

С 350

Б-245 Б1-14-7857

Барашенков В. С. и др.

2441/7441



ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Б1-14-7857

ДЕПОНИРОВАННАЯ ПУБЛИКАЦИЯ

Дубна 19

74

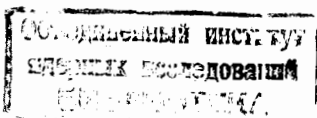
ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Лаборатория ядерных реакций

Б1-14-4857

В.С.Барашенков, В.А.Кузнецов<sup>■</sup>, К.П.Полянин<sup>■</sup>,  
Л.А.Петров<sup>■</sup>, С.П.Третьякова, Г.Н.Федоров, А.Е.Шамыкаев<sup>■</sup>

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЯДЕРНЫХ ФИЛЬТРОВ ДЛЯ ОЧИСТКИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ  
СРЕД В ПРОИЗВОДСТВЕ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ПРИБОРОВ



В.С.Барашенков  
8 апреля 74

Дубна, 1974 г.

<sup>■</sup> Томский завод полупроводниковых приборов, Особое конструкторское бюро.

## А Н Н О Т А Ц И Я

Излагаются результаты опробования в ОКБ при Томилинском заводе п/п приборов ядерных фильтров, изготовленных из тонких полимерных пленок в ЛЯР ОИЯИ с помощью пучка ионов. Для очистки газов (воздух, кислород, азот и др.) и воды от частиц с размерами  $> 0,2 \text{ мк}$  ядерные фильтры по своим фильтрующим и эксплуатационным качествам не менее эффективны, чем известные импортные фильтры "millipore". Срок службы ядерных фильтров в несколько раз больше, чем у "millipore".

Ядерные фильтры могут использоваться также для очистки кислот и фоторезиста. Очистка технологических сред с помощью ядерных фильтров увеличивает выход кондиционной продукции в несколько раз.

## ВВЕДЕНИЕ

Технология производства современных п/п приборов (интегральных схем и т.п.) требует высокой степени очистки используемых жидких и газообразных технологических сред от инородных включений (пыль, бактерии и т.д.). В воздухе рабочих камер должно содержаться не более 2-3 частиц на литр с размерами  $D = 0,5$  мк и должны полностью отсутствовать более крупные частицы. Требования к чистоте технологических газов (кислород, азот и др.) еще выше: в одном литре таких газов должно быть не более 2-3 частиц с диаметрами  $D = 0,2$  мк и недопустимы частицы больших размеров. Вода, используемая в производстве п/п приборов, должна полностью очищаться от всех микроорганизмов и инородных частиц с размерами  $D \geq 0,2$  мк.

В настоящее время для предварительной очистки технологических газов используются фильтры Петрянова ФШ-15, позволяющие освобождаться от большей части частиц с размерами  $D > 1$  мк. К сожалению, эти фильтры не достаточно стойки к химически активным средам и, кроме того, сами по себе являются источником мелкой органической пыли. Для дальнейшей тонкой очистки газов используются весьма дорогостоящие импортные химические фильтры "millipore".

Что касается жидких технологических сред, то для предварительной очистки воды используется дистилляция и деонизация ионно-обменными смолами, предварительная очистка фото-



резиста производится с помощью центрифугирования. Последующая тонкая фильтрация жидкостей выполняется с помощью "millipore". При этом, поскольку эти фильтры не выдерживают давлений, необходимых для того, чтобы продвинуть весьма вязкий фоторезист через поры с размерами 0,2 мк, на современном уровне технологии приходится довольствоваться сравнительно невысокой степенью очистки, когда в одном литре фоторезиста остаются 2-3 частицы с размерами 0,5 мк. Аналогичным образом производится очистка кислот.

Существенным недостатком фильтров "millipore" является большая дисперсия отдельных пор вокруг его среднего размера  $D_{ср.}$ , поэтому для того, чтобы обеспечить хорошую степень фильтрации, приходится использовать фильтры со средним размером пор  $D_{ср.}$ , значительно меньшим средней величины отфильтровываемых частиц, что приводит к нежелательному увеличению сопротивления фильтра.

Представление о величине дисперсии пор типичной партии фильтров "millipore" можно получить из таблицы, где приведены результаты фильтрации воздуха в помещении<sup>ж)</sup>.

