

На правах рукописи



004611166

A stylized handwritten signature in black ink, consisting of a large loop followed by several vertical strokes.

МИЛЕНИН Павел Павлович

**ИССЛЕДОВАНИЕ И РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА
ВЫСОКОЧАСТОТНЫХ КВАРЦЕВЫХ РЕЗОНАТОРОВ**

Специальность: 05.11.14 – Технология приборостроения

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т
диссертации на соискание ученой степени
кандидат технических наук

2 1 О К Т 2 0 1 0

Москва – 2010

Работа выполнена в Московском государственном университете приборостроения и информатики (МГУПИ)

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
КОНДРАТЕНКО Владимир Степанович

Официальные оппоненты: доктор технических наук, профессор
САГАТЕЛЯН Гайк Рафаэлович

доктор физико-математических наук, профессор
ПАСЕЧНИК Сергей Вениаминович

Ведущая организация: ОАО «Оптрон» (г. Москва)

Защита состоится « 26 » октября 2010 года в зале Советов в 12 часов на заседании диссертационного Совета Д212.119.01 при Московском государственном университете приборостроения и информатики по адресу:
107846, г. Москва, ул. Стромынка, 20.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке МГУПИ.

Отзывы и замечания в одном экземпляре, заверенные печатью, просим направлять по адресу: 107846, г. Москва, ул. Стромынка, 20, Ученый совет.

Автореферат разослан « 23 » сентября 2010 года

Ученый секретарь диссертационного
Совета, д. т. н., профессор



В. В. Филинов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Работа посвящена решению важной задачи: совершенствованию конструкции миниатюрных высокочастотных кварцевых резонаторов и технологии их производства.

В настоящее время высокочастотные и сверхвысокочастотные пьезоэлектрические резонаторы на объемных акустических волнах являются базовыми комплектующими элементами для создания новых видов радиоэлектронных систем и аппаратуры. Наибольшее применение они находят в современных видах сотовой телефонии, аппаратуре связи, навигации, высокоскоростных средствах вычислительной техники, устройствах кабельного телевидения. Известно, что прямая генерация высоких частот без использования умножителей позволяет повысить надежность аппаратуры, упростить схему генератора, улучшить габаритно-весовые показатели аппаратуры, снизить потребляемую мощность, снизить фазовый шум и т.д.

Поэтому при проектировании аппаратуры СВЧ-диапазона большинство разработчиков РЭА предпочитают для стабилизации и селекции частоты использовать пьезоэлектрические резонаторы на объемных акустических волнах с применением вибраторов, возбуждаемых на основной частоте.

Такие резонаторы обладают рядом преимуществ, особенно ценных для использования в управляемых по частоте генераторах, широкополосных фильтрах, генераторах ударного возбуждения, высокостабильных термокомпенсированных генераторах и т.д.

Преимущества СВЧ-резонаторов, возбуждаемых на основной частоте:

- малое динамическое сопротивление (в 5÷10 раз меньше, чем на гармониках);
- меньшее число паразитных резонансов;
- в десятки раз меньшее значение динамической индуктивности;
- возможности реализации более высокой температурной стабильности частоты генераторов (ТКГ и ГУН);
- величина достижимой перестройки частоты обратно-пропорциональна квадрату номера гармоники.

По сравнению с ПАВ-резонаторами резонаторы на ОАВ обладают значительно более высокой температурной и временной стабильностью частоты и в десятки раз более высоким значением добротности и более высокой механической устойчивостью (удары, вибрации и акустический шум).

Повышение частоты резонатора на основной моде сдвиговых колебаний с пьезоэлементами АТ-среза связано, с уменьшением толщины кристаллического элемента. Обычные кварцевые резонаторы АТ-среза подавляющим большинством зарубежных и отечественных фирм выпускаются с предельной основной частотой 25 МГц. И лишь небольшое число фирм обладают технологией формирования тонкой меза-структурной конструкции кристаллических элементов.

Конструирование СВЧ резонатора с высокой основной частотой требует тщательной отработки всего технологического процесса изготовления резонатора. Чем миниатюрнее и тоньше изготовлен кристаллический элемент, тем выше частота. Но изготовление миниатюрного и тонкого элемента повышает возможность его поломки на различных операциях.

Опыт отечественных и зарубежных исследований подтверждает необходимость прецизионной отработки оснастки и процессов всего технологического цикла.

Во вновь разрабатываемых современных и перспективных типах радиоэлектронной аппаратуры (особенно связанной) наблюдается регулярный рост потребления резонаторов на частоты 50000-300000 кГц с возбуждением на основной частоте и гармониках. При этом выдвигаются требования миниатюризации таких

резонаторов: габаритные размеры должны сокращаться многократно по сравнению с выпускаемыми в настоящее время, а требования к параметрам и характеристикам становятся более жесткими. Организация исследований, разработок и производства таких изделий требует высокой квалификации исполнителей и перевооружения производства с учетом современных достижений микро- и нанотехнологий.

Целью работы является создание новых конструкций и технологий изготовления высокочастотных миниатюрных кварцевых пьезоэлектрических резонаторов для современных и перспективных приборов, оборудования и устройств связи, радиотехники, измерительных комплексов и многих других видов техники.

Достижение поставленной цели предполагает решение **следующих задач**:

- технологическое и экономическое обоснование применения новых конструкционных и технологических материалов и веществ;
- исследование и обоснование требований к пьезоэлектрическим материалам;
- исследование способов повышения эффективности использования формообразования кристаллических элементов, включая новые типы связанного алмазно-абразивного инструмента;
- исследование влияния на выходные параметры резонаторов различного типа используемых в производстве различных типов травителей для прецизионного формообразования кристаллических элементов;
- оптимизация конструкций кристаллических элементов в микроминиатюрном исполнении;
- адаптация современных достижений нанoeлектроники в различных процессах формообразования электродных покрытий, прецизионной настройки номинальной частоты резонаторов.

Научная новизна работы состоит в том, что создан новый технологический процесс производства кварцевых резонаторов для высокостабильных и прецизионных пьезоэлектрических генераторов и фильтров в миниатюрном исполнении, позволивший расширить частотный диапазон резонаторов до 350 МГц.

Разработанный новый технологический процесс изготовления и новые конструкции миниатюрных высокочастотных кварцевых резонаторов, обеспечивают их высокую стабильность частоты и малые габаритные размеры, позволяющие существенно уменьшить размеры пьезоэлектрических генераторов, повысить их устойчивость к внешним воздействиям (к вибро и ударопрочности), а также время выхода на рабочий режим аппаратуры, где они применены, за счет существенного уменьшения габаритов и массы пьезоэлемента.

