

УДК 533.9.08  
EDN: ESIXGW

PACS: 52.70.-m

**Влияние состава рабочего газа на масс-зарядовый состав ионов пучковой плазмы при испарении YSZ мишени электронным пучком***А. В. Тюньков, А. А. Андронов, Д. Б. Золотухин, Т. О. Климкин, А. К. Нестеренко,  
С. А. Сальников, Ю. Г. Юшков*

*Представлены результаты по исследованию масс-зарядового состава ионов пучковой плазмы, генерируемой при испарении твердотельной керамической мишени диоксида циркония частично стабилизированного оксидом иттрия в среде инертных и химически активного газов электронным пучком в форвакуумном диапазоне давлений. Мониторинг масс-зарядового состава ионов пучковой плазмы осуществлялся с использованием модернизированного масс-анализатора остаточной атмосферы RGA-300. Показано влияние состава рабочего газа на масс-спектры ионов материала испаряемой мишени.*

*Ключевые слова:* род рабочего газа; масс-зарядовый состав; пучковая плазма; YSZ.

DOI: 10.51368/1996-0948-2025-1-24-30

**Введение**

Отличительной чертой форвакуумных плазменных источников электронов при транспортировке пучка сквозь объем вакуумной камеры является генерация пучковой плазмы концентрацией до  $10^{11}$  см<sup>-3</sup> [1]. Формируемый при форвакуумных давлениях электронный пучок выступает в качестве действенного инструмента для модификации поверхности электрически непроводящих мате-

риалов [2, 3], а генерируемая им плазма используется, например, для инициирования плазмохимических реакций [4]. Кроме ассистирования и инициирования каких-либо процессов в плазме, генерируемые ионы используются непосредственно и для модификации поверхности [5]. При подаче отрицательного потенциала на подложку, ионы пучковой плазмы ускоряются и бомбардируют её. Изменяя величину отрицательного потенциала, можно управлять величиной энергии ионов, а, следовательно, регулировать процессы активации, очистки или распыления обрабатываемой поверхности. Соответственно, при формировании покрытий или осуществлении других видов модификации поверхности изданий немаловажным является знание об ионном составе пучковой плазмы.

На сегодняшний день, масс-спектрометрические исследования пучковой плазмы форвакуумного диапазона сложны, поскольку длины пробегов ионов не превышают единиц сантиметров. Авторами [6] для решения данной проблемы усовершенствована модель квадрупольного анализатора остаточной атмосферы RGA-100, а также проведены исследования по анализу ионного состава пучковой плазмы на основе разнообразных газов.

---

**Тюньков Андрей Владимирович**, с.н.с., к.т.н.  
**Андронов Артем Андреевич**, м.н.с.  
E-mail: artem.andronov.98@bk.ru  
**Золотухин Денис Борисович**, в.н.с., д.ф.-м.н.  
**Климкин Тимур Олегович**, м.н.с.,  
**Нестеренко Алексей Константинович**, м.н.с.  
**Сальников Сергей Алексеевич**, м.н.с.  
**Юшков Юрий Георгиевич**, зав. лаб., д.т.н.  
Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники.  
Россия, 634050, г. Томск, ул. Ленина, 40.

*Статья поступила в редакцию 17.09.2024  
После доработки 16.10.2024  
Принята к публикации 8.12.2024  
Шифр научной специальности: 1.3.5*

---

© Тюньков А. В., Андронов А. А., Золотухин Д. Б.,  
Климкин Т. О., Нестеренко А. К., Сальников С. А.,  
Юшков Ю. Г., 2025

Исследование влияния рода рабочего газа на масс-зарядовый состав ионов в процессе испарения мишени частично стабилизированного оксидом иттрия диоксид циркония (YSZ) играет ключевую роль в улучшении характеристик получаемого покрытия. Выбор рабочего газа непосредственно влияет на температуру электронов пучковой плазмы, генерацию, транспортировку и фокусировку электронного луча, другие параметры пучка и плазмы [7], что, в свою очередь, определяет эффективность испарения и равномерность распределения материала по поверхности изделия. Разные газы могут привести к образованию керамики с различными физическими и потребительскими свойствами.

