

PREISKAVE POVRŠINE KATOD IZ IONSKE ČRPALKE

INVESTIGATION OF THE SURFACE OF AN ION PUMP CATHODE

Miran Mozetič¹, Borut Praček¹, Andrej Pregelj² in
Benjamin Zorko³

¹Inštitut za tehnologijo površin in optoelektroniko, Teslova 30, 1000 Ljubljana

²Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko, Teslova 30, 1000 Ljubljana

³Institut Jožef Stefan, Jamova 39, 1000 Ljubljana

Prejem rokopisa – received: 1998-11-10; sprejem za objavo – accepted for publications: 1998-12-20

Črpanje vodika v naprševalni ionski črpalki poteka predvsem po disociativni adsorpciji molekul na čistih površinah titana in difuziji atomov v notranjost katodnih plošč. Površina dela titanovih katod, ki je izpostavljena izdatnemu odprševanju, je vselej čista in je dober ponor za vodik. Večji del površine katod klasičnih ionsko naprševalnih črpalk pa je izpostavljen le šibkemu bombardiranju z ioni, zato se lahko pri nepravilnem ravnanju s črpalko na teh površinah katod formira tanka plast titanovih spojin, ki preprečuje disociacijo molekul vodika in difuzijo v notranjost. Preiskovali smo sestavo površinske plasti na titanovih katodah v triodni črpalki, ki je obratovala pri različnih pogojih. Ugotovili smo, da je na površini katode te črpalke prisotna plast nečistoč debeline okoli 0,5 μm , ki je sestavljena pretežno iz titana, ogljika, dušika in kisika. Koeficient razprševanja za titanove karbide, nitride in okside je precej nižji kot za čisti titan, zato omenjene plasti ne moremo odstraniti s klasičnim postopkom regeneracije črpalke.

Ključne besede: vakuumška črpalka, ionsko črpanje, AES profilna analiza, titanove spojine

Pumping of hydrogen in sputter ion pumps is mainly due to dissociate adsorption of molecules on pure titanium surface and diffusion of atoms in the bulk cathode plates. The area on the surface, which is exposed to extensive sputtering is always clean and represent a sink for hydrogen. The biggest area of cathode plates of classical ion pumps is subjected to weak ion bombardment and may be contaminated with a thin film of titanium compounds during improper use with the pump. The layer prevents dissociation of hydrogen molecules and diffusion of atoms in the bulk. The composition of the surface layer of titanium cathodes of a triode pump was determined. We found out that a layer of impurities with the thickness of about 0.5 μm composed mainly of titanium, carbon, nitrogen and oxygen was formed on the surface. Since the sputtering coefficient for titanium carbide, nitride and oxide is much smaller than for pure titanium, the layer of impurities cannot be removed with the standard regeneration procedure.

Key words: vacuum pump, ion pumping, AES profile analysis, titanium compounds

1 UVOD

Za vzdrževanje ultravisokega vakuumu v vakuumskih sistemih se največ uporabljajo naprševalne ionske črpalke¹⁻⁵. Glavni del črpalke so Penningove celice, v katerih s kombinacijo prečnega električnega in magnetnega polja ustvarimo razelektritev. Penningova celica je sestavljena iz anode v obliki valja z značilno dolžino nekaj cm, ki je na obeh straneh omejen s katodnima ploščama, ki sta navadno izdelani iz čistega titana. Razdalja med anodnim valjem in katodno ploščo je nekaj mm. V Penningovi celici se med delovanjem ionske črpalke ustvari osno simetrični oblak elektronov, ki se gibljejo s kinetično energijo okoli 100 eV po cikloidah na različni razdalji od osi anode. Gostota elektronov je največja ob plašču anode. Prostorski naboj ustvari v celici električno polje, katerega jakost je tudi največja ob anodnem plašču. Molekule plina v celici lahko doživijo neprožne trke z elektroni. Nekateri od teh vodijo do ionizacije molekul. Nastali ioni se v električnem polju pospešijo v smeri anodne osi. Znotraj anode lahko še nekajkrat zanihajo v električnem polju, končno pa udarijo v katodo. Pri tem lahko s površine katode izbijejo nevtralne atome titana, ki se vežejo na površino anode. Tako nanese atomi titana so sveža

plast getskega materiala, na katerega se vežejo molekule plina. Penningova celica predstavlja ponor za molekule plina in zato deluje kot vakuumška črpalka.

