

Экспериментальная проверка возможности испарения капельной фазы вакуумно-дугового разряда при её движении в плазме

Д.В. Духопельников, Д.В. Кириллов
МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва, ул. 2-ая Бауманская, д. 5, стр. 1
kirillovdy@bmsu.ru

Проведена экспериментальная работа по проверке возможности полного или частичного испарения капельной фазы в плазме вакуумно-дугового разряда в арочном магнитном поле. Было предположено, что в плазме вакуумно-дугового разряда испарение микрокапель может происходить путём их нагрева высокоэнергетичными потоками плазмы. Для подтверждения или опровержения этого предположения производилось осаждение тестовых покрытий на различных расстояниях от поверхности катода 100 и 300 мм. Затем выполнялся подсчёт количества капель в покрытиях в двух диапазонах размеров: для мелких и для крупных капель. Также было показано влияние арочного магнитного поля на снижение количества капельной фазы.

Experimental verifying of cathodic arc macroparticles evaporation possibility during its movement in discharge plasma. D.V. Dukhopelnikov, D.V. Kirillov. The experimental study to verify a possibility of full or partial evaporation of the steered cathodic arc macroparticles during its movement in discharge plasma was carried out. It was suggested that the evaporation of macroparticles in the cathodic arc plasma is due to its heating with the high energy plasma actions. The test coatings were produced on the different distances from the cathode (100 and 300 mm) to approve or disapprove of this assumption. Then the macroparticles quantity in the coatings was counted for two size ranges: for little macroparticles and for large macroparticles. The arch-like magnetic field effect for reduction the macroparticles quantity was noted.

Введение

Основными сферами применения метода вакуумно-дугового испарения являются нанесение износостойких, коррозионностойких, жаростойких, а также декоративных покрытий. Метод основан на использовании вакуумно-дугового разряда с холодным катодом. Характерной особенностью дугового разряда с холодным катодом является эмиссия микрокапель из области катодной привязки. Катодная привязка формирует кратеры, заполненные расплавленным материалом катода [1, 2]. Под действием взрывных процессов в прикатодной области расплавленный материал выбрасывается из кратера [3], формируя поток капель размером от 20 нм до 10 мкм [4-8]. Капельная фаза генерируется наравне с плазмой разряда (ионная и электронная фазы) и осаждается на изделиях, что ограничивает применение метода в таких отраслях промышленности, как микроэлектроника и оптика. Снижение доли капельной фазы может расширить применение метода.

Для снижения массовой доли капельной фазы применяются магнитные сепараторы, которые позволяют почти полностью избавиться от микрокапель, однако, применение магнитных сепараторов снижает производительность метода в 7-10 раз [9], что, порой, делает их применение экономически неоправданным. Также снижение капельной фазы может быть достигнуто применением дуговых испарителей с арочным магнитным полем [10].

После эмиссии с поверхности катода движение микрокапель происходит в плазме вакуумно-дугового разряда, где они взаимодействуют с ионами и электронами. Учитывая, что энергии частиц достаточно высоки (энергия электронов составляет 1-5 эВ [11-14], энергии ионов по разным данным от 1 до 150 эВ [15]) могут формироваться условия для испарения некоторой части капельной фазы. Испарение капель подробно рассматривалось в работах [16-19]. В различных работах приведены данные, свидетельствующие как о возможности испарения капель, в том числе, крупных [16, 18, 19], так и о невозможности их испарения [17]. При этом экспериментальных подтверждений или опровержений факта испарения капель в плазме подобного вакуумно-дугового разряда авторам настоящей работы не известно.

Данная работа посвящена экспериментальной проверке возможности испарения капель в плазме вакуумно-дугового разряда.

