

УДК 621.384

**ИСТОЧНИК ШИРОКИХ ЭЛЕКТРОННЫХ ПУЧКОВ  
С САМОНАКАЛИВАЕМЫМ ПОЛЫМ КАТОДОМ ДЛЯ ПЛАЗМЕННОГО  
АЗОТИРОВАНИЯ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ**

© 2011 г. Н. В. Гаврилов, А. И. Меньшаков

*Институт электрофизики УрО РАН**Россия, 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 106**E-mail: gavrilov@iep.uran.ru*

Поступила в редакцию 17.02.2011 г.

После доработки 21.03.2011 г.

Описан принцип действия и приведены характеристики источника широких электронных пучков на основе разряда с самонакаливаемым полым катодом и расширенной анодной частью. Источник предназначен для ионного азотирования металлов в плазме электронного пучка. Исследовано влияние плотности тока ( $1\text{--}7\text{ мА/см}^2$ ) и энергии ионов ( $0.1\text{--}0.3\text{ кэВ}$ ) на скорость азотирования аустенитной нержавеющей стали 12Х18Н10Т. Показано, что максимальная скорость азотирования достигается при таком сочетании минимального напряжения смещения на образцах ( $100\text{ В}$ ) и максимальной плотности ионного тока, которое обеспечивает распыление динамического оксидного слоя на поверхности образцов. Источник электронов, в котором электроны извлекаются через стабилизирующую сетку в направлении, нормальном к оси полого катода, обеспечивает формирование радиально расходящегося пучка электронов с начальным сечением  $700\text{ см}^2$ , током до  $30\text{ А}$  и начальной энергией электронов  $0.1\text{--}0.5\text{ кэВ}$ . Источник стабильно работает при давлении азотно-аргоновой смеси до  $3\text{ Па}$ .

**ВВЕДЕНИЕ**

Одним из перспективных применений широких электронных пучков является азотирование сталей и сплавов в плазме, создаваемой ионизацией азотсодержащих газовых смесей при давлении  $0.15\text{--}20\text{ Па}$  [1, 2]. При традиционном азотировании в плазме тлеющего разряда изделия находятся под потенциалом катода ( $0.4\text{--}1.1\text{ кВ}$ ) и нагреваются до температур, обеспечивающих диффузию атомов азота в объем, ионами, ускоренными в катодном слое. При азотировании в плазме электронного пучка изделия могут иметь потенциал, близкий к потенциалу ускоряющего электрода, или находиться под плавающим потенциалом. В этом случае нагрев изделий может производиться в широком диапазоне изменения параметров электронного пучка, плотность мощности которого на поверхности изделия должна компенсировать потери энергии путем излучения, конвекции и теплопроводности ( $\sim 1\text{ Вт/см}^2$ ) [3].

Однако формирование на поверхности большинства из азотируемых материалов динамического оксидного слоя, препятствующего диффузии азота в объем, приводит к необходимости ионного травления поверхности изделий в процессе обработки, для чего к ним прикладывается отрицательный потенциал. Поэтому при азотировании в плазме электронного пучка обычно реализуется комбинированный электронно-ионный нагрев. Скорость ион-

ного распыления поверхности увеличивается с ростом плотности тока и энергии ионов [4]. Если параметры ионного потока таковы, что скорость ионного распыления намного выше, чем это требуется для удаления оксидного слоя, то конкурирующее влияние процессов ионного распыления и диффузии азота в твердом теле приводит к ограничению толщины слоя при ионном азотировании [5].

Влияние плотности ионного тока на скорость диффузии азота в условиях, когда имеет место его захват растворенными атомами примеси, в частности атомами хрома в нержавеющей сталях, является темой большого числа исследований, значительное расхождение результатов которых может быть следствием трудности контроля динамики оксидного слоя и скорости ионного распыления. Например, если в [6] утверждается, что при изменении плотности ионного тока коэффициент диффузии азота может меняться на несколько порядков величины, то в [7] сделан вывод о том, что при низкой плотности ионного тока скорость диффузии ограничена скоростью поступления азота в объем, а при достижении определенных значений плотности ионного тока коэффициент диффузии не должен зависеть от плотности тока.

Экспериментальное изучение влияния плотности тока и энергии ионов на скорость азотирования в большинстве случаев проводится с ис-

пользованием источников ионов, так как это обеспечивает контролируемость параметров ионного пучка, однако для поддержания постоянства температуры азотируемого образца, нагреваемого ионами, оба параметра приходится изменять одновременно, чтобы сохранить плотность мощности на поверхности образца. Использование внешнего источника нагрева позволяет устранить эту взаимосвязь. При азотировании в плазме электронного пучка дополнительный нагрев регулируется изменением доли электронов пучка, преодолевающих потенциальный барьер у поверхности изделия.

Целью работы является создание системы генерации плазмы электронным пучком с параметрами, обеспечивающими эффективное азотирование нержавеющей стали. Первоочередной задачей является изучение особенностей азотирования при низкой энергии и высокой плотности тока ионов азота. Соответственно разрабатываемый источник электронов должен обеспечивать плотность тока эмиссии ионов из пучковой плазмы  $\sim 1\text{--}10\text{ мА/см}^2$  при ускоряющих напряжениях порядка нескольких сотен электронвольт. В отличие от [1], где с помощью ленточного источника электронов создается плазменный лист с большой площадью поверхности, а образцы размещаются вне пучка, в данной работе для генерации плазмы используется радиально расходящийся пучок, в котором электроны ускоряются в направлении образцов. Для эффективного азотирования больших поверхностей в такой системе требуется сильноточный электронный пучок с большим поперечным сечением. Источник электронов должен стабильно функционировать в форвакуумном диапазоне давлений (до нескольких паскалей), в котором ранее была получена максимальная скорость азотирования нержавеющей стали [8].

