

Система плазменно-ассистированного ВЧ-нанесения покрытий из порошковых диэлектрических материалов

И.И. Ажажа, В.В. Шугуров*

Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия

**chieftainhawk00@gmail.com*

Аннотация. В данной работе приведены результаты разработки и исследования системы плазменно-ассистированного ВЧ-нанесения диэлектрических покрытий из порошковых материалов. Система состоит из мишени диаметром 200 мм с порошковым материалом из которого наносятся покрытия и генератора газовой плазмы «ПИНК». Система позволяет понизить давление нанесения покрытий, значительно повысить скорость нанесения покрытия и позволяет управлять свойствами наносимых покрытий за счёт плазменного ассистирования в процессе осаждения. Исследования проводились на установке электронно-ионно-плазменного инжиниринга поверхности «КОМПЛЕКС», разработанной в лаборатории плазменной эмиссионной электроники ИСЭ СО РАН.

Ключевые слова: диэлектрическое покрытие, плазма, ВЧ-нанесение.

1. Введение

Современный технический прогресс тесно связан с созданием и широким применением новых неорганических материалов со специфическими антифрикционными свойствами. Большое значение в теме антифрикционных покрытий имеют материалы по свойствам схожие с алмазом и его соединениями. Обособленно существуют такие материалы схожие по твердости и другим свойствам близкие к алмазу. Среди этих материалов видное место занимает кубическая модификация нитрида бора (сBN), обладающая «идеальным смазывающим покрытием (ИСП)». Для материалов состава «ИСП» сильно важен коэффициент трения и модуль упругости, которые зависят от сингонии и состава материала. В связи с дороговизной сBN последнее время стали обширно заниматься исследованием и разработкой материала со схожими характеристиками. Такими являются антифрикционные покрытия состава BaMg (БАМ) [1].

2. Нанесения покрытий из порошковых диэлектрических материалов

Были исследованы режимы работы системы и сняты зависимости плотности ионного тока на образцы от мощности ВЧ разряда в атмосфере Ar и $\text{Ar}+\text{N}_2$. Все данные были сняты для 7 значений тока разряда плазмогенератора $I_{\text{П}} = 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50$ А. По этим значениям были построены зависимости плотности тока от ВЧ мощности и напряжения разряда от ВЧ мощности [2].

2.1. Установка инжиниринга поверхности «КОМПЛЕКС»

Эксперименты по нанесению покрытий из порошковых диэлектрических материалов производились на установке КОМПЛЕКС [3], разработанной и созданной в Институте сильноточной электроники СО РАН и входящий в перечень уникальных электрофизических установок России (в составе комплекса УНИКУУМ). Комплексная лабораторная установка «КОМПЛЕКС» электронно-ионно-плазменного финишного модифицирования металлов и сплавов в едином вакуумном цикле состоит из основания, выполненного из промышленного алюминиевого экструдированного Al профиля, камеры объёмной ионно-плазменной обработки со смонтированными на ней электродуговыми испарителями и плазмогенератором «ПИНК», камеры электронно-пучковой обработки со смонтированным на ней электронным источником «СОЛО», трёхкоординатного манипулятора для перемещения и позиционирования деталей, системы вакуумной откачки, системы

охлаждения элементов установки, системы напуска рабочих газов (Ar, N₂), блоков электропитания плазмогенераторов и электронного источника. Установка оснащена автоматизированной системой управления оборудованием выполненной на основе промышленных модулей серии «ОВЕН» и управляющего персонального компьютера. Упрощенная конструкция установки в виде 3D модели представлена на Рис.1а, а фотография внешнего вида на Рис.1б. Габаритные размеры установки (Д×Ш×В) 2000×3500×2600 мм³.

