

УДК 621.793

Ю. А. СЫСОЕВ

Национальный аэрокосмический университет им. Н. Е. Жуковского «ХАИ», Украина

ОСОБЕННОСТИ КОНДЕНСАЦИИ КАПЕЛЬНОЙ ФАЗЫ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО РАЗРЯДА НА ЭТАПЕ ИОННОЙ ОЧИСТКИ

Приведены результаты изучения конденсации капельной фазы вакуумно-дугового разряда в процессе ионной очистки поверхности образца. Оценены числа Вебера для микрокапель титана различной формы: они сохраняют сферическую форму при значении числа Вебера $We < 0,03$, имеют приплюснутую форму при $0,06 < We < 0,3$ и форму «атолла» (кольцевую) при $0,3 < We < 0,9$. Отмечено наличие микрокапель со слабой связью с поверхностью, что будет снижать адгезию формируемого покрытия к основе. Обнаружены микрокапли с зернистой структурой, имеющие средний размер зерна, в несколько раз меньший, чем у исходного материала катода. Предложено объяснение данного эффекта.

Ключевые слова: вакуумно-дуговой разряд, ионно-плазменные технологии, ионная очистка, капельная фаза вакуумно-дугового разряда.

Введение

Ионно-плазменные технологии на основе вакуумно-дугового разряда характеризуются наличием макрочастиц (МЧ) в плазменном потоке. В большинстве случаев эта особенность негативным образом влияет на качество получаемых покрытий, увеличивая их неоднородность, шероховатость и т.п. В ряде техпроцессов, например получения покрытий для оптики и микроэлектроники, их наличие крайне нежелательно. В этих случаях для устранения МЧ из плазменного потока применяют различные способы и сепарирующие устройства [1]. Существует также ряд технологических процессов, построенных именно на свойстве катодного пятна вакуумной дуги генерировать МЧ. К ним относятся, в частности, процессы получения геттерных покрытий с высокой шероховатостью поверхности [2] и мелкодисперсных порошков тугоплавких металлов [3].

Понимание особенностей конденсации МЧ необходимо во многих случаях: при повышении качества формируемых покрытий (в том числе адгезии), увеличении эффективности плазменных фильтров, получении мелкодисперсных порошков. Поэтому исследования конденсации микрокапель из плазмы вакуумно-дугового разряда, в том числе и на этапе ионной очистки поверхности, являются актуальными.

2. Анализ состояния вопроса

К настоящему моменту известно значительное количество публикаций по исследованию капельной фазы вакуумно-дугового разряда, большая часть из которых обобщена в монографиях [1, 4]. В результа-

те выполненных работ установлено, в частности, следующее:

– эмиссия МЧ происходит в катодном пятне вакуумной дуги при формировании на поверхности катода эрозионных кратеров; причиной генерации и ускорения капель металла является высокое давление ионного потока;

– основная масса МЧ находится в расплавленном состоянии с размером капель от единиц нанометров до десятков микрометров;

– количество МЧ уменьшается с увеличением их размеров по экспоненциальному закону;

– увеличение интегральной температуры катода приводит к увеличению количества капель в плазменном потоке;

– наличие отрицательного потенциала на подложке уменьшает количество МЧ (особенно небольших размеров), попадающих на нее;

– с увеличением количества МЧ в плазменном потоке увеличивается количество макродефектов в покрытии – шероховатость и пористость, одновременно возрастает неоднородность физических свойств по поверхности и объему конденсата, связанная с различным химическим составом МЧ и плазменного конденсата.

Наличие микрокапель в плазменном потоке, доля которых в зоне взаимодействия металлической плазмы вакуумно-дугового разряда с подложкой достигает 6 % всей массы продуктов эрозии титанового катода [5], вносит свои особенности в процесс ионной очистки. Поскольку МЧ при очистке достигают обрабатываемой поверхности и осаждаются на ней, естественно предположить, что на этом этапе происходит «загрязнение» очищаемой поверхности МЧ, тем большее, чем больше время очистки. Явле-

ние «загрязнения» МЧ поверхности подложки при ионной (финишной) очистке металлической плазмой титана, практически не изучено, а имеющиеся данные противоречивы [6]. Также неизученным является вопрос влияния образовавшегося в процессе ионной очистки слоя из микрокапель на адгезию покрытия.

