

## ЭФФЕКТИВНЫЕ КОЭФФИЦИЕНТЫ РАСПЫЛЕНИЯ ТИТАНА, НИКЕЛЯ, МОЛИБДЕНА И СТАЛИ 12Х18Н10Т ИОНАМИ АРГОНА

## EFFECTIVE SPUTTERING YIELDS OF TITANIUM, MOLYBDENUM AND STAINLESS STEEL AISI 321 INDUCED BY ARGON IONS

Д.В.Духопельников,  
В.А.Рязанов, (ORCID: 0000-0002-0032-6380)  
Д.К.Алексеев,  
Я.Д.Деев,  
О.В.Дулиенко, / rzn@bmstu.ru

D.V. Dukhopelnikov, V.A.Riazanov, (ORCID: 0000-0002-0032-6380)  
D.K.Alekseev, Y.D.Deev, O.V.Dulienko,

МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва

*Для расчета времени работы катода магнетронной распылительной системы необходимо знать коэффициент распыления материала катода. В работе представлены эффективные коэффициенты распыления металлов ионами аргона в диапазоне энергий ионов от 300 до 450 эВ.*

*When designing magnetron sputtering systems (MSS), it is necessary to know the cathode resource. It is determined by the cathode's material sputtering yield. Effective sputtering yields of the materials induced by argon ions were obtained. There is a large amount of data on sputtering yields. However, many of them are not obtained for the ion energies that occur in the MSS. The average energy of argon ions was in the range from 300 to 450 eV and was determined as 80% of the discharge voltage. The effective sputtering yields were determined by the cathode MSS mass difference before and after sputtering.*

Ключевые слова: *эффективный коэффициент распыления, магнетронная распылительная система, конструкционный материал, ионный поток*

Keywords: *effective sputtering yield, magnetron sputtering system, structural material, ion flow*

### ВВЕДЕНИЕ

Магнетронные распылительные системы (МРС) активно применяются в различных отраслях промышленности: оптической [1–3], электронной [1, 4–6], машиностроительной [7–9] и других [10 – 12]. Кроме того МРС используют и в качестве устройства, моделирующего воздействие ионных потоков различных газов на конструкционные материалы [11 - 13]. Независимо от цели применения МРС, элементом, определяющим ресурс её работы, является катод-мишень. Разрушение катода происходит за счет распыления ионами рабочего газа, ускоренными в разрядном промежутке. Так как возможность дальнейшего использования катода определяется минимально допустимой толщиной в зоне максимальной выработки, то при проектировании МРС важно знать профиль распыления катода и коэффициент распыления материала катода ионами рабочего газа.

Существует большое количество данных по коэффициентам распыления различных материалов [14 - 19]. Однако далеко не все, в том числе и часто используемые металлы, исследованы в диапазоне энергий ионов, которые встречаются в магнетронных распылительных системах. Представленная работа посвящена определению эффективных

коэффициентов распыления титана, никеля, молибдена и стали 12X18H10T в диапазоне энергий ионов от 300 до 450 эВ.

## МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Во многих работах, посвященных коэффициентам распыления, в основном рассматривается воздействие на монокристаллические материалы моноэнергетических пучков ионов в глубоком вакууме. В МРС поток ионов, бомбардирующих катод, не является моноэнергетичным, а катоды изготавливаются из поликристаллических материалов.

В работах [11, 12, 16, 19] вводится понятие эффективного коэффициента распыления. Эффективный коэффициент распыления  $S_{\text{эф}}$  может быть определен как средний коэффициент распыления при энергии ионов, равной средней энергии ионов в разряде МРС  $\langle E_i \rangle$ .

$$S_{\text{эф}} = \int_0^{\infty} S(E_i) \cdot f(E_i) \cdot dE_i, \quad \langle E_i \rangle = \int_0^{\infty} f(E_i) E_i dE_i \quad (1)$$

где  $S(E_i)$  – коэффициент распыления при заданной энергии ионов  $E_i$ ,  $f(E_i)$  – функция распределения ионов по энергиям.

