

УДК 533.583.5

ИССЛЕДОВАНИЕ ТИТАНА В КАЧЕСТВЕ ГЕТТЕРА В ВАКУУМНЫХ КАМЕРАХ

Максим Алексеевич Рубцов

*Студент 1 курса магистратуры,
кафедра «Электронные технологии в машиностроении»
Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана*

*Научный руководитель: Ю.С. Боброва,
ассистент кафедры «Электронные технологии в машиностроении»*

В современном мире чистота вакуумных процессов является очень важным фактором при производстве высокотехнологичных приборов и их составляющих, таких как интегральные схемы, чипы и пр. Для получения оптимального давления применяют различные насосы, работа которых основана на разных принципах действия. Эффект от работы разных насосов не может быть идентичным, поэтому не всегда получается извлечь максимальную пользу от насоса, не смотря на его заявленные характеристики. Проблема заключается в том, что разные газы откачиваются по-разному. Целью откачки, как правило, является удаление воздуха из некоторого объёма (рабочей камеры), а воздух состоит из множества газов.

В вакууме работают с различными материалами и температурами. Целью таких процессов, как правило, является получение максимально чистых материалов в различных режимах, а материалы, в особенности металлы, даже при комнатной температуре взаимодействуют с окружающей средой.

Основной проблемой является то, что нагретые материалы в вакууме реагируют с оставшимся кислородом или азотом. Чтобы получить хороший вакуум, необходимо удалить воздух из камеры, если не применяются методы напуска инертных газов. Как известно, большая доля воздуха состоит из азота и кислорода. Поскольку доля этих газов в воздухе составляет примерно 99%⁽¹⁾, удаление их из камеры позволит улучшить вакуум на два порядка.

Для удаления азота и кислорода из камеры можно прибегнуть к химической реакции. В данном случае рассматривается титан в качестве такого материала, так как он реагирует с этими газами и образует нитрид и оксид, а эти материалы удалить намного проще, так как они имеют большую температуру плавления и испарения. Также часть этих материалов оседает на стенках камеры.

Помимо титана существуют и другие материалы с подобными характеристиками, которые называются геттерами, например, тантал, титан, барий, цирконий, ниобий, церий или различные составы: феррум-барий (феб), барий-алюминий-титан (бат), бериллат бария. Геттер – это газопоглотитель, вещество, поглощающее и прочно удерживающее газы (кроме инертных), связывая их за счёт хемосорбции.

В воздухе содержится 78,084% азота и 20,9476% кислорода. Оба элемента входят в состав воздуха в виде молекул, состоящих из двух атомов. Найдём количество молекул азота и кислорода, содержащихся в камере при давлении 10^{-5} Па, чтобы определить необходимое количество титана, которое нужно испарить для поглощения всех оставшихся молекул азота и кислорода. Расчёт ведётся с учётом того, что вакуумная камера объёмом 500 литров.

Выражаем число молей газа из уравнения Менделеева-Клапейрона:

$$pV = \frac{m}{\mu} RT \Rightarrow \frac{m}{\mu} = \frac{pV}{RT}$$

Таким образом, число молекул двухатомного газа, которое содержится в камере, равно:

$$n = \frac{pV\mu}{RT} N_A k$$

где k – доля газа в воздухе

Теперь, находим количество молекул азота, которое находится в камере при давлении 10^{-5} Па:

$$n_{N_2} = \frac{10^{-5} \cdot 0,5 \cdot 28}{8,31 \cdot 293} \cdot 6,022 \cdot 10^{23} \cdot 0,781 = 2,705 \cdot 10^{16} \text{ шт}$$

Аналогично находим количество молекул кислорода:

$$n_{O_2} = \frac{10^{-5} \cdot 0,5 \cdot 32}{8,31 \cdot 293} \cdot 6,022 \cdot 10^{23} \cdot 0,209 = 0,827 \cdot 10^{16} \text{ шт}$$

Таким образом, находим количество молекул титана, которое необходимо для реакции с азотом и кислородом, которые находятся в вакуумной камере при давлении 10^{-5} Па. Нужно столько молекул титана, сколько молекул газа необходимо поглотить:

$$n_{\Sigma} = n_{N_2} + n_{O_2} = 3,532 \cdot 10^{16}$$

Найдём массу титана, которую необходимо испарить в камере:

$$m = \frac{n_{\Sigma}}{N_A} M = 2,8 \cdot 10^{-6} \text{ г}$$

При мощности 10% электронного луча, происходит испарение титана со скоростью 2,566 мг/сек. Это означает, что теоретически достаточно менее одной секунды для того, чтобы испарить достаточное количество титана.

