

## II. КАПЕЛЬНАЯ ФАЗА ЭРОЗИИ КАТОДА СТАЦИОНАРНОЙ ВАКУУМНОЙ ДУГИ

В.М. Хороших

*Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий*

*ННЦ ХФТИ (Харьков)*

*Украина*

Поступила в редакцию 30.11.2004

Приведены результаты исследований параметров капельной фазы эрозии катодов стационарной вакуумной дуги, горящей как в высоком вакууме, так и в присутствии химически активного газа в разрядном объеме. Показано, что для титановой дуги в азоте с ростом давления газа количество капель уменьшается. Измерена скорость капель. Определены угловые распределения для капель различных размеров.

### ВВЕДЕНИЕ

Эрозия поверхности катода вакуумной дуги под воздействием катодного пятна связана с генерацией потоков ионов, нейтрального пара и макрочастиц-капель (иногда – твердых осколков) материала катода. Основными продуктами эрозии являются ионы и капли, доля нейтрального пара в расходе массы катода мала и не превышает 1% [1, 2, 3]. В работе [3] показано, что расход массы катода в ионной фазе на единицу переносимого заряда является величиной постоянной для данного материала, в то время как эрозия в капельной фазе зависит от условий эксперимента и увеличивается с ростом величины заряда, переносимого через единицу площади катода.

Наиболее сильно капельная эрозия интегрально-холодного катода зависит от времени горения дуги. Среднее время горения дуги в работах, посвященных исследованию капельной фазы, генерируемой дугами с твердыми металлическими катодами, не превышало  $1 \div 1,5$  с (обычно – несколько десятков миллисекунд): дуги со временем горения  $10 \div 100$  с и более не исследовались. Неизученными являются также свойства капельной фазы при наличии химически активных газов в объеме разрядного промежутка. В этом случае следует ожидать изменения параметров потоков частиц, генерируемых пятном дуги, за счет образования на поверхности катода пленок различных соединений, которые, как показано в предыдущей главе, существенным образом влияют на характер прикатодных процессов.

В связи с этим представляет интерес исследование капельной фазы продуктов эрозии катода стационарной вакуумной дуги (при

длительности горения разряда от нескольких десятков секунд и более), а также изучение влияния химически активных газов на свойства капель. В настоящем обзоре систематизируются результаты исследований стационарной вакуумной дуги, горящей на катодах из титана, алюминия и молибдена в высоком вакууме и при наличии азота в объеме разрядного промежутка [4 – 8], проведенные в Харьковском физико-техническом институте. Изучены форма, размеры, пространственное распределение и скорость генерируемых капель. Проведено сравнение пространственных распределений ионов и капель, определено содержание капель в потоке частиц, испускаемых катодом, а также исследовано влияние капельной фазы на некоторые свойства титановых конденсатов, получаемых осаждением потоков частиц, генерируемых вакуумной дугой.

### МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И УСЛОВИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследования проводились с использованием источника плазмы с автостабилизацией катодного пятна. В качестве катодных материалов использовался титан марки ВТ-1, алюминий АВ 0000 и молибден марки МЧВП. Диаметр цилиндрического водоохлаждаемого катода составлял 64 мм. Продукты эрозии катода осаждались на полированные образцы размером  $16 \times 20 \times 2$  мм, изготовленные из нержавеющей стали Х18Н10Т. Образцы располагались на расстоянии 65 мм от центра катода по окружности с центром, совпадающим с центром рабочей поверхности катода, и лежащей в плоскости, перпендикулярной этой поверхности, либо на оси сис-

темы на расстояниях 210 и 400 мм от плоскости катода. Для изучения морфологии поверхности конденсатов использовались оптический микроскоп ММР-4 и растровый электронный микроскоп РЭМ-200. Скорость конденсации общего потока частиц (ионов и капель), генерируемых катодом, определялась по толщине конденсатов, получаемых в течение определенного промежутка времени. Толщина конденсатов измерялась интерферометром МИИ-4 по методу “теневых ножей”. Исследования свойств конденсатов включали также измерения микротвердости и степени шероховатости их поверхности и определение содержания азота в покрытиях. Измерения микротвердости конденсатов по Виккерсу проводились с помощью прибора ПМТ-3 при нагрузке 100 Г. Степень шероховатости измерялась профилометром. Определение содержания азота в конденсатах проводились на электростатическом ускорителе с использованием ядерной реакции  $^{15}\text{N}(p, \alpha, \gamma)^{12}\text{C}$  [9]. Измерения ионного тока проводились с помощью одиночного зонда, располагаемого в местах крепления образцов. Потенциал зонда был равен  $-60\text{ В}$ , что обеспечивало насыщение ионного тока. Ток дугового разряда составлял  $110\text{ А}$ , время горения дуги  $\sim 30 \div 10^3\text{ с}$ . Для повышения адгезии частиц к поверхности проводилась ионная очистка образцов путем кратковременной ( $4 \div 5\text{ с}$ ) подачи на них ускоряющего потенциала ( $-800\text{ В}$ ). Ток дугового разряда при этом снижался до  $50\text{ А}$  для уменьшения генерации в капельной фазе.

Скорость капель определяли с помощью электромеханического устройства (рис. 1), располагаемого под углом  $60^\circ$  к оси разряда на расстоянии  $85\text{ мм}$  от плоскости катода.

Основными элементами устройства являются: подвижный шток с якорем 1, закрепленный на конце штока образец 2; корпус 3; расположенная снаружи корпуса катушка 4; пружина 5 и экраны 6 с системой коллимирующих диафрагм 7. Шток выполнен из железа АРМКО. Остальные детали устройства изготовлены из немагнитной стали Х18Н10Т.

При включении магнитной катушки шток с закрепленным на нем образцом втягивается

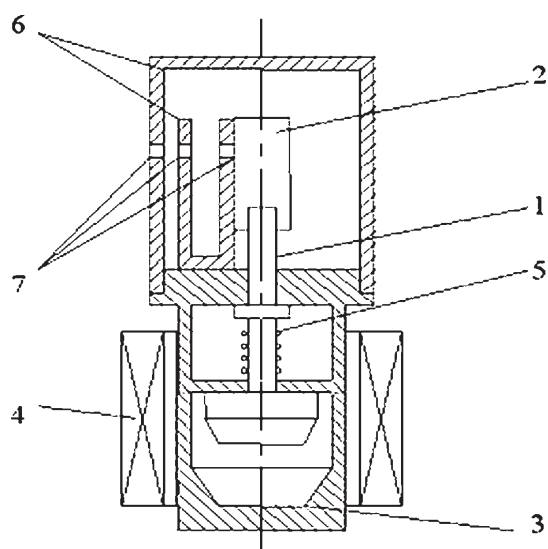


Рис. 1. Схематический чертеж устройства для определения скорости капель: 1 – шток; 2 – образец; 3 – корпус; 4 – катушка; 5 – пружина; 6 – экраны; 7 – диафрагмы.

во внутрь корпуса, в результате чего следы капель, скользящих вдоль поверхности движущегося образца, искривляются. Для определения скорости капель  $v_k$  измеряли угол отклонения траектории частицы  $\alpha$  в направлении движения образца, перемещающегося со штоком со скоростью  $v_0$ :

$$v_k = v_0 / \operatorname{tg} \alpha. \quad (1)$$

Аналогичная методика измерения скорости капель использовалась ранее в работе [10]. При этом исследовали следы, оставляемые частицами на полированной металлической поверхности. Однако, эксперименты, проведенные в настоящей работе, показали, что следы капель, скользящих вдоль металлической поверхности, плохо различимы под микроскопом, в связи с чем, на образец наносился тонкий слой сажи, позволяющий получить значительно более четкие следы частиц.

