

Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования «Национальный
исследовательский ядерный университет «МИФИ»

На правах рукописи

Шипилова Ольга Ивановна

**ИОННЫЕ И ПЛАЗМЕННЫЕ ИСТОЧНИКИ ДЛЯ СОЗДАНИЯ
МОДИФИЦИРОВАННЫХ СЛОЕВ В ДИЭЛЕКТРИКАХ**

Специальность 01.04.08 – физика плазмы

АВТОРЕФЕРАТ

на соискание ученой соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Автор:



Москва - 2019

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Иркутский государственный университет»

Научный руководитель: Паперный Виктор Львович, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой общей и космической физики ФГБОУ ВО «Иркутский государственный университет»

Официальные оппоненты:

Калинин Юрий Григорьевич
профессор, доктор физико-математических наук

Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Отделение плазменных технологий,
начальник Отдела источников излучения

Юшков Георгий Юрьевич
старший научный сотрудник,
доктор технических наук

Институт сильноточной электроники
Сибирского отделения РАН,
лаборатория плазменных источников,
ведущий научный сотрудник

Гавриков Андрей Владимирович
доцент,
доктор физико-математических наук

Объединенный институт высоких температур Российской академии наук,
заместитель директора

Защита состоится « 11 » марта 2020 г. в 15 часов 00 минут на заседании диссертационного совета МИФИ.01.04 федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» по адресу 115409, г. Москва, Каширское шоссе 31, тел. 8(499) 324-84-98

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ и на сайте <https://ds.mephi.ru> федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования по адресу

Автореферат разослан «___» 20__ года.

Учёный секретарь диссертационного совета МИФИ.01.04,
кандидат физ.-мат. наук



Степаненко А.А.

Актуальность темы. Ионно-плазменные методы создания модифицированных слоев, содержащих ионы (атомы) или кластеры металлов, как в обрабатываемой подложке, так и в виде композитных пленок, синтезированных на ее поверхности, широко используются в течение многих лет. В основном подобные методы используются в микро- и нано-электронике с целью получения необходимых электрофизических характеристик слоев полупроводникового материала. В последние десятилетия подобные методы стали также широко использоваться для создания модифицированных слоев в различных диэлектрических матрицах для создания новых классов оптических материалов, применяемых для задач фотоники, оптоэлектроники и т.д. [1].

1. Одним из наиболее широко используемых типов источников металлической плазмы являются вакуумно-дуговые разряды, на основе которых разработаны различные типы установок для ионной имплантации, где ионный пучок экстрагируется из разрядной плазмы и ускоряется до требуемой энергии системой сеток, к которым приложено высокое напряжение. Импульсные разряды отличаются простотой и надежностью конструкции, широким спектром используемых материалов (практически, любые металлы), широкой апертурой эмитируемого ионного пучка, а также его высокой интенсивностью [2]. Вместе с тем, процесс ускорения ионов в таких сильноточных системах имеет существенные особенности, часть которых была ранее изучена в научной группе, где выполнялась данная работа. Развитие этих исследований с целью выяснения более полной картины процесса ускорения ионов в таких источниках остается актуальной задачей, поскольку средняя энергия и ширина энергетического спектра ионов пучка задают глубину модифицированного в результате облучения подложки слоя и распределение в слое концентрации имплантированных ионов, что, в свою очередь, определяет (например, оптические) характеристики слоя.

2. Для данных установок требуется наличие высоковольтных источников питания и соответствующих высоковольтных элементов конструкции (изоляторы, кабели, вакуумные входы и т. д.), что значительно усложняет и увеличивает как размеры, так и стоимость установки. Как было показано ранее [3], одним из способов решения этой проблемы является использование быстрого низковольтного вакуумного разряда, где при определенных условиях образуются высокозарядные ионы материала катода, которые ускоряются коллективным механизмом в самосогласованном электрическом поле. Выяснение ограничений данного механизма, связанных с перезарядкой ионов на атомах газовых примесей, и возможности использования этого механизма для создания компактного, недорогого источника ускоренных пучков ионов металлов для задач ионной имплантации, который не требует использования высоковольтного оборудования, также представляет собой актуальную задачу.

3. Еще одной важной задачей является исследование характеристик источников газоразрядной и газо-металлической плазмы с целью их применения для создания модифицированных слоев в диэлектриках, в т.ч. композитных диэлектрических пленок, содержащих частицы металлов. В этом направлении актуальным представляется исследование характеристик магнетронного разряда, в частности, зависимости от тока разряда и расстояния

до подложки содержания в плазме атомов катода-мишени, которое определяет структуру композитной пленки, синтезируемой на подложке. Кроме того, методический интерес представляет сопоставление методов определения температуры электронов по относительной интенсивности спектральных линий эмиссионного спектра плазмы в рамках различных излучательных моделей.

Также представляется актуальным исследование параметров газового СВЧ-разряда низкого давления с точки зрения его использования для создания радиационно-индуцированных дефектов в поверхностном модифицированном слое диэлектрика, что имеет значительный прикладной интерес.

В соответствии с изложенными актуальными задачами, сформулируем **основные цели работы:**

1. Исследование зависимости параметров плазмы и ионного пучка от характеристик разряда в различных плазменных и ионных источниках. В частности:

(а) в высоковольтном сильноточном импульсном ионном имплантере типа MEVVA будут установлены особенности энергетических спектров экстрагированного пучка ионов в широком диапазоне экстрагирующих напряжений, для разных видов ионов и на разных стадиях разряда;

(б) в низковольтном быстром вакуумно-искровом разряде будет установлена зависимость от разрядного тока содержания ионов (атомов) материала катода и газовых примесей в прикатодной области плазменной струи, где генерируются многозарядные ионы,

(в) в плазме СВЧ-разряда пониженного давления будет исследована пространственная структура разряда и зависимость параметров плазмы от режима работы;

(г) в магнетронном разряде малой мощности будет получена зависимость параметров плазмы от разрядного тока и расстояния до подложки, а также проведен анализ методики определения температуры электронов по относительной интенсивности спектральных линий эмиссионных спектров в рамках различных излучательных моделей.

2. Исследование для указанных типов плазменных источников параметров полученных модифицированных слоев в различных типах диэлектрической матрицы, содержащих частицы (ионы, атомы, кластеры) разных металлов. Сопоставление оптических характеристик слоев, полученных в различных установках, с целью выяснения влияния метода создания слоя на его характеристики.

Научная новизна работы заключается в том, что в ней впервые выполнены исследования параметров плазменных источников различных типов, созданных или адаптированных для задач данного исследования и предназначенных для создания модифицированных слоев в диэлектриках, в частности,

- в импульсном ионном имплантере типа MEVVA выполнены детальные измерения энергетических спектров экстрагированного ионного пучка, для разных видов ионов, в широком диапазоне экстрагирующих напряжений, в разных стадиях импульса и на разных расстояниях от входа в дрейфовый промежуток;

- в низковольтном быстром вакуумно-искровом разряде для широкого диапазона разрядных токов измерены спектры эмиссии плазмы катодной струи в видимом диапазоне и получен элементный и зарядовый состав прикатодной плазмы в различных экспериментальных условиях;

- в магнетронном разряде малой мощности методами эмиссионной спектроскопии получен элементный и зарядовый состав плазменного потока на разных расстояниях от катода и для разных токов разряда, показано, что оценки температуры электронов по относительной интенсивности эмиссионных спектральных линий в рамках модели ЛТР и корональной модели дают близкие значения;

- в СВЧ-разряде пониженного давления методом эмиссионной спектроскопии измерен профиль концентрации и температуры электронов в разных режимах работы, найдены оптимальные условия для создания путем облучения разрядной плазмой слоев радиационно-индуцированных дефектов в матрице щелочно-галогидного кристалла (ЩГК);

- с помощью исследованных плазменных источников (а) синтезированы пленки метаматериала состоящего из матрицы щелочно-галогидного соединения, включающей металлические наночастицы и (б) созданы модифицированные слои ЩГК, содержащих частицы (ионы, атомы, кластеры) различных металлов или радиационно-индуцированные дефекты кристаллической решетки, а также (в) исследованы некоторые оптические и электрофизические характеристики полученных слоев.

