

04

Генерация плазмы бора в вакуумной дуге с катодом из гексаборида лантана

© А.Г. Николаев¹, Е.М. Окс^{1,2}, В.П. Фролова¹, Г.Ю. Юшков¹

¹ Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск

² Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники

E-mail: nik@oree.hcei.tsc.ru

Поступило в Редакцию 26 марта 2015 г.

Проведено экспериментальное исследование масс-зарядового состава плазмы вакуумной дуги с катодом из гексаборида лантана. Показано, что использование такого материала катода обеспечивает генерацию плазмы с высоким содержанием ионов бора, доля которых достигает 90%. Исследованы временные зависимости зарядового состава плазмы и долевого содержания ионов бора в течение разрядного импульса, а также изменение масс-зарядового состава плазмы при увеличении давления в области горения разряда.

Плазменное борирование — процесс насыщения поверхностного слоя металлов и сплавов ионами бора для увеличения твердости поверхности, повышения износостойкости деталей, включая предотвращения абразивного изнашивания деталей машин и инструментов [1]. Применение для задач плазменного борирования генераторов плазмы и источников ионов бора, ранее созданных для легирования кремниевых пластин [2] для полупроводниковой промышленности, неоправданно из-за специфики этих устройств, предполагающих сепарирование ионного пучка и поэтому обеспечивающих генерацию плазмы только в небольших объемах. Использование токсичных боросодержащих газов в таких устройствах (диборан, BCl_3 или BF_3) может также рассматриваться как дополнительный негативный фактор.

В плазменном борировании металлов и сплавов требования к чистоте плазмы бора и ионного пучка не столь высокие, как в полупроводниковых технологиях. Это дает возможность в ряде случаев исключить сепарацию ионов. В такой ситуации на первый план выходит задача генерации плазмы с высокой долей ионов бора. Проблема может быть решена при использовании разрядных систем с распылением

мишени, содержащей бор. Плазма ионов бора генерируется, например, в планарном магнетронном разряде с катодом-мишенью из кристаллического бора [3]. Для этого реализуется особый режим горения магнетронного разряда при большом токе — так называемый режим самораспыления. В этих условиях доля ионов бора в плазме может достигать 95% [3]. Поскольку в нормальных условиях бор является диэлектриком, инициирование разряда с катодом из бора требует предварительного нагрева катода до температуры свыше 500°C, при которой бор приобретает заметную проводимость.

Использование в планарном магнетроне вместо бора катода-мишени из гексаборида лантана (LaB_6), обладающего высокой проводимостью, исключает необходимость предварительного нагрева мишени и обеспечивает генерацию в режиме самораспыления до 70% ионов бора [4,5]. Минимальный ток разряда, обеспечивающий устойчивый режим самораспыления в планарном магнетроне, близок к пороговому току образования катодного пятна. Переход в дуговой режим ограничивает в таких системах возможность стабильной генерации однородной плазмы.

Обеспечение условий для локализации катодных пятен обуславливает возможность использования вакуумной дуги в качестве генератора плазмы. В дуговом разряде с катодом LaB_6 снимается ограничение по плотности плазмы и ионному току бора. Возможность устойчивого функционирования дугового разряда на таких катодах показана в [6,7]. Применение плазмы вакуумной дуги с катодом LaB_6 для синтеза борсодержащих покрытий описано в [8]. Параметры дуговой плазмы с катодом из гексаборида лантана, включая долевое соотношение ионов компонентов материала катода, определяют возможности и эффективность использования такой плазмы. Однако масс-зарядовый состав дуговой плазмы с катодом LaB_6 и влияние на него параметров дуги изучены недостаточно. Результаты исследований, представленные в данной статье, восполняют этот пробел.

