

## ВЛИЯНИЕ ДАВЛЕНИЯ АЗОТА НА ПРОЦЕСС ФОКУСИРОВКИ ПОТОКОВ ЧАСТИЦ, ГЕНЕРИРУЕМЫХ ВАКУУМНЫМ ДУГОВЫМ РАЗРЯДОМ

**В.М. Хороших, С.А. Леонов, Г.И. Носов**

*Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий ННЦ ХФТИ (Харьков)  
Украина*

Поступила в редакцию 18.06.2010

Изучено влияние индукции магнитного поля на скорость осаждения вакуумно-дуговых нитридосодержащих покрытий, получаемых: в области повышенных давлений ( $1,5 \div 5$  Па) и в области давлений менее 1,5 Па, традиционно используемой для решения технологических задач по упрочнению инструмента. Установлено, что при горении вакуумной дуги в присутствии азота в области давлений  $1,5 \div 5$  Па наблюдается высокая степень корреляции зависимостей тока положительно заряженных частиц и скорости осаждения нитридосодержащих покрытий от величины магнитного поля. Такими частицами могут быть положительно заряженные кластеры, состоящие из  $15 \div 20$  молекул нитрида титана. При горении дуги в области более низких давлений азота ( $0,5 \div 0,8$  Па) подобная корреляция отсутствует.

**Ключевые слова:** вакуумная дуга, ионно-плазменные покрытия, магнитное поле, скорость осаждения, давление газа.

Вивчений вплив індукції магнітного поля на швидкість осадження нітридних покриттів, що отримують в області підвищеного тиску ( $1,5 \div 5$  Па) і в області тиску менше 1,5 Па, традиційно використовуваною для вирішення технологічних завдань по зміцненню інструменту. Встановлено, що при горінні вакуумної дуги у присутності азоту в області тиску  $1,5 \div 5$  Па спостерігається високий ступінь кореляції залежностей струму позитивно заряджених частинок і швидкості осадження нітридних покриттів від величини магнітного поля. Такими частинками можуть бути позитивно заряджені кластери які складаються з  $15 \div 20$  молекул нітриду титану. При горінні дуги в області нижчого тиску азоту ( $0,5 \div 0,8$  Па) подібна кореляція відсутня.

**Ключові слова:** вакуумна дуга, іонно-плазмові покриття, магнітне поле, швидкість осадження, тиск газу.

Influence of magnetic field induction is studied on deposition rate of vacuum-arc nitride coatings, got: in range of the promoted pressures ( $1,5 \div 5$  Pa) and in area of pressures a less than 1,5 Pa, traditionally used for the decision of technological tasks on instrument hardening. It is set that at burning of a vacuum arc in presence nitrogen in area of pressures  $1,5 \div 5$  Pa are observed high degree of correlation of dependences of current of the positively charged particles and deposition rate of nitride coatings for the magnetic field value. Such particles can be the positively charged clusters consisting of  $15 \div 20$  molecules of titanium nitride. At operating of arc in range of more low nitrogen pressures ( $0,5 \div 0,8$  Pa) similar correlation is absent.

**Keywords:** vacuum arc, ion-plasma coatings, magnetic field, deposition rate, pressure of gas.

Осаждение потоков плазмы вакуумной дуги в атмосфере азота является одним из наиболее распространенных методов получения нитридосодержащих покрытий [1]. Изучению процесса конденсации таких покрытий посвящено большое количество публикаций, основная часть которых выполнена для диапазона давлений азота  $\sim 0,001 \div 1$  Па. В работах [2, 3], исследуется влияние геометрии подложек и рода газа на процесс осаждения покрытий, получаемых в области давлений  $\sim 0,001 \div 10$  Па. В результате проведенных экспериментов установлено, что харак-

тер влияния давления газа на скорость осаждения покрытий, получаемых осаждением потоков плазмы вакуумной дуги, отличается для различных газов. При давлении азота  $1,5 \div 5$  Па происходит увеличение скорости осаждения покрытий, существенным образом зависящее от размеров подложки. Для аргона и кислорода повышение скорости осаждения в данной области давлений не наблюдается. Для объяснения эффекта повышения скорости осаждения в азоте в области давлений  $1,5 \div 5$  Па было выдвинуто предположение о том, что данное явление связано с

уменьшением потерь нейтральных атомов титана, обусловленных их радиальной диффузией [3].