На защиту выносятся следующие **основные научные положения**:

1. В сильноточных пучках металлических ионов различной массы и разного зарядового состава, экстрагированных из плазмы импульсного вакуумно-дугового разряда, амплитуда энергетического спектра и средняя энергия ионов на единицу заряда E_m/Ze на начальной стадии импульса существенно превышают значения на более поздней стадии, однако величина E_m/Ze остается меньше напряжения экстракции U_{exc} . Разность между этими величинами, а также ширина спектра быстро падают с ростом U_{exc} , при этом средняя энергия ионного пучка, в целом, уменьшается при движении в дрейфовом промежутке.

2. Формируемая в низковольтном вакуумно-искровом разряде локальная область горячей плазмы (микрорпинч), эмитирующая высокозарядные ионы материала катода, окружена оболочкой холодной плазмы, содержащей, в основном, атомы и однозарядные ионы газовых примесей, а также атомы материала катода. Это свидетельствует о возможном влиянии перезарядки высокозарядных ионов, приводящей к понижению их зарядового состава и, соответственно, понижению эффективности коллективного механизма ускорения ионов. «Тренировка» стенок рабочей камеры разрядной плазмой, а также увеличение разрядного напряжения (тока) приводят к существенному уменьшению *относительного* содержания частиц газовых примесей, что указывает на возможность сохранения высокого зарядового состава и, следовательно, энергии ускоренного ионного пучка.

3. Магнетронный разряд генерирует газо-металлическую плазменную струю, концентрация компонент которой экспоненциально падает

с удалением от катода, при этом в струе существенно возрастает относительное содержание атомов материала мишени-катода. Температура электронов в процессе движения струи остается практически постоянной, причем значения, полученные в рамках модели ЛТР и корональной модели, оказываются достаточно близкими и лежат вблизи 1 эВ.

4. Эмитируемые исследованными источниками пучки ускоренных ионов металлов и потоки газо-металлической плазмы обеспечивают формирование в первом случае субмикронных композитных слоев в облучаемой подложке ЩГК, а во втором (с использованием дополнительного термического испарителя навески ЩГК) – композитной пленки на поверхности подложки. Оптические характеристики слоев оказываются аналогичными во всех случаях и показывают, что слои состоят из матрицы ЩГК и кластеров материала катода.

Облучение кристалла или пленки LiF плазмой исследованного СВЧ-разряда является эффективным методом формирования модифицированных слоев, содержащих радиационно-индуцированные собственные дефекты матрицы (центры окраски).

Личный вклад автора заключается в создании и модернизации экспериментальных установок, адаптации методов диагностики к задачам исследования, проведении плазменных экспериментов, обработке и анализе их результатов. Автором обоснованы защищаемые научные положения, сделаны выводы по работе, которые вносят существенный вклад в понимание физических процессов в плазменных разрядах разных типов. Все результаты, составляющие научную новизну диссертации и выносимые на защиту, получены автором лично. Параметры модифицированных слоев, описанные в Главе 5, были измерены на специализированном оборудовании сотрудниками различных организаций; обработка результатов измерений, их интерпретация, анализ и обобщение выполнены автором.

Научная и практическая значимость работы состоит в следующем:

1) Экспериментально показано, что параметры энергетического спектра сильноточного ($j \leq 10$ мА/см²) пучка ионов металлов, экстрагированного сеточной системой из импульсного вакуумно-дугового разряда, в диапазоне относительно невысоких напряжений экстракции (≤ 10 кВ) существенно отличаются от параметров, ожидаемых в случае слаботочного ионного пучка, причем они меняются в процессе транспортировки пучка в дрейфовом промежутке. Этот результат представляет физический интерес, а также его следует принимать во внимание при использовании подобных источников для различных задач (для ионной имплантации, в ускорительной технике и др.)

2) Пучок ускоренных коллективным механизмом металлических ионов, эмитируемый миниатюрным быстрым низковольтным вакуумно-искровым разрядом, позволяет создать модифицированные слои в диэлектрической матрице, содержащие частицы металлов. Это указывает на возможность создания на основе такого разряда нового класса «настоельных» источников ускоренных ионов металлов для различных приложений.

3) Реализован простой и доступный метод синтеза пленки метаматериала, состоящего из матрицы щелочно-галогенидного соединения, которая содержит наноразмерные кластеры металла. Метод основан на комбинированном магнетронном распылении металлической мишени и термическом испарении материала матрицы. Метаматериал демонстрирует перспективные оптические и электрофизические характеристики.

4) На основе бытовой СВЧ-печи реализован простой эффективный метод создания слоев матрицы LiF, содержащих радиационно-индуцированные дефекты (центры окраски), что может использоваться для различных приложений. Прибор был применен также для радиационно-стимулированной полимеризации в процессе создания протон-проводящих мембран для водородных источников тока [4]

Исследования поддержаны грантом РФФИ № 17-02-00572

Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы подтверждается систематическим характером исследований, использованием независимых дублирующих экспериментальных методик, сравнением полученных результатов с результатами других исследователей, а также практической реализацией научных положений и выводов при создании конкретных устройств

Апробация работы

Результаты, представленные в диссертации докладывались и обсуждались на Международных и Российских конференциях, симпозиумах и научных семинарах: XIV и XV Международная молодежная конференция по люминесценции и лазерной физике (С. Аршан, Республика Бурятия, Россия, 2014, 2016); 4th International Congress on High Current Electronic, Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows, and Radiation Physics of Condensed Matter (Tomsk, Russia, 2014); 16th International conference on radiation physics of condensed matter (Tomsk, Russia, 2014); Международная байкальская молодежная научная школа по фундаментальной физике. XIV конференция молодых ученых "Взаимодействие полей и излучения с веществом БШФФ (Иркутск, Россия, 2015); International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects 2016 (Tomsk, Russia, 2016); X и IX Конференции «Современные средства диагностики плазмы и их применение» НИЯУ МИФИ (Москва, Россия, 2016 и 2018); VI и VII-я Международная молодежная научная школа-конференция «Современные проблемы физики и технологий» НИЯУ МИФИ (Москва, Россия, 2017,2018); XI Конференция «Современные средства диагностики плазмы и их применение» НИЯУ МИФИ (Москва, Россия, 2018); 20th International Symposium on High-Current Electronics (ISHCE) (Tomsk, Russia, 2018); 28th International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum (ISDEIV 2018), Greifswald, Germany, September 23-28, 2018

Публикации

Материалы диссертации изложены в 20 публикациях, в т.ч. 9 статей в журналах, реферируемых в базах данных Web of Science и Scopus ([1 – 9] списка литературы), 11 публикаций в сборниках трудов и тезисов конференций, получены три патента на полезные модели и изобретение.

Структура диссертации

Диссертация состоит из введения, 5 глав и заключения общим объемом 138 страниц, содержит 62 рисунка. Список цитируемой литературы включает 155 наименований.

Особенностью диссертации являлось то обстоятельство, что в ней исследовались параметры плазменных источников четырех типов с различными видами плазмы, которые предназначены для решения общей задачи: создания модифицированных слоев в диэлектрической подложке. В соответствии с этим, Главы 2-4 посвящены описанию исследований плазменных источников, а в Главе 5 изложены результаты изучения параметров полученных с их помощью слоев.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обосновывается актуальность, цель, научная новизна и практическая ценность работы. Ставятся цели исследования, в соответствии с которыми формируется структура диссертации. Излагается краткое содержание диссертации и формулируются выносимые на защиту научные положения.

В первой главе проведен анализ особенностей различных ионно-плазменных методов создания модифицированных слоев в диэлектрических матрицах.

Раздел 1.1. посвящен особенностям применения высоковольтных ионных имплантеров на основе сильноточных импульсных вакуумно-дуговых разрядов для модификации поверхности подложки. Такие установки по сравнению со стационарными системами имеют меньшие габариты, энергопотребление, обеспечивают высокую среднюю плотность ионного тока и большую площадь эмитируемого ионного пучка. Однако в научной группе, где выполнялась данная работа, ранее были проведены исследования, которые показали, что в таких установках энергетический спектр экстрагированного ионного пучка при небольших напряжениях экстракции (единицы киловольт) оказался существенно отличным от ожидаемого. В частности, наиболее вероятная энергия на единицу заряда оказалась ниже напряжения экстракции, при этом спектр имел значительную ширину и «хвост» ионов с энергией превышающей указанное напряжение. Сопоставление с данным модельных расчетов позволило заключить, что эти эффекты обусловлены действием объемного заряда экстрагированного ионного пучка [5].