Однако на практике это невыполнимо, так как нужную мощность необходимо набрать, испаряемый материал должен прогреться и расплавиться. Во время разогрева также происходит небольшое испарение металла. После проведения испарения рекомендуется проводить постепенное охлаждение, чтобы не изменять структуру испаряемого материала. Ещё плавное охлаждение нужно для того, чтобы не навредить оснастке из-за резкого расширения или сжатия металла. В результате, полный процесс испарения титана в качестве геттера проходит в течение пяти минут.

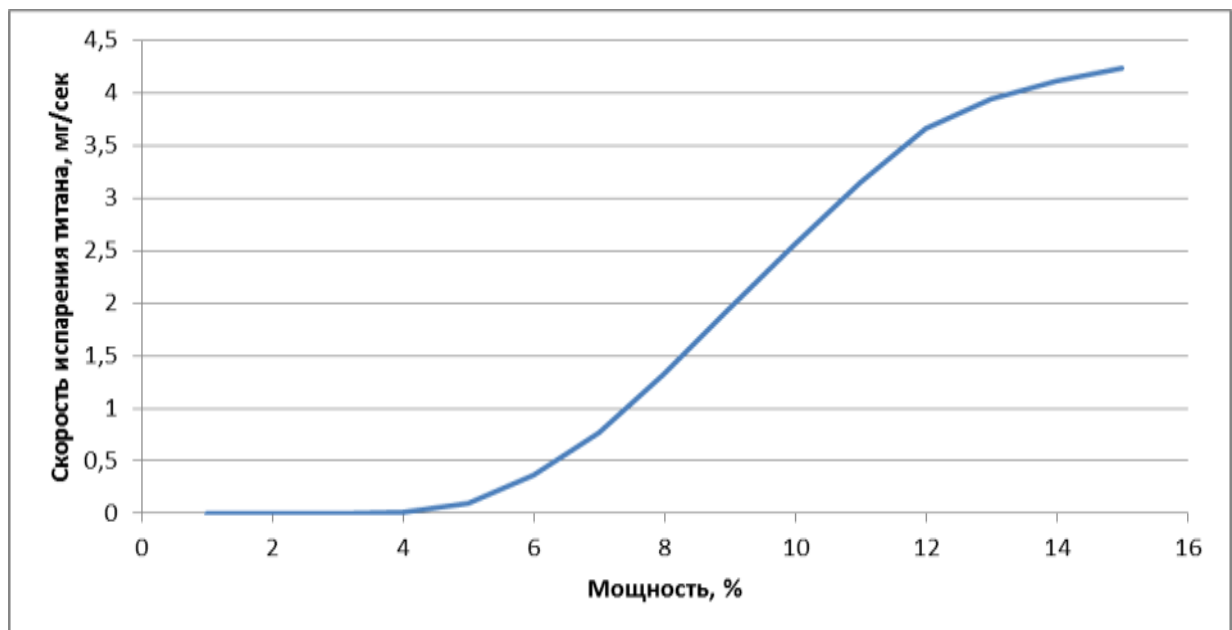


Рис. 1. График зависимости скорости испарения титана от мощности электронного луча

На графике представлены экспериментальные данные, показывающие зависимость скорости испарения титана от мощности электронного луча. Максимальная мощность испарителя – 1000 Вт, однако на установке все измерения мощности производятся в процентах. Оптимальной мощностью для испарения титана можно считать 10%, так как при этой мощности происходит стабильное испарение без капельной фазы. Если взять мощность ниже – то скорость будет заметно меньше, а если выше – то образуется капельная фаза, что приводит к

браку продукции. Для данного эксперимента не имеет значения, на какой мощности испарять титан, однако лучше использовать отработанные режимы.



Рис. 2. Установка электронно-лучевого нанесения тонких плёнок Temescal FC2000⁽²⁾

Для проверки гипотезы было проведено практическое исследование. Эксперимент проходил на установке электронно-лучевого нанесения тонких плёнок Temescal FC2000. Электронно-лучевые пушки широко используются для нанесения тонких плёнок в случаях, когда необходима высокая чистота процессов.