## ИЗУЧЕНИЕ РАЗМЕРОВ И ФОРМЫ КАПЕЛЬ

Микроскопическое изучение поверхности конденсатов показало, что генерируемые стационарной вакуумной дугой с титановым катодом жидкие капли размером  $\geq 2\text{ мкм}$ , засыхая при ударе о поверхность образца, приобретают плоскую форму с отношением диаметра к толщине  $\sim 10$  (рис. 2).

Максимальный диаметр капель зависит от материала катода и давления газа. Для титана

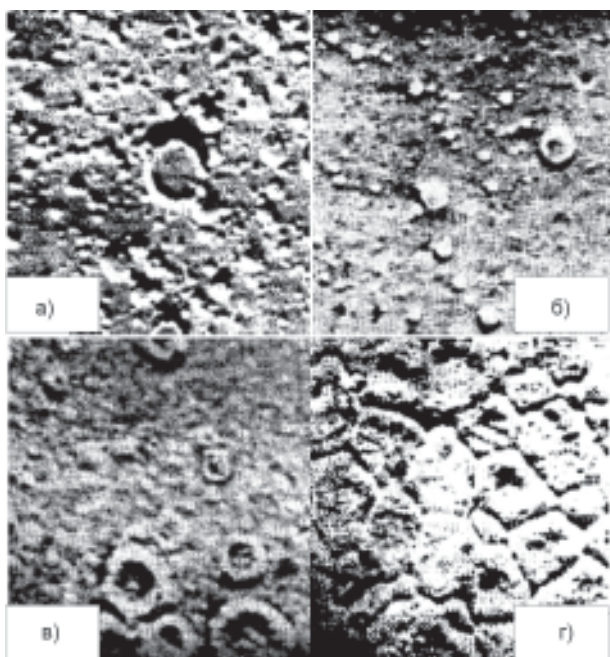


Рис. 2. Микрофотографии капель, генерируемых стационарной вакуумной дугой с титановым катодом: ток дуги  $I_0 = 110$  А, давление азота  $p = 1 \cdot 10^{-3}$  Па, угловая координата образца  $\alpha = 90^\circ$ , время конденсации  $t = 30$  с, увеличение  $\times 1500$ : а)  $U_n = U_{nl}$ , б)  $U_n = -200$  В, в)  $U_n = -450$  В, г)  $U_n = -600$  В. ( $U_n$  – потенциал смещения).

он составляет  $\approx 40$  мкм в отсутствие азота и  $\approx 30$  мкм при давлении газа  $\sim 1$  Па. В высоком вакууме максимальный диаметр капель для алюминия составляет  $\sim 45$  мкм, для молибдена  $\sim 8$  мкм.

При изучении распределения капель по размерам необходимо учитывать то, что их конденсация на поверхность образцов происходит при одновременном осаждении на нее потоков ионизированных и нейтральных атомов катодного материала; это приводит к замуравыванию некоторого количества капель в объеме конденсата (рис. 3).

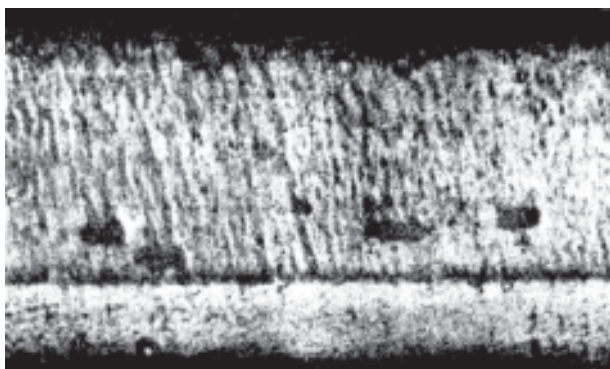


Рис. 3. Титановые капли, замураванные в объеме конденсата: ток дуги – 110 А, давление азота – 1 Па, угловая координата –  $90^\circ$ , время конденсации –  $1,8 \cdot 10^3$  с, увеличение –  $\times 1000$ .

При этом количество замураванных капель увеличивается с уменьшением их размера; при временах горения дуги  $\sim 100$  с могут быть захоронены капли диаметром  $\sim 10$  мкм. Поэтому при расчете количества капель определенного размера, падающих на поверхность образца в единицу времени, вводился поправочный множитель, равный отношению толщины конденсата и подсчитываемых капель ( $\sim 0,1$  их внешнего диаметра).

Распределения капель по размерам представлены на рис. 4.

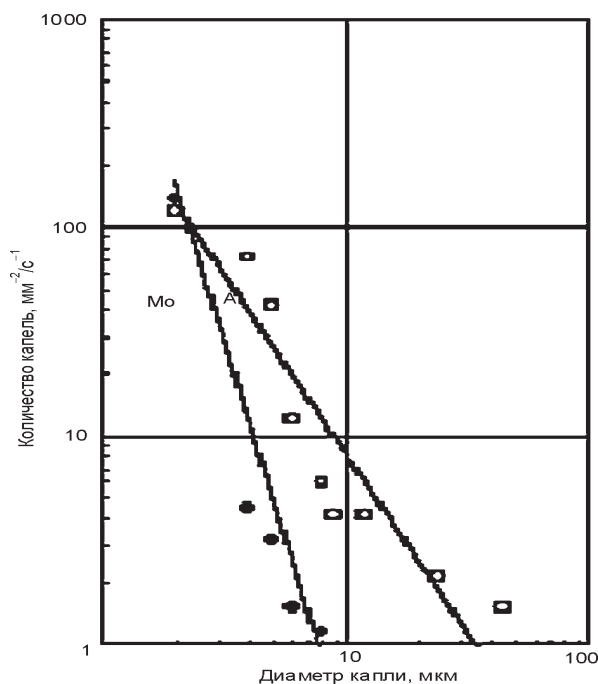


Рис. 4. Распределение капель по размерам для дуги с алюминиевым и молибденовым катодами ( $\alpha = 26^\circ$ ).

При расчете поправочных коэффициентов, учитывающих захоронение частиц, использовались угловые распределения скорости роста толщины конденсатов, представленные на рис. 6а. Минимальный диаметр частиц, учитываемых при построении зависимостей, приведенных на рис. 4 составлял 2 мкм. Общим для всех кривых, представленных на этих рисунках, является монотонное увеличение числа капель с уменьшением их диаметра. Распределение капель по размерам описывается функцией типа:

$$\Delta n = c D_k^{-\gamma}, \tag{2}$$

где  $\Delta n$ ,  $D_k$  – количество и диаметр капель соответственно;  $c$ ,  $\gamma$  – постоянные, зависящие от давления газа в объеме и угловой координаты.

Наблюдаемый характер распределения капель по размерам подтверждает справедливость допущения о незначительном вкладе капель размером менее 2 мкм в общую эрозию катода в капельной фазе. Так доля таких частиц в переносе массы в виде капель не превышает  $5 \div 6\%$  (рис. 5).

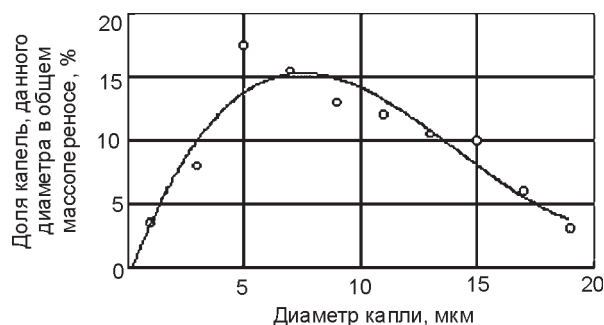


Рис. 5. Доля капель данного диаметра в общем массопереносе для дуги с титановым катодом.