Эксперименты проводились с использованием вакуумного дугового источника ионов MeVva-V.Ru . Принцип его действия подробно описан в [9] и основан на генерации плазмы в импульсной катодной дуге, иницируемой вспомогательным разрядом по поверхности диэлектрика, и формировании ионного пучка в многоапертурной трехэлектродной ускоряющей системе. Ток дугового разряда в данных экспериментах варьировался от 30 до 200 А. Длительность импульса тока дуги и

частота их повторения составляли $250 \mu\text{s}$ и $0.5\text{--}1 \text{ pps}$ соответственно. Полный ток ионного пучка зависел от концентрации плазмы в области эмиссии ионов и при токе разряда 200 A достигал сотен mA при диаметре пучка 10 cm .

Масс-зарядовый состав извлеченного из плазмы дугового разряда ионного пучка анализировался времяпролетным спектрометром, подробно описанным в [10]. Ранее нами было показано, что такой метод является достаточно эффективным для исследования феномена катодного пятна вакуумной дуги (см., например, [11]). Параметры спектрометра (пролетная база 1 m , импульс отклоняющего напряжения на затворе 5 kV и его длительность 100 ns) обеспечивали разрешение всех масс-зарядовых состояний, генерируемых в плазме с катодом из LaB_6 , включая изотопы бора ^{10}B и ^{11}B .

Импульс вакуумного дугового разряда с катодом из гексаборида лантана приведен на рис. 1, *a*. Здесь же показан импульс ионного тока, измеренный с помощью магнитоизолированного цилиндра Фарадея площадью 10 cm^2 .

Масс-зарядовый состав плазмы вакуумного дугового разряда с катодом из LaB_6 на $150 \mu\text{s}$ от начала импульса представлен на рис. 1, *b*. Видно, что в плазме присутствуют ионы бора с зарядностью от $1+$ до $3+$. Имеются также многозарядные ионы лантана (с зарядностью от $2+$ до $4+$) и некоторое количество примесей газов. Пики ионов бора — двойные. Это связано с особенностью этого материала, имеющего 2 стабильных изотопа — ^{10}B и ^{11}B . Отношение амплитуд пиков ионов $^{10}\text{B}^+$ и $^{11}\text{B}^+$ в представленном масс-зарядовом спектре соответствует распространенности изотопов бора в природе (приблизительно 20 и 80% соответственно).

Для определения долевого соотношения в дуговой плазме ионов различных масс-зарядовых состояний каждый пик спектра интегрировался по времени. На рис. 2, *a* представлены суммарные доли ионов всех зарядовых состояний бора, лантана и газовых примесей и их эволюция в течение импульса тока дугового разряда. Видно, что доля ионов газовых примесей, даже при использовании катода, длительное время находившегося при атмосферном давлении, не превышала долей процентов. Суммарная доля ионов лантана в течение большей части импульса составляла величину $8\text{--}12\%$, что сопоставимо с долевым содержанием лантана в материале катода ($14.2 \text{ at.}\%$). Соответственно доля ионов бора всех зарядовых состояний достигала в плазме $88\text{--}92\%$.

