

Импульсный источник электропитания для плазменного азотирования в тлеющем разряде

В.О. Оскирко, И.М. Гончаренко, А.П. Павлов, А.С. Гренадеров
Томск, ИСЭ СО РАН, пр. Академический 2/3;
ООО «Прикладная Электроника», пр. Академический 15-80
E-mail: oskirkovo@gmail.com

В статье представлено краткое описание разработанных импульсных источников питания (ИПП), предназначенных для проведения процессов ионного азотирования в тлеющем разряде. Проведенные эксперименты показали, что данные устройства позволяют осуществлять быстрый нагрев и тренировку поверхности детали. Применяя импульсный режим можно существенно сократить время разогрева детали, относительно режима постоянного тока, а также предотвратить образование дефектов на обрабатываемой поверхности.

Pulsed power supply for plasma nitriding in a glow discharge. V.O.Oskirko, I.M.Goncharenko, A.P.Pavlov, A.C.Grenaderov. The article presents a brief description of the developed pulsed power sources designed for ion nitriding processes in the glow discharge. Experiments have shown that these devices allow rapid heating and training of the workpiece surface. The use of pulse mode can significantly reduce the heating time of the workpiece, relative to the DC mode, as well as prevent the formation of defects on the treated surface.

Процесс ионного азотирования в плазме тлеющего разряда является хорошо известной и распространенной химико-термической технологией обработки стальных деталей с целью повышения твердости, износо- и коррозионной стойкости их поверхности. Как правило, диффузионное насыщение азотом на промышленных установках проводится при температурах $500 \div 600^\circ\text{C}$ в азото-водородных смесях различного состава. Небольшая добавка водорода (5-10%) в рабочую смесь необходима для удаления оксидных плёнок, формирующихся на стадии разогрева и впоследствии препятствующих проникновению атомарного азота в металл. Применение тлеющего разряда позволяет ускорить диффузию, благодаря активации газа и воздействию на поверхность энергетическими частицами из плазмы [1,2]. Современные установки для ионно-плазменной обработки в тлеющем разряде, являясь разновидностью газового азотирования, обеспечивают по сравнению с ним более высокую скорость обработки (в 3-4 раза) при меньших затратах электроэнергии.

Для повышения стабильности и управляемости процессов ионного азотирования в настоящее время применяются импульсные источники электропитания. Широкий набор регулируемых параметров импульсного электропитания дает возможность подбирать режимы, минимизируются краевые эффекты и эффекты полого катода [3], что приводит к повышению равномерности обработки поверхности. Процесс оптимизируется с точки зрения мощности, температуры и геометрии детали [4].

Одной из серьёзных проблем процессов ионного азотирования, является возникновение электрических дуг. В результате пробоев непроводящих слоев и локального увеличения температуры на поверхности обрабатываемого изделия формируются катодные пятна, в которых сосредотачивается высокая мощность. Происходит быстрый разогрев материала до экстремальных температур, выброс микрокапель и формирование кратеров на поверхности детали. Для сокращения количества дуг необходимо осуществлять предварительную очистку поверхности, что влечет за собой увеличение времени и затрат [5]. Альтернативным способом борьбы с дугами является применение импульсного электропитания разряда. Путем изменения длительности импульса и паузы удается создать условия, при которых образование дуг прекращается [6].

Положительные результаты использования импульсного электропитания в данной области подтолкнули наш коллектив к разработке серии специализированных источников мощностью от 10 до 100 кВт. Ниже будут рассмотрены две модели данной серии, а именно -

APEL-N-20DC-1000 (далее ИИП 1) и APEL-N-25PDC-800A (ИИП 2). Основные параметры источников приведены в таблице 1.

Таблица 1. Параметры импульсных источников электропитания.

