

## **ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЛАЗЕРНЫХ МИШЕНИЙ МЕТОДАМИ ВАКУУМНОГО НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ**

А.И. Арефьев, В.Н. Горнов, Л. Е. Пешкичева, О. С. Юрченко, Л. Е. Гусс, А.В. Савельев, А. П. Котов

### **АННОТАЦИЯ**

В статье представлены результаты отработки технологии изготовления многослойных тонкопленочных лазерных мишеней. Приведены результаты исследования как исходных материалов, использованных для изготовления мишеней, так и полученных образцов тонких пленок.

### **КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА**

ТЕХНОЛОГИЯ, ЛАЗЕРНЫЕ МИШЕНИ, ЛАЗЕРНЫЙ ИМПУЛЬС, ВАКУУМНОЕ НАПЫЛЕНИЕ, ТУГОПЛАВКИЕ МАТЕРИАЛЫ, ТОНКИЕ ПЛЕНКИ, ИССЛЕДОВАНИЕ МАТЕРИАЛОВ И ПОКРЫТИЙ

## **FABRICATION OF LASER TARGETS BY VACUUM COATING**

A.I. Arefev, V.N. Gornov, L.E. Peshkicheva, O.S. Yurchenko, L.E. Guss, A.V. Savelyev, A.P. Kotov

### **ABSTRACT**

The article presents the results of the development of technology for the manufacture of multilayer thin-film laser targets. The results of the study of both the starting materials used for the manufacture of targets and the obtained samples of thin films are presented.

### **KEYWORDS**

TECHNOLOGY, LASER TARGETS, LASER PULSE, VACUUM DEPOSITION, REFRACTORY MATERIALS, THIN FILMS, INVESTIGATION OF MATERIALS AND COATINGS

### **ВВЕДЕНИЕ**

В РФЯЦ-ВНИИТФ проводятся эксперименты по исследованию спектральных пробегов излучения на мощных лазерных установках с ультракороткой длительностью импульса. Идея экспериментов заключается в быстром нагреве тонкого (0,1-0,4 мкм) плоского слоя исследуемого вещества (Al, Cu, Au...) ультракоротким лазерным импульсом и измерению спектров рентгеновской эмиссии (поглощения) нагретого слоя. Для предотвращения разлета слоя исследуемого вещества он помещается в обкладки из легкого тугоплавкого материала (В, С, СН, Ве) с толщиной от 1 до 4 мкм, который полностью ионизован и прозрачен для выходящего излучения внутреннего захороненного слоя [1], [2]. Для отработки технологии изготовления таких мишеней была выбрана конструкция В-Al-В. Мишени представляют собой многослойную свободновисящую пленку, закрепленную в оправке из нержавеющей стали с отверстием диаметром 1 мм (рис. 1). Количество и варианты толщин слоев приведены в таблице 1. Для оценки необходимых вариантов мишеней по толщинам слоев использованы работы [3], [4].

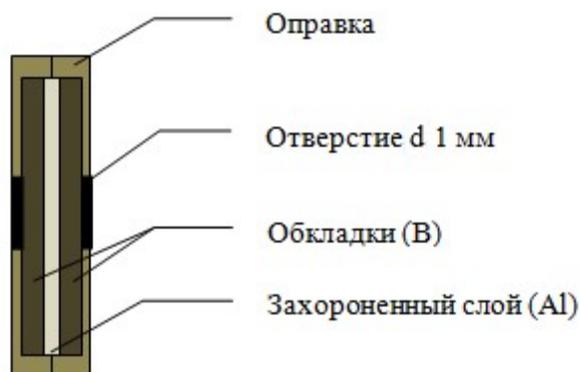


Рис. 1. Схема конструкции мишени Al-B-Al

Таблица 1  
 Параметры мишеней

№	Толщина первого обкладочного слоя (B), мкм	Толщина исследуемого материала (Al), мкм	Толщина второго обкладочного слоя (B), мкм
1	1	0,1	1
2	2	0,1	2
3	4	0,1	2
4	1	0,2	1
5	2	0,2	2
6	4	0,2	2
7	1	0,4	1
8	2	0,4	2
9	4	0,4	2

## ОТРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ

Получение тонких слоев мишеней производилось с помощью магнетронного распыления (для Al) и электронно-лучевого испарения (для B). Нанесение буферного слоя NaCl выполнялось методом резистивного испарения.

