

Министерство образования и науки Российской Федерации
Удмуртский Государственный университет

На правах рукописи

Манакова Алёна Юрьевна

**ИЗМЕРЕНИЕ НИЗКОЙ АЛЬФА-АКТИВНОСТИ
МАТЕРИАЛОВ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ:
МЕТОДИКА И ОБОРУДОВАНИЕ**

Специальность

01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики»

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель –
кандидат технических наук
Буденков Б.А.

Ижевск – 2009

ОГЛАВЛЕНИЕ

Оглавление	2
Введение	5
Глава 1. Альфа-активность материалов микроэлектроники и её измерение	14
1.1. Случайные сбои в элементах интегральных схем	14
1.2. Альфа-активность как причина случайных сбоев элементов интегральных схем	21
1.3. Обзор методов измерения альфа-активности материалов микроэлектроники.....	28
1.4. Перспективы приборостроения для измерения низкой альфа активности материалов микроэлектроники.....	43
Выводы главы 1	45
Глава 2. Разработка методики контроля низкой и сверхнизкой альфа- активности при производстве материалов микроэлектроники	46
2.1. Постановка задачи контроля низкой и ультранизкой поверхностной альфа-активности при производстве материалов микроэлектроники	46
2.2. Проблемы измерений низкой и ультранизкой поверхностной альфа-активности современными приборами	50
2.2.1. Проблемы собственного фона прибора при измерении низкой и ультранизкой поверхностной альфа-активности	50
2.2.2. Неконтролируемая систематическая погрешность при измерении низкой поверхностной альфа-активности	54
2.2.3. Проблемы длительных измерений низкой и ультранизкой поверхностной альфа-активности	58

2.2.4. Спектральная чувствительность газового пропорционального счётчика модели 1950 производства фирмы «Alpha Sciences», США	62
2.3. Виды образцов для контроля низкой и ультранизкой поверхностной альфа-активности при производстве материалов микроэлектроники и измерение их активности	67
2.3.1. Литые образцы свинца, олова и их сплавов	67
2.3.2. Формованные образцы свинца, олова и их сплавов	71
2.3.3. Порошки металлов и их оксидов	76
2.4. Методика производственного контроля альфа-активности материалов микроэлектроники	79
2.5. Анализ результатов измерения альфа-активности материалов микроэлектроники	81
Выводы главы 2	83
Глава 3. Разработка прибора для измерения низкой и ультра низкой поверхностной альфа-активности	86
3.1. Постановка задачи создания прибора для измерения низкой и ультранизкой поверхностной альфа-активности материалов микроэлектроники	86
3.2. Техническое решение конструкции прибора	88
3.3. Подбор конструкционных материалов для изготовления прибора	93
3.4. Расчет основных параметров прибора	94
3.5. Макетные испытания прибора	97
3.6. Конструкция опытного образца прибора	100
3.7. Тестирование опытного образца прибора	104
3.8. Разработка калибровочного источника	112
Выводы главы 3	120
Заключение	122
Список цитированных источников	125

Приложение 1. Альфа-активность K_T Po-210, образующегося из Pb-210	134
Приложение 2. Сертификат DIN EN ISO 9001:2000	135
Приложение 3. Методика производственного контроля альфа-активности материалов микроэлектроники	136
Приложение 4. Акт сдачи-приёмки НИОКР по теме «Создание измерителя уровня альфа излучения материалов и изделий с чувствительностью 0,0005 альфа распадов с $см^2$ в час» по государственному контракту № 2153р/3609 от 29.09.2003 г.	143
Приложение 5. Техническое задание на выполнение НИОКР по созданию прибора для измерения низкого уровня альфа активности материалов по государственному контракту № 2153р / 3609 от 29.09.2003 г.	145
Приложение 6. Сборочный чертёж прибора для измерения низкого уровня альфа активности материалов	149

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность.

В 1978 году было выявлено, что причиной мягких сбоев элементов динамической памяти могут являться альфа-частицы с энергией выше 1 МэВ [1]. Тогда и была впервые сформулирована задача измерения низких уровней альфа-активности материалов микроэлектроники. С уменьшением топологии интегральных схем растёт и влияние альфа-частиц на частоту сбоев в работе как динамических, так и статических элементов памяти и других устройств. При этом если для реализации 0,18-мкм технологии требуются материалы, альфа-активность которых не превышает $0,02 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, то уже для 0,15-мкм технологии эта величина не должна превышать $0,002 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$.

Для большинства материалов применение в интегральных схемах веществ высокой степени химической чистоты решает и проблему низкой альфа-активности. Однако высокая химическая чистота не всегда гарантирует низкую альфа-активность, так как содержание урана, тория и альфа-активных продуктов их распада не нормируются и могут существенно различаться у различных производителей в зависимости от применяемых технологий очистки и источников сырья. В действительности, альфа-активность различна даже для разных партий материалов у одного производителя, причем разница может составлять, например, для меди до пяти порядков. Поэтому все производители интегральных схем вынуждены вести входной контроль альфа-активности каждой партии материалов схем, что повышает себестоимость продукции и удлиняет технологический процесс.

В этой связи особо следует упомянуть такой наиболее широко распространённый и труднозаменимый элемент, как свинец. Для свинца требования высокой степени химической чистоты недостаточно, т.к. он имеет природный изотоп Pb-210, период полураспада которого 22,3 года. Альфа-активность даже высоко химически чистого свинца будет увеличиваться в течение более двух лет после его очистки от примесей, и достигнет максимума

на 820 день. Поэтому свинец для микроэлектроники сертифицируется по максимальной альфа-активности. Так как на ранних стадиях активность низко альфа-активного свинца может быть ниже предела обнаружения измерительной техники, что особенно актуально для ультра низко альфа-активного материала (менее $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ на максимуме), то обычно альфа-активность товарного свинца с активностью на максимуме не выше $0,05 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ измеряют на 30-60 день, а не выше $0,01 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ на максимуме - не менее, чем на 90-120 день.

Таким образом, чем ниже прогнозируемая активность материала на максимуме, тем больше времени требуется для его сертификации. С учётом фона существующих приборов и длительности измерения текущей альфа-активности материала, которая может достигать десятков суток, для сертификации ультра низко альфа-активного свинца может потребоваться 4 – 6 месяцев после его очистки от примесей.

В России разработка технологии изотопической очистки свинца и производство низко-альфаактивного свинца были осуществлены ЗАО «Чистые технологии» (до 2005 года - «Материалы микроэлектроники») (г. Ижевск) в 1998 году. В настоящее время ЗАО «Чистые Технологии» является лидером в производстве и главным поставщиком низкоальфаактивных ($0,02 - 0,01 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$), сверх низкоактивных ($0,005 - 0,002 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$) и супер сверх низкоактивных (менее $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$) свинца, олова, свинцово-оловянных сплавов, безсвинцовых сплавов, меди, никеля и других материалов, используемых в микропроцессорах, микросхемах памяти и других элементах с характеристическими размерами структур менее 180 нм. ЗАО «Чистые технологии» ведёт исследования альфа-активности материалов микроэлектроники более тринадцати лет. Исследования и разработки, описанные в данной работе, выполнены в ЗАО «Чистые технологии» с 1998 по 2006 год совместно с Институтом физики поверхности Удмуртского Государственного Университета.

Альфа-активность материалов можно измерять как прямыми методами, то есть по воздействию непосредственно альфа-частиц на рабочую среду детектора, так и непрямими методами, определяя характеристики сопутствующего бета-, гамма-излучения или вторичных электронов, возникающих в самом образце под воздействием альфа-частиц.

Определение альфа-активности образца по измеренным характеристикам его бета-излучения требует предварительного исследования полного спектрального (изотопического) состава материала. К преимуществам измерения бета-излучения следует отнести возможность магнитной фокусировки бета-частиц, что позволит уменьшить площадь детектора и практически исключить вклад в фон от стенок камеры.

Существенным достоинством этого способа является более высокий, чем для альфа-частиц, допустимый фон счетчика. Так, измерение бета-активности на приборе с фоном порядка $0,01 \text{ } \beta/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ позволяет определять альфа-активность образца свинца ниже $0,001 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$. Такой фон достижим для существующих газовых пропорциональных счетчиков β -частиц с дискриминацией импульсов по форме (длительности) сигнала [2].

Возможно также определение альфа-активности свинца путем измерения его гамма-активности. Однако для пересчета гамма-активности в альфа потребуются более сложные расчеты, т.к. гамма-излучение характеризует весь объем образца, а контролируемой является поверхностная альфа-активность. Учет геометрии счетчика, формы образца и эффекта самопоглощения гамма-частиц в свинце позволяет с достаточной точностью рассчитать теоретическую альфа-активность, но вероятное расхождение сравнительных измерений гамма- и альфа-активностей может быть связано с принципиальной невозможностью гамма-метрией определять поверхностные загрязнения образца.

Непосредственно альфа-активность материалов измеряют в объеме и на поверхности. Методы определения объемной альфа-активности свинца характеризуются высокой информативностью и малым расходом пробы, но их достоверность сильно зависит от чистоты химических реактивов и помещений.

Сертификацию материалов микроэлектроники по альфа-активности в основном проводят поверхностными методами измерений. Низкую поверхностную альфа-активность материалов определяют сцинтилляционными, полупроводниковыми и газовыми пропорциональными счетчиками.

Сцинтилляционные счетчики применяют для определения высокого и среднего уровней альфа-активности ($0,05 \text{ а}/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ и выше). Важными преимуществами этих счетчиков являются простота использования, высокое быстродействие и относительно низкая стоимость. Область применения сцинтилляционных счетчиков ограничивается малой площадью образца (типично порядка 120 см^2), определяемой диаметром трубы фотоумножителя, и сравнительно высоким собственным фоном (порядка $0,05 \text{ а}/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$).

Для определения энергетического спектра высокоактивных образцов применяют полупроводниковые детекторы. Основным достоинством полупроводниковых детекторов является высокое энергетическое разрешение, что обусловило их широкое применение в спектрометрии альфа-частиц [3 - 5]. Единственной проблемой является малая для измерения низко альфа-активного свинца чувствительная поверхность детекторов на основе высокочистых полупроводников, достигающая на сегодняшний день всего 45 см^2 . Полупроводниковые детекторы широко применяются для тестирования калибровочных источников альфа-излучения.

Альфа-активность среднего и низкого уровней (ниже $0,05 \text{ а}/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$) обычно измеряют пропорциональными газовыми счетчиками. Большинство современных детекторов низкого уровня альфа-излучения представляют собой газовые многопроволочные пропорциональные камеры.

Выпускаемые в настоящее время серийно многопроволочные пропорциональные камеры позволяют при длительных измерениях определять активность образцов на уровне $0,005 \text{ а}/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ с достаточной достоверностью в лабораторных условиях. В ЗАО «Чистые технологии» для измерения альфа-активности материалов применяются газовые пропорциональные счётчики

модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.” (ранее - “Spectrum Sciences Inc.”) (США).

Современные материалы микроэлектроники обладают активностью порядка $0.001 \text{ а}/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ и ниже, которую существующие приборы не позволяют достоверно измерять.

Кроме того, необходимость применения таких приборов возникает на производстве – при выходном и входном контроле материалов микроэлектроники. Условия производственной лаборатории предъявляют свои специфические требования и к техническим, и к пользовательским характеристикам приборов. Поэтому использование существующих лабораторных приборов на производстве требует разработки специальных методик их применения.

Важнейшим условием применения детектора для входного контроля является обеспечение устойчиво низкого уровня его фона от $0,002$ отсчётов/ $(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ и ниже. Необходимо также увеличение допустимой площади образца выше общепринятой 1000 см^2 для возможности осуществления экспресс-контроля больших партий материалов. Для снижения погрешности измерений, особенно на уровне фона, прибор должен позволять вести длительный попеременный счёт фона и образца без вскрытия камеры.

Нерешённой проблемой является задача калибровки детекторов, т.к. отсутствует стандартный низко активный эталон и стандартная методика поверки приборов.

Таким образом, в настоящее время актуальны разработка методики производственного контроля материалов микроэлектроники и создание нового прибора для измерения низкой альфа активности материалов микроэлектроники, удовлетворяющего всем указанным выше требованиям.

Цель и задачи работы.

Цель работы заключается в создании методики и оборудования для измерения низкой и ультра низкой альфа-активности материалов

микроэлектроники. В соответствии с поставленной целью в работе решены следующие задачи:

- исследование характеристик газового пропорционального счётчика модели 1950, “Alpha Sciences Inc.” (США), в том числе его спектральной чувствительности;
- исследование влияния составляющих фона многопроволочной газовой пропорциональной камеры на величину рабочего фона прибора;
- исследование влияния составляющих фона газового пропорционального счётчика модели 1950, “Alpha Sciences Inc.” (США) на величину его рабочего фона;
- разработка рекомендаций по снижению и стабилизации рабочего фона газового пропорционального счётчика модели 1950, “Alpha Sciences Inc.” (США);
- исследование альфа-активности образцов материалов микроэлектроники в зависимости от их состава и геометрической формы;
- разработка методики производственного контроля низкой и сверх низкой альфа-активности материалов микроэлектроники с применением газового пропорционального счётчика модели 1950, “Alpha Sciences Inc.” (США);
- создание конструкции низкофонового детектора альфа-частиц большой площади;
- измерение альфа-активности конструкционных и технологических материалов для низкофонового детектора альфа-частиц;
- разработка и изготовление опытного образца газового пропорционального счётчика для измерения уровня альфа-излучения материалов с чувствительностью ниже 0,0005 альфа-распадов с см² в час;
- тестирование опытного образца газового пропорционального счётчика для измерения уровня альфа-излучения материалов с чувствительностью ниже 0,0005 альфа-распадов с см² в час;

- разработка и тестирование калибровочного источника альфа-излучения для низкофоновых газовых пропорциональных счётчиков большой площади.

Научная новизна.

Научная новизна заключается в исследовании характеристик серийного лабораторного прибора для измерения альфа-активности, разработке методики его применения для производственного контроля альфа-активности материалов микроэлектроники и создании опытного образца промышленного низкофонового детектора альфа-частиц.

Из полученных в диссертационной работе результатов как новые и актуальные могут рассматриваться следующие:

- выявление неконтролируемой систематической погрешности в измерениях поверхностной альфа-активности существующих серийных газовых пропорциональных счётчиков альфа-частиц большой площади;
- метод измерения спектральной чувствительности счётчиков альфа-излучения;
- методика производственного контроля низкой и сверх низкой альфа-активности материалов микроэлектроники;
- опытный образец газового пропорционального счётчика для измерения уровня альфа-излучения материалов и изделий с собственным фоном 0,6 отсчётов в час при рабочей площади детектора 1500 см² с калибровочным источником альфа-излучения активностью $0,2 \pm 0,006 \alpha / (\text{час} \cdot \text{см}^2)$.

Практическая ценность работы:

- Метод измерения спектральной чувствительности счётчиков альфа-излучения может применяться для исследования характеристик различных счётчиков альфа-излучения, их настройки на нужный режим и периодической калибровки приборов.

- Методика производственного контроля низкой и ультра низкой альфа-активности материалов микроэлектроники применяется в ЗАО «Чистые технологии» как часть системы менеджмента качества по стандарту DIN EN

ISO 9001:2000 при производстве особо чистых материалов для микроэлектроники.

- Создан опытный образец газового пропорционального счётчика с собственным фоном 0,6 отсчётов в час при рабочей площади детектора 1500 см², который может применяться для измерения уровня альфа-излучения материалов и изделий ниже 0,0005 α/(час·см²) при входном, выходном и технологическом контроле в микроэлектронной промышленности, и служит прототипом для разработки серийного низкофонового газового пропорционального счётчика большой площади.

- Калибровочный источник альфа-излучения с активностью 0,2±0,006 α/(час·см²) может применяться для калибровки низкофоновых газовых пропорциональных счётчиков большой площади и для тестирования микросхем.

Положения, выносимые на защиту.

1. Выявление неконтролируемой систематической погрешности в измерениях поверхностной альфа-активности существующих серийных газовых пропорциональных счётчиков альфа-частиц большой площади.

2. Метод измерения спектральной чувствительности счётчиков альфа-излучения.

3. Методика производственного контроля низкой и сверх низкой альфа-активности материалов микроэлектроники.

4. Опытный образец газового пропорционального счётчика для измерения уровня альфа-излучения материалов и изделий с собственным фоном 0,6 отсчётов в час при рабочей площади детектора 1500 см² с калибровочным источником активностью 0,2±0,006 α/(час·см²).

Структура диссертации.

Диссертация состоит из оглавления, введения, трёх глав, заключения, библиографического списка используемой литературы, включающей 91

источник, 6 приложений. Работа изложена на 149 страницах, содержит 17 рисунков, 17 таблиц.

В первой главе с целью постановки задачи проведён анализ литературных данных, который показал, что альфа-активность материалов микроэлектроники, наряду с космическим излучением, является основной причиной возникновения мягких ошибок в статических элементах памяти, поэтому задача достоверного измерения низкой и ультра низкой альфа-активности становится всё более актуальной.

Рассмотрев основные типы счётчиков альфа-активности, автор приходит к заключению, что для входного и технологического контроля низко альфа-активных материалов в микроэлектронной промышленности наибольшими преимуществами обладают многопроволочные пропорциональные камеры.

Использование существующих многопроволочных пропорциональных камер в производственных условиях требует разработки специальных методик для их применения.

Для решения задач измерения альфа-активности современных материалов микроэлектроники целесообразно создание нового прибора, обеспечивающего необходимую достоверность результатов в производственных условиях.

Во второй главе изложена методика производственного контроля низкой и ультра низкой альфа-активности материалов микроэлектроники, описаны предварительные исследования свойств измеряемых образцов и характеристик применяемого для измерений газового пропорционального счётчика модели 1950, “Alpha Sciences Inc.” (США), приведены результаты применения разработанной методики для контроля низкой и ультра низкой альфа-активности материалов микроэлектроники.

В третьей главе описаны разработанная конструкция, отдельные этапы и результаты создания измерителя низкой альфа-активности материалов микроэлектроники. Также в главе приведены данные измеренной альфа-активности конструкционных материалов и разработанных калибровочных источников.

ГЛАВА 1

АЛЬФА-АКТИВНОСТЬ МАТЕРИАЛОВ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ И ЕЁ ИЗМЕРЕНИЕ

1.1. Случайные сбои в элементах интегральных схем

ЭОД (SEE) - эффекты однократного действия (или единичные события, или мягкие ошибки) – как случайные сбои впервые начали упоминаться в области коммерческой электроники в начале 80-х годов прошлого века, однако сейчас они становятся основным фактором отказов, который необходимо учитывать в современной технологии интегральных схем. В качестве единицы измерения ЭОД производители применяют FIT (failure in time – количество отказов за интервал времени - ОИВ). Один FIT равен одному сбою за 10^9 часов работы прибора.

Данный тип ошибок вынудил компанию Sun Microsystems отозвать рабочие станции в конце 90-х, а также вызвал отказы памяти в системах контроля маршрутизаторов Cisco Systems. Компания Sun Microsystems столкнулась с этой проблемой, когда возник ЭОД, ставший причиной появления требований к случайным перезагрузкам рабочих станций, что привело к обременительному отзыву 1000 единиц техники [6]. Однако Sun Microsystems оказалась не одинока – Cisco Systems также столкнулась с отказами 12 000 линейных плат последовательных маршрутизаторов, что выразилось в сбоях памяти, а также в непрекращающихся попытках отладки случайных сбоев в этих маршрутизаторах, проданных на общую сумму около \$200 000. Сбой в платах происходил при проверке памяти на чётность, что временами приводило к перезагрузке плат, при этом фаза восстановления достигала двух-трёх минут. Согласно рабочим записям, после перезагрузки плат прохождение информации было нормальным [7]. По словам специалистов, эти эффекты примут повсеместный характер в схемах логики с переходом на 65- и 45-нм технологии.

В середине 70-х годов прошлого века исследователи впервые столкнулись с ЭОД на орбитальных спутниках и с тех пор отмечают постоянное возрастание проблемы ЭОД на малых высотах в непосредственной связи с уменьшением характерных размеров элементов интегральных схем, снижением напряжения и повышением тактовой частоты. Из проблемы, вначале влияющей на ряд космических и авиационных устройств, ЭОД превратились в проблему для интегральных схем, матричных БИС (FPGA) и устройств комбинаторной логики [8].

Тема ЭОД хорошо знакома разработчикам радиационно-устойчивой аппаратуры и динамических элементов памяти (DRAM), а также таким компаниям, как International Rectifier, которая имеет большой опыт разработок, связанных с ЭОД, в области авионики, где присутствует фактор радиации и надежность жизненно необходима [9]. При учёте вероятности возникновения ЭОД выделяют две основные причины – альфа-активность материалов и космическое излучение.

Альфа-частицы из материалов самой схемы, вызывающие ЭОД, воздействуют прежде всего на DRAM; и хотя это фактор становится всё менее распространённым благодаря более совершенной технологии, он является причиной, согласно оценке Роберта Бомана (Robert Baumann) – сотрудника сектора надежности электронных компонентов Texas Instruments, всё ещё не менее 30% всех ЭОД [8].

Тепловые нейтроны космического излучения, энергия которых менее 15 эВ, или высокоэнергетические космические частицы (нейтроны, протоны, мюоны) также могут являться первопричинами ЭОД. Эти частицы приводят к реакциям в ядрах кремния и кислорода, что вызывает их разделение и появление ионизирующих осколков, образующих избыточные заряды, которые и нарушают работу схем.

Типично, устойчивые сбои, называемые также «жесткими ошибками», например электромиграция, имеют FIT около 50, а интенсивность совокупных отказов не превышает 200. Однако неконтролируемый случайный сбой,

называемый также «мягкой ошибкой», может иметь FIT до 50 000 на каждую интегральную схему.

Если любой из таких эффектов возникает в играх или сотовых телефонах, то это не считается чем-то значительным и не препятствует сбыту продукции. Однако, в особо важных устройствах (сердечные стимуляторы, портативные приборы для межбанковских операций) трехсекундный сбой может иметь катастрофические последствия.

Военная и аэрокосмическая аппаратура, коммерческая память и логика являются восприимчивыми к ЭОД пяти типов:

- 1) случайный сбой (SEU – single-event upsets),
- 2) защелкивание в результате случайного сбоя (SEL – single-event latchups),
- 3) однократное прерывание функций (SEFI – single-event functional interrupt),
- 4) прожиг из-за однократного сбоя (SEB – single-event burnout),
- 5) однократная импульсная помеха (SET – single-event transient).

Случайные сбои SEUs, наиболее частый вид ЭОД, имеют характер перемежающихся отказов. Их причина – внешняя радиация, космическое излучение. Они возникают, когда радиационное воздействие приводит к переключению состояния из единицы в нуль или из нуля в единицу. При случайном сбое система, как правило, требует обнуления, после чего может работать нормально до следующей помехи.

Защелкивания SELs возникают, когда под действием радиации внезапно падает напряжение, что в итоге приводит к формированию двойной биполярной цепи и возрастанию тока в схеме, что может привести к перегреву устройства вплоть до его разрушения. Считается, что перезагрузка помогает выйти из защелкивания. Однако, само защелкивание может вызывать как прямой, так и скрытый дефекты устройства, например, электромиграцию.

Отказы типа SEFI возникают, когда счетчик команд микрокомпьютера под действием радиации смещается на 10 строк, так что схема не понимает уже,

какие действия ей производить. Такая ошибка может переводить устройство в режим бесконечной самопроверки на наличие питания до внешней принудительной перезагрузки.

К помехам SEB относят случайные однократные запирающие вентилей при воздействии радиации большой интенсивности, вызывающей утечку в оксидном слое затвора, что ведёт к разрушению вентиля, изменению состояния кристалла и вероятному нарушению работоспособности системы. Помехи типа SEB являются редкими и непредсказуемыми, обычно встречающимися в мощных высоковольтных полевых транзисторах.

Помехи типа SET возникают в тех случаях, когда под действием радиации возникают ложные сигналы, т.е. в логических ячейках, памяти и программируемой логике. Согласно данным iRoC Technologies (EDA) [10], которая проводит испытания ЭОД, SET уже создаёт проблемы в рамках технологии 90 нм, которые становятся ещё более серьёзными для коммерческих схем, изготавливаемых по технологиям 65 и 45 нм.

Переход к 90-нм технологическим процессам значительно увеличивает частоту ЭОД, обусловленных как космическим излучением, так и испускаемыми конструкционными материалами альфа-частицами (Таблица 1). Возникающие случайно, мягкие ошибки не диагностируются, а поскольку литография становится мельче, и характерные размеры - меньше, то альфа-частицам проще нарушить процесс и исказить данные. Кроме того, увеличению количества мягких ошибок способствуют следующие тенденции:

- более низкие напряжения, которые увеличивают чувствительность ячейки памяти к альфа-частицам и космическим лучам;
- более высокие тактовые частоты, которые дают частицам больше возможностей нарушить команду записи или чтения;
- более высокие плотности упаковки, для которых проектировщики могут быть не в состоянии включить адекватную коррекцию ошибки.

Чувствительность технологий к случайным сбоям [8]

Технология	Область применения	Чувствительность к случайным сбоям
0,25 мкм	Коммерческие устройства	Нет
	Сети и хранение информации	Нет
	Аэрокосмос и военная техника	Память и логика
0,18 – 0,13 мкм	Коммерческие устройства	Нет
	Сети и хранение информации	Память
	Аэрокосмос и военная техника	Память и логика
90 нм	Коммерческие устройства	Память и логика
	Сети и хранение информации	Память и логика
	Аэрокосмос и военная техника	Память и логика
65 – 45 нм	Коммерческие устройства	Память, логика, кристалл
	Сети и хранение информации	Память, логика, кристалл
	Аэрокосмос и военная техника	Память, логика, кристалл

Проблема ЭОД, как указывает директор по маркетингу iRoC Technologies (EDA) Майкл Бьюлер-Гарсия (Michael Buehler-Garsia) [10], приобретает комплексный характер по мере перехода промышленности на устройства типа SoC (однокристалльные системы), поскольку ни одна из команд в одиночку не может охватить все сферы: память на кристалле, логика-IP (логика с интеллектуальными свойствами), софт, - которые подвержены влиянию ЭОД. Таким образом, при проектировании современного электронного устройства проектировщик должен позаботиться о том, чтобы все компоненты были невосприимчивы к ЭОД, после чего принять меры, чтобы вся схема была невосприимчива к ним и как сумма компонентов, и как целое.

Количество ЭОД является дополнительной переменной, которую, согласно промышленным аналитикам [11], проектировщики систем должны рассматривать при создании новых продуктов наряду с целевыми приложениями, ценой, напряжением, тактовой частотой и площадью кристалла. Так, IBM обеспечивает заказчиков программой и моделью мягких ошибок для обучения проектировщиков и помощи им в поиске компромиссов (типа включения кода коррекции ошибки) между наилучшей аппроксимацией и

целевым приложением [12]. Американской фирмой MoSys, Inc. разработана технология коррекции ошибок, которая уменьшает количество мягких ошибок в ее однострансторном статическом элементе памяти (SRAM) без требования увеличения площади кремния [13]. Эта технология, дублированная прозрачной коррекцией ошибок, может поддерживать коэффициент ошибок 1000 FIT/Мб при 0,13 мкм ширине линии.

Другая альтернатива, предлагаемая Fujitsu Ltd. и Toshiba Corp., применение оперативной памяти (RAM) с быстрым циклом, что даёт, согласно этим двум компаниям, низкое время ожидания и низкие уровни отказов [14, 15]. Cypress Semiconductor Corp. решает проблему мягких ошибок SRAM путем совершенствования процесса изготовления упаковки и уровней кристаллов [16]. Цель компании добиться 200 FIT для каждого изделия. Cypress проводит ускоренные измерения мягких ошибок до выпуска изделий, помещая радиоактивные источники в непосредственной близости к кристаллу, что увеличивает интенсивность отказов до уровня, который наблюдался бы при нормальных условиях. Эти данные предоставляются заказчику. В зависимости от применения и критичности положения заказчик сможет использовать код коррекции ошибок, если он чувствует, что их уровень слишком высок.

Подобные тесты позволили и компании iRoC Technologies (EDA) разработать инструментарий и базовые модели, позволяющие пользователям моделировать радиационные атаки с учётом как мощности (жесткости) излучения, так и возможных углов падения на детали устройства [17]. Фирма Silvaco International также предлагает коммерческий анализ схем с учётом свойств ЭОД в части моделирования случайных сбояв и других радиационных эффектов. В сущности, за два последних десятилетия в микроэлектронной промышленности сформировался новый рынок услуг по тестированию интегральных схем на восприимчивость к случайным сбоям, моделирование влияния ЭОД на работу устройств и защиты от ошибок [18].

К распространённым методам защиты интегральных схем от ЭОД относятся:

- 1) избыточное резервирование,
- 2) экранирование,
- 3) сканирование,
- 4) введение корректирующих кодов.

В настоящее время имеется коммерчески доступный инструментарий, позволяющий пользователю определить, будет ли данная разработка подвержена влиянию ЭОД [17]. Однако применяемые методы защиты интегральных схем имеют как достоинства, так и существенные недостатки, а инструментарий моделирования влияния ЭОД является дорогим. Таким образом, инженеры стоят перед трудным компромиссом между производительностью, надежностью и себестоимостью устройств.

Влияние ЭОД на работу современных устройств – огромно, много более чем это обусловлено жёсткими ошибками, вызываемыми физическими дефектами схемы [1]. Типично, количество жёстких ошибок составляет 10-100 FIT. Что касается мягких ошибок во встроенных статических элементах памяти, то их количество стандартно ограничено 1000 FIT/Mb. Современные DSP-процессоры, например, выпускаемые Texas Instruments, имеют 24 Mb встроенной памяти, и Texas Instruments прогнозирует в ближайшем будущем интегрирование 100 Mb встроенной памяти. В этом случае, если не применять коррекции ошибок, количество мягких ошибок для одного процессора составит 100 000 FIT.

Для большинства применений это вполне допустимый уровень ошибок, т.к. 100 000 FIT соответствуют примерно одной ошибке в год при круглосуточной работе оборудования. Например, для мобильного телефона, где всего один чип в схеме, это означает один ошибочный звонок в год, что вполне приемлемо. Однако при применении в серверах глобальной сети такой уровень ошибок уже не допустим. Здесь проблема в том, что 100 000 FIT на один процессор, 20 процессоров в каждой плате, 20-30 плат в системе. В результате уже сейчас существуют сети, в которых по причине мягких ошибок сбои регистрируются каждый день.

1.2. Альфа-активность как причина случайных сбоев элементов интегральных схем

В 1978 году было выявлено, что причиной мягких сбоев элементов динамической памяти могут являться альфа-частицы с энергией выше 1 МэВ [1]. Тогда и была впервые сформулирована задача измерения низких уровней альфа-активности материалов микроэлектроники. С развитием технологий производства интегральных схем, сопровождающимся уменьшением характеристических размеров элементов, растёт и влияние альфа-частиц на частоту сбоев в работе как динамических, так и статических элементов памяти и других устройств.

Механизм воздействия альфа-частиц на элементы интегральной схемы прост: так как энергия, необходимая для образования одной электронно-дырочной пары в кремнии составляет 3,5 эВ, то при поглощении альфа-частицы с энергией 4 МэВ в кремнии интегрируется более 10^6 электронно-дырочных пар, заряд которых может превышать накопленный в ячейках памяти [11]. Наличие избыточного заряда в структурном элементе приводит к изменению состояния элемента схемы. Альфа-частицы не приводят к каким-либо постоянным дефектам схемы, но вызывают сбой состояния внутренних данных, который проявляется как ЭОД типа SEU или SET [19]. По этой причине в схеме из 1000 элементов динамической памяти ёмкостью 10 Кбайт интенсивность случайных сбоев может достигать 100 FIT [20].

Также следует учитывать, что глубина пробега альфа-частицы с энергией 5 МэВ в свинце составляет 11,5 мкм, а в кремнии – 23,6 мкм, как видно из Таблицы 2 [1]. Так как характеристический размер современных элементов интегральных схем, не превышающий 1 мкм, значительно меньше глубины пробега альфа-частиц, то элементы чувствительны не только к космическому излучению, но и реагируют на воздействие альфа-частиц, испускаемых самим материалом схемы и корпуса.

Пробег альфа-частиц с энергией 5 МэВ в материалах интегральных схем [1]

Материал	Длина пробега, мкм.
Кремний	23,6
Свинец	11,5
Алюминий	19,5
Полиамид	28
Воздух	47 000

Стремительное развитие полупроводниковой технологии имеет тенденцию к дальнейшему уменьшению характеристических размеров элементов интегральных схем и понижению действующего напряжения. Внедрение новых технологических процессов при переходе от 0,18-мкм к 0,13-мкм проектным нормам заняло всего два года. И всего лишь год понадобился для отработки технологии 90 нм. При этом если для реализации 0,18-мкм технологии требуются материалы, альфа-активность которых не превышает $0,02 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, то уже для 0,15-мкм технологии эта величина не должна превышать $0,002 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ [21]. Производители современных интегральных схем сталкиваются с проблемами ЭОД даже при применении материалов с альфа-активностью менее $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$. Применение разработчиками интегральных схем методов их защиты от ЭОД требует точной информации об альфа-активности материалов схемы и корпуса.

Задача уменьшения количества ЭОД в динамических элементах памяти была решена повышением радиационной чистоты формовочных смол, сплавов и других материалов. Причиной альфа-излучения материалов является наличие в них микроколичеств урана, тория и продуктов их распада (рисунок 1). Так, типичной поверхностной альфа-активности никеля на уровне $0,014 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ соответствует содержание урана-238 на уровне $8,3\cdot 10^{-9}$ г\г, активности серебра $0,019 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ - содержание урана-238 на уровне $294\cdot 10^{-9}$ г\г, активности хрома $0,0014 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ - $1,1\cdot 10^{-9}$ г\г, активности алюминия $0,0006 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ - $0,9\cdot 10^{-9}$ г\г, активности меди $0,0029 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ - $1,7\cdot 10^{-9}$ г\г [22]. Достижение таких уровней содержания радиоактивных элементов, и соответствующей

поверхностной альфа-активности, в большинстве случаев требуют дорогостоящей специальной очистки материалов.

