

## СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ РАЗЛИЧНЫХ ИСТОЧНИКОВ ПЛАЗМЫ ДЛЯ ЦЕЛЕЙ РЕАКТИВНОГО НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ И ДИФфуЗИОННОГО НАСЫЩЕНИЯ МЕТАЛЛОВ

А. В. Сагалович<sup>1</sup>, В. В. Сагалович<sup>1</sup>, С. В. Дудин<sup>2</sup>, В. И. Фареник<sup>2,3</sup>

<sup>1</sup>Научно-технический центр «Нанотехнология», Харьков, Украина,

<sup>2</sup>Харьковский национальный университет им. В. Н. Каразина, Украина,

<sup>3</sup>Научный физико-технологический центр МОН и НАН Украины, Харьков, Украина

Поступила в редакцию 17. 04. 2014

Выполнены зондовые измерения параметров различных источников технологической плазмы, используемых в вакуум-плазменных технологиях при реактивном нанесении покрытий и диффузионном насыщении металлов. Проведен сравнительный анализ плазменных источников магнетронного и вакуум-дугового разрядов, используемых в процессах реактивного нанесения функциональных покрытий, и плазменных источников тлеющего разряда и двойного дугового разряда, используемых для очистки поверхности и ионного насыщения. Рассмотрены особенности применения различных плазменных источников для повышения стабильности и управляемости процессов напыления и получения качественных покрытий.

**Ключевые слова:** вакуум-плазменные технологии, реактивное нанесение покрытий, ионно-плазменное диффузионное модифицирование поверхности металлов.

## ПОРІВНЯЛЬНИЙ АНАЛІЗ РІЗНИХ ДЖЕРЕЛ ПЛАЗМИ ДЛЯ ЦІЛЕЙ РЕАКТИВНОГО НАНЕСЕННЯ ПОКРИТТІВ І ДИФУЗІЙНОГО НАСИЧЕННЯ МЕТАЛІВ

О. В. Сагалович, В. В. Сагалович, С. В. Дудін, В. І. Фаренік

Виконано зондові вимірювання параметрів різних джерел технологічної плазми, що використовуються в вакуум-плазмових технологіях при реактивному нанесенні покриттів і дифузійному насиченні металів. Проведено порівняльний аналіз плазмових джерел магнетронного й вакуум-дугового розрядів, що використовуються в процесах реактивного нанесення функціональних покриттів, та плазмових джерел тліючого розряду й подвійного дугового розряду, що використовуються для очищення поверхні і іонного насичення. Розглянуто особливості застосування різних плазмових джерел для підвищення стабільності і керованості процесів напылення і отримання якісних покриттів.

**Ключові слова:** вакуум-плазмові технології, реактивне нанесення покриттів, іонно-плазмове дифузійне модифікування поверхні металів.

## COMPARATIVE ANALYSIS OF DIFFERENT PLASMA SOURCES FOR REACTIVE DEPOSITION OF COATINGS AND DIFFUSION SATURATION OF METALS

A. V. Sagalovych, V. V. Sagalovych, S. V. Dudin, V. I. Farenik

Probe measurements of parameters of different technological plasma sources used in vacuum-plasma technologies of reactive deposition of coatings and diffusion saturation of metals have been performed. A comparative analysis has been done of the magnetron plasma source and vacuum-arc discharge used during reactive deposition of functional coatings, as well as plasma of glow discharge and dual arc used to clean the surface and ion saturation. Peculiarities of application of different plasma sources for improvement of stability and controllability of deposition of high-quality coatings are discussed.

**Keywords:** vacuum-plasma technologies, reactive deposition of coatings, ion-plasma diffusion modification of metal surface.

### ВВЕДЕНИЕ

При создании новых материалов со сверх-высокими характеристиками все более

успешно используются технологии модифицирования поверхностных слоев конструктивных материалов и нанесения

функциональных покрытий. Нанесение покрытий не просто улучшает свойства материалов, а приводит к созданию нового композиционного материала с присущим ему комплексом характеристик. При этом новейшая тенденция в создании современных материалов, в том числе покрытий с рекордными характеристиками по шероховатости, износостойкости, возможности работать в экстремальных условиях связана с исследованиями и разработкой наноструктурных материалов и нанотехнологий. Переход к нанодиапазону позволяет формировать многокомпонентные композиции со структурными элементами, имеющими размеры от нескольких сотен до единиц нанометров, благодаря чему удается существенно улучшить параметры покрытий по сравнению с материалами такого же состава с обычной структурой.

В настоящее время имеется достаточно широкий спектр методов и оборудования, используемых при нанесении различных классов защитных и упрочняющих покрытий. Так, для нанесения металлических покрытий разного технологического назначения распространены классические методы, основанные на термических процессах и использовании жидких сред. Существенными недостатками этих методов являются недостаточная адгезия покрытий, наличие большого количества жидких химически активных отходов, использование вредных химических реагентов, токсичность выделений, возникающих в процессе нанесения. Другие методы, такие как плазмотронный, детонационный, термохимический, также имеют ряд недостатков, в частности, низкую плотность покрытий, невозможность получения покрытий сложного состава на основе тугоплавких материалов, покрытий заданной структуры, и плохой управляемостью процессом их нанесения.

Среди методов реактивного нанесения покрытий особое место занимают вакуум-плазменные (вакуум-дуговые, магнетронные, плазмохимические) методы формирования покрытий из ионизированных атомарных и молекулярных потоков. Плазменная поддержка является мощным инструментом

воздействия как на кинетику процессов нанесения покрытий, так и на их свойства. Возможность изменять энергию ионизированных частиц потока конденсируемых веществ в реакционном объеме и управление ее параметрами в широких пределах (от единиц до тысяч электрон-вольт) позволяют интенсифицировать процессы роста покрытий, проводить их при более низких температурах, делает более управляемыми процессы формирования заданного микрорельефа и структуры, примесного состава и других характеристик покрытия.

Несмотря на то, что вакуум-плазменные технологии известны в течение десятков лет, поиск новых плазменных методов и источников плазмы остается актуальным в связи с очень широким спектром промышленных применений.

В работе [1] описана многоцелевая комплексная автоматизированная установка Avinit, в которой в одном технологическом цикле объединены наиболее перспективные вакуум-плазменные и плазмохимические процессы. Высокая насыщенность источниками напыления разного типа (газофазные и вакуум-дуговые испарители, источники магнетронного распыления постоянного и ВЧ-тока, резистивного нагрева, устройств ионного травления и очистки) позволяет реализовать комплексные методы нанесения покрытий (в т. ч. микро- и нанослойных), сочетая плазмохимические (CVD) и вакуум-плазменные (PVD) процессы, в частности, вакуум-дуговые и магнетронные, процессы ионного насыщения и ионной обработки поверхности, активированные неравновесной низкотемпературной плазмой, в сочетании с ионно-плазменным модифицированием поверхности. Установка Avinit обеспечивает режимы работы при использовании любых испарительных устройств, систем и приборов контроля, входящих в ее состав, при этом допускается одновременная работа всех однотипных испарителей или поочередная (в любой последовательности) разнотипных испарительных устройств.

С помощью этого оборудования выполнен большой объем экспериментальных исследований и разработан целый ряд новых

конструкций функциональных многокомпонентных микро- и нанослойных покрытий (упрочняющие, износостойкие, антифрикционные для узлов пар трения с прецизионными поверхностями), основанных на модифицировании поверхности, и конкретных технологий их реализации, которые успешно внедрены в серийное производство на ряде промышленных предприятий [2—15]. Недавно был разработан новый способ плазменного прецизионного азотирования Avinit N [12], использующий диффузионное насыщение поверхностного слоя азотом в высокоплотной плазме газового разряда. Процесс является экологически чистым, в нем не применяется водород, аммиак, водородсодержащие соединения. Источником высокоплотной плазмы является газовый плазмодгенератор установки Avinit.

