

## Технология металлизации CVD алмаза перед пайкой с металлической арматурой гиротрона

*К.С. Косарева, Р.А. Каракулов, Ю.В. Панфилов*  
Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2-я Бауманская д.5  
E-mail: [kira-kosareva@yandex.ru](mailto:kira-kosareva@yandex.ru)

*В статье описана разработка тонкопленочной структуры для металлизации CVD-алмаза перед пайкой с медными манжетами, обеспечивающей требуемую термоциклическую надежность спая. Рассмотрены возможные методы металлизации и предложена оптимальная технология нанесения. Представлен план оптимизации толщин слоев покрытия и выполнены эксперименты по металлизации образцов.*

*The technology of metallization of CVD diamond before soldering with metal reinforcement of gyrotron. K.S. Kosareva, R.A. Karakulov, Y.V. Panfilov. The article describes the development of thin film structure for metallization of CVD diamond before soldering with copper cuffs that ensures the desired thermal cycling reliability of the junction. The possible methods of plating and the optimum application technique are presented. The plan for optimization of the thickness of coating layers has been considered in this article, and experiments on the metallization of samples are performed.*

### Введение

Современные мощные гиротроны – генераторы СВЧ энергии – входят в состав установок управляемого термоядерного синтеза для возбуждения и накачки плазмы. Они способны генерировать СВЧ излучение мощностью 1-2 МВт с КПД на уровне 50% в диапазоне частот 110-170 ГГц с длительностью импульсов до тысячи секунд [1]. Производство этих приборов возможно при использовании в качестве выводных СВЧ окон дисков из искусственного поликристаллического CVD алмаза (рис. 1).

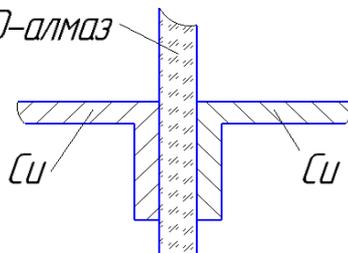


Рис. 1. Схематическое изображение сая алмазного CVD диска, медных манжет.

Однако существует проблема получения термоциклически надежного паяного соединения. Адгезионная и когезионная прочности покрытий должны обеспечивать получение вакуумно-плотных паяных соединений алмаза с металлическими манжетами с высокой термоциклической надёжностью в режиме 20 – 600 - 20 °С при давлении 10<sup>-5</sup> Па (количество выдерживаемых термоциклов не менее 20).

Цель данной работы - разработка и оптимизация тонкопленочной структуры для металлизации CVD алмаза перед пайкой с медными манжетами, обеспечивающей требуемую термоциклическую надёжность сая.

### Разработка металлизационной структуры

В данной работе начато решение частной задачи соединения алмазного диска узла вывода энергии гиротрона с металлической арматурой путём предварительной двухсторонней металлизации алмазного диска трёхслойной тонкопленочной структурой Ti-Cu-Ni кольцевой конфигурации ( $\Phi_{\text{вн}} = 86$  мм,  $\Phi_{\text{нар}} = 96$  мм) (рис. 2).

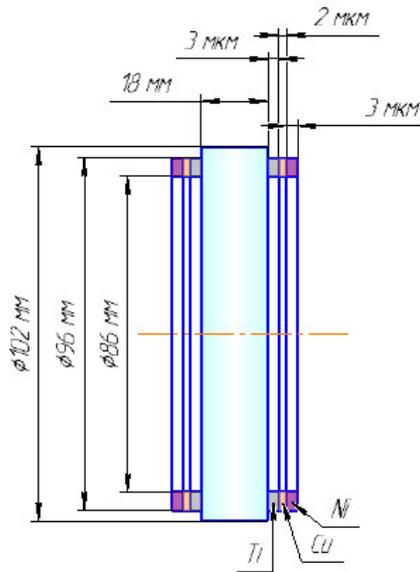


Рис. 2. Область металлизации алмазного диска.

Известно, что наилучшими адгезионными показателями обладает титан (Ti) – это первый слой металлизации. Так как манжеты под пайку медные, то целесообразно использовать припой с близким к меди коэффициентом термического расширения ПСР – 72. Температура пайки данным припоем составляет 860 °С. Наиболее прочные и герметичные соединения при данных температурах образуются между никелем и медно-серебряной эвтектикой (ПСР - 72), т. е. никель (Ni) – заключительный слой металлизации. Для образования монолитной структуры без резких границ целесообразно применить в качестве второго слоя медь (Cu), так как при температуре порядка 860 °С образуется эвтектическое соединение Ti-Cu, а на границе медь-никель твёрдый раствор CuNi. Таким образом, трёхслойная структура металлизации имеет вид Ti-Cu-Ni, считая от поверхности диэлектрика.

