

сигналов для разных типов образцов имеет свои характерные особенности. Так, у образца без покрытия высокочастотные сигналы вообще практически не наблюдаются, а основную массу составляют сигналы с частотами менее 250 кГц, а у образцов с покрытием - средне и высокочастотные сигналы.

Из общих соображений можно предположить, что единые по природе происхождения сигналы АЭ имеют сходные значения энергии и медианной частоты, поэтому разбиение импульсов на кластеры в пространстве признаков $E-F_{med}$ должно свидетельствовать о различной природе источников АЭ. Всего можно выделить три кластера, причем, что и неудивительно, их частоты соответствуют установленным выше диапазонам. Наибольшую энергию имеет низкочастотный кластер. Поскольку низкочастотные импульсы наблюдаются только для образцов без покрытия или для покрытых образцов после обнажения подложки, очевидно, что низкочастотный кластер связан с деформированием подложки.

Для установления природы происхождения импульсов АЭ, принадлежащих двум другим кластерам, была проведена растровая электронная микроскопия поверхности исследуемых образцов на различных этапах деформирования. В результате данного исследования установлено следующее.

Для всех образцов с покрытиями при деформациях, соответствующих первому максимуму огибающей АЭ, каких-либо следов разрушения покрытия не обнаружено. Это подтверждает сделанное выше предположе-

ние о связи первого пика АЭ с микропластической деформацией покрытия, активность которой определяется уровнем остаточных напряжений в покрытии после осаждения.

Повторный подъем огибающей АЭ вызван образованием в покрытии кривой регулярной сетки трещин по сдвиговому механизму и появлением внутри нее более коротких перпендикулярных оси растяжения трещин отрыва. Установлено: импульсы высокочастотного диапазона ответственны трещины, развивающиеся по сдвиговому механизму, а среднечастотного – трещины отрыва.

На основании проведенного исследования покрытия TiN на подложке 12X18H10T сделаны следующие выводы.

1) Величина первого пика огибающей АЭ определяется уровнем остаточных напряжений в покрытии после его осаждения и может служить косвенным показателем склонности данного покрытия к хрупкому разрушению. Формирование второго максимума огибающей АЭ связано с процессами деструкции покрытия, а положение максимума определяется пластическими свойствами покрытия.

2) Путем выделения кластеров на точечных диаграммах в пространстве признаков медианная частота - энергия можно проводить разбраковку импульсов АЭ по природе их происхождения.

3) Наличие высокочастотного кластера связано с процессом трещинообразования по сдвиговому механизму, а среднечастотного – по механизму отрыва.

УДК 533.5

ВЫСОКОВАКУУМНЫЙ СТЕНД ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ТОНКИХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК

Н. В. Камышанченко, И. С. Мартынов

Белгородский государственный университет

И. М. Неклюдов, В. Ф. Рыбалко

НИЦ Харьковский физико-технический институт

В работе описана конструкция высоковакуумного стенда для получения тонких пленок металлов. Предварительное разряжение в экспериментальной камере, до давления

(2-3). 10^6 Па создается высоковакуумными диффузионными насосами. Фоновое давление, примерно (1-2) 10^{-7} Па, достигается с помощью криосорбционного насоса с жидким водородом или гелием в качестве хладагента. Испарение металла осуществляется охлаждаемым электронно-лучевым испарителем при давлении не выше, чем (2-3) 10^{-6} Па.

Тонкие пленки (толщиной $10\text{-}10^4$ Å), помимо широкого применения в технике, служат объектом многочисленных лабораторных исследований. Главным требованием, предъявляемым к пленкам, используемым для исследовательских целей, является их чистота, т.е. отсутствие примесей, способных неконтролируемым образом изменять их структуру, физические и химические свойства. Однако, как показал анализ литературных данных [1-3], получение тонких металлических пленок с приемлемым содержанием примесей, хотя бы на уровне $C \leq 10^{-3}$ по газовым компонентам, оказывается довольно сложной задачей, в особенности, если речь идет о пленках химически активных металлов.

Наиболее распространенным методом получения тонких металлических пленок служит испарение навески металла достаточно высокой исходной чистоты в вакууме и конденсация его паров на подложки различной природы. При такой технологии получения пленок источниками примесей могут служить испарители (тигли), подложки, на которых идет конденсация, заслонки и другие элементы установки. Но наиболее интенсивным источником примесей в напыляемой пленке является газовая среда в камере, где ведется напыление. Качество напыляемых пленок, как правило, очень сильно зависит как от глубины вакуума, так и от состава остаточного газа в этой камере. Причем степень разрежения в камере до включения испарителя практически не влияет на качество получаемых пленок. Определяющим является вакуум, который поддерживается в камере непосредственно в процессе напыления пленки, многие из используемых в различных лабораторных установках позволяют обеспечить фоновое давление в рабочей камере на уровне 10^{-8} и 10^{-9} Па, но при включении испарителя вакуум ухудшается и во время напыления поддерживается на уровне 10^{-5} .. 10^{-4} Па. В настоящем сообщении при-

ведено описание конструкции и рабочих характеристик вакуумного напылительного стенда, позволяющего производить напыление пленок в вакууме не хуже, чем (2-3). 10^{-6} Па. Общий вид напылительного стенда показан на рис.1.



