

Минобрнауки России
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт сильноточной электроники Сибирского отделения
Российской академии наук (ИСЭ СО РАН)
Отдел образовательной деятельности

НАУЧНЫЙ ДОКЛАД
об основных результатах
научно-квалификационной работы (диссертации) на тему:

**«Сильноточный импульсный магнетронный разряд с инжекцией
электронов из плазмы вакуумной дуги для осаждения покрытий и
генерации ионных пучков»**

Направление подготовки:
11.06.01 Электроника, радиотехника и системы связи

Профиль подготовки (специальность):
2.2.1 Вакуумная и плазменная электроника

Аспирант


(подпись)

Черкасов Александр Алексеевич

Научный руководитель:
Шандриков Максим Валентинович,
к.т.н., с.н.с. ЛПИ ИСЭ СО РАН

Томск – 2025

Введение и актуальность работы.

В настоящее время планарные магнетронные распылительные системы являются наиболее распространённым методом нанесения тонких пленок, используемых в качестве износостойких покрытий, пленок на оптических элементах, металлизации интегральных схем и многих других приложениях. В тоже время, возрастающая потребность в новых и более качественных покрытиях требует дальнейшего совершенствования магнетронных распылительных систем для достижения требуемых параметров осаждаемых покрытий. Одним из наиболее важных и перспективных направлений исследований остается реализация устойчивого функционирования магнетронного разряда в области более низкого рабочего давления при сохранении скорости напыления. Снижение рабочего давления позволяет уменьшить количество транспортных потерь распылённых атомов и тем самым увеличить энергетическую эффективность процесса осаждения, а также повысить энергетическое воздействие на подложку в процессе осаждения покрытия. Ранее в лаборатории плазменных источников ИСЭ СО РАН было продемонстрировано, что наиболее эффективным способом для снижения рабочего давления магнетронного разряда является дополнительная инжекция электронов, ускоренных в его прикатодном слое. На момент начала представляемой работы такая система была исследована только в относительно слаботочном (до 1 А) непрерывном режиме. В таком разряде степень ионизации распыляемого материала не превышает несколько единиц процентов, а плазма состоит преимущественно из ионов рабочего газа.

В исследуемом последние пару десятилетий сильноточном импульсном магнетронном разряде (т.н. HIPIMS) концентрация плазмы практически на два порядка превышает концентрацию в непрерывном режиме. В этом случае поток материала распыляемой мишени находится частично в ионизованном состоянии, что позволяет за счет использования дополнительного электрического смещения подложки регулировать энергию поступающих на подложку частиц, что, в свою очередь, позволяет управлять структурой и

свойствами осаждаемого покрытия. Однако в стандартном диапазоне давлений таких систем выше 0,27 Па длина свободного пробега частиц материала мишени соизмерима или даже меньше характерных расстояний от мишени до подложки, что снижает все преимущества режима HIPIMS. Столкновительный характер движения частиц от мишени к подложке приводит к снижению энергии ионов и их транспортным потерям, что отрицательно сказывается на качестве осаждаемых покрытий и энергетической эффективности процесса магнетронного напыления. Решение вопроса устойчивого функционирования сильноточной (несколько десятков ампер) импульсной формы магнетронного разряда в области предельно низких значений рабочего давления (вплоть до уровня 0,027-0,04 Па) является актуальной задачей и позволяет реализовать бесстолкновительный (или баллистический) режим движения частиц до подложки, а также обеспечивает переход разряда в т.н. режим самораспыления, в котором доля ионов металла в плазме становится преобладающей. Такой переход обеспечивает качественное изменение условий осаждения, как с точки зрения повышения качества покрытий, так и получения новых функциональных покрытий с уникальными свойствами.

Основными **задачами** настоящей работы являются:

1. Исследование влияния дополнительной инжекции электронов из плазмы импульсного вакуумного дугового разряда, ускоренных в катодном слое магнетронного разряда, на параметры и условия функционирования сильноточного импульсного магнетронного разряда в режиме самораспыления в диапазоне рабочего давления (0,027-0,067 Па.)
2. Определение оптимальной конфигурации магнетронной разрядной системы для достижения минимального значения рабочего давления и стабильного функционирования магнетронного разряда в сильноточной форме, а также для увеличения скорости и качества осаждаемых покрытий.
3. Разработка ионного источника на основе сильноточного импульсного магнетронного разряда с инжекцией электронов. Измерение и оптимизация

рабочих параметров ионного источника, проведение ионной имплантации различных материалов и изделий ионами как газа, так и металла.

Научная новизна исследований заключается в том, что впервые:

1. Реализован и детально исследован сильноточный импульсный магнетронный разряд с инжекцией электронов, функционирующий в режиме самораспыления, в диапазоне предельно низкого рабочего давления (вплоть до 0,027 Па).

2. Определена оптимальная конфигурация магнетронной разрядной системы с инжекцией электронов для достижения стабильного функционирования сильноточной формы разряда при минимальном значении рабочего давления, а также для увеличения скорости и качества осаждаемых покрытий.

3. На основе сильноточного импульсного магнетронного разряда с инжекцией электронов разработан источник ионов, с преобладанием в пучке как ионов металла (режим самораспыления), так и ионов газа (нераспыляющий режим) и исследованы его характеристики.

Практическая ценность

1. Показано, что при снижении рабочего давления сильноточного импульсного магнетронного разряда за счет дополнительной инжекции электронов в разрядный промежуток возрастает скорость осаждения покрытий, а также наблюдается рост плотности пленки, уменьшение шероховатости и увеличение твердости покрытий.

2. Продемонстрировано, что ионный источник на основе исследуемой разрядной системы, может быть использован в процессах ионной имплантации в качестве универсального источника как ионов металла, так и ионов газа без замены электродной системы и источников электрического питания.

3. Показано, что возможность оперативного изменения ионного состава пучка посредством изменения тока инжектированных электронов открывает перспективы генерации и обработки изделий газо-металлическими ионными

пучками с регулируемой долей компонентов, высокой плотностью тока и отсутствием микрокапельного загрязнения.

Методология и методы исследования. Для достижения цели и решения поставленных задач работы, использовались различные методы диагностики параметров плазмы магнетронного разряда (зондовая диагностика, исследования масс-зарядового ионного состава с использованием квадрупольного и время-пролетного спектрометров). Для исследования свойств и характеристик напыляемых покрытий использовалась АСМ, РФА, РЭМ, профилометрия.

На основе полученных результатов формулируются следующие **научные положения:**

1. Инжекция электронов из плазмы импульсной вакуумной дуги в область катодного падения потенциала магнетронного разряда позволяетратно увеличить ток инжестируемых электронов, обеспечив тем самым стабильное функционирование сильноточной импульсной планарной магнетронной распылительной системы в области предельно низкого рабочего давления вплоть до $2,5 \cdot 10^{-2}$ Па. При этом использование инверсной электродной системы вакуумно-дугового эмиттера с центральным иницирующим и внешним кольцевым катодом обеспечивает двукратное увеличение ресурса эмиттера.

2. Снижение рабочего давления в сильноточной импульсной магнетронной распылительной системе обеспечивает для материалов распыляемой мишени магнетрона, при которых реализуется режим самораспыления (Cu, Cr, Zr и др.) увеличение скорости напыления покрытий в 1,3–1,7 раза, а также снижение шероховатости поверхности покрытий, изменение поверхностного сопротивления и более высокие адгезионные свойства покрытий. При этом для осаждаемых покрытий наблюдаются тенденции к увеличению степени кристалличности и уменьшению размера зерна.

3. В сильноточном импульсном магнетронном разряде с инжекцией

электронов из плазмы вакуумной дуги изменение тока инжекции электронов оказывает влияние на долю металлических ионов в разрядной плазме, которая может варьироваться в пределах от нулевого значения до 90 %. При функционировании магнетронного разряда в области предельно низкого давления это обеспечивает возможность использования разряда такого типа в универсальном источнике широкоапертурных пучков ионов газов и металлов с регулируемым долевым соотношением ионных компонентов. При этом в области ускорения и транспортировки ионного пучка остаточное давление газа может быть снижено до $5 \cdot 10^{-3}$ Па, что делает такой ионный источник перспективным для модификации поверхностных свойств материалов.

Достоверность и обоснованность результатов исследования подтверждается систематическим характером исследований, использованием различных дублирующих экспериментальных методик, сопоставлением экспериментальных результатов и численных оценок, сравнением результатов экспериментов с результатами других исследователей а так же практической реализацией научных положений и выводов при создании конкретных устройств.

Апробация результатов. Результаты работы докладывались и обсуждались на 8 и 9 международном конгрессе по потокам энергии и радиационным эффектам (EFRE) (Томск, Россия, 2022, 2024), на 10 международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» (Томск, Россия, 2023), на 5 научно-техническом семинаре по электронно-пучковому оборудованию и технологиям (Новосибирск, Россия, 2024), на Всероссийская научно-техническая конференция с международным участием «Вакуумная техника и технологии» (Санкт-Петербург, Россия, 2025).

Личный вклад автора заключается в комплексном исследовании сильноточного импульсного магнетронного разряда с дополнительной инжекцией электронов. Выдвигаемые научные положения, а также основные выводы по работе, были сделаны лично автором диссертации. Обсуждение

задач исследования и методов их решения осуществлялась совместно с научным руководителем М.В. Шандриковым, а также с учетом рекомендаций Е.М. Окса. Обсуждение отдельных результатов экспериментов проводились при участии соавторов, фамилии которых указаны в списке опубликованных по теме диссертации работах.

Основные результаты научной работы

1) Магнетронная распылительная система с внешней инжекцией электронов из плазмы импульсного вакуумного дугового разряда.