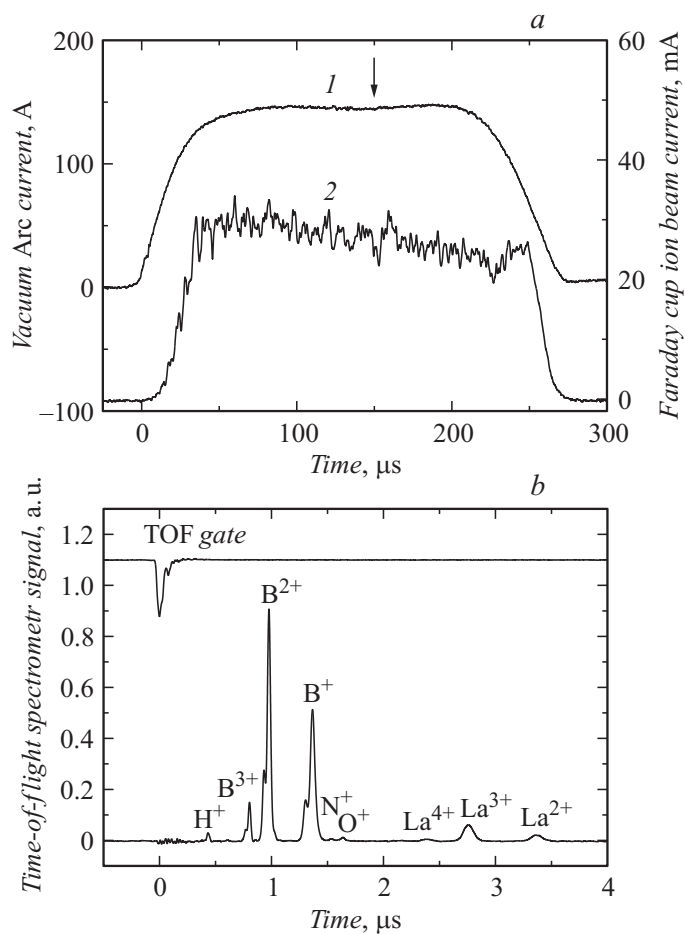


Рис. 1. Параметры вакуумного дугового разряда с катодом из гексаборида лантана: *a* — импульс тока вакуумной дуги *1* и соответствующий импульс тока ионного пучка *2*, измеренный цилиндром Фарадея. Стрелкой показан момент измерения спектра на рис. 1, *b* — масс-зарядовый спектр ионного пучка на 150 μs после начала импульса разряда. Ток дуги 100 А, ускоряющее напряжение 30 кV, давление $6 \cdot 10^{-7}$ Торр.

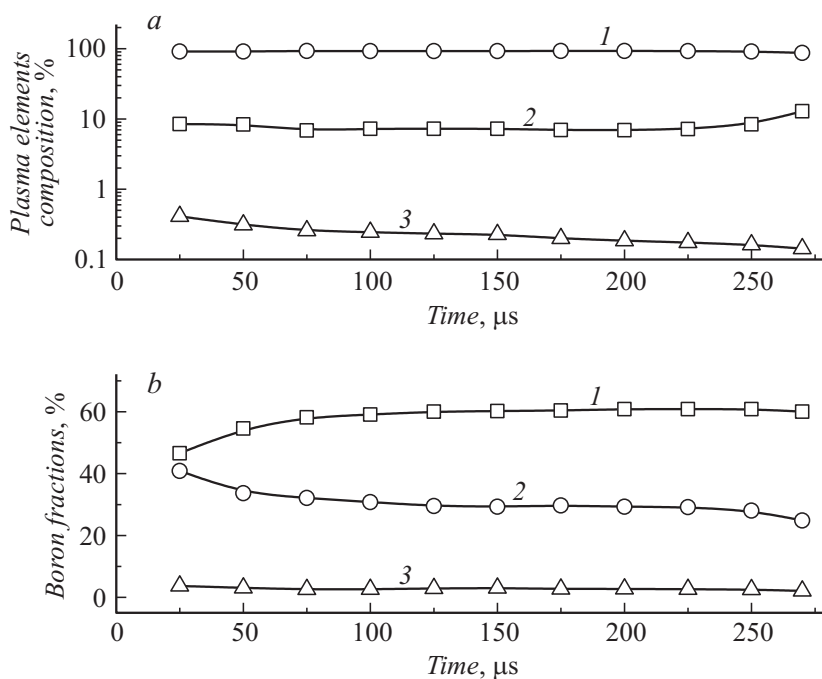


Рис. 2. Временные зависимости состава плазмы по длительности разрядного импульса: *a* — элементный состав (1 — бор, 2 — лантан, 3 — газовые примеси), *b* — зарядовый состав ионов бора в плазме (1 — B^+ , 2 — B^{2+} , 3 — B^{3+}). Ток дуги 40 А, ускоряющее напряжение 30 кВ, давление $4 \cdot 10^{-7}$ Торр.

