

УДК 533.9.07: 533.9.082

А.В. Тюньков, Ю.Г. Юшков

Масс-зарядовый состав плазмы, генерируемой в разрядной системе с инжекцией электронов и дополнительным распыляемым электродом

На основе времяпролетной методики проведены исследования масс-зарядового состава плазмы, генерируемой разрядной системой с инжекцией электронов и дополнительным распыляемым электродом. Такая электродная конфигурация разрядного устройства обеспечивает возможность создания композиционных покрытий различного функционального назначения. Показано, что доля ионов металла в объемной плазме не превышает единиц процентов.

Ключевые слова: разряд низкого давления, инжекция электронов, распыляемый электрод, времяпролетный масс-спектрометр, масс-зарядовый состав плазмы.

Многофункциональный генератор объемной газоразрядной плазмы с секционированным распыляемым электродом на основе двухступенчатой разрядной системы с инжекцией электронов из дугового контрагированного разряда успешно используется для генерации однородной газоразрядной плазмы инертных газов во время очистки и активации поверхности образцов перед нанесением покрытий [1, 2], а также для непосредственного синтеза композиционных покрытий металлов и их соединений [3, 4]. Конструкция и принцип работы систем с инжекцией электронов позволяют длительное время работать в среде углеводородсодержащих газов и в активной среде кислорода, что в свою очередь обеспечивает условия для формирования алмазоподобных [5, 6] и оксидных покрытий [7]. Отсутствуют условия образования капельной фракции, что способствует формированию однородных плотных по толщине пленок.

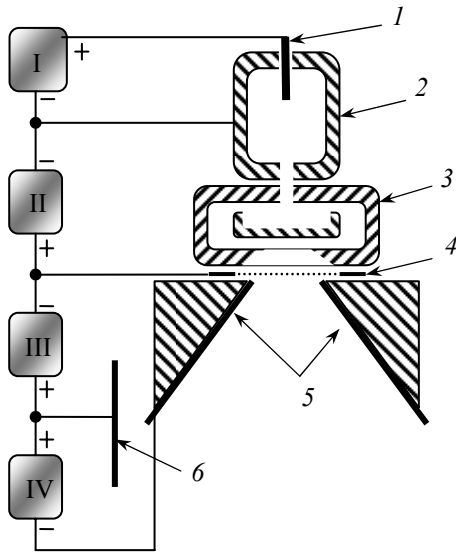
В настоящей статье представлены результаты исследования масс-зарядового состава плазмы генерируемой разрядной системой с инжекцией электронов и дополнительным распыляемым электродом.

Методика и техника эксперимента. Функционально генератор плазмы состоит из трех разрядных ступеней: эмиттера электронов, основного разряда и распылительного узла (рис. 1). При этом первые две ступени обеспечивают генерацию газовой плазмы в объеме вакуумной камеры, включая область вблизи распыляемых мишеней. Плазма генерируется в результате инжекции в объем пучка электронов с регулируемым током и энергией.

Эмиттерный разряд функционирует между полым катодом 2 с малой выходной апертурой и сеточным анодом 4, выполненным из нержавеющей стали прозрачностью 60%. Сеточный анод эмиттерного разряда в то же время является катодом основного разряда. Анодом основного разряда являются заземленные стенки вакуумной камеры 6.

При подаче рабочего газа (аргона) в катодную полость эмиттера разряд инициируется сильноточным (30 А) газовым разрядом при подаче высоковольтного импульса (5 кВ, 35 мкс) между поджигающим электродом 1 и полым катодом 2. При подаче постоянного напряжения между электродами 2 и 4 возникает дуговой разряд с катодными пятнами. Для стабильного горения разряда в области малых токов (от 3 А и выше) полость катода выполнена из магния.

Кроме этого, между полым катодом 2 и сеточным анодом 4 установлен водоохлаждаемый фильтрующий электрод 3. Этот электрод обеспечивает необходимый перепад давления между эмиттерной и основной разрядными ступенями генератора плазмы. Он также препятствует выходу продуктов эрозии материала стенок полого катода 2 в объем вакуумной камеры. Электроны из плазмы эмиттерного разряда инжектируются в область основного разряда (вторая разрядная ступень), где производят ионизацию рабочего газа. Регулируя напряжение основного разряда (величину катодного падения потенциала), можно управлять энергией инжектируемых электронов. Изменяя ток эмиттерного разряда при постоянном напряжении горения основного разряда, можно менять количество инжектируемых электронов.



