

МАСС-СПЕКТРОМЕТР ВТОРИЧНЫХ НЕЙТРАЛЕЙ НА БАЗЕ ИОННОГО ИМПЛАНТЕРА

В.А. Батулин, С.А. Еремин, С.А. Пустовойтов
Институт прикладной физики НАН Украины, Сумы
E-mail: baturin@ipflab.sumy.ua

Предложен вариант масс-спектрометра вторичных нейтралей с электронно-лучевой ионизацией распыленных частиц. Установка смонтирована на базе высоковольтного ионного имплантера, формирующего сфокусированный и сепарированный по массам пучок газовых ионов с энергией 20...150 кэВ и током на образце до 50 мкА. Величина индукции электромагнита масс-сепаратора первичных ионов позволяет использовать первичные ионы с M/Z от 1 до 40. В качестве масс-анализатора вторичных частиц использован монополюсный масс-спектрометр MX7304A, обеспечивающий диапазон массовых чисел 1...400 при массовом разрешении на уровне 1M. Порог чувствительности прибора в режиме анализа вторичных нейтралей составляет порядка 10 ppm.

PACS: 07.75.+h

Возможности получения сведений о составе внешнего атомного слоя твердого тела значительно расширились в связи с разработкой и усовершенствованием метода вторично-ионной масс-спектрометрии (ВИМС) [1,2]. Однако большим недостатком данного метода является тот факт, что вероятность ионизации при распылении атома с поверхности очень сильно зависит от ее химического состава (так называемый «матричный эффект»). Кроме того, вероятность ионизации для атомов разного сорта в одной и той же матрице, равно как и для атомов одного сорта в разных матрицах, может различаться на несколько порядков [3]. Это значительно усложняет количественный анализ твердых тел. Преодолеть данный недостаток позволяет методика масс-спектрометрии вторичных нейтралей (МСВН), анализирующая нейтральную компоненту распыленных частиц, которая является доминирующей в общем потоке частиц. Для того, чтобы нейтралю можно было анализировать масс-спектрометрическими методами, после распыления из образца они должны быть ионизированы каким-либо способом (так называемая «постионизация» нейтралей). Благодаря разделению процессов ионизации и распыления частиц в пространстве и времени, чувствительность прибора по данному исследуемому элементу является константой для данных условий эксперимента. Это делает количественную интерпретацию результатов, то есть корреляцию между масс-спектрометрическими сигналами и соответствующими им концентрациями элементов, простой и определенной.

Как правило, положительно заряженные ионы для МСВН получают одним из трех основных способов [4]:

- ионизацией ускоренным пучком электронов;
- высокоэнергетичной («горячей») составляющей электронной компоненты ВЧ-плазмы низкого давления;
- фотоионизацией интенсивным лазерным излучением.

Каждый из трех вышеперечисленных основных методов имеет свои преимущества и недостатки. По эффективности ионизации наименьшее значение имеет ионизация электронным пучком (порядка

$10^{-4}...10^{-5}$). Более высокий показатель у ионизации в ВЧ-плазме (порядка 10^{-2}), что объясняется большей длиной пробега распыленных атомов в ионизирующем объеме и компенсацией объема заряда электронов положительными ионами плазмы. Самые высокие значения эффективности ионизации достигаются при лазерном механизме ионизации. Здесь возможно достижение значений, близких к 1 (т.е. полного насыщения) в резонансном режиме для определенного сорта атомов образца, а в многофотонном нерезонансном режиме – при достаточно высокой мощности лазерного излучения (более 10^{11} Вт/см²).

В данной работе представлен вариант масс-спектрометра вторичных нейтралей с электронно-лучевой ионизацией. Несмотря на относительно низкий показатель эффективности ионизации по сравнению с двумя другими методами, мы отдали ему предпочтение из-за его простоты, дешевизны и компактности конструкции. К преимуществам данного метода можно отнести также совместимость с другими методами анализа поверхности (Оже-электронная, рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия и др.). Кроме того, изменяя настройки масс-спектрометра, можно работать в одном из трех режимов: ВИМС, МСВН и газовой спектроскопии.