Другим важным недостатком фильтров "миллипоры" с необходимыми для эффективной очистки технологических сред размерами пор  $D = 0,1 - 0,2$  мк, является их весьма низкая пропускная способность: всего лишь 0,5 л/мин·см<sup>2</sup> при  $D = 0,1$  мк и 1,5 л/мин·см<sup>2</sup> при  $D = 0,2$  мк для воздуха и, соответственно, 2 и 8 мл/мин·см<sup>2</sup> для воды при давлении  $p \approx 1$  атм.

ж) Эти измерения выполнены с помощью стандартного прибора АЗ-4, принцип действия которого основан на количественной связи между размером аэрозольной частицы и интенсивностью рассеиваемого ею света.

Повысить расход отфильтрованных материалов можно путем увеличения площади фильтра или величины давления, что во многих случаях не допустимо по технологическим соображениям.

Уникальными возможностями для очистки технологических сред обладает новый тип фильтров - "ядерные фильтры", получаемые путем облучения тонкой полимерной пленки пучком тяжелых ионов с последующим химическим вытравливанием поврежденных ионами участков пленки. Фильтрующие поры в таких фильтрах имеют форму, близкую к цилиндрической и практически однородны по их размерам (дисперсия диаметров пор составляет  $\approx 5\%$ ; см. рис. 1,2). Поскольку толщина пленки составляет всего лишь 5-10 мк, фильтрующая способность ядерного фильтра высока даже при небольших пористостях 10-20%.

В настоящем отчете излагаются результаты опробывания эксплуатационных возможностей ядерных фильтров с размерами пор  $D \approx 0,5$  мк, в применении к очистке технологических сред, используемых при производстве п/п приборов. Изучались фильтрующая и пропускная способности фильтров, их механическая и термическая стойкость, устойчивость фильтров по отношению к химическим реагентам.

Характеристики использовавшихся  
ядерных фильтров

Принцип изготовления ядерных фильтров виден из рис.3.

Пленка из лавсана толщиной  $e = 10$  мк облучается пучком ионов ксенона с энергией около 150 Мэв, каждый из которых образует в пленке цилиндрический канал радиационных повреждений (расщепление полимерных молекул). В результате последующего окисления расщепленных молекул атмосферным кислородом, травление в растворе щелочи и вымывания образовавшихся солей образуются сквозные цилиндрические отверстия, диаметр которых  $D$  зависит от режима травления: концентрации щелочи, температуры и продолжительности процесса. При травлении происходит также некоторое уменьшение толщины пленки  $e$ , которое может быть измерено.

Пористость фильтра зависит от диаметра пор и от интенсивности пучка ионов. При этом могут возникать перекрытия отдельных пор (такие случаи видны на рис.1); поскольку, однако, траектории отдельных ионов практически никогда не бывают строго параллельны друг другу, то даже при видимом перекрытии входных отверстий каналы пор оказываются разделенными. (Слияние каналов происходит лишь при больших диаметрах, сравнимых с длиной канала:  $D \approx e$ ).

Диаметр пор, определенный с помощью оптического микроскопа, ~~не~~ был равен  $D \approx 0,5$  мк. (Знак " $\approx$ " учитывает то обстоятельство, что в пределах разрешающей способности микроскопа диаметр может несколько отличаться при переходе от одного фильтра к другому).

## МЕТОДИКА ИСПЫТАНИЙ

Для изучения пропускной способности фильтров по отношению к газу использовалась система, изображенная на рис.4.

Система для фильтрации газа состоит из баллона с газом I, стабилизатора давления 2, предварительного фильтра грубой очистки 3, вентилей 4, расходомеров на разную пропускную способность (1200, 300 и 10 л/час), манометра 6 и фильтродержателя 7 с испытуемым фильтром.

На рис.5 показана конструкция специально разработанного фильтродержателя, состоящего из корпуса 7, в который закладываются фторопластовые кольца 8, металлические сетки II фильтр-подложка IO и испытуемый фильтр 9. В корпус входит крышка 5, которая уплотняется через фторопластовое кольцо 4 гайкой 6. Соединение фильтродержателя, либо с магистралью, либо с расходомерами осуществляется фторопластовой трубкой 2, развальцованной по кольцу гайкой I.

