

Параметры и свойства электроизоляционного покрытия окиси алюминия, осажденного на металле форвакуумным источником

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

Представлены результаты исследований, направленные на решение проблемы создания диэлектрических покрытий на поверхности проводников для придания им электроизоляционных свойств. Для создания покрытий применялось электронно-лучевое испарение керамики с помощью форвакуумного плазменного источника электронов. Измерены относительная диэлектрическая проницаемость, тангенс угла диэлектрических потерь, полное сопротивление осажденного электроизоляционного покрытия.

Ключевые слова: электронно-лучевое испарение, плазменный источник электронов, форвакуумная область давлений, диэлектрик, керамика.

Ссылка: Юшков Ю. Г., Бурачевский Ю. А., Золотухин Д. Б., Окс Е. М., Тюньков А. В., Юшков А. Ю. // Прикладная физика. 2020. № 2. С. 53.

Reference: Yu. G. Yushkov, Yu. A. Burachevsky, D. B. Zolotukhin, E. M. Oks, A. V. Tyunkov, and A. Yu. Yushkov, Applied Physics, No. 2, 53 (2020).

Введение

Металлы и диэлектрики, широко применяемые повсеместно, обладают полярными свойствами. Металл – это электропроводящий материал, обладающий высокой пластичностью и относительно низкой температурой плавления.

Диэлектрики, в частности керамика, из-за отсутствия свободных электронов в зоне

проводимости, характеризуются высокими электроизоляционными свойствами. Кроме этого, в силу особенностей своего строения, диэлектрики обладают повышенной хрупкостью и высокой температурой плавления и испарения. Для электроизоляции в электронной технике используются различные материалы, обычно это органические электроизоляционные материалы (пластмассы) и керамика [1].

Керамические электроизоляционные материалы при соответствующем выборе состава и технологических процессов изготовления могут иметь высокую механическую прочность, очень малый тангенс угла диэлектрических потерь, чрезвычайно высокую диэлектрическую проницаемость, значительную нагрывостойкость и другие ценные свойства. По сравнению с органическими материалами керамика, как правило, более стойка к электрическому и тепловому старению, не дает остаточных деформаций при продолжительном приложении к ней механической нагрузки [2].

В настоящий момент проблема получения электроизоляционных покрытий на проводники решается следующим образом. Как правило, для нанесения покрытий на металлы

Юшков Юрий Георгиевич¹, доцент, к.т.н.
Бурачевский Юрий Александрович¹, доцент, к.ф.-м.н.
Золотухин Денис Борисович¹, доцент, к.ф.-м.н.
Окс Ефим Михайлович^{1,2}, зав. лаб., профессор, д.т.н.
Тюньков Андрей Владимирович¹, доцент, к.т.н.
Юшков Анатолий Юрьевич³, доцент, к.т.н.
¹Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники.
Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 40.
E-mail: zolotukhinden@gmail.com
²Институт сильноточной электроники СО РАН.
Россия, 634055, г. Томск, пр. Академический, 2/3.
³Национальный исследовательский Томский политехнический университет.
Россия, 634050, г. Томск, проспект Ленина, 30.

Статья поступила в редакцию 27 ноября 2019 г.

используется метод микродугового оксидирования [3]. Суть метода заключается в помещении деталей из алюминий-содержащих или цирконий-содержащих сплавов в жидкую кислотосодержащую среду и приложению между поверхностью металла и этой средой напряжения, достаточного для зажигания микродугового разряда. При горении этого разряда поверхность металла окисляется, и на этой поверхности образуется керамическое покрытие типа оксида алюминия или циркония. Принципиальный недостаток данного метода заключается в прекращении разряда после того, как поверхность приобретает диэлектрические свойства. Иными словами, как только поверхность обрабатываемого металла перестает обеспечивать протекание тока разряда, то процесс формирования на ней диэлектрического покрытия прекращается.

Возможно нанесение керамических покрытий методом магнетронного распыления [4]. Метод широко используется для формирования различного рода функциональных покрытий. Однако в процессе работы с активными газами (азот, кислород) происходит образование оксидных либо нитридных пленок на поверхности мишени, что в свою очередь приводит к деградации параметров разряда, и является причиной того, что скорость роста покрытий не превышает десятков нанометров в минуту. Поэтому область промышленного применения таких покрытий ограничена созданием электронных приборов, рассчитанных на напряжение в единицы вольт. Еще более низкой скоростью нанесения качественных диэлектрических покрытий характеризуется широко применяемый для создания элементной базы микроэлектроники метод плазменно-химического осаждения из газовой фазы [5]. Вышеперечисленные методы, если не принимать во внимание старейшие методы нанесения изоляционных лаков или вжигания порошков керамики, используемые и сейчас, считаются перспективными для промышленного применения и, в основном, все современные исследования практически два последних десятилетия ведутся по их совершенствованию и улучшению.

