МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Омский государственный технический университет»

ИОННО-ПЛАЗМЕННОЕ МОДИФИЦИРОВАНИЕ МАТЕРИАЛОВ

Учебное текстовое электронное издание
локального распространения

Омск
Издательство ОмГТУ
2017

Сведения об издании: 1, 2

© ОмГТУ, 2017

Составители: *А. И. Блесман*, *Д. А. Полонянкин*, *А. С. Рубан*

Ионно-плазменное модифицирование материалов : метод. указания к лаб. работам / Минобрнауки России, ОмГТУ ; [сост.: А. И. Блесман, Д. А. Полонянкин, А. С. Рубан]. – Омск : Изд-во ОмГТУ, 2017.

Рассмотрены теоретические основы ионной имплантации и получения тонкопленочных покрытий методом магнетронного распыления. Приведены примеры расчетов дозы имплантации, глубины внедрения имплантируемых атомов, их концентрации по глубине проникновения в мишень. Даны рекомендации по выполнению лабораторных работ по ионно-плазменному модифицированию материалов.

Издание адресовано обучающимся по направлениям 28.03.02, 28.04.02; 22.03.01, 22.04.01; 15.04.04, 15.04.05.

Рекомендовано редакционно-издательским советом
Омского государственного технического университета

© ОмГТУ, 2017

1 электронный оптический диск

Оригинал-макет издания выполнен в Microsoft Office Word 2007/2010 с использованием возможностей Adobe Acrobat Reader.

Минимальные системные требования:

- процессор Intel Pentium 1,3 ГГц и выше;
- оперативная память 256 Мб и более;
- свободное место на жестком диске 260 Мб и более;
- операционная система Microsoft Windows XP/Vista/7/10;
- разрешение экрана 1024×768 и выше;
- акустическая система не требуется;
- дополнительные программные средства Adobe Acrobat Reader 5.0 и выше.

Редактор *М. А. Болдырева*
Компьютерная верстка *О. Н. Савостеевой*

Сводный темплан 2017 г.
Подписано к использованию 24.10.17.
Объем 0,56 Мб.

Издательство ОмГТУ.
644050, г. Омск, пр. Мира, 11; т. 23-02-12
Эл. почта: info@omgtu.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

Применение ионно-плазменных методов поверхностного модифицирования конструкционных материалов позволяет обеспечить направленное изменение их физико-химических свойств и, как следствие, эксплуатационных характеристик, что является актуальной и востребованной задачей современного материаловедения и нанотехнологий.

Методические указания к лабораторным работам по теме «Ионно-плазменное модифицирование материалов» предназначены для практического закрепления теоретических знаний при изучении таких дисциплин, как «Методы получения тонкопленочных покрытий» и «Физические основы современных технологий получения покрытий».

Издание содержит теоретические сведения о методах ионно-плазменного модифицирования конструкционных материалов – ионной имплантации и магнетронном распылении, а также рекомендации по выполнению лабораторных работ.

Методические указания разработаны в соответствии с рабочими программами для обучающихся по направлениям «Наноинженерия» (28.03.02, 28.04.02), «Материаловедение и технологии материалов» (22.03.01, 22.04.01), «Автоматизация технологических процессов и производств» (15.04.04) и «Конструкторско-технологическое обеспечение машиностроительных производств» (15.04.05).

Для определения сформированности компетенций обучающихся в методические указания включены контрольные вопросы к лабораторным работам.

1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ

Сущность метода ионной имплантации (ИИ) заключается в бомбардировке мишени ионами, ускоренными до энергий порядка 10^3–10^6 эВ, в результате чего ионы внедряются в мишень, создавая в приповерхностном слое определённое распределение примесей. Глубина проникновения ионов зависит от энергии, а также материала мишени. Концентрация легирующей примеси в мишени зависит от количества ионов данной энергии, бомбардирующих единицу площади, – дозы имплантации.

Основные характеристики ИИ – глубина внедрения, доза имплантации. Процесс может происходить как с напуском газа, так и без напуска газа при давлении от 1,33 Па и ниже. Имплантируемый материал, материал катода, выбивается из него, ионизируется и за счёт воздействия высокого напряжения внедряется в мишень.

Рассмотрим систему «ион – твёрдое тело». При сближении иона с поверхностью на расстояние порядка размера атома возможен переход электрона из твёрдого тела на нижележащие уровни иона. Высвободившаяся энергия может передаваться другому электрону безызлучательным путём в результате оже-процесса. Если энергия второго электрона будет достаточной, а направление импульса благоприятным, то электрон выйдет в вакуум и будет происходить ионно-электронная эмиссия.

Упругими (ядерными) соударениями называются такие, при которых энергия передаётся атомам вещества; неупругими (электронными) – соударения, при которых энергия передаётся электронам. В результате упругих соударений часть электронов может приобрести энергию, достаточную для выхода из поверхности тела. Это явление называется кинетической ионно-электронной эмиссией. При релаксации возбуждения электронной подсистемы твёрдого тела, вызванного неупругими соударениями, энергия может выделяться в виде квантов, в этом случае будет наблюдаться свечение – ионолюминесценция.

При образовании глубоких электронных вакансий наблюдается характеристическое рентгеновское излучение. Радиационные дефекты возникают в случае неупругих соударений, при которых происходит смещение атомов из равновесного положения.

Эффект увеличения диффузии примеси при заданной температуре в результате воздействия излучения называется радиационно-стимулированной диффузией.

Изменение скорости распада (отжига) сложных дефектов, возникших в результате объединения нескольких точечных дефектов при воздействии излучения, называется радиационно-стимулированным отжигом.

