

3. Чайковский Э.Ф., Пузиков В.М., Семенов А.В. Алмазоподобные пленки углерода. Обзор. инф. Сер. Монокристаллы и особо чистые вещества. НИИТЭ-ХИМ, 1985.

4. Колпаков А.Я. Влияние радиационных дефектов на процесс формирования углеродного алмазоподобного покрытия: Автореф. дисс. – Белгород, 2000.

УДК 621.793.00

## **К ВОПРОСУ ПРИМЕНЕНИЯ ИМПУЛЬСНОГО ВАКУУМНО-ДУГОВОГО МЕТОДА НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ В НАНОТЕХНОЛОГИЯХ**

*Н.В. Камышанченко, В.М. Никитин, А.Я. Колпаков,  
Л.П. Круглова, Н.В. Стригунов, В.А. Харченко*

г. Белгород, Белгородский государственный университет

*В.Н. Инкин, Г.Г. Кириленко*

г. Зеленоград, ЗАО «Патинор Коутингс Лимитед», НИИМВ

Физика поверхностных явлений является одним из наиболее интенсивно развивающихся разделов науки. Именно на фундаментальных исследованиях в области физики поверхности твердого тела основаны успехи микро- и нанoeлектроники, гетерогенного катализа, космических технологий и т. п. Исследование разнообразных электронных, атомных и молекулярных процессов, происходящих на поверхности твердых тел, остается актуальной задачей. Однако, по нашему мнению, наибольших успехов в этой области можно добиться, совмещая самые современные методы исследования поверхности с разработкой и исследованием новых методов ее модификации.

Бурно развивающаяся область модификации поверхности – это нанокompозиты на основе сверхтонких слоев покрытий различных материалов. Покрытия, полученные по такой технологии, отличаются более высокими микротвердостью, модулем упругости, износостойкостью, термостойкостью и т. д. Уже определены в основном возможные области применения нанослоев. Это защитные покрытия на различных видах деталей, покрытия с улучшенными трибологическими характеристиками, термобарьеры, диффузионные барьеры, биосовместимые покрытия, полупроводниковые датчики и т. д.

В последние годы во всем мире значительно вырос интерес к вакуумно-дуговым методам получения покрытий. Это подтверждается большим количеством научных

исследований и публикаций, а также повышенным интересом к этой технологии отечественных и западных компаний, традиционно использовавших в своем оборудовании магнетронные источники. Во многом благодаря работам Харьковского физико-технического института была показана эффективность этой технологии для повышения срока службы различных видов инструментов и ответственных деталей машин. Вакуумно-дуговой метод получения углеродных алмазоподобных покрытий [1], разработанный в НИЦ ХФТИ в начале восьмидесятых годов прошлого столетия, позволил существенно снизить температуру деталей в процессе нанесения на них покрытия и таким образом расширить класс обрабатываемых материалов и области применения технологии до таких экзотических, как повышение биосовместимости имплантатов и повышение срока службы магнитных головок видеоманитофонов.

Остановимся на достоинствах технологии и недостатках, сдерживающих ее использование в некоторых весьма перспективных областях. Основное достоинство – это практически стопроцентная степень ионизации продуктов эрозии, что позволяет в широких пределах управлять энергетическими характеристиками ионного компонента плазмы для обеспечения оптимальных условий формирования конденсатов. Во-вторых, высокая скорость формирования покрытий, достигающая десятков микрон в час. И, наконец, отсутствие необходимости

использования рабочих газов для поддержания электрического разряда. Последнее обстоятельство позволяет обеспечить чистоту процесса, а самое главное, значительно увеличить длину свободного пробега плазмы в отличие от магнетронного метода, наиболее распространенного в настоящее время.

Наиболее известный недостаток вакуумно-дугового метода – это наличие "капель" и твердых фракций различного размера в продуктах эрозии катода. Это приводит к ухудшению качества поверхности (повышению степени шероховатости).

Другой недостаток – высокая степень неоднородности получаемых конденсатов по толщине, и по этому параметру вакуумно-дуговому методу достаточно сложно конкурировать с оборудованием, оснащенным магнетронными источниками. До последнего времени это не имело особого значения, так как толщины упрочняющих покрытий не превышают несколько микрон. Однако по мере ужесточения требований к точности изготовления ответственных деталей машин, деталей электронной и космической техники проблема однородности по толщине износостойких покрытий постепенно выходит на первый план. Неравномерность по толщине в данном случае не должна превышать долей микрон.