### О МИНИМАЛЬНОМ РАЗМЕРЕ КАПЕЛЬ, ГЕНЕРИРУЕМЫХ ВАКУУМНОЙ ДУГОЙ

Как отмечалось выше, то обстоятельство, что конденсация капель происходила при одновременном осаждении потока ионизированных и нейтральных атомов катодного материала, приводит к их замуравыванию и взаимному перекрытию в объеме конденсата. Эти факторы существенно затрудняли изучение капель размером менее 1 мкм.

Оценка минимального размеров капель, создаваемых стационарной вакуумной дугой, горячей при разрядном токе 100 А, проводилась для трех катодных материалов: титана (марки ВТ-1), молибдена (марки МЧВП), графита (марки АГ1500). Продукты эрозии катода осаждались на приемной поверхности собирающего зонда, располагаемого на оси разряда на расстоянии 300 мм от плоскости катода. Конструктивно зонд представлял собой водоохлаждаемый металлический стержень, на торце которого располагалась медная сетка с нанесенной на ней коллоидной пленкой. Капли, конденсируемые на медно-коллоидных ячейках, изучались с помощью электронного микроскопа ЭВМ-100Л. Точность определения размеров частиц составляла 10%.

Электронно-микроскопические исследования показали, что на поверхности коллоид-

ной пленки конденсируются сферические частицы размером  $20 \div 80$  нм для титана,  $7,5 \div 150$  нм для молибдена и  $6 \div 40$  нм для графита. Взаимодействуя между собой, эти субмикронные частицы образуют цепочечные агрегаты и более крупные образования (шероховатые частицы), представляющие собой, так же как и первичные сферические частицы, трехмерные объекты. Это установлено с помощью косоугольного напыления угольно-платиновой пленки на исследуемые частицы.

Практически полное отсутствие на приемной поверхности зонда частиц размером более  $100 \div 150$  нм, обнаруженных в больших количествах на металлических подложках, связано, очевидно, с чрезвычайно низким значением коэффициента прилипания таких капель к поверхности коллоидной пленки. Коэффициент прилипания возрастает с уменьшением размера капель, оставаясь, однако, на уровне, существенно более низком, чем для металлических поверхностей. Вследствие этого, а также ввиду высокой концентрации субмикронных капель в потоке частиц, генерируемых катодным пятном дуги, на локальных участках коллоидной пленки, где по каким-либо причинам обеспечивается надежная адгезия металлических частиц к ее поверхности, происходит налипание капель друг на друга с образованием объемных объектов.

Минимальный размер капель, обнаруженных на приемной поверхности зонда, по видимому, не связан с влиянием процессов на подложке, а отражает реальную физическую картину явлений, происходящих при их генерации на катоде разряда. Характерным является то, что минимальный размер капель близок для стационарной вакуумной дуги и для импульсных разрядов наносекундной длительности [11], также для квазистационарной дуги.

Таким образом, проведенные исследования позволяют установить нижний предел размера капель, создаваемых вакуумной дугой в области токов 100 А на уровне  $5 \div 20$  нм. При этом тенденция к росту числа капель с уменьшением их размера сохраняется для частиц размером по крайней мере в несколько сот нанометров. Отметим, что позднее капли

таких размеров для импульсных дуг исследовали в работе [12].

**ПРОСТРАНСТВЕННОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ КАПЕЛЬ**

Угловые распределения для объема титановых капель, падающих на единицу поверхности образца в единицу времени, представлены на рис. 6б. При построении этих кривых использовались данные работы [2], в которой показано, что объем капли, расплющенной при ударе о поверхность образца и имеющей диаметр  $D_k$  равен объему сферы диаметром  $D_k/2$ .

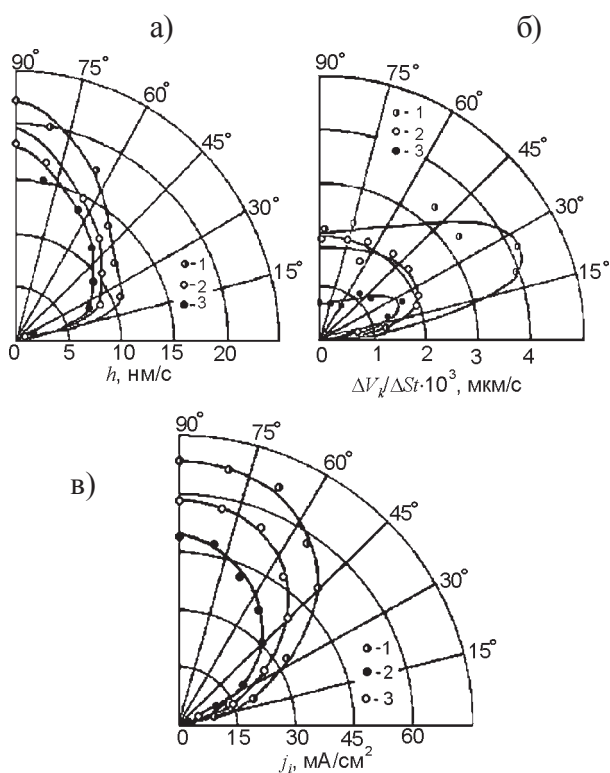


Рис. 6. Угловые распределения для скорости роста толщины конденсата  $h$  – а): объема капель, падающих на единицу поверхности образца в единицу времени  $\Delta V_k / \Delta S t$  – б): плотности ионного тока  $j_i$ : 1 –  $p = 10^{-3}$  Па; 2 –  $p = 0,1$  Па; 3 –  $p = 1$  Па.

Из рис. 6б следует, что основное количество капель, генерируемых стационарной вакуумной дугой с титановым катодом, движется под малыми углами к его плоскости как при наличии азота в объеме, так и в высоком вакууме. Заметное количество капель обнаруживается также и в направлении, перпендикулярном плоскости катода.

Общий объем вещества, генерируемого катодным пятном дуги, и объем вещества, генерируемого в капельной фазе, определяли путем интегрирования угловых распределений, представленных на рис. 6а и 6б, по поверхности полусферы радиусом 85 мм в пространстве над поверхностью катода. Результаты расчетов относительного содержания капель в объеме конденсата приведены в табл. 1.

Таблица 1

Содержание капель при различных давлениях азота

Угловая координата	Относительное содержание капель в конденсате, %		
	$L = 85$ мм	$L = 210$ мм	$L = 400$ мм
$p = 10^{-3}$ Па	7,7	4,5	2,1
$p = 1$ Па	4,2	0,4	$10^{-2}$

Отличие угловых распределений ионов и капель приводит к изменению содержания капельной фазы в объеме конденсатов, получаемых при различных расстояниях от плоскости катода. Вследствие более широкого углового распределения капель, с ростом расстояния наблюдается уменьшение содержания капель в конденсатах, осаждаемых на образцах, расположенных напротив плоскости катода ( $\alpha = 90^\circ$ ) (табл. 2). Содержание капель в конденсате уменьшается и с ростом давления газа в системе.

Таблица 2

Влияние расстояния от поверхности образца до плоскости катода на относительное содержание капель в конденсате

Давление газа	Относительное содержание капель в конденсате, %		
	$p = 10^{-3}$ Па	$p = 10^{-1}$ Па	$p = 1$ Па
$\alpha = 90^\circ$	7,7	9,8	4,2
$\alpha = 20^\circ$	38,0	23,2	16,3
Среднее по $\alpha = 0^\circ \div 90^\circ$	29,6	19,9	14,5

При этом также, вследствие отличия пространственных распределений ионов и капель (рис. 6б и 6в) содержание капельной фазы в объеме конденсатов зависит от угловой координаты  $\alpha$  (см. табл. 1).