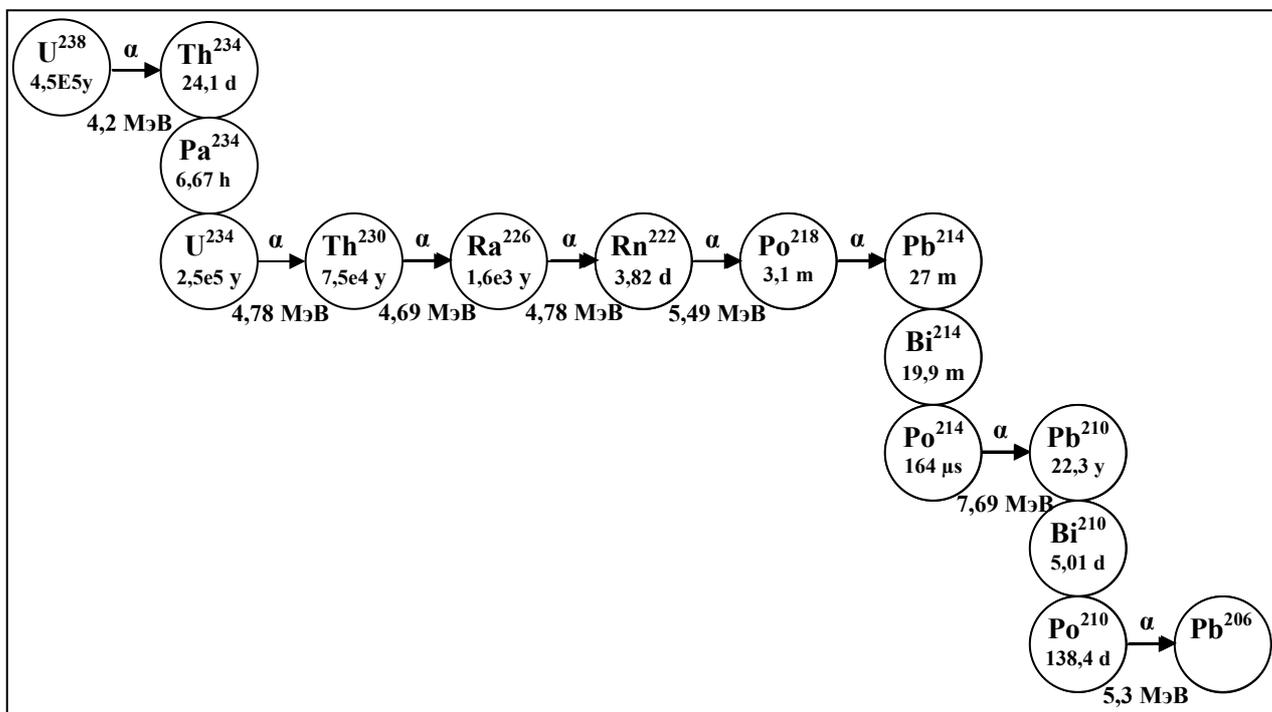


Рисунок 1 - Схема альфа-распадов в естественном радиоактивном ряду урана-238 (Указаны периоды полураспада: y – лет, d – дней, m – минут, μs – миллисекунд) [23]

Для большинства материалов применение в интегральных схемах веществ высокой степени химической чистоты решает и проблему низкой альфа-активности. Однако высокая химическая чистота не всегда гарантирует низкую альфа-активность, так как содержание урана, тория и альфа-активных продуктов их распада не нормируются и могут существенно различаться у различных производителей в зависимости от применяемых технологий очистки и источников сырья. В действительности, альфа-активность различна даже для разных партий материалов у одного производителя, причем разница может составлять, например, для меди для меди до пяти порядков. Поэтому все производители интегральных схем вынуждены вести входной контроль альфа-

активности каждой партии материалов схем, что повышает себестоимость продукции и удлиняет технологический процесс.

В этой связи особо следует упомянуть такой наиболее широко распространённый и труднозаменимый элемент, как свинец. Для свинца требования высокой степени химической чистоты недостаточно [24], т.к. он имеет природный изотоп $Pb-210$, период полураспада которого 22,3 года. В результате последовательных бета-распадов $Pb-210$ и $Bi-210$ (период полураспада 5,01 суток) образуется $Po-210$ (период полураспада 138,4 суток), излучающий альфа-частицу с энергией 5,3 МэВ. Удаление из свинца природных микроколичеств урана, тория и их дочерних продуктов нарушает равновесие радиоактивных рядов в нём. При этом происходит постепенное накопление полония-210, распад которого ведёт к медленному росту альфа-активности свинца после очистки с максимумом на 820 день (рисунок 2, Приложение 1) [25]. Таким образом, альфа-активность даже высоко химически чистого свинца будет увеличиваться в течение более двух лет после его очистки от примесей. Поэтому свинец для микроэлектроники сертифицируется по максимальной альфа-активности.

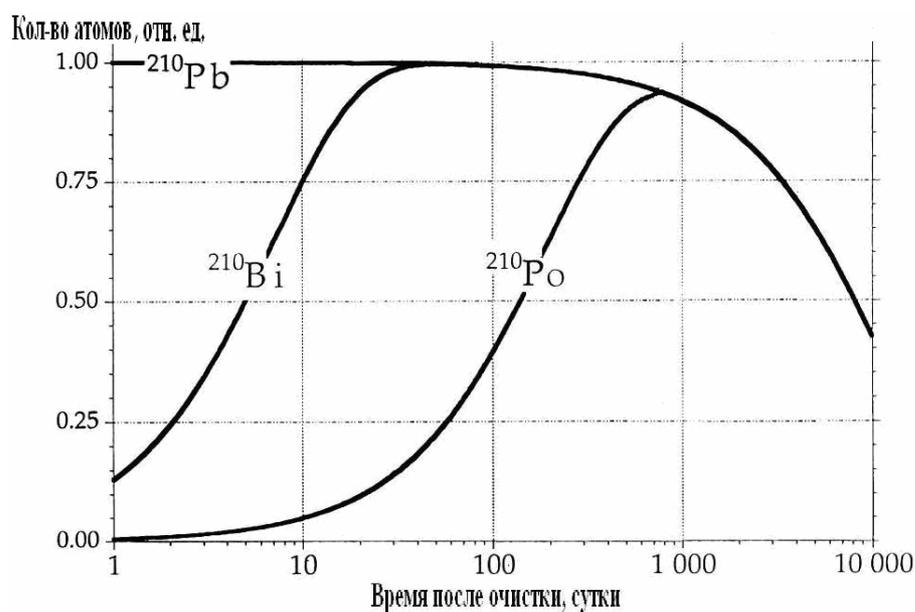


Рисунок 2 - График распада свинца-210 в очищенном от урана и продуктов его распада свинце [26]

Так как на ранних стадиях активность низко альфа-активного свинца может быть ниже предела обнаружения измерительной техники, что особенно актуально для ультра низко альфа-активного материала (менее $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ на максимуме), то свинец современной очистки требуется некоторое время выдерживать, измеряя его альфа-активность через определённые промежутки времени, с целью установления активности на максимуме. Обычно альфа-активность свинца с активностью на максимуме не выше $0,05 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ измеряют на 30-60 день, а не выше $0,01 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ на максимуме - не менее, чем на 90-120 день.

Таким образом, чем ниже прогнозируемая активность материала на максимуме, тем больше времени требуется для его сертификации. С учётом длительности измерения текущей альфа-активности материала и фона прибора, которая может достигать десятков суток, для сертификации ультра низко альфа-активного свинца может потребоваться 4 – 6 месяцев после его очистки от примесей.

Поэтому длительное время в микроэлектронике для изготовления сплавов применяли, в основном, античный свинец, в котором вековое равновесие уже установилось, и альфа-активность которого не меняется. Запасы такого свинца ограничены, а его добыча путём переплава свинцовых килевых грузов древних затонувших кораблей, покрытий крыш и водопроводов – дорогостояща. К настоящему времени доступные запасы античного свинца практически исчерпаны. Поэтому актуальность изотопической очистки свинца от Pb-210 с каждым годом только возрастает, несмотря на ограничения применения свинца в изделиях микроэлектронной промышленности, принятые в большинстве стран мира.

В России разработка технологии изотопической очистки свинца и производство низко-альфаактивного свинца были осуществлены ЗАО «Чистые технологии» (до 2005 года - «Материалы микроэлектроники») (г. Ижевск) в 1998 году. В настоящее время ЗАО «Чистые Технологии» является лидером в производстве и главным поставщиком низкоальфаактивных ($0.02 - 0.01$), сверх

низкоактивных ($0.005 - 0.002 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$) и супер сверх низкоактивных ($0.001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$) свинца, олова, свинцово-оловянных сплавов, безсвинцовых сплавов, меди, никеля и других материалов, используемых в микропроцессорах, запоминающих и логических элементах.

Существование изотопа Pb-210 явилось одной из причин, почему в настоящее время ведутся активные разработки бессвинцовых сплавов [27]. Но высокотехнологичных заменителей свинца и сплавов на его основе до сих пор не найдено [28]. Особенно остро проблема исключения свинца стоит для припоев, т.к. олово, являющееся основой большинства припоев, без добавки свинца склонно к образованию «усов» [29]. Изготовители печатных плат считают, что компоненты припоя, такие как олово, олово-цинк, олово-серебро-медь, просто не способны заменить свинец в припое по надёжности, укывистости (смачиваемости контактных площадок) и стоимости [27-29].

Помимо образования «усов», не содержащий свинца припой к тому же более хрупок. Припой-заменители также могут быть нанесены слишком тонким слоем при недостаточной или слишком высокой температуре (заменители свинца имеют более высокие температуры плавления), что создаёт механические напряжения в слоистой структуре печатной платы. Поэтому военная, военно-морская, авиационная, космическая, медицинская и исследовательская аппаратура освобождены от требований исключения свинца из состава изделий.

Вдобавок к альфа-частицам, испускаемым радиоактивными включениями, мягкие ошибки в современных статических элементах памяти могут возникать в результате активации изотопа бор-10 низкоэнергетическими нейтронами космического излучения [20]. В ядерной промышленности давно было известно, что изотоп бор-10 имеет огромное сечение взаимодействия с медленными нейтронами космического излучения [30]. В результате захвата такого нейтрона бор-10 распадается на литий-7 с энергией 0,54 МэВ и альфа-частицу с энергией 1,47 МэВ. Скорость и масса образующихся частиц достаточно велики, чтобы нарушить состояние ячейки памяти. Таким образом,

активация в материале одного атома бора-10 может приводить к возникновению двух мягких ошибок в устройстве. Причём, пока в составе материалов, применяемых в микроэлектронных устройствах, присутствует бор-10, существенно уменьшить количество мягких ошибок невозможно, т.к. космическое излучение обладает большой проникающей способностью. Это открытие, впервые опубликованное в 1995 году, привело к тому, что Texas Instruments исключили бор из BPSG (бор-фосфор-кремниевое стекло) слоя, обычно используемого в покрытии транзисторов под первым слоем металлического напыления [31]. Пока BPSG находилось вблизи кремниевого слоя устройств, наблюдающиеся редкие ядерные распады вызывали мягкие ошибки. Этот новый механизм возникновения ошибок оказался, по крайней мере, для технологии 0,18 мкм, доминантным компонентом. Устранение бора из BPSG привело к 10-кратному уменьшению мягких ошибок. Бор, используемый в микроэлектронных устройствах повсюду, например, для легирования, не оказывает столь сильного влияния, поскольку его концентрация намного меньше, чем в BPSG, и соотношение изотопов бора другое.

Кроме того, количество мягких ошибок может изменяться в зависимости от высоты. Например, в IBM обнаружили [21], что статический элемент памяти, проверенный на 10 000 футах над уровнем моря, записывает в 14 раз больше ошибок, чем тестированный на уровне моря, из-за более сильного воздействия космических лучей. Так как полностью экранировать космические лучи невозможно, то для снижения уровня ошибок в готовых изделиях необходимо минимизировать количество мягких ошибок, обусловленных альфа-активностью конструкционных материалов. Поэтому, требование низкой альфа-активности предъявляется сейчас ко всем материалам микроэлектроники.

1.3. Обзор методов измерения альфа-активности материалов микроэлектроники

Альфа-активность материалов можно измерять как прямыми методами, т.е. по воздействию непосредственно альфа-частиц на рабочую среду детектора, так и непрямими методами, определяя характеристики сопутствующего бета-, гамма-излучения или вторичных электронов, возникающих в самом образце под воздействием альфа-частиц.

Определение альфа-активности образца по измеренным характеристикам его бета-излучения требует предварительного исследования полного спектрального (изотопического) состава материала. Однако в рассматриваемом случае низко-альфа-активного свинца можно считать, что бета-излучатели представлены только Pb-210 и Bi-210.

К преимуществам измерения бета-излучения следует отнести возможность магнитной фокусировки бета-частиц, что позволит уменьшить площадь детектора и практически исключить вклад в фон от стенок камеры.

Проблемой остается разделение сигналов от альфа- и бета- частиц, излучаемых образцом свинца. Это можно осуществить аппаратно, по форме сигнала [32-37], либо применением низко-активных фильтров для альфа-частиц (например, многослойного алюминизированного майлара). Причем фильтр из высокочистого алюминия толщиной ~ 60 мкм будет пропускать только составляющую бета излучения, соответствующую Bi-210, так как [38]:

1. пробег бета-частиц в алюминии

- для Bi-210 (энергия 1,16 МэВ) - 1,67 мм,

- для Pb-210 (энергия 0,061 МэВ) - 0,02 мм.

2. пробег альфа-частиц в алюминии

- для Po-210 (энергия 5.3 МэВ) - 0.022 мм,

- для альфа-частиц с энергией 10 МэВ – 0,062 мм.

При условии равномерного распределения излучателей в образце и с учётом того, что:

1. пробег бета-частиц в свинце
- для Bi-210 (энергия 1,16 МэВ) - 400 мкм.,
2. пробег альфа-частиц в свинце
- для Po-210 (энергия 5.3 МэВ) - 12 мкм. [23],

оценить альфа-активность низко-альфа-активного свинца можно из простого соотношения:

$$0,033 \beta/(\text{час}\cdot\text{см}^2) \leftrightarrow 0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2).$$

Малую бета-активность обычно определяют полупроводниковыми, сцинтилляционными и газовыми ионизационными детекторами. Т.к. низко-альфа-активный свинец является источником как бета-, так и альфа- (и гамма-) частиц, то необходимость разделения сигналов от альфа- и бета-частиц ведет к существенному усложнению конструкции прибора. В случае аппаратного решения, дискриминация по форме сигнала требует введения дополнительных блоков в электронную схему счетчика. При этом становится проблематичным понижение фона установки как с помощью отбора по форме сигнала, так и путем включения схемы антисовпадений, т.к. это существенно снизит эффективность детектирования и значительно увеличит вероятность ошибок. Применение фильтра альфа-частиц может приводить как к росту фона за счет собственной активности используемого материала, так и за счёт загрязнения фильтра во время подготовки и проведения измерения.

В любом случае, определение альфа-активности по измеренному бета-излучению свинца требует использования более высокого напряжения на электродах, чем при прямом альфа-детектировании, и процедуры точного пересчета бета- в альфа-активность с учетом множества факторов.

Существенным достоинством этого способа является более высокий, чем для альфа-частиц, допустимый фон счетчика. Так, измерение бета-активности на приборе в фоновом порядке $0,01 \beta/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ позволяет определять альфа-активность образца свинца ниже $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$. Такой фон достижим для существующих газовых пропорциональных счетчиков с дискриминацией фона по форме (длительности) сигнала [2].

Возможно также определение альфа-активности свинца путем измерения его гамма-активности. Однако для пересчета гамма-активности в альфа потребуются более сложные расчеты, т.к. гамма-излучение характеризует весь объем образца, а контролируемой является поверхностная альфа-активность. Учет геометрии счетчика, формы образца и эффекта самопоглощения гамма-частиц в свинце позволяет с достаточной точностью рассчитать теоретическую альфа-активность, но вероятное расхождение сравнительных измерений гамма- и альфа-активностей может быть связано с принципиальной невозможностью гамма-метрией определять поверхностные загрязнения образца. Кроме того, снижение собственного фона гамма-детектора предполагает применение крупномасштабной свинцовой защиты, что существенно увеличивает габариты прибора или требует специально оборудованного помещения.

В случае низко-альфа-активного свинца определение альфа-активности непосредственно по сопутствующему распаду $Po-210$ гамма-излучению представляется нецелесообразным, т.к. интенсивность этой линии (0,803 МэВ) слишком мала (0,0011%), и для ее детектирования потребуются очень низкий фон прибора. Более перспективно определять количество гамма-частиц с энергией 0,047 МэВ, сопутствующих бета-распаду $Pb-210$, относительная интенсивность которых составляет 4%. При этом необходимая для уверенного детектирования масса образца свинца должна быть не менее ~ 20 кг, а энергетическое разрешение детектора не хуже 3 кэВ.

Непосредственно альфа-активность материалов измеряют в объеме и на поверхности. Наиболее широко для определения в пробах объемного содержания природных альфа-излучателей применяют жидкостную сцинтилляционную спектрометрию. Несомненные преимущества этого метода заключаются в определении не столько суммарной альфа-активности, сколько изотопического состава образца.

Этот метод предполагает селективное экстрагирование из пробы полного состава альфа-излучателей, либо только отдельных изотопов. В современных методиках процессы смешивания пробы с жидким сцинтиллятором и

селективного экстрагирования объединены [39]. Т.е. процесс приготовления пробы можно осуществить в один этап, что занимает от нескольких минут до 2-3 часов в зависимости от состава образца. Кроме того, при работе с малыми концентрациями исследуемого изотопа, как в случае низко-альфа-активного свинца, уменьшение количества операций для приготовления пробы позволяет минимизировать вероятность внесения загрязнений. Полученную пробу помещают в спектрометр для определения ее альфа-активности на время, необходимое для набора статистики (~ 48 часов). Результаты пересчитывают на объем образца. Метод позволяет проводить концентрирование экстрагируемого изотопа [40].

Наиболее широко применимы жидкостные сцинтилляционные альфа-спектрометры “PERALS” фирмы ORDELA, США как обладающие высокой постоянной эффективностью счета (99,7 %), низким фоном ($< 0,001$ имп./мин. при энергиях 4 – 7 МэВ) и оснащенные стандартными методиками для большинства природных радиоактивных изотопов [41].

Применительно к анализу низко-альфа-активного свинца, жидкостная сцинтилляционная альфа-спектрометрия может использоваться как для измерения полной объемной альфа-активности образца, так и для контроля качества очистки свинца от определенных радиоактивных примесей. Разработанные для “PERALS” методики позволяют с помощью стандартных сцинтилляционных экстрактантов определять вклад в суммарную активность любого из альфа-излучателей уранового ряда, присутствующего в пробе. Это дает возможность контролировать объемную альфа-активность товарного свинца и тестировать, при необходимости, каждый технологический этап его производства, что важно при отработке новых методов очистки.

Так, например, можно измерить полную альфа-активность образца и альфа-активность, обусловленную содержанием Po-210, применяя патентованный экстрактивный сцинтиллятор “POLEX”. Тогда при отсутствии разницы между этими двумя величинами (с учетом статистики) можно говорить о достаточной или предельной степени очистки. Если же разница

существенна, то применение других экстрактивных сцинтилляторов позволит выявить загрязняющие альфа-активные примеси. Необходимые для проведения исследований стандартные экстрактивные сцинтилляторы требуемой степени чистоты поставляются фирмой ORDELA, США как расходные материалы к "PERALS".

Следует отметить, что относительно содержания альфа-излучателей стандартные химические реактивы для "PERALS" значительно более высокой степени чистоты, чем стандарты для масс-спектрометрии, т.к. для первых именно отсутствие определяемой альфа-активности является основным параметром контроля [42]. Поэтому реактивы для жидкостной сцинтилляционной альфа-спектрометрии не уступают по стоимости масс-спектрометрическим стандартам, но и расход реактивов по сравнению со стандартами невелик [40].

Кроме жидкостной сцинтилляционной спектрометрии объемную альфа-активность свинца можно определять методом осаждения полония на серебряный диск [26]. Этот метод также требует предельной чистоты химических реактивов, а, кроме того, результаты его применения сильно зависят от качества подготовки поверхности диска. Метод заключается в экстрагировании полония из растворенной пробы путем его осаждения на серебряный диск, активность которого затем измеряется альфа-счетчиком (сцинтилляционным или газовым пропорциональным). Результаты измерения пересчитываются на объем исходной пробы. Основным ограничением этого метода является то, что при наличии в образце остаточных количеств урана и продуктов его распада их активность учтена не будет. В этом случае результаты измерений будут занижены.

Таким образом, методы определения объемной альфа-активности свинца характеризуются высокой информативностью и малым расходом пробы, но их достоверность сильно зависит от чистоты химических реактивов и помещений. Сертификацию материалов микроэлектроники по альфа-активности в основном проводят поверхностными методами.

Низкую поверхностную альфа-активность материалов определяют сцинтилляционными, полупроводниковыми и газовыми пропорциональными счетчиками.

Сцинтилляционные счетчики конвертируют вызываемое ионизирующими частицами возбуждение прозрачного материала в свет и проводят этот свет к фотокатоду, по характеристикам выходного сигнала которого определяется количество ионизирующих частиц. Конструкция таких счетчиков достаточно проста (рисунок 3) и обеспечивает физический контакт сцинтиллятора с образцом, что дает практически 100%-ю эффективность счета альфа-частиц. Механизм сцинтилляций совершенно различен для неорганических и органических сцинтилляторов, которые применяются в виде кристаллов, жидкостей и полимеризованных твердых тел. Отдельным типом сцинтилляционных детекторов являются пропорционально-сцинтилляционные

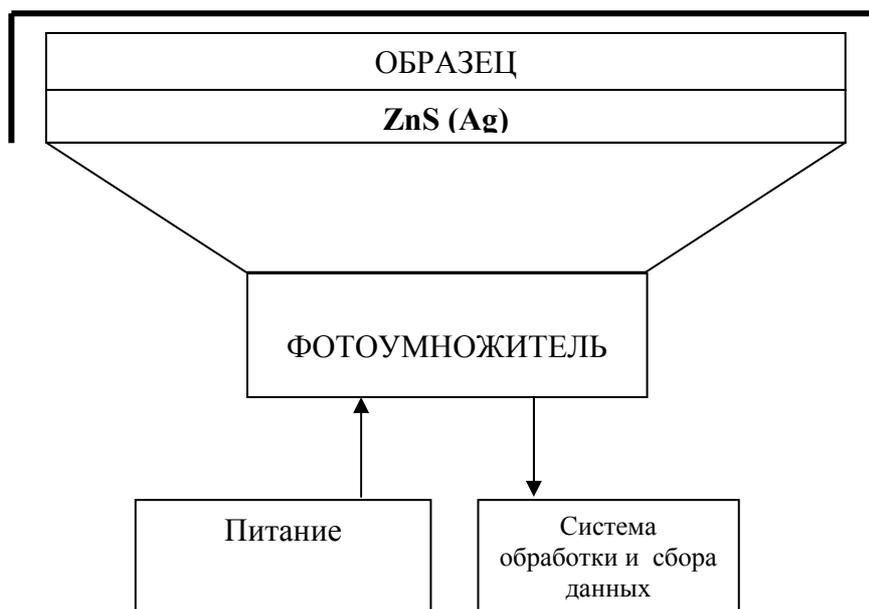


Рисунок 3 - Принципиальная схема сцинтилляционного детектора ZnS (Ag) детекторы [43], в которых в качестве сцинтиллятора используются чистые благородные газы или их смеси, а световой выход усиливается с помощью электрического поля.

Сцинтилляционные счетчики применяют для определения высокого и среднего уровней альфа-активности ($0,05 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ и выше). Чаще всего с этой целью применяют счетчики на основе сульфида цинка, активированного серебром. Нанесенный для прочности на майларовую пленку 30-микронный слой $\text{ZnS}(\text{Ag})$ достаточно прозрачен для фотонов, образованных альфа-частицами при прохождении через него. Фотоны проходят через майлар и собираются в трубе фотоумножителя, где свет конвертируется в электроны. Результирующий электрический импульс формируется, усиливается и, пройдя через дискриминатор, фиксируется счетчиком. Область применения сцинтилляционных счетчиков ограничивается малой площадью образца (типично $\sim 120 \text{ см}^2$), определяемой диаметром трубы фотоумножителя, и сравнительно высоким собственным фоном ($\sim 0,05 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$). При измерениях вблизи фона серьезную проблему может представлять высокая температурная и временная нестабильность характеристик сцинтиллятора. Важными преимуществами этих счетчиков являются простота использования, высокое быстродействие и относительно низкая стоимость.

Для определения энергетического спектра высокоактивных образцов применяют полупроводниковые детекторы. Полупроводниковые детекторы работают как твердотельные ионизационные камеры. Заряженная частица создает на своем пути через кристалл пары электрон-дырка. Кристалл помещается между двумя электродами, создающими внутри него электрическое поле. В процессе ионизации полупроводника электроны валентной зоны возбуждаются и переходят в зону проводимости, оставляя в валентной зоне дырку. Таким образом, на месте прохождения первичной заряженной частицы остается трубка плазмы вокруг трека с высокой ($10^{15} - 10^{17}/\text{см}^3$) концентрацией электронов и дырок. Заряды разделяют, а электроны собирают на анод до того как они рекомбинируют с дырками, чтобы получить заряд, достаточный для регистрации первичной частицы по выделенной в процессе ионизации энергии. На образование электронно-дырочной пары в кремнии расходуется 3,6 эВ, в газах 20 – 40 эВ, а в сцинтилляционном

счетчике для образования одного фотоэлектрона – 400 – 1000 эВ [44]. В качестве материала для полупроводниковых детекторов обычно используют высокочистые монокристаллы кремния или германия. Они работают как диоды с обратным смещением, чтобы создать в кристалле высокое электрическое поле для сбора зарядов [45]. Основным достоинством полупроводниковых детекторов является высокое энергетическое разрешение, что обусловило их широкое применение в спектрометрии альфа-частиц [3 - 5]. В зависимости от типа и способа изготовления разрешение детекторов для альфа-частиц с энергией 5,0 – 5,5 МэВ может достигать 17 – 9 кэВ при уровнях шума 2 – 1,6 кэВ [46,47].

Так как современные полупроводниковые детекторы изготавливаются из веществ высочайшей химической чистоты, то даже на серийно выпускаемых детекторах возможно достижение фоновой скорости счета меньшей, чем на счетчиках других типов. Основной вклад в фоновую скорость счета полупроводниковых детекторов дают альфа-излучатели, содержащиеся в рабочем материале детектора [48]. Так, например, присутствие радия-226 в количествах $\sim 10^{-12}$ % обеспечивает фоновую интенсивность счета $\sim 0,1 - 0,2$ имп./($\text{час} \cdot \text{см}^2$) для кремниевых детекторов с чувствительной площадью $\sim 5 \text{ см}^2$. Серийно изготавливаемые кремниевые детекторы, например фирм “Enertec Schlumberger”, CANBERRA, EG&G, ORTEC, обеспечивают при чувствительной поверхности $\sim 10 \text{ см}^2$ и энергетическом разрешении $\sim 100 \text{ кэВ}$ фоновую скорость счета менее $0,01$ имп./($\text{час} \cdot \text{см}^2$). Такие характеристики счетчика позволяют как измерять низкую интегральную альфа-активность образцов, так и определять изотопический состав пробы. Следует отметить, что путем применения низко-альфа-активной пассивной защиты счетчика, схемы антисовпадений и малошумящих электронных схем и этот уровень фона может быть понижен. Единственной проблемой является малая для измерения низко-альфа-активного свинца чувствительная поверхность детекторов на основе высокочистых полупроводников, достигающая на сегодняшний день всего 45 см^2 . Решение этой задачи - в изготовлении

мозаичных детекторов на низко активной основе при тщательном подборе материалов электродов, клеев и т.п.

Полупроводниковые детекторы широко применяются для тестирования калибровочных источников альфа-излучения.

Следует упомянуть и характеризующиеся 100% эффективностью регистрации альфа-частиц временной детектор с рыхлым диэлектрическим эмиттером [49]. Работа такого детектора основана на управляемой вторичной электронной эмиссии из рыхлого диэлектрика (MgO, углерод или коллодий) на сборку микроканальных пластин. Применение электромагнитной фокусировки детектируемых частиц и отсечение коллиматором фоновой составляющей позволяют значительно уменьшить рабочую площадь самого детектора при большой площади образца, что может существенно повысить чувствительность счетчика [50]. Однако, применение этого метода для прямого детектирования альфа- или бета-частиц потребует слишком больших затрат энергии для создания фокусирующих полей, а рабочие материалы эмиттера не исследовались на собственную радиоактивность.

Альфа-активность среднего и низкого уровней (ниже $0,05 \text{ а}/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$) обычно измеряют пропорциональными газовыми счетчиками. В пропорциональном счетчике электроны, образовавшиеся в результате первичной ионизации рабочей среды альфа-частицами, попадают в электрическое поле такой напряженности ($10^4 - 10^5 \text{ В/см}$) [50], что они могут иметь между двумя столкновениями с атомами газа приращение кинетической энергии, достаточное для ионизации атомов. Коэффициент газового усиления в пропорциональной области, где измеряемый импульс пропорционален первичной ионизации, достигает $10^4 - 10^6$. Высокая напряженность электрического поля обеспечивается использованием в качестве анода тонкой, диаметром 20 – 100 мкм, проволоки. Процессы вторичной ионизации начинаются в непосредственной близости от поверхности проволоки. Пространственное распространение электронной лавины приводит к характерному каплеобразному распределению положительных и

отрицательных носителей заряда вблизи проволоочки. В пропорциональном счетчике основной вклад в импульс напряжения на аноде дают положительные ионы, медленно дрейфующие от проволоочки, а не электроны лавины, быстро движущиеся к ней. В работе [52] электронная составляющая амплитуды импульса напряжения не рассматривалась на том основании, что ее вклад сравнительно мал. Это подтверждается видом ионного уравнения, которое предполагает, что ионы движутся от поверхности анода (таблица 3).

Таблица 3

Ионная U_+ и электронная U_- составляющие импульса напряжения

Литература	U_+	U_-
[51]	$A \cdot \frac{q}{C_{\text{экв}}} \cdot \frac{\ln \frac{r}{a}}{\ln \frac{b}{a}}$	-
[52, 53]	$A \cdot \frac{q}{C_{\text{экв}}} \cdot \frac{\ln \frac{b}{R_0}}{\ln \frac{b}{a}}$	$A \cdot \frac{q}{C_{\text{экв}}} \cdot \frac{\ln \frac{R_0}{a}}{\ln \frac{b}{a}}$
[54]	$\frac{eN_0}{C_{\text{экв}} \cdot \ln \frac{b}{a}} \sum_{i=1}^n \left(\Delta A_i \cdot \ln \frac{b}{R_i} \right)$	$\frac{eN_0}{C_{\text{экв}} \cdot \ln \frac{b}{a}} \sum_{i=1}^n \left(\Delta A_i \cdot \ln \frac{R_i}{a} \right)$

U_+ - ионная составляющая импульса напряжения,

U_- - электронная составляющая импульса напряжения,

A, A_i - коэффициент газового усиления пропорционального счетчика,

ΔA_i - разница коэффициентов газового усиления на концах i -го интервала, в котором отношения E/p и α/p – постоянны,

E – напряженность поля,

p – давление,

α – первый коэффициент Таунсенда,

$q = eN_0$ - заряд, движущийся между электродами,

e – элементарный заряд,

N_0 – число первичных электронно-ионных пар,

$C_{\text{экв}}$ – эквивалентная емкость, включающая емкость счетчика и подводящих электродов,

R, R_1 – место образования первичных электронов и ионов,

R_0 – центр тяжести лавины,

r, R_i – место положения ионной (электронной) составляющей лавины в данный момент времени,

(R, R_0, r – отсчитываются от центра счетчика),

a – радиус анода, b – радиус катода.

В [53] для пропорционального счетчика введено понятие центра тяжести лавины R_0 , расположенного относительно поверхности анода на расстоянии, меньшем длины свободного пробега электрона. В результате численного анализа формул авторы [53, 54] утверждают, что электронная компонента импульса напряжения составляет $\sim 8\%$ от потенциала, наведенного электронами и ионами. Однако это расходится с экспериментальными данными работы [55], где показано, что в пропорциональном счетчике, наполненном метаном и аргоном с гасящими добавками, величина электронной составляющей амплитуды импульса зависит от давления газа в объеме счетчика и в некоторых случаях может достигать 32%.

Время нарастания ионной компоненты сигнала пропорционального счетчика примерно на 6 порядков больше времени нарастания электронной компоненты и составляет 1 – 10 мс. [56]. Таким образом, сигнал пропорционального счетчика состоит из нескольких коротких импульсов, каждый из которых обусловлен отдельной лавиной. А каждая лавина рождена сгустком электронов от процесса первичной ионизации. Эти сгустки один за другим дрейфуют в области высокого электрического поля вблизи анодной проволоки [57].

