

УДК539.234

## ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ОСТАТОЧНОГО И ПЛАЗМООБРАЗУЮЩЕГО ГАЗОВ В КАМЕРЕ УСТАНОВКИ ВАКУУМНОГО НАПЫЛЕНИЯ

А. Е. Михеев<sup>1</sup>, В. А. Харламов<sup>2</sup>, С. Д. Крючек<sup>2</sup>, А. А. Чернятина<sup>2</sup>, И. И. Хоменко<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Сибирский государственный аэрокосмический университет имени академика М. Ф. Решетнева  
Россия, 660014, Красноярск, просп. им. газ. «Красноярский рабочий», 31. E-mail: michla@mail.ru

<sup>2</sup>ОАО «Информационные спутниковые системы» имени академика М. Ф. Решетнева»  
Россия, 662972, Железногорск Красноярского края, ул. Ленина, 52. E-mail: vah@iss-reshetnev.ru

*С помощью квадрупольного масс-спектрометра исследован состав остаточного газа в вакуумной камере установки АРМ НТП при подготовке оборудования к отработке технологии магнетронного напыления радиоотражающих покрытий. Показано, что при напуске в камеру чистого аргона, в составе плазмообразующего газа может содержаться до 0,3 % примесей из состава остаточного газа камеры, включая 0,02 % воды и кислорода. Большое содержание углеродсодержащих газов показывает на присутствие остатков использованных растворителей, сорбированных в резиновых уплотнителях, зазорах оснастки и в других элементах камеры. Для уменьшения загрязнения плазмообразующей атмосферы камеры и повышения чистоты состава и свойств покрытий, потребуются дополнительные меры по очистке и обезгаживанию поверхностей камеры от остатков влаги и углеродсодержащих соединений. Для обеспечения минимального загрязнения напыляемого покрытия необходимо принятие мер по тщательной очистке и обезгаживанию поверхностей камеры от остатков влаги и углеродсодержащих соединений.*

*Ключевые слова: радиоотражающие покрытия, вакуумное нанесение покрытий, плазмообразующий газ.*

## STUDY OF COMPOSITION OF RESIDUAL AND PLASMA-FORMING GASES IN THE VACUUM COATERS

A. E. Miheev<sup>1</sup>, V. A. Harlamov<sup>2</sup>, S. D. Kryuchek<sup>2</sup>, A. A. Chernyatina<sup>2</sup>, I. I. Homenko<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Siberian State Aerospace University named after academician M. F. Reshetnev  
31 "Krasnoyarskiy Rabochiy" prosp., Krasnoyarsk, 660014, Russia. E-mail: michla@mail.ru

<sup>2</sup>JSC "Information Satellite Systems" named after academician M. F. Reshetnev"  
52 Lenin st., Zhelenogorsk, Krasnoyarsk region, 662972, Russia. E-mail: vah@iss-reshetnev.ru

*With the help of a quadrupole mass spectrometer the authors study the composition of the residual gas in a vacuum chamber installation ARM NTP in the preparation of equipment for mining technology radio-reflective magnetron sputtering coating. It is shown that at filling the chamber with pure argon the plasma gas may contain up to 0.3 % of residual impurities from the gas chamber, including water and 0.02 % oxygen. The high content of carbon-containing gases shows the presence of residues of the solvents used, sorbed in rubber seals, equipment and gaps in other parts of the camera. To reduce the contamination of plasma-forming chamber atmosphere and to improve the purity of the composition and properties of the coatings the additional cleaning and degassing chamber surfaces of residual moisture and carbon-containing compounds are required. To ensure the minimum contamination of the sprayed coating it is necessary to take measures for thorough cleaning and degassing of the chamber surfaces from residual moisture and carbon-containing compounds.*

*Keywords: Radio-reflective coatings, vacuum coating, plasma gas.*

Процессы распыления мишени и конденсации покрытия происходят в газовой среде, содержащей компоненты остаточной атмосферы вакуумной камеры. В состав остаточной атмосферы за счет натекания, десорбции со стенок и газовой выделения из напыляемых деталей или образцов входят различные, в том числе химически активные газы – вода, азот, кислород, углеводороды, водород, диоксид углерода. Относительные количества перечисленных компонентов зависят от множества факторов. В лабораторном и производственном оборудовании, работающем в вакууме не выше  $10^{-4}$  Па, сумма парциальных давлений воды, азота