Основным преимуществом метода плазменного прецизионного азотирования Avinit N является существенная интенсификация процесса азотирования (в 5—10 раз по сравнению с обработкой традиционным способом ионного азотирования в тлеющем разряде и в 10—100 раз по сравнению с печным газовым азотированием). Повышается твердость и износостойкость изделий за счет получения равномерно упрочненного азотированного слоя. После плазменного прецизионного азотирования Avinit N сохраняются исходные геометрические чертежные размеры, отсутствует хрупкий поверхностный слой и коробление изделий, что позволяет уйти от финишной шлифовки после азотирования, получить операцию азотирования «в размер». Для некоторых прецизионных сложнопрофильных изделий, не допускающих после азотирования коробления на уровне 1—2 мкм, и для которых обработка высокоточным шлифованием твердых азотированных поверхностей попросту невозможна, плазменное азотирование Avinit N «в размер» является единственным способом получения готового изделия.

Решение задачи получения многофункциональных покрытий с необходимыми характеристиками во многом связано с обеспечением возможности более полного контроля

технологических параметров и их поддержания и управления в автоматическом режиме. Прежде всего, это касается плазменных параметров.

В установке Avinit возможна реализация следующих плазменных источников, используемых для целей нанесения функциональных покрытий и модифицирования поверхности:

1. плазма тлеющего разряда (очистка поверхности и ионное насыщение);
2. плазма вакуум-дугового разряда (реактивное нанесение покрытий);
3. плазма магнетронного разряда (реактивное нанесение покрытий);
4. плазма двойного дугового разряда (очистка поверхности и ионное насыщение);
5. ВЧ плазма для реализации процессов осаждения из газовой фазы PECVD, активированных низкотемпературной неравновесной плазмой (реактивное нанесение покрытий).

Цель данной работы — проведение сравнительного анализа различных источников плазмы, используемых при реактивном нанесении покрытий и диффузионном насыщении металлов в установке Avinit, для повышения стабильности технологий и улучшения контроля качества при совершенствовании конструкций покрытий и модифицировании поверхностей металлов.

#### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ.

Эксперименты проводились в установке Avinit, предназначенной для реализации экспериментальных и серийных технологий нанесения многокомпонентных многослойных покрытий комплексными ионно-плазменными и плазмохимическими методами на детали машин и инструмент. Технические детали установки описаны в работе [1], здесь же основной акцент сделан на исследование параметров плазмы, создаваемой различными плазменными источниками данной установки.

Для измерения параметров плазмы был использован метод зонда Ленгмюра, реализованный при помощи прибора «PlasmaMeter» [16, 17], разработанного в Харьковском национальном университете им. В. Н. Каразина.

Вольфрамовый зонд диаметром 0,1 мм и длиной 5 мм с держателем *L*-типа, собранным из металлических и керамических трубок, был введен в вакуумную камеру через подвижное уплотнение, что обеспечивало возможность 2-координатного перемещения зонда внутри камеры без нарушения вакуумных условий (см. рис. 1). Прибор «PlasmaMeter» может

программного обеспечения, установленного на персональном компьютере, связанном с прибором «PlasmaMeter» посредством оптически изолированного интерфейса USB. Физические принципы, заложенные в алгоритмы обработки зондовых характеристик и расчета параметров плазмы, подробно изложены в [17].

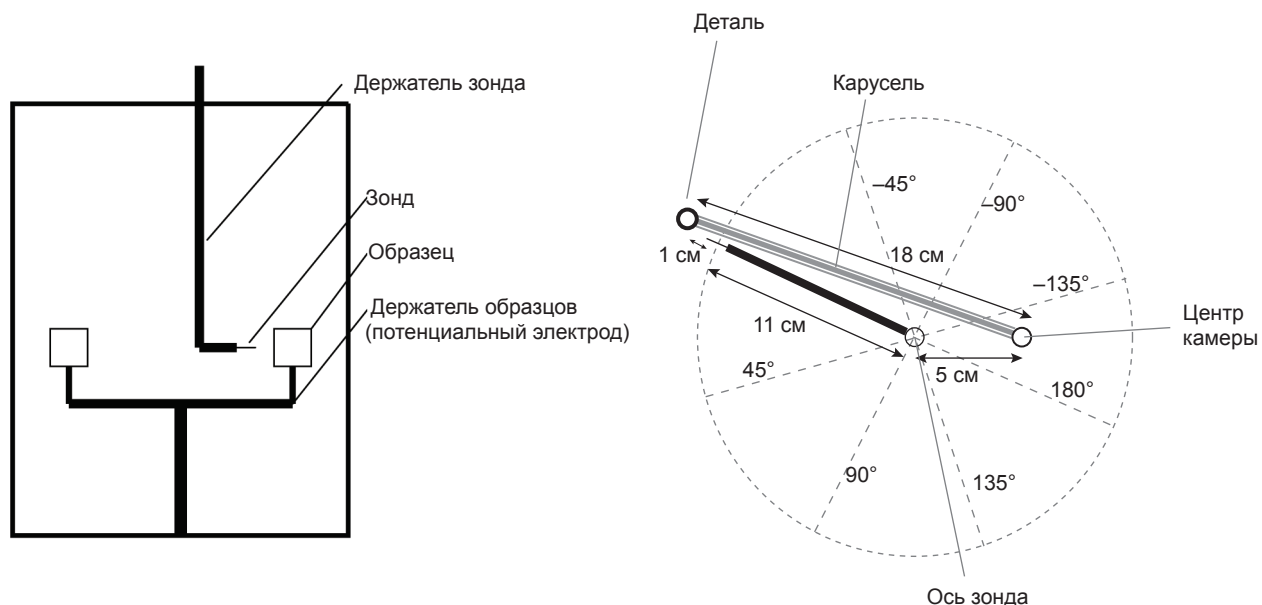


Рис. 1. Расположение зонда Ленгмюра в вакуумной камере установки Avinit. На рисунке слева показан в сечении вид сбоку, справа — вид сверху

измерять зондовые токи в диапазоне 1 нА — 500 мА при напряжениях на зонде от — 150 В до 150 В. Чтобы избежать возможности расплавления зонда в плотной плазме применяется метод широтно-импульсной модуляции [17] и система защиты от перегрузки по току, которая автоматически снижает напряжение на зонде в случае превышения током зонда величины 0,5 А. Использование прецизионных 16-битных быстродействующих АЦП и ЦАП, а также высоколинейных усилителей (коэффициент нелинейных искажений менее 0,03 %), в сочетании с низким уровнем собственных шумов и оригинальной методикой численного дифференцирования, позволяют измерять функцию распределения электронов по энергии в диапазоне более 3 порядков величины при достаточно высоком быстродействии (40000 точек в секунду). Обработка результатов измерений и автоматический расчет параметров плазмы производится при помощи Windows-совместимого

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Зондовые измерения параметров технологической плазмы в установке Avinit проводились с использованием принципиально различных источников, которые перекрывают очень широкий диапазон параметров плазмы. Необходимо отметить, что зондовые измерения в каждом из типов плазмы обладают своими специфическими особенностями и требуют разного подхода. В связи с этим, результаты измерений приводятся ниже отдельно для каждого типа плазмы совместно с обсуждением процедуры измерений в каждом случае.

