УДК 621.315.612:546.62-31

Е.В. Саврук, С.В. Смирнов

Исследование структуры поверхности подложек ГИС СВЧ из алюмооксидной керамики после электронной и лазерной обработки

Приведены результаты исследований по влиянию структуры и фазового состава поверхности подложек на свойства ГИС СВЧ из алюмооксидной керамики после электронной и лазерной обработки.

Ключевые слова: алюмооксидная керамика, лазерная обработка, электронная обработка, микротвердость, коэффициент вязкости разрушения.

Керамические подложки на основе α -Al₂O₃ широко используются в электронной и электротехнической промышленности и по совокупности электрофизических и техникоэкономических параметров являются одними из наиболее пригодных для изготовления гибридных интегральных схем (ГИС) СВЧ. Вся совокупность свойств подложек должна обеспечивать минимальные потери СВЧ энергии в микрополосковых линиях и обладать совместимостью с материалами, применяемыми для изготовления микрополосковых линий, конденсаторов, резисторов и контактных площадок [1]. Качество поверхности керамических подложек является одним из важных факторов при производстве ГИС СВЧ. Так, увеличение шероховатости поверхности с 20 до 40 нм приводит к увеличению потерь проводимости более чем на 30%. Поэтому становится актуальной проблема улучшения качества поверхности подложек путем использования различных электрофизических методов.

Эффективными способами улучшения структуры поверхности являются ее обработка лазерным излучением и электронными пучками, так называемое «глазурование» [2]. Однако такой способ обработки в бескислородной и восстановительной среде приводит к десорбции адсорбированных и поверхностных частиц, изменению состава, связанных с уменьшением содержания кислорода в приповерхностном слое. Установлено, что наиболее существенные изменения поверхностного слоя наблюдаются у керамических подложек с большим содержанием примеси и дефектов. Нарушение стехиометрии состава приводит к увеличению каталитической способности поверхности, что связано с увеличением поверхностной концентрации центров Льюиса и центров Бренстеда. Кислородные вакансии являются центрами адсорбции различных молекулярных веществ, и в зависимости от поверхностного окружения могут служить как донорами, так и акцепторами электронов при переносе заряда, что было подтверждено экспериментами по химической металлизации поверхности керамики [2].

Целью работы являлось комплексное исследование по влиянию приповерхностного слоя керамических подложек ВК-94-1 и ВК-94-2 на свойства ГИС СВЧ, подвергнутых лазерной и электронно-лучевой обработке в кислородосодержащей среде, методами инфракрасной (ИК) спектроскопии и рентгеноструктурного анализа.

В качестве исследуемых образцов использовались образцы выпускаемых российской промышленностью стандартных шлифованных керамических подложек размером 60×48 мм и толщиной 0,5-1 мм. В табл. 1 приведен типичный химический состав исследуемых образцов.

Таблица 1

Марка	Химический состав, вес. %								
	α -Al ₂ O ₃	SiO_2	Cr_2O_3	MnO	CaO	Fe_2O_3	Na_2O		
ВК-94-1	94,4	2,76	0,49	2,35	_	-	-		
ВК-94-2	94,83	2,5	0,48	1,96	0,48	0,03	0,2		

Химический состав исследуемых образцов

Лазерная обработка керамики проводилась на промышленной лазерной установке ЭМ-220 с непрерывным излучением лазера ИК-диапазона на иттрий-алюминиевом гранате с неодимом путем сканирования лучом диаметром 50 мкм с плотностью мощности 10^2-10^5 BT/см² по поверхности со скоростью 1–10 см/с в естественных условиях. Электронно-лучевая обработка проводилась на экспериментальной установке [3] (г. Томск, ТУСУР) с плазменным источником электронов электронным пучком диаметром 5 мм при давлении в рабочей камере 5–15 Па и при плотности мощности пучка 10^2-10^4 BT/см².

Исследование структуры обработанной поверхности керамических материалов проводилось на растровом электронном микроскопе Hitachi TM-1000 с разрешающей способностью 30 нм и рентгеновском дифрактометре ARL X'TRA в режиме шагового сканирования с большим временем регистрации в точке (монохроматизированное CuKa-излучение, шаг 0,1° по шкале 20, время регистрации в точке 40 с) в диапазоне углов 20 10–90°. Исследование оптических свойств проводилось с помощью ИК-Фурье-спектрометра Infralum FT-801 в спектральном диапазоне 5500–500 см⁻¹ в геометрии на отражение под углом 45°.

