

ВАКУУМНЫЕ ПУЛЬСИРУЮЩИЕ ТЕЧИ

VACUUM PULSATING LEAKS

В.В.Алымов, Я.О.Желонкин, А.А.Бикташев, И.А.Сунгатуллин, С.И.Саликеев /
zhelonkin.ya@ferryvatt.ru

V.V.Alymov, Y.O.Zhelonkin, A.A.Biktashev, I.A.Sungatullin, S.I.Salikeev

ООО «ФЕРРИ ВАТТ», Казань

Представлены методы диагностики параметров технологического процесса нанесения покрытия такие как, гелиевое течеискание, оптически-эмиссионная спектроскопия и анализ остаточных газов. Установлены причины брака декоративных покрытий. Обнаружен эффект «пульсирующей течи» - течи с непредсказуемой периодичностью.

Methods for diagnostics of the technological process parameters of coating deposition, such as helium leak detection, optical emission spectroscopy and analysis of residual gases, are presented. The reasons for the defect in decorative coatings are established. The effect of "pulsating leak" was detected - leaks with an unpredictable frequency.

Ключевые слова: вакуумные течи, течеискание, пульсирующие течи.

Key words: vacuum leaks, leak detection, pulsating leaks.

ВВЕДЕНИЕ

Технологии нанесения покрытий в вакууме, в частности PVD (англ. Physical vapor deposition – физическое осаждение из газовой фазы) покрытия, находят широкое применение в различных сферах промышленности. Вакуумное напыление используют для нанесения проводящих, диэлектрических, защитных, оптических покрытий различного назначения и др., для металлизации поверхности пластмассовых и стеклянных изделий, тонировании стекол автомобилей и т.д.

Одной из популярных областей применения методов PVD напыления является нанесение декоративных покрытий. Преимуществом PVD относительно других методов является возможность получения высоких защитных свойств при значительно меньших толщинах и возможность изменения цветового тона за счет регулирования таких параметров техпроцесса, как соотношение и состав напускаемых газов и рабочих электрических параметров технологических источников.

Основным требованием, предъявляемым к декоративным покрытиям, является однородность и цвет покрытия, которые, зачастую могут быть получены только при высокой чистоте и стехиометрии состава получаемого покрытия. Также важной задачей при разработке вакуумного оборудования по нанесению декоративных покрытий является обеспечение повторяемости характеристик, в том числе цветовых, наносимых покрытий.

При заводских испытаниях нового оборудования и отработке технологии нанесения декоративных покрытий на установке магнетронного распыления ВАТТ 700-М2-И1-С периодически, не системно, получалось некачественное, с точки зрения эстетического восприятия цвета, покрытие из нитрида титана (TiN), или «грязный нитрид», чередующееся с хорошим покрытием. В настоящей статье представлено описание работ, направленных на диагностирование причин, вызывающих отсутствие повторяемости качества покрытий, анализ полученных результатов диагностики, описание причин возникшей проблемы и физических эффектов ее сопровождавших.

ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ

Установка вакуумная БАТТ 700-М2-И1-С является однокамерной установкой периодического действия. Установка предназначена для нанесения декоративных покрытий из циркония, хрома, нихрома, титана, латуни и других материалов на различную фурнитуру методом магнетронного распыления.

