

МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ПОВЕРХНОСТИ И ПЛЁНКИ

PACS numbers: 07.77.Gx, 68.43.Vx, 79.40.+z, 79.70.+q, 81.65.Lp

Упрочнение поверхности изделий сложной геометрической формы в смеси металлического пара и быстрых молекул газа

С. Н. Григорьев, А. С. Метель, М. А. Волосова, Ю. А. Мельник,
В. П. Болбуков

*ФГБОУ ВПО Московский государственный технологический университет
«СТАНКИН»,
пер. Вадковский, 3а,
127055 Москва, Россия*

Для синтеза износостойких покрытий на изделиях из проводящих и диэлектрических материалов сложной геометрической формы с выступами и полостями разработан источник потока медленных атомов металла, совмещённого с потоком быстрых молекул газа. При давлении 0,2–0,5 Па смеси аргона и азота (15%) на обрабатываемых изделиях синтезируются нитридные покрытия, бомбардируемые молекулами газа с энергией, регулируемой от нуля до сотен электрон-вольт. Совпадение траекторий атомов металла и быстрых молекул газа от общей эмиссионной сетки до вращающихся в камере изделий обеспечивает непрерывность бомбардировки быстрыми молекулами покрытий, синтезируемых внутри и снаружи полостей, и идентичность их свойств, несмотря на меньшую толщину покрытий внутри полостей.

Для синтезу зносостійких покриттів на виробах з провідних і діелектричних матеріалів складної геометричної форми з виступами та порожнинами розроблено джерело потоку повільних атомів металу, поєднаного з потоком швидких молекул газу. При тискові у 0,2–0,5 Па суміші аргону та азоту (15%) на оброблюваних виробах синтезуються нітридні покриття, бомбардовувані молекулами газу з енергією, регульованою від нуля до сотень електронвольтів. Збіг траєкторій атомів металу і швидких молекул газу від загальної емісійної сітки до виробів, що обертаються в камері, забезпечують неперервність бомбардування швидкими молекулами покриттів, синтезованих всередині і зовні порожнин, та ідентичність їх властивостей, незважаючи на меншу товщину покриттів всередині порожнин.

For synthesis of wear-resistant coatings on products from conductive and dielectric materials of complex geometrical shape with flanges and cavities, a source of slow metal-atoms' flow, which is coincident with a flow of fast gas

molecules is developed. At pressure of argon and nitrogen (15%) mixture of 0.2–0.5 Pa, nitride coatings are synthesized on treated products, which are bombarded by gas molecules with energies regulated from zero to hundreds of electronvolts. Coincidence of trajectories of metal-atoms and fast gas molecules from common emission grid to the product rotating in a chamber provides both the continuity of bombardment by fast molecules of coatings, which are synthesized inside and outside of cavities, and the identity of their properties, in spite of smaller thickness of coatings inside of cavities.

Ключевые слова: упрочнение поверхности, азотирование, пар металла, синтез покрытия, быстрые молекулы.

(Получено 18 февраля 2013 г.; окончат. вариант — 5 июня 2013 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Поверхность изделий машиностроения можно упрочнять путем бомбардировки ионами металлов или газов с энергией до 100 кэВ [1–5]. Ионно-электронно-плазменные источники позволяют, например, при обработке нержавеющей стали увеличить срок службы метчиков, сверл и фрез из быстрорежущей стали в 2,5–3,5 раза, а штампов для вырубки — до 30 раз [6]. Однако для ускорения ионов до 100 кэВ нужны достаточно сложные и дорогие источники пучков с генераторами высоковольтных импульсов, а для обеспечения безопасности обслуживающего персонала нужны средства защиты от рентгеновского излучения. По этой причине установки для упрочнения поверхности изделий высокоэнергетическими ионами в настоящее время существуют лишь в единичных экземплярах. В то же время в СССР были изготовлены и использовались в промышленности несколько тысяч установок для упрочнения изделий путем осаждения на их поверхность твердых износостойких покрытий. Напряжение источников питания этих установок не превышает 1,2 кВ, что гарантирует радиационную безопасность, а простота конструкции не требует высокой квалификации персонала.

Среди различных методов осаждения покрытий наиболее часто используют электродуговое испарение [7] и магнетронное распыление материалов [8] в вакуумных камерах. Потoki металлической плазмы и/или пара позволяют синтезировать на поверхности покрытия из карбидов, карбонитридов и нитридов титана, хрома и других металлов. Такая обработка уменьшает коэффициент трения, значительно повышает износостойкость, теплостойкость и коррозионную стойкость изделий, многократно увеличивает их срок службы. При этом бомбардировка синтезируемого покрытия ионами с энергией от десятков до сотен электронвольт позволяет целенаправленно регулировать его характеристики: плотность, микротвердость, остаточные напряжения, структуру, размер зерен,

шероховатость поверхности и др. Предварительная обработка изделий ионами с энергией до 1 кэВ и выше создает на поверхности радиационные дефекты, являющиеся центрами конденсации покрытия, осаждаемого затем при меньшей энергии ионов [9]. Это повышает адгезию покрытий и срок службы изделий.

При осаждении покрытий с хорошей электропроводностью на металлические изделия часто используют бомбардировку изделий ускоренными подаваемым на них отрицательным напряжением ионами из плазмы, в которую они погружены. Однако на диэлектрики подать постоянное напряжение невозможно, и для бомбардировки осаждаемого покрытия приходится использовать источники широких пучков ионов [5] или быстрых нейтральных молекул [10–13]. В этом случае углы падения на поверхность изделия принимающих участие в синтезе покрытия атомов металла и бомбардирующих покрытие быстрых частиц определяются геометрической формой изделия и его положением относительно источника атомов металла и источника пучка. Если на планетарно вращающихся в рабочей вакуумной камере изделиях имеются выступы и полости, то медленные атомы металла и быстрые частицы не могут попадать на их боковые поверхности одновременно. В определенные интервалы времени на поверхность приходят лишь атомы металла или только быстрые молекулы газа. Это является серьезной технической проблемой, так как не позволяет обеспечить однородность и качество синтезируемых покрытий на всей поверхности изделия.

