

## РАДИОЧАСТОТНЫЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ КОНТРОЛЯ ТЕХНОЛОГИИ НАПЫЛЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК

*В.А. Каплин, В.В.Ольшанецкая, А.И. Трубецкой*  
(Новосибирск)

Получение качественных и воспроизводимых тонких пленок таллов, диэлектриков, полупроводников, получение микросхем большой плотностью элементов представляется возможным в едином полностью автоматизированном технологическом цикле в условиях сверхвысокого вакуума. На стадии исследования и отработки технологии крайне важно обеспечить всесторонний контроль и стабилизацию основных параметров процесса, в конечном счете определяющих электрофизические характеристики пленок.

В настоящее время для решения некоторых задач в области контроля и автоматизации пленочной технологии успешное применение находят масс-спектральные методы анализа состава вещества. В Институте математики СО АН СССР разработан радиочастотный масс-спектрометр (РМС), который может быть применен в пленочной технологии для решения следующих задач:

1. Контроль изменений состава остаточных газов в процессе напыления.
2. Контроль состава потока конденсата с испарителя.
3. Регулирование парциальных давлений смеси газов в рабочей камере.

Прибор имеет следующие основные характеристики:

Диапазон измерений по массовым числам:  $2 + 4$  и  $12 + 64$   
а.е.м.

Разрешающая способность по основанию пиков  $\sim 35$ .

Диапазон давлений  $10^{-4} + 10^{-7}$  мм рт.ст.

Чувствительность<sup>х)</sup>  $\sim 0,3\%$ .

Быстродействие (скорость анализа) 10 пик/сек.

Суммарная нестабильность парциального тока<sup>хх)</sup>  $\pm 5\%$ .

Потребляемая мощность 65 Вт.

Аналитической частью РМС является датчик (рис. 1) — четырехступенчатый 11,8,5 цикловый радиочастотный масс-анализатор типа Беннета, представляющий собой систему из трехсеточных ускоряющих каскадов и электрода "задержки" (10). На средние сетки каскадов подается высокочастотный потенциал.

Смесь ионов различных масс извлекается из камеры ионизации (14) полем двух "вытягивающих" электродов (1,2) и, ускоряясь в направлении анализатора отрицательным "разгоняющим" потенциалом  $V_p$ , подвергается пространственно-временной фокусировке. Ионы с массой  $M_0$ , пересекающие первую сетку анализатора при оптимальной фазе высокочастотного потенциала, получают максимальное приращение энергии в анализаторе  $W_{max}$  и, преодолев потенциальный барьер электрода задержки, поступают на коллектор. "Несинхронные" ионы с массой  $M \neq M_0$  будут отражены задерживающим потенциалом в сторону ионного источника.

Уровень задерживающего потенциала устанавливается в пределах  $0,9 + 0,95$  от  $W_{max}$  и определяет интервал масс ионов  $\Delta M$ , регистрируемых как синхронные, то есть характеризует разрешающую способность прибора по массам.

Для компенсации прироста скорости ионов в каскадах под действием высокочастотного потенциала  $V_{вч}$  в анализатор подается дополнительный потенциал "подстройки"  $V_n$ .

Конструкция и технология сборки анализатора подобна описанной в литературе [2]. В РМС применен ионный источник продольного типа с ионизацией электронным ударом. Катод выполнен в виде спирали из торированного вольфрама диаметром 0,1 мм. Для увеличения входной апертуры ионного источника измене-

---

х) Определялась по методу изотопных отношений для атмосферного азота [1].

хх) Измерялась в режиме настройки на линию азота ( $N_{2s}$ ) за 30 мин.