Verjetnost za izbitje atoma titana je odvisna od mase iona in njegove kinetične energije. Pri težkih ionih je verjetnost za ta proces velika, medtem ko je za vodikove ione s kinetično energijo reda 1 keV zanemarljivo majhna. Bombardiranje katode samo z vodikovimi ioni torej ne zagotavlja sveže plasti titana na anodi. Vendar pa je črpalka hitrost ionskih črpalk za vodik najmanj enaka kot za dušik ali kisik, ker se vodik v ionskih črpalkah veže predvsem na površino titanove katode. Vodikovi atomi že pri sobni temperaturi difundirajo v notranjost katode, s čimer zagotavljajo dovolj mest na površini za vezavo molekul plina. Opisani postopek črpanja vodika lahko poteka le, dokler je vsaj del površine katod čist oziroma dokler je površinska plast nečistoč tako tanka, da je prepustna za vodikove atome ali vsaj ione. Vendar pa se pri delovanju ionske črpalke lahko na površini katode tvori razmeroma debela plast čvrsto vezanih titanovih spojin, ki preprečuje nadaljnje črpanje vodika. To se zgodi predvsem ob črpanju pri previsokem tlaku, posebej še, če je preostala atmosfera bogata z ogljikovodiki. V tem primeru na površini katode nastane tanka plast titanovega karbida, ki ga je z

delovanjem črpalke pri navadnih razmerah praktično nemogoče odstraniti^{6,7}. Če se torej pripeti, da na katodi nastane razmeroma debela plast titanovih spojih, je treba črpalko razstaviti, površino katod pa temeljito očistiti. V nadaljevanju so opisane preiskave površine titanovih katodnih trakov, ki smo jih vzeli iz triodne naprševalne ionske črpalke, ki je obratovala v različnih okoliščinah okoli 10000 ur.

2 POVRŠINSKA OBDELAVA KATODNIH TRAKOV IN PROFILNA ANALIZA AES

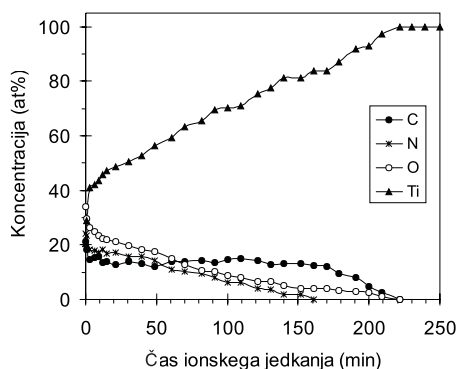
Za ugotavljanje sestave površine titanovih trakov iz ionske črpalke smo uporabili profilno analizo AES. Vse meritve so bile opravljene s spektrometrom Augerjevih elektronov PHI SAM, model 545 A. Za vzbujanje vzorcev smo uporabili statični curek primarnih elektronov s kinetično energijo 3 keV, tokom 0,5 μ A in premerom okoli 40 μ m. Vzorce smo jedkali na površini 5 mm x 5 mm z dvema curkoma ionov Ar⁺ pri vpadnem kotu 47°. Hitrost jedkanja pri takih ionskih curkih je bila določena s standardom večplastne tankoplastne strukture Ni/Cr in je bila okoli 4 nm/min. Koncentracijo

elementov smo izračunali iz spektrov Augerjevih elektronov ob upoštevanju faktorjev občutljivosti za posamezne elemente, ki so podani v priročniku PHI (Al – 0,240, Si – 0,189, C – 0,200, Ca – 0,470, N – 0,320, Ti – 0,440, O – 0,510, Fe – 0,210).

Vzorec katodnega traku smo vzeli iz ionske črpalke, narezali na kose dolžine 2 cm in analizirali sestavo njegove površine. Značilni profilni diagram AES je prikazan na **sliki 1**. Katodne trakove smo poskusili očistiti s standardno metodo za obdelavo površin vakuumskih komor, to je peskanje s steklenimi kroglicami ali prahom glinice. Profilna diagrama tako obdelane površine katodnih trakov sta prikazana na **sliki 2 in 3**. Vzorce, peskane s steklenimi kroglicami, smo kemijsko jedkali v 4% raztopini fluorovodikove kisline. Profilni diagram tako obdelanega vzorca je prikazan na **sliki 4**.

