

## Влияние электронно-лучевой обработки на оптические и поверхностные свойства кварцевых стекол

А. А. Зенин, А. С. Климов, Е. М. Окс

*Представлены результаты исследований процессов модификации поверхности кварцевых стекол при облучении их пучком электронов с энергией 5–15 кэВ и плотностью мощности  $10^4$  Вт/см<sup>2</sup>. Показано, что при сканировании поверхности стекла пучком электронов с энергией более 10 кэВ в приповерхностном слое формируются продольные каналы, глубина которых зависит от энергии электронного пучка и скорости его перемещения по поверхности. Снижение скорости сканирования до 10 см/с приводит к формированию серии кратеров. При энергии электронов менее 5 кэВ видимых изменений поверхности не происходит. Изменение морфологии облученного стекла приводит к повышению гидрофобности поверхности, а также к снижению коэффициента пропускания для коротковолновой области спектра.*

*Ключевые слова:* электронно-лучевая обработка, форвакуумная область давлений, модификация поверхности стекла, кварцевое стекло.

Прецизионная обработка высокотемпературных оптических стекол концентрированными источниками энергии является одной из приоритетных задач дальнейшего развития микро- и наноэлектроники [1]. Модификация поверхности стекла позволяет изменять его оптические свойства и создавать волноводные структуры, дифракционные решетки и другие элементы, используемые в устройствах фотоники [2–5].

Изменение поверхностных свойств стекла может быть осуществлено воздействием лазерного излучения [6], ионной имплантацией [7], химическим травлением, а также другими методами [8], в том числе и электронно-лучевыми. Обработка стекла традиционными электронными пучками (в вакууме) затруднена ввиду сложности обеспечения условий нейтрализации отрицательного заряда электронов с облучаемой непроводящей поверхности [9, 10]. Зарядка поверхности стекла электронным пучком значительно снижает эффективность электронно-лучевой обработки, а в ряде случаев делает ее невозможной. Однако примене-

ние форвакуумных плазменных источников электронов, способных функционировать в диапазоне давлений 1–100 Па [11, 12], позволяет практически полностью нейтрализовать зарядку электронным пучком поверхности диэлектрика, что обеспечивает эффективную обработку полимеров [13] и керамики [14].

Так, в [14] приведены результаты импульсной электронно-лучевой обработки алюмооксидной керамики, позволившей уменьшить шероховатость поверхности и увеличить ее микротвердость в 3 раза. В [15, 16] продемонстрирована возможность импульсной обработки стекол электронным пучком с энергией до 100 кэВ. Показано, что в месте взаимодействия пучка с поверхностью происходит нагрев, плавление и испарение вещества с образованием кратера.

Целью настоящей работы является исследование изменения морфологии, а также оптических свойств поверхности кварцевого стекла после электронно-лучевой обработки непрерывным электронным пучком, генерируемым форвакуумным плазменным источником.

Зенин Алексей Александрович<sup>1</sup>, с.н.с., к.т.н.

Климов Александр Сергеевич<sup>1</sup>, с.н.с., д.т.н.

Окс Ефим Михайлович<sup>1,2</sup>, зав. кафедрой, профессор, д.т.н.

<sup>1</sup> Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники.

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

Тел. +7(952) 807-62-02. E-mail: zenin1988@gmail.com

<sup>2</sup> Институт сильноточной электроники СО РАН.

Россия, 634055, г. Томск, пр. Академический, 2/3.

Статья поступила в редакцию 3 мая 2018 г.

© Зенин А. А., Климов А. С., Окс Е. М., 2018

### Методика эксперимента

Эксперименты по электронно-лучевой обработке проводились на вакуумной установке (рис. 1), оснащенной модернизированным форвакуумным плазменным источником электронов с блоками электропитания и средствами диагностики. Эмиссионная плазма создавалась тлеющим разрядом с полым катодом 1. Модернизация электронного

источника заключалась в изменении геометрии полого катода – единая цилиндрическая полость была заменена комбинацией двух полостей разного диаметра, при этом более широкая часть располагалась вблизи анода. Как показали исследования, такая конфигурация катодной полости обеспечивает более эффективную эмиссию и повышение плотности эмиссионного тока.