Целью работы является изучение особенностей конденсации капельной фазы вакуумно-дугового разряда на обрабатываемую поверхность в процессе ионной очистки.

2. Методика экспериментов

Исследование выполнено на установке «Булат-3». Схема проведения эксперимента показана на рис. 1.

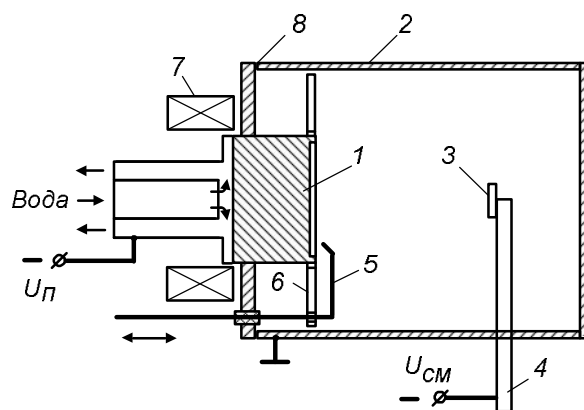


Рис. 1. Схема получения конденсатов для исследования капельной фазы:

- 1 – катод; 2 – камера-анод; 3 – образец;
4 – подложкодержатель; 5 – поджигающий электрод;
6 – дополнительный электрод;
7 – соленоид; 8 – изолятор

Источником плазмы в экспериментах служил вакуумно-дуговой испаритель с автостабилизацией катодного пятна [1]. В качестве материала катода источника плазмы использовали титан марки ВТ1-00. Образец, на котором получали конденсат из плазменного потока, размещали на подложкодержателе в центре вакуумной камеры. Расстояние между рабочей поверхностью катода и образцом составляло 0,3 м. На подложкодержатель подавалось постоянное и пульсирующее отрицательное смещение $U_{см}$ величиной 800 ... 1500 В (режим ионной очистки). Ток дугового разряда во всех экспериментах равнялся 100 А. Давление в камере при получении конденсатов не превышало $5 \cdot 10^{-3}$ Па.

Образцы изготавливали в виде пластинок 15x15x4 мм из нелегированной стали Ст3кп. Перед размещением в камере поверхность пластинок пред-

варительно полировали и очищали растворителями по стандартной методике. Время осаждения конденсата на образцы варьировали в диапазоне 30 ... 90 с.

Конденсат с капельной фазой исследовали с помощью электронного растрового микроскопа РЭМ-106. Для изучения поперечных шлифов конденсатов (в целях исследования формы микрокапель) образцы помещали в центр цилиндрической оправки из стали Ст3 с внутренним диаметром 20 мм и заливали сплавом Вуда. Затем торцевую поверхность оправки с образцом подготавливали к исследованию путем многократной шлифовки и полировки с последующим обезжириванием.

3. Результаты и обсуждение

Общий вид поверхности образцов после обработки показан на рис. 2.

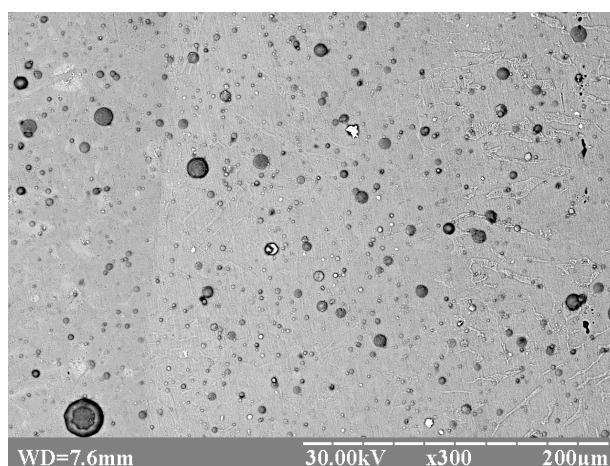


Рис. 2. Поверхность с микрокаплями в отраженных электронах: $U_{см} = 1,1$ кВ (постоянное); $t = 90$ с

При соударении с поверхностью образца большинство микрокапель принимают приплюснутую форму (рис. 3, а), некоторые – кольцообразную форму, называемую формой «атолла» [7] (рис. 3, б), имеются и капли сферической формы (рис. 3, в).