Устойчивую генерацию электронного пучка в области давлений до 10 Па обеспечивают плазменные источники электронов с сеточной стабилизацией [9]. Большой ток пучка достигается использованием в таких системах дуговых разрядов. Однако дуга с катодным пятном не обладает достаточной стабильностью при токах, близких к пороговым, а недостатком использования прямонакального термоэмиссионного стержневого катода при форвакуумных давлениях является ограниченный неравномерным ионным распылением относительно небольшой ресурс работы ( $\sim 100\text{ ч}$ ).

Альтернативным вариантом является использование разряда с самонакаливаемым полым катодом [10], который устойчиво функционирует при давлениях ниже 100 Па и токах 1–100 А. Использование тепловых экранов позволяет повысить эффективность разряда, а повторное осаждение распыляемого материала катода на стенках полости увеличивает ресурс работы полого катода.

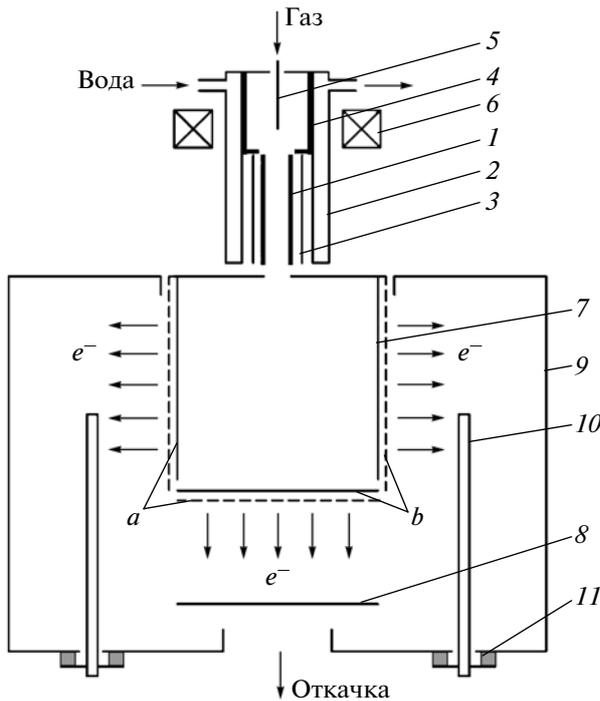
Известно использование такого разряда для формирования фокусированных электронных пучков с высоким первенсом [11], однако для получения широких электронных пучков разряд ранее не применялся. Одной из причин является контракция разряда на выходе из полого катода при больших токах, приводящая к значительной неоднородности распределения плотности тока в поперечном сечении формируемого пучка [12]. Однако при извлечении электронов из плазмы разряда в поперечном отношении оси полого катода направлении этот эффект не должен оказывать влияния на электронную эмиссию плазмы, что позволяет формировать радиально расходящийся электронный пучок, площадь поперечного сечения которого в области дрейфа возрастает с расстоянием от сетки плазменного источника электронов.

В данной работе исследованы свойства разряда с самонакаливаемым полым катодом и расширенной анодной частью разряда, изучены эмиссионные свойства плазмы разряда при различных направлениях отбора электронов относительно оси полого катода, получены широкие пучки электронов с начальной энергией 0.1–0.5 кэВ и током 4–30 А, а также изучены свойства пучковой плазмы, генерируемой в режиме прямого пролета электронов в области дрейфа пучка и в режиме осцилляции быстрых электронов. Приведены результаты экспериментов по азотированию нержавеющей стали в широком диапазоне изменения плотности ионного тока и энергии ионов азота.

## 1. РАЗРЯД С САМОНАКАЛИВАЕМЫМ ПОЛЫМ КАТОДОМ

Конструкция газоразрядной системы с самонакаливаемым полым катодом (с.н.п.к.) схематично показана на рис. 1. Полюс катод 1 изготовлен из ниобиевой трубки с внутренним диаметром 7–8 мм, толщиной стенки 1 мм и длиной 60 мм. Катод установлен внутри водоохлаждаемого корпуса 2 на фланце из молибдена. Основным отличием от [13] является использование теплового экрана 3 из молибдена, установленного между корпусом и катодной трубкой, а также системы зажигания дугового разряда на основе вспомогательного газового разряда в электродной системе типа обращенный магнетрон между катодами 4, 1 и стержневым анодом 5 в поле кольцевого постоянного магнита 6.

Проникающая в основной разрядный промежуток плазма вспомогательного разряда возбуждает тлеющий разряд с током 2 А между катодом 1 и полым анодом 7. Через промежуток времени  $< 1\text{ мин}$  полюс катод переходит в термоэмиссионный режим. Вольт-амперные характеристики разряда, полученные в конструкциях с тепловым экраном и без него при различных потоках  $Q$  напускаемого

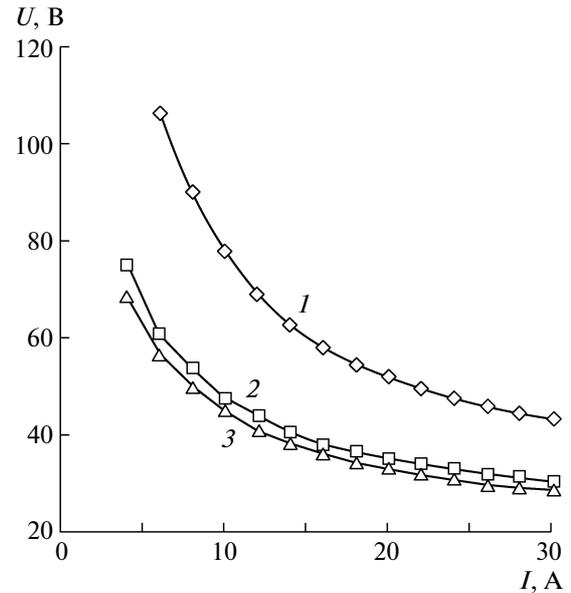


**Рис. 1.** Конструкция генератора плазмы. 1 – полый катод; 2 – водоохлаждаемый корпус; 3 – тепловой экран; 4 – катодная вставка; 5 – стержневой анод; 6 – кольцевой постоянный магнит; 7 – полый анод; 8 – плоский коллектор; 9 – цилиндрический коллектор; 10 – стержневой анод; 11 – изолятор; *a, b* – указано расположение сплошной и сетчатой частей полого анода при продольном (*a*) и поперечном (*b*) извлечении.

