

УДК:539.141; 537.868; 531

ПЫЛЕВЫЕ (САЖЕВЫЕ) СТРУКТУРЫ ИЗ ПЛАЗМЫ ДУГОВОГО РАЗРЯДА, ОСАЖДЕННЫЕ НА ОХЛАЖДАЕМЫХ СТЕНКАХ ВАКУУМНОЙ КАМЕРЫ**Н.А. Смоланов*, В.М. Кяшкин, В.П. Мишкин, В.А. Неверов**Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева, 430005 г. Саранск, ул. Большевикская, 68
E-mail: smolanovna@yandex.ru.**Аннотация**

В плазме дугового разряда есть электроны, ионы и частицы, в том числе фракции капель. На основе этих признаков работу можно отнести к пылевой плазме. Представлены результаты элементного анализа, рентгенографии и гранулометрии порошков титана, полученных из плазмы дугового разряда.

Ключевые слова: плазма, металлические капли, пылевые частицы, нитриды, катодный узел

Введение

Известно, что металлические капли, покидающие катод, интенсивно испаряются и превращаются в плазменные образования уже в непосредственной близости от поверхности катода [1,2]. При движении капли в потоке плазмы внутри нее может происходить конвективный массоперенос, капля испытывает давление потоков ионов и электронов, а в некоторых случаях возникает вращение капель и их разрушение (взрыв). Пылевые частицы можно разделить на 2 группы. Первая группа – (медленные) – удерживается газодинамической пробкой и оседает вблизи катода и на подложках в камере. Вторая – быстрые ионы и мелкие капли, образуемые в катодном пятне при эмиссии, создают из возбужденного состояния структуры различных размеров при быстром (адиабатическом режиме) охлаждении на стенках вакуумной камеры.

Интерес к изучению нитридов переходных металлов обусловлен участием их в процессах получения пленок на основе фаз внедрения как исходных элементов [3,4]. Изменение технологических параметров работы катодного узла – (потенциала подложки и тока фокусирующей катушки) приводит к закономерному изменению элементного и фазового состава пленок на подложке. Было высказано предположение, что наблюдаемые эффекты обусловлены в основном процессами, протекающими вблизи распыляемого катода.

Цель работы

Исследование морфологии, фазового, элементного состава мелкодисперсного порошка, осевшего на стенках вакуумной камеры при распылении титанового катода дуговым методом в атмосфере реакционных газов.

Методика получения и исследования

Пылевидные частицы (рис. 1 и 2) осаждались на стенках вакуумной камеры установки ННВ-6 в процессе ионно-плазменного нанесения многослойных пленочных покрытий на подложки (сталь 12Х18Н10Т).

Технологические режимы осаждения: ток дуги – 75 А, потенциал смещения – -250 В, либо 0 В (анодом являлись стенки камеры). При разогреве и ионной очистке – 500-600 В. Материал катода – титановый сплав ВТ1-00. В качестве углеродсодержащей компоненты использовался ацетилен, подаваемый в область дугового разряда титановой плазмы в соотношении с азотом примерно 4:1. Давление смеси азота и ацетилена – 0,1 – 0,05 Па.

Регулировка подачи газов в условиях динамического вакуума производилась датчиками РПГ-1/1 с обратной связью с вакуумметром. Это обеспечивало достаточно стабильное давление (в пределах 10^{-2} Па + 15%) в камере в течение времени (20 мин) всего процесса. При осаждении на скотч частицы создавали пленку с сильно развитой поверхностью, что подтверждает их фрактальную структуру (рис. 1). В месте нарушения скотча микрочастицей вид поверхности пленки показан на рис. 2.