Зависимость содержания капель в конденсате от расстояния образца до плоскости катода при наличии газа в объеме более сильная, чем при горении дуги в высоком вакууме (см. табл. 2).

Резкое понижение содержания капель с ростом расстояния при этом связано с ухудшением их прилипания к поверхности конденсации за счет интенсивного остывания частиц при движении в атмосфере разряженного газа.

Причиной уменьшения количества капель при наличии азота в системе является, по-видимому, образование слоя нитрида титана на поверхности катода. Как показано ниже, массоперенос в капельной фазе для вакуумной дуги зависит от теплофизических свойств катодного материала и уменьшается при росте температуры его плавления. Поскольку температура плавления нитрида титана составляет 3223 К, что существенно превышает температуру плавления чистого титана (1933 К), образование слоя TiN на поверхности титанового катода приводит к уменьшению эрозии катода в капельной фазе. Прямой эксперимент по оценке влияния нитрида титана на процесс генерации капель в вакуумной дуге проводился при горении разряда на титановом катоде с покрытием из TiN толщиной  $\approx 6$  мкм. Покрытие получали конденсацией потока титановой плазмы, генерируемой вакуумной дугой, на поверхность катода по методике, описанной в работе [13]. Содержание капель в объеме покрытия, получаемого на образце, расположением напротив катода ( $\alpha = 90^\circ$ ) на расстоянии 210 мм от его плоскости в вакууме  $\sim 10^{-3}$  Па, составило  $\sim 10^{-4}\%$ . (Для титанового катода в аналогичных условиях содержание капель в покрытиях составляет 4,8%). Зависимости скорости осаждения суммарных потоков частиц, капель и ионов от угла к оси разряда для алюминиевого и молибденового катодов представлены на рис. 7 и 8.

Атомарный поток определялся как разность суммарного потока частиц и капель. Рассчитанные из данных, приведенных на рис. 8 и 9, доли катодного материала, генерируемые в пределах данного телесного угла,

приведены в табл. 3. Здесь же представлены отношения массы материала, осаждаемого на внутреннюю поверхность полусферы диаметром 85 мм, к общей массе испаренного катодного материала. Расходы массы катодного материала рассчитаны из коэффициентов электропереноса, измеренных в настоящей работе.

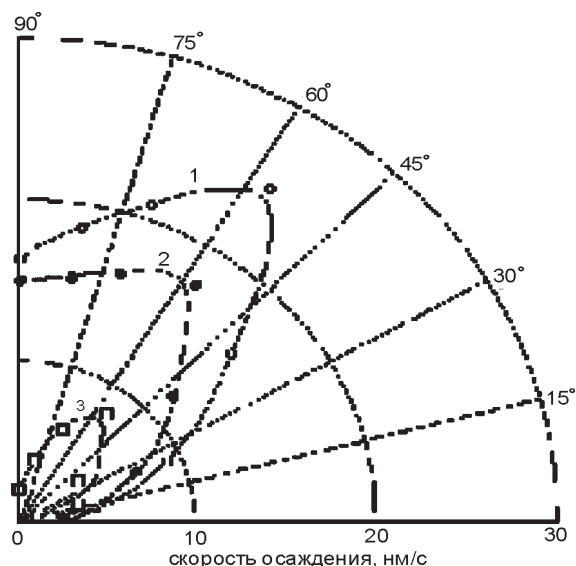


Рис. 7. Угловые распределения частиц, генерируемых вакуумной дугой с алюминиевым катодом: 1 – суммарный поток; 2 – атомарный поток (ионы + нейтральные атомы); 3 – капли.

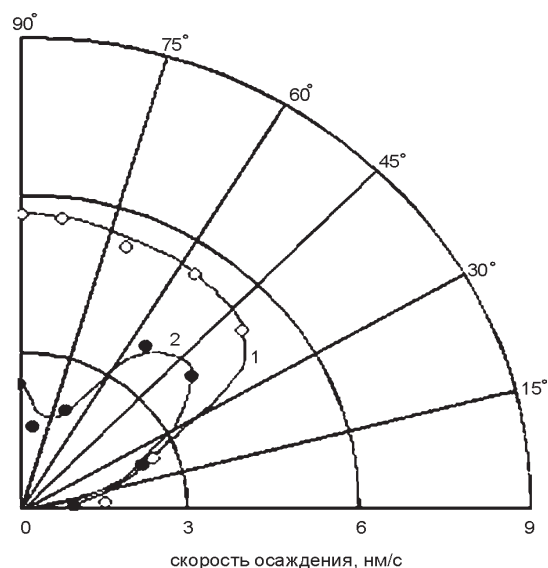


Рис. 8. Угловые распределения частиц, генерируемых вакуумной дугой с молибденовым катодом; (\* для капель (2) масштаб по оси Y увеличен в 100 раз); ввиду малого содержания капель, суммарный (1) и атомарный потоки практически совпадают.

Таблица 3  
Относительное количество катодного материала, генерируемого в пределах заданных значений телесных углов к оси разряда

Телесный угол относительно оси разряда	Относительное количество материала, в пределах данного телесного угла, %	
	Mo	Al
26°	0,5	0,4
52°	5,4	5,4
78°	18,4	22,8
102°	46,4	53,1
128°	71,5	78,6
154°	90	94,1
Доля материала на полусфере $R = 85\text{мм}$	18,5	9,5

Из табл. 3 следует, что основное количество катодного материала для дуги с алюминиевым и молибденовым катодами, генерируется в пределах телесного угла  $\sim 150^\circ$ . Для алюминия поток частиц несколько уже, чем для молибдена. Причиной этого явления является высокое содержание в молибденовой плазме многозарядных ионов, обладающих высокой угловой расходимостью [14].

Относительное содержание капель в конденсируемом потоке частиц для различных значений углов к оси разряда приведено в табл. 4.

Таблица 4  
Относительное содержание капель в конденсируемом потоке частиц при различных углах к оси разряда

Угол к оси разряда	Относительное содержание капель в конденсате, %	
	Mo	Al
0°	0,41	11,8
13°	0,15	12
26°	0,2	25,8
39°	0,76	33,9
52°	0,89	22,2
65°	0,82	22,4
78°	0,92	48,6
Общая доля капель	0,83	35,6

На внутреннюю поверхность полусферы радиусом 85 мм, расположенную над плоскостью катода (получено расчетным путем из

рис. 2 и 3) осаждается 18,5% испаренного материала молибденового и 9,5% алюминиевого катода. Эти цифры практически являются значениями коэффициентов конденсации для данных экспериментальных условий. Низкие значения коэффициентов конденсации связаны с высокой энергией ионов в плазме вакуумной дуги, а также с наличием отрицательного потенциала на поверхности образцов. Основная часть потока капель, генерируемых дугой как с алюминиевым, так и с молибденовым катодами движется в пределах угла  $30 \div 70^\circ$  к оси разряда (рис. 7 и 8).

Зависимость атомарного потока частиц для алюминия от угловой координаты имеет максимум, совпадающий с максимумом аналогичной кривой для потока капель (рис. 7). Учитывая тот факт, что угловое распределение ионов алюминия имеет максимум на оси разряда, данное обстоятельство свидетельствует о том, что некоторая часть конденсата образуется за счет осаждения нейтрального пара, возникающего при испарении капель, нагреваемых ионами плазмы [15].

Небольшое повышение потока капель в приосевой области разряда, наблюдаемое для дуги с молибденовым катодом (рис. 8), может быть связано с увлечением части капель малых размеров ионами, имеющими максимальную концентрацию вдоль оси разряда.