через катодную полость рабочего газа (Ar), приведены на рис. 2. Наряду со снижением напряжения горения разряда тепловой экран ускоряет переход катода в режим термоэмиссии.

Так как напряжение горения и скорость потери массы катодного материала на единицу тока разряда в с.н.п.к. снижаются при увеличении потока газа через катод [14], была оценена возможность прокачки всего объема используемой при азотировании смеси  $N_2 + Ar$  через катодную полость. Поскольку поведение с.н.п.к. в среде азота исследовалось ранее только для катодов из циркония и тантала [15], были проведены эксперименты, которые показали, что после перехода на азот напряжение горения разряда возрастает и в установившемся состоянии при токах разряда 5–15 А оказывается примерно на 10 В выше, чем при работе на аргоне.

Измерения массы катода в течение нескольких двухчасовых циклов при токе разряда 15 А и расходе газа  $60 \text{ см}^3/\text{мин}$  показали, что после первого цикла масса катода увеличивается на 0.15 г, в течение последующих 12 ч испытаний средняя скорость потери массы катода составила  $\sim 10^{-7} \text{ г/Кл}$ , как и при работе катода на Ar. Рентгенофазовым



**Рис. 2.** Вольт-амперные характеристики разряда. 1 – без теплового экрана, газовый поток  $Q = 0.5 \text{ см}^3/\text{с}$ ; 2 и 3 – с тепловым экраном,  $Q = 0.5$  и  $1 \text{ см}^3/\text{с}$  соответственно.

анализом было обнаружено формирование на поверхности катода в области активной зоны нитрида ниобия  $Nb_2N$ , а измерение микротвердости в поперечном сечении катода показало, что на внутренней и внешней поверхностях катода сформировались твердые нитридные слои толщиной  $\sim 0.15 \text{ мм}$ .

Из-за снижения эффективности катода и уменьшения его пластичности при работе в среде азота эксперименты с использованием газовых смесей в дальнейшем проводились при раздельном напуске аргона в катодную полость, а азота – непосредственно в область генерации плазмы электронным пучком.

При токах разряда 10–20 А и потоке аргона  $60 \text{ см}^3/\text{мин}$  активная зона разряда располагалась на расстоянии 4–5 см от выходной апертуры катода. Продольный размер активной зоны, соответствующий области интенсивного ионного травления поверхности катода, составлял около 1 см. Параметры плазмы в катодной полости и температура катода в активной зоне полого катода не измерялись и эти вопросы в данной статье не рассматриваются. Кроме того, подобные исследования уже проводились в ряде работ, например в [12, 14, 16, 17].

Расчетный ресурс работы термоэмиссионного полого катода при токе эмиссии 10 А, определенный из эффективной площади активной зоны ( $\sim 3 \text{ см}^2$ ), толщины трубки (1 мм, допустимый износ 50%) и скорости потери массы материала катода  $\sim 1 \cdot 10^{-7} \text{ г/Кл}$ , составляет около 360 ч без учета возврата распыленных атомов на внутренние

стенки катода. Среднее время службы катодов в настоящее время составляет  $\sim 120$  ч, выход из строя чаще всего был связан с прожигом стенки при ее контакте с молибденовым экраном.

## 2. ПЛАЗМЕННЫЙ ИСТОЧНИК ЭЛЕКТРОНОВ

Плазменный эмиттер электронов формировался в области закрытого мелкоструктурной металлической сеткой окна на поверхности полого анода 7 (рис. 1). Отбор электронов из плазмы осуществлялся через сетку, установленную на торце полого анода (вариант *a* – “продольное” извлечение), либо через сетку *b* на боковой поверхности анода (вариант *b* – “поперечное” извлечение). Диаметр и длина полого анода 7 из нержавеющей стали были равными 150 мм, площадь сетки на боковой поверхности анода – 700 см<sup>2</sup>, на торцевой поверхности анода устанавливались сменные сетки площадью 40–100 см<sup>2</sup>, размер ячеек которых составлял от 3 до 0.6 мм.

Плоский 8 и цилиндрический 9 коллекторные электроды, на которые подавался ускоряющий потенциал, были установлены на расстоянии 10–12 см от сетки. В промежутке сетка – цилиндрический коллектор с помощью изоляторов 11 установлены три стержневых анода 10 диаметром 8 и длиной 100 мм, к которым прикладывался ускоряющий потенциал в том случае, если потенциал коллектора в эксперименте должен был варьироваться.

Давление газа (азот, аргон или их смесь) в промежутке между сеткой и коллектором регулировалось в пределах 0.1–3 Па. После подачи ускоряющего напряжения  $U_y$  и возникновения пучковой плазмы в области сетки формируется слой пространственного заряда, на котором практически полностью локализуется приложенная разность потенциалов. Увеличение ускоряющего напряжения и давления газа приводит к повышению эффективности извлечения электронов из плазмы разряда  $\alpha$ , которая определяется отношением тока пучка к току разряда (рис. 3). Величина  $\alpha$  зависит также от размера ячеек сетки. В области низких давлений газа стабильно работают сетки с размером отверстий до 3 мм, по мере роста давления при достижении  $\alpha \sim 1$  размер ячеек в сетках приходилось уменьшать.