Таким образом, изучение влияния рода рабочего газа на параметры пучковой плазмы в контексте электронно-лучевого испарения с последующей ионизацией паров YSZ керамики является важным шагом к созданию высококачественных материалов с необходимыми свойствами и улучшением технологий их производства. В настоящей работе представлены результаты исследования масс-зарядового состава ионов, генерируемых в результате испарения твердотельной YSZ мишени в атмосфере различных газов.

### Техника и методика эксперимента

Схема экспериментов по исследованию масс-зарядового состава в процессе испарения твердотельной мишени представлена на рисунке 1. На тигель, выполненный из углерода, помещался фрагмент циркониевой керамики, частично стабилизированной оксидом иттрия YSZ (мишень). Электронный пучок формировался форвакуумным источником с плазменным катодом, после чего проходил сквозь атмосферу рабочего газа (гелий, смесь гелия с аргоном, смесь гелия с кислородом) до мишени. При транспортировке, электроны пучка ионизовали рабочий и остаточный газы. С использованием системы фокусировки и отклонения, пучок электронов малой мощности ( $U_{вск.}=3$  кВ,  $I_{эм.}=23$  мА) позиционировался на керамической мишени и предварительно нагревал её для предотвращения взрывного растрескивания. Система электродов и принцип работы источника электронов подробно изложены в [8].

Одновременно производился мониторинг газовой атмосферы с использованием модернизированного анализатора (спектрометра) остаточной атмосферы RGA-300 [9] по методике [6]. Внешний вид модернизированного анализатора представлен на рисунке 2.

