

УДК 666.3

С. А. Кумачева, П. М. Плетнев, Ю. К. Непочатов

Влияние температуры обжига в вакууме на поверхностные дефекты полированных алюмооксидных подложек

Важной задачей изготовления алюмооксидных керамических подложек (ВК-100), используемых в гибридных интегральных схемах, является получение качественной полированной поверхности с минимальным количеством дефектов в виде пор и раковин, а также снижение размеров самих дефектов. Качественная полированная поверхность позволяет наносить на подложку рисунки схем с большей плотностью межсоединений, применять более сложные топологии резисторов, создавать чип-индуктивности с меньшим шагом, снижать массу и габариты делителей мощности Вилкинсона, циркуляторов, вентилях и полосовых фильтров.

В статье обоснован выбор изготовления керамических подложек методом литья шликера на пленку, исходных компонентов керамического шликера, описаны этапы приготовления шликера. При выборе основного компонента шихты предпочтение было отдано высокодисперсному, с высокой чистотой по наличию примесей глинозему марки СТ 3000 SG фирмы Almatix. Пооперационно представлена технология изготовления керамических подложек. Спекание керамических образцов подложек алюмооксидной керамики ВК-100 проведено в вакууме, который обеспечивает наиболее стабильный результат по свойствам в сравнении со спеканием в среде инертных газов, водороде или на воздухе. Керамические образцы, обожженные при различных температурах, были исследованы на основные физико-технические характеристики. Керамика ВК-100 на основе высокодисперсного глинозема обладает мелкокристаллической структурой, повышенной прочностью, меньшим количеством поверхностных дефектов по сравнению с керамикой, изготовленной по спековой технологии с использованием глинозема марки ГН (керамика «Поликор»).

Результаты анализа полученных данных позволили определить зависимость количества дефектов полированной поверхности подложек от температуры спекания в вакууме, а также установить оптимальный режим обжига и состав керамического шликера.

Ключевые слова: керамические подложки, керамический шликер, мелкодисперсный глинозем, вакуумный обжиг, качество поверхности.

Керамические подложки на основе $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ широко используются в электронной и электротехнической промышленности и по совокупности электрофизических и технико-экономических параметров являются наиболее востребованными для изготовления гибридных интегральных схем (ГИС) СВЧ. Керамические подложки должны обеспечивать минимальные потери СВЧ-энергии в микрополосковых линиях и обладать совместимостью с материалами, применяемыми для изготовления микрополосковых линий, конденсаторов, резисторов и контактных площадок [1]. Состояние поверхности керамических подложек является одним из важных факторов при производстве ГИС СВЧ. Качество поверхности определяет четкость и точность рисунка схемы, ВЧ-потери в проводниках, надежность работы тонкопленочных конденсаторов и резисторов.

Поверхность керамических подложек, полученных по стандартной технологии спекания шихты, имеет множество дефектов в виде пор, раковин и др. Поэтому перед нанесением рисунка и дальнейшими операциями производства ГИС СВЧ поверхность подложек шлифуют и полируют, при необходимости с

двух сторон. Практически все известные компании – производители подложек для элементов и устройств микроэлектроники [2–8], а также фирмы, занимающиеся контрактным производством интегральных схем [9–12], выполняют такую предварительную обработку поверхности.

Качество поверхности после шлифовки и полировки влияет на величину диэлектрических потерь. Конечное качество подложек зависит от многих факторов, в том числе от исходного состояния основного компонента шихты – глинозема, от режимов формования и обжига изделий [13]. Эти факторы определяют условия формирования мелкозернистой, малопористой однородной микроструктуры материала с малым количеством дефектов.

Важной задачей повышения качества подложек является выбор исходного сырья для керамики (использование глинозема высокой чистоты и дисперсности) [14].

Первым материалом, на котором были реализованы СВЧ-микросхемы (сверхвысокочастотные), была высокоглиноземистая керамика марки ВК-100-1 производства АО «Поликор», г. Кинешма. В настоящее время

АО «Поликор» является основным поставщиком данной продукции на предприятия России для изготовления толсто- и тонкопленочных микросхем и интегральных схем СВЧ.