Параметр	ИИП 1	ИИП 2
	APEL-N-20DC-1000	APEL-N-25PDC-800A
Выходное напряжение	100÷1000 В	80÷800 В
Средний выходной ток	до 30 А	до 50 А
Максимальная выходная мощность	20 кВт	25 кВт
Максимальный импульсный ток	40 А	70 А
Частота формирования импульсов	1÷50 кГц	1÷100 кГц
Коэф. зап. имп.		10÷90 %
Стабилизируемый параметр	напряжение/ток/мощность	
Габариты	4U, 19”	8U, 19”
Масса	40 кг	70 кг

ИИП 1 представляет собой источник постоянного тока с системой активной защиты от дуг. В случае возникновения дуги ИИП 1 прерывает выходной ток и формирует паузу, длительность которой регулируется в диапазоне 20 ÷ 1000 мкс. От длительности паузы, т.е. времени возобновления подачи напряжения к разрядному промежутку, зависит максимальная частота образования дуг. Она составляет 1÷50 кГц. При высокой частоте образования дуг значительную часть времени занимают паузы, поэтому источник питания не способен поддерживать высокий уровень выходной мощности. ИИП 1 может работать в импульсном режиме, при частоте 1 ÷ 50 кГц и коэффициенте заполнения 10 ÷ 90 %. Но как и для режима непрерывного тока, увеличение длительности паузы между импульсами ведёт к сокращению рабочей мощности. Принципиальное отличие ИИП 2 от ИИП 1 заключается в величине выходного импульсного тока. Амплитуда импульсов тока в ИИП 2 на 30 А выше, чем в ИИП 1, что позволяет обеспечивать высокую среднюю мощность разряда в импульсном режиме в условиях частого дугообразования.

Разработанные источники питания снабжены системами защиты от дуг для быстрого детектирования и подавления дугового разряда в случае его возникновения. Время реакции системы защиты не более 2 мкс, а энергии горения дуги не превышает 10 мДж. Ограничение энергии дуги позволяет минимизировать количество и размеры дефектов, образующихся в процессе очистки детали.

Помимо создания источников питания работа включала в себя проведение экспериментов с целью сокращения времени нагрева детали и повышение качества обработанной поверхности. Задачу планировалось решить путем сокращения количества дуг и уменьшения их энергии. Эксперименты проводились на вакуумной установке НШВ-9.18/6-И2. На рис. 1.а представлены фотографии установки с источниками электропитания. На установке осуществлялась обработка шестерни (рис. 1.б), масса которой вместе с креплением составила 130 кг.

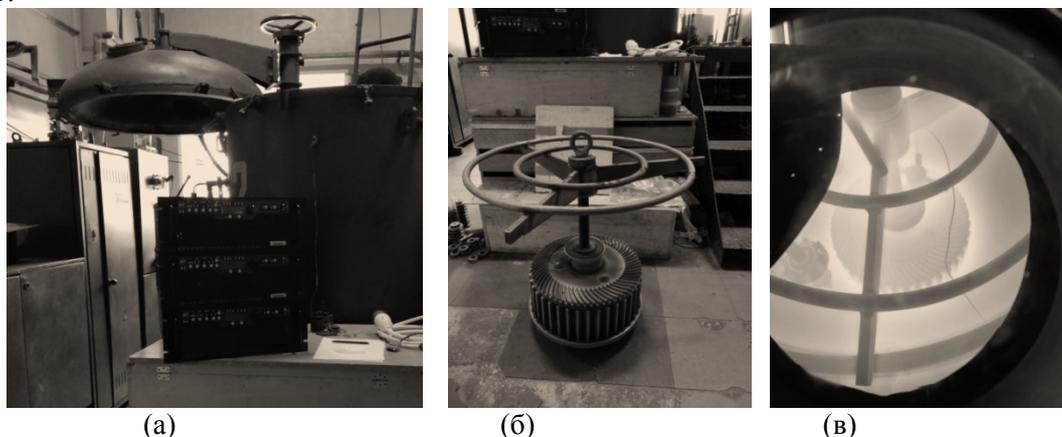


Рис. 1.а – Электронная установка НШВ-9.18/6-И2, ИИП 1, ИИП 2; б – обрабатываемая деталь с креплением; в – процесс плазменного азотирования в тлеющем разряде.

Вместе с шестерней в камеру устанавливали темплеты (образцы-свидетели) из стали 40X (5140 по международной классификации ANSI/SAE, США). Темплеты предварительно были нормализованы и прошли механическую обработку (шлифование и полирование) для снижения шероховатости исследуемых поверхностей до значений $Ra=0.027$ мкм. В качестве рабочей среды использовали стандартную азото-водородную смесь на основе азота (N_2), аргона (Ar) и метана (CH_4). Давление рабочего газа в экспериментах также находилось в стандартном диапазоне для данного вида промышленной химико-термической обработки – $100 \div 400$ Па. Процесс азотирования состоял из основных 2-х этапов. Первый – нагрев от комнатной температуры до температуры $500^\circ C$; второй – изотермическая выдержка при $500^\circ C$, в течение которой происходит диффузионное насыщение. Основное внимание в данном эксперименте было уделено первому этапу, поскольку именно для него характерно частое дугообразование.