Формирование электронного пучка 4 осуществлялось в результате отбора электронов с плазменной границы через одиночное отверстие в перфорированном электроде 2, установленном в аноде 3 источника. Ускоренный электронный пучок 4 фокусировался магнитной линзой 6 в пятно диаметром 1 мм на поверхности облучаемого образца. Сканирование пучка по поверхности образца осуществлялось магнитной отклоняющей системой 7, представляющей собой две пары воздушных магнитных катушек, на которые подавался управляющий ток с системы развертки пучка. Более детальное описание электродной системы и конструктивных особенностей электронного источника, а также его характеристики представлены в [17, 18].

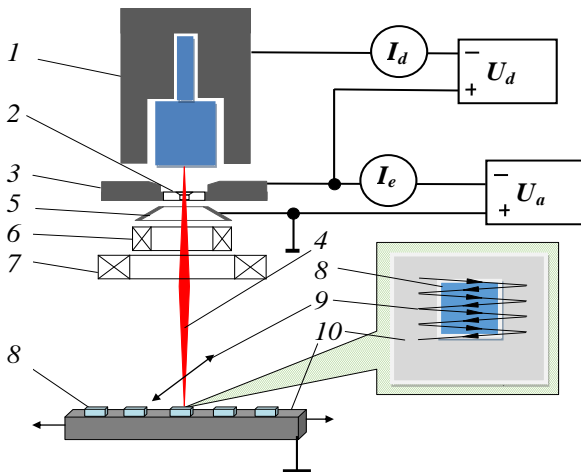


Рис. 1. Схема эксперимента по электронно-лучевой обработке кварцевых стекол: 1 – полный катод; 2 – перфорированный электрод; 3 – анод; 4 – электронный пучок; 5 – ускоряющий электрод; 6 – фокусирующая система; 7 – система отклонения; 8 – облучаемый образец; 9 – траектория движения пучка; 10 – каретка.

Для исследования использовались образцы из оптического кварцевого стекла в виде плоскопараллельных пластин с размерами  $22 \times 20 \times 4$  мм. Дополнительная механическая обработка, шлифовка и полировка образцов не производились. Образцы устанавливались на подвижную каретку 8, которая перемещалась перпендикулярно электронному пучку, со скоростью 1 мм/с. Применение подвижной каретки 8 позволяло осуществлять серию экспериментов в едином вакуумном цикле.

Управление электронным пучком осуществлялось блоком формирования и развертки электронного пучка [19], позволяющим осуществлять изменение частоты и формы развертки пучка по облучаемой поверхности. Развертка пучка осуществлялась в линию, перпендикулярную движению образцов. Таким образом, электронный пучок сканировал поверхность стекла от одного до другого края, но при этом за счет движения каретки пучок не проходил по одному и тому же месту облучаемого образца (см. вкладку на рис. 1). Диаметр электронного пучка в серии экспериментов не изменялся и устанавливался равным 1 мм. В качестве рабочего газа использовался гелий, давление 30 Па. Ускоряющее напряжение изменялось в диапазоне от 5 до 15 кВ с шагом 5 кВ, ток пучка поддерживался постоянным и равным 10 мА.

Для измерения коэффициента пропускания стекол использовался спектрофотометр Genesys, позволяющий исследовать коэффициент пропускания в диапазоне длин волн 200–1100 нм. Коэффициент отражения измерялся на спектрофотометре UV-3600 Plus, оснащенный тремя детекторами: ФЭУ для работы в ультрафиолетовой и видимой области спектра, полупроводниковым InGaAs и охлаждаемым PbS детекторами для работы в ближнем ИК-диапазоне. Морфология поверхности исследовалась трехмерным бесконтактным профилометром Micro Measure 3D Station (Франция).