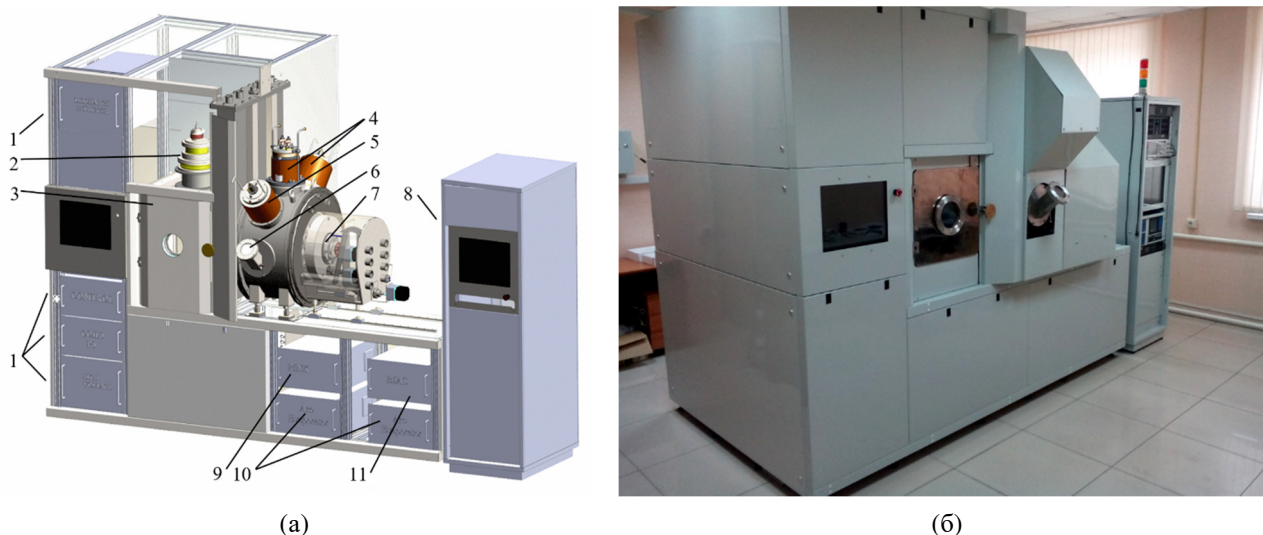


Рис.1. Комплексная лабораторная установка «КОМПЛЕКС». а) – конструкция, б) – внешний вид. 1 – блоки питания электронного источника; 2 – электронный источник «СОЛО»; 3 – камера электронно-пучковой обработки; 4 – дуговые испарители; 5 – плазмогенератор «ПИНК»; 6 – окно камеры объёмной ионно-плазменной обработки; 7 – манипулятор; 8 – стойка управления; 9 – источник питания плазмогенератора «ПИНК»; 10 – источники питания дуговых испарителей; 11 – источник электрического смещения.

2.2. Разрядная система плазменно-ассистированного ВЧ-нанесения покрытий из порошковых диэлектрических материалов.

Технологический процесс нанесения покрытия состоит из следующих этапов. Образец и мишень для напыления помещаются в вакуумную камеру, производится откачка до давления $5 \cdot 10^{-3}$ Па. В камеру подается аргон до давления 0.1–0.4 Па, включается плазменный генератор, подается отрицательное напряжение смещения на подложку для очистки и активации поверхности аргонной плазмой (перед напылением также производилась механическая шлифовка и полировка поверхности). После обработки поверхности и нагрева подложки до температуры 450°C, включается ВЧ-генератор, подключенный к мишени, для инициации процесса распыления материала. Формирование покрытия на поверхности подложки происходит в результате подачи на нее напряжения смещения.

Внешний вид разрядной системы представлен на Рис.2, а её схема – на Рис.3.

Было произведено 3 эксперимента по исследованию горения разряда в газовой плазме.

Общие параметры экспериментов представлены в Таблице 1.

Для исследования разряда на самостоятельность использовался ВЧ генератор для подачи смещения на мишень.

Все данные были сняты для 7 значений тока плазмогенератора.

Из этой зависимости можно сделать вывод, что при малых значениях тока плазмогенератора и малом давлении в камере все зависимости имеют растущий характер, то есть увеличение подводимой ВЧ мощности увеличивает плотность ионного тока за счет ионизации паром распыляемого с мишени материала. При больших значениях тока

плазмогенератора не так сильно видна растущая зависимость, так как увеличение плотности тока по сравнению с плотностью тока газовой плазмы незначительно.

