# ГЕНЕРАЦИЯ И УПРАВЛЕНИЕ ЭНЕРГИЕЙ ИОНОВ В КОМБИНИРОВАННОМ РЕЖИМЕ РАСПЫЛЕНИЯ ГРАФИТА

В.О. Оскирко, А.Н. Захаров, А.П. Павлов, М.И. Ажгихин, А.А. Соловьев, В.А. Семенов, А.С. Гренадёров

# АННОТАЦИЯ

Представлена электрическая схема питания магнетронной распылительной системы, позволяющая реализовать импульсный комбинированный режим распыления графита. Формирование импульсов высокой мощности происходит при достижении на разрядном конденсаторе схемы питания напряжения 600-700 В. Затем формируется сильноточный магнетронный разряд, который при значении тока ~ 400-500 А переходит в дуговую стадию с током разряда до 3 кА. После чего формируется импульс положительной полярности, ускоряющий ионы углерода. Электрическая дуга является источником ионов углерода, энергия которых определяется амплитудой положительного импульса.

### КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

СИЛЬНОТОЧНОЕ ИМПУЛЬСНОЕ МАГНЕТРОННОЕ РАСПЫЛЕНИЕ, ИСТОЧНИК ПИТАНИЯ

# GENERATION AND CONTROL OF ION ENERGY IN THE COMBINED GRAPHITE SPUTTERING MODE

V.O. Oskirko, A.N. Zakharov, A.P. Pavlov, M.I. Azhgikhin, A.A. Solovyev, V.A. Semenov, A.S. Grenadyorov

# ABSTRACT

An electrical power supply circuit for a magnetron sputtering system is presented, which makes it possible to implement a pulsed combined mode of graphite sputtering. The formation of high power pulses occurs when the voltage on the discharge capacitor of the power supply reaches 600-700 V. Then a high-current magnetron discharge is formed, which, at a current of  $\sim 400-500$  A transits into an arc stage of discharge with current of up to 3 kA. After that, a pulse of positive polarity is formed, accelerating carbon ions. The electric arc is a source of carbon ions, the energy of which is determined by the amplitude of the positive pulse.

# **KEYWORDS**

HIPIMS, POWER SUPPLY

#### введение

Для получения углеродных покрытий с нужными характеристиками необходимо управлять энергией осаждаемых частиц, что возможно, когда они находятся в ионизированном состоянии. Процесс мощного импульсного магнетронного распыления (HiPIMS) обеспечивает повышенную концентрацию плазмы [1] и высокую степень ионизации распыленного материала мишени [2,3]. Однако при использовании графитовой мишени образование ионов углерода затруднено вследствие высокого потенциала ионизации атомов углерода [4].

С целью повышения ионизации углерода разрабатываются новые способы распыления графита, объединяющие HiPIMS и дуговое испарение. В работе [5] переход от HiPIMS в дугу на

В.О. Оскирко, А.Н. Захаров, А.П. Павлов, М.И. Ажгихин, А.А. Соловьев, В.А. Семенов, А.С. Гренадёров Генерация и управление энергией ионов в комбинированном режиме распыления графита [Электронный ресурс] // Вестник РВО. – 2024. – № 2(4) (25.06.2024). – Режим доступа: https://www.vestnik-rvo.ru/issues/2024-06/6111/

поверхности мишени осуществлялся без использования поджигающего электрода за счёт быстрого роста разрядного тока. Также переход от HiPIMS к комбинированному режиму HiPIMS+Arc может проходить путём изменения длительности импульса напряжения [6]. В комбинированном режиме электрическая дуга является источником ионов углерода с энергией ~ 20 эВ. Регулировать энергию ионов можно подачей импульса положительного напряжения на катод-мишень магнетрона сразу после окончания сильноточного импульса [7,8]. При этом происходит ускорение ионов, присутствующих в плазме разряда на стадии послесвечения, без подачи напряжения смещения на подложку.

В данной работе описывается режим комбинированного распыления графитовой мишени с использованием биполярного питания магнетронной распылительной системы. В результате формирования отрицательного импульса высокой мощности, прикладываемого к мишени магнетрона, осуществляется переход HiPIMS разряда в дуговой, а затем следует импульс положительной полярности, формирующий поток ускоренных ионов на подложку.

#### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Схема экспериментальной установки приведена на рис. 1. Установка включает в свой состав вакуумную камеру, систему откачки на основе турбомолекулярного и спирального насосов, систему подачи аргона, а также магнетронную распылительную систему (MPC). Максимальное значение индукции магнитного поля на поверхности графитовой (99,95%) мишени диаметром 100 мм и толщиной 6 мм в зоне рейстрека составляет 750 Гс. Анодом служат стенки вакуумной камеры. Остаточное давление в камере составляло ~10<sup>-4</sup> Па.

Электропитание MPC осуществлялось с использованием схемы формирования биполярных импульсов, состоящей из разрядного конденсатора  $C_1$ , сопротивления  $R_1$  и источника постоянного тока ИП 1. Регулирование амплитуды положительных импульсов проводилось при помощи схемы, состоящей из ограничительного конденсатора  $C_2$ , сопротивления  $R_2$ , разделительного диода  $D_1$  и дополнительного источника постоянного тока ИП 2.

Формирование биполярных импульсов высокой мощности осуществлялось с помощью разрядного конденсатора  $C_1$ , который заряжался источником постоянного тока ИП 1. Инициирование импульсного разряда высокой мощности происходило при достижении на разрядном промежутке порогового значения напряжения ~ 600-700 В. Регулирование амплитуды импульсов разрядного тока и напряжения осуществлялась путем изменения энергии, запасаемой в накопительном конденсаторе источника питания. Увеличение ёмкости разрядного конденсатора  $C_1$  и, соответственно, запасаемой энергии приводило к увеличению амплитуды импульсов разрядного тока и к снижению частоты повторения импульсов. При изменении разрядной ёмкости с 10 мкФ до 40 мкФ, частота импульсов уменьшалась с 17 до 6 Гц. На рис. 2 приведены характерные осциллограммы импульсов разрядного напряжения и тока при значении емкости разрядного конденсатора  $C_1 = 20$  мкФ.

В паузах между импульсами высокой мощности в камере горит стационарный слаботочный магнетронный разряд и при рабочем давлении аргона в вакуумной камере выше или ниже порогового, переход в импульсный режим не происходит. Импульсный разряд высокой мощности функционировал в узком диапазоне рабочих давлений 0,045-0,055 Па.

В.О. Оскирко, А.Н. Захаров, А.П. Павлов, М.И. Ажгихин, А.А. Соловьев, В.А. Семенов, А.С. Гренадёров Генерация и управление энергией ионов в комбинированном режиме распыления графита [Электронный ресурс] // Вестник РВО. – 2024. – № 2(4) (25.06.2024). – Режим доступа: https://www.vestnik-rvo.ru/issues/2024-06/6111/



Рис. 1. Схема экспериментальной установки и системы электропитания МРС

Цифрами на рис.2 выделены стадии смешанного биполярного режима. Это слаботочный магнетронный разряд (1), сильноточная стадия (2), стадия дугового разряда (3), и стадия положительного импульса (4).



Рис. 2. Осциллограммы импульсов разрядного напряжения и тока

Измерение разрядного тока и напряжения проводилось путем осциллографирования импульсов разряда с помощью датчиков тока и напряжения, расположенных на выходе источника питания. Ионный ток на подложку измерялся плоским зондом с охранным кольцом. Для измерения плавающего потенциала использовался ленгмюровский зонд.

Оптический контроль состава плазмы в комбинированном режиме распыления графита проводился высокочувствительным оптоволоконным спектрофотометром Avaspec-2048 USB2.

Для оценки энергии ускоренных ионов использовался метод задерживающего потенциала. На зонд диаметром 15 см, расположенный на расстоянии 10 см от поверхности мишени, подавался тормозящий ионы положительный потенциал от 0 до 150 В от источника постоянного тока ИП 3 (см. рис.1). Ток на зонд регистрировался поясом Роговского. Для исключения из измеряемого сигнала электронного тока в схему измерений добавлен диод D2.

