

Вакуумная, плазменная и квантовая электроника

УДК 537.525

С.В. Денбновецький, д-р техн. наук, В.Г. Мельник, канд. техн. наук, І.В. Мельник, д-р техн. наук, Б.А. Тугай, канд. техн. наук

Газорозрядний електронно-променеий випарник для осадження наноструктурованих покриттів

Рассмотрены возможности использования электронных пушек высоковольтного тлеющего разряда для нанесения покрытий сложного химического состава в контролируемой газовой среде. Для ионизации потока пара высокой концентрации использовался дуговой разряд, зажигаемый над тиглем с испаряемым металлом. Для улучшения адгезии напыляемых покрытий использовалась ионная очистка подложек. Получены зависимости тока вспомогательного дугового разряда от мощности электронного пучка, исследована микроструктура нанесённых покрытий. Проведенные исследования показали высокую эффективность использования электронных пушек высоковольтного тлеющего разряда при нанесении наноструктурированных композитных покрытий.

Possibilities of using of high voltage glow discharge electron guns for deposition of chemically complex coatings in controlled gas medium is considered. Arc discharge, lighted over the crucible with evaporated material, is used for ionizing of high-concentrated vapors. Dependences of additional discharge current from the electron beam power are analyzed. Microstructures of deposited films are investigated. Provided investigations show the high efficiency of using high voltage glow discharge electron guns for deposition of nanostructured composite coatings.

Ключевые слова: электронно-лучевое испарение, высоковольтный тлеющий разряд, композитные покрытия, наноструктурированные покрытия

Вступ

Серед сучасних технологій нанесення покриттів у вакуумі провідне місце займає електронно-променеє випаровування, яке знаходить широке застосування в електронній, приладобудівній, машинобудівній та інших галузях промисловості. Це обумовлено низкою його переваг перед іншими технологіями. Пряме нагрівання електронним пучком дає можливість випаровувати матеріали з охолоджуваного тигля, що за-

безпечує високу чистоту покриттів. Прецизійність керування енергетичними та геометричними параметрами електронного пучка забезпечує широкі технологічні можливості осадження покриттів з заданими параметрами із різних матеріалів, включаючи тугоплавкі. При цьому мікроструктура та властивості покриттів значно покращуються у разі осадженні матеріалів із іонізованих парових потоків з керованими параметрами. Термоіонне осадження покриттів, яке полягає в утворенні хімічних сполук із матеріалу, що випаровується, та газу-реагенту, що вводиться в зону осадження, забезпечує отримання якісних покриттів із сполук, отримання яких іншими методами або ускладнене, або взагалі неможливе [1, 2].

Термоіонне осадження покриттів здійснюється при відносно високому тиску газу ($10^{-1} - 10^{-2}$ Па) і для багатьох процесів – в реактивному середовищі. Це потребує використання для термоіонного осадження покриттів сучасних електронних гармат, які відрізняються надійною роботою в таких умовах. Іонізація пари високоенергетичним пучком є вкрай незначною, тому для термоіонного осадження покриттів необхідно застосовувати ефективні іонізатори пари.

Перспективними для термоіонного осадження покриттів є газорозрядні електронні гармати, в яких для генерації та формування електронного пучка використовується високовольтний тліючий розряд з холодним катодом [3, 4]. Такі гармати характеризуються надійною роботою в широкому діапазоні тиску та складу газового середовища і можуть успішно вирішувати проблему стабільності процесу випаровування в складних вакуумних умовах.

Для іонізації пари з сучасних перспективних методів найбільш енергетично вигідною є іонізація в дуговому розряді, яка підтримується в потоці пари за рахунок термоемісії та вторинно-електронної емісії з області дії електронного пучка на матеріал, що випаровується [1].

Аналіз результатів досліджень

Експериментальні дослідження впливу енергетичних параметрів газорозрядного випарника

з дуговим іонізатором пари в процесі термоіонного осадження покриття проводилися на установці УРН-3, модернізованій та оснащій газорозрядною електронною гарматою потужністю 5 кВт при прискорювальній напрузі 12 кВ, системою транспортування електронного пучка в зону випаровування, дуговим іонізатором пари, блоком мідних охолоджувальних тиглів, системою автоматичного контролю тиску газу в розрядному проміжку гармати та в зоні осадження покриття (в технологічній камері), ізолюваною від камери установки каруселлю та іншими приладами і пристроями, які забезпечували керування та контроль за параметрами розрядів в процесі досліджень. Схематичне зображення експериментальної вакуумної установки приведене на рис. 1.