На Рисунке 1 представлена схема экспериментального макета разрядной системы с дополнительной инжекцией электронов и ускорением их в катодном слое магнетронного разряда. Эмиттер электронов на основе вакуумного дугового разряда располагался с обратной стороны мишени магнетрона. Диаметр мишени магнетрона составлял 125 мм, толщина мишени в зависимости от эксперимента и типа мишени варьировалась от 1 мм до 5 мм. Инжекция электронов осуществлялась через отверстие 6, выполненное в центре мишени магнетрона. Диаметр эмиссионной апертуры составлял от 1 мм до 3 мм. Положительный потенциал (анод) эмиттерного разряда подключался к мишени магнетрона (катод магнетронного разряда). Инжектируемые таким образом электроны из плазмы эмиттера попадали в прикатодный слой магнетронного разряда и ускорялись в нем, как и электроны, выбитые с поверхности мишени в результате вторичной ион-электронной эмиссии. При этом регулировка тока инжектируемых электронов осуществлялась током эмиттерного разряда. Мишень-катод магнетрона 1 устанавливалась на водоохлаждаемый корпус, изготовленный из немагнитной нержавеющей стали. В качестве анода магнетронного разряда использовался кольцевой неохлаждаемый электрод 2, выполненный также из нержавеющей стали.

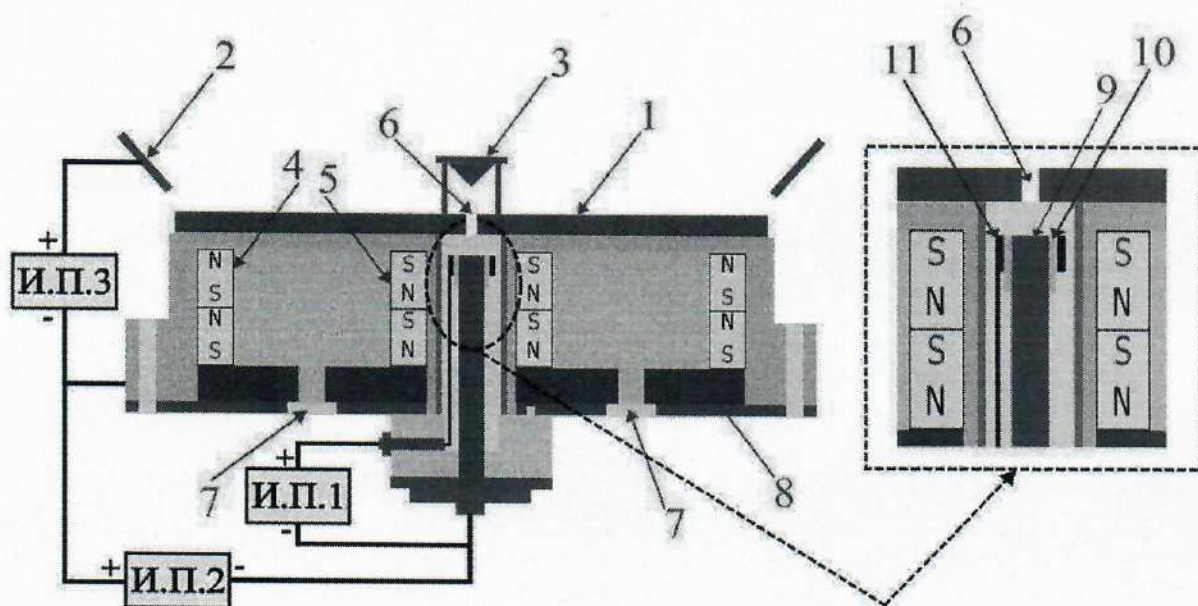


Рисунок 1 – Схема разрядной системы на основе планарного магнетрона с инъекцией электронов в катодный слой из плазмы вакуумной дуги: 1 – мишень магнетрона (катод); 2 – анод магнетрона; 3 – отражательный электрод; 4 – внешняя кольцевая магнитная система; 5 – внутренний кольцевой магнит; 6 – эмиссионная апертура в мишени магнетрона; 7 – вход и выход водяного охлаждения; 8 – магнитопровод; 9 – катод вакуумной дуги; 10 – керамический изолятор; 11 – кольцевой иницирующий электрод. Источники питания: ИП1 – иницирующего разряда; ИП2 – вакуумной дуги; ИП3 – магнетронного разряда

Отражательный электрод 3 располагался напротив эмиссионной апертуры 6. Как было показано ранее [1], расстояние от мишени 1 до отражательного электрода 3 имеет характерный оптимум (Рисунок 2), зависящий как от рабочего давления, так и от параметров магнетронного разряда. На расстояниях больше 8-10 см отражательный электрод практически не влияет на параметры магнетронного разряда (область III). При уменьшении расстоянии меньше 2 см (область I) поток инжектируемых электронов сжимается в виде плазменного шнура и замыкается на торец отражательного электрода, имеющего потенциал анода эмиттера. В этом случае магнетронный разряда без дополнительной инъекции электронов прекращает

функционировать. Рабочим диапазоном расстояний является область II, для которой характерно формирование двух областей катодного падения: ускоряющего в области эмиссионной апертуры и замедляющего (отражающего) в области отражательного электрода. Экспериментальные исследования показали, что оптимальный диапазон расстояний между мишенью и отражательным электродом в широком диапазоне рабочих параметров магнетронного разряда составляет от 2 до 5 см.

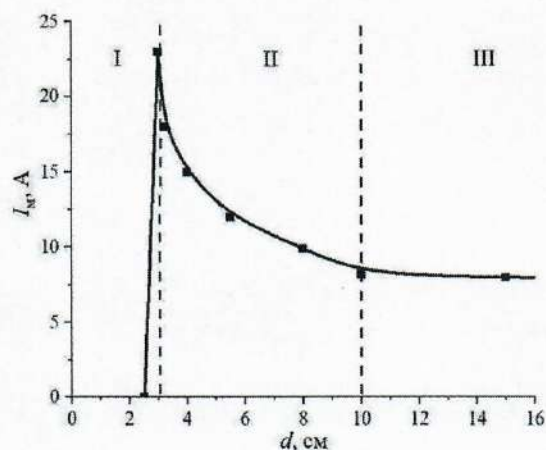
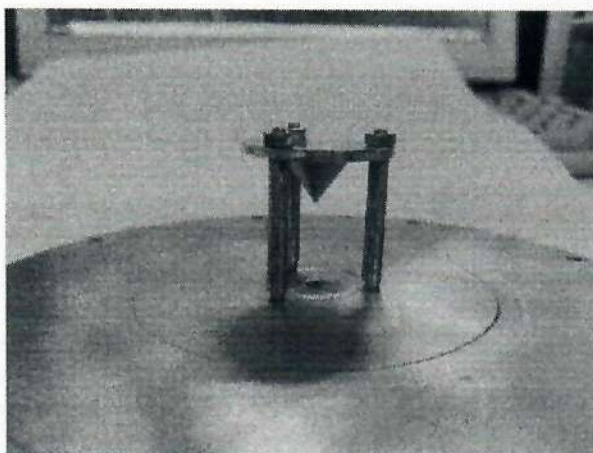


Рисунок 2 – Фотография отражательного электрода (а) и зависимость тока магнетронного разряда от расстояния до отражательного электрода (б): I – область переключения инжектируемых электронов на отражательный электрод (нерабочая область); II – основная область влияния отражательного электрода на параметры магнетронного разряда; III – область слабого влияния

2) Влияние инжекции электронов на параметры магнетронного разряда и плазмы в области предельно низких давлений

Использование вакуумно-дугового разряда в качестве эмиттера электронов, не требующего дополнительного газового питания, позволяет снизить результирующее рабочее давление в магнетронном разряде (Рисунок 3). Уменьшение концентрации нейтралов рабочего газа в области выходной апертуры в зоне прохождения высокоэнергетичных инжектированных электронов в свою очередь снижает вероятность ионизации рабочего газа и долю ионов рабочего газа в области мишени.