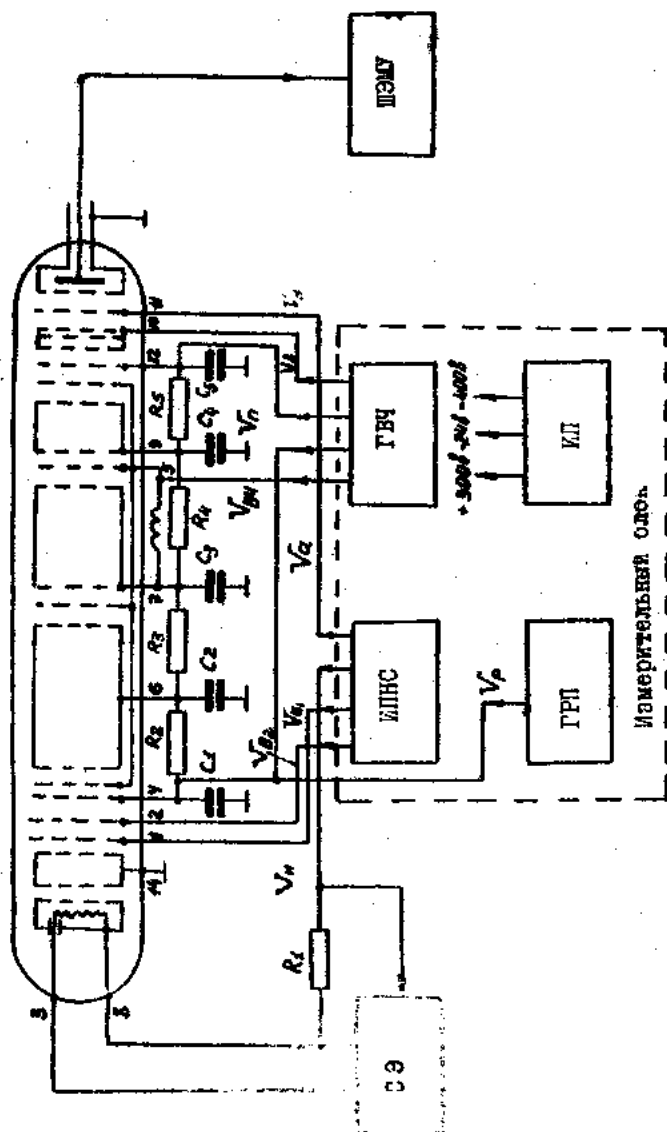


рис. 1. функциональная схема радиостоячного масс-спектрометра.

на конструкция катодного узла (рис. 2). Отражатель электронов (I) заменен сеткой (5) из вольфрама диаметром 10 мк с размерами ячеек 0,1 x 0,1 мм. Новая конструкция ионного источника позволила увеличить чувствительность датчика при анализе конденсирующихся металлических паров и существенно снизить "фоновые" токи в анализаторе.

Общая длина датчика ~200 мм. При сборке линейные размеры ступеней выдерживались с точностью  $\pm 0,2\%$ .

Прежде чем перейти к описанию радиотехнической части необходимо обсудить некоторые общие вопросы конструирования измерительной радиоэлектроники РМС.

### Стабильность потенциалов настройки и селекции

В режиме настройки на линию с массовым числом  $M$  выражение для ионного тока коллектора имеет вид:

$$I_M^+ = f (P_M; t_{\text{и}}^0; I_{\text{э}}; V_{\text{и}}; V_{\text{В}}; V_{\text{Р}}; V_{\text{ВЧ}}; V_{\text{З}}; V_{\text{П}}; f_{\text{ВЧ}}; V_{\text{а}}). \quad (I)$$

Здесь  $P_M$  - парциальное давление компонента смеси с массой  $M$  в ионном источнике;

$I_{\text{э}}$  - ток эмиссии;

$t_{\text{и}}^0$  - температура в ионном источнике;

$f_{\text{ВЧ}}$  - частота ускоряющего ВЧ потенциала;

$V_{\text{и}}, V_{\text{В}}, V_{\text{Р}}, V_{\text{ВЧ}}, V_{\text{З}}, V_{\text{П}}, V_{\text{а}}$  - соответственно потенциалы ионизации, "вытягивающий", "разгоняющий", высокочастотный, "задерживающий", подстройки и антидинаatronный (для краткости назовем их потенциалами настройки и селекции).

Кроме того, ионный ток коллектора подвержен неконтролируемым изменениям вследствие образования полупроводящих пленок в ионном источнике и анализаторе, процессов вторичной эмиссии, а также механических повреждений в электродной системе датчика.

Зависимость  $I_M^+$  от потенциалов настройки и селекции определялась нами экспериментально. По результатам эксперимента был произведен расчет допустимых отклонений потенциалов. При расчете были приняты следующие допущения:

- массовый пик имеет треугольную форму;
- разрешающая способность прибора по основанию пика принималась равной 50;
- нестабильность тока коллектора в режиме настройки не более 1%.