Химический состав алюмооксидной керамики типа «Поликор» включает: $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ – 99,7, MgO – 0,2, B_2O_3 – 0,1 мас. %. Средний размер кристаллов – 30–40 мкм [15]. Подложки «Поликор» изготавливаются по спековой технологии на основе глинозема марки ГН (г. Бокситогорск).

Цель данной работы заключается в определении влияния температуры обжига керамики в вакууме на образование поверхностных дефектов обожженных полированных алюмооксидных подложек на основе высокодисперсного глинозема марки СТ 3000 SG фирмы Almatiss (Германия). Для достижения этой цели решались следующие задачи:

- приготовление керамических шликеров из мелкодисперсного глинозема с различным содержанием основного вещества;
- изготовление сырых керамических образцов подложек методом литья на пленку;
- осуществление спекания образцов при различных температурах (1 550, 1 580, 1 620, 1 680 °C) в вакууме;
- проведение измерений физико-технических свойств спеченных образцов: прочности, плотности, водопоглощения, тангенса угла диэлектрических потерь, диэлектрической проницаемости, количества вскрытых дефектов после полировки;
- осуществление оценки влияния плотности упаковки частиц и температуры спекания на закрытую пористость керамики.

Методы исследования и контроля

Измерения физико-технических свойств: механической прочности при статическом изгибе, кажущейся плотности, водопоглощения, коэффициента термического расширения образцов керамики – проводились по стандартным методикам, применяемым в производстве керамических подложек (ТУ 11-78 аЯ0.027.002 «Керамика вакуумплотная»).

Измерение относительной диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь на частоте диапазона 9,0–9,3 ГГц осуществлялось при комнатной темпе-

ратуре на эталонной установке ЭУ-1 (измеритель Р2М-40 и объемный щелевой резонатор

ОБР-2) в соответствии с ГОСТ Р 8.623–2015 «Относительная диэлектрическая проницаемость и тангенс угла диэлектрических потерь твердых диэлектриков. Методики выполнения измерений в диапазоне сверхвысоких частот».

Расчет количества поверхностных дефектов полированных алюмооксидных подложек выполнялся с помощью программы ImageJ с использованием микроскопа Биолам-М с объективом $9 \times 0,2$ (поле зрения 0,183 мм²) и видеоокуляра DCM 130E, 1,3 МП. Суть метода заключается в том, что фотографии полированной поверхности обрабатываются в компьютерной программе ImageJ и переводятся в черно-белый формат, где черным цветом закрашены все дефекты (поры, раковины и царапины). Далее происходит расчет площади элементов черного цвета. Результат расчета представляется в процентном соотношении площади всех дефектов от общей площади исследуемой поверхности.

Экспериментальная часть

Для изготовления керамических подложек был применен метод пленочного литья. Преимущество данного метода при получении керамических пластин заключается в отсутствии специальной оснастки для изготовления подложек различных размеров и возможности получать большие по площади, тонкие, плоские керамические листы, которые легко подвергаются механической обработке в сыром виде [16].

В качестве основного вещества для приготовления шликера был использован глинозем марки СТ 3000 SG фирмы Almatiss (Германия). Субмикронный алюмооксидный порошок Almatiss СТ 3000 SG относится к группе реактивных глиноземов и обладает высокой спекающей способностью при температурах спекания до 1 600 °C [17]. Его удельная поверхность составляет 7,5 м²/г. Химический состав порошка Almatiss СТ 3000 SG: Al_2O_3 – 99,78, Na_2O – 0,08, Fe_2O_3 – 0,02, SiO_2 – 0,03, CaO – 0,02, MgO – 0,07 мас. %. Микрофотография порошка и кривая распределения частиц по диаметру представлены на рис. 1 и 2.