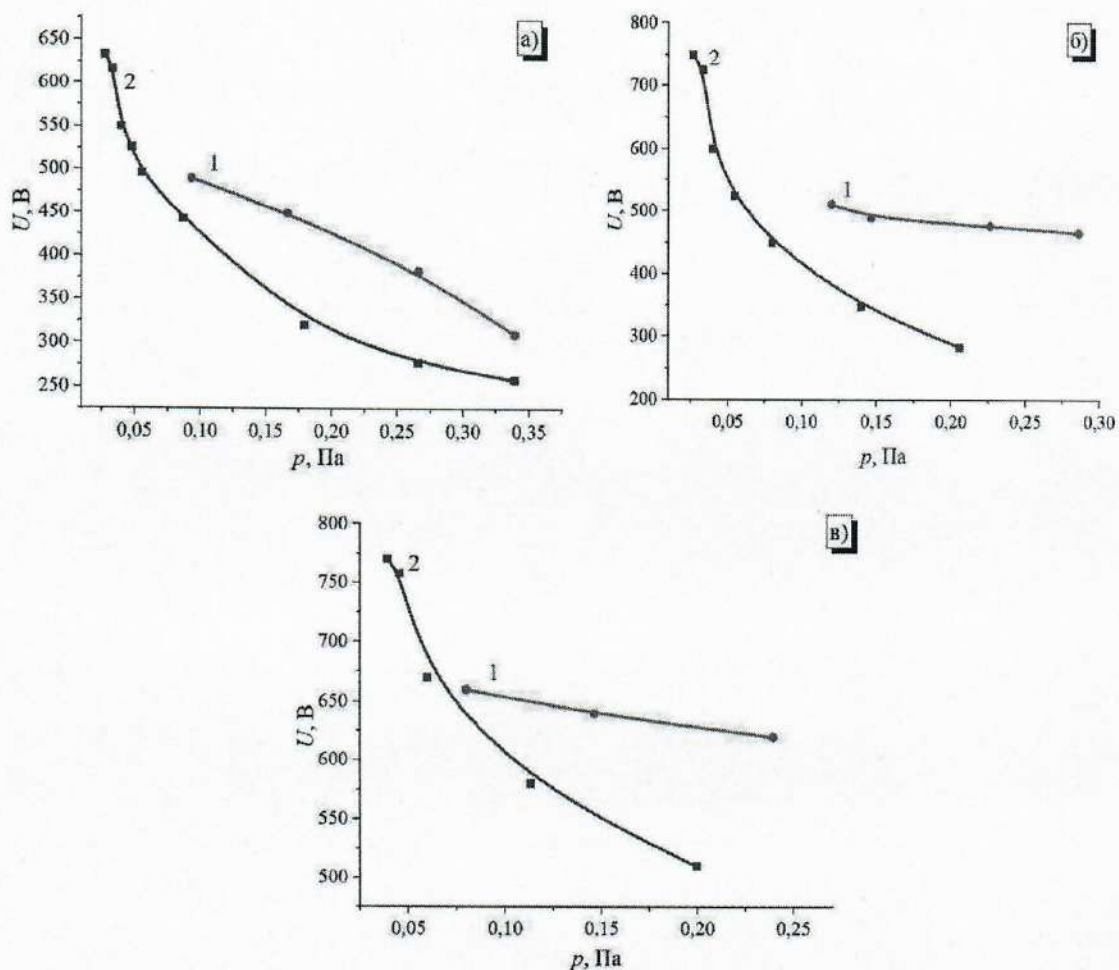


Рисунок 3 – Зависимость напряжения горения при снижении рабочего давления: а – Мишень из циркония ток магнетрона 70 А; б – мишень из тантала ток магнетрона 60 А; в – мишень из хрома ток магнетрона 30 А. 1 – самостоятельная форма функционирования магнетронного разряда, 2 – ток инжектированных электронов 1,3 А

Инжекция электронов помимо снижения рабочего давления системы, оказывает влияние на стабильность инициирования магнетронного разряда при более низких рабочих давлениях. На осциллограммах тока при стабилизации напряжения горения это отражается уменьшением времени выхода тока в насыщение (Рисунок 4). Так, например, без дополнительной инъекции электронов при давлении 0,08 Па (Рисунок 4 а, линия 1) через 125 мкс от начала импульса напряжения, ток магнетронного разряда достигает максимального значения и составляет 4,5 А. Дополнительная инъекция электронов с током 1,3 А при том же давлении (Рисунок 4 б, линия 5)

обеспечивает условия для более интенсивной ионизации в разрядном промежутке, в результате чего ток магнетронного разряда достигает максимального значения 25 А уже через 25 мкс.

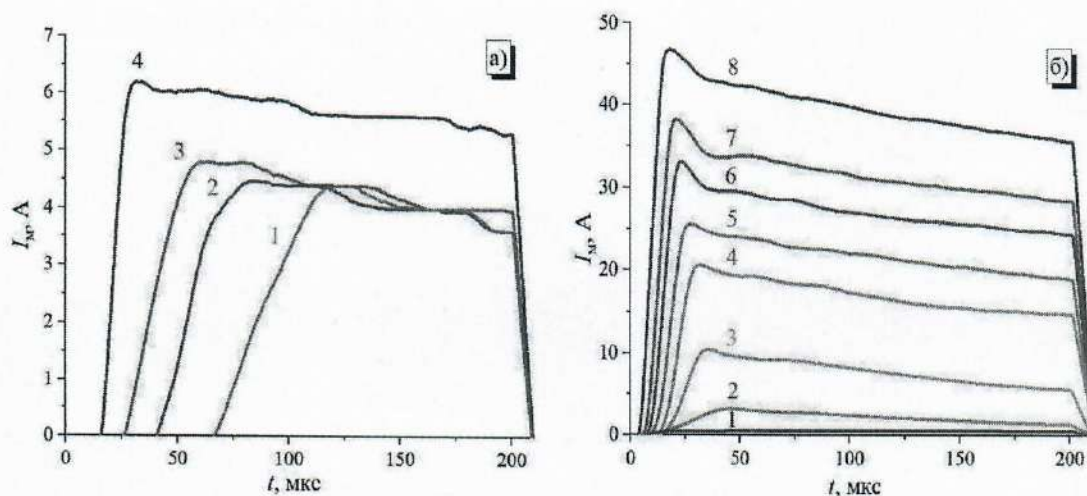


Рисунок 4 – Осциллограммы импульсов тока магнетронного разряда в зависимости от давления. а – самостоятельный разряд: 1 – 0,08 Па; 2 – 0,11 Па; 3 – 0,133 Па; 4 – 0,27 Па. б – разряд с инжекцией электронов (ток инжектированных электронов 1,6 А): 1 – 0,027 Па; 2 – 0,04 Па; 3 – 0,053 Па; 4 – 0,067 Па; 5 – 0,08 Па; 6 – 0,11 Па; 7 – 0,133 Па; 8 – 0,27 Па. Материал мишени – медь, напряжение магнетрона 470 В

На Рисунке 5 представлены результаты измерения масс-зарядового состава плазмы магнетрона с медной мишенью в режиме стабилизации тока разряда. В стандартном диапазоне значений рабочего давления (выше 0,133 Па) инжекция электронов также снижает долю ионов материала мишени, что связано, в первую очередь, со снижением напряжения магнетронного разряда. В области предельно низкого рабочего давления сохраняется высокая доля металлических ионов, позволяя поддерживать магнетронный разряд в режиме, близком к режиму самораспыления. Как и для режима стабилизации напряжения разряда, в режиме стабилизации тока, использование инжекции электронов также позволяет реализовать магнетронный разряд при значении давления кратно ниже самостоятельной формы горения.

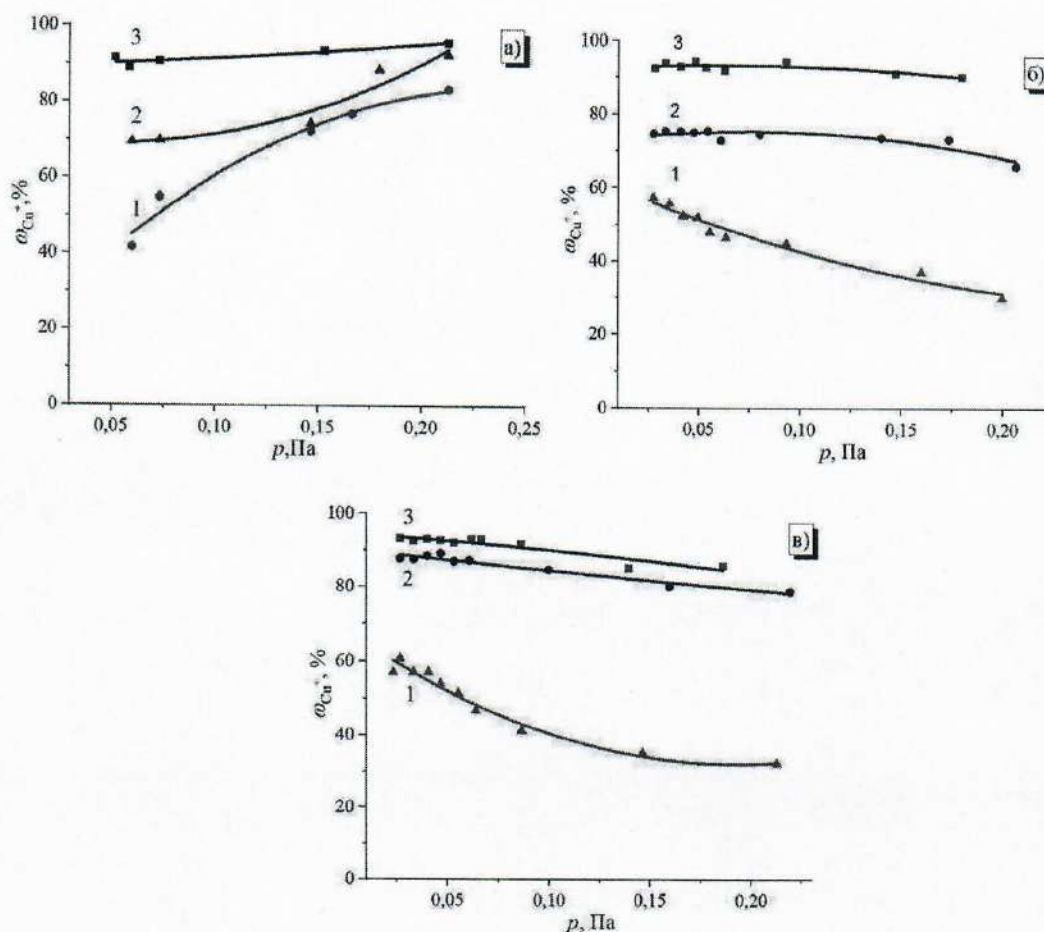


Рисунок 5 – Масс-зарядовый состав плазмы магнетронного разряда с медной мишенью и отражательным электродом в зависимости от рабочего давления. Ток инжектированных электронов: а – 0,2 А; б – 2,3 А; в – 5 А. 1 – 5 А, 2 – 10 А, 3 – 20 А.

Тем не менее сам характер поведения зависимостей кардинально отличается. Доля металлических ионов в плазме даже при относительно низких значениях тока магнетронного разряда (менее 10 А) превышает 50 % и увеличивается при уменьшении рабочего давления. Наблюдается строгая корреляция доли металлических ионов в плазме магнетронного разряда с его напряжением горения (Рисунок 6). Областям с наиболее резким возрастанием доли металлического ионного компонента соответствуют области наибольшего роста напряжения горения.

