

УДК 533.9

СИНТЕЗ СЛОИСТЫХ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ ВАКУУМНО-ДУГОВЫМ МЕТОДОМ

И.И.Аксенов, В.А.Белоус, Ю.А.Заднепровский, Н.С.Ломино, В.Д.Овчаренко
г. Харьков, ННЦ "Харьковский физико-технический институт"

Экспериментально показана возможность формирования толстых слоев из тугоплавких металлов методом наращивания конденсата осаждением из плазмы дугового разряда в вакууме. Разработанные для этой цели вакуумно-дуговой источник плазмы и экспериментальная установка обеспечивают осаждение многослойных конденсатов тугоплавких металлов на цилиндрические подложки-модели диаметром до 100 мм и высотой до 200 мм со скоростью до 30 мкм/час с неравномерностью по толщине не более $\pm 5\%$. Получены конденсаты из чередующихся слоев Mo и Nb толщиной до двух миллиметров.

Введение. В вакуумно-дуговых технологиях осаждения покрытий [1], как правило, имеют дело со сравнительно тонкими слоями осаждаемых материалов, толщина которых редко превышает 20 мкм. При этом длительность технологического процесса с учетом времени достижения рабочего вакуума составляет примерно 1...3 часа. Что же касается формирования существенно более толстых (на 1...3 порядка величины) слоев, то до последнего времени считалось, что вакуумно-дуговой метод для решения такого рода задач практически бесперспективен.

Вместе с тем практика показывает, что для решения некоторых задач вакуумно-дуговому методу нет альтернативы. И тогда экономические соображения при решении проблемы достаточной важности могут отодвигаться на второй план. В частности, это относится к изготовлению некоторых видов трубчатых изделий, например, сопел ракетных двигателей. В ряде случаев для их изготовления требуется материал в виде чередующихся слоев двух тугоплавких металлов (Mo и Nb, Nb и Ta и др.).

Настоящая работа посвящена экспериментам по осаждению чередующихся слоев Mo и Nb на подложки из стали и графита при общей толщине конденсата до 1,5...2 мм.

1. Источник плазмы. Плазменный источник как основной инструмент для осаждения таких "толстых" покрытий (в отличие от традиционных вакуумно-дуговых покрытий), очевидно, должен обладать, как минимум, следующими качествами:

- высокой надежностью, обеспечивающей устойчивую работу в течение длительного времени (до сотни часов);
- способностью обеспечивать высокую скорость осаждения конденсата.

Наиболее серьезным недостатком источника с магнитной фокусировкой [2], как показали испытания его в режиме длительного горения дуги, является нарастание конденсата на элементах, прилегающих к катоду: на деталях поджигающего устройства, на экранах, на аноде. Это, в свою очередь, ведет к замыканиям между электродами с соответствующими последствиями. Избежать этого можно лишь путем периодических остановок процесса (с интервалом в несколько часов) для профилактической чистки электродов.

В связи с этим, от традиционной версии источника с магнитной фокусировкой в экспериментах по осаждению толстых слоев пришлось отказаться и использовать специально разработанный источник плазмы, схематически изображенный на рис. 1.

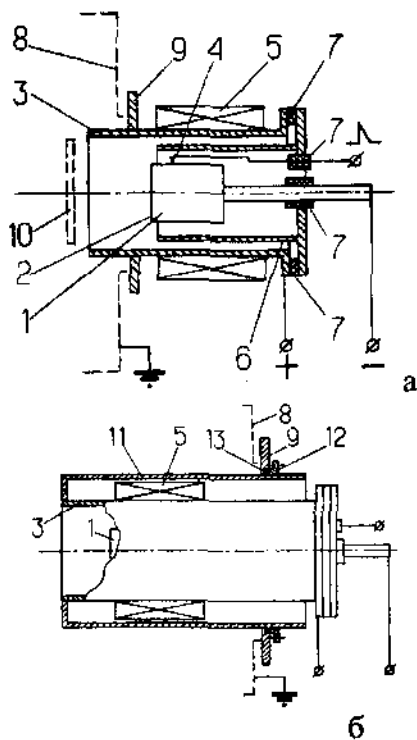


Рис. 1. Источник плазмы с фиксированным (а) и "скользящим" (б) стыковочным узлом.