Некоторые характеристики механизма формирования ионного пучка, в данном источнике можно считать установленными на основе этих работ, однако ряд важных особенностей требуют дальнейшего изучения. В частности, необходимо выяснить зависимость характеристик спектра от экстрагирующего

напряжения в широком диапазоне его изменения, динамику спектра в импульсе для пучков ионов разной массы и разного зарядового состава, а также изменение спектра при движении экстрагированного ионного пучка в дрейфовом промежутке.

В *разделе 1.2.* рассмотрены особенности формирования потока ускоренных металлических ионов в низковольтном вакуумно-искровом разряде. Ранее выполненные в данной научной группе исследования установили, что при достаточно большой скорости нарастания разрядного тока в катодной струе такого разряда формируется локальная область горячей плазмы («микроринч»), где образуются многозарядные ионы материала катода. Ионы ускоряются формируемым в плазме, самосогласованным, нестационарным электрическим полем до энергии, пропорциональной напряжению разряда и заряду ионов, и лежащей в диапазоне от единиц кэВ до более чем 100 кэВ [3]. Ключевым параметром для эффективности данного коллективного метода ускорения является зарядовый состав ионной компоненты. В ряде работ на основании данных, полученных в аналогичных экспериментальных условиях, был сделан вывод об ограниченной возможности получения многозарядных ионов вследствие их перезарядки на атомах материала катода и газовых примесей, десорбированных с поверхностей рабочей камеры и электродной системы [6]. Таким образом, для реализации данного метода ускорения ионов необходимо выяснить возможность уменьшения содержания этих атомов в плазменной струе.

Раздел 1.3. посвящен краткому обзору ионно-плазменных методов синтеза пленки метаматериала, которая состоит из матрицы ЩГК, включающей наноразмерные металлические кластеры.

Отмечается, что существенной проблемой в процессе синтеза подобных двухфазных систем на поверхности подложки является контроль интенсивности потоков атомов (молекул) ЩГК и атомов (ионов) металла, *одновременно* облучающих подложку. Одним из решений этой проблемы является использование магнетронного разряда, который позволяет точно контролировать поток эмитированных металлических атомов.

В *разделе 1.4.* рассмотрены характеристики СВЧ- разрядов низкого давления и обсуждается возможность использования такого разряда для создания модифицированных слоев в матрице ЩГК, содержащих радиационно-стимулированные дефекты матрицы, которые представляющих интерес для различных приложений.

Вторая глава посвящена описанию характеристик различных плазменных и ионных источников, исследованных в работе. Эксперименты проводились в нескольких типах плазменных разрядов.

В *разделе 2.1* приведено краткое описание высоковольтного ионного имплантера MEVVA.RU на основе импульсного вакуумно-дугового разряда (ток разряда ≤ 200 А, длительность импульса 200 мкс, напряжение экстракции до 50 кВ, ток ионного пучка до 0.5 А), а также методик измерений параметров ионного пучка.

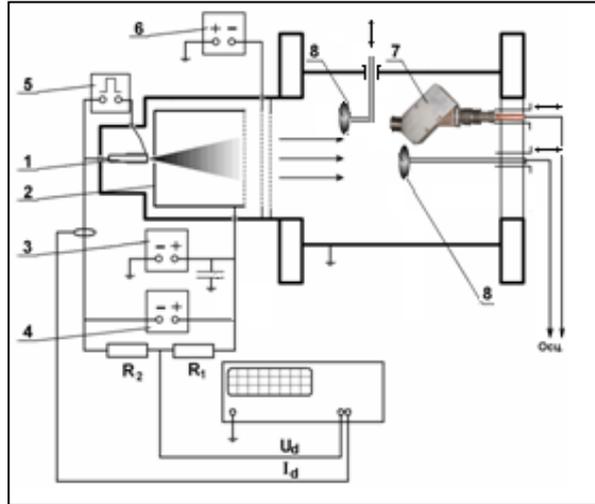


Рисунок 1 – Схема экспериментальной установки MEVVA.RU. 1– катод, 2– анод, 3– высоковольтный источник питания, 4– источник питания дуги, 5– источник питания инициирующего импульса, 6– источник питания сетки электронной отсекки, 7– энергоанализатор, 8– ленгмюровские зонды.

Параметры пучка, экстрагированного из плазмы разряда, измерялись следующими методами. По току насыщения двух подвижных плоских ленгмюровских зондов с антидинаatronными сетками, обеспечивающими работу зонда в потоке высокоэнергичных ионов, измерялось распределение плотности ионов в поперечном сечении пучка, а также вдоль оси пучка. Энергетический спектр ионного пучка измерялся с помощью электростатического анализатора типа “плоское зеркало”.

Раздел 2.2. посвящен описанию быстрого низковольтного вакуумно-искрового разряда ($U_d \leq 2.5$ кВ, $I_d \leq 10$ кА, полупериод около 1 мкс) и методики измерения оптических спектров эмиссии разрядной плазмы.

Спектр излучения области плазменной струи вблизи катода измерялся спектрометром AvaSpec-2048 в диапазоне длин волн 200 – 110 нм со спектральным разрешением около 1 нм. Сигнал на вход спектрометра поступал с выхода волоконного световода, введенного непосредственно в рабочий объем.

В *разделе 2.3* описана установка для синтеза композитной пленки,



Рисунок 2. Схема эксперимента с магнетронным разрядом

состоящей из матрицы щелочно-галоидного соединения, которая содержит нанокластеры металлов (Рис.2). Установка создана на основе слаботочного (≤ 250 мА) магнетронного разряда, и включает также термический испаритель навески материала матрицы. Одновременное использование магнетронного источника потока металлической плазмы и испарителя, эмитирующего поток атомов диэлектрика, позволяло осуществлять синтез пленки, контролируя с

достаточной точностью ее состав. Элементный и зарядовый состав эмитируемой магнетроном плазменной струи определялся по спектру эмиссии, регистрируемому на разных расстояниях от мишени с помощью подвижного световода, сопряженного со спектрометром AvaSpec-2048.

Микроволновый разряд низкого давления, созданный на основе бытовой СВЧ-печи, описан в *разделе 2.4*. Простота технической реализации данного разряда, высокое энергосодержание разрядной плазмы и возможность варьирования ее параметров делают его удобным инструментом для задач данного исследования, в частности, создания в матрице ЦГК слоев, содержащих радиационно-индуцированные дефекты решетки. Измерения параметров такого разряда представляют также самостоятельный интерес, поскольку его можно использовать для различных задач, например, процессов радиационно-стимулированной полимеризации.

Измерения профиля температуры в разрядной камере при различных параметрах разряда, а также в разных областях плазменного столба выполнялись также с помощью волоконного спектрометра AvaSpec-2048. Общий вид экспериментальной установки изображен на рис. 3.

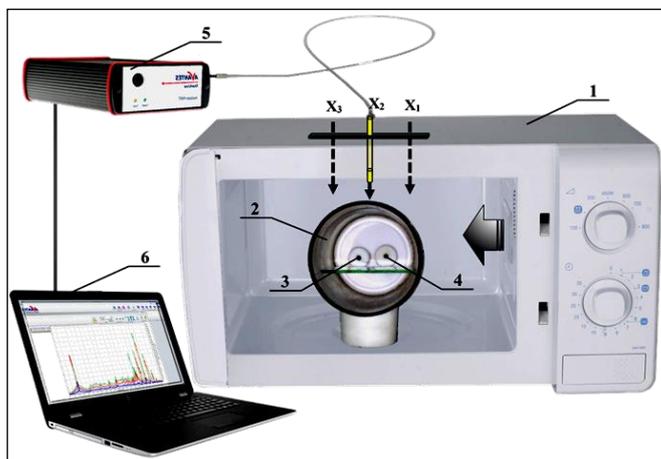


Рисунок 3. Схема эксперимента с микроволновым разрядом: 1 – СВЧ-печь, 2 – рабочая камера, 3 – ввод для напуска рабочего газа, 4 – откачной патрубков, 5 – спектрометр AvaSpec 2048, 6 – ноутбук. Вертикальные стрелки показывают позиции световода, в которых производились измерения спектра.

В третьей главе исследованы параметры (а) пучка металлических ионов, экстрагированного трехсеточной системой из плазменной струи импульсного вакуумно-дугового разряда в ионном имплантере MEVVA.RU; (б) потока ионов эмитированного быстрым низковольтным вакуумным разрядом.