### Результаты экспериментов и их анализ

В работе исследовалось влияние энергии электронов, а также скорости перемещения пучка по облучаемой поверхности кварцевого стекла. Режимы облучения стекол представлены в таблице. Образцы № 1-3 облучались электронами различных энергий, при этом ток пучка и скорость перемещения по поверхности поддерживались постоянными. Образцы № 4-6 облучались при одинаковой энергии электронов – 10 кэВ и токе пучка 10 мА, но с различной скоростью сканирования – от 10 до 100 см/с.

Таблица

Режимы облучения кварцевых стекол

| № образца | Энергия электронов, кэВ | Ток пучка, мА | Скорость перемещения пучка, см/с |
|-----------|-------------------------|---------------|----------------------------------|
| 1         | 5                       | 10            | 500                              |
| 2         | 10                      | 10            | 500                              |
| 3         | 15                      | 10            | 500                              |
| 4         | 10                      | 10            | 10                               |
| 5         | 10                      | 10            | 50                               |
| 6         | 10                      | 10            | 100                              |

Как показали результаты экспериментов, облучение стекла электронным пучком приводит к снижению коэффициента пропускания, причем наибольшие изменения происходят в коротковолновой области спектра, что продемонстрировано на рис. 2. При этом облучение электронами низких энергий (до 5 кэВ) практически не вызывает изменений в оптических свойствах стекла. С ростом энергии электронов изменение спектрального коэффициента пропускания становится существенным и в длинноволновой области (рис. 2 кривая 4).

Результаты исследования изменения морфологии поверхности после облучения представлены на рис. 3. Сканирование со скоростью перемещения электронного пучка до 15 см/с вызывает образование серии кратеров (рис. 3, образец 4) глубиной 1–1,2 мкм, диаметром 0,2–0,25 мм. С ростом скорости сканирования до 50 см/с на поверхности наблюдается формирование продольных каналов глубиной до 0,4 мкм, направление которых совпадает с направлением перемещения пучка по поверхности стекла.

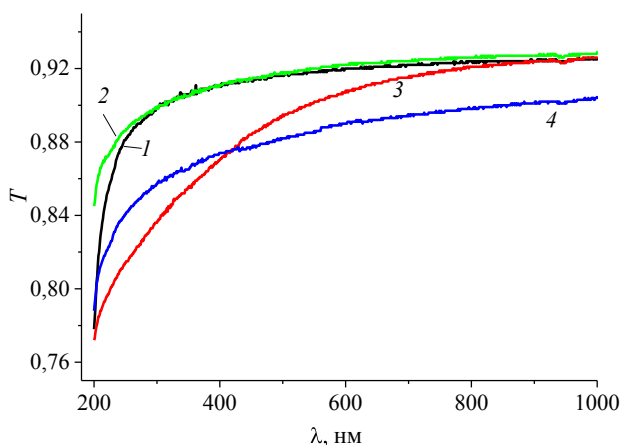


Рис. 2. Спектральный коэффициент пропускания  $T$  кварцевого стекла после облучения электронами с различной энергией: кривая 1 – исходный образец; 2 – 5 кэВ; 3 – 10 кэВ; 4 – 15 кэВ. Ток пучка 10 мА.