На первоначальном этапе отработки технологии было принято решение о нанесении обкладочного слоя бора на подложку с нанесенным буферным слоем NaCl. Данный способ позволил бы получить свободновисящую пленку бора, на которую в дальнейшем было бы нанесено покрытие из алюминия и второй обкладочный слой бора. Однако, при попытках снятия пленки бора с подложки из стекла методом флотации, происходило ее полное разрушение, предположительно связанное с избыточным напряжением внутри пленки [5].

Поэтому было решено нанести обкладочные слои бора на свободновисящую пленку алюминия. Но при попытках нанесения обкладочных слоев на Al толщиной 0,1 мкм и 0,2 мкм происходила его деформация и частичное разрушение в процессе формирования слоя бора, из-за возникающих напряжений в пленке. Нанесение же обкладочных слоев на свободновисящую пленку Al толщиной 0,4 мкм показало, что данная толщина пленки позволяет наносить на нее бор толщиной более 1 мкм на каждую из сторон без нарушения ее целостности.

В качестве подложки, для изготовления мишеней, использовался диск из стекла КУ. Буферный слой NaCl напылялся резистивным способом на установке вакуумного

напыления УВН - 2М. При достижении внутри вакуумной камеры рабочего давления, навеска соли испарялась из испарителя коробчатого типа, изготовленного из молибденовой фольги, при нагреве до температуры испарения соли. Напыление буферного слоя NaCl производилось непосредственно перед нанесением Al на подложку, т.к. при длительном хранении подложек с напыленным буферным слоем происходит абсорбция молекул воды из атмосферы пленкой NaCl, приводящая к ухудшению структуры поверхности.

Для получения пленки алюминия применялось магнетронное распыление алюминиевой мишени на установке ВУМР-1. Подложка с предварительно нанесенным слоем NaCl устанавливалась в металлическом подложкодержателе непосредственно над зоной распыления мишени. Перед подложкой устанавливалась маска из металлической фольги с отверстиями диаметром 4мм (диаметр мишени). В качестве рабочего газа использовался аргон. Для исключения перегрева наносимого слоя Al напыление проводилось в несколько этапов с перерывами. Контроль температуры производился термопарным датчиком, закрепленным на подложкодержателе.

Заключительным этапом изготовления свободновисящей пленки алюминия являлось ее снятие со стеклянной подложки и закрепление в оправке. Для этого подложку с пленкой осторожно погружали в дистиллированную воду, после растворения буферного слоя соли, пленка отделялась и всплывала на поверхность. Затем ее вылавливали на одну из частей оправки из нержавеющей стали толщиной 0.1мм с отверстием по центру 1 мм. Закрепление пленки в оправке проводилось за счет зажимания ее между двумя частями оправки с последующей их точечной сваркой.

Нанесение тонких обкладочных слоев бора производилось на установке ВУ-2М электронно-лучевым способом. Для крепления заготовок мишеней (пленка Al закрепленная в оправке) на подложкодержателе, размещаемом в камере установки, к ним приваривались точечной сваркой ножки из нихромовой проволоки толщиной 0,8мм, которые после завершения нанесения обкладочных слоев бора удалялись. Подложкодержатель с мишенями и свидетелями располагался непосредственно над испарителем. В качестве испарителя применялись графитовые тигли с косвенным охлаждением. Так как пленки бора при использовании испарителей из углерода, не являются чистыми необходимо охлаждение тиглей для предотвращения взаимодействия материала тигля с испаряемым веществом [6]. В качестве испаряемого материала использовался порошкообразный бор (чистота 99,99%). Для исключения разбрызгивания материала из тигля в процессе испарения, предварительно проводилось его спекание. Для исключения перегрева пленки алюминия напыление бора на каждую сторону проводилось в несколько этапов с перерывами. В процессе нанесения бора, скорость напыления и толщина пленки контролировались акустооптическим спектрофотометром AOS-3S.

Нанесение обкладочных слоев бора происходило за два цикла, при одинаковых параметрах на каждую из сторон мишеней. На рисунке 2 представлен снимок готовой мишени В-Al-B выполненный на микроскопе MEIJI MC50T с 75 кратным увеличением.