Основные теоретические положения радиационного материаловедения были успешно использованы для углубления понимания процессов, происходящих на поверхности твердых тел при формировании углеродных алмазоподобных покрытий; показана перспективность импульсного режима конденсации; определена природа возникновения внутренних напряжений сжатия в углеродных конденсатах [2, 3].

Импульсный вакуумно-дуговой метод нанесения покрытий имеет ряд особенностей, обеспечивающих перспективность его использования в ряде областей и в том числе в нанотехнологиях. Основными достоинствами импульсного метода являются дополнительные возможности по сравнению со стационарной технологией для регулировки энергии ионов плазмы путем изменения параметров импульсного разряда, а также возможность поддерживать опреде-

ленный тепловой режим подложки путем изменения частоты следования импульсов. Вышеперечисленные возможности импульсного вакуумно-дугового метода позволили успешно использовать его для получения сверхтвердых углеродных алмазоподобных покрытий [4]. Импульсный метод в данном случае позволил получить необходимые для формирования энергетические характеристики ионов углерода (10–100 эВ) без приложения ускоряющего потенциала к подложке. Кроме того, высокая (мгновенная) скорость конденсации (0,1 – 2 нм/импульс) позволила расширить температурный диапазон формирования углеродного конденсата с алмазным типом связи между атомами.

В последнее время нами были проведены работы, связанные с совершенствованием оборудования для нанесения тонких покрытий в вакууме, и получены тестовые образцы сверхтонких углеродных покрытий толщиной 4 – 5 нм для исследования возможности их применения в нанотехнологии.

Для повышения равномерности покрытий по толщине был разработан импульсный источник углеродной плазмы с системой отклоняющих катушек, позволяющий расширить зону равномерного нанесения покрытия. На рис.1 показаны кривые распределения углеродного конденсата по толщине, полученные с использованием разработанного импульсного источника углеродной плазмы.

В Белгородском госуниверситете также проводятся исследования, связанные с разработкой импульсного источника углеродной плазмы с эффективной системой сепарации плазменного потока от "капель" и твердых частиц графита. Назначение этого источника – получение сверхтонких (1 – 5 нм) углеродных слоев с заданными параметрами по равномерности и однородности. Одной из возможных областей применения таких пленок может быть защита поверхности жестких магнитных дисков. Аналогичные работы проводятся в университетских лабораториях г. Беркли и других зарубежных научно-производственных центрах.

Для исследования получаемых нами в лабораториях университета сверхтонких слоев использовано оборудование компании

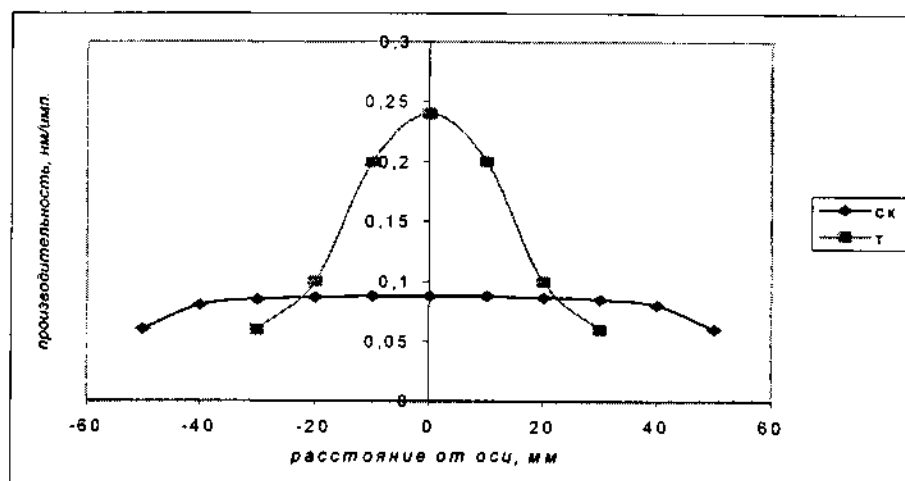
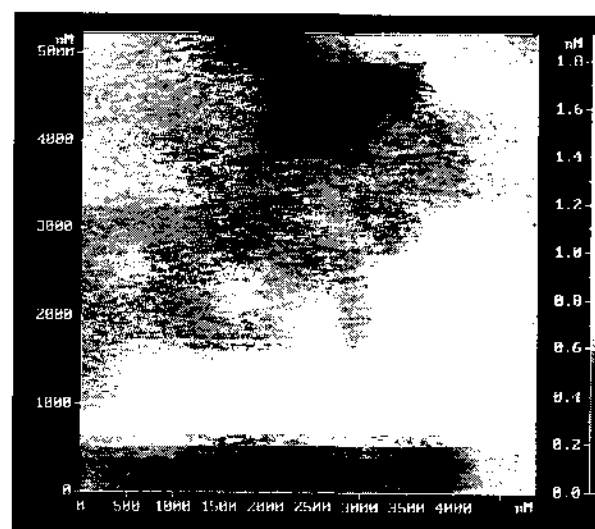