Полученные расчетные данные (таблица) были приняты за исходные при разработке радиоэлектронных блоков:

Таблица

Параметр	$V_H$	$V_B$	$V_P$	$V_{BЧ}$	$V_3$	$V_H$	$I_3$	$f_{BЧ}$
Допустимая стабильность	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$10^{-3}$	$10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-5}$

### Требования к стабильности частоты ВЧ потенциала

Уравнение настройки РМС для ВЧ потенциала синусоидальной формы имеет вид:

$$M = \frac{0,266 V_P}{S^2 \cdot f^2} \quad (2)$$

Здесь  $M$  - масса иона в атомных единицах массы [а.е.м.],

$V_P$  - разгоняющий потенциал [в],

$S$  - расстояние между сетками в каскаде [см],

$f$  - частота ВЧ потенциала [мгц].

Изменение настройки  $\Delta M$ , вызванное отклонением частоты  $\Delta f$ , получим, дифференцируя выражение (2) и полагая  $V_P = \text{const}$ .

$$\Delta M = -2M \frac{\Delta f}{f} \quad (3)$$

Массовое число пика  $M$ , ширина пика по основанию  $\Delta M$  и разрешающая способность прибора  $R_0$  связаны между собой соотношением:

$$M = R_0 \Delta M \quad (4)$$

Подставляя (4) в (3), получим окончательно:

$$\frac{\Delta f}{f} = -\frac{1}{2} \frac{\Delta M}{M} \cdot \frac{1}{R_0} \quad (5)$$

Если полагать, что пик тока ионов одной массы имеет треугольную форму с высотой  $I_M^+$  и шириной по основанию  $\Delta M$ ,  $R_0 = 50$  и допустимое отклонение тока коллектора в режиме настройки  $\frac{\Delta I_M^+}{I_M^+} = 10^{-2}$ , допустимая нестабильность частоты равна:

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{2 \cdot 10^2} \cdot \frac{1}{50} \approx 5 \cdot 10^{-5}$$

При требованиях к нестабильности частоты  $< 10^{-4}$  в автогенераторах, как правило, применяют кварцевую стабилизацию.

### Построение развертывающих устройств

Из возможных способов развертки спектров масс в широком диапазоне массовых чисел следует отдавать предпочтение комбинированной развертке.

При комбинированной развертке весь диапазон массовых чисел разбивается на  $n$  - поддиапазонов. Развертка масс-спектра внутри поддиапазона осуществляется изменением  $V_P$ ; переход к следующему поддиапазону - переключением  $f_{вч}$ . При этом очевидны преимущества пилообразной развертки (простота и удобство расшифровки масс-спектра), а генератор стабильных переключаемых частот менее сложен в изготовлении, чем генератор качающейся частоты, ввиду жестких требований к стабильности напряжения  $V_{вч}$  по диапазону частот (см. таблицу).

Развертывающее устройство должно обеспечивать три основных режима работы масс-спектрометра:

- режим настройки на заданную массовую линию в спектре, что имеет место в задачах контроля и регулирования парциального давления одного из компонентов газовой смеси;
- режим сканирования узкого участка масс-спектра в задачах контроля состава конденсата при испарении сплавов, при периодической проверке чувствительности и разрешающей способности РМС по методу изотопных отношений;
- панорамный обзор при контроле состава остаточных газов в рабочей камере.

Радиотехническая часть РМС состоит из следующих блоков (рис. 1):

- блок стабилизатора эмиссии (СЭ);
- измерительный блок;
- блок широкополосного электрометрического усилителя (ВЭМУ).

Стабилизатор эмиссии построен на транзисторах по принципу регулирования температуры катода и по схеме подобен описанному в [3]. Ток эмиссии катода монокристаллического источника поддерживается постоянным с точностью  $\pm 1,5\%$  при изменении напряжения сети на  $\pm 15\%$  и давлении в камере ионизации от  $10^{-4}$  до  $10^{-6}$  мм рт. столба.

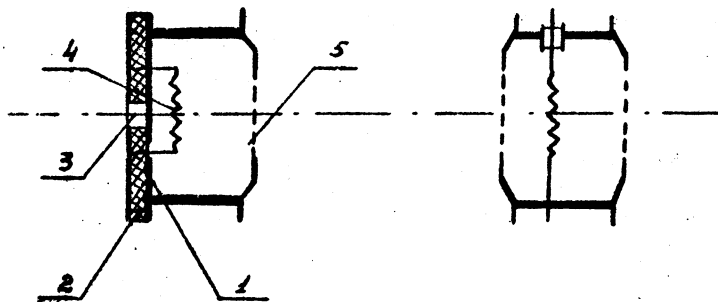


Рис. 2. Катодный узел ионного источника.

