

УДК 539.23:621.373.42

ИЗМЕРЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ТОНКИХ УГЛЕРОДНЫХ ФОЛЬГ МЕТОДОМ КВАРЦЕВОГО РЕЗОНАТОРА

В.А.Батурин, А.Ю.Карпенко, А.Г.Нагорный, С.А.Пустовойтов
Институт прикладной физики НАН Украины, 40030, г. Сумы

Описан способ вимірювання товщини тонких ($\sim 0,5$ мкг/см²) вуглецевих фольг в процесі їх виготовлення, заснований на застосуванні кварцевого резонатора. Показано, що в умовах імпульсного вакуумного розпилювання графіту застосування кварцевого резонатора зі слабкою залежністю частоти від температури дозволяє збутися від впливу теплового випромінювання із сторони випарника на вихід частоти резонатора в процесі напилювання і виміряти товщину напилюваного шару із точністю $\sim 5\%$. Отримано добре узгодження результатів вимірювання по кварцевому резонатору з даними по вимірюванню кутів багатократного розсіювання протонів у вуглецевих фольгах.

Описан способ измерения толщины тонких ($\sim 0,5$ мкг/см²) углеродных фольг в процессе их изготовления, основанный на применении кварцевого резонатора. Показано, что в условиях импульсного вакуумного распыления графита применение кварцевого резонатора со слабой зависимостью частоты от температуры позволяет избавиться от влияния теплового излучения со стороны испарителя на уход частоты резонатора в процессе напиления и измерять толщину напиленного слоя с точностью $\sim 5\%$. Получено хорошее согласие результатов измерения по кварцевому резонатору с данными по измерению углов многократного рассеяния протонов в углеродных фольгах.

The way of measurement of thickness thin ($\sim 0,5$ мкг/см²) carbon foils is described during their manufacturing grounded on applying of a quartz resonator. Is demonstrated, that in conditions of pulse vacuum sputtering of graphite the applying of quartz resonator with a weak dependence of frequency from temperature allows to be saved of influencing heat radiation on the part of the evaporator on oscillator drift of resonator during sputtering and to measure thickness of sputtering layer with accuracy $\sim 5\%$. The good accordance of measurement on the quartz resonator with the data on angular measurement of repeated dissipation of positive protons in carbon foils is obtained.

В ускорительной технике, а также в экспериментах с ионными и атомными пучками находят широкое применение тонкие фольги, используемые в качестве перезарядных или обдирочных мишеней [1-3]. Материал и толщина мишени выбираются с учетом ресурса ее работы, зарядового состава ионного пучка после взаимодействия и других экспериментальных особенностей. Как правило, предпочтение отдается углеродным фольгам, обладающим большей радиационной и температурной стойкостью по сравнению с металлическими фольгами [4,5]. В некоторых ускорителях тяжелых ионов такие мишени используются в системах вывода пучков из ускорителя, а в тандемных электростатических ускорителях - для преобразования пучка отрицательных ионов в положительные.

Технология изготовления тонких фольг как мишеней для ускорительной техники представляет собой комплекс сложных технологических процессов. В этой технологической цепочке очень важным этапом является измерение толщины фольги, или массы вещества мишени, приходящейся на единицу площади в процессе ее изготовления. В *вопросах атомной науки и техники*. 2002. №1. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники (12), с.165-168.

щиной от 100 Å до нескольких сотен ангстрем. Измерение толщины таких особо тонких фольг представляет серьезную проблему.

В настоящей работе представлено описание оборудования и методик, применяемых нами для изготовления тонких (~ 100 Å) углеродных фольг, используемых в качестве перезарядных мишеней на линейном ускорителе отрицательных ионов водорода.

Углеродные фольговые мишени толщиной от 0,5 до 5,0 мкг/см² изготавливались путем распыления чистого графита в вакуумном разряде. Оперативный контроль толщины углеродного слоя производился методом кварцевого резонатора [6]. Схема установки вакуумного распыления графита представлена на рис.1.

