

УДК 533.9.082.74

Электронно-лучевое испарение бора для ионно-плазменного синтеза покрытий в форвакуумной области давлений

Ю. Г. Юшков, А. В. Тюньков, Д. Б. Золотухин, Е. М. Окс

Показана возможность получения ионов бора в плазме, создаваемой электронным пучком форвакуумного плазменного источника. Генерация ионов бора осуществлялась в результате электронно-лучевого испарения бора с последующей ионизацией атомов бора этим же пучком ускоренных электронов. Приведены результаты измерения состава пучковой плазмы, полученные с применением модифицированного квадрупольного масс-спектрометра RGA-100. Масс-спектры ионов плазмы при испарении бора демонстрируют появление однозарядных ионов бора, доля которых росла с увеличением плотности мощности пучка. Элементный состав покрытия, осажденного на титановую подложку, показывает присутствие доли атомов бора порядка 30—35 % ат. Постоянство элементного состава покрытия по его толщине свидетельствует о стабильности и равномерности процесса его нанесения. Фотография поверхности титанового образца с осажденным покрытием демонстрирует наличие гладкого сплошного поликристаллического слоя с плоской поверхностью. Результаты свидетельствуют об успешном применении форвакуумного электронного источника для испарения бора и осаждения однородного борсодержащего покрытия.

PACS: 52.70.Ds

Ключевые слова: ионы бора, электронно-лучевое испарение, плазменный источник электронов, форвакуумная область давлений, масс-зарядовый состав ионов плазмы.

Введение

Наряду с традиционным применением бора для легирования полупроводников наблюдающийся сегодня интерес к этому материалу связан также с созданием сверхтвердых покрытий и модификацией свойств материалов. Борирование представляет собой процесс диффузионного насыщения поверхности металлов и сплавов бором, приводящий к упрочнению поверхностных свойств этих материалов, обеспечивающего снижение износа и повышение коррозионной стойкости [1].

По сравнению с другими методами насыщения поверхности материалов бором, ионное борирование [2] в плазме тлеющего разряда, инициируемого в области давлений ниже атмосферного, отличается экологической чистотой и высокой эффективностью. Однако возможности регулирования процессов борирования в тлеющем разряде ограничены условиями функционирования и диапазоном возможных значений параметров разряда.

Благодаря возможности независимого регулирования тока электронного пучка и энергии электронов электронно-лучевое испарение с последующим ионизацией материала испаряемой мишени обеспечивает генерацию плазмы, параметры которой варьируются в более широких пределах [3]. Создание на основе этого подхода эффективного генератора плазмы непроводящих твердотельных веществ, в том числе и бора, для последующего использования в ионно-плазменных технологиях модификации связано с необходимостью решения проблемы нейтрализации зарядки поверхности диэлектрика ускоренными электронами. Форвакуумные плазменные источники электронов [4] эффективно функционируют в области повышенных давлений форвакуумного диапазона (1—100 Па). При таких давлениях газа

Юшков Юрий Георгиевич, старший научный сотрудник¹, доцент².

Тюньков Андрей Владимирович, старший научный сотрудник¹, доцент².

Золотухин Денис Борисович, аспирант².

Окс Ефим Михайлович, зав. лабораторией¹, профессор².

¹ Институт сильноточной электроники СО РАН. Россия, 634055, г. Томск, пр. Академический, 2/3.

² Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники.

Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 40.

Тел. 8 (953) 913-75-75. E-mail: yuyushkov@gmail.com

Статья поступила в редакцию 20 июня 2016 г.

© Юшков Ю. Г., Тюньков А. В., Золотухин Д. Б., Окс Е. М., 2016

генерируемая в области транспортировки пучка плазма практически полностью компенсирует процессы зарядки электронным пучком поверхности диэлектрических материалов и тем самым обуславливает возможность их электронно-лучевой обработки [3, 5].

Цель настоящей работы заключалась в изучении возможности использования форвакуумного плазменного источника электронов для генерации плазмы бора на основе электронного электронно-лучевого испарения и ионизации мишени из бора с последующим ионно-плазменным синтезом борсодержащих покрытий.

Техника эксперимента

Схема эксперимента представлена на рис. 1. Вакуумная камера 1 откачивалась спиральным безмасляным насосом ISP-1000С до предельного давления ≈ 1 Па. Рабочий диапазон давлений (2—10 Па) регулировался напуском в вакуумную камеру гелия.

Форвакуумный плазменный источник электронов на основе тлеющего разряда с полым катодом [4], включающий в себя полый катод 2, плоский анод 3 с перфорированным эмиссионным электродом и ускоряющий электрод-экстрактор 4, формировал непрерывный электронный пучок 5 с током до 0,1 А и энергией до 15 кэВ.