Система для фильтрации воды (см.рис.6) отличается лишь тем, что кроме вышеперечисленных деталей (см.рис.4), содержит специальную емкость для залива воды 8, фильтр грубой очистки воды 9 и мерный объем IO. Конструкция соответствующего фильтродержателя изображена на рис.7. Он представляет собой корпус 5, в дно которого вставлен держатель 8 и фторопластовое кольцо 9. На эти детали накладывается металлическая сетка 3, фильтр-подложка IO, испытуемый фильтр II, предфильтр 2, фторопластовое кольцо I2, рассекаТЕЛЬ струи воды I. Корпус крепится с крышкой I3 через кольцо I4 винтами 4.



Подвод воды осуществляется штуцерами 7, ввернутыми в корпус и крышку и уплотненными с ними прокладкой 15.

Для определения фильтрующей способности ядерных фильтров использовался упоминавшийся уже выше прибор АЗ-4.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

Пропускная способность ядерных фильтров по отношению к газу оказалась в 2-2,5 раза, а по отношению к дистиллированной воде приблизительно в 1,5 раза выше, чем у фильтров "миллипор" с равными диаметрами пор  $D^*$ .

Фильтрующая способность ядерных фильтров для частиц с диаметрами  $D \geq 0,5$  мк, как видно из таблицы I, заметно лучше, чем у фильтров "миллипор", особенно значительно преимущество ядерных фильтров в области мелких частиц с размерами  $D < 0,5$  мк.

При изучении пропускной способности ядерных фильтров мы столкнулись со следующим интересным фактом. Оказалось, что пропускная способность одного и того же фильтра сильно зависит от используемой подложки. Различные рассмотренные варианты схематически изображены на рис. 8. (В качестве грубого фильтра применялся фторопластовый фильтр "миллипор" типа LS с размерами пор 5 мк). Наилучшие результаты получаются в случае, когда в качестве подложки используется мягкий или очень пористый материал, препятствующий плотному прилеганию очень эластичного и тонкого ядерного фильтра, при котором часть пор оказывается закрытой.

\* Эта способность без заметного ухудшения качества фильтров может быть еще несколько увеличена за счет увеличения интенсивности облучения пленки в пучке ионов.

Механические свойства фильтров испытывались путем создания толчков давления при использовании различных подложек.

Фильтр без прокладки выдерживает перепад давления, равный 0,15-0,2 кгс/см<sup>2</sup>. При этом разрушение фильтра, как правило, происходит в результате растяжения его центральной части.

С металлической сеткой фильтр выдерживает перепады давлений, равные 2-2,5 кгс/см<sup>2</sup>. После использования даже в течение продолжительного времени фильтры не меняют своей эластичности.

Один из фильтров испытывался в течение 1,5 месяца в потоке кислорода, охлажденного до температуры  $t = -(50-60)^{\circ}\text{C}$ . Пропускная способность этого фильтра за весь период испытаний практически не изменилась; каких-либо видимых изменений структуры и механических свойств фильтра не обнаружено (не считая некоторого изменения цвета поверхности фильтра).

Для определения устойчивости фильтра по отношению к растворителям, входящим в состав фоторезиста, фильтр помещался на 80 часов в фоторезист и диоксан; каких-либо видимых изменений свойств фильтра при этом не обнаружено. Механические свойства фильтра при этом сколь-нибудь заметных изменений не претерпели.

Ядерные фильтры на основе лавсана не гигроскопичны, достаточно хорошо смачиваются водой и другими жидкостями, используемыми при производстве п/п приборов, и в тоже время не набухают в этих жидкостях; лавсановая пленка обладает бактериологической стойкостью.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, опробывание ядерных фильтров, изготовленных на основе лавсана, показывает их высокие фильтрующие и эксплуатационные качества. Выход конденционной продукции при использовании ядерных фильтров увеличивается в несколько раз. Эти отечественные фильтры с большой эффективностью могут быть использованы для тонкой очистки различных технологических сред, используемых в электронной промышленности и в дальнейшем могут полностью заменить широко использующиеся импортные фильтры "миллипор".

ПОДПИСИ К РИСУНКАМ

Рис. 1. Микрофотография ядерного фильтра с диаметром пор 1 мк.  
Все поры имеют практически одинаковую цилиндрическую форму.

Рис. 2. Микрофотография отдельных пор ядерного фильтра.

Рис. 3. Последовательность основных операций при изготовлении ядерного фильтра.





Рис. 4. Система для определения пропускной способности фильтра в случае фильтрации газа.

Рис. 5. Фильтродержатель, использованный в установке для фильтрации газа.

Рис. 6. Система для определения пропускной способности фильтра в случае фильтрации воды.