Распределения плотности электронного тока вдоль диаметра электронного пучка круглого сечения и вдоль образующей расходящегося цилиндрического пучка измерялись системой плоских зондов, имеющих потенциал коллектора, при токе пучка 6 А, ускоряющем напряжении 100 В и давлении аргона 0.1 Па. При “продольном” извлечении распределение вдоль диаметра на расстоянии 10 мм от сетки резко неоднородно: плотность тока на оси пучка составляет 80 мА/см<sup>2</sup>,

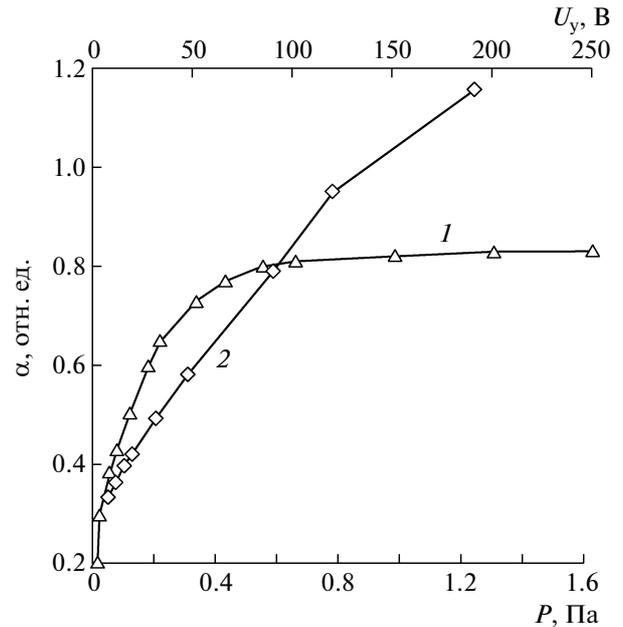


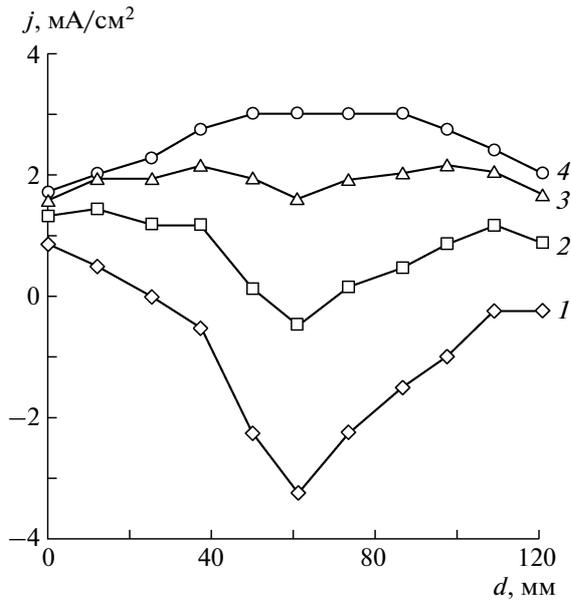
Рис. 3. Зависимости эффективности извлечения электронов от ускоряющего напряжения ( $I, P = 0.1$  Па) и от давления аргона (2,  $U_y = 150$  В). “Поперечное” извлечение, размер ячеек сетки  $0.6 \times 0.6$  мм, ток разряда  $I = 5$  А.

полная ширина распределения на половине высоты (п.ш.п.в.) – 40 мм. На расстоянии 11 см от сетки максимальная плотность тока снижается до 30 мА/см<sup>2</sup>, а п.ш.п.в. увеличивается до 74 мм. При поперечном извлечении на расстоянии 30 мм от сетки плотность тока пучка составляет 7 мА/см<sup>2</sup> ( $\pm 1\%$ ) в области с размером  $\sim 80$  мм. На расстоянии 12 см плотность тока пучка уменьшается до 4 мА/см<sup>2</sup> ( $\pm 6\%$ ).

## 3. ГЕНЕРАЦИЯ ПЛАЗМЫ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

Профили распределения плотности тока из плазмы в плоскости коллектора при продольном извлечении показаны на рис. 4. Смена направления тока на оси пучка происходит лишь при отрицательном напряжении смещения зондов, превышающем сумму ускоряющего напряжения и напряжения горения разряда с полым катодом. Это является следствием того, что вдоль оси полого катода распространяется поток быстрых электронов с энергией, близкой к напряжению горения с.н.п.к., ток которых достигает 30% от тока разряда [11].

Распределения плотности ионного тока вдоль образующей цилиндрического коллектора приведены на рис. 5. Неоднородность распределения в средней части сечения длиной 100 мм уменьшается с ростом давления газа до  $\pm 15\%$ .



**Рис. 4.** Распределения плотности тока  $j$  по диаметру пучка  $d$ .  $I_n = 4$  А,  $P = 0.1$  Па,  $U_y = 100$  В, расстояние от сетки 11 см, газ – Ar. Задерживающий потенциал на зондах, В: 1 – 113, 2 – 129, 3 – 150, 4 – 169.

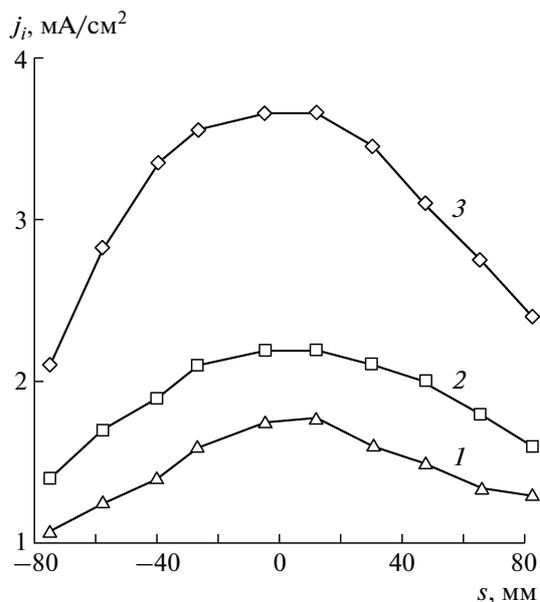
Плотность ионного тока из плазмы на оси электронного пучка круглого сечения, измеренная на расстоянии 120 мм от сетки, практически линейно увеличивается с ростом тока пучка  $I_n$ , возрастает с ростом давления газа до  $\sim 1$  Па, затем плотность ионного тока на коллектор резко сни-

жается, что обусловлено уменьшением средней длины ионизационного пробега электронов и смещением области с максимальной частотой генерации ионов к сетке (рис. 6).