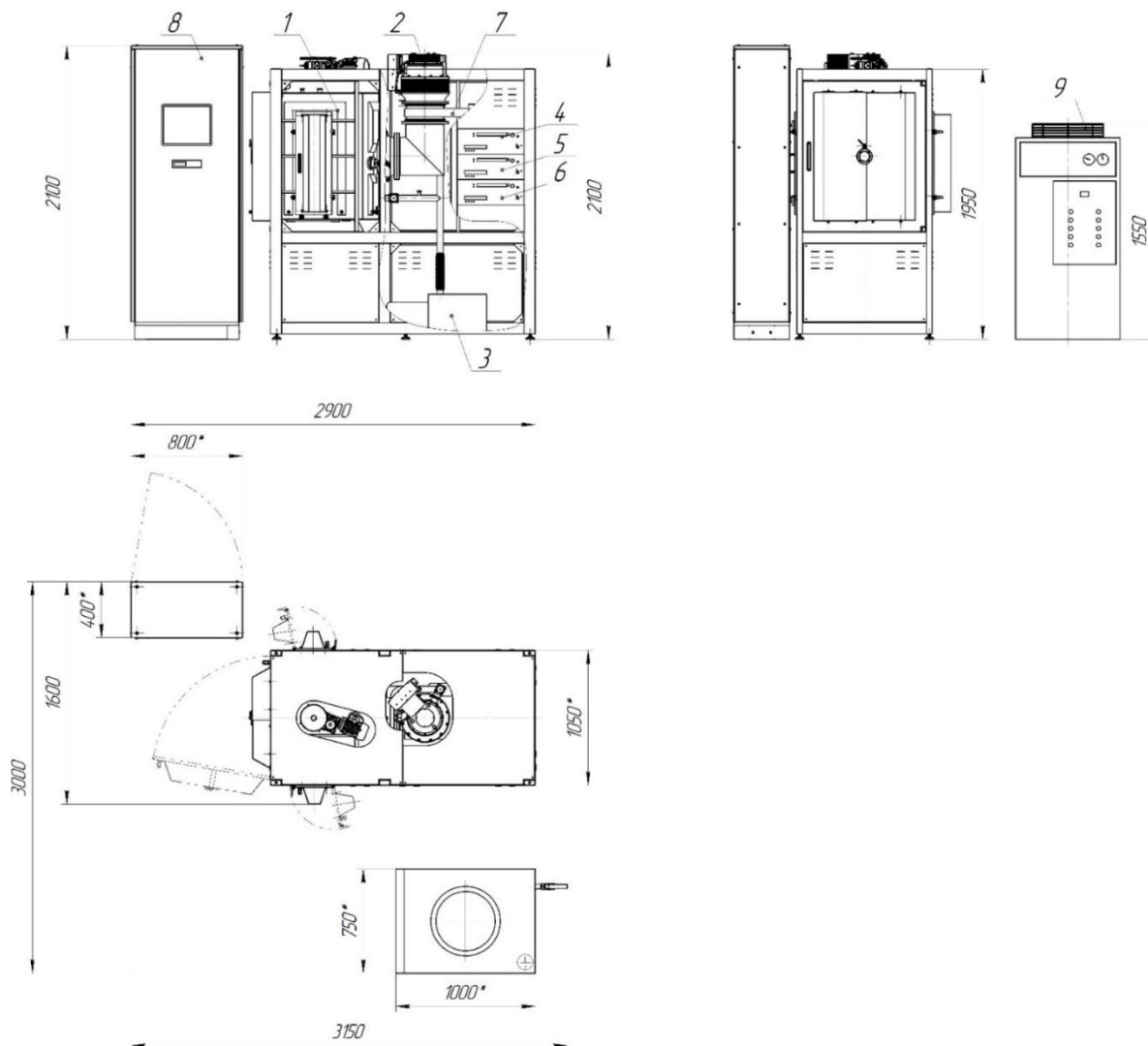


Рис. 1. Установка вакуумная «БАТТ 700-М2-И1-С»:

1 – камера вакуумная; 2 – насос Leybold TURBOVAC Mac W2200 IP; 3 – насос Leybold Trivac D60 T; 4 – источник электропитания магнетрона ELM-2*15/650S; 5 – источник электропитания питания ионного источника LI-1,3/3000(-R).; 6 – комплект электропитания потенциала электрического смещения ELB-10/900; 7 – затвор пневматический DN 250; 8 – пульт управления; 9 – холодильная машина ВМТ-8

Установка БАТТ 700-М2-И1-С (рис. 1) состоит из следующих основных частей:
– Системы вакуумной (включает в себя турбомолекулярный насос Leybold TURBOVAC Mac W2200 IP, насос пластинчато-роторный Leybold Trivac D60 T, тепловой датчик давления Leybold THERMOVAC TTR-91 N, комбинированный датчик давления Leybold IONIVAC ITR-90 и емкостной датчик давления Leybold CERAVAC CTR 101 N).