Для решения указанной проблемы в работе [11] было предложено совместить источники медленных и быстрых частиц в одном устройстве. В настоящей работе приводятся результаты исследования характеристик таких устройств и параметров осаждаемых с их помощью покрытий.

2. ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ

На рисунке 1 представлена схема установки для проведения экспериментов по синтезу износостойких покрытий на диэлектрических подложках с источником пучка быстрых нейтральных молекул и электродуговым испарителем металла. Рабочая вакуумная камера 1 высотой 800 мм имеет форму восьмигранной призмы с диаметром вписанной окружности 800 мм. На одной из ее боковых граней установлен испаритель 2, а на другой — источник 3 пучка быстрых нейтральных молекул с эмиссионной сеткой диаметром 200 мм, принцип действия которого описан в работе [14].

В одном из экспериментов плоская подложка из оксида алюминия 4 была установлена неподвижно в центре камеры 1, откачиваемой диффузионным насосом 5, на расстоянии 0,5 м от эмиссионной сетки источника 3 пучка быстрых нейтральных молекул 6. Рассто-

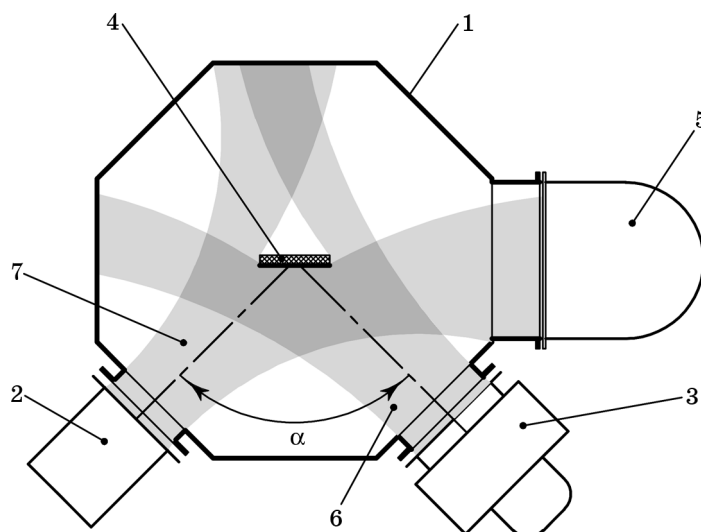


Рис. 1. Схема экспериментальной установки: 1 — вакуумная камера, 2 — электродуговой испаритель металлов, 3 — источник пучка, 4 — подложка, 5 — диффузионный насос, 6 — пучок быстрых молекул, 7 — поток ионов и атомов металла.

яние от подложки 4 до испаряемой поверхности титанового катода испарителя 2, являющегося источником потока титановой плазмы 7, также равно 0,5 м. Углы падения на подложку, как медленных атомов металла, так и быстрых молекул азота равны 45° , а угол между осями обоих источников составляет 90° . При давлении азота в камере $p = 0,2-0,5$ Па длина перезарядки эмитируемых катодными пятнами вакуумной дуги двукратно и трехкратно ионизованных атомов титана [15] на порядок меньше длины 0,5 м их пути до подложки. Поэтому большинство ионов титана приходит на ее поверхность уже в виде нейтральных атомов.

Поверхность подложки сначала активируют в течение 5 минут пучком атомов аргона с энергией 900 эВ. Затем вместо аргона камеру наполняют азотом до давления в ней $p = 0,2-0,3$ Па, при энергии молекул азота $\cong 200$ эВ включают испаритель 2 с током дуги в цепи титановой мишени $\cong 100$ А, и на диэлектрической подложке 4 синтезируется покрытие из нитрида титана, непрерывно бомбардируемое в процессе синтеза быстрыми молекулами азота. За 2 часа на подложке из оксида алюминия было получено покрытие из нитрида титана толщиной 6 мкм с микротвердостью 2500 HV50.

Кроме проводящего покрытия из нитрида титана на подложках из разных материалов были синтезированы покрытия с низкой электропроводностью из нитрида алюминия. Было доказано, что источник быстрых молекул позволяет на установке с дуговым ис-

парением металлов осаждают покрытия без использования источника напряжения смещения с защитой от дугообразования. Однако новый метод осаждения нитридных покрытий, бомбардируемых в процессе их синтеза быстрыми нейтральными молекулами азота, не избавил покрытия от известного недостатка — отвердевших капель металла размером до 5 мкм, эмитируемых катодными пятнами вакуумной дуги.

Было также установлено, что при повороте подложки 4 на 45° по часовой стрелке (рис. 1), когда ее поверхность параллельна оси пучка быстрых молекул азота, осаждается не нитридное, а металлическое покрытие из титана. При повороте на 45° против часовой стрелки, когда поверхность подложки перпендикулярна оси пучка, не осаждается ни нитридное, ни металлическое покрытие. Поэтому однородность свойств покрытий, осаждаемых при изменяющихся углах падения частиц на поверхность изделия, можно обеспечить лишь при совпадении траекторий атомов металла и быстрых молекул газа. Что касается макрочастиц, их можно полностью исключить, заменив испарение мишени катодными пятнами вакуумной дуги на распыление ионной бомбардировкой.

Можно, например, установить мишень на дне полого катода и распылять ее ускоряемыми отрицательным напряжением на мишени до 3 кВ ионами аргона из заполняющей катод плазмы тлеющего разряда. Такое устройство [16] с однородно распыляемой мишенью диаметром 80 мм в магнитном поле, затрудняющем вылет быстрых электронов из полого катода через широкую выходную апертуру, позволяет со скоростью 5–10 мкм/ч осаждают покрытия на подложки, удаленные от мишени на 0,1–0,2 м, при давлении аргона 0,04 Па и выше.