Эксперименты по осаждению покрытий, проведенные в работах [2, 3], были выполнены с применением источника плазмы с электромагнитной фокусировкой плазменного потока, однако оценка влияния величины магнитного поля на скорость осаждения получаемых конденсатов не проводилась.

Целью настоящей работы является изучение влияния индукции магнитного поля на скорость осаждения нитридсодержащих покрытий, получаемых при различных давлениях азота: в области повышенных давлений, соответствующей росту скорости осаждения покрытий ( $1,5 \div 5$  Па) и в области давлений менее 1,5 Па, традиционно используемой для решения технологических задач по упрочнению инструмента [4].

Эксперименты по получению покрытий проводили на ионно-плазменной установке, снабженной источником плазмы с фокусировкой плазменного потока, используемой в работах [2, 3]. В качестве катодного материала использовали титан марки ВТ-1. Диаметр катода – 60 мм. Анод, диаметром 180 мм и длиной 200 мм, был изготовлен из нержавеющей стали. Индукция магнитного поля, создаваемого стабилизирующей магнитной катушкой составляла 15 мТ, а фокусирующим соленоидом изменялась в диапазоне  $\sim 0 \div 10$  мТ. Ток дугового разряда в источнике плазмы был равен 100 А. Анод источника плазмы пристыковывали к фланцу цилиндрической вакуумной камеры диаметром и длиной 500 мм.

Исследовали влияние индукции магнитного поля на скорость осаждения покрытий при давлении азота 0,8 и 4 Па. Покрытия наносили на подложки, выполненные в виде дисков диаметром 30 мм и толщиной 0,5 мм. Материал подложек нержавеющая сталь Х18Н10Т. Для оценки скорости конденсации на обратную сторону дисковых подложек использовали два диска, плотно прижатых друг к другу [2]. Интерес к покрытиям, получаемым на обратных сторонах подложек связан с отсутствием в составе получаемых конденсатов капель катодного материала, ухудшающих свойства получаемых покрытий. Ско-

рость конденсации в граммах на единицу поверхности в единицу времени оценивали по привесу материала, конденсируемого на образцах за время 30 мин.

Кроме измерений скорости осаждения, определяли зависимость плотности тока налицевую и обратную поверхность подложек от индукции магнитного поля при двух указанных выше давлениях азота. Для токовых измерений использовали две дисковые подложки отделенных друг от друга керамическим изолятором толщиной 2 мм и диаметром 25 мм (рис. 1).

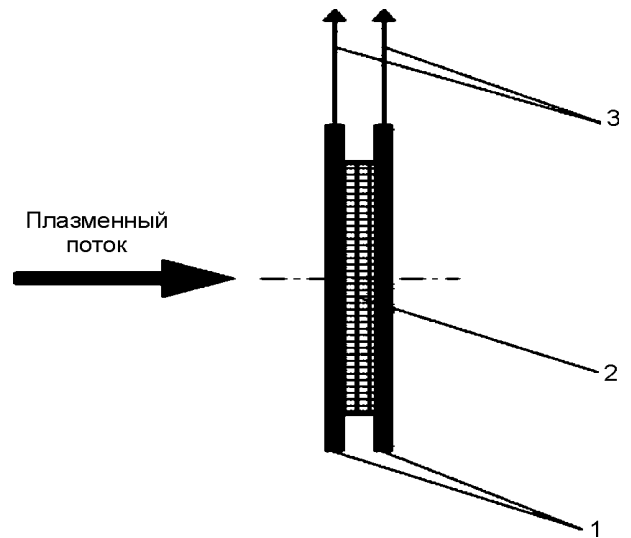


Рис. 1. Схема токовых измерений: 1 – токоприемные дисковые электроды; 2 – изолятор; 3 – токовводы.

