

02;04;11;12

Рассеяние ионов плазменной струи танталовой мишенью

© В.И. Баткин

Институт химической кинетики и горения СО РАН,
630090 Новосибирск, Россия

(Поступило в Редакцию 11 августа 1998 г.)

Показана возможность наблюдать химическую реакцию на поверхности металлической мишени в бесстолкновительной плазменной струе, анализируя рассеянные поверхностью ионы плазменной струи по их продольной скорости. Мишень выполнена в виде полоски Ta сечением 3×0.1 mm. Энергия ионов 30 eV. После кратковременного прогрева мишени до 1000 K наблюдаются уменьшение тока рассеянных ионов и его последующее восстановление за время 40 s для ионов азота и 60 s для ионов водорода. Релаксация тока рассеянных ионов коррелирует с накоплением на поверхности промежуточного реагента (вероятно, TaO_2Na^+), из которого в дальнейшем образуется экспериментально наблюдаемый ион с массой 245 ± 1 (вероятно, $\text{TaO}_2\text{Na}^+ \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Низкоэнергетичные ионные пучки применяются в технологии для осаждения пленок на поверхности непосредственно [1] и в качестве ассистирующего пучка к потоку ионов более высокой энергии [2]. Плотность тока пучка при энергии ионов менее 100 eV ограничена пространственным зарядом в области ионного экстрактора и не превосходит 1 mA/cm^2 . Плазменная струя дугового генератора плазмы [3] близка по своим свойствам [4] к компенсированному ионному пучку, но имеет значительно бóльшую плотность. После усовершенствования экспандера скорость ионов плазменной струи регулировалась в пределах от 2 до $7.6 \text{ eV}^{0.5}$ при разбросе скоростей $1 \text{ eV}^{0.5}$ [5]. С помощью такой плазменной струи можно не только избирательно воздействовать на поверхность, но и контролировать ее состояние по рассеянию ионов. В настоящей работе рассеянные мишенью ионы анализируются по продольной скорости и массе. Исследуется релаксация танталовой мишени после прогрева.

Схема установки [5] показана на рис. 1. Дуговой генератор плазмы 1 с электродом 2, служащим для регулировки скорости ионов, выбрасывает плазменную струю на мишень 3, снабженную приводом вращения и перемещения. Плоский сеточный диод 4 и коллиматор 5 отбирают ионы для анализа. Ионы сохраняют компоненту скорости, параллельную плоскости диода. Это приводит к их смещению, которое регистрируется профилометрами 6, 7. Профили пучка ионов отображают распределение ионов плазменной струи по продольной скорости. Электроды 5, 8, создающие поперечное электрическое поле для компенсации смещения, коллиматор 9 и масс-спектрометр 10 позволяют анализировать массовый состав и скорости ионов одновременно. Более подробно методика анализа описана в работах [4–6]. Мишень представляла собой полоску тантала марки Т сечением 3×0.1 mm, расположенную на расстоянии 25 mm от входной щели 5 анализатора.

Импульсная плазменная струя создавалась в течение $100 \mu\text{s}$ с интервалом между импульсами не менее 10 s. Генерации плазмы сопутствовал импульсный

напуск газа в количестве $\approx 10^{17}$ молекул, который в течение времени 1 ms повышал давление в окрестности мишени от исходного $\approx 10^{-4}$ Pa до $\approx 10^{-1}$ Pa. Откачка вакуумного объема производилась тремя магниторазрядными насосами НМДО-01-1 (Норд-100). Нагрев мишени производился импульсом тока длительностью 4 s. Диапазон температур 300–1200 K. Импульс тока предшествовал генерации плазменной струи. Характерное время остывания мишени 10 s. Для изучения релаксации мишени после однократного прогрева делалась серия из 30 импульсов плазменной струи. Эксперименты проводились с водородной и азотной плазменной струей. Кинетическая энергия ионов водорода была 30 eV, азота — около 32 eV. Потенциал φ_0 плазмы относительно анода генератора по данным работы [4] связан с кинетической энергией ионов соотношением $\varphi \approx -mv^2/2e$.