и кислорода составляет обычно большую часть от давления остаточного газа [1]. Степень загрязнения плазмообразующего газа будет зависеть от давления остаточного газа, характерного для каждой вакуумной камеры с учетом ее предыстории до напыления, свойств и количества загруженных для напыления изделий и рабочего давления плазмы в процессе распыления мишеней. К типичным давлениям процесса магнетронного напыления алюминия на детали из углепластика относятся: давление остаточного газа  $(1 - 10) \times 10^{-4}$  Па, рабочее давление плазмы 0,07–0,2 Па. Следовательно, можно ожидать объемное содержание

примеси (в том числе химически активных газов) от 0,05 до 1,5 %. Вовлекаемые в рабочую зону плазменного распыления эти активные компоненты атмосферы камеры будут создавать химические соединения: оксиды, нитриды, карбиды с материалом мишени, которые могут значительно изменить свойства напыляемых покрытий [2].

Анализировали состав остаточного и плазмообразующего газов в камере вакуумной установки АРМ НТП, использованной в разработке технологии напыления многослойного радиоотражающего покрытия (рис. 1).

Основное назначение установки – осаждение многослойных тонкопленочных покрытий на поверхность различных подложек, обработка образцов материалов потоками ионов, проведение ионно-плазменных исследований для научных целей, а также отработка технологических процессов напыления покрытий различного назначения.

Камера установки АРМ НТП состоит из шлюзовой и рабочей камер. Рабочая камера предназначена для проведения процессов магнетронного напыления и плазменной обработки образцов. В рабочей камере установлены магнетроны и ионные источники, системы возвратно-поступательного и вращательного перемещения подложек, экраны для ограничения зоны распыления мишеней магнетронов. Камеры откачиваются механическими и турбомолекулярными насосами.

Рабочая камера установки имеет большую площадь внутренних поверхностей, и в процессе напыления покрытий на стенках камеры, экранах и деталях оснастки осаждаются конденсаты распыляемых материалов. При замене мишеней, проведении регулировок и других работах внутрь камеры напускается атмосфера. Это приводит к тому, что конденсаты на внутренних поверхностях камеры становятся источником поступления в откачиваемый объем газов: воды, компонентов атмосферы: азота, кислорода, углекислоты, а так же газов, выделявшихся подложками в процессе предварительной обработки и напыления.

В процессе подготовки установки АРМ НТП к отработке технологии напыления радиоотражающих покрытий на основе алюминия проведены работы по очистке внутренних поверхностей камеры, экранов

и внутрикамерной оснастки от конденсатов и других загрязнений с окончательной протиркой поверхностей нефрасом и этиловым спиртом.

Для контроля состава остаточного газа на один из свободных фланцев был установлен квадрупольный масс-спектрометр НРQ-2S. Прибор обеспечивает регистрацию масс-спектров в диапазоне от 1 до 100 а.е.м. при максимальном рабочем давлении до 1 Па.

Спектры масс камеры были сняты до проведения работ и после проведения монтажа необходимых мишеней в магнетроны и чистки экранов и стенок камеры в процессе напуска в камеру аргона ГОСТ 10157-79 (высший сорт) для создания плазмообразующей среды.

Масс-спектры остаточного газа после откачки камеры до вакуума  $1,5 \times 10^{-4}$  Па и плазмообразующего газа при напуске аргона, показаны на рис. 2 и 3 соответственно. Расшифровка масс-спектра показывает, что основными компонентами остаточного газа являются вода (пики 16, 17 и 18), парциальное давление  $1,2 \times 10^{-4}$  Па, азот (пики 28 и 14), парциальное давление  $2,2 \times 10^{-5}$  Па, кислород (пики 32 и 16), парциальное давление  $4,5 \times 10^{-6}$  Па, легкие углеводороды (пики 26, 27, 29, 30 и 31) с суммарным парциальным давлением  $1 \times 10^{-5}$  Па, а так же водород, гелий, углерод и фрагменты углеводородов с суммарным парциальным давлением  $1 \times 10^{-6}$  Па.

