

Problematic matters of adaptation of technological vacuum equipment for setting current and promising tasks when making optical components

A. I. Goev, V. V. Potelov, V. N. Privalenko, B. N. Senik
JSC "Krasnogorsky Zavod im. S. A. Zvereva", Krasnogorsk, Russia

A. V. Tikhonravov
Moscow State University im. M. V. Lomonosova, Moscow, Russia

O. B. Cherednichenko
POLYUS Science-and-Research Institute im. M. F. Stelmakha, Moscow, Russia

Taking into account the highly increased demands for optical coatings, their functional purpose and the current and promising tasks the jsc "Krasnogorsky Zavod im. S. A. Zvereva" together with the POLYUS Science-and-Research Institute im. M. F. Stelmakha, the Moscow State University im. M. V. Lomonosova, developed the automated technological vacuum complexes using the base home-produced equipment, the upgraded acousto-optical spectrophotometers of the AOS-type, the mathematical programs for designing and optimization of the coatings.

УДК 533.9:621.039.6

Исследование углеродных пленок, получаемых с помощью вакуумно-дугового ионного источника с графитовым катодом

Л. Д. Богомолова, А. С. Немов
НИИ ядерной физики им. Д. В. Скобельцына; МГУ им. М. В. Ломоносова, Москва, Россия

Н. В. Бородулина, А. М. Борисов
МАТИ — РГТУ им. К. Э. Циолковского, Москва, Россия

Д. А. Козлов
Московский государственный индустриальный университет, Москва, Россия

Д. И. Цыганов
ОАО "МКНТ", Москва, Россия

Исследованы состав, структура и дефекты электронной структуры углеродных пленок, получаемых на бесепарационном имплантере с вакуумно-дуговым ионным источником.

Тонкие углеродные пленки различного состава и структуры находят широкое применение в различных областях науки и техники. Особый интерес представляют алмазоподобные пленки, обладающие высокой твердостью, теплопроводностью и изоляционными свойствами. Морфология, структура, фазовый состав, а также физические свойства таких пленок напрямую зависят от способа их получения. Для синтеза алмазоподобных углеродных пленок методами вакуумного напыления и ионного осаждения часто используют процесс вакуумно-дуговой эрозии графитов, позволяющий получать потоки нейтральных и ионизированных атомов углерода [1].

Цель данной работы — исследование состава, структуры и дефектов углеродных пленок, получаемых на бесепарационном имплантере с вакуумно-дуговым ионным источником, при различных параметрах облучения. Полученная информация позволит объяснить особенности формирования пленок, под воздействием вакуумно-дугового ионного источника, открывая для них новые прикладные возможности.

Эксперимент проводили на двухлучевой установке ионной имплантации МГИУ, схема работы которой приведена на рис. 1.

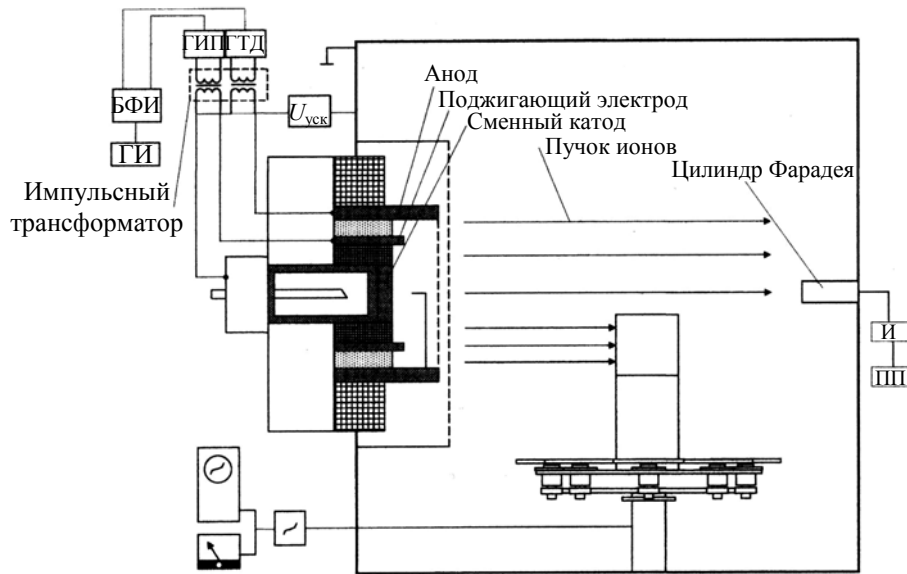


Рис. 1. Устройство вакуумно-дугового ионного источника и схема облучения импульсным пучком ионов: ГИ — генератор импульсов; БФИ — блок формирования импульсов; ГИП и ГТД — генераторы импульсов поджига и тока дуги, соответственно; И — интегратор тока; ПП — пересчетное устройство