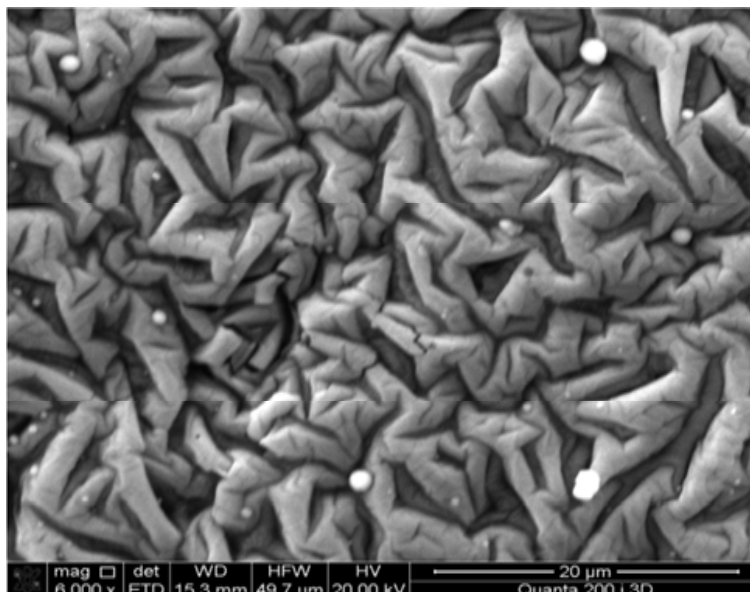


Рис. 1. – Морфология пленки из частиц, осажденных на скотч

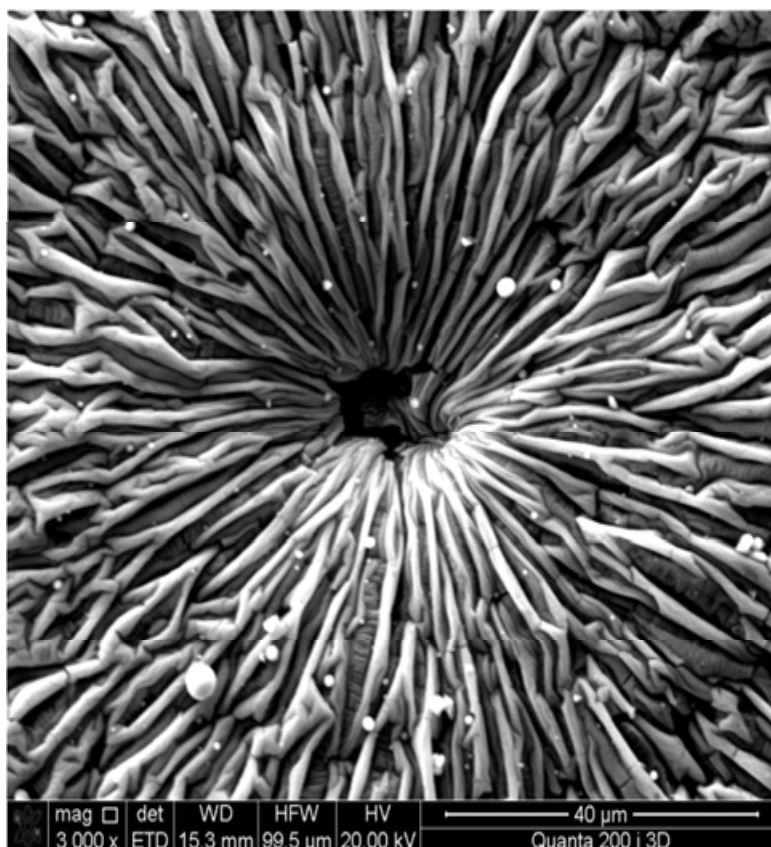


Рис. 2. – Морфология пленки из частиц, осажденных на скотч в месте удара капли

Пылевые частицы извлекали со стенок вакуумной камеры пылесосом и подвергали магнитной сепарации в поле с напряженностью до 1000 Э. После разделения на виброситах с диаметром ячеек 20, 60, 100, 140 и 180 мкм было получено и исследовано 5 групп порош-

ков, осажденных на стенках вакуумной камеры из плазмы дугового разряда. Зависимость массовой доли пылевых частиц от их размеров после разделения на виброситах показана на рис. 3.