- Системы магнетронного распыления (включает в себя разбалансированный планарный магнетронный распылитель ВАТТ Маг-600/80, сбалансированный планарный магнетронный распылитель ВАТТ Маг-600/100, ионный источник ВАТТ ИИ-600 и инверторы питания магнетронных распылителей и ионного источника производства компании «Эсто-Эл»).
- Вакуумной камеры с внутрикамерной оснасткой (представляет из себя систему перемещения подложек – планетарный механизм с регулировкой скорости вращения в пределах 5 – 30 об/мин, и оснастку для одностороннего напыления изделий длиной до 500 мм).
- Системы пневматической (клапаны и пневмораспределители фирмы SMC).
- Системы охлаждения (на базе холодильной машины ВМТ-8 и датчиков измерения расхода воды и температуры фирмы SMC).
- Системы газовой (аргон, азот, кислород и др. газы, подаваемые через регуляторы расхода газа РРГ-10).
- Системы автоматизированного управления.

Физическая сущность процесса нанесения покрытия заключается в распылении материала мишени ионами аргона, образующимися в плазме аномального тлеющего разряда над поверхностью мишени в зоне магнитной ловушки, которая создается магнитной системой магнетрона. Распыленные атомы металла осаждаются на подложке и образуют покрытие. При добавлении в камеру реакционноспособного газа, атомы металла реагируют с ионами и атомами газа. При напуске в рабочий объем реактивных газов образуются соединения металлов (оксиды, нитриды и т.д.).

Свойства покрытия зависят от условий нанесения (давления в вакуумной камере, парциального давления реактивного газа, величины потоков натекания и газовой выделенной, тока разряда, температуры изделий, материала изделий, состояния покрываемой поверхности) и могут изменяться в широких пределах. В вакуумной камере, перед нанесением покрытия, поверхность изделий подвергается очистке нагревом и ионной очистке, что способствует улучшению адгезии покрытия.

Процесс нанесения покрытия происходит при давлении в вакуумной камере от 4×10^{-1} до 9×10^{-2} Па (3×10^{-3} – 7×10^{-4} мм рт. ст.). При осаждении чистого металла процесс производится в среде аргона. При осаждении соединений металлов в вакуумную камеру дополнительно подается реактивный газ (кислород, азот и др.).

МЕТОДЫ ДИАГНОСТИКИ

Контроль герметичности вакуумной камеры проводился с помощью гелиевого течеискателя VIC Leak Detection MS 40 U DCE по ОСТ 11-0808-92. Порог чувствительности средства контроля 1×10^{-10} мм рт. ст.

Контроль химического состава остаточной газовой среды в вакуумной камере проводился методами оптической-эмиссионной спектроскопии (OES, от англ. Optical Emission Spectroscopy) и анализом остаточных газов (RGA, от англ. Residual Gas Analysis) при помощи квадрупольного масс-спектрометра.

Схема измерения спектров методом OES представлена на рис. 2. Излучение плазмы (магнетронного разряда или тлеющего разряда смещения подложек) через коллиматорную оптику фокусируется и передается в оптическую систему спектрометра. Разложенный по длинам волн спектр преобразовывается в цифровой сигнал, который передается на ПК и обрабатывается при помощи специального ПО OceanView. В исследованиях используется спектрометр Ocean Optics USB4000-VIS-NIR с коллиматорной оптикой, спектральный диапазон измерений которой составляет 345-1041 нм с разрешающей способностью 1,5 нм.

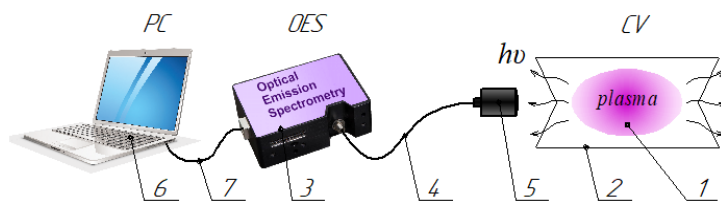


Рис. 2. Схема измерений спектров оптического эмиссионного излучения:
1 – плазменный источник излучения; 2 – вакуумная камера; 3 – спектрометр оптический; 4 – оптоволокно; 5 – оптика коллиматорная; 6 – ноутбук;
7 – USB-кабель.

На рис. 3 представлен применяемый анализатор остаточных газов Vision 2000-P производства компании MKS. В основе его работы лежит квадрупольный масс-анализатор MKS Microvision 2, который служит для разделения ионов по их соотношению массы к заряду (m/e), которое в свою очередь определяется траекториями движения ионов, задаваемыми переменным электрическим полем. Его диапазон измерений лежит в промежутке 1-100 а.е.м. с разрешающей способностью 10 %.



