конденсации; скорости испарения вещества; угла падения молекулярного пучка на подложку; толщины пленки.

Адгезия пленки к подложке во многом зависит от наличия окисного слоя, который может возникнуть в процессе осаждения между пленкой и подложкой. Такой окисный слой образуется, например, при напылении же-

леза и никрома, чем и объясняется хорошая адгезия этих пленок. Пленки из золота, которое не подвержено окислению, имеют очень плохую адгезию, поэтому между золотом и подложкой создают промежуточный подслои из материала с высокой адгезией. Желательно, чтобы образующийся слой окиси был равномерно распределен между пленкой и подложкой. Если же окись неравномерно распределена между пленкой и подложкой или же располагается на поверхности пленки, то ее свойства могут сильно измениться.

На образование окислов большое влияние оказывает состав остаточных газов в рабочем объеме установки, особенно наличие паров воды. При высокотемпературном и длительном отжиге пленки в вакууме или в защитной (инертной) атмосфере количество окисла возрастает и может возникнуть окисление пленки.

Наличие загрязнений сильно влияет на электрофизические свойства пленок. Условия роста пленки изменяются, если загрязнения располагаются на подложке в форме небольших изолированных друг от друга островков. В зависимости от того, какая энергия связи больше — между материалом пленки и материалом загрязнения или же между материалом пленки и подложкой — пленка образуется либо на островках, либо на обнаженной части подложки. Поэтому перед напылением необходимо тщательно очищать подложки, а также предохранять их от появления масляных пленок, возникающих в результате проникновения паров рабочих жидкостей из насосов.

Размер зерен и степень шероховатости поверхности подложки оказывают существенное влияние на структуру образующейся пленки. Для получения гладкой поверхности производят термическую полировку стеклянных подложек нагревом и оплавлением поверхностного слоя. При этом неровности подложки не превышают  $10 \text{ \AA}$ . Для устранения микронеровностей иногда на подложку предварительно напыляют слой монооксида кремния толщиной  $1\ 000\text{--}10\ 000 \text{ \AA}$ .

В табл. 1-1 показана связь между свойствами пленок и условиями их осаждения.

В зависимости от конкретных условий напыления пленки одного и того же вещества могут иметь следующие структуры: монокристаллическая структура, если

Свойство пленки	Факторы, влияющие на указанные свойства
Размер зерен	Загрязнение подложки Состояние поверхности подложки (степень шероховатости, наличие кристаллов) Материал пленки и подложки Подвижность атомов напыляемого материала на поверхности подложки (температура подложки, скорость осаждения) Отжиг пленки
Расположение кристаллов в пленке	Загрязнение подложки (нарушение структуры пленки) Температура подложки (обеспечение необходимой подвижности атомов напыляемого материала) Тип подложки (монокристаллическая, поликристаллическая или аморфная)
Адгезия между пленкой и подложкой	Загрязнение подложки Материал подложки и пленки Дополнительные процессы (например, образование промежуточного слоя окисла между пленкой и подложкой) Подвижность атомов напыляемого материала
Загрязнение пленки	Чистота испаряемого материала Распыление материала испарителя Состав остаточных газов Материал подложки и пленки Температура подложки Давление остаточного газа Скорость осаждения Вероятность столкновений атомов пара с молекулами газа в полете
Окисление пленки	Степень химического сродства напыляемого материала к кислороду Состав остаточных газов Поглощение водяных паров подложкой Температура подложки Соотношение между давлением и скоростью напыления
Напряжения в пленке	Материал пленки и подложки Температура подложки Размер зерен, включения, кристаллографические дефекты в пленке Отжиг Угол между струей пара и подложкой

вся пленка представляет собой сплошную кристаллическую решетку атомов данного материала; коллоидная (мелкозернистая) структура, состоящая из кристаллов размерами менее 100 Å; гранулярная (крупнозернистая) структура, имеющая кристаллы размерами 1 000 Å и более, и аморфная структура, характеризующаяся отсутствием кристаллической решетки.

#### 1-2. ОБРАБОТКА ПЛЕНОК С ПОМОЩЬЮ ЭЛЕКТРОННЫХ И ИОННЫХ ПУЧКОВ И ОПТИЧЕСКИХ КВАНТОВЫХ ГЕНЕРАТОРОВ

Термическое испарение в вакууме широко используется для изготовления пленочных микроэлементов и схем. Получение требуемого рисунка того или иного слоя пленочной микросхемы производится напылением испаряемого вещества через трафарет, плотно прижатый к подложке.

Для получения микросхемы применяют несколько трафаретов.

Требования к точности совмещения возрастают с уменьшением линейных размеров элементов и схем. Чем тоньше прорези в трафаретах, тем быстрее нарастает на них слой напыляемого материала, в результате чего требуется частая чистка, а в отдельных случаях и замена трафаретов. Точное совмещение прецизионных трафаретов в условиях их значительного нагрева от расположенных вблизи испарителей — чрезвычайно трудная задача.

Прецизионные трафареты приходится изготавливать из фольги, которая не должна быть слишком тонкой, чтобы трафарет не терял жесткость, и слишком толстой, чтобы не возникали тени и полутени напыляемого материала. Практически с помощью трафаретов можно получить узкие линии простых по конфигурации и прямолинейных рисунков и зазоры между ними шириной не менее 20 мк.

Другим недостатком изготовления пленочных элементов и схем напылением через трафареты являются большие потери напыляемого материала. Из общего телесного угла в  $\pi$  стерadian, под которым частицы напыляемого материала разлетаются из испарителя, на подложку попадает лишь несколько долей процента.

Развитие микроэлектроники имеет тенденцию максимального выигрыша в объеме, или, что то же самое, в увеличении плотности элементов на единицу объема.

Это требует максимального сокращения размеров каждого элемента в плоскости подложки.

Большие перспективы в пленочной технологии дает применение электронных и ионных лучей. С помощью электронных лучей производят следующие операции по обработке пленок в вакууме:

- нагрев напыляемого материала, его гравировку и сверление;

- рекристаллизацию пленок (перемещение нагретой зоны с целью изменения кристаллической структуры, т. е. изменение электрофизических свойств пленок);

- полимеризацию органических и фоторезистивных пленок;

- сварку проводов и фольги для создания внешних контактов;

- легирование пленки, образование сплавных переходов и удаление пленки по определенному рисунку;

- полировку подложек.

Источником электронов чаще всего служит цилиндрический подогревный катод из вольфрама, тантала или рения. Анодное напряжение обычно не превышает 20 кв. Это делается для снижения жесткости рентгеновского излучения, возникающего при торможении электронов в распыляемом материале, а также для повышения разрядостойчивости высоковольтных электродов электронного прожектора и изоляторов.

Обработка пленок электронным лучом имеет ряд преимуществ. Во многих случаях отпадает необходимость в применении трафаретов, следовательно, устраняются трудности, связанные с их изготовлением и точным совмещением с подложкой. Электронный луч позволяет получить любой сложный рисунок. Управление лучом осуществляется практически безынерционно с помощью электростатического или электромагнитного поля. Электронный луч с помощью специального устройства может копировать чертеж схемы, выполненной в виде трафарета. При этом трафарет имеет увеличенные размеры, прост в изготовлении и находится вне рабочей камеры.

Большим преимуществом электроннолучевой технологии является высокая точность обработки, зависящая от диаметра пучка и разрешающей способности системы управления лучом. Современные электроннолучевые установки имеют диаметр электронного пучка 20—30 мк, и при дальнейшей модернизации пучок может быть су-

жен до нескольких микрон. Устройство сканирования позволяет обеспечить минимальное перемещение луча примерно на эту же величину. С помощью электронного луча можно получить зазоры между линиями шириной в несколько микрон.

В электроннолучевой технологии различают два способа обработки пленок: «теплым» и «холодным» пучком электронов. В процессе обработки электроны проникают в материал на некоторую глубину. Эффективность воздействия электронов пропорциональна удельной мощности луча и времени его воздействия на объект. Удельная мощность луча в материале объекта пропорциональна интенсивности луча и ускоряющему напряжению и обратно пропорциональна площади поперечного сечения и зависит от распределения электронов по глубине проникновения. Время воздействия луча на каждую точку обрабатываемой поверхности обратно пропорционально скорости относительного перемещения луча по поверхности объекта. Следовательно, максимальная глубина проникновения луча в материал объекта пропорциональна квадрату ускоряющего напряжения и обратно пропорциональна плотности материала

$$h = 2,1 \cdot 10^{-8} \frac{U^2}{\gamma},$$

где  $U$  — ускоряющее напряжение,  $v$ ;

$\gamma$  — плотность материала объекта,  $г/см^3$ .

Большая концентрация энергии пучка электронов в малом объеме и практически мгновенное ее выделение обеспечивают высокую селективность обработки, при которой инерционный теплоотвод за счет теплопроводности составляет лишь ничтожную часть энергии, расходуемой на нагрев обрабатываемой зоны. Например, при температуре в зоне облучения  $6000^\circ\text{C}$  температура в точках, находящихся на расстоянии  $1\text{ мк}$  от зоны, не превышает  $300^\circ\text{C}$ . Поэтому электроннолучевая обработка во многих случаях сводится к селективному испарению материала объекта в зоне облучения.

В табл. 1—2 приведены значения мощности электронного пучка, необходимой для испарения некоторых металлов и сплавов из керамического и медного водоохлаждаемого тигля при расстоянии между источником и подложкой, равном  $20\text{ см}$ .

Металл, сплав	Мощность электронного пучка, <i>квт</i>		Скорость испарения, <i>ме/сек</i>
	Керамический тигель	Медный водоохлаждаемый тигель	
Алюминий . . . . .	0,3	1,2	5
Хром . . . . .	0,3	0,4	2
Нихром . . . . .	0,2	0,6	0,5
Золото . . . . .	0,35	1,5	5
Таллий . . . . .	—	1,5	0,5

Для изменения мощности электронного пучка без изменения его траектории необходимо либо подавать напряжение на анод в виде прямоугольных импульсов, либо, предварительно подав на цилиндр Венельта запирающее напряжение, затем подавать на этот электрод отпирающие прямоугольные импульсы.

При использовании электронной пушки для испарения нет необходимости применять сложные электроннолучевые системы для фокусировки электронного пучка. В этом случае значительно важнее иметь одинаковую плотность распределения энергии пятна, а его диаметр может достигать нескольких миллиметров.

На рис. 1-2 показана зависимость скорости испарения от мощности электронного пучка для алюминия и никрома. Как видно из графиков, даже незначительное изменение мощности резко увеличивает скорость испарения. Для стабилизации процесса испарения применяют специальные устройства (рис. 1-3), автоматически поддерживающие постоянную скорость испарения.

Давление пара испаряемого вещества измеряется ионизационным манометром. Выходной сигнал манометра подается на вход дифференциального усилителя, а с него на устройство, регулирующее режим испарения изменением напряжения, подаваемого на цилиндр Венельта.

При бомбардировке поверхности испаряемого материала пучком ускоренных электронов наблюдается явление вторичной электронной эмиссии, в результате которого имеют место потери энергии, обусловленные рассеянием электронов. Так, например, при бомбардировке золота потоком первичных электронов с энергией  $10\text{ кэв}$  потеря энергии за счет рассеяния вторичных электронов достигает  $30\%$ . Поток вторичных электронов вызывает

перегрев арматуры напылительной установки, стенок вакуумной камеры и подложки, что может изменить электрофизические свойства осаждаемой пленки.

Для обработки пленок применяются также ионные пучки, обладающие по сравнению с электронными рядом

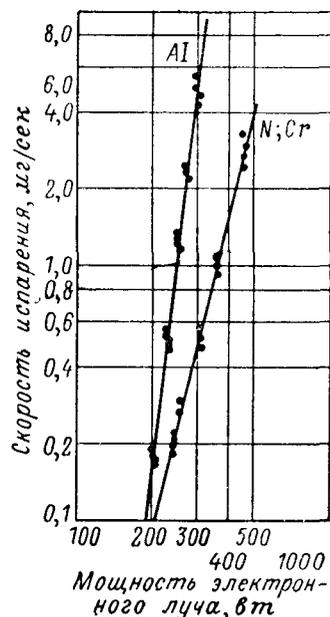


Рис. 1-2. Зависимость скорости испарения от мощности электронного пучка для алюминия и хрома.

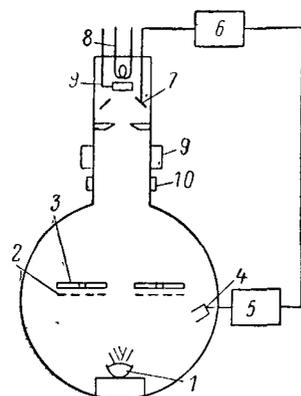


Рис. 1-3. Принципиальная схема устройства для автоматического регулирования скорости испарения при нагреве с помощью электронного пучка.

1 — испаряемый материал; 2 — маска; 3 — подложка; 4 — измеритель скорости испарения; 5 — дифференциальный усилитель; 6 — регулирующее устройство; 7 — цилиндр Венельта; 8 — нить накала; 9 — катод; 10 — фокусирующие линзы.

ценных преимуществ (большой срок службы, отсутствие рентгеновского излучения, отсутствие необходимости иметь высокий вакуум в рабочем объеме установки и др.).

### Полимеризация органических пленок электронными пучками

При изготовлении тонкопленочных микросхем изоляционным слоем могут служить органические полимерные пленки. Эти пленки по сравнению с напыленными неорганическими диэлектриками имеют небольшие внутрен-

ние напряжения и меньше дефектов на единицу площади. Для получения тонких полимерных пленок используется явление поверхностной полимеризации электронными лучами мономерных молекул, адсорбированных из парообразной фазы.

Поверхность, которая должна быть покрыта полимерной пленкой, помещается в вакуумную систему и подвергается воздействию паров органического маномера.

На рис. 1-4 показано устройство для полимеризации изоляционных пленок электронным пучком. В верхней части стеклянного или металлического колпака 1 укреплена подложка с маской 2, а под ними — электронный прожектор 3. Напряжение на электроды прожектора и на подложку подается через изолированные высоковольтные вводы 4, 5 и 6. Для отсоединения рабочего объема от паромасляного насоса 8 используется затвор 7, который одновременно выполняет функцию ловушки. Над верхним соплом паромасляного насоса расположена ловушка 9, охлаждаемая жидким азотом. Жидкость, пары которой служат для образования изоляционных пленок, помещается в резервуаре 10. В процессе работы резервуар нагревается до температуры, обеспечивающей требуемое давление паров.

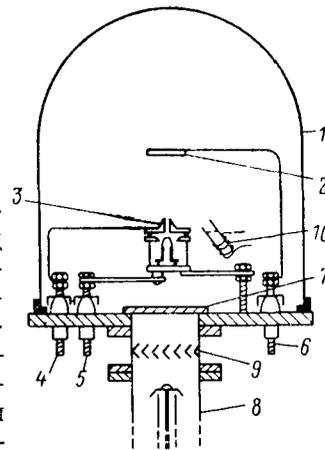


Рис. 1-4. Устройство для полимеризации пленок с помощью электронного пучка.

В качестве источника паров может использоваться диметилполисилоксановая жидкость. При нагреве резервуара 10 парциальное давление паров диметилсилоксана доводится до  $10^{-4}$  мм рт. ст. и пары в виде тонкой пленки осаждаются на подложке. Потенциал электронного прожектора и расстояние между электродами регулируются для обеспечения требуемой величины электронного тока, плотности и энергии электронов в пучке.

Под влиянием электронной бомбардировки между мономерными молекулами возникают перекрестные связи, в результате чего образуются макромолекулы. Если

между поверхностью и источником электронов установить маску, то полимеризация прекращается.

Скорость полимеризации пленки в первом приближении пропорциональна давлению паров и плотности электронного пучка на подложке. Для равномерного покрытия пленки потоком электронов делают развертку сфокусированного электронного луча. Чтобы обеспечить максимальную скорость образования пленки, период развертки должен быть того же порядка, что и среднее время адсорбции монослоя мономерных молекул, т. е. частота развертки должна быть выше 100 *кГц*.

Большим недостатком электростатической системы отклонения луча является искажение раstra развертки, возникающее в результате образования полимерной пленки на отклоняющихся пластинах.

Электронные прожектора, применяемые для полимеризации органических пленок, должны устойчиво работать при давлении органического мономера до  $10^{-4}$  *мм рт ст.*, создавая поток электронов с постоянной плотностью около 1 *ма/см<sup>2</sup>* по всей площади подложки. Подаваемое на прожектор анодное напряжение должно быть менее 500 *в*.

Для создания равномерного потока электронов по поверхности подложки может быть использован вращающийся многолучевой электронный прожектор, состоящий из большого числа простых триодных электронных прожекторов с широкооткрытым лучом, размещенных на круглой плите.

При вращении электронных прожекторов относительно центральной оси взаимное перекрытие электронных пучков дает одинаковые плотности электронного тока на равных расстояниях от оси, обеспечивая тем самым постоянную скорость полимеризации по всей площади подложки.

#### Обработка пленок с помощью оптических квантовых генераторов

Обработка пленок с помощью оптических квантовых генераторов (ОКГ) возможна благодаря следующим свойствам луча: точная фокусировка светового пятна (до размеров порядка длины волны света) с помощью несложных оптических систем; получение высокой плотности энергии в луче ( $10^8$ — $10^{10}$  *дж/см<sup>2</sup>*), достаточной для

испарения любого непрозрачного материала; точная дозировка энергии излучения, позволяющая осуществлять самые различные процессы: от термической обработки поверхности до испарения материалов, и кратковременность воздействия ( $10^{-3}$  *сек*), которая обеспечивает локальность зоны нагрева и постоянные свойства прилегающих участков обрабатываемого материала.

В настоящее время в пленочной электронике в основном применяются твердотельные ОКГ с энергией излучения в несколько джоулей в импульсе и частотой следования импульсов в несколько герц. С их помощью выполняют сварку, испарение при вакуумном напылении тонких пленок и прецизионную подгонку номиналов тонкопленочных резисторов.

Сварка при помощи ОКГ производится при плотности энергии в луче  $10^6$ — $10^7$  *вт/см<sup>2</sup>*. Локализация зоны нагрева и кратковременность воздействия излучения не позволяют развиваться окислительным процессам, что очень важно при сварке тонких пленок, проволоки и фольги. Сварка производится в самой различной среде (в камере высокого давления, наполненной прозрачным инертным газом, в вакууме и в других условиях).

Использование ОКГ для сварки ограничивается тем, что значительная часть материала в зоне сварки испаряется и распыляется. Характер испарения и количество испаряемого материала зависят от теплопроводности и отражательной способности поверхности данного материала. Так, например, медь, алюминий и ряд сплавов вследствие низкого давления паров и высокой теплопроводности довольно легко свариваются с помощью ОКГ, а титан и бериллий — плохо. Металлы группы железа занимают промежуточное положение.

Основным преимуществом использования ОКГ для нагрева веществ с целью их испарения и последующего осаждения является кратковременность нагрева. Так, например, при интенсивности излучения  $10^8$  *вт/см<sup>2</sup>* поверхность материала нагревается до температуры кипения за время  $10^{-8}$ — $10^{-9}$  *сек*. В связи с этим различные компоненты сложного соединения испаряются практически одновременно, несмотря на значительное различие температуры кипения каждого компонента. Скорость разлета частиц, испаренных с помощью луча ОКГ, достигает нескольких километров в секунду. Это обеспечивает практически одновременное осаждение паров раз-

личных компонентов на подложку и их последующее взаимодействие, в результате которого образуется исходное сложное соединение того же самого стехиометрического состава.

Прецизионная подгонка пленочных резисторов с помощью ОКГ путем испарения лишней части проводящей металлической пленки позволяет получить номинал сопротивления с точностью 0,05%, в то время как различные механические приспособления в лучшем случае обеспечивают точность 0,5%.

### 1-3. КАТОДНОЕ РАСПЫЛЕНИЕ

Для нанесения тонких металлических пленок методом катодного распыления используется явление разрушения катода в результате его бомбардировки ионизированными молекулами разреженного газа. Принципиальная схема такой установки показана на рис. 1-5.

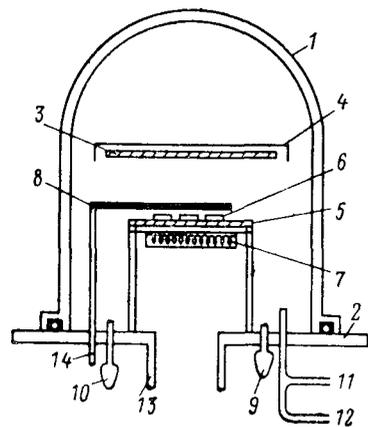


Рис. 1-5. Установка для получения тонких пленок путем катодного распыления.

1 — колпак; 2 — базовая плита; 3 — катод; 4 — заземленный экран; 5 — заземленный анод; 6 — подложка; 7 — резистивный нагреватель подложки; 8 — заслонка; 9 — манометр сопротивления; 10 — ионизационный манометр; 11 — подвод инертного газа; 12 — подвод реактивного газа; 13 — фланец высоковакуумного затвора; 14 — вращающийся ввод.

Подложки для получения пленок того или иного материала помещают на металлическую (обычно алюминиевую) пластинку. Катодом служит пластина, сетка или решетка, изготовленные из материала, подвергаемого распылению. Подложки помещают на определенном (в зависимости от условий распыления) расстоянии от катода. Из объема установки откачивают воздух. Напыление пленки производят при давлении  $10^{-1}$ — $10^{-2}$  мм рт. ст. в остаточной атмосфере воздуха или в инертном газе, чаще всего в аргоне. Для зажигания тлеющего разряда между катодом и анодом через ограничительный резистор подается высокое напряжение от 1 до 20 кв.

Для получения оптимальных условий распыления подбирают соответствующее соотношение между тремя величинами: расстоянием между катодом и анодом, приложенным напряжением и давлением газа.

Преимущество катодного распыления перед термическим испарением в вакууме заключается в том, что с его помощью можно получить большую поверхность и равномерность толщины полученных пленок. Это связано с тем, что при катодном распылении материал напыляется на подложку не с точечного источника, а с плоской поверхности катода, размеры которого могут значительно превышать расстояние от катода до подложки.

Не менее важным достоинством данного способа распыления является постоянный химический состав распыляемого материала, в то время как при термическом испарении материала его компоненты испаряются с различной скоростью, вследствие чего состав пленки сильно отличается от состава исходного материала.

Путем катодного распыления удается получать пленки тугоплавких металлов. Для получения нитридов тугоплавких металлов применяется разряд в смеси аргона с азотом, для получения карбидов — смесь аргона с метаном или аргона с окисью углерода. Поскольку такие металлы, как титан, тантал, цирконий и ниобий, являются хорошими газопоглотителями, то даже при распылении в атмосфере аргона без специальной добавки реактивного газа образуются пленки, удельное электрическое сопротивление которых больше, чем удельное сопротивление распыляемого металла. Эти пленки имеют такую же структуру, как и сам распыляемый металл, а растворенные в них атомы газов, не вытесняя атомов металла из кристаллической решетки, располагаются в промежутках между ее узлами.

При распылении тантала небольшая добавка азота к аргону приводит к образованию в пленке между узлами кристаллической решетки азота. При увеличении примеси азота образуются нитриды тантала. Добавление к основному газу небольшой порции реактивного газа (азота, кислорода, окиси углерода или метана) резко меняет электрические свойства напыляемых пленок. На рис. 1-6 показаны зависимости удельного сопротивления пленок, полученных катодным распылением тантала в атмосфере аргона (давление  $1,5 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст.) в зависимости от парциального давления реактивного газа.

Температурный коэффициент сопротивления чистой танталовой пленки первоначально имеет положительную величину. По мере образования нитридов он уменьшается. При парциальном давлении азота  $3 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст.

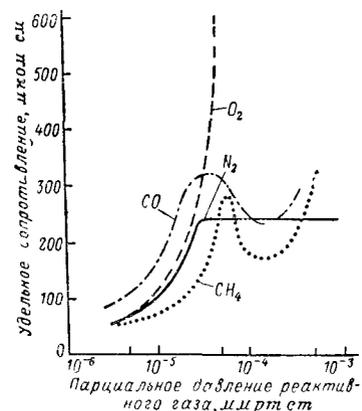


Рис. 1-6. Зависимость удельного сопротивления пленок, полученных катодным распылением тантала в аргоне, от парциального давления кислорода, азота, окиси углерода и метана.

он становится отрицательным и при дальнейшем увеличении парциального давления азота практически не изменяется. Добавка азота к инертному газу значительно повышает стабильность пленочных сопротивлений. Например, после 100 ч работы танталовая пленка изменяет свое сопротивление на 1—2%, а пленка из нитрида тантала — лишь на 0,01—0,05%.

Еще большее влияние на изменение электрических свойств пленок оказывает кислород. Зависимость удельного сопротивления от парциального давления кислорода имеет экспоненциальный характер (рис. 1-6). С увеличением парциального давления кислорода удельное сопротивление пленки возрастает на несколько порядков, а температурный коэффициент сопротивления плавно уменьшается и при давлении  $2 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. становится отрицательным.

Как и в случае азота, первоначальное изменение электрических свойств танталовых пленок объясняется растворением кислорода между узлами кристаллической решетки. Резкое возрастание удельного сопротивления и падение температурного коэффициента сопротивления при высоких давлениях кислорода происходят вследствие образования изоляционных слоев пятиоксида тантала, которые обволакивают отдельные частицы тантала. В результате по мере окисления пленки ее сопротивление резко возрастает, и она приобретает свойства пятиоксида тантала (изолятора).

Характерно, что большинство пленок нитридов и карбидов тугоплавких металлов, полученных при катодном распылении, становится сверхпроводящим при более высоких температурах, чем чистые металлы, что, по-видимому, объясняется изменением их структуры в процессе катодного распыления.

#### 1-4. ИОННО-ПЛАЗМЕННОЕ РАСПЫЛЕНИЕ

За последние годы была разработана ионно-плазменная технология получения тонких пленок.

На рис. 1-7 показана принципиальная схема установки для распыления материалов в плазме газового разряда низкого давления с искусственным катодом. В верхней части вакуумного колпака помещается анод 1,

в нижней — вольфрамовый катод 2. Третьим электродом или зондом Ленгмюра служит мишень 3, используемая в качестве источника распыляемого материала. Подложка 4 является электродом, на поверхности которого конденсируется распыляемый материал. Печь 5 служит для подогрева подложки. Перед подложкой установлен подвижный экран 6, а рядом с мишенью находится неподвижный экран 7. Камеру с помощью паромасляного диффузионного насоса откачивают до давления  $10^{-6}$  мм рт. ст., подогревают подложку и включают ток накала на катод. Катод разогревается до температуры, достаточной для получения термоэлектронного тока высокой плотности (порядка нескольких ампер на квадратный сантиметр), и между накаленным катодом и анодом прикладывают напряжение. После этого в камеру поступает инертный газ при давлении  $10^{-4}$ — $10^{-3}$  мм рт. ст.

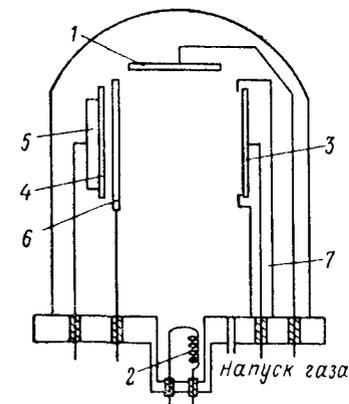


Рис. 1-7. Установка для ионно-плазменного распыления.

Зажигание разряда осуществляется с помощью высокочастотного трансформатора Тесла, а при достаточно большом термоэлектронном токе разряд зажигается сам или же требуется лишь небольшое дополнительное повы-

шение анодного напряжения. После возникновения разряда разрядный ток достигает нескольких ампер, а напряжение на аноде падает до 60—40 в, т. е. для разряда характерна падающая вольт-амперная характеристика.

Возникающие в разряде положительные ионы с низкой энергией бомбардируют подложку и удаляют с ее поверхности большую часть слабо связанных загрязнений путем нагрева и «ионного травления». После этого на источник распыляемого материала (мишень) подается отрицательный потенциал. Вытягиваемые из плазмы разряда положительные ионы бомбардируют мишень с энергией, достаточной для распыления атомов материала мишени. При больших энергиях бомбардирующих ионов выбитые из мишени атомы двигаются преимущественно в направлении, перпендикулярном к ее поверхности, и могут быть сконцентрированы на поверхности подложки, находящейся напротив мишени. Подвижный экран позволяет одновременно или последовательно производить предварительную очистку поверхности подложки и мишени распылением поверхностных загрязненных слоев. Качество очистки поверхности мишени и тем более подложки является одним из решающих факторов в процессе формирования пленки из конденсирующегося распыленного материала.

Большим достоинством ионно-плазменного распыления является его универсальность. С одинаковым успехом могут быть распылены металлы с различными свойствами, например вольфрам и золото. Такие сплавы, как нихром, пермаллой и нержавеющая сталь, распыляются без изменения состава распыленного материала. Сложные (сплавные) пленки, состоящие из двух или нескольких металлов, могут изготавливаться также одновременным распылением нескольких независимых мишеней. При этом скорость распыления каждой из мишеней может устанавливаться и регулироваться независимо от других мишеней. Распыляться могут как чистые полупроводниковые материалы (кремний и др.), так и полупроводниковые соединения (сульфид кадмия и др.).

Для распыления непроводящих материалов, ферритов и диэлектриков требуется применение высокочастотных электрических полей. Высокочастотное напряжение в этом случае прикладывается к металлической пластине, расположенной непосредственно за непроводящей мишенью.

На рис. 1-8 показана основная часть установки для высокочастотного распыления диэлектриков. На этой установке диэлектрик бомбардируется поочередно ионами и электронами тлеющего разряда, возникающего в газе при воздействии на него высокочастотного поля. Ионы выбивают из диэлектрика молекулы, которые затем осаждаются на подложке. Электроны предотвращают образование на подложке положительных зарядов. Образование электронов и ионов происходит в заполненном аргоном пространстве, окружающем диэлектрик, который служит материалом для осаждения.

Диэлектрик укрепляется на электроде, соединенном с генератором мощностью 5 квт, работающим на частоте 13,6 Мгц. Подложки установлены на расстоянии 25 мм от электрода. Разрядный промежуток помещен в магнитное поле. В результате электроны двигаются по спиральным траекториям вокруг силовых линий магнитного поля в пределах области тлеющего разряда, что существенно увеличивает концентрацию ионов. Благодаря использованию магнитного поля скорость осаждения возрастает примерно в 2 раза.

Скорость осаждения можно регулировать, изменяя мощность высокочастотного генератора, напряженность магнитного поля и температуру подложки (скорость осаждения увеличивается почти линейно с уменьшением температуры подложки). Получаемые при этом пленки обладают большой прочностью и однородностью и не выкрашиваются при разрезании подложки на пластинки.

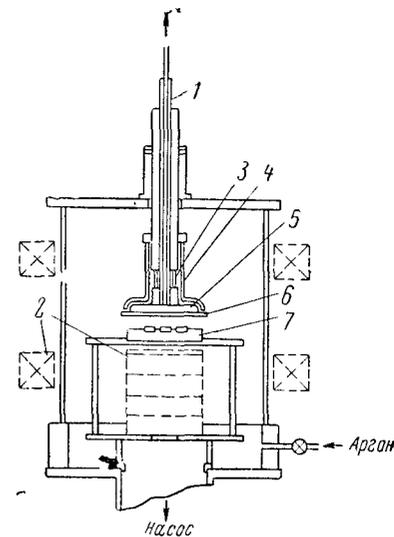


Рис. 1-8. Установка для высокочастотного распыления диэлектриков.

1 — высокочастотный водоохлаждаемый ввод; 2 — электромагниты или постоянные магниты; 3 — керамическое уплотнение; 4 — заземленный экран; 5 — высокочастотный электрод; 6 — мишень из диэлектрика; 7 — держатель подложки с системой подогрева и охлаждения

Это позволяет одновременно напылять большое число элементов. При высокочастотном распылении нет необходимости нагревать подложки, так как наивысшая скорость осаждения при высокочастотном распылении достигается при температуре подложки, равной  $+40^{\circ}\text{C}$ .

Большим преимуществом ионно-плазменного метода перед другими является его безынерционность. Распыление материала происходит лишь тогда, когда на мишень подается напряжение, и оно сразу же прекращается после выключения напряжения. При получении же пленок путем термического распыления в вакууме при выключении нагрева испарителя процесс конденсации пленки на подложке не прекращается. Для его прекращения применяют специальные заслонки, препятствующие прохождению пара от испарителя к подложке.

Плотность напыляемого ионного пучка можно регулировать изменением тока эмиссии вольфрамового катода, давления инертного газа, а также напряженности магнитного поля солонида, с помощью которого легко повысить концентрацию плазмы и увеличить скорость распыления при неизменном потенциале мишени. Скорость осаждения может изменяться в очень широких пределах: от нескольких ангстрем до нескольких тысяч ангстрем в минуту. Количество распыленного материала линейно зависит от времени, а толщина пленки при постоянном режиме разряда определяется соотношением между током мишени, напряжением на ней и временем распыления. Для получения очень тонких пленок нужно подавать на мишень небольшое напряжение (около 200 в), при котором получают очень малые и хорошо регулируемые скорости осаждения. Равномерность толщины пленки при ионно-плазменном распылении достигает 1—2%, что значительно выше, чем при распылении в тлеющем разряде, где искажения вносятся непроводящей подложкой, расположенной между катодом и анодом.

Рабочее давление при ионно-плазменном распылении лежит в диапазоне  $1 \cdot 10^{-3}$ — $5 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст., что в 50—100 раз меньше, чем при распылении в тлеющем разряде. Длина свободного пробега при этом составляет от 5 до 25 см. Расстояние между источником распыления и подложкой может быть установлено меньшим длины свободного пробега. Благодаря этому распыляемые атомы почти не соударяются с молекулами газа и ионами в пространстве между мишенью и подложкой, что

резко уменьшает загрязнение пленки остаточными газами. Состав и свойства пленок, полученных методом ионно-плазменного распыления, ближе к составу и свойствам исходного распыляемого материала по сравнению с пленками, полученными путем распыления в тлеющем разряде. Материал мишени распыляется медленно, и его обычно хватает на несколько тысяч циклов распыления, чем достигается хорошая повторяемость состава пленок.

Прочность сцепления с подложкой (адгезия) пленки, полученной ионно-плазменным методом, очень высока, что объясняется высокой энергией попадающих на подложку распыленных атомов. Эта энергия примерно в 20 раз больше энергии атомов, попадающих на подложку при термическом испарении в вакууме. Высокая адгезия пленки объясняется еще и тем, что при ионно-плазменном методе удается предварительно хорошо очистить поверхность подложки тлеющим разрядом до напыления на нее материала мишени. При катодном распылении, где распыление начинается сразу же после возбуждения разряда, такую очистку осуществить трудно.

#### 1-5. ОСАЖДЕНИЕ ПЛЕНОК ИЗ ПАРОВОЙ И ГАЗОВОЙ ФАЗ

Помимо получения тонких пленок путем термического испарения в вакууме, катодного и ионно-плазменного распыления, все шире применяются различные термохимические процессы ориентированного нарастания вещества на кристаллической поверхности (эпитаксия) или на своем монокристалле (автоэпитаксия).

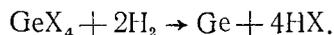
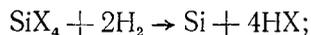
Эти процессы используют в полупроводниковой технике для получения пленок из материала с различными типами проводимости.

Существует два метода получения эпитаксиальных пленок полупроводниковых веществ: конденсация в вакууме из молекулярного пучка и осаждение из газовой фазы при химических процессах. Пленки, полученные первым методом, обладают более низкими электрофизическими свойствами (в частности, они имеют более низкое удельное сопротивление и подвижность носителей, чем у массивных монокристаллов).

Главное преимущество метода кристаллизации из газовой фазы состоит в легкости управления процессом кристаллизации и его отдельными стадиями. При этом можно сравнительно просто вводить в растущий кри-

сталл примеси и получать слои с заранее заданными свойствами.

Для получения эпитаксиальных пленок из газовой фазы на монокристаллических подложках используется два типа реакций: восстановление водородом галогенидов и термическое разложение иодидов кремния и германия. Реакции восстановления водородом галогенидов кремния и германия (в открытом процессе) имеют следующий вид:



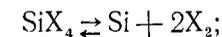
В качестве исходных соединений обычно применяются  $\text{SiCl}_4$  и  $\text{GeCl}_4$ , поэтому часто этот процесс называют хлоридным методом. При открытом процессе  $\text{SiCl}_4$  или  $\text{GeCl}_4$  помещают в баллон, нагреваемый до определенной температуры. Водород, проходя через баллон, увлекает за собой галогениды и переносит их в реакционную зону. Реакционная зона представляет собой кварцевую трубу, в которой помещены монокристаллы (затравки) кремния или германия. При определенной температуре, поддерживаемой в этой зоне, происходит восстановление кремния или германия из их галогенидов и они кристаллизуются на затравках и стенках трубы.

На рис. 1-9 показана принципиальная схема установки для осаждения эпитаксиальной пленки кремния. Установка состоит из источника чистого водорода, системы насыщения тетрахлоридом, реакционной камеры и нагревателя. Для очистки от кислорода водород пропускают через ловушку 2, заполненную палладированным алуном. Для удаления водяных паров и конденсирующихся газов водород пропускают через вторую ловушку 3, заполненную алюмогелем или силикагелем и охлаждаемую жидким азотом. После этого очищенный водород проходит через сосуд 4 с тетрахлоридом кремния и обогащается его парами. При заданной температуре определенные соотношения между компонентами достигаются путем регулирования скорости потоков  $\text{SiCl}_4$  и  $\text{H}_2$ . Восстановление кремния происходит в реакционной камере, которая представляет собой кварцевую трубу, стенки которой охлаждаются проточной водой. Внутри реакционная камера может нагреваться высокочастотным индуктором 6 до температуры  $1300^\circ\text{C}$ .

Кремниевая подложка 5 предварительно тщательно шлифуется и травится до получения ровной блестящей поверхности. Для удаления остаточного слоя окиси кремниевые подложки обрабатываются осушенным водородом при температуре около  $1300^\circ\text{C}$ . При этом кремний взаимодействует с двуокисью кремния, в результате чего образуется моноксид кремния, которая возгорается и конденсируется на стенках кварцевой трубы. После этого температуру в реакционной камере снижают и начинают пропускать водород через тетрахлорид. Скоростью роста пленки можно управлять, изменяя температуру реакции, скорость потока, состав смеси  $\text{SiCl}_4:\text{H}_2$  и время осаждения.

Если к тетрахлориду кремния добавить примесь, то она будет включена в пленку. Таким образом, меняя количество примесей различного типа, можно получить слои *p*- и *n*-типов с различным удельным сопротивлением.

Реакция термического разложения (при замкнутом процессе) имеет следующий вид:



Процесс основан на том, что при заданном количестве галогена (чаще всего иода) равновесие в реакции типа  $\text{GeJ}_4 \rightleftharpoons \text{Ge} + 2\text{J}_2$  при понижении температуры смещается вправо, и возникает возможность переносить германий и кремний из области высоких температур в область конденсации с низкой температурой. При этом продукты реакции циркулируют между областями с различными температурами, отчего и происходит название «замкнутый процесс». Циркуляция в замкнутом процессе происходит за счет конвекции и диффузии в газовой фазе.

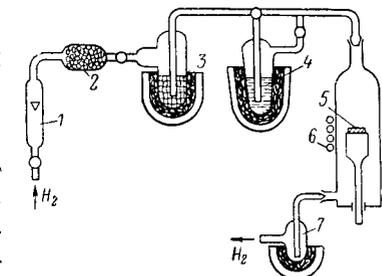


Рис. 1-9. Схема установки для осаждения эпитаксиальной пленки кремния.

1 — ротаметр; 2 — палладированный алуид для очистки водорода; 3 — молекулярные сита (влагопоглотители для очистки водорода, охлаждаемые жидким азотом); 4 — сосуд, охлаждаемый смесью спирта, воды и сухого льда; 5 — подложка; 6 — высокочастотный индуктор; 7 — выходная ловушка.

Замкнутый процесс выращивания эпитаксиальных пленок имеет преимущества по сравнению с другими видами автоэпитаксии. Так, чистота получаемого осадка здесь мало зависит от чистоты газа, к которому при открытом процессе предъявляются исключительно высокие требования.

К чистоте иода здесь также не предъявляются высокие требования. Поскольку процесс происходит при сравнительно невысоких температурах (400—550° С), то диффузия примесей незначительна. Это дает возможность получить при замкнутом процессе любое требуемое распределение примесей.

Существует еще метод конденсирования пленки полупроводникового вещества на подложку, покрытую тонким слоем расплавленной эмали (реотаксиальный метод). При этом тепловые флуктуации поверхности расплавленной эмали обеспечивают большую подвижность атомов осаждаемого вещества, в результате чего возникает меньшее число центров образования кристаллизации, чем в случае образования пленки на поверхности твердого тела. Поэтому при реотаксиальном выращивании можно получить более крупные и четко ориентированные кристаллические образования.

При выборе эмали руководствуются следующими соображениями:

1. Эмаль должна находиться в жидком состоянии во всем интервале температур нанесения пленок полупроводниковых веществ; коэффициент линейного расширения эмали и подложки не должен слишком сильно отличаться от коэффициента линейного расширения наносимых полупроводниковых веществ.

2. Наносимое вещество должно быть поверхностно активно для данной эмали и вместе с тем не должно в ней растворяться.

3. Эмаль должна быть изолятором и не должна вступать в химические реакции с наносимой пленкой.

4. Эмаль не должна содержать веществ, которые могли бы влиять на электрофизические свойства наносимой пленки.

Для реотаксиального выращивания кремния путем осаждения из паровой фазы при разложении тетрахлорида кремния может быть использована эмаль следующего состава: 72,4% SiO<sub>2</sub>; 18% Na<sub>2</sub>O; 7,1% CaO и 2,5% MgO. После тщательного перемешивания отдельных ком-

понентов этой смеси и обработки при температуре 1400° С образуется однородная стеклообразная эмаль, которую в виде тонкого слоя (10—12 мк) наносят на керамическую подложку. При нагреве до 700—800° С эмаль начинает плавиться, образуя на подложке тонкий слой жидкости. Выращивание на этой эмали пленок кремния, легированных элементами III и V групп периодической таблицы Д. И. Менделеева, позволило получить диодные структуры с хорошей воспроизводимостью свойств.

Методы химических реакций в газовой фазе применяются при изготовлении металлических, резистивных и диэлектрических пленок, используемых в качестве пассивных элементов тонкопленочных микросхем. При этом в результате разложения сложного химического соединения или химической реакции двух или более веществ продукт реакции осаждается в виде пленки на подложку. Реакция может происходить под воздействием тепла (пиролитическое разложение), света (фотохимическое разложение), в результате гидролиза, воздействия электрического поля и др.

Для получения металлических и полупроводниковых пленок, помимо реакции восстановления галогенидов металлов и полупроводников в токе водорода или другого восстановителя, при высоких температурах используется пиролиз металлоорганических соединений, а также гидридов металлов и полупроводников. Так, например, путем пиролиза хроморганических соединений получают пленки хрома.

Для получения резистивных и диэлектрических слоев из окиснометаллических пленок применяется пиролиз кремнийорганических соединений, а также реакции гидролиза галогенидов металлов в окисляющей атмосфере. Так, например, путем термического разложения тетраэтоксисилана в атмосфере инертного газа или в вакууме получают пленки двуокиси кремния. Используя гидролиз хлоридов в газовой фазе, получают двуокись титана с примесью двуокиси олова. Термическим разложением спиртового раствора SnCl<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O с добавками SbCl<sub>3</sub> и ZnCl<sub>2</sub> получают пленочные резисторы из двуокиси олова с добавками окислов сурьмы и цинка. Оборудование для получения пленок с помощью химических реакций в большинстве случаев значительно проще, чем установка для вакуумного напыления.

### Изготовление тонкопленочных микросхем путем термического испарения в вакууме через механические маски

Наиболее широко распространенными тонкопленочными микросхемами являются гибридные микросхемы. При их изготовлении на подложку из изоляционного материала путем термического испарения в вакууме, катодного или ионно-плазменного распыления наносят пассивные элементы (резисторы, конденсаторы, проводники), а затем к ним припаивают или приваривают полупроводниковые микроэлементы (диоды и транзисторы).

При таком методе изготовления тонкопленочных микросхем удается получить сравнительно высокую плотность монтажа при минимальном весе и размерах и сократить общее число соединений, использующих пайку и сварку, так как они применяются только для подсоединения активных микроэлементов (диодов и транзисторов), в то время как пассивные элементы прочно и надежно соединяются между собой непосредственно в процессе их изготовления. Регулируя процесс осаждения пассивных элементов, добиваются их оптимальных параметров и высокой точности номиналов.

Технологический процесс изготовления многослойных тонкопленочных микросхем путем термического испарения в вакууме с применением механических («свободных») масок состоит из следующих этапов:

1. Составление топологического плана расположения отдельных слоев с учетом особенностей процесса нанесения пленок и эффектов распределения; конечным результатом этого этапа является набор рисунков будущих масок.

2. Изготовление комплекта масок.

3. Изготовление подложек, их очистка и подготовка к нанесению на них тонкопленочных слоев.

4. Последовательное напыление через маски отдельных тонкопленочных слоев для получения резисторов, конденсаторов, контактных площадок и проводников; конечным результатом этого этапа является получение пассивной части микросхемы.

5. Приварка или припайка активных элементов и получение законченной микросхемы.

### 6. Герметизация микросхемы.

Перед напылением маску и подложку закрепляют в специальных держателях и помещают в откачиваемый объем. Подложку нагревают до требуемой температуры и затем по очереди плотно прижимают к ней маски, через которые производят напыление.

На рис. 1-10 показана последовательность изготовления пленочной микросхемы мультивибратора.

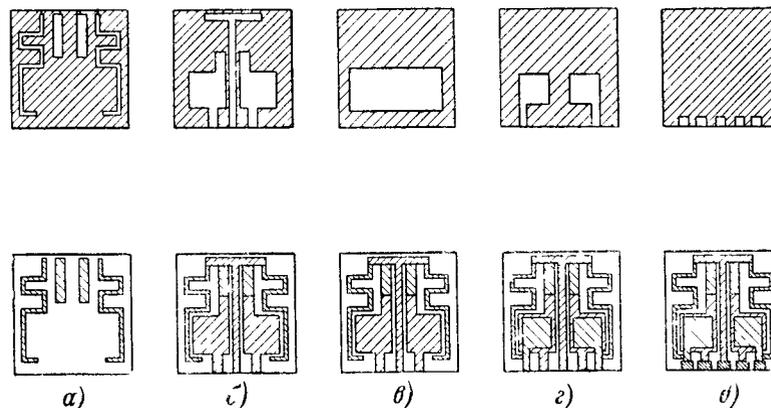


Рис. 1-10. Последовательность изготовления пленочного мультивибратора; в верхнем ряду изображены формы масок, а в нижнем — стадии изготовления микросхемы при напылении:  
 а — смеси хрома с кремнием, б — хрома, в — монооксида кремния, г — хрома; д — меди.

Напыление отдельных элементов мультивибратора производят в следующей последовательности. Сначала напыляют резисторы, для чего используют смесь хрома и кремния (75% Cr и 25% Si), имеющую сопротивление 2 000 ом/квadrat. Используя мостовую измерительную схему, выдерживают заданное значение сопротивления с точностью  $\pm 1\%$ . При достижении требуемого сопротивления испаритель закрывают заслонкой и отключают.

Нижние обкладки конденсаторов и проводники напыляют через вторую маску, используя низкоомную пленку хрома, испаряемую с вольфрамовой спирали. Через третью маску напыляют слой диэлектрика в виде монооксида кремния, испаряемой из молибденовой лодочки. Через четвертую маску напыляют верхние обкладки конденсаторов и соединительные проводники.

Через пятую маску напыляют выводные электроды в виде толстых слоев меди. Затем для предотвращения окисления подложку охлаждают и вынимают из вакуумной камеры. Для улучшения стабильности сопротивлений и емкостей, если они будут работать при повышенных температурах, после напыления производят термообработку микросхемы в окислительной среде при температуре около 300° С. После термообработки к выводным электродам присоединяют медные луженые проводники и на микросхему наносят слой защитного лака, чем и заканчивается изготовление ее пассивной части. Завершающим этапом изготовления микросхемы является припайка или приварка транзисторов и герметизация законченной микросхемы.

### Элементы тонкопленочных микросхем

**Подложки.** Материал подложки должен иметь гладкую поверхность, быть химически инертен, обладать высокой механической и электрической прочностью и высокой теплопроводностью, значения коэффициентов термического расширения материала подложки и напыляемых слоев должны быть по возможности близки.

Очень трудно подобрать материалы для подложек, которые бы в равной мере удовлетворяли всем перечисленным требованиям. Физико-химические свойства некоторых материалов, применяемых в качестве подложек, приведены в табл. 1-3.

Из стекол лучшими для подложек являются боросиликатные и алюмосиликатные сорта. Путем листового проката этих стекол получают достаточно гладкую поверхность, не прибегая к полировке. Полировка хотя и снижает микронеровности (делая их менее 100 Å), но она значительно дороже листового проката. Кроме того, при полировке может произойти изменение поверхностных свойств стеклянных подложек.

Применение щелочных стекол ограничено нестабильностью их свойств, поскольку при нагреве в электрическом поле наблюдается интенсивное выщелачивание. Недостатком стекол является плохая теплопроводность, что не позволяет их применять при повышенных мощностях нагрева. При интенсивном нагреве предпочтительнее использовать стекло «Пирекс», а также кварц и кварцевое стекло.

Свойства	Материалы							
	Боросиликатное стекло	Алюмосиликатное стекло	Расплавленный кварц	96%-ная окись алюминия	Фотокерам	Титанат берилля	Рутил	98%-ная окись бериллия
Плотность, $г/см^3$ . . . . .	2,13	2,53	2,32	3,7	2,46	5,5	4,24	3,0
Температура размягчения, °С . . . . .	700	910	1 500	1 650	700	1 550	1 600	1 600
Температура плавления, °С . . . . .	1 100	1 100	1 728	2 050	—	1 700	1 920	2 550
Коэффициент термического расширения $10^{-6}$ . . . . .	3,9	5,4	0,5	6,4	10,4	8,1	9,1	6,1
Теплопроводность, $кал/сек \cdot см \cdot град$ . . . . .	0,002	0,003	0,003	0,08	0,005	0,003	0,01	0,5
Диэлектрическая постоянная . . . . .	4,1	6,3	3,8	10	5,6	$10^2$ — $10^4$	800—100	6,3
Удельное сопротивление, $ом \cdot см$ . . . . .	$10^{17}$	$10^{11}$	$10^{15}$	$10^4$	$10^{15}$	$10^{12}$	$10^{14}$	$10^{15}$
Химическая стойкость . . . . .	Средняя	Средняя	Средняя	Отличная	—	Хорошая	Хорошая	Хорошая

Главным преимуществом керамических подложек перед стеклянными является их высокая теплопроводность. Так, керамика на основе окиси бериллия имеет в 200—250 раз большую теплопроводность, чем стекло. Однако даже незначительная добавка некоторых примесей (например, окиси алюминия) резко снижает ее теплопроводность.

Степень шероховатости керамики зависит от процесса ее изготовления. Микронеровности необработанной керамики достигают нескольких тысяч ангстрем и значительно снижаются после полировки, однако полировка может загрязнить поверхность и изменить свойства керамики.

Значительное снижение шероховатости достигается путем глазурования поверхности керамики тонким слоем бесщелочного стекла. При этом высокая теплопроводность керамической основы сочетается с гладкой поверхностью стеклянной глазури. Ниже приводится сравнение микрорельефа некоторых сортов стекол и керамики.

Материал подложки	Неровности, Å
Предметное стекло для микроскопов . . . . .	50
Стекло «Пирекс» . . . . .	200
Глазурованная керамика . . . . .	300
Пирокерамика . . . . .	2 000
Керамика . . . . .	6 000—20 000

К числу новых материалов, используемых для изготовления подложек, относятся ситалл и фотоситалл. Ситалл — это стеклокерамический материал, получаемый путем термообработки (кристаллизации) стекла. Большинство известных марок ситаллов получено в системах  $\text{Li}_2\text{O}—\text{Al}_2\text{O}_3—\text{SiO}_2—\text{TiO}_2$  и  $\text{RO}—\text{Al}_2\text{O}_3—\text{SiO}_2—\text{TiO}_2$  (RO типа CaO, MgO, BaO).

Ситалл по свойствам превосходит исходное стекло. В зависимости от состава и способа обработки его можно получить прозрачным и непрозрачным. В отличие от большинства высокопрочных тугоплавких кристаллических материалов ситалл обладает хорошей ковкостью (гибкостью) при формовании. Его можно прессовать, вытягивать, выдувать, прокатывать и отливать центробежным способом.

Коэффициент линейного расширения у различных марок ситаллов может меняться от отрицательной величины до  $120 \cdot 10^{-7}$ . Температура деформации ситалла выше, чем температура начала размягчения исходного стекла. Материал выдерживает резкие перепады температур в воздушной среде (от  $+700$  до  $-60^\circ\text{C}$ ).

Ситалл обладает высоким электрическим сопротивлением, которое уменьшается с повышением температуры до  $400^\circ\text{C}$ . По электрической прочности он не уступает лучшим видам вакуумной керамики. По механической прочности ситалл в 2—3 раза прочнее стекла. Он имеет такое же сопротивление изгибу, как отожженный алюминий, и большее, чем титан и пержавеющая сталь. Ситалл имеет высокую сопротивляемость истиранию и низкие диэлектрические потери, которые незначительно меняются с повышением температуры до  $400^\circ\text{C}$ , обладает химической стойкостью к воде и кислотам. Ситалл не порист, дает очень незначительную объемную усадку, газонепроницаем и имеет малую газоотдачу при высоких температурах.

Фотоситалл — это стеклокристаллический материал, получаемый путем кристаллизации светочувствительного стекла. Он металлизруется при вжигании различных металлических паст, содержащих золото и серебро, а также при никелировании и меднении.

Основными составными частями фотоситалла являются окись кремния (75%), окись лития (11,5%), окись алюминия (10%) и окись калия (3,5%) с небольшими добавками азотнокислого серебра и двуокиси церия. Фо-

тоситалл инертен к кислотам, обладает высокой механической и термической стойкостью. Его теплопроводность в несколько раз превышает теплопроводность ситалла, коэффициент термического расширения в интервале температур от 20 до  $120^\circ\text{C}$  составляет  $90 \cdot 10^{-7}$ , удельное объемное сопротивление при  $150^\circ\text{C}$  составляет  $10^9—10^{10}$  ом·см.

Тщательная очистка поверхности подложек перед напылением на них тонкопленочных слоев является непременным условием технологического процесса, поскольку из-за малой толщины пленки любое загрязнение ухудшает условия конденсации и влияет на текстуру образца.

Подложки очищают до и после помещения в вакуумную камеру. Наиболее детально исследованы способы очистки стеклянных подложек. До помещения в вакуумную камеру стеклянные подложки обрабатывают кислотами или специальными растворителями [Л. 6] или промывают в растворе едкого кали или едкого натра с последующей обработкой в смеси, состоящей из размельченного двухромовокислого калия, растворенного в концентрированной серной кислоте (хромпике). Более эффективная очистка достигается промывкой в течение 1—2 мин в 1—2%-ном растворе плавиковой кислоты с последующей многократной промывкой в воде. Перед установкой подложки в вакуумную камеру иногда применяют дополнительную очистку активированным углем. Для этого стекло в течение 1—2 мин протирают порошком активированного угля, нанесенного на фильтровальную бумагу или ватный тампон [Л. 4]. Кроме этих способов, применяется травление в соляной кислоте, обработка в парах изопропилового спирта, очистка с помощью ультразвука в растворе перекиси водорода и др.

Наиболее простым способом очистки подложки после помещения ее в вакуумную камеру является высокотемпературный отжиг. Однако этот способ недостаточно эффективен. Часто для очистки подложки применяется электронная бомбардировка ее поверхности. При использовании этого метода труднее, чем при ионной бомбардировке, предотвратить загрязнение стекла продуктами разложения углеводородов, которые присутствуют в среде остаточных газов при откачке рабочего объема установки. Кроме того, при электронной бомбардировке

подложка загрязняется летучими оксидами вольфрама.

Эффективным способом очистки является ионная бомбардировка поверхности подложки в тлеющем разряде, для чего в напылительных установках предусматривают особые электроды, к которым от маломощного высоковольтного источника подводится напряжение в несколько киловольт. Электроды изготавливаются из алюминия, который имеет самую низкую скорость распыления среди металлов.

Поскольку скорости электронов в тлеющем разряде значительно больше скоростей положительно заряженных ионов, подложка заряжается отрицательно и подвергается интенсивной бомбардировке ионами, которые расщепляют углеводороды, входящие в состав загрязнений. При этом нелетучие компоненты реагируют с кислородом, содержащимся в среде остаточного газа, и в виде окиси углерода удаляются из рабочего объема установки. Таким образом, при очистке подложек тлеющим разрядом происходят химические реакции, что является достоинством этого метода. Степень ионизации может быть увеличена наложением на разряд высокочастотного поля. Очистка тлеющим разрядом позволяет удалять любые загрязнения, однако она требует длительного времени, и поэтому основную долю загрязнений целесообразно удалять предварительно путем обезжиривания, химического травления и очистки с помощью ультразвука. Наиболее эффективна очистка подложки с помощью комбинации нескольких способов.

Эффективным способом улучшения поверхностных свойств подложек является нанесение на них толстого слоя монооксида кремния непосредственно перед напылением тонкопленочных слоев. Показателем степени очистки подложки является коэффициент сухого трения на поверхности подложки; чем он больше, тем лучше очищена подложка. Значения коэффициентов сухого трения стеклянной поверхности при различных способах очистки приведены ниже.

Способ очистки подложки	Коэффициент сухого трения
Промывка в хромовой смеси с последующей сушкой . . . . .	0,235
Многokратная промывка чистым растворителем . . . . .	0,322
Очистка активированным углем . . . . .	0,614
Очистка тлеющим разрядом . . . . .	1,027

**Маски.** Заданную конфигурацию пленок получают несколькими способами: свободной маски, контактной маски, химического травления и др. Выбор того или иного из них зависит от способа нанесения и свойств напыляемого материала, требований к точности и воспроизводимости, производительности и других факторов.

Способ свободной маски основан на экранировании подложки с помощью экрана из тонкой металлической фольги или другого материала, в котором тем или иным способом сделаны прорезы и отверстия требуемой формы. Очертания и расположение этих прорезей и отверстий соответствуют требуемой конфигурации напыляемой пленки. Для того чтобы маска фиксировалась и плотно прижималась к подложке, используют специальные маскодержатели. Испаряемое вещество конденсируется только на тех местах подложки, которые не закрыты маской.

Маски, используемые при изготовлении тонкопленочных элементов и схем, должны удовлетворять следующим требованиям:

1. Иметь тонкие прорезы шириной до 0,1 мм с точностью изготовления  $\pm 0,005$  мм.
2. Прорезы в масках должны иметь четкие контуры и не иметь по краям шероховатостей, которые были бы видны при 50-кратном увеличении.
3. Обладать достаточной жесткостью и упругостью и быть достаточно тонкими, чтобы не образовывать при напылении теней и полутеней.
4. Иметь минимальные неровности в плоскости маски (не более  $\pm 0,05$  мм) для плотного прилегания к подложке.
5. Выдерживать достаточно высокую температуру (до 400°С) при высоком разрежении (до  $10^{-6}$  мм рт. ст.) без заметных деформаций.
6. Материал масок должен иметь низкое давление собственных паров и обладать минимальной газоотдачей.

При изготовлении пленочных элементов и схем методом термического испарения в вакууме могут применяться одно-, двух- и трехслойные маски. При механическом способе изготовления простейших однослойных (монометаллических) масок в тонкой металлической фольге толщиной 50—100 мк с помощью сверл, фрез, миниатюрных штампов, ультразвуковых инструментов

вырезают прорези и отверстия требуемой конфигурации. При использовании электроэрозионного способа в пачке заготовок из фольги делают отверстие, через которое пропускают тонкую проволоку диаметром 30—50 мк. Эта проволока выполняет роль электрода и режет одновременно все заготовки.

При использовании способа электрохимического наращивания на полированную пластину из нержавеющей стали наносят слой — светочувствительное покрытие (фоторезист) — и экспонируют через негатив. После проявления на пластине образуются места, свободные от слоя фоторезиста, на которые гальваническим способом наращивают слой меди или никеля требуемой толщины. После этого изготовленную маску снимают с пластины. Хотя точность изготовления монометаллических масок, полученных методом электрохимического наращивания, при малой толщине слоя достаточно высока, маски не обладают необходимой жесткостью, упругостью и прочностью. Укрепление маски другими металлами или ее утолщение снижает точность изготовления и повторяемость результатов.

При использовании способа фотохимического травления в качестве основы маски берут фольгу из какого-либо металла (фоторезист), который экспонируют через фотошаблон и проявляют. При этом на поверхности фольги появляется рельефное изображение из фоторезиста, стойкое к химическим реагентам. При воздействии травителя незащищенные места материала заготовки растворяются, в результате чего в фольге образуются прорези и отверстия. После снятия защитного покрытия получается готовая маска.

Будущую маску предварительно вычерчивают на бумаге. При этом те части, которые на готовой маске должны быть удалены, заливают черной тушью. В рисунок должны входить также отверстия для фиксирующих штифтов и черная рамка. С полученного чертежа изготавливают сперва негативный, а затем позитивный фотошаблон. Дальнейший процесс изготовления маски из тонкой медной фольги показан на рис. 1-11.

Медную фольгу тщательно промывают с помощью пемзы и щетки в струе проточной воды, высушивают (рис. 1-11,а), покрывают слоем фоторезиста и снова высушивают в потоке сухого и теплого воздуха (рис. 1-11,б). Затем фоторезист засвечивают через по-

зитивный фотошаблон ультрафиолетовым источником света (рис. 1-11,в). Фоторезист удаляют с незасвеченных участков медной фольги, обнажая участки чистой меди

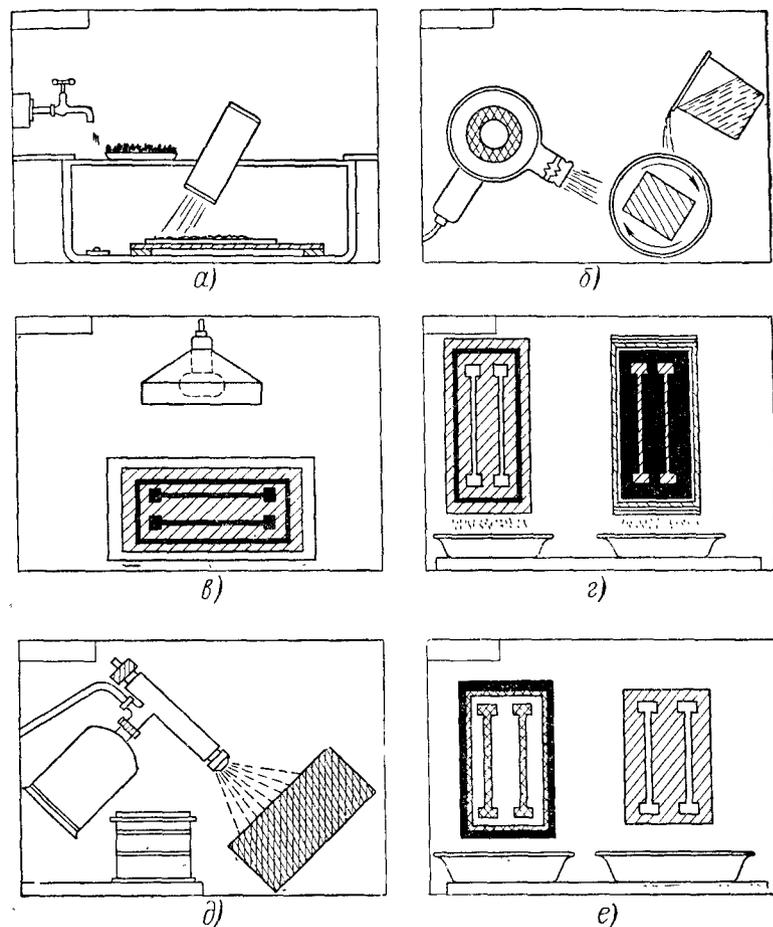


Рис. 1-11. Последовательность изготовления маски из тонкой металлической фольги.

(рис. 1-11,з). После этого лицевую сторону фольги покрывают окрашивающим раствором для выявления более четкого изображения рисунка. Для предотвращения травления на обратную сторону фольги наносят слой целлюлозы (рис. 1-11,д). Затем вытравливают обнажен-

ные участки меди в растворе  $\text{FeCl}_3$  или  $\text{HNO}_3$ , удаляют фоторезист с остальных участков фольги (рис. 1-11,е), а с обратной стороны снимают защитный слой целлюлозы. Полученную маску в виде полоски фольги с прорезями, имеющими резко очерченные края, промывают

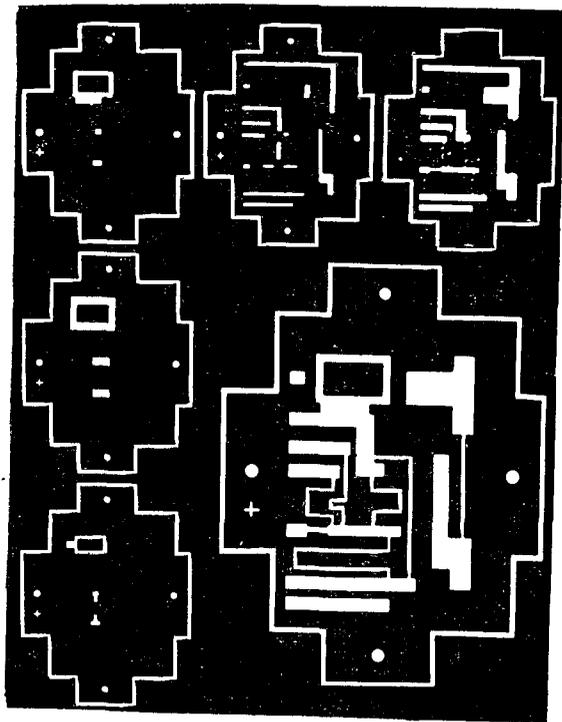


Рис. 1-12. Образцы масок из тонкой металлической фольги.

и высушивают. Образцы масок из тонкой металлической фольги приведены на рис. 1-12.

Основными материалами для изготовления масок являются медь, латунь, пермаллой и нержавеющая сталь. За последнее время для этой цели начинают использовать тантал, молибден, инвар и графит.

К достоинствам масок из тантала и молибдена относятся инертность к напыляемым материалам, в особенности к полупроводниковым, большой срок службы и

возможность очистки любыми методами без износа, высокие механические свойства масок при большой длине линий напыления. Маски из инвара применяются в связи с необходимостью уменьшения допуска на изготовление элементов микросхем, связанного с термическим расширением маски.

Существенным недостатком монометаллических масок, получаемых способом фотохимического травления, является невысокая точность, связанная с тем, что, помимо травления вглубь, имеет место боковое травление. Двустороннее нанесение фоторезиста в сочетании с двусторонним травлением и введение соответствующих поправок на толщину линий при вычерчивании фотооригиналов повышает точность изготовления монометаллических масок, однако маски этого типа по точности изготовления уступают биметаллическим (двухслойным) маскам.

Вместо металлической фольги в качестве основы маски может быть взята тонкая пластинка из фотоситалла. После облучения через фотошаблон те места фотоситалловой пластинки, на которые попал свет, приобретают большую скорость растворения в травителях, чем необлученные. В результате после обработки фотоситалловых пластин в травителях образуется маска, имеющая прорези и отверстия в облученных местах. При толщине маски 50—100 мк отклонение отверстий от заданных номиналов составляет 25 мк.

Значительно большей точностью обладают биметаллические маски. В качестве основы при изготовлении биметаллических масок используются медь и ее сплавы (латунь и бронза), а также специальные сорта стали.

На основу после термообработки и очистки наносится тонкий слой фоторезиста и экспонируют ее через негатив. При этом та часть фоторезиста, на которую попадает свет от специального источника, изменяет свои свойства и приобретает способность растворяться при проявлении. В процессе проявления растворимые участки пленки удаляются, а нерастворимые остаются, образуя копию негатива. После этого пленку задубливают и подвергают термообработке. Обратную сторону основы покрывают тонким слоем лака, после чего производится электрохимическое никелирование той стороны основы, которая покрыта фоторезистом. Фоторезист препятствует осаждению никеля на те места, которые в даль-

нейшем будут подвергаться химическому травлению. После снятия задублированного фоторезиста и лака маски отжигают в печи, вновь покрывают лаком, сушат, подвергают химическому травлению, удаляют лак и освещают. Разность между размерами элементов на негативе и на биметаллической маске очень невелика (порядка нескольких микрон). Такая высокая точность в основном связана с тем, что граница маски в данном случае образуется биметаллом, который не подвергается химическому травлению. Вместе с тем наличие плотной основы обеспечивает жесткость биметаллических масок.

Помимо биметаллических масок, применяются также трехслойные (сэндвичевые) маски. При этом фоторезистивное покрытие наносится с обеих сторон и экспонирование производится через два совмещенных фотооригинала, после чего наращивание никеля и его травление производится с двух сторон заготовки.

Способ контактной маски отличается от способа свободной маски тем, что при его использовании маска изготавливается и существует только непосредственно на подложке и не может быть от нее отделена. Существуют две разновидности способа контактной маски: однопленочная и двухпленочная. При использовании однопленочной контактной маски (рис. 1-13,а) сначала на подложке создают рельефный рисунок из фоторезиста. Затем на фоторезист напыляют требуемый материал, например хром, и подложку опускают в растворитель для фоторезиста. Последний, растворяясь, увлекает за собой лежащую на нем металлическую пленку, которая остается только на тех местах, где она осаждалась непосредственно на подложку. Способ однопленочной контактной маски иногда называют «взрывной» или «обратной» фотолитографией.

При использовании двухпленочной контактной маски (рис. 1-13,б) на подложку наносят сплошной слой материала будущей контактной маски. Этим материалом может быть металл (медь, хром и др.), окисел металла, соль и др. На этот слой наносят фоторезист и проводят процесс фотопечати, в результате которого получают рельефное изображение из фоторезиста. Это изображение закрывает те места осажденного на подложке материала, которые образуют саму контактную маску. Те места осажденного материала, которые не покрыты фоторезистом, удаляются обработкой в травителе или рас-

творителе. После этого удаляют оставшуюся часть фоторезиста и получают подложку с нанесенной на нее контактной маской. При напылении пленки следующего, требуемого для работы микросхемы материала он осаждается как на открытые части подложки, так и на маску. При опускании подложки в состав с травителем или растворителем для материала контактной маски последний

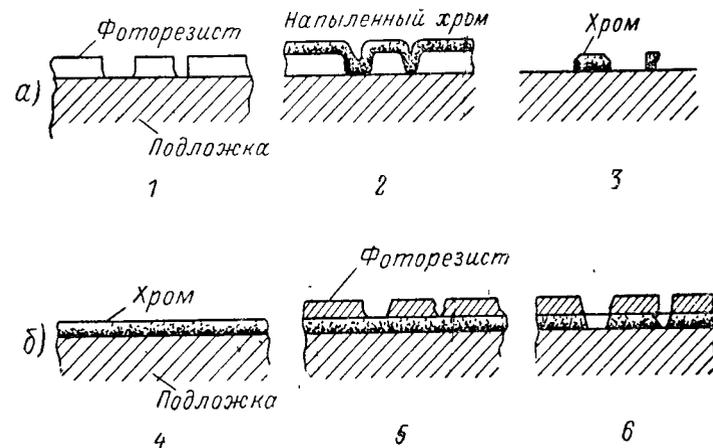


Рис. 1-13. Последовательность изготовления однопленочной (а) и двухпленочной (б) контактных масок.

1 — создание рисунка из фоторезиста; 2 — напыление хрома; 3 — полоски из хрома после удаления фоторезиста; 4 — напыление хрома; 5 — создание рисунка из фоторезиста; 6 — травление хрома.

растворяется и одновременно удаляется нанесенная на нем пленка материала микросхемы. Она остается лишь на тех местах, где осаждалась непосредственно на поверхность подложки.

При использовании метода химического травления на подложку наносят пленку рабочего материала микросхемы. Затем наносят слой фоторезиста и проводят процесс получения защитного слоя. Травлением незащищенные места пленки удаляют, после чего на подложке получают готовый элемент пленочной микросхемы.

**Проводящие пленки.** Материалы, используемые для изготовления электрических контактов, должны удовлетворять следующим требованиям: обеспечивать получение омических (невыпрямляющих) контактов с минимальным электрическим сопротивлением; напыляться при сравнительно низкой температуре; прочно сцеплять-

ся с материалом подложки в широком интервале температур; допускать припайку выводов с малым количеством флюса или вообще без него; допускать многократное напыление из одного испарителя.

Такие металлы, как марганец, алюминий и хром, легко образуют окислы и поэтому прочно сцепляются с подложкой, но не пригодны для контактов, так как плохо поддаются пайке бескислотными флюсами.

Металлы, хорошо поддающиеся пайке и имеющие малую электропроводность (медь, серебро, золото), имеют плохую адгезию к материалу подложки. Это вызвало необходимость использовать сплавы двухкомпонентного состава, один из компонентов которых образовывал бы прочную связь с подложкой, а другой удовлетворял бы требованиям в отношении пайки и электропроводности.

Наиболее подходящим для изготовления контактов оказался сплав марганца с серебром (20% Mn и 80% Ag). Ценными свойствами компонентов этого сплава является близость коэффициентов линейного расширения в широком интервале температур. При использовании этого сплава из-за разных скоростей испарения вначале испаряется марганец, хорошо сцепляющийся с подложкой, а затем серебро, которое и образует проводящую пленку.

Плохая адгезия золота и серебра к стеклу преодолевается также путем напыления их на промежуточную металлическую пленку с хорошей адгезией, например из хрома или титана.

Низкоомные контакты с рядом материалов могут быть получены с помощью алюминия. Однако с золотом алюминий в присутствии свободного кремния образует механически непрочное соединение, известное под названием «пурпурной чумы». Эксперименты показывают, что ни один металл не обладает всеми свойствами, желательными для тонкопленочного соединения, и поэтому возникает необходимость использовать слоистые структуры типа «сэндвич». При этом желательно иметь пары, состоящие из тугоплавкого металла (для увеличения рабочей температуры и создания хорошего омического контакта) и низкоомного металла (для создания высокопроводящих соединений в схемах и устойчивых контактов с золотой проволокой).

**Тонкопленочные резисторы.** Материал, используемый для получения резистивных пленок, должен обеспечи-

вать возможность получения широкого диапазона стабильных во времени сопротивлений, обладать низким температурным коэффициентом и высокой коррозионной стойкостью. Материал должен образовывать при напылении тонкие, четкие линии с хорошей повторяемостью этих линий от образца к образцу. Свойства некоторых материалов, используемых для тонкопленочных резисторов, приведены в табл. 1-4.

Таблица 1-4

Наименование материала	Диапазон поверхностных сопротивлений, ом/кв.адриат	Температурный коэффициент сопротивления 10 <sup>-6</sup> , град <sup>-1</sup>
Золото . . . . .	5—10	3 000
Платина . . . . .	15—20	3 000
Палладий . . . . .	20—30	2 000
Титан . . . . .	50—100	700
Хром . . . . .	50—300	600
Нихром . . . . .	10—400	50—500
Нитрид тантала . . . . .	50—500	100
Кремний-хром . . . . .	10 <sup>2</sup> —10 <sup>4</sup>	50—250
Моноксид кремния-хрома . . . . .	10 <sup>2</sup> —10 <sup>4</sup>	250
Тантал (окись) . . . . .	10—10 <sup>4</sup>	100
Рений . . . . .	10—10 <sup>4</sup>	—
Углерод . . . . .	10—10 <sup>7</sup>	—
Никель . . . . .	10—300	250
Оксид олова . . . . .	10—10 <sup>3</sup>	250
Вольфрам . . . . .	10 <sup>2</sup> —10 <sup>4</sup>	100
Танталово-хромовый силикат . . . . .	10 <sup>2</sup> —10 <sup>4</sup>	500
Палладиево-серебряная глазурь . . . . .	10 <sup>2</sup> —10 <sup>5</sup>	500

Приведенные в таблице значения поверхностных сопротивлений и температурных коэффициентов сопротивления носят ориентировочный характер, так как они сильно меняются в зависимости от метода нанесения пленки и режима ее обработки. Удельное сопротивление пленки зависит как от ее состава, так и от структуры, которая подвергается значительному изменению при термообработке.

На рис. 1-14 показана зависимость удельного сопротивления слоя от толщины пленки. В той области, где сказываются объемные свойства, сопротивление пленки равно:

$$R = \rho/h,$$

где  $\rho$  — удельное сопротивление материала, из которого напылена пленка;  
 $h$  — толщина пленки.

Свойства пленок при малых толщинах в значительной степени зависят от характера микронеровностей поверхности подложки. В зависимости от температуры плавления и рекристаллизации могут наблюдаться нарушения непрерывности структуры пленки. В этом случае проводимость осуществляется за счет туннельного эффекта и термоэмиссии между отдельными кристаллитами.

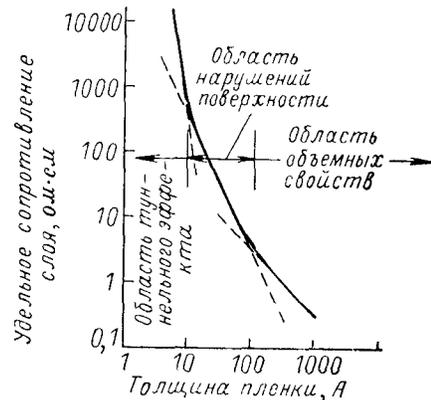


Рис. 1-14. Зависимость удельного сопротивления тонкопленочного слоя от толщины пленки.

Идеально было бы работать в области, где сказываются объемные свойства, поскольку здесь легче регулировать толщину пленки, а нарушения поверхности не имеют существенного значения. В связи с этим целесообразно использовать более тугоплавкие металлы, такие как вольфрам, молибден и др., или тугоплавкие сплавы типа нихром. Нихром позволяет получать поверхностное сопротивление в слое 100—200 *ом/кв.см* при толщинах, соответствующих области объемных свойств.

Тонкопленочные резисторы могут быть изготовлены из металлов, сплавов (в том числе сплавов многокомпонентного состава), полупроводников и керметов (смесей металлов с керамикой). Широкое применение находит хромоникелевый сплав (20% хрома и 80% никеля). Поверхностное сопротивление пленки толщиной 100 Å, изготовленной из этого сплава, достигает 300 *ом/кв.см*, а температурный коэффициент сопротивления мал. Температура испарения у этого сплава велика (1600°С), причем для получения высококачественного пленочного сопротивления подложка должна быть нагрета до 300—350°С и в процессе напыления температура должна быть постоянной.

Из сплава железа с хромом (79% железа и 21% хрома) и железохромоникелевого сплава (железа 71,5%, хрома 21% и никеля 7,5%) получают пленки, обладающие поверхностным сопротивлением 150 *ом/кв.см* с температурным коэффициентом сопротивления менее  $100 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1}$ . Значительно большим удельным сопротивлением (до 400 *ом* на квадрат) обладает многокомпонентный сплав, состоящий из 74% никеля, 20% хрома, 3% железа и 3% алюминия.

В последнее время все шире применяют рениевые тонкопленочные резисторы. Основным преимуществом рения перед другими материалами, используемыми для изготовления тонкопленочных резисторов, являются: устойчивость при высоких температурах, что позволяет изготавливать резисторы с высокой мощностью рассеяния при высокой температуре; высокая стабильность пленок; невысокий температурный коэффициент сопротивления; незначительное изменение сопротивления от толщины, что облегчает изготовление высокоомных резисторов с малым разбросом сопротивления. В том случае, когда необходимо получить высокостабильные пленки с большим поверхностным сопротивлением (порядка нескольких тысяч *ом* на квадрат) и низким температурным коэффициентом сопротивления, применяют тантал, вольфрам и рений.

Выбор тантала в качестве материала для изготовления тонкопленочных резисторов, помимо большого удельного сопротивления, объясняется следующими причинами: поверхность тантала легко покрывается пленкой окиси и становится малоактивной, хотя тантал и относится к активным металлам; тонкий прозрачный поверхностный слой окиси хорошо связан с танталом, обладает высоким сопротивлением износу и коррозии в различных атмосферных условиях и не поддается воздействию многих кислот; реакция окисления тантала легко управляется и может быть использована для регулирования толщины пленки и ее сопротивления; пятиокись тантала является хорошим диэлектриком, что позволяет использовать тантал для изготовления не только пленочных сопротивлений, но и пленочных конденсаторов.

Большим поверхностным сопротивлением (до 10 000 *ом/кв.см*) обладают пленки из сплава 24% хрома с 76% кремния. Напыление пленок в этом случае производится по методу «вспышки», при котором поро-

шок или небольшие кусочки сплава падают на разогретый до высокой температуры вольфрамовый испаритель. Образующееся при этом облако пара конденсируется на подложке, разогретой до 200—500°С. Полученные таким путем пленки отличаются малым температурным коэффициентом сопротивления ( $50 \cdot 10^{-6}$  град<sup>-1</sup>) и высокой стабильностью (после 2000 ч изменение сопротивления не превышает 0,2%, а после 5000 ч работы сопротивление изменяется не более чем на 3%).

Еще большим поверхностным сопротивлением (до 50 000 ом/кв.см) обладают пленки из «керметов», представляющих собой смеси металлов с изолирующими материалами (тугоплавкие окислы, стекло). Типичными керметами являются пленки палладиево-серебряной глазури или танталово-хромового стекла. Резисторы на основе этих пленок используются в схемах, где допустимо высокое значение температурного коэффициента сопротивления.

Керметы на основе системы монооксид кремния—хром обладают хорошими адгезионными свойствами, однородностью, стабильностью, высокой температуростойчивостью и хорошими механическими свойствами. Сопротивление пленки в широких пределах может варьироваться в зависимости от состава смеси. Наилучшие данные получены при 70% хрома и 30% монооксида кремния. Для предотвращения агломерации к смеси обычно добавляют 0,5% коллоидного раствора окиси кремния. Испарение смеси производится с вольфрамовой спирали при температуре 1300—1600°С на подложку, нагретую до 200—250°С. После напыления пленки ее нагревают в контролируемой среде при температуре 400—450°С для стабилизации параметров.

Из окисно-металлических пленок при изготовлении резисторов чаще всего используются пленки окиси олова. Применяются два метода получения таких пленок. В первом используется набрызгивание спиртовых растворов четыреххлористого олова на стеклянную или керамическую подложку, нагретую до температуры 500—800°С. В результате гидролиза SnCl<sub>4</sub> получаются пленки SnO, представляющие собой полупроводник *n*-типа. Добавка акцепторных примесей, таких, например, как железо, бор, кадмий, индий или алюминий, увеличивает сопротивление пленки. Добавка донорных примесей (сурьмы, мышьяка, теллура, вольфрама, фосфора,

фтора и др.) уменьшает сопротивление пленки и даст положительный температурный коэффициент сопротивления.