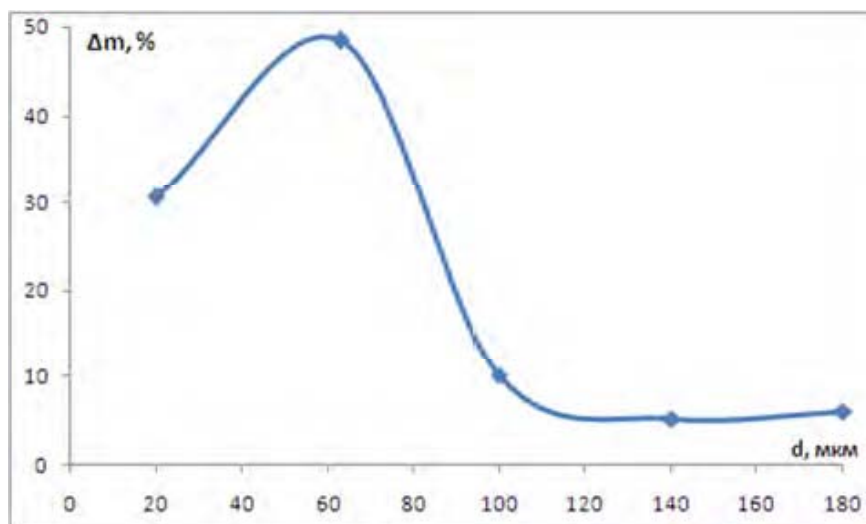


Рис. 3. – Зависимость массовой доли пылевых частиц от их размеров после разделения на виброситах

Гранулометрия частиц производилась на анализаторе размеров частиц Shimadzu SALD-3101.

Рентгенографические исследования атомно-кристаллической структуры и фазового состава проводили на рентгеновском дифрактометре PANalytical Empyrean в медном фильтрованном излучении. Элементный анализ осуществляли на рентгенофлуоресцентном спектрометре ARL Perform`X 4200.

Результаты и обсуждение Гранулометрия

Известно, что для частиц с малыми размерами характерны скачок свойств или их нелинейная зависимость при некотором размере. Проведенное сопоставление дисперсности частиц, полученных при различных режимах работы катодного узла (межэлектродного потенциала, тока фокусирующей катушки) показало неодинаковый характер их распределения.

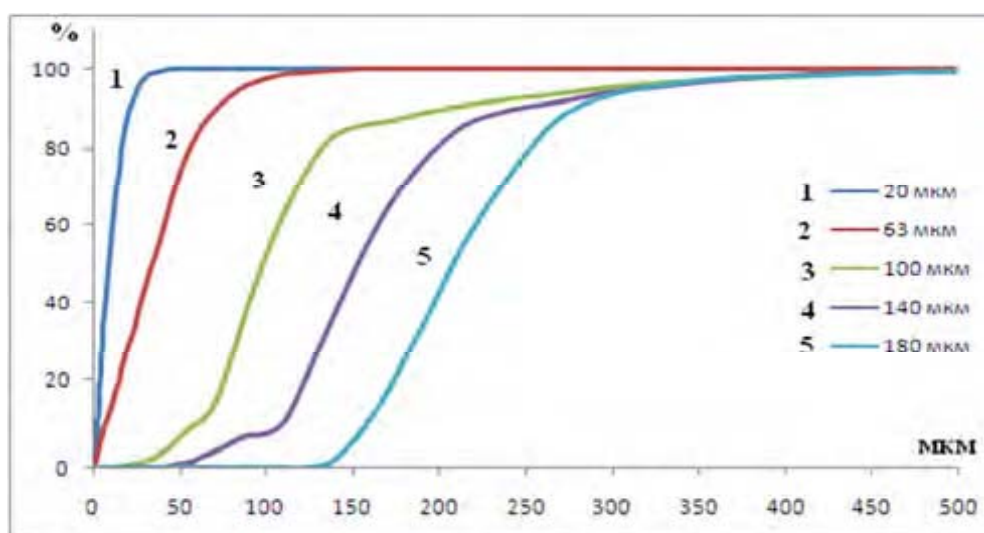


Рис. 4 – Зависимость нормированного числа частиц от диаметра

Вид распределения зависит от параметров процесса осаждения (рис. 4).

Элементный анализ

Элементный анализ частиц различных фракций, проведенный различными методами, показал удовлетворительную корреляцию с

зависимостью массовой доли пылевых частиц от размеров после разделения на виброситах.

Таблица 1 – Элементный состав пылевых частиц

d, мкм	Ti	Fe	Cr
20	97,05	0,699	0,139
63	97,7	0,969	0,162
100	97,55	1,22	0,168
140	97,59	1,12	0,128
180	97,34	1,48	0,187

Известно [11], что внедрение атомов металлоидов (С, N, O) в решетку атомов переходных металлов приводит к образованию сильных химических связей между металлом и неметаллом, что существенно влияет на химические и физические свойства. В работе [12] приводится ряд химических аргументов в

пользу представления о твердорастворной природе тугоплавких фаз внедрения, об определяющей роли в них состояния Ме–Ме- связей, формирующих металлический каркас решетки. Однако в ряде работе утверждается, что ответственными за их высокую твердость являются трехмерные решетки типа NaCl, но образованы они ковалентными связями.