1 - отражатель электронов, 2 - изолятор,  
3 - входное отверстие, 4 - катод, 5 - сетка

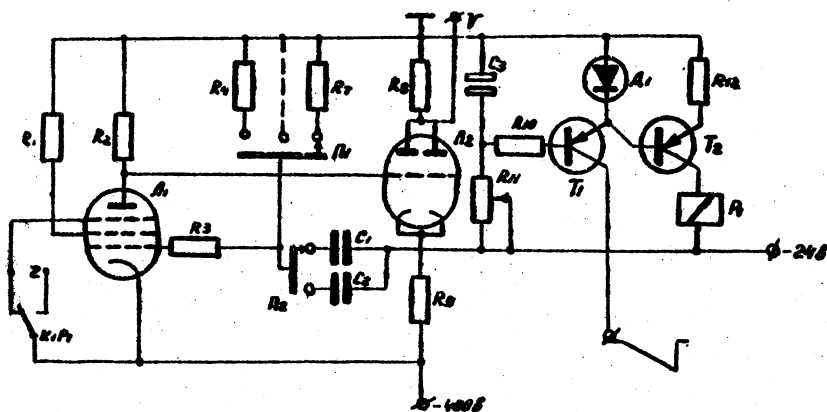


Рис. 3. Генератор разгоняющего потенциала РМС.

$R_1 = 1,0$ ;  $R_2 = 330 \text{ к}$ ;  $R_3 = 1 \text{ к}$ ;  $R_4 = 220,0$ ;  
 $R_7 = 1,8$ ;  $R_8 = 200$ ;  $R_9 = 100 \text{ к}$ ;  $R_{10} = 100 \text{ к}$ ;  
 $R_{11} = 4,7$ ;  $R_{12} = 16$ ;  $C = 2,0 \text{ мкф}$ ;  
 $C_2 = 0,02 \text{ мкф}$ ;  $L_1 - 6\text{Ж}2\text{П}$ ;  $L_2 - 6\text{НП}$ ;  $T_1, T_2 -$   
 $\text{П}146$ ;  $D_1 - \text{ИИ}302\text{А}$ ;  $P_1 - \text{РЭС-9}$ .

В состав измерительного блока входят:

- источник потенциалов настройки и селекции (ИПНС) с потенциалами  $V_H = -(30 + 90)$  в ;  $V_{B_1} = -45$  в ;  $V_{B_2} = -90$  в ;  $V_P = -(0 + 300)$  в ;  $V_a = -400$  в . Допустимая нестабильность всех потенциалов  $\leq 0,1\%$ ;

- генератор высокой частоты (ГВЧ) с частотами  $f_1 = 6,1$  мГц и  $f_2 = 16,0$  мГц, стабилизированными кварцем;

- генератор разгоняющего потенциала (ГРП)  $V_P$  с пределами изменения напряжения по пилообразному закону от  $-60$  до  $-360$  в и нелинейностью  $\leq 0,5\%$ ;

- источники питания (ИП)  $+200$  в /30 ма,  $-400$  в /30 ма и  $-24$  в /30 ма. Нестабильность напряжений питания  $\leq 0,5\%$ .

Генератор разгоняющего потенциала (рис. 3) собран по схеме фантастрона с катодным выходом. Сравнивающее устройство на туннельном диоде ( $D_1$  ИИ302А) обеспечивает автоколебательный режим схемы и регулировку амплитуды "пилы" при постоянстве скорости развертки спектра.

Генератор высокой частоты (рис. 4) выполнен по двухконтурной схеме с электронной связью. Напряжение высокой частоты, измеренное на эквивалентной емкостной нагрузке анализатора РМС, равной 60 пф,  $V_{BЧ} = 8 + 10$  в . Потенциалы  $V_3 = +60$  в и  $V_H = +62$  в получены выпрямлением напряжения ВЧ, что обеспечивает постоянство отношений  $V_{BЧ}/V_3$  и  $V_{BЧ}/V_H$  при изменениях  $V_{BЧ}$ .

Развертка масс-спектра осуществляется в двух поддиапазонах масс  $2 + 4$  и  $12 + 64$  а.е.м. Переключение поддиапазонов происходит во время обратного хода "пилы" ГРП изменением частоты ВЧ генератора.