Обоснован выбор оптимальной последовательности технологических операций и регламент их выполнения, что позволило повысить качество выпускаемых резонаторов, расширить их частотный диапазон и повысить процент выхода годной продукции.

Установлена взаимосвязь между основными параметрами кварцевого сырья и параметрами резонатора ВЧ и СВЧ диапазона.

Разработана прецизионная оснастка, обеспечивающая формирование защитных и электродных покрытий пьезоэлементов.

Практическая значимость. Исследования по теме диссертации связаны с решением практических задач, остро стоящих в ряде областей промышленности и техники. Практическая ценность данной работы подтверждена актами внедрения результатов работы на отечественных предприятиях.

Исследования, проведенные в рамках диссертации, позволили разработать новую технологию изготовления миниатюрных кварцевых пьезоэлектрических резонаторов, работающих в широком частотном диапазоне.

Разрабатываемые резонаторы отвечают перспективным требованиям современных отечественных и международных стандартов и создают возможность проектирования новейших видов радиоэлектронной аппаратуры.

Реализация и внедрение результатов. Разработанные технологические процессы нашли практическое применение и внедрены в ряде компаний, в том числе ОАО «ПЬЕЗО» (г. Москва), ООО «ПЬЕЗОТРОН» (г. Москва), ЗАО «Завод Метеорит-Н» (г. Москва), ЗАО «БМГ-Кварц» (г. Москва), ООО «Селекция» (г. Москва).

Освоенные резонаторы используются более чем на 250 предприятиях России.

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы докладывались на Международных научно-технических конференциях «Пьезо-2008» (Москва – 2008) и «Инновационные технологии в науке, технике и образовании» (Тунис – 2008), на заседаниях НТС кластера «Группа предприятий «Пьезо» (г. Москва), а также на семинарах и научных конференциях Московского государственного университета приборостроения и информатики.

Результаты диссертационной работы демонстрировались на выставках: Московская промышленная выставка 2007, Архимед -2006, ChipEXPO-2007, Архимед - 2007, Москва –город науки 2007, где были отмечены почетными дипломами, серебряной и золотой медалями выставок.

На защиту выносятся следующие положения:

- технологический процесс формообразования кристаллических элементов;
- процессы прецизионного нанесения с нанометрической точностью электродных покрытий на кристаллические элементы;
- оптимизированные процессы настройки номинальной частоты СВЧ резонаторов ($\pm 5 \cdot 10^{-6}$);
- новые конструкции пьезоэлемента и миниатюрных высокочастотных кварцевых резонаторов на их основе, обеспечивающие высокую стабильность частоты и малые габаритные размеры;
- выбор оптимальной последовательности технологических операций и регламент их выполнения, позволившие повысить качество выпускаемых резонаторов, расширить их частотный диапазон и повысить процент выхода годной продукции, что обеспечило снижение себестоимости и увеличение конкурентоспособности разработанных изделий.

Публикации. По материалам диссертации опубликованы 19 научных работ, включая 13 статей, опубликованных в научно-технических журналах, в том числе 3 статьи в журналах, рекомендованных ВАК, а также 6 докладов на международных конференциях.

Объем и структура работы. Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, и списка литературы.

Во введении обосновывается актуальность выбранной темы исследований с целью разработки и внедрения в производство новых типов СВЧ-резонаторов и технологий их изготовления.

Приведены основные научные и практические положения, выносимые на защиту.

В первой главе дается анализ современных исследований и технологических процессов производства высокочастотных кварцевых резонаторов. Проведен анализ применения различных сортов кварца для резонаторов на различные частоты. Рассмотрены современные процессы формирования кристаллического элемента, способы «посадки» кристаллического элемента на частоту, способы формирования меза-

структуры, способы нанесения защитных покрытий и электродов пьезоэлементов, способы формирования контура пьезоэлемента, способы настройки резонаторов на частоту, современные способы герметизации резонаторов, а также выбор кварцевого сырья и установка требований к механической и химической обработке кристаллических элементов.

Для обеспечения стабильности технологического процесса и высоких параметров СВЧ-резонаторов необходим тщательный отбор кварцевого сырья, обладающего структурным совершенством и идентичностью, отвечающего требованиям температурной и радиационной устойчивости.

Как правило, этим требованиям отвечает естественное сырье класса «Экстра» (рис.1) и дорогостоящие синтетические сорта монокристаллов кварца (рис.2), выращенные при низких скоростях роста (до 0,35 мм/сутки), с применением бездефектного элитного затравочного материала из природного или электроочищенного кварца типа «оптический» или «КОРУ» (кварц оптический радиационно-устойчивый). Из отечественных сортов синтетического кварца для этих целей наиболее подходит кварц по техническим условиям МЭК 758 добротность Q более $2,4 \cdot 10^6$. Эти монокристаллы имеют наименьшее число каналов травления (до 10 на см^2), добротность более $2,4 \cdot 10^6$.

Наибольшей термостойкостью (растрескивание, появление двойников) обладают кварцевые кристаллы с добротностью более $3,0 \cdot 10^6$.

Они выдерживают предельные температуры $-70 \div +530^\circ\text{C}$ при изменении температуры со скоростью $5 \div 7^\circ\text{C}/\text{мин}$. При проверке монокристаллов на термоудар напряженные низкокачественные кристаллы растрескиваются.

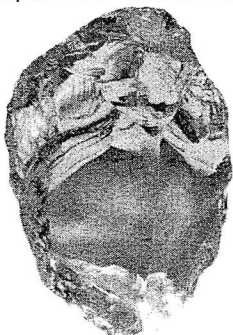


Рисунок 1. Естественный кварц для производства кристаллических элементов кварцевых резонаторов

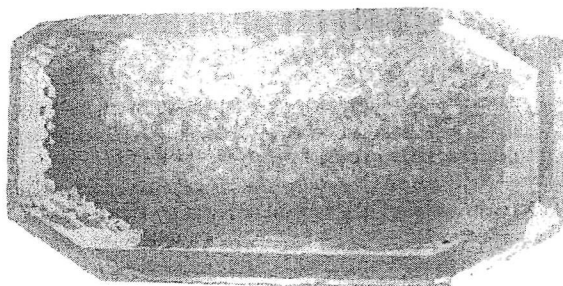


Рисунок 2. Искусственный кварц для производства кристаллических элементов кварцевых резонаторов, выращенный методом гидротермального синтеза

Наивысшей радиационной устойчивостью обладают кристаллы по ОДО.735.013 ТУ.

Для СВЧ-резонаторов не допустимо использование областей кристаллов на расстоянии 2 мм от затравки, а также областей с наличием зопарности. Поэтому необходимо применять сырье соответствующее стандарту МЭК International standard IEC 60758-2008-11, в котором регламентируется неравномерность распределения примеси по толщине нарощеного слоя. При изготовлении кристаллических элементов из высокодобротных кристаллов во избежание возникновения двойников необходимо обеспечивать следующие режимы резания:

- скорость вращения круга до 30 м/с;
- усилие подачи $15 \div 20$ ($1,5 \div 2$ кг);
- скорость холостой подачи $100 \div 120$ мм/мин.;
- глубина резания до 60 мм.

