

Вестник МОСКОВСКОГО УНИВЕРСИТЕТА

№ 4 — 1972

УДК 537.525

Э. М. РЕЙХРУДЕЛЬ, Г. В. СМЕРНИЦКАЯ, Л. Р. КУРБАНОВА

ВАКУУМНЫЕ МИКРОВЕСЫ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КАТОДНОГО РАСПЫЛЕНИЯ В РАЗРЯДЕ С ОСЦИЛЛИРУЮЩИМИ ЭЛЕКТРОНАМИ

Описаны вакуумные микровесы, использованные для определения эффективного коэффициента катодного распыления в разряде с осциллирующими электронами в магнитном поле.

Катоды разрядного промежутка укреплены на одном плече коромысла весов; изменение массы катодов в разряде измеряется по смещению резонансной кривой контура, содержащего конденсатор, одна из пластин которого подвешена на противоположном плече весов. Получены эффективные коэффициенты катодного распыления для катодов из Ag, Ta, W, Mo в азоте, криптоне и водороде при различных значениях параметров разряда. Примененный метод позволяет проследить ход сорбции и десорбции газов на катоде.

Распыление катодов ионной бомбардировкой, сорбция и десорбция газов в электродах и пленках, образующихся на граничных поверхностях разрядной трубки, являются основными процессами в механизме откачки ионных сорбционных насосов [1, 2].

Исследование распыления металлов ионной бомбардировкой обычно ведется [3, 4] в условиях, когда энергия ионов в пучках одинакова, падение ионов на мишень происходит по нормали или под заданным углом к поверхности мишени, средний свободный пробег атомов достаточно велик, чтобы исключалась обратная диффузия распыленных атомов на мишень. Кроме того, если распыление происходит в электрическом разряде, в пучке не должно быть многозарядных ионов.

В отличие от указанных условий в разряде с осциллирующими электронами в ионном насосе удовлетворится лишь третье условие. Ионы попадают на катод под разными углами и с различной кинетической энергией; в процессе работы ионного насоса давление газа в нем может меняться в широких пределах от 10^{-3} до 10^{-12} мм рт.ст.; при этом разряд переходит от одного режима к другому, в разрядном промежутке меняется распределение потенциала и изменяется распределение плотности ионного тока и углы падения ионов [5] на поверхности катодов; возможно взаимное напыление материала катодов, а также внедрение и захват ионов в поверхности металла.

В связи с этим получение эффективных коэффициентов катодного распыления для реальных условий в разряде с осциллирующими электронами представляет интерес не только для выяснения механизма от-