Микроскопический анализ. Из рис. 1 следует, что при воздействии лазерного и электронного излучения с плотностью мощности 10^3-10^4 Вт/см² происходит оплавление поверхности. Последующая перекристаллизация материала приводит к образованию на поверхности структуры шевронного типа (см. рис. 1, *a*) с изменением цвета поверхности вплоть до черного.

Форма растущих кристаллитов определяется скоростью сканирования и профилями распределения температур, как внутри, так и на границах расплавленной области (рис. 1, *a*, *б*). На границах зон воздействия лазерного луча наблюдается повышенная дефектность, связанная с перекристаллизацией.



Рис. 1. Поверхность алюмооксидной керамики ВК-94-1: *а* – после лазерной обработки; *б* – после электронной обработки

Глубина проплавления для лазерной обработки составляет около 50 мкм, в то время как для электронно-лучевой обработки – порядка 200 мкм, что связано с большей длительностью воздействия электронного луча.

С помощью алмазной пирамиды Виккерса при нагрузке 50 Н был измерен коэффициент вязкости разрушения K_{1c} приповерхностного слоя [4]. Измеренное значение коэффициента K_{1c} при лазерной обработке для керамики ВК-94-1 достигало 3,44 МПа/М^{3/2} (исходное значение K_{1c} составило 3,3 МПа/М^{3/2}), в то время как для керамики ВК-94-2 оно достигало 3,2 МПа/М^{3/2} (исходное значение K_{1c} составило 3 МПа/М^{3/2}), что связано с повышенным содержанием стеклофазы в оплавленном слое (до 12%). Для этого материала следует также отметить более равномерное распределение K_{1c} по толщине слоя.

Рентгеноструктурный анализ. На рис. 2 приведены дифрактограммы керамики ВК-94-1. По полученным дифрактограммам былии определены фазовый состав приповерхностного обработанного слоя керамики, а также размер областей когерентного рассеяния (ОКР).

На приведенных дифрактограммах (см. рис. 2) видно, что после обработки поверхности интенсивность линий не соответствует исходной, что говорит о наличии текстуры на поверхности керамических подложек. Так, например, на дифрактограмме необработанного образца максимальная линия приходится на 57,5° (плоскость кристаллизации 122), а после лазерной обработки – на 35,1° (плоскость кристаллизации 110, перпендикулярная плоскости поверхности керамики), т.е. происходит направленная перекристаллизация. В это время после электронной обработки максимальная линия приходится на 57,4° (плоскость кристаллизации 122), что указывает на отсутствие текстуры. Установлено, что при обработке поверхности происходит измельчение зерна для α -фазы. Анализ дифрактограмм образцов показывает, что керамика ВК-94-1 после модификации лазерным лучом имеет постоянную решетки a_0 , равную 5,14 E, что соответствует α -фазе алюмооксидной керамики, а после электронно-лучевой модификации – 7,81 E, что соответствует γ -фазе алюмооксидной керамики.



Выполненные исследования показали, что при лазерной и электронной обработке поверхности Al_2O_3 из α -фазы формируется γ -фаза, причем ее содержание определяется режимом обработки. В табл. 2 приведены данные по соотношению фаз при разных режимах обработки поверхности.

Таблица 2

Соотношение фаз и размер ОКР при разных режимах обработки поверхности

Вид обработки по- верхности керамики	Исходная	керамика	Керамика после лазер- ной обработки		Керамика после элек- тронной обработки	
Фаза	α -Al ₂ O ₃	γ -Al ₂ O ₃	α -Al ₂ O ₃	γ -Al ₂ O ₃	α -Al ₂ O ₃	γ -Al ₂ O ₃
Содержание, %	76	24	45,7	54,3	-	100
Размер ОКР L, нм	127	80,52	10	113	-	50

Использование рентгенографического метода исследования позволяет получить более детальную информацию о кристаллической структуре приповерхностных слоев. Эти данные можно извлечь из рассмотрения уширения рентгеновских линий. Величина уширения определяется двумя факторами: во-первых, размером зерен и, во-вторых, искажением кристаллической решетки. Чтобы получить сведения об искажении структуры, необходимо учесть степень уширения, обусловленную дисперсностью образца. Размер частиц можно определить из уравнения Дебая-Шеррера:

$$D=rac{0,94\lambda}{B\cos heta}$$
,

где λ – длина волны рентгеновского излучения; θ – брэгговский угол; В – уширение пика.