Следует также обратить внимание на наличие послеимпульсов, возникающих в пропорциональном счетчике вследствие фотоэффекта на катоде. Лавинная ионизация в сильном электрическом поле вблизи анода

приводит к эффекту газового усиления. Однако помимо ионизации в лавине происходит возбуждение молекул рабочего газа, которое является причиной ряда вторичных эффектов. В чистых инертных газах основным механизмом снятия возбуждения является немедленный распад возбужденных состояний с испусканием световых квантов, чем и обусловлено появление послеимпульсов. Для борьбы с вторичными эффектами в рабочий газ добавляют многоатомные, обычно органические, примеси. Широко распространена, например, смесь Ar + 10% CH₄. Молекулы метана не только поглощают жесткое ультрафиолетовое излучение, но и перенимают энергию возбуждения в результате соударений второго рода. При этом молекула, как правило, разрушается.

Работа газовых пропорциональных счётчиков на смеси аргона 10% метана рассмотрена в [58], приведены зависимости скорости дрейфа электронов к катоду от приложенного напряжения E и давления рабочего газа p . Установлено, что для получения максимальной эффективности дискриминации фоновых событий в аргон-метановой газовой смеси желательно работать при минимальной величине E/p у катода. Минимизация величины E/p достигается выбором малого диаметра анодной нити (5 – 10 мкм) и давления в счётчике $p \geq 1$ атм. При этом необходимо учитывать и обратную тенденцию, за которую ответственны посторонние электроотрицательные примеси в рабочем газе счётчика. Для уменьшения влияния примесей, концентрация которых может увеличиваться со временем, необходимо стремиться к максимальной величине E/p у катода. Это позволит обеспечить стабильную работу счётчика в условиях долговременных измерений.

Кроме того, счетчики с органическими добавками принципиально имеют ограниченный срок службы не столько из-за постепенного расходования гасящей добавки, сколько вследствие порчи анода, на котором отлагаются и частично полимеризуются продукты разложения добавок [59].

Фотоэффект на катоде является одной из причин, ограничивающих коэффициент газового усиления. Более того, работа счетчика на чистом аргоне

и более легких инертных газах практически не возможна со сколько-нибудь значительным газовым усилением.

Энергия фотонов, излучаемых ксеноном, составляет ~ 7 эВ и превышает работу выхода электрона из всех чистых металлов. Другие благородные газы дают еще более жесткое излучение. Возникающая при развитии лавины вспышка ультрафиолетового излучения приводит к поступлению в рабочий объем счетчика новых электронов вследствие фотоэффекта на катоде. Дойдя до анода, фотоэлектроны порождают новый импульс тока, который называют фотонным послеимпульсом. Запозывание таких послеимпульсов равно времени дрейфа электронов от катода до анода $t_{\text{зап}}$ и измеряется микросекундами или долями микросекунды. Обычно послеимпульс накладывается на основной импульс, и можно наблюдать сигнал, подобный изображенному на рисунке 4.

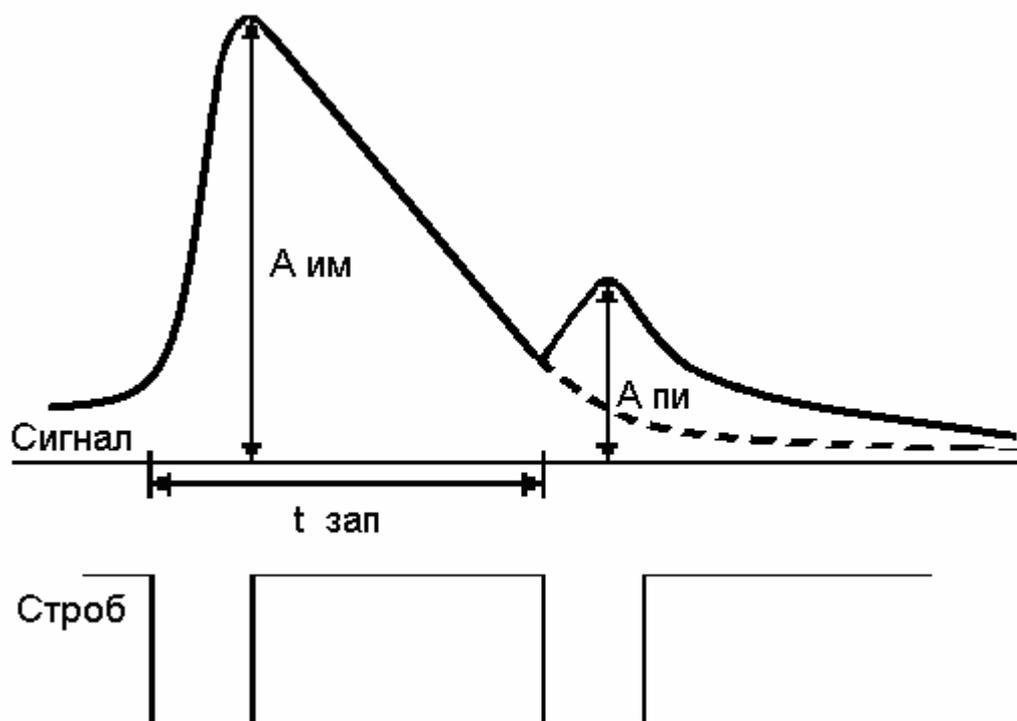


Рисунок 4 - Вид послеимпульса в пропорциональном счетчике, взаимное расположение импульса и строба (схематично) [59]

Согласно [59], в ксеноне амплитуда послеимпульса $A_{\text{пи}}$ пропорциональна квадрату амплитуды основного импульса $A_{\text{им}}$: $A_{\text{пи}} = a \cdot A_{\text{им}}^2$. Для бериллия коэффициент a составляет $37 - 38 \text{ В}^{-1}$, для протравленной меди - 76 В^{-1} , для алюминия - 17 В^{-1} и может быть уменьшен до $7 - 8 \text{ В}^{-1}$ анодированием или фосфатированием. Отклонение от квадратичной зависимости отмечено для катода из нержавеющей стали.

При благоприятных условиях можно различать второй, третий и т.д. послеимпульсы. Таким образом, импульс пропорционального счетчика имеет сложную форму. Амплитуда основного импульса зависит от емкости детектора и способа формирования сигнала в усилителе и определяется геометрией счетчика и составом его рабочего газа. Тонкая структура импульса определяется давлением рабочего газа, а амплитуда послеимпульса материалом катода. Коэффициент газового усиления пропорционального счетчика определяется приложенным к электродам напряжением, диаметром анодной проволоки и зависит от состава рабочего газа.

Для измерения образцов большой площади, а также угловых и энергетических распределений осколков деления ядер применяют многопроволочные пропорциональные камеры. По сути, эти камеры представляют собой плоский слой пропорциональных счётчиков без разделяющих стенок (рисунок 5). Г.Шарпак и другие [60] показали, что в многопроволочных камерах анодные проволоки действуют как независимые детекторы. Однако, форма электрического поля в многопроволочной пропорциональной камере несколько изменена по сравнению с чисто цилиндрической в обычных пропорциональных счётчиках [61].

Возможные неточности в расположении электродов приводят к неравномерному распределению линейной плотности заряда на сигнальных проволоках, что сказывается на коэффициенте газового усиления многопроволочных пропорциональных камер.

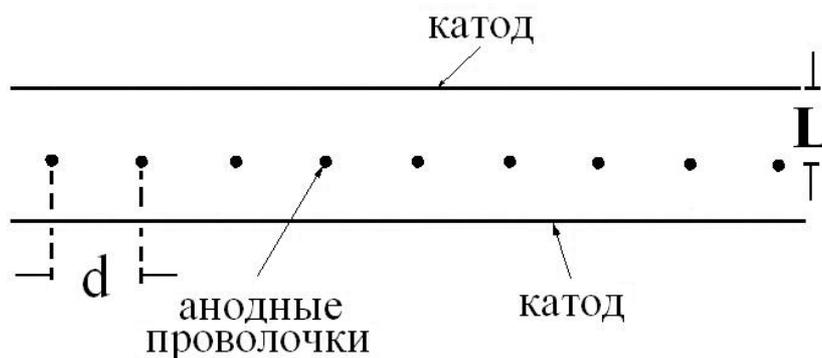


Рисунок 5 - Схематическое изображение конструкции многопроволочной пропорциональной камеры

Многопроволочные пропорциональные камеры имеют множество модификаций в зависимости от назначения: «мозаичные» счетчики, микрополосковые газовые детекторы, камеры с микроззорами [62, 63].

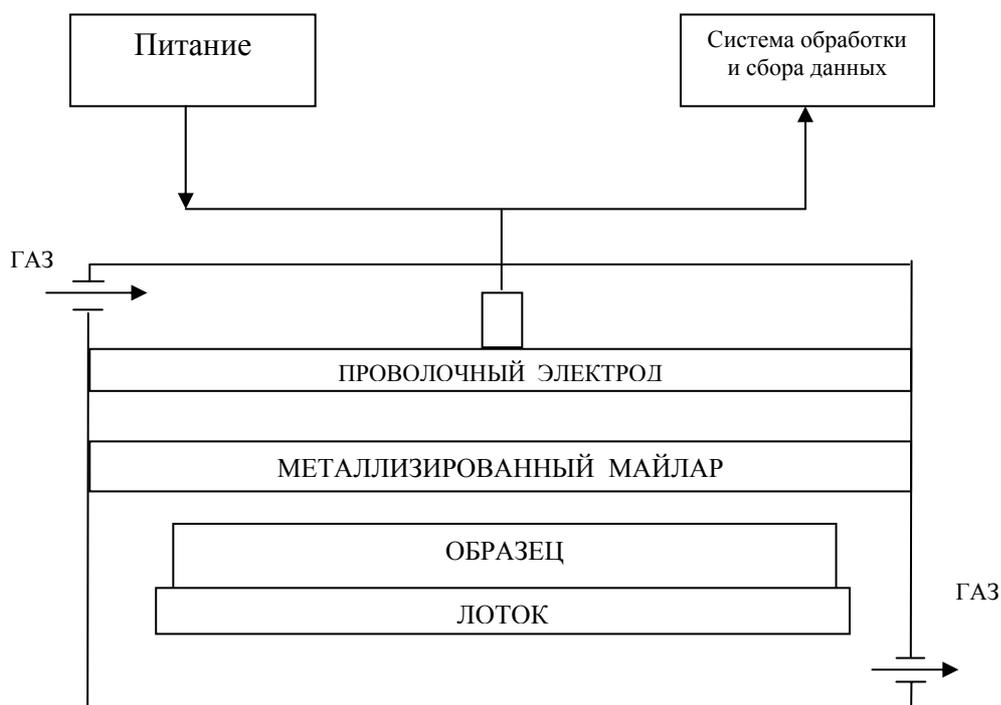


Рисунок 6 - Принципиальная схема газового пропорционального счётчика

Большинство современных детекторов низкого уровня альфа-излучения представляют собой газовые многопроволочные пропорциональные камеры,

использующие в качестве рабочего газа смесь аргона с 10% метана (газ P-10). Конструкционно приборы разделены на две расположенные друг над другом камеры: камеру детектора и камеру образца (рисунок 6). Катод является входным окном детектора и представляет собой либо тонкую металлическую сетку (модель 8600A, “ORDELA Inc.”, США) [64], либо тонкую (~ 2 мкм) металлизированную майларовую пленку (модель 1950, “Alpha Sciences Inc.”, США) [65]. Активная площадь детектора обычно не более 1000 см². Диапазон энергий регистрируемых частиц от 1 до 10 МэВ. Рабочий фон приборов различных модификаций составляет от 2 до 5 отсчётов в час.

1.4. Перспективы приборостроения для измерения низкой альфа активности материалов микроэлектроники

Выпускаемые в настоящее время серийно многопроволочные пропорциональные камеры позволяют при длительных измерениях определять активность образцов на уровне 0,005 α/(час·см²) с достаточной достоверностью в лабораторных условиях. Современные материалы микроэлектроники обладают активностью порядка 0.001 α/(час·см²) и ниже, которую существующие приборы не позволяют достоверно измерять. Кроме того, необходимость применения таких приборов возникает на производстве – при выходном и входном контроле материалов микроэлектроники.

Условия производственной лаборатории предъявляют свои специфические требования и к техническим, и к пользовательским характеристикам приборов. Поэтому использование существующих лабораторных приборов на производстве требует разработки специальных методик их применения.

Важнейшим условием применения детектора для входного контроля является обеспечение устойчиво низкого уровня его фона от 0,002 отсчётов/(час·см²) и ниже. Это во многом определяется надёжностью и

чистотой газовой системы, а также долговременной стабильностью свойств газа. Поэтому в производственных условиях целесообразно осуществлять подачу рабочего газа не от баллонов, а из специального хранилища через фильтры по газовой магистрали.

Необходимо также увеличение допустимой площади образца выше общепринятой 1000 см^2 для возможности осуществления экспресс-контроля больших партий материалов.

Для снижения погрешности измерений, особенно на уровне фона, прибор должен позволять вести длительный попеременный счёт фона и образца без вскрытия камеры.

Принципиальным условием использования прибора в производственных условиях является достаточная электромагнитная и вибрационная помехоустойчивость счётчика.

Простота обслуживания прибора, не требующая высокой квалификации оператора для загрузки образца, сбора и обработки данных, – важный эксплуатационный критерий.

Нерешённой проблемой является задача калибровки детекторов, т.к. отсутствует стандартный низко активный эталон и стандартная методика поверки приборов. Создание низко альфа-активных калибровочных источников альфа-излучения большой площади сейчас особенно актуально, так как они находят активное применение для тестирования надёжности микроэлектронных устройств [66].

Таким образом, в настоящее время актуальны разработка методики производственного контроля материалов микроэлектроники и создание нового прибора для измерения низкой альфа активности материалов микроэлектроники, удовлетворяющего всем указанным выше требованиям [67].

ВЫВОДЫ:

1. Альфа-активность материалов микроэлектроники, наряду с космическим излучением, является основной причиной возникновения в статических элементах памяти мягких ошибок, количество которых особенно значительно при проектных нормах менее 0,18 мкм. Для снижения уровня мягких ошибок в качестве конструкционных для современных статических элементов памяти применяют только низко-альфа-активные материалы.
2. Причиной альфа-активности материалов является наличие в них примесей урана, тория и продуктов их распада. Применение высоко химически чистых веществ решает проблему альфа-активности для большинства элементов.
3. Исключение составляют свинец, по причине наличия у него изотопа Рb-210, дочерний продукт распада которого альфа-активен; и бор, изотоп которого В-10 подвержен активации медленными нейтронами космического излучения с образованием альфа-частицы.
4. Низкую поверхностную альфа-активность материалов определяют сцинтилляционными, полупроводниковыми и газовыми пропорциональными счетчиками. Наиболее широко для входного и технологического контроля низко альфа-активных материалов в микроэлектронной промышленности в настоящее время применяются многопроволочные пропорциональные камеры.
5. Использование существующих многопроволочных пропорциональных камер в производственных условиях требует разработки специальных методик для их применения.
6. Для решения задач измерения альфа-активности современных материалов микроэлектроники целесообразно создание нового прибора, обеспечивающего необходимую достоверность результатов в производственных условиях.

ГЛАВА 2

**РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ КОНТРОЛЯ НИЗКОЙ И СВЕРХ НИЗКОЙ
АЛЬФА-АКТИВНОСТИ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ МАТЕРИАЛОВ
МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ****2.1. Постановка задачи контроля низкой и ультранизкой поверхностной
альфа-активности при производстве материалов микроэлектроники**

В микроэлектронике измерение альфа активности материалов стало неотъемлемой частью входного и технологического контроля ещё в 80-х годах прошлого века. С тех пор, с внедрением современных технологий, требования к уровню альфа-активности материалов существенно ужесточились. Так, при применении проектных норм 130-нм допустимая альфа-активность материалов должна быть не более 1 альфа-частицы в час с $1\ 000\ \text{см}^2$ ($0,001\ \alpha/\text{час}/\text{см}^2$) [24]. Такие уровни активности предусматривают решение широкого круга не только технологических задач, но и, в первую очередь, метрологических проблем. Это стало особенно актуальным с внедрением 65-нм и 45-нм технологий.

Снижение альфа-активности до уровней, на порядки меньших естественных, формирует более жесткие требования к производству материалов. Большинству материалов необходимо обеспечение ещё более высокой степени химической чистоты. Повышаются требования к упаковке и хранению материалов, особенно порошков для приготовления литографических растворов. Для такого широко применимого в микроэлектронике, и пока незаменимого [68], элемента как свинец может потребоваться принципиально новая технология получения. Это существенно увеличивает стоимость ультра низко альфа-активного свинца, причём, в значительной степени за счёт расходов на сертификацию его активности.

Для изготовления элементов интегральных схем важна именно величина поверхностного альфа-излучения, поэтому сертификацию материалов микроэлектроники проводят по поверхностной альфа-активности S (в

$\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ - $\text{срн}/\text{см}^2$) и при необходимости пересчитывают в объёмную альфа-активность B ($\alpha/(\text{сут}\cdot\text{г}) - \text{дпд}/\text{г}$).

Поверхностная альфа-активность S $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ соответствует активности объёма соответствующего единичной площади и пробегу альфа-частиц в материале r см при плотности материала ρ $\text{г}/\text{см}^3$, измеренной в течение 24 часов:

$$24 \text{ час/сут.} \cdot S \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2) = 1 \text{ см}^2 \cdot r \text{ см} \cdot \rho \text{ г/см}^3 \cdot B \alpha/(\text{сут}\cdot\text{г}).$$

Следовательно:

$$S = \frac{r \cdot \rho}{24} \cdot B \quad (1)$$

или

$$B = \frac{24}{r \cdot \rho} \cdot S \quad (2)$$

Например, для альфа-частиц полония-210 с энергией 5,3 МэВ в свинце плотностью $\rho = 11,35 \text{ г}/\text{см}^3$ пробег $r = 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ см}$ (12 мкм).

Тогда из (2):

$$S = 0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2) \text{ соответствует } B = 2,33 \alpha/(\text{сут}\cdot\text{г}).$$

Принято считать [23], что действительно детектируется от 1/3 до 1/4 вылетевших из свинца альфа-частиц, что соответствует эффективному пробегу $r_{\text{эф}} = 0,4 \cdot 10^{-3} \text{ см}$ (4 мкм). Тогда из (2):

$$S = 0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2) \text{ соответствует } B = 7 \alpha/(\text{сут}\cdot\text{г}).$$

Следует отметить, что использование $r_{\text{эф}}$ при пересчёте поверхностной альфа-активности свинца в объёмную до сих пор вызывает споры у производителей и потребителей низко-альфаактивного свинца, что является дополнительным аргументом в пользу сертификации материалов микроэлектроники по поверхностной альфа-активности.

Наиболее широко для измерения поверхностной альфа-активности материалов микроэлектроники применяют сцинтилляционные счетчики на основе сульфида цинка, активированного серебром и многопроволочные газовые пропорциональные камеры. Конструкция, достоинства и недостатки этих приборов подробно рассмотрены в главе 1.

Для производственного контроля особенно важны экспрессность метода измерения и стабильность фона прибора. Этими критериями ограничивается использование сцинтилляционных счётчиков, так как они характеризуются высокой температурной и временной нестабильностью и малой рабочей площадью, что практически исключает их применение для производственного контроля современных материалов интегральных схем.

Однако, ещё далеко не все проблемы измерений низкой альфа-активности решены. На сегодняшний день достигнутые уровни фона детекторов уже слишком высоки для измеряемых материалов. Нет успешного конструкторского решения вопроса защиты детекторов большой площади от космического излучения или учёта его составляющей. Необходимо также увеличение рабочей площади низкофоновых детекторов, особенно полупроводниковых. Но основной проблемой является отсутствие стандартных общепринятых методик измерения уровня мягких ошибок [69] и, в частности, определения низкой альфа-активности материалов. Требуется разработка методов приготовления образцов, учёта их геометрии и структуры [70].

В настоящее время существуют два прибора: модель 8600А (“ORDELA Inc.”, США) и модель 1950 (“Alpha Sciences Inc.”, США), позволяющие измерять сверх низкую альфа-активность материалов. ЗАО «Чистые технологии» на производстве низко-альфаактивного свинца для выходного и технологического контроля с 1998 года применяются приборы модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.”, США.

Как установлено в ходе эксплуатации газового пропорционального счётчика модели 1950, проявляя бесспорные достоинства как лабораторный, он имеет ряд существенных недостатков при работе в условиях производства:

1. Высокая чувствительность прибора к электромагнитным и вибрационным помехам.
2. Чувствительность детектора к альфа-активности дна камеры образца, что может вносить дополнительную систематическую погрешность в измерения.

3. Отсутствие стандартного метода проверки энергетического диапазона чувствительности прибора от 1 МэВ до 10 МэВ.

4. Отсутствие стандартного метода предотвращения и контроля старения электродов счётчика.

5. Отсутствие рекомендаций по измерению образцов сложной геометрической формы.

Таким образом, возникла необходимость разработки методики производственного контроля альфа-активности материалов микроэлектроники, учитывающей особенности прибора и уменьшающей влияние его недостатков на результаты измерений [71]. Для разработки методики было исследовано влияние загрязняющих факторов на альфа-активность готового материала при его производстве, упаковке, хранении с целью определения способа отбора и изготовления контрольных образцов.

Разработанная методика включает в себя рекомендации по:

- 1) отбору проб,
- 2) изготовлению контрольных образцов,
- 3) подготовке прибора к измерениям низкой и сверх низкой альфа-активности,
- 4) измерению и учёту фона прибора,
- 5) измерению альфа-активности контрольных образцов различной геометрии,
- 6) расчёту результирующей альфа-активности образцов и погрешности её измерения.

2.2. Проблемы измерений низкой и ультранизкой поверхностной альфа-активности современными приборами

2.2.1. Проблемы собственного фона прибора при измерении низкой и ультранизкой поверхностной альфа-активности

При разработке методики особое внимание было уделено формированию и причинам повышения фона счетчиков с целью его максимально точного учета. Фон прибора модели 1950 “Alpha Sciences Inc.”, США включает в себя следующие компоненты [72]:

1. Активность катода и анода,
2. Активность P10 газа,
3. Фон космического излучения,
4. Активность камеры детектора,
5. Активность камеры образца с лотком или без него.

Активность катода и анода пропорциональной камеры зависит, в первую очередь, от активности тех материалов, из которых они изготовлены. А также от загрязнений, поступающих с P10 газом на катод и анод, и загрязнений катода при поступлении воздуха в камеру образца (пыль, влага, радон). Загрязнения могут быть альфа-активными и неактивными. Активность загрязнения при этом, как правило, полностью суммируется с активностью конструкции, поскольку толщина загрязняющего слоя чаще всего бывает меньше длины пробега альфа-частиц. Неактивные загрязнения приводят к тому, что нарушается спектральная чувствительность пропорциональной камеры, а это может приводить к уменьшению эффективности счёта. Проявляется это в резком изменении эффективности счёта в зависимости от расстояния от образца до катода. Возможна комбинация загрязнений. При этом слой неактивного вещества на катоде прибора, выполненном в виде металлизированной майларовой плёнки, является энергетическим фильтром для альфа-частиц, поступающих от образца. Неактивное вещество, попадая на анод,

изменяет геометрию и проводящие свойства проволоки и может снижать коэффициент пропорционального газового усиления детектора.

Активность P10 газа, поступающего в прибор модели 1950, зависит от чистоты исходного газа в баллоне и соединяющей арматуры. Так как российские стандарты качества газовых смесей отличаются от стандартов США, где производится прибор модели 1950, то использование в качестве рабочего газа смеси аргона и 10% метана российского производства может приводить к существенному повышению фона счётчика.

Большое влияние на коэффициент газового усиления пропорционального счётчика оказывает наличие примесей электроотрицательных газов, в первую очередь, кислорода и паров воды. При этом радон, растворённый в воде и образующийся в результате естественного радиоактивного распада, скапливается ближе к дну баллона. По этим причинам в некоторых баллонах можно было использовать только 2/3 объёма газа P10, так как на последней трети баллона повышался измеряемый фон: с 3 - 4 отсчётов/час в начале до 8 - 10 отсчётов/час на последней трети.

Хороший эффект очистки P10 газа дало применение азотной ловушки: наблюдалось устойчивое снижение фона от 10-20 отсчётов/час до 3-5 отсчётов/час. Особое внимание при её использовании следует обратить на устранение возможности попадания адсорбента в магистраль P10 газа. При вскрытии азотной ловушки наблюдалось присутствие в ней воды, что говорит о наличии паров воды в газе P10, по крайней мере, в некоторых баллонах.

Также, в практике использования баллонов P10 газа имело место наличие загрязнений вентиля баллона, для устранения которых применяли протирку вентиля дистиллированным этиловым спиртом с последующим выпуском части P10 газа в атмосферу (продувкой).

По результатам анализа качества газа были сформулированы рекомендации заводу-производителю газовых смесей по подготовке P10 газа для газового пропорционального счётчика. С 1999 года P10 газ для лаборатории контроля качества ЗАО «Чистые технологии» готовится на

газоперерабатывающем заводе по специальной процедуре, включающей в себя предварительную сушку прокаливанием и очистку баллонов, а также дополнительную очистку метана при приготовлении газовой смеси.

Фон космического излучения - это та величина, на которую не может оказывать влияние экспериментатор, работающий на приборе модели 1950. С точки зрения проведения правильных измерений важно учесть в процессе измерений временные вариации фона космического излучения. Вариации интенсивности с колебаниями фона космического излучения [73] от 400% до 5000% достаточно редки, например, в период с 1942 по 1984 год их было примерно 40, и легко обнаруживаются во время измерения альфа-активности образцов как аномально высокий фон, устранить который путём очистки камеры образца и смены газового баллона, невозможно. Проблемы могут возникать при изменениях плотности потока космических лучей, связанных с магнитными бурями, периодичность которых около 27 суток. При этом изменения происходят за время от нескольких часов до нескольких суток, и их трудно идентифицировать при длительных измерениях. Если необходимо ловить и учитывать эти колебания, например, в случае измерения образцов с уровнем порядка $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, то имеет смысл следить за геомагнитной обстановкой и проводить измерения в случае отсутствия магнитных бурь. Либо использовать попеременное измерение фона и образца с периодом не более 12 часов с целью учёта колебаний фона.

Активность камеры детектора включает в себя активность конструктивных элементов и дополнительную активность загрязнений, в основном, со стороны P10 газа. Основная неприятность подобного загрязнения состоит в том, что в приборе модели 1950 не предусмотрена очистка камеры детектора, и, в случае её загрязнения, необходимо обращаться к изготовителю прибора для его капитального ремонта.

Активность камеры образца зависит от активности конструктивных материалов, из которых она изготовлена, а также от состояния их внутренних поверхностей. Царапины, шероховатости и т.д. препятствуют хорошей очистке

камеры образца перед измерениями. Большую роль играют материалы и жидкости, применяемые для очистки поверхности камеры образца. Исследования по понижению собственного фона счётчика, проведённые на приборе модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.”, США, показали необходимость использования для очистки камеры бидистиллированной воды и дистиллированного ректифицированного этилового спирта. Применение обычной дистиллированной воды и ректифицированного спирта для обработки лотка или внутренней поверхности камеры вызывает повышение фона до 8 - 20 отсчётов в час.

Кроме причин и явлений, формирующих собственно фон прибора, могут быть и иные причины увеличения показаний прибора модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.”, США, которые нужно учитывать при организации и проведении измерений. К ним, в первую очередь, относятся электромагнитные помехи, возникающие в питающей сети, эфирные помехи и наводки. Ослабить реакцию (уменьшить просчёты или ложный счёт) прибора модели 1950 на сетевые помехи можно двумя способами: 1) Питанием прибора от подстанции по отдельному кабелю большого сечения; 2) Заземлением прибора на отдельный контур физической земли, сопротивлением менее 1 Ом. Эфирные помехи и наводки также влияют на счёт этого прибора. Так, наблюдался счёт качественно заземлённого и запитанного прибора в результате близкого разряда молнии во время грозы. Устранить это влияние позволило дополнительное полное электромагнитное экранирование прибора. Особое внимание необходимо обратить на эти факторы при проведении измерений ультранизкой альфа-активности - на уровне $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ и менее. Поскольку в этом случае даже длинные попеременные измерения не позволяют учесть их влияние.

Наблюдаемые величины вкладов каждого фактора в фон прибора модели 1950 даны в Таблице 4 [72].

Вклады различных факторов в фон прибора модели 1950.

	Факторы, влияющие на фон прибора	Изменения фона	
		Min, отсчетов/час	Max, отсчетов/час
1.	Чистота рабочего газа	1	1000
2.	Активность конструкционных материалов прибора	2	50
3.	Космическое излучение	1	10
4.	Электромагнитные помехи	0	120
5.	Вибрационные помехи	0	50

2.2.2. Неконтролируемая систематическая погрешность при измерении низкой поверхностной альфа-активности

Большое внимание в исследованиях свойств прибора модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.”, США было уделено рассмотрению проблемы неконтролируемой систематической погрешности существующих серийных газовых пропорциональных счётчиков альфа-частиц большой площади [74]. Конструкция широко применяемых для измерения низкой альфа-активности материалов микроэлектроники серийных газовых пропорциональных счётчиков [64, 65] такова, что они чувствительны к альфа-активности дна камеры образца. Эта особенность приводит к систематической погрешности при измерениях, возникающей вследствие неконтролируемо изменяющейся альфа-активности дна камеры образца.

Процедура измерения альфа-активности на приборе модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.”, США состоит из трёх этапов: 1) измерение фона прибора; 2) измерение фона прибора с помещённым в камеру образца лотком для образцов; 3) измерение активности образца. Рассмотрим каждый этап процедуры:

1. При измерении фона на приборе модели 1950 результирующая активность R_0 складывается из четырёх составляющих: активности, вызванной проникающим космическим излучением R_{cosm} , активности конструкционных материалов детектора (катода, анода и стенок) R_{constr} , активности рабочего газа R_{P10} и активности дна камеры образца R_{bottom} :

$$R_0 = R_{\text{cosm}} + R_{\text{constr}} + R_{\text{P10}} + R_{\text{bottom}} * F_0 \quad (3),$$

где F_0 - коэффициент эффективности детектора со дна камеры, учитывающий как геометрический фактор, так и энергетическую чувствительность детектора. Для прибора модели 1950 F_0 в среднем составляет 0,1.

Причём, составляющие космического излучения, материалов камеры и рабочего газа изменяются медленно или не меняются совсем, но активность дна камеры образца может меняться скачкообразно, вследствие его загрязнения при загрузке образца.

2. При измерении фона с лотком на приборе модели 1950 результирующая активность R_1 складывается из: активности проникающего космического излучения R_{cosm} , активности конструкционных материалов детектора (катода, анода и стенок) R_{constr} , активности рабочего газа R_{P10} и активности лотка детектора R_{tray} :

$$R_1 = R_{\text{cosm}} + R_{\text{constr}} + R_{\text{P10}} + R_{\text{tray}} * F_{\text{tr}} \quad (4),$$

где F_{tr} - коэффициент эффективности детектора с уровня лотка, учитывающий как геометрический фактор, так и энергетическую чувствительность детектора. Для прибора модели 1950 F_{tr} в среднем составляет 0,60.

Таким образом, $(R_1 - R_0)$ представляет собой разницу между активностью дна и активностью лотка. Так как абсолютная активность дна камеры не известна, то и абсолютное значение активности лотка на данном приборе определить не возможно. Для этого требуется низко активный (порядка $0,0005 \alpha/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$) стандартный образец площадью не менее 1000 см^2 , калиброванный на оборудовании более высокого, чем модель 1950, класса точности. Такого оборудования и стандартного образца сегодня не существует.

3. При измерении активности образца площадью 1000 см^2 на приборе модели 1950 результирующая активность R_2 складывается из: активности проникающего космического излучения R_{cosm} , активности конструкционных материалов детектора (катода, анода и стенок) R_{constr} , активности рабочего газа R_{P10} и активности образца R_{sample} :

$$R_2 = R_{\text{cosm}} + R_{\text{constr}} + R_{\text{P10}} + R_{\text{sample}} * F_{\text{st}} \quad (5),$$

где F_{st} - стандартный коэффициент эффективности детектора по паспорту прибора. Для прибора модели 1950 F_{st} обычно 0,84.

Отсюда,

$$R_{\text{sample}} * F_{\text{st}} = R_2 - R_0 + R_{\text{bottom}} * F_0 \quad (6)$$

или

$$R_{\text{sample}} * F_{\text{st}} = R_2 - R_1 + R_{\text{tray}} * F_{\text{tr}} \quad (7).$$

Таким образом, при прямом вычитании величины фона для расчета активности образца возникает систематическая ошибка, связанная с ненулевой активностью дна камеры и лотка. Вследствие этого, чтобы не занижать результаты измерений активности образцов, следует при расчетах активности образцов площадью 1000 см^2 использовать самый низкий из последовательно измеренных фонов - с лотком или без него. При этом активность лотка, как правило, ниже активности дна, и фон с лотком меньше, чем без него.

4. При измерении активности образца площадью менее 1000 см^2 на приборе модели 1950 результирующая активность R_3 складывается из: активности проникающего космического излучения R_{cosm} , активности конструкционных материалов детектора (катода, анода и стенок) R_{constr} , активности рабочего газа R_{P10} , активности выступающей за образец части лотка R_{tray} и активности образца R_{sample} :

$$R_3 = R_{\text{cosm}} + R_{\text{constr}} + R_{\text{P10}} + \frac{S_{\text{tray}} - S_{\text{sample}}}{S_{\text{tray}}} R_{\text{tray}} * F_{\text{tr}} + R_{\text{sample}} * F_S \quad (8),$$

где F_S - коэффициент эффективности детектора с уровня образца ($\sim 2 \text{ мм}$), учитывающий геометрический фактор (площадь образца S_{sample} и его расположение на лотке). Причём, можно вычислить, либо экспериментально

подобрать такое расположение образца определённой площади на лотке, что $F_S = F_{st}$.