Весовые и токовые измерения проводили на оси источника плазмы на расстоянии 130 мм от выходного торца анода.

Весовые измерения проводили при плавающем потенциале подложек.

Измерения токов проводили при потенциале дисковых электродов минус 200 В.

Зависимости скорости осаждения  $v_d$  и плотности ионного тока  $j_i$  от индукции магнитного поля  $B$ , полученные при давлениях азота 4 и 0,8 Па, для лицевой и обратной поверхности дисковых подложек, приведены на рис. 2.

Отличия в характере зависимостей  $v_d(B)$ , полученных при двух указанных давлениях газа весьма существенны. Так, для давления 4 Па наблюдается высокая степень корреляции плотности ионного тока со скоростью осаждения, как для лицевой, так и для обратной поверхности подложек. С ростом индук-

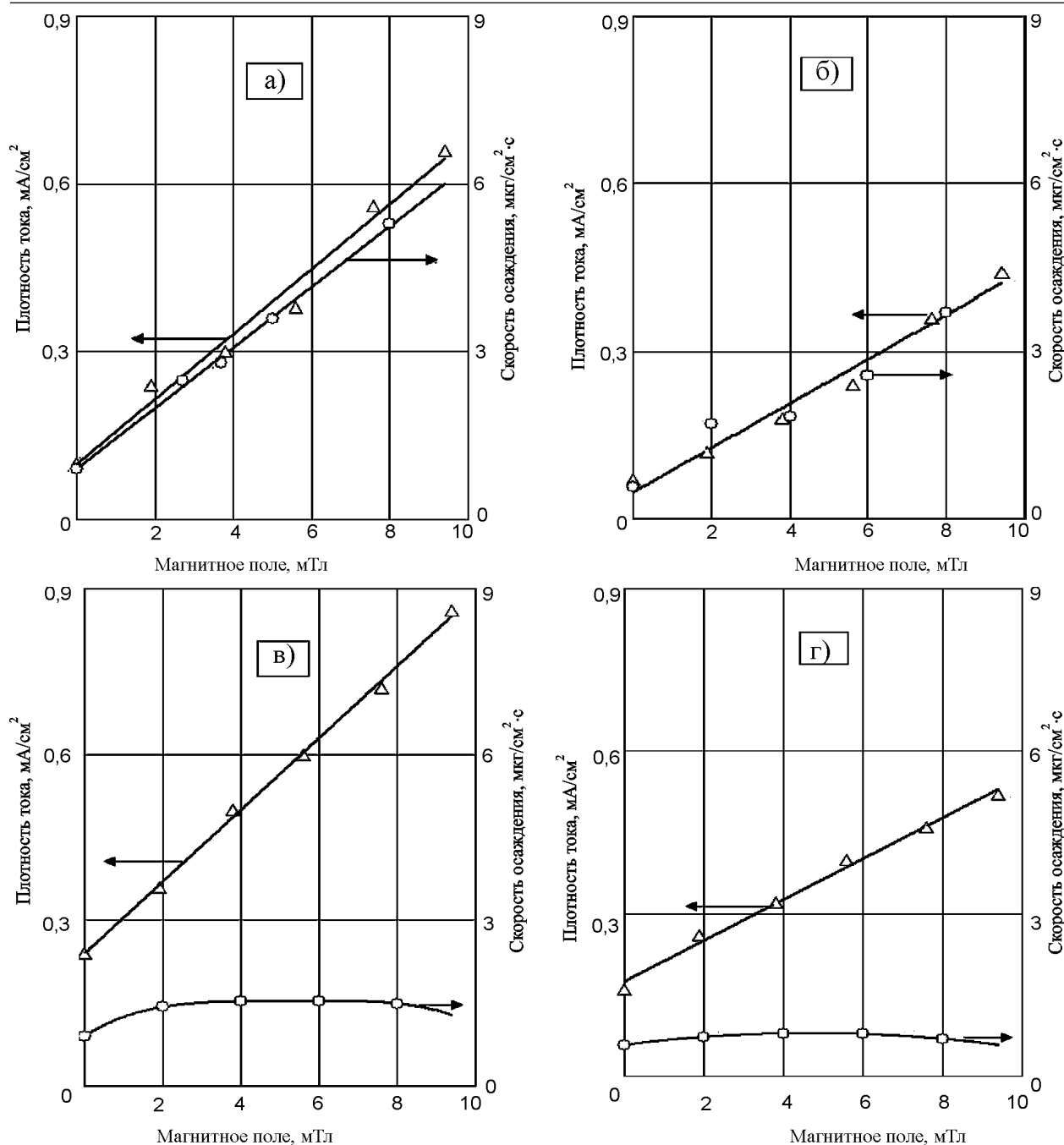


Рис. 2. Зависимости скорости осаждения и плотности ионного тока от индукции магнитного поля при давлении азота 4 Па (а, б) и 0,8 Па (в, г) для лицевой (а, в) и обратной (б, г) поверхности дисковых подложек.

ции магнитного поля, создаваемого фокусирующей катушкой источника плазмы, от 0 до  $\approx 10$  мТ токи и скорости осаждения возрастают примерно в 6 раз. Для давления 0,8 Па такая корреляция отсутствует. При росте плотности тока в 3,4 (лицевая поверхность) и 3,6 раз (обратная поверхность) скорость осаждения увеличивается в 1,4 (лицевая поверхность) и 1,2 раза (обратная поверхность). Причем увеличение скорости осаждения наблюдается на начальных участках кривых  $v_d(B)$  при  $B \leq 3,5$  мТ. С дальнейшим ростом

индукции поля увеличения скорости осаждения не наблюдается. Отметим, что при нулевом значении магнитного поля скорости осаждения при давлениях 0,8 и 4 Па практически совпадают, т.е. существенное увеличение скорости осаждения при давлении азота в диапазоне 1,5 ÷ 5 Па наблюдается только для магнитоэлектрических систем формирования плазменных потоков.

Наличие высокой степени корреляции зависимостей плотности ионного тока и скорости осаждения от величины магнитного по-