Неоднородность распределения концентрации объемной плазмы в камере в поперечном направлении на расстоянии 30 см составляет порядка $\pm 25\%$ от среднего значения при токе эмиттерного разряда 20 А. Потенциал плазмы основного разряда составляет порядка 5–15 В относительно стенок заземленной вакуумной камеры.

Рис. 1. Электродная схема распылительной системы на основе разряда с инжекцией электронов: 1 – поджигающий электрод; 2 – катод эмиттерного разряда; 3 – промежуточный фильтрующий электрод; 4 – катод основного (анод эмиттерного) разряда; 5 – распылительный узел; 6 – анод основного разряда. Источники питания: I – иницирующей системы, II – эмиттерного разряда; III – основного разряда; IV – мишеней

Распылительный узел 5 представляет собой 6 электрически изолированных друг от друга секций (мишеней), расположенных симметрично вокруг оси разрядной системы. Активная площадь распыления секций узла составляет 650 см^2 . Форма секционированного распыляемого электрода сделана в форме усеченного конуса, а сами мишени обращены в сторону подложки под большим углом. Секционирование мишени позволяет использовать несколько различных материалов и регулировать напряжение смещения на каждой из них, что в свою очередь позволяет контролировать количество распыленного материала. Разделение электрического питания позволяет существенно расширить функциональные возможности генератора. Так для очистки и активации поверхности подложки перед нанесением покрытий отрицательное электрическое смещение на мишени не подается. В этом случае генератор работает в режиме газовой плазмы, подвергая поверхность подложки интенсивной бомбардировке высокоэнергетичными ионами аргона. При подаче электрического смещения на мишени генератор работает в режиме источника газовой плазмы и потока материала мишени, позволяя проводить процессы нанесения композиционных покрытий.

Исследования масс-зарядового состава объемной плазмы генератора проводились с использованием времяпролетной методики, заключающейся, как известно, в разделении по временам пролета различных масс-зарядовых компонентов ускоренного пучка ионов [8], извлеченных из плазмы. Преимущество этой методики в отличие от оптической спектроскопии и магнитной сепарации заключается в возможности одномоментного измерения долей масс-зарядового состава пучка. Времяпролетный спектрометр имеет удовлетворительную разрешающую способность (более 10), широкий диапазон измерения масс ионов (1–300 а.е.м.) и относительно высокую чувствительность [8]. Необходимо отметить, что работа источника осуществлялась при пониженном давлении газа (не более $1 \cdot 10^{-1}$ Па). Оценки показывают, что при таком давлении длина свободного пробега составляет порядка одного метра. Следовательно, рассеяние пучка ионов на атомах остаточного газа и потери энергии при транспортировке пучка на расстояние порядка метра незначительны и использование методики вполне оправдано.

Схема измерений масс-зарядового состава плазмы на основе времяпролетного спектрометра представлена на рис. 2.

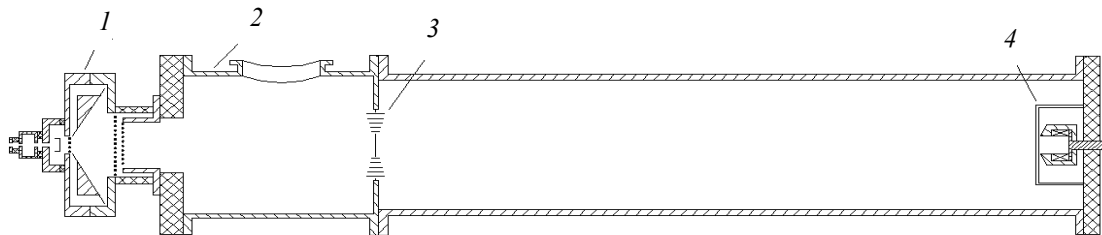


Рис. 2. Схема измерений масс-зарядового состава плазмы на основе времяпролетного спектрометра: 1 – генератор плазмы; 2 – вакуумная камера; 3 – затвор спектрометра; 4 – цилиндр Фарадея

Времяпролетный спектрометр является модификацией устройства [9], успешно зарекомендовавшего себя для измерений масс-зарядового состава пучков ионных источников [10, 11].

Величина q/M для каждого масс-зарядового компонента ионного пучка определялась из выражения (1) по величине временной задержки t относительно фронта импульса напряжения на затворе спектрометра:

$$t = \frac{L\sqrt{\frac{q}{M}}}{2eU_{\text{уск}}}, \quad (1)$$

где t – промежуток времени между приложением к затвору спектрометра отклоняющего импульса и сигналом в цепи цилиндра Фарадея; e – заряд электрона; $U_{\text{уск}}$ – ускоряющее напряжение; L – база спектрометра (пролетное расстояние), $L=1,2$ м.