Широкополосный электрометрический усилитель представляет собой модернизированную конструкцию электрометра [4], полоса пропускания которого при входном измерительном сопротивлении  $10^{11}$  ом расширена до 150 гц введением дополнительной корректирующей цепочки. Быстродействие усилителя позволяет наблюдать десорбцию паров воды и масла при обезгаживании испарителя, динамику напыления пленок и контролировать изменения в составе потока паров с испарителя.

РМС был применен для контроля технологии напыления магнитных пленок типа Fe-Ni методом термического испарения. На рис. 5,6 изображены соответственно масс-спектры остаточного газа в рабочей камере и потока конденсата при испарении спла-



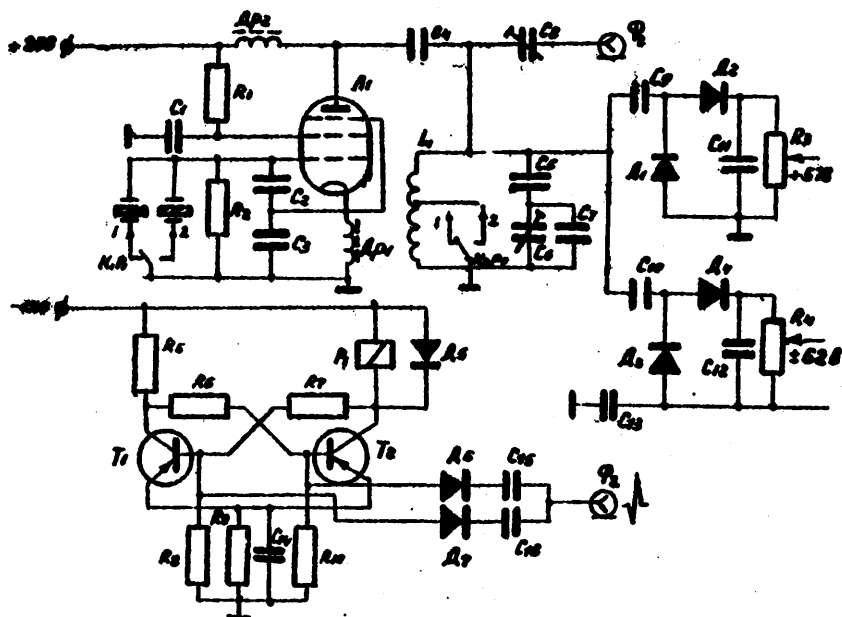


Рис. 4. Генератор высокой частоты РМС.

$R_1 = 15 \text{ к}; R_2 = 39 \text{ к}; R_3, R_4 = 68 \text{ к}; R_5 = 570;$   
 $R_6, R_7 = 4,7 \text{ к}; R_8, R_{10} = 43 \text{ к}; R_9 = 300; C_1,$   
 $C_2 = 3300; C_3, C_4 = 56; C_5, C_7 = 180; C_6, C_8 = 8-$   
 $30; C_9, C_{10} = 3300; C_{11}, C_{12} = 0,05; C_{13} = 0,1;$   
 $C_{15}, C_{16} = 0,05. D_{P1}, D_{P2} = 150 \text{ мкГн};$   
 $L_1 = 6,0 \text{ мкГн}; L_2 = 6\text{Ж}9\text{П}; D_1 - D_4 - 104;$   
 $D_5 - D_6 - D7\text{Ж}; T_1, T_2 - \text{П}26; P_1 - \text{РЭС-9}.$