1 – катод; 2 – рабочий торец; 3 – анод; 4 – поджигающее устройство; 5 – катушка; 6 – экран; 7 – изолятор; 8 – камера; 9 – стыковочный фланец; 10 – подложка; 11 – кожух; 9, 12, 13 – элементы "скользящего" стыковочного узла.

Этот источник содержит: водоохлаждаемый с торца цилиндрический катод (диаметр 60 мм, длина расходуемой части 40 мм); коаксиальный с катодом анод в виде трубы (внутренний диаметр $D = 124$ мм) с двойными стенками для протока охлаждающей воды; поджигающее устройство, размещенное в непосредственной близости от рабочего торца катода; электромагнитную катушку, размещенную на аноде.

Следует отметить, что стремление максимально приблизить подложку к источнику объясняется сильным ростом скорости осаждения конденсата с уменьшением расстояния z между выходным торцом источника и подложкой (рис. 2).

В традиционных установках с жестким креплением плазменных источников во входных портах рабочей камеры обеспечить оптимальное расстояние между подложкой и источником при переходе от одного типоразмера подложки-модели к другому – задача непростая.

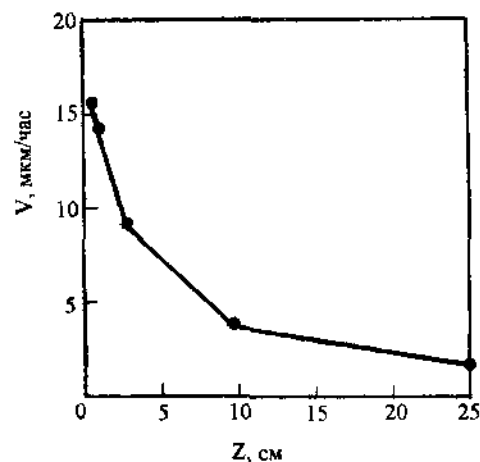


Рис. 2. Зависимость скорости роста конденсата от расстояния (z) между выходным торцом источника и подложкой.

Это затруднение в нашем случае устраняется тем, что в окончательном варианте конструкции плазменного источника предусмотрена возможность его осевого перемещения: источник снабжен гладким цилиндрическим кожухом и "скользящим" вдоль него стыковочным узлом (рис. 1б).

В новом источнике, в отличие от источника с магнитной фокусировкой, интенсивность "зарастания" поверхностей по соседству с катодом существенно ниже, что позволяет обойтись без профилактической чистки на протяжении более длительного времени. Обусловлено это тем, что эродирующий торец катода имеет чашеобразную форму. Катодное пятно в такой чаше перемещается по ее дну, а стенки чаши защищают прилегающие к катоду поверхности элементов плазменного источника от "запыления" продуктами эрозии.

Характер "выгорания" катода при различных полях B показан на рис. 3. В рассматриваемых условиях при токе дуги 150 А максимальная глубина чаши, при которой работа источника остается стабильной, составляет примерно 35 мм.

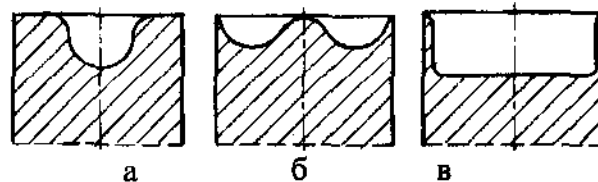


Рис. 3. Характер "выгорания" эродирующего торца катода: $B = 0$ (а); $B = B_{\max}$ (б); B – переменное (в).

В связи с тем, что геометрия эродирующего торца катода в течение длительного времени осаждения конденсата значительно изменяется, представлялось целесообразным выяснить, насколько существенно эти изменения влияют на стабильность электро- и массопереноса в системе катод-подложка. На рис.4 приведены зависимости ионного тока I_i и скорости прироста массы конденсата Δm на подложку в зависимости от времени t с момента включения дуги в источнике с новым катодом.