Возможно использование других сортов кварца при условии, разработки методов их отбора и отбраковки, методов электроочистки (в том числе групповых кристаллических элементов).

Разработанные в рамках настоящей работы процессы и режимы формообразования МС-кристаллических элементов из искусственного кварца позволяют создавать резонаторы не частоты от 20 МГц до 350 МГц.

Большинство производителей резонаторов используют технологические процессы не позволяющие изготавливать резонаторы выше 30 МГц по основной частоте. В результате проведенных работ была разработана технология основанная, как на оптимизированных традиционных технологических принципах и оборудовании для производства резонаторов, так и новых, которые позволили расширить частотный диапазон до 350 МГц.

Во второй главе решаются задачи:

- расчета и выбора угла среза кристаллического элемента;
- расчета геометрии кристаллического элемента;
- расчета электрода пьезоэлемента и выбор его материала;
- расчета припуска под металлизацию;
- разработки схемы резки кристалла кварца;
- разработки и обоснования конструкции кварцевого резонатора.

Основными факторами, определяющими работу и характеристики резонатора, являются физические параметры пьезоэлектрика, а также соотношения размеров, форма КЭ и электрода и т.д.

Резонатор представляет собой электромеханическую систему с распределенными постоянными и имеет множество собственных частот. К этим частотам относятся рабочая частота, ее гармоники и частоты, имеющие самое различное происхождение из-за неоднородности пьезоэлемента, неточности обработки КЭ и т.д.

Электрические характеристики пьезокварцевого резонатора вблизи любого резонанса можно представить при помощи эквивалентной электрической схемы рис.3, состоящей из емкости C_1 , индуктивности L_1 , сопротивления R_1 , соединенных последовательно и зашунтированных параллельной емкостью C_0 . Данные параметры не зависят от частоты при несвязанных видах колебаний при условии, если полная проводимость рабочего колебания более, чем на два порядка выше близлежащего нежелательного.

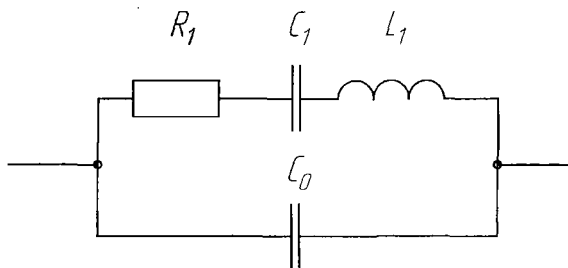


Рисунок 3. Эквивалентная схема кварцевого резонатора

Одним из важных параметров пьезоэлектрического резонатора, характеризующим отношение электрической и механической энергий при колебаниях является так называемый емкостный коэффициент (r):

$$r = C_0/C_1 \quad (1)$$

Полоса частот между антирезонансной (f_a) и резонансной (f_r) частотами пьезоэлектрического резонатора носит название резонансного промежутка:

$$\Delta f_{ar} = f_a - f_r \approx f_s^2 (1/2r) \quad (2)$$

где f_s' - частота пьезоэлектрического резонатора при последовательном резонансе.

Резонансный промежуток определяет предельные значения полосы пропускания кварцевых фильтров и пределы девиации частоты управляемых кварцевых генераторов. Анализ уравнений, описывающих частотные характеристики кварцевого резонатора, показал, что резонансный промежуток уменьшается обратно пропорционально квадрату номера гармоники колебаний толщинного сдвига.

При выборе резонаторов для кварцевых фильтров, простых и термокомпенсированных генераторов отдают предпочтение резонаторам среза АТ, а для термостатированных генераторов резонаторам среза SC хотя, с точки зрения частотного диапазона, резонаторы могут иметь пьезоэлементы и других срезов: БТ, RT, ИТ и т.д. рис. 3.

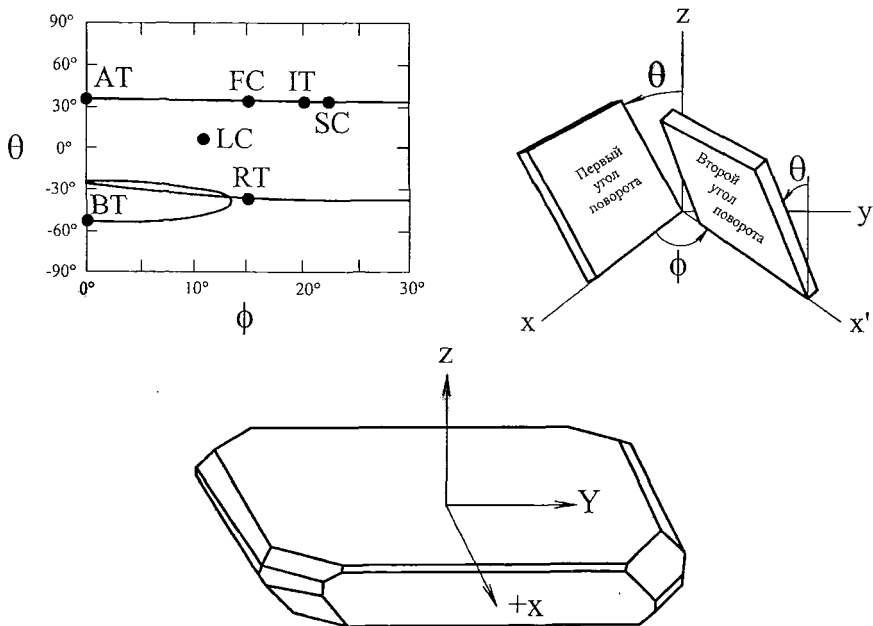


Рисунок 4. Углы поворота различных срезов

Это обусловлено рядом объективных причин: обладая «нулевым» температурным коэффициентом частоты, т.е. малыми уходами частоты от температуры, срез АТ и SC имеет при выполнении определенных конструктивных критериев моночастотность и т.д.

Кристаллические элементы АТ среза, обладая большим резонансным промежутком, применяемые в кварцевых фильтрах, характеризуются более высоким подавлением нежелательных резонансов (до 30-40 дБ и более).

При конструировании кварцевых резонаторов с пьезоэлементами срезов АТ и SC, совершающими колебания сдвига по толщине на основной частоте, приходится

сталкиваться с влиянием контурных размеров пьезоэлементов на электрические параметры и температурно-частотные характеристики резонатора.