После напуска в камеру аргона (массы 40 и 20) до давления  $1 \times 10^{-2}$  Па, давления компонентов остаточного газа (включая примеси в аргоне) составили: вода (пики 16, 17 и 18) – парциальное давление  $2 \times 10^{-5}$  Па, азот (пики 28 и 14) – парциальное давление  $2 \times 10^{-5}$  Па, кислород (пики 32 и 16) – парциальное давление  $6 \times 10^{-7}$  Па, углеродсодержащие соединения (пики 15, 19, 21, 26, 27, 29, 35, 36, 37, 38, 39, 41–44) – суммарно парциальное давление  $2,7 \times 10^{-4}$  Па. Давления изотопов аргона  $Ar^{36}$  и  $Ar^{38}$  с массовыми числами 36 и 38 из этой суммы исключены. Также в расчет не брали компоненты с парциальными давлениями от  $1 \times 10^{-6}$  Па и менее. В результате получено суммарное содержание примесей в плазмообразующем газе 2,9 %, в том числе воды и кислорода 0,2 %. При дальнейшей откачке камеры до рабочего давления 0,1 Па относительное содержание примесей пропорционально уменьшается до 0,3 %, в том числе воды и кислорода 0,02 %.

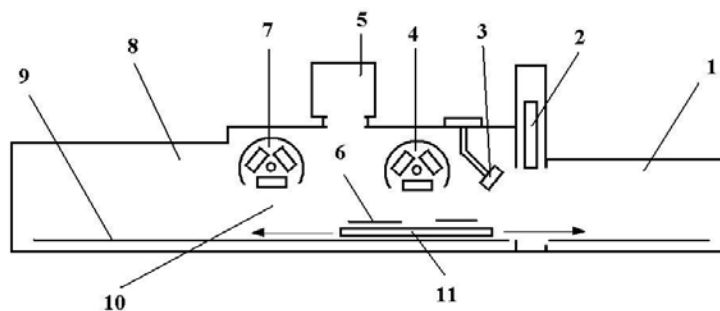


Рис. 1. Схема вакуумной камеры установки АРМ НТП:

- 1 – шлюз; 2 – вакуумный затвор; 3 – ионный источник с замкнутым дрейфом электронов;  
4, 7 – блок магнетронов, 5 – источник газовых ионов с высокой энергией; 6 – ограничивающая щель;  
8 – реверсивная камера; 9 – рельсы; 10 – рабочая камера; 11 – стол системы перемещения

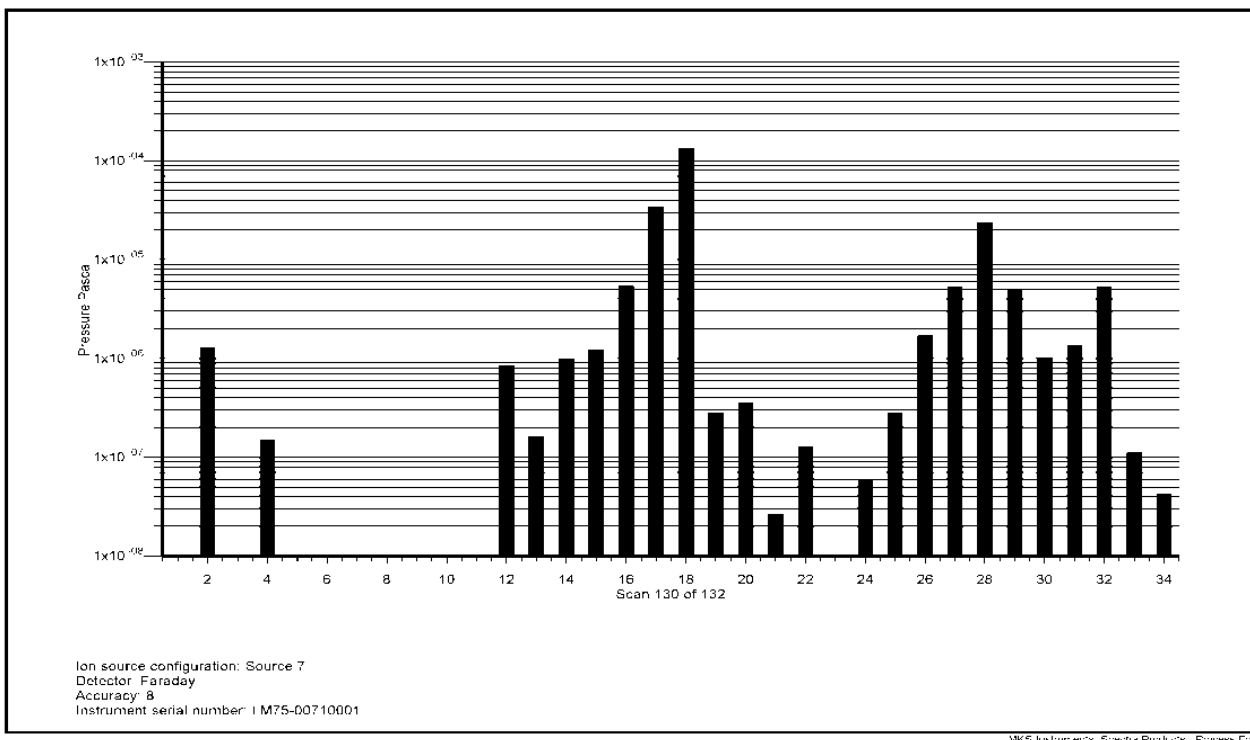


Рис. 2. Масс-спектр остаточного газа после откачки камеры АРМ НТП до предварительного высокого вакуума

