

СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ТОНКИХ СЛОЁВ МЕДИ, ПОЛУЧЕННЫХ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИЕЙ

Г.С. Спрыгин

Институт металлургии и материаловедения им .А.А. Байкова РАН

Постоянно растущий расход материалов с различными покрытиями в технической практике, приводит к возрастанию требований по контролю качества таких покрытий, мониторингу и оптимизации технологии нанесения покрытий, контролю материалов с покрытиями при приемке, идентификации дефектов и профилактике их появлений [1].

Качественный и количественный методы анализа используют для определения компонентов и их количества. При аналитическом контроле необходимо определить, насколько равномерно пространственно распределён компонент. Ответ на этот вопрос может быть получен при помощи многочисленных методов распределительного анализа. При изучении макрораспределений могут быть отобраны пробы из разных участков слитка и проведён обычный валовый анализ этих проб. Однако при сегрегациях компонентов на микроскопическом уровне отбор таких проб чрезвычайно затруднителен или просто невозможен. В этих случаях используют методы локального анализа и методы анализа поверхности [2].

Из всего многообразия методов применяемых для контроля поверхности по количеству публикаций и эффективности применения выделяется оптическая эмиссионная спектрометрия тлеющего разряда. Катодное распыление как способ атомизации пробы делает возможным проведение послойного анализа образцов с целью получения профиля концентраций нескольких десятков элементов по глубине образца. Известно, что на результаты послойного анализа может оказывать воздействие ряд факторов, таких, как форма кратера, шероховатость межфазной поверхности между покрытием и матрицей, газодинамические параметры лампы и т.д. При анализе поверхностей методом спектрометрии тлеющего разряда зачастую возникает «эффект формы кратера» (углубление в материале не плоское, а выпуклое или вогнутое), который приводит к искажению измеряемой величины. На форму кратера могут оказывать определяющее влияние 3 параметра: ток, напряжение и давление рабочего газа внутри лампы [3, 4].

На спектрометре тлеющего разряда SA-2000 была проведена серия измерений при разных сочетаниях значений тока (20 - 50 мА) и напряжения (600 - 900 В), с целью определения областей существования различных типов кратеров. Исследование проводили на образцах нержавеющей и электротехнической сталей. Измерение профилей кратеров проводилось с помощью лазерного профиллографа. Принцип сводился к измерению глубин в 501 точке каждой из 4-х линий (2 линии вдоль и 2 поперёк условной оси). На рисунках 1а и 1б показаны полученные зависимости.

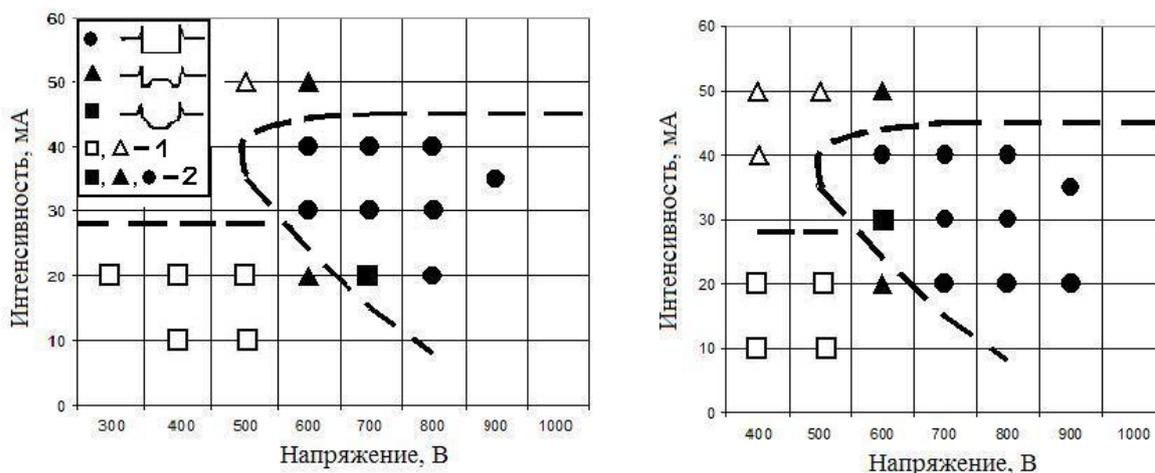


Рис. 1 Зависимость формы кратера от параметров анализа: а) в нержавеющей стали, б) в электротехнической стали (1-данные работы [3], 2-данные настоящей работы)

Были проведены исследования зависимости формы дна кратера от величин тока и напряжения при послойном анализе на спектрометре тлеющего разряда SA-2000. Получено, что оптимальным вариантом сочетания тока и напряжения тлеющего разряда для послойного анализа являются 700 В и 30 мА.