При отражении иона от поверхности мишени он может сохранить заряд или превратиться в нейтральную частицу. Атомы или группы атомов в приповерхностном слое получившие достаточный импульс, могут выйти из поверхностного слоя – происходит распыление вещества. Причём состояние кусков вещества может быть как возбуждённым, так и нейтральным; заряд как положительным, так и отрицательным, равным нескольким зарядам электрона. На нагрев мишени уходит, как правило, 90 % энергии иона. Теряя энергию при ядерных и электронных взаимодействиях, ионы замедляются и останавливаются внутри мишени – это внедрённые ионы. В мишень можно внедрить практически любой элемент таблицы Менделеева.

Метод ионной имплантации позволяет существенно изменить электрические, химические, оптические, механические, эмиссионные свойства материалов. Ввиду того что процесс ионной имплантации неравновесный, можно создавать сплавы и соединения, которые нельзя получить обычными методами, достигнуть такой концентрации внедрённой примеси, которая превышает пределы растворимости.

2. РАСЧЁТ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ

Основные допущения при расчётах [1].

1. Вещество, с которым взаимодействует ион, является однородным и изотропным, а атомы в нём расположены хаотически (мишени аморфные).

2. Упругие и неупругие взаимодействия происходят независимо друг от друга.

3. Упругие и неупругие взаимодействия рассматриваются на основе статистической модели атома Томаса – Ферми, при этом в качестве функции экранирования в потенциале взаимодействия используется Φ:

$$\Phi = \frac{z_1 z_2 e^2}{r} f(r/a), \tag{1}$$

где z_1 – порядковый номер имплантируемого иона; z_2 – порядковый номер атома мишени; $f(r/a) = a/2r$ – функция экранирования ядер электронами; r – максимальное расстояние, на которое сближаются частицы; a – параметр экранирования.

За основу для расчета параметра экранирования принимается выражение

$$a = 0{,}885 a_0 (z_1^{2/3} + z_2^{2/3})^{-1/2}, \tag{2}$$

где $a_0 = 0{,}0529$ нм – радиус первой орбиты в атоме водорода по Бору.

Электронные потери описываются выражением

$$\left(\frac{dE}{dR}\right)_e = -2{,}34 \cdot 10^{23} n (z_1 + z_2) v \ \ (\text{эВ/см}), \tag{3}$$

где v – скорость иона, см/с; n – количество атомов в 1 см^3 мишени, определяемое по формуле

$$n = \frac{N_A \rho_1}{M_1}, \tag{4}$$

где $N_A = 6,02 \cdot 10^{23}$ моль$^{-1}$ (число Авогадро); ρ_1 – плотность, г/см^3; M_1 – молярная масса материала мишени, г/моль.

4. Считается, что упругие взаимодействия можно рассматривать как парные, не учитывая состояния внешних электронов в твёрдом теле и зарядовое состояние иона.

5. Потери энергии в каждом акте соударения предполагаются много меньшими, чем энергия иона, что позволяет использовать статистический подход к рассмотрению пробегов ионов и упрощает расчёты.

6. Потери энергии иона при упругих соударениях существенно превосходят таковые при электронных взаимодействиях.

7. При описании движения ионов в среде следует учитывать два взаимосвязанных процесса – изменение направления движения ионов (рассеяние) и изменение энергии (торможение). Пробег ионов в мишени определяется по формуле

$$R = \frac{1}{n} \int_0^E \frac{dE}{S_n + S_e},$$

где R – проекция длины пробега ионов в твёрдом теле, мкм; E – энергия иона, эВ; n – количество атомов в единице объёма, см$^{-3}$; S_n, S_e – ядерная и электронная тормозная способность, эВ·см^2.

Ядерная и электронная тормозные способности определяются соответственно соотношениями:

$$S_n = -\frac{1}{n}\left(\frac{dE}{dx}\right)_n; \tag{5}$$

$$S_e = -\frac{1}{n}\left(\frac{dE}{dx}\right)_e, \qquad (6)$$

где $\frac{dE}{dx}$ – потери энергии в слое dx, эВ/см.

Ядерная тормозная способность (5) в интегральной форме:

$$S_n = -\int_0^{E_{\max}} E_p d\sigma, \qquad (7)$$

где $d\sigma = 2\pi p dp$ – дифференциальное сечение; p – прицельное расстояние; E_p – энергия, передаваемая ионами ядрам атома.

При соударении с атомами мишени имплантируемый ион отклоняется на угол φ_0 от направления своего движения и передает энергию E_p столкнувшемуся с ним атому, в результате чего атом отклоняется на угол φ_1 от оси полёта иона. При изменении значений угла отклонения от 0 до π значение E_p меняется от 0 до $E_{\max}$.

$$E_{\max} = \frac{4EM_1M_2}{\left(M_1 + M_2\right)^2}, \qquad (8)$$

где M_1 и M_2 – молярная масса мишени и катода соответственно, г/моль.

Расчет E_p представляет собой известную задачу механики:

$$E_p = \frac{2M_1M_2E(1-\cos\varphi)}{M_1 + M_2}, \qquad (9)$$

где φ – угол отклонения частицы в системе отсчета центра масс.