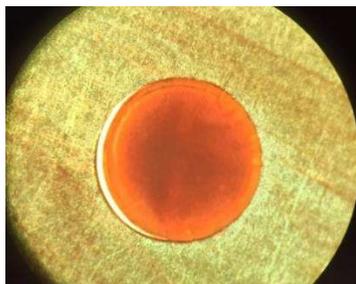


Рис. 2. Снимок готовой мишени В-АI-В выполненный на микроскопе MEIJI MC50T с 75 кратным увеличением

Измерение толщин полученных пленок алюминия и бора производилось по датчикам-свидетелям, которые устанавливались в непосредственной близости от мишеней. В качестве свидетеля использовались стеклянные пластины. Перед свидетелем устанавливалась маска из металлической фольги. Таким образом, на незакрытой поверхности образовывалась ступенька. Сканируя ее высоту на профилометре FRT MicroSpy Profile с вертикальным разрешением 6 нм, определяли толщину получаемых слоев. В таблице 2 приведены результаты измерений толщин слоев изготовленных мишеней. Погрешность измерений составила 1,8% для бора и 2% для алюминия.

Погрешности измерений толщин плёнок рассчитаны по формуле:

$$\Delta h = t_{\gamma, n-1} \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}}{\sqrt{n}},$$

где  $t_{\gamma, n-1}$  – коэффициент Стьюдента.

Расчеты проводились для доверительной вероятности 0,95.

Параметры изготовления мишеней представлены в таблице 2.

Таблица 2  
Параметры изготовленных мишеней

Материал	1 партия мишеней		2 партия мишеней		3 партия мишеней	
	Толщина нм	Плотность г/см <sup>3</sup>	Толщина нм	Плотность г/см <sup>3</sup>	Толщина, нм	Плотность г/см <sup>3</sup>
Бор	897 ±16	2,3±0,2	1457 ±26	2,3±0,2	1840 ±33	2,3±0,2
Алюминий	380±7	2,5±0,2	380±7	2,5±0,2	380±7	2,5±0,2
Бор	894±16	2,3±0,2	1480±27	2,3±0,2	1834±33	2,3±0,2

Измерение плотности полученных пленок проводилось путем взвешивания стеклянного свидетеля до напыления и после, и расчета по формуле:

$$\rho = \frac{m}{V},$$

где  $V = \pi \cdot r^2 \cdot h$ .

Погрешность измерений составила 9%. Результаты измерений плотности пленок приведены в таблице 2.

Погрешности измерений плотности плёнок рассчитаны по формуле:

$$\Delta \rho = \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(2 \cdot \frac{\Delta d}{d}\right)^2 + \left(\frac{\Delta h}{h}\right)^2}.$$

Непосредственно перед напылением проводилась сушка подложек для удаления влаги, с поверхности и из пор стекла, значительно влияющей на начальный вес подложки и соответственно на результаты измерений.

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И АНАЛИЗ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ТОНКИХ ПЛЕНОК И МАТЕРИАЛОВ ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ДЛЯ ИХ ФОРМИРОВАНИЯ

Для определения химического состава образцов, указанных в таблице 3, был выполнен анализ при помощи сканирующего электронного микроскопа, оснащенного энергодисперсионным спектрометром.

Таблица 3  
Исследуемые образцы

№ образца	Характеристика
1	Сплавленный порошкообразный бор (99,99 %)
2	Бор, напыленный электронно-лучевым методом на пластину из нержавеющей стали, толщина покрытия 700 нм
3	Мишень В-АI-В, толщина слоев 897 нм-380 нм-894 нм соответственно
4	Алюминиевая стружка (материал магнетронной мишени)

Для определения химического элементного состава из образца №1 был изготовлен микрошлиф. Характерный снимок микроструктуры материала образца №1 и рентгеновские спектры с поверхности различных фаз приведены на рисунке 3. Видно, что образец состоит из двух фаз. В рентгеновском спектре с поверхности темной фазы регистрируются линии, принадлежащие бору (спектр 24); светлой фазы – бор, гафний, титан (спектр 25).