Оборудование

Вакуумно-дуговой испаритель с холодным катодом и арочным магнитным полем [19, 20] закреплялся на боковой двери вакуумной камеры (рис. 1). Напыление осуществлялось в стационарном режиме при токе разряда 100 А на подложки из флюат-стекла М1 размером 30х40х3 мм. Подложки располагались перпендикулярно потоку материала на расстояниях $L_1 = 100$ мм и $L_2 = 300$ мм от поверхности катода. Материал катода – титан ВТ1-0. Анализ количества капель проводился при помощи лазерного сканирующего конфокального микроскопа CarlZeiss LSM 700.

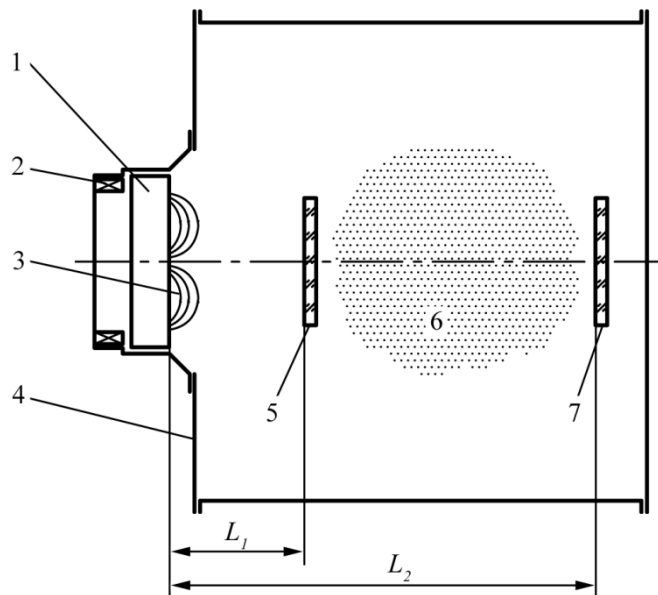


Рис. 1. Схема проведения эксперимента.

1 – катод; 2 – магнитная система; 3 – силовые линии магнитного поля; 4 – вакуумная камера; 5, 7 – подложки на расстоянии L_1 и L_2 соответственно; 6 – плазма дугового разряда.

Рассматривалось два режима работы вакуумно-дугового испарителя: без внешнего магнитного поля и при индукции арочного магнитного поля на поверхности катода $B = 7$ мТл.

Эксперимент

Перед осаждением покрытий проводилось пропыление катода на заслонку в течение 30 секунд. После этого заслонка открывалась на время 15 и 135 секунд на расстояниях 100 и 300 мм соответственно. Время осаждения покрытия рассчитывалось, как величина, пропорциональная квадрату расстояния от катода. При этом на подложку, находящуюся на разных расстояниях от катода, приходила одинаковая масса вещества, и осаждалось покрытие одинаковой толщины. Схема определения соотношения количества капель в конденсатах на различных расстояниях приведена на рис. 2.

Анализ работ [16-18] показывает, что испарение микрокапель различных размеров происходит с различной скоростью, так как при примерно равной поверхности, собирающей электронные и ионные токи, мелкие капли обладают меньшей массой и площадью поверхности. Учитывая, что капли различных размеров движутся в одинаковых условиях, была проведена оценка отношения их количества на различном расстоянии от катода. Было выбрано два диапазона: от 0,2 до 0,5 мкм (мелкие капли) и от 1,0 до 3,0 мкм (крупные капли).

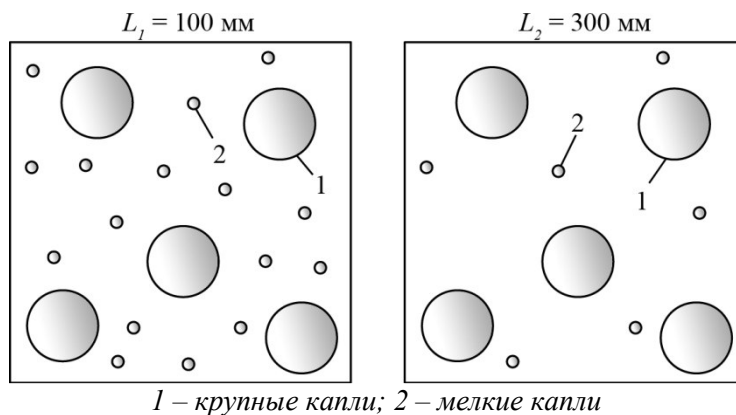


Рис. 2. Схема определения соотношения количества капель в конденсатах на различных расстояниях.