Ранее [6] нами показана возможность синтеза диэлектрических покрытий методом электронно-лучевого испарения керамики с использованием форвакуумного плазменного

источника электронов. В настоящей статье приведены результаты исследований, направленные на более детальное изучение электроизоляционных свойств полученных покрытий.

Техника и методика эксперимента

Исследования проводились с использованием форвакуумного плазменного источника непрерывного пучка электронов на основе тлеющего разряда с полым катодом [7]. Подробная схема экспериментальной установки представлена в [8]. Схематично процесс синтеза покрытия представлен на рис. 1.

Эмиссионная плазма 2 создавалась тлеющим разрядом с полым катодом 1. Электронный пучок 5 с током до 100 мА и энергией 20–22 кэВ был сфокусирован до диаметра 4–6 мм магнитным полем фокусирующей системы источника. На пути к мишеням 7 он транспортировался через вакуумную камеру 6, заполненную воздухом при давлении 3–10 Па, и создавал плотную пучковую плазму 4. Под воздействием энергичного электронного пучка, который отклонялся магнитной отклоняющей системой, производилось поочередное испарение и частичная ионизация испаренного материала мишеней 7.

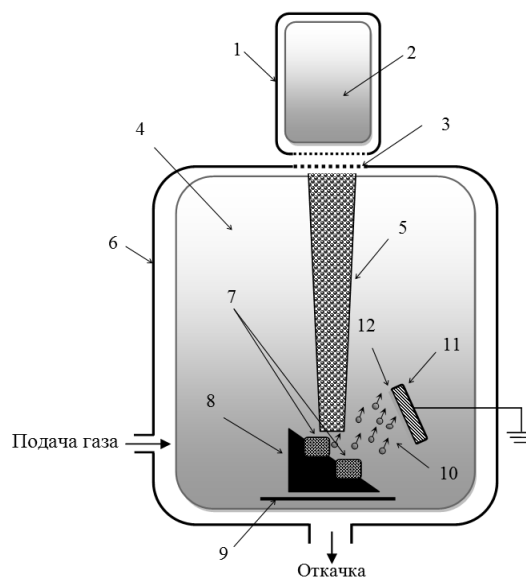


Рис. 1. Схема экспериментальной установки: 1 – полый катод; 2 – плазма полового катода; 3 – ускоряющий электрод; 4 – вторичная плазма; 5 – электронный пучок; 6 – вакуумная камера; 7 – образцы из алюмооксидной керамики и талька; 8 – графитовый тигель; 9 – коллектор; 10 – продукты испарения мишени; 11 – образец; 12 – покрытие.

В качестве испаряемых мишеней использовались полученные из порошков горячим прессованием при температуре 400–450 °С цилиндрические образцы диаметром 10 мм и длиной 8–12 мм из талька ($Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$) и окиси алюминия (Al_2O_3). Главная цель использования талька заключалась в создании слоя толщиной 150–200 нм на металле для компенсации разницы теплового расширения подложки (медь, нержавеющая сталь) и наносимой на эту подложку окиси алюминия.