Результаты рентгенографии

На рис. 5-10 представлены результаты рентгенографических исследований микрочастиц на основе нитрида и карбонитрида титана различных фракций.

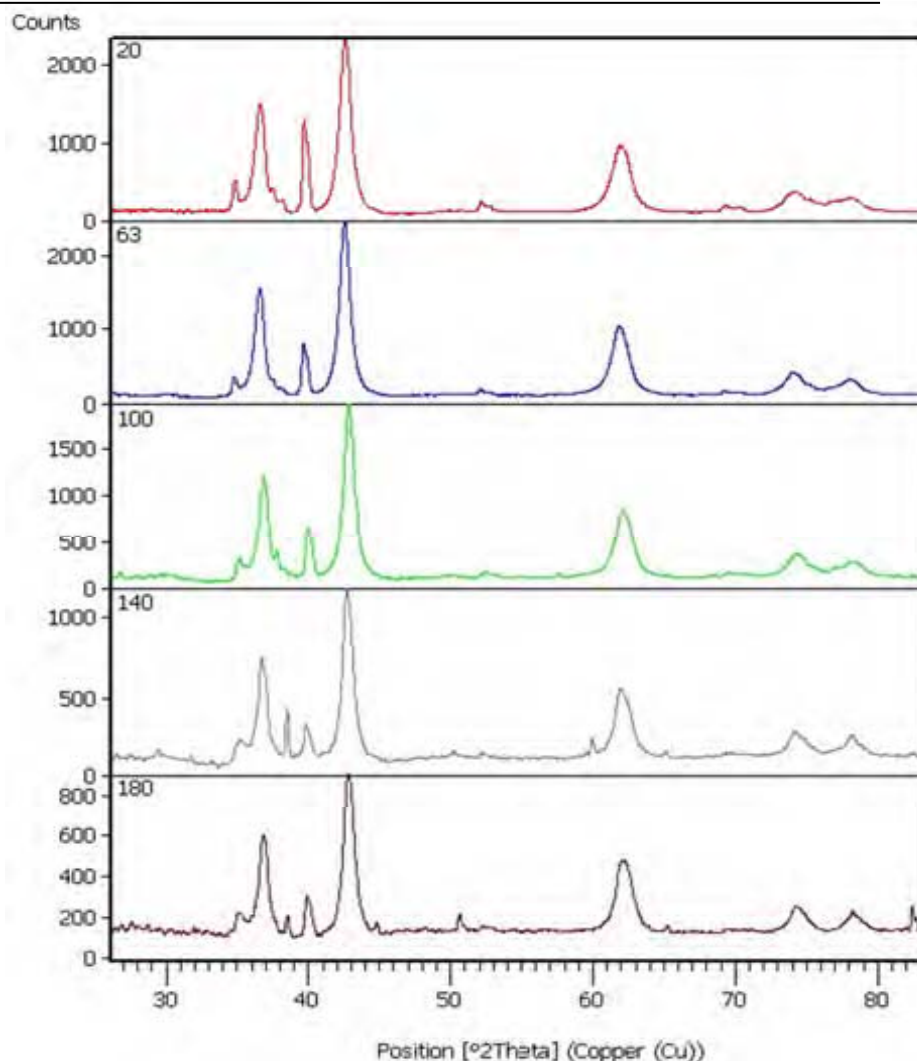


Рис. 5 – Участки рентгенограмм частиц на основе нитрида титана титана различных фракций