В системе отсчета, связанной с центром масс, энергия рассчитывается согласно формуле

$$E_{отн} = \frac{M_2 E}{M_1 + M_2}. \tag{10}$$

Для удобства расчётов введём безразмерные (нормированные) значения энергии ε, пробега ρ и расстояния t.

$$\varepsilon = \frac{aE_{отн}}{z_1 z_2 e^2} = \frac{aM_2 E}{z_1 z_2 e^2 \left(M_1 + M_2\right)} = C_e E, \tag{11}$$

где C_e – коэффициент нормирования.

$$\rho = \frac{4R\pi a^2 n M_1 M_2}{\left(M_1 + M_2\right)^2} = C_R R; \tag{12}$$

$$t = \varepsilon^2 \sin^2(\varphi / 2). \tag{13}$$

Дифференциальное сечение с учётом соотношения (13) запишем в виде

$$d\sigma = -\pi a^2 \frac{dt}{2t^{3/2}} f(t^{1/2}). \tag{14}$$

Выражения (1) и (14) в большинстве случаев решаются численными методами. Перепишем уравнения (5) и (6) в нормированном виде:

$$\left(\frac{d\varepsilon}{d\rho}\right)_n = S_n(\varepsilon) = \left(\frac{dE}{dR}\right)_n \cdot \frac{\varepsilon}{E} \cdot \frac{R}{\rho}. \tag{15}$$

Выразим из (15) удельные потери как

$$\left(\frac{dE}{dR}\right)_n = -nS_n = \left(\frac{d\varepsilon}{d\rho}\right)_n \frac{E}{\varepsilon}\cdot\frac{\rho}{R} = \left(\frac{d\varepsilon}{d\rho}\right)_n \cdot\frac{E}{C_e E}\cdot\frac{C_R R}{R} = \left(\frac{d\varepsilon}{d\rho}\right)_n \cdot\frac{C_R}{C_e}. \qquad (16)$$

Для соотношения (16) может быть использована аналитическая аппроксимация выражения

$$\frac{d\varepsilon}{d\rho} = \frac{A\sqrt{\varepsilon}}{B+\varepsilon}, \qquad (17)$$

где ε – приведённая энергия; A = 0,45, B = 0,3 – коэффициенты.

В диапазоне энергий 0,05 < ε < 10 значения совпадают с вышеизложенной теорией до 10 %.

Электронная тормозная способность. При неупругих столкновениях кинетическая энергия иона расходуется на электронные переходы в атомах (или между различными разрешительными зонами твёрдого тела), а также на возбуждение коллективных колебаний электронов.

Электронную тормозную способность можно выразить через дифференциальное сечение:

$$S_e = \int E_e d\sigma_e. \qquad (18)$$

Зависимость удельных потерь примет вид:

$$\left(\frac{dE}{dR}\right)_e = -nS_e. \qquad (19)$$

Вычислить дифференциальное сечение для конкретных пар «ион – твёрдое тело» очень сложно, поэтому рассмотрим только зависимость сечения торможения от энергии и вида взаимодействующих частиц. В теории О. Б. Фирсова считается, что при сближении соударяющиеся атомы образуют квазимолекулу, происходит обмен электронами. Линейную зависимость получили И. Линдхард и М. Шарф:

$$S_e(\varepsilon) = -k_e \varepsilon^{1/2}; \tag{20}$$

$$k_e = 0,0793 \frac{z_1^{1/2} z_2^{1/2}}{(z_1^{2/3} + z_2^{2/3})^{3/4}} \cdot \frac{(M_1 + M_2)^{3/2}}{M_1^{3/2} M_2^{1/2}} z_1^{1/6}; \tag{21}$$

где k_e – коэффициент нормирования.

Учитывая безразмерные параметры, получим выражение

$$\left(\frac{d\varepsilon}{d\rho}\right)_e = S_e(\varepsilon) = \left(\frac{dE}{dR}\right)_e \cdot \frac{\varepsilon}{E} \cdot \frac{R}{\rho}. \tag{22}$$

В размерном виде:

$$\left(\frac{dE}{dR}\right)_e = -nS_e = \left(\frac{d\varepsilon}{d\rho}\right)_e \frac{E}{\varepsilon} \cdot \frac{\rho}{R} = \left(\frac{d\varepsilon}{d\rho}\right)_e \cdot \frac{E}{C_e E} \cdot \frac{C_R R}{R} = \left(\frac{d\varepsilon}{d\rho}\right)_e \cdot \frac{C_R}{C_e}. \tag{23}$$

Учитывая выражение (20), получим выражение для расчета электронных потерь (эВ/см):

$$\left(\frac{dE}{dR}\right)_e = S_e(\varepsilon) \cdot \frac{C_R}{C_e} = k_e \varepsilon^{1/2} \cdot \frac{C_R}{C_e} = k_e (C_e E)^{1/2} \cdot \frac{C_R}{C_e} = k_e E^{1/2} \cdot \frac{C_R}{C_e^{1/2}}. \tag{24}$$

Следует отметить, что зависимость не является универсальной для любой пары «ион – мишень».

Распределение пробегов ионов представляет интерес для определения профиля концентрации. В силу того что число соударений, которые испытал ион, и энергия, теряемая при каждом соударении, носят случайный характер, траектория каждого иона индивидуальна и длины их пробегов R отличаются друг от друга. Таким образом, следует говорить о распределении ионов, которое будет характеризоваться плотностью вероятности P того, что ион с данной энергией затормозится в зоне прохождения пути R, где $P = f(n, E, z_1, z_2, M_1, M_2)$.

Пробег иона (R, см) определяется с учётом известных ядерных и электронных тормозных потерь и может быть рассчитан по формуле

$$R = \frac{E}{n\left(S_e + S_n\right)} = \frac{E}{\left(\frac{dE}{dR}\right)_n + \left(\frac{dE}{dR}\right)_e}. \tag{25}$$

Энергия иона (E, эВ) определяется по формуле

$$E = zU, \tag{26}$$

где z – кратность заряда иона; U – ускоряющее напряжение, В.