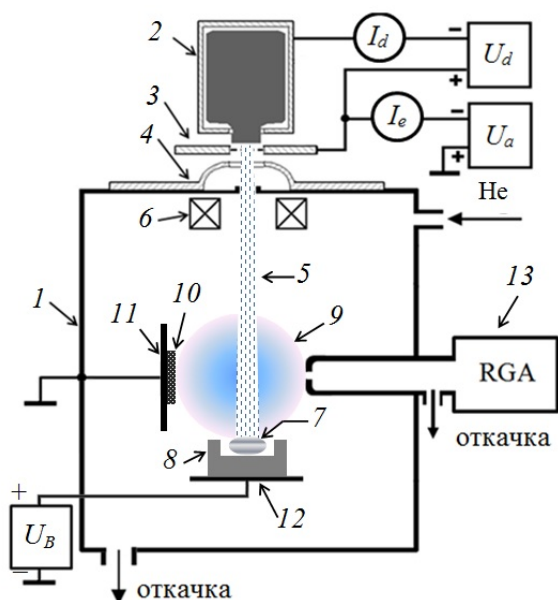


Рис. 1. Схема эксперимента: 1 — вакуумная камера; 2 — полый катод, 3 — анод с перфорированным электродом; 4 — ускоряющий электрод (экстрактор); 5 — электронный пучок, 6 — фокусирующая система; 7 — испаряемый материал (бор), 8 — графитовый тигель; 9 — пучковая плазма; 10 — подложка, 11 — пластина-держатель подложки, 12 — пластина-держатель тигля, 13 — модифицированный масс-анализатор RGA-100.

Ток пучка определялся током разряда I_d , имеющим величину порядка 0,2—0,5 А при напряжении горения порядка 300—500 В. Пучок фокусировался магнитным полем короткой фокусирующей системы 6 до диаметра порядка 5 мм и испарял твердотельную мишень бора 7, помещенную в углубление графитового тигля 8. В результате ионизации ускоренными электронами в вакуумной камере генерировалась пучковая плазма 9, ионный состав которой включал ионы бора, гелия и молекул остаточной атмосферы.

Ионно-плазменный синтез покрытия осуществлялся на титановую прямоугольную подложку 10 площадью 1 см², установленную на заземленной пластине 11 на расстоянии 3 см от верхней грани тигля и ориентированную параллельно оси пучка. Энергия ионов, падающих на подложку, регулировалась напряжением смещения U_B до 30 В, приложенным относительно заземленной камеры на держатель тигля 12. Масс-зарядовый состав пучковой плазмы исследовался специально модифицированным квадрупольным масс-анализатором 13 RGA-100 [6], входная апертура которого располагалась на уровне подложки напротив нее в 3 см от оси пучка. Объем спектрометра откачивался турбомолекулярным насосом до давления порядка 0,01 Па. Фотографии поверхности покрытий получены сканирующим электронным микроскопом Hitachi TM-1000.

Результаты эксперимента и обсуждение

Проведенные нами ранее исследования [7] показали, что при напуске инертных газов в спектрах пучковой плазмы в диапазоне давлений 2—10 Па преобладают пики остаточной атмосферы, из которых наибольшей амплитудой обладают пики воды. При температуре облучаемой мишени бора, недостаточной для его эффективного испарения, ионный состав ионов плазмы был аналогичен [7].

По мере увеличения плотности мощности электронного пучка происходил нагрев мишени из бора, расплав его поверхности и унос материала. Вблизи мишени возникало яркое свечение, а на ее поверхности возникали образования в виде кратеров. При достижении определенной пороговой мощности наряду с ионами гелия и ионами молекул остаточной атмосферы (водород, вода, двуокись углерода) в пучковой плазме регистрировались и ионы бора (см. рис. 2). Дальнейшее повышение плотности мощности пучка приводило к увеличению доли ионов бора в плазме, однако эта доля в условиях эксперимента не превышала 10% от общего количества ионов в плазме.

Как видно из рис. 2, в установившемся режиме, т. е. при постоянной плотности мощности пучка, наибольшей амплитудой в масс-зарядовом спектре обладают пики водорода и двуокиси углерода [6]. Это может быть связано с разложением воды на водород и кислород, который впоследствии связывается с углеродом, из которого изготовлен тигель.