Наибольшее влияние на параметры и ТЧХ резонаторов с пьезоэлементами среза АТ оказывает связь сдвига по толщине с обертонами изгиба в плоскости ХУ' и обертонами сдвига по контуру в плоскости ХZ'.

Сдвиговые колебания основной частоты вызывают поперечные изгибные колебания пластин в направлении оси Х.

Минимальные значения индуктивности, максимальная плавность ТЧХ, а также малые емкостные соотношения соответствуют условию возникновения стоячей волны вдоль оси Х.

Формула для расчета основной частоты имеет вид:

$$f = \frac{n}{2t} \sqrt{\frac{c'_{66}}{\rho}} \cdot \left[1 + \frac{\sqrt{2c'_{11}} + \sqrt{2c'_{55}}}{\pi \cdot n \sqrt{c'_{66}}} \cdot \frac{t}{d} \right],$$

где t – толщина пьезоэлемента,
 n – порядок толщинного обертона,
 d – диаметр пьезоэлемента

Управление моночастотностью кварцевого резонатора среза АТ возможно при определенных конструктивных соотношениях между массой электродного покрытия и площадью КЭ.

Впервые на связь между частотным спектром и площадью электродного покрытия кварцевых резонаторов среза АТ указал Бехман.

По результатам экспериментальных исследований он сформулировал критерий моночастотности кварцевых резонаторов: отношение диаметра электрода $d_{э}$ к толщине элемента t не должно превышать некоторой величины (например, $d_{э}/t \leq 18$ для резонаторов, работающих на первом порядке колебаний). В этом случае обеспечивается подавление амплитуды нежелательных резонансов в 100 раз и более. Предполагая, что пьезоэлемент работает как одно целое, он отводил электроду роль токопроводящего покрытия.

Для идеализированной двумерной модели резонатора среза АТ, в которой среди других факторов пренебрегают эффектом связи с изгибными видами колебаний, было получено выражение для собственных частот резонатора как функции f_e и f_s , размера электрода $d_{э}$ и толщины пластины t :

$$\frac{d_{э}}{t} \leq \frac{M_n}{n} \sqrt{\frac{f_e}{f_s - f_e}} \quad (3)$$

где: M_n - постоянная величина,
 f_e - частота металлизированной пластины,
 f_s - частота неметаллизированной пластины,
 n - порядок колебаний.

Соотношение (3) получило название конструктивного критерия захвата энергии, или обобщенного критерия Бехмана. Критерий (3) показывает взаимосвязь и даже эквивалентность нагрузочной массы электрода и его плоскостных размеров, однозначно определяя, что с увеличением площади электрода его толщина должна уменьшаться. Величина $\Delta f_m = f_s - f_e$ носит название припуска под металлизацию, являясь конструкторско-технологическим фактором проектирования кварцевого резонатора. Параметры нагрузочной массы электрода, которые выражаются частотами f_e и f_s , в теории захвата энергии тракуются несколько идеализировано. Так, если частота f_e - частота металлизированной кристаллической пластины и в практике представляет собой частоту КЭ с электродным покрытием, то частота f_s - частота неметаллизированной бесконечной

пластины. Способы и условия практического определения частоты конечного размера КЭ весьма существенно могут влиять на спектральную характеристику резонатора.

Конструктивный критерий захвата энергии (3) указывает на то, что величина припуска под металлизацию имеет ограничение лишь сверху. Однако экспериментальные исследования показали, что существует оптимальная величина припуска под металлизацию. Таким образом, необходимо создать условия и способ определения резонансной частоты КЭ для полного выполнения критерия теории захвата.

Общие методы расчета угловых кристаллографических ориентации кварцевых элементов позволяют с достаточной точностью найти определенные срезы в кварце с нулевым температурно-частотным коэффициентом.

Обеспечение заданной геометрии при минимальных поверхностных и объемных нарушениях КЭ в процессе его обработки является основным требованием технологического процесса изготовления кварцевого резонатора.

Припуск по частоте под металлизацию является важнейшим конструктивно-технологическим элементом, определяющим основные характеристики и параметры СВЧ-резонатора.

Для обеспечения эффекта полного захвата энергии (получения моночастотного спектра) припуск должен соответствовать требованию:

$$\Delta f = \frac{k \cdot M \cdot f_p}{\overline{d_z}},$$

где $k = 0,7$ для круглых электродов
 $M = 2,75$ - коэффициент Бехмана
 f_p - резонансная частоты (в кГц)

$\overline{d_z}$ - приведенное к толщине пластины значение диаметра электрода

На основании исследований зарубежных специалистов и отечественных работ были установлены соотношения, позволяющие рассчитывать припуск под металлизацию, при котором получаются удовлетворительные технологические и электрические параметры ВЧ-резонаторов:

$$\Delta f_m = n \cdot f_p^2$$

где n - коэффициент, зависящий от материала, размеров электрода, номера гармоники; для основной частоты и при $\overline{d_z} > 10$ $n = 0,15 \text{ кГц}^{-1}$ (для Al электродов) и $n = 0,3 \div 0,4 \text{ кГц}^{-1}$ (для Ag электродов)

f_p - резонансная частота в МГц
 Δf_m - в кГц - припуск под металлизацию

В третьей главе приводятся результаты выполненных автором исследований направленных на создание технологий:

- формирования обратной мезаструктуры на кристаллических элементах для ВЧ и СВЧ резонаторов;
- технологии формирования защитных масок и электродных покрытий;
- технологии настройки блока резонатора на номинальную частоту
- технологии монтажа кристаллического элемента в держатель и технологии герметизации

Изготовление резонатора с мезоструктурой можно условно разделить на 5 этапов (рис. 5):

- формирование кристаллического элемента без мезаструктуры

- формирование мезаструктуры на кристаллическом элементе
- формирование электродных покрытий
- сборка блока резонатора и настройка на частоту
- герметизация блока резонатора

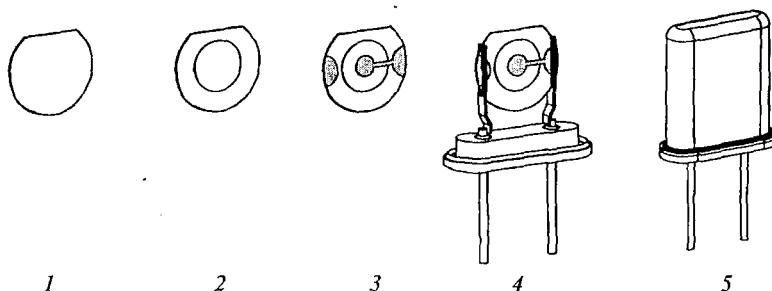


Рисунок 5. Основные этапы производства кварцевого резонатора с мезаструктурой (1-кристаллический элемент, 2-кристаллический элемент с мезаструктурой, 3-пьеэlement, 4-блок резонатора, 5-резонатор)

В настоящее время наибольшее распространение получила три способа образования ОМС на кварцевых кристаллических элементах среза АТ: жидкостное химическое травление, реактивное ионное травление и плазмохимическое травление.

