

**КОНТРОЛЬ И ОПТИМИЗАЦИЯ
ТЕХНИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ
ВАКУУМНЫХ ИЗДЕЛИЙ
ПЬЕЗОЭЛЕКТРОНИКИ**

Актуальность проблемы

Микропримеси, имеющие высокую химическую активность и находящиеся в материалах, используемых в производстве электронных компонентов, влияют на электрические характеристики материалов и снижают надежность работы устройств. В связи с этим возникает необходимость контроля загрязняющих примесей. Масс-спектрометрический метод позволяет с высокой точностью и в режиме реального времени отслеживать их поток из образца.

Цель и задачи работы

Цель работы – оценить возможности масс – спектрометрического метода контроля газовой среды изделий пьезотехники.

Задачи работы

- Оценить уровень остаточного вакуума в макетах и рабочих образцах кварцевых резонаторов- термостатов (КРТ) в металлостеклянном корпусе.
- Оценить скорости выделения газовой фракции из элементов микросборок в герметичных корпусах изделий при рабочих температурах.
- Обозначить допустимые сроки функционирования изделий в заданных режимах.

Введение

- Вакуумные изделия прежних поколений имели стеклянный корпус с внутренним активным газопоглотителем, что определяло их габариты и стойкость к внешним механическим воздействиям.
- Было предложено изготавливать малогабаритные кварцевые резонаторы - термостаты в металлических корпусах типа ТО-8 и DIP-14.
- Внутри корпуса размещали керамическую плату на теплоизолированных подставках и кварцевый пьезоэлемент (ПЭ), связанный с платой через держатели.



Экспериментальная установка

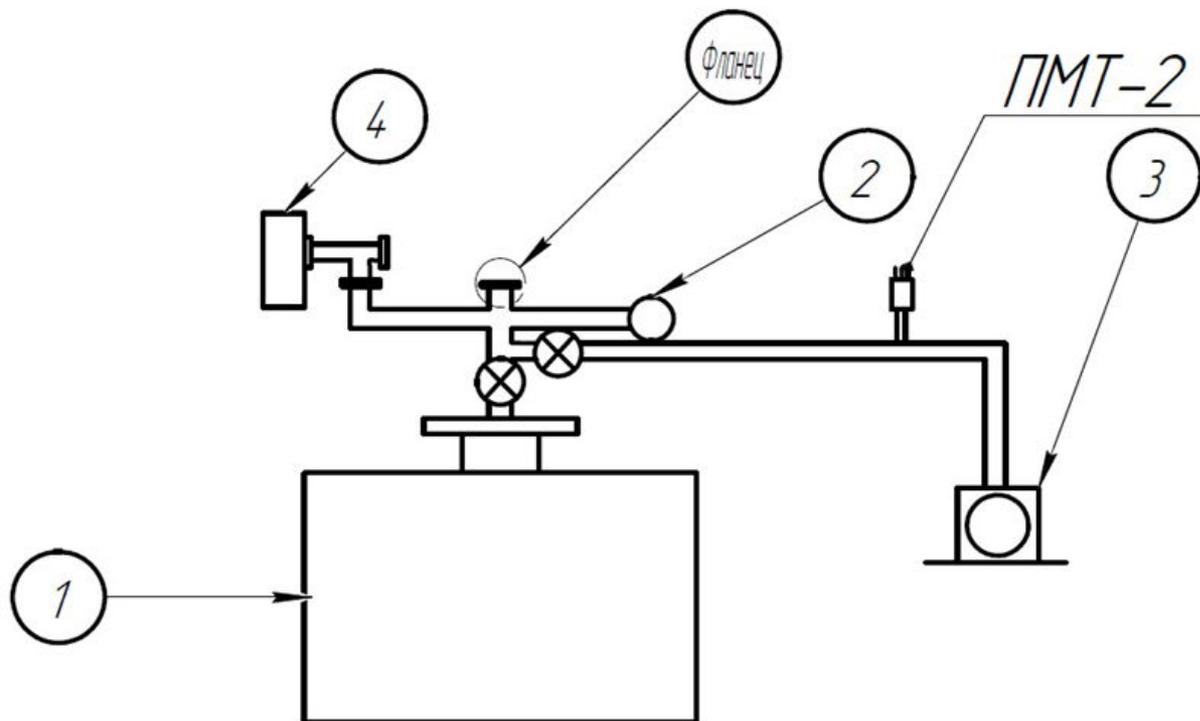


Рис.1.1. Схема лабораторного стенда: 1- насос НОРД-250; 2- вакуумметр ВМБ-8; 3- насос 2НВР-5ДМ; 4-масс-спектрометр ХТ-100.

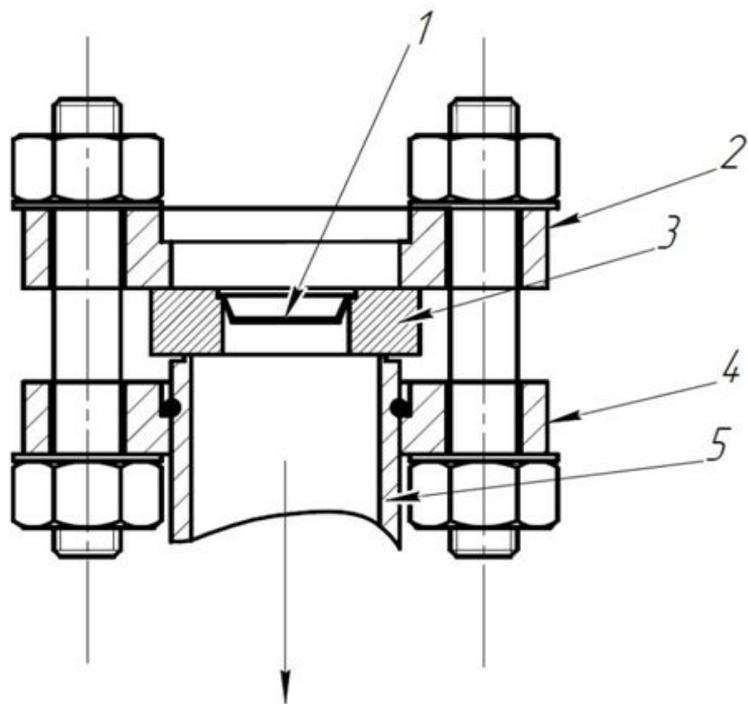


Рис.1.2 Схема фланца: 1-никелевая мембрана; 2-верхняя шайба; 3-медная прокладка; 4-нижняя шайба; 5-соединительный фланец;

