

Модульная вакуумно-термическая установка

О.В. Огнев, С.П. Бычков

Москва, МГТУ им. Н.Э.Баумана, 2-я Бауманская ул., д.5, стр.1

*E-mail: ognevoleg22@gmail.com; bychkov@bmstu.ru**

Описаны конструктивные особенности модульной вакуумно-термической установки, созданной в рамках сотрудничества кафедры МТ-11 МГТУ им. Н.Э. Баумана и НПО «Спецэлектромеханика» (г. Брянск). Рассмотрены процессы формирования структур и покрытий, которые могут быть получены в установках такого типа при разных рабочих температурах с использованием различных смесей исходных газов.

Modular vacuum thermal equipment. O.V. Ognev, S.P. Bychkov. The article describes the design features of the modular vacuum thermal equipment, created in the cooperation of the МТ-11 Department of Bauman Moscow State Technical University and the company "Spetsselektromekhanika" (Bryansk). The processes of formation of structures and coatings that can be obtained in this type of equipment at different operating temperatures using different mixtures of initial gases are considered.

В рамках сотрудничества кафедры МТ-11 «Электронные технологии в машиностроении» МГТУ им. Н.Э. Баумана и НПО «Спецэлектромеханика» (г. Брянск) была спроектирована и изготовлена малогабаритная модульная вакуумно-термическая установка (МВТУ) с микропроцессорной САУ [1], которая состоит из вакуумного поста, рабочего стола с рабочей камерой и стойки управления. Вакуумный пост размещается на каркасе с регулируемыи опорами. Рабочий стол вакуумного поста каркасного типа из стандартных стальных профилей. Рабочая камера вакуумного поста разработана на основе унифицированных элементов по стандартам CF или ISO с линейкой размеров 100, 160, 200, 250 мм в соответствии со значениями условно-проходных диаметров.

Технические особенности конструкции определяются модульным принципом ее формирования.

Установка включает в себя шесть основных функциональных контуров:

1. Герметичная рабочая камера с несколькими стыковочными рабочими фланцами, обеспечивающими возможности создания смотрового окна, подачи в объем питающего напряжения (например, для нагревателей), стыковки вводов движения посредством использования соответствующих фланцев (соответственно, с окном, токовводами или вводами движения в вакуум) и т.п.

2. Вакуумная система, включающая в себя форвакуумный насос, трубопровод, систему клапанов и ловушек и средств измерения вакуума. Опционально может быть поставлена двухступенчатая высоковакуумная система откачки под требования заказчика.

3. Система напуска газа, состоящая из баллона с газом, редуктора, трубопровода, системы клапанов, регулятора и/или датчика расхода газа.

Для утилизации отработанных газов при необходимости должна быть предусмотрена отдельная установка скруббера.

4. Привод для реализации (при необходимости) требуемого вращения или перемещения заготовки или иного заданного элемента конструкции.

5. Нагревательная система, включающая в себя нагревательный модуль с соответствующим стыковочным фланцем для присоединения к рабочей камере, систему водяного охлаждения (навесную или встроенную в рабочую камеру) и навесную систему теплоизоляции рабочей камеры, формируемую в виде комбинации футеровки и экранной теплоизоляции.

6. Система датчиков для контроля и управления параметрами режимов: датчик для контроля давления в рабочей камере, датчик расхода газа, датчики положения или датчики скорости или другие датчики для контроля работы приводов, датчики контроля температуры в формируемых температурных зонах.

САУ установки строится на основе универсального программируемого модуля, обеспечивающего возможность его простой настройки под сформированную модульную конфигурацию установки посредством выбора из библиотеки соответствующего набора подпрограмм и представляет собой «продукт в коробочном исполнении», стыкуемый с разъемами на установке через коннекторы и включающий в себя необходимую элементную базу (контроллер, модуль ввода-вывода сигналов, требуемые преобразователи сигналов, экран оператора и др.) и программную прошивку контроллера. Экран оператора обеспечивает визуализацию реализуемых режимов (откачки, напуска газа, нагрева), индикацию сигналов с датчиков (давления, расхода, перемещения, скорости, температуры), цветовую индикацию различных этапов технологического процесса (выключено/включено, выход на режим, выдержка, подготовка к выключению, аварийные ситуации).