В *разделе 3.1* приведены результаты зондовых измерений на установке первого типа. На рисунке 4b представлена зависимость тока зонда, от напряжения экстракции, из которой следует, что эта зависимость в широком диапазоне величин хорошо описывается «законом $3/2$ », т.е. ток ионного пучка ограничен объемным зарядом. Для данной величины разрядного тока существует максимальное напряжение экстракции (указано стрелкой на рис.4b), при которой наблюдается насыщение тока экстрагированного пучка.

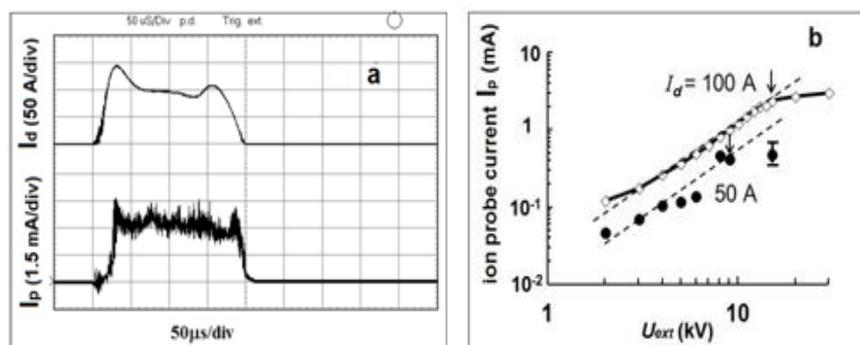


Рисунок 4. (а) типичные осциллограммы тока разряда I_d (верхний луч) и тока ленгмюровского зонда I_p в экстрагированном ионном пучке при $U_{ext} = 15$ кВ (нижний луч); (б) зависимость ионного тока зонда от напряжения экстракции U_{ext} для двух токов разряда. Пунктирные прямые показывают зависимость $I_p \propto U_{ext}^{3/2}$.

Детальные измерения энергетического спектра экстрагированного пучка ионов Ti описаны в *разделе 3.2*. На рис.5 изображены спектры, измеренные в разных стадиях разрядного импульса и на разных расстояниях от экстрагирующей сетки. Из рисунка следует, что амплитуда спектра и энергия ионов, генерируемых в начальной стадии импульса (момент t_1 на рис.4а), существенно выше, чем эти параметры для ионов, генерируемых на более поздней стадии (момент t_2), т.е. наиболее энергичная часть ионов сосредоточена в головной части экстрагированного пучка. При этом максимум спектра ионов лежит существенно ниже экстрагирующего напряжения.

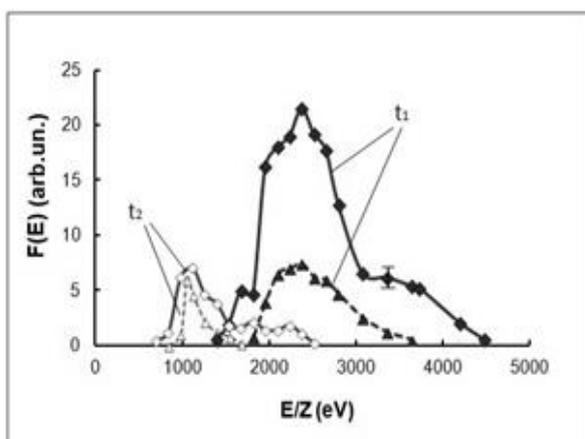
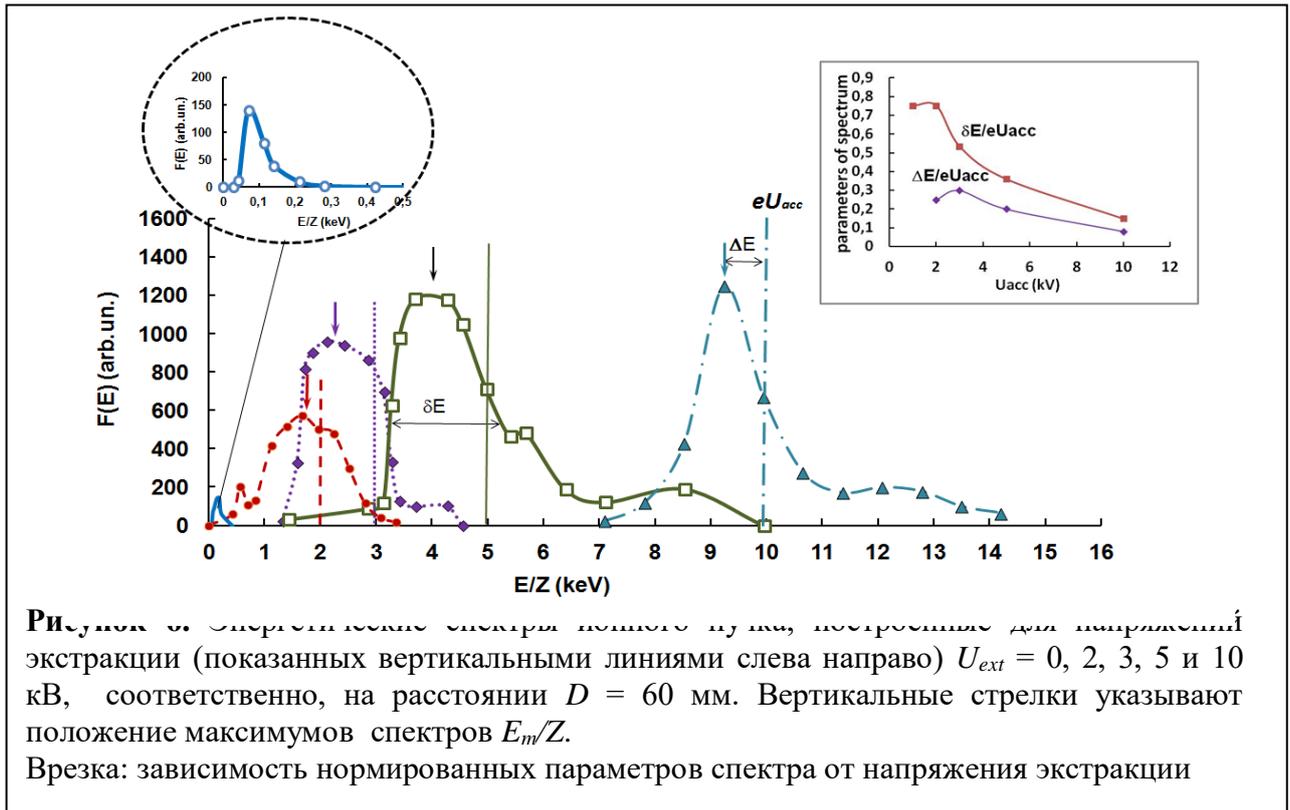


Рисунок 5. Энергетические спектры экстрагированного пучка ионов Ti , при напряжении экстракции $U_{ext} = 3$ кВ в разных стадиях разряда, которые указаны стрелками на рис.4а. Сплошными линиями изображены спектры на расстоянии $D = 60$ мм от входного отверстия анализатора до экстрагирующей сетки, пунктирные кривые изображают спектры на расстоянии $D = 260$ мм.

Были также проведены измерения энергетических спектров ионов Ti в широком диапазоне напряжений экстракции U_{ext} . Результаты, приведенные на рис.6, показывают, что максимум спектра E_m/Z лежит ниже величины eU_{ext} во всем диапазоне измерений, однако с ростом U_{ext} уменьшаются значения относительного сдвига положения максимума $\Delta E_{max}/eU_{exc}$ ($\Delta E_{max} = eU_{exc} - E_{max}$) и относительной ширины спектра $\delta E/eU_{exc}$ (см. врезку на рис.6). Качественно подобные результаты были получены для пучков ионов с другой массой и зарядовым составом (материалы катода Zr и Mg).



Спектроскопические измерения в плазме миниатюрного быстрого низковольтного вакуумного разряда описаны в *разделе 3.3*. Целью этих измерений было определение атомного и ионного состава катодной плазменной струи в различных экспериментальных условиях. Спектр эмиссии катодной плазменной струи регистрировался волоконным световодом, ориентированным таким образом, чтобы в его поле зрения попадала узкая область (1-3 мм) струи вблизи катода, где, как правило, формируется микропинч. На рис. 7а изображен типичный эмиссионный спектр при относительно небольшом напряжении (токе) разряда. Из спектра видно, что помимо линий атомов и ионов материала катода регистрируются линии газовых примесей. Увеличение напряжения разряда приводит к росту интенсивности всех линий, однако амплитуды линий Ag^+ возрастают существенно сильнее (рис.7б).