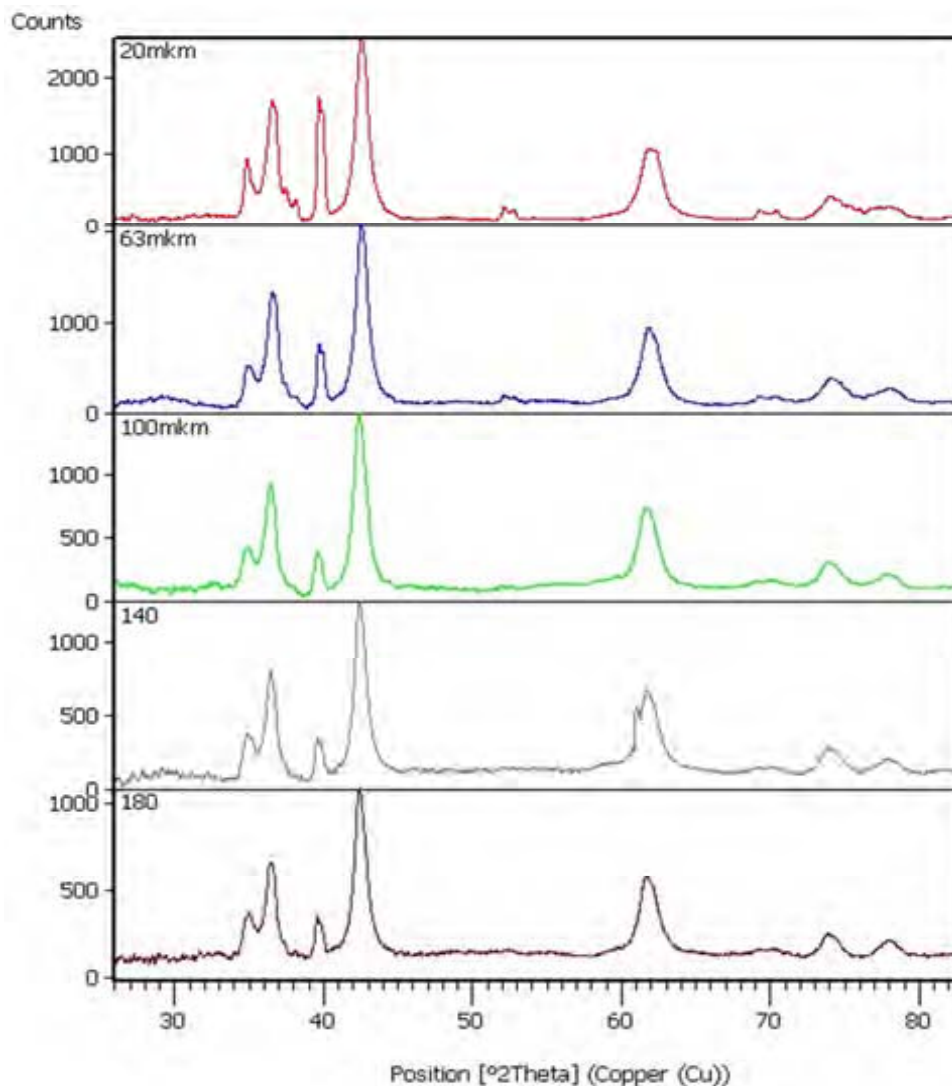


Рис. 6 – Участки рентгенограмм частиц на основе карбонитрида титана различных фракций

Выводы

1. На основании проведенных исследований нами сделан вывод, что исследуемый мелкодисперсный порошок можно рассматривать как металлосодержащую структуру, в том числе и в виде эндофуллеренов. Структура имеет переменный элементный и многофазовый состав.

2. В конденсате сорбируются реакционные газы, образующие сложные, даже неизвестные углеводородные соединения, в том числе и с титаном. Зародышами структуры, вероятно, являются микрокапли Ti различных размеров, возникающие в катодном пятне и кристаллизующиеся затем на стенках вакуумной камеры в неравновесных условиях. В

структуре порошка могут содержаться также элементы подложки, распыляемой в процессе ионной очистки.

3. Таким образом, рассматривая возможные кристаллические структуры фаз титана с ковалентно-металлическими связями (C,N,O,H), нужно учитывать условия и технологию синтеза соединений типа карбонитридов. Спектральная диагностика плазмы дугового разряда, проведенная нами при нанесении пленок Ti(C,N) на нержавеющую сталь и стекло показала [6], что повышение давления азота в камере приводит к появлению таких частиц. Аналогичные структуры из плазменной среды дугового разряда были обнаружены недавно в работе [4].