Доза имплантации определяется по формуле

$$D = \frac{N}{S} = \frac{J\tau tf}{q_e S}, \tag{27}$$

где N – количество имплантированных ионов; J – сила тока, А; S – площадь мишени, см^2; τ – длительность импульса, $\tau = 2{,}5 \cdot 10^{-4}$ с; f – частота

импульса, Гц; q_e – заряд электрона (q_e = 1,6 · 10^{-19} Кл); t – время имплантации, с.

Разброс значений пробегов ΔR определяется по формуле

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{0,8\left(M_1 M_2\right)^{1/2}}{M_1 + M_2}. \tag{28}$$

Распределение ионов по глубине проникновения описывается следующей формулой:

$$N(x) = \frac{D}{\sqrt{2\pi}\Delta R} \exp\left[-(x-R)^2 / \left(2\Delta R^2\right)\right], \tag{29}$$

где $N(x)$ – концентрация, см$^{-3}$.

Максимум концентрации приходится на координату $x = R$, $0 \le x \le 2R$.

Лабораторная работа «Расчет основных параметров процесса ионной имплантации конструкционных материалов»

Цель работы: изучить методику расчета основных параметров процесса ионной имплантации с использованием различных материалов имплантата и мишени в соответствии с данными, представленными в табл. 1.

Порядок выполнения работы

Этап I

1. Получить исходные данные у преподавателя (материал катода, мишени, величина ускоряющего напряжения, время имплантации, площадь образца, величина тока, частота импульсов).

Таблица 1

Данные для расчета параметров процесса ионной имплантации

Вариант	Тип иона	Материал мишени	Ускоряющее напряжение, кВ	Заряд иона
1	Na	Al	40	++
2	Mo	Fe	60	++
3	Al	Cu	80	+
4	Zr	V	20	+++
5	K	W	30	++
6	Cu	Ta	100	+
7	Ti	Mo	120	+
8	W	Ti	50	++
9	V	Fe	70	+
10	Mo	Cu	150	+

2. Вычислить параметр экранирования a по формуле (2), коэффициенты C_e, C_R, k_e по формулам (11), (12), (21), концентрацию ионов n по формуле (4). При расчете в качестве единиц массы и длины выбирать соответственно граммы и сантиметры.

3. По формуле (26) вычислить энергию ионов.

4. По формулам (16) и (24) вычислить значения ядерных и электронных потерь и выразить их в электронвольтах на сантиметр (эВ/см).

5. По формуле (25) вычислить длины пробегов R, полученное значение перевести в микрометры.

6. По формуле (28) вычислить среднее отклонение пробегов ионов.

7. В соответствии с параметрами, представленными в табл. 2, вычислить по формуле (27) дозу имплантации.

8. По формуле (29) вычислить значения концентрации ионов по глубине. Для расчета рассматривать шаг $x = 0{,}2\ R$. Значения x и ΔR подставлять в сантиметрах.

9. Построить график зависимости $N_{ux} = f(x)$.

Таблица 2

Данные для расчета дозы имплантации

Вариант	I, А	f, Гц	t, с	S, см^2	U, кВ	Материал	
						катода	мишени
1	0,20	50	1800	10	10	Gd	Al
2	0,10	30	2600	50	30	Ti	Mo
3	0,12	45	1500	18	40	Mo	Gd
4	0,18	35	3600	18	45	Hf	Cu
5	0,17	30	1000	50	35	Cr	Cu
6	0,20	35	5000	10	15	Gd	Mo
7	0,25	50	2400	10	20	Cr	Ti
8	0,10	50	3600	18	50	Mo	Fe
9	0,20	30	1800	50	25	Hf	Fe

Этап II

1. Построить график зависимости концентрации ионов от глубины их проникновения (рис. 1).

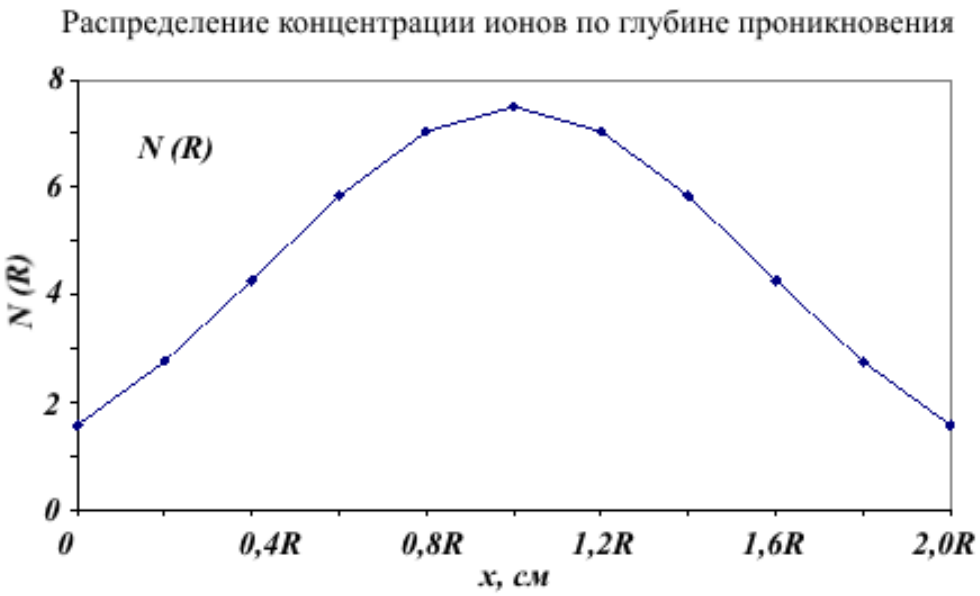

Рис. 1. Пример построения зависимости концентрации ионов от глубины их проникновения

2. Выбрать материал мишени и импланта.