Рис. 7. Фильтродержатель, использованный в установке для фильтрации воды.

Рис. 8. Относительная эффективность различных вариантов использования ядерного фильтра.

	сетка металлическая
	ядерный фильтр
	фильтр грубой фильтрации (подложка)
	капроновая ткань

Пропускная способность в худшем варианте, когда испытываемый фильтр помещен между двумя металлическими сетками, выбрана за 100%.

### ТАБЛИЦА I.

Сальтаторная способность "миллиор" и интервал фальшеров

Диаметр частиц D, мк.	0,4	0,5	0,6	0,6	1	2
N	(2741)10 <sup>3</sup>	(12,570,5)10 <sup>3</sup>	(3,970,3)10 <sup>3</sup>	236715	236715	6576
N(08)	(17,570,3)10 <sup>3</sup>	(1,970,1)10 <sup>3</sup>	110710	1572	571	0
N(045)	(12,570,3)10 <sup>3</sup>	220720	471	0	0	0
N <sup>II</sup> (05)	1773	471	0	0	0	0

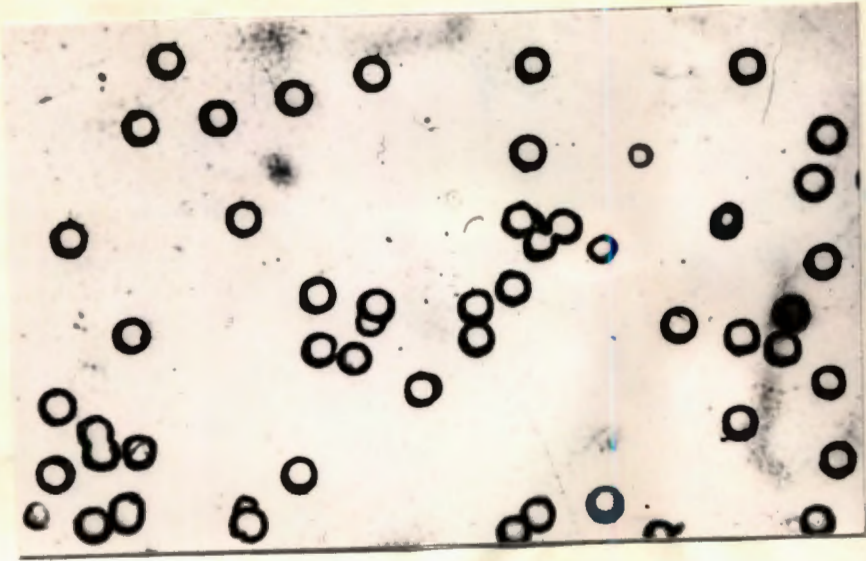
N - число частиц в I литре воздуха.

N(03) - число частиц в I литре воздуха, пропущенного через фальш "миллиоры" с D ср. = 0,8 мк.

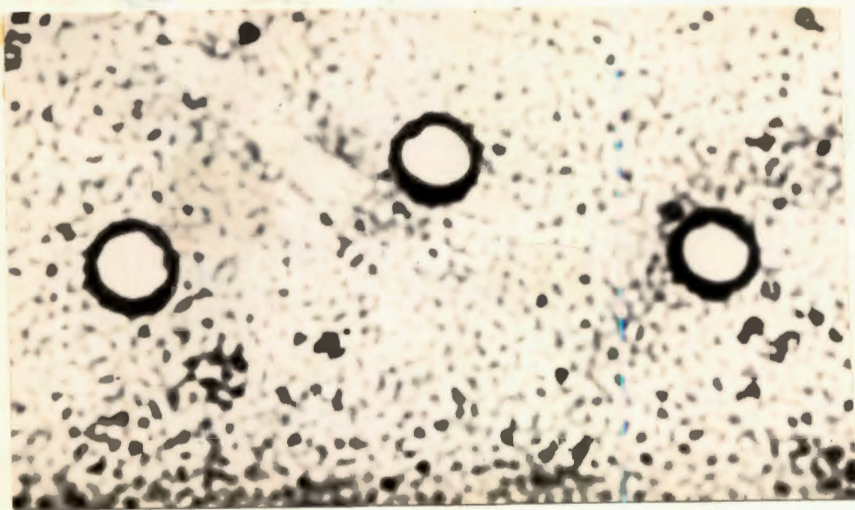
N(045) - число частиц в I литре воздуха, пропущенного через фальш "миллиоры" с D ср. = 0,45 мк.