В.О. Оскирко, А.Н. Захаров, А.П. Павлов, М.И. Ажгихин, А.А. Соловьев, В.А. Семенов, А.С. Гренадёров Генерация и управление энергией ионов в комбинированном режиме распыления графита [Электронный ресурс] // Вестник РВО. – 2024. – № 2(4) (25.06.2024). – Режим доступа: https://www.vestnik-rvo.ru/issues/2024-06/6111/

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Спустя 10-15 микросекунд после формирования сильноточного магнетронного разряда, при токе несколько сотен ампер происходит образование дуги, сопровождаемое резким падением разрядного напряжения с напряжения инициирования дуги до напряжения горения дуги ~ 200 В. Во время формирования импульса разрядного тока отрицательной полярности происходит перезарядка ёмкости C<sub>1</sub> до обратного напряжения, вследствие чего к мишени прикладывается положительное напряжение U<sub>+</sub> (см. рис.2 а). Увеличение разрядной емкости с 10 до 40 мкФ приводит к росту амплитуды разрядного тока I<sub>p</sub> с 1 до 2.5 кА. При этом также увеличивается длительность импульсов тока дуговой стадии разряда с ~15 до ~30 мкс. Электрическая дуга является источником ионов углерода в плазме разряда.

На рис. 3 а) приведены спектры оптического излучения, полученные при различной величине зарядной емкости. Согласно принятым международным спектральным обозначениям, Ar I, C I, соответствуют возбужденным нейтральным атомам, Ar II, C II, - однозарядным ионам. При увеличении емкости до 40 мкф растёт интенсивность спектральных линий возбужденных атомов углерода, и появляются линии однозарядных ионов углерода и аргона.

Энергией ионов углерода, образованных на дуговой стадии комбинированного разряда можно управлять изменением амплитуды положительного импульса. Конденсатор  $C_2$  ограничивает амплитуду импульса напряжения положительной полярности с помощью разделительного диода  $D_1$ , которая определяется напряжением на выходе ИП 2. На рис.3 б) приведена зависимость амплитуды положительного импульса от напряжения на ограничительном конденсаторе  $C_2$ .



Рис. 3. Спектры излучения плазмы в комбинированном режиме распыления углерода при различной величине зарядной емкости (а), зависимость амплитуды положительного импульса от напряжения на конденсаторе C<sub>2</sub> (б)

Зондовые измерения плавающего потенциала ленгмюровским зондом показали, что в момент начала положительного импульса плавающий потенциал зонда меняет знак и становится положительным. Это свидетельствует о формировании потока ускоренных ионов, поступающих на его поверхность.

Для измерения энергии ионов были получены осциллограммы ионного тока на зонд, находящийся под положительным потенциалом разной величины. Для каждого его значения снималось 50 осциллограмм ионного тока на зонд, по которым рассчитывались

В.О. Оскирко, А.Н. Захаров, А.П. Павлов, М.И. Ажгихин, А.А. Соловьев, В.А. Семенов, А.С. Гренадёров Генерация и управление энергией ионов в комбинированном режиме распыления графита [Электронный ресурс] // Вестник РВО. – 2024. – № 2(4) (25.06.2024). – Режим доступа: https://www.vestnik-rvo.ru/issues/2024-06/6111/

среднее значения ионного тока, протекающего на зонд. С ростом запирающего потенциала ионный ток, протекающий на зонд, уменьшался. Для случая потока однозарядных ионов, отрицательная производная ионного тока поступающего на зонд, соответствует функции распределения ионов по энергиям. Измеренная максимальная энергия ускоренных ионов в сформированном потоке составляла ~ 90%, а средняя энергия ионов ~ 40-45 % от амплитуды положительного импульса.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представлена электрическая схема электропитания MPC, позволяющая реализовать импульсный комбинированный режим распыления графитовой мишени. Ионы углерода, образованные во время дуговой стадии разряда, ускоряются по направлению к подложке после прикладывания к мишени положительного импульса напряжения.

Работа была выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 22-29-00627.