Ионное травление, которое начало применяться в 70-е годы, до настоящего времени является перспективным при изготовлении резонаторов на частоты выше 100 МГц, а также при изготовлении резонаторов повышенной стабильности. Формирование меза-структуры обеспечивается направленным потоком ионов аргона с энергией порядка 4 кВ, с применением отечественных ионных источников типа «Радикал». Существует оборудование, позволяющее прерывать процесс ионного травления, наносить серебряную пленку на кристаллический элемент, замерять частоту вибратора и осуществлять подгонку его резонансной частоты. Ионное травление имеет малую скорость травления (до 5 мкм/час), но обеспечивает более высокое качество поверхности, нежели другие способы, а также улучшает исходную поверхность после химической и механической обработки.

Плазмохимическое травление обеспечивает в 2÷3 раза более высокую скорость формирования ОМС на кристаллических элементах среза АТ нежели ионное травление. Обычно используются в качестве рабочих газы, содержащие CF_4 , C_2F_6 , C_3F_8 (хладон-17, фреоны).

При использовании плазмотронов типа «Радикал» было установлено некоторое ухудшение качества поверхности исходных кристаллических элементов - увеличение R_1 . Так при травлении на глубину 10 ÷ 20 мкм и более, полированная поверхность по качеству становилась адекватной поверхности, обработанной микropорошком М5, т.е. на поверхности появлялись пики высотой 3÷5 мкм. Модернизация подколпачного устройства позволила улучшить качество обработки поверхности при применении этого метода (уменьшилась разнотолщинность и R_2) и, как следствие, достичь на частотах порядка 100 МГц средних значений добротности порядка 30 000 и динамического сопротивления порядка 10 Ом.

Расположение обрабатываемой поверхности под углом 35° к направлению пучка ионов обеспечивает максимальную скорость стравливания, наилучшую плоскостность и наименьшую шероховатость поверхности.

Рекомендуется использование смеси газов аргона (физического распылителя - 40%) и фриона C_2F_6 (химическое травление - 60%), что обеспечивает высокое качество поверхности и скорость травления до 30 мкм/час.

Химическому фрезерованию меза-структуры предшествует процесс химического полирования с применением поверхностно-активных веществ (ПАВ). Этот метод позволяет значительно повысить производительность процесса предварительной обработки полированной поверхности в процессе формообразования мезаструктуры. Снижение механических напряжений, улучшение микрорельефа R_z , отсутствие микротрещин, сколов, которые могут явиться причиной разрушения кристаллического элемента на последующих стадиях обработки, делают этот способ наиболее перспективным для создания массовой технологии изготовления СВЧ-резонаторов. Однако и в этом случае необходимо высокоточное обеспечение режимов химической обработки: состава и концентрации компонентов раствора (HF, бифторид аммония), поддержания температуры, времени травления. Важно провести исследование влияния таких процессов на шумовые характеристики, величину емкостного соотношения C_0/C_1 , добротности и старения СВЧ-резонаторов.

Формирование электродного покрытия и настройка номинальной частоты СВЧ-резонаторов являются малоизученными и технологически наиболее сложными процессами.

В производстве резонаторов с кристаллическими элементами АТ-среза используются электродные покрытия из пленок меди, серебра, золота и алюминия, который является одним из наиболее легких металлов. В настоящей работе использовалось покрытие Ag ($800 \pm 1000 \text{ \AA}$) с подслоем Cr для резонаторов до 100 МГц и покрытия Al для резонаторов выше 100 МГц.

Пленки, являющиеся электродами на пьезоэлементах ВЧ-резонаторов, должны иметь: малое удельное сопротивление; равномерную толщину, хорошую адгезию к полированному кварцу; способность к монтажу токопроводящим клеем; способность к химическому травлению; малый удельный вес; коррозионную стойкость; высокую долговременную стабильность механических свойств (упругость, отсутствие напряжений, малый удельный вес и т. д.). В целом всему комплексу перечисленных требований не отвечает не один металл. Поэтому при выборе материала электродного покрытия необходимо учитывать частотный диапазон и условия эксплуатации пьезоэлектрического резонатора. Стабильность свойств пленки в значительной мере определяется коррозионной стойкостью и хорошим сцеплением пленки с поверхностью кристаллического элемента.

Таблица 1

Основные свойства металлов, используемых для электродного пленочного покрытия кристаллических элементов АТ-среза.

Металл	Плотность, г/см ³	Удельное сопротивление при $t = 273 \text{ K}$ $10^{-6} \text{ Ом}\cdot\text{см}$	Толщина, \AA	ТКЛР (0-500 K), $10^{-6}\cdot\text{K}^{-1}$	Адгезия
Cu	8,96	1,55	1000	18	Очень слабая
Ag	10,5	1,49	8000	20	Слабая
Au	19,3	2,06	8000	15	Очень слабая
Al	2,7	2,5	1200	26	Хорошая

Медь имеет хорошую электропроводность, легко паяется и сваривается, пленки Cu легко травятся в различных травителях. Большим недостатком пленок Cu является повышенная способность их к окислению (при температуре более 200°C) и пленка не поддается пайке при сборке. Очень слабая адгезия к поверхности SiO_2 , необходим подслои.

Серебро обладает самой высокой электропроводностью, пластичностью - прокатывается в фольгу толщиной 10^{-3} мм. Атомы серебра имеют повышенную способность к миграции - перемещению в условиях повышенной влажности и высокой плотности электрического поля. В результате может произойти "размыв" рельефа электрода при повышенных уровнях возбуждения. Благодаря высокой активности взаимодействия с серой (образованию сернистых соединений) структура электрода становится "рыхлой". При монтаже вибратора снижается надежность пайки, ухудшается долговременная стабильность частоты резонатора. Адгезия с кварцем слабая, однако, пленки могут наноситься без подслоя при малых величинах диаметра и толщины электрода резонатора.

Золото хорошо паяется и сваривается, обладает высокой проводимостью и коррозионной стойкостью, легко обрабатывается травителями, удобно для использования в фотолитографических процессах, хорошо защищает электрод от окисления, особенно в условиях работы резонатора в агрессивных средах и при высоких температурах. На воздухе не окисляется, несет на поверхности лишь тончайший слой кислорода. Очень слабая адгезия с полированным кварцем. Без подслоя Cr , Al или V не применяется.

