

УСТАНОВКА РИТМ-СП ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ
ПОВЕРХНОСТНЫХ СПЛАВОВ

© 2011 г. А. Б. Марков, А. В. Миков, Г. Е. Озур, А. Г. Падей

*Институт сильноточной электроники СО РАН
Россия, 634055, Томск, просп. Академический, 2/3**E-mail: ozur@lve.hcei.tsc.ru*

Поступила в редакцию 25.02.2011 г.

Описывается комбинированная установка РИТМ-СП, предназначенная для формирования тонких слоев сплавов на поверхности образца в едином вакуумном цикле (*in situ*). В состав установки входят источник низкоэнергетических (10–30 кэВ) сильноточных (до 25 кА) импульсных (2–4 мкс) электронных пучков и магнетронный распылитель, смонтированный вместе с электронной пушкой источника на общей вакуумной рабочей камере. Камера снабжена манипулятором, позволяющим перемещать рабочий стол с образцами без нарушения вакуума. Установка имеет автоматизированную систему управления откачкой, напуском рабочего газа, блоками питания и синхронизации импульсных процессов при генерации пучка, нанесением пленок, перемещением образца и т.д. Для иллюстрации работы установки приведены результаты эксперимента по формированию поверхностного сплава для системы Ni–Cu.

ВВЕДЕНИЕ

Формирование тонких слоев сплавов на поверхности подложки импульсным нагревом системы “пленка–подложка” является перспективным методом создания тонких покрытий на поверхности образцов. Сплавление предварительно нанесенного покрытия с подложкой позволяет формировать структуры с заданными физико-химическими свойствами, а также радикально решать проблему адгезии покрытия. Область применения технологий, основанных на формировании поверхностных сплавов, довольно широка: от медицинской промышленности до машиностроения.

Для нанесения покрытий широко используются ионно-плазменные методы на основе магнетронного или вакуумного дугового разряда [1, 2]. Для сплавления покрытия с подложкой целесообразно использовать импульсный нагрев потоком заряженных частиц или электромагнитным излучением. Энергия потока выделяется в тонком поверхностном слое, толщина которого определяется как глубиной диффузии тепла за время импульса, так и глубиной проникновения частиц в вещество подложки за время импульса (или длиной волны электромагнитного излучения). Одними из наиболее перспективных источников концентрированных потоков заряженных частиц являются разработанные нами источники низкоэнергетических (10–30 кэВ) сильноточных (до 25 кА) электронных пучков (н.с.э.п.) серии РИТМ с плотностью энергии до 15 Дж/см² при длительности импульса 2–4 мкс. Эти источники достаточно широко при-

меняются для нанесения покрытий с целью повышения коррозионной стойкости поверхности металлов и сплавов, повышения электрической прочности вакуумной изоляции, а также для финишной полировки металлических изделий [3–6].

До настоящего времени источники н.с.э.п. и устройства для ионно-плазменного нанесения покрытий представляли собой отдельные установки, и при переносе обрабатываемых изделий из одной рабочей камеры в другую они контактировали с окружающей атмосферой, что нежелательно, а во многих случаях и просто недопустимо. Чтобы устранить этот недостаток мы разработали комбинированную установку РИТМ-СП, включающую источник н.с.э.п. и магнетронный распылитель, которые смонтированы на общей вакуумной камере. Ниже представлены описание установки, результаты ее испытаний и пример формирования поверхностного сплава Ni–Cu на медной подложке.

ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ

Общий вид установки РИТМ-СП приведен на рис. 1. Основной частью источника н.с.э.п. является электронная пушка со взрывоэмиссионным катодом и плазменным анодом на основе сильноточного отражательного разряда [7]. Корпус электронной пушки представляет собой трубу $\varnothing_{\text{внут}} 156 \times 320$ мм из нержавеющей стали. Пушка пристыкована к вакуумной рабочей камере $\varnothing 251 \times 226$ мм. Эмиттером электронов служит многопроволочный медный катод, изготовленный из оплетки ра-

