

УДК 621.384.5, 537.533

**Электронно-лучевое испарение керамики
в форвакуумном диапазоне давлений**

А. С. Климов, А. А. Зенин, Е. М. Окс, М. В. Шандриков, Ю. Г. Юшков

С использованием форвакуумного плазменного источника электронов осуществлен процесс электронно-лучевого испарения алюмооксидной керамики в диапазоне давлений 5—15 Па. При плотности мощности электронного пучка 10^3 Вт/см² скорость испарения керамики составила 4 г/ч. Полученные результаты открывают возможность эффективного нанесения керамических покрытий на основе электронно-пучковых методов.

PACS: 52.59.Tb

Ключевые слова: испарение керамики, электронный пучок, плазменный источник электронов, форвакуумная область давлений.

Введение

Электронно-лучевое испарение диэлектриков для последующего нанесения покрытий связано с рядом трудностей, основная из которых состоит в зарядке поверхности электронами пучка [1, 2] и образованием тормозящего для электронов электрического поля. Процесс испарения, как правило, осуществляют в вакууме при давлении 10^{-2} — 10^{-4} Па, что связано с использованием электронных пушек с термокатодом [3], критичных к величине давления и составу газовой атмосферы. При работе в таком диапазоне давлений необходимо принятие специальных мер по предотвращению зарядки облучаемой поверхности и снятия отрицательного заряда. В качестве такой меры может быть использован дополнительный поток ионов на испаряемую поверхность [4], что, однако, приводит к усложнению технологической установки.

Форвакуумные плазменные источники электронов [5, 6] обеспечивают возможность непосредственной генерации пучков в области повышенных давлений форвакуумного диапазона 1—100 Па. Переход в область более высоких давлений, способствующих созданию в области транспортировки пучка плотной плазмы, позволяет устранить проблему накопления заряда на диэлектрической мишени и эффективно воздействовать на диэлектрические материалы [7, 8]. Применение форвакуумных плазменных электронных источников для непосредственной обработки непроводящих материалов было успешно продемонстрировано нами ранее на примере электронно-лучевой сварки алюмооксидной керамики [9], а также спекания керамических порошков [10].

Данная особенность форвакуумных плазменных источников электронов обусловила постановку вопроса о возможности электронно-лучевого испарения керамики с последующим синтезом керамических покрытий на поверхности различных материалов. Результаты исследования такой возможности представлены в настоящей статье.

Техника и методика эксперимента

Эксперименты по испарению керамических мишеней (рис. 1) проводились с использованием форвакуумного плазменного электронного источника [11]. В диапазоне рабочих давлений 5—15 Па и ускоряющих напряжений 5—20 кВ источник обеспечивал генерацию непрерывного электронного пучка с током до 100 мА. Фокусировка и отклонение электронного пучка осуществлялись

Климов Александр Сергеевич, старший научный сотрудник¹.
Зенин Алексей Александрович, старший научный сотрудник¹.
Окс Ефим Михайлович, зав. кафедрой, профессор^{1,2}.

Шандриков Максим Валентинович, научный сотрудник².

Юшков Юрий Георгиевич, старший научный сотрудник¹.

¹ Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники.

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

Тел.: 8 (905) 990-52-41. E-mail: klimov@main.tusur.ru

² Институт сильноточной электроники СО РАН.

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

Статья поступила в редакцию 7 апреля 2016 г.

© Климов А. С., Зенин А. А., Окс Е. М., Шандриков М. В., Юшков Ю. Г., 2016

магнитным полем фокусирующей и отклоняющей катушек соответственно. Источник устанавливался на рабочую камеру, вакуум в которой создавался с помощью только одной ступени откачки, обеспечиваемой механическим форвакуумным насосом VacEdwards E2M80.