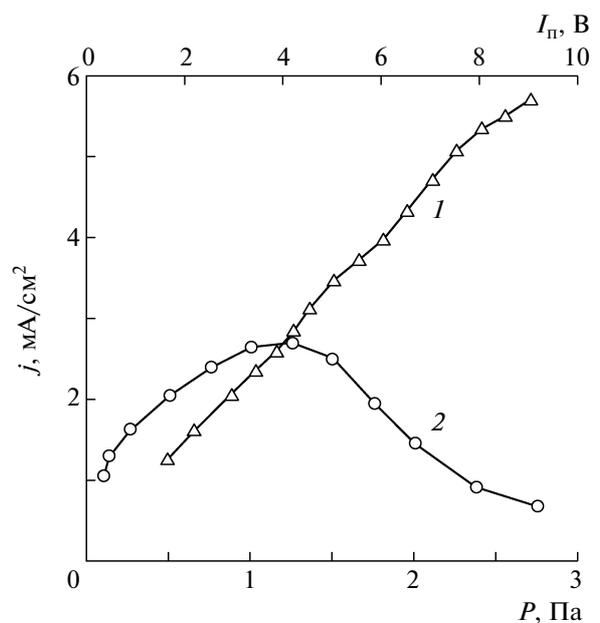
#### 4. ГЕНЕРАЦИЯ ПЛАЗМЫ В СИСТЕМЕ С ОСЦИЛЛЯЦИЕЙ ЭЛЕКТРОНОВ

Для увеличения плотности плазмы, создаваемой электронным пучком, при низких давлениях газа и повышения эффективности ее генерации в исследуемой системе использован режим осцилляции быстрых электронов, который обеспечивается при потенциале коллектора 9, равном потенциалу сетки источника электронов, и подаче ускоряющего напряжения на стержневые аноды 7 (рис. 1). Обычно в экспериментах по плазменному азотированию используются образцы с небольшой площадью поверхности, изменение потенциала которых не оказывает существенного влияния на параметры плазмы. Использование в экспериментах коллектора с потенциалом ниже анодного, который выполняет роль азотируемого изделия, позволяет реализовать условия, характерные для производственной установки с большой площадью поверхности обрабатываемых изделий.

Такая методика делает возможной не только оценку влияния параметров процесса обработки (давление газа, энергия и плотность тока ионов) на свойства поверхности материала, но и изучение реакции газоразрядной системы на изменение потенциала изделий в широком диапазоне



**Рис. 5.** Распределения плотности ионного тока  $j_i$  вдоль образующей цилиндрического коллектора.  $I_n = 10$  А,  $U_y = 100$  В, расстояние от сетки 12 см. Давление аргона  $P$ , Па: 1 – 0.1, 2 – 0.15, 3 – 0.6.



**Рис. 6.** Зависимости плотности ионного тока  $j_i$  от тока пучка (1) и от давления в камере (2). 1 –  $U_y = 100$  В,  $P = 0.7$  Па; 2 –  $I_n = 4$  А,  $U_y = 100$  В. Газ – Ar.

изменения параметров электронного пучка и давления газа. В зависимости от потенциала коллектора электронный пучок может либо приниматься на коллектор, либо частично или полностью отражаться. Отраженные электроны, осциллирующие в образующейся электростатической ловушке, расходуют свою энергию при взаимодействии с газом, увеличивая плотность пучковой плазмы. Плазменные электроны и релаксировавшие по энергии отраженные электроны пучка уходят на стержневые аноды.

На рис. 7 представлены зависимости плотности тока ионов на зонд с охраняющим кольцом, расположенный в плоскости цилиндрического коллектора на расстоянии 120 мм от сетки, от потенциала коллектора  $U_k$  относительно сетки при различных давлениях газа. Видно, что снижение потенциала коллектора приводит к многократному росту плотности ионного тока. В области значений потенциала коллектора ниже  $-50$  В относительно потенциала анода характер изменения плотности ионного тока практически полностью повторяет зависимости для полного тока в цепи коллектора.

При напряжении смещения коллектора относительно плазмы  $-250$  В плотность ионного тока в центральной области коллектора площадью  $1800 \text{ см}^2$  превышает  $10 \text{ мА/см}^2$ , полный ток ионов за вычетом тока вторичных электронов при этом составляет  $24 \text{ А}$ . Мощность, выделяемая ионами на коллекторе в таком режиме, составляет  $6 \text{ кВт}$ , температура коллектора близка к  $600^\circ\text{С}$ . При анодном потенциале коллектора в режиме с давлением газа  $0.2 \text{ Па}$  при ускоряющем напряжении  $300 \text{ В}$  и токе электронного пучка  $18 \text{ А}$  достигнутая мощность пучка ( $5.4 \text{ кВт}$ ) обеспечивала нагрев коллектора до температуры  $550^\circ\text{С}$ .

Характер зависимости полного тока в цепи коллектора от его потенциала обусловлен процессами ионизации газа в объеме и вторичной эмиссией с поверхности коллектора. Измеренный при потенциале коллектора, равном анодному, ток насыщения равен сумме тока электронного пучка и тока вторичных электронов, образованных в результате ионизации газа. Уменьшение тока при снижении потенциала относительно анодного на  $\sim 50 \text{ В}$  и смена направления тока обусловлены вторичной электронной эмиссией коллектора, коэффициент которой для железа при энергии электронов  $200 \text{ эВ}$  составляет  $\sigma \sim 1.2$  [18].