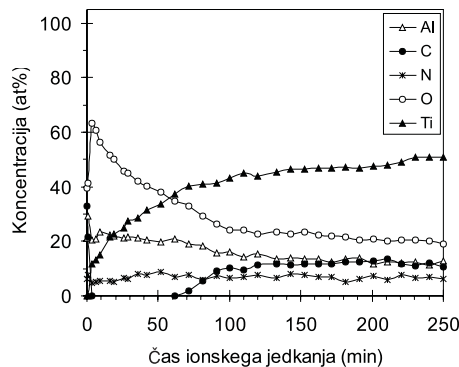
3 REZULTATI ANALIZ

Profilni diagram vzorca katode iz ionske črpalke je prikazan na **sliki 1**. Opazimo lahko, da je na površini plast nečistoč debeline okrog 0,5 μ m. Plast vsebuje



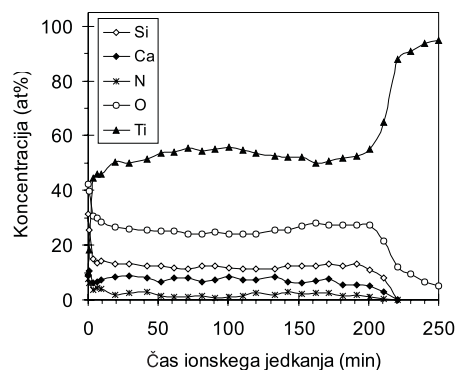
Slika 1: Profilni diagram AES površine titanove katode iz ionske črpalke po 10000 urah obratovanja

Figure 1: AES depth profile of the surface of the cathode from an ion pump after 10000 hours operation



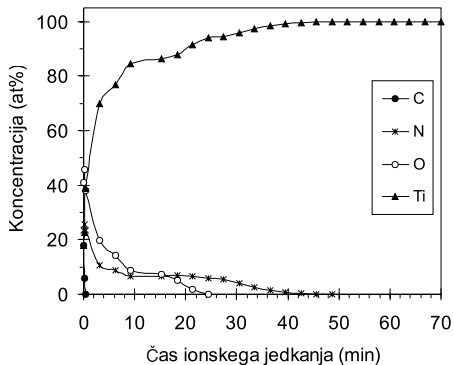
Slika 3: Profilni diagram AES vzorca, prikazanega na **sliki 1**, peskanega s prahom aluminijevega oksida

Figure 3: AES depth profile of the sample shown in **Figure 1**, blasted with alumina powder



Slika 2: Profilni diagram AES vzorca, prikazanega na **sliki 1**, peskanega s steklenimi kroglicami

Figure 2: AES depth profile of the sample shown in **Figure 1**, blasted with glass spheres



Slika 4: Profilni diagram AES vzorca, prikazanega na **sliki 1**, peskanega s steklenimi kroglicami in jedkanega s fluorovodikovo kislino

Figure 4: AES depth profile of the sample shown in **Figure 1**, blasted with glass spheres and etched with HF acid

kemijske elemente kisik, dušik in ogljik, ki s titanom tvorijo ustrezne spojine. Na površini je titana okoli 40 at.%, potem pa vsebnost monotono narašča do čiste kovine. Vsebnost nečistoč se spreminja z globino vzorca, kar je bržkone posledica delovanja črpalke v različnih okoliščinah. Vsekakor je plast nečistoč tako debela, da vodikovi atomi ne morejo difundirati skozi jo.

Profilni diagram vzorca, ki je bil peskan s steklenimi kroglicami (**slika 2**), daje obilo informacij o tovrstni obdelavi površine titanovih trakov. Primerjava diagramov s **slik 1 in 2** najprej pokaže, da v površinski plasti ni več ogljika, koncentracija dušika pa je zelo majhna. Bržkone nam je s peskanjem uspelo odstraniti prvotno plast nečistoč, ki je vsebovala titanove karbide, nitride in okside. Diagram na **sliki 2** tudi pokaže, da je na površini nastala druga plast nečistoč, ki vsebuje okoli 15 at.% silicija, 10 at.% kalcija in 30 at.% kisika. Ker smo vzorec peskali s steklenimi kroglicami, je jasno, odkod silicij in kalcij. Bogato vsebnost kisika ne pripisujemo vezavi s titanom, ampak s kalcijem in silicijem. Med peskanjem so se drobci stekla vgradili v titan, saj jih najdemo do globine okoli enega mikrometra. V globini je meja med čistim titanom in plastjo nečistoč zelo ostra, posebej še, če upoštevamo, da vzorec ni bil poliran.