Характерный спектр продольных скоростей ионов показан на рис. 2. Правый пик с максимумом $5.5 \text{ eV}^{0.5}$ и шириной на уровне $1/2$ / $1.1 \text{ eV}^{0.5}$ отвечает падающим на мишень ионам. Левый пик с максимумом от $-1.84 \text{ eV}^{0.5}$ при потенциале мишени относительно анода генератора $U_i > -16 \text{ V}$ до $-1.13 \text{ eV}^{0.5}$ при $U_i = -30 \text{ V}$ и шириной $1 \text{ eV}^{0.5}$ создается ионами, идущими с мишени. При $U_i < -30 \text{ V}$ ионы, идущие с мишени, отсутствовали. Поток ионов с мишени имел две составляющие: стимулированную электронной бомбардировкой ионную эмиссию, возрастающую с потенциалом мишени, и рассеянные мишенью ионы плазменной струи. Последние создавали максимум тока при потенциале $U_i = -mv_{\parallel}^2/2e$, когда перпендикулярная плоскости мишени составляющая скорости ионов v_{\perp} гасится электрическим полем и ионы не достигают поверхности. Соотношение эмиттированных и рассеянных ионов можно было менять, изменяя угол θ между нормалью к поверхности мишени и направлением плазменной струи.

На рис. 3 приведена зависимость потока ионов H_2^+ с мишени от угла θ при разных потенциалах мишени U_i . Прогрев мишени не производился. При отрицательных значениях потенциала и малых углах ионы достигают мишени и рассеиваются ее поверхностью. При больших

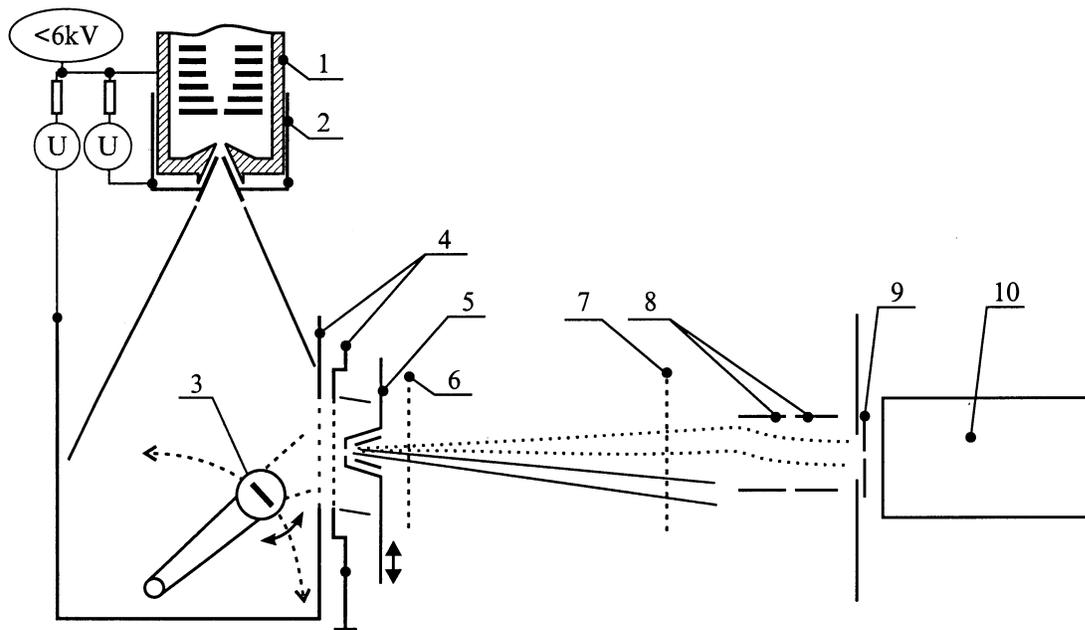


Рис. 1. Схема установки.