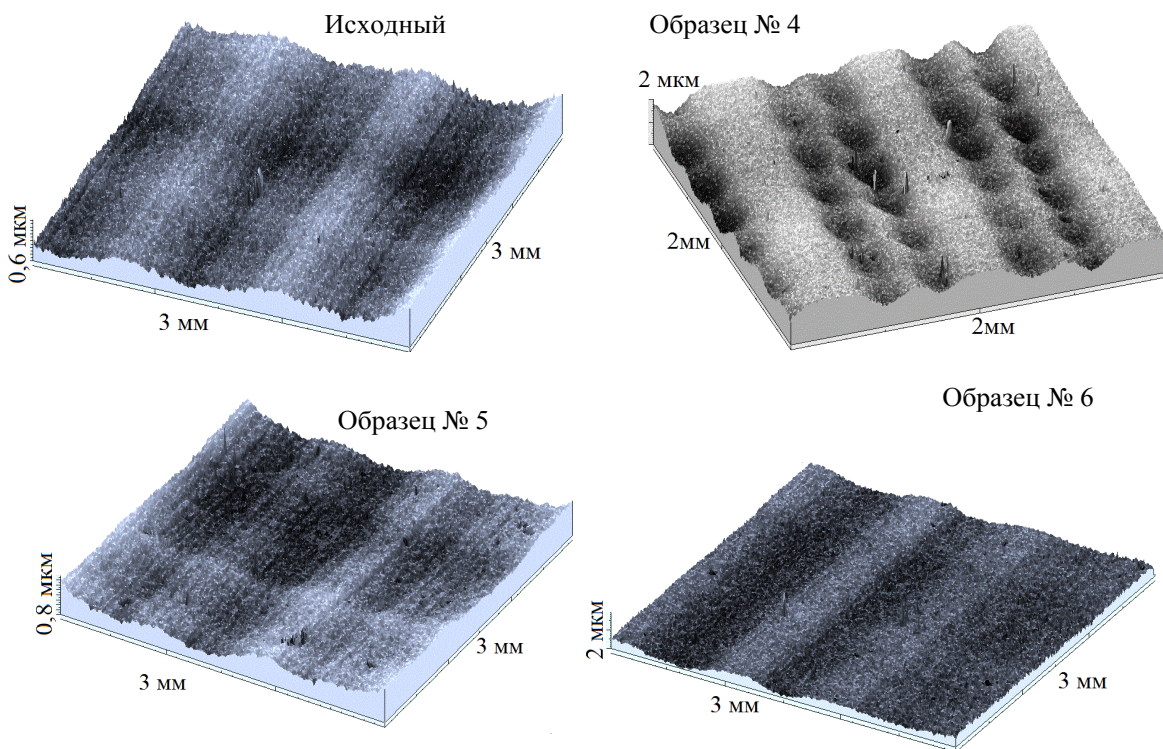


Рис. 3. Поверхность исходного стекла и образцов № 4–6, обработанных при различной скорости перемещения пучка.

Глубина каналов с ростом скорости сканирования снижается, однако остается выше неровностей в исходном стекле (см. гистограмму на рис. 4).

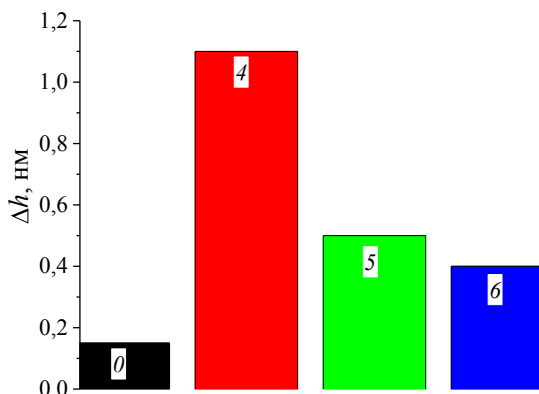


Рис. 4. Перепад высот неоднородностей в исходном образце стекла (0) и в образцах (3, 4, 5), облученных электронами с энергией 10 кэВ и током 10 мА.

Формирование серии углублений может быть связано с технической особенностью работы системы развертки электронного пучка, а именно, управление электромагнитной отклоняющей системой за счет дискретного изменения величины протекающего через катушки тока. Действительно, формирование управляющего сигнала при низ-

кой скорости перемещения пучка происходит ступенчато. Время задержки пучка в одном положении, таким образом, составляет 5 мс, чего может оказаться достаточно для локального нагрева поверхности стекла и формирования кратеров. С ростом скорости развертки изменение положения электронного пучка происходит непрерывно и образования кратеров не наблюдается. Однако при этом следует заметить, что в экспериментах диаметр электронного луча был равен 1 мм, а диаметры наблюдаемых неоднородностей значительно меньше, а потому вопрос их природы остается открытым и требует дальнейших исследований.