Отсюда,

$$R_{sample} * F_S = R_3 - R_1 + \frac{S_{sample}}{S_{tray}} R_{tray} * F_{tr} \quad (9).$$

Таким образом, вычисление ($R_{sample} * F_S$) как простой разницы ($R_3 - R_1$) вносит систематическую ошибку, которая тем меньше, чем меньше площадь образца. Следует отметить, что вычисленная без учёта этой ошибки активность образца будет занижена по сравнению с реальной его активностью. И величина ошибки тем более существенна, чем меньше измеряемая активность, особенно при измерении активности ниже фона прибора.

Но для низких активностей уменьшение общего счёта при малой площади образца значительно увеличивает длительность измерений для набора достаточной статистики. При этом время измерения сравнимо с периодом колебаний фона, что вынуждает применять попеременный счёт фона и образца. А счётчик модели 1950 не предназначен для этого метода.

Значит, при выборе методики измерений необходимо учитывать два конкурирующие фактора: 1) уменьшение систематической ошибки при уменьшении площади образца, что резко увеличивает длительность измерений, и 2) сокращение времени измерений при максимальной площади образца, что даёт максимальную систематическую ошибку. Это значит, что для каждого измерения надо выбрать - иметь ошибку за счёт активности дна камеры и лотка, или погрешность за счёт нестабильности фона космического излучения при длительных измерениях.

Следует отметить, что все существующие серийно выпускаемые газовые пропорциональные счётчики альфа-активности большой площади имеют вышеуказанную неконтролируемую систематическую погрешность. Причем, их конструкция не позволяет ни определить, ни устранить её.

2.2.3. Проблемы длительных измерений низкой и ультранизкой поверхностной альфа-активности

Длительность измерений альфа-активности образцов определяется соотношением фоновой скорости счёта прибора и скорости счёта образца. Минимальное полное время T , необходимое для измерения образца с предполагаемой активностью α_0 и относительной погрешностью измерения не превышающей δ , можно оценить следующим образом [75]:

$$T = t_{\text{total}} + t_b = \frac{R_0 + 2R_b + 2\sqrt{R_b \cdot R_t}}{\delta^2 \cdot R_0^2} \quad (10),$$

$$t_{\text{total}} = \frac{R_t + \sqrt{R_b \cdot R_t}}{\delta^2 \cdot R_0^2} \quad (11),$$

$$t_b = \frac{R_b + \sqrt{R_b \cdot R_t}}{\delta^2 \cdot R_0^2} \quad (12),$$

где t_{total} – общее время счёта образца с фоном, t_b – время счёта фона, R_b – фоновая скорость счёта, $R_0 = \alpha_0 \cdot S_{\text{sample}} \cdot F_{\text{st}}$ – ожидаемая скорость счёта образца, $R_t = R_b + R_0$ – общая скорость счёта фона и образца, α_0 – ожидаемая альфа-активность образца, δ – относительная среднеквадратичная погрешность, S_{sample} – площадь образца, F_{st} – стандартный коэффициент эффективности детектора по паспорту прибора.

Согласно формуле (10), для обеспечения относительной погрешности 25% при измерении образца площадью 1000 см² на обычном для существующих приборов фоне 3 отсчёта/час необходимо затратить 250 часов (10,4 суток) для образцов с активностью 0,001 α/(час·см²), и 936 часов (39 суток) – для 0,0005 α/(час·см²). При тех же условиях снижение фона прибора до 1 отсчёта/час позволяет уменьшить общее затрачиваемое время до 104 часов (4,3 суток) и 355 часов (14,8 суток), соответственно. Фон порядка 1 отсчёта в час для пропорционального газового счётчика альфа-частиц обусловлен космическим излучением, и снижение фона прибора ниже этого уровня требует существенного усложнения конструкции прибора: либо включения двух

детекторов излучения в схему антисовпадений [75], либо отбора сигнала по форме импульса [33, 34].

Большого сокращения времени измерения можно достичь увеличением площади образца. Так, для образцов с активностью $0,0005 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ увеличение площади образца до 2000 см^2 при фоне 3 отсчёта/час сокращает минимальное время измерения до 250 часов, а при фоне 1 отсчёт/час – до 104 часов. Т.е. трёхкратное уменьшение фона прибора снижает минимальное время измерения активности на 62%, тогда как, при прочих равных условиях, увеличение площади образца в два раза уменьшает его на 71%.

В таблицах 5 - 7 приведены времена измерения фона и времена измерения образцов с фоном, которые необходимо затратить для обеспечения относительной погрешности измерения 25% образцов с активностью $0.001 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, $0.002 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, $0.003 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, $0.004 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, $0.005 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, $0.01 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ и площадью 1000 см^2 , 900 см^2 , 500 см^2 .

Американской фирмой “Alpha Sciences Inc.” производятся пропорциональные газовые счётчики, позволяющие измерять активность образцов суммарной площадью до 4000 см^2 [76]. Конструкционно эти приборы решены в виде «тостера»: два двухсторонних детектора расположены в общей камере параллельно друг другу, у каждой из активных сторон детектора на лотках помещаются специально изготовленные образцы. Выпускаются горизонтальный и вертикальный варианты прибора. По сравнению с традиционной, применение этой модели прибора ограничено более высоким фоном и необходимостью изготовления образцов особой формы для их крепления на лотках.

Применяемые в настоящее время ведущими производителями микроэлектронных устройств приборы рассчитаны на максимальную площадь образца 1000 см^2 и имеют фоны не ниже 2 отсчётов/час. Такие характеристики счётчиков требуют очень длительных измерений для достоверного определения низкой и ультранизкой альфа-активности: от 10 до 40 суток, что неприемлемо для входного и технологического контроля. Счётчики, как указывалось выше,

чувствительны к космическому излучению, электромагнитным (сетевым и эфирным) помехам, имеющим случайный характер, а также к разного рода ударам и тряске. Поэтому, необходимо попеременное измерение фона прибора и активности образца с периодом порядка нескольких часов [77]. Ни один из существующих приборов не позволяет проводить попеременный счёт фона и образца без вскрытия камеры образца, что усложняет их применение для измерения ультранизкой альфа-активности образцов.

Таблица 5

Длительность измерений фона и образца
при коэффициенте эффективности детектора $F_{st} = 0,94$.

R_b , (отсч/ час)	S_{sample} ($см^2$)	Альфа-активность R_0 , $\alpha/(час \cdot см^2)$											
		0.001		0.002		0.003		0.004		0.005		0.01	
		t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час
3	1000	117	134	31	40	15	21	9	13	6	10	2	4
	900	143	162	47	48	18	24	11	15	7	11	2	4
	500	451	485	117	134	54	65	31	40	21	28	6	10
4	1000	153	170	41	49	19	25	11	16	8	11	3	4
	900	188	207	49	59	23	29	14	18	9	13	3	5
	500	596	630	153	170	70	81	41	49	27	33	8	11
5	1000	190	207	50	58	23	29	14	18	9	13	3	5
	900	233	252	61	70	28	34	16	21	11	15	3	5
	500	741	775	190	207	86	98	50	58	33	39	9	13

Следует отметить, что рассчитанное по формуле (10) время является нижней оценкой длительности измерения для достижения определённой достоверности результата. Для ультра низкой альфа-активности, вследствие возможного загрязнения образца при перезагрузке прибора, реальная необходимая длительность измерений может значительно превышать расчётную.

Длительность измерений фона и образца
при коэффициенте эффективности детектора $F_{st} = 0,84$.

R_b , (отсч/ час)	S_{sample} ($см^2$)	Альфа-активность R_0 , α /(час· $см^2$)											
		0.001		0.002		0.003		0.004		0.005		0.01	
		t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час
3	1000	145	164	39	48	18	25	11	16	7	11	2	4
	900	178	200	47	58	22	29	13	18	9	13	3	5
	500	563	601	145	164	68	84	39	48	26	33	7	11
4	1000	191	210	50	60	23	30	14	19	9	13	3	5
	900	234	256	61	72	28	36	17	22	11	15	3	6
	500	744	782	190	210	88	104	50	60	33	41	9	13
5	1000	236	255	62	71	28	35	17	21	11	15	3	5
	900	290	312	75	86	35	42	20	26	13	18	4	6
	500	926	964	236	255	124	130	62	71	40	48	11	15

Таблица 7

Длительность измерений фона и образца
при коэффициенте эффективности детектора $F_{st} = 0,74$.

R_b , (отсч/ час)	S_{sample} ($см^2$)	Альфа-активность R_0 , α /(час· $см^2$)											
		0.001		0.002		0.003		0.004		0.005		0.01	
		t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час	t_b , час	t_{total} , час
3	1000	186	208	49	60	23	30	14	19	9	14	3	5
	900	228	252	60	72	28	36	17	23	11	16	4	6
	500	723	766	186	208	85	99	49	60	32	41	9	14
4	1000	245	266	64	73	30	37	17	23	12	16	4	6
	900	301	325	78	90	36	44	21	27	14	19	4	7
	500	957	1000	245	266	111	126	64	73	42	50	12	16
5	1000	303	325	79	89	36	43	21	27	14	18	4	6
	900	373	397	96	99	44	58	26	32	17	22	5	7
	500	1190	1234	303	325	137	152	79	89	51	60	14	18

2.2.4. Спектральная чувствительность газового пропорционального счётчика модели 1950 производства фирмы «Spectrum Sciences», США

Как отмечено в главе 1, проблемы в работе элементов интегральных схем вызывают только альфа-частицы с энергией более 1 МэВ. Поэтому для измерения альфа-активности материалов микроэлектроники принципиально установление нижнего предела дискриминации частиц по энергиям на уровне 1 МэВ. В связи с этим была изучена спектральная чувствительность газовых пропорциональных счётчиков модели 1950 производства фирмы “Alpha Science”, США. Работы проводились совместно с Объединённым институтом геологии, геофизики и минералогии им. А.А. Трофимука Сибирского отделения РАН, г. Новосибирск (ОИГГМ СО РАН), где были подготовлены и протестированы контрольные образцы [78].

Для определения спектральной чувствительности приборов использовался эталонный источник 1П9-400 производства ВО «ИЗОТОП» - Pu-239 (1,59 импульсов/с., рабочая площадь 1 см^2). В ОИГГМ СО РАН были определены эталонные спектральные характеристики источника (интенсивность от 0,2 до 10 МэВ и положение пика) в зависимости от количества покрывавших его слоёв алюминизированной майларовой плёнки плотностью 0,29 $\text{мг}\text{см}^{-2}$ полупроводниковым одноканальным альфа-спектрометром 7184 фирмы «EURISYS MEASURES», Франция (рисунок 7). Контрольные образцы тестировались также с применением высокоразрешающего детектора PLUS 300-15 (площадь – 3 см^2 , разрешение 15 кэВ) и низкофонового детектора ULB 450 (площадь – 4,5 см^2 , разрешение 17 кэВ) детекторов, расстояние от источника до детектора 5 мм в вакууме.

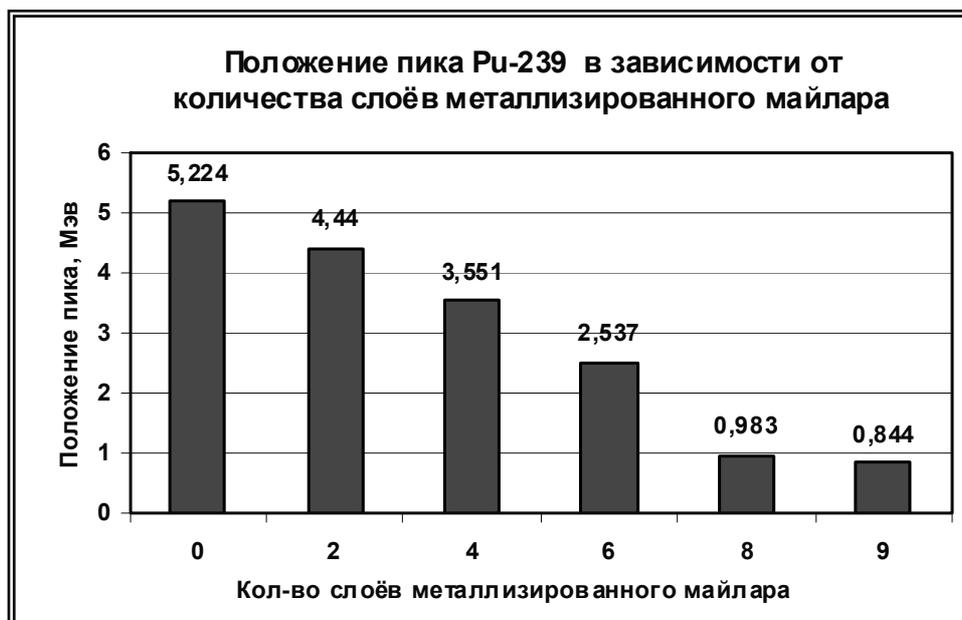


Рисунок 7 - Положение пика контрольного источника по данным альфа-спектрометра 7184 фирмы «EURISYS MEASURES», Франция (ОИГГМ СО РАН).

В ходе работ были протестированы два прибора модели 1950 производства фирмы “Alpha Science”, США – новый (Прибор 1) и эксплуатировавшийся в течение 3 лет (Прибор 2). По результатам измерения активности эталонного источника 1П9-400, расположенного на расстоянии от 1 до 14 мм от входного окна детекторов, были рассчитаны коэффициенты детектирования альфа-частиц с энергией 5,22 МэВ приборами 1 и 2. Длительность каждого измерения составляла 20 минут, было проведено три серии измерений. Усреднённые результаты расчётов приведены в таблице 8.

Анализ полученных результатов показывает:

- 1) коэффициенты эффективности детектирования обоих приборов существенно зависят от расстояния до входного окна детекторов,
- 2) оба прибора чувствительны к активности дна камеры образца.

Коэффициенты эффективности приборов 1 и 2
в зависимости от расстояния до входного окна детектора

Расстояние до входного окна, мм	Коэффициент эффективности, %		Примечание
	Прибор 1	Прибор 2	
0	95	93	
1	92	86	
2	84	71	Уровень образца
5	74	54	
8	60	36	Уровень лотка
14	14	6	Уровень дна камеры образца

В ходе работ выявлено, что в Приборе 2 коэффициент эффективности существенно ниже, чем для нового Прибора 1 во всем диапазоне расстояний до входного окна. То есть, Прибор 2 проявляет явные признаки старения камеры детектора, поэтому были исследованы его спектральные характеристики. С этой целью, эталонный источник 1П9-400, последовательно покрываемый слоями алюминизированного майлара, помещался на расстоянии 1 мм от входного окна детектора. Длительность каждого измерения составляла 20 минут, было проведено три серии измерений. Для каждого измерения рассчитывалась эффективность детектирования частиц относительно эталонного количества частиц с энергией более 1 МэВ. Усреднённые результаты расчётов приведены на рисунках 8, 9.

Сравнение интенсивностей источника: полученной на Приборе 2 модели 1950 и эталонной, показало, что исследуемая интенсивность меньше эталонной в диапазоне от 1 до 10 МэВ для покрытого 2-6 слоями плёнки источника, что соответствует положению пика источника от 4,44 МэВ до 0,98 МэВ.

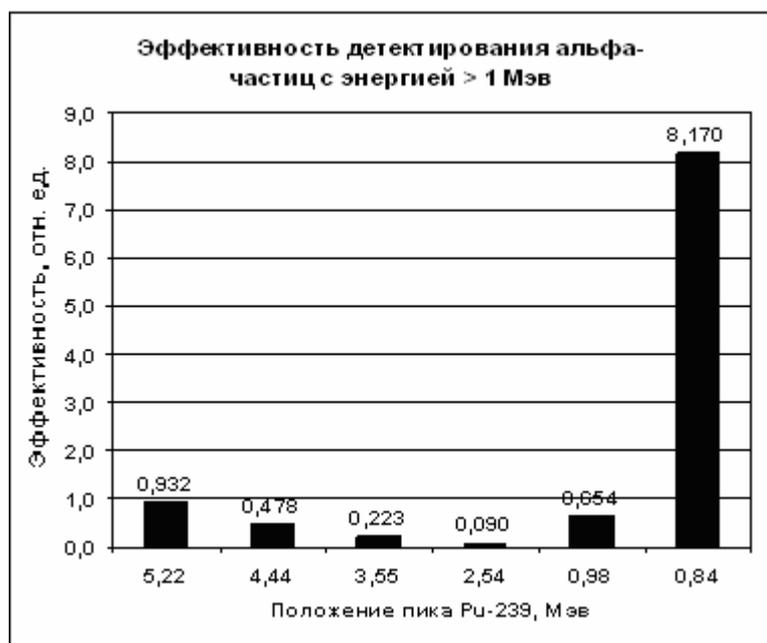


Рисунок 8 - Результаты тестирования счетчика модели 1950 производства фирмы “Alpha Science”, США (Прибор 2).

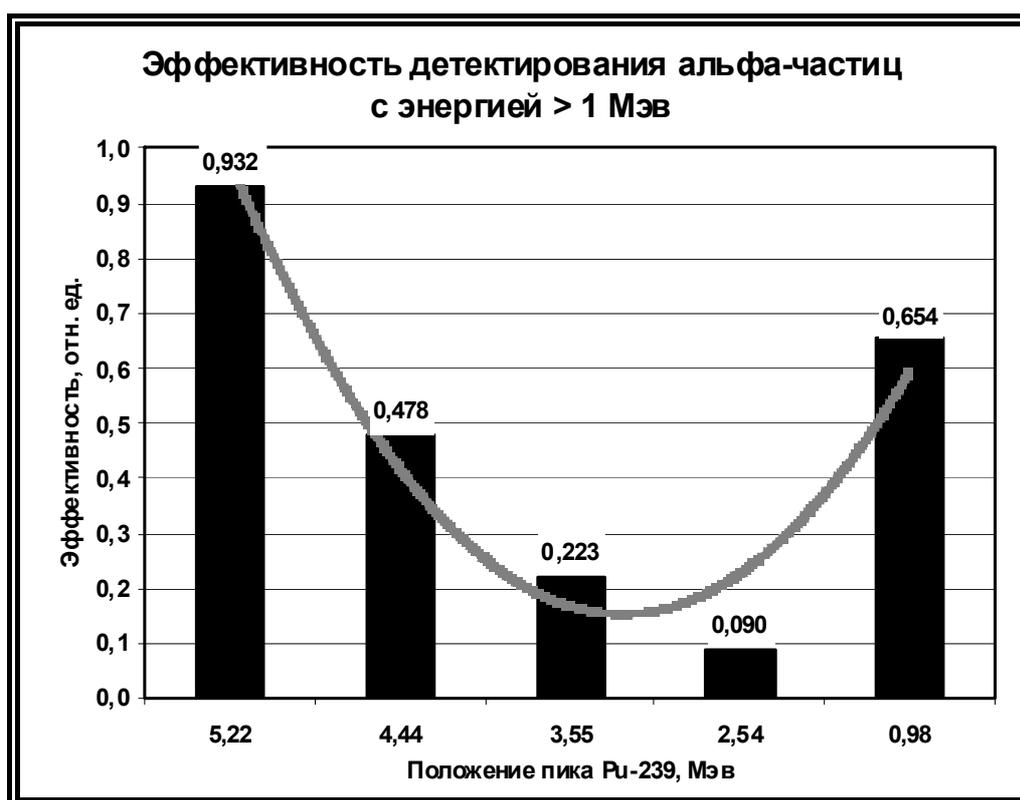


Рисунок 9 - Результаты тестирования счетчика модели 1950 производства фирмы “Alpha Science”, США (Прибор 1).

При 9 слоях покрывающей источник майларовой плёнки, что соответствует положению пика 0,84 МэВ, наблюдается значительное

превышение измеренной интенсивности над эталонной в диапазоне энергий от 1 до 10 МэВ (в 8 раз). Это свидетельствует о чувствительности Прибора 2 модели 1950 к альфа-частицам с энергией менее 1 МэВ.

С целью исследования чувствительности газовых пропорциональных счётчиков модели 1950 производства фирмы “Alpha Science” была измерена интенсивность эталонного источника, покрытого 9 слоями алюминизированной майларовой плёнки и на Приборе 1. И в этом случае наблюдалось значительное превышение измеренной интенсивности над эталонной в диапазоне энергий от 1 до 10 МэВ (в 12 раз), что свидетельствует и о чувствительности прибора 1 модели 1950 к альфа-частицам с энергией менее 1 МэВ.

Такое несоответствие спектральных характеристик паспортным свидетельствует о нарушении калибровки детектора и может приводить к завышению результатов измерений, так как сертификация материалов микроэлектроники осуществляется по интенсивности излучения альфа-частиц с энергиями выше 1 МэВ.

Как показано на рисунке 10, минимум чувствительности счетчика приходится на приблизительно 3 МэВ, причем эффективность детектирования в этой области менее 10%. Это может приводить к занижению результатов измерения образцов, особенно, сложной геометрической формы. Для соответствующей коррекции результатов целесообразно проводить дополнительную калибровку данного счетчика модели 1950 препаратом с энергией пика, близкой к 3 МэВ, например, стандартным источником Th-232, энергия излучаемых частиц которого 4 МэВ.

Такой вид зависимости эффективности детектирования от энергии детектируемых частиц газового пропорционального счетчика может быть обусловлен старением электродов камеры [78]. Старение камеры происходит за счёт множества процессов: окисление или загрязнение электродов активными или экранирующими веществами, провисание или нарушение целостности электродов, загрязнение камер детектора и образца и так далее. Предусмотреть ход каждого из этих процессов невозможно. Поэтому, целесообразно проводить

калибровку приборов не только стандартно не реже 1 раза в 6 месяцев, но после каждого потенциально опасного, с точки зрения процессов старения, действия. К таким действиям можно отнести:

- 1) измерения с новой партией рабочего газа от нового производителя или из неподготовленного баллона,
- 2) многократные измерения порошковых образцов,
- 3) очистка камеры образца новой партией химических средств очистки,
- 4) нестандартное выключение прибора вследствие скачка напряжения в сети питания.

Таким образом, при разработке методических рекомендаций по применению счетчика модели 1950 для контроля альфа-активности и создании нового прибора процедурам калибровки, предотвращения и контроля старения электродов следует уделять особое внимание.

2.3. Виды образцов для контроля низкой и ультранизкой поверхностной альфа-активности при производстве материалов микроэлектроники и измерение их активности

2.3.1. Литые образцы свинца, олова и их сплавов

Важным моментом при разработке методики производственного контроля альфа-активности материалов микроэлектроники является процедура отбора представительных образцов однородной партии продукции [79]. Для оптимизации количества проводимых измерений, в первую очередь, необходимо установить, какое количество материала можно считать однородной партией с точки зрения альфа-активности.

Что касается олова, меди, никеля и других металлов, то в процессе их очистки до применяемой в микроэлектронике чистоты происходит удаление существенных для результирующей альфа-активности количеств

радиоактивных элементов – урана, тория и продуктов их распада. Альфа-активность этих металлов определяется содержанием радиоактивных примесей в исходном сырье и степенью химической очистки. Однако высокая химическая чистота не всегда гарантирует низкую альфа-активность, так как содержание урана, тория и альфа-активных продуктов их распада не нормируются и могут существенно различаться у различных производителей в зависимости от применяемых технологий очистки и источников сырья. В действительности, альфа-активность различна даже для разных партий материалов у одного производителя, причем разница может составлять, например, для меди до пяти порядков. Поэтому, однородной партией олова можно считать партию материала одинаковой химической чистоты, полученного из одного исходного сырья одним производителем.

Как отмечено в главе 1, степень химической чистоты свинца не определяет его альфа-активности вследствие наличия изотопа Pb-210, в ряду распада которого до стабильного свинца имеется альфа-излучатель Po-210. Поэтому альфа-активность свинца будет определяться содержанием в нём изотопа Pb-210, а также добавкой этого изотопа из химических реагентов при получении свинца из руды.

Свинец обычно получают из рудного концентрата галенита PbS путём последовательных переделов с целью удаления контролируемых примесей. С точки зрения загрязнения свинцом-210 наиболее опасными являются два передела:

- 1) окисление галенита PbS воздухом – вследствие содержания в воздухе радона, в результате распада которого образуется изотоп Pb-210,
- 2) рафинирование полученного свинца (переделы с NaOH, Zn и Mg) – вследствие содержания в реагентах свинца, который содержит изотоп Pb-210.

Оценка максимальной степени возможного загрязнения в первом переделе при известных параметрах процесса и среднем содержании радона в воздухе порядка 1 атома на см³ показывает, что возможное увеличение активности получаемого свинца составит $2 \cdot 10^{-10}$ α/(час·см²) на максимуме

активности изотопа Pb-210. При минимальной активности ультра низко альфа-активного свинца порядка 10^{-4} $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ увеличением альфа-активности от атмосферного радона при этом процессе можно пренебречь.

Влияние на альфа-активность получаемого свинца может оказывать содержание урана, тория, продуктов их распада и, в частности, изотопа Pb-210 в каустической соде, цинке и магнезии, применяющихся при рафинировании свинца. В переделе с Zn удаляются примеси Cu, Ag, и S; в переделе с Mg удаляется примесь Bi; в переделе с NaOH удаляются примеси U, Th, Zn, Al, Sb, As, Cd, Ni, Sn, P и других элементов.

Согласно стандартам в соде каустической может содержаться от 30 до 100 ppm [80], в цинке – от 0,1 до 20 000 ppm [81], в магнезии – от 10 до 50 ppm [82] природного свинца по массе. Содержание урана, тория и продуктов их распада в NaOH, Zn и Mg не нормируется. Поэтому оценить возможность загрязнения реагентами получаемого при рафинировании свинца можно, только измеряя альфа-активность каждой партии каустической соды, цинка и магнезии.

Так как рафинирование может значительно увеличивать альфа-активность получаемого свинца (особенно – ультра низко альфа-активного с активностью порядка 10^{-3} $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$), то с точки зрения альфа-активности, при отсутствии стадии дополнительной очистки, однородной партией свинца можно считать свинец, произведённый из галенитового концентрата одной партии с применением каустической соды, цинка и магнезии одной партии. Технологии производства низко альфа-активных свинца, олова, меди и других материалов микроэлектроники позволяет эффективно удалять уран, торий и продукты их распада. Поэтому, для материалов, содержащих свинец, датой изготовления для расчёта максимальной альфа-активности считается дата проведения процесса рафинирования свинца, если стадия его дополнительной изотопической очистки отсутствует.

Для достоверного определения альфа-активности партии материала особенно важно отобрать представительную пробу и изготовить образец, не загрязнив его. Пробы для измерения альфа-активности отбираются от каждой

партии случайным образом в количестве, необходимом для изготовления образца площадью 1000 см^2 .

Теоретически идеальный образец может быть получен в контролируемой не альфа активной атмосфере при использовании альфа неактивных инструментов и приборов по методикам не вызывающим загрязнение образца [79]. Причем важно минимизировать не только загрязнение объема образца, но и его поверхности.

Получить ровную поверхность площадью 1000 см^2 и толщиной $\geq 40 \text{ мкм}$ (для свинца) можно путем напыления исследуемого материала на подложку, механической обработки заготовок произвольной формы, литьем в изложницу, прокаткой заготовок, прессованием заготовок и так далее.

Наиболее близок к идеальному метод вакуумного напыления свинца на медную подложку с последующим оплавлением поверхности напылённого слоя (толщиной порядка 50 мкм) в вакууме или в контролируемой атмосфере, например, водороде. К недостаткам этого метода относятся высокая цена полученного образца и трудности с последующей его утилизацией. Кроме того, образцы требуется хранить в вакууме или в атмосфере инертного газа для предупреждения их окисления. К недостаткам этого метода также следует отнести возможность дополнительного удаления остаточных количеств урана, тория и продуктов их распада, что может привести к занижению измеренной альфа-активности образца по сравнению с исходным материалом.

Лучшие результаты по качеству образцов и стоимости их приготовления дал способ разливки металла в изложницы. Желательно это делать в контролируемой, по крайней мере, беспыльной атмосфере. При достаточном навыке и хороших тиглях и изложницах удается получать образцы с уровнем активности $0,002 \text{ α}/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$ даже на воздухе. На первых порах измеряемая поверхность образца может получиться сильно неровной и окисленной. Это можно исправить механическим удалением поверхностного слоя твердым инструментом. Как правило, такая обработка даёт лучшие результаты, чем протирка образцов растворителями или травление поверхности.

При этом способе изготовления образцов возможно поверхностное загрязнение от атмосферного радона. Обычно разливку в изложницы проводят в обеспыленной воздушной атмосфере, а последующее остывание образцов происходит в закрытом контейнере с воздухом, что минимизирует вероятность загрязнения образцов радоном и продуктами его распада. Оценка максимальной степени возможного загрязнения при известных объёме контейнера и времени контакта образцов с воздухом и среднем содержании радона в воздухе порядка 1 атома на см^3 показывает, что возможное увеличение активности поверхности получаемого образца может составлять до $10^{-4} \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ на максимуме активности изотопа Pb-210. То есть, при минимальной активности ультра низко активного свинца порядка $10^{-3} \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ увеличение альфа-активности образца от атмосферного радона при этом процессе может составлять до 10%. Однако, это загрязнение является поверхностным, и удаление верхнего слоя травлением или механической зачисткой восстанавливает исходную альфа-активность материала.

Таким образом, при методе подготовки образцов путём изготовления слитков литьём в изложницы для материала с активностью ниже $0,005 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, приготовление образцов должно происходить в атмосфере инертного газа. Это позволит минимизировать погрешность измерений, обусловленную методом приготовления образцов.

2.3.2. Формованные образцы свинца, олова и их сплавов

Способ изготовления образцов прокаткой или прессованием достаточно дешёв, но имеет существенные недостатки с точки зрения загрязнения поверхности. При выполнении операции прокатки или прессования часто используют смазку из-за того, что при прокатке или прессовании в сухую появляются задиры, налипания и приходится прилагать достаточно высокие усилия.

Влияние смазки на процесс измерения многогранно. Смазка должна быть не альфа активной, в противном случае активность смазки будет суммироваться с активностью образца. Причем измеряемая активность будет зависеть от толщины слоя смазки и длины пробега альфа частиц в смазке. В случае достаточно толстого слоя (сравнимого с длиной пробега альфа-частиц) смазки мы будем измерять только активность смазки, а она может быть как меньше активности материала, так и больше. В случае тонкого слоя активность смазки суммируется с активностью образца.

При применении в качестве смазки жидкости с высоким давлением паров, например, спирта, смазка глубоко проникает в поры поверхности и, выделяясь во время измерений в Р10 газ, приводит к изменению эффективности счета.

Если смазка имеет низкое давление паров при комнатной температуре, например, вакуумное масло, то её наличие увеличивает прилипание к поверхности пыли, находящейся в воздухе, которая, как правило, является альфа-активной. Этим вносится дополнительная погрешность в измерения.

Поверхности, полученные без смазки, эффективно и сильно взаимодействуют с валками и могут, во-первых, загрязняться материалом валков и, во-вторых, окисляться кислородом воздуха в результате воздействия высокой температуры прокатки или прессования, что также приводит к погрешностям в измерении активности материала.

Таким образом, при измерении альфа-активности формованных образцов из низко альфа активных свинца, олова и их сплавов целесообразно травление поверхности (обычно, 1% азотной кислотой) с последующей вакуумной сушкой согласно процедуре изготовления готового изделия.

Для выходного контроля при производстве материалов микроэлектроники широко применяются приборы модели 1950 производства фирмы "Alpha Science", США. Измерения обычно проводят на готовых изделиях (прутках, цилиндрах, сегментах сложной формы), не изготавливая из них стандартных контрольных образцов. Результаты таких измерений обычно

завышены по сравнению с паспортными данными об альфа-активности материалов изделий. Помимо возможного изменения структуры (пористости) и загрязнения поверхности изделий при их изготовлении и хранении, причинами такого расхождения данных могут являться следующие особенности измерительного прибора:

- 1) чувствительность прибора к альфа-активности дна камеры образца;
- 2) сложная зависимость эффективности счёта от энергии детектируемых частиц.
- 3) сильная зависимость эффективности счёта детектора от расстояния между источником и входным окном излучения;
- 4) снижение эффективности счёта вследствие процессов старения электродов;

Если вследствие высокой стабильности технологических процессов, изменения структуры и загрязнения поверхности изделий наблюдаются редко и оказывают незначительное влияние на измеряемую активность, то влияние других факторов более существенно. Причем, это влияние носит комплексный характер, и для каждого конкретного прибора определяющими являются различные факторы в зависимости от срока и условий его эксплуатации. Если на начальной стадии эксплуатации прибора наибольшее влияние оказывает чувствительность детектора к альфа-активности дна камеры образца и сложная зависимость эффективности счёта от энергии детектируемых частиц, то по мере эксплуатации всё большее значение приобретают эффекты старения прибора.

Поэтому, расчёт или экспериментальное определение абсолютного значения геометрического фактора для образцов сложной формы нецелесообразны, так как эти значения могут существенно различаться как для разных приборов, так и для одного прибора в разные периоды эксплуатации. Полученные в ходе исследований альфа-активности образцов сложной формы данные о соотношении измеренной активности с активностью плоского контрольного образца носят справочный характер и применяются только для оценки стабильности технологического процесса. Геометрические факторы для

различных форм образцов, технологических параметров процесса формовки и каждого детектора были определены экспериментально, и используются как справочные для внутреннего контроля технологии.

К примеру, геометрический фактор (отношение измеренной активности изделия к активности контрольного образца) для цилиндров, установленных на торцы, составил 1,53 и 1,42 для разных приборов при учёте только площади торцов [83]. Это означает, что детектируются и альфа-частицы, испускаемые боковой поверхностью цилиндров, но количество этих частиц, зарегистрированное разными приборами, различно. То есть, геометрический фактор определяется не только геометрией образца, но и параметрами измерительного прибора. Измерения проводились для пяти партий свинцовых цилиндров с альфа-активностью порядка $0,02 \text{ а}/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ и контрольных образцов исходного материала. Активность каждой партии цилиндров и контрольных образцов измерялась не менее трёх раз. Погрешность измерений не превышала 10%.