Форма, принимаемая каплями при ударе о поверхность, зависит от их температуры (расплавлена капля или нет), скорости и массы. Характерный диаметр капель приплюснутой формы до 10 мкм, капель, имеющих структуру типа «атолл», – несколько десятков микрометров, капель сферической формы – единицы микрометров и меньше. Подобная форма капель определяется, как и в случае взаимодействия капелек воды с преградой (близость в характере растекания воды и металлов при ударе объясняется высокой плотностью и небольшой вязкостью расплавленных металлов [8]), числом Вебера We – соотношением между силами инерции жидкости и поверхностного натяжения

$$We = \frac{\rho v^2 r_{\text{кап}}}{\sigma_{\text{п}}}, \quad (1)$$

где ρ – плотность жидкого металла; v – скорость капли в момент удара о поверхность; $r_{\text{кап}}$ – радиус капли, $\sigma_{\text{п}}$ – поверхностное натяжение жидкого металла.

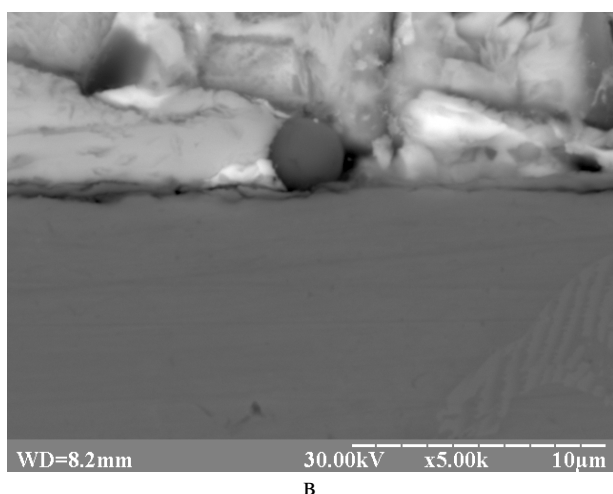
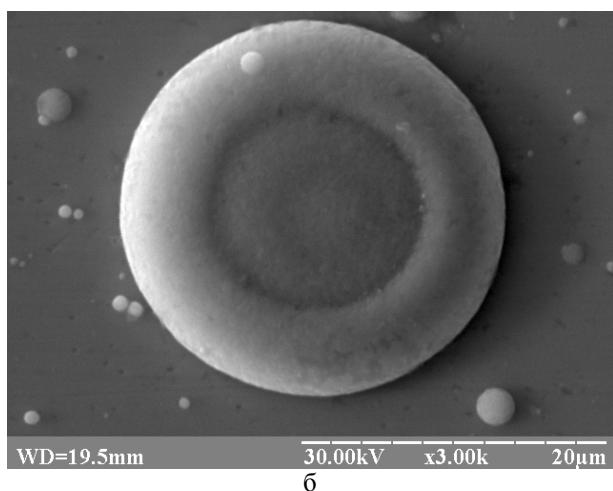
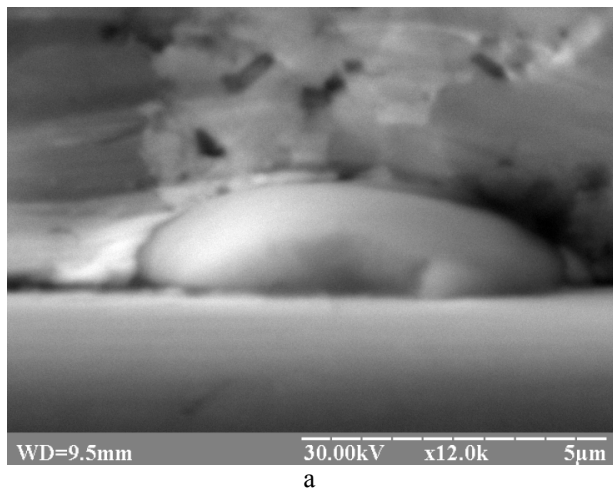


Рис. 3. Форма микрокапель на поверхности образцов (снимки во вторичных электронах)

При небольших размерах капля силы, связанные с поверхностью, доминируют и капли сохраняют форму, близкую к сферической. При увеличении размера капелек инерционные силы увеличиваются, приводя к сплющиванию капель. При дальнейшем увеличении размера капля при взаимодействии с поверхностью распадается в кольцо.