Помимо изменения оптических свойств стекло наблюдается трансформация морфологии их поверхности, которая приводит к изменению гидрофильных свойств стекла. На рис. 5 последовательно представлены фотографии капли воды на исходной поверхности, а также на облученной поверхности (при скорости перемещения пучка 10 см/с). Средние углы смачивания, измеренные методом «лежащей капли», для 5 идентичных исходных и облученных образцов оказались равны 65 град. и 90 град. соответственно. Можно сделать вывод, что за счет формирования серии углублений происходит повышение гидрофобности облученного стекла.

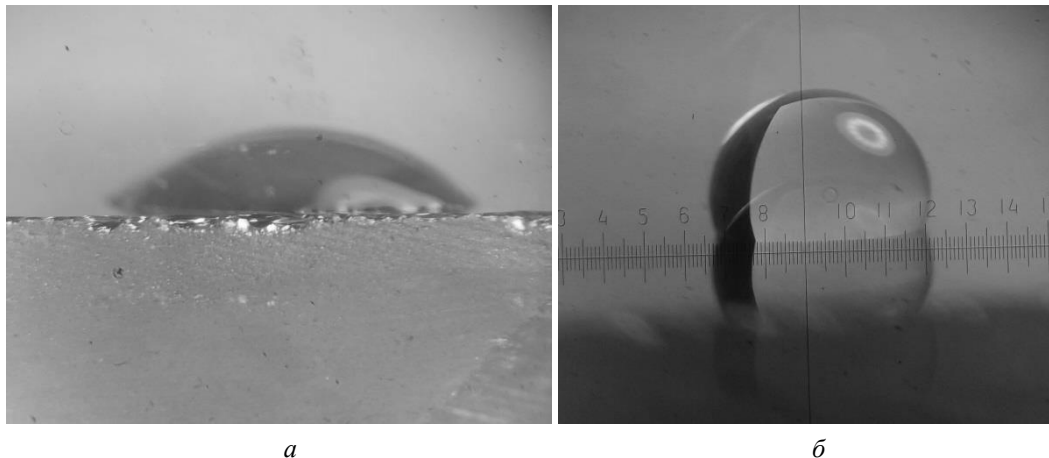


Рис. 5. Капля на поверхности: а) необлученного образца; б) облученного образца стекла № 4 (скорость перемещения пучка 10 см/с).

### Заключение

В представленной работе показана принципиальная возможность изменения поверхностных и оптических свойств кварцевого стекла за счет облучения электронным пучком с энергиями электронов 5–15 кэВ в форвакуумной области давлений. Изменением режимов воздействия электронного пучка на поверхность можно добиться

снижения коэффициента отражения в коротковолновой области.

Изменение скорости сканирования позволяет сформировать развитую поверхность в виде серии кратеров диаметром до 15 мкм при низкой скорости, либо непрерывных продольных углублений при скорости выше 50 см/с. Данный эффект может быть применен для создания функциональных свойств на поверхностях деталей и изделий из кварцевого стекла.

*Эксперименты по воздействию электронного пучка на кварцевые стекла поддержана грантом РФФИ № 16-38-60032 мол\_а\_дк. Модернизация экспериментальной установки и оптимизация параметров электронного пучка, применительно к задачам исследований поддержана Министерством образования и науки в рамках базовой части проекта №3.9605.2017/8.9. Е. М. Окс является исполнителем работы «Организация проведения научных исследований», проект № 3.6441.2017/6.7*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Брюэр Дж. Р., Гринич Д. С., Херриот Д. Р. и др. Электронно-лучевая технология в изготовлении микроэлектронных приборов. Перевод с английского под редакцией Ф. П. Пресса. – Москва: Радио и связь, 1984.
2. Qiu J., Miura K., Hirao K. // Journal of Non-Crystalline Solids. 2008. Vol. 354. No. 12–13. P. 1100.
3. Gallagher J. G., de la Rue R. M. // Electronics Letters. 1976. Vol. 12. No. 16. P. 397.
4. Engheta N., Salandrino A., Alu A. // Physical Review Letters. 2005. Vol. 95. No. 9. P. 095504.
5. Ams M., Marshall G. D., Dekker P., Dubov M., Mezentssev V. K., Bennion I., Withford M. J. // IEEE Journal on Selected Topics in Quantum Electronics. 2008. Vol. 14. No. 5. P. 1370.
6. Zavestovskaya I. N. // Quantum Electron. 2010. Vol. 40. No. 11. P. 942.