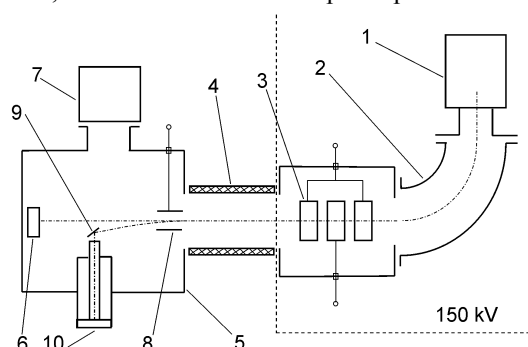


Рис.1. Общая схема установки для анализа образцов методом МСВН (штрихпунктирной линией изображены траектории первичных ионов и ионно-оптическая ось масс-спектрометра)

Установка для анализа поверхности образцов методом масс-спектрометрии вторичных нейтралей создана на базе высоковольтного ионного имплантера.

Использование имплантера в качестве источника первичных ионов позволяет работать в широком диапазоне энергий первичных ионов (от 20 до 150 кэВ). На Рис. 1 показана общая схема установки.

В качестве источника ионов 1 использован дуоплазматрон с накальным катодом. Он позволяет получать ионы из газовой среды (азот, кислород, водород, инертные газы и др.). Источник позволяет произвести первичное формирование пучка ионов с током в несколько миллиампер и энергией получаемых ионов до 20 кэВ. Сепарация ионов по массам осуществляется в 90°-ном секторном электромагните 2 с радиусом центральной траектории 300 мм. Величина индукции магнитного поля электромагнита позволяет сепарировать по массам однозарядные ионы до массового числа 40. После сепарации ионы вторично фокусируются одиночной линзой 3 и ускоряются до необходимой энергии в ускорительной трубке 4. Источник ионов, электромагнит, одиночная линза и блоки питания находятся под высоким потенциалом (до 150 кэВ). Ускоренный пучок попадает в приемную камеру 5, находящуюся под потенциалом земли. В камере находится неподвижный цилиндр Фарадея 6 для измерения тока пучка ионов. Откачка камеры осуществляется диффузионным насосом 7 с ловушкой, охлаждаемой жидким азотом. Остаточный вакуум в камере составляет $2 \cdot 10^{-5}$ Па. Для того, чтобы отсечь нейтральную составляющую пучка ионов, на входе в камеру установлены пластины 8, отклоняющие ускоренный пучок в горизонтальной плоскости на небольшой угол. Отклоненный пучок попадает на исследуемый образец 9.

Для ионизации, сбора и анализа вторичных частиц использован модифицированный монополюсный масс-спектрометр MX7304A (производства АО "SELMI", Сумы, Украина). Преимуществом использования монополюсного масс-спектрометра в данном случае является компактность, а также линейная шкала масс. С помощью прибора возможна регистрация ионов до массового числа 400 при разрешении 1М на уровне 10% высоты пиков. Анализатор масс-спектрометра вмонтирован в боковой фланец приемной камеры, а его оптическая ось расположена под углом 90° к первичному пучку ионов. Подробная схема системы, предназначенной для ионизации, сбора и анализа распыленных частиц, показана на Рис. 2.

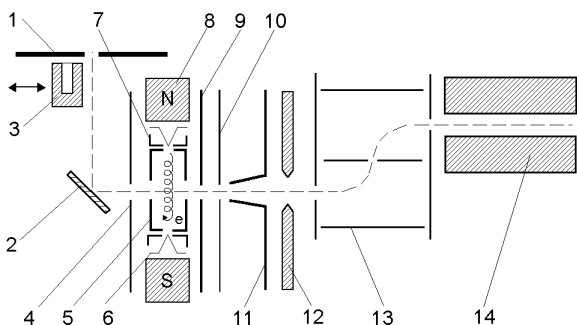


Рис. 2. Схема конструкции системы ионизации, сбора и анализа распыленных частиц (штриховой линией показаны центральные траектории первичных и

вторичных ионов)

Диаметр падающего на образец пучка электронов задается диаметром отверстия в вырезающей диафрагме 1, который может меняться в диапазоне 1...3 мм. Исследуемый образец 2 крепится на держателе под углом, близким к 45°. За диафрагмой установлен подвижный цилиндр Фарадея 3, который служит для измерения тока первичных ионов, падающих на мишень, и одновременно выполняет функцию заслонки для пучка ионов.

