

УДК.621.384.8.

МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ГАЗОДИНАМИЧЕСКИХ
ПРОЦЕССОВ ИСПАРЕНИЯ ТИТАНА, АЛЮМИНИЯ И МОНООКСИДА КРЕМНИЯ

В.А.Каплин, В.В.Коняшкин, Б.С.Потапов

Характерная область применения масс-спектрометров динамического типа - газовый анализ состава "атмосферы" в рабочей камере вакуумной технологической установки. Актуальным, но наименее изученным является вопрос контроля потоков испаряемых веществ с целью изучения динамики процесса напыления и определения состава пара у подложки.

В данной работе представлены результаты масс-спектрометрического анализа, полученные при контролируемом с помощью радиочастотного масс-спектрометра (РМС) [1] испарении титана, алюминия и монооксида кремния. Отличительной особенностью эксперимента являлось то, что ионный источник РМС помещался непосредственно в поток испаряемого вещества. РМС работал в режиме динамической регистрации. Диапазон регистрируемых масс 10 ± 64 а.е.м. Время развертки $T_p = 30$ сек.

Вакуумная камера из нержавеющей стали объемом $V = 35$ дм³ откачивалась паромасляным насосом без азотной ловушки до давления $2 \pm 4 \cdot 10^{-6}$ тор. Испарение монооксида кремния велось из термостатированного испарителя с трубчатой танталовой нагревательной спиралью, в который помещался молибденовый тигель. Вес порошкообразной загрузки равнялся 6 г. Температура испарителя составляла $1200^\circ \pm 1350^\circ \text{C}$. Расстояние от испарителя до ионного источника

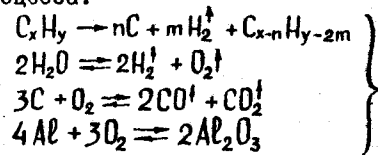
РМС равнялось 7 см. Эксперименты проводились как с предварительно обезгаженным в вакууме (900°C, 2 часа), так и с неотожженным порошком монооксида кремния.

Для испарения титана использовалась вольфрамовая лодочка (площадь активной поверхности $S_A = 10 \text{ см}^2$), на которую помещалась навеска иодида титана весом 0,5 г. Ток через испаритель поддерживался постоянным и равным 180 а, что соответствовало температуре испарителя порядка 1700°+1800°C. Расстояние от испарителя до ионного источника РМС равнялось 15 см.

Алюминий марки АВ 000 (навеска 0,3+0,4 г) испарялся из вольфрамовой спирали ($S_A = 12 \text{ см}^2$). Температура испарителя составляла 1250°+1350°C, при токе через него 100+110 а.

Результаты экспериментов представлены на рис. 1-3 и сводятся к следующему.

1. При испарении титана и алюминия характерным является рост интенсивности пиков с массовыми числами 12(C⁺), 15(CH₃⁺), 16(CH₄⁺, O⁺), 28(CO⁺), 44(CO₂⁺). Это может быть объяснено в эксперименте с титаном процессами крекинга углеводородов на нагретых поверхностях испарительной камеры и образованием окиси и двуокиси углерода в присутствии паров воды. При испарении алюминия эти процессы идут значительно интенсивнее, что, по-видимому, объясняется катализирующим действием пленки Al_2O_3 [2], всегда присутствующей на поверхности расплава. Возможная схема процесса:



Катализатор Al_2O_3
Температура испарителя
1250°+1350°C

Увеличение общего давления в камере, обычно наблюдаемое при напылении алюминия в установках с масляной откачкой, объясняется в [3] газоотделением с испарителя и стенок камеры. Однако масс-спектрометрический анализ позволяет предположить, что это увеличение происходит, главным образом, вследствие физико-химических процессов каталитического характера, приводящих к образованию значительных концентраций CO и CO₂.

Следует отметить, что регистрация алюминия и его окиси (массовые числа, соответственно, 27 и 43 а.е.м.) затруднена фоновыми пиками C₂H₃⁺ и C₃H₇⁺.

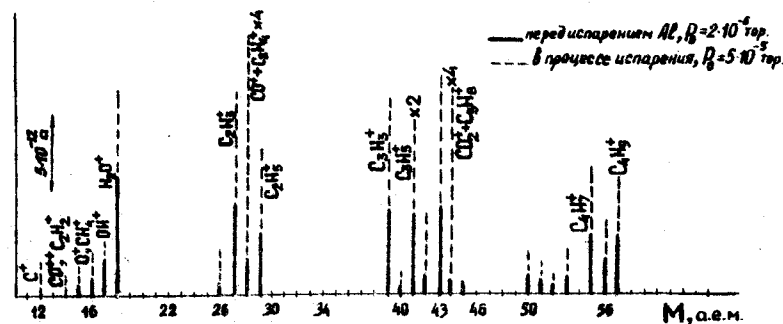


Рис. 1. Масс-спектр атмосферы в области подложки при испарении алюминия.