В таблице 9 приведены результаты измерения изготовленных из одного материала плоских образцов (8 слитков, размером 70 мм на 180 мм каждый, то есть общей площадью 1000 см^2) и цилиндров, положенных на бок (400 штук, диаметром 10 мм и высотой 13 мм, площадью боковой поверхности 816 см^2 и 300 штук площадью боковой поверхности 617 см^2). Для цилиндров учитывалась площадь боковой поверхности, обращённая к детектору. Измеренная альфа-активность плоских образцов превышает измеренную альфа-активность цилиндров, положенных на бок, для одного прибора на 17 - 40 %, а для другого – на 3 - 26%. Погрешность измерений не превышала для образцов 1–3 10 %, для образца 4 – 25%.

Результаты измерения показывают, что не все альфа-частицы, испущенные обращённой к детектору боковой поверхностью цилиндров, с одинаковой эффективностью детектируются приборами. Эта эффективность детектирования различна для разных приборов и определяются сложной зависимостью спектральной чувствительности от энергии детектируемых

частиц и большим градиентом эффективности счёта детектора в зависимости от расстояния между входным окном и источником частиц. То есть, и в данном случае, геометрический фактор определяется параметрами измерительного прибора [83].

Таблица 9

Активность образцов ($\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$)

при различной эффективности счёта F и площади поверхности S

Образец	F = 0.84, S = 1000см ²	F = 0.84, S = 816см ²	F = 0.84, S = 617см ²	F = 0.71, S = 816см ²	F = 0.71, S = 617см ²
1	0.045	0.0360	0.0359	0.042	0.042
2	0.036	0.030	0.0320	0.035	0.037
3	0.017	0.0119	0.0120	0.0139	0.014
4	0.003	0.0018	0.0019	0.0021	0.0022

Для исследования чистоты и стабильности технологии формования изделий из низко альфа-активных металлов и сплавов были проведены сравнительные измерения альфа-активности образцов исходных материалов, формованных из них изделий и образцов, полученных переплавкой изделий. В таблице 3 приведены результаты измерений с учетом и без учета влияния боковой поверхности на скорость счёта контрольных плоских литых и формованных по стандартной технологии образцов низко альфа-активного свинца, а также плоских образцов отлитых из формованных образцов.

Измерения разных серий образцов проводились на разных приборах модели 1950 фирмы “Alpha Science” (США), активность образцов одной партии измерялась на одном и том же приборе. Плоские литые образцы были отлиты по технологии приготовления стандартных контрольных образцов. В таблице 10 указана альфа-активность образцов, пересчитанная на максимум активности с учетом даты очистки свинца от радиоактивных примесей. Погрешность измерений не превышала 10%.

Сравнительные результаты измерений активности формованных образцов.

№ партии	Активность плоских литых образцов, $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$	Активность цилиндров без учета боковой поверхности, $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$	Активность цилиндров с учетом боковой поверхности, $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$	Активность плоских образцов, отлитых из цилиндров, $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$
1	0,045	0.057	0,036	0,043
2	0,036	0,047	0,030	0,040
3	0,017	0,019	0,012	0,016

Результаты измерений выявили, что активность переплавленных формованных образцов совпадает в пределах погрешности с активностью исходного материала. Проведенные исследования показали высокую стабильность и чистоту применяемой технологии формования изделий. Поэтому, определение альфа-активности готового изделия производится, согласно разработанной методике, по результатам измерения активности плоского литого образца, изготовленного из материала изделия путём переплава контрольной пробы. Если образец имеет не плоскую форму, то необходимо для каждого прибора использовать свой коэффициент эффективности счета, экспериментально определенный с учетом геометрии образца и параметров прибора [83].

2.3.3. Порошки металлов и их оксидов

Порошки низко альфа-активных металлов и их оксидов производятся в атмосфере высокочистого аргона. Укупорка готовых порошков и их хранение осуществляются также в атмосфере высокочистого аргона. Содержание альфа-активных примесей уранового ряда в аргоне не обнаруживается. Поэтому,

альфа-активность порошков металлов определяется активностью исходных металлов и степенью технологического загрязнения при переделе металл-порошок. Особенно сложно оценить альфа-активность порошка монооксида свинца по альфа-активности исходного металла, так как активность исходного свинца может изменяться со временем.

Альфа-активность монооксида свинца зависит от активности исходного свинца, размера частиц порошка, его насыпной плотности и степени технологического загрязнения при получении порошка.

Так как для окисления свинца при производстве его монооксида используются большие объемы воздуха, то порошок загрязняется атмосферным радоном и, в конечном итоге, свинцом-210. При этом концентрация радона в воздухе определяется многими факторами: влажностью, высотой уровня отбора, скоростью и направлением ветра, радиоактивностью строительных материалов зданий и конструкций воздухопроводов. Поэтому рассчитать степень загрязнения, а, следовательно, и результирующую альфа-активность порошка монооксида свинца для каждой конкретной партии сложно.

Для оценки технологических параметров процесса производства монооксида свинца были проведены сравнительные измерения альфа-активности нескольких партий свинца и полученных из них партий монооксида свинца. Некоторые данные измерений [84] для различных уровней альфа-активности свинца и различных технологических параметров (например: температуры, качества реагентов) приведены в таблице 11: образцы 1-6.

В таблице 11 указана альфа-активность образцов, пересчитанная на максимум активности с учетом даты рафинирования свинца. Представлены результаты измерения альфа-активности свинца на 400 – 1980 дни, монооксида свинца на 130 – 660 дни со дня изготовления. Погрешность измерений не превышала 25%.

Результаты сравнительных измерений готовых партий монооксида свинца (образцы 7, 8 в таблице 11) показывают, что при альфа-активности свинца на максимуме порядка $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ альфа-активность полученного

из него монооксида на существующих приборах не обнаруживается в пределах погрешности. Поэтому при сертификации порошков, в том числе монооксида свинца, рекомендовано указывать и результаты измерения альфа-активности исходного материала.

Таблица 11

Результаты сравнительных измерений альфа-активности свинца
и полученного из него монооксида свинца.

№ образца	Активность свинца, $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$	Активность монооксида свинца, $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$	Относительная активность монооксида свинца
1	0,025±0,0003	0,012±0,0023	0,48
2	0,015±0,0017	0,008±0,0018	0,53
3	0,013±0,0006	0,054±0,008	4,15
4	0,009±0,001	0,005±0,0006	0,58
5	0,008±0,0004	0,006±0,0004	0,75
6	0,007±0,0009	0,009±0,0067	1,29
7	0,001±0,0004	0±0,0005	0
8	0,0007±0,0006	0±0,0004	0

Следует отметить, что процесс измерения альфа-активности порошковых образцов имеет особенность – первые 30 - 40 часов измерения прибор регистрирует очень высокую активность, которая постепенно падает и стабилизируется на определённом уровне к 48 часам измерения. Этот высокий счёт может быть вызван загрязнением образца атмосферным радоном и примесями паров воды и спирта при загрузке образца в лоток, и определяется длительностью загрузки лотка порошком, качеством натяжения покрывающей его майларовой плёнки и составом атмосферы, в которой проводится загрузка. Отсчёты за время до стабилизации скорости счёта не учитываются при расчёте результатов измерения активности порошковых образцов.

2.4. Методика производственного контроля альфа-активности материалов микроэлектроники

По результатам анализа предварительных исследований лабораторией контроля качества ЗАО «Чистые технологии» в 2000 – 2001 годах разработана методика измерения альфа активностей от 0,005 до 0,001 $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$. Разработанная методика является неотъемлемой частью системы менеджмента качества ЗАО «Чистые технологии» (Сертификат качества приведен в Приложении 2) и применяется по настоящее время.

Разработанная методика включает в себя:

1. Правила техники безопасности.
2. Описание прибора – газового пропорционального счётчика большой площади модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.”, США, и материалов.
3. Процедуру подготовки прибора к измерениям низкой и ультра низкой альфа-активности.
4. Процедуру подготовки помещения для проведения измерений низкой и ультра низкой альфа-активности.
5. Процедуру упаковки и хранения образцов материалов низкой и ультра низкой альфа-активности.
6. Процедуру измерения и расчёта альфа-активности образцов.

Правила техники безопасности предусматривают как защиту оператора от воздействия вредных химических веществ (монооксида свинца, паров спиртов и промывочных растворов, рабочей газовой смеси прибора), так и предотвращение загрязнения оператором образцов материалов низкой и ультра низкой альфа-активности. Последнее особенно актуально, так как естественная альфа-активность окружающей среды в 1000 – 10000 раз превышает измеряемую активность образцов. Правила обязывают оператора применять респиратор, защитную панорамную маску и сменную спецодежду при работе с порошковыми образцами, соблюдать режимы проветривания и влажной уборки

лаборатории, использовать специальные латексные перчатки, сменные спецодежду и обувь внутри лаборатории.

Процедура подготовки прибора к измерениям низкой и ультра низкой альфа-активности направлена на минимизацию влияния недостатков газового пропорционального счётчика большой площади модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.” (США) на результаты измерений и предполагает:

1. Для устранения влияния помех:
 - питание прибора от подстанции по отдельному кабелю большого сечения;
 - заземление прибора на отдельный контур физической земли, сопротивлением менее 1 Ом;
 - полное электромагнитное экранирование прибора.
2. Для уменьшения времени предварительной продувки прибора:
 - установка загрузочного бокса перед камерой образца прибора.

Процедура подготовки помещения для проведения измерений предполагает:

1. Организацию приточно-вытяжной вентиляции с воздухозабором на высоте не менее 10 метров над уровнем земли, либо регулярное проветривание не реже 4 раз в сутки в течение 20 минут для предотвращения накопления радона и рабочего газа в помещении.
2. Регулярную влажную уборку помещения специальным раствором для удаления урана, тория и продуктов их распада.

Процедура упаковки и хранения образцов материалов низкой и ультра низкой альфа-активности предусматривает вакуумную упаковку образцов в низко альфа-активную полиэтиленовую плёнку, хранение контрольных образцов вместе с партиями материалов или изделий, от которых они отобраны, в помещениях со специальным режимом проветривания и уборки, регулярный контроль целостности упаковки.

Описание прибора и материалов и процедура измерения и расчёта альфа-активности образцов приведены в приложении 3. Процедура измерения и расчёта активности образцов включает в себя:

- измерение фона прибора с лотком для образцов и без него;
- расчёт длительности измерения для достижения необходимой точности;
- подготовку образца и его установку в камеру образца;
- измерение суммарной активности фона и образца;
- контрольное измерение фона прибора;
- расчёт альфа-активности образца и погрешности измерения.

2.5. Анализ результатов измерения альфа-активности материалов микроэлектроники

По разработанной методике с 2000 года в ЗАО «Чистые технологии» проводятся измерения альфа-активности низко и ультра низко альфа-активных материалов и изделий. В таблице 12 приведены результаты измерений альфа активности некоторых материалов: кремниевых пластин производства Wafer Net Inc., США; высокочистого олова различной степени чистоты производства Новосибирского оловянного комбината; высокочистых меди и свинца российского производства; античного свинца производства США и низко альфа активного свинца и его монооксида производства ЗАО «Чистые технологии». В скобках приведены максимальные значения альфа-активности, наблюдаемые в отдельных партиях олова и меди [84].

Результаты измерений альфа-активности слитков, образцов сложной формы и порошков в пределах ошибок совпадают с результатами измерений, проводимых как в ходе сравнительных измерений, так и при проведении потребителями входного контроля. Арбитром при проведении сравнительных измерений являлась фирма Shiva Analyticals Limited, Индия – мировой лидер в области тестирования материалов микроэлектроники.

Результаты измерений альфа-активности материалов микроэлектроники [84].

Материал	α – активность, $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$
Кремниевые пластины	0,0010 – 0,0052
Олово 99,999%	0,0025 – 0,0060 (0,96)
Олово 99,9999%	0,0010 – 0,0015 (0,12)
Медь марки М0к	0,0025 – 0,0065 (0,27)
Свинец 99,99%	5 – 25
Низко альфа-активный свинец	0,001 – 0,050 (на максимуме)
Монооксид низко альфа-активного свинца	0 – 0,020 (на максимуме)
Античный свинец	0,001 – 0,005

Анализ проведённых измерений материалов микроэлектроники показывает, что активность большинства материалов достигает 0,001 $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$. При стандартном фоне приборов модели 1950 5 отсчётов/час, нижний предел детектирования, согласно п. 10 Методики (Приложение 3), составляет 0,002 $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ для 24 часов измерения фона. И увеличение времени измерения фона до 48 часов не позволяет достичь предела детектирования 0,001 $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$. Так как снизить фон прибора обычно не представляется возможным, а дальнейшее увеличение длительности измерения фона непродуктивно с точки зрения производственного контроля, то для измерения альфа-активности материалов микроэлектроники требуется использование нового прибора, имеющего большую площадь и меньший собственный фон [79].

Это особенно актуально для образцов, содержащих свинец, так как их максимальная активность может достигать 0,001 $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, что соответствует текущим показаниям активности, к примеру, на 90 день от даты изготовления 0,0003 $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$.

Выводы:

1. В ходе эксплуатации газового пропорционального счётчика модели 1950, “Alpha Sciences Inc.” (США) установлено, что прибор модели 1950 при работе в производственных условиях имеет ряд существенных недостатков. Для учёта и устранения этих недостатков разработана методика производственного контроля низкой и сверх низкой альфа-активности материалов микроэлектроники.
2. Исследованы компоненты фона многопроволочной газовой пропорциональной камеры, и рассмотрены вклады каждого из них в результирующий фон газового пропорционального счётчика модели 1950, “Alpha Sciences Inc.” (США).
3. Выявлена чувствительность газовых пропорциональных счётчиков к альфа-активности дна камеры образца, приводящая к неконтролируемой систематической погрешности всех существующих серийных низкофоновых счётчиков альфа-частиц большой площади. Исследовано влияние чувствительности детектора к альфа-активности дна камеры образца на результаты измерений. Даны рекомендации по учёту этого влияния. Измерены коэффициенты эффективности счёта альфа-частиц при расположении образца на дне камеры образца для газовых пропорциональных счётчиков модели 1950, “Alpha Sciences Inc.” (США).
4. Рассчитана длительность измерений низкой и ультра низкой альфа-активности образцов в зависимости от эффективности детектирования, площади образца и уровня фона. Для образцов ультра низкой альфа-активности рекомендовано длительное попеременное измерение фона прибора и активности образца с периодом порядка нескольких часов.
5. Исследована зависимость эффективности детектирования альфа-частиц с определённой энергией от расстояния между образцом и входным окном детектора для газовых пропорциональных счётчиков модели 1950, “Alpha Sciences Inc.” (США) разных сроков эксплуатации.

6. Исследована спектральная чувствительность газовых пропорциональных счётчиков модели 1950, "Alpha Sciences Inc." (США). Выявлено, что при длительном сроке эксплуатации чувствительность детекторов неравномерно и значительно изменяется в зависимости от энергии альфа-частиц. Сформулированы рекомендации по учёту спектральной чувствительности газовых пропорциональных счётчиков.
7. Выявлена чувствительность газовых пропорциональных счётчиков модели 1950, "Alpha Sciences Inc." (США) к альфа-частицам с энергией менее 1 МэВ, что приводит к завышению результатов измерений.
8. Установлены принципы формирования однородных с точки зрения измерения альфа-активности партий литых и формованных низко альфа-активных свинца, олова и их сплавов, порошков металлов и их оксидов.
9. Исследовано влияние геометрической формы образцов на измеряемую альфа-активность металлов и сплавов. Экспериментально установлены коэффициенты эффективности для формованных образцов различных геометрических форм.
10. Проведены сравнительные измерения альфа-активностей свинца и полученного из него монооксида свинца. Экспериментально установлено, что при альфа-активности свинца на максимуме порядка $0,001 \text{ а}/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ и менее, альфа-активность полученного из него монооксида на существующих приборах не обнаруживается в пределах погрешности.
11. Методика производственного контроля низкой и ультра низкой альфа-активности материалов микроэлектроники применяется на производстве ЗАО «Чистые технологии» с 2000 года. Результаты измерений альфа-активности слитков, образцов сложной формы и порошков в пределах ошибок совпадают с результатами измерений, проводимых потребителями готовой продукции.
12. Применение разработанной методики производственного контроля альфа-активности с использованием газового пропорционального счётчика модели 1950, "Alpha Sciences Inc." (США) не позволяет достичь необходимых пределов детектирования для измерения ультра низкой альфа-активности

современных материалов микроэлектроники. Для обеспечения современных требований к измерению альфа-активности материалов интегральных схем необходимо использование нового прибора с большей площадью и более устойчивым меньшим фоном.

ГЛАВА 3

РАЗРАБОТКА ПРИБОРА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ НИЗКОЙ И УЛЬТРА НИЗКОЙ ПОВЕРХНОСТНОЙ АЛЬФА-АКТИВНОСТИ

3.1. Постановка задачи создания прибора для измерения низкой и ультранизкой поверхностной альфа-активности материалов микроэлектроники

Для определения низкой поверхностной альфа–активности при входном контроле материалов микроэлектроники широко используют пропорциональные газовые счётчики.

Важнейшим условием применения детектора для входного и технологического контроля материалов с активностью от $0,0005 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ и ниже является обеспечение устойчиво низкого уровня его фона – не выше 1 отсчёта/час. В случае пропорционального газового счётчика, это во многом определяется надёжностью и чистотой газовой системы, а также долговременной стабильностью свойств газа.

Необходимо также увеличение допустимой площади образца выше общепринятой 1000 см^2 без увеличения уровня фона. Для снижения погрешности измерений прибор должен позволять эффективно вести длительный попеременный счёт фона и образца.

Принципиальным условием использования прибора в производственных условиях является достаточная электромагнитная и вибрационная помехоустойчивость счётчика.

Нерешённой проблемой является задача калибровки детектора, так как отсутствует стандартный низкоактивный эталон и стандартная методика поверки прибора.

Таким образом, современный этап развития микроэлектронной промышленности ставит перед разработчиками приборов для измерения низкой

альфа-активности материалов задачу создания измерительных комплексов нового типа. Такие комплексы должны включать в себя систему подготовки образца к измерениям, не загрязняющую образец, калибровочные источники низкой альфа-активности для различных видов образцов и позволять с высокой точностью определять альфа-активность материала до уровня $0,0001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ за приемлемое время [79].

С 1998 года ЗАО «Чистые технологии» применяются приборы модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.”, США, для которых разработана специальная методика измерения ультра низко альфа-активных ($0.005 - 0.001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$) материалов микроэлектроники. Так как полностью решить проблемы измерения сверх низкой поверхностной альфа-активности, применяя детектор модели 1950 “Alpha Sciences Inc.” не представляется возможным, возникла необходимость поиска нового конструкторского решения прибора для измерения низкого уровня альфа-активности.

На основе проведённых в 1999 – 2003 гг. исследований и анализа литературных данных и патентной информации в ЗАО «Чистые технологии» разработан и спроектирован опытный образец газового пропорционального счётчика для измерения уровня альфа-излучения материалов и изделий с чувствительностью $0,0005$ альфа-распадов с см^2 в час.

Выполнение научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ по созданию прибора для измерения низкого уровня альфа активности материалов осуществлялось при софинансировании российского Фонда содействия развитию малых предприятий в научно-технической сфере по государственному контракту № 2153р/3609 от 29.09.2003 г. (Акт сдачи-приемки работ по государственному контракту приведён в Приложении 4).

Разработка прибора проводилась на основании Технического задания, сформулированного по результатам консультаций с перспективными потребителями измерителя низкой альфа-активности (Приложение 5).

3.2. Техническое решение конструкции прибора

С целью удовлетворения современным требованиям к прибору для измерений ультра низкой альфа-активности материалов создана новая конструкция детектора альфа-излучения, на которую получен патент РФ [85].

Изобретение относится к области измерения интенсивности альфа-излучения и может быть использовано для определения интенсивности альфа-излучения образцов материалов.

Известно устройство для детектирования наличия альфа-частиц на поверхности металлических предметов [86]. Оно содержит герметизируемый корпус с входной, детекторной и выходной камерами, через которые проходит транспортёр с исследуемыми предметами.

Известно также устройство для измерения интенсивности альфа-излучения модели 1950, фирма «Alpha Sciences Inc.» (США) [65]. Оно содержит герметичный корпус с герметизируемым окном для загрузки исследуемого образца и заполняемый рабочим газом, расположенный внутри корпуса датчик излучения в виде пропорционального счётчика и подвижный образцедержатель.

Недостатком известных устройств является низкая чувствительность и эффективность регистрации альфа-излучения из-за регистрации детектором альфа-активности стенок корпуса во время измерения фона прибора, а также вследствие неконтролируемых загрязнений прибора, возникающих вследствие загрузки образца с воздуха. Практически на детекторе конструкции модели 1950 эти загрязнения и изменения альфа-активности могут достигать $0,001 - 0,003 \alpha/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$ и более.

Наиболее близким к рассматриваемому изобретению является техническое решение по патенту [87]. В этом устройстве имеется герметичный корпус с герметизируемым окном для загрузки исследуемого образца, и заполняемый рабочим газом, расположенный внутри корпуса датчик излучения в виде полупроводникового счётчика, образцедержатель, подвижный экран, а

также блоки питания и преобразования сигнала. Образцедержатель установлен между внутренней поверхностью корпуса датчиком излучения и выполнен подвижным в направлении к датчику излучения с возможностью фиксации на заданном расстоянии от его активной поверхности. Перед измерением образцедержатель фиксируется в одном положении для размещения образца на минимальном (достаточном для прохода экрана между образцом и датчиком) расстоянии от датчика излучения без изменения указанного расстояния в процессе измерений.

Недостатком устройства прототипа является низкая чувствительность и эффективность регистрации альфа-излучения из-за регистрации детектором альфа-активности стенок корпуса во время измерения фона прибора, а также вследствие регистрации неконтролируемых загрязнений экрана, возникающих в результате загрузки образца с воздуха и заполнения камеры корпуса газом.

Предложенное изобретение направлено на повышение чувствительности аппаратуры и её эффективности за счёт устранения влияния на показания прибора неконтролируемых загрязнений экрана и внутренних поверхностей корпуса, возникающих в результате попадания воздуха и пыли во время загрузки образцов и заполнения корпуса газом.

Данный технический результат достигается тем, что в детекторе альфа-излучения, содержащем герметичный корпус с герметизируемым окном для загрузки образца и заполняемый газом, расположенный внутри корпуса датчик излучения в виде пропорционального счётчика, образцедержатель, установленный между внутренней поверхностью корпуса и датчиком излучения и выполненный подвижным в направлении к датчику излучения с возможностью фиксации на заданном расстоянии от его активной поверхности, блоки питания и преобразования сигнала, согласно изобретению внутренние поверхности корпуса расположены на расстоянии от активной поверхности датчика излучения, не меньшем длины пробега $\lambda_{пр}$ альфа-частиц с максимальной энергией, а максимальное удаление опорной поверхности образцедержателя от активной поверхности датчика выбирается равным $s \geq (\lambda_{пр}$

+ t), где t – размер исследуемого образца в направлении перемещения. Кроме того, образцедержатель может быть выполнен так, что его размеры в направлении, перпендикулярном направлению перемещения, меньше соответствующих размеров исследуемого образца.

Выполнение корпуса детектора альфа-излучения с внутренними поверхностями, расположенными на расстоянии от активной поверхности датчика излучения, не меньшем длины пробега $\lambda_{пр}$ альфа-частиц с максимальной энергией, позволяет устранить влияние альфа-активности материала корпуса на показания аппаратуры, поскольку альфа-частицы, излучаемые материалом стенки камеры, а также пылью, осевшей на её внутреннюю поверхность, и активным газом, адсорбированным этой поверхностью, не попадут в активную зону датчика и не будут зарегистрированы, т.к. длина их пробега в рабочем газе меньше или равна $\lambda_{пр}$.

Выполнение образцедержателя подвижным в направлении к активной поверхности датчика излучения в условиях герметизированного корпуса даёт возможность помещать испытуемый образец в нужную зону при измерении альфа-активности. Размещение опорной поверхности образцедержателя на максимальном удалении от датчика излучения, не меньшем $s \geq (\lambda_{пр} + t)$, где t – размер исследуемого образца в направлении перемещения, позволяет измерять уровень фона, то есть сумму трёх составляющих фона – фон космического излучения, активность конструкции детектора и активность рабочего газа, заполняющего камеру прибора.

Кроме того, выполнение образцедержателя с поперечными к направлению перемещения размерами, меньшими соответствующих размеров исследуемого образца, обеспечивает устранение влияния альфа-активности материала образцедержателя на показания детектора в положении измерения, поскольку выступающие за края образца опорные поверхности образцедержателя создают дополнительный фон, который к тому же зависит от степени перекрытия образцом указанной опорной поверхности, т.е. от размеров

образца. Устранение этой составляющей фона способствует дополнительному повышению эффективности аппаратуры.

На рисунке 10 показана конструкция предлагаемого детектора, на рисунке 11 – форма выполнения образцедержателя. Устройство работает следующим образом. Образцедержатель 4 устанавливается в нижнее положение (обеспечивающее максимальное удаление образца от датчика излучения 5), после чего через герметизируемое окно 2 корпуса 1 на рабочую (опорную) поверхность образцедержателя устанавливается испытуемый образец 3. После герметизации окна 2 внутренний объём корпуса 1 заполняется рабочим газом и производится измерение фона прибора. При этом благодаря удалению внутренней поверхности корпуса 1 и образцедержателя 4 с образцом 3 от активной поверхности датчика излучения 5 на расстояние, не меньшее чем длина пробега $\lambda_{пр}$ альфа-частиц с максимальной энергией, датчик излучения фиксирует только три компонента фона прибора – фон космического излучения, фон конструктивных элементов детектора, фон рабочего газа. При этом альфа-активность стенок камеры и загрязнений внутренних поверхностей корпуса не регистрируется. После измерения фона образцедержатель 4 перемещается в верхнее положение (образец 3 на минимальном расстоянии от датчика излучения 5 – пунктир на рисунке 10; обычно расстояние между образцом и датчиком излучения составляет 2-5 мм.) и производится измерение суммарной интенсивности излучения фона и образца.

Предлагаемое устройство позволяет не только повысить чувствительность и эффективность прибора, но и уменьшить время измерений за счёт исключения процесса загрузки образца с воздуха после измерения фона. Также предложенная конструкция прибора позволяет вести длинный попеременный счёт фона и образца с фоном при измерении ультра низкой альфа-активности. Кроме того, устранение влияния альфа-активности образцедержателя на показания прибора дополнительно повышает точность измерений.

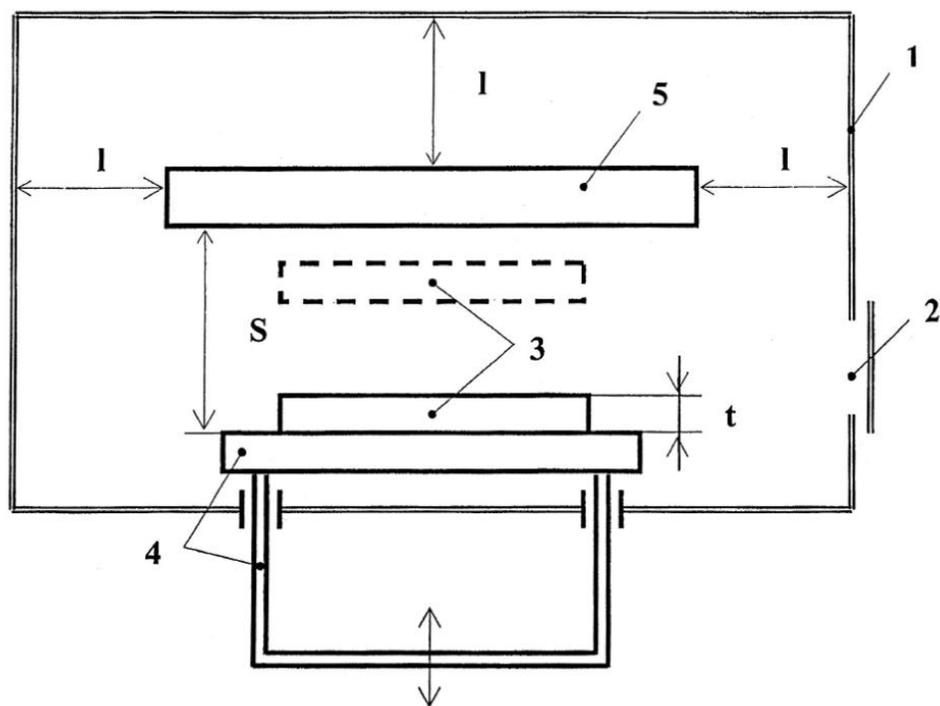


Рисунок 10 - Конструкция детектора альфа-излучения

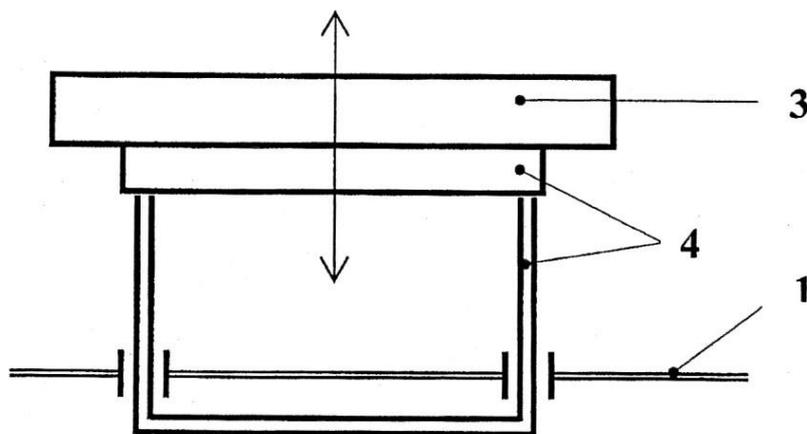


Рисунок 11 - Образцедержатель детектора альфа-излучения

На основе описанного выше изобретения в 2003-2005 гг. в ЗАО «Чистые технологии» был разработан и спроектирован опытный образец газового пропорционального счётчика для измерения уровня альфа-излучения материалов и изделий с чувствительностью 0,0005 альфа-распадов с см^2 в час.

3.3. Подбор конструкционных материалов для изготовления прибора

В ходе предварительных исследований определены конструкционные материалы, марки клеев, герметиков, подобраны вспомогательные материалы, применение которых не вызывает повышения собственного фона прибора. Кроме того исследована альфа-активность упаковочных материалов для хранения контрольных образцов. Результаты измерений альфа-активности на приборах модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.”, США приведены в таблице 13 [88].

Таблица 13

Результаты измерений альфа-активности
конструкционных и упаковочных материалов.

Материал	Альфа-активность, $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$
АБС-пластик	3,8 – 5,5
Оргстекло	0 – 0,0050
Сталь Ст.3	0,002 – 0,003
Сталь нержавеющая X18H10T	0,001 – 0,003
Медь марки М0к (пластины)	0,0025 – 0,0030
Медная проволока	0,001 – 0,0045
Вольфрамовая проволока	0 – 0,001
Герметик силиконовый	0 – 0,002
Фторопласт	0 – 0,002
Полиэтилен (гранулы)	0,010 – 0,134
Полипропилен (гранулы)	0,023 – 0,043
Полипропилен (лист)	0,010 – 0,013
Полиэтилен (рукав)	0 – 0,002

Активность конструкционных материалов исследовалась на плоских образцах без обработки и подвергнутых травлению и полировке исследуемой поверхности. Активность проволок измерялась на образцах, намотанных на стандартный лоток. Силиконовый герметик исследовался в виде покрытия, нанесённого на медную пластину. Активность гранул полимерных материалов

измерялась на стандартном лотке для порошков, покрытом майларовой плёнкой.

В результате исследований в качестве основного конструкционного материала была выбрана сталь двух марок – Ст. 3 и X18H10T. Этот материал имеет низкую альфа-активность, легко очищается от загрязнений травлением с восстановлением низкого уровня активности. Кроме того, его применение для изготовления корпуса обеспечивает и герметичность камер, и электромагнитное экранирование прибора. Применение для изготовления корпуса прибора более лёгкого АБС-пластика оказалось невозможным ввиду его высокой альфа-активности и отсутствия экранирующих электромагнитное поле свойств.

В качестве материала для изготовления лотков для размещения образцов выбрано полированное оргстекло, так как после полировки образцы различных марок от разных производителей показали приемлемую альфа-активность.

Исследование активности полимерного сырья для изготовления тары для низко альфа-активных материалов и упаковки образцов выявило преимущества полиэтилена, как менее активного.

Измерение альфа-активности фторопласта показало возможность его применения в качестве изоляционного материала в камере прибора, так как его активность даже без очистки на превысила $0,002 \alpha/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$.

Указанная в таблице 13 нулевая альфа-активность некоторых образцов соответствует случаю, когда измеренная альфа-активность была ниже нижнего предела обнаружения прибора.