При дальнейшем снижении потенциала коллектора и энергии электронов, достигающих коллектора, ток вторичной электронной эмиссии уменьшается, однако при этом растет энергия вторичных  $\sigma$ -электронов, которые осциллируют в пространстве между сеткой и коллектором и расходуют энергию при взаимодействии с газом. При уменьшении потенциала коллектора до значений на  $30\text{--}60 \text{ В}$  выше потенциала сетки ионный

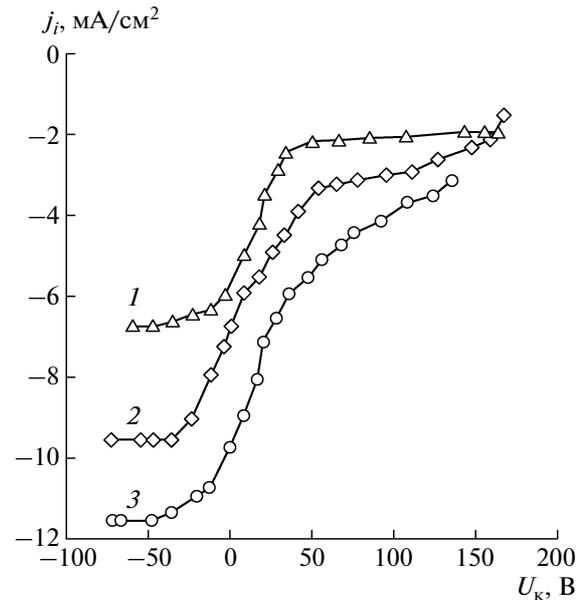


Рис. 7. Зависимости плотности ионного тока  $j_i$  на зонд от потенциала коллектора.  $I_{\text{п}} = 5 \text{ А}$ ,  $U_{\text{в}} = 200 \text{ В}$ . Напряжение смещения на зондах  $-250 \text{ В}$ . Давление аргона  $P$ , Па: 1 – 0.1; 2 – 0.3; 3 – 0.6.

ток резко нарастает, причем скорость роста тока увеличивается с давлением газа. Повышение частоты ионизаций обусловлено отражением и осцилляцией в промежутке электронов пучка, которые потеряли часть энергии в результате неупругих взаимодействий либо изменили направление движения вследствие кулоновских взаимодействий в плазме. Замедляющийся рост тока при дальнейшем уменьшении потенциала коллектора ниже потенциала сетки обусловлен увеличением энергии электронов вторичной ионно-электронной эмиссии и числа совершаемых ими ионизаций.

Таким образом, переход в режим электронных осцилляций многократно увеличивает плотность ионного тока. Однако такой режим реализуется только при достаточно низком давлении газа. Полная энергетическая релаксация электронов пучка в плазме может быть также обеспечена повышением давления газа до значений, при которых средняя длина ионизационного пробега электронов  $\lambda_i = (n_0 \sigma_i)^{-1}$ , обратно пропорциональная концентрации нейтралов  $n_0$  и сечению ионизации газа  $\sigma_i$ , становится меньше расстояния сетка – коллектор. Образец при этом находится вне области с максимальной плотностью плазмы, плотность ионного тока на образец снижается (см. рис. 6). Такой режим имеет место, например, в системе с длинной промежутка сетка – коллектор, равной  $120 \text{ мм}$ , при давлении  $3 \text{ Па}$  и энергии электронов  $100 \text{ эВ}$ , которым соответствует длина пробега  $\sim 40 \text{ мм}$ .

$E_i$ , эВ	$j_i$ , mA/cm <sup>2</sup>	$E_e$ , В	$HV$ , ГПа	$h$ , мкм
100	1.6	430	11–12	12–14
	2.4	300	12–13	17–19
	3.2	255	13–14	21–23
	4.1	210	13–15	23–25
	5.2	140	13–15	24–26
	6.4	100	13–15	25–27
	7.2	60	13–15	27–29
200	1	500	7–8	6–8
	1.3	455	12–13	12–13
	2.4	355	13–14	11–13
	2.9	300	13–14	14–16
	4.1	185	13–14	15–16
300	1.3	500	9–10	5–6
	2.4	370	10–11	6–9
	3	130	13–15	10–11

### 5. АЗОТИРОВАНИЕ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

Эксперименты проводились в системе с электронным пучком круглого сечения (120 см<sup>2</sup>). Образцы размерами 20 × 15 × 1 мм из стали 12Х18Н10Т размещались на изолированном держателе, что позволяло задавать отрицательный потенциал смещения и измерять плотность ионно-

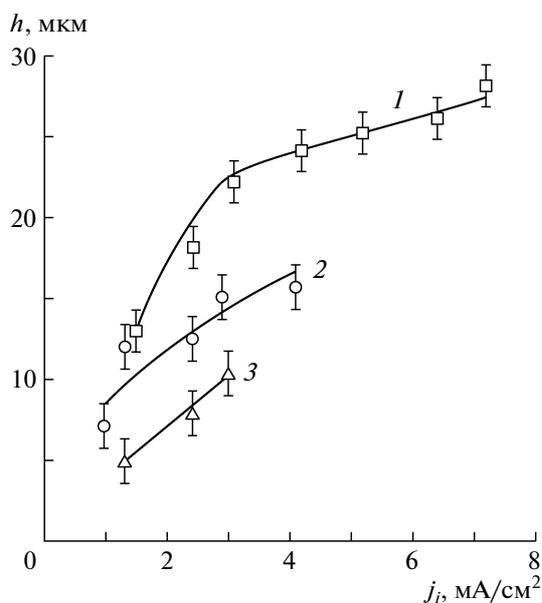


Рис. 8. Зависимости толщины азотированного слоя  $h$  от плотности ионного тока  $j_i$ . Напряжение смещения, В: 1 – 100, 2 – 200, 3 – 300 В. Продолжительность азотирования 1 ч.

