

ВАКУУМНАЯ ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИЯ

« Том 20 Номер 4 2010 »

СОДЕРЖАНИЕ

<i>VI международная конференция Информационные технологии в науке, технике и образовании, посвященная 50-летию полета в космос первого человека Земли - Ю.А. Гагарина</i>	207
<i>Шулаев В.М.</i> Низкотемпературный синтез сверхтвердых метастабильных нанослоистых композитных вакуумно-дуговых покрытий на основе нитридов титана и хрома	211
<i>Розанов С.Л.</i> Экспериментальное исследование влияния искусственного теплоотвода на производительность вакуумной металлизации пленок с малой термостойкостью	217
<i>Голосов Д.А., Завагский С.М., Свадковский И.В., Мельников С.Н.</i> Ионно-плазменная система для нанесения многослойных структур методом реактивного ионно-лучевого и магнетронного распыления	227
<i>Валеев Р.Г., Бельтюков А.Н., Ветошкин В.М., Сурнин Д.В., Бакиева О.Р., Хохряков С.В.</i> Модернизация камеры подготовки образцов установки RIBER LAS-2000 для сверхвысоковакуумного термического напыления тонких полупроводниковых пленок	235
<i>Лисенков А.А., Прилуцкий В.С., Сабуров И.В., Пьянкова Л.А.</i> Формирование защитного покрытия на анодах генераторных ламп	241
<i>Калинин Ю.Ж., Пронин О.Д., Степанов А.А.</i> Устранение негерметичности вакуумной системы линейного ускорителя ИЯИ РАН	245
<i>Ермолаев В.А.</i> Исследование влияния остаточного давления на вакуумную сушку сыров	249
<i>Кузнецов В.Г., Пониматкин В.П., Прокофьев А.В.</i> Нанесение пироуглеродных покрытий разложением углеводородов под действием плазмы вакуумно-дугового разряда	255
<i>Кузнецов В.Г., Пониматкин В.П., Прокофьев А.В.</i> Плазменно-стимулированное осаждение пироуглеродных покрытий на сетки мощных генераторных ламп	259
<i>Кондратенко Р.О., Нестеров С.Б.</i> Исследование температурного поля при охлаждении тонкой пленкой кипящей газовой смеси	263
<i>Рефераты</i>	267

МОДЕРНИЗАЦИЯ КАМЕРЫ ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ УСТАНОВКИ "RIBER" LAS-2000 ДЛЯ СВЕРХВЫСОКОВАКУУМНОГО ТЕРМИЧЕСКОГО НАПЫЛЕНИЯ ТОНКИХ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ПЛЕНОК

Валеев Р.Г.* , Бельтюков А.Н.** , Ветошкин В.М.* , Сурнин Д.В.* , Бакиева О.Р.* , Хохряков С.В.**

*Физико-технический институт УрО РАН
Россия, 426000, Ижевск, ул.Кирова, 132

**ГОУ ВПО Удмуртский государственный университет,
426034, Ижевск, ул. Университетская, 1, valeev@lasas.fti.udm.ru

Проведена модернизация камеры подготовки образцов сверхвысоковакуумного Оже-спектрометра RIBER LAS-2000, что позволило проводить термическое напыление германия для получения тонких пленок аморфно-нанокристаллического состава, а также при напылении на матричные структуры наностроек и нанонитей материала.

ВВЕДЕНИЕ

Наиболее технологичным простым методом получения материалов в виде тонких пленок является термическое испарение порошка или мишени вещества в условиях высокого и сверхвысокого вакуума. Он привлекает внимание исследователей своей простотой, возможностью использования подложек из различных материалов, а также, при наличии системы охлаждения и нагревания подложки, возможностью получения пленок в различных структурных состояниях в зависимости от режимов напыления [1]. При достаточно больших объемах вакуумной камеры, метод позволяет получать пленки различной толщины в зависимости от расстояния между испарителем и подложкой [2]. Следует заметить, что большую роль играет *in situ* контроль химического состава, предварительный анализ структурного состояния, морфологии поверхности получаемых материалов. Например, установки молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) невозможно представить без приставок дифракции медленных электронов, Оже-электронной спектроскопии, вторично-ионной масс-спектрометрии [3], что позволяет вести жесткий контроль за структурным состоянием, химическим составом, электронной структурой в процессе роста пленок.