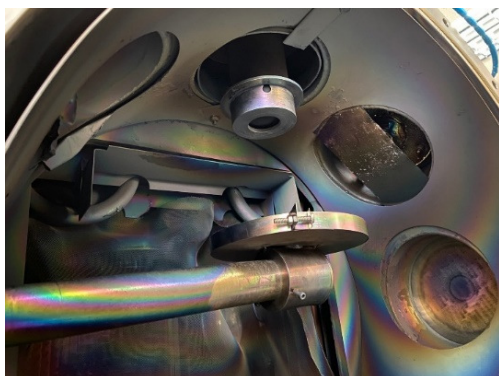


Рис.2. Вид на плазмогенератор «ПИНК» и ВЧ-токовод мишени.

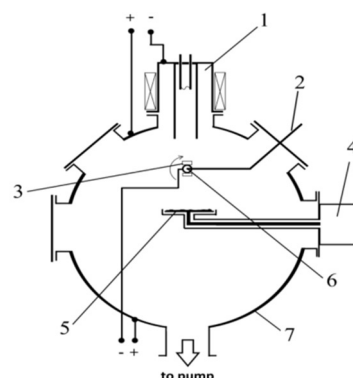


Рис.3. Схема эксперимента исследования разряда в газовой плазме. 1 – плазменный генератор; 2 – термопара; 3 – подложка для напыления; 4 – ВЧ-генератор; 5 – мишень; 6 – держатель для подложки; 7 – вакуумная камера.

Зависимость при токе плазмогенератора 50А носит такой странный характер из-за возможности зажигания стороннего паразитного разряда на границе мишень-держатель, из-за чего возникает скачек по плотности тока разряда.

Таблица 1. Общие параметры экспериментов

Параметр	Значение
Давление Ar, $P(\text{Ar})$, 1;2 эксп., Па	0.1; 0.3
Давление Ar+N ₂ , $P(\text{Ar}+\text{N}_2)$, 3 эксп., Па	0.3
Ток накала, I_n , А	135
Напряжение смещения, В	300
Ток магнитной катушки, I_m , А	1
Площадь коллектора, $S_{\text{колл}}$, см ²	120

Были проведены пробные процессы осаждения покрытия AlMgV₁₄ (БАМ). Подложки-образцы (сплав ВК8 и сталь Р6М5) предварительно очищались в ультразвуковой ванне, были закреплены на подложкодержателе и помещены в камеру. Вторым этапом очистки была очистка в газовом разряде плазмогенератора в течении 15 минут при токе разряда 30 А, смещение, подаваемое на образцы, составляло –990 В, при скважности 75%. После очистки образцы разворачивались к мишени, закрепленной на ВЧ-токовводе, состава AlMgV. Включением ВЧ генератора и согласующего устройства производили подачу 300 Вт мощности для прогрева мишени и ее разгазовывания. При установлении давления мощность подымалась до 700 Вт, так чтобы напряжение горения разряда составляло порядка 1 кВ. Смещение на образцы устанавливалось порядка 100 В со скважностью 50%. Регулировка процесса осуществлялась с помощью изменения отраженной ВЧ мощности и тока накала эмиттера плазмогенератора.

Вольт – амперные характеристики параметров горения разряда представлены на Рис.4–9.

На Рис.10 изображена поверхность пленки AlMgV после проведения процесса измерения толщины «Calotest». Светлый круг в центре – подложка ВК8, темная окружность – измеряемое покрытие. На Рис.11 представлено РЭМ – изображение микроструктуры поверхности покрытия для напряжения смещения 100 В.

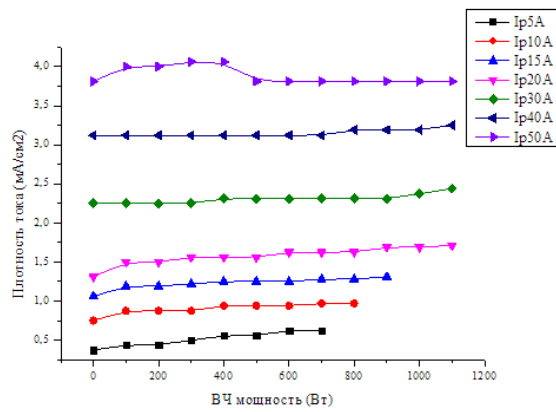


Рис.4. Зависимость плотности тока разряда от ВЧ мощности. $P(\text{Ar}) = 0.1$ Па.