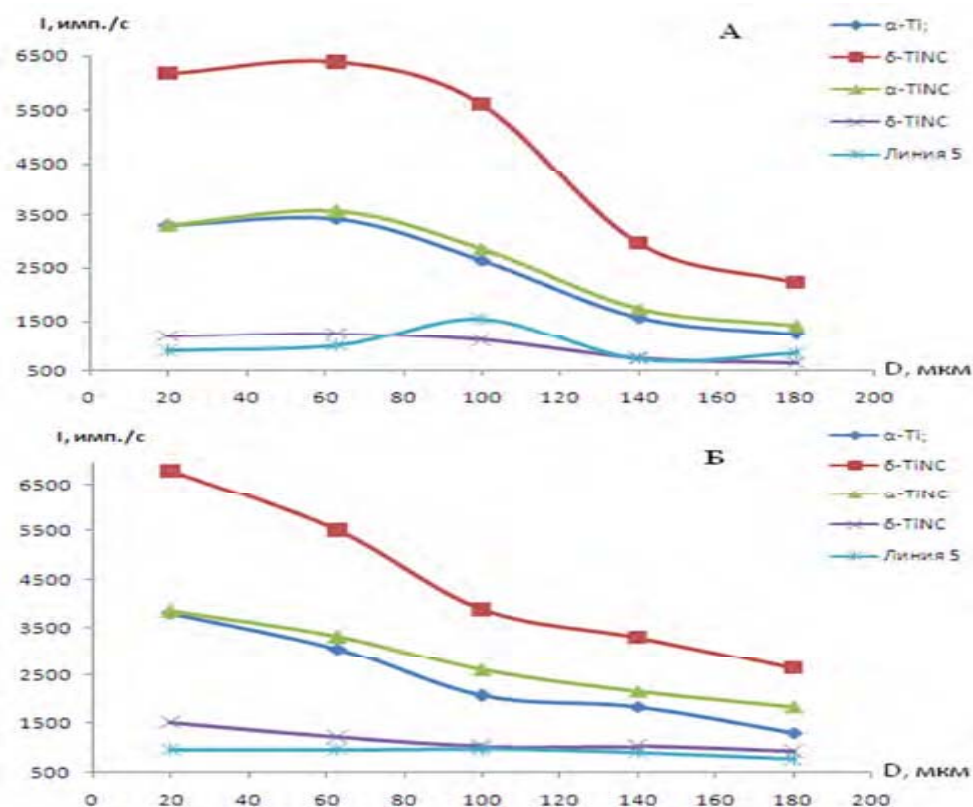


Рис.7 – Зависимость интенсивности дифракционных максимумов линий фаз нитрида титана (А) и карбонитрида титана (Б)

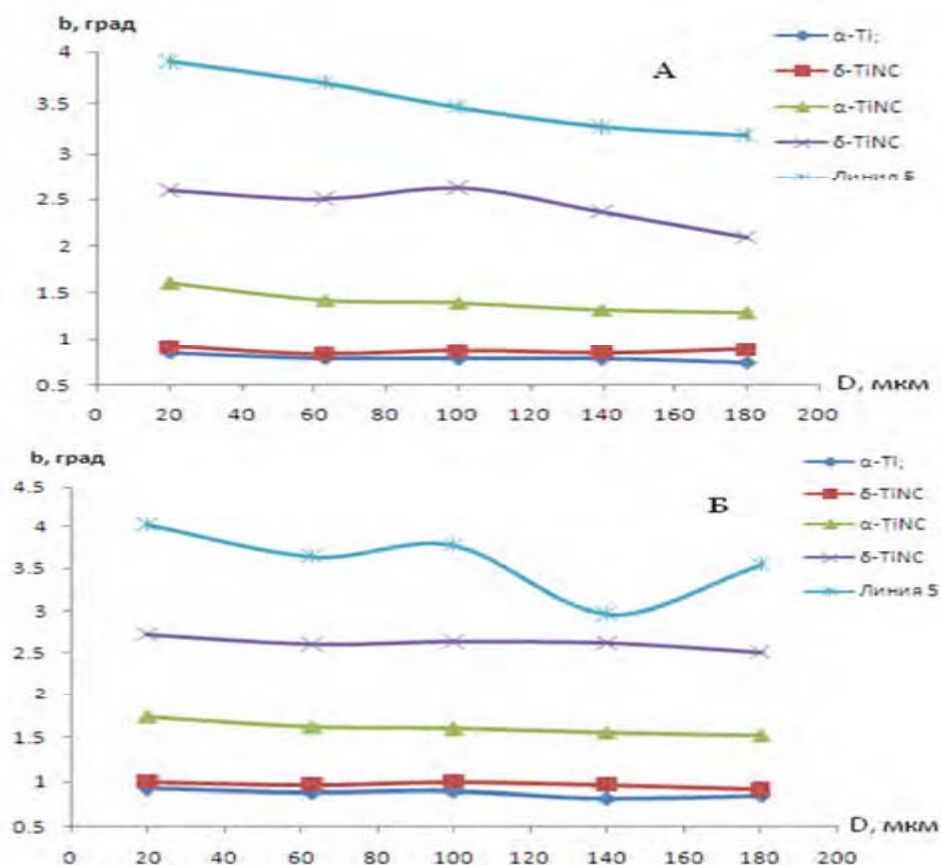


Рис. 8 – Зависимость полуширины дифракционных линий фаз нитрида титана (А) и карбонитрида титана (Б)