Второй метод получения пленок заключается в распылении олова, индий-олова или сурьмы-олова в окислительной атмосфере, в результате чего получаются аморфные изолирующие пленки, преобразующиеся затем в резистивные путем рекристаллизации при температуре 700—900°С.

Наиболее простым методом регулирования осаждения резистивных пленок является помещение в рабочий объем вакуумной установки вблизи напыляемых подложек контрольной подложки с серебряными контактами (свидетеля). Когда сопротивление между контактами контрольной подложки достигнет требуемой величины, испарение сразу же может быть прекращено поворотом заслонки, прерывающей поток пара от испарителя к подложкам. Однако, как показали многочисленные эксперименты, сопротивление изменяется (обычно уменьшается) после того, как подложка извлекается из вакуумной системы или же когда она подвергается дальнейшей обработке (например, прогреву). Объясняется это тем, что атомы газа или другие примесные атомы сорбируются пленкой в процессе ее напыления, а затем при нагреве химически реагируют с ней. Другая причина заключается в возникновении в материале пленки напряжений, которые могут изменяться в процессе отжига.

**Тонкопленочные конденсаторы.** В отличие от резисторов и контактных площадок, при изготовлении которых достаточно произвести одно или в крайнем случае два напыления (подслоя и слоя), изготовление тонкопленочных конденсаторов требует по меньшей мере три напыления: нижней обкладки, диэлектрической пленки и верхней обкладки. В тонкопленочных конденсаторах обычно используют две обкладки, поскольку применение большого числа обкладок затрудняет процесс изготовления конденсаторов и удорожает их стоимость.

Материал, используемый для изготовления диэлектрических пленок, должен удовлетворять следующим требованиям: прочно сцепляться с материалом подложки и металлами, быть плотным и не подвергаться механическому разрушению при воздействии температурных циклов, обладать высоким пробивным напряжением и малыми диэлектрическими потерями, иметь высокую

диэлектрическую проницаемость, не разлагаться в процессе испарения и осаждения и обладать минимальной гигроскопичностью. Кроме того, желательны, чтобы температура испарения материала лежала в диапазоне 1 000—1 800°С, поскольку более низкая температура свидетельствует о недопустимо высокой подвижности атомов, а при более высокой температуре испарения возникают большие трудности при создании испарителей.

Перечисленным требованиям удовлетворяют очень немногие диэлектрики.

Т а б л и ц а 1-5

Материал диэлектрика	Диэлектрическая проницаемость	Удельная емкость, мкф/см <sup>2</sup>	Температурный коэффициент емкости 10 <sup>-6</sup> , град <sup>-1</sup>	Тангенс диэлектрических потерь	Пробивное напряжение, кв/мм
SiO	4—6	0,003—0,01	100	0,01—0,02	10—100
ZnS	8	0,03	100—400	0,02	120
TiO <sub>2</sub>	40—60	0,1	±300	0,02—0,05	—
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	25	0,03—0,12	250	0,005—0,009	30—40
MgF <sub>2</sub>	6,5	—	—	0,01	150—200
As <sub>2</sub> S <sub>3</sub> —Se	7,8	0,006	—	0,007	70
As <sub>2</sub> S <sub>3</sub> —Se—Ge	9,5	0,008	—	0,004	60

Электрические параметры тонкопленочных конденсаторов с различными диэлектрическими слоями приведены в табл. 1-5.

В качестве диэлектриков для пленочных конденсаторов чаще всего используется моноокись кремния. Пленки SiO имеют высокое пробивное напряжение (до 10<sup>6</sup> в/см), что превышает пробивное напряжение для слюды. На свойства пленок монооксида кремния сильно влияют условия осаждения. Так, например, плотность пленок, полученных при сравнительно высоких скоростях осаждения (25—30 Å/сек), превышает плотность чистой монооксида кремния, а электрографический анализ таких пленок показывает наличие в них твердого раствора кремния.

Медленно осаждаемые пленки обнаруживают максимум инфракрасного поглощения, близкий к  $\lambda = 8 \div 9$  мк (типичен для кварца), тогда как быстро осажденные пленки имеют максимум поглощения при  $\lambda = 10$  мк. Про-

пускание ультрафиолетовых лучей также зависит от скорости испарения. Пленка толщиной около 900 Å, полученная при скорости испарения 5 Å/сек, пропускает 87% ультрафиолетовых лучей, в то время как пленка той же самой толщины, полученная при скорости испарения 50 Å/сек, пропускает только 42% ультрафиолетовых лучей. Это говорит о том, что в результате воздействия остаточных газов пленка SiO окисляется и превращается в пленку SiO<sub>2</sub> (пропускание чистой SiO<sub>2</sub> составляет 93%).

Фтористый магний имеет несколько большее значение диэлектрической проницаемости и пробивного напряжения по сравнению с моноокисью кремния и, кроме того, очень малую утечку по постоянному току (меньше 1 мка при 10<sup>-6</sup> в/сек). На его основе можно получить плотные и долговечные пленки с хорошими диэлектрическими свойствами. Однако требования, предъявляемые к контролю процесса осаждения, величине давления и составу остаточной атмосферы при осаждении фтористого магния, значительно выше, чем для монооксида кремния.

Помимо материалов, указанных в табл. 1-5, для изготовления диэлектрических пленок может применяться титанат бария BaTiO<sub>3</sub>, а также смесь титаната бария с титанатом стронция BaTiO<sub>3</sub>—SrTiO<sub>3</sub>. Пленки этих соединений при нанесении на холодную подложку имеют аморфную структуру, а при осаждении на горячую — кристаллическую. Диэлектрическая проницаемость пленок этих материалов лежит в пределах 13—20, а тангенс угла диэлектрических потерь 0,02—0,15.

При использовании обычных испарителей для напыления монооксида кремния и др. иногда наблюдается выброс с поверхности испарителя микроскопических частиц. Снижение скорости испарения уменьшает вероятность выброса этих частиц, однако все же значительное число невидимых глазом микроскопических частиц достигает поверхности подложки, имея достаточную энергию для того, чтобы пробить насквозь пленку. В связи с этим представляют интерес такие конструкции испарителей, которые позволяют отфильтровать из молекулярного пучка все микроскопические частицы, прежде чем этот пучок достигнет подложки.

При опробовании различных металлов в качестве окладок для тонкопленочных конденсаторов было уста-

новлено, что металлы с высокой температурой испарения (например, никель и хром) вызывают большое число коротких замыканий между обкладками. Это объясняется тем, что атомы этих металлов, обладая при испарении высокой энергией, пронизывают диэлектрический слой. В то же время золото, обладающее невысокой температурой испарения, также вызывает короткое замыкание изоляции, что связано с большой подвижностью атомов золота и их диффузией по граням зерен и порам диэлектрика.

Хорошим материалом для изготовления обкладок конденсаторов является алюминий, дающий значительно меньшее по сравнению с другими металлами количество коротких замыканий. Это объясняется низкой температурой испарения алюминия и пониженной подвижностью его атомов на поверхности подложки из-за тенденции к окислению. Следует отметить, что алюминий является универсальным материалом для изготовления конденсаторов, так как поверхностный слой алюминиевой пленки может быть легко превращен в диэлектрик путем его окисления при катодной бомбардировке в тлеющем разряде. Полученные таким путем конденсаторы обладают малыми диэлектрическими потерями и имеют высокое пробивное напряжение.

Термическое испарение в вакууме, чередуемое с так называемым плазменным анодированием, позволяет получать многослойные конденсаторы типа  $Al-Al_2O_3-Al$ . Этим же методом могут быть получены диэлектрические пленки  $Ta_2O_5$ . Изготовленные на основе этих пленок конденсаторы обладают высокой удельной емкостью, большим пробивным напряжением со сравнительно небольшими диэлектрическими потерями.

**Пленочные индуктивности.** Пленочные индуктивности получают путем нанесения на подложку спиральной дорожки из материала с высокой проводимостью. Используемый для этой цели материал, помимо минимального электрического сопротивления (повышенное сопротивление недопустимо, так как при этом снижается добротность), должен прочно сцепляться с подложкой и допускать припайку или приварку выводов с минимальным количеством флюса или вообще без него.

Ограниченная площадь подложки затрудняет получение тонкопленочных индуктивностей выше нескольких микрогерц. Поэтому существует тенденция избегать

трудностей, связанных с проблемой получения больших номиналов индуктивностей за счет использования в пленочных микросхемах резистивно-емкостных устройств с распределенными параметрами или же применения приборов с отрицательными сопротивлениями, которые чувствительны к частоте и могут быть использованы в качестве переменных реактивных сопротивлений в генераторах и усилителях.

#### Изготовление тонкопленочных микросхем с применением избирательного фотохимического травления

Получение заданной конфигурации пленки методом свободной маски за счет экранирования подложки с помощью обособленно изготовленного экрана создает ряд размерных ограничений (рис. 1-15).

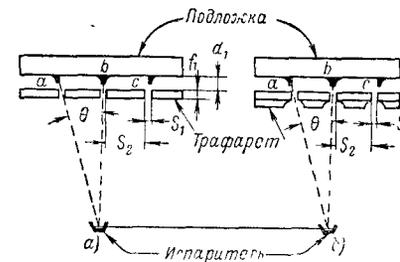


Рис. 1-15. Расположение элементов при использовании метода напыления через маски.

$a$  — маска однородной толщины,  $b$  — маска с повышенной жесткостью

Если через прорезы  $a$ ,  $b$  и  $c$  необходимо напылить шины равной ширины  $S_1$  на одинаковом расстоянии  $S_2$  друг от друга, то при небольших углах  $\theta$  толщина трафарета  $f_1$  выбирается равной  $1/2 S_1$ . Если взять большую толщину маски, то ширина линии, напыленной вдали от оси испарителя, может быть значительно уже определяющей ее прорези в маске (щели  $a$  и  $c$  на рис. 1-15). Для предотвращения образования нежелательной конусности у краев напыляемых линий необходим также особо плотный прижим маски к подложке, при котором расстояние  $d_1$  должно быть сведено до минимума. Помимо этого, на конфигурацию напыляемого рисунка, который часто имеет вид тонких и длинных линий (шин), суще-

ственное влияние оказывает распределение термических напряжений в маске, возникающих в результате ее нагрева за счет излучения и осаждения на ней горячего металла, находящегося в парообразном состоянии.

Необходимость использования тонких, жестких и плоских масок строго ограничивает количество и характер элементов рисунка, которые могут быть нанесены на подложку. Практически путем термического испарения в вакууме через маски из пружинной стали удастся получить достаточно длинные линии при ширине не менее 100 мк.

Такие сравнительно широкие линии уже зачастую не удовлетворяют требованиям, которые предъявляются к конфигурации тонких пленок. Например, современная криотронная запоминающая ячейка представляет собой десятислойную тонкопленочную структуру с толщиной пленок 1000—5000 Å и шириной 15—50 мк. Плотность расположения запоминающих ячеек на 1 см<sup>2</sup> достигает 1000—1500 шт. Вполне понятно, что для изготовления подобного рода тонкопленочных элементов непригоден метод свободной маски, и их можно получить только путем применения избирательного фотохимического травления.

На рис. 1-16 показана последовательность изготовления криотрона методом избирательного фотохимического травления. Весь технологический процесс разбит на три основных этапа. Изготовление двух тонкопленочных вентилях (рис. 1-16,а) складывается из следующих основных операций:

1) напыление пленки олова на всю поверхность подложки путем термического испарения в вакууме без применения масок;

2) покрытие всей пленки олова фоторезистом;

3) экспонирование в ультрафиолетовых лучах через контрастный фотошаблон тех областей металла, которые должны остаться;

4) проявление, при котором освобождаются от фоторезиста те участки металлической пленки олова, которые в дальнейшем должны быть удалены;

5) травление открытых участков металлической пленки олова;

6) удаление защитного слоя фоторезистора с оставшихся частей металлической пленки.

Для создания изолирующего покрытия и образования окон (рис. 1-16,б) к перечисленным операциям добавляются:

7) покрытие подложки изолирующим светочувствительным материалом;

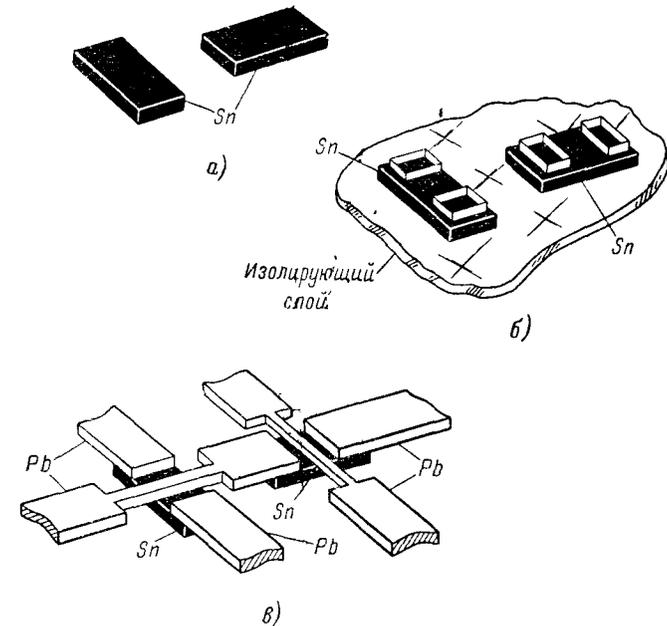


Рис. 1-16. Последовательность изготовления криотрона с применением избирательного фототравления.

8) экспонирование в ультрафиолетовых лучах через контрастный фотошаблон тех областей изолирующего слоя, где должны находиться окна;

9) проявление и удаление изолирующего слоя из области окон.

После этого подложка готова для нанесения следующей пары металлического и изолирующего слоев, что может быть выполнено путем повторения технологических операций 1—9. На рис. 1-16,в показана структура, образующаяся после нанесения дополнительного металлического слоя из свинца, который соединяет ранее нанесенные вентилях из олова и образуют управляющие шины.

Из девяти технологических операций только операция термического испарения проводится в высоковакуумной установке. Все остальные операции проводятся вне вакуумной системы, что значительно повышает точность изготовления рисунка и облегчает возможность межоперационного контроля.

Основное преимущество фотохимического метода изготовления заключается в том, что количество фотошаблонов не превышает количества используемых слоев и не зависит от числа элементов и плотности их компоновки.

Существующие фоторезисты дают возможность после экспонирования и проявления получать шины шириной в 1 мк, в то время как получение шин путем термического испарения в вакууме через механические маски ограничено шириной в 100 мк. Подтравливание слоя металла и образование неровных краев в процессе химического травления обычно не превышает половины толщины. При толщине пленки 0,5 мк глубина подтравливания составляет 0,2 мк. Таким образом, как разрешающая способность фоторезистов, так и размерные ограничения не лимитируют плотность компоновки, поскольку шины не бывают уже 15—20 мк.

Фотошаблоны изготавливают путем уменьшения фотографическим способом чертежа, который выполнен с таким увеличением, что его дефекты становятся несущественными в уменьшенной копии. Трудности в изготовлении фотошаблона возникают только тогда, когда максимальные размеры рисунка в 1000 раз превышают его минимальные размеры. Однако сверхпроводящие устройства состоят из повторяющихся с высокой точностью структур, которые равномерно распределены по площади подложки. Это позволяет делать чертеж только для повторяющейся части структуры, после чего можно размножить ее изображение и получить полный рисунок фотошаблона.

Передача рисунка с фотошаблона на фоторезистивное покрытие обычно производится контактной печатью, при которой фотошаблон непосредственно накладывается на подложку, покрытую слоем фоторезиста. Таким путем удается получать минимальные размеры в 10—15 мк. При более мелких размерах малое расстояние между фотошаблоном и подложкой может привести к нежелательным дифракционным эффектам в процессе

обработки фоторезиста. Для устранения этих дефектов применяется проекционная печать, при которой используются высококачественные линзы и источники света с оптическими фильтрами.

Таким образом, при изготовлении тонкопленочных схем с применением избирательного фототравления получают ширину шин и, следовательно, плотность компоновки, значительно превосходящие возможности вакуумного напыления с использованием механических масок.

Другим важным преимуществом этого метода является свобода выбора изолирующего материала. При обычном вакуумном напылении криотронов с использованием механических масок в качестве изолирующего материала применяется моноокись кремния. Применение монооксида кремния объясняется тем, что она относительно легко наносится путем термического испарения в вакууме, не взаимодействует с подавляющим большинством материалов и, кроме того, процесс ее напыления может быть легко механизирован. Однако моноокись кремния отнюдь не является идеальным изолятором. При ее нанесении не удается полностью избежать образования пор и отверстий в очень тонких изолирующих слоях. Эти отверстия в изоляционном слое вызывают закорачивание лежащих по обе стороны от него сверхпроводящих слоев. Кроме того, возникающие при термодиффузии внутренние напряжения в изоляционных слоях приводят к шелушению и расслоению тонкопленочной структуры. В связи с этим пытались заменить моноокись кремния органическими полимерными пленками, в которых оба вида повреждений отсутствуют. Однако специфической особенностью полимерных пленок является их способность растекаться и проникать под края механических масок. Кроме того, избыток паров органической жидкости загрязняет другие материалы, предназначенные для испарения, а также механические маски устройства, находящиеся в рабочем объеме вакуумной камеры.

Поскольку при использовании избирательного фототравления подложка удаляется из вакуумной камеры сразу же после напыления очередного металлического слоя, то нанесение любого изолирующего слоя можно производить в отдельной камере. Это дает возможность использовать преимущества полимерной изоляции с одновременным нанесением металлических пленок высокой

чистоты. В качестве изоляционного слоя могут быть использованы и специальные сорта фоторезистов.

Большим достоинством избирательного фототравления является также и то, что после напыления каждого металлического слоя подложка может быть проверена на отсутствие закорачивающих перемычек или разрывов в схемах.

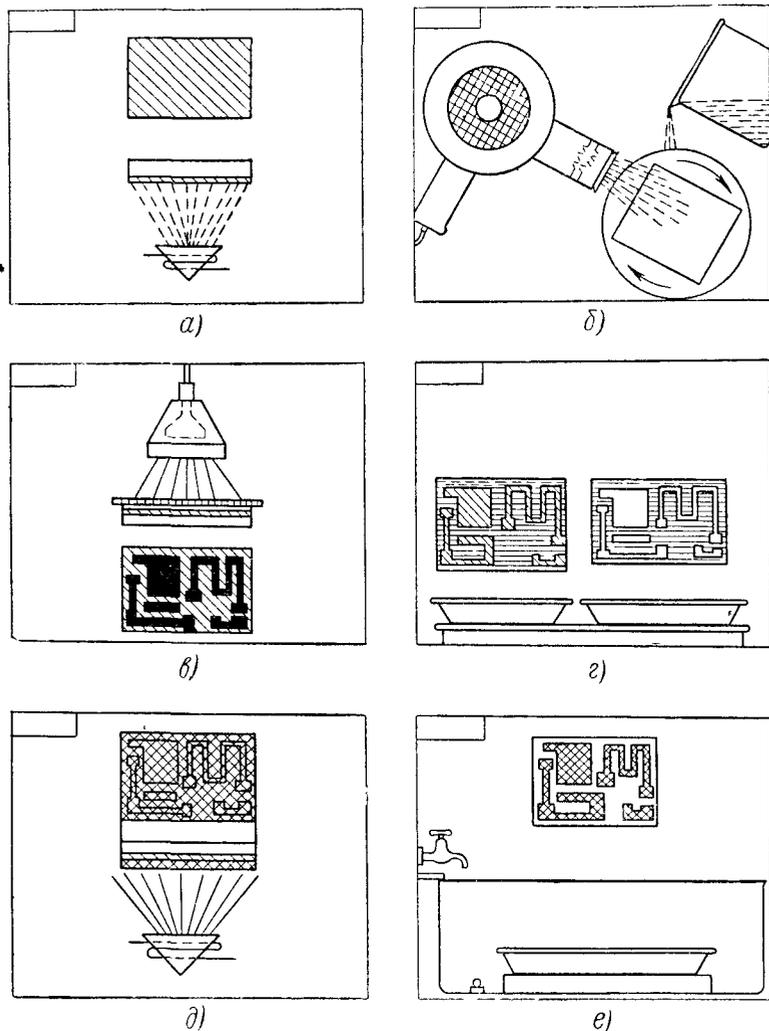
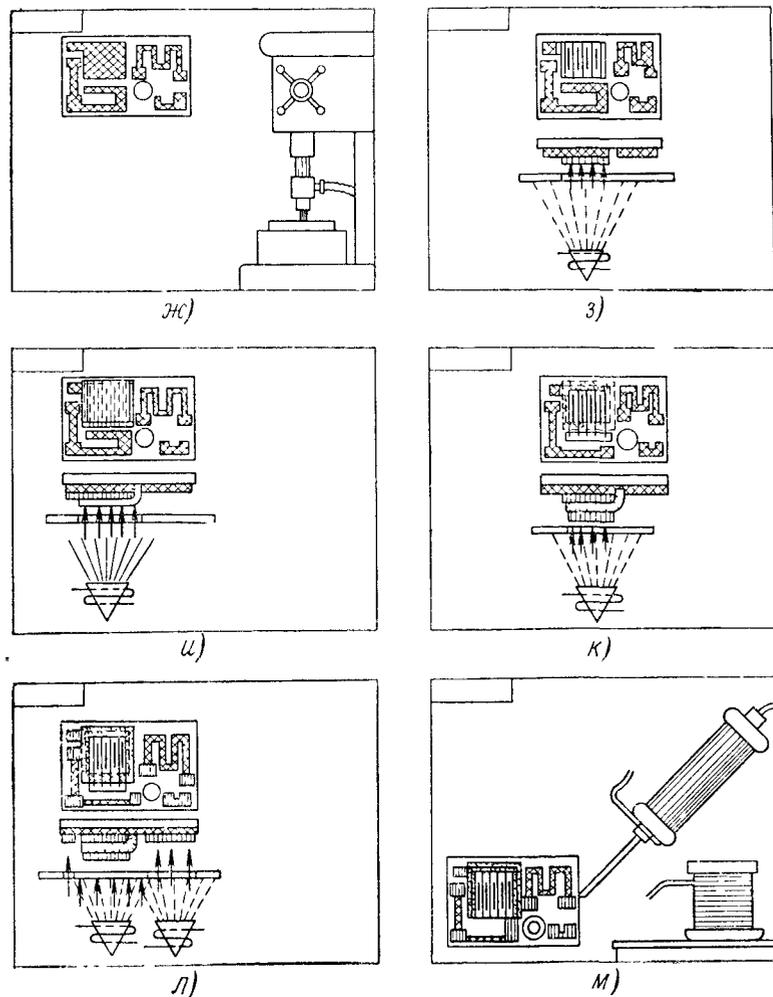


Рис. 1-17. Последовательность изготовления тонкопленочной

Часто избирательное фототравление сочетается с использованием механических масок. Процесс изготовления тонкопленочных микросхем, при котором применяются оба метода, схематически показан на рис. 1-17. На подложку из боросиликатного стекла путем термического испарения в вакууме напыляется пленка меди толщиной около 0,3 мк (рис. 1-17,а). Поверх пленки наносится фотоэмульсия, которая высушивается в струе



микросхемы при комбинированном процессе.

сухого теплого воздуха (рис. 1-17,б) и засвечивается ультрафиолетовым источником света через фотопозитив (рис. 1-17,в). Затем фотоземля удаляется с незасвеченных участков подложки, обнажая слой чистой меди на тех участках, которые были закрыты фотопозитивом во время экспонирования (рис. 1-17,г). Последующее травление удаляет эти слои чистой меди, обнажая участки стеклянной подложки, предназначенные для напыления резистов и контактных площадок.

Напыление никрома производится путем термического испарения в вакууме (рис. 1-17,д). Никром в виде пленки толщиной около 70 Å осаждается как на обнаженных участках стеклянной подложки, так и на тех участках, которые покрыты слоем меди и фоторезиста. Фотомаска с нанесенным на нее слоем никрома удаляется травлением (рис. 1-17,е). После этого на подложке остается только пленка никрома, которая образует резисторы и контактные площадки. В подложке высверливают отверстие для микротранзистора (рис. 1-17,ж).

Термическим испарением в вакууме через маску из медной фольги напыляется слой алюминия, который образует нижнюю обкладку тонкопленочного конденсатора (рис. 1-17,з). Через другую маску поверх слоя алюминия напыляется слой монооксида кремния (рис. 1-17,и), а поверх слоя монооксида кремния еще через одну маску напыляется верхний слой алюминия (рис. 1-17,к), чем завершается изготовление тонкопленочного конденсатора. Через маски из двух испарителей напыляется никром и золото (рис. 1-17,л), с помощью которых образуются соединительные шины и контактные площадки. К контактным площадкам припаивают навесные транзисторы (рис. 1-17,м).

#### Изготовление тонкопленочных микросхем методом катодного распыления

Одним из основных достоинств катодного распыления, давших ему широкое применение при изготовлении тонкопленочных микросхем, является возможность получения пленок тугоплавких веществ и их соединений, которые практически почти невозможно получить путем термического испарения в вакууме.

Распыление этих веществ в среде аргона с добавлением кислорода, азота и углерода позволяет получить

соединения с самыми различными диэлектрическими, полупроводниковыми и металлическими свойствами. В среде инертного газа возможно получение достаточно чистых пленок тантала с электрическими характеристиками, близкими к характеристикам массивного материала. Этому способствует то, что инертный газ препятствует поглощению свеженанесенной пленкой тантала различных газов, десорбирующихся со стенок камеры и деталей, находящихся внутри нее. Процесс катодного распыления в отличие от термического испарения в вакууме идет при сравнительно низкой температуре испаряющегося материала.

Катодное распыление широко используется для изготовления танталовых пленочных схем. При этом резисторы, конденсаторы и соединительные проводники между элементами выполняются в виде единого рисунка из тантала. Отсутствие других материалов и связанное с этим упрощение технологического процесса, а также высокая стабильность тантала и его соединений обеспечивают высокую надежность микросхем на основе танталовых пленок.

Тантал и некоторые его соединения можно подвергать анодированию, что позволяет получать окисные диэлектрические слои для конденсаторов и защитные покрытия для резисторов, а также производить подгонку их номиналов.

Равномерная растворимость в плавиковой кислоте тантала и нитрида тантала обуславливает большое разнообразие методов создания рисунков, которые приведены в табл. 1-6.

**Метод механической маски.** При использовании этого метода применяются металлические маски, изготовленные из нержавеющей стали или никеля, на которые напылен титан. Для получения требуемого рисунка катодным распылением необходима особая плотная посадка маски на подложку, поскольку при наличии щели между маской и подложкой диффузный поток атомов проникает в щель и, оседая на подложке, дает размытый рисунок деталей микрорезисторов. Это происходит из-за больших размеров источника распыления, а также в результате рассеяния некоторой части распыляемых атомов.

**Метод фототравления.** При использовании метода непосредственного фототравления вначале вся подложка покрывается танталом или нитридом тантала, а затем тонким слоем фоточувствительной эмульсии. После этого производится экспонирование эмульсии через негатив требуемого рисунка, т. е. экспонируются части, ограниченные площадью *A* (рис. 1-18). После смывания эмульсии с незасвеченной области *B* нанесенная на подложку

Методы	Стадии изготовления				
	1	2	3	4	5
Механической маски	Осаждение рисунка через маску	—	—	—	—
Непосредственного травления	Распыление тантала	Фототравление (экспонирование через негатив)	—	—	—
Окисного подслоя	Распыление тантала	Окисление	Распыление тантала	Фототравление (экспонирование через негатив)	—
Обратной маски	Нанесение меди	Фототравление (экспонирование через негатив)	Распыление тантала	Вытравливание меди	—
Анодного травления	Распыление тантала	Защита фоторезистом (экспонирование через негатив)	Полное анодирование тантала	—	—
Защиты алюминием	Распыление тантала	Нанесение алюминия	Фототравление (экспонирование через позитив)	Полное анодирование тантала	Травление
Защиты окислом	Распыление тантала	Нанесение алюминия	Фототравление (экспонирование через позитив)	Анодирование	Травление
Получение рисунка с малым отношением длины к ширине	Нанесение алюминия	Создание рисунка в виде полосок путем фототравления	Распыление тантала	—	—

пленка тантала или нитрида тантала может быть стравлена с этой области. Используемые для этой цели травители обычно содержат плавиковую кислоту. Поэтому, если тантал или нитрид тантала непосредственно наносится на стекло, остеклованную керамику и другие подложки, подверженные воздействию плавиковой кислоты, то при травлении часть подложки, окружающая рисунок из тантала, может быть разрушена. Приходится внимательно следить за процессом травления и сразу же удалять подложку из травителя после растворения всего ненужного материала. Разрушение подложки можно предотвратить, если использовать электрохимическое травление в смеси хлористого алюминия с метиловым спиртом, однако при этом происходит сильное подтравливание самого рисунка.

Применяя метод фототравления с использованием окисного подслоя, подложку покрывают слоем тантала толщиной от 100 до 500 Å, который затем окисляется на воздухе при температуре 500—600°С до тех пор, пока не произойдет полное окисление. Покрытый оксидным слоем материал хорошо защищен от разрушения и используется в качестве подложки, обрабатываемой описанным выше методом фототравления.

**Метод удаляемой маски.** При использовании этого метода на подложку наносится пленка легко травящегося металла (меди или алюминия). Затем на этой пленке с помощью избирательного фототравления получают прорезы, форма которых соответствует области А (рис. 1-18). После этого на всю поверхность подложки распыляют тантал и погружают ее в травитель, который действует на нижний слой металла (медь или алюминий). В результате растворения нижнего слоя металла освобождается лежащий поверх него тантал. После травления тантал остается только на участке подложки, ограниченной областью А. Поскольку для растворения меди и алюминия используются слабые травители, то подложка не разрушается. Описанным методом получают четкие и резкие края рисунка, так как здесь используется очень тонкая свободная маска, которая почти без зазора прилегает к подложке.

**Метод анодного травления.** При сочетании анодного травления с использованием фоторезиста для получения требуемого рисунка используется фоторезист, наносимый на пленку тантала. Однако после проявления фоторезиста вместо раствора травителя применяется анодное травление в электролите для полного окисления всего тантала на незащищенных местах. При этом требуется, чтобы пленка тантала имела минимальный разброс по толщине, так как в противном случае возникает опасность появления островков неокисленного тантала.

При сочетании анодного травления с защитой алюминием на подложку распыляется тантал, а на него — слой алюминия. Затем с помощью избирательного фототравления алюминий удаляется с площади В (рис. 1-18). После этого подложку погружают в электролит, годный для анодирования как тантала, так и алюминия. Процесс анодирования ведут до тех пор, пока весь тантал в незащищенных алюминием местах не будет окислен. алюми-



Рис. 1-18. Танталовый тонкопленочный резистор.

иневая пленка наносится такой толщины, чтобы слой алюминия в процессе анодирования не мог окислиться на всю глубину. Оставшийся после анодирования алюминий удаляется слабым травителем, и под ним обнажается тантал, покрывающий площадь *A*.

**Метод защиты окислом.** В основе метода лежит свойство окиси тантала не подвергаться воздействию травителей, применяемых для обработки танталовых пленок. При использовании этого метода на подложку распыляется слой тантала несколько большей, чем обычно толщины. На тантал наносится слой алюминия. Затем с по-

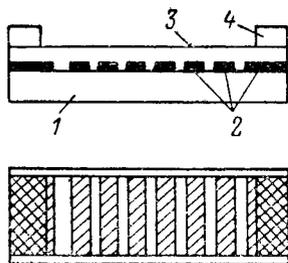


Рис. 1-19. Форма танталового тонкопленочного резистора при малом отношении длины к ширине.

1 — подложка; 2 — алюминий; 3 — тантал; 4 — вывод

мощью избирательного фототравления удаляют алюминий с площади *A*. После этого образец анодируют в комбинационном электролите при небольшом напряжении и удаляют алюминий слабым травлением. Следующей операцией является травление в плавиковой кислоте. Окисел тантала на поверхности *A* защищает ее от воздействия травителя, в результате чего на этой поверхности получается рисунок из анодированного тантала. Аналогичный процесс можно привести, используя при анодировании фоторезист или другое защитное покрытие.

**Метод создания рисунков с малым отношением длины к ширине.** Обычно резисторы имеют форму змейки (рис. 1-18), у которой отношение длины к ширине много больше единицы. Однако в отдельных случаях бывает необходимо изготовить резисторы, у которых отношение длины к ширине близко к единице или даже меньше единицы. Трудность изготовления таких резисторов заключается в том, что поверхностное сопротивление пленок тантала или нитрида тантала велико (больше  $5 \text{ ом/кв.см}$ ), поэтому отношение длины к ширине даже у резистора сопротивлением  $1 \text{ ом}$  будет равно всего лишь 0,2. Для создания резисторов с малым отношением длины к ширине рисунки получают не на тантале, а на алюминиевом подслое, проводимость которого на несколько порядков выше проводимости тантала и который закорачивает участки резистивного слоя (рис. 1-19). Такие резисторы допускают значительное увеличение рассеиваемой мощности, поскольку выделяемое тепло распределяется по большой площади.

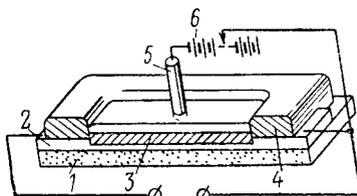


Рис. 1-20. Устройство для электролитического анодирования.

1 — подложка; 2 — слой тантала; 3 — слой окисла тантала  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ; 4 — защитный слой от анодирования; 5 — катод; 6 — источник напряжения; 7 — зажимы для подключения к измерительному мосту.

**Метод электролитического анодирования** применяется для создания изолирующих окисных пленок, используемых при изготовлении танталовых пленочных конденсаторов и резисторов.

На рис. 1-20 показано устройство для электролитического анодирования. Оно состоит из электрохимической ванны, наполненной электролитом, в который погружен нерастворимый катод. Анодом является танталовая пленка, на которой постепенно нарастает слой окисла. Если температура ванны поддерживается постоянной, то толщина пленки пропорциональна напряжению окисления на входных зажимах ванны. Для тантала толщина пленки окисла после часовой выдержки в электролите при комнатной температуре составляет  $16 \text{ \AA}$  на  $1 \text{ в}$  напряжения окисления. Пленки окисла имеют аморфную структуру, они непористы, стойки к химическому воздействию и истиранию. Толщина пленки однородна по всей площади. Поскольку рост пленок окисла идет при больших электрических полях, то пленки окисла могут выдерживать большие напряжения в том случае, если они используются в качестве диэлектрических слоев для танталовых конденсаторов. Кроме того, анодный окисел, представляющий собой сплошной стеклообразный материал, хорошо защищает танталовые резисторы от коррозии.

### Изготовление тонкопленочных конденсаторов методом плазменного анодирования

Для осуществления плазменного анодирования используется процесс окисления поверхности металлической пленки в плазме электрического разряда постоянного тока. Для этой цели между пленкой алюминия, полученной методом термического испарения в вакууме, и катодом создают постоянную разность потенциалов при давлении около  $5 \cdot 10^{-2} \text{ мм рт. ст.}$  В результате между катодом и пленкой алюминия гечет ток и поверхность алюминия окисляется, причем окорость образования слоя зависит от напряжения на электродах, и по мере нарастания слоя окисла ток постепенно уменьшается. После того как слой окиси алюминия достигнет нужной толщины, рабочий объем установки откачивается и на слой окиси алюминия путем термического испарения алюминия наносится вторая обкладка конденсатора.

В отличие от технологии изготовления танталовых конденсаторов, когда требуется разгерметизация рабочего объема вакуумной установки, метод плазменного анодирования позволяет проводить весь технологический процесс получения тонкопленочных конденсаторов без разгерметизации рабочего объема вакуумной установки. Этим обеспечивается высокая чистота полученных пленок, поскольку до минимума снижается опасность их загрязнения и упрощается процесс изготовления конденсаторов. Конденсаторы с диэлектриком из окиси алюминия обладают лучшими электрическими свойствами по сравнению с конденсаторами, использующими в качестве диэлектрика монооксид кремния, поскольку последняя имеет относительно высокий тангенс угла диэлектрических потерь, низкую электрическую прочность и не совсем однородный состав. Кроме того, в отличие от алюминиевых конденсаторов с электролитическим анодированием алюминиевые конденсаторы с плазменным анодированием неполярны.

## Изготовление активных элементов для тонкопленочных микросхем

Напыление материалов в вакууме находит все более широкое применение при изготовлении полупроводниковых активных элементов.

Одной из разновидностей активных элементов, в технологии изготовления которых нашло широкое применение напыление металлов в вакууме, являются меза-транзисторы, или транзисторы с диффузионной базой. В качестве исходного материала для их изготовления часто служат тонкие германиевые пластинки, обладающие проводимостью типа  $p$ . С одной стороны пластинки методом диффузии создается тонкий слой германия типа  $n$  и образуется базовый диффузионный  $p$ - $n$  переход.

После этого пластинку германия помещают в вакуумную камеру, где через маску методом теневого напыления на диффузионный слой германия типа  $n$  наносят две полоски металла: одну из алюминия (акцептор), а другую из олова или сплава золото — сурьма, дающих невыпрямляющий контакт к германию типа  $n$ . Перед нанесением этих электродов поверхность пластины для лучшей адгезии к ней металлических пленок очищают прогревом в вакууме. Размеры металлических полосок  $0,025 \cdot 0,50$  мм, расстояние между полосками  $0,025$  мм, толщина пленок составляет  $1\ 000$ — $3\ 000$  Å.

После напыления пластины помещаются в печь, где происходит сплавление металлических полосок в пластину германия. Выпрямляющий алюминиевый контакт играет роль эмиттера, а золотой невыпрямляющий контакт — роль базы. Коллекторным переходом служит диффузионный переход, контакт с дырочной областью которого осуществляется с помощью сплавного индиевого электрода.

Сравнением электронного слоя германия вокруг электродов эмиттера и базы получают коллекторный переход малого диаметра ( $0,15$ — $0,20$  мк), чем достигают значительного повышения частотных свойств триодов Меза-транзисторы имеют предельные частоты усиления по току до  $500$  Мгц.

Маски, через которые производится напыление, могут содержать по несколько сотен полосок. Таким образом, после резки одной пластины получается несколько сотен транзисторов.

Второй разновидностью полупроводниковых приборов, при изготовлении которых широко используется метод напыления в вакууме, являются планарные транзисторы и диоды. В качестве исходного материала для их изготовления чаще всего используют пластинки кремния. В процессе изготовления планарных диодов и транзисторов напыление металлов в вакууме используется только для создания контактов с электродами базы эмиттера и коллектора. Особенно широко метод напыления используется при изготовлении планарных диодных и триодных матриц. При этом для получения необходимой конфигурации контактов используются методы фотолитографии.

Наряду с этим в последнее время проводятся широкие исследования по получению пленочных диодов и триодов методом напыления в вакууме. Создание приборов этого типа позволит решить проблему изготовления пленочных интегральных схем на однотипном оборудовании, без разгерметизации вакуумного объема, что должно увеличить надежность и упростить задачу автоматизации процесса изготовления интегральных схем.

В настоящее время существуют три типа тонкопленочных полупроводниковых приборов: тонкопленочные полевые транзисторы с изолированным затвором (ТПТ), транзисторы на «горячих» электронах и полупроводниковые транзисторы и диоды с  $p$ - $n$  переходом. Тонкопленочные транзисторы изготавливаются последовательным осаждением различных материалов с применением металлических масок.

Из всех перечисленных выше типов пленочных активных элементов особое место занимают полевые транзисторы с изолированным управляющим электродом. Приборы этого типа, с одной стороны, обладают всеми преимуществами полупроводниковых приборов, как-то: экономичность, отсутствие подогревного катода, малые размеры и др. С другой стороны, они обладают высоким входным сопротивлением, достигающим благодаря изоляции управляющего электрода  $10^{11}$  ом, что характерно только для электронных ламп. Но этим неограничиваются преимущества приборов этого типа. Способность ТПТ работать как при положительном, так и при отрицательном смещении на управляющем затворе без заметных токов в цепи управляющего электрода позволяет использовать их в схемах с непосредственной связью,

что дает возможность значительно снизить общее количество элементов схем. Использование же в ТПТ полупроводников с электронной или дырочной проводимостью позволяет получать приборы, противоположно реагирующие на управляющий сигнал одной полярности. Все это обуславливает широкие, невиданные ранее возможности, открывающиеся перед приборами этого типа в решении различных схемотехнических задач.

ТПТ с изолированным затвором представляет собой полупроводниковый триод, действие которого основано на модуляции проводимости пленки полупроводника поперечным электрическим полем. Процесс изготовления ТПТ состоит из следующих этапов: вначале на очищенную и обезгаженную в вакууме изолирующую подложку осаждается пленка полупроводника, затем производится осаждение металлических электродов истока и стока, поверх которых наносится слой изолятора и, наконец, слой металлического затвора.

В качестве материала полупроводниковой пленки чаще всего используются поликристаллические пленки сульфида кадмия, применяются также поликристаллические пленки окиси цинка, антимонида индия, теллурида кадмия, окиси олова, окиси индия, сульфида свинца и теллура. В последнее время появились сообщения о создании триодов подобного типа на монокристаллических пленках кремния, выращенных на кристаллографической плоскости сапфира или на подложках из окиси алюминия, покрытых составом окислов.

Основными требованиями к электрическим свойствам пленок являются высокое поверхностное сопротивление и возможно большая подвижность основных носителей заряда. Если первое определяет необходимую толщину  $d$  пленки полупроводника в ТПТ, то второе определяет высокочастотные свойства ТПТ. Для испарения полупроводниковых соединений используются некоторые разновидности ячеек Кнудсена, позволяющие получать пленки с более совершенным стехиометрическим составом.

Электроды истока и стока должны образовывать с пленкой полупроводника омические контакты. В качестве материалов таких контактов с пленками сульфида и селенида кадмия используется золото, если контакты истока и стока располагаются под слоем полупроводника, и алюминий, если контакты располагаются по-

верх слоя полупроводника. Толщина металлических слоев электродов в истоке и стоке не превышает 0,1 мк. Основной трудностью изготовления этих электродов является требование возможно меньшего расстояния между истоком и стоком. Уменьшение этого расстояния приводит к улучшению усилительных и частотных свойств этих приборов. Однако при приближении расстояния между истоком и стоком к величине, близкой к толщине пленки полупроводника, может произойти изменение в выходных характеристиках прибора из-за изменения принципа действия ТПТ. На практике уменьшение этого расстояния определяется возможностями изготовления масок. В исследуемых в настоящее время ТПТ расстояние между истоком и стоком составляет 7—10 мк.

В качестве изоляции управляющего электрода в ТПТ чаще всего используются монооксид кремния и фтористый кальций, а также  $Al_2O_3$ ,  $V_2O_5$ , окись циркония и др.

Толщина изолирующего слоя в ТПТ обычно бывает порядка 0,1 мк. Изоляторы должны иметь высокую диэлектрическую постоянную и электрическую прочность. Эти качества изоляторов определяют величину заряда, который может управляться затвором, и, следовательно, определяют усилительные свойства ТПТ.

Для изготовления затвора используются золото и алюминий. Толщина металла в этом случае не превышает 0,1 мк. При нанесении затвора необходимо, чтобы он не перекрывал электродов истока и стока, так как такое перекрытие приводит к возникновению паразитных входных и выходных емкостей, которые ухудшают частотные свойства ТПТ. Поскольку расстояние между истоком и стоком обычно не превышает 20 мк, то исключительное значение приобретает качество изготовления, а также точность установки и совмещения масок. Если при пооперационном изготовлении, т. е. при разгерметизации между операциями вакуумного объема, можно производить совмещение при помощи оптических приборов, то изготовление большого количества таких приборов в интегральных схемах без разгерметизации между отдельными операциями является весьма сложной проблемой.

Следует иметь в виду, что при напылении ТПТ, кроме требований, общих для всей тонкопленочной техно-

логии (хорошая адгезия напыляемых материалов, близость их коэффициентов термического расширения, отсутствие химических реакций между напыляемыми материалами), особо серьезно встает проблема пассивации поверхности поликристаллических пленок полупроводниковых соединений, выдерживания их точного стехиометрического состава, а также проблема выращивания монокристаллических пленок полупроводников.

Другим перспективным направлением работ по созданию пленочных активных элементов является получение транзисторов на «горячих» электронах. Приборы этого типа используют относительно большую длину свободного пути «горячих» электронов в металлах (несколько сотен ангстрем). Они состоят из эмиттера, тонкой металлической базы, толщина которой меньше длины свободного пробега «горячих» электронов (порядка 100 Å), и коллектора.

Существуют три принципиальные структуры транзисторов на «горячих» электронах. Они отличаются в структуре эмиттера и механизме инжекции «горячих» электронов в металл базы. Это туннельно-эмиссионный транзистор, транзистор на эмиссии, ограниченной пространственным зарядом, и транзистор с эмиттером Шоттки. В первом случае электроны инжектируются в металлическую базу через тонкий слой изолятора. Во втором случае «горячие» электроны инжектируются в диэлектрик и затем в металл базы. Поток электронов в этом случае определяется пространственным зарядом, образующимся в диэлектрике у инжектирующего контакта. В третьем случае «горячие» электроны инжектируются в металлическую базу выпрямляющим контактом металл — полупроводник.

Пленочные транзисторы на «горячих» электронах находятся в настоящее время в стадии лабораторных исследований. Их изготовление может быть осуществлено после решения следующих задач: обеспечение контроля высот потенциальных барьеров эмиттер — база и база — коллектор, создание методов получения сплошных сверхтонких металлических пленок на поверхности пленки полупроводника и точного контроля их толщины, а также разработки методов получения эффективных коллекторов.

Пленочные диоды и транзисторы с *p-n* переходом образуются путем напыления в вакууме через металли-

ческие маски легированного кремния на участки пленок кремния, выращенных по реотаксиальному методу на керамических подложках. Легирование кремния осуществляется одновременным напылением кремния и легирующего вещества. Частотные свойства этих приборов значительно уступают свойствам обычных полупроводниковых приборов из-за значительных затруднений при создании монокристаллических полупроводниковых пленок со свойствами, приближающимися к свойствам массивного монокристалла.

#### 1-7. ТОНКИЕ ПЛЕНКИ В ТЕХНИКЕ СВЧ, ОПТИКЕ И ЗАПОМИНАЮЩИХ УСТРОЙСТВАХ

Характерной особенностью тонких пленок является постоянство их рабочих характеристик в широком интервале частот. Это объясняется тем, что толщина пленок обычно намного меньше глубины проникновения высокочастотных колебаний сантиметрового и даже миллиметрового диапазона. Кроме того, сопротивление однородной металлической пленки постоянному току близко по своему значению к активной составляющей сопротивления пленки току СВЧ. В связи с этим тонкопленочные элементы нашли широкое применение для измерителей мощности в диапазоне СВЧ, для чего чаще всего используются тонкопленочные болометры [Л. 3, 4].

Принцип действия болометра основан на изменении сопротивления проводника при его нагреве. Поскольку величина изменения сопротивления не зависит от способа нагрева, а является однозначной функцией температуры проводника, то это дает возможность измерять с помощью болометра мощность в диапазоне СВЧ. Энергия СВЧ, поглощаясь в болометре, преобразуется в тепловую энергию, вызывая повышение его температуры и увеличение омического сопротивления, по которому можно судить о поглощенной мощности.

Устройство металлопленочного болометра показано на рис. 1-21. В качестве термочувствительного слоя используется пленка палладия 1 толщиной в несколько сотен ангстрем, нанесенная методом термического испарения в вакууме на стеклянную или слюдяную пластину 4. На термочувствительный слой и токопроводы 2 методом термического испарения в вакууме нанесены контактные перекрывающие полоски 3. Эти полоски

играют важную роль в обеспечении стабильности и повышенной надежности болометра. Они нанесены из палладия и изготовлены таким образом, чтобы расстояние между кромками этих полосок было равно высоте стенки соответствующего волновода, а на токоподводах остались бы залуженные участки 5.

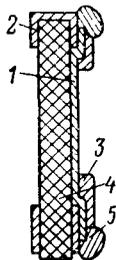


Рис. 1-21. Металлопленочный болометр.

Чувствительность металлопленочного болометра может быть повышена за счет применения полупроводниковой пленки. В этом случае тонкая стеклянная или слюдяная пластинка с одной стороны покрывается металлической пленкой, а с противоположной стороны — полупроводниковой пленкой. Болометр работает следующим образом. Металлическая пленка, сопротивление которой согласовано с волновым сопротивлением, поглощает энергию СВЧ и нагревается. Нагрев металлической пленки вызывает нагрев подложки и слоя полупроводника. Поскольку подложка имеет очень малую толщину, температура полупроводникового слоя с большей точностью соответствует температуре металлического слоя.

Поглощающая пленка обычно изготавливается из нихрома или константана, и ее сопротивление изменяется очень незначительно во всем диапазоне измеряемых мощностей. В то же время сопротивление полупроводниковой пленки, изготовленной из германия, сильно зависит от температуры. Металлическая и полупроводниковая пленка имеют отдельные выводы, что позволяет либо отделить цепь индикации от цепи прогресса и замещения, либо объединить их, соединив последовательно металлическую пленку, сопротивление которой обычно составляет несколько сотен, с полупроводниковой пленкой, сопротивление которой достигает нескольких тысяч ом.

Различные типы болометров при всех своих достоинствах имеют один общий существенный недостаток: при измерении мощности приходится применять сложные мостовые схемы. В том случае, когда это нежелательно, применяют прямопоказывающие измерители мощности в виде комбинированных пленочных термодпар. При изготовлении комбинированной термодпары на подложку из слюды или стекла наносят пленки из полупроводни-

ков или сплавов, образующие расположенный в середине термодпары рабочий термоспай и находящиеся на ее концах охлаждаемые термоспаи. Эти спаи с одной стороны образованы полупроводниковыми пленками, а с другой — металлическими контактными полосками. На обратную сторону полоски наносят металлическую пленку с контактными полосками.

Мощность СВЧ поглощается металлической пленкой, которая при этом нагревается. Благодаря хорошему тепловому контакту выделяемое в пленке тепло передается термоспаю. В результате нагрева термоспая возникает термоэлектродвижущая сила, по величине которой судят о поглощенной мощности.

Тонкие пленки металлов и диэлектриков находят самое широкое применение в оптическом производстве. Однослойные и многослойные покрытия из различных диэлектриков с высокими и низкими значениями коэффициента преломления применяются для увеличения или уменьшения отражательной способности металлических и стеклянных поверхностей. Для однослойных просветляющих покрытий используются пленки криолита ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ) ·  $\text{NaF}$  ·  $\text{MgF}_2$ , а также  $\text{LiF}$  и  $\text{CaF}_2$ , которые уменьшают коэффициент отражения на двух поверхностях стекла до 0,4—1%. Многослойные просветляющие покрытия с использованием различных комбинаций таких диэлектриков, как  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaSiO}_3$ ,  $\text{ThO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и др., уменьшают коэффициент отражения почти до нуля и одновременно обеспечивают эффективное пропускание света в различном и достаточно широком диапазоне длин волн.

Нанесение на поверхность стекла однослойных и многослойных пленок с высокими коэффициентами преломления позволяет получить отражатели с пренебрежимо малым поглощением света. С этой целью для получения однослойных пленок используются  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Sb}_2\text{S}_3$  и другие материалы. Еще большее значение коэффициента отражения (до 0,85) получается при использовании различных комбинаций таких материалов, как  $\text{ZnS}$ ,  $\text{TiO}_2$ , криолит и др.

Для изготовления интерференционных фильтров, пропускающих свет в узком участке спектра, применяются диэлектрические пленки, заключенные между двумя селективно отражающими полупрозрачными металлическими пленками.

Для изготовления сложных интерференционных покрытий различных типов к свойствам пленок предъявляют ряд специфических требований. Прежде всего пленки должны иметь одинаковую толщину по всей рабочей поверхности, обладать высокой чистотой и однородностью. В противном случае вследствие поглощения и рассеивания света внутри пленок их оптическая эффективность падает. Структура пленок не должна претерпевать существенных изменений во времени. Пленки должны быть устойчивы против воздействия влажной атмосферы, а также механических повреждений (царапины и истирание).

Для получения оптических пленок обычно используются вакуумные напылительные установки колпакового типа с применением оптических методов контроля толщины напыляемых пленок.

С помощью вакуумного напыления получают также тонкие магнитные пленки. Благодаря простому способу изготовления, большим скоростям переключения, большой плотности записи, а также высоким механическим свойствам и устойчивости к воздействию климатических факторов магнитные пленки являются весьма перспективными для применения в запоминающих устройствах цифровых вычислительных машин.

Для устройств памяти может использоваться двухпленочный запоминающий элемент. Этот элемент состоит из пленки с высокой коэрцитивной силой (на основе Fe—Co-сплава) и пленки с малой коэрцитивной силой (на основе Fe—Ni-сплава). Первая пленка является запоминающей, вторая — считывающей. Принцип работы двухпленочного элемента основан на создании сильного внешнего поля запоминающей пленкой, которая управляет состоянием считывающей пленки. Двухпленочный элемент обычно имеет квадратную форму и занимает площадь в несколько квадратных миллиметров. На стеклянную подложку одновременно наносится большое количество элементов памяти.

Запоминающие устройства на основе тонких магнитных пленок потребляют очень малую мощность для записи и считывания информации и позволяют коммутировать управляющие токи маломощными полупроводниковыми приборами.

Для изготовления тонких магнитных пленок применяется как вакуумное осаждение в магнитном поле, так

и катодное распыление. Первый способ обладает тем недостатком, что на магнитные свойства пленок оказывает влияние эффект наклонного падения осаждаемых частиц: метод катодного распыления свободен от этого недостатка. Кроме того, магнитные пленки, полученные методом катодного распыления, имеют значительно лучшую адгезию к стеклу и обладают более плотной структурой.

## Глава вторая

### ПОЛУЧЕНИЕ И ИЗМЕРЕНИЕ ВАКУУМА

#### 2-1. ТРЕБОВАНИЯ К ВАКУУМУ И СОСТАВУ ОСТАТОЧНОЙ СРЕДЫ ПРИ НАПЫЛЕНИИ ТОНКИХ ПЛЕНОК

При вакуумном напылении тонких пленок происходит испарение различных материалов с последующим осаждением (конденсацией) их паров на подложку. Процесс образования пленки складывается из процессов в объеме и поверхностных процессов. В связи с этим физическим критерием, определяющим степень вакуума, является соотношение

$$\frac{N_0}{N_{\Pi}},$$

где  $N_0$  — число взаимодействий (соударений) атомов и молекул в объеме вакуумной камеры в единицу времени;

$N_{\Pi}$  — число взаимодействий (соударений) атомов и молекул с поверхностью вакуумной камеры в единицу времени.

Когда число взаимодействий атомов и молекул газа в объеме значительно превышает число их взаимодействий со стенками, т. е. когда  $N_0/N_{\Pi} \gg 1$ , имеет место низкий вакуум. В этом случае атомы испаряемого вещества на своем пути к подложке многократно сталкиваются с молекулами и атомами остаточных газов, вследствие чего траектории движения испаряемых атомов имеют вид ломаных линий. В результате многочисленных столкновений полностью нарушается первоначальная ориентировка движения испаряемых атомов, вследствие чего после их конденсации на стенках сосуда

получается довольно равномерное покрытие, на которое почти никакого влияние не оказывает наличие и расположение маски.

Средний вакуум определяется условием, когда число взаимодействий атомов и молекул газа в объеме и число взаимодействий с поверхностью одного порядка, т. е.  $N_0/N_{\pi} \approx 1$ .

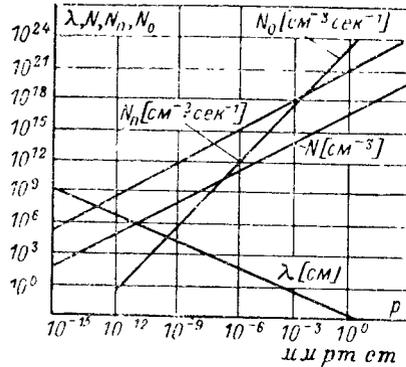


Рис. 2-1. Зависимость длины свободного пробега  $\lambda$ , количества молекул в единице объема  $N$ , количества соударений молекул об единицу площади  $N_{\pi}$  и соударений молекул в объеме  $N_0$  от давления воздуха  $P$  при комнатной температуре.

В этом случае основная масса атомов испаряемого вещества достигает стенок сосуда без столкновения с молекулами остаточных газов и лишь незначительная их часть в результате столкновений отклоняется от первоначального пути. При этом на противоположной к маске стенке сосуда появляется размытое изображение маски.

Для высокого вакуума  $N_0/N_{\pi} \ll 1$ , т. е. число взаимодействий молекул и атомов газа

в объеме намного меньше числа взаимодействий молекул и атомов газа с поверхностью. Когда напыление плексигласс происходит при высоком вакууме, атомы испаряемого вещества летят независимо друг от друга по прямым линиям без взаимных столкновений и столкновений с молекулами остаточных газов вплоть до конденсации на поверхности стенок сосуда. На противоположной к маске стенке образуется четкое изображение маски, на закрытых частях которой полностью отсутствуют конденсированные частички пара. Изображение маски в точности соответствует ее геометрической тени, которая могла бы быть получена в том случае, если испаритель заменить точечным источником света.

В табл. 2-1 и на рис. 2-1 приведены сводные данные, позволяющие оценивать число взаимодействий молекул газов с поверхностью при различных степенях вакуума,

Давление воздуха, мм рт. ст.	Длина свободного пробега молекул $\lambda$ , см	Количество молекул $N$ , находящихся в объеме 1 см <sup>3</sup>	Количество молекул $N_0$ , ударяющихся о стенку площадью 1 см <sup>2</sup> за 1 сек	Количество соударений молекул $N_{\pi}$ в объеме 1 см <sup>3</sup> за 1 сек	Время, необходимое для образования мономолекулярного слоя, сек	Примечание
$7,6 \cdot 10^2$	$6,2 \cdot 10^{-6}$	$2,5 \cdot 10^{19}$	$2,9 \cdot 10^{23}$	$1,8 \cdot 10^{29}$	$2,5 \cdot 10^{-9}$	} $\frac{N_0}{N_{\pi}} \gg 1$
$1 \cdot 10^2$	$4,7 \cdot 10^{-5}$	$3,3 \cdot 10^{18}$	$3,2 \cdot 10^{22}$	$3,2 \cdot 10^{27}$	$1,9 \cdot 10^{-8}$	
$1 \cdot 10$	$4,7 \cdot 10^{-4}$	$3,3 \cdot 10^{17}$	$3,2 \cdot 10^{21}$	$3,2 \cdot 10^{25}$	$1,9 \cdot 10^{-7}$	
$1 \cdot 10^{-1}$	$4,7 \cdot 10^{-3}$	$3,3 \cdot 10^{16}$	$3,2 \cdot 10^{20}$	$3,2 \cdot 10^{24}$	$1,9 \cdot 10^{-6}$	} $\frac{N_0}{N_{\pi}} \approx 1$
$1 \cdot 10^{-2}$	$4,7 \cdot 10^{-2}$	$3,3 \cdot 10^{15}$	$3,2 \cdot 10^{19}$	$3,2 \cdot 10^{23}$	$1,9 \cdot 10^{-5}$	
$1 \cdot 10^{-3}$	$4,7 \cdot 10^{-1}$	$3,3 \cdot 10^{14}$	$3,2 \cdot 10^{18}$	$3,2 \cdot 10^{22}$	$1,9 \cdot 10^{-4}$	
$1 \cdot 10^{-4}$	$4,7$	$3,3 \cdot 10^{13}$	$3,2 \cdot 10^{17}$	$3,2 \cdot 10^{21}$	$1,9 \cdot 10^{-3}$	} $\frac{N_0}{N_{\pi}} < 1$
$1 \cdot 10^{-5}$	$4,7 \cdot 10$	$3,3 \cdot 10^{12}$	$3,2 \cdot 10^{16}$	$3,2 \cdot 10^{20}$	$1,9 \cdot 10^{-2}$	
$1 \cdot 10^{-6}$	$4,7 \cdot 10^2$	$3,3 \cdot 10^{11}$	$3,2 \cdot 10^{15}$	$3,2 \cdot 10^{19}$	$1,9 \cdot 10^{-1}$	
$1 \cdot 10^{-7}$	$4,7 \cdot 10^3$	$3,3 \cdot 10^{10}$	$3,2 \cdot 10^{14}$	$3,2 \cdot 10^{18}$	$1,9$	} $\frac{N_0}{N_{\pi}} < 1$
$1 \cdot 10^{-8}$	$4,7 \cdot 10^4$	$3,3 \cdot 10^9$	$3,2 \cdot 10^{13}$	$3,2 \cdot 10^{17}$	$1,9 \cdot 10$	
$1 \cdot 10^{-9}$	$4,7 \cdot 10^5$	$3,3 \cdot 10^8$	$3,2 \cdot 10^{12}$	$3,2 \cdot 10^{16}$	$1,9 \cdot 10^2$	
$1 \cdot 10^{-10}$	$4,7 \cdot 10^6$	$3,3 \cdot 10^7$	$3,2 \cdot 10^{11}$	$3,2 \cdot 10^{15}$	$1,9 \cdot 10^3$	
					$1,9 \cdot 10^4$	

а также сравнивать число взаимодействий молекул в объеме и на поверхности.

Для оценки возможной степени загрязнения пленки остаточными газами в процессе ее конденсации достаточно сопоставить число молекул остаточных газов  $N_{\pi}$ , ударяющихся о поверхность конденсации, с числом молекул испаряемого вещества  $N_M$ , достигающих подложки в единицу времени.

Если принять, что в составе остаточных газов преобладает азот (молекулярный вес 28), то

$$N_{\pi} = 3,88 \cdot 10^{22} p, \text{ см}^{-2} \cdot \text{сек}^{-1},$$

где  $p$  — давление остаточного газа, мм рт. ст.

В то же время для сферического источника

$$N_M = 4,79 \cdot 10^{22} \frac{\omega}{Md^2},$$

где  $\omega$  — скорость испарения металла,  $г \cdot \text{сек}^{-1}$ ;

$M$  — атомный вес металла;

$d$  — расстояние от источника испарения до поверхности конденсации.

Рисунок 2-2 наглядно иллюстрирует возможную степень загрязненности пленки алюминия остаточными газами при различном давлении в зависимости от скорости испарения. Так, например, при скорости испарения

$10 \text{ \AA/сек}$  и давлении  $10^{-5} \text{ мм рт. ст.}$  о подложку ударяется примерно равное количество молекул газа и испаряемого материала.

При этом в ряде случаев имеет место диссоциация молекул газа на поверхности адсорбента (хемосорбция), в результате чего возникают прочные связи между пленкой и остаточными газами. Так, например, такие

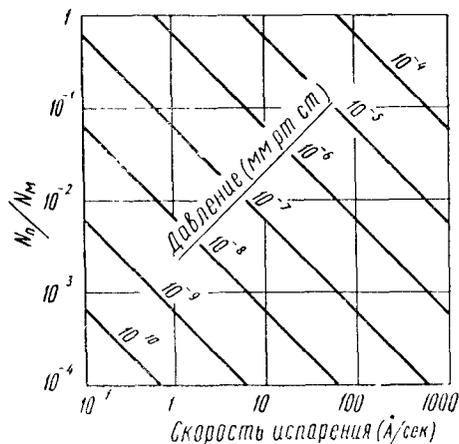


Рис. 2-2. Степень загрязненности пленки алюминия остаточными газами при различном давлении в зависимости от скорости испарения.

металлы, как кальций, стронций, барий, цирконий, титан, гафний, ванадий, ниобий, тантал, хром, молибден, вольфрам и железо хемосорбируют при комнатной температуре кислород, водород, окись углерода, углекислый газ, углеводороды ( $C_2H_2$ ,  $C_2H_4$  и др.) и азот. Никель и кобальт хемосорбируют те же газы, за исключением азота. Алюминий, марганец и медь хемосорбируют кислород, окись углерода и углеводороды. Кроме того, большинство материалов интенсивно сорбирует пары воды. В то же время инертные газы в нейтральном виде свеженанпыленными пленками даже такого активного металла, как титан, в заметных количествах не поглощаются.

Вероятность прилипания (захвата) молекул газа при их соударении о поверхность того или иного материала зависит от энергии связи между газом и данным мате-

риалом. Большинство материалов избирательно сорбирует газы. Поэтому состав газов, сорбируемых пленкой, будет существенно отличаться от состава остаточных газов в вакуумной системе, что наглядно видно из рис. 2-3, на котором показан спектр масс остаточных газов в рабочем объеме напылительной установки до и после напыления монооксида кремния.

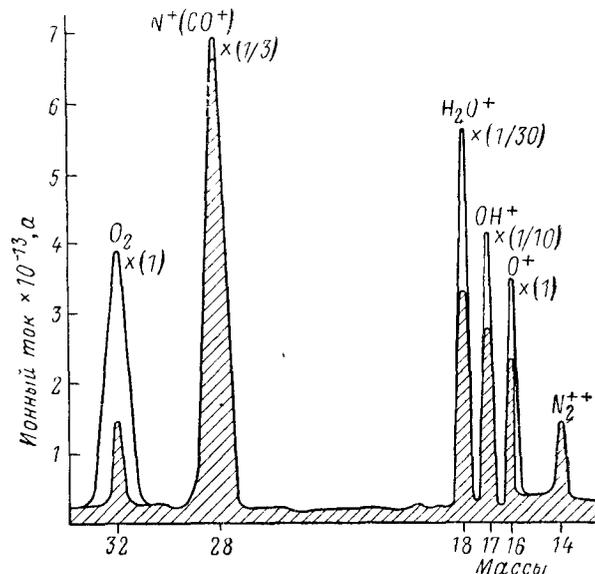


Рис. 2-3. Спектр масс остаточных газов в рабочем объеме установки до и после (заштрихованные участки) напыления монооксида кремния.

До начала напыления остаточное давление  $p$  в рабочем объеме установки определяется выражением

$$p = \frac{Q}{S},$$

где  $Q$  — количество газа, поступающего в систему за счет газовыделения со стенок и натекания;  $S$  — эффективная скорость откачки используемого насоса.

Когда начинаются прогрев и испарение напыляемого материала, из него обычно выделяется дополнительное количество газа  $G$ , причем часть молекул этого газа достигает подложки, взаимодействует с напыленной плен-

кой и остается на ней в виде газовых включений. Если  $\alpha$  — коэффициент, характеризующий эту часть молекул, то остальное количество выделившегося газа  $(1-\alpha)G$  распространяется по рабочему объему вакуумной установки. В этом случае полное количество газа, поступающего в рабочий объем,

$$Q' = Q + (1-\alpha)G.$$

Конденсирующаяся пленка на площади  $A$  выполняет при этом роль дополнительного насоса со скоростью откачки

$$S_1 = AK\alpha,$$

где  $K$  — скорость откачки (газопоглощающая способность) единицы площади напыленной пленки.

Полная скорость откачки

$$S' = S + S_1 = S + AK\alpha.$$

Остаточное давление в процессе напыления

$$p' = \frac{Q'}{S'} = \frac{Q + (1-\alpha)G}{S + AK\alpha}.$$

Если площадь  $A$ , газопоглощающая способность  $K$  и коэффициент  $\alpha$  малы, то  $p' = \frac{Q+G}{S}$ , т. е. в процессе напыления пленки будет наблюдаться увеличение давления.

Если  $A$ ,  $K$  и  $\alpha$  имеют значительную величину, а  $G \ll Q$ , то

$$p' = \frac{Q}{S + AK\alpha}$$

и будет наблюдаться уменьшение давления в вакуумной системе за счет гетерирующего действия пленки.

Адсорбция остаточных газов полупроводниками, с одной стороны, может вызвать необратимые изменения поверхности полупроводника, а с другой стороны, изменить распределение носителей заряда в твердом теле. Например, кислород, адсорбируясь на поверхности германия, диссоциирует и в зависимости от давления газа и свойств материала проявляет свое воздействие либо как акцептор, либо как донор. Остаточные газы оказывают существенное влияние на изменение коэффициен-

та Холла, причем это влияние особенно резко выражено в процессе зарождения и роста пленки, где воздействие остаточных газов наиболее интенсивно.

У пленок из ферромагнитных материалов под действием остаточных газов проявляется изменение коэрцитивной силы с толщиной пленки при наличии характерных максимумов и минимумов, которые становятся более резко выраженными по мере увеличения времени воздействия остаточных газов на пленку.

Особенно сильно проявляется влияние остаточных газов и в первую очередь кислорода, паров воды и углекислого газа на характеристики тонких пленок, используемых в качестве сверхпроводников. Не менее чувствительны к воздействию этих газов сверхпроводящие пленки из индия, ниобия, ванадия, тантала, карбида тантала, нитрида тантала и нитрида ниобия.

Свойства пленок, образующихся в результате катодного распыления, также в значительной степени зависят от чистоты рабочего газа, которым чаще всего является аргон. Добавка к аргону небольшой порции реактивного газа резко меняет электрические свойства напыляемых пленок (удельное сопротивление и его температурный коэффициент).

В ряде работ [Л. 96, 99, 100] показано, что решающее влияние на свойства конденсированных тонких пленок, получаемых путем термического испарения в высоковакуумной системе, оказывает не абсолютное значение вакуума (если  $p \leq 10^{-6}$  мм рт. ст.), а величина парциальных давлений химически активных газов (в первую очередь кислорода, паров воды, углекислого газа и др.). В связи с этим имеется возможность получения высокочистых пленок металлов, полупроводников и диэлектриков не в дорогостоящих сверхвысоковакуумных установках с большой длительностью технологического цикла, а в обычных непрогреваемых высоковакуумных установках промышленного типа, откачиваемых до разрежения  $10^{-6}$ — $10^{-7}$  мм рт. ст., в том случае, если их снабдить специальными устройствами, позволяющими снизить парциальные давления химически активных газов за счет их селективной откачки и обеспечить контроль остаточной среды в процессе конденсации пленки.

Одним из способов снижения парциальных давлений химически активных газов в обычной непрогреваемой

высоковакуумной напылительной установке, откачиваемой паромасляным диффузионным насосом, является применение дополнительного титанового испарительного насоса или орбитрона, которые могут быть помещены непосредственно в рабочем объеме установки.

Для уменьшения газовых включений в пленках тех материалов, которые обладают повышенной сорбционной способностью целесообразно до начала их

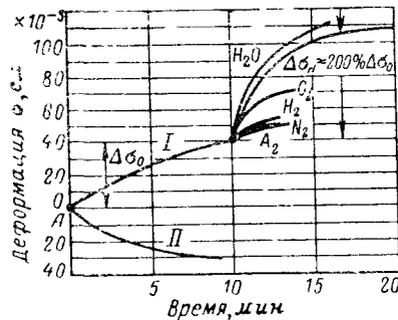


Рис. 2-4. Зависимость деформаций, возникающих в пленке монооксида кремния, от степени разрежения и состава напускаемого газа.

Эффективным способом снижения парциальных давлений химически активных составляющих остаточных газов является также использование предварительного «getterного» катодного распыления того же самого материала, высокочистую пленку которого в дальнейшем необходимо получить. В процессе «getterного» распыления испаряемый материал помещается на катод, а подложка закрывается специальной заслонкой. Пленка испаряемого материала, осаждающаяся на заслонке и стенках рабочей камеры, поглощает химически активные газы. Когда парциальное давление этих газов снижается до безопасных пределов, заслонка поворачивается и производится напыление того же самого материала на подложку.

Степень разрежения в процессе напыления и состав газа, который напускается в рабочую камеру после окончания напылительного процесса, оказывают суще-

ственное влияние на остаточные напряжения, возникающие в тонких пленках.

На рис. 2-4 показаны деформации, возникающие в пленке монооксида кремния в зависимости от степени разрежения и состава напускаемого газа [Л. 112]. Как видно из приведенных кривых, при одной и той же температуре испарения ( $1\ 200\text{—}1\ 300^\circ\text{C}$ ) и скорости осаждения ( $5\text{—}10\ \text{Å}/\text{сек}$ ) при вакууме  $10^{-5}\ \text{мм рт. ст.}$  (кривая I) в пленке возникают напряжения сжатия, а при вакууме  $5 \cdot 10^{-6}\ \text{мм рт. ст.}$  (кривая II) — напряжения растяжения. Напуск газа вызывает дополнительные напряжения сжатия, причем минимальные напряжения возникают при напуске аргона, а максимальные — при напуске паров воды.

Причиной возникновения значительных напряжений сжатия при малых скоростях напыления и сравнительно плохом вакууме является окисление пленки, которое становится еще более интенсивным при напуске кислорода, воздуха и паров воды. С целью уменьшения в пленке остаточных деформаций целесообразно производить напыление с большими скоростями и при вакууме не ниже  $10^{-6}\ \text{мм рт. ст.}$  При этом напряжения растяжения могут быть скомпенсированы напряжениями сжатия, возникающими при напуске в рабочий объем установки атмосферного воздуха.

## 2-2. ОТКАЧНЫЕ СРЕДСТВА

Для развития откачных средств, используемых в настоящее время для получения высокого и сверхвысокого вакуума, характерны два направления. Первое направление основано на модификации откачных средств, оборудованных традиционными для вакуумной техники механическими и пароструйными насосами. С целью повышения предельного вакуума и уменьшения миграции масла из насосов широкое применение здесь находят различные ловушки, использующие вымораживающие и сорбирующие средства, а также ловушки, устройство которых основано на искусственной ионизации масляных паров при совместном действии электрического и магнитного полей, на крекинге углеводородов с последующим «замуровыванием» их на стенке ловушки нарастающим слоем титана и т. п.

Второе направление, интенсивно развившееся за последние 5—10 лет, основано на использовании принципиально новых откачных средств. К ним относятся турбомолекулярные насосы, адсорбционные угольные и цеолиновые насосы, титановые испарительные, электро-разрядные насосы и конденсационные насосы.

### Механические насосы

Действие механических насосов основано на выталкивании газа, заполняющего рабочий объем, движущимися частями насоса. Насосы предназначены для удаления основной массы газа из откачиваемого объема и создания разрежения  $10^{-2}$ — $10^{-3}$  мм рт. ст. Они находят самостоятельное применение для откачки объемов в тех случаях, когда не требуется более высокий вакуум, или используются в качестве вспомогательных насосов, создающих разрежение, необходимое для обеспечения нормальной работы различного рода высоковакуумных насосов.

Наиболее распространенным видом механических насосов являются насосы с масляным уплотнением вращающихся частей. У этих насосов имеется эксцентричный ротор и лопасти, разгораживающие рабочую камеру насоса на несколько объемов. В пластинчато-статорных насосах лопасти закреплены на статоре и находятся в скользящем контакте с эксцентричным ротором. В пластинчато-роторных насосах лопасти вращаются вместе с ротором, скользя по внутренней поверхности статора.

В насосах золотниковового типа эксцентрический ротор имеет специальное плунжерное устройство, обеспечивающее всасывание и сжатие откачиваемого газа. В процессе работы насоса объем рабочей камеры, механически увеличиваясь и уменьшаясь, соединяется в момент своего наименьшего значения с впускным патрубком насоса. При последующем увеличении объема рабочей камеры в нее через впускной патрубок засасывается откачиваемый газ. Газ поступает в рабочую камеру до тех пор, пока она в момент своего наибольшего объема снова не разведиится со стороны впуска. Затем объем рабочей камеры начинает уменьшаться. При этом происходит сжатие газа до давления выше 1 ат, пока он не откроет выпускного клапана, предохраняющего насос от обратного проникновения газа из атмосферы.

При высоких значениях предельного вакуума, которые требуются от современных вращательных насосов, даже тщательная взаимная пригонка деталей насосов недостаточна, чтобы полностью воспрепятствовать перетеканию газа со стороны высокого давления на сторону впуска. Высокие значения предельного вакуума в этом случае достигаются тем, что небольшие зазоры между движущимися частями и деталями выпускного клапана уплотняются масляной пленкой, обеспечивающей высокую герметичность. Масляное уплотнение обеспечивает также герметичность сальника вала, которым приводится в движение ротор насоса.

Качество заливаемого в насос масла существенным образом влияет на работу насоса и в первую очередь на величину предельного вакуума. Поскольку масло прежде всего служит для изолирова-

ния областей с различным давлением, оно должно обладать при рабочей температуре насоса (около 60°С) достаточной вязкостью.

Однако вязкость не должна быть чрезмерно большой во избежание ненужного повышения трения, а следовательно, и величины потребляемой мощности. От масла требуется, чтобы оно не содержало легколетучих составляющих, т. е. температура вспышки масла не должна быть ниже 200°С. Кроме того, масло не должно содержать воды, водорастворимых кислот и щелочей, и его свойства не должны изменяться в процессе эксплуатации. Из вакуумных масел отечественного производства для механических насосов наиболее широко применяется масло ВМ-4 (ГОСТ 7903-56). Оно представляет собой машинное масло Су, из которого в результате вакуумной перегонки отогнаны 13—15% низкокипящих фракций. Масло имеет широкий фракционный состав, причем примерно 15% этого масла имеет давление паров около  $10^{-6}$  мм рт. ст. Масло достаточно легко окисляется и обладает низкой влагостойкостью, вследствие чего быстро теряет свои первоначальные свойства, особенно при откачке влажного воздуха. Сравнительно недавно было разработано новое масло для механических насосов. Масло ВМ-6 (РТУ РСФСР № НП-12-61) представляет собой дистиллят, полученный путем вакуумной перегонки исходных нефтяных продуктов. Влагостойкость и окислительная стабильность этого масла примерно в 2—4 раза выше, а давление пара на 1—2 порядка ниже, чем у масла ВМ-4. Кроме того, при пониженных плюсовых температурах масло ВМ-6 обладает примерно в 2 раза меньшей вязкостью, чем масло ВМ-4.

Следует иметь в виду, что обычные механические насосы с масляным уплотнением не пригодны для откачки парогазовых смесей. У большинства из них отношение максимального объема рабочей камеры к ее минимальному объему, который она имеет в момент открывания выпускного клапана (так называемый коэффициент сжатия), достигает 700. В результате этого водяной пар, даже в том случае, если его парциальное давление в разрежаемом объеме невелико, конденсируется в воду, которая остается в насосе; за пределы же насоса выбрасывается только влажный воздух. Многократное повторение процесса сжатия приводит к обогащению насосного масла водой. Вода, смешиваясь с маслом, образует эмульсию, проникает в сторону впускного патрубка и, испаряясь, снова попадает в откачиваемый объем.

Для предотвращения конденсации паров при их сжатии в процессе откачки вращательные насосы снабжаются специальными устройствами, с помощью которых в определенный момент времени в рабочую камеру насоса впускается сухой воздух — балластный газ. Количество этого газа подбирается таким образом, чтобы давление в рабочей камере насоса, достаточное для открывания выпускного клапана, достигалось прежде, чем парциальное давление паров станет равным давлению насыщения. Усовершенствованные вращательные масляные насосы, приспособленные для эффективной откачки паров и парогазовых смесей, носят название газобалластных насосов.

Для откачки больших объемов до давлений  $10^{-3}$ — $10^{-4}$  мм рт. ст. вместо вращательных масляных насосов все шире применяют двухроторные насосы. Эти насосы состоят из двух лемнискатообразных роторов, вращающихся в противоположные стороны. Большая производительность у этих насосов достигается благодаря тому, что здесь нет необходимости использовать масляные уплотнения между

роторами, а также между каждым из роторов и внутренней поверхностью корпуса насоса. Это позволяет увеличить скорость вращения роторов до нескольких тысяч оборотов в минуту. Быстрота действия этих насосов достигает нескольких тысяч литров в секунду, и они успешно могут заменять пароструйные бустерные насосы. При этом снижается расход электроэнергии на откачку, уменьшается время, необходимое для запуска установки, так как нет необходимости разогревать насос, и повышается надежность вакуумной установки. Однако значительные зазоры между роторами (0,4—0,8 мм) и небольшой коэффициент компрессии (около 10) позволяют использовать двухроторные насосы только при последовательном соединении с механическими масляными или водокольцевыми насосами. Преимуществами двухроторных насосов по сравнению с механическими насосами с масляным уплотнением являются: отсутствие смазочных веществ, трения и износа, большие скорости откачки, а также возможность применения антикоррозионных покрытий для внутренних поверхностей насоса с целью их защиты от агрессивных сред.

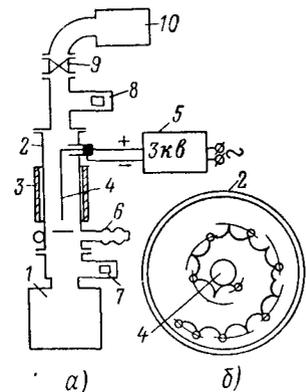


Рис. 2-5. Ионная ловушка инверсно-магнетронного типа.

а — схема включения ловушки в вакуумную систему: 1 — механический вакуумный насос с масляным уплотнением; 2 — корпус ионной ловушки, являющийся одновременно катодом, 3 — наружный магнит; 4 — стержневой анод; 5 — высоковольтный источник; 6 — подвод охлаждающей воды; 7, 8 — манометры; 9 — вакуумный кран; 10 — масс-спектрометр; б — траектория электрона в ловушке

3. Насосы, требующие для своей работы разрежения в десятые доли миллиметра ртутного столба. Эти насосы обеспечивают предельный вакуум до тысячных долей миллиметра ртутного столба.

Наибольшее распространение имеют насосы второй группы, обладающие быстротой действия 0,1—2 м<sup>3</sup>/сек. При всех достоинствах двухроторных насосов у них есть один существенный недостаток — они значительно дороже паромасляных насосов, имеющих примерно ту же самую быстроту действия. Отечественная промышленность серийно выпускает двухроторные насосы ДВН-500 и ДВН-1500 с быстротой действия 0,5 и 1,5 м<sup>3</sup>/сек.

Существенным недостатком механических насосов с масляным уплотнением является постепенное проникновение масляных паров в откачиваемый объем. Даже применение в механических насосах высококачественных масел с низким давлением паров не дает под-

пой гарантии отсутствия легколетучих углеводородов в атмосфере остаточных газов. Дело в том, что в местах трения из-за местных перегревов происходит крекинг-процесс с выделением легких углеводородов. Применение же термически стойкого силиконового масла невозможно из-за его плохих смазывающих свойств. Вместе с тем ловушки, основанные на вымораживании, адсорбции или термическом разложении углеводородов, практически не дают полной гарантии того, что хотя бы небольшое количество паров не попадет в откачиваемый объем. Почти так же обстоит дело при использовании ловушек с горячим катодом, где основным процессом является разрушение углеводородов электронной бомбардировкой и превращение их в откачиваемые газы и выпадающий в осадок углерод. Горячий катод имеет ограниченный срок службы. Откачиваемые продукты разложения создают излишнюю нагрузку на насос и попадают все же в откачиваемый объем. Применение трубки с тлеющим раз-

По рабочему диапазону давлений двухроторные насосы можно разделить на три группы:

1. Насосы, работающие на атмосферу; эти насосы имеют небольшой к. п. д. и небольшое предельное разрежение (несколько миллиметров ртутного столба).

2. Насосы, требующие для своей работы небольшого разрежения (несколько десятков миллиметров ртутного столба); эти насосы создают предельное разрежение (до десятых долей миллиметра ртутного столба).