Алюминий, легко окисляемый металл, обладает хорошей адгезией с подложкой из кварца, наличие окисла на поверхности раздела кварц-алюминий приводит к улучшению адгезии к подложке, которая увеличивается с увеличением температуры осаждения пленки. При температурах подложки порядка 300°C образуется крупнозернистая пленка Al , имеющая пористую структуру. Крепление проводника с пленкой обычно проводится сваркой ультразвуковым способом либо термокомпрессией. Пайке Al подвергается плохо. Образующийся на поверхности пленки слой окисла служит хорошей защитой от дальнейшего окисления. При нагревании Al соединяется с галогенами и серой. При нанесении пленок Al на кварц используются испарители из вольфрама.

Толщина пленки Al должна не только обеспечивать акустические условия работы резонатора, но и надежный электрический контакт рабочей зоны вибратора с возбуждающим контуром от технологии нанесения электродного покрытия Al и последующих (финишных) операций; толщина окисной пленки Al_2O_3 колеблется в пределах $20\div 150 \text{ \AA}$ (зависит от температуры, влажности, давления).

Кроме того, при использовании тонких пленок Al происходит их деградация, вызванная внутренней коррозией.

Исследования показали наличие трещин между зернами Al ; плотность этих дефектов увеличивается по мере удаления от поверхности пленки к подложке (кварцу). Часть поверхностных частиц идентифицированы как AlCl_3 , AlOCl , которые представляют собой продукты внутренней коррозии. Кроме того, наличие примесей различных металлов приводит к образованию различных по химическому составу зерен: Al , $\text{Al}+\text{Cu}$. Эти зерна имеют различные электрические потенциалы, что приводит при наличии частиц к электролитическим реакциям. При настройке резонаторов с Al электродами следует учитывать, что скорость катодного травления пленок Al и Al_2O_3 отличаются в несколько раз: $20\div 50 \text{ \AA/мин}$ (Al_2O_3) и $120\div 160$ (Al). Этот эффект следует учитывать при настройке частоты СВЧ-резонатора.

При строгом соблюдении технологии нанесения Al электродов, исключаяющей внутреннюю коррозию пленки, толщина покрытия 300 \AA обеспечивает необходимое значение объемной проводимости пленки (для сравнения минимально допустимые толщины пленок Ag порядка $600\div 800 \text{ \AA}$). Поэтому на частотах выше 150 МГц необходимо использовать алюминиевые электроды, которые позволяют значительно уменьшить припуск под металлизацию с сохранением высоких значений Q и малого динамического сопротивления R_1 , а также избежать эффекта "засыпания" резонатора (аномально большого значения динамического сопротивления R_1) при малых уровнях возбуждения, улучшить токовые характеристики.

Для обеспечения высокого качества и стабильности электродного покрытия пьезоэлементов алюминием была использована ионная методика - магнетронное распыление катода мишени, изготовленной из химически чистого Al. В процессе работы была разработана специальная оснастка для осуществления процесса и обработаны режимы (прилагаемая к магнетрону мощность, энергия ионов, их плотность у поверхности катода-мишени, установлен размер зоны эрозии, расстояние между напыляемой подложкой и мишенью, температура подложки, скорости нанесения покрытия и изменение режимов ионной очистки).

Напыление Al-электродов проводилось в модернизированной отечественной установке УВН со специально изготовленными магнетронным источником. Толщина наносимых электродов была в пределах $800 \div 1200 \text{ \AA}$, средняя скорость нанесения электродов 100 \AA/мин разброс по частоте кварцевых резонаторов в зависимости от номинальной частоты составлял порядка $(5 \div 10)\%$ от припуска под металлизацию.

Этот метод напыления обеспечивает глянецность поверхности. Время распыления линейно связано с толщиной пленки. Адгезия к кварцу пленки Al вполне достаточна и не уступает адгезии пленок St-Ag, наносимых термическим методом. Объемное сопротивление пленок составляет $0,2 \div 0,4 \text{ Ом}$.

Для настройки высокочастотных резонаторов могут быть применены различные технологические методы. Их можно сгруппировать в четыре основных способа:

1. настройка подпылением электрода термическим, плазменным или магнетронным способом;
2. плазменное травление электрода;
3. окисление Al пленки методом анодирования;
4. использование эксимерных УФ-лазеров для осаждения на электрод Al из триметилалюминия.

Были приняты варианты 1 и 2, поскольку на предприятии имеется достаточный парк напылительных вакуумных установок типа УВН, опыт их модернизации под различные цели и специалисты, способные разработать и внедрить сложный процесс металлизации и настройки СВЧ-резонаторов.

Одним из распространенных методов подстройки частоты высокочастотных резонаторов с алюминиевыми электродами является метод окисления алюминия.

Резонаторы, в технологическом процессе которых используется такой метод настройки, обладают меньшим старением, нежели изготовленные другими методами. После нанесения пленки Al на поверхности электрода при контакте с воздухом образуется пленка окиси Al_2O_3 . При нормальных комнатных условиях за 1 сек. толщина пленки окиси достигает 10 \AA , за 1 сутки - 20 \AA , за 1 месяц 50 \AA .

При температурах выше 300°C скорость окисления удваивается. Наличие влажной атмосферы (впуск водяного пара) в окислительной камере многократно увеличивает скорость окисления. Толщина пленки Al_2O_3 в 1,6 раза больше, чем толщина пленки Al, который ушел на её образование. Удельный вес пленки Al_2O_3 в 1,2 раза больше удельного веса Al. Легко подсчитать, что окисление пленки на, толщину 50 \AA вызывает понижение частоты на 100МГц на $-65 \cdot 10^{-6}$. При обычных условиях пленки Al_2O_3 не растет более 50 \AA . Однако, толщину слоя Al_2O_3 на поверхности Al электрода можно увеличить анодированием. В специально подобранных растворах (наличие катионов кислорода, отсутствие химической реакции с Al_2O_3) толщина образующейся пленки Al_2O_3 пропорциональна приложенному напряжению.

Метод анодирования позволяет с большой точностью устанавливать (понижать) частоту. Технологические режимы должны отрабатываться под конкретную частоту и конструкцию пьезоэлемента (диаметр электрода, номер гармоники, припуск под металлизацию). Процесс анодирования несложен и один оператор может настраивать в час до 50-60 резонаторов.

В состав рабочего места входят: источник питания, генератор, счетчик и ультразвуковой промывной аппарат. Основные достоинства этого метода:

- малое старение благодаря тому, что толщина слоя окиси на электродах более 50, т.е. более конечной толщины естественного слоя Al_2O_3 , что исключает дальнейший процесс окисления пленки;
- толщина пленки Al_2O_3 изменяется линейно с изменением напряжения, что позволяет использовать программное управление процессом;
- равномерное покрытие всей площади обоих электродов, что обеспечивает лучшее значение моночастотности;
- простота оборудования и процесса;
- кварцевый датчик не используется.

