

УДК 621.793.72

Исследование поверхностной плотности микрокапель в титановых покрытиях, полученных в вакуумно-дуговом испарителе с арочным магнитным полем

Гранкина О.О., студент

*Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана,
Кафедра «Плазменные энергетические установки»*

Гранкина Т.О., студент

*Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана,
Кафедра «Плазменные энергетические установки»*

*Научный руководитель: Кириллов Д.В., ассистент
Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана*

[*kirillovdy@bmstu.ru*](mailto:kirillovdy@bmstu.ru)

Введение

Вакуумно-дуговые испарители активно используются в машиностроении для нанесения различных износостойких, коррозионностойких, селективных, жаростойких и антифрикционных покрытий.

Особенностью вакуумно-дугового разряда является наличие в плазменном потоке микрокапель материала испаряемого катода, что приводит к неоднородности покрытий. Это снижает их служебные характеристики, в частности, антикоррозионные, декоративные, оптические и др.

Несмотря на всё более широкое применение дуговых испарителей в технологии осаждения покрытий, как в отечественной, так и в зарубежной литературе мало внимания уделено изучению микрокапельной фазы в продуктах эрозии катода. Недостаточно данных о размерах, форме капель, их количестве, массовой доли капель в покрытии.

В работе [1] приведены исследования титанового покрытия, осаждённого дуговым испарителем с расходящимся магнитным полем при наличии азота в разрядном промежутке. Минимальный диаметр, зафиксированный среди обнаруженных капель, составил 0,1 мкм. Указывается, что максимальный диаметр капель составляет 40 мкм. Приведено распределение числа капель в зависимости от их размера для покрытия TiN при разных значениях давления и расположения образцов относительно катода. Показано, что общей тенденцией для всех построенных кривых является монотонный рост числа

капель с уменьшением их диаметра. Минимальный диаметр, который учитывался при построении зависимостей, составил 2 мкм.

В работе [2] были приведены результаты изучения поверхности покрытий TiN, CrN, TiBN, полученных при напылении испарителем, работающем при постоянном токе разряда и в импульсном режиме. Указывается, что в основном наблюдались капли небольшого размера с диаметром меньше, чем 1 мкм. Капли с диаметром более чем 10 мкм практически не наблюдались. В статье приведена зависимость числа капель от их диаметра для различных материалов покрытий и режимов. Установлено, что количество капель снижается при применении импульсного режима, по сравнению с режимом постоянного тока на 15% для TiN и на 8% для TiBN.

В работе [3] были исследованы пленки аморфного углерода, Ti и Au, нанесенные на кремниевую подложку вакуумно дуговым методом с магнитной сепарацией капель. Сообщается, что капли имеют размеры от 0.2 до 100 мкм. Представлены функции распределения капель по размерам для Ti и Au. На алмазоподобных плёнках и плёнках золота были обнаружены капли с размером меньшим, чем 100 нм. В работе также отмечено, что число капель уменьшается с увеличением температуры плавления материала катода, а размер микрокапель связан с размером катодного пятна.

В работах [4,5] изучалось распределение размеров капель и их массовая доля в покрытиях Ti и TiN при работе дугового испарителя с расходящимся и арочным магнитным полем. Показано, что наличие арочного магнитного поля приводит к снижению размеров капель и их массовой доли в покрытии.

Таким образом, в отечественных и зарубежных публикациях не достаточно освещён вопрос о влиянии индукции магнитного поля и его конфигурации на размеры микрокапель, в особенности влияния магнитного поля арочной конфигурации, предложенной для удержания катодного пятна ещё в 1959 году [6].

Целью работы является исследование микрокапельной фазы в покрытии, осаждённом вакуумным дуговым испарителем с арочным магнитным полем, в микро и нано диапазоне и получение данных о поверхностной плотности микрокапель различного диаметра.