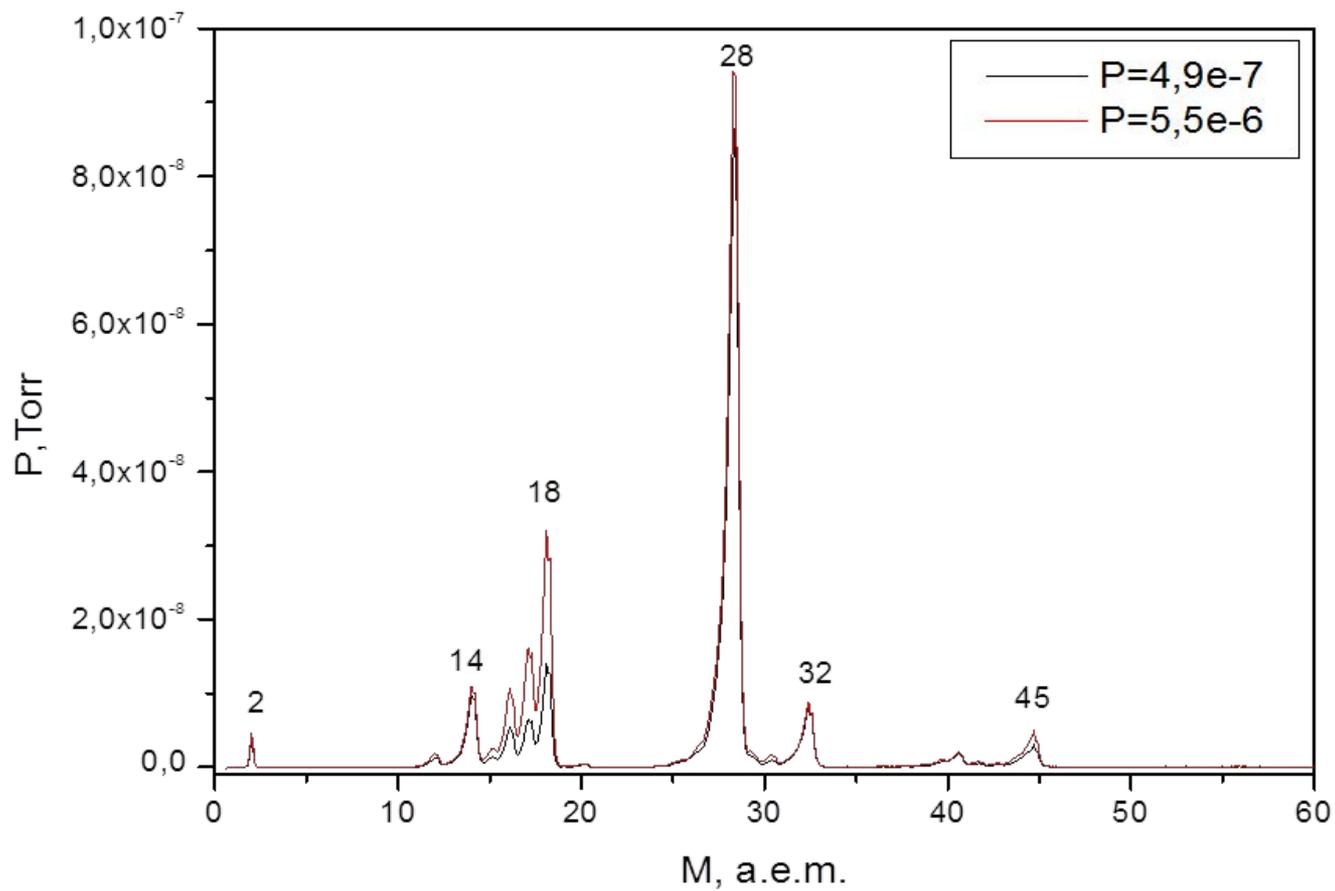


Рис.1.3. Масс-спектр остаточных газов.

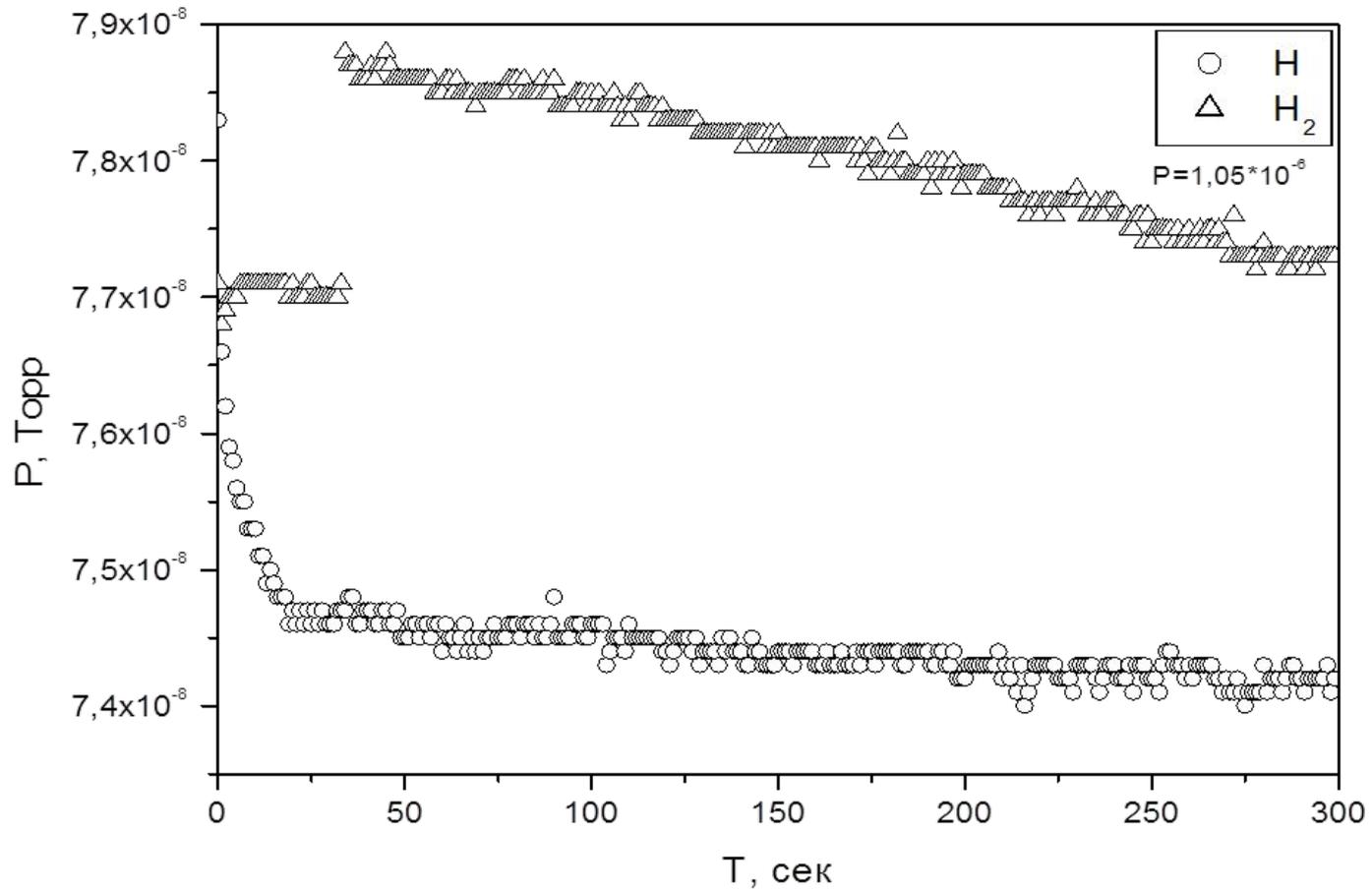


Рис.1.4. Линия тренда водорода за 5 минут.