Если мишень установить на дне полого катода источника быстрых нейтральных атомов и молекул [14] и подать на нее относительно катода высокое напряжение отрицательной полярности, то мишень будет распыляться ускоренными этим напряжением ионами из плазменного эмиттера, заполняющего полый катод. В результате через эмиссионную сетку источника в камеру будет поступать не содержащий макрочастиц поток атомов металла, совмещенный в пространстве и во времени с потоком быстрых нейтральных частиц.

На рисунке 2 представлена схема такого источника. Охлаждаемая водой мишень 1 диаметром 160 мм установлена на дне полого катода 2 диаметром 260 мм и глубиной 100 мм. Выходное отверстие катода диаметром 200 мм перекрыто сеткой 3 из листа титана толщиной 0,8 мм с отверстиями диаметром 4,6 мм на расстоянии 5 мм между их центрами. Вертикальный участок анода 4 из молибденового прутка диаметром 3 мм и длиной 160 мм удален от мишени и дна полого катода на 60 мм.

Электропитание источника металлического пара осуществляется

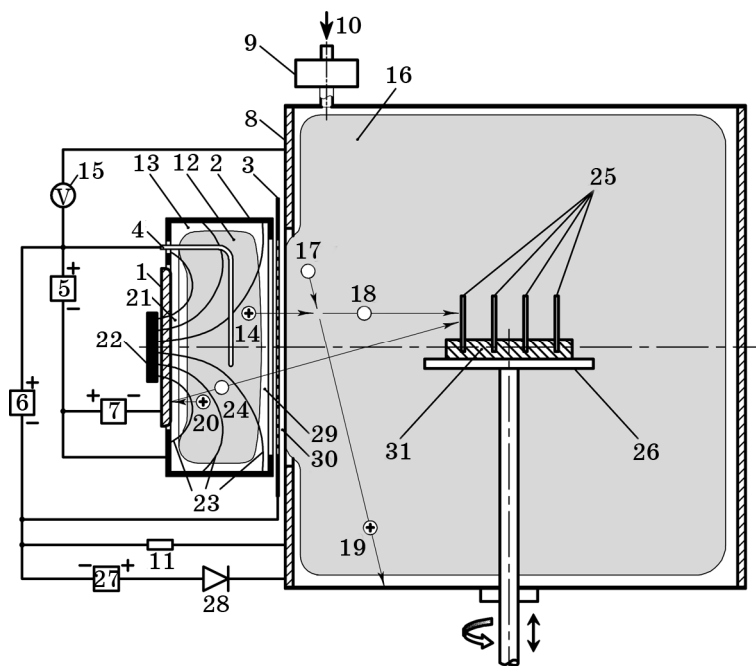


Рис. 2. Схема источника металлического пара: 1 — мишень, 2 — полый катод, 3 — эмиссионная сетка, 4 — анод, 5, 6, 7 и 27 — источники постоянного тока, 8 — вакуумная камера, 9 — устройство предварительной ионизации, 10 — подача газа, 11 — резистор обратной связи, 12 — плазменный эмиттер, 13 — катодный слой, 14, 19 и 20 — ионы, 15 — вольтметр, 16 — вторичная плазма, 17 — молекула газа, 18 — быстрая молекула, 21, 29 и 30 — слои объемного заряда, 22 — постоянный магнит, 23 — силовые линии магнитного поля, 24 — распыленный атом мишени, 25 — изделия, 26 — вращающийся стол, 28 — диод, 31 — держатель пластин.

с помощью трех источников постоянного тока 5, 6 и 7, которые при образовании катодных пятен вакуумной дуги на мишени 1, катоде 2, сетке 3 или камере 8 диаметром 500 мм и длиной 500 мм одновременно отключаются. Напряжение до 0,7 кВ источника 5 между анодом 4 и катодом 2 и напряжение до 3 кВ источника 6 между анодом 4 и сеткой 3 автоматически включаются через 10 мс после общего отключения, а напряжение до 2 кВ источника 7 между катодом 2 и мишенью 1 включается через 20 мс после отключения.

Форма анода и его расположение на достаточном расстоянии от мишени 1, а также задержка подачи высокого напряжения на мишень 1 обеспечивают после повторного включения источников питания контакт анода 4 с плазмой низкой концентрации, заполняющей полый катод 2. Эта плазма попадает в полый катод через сетку 3 и камеру 8 из описанного в [14] устройства предварительной

ионизации 9, через которое рабочий газ 10 подается в камеру. Сетка 3 соединена с камерой через резистор 11 обратной связи с сопротивлением R , варьируемым от 1 до 20 кОм [17].

При давлении аргона, азота или их смеси $p = 0,2-0,5$ Па и напряжении $\cong 500$ В источников 5 и 6 плазма низкой концентрации внутри полого катода 2 инициирует зажигание тлеющего разряда, и катод 2 заполняется однородным плазменным эмиттером 12, отделенным от катода слоем 13. Быстрые электроны, эмитированные катодом 2 и образованные в окружающем плазменный эмиттер 12 слое положительного объемного заряда, удерживаются в электростатической ловушке, образованной полым катодом 2 и сеткой 3, отрицательной по отношению к катоду 2 и камере 8. До попадания на анод 4 они проходят путь, превышающий размеры ловушки в сотни раз, что обеспечивает самостоятельность тлеющего разряда при давлении $p \cong 0,1$ Па.

Ионы 14 ускоряются измеряемым вольтметром 15 напряжением между эмиттером 12 и вторичной плазмой 16, потенциал которой согласно его измерениям с помощью термоэмиссионного зонда превышает потенциал камеры всего на несколько вольт. При столкновениях с молекулами газа 17 ионы 14 превращаются в быстрые нейтральные молекулы 18. Ток образованных при перезарядке медленных ионов 19 в цепи камеры 8 индуцирует падение напряжения на резисторе 11, которое понижает потенциал сетки 3 и препятствует проникновению электронов из плазмы 16 в плазменный эмиттер 12. Изменяя напряжение источника питания 6, можно регулировать энергию быстрых молекул от $\cong 0,5$ кэВ до $\cong 3$ кэВ.

