## ДИАГНОСТИКА КАПЕЛЬНОЙ КОМПОНЕНТЫ ЭРОЗИОННОГО ФАКЕЛА

Е.В. Хайдуков, А.А. Лотин, В.В. Рочева, О.Д. Храмова, О.А. Новодворский Учреждение Российской академии наук Институт проблем лазерных и информационных технологий РАН e-mail: khaydukov@mail.ru

The time-of-flight curves of the droplet component of the erosion plume are obtained by the method of erosion products deposition on rotating disk. The expression describing angular distribution of microparticles in the erosion plume is received. The original technique allowing to provide spatial drop selection from the erosion plume is offered and realized.

В настоящее время разработка и исследование эффективных методов создания структур пониженной размерности диктуется потребностями быстро прогрессирующих современных нанотехнологий. Изучение способов формирования стабильных наноструктур имеет как фундаментальное, так и прикладное значение. Техника импульсного лазерного напыления (ИЛН) является одним из основных инструментов современных нанотехнологий [1]. К достоинствам импульсного лазерного напыления как метода получения относятся его универсальность ПО отношению материалу, пленок К исключить примесей, возможность практически наличие посторонних гибкость метода и возможность контроля в процессе роста пленочных структур [2].

При лазерной абляции продуктами эрозии материала мишени являются заряженные частицы, атомы, а также кластеры и микрочастицы. Наличие микрочастиц (капли расплава и осколки мишени), которые попадают и внедряются в растущую пленку – существенный недостаток метода и большая помеха для использования ИЛН при создании качественных нанометровых объектов для промышленного применения [2,3]. На рис. 1 представлено СЭМ изображения участка поверхности пленки оксида цинка с попавшей на нее микрочастицей. Некоторые микрочастицы обладают значительной энергией и при попадании на поверхность тонкой пленки не только ухудшают морфологию поверхности, но и в значительной степени способны приводить к существенным структурным дефектам, деформируя пленку.



Рис. 1. СЭМ фотография поверхности пленки ZnO с попавшей на нее микрочастицей ZnO.

Для исследования капельной составляющей эрозионного факела был разработан и реализован лабораторный лазерный напылительный стенд на базе вакуумной установки и твердотельного YAG:Nd<sup>3+</sup> лазера. Вакуумная камера откачивалась турбомолекулярным насосом TMH – 150 с остаточным давлением 10<sup>-6</sup> Торр. Для абляции использовалось лазерное излучение с длиной волны 1064 нм с энергией в режиме модуляции добротности до 800 мДж с к.п.д. преобразования во вторую гармоники ~ 50%.

Для определения времяпролетных характеристик капельной составляющей эрозионного факела использовалась методика осаждения продуктов эрозии на вращающийся диск. Перпендикулярно оси эрозионного факела устанавливался диск, вращающийся с частотой n, перед которым помещался экран с узкой радиальной щелью. Расстояние L между диском и мишенью равнялось расстоянию между мишенью и подложкой при напылении. Запуск лазера синхронизовывался с вращением диска. При смещении диска на определенный угол  $\varphi$  на его поверхность попадают капли, имеющие скорость:

$$\upsilon = \frac{2\pi nL}{\varphi}.$$
 (1)

После напыления с помощью оптического или электронного микроскопа подсчитывается количество капель на различных угловых сегментах диска, что позволяет определить функции распределения капельной составляющей эрозионного факела по скоростям.

Были получены времяпролетные кривые (ВПК) капельной составляющей эрозионного факела при абляции монокристаллического кремния излучением первой и второй гармониками твердотельного лазера. На рис. 2 представлены ВПК капельной составляющей эрозионного факела кремния при разных плотностях энергии первой гармоники на мишени.



Рис. 2. Временное распределение концентрации капель N (мм<sup>-2</sup>) при абляции мишени кремния излучением первой гармоники твердотельного лазера: а - плотность энергии 12 Дж/см<sup>2</sup>; б - плотность энергии 58 Дж/см<sup>2</sup>.

С увеличением плотности энергии распределение частиц по скоростям сужается, а максимальная концентрация существенно возрастает. Начиная с плотности энергии 40 Дж/см<sup>2</sup> распределение приобретает бимодальный характер - в области наибольших скоростей появляется дополнительный

максимум, который может быть вызван образованием капель в результате конденсации атомарной составляющей эрозионного факела.

Из экспериментальных данных определялось распределение капель различных размеров по кинетической энергии  $E_{\kappa}$ , которые представлены на рис. 3. Видно, что эти распределения имеют неравновесный по кинетической энергии характер.



Рис. 3. Функции распределения капель различных размеров по энергии: 1 - размер капель до 1 мкм; 2 - размер капель от 1 до 3 мкм; 3 - размер капель от 3 до 5 мкм.

При абляции мишеней Al, Zn, Cu и Sn излучением первой гармоники твердотельного лазера получены временные распределения капель N (мм<sup>-2</sup>), которые представлены на рис. 4.



Рис. 4. Число капель N, попавших на 1 мм<sup>2</sup> подложки в различные моменты времени t от момента абляции мишеней Al, Zn, Cu, Sn.

Были построены также ВПК для капель разного размера. Значение кинетической энергии частиц в максимумах распределений для капель разных размеров не совпадают. Распределение капель металлов, как и в случае кремния, по кинетической энергии имеет неравновесный характер.