Оборудование

По имеющимся данным [1-5] размеры микрокапель могут быть как менее 0,1 мкм, так и более 10 мкм. Для измерения размеров капель в столь широком диапазоне использовалось два типа микроскопов. Для измерения микрокапель размером более 1

мкм применялся конфокальный микроскоп Carl Zeiss Axio Imager.Z2m с лазерным сканирующим модулем LSM700. Для капель размером менее 1 мкм применялся атомно-силовой сканирующий микроскоп Bruker ScanAsyst MultiMode8.

Конфокальный микроскоп сочетает в себе два метода получения изображения: традиционная оптическая микроскопия и лазерная конфокальная микроскопия. Микроскоп оборудован объективами EC Epiplan – APOCHROMAT- NEOFLUAR 10x, 20x, и Epiplan – APOCHROMAT 50x, 100x. Наилучшее пространственное разрешение микроскопа составляет 120 нм при поле сканирования 123x123 мкм, разрешение по вертикали 10 нм.

Измерения на атомно-силовом микроскопе проводились в контактом режиме кремниевым кантивером модели SCANASYST-AIR с радиусом закругления острия 25 нм.

Покрyтия на образцы осаждались торцевым вакуумным дуговым испарителем (рис. 1) с диаметром катода 150 мм и с управляемым движением катодных пятен [7]. Дуговой испаритель оснащен электромагнитной системой, которая создаёт на поверхности катода арочное магнитное поле и позволяет изменять величину и конфигурацию магнитного поля. Положение и скорость движения катодного пятна определяется величиной и соотношением токов в катушках магнитной системы (рис. 1). При этом изменялся радиус и скорость кругового движения катодного пятна [8].

Величина индукции магнитного поля определялась Gaussmeter GM-2 AlphaLab Inc. на расстоянии 1 мм от поверхности катода в точке 4 (рис. 1) под аркой магнитного поля.

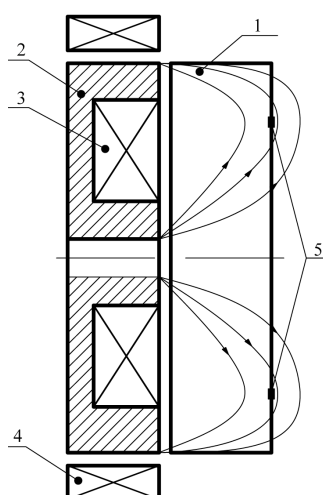


Рис. 1. Схема дугового испарителя: 1 - катод, 2 – магнитопровод, 3 – внутренняя электромагнитная катушка, 4 – внешняя электромагнитная катушка 5- положение катодной привязки

Эксперимент

В используемой методике время осаждения покрытия подбиралось таким образом, чтобы можно было измерить размеры каждой капли в отдельности, а толщина покрытия была меньше или соизмерима с размерами капель. Это делалось для того, чтобы избежать трудностей и неточностей, связанных с тем, что в толстых покрытиях (более, чем несколько сот нанометров) при большом времени нанесения, капли накладываются друг на друга, а толщина плёнки сопоставима с размерами капель.

Покрытия наносились на образцы размером 50x30 мм и толщиной 3 мм из флоат-стекла М1. Подготовленные и очищенные образцы устанавливались на подложкодержатель на расстоянии 240 мм от катода перпендикулярно потоку плазмы (рис. 2). Катод испарителя был изготовлен из титана марки ВТ1-0. При достижении в вакуумной камере остаточного давления 1.6×10^{-3} Па, в камеру напускался аргон до давления 1.5×10^{-2} Па. Покрытия наносились при постоянном токе разряда 140 А и индукции арочного магнитного поля 12,5 мТл.