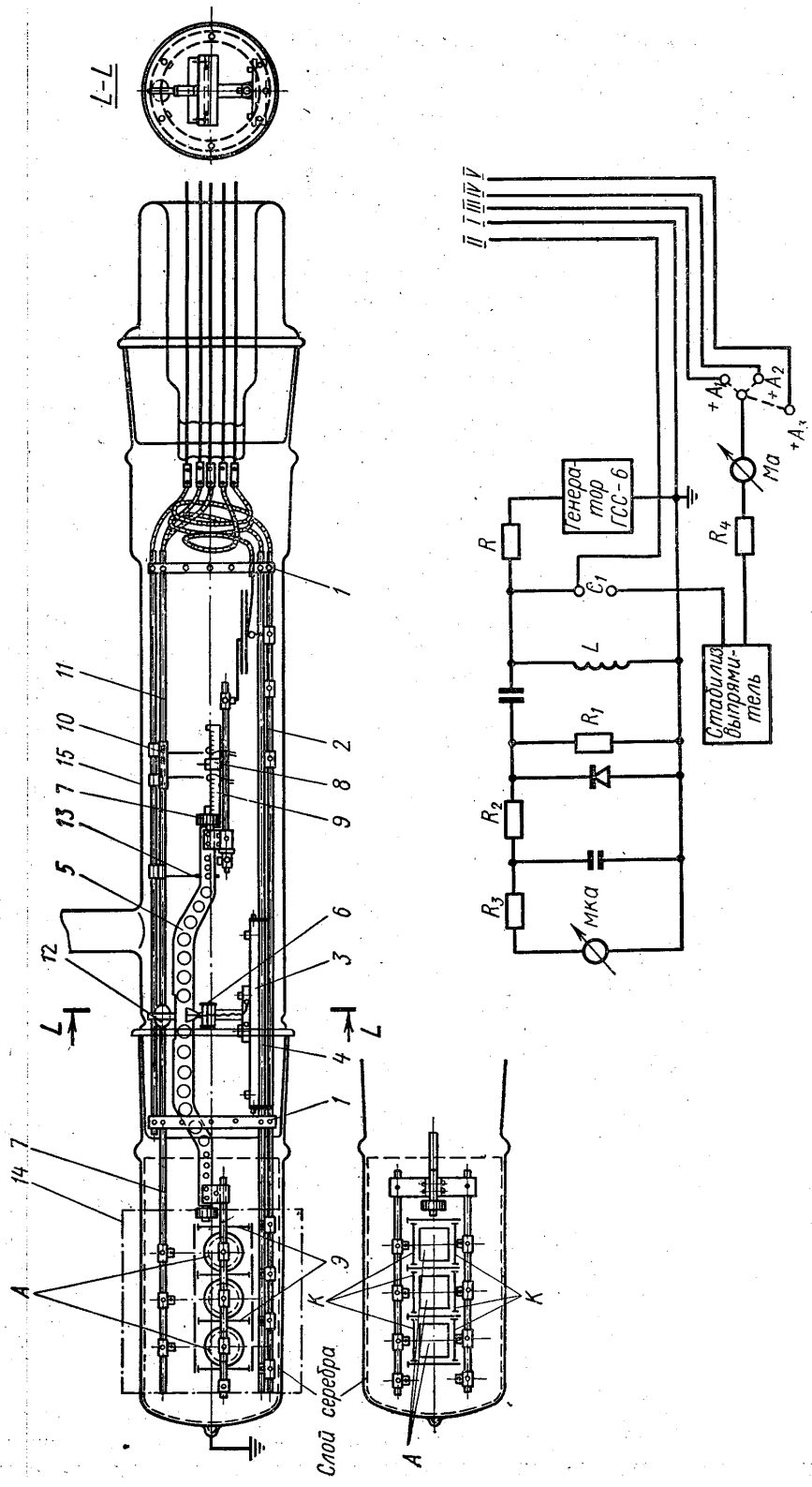


Рис. 1. Конструкция вакуумных микрорезисторов и электрическая схема измерений

качественного действия ионного насоса, но и для выбора оптимальных условий при его конструировании и эксплуатации.

Катодное распыление в разряде ионного насоса исследовалось в работах [6—8]. В [6] интерференционным методом измерялась скорость осаждения металла на стеклянную подложку, укрепленную на аноде. Показано увеличение скорости распыления при увеличении магнитного поля. В [7] взвешиванием катодов ионного насоса на аналитических весах до и после распыления определяли усредненный по поверхности катода коэффициент катодного распыления ряда металлов. Показано, что вещества с большим коэффициентом распыления мало поглощают газ. В [8] исследовалось распыление Ti-мишени, подвешенной на нити крутильных весов. Мишень находилась вне разряда; она бомбардировалась лучком осевых ионов (Ag^+ , N_2^+), выходящих из пеннинговского разряда и ускоренных до потенциала 3—9 кэВ.

В настоящей работе описываются вакуумные весы, позволяющие измерять эффективный коэффициент катодного распыления N , а также проследить ход сорбции и десорбции газов катодами в реальных условиях горящего разряда с осциллирующими электронами в высоком вакууме.

Конструкция весов и электрическая схема измерений

Определение количества вещества, распыляющегося с катодов в разряде, производилось взвешиванием в вакууме методом радиовесов [9]. На рис. 1 приведена схема весов и разрядных промежутков. На рис. 1, б — схема питания разряда и схема измерений.