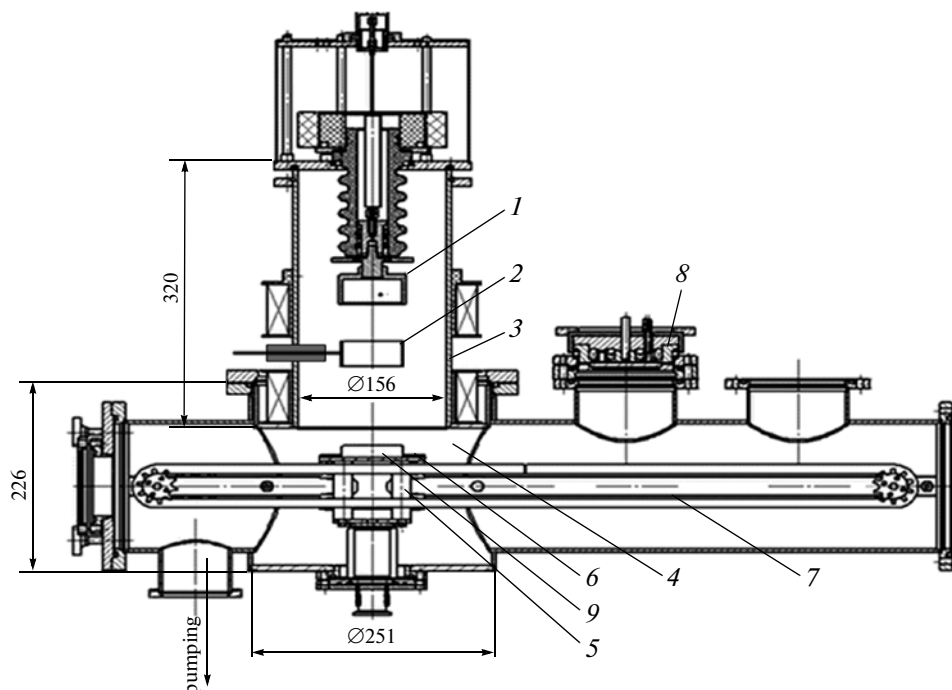


Рис. 1. Общий вид установки РИТМ-СП. 1 – взрывоэмиссионный катод; 2 – анод; 3 – корпус пушки; 4 – вакуумная камера; 5 – медный стержень; 6 – рабочий стол; 7 – цепная передача; 8 – магнетрон; 9 – образец.

диочастотного кабеля. Свернутая в рулон оплетка помещается в чашеобразную обойму из нержавеющей стали. Диаметр эмитирующей части катода составляет 62 мм.

Плазменный анод формируется с помощью сильноточного (200–250 А) отражательного разряда в аргоне при давлении 0.03–0.07 Па. Разряд зажигается при подаче на анод импульса напряжения положительной полярности амплитудой 5 кВ. Анод представляет собой тонкостенное кольцо $\varnothing_{\text{внут}} 62 \times 30$ мм из нержавеющей стали.

Для откачки вакуумной камеры используется вакуумный пост HiCube Eco (“Pfeiffer Vacuum”, Австрия–Германия), в состав которого входят турбомолекулярный насос со скоростью откачки 67 л/с и форвакуумный диафрагменный насос (0.25 л/с). Для улучшения вакуума промежуточная полость

ввода вращения откачивается дополнительным форвакуумным пластинчато-роторным насосом со скоростью откачки 1 л/с. Этот же насос вместе с двумя электромагнитными клапанами образует электропневматический привод сильноточного контакта между рабочим столом и камерой. Давление остаточного газа $(3–5) \cdot 10^{-3}$ Па достигается за 18–20 мин.

Рабочий газ напускается в камеру в стационарном режиме с помощью стандартного регулятора расхода газа РРГ-10 (ЗАО “Элточприбор”, Москва) с верхним пределом регулирования 1.8 (л/ч) · атм.