Но, несмотря на очевидные достоинства, метод МЛЭ имеет ряд недостатков, главным из которых является его дороговизна (стоимость одной установки достигает сотен миллионов рублей) и невозможность применения в промышленных

масштабах. Кроме того, существует масса приложений для которых не требуется высокое структурное совершенство получаемых пленок при практически тех же параметрах их химической чистоты.

В связи с этим, была поставлена задача разработки камеры напыления на базе действующей сверхвысоковакуумной установки, которая оснащена Оже-спектрометром, сканирующим туннельным микроскопом, приставкой дифракции медленных электронов. Это позволило не только решить задачи по синтезу тонких пленок аморфно-нанокристаллического состава, наностроек и нанонитей материала (при напылении на матричные структуры), но и, что является отличием и преимуществом от существующих установок, проводить их *in situ* исследования.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

Компания "RIBER" изготавливает приборы для физико-химического анализа поверхности. Для обеспечения максимальной универсальности приборов используется принцип модульной конструкции системы.

Камера подготовки образца (Рис. 1) диаметром 160 мм и длиной 400 мм расположена горизонтально и изолирована от камеры анализа сверхвысоковакуумным клапаном, что позволяет использовать ее автономно. На камере имеются фланцы для загрузки образцов (на нем же закреплен манипулятор TLS-100), для присоединения к сверхвысоковакуумному клапану и для установ-

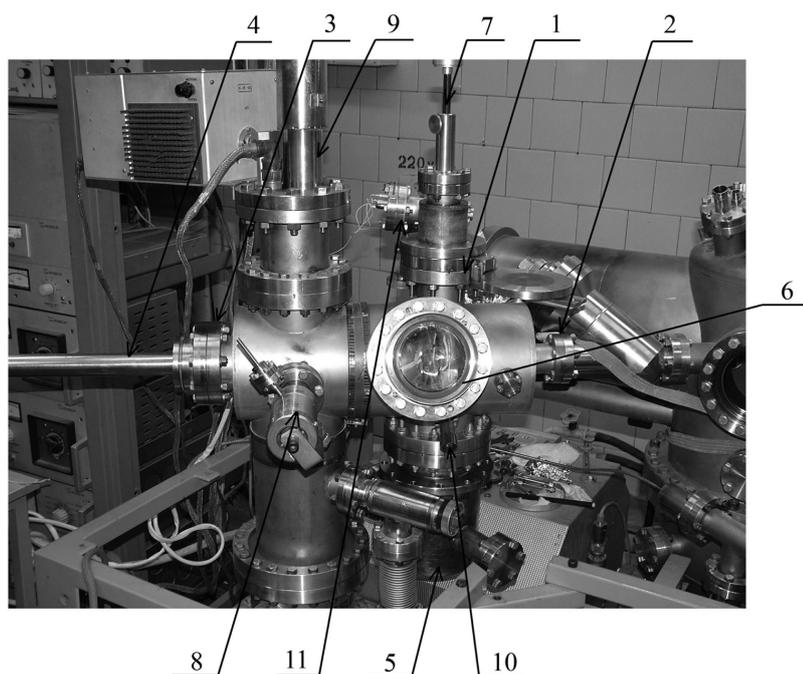


Рис.1. Внешний вид доработанной камеры подготовки образцов сверхвысоковакуумного комплекса Riberg. 1 - фланец для загрузки образцов, 2 - фланец для присоединения к сверхвысоковакуумному клапану, 3 - фланец для установки манипулятора, 4 - манипулятор с магнитным захватом, 5 - камера резистивного напыления, 6 - смотровое окно, 7 - манипулятор перемещения образца TLS-100, 8 - натекатель газа, 9 - анализатор масспектрометра MX-7304, 10 - датчик ПММ-32, 11 - термопарный ввод.

ки манипулятора с магнитным захватом и несколько фланцев, на которые можно устанавливать дополнительные устройства. Образец перемещается из одной камеры в другую манипулятором с магнитным захватом. Используя дополнительные фланцы, на камеру были ус-

тановлены: камера напыления с резистивным испарителем, смотровое окно, манипулятор, натекатель газа, анализатор масс-спектрометра MX-7304, датчик ПММ-32, термопарный ввод. Манипулятор TLS-100 устанавливался на фланец для загрузки образцов и обеспечивал перегрузку