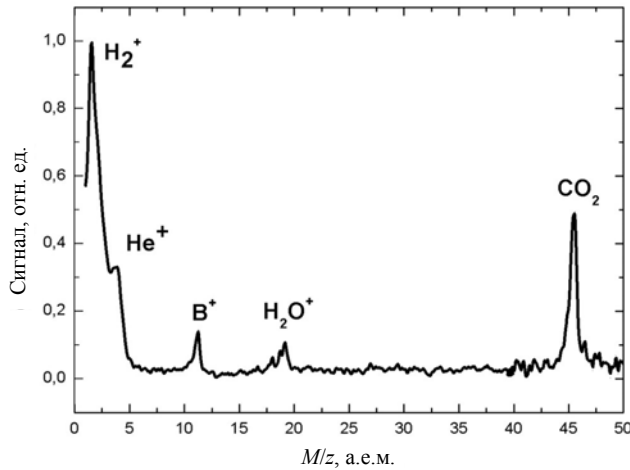


Рис. 2. Ионный состав пучковой плазмы.

Время процесса напыления покрытий не превышало 1 минуты. Элементный состав покрытий исследовался на оже-электронном спектрометре «Шхуна-2». Замеченное отсутствие в спектре атомов подложки свидетельствует о толщине покрытия, заведомо превышающей 1,2 мкм.

На рис. 3 представлено распределение элементов по глубине покрытия. Из рисунка следует наличие существенного количества бора (порядка 30—35 %) вдоль всей толщины покрытия, что свидетельствует об успешном применении форвакуумного электронного источника [8, 9] для испарения бора и осаждения однородного борсодержащего покрытия. Большое количество кислорода в покрытии может быть связано как с изначальным наличием оксидной пленки на титановом образце, так и в образовании оксидной пленки за счет кислорода, образовавшегося при разложении молекул воды, присутствующей в остаточной атмосфере (см. рис. 2). Следует отметить постоянство элементного состава покрытия по его толщине, что свидетельствует о стабильности и равномерности процесса его нанесения.

Фотография поверхности экспериментального образца из титана с осажденным покрытием представлена на рис. 4. После одной минуты напыления частично изолированные микрокристаллы верхнего слоя трансформировались в гладкий сплошной поликристаллический слой с плоской поверхностью. Видно, что на поверхности образца имеются микротрещины, которые, по-видимому, связаны с термическими напряжениями, возникающими в процессе нанесения покрытия.

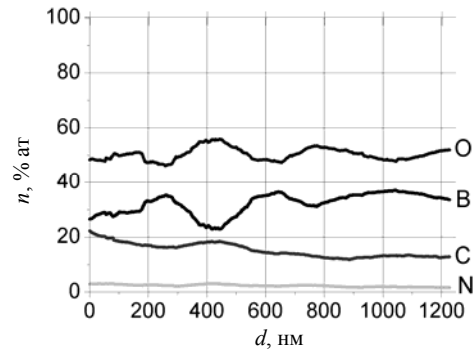


Рис. 3. Концентрация элементного состава покрытия по глубине d

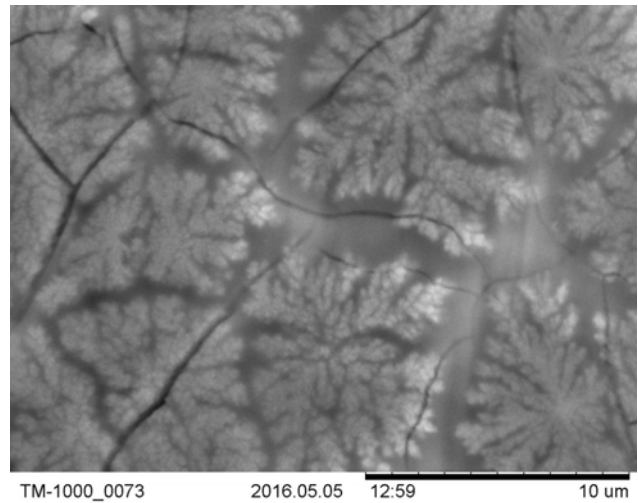


Рис. 4. Фотография поверхности покрытия на основе бора.

Заключение

Результаты проведенных исследований показали принципиальную возможность генерирования борсодержащей плазмы, формируемой форвакуумным электронным источником, применительно к созданию покрытий на основе бора. Малое содержание ионов бора в пучковой плазме (порядка 10 %) требует дальнейших отдельных исследований, направленных на увеличение доли ионов бора в плазме, для расширения области применения форвакуумного электронного источника.

Несмотря на малое содержание ионов бора в пучковой плазме, концентрация атомов в формируемом покрытии существенна (порядка 35 %), что говорит о том, что формирование покрытий осуществляется преимущественно за счет осаждения нейтральных атомов. Анализ синтезированных покрытий показал, что метод электронно-лучевого осаждения бора в среде форвакуума обладает высокой скоростью напыления при сохранении однородности распределения элементов по толщине.