Рис. 3. Анализатор остаточных газов MKS Vision 2000-P.

Когда анализатор остаточных газов работает, поток пробы газа из анализируемой камеры входит в квадрупольный масс-анализатор в источнике ионов (слева на рис. 4). Для ионизации образца запускается процесс ионной очистки или непосредственно напыления изделий в установке. Электроны, испускаемые горячей нитью накала, сбивают электроны с входящих молекул и атомов с образованием положительных ионов. Ионы разделяются в соответствии с их отношением m/e квадрупольным фильтром масс и обнаруживаются пластиной Фарадея или вторичным электронным умножителем. Все компоненты газа анализируются за одно сканирование, и результаты анализа отображаются в виде масс-спектра (график зависимости m/e от интенсивности пика). В процессе ионизации образуются как родительские ионы (исходная молекула с положительным зарядом), так и ионизированные фрагменты исходных нейтральных молекул; картина фрагментации действует как отпечаток пальца, который идентифицирует различные нейтральные частицы, которые присутствовали в пробе газового потока. [3].

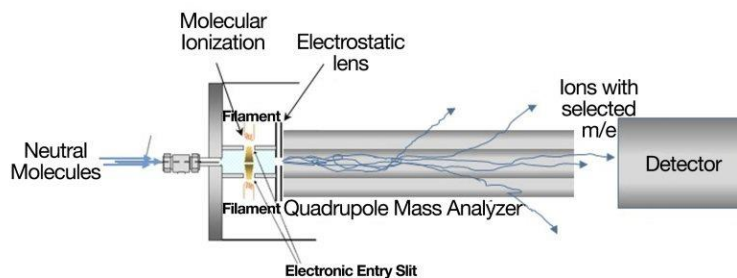


Рис. 4. Схема принципа работы квадрупольного масс-спектрометра в составе MKS Vision 2000-P.

РЕЗУЛЬТАТЫ ДИАГНОСТИКИ

При измерении и анализе оптических спектров свечения плазмы магнетронного разряда или тлеющего разряда при очистке или ассистировании процесса напыления, в большинстве случаев, установлены спектральные линии только тех химических элементов, присутствие которых прогнозируется заданными условиями технологического процесса. Другими словами, кроме линий элементов состава мишеней (Ti, Zr, Cr) и рабочих газов (Ar, N₂), в большем числе спектров не обнаружено. Однако, получены спектры (рис. 5) во время 2-х различных технологических процессов, в результате которых получены бракованные партии покрытий с отклонениями цвета от ранее полученного эталона при аналогичном режиме технологического процесса – спектр магнетронного разряда Zr и Ti. Оба процесса, соответственно оба спектра, получены при следующих равных параметрах технологического процесса: давление в камере $3,5 \times 10^{-3}$ мм рт. ст., рабочий газ - Аргон, ток магнетрона 14,5 А (DC режим), напряжение смещения 50 В. Спектры измерены в области послесвечения магнетронного разряда через смотровое окно вакуумной камеры.