На рис. 9 представлены угловые распределения капель различных размеров.

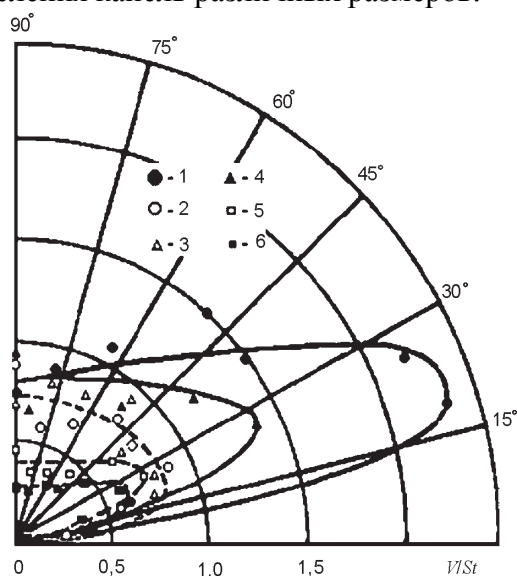


Рис. 9. Угловые распределения капель различных размеров: 1, 3, 5 —  $5 \div 15\text{мкм}$ ; 2, 4, 6 —  $2 \div 5\text{мкм}$ ; 1, 2 —  $p = 10^{-3}\text{Па}$ ; 3, 4 —  $p = 0,1\text{Па}$ ; 5, 6 —  $p = 1\text{Па}$ .

В высоком вакууме основная доля эрозии в капельной фазе происходит за счет частиц размером  $\sim 5 \div 15$  мкм, которые движутся преимущественно под малыми углами к плоскости катода (кривая 1). Распределение частиц размером  $\sim 2 \div 5$  мкм в пространстве является существенно более однородным (кривая 2).

С ростом давления азота до значения  $\sim 10^{-1}$  Па уменьшение количества капель, генерируемых пятном дуга, происходит за счет крупных частиц, движущихся под малыми углами к плоскости катода; пространственное распределение и абсолютное количество малых капель при этом не меняются (кривые 3 и 4). При дальнейшем увеличении давления азота (до  $\sim 1$  Па) количество малых капель уменьшается, но менее существенно, чем количество крупных частиц, и в области углов  $20 \div 90^\circ$  к плоскости катода доля малых капель в их общем количестве является преобладающей (кривые 5 и 6).

По современным представлениям испускание жидких капель пятном дуга происходит при формировании на поверхности катода эрозионных кратеров [16, 17]. Процесс развития кратеров связан, в частности, с действием давления ионного компонента плазмы на слой жидкого металла, расплавленного в результате взрыва ранее существовавшего на этом месте микровыступа [16, 17]; жидкий металл и основное количество генерируемых капель двинутся при этом вдоль плоскости катода. Данный механизм генерации капель согласуется с угловым распределением крупных частиц, полученных в настоящей работе. При образовании на поверхности катода нитрида титана, обладающего более высокой, по сравнению с чистым титаном, температурой плавления, снижение количества капель происходит за счет уменьшения объема материала, расплавленного в области кратера. Однако, пространственное распределение малых частиц и характер зависимости их количества от давления газа в объеме в недостаточной степени согласуются с этой моделью. В соответствии с работой [18] определенное влияние на процесс движения жидкого металла при образовании кратеров, кроме отмеченного выше воздействия давления плазмы на поверхности катода, могут оказать такие процессы:

- интенсивный джоулев нагрев и последующее взрывное испарение металла под воздействием автоэмиссионного тока, протекающего через микровыступы на поверхности катода;
- разрушение катодного материала под воздействием термоупругих напряжений;
- удаление металла локальным электрическим полем.

Частицы, генерируемые в результате протекания каждого из указанных процессов, могут отличаться по свойствам; различное влияние на эти процессы оказывает наличие химически активного газа в объеме. Отмеченные выше отличия пространственного распределения крупных и мелких капель, подтверждают возможность вклада нескольких механизмов в процесс генерации капель в катодном пятне вакуумной дуги. Определенное влияние на характер пространственных распределений капель различных размеров может оказать также увлечение малых капель ионами.

Изучено влияние давления азота в объеме на общую (в виде ионов и нейтралов) скорость эрозии катода и долю эрозию в ионной фазе для стационарной вакуумной дуги с титановым катодом 1. Сравнение данных по определению доли заряженных нейтральных частиц в продуктах эрозии катода с измерениями относительного содержания капель в общем объеме конденсируемого материала (табл. 5) подтверждает сделанный в [1, 3] вывод о том, что основным компонентом нейтральной фазы эрозии катода являются капли. Однако, как следует из анализа зависимостей, приведенных на рис. 7, содержание нейтральных атомов значительно для катодов из легкоплавких металлов. Отметим, что приводимые в табл. 5 значения содержания капельной фазы в объеме конденсата могут быть несколько заниженными в связи с тем, что при определении суммарного объема капель не учитывались частицы размером менее 2 мкм.

Общий объем вещества, генерируемого катодным пятном дуги, превышает объем конденсируемого материала при любых давлениях газа в системе (см. табл. 5), т.е. эффективный коэффициент конденсации частиц меньше единицы (см. также данные для



Таблица 5  
Анализ вещества, покидающего катод,  
и материала конденсата

Параметры	$p = 10^{-3}$ Па	$p = 10^{-1}$ Па	$p = 1$ Па
Объем материала, покидающего катод $V_1$ , мм <sup>3</sup> /с	0,86	0,62	0,44
Объем конденсированного материала, $V_2$ , мм <sup>3</sup> /с	0,43	0,36	0,33
$V_2/V_1$	0,5	0,58	0,75
Содержание нейтральных частиц в потоке вещества, покидающего катод, %	31,8	20,2	15,2
Содержание капель в конденсате, %	29,6	19,9	14,5

алюминия и молибдена). Это может иметь место при отражении некоторой доли частиц от поверхности образца либо при распылении конденсата потоком ионов, энергия которых (~100 эВ, с учетом многозарядных ионов [19]), превышает порог распыления. При совпадении доли капель в потоке частиц, генерируемых катодом, с их содержанием в конденсате наиболее вероятной представляется ситуация, когда отражение как ионов, так и капель от поверхности образца (в высоком вакууме, а при наличии газа в объеме на расстояниях ~100 мм от плоскости катода), несущественно, а уменьшение объема конденсата происходит за счет его распыления ионами.

Поскольку капли и плазменный конденсат в высоком вакууме представляют собой один и тот же материал при одинаковых условиях, при энергии ионов в несколько сотен электронвольт коэффициент распыления постоянен по всей поверхности образца, что обуславливает совпадение данных по измерению содержания капель в конденсате и в потоке частиц, покидающих катод. При наличии газа в объеме химический состав капель и плазменного конденсата может отличаться за счет различных условий образования нитрида титана при диффузии атомов азота в объем капель и при конденсации ионов титана на поверхность образца. Однако в рассматриваемых экспериментальных условиях поток ионов на поверхность образцов, при любой угловой координате  $\alpha$ , в несколько раз пре-

вышает поток капель, что обеспечивает незначительное отличие условий образования нитрида и, следовательно, коэффициента распыления по всей площади конденсата. Это подтверждается совпадением результатов измерений содержания капель в конденсате и в потоке частиц, покидающих катод, при наличии азота в системе.

