

ТЕХНИЧЕСКИЙ ДОКУМЕНТ

Оптимизация энергии электронов для анализаторов остаточных газов

Анализаторы остаточных газов используются в вакуумных исследовательских приложениях уже в течение 25 лет. За последние 10 лет их роль изменилась, и они эволюционировали из исключительно исследовательского прибора в производственный инструмент. Применение анализатора остаточных газов на производстве может способствовать повышению производительности, увеличению выпуска годных изделий, пропускной способности и снижению издержек, а в итоге – увеличению прибыли.

Анализатор остаточных газов, как правило, используется для идентификации остаточных газов в вакуумной камере. В анализаторе остаточных газов происходит ионизация молекул остаточных газов, разделение ионов по отношению массы к заряду, а регистрируемые интенсивности ионов выводятся на графике в виде масс-спектра. При анализе газовых смесей во многих случаях затруднительно идентифицировать какие именно газы вовлечены в процесс. Например пик на массе 28 а.е.м. может быть порождён ионами либо азота, либо угарного газа. Используя библиотеку масс-спектров, анализатор остаточных газов способен определять газы, ионизированные молекулы которых формируют отдельные пики, соответствующие определённым массам.

Наблюдаемый определённый характер фрагментации будет зависеть от энергии бомбардирующих электронов. На рис. 1 показаны характеристические кривые, отражающие зависимость количества ионов аргона различной степени ионизации, образующихся на один бомбардирующий электрон при давлении газа 1 торр, от энергии электронов. Эти графики отражают число ионов аргона (N), образующихся на один электрон при давлении 1 торр и температуре 0°C в зависимости от энергии электронов.

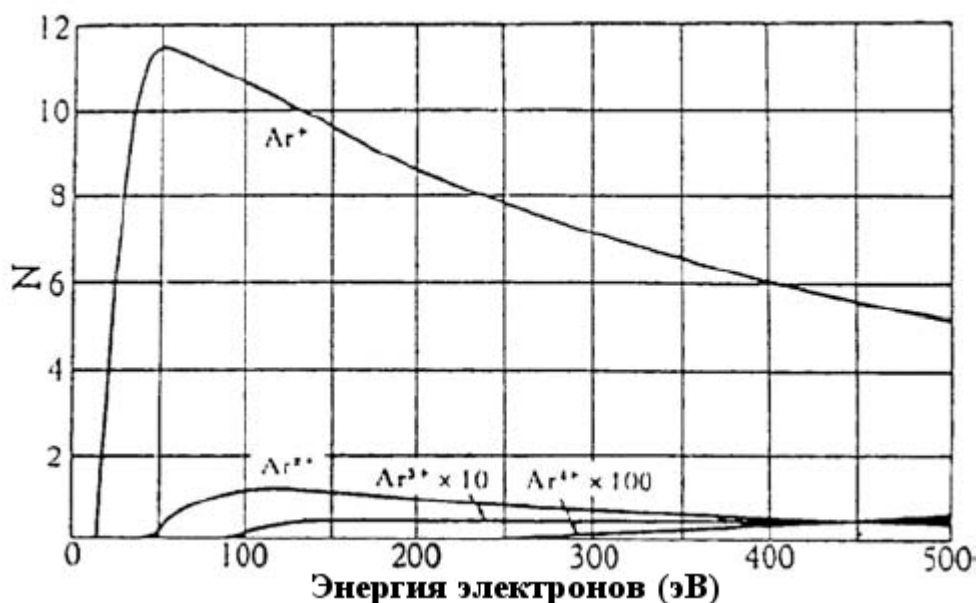


Рис. 1 Число ионов аргона различной степени ионизации, образующихся на один бомбардирующий электрон при давлении газа 1 торр, в зависимости от энергии электронов.

Потенциал ионизации – это минимальная энергия электрона, необходимая для образования иона определённой степени ионизации из молекулы конкретного вещества. Потенциал ионизации для образования Ar^+ составляет 15,7 эВ. Число образуемых ионов аргона резко возрастает при увеличении энергии электронов и достигает максимума при 55 эВ. При дальнейшем увеличении энергии электронов больше этого значения, интенсивность образования Ar^+ медленно снижается.