3. Насосы, требующие для своей работы разрежения в десятые доли миллиметра ртутного столба. Эти насосы обеспечивают предельный вакуум до тысячных долей миллиметра ртутного столба.

ной гарантии отсутствия легколетучих углеводородов в атмосфере остаточных газов. Дело в том, что в местах трения из-за местных перегревов происходит крекинг-процесс с выделением легких углеводородов. Применение же термически стойкого силиконового масла невозможно из-за его плохих смазывающих свойств. Вместе с тем ловушки, основанные на вымораживании, адсорбции или термическом разложении углеводородов, практически не дают полной гарантии того, что хотя бы небольшое количество паров не попадет в откачиваемый объем. Почти так же обстоит дело при использовании ловушек с горячим катодом, где основным процессом является разрушение углеводородов электронной бомбардировкой и превращение их в откачиваемые газы и выпадающий в осадок углерод. Горячий катод имеет ограниченный срок службы. Откачиваемые продукты разложения создают излишнюю нагрузку на насос и попадают все же в откачиваемый объем. Применение трубки с тлеющим раз-

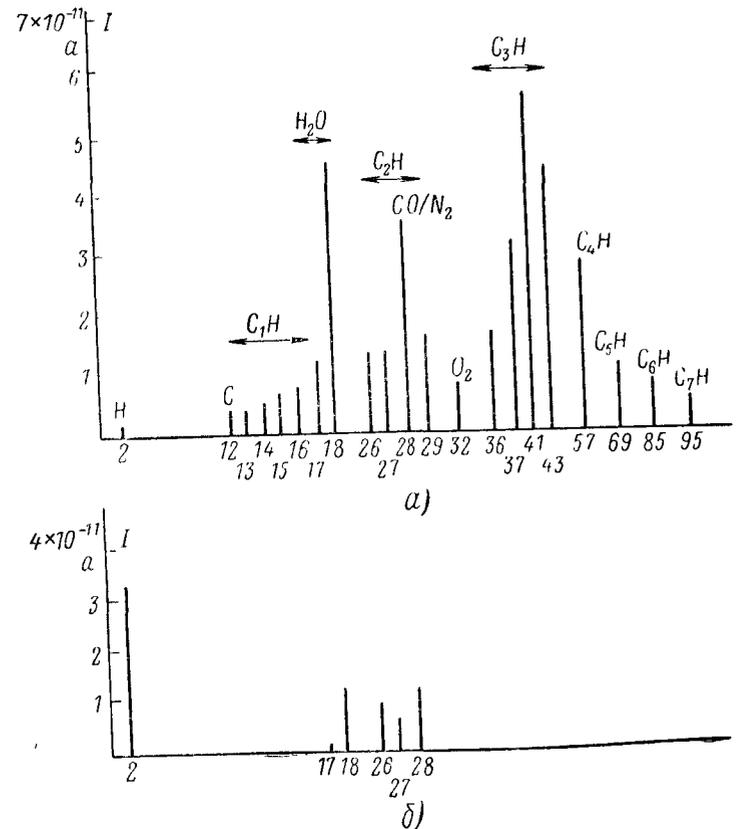


Рис. 2-6. Масс-спектрограмма остаточных газов. а — без ионной ловушки (общее давление  $1,5 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст.); б — с ионной ловушкой (общее давление  $8 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст.)

рядом исключено, поскольку при достижении вакуума  $10^{-3}$ — $10^{-4}$  мм рт. ст. тлеющий разряд гаснет.

Весьма перспективным способом защиты откачиваемого объема от паров масла является применение ионных ловушек. Ионная ловушка (рис. 2-5) использует разряд с холодным катодом в поперечном магнитном поле. Цилиндрические стенки ловушки образуют катод, а по оси цилиндра расположен анод. Магнитное поле направлено вдоль оси цилиндра. Внизу полости разрядника находится отражательная поверхность. В результате совместного действия электрического и магнитного полей электроны описывают длинную циклоидальную траекторию и эффективно ионизируют молекулы газа и пара, которые затем устремляются к катоду, выбивая из него новые электроны, необходимые для поддержания разряда. Ток разряда зависит от давления, составляя обычно несколько микроампер. В результате использования такой ловушки содержание углеводородов в атмосфере остаточных газов снижается до 1% от первоначальной величины (рис. 2-6). Замечено также, что ионная ловушка снижает содержание и других компонентов остаточных газов. Например, содержание паров воды уменьшается до  $\frac{1}{4}$  первоначальной величины, а кислород почти полностью исчезает.

### Централизация предварительной откачки

Если используется большое число однотипных напылительных установок, то зачастую бывает нерационально снабжать каждую установку отдельным механическим насосом. Большое число одновременно работающих механических насосов создает шум и вибрации в производственных помещениях. Для того чтобы избавиться от этих неудобств, повысить коэффициент использования оборудования и поднять общую культуру производства, большое число небольших механических насосов заменяют одним или несколькими насосами, обладающими более высокой производительностью, вынося эти насосы в отдельное изолированное помещение. Вместо насосов к напылительным установкам подходят трубопроводы централизованной системы предварительной откачки. Если обеспечена достаточно высокая проводимость системы и производительность механических насосов, то к ней практически может быть присоединено любое количество напылительных установок.

В качестве примера на рис. 2-7 схематически показана система централизованной предварительной откачки с тремя линиями трубопроводов. Линия А предназначена для первоначальной откачки рабочих объемов установок от атмосферного давления до 1 мм рт. ст. Линия Б предназначена для создания в системе разрежения  $5 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст. При этом давлении могут быть включены паромасляные насосы. Линия В имеет то же самое предельное разрежение и предназначена для обеспечения бесперебойной работы паромасляных насосов. Каждая линия откачивается отдельным механическим насосом. Кроме того, имеется запасной насос, который в случае выхода из строя основного насоса может быть подключен к любой линии.

Каждая линия обычно собирается из отдельных секций, что облегчает их разборку и чистку. Вакуумные системы установок, представленные на рис. 2-7, снабжены электромагнитными клапанами, что позволяет осуществлять как автоматическое, так и ручное управление процессом откачки.

Работа системы централизованной предварительной откачки осуществляется следующим образом. В установке I производится напуск воздуха в рабочий объем. При этом электромагниты всех трех клапанов обесточены. Клапан-переключатель находится в нижнем положении, открывая доступ воздуха в рабочий объем. Одновременно клапан-напекатель предотвращает попадание воздуха в систему централизованной предварительной откачки. Клапан паромасляного насоса закрыт. Клапан-переключатель находится в нижнем положении и разделяет вакуум-провода А и Б.

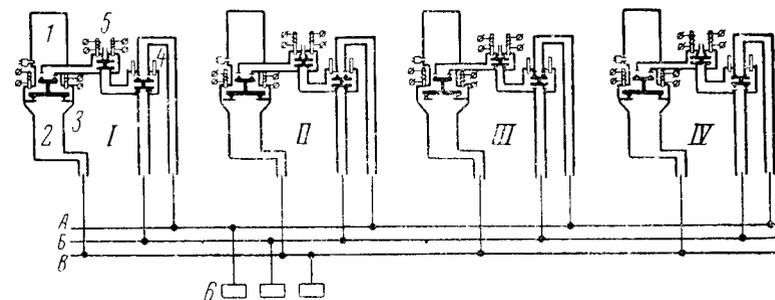


Рис. 2-7. Схема работы нескольких установок совместно с системой централизованной предварительной откачки.

1 -- рабочий объем; 2 -- паромасляный насос; 3 -- главный клапан; 4 -- клапан-переключатель; 5 -- клапан-напекатель; 6 -- механический насос; А, Б, В -- линии предварительной откачки

В установке II производится первоначальная откачка рабочего объема от давления 1 мм рт. ст., при этом электромагнит клапана-напекателя включен. В установке III производится промежуточная откачка рабочего объема от давления 1 мм рт. ст. до давления  $(7-8) \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст., достаточного для включения паромасляного насоса. При этом клапан-переключатель находится в верхнем положении и открывает отверстие трубопровода Б. В установке IV производится высоковакуумная откачка. При этом клапан паромасляного насоса открыт, и откачка осуществляется через линию В.

Системы централизованной предварительной откачки часто снабжаются устройствами автоматического управления и аварийной сигнализации.

### Высоковакуумные пароструйные насосы

Работа пароструйных насосов основана на откачивающем действии непрерывной струи пара рабочей жидкости за счет использования диффузии откачиваемого газа в эту паровую струю или явления вязкостного захвата газа струей пара рабочей жидкости. Газ, поступающий в насос из вакуумной системы, попадает в сферу действия струи пара рабочей жидкости, увлекается ею к охлажденной стенке насоса и выталкивается

в сторону выпускного патрубка, к которому обычно присоединен вращательный масляный насос, создающий предварительное разрежение, необходимое для нормальной работы пароструйного насоса. После перемещения откачиваемого газа пар рабочей жидкости конденсируется на охлаждаемой проточной стенке и в виде жидкости стекает в испаритель. Эффективность насоса зависит от величины кольцевого зазора между соплом и стенкой насоса, от скорости истечения струи пара рабочей жидкости, ее направленности к охлаждаемой водой стенке насоса, а также от полноты конденсации пара на холодных стенках насоса.

подавляющее большинство современных высоковакуумных пароструйных насосов работает при давлении ниже  $10^{-3}$  мм рт. ст. При этом количестве газа, находящегося в откачиваемом объеме, становится малым по сравнению с количеством газа, адсорбированного стенками объема и находящейся в нем аппаратуры. Соответственно этому пароструйные насосы в основном предназначены либо для уравнивания газовыделений со стенок откачиваемого объема и натекания через неплотности, либо для удаления газов, выделяющихся при нагреве, плавлении и распылении используемых материалов.

Пароструйные насосы можно разделить на две группы. К первой группе относятся высоковакуумные пароструйные насосы, имеющие наибольшую быстроту действия в диапазоне давлений  $10^{-7}$ — $10^{-4}$  мм рт. ст. и сравнительно небольшое выпускное давление (около 0,1 мм рт. ст.). Насосы этой группы имеют следующие особенности: большое сечение впускного сопла (обращенного или зонтичного типа), обеспечивающее большую скорость откачки газа; малый перепад давлений откачиваемого газа между разделенными струей пара частями насоса; несколько ступеней с постепенно уменьшающейся быстротой действия и соответственно возрастающей способностью выдерживать более значительные перепады давлений; низкое давление пара в струе за счет использования маломощных электронагревателей.

Ко второй группе пароструйных насосов относятся вспомогательные (бустерные) насосы, имеющие наибольшую быстроту действия при давлениях  $10^{-3}$ — $10^{-2}$  мм рт. ст. и выше и выпускное давление до несколь-

ких миллиметров ртутного столба. Для насосов этой группы характерны следующие особенности: небольшое сечение впускного патрубка; сопла, рассчитанные на большой перепад давлений; высокое давление пара, получаемое за счет использования мощных электронагревателей.

Из высоковакуумных пароструйных насосов в настоящее время широко распространены разработанные в пятидесятых годах насосы «единой серии» с быстротой откачки 100, 500, 2 000, 5 000 и 8 000 л/сек. Это максимальное значение скорости откачки каждый насос может развивать в том случае, если он непосредственно подсоединен к откачиваемому объему. На практике эффективная быстрота откачки насоса значительно снижается за счет установки маслоотражателя, высоковакуумного затвора, охлаждаемой ловушки, а также наличия соединительного трубопровода между насосом и откачиваемым объемом.

При использовании паромасляных насосов «единой серии» в напылительных установках следует иметь в виду, что скорость откачки этих насосов не зависит от давления лишь в очень узком диапазоне ( $2 \cdot 10^{-4}$ — $1 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст.). При давлениях ниже  $10^{-5}$  мм рт. ст. скорость откачки значительно снижается, так как начинают сказываться внутренние источники газовыделения, десорбции газов со стенок насоса, вылет из паровой струи продуктов разложения рабочей жидкости и встречная диффузия газов со стороны насоса предварительного разрежения. Таким образом, «полезная» скорость откачки при давлении  $1 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. и ниже зависит от времени непрерывной работы (так называемой тренировки) насоса и величины давления на стороне предварительного разрежения. Чем лучше обезгажен насос и меньше внутренние течи, тем больше его «полезная» скорость откачки.

К недостаткам насосов «единой серии» помимо узкого диапазона рабочих давлений, следует отнести невысокое выпускное давление (0,1 мм рт. ст.) и сравнительно невысокий предельный вакуум ( $3 \cdot 10^{-6}$  мм рт. ст.).

Предельный вакуум паромасляного насоса существенно зависит от качества используемой рабочей жидкости, степени ее очистки и эффективности фракционирования в процессе работы насоса. В отечественных насосах обычно применяются минеральные масла ВМ-1,

ВМ-2 и ВМ-5, которые являются продуктами дистилляции медицинского вазелинового масла. Если масло ВМ-1 и ВМ-2 получают путем однократной возгонки, то для получения масла ВМ-5 применяют двукратную возгонку вазелинового масла, благодаря чему последнее приобретает более однородный состав и большую термическую стойкость, что позволяет, с одной стороны, несколько улучшить величину предельного вакуума и, с другой стороны, сокращает время, необходимое для его получения.

За последние годы разработана и осваивается в производстве «вторая серия» паромасляных высоковакуумных насосов. У насосов этой серии улучшено обезгаживание конденсата за счет удлинения его пути и создания в нижней части корпуса насоса неохлаждаемой зоны с температурой стенок  $100—150^{\circ}\text{C}$ . Фракционирование масла повышено в результате создания разгоночных канавок непосредственно в нагреваемом днище насоса.

Введение устройства для самоочистки масла и улучшенного фракционирования, а также замена конструкционной стали на малогазящую нержавеющую сталь при изготовлении корпуса насоса позволяют получить предельный вакуум  $5 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст. при использовании резиновых уплотняющих прокладок.

Замена резиновых прокладок металлическими позволяет при работе на масле ВМ-5 и прогреве откачиваемого объема улучшить предельный вакуум еще на один порядок. Снабжение конструкции насоса выходной эжекторной ступенью заданной производительности с одновременным увеличением мощности подогрева позволяет продлить верхний предел рабочего диапазона до давлений  $1 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст. и получить в насосах «второй серии» выпускное давление около 0,5 мм рт. ст.

На величину предельного вакуума существенное влияние оказывают также условия предварительной откачки. В работе [Л. 82] показано, что это влияние объясняется проникновением легких газов в результате обратной диффузии из системы предварительного разрежения в высоковакуумную систему, скоплением продуктов разложения рабочей жидкости паромасляного насоса в высоковакуумном объеме, когда насос предварительного разрежения не в состоянии их откачать, а также попаданием вредных примесей из механического на-

соса предварительного разрежения в сторону высокого вакуума.

Влияние этих трех факторов может быть значительно ослаблено в результате резкого снижения давления на выпускном патрубке высоковакуумного насоса включением между ним и механическим насосом вспомогательного высоковакуумного или бустерного насоса. Поскольку количество растворенного в рабочей жидкости газа пропорционально давлению, при котором происходит растворение, то при последовательном включении вспомогательного насоса насыщенность рабочей жидкости газом значительно снижается и наблюдается эффект, равноценный обезгаживанию конденсата на пути к холодильнику.

При использовании паромасляных насосов в напылительных установках исключительно важное значение имеет максимальное снижение миграции паров рабочей жидкости из насоса в откачиваемый объем, которая для большинства насосов составляет в среднем 0,1—0,01% от количества пара, истекающего из верхнего сопла насоса, что соответствует  $1—5$  мг/ч·см<sup>2</sup> по сечению входного отверстия насоса.

Миграция паров рабочей жидкости резко возрастает в процессе пуска и остановки насоса, что часто является причиной загрязнения откачиваемого объема рабочей жидкостью даже в том случае, когда в нормальном установившемся режиме миграция незначительна. Поэтому запуск и выключение паромасляного насоса следует производить только после предварительного перекрытия выпускного патрубка насоса высоковакуумным затвором.

Существенное снижение обратного потока паров рабочей жидкости в (20—30 раз) достигается путем использования водоохлаждаемого «колпачкового отражателя», который устанавливается непосредственно над верхним соплом насоса и «срезает» те линии потока пара, которые направлены вверх и не замыкаются на холодные стенки корпуса насоса. Кроме того, используют различного рода уловители паров рабочей жидкости, которые в зависимости от режима работы можно отнести либо к категории отражателей, либо к категории ловушек. Существенного снижения миграции (в 2—3 раза) можно добиться, если установить в паропроводе насоса специальные брызгоуловители и, кроме того, подсуши-

вать и перегреть пар непосредственно перед его выходом из сопла. Помимо снижения миграции, увеличение температуры первого сопла всего лишь на 10—15°С одновременно значительно повышает быстроту действия насоса (на 30—40%), улучшает предельный вакуум и увеличивает выпускное давление.

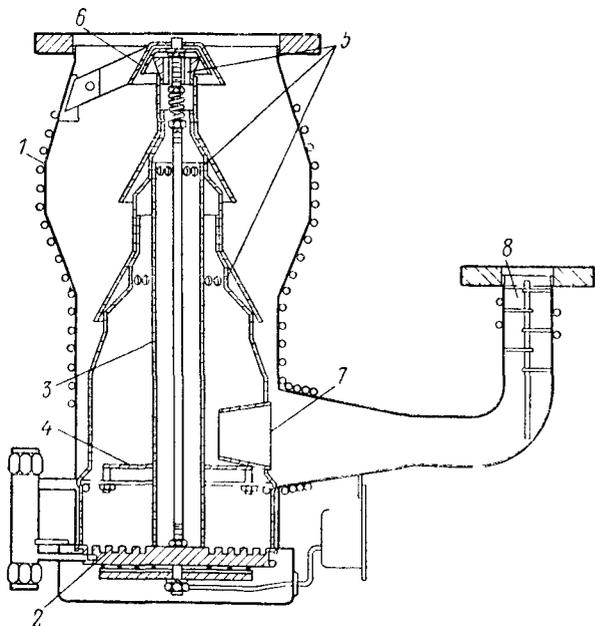


Рис 2-8 Современная конструкция сверхвысоковакуумного паромасляного насоса.

На рис. 2-8 показан разрез современного сверхвысоковакуумного паромасляного насоса. Верхняя часть корпуса 1 насоса, изготовленного из нержавеющей стали, имеет бочкообразную форму, благодаря чему скорость откачки насоса примерно на 30% больше, чем у насосов с цилиндрической формой корпуса. Гребенчатая форма внутренней плиты 2 кипятильника обеспечивает интенсивный теплообмен и поддерживает постоянство температуры рабочей жидкости. Разгоночные канавки в нагреваемом днище кипятильника в сочетании со специально подобранной формой паропровода 3 эффективно разделяют пары рабочей жидкости на фракции. При

этом в верхнее сопло попадают только наиболее тяжелые фракции с очень низким давлением пара, а легкие фракции, имеющие более высокое давление пара, направляются в нижнее сопло, а по выходе из него — в пятильничник насоса.

Внутренняя ловушка 4 не дает возможности каплям рабочей жидкости подниматься вверх, чем обеспечивается эффективная осушка паровой струи. Точно нанесенные отверстия 5 на паропроводе позволяют получить требуемую скорость и плотность потока пара из каждого сопла. Положение охлаждаемого колпачкового отражателя 6 точно фиксировано над верхним соплом насоса благодаря тому, что отражатель жестко закреплен на водоохлаждаемой стенке насоса. Эжекторная ступень 7 обеспечивает дополнительное фракционирование масла и, кроме того, повышает противодавление срыва. Маслоотражатель 8 сводит до минимума потери рабочей жидкости даже в том случае, если насос находится не в рабочем режиме. Описанная конструкция насоса при диаметре впускного патрубка 150 мм и длине корпуса 600 мм имеет скорость откачки воздуха 2 400 л/сек.

#### Вакуумные агрегаты с паромасляными насосами

Высоковакуумные паромасляные насосы обычно присоединяются к откачиваемому объему через короткий трубопровод, снабженный вакуумным затвором. Для расширения возможностей применения высоковакуумных паромасляных насосов отечественная промышленность выпускает вакуумные агрегаты. Агрегат, как правило, состоит из паромасляного насоса, снабженного вакуумным затвором, маслоотражателем, азотной ловушкой и рядом других вспомогательных деталей, смонтированных на одной раме. Затвор, входящий в агрегат, имеет заслонку откидывающегося типа, смонтированную на отдельном фланце В качестве уплотнителя используется вакуумная резина. Перемещение и поджатие заслонки производится при помощи рычажно-эксцентрикового механизма, который через герметично уплотненный вал соединяется с маховиком или электромотором. Для удобства работы переходной патрубков имеет два фланца: один из них расположен сверху патрубка, другой — сбоку. В соответствии с конструкцией откачной системы агрегат может быть пристыкован к ней либо боковым, либо верхним фланцем. В результате сопротивления, создаваемого потоку газа затвором, переходным патрубком и азотной ловушкой, эффективная быстрота действия вакуумного агрегата примерно в 4 раза меньше, чем расчетная быстрота действия установленного на агрегате паромасляного насоса.

#### Молекулярные и турбомолекулярные насосы

В молекулярном насосе газ перемещается в направлении форвакуума с помощью внешнего трения на бы-

сротивращающемся теле, а уплотнение между отдельными ступенями достигается за счет чрезвычайно узких щелей. Достоинствами насосов этого типа является отсутствие масла, а следовательно, здесь полностью устранены все те нежелательные явления, которые получаются в результате проникновения паров масла в вакуумную систему. Насосы быстро набирают предельный вакуум

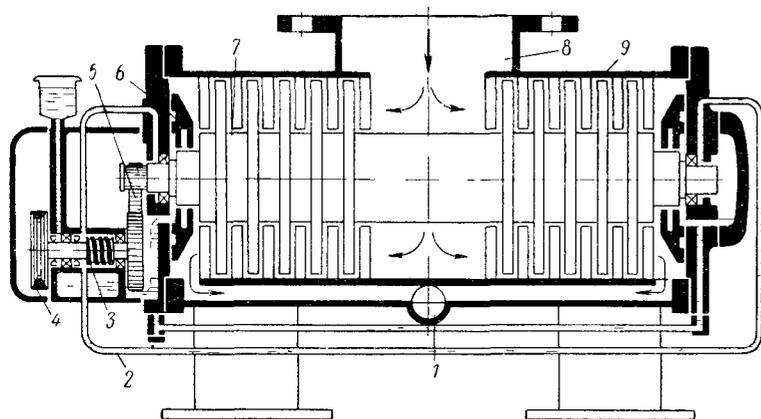


Рис. 2-9. Схематическое устройство турбомолекулярного насоса. 1 — фланец для присоединения насоса предварительного разряжения; 2 — линия для циркуляции масляной смазки; 3 — масляный насос; 4 — привод; 5 — зубчатая-ременная передача; 6 — система водяного охлаждения масляной смазки; 7 — ротор с дисками; 8 — фланец для присоединения откачиваемого объема; 9 — статор с дисками

и не чувствительны к аварийному прорыву атмосферы в вакуумную систему. И тем не менее насосы этого типа не получили широкого применения главным образом потому, что они могут использоваться только при соблюдении чрезвычайно высокой чистоты в откачиваемых системах, так как воздушные зазоры между подвижными и неподвижными частями насосов составляют 0,02—0,05 мм. Вследствие теплового расширения, попадания инородных частиц размерами в десятые доли миллиметра или внезапного воздушного удара возможны нарушения величины воздушных зазоров вплоть до их полного исчезновения. В результате быстро вращающийся ротор заедает и насос выходит из строя.

От этих недостатков полностью свободны турбомолекулярные насосы. Турбомолекулярный насос (рис. 2-9) имеет жестко укрепленные на корпусе статорные диски

и вращающиеся диски, укрепленные на роторе. Все диски содержат косые пазы, причем пазы в дисках статора являются зеркальным отражением пазов роторных дисков. В качестве дисков используются металлические шайбы толщиной в несколько миллиметров, и поэтому пазы имеют небольшую длину. Вследствие этого коэффициент компрессии каждой пары дисков сравнительно невелик. Но, поскольку в насосе одновременно работает большое количество дисковых пар, то суммарный коэффициент компрессии достигает значительной величины. Вместе с тем при малом коэффициенте компрессии для каждой пары дисков влияние расстояния между дисками на производительность и коэффициент компрессии насоса сравнительно невелико, что позволяет увеличить расстояние между дисками до 7 мм без существенного изменения параметров насоса. Большое влияние на параметры насоса оказывают углы, под которыми прорезаны пазы в дисках. Если пазы в дисках прорезаны под большим углом друг к другу, то насос имеет малый коэффициент компрессии и большую производительность. Наоборот, если пазы в дисках прорезаны под малым углом друг к другу, то насос приобретает большой коэффициент компрессии и малую производительность. Обычно в средней (высоковакуумной) части насоса устанавливаются диски с пазами, прорезанными под большим углом друг к другу, а наружные диски имеют пазы, прорезанные под малым углом друг к другу.

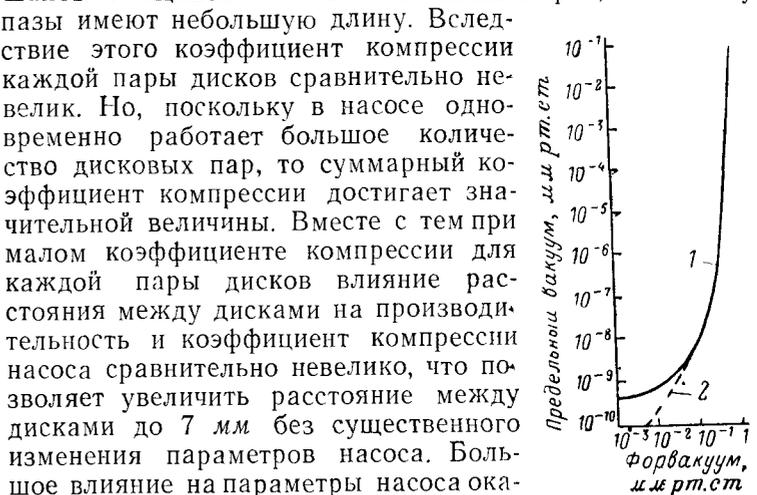


Рис. 2-10. Зависимость предельного вакуума, достигаемого турбомолекулярным насосом, от давления на стороне предварительного разряжения.

1 — общее давление всех газов и паров; 2 — парциальное давление сухого воздуха

На рис. 2-10 показана зависимость предельного вакуума, достигаемого турбомолекулярным насосом, от давления на стороне предварительного разряжения. Чем больше молекулярный вес откачиваемого газа, тем больше коэффициент компрессии, который для водорода составляет 250, для воздуха  $5 \cdot 10^7$ . Однако быстрота действия насоса по водороду значительно больше, чем

по воздуху, а для фреона-12 — значительно меньше. Это объясняется тем, что водород испытывает меньшее сопротивление при протекании через прорези насоса.

Турбомолекулярные насосы могут быть изготовлены на быстроту действия до нескольких тысяч литров в секунду, причем для насосов, рассчитанных на большую производительность и имеющих большие размеры дисков, требуется значительно меньшее число оборотов, так как быстрота действия определяется соответствующей окружной скоростью. Турбомолекулярный насос может включаться одновременно с насосом предварительного разрежения и в отличие от пароструйного насоса не боится прорыва атмосферного воздуха. Кроме того, при использовании турбомолекулярного насоса в откачиваемый объем проникает значительно меньшее количество паров масла, чем при применении пароструйных и механических насосов с масляным уплотнением.

#### Насосы с термическим распылением титана

Принцип действия насосов этого типа основан на поглощении газов периодически или непрерывно напыляемой пленкой активного вещества, в качестве которого чаще всего используется титан. Титан образует нелетучие при комнатной температуре устойчивые твердые соединения или твердые растворы почти со всеми присутствующими в вакуумных системах газами, за исключением инертных газов и углеводородов.

Откачка инертных газов и углеводородов осуществляется в результате их ионизации и улавливания положительных ионов отрицательно заряженными элементами насоса, на которые также напыляется пленка титана.

В отечественных геттерно-ионных насосах чаще всего применяются иодидный титан (СТУ-35-452-63), титановый сплав ВТ-1-1 (АМТУ-388-59), а также титано-молибденовая проволока (СТУ-35-451Э63), которую получают путем осаждения титана на молибденовый керн с помощью иодидного метода.

На рис. 2-11 изображен геттерно-ионный насос ГИН-05 с прямонакальными испарителями из титано-молибденовой проволоки. Основными элементами насоса являются: испарители, ионизатор, внутренний нагреватель, корпус и крышка. Последние изготовлены из не-

ржавеющей стали и вакуумноплотно соединены между собой с помощью металлической прокладки. В крышку насоса через металлокерамические изоляторы вварены токовводы. На крышке монтируются все внутренние узлы насоса: анод, катод, испарители и нагреватель. Патрубок в крышке насоса предназначен для предварительной

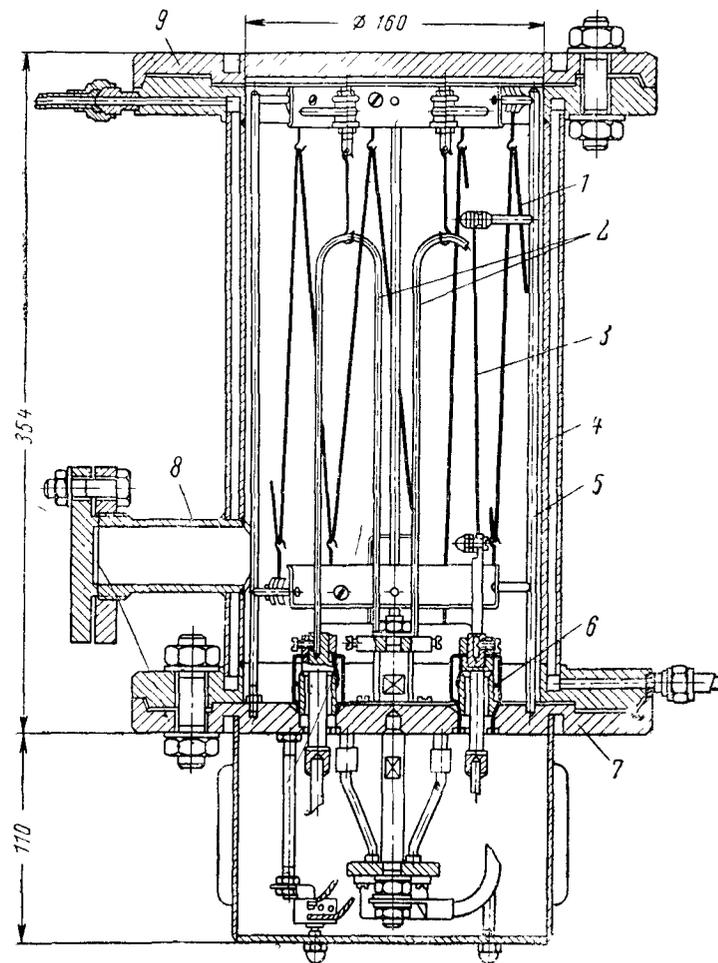


Рис. 2-11. Геттерно-ионный насос с прямонакальными испарителями из титано-молибденовой проволоки.

1 — анод; 2 — прямонакальные испарители; 3 — катод; 4 — корпус; 5 — каркас для монтажа электронной схемы; 6 — металлокерамический токоввод; 7 — цоколь; 8 — патрубок предварительной откачки; 9 — фланец-заглушка.

откачки. Корпус насоса снаружи охлаждается проточной водой. Анод выполнен в виде беличьего колеса и представляет собой два стальных кольца, по образующим которых натянута вольфрамовая проволока диаметром 0,1—0,2 мм с шагом 6 мм. Катод изготовлен из вольфрамовой проволоки диаметром 0,5 мм, один конец катода заземлен. По периферии насоса натянута вольфрамовая проволока диаметром 1,5 мм, предназначенная для прогрева насоса при его обезгаживании. Испарители имеют форму шпилек и выполнены из титано-молибденовой проволоки диаметром 2 мм; запас титана в обоих испарителях составляет около 7 г. Скорость испарения составляет 5—15 мг/ч и контролируется по току и напряжению на испарителе. При поддержании постоянной мощности нагрева скорость испарения не меняется в течение сотен часов и сохраняется постоянной вплоть до использования 80% титана.

Химически активные газы поглощаются пленкой титана, непрерывно напыляемой на внутреннюю поверхность водоохлаждаемого корпуса насоса. Ионизация инертных газов и углеводородов осуществляется за счет их соударения с электронами, эмиттируемыми накаленным вольфрамовым катодом. «Прозрачная» для электронов анодная сетка, находящаяся под положительным потенциалом 1 000—1 200 в, увеличивает длину пробега электронов, а следовательно, и эффективность ионизации инертных газов и углеводородов.

Скорость откачки воздуха в диапазоне давлений  $10^{-6}$ — $10^{-7}$  мм рт. ст. для насоса ГИН-05 составляет 400 л/сек. Подключение небольшого паромасляного диффузионного насоса увеличивает скорость откачки на 25—30%. Характерно, что проведенный при этом масс-спектрометрический анализ остаточных газов показывает отсутствие в рабочем объеме следов рабочей жидкости или продуктов ее крекинга, что, по-видимому, объясняется термическим разложением паров рабочей жидкости в геттерно-ионном насосе с последующим поглощением продуктов разложения.

Средняя скорость откачки водорода свежееиспаренным титаном составляет 3—5 л/сек·см<sup>2</sup>, а его «емкость» для смеси газов, обычно присутствующих в системах, около  $10^{-2}$  л·мм рт. ст. Следовательно, по сути дела нет принципиальных ограничений по увеличению скорости откачки и срока службы насосов этого типа, так как

для этого требуется только увеличение активной поверхности насоса и запаса титана в нем.

Значительное увеличение запаса титана может быть получено при использовании в качестве испарителей титановых цилиндров, разогреваемых за счет лучистой энергии вольфрамовых подогревателей.

Разновидностью геттерно-ионных насосов является так называемый орбитрон (рис. 2-12). Источником электронов в этом насосе являются две вольфрамовые нити накала 1. По оси водоохлаждаемого заземленного корпуса 2, являющегося катодом, расположен анод 4 в виде вольфрамового стержня. На этом стержне укреплены цилиндры 3 и 5, изготовленные из титана. Между анодом 4 и заземленным корпусом 2 приложено высокое напряжение величиной до 10 кВ, в результате чего создается электрическое поле, которое захватывает эмиттируемые нитями накала электроны и заставляет их двигаться по эллиптическим орбитам. Вследствие большой длины свободного пробега электронов (достигающей нескольких сотен метров) электроны эффективно ионизируют молекулы остаточных газов и, обладая значительной энергией, бомбардируют титан, поддерживая его при температуре сублимации. Пленка титана, непрерывно напыляемая на водоохлаждаемый корпус насоса, адсорбирует активные газы, а инертные газы удаляются в результате ионной откачки.

Насос достаточно прост по конструкции и обладает постоянной скоростью откачки в диапазоне высокого вакуума, так как испарение титана определяется не концентрацией ионов, а регулируемой электронной эмиссией.

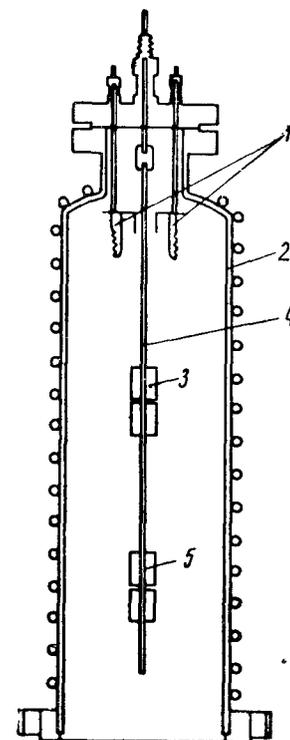


Рис. 2-12. Геттерно-ионный насос типа орбитрон

Недостатками геттерно-ионных насосов являются достаточно узкий диапазон, в котором скорость откачки не зависит от давления, а также высокая селективность при откачке смеси газов. Так, например, скорость откачки аргона примерно в 600 раз меньше скорости откачки водорода. Эта особенность насоса может быть полезно использована для определения течей до  $10^{-6}$  л·мк/сек за счет обдувания объекта проверки аргоном.

Недостатком геттерно-ионных насосов является также и то, что откачиваемые газы не удаляются из объема насоса, а остаются в связанном состоянии на его внутренних стенках. Наличие на стенках насоса газовых пленок создает условия для возникновения многочисленных объемных реакций, в результате которых ранее сорбированные газы в определенных условиях могут вновь выделяться и повышать давление в системе. На практике часто именно эти процессы определяют конечный вакуум геттерно-ионных насосов.

Основными компонентами остаточных газов являются водород, метан и аргон. Замена титана хромом позволяет снизить давление аргона. Комбинированное испарение титана и хрома дает возможность получить более низкие давления, чем при испарении каждого из них в отдельности.

Предельный вакуум, создаваемый с помощью геттерно-ионных насосов, может быть значительно улучшен, если проводить напыление титана на поверхность, имеющую температуру жидкого азота. Такого рода насосы, называемые азотитами, обладают удельной сорбцией, примерно в 5 раз выше, чем сорбция титаном, нанесенным на поверхность, находящуюся при комнатной температуре. Откачка азотитами по сравнению с сорбцией титаном на тепловой поверхности не приводит к выделению в объем посторонних газов, например метана. Предельный вакуум, получаемый с помощью азотитов, достигает  $2 \cdot 10^{-10}$  мм рт. ст. Параметром, ограничивающим применение насоса в области высоких давлений, является количество молекул титана, испаряемого в единицу времени. Когда оно менее чем в 10 раз превышает количество поступающих в объем молекул водорода, давление в объеме быстро возрастает — азотит «захлебывается».

Низкая испаряемость титана требует применения мощных высокотемпературных испарителей. Использо-

вание таких испарителей в насосах с глубоким охлаждением напыляемой пленки приводит к сильному увеличению расхода жидкого азота. Кроме того, титан дорог; в связи с этим были предприняты попытки отыскания недорогих рабочих веществ для насосов с сорбционной активностью, близкой к титану, но с более низкой температурой испарения. Исследования показали, что высокой сорбционной активностью по отношению к остаточным газам и в том числе к водороду обладают напыленные пленки церия, лантана, молибдена и нержавеющей стали.

Было установлено, что сорбционные свойства пленок молибдена и нержавеющей стали при температуре  $-196^\circ\text{C}$  практически близки к сорбционным свойствам иодидного титана. Вместе с тем оба эти металла легкодоступны и имеют значительно меньшую стоимость по сравнению с титаном, что делает их перспективными для использования в охлаждаемых геттерно-ионных насосах. Кроме того, нержавеющая сталь имеет более низкую температуру начала заметного испарения и требует меньшей мощности для испарения, чем титан. Для повышения сорбционной емкости пленок при обычных температурах нержавеющая сталь может применяться совместно с небольшим количеством иодидного или технического титана (около 10%). Пленки (налеты), получающиеся в результате распыления материала, из которого изготовлена вакуумная установка, при конденсации на охлаждаемых поверхностях также могут понижать давление в откачиваемом объеме.

#### Магнитно-электроразрядные насосы с холодными катодами

В магнитно-электроразрядных насосах используется откачивающее действие газового разряда в магнитном поле (разряд Пеннинга).

Простейший магнитно-электроразрядный насос (рис. 2-13) состоит из двух плоских катодных пластин 1, изготовленных из технического титана. Между катодными пластинами расположен анод 2 в виде кольца или рамки. Корпус насоса изготовлен из нержавеющей немагнитной стали и помещен между полюсами постоянного магнита с напряженностью поля в несколько сотен эрстед. Между катодами и анодом прикладывается на-

пряжение от нескольких сотен до нескольких тысяч вольт.

В результате совместных действий электрического и магнитного полей между электродами возникает самостоятельный электрический разряд, который не прекращается даже при очень низких давлениях. Образующиеся

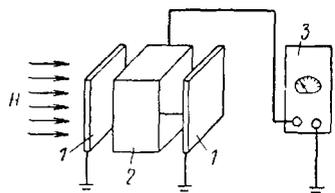


Рис. 2-13. Простейший магнитно-электроразрядный насос. 1 — катоды, 2 — анод, 3 — блок питания

в разрядном промежутке положительные ионы, ударяясь о катодные пластины, вызывают распыление материала последних. Частицы катодного материала (которым чаще всего является титан), оседая на поверхности анода и стенках насоса, образуют слой активного металла, который поглощает возникающие при разряде

возбужденные и ионизованные молекулы и атомы остаточных газов. Инертные газы и метан поглощаются путем внедрения ионов в поверхность катодных пластин, а также за счет адсорбции их распыляемыми слоями катодного материала.

При постоянном анодном напряжении и напряженности магнитного поля, а также одинаковой геометрии электродов разрядный ток насоса представляет собой линейную функцию давления. Таким образом, по величине разрядного тока можно судить о степени достигнутого разрежения.

На рис. 2-14 показана зависимость скорости откачки и производительности магнитно-электроразрядного насоса от давления в откачиваемом объеме. Как видно из приведенных кривых, скорость откачки насоса практически постоянна в диапазоне давлений от  $5 \cdot 10^{-8}$  до  $5 \cdot 10^{-6}$  мм рт. ст., снижаясь как при уменьшении, так и при увеличении давления. Так, например, при давлении  $10^{-4}$  мм рт. ст. скорость откачки составляет 40% от номинальной, а при давлении  $10^{-3}$  мм рт. ст. снижается до нескольких процентов. Производительность насоса увеличивается с ростом давления и имеет максимум при давлении  $7 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст. Рост производительности насоса с давлением связан с тем, что число сорбированных молекул (т. е. масса откачиваемого газа) зависит от интенсивности ионизации и скорости распыления ти-

тана, которые в свою очередь непосредственно связаны с разрядным током, имеющим максимальное значение при давлении, близком к  $10^{-3}$  мм рт. ст.

Ниже приводится относительная быстрота действия насоса по различным газам.

Газы	Быстрота действия, %
Водород . . . . .	250—300
Метан . . . . .	270
Дейтерий . . . . .	210
Аммиак . . . . .	170
Этиловый эфир . . . . .	135
Пары воды . . . . .	130
Воздух . . . . .	100
Азот . . . . .	98
Оксись углерода . . . . .	86
Двуокись углерода . . . . .	82
Кислород . . . . .	55
Гелий . . . . .	11—20
Аргон . . . . .	4

Селективность насоса при откачке различных газов может быть использована для отыскания течей в откачиваемой системе путем обдувания ее снаружи инертным газом. Проникновение в откачиваемую систему



Рис. 2-14. Зависимость скорости откачки (1) и производительности (2) магнитно-электроразрядного насоса от давления.

инертного газа сразу же вызывает всплеск разрядного тока, и таким образом насос одновременно является достаточно чувствительным теческательем.

Быстрота действия насоса зависит от площади катодных пластин и количества элементарных ячеек, из которых состоит анод. В США, Англии, ФРГ, Франции, Японии и ряде других стран налажен серийный выпуск насосов этого типа с быстротой действия 0,2; 1; 5; 8; 15; 36; 75; 125; 280; 400 л/сек и малыми сериями 1 000; 2 400; 5 000 и 10 000 л/сек. В Советском Союзе выпускаются насосы с быстротой действия 0,2; 8; 30; 100; 300 и

Таблица 2-2

Марка насоса	Быстрота откачки воздуха, л/сек	Вес насоса, кг	Размеры, мм	Диаметр входного патрубка, мм	Блок питания		
					Обозначение	Вес, кг	Размеры, мм
НЭМ-02-1	0,2	0,225	38×43×100	10	БПНЭМ-02	2,5	150×150×200
НЭМ-30-2	30	15	∅160×320	100	БПНЭМ-30	18	230×250×470
НЭМ-100-2	100	46	195×260×370	100	УБПНЭМ-16-1	21	230×350×470
НЭМ-300-1	300	140	380×425×575	160	БПНЭМ-300	40	350×350×530

1 000 л/сек, а также агрегаты безмасляной откачки на основе магнитных электроразрядных насосов с быстротой действия 30, 100 и 300 л/сек.

Основные данные отечественных магнитно-электроразрядных насосов приведены в табл. 2-2.

Внешний вид электродной системы, применяемой в серийных отечественных насосах, показан на рис. 2-15. Каждая элементарная анодная ячейка имеет размер  $20 \times 20 \times 15$  мм. Анодное напряжение — 7 кв, напряженность магнитного поля 700 э. Быстрота откачки каждой элементарной ячейки составляет 0,3 л/сек. В качестве материала катодных пластин используется титан, который обладает хорошей распыляемостью в сочетании с большой сорбционной способностью. Для анодов применяется нержавеющая сталь или титан. Из нержавеющей стали изготавливается также корпус насоса, поскольку он должен быть немагнитным. Использование сравнительно легких окисно-бариевых магнитов (марки 2БА) позволяет получать весовую характеристику 0,5 кг/л/сек.

Рис. 2-15. Типичный вид электроразрядной системы отечественных магнитно-электроразрядных насосов.

1 — катоды; 2 — аноды

На рис. 2-16 показано устройство насосов НЭМ-100-2 и НЭМ-300-1. Электродные системы насосов размещены в четырех карманах, которыми снабжен корпус каждого насоса. В зазорах между

карманами помещены постоянные магниты. Электродные системы разделены электрически на две группы, каждая из которых питается через свой высоковольтный ввод, что позволяет в случае необходимости отключать ту или иную электродную группу.

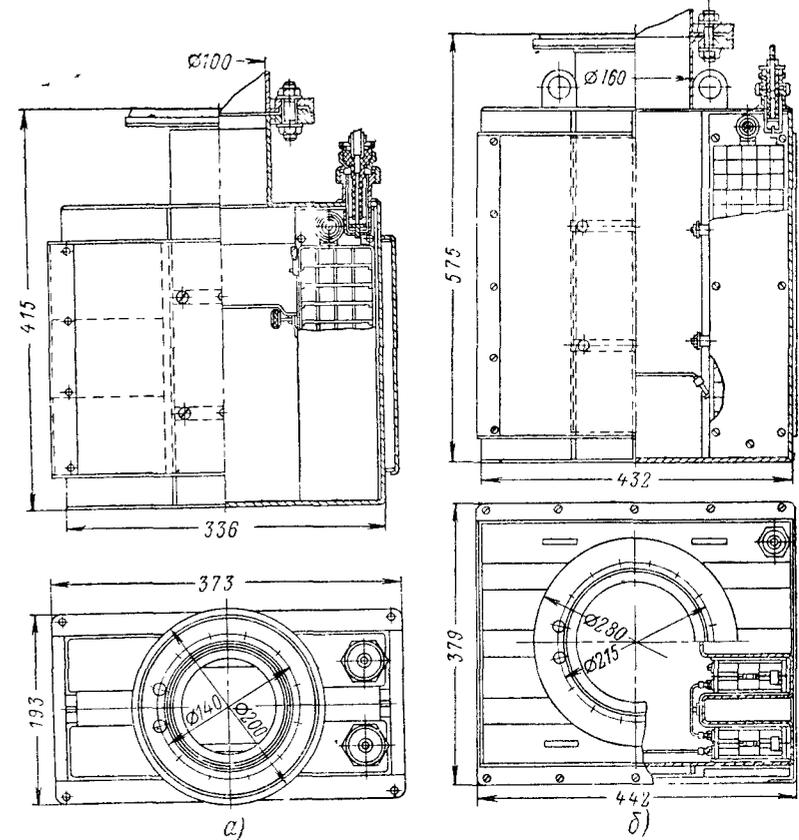


Рис. 2-16. Схематическое изображение конструкций отечественных магнитно-электроразрядных насосов.

а — НЭМ-100-2; б — НЭМ-300-1.

Наметились некоторые конструктивные пути увеличения быстроты действия электроразрядных насосов путем изменения формы катода. Так, например, если катод сделать не плоским, а выпуклым, наварив на его поверхность спираль Архимеда, то поверхность испарения

увеличивается примерно в 2,5 раза, а скорость откачки возрастает на 30%. Еще большее увеличение скорости откачки получается при замене катодных пластин из чистого титана пластинами из цирконий-ниобий-танталового сплава. При тех же размерах насоса применение этого сплава в сочетании с пластинами, имеющими форму спирали Архимеда, дает примерно двойное увеличение скорости откачки. Следует отметить, что использование «бороздчатых» или «щелевых» катодов увеличивает также скорость откачки инертных газов, которые в основном поглощаются в промежутках между активными зонами катода. Ионы инертных газов, попадая в щели, адсорбируются в них, поэтому скорость откачки инертных газов «щелевыми» катодами примерно в 5 раз больше скорости откачки при гладком катоде.

Эффективным способом увеличения скорости откачки насоса по инертным газам является также использование трехэлектродной системы, в которую, помимо катода и анода, имеющих ячеистую структуру, вводится еще коллектор, потенциал которого имеет промежуточное значение между потенциалом анода и катода. В таком насосе, как и в насосе диодного типа, разряд возникает между анодом и расположенными по обе стороны от него катодами. Образующиеся в разрядном промежутке положительные ионы под влиянием электрического поля движутся к катодам, при этом одна часть ионов, ударяющихся о поверхность ячеек катода, вызывает распыление титана. Вторая часть ионов пролетает через ячейки. Однако энергия этих ионов недостаточна, чтобы вызвать распыление материала коллектора. Вместе с тем значительная часть распыленного материала катода, пролетая сквозь катодные ячейки, оседает на коллекторе, «замуровывая» приходящие туда медленные ионы. Таким образом, возникает значительная часть нераспыляемой поверхности, в которую внедряются ионы, что значительно улучшает условия откачки. Так, например, быстрота откачки элементарной анодной ячейки триодного типа по сравнению с аналогичной ячейкой диодного типа по азоту возрастает в 4 раза, а по аргону — более чем в 10 раз.

Кроме того, введение коллекторного электрода устраняет часто наблюдаемое в магнитно-электроразрядных насосах диодного типа явление периодического колебания разрядного тока и давления в диапазоне  $10^{-4}$ —

$10^{-5}$  мм рт. ст., связанное с нестабильностью процесса поглощения аргона.

Хотя насосы триодного типа решают проблему откачки инертных газов и одновременно устраняют «аргонную нестабильность», однако они по ряду причин не получили широкого применения. Введение третьего электрода значительно усложняет конструкцию насоса и пульта питания. Кроме того, в этом случае ухудшается использование магнитного поля из-за увеличения зазора между полюсами магнитов, так как ширина насоса в результате введения третьего электрода значительно возрастает.

Для упрощения конструкции насосов в последние годы были разработаны осесимметричные насосы со съемными магнитами. Эти насосы более просты и компактны, а токоввод у них защищен от поломки при случайных ударах. Без магнита теплоемкость насоса мала, что позволяет быстро нагревать его для обезгаживания до температуры  $400$ — $450^{\circ}\text{C}$ . Насос имеет малый собственный объем и присоединяется к откачиваемому объему через отверстие большого поперечного сечения.

На рис. 2-17 изображен осесимметричный насос с радиальным магнитным полем, обладающий скоростью откачки  $100$  л/сек. Магнит 1 имеет Ш-образную форму и снабжен наконечниками из мягкого железа. Корпус 2 изготовлен из нержавеющей стали. Катоды 3 изготовлены из листового рифленого титана. Анодная система 4 имеет сотовую конструкцию и изготавливается либо из немагнитной нержавеющей стали, либо из титана. Внешний токоввод 5 имеет уплотнение по типу автомобильных свечей.

Как уже отмечалось ранее, характерной особенностью магнитно-электроразрядных насосов является то, что при увеличении или уменьшении давления разрядный ток, а следовательно, и количество распыляемого

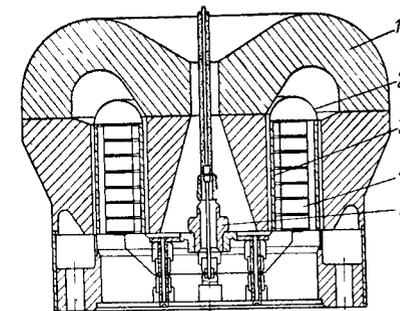


Рис. 2-17. Осесимметричная конструкция магнитно-электроразрядного насоса.

титана соответственно увеличиваются или уменьшаются. Таким образом, насос сам регулирует распыление титана, что позволяет экономно расходовать его запас в широком диапазоне давлений от  $10^{-2}$  до  $10^{-9}$  мм рт. ст. Насос имеет высокую скорость откачки при низких давлениях. В нем нет нагретых деталей, и он не боится аварийного прорыва атмосферы. Использование сильного магнитного поля повышает эффективность ионизации по сравнению с обычной трехэлектродной системой. Насос вибропрочен, не чувствителен к ударам и толчкам и обеспечивает высокую чистоту создаваемого вакуума при большом сроке службы (до 10 000 ч при давлении  $10^{-6}$  мм рт. ст.).

Перед запуском насоса в откачиваемой системе и в самом насосе необходимо создать предварительное разрежение  $10^{-2}$ — $10^{-3}$  мм рт. ст. Начальное давление (давление запуска) определяется в первую очередь значением разрядного тока, допустимого для данной конструкции насоса. Слишком большой ток вызывает разогрев электродов, усиленное газовыделение из них и, как следствие, уменьшение скорости откачки. Характерной особенностью насоса является то, что в начальный период возникающий в насосе разряд отнюдь не ограничивается объемом самого насоса, а распространяется почти на всю откачиваемую систему. При этом в результате ионной бомбардировки со стенок откачиваемого объема выделяется значительное количество ранее поглощенных газов и паров, которые создают дополнительную нагрузку на насос, и без того работающий в пусковой период с низкой производительностью.

Основным компонентом газовой выделенной в пусковой период являются пары воды, которые довольно медленно выделяются с различных элементов самого насоса и вакуумной системы. По мере увеличения срока службы в результате образования губчатой структуры осадков катодного материала на анодах насос становится все более чувствительным к водяным парам, вследствие чего воздействие на электроды насоса атмосферного воздуха приводит к увеличению пускового периода.

При использовании для предварительной откачки механических масляных насосов внутри магнитно-электроразрядного насоса могут постепенно скапливаться углеводороды. Когда электроды насоса имеют температуру, близкую к комнатной, углеводороды, имеющие

низкое давление паров, не оказывают существенного влияния на процесс откачки. Однако в период пуска возрастание температуры насоса увеличивает давление паров углеводородов, которые могут при этом проникать в откачиваемый объем.

Характер изменения мощности высоковольтного источника питания магнитно-электроразрядного насоса в зависимости от протекающего через него разрядного тока представлен на рис. 2-18. Начальный (пусковой) период работы насоса соответствует правой ветви кривой изменения мощности. По мере роста сопротивления разрядного промежутка разрядный ток уменьшается, а напряжение на электродах насоса возрастает. При разрядном токе, составляющем около 70% от тока короткого замыкания, кривая изменения мощности имеет характерный пик, при котором в разрядном промежутке выделяется максимальное количество тепла. В малых откачных системах давление обычно падает настолько быстро, что преодоление пика мощности не вызывает затруднения. Однако в больших откачных системах газовой выделение может быть столь значительным, что могут возникнуть затруднения в переходе через пик кривой изменения мощности.

Следует отметить, что присутствие водяных паров и углеводородов оказывает отрицательное действие на работу насоса не только в пусковой период, но часто является основной причиной медленной откачки системы, когда для получения давления  $10^{-8}$  мм рт. ст. требуются десятки часов.

Как показывает опыт эксплуатации, хорошо промытый, обезжиренный, но не прогретый насос может обеспечить предельное разрежение  $10^{-7}$ — $10^{-8}$  мм рт. ст. Если насос был наполнен воздухом, то необходимо не-

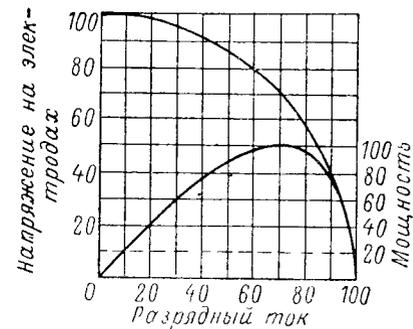


Рис. 2-18. Вольт-амперная характеристика и кривая изменения мощности высоковольтного источника питания магнитно-электроразрядного насоса.

сколько дней для того, чтобы получить разрежение  $10^{-8}$  мм рт. ст.; для дальнейшего понижения давления требуются недели. Дело в том, что быстрота действия насоса связана с количеством электронов, получающихся в процессе ионизации остаточных газов и эмиссии с катодов. Эмиссия же в свою очередь зависит от состояния поверхности катода. Наличие на поверхности катода пленки химически связанных газов резко снижает эмиссионные свойства катода. При бомбардировке катодов заряженными частицами этот слой постепенно удаляется, и ток эмиссии достигает своего номинального значения. Однако для этого требуется очень длительное время, которое может быть значительно сокращено путем прогрева как насоса, так и откачиваемого объема до температуры  $400\text{--}450^\circ\text{C}$ .

Насос очень чувствителен к попаданию паров масел, используемых в механических и пароструйных насосах. Поэтому лучше всего для предварительной откачки применять угольные или цеолитовые адсорбционные насосы, охлаждаемые жидким азотом. Наименьшее предельное разрежение получается при последовательном включении двух магнитно-электроразрядных насосов и их длительном прогреве. Существенную роль при этом играет так называемая «аргонная обработка», заключающаяся в том, что в предварительно откаченный до  $10^{-4}$  мм рт. ст. и нагретый до  $200^\circ\text{C}$  насос выпускается аргон. Через 24 ч после обработки аргоном давление в насосе снижается до  $10^{-10}$  мм рт. ст. и продолжает медленно понижаться, достигая через несколько недель своего предельного значения  $10^{-11}$  мм рт. ст. Следует иметь в виду, что аргонная обработка полезна также для увеличения быстроты откачки насоса в диапазоне давлений  $10^{-8}\text{--}10^{-9}$  мм рт. ст., который обычно определяет нижний предел работы магнитно-электроразрядных насосов при их промышленном применении.

### Адсорбционные насосы

Принцип действия адсорбционных насосов основан на эффекте физической адсорбции газа развитой поверхностью адсорбента. Эффект адсорбции может быть значительно увеличен путем понижения температуры адсорбента. Если для этого использовать жидкий азот, то адсорбент поглощает атмосферный воздух и осталь-

ные газы, имеющие точку конденсации выше, чем у азота. Если в качестве охлаждающего агента применить жидкий водород, то адсорбционный насос может быть использован для откачки газообразного водорода. Адсорбционные насосы с успехом применяются в качестве насосов предварительного разрежения при необходимости осуществления безмасляной откачки, при этом

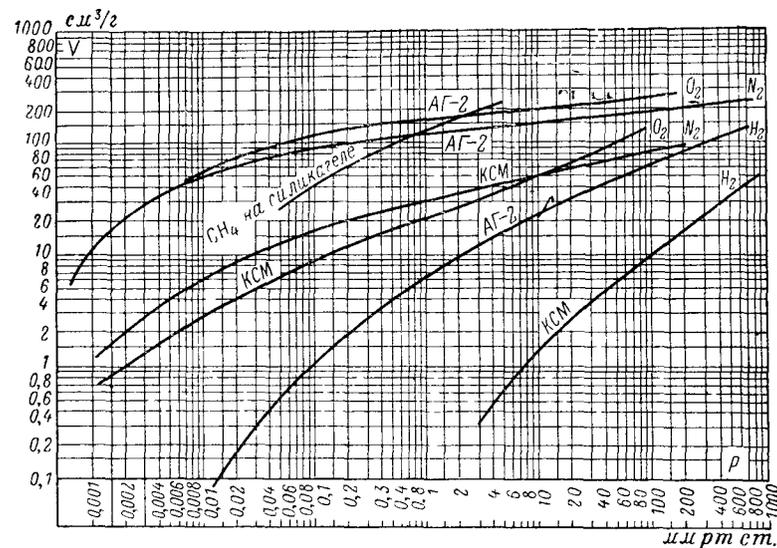


Рис. 2-19. Изотермы адсорбции водорода, азота, кислорода и метана при  $80^\circ\text{K}$  на угле АГ-2 и силикагеле КСМ.

существенно улучшаются условия труда, так как устраняются шум и вибрации.

Как уже указывалось, работа высоковакуумных адсорбционных насосов основана на свойстве адсорбентов поглощать при охлаждении значительное количество газов при малом равновесном давлении над ними. Предельный вакуум адсорбционных насосов прежде всего зависит от сорбционной емкости употребляемых сорбентов, которые определяются изотермами адсорбции в рабочем диапазоне температур.

На рис. 2-19 приведены изотермы адсорбции водорода, азота, кислорода и метана при температуре  $80^\circ\text{K}$  на угле АГ-2 и силикагеле КСМ.

Нижняя кривая на рис. 2-20 показывает зависимость количества адсорбированного газа над углем, охлажденным до температуры жидкого азота (80° К) от равновесного давления. Характерно, что в области малых давлений (от  $10^{-7}$  до  $10^{-5}$  мм рт. ст.) равновесное давление устанавливается очень медленно (больше суток), при этом совсем незначительное увеличение количества адсорбированного газа вызывает сильное увеличение равновесного давления. При более высоких давлениях (начиная с  $10^{-4}$  мм рт. ст.) характер процесса изменяется: равновесное давление устанавливается довольно быстро, и увеличение количества адсорбированного газа не вызывает столь

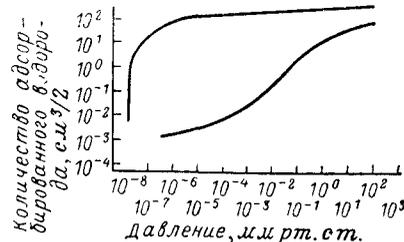


Рис. 2-20. Зависимость количества адсорбированного водорода над активированным углем, охлажденным до 80° К (нижняя кривая) и до 20,4° К (верхняя кривая), от равновесного давления.

значительного изменения равновесного давления.

Максимальная адсорбция водорода у охлажденного до температуры 80° К угля наблюдается в диапазоне давлений  $10^{-8}$ — $10^{-1}$  мм рт. ст. и далее растет незначительно. Это позволяет успешно использовать угольный насос для получения форвакуумных давлений при откачке водорода.

Верхняя кривая на рис. 2-20 показывает зависимость количества адсорбированного газа над углем, охлажденным до температуры кипения жидкого водорода (20,4° К) от равновесного давления. Как видно из этой кривой, количество адсорбированного газа в широ-

ком интервале давлений практически неизменно.

Кроме активированного угля и силикагелей, в качестве сорбента в адсорбционных насосах все чаще применяют цеолиты. Это объясняется тем, что воздух поглощается цеолитом (5А, 10Х, 13Х) лучше, чем другими пористыми сорбентами. Природные цеолиты представляют собой алюмосиликаты натрия, кальция и бария. Обычно это кристаллическое вещество типа  $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{nSiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . После прогрева цеолита кристаллическая вода удаляется без существенного изменения кристаллической структуры, благодаря чему во много раз увеличивается пористость материала. Следует отметить, что цеолиты обладают большим постоянством и воспроизводимостью сорбционных свойств, причем каждый вид цеолита обладает порами одинакового диаметра. Благодаря этому цеолиты имеют селективный характер поглощения молекул различных газов и получили название молекулярных сит. Размеры пор у различных видов цеолитов лежат в пределах от 4 до 10 Å (в то время как у активированного угля они достигают 50 Å).

Сорбционные емкости цеолита 5А при температуре жидкого азота для различных газов приведены в табл. 2-3.

Зная сорбционную емкость адсорбента и газовые нагрузки при откачке, можно, задаваясь сроком непрерывной службы насоса, приближенно определить необходимое количество адсорбента при проектировании насоса.

Равновесное давление, мм рт. ст.	Сорбционная емкость цеолита, см <sup>3</sup> /г			
	Азот	Кислород	Аргон	Водород
$5 \cdot 10^{-5}$	—	1	0,06	0,014
$1 \cdot 10^{-4}$	4	1,5	0,13	0,030
$5 \cdot 10^{-4}$	15	4,2	0,9	0,05
$1 \cdot 10^{-3}$	37	8	3,0	0,06
$1 \cdot 10^{-2}$	102	80	30	0,32

Одна из типичных конструкций разборного адсорбционного насоса, использующая охлажденный жидким азотом активированный уголь, показана на рис. 2-21. Откачивающим элементом насоса является цилиндрическая полость 1, внутри которой находится слой угля 2, помещенный между двумя сетками. Установлено, что оптимальное отношение входного диаметра цилиндрической полости к ее длине должно сохраняться приблизительно 1:3. Снаружи эта полость охлаждается жидким азотом 3. В стационарных условиях расход азота составляет 0,3—0,4 л/ч (при скорости откачки около 500 л/сек), а так как емкость сосуда, в который он заливается достигает нескольких литров, то практически эти насосы могут работать длительное время без долива жидкого азота. Входное отверстие рабочей полости насоса закрыто охлаждаемым жалюзийным экраном 4, что дает возможность поддерживать температуру угля на открытом конце цилиндрической полости до температуры, близкой к температуре жидкого азота, предотвращая нагрев угля за счет излучения теплых стенок наружной оболочки насоса.

Кроме того, для уменьшения расхода жидкого азота за счет излучения со стенок корпуса насоса используется полированный алюминиевый экран 5. Внутри откачивающей полости на изоляторах помещен ленточный нагреватель 6, предназначенный для радиационного прогрева угля с целью его регенерации. Для прогрева корпуса насоса с целью его обезгаживания используются спиральные нагреватели 7 из нихромовой проволоки, заключенной в стекловолокно. В нижней части насоса расположен патрубок 8, предназначенный для откачки рабочей полости до форвакуумного давления, которое необходимо для регенерации угля.

В начальный период рабочий объем установки и адсорбционный насос предварительно откачиваются вращательным насосом и только после этого в адсорбционный насос заливается жидкий азот. При этом в течение нескольких минут давление в откачиваемом объеме быстро падает до  $10^{-6}$  мм рт. ст., причем создаваемый насосом предельный вакуум может быть еще ниже, однако по мере возрастания количества поглощенного углем газа предельный вакуум постепенно ухудшается. Следует иметь в виду, что адсорбционный насос, охлаждаемый жидким азотом, плохо откачивает неадсорбирующиеся газы (водород, неон, гелий). В том случае, когда при работе вакуумной системы выделяются эти газы, необходимо дополнительно использовать вспомогательный пароструйный насос с небольшой скоростью откачки.

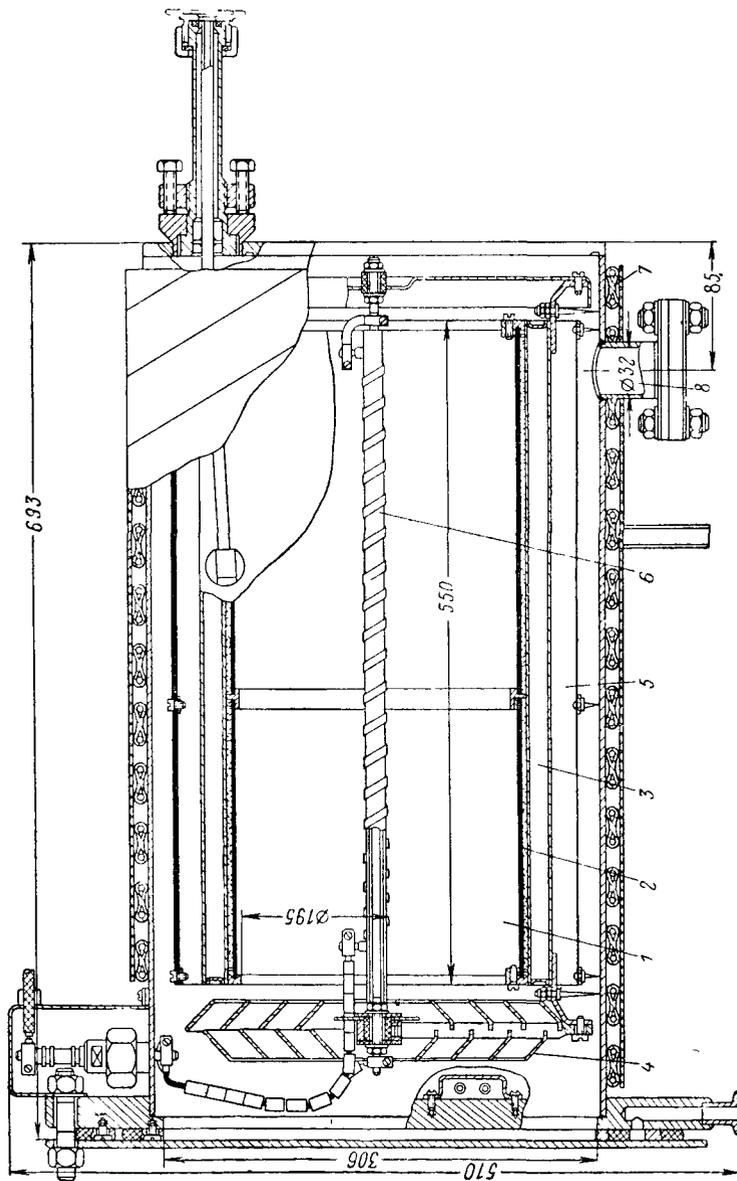


Рис. 2-21. Схематическое устройство адсорбционного насоса.

Характерно, что адсорбционный насос одновременно является течейскателлем. Когда в вакуумную систему, которая откачивается только одним адсорбционным насосом, извне попадает водород, неон или гелий, то стрелка вакуумметра резко отклоняется. Это позволяет искать течи путем обдувания пробным газом подозреваемых в негерметичности мест установки.

Теоретически быстрота действия адсорбционного насоса по воздуху равна  $11,7 S, л/сек$  ( $S$  — площадь входного отверстия открытого конца цилиндрической полости,  $см^2$ ). Практически быстрота действия насоса меньше этой величины, что объясняется тем, что не все молекулы остаточных газов поглощаются углем, а часть из них отражается сеткой, поддерживающей уголь. Быстрота действия адсорбционного насоса может достигать нескольких сотен литров в секунду и возрастает с ростом давления в откачиваемой системе.

Начальное давление адсорбционного насоса по сути дела ничем не ограничивается, и он может начать свою работу с атмосферного давления. Однако при этом поры адсорбента быстро заполняются влажным воздухом, и, поглотив определенное количество газов, насос достигает насыщения и прекращает свою работу, обеспечивая сравнительно невысокое разрежение в откачиваемом объеме, поскольку равновесное давление газов над адсорбентом зависит от количества поглощенного им газа.

Для того чтобы повысить предельный вакуум адсорбционного насоса, удаление основной массы воздуха из больших объемов желательнее производить водоструйным насосом, обеспечив с его помощью предварительное разрежение около  $40 мм рт. ст.$  (во избежание миграции паров воды в разрежаемый объем откачивать его до давлений, близких к предельному давлению водоструйного насоса, не рекомендуется). При последовательной откачке разрежаемого объема несколькими адсорбционными насосами удается получить предельное разрежение  $10^{-6} мм рт. ст.$  и ниже. При этом следует иметь в виду, что если вышеуказанные сорбенты жадно поглощают основные компоненты воздуха и водяной пар, то инертные газы поглощаются им значительно хуже. В связи с этим относительное содержание инертных газов (в особенности аргона) в объеме, откачиваемом цеолитовым насосом, заметно повышается. Что касается водорода и гелия (имеющих очень низкую точку кипения), то охлаждаемый жидким азотом адсорбционный насос их вообще не поглощает.

Поскольку цеолитовые и угольные насосы обладают ограниченной сорбированной емкостью, то по мере того, как наступает насыщение, они должны быть отключены от вакуумной системы, после чего сорбент может быть подвергнут регенерации. Чтобы при этом не нарушать непрерывность процесса откачки, обычно пользуются не одним, а двумя или даже большим числом адсорбционных насосов. Когда один из них проходит регенерационный цикл, другой насос подключается к откачиваемому объему.

Регенерация насоса начинается с того, что прекращается охлаждение сорбента. При этом сорбент, постепенно нагреваясь до комнатной температуры, начинает интенсивно выделять ранее поглощенные им газы. Для того чтобы в сосуде с сорбентом не создалось опасное избыточное давление, он сообщается с атмосферой с помощью крана или автоматически срабатывающего предохранительного клапана. Однако при комнатной температуре не происходит полной регенерации сорбента, так как при этом он не только не

отдает ранее поглощенные пары воды, но сам жадно поглощает пары, содержащиеся в атмосферном воздухе. Для освобождения пор цеолита от влаги его необходимо 1—2 ч прокалить при температуре 350—560°С с одновременной откачкой. Для регенерации угля достаточно прогреть его до температуры 100—150°С при непрерывной форвакуумной откачке. После окончания регенерационного цикла насос может быть вновь использован для откачки вакуумной системы.

Основным достоинством адсорбционных насосов является простота устройства и отсутствие загрязнения откачиваемого объема парами или продуктами разложения рабочей жидкости, однако они требуют непрерывного охлаждения до низких температур.

За последние годы в Советском Союзе разработана серия цеолитовых вакуумных агрегатов непрерывного действия.

Агрегаты ЦВА-01-1 и ЦВА-1-1 предназначены для откачки воздуха из объемов соответственно до 10 и 100 л от атмосферного давления до  $10^{-2}$  мм рт. ст. Агрегаты ЦВА-01-2 и ЦВА-1-2 предназначены для откачки тех же объемов от атмосферного давления до  $10^{-4}$  мм рт. ст. В этих двух последних агрегатах для предварительной откачки используется водоструйный насос ВВН-2-1. В том случае, если в системе достаточно получить давление  $10^{-2}$  мм рт. ст. откачка производится цеолитовыми насосами без использования водоструйного насоса.

Основные данные цеолитовых вакуумных агрегатов (при откачке воздуха) приведены в табл. 2-4.

Таблица 2-4

Данные	Откачиваемый объем 10 л; начальное давление 760 мм рт. ст.			
	ЦВА-01-1	ЦВА-01-2	ЦВА-1-1	ЦВА-1-2
Предельный вакуум, мм рт. ст.	$10^{-2}$	$10^{-4}$	$10^{-2}$	$10^{-4}$
Время откачки до предельного вакуума, ч	1	1	1	2
Расход жидкого азота:				
первоначальный, см <sup>3</sup>	1300	1300	6000	6000
установившийся, см <sup>3</sup> /ч	Не более 200	Не более 200	Не более 250	Не более 250

### Конденсационные (криогенные) насосы

Принцип действия конденсационного насоса основан на эффекте связывания газообразных веществ в результате их конденсации на сильно развитой поверхности, охлажденной до очень низкой температуры.

На рис. 2-22 показаны кривые, характеризующие давление насыщенных паров основных содержащихся в воздухе газовых компонентов при криогенных температурах. Как видно из рисунка, при температуре кипения водорода (20,4°К) конденсируются основные газовые компоненты, входящие в состав атмосферного воздуха (азот, кислород, аргон и окись углерода). Однако, помимо них,

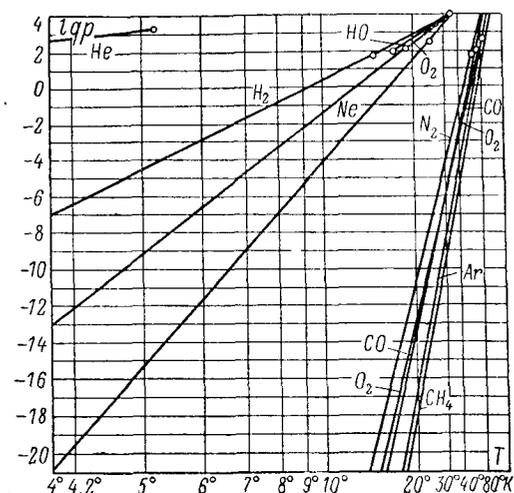


Рис. 2-22. Давление насыщенных паров основных компонентов воздуха при криогенных температурах.

в воздухе содержится около 0,01% водорода, 0,00046% гелия и 0,0016% неона. Эти газы не конденсируются при температуре кипения водорода, и их парциальное давление, составляющее около  $10^{-2}$  мм рт. ст., определит предельный вакуум водородного конденсационного насоса в том случае, если он будет откачивать рабочий объем с атмосферного давления.

Для того чтобы снизить парциальное давление неконденсирующихся газов, рабочий объем обычно откачивают до давления  $10^{-6}$  мм рт. ст. с помощью паромасляного насоса. Поскольку полное давление при этом понижается примерно на девять порядков, то соответственно в таком же соотношении снижается парциальное давление неконденсирующихся газов, в результате чего с помощью водородного насоса удается получить предельное разрежение  $10^{-9}$  мм рт. ст.

Криогенные насосы по конструкции очень просты, и основная сложность при их эксплуатации заключается в получении низких температур. Основными элементами насоса являются рабочая поверхность (конденсатор), охлажденная до низких температур вплоть до  $4,2^{\circ}\text{K}$  и ниже при использовании

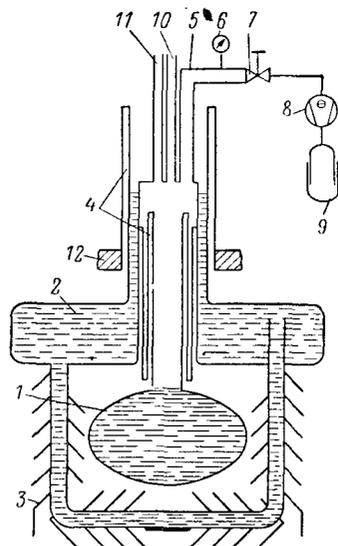


Рис. 2-23. Схематическое устройство криогенного насоса заливного типа.

1 — резервуар с гелием; 2 — резервуар с азотом; 3 — жалюзи для защиты от теплового излучения от стенок насоса; 4 — тепловой мост; 5 — трубопровод для откачки гелия; 6 — моновакуумметр; 7 — дроссель; 8 — вращательный насос; 9 — расходомер газа; 10 — трубка для подсоединения указателя уровня гелия; 11 — трубка для заливки жидкого гелия; 12 — фланец насоса.

конденсаторе, что обеспечивает более экономичное расходование хладагента.

3. Насосы на базе газовых холодильных машин. Здесь рабочей частью насоса является непосредственно развитая холодная поверхность головки холодильной машины. Насосы этого типа являются наиболее компактными по габаритам.

4. Насосы с автономными ожижителями. Здесь жид-

кий хладагент прямо из ожижителя подается в конденсатор. По этому типу проектируются насосы на большую быстроту действия.

На рис. 2-23 приведена схема гелиевого конденсационного насоса заливного типа, имеющего быстроту действия  $2900 \text{ л/сек}$  по воздуху. Этот насос представляет собой самостоятельный агрегат, присоединяемый к откачиваемому объему при помощи фланца 12. Основным рабочим элементом насоса является эллипсоидальный сосуд 1, изготовленный из листовой меди толщиной  $0,5 \text{ мм}$ , в который через трубку 11 заливается жидкий гелий. Для уменьшения расхода жидкого гелия предусмотрен медный полированный экран 3 шевронного типа. Экран припаян к трубке с жидким азотом, который поступает из сосуда 2, расположенного над гелиевым сосудом. Гелиевый и азотный сосуды подвешены на тонкостенных трубках, являющихся одновременно тепловыми мостами между теплыми стенками и холодными частями насоса. Описанный насос при работе «на себя» создает разрежение порядка  $10^{-9} \text{ мм рт. ст.}$

Как видно из кривых, приведенных на рис. 2-22, при температуре кипящего (при атмосферном давлении) гелия ( $4,1^{\circ}\text{K}$ ) конденсируется даже водород. Однако поскольку давление насыщенного пара водорода при этой температуре достаточно велико ( $3,5 \cdot 10^{-7} \text{ мм рт. ст.}$ ), а сам газообразный гелий вообще не конденсируется, поэтому необходим дополнительный высоковакуумный насос для предварительного снижения парциальных давлений водорода и гелия и дальнейшего поддержания их на низком уровне.

Для снижения давления насыщенного пара водорода иногда применяют гелий, кипящий не при атмосферном давлении, а под откачкой. В вышеописанном насосе откачка осуществляется вращательным насосом 8 через вентиль 7. При откачке жидкого гелия и снижения его температуры до  $2,8^{\circ}\text{K}$  давление насыщенного пара водорода составляет  $2 \cdot 10^{-12} \text{ мм рт. ст.}$

На рис. 2-24 приведена принципиальная схема криогенного насоса, откачивающий элемент (конденсатор) которого охлаждается парами испаренного гелия. Откачивающий элемент выполнен в форме двух змеевиков, установленных на стандартном фланце. Реципиент 9 через вакуумный кран 10 предварительно откачивается с помощью вспомогательной вакуумной системы, обла-

дающей сравнительно небольшой скоростью откачки. Во время предварительной откачки одновременно удаляется основная масса водорода, неона и гелия.

Охлаждение конденсационной поверхности осуществляется за счет прокачки жидкого гелия через конденсатор 7, выполненный в виде змеевика. Жидкий гелий засасывается механическим насосом 1 из сосуда Дьюара 12 через сифон с вакуумной изоляцией 11 во внутренний змеевик конденсатора 7, где гелий испаряется, охлаждая конденсатор. Далее пары гелия попадают в наружный плотновитый змеевик, который одновременно является экраном от теплового излучения со стенок реципиента на внутренний змеевик.

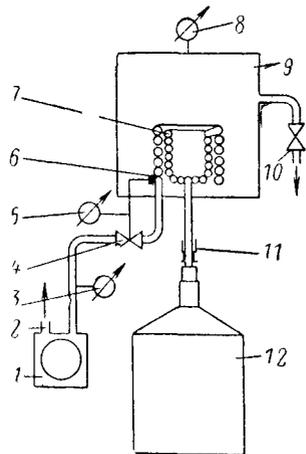


Рис. 2-24. Принципиальная схема криогенного насоса, конденсатор которого охлаждается парами испаренного гелия.

Откачиваемый гелий из выхлопного патрубка 2 механического насоса нагнетается в газгольдер. Давление засасываемого гелия измеряется стрелочными моновакуумметрами 3 и 5. Вакуум в реципиенте измеряется ионизационным манометром 8 обращенного типа. Между конденсатором и механическим насосом помещен регулирующий сильфонный вентиль 4, при помощи которого регулируется расход гелия, а следовательно, и температура конденсатора в диапазоне от 2,5 до 20° К. Вентиль управляется от датчика температуры 6, выполненного по принципу газового термометра. Скорость откачки криогенного насоса остается практически постоянной в широком диапазоне давлений.

На рис. 2-25 изображена другая конструкция откачивающего элемента. Основное отличие этой конструкции от рассмотренной ранее состоит в том, что внутренняя охлажденная поверхность 3 представляет собой не змеевик, а полый диск, внутри которого происходит превращение гелия из жидкого в газообразный. В связи с этим диск имеет наиболее низкую температуру. Испарившийся холодный газ проходит по плотно свитому

змеевику 5. Этот же змеевик одновременно является экраном, препятствующим попаданию теплового излучения на внутренний диск. К внутренней поверхности змеевика припаян датчик 4, предназначенный для измерения и регулирования температуры на внутренней поверхности змеевика в диапазоне от 2,5 до 20° К. При такой конструкции откачивающего элемента конденсируются практически все газы, за исключением гелия.