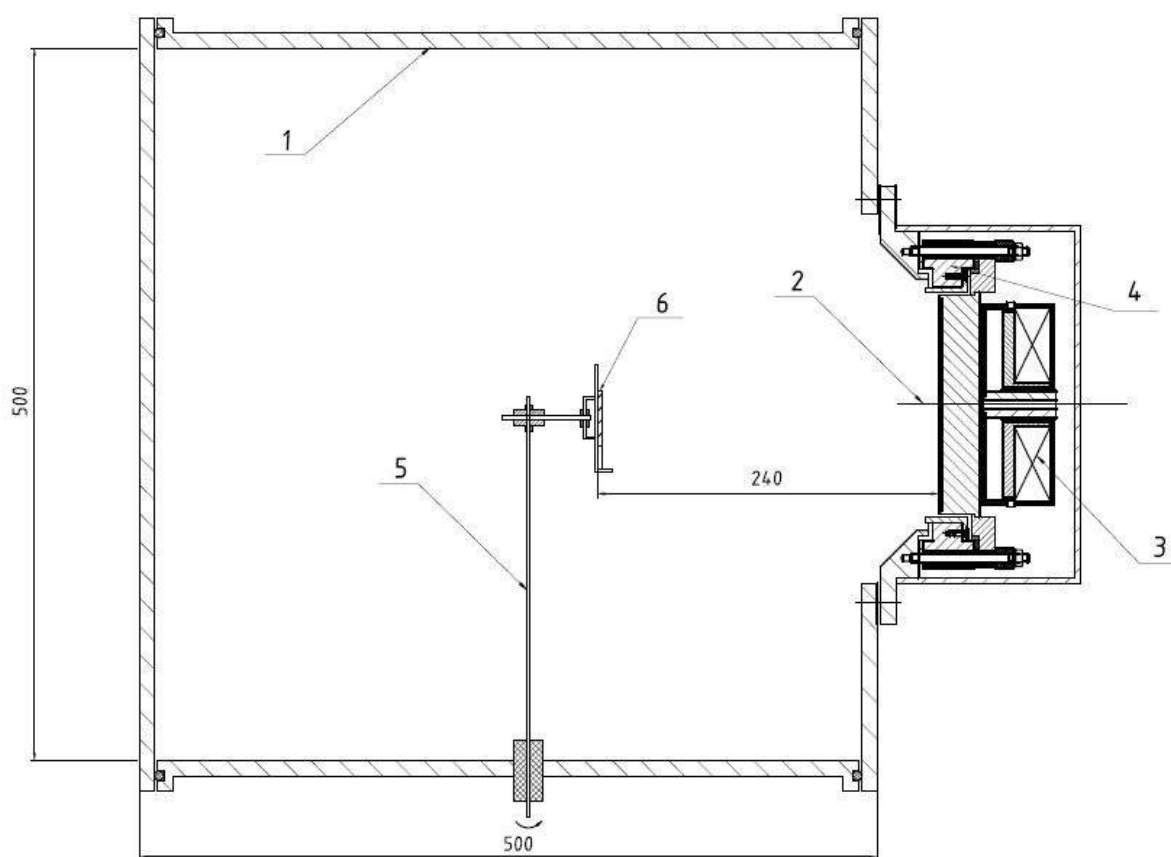
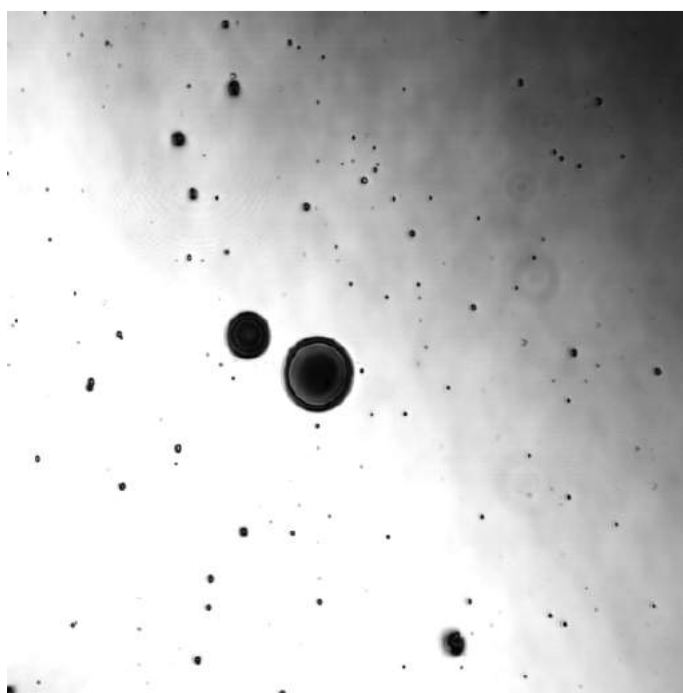