3.4. Расчет основных параметров прибора

При создании больших пропорциональных камер важен вопрос о необходимой точности пространственного расположения и о величине

соответствующего натяжения проволочных электродов. От этого существенно зависит конструкция камеры и допуски на точность ее изготовления. Возможные неточности в расположении электродов приводят к неравномерному распределению линейной плотности заряда на сигнальных проволоках, что сказывается на коэффициенте газового усиления [61]. Следует также учитывать, что электростатическая стабильность пропорциональной камеры ухудшается при уменьшении расстояния между проволоками и при увеличении их длины [89]. Согласно [90], допустимые смещения сигнальных проволок могут быть рассчитаны по формулам:

$$\Delta X_{sm} = \frac{4 \cdot \ln \operatorname{cth} \left(\frac{\pi \cdot R}{4 \cdot L} \right) \cdot \left(\frac{\Delta q}{q} \right) \Big|_{X_{sm}} \cdot L^2}{\pi^2 \cdot \sum_{k=1}^{\infty} \frac{\operatorname{ch} \left(\frac{\pi \cdot s}{2 \cdot L} \cdot k \right)}{\operatorname{sh}^2 \left(\frac{\pi \cdot s}{2 \cdot L} \cdot k \right)}} \quad (13),$$

$$\Delta Y_{sm} = \frac{4 \cdot \ln \operatorname{cth} \left(\frac{\pi \cdot R}{4 \cdot L} \right) \cdot \left(\frac{\Delta q}{q} \right) \Big|_{Y_{sm}} \cdot L^2}{\pi^2 \cdot \left(\sum_{k=1}^{\infty} \frac{\operatorname{ch} \left(\frac{\pi \cdot s}{2 \cdot L} \cdot k \right)}{\operatorname{sh}^2 \left(\frac{\pi \cdot s}{2 \cdot L} \cdot k \right)} + \frac{1}{2} \right)} \quad (14),$$

$$\Delta Y_{pl} = \frac{2 \cdot L}{\pi} \cdot \left(\frac{\left(\frac{\Delta q}{q} \right) \Big|_{Y_{pl}}}{C_0 \cdot \sum_{k=-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\operatorname{ch}^2 \left(\frac{\pi}{4 \cdot L} \cdot (R + k \cdot s) \right)}} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (15),$$

где ΔX_{sm} - допуск на расстояние между проволоками одной сетки в см.,

ΔY_{sm} - допуск на расстояние между проволоками двух сеток в см.,

ΔY_{pl} - допустимое смещение всей плоскости сигнальных проволок в см.,

L - расстояние между анодом и катодом в см.,

S - расстояние между проволоками одной сетки в см.,

l - длина проволок в см., R - толщина проволок в см.,

$\left(\frac{\Delta q}{q}\right)$ - относительное колебание значения заряда,

C_0 – емкость на единицу длины сигнальной проволоки радиусом R , рассчитанная как:

$$C_0 \approx \left(2 \cdot \ln \frac{\operatorname{sh}\left(\frac{\pi \cdot L}{s}\right)}{\operatorname{sh}\left(\frac{\pi \cdot R}{s}\right)} \right)^{-1} \quad (16).$$

Вопросы, связанные с натяжением проволок в пропорциональной камере, были решены в [90]. Натяжение сигнальных проволок рассчитано для двух вариантов: 1) смещена только одна сигнальная проволока, 2) смещена вся сигнальная плоскость. Расчеты показывают, что наибольшая сила действует на сигнальную проволоку в первом случае. Натяжение сигнальных T_s (г) и высоковольтных T_{vv} (г) проволок рассчитывается по формулам:

$$T_s = 2.55 \cdot 10^{-2} \cdot \frac{l^2 \cdot U^2 \cdot C_0^2}{L^2} \cdot \left(\frac{1}{4} + \sum_{k=-\infty}^{+\infty} \frac{\operatorname{ch}\left(\frac{\pi \cdot s \cdot k}{2 \cdot L}\right)}{\operatorname{sh}^2\left(\frac{\pi \cdot s}{2 \cdot L} \cdot k\right)} \right) \quad (17),$$

$$T_{vv} = 0.71 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{\pi \cdot l^2 \cdot U^2 \cdot C_0^2 \cdot s_b}{L \cdot s \cdot y_b} \cdot \sum_{k=-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\operatorname{ch}\left(\frac{\pi \cdot s}{2 \cdot L} \cdot k\right)} \quad (18),$$

где U – прикладываемое напряжение в кВ,

s_b – шаг намотки в см.,

y_b – допустимое смещение высоковольтных проволок в см.

Данные для различных параметров камеры, рассчитанные по формулам 13 – 18 приведены в таблице 14. Длина проволок макета – 55 см., опытного образца – 76,6 см. Рабочее натяжение выбрано на 20% выше расчетного. Сетки макета и опытного образца намотаны из проволоки электролитической меди диаметром 20 мкм. Натяжение проволок сеток обеспечивает их стабильную работу при рабочем напряжении от 0,5 до 2,5 кВ.

Основные параметры прибора

L, cm	l, cm	U, kV	s, cm	R, cm	X _{sm} , cm	Y _{sm} , cm	Y _{pl} , cm	T _{vv} , g	T _s , g
0.5	76.6	1.5	0.3	0.002	0.057	0.051	0.063	10.96	9.61
				0.003	0.055	0.049	0.062	12.94	10.01
			0.6	0.002	0.124	0.081	0.079	7.60	5.05
				0.003	0.120	0.079	0.076	8.93	5.75
			0.9	0.002	0.214	0.097	0.091	5.62	3.54
				0.003	0.207	0.093	0.088	6.70	4.08
1	76.6	1.5	0.3	0.002	0.060	0.058	0.114	2.31	3.42
				0.003	0.058	0.056	0.112	2.49	3.64
			0.6	0.002	0.122	0.107	0.132	2.25	2.05
				0.003	0.118	0.104	0.129	2.52	2.25
			0.9	0.002	0.188	0.145	0.149	1.83	1.38
				0.003	0.182	0.141	0.145	2.09	1.54
0.5	55	1.5	0.3	0.002	0.057	0.051	0.063	5.65	4.95
				0.003	0.055	0.049	0.062	6.39	5.47
			0.6	0.002	0.124	0.081	0.079	3.92	2.60
				0.003	0.120	0.079	0.076	4.60	2.96
			0.9	0.002	0.214	0.097	0.091	2.90	1.83
				0.003	0.207	0.093	0.088	3.45	2.10
0.5	76.6	2.5	0.3	0.002	0.057	0.051	0.063	30.43	26.70
				0.003	0.055	0.049	0.062	34.44	29.47
			0.6	0.002	0.124	0.081	0.079	21.10	14.04
				0.003	0.120	0.079	0.076	24.80	15.97
			0.9	0.002	0.214	0.097	0.091	15.62	9.84
				0.003	0.207	0.093	0.088	18.61	11.32

3.5. Макетные испытания прибора

Для проверки основных теоретических положений, результатов расчётов и отработки конструкторских решений был создан макет прибора. Конструкция макета обеспечивает специальные меры по снижению фона прибора:

1) Конструкция сеток обеспечивает нечувствительность детектора к активности корпуса прибора,

2) Предусмотрено наличие двух идентичных детекторов, расположенных друг над другом, и включенных в схему антисовпадений в режиме постоянного мониторинга фона,

3) Корпус прибора выполняет функции электромагнитного экранирования детекторов и блока электроники от производственных помех,

4) Газовая система выполнена с газовым фильтром и обеспечивает непрерывную работу прибора в течение не менее 400 часов,

5) Блок детекторов располагается внутри герметичной камеры с открывающейся и закрывающейся герметизируемой дверью,

6) Камера герметично стыкуется с легкозаменяемым перчаточным боксом для загрузки-выгрузки образцов.

Механическая часть прибора решена в двух вариантах – макета и опытного образца. Макет представляет собой герметично закрывающийся корпус из нержавеющей стали с системой организации газового потока и выводами для соединения с блоком электроники. Рабочая площадь прибора – 1000 см². Конструкция позволяет устанавливать в камеру блоки электродов двух типов. Электроды первого типа выполнены в виде двух расположенных друг над другом проволочных сеток на сварных рамках из нержавеющей стали. Сетки могут наматываться проволокой из различных металлов. На этой конструкции электродов отработаны режимы подачи газа, система подачи высокого напряжения к детектору и сформированы требования к силе натяжения и прочности проволок. Второй вид электродов, рабочий, представляет собой сетки из медной проволоки, распаянные на стеклотекстолитовые рамки, укрепленные на рамы из оргстекла.

Электронная часть прибора разработана в виде блока обработки сигналов, который осуществляет усиление поступающего от детектора сигнала, его аналоговую обработку, аналогово-цифровое преобразование и передачу в ЭВМ. Блок позволяет включение двух детекторов излучения в схему антисовпадений. Для обработки выходного сигнала разработана специальная

программа для ПК, позволяющая сохранять данные, проводить их статистическую обработку и рассчитывать среднюю активность образца.

Так как при выборе методики измерений в случае чувствительности детектора к альфа-активности дна камеры образца необходимо учитывать два конкурирующих фактора: 1) уменьшение систематической ошибки при уменьшении площади образца, что резко увеличивает длительность измерений, и 2) сокращение времени измерений при максимальной площади образца, что даёт максимальную систематическую ошибку, то для каждого измерения надо выбрать между ошибкой за счёт активности дна камеры и лотка, и погрешностью за счёт нестабильности фона космического излучения при длительных измерениях [74, 84]. Величины этих ошибок и погрешностей могут быть существенными и при измерении активностей порядка 0,001 альфа-распадов с см^2 в час достигать 100%. Разработанная конструкция камеры образца позволяет избежать этих ошибок. Результат достигается:

- 1) путём увеличения расстояния между детектором и дном камеры, которое обеспечивает нечувствительность прибора к активности этой детали корпуса;
- 2) полным перекрыванием лотка образцом;
- 3) перемещением лотка в нечувствительную для детектора зону при измерении фона прибора без промежуточного открывания камеры.

Конструкция опытного образца была первоначально рассчитана на образец площадью до 2500 см^2 . Использование в качестве образцов слитков металлов и сплавов предполагает значительный вес исследуемой пробы, особенно при увеличении площади образца: порядка 10-15 кг при площади 2000 см^2 . Это ограничивает максимальную площадь образца, так как не из каждой товарной партии материала возможно отобрать такое количество пробы. Кроме того, такой вес пробы предполагает высокую нагрузку на механизм подъёма-опускания образца внутри камеры. Поэтому в ходе макетных исследований было принято решение ограничить максимальную площадь образца величиной 1500 см^2 , что обеспечит максимальный вес

образца 8 кг. При этом решено установить лоток для образца в камере неподвижно, а перемещать относительно него более лёгкий блок детекторов.

Были созданы макеты отдельных блоков прибора и проверены принципы их работы, установлены предельные параметры блоков. Обновлена элементная база блока электроники. В конструкцию внесены изменения, в соответствии с которыми изготовлен опытный образец прибора.

3.6. Конструкция опытного образца прибора

По результатам макетных исследований была доработана конструкторская документация опытного образца газового пропорционального счётчика для измерения уровня альфа-излучения материалов и изделий с чувствительностью 0,0005 альфа-распадов с см² в час и исследованы оптимальные режимы его работы. Сборочный чертёж прибора дан в приложении 6.

Прибор состоит из следующих частей:

1. Рабочая камера,
2. Система напуска рабочего газа,
3. Блок детекторов,
4. Система перемещения детекторов,
5. Блок питания,
6. Блок обработки сигнала,
7. Столик для лотка,
8. Лотки для образцов,
9. Загрузочный шлюз,
10. Блок сбора-хранения информации,
11. Программное обеспечение.

Корпус рабочей камеры выполнен из стали марки Ст. 3, и имеет габаритные размеры 900 х 700 х 470 мм. Камера имеет герметически закрывающуюся дверцу из нержавеющей стали, которая постоянно

поджимается пружинными контактами после её фиксации в положении - закрыто.

Камера снабжена системой напуска газа, через которую подаётся рабочая газовая смесь – аргон + 10% метана. Чистота рабочего газа: аргона – 99,999, метана – 99,995. Подача газа осуществляется от газового баллона через кран, расположенный в нижней части камеры.

Блок детекторов расположен внутри рабочей камеры прибора на расстоянии 100 – 200 мм от верхней стенки камеры. Блок состоит из двух сеточных детекторов, расположенных на расстоянии 110 мм друг от друга. Каждый из детекторов представляет собой две стальные рамки, на которых натянуты проволочные сетки. Расстояние между сетками составляет 5 мм и может быть увеличено до 10 и 15 мм. Конструкция рамок позволяет натягивать проволочные сетки, как из золочёного вольфрама, так и из электролитической меди диаметром 0,02 – 0,03 мм. Провода сеток с одного края припаяны к токоподводам, и с этой стороны на 100 мм покрыты изолирующим низко альфа-активным покрытием вместе с токоподводами для обеспечения электроизоляции. С другой стороны натяжение проволок осуществляется с помощью резины тонкого сечения, которая также обеспечивает электроизоляцию. Через токоподводы сетки соединены с блоком питания и блоком обработки сигнала.

Блок детекторов снабжён системой перемещения в вертикальном направлении. Перемещение осуществляется шаговыми двигателями ДШИ-200-3-1, управляемыми дистанционно от компьютера. Система перемещения обеспечивает установку заданного расстояния между детектором и образцом в режиме измерения активности образца (нижнее положение) и переход в режим измерения фона прибора (верхнее положение).

Блок питания детекторов расположен снаружи рабочей камеры, на её задней стенке, и находится в едином корпусе с блоком обработки сигнала. Блок высоковольтного питания выполнен с выходом на качественный конденсатор с периодической его подзарядкой импульсами высокой частоты.

Схемотехнически на аноды двух датчиков пропорциональных счётчиков подано высокое напряжение с положительного вывода блока регулируемого высоковольтного питания. Блок имеет два регулируемых независимо выхода на напряжения от 0,5 до 2,5 кВ.

С целью уменьшения фона прибора было принято решение изменить схему включения электродов детектора, подав высокое отрицательное напряжение на катоды детекторов. Тогда электроны, образовавшиеся в рабочем газе в пространстве между катодом и активной стенкой камеры, не попадут на анод детектора. Для этого внесены изменения в конструкцию детектора и блока высоковольтного питания. Блок высоковольтного питания доработан также с целью снижения уровня помех, создаваемых самим блоком.

В блоке обработки сигнала сигнал с анодов поступает на усилители, затем на формирователи импульсов, и далее – на схему антисовпадений. Усилитель сигнала датчика имеет коэффициент усиления 1000 и работает с входным сигналом от 0,2 до 50 мВ. Формирователи импульсов имеют регулируемый нижний порог от 0 до 1 В, что позволяет регистрировать сигналы только от альфа-частиц с энергией более 1 МэВ. С выхода схемы антисовпадений сигнал поступает на счётчик импульсов, информация с которого поступает в блок сбора-обработки информации.

Блок сбора-хранения-обработки информации представляет собой персональный компьютер (Pentium II, 64 Мб, HDD 4Гб), соединённый с блоком обработки сигнала и системой перемещения детекторов.

Столик для лотка неподвижно закреплён на нижней стенке внутри рабочей камеры. Столик обеспечивает фиксированное расстояние 100 мм между лотком и нижней стенкой.

Лоток для образцов размерами 550 на 270 мм выполнен из полированного оргстекла. Образец максимальной площади перекрывает лоток на 5 мм с каждой стороны.

Рабочая камера прибора оборудована загрузочным шлюзом для уменьшения времени подготовки прибора к измерениям и предотвращения

загрязнения детекторов во время загрузки образцов. Шлюз обеспечивает стыковку рабочей камеры со сменными загрузочной камерой и камерой для мойки блока детекторов.

Программно-аппаратное обеспечение для низкофоновых газовых пропорциональных счётчиков имеет следующие возможности [91]: считать импульсы определённого диапазона энергий и заданного диапазона длительностей; иметь возможность стыковки массивов последовательных измерений фона или образца при их попеременном измерении. Программа имеет возможность задать:

- временной интервал: $1 \div 600$ минут;
- продолжительность измерения: $1 \div 240$ часов;
- интервал регистрируемых энергий: $0,5 \text{ МэВ} \div 10 \text{ МэВ}$;
- уровень фона;
- коэффициент эффективности;
- площадь образца.

Программа может выводить в графическом виде следующие типы данных:

- активность источника (импульсов за интервал);
- активность источника в заданном диапазоне энергий (учитываются только импульсы в определенном интервале энергий);
- спектр энергий;
- спектр энергий за отдельные интервалы времени.

Программа позволяет выборочно включать и выключать временные интервалы на гистограмме активности, с соответствующим автоматическим пересчётом среднего, активности и спектров.

Данные об импульсах хранятся в двухмерном массиве. Каждая ячейка массива содержит информацию о количестве импульсов данного интервала энергий за данный период времени. Подобный принцип хранения позволяет

делать произвольные выборки данных, хотя и предполагает избыточный расход памяти. Но для возможностей современных компьютеров это не представляет большой проблемы.

Связь с аппаратурой осуществляется через стандартный последовательный порт компьютера: RS-232.

Программа позволяет включать тестовый сигнал с аппаратной части для контроля работоспособности системы.

Программа работает под операционной системой Microsoft Windows 98, 2000.

Так как программа работает в круглосуточном режиме, то во избежание сбоев компьютер должен быть протестирован на надежность. Обязательно использование резервного источника питания. Нежелательна установка на используемом ПК крупных программных пакетов (например Microsoft Office), так – как замечено, что их наличие снижает надежность системы.

Программа написана в среде Microsoft Visual Studio 6.0 на языке программирования C++, с применением библиотеки MFC.

3.7. Тестирование опытного образца прибора

После полной сборки и очистки прибора и подключения газовой системы отладка прибора была начата с настройки работы второго, а затем первого детектора. Сигналы детекторов имеют следующие характеристики: длительность регистрируемого импульса – 5 мс, длительность переднего фронта регистрируемого импульса не менее 50 нс.

Первый, расположенный ближе к образцу, детектор на время настройки второго детектора был демонтирован. Для настройки использовался стандартный источник альфа-излучения Pu 239 (5,15 МэВ; 1,59 импульсов в секунду). С этим источником сняты счётные характеристики детектора и выбрано рабочее напряжение высоковольтного питания 850 В для

детектирования альфа-частиц с энергиями от 1 до 10 МэВ. Аналогичная процедура проведена с первым детектором. Счётная характеристика снималась при расстоянии детектор – образец 5 мм. При удалении детектора от образца на 100 мм уровень счёта становился фоновым. Для каждого прибора проведены по пять серий измерений. Усреднённая счётная характеристика первого детектора приведена на рисунке 12. Длина плато составила 200 В (от 750 В до 950 В), наклон плато - 0,04 % на 1 В.

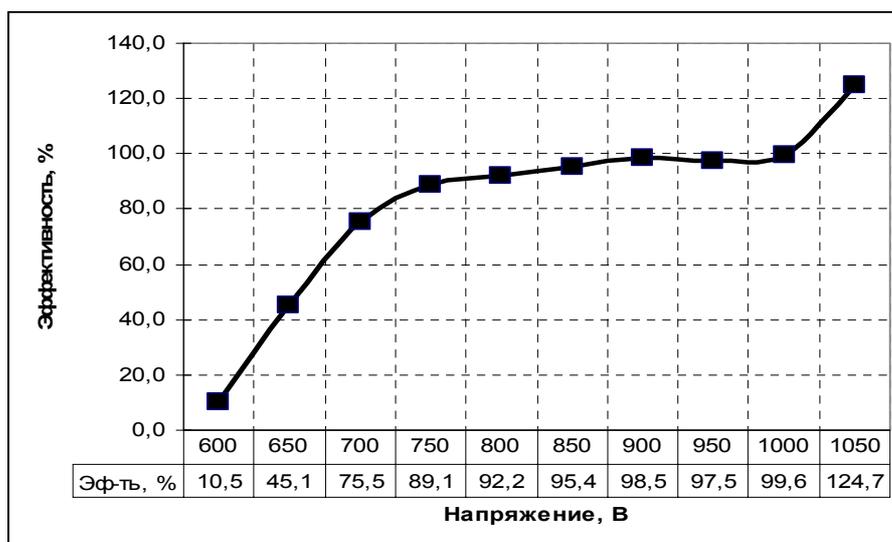


Рисунок 12 - Счётная характеристика первого детектора

Эффективность счёта при выбранном высоковольтном напряжении проверялась в пяти точках по поверхности детектора. По результатам замеров выявлено, что эффективность счёта в различных точках детектора отличается не более, чем на 5-7%. Различия в эффективности могут определяться геометрическими факторами. При расположении образца напротив центра детектора 100% вылетевших частиц детектируются, а при краевом расположении – 90-95%.

Были проведены измерения фона при полностью активной поверхности детектора - без электрической изоляции проводников анода на 100 мм с каждой стороны. В данном случае, при использовании альфа-активных материалов корпуса и деталей детектора, фоны различались в 500-1000 раз (рисунки 13, 14).

Кроме того, были проведены измерения для первого и второго детекторов со стандартным источником из природного урана $U\ 238$ (4,2 МэВ; 3,52 импульсов в секунду) и источником из особо чистого свинца ER4 большой площади (1560 см², 199 импульсов в час) (рисунок 15).

На следующем этапе настройки был установлен уровень ограничения сигнала в двух каналах регистрации таким образом, чтобы детектировались сигналы только от альфа-частиц с энергией выше 1 МэВ, что является принципиальным требованием к приборам для измерения низкой альфа-активности материалов для микроэлектроники. Метод настройки описан в разделе 2.2.4.

Также была проведена настройка схемы антисовпадений. Совпадение двух сигналов с детекторов наблюдались примерно с частотой фона космического излучения, то есть были на уровне 0,001 $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$.

С целью перспективного расширения возможностей прибора как спектрометра принято решение использовать в блоке обработки сигнала двухканальный восьмиразрядный АЦП, связанный с компьютером, что соответствует разрешению по амплитуде сигнала 40 кэВ. Пример спектральной характеристики стандартного источника альфа-излучения $Pu\ 239$ (5,15 МэВ; 1,59 импульсов в секунду), полученной на приборе приведён на рисунке 16.

Изучение оптимальных режимов работы прибора позволило установить следующее [88]:

- конструкция прибора обеспечивает низкий собственный фон прибора на уровне не более 0,6 отсчётов/час при применении схемы антисовпадений,
- конструкция прибора позволяет вести попеременный счёт фона и активности образца без вскрытия камеры прибора,
- при рабочем напряжении на детекторах 850 В возможно уверенно установить нижний энергетический порог детектирования альфа-частиц прибором на уровне 1 МэВ.

Файл: Измерение Mart-03.alm

Начало измерения: 03.03.2006 16:17:13
Средняя скорость (а/час): 610,2000
Активность а/(час*см2): 0,4068
Номер текущего интервала: 66
Коэффициент эффективности: 0,95
Площадь образца: 1500 см2
Уровень фона: 0 а/час
Временной интервал: 1 мин.

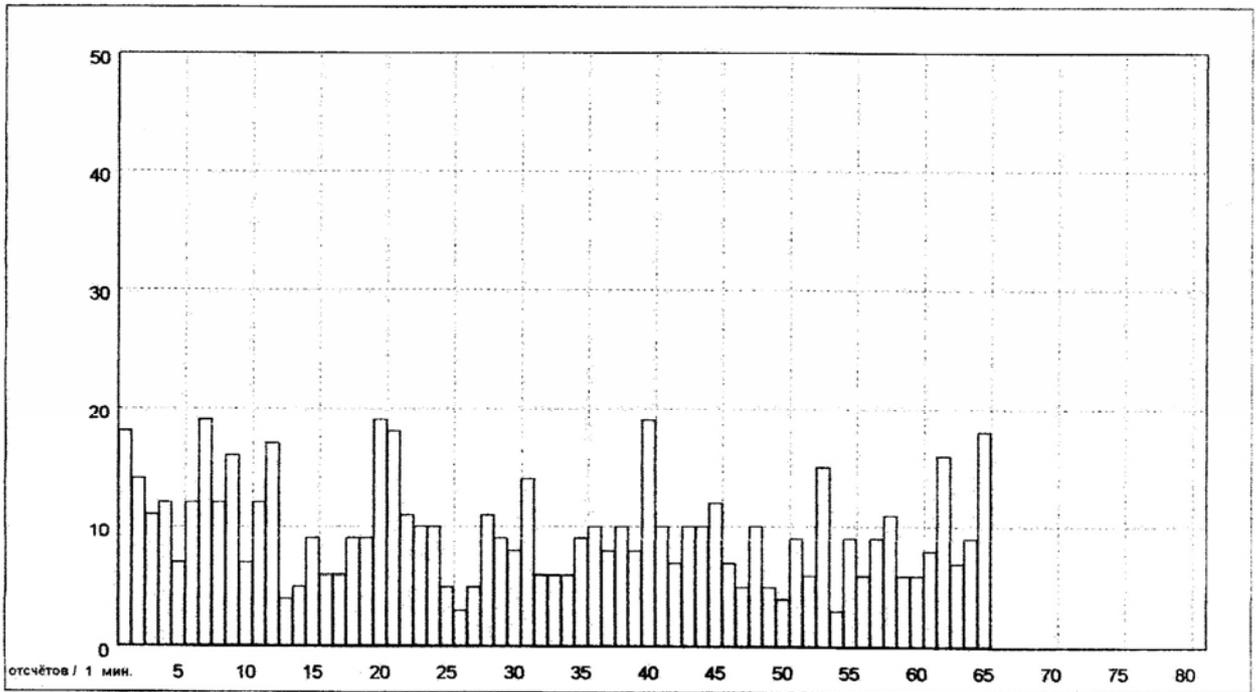


Рисунок 13 - Фон прибора без изоляции электродов

Файл: Измерение Mart-17.alm

Начало измерения: 17.03.2006 15:55:13
Средняя скорость (а/час): 0,5847
Активность а/(час*см2): 0,0003
Номер текущего интервала: 73
Коэффициент эффективности: 0,95
Площадь образца: 1500 см2
Уровень фона: 0 а/час
Временной интервал: 60 мин.

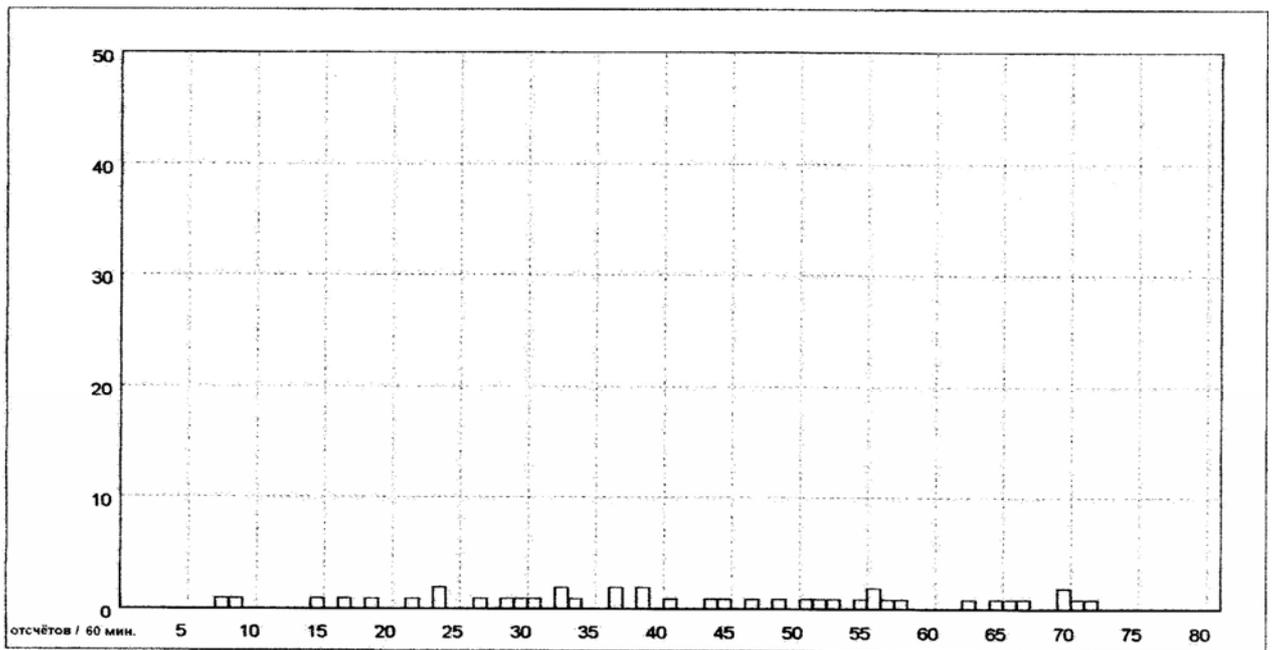


Рисунок 14 - Рабочий фон прибора

Файл: Измерение Mart-24.alm

Начало измерения: 24.03.2006 16:26:31
Средняя скорость (а/час): 195,0000
Активность а/(час*см2): 0,2046
Номер текущего интервала: 77
Коэффициент эффективности: 0,95
Площадь образца: 1000 см2
Уровень фона: 0,5847 а/час
Временной интервал: 1 мин.

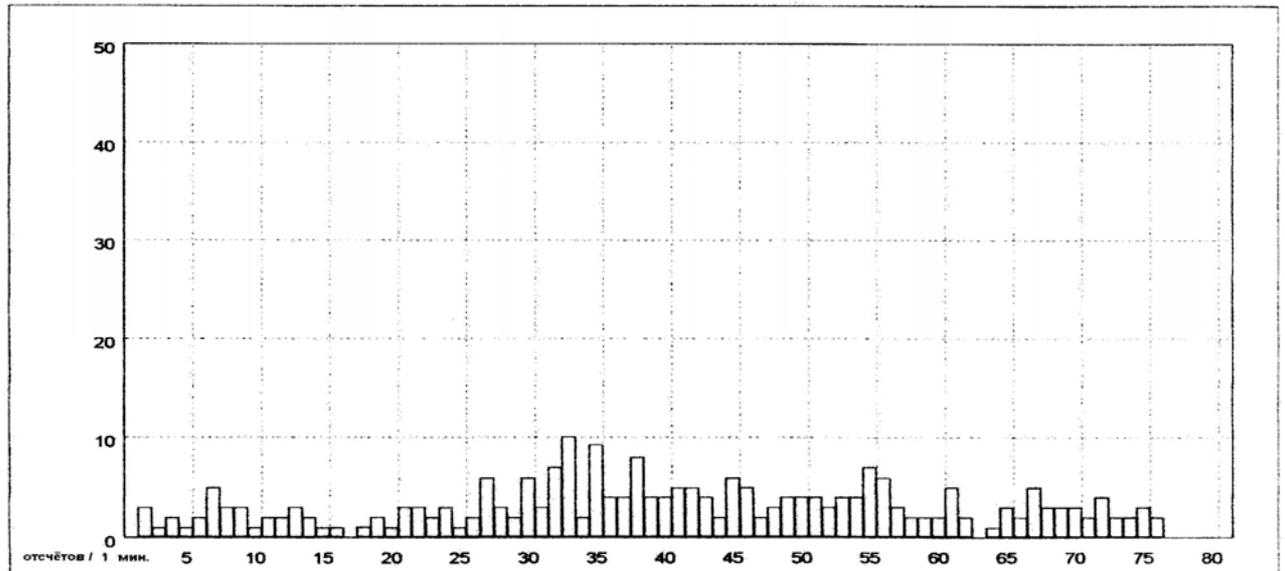


Рисунок 15 - Измерение альфа-активности калибровочного источника ER4

Файл: Измерение Mart-23.alm

Начало измерения: 23.03.2006 15:12:03
Средняя скорость (а/час): 5437,8000
Активность а/(час*см²): 5723,3845
Номер текущего интервала: 16
Коэффициент эффективности: 0,95
Площадь образца: 1 см²
Уровень фона: 0,5847 а/час
Временной интервал: 1 мин.

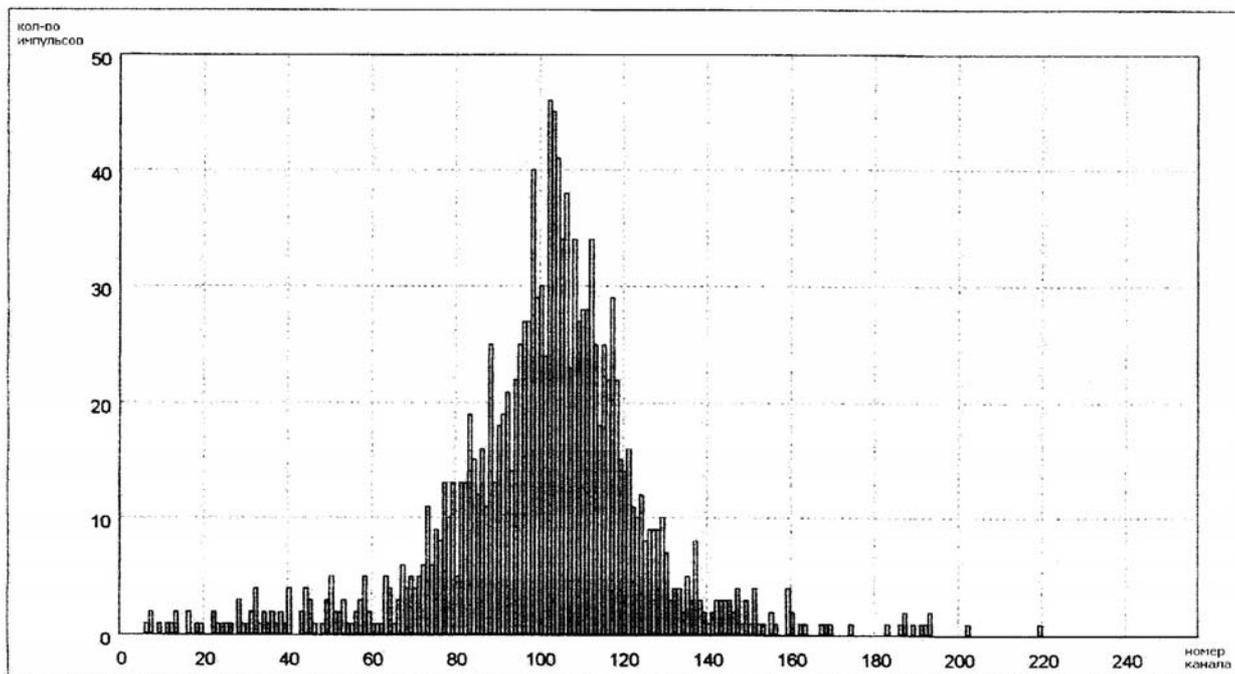


Рисунок 16 - Зависимость количества отсчётов от амплитуды сигнала для источника Pu 239 (5,15 МэВ; 1,59 импульсов в секунду)

Вид рабочей камеры прибора с установленным блоком детекторов показан на рисунке 17.