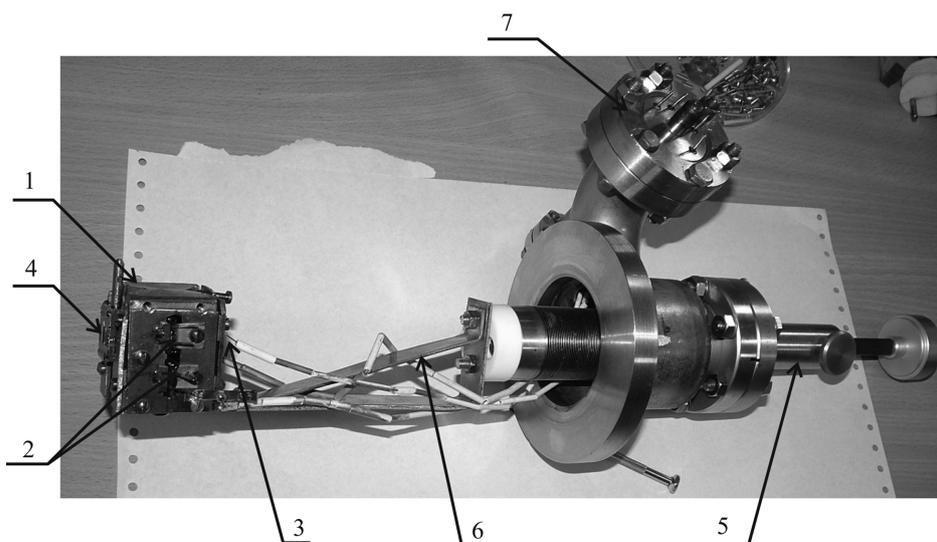


Рис.2. Внешний вид нагревателя образцов: 1 - медный корпус, 2 - галогеновые лампы со вскрытыми колбами, 3 - хромель-алюмелевая термопара, 4 пластины, обеспечивающие прием и фиксацию держателя образца, 5 - манипулятор, 6 - кронштейн, 7 - фланец с тоководами

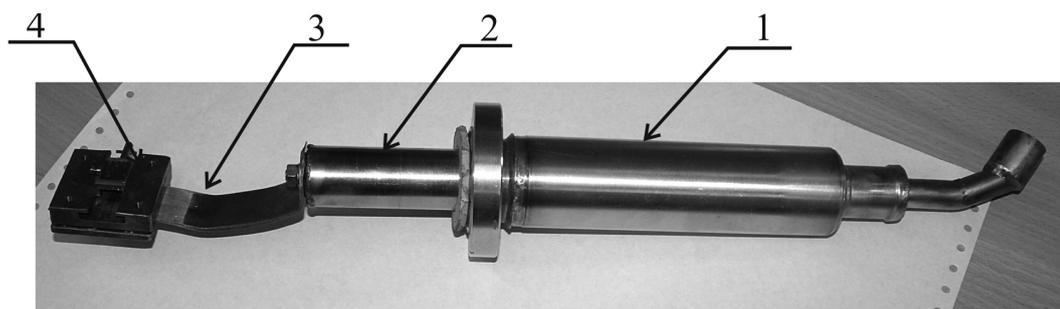


Рис.3. Внешний вид узла охлаждения: 1 - корпус, 2 - резервуар для жидкого азота, 3 - хладопровод из медных лент, 4 - охладитель

образцов на манипулятор с магнитным захватом. В зависимости от решаемых задач, на него устанавливался нагреватель образца или провод для перемещения узла его охлаждения. Нагреватель (Рис. 2) состоит из медного корпуса, в котором расположены две галогеновые лампы мощностью по 100 Вт, для предотвращения разрушения их колбы были вскрыты. Хромель-алюмелевая термопара и пластины, обеспечивающие прием и фиксацию держателя образца, крепятся к медному корпусу. Нагреватель крепится к манипулятору кронштейном. Присоединение термопары и ламп обеспечивается фланцем с токовводами. Нагрев ламп и стабилизация температуры обеспечивается автотрансформатором АТР- 2,0 кВА. Напряжение термопары измерялось вольтметром В7-21А. Нагреватель обеспечивал нагрев образцов до температуры 600 °С.

Для получения образцов при низких температурах был изготовлен узел охлаждения, представленный на рис. 3, который состоит из корпуса, резервуара для жидкого азота, хладопровода, собранного из медных лент. Охладитель, изготовленный из меди, имеет пазы, обеспечивающие прием и фиксацию держателя образца. К охладителю крепится термопара медь-константан. Совмещение по уровню охладителя с манипулятором обеспечивается манипулятором TLS-100, соединенным с охладителем проводом. Разработанный узел обеспечивает охлаждение образцов до температуры - 150 °С.