Для капля титана ($\rho = 3,8 \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$ [9], $\sigma_{\text{п}} = 1558 \text{ мН/м}$ [10], наиболее вероятная скорость $v = 5 \text{ м/с}$ [1]) по полученным из экспериментов данным, согласно (1), можно оценить числа Вебера для каждого случая. Капли титана сохраняют сферическую форму при $We < 0,03$, имеют приплюснутую форму при $0,06 < We < 0,3$ и форму «атолла» (кольцеобразную) при $0,3 < We < 0,9$. Полученные диапазоны значений чисел Вебера носят оценочный характер, поскольку значения ρ , $\sigma_{\text{п}}$, v достаточно условны.

Если капля не образует прочного соединения (не сваривается) с поверхностью образца, то в дальнейшем она легко может удалиться, оставив после себя характерный след (на рис. 4 показано стрелками). Такой след капля, попавших на поверхность в начале процесса и удалившихся после его окончания, виден вследствие подачи пульсирующего высоковольтного напряжения (однопериодное выпрямление) на подложкодержатель, при котором наряду с распылением идет процесс осаждения пленки.

Необходимая для приваривания расплавленных частиц их деформация обеспечивается скоростью частиц, минимальное значение которой для частиц диаметром 100 мкм составляет 5 м/с [8].

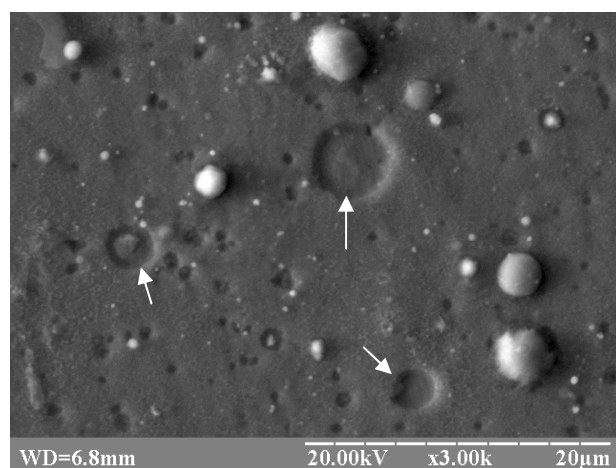


Рис. 4. Следы, оставленные микрокаплями на поверхности образца (снимок во вторичных электронах): $U_{\text{см}} = 1,1 \text{ кВ}$ (пульсирующее); $t = 90 \text{ с}$

Наличие микрокапель со слабой связью с поверхностью, образовавшихся на ней в процессе ионной очистки, по всей вероятности, характеризующихся малой скоростью, будет снижать адгезию в

дальнейшем формируемого покрытия к основе.

На некоторых достаточно крупных каплях диаметром ~ 5 мкм и более видна зернистая структура материала. На рис. 5 показана микрокапля кольцеобразной формы с зернистой структурой.

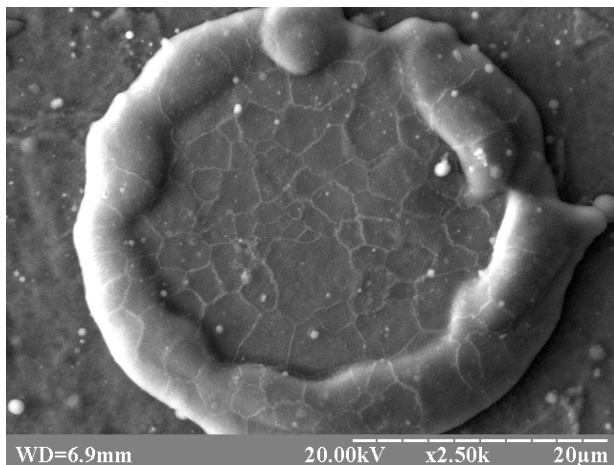


Рис. 5. Капля кольцеобразной формы с зернистой структурой (снимок во вторичных электронах)

Средний размер зерна титана в микрокаплях лежит в диапазоне 1 ... 5 мкм. Исходный размер среднего зерна материала катода имеет значение ~ 15 мкм (α -твердый раствор ВТ-1 [11]).