Химические соединения обладают более низкими по сравнению с чистыми элементами значениями коэффициентов распыления [20]. В связи с этим образование нитрида титана на поверхности образца ведет к росту отношения объема конденсированного вещества к объему материала, покидающего катод (см. табл. 5). Определенный вклад в уменьшение объема материала, распыляемого ионами, может внести понижение кратности их заряда и рекомбинация при столкновениях с молекулами азота. При наличии отрицательного смещения  $U_n$  на образце этот эффект приведет к уменьшению энергии ионов, достигающих поверхности конденсации –  $E_{in}$ :

$$E_{in} = E_{ic} + ZU_n \quad (3)$$

( $E_{ic}$  – энергия ионов, генерируемых катодным пятном дуги).

### ИЗМЕРЕНИЕ СКОРОСТИ КАПЕЛЬ

Распределения капель по скоростям представлены на рис. 10. При построении каждой из представленных гистограмм обрабатывалось около 250 следов частиц (использовался микроскоп ММР-4). Низкая скорость движения штока с образцом ( $v_0 = 0,8$  м/с) ограничивала верхний предел измерения скорости капель на уровне нескольких десятков метров в секунду. Однако, как показали измерения, доля частиц, движущихся со скоростями более 30 м/с, в общем потоке капель, генерируемых вакуумной дугой, в рассматриваемых экспериментальных условиях не превышает нескольких процентов.

Из рис. 10 следует, что капли, испускаемые стационарной дугой с титановым катодом, движутся со скоростями ~1 ÷ 30 м/с, причем наиболее вероятная скорость капель с ростом давления азота в разрядном промежутке увеличивается. С повышением давления газа распределение капель по скоростям

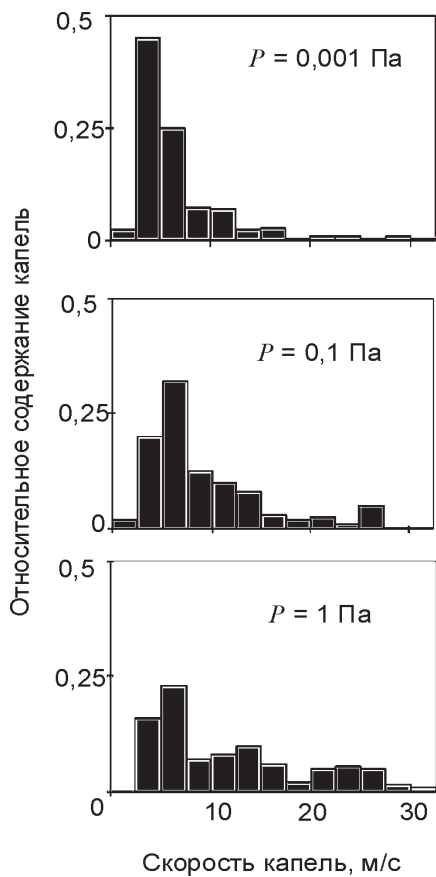


Рис. 10. Распределения капель по скоростям, полученные при различных давлениях азота.

становится более размытым за счет повышения доли быстрых частиц.

Результаты проведенных измерений указывают на то, что капли, генерируемые стационарной вакуумной дугой, движутся с существенно меньшими скоростями, чем капли в импульсных или квазистационарных разрядах. Значения  $v_k$  в таких разрядах достигают, в ряде случаев, сотен метров в секунду [21, 10, 22]. Полученные в настоящей работе значения  $v_k$  по порядку величины близки к результатам измерений  $v_k$  в стационарной дуге с жидким ртутным катодом, для которой по оценкам работы [23]  $v_k \cong 3$  м/с.

По современным представлениям движение капель в вакуумном дуговом разряде обусловлено воздействием давления плазмы на слой жидкого металла, расплавленного пятном дуги [16, 24].

При этом скорость движения капель определяется как [16]:

$$v_k = w/3 \{ [(a/z_0)^2 + 1]^{3/2} - (a/z_0)^3 \}, \quad (4)$$

где  $w$  – скорость движения фронта жидкого металла, расплавленного под воздействием

пятна дуги;  $z_0$  – установившаяся глубина слоя жидкого металла;  $a$  – радиус катодного пятна

С увеличением длительности горения дуги интегральная температура поверхности катода ограниченных размеров повышается, что при постоянном потоке тепла из пятна дуги на катод и при малом изменении радиуса катодного пятна [24] ведет к росту глубины слоя металла, расплавляемого в окрестностях катодного пятна. При сравнимых значениях разрядного тока, глубина расплавленного слоя металла на поверхности катода стационарной вакуумной дуги существенно выше, а скорость капель, согласно (4), должна быть значительно ниже, чем в импульсных или квазистационарных разрядах. Это хорошо согласуется с данными экспериментов, проведенных в настоящей работе, а также с результатами других исследователей [23, 21, 10, 22].

Рост скорости капель, наблюдаемый нами с повышением давления азота, связан, по-видимому, с образованием на поверхности катода нитрида титана обладающего более высокой, по сравнению с чистым титаном, температурой плавления. Это ведет к уменьшению  $z_0$  – глубины слоя металла, расплавленного на катодной поверхности, и, следовательно, к повышению  $v_k$ .

## ВЛИЯНИЕ ПОТЕНЦИАЛА ПОВЕРХНОСТИ НА СОДЕРЖАНИЕ КАПЕЛЬНОЙ ФАЗЫ

Известно, что в зависимости от условий эксперимента, бомбардировка поверхности твердого тела ионами ведет либо к сглаживанию поверхностных неоднородностей (ионная полировка), либо к повышению степени ее шероховатости (ионное травление). При наличии капельной фазы в потоке частиц, генерируемых катодным пятном дуги, ионная бомбардировка может повлиять на форму и количество капель на поверхности конденсата. Так, при  $U_n \leq -200$  В форма крупных (~10 мкм) капель (плоская центральная область, окруженная кольцевым валиком) свидетельствует о том, что в наших экспериментальных условиях рассматриваемые частицы при подлете к поверхности конденсации находятся в жидком состоянии (см. рис. 2а).

Процесс взаимодействия таких капель с поверхностью образца до момента начала кристаллизации металла аналогичен процессу взаимодействия потока жидкости с преградой. Капли размером в несколько микрометров имеют полусферическую форму, что свидетельствует о том, что при ударе о поверхность они находятся в стадии затвердевания и имеют более низкую температуру, чем крупные частицы. При увеличении отрицательного смещения на образце до значения  $U_n = -450$  В, вследствие повышения энергии ионов происходит рост температуры поверхности конденсации. Это ведет к расплавлению мелких капель в момент удара о поверхность образца: крупные и мелкие капли имеют аналогичную форму (см. рис. 2в). Количество капель на поверхности образца при этом уменьшается вследствие их испарения и распыления высокоэнергетичными ионами. Дальнейшее повышение отрицательного смещения ( $U_n = -600$  В) ведет к интенсивному ионному травлению поверхности образца, при котором вследствие зависимости скорости распыления от ориентации кристаллитов по отношению к потоку ионов, появляется отличие в глубине распыленного слоя у смежных зерен (см. рис. 2г). Между зернами формируется наклонная граница, соответствующая, вероятно, оптимальному углу распыления. Высокая скорость испарения и распыления металла при этом приводит к тому, что капель на поверхности образца практически не наблюдается.