К концу импульса доля ионов лантана немного увеличивается. Это, по-видимому, связано с различием во временах прохождения ионами расстояния от прикатодной области разряда, где происходит генерация ионов, до области извлечения ионов и формирования ионного пучка. В используемом в эксперименте ионном источнике это расстояние составляло 14 см. Согласно [12], направленная скорость ионов лантана в плазме дуги составляет $0.7 \text{ см}/\mu\text{s}$, скорость же ионов бора может достигать $2 \text{ см}/\mu\text{s}$. Такое заметное различие скоростей обуславливает существенную разницу во временах пролета ионов от катодной области до эмиссионной границы плазмы (20 и $7 \mu\text{s}$ соответственно). Из-за

инерционности тяжелых ионов лантана их ток наблюдается большее время после окончания импульса тока дуги.

На рис. 2, *b* представлены временные зависимости ионов бора каждой зарядности в течение импульса дугового разряда. Обращаем внимание на большую долю многозарядных ионов на переднем фронте импульса тока дуги и обратную ситуацию на заднем фронте. Это может быть связано с уменьшением напряжения горения дуги в течение импульса тока. Напряжение горения дуги определяет энерговклад в плазму и соответственно температуру плазменных электронов, величина которой напрямую связана с долей многозарядных ионов в плазме вакуумной дуги [13]. Ранее подобный эффект наблюдался для катодов из чистых материалов [14].

Измерение средней зарядности ионов бора по длительности импульса тока дуги показало, что она составляет 1.35–1.45. При этом средняя зарядность ионов бора практически не зависела от тока дуги в диапазоне значений тока от 30 до 200 А. Та же зависимость наблюдалась и для лантана, средняя зарядность ионов которого находилась в пределах 2.65–2.85. Это согласуется с „эктонной“ моделью катодной дуги [15], согласно которой увеличение тока дугового разряда ведет лишь к увеличению количества катодных пятен. Процессы ионизации для каждого катодного пятна индивидуальны, что позволяет предположить, что доля ионов бора в плазме дугового разряда и их зарядовое распределение будут оставаться практически неизменными при увеличении как длительности, так и амплитуды тока импульса разряда.

На рис. 3 представлена зависимость долевого состава плазмы вакуумного дугового разряда с катодом из LaB_6 при повышении давления газа (аргона) в разрядном промежутке. Видно, что до давления уровня 10^{-5} Torr масс-зарядовый состав плазмы практически не изменяется. При дальнейшем повышении давления доля ионов бора начинает снижаться при одновременном повышении доли ионов лантана и появлении в плазме заметной доли ионов аргона. Повышение доли ионов лантана может быть связано с процессами перезарядки на атомах аргона. Тем не менее даже при давлении уровня 10^{-4} Torr, типичном для технологических процессов плазменного борирования, доля ионов бора в плазме разряда остается достаточно высокой (80%).

Таким образом, вакуумный дуговой разряд с катодом из гексаборида лантана обеспечивает эффективную генерацию плазмы с высо-