На рис. 3 приведены микрофотографии покрытий, осаждённых на различном расстоянии от катода с арочным магнитным полем и без него.

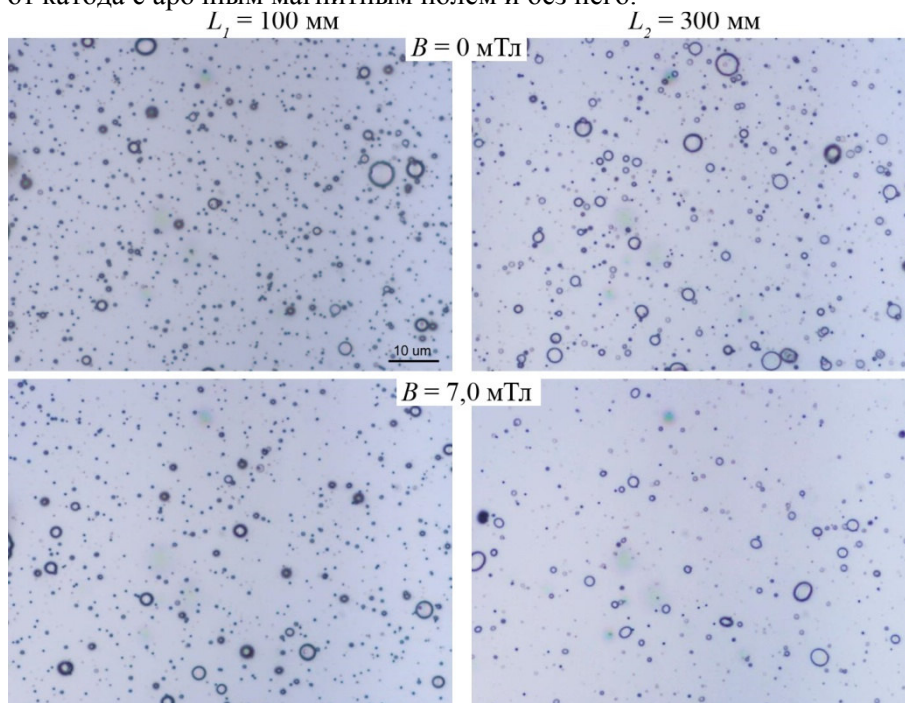


Рис. 3. Капли в покрытиях, осаждённых на различных расстояниях от катода дугового испарителя.

B – индукция арочного магнитного поля на поверхности катода; L – расстояние от катода до образца.

Подсчёт количества капель проводился по микрофотографиям на одинаковых площадях покрытия $8,2 \cdot 10^4$ мкм² и при равном увеличении (увеличение $\times 700$, поле зрения 330×248 мкм). В табл. 1 приведены полученные результаты измерений: количество капель $N_{0,2-0,5}$ и $N_{1,0-3,0}$, общее количество капель диапазонов Σ , отношение количества капель $N_{0,2-0,5} / N_{1,0-3,0}$. Данные проиллюстрированы на рис. 4. Показано, что при удалении от катода относительное количество мелких капель на подложке уменьшается, в то время как количество крупных капель остаётся почти неизменным:

$$\left(\frac{N_{0,3-0,5}}{N_{1,0-3,0}} \right)_{100} > \left(\frac{N_{0,3-0,5}}{N_{1,0-3,0}} \right)_{300}$$

Результаты экспериментальной проверки свидетельствует о том, что доля мелких капель уменьшается при движении капельной фазы в плазме разряда. Это позволяет сделать вывод о том, что мелкие капли испаряются в плазме разряда. Также видно, что арочное магнитное поле вызывает более интенсивное испарение капель, что, по-видимому, обусловлено локальным увеличением концентрации плазмы в прикатодной области.