углах ионы отражаются электрическим полем и не достигают мишени. Переход от рассеяния к отражению должен происходить для $U_t = -8\text{ V}$ при критическом угле $\theta_c \approx 0.55\text{ rad}$, а для $U_t = -19\text{ V}$ — при $\theta_c \approx 0.9\text{ rad}$, если считать, что электрическое поле сосредоточено в тонком слое. Небольшая величина скачка тока вблизи θ_c означает, что значительная доля частиц рассеивается поверхностью в виде ионов, не претерпевших перезарядки. Это отличается от того, что наблюдается при более высоких энергиях ионов [7]. Для ионов H^+ и H_3^+ скачок тока при переходе от отражения ионов к их рассеянию также незначителен.

Ток эмиттированных ионов не зависел от температуры мишени и не менялся после прогрева. Количество отраженных от мишени ионов при прогреве уменьшалось,

затем релаксировало к прежнему значению за время $\tau \approx 60\text{ s}$. Время релаксации τ существенно больше времени остывания мишени и времени порядка 1 s, которое можно было бы связать с адсорбцией монослоя остаточного газа. Отсутствие релаксационных процессов в потоке эмиттированных мишенью ионов также не позволяет объяснить релаксацию тока отраженных ионов адсорбцией газа. При относительно низком вакууме адсорбции газа не проявляется в экспериментах с танталовой мишенью благодаря способности Ta активно растворять кислород и азот [8], что препятствует образованию плотного слоя адсорбата.

Зависимость вызванного прогревом относительного падения $\Delta I/I$ тока ионов H^+ с мишени от потенциала мишени U_t приведена на рис. 4 для $\theta = 26.5$ (I) и

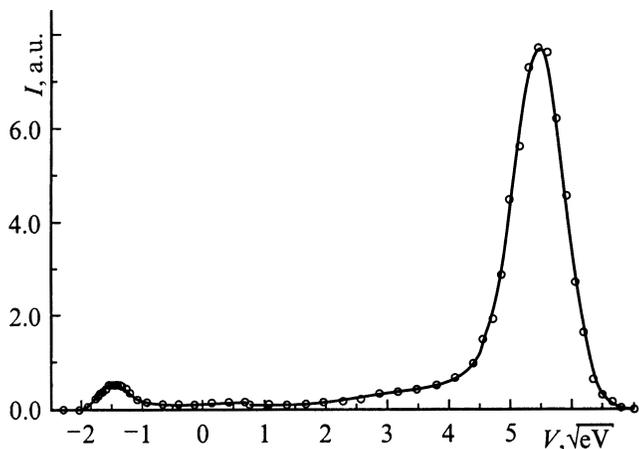


Рис. 2. Спектр продольных скоростей ионов, правый пик — падающие на мишень ионы; левый — ионы, идущие с мишени.

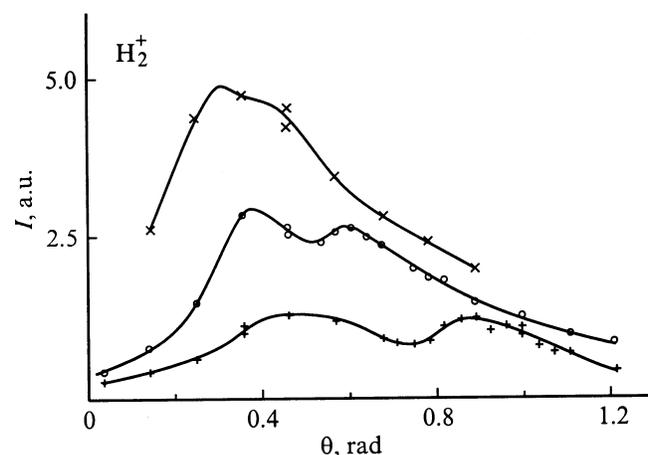


Рис. 3. Зависимость потока ионов H_2^+ с мишени от угла θ при потенциале мишени $U_t = 0$ (x), -8 (o), -19 V (+).