Сущность электронно-лучевого воздействия состоит в том, что кинетическая энергия электронного пучка (импульсного или непрерывного) превращается в зоне обработки в тепловую. Так как диапазоны мощности и концентрации энергии в луче велики, возможно получение всех видов термического воздействия на материал: нагрев его до заданных температур, плавление и испарение с высокими скоростями. Благодаря возможности концентрации тепловой энергии во всем диапазоне термического воздействия, необходимого для распыления практически любого материала и ведения процесса в вакууме, обеспечиваются чистота обрабатываемого материала, а также полная автоматизация оборудования. В простейшем случае электронный пучок направляется на испаряемый материал отвесно сверху или под косым углом к поверхности.⁽³⁾

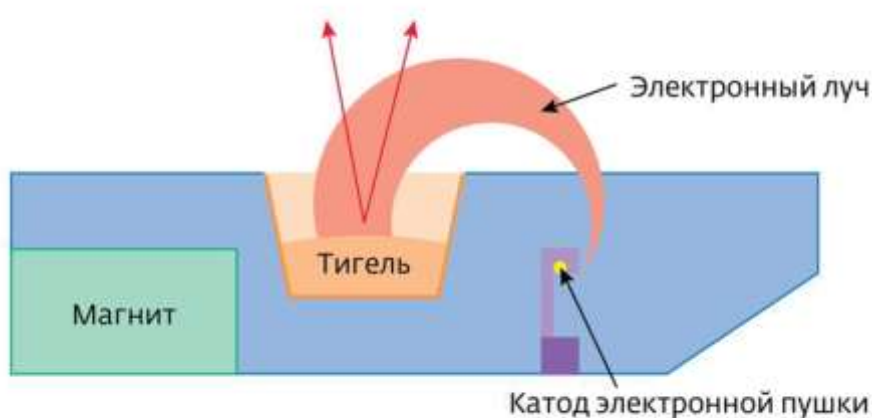


Рис. 3. Схема работы электронно-лучевого испарителя

Испаряемый материал затем попадает на пластину в виде тонкой плёнки (эффект падающего снега). Одним из главных критериев данной процедуры является чистота процесса (в данном случае – степень вакуума).



Рис. 4. Спиральный насос Edwards R-XDS35i

В установке электронного-лучевого нанесения тонких плёнок Temescal FC2000 используется спиральный насос Edwards R-XDS35i, для предварительной откачки, и криогенный насос СТИ СТ-8 On-Board cryopump, для получения предельного давления. Вакуумная камера имеет объём 500 литров. При стандартном использовании вакуумной системы, предельное давление составляет 10^{-5} Па. Теоретически, с помощью геттера это давление можно уменьшить до 10^{-7} Па. Для более точных измерений откачка проводилась без геттера, а также откачка с испарением титана, чтобы затем сравнить полученные результаты. Для измерения давления использовался комбинированный вакуумный датчик Pirani, расположенный сверху камеры, то есть на противоположной стороне от криогенного насоса, где давление, вероятно, ниже.



Рис. 5. Криогенный насос СТИ СТ-8 On-Board cryopump

Для чистоты эксперимента, откачка проводилась по времени. По результатам эксперимента можно заметить, что реальное давление в вакуумной камере без использования

титана в качестве геттера составило $3,2 \cdot 10^{-5}$ Па через 30 минут после начала откачки. В это время в первом случае ничего не предпринималось, и откачка продолжалась ещё 30 минут, после чего давление составило $1,7 \cdot 10^{-5}$ Па. Во втором случае, через 30 минут после начала откачки, начиналось испарение титана, после чего давление резко уменьшалось. Через 30 минут после испарения титана давление в камере составило $5,2 \cdot 10^{-7}$.