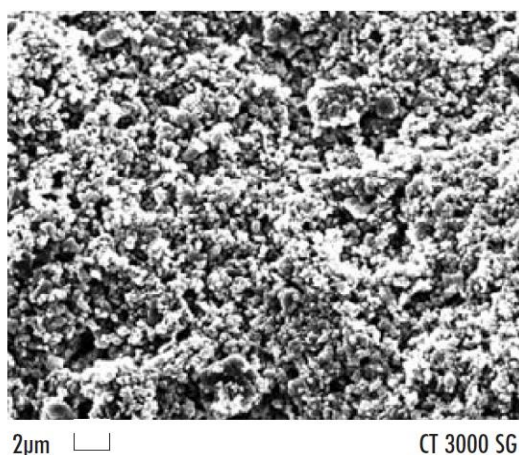


Рис. 1. Микрофотография порошка марки СТ 3000 SG фирмы Almatiss [17]

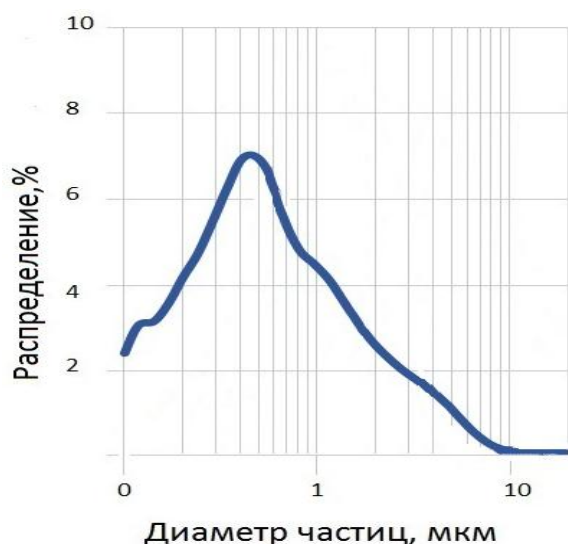


Рис. 2. Кривая распределения частиц по диаметру глинозема марки СТ 3000 SG фирмы Almatiss [17]

Как следует из рис. 2, глинозем марки СТ 3000 SG фирмы Almatiss представляет собой тонкодисперсный порошок с размером частиц от 0,1 до 10 мкм с преимущественным распределением в диапазоне 0,5–1,0 мкм.

Состав и соотношение органических компонентов керамического шликера были выбраны с учетом рекомендаций источника [18]. Прогнозируемый состав шликера, удовлетворяющий условиям литья, включал 60 мас. % основного вещества – ВК-100 (модифицированного глинозема) и 40 мас. % органических компонентов (диспергатора, двухкомпонентного сольвента, связующего и пластификаторов).

Для оценки влияния содержания основного вещества в шликере на плотность упаковки частиц глинозема в сырой керамической заготовке были приготовлены три со-

става шликера с количеством глинозема 61, 62 и 63 мас. %.

Приготовление шликеров проводилось путем смешивания компонентов в барабанах с корундовыми мелющими телами. Технология приготовления керамического шликера осуществлялась в три этапа [18]:

- смешение основного компонента (глинозема), растворителя и диспергатора в барабане на валковой мельнице;
- добавление в смесь связующего и пластификатора с последующим перемешиванием на валковой мельнице;
- дегазация шликера для удаления пузырьков воздуха при медленном перемешивании на валковой мельнице.

Для контроля вязкости шликера использовался цифровой ротационный вискозиметр Brookfield HBDV-E. Вязкость приготовленных шликеров варьировалась в диапазоне 30–40 пуаз.

Изготовление керамических подложек методом пленочного литья включало следующие операции [16]:

- литье керамической ленты на литейной машине типа САМ фирмы Keko equipment (в качестве носителя керамической ленты используется полиэтилентерефталатная пленка толщиной 70 мкм);
- резка керамической ленты на листы;
- формирование керамических стеков (сборка керамических листов в стопку необходимой толщины для получения групповой заготовки);
- резка стеков на подложки заданного размера;
- предварительный обжиг на воздухе при температуре 550 °С.