Известно, что зондовые измерения в нестабильной плазме могут быть затруднены, особенно, когда параметры плазмы существенно меняются за время измерения вольтамперной характеристики (ВАХ) зонда. В экспериментах, описанных в настоящей работе, время измерения одной ВАХ изменялось от 1 миллисекунды до нескольких



минут. Поэтому особое внимание в последующих разделах уделяется вопросам стабильности плазмы и методам измерения в условиях сильной неустойчивости параметров плазмы.

Ниже представлены результаты измерений параметров двух источников плазмы, предназначенных для нанесения покрытий (магнетронный и дуговой), и двух газовых разрядов для диффузионного насыщения металлов (тлеющий и двойной дуговой).

### Магнетронный разряд

В экспериментах использовался ВЧ магнетрон Torus производства компании Kurt J Lesker с мишенью диаметром 76 мм. В качестве мишеней использовались Mo, Ti, MoS<sub>2</sub>. Частота питающего напряжения была 13,56 МГц при подводимой ВЧ мощности 50—300 Вт. В качестве рабочего газа использовались аргон и азот при давлении (1—8)·10<sup>-3</sup> Торр. Зонд находился на расстоянии 110 мм от мишени магнетрона.

Поскольку высокочастотные разряды обычно характеризуются высокой стабильностью, а для питания магнетрона использовался высококачественный ВЧ генератор R601 производства компании KJLC с уровнем пульсаций выходной мощности не более 1 %, измеренные зондовые характеристики были достаточно гладкими при любых условиях и не требовали дополнительного сглаживания (см. рис. 2).

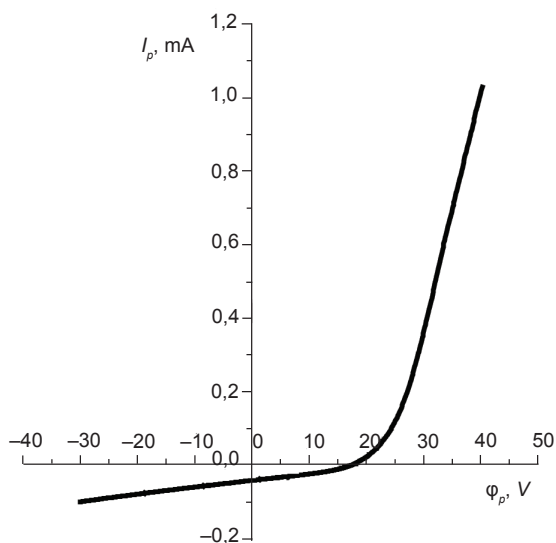


Рис. 2. Типичная ВАХ зонда Ленгмюра в магнетронном разряде при подводимой ВЧ мощности 200 Вт и давлении аргона 2·10<sup>-3</sup> Торр

В результате измерений в различных разрядных условиях были построены зависимости параметров магнетронной плазмы от подводимой ВЧ мощности и давления нейтрального газа в рабочей камере, изображенные на рис. 3, 4.

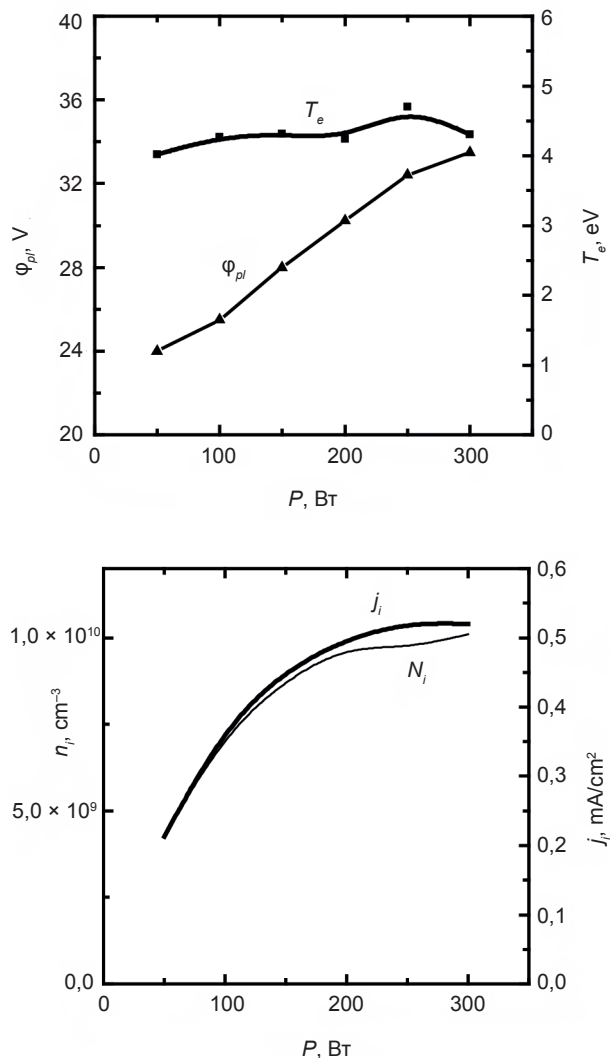


Рис. 3. Зависимости параметров магнетронной плазмы от подводимой ВЧ мощности

Одним из наиболее важных параметров плазмы, напрямую определяющих производительность технологических процессов, является плотность тока ионов из плазмы на обрабатываемую поверхность. Эффективную плотность тока ионов  $j_i$  рассчитывали из полученных параметров плазмы, используя формулу для скорости Бома:

$$j_i = en_i \sqrt{\frac{kT_e}{M_i}}$$

Результаты расчетов показаны на рис. 3, 4. Видно, что характерное значение плотности

тока ионов из магнетронной плазмы в точке расположения зонда составляет  $0,5 \text{ mA/cm}^2$  при мощности 200—300 Вт.

Интересно также оценить степень ионизации потока частиц при осаждении. Для этого при помощи кварцевого измерителя скорости осаждения покрытий FTC-2800 производства компании KJLC была измерена скорость роста пленки молибдена на том же расстоянии от мишени магнетрона, на котором был расположен зонд. Скорость нанесения при ВЧ мощности 300 Вт и давлении  $5 \cdot 10^{-3}$  Торр составила примерно  $1 \text{ \AA/s}$ . Сопоставление потоков ионов из плазмы и атомов молибдена дает величину около 5 ионов на один осаждаемый атом.

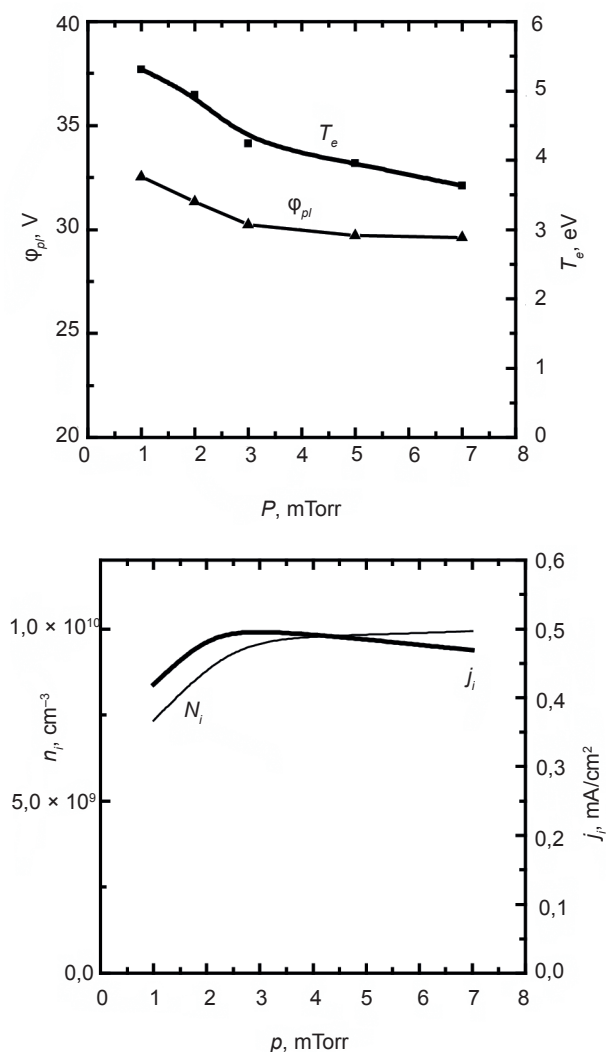


Рис. 4. Зависимости параметров магнетронной плазмы от давления нейтрального газа в рабочей камере

### Дуговой разряд

Измерения производились в дуговом разряде с титановым катодом при токе дуги

100 А. Испаритель был оборудован сепаратором (фильтром) для того, чтобы избежать появления капельной фазы в осаждаемых покрытиях. Зонд располагался примерно на оси катода на расстоянии 30 см от него.