В камере, где поддерживается вакуум не хуже $1 \cdot 10^{-5}$ Торр, расположены графитовые электроды (ГЭ), держатели для подложек и кварцевый измеритель. Вакуумный разряд между графитовыми электродами возникает при подаче на электроды импульсов напряжения. Ток в разряде может достигать нескольких сотен ампер. Число импульсов напряжения, подаваемого на электроды, а также их длитель-

ность задается таймером. Частота следования импульсов может изменяться от 0,1 до 0,01 Гц и выбирается такой, чтобы обеспечить восстановление вакуумных условий в вакуумной камере в промежутке между разрядами. Длительность импульсов варьируется в пределах 0,1...1,0 с и задает интенсивность испарения графитовых электродов. Задавая число и длительность импульсов, можно получать различные толщины углеродных пленок. При получении особо тонких пленок толщиной ~100 Å достаточно одного импульса длительности 0,5...0,7 с. Характер разряда между электродами непостоянен. Энергия, выделяемая при разрядах, а следовательно, и плотность потока испаряемых атомов, может изменяться от импульса к импульсу. Для контроля параметров разряда служит схема измерения энергии, выделяемой на электродах за один импульс.

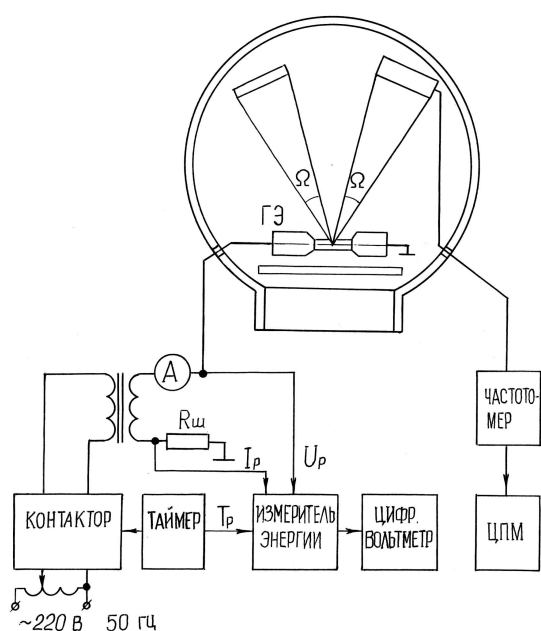


Рис. 1. Схема экспериментальной установки

Кварцевый измеритель толщины и держатель подложек расположены симметрично относительно оси вакуумной камеры с целью обеспечения одинаковых условий осаждения графита. Основой кварцевого измерителя служит пластинка кварцевого резонатора, определяющего частоту стабильного автогенератора. Поскольку генерируемая частота зависит от массы кварцевого резонатора, по уходу генерируемой частоты, с учетом предварительной калибровки, можно определить толщину пленки, осевшей на кварцевой пластине, а следовательно, и на образце, который находится в таких же условиях. Масса напыленного на единицу поверхности кварца слоя Δm_c и изменение частоты кварцевого резонатора Δf связаны простым соотношением [6]:

$$\Delta m_c = \frac{m_g}{f_g} \Delta f, \quad (1)$$

где m_g – масса кварцевой пластины единичной площади; f_g – резонансная частота.

Видно, что чувствительность метода кварцевого резонатора очень высока. Так, например, для кристалла с резонансной частотой $f = 5$ МГц, массой $m_g = 100$ мг чувствительность $\frac{\Delta m_c}{\Delta f} = 0,02$ мкг/Гц,

т.е., регистрируя уход частоты кварцевого резонатора на 1 Гц, в принципе можно контролировать приращение массы в сотые доли микрограмма. Повышение рабочей частоты резонатора приводит к дальнейшему повышению чувствительности. Однако при реализации этого метода в конкретных условиях необходимо учитывать ряд его особенностей:

- упругие свойства напыленного вещества отличаются от упругих характеристик кварца [7];
- плотность в тонком слое напыленного вещества меньше плотности этого вещества в массивном образце [8];
- сдвиг частоты резонанса обусловлен не только массой нанесенного слоя, но также и напряжениями, возникающими на границе кварц-напыленный материал [7].

Кварцевый резонатор чувствителен к изменению температуры [9]. Чтобы учесть уход резонансной частоты от температуры в наших измерениях использовались кварцевые резонаторы были подвергнуты специальному отбору по результатам измерений температурной зависимости резонансной частоты. Были использованы 40 резонаторов марки РК170 и РК171 с частотой собственного резонанса 5...10 МГц. Наиболее типичные зависимости $f(T)$ приведены на рис.2.