Настройка кварцевых резонаторов проводится только на повышение частоты. Поэтому в процессе групповой металлизации наносится слой Al толщиной 90+95% от расчетной. Затем 100% замер частоты и резонаторы группируются в партии с разбросом не более $1 \cdot 10^{-3}$ (от $f_{ном}$). Затем проводится допыление каждой партии; в результате точность нанесения электродов обеспечивает частоту в пределах $(0 \pm 1) \cdot 10^{-3}$.

Последующая настройка частоты проводится индивидуально с использованием ионного источника типа «Радикал», установленного в типовой установке «Альфа-Н». Типовой источник «Радикал» имеет 2 недостатка: самарий-кобальтовый сплав со временем размагничивается по причине возникновения в разрядном промежутке высокой температуры; высокая цена используемых материалов и технологии их изготовления. Поэтому была разработана упрощенная конструкция источника на основе ферритового магнита, исключившая указанные недостатки.

Монтаж сверхтонких кристаллических пластин является весьма сложной, высококвалифицированной операцией. Нарушения положения пьезоэлемента при монтаже приводят не только к его разрушению, но и являются источником напряжений в нем, что вызывает искажения ТЧХ, стабильности и воспроизводимости добротности, динамического сопротивления от образца к образцу, а также их нестабильность при внешних воздействиях и во времени. При использовании Al - электродов необходимо напыление никелевых, медно-никелевых или вжигание серебросодержащих паст для контактных площадок.

С этой целью для монтажа пьезоэлемента в держатели нами использовались токопроводящие клеи, уменьшающие напряжения в кристалле.

Завершающей технологической операцией изготовления СВЧ-резонаторов является герметизация. Выбор корпуса, качество выполнения операции герметизации определяют такие важнейшие параметры резонатора как долговременная стабильность частоты, надежность, регулярность и воспроизводимость температурно-частотных характеристик, стабильность добротности и динамического сопротивления в интервале температур и другие. Выбор корпуса и способа герметизации определяют также экономические показатели изделия и условия эксплуатации.

Наиболее распространенными методами герметизации являются резистивная сварка.

Многими фирмами преимущественно используется герметизация холодной или резистивной сваркой в вакууме.

Резистивная сварка корпуса обеспечивает основные требования для СВЧ-резонаторов:

- нет высокой температуры при герметизации, что позволяет использовать дешевые по сравнению с естественным кварцем синтетические сорта кварца;
- не используются флюсы;
- возможность обеспечения необходимого вакуума;
- возможность применения токопроводящих низкотемпературных клеев при монтаже пьезоэлемента в держатель.

В четвертой главе приведены основные результаты изготовления и испытаний экспериментальных образцов и серийных партий.

С использованием разработанной в процессе выполнения работы технологии были изготовлены серийные партии резонаторов АТ среза на частоты 12 МГц, 24 МГц, 60 МГц, 96 МГц и резонаторов SC среза на частоты 24 МГц, 60 МГц, 100 МГц. Изменение частоты изготовленных резонаторов в интервале температур приведены на рисунке 6.

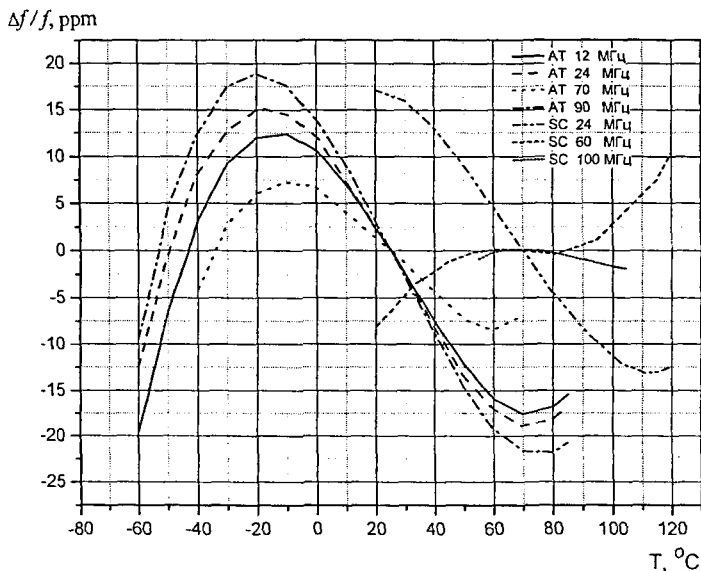


Рисунок 6. Изменение частоты изготовленных резонаторов в интервале температур

Все изготовленные образцы резонаторов АТ среза были подвергнуты испытаниям в которые входило измерение следующих электрических параметров:

- точности настройки;
- максимального относительного изменения частоты в интервале рабочих температур;
- динамического сопротивления в нормальных условиях и в интервале рабочих температур.

По точности настройки процент выхода годных составил 96%.

От 16 до 40% резонаторов имеют точность настройки до $20 \cdot 10^{-6}$, от 65 до 75% - до $30 \cdot 10^{-6}$.

По максимальному относительному изменению частоты в интервале рабочих температур процент выхода годных составил 94%.

Норма на величину динамического сопротивления в нормальных условиях $R_1 < 40$ Ом соответствуют 93,5% резонаторов.

От 45 до 51% резонаторов имеют сопротивление от 5 до 10 Ом, примерно 85% резонаторов от 10 до 20 Ом, примерно 95% резонаторов от 20 до 30 Ом.

Динамическое сопротивление в интервалах рабочих температур не превышает 40 Ом.

Анализ результатов на воздействие механических и климатических факторов измерения относительных изменений частоты после каждого и после всех видов механических и климатических воздействий показывает, что максимальное относительное изменение частоты составило $+10,2 \cdot 10^{-6}$ при норме $+30 \cdot 10^{-6}$.

При проведении испытаний на возможность эксплуатации резонаторов при воздействии удара одиночного действия с ускорением 1000 g. Резонаторы выдержали это испытание.

Испытания на безотказность (500 ч.) и долговечность (1000 ч.) проводились при температуре $+70$ °С в нерабочем режиме. Результаты измерений показывают, что резонаторы выдержали испытания. Максимальное относительное изменение частоты при испытаниях

по на безотказность (500 ч.) составило $+34,7 \cdot 10^{-6}$ при норме $+75 \cdot 10^{-6}$;

по долговечность (1000 ч.) составило $+42,5 \cdot 10^{-6}$ при норме $+150 \cdot 10^{-6}$.

В заключении дается обобщение основных результатов исследований автора в области создания ВЧ и СВЧ резонаторов. Обосновываются выводы автора о превышении основных параметров и экспериментальных характеристик, созданных резонаторов по сравнению с лучшими отечественными и зарубежными аналогами.