Как правило, в масс-спектрометрах с ионизацией электронным ударом ионизация осуществляется электронами с энергией 70 эВ. Данное значение выбрано по двум основаниям. Во-первых, данное значение превышает минимальную энергию, необходимую для образования, по меньшей мере, некоторых положительных ионов из молекул любых достаточно летучих химических веществ. Во-вторых, данное значение близко к энергии, при которой интенсивность образования ионов максимальна для наиболее распространённых газов. Таким образом, использование бомбардирующих электронов с энергией 70 эВ обеспечивает универсальность детектора и хорошую чувствительность по отношению к наиболее распространённым газам.

В некоторых случаях возникает проблема из-за наложения масс-спектров, когда ионы образованы из молекул различных химических соединений, но имеют одинаковую массу. Например существует проблема обнаружения небольшого количества водяного пара в аргоне – данные, необходимые при мониторинге процесса осаждения из паровой фазы. Как правило водяной пар отслеживается по пику, соответствующему массе 18 а.е.м. (H_2O^+). Поскольку квадрупольный фильтр масс разделяет ионы в зависимости от отношения их массы к заряду, а не по массе, накладывается пик, порождаемый дважды ионизованным изотопом аргона-36, для которого отношение массы к заряду также равно 18.

Приблизительно 3400 из 1 млн. атомов аргона являются изотопами с массой 36 а.е.м. Кроме того, при энергии электронов 70 эВ интенсивность сигнала от двухзарядного иона аргона Ar^{+2} составляет приблизительно 15 % интенсивности сигнала от однозарядного иона аргона Ar^+ . Таким образом ион $^{36}Ar^{+2}$ будет присутствовать в количестве приблизительно 510 ppm (3400 ppm умноженное на 0,15) и породить пик на массе 18 а.е.м., что делает невозможным обнаружение пика, порождаемого водяным паром в количестве нескольких ppm, на этой же массе. Можно было бы использовать другой ион водяного пара, например OH^+ , порождающий пик на массе 17 а.е.м. К сожалению интенсивность сигнала от иона OH^+ с массой 17 а.е.м. составляет приблизительно лишь 25 % интенсивности сигнала от родительского иона H_2O^+ . Поэтому, чтобы обнаружить водяной пар в количестве нескольких ppm, необходимо зарегистрировать ток, создаваемый ионами массой 17 а.е.м., присутствующими в количестве менее 1 ppm. Этого трудно достичь из-за некоторого расширения пика иона $^{36}Ar^{+2}$ массой 18 а.е.м., присутствующего в количестве 510 ppm, и наложения на пик для массы 17 а.е.м.

Наилучшим решением проблемы разделения пиков аргона и водяного пара является использование потенциала ионизации. Значения потенциала ионизации для образования различных ионов наиболее распространённых газов приведены в таблице 1.

Из таблицы 1 видно, что потенциал ионизации для Ar^{+2} составляет 43,5 эВ, а для H_2O^+ только лишь 12,6 эВ. Поэтому, установив энергию электронов в диапазоне 12,6-43,5 эВ, можно обеспечить условия для образования ионов водяного пара и избежать при этом образования двухзарядных ионов аргона. Это позволит обнаружить пик, соответствующий ионам водяного пара, на массе 18 а.е.м.

ИОН	ГАЗ	ОТНОШЕНИЕ МАССЫ к ЗАРЯДУ	ПОТЕНЦИАЛ ИОНИЗАЦИИ (эВ)
Ar ⁺	Аргон	40	15,7
Ar ⁺²	Аргон	20	43,5
Ar ⁺³	Аргон	13,3	> 70
N ₂ ⁺	Азот	28	15,6
N ⁺	Азот	14	24,3
O ₂ ⁺	Кислород	32	12
O ⁺	Кислород	16	17,3
CO ₂ ⁺	Углекислый Газ	44	13,8
CO ⁺	Углекислый Газ	28	19,4
O ⁺	Углекислый Газ	16	19,1
C ⁺	Углекислый Газ	12	22,7
CO ⁺	Угарный Газ	28	14,1
O ⁺	Угарный Газ	16	23,4
C ⁺	Угарный Газ	12	20,9
H ₂ O ⁺	Водяной Пар	18	12,6
OH ⁺	Водяной Пар	17	18,1
H ₂ ⁺	Водород	2	15,5
HF ⁺	Фтороводород	20	16,1