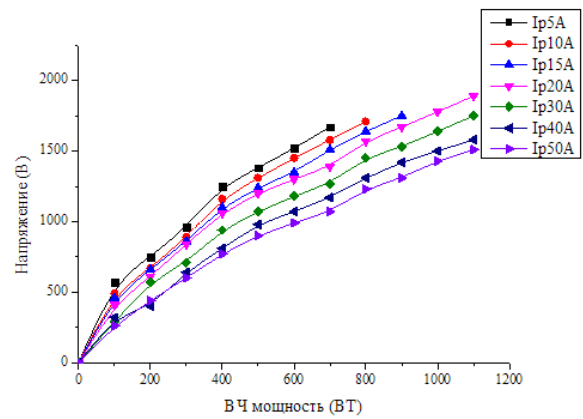


Рис.5. Зависимость напряжения горения разряда от ВЧ мощности. $P(\text{Ar}) = 0.1$ Па.

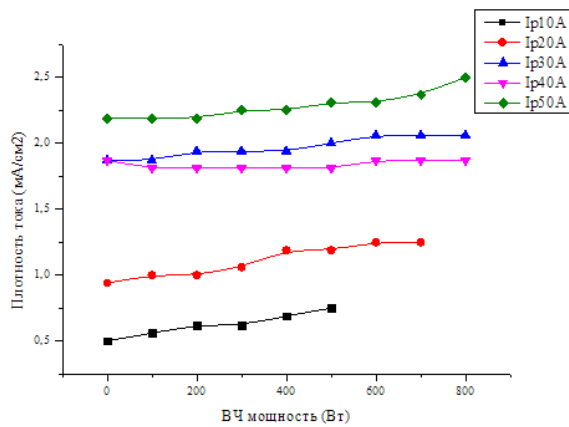


Рис.6. Зависимость плотности тока разряда от ВЧ мощности. $P(\text{Ar}) = 0.3$ Па.

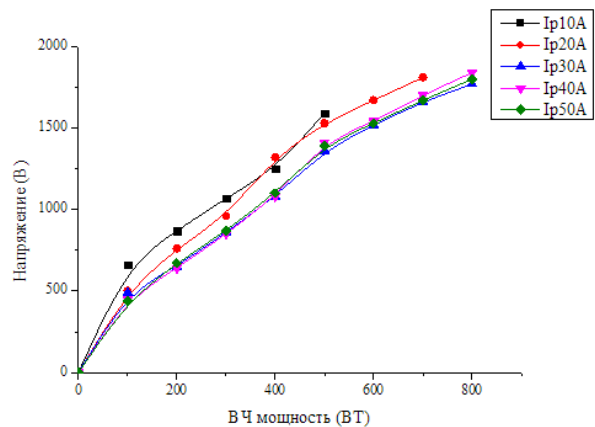


Рис.7. Зависимость напряжения горения разряда от ВЧ мощности. $P(\text{Ar}) = 0.3$ Па.

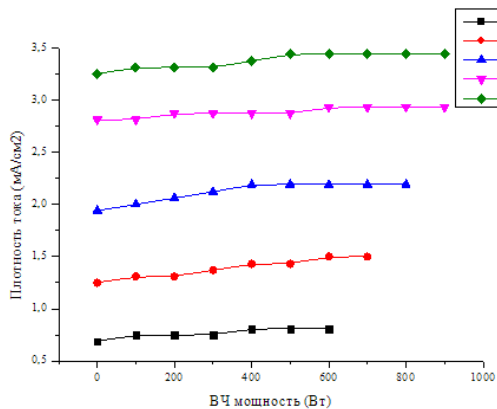


Рис.8. Зависимость плотности тока разряда от ВЧ мощности. $P(\text{Ar}+\text{N}_2) = 0.3$ Па.