Внутри длинной стеклянной вакуумной колбы, имеющей на концах два шлифа, устанавливается при помощи опорных винтов два металлических кольца (1). В этих кольцах укреплены молибденовые стержни (2), на которых помещена платформа, поддерживающая весы (3). Роль призмы играют две стальные иглы, острия которых опираются на внутренние поверхности полусферических лунок, высверленных в подпятнике (6).

Для восстановления нулевого положения весов после распыления катодов в разряде без нарушения вакуума в системе используются рейтеры (8), которые могут перемещаться по рейке (9), укрепленной на коромысле весов. Перемещение рейтеров производится извне магнитом, воздействующим на ферромагнитную муфту с тонкими усиками (10), скользящую по стержню (11) и толкающую своими усиками рейтеры. Чувствительность весов регулируется сферической гайкой (12).

Катоды разрядных промежутков подвешены на одном плече весов. Амплитуда колебаний коромысла весов ограничивается упором (13); максимальная амплитуда колебаний катодов равна 2,5 мм. Катоды крепятся к коромыслу весов при помощи подвижных муфт, надетых на керамические трубки; этим исключается разогрев коромысла весов путем теплопроводности при длительных измерениях катодного распыления. Конструкция весов позволяет помещать одновременно катоды нескольких разрядных промежутков. Для исследования распыления катодов из разных материалов разрядные промежутки могли включаться независимо. Аноды А разрядных промежутков были неподвижны, они укреплялись на изоляторах и имели отдельные выводы.

Для исключения взаимного напыления на катоды из смежных промежутков, а также напыления на коромысле весов, промежутки отделены друг от друга неподвижными экранами Э, потенциал которых

был равен потенциалу катодов (земля). Внутренняя поверхность разрядной трубки в области, где находились промежутки, была посеребрена, и заряды, которые могли образовывать, отводились к земле. Поверхность керамических держателей защищена от зарядов из разряда при помощи металлических экранчиков. Все детали весов были изготовлены из немагнитных материалов.

Одна из пластин измерительного конденсатора подвешивалась на другом плече весов (рис. 1). Колебания в контуре возбуждались генератором ПСС-6А. Изменение массы катодов при электрическом разряде приводило к смещению коромысла весов и к изменению емкости C , что в свою очередь приводило к смещению резонансной кривой.

Чувствительность и точность весов, а также влияние на их показания наводок и помех от находившихся вблизи других приборов исследовались длительное время; не сразу удалось получить устойчиво действующую систему с хорошей повторяемостью показаний. Удачной в конструкции весов оказалась замена призмы двумя твердыми иглами.

На рис. 2 приведен общий ход показаний весов φ во времени в различных условиях; из приведенных кривых можно получить представление о повторяемости показаний весов и надежности их.

Вначале по микроамперметру ($\mu\text{ка}$) (рис. 1) определяется нулевое положение весов в отсутствие разряда в промежутке, катоды которого подвешены на весах; для этого включается генератор, подбирается частота колебаний генератора так, чтобы показания прибора ($\mu\text{ка}$) соответствовали линейной части резонансной кривой.

На графике показаны повторные измерения нулевого положения через 10 и 20 мин. Если включить находящийся вблизи весов вакуумметр, появляются наводки (\bullet — нулевое положение весов), что приводит к увеличению показаний φ на одно деление, т. е. на $5 \cdot 10^{-9} \text{ а}$ (\times — на рис. 2). Но при выключении вакуумметра показания весов возвращаются к тому же нулевому показанию. Далее, на 70-й минуте включается электромагнит, создающий магнитное поле для зажигания разряда; хотя в деталях, из которых изготовлены весы, были исключены ферромагнитные материалы, весы довольно сильно отклонялись (на 11 делений, \circ — рис. 2), затем при выключении электромагнита весы возвращались в нулевое положение. На 140 минуте был включен разряд $p = 5 \cdot 10^{-4} \text{ мм рт. ст.}$, $H = 600 \text{ эрст}$, $V_a = 1000 \text{ в}$. Все отсчеты показаний весов проводились при выключенных электромагните, вакуумметре и анодном питании. Отсчет производился всегда от нулевого положения показаний весов, что достигалось передвижением рейтеров (8), рис. 1.