Электронная пушка питается от генератора высоковольтных импульсов, схема которого приведена на рис. 2. Импульс ускоряющего напряжения формируется при разряде накопительного конденсатора ИК-50/3 (3 мкФ, 50 кВ) через псевдоискровой разрядник ТДИ1-50к/45 (ООО “Импульсные технологии”, Рязань). Зарядка накопителя осуществляется источником постоянного напряжения (35 кВ, 40 мА). Цепь зарядки замыкается через катушку, намотанную нихромовым проводом $\varnothing 1$ мм. Индуктивность катушки составляет 139 мкГн, активное сопротивление – 36 Ом. Наличие у катушки активного сопротивления защищает выпрямительный мост источника зарядки от перенапряжений в случае холостого хода в нагрузке и последующего обрыва тока в разряднике. Генератор соединяется с катодом электронной пушки с помощью передающей линии TL, со-

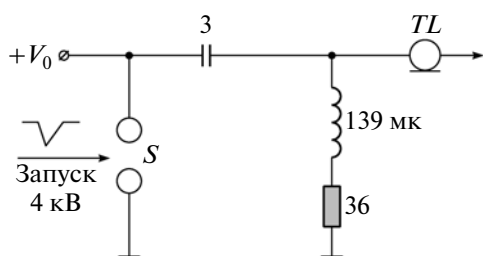


Рис. 2. Принципиальная схема генератора высоковольтных импульсов. TL – передающая линия, S – псевдоискровой разрядник ТДИ1-50к/45.

бранной из шести параллельно соединенных отрезков кабеля РК-50-9 длиной 1 м.

Старт процесса зарядки включается через 1 с после очередного разряда накопителя. За время этой паузы происходит полная деионизация газа внутри разрядника и остывание его электродов, что обеспечивает восстановление электрической прочности разрядника в паузе между импульсами и повышает надежность его работы.

Внешнее ведущее магнитное поле индукцией до 0.25 Тл, создаваемое соленоидом, который питается от конденсаторной батареи, обеспечивает как функционирование отражательного разряда, так и транспортировку пучка. Для измерения импульсов ускоряющего напряжения используется резистивный делитель. Ток катода измеряется поясом Роговского. Для выбора режимов облучения предварительно измеряют плотность энергии пучка с помощью калориметра на основе калиброванного терморезистора, припаянного к тыльной стороне медного поглотителя.

Для нанесения пленок используется планарный водоохлаждаемый магнетрон, работающий в непрерывном режиме. На рабочей камере имеется также резервный патрубок для установки второго магнетрона. Потребляемая мощность магнетрона составляет 800–900 Вт при напряжении горения 400–450 В.

Облучаемые образцы и детали располагаются на подвижном рабочем столе, перемещаемом вдоль направляющих рельсов с помощью цепной трансмиссии. Ведущая шестерня трансмиссии приводится в движение шаговым электродвигателем через вакуумный ввод вращения. При остановке образца под электронной пушкой непосредственно перед ее включением к тыльной поверхности стола (снизу) прижимаются медные стержни, обеспечивающие высокоточный контакт стола с "землей". Перемещение стержней из положения "разомкнуто" в положение "замкнуто" и обратно осуществляется электропневматическим способом.

Процесс формирования поверхностного сплава начинается с очистки образца (подложки) несколькими импульсами электронного пучка при плотности энергии, достаточной для начального испарения материала подложки. Затем образец перемещается под магнетрон, где на его поверхность наносится пленка заданной толщины. Поскольку магнетрон работает при давлении рабочего газа в 4–6 раз большем, чем пушка, то за время перемещения в ту или иную сторону происходит соответствующая корректировка скорости расхода рабочего газа. После нанесения пленки образец возвращается под электронную пушку, где осуществляется сплавление пленки с подложкой. Процессы нанесения пленки и сплавления могут циклически повторяться.

Управление откачкой, напуском рабочего газа, блоками питания, синхронизация импульсных процессов при генерации пучка, а также перемещение образца из зоны обработки пучком в зону нанесения покрытия и обратно, управление приводом сильноточного контакта осуществляются автоматизированной системой с персонального компьютера через стандартный интерфейс RS485. Система управления позволяет также задавать частоту следования и число импульсов пучка в серии, количество серий (циклов) облучения и напыления при изготовлении многослойных покрытий, время и режим напыления пленки, вести рабочий протокол. Изображение панели управления на экране персонального компьютера приведено на рис. 3.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

Типичные осциллограммы импульсов приведены на рис. 4. Варьирование плотностью энергии пучка осуществляется путем изменения зарядного напряжения генератора высоковольтных импульсов, давления рабочего газа, расстояния между катодом и мишенью, а также путем фокусировки пучка (или дефокусировки) ведущим магнитным полем и ферромагнитными вставками, располагаемыми за мишенью.