Для испарения материала использовался резистивный испаритель, собранный на сверхвысоковакуумном фланце. Испаритель изготавливался из танталовой или вольфрамовой ленты и имел размеры 40x10x0,1 мм. В испарителе из тантала формировалась "лодочка", в вольфрамовом испарителе, из-за его хрупкости формовка не проводилась.

Для питания испарителя был разработан блок питания, обеспечивающий выходное напряжение 5...15 В при токах 10...150 А.

Система откачки (Рис. 4), включающая два цеолитовых и магниторазрядный насосы, была доработана. Был дополнительно установлен мембранный насос «Thomas», соединение откачиваемых объемов осуществляется высоковакуумными клапанами, сверхвысоковакуумным клапаном

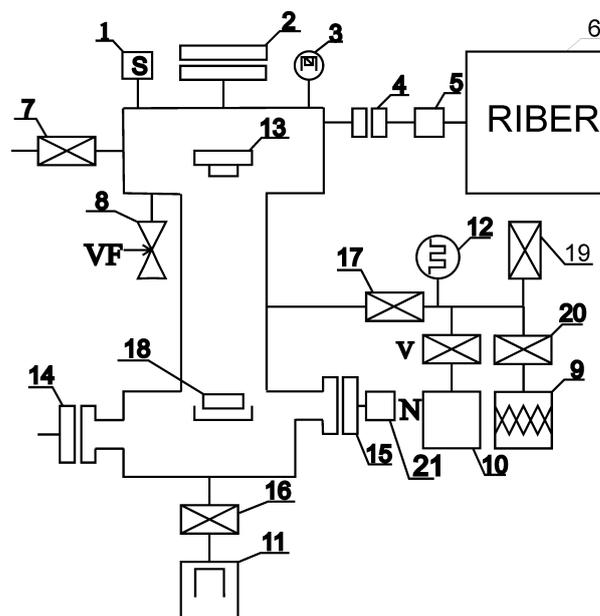


Рис.4. Схема вакуумной части установки: 1 - масс-спектрометр; 2 смотровое окно; 3 - магниторазрядный датчик; 4 - фланец шлюза; 5 блок питания испарителя; 6 - рабочая камера «RIBER»; 7 - манипулятор; 8 - натекагель; 9 - цеолитовый насос; 10 - мембранный насос; 11 магниторазрядный насос; 12 - термомпарный датчик; 13 подложкодержатель; 14 - фланец ввода термопары испарителя; 15 - фланец; 16 - клапан насоса; 17 - клапан; 18 - испаритель; 19 - клапан; 20 - клапан; 21 - блок питания

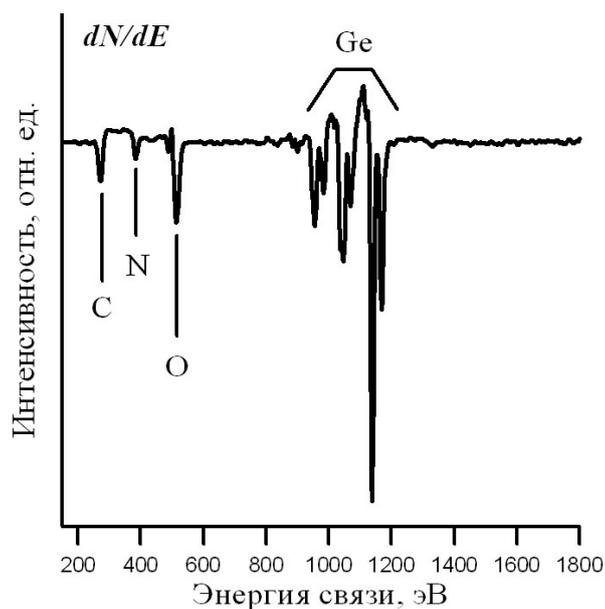


Рис.5. Оже-спектр пленки германия, полученной термическим напылением в сверхвысоком вакууме на кремниевую подложку при температуре конденсации 100 °С.

и сверхвысоковакуумным затвором. Форвакуум измерялся датчиком ПМТ-6-3, напуск газа до атмосферного давления осуществлялся натекателем. На камере был установлен сверхвысоковакуумный датчик ПММ-32 и анализатор масс-спектрометра МХ-7304.

Использование мембранного насоса позволило использовать при форвакуумной откачке только один цеолитовый насос и сократить время откачки до предельного давления.