В експериментах досліджувався розряд, який виникав в концентрованій парі матеріалу, що випаровувався при його нагріванні електронним пучком, сформованим в аксіальній газорозрядній гарматі. Електронний пучок вводився в простір між тиглем і підкладкою і спрямовувався на поверхню матеріалу, що випаровувався, за допомогою магнітної відхиляючої системи. Охолоджуваний дуговий електрод розміщувався біля області високої концентрації пари над тиглем. У разі подачі постійної напруги між цим електродом і тиглем виникає дуговий розряд у випадку, якщо тигель має від'ємний потенціал і розплавлений матеріал, що випаровується, є

катодом для цього розряду. При цьому температура матеріалу, що випаровується, а відповідно і швидкість випаровування залежить від загальної та питомої потужності електронного пучка. Зі збільшенням потужності електронного пучка збільшується густина потоку пари, що також впливає на характеристики дугового розряду і загалом на процес іонного осадження покриття.

На рис. 2. приведені вольт-амперні характеристики дугового розряду в парі титану, який створювався з використанням газорозрядної електронної гармати при тиску газу в зоні випаровування 1 Па. При діаметрі електронного пучка на поверхні матеріалу, що випаровувався, 6 – 8 мм і прискорювальній напрузі 12 кВ дуговий розряд виникає у разі мінімального струму розряду гармати 100 мА, і при збільшенні струму гармати величина струму дугового розряду зростає. В експериментах максимальна величина струму розряду була обмежена потужністю блоку живлення. Величина іонного струму на ізолювану підкладку, яка знаходилась під потенціалом 1 кВ, досягала десятки мА (рис. 3), що становить приблизно одиниці процентів від струму дугового розряду. При цьому питома величина іонного струму на підкладку становила одиниці мА/см². В усьому приведеному діапазоні енергетичних параметрів досягалась висока стабільність підтримання параметрів газорозрядної гармати та дугового іонізатора.

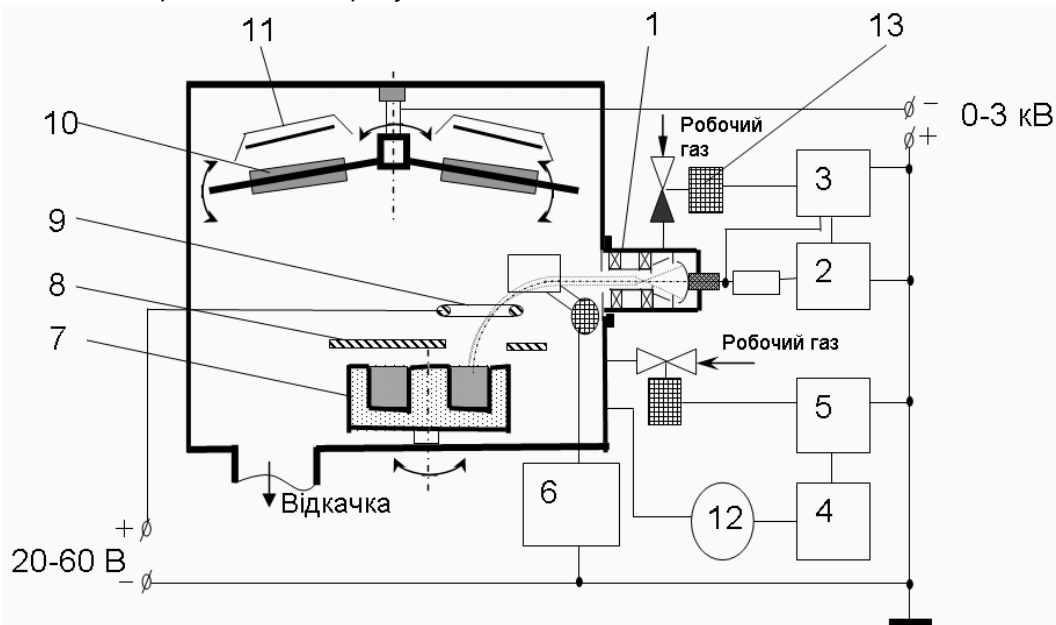


Рис 1. Схема газорозрядного електронно-променевого випарника. 1 – газорозрядна електронна гармата; 2 – високовольтне джерело живлення; 3 – система автоматичного контролю струму розряду гармати; 4 – малоінерційний вакуумметр; 5 – автоматична система контролю тиску газових компоненту у технологічній камері; 6 – система відхилення та сканування електронного пучка; 7 – система охолоджуваних водою тиглів; 8 – охолоджувана водою заслінка; 9 – кільцевий анод дугового розряду; 10 – карусель для планетарного обертання підкладок; 11 – кварцові лампи для термічного нагріву; 12 – малоінерційний датчик тиску; 13 – електромагнітні натікачі.