Технические характеристики установки:

Температура в различных зонах, °С.....	до 250; 400; 800; 1200
Мощность нагревательной системы, кВт.....	0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0
Предельное давление в рабочей камере, Па	0,1
Тип вакуума.....	безмасляный
Время откачки рабочей камеры до давления 1 Па, мин, не более.....	5
Давление рабочего газа, Па	10...100
Диаметр условного прохода рабочей камеры, мм	100, 160, 200, 250
Питание установки – переменный ток, В/Гц	220/50
Максимальная потребляемая мощность установки, кВт, не более	10
Система охлаждения установки:	
температура, °С	15...18
поток жидкости (при давлении не менее 2 атм), л/мин, не менее	20
Общая масса установки, кг, не более	1000
Габаритные размеры, мм, не более	1200x800x1600

На рис. 1 представлена комплексная принципиальная схема установки. Установка имеет вакуумную систему, систему подачи газа, систему нагрева и охлаждения.

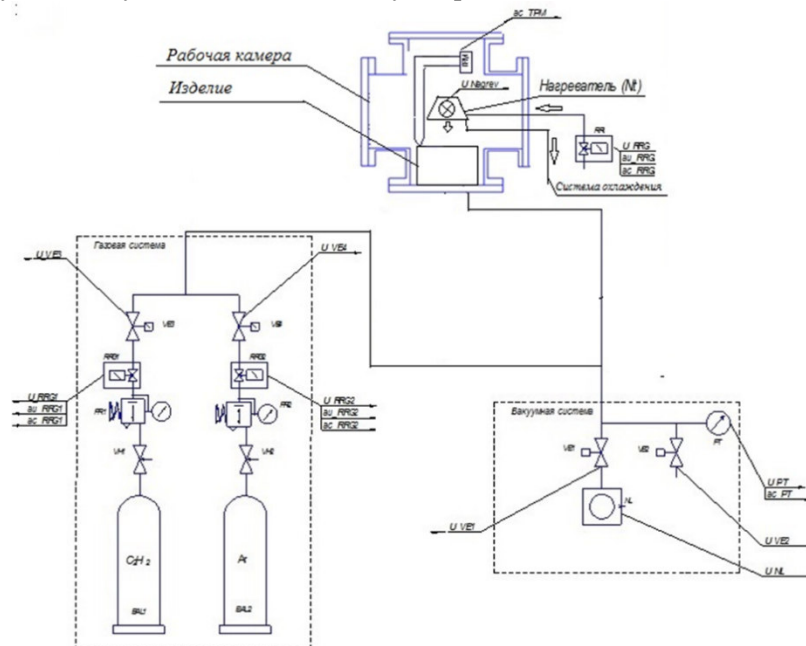


Рис. 1. Комплексная принципиальная схема MBTV.

Конструкторская документация на установку была разработана в среде Autodesk Inventor 2017. Конструкция состоит как из стандартизованных изделий, так и из оригинальных деталей. 3D модель установки представлена на рис. 2.



Рис. 2. 3D модель установки.

Данная установка позволяет получать тонкопленочные покрытия методом химического осаждения из газовой фазы (chemical vapor deposition). ХОГФ (CVD) – группа процессов, которая обязательно включает гетерогенные химические реакции газообразных (или плазмообразных) веществ на поверхности твердого вещества с образованием однофазного или композитного твердого продукта, химический состав которого существенно отличается от исходного состава газопаровой среды вследствие ее разложения.