# ЛИТЕРАТУРА

- 1. J. Alami, J.T. Gudmundsson, J. Bohlmark and U. Helmersson, Plasma dynamics in a highly ionized pulsed magnetron discharge, Plasma Sources Science and Technology 14 (2005) 525
- J. Bohlmark, J. Alami, A. Ehiasarian, C. Christou and U. Helmersson, Ionization of sputtered metals in high power pulsed magnetron sputtering, Journal of Vacuum Science and Technology. A 23 (2005) 18-22
- B. Dekoven, P. Ward, R. Weiss, D. Christie, R. Scholl, W. Sproul, F. Tomasel and A. Anders, Carbon thin film deposition using high power pulsed magnetron sputtering, Society of Vacuum Coaters, 46th Annual Technical Conf. Proc. (2003) 158-165
- 4. M. D. Tucker, K J Putman, R. Ganesan, M. Lattemann, M. Stueber, S. Ulrich, M. M. M. Bilek, D. R. McKenzie and N. A. Marks, The behavior of arcs in carbon mixed-mode high-power impulse magnetron sputtering, J. Phys. D: Appl. Phys. 50 (2017) 145205 (9pp)
- R. Ganesan, D. G. McCulloch, N. A. Marks, M. D. Tucker, J. G. Partridge, M. M. M. Bilek and D. R. McKenzie, Synthesis of highly tetrahedral amorphous carbon by mixed-mode HiPIMS sputtering, J. Phys. D: Appl. Phys. 48 (2015) 442001 (5pp)
- M. Tucker, R. Ganesan, D. McCulloch, J. Partridge, M. Stueber, S. Ulrich, M. Bilek, D. McKenzie, and N. Marks, Mixed-mode high-power impulse magnetron sputter deposition of tetrahedral amorphous carbon with pulse-length control of ionization, Journal of Applied Physics 119 (2016) 155303
- G. Eichenhofer, I. Fernandez, A.Wennberg, Industrial Use of HiPIMS up to Now and a Glance into the Future, A Review by a Manufacturer Introduction of the hiP-V hiPlus Technology, Universal Journal of Physics and Application 11(3) (2017) 73-79
- W. Baohua, I. Haehnlein, I. Shchelkanov, J.McLain, D. Patel, J. Uhlig, B. Jurczyk, Y. Leng, D. Ruzic, Cu films prepared by bipolar pulsed high power impulse magnetron sputtering, Vacuum 150 (2018) 216-221

В.О. Оскирко, А.Н. Захаров, А.П. Павлов, М.И. Ажгихин, А.А. Соловьев, В.А. Семенов, А.С. Гренадёров Генерация и управление энергией ионов в комбинированном режиме распыления графита [Электронный ресурс] // Вестник РВО. – 2024. – № 2(4) (25.06.2024). – Режим доступа: https://www.vestnik-rvo.ru/issues/2024-06/6111/

# СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Оскирко Владимир Олегович – кандидат технических наук, научный сотрудник (ORCID: 0000-0001-5167-0133). Институт сильноточной электроники, г. Томск Томской обл. e-mail: oskirkovo@gmail.com, технический директор ООО «Прикладная электроника».

Захаров Александр Николаевич – кандидат технических наук, научный сотрудник (ORCID: 0000-0002-1068-6160). Институт сильноточной электроники, г. Томск Томской обл. e-mail: zare17@yandex.ru.

Павлов Артем Павлович – инженер (ORCID: 0000-0002-4018-7098). Институт сильноточной электроники, г. Томск Томской обл. e-mail: APELTom@yandex.ru, директор ООО «Прикладная электроника».

Ажгихин Максим Игоревич – аспирант (ORCID: 0000-0002-1558-1026). Институт сильноточной электроники, г. Томск Томской обл. e-mail: maxazhg@gmail.com.

Соловьев Андрей Александрович – кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник (ORCID: 0000-0001-7775-9769). Институт сильноточной электроники, г. Томск Томской обл. e-mail: andrewsol@mail.ru.

Семенов Вячеслав Аркадьевич – инженер (ORCID: 0000-0001-5089-7096). Институт сильноточной электроники, г. Томск Томской обл. e-mail: semenofvjacheslav@gmail.com.

Гренадёров Александр Сергеевич – кандидат технических наук, научный сотрудник (ORCID: 0000-0001-6013-0200). Институт сильноточной электроники, г. Томск Томской обл. e-mail: 1711saaha@mail.ru.

В.О. Оскирко, А.Н. Захаров, А.П. Павлов, М.И. Ажгихин, А.А. Соловьев, В.А. Семенов, А.С. Гренадёров Генерация и управление энергией ионов в комбинированном режиме распыления графита [Электронный ресурс] // Вестник РВО. – 2024. – № 2(4) (25.06.2024). – Режим доступа: https://www.vestnik-rvo.ru/issues/2024-06/6111/