При выключенном источнике питания 7 формируется пучок быстрых атомов аргона, который можно использовать для предварительной обработки изделий: нагрева и создания на поверхности структурных дефектов, являющихся центрами конденсации синтезируемого затем покрытия. После замены аргона на азот формируемый источником широкий пучок быстрых молекул азота мощностью до 3 кВт можно использовать для азотирования, например, инструмента из быстрорежущей стали в генерируемой пучком активной азотной плазме [18]. При равномерном нагреве инструментов быстрыми молекулами до 500°C и поддержании этой температуры в течение 0,5–1 часа их поверхность распыляется также однородно. В результате радиус скругления режущих кромок не увеличивается, как при нагреве ионами, вытягиваемыми из плазмы, в которую погружены инструменты, а наоборот, уменьшается [19].

При подаче напряжения U до 2 кВ между катодом 2 и мишенью 1 от источника питания 7 ионы 20 ускоряются в слое 21 до энергии $e(U + U_c)$, где e — элементарный заряд, а U_c — равное напряжению источника питания 5 катодное падение потенциала разряда, и бомбардируют мишень. В результате она эмитирует вторичные элек-

троны, ток которых при энергии ионов $\cong 2$ кэВ уже соизмерим с ионным током. Чтобы электроны, ускоренные в слое 21 до такой же энергии, не пролетали через отверстия сетки 3 в камеру 8, за мишенью установлен постоянный магнит 22 диаметром 80 мм. Максимальная магнитная индукция на распыляемой поверхности мишени составляет 0,02 Тл, а силовые линии поля 23 одновременно пересекают, как поверхность мишени 1, так и поверхность полого катода 2. Ионы 20 распыляют мишень, а ее атомы 24 пролетают через плазменный эмиттер 12, сетку 3 и вместе с ускоренными ионами 14 влетают в камеру 8. Их можно использовать для синтеза на поверхности изделий 25, установленных в центре камеры на вращающемся со скоростью 8 об/мин столе 26, нитридных покрытий, свойства которых зависят от энергии быстрых молекул газа. В большинстве случаев оптимальная энергия составляет от $\cong 30$ эВ до $\cong 300$ эВ, в то время как в упомянутом выше режиме предварительной обработки при сопротивлении $R = 1$ кОм резистора обратной связи 11 их минимальная энергия составляет $\cong 500$ эВ.

С увеличением R ток в цепи резистора падает, и получить молекулы с энергией менее 300–400 эВ не удастся. В связи с этим используется дополнительный источник постоянного тока 27, подключенный к резистору 11 через диод 28. При сопротивлении резистора $R = 10$ кОм ток $I_R = 30$ мА источника 27 увеличивает падение напряжения на нем на 300 В, а энергия молекул снижается при этом на 300 эВ. Варьируя ток I_R , можно регулировать энергию ионов и образующихся в результате их перезарядки в камере быстрых молекул от нуля до сотен электронвольт.

Для определения пространственных распределений скорости травления поверхности быстрыми атомами аргона и скорости осаждения покрытий внутри камеры на разных расстояниях от эмиссионной сетки устанавливались подложки шириной 20 мм и длиной 400 мм. Каждая подложка установлена параллельно сетке и пересекает ось источника, а на ее поверхности установлены маски. После травления (или осаждения покрытия) маски снимают и с помощью стилусного профилометра DektakXT (производства фирмы Bruker Nano Inc., США) на разных расстояниях от центра подложки измеряют высоту ступенек между открытыми и закрытыми масками поверхностями [20]. Скорость травления (или осаждения) получают делением высоты ступеньки на время осаждения. Фазовый состав покрытий определялся с помощью дифрактометра EMPYREAN (производства фирмы PANalytical, Нидерланды) с медным анодом, излучающим линию CuK_α с длиной волны излучения $\lambda = 0,154$ нм. Микротвердость покрытий измерялась с помощью микротвердомера POLYVAR-MET (производства фирмы Reichert-Jung, Австрия).

Угловое распределение распыляемых атомов на поверхности

мишени подчиняется закону косинуса [21] и лишь незначительно расширяется из-за столкновений с молекулами газа при приближении к поверхности изделий. Угловое распределение быстрых молекул, зависящее от плотности их эквивалентного тока и энергии, измерялось с помощью устройства, аналогичного описанному в [14]. Оно содержит две параллельные пластины шириной 100 мм и длиной 400 мм на расстоянии 40 мм друг от друга. В первой пластине, установленной параллельно эмиссионной сетке, просверлено с шагом 80 мм пять отверстий диаметром по 3 мм, а вторая пластина покрыта медной фольгой с окисленной поверхностью. Размеры и расположение на ней отпечатка прошедших через отверстие быстрых молекул позволяют определить в отверстии их угол расходимости α , равный углу между осью источника пучка и усредненным вектором скорости быстрых молекул в данной точке, и угловой разброс β , равный максимальному углу между векторами скоростей быстрых молекул и их усредненным вектором.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

При давлении аргона $p = 0,3$ Па и напряжении между анодом и полым катодом $U_c = 700$ В ток в цепи последнего $I_c = 5$ А, ток в цепи мишени $I_t = 1,5$ А, ток в цепи сетки $I_g = 1,8$ А, а ток в цепи камеры $I_{ch} = 0,02$ А через резистор 11 с сопротивлением $R = 10$ кОм индуцирует разность потенциалов между камерой и сеткой $U_g = 200$ В, запирающую ток электронов из вторичной плазмы 16 в плазменный эмиттер 12. В этом случае эквивалентный ток быстрых молекул 18 равен $I_b = \eta(I_g + I_{ch}) = 1,5$ А, где $\eta = 0,8$ — геометрическая прозрачность сетки [17].