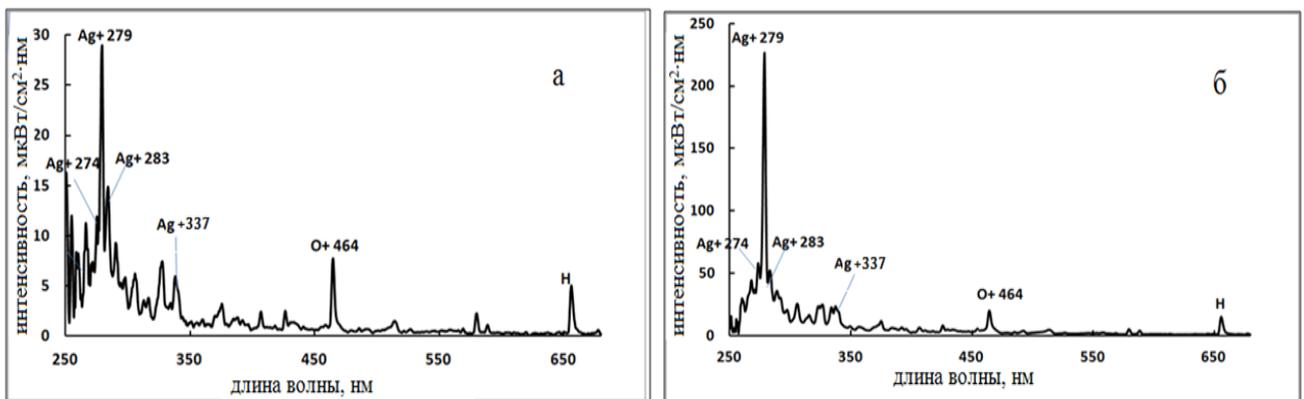


Рисунок 7. Спектры эмиссии плазмы низковольтного вакуумно-искрового разряда при напряжении и токе разряда 800 В, 3.4 кА (а) и 2000 В, 8.5 кА (б).

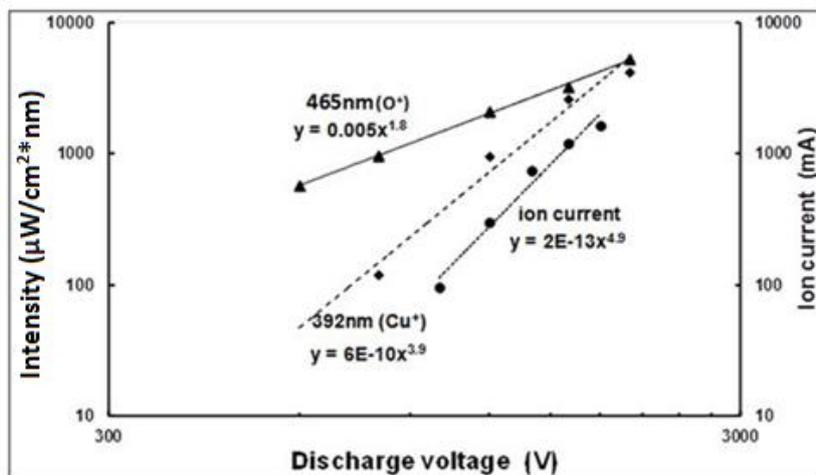


Рисунок 8. Зависимость от напряжения разряда амплитуды наиболее яркой линии иона газовой примеси и ионов меди, а также тока ионного пучка, измеренного с помощью коллектора

Аналогичные результаты получены с медным катодом. Количественно этот вывод иллюстрирует рис. 8, из которого следует, что с ростом разрядного напряжения(тока) интенсивность линий ионов материала катода и ток ионного пучка увеличиваются примерно, с одной скоростью, которая существенно выше скорости нарастания интенсивности линий атомов газовых примесей. Оценка электронной температуры излучающей плазмы по относительной интенсивности спектральных линий в рамках модели ЛТР дает незначительное увеличение от 1.9 до 2.5 эВ в данном диапазоне напряжений разряда.

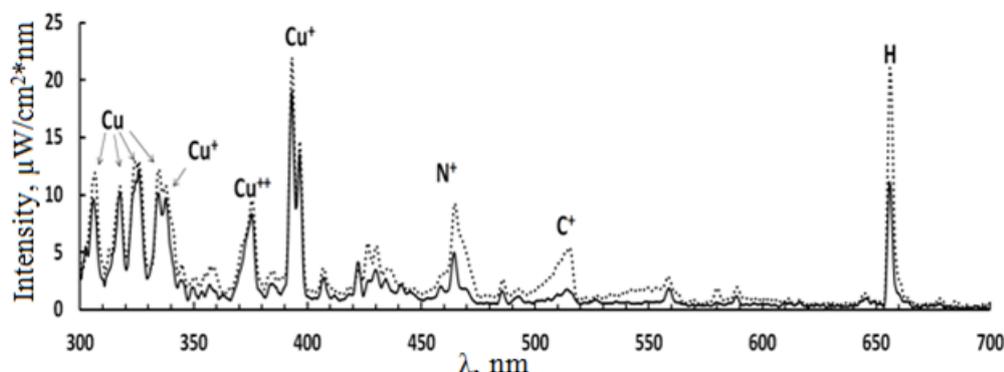


Рисунок 9. Спектр лучения разряда до (пунктирная линия) и после (сплошная линия) тренировки рабочей камеры разрядной плазмой.

Были также проведены измерения эмиссионного спектра разряда в «свежем», (т.е. непосредственно после вакуумной откачки) рабочем объеме и после тренировки рабочей камеры плазмой 100 выстрелов. Из рис. 9, видно, что в результате тренировки интенсивность линий атомов и ионов материала катода (меди), практически, не изменилась, в то время как интенсивность линий частиц газовых примесей уменьшилась в 2 – 5 раз. Это свидетельствует об эффективной очистке разрядной плазмой стенок рабочего объема и электродной системы и соответственно, уменьшении роли перезарядных процессов после тренировки камеры.

Глава 4 посвящена исследованию характеристик газовой и газометаллической плазмы, с помощью которых (а) осуществлялся синтез композитных пленок, состоящих из матрицы ЩГК, которая содержит наноразмерные кластеры металла, (б) создавались модифицированные слои ЩГК, содержащие центры окраски.

В разделе 4.1 описаны характеристики плазменной струи, эмитируемой слаботочным магнетронным разрядом с медным катодом с помощью которой синтезировались пленки метаматериала. Измерения эмиссионных спектров струи проводились спектрометром AvaSpec-2048 при разных разрядных токах,

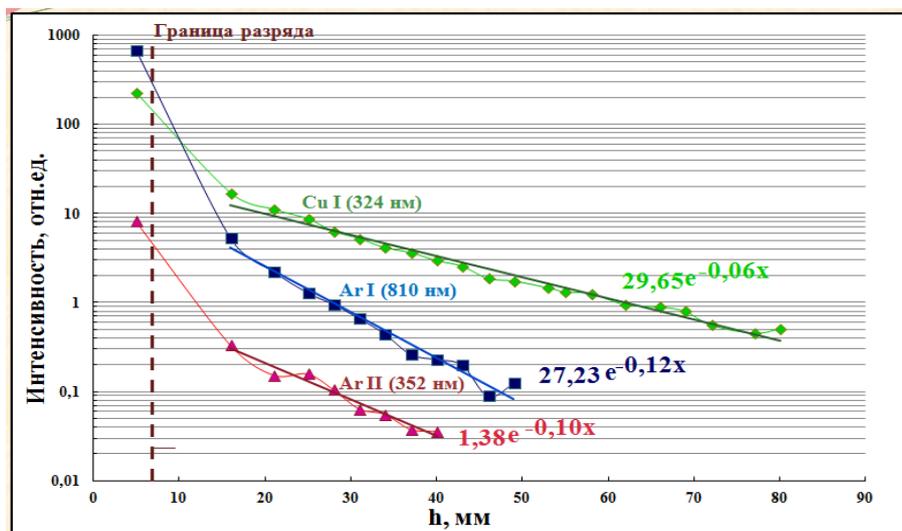


Рисунок 10. Зависимость интенсивности наиболее ярких линий атомов меди и аргона, а также линии ионов аргона от расстояния до мишени-катода в магнетронном разряде. Вертикальная прямая обозначает условную границу разряда на поверхности катода .

а также в разных сечениях струи на расстоянии h от мишени-катода путем перемещения входного торца волоконного световода, сопряженного со спектрометром (см. рис.2).