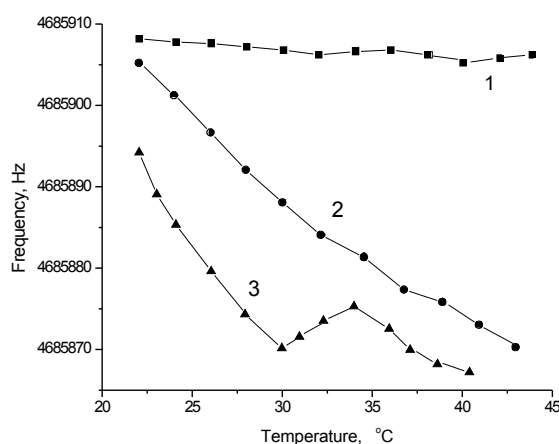


Рис. 2. Температурная зависимость резонансной частоты кварцевых резонаторов

Температурная кривая 1 демонстрирует слабую зависимость частоты от температуры (~5% резонаторов). Более характерна кривая 2 (~75% резонаторов). Встречались более сложные зависимости (T) – кривая 3 (~20% резонаторов).

Точность метода измерения массы напыленного слоя с применением кварцевого резонатора во

многим определяется стабильностью частоты генератора, в схему которого включен кварцевый резонатор. Принципиальная электрическая схема стабильного кварцевого генератора изображена на рис.3.

Генератор предназначен для работы в диапазоне 1...100 МГц и собран на чувствительном высокочастотном усилителе (Т1 - Т4) с кварцевым резонатором в цепи положительной обратной связи. Транзистор Т5 является буферным эмиттерным повторителем, уменьшающим влияние нагрузки на параметры генерируемого сигнала. Усилитель генератора выполнен по схеме: общий коллектор - общая база - общий коллектор (Т2 - Т4). Транзистор Т1 включен в цепь отрицательной обратной связи, нейтрализующей емкость кварцедержателя. Кроме того, отрицательная обратная связь стабилизирует амплитуду выходных колебаний. Корректирующая емкость C_2 увеличивает устойчивость генерации на высоких частотах. В рассматриваемой схеме генератора достигнута широкая полоса пропускания усилителя. Поэтому усилитель имеет ничтожно малый дополнительный набег фаз вплоть до частот ~ 100 МГц, что и обуславливает высокую стабильность частоты генераций. Сумма входного и выходного сопротивлений усилителя меньше эквивалентного сопротивления потерь кварцевого резонатора. Относительная нестабильность частоты генератора составляет величину $\sim 10^{-7}$. Генератор смонтирован на небольшой плате и размещен в вакуумной камере. Питание и съем результирующего сигнала осуществляются через вакуумно-плотный разъем. Такое размещение позволяет до предела укоротить проводники к кварцевым резонаторам и уменьшить наводки на схему.

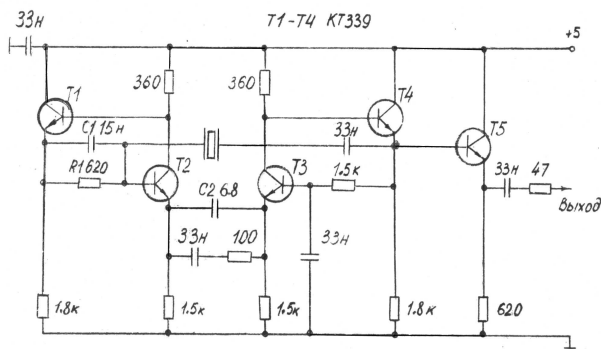


Рис.3. Схема стабильного генератора

В момент возникновения разряда между электродами в камере за время 0,5 с выделяется около 1 кДж энергии. Часть этой энергии выделяется в виде излучения, которое может разогревать пластинку кварцевого резонатора. Специально проведенные нами измерения показали, что температура кристалла возрастает на 1,5...2 °С после каждого импульса. Возвращение к прежней температуре происходит через 2...3 мин. Чтобы исключить вредное влияние температурного ухода частоты на результа-

ты измерений, нами использовались резонаторы со слабой температурной зависимостью (см. кривая 1, рис.2).

На рис.4 представлена кривая, показывающая изменение во времени частоты резонанса кварцевого кристалла после напыления углерода однократным импульсом.

Медленный дрейф частоты после напыления обусловлен адсорбцией остаточных газов свеженанпыленным слоем углерода. Применяя кристаллы со слабой температурной зависимостью, точность в определении ухода частоты Δf можно довести до 1 Гц.