ля для давления азота 4 Па свидетельствует о том, что перенос массы при таком давлении газа осуществляется положительно заряженными частицами. Однако, получаемые экспериментально соотношения плотности тока и скорости осаждения, могут наблюдаться для частиц с атомной массой  $\approx 800 \div 930$  а.е.м. Такими частицами могут быть положительно заряженные кластеры, состоящие из  $15 \div 20$  молекул нитрида титана.

Исследованию процессов образования кластеров, в том числе и кластерных ионов, посвящено большое количество работ, анализируемых в обзорах [5 – 7]. Интерес к этой проблеме связан с возможностью создания новых, обладающих специфическими физическими свойствами наноматериалов, получаемых с помощью кластерных пучков [6, 7].

В представленной работе прямые эксперименты по изучению кластеров не проводились. Однако в литературе содержатся сведения об исследованиях положительно заряженных титановых, а также кластеров из нитрида титана в магнетронных разрядах [6, 7]. Поскольку условия в плазме вакуумной дуги, горящей в присутствии газа в разрядном промежутке, близки к условиям, соответствующим кластерообразованию в магнетронном разряде, вероятность образования кластеров в наших экспериментальных условиях весьма велика.

Процесс образования кластеров имеет пороговый характер и требует, чтобы концентрация атомов в области нуклеации превышала определенное критическое значение [7]. Поскольку характер торможения первичного плазменного потока (рост плотности частиц) зависит от рода газа, условия образования кластеров в плазме вакуумной дуги отличаются для различных газов. Так, эффект повышения скорости осаждения в области давлений газа  $1,5 \div 5$  Па наблюдается в азоте, но отсутствует в аргоне и в кислороде [2, 3]. Причиной резкого торможения плазменного потока в азоте может являться наличие резкого максимума вероятности столкновения электрона с молекулами данного газа  $P_c$  в области его энергий (скоростей  $v$ ), характерных для вакуумной дуги ( $1 \div 2$  эВ [8]) (рис. 3 [9]). Для