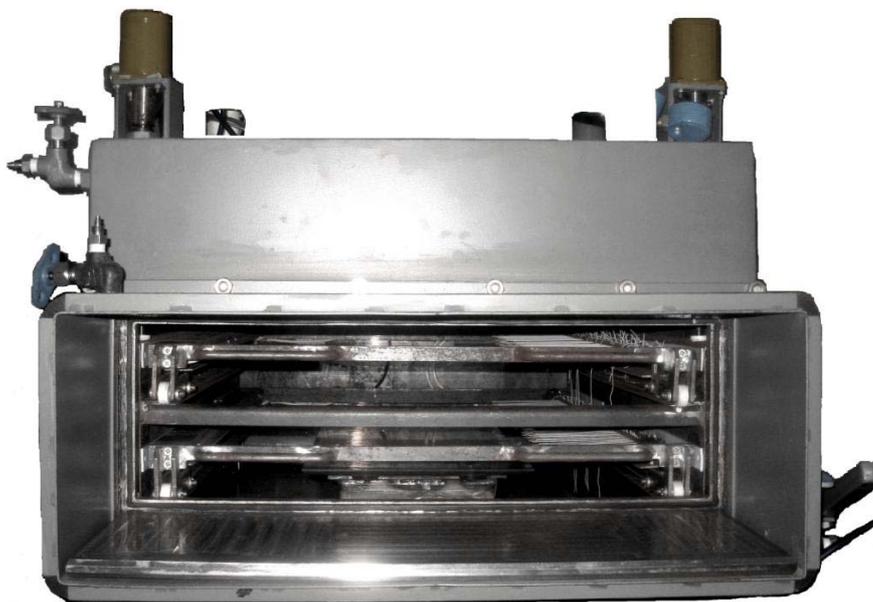


Рисунок 17 - Рабочая камера опытного образца прибора с установленным блоком детекторов

Нижний предел детектирования прибора, рассчитанный согласно Методики измерения низкой альфа-активности образцов, приведённой в приложении 3, при 24 часах измерения составляет $0,0004 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$.

Такой уровень рабочего фона прибора позволяет достоверно измерять активность образца $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ площадью 1500 см^2 за 5 часов.

Таким образом, в результате исследования впервые был создан измеритель уровня альфа-излучения материалов и изделий с чувствительностью ниже $0,0005 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ в час и рабочей площадью 1500 см^2 .

Основные преимущества прибора:

- низкий фон ($0,6$ отсчетов/ см^2);
- высокая чувствительность ($0,0004 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$);
- быстрота измерения ультра низких значений альфа-активности образца (5 часов при активности $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ и площади 1500 см^2).

Эффективность применения прибора определяется его высокой чувствительностью, большой площадью и низким собственным фоном. Прибор может применяться для измерения ультранизкой альфа-активности материалов микроэлектроники, геологических и экологических образцов.

3.8. Разработка калибровочного источника

При создании низко альфа-активного калибровочного источника следует учитывать, что для нужд микроэлектронной промышленности, в основном, измеряют альфа-активность кремния, свинца, олова, припойных сплавов, порошков монооксида свинца и сплавов свинец-олово.

Активность порошков измеряют с помощью специального лотка, который до края бортиков заполняют порошком и запечатывают майларовой плёнкой. Кремний исследуют непосредственно в готовых пластинах монокристаллов.

Особую проблему вызывает изготовление образцов металлов и сплавов для измерения их поверхностной альфа-активности. Идеальный образец может быть получен в контролируемой не альфа-активной атмосфере при использовании альфа-неактивных инструментов и приборов по методикам, не вызывающим загрязнение как объема образца, так и его поверхности.

Однако основным критерием при выборе материала калибровочного источника является соответствие его альфа-активности требуемому уровню и стабильность этой активности вне зависимости от партии материала.

В ходе исследований были измерены плоскопараллельные литые слитки олова и свинца, а также пластины из меди марки М0к с вакуумным напылением активного вещества толщиной 40 мкм.

Исследования показали, что при низкой средней альфа-активности олово проявляет низкую стабильность результатов измерений от одной партии к другой. Собственная активность олова достигает уровня $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$,

поэтому приготовление из него калибровочного источника потребует больших временных, а значит и финансовых, затрат, так как партии олова не сертифицируются производителями по уровню альфа-активности.

Плоскопараллельные слитки свинца показали высокую стабильность измеряемой активности в зависимости как от времени измерения, так и от партии материала. По результатам измерений установлено, что средняя активность источника из свинца партии ER4 составляет $0,2 \pm 0,006 \text{ } \alpha/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$, что соответствует требованиям к калибровочному источнику для экспрессного определения эффективности счёта прибора.

Исследование свойств источника низко альфа-активного свинца на основе медных пластин требует гораздо более длительных измерений, так как средняя активность напылённых пластин составила $0,001 \pm 0,0005 \text{ } \alpha/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$.

Для исследования характеристик калибровочного источника были отлиты плоскопараллельные пластины низко альфа-активного свинца серии ER4, изготовленного ЗАО «Чистые технологии» в 1999-2000 годах. Свинец серии ER4 сертифицирован на альфа-активность $0,2 \pm 0,006 \text{ } \alpha/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$, которую стабильно показывает в сериях измерений в течение 4,5 лет. После изготовления образцы этой партии показывали классический распад остаточного Pb-210, а затем стабильную сертифицированную активность.

В ходе проведения работ проводились тестовые сравнительные измерения образцов свинца серии ER4 площадью порядка 500 и 1000 см². С учетом относительно высокой альфа-активности источника, измерения проводились сериями по 12-24 часа одновременно на двух измерительных установках: газовом пропорциональном счетчике фирмы “Alpha Sciences”, США, и на разработанном и созданном новом измерителе низкой альфа-активности материалов.

Программа сравнительного тестирования образцов включала в себя следующие этапы:

1. Изготовление двух образцов площадью порядка 1000 см² путем литья низко-активного свинца в изложницы. Для каждого образца свинец из

одного тигля последовательно разливается в восемь изложниц с последующим охлаждением в обеспыленной атмосфере. Таким образом, каждый образец представлен восемью слитками, составная площадь которых 1000 см^2 .

2. Измерение собственного фона установок в течение 6-12 часов.
3. Одновременное экспресс-тестирование альфа-активности полученных образцов на двух установках в течение 6-12 часов.
4. Расчет средней активности каждого образца с учетом фона установок и сравнительный анализ результатов.
5. Измерение собственного фона установок в течение 12-24 часов.
6. Разделение каждого образца по четыре слитка общей площадью порядка 500 см^2 и одновременное измерение альфа-активности половин одного образца на двух установках.
7. Расчет средней активности каждой половины образца с учетом фона установок и сравнительный анализ результатов.
8. Расчет степени стабильности показателей альфа-активности для одного образца на разных установках и для двух образцов, изготовленных из свинца одной серии.
9. Упаковка исследованных образцов вакуумно в пакеты из полиэтилена высокого давления и их хранение в течение не менее одного месяца в стандартных условиях ($20 \pm 2^\circ\text{C}$, влажность 60%).
10. Повторное экспресс-тестирование образцов после хранения по описанной выше процедуре.
11. Сравнение результатов измерений и очистка поверхности образцов методом травления в 1% азотной кислоте.
12. Повторное экспресс-тестирование образцов после очистки по описанной выше процедуре.

Было проведено 2 серии сравнительного тестирования калибровочных источников ER4 по описанной выше программе (таблица 15) [88].

Анализ результатов проведенного сравнительного тестирования образцов серии ER4 показал высокую стабильность измеряемого излучения как для

одного образца (стабильность по площади), так и для двух различных образцов (стабильность процесса изготовления источников). Отклонение альфа-активности в параллельных измерениях для одного образца не превысило 5%, а для двух различных образцов – 7%.

Выявлена также низкая степень загрязнения источников серии ER4 после хранения в стандартных условиях: увеличение альфа-активности не превысило 15%.

Следует отметить также, что после очистки поверхности активность источников восстановилась практически до исходной.

Таким образом, калибровочный источник серии ER4 с нормой активности $0,2 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ (среднее значение $0,1992 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$) показал высокие эксплуатационные характеристики (стабильную альфа-активность и уверенное восстановление параметров после очистки) и стабильность технологии изготовления.

Также в ходе исследований было проведено две серии сравнительного тестирования калибровочных источников серии НМ0к, представляющих собой пластины из меди марки М0к с вакуумным напылением низко альфа-активного свинца толщиной 40 мкм с активностью $0,001\pm 0,0005 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, по описанной выше программе (Таблица 16).

Напыление свинца на медные пластины производилось в вакууме. В качестве напыляемого покрытия был выбран ультра низко альфа-активный свинец одной серии, произведенный ЗАО «Чистые технологии» в 2001 году. Из одного образца свинца напылялось одновременно восемь пластин общей площадью 1000 см^2 .

Свинец этой серии сертифицирован на альфа-активность по норме $0,001\pm 0,0005 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, которую стабильно показывает в сериях измерений в течение трёх лет в литых образцах.

Для установления такой низкой альфа-активности источника длительность измерений на каждом этапе программы была увеличена до 5 и 10 суток соответственно площади источника.

Результаты сравнительного тестирования
калибровочных источников серии ER4

Серия	Пар-ры	исходный				хранение				очистка			
		Образец 1		Образец 2		Образец 1		Образец 2		Образец 1		Образец 2	
		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
1	$\alpha, 10 \cdot \alpha / (\text{час} \cdot \text{см}^2)$	2,07	2,094	1,908	1,90	2,242	2,236	2,30	2,294	2,08	2,102	1,896	1,888
	$\pm \Delta, \alpha / (\text{час} \cdot \text{см}^2)$	0,02	0,023	0,019	0,023	0,027	0,025	0,025	0,028	0,025	0,020	0,022	0,027
	Откл-е от нормы, %	3,5	4,7	4,6	5,0	12,1	11,8	15	14,7	4,0	5,1	5,2	5,6
2	$\alpha, 10 \cdot \alpha / (\text{час} \cdot \text{см}^2)$	1,916	1,904	2,068	2,078	2,224	2,234	2,276	2,286	1,902	1,894	2,080	2,094
	$\pm \Delta, \alpha / (\text{час} \cdot \text{см}^2)$	0,021	0,021	0,023	0,024	0,027	0,027	0,026	0,027	0,023	0,023	0,025	0,025
	Откл-е от нормы, %	4,2	4,8	3,4	3,9	11,2	11,7	13,8	14,3	4,9	5,3	4,0	4,7

Таблица 16

Результаты сравнительного тестирования
калибровочных источников серии НМ0к.

Серия	Пар-ры	исходный				хранение				очистка			
		Образец 1		Образец 2		Образец 1		Образец 2		Образец 1		Образец 2	
		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
1	$\alpha, 10^3 \cdot \alpha / (\text{час} \cdot \text{см}^2)$	0,842	0,837	1,170	1,167	1,840	1,800	1,920	2,010	1,520	1,560	1,710	1,74
	$\pm \Delta, 10^3 \cdot \alpha / (\text{час} \cdot \text{см}^2)$	0,176	0,175	0,245	0,245	0,386	0,378	0,401	0,402	0,304	0,312	0,342	0,346
	Откл-е от нормы, %	15,8	16,3	17,0	16,7	84,0	80,0	92,0	101,0	52,0	56,0	71,0	74,0
2	$\alpha, 10^3 \cdot \alpha / (\text{час} \cdot \text{см}^2)$	1,169	1,163	0,843	0,840	1,970	1,910	1,760	1,810	1,740	1,700	1,620	1,740
	$\pm \Delta, 10^3 \cdot \alpha / (\text{час} \cdot \text{см}^2)$	0,234	0,233	0,169	0,168	0,394	0,382	0,354	0,362	0,348	0,340	0,324	0,348
	Откл-е от нормы, %	16,9	16,3	15,7	16,0	97,0	91,0	76,0	81,0	74,0	70,0	62,0	58,0

Анализ результатов проведенного сравнительного тестирования образцов серии НМ0к показал высокую стабильность измеряемого излучения как для

одного образца (стабильность по площади), так и для двух различных образцов (стабильность процесса изготовления источников). Отклонение альфа-активности в параллельных измерениях для одного образца не превысило 7%, а для двух различных образцов – 12%.

Однако выявлена высокая степень загрязнения источников серии НМ0к после хранения в стандартных условиях: увеличение альфа-активности превысило 100%.

Следует отметить, что загрязнение связано, в том числе, с высокой степенью окисления пористой напыленной поверхности. Потемнение поверхности источника вследствие окисления визуально наблюдается уже через три недели хранения. Попытка промывки и травления поверхности не дает ощутимых результатов, и после очистки поверхности активность источников не восстановилась. Кроме того, в процессе напыления свинца может нарушаться равновесие в ряду распада Pb-210, что приводит к аномальным изменениям альфа-активности полученного таким образом источника.

Таким образом, калибровочный источник серии НМ0к с нормой активности $0,001 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ показал высокую стабильность показателей альфа-активности и технологии изготовления, но низкие эксплуатационные характеристики (невозможность длительного хранения).

В ходе исследований была также изучена возможность изготовления калибровочного источника активностью порядка $0,005 \text{ } \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ из меди марки М0к. Была исследована одна серия из трёх образцов медных пластин площадью 1000 см^2 каждый. Поверхность подготавливалась путем предварительного отжига и охлаждения в вакууме и трехстадийного травления.

Анализ результатов проведенного сравнительного тестирования образцов серии М0к показал высокую стабильность измеряемого излучения для образцов одной партии: отклонение альфа-активности в параллельных измерениях не превысило 6%. Но для образцов различных партий меди отклонение достигло

104% (Таблица 17). Это связано с тем, что альфа-активность меди даже высокой степени химической чистоты не гарантируется технологическим процессом ее изготовления и не является сертифицируемым параметром.

Поэтому, чистые медные пластины не могут являться калибровочным источником для установок измерения низкой альфа-активности материалов.

В развитие установленной программы исследований по настоящему проекту была также рассмотрена возможность создания калибровочного источника низкой альфа-активности на основе алюминизированной майларовой пленки ($0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$), применяемой, в частности, в качестве электрода в некоторых поверхностных газовых пропорциональных счетчиках.

Для исследований были изготовлены три образца путем натяжения и приклеивания майларовой пленки на стандартный лоток измерительной установки. При этом предварительно фон установки измерялся с этим лотком.

Все образцы показали высокую стабильность показателей альфа-активности - отклонение альфа-активности в параллельных измерениях для одного образца не превысило 6%.

Таблица 17

Результаты сравнительного тестирования калибровочных источников серии М0к и из алюминизированного майлара

Серия	Параметры	Образец 1		Образец 2		Образец 3	
		1	2	1	2	1	2
М0к	$\alpha, 10^3 \cdot \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$	5,80	5,55	10,20	9,90	7,85	8,10
	$\pm \Delta, 10^3 \cdot \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$	1,16	1,11	2,04	1,98	1,57	1,62
	Откл-е от нормы, %	16,0	11,0	104,0	98,0	57,0	62,0
Al майлар	$\alpha, 10^3 \cdot \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$	1,08	1,12	1,16	1,10	1,11	1,14
	$\pm \Delta, 10^3 \cdot \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$	0,216	0,224	0,232	0,220	0,222	0,228
	Откл-е от нормы, %	8,0	12,0	16,0	10,0	11,0	14,0

Но первые 10-12 часов измерений, даже после стандартной 4-часовой продувки камеры установки, наблюдались сначала рост, а затем медленное

уменьшение счета альфа-частиц. Это связано с тем, что между лотком и пленкой остается воздух, активность которого велика. Выпадание дочерних продуктов распада и постепенное замещение воздуха рабочим газом и дает такую картину. Приготовление источника в пристыкованном к установке загрузочном боксе, наполненном рабочим газом, невозможно, так как майларовая пленка очень тонкая и требует большой точности манипуляций. Кроме того, алюминизированный майлар такого качества имеет высокую стоимость, что также ограничивает его применение для изготовления калибровочных источников альфа-активности.

Проведённые исследования показали следующее:

1. Калибровочный источник, представляющий собой плоскопараллельные слитки свинца ER4 с активностью $0,2 \pm 0,006 \alpha/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$ показывают высокую стабильность измеряемого альфа-излучения (отклонения альфа-активности не превышали 5% за 4,5 года).

2. Очистка калибровочного источника ER4 путем травления его поверхности позволяет восстановить исходную альфа-активность после загрязнения или окисления на воздухе.

3. Калибровочный источник, представляющий собой пластины из меди марки M0к с вакуумным напылением низко альфа-активного свинца толщиной 40 мкм с активностью $0,001 \pm 0,0005 \alpha/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$ в долговременных измерениях показывают высокую стабильность измеряемого альфа-излучения, но при хранении напыленный слой легко окисляется и загрязняется, что приводит к невозможному повышению альфа-активности.

4. Очищенные пластины из меди марки M0к также могут использоваться в качестве калибровочного источника с активностью порядка $0,005 \alpha/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$, но они очень неоднородны по активности в зависимости от партии выпуска, так как альфа-активность не является контролируемым параметром при производстве меди.

5. Разработан дополнительно вид калибровочных источников, представляющих собой майларовую пленку с напылением высокочистого

алюминия с активностью порядка $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, который также показал долговременную стабильность измеряемой активности. Однако при высоких эксплуатационных характеристиках этот вид калибровочного источника имеет существенный недостаток – обусловленную конструкцией необходимость длительной предварительной продувки образца рабочим газом.

ВЫВОДЫ:

1. В результате применения разработанной методики измерения сверхнизко альфа-активных ($0.005 - 0.001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$) материалов микроэлектроники на детекторах модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.”, США, выявлена необходимость создания нового прибора для измерения альфа-активности с меньшим собственным фоном (не более $0.001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$) и большей рабочей площадью (не менее 1500 см^2), позволяющего вести длительный попеременный счёт активности фона и образца.

2. Для достижения требуемых параметров создана конструкция прибора для измерения низкой и ультра низкой альфа-активности, на которую авторами получен патент РФ [85].

3. В процессе исследований конструкционных и упаковочных материалов впервые измерена альфа-активность АБС-пластика, оргстекла, полиэтилена, полипропилена, стали различных марок, фторопласта, силиконового герметика, медной и вольфрамовой проволоки.

4. На основе изобретения разработан и изготовлен опытный образец газового пропорционального счётчика для измерения уровня альфа-излучения материалов и изделий с собственным фоном 0,6 отсчётов в час при рабочей площади детектора 1500 см^2 .

5. Впервые достигнута чувствительность многопроволочной газовой пропорциональной камеры ниже $0,0005$ альфа-распадов с см^2 в час.

6. Разработаны два вида калибровочных источников: плоскопараллельные слитки свинца ER4 с активностью $0,2 \pm 0,006 \alpha/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$ и пластины из меди марки М0к с вакуумным напылением активного вещества толщиной 40 мкм с активностью $0,001 \pm 0,0005 \alpha/(\text{час} \cdot \text{см}^2)$.

7. Стабильность свойств источника ER4 позволяет рассматривать его в качестве прототипа калибровочного источника альфа-излучения для низкофоновых газовых пропорциональных счётчиков большой площади.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Измерение низкой и ультра низкой альфа-активности материалов микроэлектроники становится всё более актуальным с уменьшением топологии интегральных схем. Входному контролю подвергается всё больший ассортимент материалов с постоянно уменьшающимся уровнем допустимой альфа-активности.

Современные технологии микроэлектроники требуют применения материалов с альфа-активностью порядка $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$ и ниже, тогда как существующие измерители альфа-активности обеспечивают предел детектирования на уровне $0,002 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$.

Кроме того, необходимость применения таких приборов возникает на производстве – при выходном и входном контроле материалов микроэлектроники. Условия производственной лаборатории предъявляют свои специфические требования и к техническим, и к пользовательским характеристикам приборов. Поэтому использование существующих лабораторных приборов на производстве требует разработки специальных методик их применения.

В ЗАО «Чистые технологии» с 1998 года применяется газовый пропорциональный счётчик модели 1950, “Alpha Sciences Inc.” (США), для которого разработана методика производственного контроля низкой и сверх низкой альфа-активности материалов микроэлектроники. Эта методика обеспечивает производственный контроль альфа-активности выпускаемой продукции с необходимой достоверностью.

Исследование конструкции и эксплуатационных характеристик газового пропорционального счётчика модели 1950 показало невозможность его применения для контроля ультра низкой альфа-активности материалов ниже $0,001 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$. Поэтому, на основе проведённых в 1999 – 2003 гг. исследований в ЗАО «Чистые технологии» был разработан и спроектирован опытный образец газового пропорционального счётчика для измерения уровня

альфа-излучения материалов и изделий с чувствительностью 0,0005 альфа-распадов с см^2 в час.

К отличительным достоинствам созданного прибора можно отнести его низкий собственный фон (0,6 отсчётов в час) при большей обычной рабочей площади (1500 см^2).

В данной диссертационной работе получены следующие результаты:

1. Выявлена проблема неконтролируемой систематической погрешности существующих серийных газовых пропорциональных счётчиков альфа-частиц большой площади.

2. Разработан метод измерения спектральной чувствительности счётчиков альфа-излучения.

3. Выявлена чувствительность газовых пропорциональных счётчиков модели 1950, "Alpha Sciences Inc." (США) к альфа-частицам с энергией менее 1 МэВ.

4. Установлены принципы формирования однородных, с точки зрения измерения альфа-активности, партий литых и формованных низко альфа-активных свинца, олова и их сплавов, порошков металлов и их оксидов.

5. Экспериментально определены коэффициенты эффективности счёта альфа-частиц для формованных образцов различных геометрических форм.

6. Разработана и внедрена методика производственного контроля низкой и сверх низкой альфа-активности материалов микроэлектроники.

7. Создана конструкция низкофонового детектора альфа-частиц большой площади.

8. Экспериментально определена альфа-активность АБС-пластика, оргстекла, полиэтилена, полипропилена, стали различных марок, фторопласта, силиконового герметика, медной и вольфрамовой проволоки, моющих технологических растворов и протирачного материала.

9. Разработан и изготовлен опытный образец газового пропорционального счётчика для измерения уровня альфа-излучения

материалов и изделий с собственным фоном 0,6 отсчётов в час при рабочей площади детектора 1500 см²;

10. Разработан калибровочный источник альфа-излучения для низкофоновых газовых пропорциональных счётчиков большой площади с активностью $0,2 \pm 0,006 \alpha / (\text{час} \cdot \text{см}^2)$.

СПИСОК ЦИТИРОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. **May T.C.** Alpha-Particle-Inducted Soft Errors in Dynamic Memories/ May T.C., Woods M.H. // IEEE Trans. on Electron Devices. – 1979. - v.26. – P.2-9.
2. **Барабанов И.Р.** Измерение времени дрейфа электронов в электрическом поле цилиндрического пропорционального счётчика / Барабанов И.Р., Гаврин В.Н., Захаров Ю.И. // ПТЭ. – 1983. - № 1. - с. 73–76.
3. **Хусаинов А.Х.** Полупроводниковые детекторы и спектрометрические приборы на их основе. / Хусаинов А.Х. // Юбилейный сборник трудов ПИЯФ "ПИЯФ XXV". - 1996. – т. 2. - С. 166-170.
4. **Манчук В.А.** Полупроводниковый радиометр-спектрометр для определения поверхностной загрязнённости альфа-радиоактивными веществами / Манчук В.А., Петушков А.А. // Атомная энергия. – 1976. - т. 40. вып. 3. - с. 11-15.
5. **Jagoda N.** The Apollo Alpha Spectrometer / Jagoda N. et al. // IEE Trans. Nucl. Sci. - 1973. – v. NS-20. - № 1. - P. 90-98.
6. **Lyons Daniel.** Sun Screen / Danie Lyons // Forbes.com Inc. - Nov. 13, 2000. -<http://www.forbes.com/global/2000/1113/0323026a.html>. – Title from screen.
7. **Cisco 12000 Single Event Upset Failures Overview and Work Around Summary** // Cisco Systems, Inc. - Aug. 15, 2003. - <https://www.cisco.com/en/US/ts/fn/200/fn25994.html>. – Title from screen.
8. **Сантарини М.** Космические излучения вторгаются в процесс разработки ASIC и SoC./ М. Сантарини // Chip News.- 2005. - № 6 (99). – С. 22-27.
9. **Mastipuram Ritesh.** Soft errors' impact on system reliability / Mastipuram, Ritesh, Edwin C. Wee // EDN. - Sept. 30, 2004. - P.69-74.
10. **Dipert Brian.** Banish bad memories / Dipert Brian. // EDN. - Nov.22, 2001. - P.61-72.

11. **Hsieh C.M.** Dynamics of Charge Collection from Alpha Particle Tracks in Integrated Circuits. / Hsieh C.M., Murley P.C., Brien R.P. // Reliability Physics, 19th Annual Proceedings. - 1988. - P. 38-40.

12. **Dell T. J.** System RAS implications of DRAM soft errors / Dell T. J. // IBM Journal of Research and Development. – 2008. – v.52. – N 3. – P.307-311.

13. **Error correcting memory and method of operating same** : US Patent 7,051,264 / Leung W., Hsu F.-C. – May 23, 2006. – 18 pp.

14. **FCRAM** // FUJITSU Limited. - <http://www.fujitsu.com/global/services/microelectronics/product/memory/fcram/> – Title from screen.

15. **Toshiba, NEC Electronics and Fujitsu Announce Agreement on "COSMORAM Rev. 4" Common Pseudo SRAM Specifications for Mobile Devices** // TOSHIBA Corp. – Feb. 15 2006. - http://www.toshiba.co.jp/about/press/2006_02/pr1501.htm. – Title from screen.

16. **Ziegler J. F.** SER - History, Trends, and Challenges: A Guide for Designing with Memory ICs / Ziegler J. F., Puchner H. - Cypress Semiconductor Corp. - San Jose, CA, USA/ -2004. – 200 pp.

17. **Solutions** // iRoC Technologies Corp. - <http://www.iroctech.com/solutions.html>. - Title from screen.

18. **Matsuoka F.** Numerical analysis of alpha-particle-induced soft errors in floating channel type surrounding gate transistor (FC-SGT) DRAM cell / Matsuoka F., Masuoka F. // IEEE Transactions on Electron Devices. - 2003. - v. 50. – is. 7. - P. 1638-1644.

19. **Singer P.** Soft Errors... They're Baaaaack! / Singer P. // Semiconductor International. – May 2002. – v.1 - http://www.semiconductor.net/article/202369-Soft_Errors_They_re_Baaaaack_.php. - Title from screen.

20. **Bailey C.M.** Basic Integrated Circuit Failure Mechanisms / Bailey C.M. // Large Scale Integrated Circuits: State of the Art and Prospects / L.Esaki Ed. - Large Voorkout: The Hague. - 1982. – P. 26-32.

21. **Gordon M. S.** Single-event-upset and alpha-particle emission rate measurement techniques / Gordon M. S. et al. // IBM Journal of Research and Development. – 2008. – v.52. – N 3. – P.265-275.

22. **Глазов В.В.** Предел обнаружения активности радиоактивных препаратов./ Глазов В.В., Глазов В.М.// Физико-химические методы анализа: Межвузовский сборник Горьковского госуниверситета. - 1982. - С.106-107.

23. **Kreek S.** Detection methods for the assay of Pb-210 in Pb / Kreek S., Roberts K., Esser B. // Documents of Low-Alpha Lead Symposium. – Lawrence Livermore National Laboratory. – Livermore, CA, USA. – Feb.26, 1997. - P.76-99.

24. **Weller R.I.** Analytical measurements of natural lead radiations / Weller R.I. // Health Physics. – 1981. – v.41 (July). – P.15-22.

25. **Esser B.K.** Lead-210 and Polonium-210 in Low-Alpha Lead / Esser B.K. // Documents of Low-Alpha Lead Symposium. – Lawrence Livermore National Laboratory. – Livermore, CA, USA. – Feb.26, 1997. - P.46-74.

26. **Roberts K.** Separation Chemistry of Lead, Bismuth and Polonium / Roberts K., Esser B., Kreek S. // Materials of Low Alpha Lead Symposium, LLNL. - Livermore, CA, USA. - February, 1997. – P. 52-61.

27. **Lee N.C.** Lead-free soldering of Chip-Scale Packages / Lee N.C. // Chip Scale Review. - March-April, 2000. – P. 25-26.

28. **Willis B.** Lead-Free Components Problems - A Need for Change / Willis B. // ACI Technologies Inc. - http://www.aciusa.org/leadfree/leadfree_willis11-5-04.htm - Title from screen.

29. **Якобсен К.** «Усы» олова / Якобсен К. // Технологии в электронной промышленности. - 2008. - № 3. - С. 40-41.

30. **Garber D.I.** Neutron Cross Sections. Curvers / Garber D.I., Kinsey R.R. // National Neutron Cross Section Center. BNL-325, Brookhaven National Laboratory Associated Universities, Inc. - 3d. ed. - 1976. - Vol. 2. – P. 14-17

31. **Baumann R.C.** Soft errors in commercial integrated circuits / Baumann R.C. // International Journal of High Speed Electronics and Systems. – 2004. – v.14. – N 2. – P.299-309.

32. **Method and circuit arrangement for discriminating between pulses generated by alpha and/or beta radiators** : US Patent 4,454,587 / Keifer H., Hans-Gerd R., Bernd R. - June 12, 1984. – 11 pp.

33. **Fülle R.** A method for pulse shape discrimination / Fülle R., Máthé Gy., Netzband D. // NIM. – 1965. – v.35. – P. 250-260.

34. **Kitahara T.** A pressurized multiwire proportional counter for electrons / Kitahara T., Isozumi Y., Ito S. // NIM. – 1977. - v.140. - P. 263-267.

35. **Mathieson E.** Pulse shape discrimination in proportional counters - theory of electronic system / Mathieson E., Harris T.J. // NIM. – 1971. - v.96. - P. 397-403.

36. **Harris T.J.** Pulse shape discrimination in proportional counters - experimental results with an optimised electronic system / Harris T.J., Mathieson E. // NIM. – 1970. - v.88. - P. 181-192.

37. **Harris T.J.** Studies of basic parameters of electron-counting detection / Harris T.J. [et al.] // NIM. – 1990. - v.299. - P. 195-200.

38. **Физические величины** / Справочник под ред. И.С.Григорьева, Е.З. Мелихова, - М. – 1991. - С. 1169 – 1170.

39. **Briks J.B.** Theory and Practice of Scintillation Counting/ Briks J.B. – New York : Macmillan. - 1964. – 186 pp.

40. **Salonen, Laina** A rapid method for monitoring of uranium and radium in drinking water / Salonen, Laina // Materials of 6th Int. Symp. of Environmental Radiochemical Analysis. - Manchester, UK. - 19-21 Sept., 1990. – P. 25-30.

41. **McDowell W.Jack** Liquid Scintillation Alpha Spectrometry / McDowell W.Jack, McDowell Betty L.. - CRC Pres, Inc., USA. - 1994. – 184 pp.

42. **Basson J.K.** Absolute alpha standardization with liquid scintillators / Basson J.K., Steyn J. // Proc. Phys SOC. – London. - 1954. - Sect. A. – v. 67. – P.297- 301.

43. **Акимов Ю.К.** Сцинтилляции в благородных газах и их использование (обзор) / Акимов Ю.К. // ПТЭ. – 1998. - № 1. - С. 5-40.

44. **Shockley W.** Electrons and Holes in Semiconductors, With Applications to Transistor Electronics.: / Shockley W. - Toronto, New York, London : D. Van Nostrand. - 1950. – 558 pp.

45. **Semiconductor Detectors** / Eds. Bertolini G, Coche A. - Amsterdam: North-Holland Pub. Co. - 1968. – 518 pp.

46. **Вербицкая Е.М.** Кремниевые планарные детекторы ионов с высоким энергетическим разрешением. / Вербицкая Е.М. [и др.] // ПТЭ. - 1991. - № 3. – С. 56-60.

47. **Кушнирук В.Ф.** / Детекторы тяжёлых заряженных частиц на основе высокоомных эпитаксиальных слоёв кремния / Кушнирук В.Ф. [и др.] // ПТЭ. – 2000. - № 5. - С. 17-22.

48. **Петушков А.А.** О фоновой скорости счёта в альфа-радиометрах с поверхностно-барьерными AuSi-детекторами. / Петушков А.А., Манчук В.А. // ПТЭ. - 1979. - № 5. - С. 82-85.

49. **Lorikian M.P.** The investigation of controllable secondary electron emission from single particles / Lorikian M.P., Kavalov R.L., Trofimtchok N.N. // Nucl. Instrum. And Methods. – 1974. - v. 122. - P. 377-382.

50. **Кавалов Р.Л.** Временной детектор с рыхлым диэлектрическим эмиттером / Кавалов Р.Л. [и др.] // ПТЭ. - 1984. - №3. – С.46-49.

51. **Группен К.** Детекторы элементарных частиц: Справочное издание. Пер. с англ. / Группен К. – Новосибирск : Сибирский хронограф – 1999. – 408 с.

52. **Векслер В.** Ионизационные методы исследования излучений / Векслер В., Грошев Л., Исаев В. - М.: Гостехиздат. – 1949. - С. 197-198.

53. **Фюнфер Э.** Счетчики излучений / Фюнфер Э., Нейерт П. - М.: Атомиздат. – 1961. - С. 13-25.