Температура эвтектического взаимодействия титана с углеродом приблизительно равна 920 град (при процентном количестве углерода от 2% до 35%). В то же время температура образования эвтектики Ti-Cu (при содержании титана от 8% до 98%) изменяется от 800 град. до 1000 град. Поэтому при выборе режима термообработки важно учитывать, чтобы титан взаимодействовал и с углеродом, и с медью. Таким образом, назначенная температура отжига должна быть 850 град. при выдержке 30 мин. В качестве среды используется аргон с целью избегания окисления титана. При термообработке на границе между медью и никелем протекают активные диффузионные процессы. Таким образом, была спроектирована трехслойная металлизационная структура Ti-Cu-Ni с указанными выше режимами термообработки.

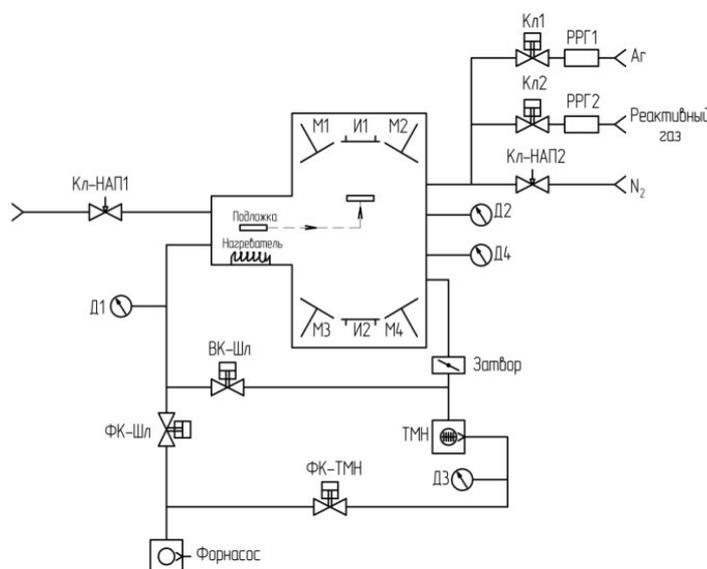
### Технология нанесения покрытия

Для решения задачи металлизации алмаза тонкоплёночной структурой Ti-Cu-Ni требуется проанализировать наиболее распространённые методы нанесения таких покрытий, провести их сравнение. После этого необходимо определиться с типом оборудования, на котором возможно реализовать требуемый техпроцесс. В качестве возможных методов нанесения были рассмотрены метод магнетронного осаждения, вакуумно-дугового осаждения и термического испарения. Последний метод подходит для нанесения слоев Cu и Ni, однако невозможен для нанесения Ti. Преимуществом дугового метода является высокая скорость осаждения, однако пленка при этом получается менее чистая и однородная, что исключается при магнетронном методе. Несмотря на его более низкую скорость, именно этот метод был выбран для проведения операции металлизации, так как качество пленки является решающим фактором.

Для исключения образования оксида титана на границе слоёв Ti-Cu решено использовать установку с двумя магнетронами и источником ионов. Такое оборудование имеется в НИИТМ г. Зеленоград, а именно, установка «МВУ ТМ Магна Ш-01», фото и вакуумная схема которой представлены на рис. 3, 4.



*Рис. 3. Фото установки «МВУ ТМ Магна Ш-01».*



*Рис. 4. Вакуумная схема установки «МВУ ТМ Магна Ш-01».*

Для нанесения покрытия используются только технологические источники М1, И1, М2. В первую очередь проводится ионная очистка диска (таблица 1), далее последовательно осаждаются слои титана и меди (таблица 1). После разгерметизации камеры мишень одного из магнетронов заменяется на никелевую, и реализуется техпроцесс нанесения заключительного слоя металлизации (таблица 2) с предварительной ионной очисткой медного слоя.

Таблица 1 – Параметры ионной очистки

Показания РРГ (Ar), л/час	0,6
Рабочее давление, Па	$2,7 \cdot 10^{-1}$
Сила тока, мА	60
Напряжение, кВ	1,5

Таблица 2 – Параметры нанесения титана, меди, никеля

Параметр	Материал		
	Титан	Медь	Никель
Показания РРГ (Аг), л/час	1,0	1,0	1,0
Рабочее давление, Па	0,59	0,57	0,58
Мощность, кВт	1,5	1,0	1,0
Напряжение, В	308	370	435

### Оптимизация тонкопленочной структуры

На данном этапе работы эксперименты проводятся для выбранных толщин 3, 2, 3 мкм для материалов Ti, Cu, Ni соответственно. Однако предложена модель оптимизации толщин каждого из покрытий методом ПФЭ по критерию максимальной адгезии, так как данный параметр является одним из наиболее значимых. Предполагается, что модель имеет вид полинома первого порядка, поэтому необходимое количество экспериментов  $N = u^k = 2^3 = 8$ , где  $u = 2$  - число уровней каждого фактора (должно быть на 1 больше порядка полинома),  $k = 3$  - число исследуемых факторов.