Измерения показали, что в спектре эмиссии присутствуют линии атомов меди и аргона, а также слабые линии однозарядных ионов аргона, линии ионов меди не регистрируются. Интенсивность линий растет экспоненциально с ростом тока разряда, причем интенсивность линии меди растет быстрее. Кроме того, было показано, что по мере удаления плазменной струи от поверхности катода, экспоненциально быстро падает интенсивность линий и меди и аргона, причем интенсивность вторых падает существенно быстрее (рис.10). Это позволяет предположить, что с удалением от мишени так же быстро падает концентрация атомов и ионов аргона, при этом уменьшается их воздействие на осаждаемую пленку, в частности, нагрев и дефектообразование. Из полученных данных была оценена характерная длина свободного пробега частиц плазменного потока, эмитируемого магнетронным разрядом, обусловленная рассеянием на атомах буферного газа, равная, приблизительно, 10 мм для атомов и ионов аргона и 20 мм - для атомов меди. Эти данные с удовлетворительной точностью совпадают с оценками, полученными по известным значениям соответствующих сечений рассеяния, а также давления буферного газа.

Был проведен анализ различных методик оценки температуры возбуждения атомов многокомпонентной плазмы по относительной интенсивности эмиссионных спектральных линий. В рамках модели ЛТР было показано, что более адекватной является методика оценки по отношению

интенсивности пар линий каждой компоненты. Полученные согласно этой методике температуры возбуждения плазменных компонент (Ar I, Ar II, Cu I) лежали в диапазоне 0.7 – 1.1 эВ. Средняя величина, которую естественно приписать электронной температуре, составляла $T_e = 0.85 \pm 0.2$ эВ и слабо менялась при изменении расстояния от катода в диапазоне 5-80 мм. Подобный расчет был проведен также в рамках корональной модели, более подходящей для данных экспериментальных условий, и было показано, что величина $T_e = 1.0 \pm 0.3$ эВ и также почти постоянна в указанном диапазоне расстояний.

Спектральные измерения, выполненные в плазме микроволнового разряда низкого давления (см. рис.3), описаны в *разделе 4.2*. Рабочий объем откачивался до давления 4 Па, после чего в него напускался рабочий газ (Ar), давление которого регулировалось в диапазоне 6 - 40 Па. Часть экспериментов по окрашиванию образцов ЩГК была выполнена с воздухом в качестве рабочего газа в этом же диапазоне давлений.

Целью экспериментов было выяснение возможного механизма формирования радиационно-индуцированных центров окраски в образцах LiF, а также условий для эффективной реализации этого процесса, в т.ч., давления рабочего газа и расположения образцов в рабочем объеме. Для этого необходимо минимизировать время облучения плазмой образцов, учитывая термическую нестойкость формируемых центров окраски F_2 и F_3+ типа и высокое энергосодержание разрядной плазмы.

По относительной интенсивности различных пар линий эмиссионного спектра в рамках модели ЛТР оценивалась температура возбуждения плазменных компонент. Оказалось, что температура практически не зависит от давления и лежит в диапазоне 1.1 – 1.4 эВ, причем линии атомов и ионов аргона дают близкие значения, что свидетельствует о термодинамическом равновесии этих компонент и позволяет приписать среднее значение температуры возбуждения, равное 1.2 эВ, электронной температуре (рис.12 б).

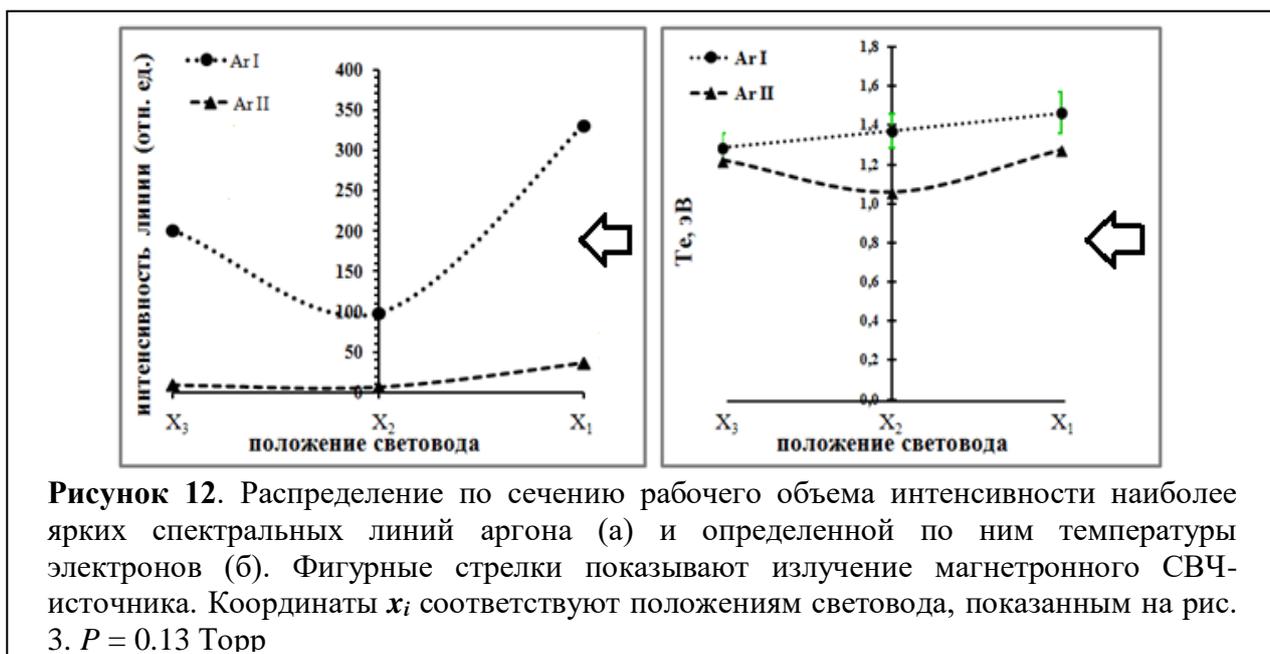


Рисунок 12. Распределение по сечению рабочего объема интенсивности наиболее ярких спектральных линий аргона (а) и определенной по ним температуры электронов (б). Фигурные стрелки показывают излучение магнетронного СВЧ-источника. Координаты x_i соответствуют положениям световода, показанным на рис. 3. $P = 0.13$ Торр

Подобные измерения, выполненные в различных сечениях рабочего объема показали, что температура электронов слабо меняется по сечению (рис.12б). Поскольку при этом согласно рис. 12а интенсивность линий,

регистрируемых вблизи СВЧ-излучателя (положение x_1 , см. рис.2) оказывается в несколько раз выше интенсивности линий, регистрируемых в центре (x_2) и вблизи дальней стенки рабочего объема (x_3), можно сделать вывод, о большей концентрации плазмы вблизи излучателя.

Кроме того, измерения зависимости интенсивности спектральных линий от давления плазмы, показали, что она слабо изменяется в диапазоне 15 – 60 Па, что позволяет использовать разряд в этом диапазоне для создания слоев радиационно-индуцированных центров окраски в матрице ЩГК.

Были также проведены измерения степени радиационного окрашивания образцов кристалла LiF, помещенных на разных расстояниях от СВЧ-излучателя вдоль диаметра объема. Степень окрашивания определялась по величине ослабления в результате прохождения образца оптического сигнала, регистрируемого фотодатчиком I_F . Из рис.13, где приведено распределение сигнала вдоль диаметра, следует, что вблизи излучателя сигнал фотодатчика резко уменьшается. Это означает, что здесь в образце формируются центры окраски с наиболее высокой плотностью. По мере удаления от излучателя плотность центров уменьшается, а в окрестности дальней стенки рабочей камеры опять наблюдается незначительное повышение плотности.

Данный результат находится в качественном согласии данными рис.12а. Полученные результаты позволяют предположить, что механизм формирования центров окраски связан с непосредственной бомбардировкой поверхности образцов заряженными частицами (электронами, ионами) плазмы и

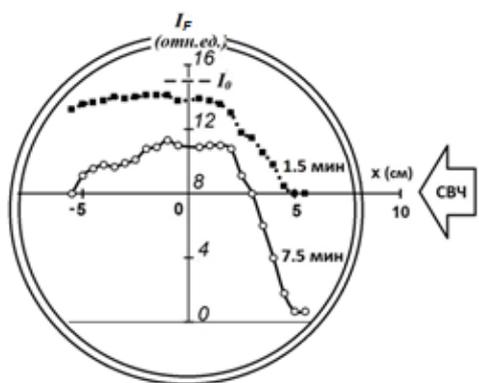


Рисунок 13. Схема измерения степени радиационного окрашивания образцов LiF, в зависимости от положения образца в рабочей камере для времени экспозиции 1.5 и 7.5 минут. По оси ординат отложен сигнал фотодатчика после прохождения образца. Уровень сигнала I_0 соответствует исходному образцу

показывают, что оптимальные условия для окрашивания образцов реализуются вблизи ближайшей к излучателю стенки рабочей камеры.