Приведенные кривые $\varphi(t)$ получены после распыления в разряде при различных анодных напряжениях V_a от 1000 до 2500 в. Промежутки времени, показывающие длительность горения разряда и изменение $\varphi(t)$, соответствующие изменению массы на всех кривых, отсчитыва-

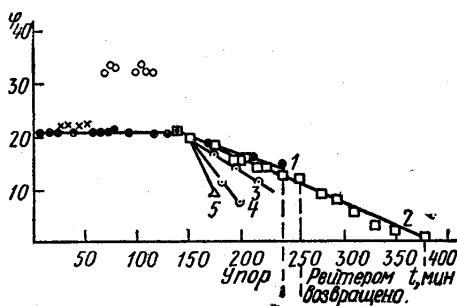


Рис. 2. Ход показаний φ во времени в различных условиях: ($0 \leq t \leq 140$ мин без разряда), \bullet — φ в нулевом положении весов, \times — смещение φ при включенном вакуумметре, \circ — φ при включенном магнитном поле. 1 — при $V_a = 1$; 2 — $V_a = 1,2$; 3 — $V_a = 1,6$; 4 — $V_a = 2$ и 5 — $V_a = 2,5 \text{ кв}$

лись от $t=140$ мин. Из хода кривых видно, что скорость распыления увеличивается с ростом энергии ионов.

Градуировка весов производилась двумя способами. Во-первых, определялась цена деления прибора в измерительной схеме при многократном подвешивании определенных пружинков на катоды; определялась цена деления прибора при перемещении малого рейтера вдоль рейки. Во-вторых, производились также контрольные взвешивания катодов, вынутых из вакуума после распыления их в разряде в течение определенного времени при определенном разрядном токе. Согласие показаний при измерениях в вакууме и вне его было удовлетворительным.

Измерения в дальнейшем велись на определенном участке линейной части резонансной кривой; это достигалось возвращением весов к нулевому показанию соответствующим перемещением рейтера вдоль рейки. Чувствительность весов и добротность контура при необходимости могут быть значительно повышены; в данной работе чувствительность весов равнялась $5 \cdot 10^{-5}$ г/дел.

При измерениях распыления с катодами, радиус которых был равен или больше радиуса анода ($r_k \geq r_a$), наблюдался часто следующий эффект. Вместо ожидавшегося уменьшения веса катодов, непосредственно после выключения разряда наблюдалось некоторое увеличение веса, которое затем постепенно снималось сначала быстро, затем медленней, и равновесное состояние при уменьшенной массе катодов устанавливалось в течение 60—90 мин.

Одной из причин этого явления могло быть удлинение коромысла весов вследствие повышения температуры за счет теплопроводности при разогреве катода. Возможность такого разогрева коромысла исключалась тем, что катоды (диски) укреплялись в держащих их муфтах посредством тонких молибденовых проволочек, приваренных к центру диска, муфты же соединялись с коромыслом весов при помощи непроводящих керамических трубок. Степень разогрева катодов и длительность их остывания была измерена при помощи термопары, присоединенной к внешней стороне катодных дисков. Температура катода в опытах при длительной бомбардировке достигала иногда 250—300°C и остывание пластины катода при $p=5 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст. происходило за 20—30 мин. Повышение температуры коромысла при этом было незначительным. Таким образом, разогрев катода не мог привести к утяжелению.

Причиной утяжеления коромысла весов могла быть зарядка стенок вакуумной колбы в разряде; но это было исключено экранировкой разрядных промежутков серебрением внутренней поверхности и отведением зарядов к земле. Анализ показал, что наиболее вероятной причиной эффекта утяжеления является захват катодами бомбардирующих его ионов газа и последующая обратная диффузия их в вакуум в виде нейтральных частиц.