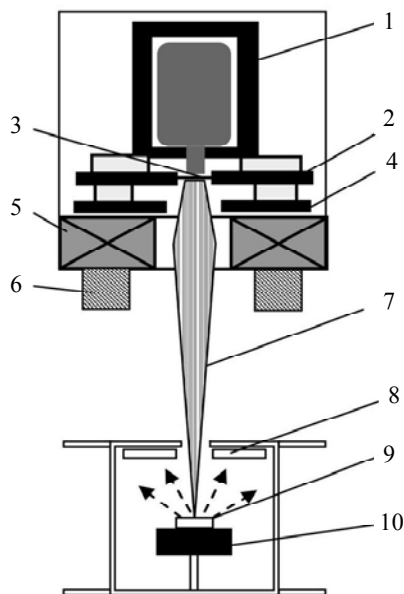


Рис. 1. Схема эксперимента. 1 — полый катод; 2 — анод; 3 — эмиссионный электрод (перфорированная пластина); 4 — ускоряющий электрод (экстрактор), 5 — фокусирующий соленоид; 6 — магнитная система отклонения; 7 — электронный пучок; 8 — стеклянные подложки; 9 — испаряемый образец; 10 — графитовый держатель.

В качестве испаряемых мишеней использовались цилиндрические образцы алюмооксидной керамики марки ВК94-1 диаметром 8 и высотой 6 мм. Испаряемый образец размещался на графитовом держателе, установленном в закрытой прямоугольной полости с отверстием для прохождения электронного пучка. В верхней части полости имелась возможность установки стеклянных подложек, по толщине пленки на которой можно было судить о скорости осаждения. С целью предотвращения термомеханических напряжений, нагрев образца осуществлялся в течение 10—15 минут плавным увеличением плотности мощности электронного пучка от 50 до 1000 Вт/см². Скорость испарения керамики оценивалась в результате измерения потери массы образца за время облучения. Постоянство плотности тока электронного пучка, приходящегося на облучаемый образец при различных рабочих давлениях газа в области транспортировки электронного пучка, обеспечи-

валось фиксацией диаметра пучка на поверхности образца соответствующим варьированием тока фокусирующей катушки. Измерение температуры поверхности испаряемой керамики осуществлялось инфракрасным пирометром RAYTEK 1МН с диапазоном измеряемых температур от 650—3000 °С.

Исследования микроструктуры и элементного состава пленки, образовавшейся на поверхности стеклянных образцов в результате испарения керамики, проводились на растровом электронном микроскопе ТМ-1000 (Hitachi, Япония), оснащенном системой энергодисперсионного микроанализатора SwiftED (Bruker, Германия). Толщина тонких пленок (до 1 мкм) определялась с помощью интерференционного микроскопа МИИ-4 по стандартной методике. Для более толстых пленок использовался трехмерный бесконтактный профилометр (Micro Measure 3D Station) с диапазоном измерения до 80 мкм.

Результаты эксперимента

Экспериментальные зависимости скорости испарения облучаемого материала от параметров электронного источника и давления в вакуумной камере представлены на рис. 2. Скорость испарения вполне ожидаемо повышается с ростом удельной мощности пучка и, соответственно, с повышением температуры поверхности испаряемой керамики. При плотности мощности электронного пучка 1000 Вт/см² скорость испарения керамики достигала 4 г/час. Повышение энергии электронов с 8 кэВ до 10 кэВ приводило к росту поверхностной температуры на 100—150 °С, в то время как скорость испарения повышалась на порядок величины. Данный факт может быть связан с ростом площади расплавленной области, из которой происходит испарение материала.

Электронно-лучевое испарение керамики позволяло сформировать однородное покрытие на всей поверхности подложки (см. рис. 3, а). Энергодисперсионный спектр покрытия (рис. 4) показал наличие в ее составе алюминия и кислорода с незначительным содержанием кремния как материала подложки. Предельная плотность мощности электронного пучка для получения однородного покрытия при испарении алюмооксидной керамики составила 1000 Вт/см². Превышение указанной плотности мощности приводило к образованию брызг и осколков, осаждение которых на пленке способствовало нарушению ее однородности и растрескиванию (см. рис. 3, б).