В **Главе 5** продемонстрированы возможности использования исследованных плазменных установок для создания модифицированных слоев щелочно-галогидных соединений. В *разделе 5.1* изложены результаты по исследованию оптических характеристик слоев, содержащих частицы (атомы, кластеры) металлов, внедренные в матрицу ЩГК в результате облучения пучком ионов в имплантере MEVVA и низковольтной вакуумной искре, которые описаны в **Главе 2**.

Из рис.14 видно, что центры люминесценции, образовавшиеся в результате облучения ионами кристаллов KCl на обеих установках, эмитируют широкие полосы с максимумами при 510 и 530 нм для ионов Cu и Ag соответственно. Подчеркнем, что форма и интенсивность полос люминесценции для обоих видов ионов и в обоих типах установок оказались

близкими. Аналогичный результат был получен при облучении ионами Ag кристаллов LiF. Исследования люминесцентных свойств полученных центров показало, что эти центры представляют собой так называемые молекулярные кластеры, состоящие из нескольких атомов серебра, которые формируются из ионов металлов, имплантированных в матрицу ЩГК, и локализованы в субмикрометровом поверхностном слое кристалла. Полученные результаты позволяют заключить, что в обеих установках схожи механизмы образования центров люминесценции.

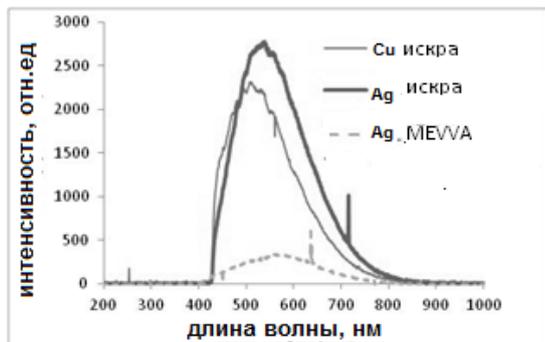


Рисунок 14. Спектры фотолюминесценции кристаллов KCl, имплантированных ионными пучками различных элементов и на различных установках при одинаковом числе (100) «выстрелов». Длина волны возбуждающего излучения 375 нм.

Рентгенофлуоресцентный анализ модифицированного слоя кристалла показал, что поверхностная плотность имплантированных ионов/атомов в стандартном режиме работы искрового разряда (напряжение 2 кВ, ток 8.5 кА) составляет около 4×10^{12} ион/см² в единичном «выстреле». Эта величина по порядку величины сравнима с оценкой для плотности ионного пучка в имплантере MEVVA и не противоречит данным рис. 14.

В разделе 5.2 проведено сравнение оптических характеристик модифицированных слоев, полученных путем облучения подложки LiF пучками ускоренных ионов серебра, а также композитных пленок (матрица LiF, содержащая наночастицы Ag), синтезированных с помощью магнетронного разряда. Из рисунка 15, где приведены спектры поглощения этих образцов, видно, что спектры имеют близкую форму с максимумом полосы поглощения

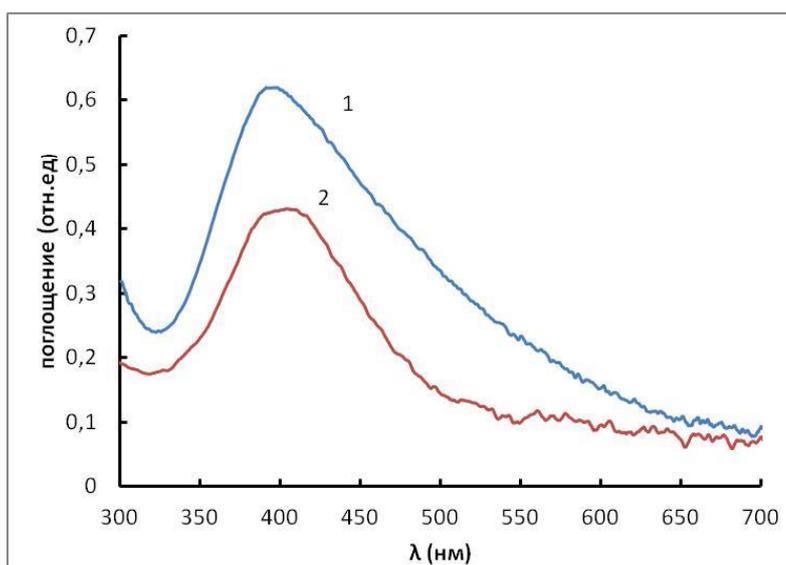


Рисунок 15. Спектры поглощения пленки LiF с наночастицами Ag (1) и кристалла LiF, облученного пучком ионов Ag на установке MEVVA (2)

на длине волны 400 нм. Согласно данным модельных расчетов, эта полоса обусловлена эффектом плазмонного поглощения излучения наночастицами серебра в матрице LiF, причем интенсивность полосы растет с увеличением размера частиц.

Таким образом, исследованные в данной работе источники пучков ускоренных ионов металлов, а также источник потока газо-металлической плазмы на основе магнетронного разряда, позволяют получать композитные слои, как в монокристалле, так и в виде пленки. Слои состоят из диэлектрической матрицы, включающей (суб)наноразмерные кластеры металлов. Полученные на различных установках композитные слои имеют близкие оптические характеристики.

При облучении плазмой микроволнового разряда кристаллов и пленок LiF, в спектрах поглощения образцов наблюдается широкая полоса с максимумом, лежащим в обоих случаях вблизи длины волны $\lambda_m \approx 480$ нм. Появление этой полосы связывается с формированием в матрице LiF в процессе облучения радиационно-индуцированных дефектов кристаллической решетки F_2 и F_3^+ типа. Отличие положения в спектре максимума полосы от известных из литературы значений вблизи 430 нм, по-видимому, обусловлено наличием примесей в используемой матрице. Таким образом, исследованный микроволновый разряд позволяет эффективно формировать, как в поликристаллической пленке, так и монокристалле LiF, модифицированный слой, содержащий центры окраски указанных типов.

Исследования электрофизических характеристик композитной пленки LiF, содержащей наночастицы Cu, продемонстрировали наличие квантоворазмерных эффектов, в частности, зависимости проводимости от размеров металлических нанокластеров [7]. Кроме того, на вольт-амперных характеристиках пленок обнаружено наличие порогового значения напряжения, при превышении которого наблюдается скачок тока почти на 2 порядка. Этот эффект может быть использован для создания нового класса коммутаторов тока. В настоящее время известны пленки различного состава, получаемые разными методами, которые обладают подобными свойствами, однако простота и низкая стоимость описанного в п. 4.1 процесса синтеза таких пленок являются его достоинством.

Основные результаты работы заключаются в следующем:

1. Получена зависимость от напряжения экстракции U_{ext} на разных стадиях импульса параметров энергетического спектра ионного пучка, экстрагированного из плазмы импульсного вакуумно-дугового разряда: нормированного сдвига положения максимума спектра E_{max} в область малых энергий $\Delta E_{max}/eU_{ext}$ ($\Delta E_{max} = eU_{ext} - E_{max}$) и нормированной ширины спектра $\delta E/eU_{exc}$. Показано, что эти параметры, которые характеризуют отклонение спектра от случая слаботоочного пучка, при небольшом напряжении $U_{ext} \leq 3$ кВ имеют заметные значения 0.8 и 0.25, соответственно; с увеличением U_{ext} эти значения быстро падают. Также установлено, что E_{max} в начальной стадии импульса существенно выше, чем на последующей стадии.