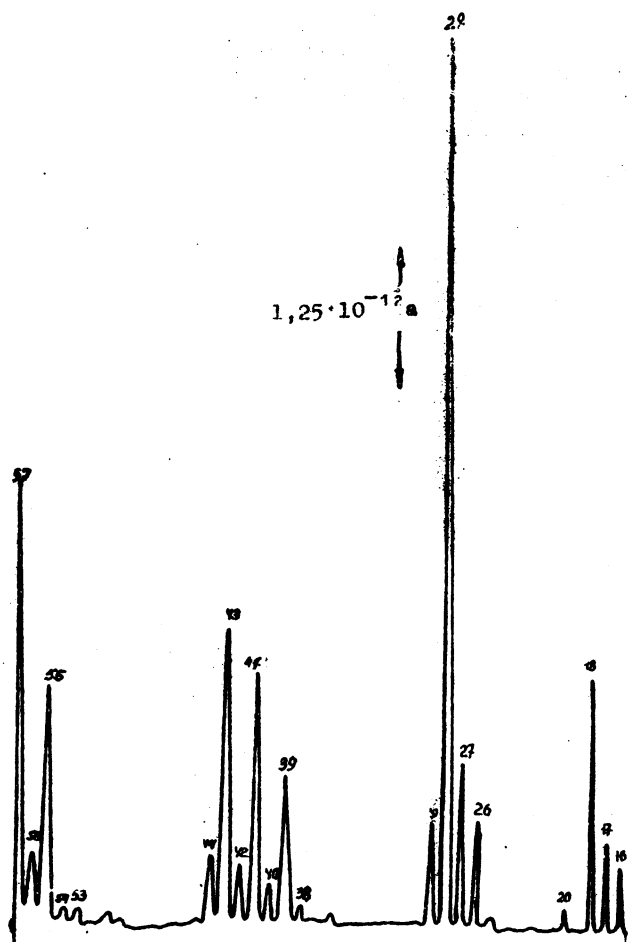


Рис. 5. Масс-спектр остаточного газа в рабочей камере.  $P_0 = 2 \cdot 10^{-6}$  мм рт.ст.

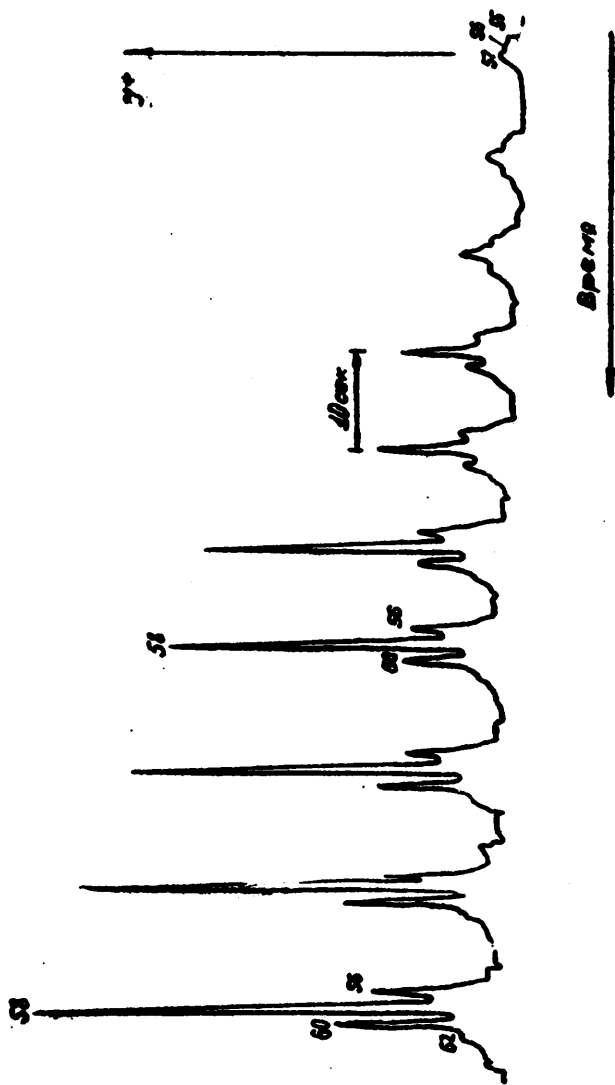


Рис. 6. Масс-спектр конденсата при испарении смеси "термалой".  
Динамика напыления

ва "пермаллой" (80%  $\text{Ni}$  + 20%  $\text{Fe}$ ). Пики с массовыми числами 56, 58, 60, 62 (рис. 6) соответствуют парциальным давлениям металлических паров железа ( $\text{Fe}^{56}$ ) и изотопов никеля ( $\text{Ni}^{58}$ ,  $\text{Ni}^{60}$ ,  $\text{Ni}^{62}$ ).

В заключение авторы выражают признательность Домахиной А.Г., собравшему первые РМС - анализаторы, и Скворцову А.В., взявшему на себя труд по настройке широкополосного электрометра.

### Л и т е р а т у р а

1. Дж. Барнард. Современная масс-спектрометрия. Изд. Иностранной литературы. Москва, 1957.
2. А.Н. Ворсин и др. Радиочастотный масс-спектрометр. (Теория, расчет и конструирование). Изд. АН СССР, Москва, 1959.
3. I.C. Holmes. Rev.sci.Instr., 1957, vol.28, p.290.
4. М.Е. Слуцкий. Электрометрический усилитель. Приборы и техника эксперимента, № 5, 1965.