

04,13

Зарядка диэлектриков при бомбардировке ионами Ag^+ средних энергий

© К.Ф. Миннебаев, Э.И. Рау[†], А.А. Татаринцев

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,
Москва, Россия

[†] E-mail: rau@phys.msu.ru

Поступила в Редакцию 15 января 2019 г.

В окончательной редакции 15 января 2019 г.

Принята к публикации 15 января 2019 г.

Создана комплексная установка для измерения кинетики высоковольтных потенциалов зарядки поверхности массивных диэлектриков при их облучении ионами Ag^+ средних энергий. Измерения ионно-эмиссионных характеристик, аккумуляруемых зарядов и поверхностного потенциала показали эффективную зарядку до высоких положительных потенциалов, близких по значению к потенциалу ионной пушки. Предполагается, что на ранней стадии зарядки в процессе эмиссии доминируют распыленные ионы, а в конечной стадии облучения — обратноотраженные.

Работа выполнена в рамках проекта РФФИ 18-02-00813А.

DOI: 10.21883/FTT.2019.06.47683.356

1. Введение

В последние десятилетия наблюдается рост исследований в области вторичной ионно-ионной и ионно-электронной эмиссии. Связано это с активным развитием ионно-пучковых технологий и методов анализа поверхности. Соответственно, бурно развивается новый класс микроскопии — ионная и ионно-электронная, а также ионно-лучевая литография и методы локальной модификации поверхностной микроструктуры. Совместное применение ионных и электронных зондов в современных системах FIB (focused ion beam) позволяет проводить трехмерную реставрацию микроустройств.

Указанные исследования требуют углубленных знаний процессов ионно-ионной и ионно-электронной эмиссии. Если для металлов (в большей степени) и для диэлектриков (в меньшей степени) непосредственно по эмиссионным характеристикам опубликовано довольно большое количество работ, см., например [1–3], то проблемам зарядки диэлектрических мишеней под воздействием ионного облучения посвящены лишь единичные публикации [4–6].

Более изучены механизмы зарядки диэлектриков под воздействием электронных пучков средних энергий [7], причем как исходных, так и предварительно облученных ионами [8–10]. Что касается конкретной ионной зарядки поверхности диэлектрика, то большая часть немногочисленных публикаций посвящена зарядке тонких пленочных мишеней [11–15].

Общим для упомянутых исследований является то, что достигнутый равновесный потенциал зарядки ионами определяется толщиной пленки и составляет единицы, десятки или сотни вольт. Такой диапазон потенциалов доступен для измерений с помощью простых тормозящих анализаторов энергий обратноотраженных ионов

(рассеянных и распыленных) или зондом Кельвина. Основной причиной ограниченно низких равновесных потенциалов, достигаемых при бомбардировке диэлектрических пленок даже при высоких энергиях ионов, является приток компенсирующих положительный заряд поверхности электронов с подложки — эффект Малтера. Этот эффект отсутствует в случае массивных образцов, толщина которых намного больше проекционной глубины пробега облучающих ионов.

Изучению закономерностей зарядки таких „толстых“ диэлектрических мишеней под воздействием ионов низких и средних энергий, посвящено, насколько нам известно, всего несколько работ. Так, в ранней публикации [16] изучалась кинетика зарядки SiO_2 (кварца) при облучении ионами He^+ с энергиями от 1 до 4 keV. Равновесный потенциал V_{S0} определялся экспериментально, и его значение не превосходило десятков вольт. Столь низкие значения V_{S0} , а также факт начальной отрицательной зарядки мишени представляются сомнительными, не согласующимися с данными наших экспериментов. Вероятной причиной ошибок измерений может быть неконтролируемый эффект „засева“ положительно заряженных участков образца вторичными электронами, порожденными ионным пучком на ближайших элементах экспериментального устройства. На этот существенный факт было обращено внимание в работе [17], где потенциал зарядки диэлектриков оценивался в сотни вольт, хотя энергия облучающих ионов (протонов) была равна 1 MeV.

Прямые измерения высоковольтных (больше 1 kV) потенциалов зарядки были сделаны в работах [18,19], где $+V_{S0}$ рассчитывался по величине аккумулярованного заряда Q_t , определяемого ионно-зеркальным методом. Но зеркальный метод дает лишь оценочные результаты (погрешность 50%), поэтому в настоящей работе

применен метод измерений высоковольтных потенциалов по сдвигу энергетических спектров эмитированных ионов, хорошо оправдавший себя в экспериментах с измерением сдвига электронных спектров при электронно-зондовом облучении массивных диэлектрических мишеней [7–9].