Важным условием при получении качественной алюмооксидной керамики является научно обоснованный выбор температурного режима и среды обжига изделий. Проведение обжига на воздухе или в среде инертных газов не позволяет получить беспористый материал вследствие того, что инертные газы остаются в порах и препятствуют их зарастанию. Спекание алюмооксидной керамики в водороде происходит достаточно интенсивно, но сопровождается восстановительными процессами, протекающими в материале, что повышает его дефектность. При спекании керамики в вакууме проис-

ходит обезгаживание материала, при этом объем изделия прогревается только за счет теплопроводности материала. Поэтому скорость подъема температуры при обжиге в вакууме не должна превышать скорости выравнивания температур по объему спекаемого материала. Обжиг в вакууме алюмооксидной керамики для достижения максимальной плотности является предпочтительным и целесообразным.

Обжиг экспериментальных образцов подложек проводился в вакуумных печах типа СНЭВ при максимальных температурах 1 550, 1 580, 1 620, 1 700 °С. Вакуум в процессе обжига соответствовал 10^{-5} – 10^{-6} атм. Подъем температуры до 1 450 °С осуществлялся со скоростью 120 °С/ч. Для обеспечения равномерного прогрева изделий по всему объему и во избежание образования запорного слоя, препятствующего удалению пор, производилась выдержка обжигаемых образцов в течение 2 ч при температуре 1 450 °С с последующим подъемом температуры (60 °С/ч) до максимальной. Выдержка при максимальной температуре спекания составляла 4 ч. Охлажде-

ние образцов проводилось со скоростью 100 °С/ч. Предусмотренный режим обжига обеспечивал получение образцов без видимых деформаций и внутренних экстремальных напряжений.

В ходе экспериментальной работы было получено 16 типов образцов алюмооксидных керамических подложек. Экспериментальные образцы подложек, составы шликера и температуры обжига приведены в табл. 1.

На обожженных образцах была определена кажущаяся плотность методом гидростатического взвешивания. Результаты представлены в табл. 2.

Как следует из табл. 2, плотность образцов состава шликера 1 возрастает при увеличении температуры в интервале 1 550–1 620 °С, а для составов шликеров 2, 3, 4 максимальное значение плотности, равное 3,96 г/см³, достигается уже при температуре 1 580 °С. При дальнейшем повышении температуры плотность образцов для всех составов начинает уменьшаться, что связано с началом процесса рекристаллизации структуры керамики. Увеличение содержания

Таблица 1

Экспериментальные образцы, состав шликера и температура обжига

Номер образца	Состав шликера (содержание глинозема, мас. %)	Температура обжига, °С
1-1	1 (60)	1 550
1-2		1 580
1-3		1 620
1-4		1 700
2-1	2 (61)	1 550
2-2		1 580
2-3		1 620
2-4		1 700
3-1	3 (62)	1 550
3-2		1 580
3-3		1 620
3-4		1 700
4-1	4 (63)	1 550
4-2		1 580
4-3		1 620
4-4		1 700

Таблица 2

Плотность образцов разных составов, обожженных при различных температурах

Номер образца	Состав шликера (содержание глинозема, мас. %)	Плотность образцов, г/см ³ , обожженных при различной температуре, °С			
		1 550	1 580	1 620	1 700
1-1...1-4	1 (60)	3,91	3,93	3,94	3,93
2-1...2-4	2 (61)	3,95	3,96	3,96	3,96
3-1...3-4	3 (62)	3,95	3,96	3,96	3,95
4-1...4-4	4 (63)	3,95	3,96	3,96	3,95

основного вещества в шликере с 60 до 63 мас. % способствовало повышению плотности керамики на 0,02 % и снижению максимальной температуры на 40 °С. Этот эффект проявляется при изменении количества глинозема в пределах 1 % (от 60 до 61 мас. %), и дальнейшее его увеличение до 63 мас. % не оказывает влияния на плотность.