В заключении обобщаются результаты исследований автора, описывающие основные результаты работы:

1. Проведен анализ современного состояния и перспективы развития рынка высокопрочных и высоконадежных кварцевых резонаторов в миниатюрном корпусе, проведено технологическое и экономическое обоснование применения новых конструкционных и технологических материалов и веществ.

2. Определены требования к пьезоэлектрическому кварцу для производства высоко стабильных миниатюрных резонаторов СВЧ и ВЧ диапазона. Добротность кварца должна быть не менее $2,5 \cdot 10^6 \dots 3,8 \cdot 10^6$ в зависимости от требований к резонатору.

3. Показана эффективность использования алмазно-абразивного инструмента, включая новые типы связанного алмазно-абразивного инструмента, обеспечивающего наряду с повышением производительности уменьшение шероховатости поверхности и глубины нарушенного слоя в 3-5 раз.

4. Исследовано влияние различных травителей на операции прецизионного формообразования кристаллических элементов на выходные параметры резонаторов. В качестве основного травителя был выбран 40% раствор плавиковой кислоты с изменением температурного режима, выбираемого от необходимой скорости травления и добавлением полирующих добавок.

5. Оптимизированы конструкции кристаллических элементов в микроминиатюрном исполнении в части формирования мезаструктуры и адаптации конструкции к предложенной технологии. Установлено, что для частот до 100 МГц электроды предпочтительно формировать из серебра с подслоем хрома, а для частот выше 100 МГц из алюминия. При формировании мезаструктуры предпочтительно использование ионно-химического травления.

6. Адаптированы современные достижения нанoeлектроники в различных процессах формообразования электродных покрытий, прецизионной настройки номинальной частоты резонаторов. Разработаны и изготовлены прецизионные маски для формирования электродных покрытий и защитных масок.

СПИСОК ОСНОВНЫХ ПУБЛИКАЦИЙ

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК

- 1 *Н. И. Коновалов, А. Б. Дубовский, Г. В. Семенкович, В. Б. Грузиненко, П. П. Миленин* Возможности послеростового обогащения синтетического кварца // Новые промышленные технологии, 2007. 6. С. 25 - 29
- 2 *П. Миленин, С. Сердюков, В. Грузиненко* Резонаторы для высокостабильных микрогенераторов // Электроника. 2008. 2 С. 38 - 41
- 3 *Н.И. Коновалов, Я. Н. Вороховский, В.Б. Грузиненко, П. П. Миленин* Высококачественные кристаллы кварца для высокостабильных миниатюрных резонаторов // Новые промышленные технологии. 2008. 5. С. 36 - 38

Материалы международных конференций

- 4 *Серебряков Д. В., Морозов И. В., Хакан В. В., Грузиненко В. Б., Миленин П. П.* Лазерный микрофотоакустический газонализатор // Сборник трудов научно-технической конференции «Пьезо-2008». Москва. 2008 С. 115 - 119
- 5 *Коновалов Н. И., Грузиненко В. Б., Миленин П. П.* Синтетический кварц для высокостабильных миниатюрных резонаторов // Сборник трудов научно-технической конференции «Пьезо-2008». Москва. 2008. С. 120 - 123
- 6 *Грузиненко В. Б., Дзыба С. И., Роговская Т. М., Миленин П. П., Дюжиков В. И.* Электродные покрытия кварцевых пьезоэлементов // Сборник трудов научно-технической конференции «Пьезо-2008». Москва. 2008. С. 150 - 152
- 7 *Грузиненко В. Б., Миленин П. П.* Высокочастотные резонаторы с меза-структурными пьезоэлементами // Сборник трудов научно-технической конференции «Пьезо-2008». Москва. 2008. С. 180 - 181
- 8 *Миленин П. П., Сердюков С. Н., Грузиненко В. Б.* Миниатюрные резонаторы и технологии их изготовления // Сборник трудов научно-технической конференции «Пьезо-2008». Москва. 2008. С. 182 - 185
- 9 *Кондратенко В. С., Миленин П. П., Наумов А. С., Сердюков С. Н., Борисовский В. Е., Гиндин П. Д., Кобыш Н. И., Грузиненко В. Б., Медведев А. В.* Нанотехнологии в производстве изделий пьезотехники и оптоэлектроники // Сборник трудов международной научно-технической конференции «Инновационные технологии в науке, технике и образовании». Том №1. Москва. 2009. С. 62 - 66

Статьи

- 10 *В. Грузиненко, А. Мацак, П. Миленин, С. Сахаров* Пьезоэлектронные компоненты современный инструмент // Инструментальный мир. 2006. 6/19 С. 21 - 23
- 11 *В. Грузиненко, П. Миленин* Некоторые аспекты производства высокостабильных пьезоэлектрических резонаторов // Наноиндустрия, 2007. 1 С. 24 - 25
- 12 *В. Грузиненко, П. Миленин, О. Медведева* Немного о кварце и новых пьезоэлектриках // Инструментальный мир. 2008. 1/26. С. 104 - 105
- 13 *П. Миленин, С. Сердюков, В. Грузиненко* Изделия пьезотехники, нанотехнология – путь совершенствования // Инструментальный мир. 3/28. 2008. С. 64 - 65
- 14 *П. Миленин, А. Медведев, В. Грузиненко* Пьезоэлектрические монокристаллы, используемые в резонаторах, фильтрах и датчиках на объемных акустических волнах // Компоненты и технологии. 2009. 1. С. 114 - 115
- 15 *П. Миленин* Об использовании нанотехнологий в производстве изделий пьезотехники // Компоненты и технологии. 2009. №4. С. 164 - 166 .
- 16 *Грузиненко В., Медведев А., Миленин П. П.* Нанотехнологий в производстве изделий пьезотехники // Наноиндустрия. 2009. 2. С. 18 - 20
- 17 *Кондратенко В. С., Миленин П. П.* Технология формирования электродов высокочастотных пьезоэлектрических резонаторов // Вестник московского государственного университета приборостроения и информатики. 2009. №22. С. 125 - 128
- 18 *Умаров М., Юрин М., Грузиненко В., Миленин П.* Спектроскопическое исследование качества пьезоэлектрических кристаллов // Наноиндустрия. 2010. 1. С. 42 - 44
- 19 *Миленин П.* Формирование электродных покрытий кварцевых пьезоэлементов СВЧ-резонаторов // Наноиндустрия. 2010. 2. С. 14 - 15

ЛР № 020418 от 08 октября 2007 г.

Подписано к печати 17.09.2010 г. Формат 60 x 84. 1/16
Объем 1,0 п.л. Тираж 100 экз. Заказ № 200а

**Московский Государственный Университет
Приборостроения и Информатики**
107996, Москва, ул. Стромынка, 20