Таблица 1. Список значений потенциала ионизации

ПРИБОРНАЯ ЧАСТЬ

Блок электроники и датчик Transpector XPR3 способны работать при энергии электронов меньше 70 эВ и менее интенсивной эмиссии электронов (максимум 200 мкА). Для мониторинга процессов осаждения из паровой фазы рекомендуется эксплуатировать прибор Transpector XPR3 при энергии электронов 40 эВ и токе эмиссии 200 мкА, чтобы уменьшить мощность, подводимую катоду. Прибор Transpector XPR3 легко переключается из режима работа при энергии электронов 70 эВ и токе эмиссии 400 мкА для мониторинга фона в режим работы при энергии электронов 40 эВ и токе эмиссии 200 мкА для мониторинга техпроцессов, используя ПО TWare 32 или FabGuard компании INFICON.

ПРИМЕНЕНИЯ

В приборах Transpector CIS2 или Transpector CPM компании INFICON можно изменять энергию электронов в диапазоне 10-100 эВ. При энергии электронов меньше 20 эВ необходимо ограничить ток эмиссии электронов, чтобы избежать подачу избыточной мощности катоду, иначе это приведёт к сокращению срока его службы. Задание энергии электронов осуществляется в меню TUNE PARAMETERS (ПАРАМЕТРЫ НАСТРОЙКИ) ПО компании INFICON при работе в режиме TUNE (НАСТРОЙКА).

Режим работы при низкой энергии электронов также используется для мониторинга процессов химического осаждения из паровой фазы металлоорганических соединений. На рис. 2 показан масс-спектр диметилэтиламина (DMEAA), полученный при мониторинге кластерной установки химического осаждения из паровой фазы металлоорганических соединений (алюминий) с помощью системы Transpector CIS с диапазоном масс 200 а.е.м. при заданном значении 70 эВ для энергии электронов. Ион с массой 102 а.е.м. является родительским ионом без атома водорода. Пик на массе 103 а.е.м., учитывая отношение его интенсивности к интенсивности пика на массе 102 а.е.м., вероятно соответствует не родительскому иону-прекурзору DMEAA, а родительскому иону без атома водорода с изотопом углерода-13. Пики, обусловленные фрагментацией, в диапазоне масс меньше 76 а.е.м. почти идентичны пикам на масс-спектре, полученном для чистого диметилэтиламина (DMEA). На рис. 3 показан масс-спектр DMEAA, полученный при тех же условиях, что и масс-спектр на рис. 2, за исключением того, что энергия электронов была только лишь 12 эВ, а ток эмиссии 200 мкА. Учитывая 10-кратное уменьшение тока эмиссии, обратите внимание на относительное уменьшение интенсивностей пиков фрагментных ионов более лёгких масс. Отличия между двумя масс-спектрами становятся более очевидными, если построить зависимость отношений токов ионов выбранных масс к общему току ионов как функцию от энергии электронов, см. рис. 4. Обратите внимание, что отношения интенсивностей пиков на массах 102 и 73 а.е.м. максимальны при энергии электронов 12 эВ. Это трансформируется в существенное повышение эффективности обнаружения DMEAA при более низкой энергии электронов. Тот факт, что отношение интенсивностей пиков на массе 73 а.е.м., соответствующих фрагментному иону DMEAA или родительскому иону уже диссоциированного диметиламина, также максимально при низкой энергии электронов, подтверждает вышесказанное объяснение.