Одной из основных проблем зондовых измерений в дуговом разряде является нестабильность параметров плазмы, обусловленная хаотичным характером движения катодного пятна по поверхности катода, а также наличием пульсаций тока дуги с частотой, кратной частоте питающей сети, которые достаточно типичны для мощных промышленных установок. На рис. 5 показаны ионные ветви зондовой ВАХ при отрицательном потенциале зонда для случая вакуумной дуги и при напуске в камеру аргона.

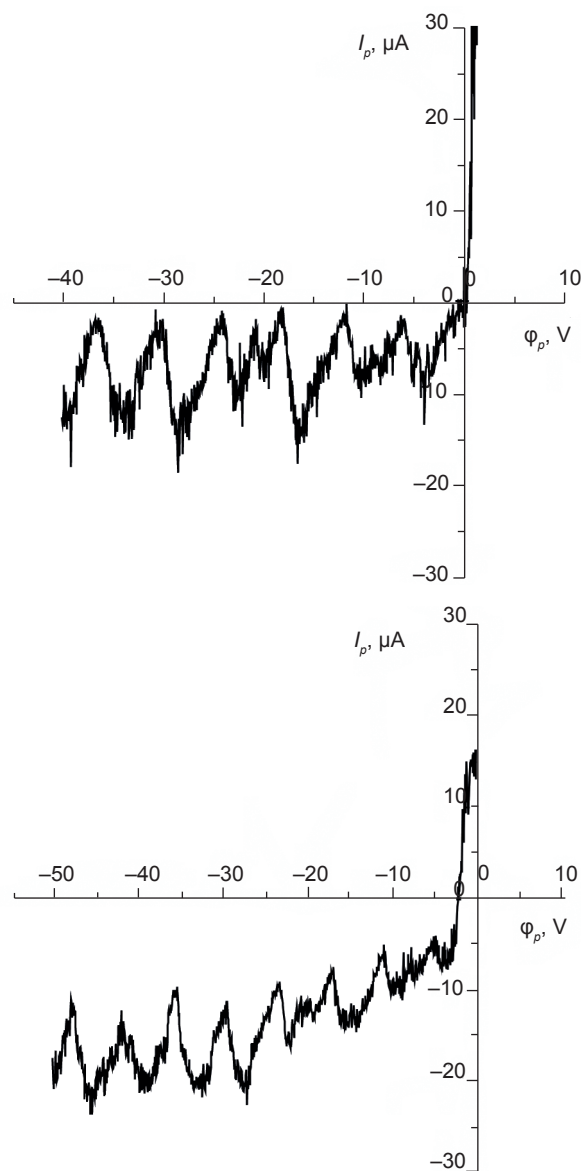


Рис. 5. Ионные ветви зондовой ВАХ. Вверху — кривая для случая вакуумной дуги, внизу — при напуске в камеру аргона

Из рис. 5 видно, что амплитуда пульсаций зондового тока достаточно велика, особенно без напуска газа, в связи с чем, при измерении зондовых характеристик применялось сглаживание. Несмотря на это, нестабильность плазмы из-за хаотичности движения катодных пятен не была полностью компенсирована, вследствие чего каждое измерение параметров плазмы проводилось несколько раз, и разброс значений оценивался в каждом случае. Здесь необходимо отметить, что нестабильность плазмы была ярко выражена лишь на небольших интервалах времени, а долговременная нестабильность (на интервалах несколько минут и более) не превышала нескольких процентов.

Измеренные параметры плазмы в месте расположения зонда приведены в табл. 1.

При указанных условиях она составила  $2,5 \text{ \AA/сек}$ , что при переводе в токовые единицы дает плотность «тока» атомов титана  $0,22 \text{ мА/см}^2$ . Сравнивая эту величину с плотностью ионного тока из плазмы, можно получить степень ионизации потока металла, которая в нашем случае достигала 25—60 %. Отметим, что при напуске аргона плотность ионного тока включает не только ионы металла, но и ионы газа, благодаря чему, в этом случае плотность тока была всегда выше, чем в случае вакуумной дуги.

### Тлеющий разряд

Плазма тлеющего разряда создавалась в вакуумной камере, заполненной рабочим газом (аргон, азот), путем подачи высокого отрицательного напряжения на держатель

Таблица 1

$\varphi_{pl}, \text{ В}$	$T_e, \text{ эВ}$	$n_e, \text{ см}^{-3}$	$n_p, \text{ см}^{-3}$	$j_p, \text{ мА/см}^2$
Без газа				
2,23	0,3	1,84e9	1,97e9	0,036
0,54	0,328	5,98e8	5,76e8	0,011
1,35	0,5	7,34e8	2,66e9	0,062
1,3	0,5	7,09e8	2,18e9	0,051
Аргон $3,8 \cdot 10^{-3}$ Торр				
0,4	0,164	5,45e9	5,2e9	0,069
0,64	0,325	6,58e9	3,57e9	0,067
0,5	0,25	4,25e9	6,95e9	0,115
0,41	0,183	6,31e9	5,17e9	0,073
0,58	0,231	7,24e9	5e9	0,079
Азот $3,8 \cdot 10^{-3}$ Торр				
0,7	0,45	6,24e9	3,39e9	0,138
0,63	0,379	4,45e9	2,57e9	0,090
1	0,4	3,7e9	2,65e9	0,077

Из табл. 1 видно, что характерное значение плотности плазмы меняется в диапазоне  $(1—7) \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$ , температура электронов находится в пределах 0,2—0,5 эВ, а типичные значения плотности тока ионов из плазмы составляют 0,02—0,1 мА/см<sup>2</sup>.

Представленные результаты позволяют оценить степень ионизации потока осаждаемого металла. Для этого при помощи кварцевого монитора FТС-2800 была измерена скорость нанесения в месте установки зонда.

образцов, расположенный в центре камеры. Нестабильность разряда в наших экспериментах была обусловлена пульсациями источника питания, которые не превышали 10 % и стохастическими шумами в плазме, обусловленными взаимодействием плазмы с обрабатываемой поверхностью. Оценить степень «зашумленности» результатов измерений позволяет рис. 6. Для снижения уровня шумов была использована методика усреднения зондового тока. Для получения

каждой точки ВАХ ток зонда последовательно измерялся  $N$  раз при неизменном напряжении на зонде, а результирующим значением тока считалось среднее арифметическое этих измерений. На рис. 6 показаны результаты такого усреднения для  $N = 1, 10, 100, 1000$ . Отметим, что необходимым условием возможности работы с усреднением по тысячам измерений является высокое быстродействие измерительной системы. Быстродействие прибора PlasmaMeter (40000 точек в секунду) позволяло получать ВАХ с усреднением каждой точки по 1000 измерений всего за несколько секунд.