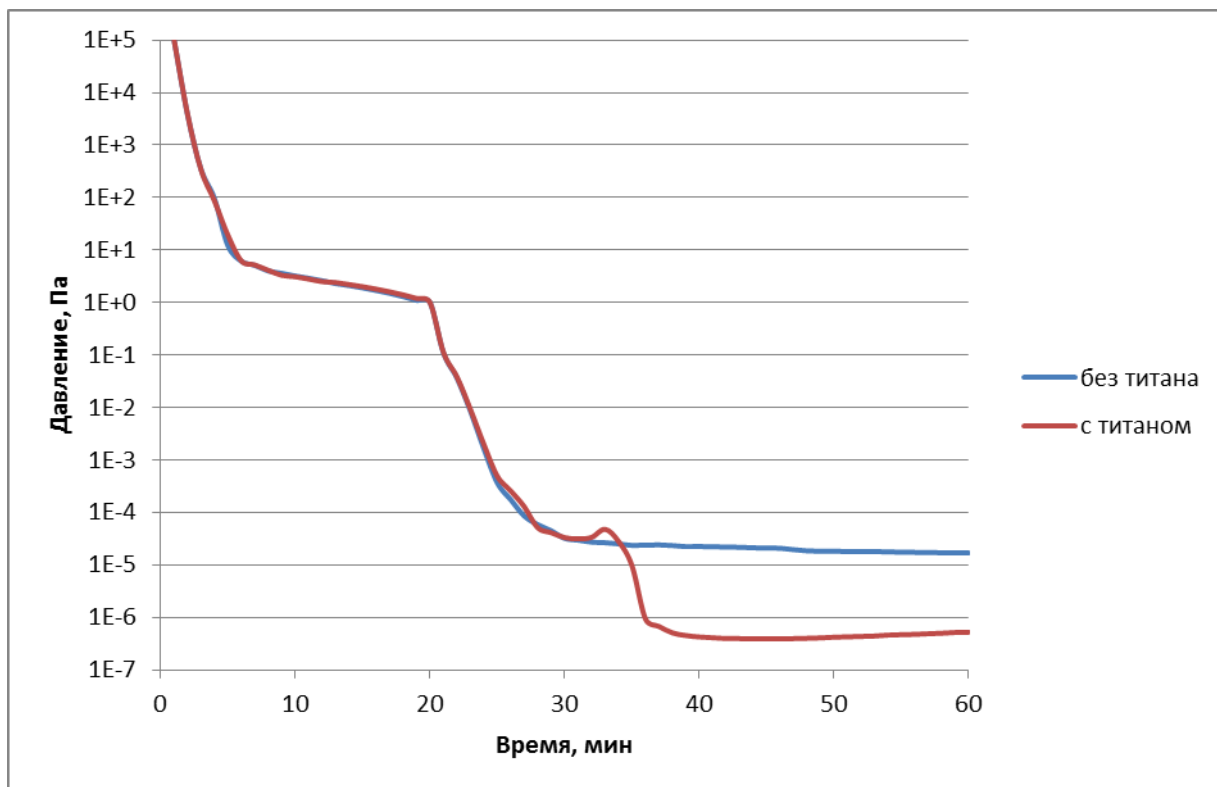


Рис. 6. График откачки с использованием титана в качестве геттера и без

Первые 5 минут идёт форвакуумная откачка с помощью спирального насоса. Затем закрывается клапан между камерой и форвакуумным насосом, и открывается затвор между камерой и криогенным насосом. Обратите внимание, что криогенный насос уже в охлаждённом рабочем состоянии со своевременно проведённой регенерацией. Вакуум резко начинает улучшаться. На тридцатой минуте эксперимента производилось испарение титана. На графике видно, что давление сначала немного повысилось, а затем резко уменьшилось. Повышение давления связано с появлением газообразного титана, а также из-за накопленных в металле газов и испарения оксидной плёнки. Процесс испарения титана длился всего 5 минут, а это значит, что наблюдения продолжались ещё 25 минут. Как видно по результатам, за 25 минут происходит натекание через резиновое уплотнение, и вакуум ухудшается в течение этого промежутка времени. Также это явление можно объяснить десорбцией или одновременным прохождением двух вышеупомянутых процессов.

В результате эксперимента давление удалось уменьшить с использованием титана в качестве геттера приблизительно в 33 раза, что является, естественно, положительным результатом, однако не подтверждает теорию на 100%. Вероятней всего, данный результат является причиной использования резинового уплотнения, которое обладает эффектом натекания. Основным недостатком резиновых уплотнений считают повышенное газовыделение и газопроницаемость по сравнению с другими уплотнениями, однако их используют за счёт своей простоты и практически неограниченного числа разборок и сборок.

Использовать титан в качестве геттера можно не только на установках электронно-лучевого испарения, но и на других видах оборудования. Также титан хорошо реагирует с водой, что позволяет его использовать в помещениях с большой влажностью воздуха.

Рекомендуется использовать титан в качестве геттера непосредственно перед процессом, для улучшения вакуума, однако если процесс продолжительный, можно испарять титан несколько раз на протяжении всего процесса. Также рекомендуется использовать металлические уплотнения для достижения более хороших результатов. Для ещё большего улучшения вакуума и скорости откачки, рекомендуется использовать продувку азотом перед процессом. Испаряемые материалы необходимо постоянно держать под вакуумом, а после их пополнения во время профилактических работ, необходимо производить отпыл, чтобы не допускать образования оксидных плёнок на поверхности.

Испарение таких материалов как молибден приводит к обратному эффекту, то есть к ухудшению вакуума. Рекомендуется использовать испарение геттера в том числе и между нанесением различных слоёв в одном процессе нанесения многослойных структур.

Литература

1. Статья «Воздух» на сайте «Википедия», [Электронный ресурс] URL: <https://ru.wikipedia.org/wiki/Воздух> (дата обращения 17.03.2016)
2. FACILITY AND INSTALLATION GUIDE FOR FC/BJD-2000 EVAPORATION SYSTEMS
3. *Иванов А.*, *Смирнов Б.* Статья «Электронно-лучевое напыление: технология и оборудование» [Электронный ресурс] URL: http://www.nanoindustry.su/files/article_pdf/3/article_3388_175.pdf (дата обращения 05.12.2015)