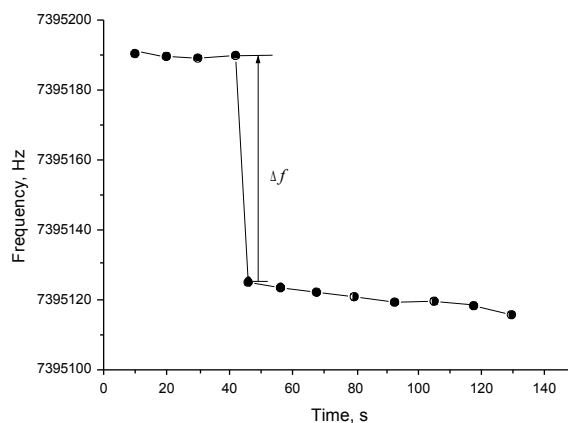


Рис.4. Изменение частоты кварцевого резонатора при напылении углеродной пленки

Как следует из формулы (1), для определения Δm_c необходимо знать величины m_g и f_g . Величина m_g определялась после взвешивания кварцевой пластинки, освобожденной от кварцедержателя и измерения ее площади. Так, для кварцевого резонатора с резонансной частотой $f_g=7397$ кГц масса пластинки $M_g=90$ мг, а площадь $S_g=1,43$ см². Толщина напыленного слоя углерода t (в единицах мкг/см²), с использованием этой кварцевой пластинки, определялась как

$$t \text{ (мкг/см}^2\text{)} = 8,5 \cdot 10^{-3} \Delta f \text{ (Гц)}. \quad (2)$$

Погрешность метода обусловлена точностью, с которой определялся уход резонансной частоты Δf и точностью в определении массы кристалла m_g . В нашем случае погрешность измерения толщины напыленного слоя составляла 5%.

Метод кварцевого резонатора позволил нам наладить методику изготовления тонких углеродных фольг с контролируемой и заранее заданной толщиной.

Нами применялся также альтернативный метод определения толщины уже готовых углеродных мишеней по многократному рассеянию ускоренного протонного пучка.

Результаты измерения толщины углеродных фольг

Номер мишени	Δf кварца Гц	Толщина мишени по данным кварца, мкг/см ²	Угол рассеяния протонов, $\alpha_{1/2}$, мрад	Толщина по данным рассеяния, мкг/см ²
1	80	0.68	2.02	0.72
2	105	0.90	2.95	1.05
3	120	1.00	3.65	1.30
4	136	1.15	4.15	1.48
5	156	1.32	4.15	1.48
6	200	1.70	5.62	2.00
7	320	2.72	7.44	2.65

Согласно теории многократного рассеяния заряженных частиц в тонких аморфных фольгах [9,10] существует однозначная зависимость между углом рассеяния заряженной частицы и толщиной мишени. В наших экспериментах использовался протонный пучок с энергией 75 кэВ и угловой расходимостью не более 10^{-4} рад. Связь между полушириной углового рассеяния протонов $\alpha_{1/2}$ на тонкой углеродной мишени и ее толщиной t (для мишеней толщиной ~ 1 мкг/см²) имеет следующий вид:

$$t \text{ (мкг/см}^2\text{)} = 356,5 \cdot \alpha_{1/2} \text{ (рад)}. \quad (3)$$

В таблице приведены результаты измерения толщины углеродных фольг методом кварцевого резонатора и методом многократного рассеяния протонов. Расчет толщины мишеней проводился с использованием соотношений (5) для кварцевого измерителя и (7) для измерений по многократному рассеянию протонов. Оба метода определения толщины углеродных фольг дают близкие между собой значения.

Описанный выше метод позволил нам измерять толщину слоя вещества (углерода) в процессе напыления в "чистом виде", т.е. без учёта массы адсорбированного газа, что очень важно для определения толщины мишени в экспериментах с ионными пучками.

Литература

1. W.S. Aaron, M. Petek., L.A. Zevenbergen, L.R. Gibson // *Nucl. Instr. Meth. A.* 1989, v.282, N 1, p.147-152.
2. Isao Yamane // *ICANS- 11. Inter. Collabor. on Advanced Neutron Source.* KEK. Tsukuba, 1990, p. 224-234.
3. G.E. Adamson, M.J. Borden, R.N. Johnson, W.F. Nicaise // *Nucl. Instr. Meth. A.* 1991, v. 3, N 1, p.63-68.
4. Ю.В. Готт *Взаимодействие частиц с веществом в плазменных исследованиях.* М.: "Атомиздат", 1978, с. 242.
5. П. Бейерсдорфер // *Приборы для научных исследований* / 1987, №11, с.80.
6. G. Saurbrey // *Z. Phys.*, 1958, v.155, p.206.
7. H.K. Pulker. // *Thin Solid Films*, 1976, v.32, p.27.
8. Г. Бот и др. // *Приборы для научных исследований.* 1987, №3, с.94.
9. L. Meyer // *Phys. Stat. Sol.* 1971, v.44, p.253.
10. P.Sigmund, K.B. Winterbon // *NIM.* 1974, v.119, p.541.