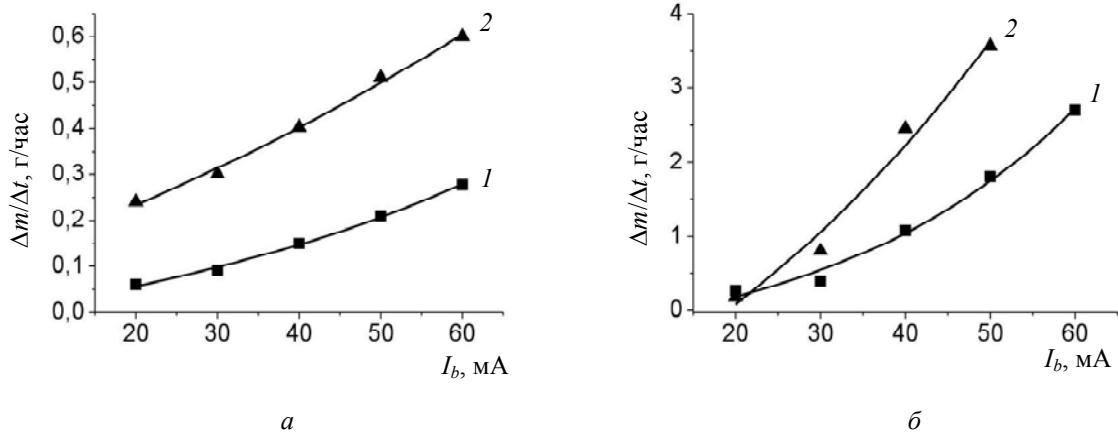


Рис. 2. Скорость уноса массы при электронно-лучевом испарении в зависимости от тока пучка, ускоряющего напряжения и давления в вакуумной камере: кривые 1 — давление 12 Па, кривые 2 — давление 7 Па. Ускоряющее напряжение: а — 8 кВ, б — 10 кВ.

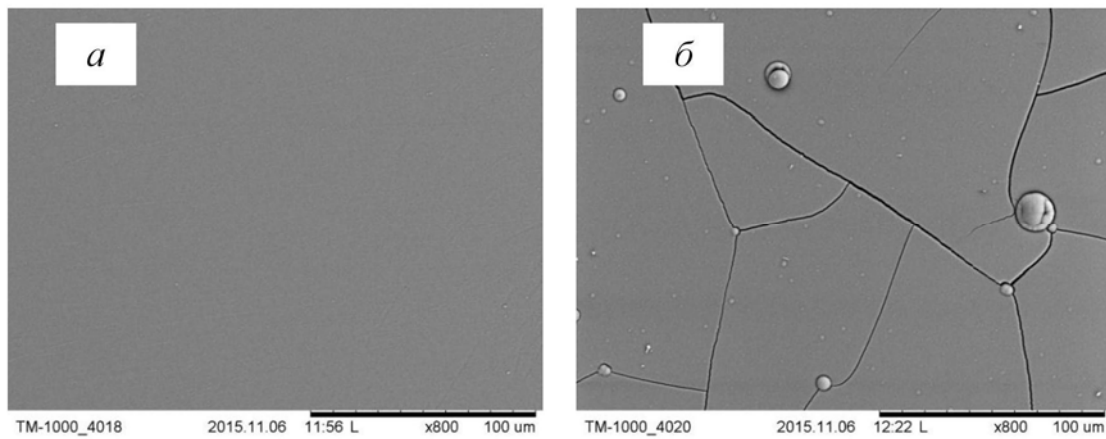


Рис. 3. Микрофотографии поверхности пленок, полученных при различных плотностях мощности электронного пучка: а — 800 Вт/см², б — 1050 Вт/см².