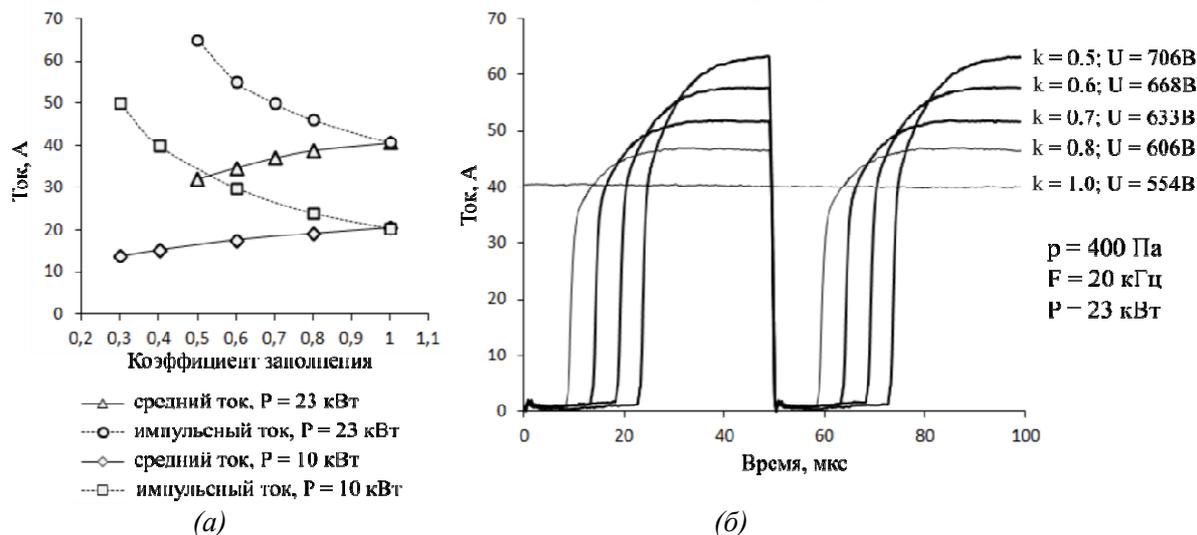


Рис 2.а - Зависимость величины разрядного тока от коэффициента заполнения импульсов; б – осциллограммы импульсов разрядного тока при разных значениях коэффициента заполнения и постоянной мощности разряда 23 кВт.

На рис. 2.а представлены зависимости максимальной и средней величины тока тлеющего разряда от коэффициента заполнения импульсов k , полученные с помощью ИИП 2. Мощность разряда стабилизировалась источником на уровне 10 и 23 кВт, давление рабочего газа составляло 400 Па, частота повторения импульсов - 20 кГц. На графике видно, что уменьшение коэффициента заполнения импульсов приводит к увеличению амплитудных значений и снижению средних значений разрядного тока. На рис. 2.б представлена осциллограмма, демонстрирующая изменение формы импульсов тока при регулировании коэффициента заполнения.

Графики, представленные на рис. 4, позволяют проследить динамику изменения температуры и мощности разряда в течение первых 120 минут процесса. Источник работал в режиме непрерывного тока. Мощность разряда увеличивалась постепенно по мере снижения частоты образования дуг. Для достижения рабочей температуры $500^\circ C$ потребовалось 80 минут. Частое дугообразование (более 1 кГц) наблюдалось в течение первых 15 минут процесса.

При работе ИИП 2 использовался импульсный режим со следующими параметрами: $F = 20$ кГц; $k = 0.5$. В этом случае удалось достичь мощности разряда 20 кВт спустя всего 5 минут после начала процесса. После чего образование дуг прекратилось, и мощность стабилизировалась на уровне 22 кВт. Температура поднялась до $500^\circ C$ за 50 минут. Таким образом, в импульсном режиме удалось на 30 минут быстрее нагреть деталь и выйти в режим насыщения.