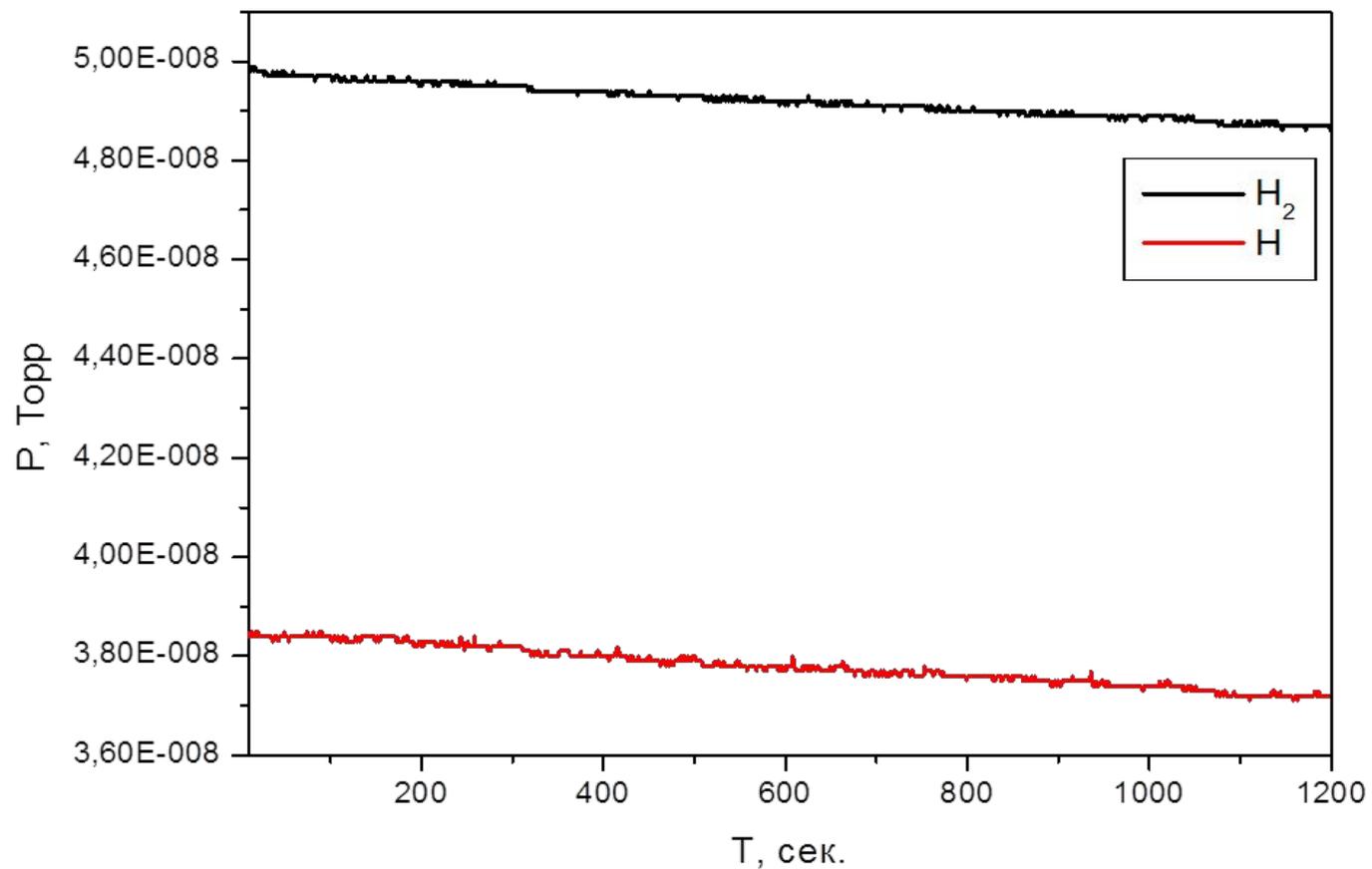


Рис.1.5. Линия тренда водорода за 20 минут.

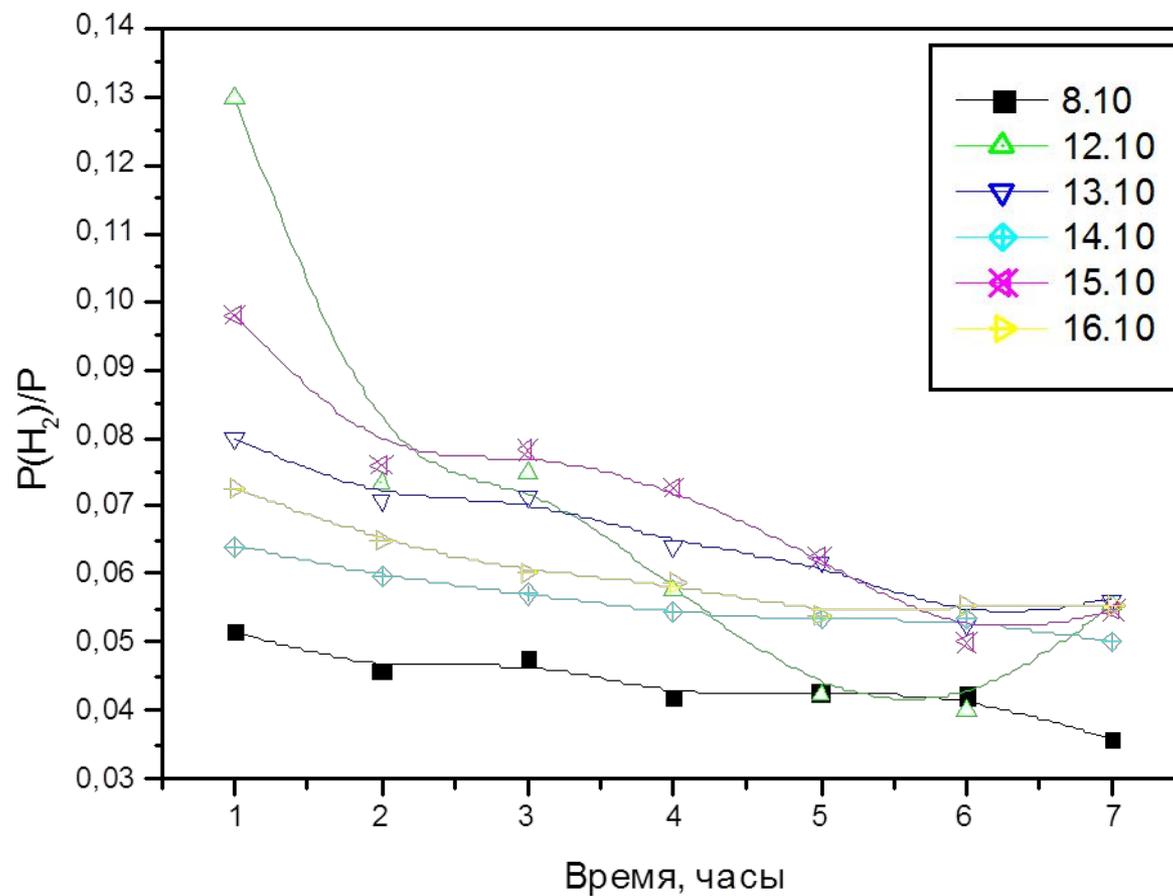


Рис.1.6. Относительное парциальное давление H_2 по часам в разные дни.