Ток пучка ионов вакуумно-дугового источника составляет 0,1—1,0 А при длительности импульсов тока ~300 мкс с частотой следования импульсов 17 или 50 Гц. Максимальное значение ускоряющего напряжения составляет 50 кВ, поперечное сечение пучка определяется диаметром 30 см. В качестве катода вакуумно-дугового источника в эксперименте использовали графит марки МПГ-6. Ионное облучение проводили при ускоряющем напряжении 30 кВ. Мишенями служили стеклянные ($\text{SiO}_2 + \text{K}0,1 + \text{Na}0,3$) и кремниевые ($\text{Si}(100)$) образцы (18×18×1 мм), установленные на анодной сетке источника вблизи оси его конструкции, а также у входного окна цилиндра Фарадея на расстоянии порядка 50 см от плоскости заземленной сетки ионно-оптической системы. Температура мишеней во время облучения была близка к комнатной.

Элементный анализ поверхностного слоя облученных образцов проводили методом спектрометрии резерфордского обратного рассеяния (РОР) ионов гелия с энергией 2 МэВ. Кристаллическую структуру образцов исследовали методом дифракции быстрых электронов на отражение при ускоряющем напряжении 50 кВ и токе пучка 50 мкА на электронографе ЭМР-102. Электронограммы фиксировались цифровой камерой через стекло электронографа с флуоресцирующего экрана. Чтобы избежать проблемы фокусировки зондирующего электронного луча, связанные с появлением плавающего потенциала на диэлектриках, был сделан электронографический анализ для образцов на кремниевой основе. Исследования дефектов электронной структуры проводили методом спектрометрии электронного парамагнитного резонанса (ЭПР). Спектры ЭПР в виде первой производной линии поглощения мощности СВЧ-излучения записывались на отечественном модифицированном спектрометре РЭ-1306 трехсантиметрового диапазона при комнатной температуре. Облученные стеклянные образцы измель-

чали и помещали в контейнер, погружаемый в резонатор спектрометра. Моделирование спектров ЭПР проводили с помощью программ, описанных в работах [2, 3].

На рис. 2 представлен типичный пример спектра РОР для образцов, облученных у входного окна цилиндра Фарадея. Имплантированный слой проявляется в виде пика углерода в спектре обратнорассеянных ионов He^+ . Толщину слоя и соотношение в нем углерода и кремния определяли посредством моделирования спектров РОР с помощью программы NBS [4].

Из анализа данных РОР следует, что сформированная пленка на образцах, облученных ускоренными ионами, состоит из двух слоев: переходного и внешнего, концентрация углерода в котором значительно больше (см. рис. 2). Суммарная доза D (плотность) имплантированного углерода в пленке при этом превышает заданный

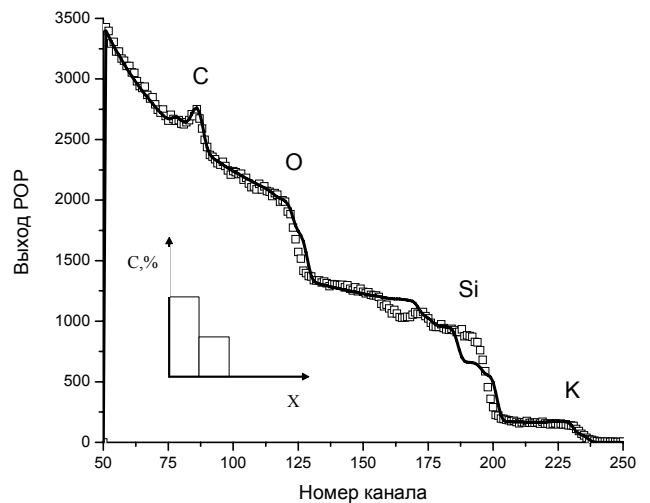


Рис. 2. Расчетный и экспериментальный спектры РОР для образца стекла, облученного ускоренными ионами углерода: □ — экспериментальные данные; — — расчетный

спектр для слоя толщиной $9 \cdot 10^{17}$ ат/см² и концентрацией углерода 70 %

флюенс F в несколько раз. Образцы стекла, расположенные у входного отверстия цилиндра Фарадея, были облучены в целях исследования при различных флюенсах $F = (0,5; 1; 2; 3) \times 10^{17}$ ион/см². Полученная по результатам проведенных экспериментов зависимость дозы D углерода в синтезированной пленке от флюенса F представлена на рис. 3. Видно, что доза D линейно увеличивается с ростом F , причем коэффициент пропорциональности (~ 3) существенно больше единицы. Это говорит о сложном составе потока частиц, падающего на поверхность, который содержит как однозарядные ионы углерода, так и углеродные кластеры, генерируемые вакуумной дугой.