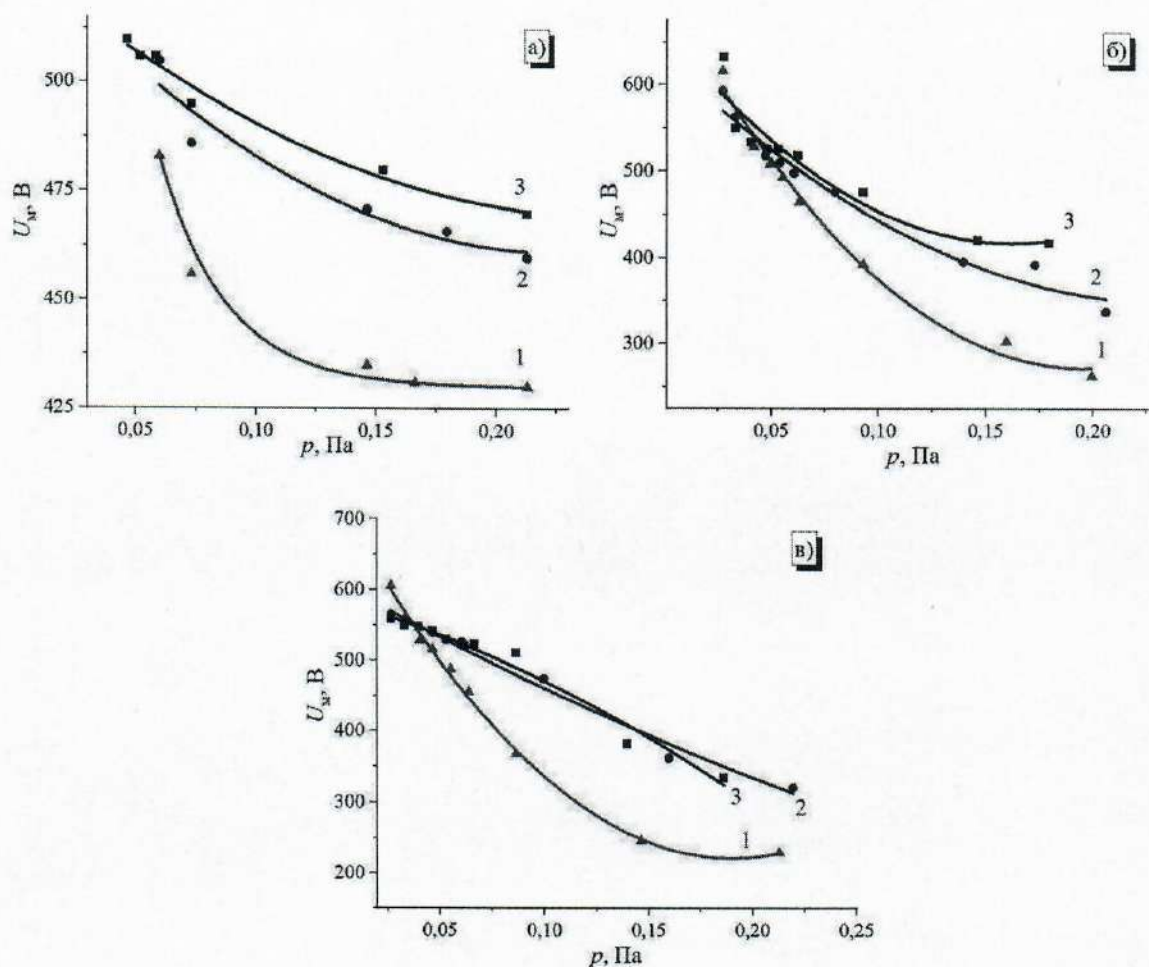


Рисунок 6 – Напряжение магнетронного разряда с медной мишенью и отражательным электродом в зависимости от рабочего давления. Ток инжектированных электронов: а – 0,2 А; б – 2,3 А; в – 5 А. 1 – 5 А, 2 – 10 А, 3 – 20 А.

В таблице 1 представлены зондовые измерения средней температуры электронов в плазме магнетронного разряда от тока инжектированных электронов на медной мишени. Наличие дополнительной инжекции электронов приводит к незначительному (порядка 1 эВ) увеличению средней температуры электронов и практически не зависит от величины тока инжектированных электронов. Аналогичный результат получен для свинцовой мишени магнетрона. Такой результат может быть связан с эффективной релаксацией инжектированных электронов в зоне ионизации, которая находится на расстоянии не более 1-3 см от плоскости мишени, в то время как зондовые измерения проводились на значительном удалении от мишени

магнетрона (фактически в области анода магнетрона). В свою очередь, при постоянной величине тока инжекции и тока магнетронного разряда (рисунок 7), с уменьшением рабочего давления средняя температура электронов ожидаемо увеличивается, что связано как с увеличением напряжения магнетронного разряда (и величины катодного падения, ускоряющего электроны), так и длины свободного пробега электронов до ионизации и, соответственно, снижением частоты ионизации. Измерения температуры электронов для цинковой мишени затруднено ввиду высокой скорости образования окислов на поверхности мишени посредством кислорода, содержащегося в составе мишени. Предварительные измерения масс-зарядового состава показали, что минимальная частота следования импульсов магнетронного разряда должна составлять не менее 10 имп/сек для поддержания высокой чистоты поверхности мишени, означающей выход в насыщение доли металлического ионного компонента. В то же время периодическая смена полярности двойного зонда не позволяет обеспечивать условия для ионной очистки их поверхности от продуктов ионного распыления с поверхности цинковой мишени, в результате чего поверхность зондов становится электрически непроводящей, что, в свою очередь, приводит к деградации измеряемого ионного тока.

Таблица 1 – Результаты измерений в зоне рейстрек для магнетронного разряда без инжекции и с инжекцией электронов

Рабочий режим	Самостоятельный разряд		Разряд с инжекцией		Разряд с инжекцией и отражателем	
Ток разряда, А	4	10	4.5	17	5.2	18
Температура (эВ)	3.6	4.3	3.2	4.5	5.3	5.3
Концентрация (1/см ³)	$2,7 \times 10^{11}$	$8,9 \times 10^{11}$	$1,7 \times 10^{11}$	$5,4 \times 10^{11}$	$3,8 \times 10^{11}$	$9,7 \times 10^{11}$
Доля ионов меди (%)	77	86	45	70	64	80

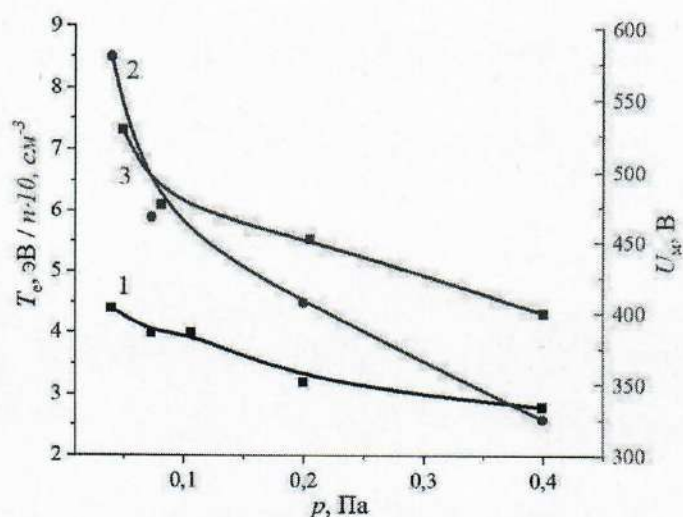


Рисунок 7 – Зависимость температуры электронов, концентрации плазмы и напряжения горения магнетронного разряда от величины рабочего давления: 1 – температура электронов; 2 – концентрация плазмы; 3 – напряжение горения магнетронного разряда. Медная мишень, ток магнетрона 20 А, ток инжектированных электронов 1,5 А

Кратное снижение рабочего давления магнетронного разряда, обеспечивающее снижения эффекта перезарядки ионов, а также функционирование разряда при большем напряжении обеспечивают условия для генерации и влечения многозарядных ионов металла. На Рисунке 8 показан характерный спектр ионов из плазмы магнетронного разряда с мишенью из циркония. Ключевым отличием данного материала, например, от меди является низкий коэффициент ионного распыления 0,75 ат./ион при $E_{и}=600$ эВ [2]. Для данного материала наблюдается наличие многозарядных ионов вплоть до 3+. Стоит отметить, что резкое увеличение тока двухзарядных ионов наблюдается в области низкого рабочего давления (Рисунок 9). При этом ионы с зарядностью 3+ начинают наблюдаться только в области предельно низкого рабочего давления уровня 0,04 – 0,053 Па, являющегося недостижимым для стандартных планарных магнетронов в HIPIMS режиме.

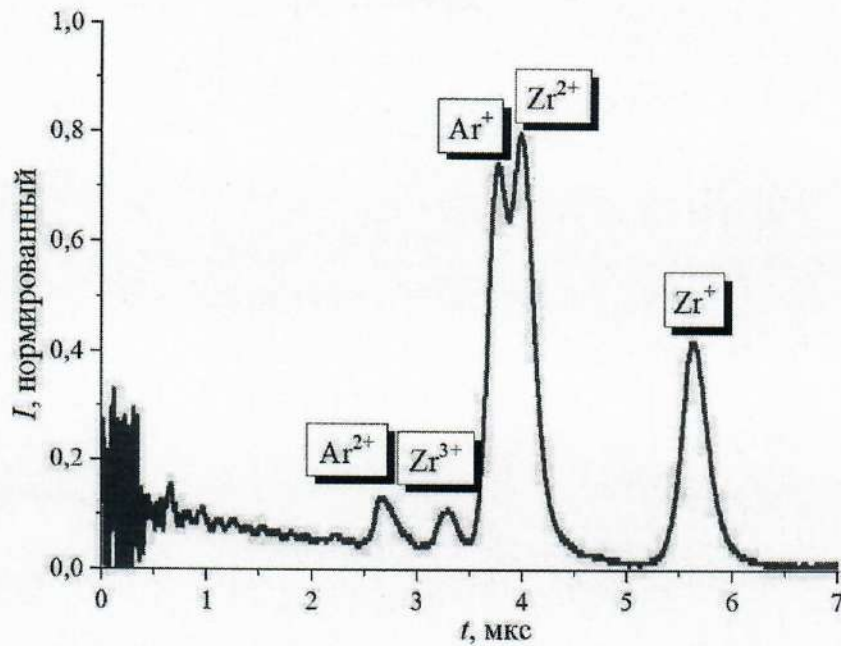


Рисунок 8 — Осциллограммы тока коллектора время-пролетного спектрометра для циркониевой мишени магнетрона. Ток магнетрона 70 А, ток инжектированных электронов 1,5 А, напряжение магнетрона 466 В