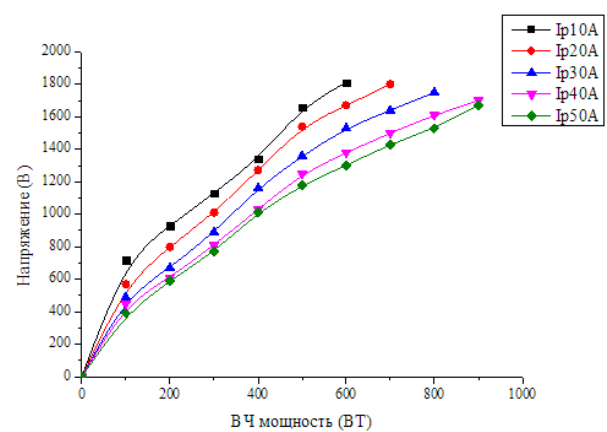


Рис.9. Зависимость напряжения горения разряда от ВЧ мощности. $P(\text{Ar}+\text{N}_2) = 0.3$ Па.

Из рисунков видно, что микроструктура поверхности покрытий с повышением напряжения смещения до 100–150 В данные участки приобретают форму округлых кластеров размером 1–5 мкм.

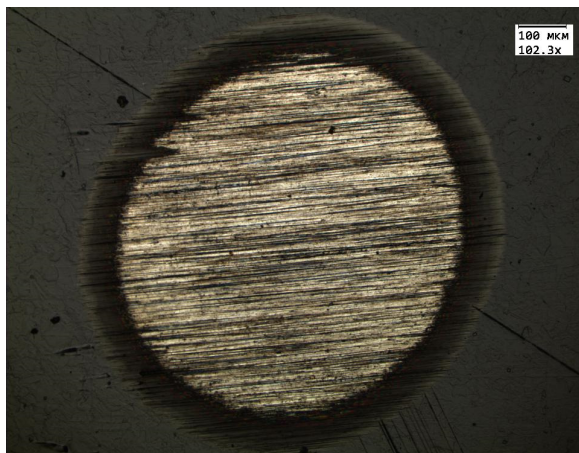


Рис.10. Изображение поверхности пленки BAiMg после измерения толщины.

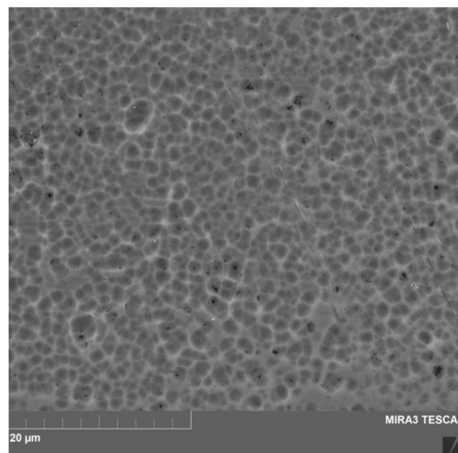


Рис.11. РЭМ-изображения микроструктуры поверхности покрытий AlMgV.

3. Заключение

Было проведено исследование влияния тока плазмогенератора на поджиг разряда при разных давлениях одного газа (Ar) и смеси двух газов при одном давлении (Ar+N₂).

Проведены измерения плотности ионного тока разряда, а также его напряжения горения с помощью амперметра и генератора ВЧ для управления смещением на мишени для поддержания горения разряда в плазме.

Приведены характеристики плотности тока и напряжения разряда от мощности ВЧ-генератора и доказана природа несамостоятельного тлеющего разряда в газовой плазме.

Напряжение горения разряда имеет растущий характер с увеличением ВЧ мощности, как и должно быть, а при увеличении тока плазмогенератора оно начинает спадать, что и говорит нам о том, что разряд имеет несамостоятельный характер.

Так же было произведено экспериментальное нанесение покрытия состава AlMgV для снятия зависимости качества механических характеристик от напряжения смещения подаваемого на образец во время проведения процесса. Наилучшим режимом нанесения покрытия был определен режим, при котором напряжение смещения на образцы составило 100 В.

4. Список литературы

- [1] Cook B.A, Harringa J.L., Lewis T.L., Russell A.M., *Scripta Materialia*, **42**(6), 597, 2000; doi: 10.1016/S1359-6462(99)00400-5
- [2] Тюрин Ю.Н., Жадкевич М.Л., *Плазменные упрочняющие технологии*. (Киев: Наукова думка, 2008).
- [3] Devyatkov V., Ivanov Y., Krysina O., Koval N., Petrikova E., Shugurov V., *Vacuum*, **143**, 464, 2017; doi: 10.1016/J.VACUUM.2017.04.016