Таблица 1. Результаты измерений относительно количества капель.

d , мкм	Без внешнего магнитного поля		$B = 7$ мТл	
	$L=100$ мм	$L=300$ мм	$L=100$ мм	$L=300$ мм
$N_{1,0-3,0}$	48,4	45,2	40,8	42
$N_{0,2-0,5}$	624	253,2	440	201,6
Σ	672,4	298,4	480,8	243,6
$\frac{N_{0,2-0,5}}{N_{1,0-3,0}}$	12,9	5,6	10,8	4,8

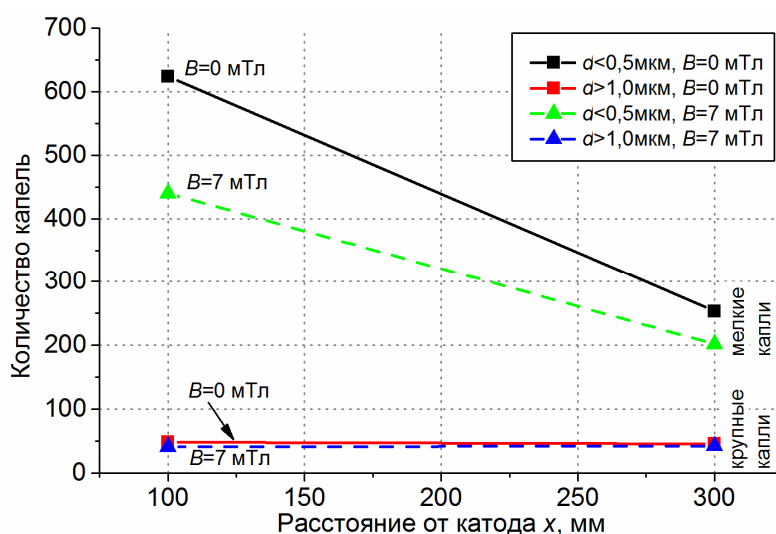


Рис. 4. Количество мелких и крупных капель на различном расстоянии от катода при различных индукциях арочного магнитного поля.

В тоже время, при увеличении индукции арочного магнитного поля происходит также снижение количества крупных капель размером от 1,0 до 3,0 мкм. Учитывая, что капли этих размеров практически не испаряются, можно заключить, что арочное магнитное поле также создаёт условия для подавления образования капель в катодном пятне, что подтверждает данные работ [6, 10]. Наиболее вероятным механизмом подавления образования капель является снижение температуры материала катода в катодном пятне и количества расплавленного материала в нём при увеличении скорости движения катодных пятен по поверхности катода в арочном магнитном поле [6].

Заключение

Экспериментально показано, что в плазме вакуумно-дугового разряда происходит испарение капель с диаметром менее 0,5 мкм, в то время как капли размером 1 мкм и более не испаряются. Это позволяет сделать вывод о том, что существует два механизма снижения количества капель в продуктах эрозии дугового испарителя: подавление образования капель в катодном пятне в результате увеличения скорости движения катодных пятен в арочном магнитном поле и испарение мелких капель в плазме дугового разряда.