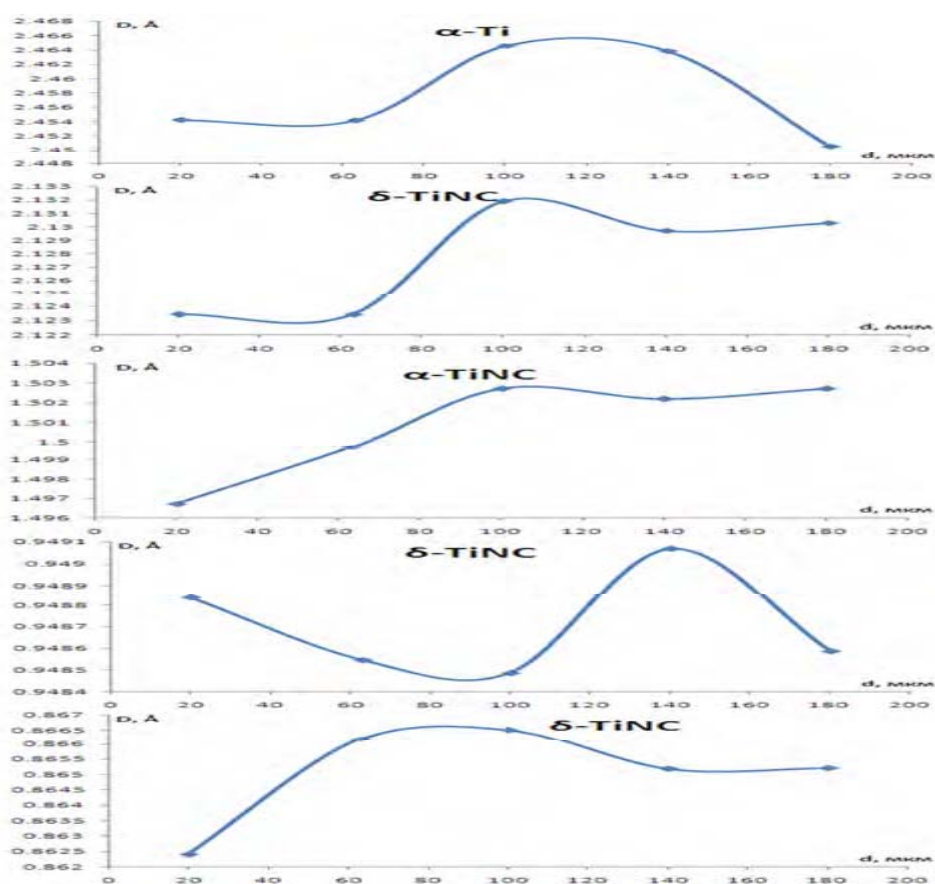


Рис. 9 – Поведение линий карбонитрида титана

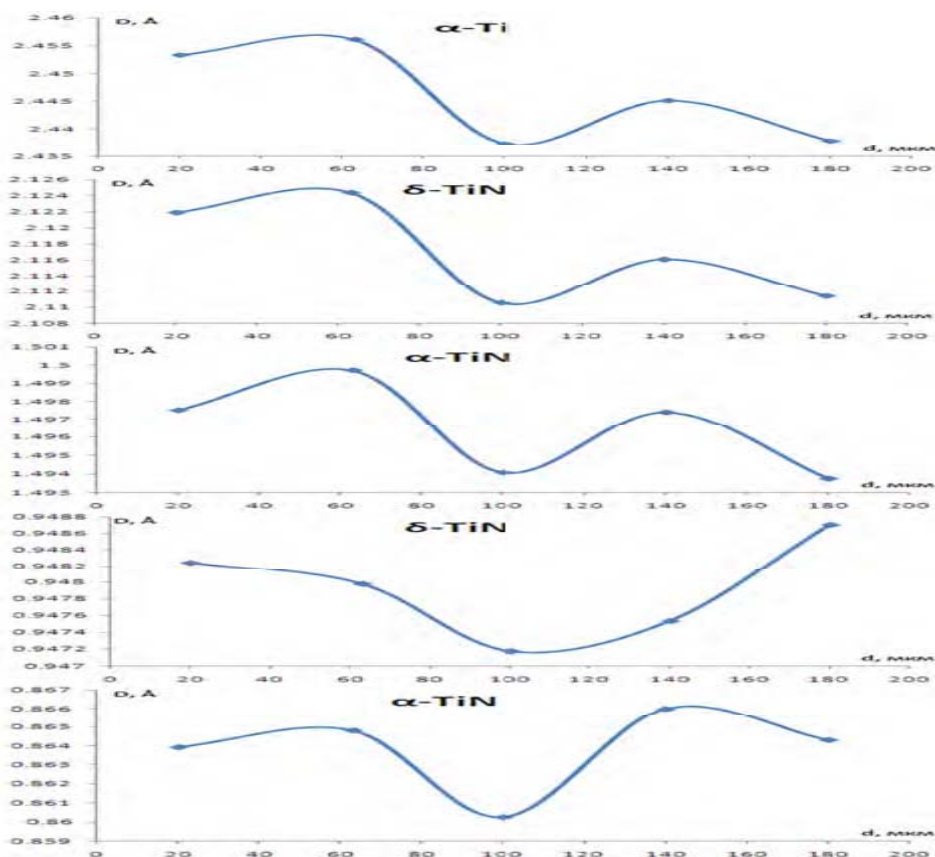


Рис. 10. – Поведение линий нитрида титана

Литература

1. Любимов Г.А., Раховский В.И. // УФН (1978) 125. – С.665
2. Месяц Г.А., Баренгольц С.А. // Письма в ЖЭТФ, том 75. – вып. 6. – С.306 – 308.
3. Жилиев В.А. // Материаловедение. – 2012. – №4. – С.3
4. Ушаков А.В., Карпов И.В., Лепешев А.А. // Материаловедение. – 2012. – №.3
5. Смоланов Н.А., Панькин Н.А., Батин В.В., Павкин Е.П. // Прикладная физика. – 2014. - № 1. -С.3
6. Смоланов Н.А., Панькин Н.А., Четвертакова О.Ф. // V Международный симпозиум по теоретической и прикладной плазмохимии: Сборник трудов. – Иваново: Ивановский гос. хим-технол. университет, 2008. – С.526

STRUCTURES DUSTS (SOOTS) FROM THE ARC DISCHARGE PLASMA DEPOSITED ON THE COOLED WALLS OF THE VACUUM CHAMBER**N.A. Smolanov, V.M. Kyashkin, V.P. Mishkin, V.A. Neverov**

N.P. Ogareva Mordovia State University, 68, Bolshevistskaya str., Saransk s., 430005
E-mail: smolanovna@yandex.ru