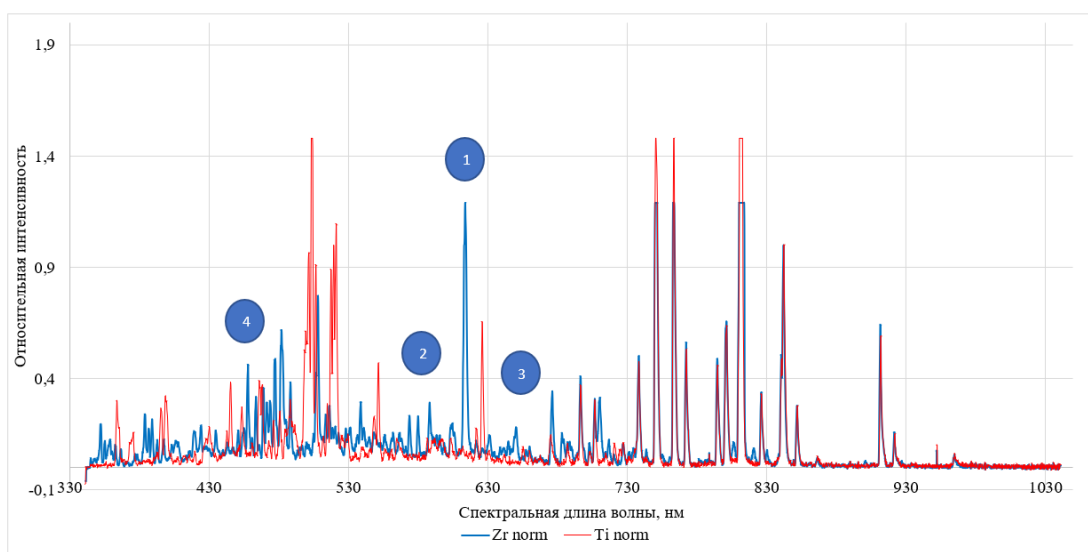


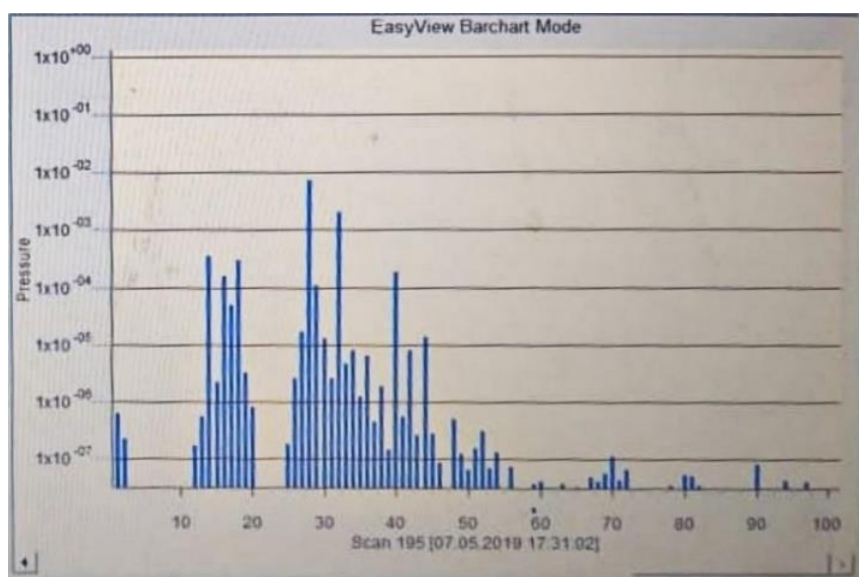
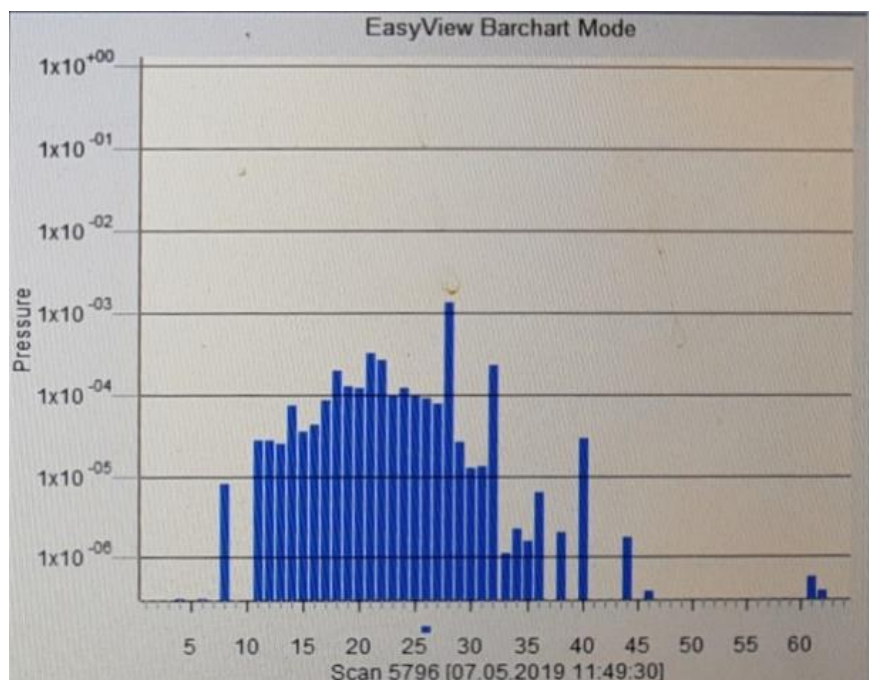
Рис. 5. Нормированные оптические спектры магнетронного разряда Zr и Ti при следующих равных параметрах технологического процесса: давление в камере $3,5 \times 10^{-3}$ мм рт. ст., рабочий газ - Аргон, ток магнетрона 14,5 А (DC режим), напряжение смещения 50 В.