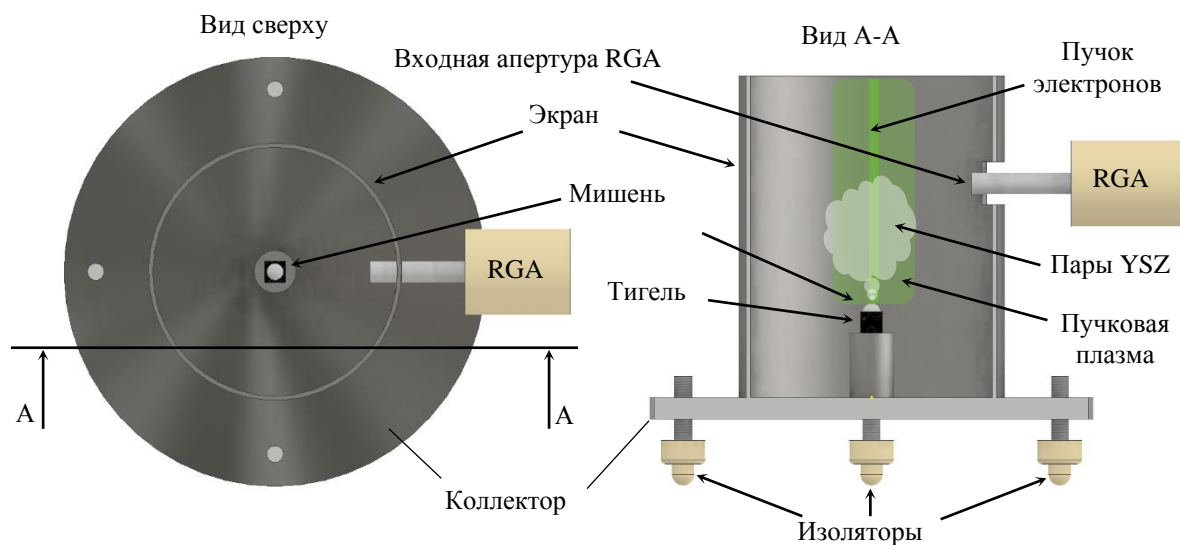


Рис. 1. Схема эксперимента



Рис. 2. Модернизированный квадрупольный масс-анализатор RGA-300

Для управления ионным потоком в область сепарации ионов, тигель и мишень были размещены на коллекторе электронного пучка. Коллектор выполнен в виде массивного диска из нержавеющей стали, толщиной 10 мм и диаметром 200 мм. Диск электрически соединялся с тонкостенным цилиндром диаметром 130 мм. В цилиндре выполнено технологическое отверстие для ввода входной апертуры спектрометра. Коллектор был электрически изолирован от заземленных стенок вакуумной камеры и других электрических частей установки, и на него подавался положительный потенциал относительно земли величиной 50 В. Испаряемая мишень располагалась в 4 см от входной апертуры масс-анализатора, как в вертикальном, так и в горизонтальном направлении.

После мониторинга газовой атмосферы, производился плавный нагрев мишени до температуры, достаточной для ее испарения. При этом, на всем протяжении осуществлялся

мониторинг масс-зарядового состава ионов плазмы. Максимальные параметры электронного пучка при этом были следующими: ускоряющее напряжение  $U_{\text{уск}} = 13$  кВ, ток эмиссии  $I_{\text{эм}} = 70$  мА. Остаточное давление в вакуумной камере составляло 1 Па и обеспечивалось двухступенчатым вакуумным агрегатом на основе пластинчато-роторного насоса и насоса Рутса. Рабочее давление поддерживалось на уровне 5,7 Па. Подача гелия осуществлялась через полый катод источника электронов до давления в камере 3,92 Па. Затем непосредственно в камеру производилась подача дополнительного газа (гелий, аргон, кислород) до требуемого значения (5,7 Па).

### Результаты экспериментов и их обсуждение

На рисунке 3 представлены спектры ионов при использовании плазмообразующего газа гелия до испарения материала мишени YSZ (а) и во время интенсивного испарения (б).

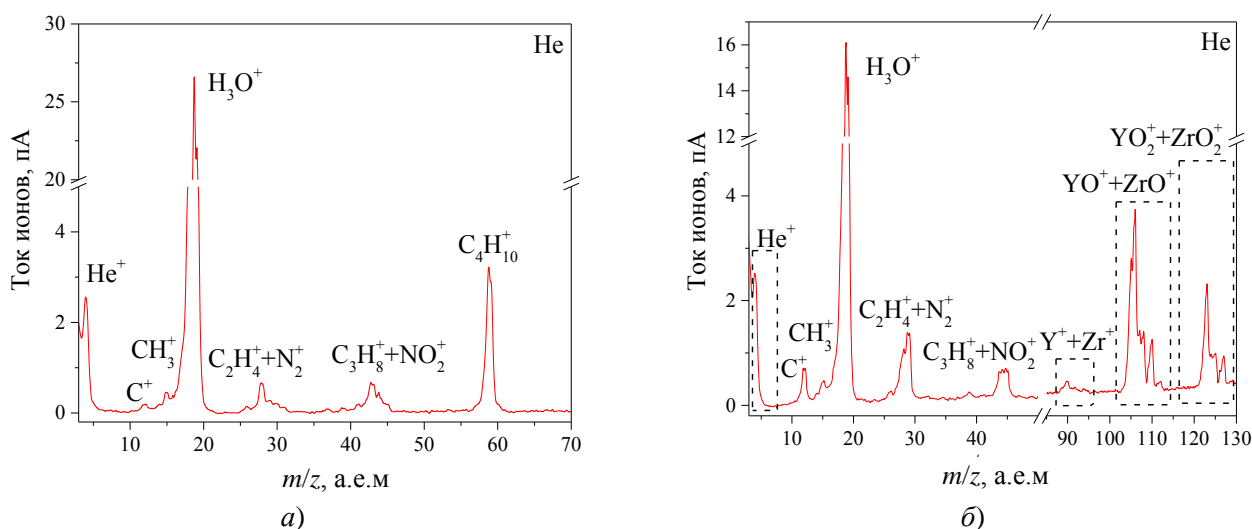


Рис. 3. Спектр ионов пучковой плазмы до испарения YSZ мишени (а) и в процессе испарения YSZ мишени (б): рабочий газ – гелий

Во время разогрева керамической мишени вплоть до температуры испарения, в спектрах регистрируются (рис. 3а) ионы остаточной атмосферы преимущественно ионы паров воды и углеводороды, а также ионы рабочего газа (гелий).