Рис 1. Общий вид высоковакуумного стенда с криосорбционным насосом, охлаждаемым жидким водородом или гелием для получения тонких пленок.

Схематический чертеж стенда представлен на рис.2.

Как видно из рис.2, основными элементами стенда являются вакуумная камера (1) объемом около 15 л и система предварительной откачки камеры, состоящая из вакуумного откачного агрегата.

Вакуумная камера (1) содержит испаритель (2) с навеской распыляемого материала, держатель подложек (4), на которых идет конденсация, и шторку-заслонку (5) между испарителем и держателем подложек. Для откачки камеры на предельный вакуум и поддержания сверхвысокого вакуума во время напыления пленок используется криосорбционный насос, состоящий из двух коаксиально расположенных сосудов Дьюа-

ра, из которых наружный заполняется жидким азотом, а внутренний – жидким водородом. Внутренний сосуд имеет рубашку из нескольких слоев углеродной ткани (5), служащей сорбентом. Заполняемый жидким азотом сосуд Дьюара экранирует внутренний водородный (6) сосуд от стенок камеры, находящихся при комнатной температуре.

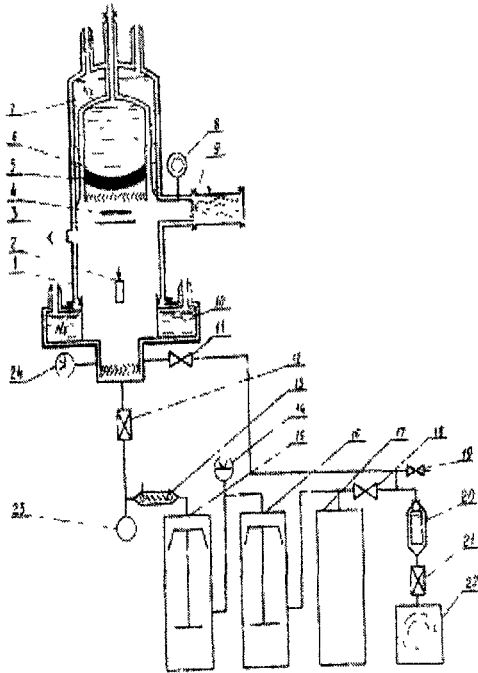


Рис. 2. Схема высоковакуумного стенда:

1 – вакуумная камера; 2 – электронно-лучевой испаритель; 3 – шторка; 4 – подложки; 5,6 – криосорбционный насос; 7, 10 – азотные экраны; 3, 14, 23, 24 – вакуумметрические датчики; 9 – масс-спектрометрический датчик; 11, 18 – вакуумные вентили; 12, 21 – вакуумные клапаны; 13 – азотная ловушка; 15, 16 – высоковакуумные диффузионные насосы; 17 – форбалон; 19 – вентиль для напуска газов; 20 – форвакуумная азотная ловушка; 22 – механический форнасос.

В нижней части вакуумной камеры расположен еще один сосуд Дьюара (10), заполняемый жидким азотом. Между верхним (7) и нижним (10) сосудами Дьюара находится охлаждаемый с их помощью медный цилиндр, экранирующий стенки вакуумной камеры, находящиеся при комнатной темпе-

ратуре, с целью улучшения вакуумных условий в зоне напыления.

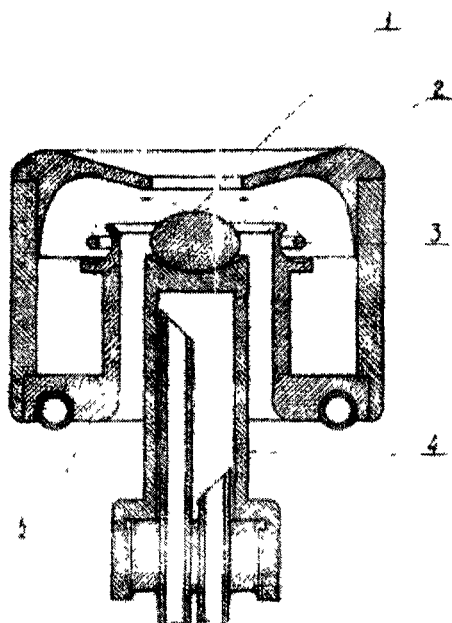
Предварительная откачка рабочей камеры осуществляется с помощью высоковакуумного откачного агрегата, состоящего из форнасоса (22) с азотной ловушкой (20), бустерного (16) и высоковакуумного (15) паромасляных диффузионных насосов с азотной ловушкой (13) между реципиентом и последней ступенью откачки. Агрегат обеспечивает предварительное разрежение $(2-3) \cdot 10^{-5}$ Па. После прогрева и обезгаживания системы, в первую очередь, элементов криосорбционного насоса и испарителя, агрегат отсекается от рабочей камеры с помощью шибберного вакуумного клапана, и дальнейшая откачка ведется только с помощью криосорбционного насоса.