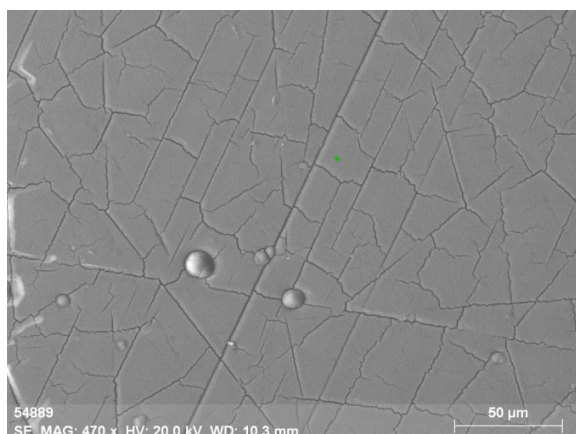
Нейтрализация зарядки поверхности керамики происходила благодаря ионам, поступающим на поверхность керамики из пучковой плазмы [9]. Испаренный с поверхности мишени материал 10 осаждался на экспериментальный образец 11 (металлическую подложку). Угол между нормалью к поверхности образца и направлением распространения электронного пучка составлял 45°. Время испарения составляло от 20 мин до 2 часов. Диаметр электронного пучка на верхнем торце распыляемой мишени устанавливался с помощью одиночной магнитной линзы и поддерживался таким, чтобы образующаяся ванна расплава заполняла всю верхнюю часть испаряемой мишени. В условиях эксперимента скорость роста диэлектрической пленки составляла величину от 35 до 160 нм/мин. После нанесения диэлектрической пленки, для проведения электрических измерений, на образец методом термического напыления в вакууме наносились алюминиевые электроды, толщиной ~ 1 мкм.

Для полученных покрытий исследовались: 1) морфология поверхности и состав нанесенных диэлектрических пленок с помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi S-3400N; 2) толщина нанесенных диэлектрических пленок с помощью микроинтерферометра МИИ-4 и интерференционного микроскопа-профилометра МНЛ-1; 3) зависимость емкости, объемного и поверхностного сопротивлений, полного сопротивления (иммитанса) и тангенса угла диэлектрических потерь от частоты с помощью LCR-Meter АММ-3148 (диапазон частот 50 Гц до 100 кГц) и измерителя иммитанса Е7-29 (диапазон частот от 50 кГц до 50 МГц).

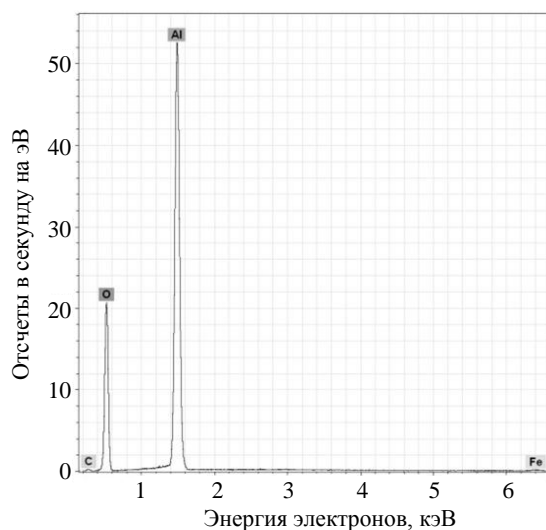
Результаты эксперимента и их обсуждение

На рисунке 2 приведен вид поверхности покрытия толщиной 15 мкм.

Из рисунка видно, что покрытие имеет однородную блочную поверхность без пор. Отсутствие пор и однородность покрытия связана, по-видимому, с высокой миграционной способностью адсорбированных атомов [10]. Напыление алюминиевых электродов не приводило к появлению закороток. В качестве включений наблюдаются капли из распыляемой мишени. Химический состав покрытий толщиной более 5–6 мкм показывает наличие оксида алюминия и следов углерода (менее 1 %), а также железа (менее 0,05 %).



а



б

Рис. 2. Фотография поверхности (а) и химический состав (б) для покрытия из окиси алюминия толщиной 15 мкм.

Относительная диэлектрическая проницаемость покрытий ϵ , определяемая по измерению емкости плоского конденсатора, составляла $\epsilon = 4,7-16,4$ (точность определения ϵ главным образом зависела от точности определения толщины). Среднее значение $\langle \epsilon \rangle = 8,9$, что близко к значениям для массивного образца.

Исследование частотных зависимостей полного сопротивления и тангенса угла диэлектрических потерь (рис. 3), показало, что при низких частотах (до 1 кГц) основные потери обусловлены потерями за счет сквозной проводимости. При частотах ~ 100 кГц наблюдаются в основном релаксационные потери, характерные для твердых диэлектриков, в частности, керамических материалов, содержащих дефекты, границы и примесные ионы, способные захватывать электроны [11, 12]. С увеличением частоты потери за счет дипольной поляризации становятся доминирующими, что на кривой отражается появлением нескольких максимумов в районе 0,1 и 1 МГц,

что, как известно, обусловлено равенством времени поляризации и периода приложенного напряжения при данной частоте.

Исследование зависимости удельного объемного сопротивления ρ от толщины d показало увеличение сопротивления с ростом толщины наносимого покрытия (рис. 4).