2. Методом эмиссионной спектроскопии в низковольтном быстром вакуумно-искровом разряде в широком диапазоне разрядных токов

установлено наличие оболочки холодной плазмы ($T_e \approx 1-3$ эВ), окружающей горячую область микропинча, формируемого в катодной плазменной струе; найдена зависимость температуры оболочки и относительного содержания ионов (атомов) материала катода и газовых примесей в оболочке от тока разряда, показано, что увеличение разрядного тока, а также «тренировка» рабочей камеры разрядной плазмой, приводят к существенному понижению относительного содержания газовых примесей в катодной струе;

3. С помощью потоков ускоренных металлических ионов, эмитированных исследованными источниками, получены модифицированные слои в матрицах ЩКГ, которые содержат частицы (ионы, атомы, кластеры) металлов; измерены некоторые, важные для приложений, характеристики этих слоев. Показана возможность разработки для задач ионной имплантации «настоельных» источников ускоренных ионов металлов с энергией в диапазоне нескольких десятков кэВ на основе быстрых вакуумно-искровых разрядов с напряжением уровня единиц кВ.

4. В магнетронном разряде малой мощности методом эмиссионной спектроскопии получена зависимость относительного содержания металлических и газовых атомов на разных расстояниях от катода-мишени и при разных разрядных токах. С помощью данного разряда, снабженного дополнительным термическим испарителем, получены пленки диэлектрической матрицы LiF, содержащие кластеры различных металлов, исследованы оптические и электрические характеристики пленок.

5. Показано, что исследованные в данной работе источники пучков ускоренных ионов металлов, а также источник потока газо-металлической плазмы на основе магнетронного разряда, позволяют получать композитные слои, как в кристалле ЩКГ, так и в виде пленки, которые состоят из диэлектрической матрицы, включающей (суб)наноразмерные частицы металлов. Полученные на различных установках композитные слои имеют близкие оптические характеристики.

6. Исследовано пространственное распределение параметров плазмы в микроволновом разряде, показано, что температура электронов практически не зависит от давления рабочего газа, лежит в диапазоне 1.1 – 1.4 эВ, а ее распределение однородно по сечению плазменного столба, при этом концентрация плазмы максимальна вблизи излучателя. Показано, что путем облучения кристалла или пленки LiF в данном разряде можно эффективно формировать в матрице модифицированные слои, содержащие радиационно-индуцированные дефекты (центры окраски).

Основные публикации по теме диссертации

1. **Shipilova O.I.** Characteristics of intense multispecies metallic ion beams extracted from plasma of a pulsed cathodic arc/ O.I. Shipilova, A.A. Chernich, V.L. Paperny. // Physics of Plasmas.-2017.-Т.24.-№10.- 103108.

2. **Shipilova, O.I.** Luminescent centers in nanolayers of LiF crystals with embedded silver ions/ O.I. Shipilova, V.P. Dresvyansky, E.F. Martynovich, A.L. Rakevich, R.Yu. Shendrik, V.L. Paperny, A.A. Chernich.// Journal of Physics: Conference Series.-2017.-Т.830.-№1.- 012145.

3. **Shipilova O.I** Spectral measurements in the plasma of microwave and magnetron discharges/ O.I. Shipilova, A.A. Chernikh and V.L.Paperny// Journal of Physics: Conference Series. 1393 (2019) 012056

4. **Shipilova O.I.** Ion-plasma technologies for the preparation and modification of nanosized LiF layers/ O.I.Shipilova, A.O.Khoroshikh, A.A. Kolomytsev, A.A. Chernich, V.L. Papernyj, N.A.Ivanov.// Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics.-2016.-Т.80.-№1.-С.38-40.

5. **Shipilova O.I.** Creation of modified layers of Alkali-Halide Crystals by Ion Implantation Methods/ O.I. Shipilova, Paperny Victor, A.A. Chernih, G.Yu. Yushkov, S.P. Gorbunov.//28th International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum (ISDEIV 2018), Greifswald, Germany, September 23-28, 2018.: Proceedings. Volume 1.: 2018.- p. 701-703.

6. Lazareva N.L. Transformation of the microstructure and luminescence characteristics of LiF films during annealing/ N.L. Lazareva, V.P. Dresvyanskii, A.L. Rakevich, E.F. Martynovich, V.L. Paperny, **O.I. Shipilova**, S.S. Kolesnikov, N.V. Astrakhantsev, N.A. Ivanov.// Physics of the Solid State.-2016.-Т.58.-№9.-С. 1772-1776

7. Genze Y.V. Electrical properties of LiF-based thin films containing gold and copper nanoclusters/ Y.V. Genze, L.I. Shchepina, I.Y. Shchepin, **O.I. Shipilova**, V.L. Papernyj, N.A. Ivanov.// Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics.-2015.-Т.79.-№2.-С.194-197.

8. Дресвянский В.П. Спектральные характеристики радиационных дефектов в тонких пленках фторида лития / В.П. Дресвянский В.Л. Паперный, Е.В. Милютин Н.Л. Лазарева, А.Л. Ракевич, **О.И. Шипилова**, Е. Ф. Мартынович .//Известия высших учебных заведений. Физика.– 2015– Т. 57. – № 12/3. – С.28-31.

9. **Shipilova, O.I.**, Gorbunov, S.P., Dresvyansky, V.P., Martynovich, E.F., Rakevich, A.L., Paperny, V.L. Synthesis of a luminescent metamaterial layer in an alkali halide matrix by implanting metal ions emitted by a low-voltage vacuum spark 2019 AIP Conference Proceedings 2069,020001

10. Горбунов С.П. Спектроскопические измерения в плазме вакуумных разрядов/ С.П. Горбунов, А.А. Черных, **О.И. Шипилова**, В.Л, Паперный //Современные средства диагностики плазмы и их применение. Сборник тезисов докладов X Конференции, М.:НИЯУ МИФИ , 14-16 ноября 2016 г. – с. 195 – 197.

11. **Шипилова О.И.** Эмиссионная спектроскопия плазмы СВЧ-разряда/ О.И. Шипилова, А.А. Черных// Современные средства диагностики

плазмы и их применение. Сборник тезисов докладов XI Конференции, М.:НИЯУ МИФИ, 13-15 ноября 2018г. – с. 86– 89.

Патенты

1. Патент на изобретение (мемристорный материал) № 2582232, заявка № 2015104622 от 11.02.2015. зарегистрирован 30 марта 2016г.

Иванов Николай Аркадьевич (RU), Черных Алексей Андреевич (RU), Щепина Лариса Иннокентьевна (RU), **Шпилова Ольга Ивановна** (RU), Паперный Виктор Львович (RU), Щепин Иннокентий Яковлевич (RU).

2. Патент на полезную модель (мемристорный переключатель) № 159146, заявка № 2015134900 от 18.08.2015. зарегистрирован 18 августа 2016 г.

Щепина Лариса Иннокентьевна (RU), Щепин Иннокентий Яковлевич (RU), Паперный Виктор Львович (RU), Черных Алексей Андреевич (RU), **Шпилова Ольга Ивановна** (RU), Иванов Николай Аркадьевич (RU).

3. Патент на полезную модель (устройство для создания потока металлической плазмы) № 170029, заявка № 2016148539 от 09.12.2016. зарегистрирован 12 апреля 2017 г. **Шпилова** Ольга Ивановна (RU), Астраханцев Николай Вениаминович (RU), Лебедев Николай Валентинович (RU), Паперный Виктор Львович (RU).

Цитируемая литература

1. Townsend P. D., Chandler P. J., Zhang L. Optical Effects of Ion Implantation, Cambridge University Press, Cambridge, 1994. - 293 p.

2. Brown Ian G. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films. 1993. № 11. P. 14-16.

3. Artamonov M. F., Krasov V. I., Paperny V. L., // Phys J. D: Appl. Phys, 2001. № 34. P. 12-14

4. B. G. Sukhov, N. M. Gogoleva, A. N. Chesnokova, S. D. Maksimenko, N.A. Ivanov, V. L. Paperny, S. F. Malysheva, N. A. Belogorlova, V. A., Kuimov, Yu. I. Litvintsev and T. V. Kon'kova // 2019, AIP Conference Proceedings, 2069, 040003.

5. В. Л. Паперный, В. А. Шкляев, А. А. Черных // Физика плазмы, 2009. - Т.35. № 2. С. 202-208.

6. Yushkov G. Y., Andr'e Anders. //TRANSACTIONS ON PLASMA SCIENCE, 1998. №2. P. 220-226.

7. Suvorkin, Y.V., Shchepina, L.I., Shchepin, I.Y., Paperny V.L., Ivanov, N.A., Kolesnikov, S.S. // Studying the quantum size effect in LiF-based thin films with Ag and Cu nanoclusters 2017 Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics 81(9), с. 1048-1051