Исходя из теоретической скорости откачки (11,6 л/сек на 1 см<sup>2</sup> для азота) и допуская, что коэффициент аккомодации приблизительно равен 1, а также учитывая, что откачивающие поверхности помещены непосредственно в реципиент, можно получить высокие скорости откачки при относительно малых размерах откачивающих поверхностей. Так, например, при диаметре внутреннего диска 75 мм, внутреннем диаметре змеевика 98 мм и его высоте 100 мм насос развивает быстроту действия около 5 000 л/сек (по азоту).

Большим достоинством конденсационных насосов, помимо большой быстроты действия (десятки тысяч литров в секунду), является то, что в откачиваемом объеме почти сразу же после заливки жидкого хладагента устанавливается давление, близкое к предельному вакууму насоса (10<sup>-8</sup>—10<sup>-9</sup> мм рт. ст.). Кроме того, при использовании этих насосов нет необходимости производить предварительный прогрев с целью обезгаживания находящихся в рабочем объеме предметов, поскольку развитая поверхность азотного экра-

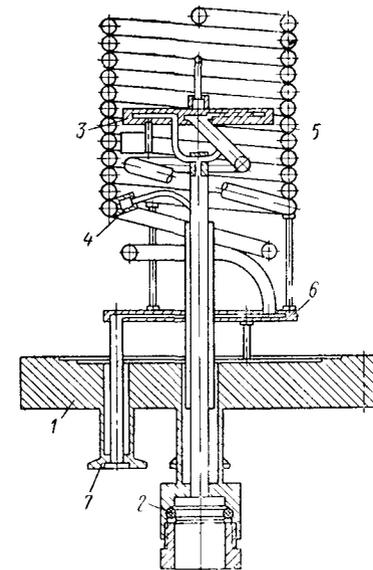


Рис. 2-25. Откачивающий элемент (конденсатор) криогенного насоса, охлаждаемого парами гелия. 1 — фланец; 2 — герметический разъем; 3 — внутренняя охлаждаемая поверхность; 4 — датчик температуры; 5 — трубчатый змеевик (наружная охлаждаемая поверхность); 6 — охлажденный нижний экран; 7 — место для присоединения регулируемого вентиля

на интенсивно откачивает (конденсирует) пары воды, являющиеся основным компонентом непрогрываемых вакуумных систем.

Взрывоопасность водорода существенно ограничивает область применения этого вида хладагента, и поэтому в последние годы его все чаще начинают заменять более дорогим, но взрывобезопасным жидким гелием.

При длительной работе конденсационных насосов на охлаждаемой поверхности постепенно накапливается слой конденсата. По сравнению с полированной поверхностью чистого конденсатора этот слой имеет больший коэффициент излучения. Кроме того, при этом теплопроводность стенок конденсатора постепенно уменьшается. Все это приводит к тому, что по мере накопления слоя температура охлаждаемой поверхности постепенно возрастает и ухудшается создаваемый насосом предельный вакуум. В связи с этим возникает необходимость периодически размораживать насос и удалять с конденсатора осевший на него поверхностный слой.

#### Сравнение откачных средств

Специфической особенностью работы вакуумных напылительных установок является резкое увеличение газовыделения каждый раз, как только начинается интенсивный прогрев очередного распыляемого материала. Это газовыделение должно быть скомпенсировано за счет большой скорости откачки используемого насоса. Кроме того, при циклической работе напылительной установки неизбежно периодическое сообщение ее рабочего объема с воздухом, имеющим высокую относительную влажность, вследствие чего стенки рабочей камеры и поверхности находящихся в ней механизмов могут сорбировать влагу. Эти обстоятельства заставляют предъявлять определенные требования к откачным средствам в части минимальной длительности пускового периода, большой скорости откачки и ее постоянства в широком диапазоне давлений, а также незначительного количества загрязнений, вносимых из насоса в откачиваемый объем.

Из рассмотрения скоростных характеристик различного типа насосов (рис. 2-26) очевидно, что постоянством скорости откачки в широком диапазоне давлений обладают насосы четырех типов: промаслянный, турбомолекулярный, криогенный и азотит.

Наибольшее распространение в напылительных установках благодаря сравнительно невысокой стоимости, простоте устройства, надежности и удобству в эксплуатации и способности быстро восстанавливать в рабочем объеме требуемый вакуум при резко меняющихся газовых нагрузках получили диффузионные паромасляные насосы с быстротой действия 1 500—2 000 л/сек.

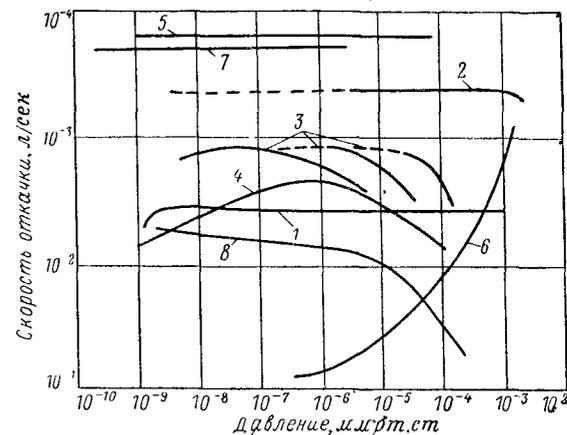


Рис. 2-26. Скоростные характеристики высоковакуумных насосов различного типа.

1 — турбомолекулярный насос; 2 — паромасляный диффузионный насос; 3 — титановый испарительный насос; 4 — магнитно электроразрядный насос; 5 — криогенный насос; 6 — адсорбционный насос; 7 — азотит; 8 — орбитрон

Если для этой цели использовать паромасляный насос «единой серии» Н-2Т, то при работе на вазелиновом масле ВМ-1 он обеспечивает предельный вакуум  $3 \cdot 10^{-6}$  мм рт. ст. Несколько лучший вакуум можно получить при использовании насоса «второй серии» Н-2Т-3 в том случае, если работать на масле ВМ-5.

Применение ловушек, охлаждаемых жидким азотом, улучшает предельный вакуум примерно на порядок, но при этом одновременно резко снижается эффективная скорость откачки; по сути дела указанная в паспорте насоса скорость откачки используется не более чем на 30—40% (рис. 2-27). Недостаточная скорость откачки часто бывает причиной того, что в процессе прогрева и испарения ряда материалов, обладающих значительным газовыделением, рабочий вакуум в установке ухудшается и достигает  $5 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст.

Одним из возможных путей частичной модернизации существующих напылительных установок является встраивание в их рабочие объемы малогабаритных титановых испарительных насосов. При этом значительно снижается парциальное давление таких вредных компонентов, как тяжелые углеводороды, окись углерода, пары воды и гидроксильная группа, и по сути дела основной

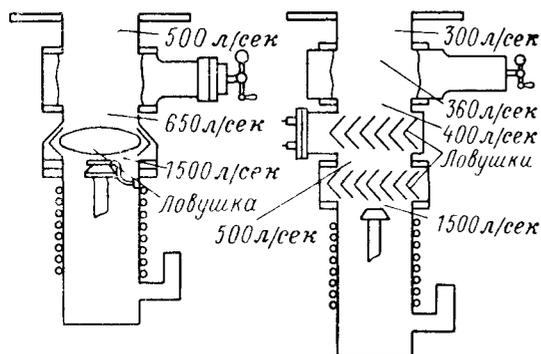


Рис. 2-27. Изменение эффективной скорости откачки паромасляного насоса при использовании различных охлаждаемых ловушек.

компонентой остаточных газов является водород (рис. 2-28).

Разработка новых рабочих жидкостей, обладающих исключительно низким давлением пара, позволяет откачаться от использования азотных ловушек. Так, например, пентафенилметилсилоксан марки ДС-705 имеет при комнатной температуре давление пара  $3 \cdot 10^{-10}$  мм рт. ст. и одновременно обладает высокой термической стойкостью.

Современные модернизированные конструкции паромасляных насосов, работающие на силоксане ДС-705, при сравнительно небольших размерах имеют высокие эксплуатационные параметры. Так, например, насос Д1 2 000 фирмы «Негаeus» при диаметре впускного патрубка 200 мм и длине корпуса 496 мм имеет скорость откачки 2 000 л/сек в диапазоне давлений  $10^{-3}$ — $10^{-9}$  мм рт. ст. и обеспечивает предельный вакуум  $10^{-9}$  мм рт. ст. Насос VHS фирмы «National Research Corporation» при диаметре впускного патрубка 150 мм

и длине корпуса 600 мм имеет скорость откачки 2 400 л/сек.

Использование силоксана ДС-705 позволяет получить в насосе предельный вакуум  $< 10^{-9}$  мм рт. ст. без применения низкотемпературных ловушек и  $10^{-10}$ — $10^{-11}$  мм рт. ст. с охлажденными до минус 20—30° С ловушками. Обратный поток паров силоксана ДС-705 из насоса в откачиваемый объем составляет  $0,3$  мг/ч·см<sup>2</sup> без ловушки и  $5 \cdot 10^{-6}$  мг/ч·см<sup>2</sup> при охлаждаемом точной водой угловом патрубке над насосом. Силоксан обладает высокой термоокислительной стойкостью. Так, например, 800 повторяющихся циклов из 5-минутного напуска в работающий насос атмосферного воздуха и последующей 15-минутной откачки без напуска воздуха не приводят к заметному осмолению рабочей жидкости и ухудшению характеристик насоса.

Возможность работы на силоксане ДС-705 без азотных ловушек позволяет значительно повысить эффективность использования быстроты действия паромасляных насосов, и насосы этого типа целесообразно применять в качестве основного откачного средства при проектировании высокопроизводительных непрогреваемых напылительных установок.

Высокое предельное разрежение и «безмасляную» атмосферу остаточных газов, практически не содержащую тяжелых углеводородов, обеспечивают насосы, использующие распыление титана. В частности, титановые насосы магнитно-электроразрядного типа обладают целым рядом достоинств. В процессе эксплуатации они

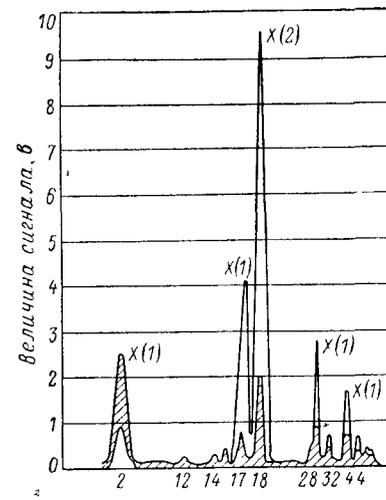


Рис. 2-28. Спектр масс остаточных газов в рабочем объеме напылительной установки при откачке только паромасляным насосом (не заштриховано) и при совместной работе паромасляного и титанового испарительного насосов (заштриховано).

практически не расходуют электроэнергию и для их работы не обязательны хладагенты. Насос сам регулирует распыление титана, что позволяет экономно расходовать его запас и обеспечивает высокий срок службы насоса. В насосе нет нагретых деталей, и он не боится аварийного прорыва атмосферы.

В работе [Л. 86] производилось сопоставление эксплуатационных свойств паромасляного и магнитно-электроразрядного насосов при изменении газовой нагрузки. При этом было установлено, что если после запуска в откачиваемый объем газа до давления  $10^{-5}$  мм рт. ст. паромасляный насос очень быстро (в течение нескольких минут) снижает давление до предельного ( $2 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст.), то при использовании магнитно-электроразрядного насоса даже для снижения давления с  $3 \cdot 10^{-6}$  до  $3 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст. требуется значительное время (около получаса). В работе делается вывод, что при больших или сильно меняющихся нагрузках (которые, кстати, обычно имеют место при очередном разогреве напыляемого вещества) следует избегать применения магнитно-электроразрядных насосов в качестве основного откачного средства. Выводы, сделанные в этой работе, могут быть объяснены при сравнении скоростных характеристик различного вида насосов (рис. 2-26). В отличие от паромасляного насоса (кривая 2), имеющего постоянную быстроту действия вплоть до давления  $1 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст., магнитный электроразрядный насос (кривая 4) снижает свою быстроту действия уже при давлении  $(3-5) \cdot 10^{-6}$  мм рт. ст. По этой причине при резких газовыделениях магнитно-электроразрядные насосы, не обладающие достаточно большой быстротой действия, могут «захлебываться», и потребуются длительное время для восстановления в откачиваемом объеме рабочего вакуума. Резкое снижение быстроты действия при увеличении давления, длительный пусковой период (несколько часов), высокая селективность при откачке газовой смеси, большие габариты, вес и высокая стоимость существенно ограничивают применение магнитно-электроразрядных насосов в напылительных установках промышленного типа.

Быстрота действия титанового испарительного насоса (семейство кривых 3 на рис. 2-26) также снижается с увеличением давления в откачиваемом объеме, и насос обладает селективностью при откачке газовой смеси.

Однако достоинством этого насоса является возможность регулирования в широких пределах скорости откачки за счет изменения мощности нагрева испарителя. При повышении мощности нагрева испарителя скоростная характеристика насоса сдвигается в область больших давлений. Эта особенность насоса в сочетании со сравнительно небольшой инерционностью позволяет использовать его в качестве вспомогательного откачного средства, включая в период, непосредственно предшествующий обильному газовыделению.

На рис. 2-29 приведены кривые откачки непрогретой напылительной установки с помощью магнитно-электроразрядного и титанового испарительного насосов [Л. 104]. Кривая, показанная сплошной линией, соответствует процессу откачки рабочего объема в том случае, когда магнитно-электроразрядный насос был предварительно откачан до высокого вакуума и отсоединен от рабочего объема при помощи вакуумного затвора. Штриховая кривая соответствует процессу откачки после одночасовой выдержки как рабочего объема, так и магнитно-электроразрядного насоса при атмосферном давлении.

Предварительная откачка производится с помощью двух (участок 1), а затем одного (участок 2) цеолитового насоса, после чего открывается вакуумный затвор и для откачки рабочего объема используется магнитно-электроразрядный насос (участок 3). В момент времени 4 затвор закрывается, и производится прогрев титанового испарителя для его обезгаживания. В момент времени 5 затвор вновь открывается, и дальнейшая откачка на участке 6 производится как магнитно-электроразрядным, так и титановым испарительным насосом. После 2 ч непрерывной откачки в рабочем объеме не-

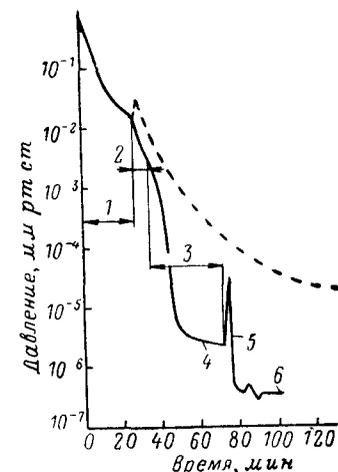


Рис. 2-29. Кривые откачки непрогретой напылительной установки с помощью магнитно-электроразрядного и титанового испарительного насосов.

прогреваемой установки получается разрежение  $5 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст. в том случае, если магнитный электро-разрядный насос не сообщался с атмосферой. Если же в него был напущен атмосферный воздух, то после двух-часовой откачки не удастся получить давление ниже  $1 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. Отсюда очевидно, что магнитно-элек-троразрядные насосы целесообразно применять в каче-стве основного откачного средства только в высокова-куумных и сверхвысоковакуумных прогреваемых напы-лительных установках лабораторного типа, где длитель-ность технологического цикла не имеет первостепенного значения и где в процессе запуска установки допустим ее длительный прогрев.

Высокое предельное разрежение ( $10^{-8}$ — $10^{-9}$  мм рт. ст.), постоянство быстроты действия в очень широком диапа-зоне давлений ( $10^{-3}$ — $10^{-8}$  мм рт. ст.), сравнительно не-большой пусковой период и отсутствие резко выраженной селективности при откачке газовой смеси показывают перспективность использования турбомолекулярного на-соса для откачки напылительных установок. К недостат-кам насоса следует отнести его высокую стоимость, боль-шие размеры и вес, наличие быстро вращающегося ро-тора (около 15 000 об/мин), а также возможность выхода из строя в результате заклинивания вращающихся час-тей.

Сопоставление стоимости откачки при использовании различного типа насосов (рис. 2-30) показывает, что хотя по мере увеличения откачиваемого объема (диаметра впускного отверстия) затраты на откачку 1 л резко снижаются, однако у рассматриваемых насосов соотно-шение стоимостей остается постоянным. Так, например, откачка с помощью диффузионного паромасляного насо-са примерно в 2 раза дешевле, чем при использовании титанового насоса [Л. 106].

Успехи криогенной техники позволяют в настоящее время реально обсуждать возможности применения криогенных конденсационных насосов для откачки на-пылительных установок. Достоинством насосов этого типа является то, что они обеспечивают возможность получения значительных скоростей откачки при сравни-тельно небольших размерах откачивающей части насоса (конденсатора). Одним из существенных отличий крио-генных насосов от обычных средств откачки является то, что конденсатор может непосредственно устанавли-

ваться в самом откачиваемом объеме, в результате чего эффективная скорость откачки установки фактически приближается к быстрой действия насоса. Скорость от-качки насоса практически постоянна в широком диапа-зоне давления, и насос способен обеспечить предельный вакуум  $10^{-9}$  мм рт. ст. при полном отсутствии паров рабочей жидкости в откачиваемом объеме. По существу криогенный насос является единственным откачным средством, которое при своей ра-боте не вносит загрязнений в откачиваемый объем.

Большим достоинст-вом криогенных насо-сов является то, что для получения с их по-мощью сверхвысокого вакуума нет необходи-мости длительного про-грева рабочего объема установки. Конструк-ции насосов достаточ-но просты, и основной проблемой их эксплуа-тации является полу-чение, использование и утилизация низкотемпе-ратурных хладагентов. При этом энергетические затраты, необходимые для получения хладагентов, сопоставимы с затратами при работе паромасляных агрегатов, обес-печивающих ту же самую скорость откачки. Недостат-ком криогенных насосов является то, что они не отка-чивают те газы, которые не конденсируются или не адсорбируются охлажденными поверхностями. Так, на-пример, если в качестве хладагента использовать жид-кий водород, то насос будет откачивать гелий и водо-род. Если необходима откачка этих газов, то, помимо криогенного насоса, к рабочему объему установки мо-жет быть подсоединен насос другого типа (например, паромасляный или титановый насос с небольшой бы-стротой действия). Для удаления водорода во многих случаях достаточно эпизодическое напыление титана на поверхность, охлаждаемую жидким азотом.

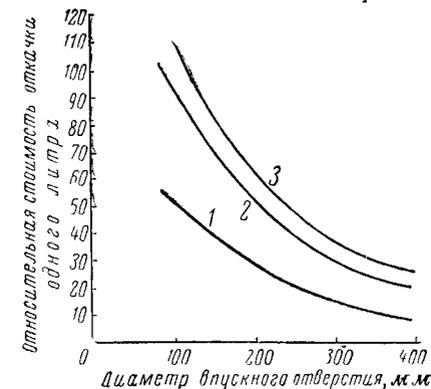


Рис. 2-30. Стоимость откачки 1 л объема при использовании различного типа насосов.

1 — диффузионный паромасляный насос; 2 — турбомолекулярный насос, 3 — титановый насос

Следует отметить, что за последние годы все чаще начинают встречаться описания комбинаций различных откачных средств, целью которых является увеличение скорости откачки, расширение диапазона рабочих давлений и снижение времени, необходимого для получения сверхвысокого вакуума. Так, например, установлено, что быстрота действия геттерно-ионного насоса значительно возрастает, если параллельно к нему подключить небольшой магнитно-электроразрядный насос. Интерес представляет также комбинация магнитно-электроразрядного насоса с криогенным насосом, охлаждаемым жидким азотом. При этом в результате интенсивного вымораживания паров воды и углекислого газа время, необходимое для получения давления  $1 \cdot 10^{-8}$  мм рт. ст., сокращается в несколько раз.

Фирма «Varian» (США) в своих напылительных сверхвысоковакуумных установках использует комбинацию магнитно-электроразрядного, титаново-испарительного и криогенного насосов, что позволяет после 5-часового прогрева и 50 ч непрерывной откачки получить в рабочем объеме установки предельный вакуум  $10^{-10}$  мм рт. ст.

Фирма «Balzers» (Лихтенштейн) для откачки сверхвысоковакуумных напылительных установок использует комбинацию паромасляного насоса с криогенным насосом, на поверхность которого, охлаждаемую жидким азотом, непрерывно напыляется титановая пленка. Это позволяет после предварительного прогрева установки и нескольких часов непрерывной откачки получить в ее рабочем объеме предельный вакуум  $10^{-10}$  мм рт. ст.

При выборе откачных средств для напылительных установок первостепенное значение имеет количество загрязнений, вносимых из насоса в откачиваемый объем. Поскольку рабочий объем установки периодически сообщается с атмосферой, то находящиеся в нем стеклянные и металлические поверхности, ранее очищенные различными химическими способами, неизбежно покрываются молекулами воды и гидроксильных групп. Этот слой в значительной мере защищает поверхность от интенсивного поглощения молекул органических и кремнийорганических жидкостей и молекул углеводородов, выделяемых из резиновых прокладок. Однако если предварительно химически очищенная поверхность за-

тем подвергается электронной бомбардировке, то в результате термического распада и хемосорбции насыщенные связи органических и кремнийорганических молекул разрушаются и на стекле образуются полимерные пленки органических загрязнений. Ниже приводятся скорости роста органических загрязнений, возникающих при электронной бомбардировке стекла, в различных вакуумных системах.

Система	Скорость роста загрязнений, Å <sup>2</sup> /ч
Непрогреваемая цельнометаллическая вакуумная система из нержавеющей стали с прокладками из эластомера типа витон, откачиваемая паромасляным насосом с кремнийорганической жидкостью 704:	
без азотной ловушки . . . . .	50
с азотной ловушкой . . . . .	22
Непрогреваемая вакуумная система из нержавеющей стали со стеклянным колпаком диаметром 300 мм и прокладками из эластомера типа витон, откачиваемая магнитным электроразрядным насосом . . . . .	37
Прогреваемая цельнометаллическая сверхвысоковакуумная система из нержавеющей стали с металлическими уплотнениями, откачиваемая паромасляным насосом с кремнийорганической жидкостью 704, снабженная двумя азотными ловушками:	
во время прогрева системы, при использовании только одной азотной ловушки . . . . .	35
после прогрева, при заливке азота во вторую азотную ловушку . . . . .	5
Прогреваемая цельнометаллическая сверхвысоковакуумная система, откачиваемая магнитным электроразрядным насосом с металлическими уплотнениями:	
при использовании затвора с прокладками из витона без смазки . . . . .	27
при использовании затвора с прокладками из витона, смазанными силиконовым маслом . . . . .	7
после длительного прогрева насоса . . . . .	5

Из рассмотрения приведенных данных видно, что скорости роста органических загрязнений в вакуумных системах, откачиваемых как магнитно-электроразрядными, так и паромасляными насосами, снабженными азотными ловушками, имеют примерно одну и ту же величину. Хорошо сконструированная азотная ловушка при отсутствии резиновых уплотняющих прокладок снижает количество углеводородов в откачиваемом объеме до уровня, который получается при использовании ртутных пароструйных насосов; парциальное давление углеводородов при этом становится ниже  $1 \cdot 10^{-10}$  мм рт. ст.

### 2-3. ПРИБОРЫ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ВАКУУМА И ПАРЦИАЛЬНЫХ ДАВЛЕНИЙ

#### Приборы для измерения вакуума

Из многочисленных и разнообразных манометров, предназначенных для измерения среднего, высокого и сверхвысокого вакуума, в технике напыления тонких пленок наиболее широкое применение получили термоэлектрические, ионизационные с накаливаемым катодом, радиоактивные и магнитные электроразрядные манометры.

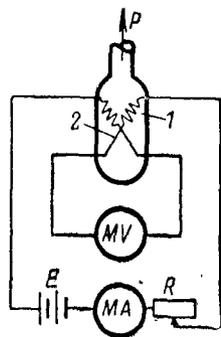


Рис. 2-31. Принципиальная электрическая схема включения термопарного манометра.

1 — нить (нагреватель); 2 — термопара.

Отечественная промышленность выпускает термопарные манометры двух видов: ЛТ-2 (в баллонах из стекла ЗС-5) и ЛТ-4М (в металлических баллонах диаметром 25,4 мм с припаянными к ним патрубками из низкоуглеродистой стали, диаметром 14 мм). Подогреватель в лампе ЛТ-2 изготавливается из платиновой проволоки, а в лампе ЛТ-4М — из никелевой или танталовой. Термопара в обеих лампах состоит из хромелевой и копелевой проволок диаметром 50 мк и имеет сопротивление около 7 ом. В промышленной и лабораторной практике хорошо зарекомендовал себя прибор ВТ-2 (с термопарным манометром ЛТ-2) благодаря своей простоте, дешевизне и сравнительно большому сроку службы. Схема включения термопарного манометра показана на рис. 2-31.

Обычно манометр ЛТ-2 работает в режиме постоянства рабочего тока подогревателя, а мерой давления служит величина термо-э. д. с. При токе накала подогревателя 120—160 ма прибор измеряет давление в диапазоне  $10^{-1}$ — $10^{-3}$  мм рт. ст. Повышение рабочего тока подогревателя до 300 ма позволяет расширить рабочий диапазон измеряемых давлений до 0,5—1 мм рт. ст., однако точность измерения давления при этом падает.

Вакуумметр ВТ-2 позволяет производить измерение с погрешностью, достигающей 15% от измеряемой величины. Точность производимых измерений во многом определяется правильным подбором тока подогревателя, который в процессе измерения должен поддерживаться постоянным, но должен корректироваться в течение срока службы манометра.

Ток подогревателя манометрической лампы ЛТ-2, поступающей с завода-изготовителя в запаянном и откачанном до давления

ниже  $1 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст. стеклянном баллоне, определяется до нарушения в ней вакуума. Для этой цели запаянная лампа через специальный шланг подсоединяется к измерительному устройству и ток подогревателя изменяется до тех пор, пока стрелка выходного милливольтметра не установится точно на сотом делении шкалы прибора; показания миллиамперметра, включенного в цепь подогревателя, при этом обычно лежат в пределах от 100 до 140 ма.

Рабочий ток подогревателя у манометрических ламп ЛТ-4М, поступающих с завода-изготовителя в открытом виде, указывается на их баллонах. Уточнение тока подогревателя может потребоваться только в случае проведения очень точных измерений. При этом манометрическую лампу нужно герметично присоединить к вакуумной установке, откачать до давления ниже  $1 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст. и произвести подбор тока подогревателя так же, как и для лампы ЛТ-2.

Для того чтобы по величине термоэлектродвижущей силы судить о давлении в системе, необходимо пользоваться градуировочной кривой. Отклонения от средней градуировочной кривой по сухому воздуху не превышают величины  $\pm 10\%$  для лампы ЛТ-2 и  $\pm 20\%$  для лампы ЛТ-4М.

При работе с лампой ЛТ-2 для определения давления других чистых газов с точностью, в большинстве случаев достаточной для технических измерений ( $\pm 20\%$ ), можно пользоваться типовой градуировочной кривой этого манометра по воздуху, умножая полученные по этой кривой давления на соответствующие значения пересчетного коэффициента  $q$ , приведенные в табл. 2-5.

Таблица 2-5

Газ	Коэффициент $q$	Газ	Коэффициент $q$
$C_2H_2$	0,60	$CO_2$	0,94
$CH_4$	0,61	СО	0,97
$H_2$	0,67	Воздух	1,0
$H_2S$	0,71	He	1,12
$SO_2$	0,77	Ne	1,31
$C_2H_6$	0,79	Ar	1,56
$C_2H_4$	0,86	Kr	2,36

Значительное увеличение чувствительности термопарных манометров может быть получено, если режим постоянства рабочего тока подогревателя заменить режимом постоянства его температуры. Для этой цели перед началом измерений для каждого манометра при атмосферном давлении предварительно определяется рабочая величина термо-э. д. с., соответствующая току подогревателя в 600 ма. В процессе измерения давления с помощью реостата непрерывно регулируется ток подогревателя так, чтобы термо-э. д. с. термопары сохраняла бы неизменную величину. По величине рабочего тока подогревателя можно с точностью  $\pm 15\%$  судить о давлении в объеме манометра. При этом следует иметь в виду, что для режима постоянства температуры закономерности изменения градуировочных кривых для различных газов будут другими, чем для режима постоянства рабочего тока подогревателя.

Хотя по своим паспортным данным манометр ЛТ-2 предназначен для измерения давления от  $1 \cdot 10^{-1}$  до  $1 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст., однако, как видно из его градуировочной кривой, давления ниже  $10^{-2}$  мм рт. ст. могут измеряться им лишь весьма грубо. Так, например, на всем диапазоне от  $10^{-2}$  до  $10^{-3}$  мм рт. ст. термо-э. д. с. для воздуха меняется всего лишь от 7,7 до 9,7 мВ, что соответствует примерно 20% шкалы прибора. Значительное повышение чувствительности манометра (примерно в 3 раза) в указанном диапазоне давлений может быть получено за счет сильного охлаждения его баллона путем его погружения в жидкий азот. Таким путем можно повысить чувствительность термопарного манометра в области низких давлений не только для воздуха, но и для ряда других газов и паров.

При необходимости измерять давление в диапазоне от 30 до  $1 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст. может применяться теплоэлектрический манометр сопротивления типа МТ-6. Нить начала этого манометра включена в одно из плеч моста сопротивлений. В одну из диагоналей моста включен генератор переменного тока с частотой 3,4 кГц, в другую диагональ — усилитель, который при разбалансе моста в результате изменения давления управляет выходным напряжением генератора таким образом, что мост снова приходит в равновесие. Датчик работает в режиме постоянства температуры нити, которая равна  $220^\circ \text{C}$ . При изменении давления от 30 до  $1 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст. ток накала нити датчика меняется от 4 до 52 мА, а напряжение — от 0,5 до 6 В. Погрешность измерения давления доходит до 40%.

**Ионизационные манометры с накаливаемым катодом.** Работа этих манометров основана на ионизации молекул остаточных газов электронами, летящими от накаливаемого катода, а мерой давления служит ионный ток, измеряемый при постоянстве тока эмиссии катода. Выпускаемый отечественной промышленностью прибор ВИТ-1 использует ионизационный манометр ЛМ-2 с цилиндрической конструкцией электродов, который может измерять давление в диапазоне  $1 \cdot 10^{-3}$ — $5 \cdot 10^{-8}$  мм рт. ст. Конструкция манометрической лампы ЛМ-2, являющаяся разновидностью электронной лампы, показана на рис. 2-32. Накаливаемый катод 4 испускает электроны, которые ускоряются по направлению к положительно заряженной сетке 3, играющей в данном случае роль анода. Электроны пролетают между редкими витками сетки, но отталкиваются отрицательно заряженным коллектором 2. Совершая колебательное движение около витков сетки, электроны сталкиваются с атомами и молекулами остаточных газов, производят их ионизацию и в конце концов уходят на сетку. Положительные ионы пригибаются отрицательно заряженным коллектором и отдают ему свой заряд. Число образовавшихся ионов пропорционально плотности газа. Поэтому ток в цепи коллектора пропорционален давлению в системе, к которой присоединен баллон манометрической лампы.

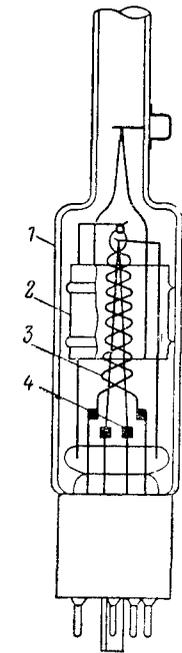


Рис. 2-32. Устройство ионизационного манометра.

1 — баллон; 2 — коллектор ионов; 3 — положительно заряженная сетка; 4 — катод.

Теория ионизационного манометра дает линейную зависимость между ионным током на коллектор и давлением в манометрической лампе при условии постоянства тока эмиссии. Чувствительность манометра зависит от природы газа, так как различные газы имеют различные потенциалы ионизации и неодинаковый ход кривых вероятности ионизации (число ионов, образуемых каждым электроном при длине пробега 1 см).

Использование в качестве источника электронов накаливаемого катода из тонкой вольфрамовой проволоки не дает возможности вести измерения при давлениях больше  $10^{-2}$  мм рт. ст., так как при этом в результате интенсивного химического разрушения катода последний перегорает в течение нескольких минут. Кроме того, при давлениях больше  $10^{-3}$  мм рт. ст. у манометра ЛМ-2 линейность градуировочной кривой нарушается.

От этих недостатков свободен воздухостойкий ионизационный манометр, использующий плоскостепенную конструкцию электродов и иридиевый катод, покрытый двуокисью тория. Этот манометр способен измерять давление в диапазоне от  $10^{-5}$  до 1 мм рт. ст. Нижний предел давлений, измеряемый манометром, обусловлен возникновением фонового тока эмиссии электронов с коллектора под действием падающего на него мягкого рентгеновского излучения, появляющегося при торможении испускаемых катодом электронов в материале сетки. Фоновый ток (около  $10^{-10}$  А) искажает измерение давления на 5% при  $5 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. и на 25% при  $1 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. Верхний предел измеряемых давлений связан с появлением нелинейности градуировочных кривых (при  $p = 1$  мм рт. ст. отклонение от линейности составляет 5%). Большим достоинством манометра, использующего иридиевый катод, является то, что он, находясь в накаливаемом состоянии, не выходит из строя даже в случае аварийного прорыва атмосферного воздуха в вакуумную систему.

В работе [Л. 56] приведена другая конструкция воздухостойкого ионизационного манометра на диапазон давления  $1$ — $1 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст., в которой в качестве катода используется иридиевый керн, покрытый на эмиттирующем участке оксидом иттрия. В манометре применена электродная система с взаимно пересекающимися электрическими полями анода и коллектора из трех параллельных дисков. Верхний и нижний диски являются коллекторами ионов, а находящийся между ними диск с овальным вырезом выполняет роль анода. Преимущество такой системы по сравнению с ранее описанной состоит в том, что изменение положения катода в процессе сборки и эксплуатации не приводит к значительному разбросу градуировочных кривых отдельных манометров. Это позволяет использовать при работе с манометрами типовую градуировочную кривую.

Мерой давления в ионизационном манометре является ионный ток  $I_i$ , причем

$$I_i = KI_e p,$$

где  $I_e$  — электронный ток;

$p$  — давление газа;

$K$  — постоянная для данного манометра, зависящая от формы и размеров электродов и приложенного к ним напряжения.

Для того чтобы ионный ток был линейной функцией давления, необходимо стабилизировать напряжение на электродах манометра и электронный ток. Если первая задача решается сравнительно

просто, то ток эмиссии вследствие местных отравлений катода в условиях изменения давления газа и его состава не остается постоянным даже при неизменном токе накала. В обычных ионизационных манометрах триодного типа катод работает в режиме насыщения, а стабилизация электронного тока обеспечивается за счет введения отрицательной обратной связи между электронным током и током накала катода.

Схема стабилизации эмиссии получается значительно проще и экономичнее, если вместо манометра триодного типа использовать тетродный манометр, установив между катодом и анодной сеткой еще одну дополнительную управляющую сетку [Л. 57]. Катод тетродного манометра работает в режиме пространственного заряда, т. е. с запасом эмиссии. Стабилизация тока эмиссии осуществляется введением отрицательной обратной связи между электронным током анодной сетки и напряжением на управляющей сетке. Степень стабилизации зависит от крутизны сеточной характеристики триодной части манометра и сопротивления обратной связи, которое одновременно задает отрицательное смещение на коллектор. Предложенный принцип стабилизации тока эмиссии может быть использован в ионизационных манометрах, предназначенных для измерения как высокого, так и сверхвысокого вакуума. Дополнительная сетка может быть использована также для получения пульсирующего тока в цепи коллектора ионов. Это дает возможность применять усилители переменного тока, что в значительной мере упрощает электрическую схему вакуумметра.

Манометрическая лампа ЛМ-2 имеет чувствительность по  $0,1 \text{ а/мм рт. ст.}$ . Казалось бы, даже столь низкому давлению, как  $10^{-10} \text{ мм рт. ст.}$ , должен соответствовать ток порядка  $10^{-11} \text{ а}$ , если считать, что линейная зависимость между величиной ионного тока и давлением не нарушается. Такой ток без особых затруднений может быть измерен при помощи современных усилителей постоянного тока. Однако эксперименты показали, что обыкновенным ионизационным манометром практически не удается измерить давление ниже  $5 \cdot 10^{-8} \text{ мм рт. ст.}$  Причиной этого является «остаточный» ток коллектора под действием падающего на него мягкого рентгеновского излучения, возникающего при торможении эмиттируемых катодом электронов в материале сетки. Так как ионный ток на коллектор и электронный ток с коллектора во внешней цепи имеют одно направление, то при помощи прибора, измеряющего ток в цепи коллектора, нельзя отличить испускание электронов от прихода положительных ионов. Таким образом, электронный ток с коллектора при давлениях порядка  $5 \cdot 10^{-8} \text{ мм рт. ст.}$  и определяет собой нижний предел измерений ионизационного манометра.

Для измерения сверхвысокого вакуума широкое применение нашел триодный ионизационный манометр обращенного типа (рис. 2-33). В этом манометре накаленный катод располагается вне цилиндрической сетки, а по ее оси натянут нитевидный коллектор ионов, поверхность которого примерно в 1000 раз меньше поверхности коллектора в триодном манометре обычного типа. Благодаря этому на коллектор падает лишь незначительная доля рентгеновского излучения сетки, в результате чего величина его фонового тока резко уменьшается. Положительно заряженная сетка создает потенциальный барьер и уменьшает возможность вылета ионов из объема, заключенного внутри сетки. Для этой же цели иногда применяют цилиндрические экраны, закрывающие основание сетки.

Отечественная промышленность выпускает ионизационный манометр обращенного типа ИМ-12, предназначенный для измерения вакуума в диапазоне  $10^{-4}—10^{-10} \text{ мм рт. ст.}$  Токовая чувствительность манометра по воздуху —  $2,5 \cdot 10^{-2} \text{ а/мм рт. ст.}$  Относительная чувствительность манометра ИМ-12 к другим газам примерно такая же, как и для манометра ЛМ-2. Электродная система манометра заключена в стеклянный баллон и присоединяется к вакуумной системе через штенгель диаметром 20 мм.

Для целикометаллических сверхвысоковакуумных систем вместо манометра ИМ-12 может использоваться открытая конструкция манометра. Открытый манометр не имеет оболочки. Его электродная система закреплена на металлическом фланце и непосредственно устанавливается в откачиваемом объеме. Отсутствие соединительного трубопровода между манометром и откачиваемым объемом исключает ошибки, возникающие в результате перепада давлений на трубопроводе в результате сорбции или газовой выделения.

Обычно ионизационный манометр обращенного типа применяется только для измерения давлений ниже  $10^{-6} \text{ мм рт. ст.}$  Однако иногда возникает необходимость одновременно использовать его и для измерения давлений спектрально чистых инертных газов вплоть до  $1 \text{ мм рт. ст.}$  Схема включения манометра для измерения относительно больших давлений приведена в работе [Л. 89]. Питание сетки и катода осуществляется от стандартного вакуумметра, а на коллектор ионов подается переменное напряжение промышленной частоты. Таким образом, манометр работает в качестве однополупериодного выпрямителя, а амплитуда выпрямленного напряжения на экране осциллографа зависит от давления. При подаче на коллектор ионов переменного напряжения звуковой частоты можно измерять быстротекущие динамические процессы в вакуумной системе.

Влияние геометрии электродов и эксплуатационных режимов на чувствительность ионизационных манометров обращенного типа, сравнительная проверка методов градуировки и оценки ошибок, возникающих при измерении давления ионизационными манометрами различных конструкций, приведены в работе [Л. 90].

Обращенная конструкция ионизационного манометра очень чувствительна к вибрациям. Во избежание провисания коллектора, выполненного из проволоки толщиной несколько десятков микрон, манометрическая лампа должна обязательно работать только в вертикальном положении. Сборка нитевидного коллектора и ускоряющей сетки вызывает ряд трудностей, вместе с тем увеличение жесткости сетки за счет введения продольных траверс нежелательно, так как

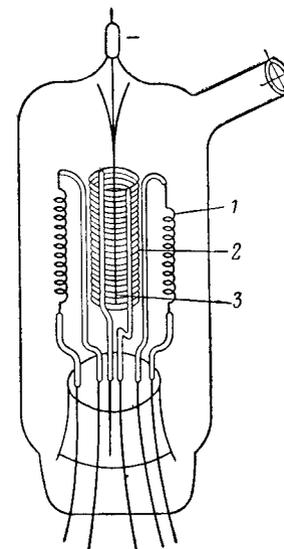


Рис. 2-33. Триодный ионизационный манометр обращенного типа. 1 — катод; 2 — положительно заряженная сетка, 3 — коллектор ионов.

при этом шунтируются витки сетки, что требует повышения мощности при ее обезгаживании. От указанных недостатков свободна конструкция манометра, описанная в работе [Л. 58], имеющая плоские электроды Винзу манометрической лампы закреплен нитевидный коллектор, над ним плоская сетка, а над сеткой плоский катод. Манометр такой конструкции позволяет измерять давление в диапазоне  $10^{-4}$ — $10^{-10}$  мм рт. ст., обладая чувствительностью  $4 \cdot 10^{-1}$  (мм рт. ст.)<sup>-11</sup>.

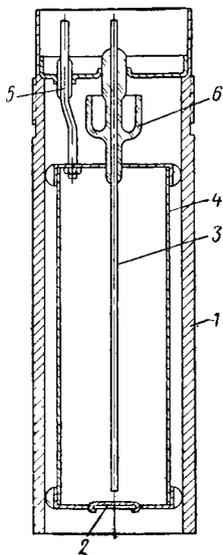


Рис. 2-34. Устройство радиоактивного манометра. 1 — корпус; 2 — радиоактивный источник; 3 — коллектор ионов; 4 — анод; 5 и 6 — изоляторы

**Радиоактивные манометры.** Помимо ионизации молекул газа электронами, испускаемыми нагретым катодом, она может осуществляться также частицами, испускаемыми радиоактивными веществами (рис. 2-34). В большинстве радиоактивных ионизационных манометров для этой цели ранее применялся препарат радия. Известно, что при распаде радия, кроме  $\alpha$ -частиц, возникает жесткое излучение и выделяется радиоактивный родон, в силу чего эксплуатация таких манометров небезопасна. Замена радия плутонием ( $Pu^{239}$ ) позволила, сохранив неизменными характеристики манометра, сделать безопасной его эксплуатацию. В процессе распада плутония не возникает газообразных продуктов, а энергия  $\gamma$ -квантов, испускаемых плутонием, составляет всего лишь 50 кэв, поэтому такое  $\gamma$ -излучение почти полностью поглощается стенками прибора. Плутоний образуется в ядерных реакторах и не является дефицитным. Но вместе с тем он менее активен, чем радий, поэтому для получения прежней чувствительности манометра приходится применять значительно большее количество плутония.

При использовании плутониевого источника он наносится на внутреннюю поверхность цилиндрического анода. Для устранения нелинейности рабочей характеристики при давлении  $p=1$  мм рт. ст., возникающей вследствие дополнительной ионизации, производимой атомами  $U^{235}$ , которые выбрасываются в процессе распада  $Pu^{239}$ , активный слой источника закрыт тонкой алюминиевой фольгой.

Чувствительность манометра по любому газу может быть определена по полуэмпирической формуле:

$$K_r/K_v = 2,92 \frac{\sqrt{M}}{U_i},$$

где  $K_r$  — чувствительность по данному газу;  
 $K_v$  — чувствительность по воздуху;  
 $M$  — молекулярный вес;  
 $U_i$  — потенциал ионизации.

Отечественная промышленность выпускает радиоактивный манометр МР-2, работающих в диапазоне давлений  $5 \cdot 10^{-3}$ — $100$  мм рт. ст. и имеющий чувствительность по воздуху  $1,62 \cdot 10^{-10}$  а/мм рт. ст. В качестве радиоактивного источника используется гидро-

окись плутония с периодом полураспада 25 000 лет. При эксплуатации манометра МР-2 необходимо иметь в виду, что плутоний и его соединения являются сильно ядовитыми веществами. Поэтому нельзя допускать попадания в полость манометра агрессивных газов, паров кислот и других веществ, легко вступающих в химическое взаимодействие с гидроокисью плутония или закрывающей его алюминиевой фольгой.

Большим достоинством радиоактивного манометра является то, что он имеет линейную характеристику в диапазоне давлений  $10^{-2}$ — $10^{-3}$  мм рт. ст. Измерение более низких давлений затруднено из-за возникновения фонового тока в цепи коллектора в результате бомбардировки его  $\alpha$ -частицами от радиоактивного источника. При устранении фонового тока можно измерять и более низкие давления, однако для этого необходимо использовать источник со значительно большей активностью, что часто бывает крайне нежелательно.

**Магнитные электроразрядные манометры.** Простейшая модель магнитно-электроразрядного манометра изображена на рис. 2-35. Манометр имеет кольцевой анод, расположенный между двумя плоскопараллельными пластинами, являющимися катодами. Эта система электродов помещена в магнитное поле  $H$ , направление которого перпендикулярно к плоскости анода. Между анодом и катодами приложено постоянное напряжение величиной от нескольких сотен до нескольких тысяч вольт. Для уяснения принципа работы манометра рассмотрим характер движения электрона в разрядном промежутке. Если вблизи одной из катодных пластин по каким-либо причинам (например, в результате космической радиации) появится электрон, то под влиянием совместного действия электрического и магнитного полей он будет двигаться к положительно заряженному аноду по траектории, имеющей вид винтовой линии с малым шагом. Двигаясь по винтовой линии, электрон в то же время не может сразу попасть на анод, а благодаря кольцеобразной форме последнего пролетает внутри анодного кольца по направлению к противоположной пластине катода, тормозится ею и движется в обратном направлении, совершая таким образом многократные колебания около плоскости анодной рамки.

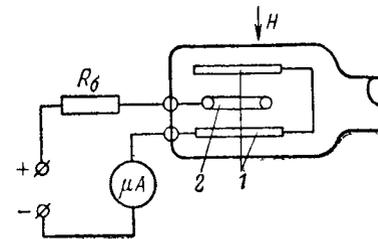


Рис. 2-35. Простейшая модель магнитного электроразрядного манометра.

1 — катоды; 2 — анод;  $R_6$  — балластный резистор.

Благодаря такому удлинению путей электронов значительно возрастает вероятность их встречи с молекулами остаточных газов и ионизация последних. Число ионизаций, производимых электронами, оказывается достаточным для возникновения электрического разряда, ток которого в достаточно широких пределах зависит от давления. Сравнительно большой разрядный ток позволяет непосредственно измерять его стрелочным микроамперметром без всякого предварительного усиления. Это обстоятельство, а также отсутствие в манометре накаленного катода, который может перегореть в случае аварийного повышения давления в вакуумной системе, опреде-

ляют преимущества магнитных манометров перед ионизационными манометрами.

Зависимость разрядного тока манометра от давления газа может быть выражена приближенной формулой:

$$I = \frac{U - U_0}{R_6 - R_p},$$

где  $U$  — анодное напряжение;

$U_0$  — минимальное напряжение разряда при высшем измеряемом давлении;

$R_6$  — внешнее сопротивление анодной цепи;

$R_p$  — эквивалентное сопротивление разрядного промежутка.

Как видно из приведенной формулы, существует граничное давление газа, превышение которого не приводит к заметному изменению разрядного тока, так как сопротивление разрядного промежутка при увеличении давления становится очень малым по сравнению с сопротивлением  $R_6$  (порядка  $10^6$  ом). Уменьшение сопротивления  $R_6$  не дает возможности в значительной мере расширить верхний предел измеряемых давлений, так как при небольшом балластном сопротивлении при повышенных давлениях в манометре может возникнуть дуговой разряд. Незначительное расширение верхнего диапазона измеряемых давлений может быть получено за счет уменьшения размеров электродов, однако при этом ухудшается стабильность работы манометра при измерении низких давлений (вплоть до прекращения разряда).

Существенное расширение диапазона в сторону больших давлений (вплоть до  $1$  мм рт. ст.) было достигнуто за счет использования явления перераспределения плотности тока по поверхности катодных пластин от центра к периферии, наблюдаемого при увеличении давления при применении манометров с секционированными катодами.

На рис. 2-36 изображен выпускаемый отечественной промышленностью магнитный электроразрядный манометр ММ-8. Корпус 3 манометра, помещенный в зазор постоянного магнита 4, является катодом. В центре манометра расположен прямоугольный анод 1, окруженный коробчатым коллектором 2, имеющим отдельный изолированный ввод. Диапазон измеряемых давлений разбит на три поддиапазона:

1. При давлении от  $5 \cdot 10^{-5}$  до  $10^{-3}$  мм рт. ст. измеряется суммарный ток корпуса и коллектора при напряжении на аноде 2500 в.

2. При давлении от  $10^{-3}$  до  $10^{-2}$  мм рт. ст. также измеряется суммарный ток, но на анод подается напряжение 800 в.

3. При давлении  $10^{-2}$ — $1$  мм рт. ст. измеряется только ток коллектора при напряжении на аноде 800 в.

Следует иметь в виду, что точность измерения давления с помощью манометров этого типа сравнительно невысока. Так, например, индивидуальные градуировочные кривые отличаются по давлению от типовой градуировочной кривой на 30—50%.

Существенное расширение диапазона в сторону малых давлений (вплоть до  $10^{-7}$  мм рт. ст.) было достигнуто за счет использования двухкамерных манометров. Изображенный на рис. 2-37 двухкамерный манометр имеет два анода 4 и 5, коаксиально расположенные в двух камерах, имеющих катодную пластину 3, с отверстием в центре. Большая (верхняя) камера 1 манометра предназначена для

измерения малых давлений (до  $10^{-7}$  мм рт. ст.). Малая (нижняя) камера 2 служит для измерения больших давлений (до  $5 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст.).

Через отверстие в общей катодной пластине заряженные частицы из высоковакуумной (большой) камеры могут проникать в малую камеру, чем обеспечивается возникновение в ней устойчивого разряда при давлении около  $10^{-4}$  мм рт. ст. Напряжение на аноды подается от общего источника питания через отдельные ограничительные резисторы  $R_{61}$  и  $R_{62}$ . При низких давлениях разрядный ток обусловлен работой только одной большой (высоковакуумной) камеры. По мере повышения давления дальнейшее увеличение тока, обеспечиваемое работой большой камеры, ограничивается большим сопротивлением резистора  $R_{61}$ . С давления  $5 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. начинает работать малая камера, обеспечивая монотонное возрастание разрядного тока вплоть до давления  $5 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст.

В некоторых конструкциях манометров заземленный корпус прибора является анодом, в центре которого помещен рамочный катод. Снаружи анода на него надевается постоянный магнит

В частности, такое устройство имеет выпускаемый отечественной промышленностью разборный манометр ММ-15, использующий магнетронный принцип движения электронов. Манометр имеет постоянный режим питания и измеряет давления в диапазоне  $10^{-1}$ — $10^{-5}$  мм рт. ст.

Как уже указывалось, минимальное давление, которое удается измерить двухкамерным манометром, составляет  $10^{-7}$  мм рт. ст. При более низких давлениях ток электронов, эмиттированных из катода, вследствие действия электрического поля превышает ионный ток. Поэтому для измерения сверхнизких давлений используются специальные магнитно-электроразрядные манометры инверсно-магнетронного типа. Система электродов манометра (рис. 2-38) состоит из анода 2 в виде стержня, который расположен вдоль оси цилиндрического катода 1. Цилиндрический катод закрыт с обеих сторон и имеет в основаниях отверстия, через которые проходит анод. В зазоре между основаниями катода и анодом находятся два корот-

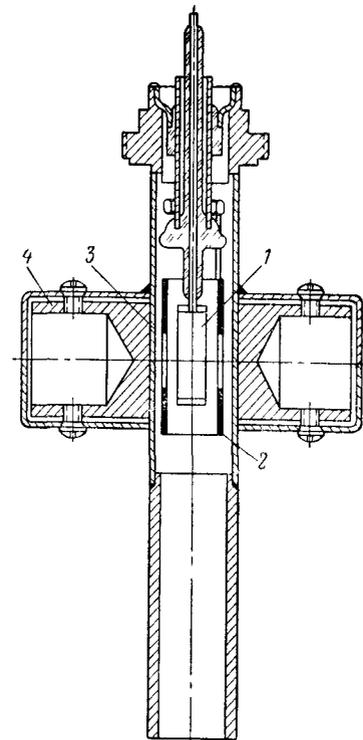


Рис. 2-36. Магнитный электроразрядный манометр с секционированными катодами.



по номограмме, приведенной в работе [Л. 65]. Однако использование компрессионного манометра для измерения давления  $10^{-6}$  мм рт. ст. препятствуют, с одной стороны, трудности создания компрессии больше  $10^6$ , а с другой стороны, трудности, связанные с обезгаживанием манометра и с устранением адсорбционных явлений при компрессии. Минимальное давление, которое удается измерить с помощью модифицированной модели компрессионного манометра, примерно  $10^{-8}$  мм рт. ст. Коэффициенты относительной чувствительности манометров по различным газам приведены в табл. 2-6

## О точности измерения вакуума

В технике напыления тонких пленок теплоэлектрические манометры применяются в основном для измерения предварительного разрежения, создаваемого механическими насосами. Для этой цели обычно нет необходимости добиваться высокой точности измерений и вполне достаточна та невысокая точность, которую могут обеспечить термомпарные манометры ЛТ-2 и ЛТ-4 в диапазоне давлений  $10^{-2}$ — $10^{-3}$  мм рт. ст. Однако требования к точности измерения давления существенно возрастают в том случае, если, например, необходимо получить воспроизводимые параметры танталовых пленок, изготавливаемых путем катодного распыления в среде инертного газа. Еще большие требования к точности измерения давлений предъявляются при катодном распылении тугоплавких металлов при получении пассивных микроэлементов, когда к основному инертному газу добавляется тот или иной реактивный газ (кислород, азот, метан и др.), подачу которого необходимо точно дозировать.

При использовании термомпарных манометров приходится принимать специальные меры для повышения их чувствительности в диапазоне низких давлений ( $10^{-2}$ — $10^{-4}$  мм рт. ст.). В этом же диапазоне давлений довольно высокой точностью обладают воздушостойкие ионизационные манометры с иридиевым катодом и радиоактивные манометры.

Магнитные электроразрядные манометры хотя и работают в указанном диапазоне давлений, однако вследствие нестабильности разряда они обеспечивают значительно меньшую точность измерения по сравнению с ионизационными манометрами.

При измерении давления ионизационными манометрами следует также учитывать ряд факторов, которые могут вызвать ошибки в измерении, значительно возрастающие по мере уменьшения измеряемого давления. Наиболее существенные погрешности может внести эффект химического и электрического поглощения газов стенками и электродами манометра. В результате этого эффекта манометр приобретает свойства миниатюрного сорбционного насоса, скорость откачки которого в начальный период работы в отдельных случаях может достигать нескольких литров в секунду.

Если система электродов ионизационного манометра заключена в отдельном стеклянном баллоне, а проводимость трубопровода, соединяющего манометр с откачиваемым объемом, имеет примерно то же значение, что и скорость откачки манометра, то ошибка в измерении давления может достигать 100%. Следует также иметь в виду, что если систему электродов ионизационного манометра смонтировать без баллона на отдельном фланце и почистить непосредственно в откачиваемый объем, то при давлениях ниже  $10^{-6}$  мм рт. ст.

показания такого «открытого» манометра будут отличаться от показаний манометра, соединенного с откачиваемым объемом с помощью трубопровода.

Как показано в работе [Л. 117], разница в показаниях обоих манометров может быть объяснена тем, что «открытый» манометр, помещенный в откачиваемый объем, регистрирует полное давление, являющееся суммой давления остаточных газов и давления паров используемой в насосе рабочей жидкости. В отличие от этого манометр, установленный снаружи откачиваемого объема и соединенный с ним через трубопровод, регистрирует лишь общий уровень остаточных газов. Поскольку стенки манометра имеют температуру, близкую к комнатной, то в него попадает лишь незначительное количество молекул пара рабочей жидкости, где они подвергаются крекингу, продукты которого вытекают обратно через соединительный трубопровод в откачиваемый объем.

Относительная чувствительность ионизационного манометра для различных газов меняется от 1 до 10, причем по мере понижения давления точность измерения понижается. Поэтому измерения можно считать достоверными только в том случае, если известен состав остаточных газов. Если же состав остаточных газов не известен и вместе с тем необходимо произвести прецизионные измерения давления, то предпочтительнее использовать масс-спектрометрические приборы.

## Приборы для измерения парциальных давлений

При напылении тонких пленок в вакууме, помимо разрежения, создаваемого в рабочем объеме напылительной установки, большое значение имеет состав остаточных газов, а также состав и количество тех газов, которые выделяются в процессе разогрева, испарения, конденсации и последующей термообработки напыляемого материала.

Для измерения парциального давления используются различные виды масс-спектрометров, основными параметрами которых являются: диапазон регистрируемых масс; разрешающая способность, определяемая как отношение  $M/\Delta M$ , где  $M$  — регистрируемая масса, а  $\Delta M$  — разность двух соседних масс, еще разрешаемых прибором (разрешающая способность обычно выражается отношением массового числа к ширине пика ионного тока на половине его высоты и для большинства масс-спектрометров лежит в пределах от 20 до 50); чувствительность, определяемая минимальным регистрируемым парциальным давлением (отношение ионного тока к соответствующему ему парциальному давлению), причем у различных типов масс-спектрометров чувствительность колеблется в широких пределах; диапазон измеряемых давлений (обычно от  $10^{-3}$  до  $10^{-12}$  мм рт. ст.).

При измерении парциального давления в процессе вакуумного напыления тонких пленок к масс-спектрометру предъявляются следующие требования:

датчик масс-спектрометра не должен вносить ни качественных, ни количественных изменений в состав исследуемых газов, для чего необходимо, чтобы он обладал минимальным газовыделением;

парциальное давление в датчике масс-спектрометра должно быть равно давлению в рабочем объеме установки; это может быть достигнуто, если датчик ввести непосредственно в исследуемый

объем или обеспечить достаточно высокую проводимость соединительного трубопровода;

разрешающая способность прибора должна быть достаточной для четкого разделения ионов исследуемых масс;

в том случае, когда производятся количественные измерения, желательно, чтобы имела место пропорциональная зависимость между компонентами газовой среды и соответствующими им электрическими сигналами.

Наиболее распространенным прибором для измерения парциального давления остаточных газов является омегатрон. В этом приборе молекулы остаточных газов сначала подвергаются локальной ионизации за счет соударения с электронами, испускаемыми через специальную щель накалившимся вольфрамовым катодом. Возникающие при этом положительные ионы ускоряются между двумя параллельными пластинами, к которым приложена переменная разность потенциалов высокой частоты.

Одновременное воздействие постоянного магнитного и переменного электрического полей заставляют ионы двигаться по спирали со все возрастающим радиусом. Если изменять частоту переменной разности потенциалов, то на коллектор будут последовательно попадать ионы с различными массовыми числами. Получающиеся при этом пики ионных токов образуют спектр масс, по которому можно определить состав и парциальное давление каждого компонента остаточных газов.

Коэффициенты относительной чувствительности омегатрона и ионизационного манометра ЛМ-2 приведены в табл. 2-7.

Таблица 2-7

Газ	Масса ионов	Абсолютная чувствительность омегатрона, $K_0$ [мм рт. ст.] <sup>-1</sup>	Относительная чувствительность омегатрона на $\alpha = \frac{K_0}{K_a}$	Абсолютная чувствительность $K_M$ манометра ЛМ-2, мм рт. ст.	Относительная чувствительность манометра ЛМ-2 $\varphi = \frac{K_M}{K_a}$	$\alpha$ / $\varphi$
Водород . . .	2	4,2	0,45	10,1	0,472	0,95
Гелий . . . .	4	2	0,21	3,9	0,179	1,2
Метан . . . .	15 и 16	10	1,06	—	1,26	0,85
Неон . . . .	20	2,8	0,3	5,4	0,246	1,2
Азот . . . .	28	9,4	1	21,5	1	1
Аргон . . . .	40	13	1,31	23,6	1,31	1,1
Криптон . . .	84	19	2,02	41,5	1,88	1,02

Примечание. Абсолютной чувствительностью  $K_0$  омегатрона и ионизационного манометра  $K_M$  называется отношение

$$\frac{i_i}{i_e} \frac{1}{p},$$

где  $i_i$  — величина ионного тока,  $\alpha$ ;

$i_e$  — величина электронного тока,  $\alpha$ ;

$p$  — давление измеряемого газа, мм рт. ст.

Как видно из приведенной таблицы, относительные чувствительности омегатрона  $\alpha$  и ионизационного манометра  $\varphi$  весьма близки. Поэтому при использовании омегатрона в качестве манометра для измерения парциального давления с точностью  $\pm 15\%$  от содержания компонента нет необходимости градуировать его по каждому газу в отдельности. Для этой цели достаточно определить его чувствительность по любому газу, а для других газов воспользоваться значениями относительной чувствительности для ионизационного манометра, приведенной в табл. 2-7.

Несмотря на то, что по абсолютному значению чувствительность омегатрона близка к чувствительности стандартной конструкции ионизационного манометра (для омегатрона по воздуху она составляет  $9,4$  [мм рт. ст.]<sup>-1</sup>, а для манометра ЛМ-2 —  $21,5$  [мм рт. ст.]<sup>-1</sup>), при работе с омегатроном приходится применять специальные электрометрические усилители. Дело в том, что ток эмиссии ионного источника омегатрона примерно в 1000 раз меньше, чем у вольфрамового катода, обычно применяемого в ионизационном манометре. Поэтому при давлении  $10^{-10}$  мм рт. ст. в омегатроне приходится измерять токи  $10^{-14}$ — $10^{-15}$  а, что и ограничивает нижний предел давления, измеряемого омегатроном.

Отечественная промышленность выпускает «измеритель парциального давления омегатронный» ИПДО-1, датчиком которого является лампа РМО-4С. В лампе используется вольфрамовый катод и электроды из немагнитного металла. Лампа имеет стеклянную оболочку в виде цилиндрической колбы диаметром 35 мм, снабженной патрубком для присоединения к исследуемой вакуумной системе. Небольшие размеры датчика, легкость обезгаживания и высокая чувствительность обеспечили широкое применение прибора ИПДО-1 для измерения парциального давления с точностью  $\pm 10\%$ . Для просмотра участка спектра масс на экране электронно-лучевой трубки может быть использован отечественный масс-спектрометр МХ 4301.

В тех случаях, когда применение приборов омегатронного типа невозможно из-за наличия у них магнитного поля, обычно используют различные радиочастотные масс-спектрометры.

В масс-спектрометре Беннета между катодом и коллектором ионов расположены трехсеточные каскады, на средние сетки которых подано небольшое высокочастотное напряжение. Ионизация исследуемых газов по-прежнему осуществляется электронами, эмиттируемыми вольфрамовым катодом. Образующиеся при этом ионы с помощью ускоряющего напряжения вытягиваются в пространство анализатора. Проходя через каскад сеток, ионы получают прирост энергии, величина которого зависит от их массы.

Максимальный прирост энергии получают «синхронные» ионы, проходящие первую сетку каждого каскада в фазе высокочастотного напряжения  $46^\circ$ , а центральную сетку — в момент смены знака поля. Несинхронные ионы попадают на сурпрессорные сетки, расположенные непосредственно перед коллектором ионов. Синхронные ионы, обладая максимальной энергией, проскакивают между витками сурпрессорных сеток и достигают коллектора ионов. Развертку масс-спектра осуществляют изменением ускоряющего напряжения, подаваемого на первую сетку, расположенную в непосредственной близости от катода.

В масс-спектрометре Редхеда, получившем название топатрон, имеется две группы сеток, между которыми приложено высокочастотное напряжение. Частота напряжения, приложенного между

обени группами сеток, а следовательно, и между каждой парой соседних сеток, подобрана так, что ионы, имеющие определенное массовое число, попадая в анализатор с постоянной скоростью (определяемой массовым числом и пройденной разностью потенциалов), отбирают от высокочастотного поля максимум энергии. В результате того, что энергия этой группы ионов резко возрастает, они приобретают возможность проскакивать сквозь сурпрессорные сетки с высоким положительным потенциалом и достигать отрицательного заряженного коллектора, создавая в его цепи пик ионного тока.

Ионы, имеющие другое массовое число, не могут отбирать энергию от высокочастотного поля, а следовательно, обладая малой энергией, тормозятся положительно заряженными сурпрессорными сетками и не достигают коллектора. Изменяя частоту приложенного напряжения, можно последовательно получить пики для ионов с различными массовыми числами (от 2 до 100). Кроме определения парциального давления составляющих газов, топатрон позволяет также измерить и полное давление всей газовой смеси в диапазоне от  $10^{-3}$  до  $10^{-7}$  мм рт. ст. путем измерения ионного тока в цепи первой сетки, расположенной в непосредственной близости от катода.

Отсутствие постоянного магнита является достоинством радиочастотных масс-спектрометров. Однако большое число сеток, с одной стороны, усложняет изготовление датчика масс-спектрометра и, с другой стороны, снижает чувствительность прибора.

Омегатрон и радиочастотный масс-спектрометр позволяют последовательно получать отдельные пики спектра масс, однако они не дают возможности наблюдать всю кинетику процесса газовой выделения или газопоглощения. Если необходимо наблюдать одновременно изменение всего спектра исследуемой газовой смеси, наиболее подходящим прибором является масс-спектрометр типа фарвитрон.

В фарвитроне поток электронов, эмитируемых вольфрамовым катодом, модулируется высокочастотным напряжением, подаваемым на сетку, расположенную вблизи катода. В пространстве около сетки происходит ионизация молекул остаточных газов и образуются пакеты ионов с частотой, равной частоте модуляции электронного тока.

Возникающие пакеты ионов втягиваются в область анализатора и под действием параболического поля совершают колебания с частотой, зависящей от отношения заряда к массе иона. К той группе ионов, частота колебаний которых синхронна с частотой модуляции, при каждом акте ионизации добавляется новая порция ионов. В результате этого процесса ионы синхронной массы образуют облако колеблющегося в пространстве заряда, который индуцирует на сигнальном электроде переменное напряжение.

Ионы несинхронных масс образуют шумовой шлейф, интенсивность заряда которого составляет несколько процентов от суммарной интенсивности заряда ионов синхронных масс. Развертка масс-спектра осуществляется изменением частоты модуляции, а масс-спектр газовой смеси регистрируется на экране осциллографа.

Фавитрон имеет ряд достоинств, к числу которых, помимо малых размеров как самого датчика, так и измерительного блока, относится также то, что разделение масс происходит в статическом электрическом поле, а усиление ионного сигнала происходит в самом датчике. Фарвитрон имеет широкий диапазон регистрируемых масс и рабочих давлений и относится к быстродействующим приборам, предназначенным для быстрого качественного анализа состава оста-

точных газов и для грубой количественной оценки парциальных давлений исследуемых газов.

Для исследования быстротекущих процессов, длительность которых исчисляется долями миллисекунды, может быть использован времяпролетный масс-спектрометр. Разделение ионов по массам в этом масс-спектрометре основано на различии времени, необходимого моноэнергетическим ионам для прохождения определенного отрезка пути. Ионизация остаточных газов производится в результате их соударения с электронами, эмитируемыми горячим катодом.

Возникающие ионы выталкиваются из области ионизации в результате воздействия на них коротких положительных импульсов, подаваемых на расположенную около катода сетку. Образовавшиеся пакеты положительных ионов ускоряются, после чего попадают в пространство дрейфа, где разделяются по массам во времени. Пройдя пространство дрейфа, ионы различных масс поочередно достигают коллектора ионов, которым чаще всего является вход электронного умножителя. Возникающие при этом импульсы усиливаются и поступают на отклоняющие пластины осциллографа, горизонтальная развертка которого синхронизирована с периодом повторения генератора выталкивающих импульсов.

Таблица 2-8

Наименование и тип прибора	Чувствительность, м.м рт. ст.	Разрешающая способность	Диапазон масс	Диапазон измеряемых давлений, м.м рт. ст.	Регистрирующий прибор
ИПДО-1 — омегатрон (СССР)	$3 \cdot 10^{-10}$	20	2—100	$1 \cdot 10^{-8}$ $3 \cdot 10^{-10}$	Самопишущий потенциометр
МХ-4301 — омегатрон (СССР)	$1 \cdot 10^{-10}$	25	1—100	$1 \cdot 10^{-5}$ $1 \cdot 10^{-10}$	Осциллографическая трубка
Омегатрон фирмы Leybold (ФРГ)	$1 \cdot 10^{-11}$	32	1—200	$1 \cdot 10^{-3}$ $1 \cdot 10^{-11}$	Самопишущий потенциометр
АМ-140 — омегатрон фирмы CSF (Франция)	$5 \cdot 10^{-11}$	42	1—140	$1 \cdot 10^{-2}$ $5 \cdot 10^{-11}$	Самопишущий потенциометр
Омегатрон фирмы Edwards (Англия)	$1 \cdot 10^{-11}$	44	1 200	$1 \cdot 10^{-6}$ $1 \cdot 10^{-11}$	—
МХ-6401 — радиочастотный масс-спектрометр (СССР)	$5 \cdot 10^{-9}$	50	1—4 12—56	$10^{-4}$ $10^{-8}$	Осциллографическая трубка
М-494 — радиочастотный масс-спектрометр фирмы Masclett (США)	$10^{-8}$	—	1—250	$10^{-8}$ $10^{-8}$	Осциллографическая трубка
Топатрон — радиочастотный масс-спектрометр фирмы Leybold (ФРГ)	$10^{-7}$	40	2—100	$10^{-3}$ $10^{-7}$	Самопишущий потенциометр
Фарвитрон фирмы Leybold (ФРГ)	$10^{-9}$	20	2—250	$10^{-4}$ $10^{-9}$	Осциллографическая трубка
СМ-80 — циклодальный масс-спектрометр фирмы Balzers (Швейцария)	$10^{-12}$	80	1—500	$10^{-5}$ $10^{-12}$	Самопишущий потенциометр
МСХ-3А — хронотрон (СССР)	$10^{-9}$	20	1—250	$1 \cdot 10^{-5}$ $10^{-8}$	Осциллографическая трубка
МСХ-2М — хронотрон (СССР)	$10^{-12}$	100	1—250	$10^{-5}$ $10^{-8}$	Осциллографическая трубка
АМР-3 — электронный фильтр масс фирмы Atlas (ФРГ)	$10^{-12}$	100	1—100	$5 \cdot 10^{-4}$ $10^{-12}$	Осциллографическая трубка

Времяпролетный масс-спектрометр позволяет непрерывно регистрировать на киноплёнке масс-спектры длительностью в несколько микросекунд, записывая несколько десятков спектров в секунду.

Для работы в промышленных условиях все более широкое применение находит электрический фильтр масс, в котором разделение ионов по массам происходит под воздействием переменного квадратного электрического поля, приложенного к четырем параллельным стержням круглого сечения. При определенном соотношении между радиусом стержней и расстоянием между ними напряженность электрического поля является линейной функцией расстояния от центральной оси разделяющей системы. Ионы, движущиеся из источника вдоль оси квадрупольа, раскачиваются высокочастотным полем, и при этом амплитуда их колебаний зависит от их удельной массы и напряжения на стержнях.

В зависимости от подаваемого на электроды напряжения через фильтр проходят только ионы определенной массы, имеющие стабильную амплитуду колебаний. Эти ионы попадают на коллектор и регистрируются измерительной схемой. Ионы других масс сильно раскачиваются полем, амплитуда их колебаний возрастает, в результате чего они не смогут достигнуть коллектора.

Смена регистрируемой массы достигается одновременным изменением амплитуды высокочастотного и постоянного напряжений при сохранении постоянства соотношения между ними. Начальная энергия ионов не критична для работы прибора (она лишь не должна превышать некоторого предела), что позволяет использовать в масс-фильтре простые и надежные источники ионов.

Простота и прочность конструкции фильтра масс, широкий диапазон рабочих давлений ( $10^{-3}$ — $10^{-12}$  мм рт. ст.), высокая разрешающая способность ( $\Delta M=1$ ), а также работоспособность в присутствии паров масла позволяют широко применять этот прибор.

Сопоставление параметров и характеристик различного типа масс-спектрометров приведено в табл. 2-8.

### Глава третья

## ВАКУУМНОЕ НАПЫЛИТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

### 3-1. ВАКУУМНЫЕ КОНСТРУКЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ

#### Основные требования к вакуумным конструкционным материалам

Предельный вакуум, или то наименьшее давление, которое можно получить в откачиваемом объеме, зависит не только от откачных средств, но во многом также и от герметичности и газоотделения стенок вакуумной аппаратуры. В связи с этим для получения в откачиваемом объеме заданного предельного вакуума при минимальном времени, затрачиваемом на процесс откачки, к самой вакуумной аппаратуре и материалам, используемым при ее изготовлении, предъявляется ряд специ-

фических требований: минимальная пористость; минимальное газоотделение; высокая коррозионная стойкость; инертность по отношению к маслам и промывочным средствам (в качестве которых чаще всего используются различного рода органические растворители); хорошая обрабатываемость и возможность получения чистой и гладкой поверхности.

Используемый для изготовления вакуумной аппаратуры материал при рабочей температуре должен иметь минимальное давление собственных паров и легко отдавать в процессе обезгаживания вакуумной установки ранее поглощенные им газы и пары. С этой точки зрения возможность использования пористых материалов полностью исключается, так как, помимо значительной газопроницаемости, они длительное время выделяют из своих капилляров и пор ранее поглощенные газы и пары. Промыть достаточно чисто поверхность материала, имеющего пористую структуру, не удается, поскольку загрязнения вместе с органическими растворителями забиваются во все поры и трещины и удалить их оттуда очень трудно.

Следует отдавать предпочтение материалам, имеющим плотную структуру, и прежде всего тем из них, которые легко обрабатываются и полируются. Кроме того, чем более шероховата поверхность, тем больше ее действительная площадь, а следовательно, и способность адсорбировать газы и пары. Для снижения начальной сорбции целесообразно использовать малокорродирующие и легко обезгаживаемые металлы (нержавеющая сталь, медь, никель, алюминий).

#### Металлы и сплавы, применяемые при изготовлении вакуумных систем

подавляющее большинство литых металлических деталей обладает большой пористостью и поэтому находит лишь ограниченное применение при изготовлении вакуумных систем. Высококачественное чугунное и цветное литье используется при изготовлении вращательных насосов предварительного разрежения. Здесь литые детали обычно находятся в контакте с вакуумным маслом, что значительно уменьшает вредное влияние пористости. Однако в этом случае к отливкам предъявляются более жесткие требования как в части отсутствия

трещин, пор и раковин, так и в повышении общей плотности используемого материала, что иногда может быть достигнуто, если применять литье под давлением.

Обычно для трущихся частей применяется серый чугун, так как он обладает высокими антифрикционными свойствами. Наиболее подходящими марками чугуна являются: МС4-28-48, С4-24-44, С4-21-40 и др. Алюминиевые литейные сплавы АЛ-2, АЛ-5 и АЛ-9 имеют достаточно высокую коррозионную стойкость и невысокую пористость при небольшом удельном весе. Бронза литейная не должна содержать в своем составе фосфора, цинка и кадмия.

Наиболее широкое применение при изготовлении вакуумных установок находят прокатные металлы. Помимо ранее указанных требований, которые обычно предъявляются к большинству вакуумных материалов, прокатные металлы должны обладать еще высокой пластичностью и способностью образовывать вакуумно-герметичные спаи с металлами, а также со стеклом и керамикой.

При использовании стального проката следует иметь в виду, что литые болванки малоуглеродистой стали в процессе проката приобретают неодинаковую плотность в различных плоскостях заготовки. Они часто содержат волокна шлаковых включений, представляющие собой мельчайшие капиллярные каналы, расположенные в направлении проката и заполненные стекловидной шлаковой массой. Такое расположение волокон делает металл газонепроницаемым.

Если детали, на поверхность которых выходят шлаковые волокна, подвергнуть в дальнейшем прогреву (при сварке, пайке или отжиге), то их стенки становятся пористыми и начинают пропускать газ. Поэтому при изготовлении стенок из прокатного материала, которые в дальнейшем будут служить границей между атмосферой и вакуумом, следует вырезать заготовки для стенок вдоль направления проката. В этом случае шлаковые волокна не станут служить соединительными каналами между атмосферой и вакуумом.

Из малоуглеродистых конструкционных сталей для изготовления вакуумной аппаратуры чаще всего применяется сталь 20.

Эта сталь не отличается высокой коррозионной стойкостью, но она дешева, хорошо обрабатывается реза-

нием и давлением, хорошо сваривается и паяется. Для уменьшения коррозии детали, изготовленные из этой стали, обычно подвергают пассивированию или никелированию, чем обеспечивается возможность их применения при разрежении до  $10^{-7}$  мм рт. ст.

Для изготовления вакуумной аппаратуры, предназначенной для получения давлений ниже  $10^{-7}$  мм рт. ст., чаще всего применяется аустенитная (немагнитная) нержавеющая сталь Х18Н10Т. Эта сталь хорошо сваривается, химически устойчива и достаточно жаропрочна, однако она не принимает закалку, а поэтому, когда изделие из нержавеющей стали необходимо закалить, то обычно применяют сталь марки 1Х13 и 2Х13.

Из цветных металлов при изготовлении вакуумной аппаратуры широкое применение находит медь. Она пластична, газонепроницаема и хорошо обрабатывается в холодном состоянии. Медь применяется в виде листов, лент, полос, прутков, проволоки и труб различных размеров. Наиболее часто используют медь марки М-1. Если такие детали необходимо подвергать нагреву в среде водорода, то применяют бескислородную медь марки МБ, которая получается путем плавки обычных сортов меди в атмосфере чистой и сухой окиси углерода. Еще более плотный и чистый металл представляет собой вакуумная медь, получаемая путем плавки в вакууме наиболее чистых сортов меди.

Из свойств меди, кроме хорошей обрабатываемости и газонепроницаемости, большое значение имеют ее высокая теплопроводность и электропроводность, а также возможность получения вакуумноплотных сплавов со стеклом. Большим недостатком меди является ее активность к кислороду. При этом следует иметь в виду, что если при низких температурах на медных деталях при воздействии на них кислорода образуется только поверхностная пленка, которая легко восстанавливается при прогреве в вакууме, то при высоких температурах глубина и скорость проникновения кислорода быстро возрастают, и окисленные медные детали обладают большим газовыделением в вакууме.

Из сплавов меди чаще всего используется латунь марок Л-62, Л-68, ЛС-69. Латунь является пластичным материалом и допускает изготовление деталей сложной формы давлением. Однако широкое использование латуни в вакуумной аппаратуре ограничено высокой лету-

чеством цинка, входящего в ее состав, который интенсивно испаряется при нагреве, засоряя вакуумную аппаратуру. По этой же причине детали, изготовленные из латуни, нельзя отжигать или подвергать пайке в водородных или вакуумных печах, так как при этом латунь приобретает пористую структуру и становится совершенно непригодной для дальнейшего использования.

Поэтому латунь применяется только для внутренних деталей вакуумной аппаратуры, подвергаемых нагреву до температуры не выше  $150^{\circ}\text{C}$  или же для тех деталей, не находящихся под вакуумом, которые по каким-либо причинам не могут быть изготовлены из стали.

Оловянистые и оловянно-цинковые бронзы также применяются ограниченно, так как при повышенных температурах входящее в их состав олово ведет себя подобно цинку. Для пружинящих контактов и иногда для сильфонов применяется бериллиевая бронза.

Никель марки Н-0 и Н-1 и некоторые его сплавы обычно применяются для изготовления сложных паяных узлов. Это объясняется тем, что никель даже в холодном состоянии хорошо воспринимает различные виды механической обработки, ковку, прокатку, волочение, штамповку, прессовку и хорошо сплавляется не только со сталью и медью, но и с алюминием.

Для осуществления высоковакуумных спаев с тугоплавкими стеклами широкое применение находит ковар (марки Н28 и К18), в состав которого входит никель, кобальт и железо.

### Прокладочные материалы

Прокладочный материал, используемый в аппаратуре высокого вакуума для обеспечения герметичности разъёмных соединений, должен обеспечивать полное отсутствие течей при незначительном выделении газов из самой уплотняющей прокладки.

В установках, где требуется получение давления не ниже  $10^{-6}$  мм рт. ст. для умеренных температур (от  $20$  до  $120^{\circ}\text{C}$ ) и нагрузок (от  $5$  до  $20$  кг/см<sup>2</sup>), широкое применение в качестве материала для прокладок получили специальные сорта резины.

Белая вакуумная резина марки 7889 выпускается в виде пластин толщиной от  $2$  до  $20$  мм, шириной и длиной до  $500$  мм, а также в виде шлангов и шнуров круг-

лого или прямоугольного сечений. Она обладает высокими эластичными свойствами, хорошо уплотняет разборные соединения, но не стойка к действию масел и органических соединений.

Черная вакуумная резина сорта 9024 выпускается также в виде пластин, шнуров и шлангов. Черная резина в полтора раза менее эластична, чем белая, но значительно более маслостойка: за  $24$  ч пребывания в вазелиновом масле при температуре  $70^{\circ}\text{C}$  она набухает не более чем на  $6\%$  (белая резина в таких же условиях дает набухание до  $90\%$ ).

Наибольшая температура длительного нагрева для обычных сортов вакуумной резины составляет  $50$ — $60^{\circ}\text{C}$ , хотя кратковременно резина может быть нагрета до  $100$ — $120^{\circ}\text{C}$ . При большей температуре происходит размягчение и разрушение резины, что сопровождается интенсивным газовыделением.

При температуре ниже нуля резина постепенно твердеет и теряет свою эластичность, вследствие чего у обычных сортов вакуумной резины уже при  $-30^{\circ}\text{C}$  в месте контакта поверхности фланца с резиновой прокладкой может возникнуть течь. При температуре жидкого азота ( $-196^{\circ}\text{C}$ ) резина становится хрупкой. Однако следует иметь в виду, что при низких температурах происходит лишь временная утрата резиной эластичности. При возвращении от низких температур к нормальным температурным условиям резина вновь восстанавливает свои упругие свойства.

Значительно большей устойчивостью к воздействию высоких температур обладает силиконовая резина марок 14Р-2, 5Р-129 и 5Р-25. Она может в течение длительного времени выдерживать нагрев до  $300$ — $350^{\circ}\text{C}$ , не проявляя при этом признаков химического разложения. Однако силиконовая термостойкая резина уже при нагреве выше  $100^{\circ}\text{C}$  сравнительно легко получает остаточные деформации от сжатия, а при  $200^{\circ}\text{C}$  и выше почти полностью теряет упругость и не в состоянии уже обеспечивать вакуумное уплотнение.

Помимо резины, в качестве прокладочного материала широкое распространение получил фторопласт-4. Он является полимером тетрафторэтилена  $\text{CF}_2$ — $\text{CF}_2$  (этилен, в молекуле которого все четыре атома водорода замещены атомами фтора).

При нагреве во фторопласте не происходит ника-

ких химических реакций. В результате этого он обладает необычайно высокой для органического вещества термостойкостью, что позволяет производить его нагрев вплоть до температуры фазового перехода ( $327^{\circ}\text{C}$ ). Однако если при комнатной температуре газовыделение фторопласта ничтожно мало, то при нагреве до температуры  $200\text{--}300^{\circ}\text{C}$  оно резко возрастает; при температуре выше  $400^{\circ}\text{C}$  фторопласт начинает подвергаться разложению с выделением газообразного фтора — ядовитого и химически активного вещества. Морозостойкость материала характеризуется сохранением гибкости даже при температуре ниже  $-80^{\circ}\text{C}$ .