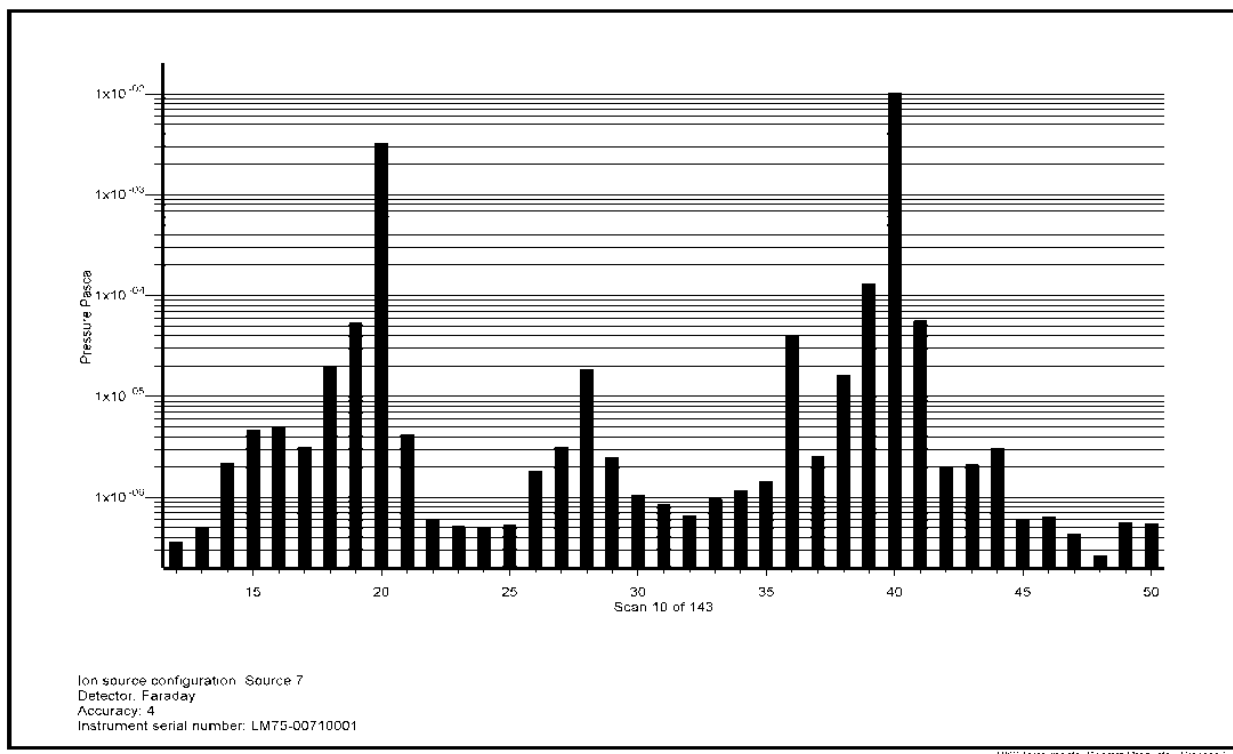


Рис. 3. Масс-спектр плазмообразующего газа в камере АРМ НТП в процессе напуска аргона

Для сравнения, в применяемом аргоне высшего сорта по ГОСТ 10157–79 – содержание примесей следующее: кислород – не более 0,000 7 %, азот – не более 0,005 %, вода – не более 0,000 9 %, углеродсодержащие соединения – не более 0,000 5 %, при содержании аргона – не менее 99,99 % [3]. Сле-

довательно, содержание воды и суммы примесей в плазмообразующем газе более, чем на порядок превышает допускаемый ГОСТом объем примесей в применяемом для напуска аргоне.