Время откачки камеры составило: до давления 10^{-3} Па — 40 мин с учетом форвакуумной откачки, до $3 \cdot 10^{-6}$ Па — 6 часов, до давления $2 \cdot 10^{-7}$ Па — 12 часов с обогревом камеры.

Был проведен анализ масс-спектров при рабочих давлениях в камере: 1 цикл — $5 \cdot 10^{-6}$ Па, 2 цикл — 10^{-6} Па, 3 цикл после отжига — $2 \cdot 10^{-7}$ Па. Режимы масс-спектрометра: ускоряющее напряжение БПВ — 4 кВ, коэффициент усиления УПТ 5 В. Полученные данные приведены в таблице 1, при этом для расшифровки массовых чисел использовались результаты, приведенные в работе [4], где приводятся расчеты масс молекулярных ионов, соответствующих данному массовому числу, для всех возможных сочетаний друг с другом и самих с собой, определенного набора химических элементов с учетом валентности и возможных продуктов ионно-молекулярных реакций. Видно, что для термического напыления в сверхвысоком вакууме достаточно трехчасового прогрева при 300 °С.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ УСТАНОВКИ ДЛЯ СИНТЕЗА ПЛЕНОК И НАНОСТРУКТУР ГЕРМАНИЯ

Модернизация установки позволила решить задачи по синтезу тонких пленок аморфно-нанокристаллического состава, а также, при напылении на матричные структуры (пористые пленки анодного оксида алюминия), наностроек и нанонитей материала. Структура полученных материалов была исследована различными методами, такими как сканирующая электронная микроскопия (СЭМ), EXAFS-спектроскопия, рентгеновская дифракция [1,2,5].

Химический состав пленок был исследован методом Оже-электронной спектроскопии *in situ*.

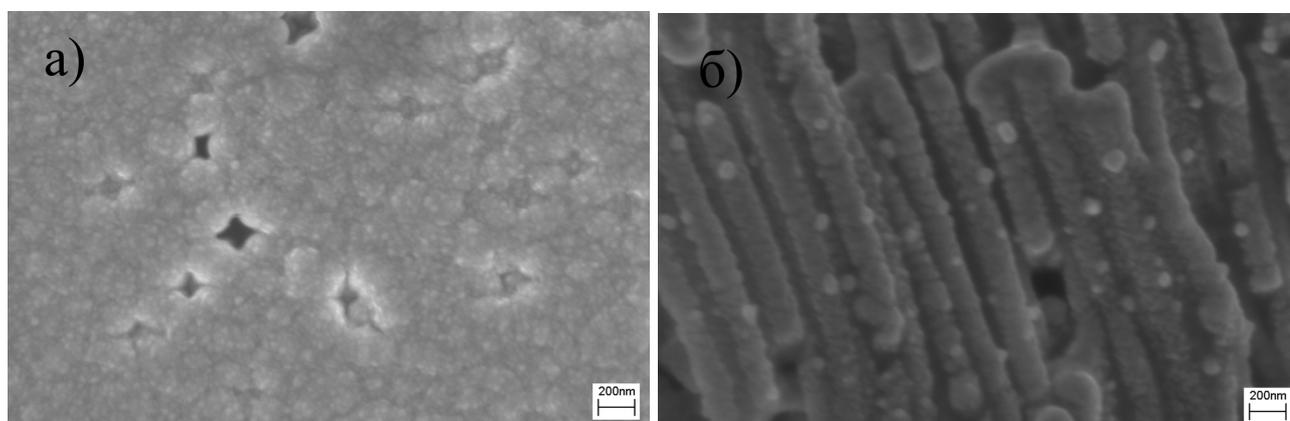


Рис.6. СЭМ изображения поверхности германия: а) пленок, полученных напылением на гладкую поверхность Al_2O_3 при температуре конденсации 100 °С; б) нитевидных структур германия, полученных напылением на пористую пленку Al_2O_3 при температуре конденсации 100 °С

Спектры получены с шагом в 1 эВ при энергии электронов падающего пучка 10 кэВ и токе 10^{-7} А. Регистрация спектров осуществлялась посредством энергоанализатора типа цилиндрическое зеркало с разрешением $\Delta E/E$ не хуже чем 0.35%. Все спектры были получены в дифференциальном режиме (dN/dE). На рис.5. представлен спектр Оже-линий в интервале от 150 до 1800 эВ, с присутствующими Оже-пиками углерода (энергия 272 эВ), азота (энергия 380 эВ), кислорода (энергия 510 эВ) и германия (энергия 894-1221 эВ). Присутствие несвязанных углерода и кислорода обусловлено их «нагоранием» в точке облучения поверхности образца пучком моноэнергетических электронов. Появление в спектре пика азота связано с его присутствием в атмосфере при травлении поверхности исследуемого образца с целью очистки от поверхностных загрязнений.