54. **Курашов А.А.** Идентификация импульсов от детекторов излучений / Курашов А.А. - М.: Атомиздат. – 1972. - С. 95-97.

55. **Ратников В.В.** Исследование вклада электронной компоненты в амплитуду импульса тока пропорционального счетчика / Ратников В.В. // ПТЭ. – 1988. - № 4. - С. 31-34.
56. **Клайнкнехт К.** Детекторы корпускулярных излучений: Пер. с нем. / Клайнкнехт К. - М. : Мир. – 1990. – 224 с.
57. **Jean-Marie B.** Systematic measurement of electron drift velocity and study of some properties of four gas mixtures: A---CH₄, A---C₂H₄, A---C₂H₆, A---C₃H₈ / Jean-Marie B., Lepeltier V., L'Hote D. // NIM. – 1979. - v.159. – P.213-219.
58. **Povinec P.** A study of proportional counter optimization for long-term counting / Povinec P. // NIM. – 1979. - v.163. – P.363-368.
59. **Скородумов Д.В.** Послеимпульсы в пропорциональном счётчике с катодами из разных металлов / Скородумов Д.В., Уланов М.В. // ПТЭ. – 2000. - № 2. – С.33-37.
60. **Charpak G.** Gaseous detectors with parallel electrodes and anode mesh planes / Charpak G. [et al.] // NIM A. – 1989. - v.274. – P.275-290.
61. **Erskine G.A.** Electrostatic Problems in Multiwire Proportional Chambers / Erskine G.A. // NIM. – 1972. – v.105. – P. 565-572.
62. **Angelini F.** A Thin, Large Area Microstrip Gas Chamber with Strip and Pad Readout / Angelini F. [et al.] // NIM A. – 1993. – 336. – P. 106-115.
63. **Angelini F.** The Micro-Gap Chamber / Angelini F. [et al.] // NIM A. – 1993. – v. 335. – P.69-77.
64. **ORDELA MODEL 8600A LARGE-AREA PROPORTIONAL COUNTER** // ORDELA, Inc. (Oak Ridge Detector Laboratory). – April 19, 2007. - <http://www.ordela.com/PDF/8600a.pdf> - Title from screen.
65. **Model 1950 DETECTOR SPECIFICATIONS** // Alpha Sciences Inc. - <http://www.alphacounting.com/ASI-1950-specs.html>. - Title from screen.
66. **Puchner H.** On The Accuracy of Accelerated and Life Soft Error Testing / Puchner H. // Cypress Semiconductor. - April 24-25, 2009. - http://www.selse.org/Presentations/N1_Puchner_V.pdf. - Title from screen.

67. **Манакова А.Ю.** Построение приборов для измерения низкой альфа активности материалов микроэлектроники / Манакова А.Ю., Манаков Ю.Г. // Тезисы докладов VI Международного совещания «Проблемы прикладной спектрометрии и радиометрии». - п. Менделеево. – 2002. - С. 25.

68. **Заец Ю.Н.** Почему мы отказались от использования свинца? / Заец Ю.Н. // Компоненты и технологии. – 2004. - №3. - С.186-190.

69. **Cataldo A.** SRAM soft errors cause hard network problems/ Cataldo A. // EE Times. - Aug. 20, 2001. - <http://www.eetimes.com/showArticle.jhtml;jsessionid=L5GZLF4FF%20BJV%203QE1GHPCKH4ATMY32JVN?articleID=18306211>. – Title from screen.

70. **Манакова А.Ю.** Методы измерения альфа – активности материалов интегральных схем / Манакова А.Ю., Махнёва О.В. // Тезисы докладов Всероссийской научно-технической конференции «Микро- и нано-электроника – 2001». – Звенигород. – 2001. - Р3-52.

71. **Манаков Ю.Г.** Альфа-активность материалов микроэлектроники и её измерение / Манаков Ю.Г., Манакова А.Ю. // Перспективные материалы. – 2004. - №1. - С. 90-95.

72. **Манаков Ю.Г.** Вопросы влияния помех на работу низкофоновых счётчиков альфа-частиц / Манаков Ю.Г., Манакова А.Ю. // Механика и процессы управления. Труды XXXVIII Уральского семинара. – Екатеринбург: УрО РАН. - 2008. - т. 2. - С.250-256.

73. **Мирошниченко Л.И.** Динамика радиационных условий в космосе / Мирошниченко Л.И., Петров В.М. - М.: Энергоатомиздат. - 1985. - 152с.

74. **Манакова А.Ю.** Учёт активности лотка при измерениях низкой поверхностной альфа активности низкофоновым газовым пропорциональным детектором модели 1950 производства фирмы “Spectrum Science” (США) / Манакова А.Ю., Махнёва О.В. // Тезисы докладов VI Международного совещания «Проблемы прикладной спектрометрии и радиометрии». – п. Менделеево. – 2002. - С.26.

75. **Дементьев В.А.** Измерение малых активностей радиоактивных препаратов / Дементьев В.А. - М.: Атомиздат. - 1967. - 140 с.

76. **Model 4950 Four Window Large Area Ultra Low Background Alpha Particle Counter** // Alpha Sciences Inc. - http://www.alphacounting.com/Model_4950.html. - Title from screen.

77. **Бердников А.А.** Особенности измерения альфа-активности образцов ниже $0,005 \alpha/\text{час}/\text{см}^2$ на газовых пропорциональных счётчиках модели 1950 «Spectrum Sciences», США. / Бердников А.А., Захарьяш С.М., Манакова А.Ю., Межуева Л.Е., Пушин М.В., Толстухин Ю.Б., Федотова И.В. // Тезисы докладов I Всероссийской конференции «Аналитические приборы». - С.-Петербург. – 2002. - С.273.

78. **Манакова А.Ю.** Спектральная чувствительность газового пропорционального счётчика модели 1950 производства фирмы “Spectrum Science”, США / Манакова А.Ю., Манаков Ю.Г., Мельгунов М.С. // Тезисы докладов VI Международного совещания «Проблемы прикладной спектрометрии и радиометрии». – п. Менделеево. – 2002. - С.27.

79. **Манаков Ю.Г.** Проблемы измерения низких уровней поверхностной альфа-активности материалов микроэлектроники. / Манаков Ю.Г., Манакова А.Ю. // Перспективные материалы. – 2005. - №1. - С.97-102.

80. **ГОСТ 2263-79.** Натр едкий технический. Технические условия. - Введ. 1981–01–01. – М. : Изд-во стандартов. - 2001. – 17 с.

81. **ГОСТ 3640-94** Цинк. Технические условия. - Введ. 1994–01–01. – М. : Изд-во стандартов. - 1997. – 8 с.

82. **ГОСТ 804-93.** Магний первичный в чушках. Технические условия. - Введ. 1993–01–01. – М. : Изд-во стандартов. - 2004. – 8 с.

83. **Захарьяш С.М.** Влияние геометрии образцов на измерение альфа-активности материалов на газовых пропорциональных счётчиках модели 1950 производства фирмы “Spectrum Science”, США. / Захарьяш С.М., Манакова А.Ю., Манаков Ю.Г., Межуева Л.Е., Мерзляков П.Г., Пушин М.В., Федотова

И.В. // Тезисы докладов I Всероссийской конференции «Аналитические приборы». - С.-Петербург. – 2002 - С.272.

84. **Манакова А.Ю.** Измерение низкой альфа-активности материалов / Манакова А.Ю., Манаков Ю.Г., Махнёва О.В., Межуева Л.Е., Федотова И.В. // Тезисы докладов I Всероссийской конференции «Аналитические приборы». - С.-Петербург. – 2002. - С.271.

85. **Детектор альфа-излучения** : пат. 2269839 Рос. Федерация : МПК H01J47/06 , G01T1/16 / Манаков Ю.Г., Манакова А.Ю., Бердников А.А., Валеев Г.Р.; патентообладатель ЗАО "Материалы микроэлектроники". - 2003110936/09. – заявл. 17.04.2003 – 4 с. : ил.

86. **Detection device**: US Patent 4,426,580 : G01 T 1/18 / Smith, Jay E. - January 17, 1984. – 6 pp.

87. **Charged particle measuring device and measuring method thereof**: US Patent 6,639,392 B2 : G01 N 27/00 / Kogawa N. et al. - October 28, 2003. – 16 pp.

88. **Создание измерителя уровня альфа излучения материалов и изделий с чувствительностью 0,0005 альфа распадов с см² в час** : отчет о НИР по государственному контракту № 2153р/3609 (заключит.) / ЗАО «Чистые технологии»; рук. Манаков Ю.Г. ; исполн.: Манакова А.Ю. [и др.]. – Ижевск, 2006. – 34 с. - № ГР 01.0.40 0 00866.

89. **Баландин В.П.** Пропорциональная камера с шагом намотки 1 мм./ Баландин В.П. [и др.] // ПТЭ. - 1987. - № 6. - С. 32-36.

90. **Алексеев Г.Д.** О точности пространственного расположения и натяжении проволочных электродов в пропорциональных камерах / Алексеев Г.Д. [и др.] // ПТЭ. – 1978. - № 4. - С. 47-50.

91. **Бердников А.А.** Программное обеспечение низкофоновых измерений альфа-активности газовыми пропорциональными счётчиками / Бердников А.А., Вихляев Н.В., Манакова А.Ю., Манаков Ю.Г., Устинов А.Г. // Тезисы докладов I Всероссийской конференции «Аналитические приборы». - С.-Петербург. - 2002. - С.263.

Альфа-активность* К_T Po-210, образующегося из Pb-210

(в долях от максимальной активности)

Возраст, дни	Альфа-активность								
1	0,0003	45	0,1840	89	0,3587	166	0,5837	316	0,8306
2	0,0013	46	0,1884	90	0,3662	168	0,5885	324	0,8390
3	0,0029	47	0,1928	91	0,3658	170	0,5932	332	0,8471
4	0,0049	48	0,1972	92	0,3693	172	0,5978	340	0,8548
5	0,0074	49	0,2016	93	0,3727	174	0,6024	348	0,8622
6	0,0102	50	0,2059	94	0,3762	176	0,6069	356	0,8692
7	0,0133	51	0,2102	95	0,3796	178	0,6114	364	0,8760
8	0,0167	52	0,2145	96	0,3831	180	0,6159	372	0,8825
9	0,0203	53	0,2187	97	0,3865	182	0,6203	380	0,8886
10	0,0241	54	0,2230	98	0,3899	184	0,6246	388	0,8945
11	0,0281	55	0,2272	99	0,3932	186	0,6289	396	0,9002
12	0,0322	56	0,2314	100	0,3966	188	0,6332	404	0,9056
13	0,0364	57	0,2356	102	0,4032	190	0,6374	412	0,9108
14	0,0408	58	0,2398	104	0,4098	192	0,6416	420	0,9157
15	0,0452	59	0,2439	106	0,4164	194	0,6457	428	0,9204
16	0,0497	60	0,2480	108	0,4228	196	0,6498	436	0,9249
17	0,0543	61	0,2521	110	0,4292	198	0,6539	444	0,9292
18	0,0589	62	0,2562	112	0,4355	200	0,6579	452	0,9333
19	0,0635	63	0,2602	114	0,4418	204	0,6657	460	0,9372
20	0,0682	64	0,2643	116	0,4480	208	0,6735	468	0,9409
21	0,0729	65	0,2683	118	0,4541	212	0,6810	476	0,9445
22	0,0776	66	0,2723	120	0,4602	216	0,6884	484	0,9479
23	0,0823	67	0,2763	122	0,4662	220	0,6957	492	0,9511
24	0,0871	68	0,2802	124	0,4721	224	0,7028	500	0,9542
25	0,0918	69	0,2841	126	0,4780	228	0,7097	516	0,9599
26	0,0965	70	0,2881	128	0,4838	232	0,7165	532	0,9650
27	0,1013	71	0,2919	130	0,4896	236	0,7232	548	0,9697
28	0,1060	72	0,2958	132	0,4953	240	0,7297	564	0,9739
29	0,1107	73	0,2997	134	0,5009	244	0,7361	580	0,9776
30	0,1154	74	0,3035	136	0,5065	248	0,7424	596	0,9810
31	0,1201	75	0,3073	138	0,5121	252	0,7485	612	0,9840
32	0,1248	76	0,3111	140	0,5175	256	0,7545	628	0,9866
33	0,1295	77	0,3149	142	0,5229	260	0,7604	644	0,9890
34	0,1341	78	0,3186	144	0,5283	264	0,7661	660	0,9910
35	0,1388	79	0,3224	146	0,5336	268	0,7717	676	0,9928
36	0,1434	80	0,3261	148	0,5389	272	0,7772	692	0,9944
37	0,1480	81	0,3298	150	0,5441	276	0,7826	708	0,9957
38	0,1525	82	0,3335	152	0,5492	280	0,7879	724	0,9968
39	0,1571	83	0,3371	154	0,5543	284	0,7931	740	0,9977
40	0,1616	84	0,3408	156	0,5593	288	0,7981	756	0,9985
41	0,1662	85	0,3444	158	0,5643	292	0,8031	772	0,9991
42	0,1707	86	0,3480	160	0,5692	296	0,8079	788	0,9995
43	0,1751	87	0,3516	162	0,5741	300	0,8126	804	0,9998
44	0,1796	88	0,3552	164	0,5790	308	0,8218	820	1,0000

* – Альфа-активность рассчитана по распаду Pb-210 и его дочерних продуктов. Периоды полураспада Pb-210 – 8140 дней, Bi-210 – 5,012 дней, Po-210 – 138,38 дней. Возраст отсчитывается от даты очистки свинца от урана и продуктов его распада.



СЕРТИФИКАТ

Бюро сертификации TÜV CERT
технической инспекции
TÜV Saarland e.V.
В СООТВЕТСТВИИ С

методикой TÜV CERT удостоверяет, что

ЗАО „Материалы микроэлектроники“
Россия, Удмуртия 426033, г. Ижевск

внедрило и применяет систему
качества в следующих областях

**Проектирование и производство особо чистых
материалов для микроэлектроники**

аудит, № отчёта Б 592/02,
подтвердил, что требования
DIN EN ISO 9001:2000

выполнены

Данный сертификат действителен до **августа 2005 г.**
Регистрационный номер сертификата **71 100 9 073/2**



Зульцбах, 30.08.2002




Бюро сертификации TÜV CERT
технической инспекции
TÜV Saarland e. V.

Методика производственного контроля альфа-активности материалов микроэлектроники

1. Оборудование и материалы

1. Оборудование.

Газовый пропорциональный счётчик альфа-частиц большой площади модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.”, США (Рисунок 11) включает в свой состав:

- 1) низкофоновый газовый пропорциональный счетчик;
- 2) компьютерную систему сбора и обработки данных;
- 3) систему регулирования подачи газа.

Счетчик выполнен в виде двух камер: камеры детектора и камеры образца, разделенных тонкой (2 мкм) металлизированной майларовой пленкой, являющейся электродом. Камеры заполняются газом P-10 (аргон +10 % метана), который поступает через газовый контроллер сначала в камеру детектора. В камере образца расположен лоток с образцами, причем таким образом, что поверхность образца находится очень близко к майларовой пленке (обычно 2-3 мм). Альфа-частицы, испускаемые поверхностью образца, проникают через майларовое окно и ионизируют газ P-10 в камере детектора. Затем ионизованные частицы ускоряются, дискриминируются по энергиям и подсчитываются за определенный промежуток времени. Счетчик модели 1950 предназначен для контроля поверхностной активности образцов площадью до 1000 см² (28 см на 35,5 см). Диапазон энергий регистрируемых частиц от 1 до 10 МэВ. Рабочий фон прибора 2-5 отсчет/час. Эффективность детектирования альфа-частиц с энергиями от 1 до 10 МэВ по паспорту прибора 84%.

2. Материалы и инструменты.

Для подготовки к измерениям образцов и оборудования используются:

- спирт этиловый дистиллированный ректификованный,
- вода бидистиллированная,
- салфетки бумажные «Kleenex»,
- пинцеты, скальпель, ножницы, щипцы, зажимы из медицинской стали,
- тигли из нержавеющей стали,
- перчатки латексные стерильные без талька,
- пакеты полиэтиленовые толщиной 150 – 200 мкм..



Рисунок 1 - Вид пропорционального газового счётчика модели 1950 производства “Alpha Sciences Inc.”, США с лотком.

2. Процедура измерения альфа-активности образца.

1. Подготовить образцы свинца, олова или их сплавов следующим образом:
От каждой товарной партии свинца, олова или их сплавов массой ~ 250 кг. в день её изготовления случайным образом отобрать 3 слитка по 2,5 кг. Все инструменты и оборудование (рабочую поверхность металлического стола, тигель, изложницы, щипцы, пинцет, полиэтиленовые пакеты (внутреннюю сторону)) тщательно протереть салфеткой, смоченной в дистиллированном этиловом спирте.

Отобранный металл поместить с помощью щипцов в тигель из нержавеющей стали и переплавить на воздухе при температуре 450°C. Расплав

разлить слоем 4-5 мм в плоские изложницы из нержавеющей стали. Время контакта расплавленного металла с окружающей средой не должно превышать 20 минут. Поместить изложницы в металлический контейнер для остывания до комнатной температуры.

После охлаждения извлечь слитки из изложниц на рабочий стол. С помощью пинцета сложить их попарно гладкими сторонами друг к другу и поместить в подготовленный полиэтиленовый пакет. Поместить пакет со слитками во второй пакет и вакуумно упаковать.

Образцы хранить на складе вместе со всей партией для контроля её активности.

При подготовке к измерениям на протёртый стандартный лоток уложить салфетку и на ней с помощью пинцета плотно расположить слитки гладкими сторонами вверх. Выступающие за образец края салфетки обрезать ножницами.

2. Подготовить формованные образцы свинца, олова и их сплавов следующим образом:

От каждой товарной партии свинца, олова или их сплавов случайным образом отобрать количество готовых стандартно упакованных изделий, достаточное для покрытия всей площади стандартного лотка при плотном размещении образцов друг к другу.

При подготовке к измерениям на протёртый стандартный лоток уложить салфетку и на ней с помощью пинцета плотно расположить образцы. Стержни расположить рядами однонаправлено. Цилиндры установить торцами. Аноды сложной формы уложить плотными рядами. Выступающие за образец края салфетки обрезать ножницами.

3. Подготовить порошковые образцы следующим образом:

От каждой товарной партии порошков металлов или их оксидов случайным образом отобрать одну стандартно упакованную тару.

При подготовке к измерениям на протёртый стандартный лоток для порошков наклеить по краям двухстороннюю липкую ленту с защитным

покрытием. Поместить лоток в бокс с атмосферой аргона. Вскрыть внутри бокса тару и наполнить порошком подготовленный лоток. Поверхность порошка разровнять по уровню края лотка пластиковым шпателем, изготовленным из материала лотка. Удалить защитное покрытие с липкой ленты по краям лотка, и плотно натягивая приклеить сверху лотка майларовую плёнку. Излишки плёнки срезать скальпелем. Края лотка, его нижнюю поверхность и покрывающую порошок майларовую плёнку осторожно, но тщательно протереть салфеткой.

4. Подключить к газовой системе новый баллон с газом P-10, открыть вентиль на баллоне, открыть вентиль подачи газа в детектор. Установить поток рабочего газа по красной метке на шкале ротаметра.

5. Произвести измерение счёта фона BG_1 согласно инструкции на прибор не менее 24 часов (t_{b1}).

6. Вычислить среднюю скорость счёта фона R_{b1} и нижний предел детектирования LLD_{b1} :

$$R_{b1} = \frac{BG_1 \pm \sqrt{BG_1}}{t_{b1}}, \quad LLD_{b1} = \frac{4.66 \cdot \sqrt{R_{b1} \cdot t_{b1}}}{t_{b1} \cdot S},$$

где S – активная площадь детектора.

7. Тщательно протереть лоток салфеткой, смоченной раствором 50% бидистиллированной воды и 50% дистиллированного этилового спирта.

8. Установить лоток в камеру образца на расстоянии 7-8 мм от майларового окна.

9. Произвести измерение счёта для фона с лотком TR_1 согласно инструкции на прибор не менее 24 часов (t_{tr1}).

10. Вычислить среднюю скорость счёта фона с лотком R_{tray1} и нижний предел детектирования LLD_{tr1} :

$$R_{tray1} = \frac{TR_1 \pm \sqrt{TR_1}}{t_{tr1}}, \quad LLD_{tr1} = \frac{4.66 \cdot \sqrt{R_{tray1} \cdot t_{tr1}}}{t_{tr1} \cdot S_{tray}},$$

где S_{tray} – площадь лотка.

11. Если средняя скорость счёта фона с лотком превышает среднюю фоновую скорость счёта без лотка, дополнительно промыть и протереть лоток 50% дистиллированным этиловым спиртом.
12. Повторить пп. 8. - 10.
13. Если рассчитанные LLD_{b1} и LLD_{tr1} выше $0,002 \alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$, то сменить газовый баллон, протереть камеру образца дистиллированным этиловым спиртом с помощью салфетки и повторить пп. 5. – 11.
14. Если площадь подготовленного образца $\sim 1000 \text{ см}^2$, то для последующих измерений использовать меньший из полученных фонов - R_{b1} или R_{tray1} .
15. Если площадь подготовленного образца $< 1000 \text{ см}^2$, то для последующих измерений использовать R_{tray1} и LLD_{tr1} .
16. Рассчитать время t_{total0} , необходимое для измерения образца с предполагаемой активностью α_0 и относительной погрешностью 0,25 по формуле:

$$t_{total0} = \frac{R_0 + R_{b1} + \sqrt{R_{b1} \cdot (R_0 + R_{b1})}}{0.25^2 \cdot R_0^2} \quad \text{ИЛИ} \quad t_{total0} = \frac{R_0 + R_{tray1} + \sqrt{R_{tray1} \cdot (R_0 + R_{tray1})}}{0.25^2 \cdot R_0^2},$$

где $R_0 = \alpha_0 * S_{\text{sample}} * F$ – ожидаемая скорость счёта образца (S_{sample} - площадь образца, F - коэффициент эффективности детектора для установленного расстояния от образца до входного окна детектора).

17. Все инструменты и оборудование (рабочую поверхность стола, ножницы, пинцет, латексные перчатки, пакет с образцами) тщательно протереть салфеткой Kleenex, смоченной в дистиллированном этиловом спирте.
18. Все работы производить в обработанных латексных перчатках.
19. Вынуть лоток из камеры образца прибора поместить на него образец согласно инструкции на прибор.
20. Установить лоток с образцами в камеру образца согласно инструкции на прибор.
21. Произвести измерение счёта TOTAL для образца согласно инструкции на прибор в течение времени $t_{total} \geq t_{total0}$, необходимого для достижения требуемой точности. При расчёте результатов измерения активности порошкового образца

отсчёты за время до стабилизации скорости счёта (первые 24-48 часов) не учитываются.

22. Если измеренная активность ниже предполагаемой активности, то произвести перерасчёт $t_{total\ 2}$ согласно п.16 и продолжить измерение до выполнения условия $t_{total} \geq t_{total\ 2}$.

23. Вынуть лоток с образцом из камеры прибора. С помощью пинцета сложить слитки попарно гладкими сторонами друг к другу и поместить в подготовленный полиэтиленовый пакет. Поместить пакет со слитками во второй пакет и вакуумно упаковать. Формованные образцы сложить в используемую для них тару и вакуумно упаковать. Порошки пересыпать в используемую для них тару в атмосфере аргона и укупорить.

24. Если при измерении использовался фон с лотком, то установить лоток в камеру прибора.

25. Произвести измерение счёта фона BG_2 или TR_2 согласно инструкции на прибор в течение времени $t_{b2} \geq t_{b1}$ или $t_{tr2} \geq t_{tr1}$.

26. Вычислить среднюю скорость счёта фона R_{b2} по п. 6 или фона с лотком R_{tray2} по п. 10.

27. Вычислить среднюю скорость счёта для образца R_{sample} по формуле:

$$R_{sample} = \frac{TOTAL}{t_{total}} - \frac{BG_1 + BG_2}{t_{b1} + t_{b2}} \quad \text{или} \quad R_{sample} = \frac{TOTAL}{t_{total}} - \frac{TR_1 + TR_2}{t_{tr1} + t_{tr2}}.$$

28. Рассчитать среднеквадратичное отклонение σ_0 скорости счёта образца по формуле:

$$\sigma_0 = \sqrt{\frac{TOTAL}{t_{total}^2} + \frac{BG_1 + BG_2}{(t_{b1} + t_{b2})^2}} \quad \text{или} \quad \sigma_0 = \sqrt{\frac{TOTAL}{t_{total}^2} + \frac{TR_1 + TR_2}{(t_{tr1} + t_{tr2})^2}}.$$

29. Рассчитать среднеквадратичную погрешность δ измерения скорости счёта образца по формуле:

$$\delta = \frac{\sigma_0}{R_{sample}}$$

30. Рассчитать текущую альфа-активность α образца согласно формуле:

$$\alpha = \frac{R_{sample} \pm \sigma_0}{F \cdot S_{sample}},$$

где F - коэффициент эффективности детектора с уровня образца, учитывающий геометрический фактор (площадь образца S_{sample} и его расположение на лотке).

31. Для образцов, содержащих свинец, рассчитать максимальную активность α_{max} образца по его возрасту от даты изготовления согласно таблице распада Pb-210 (Приложение 1):

$$\alpha_{\text{max}} = \frac{\alpha}{K_T},$$

где K_T – доля максимальной активности образца, соответствующая его возрасту на момент начала измерений.

1738278-05

ЗАКАЗЧИК

Фонд содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере
119991, г. Москва, Ленинский проспект, 49
ИНН 7736004350
Лицевой счёт № 03226002260 в УФК
МФ РФ по г. Москве,
ИНН 7725074789
р/с 40105810700000010079 в
Отделении 1 Московского ГТУ Банка
России г. Москва БИК 044583001

ИСПОЛНИТЕЛЬ

ЗАО «Чистые технологии»

426033, г. Ижевск, ул. 50 лет
Пионерии, 41
ИНН 1831054695
р/с 40702810100000000072 в
филиале ОАО Внешторгбанк
в г. Ижевске г. Ижевск
к/с 30101810500000000718,
БИК 049401718

А К Т

сдачи-приемки работ
по договору № 2153р\3609 от 29 сентября 2003 г.
от 21 августа 2006 год

НИОКР по теме «Создание измерителя уровня альфа излучения материалов и изделий с чувствительностью 0,0005 альфа распадов с см² в час.»

Мы, нижеподписавшиеся, ИСПОЛНИТЕЛЬ в лице директора ЗАО «Материалы микроэлектроники» Коньшева Александра Геннадьевича, с одной стороны, и ЗАКАЗЧИК, в лице Генерального директора Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере Бортника Ивана Михайловича, с другой стороны, составили настоящий акт о нижеследующем:

Исполнитель выполнил НИОКР по теме «Создание измерителя уровня альфа излучения материалов и изделий с чувствительностью 0,0005 альфа распадов с см² в час.»

Краткое описание выполненной работы:

Разработан и создан измеритель уровня альфа излучения материалов и изделий с чувствительностью 0,0005 альфа распадов с см² в час, исследованы оптимальные режимы его работы. На основе исследования радиационных свойств материалов разработан и создан калибровочный источник альфа-излучения, изучены его характеристики.

Научно-технический отчет о выполненной по настоящему договору работе зарегистрирован во Всероссийском научно-техническом информационном центре (№ 01.0.40 0 00866).

В процессе выполнения НИОКР были созданы следующие охраноспособные объекты интеллектуальной собственности: патент на изобретение № 2269839 «Детектор альфа-излучения».

Исполнитель сдал, а Заказчик принял работы, проведенные в соответствии с договором № 2153р\3609 от 29 сентября 2003 г.

Права на результаты научно-технической деятельности, полученные при выполнении НИОКР по настоящему договору, закрепляются за Исполнителем и используются им для обеспечения доведения разработок до стадии промышленного применения и реализации готовой продукции.

ИСПОЛНИТЕЛЬ обязуется информировать ЗАКАЗЧИКА, если результаты НИОКР полученные по настоящему договору будут использованы в дальнейшем:

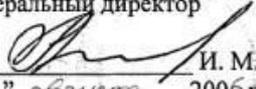
при получении заявок на выдачу охранных документов на объекты интеллектуальной собственности, ноу-хау и охранных документов;

при заключении сделок, касающихся прав на объекты интеллектуальной собственности и другие результаты научно-технической деятельности;

при фактическом использовании объектов интеллектуальной собственности и других результатов научно-технической деятельности в лицензионных договорах (соглашениях) с зарубежными партнерами.

Общая стоимость выполненных работ составляет 1 800 000 (Один миллион восемьсот тысяч) рублей.

ЗАКАЗЧИК
Генеральный директор


И. М. Бортник
"21" августа 2006 г.
МП

ИСПОЛНИТЕЛЬ
Генеральный директор


А. Г. Конышев
"21" августа 2006 г.
МП

**Техническое задание на выполнение научно-исследовательских
и опытно-конструкторских работ по созданию прибора
для измерения низкого уровня альфа активности материалов
по государственному контракту № 2153р/3609 от 29.09.2003 г.**

1. Наименование НИОКР и область применения.

Наименование изделия: прибор для измерения низкого уровня альфа активности материалов.

Прибор предназначен для контроля альфа-активности материалов микроэлектроники и других образцов.

2. Основание для проведения НИОКР.

Основанием для проведения работ является потребность рынка в чувствительном и надежном измерителе низкого альфа уровня материалов.

3. Цель и назначение разработки.

Целью разработки является проведение исследований, создание конструкторской документации и изготовление образца прибора.

4. Источники разработки.

Результаты НИР, выполненной ЗАО «Материалы микроэлектроники».

Эскизы конструкции.

5. Технические требования.

5.1. Основные требования и параметры.

5.1.1. Чувствительность прибора должна быть лучше 0,0005 частиц с квадратного сантиметра в час ($\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$). Лучшие мировые приборы имеют чувствительность 0,001 $\alpha/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$.

5.1.2. Фон прибора должен быть не выше $0,002 \text{ а}/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$. Лучшие мировые приборы имеют фон $0,004 \text{ а}/(\text{час}\cdot\text{см}^2)$.

5.1.3. Газовая система прибора должна обеспечивать непрерывную работу прибора в течение 200 часов.

5.1.4. Площадь детектора должна быть не более 2500 см^2 .

5.1.5. Время работы прибора должно устанавливаться в пределах от 1 часа до 120 часов. Время стояния в точке должно устанавливаться от 1 минуты до 1 часа.

5.1.6. Результаты работы прибора и заданные режимы работы должны отображаться и документироваться на бумаге и магнитном носителе.

5.1.7. Питание прибора должно осуществляться от однофазной сети переменного тока напряжением $220\text{В} \pm 10\%$ частотой $50 \pm 0,5 \text{ Гц}$.

5.1.8. Прибор заземляется на отдельный контур физического заземления с сопротивлением менее $0,5 \text{ Ом}$.

5.1.9. Прибор должен проводить измерения при наличии промышленных помех не превышающих указанных в ГОСТ Р50033 и ГОСТ Р 51318.11-99.

5.1.10. Потребляемая мощность, Вт, не более 500.

5.1.11. Режим работы прибора - непрерывный.

5.1.12. Масса прибора, кг., не более 500

5.1.13. Габаритные размеры, не более, мм. - $1000 \times 1000 \times 800$

5.2. Требования к конструкции

5.2.1. По условиям эксплуатации прибор должен соответствовать 1 группе исполнения по ГОСТ 24428.

5.2.2. Вид климатического исполнения УХЛ 4.2 по ГОСТ 15150

5.2.3. Конструкция прибора должна иметь блочное построение и обеспечивать возможность легкого доступа к узлам и элементам схемы и быстрой их замены в случае ремонта и профилактических работ при эксплуатации изделия.

5.2.4. Конструкция прибора должна удовлетворять требованиям эргономики и современного дизайна.

5.2.5. Степень защиты оболочки прибора в зоне расположения элементов находящихся под напряжением более 1000В должна соответствовать IP40, в остальных случаях IP20 по ГОСТ 14254.

5.2.6. Способ защиты от поражения электрическим током - по классу 01 ГОСТ 12.2.007.0

5.2.7. Прибор должен состоять из трёх частей: блока детекторов и электроники, персонального компьютера и программного обеспечения, газовой системы.

5.2.8. Внутренние поверхности блока детекторов должны легко и просто отмываться от пыли и загрязнений ацетоном, этиловым спиртом, водой.

5.2.9. Блок детекторов должен включать в свой состав устройство перемещения образца вверх до детектора и вниз в позицию установки образца. В качестве образца могут использоваться пластины свинца толщиной 10 мм.

5.2.10. Программное обеспечение должно выполнять функции управления прибором, регистрации данных, обработки полученных данных, отображения данных, режимов работы прибора и результатов обработки данных, а также документирования процесса измерений и полученных результатов.

5.2.11. Газовая система должна быть выполнена с газовым фильтром, очищающим газ от пыли и паров масла. Газовая система должна иметь возможность простого включения в свой состав азотной ловушки.

5.3. Комплектность.

В комплект поставки должны входить:

- блок детекторов и электроники,
- газовая система,
- компьютер с внешними устройствами,
- программное обеспечение,
- комплект соединительных кабелей,
- комплект ЗИП,
- паспорт,
- руководство по эксплуатации.

6. Требования надежности.

6.1. Средняя наработка на отказ не менее 1000 часов.

6.2. Срок службы – не менее 5 лет.

6.3. Средний срок сохраняемости – не менее 2 лет.

7. Требования безопасности.

Прибор должен соответствовать требованиям электробезопасности по ГОСТ 12.1.019-79, ГОСТ 12.2.007.0-75

Требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-31.

**Сборочный чертёж прибора
для измерения низкого уровня альфа активности материалов**