Рис. 2. Схема нанесения покрытия: 1 – камера испарителя; 2 – катод-мишень; 3 – магнитная катушка; 4 – нейтральная вставка; 5 – подложкодержатель; 6 – подложка;

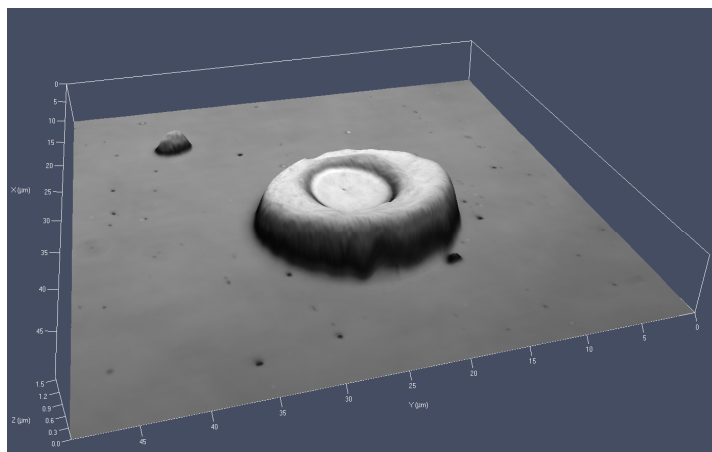
Перед началом осаждения покрытия дуговой испаритель закрывался заслонкой, поджигался дуговой разряд, и производилась очистка катода в течение 30 секунд. Затем в течение 5 с производилось напыление покрытия. При таком времени осаждения толщина покрытия составляет 65 нм. Это даёт возможность проводить измерение размеров каждой капли в отдельности, так как размеры капель не меняются в результате осаждения покрытия на их поверхность и, при этом, капли не замуровываются в растущем покрытии.

При проведении измерений на оптическом микроскопе, для каждого образца был сделан ряд снимков объективом 100x размером 128x128 мкм с разрешением 512x512 пикселей для измерения капель с диаметром от 1 - 10 мкм и ряд снимков объективом 50x размером 69x69 мкм с разрешением 512x512 пикселей для подсчёта количества капель диаметром более 10 мкм (рис. 3).

Снимки были сделаны в центральной области образцов. Далее с помощью программного обеспечения микроскопа проводились измерения диаметров микрокапель на каждом из снимков. При этом определялась и фиксировалась площадь, на которой проводились измерения. Всего для построения плотности распределения капель по поверхности было проведено не менее 400 измерений.



a)



б)

Рис. 3. Топография поверхности образцов с титановым покрытием: а) снимок поверхности образца титанового покрытия; б) крупная капля (сканирование в конфокальном режиме) на поверхности подложки

Исследование микрокапель в диапазоне размеров менее 1 мкм проводилось на атомно-силовом микроскопе. Для каждого образца был сделан ряд снимков размером 100x100 мкм с разрешением 903x924 пикселей для измерения капель с диаметром от 0,5 - 1 мкм и ряд снимков размером 10x10 мкм с разрешением 899x924 пикселей для измерения капель диаметром до 0,5 мкм (рис. 4).