N<sup>II</sup>(05) - число частиц в I литре воздуха, пропущенного через интервал фальш с D ср. = 0,5 мк (см. шло).

*М. Г. Миллер в Б. Б. Б.*



Puc. 1.



Puc. 2.



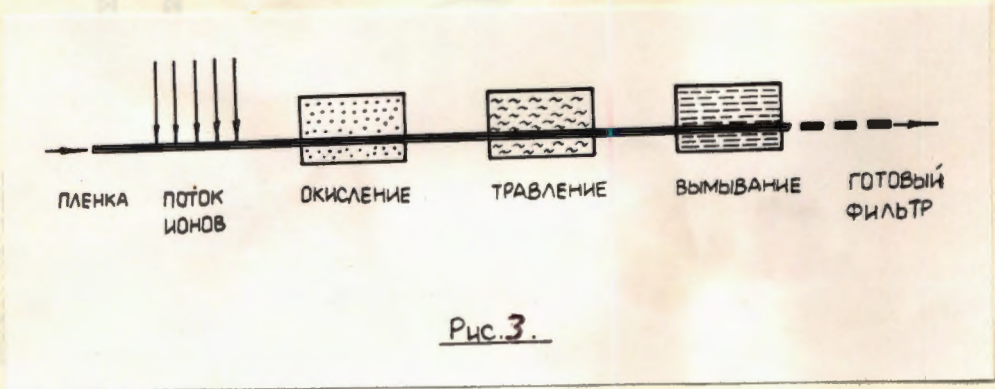


Рис. 5