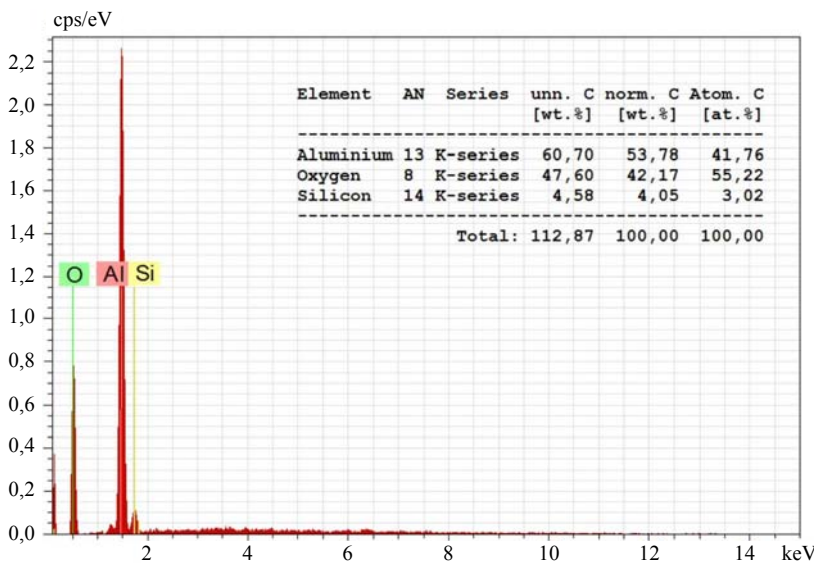


Рис. 4. Элементный состав пленки. Плотность мощности пучка 800 Вт/см², время напыления 10 минут.

Измерение толщины пленок осаждаемых на полусферической поверхности, в центре которой расположен испаряемый образец, позволило определить угловое распределение паров испаренного

материала, которое представлено на рис. 5. Основная масса испаренного материала осаждается достаточно равномерным слоем в телесном угле π/2. Изменение параметров электронного пучка и

давления в вакуумной камере практически не влияло на вид распределения.

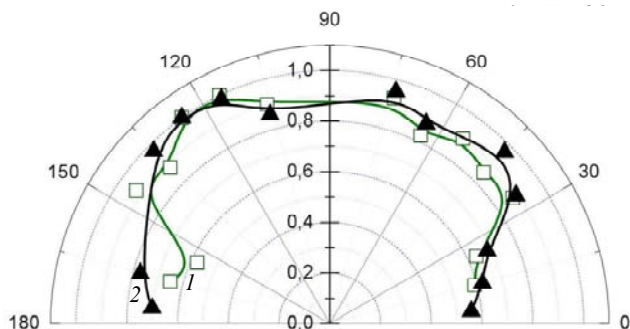


Рис. 5. Угловое распределение паров испаренного материала. 1 — плотность мощности 400 Вт/см², давление 10 Па, 2 — плотность мощности 600 Вт/см², давление 8 Па.

Скорость роста пленок, изменялась в пределах 0,03—0,1 мкм/мин и определялась главным образом плотностью мощности электронного пучка и давлением газа. Энергетическая эффективность процесса испарения при этом достигала $2,7 \cdot 10^{-6}$ г/Дж.

Заключение

С использования электронного пучка, генерируемого плазменным источником в форвакуумной области давлений, осуществлено испарение алюмооксидной керамики. При плотности мощности электронного пучка 1000 Вт/см² скорость испарения материала и скорость роста пленки достигали 4 г/час и 0,1 мкм/мин, соответственно. Результаты проведенных исследований делают возможным создание эффективных электронно-лучевых методов синтеза защитных и функциональных керамических покрытий на различных материалах.

Авторы выражают благодарность д.т.н. Смирнову С. В. за помощь в исследовании микроструктуры пленок.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ грант № 15-38-20264, и проекта Минобрнауки № 3.49.2014/К. Один из авторов, а именно, Е. М. Окс является исполнителем работы в рамках государственного задания Минобрнауки «Организация и проведение научных исследований», проект № 783.