Особое внимание мы уделили тщательности постановки экспериментов с комплексным одновременным измерением трех фундаментальных параметров зарядки диэлектрических мишеней: величины поверхностного потенциала V_S , аккумулированного заряда Q_t и тока эмиссии заряженных частиц I_σ . Так как указанная постановка эксперимента является новой, то представленные в настоящей работе результаты в некоторых аспектах могут считаться предварительными и дискуссионными.

2. Постановка экспериментов

Экспериментальные исследования проводились на установке, представленной на рис. 1. Пучок ионов Ar^+ с энергией 1–10 keV формировался источником — дуоплазматроном Арденне 1. Остаточный вакуум в камере составлял $1 \cdot 10^{-6}$ торр. Ионы облучали массивный диэлектрический образец 2, находящийся на металлической подложке 3 и изоляторе 4 внутри экранирующего заземленного корпуса 5. Часть расплывшихся и отраженных ионов попадала в ионный спектрометр 6, на выходе которого энергетически отфильтрованные ионы регистрировались МСР-детектором, сигнал I_S с которого поступал на персональный компьютер для запоминания и обработки. Одновременно на компьютер подводился сигнал с подложки I_d , характеризующий ток утечки и ток смещения. Интеграл по времени от тока смещения давал значение аккумулируемого в процессе ионной бомбардировки заряда Q_t .

Установленная в вакуумной камере турель позволяла сдвигать спектрометр в сторону и на его место устанавливать полусферический коллектор эмитированных частиц 8, сигнал с которого I_c также подавался на компьютер. При калибровке измерительного тракта была возможность подавать смещение любой полярности на коллектор U_c и на образец U_S . После коллимации ионного пучка системой диафрагм D_1, D_2, D_3 он попадал на образец с размером пятна диаметром 1 мм.

При облучении диэлектриков пучком положительно заряженных ионов следует учитывать ряд сопутствующих явлений, в частности, имплантацию ионов, вызывающую зарядку образца, распыление атомов образца (эмиссия нейтральных атомов и вторично-ионная эмиссия), обратное рассеяние бомбардирующих ионов, ионно-электронную эмиссию, и, наконец, структурную модификацию поверхности. В отличие от металлических мишеней, из этого ряда можно исключить ионно-электронную эмиссию, так как уже в начальные моменты облучения мишень приобретает положительный поверхностный потенциал в единицы и десятки вольт, и под действием возвратного электростатического

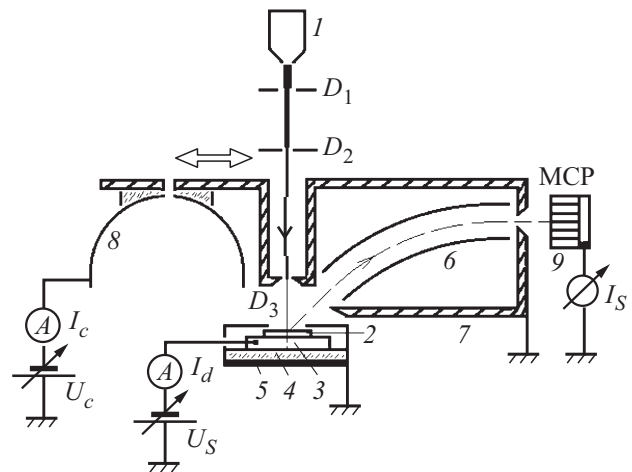


Рис. 1. Схема экспериментальной установки. 1 — ионная пушка, 2 — диэлектрическая мишень, 3 — металлическая подложка, 4 — изолятор, 5 — корпус экранирующей камеры образцов, 6 — тороидальный секторный энергоанализатор заряженных частиц, 7 — корпус энергоанализатора-спектрометра, 8 — полусферический коллектор, 9 — микроканальная пластина детектор (МСП), D_1, D_2, D_3 — коллимирующие диафрагмы.

поля зарядов медленные низкоэнергетические (единицы и десятки eV) электроны не способны покинуть поверхность. В балансе зарядов также исключаются электрически нейтральные атомы, которые составляют подавляющую долю от всех эмитированных частиц [1–4]. Доля расплывшихся отрицательных ионов также мала, но она вносит свой вклад в сигналы $I_c = I_\sigma$ и I_d . Поэтому измеряемые токи эмиссии I_σ и токи смещения I_d представляют собой модульные значения токов различной полярности, что необходимо принимать во внимание при интерпретации экспериментальных данных. Другими учитываемыми факторами являются пороговая энергия распыления материала образца [20], и зависимость коэффициентов отражения и распыления от энергии и массы бомбардирующих ионов [1–4].