Характерный автограф пучка на мишени из нержавеющей стали приведен на рис. 5. Диаметр области достаточно однородного оплавления составляет ~9 см.

Как показали измерения, все блоки питания и управления обладают высокой помехоустойчивостью, несмотря на высокие скорости изменения тока в источнике н.с.э.п. (до 10^{11} А/с).

Рабочие параметры установки: ускоряющее напряжение – до 40 кВ; ток электронного пучка – до 25 кА; диаметр пучка – до 10 см; плотность энергии пучка – до 15 Дж/см²; длительность импульса – (2–4) мкс; давление рабочего газа (аргон) – (0.02–0.2) Па; частота импульсов – 1 импульс за 5 или 10 с; скорость осаждения покрытия: 290 нм/мин (Cu) и 170 нм/мин (Ni).

Неоднородность покрытия по толщине составляет 20%.

ФОРМИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СПЛАВОВ

В качестве примера создания сплавных покрытий при импульсном электронно-пучковом прогреве системы из предварительно нанесенных пленок можно привести данные работы [8]. В этих экспериментах с помощью н.с.э.п. был сформирован сплав 24-слойной системы Ti–Zr на подложке из титанового сплава ВТ6. Толщина каждого слоя равна 20 нм, а общая толщина покрытия составляла 480 нм. Исследование облученных образцов

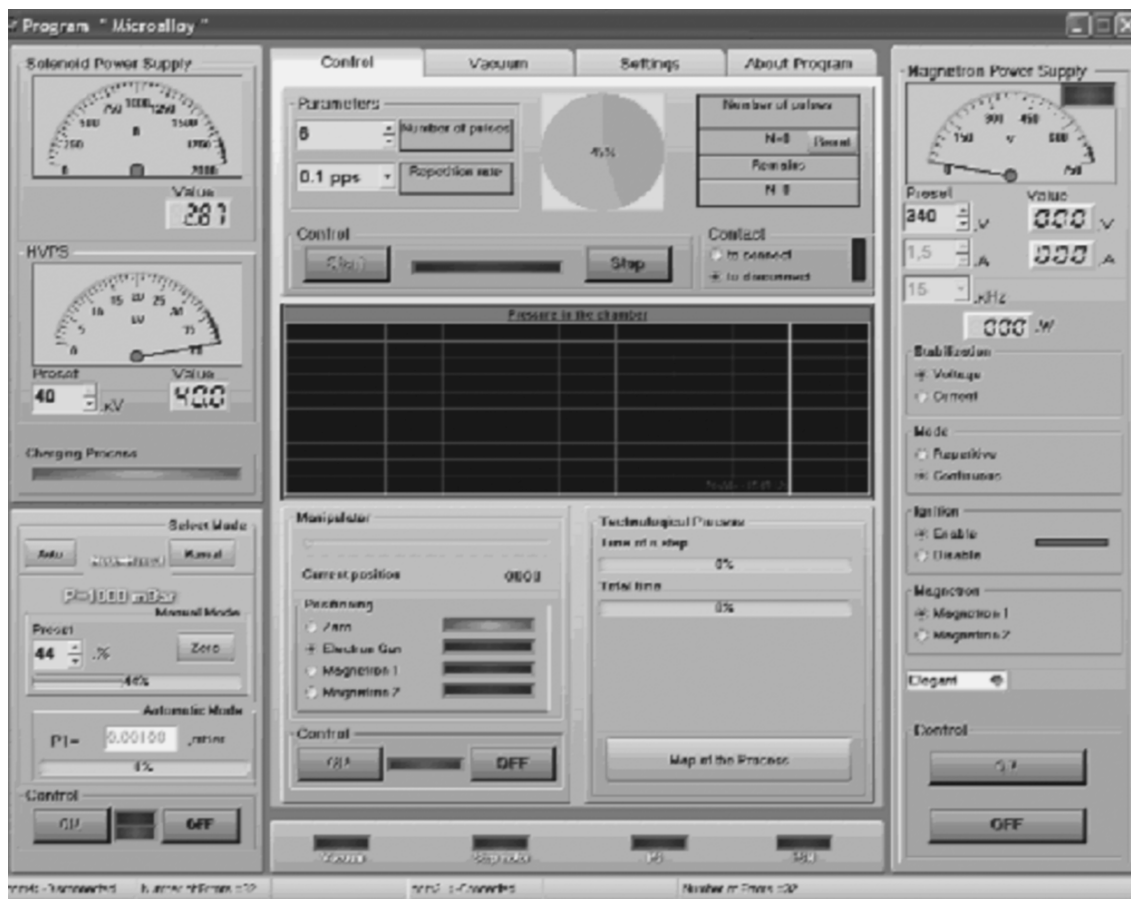
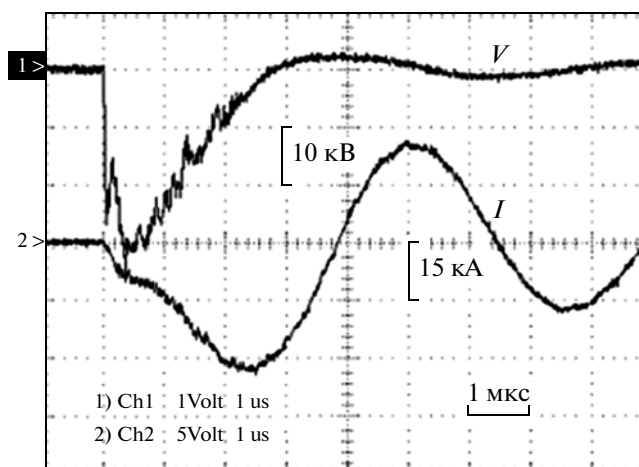