В качестве подложек для напыления мы использовали как свежие сколы солей NaCl или KCl в виде пластинок толщиной 1...1,5 мм, так и металлические фольги толщиной до 300 мкм. Конструкция держателя подложек обеспечивает возможность их обезгаживания с помощью косвенного нагрева вплоть до температур $\sim 1200-1300$ К, а также контроль температуры с помощью термопары в течение всего времени эксперимента.

Наибольшее влияние на рабочий вакуум в камере и чистоту напыляемых пленок оказывает, по-видимому, испаритель. Выбор адекватной конструкции испарителя позволяет, во-первых, предотвратить загрязнение навески распыляемого материала химическими компонентами тигля или тугоплавкой подложки и т.п., во-вторых, предотвратить ухудшение вакуумных условий в камере напыления при включении и работе испарителя за счет гажения нагреваемых элементов испарителя, а также за счет гажения стенок вакуумной камеры под действием теплового излучения испарителя.

Для устранения указанных недостатков нами был использован электронно-лучевой испаритель, прототипом которого послужило устройство, описанное в [4].

Схематический чертеж испарителя показан на рис.3.



Р и с . 3. Конструкция электронно-лучевого испарителя: 1 – испаряемый материал; 2 – фокусирующий электрод; 3 – кольцевой катод 4 – охлаждаемый анод (тигель); 5 – охлаждаемый экран.

Главной особенностью этого устройства является то, что помимо испаряемой навески единственным нагреваемым его элементом является нить-катод (3), имитирующая электроны. Подложка (4), на которой находится предварительно сформированная навеска, является водоохлаждаемой, поэтому ее поверхность нагревается не очень сильно. Электронным лучом плавится только верхняя часть навески. Нижняя часть навески находится в контакте с водоохлаждаемой поверхностью и имеет температуру, не очень сильно отличающуюся от температуры подложки. Электрод (2) совмещает в себе роль Венельтова цилиндра, улучшающего сбор электронов и фокусировку электронного пучка, и радиационного экрана, предотвращающего попадание теплового излучения катода, а также излучения и потока пара от навески на стенки вакуумной камеры. Такая конструкция испарителя позволила существенно уменьшить термодесорбцию газов как с элементов самого испарителя, так и со стенок вакуумной камеры.

Конструкция вакуумного напылительного стенда позволила вести процесс напыления пленок в условиях сверхвысокого вакуума $((2...3) \cdot 10^{-6} \text{ Па})$ и получить пленки с содержанием газовых примесей не более $2 \cdot 10^{-4}$. Так, при исследовании напыленных поликристаллических никелевых пленок с помощью Оже-анализа было найдено, что по содержанию примесей они не отличаются от эталонного монокристалла никеля чистотой 99,999 ат%.

Полученные с помощью описанного устройства поли- и монокристаллические пленки Ni, Cr, Fe использовались в экспериментах, описанных в [5,6], а пленки Pd и Ti в работе [7].

Полученные с помощью описанного устройства поли- и монокристаллические пленки Ni, Cr, Fe использовались в экспериментах, описанных в [5,6], а пленки Pd и Ti в работе [7].

Библиографический список

1. В. С. Коган, А. Л. Серюгин. Исследование влияния парциального давления отдельных компонент криогенного вакуума на структуру и свойства тонких пленок. Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Низкотемпературная адсорбция и криогенный вакуум. Вып.1. – Харьков: ФТИ АН УССР, 1971. – С.117-124
2. I. M. Belii, F. F. Komarov, V. S. Tishkov Formation of chemical compounds by ion bombardment of thin transition metal films // Phys.Stat.Sol.(a). 1978, vol. 45, p.343-352.
3. И. М. Белый, Ф. Ф. Комаров, В. С. Тишков, В. М. Янковский. Образование химических соединений при ионной бомбардировке тонких пленок переходных металлов. – ФХОМ, 1979, 1, С.48-53.
4. Л. Майссел, Р. Глэнг Технология тонких пленок. – М.: Изд-во «Сов.радио». 1977. – Т.1.
5. Мартынов И. О., Мапошенко Н. Н., Морозов А. Н. и др. Исследование структурных изменений в никеле при облучении ионами гелия. Вопросы атомной науки и техники. Сер.:Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. 1983. – Вып.2(25). – С.101-105.
6. Зеленский В.Ф., Неклюдов И.М., Мартынов И.С. и др. О природе фазовых превращений индуцированных ионной бомбардировкой в тонких пленках переходных металлов. Препринт. – Харьков: ХФТИ АН УССР, 1988. – 16 с.
7. Зеленский В. Ф., Рыбалко В. Ф., Морозов А. Н. и др. Эксперименты по холодному ядерному синтезу в Pd и Ti, насыщенных дейтерием методом ионной имплантации. Препринт. – Харьков: ХФТИ АН УССР, 1989. – 25 с.