Повышение напряжения между катодом и мишенью до 2 кВ приводит к увеличению в несколько раз энергии ионов 20, ускоряемых в слое 21, и скорости распыления ими мишени 1. Распыленные атомы 24 через отверстия сетки 3 поступают в камеру 8 и осаждаются на расположенных внутри нее изделиях. При том же токе в цепи катода $I_c = 5$ А ток в цепи мишени увеличивается за счет вторичной электронной эмиссии до $I_t = 2,6$ А. Бомбардировка полого катода 2 вторичными электронами с энергией 2 кэВ, движущимися от мишени 1 до катода по силовым линиям магнитного поля 23, на порядок повышает ток электронной эмиссии катода, а в результате катодное падение потенциала U_c снижается от 700 до $\cong 300$ В. При мощности распыляющих мишень ионов $\cong 3$ кВт и постоянном эквивалентном токе быстрых молекул $I_b \cong 1,5$ А можно с помощью источника питания 27 варьировать их энергию от нуля до сотен электронвольт. На рис. 3, а представлены зависимости от расстояния r до оси источника скорости осаждения v_d покрытия из нитрида титана на подложки из нержавеющей стали, установленные на рас-

стоянии 0,1 и 0,2 м от эмиссионной сетки источника при давлении в камере $p = 0,3$ Па смеси аргона с азотом (15%) и плотности эквивалентного тока $j \approx 50$ А/м² бомбардирующих покрытие быстрых молекул с энергией ≈ 100 эВ.

Перед осаждением подложки активировались в течение 5 минут при выключенном источнике питания 7 быстрыми атомами аргона с плотностью тока $j \approx 30$ А/м² и энергией $\varepsilon \approx 2$ кэВ. Зависимость от r скорости травления v_{et} атомами аргона с указанной энергией под-

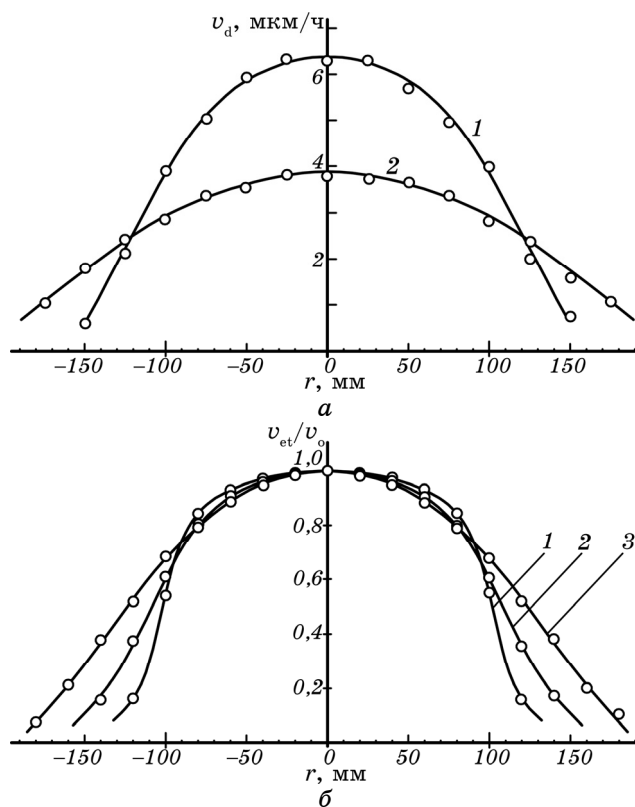


Рис. 3. Зависимости от расстояния r до оси источника скорости v_d осаждения покрытий из нитрида титана на подложку из нержавеющей стали, установленную на расстоянии $h = 0,1$ м (кривая 1) и $h = 0,2$ м (2) от эмиссионной сетки при давлении $p = 0,3$ Па смеси аргона с азотом (10%), напряжении на мишени $U_t = 2$ кВ, токе в ее цепи $I_t = 2,6$ А и энергии быстрых молекул $\varepsilon = 100$ эВ (а); зависимости от r отношения скорости травления v_{et} подложки из нержавеющей стали на расстоянии $h = 0,2$ м от эмиссионной сетки к ее максимальной величине $v_0 = 5,6$ (кривая 1), 3,7 (2) и 2,2 мкм/ч (3) при напряжении на мишени $U_t = 0$, давлении аргона $p = 0,3$ Па, плотности эквивалентного тока $j = 30$ А/м² и энергии атомов аргона $\varepsilon = 2$ (кривая 1), 1 (2) и 0,5 (3) кэВ (б).

ложки из нержавеющей стали, установленной на расстоянии 0,2 м от эмиссионной сетки, представлена кривой 1 на рис. 3, б. В зоне с диаметром, примерно равным диаметру сетки, v_{et} слабо зависит от r , а за ее пределами быстро снижается до нуля. Это свидетельствует о малом угле расходимости α и малом угловом разбросе β быстрых атомов при энергии $\varepsilon = 2$ кэВ.

Однако с уменьшением энергии атомов контур кривой зависимости v_{et} от r расширяется, а при энергии атомов 0,5 кэВ (кривая 3) он уже практически совпадает с контуром кривой зависимости от r скорости осаждения v_{d} (кривая 2 на рис. 3, а). Измерения углового разброса β быстрых атомов аргона на оси источника на расстоянии 0,2 м от его эмиссионной сетки показали, что при плотности эквивалентного тока $j \cong 30$ А/м² угол β с уменьшением энергии от 2 кэВ до 0,5 кэВ возрастает от 7 до 18°, а при энергии 0,25 кэВ достигает 37°. Это означает, что при осаждении покрытий, бомбардируемых быстрыми молекулами с энергией $\cong 100$ эВ, траектории последних практически совпадают с траекториями распыленных атомов мишени, что должно обеспечивать непрерывную бомбардировку покрытий, синтезируемых на вращающихся в камере изделиях с пазами и выступами.