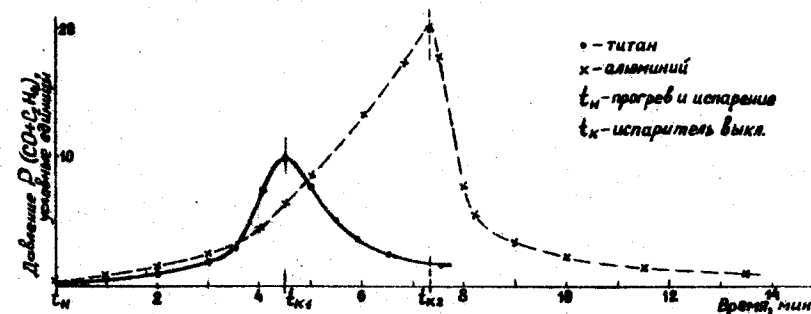


Рис. 2. Изменение парциального давления окиси углерода в области подложки в процессе испарения:
а) алюминия, б) титана.

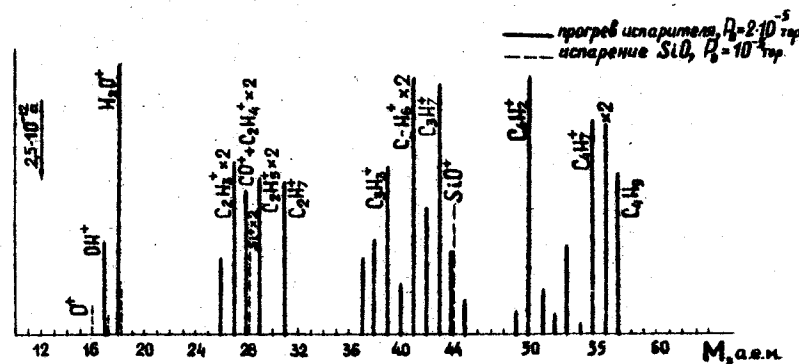


Рис. 3. Масс-спектр атмосферы в области подложки при испарении монооксида кремния (неотожженной).

2. При нагреве порошка монооксида кремния происходит поверхностная и объёмная десорбция паров воды, значительная в случае неотожженного SiO , что само по себе является хорошо известным фактом. Интегральное давление растёт до $2 \cdot 10^{-5}$ тор. В процессе же испарения имеет место интенсивная откачка паров масла и воды (рис.3). Интегральное давление в камере улучшается до исходного $2 \cdot 10^{-6}$ тор.

Отношение Si/SiO является функцией температуры испарителя и состояния материала и принимает значения от 1 до $4 + 8$ для обезгаженного и неотожженного SiO , соответственно.

3. Геттерные свойства монооксида кремния по отношению к парам масла и воды лучше, чем у титана. Откачивающее действие паров монооксида может быть использовано в качестве технологического приёма для улучшения состава атмосферы в вакуумной камере.

4. Отмечено существенное различие в показаниях ионизационного манометра ЛМ-2 и РМС. Так, в случае испарения монооксида кремния давление в области ионного источника составляет $5 \cdot 10^{-7}$ тор, а интегральное давление в камере, измеряемое ЛМ-2, равно $2 + 4 \cdot 10^{-6}$ тор. Для алюминия картина обратная. Давление, фиксируемое РМС, порядка $2 + 5 \cdot 10^{-4}$ тор, ЛМ-2 показывает $5 \cdot 10^{-5}$ тор. Причиной является активное взаимодействие осажденных плёнок и потоков испаряемых материалов с остаточной атмосферой.

Л и т е р а т у р а

1. В.А.Каплин, В.В.Ольшанецкая, А.И.Трубецкой. Радиочастотный масс-спектрометр для контроля технологии напыления тонких плёнок. Труды I-ой Всесоюзной конференции по Вычислительным системам. Вып.6. Автоматизация физико-технологических исследований. Новосибирск, Изд-во "Наука" СО, 1968.
2. Ф.Ф.Волькенштейн. Электронная теория катализа на полупроводниках. Физматгиз, 1960.
3. Р.П.Мадден. Изготовление и исследование отражающих покрытий для вакуумного ультрафиолетового излучения. Сборник "Физика тонких плёнок". Т.1. Москва, "Мир", 1967, с. 171.

Поступила в редакцию
5.У1.1968 г.