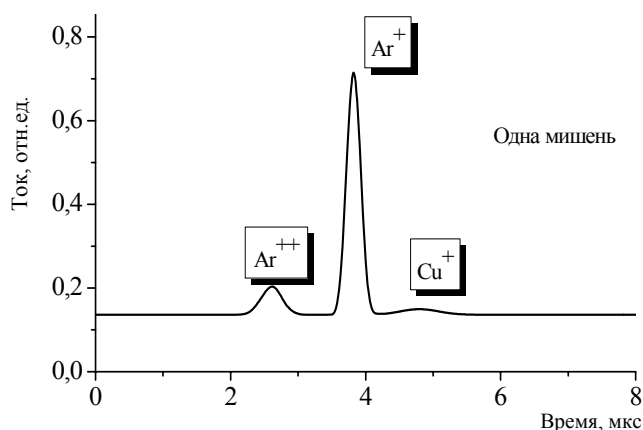
Долевое отношение компонентов ионного пучка оценивалось по величине амплитуды импульса тока цилиндра Фарадея. При этом учитывалось, что регистрируемый ток многозарядных ионов в кратность зарядов раз превышает ток частиц данной зарядности.

В экспериментах по измерению масс-зарядового состава генератор плазмы находился под высоким относительно земли потенциалом. Поэтому электропитание разрядов и мишеней осуществлялось через разделительные трансформаторы. Функционирование эмиттерного разряда осуществлялось с использованием импульсной схемы, формирующей импульс тока амплитудой 3–30 А и длительностью 400 мкс. Постоянное электрическое смещение мишеней поддерживалось на уровне 500 В, что достаточно для эффективного распыления мишеней без образования на их поверхности катодных пятен. Напряжение основного разряда изменялось в диапазоне 100–200 В.

При исследовании масс-зарядового состава объемной плазмы использовались 1 либо 3 медные распыляемые мишени. В качестве рабочего газа – аргон. Выбор распыляемого металла и рода газа обусловлен, во-первых, относительно высоким коэффициентом распыления меди (например, для энергии ионов аргона 500–600 эВ, $S_{\text{Cu}} = 3$ атома на ион). Во-вторых, масса ионов меди и аргона сильно отличается, что значительно упрощает идентификацию зарядовых составляющих этих элементов в измеряемом спектре.

Результаты эксперимента. Эксперименты показали, что при использовании одной мишени доля ионов меди в объемной плазме составляет 2% (рис. 3), а для 3 мишеней – 4% (рис. 4).

Рис. 3. Ток цилиндра Фарадея времяпролетного спектрометра при использовании 1 мишени. $U_{\text{осн}} = 200$ В, $U_{\text{миш}} = 500$ В, $U_{\text{уск}} = 20$ кВ, $I_{\text{эмит}} = 30$ А, $U_{\text{откл}} = 3$ кВ, $\nu = 5$ Гц, $p = 3,5 \cdot 10^{-2}$ Па, Ar



Расчет процентного содержания ионов материала распыляемой мишени в плазме. Доля ионов металла (меди), образованных в объемной плазме аргона, может быть оценена из выражения (2):

$$\frac{n_{i\text{Cu}}}{n_{i\text{Ar}}} \times 100\% = \frac{n_{\text{ат. Cu}} \times \sigma_{i\text{Cu}}}{n_{\text{ат. Ar}} \times \sigma_{i\text{Ar}}} \times 100\%, \quad (2)$$

где $n_{i\text{Cu}}$ – концентрация ионов меди; $n_{i\text{Ar}}$ – концентрация ионов аргона; $n_{\text{ат. Cu}}$ – концентрация атомов меди; $n_{\text{ат. Ar}}$ – концентрация атомов аргона; $\sigma_{i\text{Cu}}$ – сечение ионизации атома меди; $\sigma_{i\text{Ar}}$ – сечение ионизации атома аргона.

Значения сечения ионизации атомов меди и аргона при энергии электронов $E_e=50-150$ эВ следующие: $\sigma_{i\text{Cu}} = 4,1 \cdot 10^{-16}$ см², $\sigma_{i\text{Ar}} = 2,8 \cdot 10^{-16}$ см².