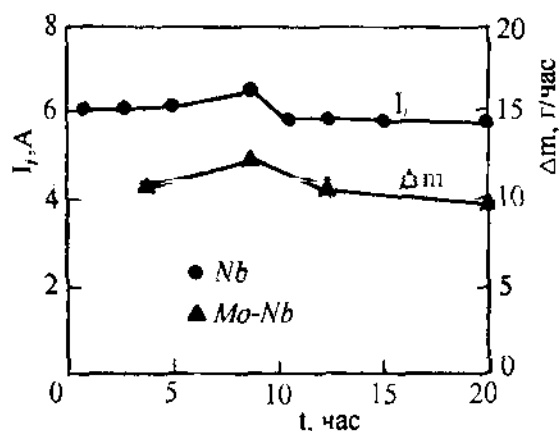


Рис. 4. Зависимость ионного тока на подложку (I_i) и скорости прироста массы (Δm) конденсата от времени (t).

Кривые получены при осаждении многослойного (Mo-Nb) покрытия на цилиндрическую подложку (диаметр 75 мм, высота 200 мм), максимумы на кривых в области $t = 5...10$ час связаны, по-видимому, с формированием к этому времени на катоде лунки ("чаши"), геометрия которой обеспечивает некоторую дополнительную фокусировку плазменного потока. В целом же, кривые почти горизонтальны. Полученные результаты свидетельствуют о достаточно высокой стабильности процессов электро- и массопереноса, а также о неизменности соотношения между ионной и нейтральной компонентами конденсируемого потока.

2. Экспериментальная установка и осаждение конденсата. Фотография экспериментальной установки приведена на рис.5.

В вакуумной камере квадратного сечения (в горизонтальной плоскости) размещались 4 плазменных источника на двух уровнях (по два на каждом уровне). На одном уровне были установлены источники с

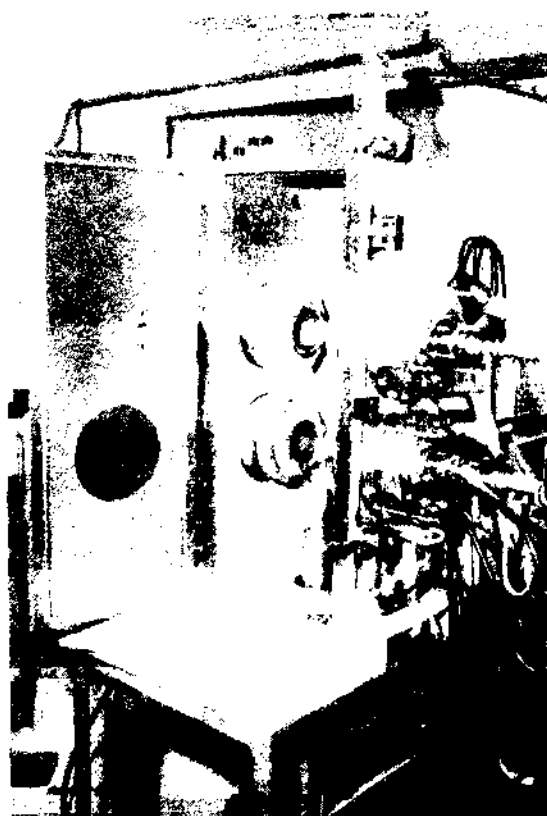


Рис.5. Экспериментальная установка. Общий вид камеры с плазменными источниками.

катодом из Mo, на другом — из Nb. Расстояние между уровнями (по осям источников) составляло 320 мм. Для осаждения многослойных покрытий подложка располагалась попеременно напротив катодов разного состава, причем пары источников работали по очереди. Для получения равномерных по толщине слоев осаждаемого металла на цилиндрической подложке, находящейся на любом из двух уровней, ей сообщались одновременно вращательное и возвратно-поступательное движения, обеспечивающие выравнивание усредненной по времени интенсивности воздействия потока металлической плазмы на поверхность подложки. Такое перемещение осуществлялось с помощью специально разработанного механизма с программным управлением.