Распыленные вторичные частицы сначала проходят через диафрагму 4 с отверстием диаметром 2 мм, служащую для задерживания или ускорения вторичных ионов в зависимости от режима работы прибора. Для большей эффективности отверстие в диафрагме затянуто сеткой из проволоки толщиной 0,05 мм и коэффициентом прозрачности 90%. Расстояние от поверхности образца до плоскости отверстия составляет 5 мм.

Ионизация распыленных нейтралей осуществляется в ионизационной коробочке 5. Входное отверстие в коробочку затянуто сеткой, экранирующей сильное поле, создаваемое диафрагмой 4. Электроны, эмитированные двумя накаленными катодами 6, расположенными по бокам от коробочки, попадают внутрь нее через боковые отверстия диаметром 1,8 мм. Ось, проходящая через центры боковых отверстий, пересекает под прямым углом ось тракта вторичных частиц. Катоды представляют собой V-образные вольфрамовые проволочки диаметром 0,12 мм, нагреваемые постоянным током силой 1,5...2 А. Ток электронной эмиссии катодов стабилизируется блоком питания и составляет 1 мА. Ионизирующее напряжение, то есть напряжение между катодами и ионизационной коробочкой, играющей роль анода, выбрано из соображений максимума сечения ионизации электронным ударом и составляет около 70 В. Катоды окружены отражающими электродами 7, которые имеют отверстия, соизмеримые по диаметру с отверстиями в анодной коробочке и расположенные так, что острия катодов находятся приблизительно в центрах этих отверстий. Отражающие электроды имеют отрицательный потенциал относительно катодов величиной в несколько вольт. Основная их функция – формирование экстрагирующего поля вблизи острия катода, где в основном происходит эмиссия электронов. Изменяя потенциал этих электродов, можно производить фокусировку электронного пучка. Кроме того, отражающие электроды защищают катоды от механических повреждений.

На траектории электронов, движущихся под действием электрического поля между катодами и коробочкой, накладывается продольное магнитное поле с индукцией 0,05 Тл, создаваемое двумя самарий-кобальтовыми магнитами 8, расположенными за держателями катодов. Под действием магнитного поля пучок электронов, имеющий некоторую расходимость, движется по винтовой линии с ларморовым радиусом $r = mv_n / (eB)$, где v_n – поперечная составляющая скорости электрона. Этим обеспечива-

ется магнитная фокусировка электронного пучка.

На анодную коробочку подается положительный потенциал, величина которого задает (без учета начальных скоростей частиц) энергию, приобретаемую ионами, образовавшимися в ионизаторе. Известно, что у квадрупольных и монопольных масс-спектрометров с ростом энергии анализируемых ионов разрешающая способность уменьшается, а чувствительность растет, причем нелинейно [5]. Оптимальное значение энергии анализируемых ионов, обеспечивающее приемлемую чувствительность прибора и разрешение на уровне 1М, равно 25...30 эВ. Соответствующий этой энергии потенциал прикладывается к анодной коробочке. Поскольку ионизация частиц происходит в малом объеме (диаметр не более 2 мм) и с малым падением потенциала в нем, энергетический разброс ионизированных частиц, создаваемый ионизатором, также очень мал (порядка 1 эВ).

За ионизатором расположены диафрагмы 9,10, находящиеся под одинаковым положительным потенциалом и с отверстиями, затянутыми сеткой. Их функция – торможение или ускорение ионов на выходе из ионизатора, что необходимо для регулировки тока ионов, создаваемых остаточными газами. Диафрагма 10 необходима для экранировки сильного электрического поля, создаваемого экстрагирующим электродом 11, находящимся под потенциалом –80 В. Экстрагированные ионы фокусируются электродом 12 и попадают в электростатический энергофильтр 13.