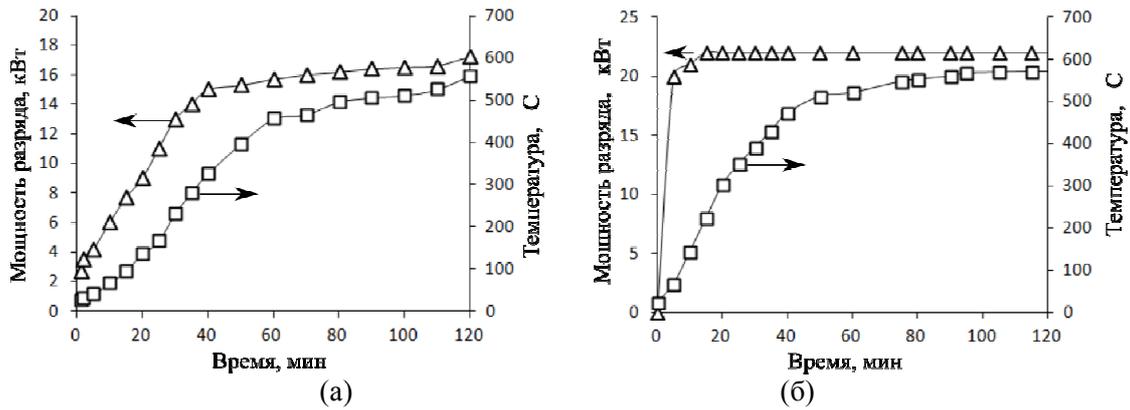


Рис.. 3. Изменение температуры и мощности в течение первого этапа процесса азотирования при использовании ИПП 1 (а) и ИПП 2 (б)

После обработки деталей в тлеющем разряде было проведено сравнения качества обработанной поверхности. Фотографии поверхности полученных образцов представлены на рис. 4. При использовании тиристорного источника питания, входящего в состав установки НШВ-9.18/6-И2, шероховатость предварительно полированной поверхности заметно увеличилась в результате воздействия микродуг. Размер кратеров варьируется в диапазоне от единиц до нескольких десятков микрометров. Наряду с кратерами поверхность усыпана застывшими микрокаплями металла. И капли, и кратеры имеют различную морфологию и образуют как одиночные дефекты, так и объединенные в ассоциации (рис.4,а). Наблюдаемое явление свидетельствует о том, что, не смотря на наличие системы дугогашения в источнике питания, начальная стадия образования дуги на катоде ни коем образом не подавляется.

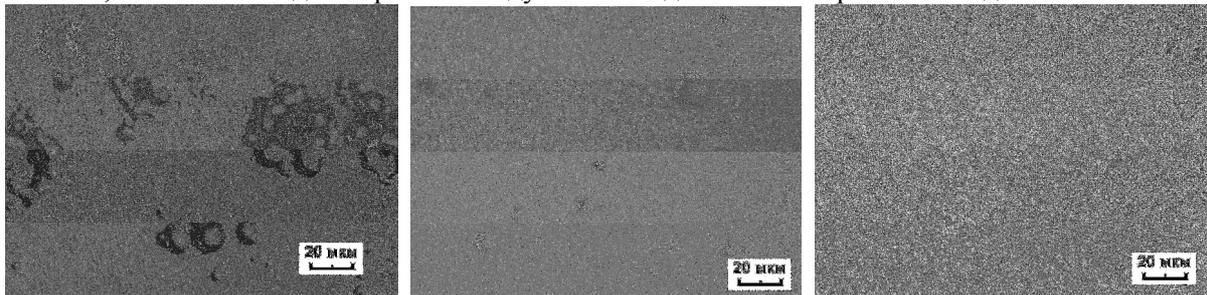


Рис. 4. Увеличенные изображения (X333) морфологии поверхности темплетов, изготовленных из стали 40X после обработки в плазме тлеющего разряда с помощью: а) тиристорного блока питания (50 Гц), б) ИПП 1, в) ИПП 2.