При повышении плотности мощности электронного пучка до уровня, необходимого для интенсивного испарения мишени, в спектрах можно обнаружить ионы всех стабильных изотопов материала мишени (рис. 3б), их оксидов и диоксидов. Следует отметить, что амплитуда пика паров воды по мере возрастания скорости испарения мишени уменьшается, а амплитуда пиков ионов материала мишени возрастает. Доминирующими ионами материала мишени на начальном этапе испарения, когда только появляется ванна расплава в зоне воздействия пучка, являются их диоксиды. Однако при дальнейшем увеличении плотности мощности пучка, вплоть до максимальных значений, доминируют уже пики оксидов материала мишени, при этом амплитуда пиков диоксидов уменьшается.

На рисунке 4 представлены спектры ионов пучковой плазмы при использовании смеси плазмообразующего газа гелия и аргона

до испарения материала мишени (а) и во время интенсивного испарения (б).

Аналогично спектрам, где в качестве рабочего газа использовался только гелий, амплитуда пиков ионов аргона не превышает амплитуду пика паров воды. Возможной причиной доминирования пиков ионов паров воды является превышение их количества в нейтральном состоянии над количеством атомов аргона. Адсорбции большого количества молекул воды на стенках вакуумной камеры способствует низкая скорость откачки форвакуумного насоса и отсутствие предварительного прогрева камеры. Поскольку аргон инертен и обладает существенной атомной массой, то при столкновении со стенками вакуумной камеры он десорбирует молекулы воды, которые впоследствии ионизируются электронным пучком. Таким образом, частичная замена гелия на аргон не приводит к значительным изменениям в ионных спектрах, за исключением появления дополнительных ионов аргона в спектрах. При этом, увеличение мощности электронного пучка и, следовательно, интенсивности испарения керамической мишени обеспечивает дальнейший рост пиков оксидов материалов мишени в спектрах.