Исследование электрической прочности полученных покрытий проводилось подачей на образец плавно увеличивающегося напряжения со скоростью 10 В/мин и показало, что в процессе испытаний происходит увеличение пробивного напряжения, причем насыщение наступало уже при числе воздействующих импульсов менее 10. Последнее указывает на то, что в покрытии присутствует незначительное количество макродефектов, которые разрушаются в первую очередь. Зависимость электрической прочности E от числа воздействующих импульсов N для различных толщин приведена на рис. 5.

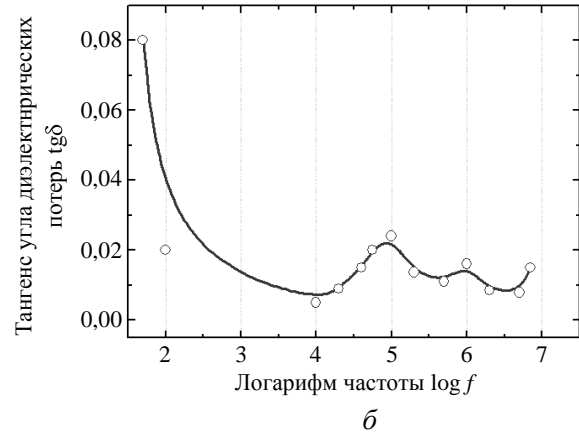
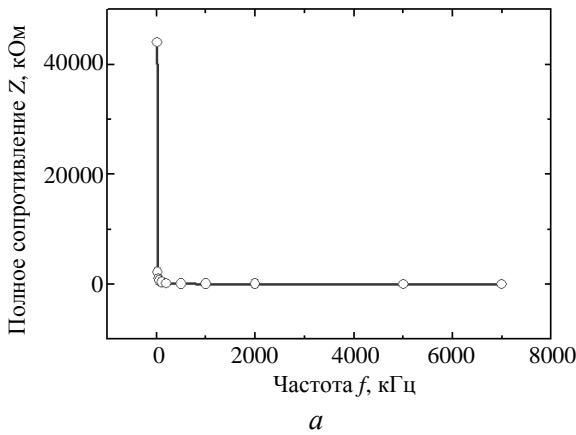
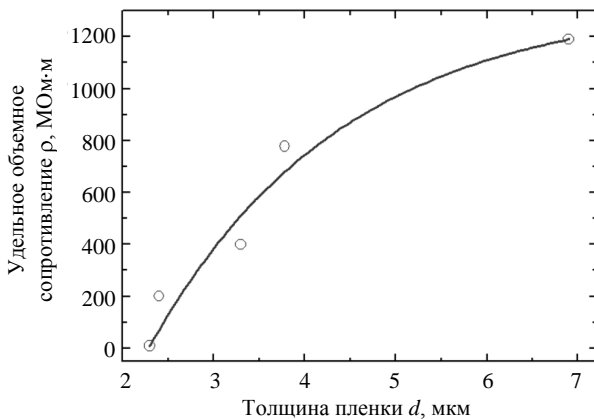


Рис. 3. Зависимость полного сопротивления Z от частоты (а), и тангенса угла диэлектрических потерь $tg\delta$ от логарифма частоты (б).



Зависимость удельного объемного сопротивления от толщины.

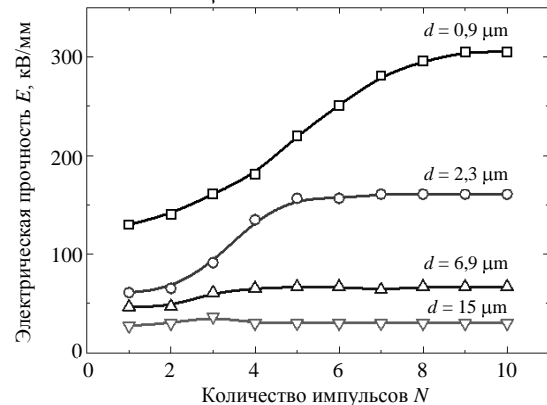


Рис. 4. Зависимость удельного объемного сопротивления от толщины.

Электрическая прочность E , кВ/мм

Рис. 5. Зависимость электрической прочности E в зависимости от числа воздействующих импульсов N для различных толщин диэлектрических пленок.