3. Экспериментальные результаты и их интерпретация

На рис. 2 представлены кинетические характеристики зарядки пластины тефлона размером $10 \times 10 \times 0.5$ мм. Энергия бомбардирующих ионов Ar^+ равна 6 keV. Ток пучка $I_0 = 0.5$ нА, размер диаметра пятна облучения равен 1 мм, то есть плотность потока Ar^+ составляла $6 \cdot 10^{-6}$ А/см². Результирующий ток эмиссии всех заряженных частиц I_σ за первые 10 с достигал значения 0.45 нА, затем медленно нарастал почти до равновесного значения. Суммарный ток I_{L+D} тока смещения I_D и тока утечки I_L (график I_{L+D} на рис. 2) соответственно падал по величине почти до нулевого значения, что свидетельствует об установлении равновесной зарядки образца.

Если в каждый момент времени на образец падает поток ионов с зарядом Q_0^+ , то закон сохранения зарядов выражается следующим равенством:

$$Q_0^+ = |Q_{sp}^+| + Q_{sc}^+ + Q_t^+ + Q_L^+ + Q_e^-, \quad (1)$$

где Q_{sp}^\pm — суммарный заряд положительных и отрицательных ионов уносимый с образца за счет распыления, Q_{sc}^+ — уносимый заряд обратнорассеянных ионов, Q_t^+ — имплантированный (аккумулированный) заряд от первичных ионов, Q_L^+ — заряд, стекающий с образца по каналам утечки, Q_e^- — отрицательный заряд ионно-электронной эмиссии. В принципе, при чистой поверхности и равновесных допробойных зарядовых напряжениях ток утечки I_L , а значит и член Q_L^+ в (1), стремится к нулю. Также стремится к нулю ток электронной эмиссии (заряд Q_e^-) вследствие быстрого образования положительного потенциала поверхности V_S . Поэтому баланс зарядов (1) в равновесном состоянии можно представить в виде

$$Q_0^+ = |Q_{sp}^+| + Q_{sc}^+ + Q_t^+. \quad (2)$$

Если в некотором приближении рассматривать геометрию заряженного диэлектрика в виде плоского конденсатора толщиной d (толщина образца) с тонким поверхностным зарядом Q_t на облучаемой поверхности в форме кружка с радиусом „а“, то по законам электростатики величину аккумулируемого заряда Q_t можно определить из формулы

$$Q_t = K^{-1} \int_0^t I_D dt, \quad (3)$$

где I_D — ток смещения, наводимый на электрод-подложку и окружающий металлический корпус образца, а K — электростатический фактор, зависящий от диэлектрической постоянной ϵ_r материала образца и геометрии электродов. Обычно полагают $K = 1$, но для более точных оценок следует брать выражение $K = (1 + d/L\epsilon_r)$, где d — толщина диэлектрика, L — расстояние от заряженной поверхности до ближайших внешних электродов экспериментального устройства. В наших экспериментах (см. рис. 1) $L = 2 \text{ mm}$ — это расстояние до корпуса спектрометра, и $L = 10 \text{ mm}$ — это расстояние (радиус) до стенок электронного коллектора.

По измеренному значению Q_t можно оценить потенциал зарядки V_S :

$$V_S = Q_t / [\pi a (\epsilon_r + 1) \epsilon_0], \quad (4)$$

где $\epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-14} \text{ F/cm}$ — диэлектрическая константа вакуума.

Интегрирование экспериментальной кривой I_{L+D} , представленной на рис. 2 за время облучения 100 с, дает $Q_t = 0.15 \text{ nC}$. После подстановки Q_t в (4) получаем $V_S = 4.5 \text{ kV}$, что хорошо совпадает со значением прямого измерения V_S по сдвигу энергетических спектров

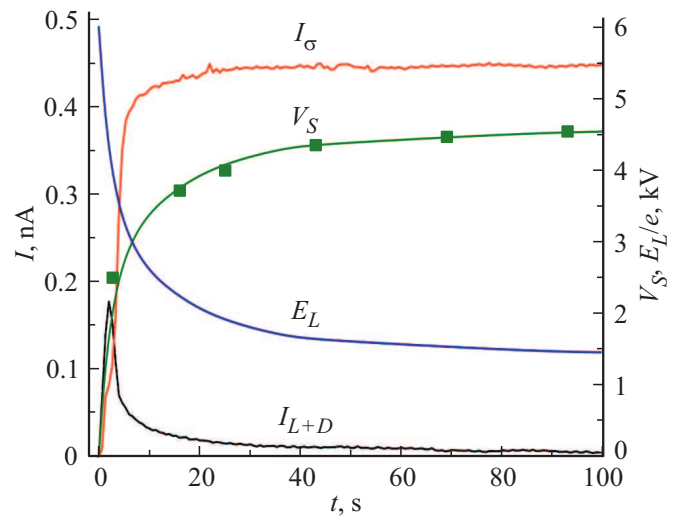


Рис. 2. Кинетика достижения равновесных состояний поверхностного потенциала $V_S(t)$, тока $I_{L+D}(t)$, эмиссионного тока $I_\sigma(t)$, а также энергии $E_L(t)$ в процессе облучения тефлона ионами Ar^+ с энергией $E_0 = 6 \text{ keV}$ и током $I_0 = 0.5 \text{ nA}$.