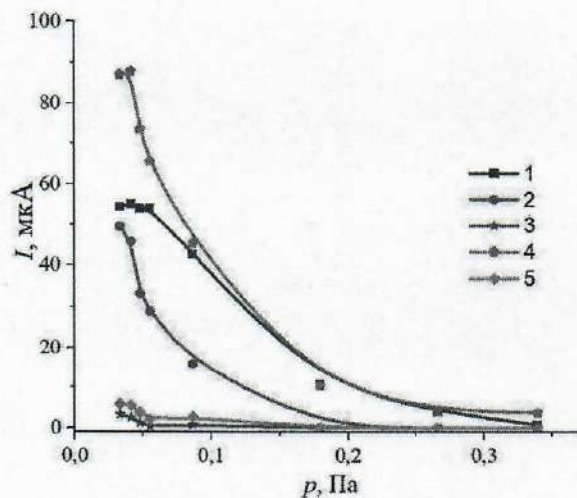


Рисунок 9 — Зависимость компонентов ионного тока от рабочего давления для мишени из циркония. Ионный ток: 1 — Zr^+ ; 2 — Zr^{2+} ; 3 — Zr^{3+} ; 4 — Ar^+ ; 5 — Ar^{2+} . Ток магнетрона 70 А, ток инжектированных электронов 1,3 А

Проведенные эксперименты показали, что минимальное рабочее давление магнетронного разряда в сильноточной форме практически одинаково для материалов, коэффициент распыления которых отличается

практически в два раза (2,3 и 1,3 ат./ион для меди и хрома, соответственно, при энергии бомбардирующих ионов аргона 600 эВ. Это еще раз подтверждает, что роль газовых ионов в режиме самораспыления можно считать пренебрежимо малой.

Наличие независимого источника электронов с регулируемым током и возможность, таким образом, дополнительного изменения параметров магнетронного разряда открывает возможности получения плазмы в сильноточном импульсном режиме не только с высокой долей металлического ионного компонента, но и газового. В классической одноступенчатой магнетронной распылительной системе этот режим реализуется только при относительно низком напряжении и токе магнетронного разряда, когда интенсивного ионного распыления катода не происходит, а плазма состоит преимущественно из ионов рабочего газа. Однако ввиду низкой плотности ионного тока такой режим не имеет практической ценности.

Очевидно, что для генерации плазмы магнетронного разряда с высокой долей газового ионного компонента напряжение разряда должно быть минимальным для снижения ионного распыления мишени и уменьшения «примеси» ионов металла. С другой стороны, максимум сечения ионизации большинства рабочих газов (аргон, азот, кислород) лежит в диапазоне 80-100 эВ [3]. Принимая во внимание, что величина катодного падения в магнетронном разряде низкого давления, обеспечивающая энергию электронов и ионов, составляет порядка $(0,8-0,9) \cdot U_{\text{разр}}$ [4,5] можно сделать вывод, что оптимальные значения напряжения для «нераспыляющего» магнетронного разряда должны лежать в диапазоне 100-200 В. Ранее такой «нераспыляющий» режим в сильноточном импульсном магнетронном разряде был получен при использовании водорода в качестве рабочего газа [6,7].

Для того, чтобы обеспечить столь существенное снижение напряжения магнетронного разряда в сильноточной форме необходимо существенно увеличить ток инжектируемых электронов. Это может быть достигнуто либо путем увеличения тока вакуумного дугового разряда, либо увеличением

площади эмиссионной апертуры. Причем, для генерации плазмы в фиксированных рабочих режимах и увеличения ресурса катода дугового разряда более предпочтительным будет являться увеличение площади эмиссионной апертуры.

Дополнительным положительным фактором, обеспечивающим увеличение доли газового ионного компонента в плазме магнетронного разряда, является увеличение средней температуры плазменных электронов при снижении давления и смещение высокоэнергетического хвоста функции максвелловского распределения в сторону больших энергий [8,9]. Это, в свою очередь, увеличивает количество электронов способных к ионизации рабочего газа, имеющего больший потенциал ионизации по сравнению с металлом.

На Рисунке 10 показана зависимость напряжения магнетронного разряда от тока инжекции для двух значений рабочего давления. Для одной и той же величины тока инжекции влияние на характеристики магнетронного разряда тем сильнее, чем ниже рабочее давление. При более высоком рабочем давлении (0,053 Па) наклон ВАХ магнетронного разряда более плавный. В этом случае влияние дополнительно инжектированных электронов на напряжение магнетронного разряда оказывается не столь существенным и составляет около 100 В. Однако при переходе к более низкому рабочему давлению (0,04 Па) напряжение разряда резко возрастает с 520 до 700 В. В этом случае инжекция электронов с тем же током позволяет изменить напряжение разряда при фиксированном значении тока магнетрона уже почти на 200 В.

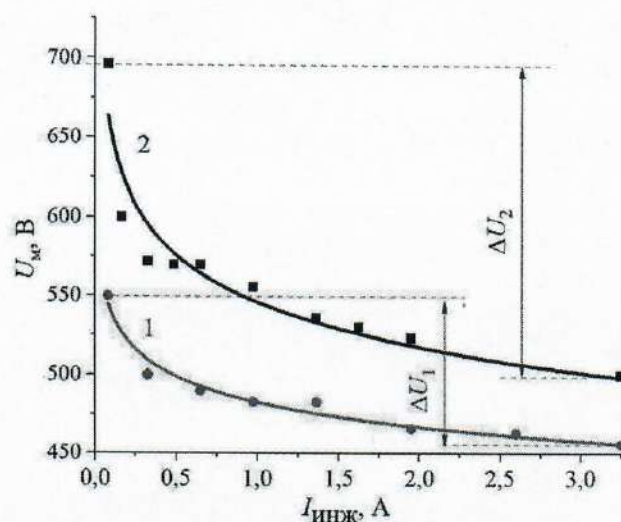


Рисунок 10 – Зависимость напряжения горения магнетронного разряда от тока инжектируемых электронов для мишени из хрома. Рабочее давление: 1 – 0,053 Па; 2 – 0,04 Па. Ток магнетрона 20 А

На Рисунке 3.16 представлены для сравнения два спектра ионов для двух значений тока инжекции при постоянном токе магнетронного разряда 20 А. Функционирование разряда в области предельно низкого рабочего давления (0,027 Па) в сочетании с низким током инжектированных электронов (1,3 А) обеспечивают условия, в которых напряжение разряда составляет 600 В, а доля ионов аргона составляет 49 %. Увеличение тока инжекции с 1,3 до 4,2 А обеспечивают снижение напряжения разряда с 600 до 240 В. При этом доля ионов аргона в плазме увеличивается до 94 %.

При увеличении тока магнетронного разряда с 20 до 70 А, напряжение магнетронного разряда увеличивается с 600 до 750 В (Рисунок 11 а и Рисунок 12 а). При этом доля ионов аргона снижается с 51 до 30 %. Увеличение тока инжекции с 1,3 до 4 А при большем токе магнетронного разряда приводит к снижению напряжения разряда до 590 В, и увеличению доли ионов аргона до 76 %.

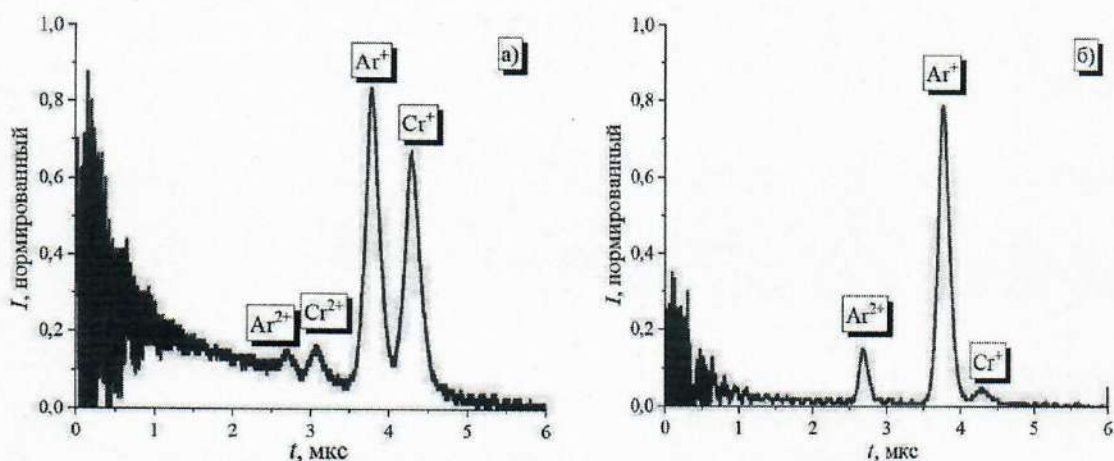


Рисунок 11 – Спектр ионов плазмы магнетрона в зависимости от параметров магнетронного разряда: а – ток магнетрона 20 А, ток инжектированных электронов 1,3 А, напряжение магнетрона 600 В; б – ток магнетрона 18 А, ток инжектированных электронов 4,2 А, напряжение магнетрона 240 В, рабочее давление 0,033 Па