После операции шлифования и полирования для достижения чистоты поверхности с R_z не более 0,1 мкм образцы подложек были подвергнуты тщательному анализу качества полированной поверхности (наличие раковин, вскрытых пор, царапин). Анализ осуществлен по методике, описанной выше. Результаты качества подложек представлены на рис. 3.

Наименьшее количество дефектов поверхности подложек для всех составов шликера наблюдается при температуре спекания 1 580 °С. Наиболее плотное состояние (составы 2, 3, 4) керамики обеспечивает высокое качество поверхности (количество дефектов менее 1,0 %) подложек по сравнению с составом 1. Следует отметить, что в интервале температур 1 580–1 620 °С качество поверхности подложек практически сохраняется, а при дальнейшем увеличении температуры заметно снижается. На рис. 4 представлены фотографии полированной поверхности образцов составов шликера 2 (61), используемые для расчета площади дефектов в программе ImageJ. Механиче-

ская обработка всех образцов проводилась в одном технологическом режиме.

На подложках *а*, *в*, *г* (см. рис. 4), кроме большего количества пор и раковин, присутствуют дефекты в виде царапин от алмазной шлифовальной пасты. На подложке *б* (см. рис. 4) данный дефект отсутствует. Это свидетельствует о том, что подложки, обожженные в вакууме при температуре 1 580 °С, имели лучшее качество.

Для образца подложки 2-2 шликера состава 2, обожженной при температуре 1 580 °С, была проведена съемка поверхности для анализа микроструктуры полученной керамики, для чего полированная поверхность подложки предварительно подверглась термотравлению на воздухе при температуре 1 350 °С. Микрофотография экспериментального образца подложки представлена на рис. 5 в сравнении с микроструктурой традиционной поликоровой подложки.

Рентгенофазовый и структурный анализы показали, что структура алюмооксидных подложек на основе глинозема марки СТ 3000 SG фирмы Almatiss представлена кристаллами корунда размером не более 10 мкм с наличием межзеренной пористости 0,5 %. В то же время подложки производства АО «Поликор» характеризуются крупнокристаллической структурой ($d_{ср} \sim 40$ мкм) и внутризеренной пористостью 1,5 %.

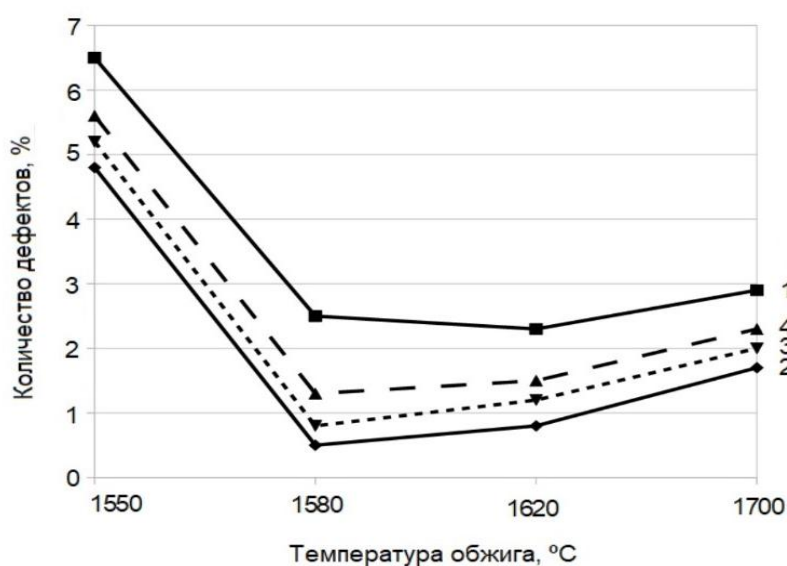


Рис. 3. Зависимость количества дефектов полированной поверхности образцов подложек от температуры обжига для разных составов шликера:
1 – состав 1 (60); 2 – состав 2 (61); 3 – состав 3 (62); 4 – состав 4 (63)