ионов. Эти измерения также представлены на рис. 2 графиком $V_S(t)$.

По мере приобретения образцом поверхностного потенциала V_S фактическая энергия падающих первичных ионов Ar^+ со временем падает от значения E_0 до $E_L(t) = E_0 - V_S(t)$, поэтому равновесная энергия Ar^+ в конце зарядки составляет всего сотни eV. Эта важная зависимость отображена на рис. 2 кривой E_L . Отсюда следует интересный вывод. Известно, что коэффициент распыления ионов уменьшается с уменьшением энергии E_0 [1,5]. В то же время из зависимости $I_\sigma(t)$ следует, что ток I_σ растет. А это означает, что в числе эмитированных ионов с убывающей долей распыленных, все большую, доминирующую роль играет нарастание отраженных ионов.

Измеряемые равновесные значения потенциалов зарядки V_{S0} на массивных диэлектриках (тефлон, SiO_2 , Al_2O_3) и на изолированной металлической пластине Cu в зависимости от энергии E_0 облучающих ионов Ar^+ приведены на рис. 3. Отметим очень высокие значения потенциалов положительной зарядки всех образцов. По крайней мере, они значительно (на 20–30%) выше потенциалов отрицательной зарядки тех же образцов при электронном облучении [7–9]. Можно допустить, что в идеальных условиях эксперимента массивные диэлектрики будут заряжаться до равновесных потенциалов, близких к потенциалам (энергиям) облучающего пучка ионов $eV_S = E_0$, за вычетом пороговой энергии распыления атомов мишени (десятки eV) [20]. Под идеальными условиями следует принимать высокий вакуум в экспериментальной установке $10^{-8} - 10^{-9} \text{ torr}$, отсутствие слоев атмосферной контаминации на поверхности, полное исключение перезарядки поверхности эмитированными и рассеянными электронами, генерированными первичными и вторичными ионами на всех деталях

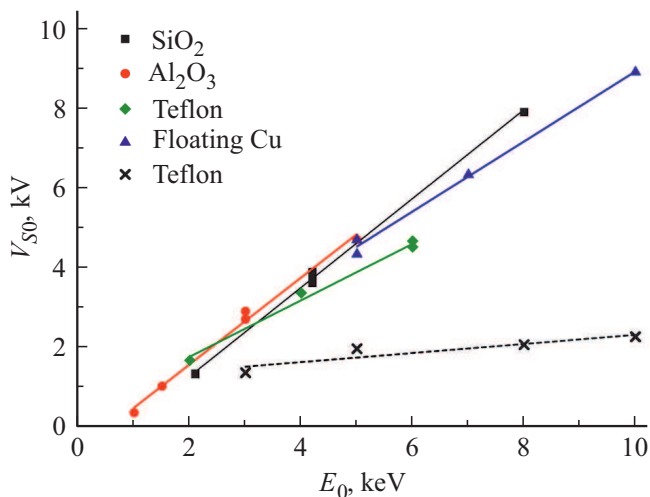


Рис. 3. Зависимость равновесного значения потенциала зарядки V_{S0} для массивных диэлектриков (тефлон, SiO_2 , Al_2O_3) и для изолированной медной пластине (Cu) в зависимости от энергии E_0 облучающих ионов Ar^+ . Крестиками и пунктирной линией обозначены значения для тефлона, подверженному паразитному „засеву“ вторичных электронов, генерированных на деталях экспериментальной установки.

экспериментальной установки. На сильное влияние этих электронов было указано также и в работе [17]. Нами этот паразитный эффект был оценен в специальном эксперименте. Убрав на пути первичных ионов в установке диафрагмы D_2 и D_3 (см. рис. 1), получают значительно заниженные значения потенциалов V_S . Результаты таких измерений на тефлоне приводятся рис. 3 графиком, помеченным крестиками. Видно, что потенциалы $+V_S$ в разы уменьшаются за счет частичной компенсации положительных зарядов на поверхности вторичными электронами „засева“, генерированными в цилиндрическом канале спектрометра на пути ионов Ar^+ от пушки 1 до образца 2.