го тока из плазмы. Образцы подвергались очистке ионным распылением в течение 30 мин при плотности тока ионов аргона 1.5 mA/cm<sup>2</sup> и энергии ионов 350 В. Продолжительность процесса азотирования составляла 1 ч. Температура столика с образцами в процессе азотирования измерялась термомпарой и поддерживалась равной 500°C.

Следует отметить, что в большинстве работ по азотированию нержавеющей стали исследуется низкотемпературный режим азотирования (~400°C), при котором в слоях толщиной в несколько микрометров формируется твердый раствор азота с концентрацией, близкой к концентрации хрома в стали [4]. При температурах свыше 450°C в азотированном слое формируются мелкодисперсные нитриды хрома, в результате чего сталь теряет антикоррозионные свойства [19]. Повышение температуры приводит к увеличению скорости формирования и толщины азотированных слоев, что позволяет использовать для контроля толщины азотированного слоя достаточно простой метод измерения микротвердости, погрешность которого в наших экспериментах определяется размером отпечатка алмазного индентора микротвердомера ПМТ-3.

Предельное давление в вакуумной камере, обеспечиваемое турбомолекулярным насосом, составляло  $4 \cdot 10^{-3}$  Па. При азотировании использовалась смесь N<sub>2</sub> + Ar, соотношение потоков газов составляло N<sub>2</sub>:Ar = 1:1, давление рабочей смеси при азотировании составляло 3 Па.

Эксперименты проводились при плотности тока ионов от 1 до 7.3 mA/cm<sup>2</sup> и трех значениях напряжения смещения: 100, 200 и 300 В. При максимальной плотности ионного тока температура образцов, равная 500°C, обеспечивалась только ионным нагревом. При снижении плотности ионного тока для увеличения вклада электронного нагрева повышалась начальная энергия электронов, максимальное значение которой в экспериментах составляло 500 эВ. В таблице приведены значения плотности ионного тока на образцы  $j_i$ , энергии ионов  $E_i$ , начальной энергии электронов пучка  $E_e$ , микротвердости поверхности  $HV$ , измеренной при нагрузке 100 г, и толщины слоя  $h$ , измеренной при нагрузке 10 г, которой соответствует размер отпечатка 4–5 мкм. Из приведенных данных видно, что при снижении плотности тока и повышении напряжения смещения уменьшается не только толщина слоя, но и величина микротвердости на поверхности и по толщине слоя.

На рис. 8 приведены зависимости толщины слоя от плотности ионного тока при различных значениях напряжения смещения на образцах. При минимальном напряжении, равном 100 В, толщина слоя максимальна, причем с увеличением плотности тока рост слоя замедляется. С ростом напряжения смещения толщина слоя снижается, примерно линейно растет с плотностью

ионного тока, но не достигает насыщения. Таким образом, режим азотирования с комбинированным электронно-ионным нагревом при высокой плотности тока и низкой энергии ионов обеспечивает быстрое формирование и увеличенную толщину азотированного слоя в нержавеющей стали.

Расчетная величина флюенса внедренных атомов азота, обеспечивающего формирование азотированного слоя толщиной  $h = 20$  мкм с содержанием атомов азота, примерно равным содержанию атомов хрома ( $c_N \sim c_{Cr} = 18\%$ ),  $F = hc_N N_0$  составляет  $\sim 2.9 \cdot 10^{19}$  см $^{-2}$ , где  $N_0$  – атомная плотность стали ( $\sim 8 \cdot 10^{22}$  см $^{-3}$ ). При продолжительности облучения  $t = 1$  ч эта величина  $F$  достигается при эффективной плотности потока внедренных атомов азота  $F/t \sim 0.8 \cdot 10^{15}$  атомов/см $^2$ , эквивалентной плотности тока ионов  $F/et \sim 1.3$  мА/см $^2$ , где  $e$  – заряд электрона. В реальном эксперименте слой толщиной 20 мкм в условиях минимального влияния ионного распыления формируется при плотности тока ионов  $\sim 3$  мА/см $^2$ . Таким образом, без учета потока нейтральных атомов азота на поверхность соотношение между эффективной плотностью потока атомов азота и плотностью ионного тока в условиях эксперимента при напряжении смещения 100 В составляет 2.3. Эта величина зависит от доли ионов азота и аргона в пучке, доли молекулярных ионов азота и процессов на межфазной границе газ – твердое тело, в том числе интенсивности ионного распыления.

Скорость распыления можно оценить из соотношения  $v_s = Y_j/eN_0$ , где  $Y$  – коэффициент ионного распыления. Поскольку учет реального состава мишени и наличия в пучке атомарных и молекулярных ионов азота представляет довольно сложную задачу, ограничимся грубым приближением, считая, что материал образца – железо, а пучок содержит только ионы аргона. Согласно теории Зигмунда [20] коэффициент распыления поликристаллических материалов ионами с энергией до 1 кэВ определяется следующим выражением:

$$Y = \frac{3}{\pi^2} \alpha \frac{M_i M_a}{(M_i + M_a)^2} \frac{E_i}{2E_s},$$

где  $M_i, M_a$ , г/моль – атомные массы ионов и атомов мишени;  $E_i$ , эВ – энергия падающих ионов;  $E_s$ , эВ – энергия сублимации атомов мишени;  $\alpha$  – безразмерный параметр, зависящий от  $M_i/M_a$ . Для сочетания аргон–железо  $\alpha \sim 0.25$ , энергия сублимации атомов железа составляет 4.15 эВ. Расчетные значения коэффициента распыления линейно возрастают с энергией ионов и составляют  $Y = 0.22, 0.44$  и  $0.66$  для энергий 100, 200 и 300 эВ соответственно. Грубая оценка толщины слоя, распыленного за 1 ч при плотности тока 3 мА/см $^2$ , дает значения, равные 1.8, 3.6 и 5.4 мкм при ско-

ростях распыления  $v_s$ , соответствующих  $0.5 \cdot 10^{-7}$ ,  $1 \cdot 10^{-7}$  и  $1.5 \cdot 10^{-7}$  см/с. Однако разница в толщине слоев, полученная в эксперименте, оказывается несколько большей.