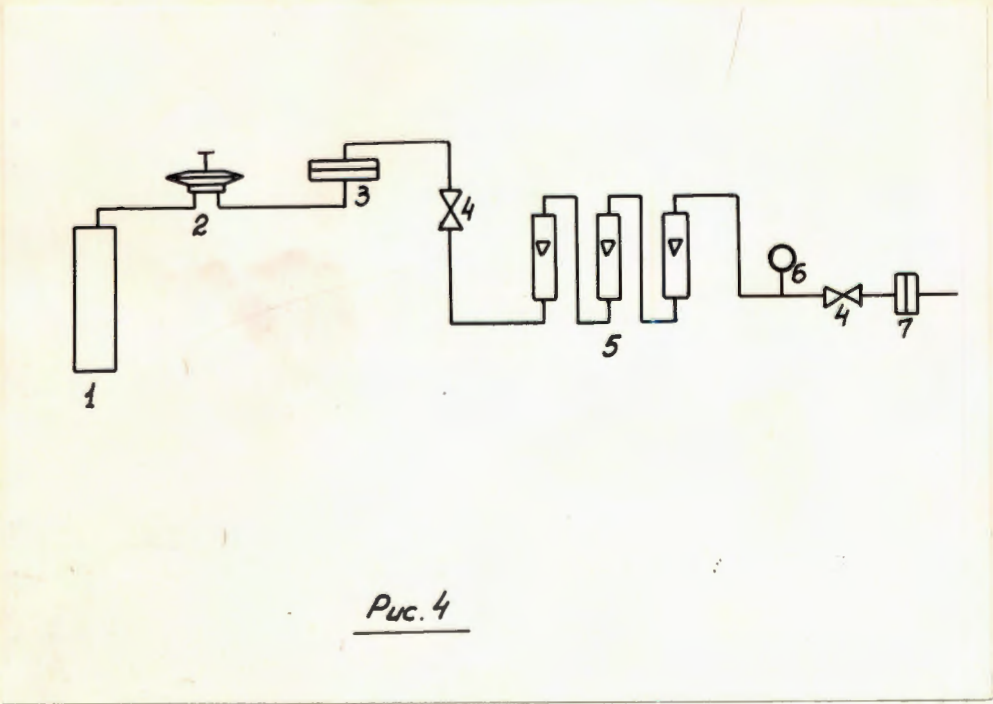


Рис. 6

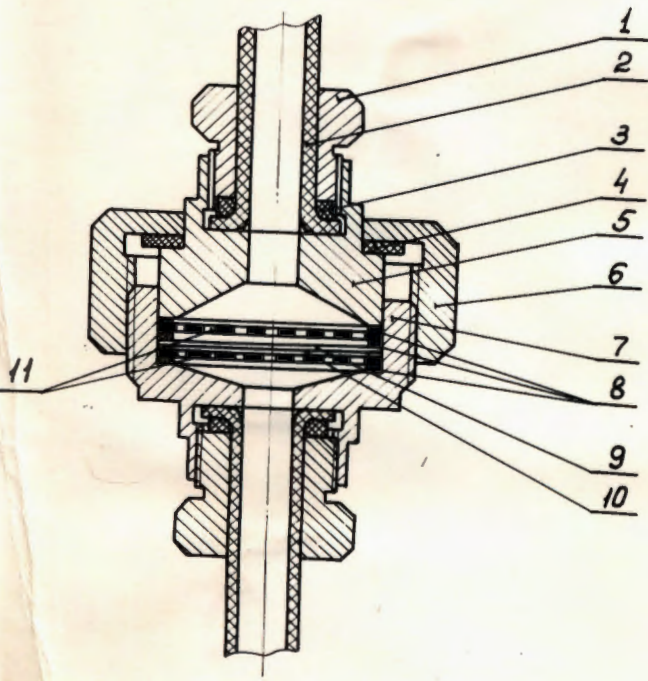


Рис. 5

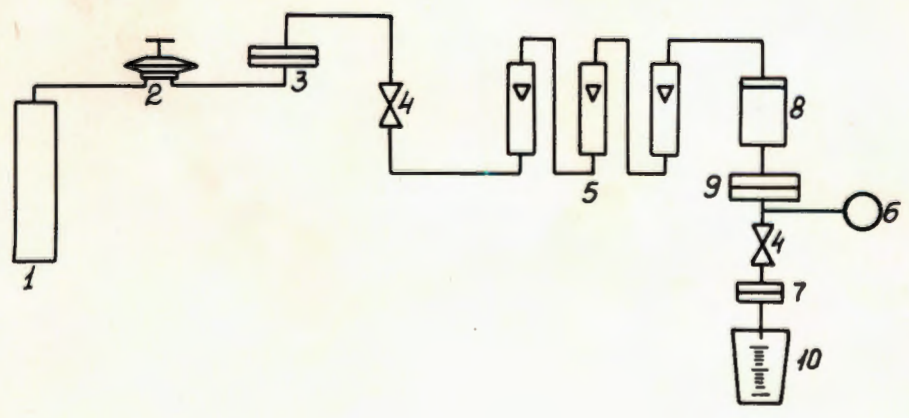
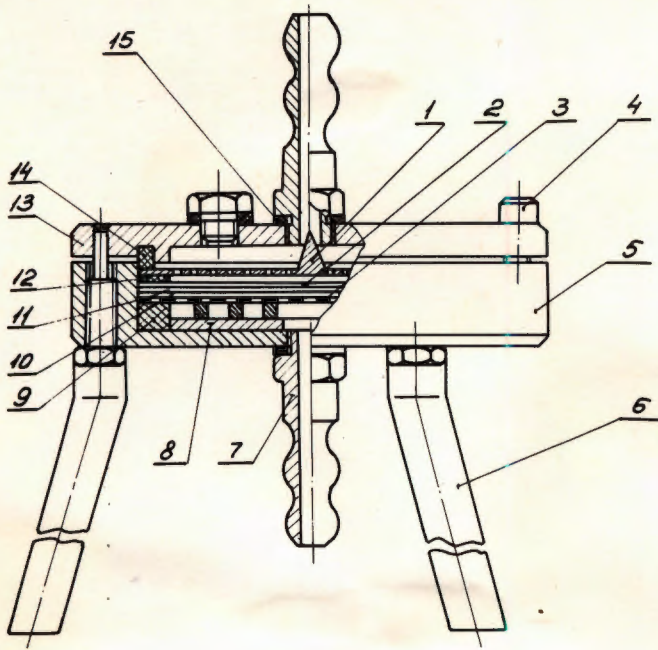
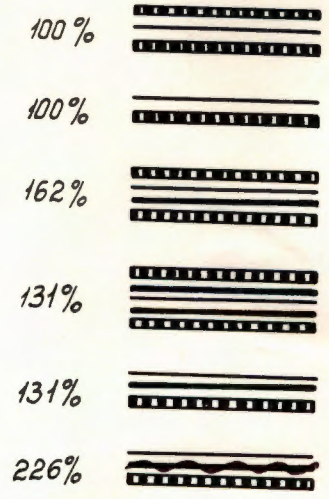


Рис. 6





Puc. 7



Puc. 8