Была разработана и сконструирована оснастка для проведения данного ряда экспериментов по металлизации и последующих измерений адгезионной прочности.

В качестве диапазона варьирования толщин были выбраны значения 200 нм - 1000 нм каждого слоя на основании существующих разработок по данной тематике [2], при этом, если тенденция увеличения адгезии будет приближаться к границе одного из диапазонов, то эта граница будет сдвинута в соответствующую сторону, а ПФЭ проведён заново.

Измерение адгезионной прочности планируется проводить методом «отрыва» с помощью прибора «Elcometer 106». Данный метод основан на измерении минимального разрывного напряжения, необходимого для отделения или разрыва покрытия в направлении, перпендикулярном поверхности с нанесенным материалом. Испытания проводят на трех образцах для каждого покрытия во избежание погрешностей измерения и случайных погрешностей [3].

### Выводы и заключение

В рамках данной работы была поставлена проблема получения термоциклически надежного спая алмазного CVD диска с металлической арматурой, предложена многослойная тонкопленочная структура Ti-Cu-Ni для операции предварительной металлизации диска. Рассмотрены возможные методы металлизации, выбран оптимальный – метод магнетронного осаждения – и предложено оборудование и режимы металлизации и дальнейшего отжига для достижения заявленной цели. Предложен план оптимизации толщин каждого из покрытий по критерию максимальной адгезии.

На данный момент проведены все эксперименты по металлизации керамического (22ХС) диска (по причине высокой стоимости алмазного CVD диска предварительные эксперименты по отработке технологии и оптимизации толщин решено проводить на керамическом диске, так как свойства данного материала довольно близки к свойствам алмаза), а также операция по отжигу (рис. 3).



Рис. 3. Диск после отжига.

В дальнейшем планируется проводить измерения адгезии и выявление функциональной зависимости адгезионной прочности от толщин каждого слоя для дальнейшей оптимизации металлизационной структуры.

#### Литература

1. Мясников В. Е. Развитие сверхмощных длинноимпульсных и непрерывных гиротронов в диапазоне 110...170 ГГц / В. Е. Мясников и др. // Радиотехника. – 2000. - №2 – с. 67.
2. Патент РФ 2005135030/09. *Способ изготовления окна вывода энергии СВЧ* / Ляпин Л.В., Сытилин С.Н., Павлова М.А.; Заявл. 11.11.2005. Оpubл. 11.11.205. Бюл. № 15.
3. «Снипов.нет» [Электронный ресурс]: ВРД 39-1.10-030-2001. Методика определения качества полимерных адгезионных внутренних покрытий после воздействия коррозионно-агрессивных сред методом автоклавного испытания – Режим доступа: [http://snipov.net/database/c\\_4294956053\\_doc\\_4293799494.html](http://snipov.net/database/c_4294956053_doc_4293799494.html) , свободный (дата обращения: 02.12.2016).

## **Классификация характеристик методов и средств испытаний на герметичность**

**С.А. Бушин**

*Москва, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова», ул. Суцневская, д. 22. E-mail:vnii4@vniia.ru*

*В данной работе на основе ГОСТ Р 51780-2001 предпринята попытка провести теоретические исследования в выявлении эффективных путей по классификации основных характеристик методов и средств испытаний на герметичность при их выборе с использованием элементов математической статистики, прибегнув к таким понятиям как кластерный и дискриминантный анализ, на основе непараметрических критериев проверки статистически значимых различий.*

***Classification of methods features and leakage testing devices. S.A.Booshin. A theoretical attempt is made to classify the main methods features and leakage testing devices by mathematic statistics elements.***

Вопросы выбора методов и средств контроля герметичности с использованием определенных критериев и способов для формирования оптимального алгоритма для решения прикладной задачи: обеспечения проведения контроля герметичности в конкретных условиях, например, для промышленного применения и/или лабораторно-исследовательских целей являлись всегда актуальными при принятии сбалансированного решения испытателем, что нередко сопряжено со значительными не только временными, но и материальными затратами. Для координации предпринимаемых шагов в этом направлении целесообразно обращаться к стандартам и руководящим материалам, содержащим соответствующие перечни характеристик методов и средств, анализируемых при формировании некоторой упорядоченности действий при решении подобных задач. Одним из таких руководящих документов является ГОСТ Р 51780-2001 (далее - ГОСТ) [1].

Прежде чем проводить какой-либо анализ необходимо четко сформулировать задачи точно также, как и с планированием эксперимента, поскольку достаточно хорошо подготовленный эксперимент содержит значительно меньше непродуманных действий.

Лаконично следуя по пунктам содержания вышеобозначенного ГОСТа, первым номером в процедуре выбора значится составление перечня обязательных и дополнительных требований, сформированного с учетом приоритетов. Номером два в данной процедуре