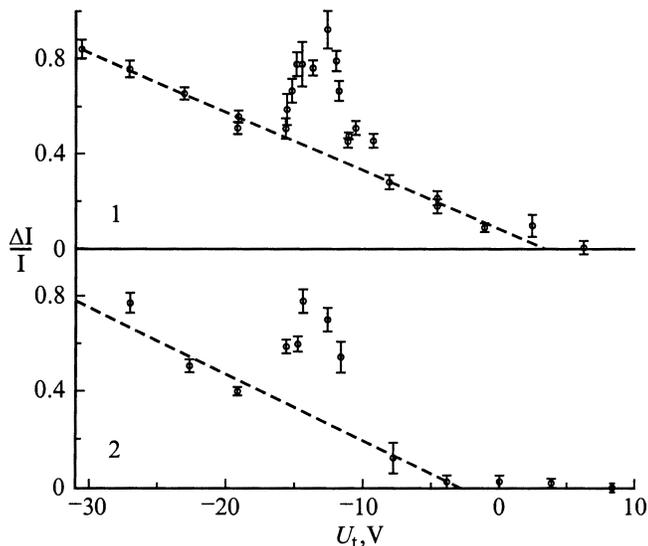


Рис. 4. Относительное падение $\Delta I/I$ тока ионов H^+ с мишени после ее прогрева при разных потенциалах мишени U_t для $\theta = 26.5$ (1) и 39° (2).

39° (2). Температура прогрева $T = 1000$ К достигает насыщения зависимости $\Delta I(T)$. Регистрировались ионы с продольной компонентой скорости вблизи центра спектра скоростей ионов с мишени. Эффект отсутствует при положительных U_t , когда ионы плазменной струи не достигают мишени, и возрастает с уменьшением U_t почти до 100%, когда ионы достигают мишени. Монотонный рост влияния прогрева мишени на количество рассеянных ею ионов при нормальной к поверхности составляющей скорости ионов связан, вероятно, с уменьшением упругого рассеяния ионов чистой поверхностью тантала. Спектр масс рассеянных мишенью ионов отличен от спектра ионов, падающих на нее: в нем в 2–3 раза ниже содержание H_3^+ . При потенциале мишени от -16 до -12 В зависимость $\Delta I/I$ от U_t немонотонная и индивидуальная для разных падающих на мишень ионов. Для ионов H^+ она имеет хорошо воспроизводимый пик, положение которого не зависит от ориентации мишени. Этот пик характерен только для ионов, рассеянных мишенью упруго и достигших анализатора с большой продольной скоростью. Поскольку положение пика не зависит от угла падения ионов, то он, вероятно, создается их однократным упругим рассеянием на локальных рассеивающих центрах. Относительно большая энергия максимума сечения рассеяния означает наличие значительного объемного потенциала в окрестности центров.

Временной ход релаксации тока ионов с мишени после ее прогрева близок к экспоненциальному. Это видно из рис. 5, на котором данные токов ионов водорода аппроксимированы функцией $A - B \exp(-t/\tau)$. Измерения проводились при $U_t = -19$ В после прогрева мишени до 1000 К. Времена релаксации τ для ионов H^+ , H_2^+ , H_3^+ практически одинаковы и равны соответственно 58 ± 3 , 59 ± 5 и 63 ± 4 с. Влияние облучения и вакуумных условий на время τ не обнаружено. Релаксация после прогрева

является свойством материала мишени. Эксперименты с азотной плазменной струей дали время $\tau = 40 \pm 2$ с для N^+ и $\tau = 40 \pm 8$ с для N_2^+ . Большое время τ в экспериментах с водородной плазменной струей связано, видимо, с тем, что водород попадает в поверхностный слой металла и замедляет там процессы диффузии.