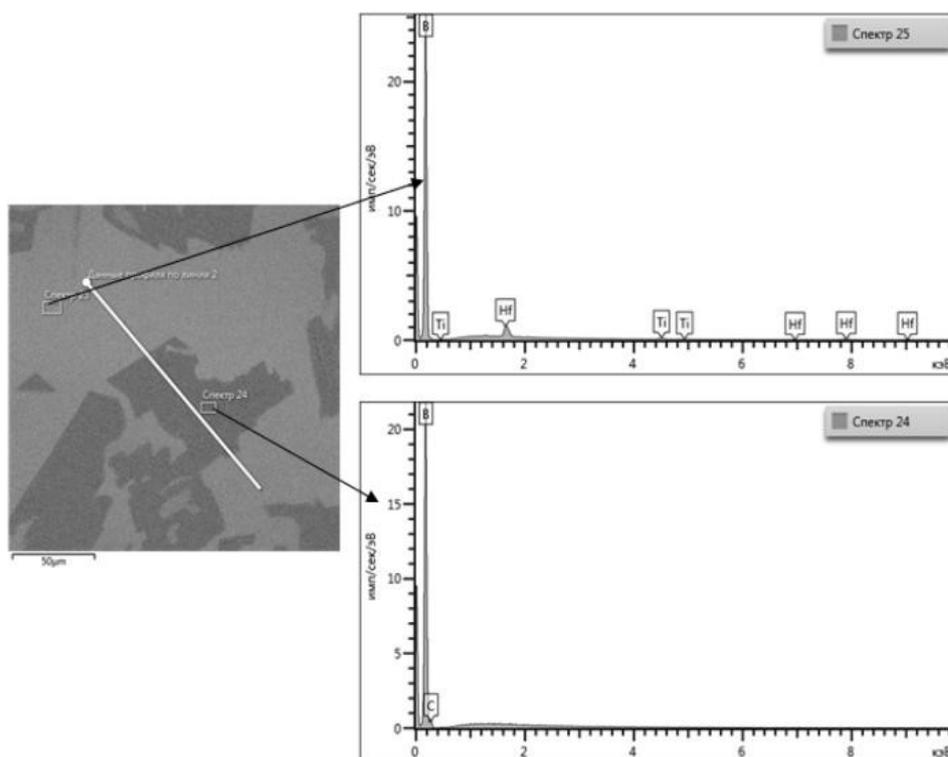


Рис. 3 Характерный снимок микроструктуры образца №1 и рентгеновские спектры с поверхности различных фаз

Наличие примесей гафния и титана в образце №1 обусловлено возможностью их попадания в тигель, в процессе спекания бора, с элементов внутрикамерной арматуры установки ВУ-2М.

Для определения химического элементного состава материала образцов №№2-3 с их поверхности были получены рентгеновские спектры. Погрешность анализа не нормирована. Зона генерации рентгеновского излучения при анализе захватывает всю толщину в образце №3, в образце №2 захватывает подложку.

В рентгеновском спектре с поверхности покрытия в образце №2 регистрируются линии, принадлежащие бору, алюминию, магнию, кислороду, железу, никелю, хрому, титану, кремнию (спектр 39, рисунок 4). При этом железо, никель, хром, титан и кремний принадлежат материалу подложки (спектр 36, рисунок 4). С уверенностью можно сказать, что бор, алюминий, кислород и магний принадлежат только покрытию. Наличие алюминия и магния в покрытии менее 1% (таблица 4).