Zanimiv je tudi profilni diagram vzorca titanovega traku, ki smo ga peskali z drobnim prahom glinice (**slika 4**). Na tem vzorcu imamo konstantno koncentracijo ogljika in dušika – obojega je okoli 10 at.%. Poleg tega je na površini še veliko aluminija in kisika. Razen v površinski plasti debeline okoli 200 nm je koncentracija teh elementov vselej v razmerju 3:2 v korist kisika – očitno je to Al_2O_3 . Rezultat peskanja s prahom aluminijevega oksida je torej naslednji: v površino nam je uspelo vgraditi drobce glinice, medtem ko nismo odstranili titanovega karbida in nitrida. Peskanje z drobnim prahom aluminijevega oksida je torej povsem neprimerna metoda za čiščenje katodnih trakov iz ionske črpalke.

Vzorec, ki je bil peskan s steklenimi kroglicami, smo jedkali v fluorovodikovi kislini. Profilni diagram tako obdelanega vzorca je prikazan na **sliki 4**. Skala na abscisi pri tem vzorcu je drugačna kot na **slikah 1, 2 in 3**, saj smo slednje jedkali 250 min, tega pa le 70 minut. Prav na površini je zelo tanka plast ogljika. Nekoliko debelejša je plast oksida in nitrida. Vendar pa koncentracija obeh elementov naglo pade z globino vzorca. Že pri globini 40 nm je obojega skupaj manj kot 20 at.%. Verjetno je takšna porazdelitev kisika in še posebej dušika posledica bogate morfologije vzorca po kemijskem jedkanju⁷, tako da je dejanska debelina

nečistoč ustrezna naravni. Vsekakor pa na površini ni več steklenega prahu, ki smo ga opazili po peskanju s steklenimi kroglicami.

4 SKLEP

Z metodo AES smo preiskovali površino titanovih trakov iz triodne naprševalne ionske črpalke, ki so bili obdelani na različne načine. Profilni diagram neobdelanega vzorca iz črpalke je pokazal, da je na površini plast nečistoč debeline okoli 0,5 μm , ki vsebuje titanov karbid, nitrid in oksid. Pri peskanju vzorcev z drobnim prahom glinice se je pokazalo, da na površini ostane plast nečistoč, dodatno pa se še onesnaži z drobci aluminijevega oksida. Peskanje s steklenimi kroglicami sicer odstrani prvotno plast nečistoč, vendar pa se drobci stekla vgradijo v površino, na kateri tvorijo plast debeline okoli 0,8 μm . To plast lahko v celoti odstranimo z jedkanjem vzorca s fluorovodikovo kislino. Po obdelavi ostane na površini traku le tanka plast titanovega oksida in nitrida, ki je nastala po izpostavi titanove površine okoliški atmosferi.

ZAHVALA

Zahvaljujemo se skladom, ki so finančno podprli opisane raziskave: Ministrstvu za znanost in tehnologijo Republike Slovenije – nacionalni raziskovalni program (pogodba št. L2 0503 – 1534 – 98/28), Evropski komisiji – program Copernicus (pogodba št. ERB IC15 CT970700) in Mednarodni atomski agenciji – program skupnih raziskovalnih projektov (pogodba št. 9013).

5 LITERATURA

- ¹ G. L. Saksaganskii, Getter and Getter – Ion Vacuum Pumps, Harwood Academic Publishers, Amsterdam, **1994**
- ² M. Audi and M. Simon, Ion pumps, *Vacuum* 37 (**1987**) 629
- ³ M. Audi, Pumping speed of sputter ion pumps, *Vacuum* 38 (**1988**) 669
- ⁴ F. Dalcon, J. Miertusova and F. Pradal, Pumping speed of different types of sputter ion pumps and SIP modified with ST 707 NEG modules, *Vuoto* 23 (**1994**) 33
- ⁵ A. Calcatelly, M. Bergoglio, P. Mohan and M. Simon, Study of outgassing of sputter ion pump materials treated with three different cleaning procedures, *Vacuum* 47 (**1996**) 723
- ⁶ A. Pregelj, M. Drab, I. Grašič, M. Mozetič and A. Paulin, Experiences in development of ion getter vacuum pump, *Strojarstvo* 38 (**1997**) 23
- ⁷ M. Mozetič, S. Spruk, A. Pregelj in B. Zorko, Površinska obdelava titanovih trakov iz ionske črpalke, *Vakuumist* 18 (**1998**) 12