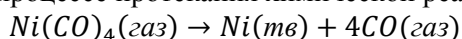
Для активации химических реакций в зоне образования целевого продукта к реакционной системе подводят энергию. В зависимости от способа подвода энергии к реакционной зоне реактора (или его отдельных элементов, в том числе к подложке) различают три типа ХОГФ: термоактивируемое химическое осаждение (CVD), плазмохимическое осаждение (PECVD), фотохимическое осаждение (PACVD).

На представленной установке реализуется метод получения тонких пленок методом термоактивируемого химического осаждения, который представляет собой модифицированный метод испарения-конденсации. реакции протекают при атмосферном (APCVD), пониженном (LPCVD) или сверхнизком (UHVCVD) давлении.

В качестве испарителя используют реактор, в котором разлагается исходное вещество, поступающее зачастую в потоке с несущим инертным газом. Полученный непрерывный поток кластеров попадает из реактора в рабочую камеру и конденсируется. Для успешного проведения процесса пиролиза обеспечивают в рабочей камере низкое давление (1–50 Па), используют малую концентрацию прекурсора в инертном газе, быстрое охлаждение газового потока при выходе из реактора в рабочую камеру.

Получение тонкопленочных покрытий осуществляется при различных температурных режимах:

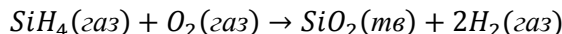
1. Низкотемпературное (180-200°C) разложение тетракарбонилникеля для получения пленок никеля происходит в процессе протекания химической реакции



и представляет собой метод получения никеля высокой степени чистоты (до 99,99%). Таким способом блестящее зеркало никелевого покрытия может быть нанесено на предмет

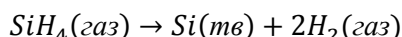
любого профиля, как на металлический, так и на непроводник электрического тока (стекло, фарфор, керамику).

2. Осаждение пленок диоксида путем окисления силана смесью озон-кислород требует температуры 400–450°C в условиях атмосферного и субатмосферного (540 торр) давления реагентов



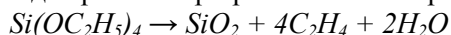
Такие пленки используются как защитные поверх алюминиевой металлизации, в качестве межслойной изоляции между двумя уровнями металлизации, для пассивации поверхности готовых приборов. Недостатком метода является плохая воспроизводимость ступенчатого рельефа.

3. Пиролиз силана при 600-650°C для получения поликристаллических или аморфных пленок кремния проводится при пониженном давлении (LPCVD – метод) при нагревании в бескислородной среде:



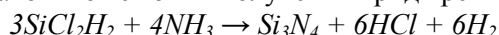
При температуре 600-650°C и давлении от 25 до 150 Па скорость осаждения составляет 10-20 нм/мин, процесс проводят с подачей чистого силана или в растворе силана в 70-80% азоте.

4. Для получения диоксида кремния при разложении тетразоксисилана (ТЭОС)

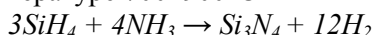


требуется температура 650–750°C. Исходное вещество в установке испаряется из жидкого источника при пониженном давлении. Эти покрытия применяются при изоляции поликремниевых затворов или резисторов, обладают высокой однородностью, хорошими диэлектрическими свойствами, воспроизводимостью рельефа структур. При такой высокой температуре процесса невозможно его использование для структур с алюминиевой металлизацией. Побочные продукты разложения образуют сложную смесь летучих веществ и откачиваются в процессе осаждения.

5. При пониженном давлении и температуре 700–800°C осаждением из парогазовой смеси дихлорсилана с аммиаком может быть получен нитрид кремния

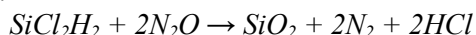


6. Нитрид кремния может быть получен осаждением за счет реакции силана с аммиаком при атмосферном давлении и температуре 700–900°C



Пленки нитрида кремния, полученные при химическом осаждении, представляют собой аморфный диэлектрик, содержащий около 8% водорода. Характеристики пленок сильно зависят от температуры осаждения и соотношения концентраций реагентов. В частности, понижение концентрации аммиака по отношению к силану или дихлорсилану приводит к увеличению концентрации кремния в пленках и ухудшает их диэлектрические характеристики.