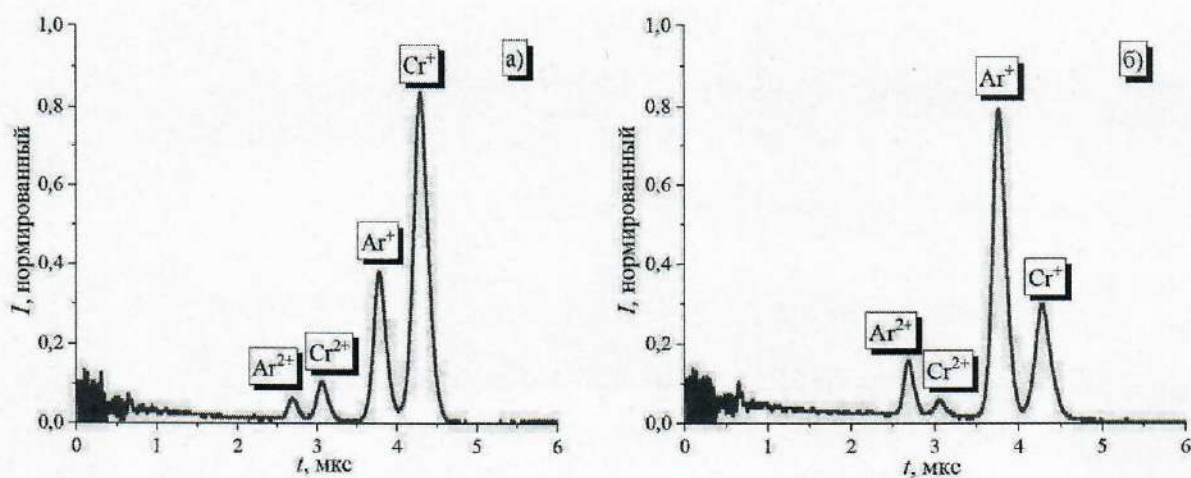


Рисунок 12 – Спектр ионов плазмы магнетрона при: а – напряжение магнетрона 750 В, ток инжектированных электронов 1,3 А, б – напряжение магнетрона 590 В, ток инжектированных электронов 4 А. Рабочее давление 0,48 Па, ток магнетрона 70 А

3) Влияние инжекции электронов на скорость осаждения и качество покрытий

Образцы напылялись при частоте следования импульсов 25 Гц и

длительности импульса тока магнетронного разряда 1 мкс. Максимальное время напыления составляло 3 часа. В качестве подложек использовался кремний и предметное стекло. Подложки располагались на расстоянии 10 см от плоскости мишени магнетрона. Дополнительное электрическое смещение на подложки не подавалось. Ток магнетронного разряда составлял 15 А. Экспериментальные исследования показали увеличение скорости распыления при снижении рабочего давления для всех используемых материалов мишеней магнетрона: медь, хром, цирконий (Рисунок 13). При этом наблюдается строгая корреляция скорости напыления с напряжением разряда, в частности в области предельно низких значений давления, для которых характерен участок с наиболее резким ростом.

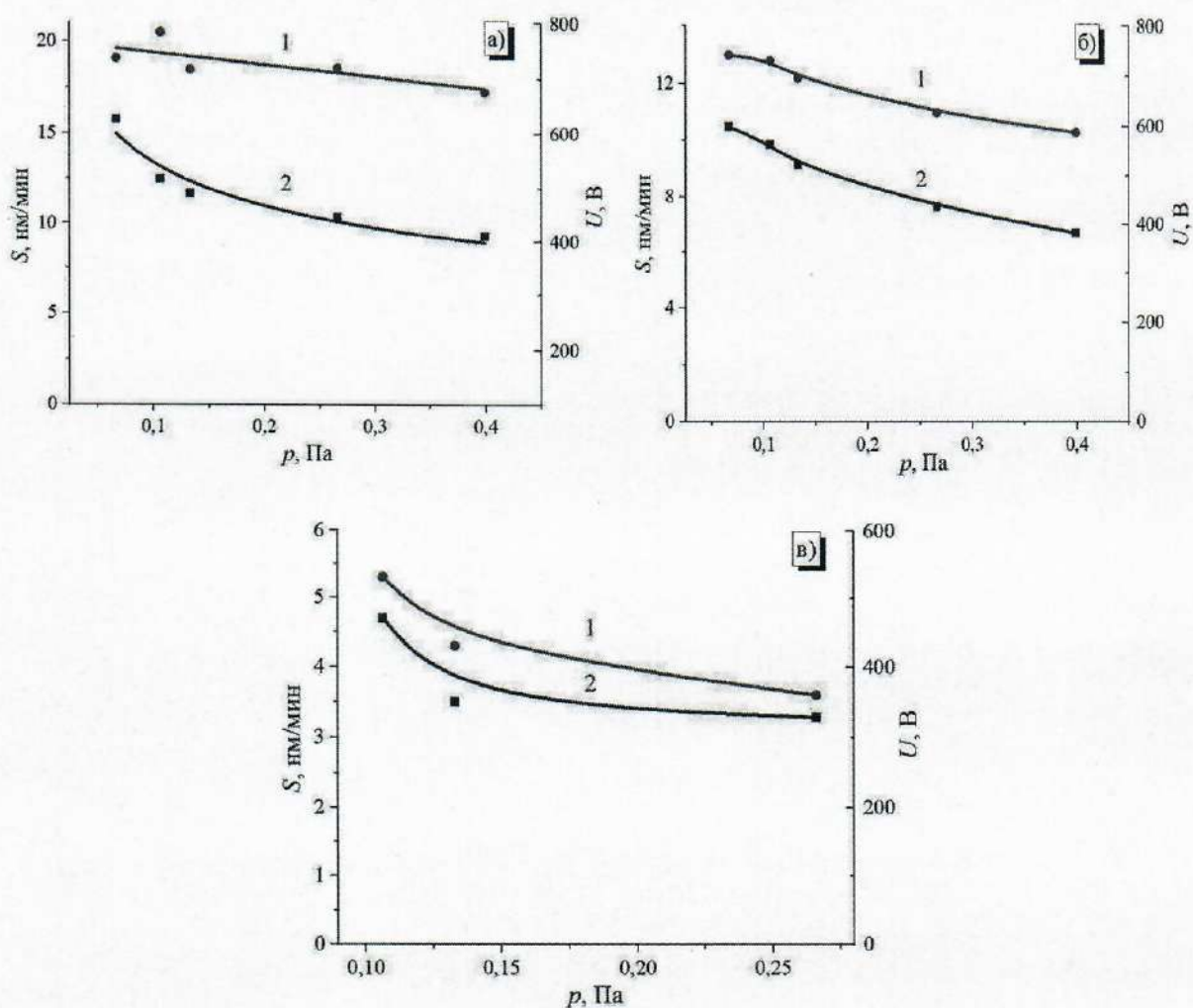


Рисунок 13 – Зависимость скорости напыления и напряжения магнетронного разряда от рабочего давления для разных материалов мишени

магнетрона: а – медь; б – хром; в – цирконий. 1 – скорость осаждения, 2 – напряжение магнетрона. Ток магнетрона 15 А, ток инъекции 0,7 А

Наибольший эффект снижения шероховатости поверхности при снижении рабочего давления отмечен для медных пленок (в 2-2,5 раза) (Рисунок 14). Соответствующие 3D-изображения поверхности пленок для медной мишени при снижении рабочего давления представлены на рисунке 15.

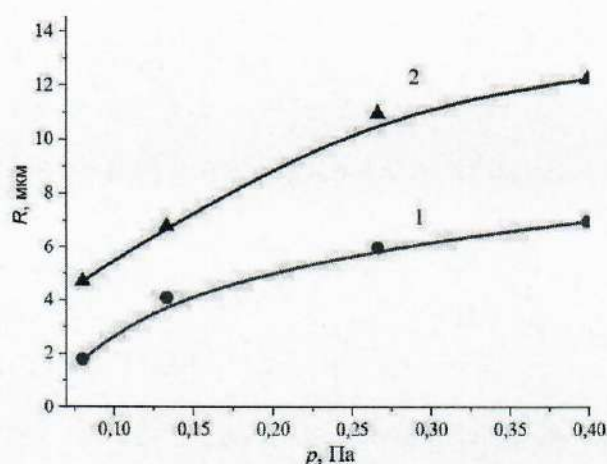


Рисунок 14 – Значения среднеквадратичной шероховатости поверхности пленок меди: 1 – 1x1; 2 – 15x15. Ток магнетрона 15 А, ток инъекции 0,7 А

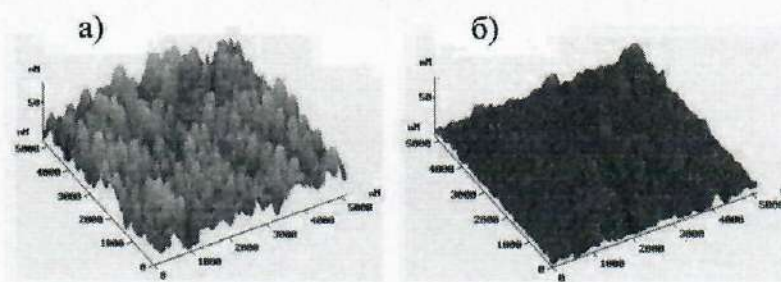


Рисунок 15 – 3D-изображение поверхности пленок меди в зависимости от давления рабочего газа в процессе магнетронного осаждения: а – 0,4 Па; б – 0,07 Па. Ток магнетронного разряда 15 А, ток инъекции 0,7 А

4) Ионный источник на основе импульсного магнетронного разряда с

На основе проведенных исследований, можно сделать заключение, что разрядная система на основе магнетронного разряда с инжекцией электронов может быть использована в качестве источника как ионов металла, так и ионов рабочего газа. Внешний вид экспериментального стенда для проведения процесса ионной имплантации представлен на Рисунке 16.