Работа была поддержана грантом Российского научного фонда № 16-19-10034.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ворошнин Л. Г. Борирование промышленных сталей и чугунов. — Минск: Беларусь, 1981.
2. Николаев А. Г., Окс Е. М., Фролова В. П., Юшков Г. Ю. // Письма в ЖТФ. 2015. Т. 41. № 18. С. 30.
3. Бурдовицин В. А., Окс Е. М., Скробов Е. В., Юшков Ю. Г. // Перспективные материалы. 2011. № 6. С. 77.

4. Бурдовицин В. А. Форвакуумные плазменные источники электронов. — Томск: Изд-во Том. ун-та, 2014.
5. Золотухин Д. Б., Климов А. С., Савкин К. П., Тюнков А. В., Юшков Ю. Г. // Известия высших учебных заведений. Физика. 2015. Т. 58. № 9-3. С. 106.
6. Zolotukhin D. B., Tyunkov A. V., Yushkov Yu. G., and Oks E. M. // Review of Scientific Instruments. 2015. Vol. 86. P. 123301.
7. Tyunkov A. V., Yushkov Yu. G., Zolotukhin D. B., Klimov A. S., Savkin K. P. // Physics of Plasmas. 2014. Vol. 21. No. 12. P. 123115.
8. Золотухин Д. Б., Климов А. С., Зенин А. А. // Доклады ТУСУР. 2013. Т. 30. № 4. С. 79.
9. Тюнков А. В., Юшков Ю. Г., Золотухин Д. Б., Савкин К. П. // Доклады ТУСУР. 2014. Т. 34. № 4. С. 60.

Electron-beam evaporation of boron to create a protective coating in the fore-vacuum pressure range

Yu. G. Yushkov^{1,2}, A. V. Tyunkov^{1,2}, D. B. Zolotukhin², and E. M. Oks^{1,2}

¹Institute of High Current Electronics, SB RAS
2/3 Akademichesky av., Tomsk, 634055, Russia

²Tomsk State University of Control System and Radioelectronics
40 Lenin av., Tomsk, 634050, Russia
E-mail: yuyushkov@gmail.com

Received June 20, 2016

The possibility of producing of boron ions in the plasma produced by the beam of fore-vacuum electron source is demonstrated experimentally. Boron ions were generated by electron beam evaporation of a boron powder from an electron beam heated crucible, followed by impact ionization boron beam of accelerated electrons. The results of studies of the composition of the plasma beam produced using a modified quadrupole the RGA-100 mass spectrometer are presented. Mass spectra of the plasma ions during evaporation of the boron demonstrate the appearance of singly charged boron ions, and the fraction of these ions increased with increasing beam power density. The elemental composition of the coating deposited on the titanium substrate shows the presence of boron atoms with the proportion of 30—35 % at. The constancy of the elemental composition of the coating through its thickness indicates the stability and uniformity of its application process. Photo of titanium sample surface-deposited coating demonstrates a smooth continuous polycrystalline layer with a flat surface. The results indicative the successful use of electronic forevacuum source for boron evaporation and deposition of uniform boron-containing coating.

PACS: 52.70.Ds

Keywords: plasma electron source, forevacuum pressure range, beam plasma diagnostic, mass charge spectrum, plasma ions.

REFERENCES

1. L. G. Voroshnin, *Borating of industrial steels and cast irons*. (Minsk: Belarus, 1981) [in Russian].
2. A. G. Nikolaev, E. M. Oks, V. P. Frolova, and G. Yu. Yushkov, *Technical Physics Letters* **41** (18), 30 (2015).
3. V. A. Burdovitsin, E. M. Oks, E. V. Skrobov, and Yu. G. Yushkov, *Perspektivnye Materialy*, No. 6, 77 (2011).
4. V. A. Burdovitsin, *Forevacuum Plasma Electron Sources* (Tomsk: TSU Press, 2014) [in Russian].
5. D. B. Zolotukhin, A. S. Klimov, K. P. Savkin, A. B. Tyunkov, and Yu. G. Yushkov, *Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved., Fiz.*, **58** (9-3), 106 (2015).
6. D. B. Zolotukhin, A. V. Tyunkov, Yu. G. Yushkov, and E. M. Oks, *Review of Scientific Instruments*. **86**, 123301 (2015).
7. A. V. Tyunkov, Yu. G. Yushkov, D. B. Zolotukhin, A. S. Klimov, and K. P. Savkin, *Physics of Plasmas* **21**, 123115 (2014).
8. D. B. Zolotukhin, A. S. Klimov, and A. A. Zenin, *Doklady TUSUR* **30** (4), 79 (2013).
9. A. V. Tyunkov, Yu. G. Yushkov, D. B. Zolotukhin, and K. P. Savkin, *Doklady TUSUR* **34** (4), 60 (2014).