Кроме рассеяния ионов плазменной струи изучалась эмиссия ионов с нагретой мишени при отсутствии плазмы. При температуре $T > 950$ К наблюдалась эмиссия ионов K^+ и Na^+ с током больше 10^{-11} А. При температуре выше 650 К в течение времени 0.25 с происходила эмиссия ионов с массой 245 ± 1 (вероятно, $TaO_2Na^+ \cdot H_2O$) с незначительной примесью более тяжелых ионов (включая $TaO_2K^+ \cdot H_2O$). Изучалась зависимость эмиссии ионов от интервала времени t , разделяющего последний прогрев и предыдущий. Так K^+ и Na^+ не зависел от t . Ток тяжелых ионов при малых t отсутствовал и затем восстанавливался по закону $\sim t^2$, свойственному двухстадийной химической реакции. Вероятно, первой стадией реакции является образование из окисла TaO_2 иона TaO_2Na^+ . Вторая стадия — образование комплексного иона $TaO_2Na^+ \cdot H_2O$. Концентрация продукта первой стадии реакции (вероятно, TaO_2Na^+) имеет время релаксации около $\tau_e = 40 \pm 5$ с при отсутствии напуска газа в вакуумный объем. Периодический с интервалом 10 с напуск водорода через газовый клапан ионного источника увеличивает время τ_e до 60 ± 8 с. Напуск азота не влияет на время релаксации. Длительность второй стадии около 300 с. Участие с этой стадии реакции молекул воды подтверждается косвенно: напуск при нагретой мишени O_2 или H_2 (давление 0.1 Па в течение 1 с) увеличивает наблюдающуюся при следующем прогреве эмиссию тяжелых ионов.

Характеризующая эмиссию ионов танталовой мишени величина τ_e близка ко времени релаксации τ тока рассеянных мишенью ионов плазменной струи и одинаково с ним зависит от газовой среды, в которой находится мишень. Это указывает на связь рассеяния ионов танталовой мишенью с химической реакцией, завершающейся

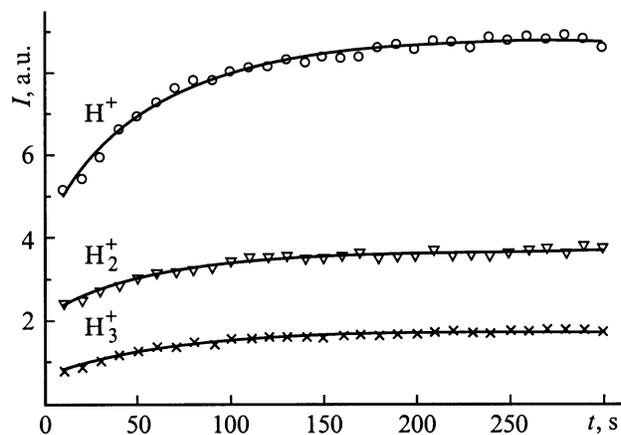


Рис. 5. Релаксация тока рассеянных мишенью ионов после ее прогрева.

образованием на ее поверхности ионов с массой 245 ± 1 (вероятно, $\text{TaO}_2\text{Na}^+ \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Результаты настоящей работы показывают, что можно, поместив металлическую мишень в плазменную струю и анализируя рассеянные поверхностью металла ионы плазменной струи по их продольной скорости, наблюдать химическую реакцию на поверхности твердого тела.

Работа поддержана грантом Минобразования РФ по фундаментальным исследованиям в области ядерной техники и физики пучков ионизирующих излучений.

Список литературы

- [1] *Габович М.Д., Плещивцев Н.В., Семашко Н.Н.* Пучки ионов и атомов для управляемого термоядерного синтеза и технологических целей. М.: Энергоатомиздат, 1986. 249 с.
- [2] *Ensinger W.* // Rev. Sci. Instr. 1992. Vol. 63. N 11. P. 5217–5233.
- [3] *Димов Г.И., Росляков Г.В.* // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез. 1984. Вып. 3/16. С. 3–15.
- [4] *Баткин В.И.* // ЖТФ. 1996. Т. 66. Вып. 3. С. 37–42.
- [5] *Баткин В.И., Савченко О.Я.* // Современная электротехнология в машиностроении. Тула: Изд-во ТГУ, 1997. С. 211–214.
- [6] *Баткин В.И., Савченко О.Я.* // ПМТФ. 1995. Т. 36. № 6. С. 35–36.
- [7] *Барнет К., Харрисон М.* Прикладная физика атомных столкновений. Плазма. М.: Энергоатомиздат, 1987. 431 с.
- [8] Ниобий и тантал / Под ред. О.П. Колчина. М.: ИЛ, 1960. 485 с.