Рис. 3. Панель управления установкой РИТМ-СП.

показало эффективное жидкофазное перемещение циркония и титана. В результате импульсного проплавления образовался слой практически однородного твердого раствора на поверхности подложки с концентрацией циркония и титана 30–35 и 60–65 ат. %, соответственно. Толщина сформированного однородного твердого раствора составляет 700 нм, а общая толщина твердого раствора, включая переходную зону, – 900 нм. Толщина твердого раствора ограничена глубиной расплава, которая в данном случае составляет ~1 мкм.

Увеличение толщины расплавленного слоя и, соответственно, толщины поверхностного сплава может быть достигнуто увеличением плотности энергии н.с.э.п. Однако увеличение плотности энергии приводит к уменьшению концентрации циркония в поверхностном слое мишени, поскольку весь нанесенный цирконий будет распределен в большем объеме материала подложки. Таким образом, при жидкофазном смешении предварительно нанесенных в отдельном устройстве пленок с твердой подложкой возникали принципиальные ограничения на толщину формируемого поверхностного сплава.

Использование установки РИТМ-СП позволяет снять указанные выше ограничения и формировать поверхностные сплавы толщиной от десятков нанометров до десятков микрон при тех же параметрах электронного пучка. Формирование

Рис. 4. Осциллограммы ускоряющего напряжения V и тока катода I , $B = 0.24$ Тл, давление аргона – 0.04 Па.

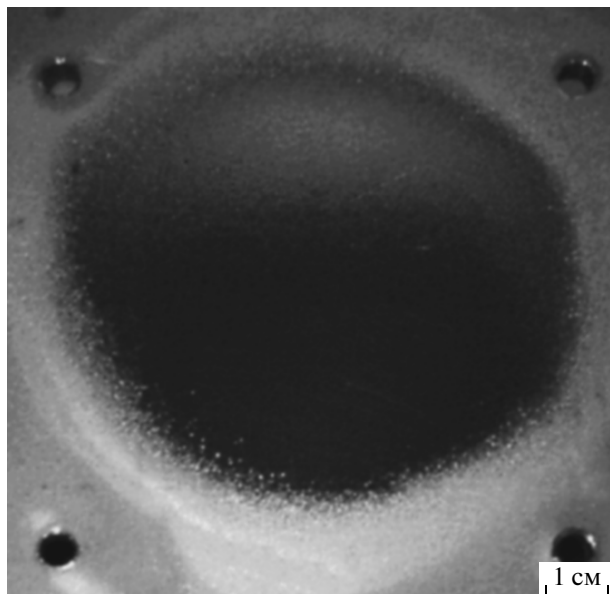


Рис. 5. Автограф пучка на пластине из нержавеющей стали.