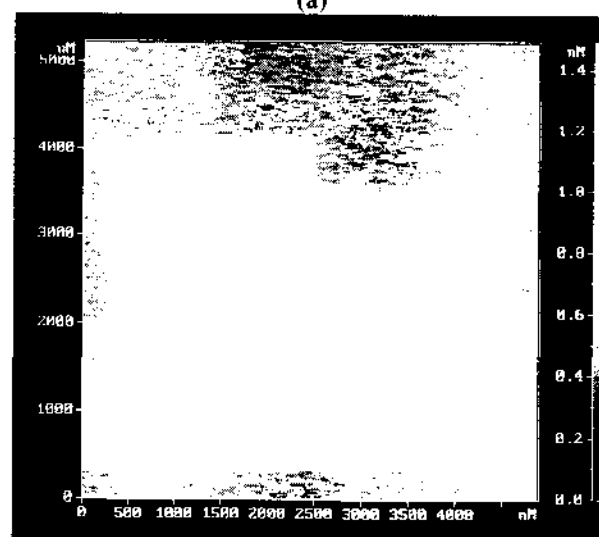
Рис. 1. Распределение углеродного конденсата по толщине для вращающейся подложки, расположенной на расстоянии 280 мм от катода: (т) – для точечного источника; (ск) – для источника со сканированием плазменного потока с помощью отклоняющих катушек.

NT-MDT (НИИФП, Зеленоград). В основе методики исследований, называемой SPM (Scanning Probe Microscope), лежит сканирование исследуемой поверхности (контактное или бесконтактное) с помощью специального микропробника (cantilever) и микромеханической системы высокой точности перемещения. Специфика применения вышеописанного метода исследования поверхности потребовала разработки способа обнаружения (визуализации) наличия нанесённого покрытия и определения его сплошности. Для визуализации сверхтонких углеродных конденсатов и оценки их сплошности авторами применялась оригинальная методика. Суть ее состоит в следующем. На подложку из монокристаллического кремния наносили пленку титана толщиной 100 – 120 нм с помощью вакуумно-дугового источника титановой плазмы с сепарацией плазменного потока. Предварительно подложка обрабатывалась в вакууме ионами аргона в течение 3 мин. (напряжение разряда 3000 В, ток разряда 100 мА). Затем наносили сверхтонкий слой углерода с использованием импульсного источника углеродной плазмы. После этого полученная структура отжигалась в муфельной печи при температуре 300 – 500 °С в атмосфере воздуха. При такой температуре титан начинает окисляться и изменять свой цвет. Углеродное покрытие при условии его сплошности затрудняет этот процесс. По мнению авторов, такая методика позволяет, во-первых, оценить сплошность получаемых конденсатов углерода, во-вторых, оценить термостойкость получаемых пленок и, кроме того, исследовать влияние условий

получения конденсатов на их защитные свойства. Такие исследования рассматриваются нами также как ускоренное климатическое испытание



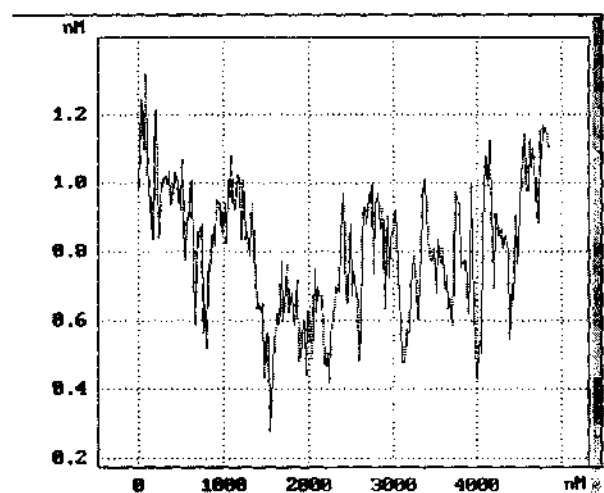
(а)