DMEAA в H2 при 35 °C

Энергия бомбардирующих электронов: 70 эВ; Напряжение ВЭУ: 1000 В

Давление в реакторе: 0,5 торр; Расход H2: 200 см³/мин; Расход DMEAA: 10 см³/мин

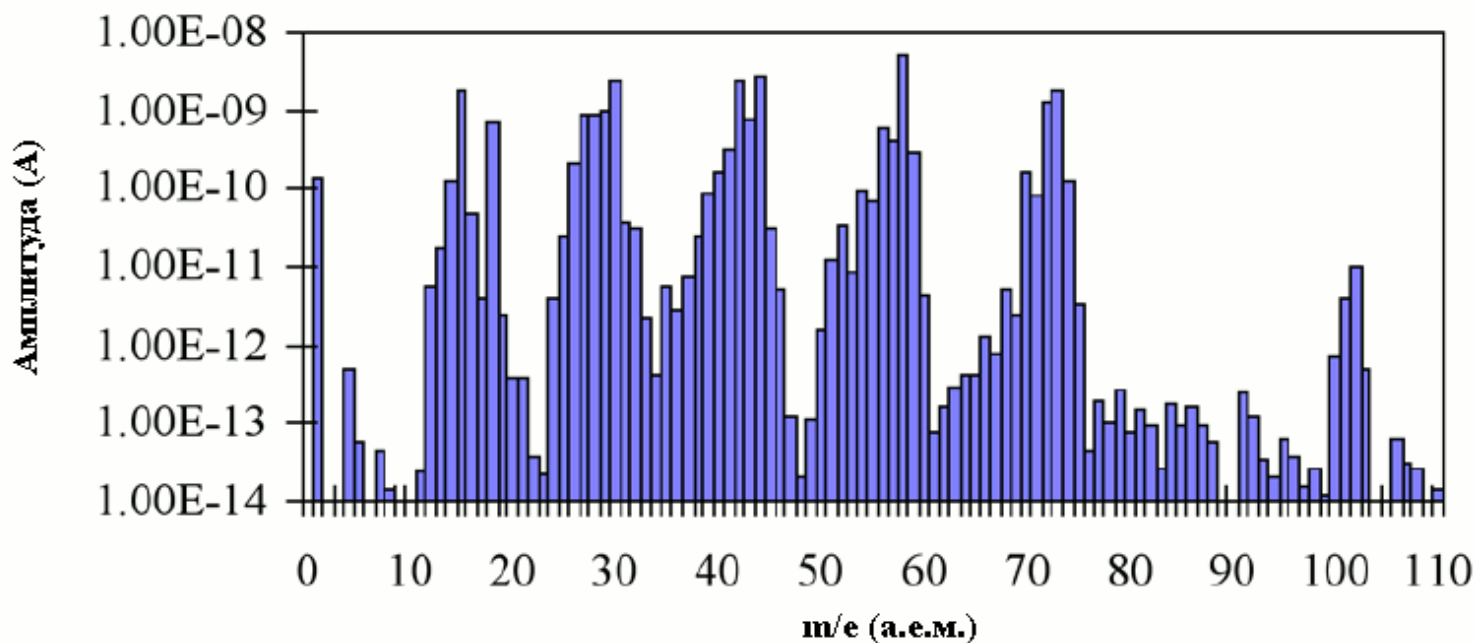


Рис. 2. Масс-спектр прекурсора DMEAA в процессе химического осаждения из паровой фазы металлоорганических соединений (алюминий) при энергии электронов 70 эВ