3. Определить максимум концентрации $N_{(v)}\max$ и соответствующее значение R, при котором наблюдается максимум распределения.

4. По формуле (28) рассчитать среднее отклонение пробегов.

5. Исходя из формулы (29), получить выражение для дозы имплантации и найти ее значение.

6. Рассчитать не менее трех доз имплантации для различных материалов мишени и имплантата.

7. Рассчитать количество имплантируемых ионов по формуле (27), считая площадь мишени равной $S = 35$ см^2.

8. Сделать выводы.

Этап III

1. Определить скорость нанесения покрытия из нитрида титана TiN в зависимости от тока дуги испарителя I_d, А; расстояния до катода r; тока фокусирующей катушки, $I_ф$, А; размера детали. Принять стандартное расстояние от катода до оси камеры 270 мм.

Получить исходные данные для расчета (I_d, $I_ф$, x, r_0) у преподавателя. Рассчитать скорость нанесения покрытия на мишень с ее вращением и без вращения.

Максимум скорости нанесения покрытия (H, мкм/ч) по центру *без вращения* детали определяется по формуле

$$H^{н}_{\max} = 0{,}155 I_d + 13{,}5 I_ф^{1{,}4};$$

с вращением –

$$H^{вр}_{\max} = 0{,}108 I_d + 6{,}2 I_ф^{1{,}4}.$$

Зависимость скорости нанесения покрытия от произвольного расстояния r от катода до мишени с ее вращением и без вращения соответственно выражается формулами:

$$H_r^{н} = [0,00079 I_d + 0,984 I_ф^{1,4}] \cos^2(a / r^2);$$

$$H_r^{н} = [0,011 I_d + 0,45 I_ф^{1,4}] \cos^2(a / r^2).$$

2. Построить график зависимости скорости нанесения покрытия от расстояния между катодом и мишенью (рис. 2).

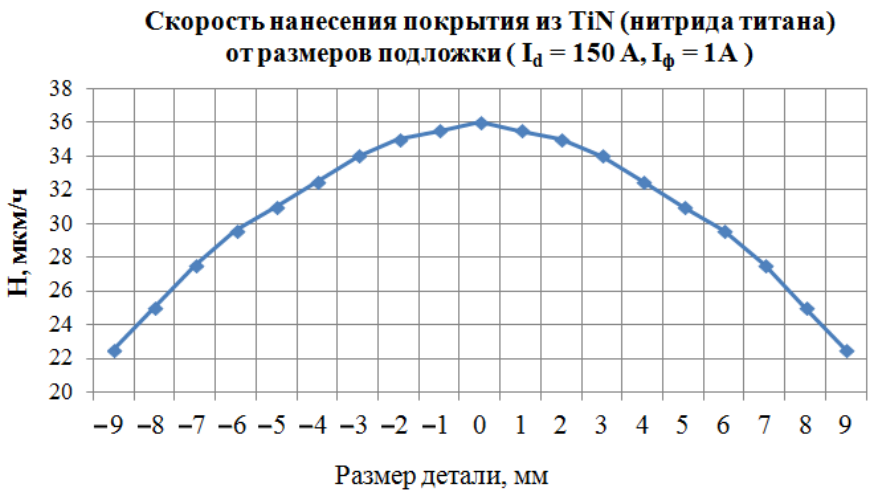

Рис. 2. Пример построения зависимости скорости нанесения покрытия от размеров подложки (без вращения мишени)

Пример расчета

Мишень – титан, материал катода – хром.

I = 0,25 А, f = 50 Гц, t = 2400 с, S = 10 см^2, U = 20 кВ.

Для данных материалов z_1 = 22, z_2 = 24, M_1 = 48 г/моль, M_2 = 52 г/моль, ρ_1 = 4,54 г/см^3.

1. Рассчитаем параметр экранирования α, коэффициенты C_e, C_R, k_e, концентрацию ионов n:

$\alpha = 1,16 \cdot 10^{-9}$см,

$n = 5{,}7 \cdot 10^{22}$ см$^{-3}$,

$$C_e = \frac{aM_2}{z_1 z_2 e^2 \left(M_1 + M_2\right)} = 7{,}9 \cdot 10^{-6} \text{ эВ}^{-1},$$

$$C_R = \frac{4\pi a^2 n M_1 M_2}{\left(M_1 + M_2\right)^2} = 2{,}4 \cdot 10^5 \text{см}^{-1},\ k_e = 0{,}22.$$

2. Вычислим энергию ионов: E = 480 кэВ.

3. $$\left(\frac{dE}{dR}\right)_n = \left(\frac{d\varepsilon}{d\rho}\right)_n \cdot \frac{C_R}{C_e} = \frac{A\sqrt{\varepsilon}}{B+\varepsilon} \cdot \frac{C_R}{C_e} = \frac{A\sqrt{C_e E}}{B + C_e E} \cdot \frac{C_R}{C_e} = 6{,}5 \cdot 10^9 \text{ эВ/см},$$

$$\left(\frac{dE}{dR}\right)_e = k_e E^{1/2} \cdot \frac{C_R}{C_e^{1/2}} = 1{,}3 \cdot 10^{10} \text{ эВ/см}.$$

4. $R = 2{,}4610^{-5}$см = 0,25 мкм.

5. $$\frac{\Delta R}{R} = \frac{0{,}8\left(M_1 M_2\right)^{1/2}}{M_1 + M_2} = 0{,}4,\ \Delta R = 0{,}1 \text{ мкм}.$$

6. $$D = \frac{N}{S} = \frac{J\tau t f}{q_e S} = 4{,}7 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}.$$

Для защиты лабораторной работы необходимо сформировать отчет о ее выполнении, включающий название и цель работы, результаты проведенных расчетов, а также построения графических зависимостей; подготовить ответы на контрольные вопросы.