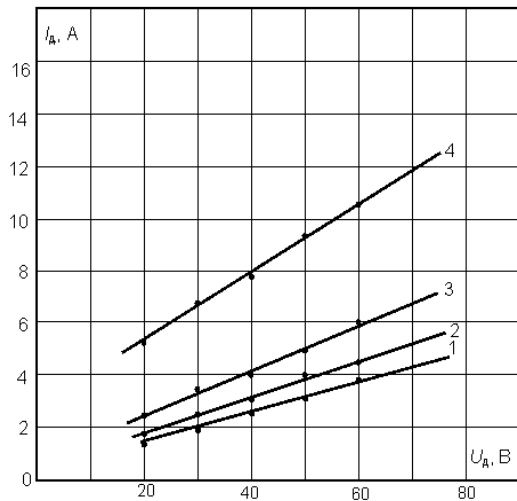


Рис. 2 Вольт-амперні характеристики дугового розряду в парі титану: 1 – $I_p=180$ мА; 2 – $I_p=200$ мА; 3 – $I_p=220$ мА; 4 – $I_p=250$ мА, тиск залишкового газу – 1 Па.

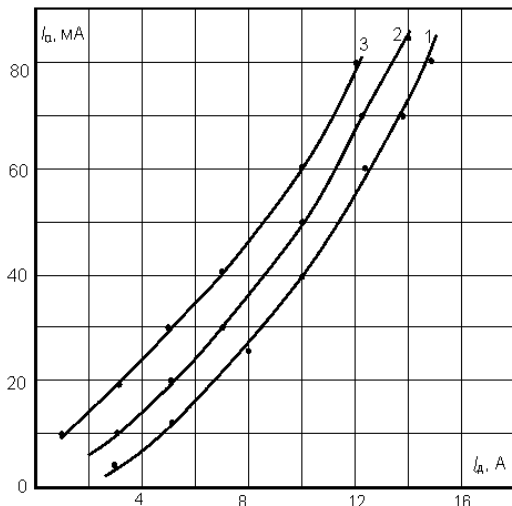


Рис. 3 Залежність іонного струму на ізолювану підкладку від струму дугового розряду. 1 – $U_d=20$ В; 2 – $U_d=30$ В; 3 – $U_d=50$ В.

Дослідження процесу термоіонного осадження покриття з використанням газорозрядної гармати та вакуумно-дугового іонізатора було проведено на прикладі нанесення плівок TiN та TiC на підкладки із сталі X18H10T. Досліджувався вплив плазмової активації на мікроструктуру покриття та його властивості при різних режимах роботи випарника. Дослідження активованого осадження покриття із титану здійснювалось на установці вакуумного осадження УРМЗ, оснащеної газорозрядною електронною гарматою потужністю 5 кВт та дуговим іонізатором пари, максимальний струм якого становив 18 А. Перед нанесенням покриття експериментальні зразки, які розміщувались на ізолюваній від камери каруселі, піддавались очищенню в тліючому розряді та нагрівались до 200-250 °С. Випаровування титану здійсню-

валось з охолоджуваного тиглю діаметром 40 мм. Відстань тигель-підкладка становила 180 мм, швидкість нанесення покриття залежала від потужності електронного пучка та в діапазоні потужності 3-5 кВт становила 0,5-1 мкм/хв. При цьому параметри дугового розряду були наступними: струм – 12-15 А, напруга – 30-40 В. Напруга зміщення між тиглем і підкладками встановлювалась в діапазоні 0-200 В, тиск в зоні осадження покриття підтримувався при контрольованому напуску технологічних газів (азоту, ацетилену) біля 0,1 Па.

Аналіз мікроструктури отриманих покриттів показав, що вони мають високу густину, при цьому розмір мікрочастин становить близько 10-15 нм, що характеризує їх як наноструктуровані. Структура отриманих покриттів наведена на рис. 4.