Фторопласт совершенно не горюч, не растворяется ни в одном из растворителей, практически не гигроскопичен, не смачивается водой и другими жидкостями. По стойкости к химически активным веществам он превосходит золото и платину. Высокие диэлектрические свойства фторопласта, не зависящие от частоты приложенного напряжения и мало зависящие от температуры, позволяют использовать его для изготовления изолирующих и уплотняющих прокладок вакуумных электрических вводов.

Прокладки из фторопласта, помимо вакуумноплотного соединения трубопроводов и других элементов вакуумных систем, могут использоваться в уплотнениях сальникового типа для передачи в вакуум поступательного и вращательного движения. При этом вакуумные системы с целью обезгаживания могут быть подвергнуты длительному прогреву (в течение нескольких часов) до температуры  $200^{\circ}\text{C}$  и кратковременному прогреву до  $300\text{--}350^{\circ}\text{C}$ . Однако следует иметь в виду, что по сравнению с вакуумной резиной фторопласт значительно менее эластичен. Он имеет сравнительно высокий коэффициент линейного расширения, значительно изменяющийся в различных диапазонах температур (от  $8 \cdot 10^{-6}$  до  $250 \cdot 10^{-6}$ ). Оригинальным свойством фторопласта является то, что, будучи деформирован при низкой температуре, он стремится восстановиться при дальнейшем прогреве свою первоначальную форму. Вместе с тем он очень медленно восстанавливает первоначальные размеры после снятия нагрузки.

По указанным причинам прокладки из фторопласта в отличие от прокладок из вакуумной резины приходится ставить в канавки со строго ограниченным объ-

емом (соединение «в замок»). Кроме того, каждый раз после длительного прогрева целесообразно производить подтяжку болтов с целью устранения течей, которые могут возникнуть за счет текучести материала прокладки, значительно увеличивающейся с повышением температуры.

Значительно более высококачественным прокладочным материалом по сравнению с вакуумной резиной является эластомер, получивший за рубежом название витон. Витон представляет собой сополимер гексафторпропена и фтористого винилидена. В отличие от обычной вакуумной резины, которая уже при температуре  $80\text{--}100^{\circ}\text{C}$  теряет свои эластичные свойства, витон допускает длительный нагрев до  $200^{\circ}\text{C}$  и кратковременный до  $250^{\circ}\text{C}$ . Если при использовании в качестве прокладочного материала вакуумной резины из нее непрерывно выделяются углеводороды, то при замене резиновых прокладок прокладками из витона в остаточной атмосфере присутствуют лишь газы с массой менее 32.

Таким образом, применение витона в качестве прокладочного материала почти полностью устраняет содержание углеводородов в остаточных газах. Кроме того, витон позволяет прогревать всю установку до  $200^{\circ}\text{C}$ , в результате чего примерно на порядок улучшается предельный вакуум.

В тех случаях, когда требуется получить давление ниже  $10^{-6}$  мм рт. ст. в металлической вакуумной установке, ее стенки с целью обезгаживания приходится длительное время прогревать при температуре  $400\text{--}450^{\circ}\text{C}$  в условиях непрерывной откачки. Использование прокладок из резины, фторопласта или витона здесь полностью исключено, и для осуществления вакуумноплотных соединений приходится применять металлические прокладки.

Для обеспечения надежной герметичности соединения с металлической прокладкой в месте ее соприкосновения с уплотняющими поверхностями фланцев должна возникнуть пластическая деформация. Одновременно сама прокладка в зоне контакта или вблизи нее должна находиться в напряженном состоянии, чтобы противодействовать сжимающему усилию фланцев, которое полагается при затягивании болтов.

При использовании металлических прокладок требуются значительно большие удельные нагрузки, а к каче-

ству обработки уплотняющих поверхностей предъявляются более жесткие требования. Применение плоских или круглых металлических прокладок из мягких материалов (свинец, серебро и др.), зажатых между плоскими фланцами, не обеспечивает надежного вакуумно-плотного соединения.

В качестве прокладочного материала чаще всего используют предварительно отожженные и очищенные от окалины кольца из листовой холоднокатаной меди М-1 или листового мягкого алюминия. Кольца зажимаются между фланцами, в одном из которых имеется кольцевая канавка, а в другом — клинообразный выступ. При стягивании фланцев происходит вдавливание прокладки внутрь канавки, что облегчает пластическую деформацию прокладки и обеспечивает хорошую герметичность соединения. Такого рода соединение допускает длительный прогрев до температуры  $600^{\circ}\text{C}$  при использовании медных прокладок и до  $400^{\circ}\text{C}$  при использовании прокладок из алюминия. Однако фланцевые соединения с канавочно-клиновым уплотняющим профилем обеспечивают хорошую герметичность только при сравнительно небольших диаметрах (до 200 мм). При больших размерах фланцев вследствие анизотропии прокатного металла, из которого они изготовлены, коробление при нагреве и неравномерный прогиб под действием стягивающих болтов становятся настолько значительными, что достигнуть надежного вакуумно-плотного соединения фланцев при использовании канавочно-клинового уплотняющего профиля уже не удастся и придется применять другие виды уплотняющих профилей.

### Газовыделение конструкционных материалов

На газовыделение исключительно большое влияние оказывает технологическая обработка металла или сплава, что наглядно видно из рис. 3-1 и 3-2, на которых показано изменение газовыделения меди и нержавеющей стали после различных технологических обработок от температуры нагрева.

Данные о газовыделении конструкционных материалов, полученные различными исследователями, по вполне понятным причинам (различные методики эксперимента, качество исходных материалов, способы их очистки и др.) не одинаковы. Тем не менее на основании этих

данных можно сделать некоторые выводы о способах снижения газовыделения. Так, например, плавка в высоком вакууме резко снижает последующее газовыделение; в результате одинарной плавки газовыделение меди

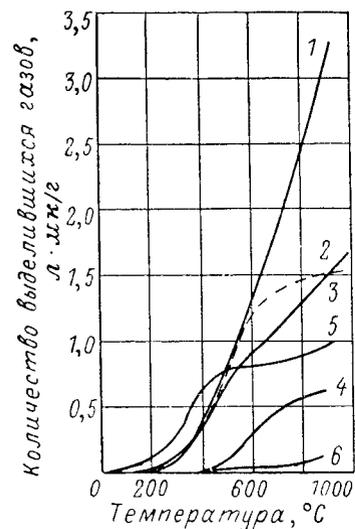


Рис. 3-1. Количество газов, выделяющихся на меди МБ после различных технологических обработок и вакуумной плавки в зависимости от температуры нагрева.

1 — обезжиривание; 2 — механическая обработка и травление; 3 — отжиг в водороде при  $800^{\circ}\text{C}$  в течение 1 ч; 4 — отжиг в вакууме ( $10^{-4}$ – $10^{-5}$  мм рт. ст.) при  $800^{\circ}\text{C}$  в течение 1 ч; 5 — вакуумная плавка при давлении 5 мм рт. ст.; 6 — вакуумная плавка при давлении  $5 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст.

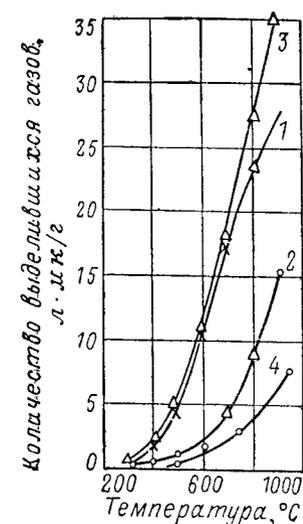


Рис. 3-2. Количество газов, выделяющихся из стали X18H10T после различных технологических обработок и вакуумной плавки в зависимости от температуры нагрева.

1 — обезжиривание; 2 — отжиг в вакууме при  $1000^{\circ}\text{C}$  в течение 1 ч; 3 — отжиг в водороде при  $900^{\circ}\text{C}$  в течение 1 ч; 4 — вакуумная плавка.

снижается в 20 раз, нержавеющей стали в 5 раз, железа в 15 раз; двойная вакуумная плавка снижает газовыделение железа в 300 раз.

При использовании металлов и сплавов не вакуумной плавки заметное снижение газовыделения наблюдается в том случае, если механическим путем снять верхний наиболее окисленный слой, а затем протравить и промыть поверхность металла или сплава. Более значительное уменьшение газовыделения может быть до-

стигнуто благодаря предварительному обезгаживанию материала в вакууме при максимально допустимой для данного металла или сплава температуре (с учетом сохранения формы деталей). После медленного охлаждения в вакуумной печи при дальнейшем соприкосновении с атмосферным воздухом процесс поглощения газов этими материалами протекает менее интенсивно.

После сборки вакуумной системы предварительно отожженные в вакууме материалы могут быть легко и быстро повторно обезгажены при прогреве их под непрерывной откачкой. Практически рекомендуется производить обезгаживание нержавеющей стали при температуре 1000°С, никеля при 600—650°С, меди при 500°С, дюралюминия при 400°С, тугоплавких стекол при 400°С, легкоплавких стекол при 300°С, латуни при 150°С. При этих температурах основная масса газов (80—90%) обычно выделяется в течение первого часа обезгаживания, а после 8—10 ч газовыделение у большинства конструкционных материалов практически прекращается.

Однако в ряде случаев прогрев вакуумной установки по тем или иным причинам (наличие резиновых уплотняющих прокладок, стеклянных деталей и т. п.) бывает недопустим, и обезгаживание установки приходится производить путем ее длительной откачки при комнатной температуре. При этом обезгаживание происходит очень медленно, а газовыделение при достаточно большой внутренней поверхности вакуумной установки может достигать весьма значительной величины. Если это газовыделение не принимать во внимание при расчете производительности насоса, то откачка системы до требуемого разрежения может занимать очень длительное время.

В табл. 3-1 приведены скорости газовыделения некоторых конструкционных материалов.

Обработка бензином и ацетоном снижает газовыделение металлов и сплавов в 2—5 раз. Травление с последующей промывкой бензином и ацетоном приводит к более значительному снижению газовыделения (в 50—70 раз).

Сварные швы обладают значительно большим газовыделением, чем свариваемые металлы (рис. 3-3), поскольку швы в процессе сварки насыщаются газом, а на их поверхности обычно остаются следы флюсов. В связи

Материал и способ его предварительной обработки	Газовыделение, л·мм/сек·см <sup>2</sup>	Источник
Конструкционная сталь, не обезгаженная прогревом . . . . .	$4 \cdot 10^{-4}—7 \cdot 10^{-5}$	[Л. 104]
Конструкционная сталь, полированная после длительной откачки . . . . .	$2 \cdot 10^{-6}$	[Л. 104]
Нержавеющая сталь, не обезгаженная прогревом . . . . .	$10^{-4}—10^{-6}$	[Л. 104]
Нержавеющая сталь, обезжиренная в парах спирта после длительной откачки	$2 \cdot 10^{-7}$	[Л. 104]
Нержавеющая сталь после длительного прогрева и откачки . . . . .	$3 \cdot 10^{-11}—5 \cdot 10^{-11}$	[Л. 104]
Латунь обезжиренная . . . . .	$10^{-4}$	[Л. 119]
Латунь, протравленная и обезжиренная, но не обезгаженная прогревом . . . . .	$10^{-5}—10^{-6}$	[Л. 119]
Дюралюминий обезжиренный . . . . .	$5 \cdot 10^{-4}—1 \cdot 10^{-4}$	[Л. 119]
Дюралюминий, протравленный и обезжиренный, но не обезгаженный прогревом . . . . .	$4 \cdot 10^{-5}—4 \cdot 10^{-6}$	[Л. 119]
Медь обезжиренная . . . . .	$4 \cdot 10^{-5}—8 \cdot 10^{-6}$	[Л. 119]
Медь, обезжиренная и протравленная, но не обезгаженная прогревом . . . . .	$8 \cdot 10^{-6}—6 \cdot 10^{-7}$	[Л. 119]
Хромированные и никелированные поверхности, не обезгаженные прогревом	$1 \cdot 10^{-7}$	[Л. 104]
Алюминий полированный, обезжиренный в спирте после длительной откачки . . . . .	$1 \cdot 10^{-7}$	[Л. 104]
Алюминий полированный, обезжиренный в спирте после длительного прогрева и откачки . . . . .	$2 \cdot 10^{-11}$	[Л. 104]
Эластомер типа витон после длительной откачки . . . . .	$1 \cdot 10^{-4}$	[Л. 107]
Эластомер типа витон после нескольких часов прогрева при 150°С и длительной откачки . . . . .	$1 \cdot 10^{-7}$	[Л. 107]
Фторопласт после длительной откачки	$3 \cdot 10^{-7}$	[Л. 104]
Резина вакуумная после длительного прогрева под вакуумом при 80°С и последующей откачки . . . . .	$1 \cdot 10^{-5}—5 \cdot 10^{-6}$	[Л. 104]
Сварной шов на латунной трубе, необработанный . . . . .	$3 \cdot 10^{-3}$	[Л. 112]
Сварной шов на медной трубе, необработанный . . . . .	$6 \cdot 10^{-3}$	[Л. 119]

с этим для уменьшения газовыделения необходимо строго относиться к подбору методов вакуумной сварки и пайки, применяя те из них, которые дают наименьшую массу наплавленного металла. Кроме того, целесообразно по возможности вообще уменьшать число внутренних сварных и паяных швов.

Вакуумная резина даже при комнатной температуре имеет значительное газоотделение, которое резко увели-

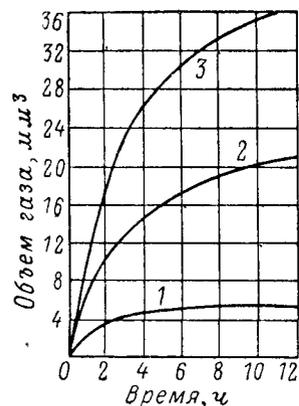


Рис. 3-3. Выделение газов в вакууме из стали X18Ni10T от 1 г образца ( $0^{\circ}\text{C}$ , 760 мм рт. ст.).  
1 — цельный металл; 2 — шов аргоно-дуговой сварки; 3 — шов, сваренный электродами ЦЛ-3-Ал.

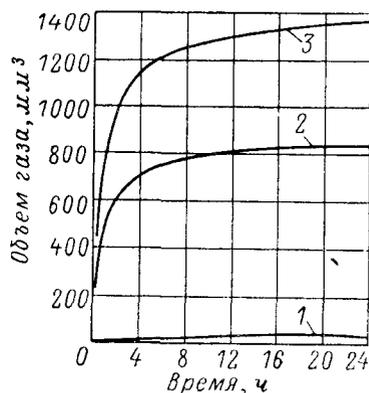


Рис. 3-4. Выделение газов в вакууме резиной и фторопластом на 1 г образца ( $0^{\circ}\text{C}$ , 760 мм рт. ст.).  
1 — фторопласт-4; 2 — резина 7889; 3 — резина 9024.

чивается с повышением температуры. На рис. 3-4 показано выделение газа в вакууме резиной марки 7889 и 9024. Здесь же для сравнения приведено газовыделение фторопласта. Установлено, что при температуре  $80-100^{\circ}\text{C}$  газоотделение резины марки 7889 в вакууме практически прекращается через  $15-20$  ч. Общее количество газообразных продуктов, выделяющихся за это время из резины марки 7889, приведенное к нормальным условиям, составляет  $0,8$  см<sup>3</sup> на 1 г образца. За это же время из 1 г резины марки 9024 выделяется примерно в 2 раза больше газообразных продуктов, причем даже после  $20$  ч откачки процесс газоотделения все еще продолжается, хотя его интенсивность постепенно спадает. Что

касается фторопласта, то при его нагреве до  $250^{\circ}\text{C}$  за  $20$  ч выделяется всего лишь  $0,05$  см<sup>3</sup> газа на 1 г образца.

Изменение давления в вакуумной камере со временем при помещении внутрь камеры прокладок из резины, витона и индия показано на рис. 3-5.

Наряду с газовыделением большое значение имеет газопроницаемость стенок вакуумной арматуры и про-

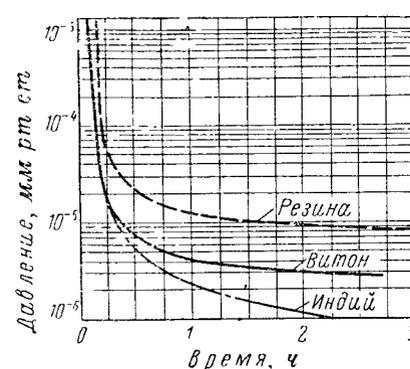


Рис. 3-5. Изменение давления в вакуумной камере при помещении внутрь камеры прокладок из резины, витона и индия.

кладочных материалов, используемых для уплотнения разборных соединений. На рис. 3-6 показана газопроницаемость стенок из различных материалов для ряда газов в зависимости от температуры, выраженная через функцию  $K=f(T)$ , где  $K$  означает повышение давления в сосуде объемом  $1$  см<sup>3</sup> при проникновении газа через  $1$  см<sup>2</sup> стенки толщиной  $1$  мм.

Процесс газопроницаемости представляет собой суммарный процесс сорбции газа материалом, диффузии газа через материал и десорбции газа с той стороны материала, которая соприкасается с вакуумом. Про-

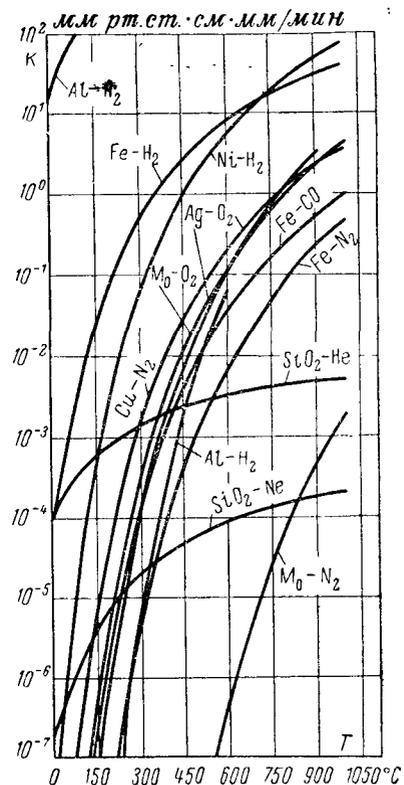


Рис. 3-6. Газопроницаемость стенок из различных материалов в зависимости от температуры.

процесс газопроницаемости полимеров может быть выра-  
жен уравнением

$$Q = D\sigma \frac{p_2 - p_1}{l} S t,$$

где  $Q$  — количество газа, прошедшее через материал;  
 $t$  — время;  
 $D$  — константа диффузии;  
 $\sigma$  — константа сорбции;  
 $S$  — площадь поперечного сечения потока газа;  
 $p_2 - p_1$  — разность парциальных давлений по обеим сто-  
ронам материала;  
 $l$  — толщина материала в направлении прохожде-  
ния газа.

Если значения разности давлений ( $p_2 - p_1$ ), площа-  
ди  $S$ , толщины образца и времени  $t$  равны единице, то  
уравнение примет вид:

$$P = D\sigma,$$

где  $P$  — константа проницаемости,  $см^3/см^2 \cdot сек \cdot см \cdot ат$ .

Константы газопроницаемости для некоторых мате-  
риалов по гелию приведены в табл. 3-2.

Таблица 3-2

Материал	Темпера- тура, °С	Константа прои- цаемости
Резина вакуумная марки 7889	20	$1,3 \cdot 10^{-7}$
	50	$4,5 \cdot 10^{-7}$
Резина вакуумная марки 9024	20	$4,2 \cdot 10^{-8}$
	50	$1,7 \cdot 10^{-7}$
Термостойкая резина марки 14р23	20	$1,4 \cdot 10^{-6}$
	150	$1,8 \cdot 10^{-5}$
Полиэтилен	20	$2,5 \cdot 10^{-8}$
Полиэфиркрилат	20	$2,8 \cdot 10^{-8}$
	80	$1,3 \cdot 10^{-7}$
Эпоксидная смола ДД-5	20	$6,9 \cdot 10^{-9}$
	80	$5,5 \cdot 10^{-8}$
Стекло С49-1 (ЗС-5)	500	$3,8 \cdot 10^{-9}$

На рис. 3-7 изображена гидродинамическая модель  
процесса откачки непрогриваемой вакуумной системы до  
высокого вакуума. Из этой модели наглядно видно

влияние на процесс откачки газов, адсорбированных  
внутренними поверхностями установки.

Жидкость в сосуде  $A$  соответствует количеству ад-  
сорбированного газа; жидкость, вытекающая через ка-

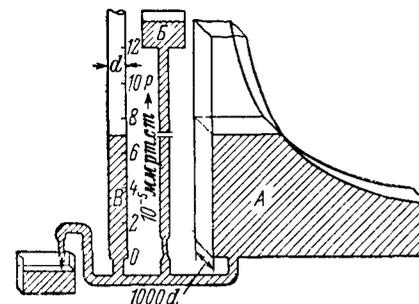


Рис. 3-7. Гидродинамическая модель  
откачки.

пилляр из сосуда  $B$ , соответствует воздуху вне камеры,  
натекающему в откачиваемый объем в результате его  
негерметичности; жидкость в сосуде  $B$  соответствует ко-  
личеству газа в объеме  
камеры. При этом гидро-  
статическое давление в  
модели соответствует оп-  
ределенному давлению в  
вакуумной системе. Из  
этого рисунка видно, что  
в области высокого ваку-  
ума основную массу газов  
составляют газы, адсор-  
бированные внутренними  
поверхностями откачивае-  
мого объема.

На процесс откачки  
также оказывает сильное  
влияние продолжитель-  
ность нахождения атмо-  
сферного воздуха в рабочем объеме установки. Это по-  
казано на кривых откачки одной и той же установки,  
приведенных на рис. 3-8. При этом кривая 1 снята после  
минутного пребывания вскрытой камеры на атмосфере,  
кривая 2 — после двухчасового. Из приведенных кривых

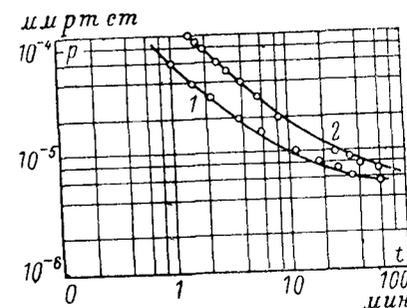


Рис. 3-8. Кривые откачки уста-  
новки.

1 — после пребывания установки на  
атмосфере в течение 1 мин; 2 — после  
пребывания установки на атмосфере  
в течение 2 ч

видно, что для откачки установки до одинакового разрежения (например, до  $2 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст.) в первом случае требуется в несколько раз меньше времени, чем во втором случае.

### 3-2. КОНСТРУКЦИОННЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ ВАКУУМНЫХ НАПЫЛИТЕЛЬНЫХ УСТАНОВОК

Многообразие операций, которые необходимо выполнять при осуществлении технологического процесса в вакуумной напылительной установке, привело к созданию большого числа разнообразных конструктивных узлов. По характеру выполняемых функций конструктивные узлы вакуумных напылительных установок можно разделить на вакуумные уплотнения, вакуумные вводы, запорно-регулирующую вакуумную арматуру, вакуумные ловушки, смотровые окна, загрузочные устройства, нагреватели для обезгаживания установок.

#### Вакуумные уплотнения

В вакуумных напылительных установках с предельным вакуумом до  $5 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст., как правило, применяются вакуумные уплотнения с прокладками из резины типов 7889 и 9024, а также витона и фторопласта-4. Уплотнительные прокладки делаются литыми круглого или прямоугольного сечения. В лабораторной практике применяются прокладки, вырезанные из листа или клееные из шнура.

В сверхвысоковакуумных прогреваемых напылительных установках применяются уплотнения с металлическими прокладками. В качестве материала прокладок применяются индий, отоженная медь, алюминий и в отдельных случаях даже золото.

Конструкции уплотнительных сочленений подробно описаны в литературе [Л. 28, 118, 130, 131]. Здесь будут кратко рассмотрены некоторые виды уплотнений, широко применяемые в напылительных установках.

Вакуумно-герметичное уплотнение рабочего колпака с установочной плитой обычно осуществляется при помощи прокладок, имеющих прямоугольное сечение. Пример наиболее простого и широко распространенного уплотнения изображен на рис. 3-9. В установочной плите растачивается кольцевой паз, в который вставляется уплотняющая прокладка, изготовленная из резины или

витона. Прокладки должны быть вырезаны из целого листа или быть литыми.

В колпаковых установках, как правило, не предусматривается наличие специальных прижимных устройств, обеспечивающих уплотнение колпака с плитой. Герметизация же их осуществляется за счет того, что край колпака, играющий роль уплотняющего кольца, имеет специальный профиль, который выбирается из расчета надежного предварительного (до начала откачки) уплотнения колпака. Величина необходимого удельного давления на уплотняющую прокладку зависит от размеров фланца колпака и чистоты его обработки и составляет для резины  $5-8$  кг/см<sup>2</sup>. При откачке рабочего объема давление на уплотняющую прокладку резко возрастает. Так, например, при колпаке диаметром 600 мм возникает усилие порядка  $3 T$ , что создает в прокладке очень большие напряжения.

Для обеспечения нормальных условий работы резиновых прокладок напряжения в них не должны превышать  $25-30$  кг/см<sup>2</sup>. Иногда для разгрузки уплотняющих прокладок от больших напряжений резиновые уплотнения выполняются таким образом, чтобы при достижении предельно допустимой деформации для резины фланец колпака соприкасался с плитой и предотвращал тем самым дальнейшее сжатие прокладки. Для надежного вакуумного уплотнения достаточно сжать резиновую прокладку на  $\frac{1}{3}$  ее первоначальной толщины.

Следует иметь в виду, что сварка вызывает значительные деформации, поэтому окончательная механическая обработка фланцев колпаков и установочных плит должна производиться после проведения сварочных работ.

Необходимо, чтобы при опускании колпака фланец без перекоса садился на место, иначе не произойдет предварительного уплотнения. Большое значение имеет чистота уплотняющего профиля колпака и резиновой прокладки. Пыль, прилипшие волоски и ворсинки могут явиться причиной негерметичности.

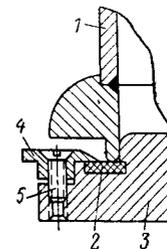


Рис. 3-9. Вакуумноплотное соединенное колпака с плитой.

1 — колпак; 2 — прокладка; 3 — плита; 4 — прижимное кольцо; 5 — винт

Для грубой проверки уплотнения колпака с плитой используется опрыскивание места соединения спиртом или ацетоном. При наличии течи пары спирта или ацетона попадают через нее в вакуумную систему. Негерметичное место обнаруживается по резкому ухудшению вакуума.

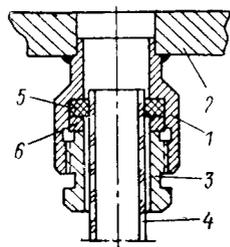


Рис. 3-10. Уплотнение грибового типа.  
1 — корпус, 2 — плита;  
3 — зажимная гайка 4 —  
уплотняемая трубка;  
5 — резиновая прокладка,  
6 — промежуточное  
кольцо

Для подсоединения к металлическим вакуумным системам стеклянных вакуумметрических ламп часто используются уплотнения грибового типа. Эти уплотнения обеспечивают надежное и легко разборное вакуумно-плотное соединение труб диаметром до 30 мм (рис. 3-10). Уплотнение вставляемой в грибок трубки осуществляется путем плотного прижатия к ней кольцевой резиновой прокладки, сжатой гайкой через промежуточное кольцо.

Герметизация резиновых шлангов на оливках производится при помощи гибких ленточных хомутов.

Лента хомута имеет насечки, через которые она захватывается витками червяка. Поворот червяка производится отверткой, вставляемой в шлиц ее головки. Благодаря такой конструкции можно получить большие стягивающие усилия при незначительных усилиях на головке червяка. Конструкция гибкого хомута и герметизация

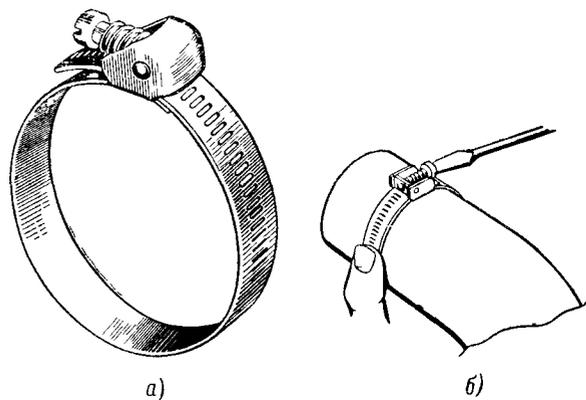


Рис 3-11 Гибкий хомут (а) и герметизация шланга с его помощью (б).

шланга с его помощью показаны на рис. 3-11. Обычно в установке (с целью унификации) уплотнение водяных и пневматических магистралей производят с помощью этих же хомутов.

Для уплотнения редко разнимаемых соединений, а также соединений, прогреваемых до 150° С, с успехом можно применять индиевые уплотнения, которые просты в изготовлении, экономичны и надежны в работе. При помощи индиевых прокладок можно уплотнять

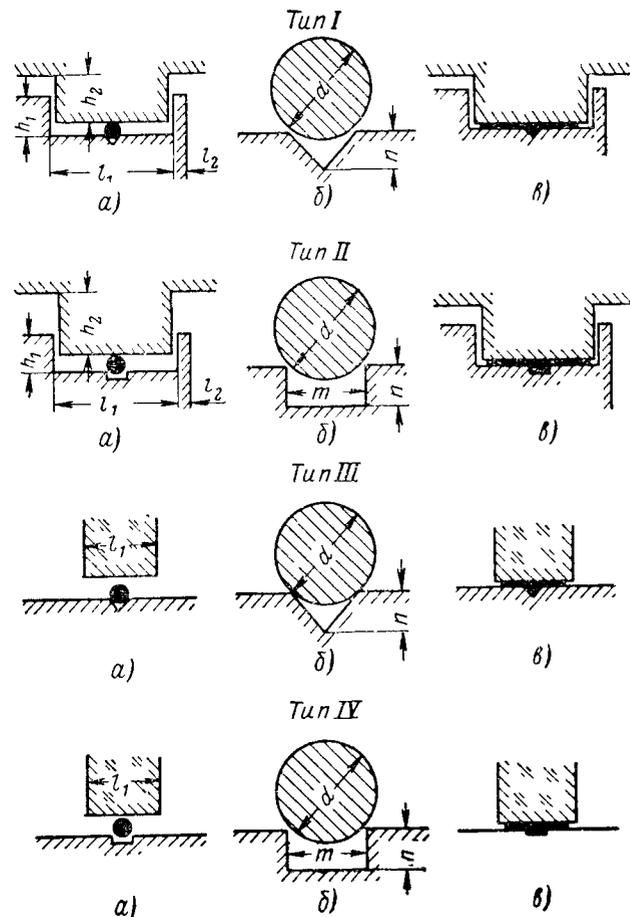


Рис. 3-12. Индиевые уплотнения.

а — начальное положение соединения; б — индиевая прокладка и канавка; в — положение соединения после уплотнения.

стекло, керамику, фарфор и др. Типы индиевых уплотнений показаны на рис. 3-12, а размеры элементов уплотнений приведены в табл. 3-3.

Таблица 3-3

Тип уплотнения	Диаметр соединения, мм	Размеры элементов уплотнения, мм						
		$h_1$	$h_2$	$l_1$	$l_2$	$d$	$m$	$n$
I и III	До 100	2	3	5	1	0,6	0,6	0,4
	От 100 до 500	2	4	6	2	0,8	0,8	0,5
	Свыше 500	3	5	8	2	1,0	1,0	0,7
II и VI	До 100	2	3	5	1	0,6	0,4	0,3
	От 100 до 500	2	4	6	2	0,8	0,5	0,3
	Свыше 500	3	5	8	2	1,0	0,7	0,4

Типы уплотнений I и II (рис. 3-12) употребляются для металлических фланцевых соединений, причем тип I применяется для уплотнений, расположенных в горизонтальной

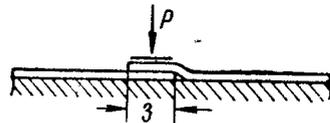


Рис. 3-13. Укладка уплотнения из индиевой проволоки.

плоскости. Тип II применяется для уплотнений, расположенных в вертикальной или «потолочной» плоскостях; индиевая прокладка для надежного защемления укладывается в прямоугольную канавку. Уплотнения типов II и IV предназначены для фарфора и стекла, не имеющих ни канавки, ни зуба. Тип III для горизонтально, тип IV для вертикально расположенных уплотнений.

При сборке соединения индиевая проволока укладывается в канавку, ее концы длиной 3 мм заделываются внахлест без пайки и слегка придавливаются

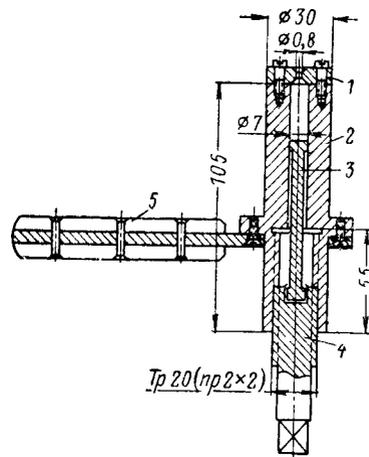


Рис. 3-14. Ручной пресс для изготовления индиевой проволоки.  
1 — фильера; 2 — корпус; 3 — шток;  
4 — винт; 5 — ручка

(рис. 3-13). При равномерной затяжке прокладка раздавливается, заполняя канавку и зазор между стыкуемыми поверхностями; усилие, необходимое для герметизации, составляет 5—6 кг на погонный сантиметр при ширине уплотнения 1 мм. Обработка стыкуемых поверхностей выполняется по третьему классу точности с чистой обработкой по шестому классу. При разборке соединения индий с уплотнением снимается и из него вновь изготавливается проволока с помощью ручного пресса, изображенного на рис. 3-14. Канал корпуса пресса и отверстия фильеры закаливаются и полируются. Заполнение пресса индием, как новым, так и снятым с соединения, производится со стороны фильеры.

### Вакуумные вводы

Для проведения напыления необходимо иметь возможность производить передачу механического движения и подвод электропитания в рабочий объем вакуумных напылительных установок. При вакууме не выше  $10^{-6}$  мм рт. ст. для этих целей часто можно непосредственно пропускать валы и штоки, передающие вращение и возвратно-поступательное движение через уплотнение Вильсона. Однако в тех случаях, когда необходим более высокий вакуум, приходится применять устройства, допускающие обезгаживание при значительных температурах. Поэтому для передачи движения в высокий вакуум часто используют сифоны или магнитную связь.

В промышленных напылительных установках особенно широкое распространение нашли уплотнения Вильсона благодаря своей относительной простоте и достаточной надежности. Схематическое изображение такого уплотнения показано на рис. 3-15. В гнездо 1, выточенное в стенке вакуумной установки, помещается набор из металлических шайб 2 фигурного профиля и кольцевых резиновых прокладок 3. Шайбы по наружному диаметру уплотняются поджимной гайкой 4. Основания гнезда и шайбы

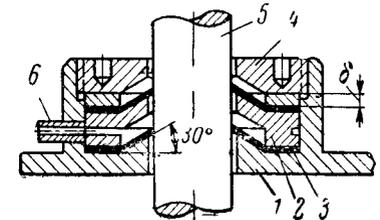


Рис. 3-15. Уплотнение Вильсона.

имеют конусообразную форму под углом  $30^\circ$ , предотвращающую продавливание резиновых колец внутрь вакуумной полости. Для надежного уплотнения вала 5 диаметр прокладок делается примерно на  $\frac{1}{3}$  меньше диаметра вала. Герметичности уплотнения способствует также равномерное прижатие прокладки к валу давлением атмосферного воздуха. Пространство между прокладками смазывается высококачественной вакуумной смазкой при помощи масленки 6.

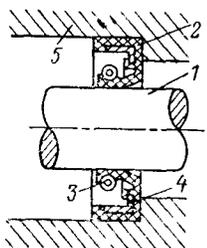


Рис. 3-16. Уплотнение вращающегося вала армированной манжетой (кольцо Зиммера).

1 — вал; 2 — резиновая манжета; 3 — пружинное кольцо; 4 — металлическое кольцо; 5 — корпус

зываемые кольца Зиммера). Уплотнение такого типа показано на рис. 3-16. Уплотнение обеспечивается путем прижатия резины к валу пружинным кольцом. Надежность работы уплотнения с использованием резиновых колец определяется температурой, до которой нагревается вал вследствие трения об уплотняющую прокладку.

В прогреваемых сверхвысоковакуумных установках, а также в установках, где недопустимо применение резины и смазок, используются уплотнения, передающие движение в вакуум при помощи металлических гибких шлангов (сильфонов), изготавливаемых из полутомпака Л80 или нержавеющей стали Х18Н10Т. Полутомпаковые сильфоны допускают сжатие и растяжение в пределах, не превышающих 35% от их первоначальной длины и обеспечивают нормальную работу в интервале температур от  $30$  до  $100^\circ\text{C}$  в неагрессивных средах. Достоинством полутомпаковых сильфонов является их дешевизна и простота вакуумноплотной пайки мягкими припоями.

Для надежной работы уплотнения Вильсона необходима тщательная полировка вала и отсутствие на нем продольных рисок; прокладки должны иметь ровные края и плотно входить в цилиндрическую проточку гнезда. Для повышения вакуумной надежности уплотнения Вильсона обычно делаются с несколькими прокладками.

Для передачи движения в пространство с низким вакуумом часто используют манжеты из армированной маслостойкой резины (так называемые кольца Зиммера). Уплотнение такого типа

Сильфоны из нержавеющей стали допускают растяжение (сжатие) в пределах 15—20% от первоначальной длины и позволяют производить высокотемпературный прогрев ( $500^\circ\text{C}$ ) при обезгаживании аппаратуры. Для вакуумноплотного соединения таких сильфонов могут быть применены роликовая импульсная сварка, дуговая сварка в защитной среде и пайка твердыми припоями. Во избежание прожога тонкостенной трубки сильфона при аргонодуговой сварке сильфон помещается между деталью и защитным кольцом, вследствие чего сварка осуществляется оплавлением кромок. В промышленных установках сильфонные уплотнения вала чаще всего используются для передачи в вакуум возвратно-поступательного движения (рис. 3-17). Однако при помощи сильфонного уплотнения возможно осуществить также передачу в вакуум колебательных и вращательных движений.

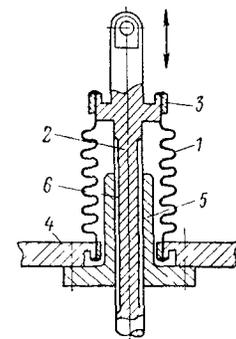


Рис. 3-17. Сильфонное уплотнение перемещающегося штока. 1 — сильфон; 2 — шток; 3 — защитное кольцо для сварки; 4 — корпус; 5 — направляющая втулка; 6 — вазы для выхода воздуха.

В промышленных установках для передачи движения в вакуум широко применяется магнитный привод, работа которого основана на взаимодействии ферромагнитных деталей, расположенных в вакууме, и постоянных магнитов или электромагнитов, расположенных вне вакуумной полости. Части оболочек, через которые производятся такого рода перемещения, должны быть изготовлены из немагнитных материалов (нержавеющая сталь Х18Н10Т, стекло, медь, латунь). На рис. 3-18 представлена схема магнитного привода. Ведущим звеном является наружный магнитный блок 3, вставленный в обойму 7. Внутренний ведомый блок 4, изготовленный из ферромагнитного материала, отделен от внешнего блока тонкостенным вакуумноплотным стаканом 1. Для создания лучших условий магнитного взаимодействия система выполнена многополюсной.

Преимущество такого способа передачи движения в вакуум заключается в том, что здесь нет хрупких сильфонов или подвижных вакуумных соединений, требующих смазки, что исключает опасность нарушения гер-

метичности установки. При необходимости прогрева механизма до температур, превышающих точку Кюри, должна быть предусмотрена съемная конструкция внешнего магнитного блока. Существенным недостатком магнитного привода является невозможность передачи больших моментов из-за сравнительно слабого взаимодействия ведущего и ведомого блоков, находящихся на некотором расстоянии по обе стороны стенки вакуумной камеры. Кроме того, отсутствие жесткой связи ведущего

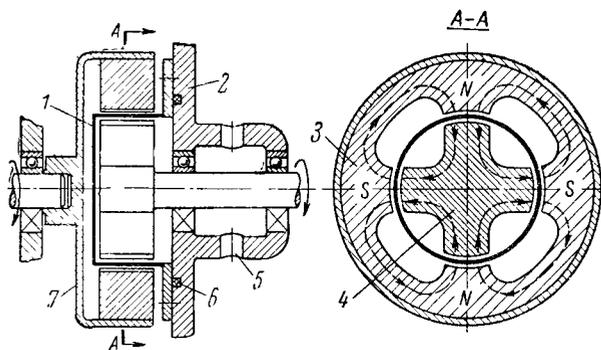


Рис. 3-18. Магнитный привод.

1 — тонкостенный стакан; 2 — корпус; 3 — ведущий магнитный блок; 4 — ведомый магнитный блок; 5 — отверстие для откачки; 6 — уплотнение стакана; 7 — обойма.

блока с ведомым может привести (при неравномерной нагрузке ведомого блока) к нежелательным взаимным угловым перемещениям валов, нарушающих их плавное вращение.

Используя вращающееся магнитное поле, создаваемое снаружи вакуумной полости системой катушек, можно осуществить непрерывное вращательное движение ротора, расположенного в вакуумной полости. Один из вариантов такого привода показан на рис. 3-19. Ротор 1 герметично отделен от статора 2 тонкостенным (0,5 мм) стаканом 3 из немагнитной нержавеющей стали. Стакан со вставленным в него ротором укреплен на фланце 4 болтами и уплотнен резиновой прокладкой 5. Статор со змеевиком водяного охлаждения запрессован в корпус, который крепится к фланцу. Вал ротора вращается на подшипниках 6 и передает движение устройству, находящемуся в вакуумном пространстве.

На рис. 3-20 показан простой механизм, состоящий из комбинации сильфонного и магнитного приводов, который позволяет передавать в вакуум как вращательное, так и поступательное движения. Этот механизм не ограничивает свободные вращения в обоих направле-

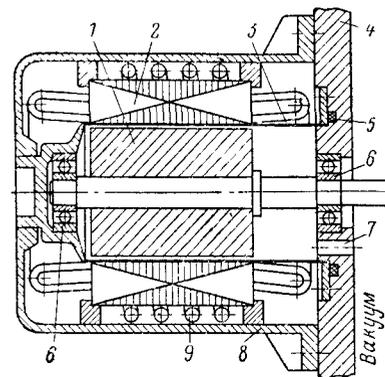


Рис. 3-19. Индукционный привод. 1 — ротор; 2 — статор; 3 — стакан; 4 — фланец; 5 — уплотнение; 6 — подшипники; 7 — отверстие для откачки стакана; 8 — корпус; 9 — змеевик охлаждения.

ниях, а величина поступательного перемещения определяется выбором сильфона. Весь механизм собирается отдельным узлом и при помощи фланца подсоединяется к вакуумной камере. Вакуумное уплотнение может осуществляться прокладками из металла или эластомера.

В цилиндрическом корпусе 17 расположен внутренний магнитный блок 20. Корпус служит подшипником для внешнего магнитного блока 3. К верхней утолщенной части корпуса крепятся сильфон 7 и две жесткие стойки 15 винто-

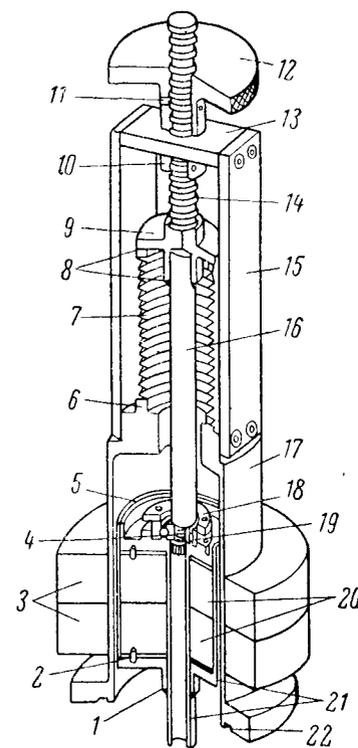


Рис. 3-20. Разрез механизма для передачи двух движений в вакуум.

1 — сварное соединение; 2 — установочный штифт; 3 — внешние магниты; 4 — винт крепления шарнирного подшипника; 5 и 6 — сварные швы; 7 — сильфон; 8 — сварные соединения; 9 — фланец сильфона; 10 — стопорное кольцо; 11 — штифт; 12 — маховичок; 13 — опорная плита маховичка; 14 — ведущий винт; 15 — стойка; 16 — шток; 17 — корпус механизма; 18 — нажимное кольцо; 19 — шариковый подшипник; 20 — внутренние магниты; 21 — кожух внутреннего магнитного блока; 22 — канавка для уплотнительной прокладки.

го механизма. Маховичок 12 винта, удерживаемый стопорным винтом от выпадания из опорной плиты, свободно вращается, передавая ведущему винту 14 поступательное движение.

Внутренний магнитный блок при помощи стандартного шарикового подшипника 19 из нержавеющей стали укреплен на штоке 16, передающем поступательное движение, и свободно вращается, увлекаемый магнитным полем внешнего магнитного блока. При поступательном перемещении внутреннего магнитного блока внешний блок, имеющий свободную посадку, благодаря магнитной связи также перемещается в вертикальном направлении, сохраняя при этом неизменным свое положение относительно внутреннего магнитного блока. Все движения рабочему органу передаются через стержень, жестко связанный с внутренним магнитным блоком.

Снабжая внешний магнитный блок зубчатой шестерней, можно осуществить вращательное движение механизма от электродвигателя. При необходимости быстрого поступательного перемещения винтовой механизм может быть заменен кулачковым или рычажным, а при необходимости тонкой регулировки может быть применен винтовой механизм с дифференциальной резьбой.

На рис. 3-21 представлена конструкция и схема перемещений механического комбинированного ввода, позволяющего передавать шесть различных движений в вакуумную камеру: горизонтальное, возвратно-поступательное, вращательное и качательное движения в двух взаимно перпендикулярных плоскостях. Этот ввод предназначен для юстировочных операций и работает следующим образом. К фланцу 2 и скользящей втулке приварен сильфон 5. К фланцу винтами 3 крепятся салазки 6 с направляющими в форме ласточкиного хвоста. Эти салазки получают движение от винта 23. Салазки 7 получают движение от винта 8. Так при помощи салазок 6 и 7 осуществляется взаимно перпендикулярное движение в горизонтальной плоскости.

Качательные перемещения осуществляются следующим образом. Пластины 13 и 15 соединены на одном конце при помощи петель 14, а на другом при помощи винта 17, имеющего правую и левую резьбу. При ввертывании или вывертывании винта 17 осуществляется угловое перемещение пластины 15, а значит, и вала 1. Таким образом, производятся угловые перемещения

в другой плоскости при помощи винта 24 и наклона пластины 13 относительно пластины 9 (петля на рисунке не показана).

Возвратно-поступательное движение осуществляется путем поворота барабана с резьбой 21, образующего с промежуточной втулкой 20 винтовую пару. При этом

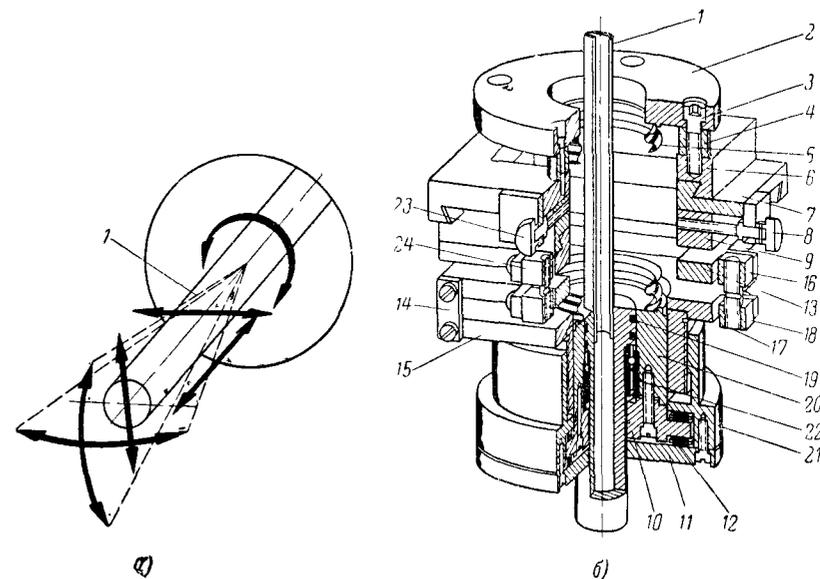


Рис. 3-21. Механический комбинированный ввод.

а — схема движений ввода; б — конструкция ввода. 1 — вал; 2 — фланец; 3 — винт; 4 — промежуточное кольцо; 5 — сильфон; 6 — верхние салазки; 7 — нижние салазки; 8 — винт; 9 — верхняя пластина; 10 — втулка; 11 — крышка; 12 — подшипник; 13 — нижняя пластина; 14 — петля; 15 — пластина; 16 — верхняя колодка; 17 — винт; 18 — нижняя колодка; 19 — уплотняющая прокладка; 20 — втулка; 21 — барабан; 22 — подшипник; 23 — винт, управляющий верхними салазками; 24 — винт, перемещающий пластину 13.

происходит либо растягивание, либо сжатие сильфона.

Вращательное движение осуществляется за счет поворота вала во втулке 20, уплотненной при помощи прокладок 19.

Подвод электропитания к устройствам, расположенным в вакуумных камерах напылительных установок, производят при помощи специальных вакуумноплотных электрических изолированных вводов. Электрические подводки служат для питания испарителей, подогрева подложек, контроля и термообработки напыляемой пленки, электрических измерений параметров пленок

в процессе напыления и непосредственно после их напыления в вакууме, а также для питания электронных прожекторов, электродов тлеющего разряда и т. д.

Простая и распространенная конструкция сильноточного (до нескольких десятков ампер) ввода, предназначенного для питания испарителей с резистивным нагре-

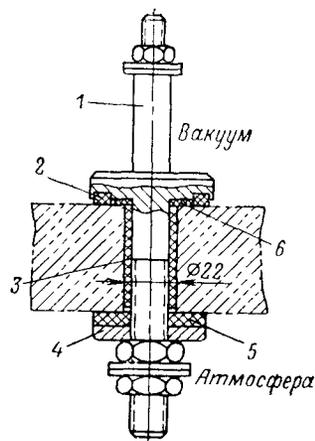


Рис. 3-22. Электрический неохлаждаемый ввод.

вом, изображена на рис. 3-22. В кольцевую выточку фланца укладывается уплотняющая прокладка 2 из вакуумной резины или витона. Под фланец шпильки 1 и нижнюю шайбу 4 укладываются прокладки 5 и 6, а на шпильку одевается изолирующая втулка 3. Прокладки и втулка изготавливаются из электроизоляционного материала (органическое стекло, эбонит, текстолит и т. д.). Вакуумное уплотнение ввода обеспечивается затяжкой нижней гайки.

Пример конструкции электрического ввода, рассчитанного на подвод значительной мощности при токах порядка нескольких сотен ампер, показан на рис. 2-23.

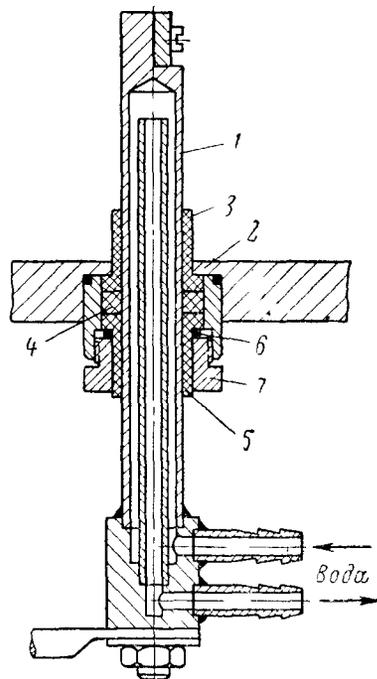


Рис. 3-23. Водохлаждаемый электрический ввод.

1 — токопроводящий стержень; 2 — корпус; 3 — изолирующая втулка; 4 — уплотняющая прокладка; 5 — втулка из текстолита; 6 — уплотнение; 7 — прижимная гайка

Подвод воды устраняет нагрев ввода. Вакуумная плотность конструкции достигается путем сжатия резиновой уплотняющей прокладки 4 между двумя изолирующими втулками 3 и 5 при помощи прижимной гайки 7.

Для подачи высокого напряжения в рабочую камеру установки, необходимого для ионной промывки или питания электронных прожекторов, применяется разборная конструкция ввода, которая позволяет проводить чистку электродов. Фигурные втулки из фторопласта служат здесь одновременно как изоляторы и как установочные детали. Конструкция такого ввода, обеспечивающего подвод напряжения до десятков киловольт, изображена на рис. 3-24. Уплотнение ввода производится при помощи трех резиновых кольцеобразных прокладок 2, стягиваемых шпилькой 1, через которую подается напряжение.

Для прогреваемых высоковакуумных установок обычно используются высоковольтные вводы, выполненные в металлокерамическом варианте (рис. 3-25). Ввод состоит из керамической трубки 1, к обоим концам которой вакуумноплотно припаяны коваровые переходные втулки 5. Пайка в таких случаях обычно осуществляется твердым припоем в вакуумных или водородных печах. Посредством одной втулки изолятор приваривается к фланцу, ко второй втулке изолятора приваривается штырь 2, через который подается напряжение. Помимо металлокерамических вводов, используются также металлоглазанные вводы.

В вакуумных напылительных установках часто возникает потребность контроля температуры в нескольких точках, что требует наличия многоканальных термомпарных вводов. На рис. 3-26 показана разборная конструкция, обеспечивающая герметичный ввод нескольких изолированных друг от друга и от корпуса установки термомпарных вводов. Уплотнение состоит из корпуса 1, фторопластовой пробки 2 с отверстиями для вводов, за-

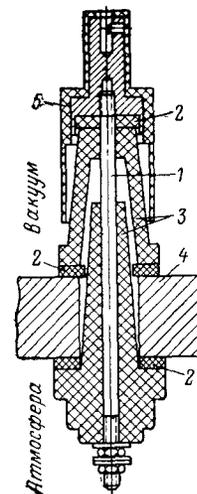


Рис. 3-24. Высоковольтный непрогреваемый ввод. 1 — шпилька; 2 — резиновые прокладки; 3 — фигурные втулки; 4 — корпус; 5 — колпачок.

жимной гайки 3, уплотняющей резиновой прокладки 4 и натяжной гайки. При сжатии фторопластовой пробки зажимной гайкой в конической расточке корпуса происходит уплотнение термодарных проводов и внутренней полости корпуса. С наружной стороны корпус уплотняется при помощи резиновой прокладки и натяжной гайки 11.

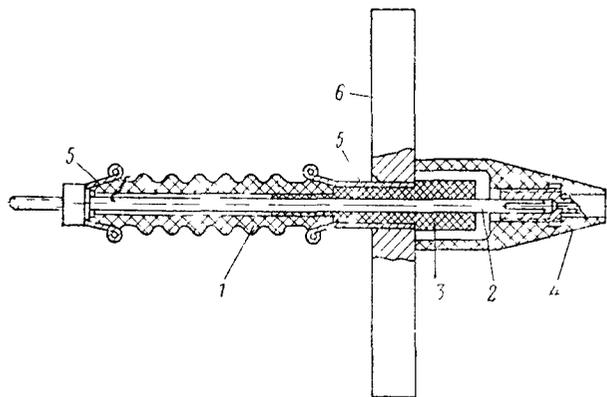


Рис 3-25 Высоковольтный прогреваемый ввод  
1 — керамическая трубка 2 — штырь 3 — керамическая втулка  
4 — изолятор 5 — коваровая втулка, 6 — фланец

Термодарные провода в вакуумной полости изолируются друг от друга при помощи двухканальных фарфоровых пирометрических втулок 6. С наружной стороны в качестве изоляции применяются полихлорвиниловые трубки. Таким способом можно непосредственно ввести проводники в вакуум без промежуточных соединений, которые часто оказываются неизбежными при применении обычных неразборных вводов. Однако при использовании такого уплотнения нужно иметь в виду, что из-за текучести фторопласта со временем происходит нарушение герметичности ввода, и поэтому требуется периодическая «подтяжка» уплотнения. В прогреваемых вакуумных установках применяются термодарные вводы с металлокерамическими вакуумноплотными спаями.

Для подачи питания от высокочастотного генератора к индуктору испарителя, расположенному в вакуумной камере, применяются высокочастотные вакуумные вводы. В целях экономии электроэнергии ввод индуктора должен обладать минимальными активным и реактив-

ным сопротивлениями. Этим условиям лучше всего удовлетворяет конструкция ввода коаксиального типа. Такой ввод, показанный на рис. 3-27, успешно использовался до частоты 1 Мгц. Он смонтирован на фланце, является простым по конструкции и имеет минимальное

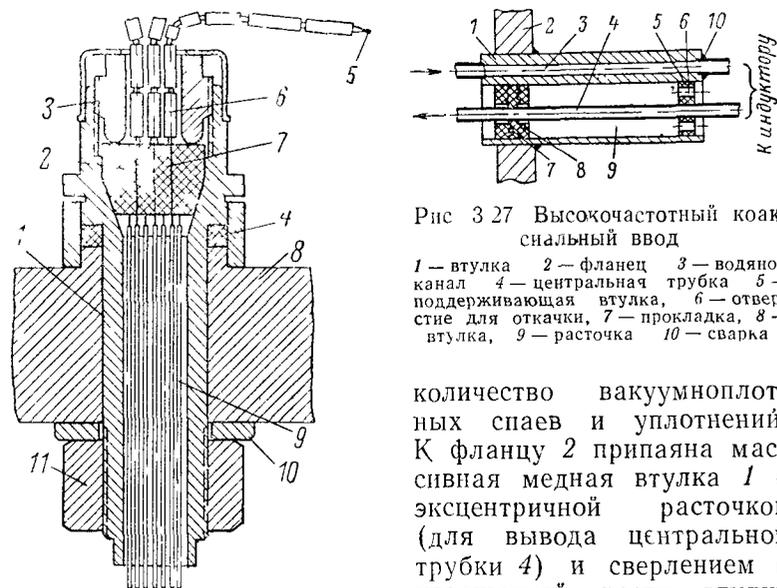


Рис 3-27 Высокочастотный коаксиальный ввод

1 — втулка 2 — фланец 3 — водяной канал 4 — центральная трубка 5 — поддерживающая втулка, 6 — отверстие для откачки, 7 — прокладка, 8 — втулка, 9 — расточка 10 — сварка

Рис 3-26 Термодарный ввод  
1 — корпус 2 — пробка из фторопласта, 3 — зажимная гайка 4 — резиновая прокладка 5 — термодарный спай 6 — двухканальная фарфоровая втулка 7 — термодарный проводник 8 — корпус, 9 — полихлорвиниловая трубка 10 — шайба, 11 — натяжная гайка

количество вакуумноплотных спаев и уплотнений. К фланцу 2 припаяна массивная медная втулка 1 с эксцентричной расточкой (для вывода центральной трубки 4) и сверлением в утолщенной части втулки (для припайки входного конца трубки). Вакуумное уплотнение центральной трубки осуществляется за счет деформации резиновой прокладки 7, помещенной между двумя фторопластовыми шайбами 8, поджимаемыми гайкой.

### Запорно-регулирующая вакуумная арматура

Для перекрытия вакуумных коммуникаций, осуществления грубой и тонкой регулировки давлений, напуска определенных газов в рабочий объем напылительных установок применяются затворы, краны, вентили и накататели, которые в зависимости от конкретного случая могут иметь самую различную конструкцию, форму и размеры. Краны имеют как ручное, так и дистанционное

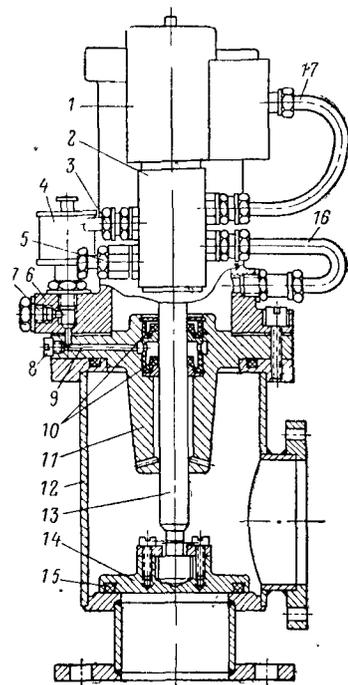


Рис. 3-28. Вакуумный угловой кран с электропневматическим управлением.

1 — электромагнит; 2 — распределяющий золотник; 3 — входной штуцер; 4 — масленка; 5 — игольчатый дроссельный клапан; 6 — пневматический цилиндр; 7 — заглушка; 8 — пробка; 9 — масляный канал; 10 — кольца Зиммера; 11 — промежуточный фланец; 12 — корпус; 13 — шток клапана; 14 — клапанная тарелка; 15 — резиновое кольцо; 16 — нижняя трубка; 17 — верхняя трубка.

ми Зиммера 10, пространство между которыми заполнено маслом. Воздух из этого пространства во время заполнения его маслом удаляется через отверстие в кране, которое затем закрывается пробкой 8.

Сжатый воздух от заводской магистрали через входной штуцер 3 подается к четырехходовому распределяющему золотнику 2 пневматического цилиндра. Управление золотником осуществляется электромагнитом 1, ко-

управление при помощи электромагнитных, электромагнитных, гидравлических и пневматических приводов.

На рис. 3-28 показан вакуумный угловой кран с дистанционным электропневматическим управлением. Подобного рода краны применяются обычно на форвакуумных магистралях и изготавливаются с условными проходами от 30 до 100 мм.

В корпусе крана находится самоустанавливающаяся клапанная тарелка 14, нажимающая в закрытом состоянии на чисто обработанную поверхность у нижнего фланца и вакуумноплотно запирающая клапан в обоих направлениях от атмосферы. В качестве уплотнения используется резиновое кольцо 15 фигурного сечения, находящееся в пазу клапанной тарелки. Шток 13 клапана проходит через промежуточный фланец 11 в пневматический цилиндр 6. Движение штока осуществляется давлением воздуха на поршень, закрепленный на штоке. Вакуумное уплотнение штока осуществляется двумя кольцами

торый может приводиться в действие посредством кнопки, выключателя или реле.

При включении электромагнита сжатый воздух через золотник подводится по нижней трубке 16 к поршню пневмопривода, благодаря чему шток клапана с клапанной тарелкой поднимается вверх и кран открывается.

При отключении электромагнита кран закрывается, так как золотник под действием своей пружины устанавливается в такое положение, при котором проходящий через него сжатый воздух поступает в верхнюю часть цилиндра, и поршень опускается вниз. В это время сжатый воздух из ненагруженной части цилиндра выходит через игольчатый дроссель 5 в атмосферу. Установкой дросселя регулируется плавность хода поршня. Клапан может устанавливаться в любом положении, однако масленка 4 всегда должна находиться в вертикальном положении.

На рис. 3-28 изображен кран, предназначенный для работы в вертикальном положении. При необходимости использования его в горизонтальном положении нужно предварительно поменять местами масленку 4 и заглушку 7. При установке крана в произвольном положении нужно освободить промежуточный фланец и поворачивать его на 90°, 180°, 270°. Если при этом не удастся установить масленку в вертикальное положение, то необходимо подсоединить к ней соответствующим образом изогнутую переходную трубку.

На рис. 3-29 изображена оригинальная конструкция высоковакуумного затвора, водоохлаждаемый корпус которого играет роль ловушки. На винте затвора 5 с одного конца имеется правая, с другого — левая резьба. Благодаря разному направлению резьб, при вращении винта гайки 3 могут сходить или расходиться и посредством тяг 6 опускать или поднимать клапанную заслонку 4. Последняя снабжена кольцевой резиновой или витоновой прокладкой, с помощью которой обеспе-

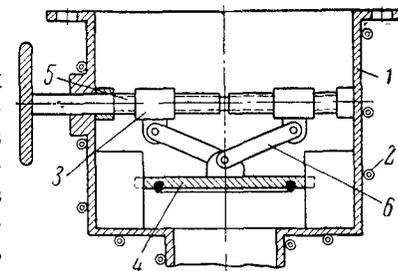


Рис. 3-29. Кран-ловушка.

1 — корпус; 2 — змеевик водяного охлаждения; 3 — гайки; 4 — клапанная заслонка; 5 — винт; 6 — тяги.

чивается вакуумное уплотнение. При открытом положении затвора заслонка служит в качестве щитка, преграждающего прямой пролет молекул масла в откачиваемую систему. Молекулы, отраженные от заслонки, попадают на холодную поверхность корпуса затвора, где происходит их конденсация. Меняя положение заслонки в затворе, можно в широких пределах регулировать эффективную скорость откачки вакуумной системы.

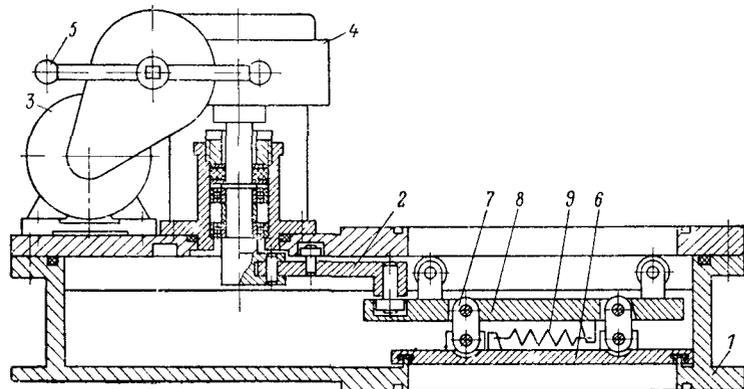


Рис. 3-30. Затвор шиберного типа.

В конвейерных напылительных линиях непрерывного действия загрузка и выгрузка изделий производится без нарушения вакуума в рабочих камерах за счет использования шлюзовых камер. Затворы шлюзовых камер отличаются тем, что должны иметь большие проходные отверстия, обеспечивающие перемещение транспортных устройств.

На рис. 3-30 показан «бестеновой» затвор шиберного типа. Корпус 1 затвора представляет собой герметичную плоскую коробку с двумя отверстиями, соосно расположенными на ее противоположных сторонах. Отверстия снабжены фланцевыми кольцами, с помощью которых затвор крепится к примыкающим к нему конструкциям. Внутри коробки перемещается каретка 8 с помощью рычажного механизма 2, приводимого в движение от электродвигателя 3 с редуктором 4. При помощи рукоятки 5 возможно также ручное управление затвором. Заслонка 6 соединяется с кареткой с помощью шарниров 7. При открывании затвора шарниры под дей-

ствием пружины 9 поворачиваются и заслонка поднимается вверх.

При включении механизма на запираение затвора заслонка доходит до упора; каретка продолжает поступательное движение, шарниры поворачиваются и двигают заслонку в вертикальном направлении. При этом заслонка плотно прижимается резиновой прокладкой к уплотняющему профилю на корпусе и герметично запирает проход. Небольшой угол качения шарниров позволяет значительно увеличить усилие прижатия и получить надежное перекрытие затвора.

В напылительных установках часто требуется плавная регулировка давления путем напуска атмосферного воздуха или другого газа в систему, работающую в динамическом режиме, т. е. при постоянной откачке. Это необходимо, например, для проведения эффективной и качественной очистки подложек в тлеющем разряде перед напылением, для осуществления процесса катодного распыления и др. В таких случаях применяются натекатели.

Одна из конструкций натекателя показана на рис. 3-31. Клапан 1 натекателя изготовлен из твердой стали в виде длинной иглы конической формы. Коническая поверхность клапана выполнена с высокой чистотой. Вакуумноплотное запираение осуществляется путем прилегания клапана к конической поверхности седла 6, изготовленного из мягкого материала (свинец, красная медь, фторопласт).

При медленном повороте головки 2 происходит перемещение иглы 4 за счет винтового перемещения штока 8, и таким образом осуществляется плавная регулировка зазора между иглой и седлом, а соответственно и плавное регулирование количества пропускаемого на-

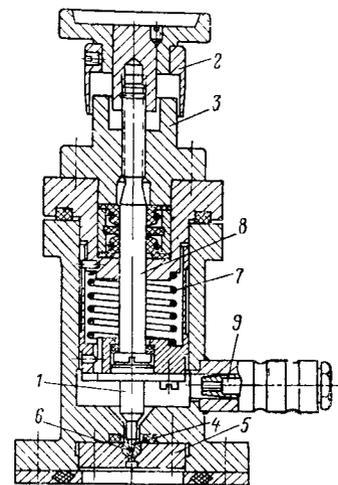


Рис. 3-31. Натекатель  
1 — клапан 2 — головка, 3 — ганка 4 — игла, 5 — шайба, 6 — седло, 7 — пружина, 8 — шток, 9 — фильтр

текателем газа. Для устранения мертвого хода в конструкции натекателя имеется пружина 7. Она устраняет влияние люфтов в резьбе и обеспечивает плавность движения штока в осевом направлении. Строгая соосность иглы и седла, необходимая для плавной регулировки, осуществляется путем установки по месту шайбы 5,

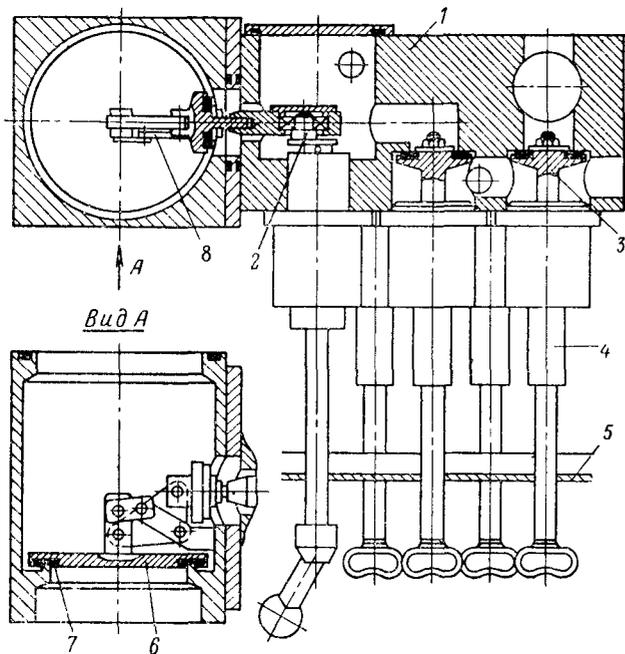


Рис. 3-32. Клапанная коробка.

1 — корпус; 2 — кривошип; 3 — клапан; 4 — тяга; 5 — лицевая панель установки; 6 — седло; 7 — уплотняющая прокладка; 8 — рычажная система.

в которой расположено седло. Натекатель со стороны атмосферы имеет фильтр 9, установленный на патрубке, через который можно подавать любой газ в рабочую камеру.

Стремление создать удобство ручного управления вакуумной системой, а также сократить длину коммутирующих вакуумных магистралей привело к созданию различных конструкций клапанных коробок (коммутационных кранов), объединяющих в одном корпусе несколько запорных устройств. При этом рукоятки управ-

ления системой клапанов удается компактно расположить в одном месте на лицевой панели установки.

На рис. 3-32 показана клапанная коробка, типичная для вакуумных напылительных установок. Схема клапанной коробки приведена на рис. 3-33. Коробка имеет пять клапанов. Первый клапан 6 предназначен для перекрытия диффузионного насоса. При помощи остальных четырех клапанов обеспечиваются все переключения вакуумной откачной системы, необходимые для работы напылительной установки.

При первоначальной откачке установки после включения механического вакуумного насоса рукоятка затвора 5 и клапанов 8 и 9 ставятся в положение «открыто». После разогрева диффузионного насоса при откачке установки на высокий вакуум и последующем проведении процесса напыления перед поднятием колпака рукоятка затвора ставится в положение «закрыто», и открытием клапана 6 производится напуск воздуха в рабочий объем колпака. В этот период работающий диффузионный насос откачивается механическим насосом через форвакуумный бачок и открытый клапан 8.

После загрузки изделий и опускания колпака производится предварительная откачка подколпачного объема. При этом клапан 8 ставится в положение «закрыто», а клапан 9 открывается. В этот период диффузионный насос работает на форвакуумный бачок. По достижении предварительного разрежения в рабочем объеме закрывается клапан 9, а клапаны 8 и 5 ставятся в положение «открыто». При таком положении клапанов происходит откачка установки до высокого вакуума и проведение процесса напыления. Затем цикл работы повторяется.

После окончания работы установки выключение диффузионного и механического насосов производится при закрытом затворе и клапанах 9 и 8. Напуск воздуха в механический насос осуществляется через клапан 7;

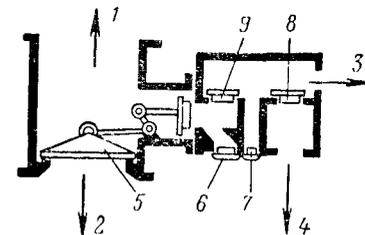


Рис. 3-33. Схема клапанной коробки.

1 — к откачиваемому объему; 2 — к высоковакуумному насосу; 3 — к насосу предварительного разрежения; 4 — вакуумный затвор; 6—9 — вакуумные клапаны

рабочий объем установки заполняется воздухом через открытый клапан 6.

Конструкция крана, предназначенного для напуска воздуха в вакуумные установки перед их вскрытием, представлена на рис. 3-34. Открывание и закрывание крана производятся эксцентриковым механизмом 6 пу-

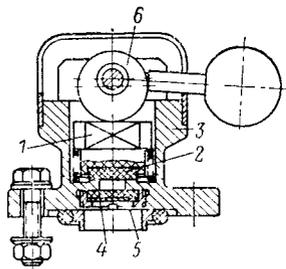


Рис. 3-34. Кран для напуска воздуха.

1 — клапан, 2 — резиновое уплотнение, 3 — корпус, 4 — фильтр, 5 — сетка, 6 — эксцентрик

тем поворота рукоятки на 180°. Уплотнение осуществляется резиновой прокладкой 2, вставленной в расточку клапана 1. Для защиты рабочего объема установки от попадания пыли во время напуска воздуха в конструкции крана предусмотрен сменный фильтр 4. Подсоединение крана к установке производится посредством стандартного уплотнения из резины круглого сечения.

Широкое распространение в вакуумной технике получили также шаровые краны, которые выпускаются как с ручным, так и с дистанционным управлением. Они надежны в эксплуатации, имеют цилиндрический «бес-теневой» проход, легко поддаются разборке и чистке. Шаровые краны надежно работают против атмосферы в обоих направлениях при разрежениях  $1 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст. Диапазон проходных отверстий составляет от 4 до 200 мм. В зависимости от применяемых материалов такого рода краны допускают прогрев до 150°С и выше. Разрез шарового крана показан на рис. 3-35. В расточку 4 вставляется шар 6 со сквозным цилиндрическим отверстием. С двух сторон к шару поджимаются коль-

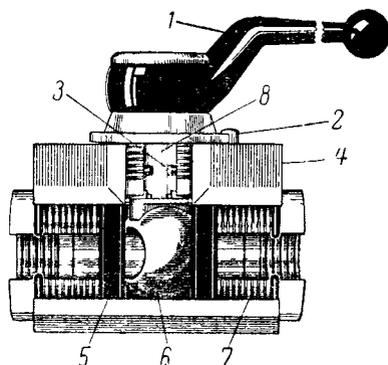


Рис. 3-35. Шаровой кран.

1 — рукоятка; 2 — ограничитель поворота на 90°, 3 — уплотнение; 4 — корпус; 5 — седло; 6 — запорный шар с проходным отверстием, 7 — поджимная втулка; 8 — шток крана.

цевые седла 5 из мягкого уплотнительного материала (чаще всего из фторопласта). Шар имеет шлицевую канавку, в которую вставляется выступ штока 8 крана. Закрывание и открывание крана осуществляются поворотом рукоятки на 90°.

## Вакуумные ловушки

Основным средством откачки современных промышленных напылительных установок продолжают оставаться паромасляные диффузионные насосы. Работа паромасляного насоса сопровождается непрерывной миграцией паров рабочей жидкости из насоса в вакуумный объем.

Одним из интенсивных источников паров масел, проникающих в сторону откачиваемого объема, является область струи шириной 3—5 мм, прилегающая к периферии сопла. Миграция обусловливается характером движения молекул в этой части струи, где происходит множество соударений между молекулами, в результате чего часть молекул направляется в откачиваемый объем.

Перенос паров масла в откачиваемый объем также идет за счет того, что часть молекул мигрирует вдоль сопла, и, попадая на внешнюю стенку его, испаряется. Испарившиеся молекулы летят во всех направлениях, и часть их направляется вверх.

Третьим источником паров масла является испарение его со стенок насоса. Если охлаждение корпуса насоса недостаточно эффективно и температура его больше 20°С, то значительная часть молекул, падающих на эту слабоохлажденную цилиндрическую часть насоса, не конденсируется и может пролетать в откачиваемый объем.

Обратный поток паров масел в современных паромасляных насосах может достигать больших значений (вплоть до 5 мг/ч·см<sup>2</sup>). Такая скорость загрязнений при проведении процессов напыления в вакууме недопустима. Поэтому необходимо применять надежные средства защиты рабочего объема установки от загрязнения парами рабочей жидкости и продуктами ее разложения. Наиболее часто для этих целей используются наиболее простые устройства — охлаждаемые экраны-ловушки, которые в зависимости от требований к «чистоте» ва-

куума и от эксплуатационных условий имеют различные конструкции и могут охлаждаться жидким азотом, сухим льдом, фреоном, холодной водой или же имеют принудительное воздушное охлаждение.

Конструктивно активные поверхности ловушек выполняются в виде жалюзи или систем диафрагм, колец или пластин, образующих каналы из прямых или концентрических круговых щелей, расположенных на участке между паромасляным насосом и вакуумной камерой.

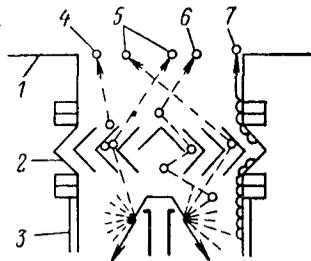


Рис. 3-36. Схематическое изображение различных явлений, вызывающих миграцию масел через охлаждаемую ловушку.

1 — вакуумная камера; 2 — ловушка; 3 — верхняя часть паромасляного насоса; 4 — испарение с поверхности ловушки; 5 — неполная конденсация; 6 — диффузия; 7 — миграция по стенке

Активные поверхности ловушек располагаются так, чтобы прямолинейно движущиеся молекулы паров масла не могли пройти через них, не столкнувшись с охлажденной поверхностью («оптически непроницаемая конструкция»).

Использование охлаждаемых ловушек, помещенных над паромасляным насосом, дает возможность значительно уменьшить пролет паров масел, но полное устранение этого явления невозможно.

Защитная способность ловушки характеризуется отношением количества паров рабочей жидкости, проникающей через ловушки в откачиваемый объем, к количеству паров, поступающих на входное отверстие ловушки.

На рис. 3-36 наглядно показано, что, несмотря на наличие охлаждаемой ловушки, все же некоторая часть молекул пролетает в откачиваемый объем. Причиной этого являются: неполная конденсация молекул масла, попадающих на ловушку 5, соответственно диффузия 6; испарение масла с поверхности ловушки 4 и миграция масла по внутренним поверхностям стенок ловушки 7.

Явление неполной конденсации заключается в том, что среди молекул масла, вылетающих из насоса, конденсируются не все молекулы, которые ударяются о холодную поверхность. Вероятность конденсации молекулы называется коэффициентом захвата или коэффициентом

конденсации. Величина этого коэффициента зависит от рода молекулы, кинетической энергии, температуры конденсирующей поверхности и степени чистоты, т. е. количества и рода молекул, ранее сконденсированных в зоне соударения. Для молекул углеводородов при температуре жидкого азота коэффициент захвата близок к единице; при температуре проточной воды (18°С) он будет меньше единицы. Для паров масла, захватываемых холодными металлическими поверхностями, коэффициент захвата уменьшается по мере накопления молекулярных слоев конденсата, так как металлические поверхности захватывают молекулы паров масел гораздо интенсивнее, чем замороженная пленка масла.

Явление диффузии заключается в том, что, несмотря на значительную среднюю длину свободного пробега, все же в объеме ловушки имеет место взаимное столкновение молекул, и часть молекул проходит через ловушку, ни разу не ударившись о ее холодную поверхность.

Количество масла, прошедшее через высоковакуумную конденсационную оптически плотную ловушку в сторону высокого вакуума, в значительной степени определяется скоростью испарения масла с поверхности ловушки, которая в свою очередь зависит от температуры ловушки. В табл. 3-4 приведены значения давления насыщенных паров и скорости испарения при различных температурах для наиболее распространенного в отечественной вакуумной технике минерального масла VM-1.

Таблица 3-4

Температура	Давление насыщенного пара, мм рт. ст.	Скорость испарения	
		мг/ч·см <sup>2</sup>	монослой/ч·см <sup>2</sup>
+30	8·10 <sup>-8</sup>	2·10 <sup>-2</sup>	250
+20	1,7·10 <sup>-8</sup>	4·10 <sup>-3</sup>	50
+10	3,7·10 <sup>-9</sup>	9,5·10 <sup>-4</sup>	12
0	6,9·10 <sup>-10</sup>	1,5·10 <sup>-4</sup>	2
-10	9,4·10 <sup>-11</sup>	2,5·10 <sup>-5</sup>	0,3
-20	1,2·10 <sup>-11</sup>	3,3·10 <sup>-6</sup>	0,04
-30	8,3·10 <sup>-12</sup>	2,3·10 <sup>-7</sup>	0,003
-40	1,2·10 <sup>-12</sup>	3,4·10 <sup>-8</sup>	4·10 <sup>-4</sup>
-100	1,7·10 <sup>-22</sup>	5,6·10 <sup>-17</sup>	7·10 <sup>-13</sup>
-196	1,9·10 <sup>-65</sup>	9,4·10 <sup>-60</sup>	10 <sup>-55</sup>

Важность требования оптической плотности низкотемпературных ловушек становится ясной из сравнения

скоростей испарения масла при разных температурах. Это можно продемонстрировать на следующем примере [Л. 123]. Если мы допустим, что в ловушке площадью  $100 \text{ см}^2$ , охлажденной до  $-40^\circ \text{C}$ , имеются просветы с общей площадью до  $1 \text{ мм}^2$ , то через эти просветы масло со стороны насоса может поступать со скоростью  $2 \cdot 10^{-4} \text{ мг/ч}$ , а это соответствует испарению с поверхности ловушки со скоростью  $2 \cdot 10^{-6} \text{ мг/ч} \cdot \text{см}^2$ , т. е. со скоростью, превышающей в 100 раз расчетную.

