

ных характеристик нанесенных покрытий, сплошности и равномерности пленок по толщине, а также от физико-химических свойств наносимого материала.

Создание покрытий на поверхности дисперсных материалов, в особенности диэлектрических, традиционными методами (гальваностегия, термовакуумное испарение...) имеет ряд серьезных технологических ограничений, при этом качество получаемых пленок не соответствует требованиям по многим параметрам.

Для формирования тонкопленочных покрытий толщиной от 0,01 до 2 мкм с заданными свойствами разработана методика обработки зерен порошков и создана технологическая установка. Она состоит из рабочей камеры, системы вакуумной откачки, системы напуска рабочих газов, расплывательной системы, устройства для транспортировки и перемешивания порошка. Состав газовой среды в вакуумной камере в процессе металлизации контролируется при помощи диагностического комплекса на базе масс-спектрометра.

Для получения необходимой адгезии пленки к подложке поверхность зерен проходит предварительную очистку низкотемпературной плазмой тлеющего разряда в среде аргона, аргона с напуском кислорода или водорода. Выбор оптимальных параметров этого процесса производится исходя из операционного анализа состава рабочей газовой среды.

Проведен сравнительный анализ пленок титана, нанесенных нами на зерна 50-750 мкм естественных алмазов, и зарубежных промышленных аналогов. В нашем случае толщина переходной зоны из карбидов титана тоньше и в ней меньше количество примесей.

ство примесей.

В условиях технологического вакуума разработана технология моно- и двухслойных покрытий различного состава на диэлектрических порошках различной дисперсности с адгезионной прочностью, сравнимой с механической прочностью материала пленки.

3. Металлизация малоразмерных изделий, например, крепежных (болты, гайки, шайбы, гвозди ...) включает в себя следующие технологические этапы: огмывка изделий от консервантов и загрязнений; сушка, очистка поверхности в вакууме; собственно металлизация.

Материалов для пленочных покрытий могут быть любые технологические металлы и сплавы, имеющие достаточные коррозионные и декоративные свойства, например, Al, Ti, Cu, Ni, Cr, Zn, Mo, W, V, ..., нержав. сталь, латунь, бронза и др.

Толщина напыляемой пленки не менее 1 мкм. Адгезионная прочность сравнима с прочностью материала изделия или покрытия. Коррозионная стойкость определяется физико-химическими свойствами напыляемой пленки.

Технологический комплекс состоит из трех установок (отмывки, сушки, металлизации) и загрузочного устройства. Технологический процесс экологически чист. Производительность в смену не менее 1т в пересчете на винты М6. ТК может использоваться для металлизации широкой номенклатуры металлических и пластмассовых изделий малых размеров без изменения его конструкции.

УДК 533.9

ОПИСАНИЕ НАЧАЛЬНЫХ СТАДИЙ РОСТА ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ ТРУБОК В НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЕ

В. В. Ёбков, Ю. В. Слюсаренко, Р. И. Старовойтов
Харьковский госуниверситет

Интерес к изучению явлений, связанных с зарождением и ростом новообразова-

ний на поверхности твердого тела при ее распылении потоками заряженных и ней-

тральных частиц, обусловлен желанием выяснить физические закономерности, характеризующие эти процессы, и установить приобретаемые при этом новые свойства поверхности, которые могут быть использованы в современных технологиях.

В значительном перечне поверхностных новообразований (вискеры, конусы, гребни, периодические структуры) трубчатые новообразования появились сравнительно недавно [1]. Авторы этой работы наблюдали подобные новообразования на различных металлических мишенях в плазме тлеющего газового разряда аргона при давлении 10^{-2} – 10^{-3} мм.рт ст. По данным рентгеноструктурного анализа, новообразования имеют поликристаллическую структуру с размерами зерен порядка микрона.

Среди многообразия форм выступов на поверхности твердого тела, образующихся на начальных стадиях ее распыления, для рассмотрения процесса появления трубчатых новообразований представляют интерес элементы рельефа каплевидной формы. Затем эти выступы начинают обретать форму, напоминающую слегка вытянутую вверх полусферу с углублением на вершине. После достижения высоты и диаметра у основания порядка 10 мкм начинается рост новообразований вверх. Высота новообразований, получаемых в эксперименте, достигала 100 мкм.

Трубчатая форма, поликристаллическая структура и равномерная толщина стенок новообразования позволяют сделать вывод о поставке материала для роста на их верхнюю часть. В данных экспериментальных условиях это может выполняться при конденсации ионизированной компоненты распыленных частиц мишени в неоднородном электрическом поле с высокой степенью ионизации распыленных атомов в локализованной области. Это достигается созданием высокой концентрации электронов над выступом, повышенной плотности электрического поля с фокусировкой силовых линий на вершину и поставкой материала для роста в эту локализованную область за счет ионизированных продуктов распыления поверхности мишени.