7. Stepanov A. L. // Reviews on Advanced Materials Science. 2003. Vol. 4. No. 2. P. 123.

8. Obraztsov P. A., Nashchekin A. V., Panfilova A. V., Brunkov P. N., Nikonov N. V., Sidorov A. I. // Physics of the Solid State. 2013. Vol. 55. No. 6. P. 1272.

9. Gross B., Nablo S. V. // J. Appl. Phys. 1967. Vol. 38. No. 5. P. 2272.

10. Филачев А. М., Фукс Б. И. // Прикладная физика. 1996. № 3. С. 39.

11. Бурдовицин В. А., Климов А. С., Медовник А. В., Окс Е. М., Юшков Ю. Г. Форвакуумные плазменные источники электронов. – Томск: изд-во Том. ун-та. 2014.

12. Климов А. С., Медовник А. В., Юшков Ю. Г., Тюньков А. В., Зенин А. А., Казаков А. В., Золотухин Д. Б. Применение форвакуумных плазменных источников электронов для обработки диэлектриков. – Томск: Изд-во Томск гос. ун-та систем упр. и радиэлектроники, 2017.

13. Казаков А. В., Смаилов А. С., Бурдовицин В. А., Медовник А. В., Окс Е. М. // Доклады ТУСУР. 2014. № 4 (34). С. 56.

14. Burdovitsin V. A., Medovnik A. V., Oks E. M., Yushkov Y. G., Dvilis E. S., Khasanov O. L. // Technical Physics. 2013. Vol. 58. No 1. P. 111.

15. Novoselov Y. N., Mesyats G. A., Kuznetsov D. L. // J. Phys. D: Appl. Phys. 2001. Vol. 34. P. 1248.

16. Goktas H., Kirkici H., Oke G., Udrea M. V. // IEEE Transactions on Plasma Science. 2002. Vol. 30. No. 5. P. 1837.

17. Зенин А. А., Бакеев И. Ю., Бурачевский Ю. А., Климов А. С., Окс Е. М. // Письма в ЖТФ. 2016. Т. 42. № 13. С. 104.

18. Бакеев И. Ю., Зенин А. А., Климов А. С., Окс Е. М. // Прикладная физика. 2017. № 3. С. 26.

19. Зенин А. А., Климов А. С., Юшков Ю. Г., Тюньков А. В., Жалалетдинов В. А. // Доклады Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники. 2017. Т. 20. № 1. С. 157.

PACS: 41.75.Fr, 42.70.Ce

## Effect of electron-beam processing on the optical and surface properties of quartz glasses

A. A. Zenin<sup>1</sup>, A. S. Klimov<sup>1</sup>, and E. M. Oks<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics  
40 Lenina av., Tomsk, 634050, Russia  
E-mail: zenin1988@gmail.com

<sup>2</sup>Institute of High Current Electronics, SB RAS  
2/3 Akademicheskyy av., Tomsk, 634055, Russia

Received May 3, 2018

*The results of studies the processes of modification of the quartz glasses surface by an electron beam with energy of 5–15 keV and a power density of  $10^4$  W / cm<sup>2</sup> are presented. It is shown that at scanning a glass surface with a beam of electrons with energy of more than 10 keV, longitudinal channels are formed in the near-surface layer, the depth of which depends on the energy of the electron beam and the speed of its movement along the surface. Reducing the scanning speed to 10 cm / s leads to the formation of a series of craters. At electron energy of less than 5 keV, no visible surface changes occur. A change in the morphology of irradiated glass leads to an increase in the hydrophobicity of the surface, as well as to a decrease in the transmittance for the short-wavelength region.*