Анализ приведенных масс-спектров показывает следующее: после проведения чистки внутренних

поверхностей и откачки камеры до высокого вакуума в остаточном газе камеры и в плазмообразующем газе остается относительно большое количество химически активных газов: воды (массы 16, 17, 18), кислорода, азота, углеводородов (массы 32, 16, 28, 14, 12, 24 и др.). Большое содержание углеродсодержащих газов указывает на присутствие остатков использованных растворителей, сорбированных в резиновых уплотнителях, зазорах оснастки и в других элементах камеры.

Для уменьшения загрязнения плазмообразующей атмосферы камеры и повышения чистоты состава и свойств покрытий, потребуются дополнительные меры по очистке и обезгаживанию поверхностей камеры от остатков влаги и углеродсодержащих соединений.

Содержание компонентов остаточного газа камер в плазмообразующем газе при магнетронном напылении может значительно превышать содержание примесей в аргоне ГОСТ 10157–79 марки «высший сорт», используемом для напуска в камеру.

Для обеспечения минимального загрязнения напыляемого покрытия необходимо принимать меры по тщательной очистке и обезгаживанию поверхностей камеры от остатков влаги и углеродсодержащих соединений.

Перед началом проведения обработки напыления покрытий целесообразно проводить масс-спектрометрический контроль остаточного и плазмообразующего газов.

#### Библиографические ссылки

1. Холлэнд Л. Нанесение тонких пленок в вакууме : пер. с англ. М. : Госэнергоиздат. 1962.
2. Палатник Л. С., Сорокин В. К. Материаловедение в микроэлектронике. М. : Энергия, 1977.
3. ГОСТ 10157–79. Аргон газообразный и жидкий. Технические условия. М. : Изд-во стандартов, 1979.

#### References

1. Hollend L. *Nanesenie tonkih plenok v vakuume* (Application of thin films in a vacuum). Moscow, Gosenergoizdat, 1962, 608 p.
2. Palatnik L. S., Sorokin V. K. *Materialovedenie v mikroelektronike* (Materials Science in Microelectronics). Moscow, Energiya, 1977, 280 p.
3. GOST 10157-79. *Argon gazoobraznyi i jidkii. Tehnicheskie usloviya* (GOST 10157-79. Argon gas and a liquid. Specifications). Moscow, Izd-vo standvrtov, 1979.

© Михеев А. Е., Харламов В. А., Крючек С. Д., Черныгина А. А., Хоменко И. И., 2013

УДК 621.38

### ПОВЫШЕНИЕ КАЧЕСТВА ПОВЕРХНОСТИ ЗЕРКАЛ ЛУЧЕВОДОВ ВИБРАЦИОННЫМ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИМ ХОНИНГОВАНИЕМ

Л. И. Оборина, И. В. Трифанов, Б. Н. Исмаилов, И. В. Стерехов, В. М. Шелковская

Сибирский государственный аэрокосмический университет имени академика М. Ф. Решетнева  
Россия, 660014, Красноярск, просп. им. газ. «Красноярский рабочий», 31. E-mail: sibgau-uks@mail.ru

*Показаны особенности процесса вибрационного электрохимического хонингования при удалении дефектного слоя с поверхности зеркала лучевода, изготовленного из сплава 32 НКД методом фрезерования. Малая шероховатость поверхности может быть сформирована по всей обрабатываемой поверхности за счет анодного растворения микронеровностей электрическим полем и механической активацией гребешков микронеровностей, абразивными элементами при вибрации катода инструмента.*

*Ключевые слова: вибрационное электрохимическое хонингование, катод-инструмент, шероховатость, импульс тока, зеркала лучевода, анодное растворение, бегущее электрическое поле.*

### IMPROVEMENT OF QUALITY OF MIRRORS SURFACES OF BEAM GUIDES WITH SHAKY ELECTROCHEMICAL HONING PROCESS

L. I. Oborina, I. V. Trifanov, B. N. Ismailov, I. V. Sterekhov, V. M. Shelkovsky

Siberian State Aerospace University named after academician M. F. Reshetnev  
31 "Krasnoyarskiy Rabochiy" prosp., Krasnoyarsk, 660014, Russia. E-mail: sibgau-uks@mail.ru

*The authors describe the features of shaky electrochemical honing process during removal of a defective layer from a mirror surface of a beam guide made of 32 alloy by NKD method of milling. The small inequalities of a surface can be formed all over the processed surface at the expense of anode dissolution of micro inequalities by electric field and mechanical activation of combs of micro inequalities by abrasive elements at vibration of the cathode of the tool.*

*Keywords: shaky electrochemical honing, cathode tool, inequality, current impulse, beam guide mirror, anode dissolution, running electric field.*