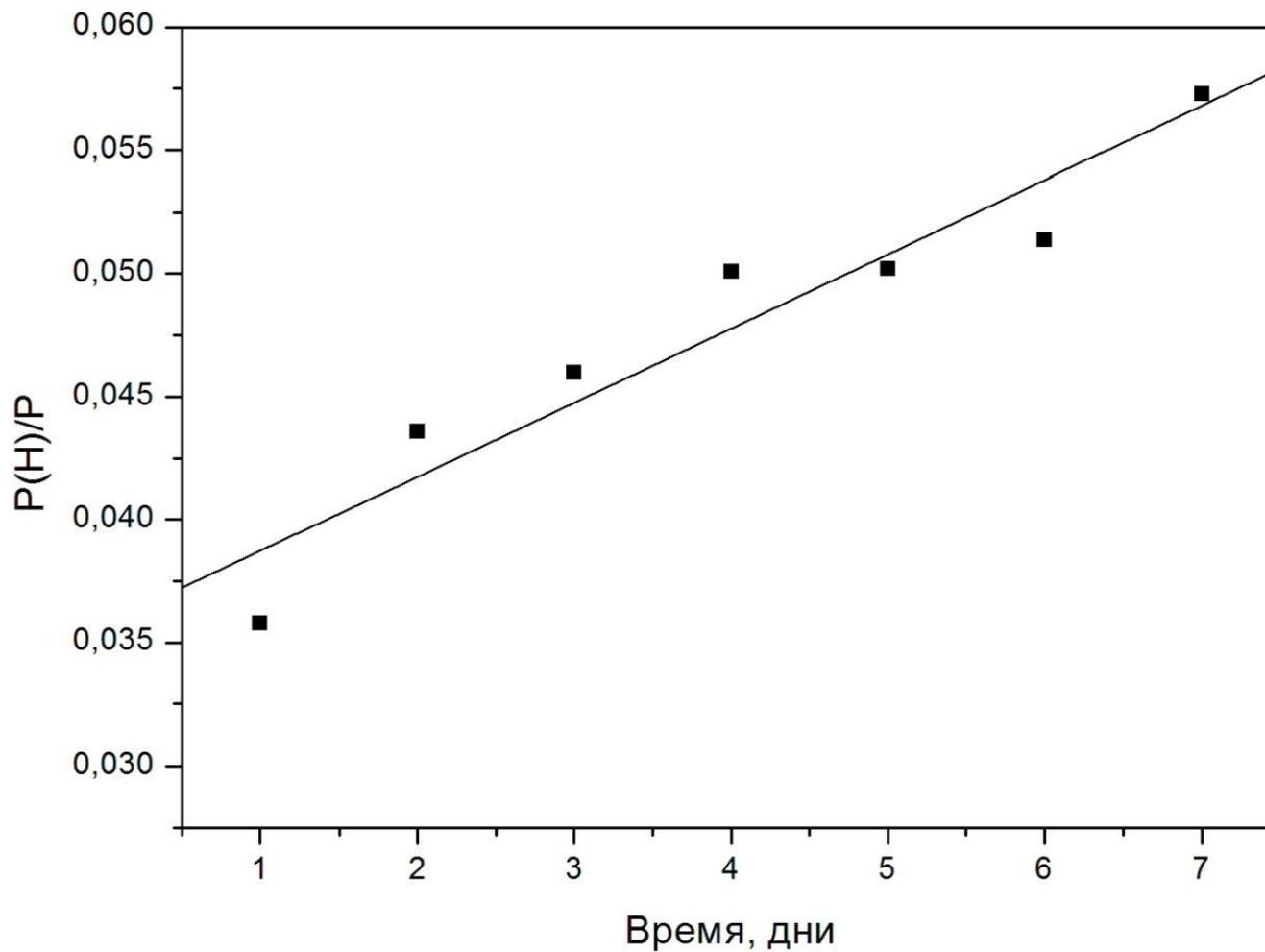


Рис.1.7. Относительное парциальное давление водорода по дням.

Источники влаги в микросхеме

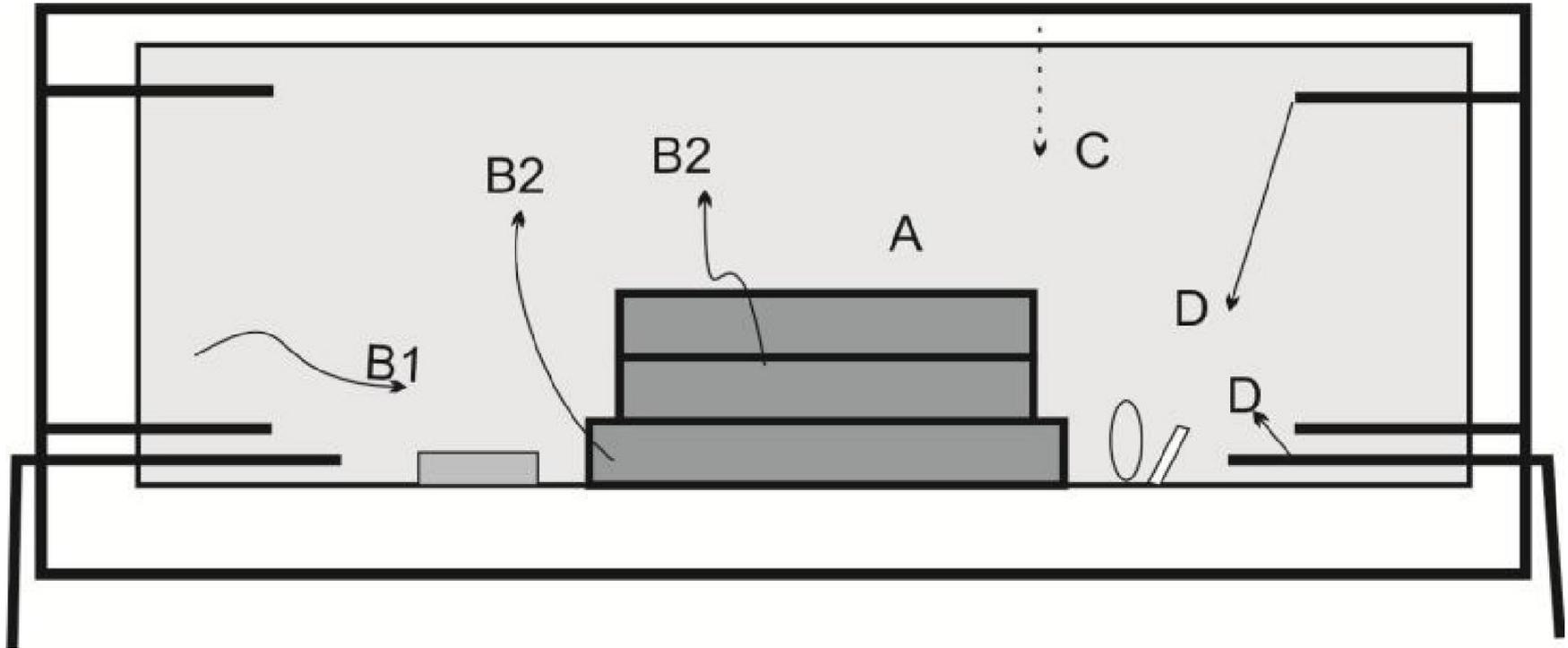


Рис.1.8. А – газ, заполняющий микросхему; В1 – материал корпуса микросхемы; В2 – материалы, использованные в микросхеме (клеи и др.); С – диффузия через мембраны; D – течи

Подготовка и проведение экспериментов

- Измерены масс-спектры серийных изделий и технологических макетов. Кварцевые резонаторы термостаты в корпусе DIP-14: КРТ 163 и 219.
- Микросборки собраны на поликоровой плате с кварцевым пьезоэлементом TD-среза на частоту 10/3 МГц.
- Использована лазерная сварка по периметру корпуса и финишная запайка пуклевочного отверстия диаметром 0,4 мм после вакуумного отжига при 160 °С.
- Предварительное обезгаживание КРТ осуществлялось в вакуумной печи также при 160 °С в течение 25-35 часов с периодической подстройкой частоты.
- В КРТ 163 и 219 появляются срывы генерации частоты после полугодовых испытаний в составе генераторов. Кроме того, КТР 219 переставлен в другой корпус после ремонта.
- Все изделия подвергнуты механическим испытаниям и операциям термоциклирования.

Подготовка и проведение экспериментов

- Макеты «Исток»: И-1, И-2 собраны на LTCC-платах отечественного производства в корпусе DIP-14. Внутри корпусов находятся схемы КРТ, собранные с использованием точечной сварки и монтажа клеями ТОК-2 и К-400; схемы не подключены к внешним выводам корпуса.
- Образец И-1 не подвергался вакуумным отжигам и не герметизирован (полимеризация клеев при 120 °С).
- Образец И-2 отжигался в вакууме при 160 °С в течение 24 часов с последующим финишным отжигом и герметизацией запайкой пуклевочного отверстия в корпусе.