7. При температуре 900°C проводится процесс получения пленок диоксида кремния при использовании дихлорсилана



Данный процесс используется для формирования изоляции на поликремнии при отсутствии металлических элементов.

8/. Восстановление $SiCl_4$ на монокристаллической кремниевой подложке для получения эпитаксиальных пленок Si при температуре 1100-1200°C. Примерная схема протекания процесса представлена на рис. 3.

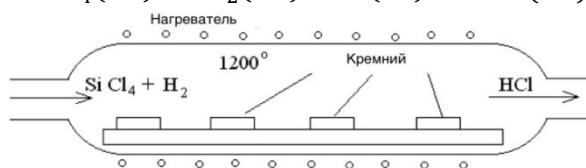
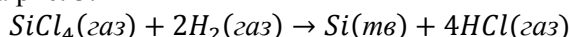


Рис. 3. Схема протекания процесса выращивания эпитаксиальных пленок кремния.

9. Термическое разложение углеводородов при температуре 1200-1300°C позволяет осуществлять формирование на подложке алмазоподобных углеродных структур.

К настоящему времени наиболее изучен процесс формирования алмазных структур при взаимодействии фрагментов типа CH_3 и атомов H [2]. При этом молярные соотношения компонент газовой смеси определяют не только скорость процесса осаждения, но и структуру получившейся углеродной пленки. П. Бахманн предложил так называемую диаграмму, позволяющую определить тип углеродного материала, из которого состоит пленка, при различных соотношениях элементов газовой смеси (рис. 4) [3].

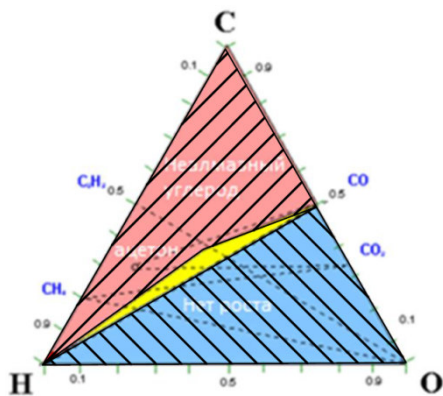


Рис. 4. C-O-H диаграмма. Голубая область – область отсутствия роста, розовая – область роста неалмазного углерода, желтая нештрихованная – область роста алмазного углерода.

Каждая точка треугольника соответствует определенным долям углерода, кислорода и водорода в газовой смеси, определяемым расстояниями до соответствующих вершин. Диаграмма делится на три области: зона роста неалмазного углерода, зона роста алмазоподобного углерода и зона отсутствия роста. Изменяя концентрационные соотношения между компонентами газовой фазы, можно получать пленки, состоящие из различных форм углерода.

Таким образом, возможность модульного конфигурирования установки позволяет осуществлять изменение исследуемого процесса посредством подбора требуемого сочетания функциональных модулей и изменения алгоритма управления путем достаточно простой перенастройки САУ, что делает возможным проведение различных экспериментов в рамках как вышеуказанного перечня физико-химических превращений, так и других подобных процессов.

Литература

1. С.П.Бычков, Л.Л.Колесник, Ю.В.Панфилов, Ю.М. Сарапулов, М.С. Сиротский. Перспективы совместной разработки вакуумного оборудования МГТУ им. Н.Э. Баумана и АО НПО «Спецэлектромеханика». В кн.: Вакуумтехэкспо-2018: материалы 13-ой международной выставки вакуумного оборудования. Москва, 2018.
2. Schwaederle L et al. Plasma Proces. Polymers 12 764 (2015).
3. Bachmann, P.K., ed. General aspects of CVD growth of diamond. Properties and Growth of Diamond, ed. D. Gordon. 1994: London, UK. p.349-353.