При существующих в разряде с осциллирующими электронами больших энергиях ионов, последние могут проникнуть достаточно глубоко в структуру металла и [10, 11] обратная диффузия газа происходит в течение длительного времени. В дальнейшем это было подтверждено наблюдениями масс-спектра остаточных газов при помощи омега-трона (ИПД-1). Поэтому все измерения ϕ проведены с учетом времени обратной диффузии захваченных атомов газа. Это время равнялось одному-двум часам и определялось временем, в течение которого показания весов стабилизировались.

Следует отметить еще взаимное напыление катодов и сорбцию газов периферийными частями поверхности катодов. Оба эти процесса исследовались нами экспериментально: первый — в разрядных промежутках, в которых противостоящие катоды были из различных материалов [12], второй — на вакуумных весах. В некоторых режимах разряда газ, освобождаемый из периферийных частей поверхности катодов, выходя из области разрядного промежутка, приводил к раскачке весов; колеблющиеся на весах катоды при этом периодически попадали под ионный пучок разными частями своей поверхности; тогда наб-

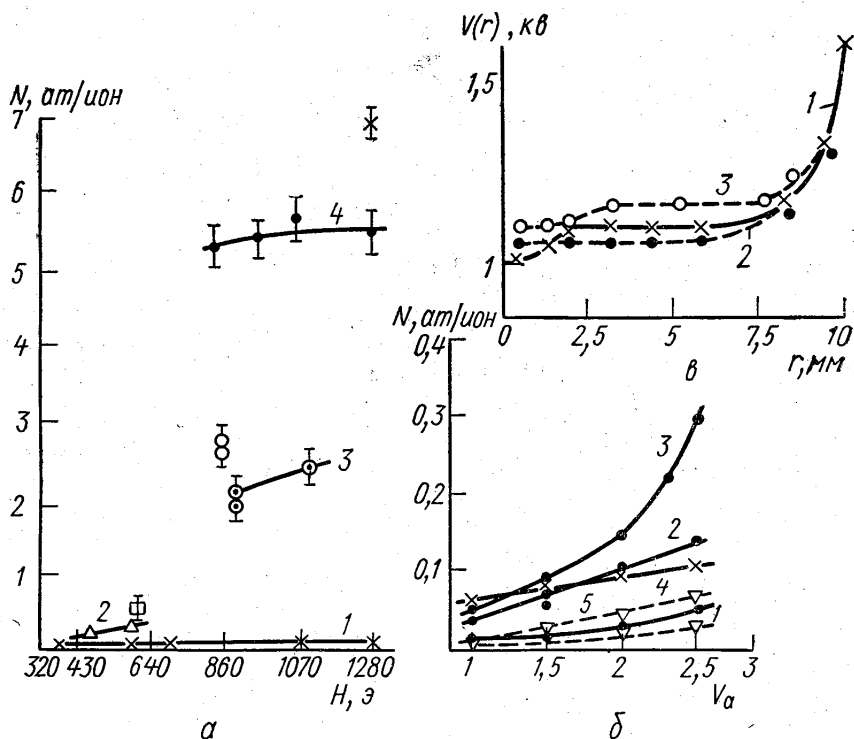


Рис. 3. Экспериментальные значения N , полученные при помощи вакуумных микровесов *a*: зависимость $N=f(H)$ 1—Ta, N_2^+ при $V_a=2,5$ кв; 2 — W, N_2^+ при $V_a=2$ и 2,5 кв; 3 — Ag, N_2^+ при $V_a=1,4$ и 1,6 кв и 4 — Ag, Kr^+ при $V_a=1,6$ и 2 кв; б: зависимость $N=f(V_a)$ ($N=600$ эрсм, $p=5 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст.) 1 — для Mo, N_2^+ ; 2 — Mo, N_2^+ ; 3 — Mo, Kr^+ ; 4 — W, N^+ ; 5 — Ta, Kr^+ ; в — распределение потенциала V по радиусу r разряда в анодной области при $V_a=1600$ в, $p=5 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст., 1 — $H=880$, 2 — $H=600$ и 3 — $H=400$ эрст

людалось значительное повышение давления газов в те моменты, когда периферийные части катодов подвергались воздействию ионного пучка.