Схема зонда

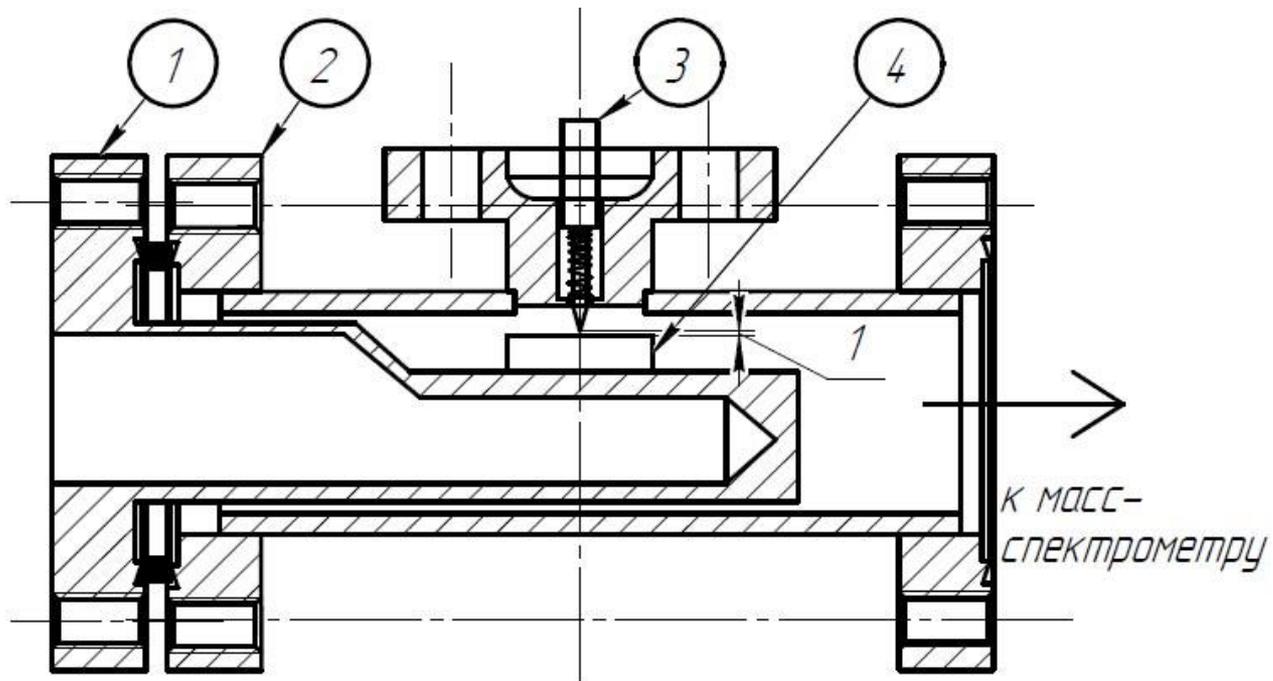


Рис.2.1. Схема зонда: 1 - зонд с нагревателем и термопарой, 2 – корпус зонда, 3 – игла, 4 – корпус КРТ.

Оценка скорости газовых потоков по масс-спектрам.

- $\sum P_{pi}(163) \cong \sum P_{\phi i} + \sum P_{oi} ,$ (1)

– где $\sum P_{\phi i}$ – суммарные давления фона

- $P_0 = \sum P_i(163) - \sum P_{\phi i} \pm P_{BC} .$ (2)

– где P_0 полное давление в образце КРТ 163 после прокола

- $|v| = \frac{\Delta P \cdot V}{t} ,$ (тор·см³/с) (3)

– где ΔP – изменение давления за время t .

- $v_0 = v_p - v_{\phi} - v_{BC} ,$ (4)

– где v_p – полная скорость газового потока, регистрируемая детектором КМС, а v_{ϕ} – скорость газового потока от стенок камеры.

Измерения давления в вакуумных изделиях.

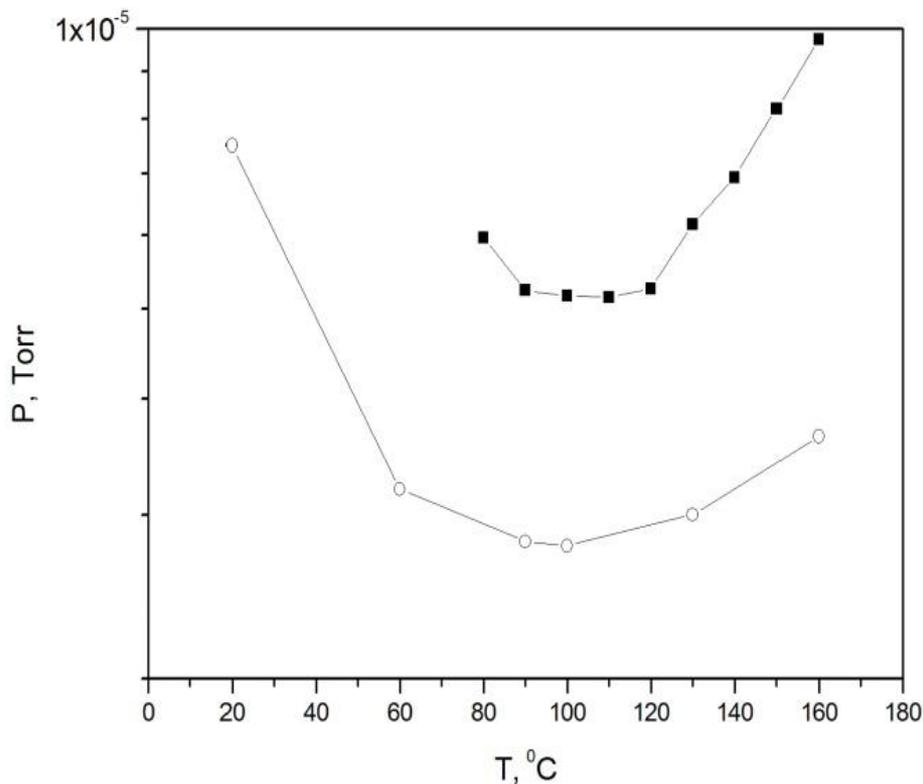


Рис. 2.2. Сравнительные графики регистрируемых давлений: ■ - КРТ 163, ○ – пустая камера.

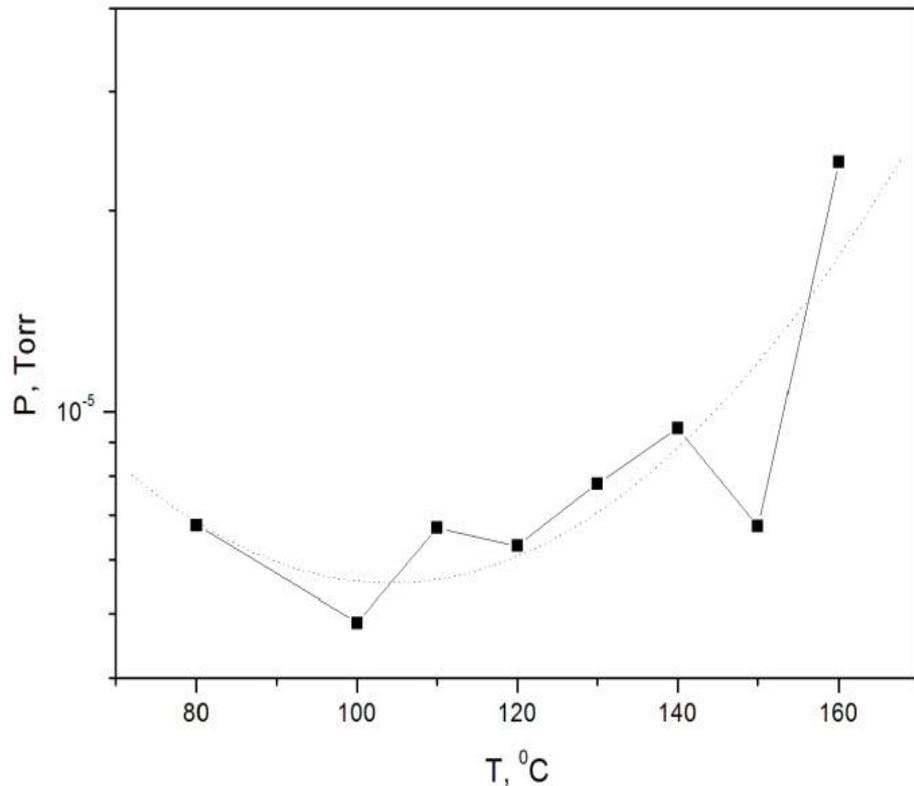


Рис. 2.3. Суммарные давления в камере вскрытия с КРТ 219.