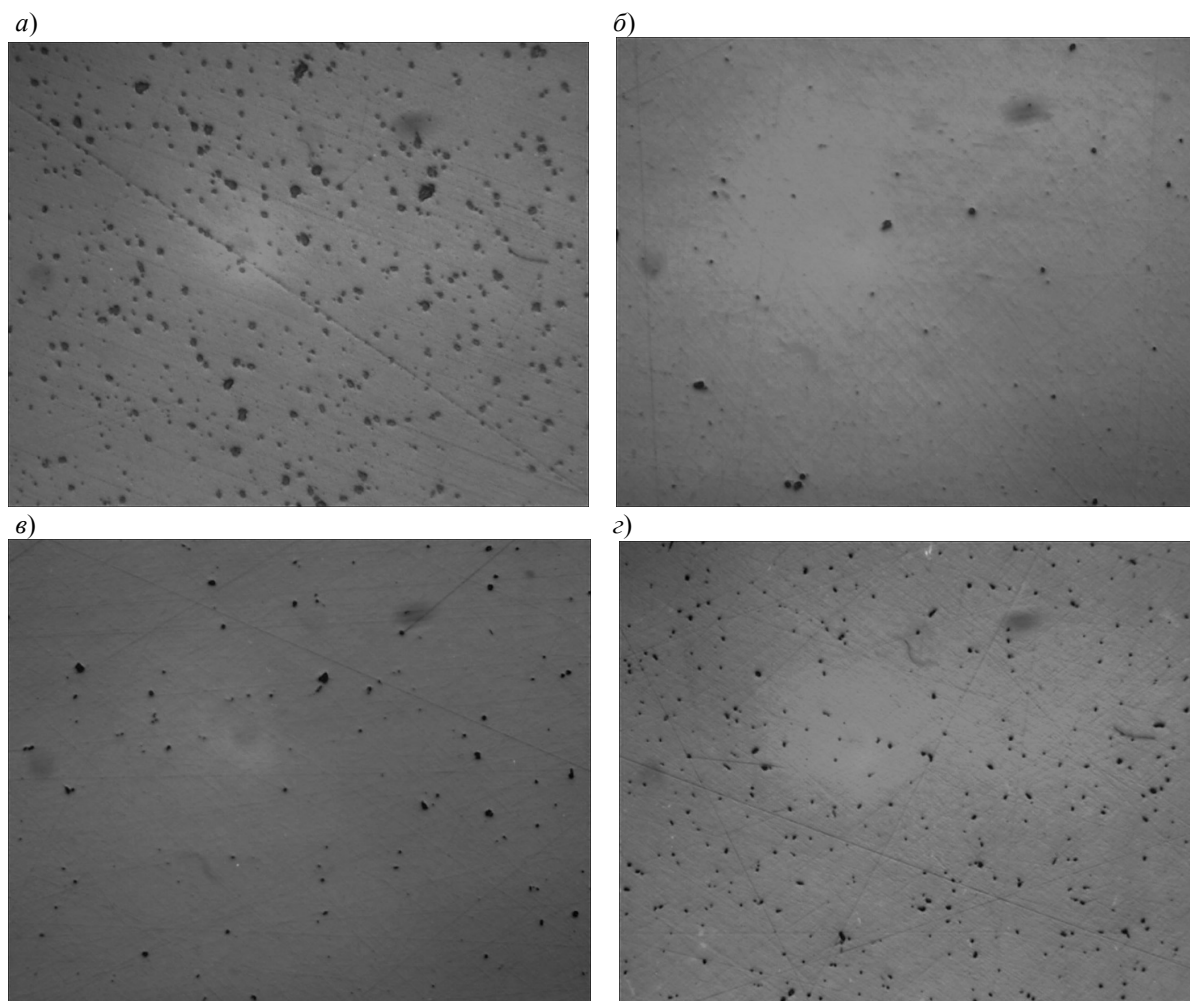


Рис. 4. Микрофотографии поверхности полированных подложек состава шликера 2 (61) при температурах спекания 1 550 (а), 1 580 (б), 1 620 (в) и 1 700 °С (з)