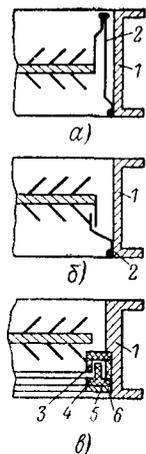


Рис. 3-37. Схемы антимигра-  
торов.

1 — корпус ловушки; 2 — антимигра-  
тор; 3 и 4 — кольца из фторопласта; 5 — фиксирующее кольцо; 6 — поджимное кольцо

Явление миграции масла по внутренним поверхностям ловушки существенно влияет на степень загрязнения откачиваемого объема; скорость миграции тем меньше, чем ниже температура стенок. В связи с этим низкотемпературные ловушки, как правило, снабжаются так называемым антимиграционным устройством, которое практически не влияет на проводимость ловушки, но позволяет совершенно исключить проникновение масла в откачиваемый объем указанным выше путем, что особенно важно при непрерывной работе насоса и ловушки.

Антимиграторы представляют собой тонкостенные кольца, изготовленные из материала с малой теплопроводностью («тепловой мост»), которые одним концом привариваются или припаиваются к холодной части, а другим к корпусу ловушки. Антимиграторы бывают разъемного (рис. 3-37,а) и неразъемного (рис. 3-37,б) типов. Иногда применяют

антимиграторы с использованием материала, не смачиваемого маслом. Антимиграктор, изготовленный из фторопласта, представляет собой два фигурных кольца, плотно посаженных в корпус ловушки (рис. 3-37,в). Такая система исключает возможность попадания паров масла на внутренние поверхности антимиграктора.

Схемы металлических оптически плотных ловушек, наиболее часто применяемых в вакуумных напылительных установках, приведены в табл. 3-5. Здесь также приведены значения вероятности пролета  $\alpha$  молекул газа через ловушку, которые представляют собой отно-

Название	Схематическое изображение	Оптимальное соотношение размеров	Вероятность пролета $\alpha$	Удельная производительность $U$ , л/сек·см <sup>2</sup>
Диафрагменная		$L=3R_0$ $R/R_0=1,13$ $R/R_0=1,49$	0,15 0,40	1,76 4,70
Модифицированная диафрагменная		$R/R_0=1,29$ $L/R_0=1,5$	0,23	2,69
Коническая кольцевая		$\theta=60^\circ$	—	4,5
Жалюзийная однорядная		$A/B > 5$ $\theta=60^\circ$	0,41	4,80
Жалюзийная двухрядная		$A/B > 5$ $\theta=60^\circ$	0,25	3,00
Шевронная		$A/B > 5$ $\theta=60^\circ$	0,27	3,16

Название	Схематическое изображение	Оптимальное соотношение размеров	Вероятность пролета $\alpha$	Удельная проводимость $U$ , л/сек·см <sup>2</sup>
Коническая шевронная		$\theta = 60^\circ$	—	3,8
Модифицированная кольцевая шевронная		$R/R_0 = 1,3$ $L/R_0 = 2,67$	0,33	3,86
Кольцевая шевронная		$R/R_0 = 1,29$ $L/R_0 = 0,75$	0,22	2,57

шение числа молекул откачиваемого газа, прошедших через ловушку, к числу молекул, падающих на ее входное отверстие.

Вероятность пролета  $\alpha$  связана с удельной проводимостью  $U$  следующим соотношением:

$$U = \alpha S_0,$$

где  $S_0$  — теоретические значения максимально возможной скорости откачки через отверстие площадью 1 см<sup>2</sup>.

В табл. 3-5 указаны лишь те соотношения размеров ловушек, которые обеспечивают максимальную проводимость.

Ловушка диафрагменного типа является наиболее простой по конструкции. При соответствующих геометрических соотношениях размеров она может обладать высокой проводимостью, однако при этом она имеет большую высоту. Модифицированная диафрагменная ловушка имеет меньшие размеры.

Достаточно простой по конструкции и широко применяемой в напылительных установках является коническая кольцевая ловушка. Этот тип ловушек обладает значительной удельной проводимостью. Следует заметить, что в этих ловушках молекулы масла, отраженные от стенки корпуса ловушки, могут пролетать в откачиваемый объем, минуя холодные поверхности.

Жалюзийная однорядная ловушка имеет наибольшую удельную проводимость, однако она обладает тем недостатком, что косо летящие молекулы могут, минуя соударения с холодными поверхностями, попасть в откачиваемый объем, отражаясь от теплых поверхностей корпуса ловушки.

Высота жалюзийной однорядной ловушки равна:

$$h = B \operatorname{tg} \Theta,$$

где  $\Theta$  — угол наклона жалюзи к поверхности ловушки;  $B$  — расстояние между пластинами жалюзи.

Жалюзийная двухрядная и шевронная ловушки более плотные, причем первая ловушка имеет высоту корпуса приблизительно на 23% меньше по сравнению со второй; одновременно она имеет меньшую удельную проводимость (приблизительно на 10%).

Коническая шевронная ловушка обладает достаточно высокой удельной проводимостью и хорошими защитными свойствами. Молекулы масла, прежде чем попасть в откачиваемый объем, испытывают минимум два соударения с холодной поверхностью.

Модифицированная кольцевая шевронная ловушка хотя и обладает высокой удельной проводимостью, но применяется реже других типов, так как имеет значительную высоту и достаточно сложную конструкцию.

Широкое распространение в промышленных установках получили кольцевые шевронные ловушки, так как они обладают хорошими защитными свойствами и имеют малую высоту.

На рис. 3-38 изображена схема высокоэффективной ловушки с астероидальным профилем жалюзи. Эта кон-

струкция ловушки обладает хорошими защитными свойствами и обеспечивает минимальное снижение скорости откачки. Каждая молекула масла, покидающая рабочую полость насоса, должна несколько раз удариться о холодные поверхности ловушки, прежде чем она попадет в откачиваемый объем. Несколько наружных колец ловушки охлаждаются жидким азотом, проходя-

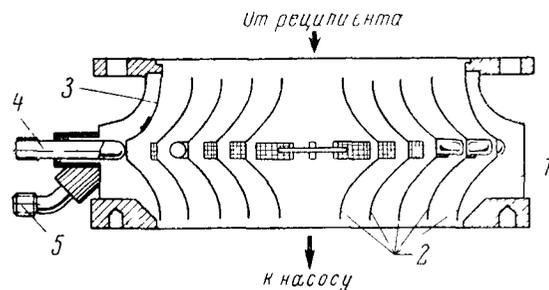


Рис. 3-38 Ловушка с астероидальной формой жалюзи.

1 — корпус ловушки, 2 — охлажденные поверхности астероидальной формы, 3 — антимигратор; 4 — подвод азота, 5 — отвод азота

щим через припаянную к ним трубку. Внутренние кольца охлаждаются за счет теплопроводности через медный стержень. Наружное тонкостенное кольцо из нержавеющей стали приварено к верхнему фланцу ловушки и служит антимигратором.

Ловушки, охлаждаемые жидким азотом, кроме защиты откачиваемого объема от масел, служат своего рода криогенным насосом, так как на них конденсируются молекулы углеводородов, паров воды и углекислого газа. Это приводит к увеличению эффективной скорости откачки, в особенности в непрогрываемых вакуумных установках, поскольку при давлении  $10^{-7}$  мм рт. ст. в непрогрываемой вакуумной камере остаточные газы содержат до 95% паров воды, выделяемых стенками вакуумной камеры при десорбции.

В последнее время между азотной ловушкой и диффузионным насосом, как правило, устанавливают промежуточную ловушку, охлаждаемую водой. Она служит для возвращения основной части молекул масла, поступающих из паромасляного насоса. Масло, сконденсированное на водяной ловушке в виде капель, стекает обратно в насос. При отсутствии промежуточной водяной

ловушки у непрерывно работающих установок масло интенсивно скапливается на азотной ловушке в виде инея; объем масла в насосе уменьшается, что нарушает нормальную работу насоса.

Питание ловушек жидким азотом осуществляется, как правило, из металлических сосудов Дьюара с высо-

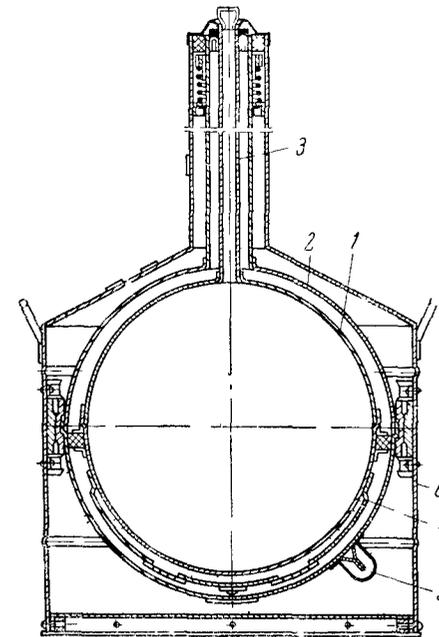


Рис 3-39 Металлический сосуд Дьюара для жидкого азота емкостью 15 л.

1 — внутренний шар, 2 — наружный шар, 3 — выходная горловина, 4 — адсорбент, 5 — штуцер для откачки, 6 — защитный кожух

ковакуумной тепловой изоляцией. Устройство наиболее распространенного сосуда этого типа показано на рис. 3-39.

Сосуд состоит из двух медных шаров, вставленных с зазором один в другой. Внутренний шар 1, в который заливается азот, подвешен на тонкостенной трубке, изготовленной из материала с низкой теплопроводностью (мельхиор, нержавеющая сталь и т. п.). Пространство между шарами откачано до остаточного давления порядка  $10^{-3}$  мм рт. ст. Откачка производится через штуцер 5,

который после откачки пережимается и запаивается. Во время эксплуатации высокий вакуум поддерживается за счет адсорбента 4 (активированный уголь, силикагель), охлаждаемого от наружной поверхности внутреннего шара. Для уменьшения притока тепла за счет излучения поверхности шаров полируются. Для защиты от повреждений сосуда заключаются в железный кожух 6, заполняемый теплоизоляционным материалом. Металлические сосуды обычно служат 1—2 года, после чего необходимо снова откачать сосуд и сменить адсорбент.

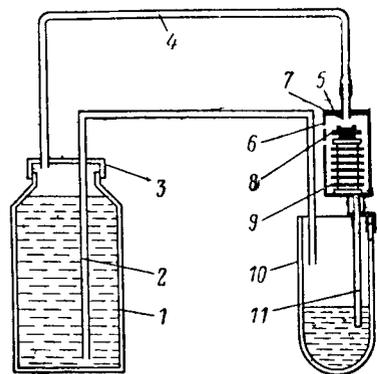


Рис. 3-40. Схема автоматического питателя заливных ловушек жидким азотом.

1 — сосуд Дьюара; 2 — вакуумноизолированная трубка; 3 — крышка сосуда Дьюара; 4 — трубка сброса давления; 5 — клапанное устройство; 6 — отверстие для сброса давления; 7 — седло клапана; 8 — клапан; 9 — сильфон; 10 — ловушка; 11 — датчик-капилляр

В промышленных установках нашли широкое распространение системы автоматического питания ловушек хладагентами, так как они устраняют необходимость постоянного наблюдения за установкой и одновременно позволяют регулировать расход охлаждающей жидкости. Автоматический питатель заливных жидким азотом ловушек схематически показан на рис. 3-40. Он работает следующим образом. Хладагент выдавливается под незначительным избыточным давлением из сосуда Дьюара 1 с уплотненной горловиной и через двухстенную трубку 2 с вакуумной изоляцией подается в ловушку 10. Автоматическая работа питателя обеспечивается клапанным устройством 5, сбрасывающим избыточное давление из сосуда в атмосферу. Клапанное устройство состоит из сильфона, датчика-капилляра 11 и клапана 8. Сильфон с датчиком-капилляром представляет собой единый объем, заполненный метаном под небольшим избыточным давлением. Как только уровень хладагента в ловушке будет достаточно высок и капилляр погружится в жидкость на достаточную глубину, то произойдет конденсация метана в капилляре. При этом давление

паров метана значительно снизится, сильфон сожмется, открыв клапан, в результате чего избыточное давление из сосуда Дьюара будет сброшено через трубку 4 для сброса давления через отверстие 5 в корпусе клапанного устройства, и подача хладагента прекратится.

По мере испарения азота уровень жидкости в ловушке понижается и датчик-капилляр не будет погружен в жидкость. За счет теплопритоков произойдет повышение температуры стенок капилляра. Ранее сконденсированный метан испарится и повысит давление в сильфоне. Сильфон разожмется, и произойдет закрытие клапана. В закрытом сосуде Дьюара за счет испарения азота будет повышаться давление, и жидкий азот будет перегоняться по теплоизолированной трубке в ловушку. При достаточном наполнении ловушки азотом вновь произойдет погружение датчика-капилляра в жидкий азот. Метан в нем будет опять сконденсирован, клапан откроется, в результате чего подача азота прекратится, и т. д.

Подбирая материал капилляра и его диаметр, а также начальное давление метана, можно отрегулировать требуемую величину колебания уровня жидкого хладагента в ловушке. Эта конструкция питателя может работать с электрическим управлением от электромагнитного клапана, сбрасывающего давление из сосуда Дьюара. В последнем случае в качестве датчика используется полупроводниковый диод, включенный в мостовую схему управления клапаном. Сигналом служит изменение сопротивления диода при погружении его в жидкий азот.

Питание ловушек с охлаждением протоком жидкого азота (проточная ловушка) может быть осуществлено с помощью простого насоса плунжерного типа, монтируемого непосредственно на сосуде Дьюара. Схема такого насоса для прокачки жидкого азота через ловушку показана на рис. 3-41.

Собственно насос состоит из двух концентрично расположенных трубок 3, штанги 1, совершающей возвратно-поступательное движение от специального привода, и двух шариковых клапанов 2, обеспечивающих нагнетание жидкого азота. Один клапан закреплен на нижнем конце штанги, другой — на нижнем конце трубки. При эксплуатации насос опускается через узкую горловину в сосуд Дьюара 11.

Привод штанги осуществляется от электродвигателя 4 через пару конических шестерен 5 и кулачковый механизм 6. Нагнетаемый жидкий азот поднимается по внутренней полости трубки и поступает в подводящий трубопровод 8. При этом жидкий азот не доходит до уплотненного фторопластом ввода штанги (в верхней части трубки), так как этому препятствует газовая подушка 7, образующаяся от испарения жидкого азота. После выхода из ловушки жидкий азот поступает через сливной трубопровод 2 обратно в сосуд Дьюара. Пары азота, образующиеся в трубопроводе и ловушке, отводятся в атмосферу через специальную паровую трубку 10. Подводной и сливной трубопроводы теплоизолируются с целью уменьшения потерь на испарение хладагента.

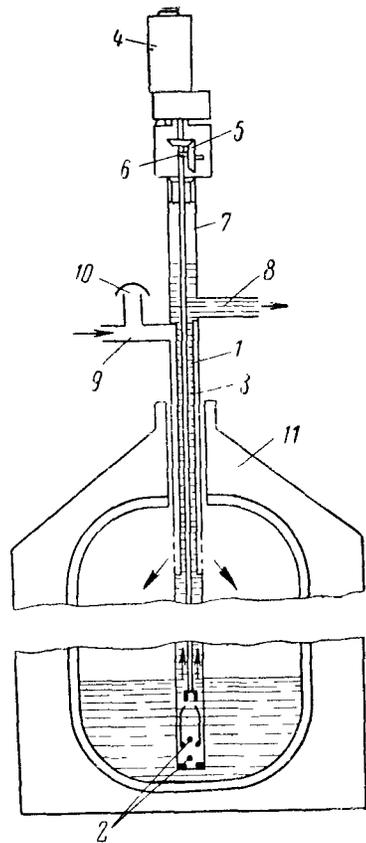


Рис. 3-41. Схема насоса для жидкого азота.

ловушки двухступенчатой холодильной машиной. Эта система также позволяет производить быстрый отогрев ловушки при ее регенерации. При охлаждении ловушки 1 машина работает в «нормальном» режиме. При этом клапан 2 открыт, а клапан 9, находящийся на вспомогательном трубопроводе, закрыт. Жидкий хладагент, проходя по трубопроводу высокого давления 6,

через дроссель попадает в трубопровод ловушки. Испаряющийся в ловушке фреон через всасывающий трубопровод 7 попадает опять в компрессор 3.

Прогрев ловушки с целью удаления конденсата с ее охлажденных поверхностей осуществляется при закрытом клапане 2 и открытом клапане 9. При этом газообразный хладагент, нагретый при сжатии во второй ступени компрессора, минуя конденсатор 4 и дроссельный вен-

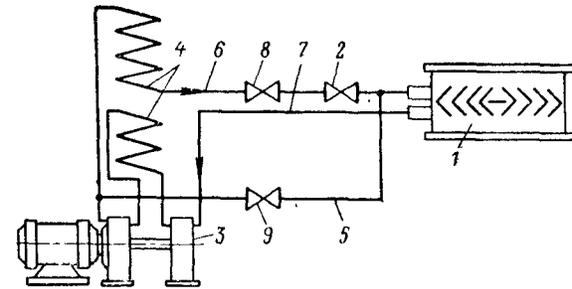


Рис. 3-42. Система охлаждения ловушки двухступенчатой холодильной машиной.

1 — ловушка; 2 — клапан высокого давления; 3 — компрессор; 4 — конденсаторы; 5 — вспомогательный трубопровод; 6 — трубопровод высокого давления; 7 — всасывающий трубопровод; 8 и 9 — клапаны.

тиль, попадает непосредственно в трубопровод ловушки и нагревает последнюю за короткое время. Так, например, ловушка для насоса со скоростью откачки 2000 л/сек нагревается от  $-60$  до  $+50^{\circ}\text{C}$  за 6 мин. По этому принципу можно проектировать систему охлаждения нескольких ловушек от одной холодильной машины, что является целесообразным для многокамерных напылительных линий с автономными средствами откачки для каждой камеры.

При необходимости одновременно питать жидким азотом большое число ловушек (например, в многокамерных напылительных линиях) экономично применять системы группового охлаждения ловушек с использованием индивидуальных малогабаритных ожижителей азота, обслуживаемых одним компрессором. Холодильный цикл такого рода системы построен на использовании эффекта Джоуля—Томпсона с однократным дросселированием. Схематическое изображение системы охлаждения приведено на рис. 3-43.

Азот, сжатый в компрессоре 1 до давления 200 атм, проходит холодильник 2, где охлаждается проточной водой. Через трубопровод высокого давления 3 и вентиль 4 азот попадает в противоточный теплообменник 5, в котором подвергается дальнейшему охлаждению встречным потоком холодного газа, идущего из ловушки. Охлажденный сжатый азот расширяется на выходе из дросселя и частично сжимается, собираясь в полости ловушки. Остальная часть азота, оставшаяся в газооб-

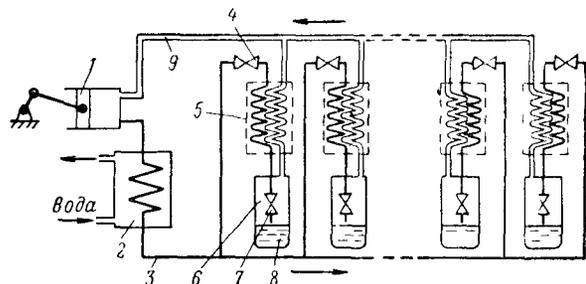


Рис 3-43. Система группового охлаждения ловушек с использованием индивидуальных малогабаритных ожижителей.

1 — компрессор; 2 — водяной холодильник; 3 — трубопровод высокого давления; 4 — вентиль; 5 — противоточный теплообменник; 6 — сборник азота; 7 — дроссельный вентиль; 8 — жидкий азот; 9 — всасывающий трубопровод компрессора

разном состоянии, но имеющая температуру жидкости в полости ловушки, проходит в трубках противоточного теплообменника, охлаждая встречный теплый газ. Из теплообменника газообразный азот попадает через трубопровод низкого давления обратно на вход компрессора.

При таком способе охлаждения ловушек место получения жидкого азота совмещено с местом его потребления, что сводит потери жидкого азота к минимуму. Если при охлаждении ловушек заливкой азота используется только теплота испарения азота, а холод, содержащийся в его парах, превышающий в несколько раз теплоту испарения, безвозвратно теряется, то при применении индивидуальных ожижителей хладагент используется значительно эффективнее.

## Смотровые окна

Для наблюдения за процессами, происходящими в рабочих камерах цельнометаллических напылительных установок, используют смотровые окна. Через смотровые окна также можно измерять температуру с помощью пирометров, контролировать юстировку и совмещение подвижных узлов и т. п. При работе вакуумных напылительных установок на смотровых стеклах появляются пленки различного рода загрязнений, что мешает наблюдению. Поэтому смотровые стекла приходится периодически протирать, а иногда даже и вынимать их для удаления налетов химическим или механическим путем.

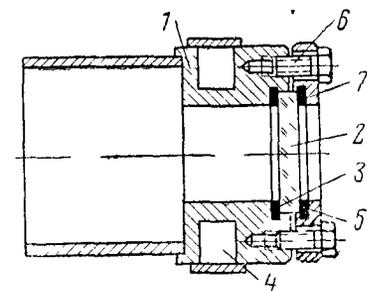


Рис. 3-44. Смотровое окно.

1 — корпус; 2 — стекло; 3 — уплотняющая прокладка; 4 — канал водяного охлаждения; 5 — кольцо; 6 — винт; 7 — прижимное кольцо

Простая конструкция смотрового окна показана на рис. 3-44. Термостойкое стекло 2 помещают во фланец и через промежуточную шайбу прижимают через кольцо к уплотняющей прокладке 3, за счет чего и осуществляется герметизация смотрового окна. Для предотвращения нагрева резиновых прокладок на корпусе 1 окна предусматривают кольцевой канал 4 для водяного охлаждения. Иногда смотровые окна снабжаются специальными протирачными устройствами, обеспечивающими

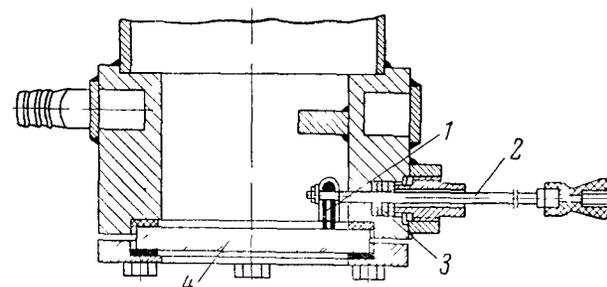


Рис. 3-45. Смотровое окно с протирачным устройством.

очистку стекла без нарушения вакуума. Конструкция такого окна представлена на рис. 3-45. Шток 2 протирки 1, герметизированный уплотнением Вильсона 3, имеет возможность возвратно-поступательного движения, во время которого осуществляется очистка стекла 4.

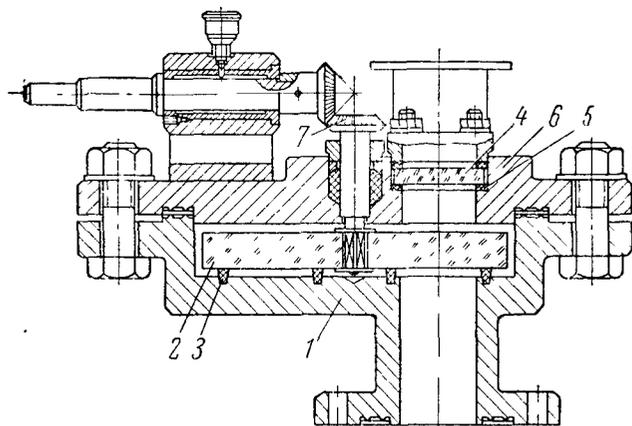


Рис. 3-46. Смотровое окно с поворотным стеклом.

1 — корпус; 2 — поворотное стекло; 3 — протирочная прокладка; 4 — смотровое стекло; 5 — уплотнение; 6 — крышка; 7 — зубчатая передача.

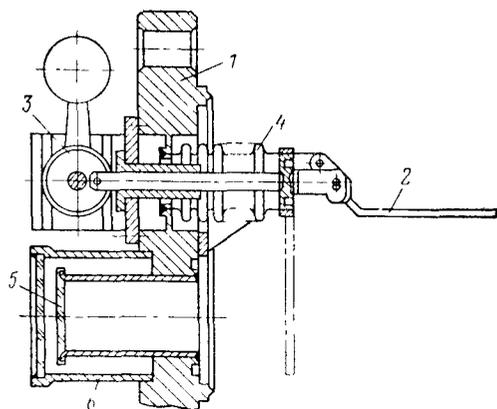


Рис. 3-47. Смотровое окно для прогреваемых установок.

1 — фланец; 2 — подвижной экран; 3 — эксцентрик; 4 — сиффон; 5 — смотровое окно; 6 — защитный кожух со стеклом.

На рис. 3-46 представлена конструкция смотрового окна с поворотным стеклом. После загрязнения участка стекла его поворачивают на небольшой угол, подводя к смотровому отверстию незагрязненную часть стекла.

Конструкция смотрового окна для прогреваемых высоковакуумных установок показана на рис. 3-47. Для защиты стекла от запыления здесь предусмотрен подвижный экран 2, который открывает окно только во время наблюдения, в остальное время работы установки окно закрыто экраном. Смотровое окно собрано на фланце и при помощи канавочно-клинового уплотнения с металлической прокладкой присоединяется к фланцу на колпаке. Во время наблюдения экран выводится из поля зрения при помощи эксцентрикового механизма и подвижного сиффонного уплотнения 4. Для предохранения от разрушения вакуумноплотного спая стекла с коваровой трубкой в конструкции предусмотрен защитный кожух со стеклом 6.

### Загрузочные устройства

Для периодической подачи материалов в рабочий объем напылительной установки без нарушения вакуума (например, догрузка испарителей распыляемым мате-

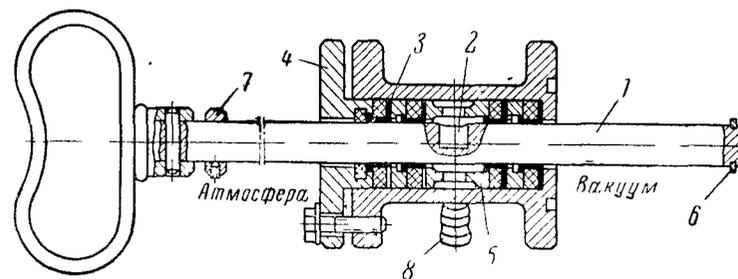


Рис. 3-48. Шлюзовое загрузочное устройство.

1 — штанга; 2 — канавка для помещения образца; 3 — уплотнение; 4 — подвижной фланец; 5 — промежуточное кольцо; 6 и 7 — ограничивающие кольца; 8 — штуцер для форвакуумной откачки

риалом) может быть использовано быстродействующее вакуумное шлюзовое устройство, примерная конструкция которого изображена на рис. 3-48. На полированной штанге 1 имеется канавка 2 для загрузки испаряемого материала. Штанга имеет возможность вращаться и

совершать возвратно-поступательное движение. Уплотнение ее может осуществляться при помощи резиновых, витоновых или фторопластовых прокладок. При этом усилие поджатия прокладок должно обеспечить как свободное перемещение штока, так и вакуумную герметичность подвижного соединения. Для загрузки штанга выводится в сторону атмосферы так, чтобы канавка оказалась снаружи колпака, и в нее закладывается распыляемый материал. Далее штанга подается в сторону вакуумной полости так, чтобы вначале канавка оказалась в полости форвакуумной откачки и затем в рабочем объеме колпака. При повороте штанги на 180° распыляемый материал высыпается из канавки в испаритель.

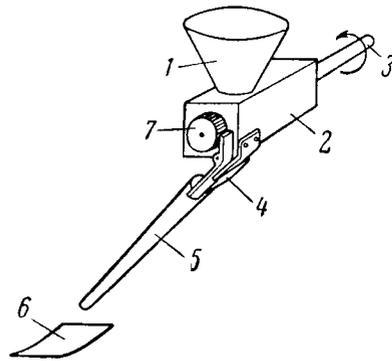


Рис. 3-49. Загрузочное устройство шнекового типа.

1 — воронка; 2 — корпус; 3 — приводной вал; 4 — вибратор; 5 — лоток, 6 — испаритель, 7 — храповик.

Различные бункерно-загрузочные устройства с необходимым запасом порошкообразных или гранулированных материалов, предназначенных для подпитки испарителей в течение цикла напыления, часто располагаются непосредственно в напылительных камерах. Это позволяет проводить предварительное обезгаживание материалов в процессе первоначальной откачки установки.

На рис. 3-49 представлено загрузочное устройство шнекового типа. Материал, необходимый для проведения цикла напыления, загружается в воронку 1. Шнек, подающий материал из воронки к лотку 5, расположен в корпусе 2 и приводится в движение через вал 3 мотором, установленным снаружи вакуумной камеры. На валике шнека имеется храповое колесо, которое вместе с подпружиненной пластинкой 4 сообщает лотку вибрации, что обеспечивает непрерывную подачу испаряемого порошка к испарителю 6. Регулирование подачи материала может осуществляться изменением числа оборотов приводного валика.

В непрерывно действующих вакуумных напылительных установках и автоматических линиях для подачи образцов и изделий из области с атмосферным давлением в рабочий вакуумный объем могут применяться беспрокладочные шлюзовые устройства «со скользящим цилиндром». Схематическое изображение такого шлюза показано на рис. 3-50. Подвижный цилиндр 1, при помощи которого осуществляется транспортировка, имеет полости 8 для размещения в них транспортируемых

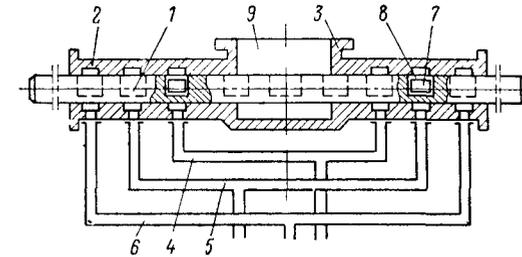


Рис. 3-50. Безуплотнительное шлюзовое загрузочное устройство.

1 — подвижный цилиндр; 2 — корпус, 3 — фланец к вакуумному объему; 4 — канал высокого вакуума; 5 — канал среднего вакуума; 6 — канал низкого вакуума; 7 — загружаемое изделие; 8 — полость для загрузки изделия; 9 — вакуумный объем

изделий 7. Цилиндр может быть как целым, так и составным. В последнем случае имеется ряд взаимно ориентированных и следующих вплотную друг за другом цилиндров. Для того чтобы тепловое расширение корпуса вакуумного шлюза и цилиндра было одинаковым, они изготавливаются из нержавеющей стали одной и той же марки.

Из-за очень малого зазора между подвижными деталями (0,002 мм) возможно истирание поверхности. Поэтому на цилиндр нанесено твердое хромовое покрытие толщиной 0,1 мм. Скользящие поверхности отшлифованы и отполированы. Шероховатость поверхности после окончательной обработки не превышает 0,05 мк. Для уменьшения истирания скользящие поверхности смазываются мелкодисперсной смазкой «меликот» (MoS<sub>2</sub>). Минимальное натекание в вакуумную полость обеспечивается малым зазором между корпусом 2 и подвижным цилиндром, а также трехступенчатой дифференциальной откачкой.

В корпусе шлюза как с входной, так и с выходной стороны предусмотрено по три кольцевых полости, которые попарно объединены общим вакуум-проводом. Полости с низким вакуумом откачиваются централизованной форвакуумной линией (1—5 мм рт. ст.); полости с промежуточным вакуумом откачиваются механическим насосом (10<sup>-2</sup> мм рт. ст.) и полости с высоким вакуумом откачиваются небольшим диффузионным насосом (10<sup>-5</sup> мм рт. ст.). При сквозной конструкции шлюзового устройства, изображенного на рис. 3-50, действие атмосферного давления на поршень уравнивается. По данной схеме можно проектировать самые различные шлюзовые загрузочные устройства с диаметром цилиндра 50 мм и более.

### Нагреватели для обезгаживания установок

Прогрев вакуумных систем установок при обезгаживании часто осуществляется с помощью трубчатых электронагревателей (ТЭН) и гибких ленточных нагревателей с изоляцией из термостойкой стеклоткани.

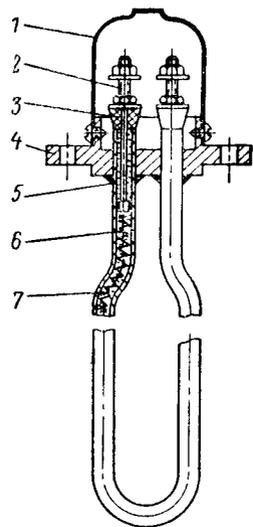


Рис. 3-51. Трубчатый электронагреватель.

1 — колпачок, 2 — выводной стержень; 3 — изолятор; 4 — фланец; 5 — изоляционный слой; 6 — трубка; 7 — нихромовая спираль

Конструктивно трубчатый электронагреватель (рис. 3-51) представляет собой спираль 7 из нихромовой проволоки, запрессованную в кварцевом песке или в плавленной окиси магния внутри металлической трубки 6. Оба конца спирали подсоединяют к выводным стержням 2, изолированным от трубки проходными изоляторами 3. Открытые токоведущие части выводных стержней ограждаются колпачком 1 от случайных соприкосновений. Трубки электронагревателей изготавливаются из стали, латуни или красной меди. Нагреватели с трубками из нержавеющей стали Х18Н9Т обычно применяются для внутривакуумного монтажа.

Диаметры трубчатых электронагревателей находятся в пределах от 7 до 19 мм. Максимальная развернутая длина нагревателей дохо-

дит до 3 м и более. Мощность выпускаемых промышленностью нагревателей доходит до нескольких киловатт с допускаемыми рабочими температурами до 600°С. Срок службы нагревателей достаточно велик и при правильной эксплуатации составляет 5—8 лет.

Для наружного прогрева конструктивных элементов высоковакуумных систем сложной конфигурации (вакуумных камер, ловушек, запорной арматуры, коленчатых вакуум-проводов и т. п.) в процессе их обезгаживания применяют гибкие ленточные нагреватели, которые с успехом заменяют обычные печи нагрева, легко снимаются и допускают свободный доступ к узлам вакуумной системы. В качестве изоляционного материала в гибких нагревателях применяются устойчивые к высоким температурам кремнеземные материалы, которые получают методом кислотной обработки материалов из стекла определенного состава. Максимальная температура применения кремнеземного волокна при длительной эксплуатации достигает 1000°С.

Гибкий ленточный нагреватель представляет собой две или более параллельно расположенные нихромовые спирали, заключенные в изоляционный чулок из термостойкого стекловолокна. Спирали внутри чулка укладываются с шагом 8—16 мм, и во избежание их контакта чулок между спиралями прошивается стеклотканью.

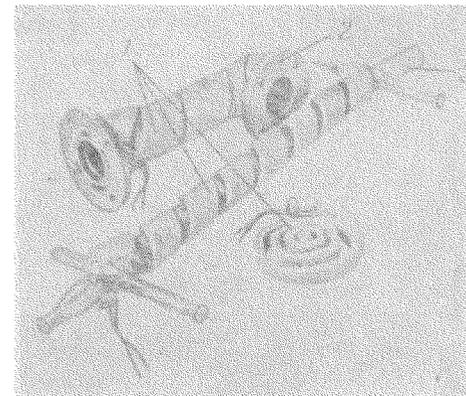


Рис. 3-52. Пример применения гибкого ленточного нагревателя.

1 — гибкий ленточный нагреватель; 2 — металлический вакуум провод; 3 — стеклянный вакуум провод

Концы спирали заделывают в стальную муфту с выводами, обжимают и пропаивают медью. К выводам подсоединяют электрический шнур с вилкой. Подлежащие прогреву поверхности плотно обматывают (в один слой) нагревателем, подсоединенным к электросети. Намотка внахлест не допускается, так как нагреватель в местах пересечения перегревается и это приводит к скорому перегоранию спиралей. Гибкие нагреватели практически можно изготавливать любой ширины и длины. Они обеспечивают прогрев до температуры порядка 450°С, удельная мощность при этом доходит до 1,25 Вт/см<sup>2</sup>. На рис. 3-52 приведены внешний вид и примеры применения гибкого ленточного нагревателя.

Кремнеземные ткани и нити вырабатывают на специальном замасливателе из волокон диаметром 5—7 мк. Кремнеземная нить используется для прошивки тканых материалов. В табл. 3-6 приведены характеристики некоторых тканых кремнеземных материалов промышленного производства.

Таблица 3-6

Марка тканей (ленты)	Характеристика нитей		Ширина, см	Толщина, мм	Вес 1 м тканей не более, г	Усадка при разрыве (по юбка не менее 25×100 мм), %		Содержание замасливателя, %, не более
	Номер	Число сложеній				основа	уток	
КТ-11-Э/0,2	10±1	8	88±3	0,20±0,03	200	25	25	1,0
КТ-11	5+1	16	88±3	0,35±0,05	350	40	40	0,8
КЖ-11-2	0,5	160	88±3	Около 1,0	1 100	30	30	1,0
КЦЖ-151 2	0,5	160	88±3	Около 1,0	1 100	30	30	1,0
КЛ 11	10	8	1,5±0,2	0,30±0,05	5±1 1 пог м	30*	—	1,0

\* На всю ширину ленты

### 3-3. ИСПАРИТЕЛИ

Качество пленок, получаемых путем термического испарения в вакууме, в значительной мере зависит от типа и конструкции испарителей. Применяемые для этой цели испарители сильно различаются. Их конструкции определяются свойствами испаряемых материалов, требуемой скоростью испарения, количеством испаряемого вещества за один цикл загрузки, исходной формой

распыляемого вещества (гранулы, порошок, проволока), а также рядом других факторов.

Требования однородности свойств пленок, а также обеспечение производительности и экономичности использования напылительного оборудования накладывают жесткие условия на характеристики испарителей. Часто бывает необходимо, чтобы испаритель обеспечивал постоянную скорость осаждения пленки независимо от количества оставшегося в испарителе вещества. Выполнение этого условия исключает влияние изменения скорости напыления в течение каждого отдельного процесса на структуру пленки. При этом так же легко получать заданную толщину пленки, прекращая испарение при достижении определенного сопротивления слоя или регулируя продолжительность испарения после того, как установлена постоянная скорость напыления.

Во многих случаях от испарителя требуется, чтобы он обеспечивал такое распределение молекулярного потока, при котором достигалась бы максимальная равномерность толщины покрытия на большой площади. При этом толщина пленки в любом месте подложки должна быть по возможности одинаковой. Важным требованием является то, чтобы при работе испарителя не образовывались легколетучие вещества, способные загрязнять наносимые пленки. Кроме того, испаритель должен обладать достаточной долговечностью, характеризующейся временем, в течение которого он в состоянии обеспечить в заданных пределах режимы испарения.

Одним из важных факторов, характеризующих процесс нанесения тонких пленок в вакууме, является способ, которым осаждаемый материал нагревается до температуры испарения или возгонки. В зависимости от способа нагрева испарители можно подразделить на резистивные, индукционные и электронные.

В резистивных испарителях тепловая энергия для нагрева испаряемого вещества получается за счет выделения джоулева тепла при прохождении тока через нагреватель (омический нагрев). Большим преимуществом резистивного нагрева является простота устройств электропитания, а также удобство контроля и регулирования режимов работы испарителя. Для питания испарителя обычно используется понижающий трансформатор. Плавная регулировка подаваемого на испаритель напряжения осуществляется с помощью автотрансформа-

тора. Для контроля режимов испарения в цепь испарителя включают амперметр и вольтметр.

К материалам, используемым для изготовления подогревателя, предъявляются следующие требования:

давление пара материала подогревателя при температуре испарения напыляемого вещества должно быть пренебрежимо малым;

материал подогревателя должен хорошо смачиваться расплавленным испаряемым материалом, что необходимо для обеспечения хорошего теплового контакта между ними;

между материалами подогревателя и испаряемым веществом не должно происходить никаких химических реакций, а также не должны образовываться легколетучие сплавы этих веществ, так как в противном случае происходит загрязнение наносимых пленок и разрушение подогревателей.

Ниже приведены материалы подогревателей, обычно применяемые при напылении тонких пленок.

Испаряемый металл	Материалы для подогревателей
Алюминий	Вольфрам, тантал, молибден, колумбий
Висмут	Хромель, тантал, вольфрам
Германий	Тантал, молибден
Железо	Вольфрам
Золото	Вольфрам, молибден
Медь	Колумбий, молибден, тантал
Никель	Вольфрам
Олово	Хромель
Платина	Вольфрам
Свинец	Железо, никель, хромель
Серебро	Тантал, молибден, колумбий, железо
Титан	Вольфрам, тантал

При напылении тонких пленок чаще всего применяются подогреватели из вольфрама, молибдена и тантала.

В индукционных испарителях металл, подлежащий распылению, окружается индуктором, представляющим собой один или несколько медных водоохлаждаемых витков, по которым проходит ток высокой частоты. Созданное этим током переменное магнитное поле вызывает в металле вихревые токи, которые и нагревают его до температуры испарения. Индукционный нагрев обеспечивает высокую плотность тока в испаряемом металле.

При использовании этого метода нагрева в рабочей камере отсутствуют разогретые элементы, такие как нагреватели при резистивном методе или катод при электроннолучевом методе нагрева. В процессе распыления осаждаемого металла за счет сил электродинамического воздействия происходит непрерывное перемещение расплава, что способствует его эффективному обезгаживанию.

При помощи индукционного нагрева возможно осуществить бестигельное распыление металла из капли, находящейся во взвешенном состоянии в электромагнитном поле индуктора. При этом целиком отпадают проблемы, связанные с взаимодействием между испаряемым веществом и испарителем. Однако такого рода нагрев еще недостаточно разработан.

К недостаткам индукционного метода нагрева следует отнести относительно высокую стоимость оборудования и низкий электрический к. п. д. из-за необходимости применения преобразователей частоты, невозможность непосредственного распыления диэлектриков (для их распыления приходится применять промежуточные нагреватели, тепло от которых поступает к нагреваемому диэлектрику за счет теплопередачи) и невозможность в практических условиях изменять частоту генератора и коэффициент трансформации выходного трансформатора, что приводит к необходимости использования различных индукторов для распыления различных материалов.

Простые способы испарения металлов с накаливаемых проволочных спиралей, лодочек и тиглей часто оказываются малопригодными из-за взаимодействия материала тигля с испаряемым материалом. Это вызывает быстрое разрушение тигля и загрязнение пленки образующимися летучими продуктами. В связи с этим за последние годы все более широкое применение для нагрева испаряемых материалов находит электронная бомбардировка.

Метод нагрева электронной бомбардировкой имеет ряд преимуществ перед остальными методами. Так, с помощью электронных пучков можно получить поток энергии с большой концентрацией мощности на сравнительно небольшой поверхности испарения (до  $5 \cdot 10^8$  вт/см<sup>2</sup>). Практически точечная фокусировка электронного пучка позволяет получить очень высокую температуру, что позволяет испарять любые, даже самые

тугоплавкие материалы с достаточно большой скоростью испарения. При этом кинетическая энергия электронов, бомбардирующих твердое тело, почти полностью превращается в тепловую. Лишь незначительная часть ее расходуется на рентгеновское излучение, образование вторичных электронов и теряется из-за рассеяния электронов.

Метод позволяет получить большую чистоту и однородность состава напыляемой пленки, так как во многих случаях (при бестигельном и автотигельном испарении) удается избежать непосредственно контакта горячей зоны испаряемого материала с материалом испарителя.

Метод позволяет легко регулировать и контролировать (в том числе автоматически) как мощность нагрева, так и скорость напыления, обеспечивая вместе с тем высокый к. п. д.

Обеспечивается быстрое перемещение нагретой зоны за счет не только механического перемещения образца или излучателя, но также за счет отклонения потока электронов.

При испарении методом электронной бомбардировки имеет место одно очень полезное побочное явление, а именно ионизация пара испаряемого вещества. Образующиеся при этом ионы могут быть использованы как для контроля скорости испарения путем измерения ионного тока в цепи коллектора, так и для очистки поверхности подложки (для этого к испаряемому материалу прикладывают положительный относительно подложки потенциал от 3 до 5 *кв*).

К недостаткам метода следует отнести наличие высокого напряжения (порядка 10 *кв*), что требует соблюдения определенных требований техники безопасности.

При создании электронных испарителей важную роль играет материал и конструкция катода, так как они в основном определяют долговечность испарителя, стабильность теплового режима и отсутствие внесения загрязнений в процессе испарения.

К катодам предъявляются следующие требования: обеспечение высокой плотности эмиссии; стойкость к бомбардировке положительными ионами; сохранение стабильной эмиссии при работе в относительно плохом вакууме (до  $10^{-4}$  *мм рт. ст.*); простой режим активирования после пребывания на воздухе и низкое давление паров материала катода при рабочих температурах.

Катоды чаще всего изготавливают из вольфрама и тантала. Для увеличения срока службы катода, его удаляют на значительное расстояние от зоны плавки, а электронный луч отклоняется на большой угол и пропускается через систему диафрагм. Кроме того, используются дополнительные вакуумные насосы, создающие разрежение непосредственно в зоне испарения.

Испарители, применяемые при напылении тонких пленок, можно подразделить на две группы: испарители с непосредственным подогревом и испарителя с косвенным подогревом. В первом случае тепловая энергия выделяется непосредственно на испаряемом материале. Во втором случае используются подогреватели или специально нагреваемые промежуточные поверхности, при помощи которых испаряемое вещество нагревается (либо за счет теплового контакта, либо за счет радиации) до температуры, соответствующей температуре испарения.

По конструктивным признакам все испарители можно подразделить на следующие основные типы: проволочные, ленточные и тигельные (автотигельные).

Проволочные испарители, основное преимущество которых заключается в простоте их устройства, изготавливаются из тугоплавких металлов в виде цилиндрической спирали, конической спирали, V-образной формы, волнообразной формы и др. Применяемая проволока (диаметром от 0,5 до 1,5 *мм*) должна иметь по всей длине одинаковое сечение. В противном случае из-за местных перегревов будет нарушаться равномерность получаемого слоя и, кроме того, проволока быстро перегорит. Распыление с проволочных испарителей может проходить в телесном угле вплоть до  $4\pi$  *стерад*.

Испаряемый материал обычно удерживается на проволочных испарителях силами адгезии, поэтому испаряемый материал в жидком состоянии должен хорошо смачивать материал испарителя. Однако при хорошем смачивании материала подогревателя испаряемым материалом всегда имеет место более или менее активное взаимодействие между этими веществами, что в конечном счете приводит к разрушению испарителя. Этим и объясняется относительная недолговечность проволочных испарителей. Большим недостатком этих испарителей является также то, что при помощи их очень трудно проводить испарение порошкообразных диэлектрических материалов.

Следует иметь в виду, что при использовании непосредственного подогрева путем пропускания тока через испаряемую проволоку (что весьма экономично) можно испарять только те материалы, температура испарения которых ниже температуры плавления.

На рис. 3-53 схематически показаны наиболее распространенные конструкции проволочных испарителей. Для испарения небольших количеств металлов при условии их хорошей адгезии применяются U-образные, V-образные, W-образные, волнообразные и спиральные испарители. Эти виды испарителей хорошо противостоят вибрации, обеспечивают достаточно однородное испарение, и, кроме того, при их использовании легко осуществляется компенсация тепловых деформаций. Испаряемый металл размещается на этих испарителях в виде проволочных навесок, которые при последующем расплавлении образуют каплю, смачивающую подогреватель. U-образные (рис. 3-53,а) и V-образные (рис. 3-53,б) испарители часто называют точечными, так как они образуют точечную каплю. Однако наиболее интенсивное испарение здесь происходит не из капли, а с прилегающих к ней участков проволоки (точки 1 и 2 на рис. 3-53,а), куда расплавленный металл поднимается под действием капиллярных сил. При помощи W-образных (рис. 3-53,в) и волнообразных (рис. 3-53,г) испарителей возможно испарять несколько большее количество вещества, однако испарители этого типа менее долговечны.

При испарении материалов с плохими адгезионными свойствами рекомендуется на подогреватели наматывать вспомогательную спираль (рис. 3-53,д и е), витки которой препятствуют стеканию расплавленного металла, и тем самым обеспечивается устойчивый процесс испарения.

Открытая цилиндрическая спираль (рис. 3-53,ж) удобна для испарения металлов, которые закладываются в испаритель в виде проволоки. При этом зазоры между витками должны быть достаточно большими во избежание коротких замыканий между ними после образования капель.

Для нанесения покрытий на внутреннюю цилиндрическую поверхность применяется испаритель стержневого типа (рис. 3-53,з), который размещается по оси напыляемого цилиндра. Этот испаритель возможно при-

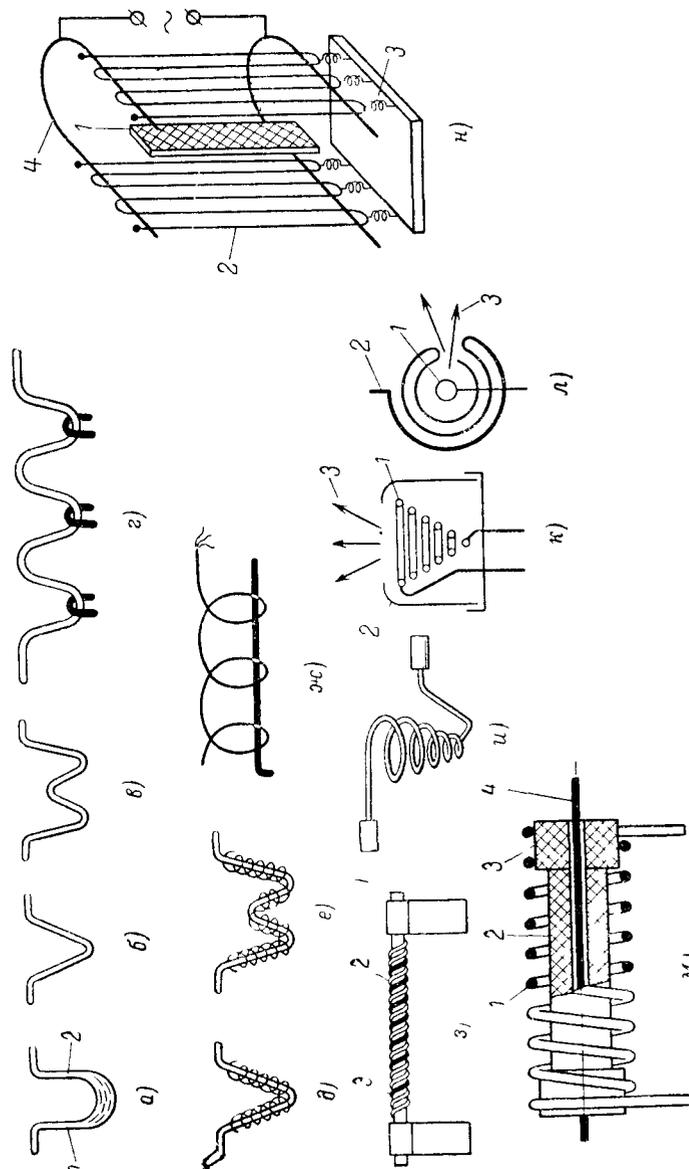


Рис. 3-53 Проволочные испарители.

менять только для материалов с хорошими адгезионными свойствами. Он представляет собой толстую проволоку 1 из вольфрама или молибдена (диаметром 2 мм), на которую с шагом около 2 мм плотно наматывается вспомогательная вольфрамовая спираль 2. Куски проволоки из испаряемого металла 3 наматываются между витками вспомогательной спирали на среднюю часть испарителя. При применении этого испарителя необходимо предусматривать компенсацию тепловых деформаций проволоки, так как при жестком креплении концов испаритель изгибается и создается неравномерное напыление по окружности.

Для испарения навесок в форме гранул или кусочков применяются проволочные испарители, свитые в виде конической спирали (рис. 3-53, и). Из этих испарителей возможно испарять также порошкообразные материалы, предварительно спрессованные в таблетки. С конической спирали также возможно испарять металлы, слабосмачивающие тугоплавкие нагреватели, например серебро и медь. При этом нужно делать расстояния между витками достаточно малыми для того, чтобы сферические капли расплавленного металла, создаваемые силами поверхностного натяжения, хорошо удерживались на спирали.

Испарители 1 (рис. 3-53, к и л) окружены тепловыми экранами 2, которые уменьшают потери на излучение и одновременно создают направленность потока 3 испаряемого материала.

Все вышеперечисленные виды проволочных испарителей с косвенным нагревом могут выполняться как одножильными, так и многожильными. При употреблении многожильных испарителей возможно осуществлять испарение достаточно большого количества вещества, добиться более равномерного распределения испаряемого материала, распылять металлы, плохо смачивающие (например, алюминий); увеличить скорость испарения, а также увеличить срок службы испарителя.

Проволочный испаритель, обладающий цилиндрической симметрией и предназначенный для испарения предварительно отформованных таблеток возгоняемого материала, показан на рис. 3-53, м. Если испаряемое вещество в виде таблетки 2 просто положить внутрь спирали 1, то испарение будет происходить прежде всего в местах случайного контакта таблетки с накали-

спиралью, что приведет к неравномерности распределения потока.

Испаряемые таблетки изготавливаются с отверстием в центре и нанизываются на отрезок вольфрамовой проволоки 4, поддерживаемый внутри спирали двумя фиксирующими бусинками 3, изготовленными из двуокиси циркония и имеющими несколько больший диаметр, чем таблетка. Так как спираль испарителя делается в расчете на диаметр фиксирующих бусинок, то возможность контакта ее с таблетками из испаряемого материала полностью исключается.

На рис. 3-53, н представлен плоский проволочный испаритель с резистивным подогревом, при котором ток пропускается непосредственно через испаряемый материал. Испаритель представляет собой ряд параллельных проволок 2 из испаряемого материала, натянутых с шагом 2—3 мм при помощи пружин 3 на держатели 4, которые одновременно являются токоподводами. При помощи подобных конструкций испарителей возможно осуществлять напыление на большие поверхности.

Ленточные испарители (рис. 3-54) представляют собой нагреватели, изготовленные из тонких листов тугоплавких металлов и имеющие специальные углубления (в виде желобков, лодочек, чашечек или коробочек), в которых размещается испаряемый материал. Они применяются для испарения больших количеств металла, для испарения металлов с плохими адгезионными свойствами, а также для испарения порошковых материалов и неорганических соединений. Эти испарители, так же как и проволочные, потребляют достаточно большую мощность при том же сечении вследствие больших потерь на излучение. Так как здесь требуется подвод повышенных мощностей, то вводы электроэнергии для питания этих испарителей обычно охлаждаются водой.

Ленточные испарители имеют большую направленность испарения, и практически предельно возможная область испарения их ограничена телесным углом  $2\pi$  стерад. Они обычно изготавливаются из тугоплавких металлов (тантал, молибден и платина). Вольфрамовые ленты очень хрупки и поэтому находят меньшее применение, чем другие тугоплавкие металлы. Наиболее дешевыми нагревателями, пригодными для испарения многих диэлектриков, являются нагреватели из танталовой жести.

Наиболее простыми являются испарители открытого типа (рис. 3-54,а—г), представляющие собой ленты с углублением в средней части для фиксации расплавленного металла. Ленточные нагреватели деформируются при высокой температуре, что приводит к нарушению взаимного расположения испарителя и подложки. Эти деформации могут быть предотвращены либо при-

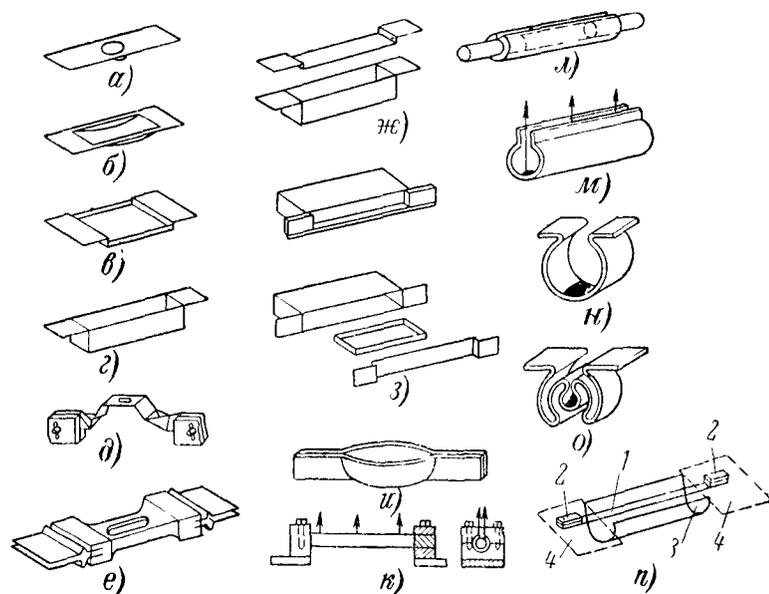


Рис. 3-54. Ленточные испарители.

данием испарителям более сложной формы (рис. 3-54,д), либо применением специальных пружин, компенсирующих термическое расширение испарителя. Для того чтобы обеспечить наиболее высокую температуру в средней части испарителя, нагреватель имеет расширение по концам (рис. 3-54,е).

На рис. 3-54,ж и з показаны испарители с сетчатой крышкой, предназначенные для испарения порошкообразных материалов с вертикально и горизонтально направленным потоком пара.

Испаритель лодочного типа (рис. 3-54,и) предназначен для испарения диэлектриков и металлов в больших количествах. Он не пригоден для испарения смачи-

вающих металлов, которые, растекаясь по нагревателю, значительно снижают его сопротивление, вследствие чего нагреватель может перегореть в непокрытом испаряемым металлом месте.

Ленточные испарители трубчатого типа (рис. 3-54,к и л) предназначены для испарения веществ с малой теплопроводностью. Испарители этого типа могут иметь значительную протяженность. Изображенный на рис. 3-54,м испаритель за счет образования узкой и глубокой щели при отгибе краев имеет резкую направленность потока пара. Испаритель, изображенный на рис. 3-54,н, обеспечивает одновременное осаждение на две подложки горизонтально направленного потока пара. Значительное снижение загрязнения пленок веществом испарителя достигается благодаря тому, что подложки обращены к его торцам. На рис. 3-54,о изображена простая конструкция фигурного испарителя. Его изгибы служат одновременно как токоподводящие участки, радиационные экраны и как компенсаторы термических деформаций.

Пример ленточного испарителя с непосредственным нагревом показан на рис. 3-54,п. Испаряемая лента 1 зажимается в массивных (обычно охлаждаемых) держателях 2, и непосредственно через нее пропускается электрический ток. Для уменьшения потерь на теплоизлучение применен радиационный экран 3. Специальный экран 4 предохраняет держатели от запыления.

Подобная конструкция испарителя применяется для получения пленок окислов. При этом лента из металла высокой чистоты закрепляется в зажимах испарителя и предварительно нагревается в вакууме с целью удаления поверхностных загрязнений. После напуска очищенного воздуха или смеси кислорода с инертным газом ленту снова прогревают до образования на ее поверхности слоя окисла достаточной толщины. Затем производят испарение окисла на подложку. Окисление поверхности и последующее испарение окисла желательно производить, не вынимая ленту из зажимов. В этом случае обеспечивается одинаковое распределение градиентов температуры для процессов окисления и испарения и сводится к минимуму испарение металла. При помощи описанного способа относительно легко получают прочно связанные с подложкой слои окислов вольфрама и тантала.

Тигельные испарители могут применяться только для испарения материалов, не вступающих в реакцию с материалом тигля и не образующих с ними сплавов. Они изготавливаются из тугоплавких металлов (W, Ta, Mo), из оксидов металлов ( $Al_2O_3$ , BeO,  $ZrO_2$ ,  $ThO_2$  и др.) и графита. Для испарения материалов с низкой температурой испарения можно использовать тигли из стекла и кварца.

При омическом нагреве тиглей, изготовленных из оксидов металлов, до высоких температур проволочными нагревателями из тугоплавких металлов между нагревателем и тиглем обычно имеют место химические реакции, которые и приводят к разрушению тигля. Экспериментально установлено, что наиболее устойчивыми являются в контакте с BeO — графит, в контакте с  $ZrO_2$  — молибден, в контакте с ThO — вольфрам.

Для испарения больших количеств металлов с высокой точкой плавления применяются тигли из алунда и окиси бериллия. Технология изготовления этих тиглей заключается в многократном нанесении на вольфрамовую спираль водной суспензии оксидов алюминия или бериллия с последующим отжигом каждого слоя. Процесс повторяется несколько раз до получения стенок тигля необходимой толщины. Тигли из окиси алюминия прочнее, чем тигли из окиси бериллия, и менее подвержены образованию трещин при высокой температуре. Тигли из окиси алюминия используются для металлов, температура испарения которых лежит ниже  $1600^\circ C$  (Cu, Ge, Mn, Fe, Sn); тигли из окиси бериллия могут быть использованы до температуры  $1750^\circ C$ . Тигли из окиси тория применяются для испарения металлов при температурах, достигающих  $2200^\circ C$ .

При испарении материалов при более высоких температурах используются тигли из графита. Однако многие материалы при высоких температурах реагируют с углеродом с образованием карбидов и поэтому не могут быть испарены из таких тиглей (например, Al, Si, Ti). Недостатком графитовых тиглей является также их способность легко поглощать газы, что осложняет их технологическую обработку в вакууме.

Из графитовых испарителей эффективно испаряются Be, Ag, Sr. Многие окислы активно восстанавливаются углеродом, что дает возможность очистки металлов путем применения графитовых тиглей. Графитовые испари-

тели могут применяться до температуры порядка  $2500^\circ C$ , которая ограничивается упругостью паров углерода ( $10^{-3}$  мм рт. ст.). Графит достаточно технологичен и хорошо поддается механической обработке.

Основное преимущество тигельных испарителей состоит в том, что при помощи их можно осуществлять испарение большого количества вещества. Вместе с тем по сравнению с проволочным и ленточным испарителями они являются более инерционными, так как малая теплопроводность материала тигля не позволяет обеспечить быстрый нагрев испаряемого материала. Кроме того, тигли из оксидов металлов не допускают быстрого нагрева из-за опасности их разрушения тепловым ударом. К недостаткам тигельных испарителей следует отнести и то, что они позволяют испарять материал только в одном направлении.

Наиболее употребительные конструкции тигельных металлических испарителей показаны на рис. 3-55. На рис. 3-55,а изображена простая конструкция тигельного испарителя, изготовленного из тантала, который нагревается при помощи специальной изолированной спирали, намотанной вокруг поддерживающего стержня.

На рис. 3-55,б показан испаритель, состоящий из танталового корпуса 3 с углублением для испаряемого материала 1. Внутри корпуса размещен алундированный вольфрамовый подогреватель 2.

Для напыления сверхпроводящих пленок (в основном из олова и свинца) можно применять испаритель, представляющий собой изотермический тигель с радиационным нагревом от танталовых ленточных нагревателей. Тигель (рис. 3-55,в) имеет вид молибденовой ячейки с небольшим отверстием. Для получения удовлетворительной равномерности пространственного распределения плотности потока выбрана специальная форма канала с выходным отверстием, равным  $2,4$  мм. Цилиндрический корпус 2 тигля выточен из заготовки, и сверху на него на прессовой посадке одета фигурная крышка 1.

На рис. 3-55,г показан испаритель большой емкости, предназначенный для испарения монооксида кремния. Он представляет собой длинный вертикальный цилиндр с проходящим по его оси до самого дна нагревателем. Требуемая емкость испарителя может быть получена за счет увеличения его длины без изменения других раз-

меров. Многослойный тепловой экран, окружающий боковую поверхность и дно испарителя, служит для выравнивания температурных градиентов в испаряемом материале. Модификация этого испарителя показана на рис. 3-55, д. Здесь вольфрамовая спираль заменена перфорированным трубчатым нагревателем, изготовленным из тантала толщиной 0,1 мм.

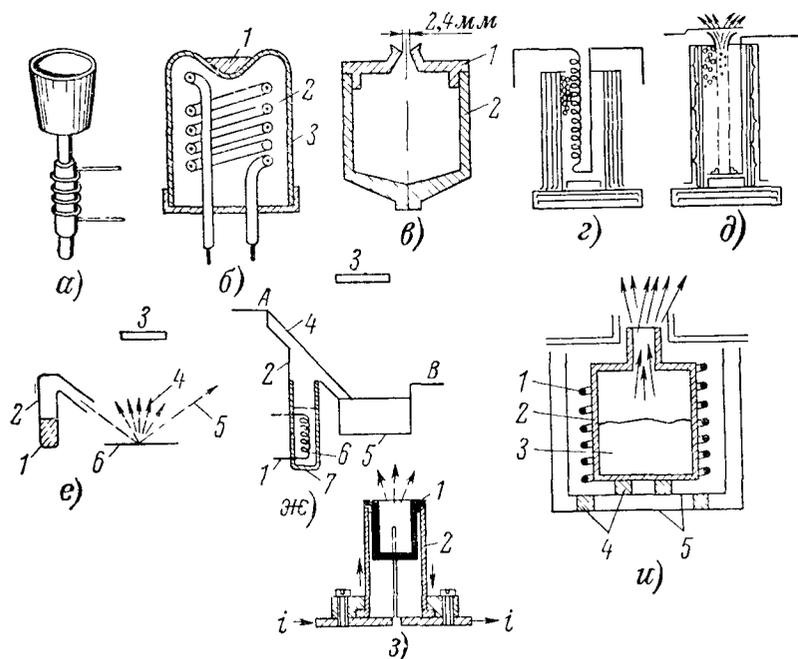


Рис. 3-55. Металлические тигельные испарители.

На рис. 3-55, е представлена схема тигельного испарителя, предназначенного также для испарения монооксида кремния. Трудность испарения монооксида кремния при помощи обычных ленточных испарителей заключается в том, что в процессе распыления время от времени наблюдается выброс макроскопических частиц или «комет», которые могут пробить получающуюся при этом диэлектрическую пленку.

Принцип, позволяющий отфильтровать из молекулярного пучка макроскопические частицы, заключается в следующем. Поток частиц с поверхности испаряемого

материала 2 направляется под косым углом на нагретую пластинку 6. Поскольку поверхность ее для частиц молекулярных размеров оказывается «шероховатой», такие частицы испытывают на ней диффузное рассеяние, разлетаясь по всем направлениям (траектория 4). Для макроскопических же частиц поверхность пластинки оказывается достаточно гладкой, и такие частицы претерпевают оптическое отражение (траектория 5). Используя этот эффект пространственного разделения, можно поместить подложку 3 над испарителем 2 в то место, куда макроскопические частицы практически не попадают.

Однако такие испарители обладают двумя существенными недостатками: малой скоростью испарения и большими потерями испаряемого материала. Эти недостатки были устранены в испарителе, показанном на рис. 3-55, ж. Порошок монооксида кремния 6 насыпается в тигель 7, изготовленный из окиси алюминия, и нагревается помещенной в тигле танталовой спиралью 1. Насадка 2 из танталовой жести, надетая на верхнюю часть тигля, направляет струю пара в вертикальном направлении, отклоняя все макроскопические частицы в сторону. Эта насадка также нагревается электрическим током, подводимым от независимого источника к точкам А и В.

Большая часть макроскопических частиц, ударяющихся о крышку насадки 4, наклоненную под углом 45°, отклоняется влево, в сторону от выходного отверстия насадки, и опять попадает в тигель. Если какой-либо макроскопической частице удастся проникнуть в верхнюю часть насадки из танталовой жести, то она испытывает зеркальное отражение от ее стенок и не попадает на подложку 3. Кроме того, при такой конструкции тигля уменьшаются потери испаряемого материала благодаря экранированию с помощью бокса 5.

На рис. 3-55, з показан испаритель, который представляет собой сменный тигель 1, вставляемый в разрезной цилиндрический нагреватель 2 и удерживаемый в его верхней части. Для получения равномерного распределения температур поперечное сечение полуцилиндрических стоек равно сечению неразрезанной части. Направление потока пара показано на рисунке стрелками.

Для испарения материалов, требующих интенсивного испарения (Zn, Cd, Pb и др.), можно применять испари-

тель (рис. 55,и), узкая трубчатая горловина которого формирует направленный пучок достаточно большой интенсивности. Испаряемый металл 3 загружается в тигель 2 в виде мелких частиц для обеспечения хорошей передачи тепла от стенок тигля и нагревается с помощью нагревателя 1. Тигель помещается на керамической опоре 4 и защищается радиационным экраном 5.

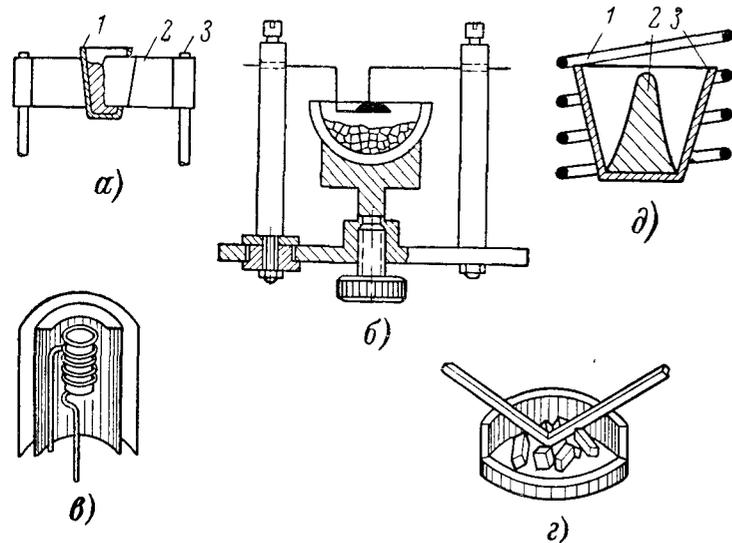


Рис. 3-56. Керамические испарители.

Конструкции испарителей, изготавливаемых из окислов металлов, изображены на рис. 3-56. Испаритель, показанный на рис. 3-56,а, представляет собой тонкостенный керамический или кварцевый тигель 1, зажатый между вольфрамовыми лентами 2, являющимися нагревателями. Ленты укреплены в держателях 3.

Для испарения многих диэлектриков с успехом может применяться тигельный испаритель с радиационным нагревом (рис. 3-56,б), состоящий из неглубокого керамического тигля из окиси алюминия, смонтированного на теплоизолирующей подставке, и вольфрамового нагревателя, выполненного в виде плоской улитообразной спирали. Подставка тигля может с помощью винта подниматься и опускаться, что обеспечивает сохранность нагревателя при перезарядке тигля. К недостаткам этого

типа испарителей относится большое излучение тепла в вакуумную камеру, большие градиенты температур в материале и постепенное снижение скорости испарения по мере уменьшения навески.

Конструкция испарителя из окиси тория, обеспечивающего нагрев до  $2200^{\circ}\text{C}$ , показана на рис. 3-56,в. Прогрев испарителя осуществляется при помощи туго намотанной изолированной вольфрамовой спирали, окруженной тепловым экраном из листового молибдена.

На рис. 3-56,г показан специальный керамический тигель для длительного испарения металлов, в котором локально нагрето только место испарения металла. Испарительным элементом являются нагреваемые током стержни из прессованного карбида титана. Поднимаясь вверх по стержню, как по фитилю, и достигнув разогретого участка, алюминий испаряется.

На рис. 3-56,д изображен керамический тигель с индукционным нагревом. При плавлении масса металла 2 под действием сил электромагнитного поля, создаваемого катушкой 1, поднимается таким образом, что поверхность соприкосновения нагретого до высокой температуры металла с тиглем 3 оказывается минимальной. В результате происходит ослабление химических реакций между испаряемым металлом и тиглем.

Для исключения загрязнения испаряемого материала материалом тигля можно применять электромагнитную подвеску металла в вакууме в сочетании с индукционным нагревом. Поддержание металла во взвешенном состоянии в процессе напыления осуществляется за счет того, что вихревые токи в нагреваемой навеске взаимодействуют с высокочастотным полем, в результате чего появляется антигравитационная сила, и навеска парит в поле индуктора.

Конструкция и размеры индуктора для испарителя металлов во взвешенном состоянии показаны на рис. 3-57. Водоохлаждаемая четырехвитковая катушка сделана из медной трубки с наружным диаметром 2,3 мм. Верхний виток намотан в противоположном направлении, что предотвращает выталкивание металла из области поля. При помощи индуктора, подключенного к генератору мощностью 4 кВт с частотой 1 МГц, расплыались навески весом от 1 г до 100 мг. Положение капли расплава становилось неустойчивым, когда ее вес в результате испарения уменьшался до 10—50 мг.

Нужно отметить, что скорость испарения в процессе напыления оказывается непостоянной, так как температура металла уменьшается по мере уменьшения его объема. При расположении подложки на расстоянии 230 мм от расплавленной капли получались слои вышеуказанных металлов толщиной 50—100 мг/см<sup>2</sup>, при этом неоднородность слоя на участке 50 мм составляла ±1,7%.

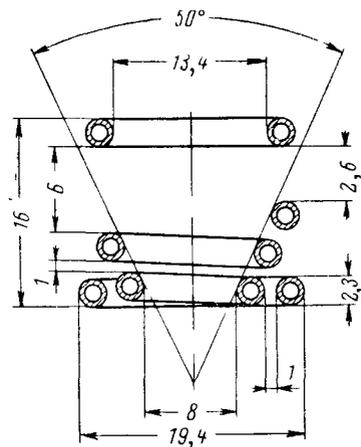


Рис. 3-57. Конструкция и размеры индукционного испарителя.

ней части нагревателя. Внутренняя полость тигля покрыта карбидом циркония методом вжигания в вакууме. Для этого поверхность нагревателя смазывается тонким слоем разведенного в спирте циркония и при вакууме  $10^{-2}$  мм рт. ст. и температуре 1400°C прокаливается в течение 15 мин. Алюминий в виде проволоки подается к тиглю небольшими порциями. Существенным недостатком тигля является его сравнительно небольшой срок службы (менее 1 ч).

Значительное увеличение срока службы (до 4,5 ч) достигается при замене карбида циркония кубиком из карбида тантала (рис. 3-58,б). Алюминий, подаваемый небольшими порциями с помощью специального роликового механизма, попадает на кубик и стекает по его раскаленным поверхностям. Поверхности графита достигают очень небольшая часть металла, которая тут же испаряется. Конструкции испарителя с промежуточным звеном требуют подвода значительных мощностей, так

Тигельные испарители из графита приведены на рис. 3-58. Простой по конструкции графитовый испаритель алюминия показан на рис. 3-58,а. Нагревателем служит графитовый стержень, который прижимается к водоохлаждаемым контактам небольшим усилием, благодаря чему обеспечивается компенсация деформации вдоль оси по мере нагрева стержня. В качестве тигля используется углубление в сред-

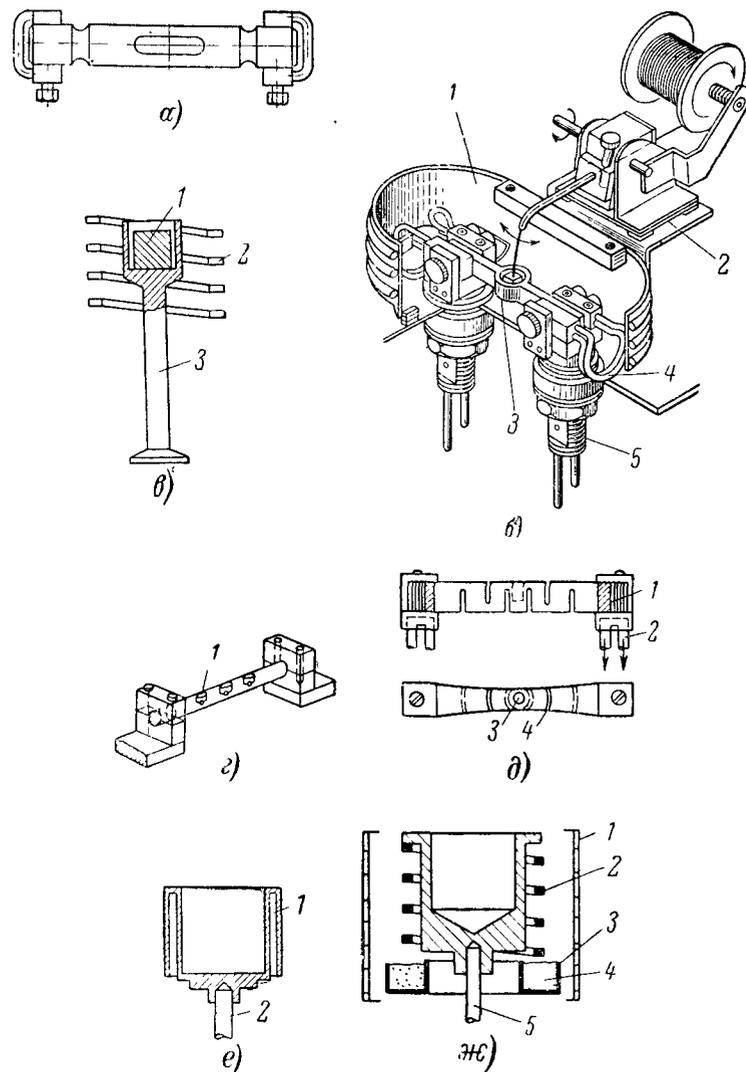


Рис. 3-58. Тигельные испарители из графита.

а — графитовый испаритель с использованием карбида циркония; б — испаритель алюминия. 1 — охлаждаемый водой корпус; 2 — изолирующая подставка; 3 — угольный нагреватель; 4 — гибкие водоохлаждаемые трубки; 5 — токоподвод; в — испаритель с промежуточным элементом из карбида тантала; 1 — испарительный элемент; 2 — индуктор; 3 — угольный держатель; 4 — протяженный испаритель из угольного стержня; 5 — испаряемый материал; г — испаритель с поперечными прорезями; 1 — медное гальванопокрытие; 2 — зажимы, охлаждаемые водой; 3 — тигель; 4 — пропилы; е — испаритель с встроенным нагревателем; 1 — цилиндрический зазор для танталового проволочного нагревателя, встроенного в алунд; 2 — поддерживающий стержень; ж — комбинированный испаритель: 1 — радиационный экран; 2 — спиральный нагреватель; 3 — титановая обойма; 4 — графитовый порошок; 5 — токопроводящий стержень.

как здесь имеют место потери тепла при теплопередачах. Так, например, в описываемом испарителе при скорости испарения  $2 \text{ г/мин}$  подводимая мощность составила  $11 \text{ кВт}$ .

Вариант аналогичного испарителя с индукционным нагревом, потребляющего мощность  $2,5 \text{ кВт}$ , показан на рис. 3-58,в. Протяженный угольный испаритель, изображенный на рис. 3-58,г, представляет собой графитовый стержень-нагреватель, вдоль которого располагается несколько углублений  $1$  для размещения испаряемого материала.

На рис. 3-58,д показан графитовый испаритель, изготовленный из бруска с углублением в середине. Поперечные щели на бруске повышают сопротивление нагревательного элемента и снижают величины потребляемого тока. Для уменьшения контактного сопротивления концы графитового бруска электролитически покрыты медью.

На рис. 3-58,е представлен угольный испаритель, в цилиндрическую проточку которого помещается проволоочный нагреватель, покрытый окисью алюминия. Покрытие исключает контакт между углем и вольфрамом, так как уже при  $1500^\circ\text{C}$  быстро образуется карбид вольфрама, снижающий проводимость нагревателя и повышающий его хрупкость.

У комбинированного угольного тигля-нагревателя спираль с тиглем изготовлена из одной заготовки (рис. 3-58,ж). Предварительно цилиндрической проточкой тигель был отделен от заготовки, и в проточку был залит парафин. После нарезки спирали парафин расплавлялся. Нижний виток угольной спирали помещается в кольцевой танталовый желоб, который плотно набивается графитовым порошком, что обеспечивает хороший электрический контакт нагревателя.

Различные конструкции испарителей с нагревом методом электронной бомбардировки изображены на рис. 3-59.

Простейший электронный испаритель (рис. 3-59,а) представляет собой металлический танталовый тигель  $1$ , являющийся анодом, в котором помещается испаряемое вещество. Вокруг тигля намотана вольфрамовая нить  $2$ , являющаяся катодом. Над тиглем помещается кольцевой электрод  $3$  (коллектор), находящийся под небольшим отрицательным потенциалом. Коллектор

предназначен для собирания положительных ионов, образующихся при столкновении электронов, эмиттируемых нитью, с атомами испаряемого вещества и молекулами остаточных газов. По величине ионного тока в цепи коллектора можно одновременно судить о скорости испарения.

Специальные конструкции тиглей в сочетании с электронным нагревом позволяют уменьшить перегрев и разрушение стенок тигля, неизбежно возникающие при обычном способе нагрева. Так, например, для испарения алюминия можно применять алундовый тигель в виде мелкой чашечки на трубчатой подставке  $3$  с узким каналом внутри (рис. 3-59,б). В чашечке помещается капля  $1$  жидкого алюминия служащего анодом и нагреваемого электронами, эмиттируемыми кольцевым катодом  $2$  из вольфрамовой проволоки, расположенным ниже капли.

Простой вариант подобного испарителя может быть применяем для распыления кобальта, иридия и родия (рис. 3-59,в). Испаряемый металл  $1$  плотно вставляется в керамическую трубку  $3$  и располагается по оси вольфрамовой спирали  $2$ , находящейся под нулевым потенциалом. Высокое напряжение (около  $3 \text{ кВ}$ ) подается на металл через специальный изолированный провод  $4$ . Металл, расплавленный электронной бомбардировкой, удерживается в виде капли силами поверхностного натяжения на торцевой поверхности трубки. При этом металл не взаимодействует с керамикой и испарение происходит с верхней части капли.

Для испарения веществ, которые возгоняются или имеют низкое давление пара при температурах несколь-

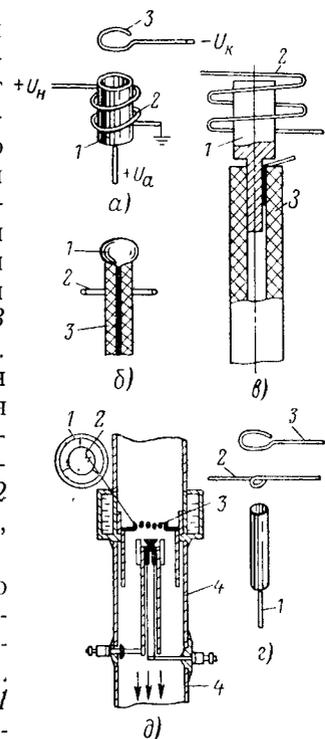


Рис. 3-59. Электронные испарители.

ко ниже точки плавления (молибден, вольфрам, никель, тантал, железо), можно применять метод электронного нагрева, показанный на рис. 3-59,г. Цилиндрический стержень 1 из материала, подлежащего испарению, размещается под нитью 2, имеющей форму петли. Испарение происходит с верхнего конца стержня, бомбардируемого электронами с нити, относительно которой стержень находится под положительным потенциалом порядка 2 кВ. Коллектор 3 служит для той же цели, что и на рис. 3-59,а. Отсутствие контакта с конструкционными материалами способствует получению при помощи этого способа весьма чистых пленок. Однако этот метод имеет существенный недостаток, заключающийся в опасности возникновения дуги между стержнем и нитью.