ЛИТЕРАТУРА

1. Рау Э. И., Евстафьева Е. Н., Андрианов М. В. // Физика твердого тела. 2008. Т. 5. Вып. 4. С. 599.
2. Бурдовицин В. А., Медовник А. В., Окс Е. М., Скробов Е. В., Юшков Ю. Г. // Журнал технической физики. 2012. Т. 82. № 10. С. 103.
3. Harsha K. S. S. Principles of Physical Vapor Deposition of Thin Films. — Elsevier, Great Britain. 2006.
4. Moncrieff D., Robinson, V. N. & Harris, L. B. // J. Phys. D. Appl. Phys. 1978. Vol. 11. P. 2315.
5. Климов А. С., Бурдовицин В. А., Медовник А. В., Окс Е. М., Юшков Ю. Г. Форвакуумные плазменные источники электронов. — Томск: Изд-во Томского ун-та. 2014.
6. Климов А. С., Бурдовицин В. А., Гришков А. А., Окс Е. М., Зенин А. А., Юшков Ю. Г. // Прикладная физика. 2015. № 1. С. 35.
7. Burdovitsin V. A., Klimov A. S., Oks E. M. // Technical Physics Letters. 2009. Vol. 35. P. 511.
8. Бурдовицин В. А., Окс Е. М., Скробов Е. В., Юшков Ю. Г. // Перспективные материалы. 2011. № 6. С. 77.
9. Зенин А. А., Климов А. С. // Доклады Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники. 2013. № 1 (27). С. 10.
10. Burdovitsin V., Dvilis E., Zenin A., Klimov A., Oks E., Sokolov V., Kachaev A. // Advanced Materials Research. 2014. Vol. 872. P. 150.
11. Zhirkov I. S., Burdovitsin V. A., Oks E. M., Osipov I. V. // Technical Physics. 2006. Vol. 51. No. 6. P. 786.

Electron beam evaporation of the ceramic targets at a forevacuum pressure

A. S. Klimov¹, A. A. Zenin¹, E. M. Oks^{1,2}, M. V. Shandrikov², and Y. G. Yushkov¹

¹ Tomsk State University of Control System and Radioelectronics
40 Lenin av., Tomsk, 634050, Russia
E-mail: klimov@main.tusur.ru

² Institute of High-Current Electronics, Sib. Branch of RAS
2/3 Akademicheskii proezd, Tomsk, 634055, Russia

Received April 7, 2016

Using a plasma electron source, the process of beam evaporation of the aluminum oxide ceramic was achieved in the pressure range of 5—15 Pa. With the electron beam power density of 10^3 W/cm², an

evaporation rate for the ceramic was as high as 4 g/hr. The results open the possibility of making the effective ceramic coatings on the basis of electron-beam technologies.

PACS: 52.59.Tb

Keywords: ceramic evaporation, electron beam, plasma electron beam source, forevacuum pressure range.

REFERENCES

1. Je. I. Rau, E. N. Evstafeva, and M. V. Andrianov, *Phys. Solid State* **5** (4), 599 (2008).
2. V. A. Burdovitsin, A. V. Medovnik, E. M. Oks, E. V. Skrobov, and Y. G. Yushkov, *Technical Physics* **57** (10), 103 (2012).
3. K. S. S. Harsha, *Principles of Physical Vapor Deposition of Thin Films* (Elsevier, Great Britain, 2006).
4. D. Moncrieff, V. N. Robinson, L. B. Harris, and J. Phys. D. Appl. Phys. **11**, 2315 (1978).
5. A. S. Klimov, V. A. Burdovitsin, A. V. Medovnik, E. M. Oks, and Y. G. Yushkov, *Forevacuum Plasmic Sources of Electrons* (Tomsk; Izdatel'stvo Tomskogo Universiteta, 2014) [in Russian].
6. A. S. Klimov, V. A. Burdovitsin, A. A. Grishkov, E. M. Oks, A. A. Zenin, and Yu. G. Yushkov, *Prikladnaya Fizika*, No. 1, 35 (2015).
7. V. A. Burdovitsin, A. S. Klimov, and E. M. Oks, *Technical Physics Letters* **35**, 511 (2009).
8. V. A. Burdovitsin, E. M. Oks, E. V. Skrobov, and Y. G. Yushkov, *Perspektivnye Materialy*, No. 6, 77 (2011).
9. A. A. Zenin and A. S. Klimov, *Doklady Tomskogo gosudarstvennogo universiteta sistem upravleniya i radioelektroniki*, No. 1, 10 (2013).
10. V. Burdovitsin, E. Dvilis, A. Zenin, A. Klimov, E. Oks, V. Sokolov, and A. Kachaev, *Advanced Materials Research*. **872**, 150 (2014).
11. I. S. Zhirkov, V. A. Burdovitsin, E. M. Oks, and I. V. Osipov, *Technical Physics*. **51**, 786 (2006).