Рис. 6 демонстрирует высокую эффективность примененной методики сглаживания. Здесь необходимо особо подчеркнуть, что важнейшим фактором, обеспечивающим применимость прямого усреднения при проведении зондовых измерений, является стабильность потенциала плазмы и температуры электронов, которые связаны с зондовым током нелинейным образом, то есть колебания этих параметров в течение измерения ВАХ приводят к ее искажению. В данном случае нестабильность параметров плазмы сводится только к колебаниям плотности плазмы, которая линейно связана с током

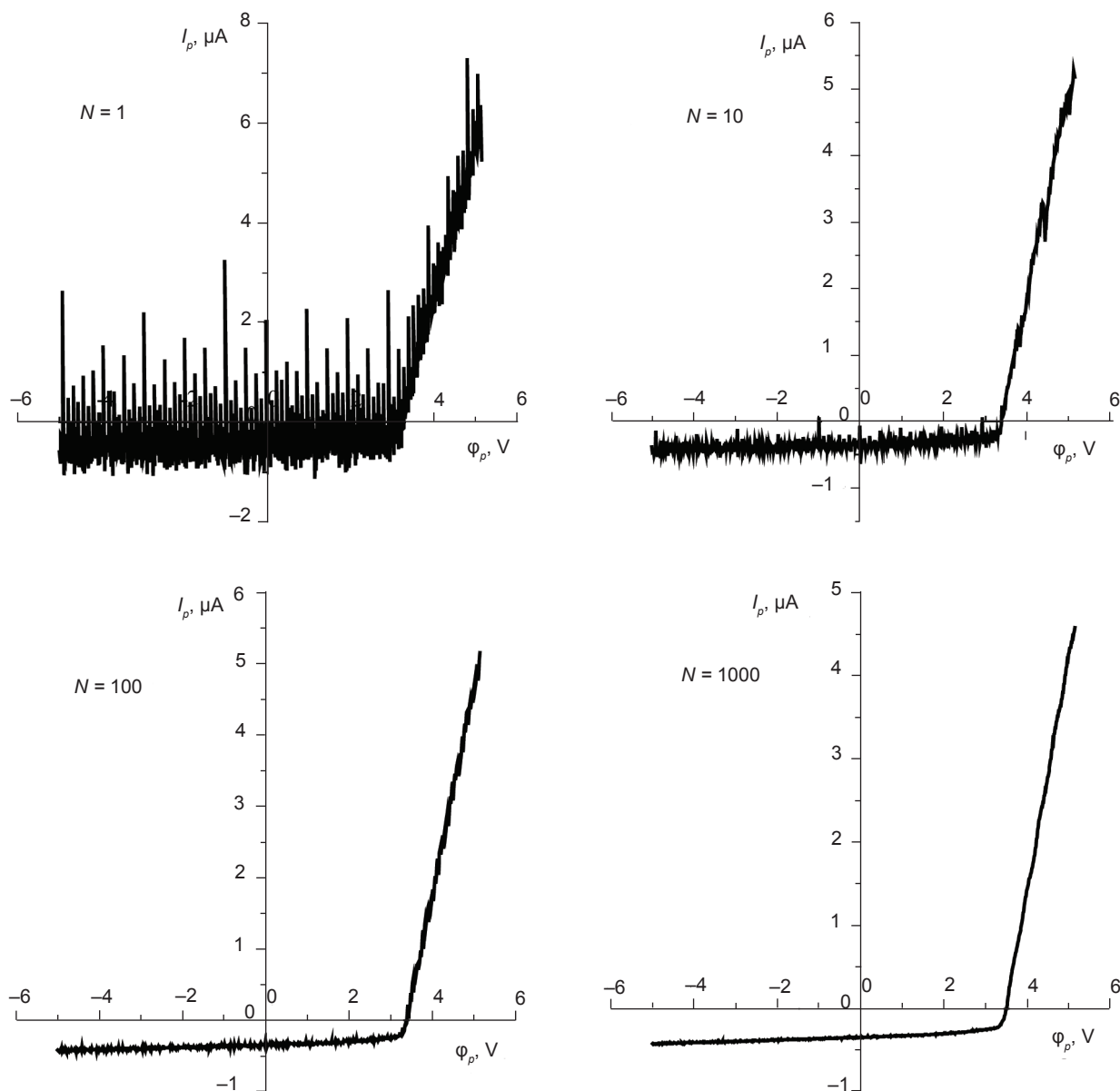


Рис. 6. Типичная ВАХ зонда, погруженного в плазму тлеющего разряда, и результат ее сглаживания методом усреднения  $N$  последовательных измерений при различных  $N$



зонда, благодаря чему усреднение не приводит к искажению ВАХ.

Результаты измерения параметров плазмы тлеющего разряда в зависимости от давления рабочего газа (азот, аргон) показаны на рис. 7. Напряжение на разряде составляло 1200 В. Зонд находился в центральной части камеры.

Графики, показанные на рис. 7 демонстрируют характерные особенности плазмы тлеющего разряда. Обращает на себя внимание чрезвычайно низкая температура электронов  $T_e$ , которая изменяется в диапазоне 0,05—0,2 эВ, особенно при использовании для создания плазмы азота. В этом случае при повышенных давлениях  $T_e$  приближается к температуре нейтрального газа в установке. Этот факт в сочетании с невысокой плотностью плазмы  $n_i$  (порядка  $10^8 \text{ см}^{-3}$ ) обуславливает относительно небольшую величину плотности тока ионов из плазмы. Потенциал плазмы относительно стенок камеры  $\phi_{pl}$  при любых условиях составляет единицы вольт, что обеспечивает отсутствие распыле-

ния вследствие высокоэнергетичной ионной бомбардировки любых элементов установки, кроме потенциального электрода и образцов, расположенных на нем. Это также свидетельствует об эффективности энерговклада в ускорение ионов.

Для понимания механизмов плазменного диффузионного насыщения металлов интересно сравнить потоки ионов и нейтральных атомов на обрабатываемую поверхность. Оценка отношения этих потоков для тлеющего разряда при описанных выше параметрах дает характерную величину  $10^7$  атомов на ион.

### «Двойной дуговой» разряд»

Результаты исследования тлеющего разряда, представленные выше, демонстрируют невысокие значения плотности плазмы и плотности ионного тока на обрабатываемую поверхность. Такая плазма может быть с успехом использована для очистки поверхности или ионного ассистирования при нанесении покрытий, однако, технологии диффузионного насыщения металлов