Зависимость электрической прочности от толщины характерна для тонких диэлектрических пленок [13]. Причиной электрического упрочнения образцов с толщиной пленок менее 10 мкм является известный факт уменьшения средней длины пробега электрона λ при уменьшении толщины диэлектрика. Полученные значения электрической прочности для исследованных покрытий выше, чем для анодного оксида алюминия, полученного из раствора гидроксида натрия [14].

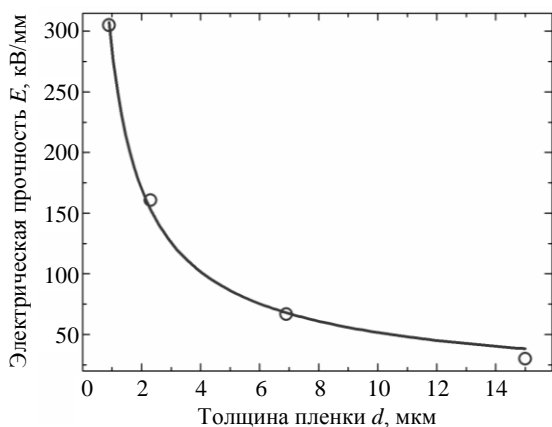


Рис. 6. Зависимость электрической прочности от толщины пленки.

Подобная зависимость электрической прочности от толщины является отличительным признаком электротеплового пробоя диэлектриков, происходящего вследствие нарушения теплового равновесия в локальной области диэлектрика и его разогрева под воздействием сильного электрического поля [15]. Зависимости, представленные на рис. 4–6, являются классическими для тонкопленочных диэлектриков [16].

Заключение

В результате проведенных исследований были получены электроизоляционные покрытия на металлах, которые имеют однородную блочную поверхность без пор. Максимальная скорость роста диэлектрического покрытия составляла 150–160 нм/мин. Созданные таким образом покрытия обеспечивают высокие электроизоляционные свойства, и они могут найти практическое применение в электронике.

Работа по исследованию электроизоляционных свойств покрытий была выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (РФФИ), проект № 18-08-00539 А. Работа по исследованию процессов испарения диэлектрических мишеней поддержана Грантом Президента Российской Федерации (№ МК-154.2020.8).

ЛИТЕРАТУРА

1. Хусаинова З. Г. Электроизоляционные материалы. – М.: МАИ, 1975.
2. Богородицкий Н. П., Пасынков В. В., Тареев Б. М. Электротехнические материалы: 5 изд. – Л.: Энергия, 1969.
3. Казанцев И. А., Кривенков А. О. Технология получения композиционных материалов микродуговым оксидированием. – Пенза: Информационно-издательский центр ПГУ, 2007.
4. Andersson J. M., Wallin E., Helmersson U., Kreissig U., Munger E. P. // Thin Solid Films. 2006. № 1–2. P. 57.
5. Куреев В. Ю., Столяров А. А. Технологии микро-электроники. Химическое осаждение из газовой фазы. – М.: Техносфера, 2006.
6. Yushkov Yu. G., Oks E. M., Tyunkov A. V., Zolotukhin D. B. // Ceramics International. 2019. Vol. 45. Iss. 8. P. 9782.
7. Zolotukhin D. B., Oks E. M., Tyunkov A. V., Yushkov Yu. G. // Review of Scientific Instruments. 2016. Vol. 87. Iss. 6. P. 063302.
8. Tyunkov A. V., Burdovitsin V. A., Oks E. M., Yushkov Yu. G., Zolotukhin D. B. // Vacuum. 2019. Vol. 163. P. 31.
9. Золотухин Д. Б., Тюньков А. В., Юшков Ю. Г. // Прикладная физика. 2017. № 6. С. 39.
10. Крушинская Л. А., Стельмах Я. А. // Вопросы атомной науки и техники. 2011. Т. 19. № 6. С. 92.
11. Тареев Б. М., Короткова Н. В., Преображенский А. А. Электрорадиоматериалы: учеб. пособие для вузов. – М.: Высшая школа, 1978.
12. Федосеева Н. В., Шилова М. В. Диэлектрические потери с тепловыми видами поляризации. Физика твердого тела. Лабораторный практикум. Т. 2. Физические свойства твердых тел / Под ред. А. Ф. Хохлова. – М.: Высшая школа, 2001.
13. Воробьев Г. А., Мухачев В. А. Пробой тонких диэлектрических пленок. – М.: Советское радио, 1977.
14. Филяк М. М., Каныгина О. Н. // Вестник Оренбургского государственного университета. 2015. Т. 176. № 1. С. 245.
15. Поплавко Ю. М. Физика диэлектриков: учеб. пособие для вузов. – Киев: Вища школа. Головное изд-во, 1980.
16. Золотухин Д. Б., Бурдовицин В. А., Окс Е. М.,