Для снижения количества дефектов и их размеров на обрабатываемых деталях при использовании данного типа источника требуется достаточно много времени, чтобы постепенно реализовать первую стадию процесса азотирования, а именно – ионную очистку и разогрев до температуры диффузионного насыщения (500°C). Иная картина морфологии поверхности наблюдается у образцов, обработанных в тлеющем разряде с использованием импульсных источников питания (ИИП 1 и ИИП 2). В обоих случаях шероховатость заметно снижена, чем для поверхности, описанной выше, хотя здесь более выражены следы ионного травления.

Если при использовании источника типа ИИП 1 все-таки наблюдаются отдельные дефекты, вызванные микродугами (рис. 4,б), то ИИП 2 позволяет получить однородную бездефектную поверхность (рис. 4,в) с микрорельефом на уровне размеров элементов микроструктуры. Данное обстоятельство несомненно позволяет заметно ускорить первую стадию процесса по очистке и нагреву деталей до старта непосредственного диффузионного насыщения азотом.

Таким образом, результаты экспериментов показывают, что импульсное электропитание позволяет предотвращать количество дуг на начальном этапе обработки и

увеличивать скорость нагрева детали. Благодаря минимизации энергии дуги уменьшаются размеры микрократеров на обрабатываемой поверхности, а в импульсном режиме предотвращает их образование.

Литература

1. Лахтин Ю.М., Крымский Ю.Н. Физические процессы при ионном азотировании // Защитные покрытия на металлах. Вып. 2. – Киев, 1968. – С. 225–229.
2. Бутенко О.И., Головчинер Я.М., Скотников С.А. Формирование диффузионного слоя при ионном азотировании // Прогрессивные методы термической и химико-термической обработки. – М.: Машиностроение, 1972. – С. 122–128.
3. Szilagyine Biro A. (2013), Trends of Nitriding Processes, Production Processes and Systems, Vol. 6, 57-66.
4. Pye D. (2003), Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing, ASM International, Materials Park.
5. Gallo S.C., Dong H. (2009), Study of active screen plasma processing conditions for carburising and nitriding austenitic stainless steel, Surface and Coatings Technology, Vol. 203, 3669-3675.
6. Sharma M.K., Saikia B.K., Phukan A., Ganguli B. (2006), Plasma nitriding of austenitic stainless steel in N₂ and N₂-H₂ dc pulsed discharge, Surface and Coatings Technology, Vol. 201, 2407-2413.

Реактивное магнетронное распыление цинковой мишени в парах воды

А.Х. Абдуев, *А.К. Ахмедов, *А.Ш. Асваров, ***Р. М. Эмиров*

**Институт физики Дагестанского научного центра РАН, Махачкала, ул. Ярагского, 94;
e-mail: cht-if-ran@mail.ru*

*** Дагестанский научный центр РАН, Аналитический центр коллективного
пользования, Махачкала, ул. Гаджиева, 45*

**** Дагестанский государственный университет, Махачкала, ул. Гаджиева, 43а*

Исследованы процессы осаждения и состав слоев при dc магнетронном распылении металлической цинковой мишени в среде Ar-H₂O. Показано, что максимальный размер зерен и максимальная скорость роста фазы ZnO достигается при наличии на поверхности роста атомов воды в состоянии, близком к равновесному. Рассмотрены вероятные механизмы взаимодействия паров цинка и воды на поверхности роста.

Reactive magnetron sputtering deposition of thin films in water vapor. A.Kh. Abduev, A.Sh.Asvarov, A.K.Akhmedov, R.M.Emirov. The deposition processes and the phase composition of layers deposited at dc magnetron sputtering of a metal zinc target in an Ar-H₂O atmosphere are investigated. It is shown that the maximum grain size and maximum growth rate of the ZnO phase is achieved when there are water atoms on the surface in a state close to the equilibrium. The probable mechanisms of interaction of zinc vapors and water on the growth surface are considered.

Введение

Развитие индустрии прозрачной (оксидной) электроники формирует новые требования к технологиям формирования функциональных покрытий. Одной из наиболее актуальных и сложных задач является создание технологий низкотемпературного синтеза функциональных слоев на полимерных носителях, обладающих характеристиками, не уступающими традиционным слоям на неорганических подложках.

Наибольшее распространение в формировании функциональных оксидных слоев на неорганических подложках в системах отображения информации, устройствах фотовольтаики,