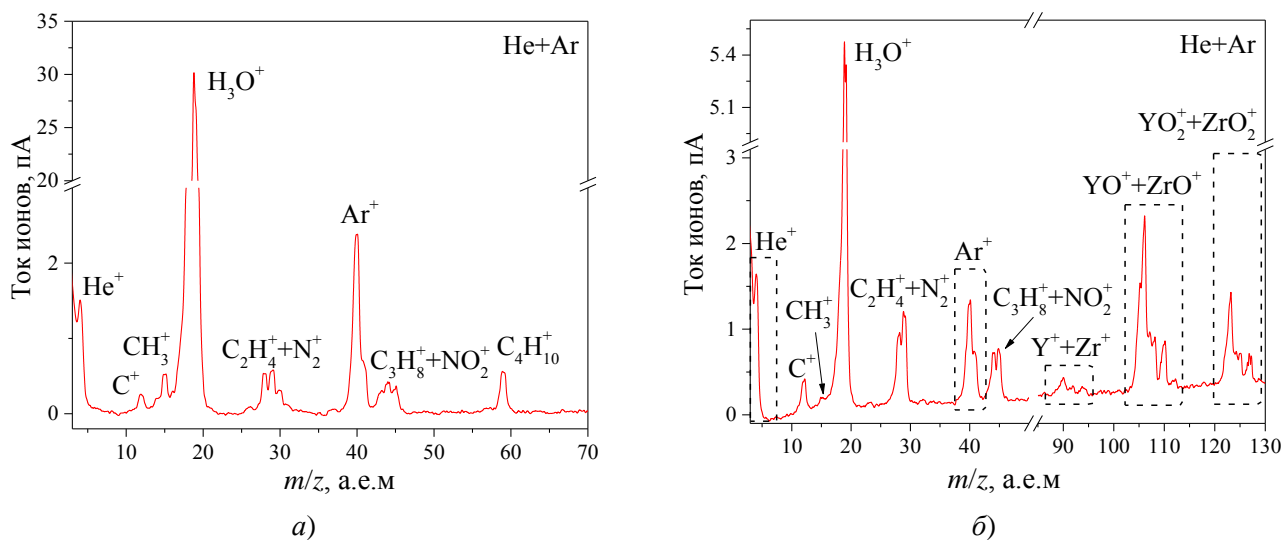


Рис. 4. Спектр ионов пучковой плазмы до испарения YSZ мишени (а) и в процессе испарения YSZ мишени (б): рабочий газ – смесь гелия и аргона

На рисунке 5 представлены спектры ионов при использовании смеси плазмообразующего газа гелия и кислорода до испарения материала мишени и во время интенсивного

испарения. Из рисунка 5 видно, что добавка кислорода существенным образом трансформирует ионный спектр. При низкой мощности электронного пучка, в спектре доминирует

пик ионов молекулярного кислорода, что объясняется большим количеством нейтральных молекул кислорода в вакуумной камере и близкими потенциалами и сечением ионизации молекул кислорода и воды. Также фиксируются ионы атомарного кислорода, что указывает на частичную диссоциацию молекул кислорода и ионизацию продуктов распада. Однако при интенсивном испарении материала мишени, количество ионов кислорода существенно снижается, при этом пик ионов паров воды становится доминирующим. Пики изотопов материала мишени в спектрах не за-

фиксированы. Зафиксированы только их оксиды и диоксиды. При этом пики изотопов диоксидов материала мишени являются преобладающими в отличие от спектров при напуске инертных газов. Увеличение мощности электронного пучка не приводит к доминированию ионов оксидов в спектрах, как при использовании инертных газов. Снижение пика ионов молекулярного кислорода свидетельствует о взаимодействии ионов материала мишени с ионами кислорода, что обеспечивает преобладание ионов диоксидов при любой мощности электронного пучка.

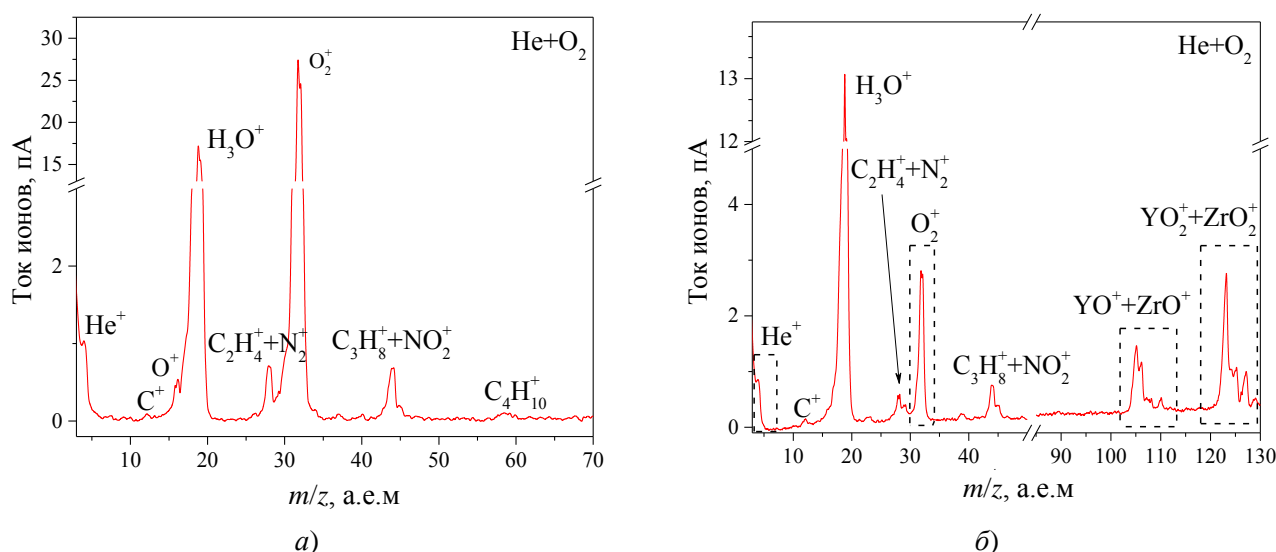


Рис. 5. Спектр ионов пучковой плазмы до испарения YSZ мишени (а) и в процессе испарения YSZ мишени (б): рабочий газ – смесь гелия и кислорода