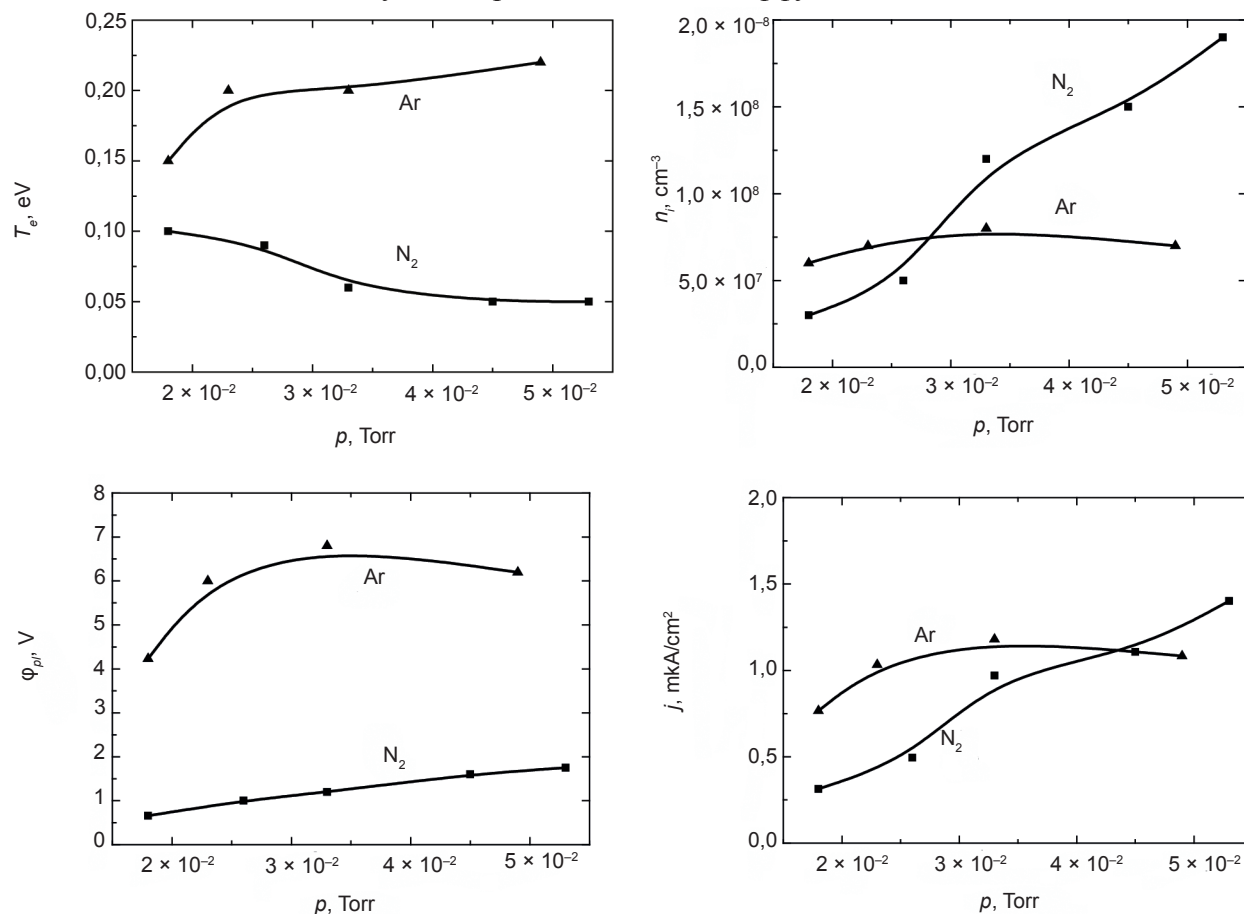


Рис. 7. Результаты измерения параметров плазмы тлеющего разряда в зависимости от давления рабочего газа (азот, аргон)

(например, азотирование) требуют применения более плотной плазмы. В установке Avinit для этой цели используется плазма «двойного дугового разряда» [1]. Катодом такого разряда является катод дугового разряда, изолированный от камеры специальным сепаратором, не пропускающим поток металла, но при этом позволяющим создать в камере плазму высокой плотности. Ток разряда замыкается на анод с магнитной фокусировкой.

Первым результатом измерений была констатация очень высокого уровня кратковременной нестабильности разряда. Как и в случае дугового разряда, нестабильность параметров плазмы обусловлена хаотичной природой движения катодного пятна дуги и пульсациями тока дуги с частотой 300 Гц, возникающими вследствие выпрямления трехфазного напряжения частотой 50 Гц. Типичная ВАХ зонда при давлении  $1,2 \cdot 10^{-2}$  Торр показана на рис. 8а. Отметим, что время измерения этой ВАХ составляло 60 мс, и за это время состояние плазмы менялось многократно. Более быстрые измерения (время измерения ВАХ порядка 1 мс) позволяли получать достаточно гладкие зондовые характеристики (рис. 8б) и фиксировать параметры плазмы в отдельные моменты времени.

Сравнение таких характеристик, измеренных в различные моменты времени, показано на рис. 9. В табл. 2 представлены параметры плазмы, рассчитанные по этим ВАХ. Видно,

что существенным колебаниям подвержены не только плотность плазмы, но и ее потенциал и температура электронов. В связи с этим, в отличие от случая дугового разряда, описанного в настоящей работе, процедура сглаживания результатов измерений методом усреднения приводит к некорректным результатам по температуре электронов, а именно, к ее завышению, вследствие колебания потенциала плазмы.

На рис. 9 также изображена зондовая характеристика, измеренная с усреднением 12000 значений тока в каждой точке по напряжению. Для получения всей ВАХ понадобилось измерить порядка 3 миллионов точек, что, учитывая быстродействие прибора PlasmaMeter, занимало немногим более одной минуты. В табл. 2 представлены параметры плазмы, рассчитанные по этой ВАХ. Видно, что эти величины лежат внутри области изменения «мгновенных» параметров плазмы и могут быть использованы в качестве эффективных интегральных значений, характеризующих усредненное по времени состояние плазмы.

Таким образом, в данном случае повторяемые результаты можно получать только с использованием усреднения по очень большому количеству точек, а относительно достоверными можно признать лишь измерения средней эффективной ионного тока из плазмы, которая, впрочем, является наиболее важным параметром с точки зрения инженерии поверхности.

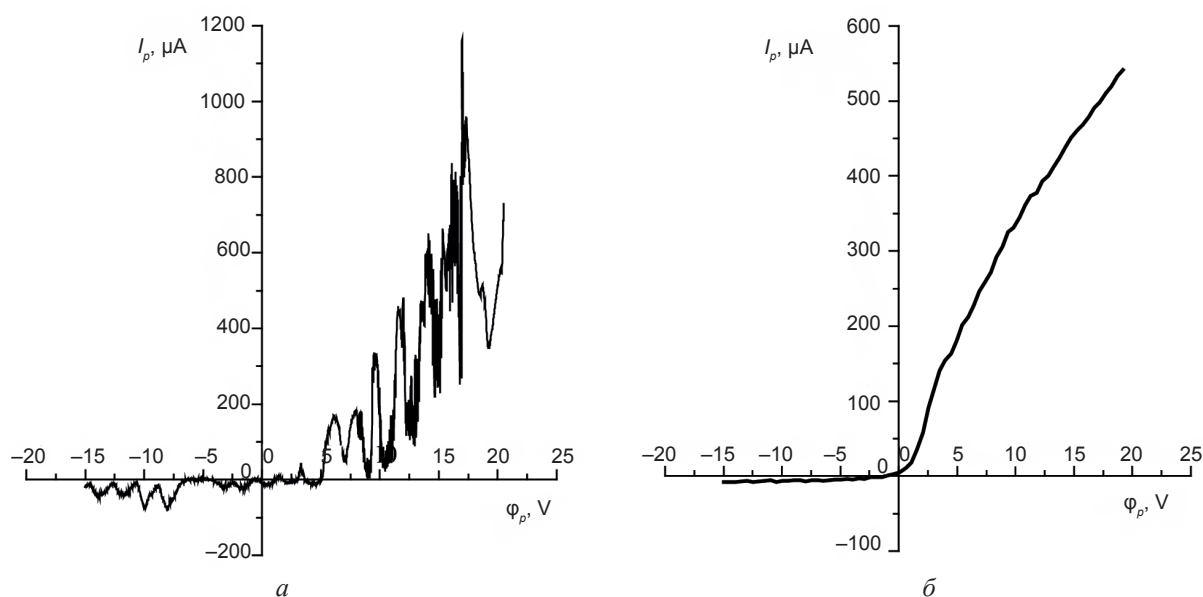


Рис. 8. Типичная ВАХ зонда в двойном дуговом разряде; а: время измерения — 60 мс, б — 1 мс