Измерения давления в вакуумных изделиях.

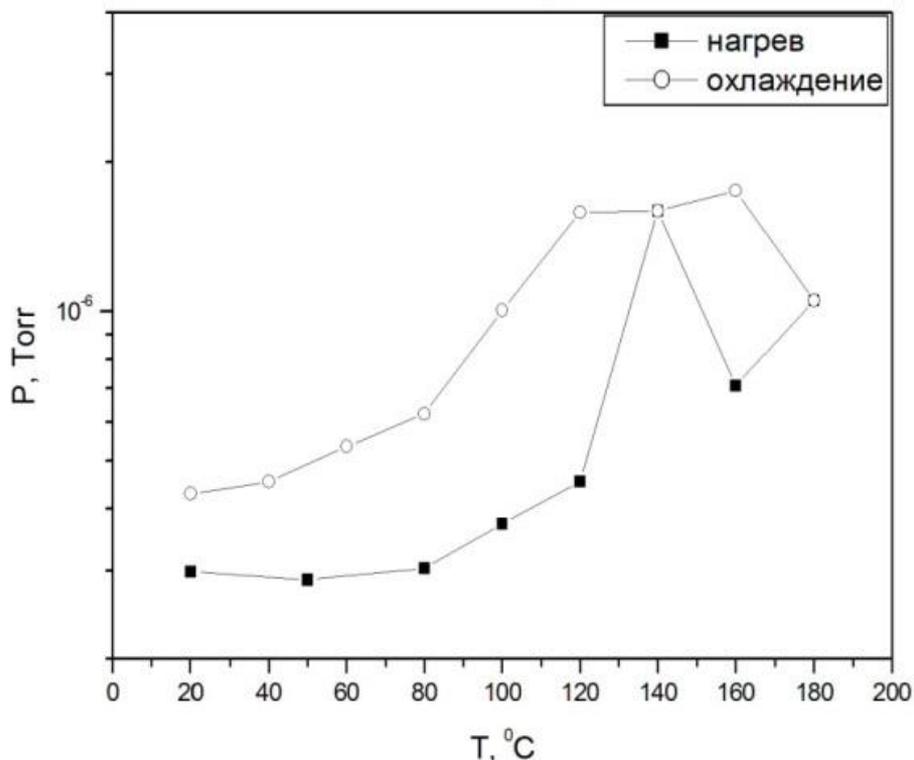


Рис. 2.4. Суммарные давления в макете И-1 для непрерывного цикла нагрев-охлаждение.

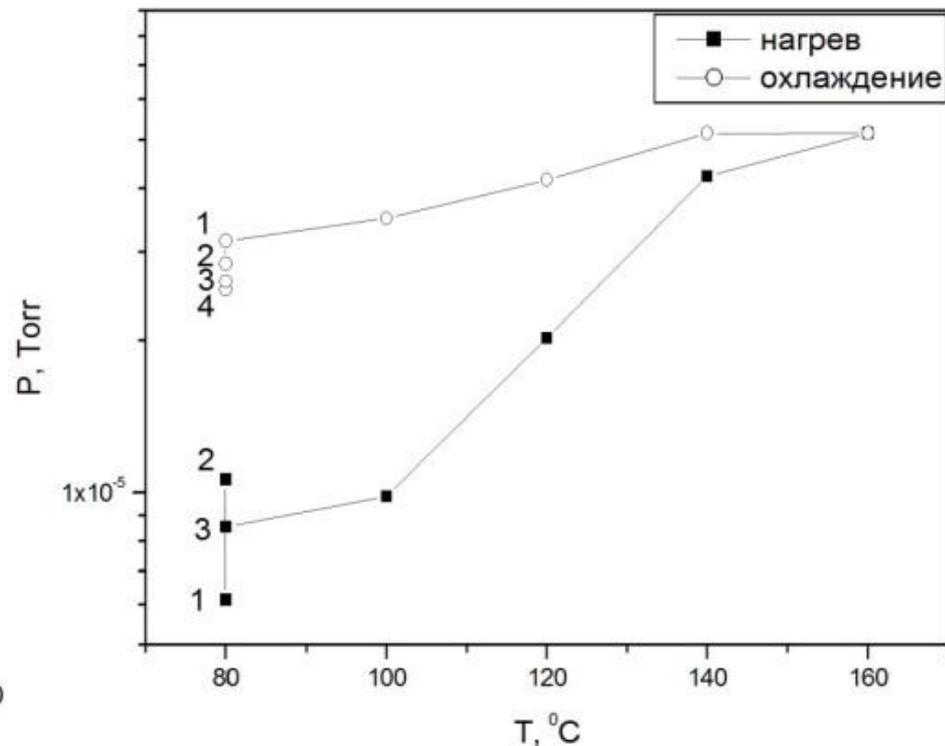


Рис. 2.5. Динамика суммарного давления внутри корпуса макета И-2 после прокола.

Измерения давления в вакуумных изделиях.

- $Q = (P_2 - P_1) \cdot c$, тор.л/с, (5)

– где P_1 и P_2 -давление в камере вскрытия и в изделии.

- $c = \sqrt{\frac{m}{kT}} \cdot d$ и $c = 0,256 \cdot d$, (6)

– где m – молекулярный вес газа; $k = 1,38 \cdot 10^{-16}$ эрг/К; T – температура в градусах Кельвина; d – диаметр отверстия, см.

Измерения давления в вакуумных изделиях.

- Удельное газовыделение q :

- $q = ((P_2 - P_1) \cdot c) / S_{\text{и}}, \quad (7)$

- $q = \frac{1,045 \cdot 10^{-5} \cdot 2,33 \cdot 10^{-2}}{0,12} = 2,03 \cdot 10^{-6}, \quad \frac{\text{л} \cdot \text{тор}}{\text{с} \cdot \text{м}^2}.$

Измерения давления в вакуумных изделиях.