Экспериментальные наблюдения позволяют объяснить появление каплевидных зародышей почти полусферической формы возможностью локального газового пробоя в прикатодной области с оплавлением участков мишени и образованием отмеченных капелек. Анализ экспериментальных данных позволяет установить существование некоторого критического размера (радиуса R_0) каплевидных образований. Каплевидные образования с радиусом меньше R_0 распыляются, а такие же каплевидные образования с радиусом больше R_0 служат зародышами трубчатых новообразований.

В настоящей работе предложена модель описания начальной стадии роста трубчатых новообразований, в той или иной мере учитывающая возможные физические явления, сопровождающие данный процесс. Получено уравнение эволюции профиля поверхности $Z(\rho, t)$ уединенного новообразования с центром в точке с координатами x_0, y_0 . В соответствии с цилиндрической симметрией наблюдаемых новообразований введена полярная координата

$$\rho = \sqrt{(x - x_0)^2 + (y - y_0)^2}$$

Это уравнение имеет вид:

$$\frac{\partial Z(\rho, t)}{\partial t} = \lambda Z(\rho, t) - \{\Lambda + \mu Z(\rho, t)\} \cdot$$

$$\left\{ 1 + \left(\frac{\partial Z(\rho, t)}{\partial \rho} \right)^2 \right\}^{-\frac{1}{2}} \quad (1)$$

Первое слагаемое в правой части этого уравнения описывает зависимость скорости изменения профиля за счет конденсации вторичных ионизированных частиц мишени от вида самого профиля поверхности. Величина λ^{-1} определяет характерное время роста профиля за счет конденсации. Во втором слагаемом в правой части уравнения (1) величина Λ связана с однородным вдали от катода потоком J первичных ионов формулой

$$\Lambda = v_0 Y J, \quad (2)$$

где величина v_0 определяет изменение объема мишени при выбивании из нее одной частицы, Y – коэффициент распыления при

нормальном падении первичного пучка. Величина $\cos\theta(\rho, t) = \left(1 + (\partial Z(\rho, t)/\partial \rho)^2\right)^{1/2}$ представляет собой косинус угла между осью Z и нормалью к поверхности в любой ее точке с координатой ρ . Слагаемое $\mu Z(\rho, t)$ учитывает изменение скорости распыления поверхности за счет нетривиальности ее профиля (μ^{-1} определяет характерное время, связанное с таким эффектом). Приповерхностное искажение электрического поля слабо сказывается на параметрах потока распыляющих частиц по причине высокоэнергетичности последних, вследствие чего должно выполняться соотношение

$$\Lambda \gg \mu Z(\rho, t) \quad (3)$$

в любой точке поверхности в любой момент времени. В связи с этим в уравнении

$$\lambda Z_0(\rho) = \Lambda \left\{ 1 + \left(\frac{dZ_0(\rho)}{d\rho} \right)^2 \right\}^{1/2} \quad (4)$$

определяющем квазистационарное решение

$$Z(\rho, t) = -\Lambda t \theta(\rho^2 - R_0^2) + Z_0(\rho) \theta(R_0^2 - \rho^2) \quad (5)$$

уравнения (1) ($\theta(x)$ – единичная функция Хевисайда) не учтено слагаемое $\mu Z_0(\rho)$. Функция $Z_0(\rho)$ имеет вид:

$$Z_0(\rho) = \sqrt{R_0^2 - \rho^2}, \quad R_0 = \Lambda/\lambda, \quad (6)$$

т.е. $Z_0(\rho)$ описывает поверхность полусферы радиуса R_0 с центром в точке $\rho = 0$. Поскольку решения (5), (6) уравнения (1) являются неустойчивыми, радиус R_0 можно отождествить с критическим радиусом зародышей, о котором шла речь выше. Если в качестве начальных условий к уравнению (1) взять функцию

$$Z_0(\rho) = \sqrt{R^2 - \rho^2}, \quad R > R_0,$$

то неустойчивость в росте профиля связана со специфическими изменениями, близкими к наблюдаемым в эксперименте [1]. Например, в случае

$$R \geq R_0, \quad \delta R = R - R_0 \ll R_0$$

получим

$$Z(\rho, t) = Z_0(\rho) + Z_1(\rho, t) \quad (7)$$

Выражения, определяющие вид функции $Z_1(\rho, t)$ вблизи вершины новообразования ($\rho \ll R_0$) и вблизи краев ($\rho - R_0 \ll R_0$) имеют вид

$$Z_1(\rho, t) \approx e^{\lambda t} \delta R + \frac{\mu}{\lambda} R_0 \left(1 - e^{\lambda t} \right) + \frac{\rho^2}{R_0^2} \left\{ \frac{1}{2} e^{3\lambda t} \delta R - \frac{1}{3} \frac{\mu}{\lambda} R_0 \left(1 - e^{3\lambda t} \right) \right\},$$

$$\rho/R_0 \ll 1, \quad (8)$$

$$\delta R = R - R_0;$$

$$Z_1(\rho, t) \approx e^{\lambda t} \sqrt{2R_0 \delta R} - \sqrt{2R_0(R_0 - \rho)},$$