сплава происходит путем последовательного напыления нанопленки и ее смешения с материалом подложки в едином вакуумном цикле. Количество циклов напыления и смешения определяется требуемой толщиной сплава.

Для примера на рис. 6 приведено распределение элементов по глубине для сплава Ni–Cu на медной подложке. Видно, что в данном случае общая толщина сплава составляет 17 мкм. При этом первые 10 мкм от поверхности – это практически чистый никель с небольшой примесью меди, а последующие 7 мкм – это переходная область, где концентрация меди меняется от единиц процентов до 100%. Наличие достаточно толстой переходной области сплава Ni–Cu должно обеспечивать плавное изменение механических и других свойств сформированной системы в отличие от резкого изменения этих свойств в случае напыления пленки без сплавления с подложкой. При подобном сплавлении отслоение покрытия или его разрушение практически исключаются.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, создана первая комбинированная установка РИТМ-СП для формирования тонких слоев сплавов на поверхности изделия в едином вакуумном цикле, содержащая источник низкоэнергетических сильнофокусированных электронных пучков и устройство ионно-плазменного нанесения покрытий на основе магнетронного разряда. Формирование сплавов происходит путем последовательного напыления нанопленки и ее жидкофазного смешения с материалом подложки

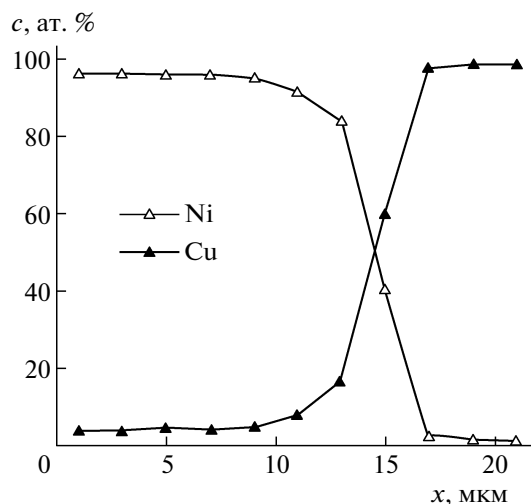


Рис. 6. Профили элементов в сформированном поверхностном сплаве Ni–Cu.

в едином вакуумном цикле. Количество циклов напыления и смешения определяется необходимой толщиной поверхностного сплава.

Предварительные испытания установки показали достаточную стабильность ее основных технических характеристик и надежность работы. Установка позволяет формировать поверхностные сплавы толщиной от десятков нанометров до десятков микрон.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ № 11-08-01271-а и № 11-08-98041-р_сибирь_а.

Авторы выражают благодарность Е.Л. Прядко и К.В. Карлику за помощь в создании установки и проведении измерений.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Anders A. Cathodic Arcs: from Fractal Spots to Energetic Condensation. NY: Springer, 2008. P. 363–477.
2. Кузьмичёв А.И. Магнетронные распылительные системы. Книга 1: Введение в физику и технику магнетронного распыления. Киев: Аверс, 2008.
3. Ozur G.E., Proskurovsky D.I., Rotshtein V.P., Markov A.B. // Laser & Particle Beams. 2003. V. 1. P. 157.
4. Raharjo P., Uemura K., Okada A., Uno Y. // Proc. VII Int. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. Томск: Изд-во ИОА СО РАН, 2004. P. 263.
5. Rotshtein V.P., Ivanov Yu.F., Markov A.B. et al. // Surface & Coatings Technology. 2006. V. 200. P. 6378.
6. Uno Y., Okada A., Uemura K. et al. // Precision Engineering. 2005. V. 29. P. 449.
7. Озур Г.Е., Проскуровский Д.И., Карлик К.В. // ПТЭ. 2005. № 6. С. 58.
8. Ротштейн В.П., Марков А.Б., Шевченко Н.А. и др. // Письма ЖТФ. 2008. Т. 34. № 20. С. 65.