Другая конструкция испарителя, также предназначенного для испарения сублимирующихся материалов, показана на рис. 3-59,д. Испаритель состоит из угольного анода 2 в форме диска с большим количеством маленьких отверстий, на которых удерживаются частицы испаряемого металла. Электроны, испускаемые плоской вольфрамовой спиралью 3, ускоряются напряжением 20 кВ (при мощности 2 кВт). При этом большинство электронов проходит сквозь отверстия в аноде и бомбардирует непосредственно частицы испаряемого металла. Испаритель помещен в стеклянный корпус 4.

Широкое распространение находят так называемые автотигельные источники паров (рис. 3-60), в которых капля или ванна расплавленного металла соприкасается с тем же металлом, находящимся в твердом состоянии.

Одна из конструкций такого испарителя представлена на рис. 3-60,а. Тороидальный фокусирующий электрод с кольцевой щелью почти полностью окружает кольцевой катод и направляет пучок электронов на нижний конец вертикально расположенного распыляемого стержня с тем, чтобы на нем образовалась жидкая капля, удерживаемая силами поверхностного натяжения.

Фокусирующий электрод в простейшем случае имеет потенциал катода, испаряемый материал имеет нулевой потенциал. Такая конструкция испарителя применяется для испарения металлов, имеющих высокую скорость испарения при температуре плавления. Преимуществами этого устройства являются простота электроннолучевой системы и возможность легкой замены катода. Недостат-

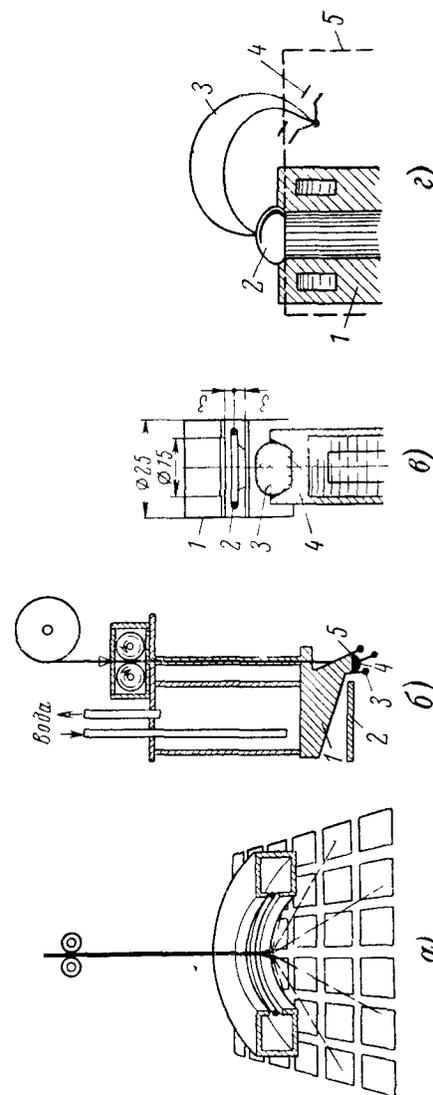


Рис 3 60



ком является то, что на катод и фокусирующий электрод могут попадать и конденсироваться пары испаряемого вещества.

Эти явления могут наблюдаться в первую очередь при распылении тугоплавких металлов, для которых горячий катод является относительно «холодным». Вследствие этого изменяются электрические параметры катода и геометрическая форма фокусирующего электрода. Кроме того, в результате легирования катода конденсирующимися парами снижается его точка плавления и катод расплавляется. Продолжительность работы катода в этом случае ограничивается несколькими часами. Во время разогрева возможно коробление катода, что приводит к короткому замыканию и разрушению фокусирующего электрода. Наибольшую проблему при использовании кольцевого катода создает возникновение тлеющего разряда в электрическом поле между катодом и испаряемым металлом, являющимся анодом.

На рис. 3-60,б изображен испаритель, при помощи которого достигается большая скорость испарения титана за счет перегрева его на  $340^{\circ}\text{C}$  выше точки плавления. Полусферическая капля 4 расплавленного титана (радиусом 5 мм) удерживается на нижней поверхности охлаждаемого водой медного блока 1, служащего анодом.

Для испарения ряда тугоплавких металлов можно применять электроннолучевое устройство сравнительно простой конструкции (рис. 3-60,в). В этом испарителе нагрев капли металла 3, помещенной в охлаждаемой водой медной чашечке 4, производится хорошо сфокусированным лучом. Фокусировка луча на поверхности металла достигается подачей отрицательного смещения на фокусирующий электрод 1 и перемещением чашечки с каплей металла по высоте. При подводимой мощности 0,5—1 кВт (6—10 кв, 80—100 ма) скорость испарения тантала, ниобия, циркония, бора и других тугоплавких металлов составляет 60—100 мг/мин. К недостаткам такого испарителя относится запыление электродов испаряемым металлом, что требует их частой периодической замены. Кроме того, при работе испарителя сильно уменьшается его внутреннее сопротивление из-за компенсации ионами металла отрицательного объемного заряда у катода, и создаются условия для возникновения дугового разряда.

При применении ускоряющего анода и отклоняющего магнитного поля можно отодвинуть катод на значительное расстояние от распыляемого материала и вести процесс распыления в отсутствие электрического поля. При этом уменьшается конденсация паров на катоде, что повышает продолжительность его срока службы, и одновременно снижается опасность возникновения тлеющего разряда. Кроме того, возникает возможность распылять непроводящие материалы. Конструкция такого испарителя показана на рис. 3-60,г. Он предназначен для длительного испарения тугоплавких металлов, а также пермаллоя (80% Fe и 20% Ni) со скоростью большей, чем 0,1 г/мин. Нагрев металла производится электронным лучом 3, повернутым на угол  $180^{\circ}$  и сфокусированным поперечным магнитным полем с помощью электромагнита или постоянного магнита. Как полюсы магнита, так и электронный прожектор расположены ниже уровня жидкого металла и защищены от попадания паров. Стержень из испаряемого металла помещен в охлаждаемую водой манжету 1 и по мере испарения подается вверх для поддержания постоянного уровня жидкой ванны. Благодаря отсутствию над местом испарения каких-либо деталей общее количество испаренного за один прием металла может значительно превышать 100 г.

Испаритель работает при анодном напряжении 8—12 кв и токе луча 0,2—0,5 а. Размеры фокусного пятна на поверхности металла могут быть доведены до до 0,5 мм<sup>2</sup>. Скорость испарения титана — 1,5; молибдена — 1,3; циркония — 0,4; ниобия — 0,32; пермаллоя — 1,0 г/мин. Она ограничивается рассеиванием электронов луча на облаке металлического пара, давление которого в районе фокусного пятна составляет несколько миллиметров ртутного столба.

Схема включения электронной пушки показана на рис. 3-60,д. Периодическая подача штабика и поддержание постоянной высоты расплавленной капли (4—5 мм) осуществляются автоматически при помощи специальной следящей системы. Принцип работы следящей системы показан на рис. 3-60,е. Расположенная перед зеркальцем шторка, защищающая его от запыления металлом, с помощью электромагнита периодически (2 раза в минуту) открывается на короткий промежуток времени (0,1 сек).

При испарении металла в случае открытой шторки изображение раскаленной капли 1 через собирающую линзу проектируется на светонепроницаемую перегородку со щелью 6. Непосредственно за перегородкой устанавливается фоторезистор 8. Щель расположена так, что при достижении каплей уровня, превышающего рабочий, происходит засветка фоторезистора и возникающий фототок после усиления включает реле, разрывающее цепь механизма, производящего подачу штабика 2. Если же в момент открытия шторки раскаленная капля оказывается ниже рабочего уровня, изображение капли не попадает на щель и засветки фотоспротивления не происходит. В этом случае на короткое время запускается электромеханизм подачи штабика.

Другая конструкция электронного испарителя с поворотом луча на  $180^\circ$  показана на рис. 3-60,ж. В корпусе испарителя имеется сферическое углубление диаметром 15 мм и глубиной 3 мм, куда закладывается испаряемый материал, который бомбардируется сфокусированным электронным лучом. Мощность луча составляет 2 квт при пятне диаметром 3 мм. Во время испарения материал сохраняет сферическую форму вследствие сил натяжения. В данной конструкции катод заэкранирован от источника испарения, что увеличивает его срок службы. Весь испаритель смонтирован на двух водоподводящих трубках и крепится на быстросъемном фланце.

Для испарения небольших количеств материалов применяется автотигельный испаритель с электроннолучевым нагревом, изображенный на рис. 3-60,з. Электронный луч круглого сечения, образованный плоским катодом, отклоняется полем электромагнита и фокусируется магнитной линзой, находящейся над испарителем. Отклонение луча сделано с таким расчетом, чтобы испаряемый материал не попадал на катод.

Для испарения больших количеств материалов применяется электроннолучевой испаритель с плоским лучом (рис. 3-60,и). Здесь также электронный луч отклоняется полем электромагнита и направляется на тигель. В данной конструкции катод и фокусирующий электрод находятся под отрицательным напряжением высоковольтного источника.

Схематическое изображение электронного испарителя с отклонением луча на  $90^\circ$  показано на рис. 3-60,к. Отклонение луча осуществляется с помощью электро-

магнитной катушки, находящейся вне вакуумной камеры. Энергия луча испаряет верхнюю часть материала, подлежащего испарению. Материал в виде штабика подается через медное кольцо, охлаждаемое водой. Этим методом поддерживается постоянный уровень плоскости испарения расплавленного металла.

На рис. 3-60,л представлен электронный испаритель, предназначенный для напыления кремния. Электронный прожектор испарителя состоит из четырех основных частей: верхнего и нижнего катодных колец, катода и анода. Вольфрамовый кольцевой катод (с сечением проволоки 0,15 мм и диаметром кольца 54 мм) укреплен при помощи керамических держателей. Электронный луч формируется в пространстве между верхним и нижним катодными кольцами. Воронкообразный анод имеет в раструбе отверстия, через которые электронный луч поступает на испаряемый материал, создавая электронное пятно диаметром около 2 мм. Этот прожектор работает при ускоряющем напряжении 10—18 кв и токе до 20 ма. Такая конструкция позволяет защитить напыляемый материал от загрязнений катода, а также катод от разрушения ионами кремния. Кремниевый штабик зажимается в медном держателе, охлаждаемом водой.

#### 3-4. КОНТРОЛЬ СКОРОСТИ НАПЫЛЕНИЯ И ТОЛЩИНЫ ТОНКИХ ПЛЕНОК

Для получения высококачественных пленок с заранее заданными и воспроизводимыми параметрами представляется необходимым строго контролировать процесс осаждения. Если средства и методы контроля таких параметров, как температура, степень разрежения, чистота и однородность химического состава испаряемого материала, взаимное расположение испарителя и подложки, достаточно хорошо известны и обеспечивают необходимую точность измерения, то измерение скорости осаждения пленки в процессе ее напыления и толщины тонкопленочных слоев представляет собой значительно более трудную задачу.

Различный химический состав напыляемых материалов и различные способы, применяемые для их испарения, а также широкий диапазон требуемой скорости осаждения и получаемой толщины тонкопленочных

слоев вызывают необходимость использования методов измерения, основанных на различных физических принципах.

К приборам, предназначенным для контроля скорости осаждения пленки в процессе ее напыления, предъявляется целый ряд специфических требований:

минимальная погрешность при измерении как скорости напыления, так и толщины пленки (порядка нескольких процентов), а в отдельных случаях не более 1%;

высокая надежность, стабильность во времени и независимость показаний от условий работы (температуры, давления, механических воздействий, воздействия агрессивных паров и др.);

одновременное измерение как скорости напыления, так и толщины пленки с постоянством чувствительности в широком диапазоне измеряемых величин (для пленок однородного состава до нескольких тысяч ангстрем, а для пленок сложного состава — несколько десятков тысяч ангстрем);

пригодность для измерения как металлических, так и диэлектрических пленок;

возможность использования для автоматического регулирования скорости напыления.

**Механические методы.** Механические методы измерения толщин основаны на сравнении толщины слоя с прокалиброванным масштабом длин, чем обеспечивается непосредственное измерение геометрической толщины слоя, в связи с чем изменение различных свойств тонких пленок в зависимости от их толщины не имеет в данном случае никакого значения. К недостаткам механических методов следует отнести частичное разрушение пленки вследствие внедрения в нее измерительного элемента (щупа). Механические методы позволяют измерять толщины от нескольких микрон до сотых долей микрона.

Простейшим видом механического метода является измерение толщины слоя при помощи щупа, смещение которого увеличивается посредством механического приспособления — клина. На клин накладывается однородная по толщине пленка, после чего на него надвигается жесткий калибр. Точность метода зависит от качества обработки плоскости клина. Методом клина можно измерять толщины порядка 1 мк и выше.

Толщиномер по Аббе также имеет щуп, который касается измеряемой пленки, причем давление щупа на

пленку уменьшается соответствующим противовесом. Для получения увеличенного смещения щупа используется микроскоп с окулярным микрометром, имеющий 50-кратное увеличение, позволяющее отсчитывать смещение до 0,01 мк. Для увеличения чувствительности таких приборов используется сочетание микрометра с методом световой стрелки.

Разновидностью механического метода является преобразование поступательного движения иглы, вращаемой мотором, в электрический сигнал, пропорциональный плотности вещества пленки.

С помощью этого метода можно оценить шероховатость подложки с точностью  $\pm 100 \text{ \AA}$  и измерить толщину пленки от 200 до 3000  $\text{ \AA}$  с той же точностью. Прибор с иглой монтируется на столе с помощью резиновых прокладок для ослабления чувствительности к вибрациям. Образцы пленок, нанесенных на подложку в виде ступеньки, закрепляются на микроскопическом столике с линейным верньером и мотором для вращения иглы.

Игла представляет собой четырехсторонний пирамидальный алмазный накопечник, имеющий радиус закругления 2,5 мк. На иглу воздействует нагрузка меньше 0,1 Г. Игла может перемещаться по пленке с разными скоростями. Механическое движение иглы преобразуется в электрический сигнал, который затем усиливается и фиксируется при помощи самописца. Игла, скользя по пленке, оставляет на ней след, глубина которого пропорциональна плотности вещества пленки. При одном и том же весе толщина пленки обратно пропорциональна ее плотности. Глубина следа, который оставляет игла на пленке, определяется плотностью последней. Чем больше плотность пленки, тем менее глубокий след оставляет на ней игла. Прибор может быть прокалиброван тремя методами: взвешиванием, интерференционным методом и методом, основанным на использовании рентгеновских лучей.

Достоинством механических методов является их простота и высокая точность. К недостаткам следует отнести невозможность измерить толщину пленки в процессе напыления, а также то, что можно измерять толщины только тех материалов, которые не деформируются при давлении на них иглы.

**Метод взвешивания.** В основе метода лежит определение толщины пленки по количеству осажденного вещества. Толщина пленки определяется из соотношения

$$h = \frac{G}{F\gamma},$$

где  $G$  — разность весов подложки до и после осаждения пленки;

$F$  — площадь, покрытая слоем пленки;

$\gamma$  — плотность вещества пленки.

Под толщиной  $h$  понимают ту толщину, которую имел бы слой, если бы образующий его металл был бы равномерно распределен по поверхности с плотностью, массивного металла. Точность определения толщины слоя зависит от чувствительности весов, а также от точности определения  $\gamma$  и  $F$ . Площадь  $F$  с достаточной высокой точностью определяется путем проектирования ее в увеличенном виде на экран. Неточность определения  $\gamma$  из-за различия плотности тонких пленок и массивного металла исключается, если вес осажденного вещества разделить на удельный вес, в результате чего получается так называемая «весовая» толщина слоя.

Для измерения толщины слоя при его осаждении в высоком вакууме могут быть применены весы Ридмюллера. Коромыслом весов служит стеклянный капилляр, изогнутый на концах для более устойчивого положения центра тяжести. На концах коромысла шеллаком приклеиваются тонкие кварцевые нити. На одном конце коромысла подвешивается стеклянная подложка, на другом конце закрепляется противовес. В поле компенсационной катушки помещается намагниченная швейная игла. Исходное положение весов определяется с помощью небольшого зеркальца, наклеенного в середине коромысла. Начало отсчета фиксируется положением зеркальца, за которым можно наблюдать через зрительную трубу. Вес пленки определяется по величине тока, необходимой для компенсации отклонения коромысла. Тарировка весов показывает, что существует линейная зависимость между весом и величиной компенсационного тока. Наибольшую погрешность вносит неточность разновесов. При применении точно подогнанных разновесов погрешность может не превышать 1%.

Электрические весы Пауля и Весселя еще более просты по устройству. У этих весов коромысло одновре-

менно является стрелкой. На одном конце коромысла закрепляется стеклянная или слюдяная пластинка, на другом конце помещается противовес. Определение нулевого положения весов производится путем измерения положения светового луча, отраженного от закрепленного на весах небольшого зеркальца. Метод применим для измерения сравнительно толстых пленок (15—20 мк).

Для повышения чувствительности весового метода может быть использован прибор, схема которого изображена на рис. 3-61. Коромысло 1 подвешено на нити 2 из фосфористой бронзы и имеет плечо из медной проволоки. К одному из концов коромысла прикреплена слюдяная лопатка 3, лежащая, как и весь прибор, в горизонтальной плоскости. Снизу на эту лопатку напыляется исследуемая пленка. С помощью балансиров 4 и 5 достигается такое положение коромысла, при котором его центр тяжести лежит на оси подвески. Отклонение коромысла от положения равновесия фиксируется лучом от зеркала. Подвеска состоит из двух полосок фосфористой бронзы, натяжение которых поддерживается постоянным с помощью пружины 6. Полезное перемещение коромысла составляет  $\pm 10^\circ$ . Измерение отклонения производится на расстоянии 1 м. Максимальное отклонение составляет около 30 см, что соответствует осаждению 140 г серебра, при этом отклонение прибора является линейной функцией веса. Прибором можно пользоваться для измерения толщин сравнительно толстых пленок.

На рис. 3-62 показаны крутильные микровесы для работы в сверхвысоком вакууме. Кварцевый держатель 1 диаметром около 3 мм приварен к молибденовому стержню 2, соединенному с вольфрамовым стержнем 3. Вольфрамовый стержень вваривается в оболочку весов, изготовленную из стекла пирекс. Другой конец держа-

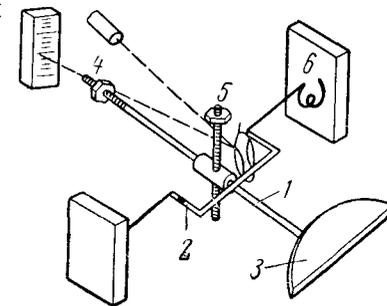


Рис. 3-61. Прибор для измерения толщины пленок методом взвешивания.

теля удерживается кварцевой пластиной 4. Кварцевая крутильная нить 5 приваривается к держателю кварцевой пружины 6 и к поперечному коромыслу 7 таким образом, чтобы все связующие точки располагались на одной прямой. Пружина 6 служит для создания натя-

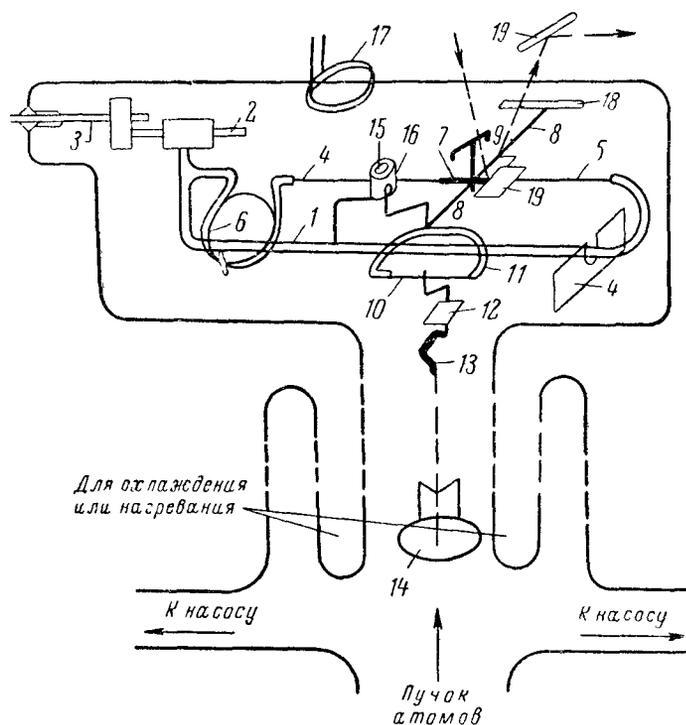


Рис 3-62 Крутильные микровесы.

жения крутильной нити, необходимого для предотвращения провисания последней. Стержень 2 служит для регулировки положения центра тяжести. Опорная призма 10 удерживается в натянутом положении дугой 11. Призма изготовлена из куска кварца таким образом, чтобы в середине осталось утолщение, к которому прикрепляется диск 12 для калибровочной навески. К диску присоединена нить 13. На конце ее укреплена пластина 14 из тонкой слюдяной фольги, на которой конденсируется пленка напыляемого материала. Над опорной при-

мой 10 закрепляется постоянный магнит 15, заваренный в кварцевую трубку. При колебаниях весовой системы магнит держится в небольшом медном цилиндре 16; возникающие вихревые токи гасят колебания весов. Компенсация отклонений коромысла 8 осуществляется изменением положения магнита при пропускании тока через соленоид 17, расположенный вне вакуумноплотной оболочки весов непосредственно над магнитом. Кварцевый стержень 18 служит противовесом для диска и магнита. Зеркало 19 служит для регистрации отклонений коромысла на шкале, удаленной на 3,5 м. Чувствительность весов  $1 \cdot 10^{-8}$  г/мм. Для калибровки весов могут быть использованы небольшие кусочки очень тонкой однородной алюминиевой проволоки, 1 мм длины которой соответствует  $10^{-5}$  г. Калибровочная кривая (зависимость количества напыленного вещества от угла поворота) представляет собой почти прямую линию. К недостатку крутильных весов следует отнести как сложность конструкции, так и сложность проведения самих измерений.

**Оптические методы.** Наиболее широкое распространение из методов, использующих оптические свойства пленок, получили метод двух микроскопов и многолучевая интерферометрия (полосы равной толщины и полосы равного хроматического порядка).

Для измерения толщины пленки по методу двух микроскопов применяется установка, блок-схема которой приведена на рис. 3-63. Решетка 6, прорезанная иглой в тонком слое серебра, освещается через линзы 2 и 3 и фильтры 4 и 5 дуговой лампой 1 и отображается в уменьшенном масштабе микроскопом 7 на пластине 9 таким образом, чтобы изображение точно лежало на границе между пленкой металла и подложкой. Изображения решетки, отраженные от поверхности пленки и подложки, проектируются микроскопом 8 на экран 10 и сдвигаются на некоторую величину  $d$ . Толщина слоя  $h$  через сдвиг  $d$  выражается зависимостью:

$$h = \frac{d}{2V \cos \varphi},$$

где  $V$  — увеличение второго микроскопа;  
 $\varphi$  — угол между нормалью к слою и осью микроскопа.

Перед решеткой располагается диафрагма, которая наполовину закрывается желатиновой пленкой, окрашенной составом, ослабляющим интенсивность луча, падающего на металл. Это необходимо для выравнивания интенсивности света, отраженного от стекла и металла. Расстояние между штрихами не должно быть меньше 0,05 мм, так как при меньших толщинах сдвиг линий

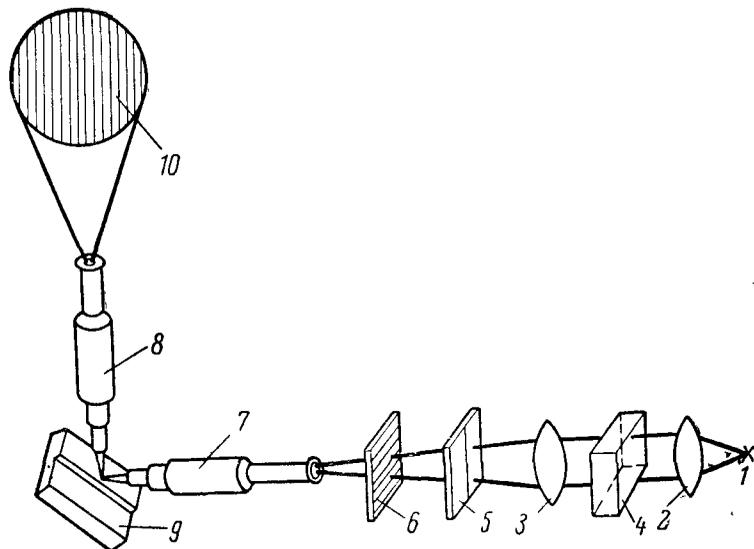


Рис. 3-63. Блок-схема установка для определения толщины пленки методом двух микроскопов.

становится меньше ширины штриха, что затрудняет измерение расстояний между ними. Изображение после второго микроскопа фотографируется и негатив фотографируется, причем ширина щели фотометра должна быть не больше ширины штриха. К достоинствам метода следует отнести его довольно высокую точность (около 4%) и универсальность. Основным недостатком метода является сложность измерения сдвига между штрихами.

Одним из основных методов калибровки приборов для измерения толщины пленок является метод полос равной толщины. Метод применяется в том случае, когда измеряемые толщины настолько малы, что при сравнении их с эталонным метром, являющимся масштабом

длины, ошибка по порядку величины становится равной самому результату измерения, что заставляет переходить к масштабу длины волны монохроматического света. В основе метода лежит получение разности фаз двух когерентных лучей, зависящей от толщины измеряемого слоя, которая определяется по интерференции обоих лучей и служит для расчета толщины слоя.

Блок-схема установки для измерения толщины пленки по этому методу показана на рис. 3-64. Свет от

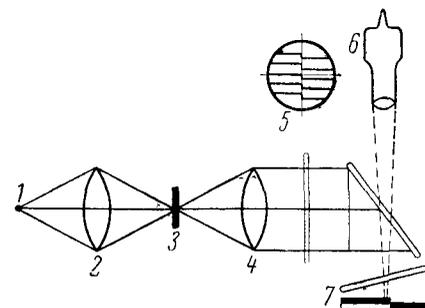


Рис. 3-64. Блок-схема установка для определения толщины пленки методом полос равной толщины.

источника 1 через конденсатор 2, диафрагму 3, коллиimator 4 и фильтр 5 и через зеркало попадает на клин 7. Темные и светлые полосы, возникающие в результате интерференции между лучами, наблюдаются с помощью микроскопа 6.

Толщина пленки  $h$  находится из соотношения:

$$h = \frac{\lambda}{2l} \Delta l,$$

где  $\lambda$  — длина волны монохроматического света;  
 $l$  — расстояние между соседними полосами;  
 $\Delta l$  — смещение.

Точность метода повышается, если покрыть поверхность клина пленкой с большим коэффициентом отражения и малым коэффициентом поглощения. Кроме того, для повышения точности важно иметь однородную пленку по всей поверхности образца и четко выраженный контур ступеньки, имеющий отклонение от параллельности в падающем монохроматическом пучке не более  $1-3^\circ$ .

На практике точность измерения составляет 20—30 Å. Основные причины возникновения погрешностей — несовершенство оптических полированных поверхностей.

К достоинствам метода следует отнести его высокую точность, а также простоту процесса измерения толщины.

При использовании метода полос равного хроматического порядка вместо монохроматического источника света используется источник белого света, что во много раз увеличивает интенсивность света, падающего на интерферометрические пластины. Интерференционная картина наблюдается на параллельных пластинах с малым воздушным зазором. Подготовка пластины с пленкой, толщина которой измеряется, производится следующим образом: часть подложки экранируется плотно прижатой фольгой, после чего путем вакуумного напыления на подложку осаждается тонкая пленка. Затем фольга снимается, и на подложке остается ступенька, равная толщине пленки. После этого на измеряемую пленку напыляется непрозрачный слой серебра с коэффициентом отражения 92—94%, который точно повторяет рельеф ступеньки. Высота ступеньки является измеряемой толщиной пленки. На вторую стеклянную пластинку осаждается частично прозрачный слой серебра. Обе пластинки сжимаются специальным зажимом и освещаются параллельным пучком белого света. Получающаяся при этом в воздушном зазоре интерференционная картина проектируется ахроматической линзой на щель спектрографа.

В фокальной плоскости объектива камеры образуются две системы линий равного хроматического порядка. Система линий, возникающая в зазоре большой толщины, смещена в длинноволновую часть спектра по отношению ко второй системе линий. Это смещение тем больше, чем больше измеряемая толщина пленки.

Точность определения толщины этим методом составляет 5 Å. К достоинствам метода следует отнести его высокую точность и универсальность. Основным недостатком метода является невозможность измерения толщины пленки в процессе напыления.

Помимо интерференционных методов, для измерения толщин может быть использована способность тонкой металлической пленки, нанесенной на поверхность стек-

ла или другого диэлектрика, изменять состояние поляризации света, отраженного этой поверхностью. Таким путем удается измерять пленки толщиной от 50 до 1 000 Å с точностью 10—15 Å.

При нанесении многослойных интерференционных слоев толщина каждого слоя может контролироваться путем измерения интенсивности света, отраженного или прошедшего через контрольную пластинку, посредством фотоэлемента и гальванометра.

Помимо видимого света, для контроля толщины пленки, нанесенной на изоляционную подложку, могут использоваться рентгеновские лучи. В основе этого метода лежит изменение интенсивности рентгеновских лучей в результате их поглощения при прохождении через пленку. Поглощение это можно сильно увеличить, если угол  $\varphi$  наклона пучка рентгеновских лучей к поверхности пленки будет очень мал. В этом случае путь, пройденный пучком лучей, составит  $h/\sin \varphi$ , где  $h$  — толщина пленки. Если по одну сторону от подложки расположить источник рентгеновских лучей и счетчик Гейлера — Мюллера, то толщина металлической пленки  $h$  может быть найдена из уравнения

$$\frac{I}{I_0} = e^{-2k\gamma (h/\sin \varphi)},$$

где  $I_0$  и  $I$  — интенсивности лучей, отраженных от покрытой и непокрытой подложки;

$k$  — коэффициент поглощения;

$\gamma$  — плотность пленки.

Описанный метод применим к металлическим пленкам, нанесенным на изоляционную подложку, и позволяет измерять пленки толщиной от 1 до 100 мк при условии, что толщина пленки составляет более 1% от толщины подложки.

**Магнитно-электрический метод.** В основе метода лежит зависимость концентрации носителей тока в тонкой пленке от ее толщины. Концентрация носителей тока пропорциональна удельной электропроводности, которая определяется из значения подвижности.

Измерение подвижности  $M$  сводится к измерению напряжения Холла  $V_1$  из уравнения

$$V_1 = \frac{aMv_2 H}{b} \cdot 10^{-8},$$

где  $a$  — длина пленки;  
 $b$  — ширина пленки;  
 $V_2$  — напряжение на конце пленки;  
 $H$  — напряженность магнитного поля.

На рис. 3-65 показано расположение электродов на подложке. Электроды 2 и 4 предназначены для измерения напряжения Холла, а электроды 1 и 3 — для пропускания тока через образец. Электроды обычно изготавливаются путем вжигания серебряной пасты или же путем термического напыления в вакууме.

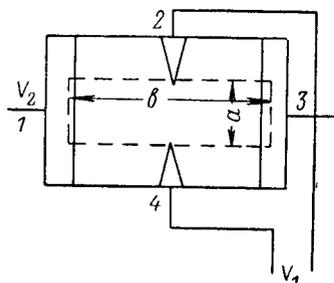


Рис. 3-65. Расположение электродов по подложке датчиков Холла.

Прибор для напыления представляет собой вертикально расположенный стеклянный цилиндр, сверху и снизу снабженный плоскими шлифами. На верхнем шлифе монтируются подложки, на нижнем — тигель с испаряемым веществом. Та часть цилиндра, в которой располагаются подложки, находится в магнитном поле наружного соленоида. В качестве регистрирующего прибора может использоваться электронный автоматический самопишущий потенциометр.

Основным достоинством метода является измерение толщины пленки и скорости осаждения непосредственно в процессе напыления, а недостатком является сложность процесса измерения.

**Радиометрический метод.** При использовании этого метода пленка, толщину которой необходимо измерить, и контрольный образец, изготовленный из того же материала, одновременно облучаются в пучке активирующего  $\alpha$ - или  $\beta$ -излучения. Толщина пленки определяется из соотношения образовавшихся в результате облучения активностей пленки и контрольного образца.

**Резистивный метод.** В основе резистивного метода лежит зависимость между толщиной и сопротивлением металлической пленки постоянному току. При этом толщина  $h$  металлической пленки определяется по формуле

$$h = \frac{\rho a}{Rb},$$

где  $\rho$  — удельное сопротивление;  
 $a$  и  $b$  — соответственно длина и ширина пленки;  
 $R$  — поверхностное сопротивление пленки.

Под толщиной металлической пленки в данном случае понимают ту толщину, которую имел бы слой, если бы его сопротивление было равно удельному сопротивлению массивного металла. На самом деле лишь для некоторых пленок их проводимость мало отличается от проводимости исходного материала. Таким материалом, например, являются пленки на основе железоникелевых сплавов, у которых изменению толщины от  $400 \text{ \AA}$  до  $1 \text{ мк}$  соответствует линейное изменение сопротивления от единиц до десятых долей ома. Для подавляющего же большинства металлов имеет место существенное отличие величин сопротивления и проводимости тонких пленок от значення этих величин для массивных кусков металла, в связи с чем приходится вводить поправочные коэффициенты.

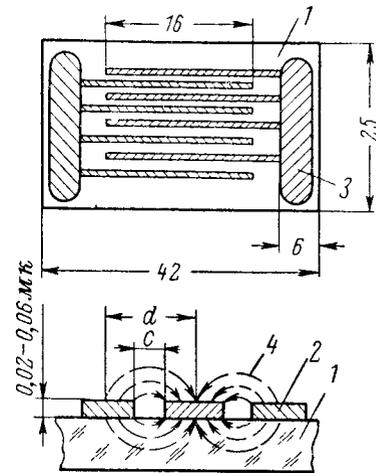


Рис. 3-66. Измерительный конденсатор гребенчатого типа.

1 — подложка из кварцевого стекла;  
 2 — полоска из алюминия; 3 — контактные площадки; 4 — распределение электрического поля между полосами.

Для измерения сопротивления пленки непосредственно в процессе напыления рядом с напыляемой подложкой обычно устанавливается квадратный «свидетель» из изоляционного материала. На его кожухе укреплены широкие плоские контакты из серебра, соединенные с измерительным мостом. Ввиду того, что на практике чаще всего применяются большие скорости напыления, сопротивление пленки за доли секунды может меняться от десятков тысяч до десятых долей ома, в связи с чем к измерительной аппаратуре предъявляются специфические требования.

**Емкостный метод.** В основу метода положено измерение емкости конденсатора при изменении толщины ди-

электрической пленки между его обкладками. Емкостный датчик может быть выполнен в виде плоской кварцевой пластины, на которую напылены тонкие алюминиевые полоски, соединенные по бокам более широкими контактными площадками. Выбор кварца обусловлен тем, что у него диэлектрическая постоянная практически не изменяется при нагреве пластин вплоть до 200—250°С, в то время как у керамики и тем более у стекла она значительно изменяется с температурой.

Емкостный датчик (рис. 3-66) представляет собой гребенчатый конденсатор. Емкость такого конденсатора может быть определена исходя из соотношения

$$C_1 = \epsilon_{\text{ср}} \frac{K_1 \sqrt{1 - \frac{c^2}{d^2}}}{K_2 \left(\frac{c}{d}\right)},$$

где  $C_1$  — емкость между двумя проводящими полосами на единицу их длины;

$\epsilon_{\text{ср}}$  — средняя диэлектрическая проницаемость, равная среднему арифметическому из проницаемости вакуума и подложки;

$K_1$  и  $K_2$  — полные эллиптические интегралы по модулям

$$\left(\sqrt{1 - \frac{c^2}{d^2}}\right) \text{ и } (c/d);$$

$c$  — расстояние между полосами;

$d$  — расстояние между осями полос.

Максимальное значение емкости конденсатора для заданного числа полос и их длины достигается при выборе размеров, удовлетворяющих равенству  $\frac{c}{d} = \frac{3}{4}$ . При нанесении на конденсатор диэлектрической пленки его емкость  $C$  возрастает вследствие изменения средней диэлектрической проницаемости

$$C = C_0 + f(\epsilon, h),$$

где  $\epsilon$  — диэлектрическая проницаемость материала пленки;

$h$  — толщина пленки;

$C_0$  — начальная емкость конденсатора.

При толщинах диэлектрических пленок в пределах тысячных долей миллиметра изменение емкости  $\Delta C$  для

данного вида диэлектрика практически имеет линейный характер:

$$\Delta C = f'(\epsilon)h,$$

где  $f'(\epsilon) = \text{const}$  для данного вида диэлектрика и заданных параметров измерительного конденсатора и представляет собой его чувствительность.

Таким образом, определив чувствительность прибора для данного вида диэлектрика, можно измерить толщину пленки непосредственно в процессе напыления. Градуировочные кривые прибора для монооксида кремния, халькогенидного стекла ИКС-24 и трехсернистой сурьмы приведены на рис. 3-67.

Основной источник погрешности — изменение емкости измерительного конденсатора за счет изменения его температуры. При 200°С погрешность измерения составляет 1,5%. Экспериментальные данные показывают необходимость поддерживать температуру измерительного конденсатора ниже 200°С, если измерения толщины пленки необходимо сделать с точностью, большей, чем 0,2 мк. К достоинствам метода следует отнести простоту конструкции и монтажа датчика и возможность измерять как толщину, так и скорость осаждения тонких пленок непосредственно в процессе напыления. К недостаткам метода следует отнести необходимость производить калибровку прибора по каждому напыляемому материалу. Кроме того, при напылении пленки суммарной толщиной более 30 мк датчик необходимо очищать от напыленной пленки, что создает некоторые неудобства в работе.

**Ионизационный метод.** В основе метода лежат ионизация потока пара испаряемого материала электронами, эмиттируемыми накалившимся катодом, и последующее

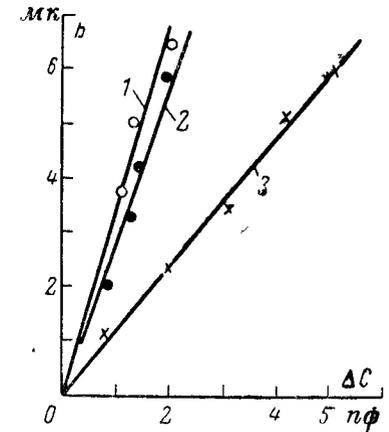


Рис. 3-67. Градуировочные кривые емкостного датчика для монооксида кремния (1) халькогенидного стекла (2) и трехсернистой сурьмы (3).

измерение величины ионного тока с помощью ионизационного манометра.

При практически встречающихся скоростях напыления количество ионов, образующихся из молекул остаточных газов ( $I_{v2}^+$ ), превышает количество ионов пара ( $I_{v1}^+$ ). Метод ионизационного манометра применим

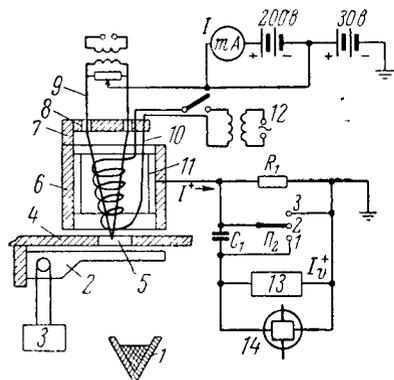


Рис. 3-68. Устройство для измерения скорости напыления ионизационным методом.

1 — испаритель; 2 — заслонка; 3 — низкочастотный генератор с усилителем, 4 — держатель подложки, 5 — отверстие в держателе подложки, 6 — стеклянный цилиндр, 7 — стеклянный стержень; 8 — ножка с выводами, 9 — нить накала, 10 — сетка, 11 — коллектор ионов; 12 — трансформатор; 13 — измеритель и интегратор тока; 14 — осциллограф

ность стеклянного цилиндра. Электроны, эмиттированные катодом и ускоренные разностью потенциалов в +200 в, ионизируют молекулы пара и остаточного газа в вакуумной системе.

Ионы собираются коллектором, имеющим небольшой отрицательный потенциал. Заслонка 2 колеблется с частотой 10—20 гц, вследствие чего отверстие 5 в держателе подложки периодически открывается и закрывается. Ионный ток, обусловленный ионами пара, обнаруживается в цепи коллектора как переменная составляющая с частотой, равной удвоенной частоте колебаний заслонки. В той же цепи течет постоянный ток, обусловленный ионами остаточных газов. Для определения тол-

щины пленки производится интегрирование величины переменной составляющей ионного тока по времени:

$$I_{v1}^+ = D \frac{dh}{dt},$$

где  $D$  — постоянная, зависящая от геометрии датчика, напряжений на электродах, а также от эффективного сечения ионизации.

Вычислить величину  $D$  не представляется возможным, так как эффективное сечение ионизации различно для различных веществ и, кроме того, изменяется вдоль движения электронов с изменением их энергии. Поэтому прибор, работающий по принципу ионизации электронами, нуждается в предварительной градуировке по каждому испаряемому материалу. Зависимость толщины пленки  $h$  от заряда  $Q$ , измеренного интегратором тока для алюминия, никеля и хрома, показана на рис. 3-69.

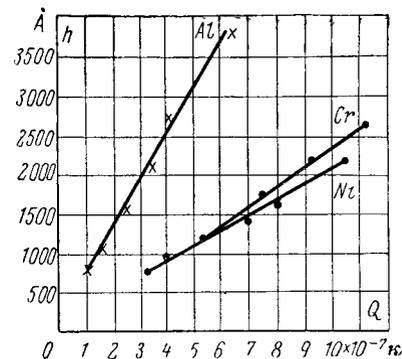


Рис. 3-69. Зависимость толщины пленки от величины заряда, измеренного интегратором тока для алюминия, никеля, хрома.

При измерении толщины пленки интегратором переменная составляющая ионного тока  $I_{v1}^+$  поддерживается постоянной и равной  $4 \cdot 10^{-10}$  а путем регулировки накала испарителя. Координатами точек на кривых рис. 3-69 являются значения интегрального заряда  $Q$  и соответствующие им толщины пленок, измеренные вне вакуумной системы с помощью интерференционного микроскопа. Точность интегрирования заряда проверяется путем измерения длительности испарения с помощью хронометра.

Для получения соотношения между скоростью осаждения  $dh/dt$  и переменной составляющей ионного тока  $I_{v1}^+$  проводится калибровка прибора, в результате которой определяется постоянная прибора  $D$ . Для проведения калибровки производится последовательно несколько испарений данного материала на идентичные

(по материалу, качеству поверхности и температуре) подложки, причем ионный ток остается постоянным во время калибровки. Толщина осажденной пленки измеряется с помощью интерференционного микроскопа, а полученные значения толщин делятся на соответствующую длительность осаждения. Зависимость переменной составляющей ионного тока  $I_{v1}^+$  от скорости напыления

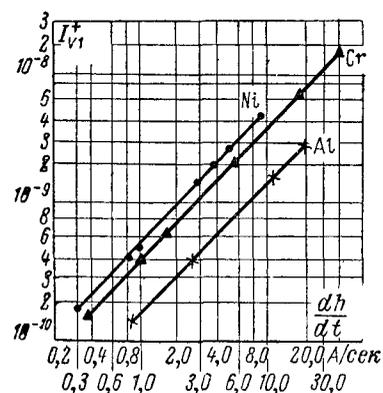


Рис. 3-70. Зависимость переменной составляющей переменного тока от скорости напыления для алюминия, никеля и хрома.

нию составляет  $4 \cdot 10^{-2}$  а/мм рт. ст.

Блок-схема установки для контроля скорости осаждения показана на рис. 3-71. В этой схеме трансформаторы  $Tr_3$  и  $Tr_4$  используются для прогрева сетки и коллектора. Трансформаторы  $Tr_1$  и  $Tr_3$  регулируют ток прогрева коллектора и сетки. Ток эмиссии поддерживается постоянным за счет применения схемы стабилизации тока эмиссии обычного ионизационного манометра. Ионный ток на входе самописца колеблется от 0 до 10 мв. В схеме предусмотрено автоматическое управление, корректирующее отклонение скорости осаждения от заранее установленной.

При калибровке прибора по скорости осаждения могут быть использованы два метода. Первый метод состоит в увеличении отношения ионного тока, образованного ионами напыляемого металла, к ионному току, образованному ионами остаточного газа. Для этого необходимо:

правильно расположить датчик по отношению к источнику испарения и подложке; так как плотность потока пара обратно пропорциональна квадрату расстояния от источника испарения, то входной сигнал может быть увеличен путем помещения датчика в непосредственной близости от источника испарения;

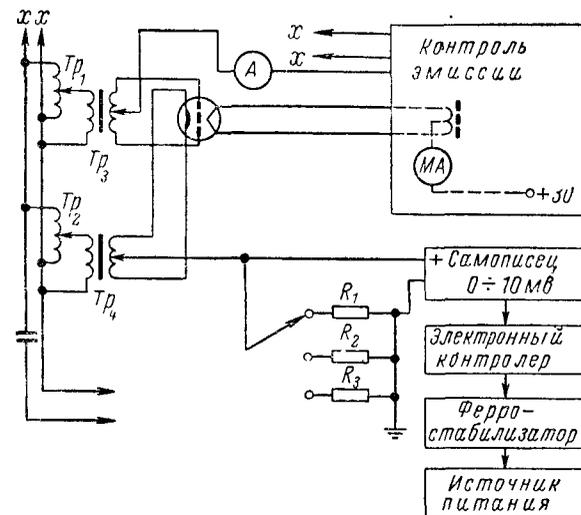


Рис. 3-71. Блок-схема установки для контроля скорости осаждения ионизационным датчиком с прогреваемыми электродами

увеличить скорость испарения, так как при ее увеличении одновременно увеличивается отношение ионов, образуемых испаряемым металлом, к ионам, образованным остаточными газами:

иметь рабочий вакуум лучше, чем  $2 \cdot 10^{-6}$  мм рт. ст.; при таком вакууме ионный ток от ионизации молекул остаточного газа равен 0,08 мка, а ионный ток от ионизации атомов испаряемого вещества при скорости испарения  $50 \text{ \AA/сек}$  равен 20 мка (соответственно их отношение равно 250).

Описанный метод используется при скоростях осаждения от 50 до  $200 \text{ \AA/сек}$ .

Второй метод применяется тогда, когда скорости осаждения изменяются в широких пределах и давление в системе относительно велико (около  $1 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст.).

В этом методе ионный ток, обусловленный ионизацией молекул остаточного газа  $I_r$ , также исключается при измерении скорости осаждения и толщины пленки, что достигается использованием компенсационной схемы (рис. 3-72). В этом случае применяются два датчика —

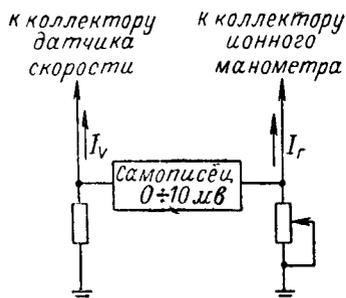


Рис. 3-72. Схема компенсации ионного тока, образованного молекулами остаточного газа.

один для измерения скорости осаждения, второй — в качестве ионизационного манометра.

Типичные калибровочные кривые для олова, свинца и монооксида кремния приведены на рис. 3-73. Чувствительность прибора по каждому осаждаемому материалу определяется отдельно. Калибровка действительна для данной геометрии источника, положения подложки и датчика. В случае замены датчика, изменения геометрии подложки и испарителя необходимо заново определять чувствительность прибора по данному напыляемому материалу.

Выпускаемый отечественной промышленностью измеритель скорости осаждения и толщины пленки ионизационный (ИСТИ-1) измеряет скорость осаждения в диапазоне 10—200  $\text{Å}/\text{сек}$  с максимальной погрешностью  $\pm 15\%$  и толщину пленки в диапазоне 1000—10000  $\text{Å}$  с максимальной погрешностью  $\pm 15\%$ .

Суммарная толщина пленки, напыляемой на один датчик, не менее 100  $\text{мк}$ .

Отновными узлами прибора являются:

- 1) датчик;

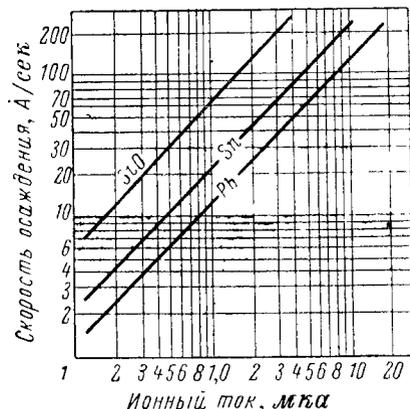


Рис. 3-73. Типичные калибровочные кривые ионизационного датчика для олова, свинца и монооксида кремния.

2) модулятор, служащий для периодического прерывания молекулярного потока и представляющий собой диск с отверстиями, вращающийся вокруг своей оси;

3) генератор и стабилизатор частоты модуляции, обеспечивающие вращение модулятора с заданной скоростью;

4) стабилизатор эмиссии;

5) измерительный усилитель с синхронным детектором и усилителем постоянного тока;

6) интегратор, состоящий из преобразователя «напряжение — частота», трехдекадного счетчика с визуальной индикацией и устройства заданной толщины пленки;

7) блок питания;

8) индикатор скорости.

Переменная составляющая ионного тока датчика (пропорциональная скорости осаждения испаряемого вещества) выделяется, усиливается, детектируется и подается на стрелочный индикатор, показания которого пропорциональны скорости осаждения испаряемого вещества, а также на цифровой интегратор, показания которого пропорциональны толщине пленки.

Прибор достаточно прост в эксплуатации, не требует регулировки в процессе работы и позволяет автоматизировать процесс производства тонких металлических и диэлектрических пленок.

**Радиочастотный метод** (метод кварцевого вибратора). В основе метода лежит измерение изменения частоты колебаний кварцевого кристалла при осаждении на нем пленки напыляемого вещества.

Как известно, частота колебаний  $f_0$  кварцевого кристалла меняется при изменении его массы  $m_0$  на величину  $\Delta m$  по формуле

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{\Delta m}{m_0},$$

где  $\Delta f$  — изменение (сдвиг) резонансной частоты.

Поскольку известна масса осаждаемой пленки  $\Delta m$  и ее плотность  $\gamma$ , а объем пленки  $V = \Delta m / \gamma$ , то толщина пленки

$$h = \frac{\Delta m}{\gamma S},$$

где  $S$  — площадь кварцевого кристалла, покрытая пленкой напыляемого вещества.

Подставляя вместо  $\Delta m$  ее значение, выраженное через сдвиг резонансной частоты, получаем следующее выражение для определения толщины пленки:

$$h = \frac{m_0}{f_0 S} \frac{1}{\gamma} \Delta f.$$

Поскольку  $f \gg \Delta f$  и площадь напыления, как и плотность пленки, практически не изменяются, получим, что зависимость  $h = \varphi(\Delta f)$  графически выражается в виде прямой линии, выходящей из начала координат.

Однако, как показывает экспериментальная проверка, допущение, что  $\gamma = \text{const}$ , справедливо для металлических пленок, имеющих толщину больше 200—300 Å, а при меньших толщинах плотность пленки является функцией толщины.

Выбор рабочей частоты  $f$  зависит от диапазона толщин измеряемых пленок. Если требуется измерять очень тонкие пленки и необходим прибор с большой чувствительностью, то выбирают высокую рабочую частоту. Если же требуется прибор с достаточно большим диапазоном измеряемых толщин, обладающий большой областью линейной зависимости изменения частоты от толщины напыляемой пленки, то выбирают относительно низкую рабочую частоту. Чувствительность прибора в основном определяется стабильностью частоты измерительного кварцевого генератора и эталона частоты. Обычно чувствительность кварцевого резонатора  $\Delta m / \Delta f = 10^{-7} \text{ г/кгц}$ . Используемая радиотехническая аппаратура при частоте 20 Мгц дает возможность определить сдвиг частоты  $\Delta f = 20 \text{ гц}$ , что позволяет измерять приращение массы  $10^{-9} \text{ г/см}^2$ .

Обычно устройство для измерения толщины состоит из кварцевого генератора и перестраиваемого эталона частоты измерительного блока. Кварцевый кристалл устанавливается в вакуумной системе в специальном держателе. При этом одна из граней кристалла остается открытой для потока пара испаряемого вещества.

В работе [Л. 17] для удобства практического использования снималась зависимость толщины пленки не от изменения частоты  $\Delta f$ , а непосредственно от частоты колебаний кварца  $f$ . Поскольку частота колебаний кварцевого кристалла при увеличении толщины напыляемой пленки уменьшается, то  $\Delta f = f_0 - f$ . Заменяв в предыду-

щей формуле  $\Delta f$  через разность частот и сделав соответствующие преобразования, получим:

$$h = \frac{m_0}{S\gamma} - \frac{m_0}{f_0 S\gamma} f.$$

Как видно из этой формулы, зависимость  $h = \varphi(f)$  представляет собой прямую линию, идущую из точки ( $h=0$ ;  $f=f_0$ ) под углом  $\alpha$  к оси частот. Угол  $\alpha$  определяется из выражения

$$\text{tg } \alpha = \frac{m_0}{f_0 S\gamma}.$$

Кристаллы кварца чувствительны к изменениям температуры. При напылении нагреватели излучают значительное количество тепла, что приводит к повышению температуры кристалла. Нестабильность температуры кристалла кварца является основной причиной паразитного ухода частоты и запаздывания в определении толщины. Для исключения погрешности от нестабильности температуры датчиков их следует защищать от нагрева. С этой целью обычно держатель датчика охлаждается проточной водой, благодаря чему температура кристалла не превышает температуру держателя более чем на 20° С, чем обеспечивается малое изменение температурного коэффициента частоты.

На рис. 3-74 изображен водоохлаждаемый держатель кварца. Он состоит из охлаждаемого проточной водой медного блока 4, в котором помещается кристалл с нужным срезом. Водяной охладитель 3, защищенный снизу экраном 5, припаян к медному блоку. Медный блок, водяной охладитель и экран одновременно являются заземленным электродом. Верхний электрод 1 представляет собой медную пластинку, вставленную в изолирующую рамку 2. На две грани кристалла 6 напыляются золотые

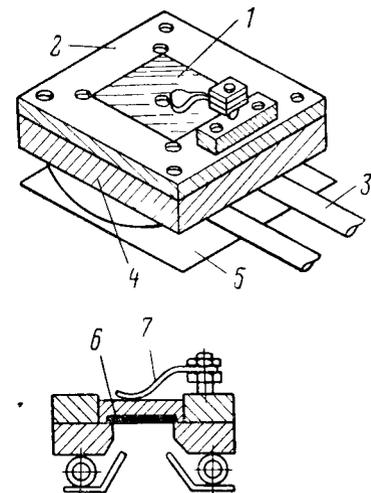


Рис. 3-74 Устройство для крепления кварцевого кристалла.

или алюминиевые электроды. Для получения хорошего электрического контакта между электродами держателя и электродами, напыленными на кристалл, используется пружина 7. Для повторного использования датчика напыленное вещество может удаляться либо химически, либо путем обработки тонким абразивным порошком. После этого нет необходимости производить повторную градуировку прибора, так как параметры кристалла после очистки не изменяются.

Выпускаемый отечественной промышленностью кварцевый измеритель толщины пленок (КИТ-1) предназначен для измерения толщины тонких металлических, полупроводниковых и диэлектрических пленок в лабораторных и заводских условиях.

Диапазон измеряемых толщин от 100 до 50 000 Å с точностью  $\pm 10\%$ . Суммарная толщина пленки, напыляемой на кварцевый датчик, для металла 50 000 Å, для диэлектрика — 100 000 Å. Прибор позволяет задавать требуемую толщину пленки, после достижения которой на специальный выход прибора подается сигнал об окончании напыления. Прибор прост в эксплуатации, не требует регулировки в процессе работы и позволяет автоматизировать процесс производства тонких пленок.

К достоинствам радиочастотного метода следует отнести сравнительно высокую точность измерения, высокую чувствительность и малую инерционность.

К недостаткам метода следует отнести уход частоты, связанный с нестабильностью температуры кристалла. Кроме того, уход частоты может быть обусловлен также неточным исполнением среза кристалла и паразитными колебаниями, которые могут возникнуть при плохом его закреплении. При отслаивании части напыленной пленки с поверхности кристалла частота прибора может скачкообразно изменяться, что может явиться причиной резкого искажения показаний прибора.

Рассмотрение методов и приборов, предназначенных для контроля скорости напыления и толщины тонких пленок, показывает, что в настоящее время не существует универсального прибора, который в равной степени удовлетворял бы всем специфическим требованиям, предъявляемым к подобного рода приборам.

Так, например, механические, весовые, радиометрические и оптические методы позволяют измерять только

толщину пленки, однако они до сих пор применяются в технике тонких пленок. Более того, многолучевая интерферометрия (и, в частности, метод полос равной толщины) служит одним из основных методов калибровки большинства приборов, предназначенных для измерения толщины пленки, поскольку показания этих приборов, как правило, не являются абсолютными. Сюда относятся широко применяемые в тонкопленочной технологии методы измерения толщины пленки путем замера ее электрического сопротивления, емкостный метод, метод, основанный на ионизации паров напыляемого материала, а также радиочастотный метод, использующий явление сдвига частоты колебаний кристалла кварца при осаждении на его гранях напыляемого материала.

В тех методах, в которых толщина пленки рассматривается как геометрическая ступенька, образованная пленкой и подложкой, структура пленки не оказывает существенного влияния на точность измерения. Это относится к ощупыванию пленки с помощью иглы с алмазным наконечником, к методу двойного микроскопа и интерферометрическому методу. Имеются методы (весовой, фотометрический и др.), для которых решающее значение имеет структура пленки. Поэтому выбор метода измерения зависит от свойств пленок, их толщины, материала пленки и подложки, а также необходимой точности измерения.

### 3-5. ВАКУУМНЫЕ НАПЫЛИТЕЛЬНЫЕ УСТАНОВКИ И ЛИНИИ

Вакуумное напылительное оборудование, несмотря на его многообразие, может быть разделено на следующие основные группы: вакуумные установки периодического действия; вакуумные установки непрерывного действия и конвейерные линии непрерывного действия.

Современные напылительные установки и линии, помимо вакуумных систем, состоящих из рабочих камер, насосов, шлюзов, затворов, вентилях, вакуумметров и других элементов, могут содержать (в зависимости от назначения установки или линии) следующие механизмы и устройства, предназначенные для выполнения того или иного технологического процесса: механизмы для смены и совмещения масок с подложками, устройства для нагрева и охлаждения подложек; испарители; загрузочные и разгрузочные шлюзовые камеры; контрольно-регулиру-

рующую аппаратуру; блоки питания и органы управления.

В настоящее время наибольшее распространение получили напылительные установки периодического действия колпакового типа с использованием резиновых прокладок для уплотнения колпака с плитой. Это объясняется тем, что при частых подъемах колпака его уплотнение не представляет никакой технической трудности. Однако наличие резиновых прокладок не позволяет производить прогрев колпака выше  $80\text{--}100^\circ\text{C}$ , что и ограничивает предельный вакуум установок подобного типа давлением порядка  $10^{-6}$  мм рт. ст. Замена резины на эластомер типа витон позволяет поднять температуру прогрева рабочего объема до  $150\text{--}200^\circ\text{C}$  и получить в рабочем объеме установки более высокий вакуум.

Типичная высоковакуумная установка колпакового

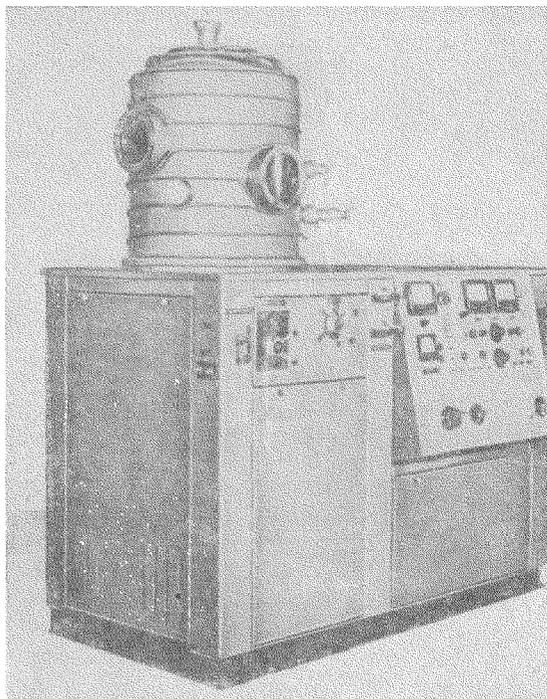


Рис. 3-75. Общий вид напылительной установки УВН-2М.

типа (модель УВН-2М), предназначенная для напыления тонкопленочных элементов и схем микроэлектроники, представлена на рис. 3-75.

Вся установка смонтирована на сварном каркасе, закрытом легкоъемными кожухами. В качестве рабочей камеры установки используется вакуумный колпак объемом  $0,12\text{ м}^3$ , выполненный из нержавеющей стали. На наружной поверхности колпака имеется змеевик, предназначенный для охлаждения и прогрева его соответственно холодной или горячей водой. Подъем колпака осуществляется при помощи гидравлического механизма; вакуумноплотное соединение основания колпака с базовой плитой достигается с помощью резиновой прокладки. На колпаке размещены два смотровых окна, игольчатый датчик и кран для напуска воздуха. На базовой плите размещены карусель испарителей на пять позиций, заслонка с электромагнитным приводом и высоковольтный ввод. К базовой плите подсоединяется откачная вакуумная система. В случае необходимости в рабочем объеме установки могут быть размещены карусели подложек и масок, электроды ионной очистки, нагреватели подложек и др. Для этой цели на колпаке предусмотрены подсоединительные фланцы, а на базовой плите — резьбовые гнезда для крепления стоек.

В каркасе установки смонтирован пульт, на котором размещены приборы контроля технологических режимов и элементы управления установкой. Смена испарителей на позиции напыления (поворот карусели) осуществляется вручную с автоматической фиксацией и указанием номера позиции испарителя. Заслонка, служащая для прерывания потока испаряемого материала, срабатывает от электромагнита. Управление заслонкой может осуществляться либо вручную, либо автоматически от прибора для контроля толщины напыляемого слоя или от реле времени.

Схема вакуумной системы установки УВН-2М представлена на рис. 3-76. В качестве высоковакуумного средства откачки здесь применен паромасляный насос Н-2Т. Паромасляный насос 1 отсекается от рабочего объема высоковакуумным затвором 2. Во входном патрубке откачной системы располагается азотная ловушка 8. Необходимый форвакуум создается вращательным насосом 3 со скоростью откачки  $7\text{ л/сек}$ . Управление вакуумной системой осуществляется вручную при

помощи рукояток, вынесенных на панель управления установкой.

Иногда рабочий объем установок выполняется в виде стеклянного колпака. Установка такого типа представлена на рис. 3-77. В верхней части колпака имеется вакуумноплотный ввод вращения 1. Базовая плита 6 снаб-

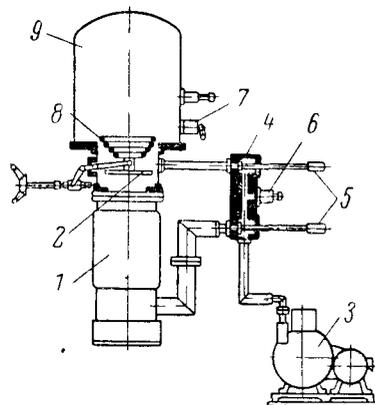


Рис. 3-76 Схема вакуумной системы установки УВН-2М

1 — паромасляный насос Н 2Т, 2 — затвор, 3 — механический насос, 4 — клапанная коробка, 5 — рукоятки клапанов, 6 — натекатель, 7 — кран для напуска воздуха, 8 — ловушка, 9 — колпак

жена тремя вакуумноплотными вводами вращения 11, 12 и 13, а также многопозиционными электрическими вводами 16. Внутри колпака по его периметру расположена охлаждаемая жидким азотом ловушка 5 в виде тонкостенного медного цилиндра, к которому припаяна спираль из тонкостенной медной трубки. Питание ловушки жидким азотом осуществляется через изолированный от базовой плиты вакуумноплотный ввод 18. Для быстрого размораживания ловушки внутри полой спирали вложены нихромовые на-

греватели с тефлоновой изоляцией.

В нижней части колпака расположена карусель испарителей 20, по периметру она имеет зубчатое зацепление с колесом 10. Карусель снабжена шестью парами стоек 21, к которым крепятся испарители 22. Стойки изолированы от карусели испарителей. Электрическое напряжение на стойки подается через контактные пружины 17.

Карусель масок 28 с шестью прижимаемыми пружинами масками 26 закреплена на верхнем конце полого вала 23. Вращение на нее передается от карусели испарителей 20 через штифт 7. При необходимости с помощью рычага 14 карусель масок может быть поднята и повернута на требуемый угол. Между каруселью испарителей и каруселью масок помещена заслонка 4, снабженная тремя отверстиями. Вращение на заслонку пере-

дается от вала 12. Поворотом заслонки можно быстро прерывать поток пара, идущий от испарителей к подложкам, в тот момент времени, когда толщина пленки достигла заданной величины.

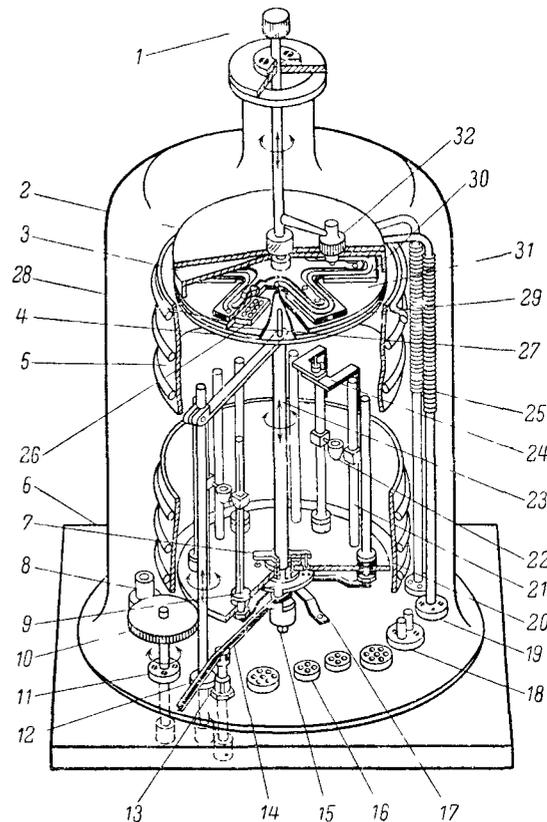


Рис. 3-77. Напылительная установка со стеклянным колпаком

1 — ввод вращения, 2, 3 — экраны, 4 — заслонка; 5 — спиральная ловушка, охлаждаемая жидким азотом, 6 — базовая плита, 7 — штифт; 8 — зубчатое колесо, 9 — стойка, 10 — зубчатое колесо, 11—13 — вводы вращения, 14 — рычаг, 15 — ось, 16 — электрические вводы, 17 — контактные пружины, 18 — ввод жидкого азота, 19 — вводы охлаждаемой воды, 20 — карусель испарителей, 21 — стойки, 22 — испарители, 23 — полый вал, 24 — экран, 25 — сиффоны, 26 — маски, 27 — маскодержатели, 28 — карусель масок, 29 — карусель для охлаждения подложек, 30 — трубки водяного охлаждения, 31 — карусель подложек

Карусель подложек 31 закреплена на верхнем конце оси 15. Карусель имеет шесть гнезд для помещения подложек и шесть окон, через которые производится напыление контрольных образцов. Толщина напыляемого

слоя измеряется либо по величине сопротивления, либо оптическим методом. Нагрев и охлаждение подложек осуществляются с помощью карусели 29. Использование сильфонов 25 для подвода и отвода охлаждающей жидкости дает возможность поднимать карусель подложек после отсоединения от нее излучающих экранов 2 и 3.

Основным материалом, используемым для изготовления подколпачного устройства является нержавеющей сталь. В качестве электро- и теплоизолирующих материалов используется керамика, алунд и стекло. Установка обеспечивает совмещение слоев напыляемых микросхем с погрешностью не более  $\pm 0,01$  мм.

Установки с использованием стеклянного колпака позволяют вести визуальное наблюдение за процессом напыления в любой части рабочего объема установки. Однако применение толстостенного стеклянного колпака не позволяет производить его прогрев с целью обезгаживания, что в значительной мере ограничивает предель-

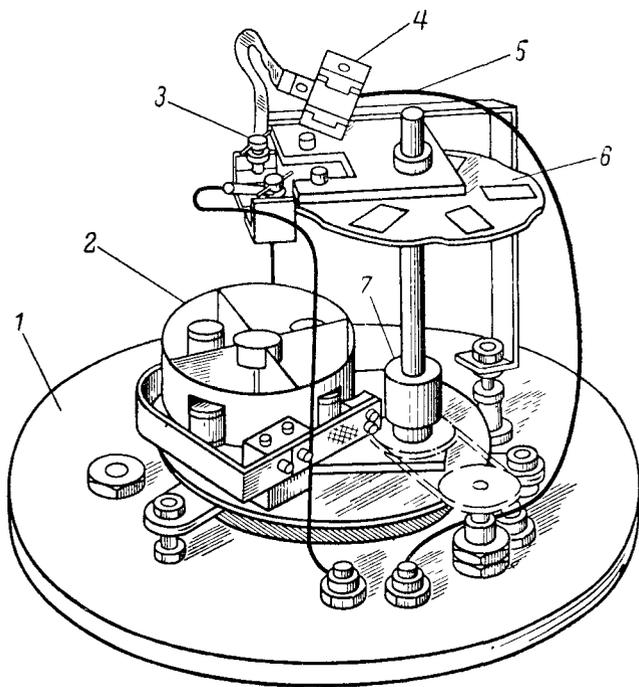


Рис. 3-78. Подколпачное устройство.

ный вакуум. Кроме того, применение стеклянного колпака существенно ограничивает возможность установки в части применения шлюзов, электрических вводов и другой арматуры. В связи с этим стеклянные колпаки постепенно вытесняются металлическими колпаками.

На рис. 3-78 схематически изображен другой вариант подколпачного устройства. Все элементы устройства крепятся на базовой плите 1. В нижней части устройства располагается многопозиционный испаритель 2. Непосредственно над испарителем располагаются зажимы для установки контрольной пластины 3, а также диск маскодержателя 6, снабженный механизмом подъема и опускания 7. Над диском маскодержателя 6 на стальной кронштейне устанавливается держатель подложки с нагревателем 4, снабженный хромель-копелевой термопарой 5.

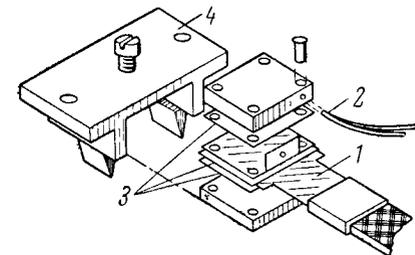


Рис. 3-79. Держатель подложки.  
1 — нагреватель, 2 — термопара; 3 — шлюз, 4 — корпус держателя

Устройство держателя подложки показано на рис. 3-79. Держатель снабжен небольшим плоским ленточным нагревателем мощностью около 100 Вт, который в течение 5 мин нагревает подложку до температуры 350° С. Точная регулировка температуры обеспечивается путем изменения приложенного напряжения, а ее контроль осуществляется с помощью хромель-копелевой термопары, расположенной между нагревателем и подложкой.

Маскодержатель представляет собой стальной диск толщиной 3 мм и диаметр 150 мм. Диск закреплен на вертикальном валу, который вращается в подшипниках, установленных в стальных кронштейнах. Маскодержатель расположен ниже верхнего кронштейна, на котором закреплен держатель подложки. Таким образом, при повороте диска каждая маска по очереди совмещается с подложкой, чем обеспечивается последовательное напыление на нее тонкопленочных слоев, имеющих различный рисунок. Поворот испарителя дает возможность одновременно менять состав напыляемого материала.

Маскодержатель может перемещаться в вертикальном направлении и поворачиваться вокруг вертикальной оси с помощью приводного механизма, изображенного на рис. 3-80. Основной частью приводного механизма является винт 1 с четырехзаходной резьбой. На гайку насажена шестерня 2, которая с помощью цепной передачи получает вращение от находящегося снаружи вакуумной камеры маховика.

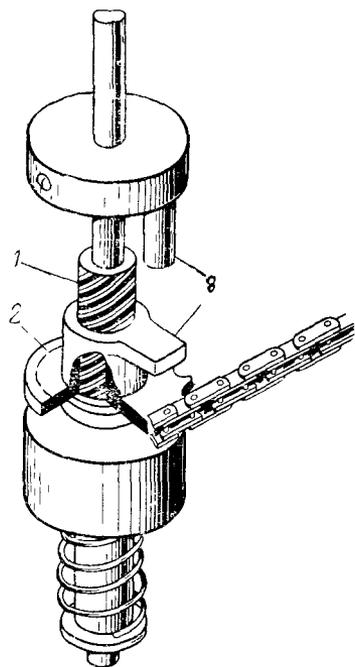


Рис. 3-80. Приводной механизм подколпачного устройства.

Гайка с шестерней закреплена таким образом, что они могут только вращаться, но не могут иметь осевого перемещения. В противоположность этому вал, имеющий в своей нижней части четырехзаходную резьбу, при вращении гайки со звездочкой приобретает поступательное движение вверх или вниз. Вал и гайка имеют поводковые пальцы 3.

Если поворот гайки происходит в направлении, при котором вал опускается, пальцы сцепляются и маскодержатель поворачивается на  $1/6$  часть окружности. При перемене направления вращения шестерни и гайки поводковые пальцы расцепляются, и при этом маскодержатель поднимается вверх до тех пор, пока ма-

ска не будет плотно прилегать к подложке. Окончательное, более точное совмещение маски с подложкой обеспечивается с помощью двух конических базирующих штифтов, которые входят в базовые отверстия на маскодержателе. Для измерения сопротивления пленки в процессе ее напыления рядом с подложкой имеется стеклянная пластинка, на края которой нанесены пленочные низкоомные хромовые электроды. Один из электродов соединен с заземленной базовой плитой, а другой вы-

веден к измерительному прибору. Для того чтобы при последовательном напылении нескольких материалов на одну подложку получались однородные и повторяемые пленки, желательно, чтобы напыление производилось из одной и той же точки.

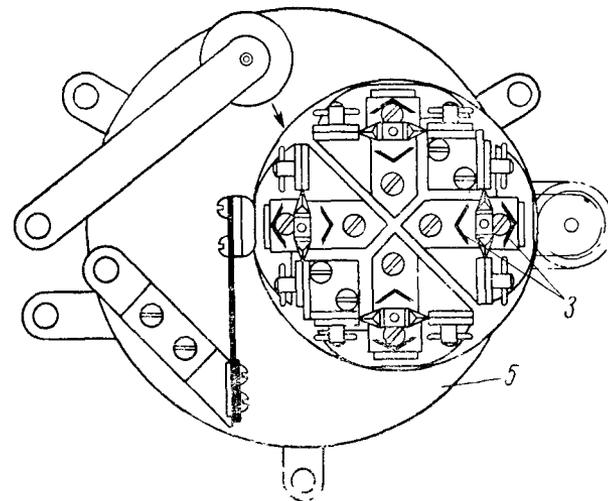
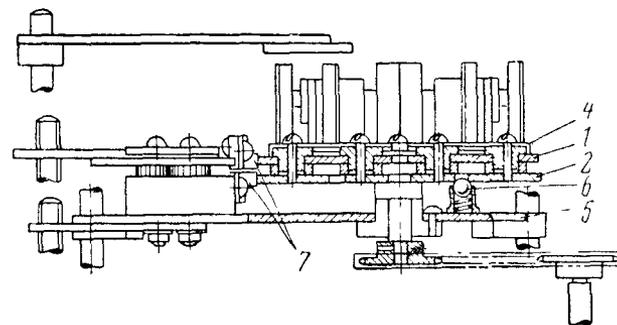


Рис. 3-81. Револьверная головка для резистивных испарителей.

С этой целью может быть использована револьверная головка поворотного типа, показанная на рис. 3-81. Головка состоит из четырех секторных пластин 1, укрепленных с помощью изоляторов на металлическом диске 2, являющемся общим заземленным электродом. Установка под подложкой требуемого испарителя осуществляется с помощью цепной передачи от маховика, ось которого

имеет вакуумное уплотнение в базовой плите. Фиксация диска в определенных положениях осуществляется подпружиненным шариком 6. Подвод тока к револьверной головке осуществляется двумя пружинящими контактами 7.

В настоящее время наметились два метода изготовления пленочных микроэлементов и схем путем термического испарения в вакууме.

При использовании первого метода (метода отдельного напыления) маски на воздухе предварительно точно совмещаются с подложками, после чего устанавливаются на подколпачную карусель. В находящийся под этой каруселью испаритель (или специальную карусель испарителей) закладывается напыляемый материал, колпак опускается и откачивается до получения разрежения  $10^{-5}$ — $10^{-6}$  мм рт. ст. Затем путем поворота карусели последовательно на каждую подложку через заранее совмещенную с ней маску напыляется только один какой-либо слой (например, только резистор, только диэлектрик или только одна обкладка конденсатора). После этого рабочий объем установки заполняют воздухом, колпак поднимают, подложки с масками вынимают и производят замену масок. Затем в такой же последовательности, но уже на другой установке и через другие маски на подложки напыляют следующий слой. Таким образом, при напылении каждого следующего слоя необходимо разгерметизировать рабочий объем установки.

Достоинством метода отдельного напыления является высокая точность совмещения масок с подложками, поскольку эта операция производится на воздухе до помещения масок и подложек в откачиваемый объем. К недостаткам метода следует отнести возможность загрязнения подложек и нанесенных на них слоев при их сообщении с атмосферным воздухом.

Второй метод (метод последовательного напыления за один технологический цикл откачки) заключается в том, что маски и подложки не совмещаются заранее на воздухе, а помещаются на отдельные карусели, которые могут перемещаться под вакуумным колпаком одна относительно другой. При повороте карусели масок относительно карусели подложек на определенный угол ( $60^\circ$ ) перед подложкой меняется маска и их совмещение происходит непосредственно в откачиваемом объеме. Благодаря этому за один технологический цикл откачки

без разгерметизации рабочего объема удается напылить несколько слоев, а иногда целую микросхему.

Пример напыления за один технологический цикл откатки микросхемы (рис. 3-82,а), состоящий из пяти пленочных конденсаторов и девяти резисторов (к которым затем припаиваются навесные транзисторы и диоды), показан на рис. 3-82,б. Использование подколпачного устройства, имеющего три автономные карусели (масок, подложек и испарителей), позволяет за  $5\frac{1}{2}$  ч произвести напыление на шесть подложек, каждая из которых в дальнейшем может быть разрезана на 16 частей. Таким образом, за  $5\frac{1}{2}$  ч можно изготовить 96 микросхем.

Схема подколпачного устройства с тремя автономно вращающимися каруселями, предназначенного для напыления за один технологический цикл откатки большого числа законченных микросхем, представлена на рис. 3-83, а его конструкция — на рис. 3-84. Подколпачное устройство крепится на базовой плите 1 (рис. 3-84) с помощью трех стоек 2 и верхнего опорного диска 3. В центре базовой плиты имеется отверстие, через которое производится откачка рабочего объема с помощью паромасляного насоса. В отверстие вставлена охлаждаемая жидким азотом ловушка 4 в виде конусообразной спирали из медной трубки. Такая форма ловушки позволяет существенно уменьшить миграцию масла из насоса в откачиваемый объем и повысить вакуум в процессе напыления, не снижая при этом существенно быстроту действия насоса.

Вакуумноплотные вводы высокого и низкого напряжения, а также вводы вращения осуществляются через базовую плиту. Непосредственно над плитой расположена карусель испарителей 5, а над ней карусель масок и карусель подложек. Расположенные над опорным диском 3 шестерни 7 служат для передачи вращения каруселям, для смены масок и подложек. Над опорным диском расположен также кварцевый измеритель 6 толщины пленки. В качестве изоляции используется фторопласт, обладающий малым газовыделением.

Схема подколпачного устройства для отдельного напыления резисторов или конденсаторов показана на рис. 3-85, а на рис. 3-86 показан разрез рабочей камеры с непрерывным вращением карусели, на которой установлены предварительно совмещенные на воздухе маски

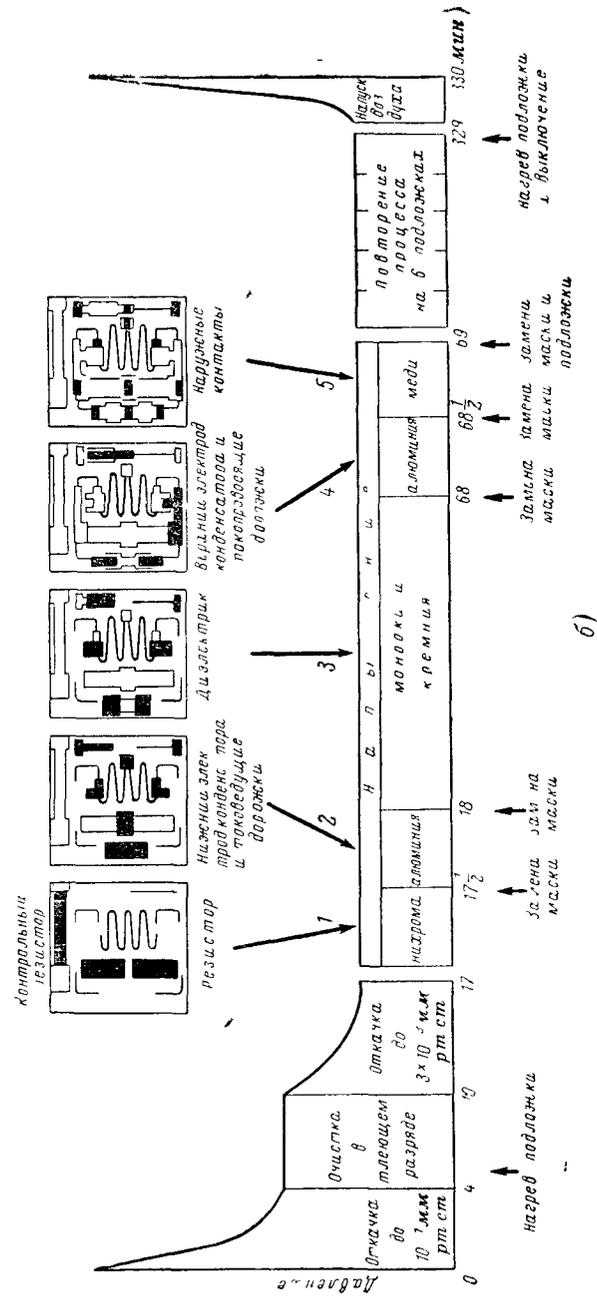
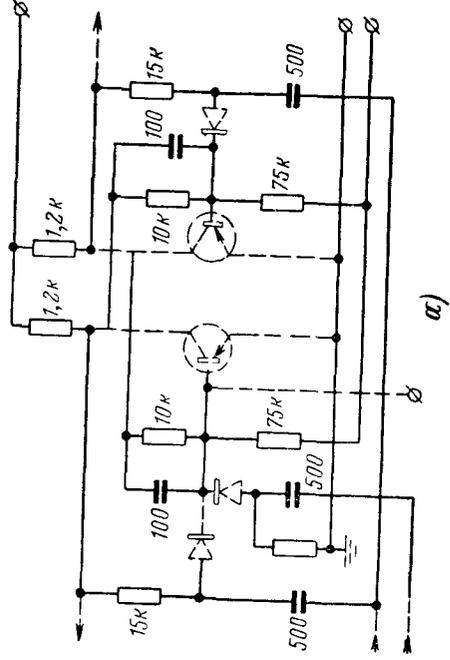


Рис 3-82. Пример построения технологического цикла напыления микросхем

и подложки. Непосредственно над каруселью 1 расположен сферический экран 2 с нихромовыми спиралями, с помощью которых обеспечивается нагрев подложек до 300—350°С. Поворот карусели испарителей 3 производится с помощью ручного привода.