Результаты измерения N и их обсуждение

На рис. 3, *a* даны величины N при различных значениях магнитного поля. Незначительное изменение эффективного коэффициента катодного распыления от магнитного поля объясняется тем, что при данных

условиях, $p=5 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст., разряд находится в плазменном режиме, и изменение магнитного поля мало влияет на распределение потенциала внутри разряда, что видно из кривых $V(r)$, приведенных на рис. 3, φ для различных значений H . Все значения для Mo , W , Ta на рисунке занижены, так как радиус катодов был больше радиуса анода, и на измерение Δm существенно влияли напыление металла с противоположного катода и сорбция газа на краях катода, где плотность потока бомбардирующих ионов мала. Чтобы частично исключить эти явления, между катодами и анодом были установлены диафрагмы с радиусом отверстия 5 мм, так что бомбардировке подвергалась только центральная часть поверхности катода. Кроме того, катоды были сделаны из хорошо распыляемого металла — серебра.

На рис. 3, а приведены значения N для серебра при различных V_a и H для Kg и N_2 . Полученные значения N лежат в пределах значений коэффициентов катодного распыления, известных из литературы для соответствующего интервала энергии ионов ($\sim 1000 \div 2000$ эв).

В случае бомбардировки ионами Kg серебра, масса десорбированных атомов газа достигала 35% от массы распыленного металла.

На рис. 3, б показаны экспериментальные кривые зависимости $N=f(V_a)$ для Mo , W , Ta в различных газах, полученные при помощи микровесов при недифрагмированном пучке ионов. Измерения проводились при $p=3 \div 5 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст., $r_k=11$ мм, $r_a=8$ мм, длина анода $l_a=15$ мм, расстояние между катодами $d=21$ мм, N растет с ростом энергии и массы бомбардирующих ионов.

Таким образом, описанные нами микровесы дают возможность исследовать процессы, происходящие на катодах разряда при различных значениях параметров без нарушения вакуума. Выделение роли различных эффектов, по-видимому, также возможно.

ЛИТЕРАТУРА

1. Рейхрудель Э. М., Смирницкая Г. В. ЖТФ, 33, вып. 12, 1405, 1963.
2. Карпов Ю. А., Контор Е. И., Таленский О. Н. «Приборы и техника эксперимента», № 2, 5, 1964.
3. Арифов У. А. Взаимодействие атомных частиц с поверхностью твердого тела. М., «Наука», 1968.
4. Каминский М. Атомные и ионные столкновения на поверхности металла. М., «Мир», 1967.
5. Смирницкая Г. В., Нгуен Хью-Ти. ЖТФ, 39, вып. 9, 1625, 1969.
6. Kuotaka W., Shigeru H. IEEE Trans. Part. Mater. and Packages., No. 3, 7, 1967.
7. Bächler W., Hennig H. Proc. 4-th Intern. Vac. Congr. Manchester, 1968, 365.
8. Курбатов О. К. ЖТФ, 37, вып. 10, 1814, 1967; Курбатов О. К., Щербаков Ю. И. «Приборы и техника эксперимента», № 3, 180, 1968.
9. Брагинский В. Б. «Приборы и техника эксперимента», № 3, 160, 1964.
10. Rantanen R. O., Moen A., Donald E. J. Vac. Sci. and Technol. 7, No. 1, 18, 1970.
11. Carter G. J. Vac. Sci. and Technol. 7, No. 1, 31, 1970.
12. Рейхрудель Э. М., Смирницкая Г. В., Курбанова Л. Р. «Изв. АН СССР», серия физич., 35, № 2, 414, 1971.

Поступила в редакцию
9.4.1971 г.

Кафедра
общей физики для биологов