Угловое распределение капель в факеле является важным параметром в процессе напыления тонких пленок, так как оно определяет плотность микрочастиц на различных участках растущей пленки. Для нахождения интегрального распределения концентрации капель в поперечном сечении факела мы проводили осаждение продуктов эрозии в вакууме на стеклянную подложку, которая устанавливалась на фиксированном расстоянии от мишени нормально к оси разлетающегося факела. Причем излучение лазера фокусировалось на мишень непосредственно через подложку, что позволило обеспечить близкий к нормали угол падения излучения на мишень. После напыления на стеклянной пластине определялось местоположение центра полученной пленки. С помощью оптического микроскопа подсчитывается количество капель N на различных участках полученной пленки. Фотографии участков полученной пленки при разных значениях угла  $\Theta$ , образуемого осью осаждения и отрезком, соединяющим точку абляции с соответствующим положением на подложке, представлены на рис. 5.



Рис. 5. Фотографии участков пленки при разных значениях угла  $\Theta$ .

Из экспериментальных данных определялись интегральные угловые характеристики капельной составляющей эрозионного факела. На рис. 6 представлено угловое интегральное распределение концентрации капель в поперечном сечении факела и аппроксимация концентрации капель  $N(\Theta)$  (пунктирная кривая) функцией вида:

$$N(\Theta) = N_0 \cos^m \Theta \,, \tag{2}$$

где  $N_0$  – максимальная концентрация капель в центре осадка. Сплошной кривой представлен теоретический расчет профиля толщины растущей пленки по модели [4].



Рис. 6. Экспериментально полученное угловое распределение капель кремния (пунктирная кривая - аппроксимация) и теоретически рассчитанный угловой нормированный профиль пленки (сплошная кривая).

Пятно фокусировки на поверхности кремниевой мишени имело круглую форму, поэтому экспериментально полученные распределения капель по двум ортогональным осям совпадают. Угловое распределение капель хорошо аппроксимируется функцией вида (2) с показателем степени m = 10. Видно, что в поперечном сечении эрозионного факела плотность капель уменьшаются от центра к периферии, а угловой профиль толщины полученной пленки и распределение капель в поперечном сечении эрозионного факела различаются незначительно.

Существенное различие скоростей капель, атомов и ионов в лазерной плазме позволило нам разработать и запатентовать механический фильтр для предотвращения попадания капель на поверхность выращиваемой пленки [5]. Схема такого устройства для лазерного напыления с механической сепарацией осаждаемых частиц по скорости представлена на рис. 7.



Рис. 7. Устройство для лазерного напыления с механической сепарацией осаждаемых частиц по скорости: 1 - импульсный лазер, 2 - лазерное излучение, 3 - объектив, 4 - мишень, 5 - механизм смены мишеней, 6 - плазменный факел, 7 - диск, 8 - лопатка, 9 - привод диска, 10 - подложка, 11 - механизм нагрева и смены подложек, 12 - система синхронизации сепаратора и лазера.

Сепаратор выполнен в виде вращающегося с частотой  $\omega$  диска радиуса R, расположенного между мишенью и подложкой на расстоянии L между мишенью и диском, с отверстием на краю, имеющим линейный размер d. Вращение диска и запуск лазера синхронизованы при помощи системы контроля таким образом, что отверстие диска расположено напротив подложки в момент прихода лазерного импульса на мишень. На краю отверстия по ходу вращения диска установлена лопатка со стороны мишени, причем размер лопатки вдоль направления радиуса диска больше размера напыляемой пленки в том же направлении. Так как скорости ионно-атомарной составляющей плазменного факела в два-три раза превышают скорость капельной составляющей, то, подбирая скорость вращения диска-сепаратора с лопаткой, можно добиться, чтобы капельная составляющая отсекалась. Скорость отсекаемых частиц будет определяться соотношением:

$$\upsilon \le \frac{2\pi R\omega(L-l)}{d},\tag{3}$$

При исследовании эрозионных факелов тяжелых легкоплавких металлов (олово, свинец) было обнаружено наличие крупных капель, двигающихся со скоростями менее 3 м/с, и применение лопатки расположенной на краю диска

в известной схеме скоростной сепарации частиц позволяет избежать попадания "медленной" составляющей плазменного факела на подложку.

Применение такого фильтра позволило значительно улучшить морфологию выращиваемых пленок. На рис. 8. представлены поверхности пленок кремния, полученных с использованием скоростной фильтрации и без нее.



Рис. 8. Фотографии в оптический микроскоп пленок кремния, полученных без сепаратора (а) и с использованием скоростной механической сепарации (б).

Таким образом, методом осаждения продуктов эрозии на вращающийся диск получены времяпролетные кривые капельной составляющей эрозионного факела. Получено выражение, описывающее угловое распределение микрочастиц в эрозионном факеле. Предложена и реализована оригинальная методика, позволяющая обеспечить пространственную селекцию капель из эрозионного факела.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 09-08-00291, 09-07-00208, 09-02-12108, 09-07-12151.

- 1. В.Я. Панченко, О.А. Новодворский, В.С. Голубев. Технология лазерно-плазменного напыления пленок нанометровых толщин // Наука и технологии. 2006. №4. С. 39-51.
- 2. R. Eason. Pulsed laser deposition of thin films: Applications-LED growth of functional materials. Hoboken. N.J. :Wiley-Interscience, 2007. 682 p.
- 3. А.Н. Жерихин. Лазерное напыление тонких пленок // Итоги науки и техники. Серия: Современные проблемы лазерной физики. М.: ВИНИТИ, 1990. 107 с.
- 4. С.И. Анисимов, Б.С. Лукъянчук. Избранные задачи теории лазерной абляции // Успехи физических наук. 2002. Т.172, № 3. С. 301-333.
- 5. О.А. Новодворский, А.А. Лотин, Е.В. Хайдуков. Устройство для лазерно-плазменного напыления // Патент на полезную модель № 89906. Заявка № 2009125756. Приоритет от 06.07.09.