Качественное объяснение данным экспериментальным фактам может быть следующим. При добавлении инертных газов в вакуумную камеру, доминирование процессов диссоциации или окисления определяется парциальным давлением кислорода и давлением паров материала мишени [10]. На начальном этапе испарения, при низкой мощности пучка, давление паров материала мишени ниже парциального давления кислорода, что приводит к доминированию процессов окисления и, следовательно, ионов диоксидов материала мишени. С увеличением скорости испарения, давление паров возрастает, что приводит к доминированию процессов диссоциации и ионов оксидов. Однако при добавлении химически активного кислорода в камеру, суммарное парциальное давление кислорода

увеличивается, что препятствует преобладанию диссоциации и обеспечивает доминирование ионов диоксидов в спектрах, независимо от мощности электронного пучка.

Известно [11], что после осаждения YSZ покрытий электронно-лучевым методом из паровой фазы в высоком вакууме, производят дальнейший отжиг образцов в течение нескольких часов при температуре 700 °С в печи в воздушной атмосфере. Данную технологическую операцию производят для восстановления потерянного во время осаждения кислорода цвета поверхности керамического покрытия. Поэтому, с точки зрения осаждения покрытий, использование смеси гелия и кислорода в качестве плазмообразующего газа выглядит весьма перспективно, поскольку поверхность покрытий подвержена дополни-

тельному окислению непосредственно во время осаждения. В результате, не требуется дополнительная операция по отжигу образцов.

### Заключение

Таким образом, в результате выполненных экспериментальных исследований установлено, что использование различных газов при испарении YSZ мишени в форвакуумной области давлений в масс-спектрах ионов материала мишени меняет соотношение амплитуд пиков его оксидов и диоксидов. При использовании в качестве рабочего газа гелия либо смеси гелия с аргоном, в спектрах ионов материала мишени доминируют пики оксидов материала мишени. При этом, с увеличением мощности электронного пучка их количество увеличивается. Использование в качестве рабочей смеси гелия и кислорода обеспечивает доминирование ионов диоксидов материала мишени при любой мощности электронного пучка.

*Работа выполнена при финансовой поддержке  
Российского научного фонда, грант  
№ 24-79-10026 (<https://rscf.ru/project/24-79-10026/>).*

### ЛИТЕРАТУРА

1. Yushkov Yu. G., Oks E. M., Corbella C., Tyunkov A. V., Zolotukhin D. B. / *Ceramics International*. 2020. Vol. 46 (4). P. 4519–4525.
2. Yushkov Y. G., Oks E. M., Tyunkov A. V., Zolotukhin D. B., Yushenko A. Y., Yushkov A. Y. / *Ceramics International*. 2020. Vol. 46 (13). P. 21190–21195.
3. Golosov D. A., Zolotukhin D. B., Nikonenko A. V., Oks E. M., Tyunkov A. V., Yushkov Y. G., Yakovlev E. V. / *Surface and Coatings Technology*. 2020. Vol. 383. P. 125241-1–125241-8.
4. Zolotukhin D. B., Lomaev M. I., Oks E. M., Tyunkov A. V., Yushkov Y. G. / *Plasma Sources Science and Technology*. 2019. Vol. 28. Is. 3. P. 035018-1–035018-11.
5. Tyunkov A. V., Zolotukhin D. B., Yushkov Yu. G., Yakovlev E. V. / *Vacuum*. 2020. Vol. 180. P. 109573-1–109573-5.
6. Zolotukhin D. B., Tyunkov A. V., Yushkov Yu. G., Oks E. M. / *Rev. Sci. Instrum.* 2015. Vol. 86. P. 123301.
7. Тюньков А. В., Юшков Ю. Г., Климов А. С. / *Прикладная физика*. 2016. № 1. С. 96–99.
8. Burdovitsin V. A., Oks E. M. / *Laser and Particle Beams*. 2008. Vol. 26. Is. 4. P. 619–635.
9. Tyunkov A. V., Burdovitsin V. A., Oks E. M., Yushkov Yu. G., Zolotukhin D. B. / *Vacuum*. 2019. Vol. 163. P. 31–36.
10. Куликов И. С. Термическая диссоциация соединений. Изд. 2. – М.: Металлургия, 1969.
11. Качанов Е. Б., Тамирин Ю. А. / *Технология легких сплавов*. 2010. № 2. С. 16–28.