$$\rho \lesssim R_0;$$

$$Z_1(\rho, t) \approx e^{\lambda t} \sqrt{2R_0 \delta R} - e^{-\lambda t} (\rho - R_0) \sqrt{R_0/2\delta R},$$

$$\rho \gtrsim R_0.$$

В соответствии с формулами (7), (8) в интервале времени

$$\frac{1}{\lambda} \frac{\delta R}{R_0} \left/ \left(\frac{\mu}{\lambda} - \frac{\delta R}{R_0} \right) \right. < t \lesssim \frac{1}{\lambda} \sqrt{\frac{2\delta R}{R_0}} \left/ \left(\frac{\mu}{\lambda} - \sqrt{\frac{2\delta R}{R_0}} \right) \right.,$$

$$\frac{\mu}{\lambda} > \sqrt{\frac{2\delta R}{R_0}} \quad (9)$$

профиль новообразования приобретает вид слегка вытянутой кверху полусферы с параболическим углублением на вершине. Но скорость роста краев новообразований согласно (8) примерно в $\sqrt{2R_0/\delta R}$ раз превышает скорость роста углублений на вершине. По этой причине (с учетом также распыления плоских участков мишени вокруг новообразования) в интервале времени

$$\frac{1}{\lambda} \sqrt{\frac{2\delta R}{R_0}} \left/ \left(\frac{\mu}{\lambda} - \sqrt{\frac{2\delta R}{R_0}} \right) \right. < t \lesssim \frac{1}{\lambda} \quad (10)$$

профиль новообразования приобретает вид прямого кругового цилиндра радиуса $R \geq R_0$ с воронкой на вершине, радиус которой сравним с радиусом цилиндра, а глубина – с его высотой.

В случае, когда начальное условие к

уравнению (1) имеет вид

$$Z_o(\rho) = \sqrt{R^2 - \rho^2}, \quad R \leq R_o, \\ \delta R = R - R_o \ll R_o,$$

т.е. в случае, когда зародыши обладают радиусом меньше критического, поверхностное новообразование не растёт, а расплывается за время порядка $1/\lambda$.

Иными словами, описываемый формулами (1)–(8) сценарий формирования

трубчатых новообразований соответствует картине, наблюдаемой в эксперименте.

Библиографический список

- 1 В. И. Глушко, В. В. Бобков, Д. Л. Рябчиков, В. В. Цуканов, Н. Д. Серёда // Изв. РАН, сер. физическая – Т. 58 №3 – С. 138-142
- 2 V. V. Bobkov, D. L. Ryabchikov, Yu. V. Slyusarenko, R. I. Starovoitov / Proc. 12th Int. Conf. on High-Power Particle Beams (BEAMS' 98) Program and Abstract p. 430

УДК 534-16.001.5

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ДЕСТРУКЦИИ ПОКРЫТИЯ TiN НА ОСНОВЕ МЕТОДИКИ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА ИМПУЛЬСОВ АЭ

М. А. Выборщик, Д. Л. Мерсон, Д. И. Панюков
Тольяттинский политехнический институт

В настоящее время практически все детали и изделия изготавливают с покрытиями. При этом возникает необходимость контроля не только изначального качества покрытий, но и кинетики повреждаемости последних в процессе длительной эксплуатации.

Целью настоящей работы является оценка физико-механических свойств покрытия TiN в зависимости от технологии нанесения и состояния поверхности подложки, а также исследование кинетики повреждаемости покрытия в процессе нагружения на основе спектрального анализа импульсов АЭ.

Исследованию подвергали полученное по разным технологиям покрытие TiN на нержавеющей стали (12Х181НОТ). Образцы размерами рабочей части 0,65х10х50 мм подвергали одноосному растяжению. Сигналы АЭ воспринимались в диапазоне пропускаемых частот 60-1500 кГц широкополосным пьезодатчиком по методике [1]. В качестве наиболее информативных параметров для характеристики поведения объекта в целом использовали огибающую сигналов АЭ, а для анализа отдельных импуль-

сов АЭ-энергию (E) и медианную частоту (F_{med}) импульса. Состояние поверхности образцов с покрытием TiN на разных стадиях деформации исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа.

Анализ полученных результатов показал следующее. Во всех случаях акустическая активность в образцах с покрытием выше, чем в образцах без покрытия. Поведение огибающей АЭ в процессе деформации независимо от технологии нанесения покрытия имеет общие закономерности. Наряду с традиционным максимумом в области предела текучести имеется еще один экстремум, который проявляется при определенной для каждого типа образца деформации. По-видимому, первый пик АЭ связан с релаксацией остаточных напряжений, накапливаемых в покрытии в процессе осаждения, а второй – с процессами деструкции покрытия.

Частотно-временной анализ, проведенный по точечным диаграммам, построенным в координатах « F_{med} -деформация» показал, что все сигналы по медианным частотам разделяются на три характерных