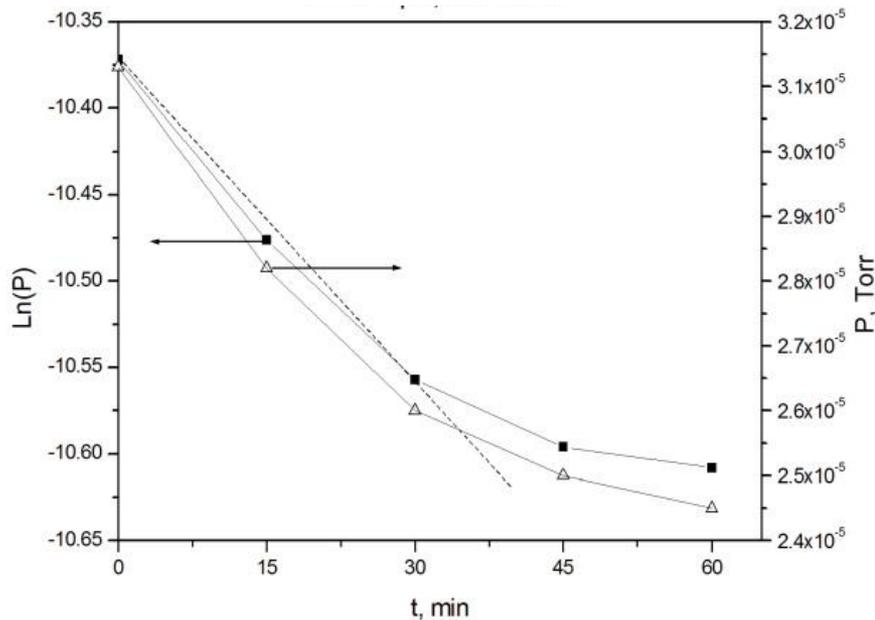


Рис. 2.6. Временная зависимость давления для макета И-2, охлаждение.

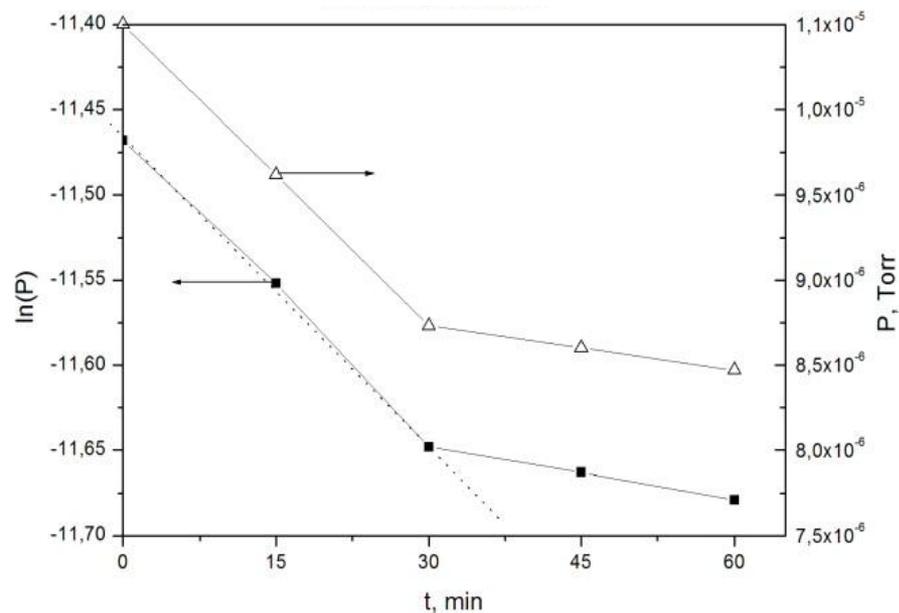


Рис. 2.7. Временная зависимость давления для макета И-2, нагрев.

Измерения давления в вакуумных изделиях.

- Изменение суммарного давления во времени аппроксимировано экспоненциальной функцией:

- $$P = P_H \cdot e^{-\frac{c\Delta t}{B}}, \quad (8)$$

- где P_H - давление при начальном замере, тор; c - проводимость отверстия, л/с; B - константа, Δt - временной шаг замеров, мин.

Измерения давления в вакуумных изделиях.

-
- $P_{n+1} = P_n \cdot K^n,$ (9)

где $n=1, 2, 3, \dots$ - номера замеров после установления квазиравномерного газового потока; K -коэффициент трансформации или виртуальная координата времени, в нашем случае $K=0,985$.

Технические параметры изделий. Краткий анализ.

Таблица 1. Параметры КРТ и технологических макетов.

Параметры	КРТ 163	КРТ 219	И-1	И-2
Давление в корпусе при 80 °С, тор	$2,36 \cdot 10^{-4}$	$2,76 \cdot 10^{-4}$	$3,0 \cdot 10^{-7}$	$1,04 \cdot 10^{-5}$
Вакуумная чистота внутренних поверхностей, л·тор/с·м ²	$4,58 \cdot 10^{-5}$	$6,43 \cdot 10^{-5}$	открыт	$2,03 \cdot 10^{-6}$
Средняя скорость газонаполнения, тор·см ³ /с	$5,2 \cdot 10^{-12}$	$6,08 \cdot 10^{-12}$	-	$5,4 \cdot 10^{-12}$
Рабочий ресурс, лет	21,7	18,6	-	20,8
Содержание влаги, в объемных %	0,4	0,32	5,74	1,07
Содержание гидроксильной группы ОН, объемных %	0,1	0,45	2,67	0,29

Выводы.

- Установлено, что в корпусах DIP-14 и DIL-14 с микросборками КРТ уровень вакуума 10^{-5} - 10^{-4} тор после 3 – 5 сменных отжигов при 160 °С. Внутренние поверхности изделий имеют высокую степень вакуумной чистоты.
- Установлено, что ускоренное старение КРТ можно проводить при внешнем нагреве в диапазоне 80-120 °С. Также 120 °С является оптимальным режимом финишной герметизации корпуса методом холодной сварки или запайкой пуклевочного отверстия. Экономия времени на этой операции не менее 3-х часов.
- Длительность рабочего ресурса для КРТ 163 и 219 прогнозируем по скорости газонаполнения корпусов после годовых испытаний с учетом требований ТУ. Этот параметр для макета И-2 получен из формул (8,9) при аппроксимации экспериментальных данных. Средняя скорость является аналогом вакуумной плотности корпусов.
- Отметим, что для масс-спектрального анализа получены экспериментальные образцы на LTCC- микроплатах, при сборке которых использован только клеевой монтаж. Относительная нестабильность частоты за сутки после годовых испытаний этих изделий в составе генераторов $7,5 \cdot 10^{-13}$.

Образец №219

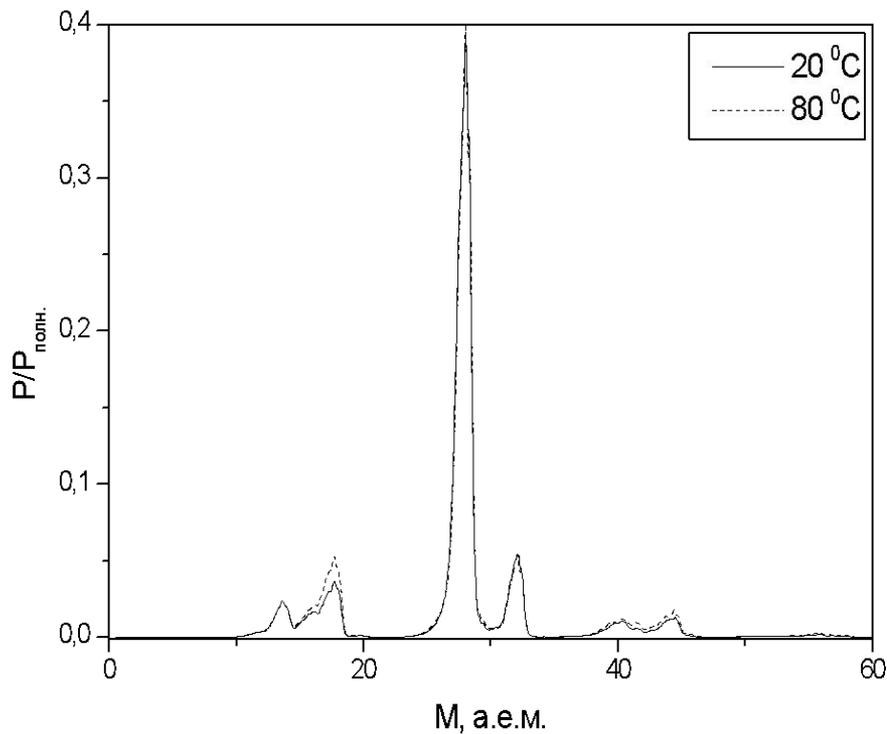


Рис.3.1. Спектр остаточных газов после прокола при комнатной температуре и 80 °C.