Анализ оптических спектров произведен при помощи программного обеспечения PLASUS SpecLine, который позволяет определять длины волн спектральных линий, и автоматически выводит данные о вероятных электронных переходах соответствующих химических элементов. По результатам сравнения двух спектров, с высокой вероятностью, установлено:

- Оба спектра имеют совпадения спектральных линий свечения атомов Ar.
- Линия 1 спектра магнетрона с Zr мишенью принадлежит 4p-9d электронному переходу однократно ионизованного иона (Si I, римской цифрой здесь и далее представлена степень ионизации иона) на длине волны 613,8515 нм.
- Группа линий 2 спектра магнетрона с Zr мишенью принадлежит следующим переходам Si III (573,973 нм, 4s-4p), Si II (580,047 нм, 4s'-4p').
- Линия 3 спектра магнетрона с Zr мишенью принадлежит O V (650,024 нм, 3p'-3d').
- Линия 4 спектра магнетрона с Zr мишенью принадлежит Si III (481,333 нм, 4f-5g).

При измерении масс-спектров рабочих газов (рис. 6) в вакуумной камере установлена пульсирующая закономерность изменения картины спектральных линий – большую часть времени (рис. 6а) состав остаточных газов включает молекулы, с

преимущественным, M (отношением массы молекулы к заряду m/z) до 40 единиц, с определенной периодичностью в составе остаточных газов возникают молекулы с M более 50 единиц (рисунок 6б), которые со временем уносятся в систему вакуумной откачки и картина масс-спектра возвращается к первоначальному распределению.



б

Рис. 6 - Масс-спектры рабочих газов.

В таблице 1 представлены химические соединения, соответствующие полученным линиям тяжелых ($M > 50$) масс-спектров. Анализ проведен с использованием масс-спектральной базы данных «NIST Chemistry WebBook, SRD 69» веществ Национального института стандартов и технологий США (NIST) [4].

Таблица 1.

Химические соединения, соответствующие линиям масс-спектра

М	Химическое соединение
52	Cr, C ₂ Si, H ₄ Ti, C ₃ O, CH ₂ F ₂ , C ₃ H ₂ N ⁺ , C ₄ H ₄ , H ₁₀ N ₃ ⁻ , соединения Cl, D (Дейтерия)
53	CrH, C ₂ HSi, C ₃ HO, C ₂ HN ₂ ⁻ , C ₄ H ₅ ⁻ соединения Cl, D (Дейтерия)
54	CrH ₂ , CNSi, F ₂ O, C ₂ H ₂ Si, ¹⁸ O ₃ , C ₂ NO, C ₃ H ₂ O, C ₂ H ₂ N ₂ , C ₃ H ₄ N, C ₄ H ₆
56	Fe, Si ₂ , ArO ⁻ , CrH ₄ , COSi, N ₂ Si, CN ₂ O, C ₂ H ₄ Si, N ₄ , C ₃ H ₄ O
67	FTi, CH ₃ Cr, C ₃ HNO, C ₅ H ₇ , C ₄ H ₅ N
70	Cl ₂ , CrH ₂ O, ArNO ⁻ , CHF ₃ , C ₃ H ₂ O ₂ , CH ₂ N ₄
74	NiO, CH ₄ Ni, C ₃ F ₂ , N ₃ O ₂ , C ₂ H ₂ O ₃ , C ₅ N, C ₂ H ₆ OSi, C ₂ H ₄ NO ₂ , C ₃ H ₆ O ₂ , C ₃ H ₁₀ N ₂
82	CrNO, H ₂ O ₂ Ti, F ₂ N ₂ O, C ₄ H ₂ O ₂
91	C ₇ H ₇ , C ₂ H ₅ NO ₃ ,
95	C ₃ H ₂ F ₃ , C ₂ HN ₅ , C ₆ H ₄ F, C ₅ H ₅ NO, C ₄ H ₅ N ₃ , C ₄ H ₉ F ₂ ,
>100	Олигомерные соединения на основе C, Si, O, H, N, F и различных радикалов

АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ

Отсутствие течей камеры, в ходе проверок гелиевым течеискателем, позволяют считать камеру герметичной – внешних течей не установлено, но возможно присутствие скрытых (кажущихся) течей из замкнутых объемов камеры.