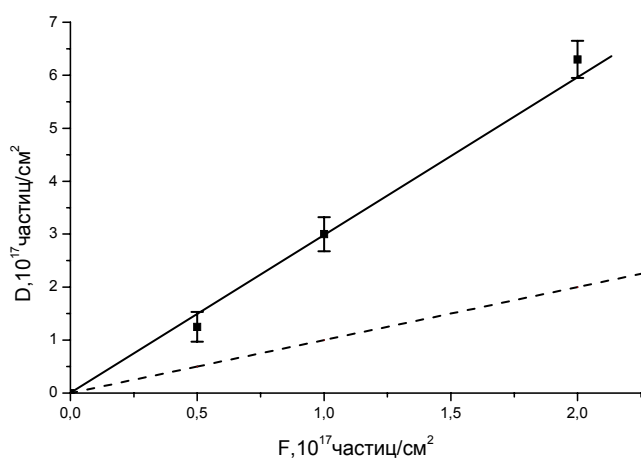


Рис. 3. Зависимость дозы D осажденного (имплантированного) углерода от флюенса F облучения:

■ — экспериментальные данные; — — — — аппроксимация экспериментальной зависимости; - - - - - $D = F$ (для сравнения)

При облучении образца ускоренными ионами с $F = 2 \cdot 10^{17}$ ат/см² была получена также пленка на стекле, установленном в анодной камере ионного источника. Спектр РОР для этой пленки представлен на рис. 4. Оказалось, что плотность осажденного углерода составляет $8,5 \times 10^{17}$ ат/см², что незначительно превышает значение дозы D для образца стекла, облученного ускоренными ионами. Учитывая геометрический фактор, когда дистанция нанесения пленок на образцы различалась в пять раз, можно предположить, что кластеры углерода, входящие в состав пучка, являются заряженными. Сравнение спектров РОР показало также структурные различия рассмотренных выше двух пленок. Если при ионном облучении образуется двухслойная структура с обедненным переходным слоем, то в анодной камере образовавшаяся углеродная пленка является однородной.

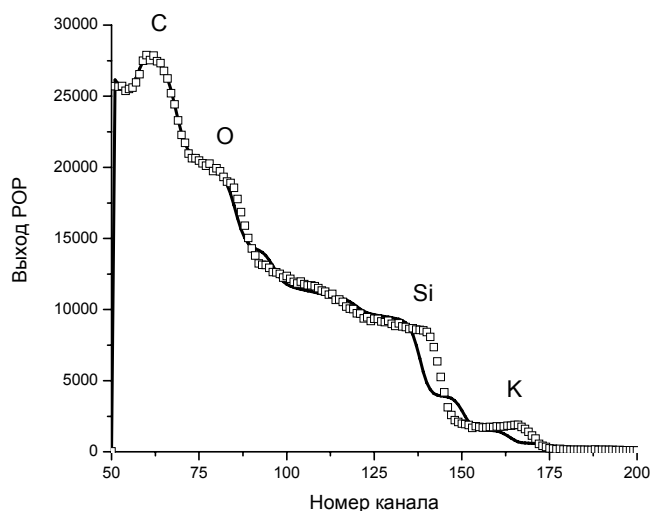


Рис. 4. Расчетный и экспериментальный спектры РОР для образца стекла, облученного в анодной камере:

□ — экспериментальные данные; — — — — расчетный спектр для слоя толщиной $11,5 \cdot 10^{17}$ ат/см² и концентрацией углерода 74 %

Электроннографический анализ имплантированных кремниевых образцов показал, что их структура является аморфной. Электронограммы при этом представляют собой диффузное гало. Иная картина наблюдается для пленки, осажденной на кремниевую подложку в анодной камере ионного источника. В этом случае электронограммы показывают три размытых кольца, соответствующих трем наиболее интенсивным кольцам, наблюдаемым на электронограммах для поликристаллических графитов. Это говорит о наличии в данной пленке включений в виде графитовых микрочастиц.

Метод ЭПР часто используют для исследования углеродных материалов. Спектр ЭПР графита, используемого в качестве катода ионного источника, представляет собой синглетную слабо асимметричную линию с шириной между экстремумами производной 12—14 Гс с g -фактором 2,010. Этот результат типичен для поликристаллических графитов, которые имеют несовершенную структуру, содержащую ловушки π -электронов в валентной зоне [5]. Для углерода в различном состоянии (черные угли, сажа, активированный уголь, тонкие аморфные пленки а-С, полученные разными методами) спектры ЭПР также представляют собой синглетные слабо асимметричные линии, обладающие меньшей шириной (3—4 Гс) и другим g -фактором $2,0027 \pm 0,0002$ [6].