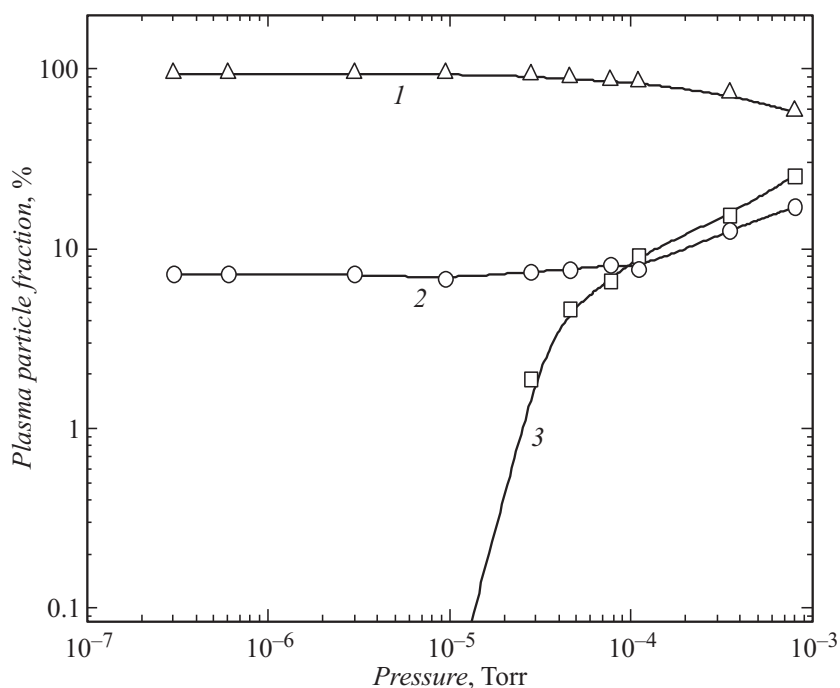


Рис. 3. Долевое содержание ионов в плазме при напуске аргона (1 — В, 2 — La, 3 — Ar) в зависимости от давления. Ток дуги 40 А, ускоряющее напряжение 30 кV, момент измерения — 150 μ s после начала импульса разряда.

ким содержанием ионов бора, доля которых может достигать 90%. Содержание ионов бора в плазме незначительно снижается к концу разрядного импульса, а также при повышении давления газа, оставаясь, однако, на уровне не ниже 80%. Результаты проведенных исследований свидетельствуют о перспективности использования вакуумного дугового разряда с катодом из LaB_6 в технологических процессах модификации материалов, включая плазменное борирование.

Работа поддержана грантом Российского научного фонда № 14-19-00083.

Список литературы

- [1] *Rie K.T.* // Surf. Coat. Tech. 1999. V. 112. P. 56.
- [2] *Andersen A.* Handbook of plasma immersion ion implantation. N.Y.: J. Willey & Sons, 2000.
- [3] *Gushenets V.I., Oks E.M., Savkin K.P.* et al. // Rev. Sci. Instrum. 2010. V. 81. P. 02B303.
- [4] *Oks E.M., Anders A.* // J. Appl. Phys. 2012. V. 112 (8). P. 086 103.
- [5] *Franz R., Clavero C., Bolat R.* et al. // Plasma Sources Sci. Technol. 2014. V. 23 (3). P. 035 001.
- [6] *Brown I.G., Galvin J.E., MacGill R.A.* // Appl. Phys. Lett. 1985. V. 47. P. 358.
- [7] *Gao Y., Yu Y.J., Tang D.L.* et al. // Rev. Sci. Instrum. 1994. V. 65. P. 1281.
- [8] *Schmidbauer S., Klose H., Ehrlich A.* et al. // Surf. Coat. Tech. 1996. V. 82. P. 247.
- [9] *Nikolaev A.G., Oks E.M., Savkin K.P.* et al. // Rev. Sci. Instrum. 2012. V. 83 (2). P. 02A501.
- [10] *Gushenets V.I., Nikolaev A.G., Oks E.M.* et al. // Rev. Sci. Instrum. 2006. V. 77 (6). P. 063301.
- [11] *Nikolaev A.G., Yushkov G.Yu., Savkin K.P., Oks E.M.* // Rev. Sci. Instrum. 2012. V. 83 (2). P. 02A503.
- [12] *Anders A., Yushkov G.Yu.* // J. Appl. Phys. 2002. V. 91 (8). P. 4824.
- [13] *Anders A.* // Phys. Rev. E. 1997. V. 55 (1). P. 969.
- [14] *Yushkov G.Yu., Anders A.* // Appl. Phys. Lett. 2008. V. 92. P. 041 502.
- [15] *Mesyats G.A.* // IEEE Trans. Plasma. Sci. 2013. V. 41 (4). P. 676.