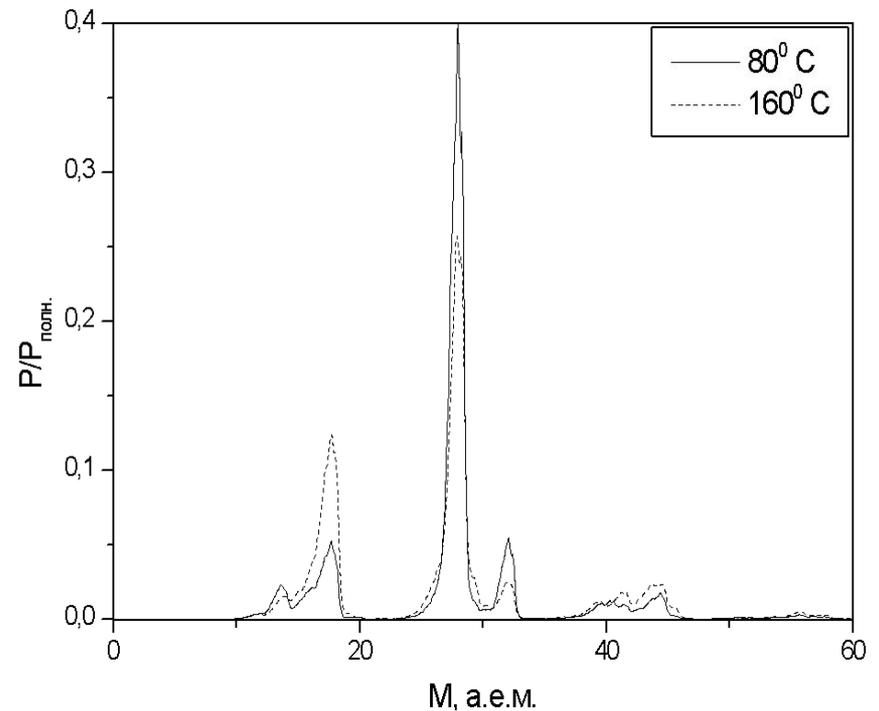


Рис.3.2. Спектр остаточных газов после прокола при $T = 80$ °C и 160 °C.

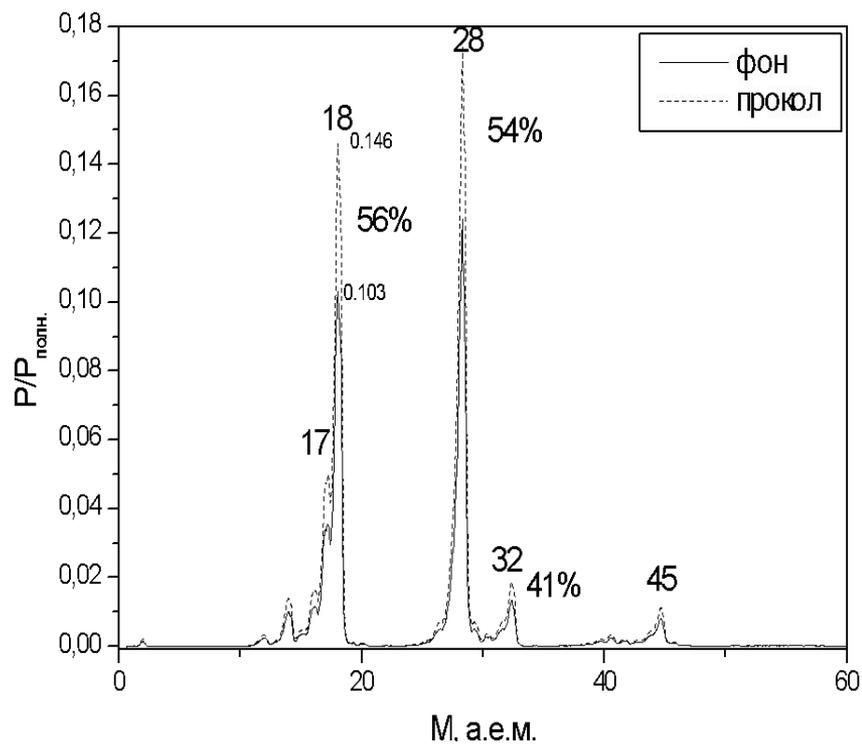


Рис.3.3. Спектр остаточных газов до и после прокола при $T = 20^{\circ}\text{C}$.

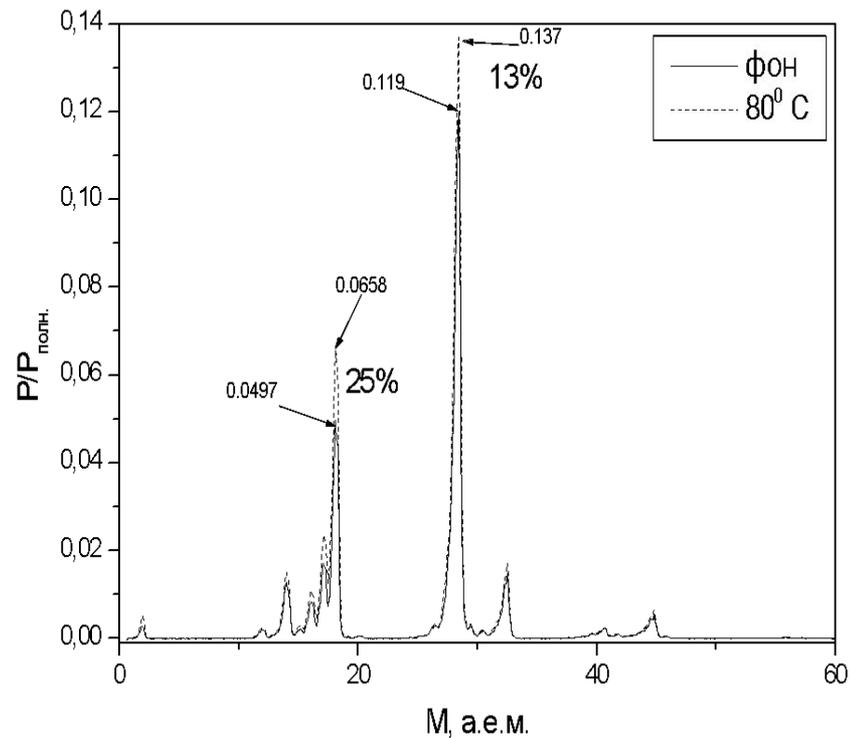


Рис.3.4. Спектр остаточных газов после прокола при $T = 20^{\circ}\text{C}$, 80°C .

М, а. е.м.	Формула	Название	Применение
45	HCONH_2	Formamide	Форма́мид используется в качестве сырья в производстве синильной кислоты (дегидратация формамида) и муравьиной кислоты (гидролизом формамида), также входит в состав некоторых клеев
45	CH_3NO	Nitrosomethane	Нитрометан является популярным растворителем в органической и электро-аналитической химии
45	$\text{C}_2\text{H}_5\text{NH}_2$	Dimethylamine	Применяется для получения веществ, используемых в производстве резины. <u>Поверхностно – активное вещество оксид диметиламина</u> - <u>лаурил</u> содержится в <u>мыле</u> и моющих веществах

Спасибо за внимание!