Литература

1. Месяц Г.А., Баренгольц С.А. Взаимодействие плазменных струй и капель в прикатодной области ва-куумной дуги // Письма в ЖЭТФ. 2002. Т. 75, вып. 6. С. 306-308.
2. Марахтанов М.К., Марахтанов А.М. Формирование катодного кратера в низковольтной вакуумной дуге с холодным катодом // Письма в ЖТФ, Т. 24, № 13, 1998, с. 14-19.
3. Anders A. Velocity distribution of carbon macroparticles generated by pulsed vacuum arcs // Plasma Sources Science Technology. Vol. 8. 1999. P. 567–571. DOI: <https://doi.org/10.1088/0963-0252/8/4/307>.
4. Monteiro O.R., Anders A. Vacuum-arc-generated macroparticles in the nanometer range // IEEE transactions on plasma science, Volume 27, Number 4, 1999, p. 1030-1033. DOI: 10.1109/DEIV.1998.738739
5. Хороших В.М. Капельная фаза эрозии катода стационарной вакуумной дуги // ФП ФИП PSE. 2004. Т. 2, № 4, vol. 2. С. 200-213.
6. Береговский В.В., Духопельников Д.В., Марахтанов М.К., Щуренкова С.А. Сравнительный анализ капельной фазы в покрытиях, полученных методом вакуумно-дугового осаждения на установках типа ННВ и Platit л80 // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2008. №4. С. 29-32. Электрон.журн. Режим доступа: http://vestnik.magtu.ru/content_en/Vestnik%20MSTU%20for%202008,%20Number%204.pdf (дата обращения 27.02.2019).
7. Dukhopelnikov D.V., Kirillov D.V., Bulychev V.S. Characteristics of silicon microdroplets in coatings de-positied by vacuum arc evaporation // Polymer Science. Series D. 2016. Т. 9. № 2. С. 238-242. DOI: 10.1134/S1995421216020040
8. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Булычев В.С. Характеристики кремниевых микрокапель в по-крытиях, осаждённых методом вакуумного дугового испарения // Все материалы. Энциклопедический спра-вочник. 2015. № 12. С. 18-24.
9. Anders A. Approaches to rid cathodic arc plasmas of macro- and nanoparticles: a review // Surface and Coatings Technology, Volumes 120–121, 1999, P. 319–330. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00460-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00460-0)
10. Кириллов Д.В. Исследование процессов эрозии катода и тепломассообмена между микрокаплями и плазмой вакуумно-дугового испарителя с арочным магнитным полем: диссертация кандидата технических наук : 01.04.14; [Место защиты: Моск. гос. техн. ун-т им. Н.Э. Баумана]. - Москва, 2018. – 187 с.
11. Андреев А.А., Саблев Л.П., Шулаев В.М. и др. Вакуумно-дуговые устройства и покрытия // Харьков: ННЦ ХФТИ, 2005. - 236 с.
12. Ivanov V.A., Juttner B., Zimin A.M. Development of cathode spots on the surface of a beryllium // Plasma devices and operations. 2002. V. 10. P. 109-116.
13. Зимин А.М., Иванов В.А., Ютгнер Б. Динамика катодных пятен на поверхности бериллия в дуговом вакуумном разряде // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Термоядерный синтез. 2001. № 2. С. 44-50.
14. Саксаганский Г.Л. Электрофизические вакуумные насосы // М.: Энергоатомиздат, 1988. 280с.
15. Бугаев А.С., Гушенец В.И., Николаев А.Г. и др. Исследования направленных скоростей ионов в ва-куумном дуговом разряде эмиссионными методами // Журнал технической физики, Т. 70, вып. 9, 2000, с. 37-43.
16. Бизюков А.А., Ромашенко Е.В., Серeda К.Н. и др. Нагрев и испарение металлических макрочастиц в пучково-плазменных системах // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Плазменная электроника и но-вые методы ускорения. 2010. № 4 (7). С.189-192.
17. Anders A. Growth and decay of macroparticles: A feasible approach to clean vacuum arc plasmas? // Jour-nal of Applied Physics. 1997. V. 82. Is. 8. P. 3679-3688. DOI: 10.1063/1.365731
18. Proskurovsky D.I., Popov S.A., Kozurev A.V., Pryadko E.L., Batrakov A.V., Shishkov A.N. Droplets Evaporation in Vacuum Arc Plasma // IEEE transactions on plasma science, Volume 35, Number. 4, 2007, p. 980-985. DOI: 10.1109/TPS.2007.897906
19. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Воробьев Е.В., Ивахненко С.Г. Влияние выработки катода дугового испарителя на равномерность толщины покрытия и угловое распределение продуктов эрозии // Наука и образование: электронное научно-техническое издание. 2014. № 4.