Parameters and properties of electro-insulating alumina coating deposited on metal by fore-vacuum source

Yu. G. Yushkov¹, Yu. A. Burachevsky¹, D. B. Zolotukhin¹, E. M. Oks^{1,2},
A. V. Tyunkov¹, and A. Yu. Yushkov³

¹ Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics
40 Lenin Ave., Tomsk, 634050, Russia

² Institute of High Current Electronics SB RAS
2/3 Akademicheskoy Ave., Tomsk, 634055, Russia

³ Tomsk Polytechnic University
30 Lenina Ave., Tomsk, 634050, Russia

Received November 27, 2019

We present our research results aimed at solving the problem of creating dielectric coatings on the surface of conductors in order to provide electrically-insulating properties. For the coatings deposition we employed electron-beam evaporation of ceramics using the fore-vacuum plasma-cathode electron source. The relative permittivity, tangent of dielectric losses, and the total resistance of the deposited electrical insulating coating were measured.

Keywords: electron-beam evaporation, plasma-cathode electron source, fore-vacuum pressure range, dielectric, ceramics.

REFERENCES

1. Z. G. Khusainova, *Electroinsulating materials* (MAI, Moscow, 1975) [in Russian].
2. N. P. Bogoroditsky, V. V. Pasyukov, and B. M. Tareev, *Electrotechnical materials: 5th edit.* (Energiya, Leningrad, 1969) [in Russian].
3. I. A. Kazancev and A. O. Krivenkov, *The technology for producing composite materials by microarc oxidation* (Information and press-center of Perm State University, Penza, 2007) [in Russian].
4. J. M. Andersson, E. Wallin, U. Helmersson, U. Kreissig, and E. P. Munger, *Thin Solid Films*, No. 1–2, 57 (2006).
5. V. Yu. Kireev and A. A. Stolyarov, *Technologies of Microelectronics. Chemical vapor deposition* (Technosfera, Moscow, 2006) [in Russian].
6. Yu. G. Yushkov, E. M. Oks, A. V. Tyunkov, and D. B. Zolotukhin, *Ceramics International* **45** (8), 9782 (2019).
7. D. B. Zolotukhin, E. M. Oks, A. V. Tyunkov, and Yu. G. Yushkov, *Review of Scientific Instruments* **87** (6), 063302 (2016).
8. A. V. Tyunkov, V. A. Burdovitsin, E. M. Oks, Yu. G. Yushkov, and D. B. Zolotukhin, *Vacuum* **163**, 31 (2019).
9. D. B. Zolotukhin, A. V. Tyunkov, and Yu. G. Yushkov, *Prikl. Fiz.*, No. 6, 39 (2017).
10. L. A. Krushinskaya and Ya. A. Stelmah, *Problems of atomic science and technology* **19** (6), 92 (2011) [in Russian].
11. B. M. Tareev, N. V. Korotkova, and A. A. Preobrazhensky, *Electroradiomaterials. Textbook for technical universities* (Higher Education, Moscow, 1978) [in Russian].
12. N. V. Fedoseeva and M. V. Shilova, *Dielectric losses with thermal types of polarization. Solid State Physics. Laboratory workshop. Vol. 2. Physical properties of solids*. Ed. A.F. Khokhlov (Higher Education, Moscow, 2001) [in Russian].
13. G. A. Vorobyev and V. A. Muhachev, *Breakdown of thin dielectric films* (Soviet Radio, Moscow, 1977) [in Russian].
14. M. M. Filyak and O. N. Kanygina, *Bulletin of Orenburg State University* **176** (1), 245 (2015) [in Russian].
15. Yu. M. Poplavko, *Physics of dielectrics: a textbook for universities* (High School. Head office, Kiev, 1980) [in Russian].

-
16. D. B. Zolotukhin, V. A. Burdovitsin, E. M. Oks, A. V. Tyunkov, and Yu. G. Yushkov, Proceedings of TUSUR **20** (1), 42 (2017).