Контрольные вопросы

1. Сущность метода ионной имплантации.

2. Какие процессы протекают при взаимодействии ускоренных ионов с мишенью?

3. От каких параметров зависит глубина проникновения иона?

4. Ядерная и электронная тормозные способности.

5. Практическое применение ионной имплантации.

3. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТОДА МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

Изобретение метода планарного (поверхностного) магнетронного распыления положило начало новой эры в технологии вакуумных покрытий. Магнетронное распыление – это процесс кинетического выбивания атомов с поверхности твёрдого тела (мишени) за счёт передачи импульсов от ионов к атомам мишени при бомбардировке её поверхности ионами рабочего газа. В чистом виде этот процесс изучают, помещая мишень в вакуум и подвергая её бомбардировке ионами из специально сформованного ионного пучка.

Магнетронное распыление в условиях газового разряда – более сложный процесс, поскольку поверхность мишени подвергается воздействию не только ионов рабочего газа, но и других высокоэнергетичных частиц, включая атомы после перезарядки ионов и фотоны из разрядной плазмы. Когда речь идёт о системах, где мишень одновременно является катодом газового разряда, часто используют термин *катодное распыление*, имея в виду при этом, что распыление мишени есть результат воздействия всех частиц, попадающих на катод.

Основными элементами подобных устройств являются катод-мишень, анод и магнитная система. На рис. 3 представлена схема магнетрона с плоским катодом, которая встроена в рабочую камеру установки магнетронного распыления ADVAVAC VSM–200.

С подачей постоянного напряжения между катодом (отрицательный потенциал) и анодом (положительный или нулевой потенциал) возникает неоднородное электрическое поле и, как следствие, в рабочем газе образуется аномальный тлеющий разряд (электрический разряд в газе, характеризующийся термодинамической неравновесностью). Плазма разряда существует только в области магнитной ловушки в непосредственной бли-

зости от мишени, и ее форма определяется геометрией и величиной магнитного поля.

Поверхность катода, находящаяся между участками входа и выхода силовых линий магнитного поля, активно распыляется и имеет вид замкнутой дорожки, геометрию этой дорожки определяет форма полюсов магнитной системы. Эффективная температура электронов существенно выше температуры газа, термоэлектронная эмиссия практически отсутствует (электроды холодные).

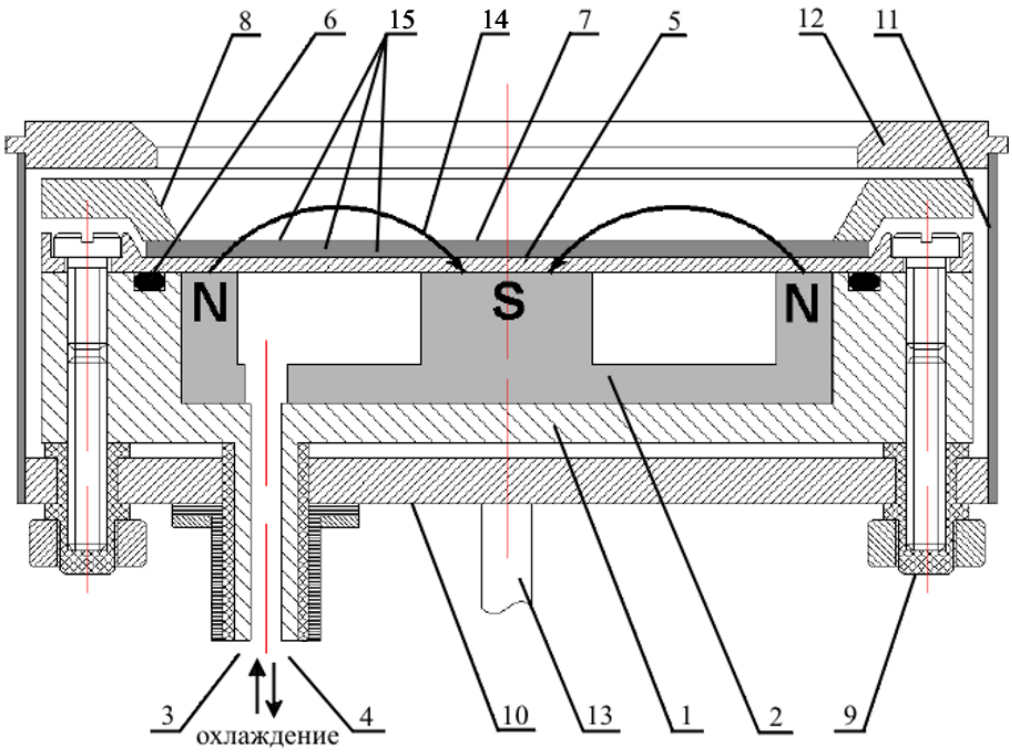

Рис. 3. Схема магнетрона с плоским катодом:

1 – корпус устройства магнетронного распыления; *2* – магнитная система; *3*, *4* – вводы охлаждения магнетрона (схематически показан один ввод); *5* – фланец – основание мишени косвенного охлаждения; *6* – уплотнительное кольцо; *7* – мишень (катод, на который подается отрицательный потенциал); *8* – фиксирующее кольцо; *9* – изолятор; *10* – основание устройства магнетронного распыления; *11* – экран устройства магнетронного распыления; *12* – анод (заземлен); *13* – шток крепления магнетрона; *14* – силовые линии магнитного поля; *15* – зона наибольшей эрозии поверхности мишени (катода)