Средняя энергия ионов определялась как величина, пропорциональная напряжению разряда  $U_p$  [16]:

$$\langle E_i \rangle = 0,8 eU_p \quad (2)$$

В представленной работе эффективный коэффициент распыления определялся по разнице масс катода до и после распыления  $M_1$  и  $M_2$  соответственно:

$$S_{\text{эф}} = \frac{e \cdot (M_1 - M_2)}{m_p \cdot M_a \cdot I \cdot t} \quad (3)$$

где  $m_p$  – масса протона,  $M_a$  – атомная масса материала мишени,  $I$  – ток разряда,  $t$  – время распыления,  $e$  – заряд электрона. Массы катодов определялись с помощью весов *Sartorius CPA225D* с точностью до  $1 \cdot 10^{-5}$  г.

Относительная атомная масса стали 12X18H10T определялась как сумма массовых долей элементов, входящих в состав сплава:

$$M_a = \sum_i M_i n_i, \quad (4)$$

где  $M_i$  – относительная атомная масса  $i$ -ого элемента сплава,  $n_i$  – массовая доля  $i$ -ого элемента сплава. Согласно выражению (4) расчетная относительная атомная масса стали 12X18H10T составила 54,2 а.е.м. Состав сплава контролировался рентгенофлуоресцентным анализатором *Bruker SI Titan*.

Исследование проводилось на экспериментальном стенде с цилиндрической вертикальной вакуумной камерой диаметром 500 мм и высотой 500 мм. В качестве магнетронной распылительной системы использовалась система МРС-50 с диаметром катода 50 мм и толщиной 4 мм.

Питание разряда осуществлялось источником питания *MKS Instruments RPG-50E*, работающим в режиме стабилизации тока. Напряжение разряда поддерживалось на заданном уровне изменением давления аргона. Давление аргона в вакуумной камере менялось в диапазоне от  $2 \cdot 10^{-2}$  до  $3 \cdot 10^{-1}$  Па. Ток разряда менялся в диапазоне от 0,2 до 1,2 А. Определение эффективных коэффициентов распыления металлов проводилось при напряжениях разряда от 350 до 630 В.

## РЕЗУЛЬТАТЫ

На рис. 1 представлены полученные эффективные коэффициенты распыления исследуемых материалов ионами аргона со средней энергией от 300 до 450 эВ. Также для каждого материала представлены результаты работ других авторов. На рисунке 1г для сравнения представлены результаты распыления железа ионами аргона [8, 9], так как

данных по стали 12X18H10T найдено не было, а железо составляет приблизительно 67% массы от общего состава сплава.

Как видно, зависимости эффективных коэффициентов распыления титана, никеля и стали ионами аргона носят возрастающий характер. Для титана и никеля полученные данные хорошо согласуются с работами других авторов. При этом значения эффективных коэффициентов завышены, особенно для молибдена.