На рис. 6 а) и б) представлены СЭМ изображения поверхности пленок и нитевидных структур германия. Видно, что как пленки, так и нитевидные структуры состоят из кластеров нанометрового размера. При этом поры матрицы заполнены не полностью, поскольку пары германия, залетая в поры, конденсируются на их стенках, и они быстро запыляются. EXAFS-исследования с применением метода оценки вкладов аморфной и кристаллической составляющих показали, что кластеры имеют аморфно-кристаллический состав [6]. При этом процентное содержание той и другой фазы зависит от температуры конденсации германия, то есть температуры подложки или матрицы при напылении.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведена работа по модернизации камеры подготовки образцов сверхвысоковакуумной системы «Ribeg». Получены сплошные пленки и наноструктуры германия. В дальнейшем, для решения задачи полного заполнения пор матриц при синтезе нитевидных структур германия, планируется установка ионизатора паров. Это позволит, подавая потенциал на подложкодержатель, «втягивать» ионизированные пары материала в поры до полного их заполнения.

Работа выполнена рамках проектов Программы Президиума РАН по направлению № 20 (09-П-2-1026); инновационного проекта молодых ученых УрО РАН, гранта Президента РФ (Договор № 02.120.11.369-МК), Контракта с Роснаукой № 02.740.11.0543.

Таблица 1. Относительные интенсивности пиков в масс-спектрах остаточных газов

Масса	Химическая формула	Интенсивность пиков		
		$5 \cdot 10^{-6}$ Па	10^{-6} Па	$2 \cdot 10^{-7}$ Па (отжиг 300 °С)
12	C ⁺	-	-	-
14	CO ⁺⁺ N ⁺ ¹³ CH ⁺ CH ₂ ⁺	14	2,5	-
16	O ⁺ NH ₂ ⁺ ¹³ CH ₃ ⁺ CH ₄	23	3	-
17	OH ⁺ NH ₃ ⁺ ¹³ CH ₄ ⁺	44	3	-
18	C ₃ ⁺⁺ H ₂ O	140	33	7
28	CO ⁺ N ₂ ⁺ C ₂ H ₄ ⁺	57	40	18
32	O ₂ ⁺	24	12	6
39	(F ₂ H ⁺) C ₃ H ₃ ⁺	20	20	-
40	(⁴⁰ Ar ⁺) C ₂ O ⁺ C ₂ NH ₂ ⁺ C ₃ H ₄ ⁺	11	41	10
54	C ₄ H ₆ ⁺	24	12	-
56	C ₄ H ₈ ⁺	54	20	14
69	(CF ₃ ⁺) C ₃ O ₂ H ⁺ C ₅ H ₉ ⁺	12	10	-
109	C ₅ O ₃ H ⁺ C ₅ N ₂ OH ₅ ⁺ C ₈ H ₁₃ ⁺	4	12	-

SUMMARY

The work of deep modernization of sample preparation chamber of "Ribeg" high-vacuum system is carried out. Germanium continuous films and nanostructures has been obtained. In follows, for full matrix holes filling of evaporated material the mounting of fallow ionizator will planed. It allows, by applying of potential on sample holder, "to draw into" ionized material fallow into matrix holes till there filling.

Литература

1. Р.Г. Валеев, А.Н. Деев, Ю.В. Рац и др. // Поверхность, 2002, №9, С. 87-90.
2. Р.Г. Валеев, О.И. Пивоварова, А.Н. Деев и др. // Поверхность. 2010. №2. С. 60-65.
3. Молекулярно-лучевая эпитаксия и гетероструктуры/под ред. Л. Ченга и К. Плога. М.: Мир, 1989, 584 С.
4. Г.С. Ануфриев, Б.С. Болтенков, А.И. Рябинков // ЖТФ, 2006, Т. 76, Вып. 1. С. 105-114.
5. Р.Г. Валеев, Д.В. Сурнин, В.М. Ветошкин и др. // Труды Третьей Всероссийской конференции по наноматериалам «НАНО-2009», Екатеринбург: ИФМ УрО РАН, 2009, С. 741.
6. Р.Г. Валеев, А.Н. Деев А.Н. // Заводская лаборатория, 2005, №1, С. 44-46.