**Keywords:** electron-beam processing, forevacuum pressure range, modification, glass surface, quartz glass.

## REFERENCES

1. *Electron-Beam Technology in Microelectronic Fabrication*. Edited by GEORGE R. BREWER (Academic Press, 1980; Moscow, Radio Svyaz', 1984).
2. J. Qiu, K. Miura and K. Hirao, *Journal of Non-Crystalline Solids* **354** (12–13), 1100 (2008).
3. J. G. Gallagher and R. M. de la Rue, *Electronics Letters* **12** (16), 397 (1976).
4. N. Engheta, A. Salandrino, and A. Alu, *Physical Review Letters* **95** (9), 095504 (2005).
5. M. Ams, G. D. Marshall, P. Dekker, M. Dubov, V. K. Mezentsev, I. Bennion, and M. J. Withford, *IEEE Journal on Selected Topics in Quantum Electronics* **14** (5), 1370 (2008).
6. I. N. Zavestovskaya, *Quantum Electron.* **40** (11), 942 (2010).
7. A. L. Stepanov, *Reviews on Advanced Materials Science* **4** (2), 123 (2003).
8. P. A. Obratsov, A. V. Nashchekin, A. V. Panfilova, P. N. Brunkov, N. V. Nikonorov, and A. I. Sidorov, *Physics of the Solid State* **55** (6), 1272 (2013).
9. B. Gross and S. V. Nablo, *Journal of Applied Physics* **38** (5), 2272 (1967).
10. A. M. Filachev and B. I. Fuchs, *Prikl. Fiz.*, No. 3, 39 (1996).
11. V. A. Burdovitsin, A. S. Klimov, A. V. Medovnik, E. M. Oks, and Yu. G. Yushkov, *Forvacuum plasma electron sources* (Izd-vo Tom. Univ., Tomsk, 2014) [in Russian].
12. A. S. Klimov, A. V. Medovnik, Yu. G. Yushkov, A. V. Turkov, A. A. Zenin, A. V. Kazakov, and D. B. Zolotukhin, *Application of Fore-vacuum Plasma Electron Sources for Processing of Dielectrics* (Izd-vo Tom. Gos. Un-iv., Tomsk, 2017) [in Russian].
13. A. V. Kazakov, A. S. Smailov, V. A. Burdovitsin, V. A. Medovnik, and E. M. Oks, *Doklady Tomskogo Gosudarstvennogo Universiteta Sistem Upravleniya i Radioelektroniki* **4** (34), 56 (2014).
14. V. A. Burdovitsin, A. V. Medovnik, E. M. Oks, Y. G. Yushkov, E. S. Dvilis, and O. L. Khasanov, *Technical Physics* **58** (1), 111 (2013).
15. Y. N. Novoselov, G. A. Mesyats, and D. L. Kuznetsov, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **34**, 1248 (2001).
16. H. Goktas, H. Kirkici, G. Oke, and M. V. Udrea, *IEEE Transactions on Plasma Science* **30** (5), 1837 (2002).
17. A. A. Zenin, I. Y. Bakeev, Y. A. Burachevskii, A. S. Klimov, and E. M. Oks, *Technical Physics Letters*, **42** (7), 712 (2016).
18. I. Yu. Bakeev, A. A. Zenin, A. S. Klimov, and E. M. Oks, *Prikl. Fiz.*, No. 3, 26 (2017).
19. A. A. Zenin, A. S. Klimov, Yu. G. Yushkov, A. V. Turkov, and V. A. Zalaletdinov, *Doklady Tomskogo Gosudarstvennogo Universiteta Sistem Upravleniya i Radioelektroniki* **20** (1), 157 (2017).