Следует отметить, что уменьшение количества капель малого ( $\sim 1$  мкм) размера происходит и при потенциале образца  $U_n = -100 \div 200$  В (см. рис. 2б). Это может быть связано с тем, что некоторое количество капель в плазме вакуумной дуги заряжается отрицательно. Измерения потенциала холодного неэмитирующего изолированного зонда в наших условиях дают значение  $\approx -12$  В. Оценки показывают, что частицы титана размером  $\sim 1$  мкм, имеющие данный потенциал, могут отгаливаться металлической поверхностью, находящейся под потенциалом  $-100$  В, если их скорость  $4 - 10$  м/с. Капли, движущиеся со скоростями такого порядка, обнаружены экспериментально в настоящей работе. Капли

размером  $\sim 1$  мкм, обнаруживаемые на поверхности образца при потенциалах вплоть до значения  $U_n = -450$  В, имеют либо существенно большие скорости, либо меньший отрицательный заряд в результате эмиссии электронов с их раскаленной поверхности. Характерным является то, что уменьшение количества мелких капель при отрицательном смещении  $U_n = -100 \div 200$  В наблюдается в основном в области углов  $\alpha \approx 60 \div 90^\circ$  к плоскости катода. На образцах, расположенных под малыми углами к плоскости катода, уменьшения количества капель не наблюдается и при  $U_n = -600$  В. Этот факт в сочетании с отмеченными выше особенностями угловых распределений крупных и мелких капель также свидетельствует о возможности вклада различных механизмов в процесс каплеобразования в вакуумной дуге.

Отметим, что факт уменьшения содержания капель в конденсате при наличии отрицательного потенциала позднее был подтвержден в работах других исследователей [25].

### ВЛИЯНИЕ КАПЕЛЬ НА НЕКОТОРЫЕ СВОЙСТВА КОНДЕНСАТОВ

Выше отмечалось, что различный характер углового распределения ионов и капель приводит к тому, что содержание капельной фазы в объеме конденсатов зависит от угловой координаты  $\alpha$ . Учитывая это обстоятельство, можно оценить влияние капель на свойства конденсатов, получаемых осаждением потоков частиц, генерируемых катодным пятном вакуумной дуги.

Исследования морфологии поверхности конденсатов толщиной  $\sim 10 \div 30$  мкм показали, что при таких толщинах отдельные капли, ввиду их взаимного перекрытия, трудно различимы под микроскопом.

Внешне увеличение содержания капель проявляется в повышении количества макродефектов на поверхности образцов и росте размеров поверхностных неоднородностей: при содержании капель в конденсате 4,2% ( $\alpha = 90^\circ$ ) средний размер поверхностных неоднородностей составляет 0,25 мкм, при содержании капель 16,3% ( $\alpha = 20^\circ$ ) размер неоднородностей  $- 0,6 \div 0,7$  мкм.

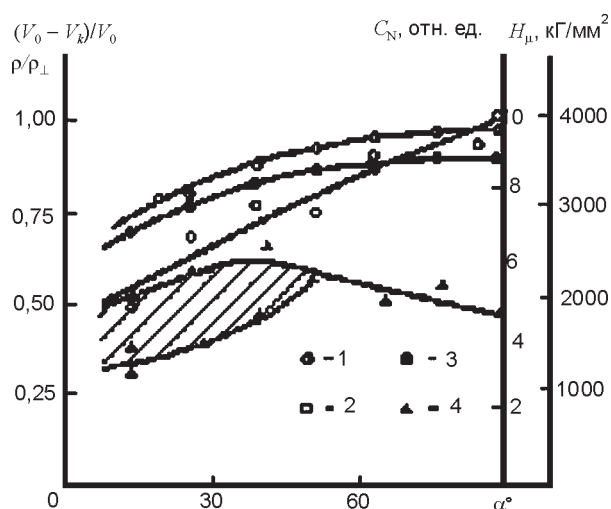


Рис. 11. Зависимость содержания капель в объеме конденсата  $(V_0 - V_k)/V_0 - 1$ , плотности конденсата  $\rho/\rho_{\perp} - 2$ , содержания азота в покрытии  $C_N - 3$  и микротвердости конденсатов  $H_{\mu} - 4$  от угловой координаты  $\alpha$  ( $V_0$  – общий объем конденсата,  $V_k$  – объем капель,  $\rho_{\perp}$  – плотность конденсата при  $\alpha = 90^\circ$ ).

С повышением доли капельной фазы в конденсатах происходит уменьшение содержания азота в покрытиях. При этом характер кривых  $C_N(\alpha)$  и  $(V_0 - V_k)/V_0(\alpha)$  ( $C_N$  – содержание азота;  $V_0, V_k$  – общий объем конденсата и объем капель на единице площади образца соответственно) аналогичен (рис. 11), а в области  $\alpha \approx 30 \div 90^\circ$  данные кривые параллельны друг другу. Это свидетельствует о том, что в рассматриваемых экспериментальных условиях капли жидкого титана практически не реагируют с азотом с образованием высокопрочного соединения – нитрида титана. Подтверждением этому являются результаты измерений микротвердости конденсатов: микротвердость участков конденсатов, занятых каплями  $H_{\mu} = 700$  кг/мм<sup>2</sup>, микротвердость остального конденсата  $H_{\mu} = 2000$  кг/мм<sup>2</sup>. Как уже отмечалось выше, при толщинах покрытий  $\sim 10$  мкм и более отдельные капли трудно различимы под микроскопом и поэтому с ростом содержания капельной фазы (при уменьшении  $\alpha$ ), при произвольном выборе точек измерения микротвердости, увеличивается разброс результатов измерений  $H_{\mu}$  по всей площади образца.

Максимальные значения  $H_{\mu}$  соответствуют попаданию индентора прибора для измерения микротвердости в участок образца, свободный от капель, минимальные – в центр

капли, лежащей на поверхности образца или на небольшой ( $\sim 1$  мкм) глубине под поверхностью конденсата. Рост микротвердости конденсатов, наблюдаемый при уменьшении  $\alpha$  в области  $90 \div 45^\circ$  связан с изменением структурных особенностей конденсата, зависящих от ряда факторов, не учитываемых в настоящей работе (температура образца, скорость конденсации и т.п.). Отличие химического состава материала капель и остального конденсата ведет к тому, что с повышением содержания капельной фазы в покрытиях, происходит уменьшение плотности материала конденсата (см. рис. 11, кривая 2). Это происходит вследствие меньшей, по сравнению с нитридом титана, плотностью чистого титана ( $\rho_{Ti} = 4,505$  кг/мм<sup>3</sup>,  $\rho_{TiN} = 5,423$  кг/мм<sup>3</sup> [26]). Однако, значение производной кривой  $(\rho/\rho_{\perp})(\alpha)$  по  $\alpha$  превышает значение  $d[(V_0 - V_n)/V_0]/d\alpha$ , что свидетельствует о том, что с ростом содержания капельной фазы в покрытиях существенный вклад в уменьшение плотности конденсатов вносит повышение их пористости.

## ВЫВОДЫ

1. Параметры капельной фазы в продуктах эрозии катода стационарной вакуумной дуги изменяются при наличии в объеме разрядного промежутка химически активного газа; отличия обусловлены образованием химических соединений на поверхности катода. Возникновение на поверхности катода тугоплавких соединений приводит к уменьшению количества генерируемых капель и уменьшению их размера.
2. Количество капель, генерируемых стационарной вакуумной дугой, увеличивается с уменьшением их размера; минимальный размер капель, генерируемых данным типом разряда, составляет  $5 \div 20$  нм.
3. Угловое распределение капель имеет максимум в области малых углов и плоскости катода. Угловое распределение капель имеет различный характер для малых ( $2 \div 5$  мкм) и больших ( $5 \div 15$  мкм) частиц; наличие химически активного газа по-разному влияет на характер углового