Спектр ЭПР углеродной пленки, полученной при осаждении на стеклянную подложку продуктов вакуумно-дуговой эрозии графита в анодной камере ионного источника, имеет сложную форму (рис. 5, а). Компьютерное моделирование показало, что этот спектр может быть представлен в виде суперпозиции двух линий: одна из них — широкая линия с $g = 2,0052 \pm 0,0002$ (ширина 20 Гс); другая — более узкая (5 Гс) имеет $g = 2,0030 \pm 0,0002$. ЭПР-спектр для углеродной пленки, осажденной у основания цилиндра Фарадея, представлен узкой синглетной линией с $g = 2,0034$ (см. рис. 5, б).

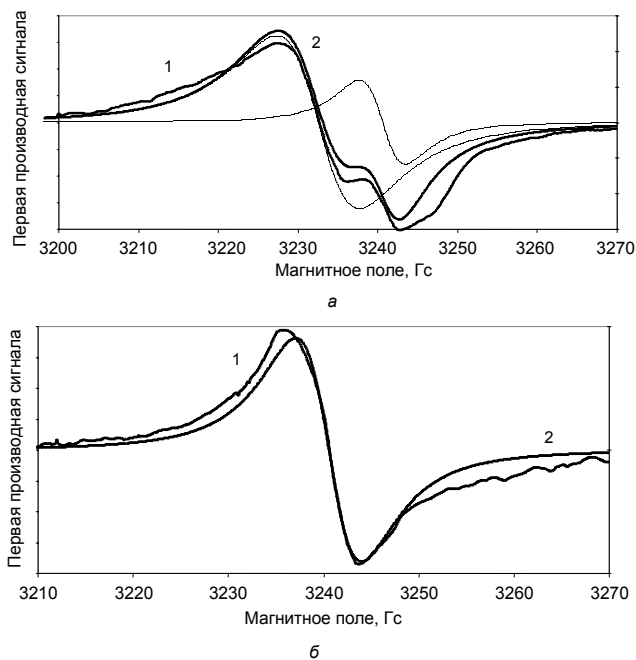


Рис. 5. ЭПР-спектры для углеродной пленки, осажденной в анодной камере ионного источника (а) и осажденной у основания цилиндра Фарадея (б):

1 — экспериментальные данные, 2 — расчет; — составляющие расчетного спектра

Линия ЭПР в кристаллическом графите обусловлена электронами проводимости и характеризуется сильно анизотропным g -фактором. Согласно работе [7], при комнатной температуре $g_{||} = 2,0050$ и $g_{\perp} = 2,0026$, при этом $g_{||}$ сильно зависит от температуры и примесей. Поэтому линию с $g = 2,0052$, обнаруженную авторами настоящей работы, можно приписать наличию в осажденной пленке микрокри-

сталлитов графита с некоторым усредненным g -фактором. Узкая линия с $g = 2,0030$ обусловлена диспергированными частицами углерода и соответствует линиям ЭПР аморфных пленок углерода, получаемым различными методами осаждения углерода на неслюшко нагретые подложки.

Структуру с включениями графитовых микрочастиц можно объяснить сложным составом потока частиц, генерируемых вакуумной дугой, включающим, помимо ионного и парового компонентов, также и микрокапельную фракцию.

Работа выполнена при финансовой поддержке правительства Москвы. Авторы благодарят Е. А. Питиримову за проведение электронографического анализа.

Л и т е р а т у р а

1. Muhl S., Mendes J. M.// Diamond and Related Materials. 1999. V. 8. P. 1808.
2. Bogomolova L. D., Jachkin V. A., Prushinsky S. A. et al.// J. Non-Crystal. Solids. 2002. V. 297. P. 247.
3. Bogomolova L. D., Borisov A. M., Krasil'nikova N. A. et al.// Radiat. Effects and Defects in Solids. 2002. V. 157. P. 493.
4. Борисов А. М., Маишкова Е. С., Немов А. С.// Поверхность. 2003. № 4. С. 92.
5. Watanabe I., Okumara T.// Jpn. J. Appl. Phys. 1985. V. 24. P. L122.
6. Barklie R. C.// Diamond Relat. Mater. 2001. V. 10. P. 174.
7. Wagoner G.// Phys. Rev. 1960. V. 118. P. 647.

Статья поступила в редакцию 22 декабря 2005 г.

Study of carbon films, received with the help of a vacuum-arc ion source with the graphitic cathode

L. D. Bogomolova, A. S. Nemov
Institute of Nuclear Physics, Moscow State University, Moscow, Russia

N. V. Borodulina, A. M. Borisov
MATI — Russian State Technology University, Moscow, Russia

D. A. Kozlov
Moscow State Industrial University, Moscow, Russia

D. I. Tsyganov
Moscow Comitee for Science and Technology, Moscow, Russia

A composition, structure and defects of electronic pattern of carbon films, received on unseparated implanter with a vacuum-arc ion source have been studied.