PACS: 52.50.Dg

## Investigation of the effect of the type of working gas on the mass-charge composition of beam plasma ions during evaporation of the YSZ target by an electron beam

A. V. Tyunkov, A. A. Andronov, D. B. Zolotukhin, T. O. Klimkin, A. K. Nesterenko,  
S. A. Salnikov and Yu. G. Yushkov

Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics  
40 Lenina Ave., Tomsk, 634050, Russia  
E-mail: artem.andronov.98@bk.ru

*Received 17.09.2024; revised 16.10.2024; accepted 8.12.2024*

*The results of the study of the mass-charge composition of ions of a beam plasma generated by evaporation of a solid-state ceramic target of zirconium dioxide partially stabilized by yttrium oxide in an environment of inert and chemically active gases by an electron beam in the pre-vacuum pressure range are presented. The mass-charge composition of the beam plasma ions*

*was monitored using the upgraded RGA-300 residual atmosphere mass analyzer. The effect of the gas type on the ion mass spectra of the evaporated target material is shown.*

*Keywords:* type of working gas; mass-charge composition; beam plasma; YSZ.

## REFERENCES

1. Yushkov Yu. G., Oks E. M., Corbella C., Tyunkov A. V. and Zolotukhin D. B., *Ceramics International* **46** (4), 4519–4525 (2020).
2. Yushkov Y. G., Oks E. M., Tyunkov A. V., Zolotukhin D. B., Yushenko A. Y. and Yushkov A. Y., *Ceramics International* **46** (13), 21190–21195 (2020).
3. Golosov D. A., Zolotukhin D. B., Nikonenko A. V., Oks E. M., Tyunkov A. V., Yushkov Y. G. and Yakovlev E. V., *Surface and Coatings Technology* **383**, 125241-1–125241-8 (2020).
4. Zolotukhin D. B., Lomaev M. I., Oks E. M., Tyunkov A. V. and Yushkov Y. G., *Plasma Sources Science and Technology* **28** (3), 035018-1–035018-11 (2019).
5. Tyunkov A. V., Zolotukhin D. B., Yushkov Yu. G. and Yakovlev E. V., *Vacuum* **180**, 109573-1–109573-5 (2020).
6. Zolotukhin D. B., Tyunkov A. V., Yushkov Yu. G. and Oks E. M., *Rev. Sci. Instrum.* **86**, 123301 (2015).
7. Tyunkov A. V., Yushkov Yu. G. and Klimov A. S. *Applied Physics*, № 1, 96–99 (2016) [in Russian].
8. Burdovitsin V. A. and Oks E. M., *Laser and Particle Beams* **26** (4), 619–635 (2008).
9. Tyunkov A. V., Burdovitsin V. A., Oks E. M., Yushkov Yu. G. and Zolotukhin D. B., *Vacuum* **163**, 31–36 (2019).
10. Kulikov I. S., *Thermal dissociation of compounds*. Izd. 2, Moscow, Metallurgy, 1969.
11. Kachanov E. B. and Tamarin Yu. A., *Technology of light alloys*, № 2, 16–28 (2010).