- С. 1-9. DOI:10.7463/0414.0707391. Режим доступа:
<https://technomagelpub.elpub.ru/jour/article/view/564> (дата обращения 27.02.2019)
20. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Марахтанов М.К., Воробьев Е.В., Булычёв В.С. Вакуумная дуга на поликристаллическом кремниевом катоде // Наука и образование: электронное научно-техническое издание. 2014. № 11. С. 188-197. Режим доступа: http://engineering-science.ru/file/749851.html?__s=1 (дата обращения 27.02.2019).

Исследование морфологии эпитаксиальных пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, полученных методом магнетронного распыления

Г.К.Сафаралиев, Г.Д.Кардашова

Махачкала, Дагестанский государственный университет, ул. Гаджиева, д. 43-а

E-mail: gulya-kal1@yandex.ru

В данной работе приведены результаты исследования свойств эпитаксиальных пленок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ полученных магнетронным распылением составных мишеней SiC-AlN. Представлены результаты исследований методами рентгенодифрактометрии и атомно-силовой микроскопии и $I(V)$ спектроскопии слоев твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ для определения оптимальных параметров роста. Начальная стадия поверхности пленок характеризуются аморфной структурой, с ростом толщины формируются монокристаллические островки с гексагональной структурой. $I(V)$ спектры туннельного тока зонд-пленка имеют сложный характер с несколькими изломами.

The study of the morphology of epitaxial films $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ obtained by the method of magnetron sputtering. G.K.Safaralie, G.D. Kardashova. This paper presents the results of studying the properties of epitaxial $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ films obtained by magnetron sputtering of SiC-AlN composite targets. The results of X-ray diffraction and atomic-force microscopy studies and $I(V)$ spectroscopy of $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ solid solution layers to determine the optimal growth parameters are presented. The initial stage of the film surface is characterized by an amorphous structure. Single-crystal islands with a hexagonal structure are formed with the thickness growth, The $I(V)$ spectra of the probe-film tunnel current are of complicated character with several kinks.

В настоящее время наиболее совершенными методами исследования строения поверхности твердых тел являются зондовые методы. Применение для изучения поверхности сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) и спектроскопии, обладающей пространственным разрешением на уровне 0.1 \AA , исключает усреднение данных и позволяет измерять физико-химические характеристики единичных адсорбированных частиц, дефектов и наноструктур.

В работе представлены результаты исследований методами рентгенодифрактометрии (XRD) и АСМ и $I(V)$ спектроскопии слоев твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, полученных ионно-плазменным распылением поликристаллической мишени, для определения оптимальных параметров роста.

Пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ толщиной до 2 мкм формировались на подложках – пластинах монокристаллического SiC методом ионно-плазменного магнетронного распыления поликристаллических мишеней SiC-AlN [1]. Основные технологические параметры роста пленок твердых растворов: температура подложки в диапазоне $1300 \div 1620 \pm 5\text{K}$; время распыления, в диапазоне $0.5 \div 4$ часов; скорость в диапазоне $10 \div 30 \text{ nm/min}$. Для получения кристаллоориентированных слоёв был проведен отжиг полученных гетероструктур в нейтральной среде при температуре 1200°C .

Морфологию полученных слоев определяли с помощью АСМ «Интегра». Результаты по получению наноразмерных слоев показали, что после их формирования наблюдаются отдельные конусообразные выступы высотой $50\text{-}100 \text{ nm}$ (рис.1).