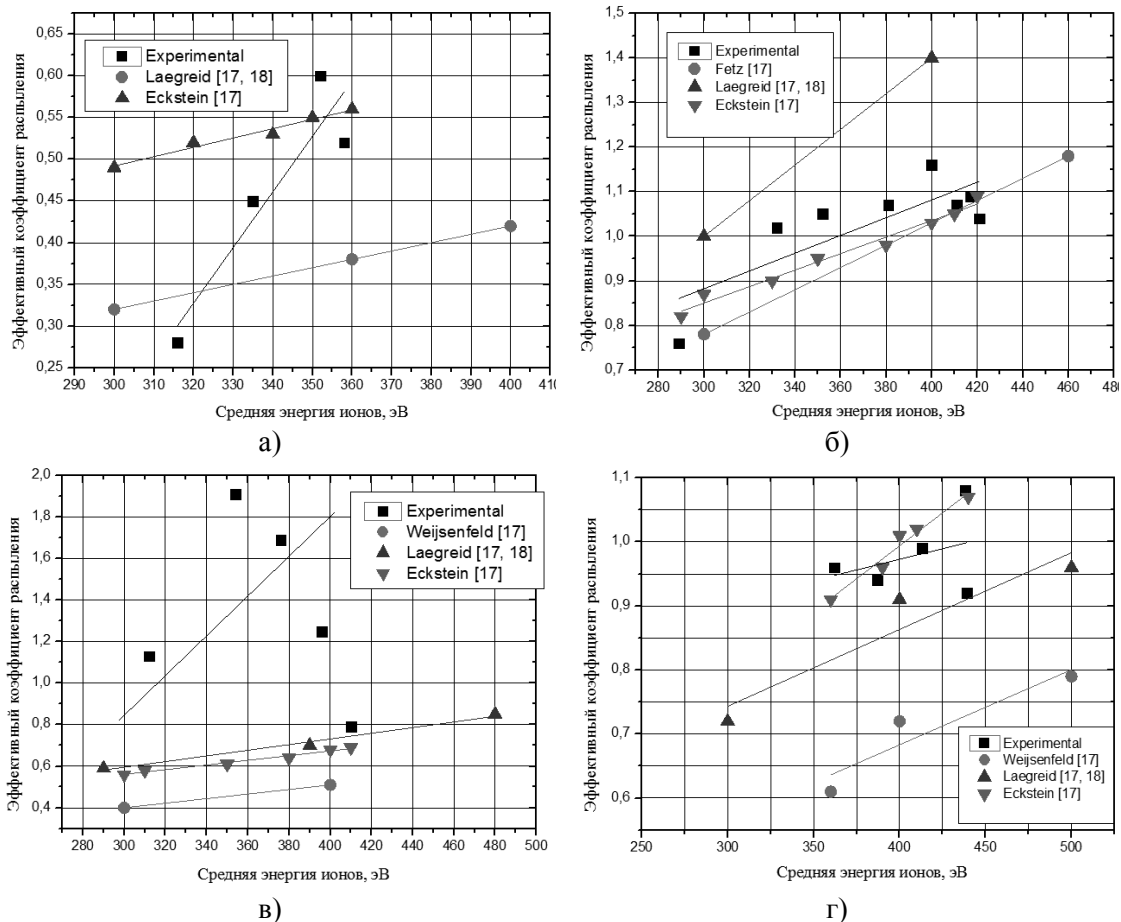


Рис. 1. Эффективные коэффициенты распыления а) титана, б) никеля, в) молибдена и г) стали 12X18H10T.

При больших плотностях тока в разрядном промежутке увеличивается доля атомов металла катода. Таким образом в МРС с ростом тока разряда увеличивается роль самораспыления. Так как коэффициенты распыления ионами металла, из которого изготовлен катода, больше [17], чем коэффициенты распыления ионами газа, то и полученные эффективные коэффициенты распыления завышены, по сравнению с результатами других авторов.

Кроме того, при работе на катоде, изготовленного из порошкового молибдена, наблюдался локальный перегрев катода и вылет с поверхности отдельных частиц порошка молибдена. Также хотелось бы отметить, что при работе на аргоне количество вылетающих частиц порошка было значительно больше, чем во время исследований, представленных в работе [16].

## ВЫВОДЫ

Эффективные коэффициенты распыления ионами аргона в диапазоне энергий ионов от 300 до 450 эВ для титана лежат в диапазоне от 0,3 до 0,7, для никеля – от 0,7 до 1,3, для молибдена – от 0,8 до 2, а для стали 12X18H10T – от 0,9 до 1,1.

Для титана и никеля эффективные коэффициенты распыления больше в 1,1 – 1,7 раза, чем коэффициенты распыления, полученные при воздействии моноэнергетичным пучком.

Было выдвинуто предположение, что завышение эффективных коэффициентов распыления металлов вызвано увеличением роли процесса самораспыления с увеличением тока разряда.

#### **ФИНАНСОВАЯ ПОДДЕРЖКА**

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-38-00522 мол\_а.