Для экспериментального подтверждения непрерывности бомбардировки на столе 26 были установлены в прорезях стального держателя 31 на расстоянии 25 мм друг от друга четыре пластины 25 из поликора (Al₂O₃) толщиной 1 мм, высотой 48 мм и длиной 60 мм. Для измерения толщины покрытия верхняя часть каждой пластины с двух сторон закрыта масками шириной по 15 мм. После обработки в течение 10 минут пластин, вращающихся на столе 26 со скоростью 8 об./мин, пучком быстрых атомов аргона с эквивалентным током $I_{\text{b}} = 1$ А и энергией $\varepsilon = 2$ кэВ на них при давлении $p = 0,3$ Па смеси аргона с азотом (15%), напряжении на мишени $U_{\text{t}} = 2$ кВ, токе в ее цепи $I_{\text{t}} = 2,6$ А, плотности эквивалентного тока $j = 50$ А/м² быстрых молекул с энергией $\varepsilon = 100$ эВ в течение 3 часов наносились покрытия из нитрида титана.

Представленная на рис. 4 дифрактограмма покрытия на внутренней поверхности крайней пластины не отличается от дифрактограммы покрытия на ее внешней поверхности и соответствует покрытиям состава TiN, осаждаемым стандартным методом магнетронного распыления.

Толщина покрытия δ на внешней поверхности крайней пластины распределена достаточно однородно и составляет $\delta = 8,8 \pm 0,5$ мкм (рис. 5, а). На внутренней поверхности этой пластины толщина покрытия примерно в 2 раза меньше и снижается от $\cong 4,5$ мкм на краях до $\cong 3,2$ мкм в середине пластины (рис. 5, б). Тем не менее, на внешних и внутренних поверхностях пластин микротвердость покрытий $\cong 2400$ HV25 и их золотистый цвет одинаковы.

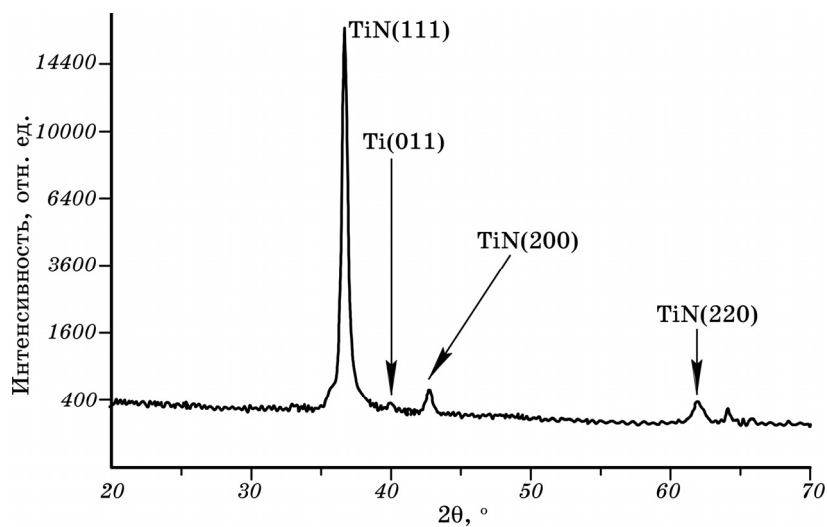


Рис. 4. Дифрактограмма покрытия из нитрида титана толщиной 4 мкм, осажденного на внутренней поверхности крайней пластины из оксида алюминия.

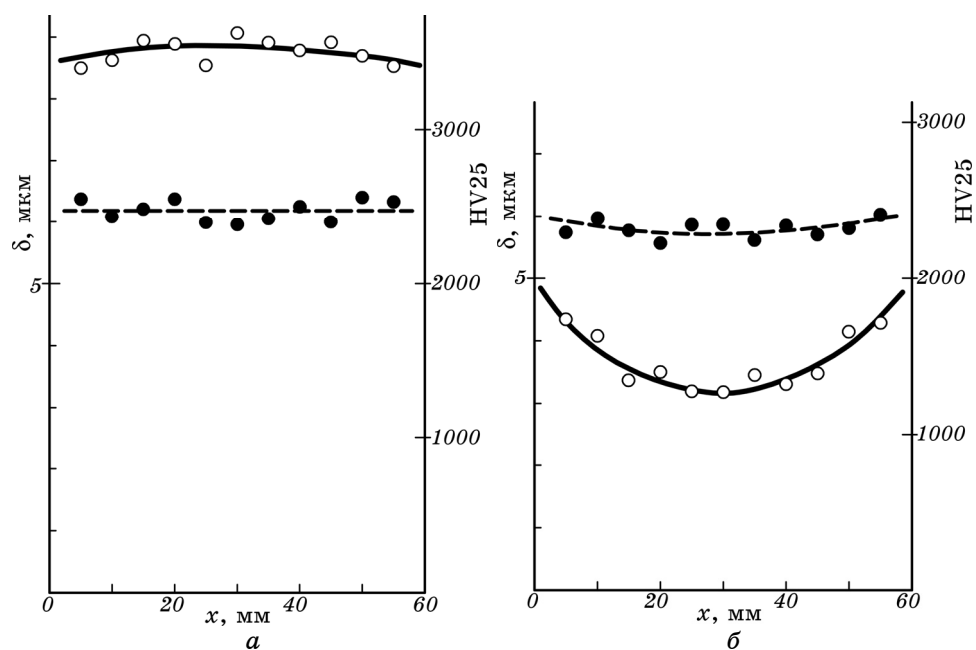


Рис. 5. Зависимости от расстояния x до края пластины длиной 60 мм толщины δ покрытия (сплошные кривые) и его микротвердости (штриховые кривые) на внешней (*а*) и внутренней (*б*) поверхностях крайней подложки.