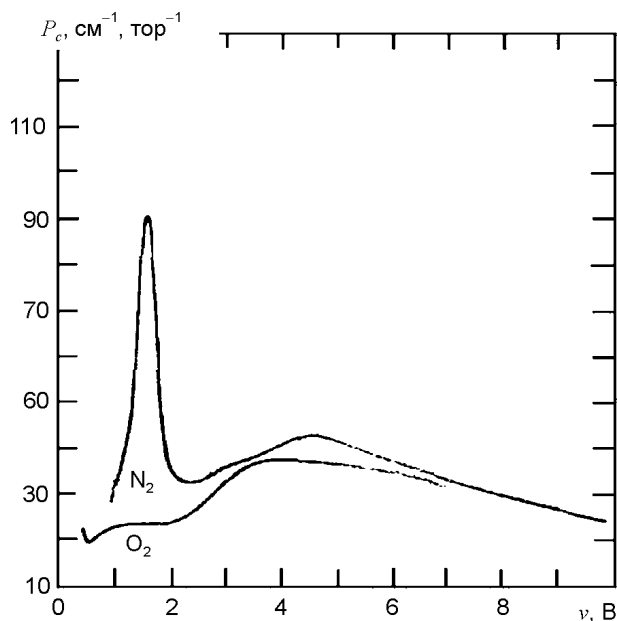


Рис. 3. Вероятности столкновений электронов с молекулами азота и кислорода [9].

кислорода и особенно для аргона (эффект Рамзауэра) данные сечения имеют примерно на порядок меньшие значения.

Таким образом, проведенные эксперименты позволили установить следующее:

- при горении вакуумной дуги в присутствии азота в области давлений  $1,5 \div 5$  Па наблюдается высокая степень корреляции зависимостей тока положительно заряженных частиц и скорости осаждения нитридосодержащих покрытий на поверхность конденсации от величины магнитного поля;
- сравнение измеренных значений скорости конденсации и плотности тока показывает, что такими частицами могут быть положительно заряженные кластеры, состоящие из  $16 \div 18$  атомов титана либо  $12 \div 14$  молекул нитрида титана;
- при горении дуги в области более низких давлений азота ( $0,5 \div 0,8$  Па) подобная корреляция отсутствует.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Аксенов И.И., Андреев А.А., Хороших В.М. и др. Покрытия, полученные конденсацией плазменных потоков в вакууме (способ конденсации с ионной бомбардировкой)//УФЖ. – 1979. – Т. 24, № 4. – С. 515-525.
2. Хороших В.М., Леонов С.А., Белоус В.А. Влияние геометрии подложки на процесс конденсации ионно-плазменных покрытий//Воп-

- росы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники (17). – 2008. – № 1. – С. 72-76.
3. Хороших В.М., Леонов С.А. О характере влияния различных газов на процесс конденсации покрытий из плазмы вакуумной дуги// Физическая инженерия поверхности. – 2009. – Т. 7, № 3. – С. 268-272.
  4. Верещака А.С., Третьяков И.П. Режущие инструменты с износостойкими покрытиями. – М.: Машиностроение, 1986. – 192 с.
  5. Елецкий А.В., Смирнов Б.М. Свойства кластерных ионов//Успехи физических наук. – 1989. – Т. 159, Вып. 1. – С. 47-81.
  6. Смирнов Б.М. Процессы в плазме и газе с участием кластеров//Успехи физических наук. – 1997. – Т. 167, Вып. 11. – С. 1169-1200.
  7. Каштанов П.В., Смирнов Б.М., Хепплер Р. Магнетронная плазма и нанотехнология// Успехи физических наук. – 2007. – Т. 177, Вып. 5. – С. 473-510.
  8. Хороших В.М. Плазма вакуумной дуги в присутствии газа в разрядном промежутке//Физическая инженерия поверхности. – 2005. – Т. 3, № 1-2. – С. 82-96
  9. Райзер Ю.П. Физика газового разряда. Учебное руководство. – М.: Наука, 1987. – 592 с.