- распределения каждой размерной группы частиц.
4. Основной расход массы катода в стационарной вакуумной дуге при наличии химически активного газа в объеме разрядного промежутка происходит за счет потоков ионов и капель.
  5. Эффективный коэффициент конденсации потоков частиц, генерируемых вакуумной дугой меньше единицы. Это связано с распылением конденсата ионами, энергия которых превышает порог распада; распыление конденсата уменьшается с ростом давления газа и зависит от энергии и плотности потока ионов.
  6. С повышением содержания капельной фазы увеличивается количество макродефектов в покрытии (пористость, шероховатость), а также возрастает степень неоднородности физических свойств по поверхности и объему конденсата; неоднородность свойств связана с различным химическим составом капель и плазменного конденсата.
  7. Содержание и размеры капель в потоках частиц, генерируемых вакуумной дугой, резко отличается для легкоплавких и тугоплавких металлов.
  8. Взаимодействие ионов с каплями оказывает заметное влияние на характер угловых распределений частиц в объеме вакуумно-дугового разряда
  9. Средняя скорость капель, в стационарной вакуумной дуге существенно ниже скорости капель в импульсных или квазистационарных разрядах; отличие значений  $v_k$  в обоих случаях связано с изменением теплового режима катода;
  10. Скорость капель в стационарной вакуумной дуге с титановым катодом растет с повышением давления азота в разрядном промежутке; обнаруженное явление связано с образованием слоя нитрида титана на поверхности катода.
2. Daalder J.E. Components of cathode erosion in va-cuum arcs//J. Phys. D: Appl. Phys. – 1976.– Vol. 9, № 11. – P. 2379-2395.
  3. Daalder J.E. Erosion and the origin of charged and neutral species in vacuum arcs//J. Phys. D: Appl. Phys. – 1975. – Vol. 8, № 14. – P. 1647-1659.
  4. Аксенов И.И., Кудрявцева Е.Е., Кунченко В.В., Падалка В.Г., Попов А.И., Хороших В.М. Исследование влияния давления газа в объеме на параметры капельной фазы эрозии катода стационарной вакуумной дуги: Препр./ХФТИ. ЦНИИАтоминформ; 84-18. – М.: 1984. – 17 с.
  5. Аксенов И.И., Коновалов И.И., Кудрявцева Е.Е., Хороших В.М. Исследование капельной фазы эрозии катода стационарной вакуумной дуги // ЖТФ.– 1984. – Т. 54, Вып. 8. – С. 1530-1533.
  6. Хороших. Об эрозии катода стационарной вакуумной дуги в капельной вазе // Материалы Международной конференции по физике радиационных повреждений и радиационного материаловедения. – Алушта (Украина). – 2000. – С. 57-61.
  7. Гасилин В.В., Мирошниченко Ю.Т., Хороших В.М. О минимальном размере капель, генерируемых стационарной вакуумной дугой//Источники и ускорители плазмы. – Харьков: Изд-во ХАИ, 1986.–С. 131-133.
  8. Кудрявцева Е.Е., Осипов В.А., Хороших В.М. Измерение скорости капель, генерируемых катодным пятном вакуумной дуги//Ионно-плазменные установки для технологических целей.– Харьков: Изд. ХАИ, 1988. – С. 11-16.
  9. Аксенов И.И., Брень В.Г., Падалка В.Г., Хороших В.М. Об условиях протекания химических реакций при конденсации потоков металлической плазмы //ЖТФ. – 1978. – Т. 48, Вып. 6. – С. 1165-1169
  10. Farrel G.A., Hudda F.G., Toney J.G. The time-resolved characterization of erosion products from high-current, copper vacuum arcs // IEEE Trans. Plasma Sci.–1983. – Vol. PS-11, № 3. – P. 132-138.
  11. Месяц Г.А., Проскуровский. Импульсный электрический разряд в вакууме. – Новосибирск: Наука, 1984. – 354 с.
  12. Monteiro O.O., Anders A. Vacuum-arc-generated macroparticles in nanometer range//IEEE Transactions on plasma science. – 1999. – Vol. 27, № 4. –P. 1030-1033.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Kimblin C.W. Erosion and ionization in the cathode spot regions of vacuum arcs//J. Appl. Phys.– 1973. – Vol. 44, № 7. – P. 3074-3081.

13. Аксенов И.И., Антуфьев Ю.П., Брень В.Г., Падалка В.Г., Попов А.И., Хороших В.М. Влияние замагниченности электронов плазмы вакуумной дуги на кинетику реакций синтеза нитридоносных покрытий // ЖТФ. – 1981. – Т.51, Вып. 2. – С. 303-309.
14. Хороших В.М., Аксенов И.И., Коновалов И.И. О структуре плазменных струй, генерируемых катодным пятном вакуумной дуги // ЖТФ. – 1988. – Т. 58, Вып. 6. – С. 1220-1221.
15. Zhongyuan Cheng, Min Wang, Jiyuan Zou Thermal analysis of macroparticles during vacuum arc deposition of TiN // Surface and Coating Technology. – 1997. – Vol. 92. – P. 50-55.
16. Hantzsche E. A new model of crater formation by arc spots // Beitrage Plasmaphysik. – 1977. – Bd.17, h.1. – P. 65-74.
17. Juttner B. Erosion craters and arc cathode spots in vacuum // Beitrage Plasmaphysik. – 1979. – Bd.19, h.1. – P. 29-48.
18. McClure G.W. Plasma expansion as a cause of metal displacement in vacuum arc spots // J. Appl. Phys. – 1974. – Vol. 45, № 5. – P. 2078-2084.
19. Плюгто А.А., Рыжков В.Н., Капин А.Т. Выходоскоростные потоки плазмы вакуумных дуг // ЖЭТФ. – 1964. – Т. 47, № 2. – С. 494-507.
20. Плешивцев И.В. Катодное распыление. – М.: Атомиздат, 1968. – 397 с.
21. Utsumi T., English J.H. Study of electrode products emitted by vacuum arcs in form of molten metal particles // J. Appl. Phys. – 1975. – Vol. 46, № 1. – P. 126-131.
22. Shalev S., Boxman R.L., Goldsmith S. Velocities and emission rates of cathode-produced molybdenum macroparticles in a vacuum arc // J. Appl. Phys. – 1985. – Vol. 58, № 7. – P. 2503-2507.
23. Удрис Я.Я. Разбрызгивание капель катодным пятном ртутной дуги // Исследование в области электрического разряда в газах. – М. – Л.: ГЭИ, 1958. – С. 107-128.
24. Hantzsche E., Juttner B., Puchkarov V.P., Rohrbeck T., Wolf H. Erosion of metal cathodes by arcs and breakdown in vacuum // J. Phys. D: Appl. Phys. – 1976. – Vol. 9, № 6. – P. 1771-1781.
25. Erturk E., Heuvel H. J. Adhesion and structure of TiN arc coatings // Thin Solid Films. – 1987. – Vol. 153. – P. 135-147.
26. Самсонов Г.В., Виницкий И.М. Тугоплавкие соединения. – М.: Металлургия, 1976. – 560 с.

### КРАПЛИННА ФАЗА ЕРОЗІЇ КАТОДА СТАЦІОНАРНОЇ ВАКУУМНОЇ ДУГИ Хороших В.М.

Приведено результати досліджень параметрів краплинної фази ерозії катодів стаціонарної вакуумної дуги, що горить як у високому вакуумі, так і в присутності хімічно активного газу в розрядному обсязі. Показано, що для титанової дуги в азоті з ростом тиску газу кількість краплі зменшується. Обмірювано швидкість крапель. Визначено кутові розподіли для крапель різних розмірів.

### THE DROPLET PHASE OF CATHODE EROSION IN STEADY-STATE VACUUM ARC Khoroshikh V.M.

The investigations results of steady-state vacuum arc on solid metal cathodes are have been introduced. The droplet phase of materials of cathode erosion and the dates were obtained on sizes and spatial distribution of droplets. It was shown; that in the experimental conditions under investigation, the main consumption of the cathode material was due to fluxes of ions and droplets