На базе полученных экспериментальных результатов был разработан и прошел испытания источник металлического пара (рис. 6, *а*) с цилиндрической мишенью 1 (рис. 6, *б*) диаметром 60 и длиной 330 мм, установленной на оси цилиндрической эмиссионной сетки 2 диаметром 200 и длиной 340 мм с прозрачностью $\eta = 0,8$.

Источник формирует радиально расходящийся во все стороны от сетки однородный поток атомов металла 3 и сопровождающих их быстрых молекул газа 4, которые образуются при столкновениях ускоренных ионов 5 с молекулами газа 6 одновременно с медленными ионами 7 вторичной плазмы 8. Эмиттером ионов 9 является плазма тлеющего разряда с электростатической ловушкой, образованной катодом и эмиссионной сеткой, отрицательной по отношению к катоду и вакуумной камере. Однако вместо полого катода 2 (рис. 2) здесь используются 12 катодных пластин 10 толщиной 2 мм, шириной 20 мм и длиной 330 мм, равномерно распределенных внутри плазменного эмиттера 9 вокруг мишени 1. Каждая из них крепится сверху и снизу к двум торцевым катодным кольцам с внешним диаметром 190 мм и внутренним диаметром 80 мм. Для

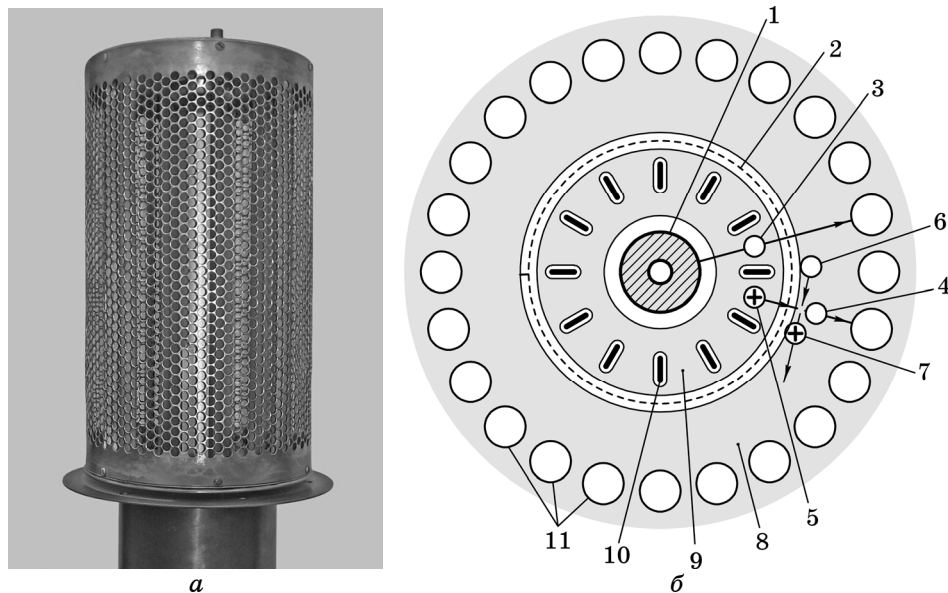


Рис. 6. Фотография источника металлического пара и быстрых молекул газа с цилиндрической эмиссионной поверхностью площадью $0,2 \text{ м}^2$ (*а*) и его поперечное сечение (*б*); 1 — цилиндрическая мишень, 2 — эмиссионная сетка, 3 — распыленный атом, 4 — быстрая молекула, 5 — ускоряемый ион, 6 — молекула газа, 7 — медленный ион, 8 — вторичная плазма, 9 — плазменный эмиттер, 10 — катодная пластина, 11 — обрабатываемые изделия.

уменьшения потерь атомов металла на пластинах 10 они расположены в плоскостях, проходящих через ось мишени 1. Источник устанавливается в центре цилиндрической вакуумной камеры с вертикальной осью и может одновременно обрабатывать большое количество расположенных вокруг него изделий 11. Использовать в этом случае устройство планетарного вращения изделий в камере необязательно, достаточно каждое изделие вращать вокруг своей вертикальной оси.

При испытаниях источника использовалась схема электропитания, представленная на рис. 2, с теми же источниками 5, 6, 7, 27, диодом 28 и резистором 11. Так как общая площадь поверхности пластинчатого катода $0,21 \text{ м}^2$ практически равна площади внутренней поверхности эмиссионной сетки $0,2 \text{ м}^2$, а площадь поверхности мишени $0,06 \text{ м}^2$ примерно в три раза меньше, при токе в цепи катода $I_c = 5 \text{ А}$ ток распыляющих мишень ионов $I_t = 1,8 \text{ А}$ примерно равен току в цепи мишени источника с плоской мишенью (рис. 2), а эквивалентный ток поступающих в камеру быстрых молекул $I_b = 3,5 \text{ А}$ в 2 раза больше. Плотность ионного тока на цилиндрической мишени 30 А/м^2 примерно такая же, что и на плоской мишени источника с полым катодом (рис. 2). Однако плотность потока распыленных атомов цилиндрической мишени убывает обратно пропорционально расстоянию до ее оси, поэтому скорость осаждения покрытий на изделиях 11 в несколько раз меньше. При разработке промышленного образца установки для упрочнения поверхности изделий сложной геометрической формы с рассматриваемым источником металлического пара и быстрых молекул газа необходимо использовать более мощные источники питания, обеспечивающие ток в цепи цилиндрической мишени 10–15 А.

4. ВЫВОДЫ

1. Однородность ионного эмиттера источника металлического пара и быстрых нейтральных молекул, получаемого с помощью тлеющего разряда с электростатической ловушкой, обеспечивает высокую однородность распыления ионами с энергией до нескольких килоэлектронвольт контактирующей с эмиттером мишени и более высокую по сравнению с магнетронным распылением эффективность использования материала мишени.