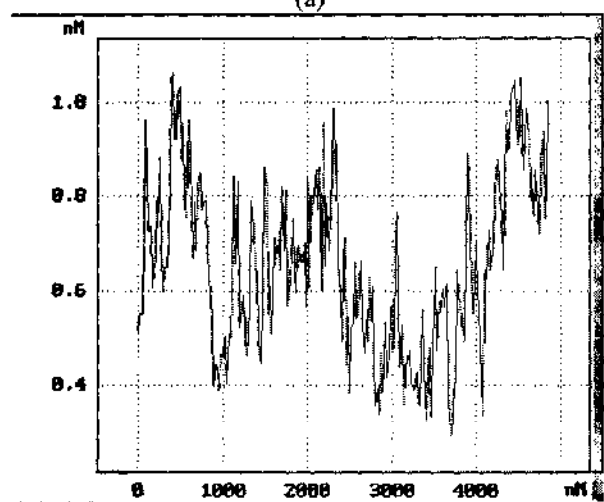
(б)

Рис. 2. Топография поверхности кремния (а) и поверхности кремния с углеродной пленкой (б) толщиной 4 нм.

На рис. 2 (а, б) и 3 (а, б) показаны топография и профилограммы поверхности кремниевой подложки и подложки с углеродным слоем толщиной 4 нм, полученным с помощью импульсного источника углеродной плазмы после визуализации покрытия предложенным методом. Одним из главных выводов, который был сделан по результатам анализа профилограмм, является то, что наносимое углеродное покрытие практически не изменяет исходные показатели шероховатости подложки, а в отдельных случаях даже улучшает их.



(а)



(б)

Рис. 3. Профилограммы поверхности, полученные с использованием SPM – методики. Профилограмма поверхности кремниевой подложки (а). Профилограмма поверхности кремниевой подложки с углеродной пленкой толщиной 4 нм (б).

Для дополнительных исследований сверхтонких слоев углерода нами было использовано оптическое оборудование фирмы "Videotest". На рис. 4 показана фотография

структуры титан – углерод, полученной по описанной методике.

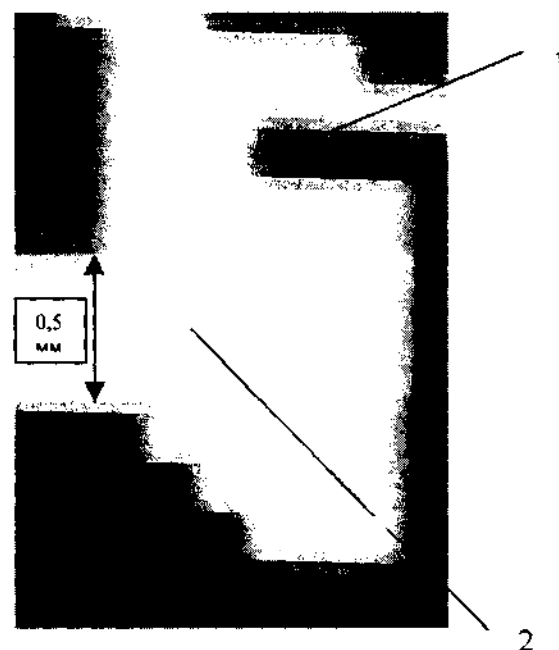


Рис. 4. Покрытие титана на подложке кремния после отжига при температуре  $458^{\circ}\text{C}$ : 1 – окисленная поверхность титанового покрытия; 2 – зона, защищенная углеродным слоем толщиной 5 нм.

Анализируя полученные результаты в плане перспектив их использования в различных нанотехнологиях, можно определить основные направления совершенствования методики и оборудования импульсного вакуумно-дугового нанесения покрытий:

- совершенствование существующих и разработка новых методов и систем сепарации плазменного потока от "капель" и твердых частиц для снижения их дефектности;
- расширение зоны нанесения покрытий при одновременном увеличении равномерности и повышении их однородности по толщине;
- совершенствование и комплексное использование методов исследования структуры и характеристик поверхности получаемых конденсатов.