Как следует из соотношения  $h = 2D/v_s$ , полученного в [4], где  $D$  – коэффициент диффузии, увеличение скорости ионного распыления должно приводить к уменьшению толщины  $h$  азотированного слоя. Это подтверждается при увеличении энергии ионов, но повышение плотности ионного тока дает обратный эффект, что может быть связано с зависимостью величины  $D$  от плотности тока. Этот аспект проблемы ионного азотирования нержавеющей стали активно обсуждается в научной литературе, в частности предложен альтернативный механизм диффузии азота под действием внутренних напряжений, уровень которых зависит от плотности ионного тока [21].

Достигнутая в экспериментах высокая скорость азотирования может также быть связана с повышенной концентрацией нейтральных атомов азота в потоке частиц, поступающих на поверхность образца, высокая вероятность возникновения которых обусловлена такими особенностями эксперимента, как использование азотно-аргоновой смеси, повышенное давление газа и размещение образцов вне зоны активной ионизации газа электронным пучком, что, в совокупности, способствует протеканию процессов резонансной перезарядки  $Ar^+ \rightarrow N_2^+$  и диссоциативной рекомбинации молекулярных ионов азота  $N_2^+ + e \rightarrow N + N$ .

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработанный источник электронов на основе разряда с самонакаливаемым полым катодом и расширенной анодной частью, в котором электроны извлекаются через сетку в направлении, нормальном к оси полого катода, обеспечивает формирование радиально расходящегося пучка электронов с начальным сечением 700 см $^2$ , током до 30 А и начальной энергией электронов 0.1–0.5 кэВ. Источник стабильно работает при давлении газа до 3 Па.

В режиме осцилляции быстрых электронов пучка осуществлена эффективная ионизация газа электронным ударом и получена пространственно однородная плазма, обеспечивающая среднюю плотность ионного тока до 10 мА/см $^2$  на коллекторе площадью 2000 см $^2$ , что позволяет обеспечить высокую скорость насыщения азотом изделий с большой общей площадью поверхности.

Использование метода азотирования в плазме электронного пучка, обеспечивающего возможность регулирования в широких пределах отношения электронного и ионного нагрева азотируемого материала, для изучения влияния плотности тока и энергии ионов на скорость азотирования

нержавеющей стали позволило провести эксперименты в широком диапазоне изменения плотности ионного тока ( $1-7 \text{ мА/см}^2$ ) при низкой энергии ионов (100 эВ).

Азотирование нержавеющей стали в плазме электронного пучка при низком напряжении смещения и высокой плотности ионного тока ( $3-4 \text{ мА/см}^2$ ), сочетание которых обеспечивает распыление динамического оксидного слоя, обеспечивает высокую скорость азотирования нержавеющей стали ( $\sim 25 \text{ мкм/ч}$  при  $500^\circ\text{C}$ ) при повышенном давлении азотно-аргоновой смеси (3 Па).

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект № 10-08-00085-а) и Программы фундаментальных исследований Президиума РАН (проект № 09-П-2-1011).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Walton S.G., Muratore C., Leonhardt D. et al.* // Surface and Coatings Technology. 2004. V. 186. P. 40.
2. *Abraha J., Yoshikawa Y., Katayama Y.* // Vacuum. 2009. V. 83. P. 497.
3. *Гаврилов Н.В., Мамаев А.С.* // Письма в ЖТФ. 2009. Т. 35. № 15. С. 57.
4. *Плешивец Н.В.* Катодное распыление. М.: Атомиздат, 1968.
5. *Moller W., Parascandola S., Telbizova T. et al.* // Surface and Coatings Technology. 2001. V. 136. P. 73.
6. *Tsubouchi N., Mokuno Y., Chayahara A., Horino Y.* // Surface and Coatings Technology. 2005. V. 196. P. 271.
7. *Manova D., Gerlach J.W., Scholze F. et al.* // Surface and Coatings Technology. 2010. V. 204. P. 2919.
8. *Гаврилов Н.В., Мамаев А.С., Медведев А.И.* // Изв. вузов. Физика. 2009. № 11/2. С. 166.
9. *Гаврилов Н.В., Каменецких А.С.* // ЖТФ. 2007. Т. 77. Вып. 3. С. 12.
10. *Delcroix J.L., Trindade A.R.* // Advances in Electronics and Electron Physics. 1974. V. 37. P. 87.
11. *Hershcovitch A.* // Appl. Phys. Lett. 1996. V. 68 (4). P. 464.
12. *Nerovnyi V.M., Khakhalev A.D.* // J. Phys. D: Appl. Phys. 2008. V. 41. 035201.
13. *Gushenets V.I., Bugaev A.S., Oks E.M.* // Rev. Sci. Instrum. 2010. V. 81. art. no. 02B305.
14. *Жуков М.Ф., Козлов Н.П., Пустогаров А.В. и др.* Приэлектродные процессы в дуговых разрядах. Новосибирск: Наука, 1982.
15. *Жуков М.Ф., Пустогаров А.В., Дандарон Г.-Н.Б., Тимошевский А.Н.* Термохимические катоды. Новосибирск: Наука, 1985.
16. *Ferreira C.M., Delcroix J.L.* // J. Appl. Phys. 1978. V. 49. № 4. P. 2380.
17. *Kennedy R.V.* // J. Phys. D: Appl. Phys. 2001. V. 34. P. 787.
18. *Бронштейн И.М., Фрайман Б.С.* Вторичная электронная эмиссия. М.: Наука, 1969.
19. *Riviere J.P., Meheust P., Villain J.P.* // Surface and Coatings Technology. 2002. V. 158–159. P. 647.
20. *Sigmund P.* // Phys. Rev. 1969. V. 184. № 2. P. 383.
21. *Galdikas A., Moskaliuviene T.* // Computational Materials Science. 2010. V. 50. P. 796.