#### **ЛИТЕРАТУРА**

1. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Воробьев Е.В., Ивахненко С.Г., Бульчев В.С., Рязанов В.А., Афонин О.И. Решения МГТУ им. Н.Э. Баумана и компании «НПП «УВН» для тонкопленочной технологии оптической и электронной промышленности. Материалы XII Международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология». Москва, Новелла, 2017.
2. Vergohl M, Werner O, Bruns S. New developments in magnetron sputter processes for precision optics. Proceedings of the Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers (SPIE). Vol. 7101. Bellingham, WA: SPIE- Int. Soc. Optical Engineering (2008). p. 71010B. DOI: 10.1117/12.797190
3. Gledhill, S.; Steyer, K.; Weiss, C.; Hildebrandt, C. HiPIMS and DC Magnetron Sputter-Coated Silver Films for High-Temperature Durable Reflectors. Coatings 2019, 9, 593. DOI: 10.3390/coatings9100593.
4. Cemin F, Lundin D, Cammilleri D, Maroutian T, Lecoer P, Minea T. Low electrical resistivity in thin and ultrathin copper layers grown by high power impulse magnetron sputtering. J Vacuum Sci Technol A (2016) 34:051506. DOI: 10.1116/1.4959555
5. Mayes ELH, Murdoch BJ, Bilek MMM, McKenzie DR, McCulloch DG, Partridge JG. Co-deposition of band-gap tuned Zn<sub>1-x</sub>Mg<sub>x</sub>O using high impulse power- and dc-magnetron sputtering. J Phys D Appl Phys. (2015) 48:135301. DOI: 10.1088/0022-3727/48/13/135301
6. Meskinis S, Gudaitis R, Vasiliauskas A, Ciegis A, Slapikas K, Tamulevicius T, et al. Piezoresistive properties of diamond like carbon films containing copper. Diamond Relat Mater. (2015) 60:20–25. DOI: 10.1016/j.diamond.2015.10.007
7. Ehiasarian AP, Hovsepian PE, Hultman L, Helmersson U. Comparison of microstructure and mechanical properties of chromium nitride-based coatings deposited by high power impulse magnetron sputtering and by the combined steered cathodic arc/unbalanced magnetron technique. Thin Solid Films (2004) 457:270–7. DOI: 10.1016/j.tsf.2003.11.113
8. Ehiasarian AP, Munz WD, Hultman L, Helmersson U, Petrov I. High power pulsed magnetron sputtered CrN<sub>x</sub> films. Surf Coat Technol. (2003) 163:267–72. DOI: 10.1016/S0257-8972(02)00479-6
9. Hovsepian PE, Ehiasarian AP, Braun R, Walker J, Du H. Novel CrAlYN/CrN nanoscale multilayer PVD coatings produced by the combined High Power Impulse Magnetron Sputtering/Unbalanced Magnetron Sputtering technique for environmental protection of gamma-TiAl alloys. Surf Coat Technol. (2010) 204:2702–8. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.02.021
10. Kment S, Hubicka Z, Krysa J, Olejnicek J, Cada M, Gregora I, et al. High-power pulsed plasma deposition of hematite photoanode for PEC water splitting. Catal Today (2014) 230:8–14. DOI: 10.1016/j.cattod.2013.11.045
11. D.V. Dukhopelnikov et. al., Effective sputtering yields of alloys chromel and kopel with argon ions in magnetron sputtering system. 2019 J. Phys.: Conf. Ser. 1313 (2019) 012015 DOI:10.1088/1742-6596/1313/1/012015

12. Duhopelnikov D.V., Ryazanov V.A., Shilov S.O. Titanium, titanium nitride, copper and molybdenum persistence under exposure to ion flow nitrogen-oxygen mixture. AIP Conference Proceedings 2171, 170030 (2019), DOI: 10.1063/1.5133341
13. Sharapov V.M., Zimin A.M., Krivitsky S.E., et al. // J. Surf. Investig. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. 2015. V. 9. Iss. 4. P. 673-678. DOI: 10.1134/S1027451015040187
14. Almen O., Bruce G. «Sputtering experiments in the high energy region» // Nuclear Instruments and Methods. – 1961. №11. – с. 279-289
15. Л. Пранявичюс, Ю. Дудонис «Модификация свойств твердых тел ионными пучками». – Вильно Мокслас, 1980. – 242 с., ил.
16. Dukhopelnikov D.V., Riazanov V.A., Vorob'ev E.V., et. al. // Effective sputtering yields of titanium, titanium nitride and molybdenum induced by nitrogen ions and ions of nitrogen-jxygen mixtures. J. Surf. Investig. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. - 2016. - V. 10. - Iss. 6. - P. 1202-1207. DOI: 10.1134/S1027451016050712
17. Behrisch R., Eckstein W. «Sputtering by Particle Bombardment: Experiments and Computer Calculations from Threshold to MeV Energies», 2007. – 509 с.
18. Laegreid N., Wehner G. «Sputtering Yields of Metals for Ar+ and Ne+ Ions with Energies from 50 to 600 eV» // Journal of Applied Physics. – 1961. - №32. – с. 365-369.
19. D. Depla «On the effective sputter yield during magnetron sputter deposition» // Journal of Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. – 2014. - №328. – с. 65-69. DOI: 10.1016/j.nimb.2014.03.001