Электроны с катода под действием бомбардировки ионами рабочего газа захватываются магнитным полем и совершают циклоидальное движение по замкнутым траекториям вблизи поверхности мишени. Электроны захватываются ловушкой, ограниченной с одной стороны магнитным полем, возвращающим электроны на катод, а с другой стороны поверхностью мишени, отталкивающей электроны. Покинуть ловушку электроны могут лишь после нескольких ионизирующих столкновений с атомами рабочего газа, в результате которых электрон теряет энергию, полученную от электрического поля. Большая часть энергии электрона до попадания на анод расходуется на ионизацию и возбуждение атомов рабочего газа, что значительно увеличивает эффективность процесса ионизации и приводит к возрастанию концентрации положительных ионов у поверхности мишени. Это обусловливает увеличение интенсивности ионной бомбардировки мишени, значительный рост скорости распыления и, как следствие, скорости осаждения атомов на подложку.

Несмотря на широкие возможности физических методов получения тонких пленок, они обладают существенными недостатками. Например, метод нанесения покрытий посредством термического испарения навески в вакууме не позволяет получать неоднородные по толщине пленки; характеризуется высокой инерционностью процессов термоиспарения, невозможностью получения пленок некоторых сплавов, соединений, тугоплавких металлов; не обеспечивает достаточную прочность сцепления (адгезию) пленки с подложкой. Сила адгезии покрытия к подложке при использовании магнетронного распыления значительно выше, чем для покрытий, полученных термовакуумным методом [2]. Это объясняется высокой энергией конденсирующихся частиц при распылении (несколько электронвольт), в то время как при термовакуумном осаждении энергия частиц составляет доли электронвольта.

К основными преимуществам метода магнетронного распыления по сравнению с другими физико-химическими методами нанесения покрытий относятся [3]:

1) низкий плазменный импеданс, высокие токи разряда от 1 до 100 А (в зависимости от протяженности магнетрона) при напряжениях до 500 В;

2) скорость осаждения в диапазоне от 1 до 10 нм/с;

3) низкая тепловая нагрузка на подложку;

4) однородность покрытия в пределах нескольких процентов, в том числе для мишеней длиной более метра;

5) высокая степень экстраполяции свойств покрытий от лабораторных до промышленных масштабов;

6) высокая плотность и адгезия покрытий, их низкая шероховатость;

7) большой выбор материалов модификатора (металлы, диэлектрики);

8) большие возможности изменения свойств пленок.

9) экологическая чистота и отсутствие проблемы утилизации токсичных отходов или их переработки.

Таким образом, основным преимуществом метода магнетронного распыления является возможность формирования тонкопленочных покрытий с низкой шероховатостью, заданной толщиной и стехиометрическим составом; уникальной особенностью метода также является использование практически любых металлов и их оксидов в качестве материала модификатора [4].

4. ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ СХЕМА И ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ ADVAVAC VSM–200

Магнетронная распылительная система (рис. 4) содержит катод (мишень) толщиной 10 мм и диаметром рабочей части 50 мм, который изготавливается из материала модификатора (медь, серебро, титан, молибден, ниобий и т. д.) и закрепляется на корпусе магнетрона. Постоянное магнитное поле создается магнитной системой, состоящей из центрального и периферийных постоянных магнитов. Магниты закреплены на основании магнитной системы, изготовленном из магнитомягкого материала.

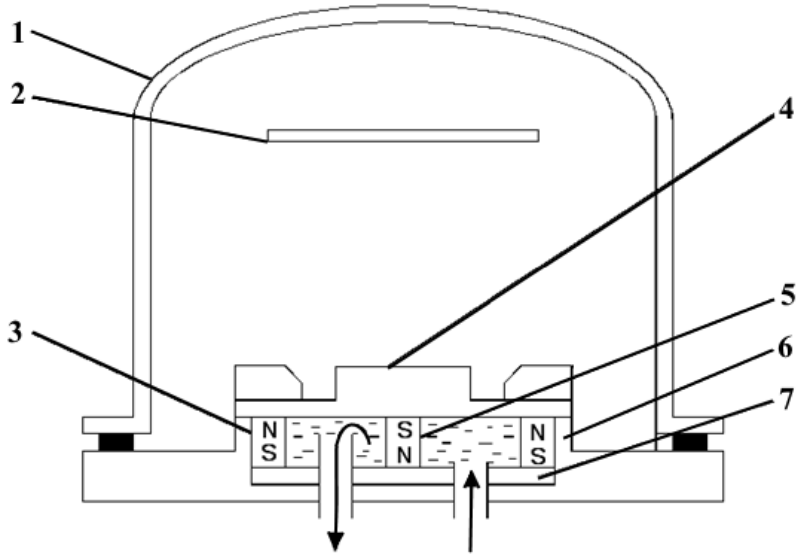

Рис. 4. Схема рабочей камеры установки ADVAVAC VSM–200:
1 – стенки рабочей камеры; *2* – подложкодержатель; *3* – периферийные магниты; *4* – катод; *5* – центральный магнит; *6* – корпус магнетрона; *7* – основание магнитной системы

Магнитная система создает над поверхностью катода магнитное поле (порядка 0,02–0,05 Тл). Мишень магнетрона имеет принудительное охлаждение проточной водой. Питание разрядной цепи магнетрона производится от источника постоянного тока с напряжением до 2000 В и максимальным током до 1 А.