Максимально допустимые положительные потенциалы зарядки не должны превышать пробойных электрических напряжений в диэлектриках, типичные значения которых равны по порядку величины 10^6 V/cm. При их превышении возникают разрядные импульсы и пробои как по поверхности, так и в объеме диэлектрика [21], сопровождаемые взрывной эмиссией частиц, рентгеновским излучением, локальным разогревом материала, структурными нарушениями в объеме, иногда проявляющимися в оптически видимых фигурах Лихтенберга.

4. Заключение

Массивные диэлектрические мишени, такие как оксиды (SiO_2 , Al_2O_3), органические полимеры (тефлон), а также свободно подвешенные изолированные металлы под воздействием облучения положительными ионами (Ar^+) с энергиями 0.5–10 keV заряжаются до высоких потенциалов, близких к потенциалу источника ионов.

В пределе, первичные ионы претерпевают почти зеркальное отражение от заряженной поверхности, обладая низкой остаточной энергией, сравнимой с пороговой энергией распыления атомов мишени. Равновесные потенциалы зарядки всех классов диэлектриков приблизительно одинаковы, достигая при высоких энергиях бомбардирующих ионов значений, несколько ниже пробойных напряжений (порядка 10^6 – 10^7 V/cm) [21].

В процессе облучения диэлектрических мишеней положительными ионами из процессов эмиссии и зарядки последовательно исключаются вклады вторичных электронов, а затем и распыленных ионов. Последний вывод является предварительным, гипотетическим, и он требует дальнейшего, более детального исследования.

Авторы признательны И.К. Гайнуллину, В.В. Хвостову и В.С. Чернышу за плодотворные дискуссии по тематике данной работы.

Список литературы

- [1] И.А. Аброян, М.А. Еремеев, Н.Н. Петров. УФН **95**, 105 (1967).
- [2] H. Winter. Prog. Surf. Sci. **63**, 177 (2000).
- [3] R. Souda. Phys. Rev. Lett. **82**, 1570 (1999).
- [4] Г.М. Батанов. Радиотехника и электроника **5**, 852 (1963).
- [5] D.N. Vance. J. Appl. Phys. **42**, 5430 (1971).
- [6] Yu.V. Petrov, A.E. Anikeeva, O.F. Vyvenko. Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B **425**, 11 (2018).
- [7] Э.И. Pay, Е.Н. Евстафьева, М.В. Андрианов. ФТТ **50**, 599 (2008).
- [8] E.I. Rau, A.A. Tatarintsev, V.V. Khvostov, V.E. Yurasova. Vacuum **129**, 142 (2015).
- [9] Э.И. Pay, А.А. Татаринцев, Е.Ю. Зыкова, И.П. Иваненко, С.Ю. Купреенко, К.Ф. Миннебаев, А.А. Хайдаров. ФТТ **59**, 1504 (2017).
- [10] A. Hoffman, S. Prawer, R. Kalish. Phys. Rev. B **45**, 12736 (1992).
- [11] R.A. Baragiola, M. Shi, R. Vidal, C. Dukes. Phys. Rev. B **58**, 13212 (1998).
- [12] J. Shi, M. Fama, B. Teolis, R.A. Baragiola. Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B **268**, 2888 (2010).
- [13] S. Yogevev, J. Levin, M. Molotskii, A. Schwarzman, O. Avayu, Y. Rosenwaks. J. Appl. Phys. **103**, 064107 (2008).
- [14] T. Nagatomi, T. Kuwayama, Y. Takai, K. Yoshino, Y. Morita, M. Kitayama, M. Nishitani. Appl. Phys. Lett. **92**, 084104 (2008).
- [15] K. Ohya. J. Vac. Sci. Technol. B **32**, 06FC01-1-8 (2014).
- [16] F. Lefebvre, J. Vigouroux, J. Perreau. J. Appl. Phys. **65**, 1683 (1989).
- [17] N.W. Green, J.R. Dennison. IEEE Trans. Plasma Sci. **36**, 2482 (2008).
- [18] F. Crococolo, C. Riccardi. J. Microscopy **229**, 39 (2008).
- [19] M.J. Zoory, I.A. Mohammed, B.J. Alwan. J. Chem. Biol. Phys. Science **5**, 2822 (2015).
- [20] Y. Yamamura, J. Bohdansky. Vacuum **35**, 561 (1985).
- [21] В.В. Громов. Электрический разряд в облученных материалах. Энергоиздат, М. (1982). 112 с.

Редактор К.В. Емцев