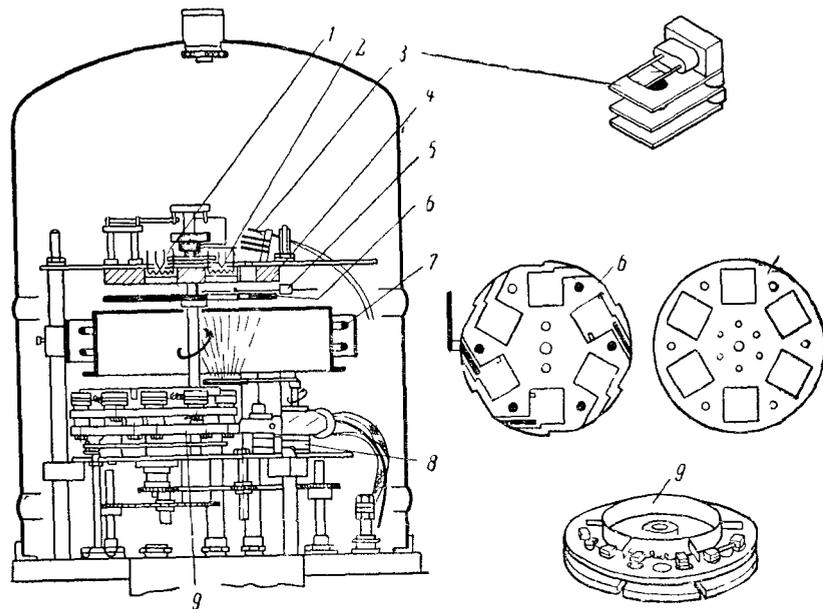


Рис 3-83 Схема подколпачного устройства с тремя автономно вращающимися каруселями

1 — нагреватель для предварительного подогрева, 2 — высокотемпературный нагреватель, 3 — кварцевый измеритель толщины пленки, 4 — карусель подложек 5 — измеритель сопротивления пленки, 6 — маскодержатель, 7 — высоковольтные электроды, 8 — электромагнитный привод заслонки, 9 — карусель испарителей

Между каруселью испарителей и каруселью, на которой расположены маски с подложками, помещена заслонка 4, позволяющая отсекал поток пара от испарителя к подложке, когда толщина напыляемого слоя достигает требуемой величины. Очистка внутренней поверхности колпака производится тлеющим разрядом с помощью устройства 5.

Специфической особенностью работы вакуумных напылительных установок является резкое увеличение газовыделения в процессе прогрева распыляемого мате-

риала, в результате чего резко повышается давление в рабочей камере.

Опыт эксплуатации напылительных установок показал, что в процессе прогрева и распыления ряда материалов, обладающих значительным газовыделением, рабочий вакуум может ухудшаться и достигать  $5 \times 10^{-5}$  мм рт. ст. В работах [Л. 84, 101, 102, 104] рассмотрены различные методы улучшения вакуумных характе-

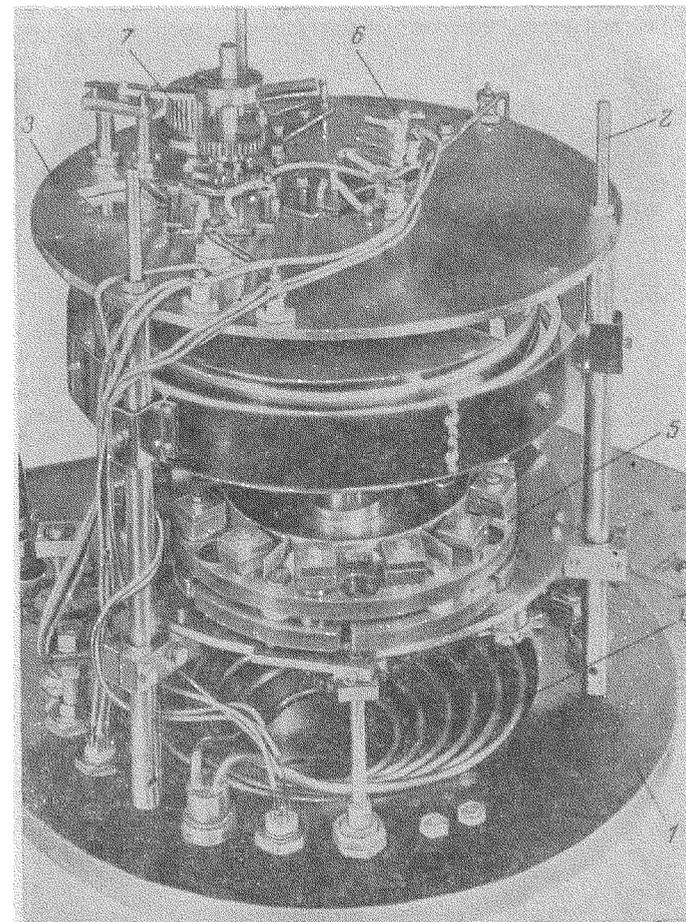


Рис. 3-84. Конструкция рабочей камеры установки с тремя автономно вращающимися каруселями.

ристик напылительных установок, целью которых является увеличение скорости откачки, расширение диапазона рабочих разрежений и снижение времени, необходимого для получения более высокого вакуума.

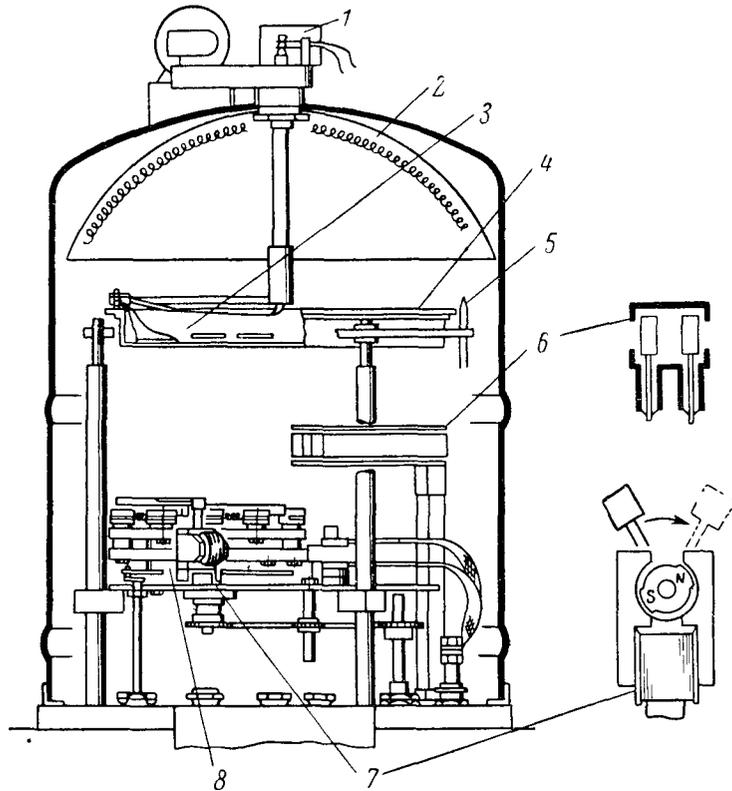


Рис. 3-85. Схема подколпачного устройства для напыления резисторов или конденсаторов с использованием одной карусели для подложек и масок и одной карусели испарителей.

1 — подвижный электрический контакт, 2 — сферический радиационный нагреватель, 3 — датчик для измерения толщины напыляемой пленки, 4 — вращающаяся карусель с закрепленными на ней масками и подложками, 5 — термопары, 6 — экранированный высоковольтный электрод для очистки тлеющим разрядом, 7 — электромагнитное устройство для поворота карусели испарителей, 8 — карусель испарителей

Влияние газовыделения напыляемого материала на давление в рабочей камере установки в значительной мере может быть ослаблено путем применения вспомогательных средств откачки с минимальным пусковым

периодом, включаемых только во время интенсивного газовыделения (форсировочные насосы). В качестве форсировочного насоса может быть использована простая

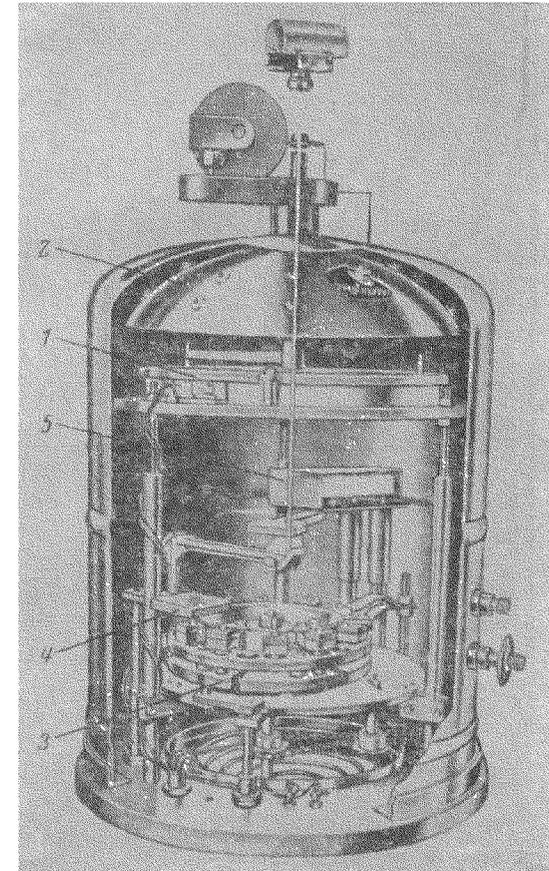


Рис. 3-86. Разрез рабочей камеры установки с непрерывно вращающейся каруселью масок и подложек

конструкция титанового испарительного насоса, устанавливаемого в рабочем объеме установки в непосредственной близости от источника газовыделения (рис. 3-87).

Основными частями насоса являются: водоохлаждаемый медный корпус 1, блок испарителя титана 2 и вакуумногерметичный ввод 3, укрепленный на базовой плите напылительной установки.

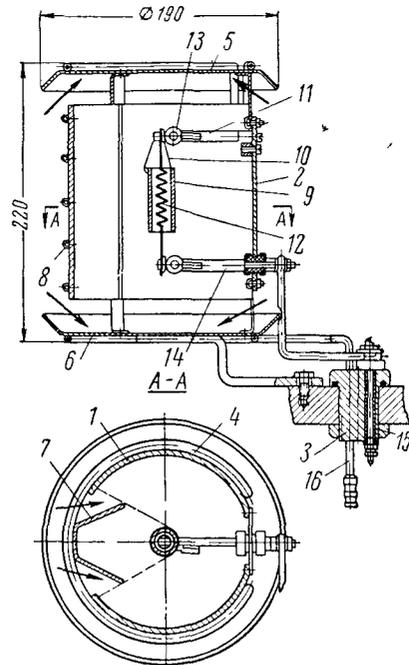


Рис. 3-87. Титановый испарительный насос.

Вакуумный ввод обеспечивает подачу тока до 50 а через изолированную шпильку 15, а также подвод и слив воды через впаянные концы трубок 16 змеевика для охлаждения корпуса насоса проточной водой.

Взаимное расположение элементов насоса обеспечивает осаждение паров титана на внутреннюю поверхность водоохлаждаемого корпуса, исключая попадание титана в рабочий объем установки. Поглощение остаточных газов свеженапыленными пленками титана осуществляется через зазоры между крышкой, дном, экраном и обечайкой. При токе нагревателя 40 а и мощности 1 100 вт расход титана составляет 0,15 г/ч, а скорость откачки при давлении  $1 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. равна 400 л/сек.

Корпус состоит из обечайки 4, крышки 5, дна 6, экрана 7 и медного змеевика 8.

Испаритель состоит из цилиндра 9, изготовленного из титана марки ВТ1-1, который с помощью трех ниобиевых стержней 10 закреплен на верхнем держателе 11. Внутри титанового цилиндра 9 вставлен вольфрамовый спиральный нагреватель 12 и закреплен с помощью эксцентриковых зажимов 13. Один конец нагревателя соединен с корпусом, а на другой его конец подается электропитание через изолированный держатель 14.

Продолжительность работы насоса без перезарядки испарителя достигает 100 ч. Время запуска насоса составляет 5—7 мин.

Применение титанового испарительного насоса в установке УВН-2М дало возможность почти на 60% сократить время откачки установки до  $1 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. и повысить предельное разрежение до  $1 \cdot 10^{-7}$  мм рт. ст. Пробное распыление меди показало, что при работе одного только пароструйного насоса давление возрастало до  $3 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст., в то время как при совместной работе обоих насосов оно было почти на порядок меньше.

Требования получения разрежений в диапазоне  $10^{-8}$ — $10^{-9}$  мм рт. ст. при относительно малом времени откачки привели к разработке напылительной установки, конструктивная схема которой представлена на рис. 3-88. Основная идея, использованная при создании этой установки, заключается в том, что ее рабочий объем состоит из двух камер осаждения 4. Эти камеры имеют автономные откачные системы, построенные на базе двух одинаковых диффузионных насосов 9 и 12, имеющих скорости откачки 650 л/сек. Камера осаждения изготовлена из полированной нержавеющей стали, имеет объем 50 л. На ее наружной поверхности расположен медный змеевик 6, по которому пропускается холодная вода при охлаждении и горячая вода при нагревании ка-

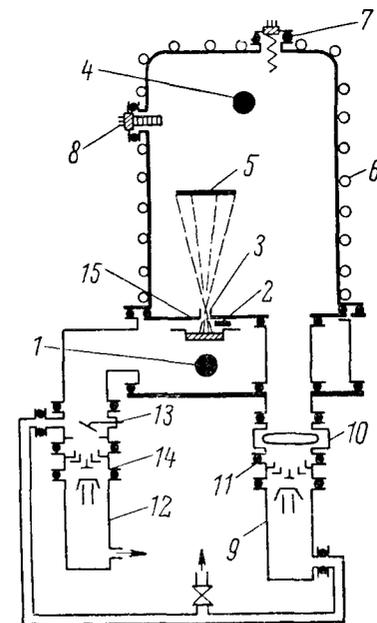


Рис. 3-88. Схема двухкамерной напылительной установки кольчатого типа.

1 — камера испарения, 2 — заслонка; 3 — отверстие, 4 — камера осаждения; 5 — подложка, 6 — медный змеевик; 7 — манометр; 8 — масс-спектрометр; 9 — паромасляный насос; 10 — азотная ловушка; 11 — водоохлаждаемая ловушка; 12 — паромасляный насос; 13 — вакуумный затвор; 14 — водоохлаждаемая ловушка, 15 — разделительная стенка.

меры. Фланец камеры осаждения уплотняется двумя кольцевыми прокладками, пространство между которыми откачивается через камеру испарения.

Камера осаждения является сверхвысоковакуумной и откачивается через ловушки 10 и 11, охлаждаемые соответственно жидким азотом и водой. Камера испарения откачивается через ловушку 14, охлаждаемую водой. Форвакуумная магистраль диффузионного насоса 9 соединена с входом насоса 12, и таким образом осуществляется последовательное соединение насосов.

Эта установка не имеет конструктивных особенностей сверхвысоковакуумных систем (наличие металлических уплотнений, высокотемпературного прогрева и т. п.), а является улучшенным типом обычных высоковакуумных напылительных установок.

Процесс напыления на подложку 5 осуществляется через отверстие 3, предусмотренное в разделительной перегородке 15. Положительным качеством этой схемы является то, что при закрытой заслонке 2 можно одновременно и независимо осуществить как обезгаживание испаряемого материала в испарителе, так и обезгаживание и откачку камеры напыления до сверхвысокого вакуума. Отверстие 3 достаточно мало, обладает незначительной пропускной способностью, и поэтому во время напыления в основном не наблюдается повышения давления в камере напыления. Таким образом, эта установка позволяет производить предварительное обезгаживание распыляемого материала при сохранении сверхвысокого вакуума в процессе напыления.

Вакуумные напылительные установки колпакового типа с использованием резиновых уплотняющих прокладок позволяют производить прогрев колпака только до температуры 80—90°С. Замена резины эластомером типа витон позволяет увеличить температуру прогрева до 150—200°С. Однако для получения более высокого вакуума требуется надежное обезгаживание внутренних стенок вакуумной арматуры путем длительного прогрева при температуре 400—450°С. Такую температуру выдерживают только металлические уплотняющие прокладки из меди или алюминия. Однако работать с металлическими прокладками в том случае, когда требуется частый подъем и опускание колпака, крайне неудобно, поскольку отвергивание и заворачивание большого числа гаек требуют длительного времени, а малейший переко-

или незначительное повреждение прокладки нарушает герметичность вакуумноплотного соединения. Кроме того, при каждом подъеме колпака приходится менять металлические прокладки, получившие сильную остаточную деформацию.

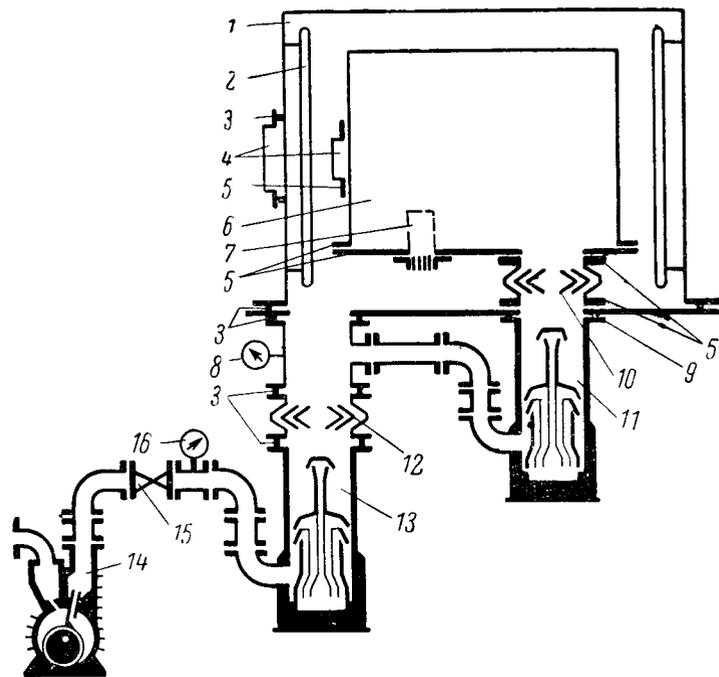


Рис. 3-89. Высоковакуумная установка с двойными стенками.

1 — камера промежуточного вакуума; 2 — нагреватель; 3 — резиновые прокладки; 4 — смотровые окна; 5 — щелевое уплотнение; 6 — рабочий объем; 7 — сверхвысоковакуумный манометр; 8 — магнитный электроразрядный манометр; 9 — уплотнение с использованием металлических прокладок; 10 — ловушка, охлаждаемая жидким азотом; 11 — паромасляный диффузионный насос для получения сверхвысокого вакуума; 12 — ловушка; 13 — паромасляный диффузионный насос; 14 — механический насос; 15 — электромагнитный запирающий клапан; 16 — включатель механического насоса.

Этого удастся избежать при использовании сверхвысоковакуумных установок с двухстенными рабочими камерами, выполненными по принципу «вакуум в вакууме» (рис. 3-89). В такого рода установках внешняя водоохлаждаемая толстостенная камера уплотняется с помощью резиновых прокладок и откачивается до давления  $10^{-5}$ — $10^{-6}$  мм рт. ст. Внутренняя камера (с толщиной стенки 0,2 мм) выполнена из нержавеющей стали и

откачивается отдельным диффузионным насосом через водяную и азотную ловушки. Путем непосредственного пропускания электрического тока по стенкам этой камеры она прогревается до  $400^{\circ}\text{C}$  при непрерывной откачке, чем достигается хорошее обезгаживание системы и получение предельного разрежения порядка  $10^{-9}$  мм рт. ст.

Большим достоинством двухстенной системы является то, что она позволяет осуществлять быстрое уплотнение сверхвакуумного объема при помощи хорошо пригнанных фланцев внутренней камеры, стягиваемых быстро-съемными откидными струбцинами, без использования уплотнительных прокладок (диффузионно-щелевое уплотнение).

Электрические вводы и выводы вращения уплотняются во внешней камере вакуумной резиной, а во внутренней сверхвысоковакуумный объем вводятся с диффузионным зазором. Основное натекание газа из внешней камеры во внутреннюю происходит через зазор между двумя плоскими фланцами. При такой конструкции практически нетрудно поддерживать перепад давлений в три порядка при сравнительно больших диаметрах фланцев (около 500 мм) и величине диффузионного зазора 0,05 мм с длиной 15 мм (равной ширине фланца).

Благодаря упразднению металлических прокладок, которые обычно используются в разборных цельнометаллических высоковакуумных установках, установки с двойными стенками имеют значительно более высокую эксплуатационную надежность и более просты в обслуживании.

Другим способом получения сверхвысокого вакуума является использование комбинированной откачки. На рис. 3-90 изображена рабочая камера напылительной установки, в которой используется комбинированная откачка с помощью паромасляного диффузионного насоса, а также криогенного насоса 1, охлаждаемого жидким гелием, и азотита 2. В результате комбинации указанных откачных средств в рабочем объеме установки без применения прогрева удается быстро получить сверхвысокий вакуум.

На рис. 3-91 представлена другая конструкция вакуумной прогреваемой напылительной установки с применением комбинированной откачки.

В качестве основного средства откачки используются два последовательно соединенных диффузионных паро-

масляных насоса с быстротой откачки 1 500 и 170 л/сек. Эффективная быстрота откачки этой системы составляет для постоянных газов 200 л/сек, а для паров воды — 4 000 л/сек.

На входе паромасляного насоса в уширенной части системы располагаются водяная ловушка и азотит со скоростью откачки 2 000 л/сек.

Отличительной чертой данной установки является то, что она имеет полностью сварную конструкцию откачной

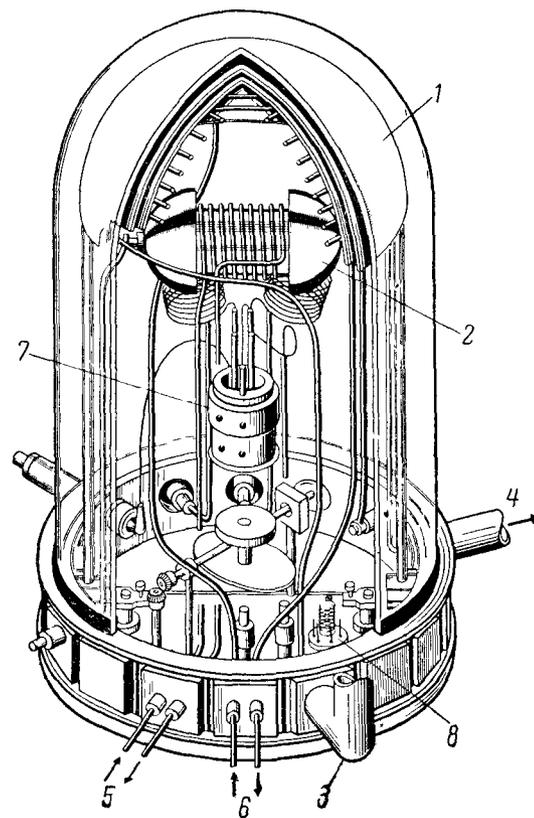


Рис. 3-90. Сверхвысоковакуумная установка для напыления тонких пленок с использованием комбинированной откачки.

1 — гелиевый криогенный насос, 2 — титановый испарительный насос, охлаждаемый жидким азотом, 3 и 4 — впуск и выпуск жидкого гелия, 5 и 6 — впуск и выпуск жидкого азота; 7 — электронный прожектор, 8 — ионизационный манометр открытого типа

системы без промежуточных фланцев между азотитом, ловушками и корпусом паромасляного насоса. Прогрев рабочего колпака азотита и верхней части корпуса диффузионного насоса осуществляется при помощи обычных съемных печей сопротивления. После предварительного

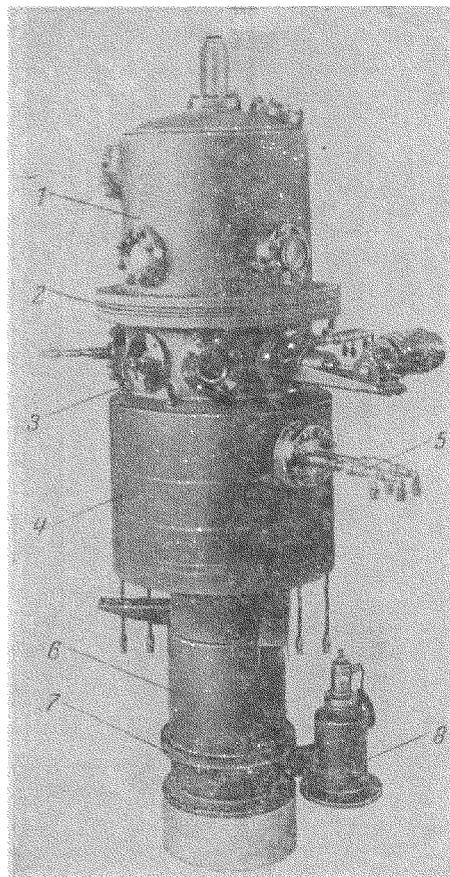


Рис. 3-91. Сверхвысоковакуумная установка для напыления тонких пленок с использованием комбинированной откачки.

1 — рабочая камера; 2 — прогреваемый фланец; 3 — промежуточное кольцо с вводами, 4 — корпус азотита; 5 — испаритель титана; 6 — паромасляный насос; 7 — фланец паромасляного насоса; 8 — фланец для подсоединения вспомогательного паромасляного насоса.

прогрева установки и нескольких часов непрерывной откачки в ее рабочем объеме достигается предельный вакуум порядка  $10^{-10}$  мм рт. ст.

Одна из типичных конструктивных схем сверхвысоковакуумной установки с «безмасляной» системой откачки, предназначенная для проведения лабораторных работ, представлена на рис. 3-92. Рабочая камера установки состоит из двух частей: верхней части 1 и нижней части 2, соединенных между собой при помощи прогреваемого вакуумного уплотнения с прокладкой из медной проволоки. Верхняя часть диаметром 304 мм и высотой 505 мм выполнена из нержавеющей стали. В вакуумном пространстве нижней части располагаются титановый насос 3 и элементы магнитного электроразрядного насоса 4, имеющего скорость откачки 250 л/сек. Здесь также расположен экран 5, препятствующий попаданию паров титана в верхнюю часть ка-

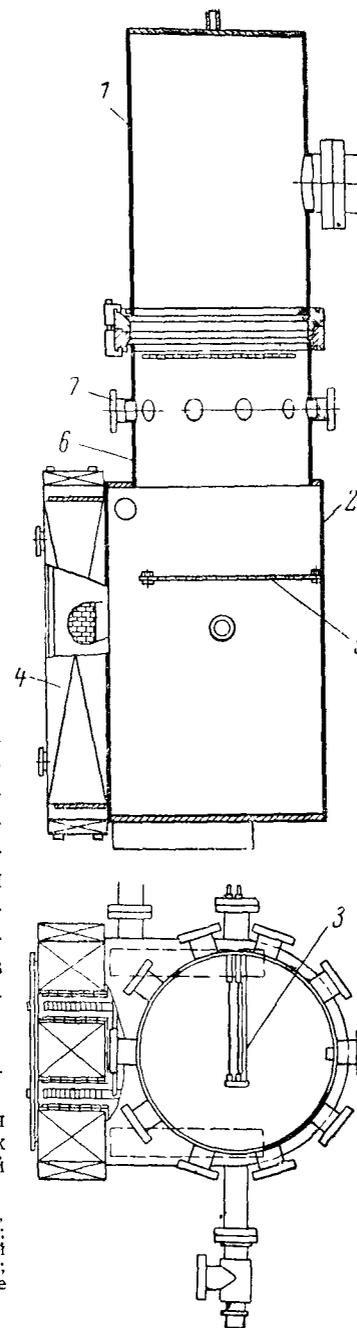


Рис. 3-92. Сверхвысоковакуумная установка для напыления тонких пленок с «безмасляной» системой откачки.

1 — верхняя часть рабочей камеры, 2 — нижняя часть рабочей камеры; 3 — титановый насос; 4 — магнитный электроразрядный насос; 5 — экран; 6 — цилиндрическое промежуточное кольцо, 7 — фланцы для вводов

меры. В нижней части камеры имеется цилиндрическое кольцо 6, по периметру которого расположены различные технологические вводы, имеющие стандартные взаимозаменяемые фланцы 7.

Такое построение вакуумной системы обеспечивает высокую скорость откачки, так как здесь отсутствуют соединяющие трубопроводы. Предварительная откачка до  $10^{-3}$  мм рт. ст. обеспечивается адсорбционными цеолитовыми насосами, соединенными с камерой через металлические прогреваемые вентили (на рисунке не показаны). Прогрев рабочей камеры с целью обезгаживания осуществляется двумя отдельными группами нагревателей. Температура прогрева верхней части камеры составляет  $250^{\circ}\text{C}$ , нижней части  $180^{\circ}\text{C}$ . Общая мощность прогрева 6 квт. В данной системе гарантируется предельное разрежение  $5 \cdot 10^{-11}$  мм рт. ст.

На рис. 3-93 показаны кривые откачки в координатах «давление—время», из которых видно, что разрежение  $5 \cdot 10^{-11}$  мм

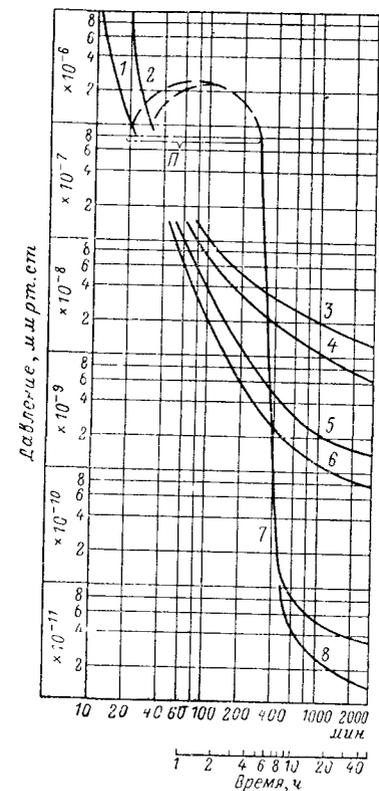


Рис. 3-93. Изменение давления во времени.

рт. ст. возможно получить после непрерывной откачки в течение 10 ч.

Одной из больших сложностей при эксплуатации этой установки является уплотнение рабочей камеры после вскрытия. Эта операция требует определенного навыка, так как малейший перекоп или незначительное повреждение прокладки нарушает герметичность вакуумноплотного соединения.

Кроме того, после каждого подъема колпака приходится менять металлические прокладки, а также тщательно проверять надежность уплотнения при помощи чувствительного течейскаателя (например, масс-спектрометрического). Все эти операции занимают значительное время.

На установках колпакового типа бывает затруднительно обеспечить замкнутый цикл технологического процесса напыления, вследствие чего приходится часто разгерметизировать рабочие объемы, что сопровождается окислительными процессами и в результате вызывает большой разброс и нестабильность параметров пленок. Кроме того, процесс производства каждого элемента и тем более микросхем на этих установках занимает чрезвычайно большое время. Массовый выпуск унифицированных электронных блоков на основе пленочных схем потребовал резкого повышения производительности напылительного оборудования.

Желание повысить производительность напылительного оборудования, а также обеспечить возможность изготовления компонентов в однородных условиях привело к созданию автоматизированных установок непрерывного действия со шлюзовой загрузкой. Непрерывная подача подложек в рабочую камеру устраняет необходимость в остановке работы вакуумной системы и сообщении рабочей камеры с атмосферой при переходе от одной партии изделий к другой. Это, во-первых, обеспечивает однородность технологических процессов, во-вторых, повышает производительность.

Установки и линии непрерывного действия имеют довольно сложные конструкции, так как они требуют применения целого ряда устройств, обеспечивающих манипуляцию в вакууме. Кроме того, для получения стабильности и воспроизводимости результатов напыления необходим строгий технологический контроль режима осаждения и электрических параметров пленки непосредственно в процессе ее формирования.

Если при лабораторных методах изготовления допустимо сравнительно большое время напыления каждого элемента, которое в отдельных случаях достигает нескольких минут, то при использовании конвейерных линий, оно может быть снижено до нескольких секунд. Так, например, одна из ведущих американских фирм по производству микросхем — фирма IBM разработала ма-

кет производственной установки, обеспечивающей получение на одной подложке 104 тонкопленочных схем. Изготовленная на предприятиях этой фирмы конвейерная линия обладает производительностью до 750 схемных панелей в час, которые могут содержать до 3000 деталей элементов.

На рис. 3-94 показана схема автоматизированной установки непрерывного действия для изготовления тонкопленочных резисторов. Установка имеет входные (1 и 2)

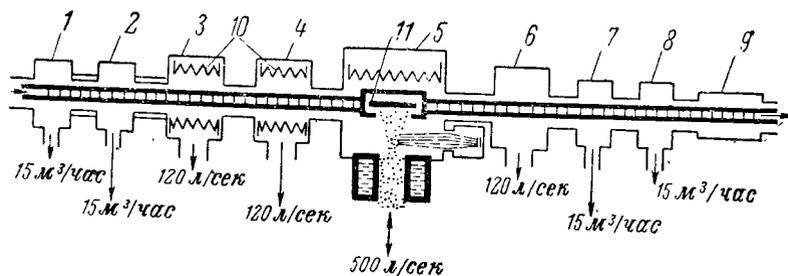


Рис. 3-94. Схема автоматизированной установки для изготовления резисторов.

1 — входная камера (30 мм рт. ст.); 2 — входная камера (3 мм рт. ст.); 3 — нагревательная камера ( $3 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст.); 4 — нагревательная камера ( $10^{-4}$  мм рт. ст.); 5 — рабочая камера ( $10^{-4}$  мм рт. ст.); 6 — камера для нанесения защитной пленки ( $3 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст.); 7 — выходная камера (3 мм рт. ст.); 8 — выходная камера (30 мм рт. ст.); 9 — камера газового охлаждения; 10 — нагреватель; 11 — подложка.

и выходные (7 и 8) камеры, а также основную (5) и вспомогательную (6) рабочие камеры, в которых используются электроннолучевые испарители для непрерывного испарения напыляемого материала в течение длительного времени (конструкция подобного испарителя показана на рис. 3-61, к). Внизу каждой камеры на рис. 3-94 указана скорость откачки. Вращательный насос обслуживает первую входную и последнюю выходную камеры, другой вращательный насос обслуживает вторую входную и предпоследнюю выходную камеры. Остальные четыре камеры установки обслуживаются автономными паромасляными насосами. Две нагревательные камеры 3 и 4 предназначены для обезгаживания и очистки подложек, масок и приспособлений для их крепления.

В основной рабочей камере при вакууме  $10^{-6}$  мм рт. ст. наносится резистивная пленка, во второй (вспомогательной) рабочей камере при вакууме  $3 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст.

наносится защитная пленка из двуокиси кремния. В обеих рабочих камерах применены электроннолучевые испарители. Данная установка может выпускать каждые 3 сек подложку с резистором. После выходной камеры подложка подвергается охлаждению. Контрольное устройство, находящееся на выходе установки, обнаруживает и удаляет негодные изделия.

Для непрерывной подачи изделий из атмосферы в рабочую камеру применена шлюзовая безуплотнитель-

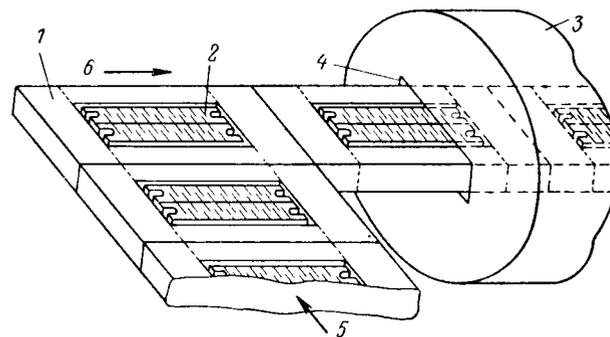


Рис. 3-95. Транспортирующий механизм.

1 — транспортирующий блок (спутник); 2 — подложки с масками; 3 — вход в систему откачки; 4 — направляющий канал; 5 — поперечная подача; 6 — продольная подача.

ная система с электромагнитным транспортирующим механизмом (рис. 3-95). Подложки ( $10 \times 15$  мм) и маски загружаются в транспортирующие блоки (спутники), которые двигаются через систему в направляющем устройстве по прямоугольному треку с помощью электромагнитных приводов, расположенных по сторонам трека. Зазор между транспортирующими блоками и стенами трека составляет 0,1—0,2 мм. Приводы и напыляющие устройства управляются централизованной синхронизирующей и программирующей аппаратурой.

На рис. 3-96 показана схема напылительной линии непрерывного действия, предназначенной для производства пассивных тонкопленочных элементов.

Для непрерывной загрузки изделий в данной линии используются вакуумные шлюзовые камеры; подложки в них подаются с помощью специального транспортирующего механизма, обеспечивающего минимальное натекание из одной камеры в другую.

Линия состоит из 11 камер. Назначение камер следующее: 1 — понижение давления от атмосферного до 3 мм рт. ст.; 2 — понижение давления до  $4 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст.; 3 — понижение давления до  $10^{-6}$  мм рт. ст., прогрев подложек; 4 — прогрев подложек; 5 — напыление танталовых резисторов в атмосфере аргона при давлении  $3 \cdot 10^{-2}$  мм рт. ст.; 6 — понижение давления до  $10^{-6}$  мм рт. ст.; 7 — напыление проводников из золо-

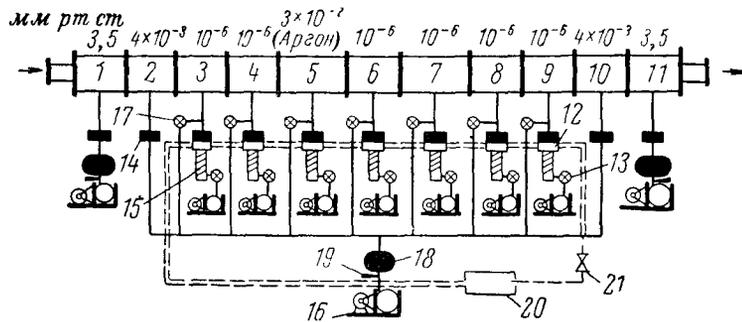


Рис. 3-96. Схема напылительной линии для производства резисторов. 1—3 — входные шлюзовые камеры; 4—8 — рабочие камеры; 9—11 — выходные шлюзовые камеры; 12 — заслонки; 13 — кран форвакуумного насоса; 14 — кран предварительной откачки; 15 — паромасляный насос; 16 — механический насос; 17 — высоковакуумный кран; 18 — механический бустерный насос; 19 — клапан давления; 20 — холодильник; 21 — расширительный клапан.

та при давлении  $10^{-6}$  мм рт. ст.; 8—11 — постепенный подъем давления до атмосферного и понижение температуры подложек до комнатной.

Первые четыре камеры оборудованы кварцевыми лампами. Специальные рефлекторы облучают инфракрасными лучами проходящие под ними стеклянные или керамические подложки. Благодаря облучению и нагреву с подложек удаляются сорбированные газы и другие поверхностные загрязнения. Получающаяся химически чистая поверхность обеспечивает хорошую адгезию и чистоту пленок из тантала и золота.

Откачка каждой высоковакуумной камеры осуществляется индивидуальной вакуумной системой, состоящей из механического насоса, паромасляного насоса, охлаждаемой фреоном ловушки и высоковакуумного вентиля. Охлаждение всех ловушек осуществляется от одной холодильной машины путем пропускания холод-

ного фреона последовательно через все ловушки. При запуске линии первоначальная откачка камер производится через вакуум-провод предварительной откачки.

Устройство для транспортировки подложек показано на рис. 3-97. Перед помещением в транспортирующее устройство подложки закрепляются в специальные держатели, которые одновременно являются ползунами. Подложки с ползунами вертикально устанавливаются между верхней и нижней рельсовыми направляющими, по которым они перемещаются через все камеры напылительной линии. Зазор между ползунами, рельсами и торцевой стенкой корпуса камеры выбирается с таким расчетом, чтобы обеспечить свободное перемещение ползуну. В то же время он должен оказывать достаточное сопротивление воздушному потоку, необходимое для поддержания требуемого разрежения в напылительных камерах.

Физическая однородность и толщина пленки измеряются механическим пробником с непосредственным отсчетом в различных участках поверхности подложки. Разброс по толщине не превышает  $\pm 15\%$  от средней толщины слоя. Сопротивление слоя измеряется четырехточечным пробником. Критерием химической чистоты пленок является постоянство произведения сопротивления на толщину пленки.

На рис. 3-98 показана конвейерная линия, предназначенная для производства многослойных тонкопленочных микросхем. Она состоит из восьми горизонтально расположенных цилиндрических камер, смонтированных на едином фундаменте. Камеры при помощи боковых патрубков вакуумноплотно соединены друг с другом и связаны одним общим цепным конвейером, проходящим в вакуумном объеме через все камеры напылительной линии.

В магазине первой камеры перемещаются 25 стеклянных подложек размером  $100 \times 100$  мм. Подложки, подлежащие напылению, перед загрузкой в магазин

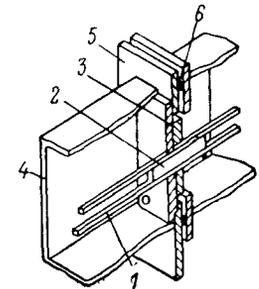


Рис. 3-97. Устройство для транспортировки подложек.

1 — рельсовые направляющие; 2 — подложка с держателем; 3 — диффузионный зазор; 4 — корпус камеры; 5 — фланец камеры; 6 — вакуумное уплотнение

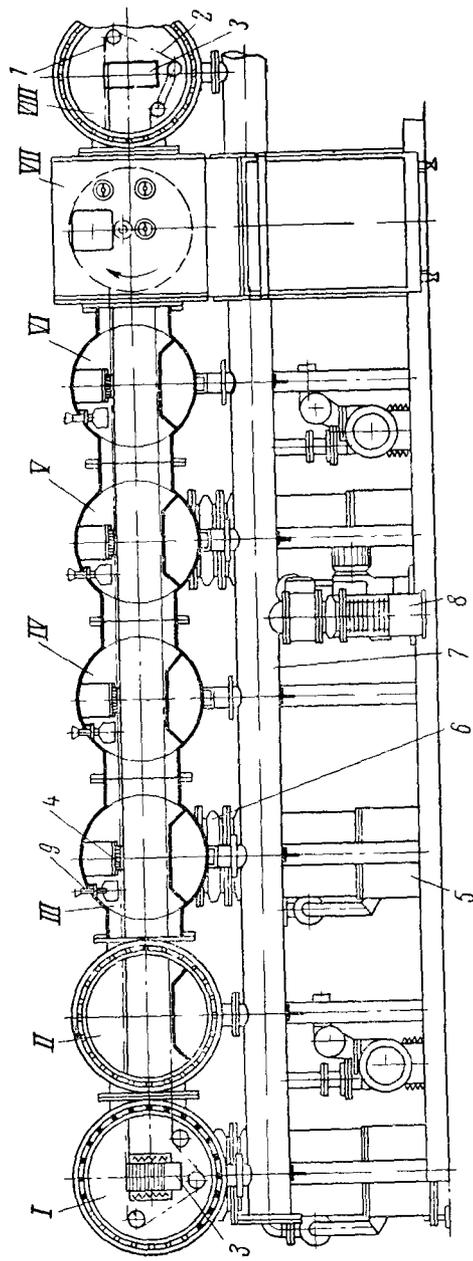


Рис. 3-98. Восьмикамерная конвейерная линия непрерывного действия.

I-VII — рабочие камеры установки; I — цепной конвейер; 2 — привод конвейера; 3 — магазин; 4 — нагреватель; 5 — паромасляной насос (4 000 л/сек); 6 — ловушка; 7 — вакуум-провод промежуточной откачки; 8 — паромасляной насос (750 л/сек); 9 — холодильник.

закрепляются в специальные рамки-подложкодержатели. Цепной конвейер захватывает рамки из магазина и транспортирует их на позиции напыления, где они фиксируются специальным зажимным механизмом.

В первой камере также осуществляется предварительная очистка подложек при помощи высокотемпературного прогрева. Нагрев осуществляется спиральными нагревателями, расположенными по боковым стенкам магазина.

Во второй камере производится окончательная очистка подложек методом электронной бомбардировки.

Пять камер (с III по VII) являются рабочими, в которых осуществляется напыление различных материалов. В последней камере напыленные подложки собираются в магазин.

Во всех камерах линии поддерживается рабочий вакуум около  $1 \cdot 10^{-6}$  мм рт. ст. Откачка линии осуществляется четырьмя паромасляными насосами с быстротой действия каждого насоса 4 000 л/сек (один насос на две камеры) и двумя механическими насосами с быстротой действия каждого насоса 3 л/сек, причем один механический насос работает на два паромасляных насоса. Каждый паромасляной насос имеет две ловушки. Нижняя ловушка, расположенная непосредственно над горловиной насоса, имеет водяное охлаждение, верхняя ловушка охлаждается фреоном. При этом каждая ловушка охлаждается при помощи индивидуальной двухступенчатой холодильной машины (на рисунке не показана). Паромасляные насосы подсоединяются к камере через тарельчатые вентили, имеющие уплотнения из витона.

Все вводы в камеру осуществляются с передней стороны линии через объем с промежуточной откачкой. Уплотнение вводов между атмосферой и промежуточным вакуумом осуществляется с помощью резины. Из промежуточного объема вводы проходят в камеру без уплотнений через диффузионные зазоры. Откачка промежуточных объемов осуществляется через общий вакуум-провод (коллектор) при помощи паромасляного насоса с быстротой действия 750 л/сек и механического насоса с быстротой действия 20 л/сек.

Вакуум в рабочем объеме линии измеряется двумя ионизационными вакуумметрами, установленными на камерах 3 и 6. Вакуум в трубопроводе промежуточ-

ной откачки измеряется при помощи магнитного электроразрядного манометра. На форвакуумных магистралях установлены термомарные вакуумметрические лампы.

На рис. 3-99 показан схематический разрез рабочей камеры. В каждой камере имеется карусель из пяти масок. Карусель, кроме вращения, имеет возможность

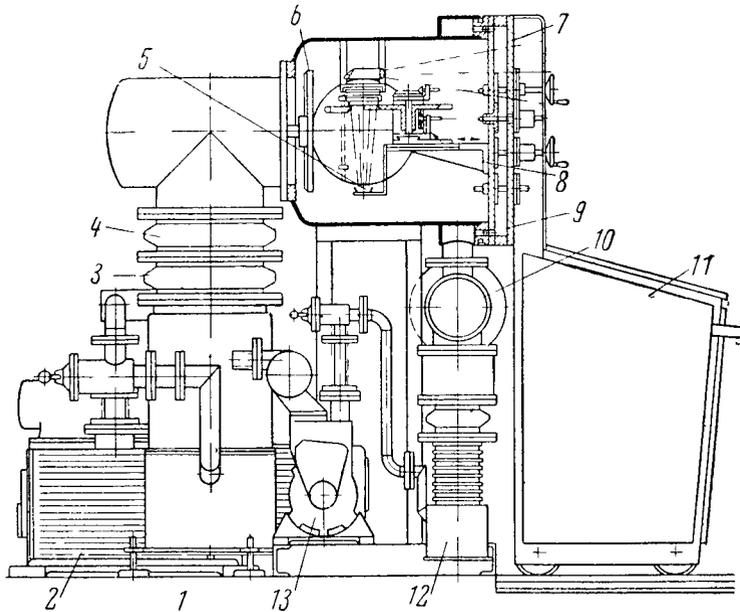


Рис 3-99 Разрез рабочей камеры конвейерной линии

1 — паромасляный насос (4 000 л/сек), 2 — механический насос (180 л/сек); 3 — ловушка с водяным охлаждением, 4 — ловушка с фреоновым охлаждением, 5 — испаритель 6 — тарельчатый вентиль 7 — монтажная плита, 8 — кронштейн, 9 — объем промежуточной откачки, 10 — вакуум провод предварительной откачки 11 — блок электропитания и управления на подвижной станине, 12 — паромасляный насос (750 л/сек), 13 — механический насос

продольного и поперечного перемещения. Юстировка при совмещении осуществляется вручную при помощи оптических приборов и достигает точности 50 мк. Испарители закрепляются на специальных кронштейнах. Во всех напылительных камерах имеются нагреватели, обеспечивающие возможность прогрева подложек до 400° С. Регулирование температуры осуществляется при помощи специального трансформатора с ручным управлением. В каждой напылительной камере также имеется холодильник, заполняемый жидким азотом, что дает воз-

можность при необходимости производить быстрое охлаждение подложки. Многие конструктивные элементы установки (карусель масок, испарительные устройства, оптические устройства, а также механизмы ручного управления этими устройствами) размещаются на монтажной плите, расположенной на передней стороне камеры. Каждая камера имеет индивидуальный блок электропитания и управления. Монтажные плиты и блок питания крепятся на специальной подвижной станине, которая может откатываться по рельсам, обеспечивая хороший доступ к внутрикамерным устройствам.

При проектировании конвейерных линий стараются обеспечить работу линии длительное время без вскрытия и сообщения с атмосферным воздухом (несколько суток). Этим достигается получение в линии устойчивого вакуума, а следовательно, высокого качества пленок. Однако при этом необходимо, помимо рабочих камер, в которых производится напыление пленок, иметь еще специальные камеры для шлюзования, а также предварительного и окончательного обезгаживания подложек и исходных материалов для напыления. Каждая камера должна быть типовой и взаимозаменяемой. Она должна иметь возможность встраиваться в конвейерную линию и вместе с тем быть использованной как индивидуальная напылительная установка.

Устанавливаемые в рабочих камерах различного типа испарители должны быть также взаимозаменяемыми, причем координаты точки испарения относительного напыляемого изделия должны быть строго постоянными для всех видов испарителей.

При разработке автоматизированных установок напыления для непрерывного производства пленочных элементов и схем обычно предусматривается:

загрузка и выгрузка готовых элементов и схем через шлюзовые камеры без нарушения вакуума в рабочих камерах, что обеспечивает непрерывную длительную работу линии;

возможность гибкого маневрирования операциями и передачи элементов из одной камеры в другую без нарушения вакуума;

приборы для контроля скорости напыления и толщины пленок, а также контроля физических параметров элементов и схем, находящихся в вакуумном объеме;

приборы для контроля вакуума;

приспособления, обеспечивающие точное совмещение масок с подложками;

устройства, обеспечивающие одновременное испарение различных материалов, в условиях вакуума с помощью высокоточных и электроннолучевых испарителей;

очистка, прогрев и охлаждение подложек, а также стабилизация и контроль температуры в требуемых пределах;

создание надежных источников испарения с большим сроком службы.

Следует иметь в виду, что производительность конвейерных линий зависит как от рабочего времени, в течение которого идет процесс напыления, так и от вспомогательного времени, которое на конвейерных линиях занимает от 30 до 40% рабочего цикла. Вспомогательное время складывается из времени, необходимого для фиксации подложки, времени срабатывания механизмов шлюзования, времени, необходимого для нагрева или остывания подложки, и т. п. Напыление каждого слоя ведется непрерывно, а поэтому самое длительное по времени напыление по сути дела определяет ритм работы всей линии. В результате механизмы, установленные на позициях с меньшим временем напыления, вынуждены длительное время простаивать.

Значительные возможности в повышении производительности линии открываются при использовании роторного принципа автоматизации производственного процесса. При этом любая операция напыления разбивается на несколько позиций, в результате чего ритм работы линии не определяется продолжительностью наиболее длительного напыления, а может быть значительно ускорен. При использовании роторных линий производительность совершенно не зависит от вспомогательного времени, так как обработка изделия ведется также и в процессе его транспортирования. В процессе перемещения подложки с одной позиции напыления на другую может быть произведено измерение ее температуры, определена толщина пленки и измерены ее физические параметры. Одновременно может быть произведена дозировка напыляемого материала и подготовка испарителей к работе. Однако непременным условием, определяющим возможность построения линии напыления по роторному принципу, является четко отработанная технология напыления отдельных пленочных элементов или микросхем.

Температуры плавления, кипения и испарения, а также данные относительно давления паров и скорости испарения некоторых материалов

Наименование материала	Температура плавления, °С	Температура кипения, °С	Давление паров при температуре плавления, мм рт. ст.	Температура испарения (при давлении паров 10 <sup>-2</sup> мм рт. ст.), °С	Скорость испарения, 10 <sup>4</sup> г/см <sup>2</sup> .сек
Алюминий . . .	660	2 060	1,2 · 10 <sup>-6</sup>	996	0,85
Барий . . . . .	717	1 540	7,6 · 10 <sup>-2</sup>	629	2,3
Бериллий . . . .	1 284	2 970	1,95 · 10 <sup>-2</sup>	1 246	0,45
Бор . . . . .	2 300	2 550	—	1 365	4,75
Ванадий . . . . .	1 697	3 527	—	1 888	—
Висмут . . . . .	271	1 560	1,2 · 10 <sup>-10</sup>	698	2,7
Вольфрам . . . .	3 382	5 900	1,7 · 10 <sup>-2</sup>	3 309	1,45
Галлий . . . . .	30	2 050	0	1 093	1,32
Германий . . . . .	959	2 700	4,5 · 10 <sup>-5</sup>	1 251	1,27
Железо . . . . .	1 535	2 740	3,7 · 10 <sup>-2</sup>	1 447	1,02
Золото . . . . .	1 063	2 960	6 · 10 <sup>-6</sup>	1 465	1,95
Индий . . . . .	157	—	—	952	—
Иридий . . . . .	2 454	3 527	—	2 556	—
Иттрий . . . . .	1 477	3 227	—	1 649	—
Кадмий . . . . .	321	765	10 <sup>-5</sup>	264	2,65
				(сублимация)	
Калий . . . . .	63,6	765	9,8 · 10 <sup>-7</sup>	207	1,67
Кальций . . . . .	810	1 440	8,7 · 10 <sup>-5</sup>	605	1,25
Кобальт . . . . .	1 478	3 000	0,8 · 10 <sup>-3</sup>	1 649	1,02
Кремний . . . . .	1 414	2 360	3,2 · 10 <sup>-2</sup>	1 342	0,77
Лантан . . . . .	885	2 727	—	1 381	—
Литий . . . . .	179	1 367	—	514	—
Магний . . . . .	651	1 110	2,2 · 10 <sup>-6</sup>	443	1,08
				(сублимация)	
Марганец . . . .	1 244	2 100	9,0 · 10 <sup>-5</sup>	980	1,22
Медь . . . . .	1 083	2 590	3,0 · 10 <sup>-4</sup>	1 273	1,18
Молибден . . . .	2 622	4 750	2,2 · 10 <sup>-2</sup>	2 533	1,05
Мышьяк . . . . .	616	—	—	280	—
Натрий . . . . .	97,7	885	8,0 · 10 <sup>-8</sup>	282	1,18
Никель . . . . .	1 455	2 730	4,4 · 10 <sup>-3</sup>	1 510	1,06
Ниобий . . . . .	1 950	—	—	2 700	—
Олово . . . . .	232	2 400	0	1 189	1,65
Осмий . . . . .	2 700	4 627	—	2 667	—
Палладий . . . .	1 555	4 000	8,7 · 10 <sup>-3</sup>	1 566	1,4
Платина . . . . .	1 774	4 400	1,6 · 10 <sup>-4</sup>	2 090	1,68
Родий . . . . .	1 967	3 877	—	2 149	—
Ртуть . . . . .	—38,8	357	2,5 · 10 <sup>-6</sup>	48	4,6
Рубидий . . . . .	39	679	—	165	—
Рутений . . . . .	2 500	4 227	—	2 430	—
Свинец . . . . .	328	1 740	5,4 · 10 <sup>-8</sup>	718	2,65
Селен . . . . .	217	680	—	234	—
Серебро . . . . .	961	2 210	1,8 · 10 <sup>-3</sup>	1 047	1,67

Продолжение приложения

Наименование материала	Температура плавления, °С	Температура кипения, °С	Давление паров при температуре плавления, мм рт. ст.	Температура испарения (при давлении паров $10^{-2}$ мм рт. ст.), °С	Скорость испарения, $10^{-4}$ г/см <sup>2</sup> ·сек
Стронций . . .	771	1 384	—	549	—
Сурьма . . . .	630	1 635	$2,8 \cdot 10^{-3}$	678	2,95
Таллий . . . .	304	1 650	—	606	—
Тантал . . . .	2 996	5 300	$5,6 \cdot 10^{-2}$	3 070	1,35
Теллур . . . .	452	1 390	—	~670	—
Титан . . . . .	1 727	3 300	$8,4 \cdot 10^{-2}$	1 546	0,95
Торий . . . . .	1 827	3 000	—	2 196	—
Углерод . . . .	3 700±100	3 500	—	2 681	0,37
Уран . . . . .	1 132	3 527	—	1 898	—
Хром . . . . .	1 900	2 200	$6,4 \cdot 10^{-7}$	1 205	1,1
Цезий . . . . .	29	670	$1,5 \cdot 10^{-6}$	153	3,18
Церий . . . . .	785	—	—	1 305	—
Цинк . . . . .	419	900	$1,6 \cdot 10^{-5}$	343	1,9
Цирконий . . .	2 127	5 000	$4,1 \cdot 10^{-2}$	2 001 (сублимация)	1,52

ЛИТЕРАТУРА

1. Векшинский С. А., Новый метод металлографического исследования сплавов. Этюды металлографии конденсированных систем, Гостехиздат, 1944.
2. Палатник Л. С., Папилов Н. П., Ориентированная кристаллизация, изд-во «Металлургия», 1964.
3. Югов В. А., Тонкие пленки и их применение в радиоизмерительной технике, Изд-во государственного комитета стандартов, мер и измерительных приборов СССР, 1964.
4. Слуцкая В. В., Тонкие пленки в технике сверхвысоких частот, Госэнергоиздат, 1962.
5. Белёвцев А. Т., Микроминиатюризация радиоэлектронной аппаратуры, изд-во «Энергия», 1965.
6. Холлэнд Л., Нанесение тонких пленок в вакууме, Госэнергоиздат, 1963.
7. Тонкие ферромагнитные пленки, перевод с немецкого под редакцией Р. В. Телеснина, изд-во «Мир», 1964.
8. Палатник Л. С., Комник Ю. Ф., О кинетике конденсации металлов в вакууме, ДАН, 1959, т. 126, № 1.
9. Палатник Л. С. и Комник Ю. Ф., О механизме конденсации металлов в вакууме. Рост кристаллов, Изд-во АН СССР, 1961.
10. Палатник Л. С. и Гладких Н. И., Об условиях конденсации во второй (нижней) граничной области температур, ЖТФ, 1962, т. 4, № 2.
11. Палатник Л. С., Гладких Н. Ф., О механизме конденсации сплавов, ДАН СССР, 1961, т. 140, № 6.

12. Бережной А. И., Светочувствительные стекла и стеклокристаллические материалы типа «пирокерам», ВИНТИ АН СССР, 1966.
13. «Стекло и керамика», 1959, № 5, стр. 48—49.
14. Бережной А. И., Ситаллы и фотоситаллы, изд-во «Машиностроение», 1966.
15. Егоров В. В., Оптические и щуповые приборы для определения шероховатости поверхности, Машгиз, 1961.
16. Тренделенбург Э., Сверхвысокий вакуум, изд-во «Мир», 1966.
17. Бадлевский Ю. Н., Шарупенко Н. М., Физические методы измерения толщины тонких пленок. Передовой научно-технический и производственный опыт, тема 14, вып. 2, 1962.
18. Денисов Ф. П., Активационный метод измерения толщин тонких пленок и фольг, «Приборы и техника эксперимента», 1963, № 1.
19. Плаксин И. Н., Беликов М. А., Старчик Л. П., Измерение толщины фольги и пленок при помощи ядерной реакции, ПТЭ, 1963, № 5.
20. Дурасова Ю. А., Рыбак Е. Н., Установка для измерения толщины тонких пленок, ПТЭ, 1963, № 1.
21. Лобов С. Н., Цукерман В. А., Измерение толщин фольг и пленок при помощи мягкого рентгеновского излучения, ПТЭ, 1963, № 4.
22. Заславский Ю. А., Шор Г. И., Стукин А. Д., Стукин Е. Д., Измерение толщины покрытий путем регистрации рассеянного бетаизлучения, ПТЭ, 1963, № 1.
23. Перевертаев В. Д., Куприянов В. П., Мещик М. С., Фотоэлектронная установка для измерения толщины тонких пленок, ПТЭ, 1963, № 3.
24. Акишин А. И., Зазулин В. С., Контроль толщины пленок, полученных в вакууме, кварцевым резонатором, ПТЭ, 1963, № 1.
25. Виноградов М. И., Рудницкий Е. М., Трехфазный магнеторазрядный насос с охлаждаемыми электродами, ПТЭ, 1966, № 2.
26. Меньшиков М. И., Развитие техники получения вакуума, ПТЭ, 1959, № 4.
27. Векшинский С. А., Меньшиков М. И., Рабинович И. С., Высоковакуумные насосы и агрегаты, «Электроника», 1958, № 12.
28. Данилин Б. С., Вакуумные насосы и агрегаты, Госэнергоиздат, 1957.
29. Кузнецов В. И., Механические вакуумные насосы, Госэнергоиздат, 1959.
30. Кузнецов В. И., Механические насосы, Сборник «Вакуумная металлургия», Металлургиздат, 1962.
31. Мириманова В. И., Алешкевич М. Л., Новости нефтяной и газовой техники, серия «Нефтепереработка и нефтехимия», 1962, № 6, стр. 24—26.
32. Назаров А. С., Ивановский Г. Ф., Кузнецов М. В., Геттерно-ионные насосы с прямонакальными испарителями титана, ПТЭ, 1966, № 2.
33. Назаров А. С., Ивановский Г. Ф., Меньшиков М. М., Геттерно-ионный насос с прямонакальными испарителями титана и хрома, ПТЭ, 1963, № 5.

34. Масленников Е. А., Некрасов А. Н., Пустовойт Ю. М., Некоторые вопросы получения и поддержания давлений ниже  $1 \cdot 10^{-8}$  тор в больших металлических сосудах, ПТЭ, 1963, № 5.
35. Мартинсон Е. И., Получение сверхнизких давлений в стеклянных установках сорбцией газов напыленными пленками титана, ПТЭ, 1960, № 3.
36. Гришаев И. А., Терехов Б. А., Мякушко Л. К., Фурсов Г. Л., Две конструкции титанового ионно-сорбционного насоса, ПТЭ, 1960, № 3.
37. Сорбционные процессы в вакууме, Атомиздат, 1966.
38. Карпов Ю. А., Контор Е. И., Таленский О. Н., Магнитные электроразрядные насосы с холодными катодами, ПТЭ, 1964, № 2.
39. Лазарев Б. Г., Федорова М. Ф., Вакуумный адсорбционный насос, ЖТФ, 1959, т. 29, вып. 7.
40. Лазарев Б. Г., Федорова М. Ф., Вакуумный адсорбционный насос большой производительности, ЖТФ, 1960, т. 30, вып. 7.
41. Лазарев Б. Г., Федорова М. Ф., Высоковакуумный адсорбционный насос для откачки водорода, ЖТФ, 1961, т. 31, вып. 7.
42. Шумский К. П., Вакуумные конденсаторы химического машиностроения, Машгиз, 1961.
43. Рудницкий Е. М., Селях Г. С., Высоковакуумный агрегат безмасляной откачки с магнитным электроразрядным насосом, ПТЭ, 1963, № 6.
44. Дмитриев А. Б., Левен-Фишер Н. П., Система централизованной откачки вакуумных установок, ПТЭ, 1961, № 1.
45. Бродский С. И., Зайдель И. Н., Хаскович Л. Л., Промышленная схема группового включения вакуумных установок в систему централизованного форвакуума, Сборник «Электрорастворная техника», вып. 34, 1964.
46. Цейтлин А. Б., Пароструйные вакуумные насосы, изд-во «Энергия», 1965.
47. Цейтлин А. Б., Пароструйные вакуумные насосы, Сборник «Вакуумная металлургия», Металлургиздат, 1962.
48. Малков М. П. и др., Справочник по физико-техническим основам глубокого охлаждения, Госэнергоиздат, 1963.
49. Миндин Г. Р., Электронагревательные трубчатые элементы, Госэнергоиздат, 1960.
50. Виноградов М. И., Техника испарения металлов в вакууме, ПТЭ, 1960, № 4.
51. Федорова М. Ф., Изотермы адсорбции газов на угле БАУ при низких температурах в области давлений  $10^{-9}$ — $10^{-2}$  мм рт. ст., ЖТФ, 1963, т. 37, № 5.
52. Хавкин Л. П., Об измерении давления различных газов термометрическим манометром, ЖТФ, 1955, т. 25, № 4.
53. Хавкин Л. П., Измерение термометрическим манометром давлений воздуха в диапазоне  $10^{-3}$ — $10^{-2}$  мм рт. ст., ПТЭ, 1956, № 3.
54. Биршерт А. А., Инерционность теплоэлектрических манометрических преобразователей, ПТЭ, 1965, № 5.
55. Пенчко Е. А., Воздухостойкий ионизационный манометр, ПТЭ, 1961, № 1.
56. Пенчко Е. А., Рафальсон А. Э., Цымберов М. Я.,

- Ионизационный манометр на диапазон  $1$ — $1 \cdot 10^{-5}$  тор, ПТЭ, 1964, № 1.
57. Пенчко Е. А., Хавкин Л. П., Тетродный ионизационный манометр, ПТЭ, № 1, 1959.
58. Лекк Дж., Измерение давления в вакуумных системах, изд-во «Мир», 1966.
59. Хавкин Л. П., Плутониевый радиоактивный манометр, ПТЭ, 1960, № 5.
60. Акишин А. И., Радиоактивный ионизационный манометр для высокого вакуума, ПТЭ, 1959, № 2.
61. Григорьев А. М., Волков Г. И., Расширение диапазона давлений, измеряемых электроразрядными манометрами, «Электроника», 1958, № 12.
62. Григорьев А. М., Манометры для измерения сверхвысокого вакуума, ПТЭ, 1959, № 6.
63. Паты Л., Измерение сверхвысокого вакуума, ПТЭ, 1959, № 6.
64. Сергеев А. Ф., Инверсно-магнетронный манометр, «Передовой научно-технический и производственный опыт», вып. 2, 1963.
65. Хавкин Л. П., Номограмма для расчета компрессионных манометров, «Заводская лаборатория», 1954, № 3.
66. Королев Б. И., Основы вакуумной техники, изд-во «Энергия», 1964.
67. Lessor A. E., Maisel L. I. and Thun R. E., Thin-Film Circuit Technology, pt I, Thin-Film R—C Networks, IEEE Spectrum, 1964, v. 1, № 4.
68. Caswell H. L., Thin-Film Circuit Technology, pt II, Thin-Film Superconducting Devices, IEEE Spectrum, 1964, v. 1, № 5.
69. Fauler A. B., Thin-Film Circuit Technology, pt III, Thin-Film Active Devices, IEEE Spectrum, 1964, v. 1, № 6.
70. Himes W., Stout B. F. and Thun R. E., Production Equipment for Thin-Film Circuitry Panels, Trans. 9-th Symp. Amer. Vacuum Soc., New York, 1962.
71. Borkan H., Depositing Active and Passive Thin-Film Elements on One Chip, Electronics, 1964, v. 37, № 14.
72. Skagges C. W., Photo-Etching Thin-Film Circuits, Electronics, 1964, v. 37, № 18.
73. Gerstenberg D., Reactive Sputtering of Refractory Metal Compounds, Bell Labs. Rec., 1964, v. 42, № 10.
74. Frenkel L., Theorie der Absorption und Verwandte Erscheinungen, Z. Physik, 1924, Bd 26.
75. Levinstein H., The Growth and Structure of Thin Metallic Films, J. of Applied Physics, 1949, v. 20, № 4.
76. McLean D. A., Schwartz N. and Tidd D., Tantalum-Film Technology, Proc. IEEE, 1964, v. 52, № 12.
77. Sideris G., Can Electron Beams Produce Incredibly Small Circuits? Electronics, 1964, v. 37, № 29.
78. Behrndt K. H., Love R. W., Automatic Control of Film-Deposition Rate with the Crystal Oscillator for Preparation of Alloy Film, Vacuum, 1962, v. 12, № 1.
79. Haefler R. A., Über Ionenbaffle in Verbindung mit einer luftgekühlten Oildiffusionspumpe, Vakuumtechnik, 1962, № 11.
80. Davidse P. D., Theory and Practice of R. F. Sputtering, SCP and Solid State Technology, 1966, v. 9, № 12.

81 Schütze H I und Heuge G, Untersuchung über die Anwendung des Ionenbaffles bei Elektronenrohrenbestellung, Vakuumentchnik, 1961, № 10

82 Hengevoss I and Huber W K, The Influence of Fore Vacuum Condition on Ultra High Vacuum Pumping System with Oil Diffusion Pumps, Vacuum, 1961, v 13, № 1

83 M von Ardenne, Lorenz E und Westmeyer H, Über eine Getter-Ionenpumpe mit Titanverdampfung und hohen Startdruck, Experimentale Technik der Physik, 1962, № 1

84 Holland L, Sources of Surface Contamination in Vacuum Evaporation System, Vacuum, 1963, v 13, № 5

85 Holland L, Laurenson L and Preistland C, Contamination in Ultra High Vacuum Plant, Review Scientific Instruments, 1963, v 34, № 4

86 Milleran W, Reinatz P S, Performance of a Six-Inch Triode P I G Pump Compared to a «Perfect Pump», 9NVST, 1962

87 Moll Th I, Coating Technique in Ultra-High Vacuum, 8NVST, 1961

88 «Hochvakuumtechnik», Katalog 1961, № 1000 Arthur Pfeiffer, G M B H Wetzlau, E1—E4

89 Ruser R, Sullivan I I, Pressure Measurement Above 1 $\mu$  Using Commercial Ionization Gauges, Rev Scient Instrum, 1962, v 33, № 5

90 Schütze H J, Stok F, Über den Einfluss der Systemgeometrie und der Betriebsbedingungen auf die Gasionenkonstante von Ionisationsmanometrohren nach Bayard-Alpert, Vakuumentchnik, 1962, Bd 1, № 5

91 Becker W, Zur Theorie der Turbo-Molekular-Pumpe, Vakuumentchnik, № 9, 1966

92 Schütze H J, Hennings K E, Eine neue einwandige UHV-Aufdampfanlage mit sehr geringen Zykluszeiten, Vakuumentchnik, 1965, № 5

93 Behrndt K H, Influence of the Deposition Conditions on Growth and Structure of Evaporated Films, Vacuum, 1963, v 13, № 9

94 Donald J, Santeler, Effect of Vacuum Environment on Thin Film Component Reliability, SCP and Solid State Technology, 1965, v 8, № 1

95 Caswell Hollis L, Effect of Residual Gases on Superconducting Characteristics of Thin Films, Journ of Applied Physics, 1961, v 32, № 1

96 Caswell Hollis L, Effect of Residual Gases on the Properties of Indium Film, Journ of Applied Physics, 1961, v 32, № 12

97 Gleason F R, Greiner L H and Jetter L R, Gas Absorption by Vacuum Evaporated Magnetic Films, 1959, Vacuum Symposium Transactions

98 Naugebauer C A and Ekvall R A, Vapor deposited Superconductive Films of Nb, Ta and V, Journ of Applied Physics, March 1964, v 35, № 3, p 347—553

99 Marchand J F and Venema A, Note of Superconducting Ta Films, Phillips Res Repts, 1959, v 14, p 427—429

100 Gerstenberg D and Hall P M, Superconducting Thin Films of Niobium, Tantalum, Tantalum Nitride, Tantalum Carbide and

Niobium Nitride, Journ Electrochem Soc, August 1964, v III, № 8, p 936—942

101 Caswell Hollis L, Ultra-High Vacuum Evaporators and Residual Gas Analysis, Physics of Thin Films, Academic Press, New York and London, 1964

102 Sullivan P F, Pellegrin O, Thin Film Evaporators — The State of the Art, SCP and Solid State Technology, 1965, v 8, № 12

103 La Forte I T, Vacuum Leak Detection, SCP and Solid State Technology, 1965, v 8, № 12

104 Thin Film Microelectronics, edited by L Holland, Charman and Hall, London, 1965

105 Reinhard Glang, Materials and Processes for Passive Thin Film Components, The Journ of Vacuum Science and Technology, 1966, v 3, № 2

106 Amoignon J, Limites actuelles des dispositifs de production des bases pressions, Le Vide, 1966, № 121

107 Crawley D J, Csernatony L, Degassing Characteristics of Some «O» Ring Materials, Vacuum, 1964, v 14, № 1

108 M von Ardenne, Rohlf H, Lorenz E, Entwicklung, Ausführung und Betriebsverhalten einer neuen Ionen-Zerstauberpumpe rotationssymmetrischer Bauart, Vakuumentchnik, 1966, Bd 15, № 1, S 8—14

109 Anderson D, A Summary of Thin Film Deposition Techniques, SCP and Solid State Technology, 1966, v 9, № 12

110 Reichelt W, Probleme bei der Herstellung dünner Schichten, Vakuumentchnik, 1966, № 1

111 Nickers John W, Moseson Roger, Ionenplasmazerstauung, Vakuumentchnik, 1965, № 6

112 Novice M A, Stresses in Evaporated Silicon Monoxide Films, Vacuum, 1964, v 14, № 10

113 Kienel G, Wutz M, Eine Kryopumpe für Betriebstemperaturen unterhalb 4,2° K mit sehr geringem Kühlmittelverbrauch, Vakuumentchnik, 1966, № 2

114 Аверина А П, Линник Л Н, Никитин Г Т, Масс спектрометры для измерения парциальных давлений в вакуумных системах, ПТЭ, 1965, № 4

115 Мартинсон Е Н, Плечев Б И, Путягин Ю Т, Цеолитовые вакуумные агрегаты непрерывного действия для безмасляной откачки, ПТЭ, 1965, № 4

116 Дэшман С, Научные основы вакуумной техники, изд во «Мир», 1964

117 Современная вакуумная техника, Сборник статей под общей редакцией Н В Черепнина, Изд-во иностранной литературы, 1963

118 Пипко А И, Плисковский В Я, Пенчко Е А, Оборудование для откачки вакуумных приборов, изд во «Энергия», 1965

119 Басалаева Н Я, ЖТФ, 1958, т 28, № 5

120 Черепнин Н В, Вакуумные свойства материалов для электронных приборов, изд во «Советское радио», 1966

121 Тонкие магнитные пленки, перевод с английского и немецкого под редакцией В М Глушкова и Л В Кириенского, Киев, Госиздат технической литературы УССР, 1963.

122. Сорокин М. М., Высоковакуумные паромасляные насосы с улучшенными характеристиками, ПТЭ, 1965, № 6.
123. Барышева Н. М., Высоковакуумные ловушки к паромасляным диффузионным насосам, ПТЭ, 1965, № 6.
124. Булыга А. В., Полупроводниковые теплоэлектрические вакуумметры, изд-во «Энергия», 1966.
125. Менх Г. Х., Техника высокого вакуума, изд-во «Энергия», 1965.
126. Волосов В. И., Забродов А. А., Пальчиков В. Е., Уельник Ф. А., Использование полифенилового эфира в паромасляном насосе НИС2, ПТЭ, 1966, № 6.
127. Алашкевич М. А., Мириманова В. И., Получение вакуума  $10^{-9}$  тор пароструйными насосами с полифениловым эфиром без вымораживающих ловушек, ПТЭ, 1966, № 6.
128. Пипко А. И., Вакуумная задвижка, ПТЭ, 1965, № 3.
129. Пипко А. И., Плисковский В. Я., Устройство для передачи движения в вакуум, ПТЭ, 1965, № 6.
130. Васильев Г. А., Эффективная быстрота откачки электроразрядного насоса, ПТЭ, 1965, № 1.
131. Арефьев А. В., Уплотнение индием разъемных соединений сверхвысоковакуумных систем, ПТЭ, 1966, № 4.
132. Крусснер Б. В., Кузнецов Г. П., Мелконян А. Л., Ловушка для вакуумных установок с паромасляными насосами, ПТЭ, 1966, № 3.
133. Мирясов Н. З., Установка для получения ферромагнитных пленок испарением в высоком вакууме, ПТЭ, 1965, № 5.
134. Сорокин М. М., Барышева Н. М., Получение сверхвысокого вакуума с помощью паромасляных диффузионных насосов, Известия АН СССР, серия физическая, 1966, т. 30, № 1.
135. Бутузов С. С., Коняев В. П., Масленников Е. А., Пустовойт Ю. М., Получение сверхвысокого вакуума на установке Огра-1, ЖТФ, 1966, т. 36, № 2.
136. Виноградов М. И., Рудницкий Е. М., Триодный магниторазрядный насос с охлаждаемыми электродами, ПТЭ, 1966, № 2.
137. Палатник Л. С., Структура и свойства конденсированных пленок, сб. «Структура и свойства металлических пленок», изд-во «Наукова Думка», Кисв, 1966.
138. Okamoto H. and Murakami Y., A new type of diffusion pump boiler for ultra-high vacuum use, Vacuum, 1967, v. 17, № 2.
139. Bell P. R., Moore E. C. and Wyrick A. J., Starting sputter-ion pumps and the outgassing of wet metal surfaces, Vacuum, 1967, v. 17, № 2.
140. Reichelt W., Probleme bei der Herstellung Dünner Schichten, Vakuumtechnik, 1966, № 1.
141. Lloyd P., Effect of evaporation pressure on the resistance of aluminium films, Brit. J. Appl. Phys., 1964, v. 15.
142. Steckelmacher W., English J., Bath H. H., Haynes D., Holden I. T., Holland L., Deposition and Monitoring Apparatus for Preparing Passive Micro-Circuits, SCP and Solid State Technology, 1965, v. 8, № 1.
143. Kazuo Yamagishi, Vacuum deposition by means of Electron Beam, First International Conference on Electron and Ion Beam, Science and Technology, Ed. by R. Bakish, London, 1965.
144. Weaver C., Structure and properties of dielectric films, Vacuum, 1965, v. 15, № 4.
145. Lucas T. E., Properties of high vacuum pumps, Vacuum, 1965, v. 15, № 5.
146. Mountvala A. J. and Abowitz G., Textural characteristics and electrical properties of vacuum evaporated silicon films, Vacuum, 1965, v. 15, № 7.
147. McCracken G. M., The performance of a high speed getter pump using a cooled titanium film, Vacuum, 1965, v. 15, № 9.
148. Integrated circuits; Design principles and Fabrication, Motorola, Inc., New York, McGraw-Hill, 1965.
149. Integrated circuits Engineering; Basic Technology, Integrated Circuit Engineering Corporation, Cambridge, Boston Technical Publishers, 1966.
150. Micro and Thin-Film Electronics; Readings, edited by Levine, S. N. New York, Holt, Rinehart and Winston, 1964.
151. William N. Huss, Advances in Sputtering Equipment Technology, SCP and Solid State Technology, 1965, v. 9, № 12.
152. Steinherz H. A. and Hablanian M. N., High Vacuum Systems for Thin Film Application, SCP and Solid State Technology, 1966, v. 9, № 12.
153. Maple T. G., Integrated Circuit Mask Fabrication, SCP and Solid State Technology, 1966, v. 9, № 8.
154. Tolmie E. D., The mass spectrographic analysis of a residual atmosphere above silicon 705 in a 6-inch pump, Vacuum, 1965, v. 15, № 10.
155. Sheraton W. A., Contamination in sputter ion pumped systems, Vacuum, 1965, v. 15, № 12.
156. Thornton C. G., New Trends in Microelectronics Fabrication Technology, SCP and Solid State Technology, 1966, v. 9, № 3.
157. Rozgonyi G. A., Polito W. I., Schwarz B., Ultra-high vacuum station for thin-film and residual gas analysis, studies, Vacuum, 1966, v. 16, № 3.
158. Holland L., Laurenson L., Fulker M. J., The Vacuum performance of a combined radial electric field pump and Penning pump, Vacuum, 1966, v. 16, № 12.
159. Douglas R. A., Zabritski J. and Herb R. G., Orbitron Vacuum Pump, R. S. I., 1965, v. 36, № 1.
160. Csernatony L., The properties of Viton «A» elastomers, pt. I, II, III and IV, Vacuum, 1966, v. 16, № 1, 3, 5, 8.
161. Marklund I., Danielson H., Residual gas analysis in a vacuum evaporator, Vacuum, 1966, v. 16, № 7.
162. Bance V. R., Craig R. D., Some characteristics of triode ion pumps, Vacuum, 1966, v. 16, № 12.
163. Davidse P. D., Theory and practice of RF sputtering, Vacuum, 1967, v. 17, № 3.
164. Seeman J. M., Bias sputtering: its techniques and applications, Vacuum, 1967, v. 17, № 3.
165. Michalk E. M., Low energy sputtering of resistive films, Vacuum, 1967, v. 17, № 6.
166. Hall J. H., Some applications of triode sputtering to integrated circuits, Vacuum, 1967, v. 17, &, № 5.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие . . . . .	3
<b>Глава первая. Получение и применение тонких пленок</b>	<b>7</b>
1-1. Термическое испарение в вакууме . . . . .	7
1-2. Обработка пленок с помощью электронных и ионных пучков и оптических квантовых генераторов	12
1-3. Катодное распыление . . . . .	20
1-4. Ионно-плазменное распыление . . . . .	23
1-5. Осаждение пленок из паровой и газовой фаз . . . . .	27
1-6. Тонкопленочные микросхемы . . . . .	32
1-7. Тонкие пленки в технике СВЧ, оптике и запоминающих устройствах . . . . .	73
<b>Глава вторая. Получение и измерение вакуума</b> . . . . .	<b>77</b>
2-1. Требования к вакууму и составу остаточной среды при напылении тонких пленок . . . . .	77
2-2. Откачные средства . . . . .	85
2-3. Приборы для измерения вакуума и парциальных давлений . . . . .	136
<b>Глава третья. Вакуумное напылительное оборудование</b>	<b>154</b>
3-1. Вакуумные конструкционные материалы . . . . .	154
3-2. Конструкционные элементы вакуумных напылительных установок . . . . .	170
3-3. Испарители . . . . .	214
3-4. Контроль скорости напыления и толщины тонких пленок . . . . .	243
3-5. Вакуумные напылительные установки и линии . . . . .	267
Литература . . . . .	304