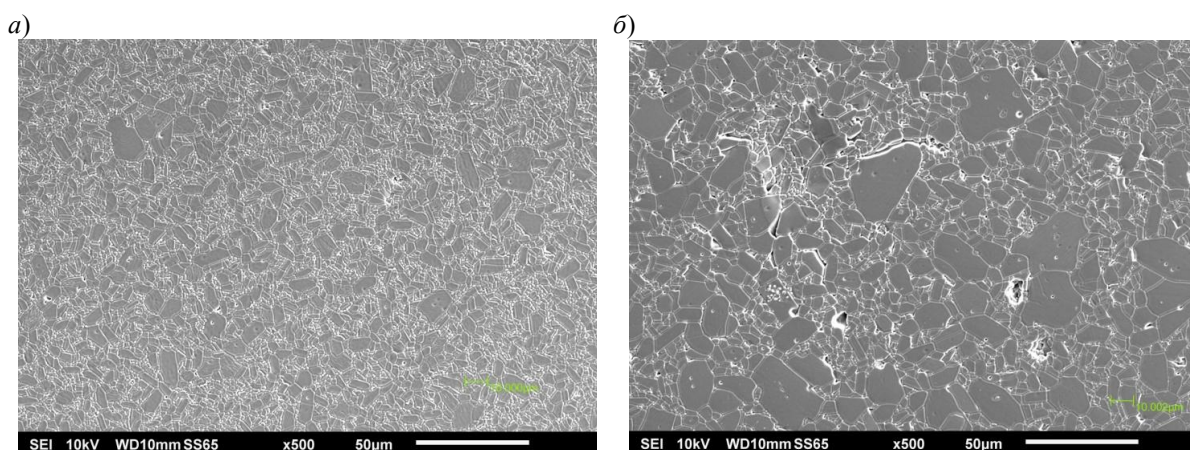


Рис. 5. Микрофотографии структуры подложки шликера состава 2, обожженной при температуре 1 580 °С (а) и подложки производства АО «Поликор» (б)

Результаты исследования физико-технических свойств полученных подложек представлены в табл. 3. Для сравнения приведены сведения о свойствах керамики АО «Поликор» (по сертификату).

Таким образом, алюмооксидные керамические подложки, полученные методом литья на пленку с использованием высокодисперсного глинозема марки СТ 3000 SG фирмы Almatiss и обожженные в вакууме при тем-

Таблица 3

Свойства алюмооксидной керамики ВК-100 и «Поликор»

Параметр	Значение	
	ВК-100	«Поликор»
Кажущаяся плотность, г/см ³	3,96	3,96
Предел прочности на изгиб, МПа	352	314
Коэффициент термического линейного расширения (в интервале температур 20–900 °С) α , °С ⁻¹	$7,5 \cdot 10^{-6}$	$7,5 \cdot 10^{-6}$
Диэлектрическая проницаемость на частоте 10 ГГц	9,7	9,6
Тангенс угла диэлектрических потерь при частоте 9–10 ГГц (при температуре 20 °С) $\tan \delta$	$0,6 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$

температуре 1 580–1 620 °С, по совокупности физико-технических свойств не уступают традиционным поликоровым подложкам и характеризуются мелкозернистой структурой, повышенной прочностью и небольшим количеством дефектов на поверхности.

Достигнутый уровень качества алюмооксидных керамических подложек принятых составов шликера и температур обжига в вакууме отвечает требованиям современной электронной промышленности для создания ГИС СВЧ-устройств.