Подложкодержатель расположен на расстоянии 40 см от мишени. Подложка из предметного стекла закрепляется на подложкодержателе

с помощью зажимов так, чтобы обеспечивался хороший тепловой контакт между ними. Подложкодержатель имеет нулевой потенциал, т. е. он заземлен. Вакуумная схема экспериментальной установки состоит из рабочей камеры, системы откачки (форвакуумного и турбомолекулярного насосов), системы напуска атмосферного воздуха и рабочего газа и средств измерения давления. Давление рабочего газа контролируется вакуумметром «Thyracont VD9». Подача рабочего газа (аргона) обеспечивается высокоточным контроллером массового и объемного расхода «Alicat». Нагрев подложки осуществляется термоконтроллером «Omron».

Лабораторная работа «Получение тонкопленочного покрытия методом магнетронного распыления»

Цель работы: ознакомиться с устройством и принципами работы установки магнетронного распыления «ADVAVAC VSM–200», овладеть методикой получения тонкопленочных покрытий методом магнетронного распыления.

Порядок выполнения работы

1. До нанесения покрытия на поверхность подложки из предметного стекла промыть подложку в ультразвуковой ванне в этиловом спирте.

2. Включить воздушный компрессор для обеспечения пневматического управления переключателями и клапанами установки.

3. Включить электропитание установки.

4. Включить водяное охлаждение турбомолекулярного насоса и магнетронной системы (световой индикатор «Вода блокировка» должен погаснуть).

5. Развакуумировать установку ADVAVAC VSM–200, включив напуск атмосферного воздуха переключателем «Клапан напуска».

6. Установить подложку на подложкодержателе.

7. В магнетрон установить катод-мишень из имеющегося в наличии материала модификатора (по заданию преподавателя).

8. Закрыть дверку рабочей камеры.

9. Привести переключатели в следующее положение: «Клапан напуска» – закрыт, «Затвор» – открыт.

10. Включить форвакуумный насос поворотом тумблера «Форвакуумный насос».

11. Включить подогрев подложки, используя функцию «Нагрев» термоконтроллера, установив температуру, заданную преподавателем.

12. При достижении необходимого давления в рабочей камере системы и отключении светового индикатора «Вакуум блокировка» включить турбомолекулярный насос.

13. Откачать воздух из камеры до предельного вакуума (примерно 10^{-5} мбар).

14. С помощью контроллера подачи рабочего газа установить давление аргона в камере (примерно $3{,}5 \cdot 10^{-3}$ мбар).

15. Для уменьшения расхода аргона использовать тумблер «Дросселирование».

16. Провести предварительную ионную очистку рабочей камеры, используя кнопку «Ионная чистка».

17. Включить магнетрон тумблером «DC1».

18. Поворотом регулятора мощности магнетрона установить значение 100 Вт. С этого момента начинается процесс распыления мишени и осаждение покрытия на подложке.

19. После получения покрытия с заданной преподавателем толщиной отключить магнетрон, повернув регулятор мощности до нуля.

20. Отключить подогрев подложки.

21. Выключить дросселирование рабочей камеры.

22. Провести охлаждение камеры рабочим газом до остывания подложки – после выключения магнетрона не закрывать подачу аргона в те-

чение 10–30 минут (в зависимости от температуры подложки в процессе нанесения покрытия).

23. Выключить турбомолекулярный насос.

24. Отключить подачу аргона в рабочую камеру.

25. Отключить форвакуумный насос.

26. Отсоединить рабочую камеру от турбомолекулярного насоса, опустив затвор.

27. Обеспечить подачу атмосферного воздуха в рабочую камеру, переключив клапан напуска в положение «Вкл».

28. При установлении в камере атмосферного давления открыть ее дверку, извлечь подложку.

При проведении серии экспериментов для замены подложки и (или) материала катода перейти к п. 6 очередности выполнения работы.

При выполнении данной работы по заданию преподавателя могут быть определены: 1) толщина формируемого покрытия; 2) скорость распыления; 3) зависимость скорости распыления и толщины пленки от длительности процесса (мощности магнетрона), химический и фазовый состав покрытия [5].

Контрольные вопросы

1. Физические основы метода магнетронного распыления материалов.

2. Особенности конструкции магнетрона с плоским катодом.

3. От каких параметров процесса распыления зависит толщина формируемого покрытия?

4. Каковы конструктивные особенности установки магнетронного распыления «ADVAVAC VSM–200»?

5. Какова последовательность операций для получения покрытий методом магнетронного распыления на установке «ADVAVAC VSM–200»?

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Аброян, И. Я. Физические основы электронной и ионной технологии / И. Я. Аброян, А. Н. Андронов, А. И. Титов. – М. : Высшая школа, 1984. – 320 с.

2. Сравнение методов магнетронного и термического напыления защитного покрытия для ленточных высокотемпературных сверхпроводников второго поколения / С. А. Першиков, И. И. Акимов, Н. Н. Краснобаев, А. О. Титов, Д. А. Крюков, В. Б. Смирницкий // Альтернативная энергетика и экология : междунар. науч. журн. – 2012. – № 10. – С. 69–71.

3. Brauer, G. Magnetron sputtering – Milestones of 30 years / G. Brauer, B. Szyszka, M. Vergohl, R. Bandorf // Vacuum. – 2010. – Vol. 84. – P. 1354–1359.

4. Берлин, Е. В. Ионно-плазменные процессы в тонкопленочной технологии / Е. В. Берлин, Л. А. Сейдман. – М. : Техносфера, 2010. – 528 с.

5. Блесман, А. И. Теоретические основы методов исследования наноматериалов : учеб. пособие / А. И. Блесман, В. В. Даньшина, Д. А. Полонянкин ; Минобрнауки России, ОмГТУ. – Омск : Изд-во ОмГТУ, 2017.