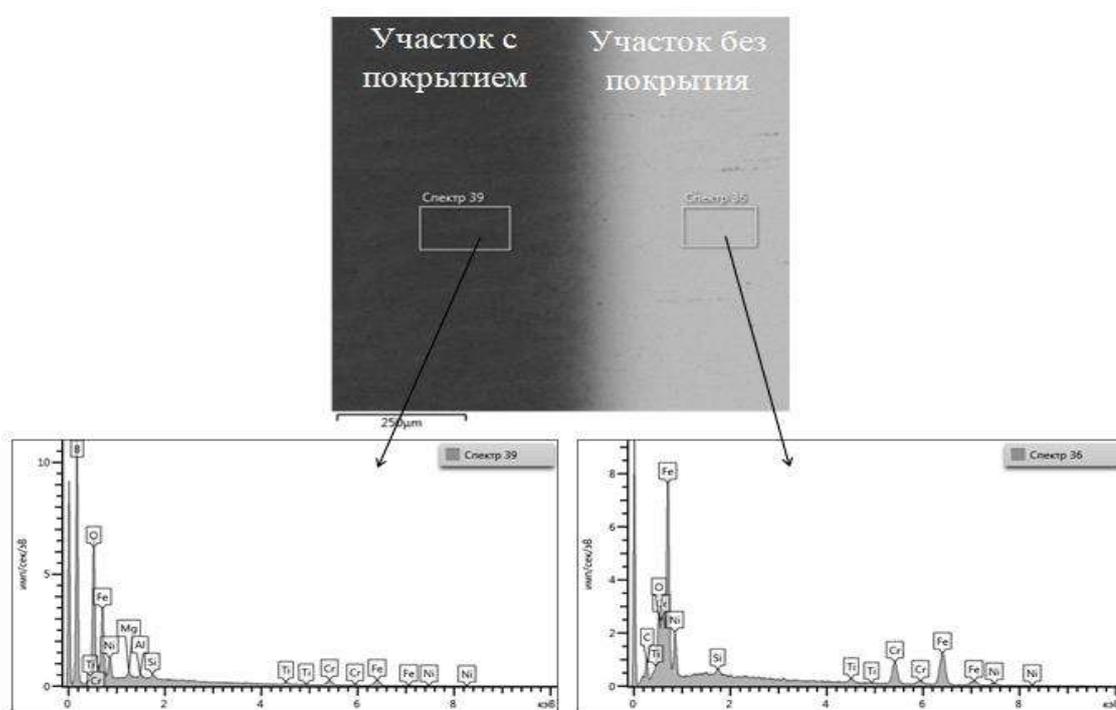


Рис. 4 Рентгеновские спектры с поверхности образца №2

Вид мишени в оправке из нержавеющей стали (образец №3) и рентгеновские спектры с поверхности мишени приведены на рисунке 5. Цифрами на снимке обозначены участки сбора спектра. Размер области сбора спектра в каждой точке составил 70×50 мкм. Химический элементный состав материала образца №3 приведен в сводной таблице 4 (результаты усреднены по данным с 5 участков).

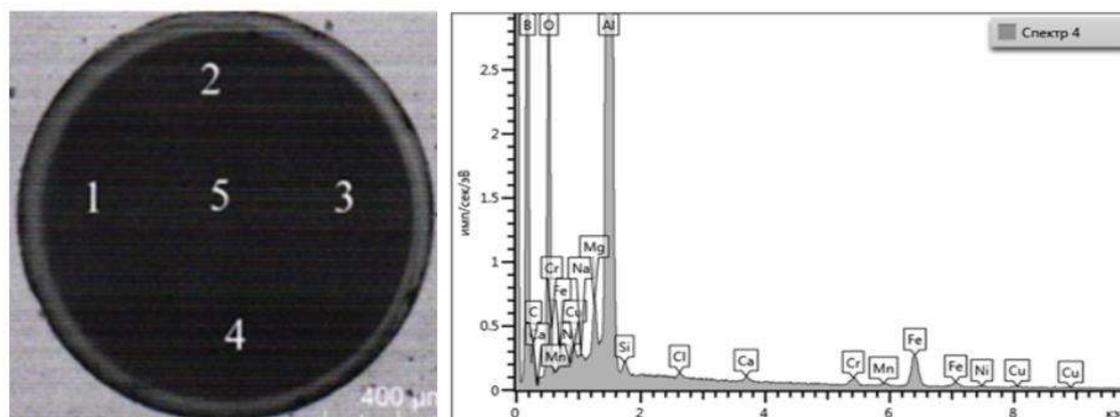


Рис. 5 Рентгеновские спектры с поверхности образца №3

На рисунках 6-7 приведены снимки поверхности образцов №№2-3. Поверхность образцов имеет выраженный рельеф, представлена частицами сферической формы. По снимкам в отраженных электронах (контраст по атомному номеру химического элемента) видно, что в структуре нет отдельных включений. Более светлые участки на снимках обусловлены выступами структурных составляющих.