Abstract

In a plasma arc discharge has electrons, ions, and particles including droplets fractions. On the basis of these characteristics can be attributed to the work of the dust plasma. The results of elemental analysis, X-ray and particle size powders of titanium derived from the plasma arc.

Keywords: plasma, metal droplets, dust particles, nitrides, cathode node

ДОГАЛЫҚ РАЗРЯД ПЛАЗМА ШАНДЫ (КҮЙЕ) ҚҰРЫЛЫСТАР, ВАКУУМДЫҚ КАМЕРА САЛҚЫНДАТЫЛҒАН ҚАБЫРҒАЛАРЫНДА САҚТАУҒА**Н.А. Смоланов, В.М. Кяшкин, В.П. Мишкин, В.А. Неверов**

Н.П. Огарева атындағы Мордовия мемлекеттік университеті,
430005, Саранск қ., Большевицкая к., 68
E-mail: smolanovna@yandex.ru

Аннотация

Плазмалық ұрысқа разряд тамшылар фракциялардың, соның ішінде электрондар, иондар және бөлшектер бар. Осы сипаттамалардың негізінде шаң плазма жұмыс жатқызуға болады. Элементтік талдау, рентген және бөлшектердің мөлшері титан ұнтақтары нәтижелері, плазма доғаның алынған.

Түйін сөздер: плазма, металл тамшылары, шаң бөлшектері, нитридтер, катод түйіні