Из табл. 2 видно, что при обработке поверхности керамических подложек содержание α -фазы уменьшается, но при этом увеличивается объемная доля стеклофазы. Размер ОКР γ -Al₂O₃ при лазерной обработке увеличился на 28,7%, в то время как при электронной обработке уменьшился на 38% относительно ОКР необработанной подложки.

UK-Фурье-спектроскопия. В работах [5–8] установлено, что при обработке поверхности поликристаллического α -Al₂O₃ лазерным излучением наблюдается нарушение стехиометрии приповерхностного слоя в сторону недостатка кислорода. Это приводит к перестройке кристаллической структуры, что сказывается на изменении оптических свойств керамики, особенно в ИК-диапазоне.

С помощью отражательной ИК-Фурье-спектроскопии было установлено, что часть ионов Al^{3+} переходит из октаэдрических в тетраэдрические кислородные кластеры. Это приводит к появлению на ИК-спектрах дополнительного поглощения при 900–950 см⁻¹, обусловленное увеличением концентрации атомных групп [AlO₄] (рис. 3).



Изменения в ИК-спектрах керамики ВК-94-2 менее значительны по сравнению с ВК-94-1 из-за более низкой плотности, повышенного содержания стеклофазы и наличия в ее составе легкоплавкого окисла СаО (см. рис. 3, б).

Лазерная и электронная обработка поверхности керамических подложек приводит к уменьшению шероховатости поверхности, повышению микротвердости приповерхностного слоя, что позволяет повысить качество и надежность приемопередающих устройств СВЧ-диапазона. Так, после лазерной обработки адгезионная прочность микрополосковых линий увеличивалась на 12% и составила для композиции Cr-Cu-Ni-Au 27 МПа. Потери СВЧ-энергии микрополосковой линии уменьшились на 17% и составили на 20 ГГц 0,013 дБ/см.

Литература

1. Бушминский И.П. Технологическое проектирование микросхем СВЧ / И.П. Бушминский, Г.М. Морозова. – М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2001. – 354 с.

2. Диссоциация поверхности керамических изделий при нагревании в бескислородной среде / М.М. Михайлов, Б.П. Романов, С.В. Смирнов, К.К. Стрелов // Материалы, технологии, конструкции: матер. межрегион. конф. (Красноярск). – 1996. – Ч. 1. – С. 25–35.

3. Бурдовицин В.А. О возможности электронно-лучевой обработки диэлектриков плазменным источником электронов в форвакуумной области давлений / В.А. Бурдовицин, А.С. Климов, Е.М. Окс // Письма в ЖТФ. – 2009. – Т. 35, № 11. – С. 61–66.

4. Колесников Ю.В. Механика контактного разрушения / Ю.В. Колесников, Е.М. Морозов. – М.: Наука, 1989. – 224 с.

5. Михайлов М.М. Высокотемпературные стеклокерамические покрытия / М.М. Михайлов, В.И. Верещагин, С.В. Смирнов // Перспективные материалы. – 1999. – № 4. – С. 14–18.

6. Верещагин В.И. Электрофизические характеристики лазерно-глазурованных слоев на поверхности алюмооксидной керамики / В.И. Верещагин, С.В. Смирнов, А.Н. Швайцер // Новые огнеупоры. – 2003. – № 7. – С. 39–41. 7. Смирнов С.В. Лазерно-химическая активация поверхности алюмооксидной керамики / С.В. Смирнов, В.И. Верещагин, Л.А. Дворецкая // Стекло и керамика. – 2005. – № 11. – С. 14–15.

8. Саврук Е.В. Структура поверхности алюмооксидной керамики после лазерной обработки / Е.В. Саврук, С.В. Смирнов, А.Н. Швайцер // Изв. вузов. Физика. – 2008. – Т. 51, № 11/2. – С. 114–117.

Саврук Елена Владимировна

Магистрант каф. физической электроники ТУСУРа Тел.: 8-923-406-27-69 Эл. почта: savruk@mail.ru

Смирнов Серафим Всеволодович Д-р техн. наук, профессор, проф. каф. физической электроники ТУСУРа Тел.: 8-909-540-86-23 Эл. почта: center@ms.tusur.ru

Savruk E.V., Smirnov S.V. The research on surface structure of aluminum oxide ceramics substrates for microwave hybrid IC's after electron and laser processing

There are the results of the research on surface structure of aluminum oxide ceramics substrates for microwave hybrid IC's after electron and laser processing. **Keywords:** aluminum oxide ceramics, laser processing, electron processing, microhardness, fracture toughness coefficient.