Метод GD-OES позволяет получать достоверные данные о распределении элементов по глубине покрытия, для относительно “толстых” слоев (несколько мкм). При анализе же “тонких” пленок (< 100 нм), влияние некоторых эффектов может вносить значительные искажения в результаты анализа. Особенно это справедливо для начальной стадии анализа (≈ 1 сек. или ≈ 15 нм). Постоянно повышающиеся требования к точности количественного анализа, в сочетании с постоянно совершенствующимися технологиями производства требуют изучения влияния этих эффектов.

Геометрия анода влияет не только на форму кратера, но так же является определяющим фактором, влияющим на количественные результаты измерений на начальной и конечной стадиях послойного анализа. При возникновении разряда объем лампы заполняется атомами распыленного из образца вещества в потоке аргона. Следовательно, если речь идет о тонких пленках и о границе между основой и покрытием, временной интервал до достижения стационарной концентрации вещества в плазме, должен учитываться при обработке результатов количественного послойного анализа [5]. Также необходимо учитывать время выхода вещества из объема лампы. Этот эффект отражается на результатах зависимости концентраций элементов от глубины анализа в виде размытости графиков, которая значительно искажает реальную картину.

Для устранения эффекта размытости результирующих графиков был проведён послойный анализ образца стали, с нанесённым на него тонким слоем меди.

Анализ проводился на спектрометре тлеющего разряда SA-2000 с применением анодной лампы с диаметром 4 мм. Для этого на образец-подложку методом ионной имплантации были нанесены точки чистой меди,

диаметр которых позволял проводить их полное распыление при послойном анализе. Полученные результаты сигнала чистой меди показаны на рисунке 2.

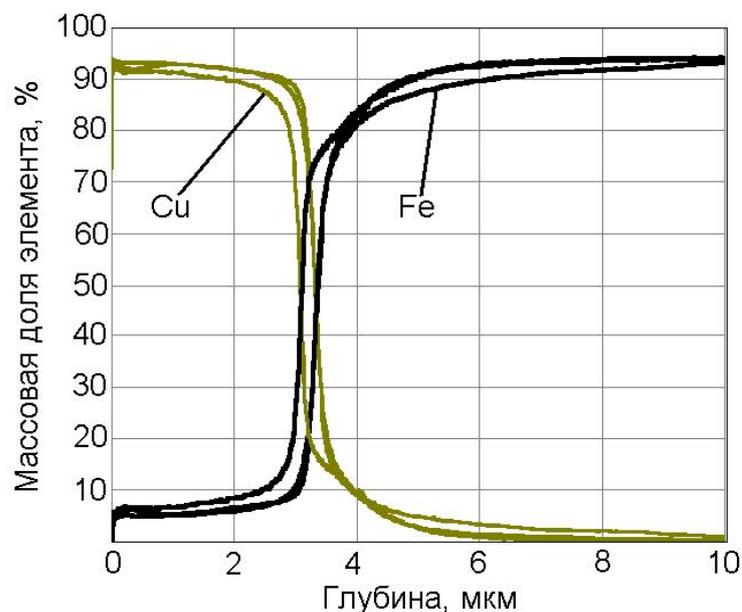


Рис. 2 Результаты послойного анализа слоя чистой меди

Полученные результаты анализа слоя чистой меди с известным её количеством позволяют получить с помощью уравнения свёртки истинные графики зависимости концентраций элементов от глубины анализа. Это позволит устранить влияние геометрии анода на размытость сигнала послойного анализа.

1. Вейс З. Оптическая спектроскопия с тлеющим разрядом (GD-OES) в анализе покрытий // Аналитика и контроль, 2000. Т.4, №3. С. 232-243.
2. Аналитический контроль металлургического производства. Карпов Ю.А., Гиммельфарб Ф.А., Савостин А.П., Сальников В.Д. Учебник для вузов. М.: Металлургия, 1995. 400 с.
3. Fernandez M., Bordel N., Pereireo R. Investigations on the use of radiofrequency glow discharge optical emission spectrometry for in-depth profile analysis of painted coatings // J. Anal. At. Spectrom. 1997. V. 12, N. 10. P. 1209-1214.
4. Demeny D. Influence of anode geometry on electric field distribution and crater profile using a glow discharge lamp // J. J. Anal. At. Spectrom. 1992. V. 7, N. 7. P. 707-710.
5. Григорович К.В., Яйцева Е.В. Спектрометры тлеющего разряда – новое перспективное направление в приборостроении // Аналитика и контроль, 2002. Т.6, №2. С. 143-150.