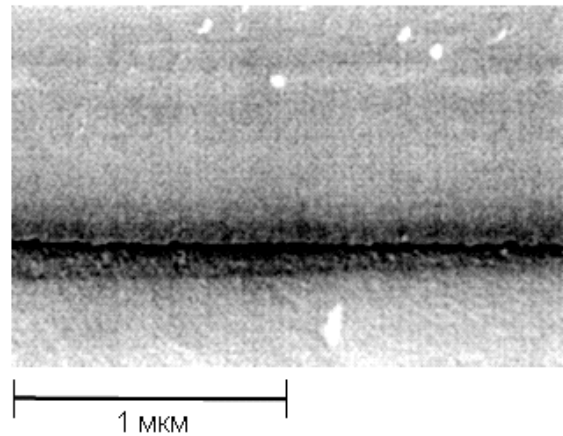


Рис. 4. Мікроструктура покриття із TiC, отриманого з використанням газорозрядного електронно-променевого випарника

При розгляді технологічних можливостей використання газорозрядної електронної гармати та вакуумно-дугового іонізатора для термоіонного осадження покриттів необхідно відмітити наступні характерні особливості. Вони пов'язані в основному з умовами існування високовольтного тліючого розряду гармати та вакуумно-дугового розряду в потоці пари. Діапазон робочого тиску в розрядному проміжку гармати потужністю одиниці-десятки кВт становить 1-10 Па. При цьому для підтримання тиску на заданому рівні в процесі регулювання струму розряду необхідно напускати робочий газ в розрядний проміжок при безперервному його відкачуванні, що здійснюють зазвичай спільно з технологічною камерою вакуумної установки. Витрати газу в залежності від режимів роботи пристроїв та продуктивності системи відкачування можуть бути в межах одиниць атм·л/год. У разі застосування системи транспортування електронного

пучка в зону випаровування з обмеженою пропускною здатністю протікання газу в реальних умовах досягається перепад тиску між розрядним проміжком і зоною випаровування на 1-2 порядки. Тому мінімальний тиск в технологічній камері при застосуванні ефективного її відкачування може становити біля 10^{-2} Па. Максимальний тиск в камері може бути близьким до тиску робочого газу в гарматі, тобто робочий діапазон тиску в технологічній камері може підтримуватись в межах $1-10^{-2}$ Па.

Використання для технологічних процесів газорозрядної гармати з холодним катодом дозволяє застосовувати в цих процесах різні гази, включаючи реактивні. Окремі з них можуть використовуватись одночасно як робочі гази для гармати, і як технологічні гази для виконуваних процесів.

Умови існування дугового розряду тісно пов'язані з параметрами електронного пучка і матеріалом, що випаровується. Енергетичні параметри електронного пучка газорозрядної гармати дозволяють випаровувати практично всі матеріали, включаючи тугоплавкі. При випаровуванні матеріалів з відносно високою температурою плавлення, коли досягаються необхідна термемісія з їх розплавленої поверхні, забезпечується стабільне горіння дугового розряду. При автоматизованому контролі тиску робочих газів забезпечується висока стабільність енергетичних параметрів розрядів і відповідного процесу осадження покриття.

*Национальный технический университет Украины
«Киевский политехнический институт»*

Висновки

Результати технологічних досліджень показують, що застосування високовольтного тліючого та вакуумно-дугового розрядів для термоіонного осадження покриттів має широкі технологічні можливості. Електронно-променеві випарники на основі цих розрядів надійні, довговічні та стійкі при роботі в широкому діапазоні тиску та складу газів, що дозволяє використовувати їх для нанесення різних покриттів. Особливо ефективно використання таких випарників для нанесення композиційних покриттів заданої структури в середовищі активних газів.

Література

1. Шиллер З., Гайзиг У., Панцер З. Электронно-лучевая технология. – М.: Энергия, 1980. – 528 с.
2. Goedicke K., Scheffel B., Schiller S. Plasma-activated high-rate electron beam evaporation using a spotless cathodic arc. – Surface coating and technology, 68/69 (1994). – P. 799-803.
3. Денбновецкий С.В., Мельник В.И., Мельник И.В., Тугай Б.А. Разработка и применение газоразрядных электронно-лучевых испарителей с холодным катодом. – VIII Международная научно-техническая конференция «Высокие технологии в промышленности России». – 2002. – С. 221-225.
4. Плазменные процессы в технологических электронных пушках // Завьялов М.А., Крейндель Ю.Е., Новиков А.А., Шантурин Л.П. – М.: Атомиздат. – 1989. – 256 с.