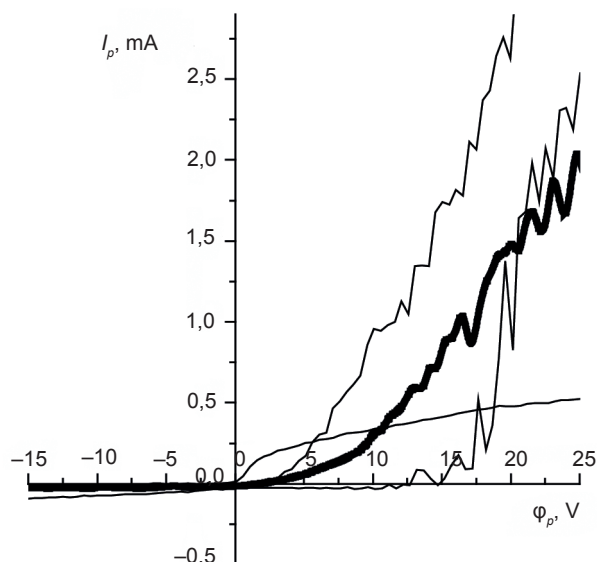


Рис. 9. Сравнение «быстрых» ВАХ (время измерения 1 мс) в разные моменты времени (тонкие кривые). Жирной линией показана ВАХ, измеренная с усреднением каждой точки по 12000 измерений

С помощью такого подхода были получены зависимости перечисленных параметров от сорта и давления газа, а также от напряжения смещения (табл. 3).

Из табл. 3 видно, что плотность ионного тока незначительно зависит от сорта рабочего газа и его давления, и практически не зависит от напряжения смещения. Из этого можно сделать вывод, что плотность плазмы двойного дугового разряда, в основном, определяется током дуги. Энергия, подводимая к подложкодержателю, полностью идет

на ускорение ионов, а ее вклад в ионизацию пренебрежимо мал.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Экспериментальное изучение различных источников плазмы установки Avinit, результаты которого представлены в настоящей работе, показало, что достижимые параметры плазмы перекрывают широкий диапазон, что обеспечивает возможность реализовывать обширный спектр технологических процессов.

В табл. 4 обобщены результаты измерения параметров плазмы всех четырех источников, исследованных в настоящей работе.

Необходимо отметить, что параметры плазмы каждого типа разряда могут изменяться в некоторых пределах, а в таблице представлены некие средние, наиболее характерные величины. В то же время, это не принципиально для сравнения различных типов разрядов, поскольку таблица демонстрирует, что разница между изученными источниками плазмы достаточно велика, различие некоторых параметров может достигать нескольких порядков величины.

Оценка отношения потоков ионов и нейтральных атомов для плазмы двойного дугового разряда дает величину порядка  $10^4$  атома на ион, то есть в данном случае мы имеем примерно в 300—1000 раз более

Таблица 2

№	$\phi_{pl}, V$	$T_e, eV$	$n_{e,pl}, cm^{-3}$	$j, mA/cm^2$
1	1	0,6	$2 \cdot 10^9$	0,038
2	25	8	$2 \cdot 10^{10}$	1,4
3	20	1,1	$1 \cdot 10^{10}$	0,26
<b>Усреднение</b>	<b>18</b>	<b>5</b>	<b><math>6 \cdot 10^9</math></b>	<b>0,33</b>

Таблица 3

Газ	Давление, Torr	Напряжение, В	Плотность тока ионов $mA/cm^2$
Ar	$1,2 \cdot 10^{-2}$	0	0,14
Ar	$5,3 \cdot 10^{-2}$	0	0,16
Ar	$5,3 \cdot 10^{-2}$	600	0,18
$N_2$	$1,2 \cdot 10^{-2}$	200	0,21
$N_2$	$1,2 \cdot 10^{-2}$	600	0,196
$N_2$	$5,3 \cdot 10^{-2}$	200	0,26
$N_2$	$5,3 \cdot 10^{-2}$	600	0,26

Тип разряда	Плотность плазмы	Температура электронов, эВ	Плотность тока ионов, мА/см <sup>2</sup>	Степень ионизации потока, ион/атом
Магнетронный	10 <sup>10</sup>	5	0,5	5
Дуговой	4·10 <sup>9</sup>	0,4	0,1	0,5
Тлеющий	10 <sup>8</sup>	0,15	0,001	10 <sup>-7</sup>
Двойной дуговой	6·10 <sup>9</sup>	5	0,3	10 <sup>-4</sup>

интенсивный поток ионов в сравнении со случаем тлеющего разряда, описанным выше.

Такая плазма с успехом используется в установке Avinit как для очистки поверхности или ионного ассистирования при нанесении функциональных покрытий, так и в технологиях диффузионного насыщения металлов (например, азотирование) с применением гораздо более плотной плазмы.

Важную роль в плазменных технологиях играет однородность плазмы по объему камеры, поскольку при групповой обработке для соблюдения оптимального технологического режима все обрабатываемые детали должны находиться в одинаковых условиях. Для изучения однородности плазмы двойного дугового разряда были проведены измерения параметров плазмы в семи угловых позициях зонда (см. рис. 1) на трех уровнях по высоте камеры, на расстоянии 170, 300 и 470 мм от нижней стенки камеры. Результаты измерений продемонстрировали высокую однородность ( $\pm 10\%$ ) плазмы по всему объему камеры.

Этот результат крайне важен для повышения стабильности проводимых технологических операций и получения высококачественных изделий при нанесении покрытий и модифицировании поверхностей металлов.

## ЛИТЕРАТУРА

- Сагалович О. В. Установка Avinit для нанесения багатозарядных функциональных покрытий / [О. В. Сагалович, В. В. Сагалович, В. В. Попов та ін.] // Фізическа інженерія поверхності. — 2010. — Т. 8. — С. 336—347.
- Сагалович А. В. Исследование вакуум-плазменных технологий в создании ТОТЭ на основе цератов бария / [А. В. Сагалович, В. В. Сагалович, Ю. Н. Клещев и др.] — Proceedings Int. Symp. SOFC, ed. S. C. Singhal et al., Japan, 1997. — P. 7—17.
- Сагалович А. В. Конструкционные материалы с покрытиями для технологического оборудования / [А. В. Сагалович, В. В. Сагалович, И. И. Залюбовский и др.] // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. Одесса. — 2001. — Т. 3. — С. 49—52.
- Сагалович А. В. Использование методов вакуум-плазменного осаждения покрытий для получения тонкопленочных топливных элементов / А. В. Сагалович, В. В. Сагалович, Ю. Н. Клещев // Сб. научно-техн. статей. Изд. РФЯЦ — ВНИИТФ, Снежинск, Россия, 2003. — С. 77—87.
- Сагалович А. В. Нанотехнологии — промышленные технологии XXI века / А. В. Сагалович, В. В. Сагалович // Оборудование и инструмент. — 2005. — Т. 6. — С. 46—49.
- Сагалович А. В. Разработка многокомпонентных покрытий для повышения износостойкости поверхностей пар трения в прецизионных узлах / [А. В. Сагалович, В. В. Сагалович, С. Ф. Дудник и др.] // Фізическа інженерія поверхності. — 2007. — Т. 5, № 3—4. — С. 154—165.
- Сагалович А. В. Экспериментальные исследования покрытий типа Avinit / [А. В. Сагалович, В. В. Сагалович, В. В. Попов и др.] // Авиационно-космическая техника и технология. Технология производства летательных аппаратов. — 2011. — Т. 1. — С. 5—15.
- Sagalovych A. The Tribological Investigation of Multicomponent Multilayered Ion-plasma Coatings Avinit / [A. Sagalovych, V. Sagalovych, V. Popov et al.] // Tribology in industry. — 2011. — Vol. 33, No. 1. — P. 79—86.
- Сагалович А. В. Нанесение покрытий на сложнопрофильные прецизионные поверхности газовой фазой методом (CVD) / [А. В. Сагалович, В. В. Сагалович, В. В. Попов и др.] // Фізическа інженерія поверхності. — 2011. — Т. 9, № 3. — С. 229—236.
- Сагалович О. В. Спосіб нанесення двокомпонентних хром-алюмінієвих покриттів на внутрішні порожнини охолоджуємих