Наблюдаемую на фотографиях зернистую структуру микрокапель можно объяснить следующим образом. При попадании капли в самом начале процесса обработки, когда поверхность образца еще холодная, происходит ее быстрая кристаллизация. Время кристаллизации $t_{кр}$ расплавленных или частично расплавленных частиц определяется зависимостью [8]

$$t_{кр} = \frac{h^2}{a(2\beta)^2}, \quad (2)$$

где h – толщина расплава (при расплавленной капле ее радиус); a – коэффициент температуропроводности; β – корень характеристического уравнения кристаллизации.

Время кристаллизации, рассчитанное в [12] для микрочастиц никеля и окиси циркония диаметром 40 мкм, имеет значение $(1,5 \dots 5,9) \cdot 10^{-5}$ и $(0,4 \dots 1,5) \cdot 10^{-4}$ с соответственно. Такой же порядок время кристаллизации имеет и для микрочастиц титана. Столь высокие скорости кристаллизации объясняют формирование зерен со средним размером, в несколько раз меньшим по сравнению с исходным материалом катода. Проявлению зернистой структуры способствует также ионная бомбардировка, которая для капель, попавших на поверхность в начале процесса, происходит практически в течение

всей обработки. Капли, попадающие на поверхность образца после ее прогрева, имеют большее время кристаллизации, отсюда размеры зерен таких капель будут большими и могут сравниться с размерами самой капли. Кроме того, малое время бомбардировки не способствует проявлению зернистой структуры материала.

Выводы

1. Капли титана, осаждающиеся на подложку, имеют размеры от нескольких сотен нанометров до нескольких десятков микрометров. Они сохраняют сферическую форму при значении числа Вебера $We < 0,03$, имеют приплюснутую форму при $0,06 < We < 0,3$ и форму «атолла» (кольцевую) при $0,3 < We < 0,9$. Полученные диапазоны значений чисел Вебера носят оценочный характер.

2. Наличие микрокапель со слабой связью с поверхностью (по всей вероятности, из-за малой скорости капель), образовавшихся на ней в процессе ионной очистки, будет снижать адгезию в дальнейшем формируемого покрытия к основе.

3. Обнаружены микрокапли с зернистой структурой, имеющие средний размер зерна, в несколько раз меньший, чем у исходного материала катода. Такой эффект может быть объяснен высокой скоростью кристаллизации микрокапель, попадающих на подложку в начальный момент обработки, и воздействием ионной бомбардировки в течение всего времени обработки.

Литература

1. Вакуумная дуга: источники плазмы, осаждение покрытий, поверхностное модифицирование [Текст] / И. И. Аксенов, А. А. Андреев, В. А. Белоус, В. Е. Стрельницкий, В. М. Хороших. – К. : Наук. думка, 2012. – 727 с.
2. Пат. 2361014 Российская Федерация, МПК С23 С14/40. Способ вакуумно-дугового нанесения покрытий [Текст] / А. А. Лисенков, В. Т. Барченко, В. Д. Гончаров и др.; Заявитель и патентообладатель Институт проблем машиноведения РАН. – № 2007141668/02; заявл. 06.11.2007; опубл. 21.07.2009.
3. Пат. 2395369 Российская Федерация, МПК В22 F9/12. Способ получения мелкодисперсных порошков [Текст] / А. А. Лисенков, В. Т. Барченко, В. Д. Гончаров и др.; Заявитель и патентообладатель Институт проблем машиноведения РАН. – № 2008128362/02; заявл. 18.09.2008; опубл. 27.07.2010.
4. Anders, A. Cathodic Arcs – From Fractal Spots to Energetic Condensation [Text] / A. Anders. – Springer, 2008. – 540 p.
5. Егоров, В. Д. Фазовый состав плазмы, гене-