Результаты OES диагностики разрядов указывают на периодическое наличие в вакуумной камере соединений, содержащих кремний и кислород, спектральное обнаружение которых не часто повторяется даже в процессах с выходом бракованных покрытий в части цвета.

Результаты RGA диагностики газовой среды указывает на периодический (пульсирующий) характер наличия в камере органических или кремне-органических соединений.

Химический элементный анализ бракованных покрытий (в части цвета) методом рентген-флуоресцентной спектроскопии (РФА-анализ) на приборе Rigaku Primus II не установил наличия углерода или кремния, что говорит об их отсутствии или интегрально низком процентном содержании в покрытии – глубина проникновения рентген излучения составляет десятки мкм, при толщине покрытия не более 5 мкм, а также метод имеет низкую чувствительность по отношению к рассматриваемым элементам.

Таким образом, установлено наличие «пульсирующей течи», возникновение которой связано с некими механизмами циклического действия внутри камеры, которые содержат органическую или кремнийорганическое вещество. В последствии, обнаружена не прямая корреляция вращения заслонки смотрового окна на базе ввода вращения сальников типа, а именно обнаружился малый скачок давления с большой задержкой по времени, который дополнительно нивелировался алгоритмами поддержания давления системы управления, что дополнительно усложняло поиск и устранение места течи.

После анализа примененных в сборке материалов было обнаружено, что смазка DOWSIL High Vacuum Grease, применяемая для смазывания уплотнений и контактов запорных арматур, имеет похожий состав.

ОПИСАНИЕ ЭФФЕКТА ПУЛЬСИРУЮЩЕЙ ТЕЧИ

При диагностике обнаружено прослабленное по диаметру отверстие на 0,3 мм в корпусе ввода вращения заслонки, конструкция которого представлена на рисунке 7. Благодаря наличию трех сальников (поз. 4), между ними образовывалась скрытая течь с периодическим выбросом смазки в зону плазмы. Наличие вязкой высоковакуумной смазки усугубляло ситуацию, поскольку низкое давление насыщенных паров и высокая вязкость повышали мгновенную герметичность соединения.

Устранение нештатного зора в соединении и удаление смазки из соединения привело к устранению проблемы.