Концентрация атомов аргона определяется из соотношения (3):

$$p = n_{\text{ат. Ar}} kT, \quad (3)$$

где p – давление в вакуумной камере; k – постоянная Больцмана; T – температура газа.

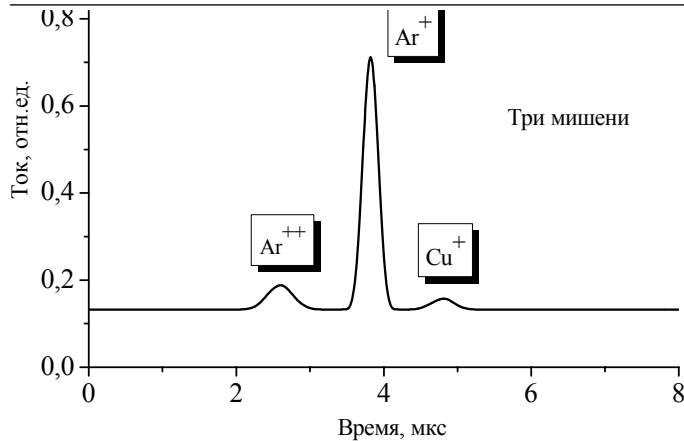


Рис. 4. Ток цилиндра Фарадея времяпролетного спектрометра при использовании 3 мишеней. $U_{\text{осн}} = 200$ В, $U_{\text{миш}} = 500$ В, $U_{\text{уск}} = 20$ кВ, $I_{\text{эмит}} = 30$ А, $U_{\text{откл}} = 3$ кВ, $v = 5$ Гц, $p = 3,5 \cdot 10^{-2}$ Па, Ar

тельного электрода 25 см, найдем плотность потока распыленных атомов меди из (5):

$$j_{\text{ат. Cu}} = \frac{N_{\text{ат. Cu}}}{S_{\text{потока}}}, \quad (5)$$

где $N_{\text{ат. Cu}}$ — число распыленных атомов меди; $S_{\text{потока}}$ — площадь потока атомов меди.

Для $N_{\text{ат. Cu}} = 3 \cdot 10^{19}$ и $S_{\text{потока}} = 500$ см² значение плотности потока составило $j_{\text{ат. Cu}} = 6 \cdot 10^{16}$ шт/см². Скорость атомов меди, эмитируемых в результате бомбардировки, определяется из (6):

$$V_{\text{ат. Cu}} = 1,38 \times 10^6 \sqrt{\frac{E_i}{A}}, \quad (6)$$

где E_i — энергия ионов, эмитируемых мишенью; A — атомная масса.

Энергия ионов, приобретаемая ионами мишени в результате ионной бомбардировки, при выходе из металла составляет приблизительно 5 эВ. Тогда значение скорости атомов меди составляет $V_{\text{ат. Cu}} = 0,4 \cdot 10^6$ см/с.

Подставляя значения $V_{\text{ат. Cu}}$ и $j_{\text{ат. Cu}}$ в выражение (4), получим, что концентрация атомов меди составляет $n_{\text{ат. Cu}} = 1,5 \cdot 10^{11}$ см⁻³.

Проведенные оценки свидетельствуют о том, что для данных условий и параметров разряда доля ионов металла в объемной плазме не превышает единиц процентов (1–5%).

Заключение. Экспериментальные результаты и проведенные оценки показали, что в разрядной системе с инжекцией электронов и дополнительным распыляемым электродом доля ионов металла в плазме объемного разряда достаточно мала и составляет единицы процентов. Следовательно, формирование покрытий с использованием такой разрядной структуры осуществляется за счет адсорбции на поверхности подложки нейтральных атомов и дальнейших плазмохимических реакций атомов распыляемой мишени и химически активных газов. Данный факт несколько сужает области применения данного источника, например в процессах плазменно-иммерсионной ионной имплантации металлов. Однако использование плазменного генератора для осаждения тонких оптически прозрачных композиционных покрытий как на непроводящие мишени (стекло, керамика и т.д.), так и на проводящие, где не требуется внедрения материала мишени в подложку, выглядит достаточно привлекательно.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 12-08-31579-мол_а).

Литература

1. Генератор объемной плазмы на основе разряда с плазменным катодом / А.В. Визирь, Е.М. Окс, М.В. Шандриков, Г.Ю. Юшков // ПТЭ. – 2003. – № 3. – С. 108–111.
2. Генерация объемной плазмы на основе сильноточного газового разряда с внешней инжекцией электронов / А.В. Визирь, Е.М. Окс, М.В. Шандриков, Г.Ю. Юшков // Прикладная физика. – 2004. – № 6. – С. 115–119.