- рируемой стационарной вакуумной дугой [Текст] / В. Д. Егоров, В. В. Клубович, А. А. Литвинов // Физика и химия обработки материалов. – 1992. – № 6. – С. 69–75.
6. Исследование эффектов модификации поверхности металлических подложек, подвергнутых ионно-плазменной обработке [Текст] / В. М. Шулаев, В. С. Таран, А. И. Тимошенко, В. В. Гасилин // Вопросы атомной науки и техники. – 2011. – № 6. – С. 184–192. (Серия : Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники).
7. Аксенов, И. И. Потoki частиц и массоперенос в вакуумной дуге: обзор [Текст] / И. И. Аксенов, В. М. Хороших. – М.: ЦНИИАтоминформ, 1984. – 57 с.
8. Кудинов, В. В. Плазменные покрытия [Текст] / В. В. Кудинов. – М.: Наука, 1977. – 184 с.
9. Кипарисов, С. С. Карбид титана. Получение, свойства, применение [Текст] / С. С. Кипарисов. – М.: Металлургия, 1987. – 216 с.
10. Физические величины [Текст] : справочник / А. П. Бабичев, Н. А. Бабушкина, А. М. Братковский и др. ; под. ред. И. С. Григорьева, Е. З. Мейлихова. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 1232 с.
11. Дьяконов, Г. С. Влияние исходного размера зерен, химического состава и температуры деформации на эволюцию структуры в титане при прокатке и разработка режимов получения ультрамелкозернистых листов и прутков [Текст]: автореф. дис. ... канд. техн. наук : 05.16.01 / Григорий Сергеевич Дьяконов ; ФГАОУ ВПО УрФУ. – Екатеринбург, 2011. – 22 с.
12. Барвинок, В. А. Физическое и математическое моделирование процесса формирования мезоструктурно-упорядоченных плазменных покрытий [Текст] / В. А. Барвинок, В. И. Богданович // ЖТФ. – 2012. – Т. 82, Вып. 2. – С. 105–112.

Поступила в редакцию 18.03.2014, рассмотрена на редколлегии 20.05.2014

Рецензент: д-р физ.-мат., ст. науч. сотр., начальник лаборатории В. М. Хороших, Национальный научный центр «ХФТИ», Харьков.

ОСОБЛИВОСТІ КОНДЕНСАЦІЇ КРАПЕЛЬНОЇ ФАЗИ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО РОЗРЯДУ НА ЕТАПІ ІОННОГО ОЧИЩЕННЯ

Ю. О. Сисоєв

Наведено результати вивчення конденсації крапельної фази вакуумно-дугового розряду в процесі іонного очищення поверхні зразка. Оцінено числа Вебера для мікрокрапель титану різної форми : вони зберігають сферичну форму при значенні числа Вебера $We < 0,03$, мають приплюснену форму при $0,06 < We < 0,3$ і форму « атола » (кільцеву) при $0,3 < We < 0,9$. Відзначено наявність мікрокапель зі слабким зв'язком з поверхнею, що буде знижувати адгезію формованого покриття до основи. Виявлено мікрокраплі з зернистою структурою, що мають середній розмір зерна, в кілька разів менший, ніж у вихідного матеріалу катода. Запропоновано пояснення даного ефекту.

Ключові слова: вакуумно-дуговий розряд, іонно-плазмові технології, іонне очищення, крапельна фаза вакуумно-дугового розряду.

FEATURES CONDENSATION OF MICROPARTICLES OF VACUUM ARC ON PHASE OF ION CLEANING

Yu. A. Sisoiev

Presents the results of the study of condensation macroparticles of vacuum arc during ion cleaning of the sample surface. The Weber numbers was evaluated for titanium macroparticles of various shapes: macroparticles retain the spherical shape at a value of the Weber number $We < 0,03$, have flattened-shape when $0,06 < We < 0,3$ and a form of "atoll" (ring) at $0,3 < We < 0,9$. The presence of microdroplets with weak coupling to the surface was noted, which will reduce the adhesion of the formed coating to the substrate. Microdroplets was discovered with grain structure having an average grain size is several times smaller than that of the cathode source material. Explanation of this effect was proposed.

Key words: vacuum arc discharge, ion-plasma technologies, ion cleaning, microparticles of vacuum arc.

Сисоєв Юрий Александрович – канд. техн. наук, ст. науч. сотр., докторант, доцент кафедры теоретической механики, машиноведения и работомеханических систем, Национальный аэрокосмический университет им. Н. Е. Жуковского «ХАИ», Харьков, Украина, e-mail: JuriiS@ukr.net.