Входная и выходная диафрагмы энергофильтра находятся под нулевым потенциалом. Диаметры отверстий в обеих диафрагмах составляют 1,6 мм. Сепарация ионов по энергиям осуществляется с помощью двух отклоняющих пластин, выполненных в виде уголков с углом 90°, между которыми расположена промежуточная диафрагма со щелью, ширина которой определяет ширину полосы пропускания энергофильтра. Расстояния от центров входного и выходного отверстий до плоскости промежуточной диафрагмы равны и составляют 6 мм. Настройка энергофильтра на определенную энергию пропуска-

ния производится подачей на отклоняющие пластины одинаковых по величине положительных потенциалов при нулевом потенциале промежуточной диафрагмы. Относительная ширина полосы пропускания энергофильтра $\Delta E/E$ была определена в работе [6] и составляет 11% от энергии ионов для ширины щели в промежуточной диафрагме, равной 1 мм.

Пройдя энергофильтр, ионы сепарируются по массам в монопольном масс-анализаторе 14. Детектором ионов служит вторично-электронный умножитель ВЭУ-6, работающий в аналоговом и счетном режимах. Детекторная часть масс-спектрометра заэкранирована от попадания пучковой плазмы и рентгеновского излучения, так как это резко увеличивает уровень фона и шумов, что снижает порог чувствительности прибора. Управление масс-спектрометром и регистрация спектральной информации осуществляется через ЭВМ с помощью специально разработанной компьютерной программы.

В настоящее время проводятся испытания прибора, целью которых является получение максимальных значений параметра сигнал/шум для ионизированных нейтралей, а также высокой эффективности подавления фона вторичных ионов и остаточных газов в спектре МСВН. Потенциальные области применения установки – количественный анализ поверхности твердых тел (проводников и диэлектриков), а также изучение процессов распыления твердых тел ионами высоких энергий (до 150 кэВ).

ЛИТЕРАТУРА

1. В.Т. Черепиню. *Ионный микронзондовый анализ*. Киев: «Наукова Думка», 1992, 344 с.
2. К. Wittmaack // *Vacuum*. 1982, v.32, p.65.
3. Н.А. Мак-Хью. *Методы анализа поверхности*. М.: Мир, 1979. 276 с.
4. Н. Oechsner. *Encyclopedia of Analytical Science*. Academic Press Limited, 1995 p.5014.
5. Г.И. Слободенюк. *Квадрупольные масс-спектрометры*. М.: «Атомиздат», 1975, 272 с.
6. В.А. Батулин, С.А. Еремин. Исследование характеристик энергетического фильтра для монопольного масс-спектрометра МХ7304А // *ПТЭ*, 2005, №2, с.120-122.

MASS SPECTROMETER OF SECONDARY NEUTRALS ON BASE OF ION IMPLANTER

V.A. Baturin, S.A. Eremin, S.A. Pustovoytov

A secondary neutrals mass spectrometer variant with electron-ray ionization of sputtered particles have been proposed. An apparatus assembled on base of high-dose implanter which form a focussed and separated on mass beam of gas ions with energies 20...150 keV and current at sample about 50 μ A. A magnetic induction value of a mass-separator electromagnet allow to use initial ions with ratio M/Z from 1 to 40. The monopole mass spectrometer МХ7304А, that ensure a interval of mass values from 1 to 400 at mass resolution about 1 M, used as a secondary particle mass analyser. A apparatus threshold of sensitivity in secondary neutrals analysis is in the range of 10 ppm.

МАС-СПЕКТРОМЕТР ВТОРИННИХ НЕЙТРАЛІВ НА БАЗІ ІОННОГО ІМПЛАНТЕРУ

В.О. Батулин, С.А. Єрьомін, С.О. Пустовойтов

Запропонований варіант мас-спектрометру вторинних нейтралів з електронно-променевою іонізацією розпиленних частинок. Установка змонтована на базі високодозного іонного імплантеру, що формує сфокусований та сепарований за масами пучок газових іонів з енергією 20...150 кеВ та струмом на зразку до 50 мкА. Величина індукції електромагніту мас-сепаратора первинних іонів дозволяє використовувати первинні іони з M/Z від 1 до 40. У якості мас-аналізатора вторинних частинок використано монопольний мас-спектрометр МХ7304А, який забезпечує діапазон масових чисел 1...400 при масовому розрізненні на рівні 1 М. Поріг чутливості прибору у режимі аналізу вторинних нейтралів складає порядку 10 ppm.