Для значений $p = 1 \cdot 10^{-1}$ Па, $k = 1,38 \cdot 10^{-23}$ Дж/К и $T = 300$ К концентрация атомов аргона в камере составляет $n_{\text{ат. Ar}} = 2,5 \cdot 10^{13}$ см⁻³.

Концентрация атомов меди определяется по формуле (4):

$$n_{\text{ат. Cu}} = \frac{j_{\text{ат. Cu}}}{V_{\text{ат. Cu}}}, \quad (4)$$

где $j_{\text{ат. Cu}}$ — плотность потока распыленных атомов меди; $V_{\text{ат. Cu}}$ — скорость распыленных атомов меди.

Учитывая, что при энергии ионов 500 эВ коэффициент распыления для меди $S_{\text{Cu}} = 3$ атома на ион, ток на мишени 1,5 А, площадь мишеней 650 см², то количество распыленных атомов меди составляет $3 \cdot 10^{19}$. Зная диаметр распылительного электрода 25 см, найдем плотность потока распыленных атомов меди из (5):

3. Генератор газометаллической плазмы на основе разряда с инжекцией электронов / А.В. Визирь, Е.М. Окс, А.В. Тюньков, М.В. Шандриков // ПТЭ. – 2011. – № 2. – С. 73–77.
4. Формирование функциональных оксидных композиционных покрытий на основе разрядной системы с инжекцией электронов / А.В. Визирь, К.П. Савкин, М.В. Шандриков, Г.Ю. Юшков // Доклады Том. гос. ун-та систем управления и радиоэлектроники. – 2011. – № 1 (23). – С. 83–88.
5. Shandrikov M.V. Formation of hard amorphous hydrogenated carbon films on metal by CVD method in acetylene plasma / A.V. Vizir, M.V. Shandrikov // Известия вузов. Физика. – 2007. – № 9. Приложение. – С. 460–463.
6. Shandrikov M.V. Deposition and Investigation of Amorphous Hydrogenated Carbon Films from Acetylene Plasma // 9th International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows: Proceedings. – Tomsk: Publishing House of the IOA SB RAS, 2008. – P. 568–571.
7. Discharge System with Electron Injection for Formation of Composite Metal-Oxide Hydrophobic Coatings / A.V. Tyunkov, A.V. Vizir, M.V. Shandrikov et al. // 10th International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows: Proceedings. – Tomsk: Publishing House of the IOA SB RAS, 2010. – P. 594–597.
8. Brown I.G. A new method for ion charge state analysis / I.G. Brown, J.C. Kelly // Applied Physics. – 1988. – Vol. 63. – P. 254–258.
9. Improved time-of-flight ion charge state diagnostic / I.G. Brown, J.E. Galvin, R.A. MacGill, R.T. Wright // Review of Scientific Instruments. – 1987. – Vol. 58. – P. 1589–1592.
10. Measurement of total ion flux from vacuum arc cathode spot / A. Anders, E.M. Oks, G.Yu. Yushkov et al. // IEEE Transaction on Plasma. Science. – 2005. Vol. 33. – № 5 (1). – P. 1532–1536.
11. Boron ion source based on planar magnetron discharge in self-sputtering mode / V.I. Gushenets, A. Hershcovitch, T.V. Kulevoy et al. // Review of Scientific Instruments. – 2010. – Vol. 81. – P. 02B303.

Тюньков Андрей Владимирович

Канд. техн. наук, доцент каф. физики ТУСУРа

Тел.: (382-2) 41-33-69

Эл. почта: andrew71@sibmail.com

Юшков Юрий Георгиевич

Канд. техн. наук, мл. науч. сотрудник лаборатории плазменной электроники НИЧ каф. физики ТУСУРа

Тел.: (382-2) 41-33-69

Эл. почта: YuYushkov@sibmail.com

Tyunkov A.V., Yushkov Yu.G.

Plasma mass-charge composition measurements generated in the discharge system with electron injection and additional sputtering electrode

Based on the time of flight technique mass - charge composition of the plasma generated in the discharge system with electron injection and additional sprayed electrode are investigated. This electrode configuration of the discharge unit enables the creation of composite coatings for various applications. It is shown that the metal ion contribution in the bulk plasma does not exceed a few percent.

Keywords: low pressure discharge, sectioned sputtering electrode, electron injection and TOF mass-spectrometer.