Как уже отмечалось, на протяжении длительного процесса осаждения возможны случаи остановок этого процесса как аварийного характера, так и регламентные (смена катода и проч.). Необходимо было выяснить, влияют ли такие остановки на структуру осаждаемых покрытий. На рис. 6 представлена фотография поперечного шлифа многослойного Mo-Nb конденсата.

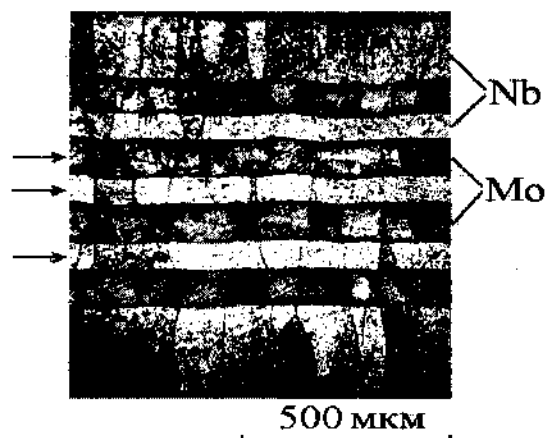


Рис. 6. Поперечный шлиф Nb-Mo конденсата.

Для выявления характера кристаллической структуры поверхность шлифа подвергалась химическому травлению. Условия осаждения этого покрытия следующие. Подложка цилиндрической формы (\varnothing 30 мм, b = 100 мм) располагалась поочередно напротив испарителей с катодами из Mo и Nb по описанной выше схеме. Материал подложки – графит. Расстояние между выходными торцами источников составляло 155 мм. Ток дуги каждого испарителя 150 А. Очистка и предварительный нагрев подложки проводились при подаче на подложку отрицательного потенциала 700 В, осаждение – при 50 В. Температура подложки измерялась пирометром, и в стадии конденсации составляла около 850 °С. Для равномерного выгорания катода через катушку пропускался ток чередующихся величин: 0,4 А (10 сек) и 0,9 А (20 сек). Полный технологический цикл осаждения длился 34 часа. При этом было осаждено 9 слоев конденсата (Nb-Mo) общей толщиной 860 мкм. Средняя скорость конденсации составляла 25,3 мкм/час. При проведении этого процесса преднамеренно были сделаны остановки длительностью от нескольких часов до нескольких суток в том числе с напуском атмосферного воздуха в камеру. На фотогра-

фии шлифа моменты остановок отмечены стрелками. Возобновление процесса осаждения каждый раз осуществлялось по стандартной схеме с использованием режима ионной очистки и нагрева. Отсутствие на шлифе каких-либо заметных нарушений структуры конденсата в местах, соответствующих остановкам процесса осаждения, свидетельствует о том, что вакуумно-дуговой процесс формирования толстых металлических слоев может быть прерван на любой стадии без ущерба для качества осаждаемого конденсата. Такой результат имеет важное практическое значение, т.к. он снимает практически невыполнимое требование непрерывности процесса.

Аналогичным методом наращивания чередующихся слоев Mo и Nb на разборную графитовую модель-подложку были изготовлены заготовки реактивных сопел (длина 100 мм, максимальный диаметр 30 мм, толщина стенок 1,5 мм и 2 мм).

3. Выводы. Приведенные в работе результаты экспериментов свидетельствуют о практической возможности и целесообразности формирования изделий из тугоплавких металлов методом наращивания конденсата осаждением из плазмы вакуумно-дугового разряда. Разработанные для этой цели новый источник плазмы с "чашеобразным" катодом и экспериментальная установка с устройством для вращения и возвратно-поступательного движения подложки обеспечивают осаждение толстых многослойных конденсатов из тугоплавких металлов на подложки-модели диаметром до 100 мм и высотой до 200 мм.

Библиографический список

1. A.Anders. // Handbook of Plasma Immersion Ion Implantation and Deposition. John Wiley and Sons, Inc. New York, 2000.
2. I.I.Aksenov et.al. Vacuum-Arc Plasma Apparatus. U.S. Patent № 4551221, 5 ноября 1985г.