- робочих лопаток газових турбін та Пристрій для нанесення двохкомпонентних хром-алюмінієвих покриттів на внутрішні порожнини охолоджуємих робочих лопаток газових турбін / [О. В. Сагалович, В. В. Попов, В. О. Богуслаєв та ін.] // Pat. UA № 101764 від 25. 04. 13, Pat. RU № 011255 от 16. 04. 12.
11. Sagalovych A. Mo-C multilayered CVD coatings / [A. Sagalovych, V. Sagalovych] // Proc. 13 th Intern. Conf. on Tribology SERBIATRIB'13. — Kragujevac. — Serbia. — 15—17 May 2013.
  12. Сагалович О. В. Спосіб іонно-плазмового прецизійного азотування поверхонь сталей та сплавів Avinit N / [О. В. Сагалович, В. В. Сагалович] // Pat. UA № 84664 від 25. 10. 13.
  13. Сагалович О. В. Багатошарове зносостійке покриття АВІНІТ С320 — ms1 для плоскої золотникової пари / [О. В. Сагалович, В. В. Сагалович, В. В. Попов, та ін.] // Pat. UA № 86087 від 10. 12. 13.
  14. Сагалович А. В. Износостойкое антифрикционное покрытие деталей пар трения / [А. В. Сагалович, В. В. Сагалович, В. В. Попов и др.] // Pat. RU № 141213 от 22. 04. 14.
  15. Сагалович О. В. Композиційне покриття для алюмінію або його сплавів / [О. В. Сагалович, В. В. Сагалович] // Pat. UA № 89830 від 25. 04. 14.
  16. Dudin S. V. Devices and technique of experiment. — 1994. — No. 4. — P. 78—82.
  17. McNeely P., Dudin S., Christ-Koch S. and Fantz U., Plasma Sources Sci. Technol., 18, (2009) 014011.
- polucheniya tonkoplenochnykh toplivnykh elementov / A. V. Sagalovich, V. V. Sagalovich, Yu. N. Kleshev // Sb. nauchno-tehn. statej. Izd. RFYaC — VNIITF, Snezhinsk, Rossiya, 2003. — P. 77—87.
5. Sagalovich A. V. Nanotehnologii —promyshlennye tehnologii HHI veka / A. V. Sagalovich, V. V. Sagalovich // Oborudovanie i instrument. — 2005. — Vol. 6. — P. 46—49.
  6. Sagalovich A. V. Razrabotka mnogokomponentnykh pokrytij dlya povysheniya iznosostojkosti poverhnostej par treniya v precizionnykh uzlah / [A. V. Sagalovich, V. V. Sagalovich, C. F. Dudnik i dr.] // Fizicheskaya inzheneriya poverhnosti. — 2007. — Vol. 5, No. 3—4. — P. 154—165.
  7. Sagalovich A. V. Eksperimental'nye issledovaniya pokrytij tipa Avinit / [A. V. Sagalovich, V. V. Sagalovich, V. V. Popov i dr.] // Aviacionno-kosmicheskaya tehnika i tehnologiya. Tehnologiya proizvodstva letatel'nykh apparatov. — 2011. — Vol. 1. — P. 5—15.
  8. Sagalovych A. The Tribological Investigation of Multicomponent Multilayered Ion-plasma Coatings Avinit / [A. Sagalovych, V. Sagalovych, V. Popov ea] // Tribology in industry. — 2011. — Vol. 33, No. 1. — P. 79—86.
  9. Sagalovich A. V. Nanesenie pokrytij na slozhnoprofil'nye precizionnye poverhnosti gazofaznym metodom (CVD) / [A. V. Sagalovich, V. V. Sagalovich, V. V. Popov i dr.] // Fizicheskaya inzheneriya poverhnosti. — 2011. — Vol. 9, No. 3. — P. 229—236.
  10. Sagalovich O. V. Sposib nanesennya dvohekompnentnih hrom-alyuminievih pokrittiv na vnutrishni porozhnini oholodzhuemih robochih lopatok gazovih turbin ta Pristriy dlya nanesennya dvohekompnentnih hrom-alyuminievih pokrittiv na vnutrishni porozhnini oholodzhuemih robochih lopatok gazovih turbin / [O. V. Sagalovich, V. V. Popov, V. O. Boguslaev ta in.] // Pat. UA № 101764 vid 25. 04. 13, Pat. RU № 011255 ot 16. 04. 12.
  11. Sagalovych A. Mo-C multilayered CVD coatings / [A. Sagalovych, V. Sagalovych] // Proc. 13th Intern. Conf. on Tribology SERBIATRIB'13. — Kragujevac. — Serbia. — 15—17 May 2013.
  12. Сагалович О. В. Спосіб іонно-плазмового прецизійного азотування поверхонь сталей та сплавів Avinit N / [О. В. Сагалович, В. В. Сагалович] // Pat. UA № 84664 від 25. 10. 13.
  13. Сагалович О. В. Багатошарове зносостійке покриття АВІНІТ С320 — ms1 для плоскої

## LITERATURA

1. Sagalovich O. V. Ustanovka Avinit dlya nanesennya bagatosharovih funkcional'nykh pokrittiv / [O. V. Sagalovich, V. V. Sagalovich, V. V. Popov ta in.] // Fizicheskaya inzheneriya poverhnosti. — 2010. — Vol. 8. — P. 336—347.
2. Sagalovich A. V. Issledovanie vakuumplazmennykh tehnologij v sozdanii TOTE na osnove ceratov bariya / [A. V. Sagalovich, V. V. Sagalovich, Yu. N. Kleshev i dr.] — Proceedings Int. Symp. SOFC, ed. S. C. Singhal ea, Japan, 1997. — P. 7—17.
3. Sagalovich A. V. Konstrukcionnye materialy s pokrytiami dlya tehnologicheskogo oborudovaniya / [A. V. Sagalovich, V. V. Sagalovich, I. I. Zalyubovskij i dr.] // Tehnologiya i konstruirovaniye v elektronnoy apparature. Odessa. — 2001. — Vol. 3. — P. 49—52.
4. Sagalovich A. V. Ispol'zovanie metodov vakuum-plazmennogo osazhdeniya pokrytij dlya



- zolotnikovoi pari / [O. V. Sagalovich, V. V. Sagalovich, V. V. Popov, ta in.] // Pat. UA № 86087 vid 10. 12. 13.
14. Sagalovich A. V. Iznosostojkoe antifrikcionnoe pokrytie detalej par treniya / [A. V. Sagalovich, V. V. Sagalovich, V. V. Popov i dr.] // Pat. RU № 141213 ot 22. 04. 14.
15. Sagalovich O. V. Kompozicijne pokrittya dlya alyuminiyu abo jogo splaviv / [O. V. Sagalovich, V. V. Sagalovich] // Pat. UA № 89830 vid 25. 04. 14.
16. Dudin S. V. Devices and technique of experiment. — 1994. — No. 4. — P. 78—82.
17. McNeely P., Dudin S., Christ-Koch S. and Fantz U., Plasma Sources Sci. Technol., 18, (2009) 014011.