Снимки в отраженных электронах  
 (контраст по атомному номеру  
 химического элемента)

Снимки во вторичных электронах  
 (топография поверхности)

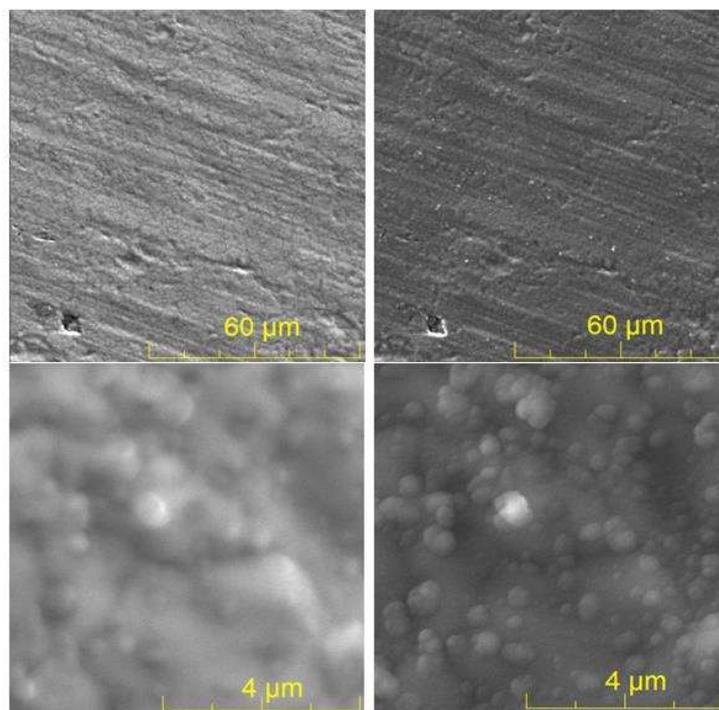


Рис. 6 Снимки поверхности материала образца №2

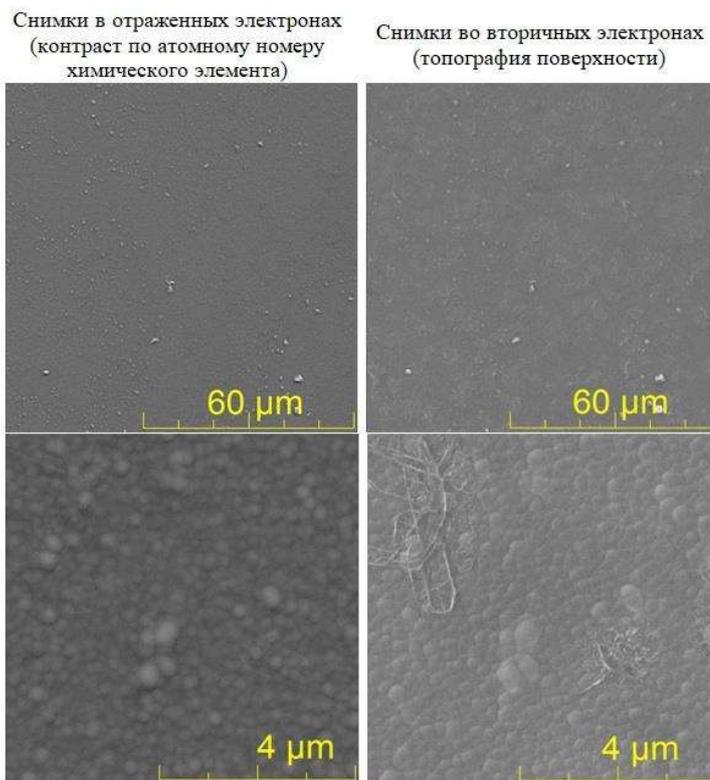


Рис. 7 Снимки поверхности материала образца №3

Снимок во вторичных электронах поверхности стружки (образец №4) и рентгеновские спектры с ее поверхности приведены на рисунке 8. В химический элементный состав стружки входит алюминий, натрий (таблица 4).