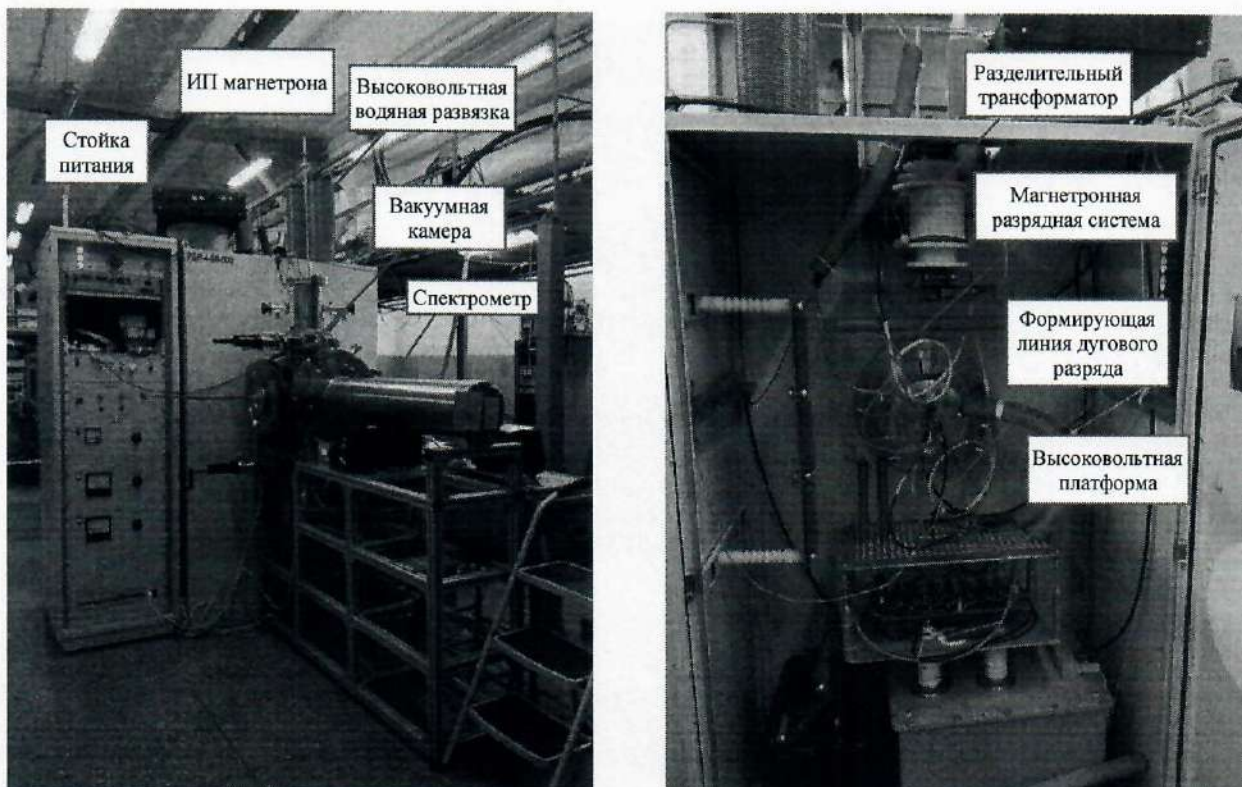


Рисунок 16 – Внешний вид экспериментального стенда с время-пролетным спектрометром для измерения масс-зарядового состава ионов плазмы импульсного планарного магнетронного разряда.

Имплантация образцов синтетического алмаза ионами азота проводилась для формирования так называемых NV-центров [10,11]. Параметры источника были подобраны таким образом, чтобы доля ионов рабочего газа была преобладающей по сравнению к доле ионов материала мишени. Амплитуда тока магнетронного разряда составляла 12-17 А, ток инжектированных электронов составлял 4,2 А. Низкий ток магнетронного разряда в совокупности с высоким током инжектированных электронов

обеспечивал напряжение горение магнетрона на уровне 180-250 В. В таких условиях интенсивного распыления мишени не происходило, в результате чего доля ионов азота в итоговом спектре составляла 90-95 % (Рисунок 17). Данные параметры обеспечивали плотность ионного тока пучка на уровне 0,5-0,75 мА/см². Ускоряющее напряжение составляло 30 кВ. Время имплантации варьировалась от 18 сек до 28800 сек для достижения экспозиционной дозы от $2 \cdot 10^{14}$ до $2 \cdot 10^{17}$ N⁺/см², соответственно. После имплантации образцы выдерживались в вакууме 12 ч.

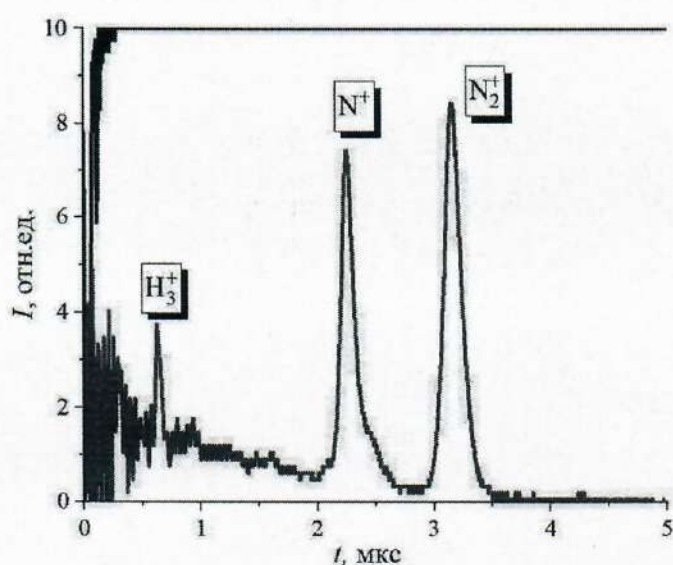


Рисунок 17 – Осциллограмма ионного тока коллектора времяпролетного спектрометра. Амплитуда тока магнетронного разряда 15А, ток инжектированных электронов 4,2 А

На рисунке 18 приведены спектры оптического поглощения алмазных образцов. Имплантационная доза составляла от $2 \cdot 10^{14}$ до $2 \cdot 10^{17}$ N⁺/см². Наблюдается тенденция увеличения поглощения в УФ и видимой области спектра. В диапазоне доз имплантации от $8 \cdot 10^{14}$ до $4 \cdot 10^{15}$ N⁺/см² происходит резкое увеличение оптического поглощения во всем спектральном диапазоне измерений.

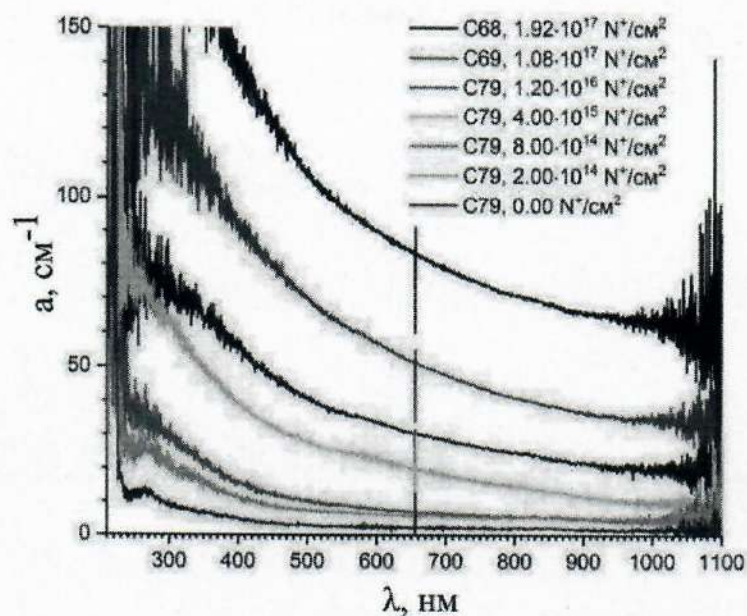


Рисунок 18 – Спектры поглощения номинально беспримесных алмазных образцов, подвергнутых ионной имплантации азота с дозами от $2 \cdot 10^{14}$ до $2 \cdot 10^{17} \text{ N}^+/\text{cm}^2$

Для увеличения коррозионной стойкости авиационной стали ВСН-5 [12] была проведена имплантация ионами хрома. Для получения пучка с высоким содержанием ионов материала мишени, амплитуда тока магнетронного разряда увеличивалась до 40 А. Ток инжекции при этом составлял 1,3 А. Рабочее давление в области генерации плазмы составляло 0,05 Па. При таких параметрах доля ионов хрома в пучке составляла 80-90 % (Рисунок 19).

На рисунке 20 приведены потенциодинамические поляризационные кривые исследуемых образцов. Обнаружено, что образцы стали ВНС-5, отличающиеся способом поверхностной обработки (механическая полировка, ионная имплантация (ВДИИ)) характеризуются областью пассивного состояния, заключенной между линиями. В образце ВНС-5^{исх} с механически полированной поверхностью наблюдается пробой оксидной пленки при достижении потенциала $E = +340 \text{ мВ}$, что сопровождается резким увеличением плотности анодного тока. При потенциале $E = +600 \text{ мВ}$ скорость анодного окисления стали замедляется, что указывает на перепассивацию наружного слоя. В образце ВНС-5^{ВДИИ}, напротив, значения анодных токов за

пределами области пассивного состояния оказываются существенно меньше во всем диапазоне приложенных потенциалов. При этом в анодной области поляризационной кривой фиксируются изломы и локальные возрастания плотности тока, что обусловлено возникновением на поверхности ионно-модифицированной стали очагов язвенной (питтинговой) коррозии. С помощью метода экстраполяции Тафеля были получены значения плотности коррозионных токов ($J_{кор}$) и потенциала коррозии ($E_{кор}$). Установлено, что коррозионные характеристики подложек ВНС-5 заметно отличаются значениями плотностей тока коррозии: для стали после ВДИИ $J_{кор}$ оказывается в ~ 13 раз меньше, чем у исходного образца. Это свидетельствует о более медленном протекании коррозионных процессов в образце ВНС-5^{ВДИИ}.