2. При нулевом напряжении между холодным катодом разряда и контактирующей с эмиттером мишенью источник позволяет формировать широкий пучок быстрых молекул с энергией 1–3 кэВ и малым угловым разбросом. Пучок атомов аргона с такой энергией можно использовать для предварительного нагрева и активации поверхности изделий. Пучок молекул азота с такой же энергией можно использовать для предварительного упрочнения поверх-

ностного слоя изделия, например, азотирования инструмента, изготовленного из быстрорежущей стали, без затупления его режущих кромок. Это позволяет использовать новые источники для комбинированной упрочняющей обработки [22] с осаждением не содержащего макрочастиц твердого покрытия толщиной до 5 мкм на поверхностный слой изделия толщиной до 50 мкм с микротвердостью на поверхности, превышающей твердость основы до полутора раз [23].

3. Для модификации синтезируемых покрытий быстрыми молекулами энергию последних снижают до 100 эВ и ниже, при этом угловой разброс молекул возрастает, и они летят от эмиссионной сетки до изделий вместе с распыленными атомами практически по одним и тем же траекториям. Это обеспечивает непрерывность бомбардировки синтезируемых покрытий на всей поверхности и однородность их свойств, несмотря на меньшую толщину покрытий на внутренних поверхностях углублений.

4. Мощность до 3 кВт распыляющих ионов аргона позволяет синтезировать с помощью источника с плоскопараллельными мишенью и эмиссионной сеткой покрытия из нитрида титана на подложках диаметром 200 мм на расстоянии 200 мм от сетки со скоростью 3–4 мкм/ч. Для дальнейшего увеличения скорости осаждения покрытий на изделия, планетарно вращающиеся внутри вакуумной камеры промышленной установки, на камере нужно установить несколько источников.

5. Установленный в центре цилиндрической вакуумной камеры с вертикальной осью источник с цилиндрической мишенью на оси цилиндрической эмиссионной сетки позволяет одновременно обрабатывать большое количество расположенных вокруг него изделий. Однако при равных мощностях распыляющих мишени ионов скорость осаждения покрытий на значительно большей поверхности изделий в несколько раз меньше, чем при использовании источника с плоской мишенью. Так как на оси камеры можно установить лишь один такой источник, повысить скорость осаждения покрытий можно лишь за счет увеличения мощности источников электропитания.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. С. М. Чесноков, *Широкоапертурный источник ионов*, Авторское свидетельство СССР № 1598757 А1 (МКИ Н 01 J 27/04).
2. А. И. Рябчиков, Н. М. Арзубов, Г. П. Исаев, *Приборы и техника эксперимента*, № 5: 28 (1988).
3. А. И. Рябчиков, Н. М. Арзубов, С. В. Дектярев, *Приборы и техника эксперимента*, № 1: 171 (1991).
4. А. В. Визирь, Е. М. Окс, П. М. Щанин, Г. Ю. Юшков, *Журнал технической*

- физики*, **67**, вып. 6: 27 (1997).
5. N. V. Gavrilov, G. A. Mesyats, G. V. Radkovskii, and V. V. Bersenev, *Surf. Coat. Technol.*, **96**, No. 1: 81 (1997).
 6. A. D. Pogrebnjak and A. M. Tolopa, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B*, **52**: 25 (1990).
 7. O. V. Sobol', A. A. Andreev, S. N. Grigoriev et al., *Probl. Atomic Sci. Technol.*, Iss. 4: 174 (2011).
 8. C. Christou and Z. H. Barber, *J. Vac. Sci. Technol. A*, **18**, No. 6: 2897 (2000).
 9. М. Б. Гусева, В. Г. Бабаев, В. В. Хвостов, Н. Ф. Савченко, *Нанотехнологии: разработка, применение*, **2**, № 1: 15 (2010).
 10. A. S. Metel and S. N. Grigoriev, *Source of Fast Neutral Molecules*, US Pat. No. 6,285,025 (Int. Cl. H01S 1/00; H01S 3/00) (2001).
 11. S. Grigoriev, Yu. Melnik, and A. Metel, *Surf. Coat. Technol.*, **156**, No. 1/3: 44 (2002).
 12. A. F. Cakir, A. Metel, M. Urgen, and S. Grigoriev, *Galvanotechnik*, **91**, No. 3: 768 (2000).
 13. A. S. Metel, *Plasma Phys. Reports*, **38**: Iss. 3: 254 (2012).
 14. S. N. Grigoriev, Yu. A. Melnik, A. S. Metel et al., *Instrum. Exp. Techn.*, **52**, Iss. 4: 602 (2009).
 15. A. Anders, *Phys. Rev. E*, **55**, Iss. 1: 969 (1997).
 16. S. N. Grigoriev, Yu. A. Melnik, A. S. Metel et al., *Instrum. Exp. Techn.*, **52**, Iss. 5: 731 (2009).
 17. A. S. Metel, S. N. Grigoriev, Yu. A. Melnik et al., *Instrum. Exp. Techn.*, **55**, Iss. 2: 288 (2012).
 18. A. S. Metel, Yu. A. Melnik, and V. V. Panin, *Plasma Phys. Reports*, **37**, Iss. 4: 357 (2011).
 19. A. Metel, S. Grigoriev, Yu. Melnik, V. Panin, and V. Prudnikov, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **50**, No. 8: 08JG04-1 (2011).
 20. С. Н. Григорьев, Ю. А. Мельник, А. С. Метель, В. В. Панин, *Упрочняющие технологии и покрытия*, № 6: 23 (2010).
 21. Н. В. Плешивцев, *Катодное распыление* (Москва: Атомиздат: 1968).
 22. S. N. Grigoriev, A. S. Metel', and S. V. Fedorov, *Metal Sci. Heat Treatment*, **54**, Iss. 1–2: 8 (2012).
 23. A. S. Metel, S. N. Grigoriev, Yu. A. Melnik et al., *Plasma Phys. Reports*, **37**, Iss. 7: 628 (2011).