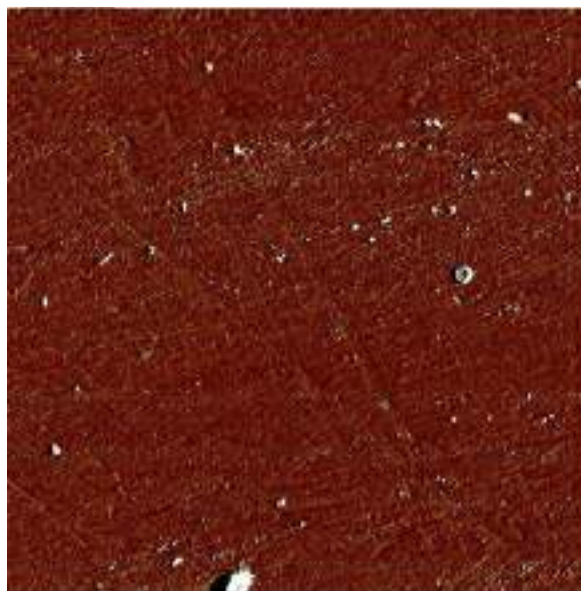


Рис. 4. Снимок поверхности образца с титановым покрытием

Измерение размеров микрокапель проводилось с помощью программного обеспечения микроскопа по схеме, аналогичной предыдущей: диаметр капель

измерялся на соответствующей площади поверхности до достижения достаточного количества измерений.

Результаты измерений

На основании полученного массива размеров капель на известной площади было построено распределение числа капель в зависимости от их размеров. Для этого диапазон диаметров капель в выборке был разбит на группы по диаметрам с интервалом равным 0,1 мкм: $d_i < d < d_i + 0.1$ мкм.

Для определения поверхностной плотности капель N_i/S с диаметрами, лежащими в диапазоне i , использовалось следующее соотношение:

$$\frac{N_i}{S} = \frac{\sum N_{k,i}}{\sum S_k}, \quad (1)$$

где k - номер обработанного снимка,

$N_{k,i}$ - количество капель с диаметрами, лежащими в диапазоне i на снимке k ,

S_k - площадь снимка k ,

$\sum S_k$ - сумма площадей всех обработанных снимков.

После обработки массива экспериментальных данных по выражению (1) строилась зависимость распределения поверхностной плотности капель при различных диаметрах (рис. 5).

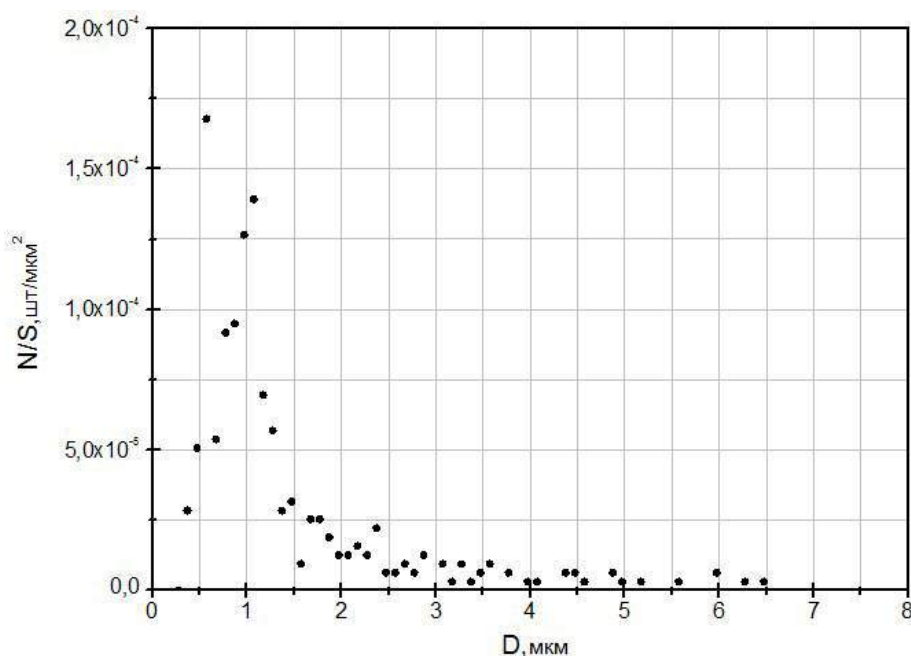


Рис. 5. Поверхностная плотность капель в титановом покрытии при различных диаметрах (катод ВТ1-0, магнитное поле на поверхности катода 12,5 мТл, ток разряда 140 А)