Библиографический список

1. Бушминский И. П., Морозова Г. М. Технологическое проектирование микросхем СВЧ. М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2001. 354 с.
2. АО «Поликор»: Официальный сайт. URL: <http://www.polikor.net> (дата обращения: 15.10.2017).
3. ЗАО «НЭВЗ-КЕРАМИКС»: Официальный сайт. URL: <http://www.nevz-ceramics.com/ru> (дата обращения: 15.10.2017).
4. CeramTec: Официальный сайт. URL: <http://www.ceramtec.com> (дата обращения: 15.10.2017).
5. CoorsTec: Официальный сайт. URL: <http://www.coorstek.com> (дата обращения: 15.10.2017).
6. DuPont: Официальный сайт. URL: <http://www.dupont.com> (дата обращения: 15.10.2017).
7. KYOCERA: Официальный сайт. URL: <http://global.kyocera.com> (дата обращения: 15.10.2017).
8. MARUWA: Официальный сайт. URL: <http://www.maruwa-g.com/e/> (дата обращения: 15.10.2017).
9. MICROCERTEC: Официальный сайт. URL: <http://www.microcertec.com/index-en.html> (дата обращения: 15.10.2017).
10. Centerline Technologies: Официальный сайт. URL: <http://www.centerlinetech-usa.com/> (дата обращения: 15.10.2017).
11. Microtool, Inc.: Официальный сайт. URL: <http://www.microtoolinc.com> (дата обращения: 15.10.2017).
12. Micro-precision technologies, Inc.: Официальный сайт. URL: <http://www.micropt.com> (дата обращения: 15.10.2017).
13. Богданов Ю., Кочемасов В., Хасьянова Е. Неорганические подложки. Характеристики, критерии выбора // Электроника НТБ. 2014. № 1. С. 204–216.
14. Саврук Е. В., Смирнов С. В. Исследование структуры поверхности подложек ГИС СВЧ из алюмооксидной керамики после электронной и лазерной обработки // Доклады ТУСУРа. 2010. № 1 (21). С. 123–127.
15. Игумнов Д. В., Королев Г. В., Громов И. С. Основы микроэлектроники. М.: Высш. шк., 1991. 254 с.
16. Кумачева С. А., Непочатов Ю. К., Денисова А. А. Технология изготовления корундовых подложек ВК-100 методом пленочного литья // Современная электроника. 2017. № 3. С. 20–24.
17. Almatiss: Официальный сайт. URL: <http://www.almatis.com> (дата обращения: 15.10.2017).
18. Mistler Richard E., Twiname Eric R. Tape Casting: Theory and Practice. Springer, 2012. 330 p.

S. A. Kumacheva, P. M. Pletnev, Y. K. Nepochatov

The Influence of Sintering Temperature on the Surface Defects of Polished Alumina Substrates

Abstract. An important task of the manufacture of alumina ceramic substrates used in a hybrid integrated circuit is to obtain high-quality polished surface with a minimum number of defects such as pores and cavities, as well as reducing the sizes of defects. High-quality polished surface can be applied to substrate schemes with greater

density of interconnect, to apply a more complex topology with resistors, reducing the weight and dimensions of the elements and band pass filters.

In the article the choice of producing ceramic substrates by casting the slurry on a film, the original components of the ceramic slip, the stages of preparation of the slip, and technology of manufacturing of ceramic substrates are proved. Vacuum selected as the sintering atmosphere provides the most stable results. Ceramic samples sintered at different temperatures, were investigated to determine their basic physical and technical characteristics.

The results of the analysis of the obtained data allowed determining the dependence of the number of defects of the polished surface of the substrate to the temperature of sintering in vacuum and the optimal mode of firing and the composition of the ceramic slip.

Key words: *ceramic substrate; ceramic slurry; fine alumina; vacuum sintering; surface quality.*

Кумачева Светлана Аликовна – аспирант кафедры «Физика» СГУПС. E-mail: kumachevasa@mail.ru

Плетнев Петр Михайлович – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Физика» СГУПС. E-mail: pletnevpm@stu.ru

Непочатов Юрий Кондратьевич – кандидат технических наук, директор ООО «Керамик Инжиниринг». E-mail: nuk3d@mail.ru