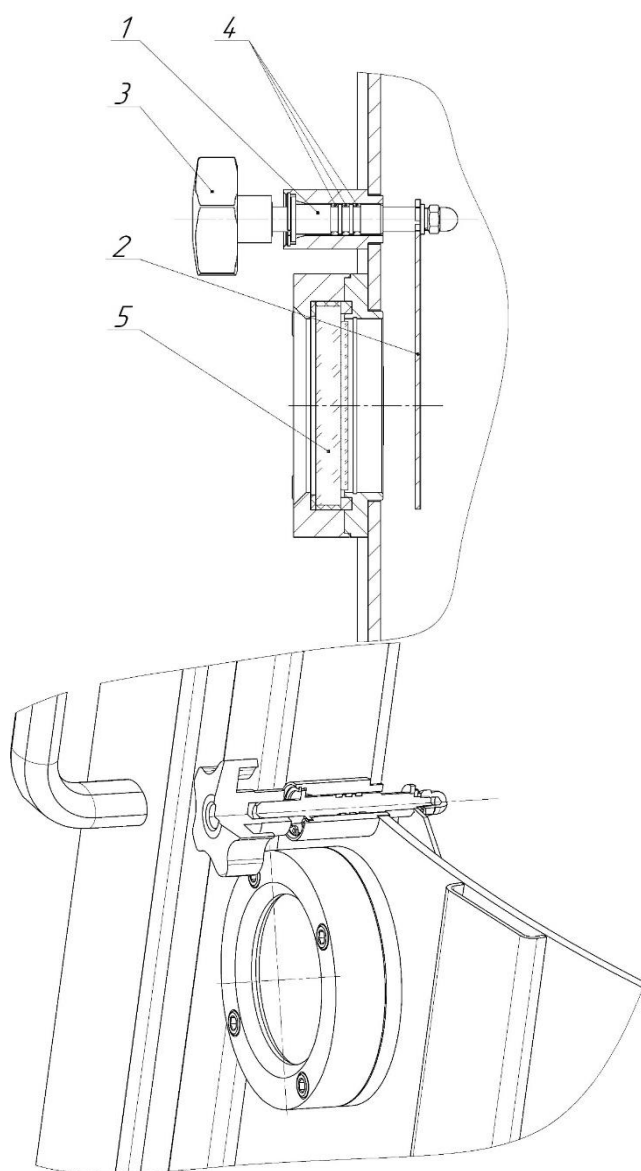


Рис. 7. Конструкция узла заслонки: 1 – вал; 2 – заслонка; 3 – рукоятка; 4 – уплотнение; 5 – смотровое окно.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Мы пересмотрели подход к контролю качества изготавливаемых нами изделий. Мелочи важны, даже в такой простой, с точки зрения требований к покрытию, технологии нанесения декоративных покрытий.

Владение методами диагностики параметров технологического процесса позволяет оперативно установить причины и устранить их на этапе отработки технологии на вновь разрабатываемом оборудовании. Данные методы диагностики могут применяться при решении различных технологических задач.

Эффект и термин «пульсирующая вакуумная течь», по мнению авторов настоящей статьи, не встречается в открытых публикациях. Наиболее близкими аналогами к рассматриваемому в статье типу вакуумной течи являются скрытые течи, однако, если скрытые течи работают постоянно, то в случае «пульсирующих течей» присуща непредсказуемая периодичность с большой задержкой по времени, что затрудняет их поиск и устранение.

ЛИТЕРАТУРА

1. Розанов Л.Н. 1990, *Вакуумная техника: Учеб. Для вузов по спец. «Вакуумная техника»*. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Высш. шк. – 320 с.: ил.
2. 2009, *Вакуумная техника: справочник/ К.Е. Демихов, Ю.В. Панфилов, Н.К. Никулин и др.; под общ. ред. К.Е. Демихова, Ю.В. Панфилова*. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение, 590 с., ил.
3. <https://www.mksinst.com/n/residual-gas-analysis>
4. <https://webbook.nist.gov/chemistry/mw-ser/>

СИСТЕМА ДИАГНОСТИКИ СВВ МЕХАНИЗМОВ

UHV MECHANISM DIAGNOSTICS SYSTEM

Р.О.Емельяненко¹ / novator90@yandex.ru, Д.В.Копытов¹ / dima.sds@mail.ru.,
Е.А.Деулин² / deulin@bmstu.ru

R.O.Emelianenko, D.V.Kopytov, E.A.Deulin

¹ООО Ю Эйч Вакуум

²МГТУ им. Н.Э Баумана,

Разработанная в МГТУ система диагностики вакуумных механизмов позволяет заблаговременно предсказывать отказы. Зная регрессионную зависимость вероятности отказа от значения контролируемого параметра, мы составляем вероятностный прогноз остаточного ресурса работы механизма. В качестве информационного сигнала могут использоваться колебания давления в вакуумной камере, и этот метод удобно использовать в высоко- и сверхвысоковакуумном оборудовании, когда информационный сигнал не подавляется шумовыми сигналами.

The system for diagnostics of vacuum mechanisms developed at MSTU makes it possible to predict failures in advance. Knowing the regression dependence of the probability of failure on the value of the controlled parameter, we make a probabilistic forecast of the residual life of the mechanism. Pressure fluctuations in a vacuum chamber can be used as an information signal, and this method is convenient to use in high- and ultra-high-vacuum equipment, when the information signal is not suppressed by noise signals

Ключевые слова: диагностика отказов, трение, пьезонатекатель, частотный анализ, СВВ механизмы, газовыделение, физика трения

Keywords: failure diagnostics, friction, piezoelectric valve, frequency analysis, UHV mechanisms, outgassing, physics of friction

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время существует целое семейство методов диагностики механизмов, использующие в качестве информационного источника различные параметры. К ним относятся вибродиагностика, акустическая диагностика, диагностика по тепловому потоку, по моменту сопротивления вращению и др., но применение этих методов в вакуумной технике невозможно из-за сложности и герметичности конструкции, а, с другой стороны, вакуумные механизмы обычно работают с малыми скоростями и при малых нагрузках, так что выше перечисленные информационные сигналы о приближающемся