Из полученных данных следует, что микрокапли в титановом покрытии, осажённом вакуумно-дуговым испарителем с арочным магнитным полем, имеют

размеры от 30 нм до нескольких десятков микрон. Распределение капель по размерам имеет ярко выраженный максимум в области 0,6 мкм. При этом число капель, поступающих на единицу поверхности в единицу времени составляет 168 капель/(мм²·с).

Вывод

В данной работе было показано, что капли имеют размер от 30 нм до нескольких десятков микрон. При этом, минимальный диаметр, зафиксированный среди обнаруженных капель, составил 0,3 мкм, максимальный – 21 мкм. Полученное распределение имеет максимум при размере капель около 0,6 мкм. По виду распределения было установлено, что до наблюдаемого максимума распределения с уменьшением диаметра капель значение поверхностной плотности капель резко снижается. Поверхностная плотность капель с ростом их диаметра после максимума медленно и монотонно снижается, что согласуется с результатами работ [1-5] для капель диаметром более 1 мкм.

Список литературы

1. Аксенов А. И. Вакуумная дуга в эрозионных источниках плазмы / под общ. ред. И.М. Неклюдова, В.М. Шулаева. Харьков: ННЦ «ХФТИ», 2005. С. 212.
2. Keutel K.; Fuchs H.; Mecke H.; Edelmann Chr. Modified pulse arc deposition for reducing of droplet emission // XVIIIth. International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum, Eindhoven, Niederlande, 17.-21. August 1998, Proceedings, P. 562-565.
3. Monteiro O., Anders A.. Vacuum Arc Generated Macroparticles in the Nanometer Range // IEEE Transactions on plasma science. 1999. Vol. 27. P 1030-1033; DOI: 10.1109/27.782276.
4. Береговский В.В, Марахтанов М.К., Духопельников Д.В, Щуренкова С.А. Объемное содержание и дисперсный состав капельной фазы в покрытиях, полученных вакуумно-дуговым методом на установке Platit π-80 // Упрочняющие технологии и покрытия. 2009. № 1. С. 3-5.
5. Береговский В.В., Духопельников Д.В., Марахтанов М.К., Щуренкова С.А. Сравнительный анализ капельной фазы в покрытиях, полученных методом вакуумно-дугового осаждения на установках типа ННВ и Platit π80 // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2008. №4. С. 29-32. Электрон. журн. Режим доступа: http://vestnik.magtu.ru/content_en/Vestnik%20MSTU%20for%202008,%20Number%204.pdf (дата обращения 20.09.2014).
6. Кесаев И.Г., Пашкова В.В. Электромагнитная фиксация катодного пятна // Журнал технической физики. 1959. Т. 29. № 3, С. 287-298.

7. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Рязанов В.А., Чжо Вин Наинг. Оптимизация траектории движения катодного пятна для повышения равномерности выработки катода вакуумного дугового испарителя // Инженерный журнал: наука и инновации. 2013. № 10 (22). С. 42. Режим доступа:
<http://engjournal.ru/catalog/machin/plasma/1042.html> (дата обращения 20.09.2014).
8. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Щуренкова С.А. Динамика движения катодных пятен по поверхности катода в поперечном магнитном поле // Наука и образование. МГТУ им. Н.Э. Баумана. Электрон. журн. 2012. № 1. Режим доступа:
<http://technomag.bmstu.ru/doc/256359.html> (дата обращения 20.09.2014).