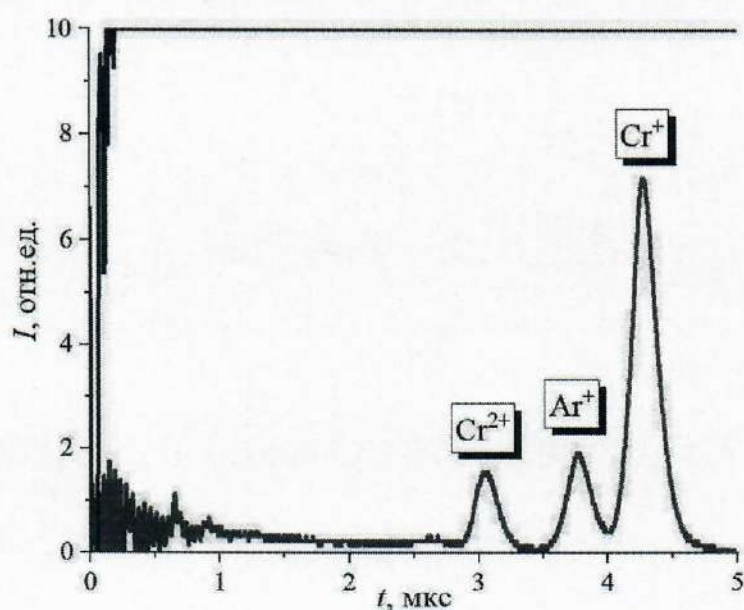


Рисунок 19 – Осциллограмма ионного тока коллектора времяпролетного спектрометра. Амплитуда тока магнетронного разряда 40А, ток инжектированных электронов 1,3А.

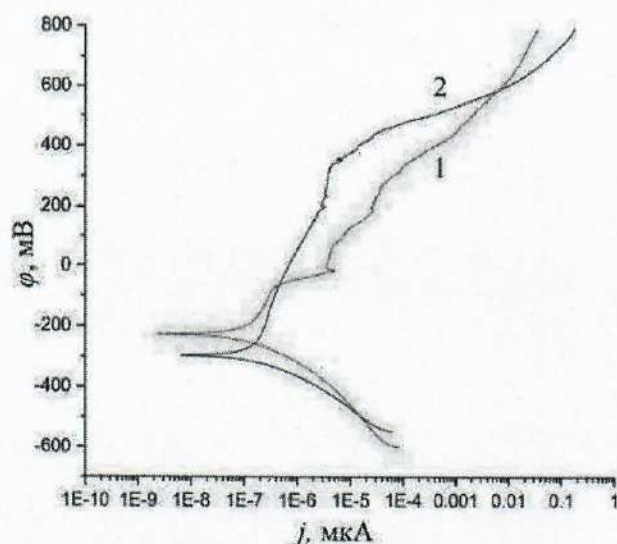


Рисунок 20 – Потенциодинамические поляризационные кривые в растворе 3,5 масс. % NaCl образцов стали ВНС-5: 1 – после ионно-лучевой обработки, потенциал коррозии -227 мВ, ток коррозии 0,045 мкА; 2 – исходный образец, потенциал коррозии -294 мВ, ток коррозии 0,583 мкА.

Основные выводы научной работы

1) Инжекция дополнительных электронов в катодный слой магнетронного разряда из плазмы вакуумно-дугового разряда позволяет обеспечить стабильное функционирование сильноточной формы (десятки ампер) магнетронного разряда в диапазоне значений рабочего давления, где самостоятельная форма без дополнительной инжекции электронов в сильноточной форме не реализуется (ниже 0,133 Па). Минимальное рабочее давление, реализованное в рамках данной работы для сильноточной формы магнетронного разряда, составляет 0,027 Па. Эффективное использование энергии инжектированных электронов осуществлялось за счет дополнительного отражательного электрода, находящегося под отрицательным потенциалом мишени. Это было подтверждено измерениями температуры плазменных электронов, которая при увеличении тока инжекции в режиме стабилизации тока магнетронного разряда практически не увеличивалась, что свидетельствует об эффективной релаксации энергии электронов в зоне ионизации.

2) В области предельно низкого рабочего давления, в режиме стабилизации тока магнетрона доля ионов материала мишени достигала 95%. Снижение рабочего давления сильноточной формы магнетронного разряда за счет дополнительной инжекции электронов создает условия для генерации многозарядных ионов в плазме магнетронного разряда для материалов мишени с коэффициентом распыления меньше 1. Для материалов мишени с коэффициентом распыления выше 1 в спектре магнетронного разряда наоборот наблюдалось преобладание однозарядных ионов.

3) Инжекция дополнительных электронов существенно влияет на напряжение горения магнетронного разряда, тем самым позволяя реализовать в одной разрядной системе без изменения электродной конфигурации как режим с преобладанием ионов материала мишени (т.н. режим самораспыления), так и режим с преобладанием ионов рабочего газа (т.н. нераспыляющий режим) за счет изменения тока инжектированных электронов.

4) Снижение рабочего давления за счет инжекции электронов способствует увеличению скорости осаждения покрытий в 1,3–1,7 раза, уменьшению шероховатости, увеличению плотности, а также увеличению твердости покрытий.

5) Экспериментально показано, что магнетронная распылительная система с инжекцией электронов может быть использована в качестве источника как ионов материала мишени, так и ионов рабочего газа. Проведена имплантация ионами хрома образцов авиационной стали ВСт5. Результаты показывают увеличение коррозионной стойкости приблизительно на порядок величины. Имплантация образцов синтетического алмаза ионами азота приводит к увеличению оптического поглощения во всем спектральном диапазоне измерений, что может свидетельствовать об образовании NV-центров.

Список цитируемой литературы

1. Shandrikov M. V. et al. Planar magnetron discharge with confinement of injected electrons //Vacuum. – 2021. – Т. 192. – С. 110487.
2. Behrisch R., Eckstein W. (ed.). Sputtering by particle bombardment: experiments and computer calculations from threshold to MeV energies. – Springer Science & Business Media, 2007. – Т. 110.
3. Golyatina R. I., Maiorov S. A. Analytical approximation of cross sections of collisions of electrons with atoms of inert gases //Physical Sciences and Technology. – 2021. – Т. 8. – №. 1-2. – С. 4-13.
4. Baranov O. et al. Low-pressure planar magnetron discharge for surface deposition and nanofabrication //Physics of plasmas. – 2010. – Т. 17. – №. 5.
5. Belkind A., Jansen F. Anode effects in magnetron sputtering //Surface and Coatings Technology. – 1998. – Т. 99. – №. 1-2. – С. 52-59.
6. Kaziev A. V. et al. Plasma parameters of a pulsed high-current low-voltage non-sputtering magnetron discharge in light gases //Proceedings of 8th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects [https://doi. – 2022. – Т. 10.](https://doi.org/10.1007/978-3-319-75000-0_10)
7. Khodachenko G. V. et al. Nonsputtering impulse magnetron discharge //Plasma physics reports. – 2012. – Т. 38. – С. 71-78.
8. Rossnagel S. M., Kaufman H. R. Langmuir probe characterization of magnetron operation //Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films. – 1986. – Т. 4. – №. 3. – С. 1822-1825.
9. Sigurjonsson P., Gudmundsson J. T. Plasma parameters in a planar dc magnetron sputtering discharge of argon and krypton //Journal of Physics: Conference Series. – IOP Publishing, 2008. – Т. 100. – №. 6. – С. 062018.
10. Kalish R. et al. Nitrogen doping of diamond by ion implantation //Diamond and Related Materials. – 1997. – Т. 6. – №. 2-4. – С. 516-520.
11. Haque A., Sumaiya S. An overview on the formation and processing of nitrogen-vacancy photonic centers in diamond by ion implantation //Journal of Manufacturing and Materials Processing. – 2017. – Т. 1. – №. 1. – С. 6.

12. T. Dorofeeva, V. Semin, T. Gubaidulina, A. Voronov, B. Ngo, V. Sergeev, Structure and corrosion properties of multilayer metal/nitride/oxide ceramic coatings formed on austenitic-martensitic steel by magnetron deposition, *Thin Solid Films*, 798, 140380, 2024.

Список публикаций по теме работы

13. M. V. Shandrikov, **A. A. Cherkasov**, E. M. Oks, Parameters and ion mass-to-charge composition of a high-power impulse magnetron discharge with electron injection // *Vacuum*. – 2022. – T. 200. – C. 111056.

14. M. V. Shandrikov, **A. A. Cherkasov**, E. M. Oks [et al.], Low-pressure high-current pulsed magnetron discharge with electron injection from a vacuum arc plasma emitter / // *Vacuum*. – 2024. – Vol. 219. – P. 112721.

15. M.V. Shandrikov, **A.A. Cherkasov** , E.M. Oks , K.P. Savkin, Low-pressure high-current magnetron discharge with electron injection: From self-sputtering with multiply charged metal ions to non-sputtering with “pure” gas ions.// *Vacuum* 228 (2024) 113512

16. M.V. Shandrikov, **A.A. Cherkasov** , E.M. Oks , A.V. Vizir, Modified residual gas analyzer for measuring the ion mass-to-charge composition of a repetitively pulsed plasma // *AIP Advances*. – 2022. – T. 12. – №. 2

17. M. V. Shandrikov, E. M. Oks, **A.A. Cherkasov** Special Features of Electron Injection from an Emitter Discharge Plasma into a Planar Magnetron Sputtering System // *Plasma Physics Reports*. – 2022. – T. 48. – №. 11. – C. 1333-1338

18. V. Semin, **A. Cherkasov**, M. Shandrikov [et al.], Corrosion Performance of Chemically Passivated and Ion Beam-Treated Austenitic–Martensitic Steel in the Marine Environment // *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. – 2025. – T. 9. – №. 5. – C. 167.

19. M. V. Shandrikov, **A. A. Cherkasov** Planar Magnetron Sputtering System with Electron Injection and Reflecting Electrode // *Plasma Physics Reports*. – 2023. – T. 49. – №. 6. – C. 825-830.

20. M. V. Shandrikov, A. A. Cherkasov, E. M. Oks High-Current Pulsed Planar Magnetron Discharge with Electron Injection //Plasma Physics Reports. – 2024. – T. 50. – №. 1. – C. 169-172.