#### Библиографический список

1. Стрельницкий В.Е., Падалка В.Г. и Вакула С.И. Некоторые свойства алмазоподобных углеродных пленок, полученных при конденсации плазменного потока в условиях использования высокочастотного потенциала // Журнал технической физики. 1978.– Т. 48.– Вып. 2.– С. 377-381.

2. Камышанченко Н.В., Колпаков А.Я., Никитин В.М., Воеводин В.Н., Неклюдов И.М. Влияние радиационных дефектов на процессы формирования углеродных алмазоподобных покрытий: Материалы XIV Междунар. конф. по физике радиационных явлений и радиационному материаловедению (12 – 17 июня 2000 г., г. Алушта, Крым).

3. V.N.Inkin, G.G.Kirpilenko, A.J.Kolpakov, Inter-

nal stress in ta-C films deposited by pulse arc discharge method // *Diamond and Related materials*, 10 (2001) 1103-1108.

4 .V.P.Goncharenko, A.J.Kolpakov, A.I.Maslov, Method of forming diamond-like carbon coating in vacuum // International patent, WO 98/54376, 3 December 1998.

УДК 621.793.621.941.0257

## ПЕРЕНОС МАССЫ ПРИ ОСАЖДЕНИИ МОЛИБДЕНОВЫХ ПОКРЫТИЙ ИЗ ПЛАЗМЫ ВАКУУМНОГО ДУГОВОГО РАЗРЯДА

*В.А.Белоус, В.М.Лунев, В.С.Павлов*

г. Харьков, НИЦ "Харьковский физико-технический институт"

Проведены исследования переноса массы испаряемого вещества в системе катод-подложка при осаждении молибденовых покрытий из плазмы вакуумного дугового разряда, генерируемой источником с магнитным удержанием катодного пятна на рабочей поверхности катода. Установлено, что на внутренней поверхности шарового сегмента, расположенного над плоскостью катода, количество осаждаемого материала при телесных углах  $\leq \pi$  ср практически не зависит от радиуса сегмента в интервале от 6,5 до 35,5 см. При телесных углах  $> \pi$  ср коэффициент переноса массы снижается (от ~66 до ~46% при  $\Omega=1,5 \pi$  ср) с изменением расстояния от 6,5 до 35,5 см, что связано, вероятно, с отражением «капель».

Тугоплавкие металлы, такие как, например, молибден, вольфрам, и их сплавы являются весьма перспективными для изготовления изделий новой техники, работающих при высоких температурах. Они могут быть получены как традиционными методами [1], так и методами испарения и конденсации в вакууме. В этом случае одной из важных задач является максимальное использование испаряемого материала, поскольку это один из основных показателей экономической целесообразности применения метода.

Известно, что потоки вещества, генерируемого вакуумно-дуговым разрядом, являются неоднородными по составу [2, 3]. Основная часть испаряемой массы приходится на ионы и «капли».

Для оценки практической реализации процесса получения изделий путем осаждения потока испаряемого вещества на подложку представлялось нецелесообразным определить коэффициент переноса молибдена с катода на заготовку детали в зависимости от расстояния катод-подложка, угловой координаты, а также оценить вклад в покрытие ионной и капельной составляющей.

Эксперименты по массопереносу проводились на установке типа «Булат» [4]. В качестве подложек использовались образцы из стали 3 размером 10мм x 15 мм с исходной шероховатостью поверхности  $Ra \sim 0,1$  мкм. Образцы располагались на подложкодержателях в виде дуг радиусами 6,5; 11; 20 и 35,5 см с центром, совпадающим с центром рабочей поверхности катода. Осаждению покрытий предшествовала очистка при отрицательном потенциале подложки  $\sim 1$  кэВ. Во время осаждения покрытий потенциал подложки составлял 20 В. В качестве испаряемого материала использовался молибден вакуумной плавки. Ток дуги составлял 150 А. Время осаждения – 30 мин. Масса сконденсированного материала и потери массы катода определялись весовым методом. Для оценки вклада «капель» в перенос массы измерялась шероховатость поверхности покрытий при помощи профилометра типа АП модель 283.

Определялась масса вещества, сконденсированного в единицу времени на поверхности шарового сегмента, в зависимости от