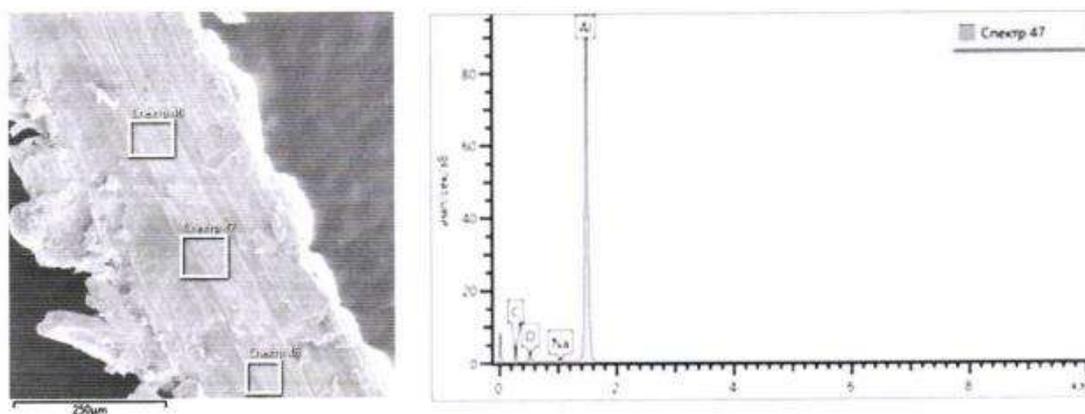


Рис. 8 Снимок в отраженных электронах поверхности образца №4 и спектр с его поверхности

Таблица 4  
 Химический элементный состав материала образцов, вес. %

№	Химический элемент, вес. %													
	B	Al	Mg	Fe	Cr	Si	Ca	Ni	Mn	Cl	Cu	Ti	Na	Hf
1	99,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,1	-	0,5
2	75,2	0,2	0,4	15,9	6,0	0,3	-	0,6	-	-	-	1,1	-	-
3	89,7	9,2	0,2	0,7	0,1	+	+	+	+	+	+	-	+	-
4	-	99,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+	-

Примечание: «+» – содержание химического элемента < 0,1 вес.%.

## ВЫВОДЫ

В результате проделанной работы отработана технология изготовления многослойных лазерных мишеней с обкладочными слоями из тугоплавкого материала. Изготовлены пробные партии мишеней. Погрешность изготовления толщин слоев не превысила 10%, погрешность измерений толщин слоев не превысила 2%, погрешность измерений плотности слоев 9%. Проведен химический анализ мишеней, и образцов материала.

Дальнейшее направление в развитии работ по изготовлению многослойных лазерных мишеней В-А1-В видится в подборе оптимальных режимов и параметров напыления, исключающих повреждение свободновисящей пленки алюминия из-за возникающих напряжений в формируемых слоях бора. Данная проблема особенно актуальна при уменьшении толщины пленки алюминия до 100 нм и увеличении толщин обкладочных слоёв бора до 4 мкм.

## ЛИТЕРАТУРА

1. В.Ю. Политов, А.В. Потапов. Предложения по исследованию пробегов излучения в плотной высокотемпературной плазме и ударной сжимаемости низкоплотных веществ на лазерных установках РФЯЦ-ВНИИТФ. Отчет РФЯЦ-ВНИИТФ, инв. № ПС 02.8386/2,4. 2002г.-18 с.
2. А.В. Потапов, Е.А. Лобода, В.Ю. Политов, и др. Физика плазмы, 33, №3 (2007).
3. В.Ю. Политов. Моделирование распространения тепловой волны в мишени в условиях облучения высокоинтенсивным р-поляризованным лазерным излучением. Квант. Электр., 43, №5, (2013).
4. R.A. London, J.I. Castor/ Design of short pulse laser driven opacity experiments/ High Energy Density Physics, 9 (2013), 725-730/
5. Л. Майсел, Р. Глэнг. Технология тонких пленок 1, Москва (1977)
6. А.Р. Шугуров, А.В. Панин Механизмы возникновения напряжений в тонких пленках и покрытиях. Институт физики и материаловедения СО РАН. Томск, (2020)

## СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Арефьев А.И. – инженер-исследователь специзделий, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Горнов В.Н. – ведущий инженер-исследователь специзделий, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Пешкичева Л.Е. – инженер-исследователь специзделий, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Юрченко О.С. – научный сотрудник, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Гусс Л.Е. – инженер-исследователь специзделий, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Савельев А.В. – лаборант физической лаборатории, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.

Котов А.П. – лаборант физической лаборатории, Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина», г. Снежинск Челябинской обл.