DMEAA в H2 при 35 °С

Энергия бомбардирующих электронов: 12 эВ; Напряжение ВЭУ: 1500 В

Давление в реакторе: 0,5 торр; Расход H2: 200 см³/мин; Расход DMEAA: 10 см³/мин

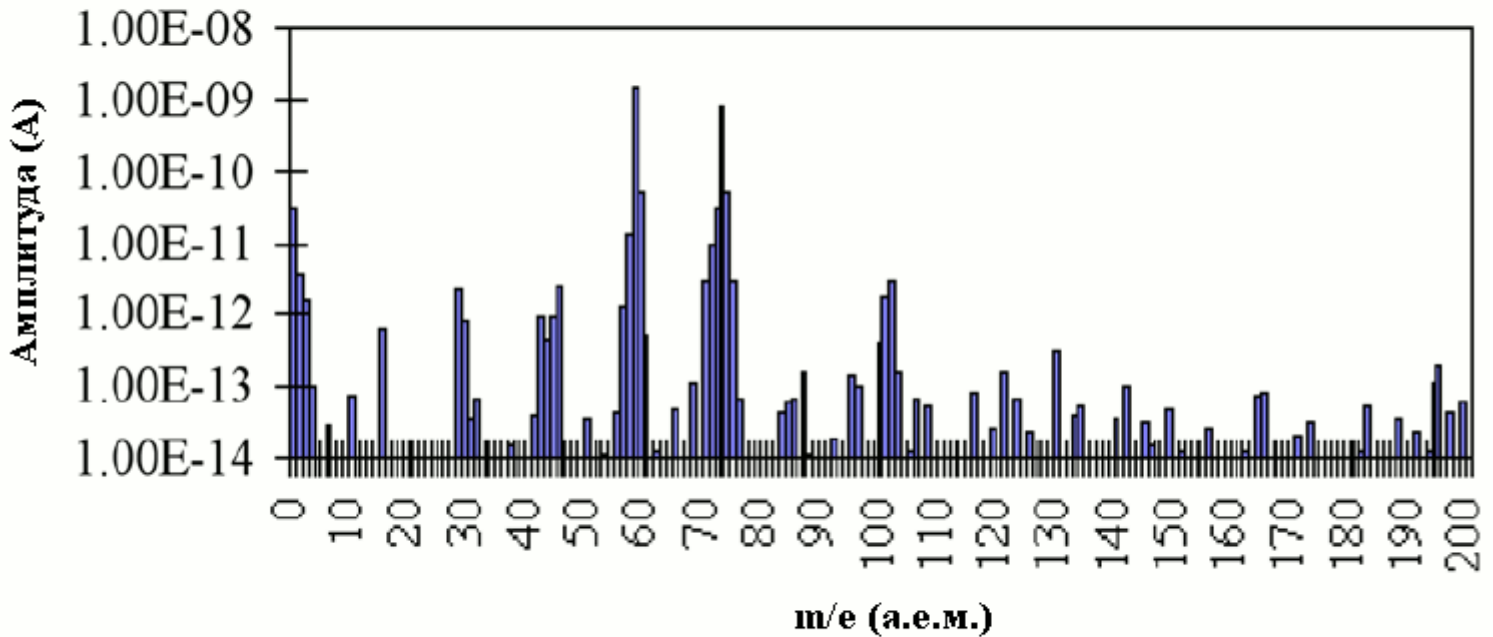


Рис. 3. Масс-спектр прекурсора DMEAA в процессе химического осаждения из паровой фазы металлоорганических соединений (алюминий) при энергии электронов 12 эВ

Влияние энергии электронов на масс-спектр DMEAA, ионизованного электронным ударом



Рис. 4. Отношение токов ионов выбранных масс к общему току ионов для выбранных фрагментных ионов DMEAA при различных энергиях электронов

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Ионизация электронным ударом при энергии электронов 70 эВ, пригодная для анализа остаточных газов, благодаря универсальному обнаружению летучих веществ с высокой чувствительностью в большинстве случаев, не всегда является оптимальным способом ионизации для мониторинга техпроцессов из-за проблем с перекрыванием пиков на масс-спектре и сложными масс-спектрами сложных молекул. Эксплуатация приборов Transpector XPR3, Transpector CIS2 или Transpector CPM при энергии электронов 40 эВ существенно облегчает задачу обнаружения малых концентраций водяного пара в атмосфере аргона техпроцесса осаждения из паровой фазы. Более того, обнаружение малых концентраций HF в присутствии большого количества аргона в технологических установках химического осаждения из газовой фазы также возможно при энергиях электронов меньше 43,5 эВ. Более простой масс-спектр и улучшенные пределы обнаружения сложных прекурсоров в процессе химического осаждения из паровой фазы металлоорганических соединений, например DMEAА.

За дополнительной информацией или технической поддержкой обращайтесь по телефону: +7(495)660-88-97 к специалистам компании «ЭмЭсЭйч Техно».



МЕЖДУНАРОДНЫЙ ГЛАВНЫЙ ОФИС: Two Technology Place, East Syracuse, NY 13057 USA (США)

Тел.: +1.315.434.1100

Факс: +1.315.437.3803

Эл. почта: reachus@inficon.com

США ФРАНЦИЯ ГЕРМАНИЯ ЛИХТЕНШТЕЙН ШВЕЙЦАРИЯ ВЕЛИКОБРИТАНИЯ
КИТАЙ ЯПОНИЯ КОРЕЯ СИНГАПУР ТАЙВАНЬ

Контактную информацию и сведения о представительствах нашей компании в других регионах мира см. на нашем веб-сайте:
www.inficon.com

Transpector является зарегистрированным торговым знаком компании INFICON Inc.