

ЭЛЕКТРОДУГОВОЙ ПЛАЗМОТРОН ДЛЯ ВЫСОКОПРОИЗВОДИТЕЛЬНОГО СИНТЕЗА АЛМАЗНЫХ ПОКРЫТИЙ

В.В. Васильев, В.Е. Стрельницкий

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
г. Харьков, Украина;
тел.: 35-65-61*

Проведено іспити електродугового плазмотрона з газовихревою стабілізацією дуги і з комбінованою фіксацією довжини дуги (газодинамічною та магнітною). Використання додаткової магнітної стабілізації довжини дуги дозволило значно знизити випадкові коливання температури підкладки з $\pm 10^\circ\text{C}$ без магніту до $\pm 2^\circ\text{C}$ з магнітом. Показано, що плазмотрон може працювати у двох режимах: у режимі аномального розширення плазменної струї та й у режимі відсутності її розширення. Максимальні розміри ефективності синтезу АП і площі однорідної частини покриття отримані в режимі відсутності розширення плазменної струї з використанням газодинамічного способу корекції температурного поля і поля концентрацій атомарного водню поблизу підкладки.

Проведены испытания электродугового плазмотрона с газовихревой стабилизацией дуги и с комбинированной фиксацией длины дуги (газодинамической и магнитной). Использование дополнительной магнитной стабилизации длины дуги позволило значительно снизить случайные колебания температуры подложки с $\pm 10^\circ\text{C}$ без магнита до $\pm 2^\circ\text{C}$ с магнитом. Показано, что плазмотрон может работать в двух режимах: в режиме аномального расширения плазменной струи и в режиме отсутствия её расширения. Максимальные величины эффективности синтеза АП и площади однородной части покрытия получены в режиме отсутствия расширения плазменной струи с использованием газодинамического способа коррекции температурного поля и поля концентраций атомарного водорода вблизи подложки.

The tests of the electro-arc plasma torch with the gas vortex arc stabilization and with the combined fixing of an arc length (gas dynamic and magnetic) were carried out. Usage of an additional magnetic stabilization of an arc length has allowed considerably to minimize the accidental fluctuations of a substrate temperature from $\pm 10^\circ\text{C}$ without a magnet up to $\pm 2^\circ\text{C}$ with a magnet. It was shown that the plasma torch can work in two modes: in a mode of abnormal expansion of a plasma jet and in a mode of absence of its expansion. The maximal values of the DC synthesis efficiency and area of a uniform part of a coating were received in a mode of the plasma jet expansion absence with using of the gas dynamic correction of a temperature and the concentration fields of atomic hydrogen near to a substrate.

ВВЕДЕНИЕ

Одним из многообещающих, относительно дешёвых и высокопроизводительных методов синтеза алмазных покрытий (АП) является электродуговой метод, основанный на использовании струйных аппаратов, в частности, электродуговых плазмотронов линейной схемы [1-7]. Это объясняется, с одной стороны, высокой эффективностью создания сильно неравновесной концентрации атомарного водорода в газовом потоке углеводородной смеси на подложку, а с другой - высокой скоростью доставки этой смеси к подложке.

Однако используемые в настоящее время электродуговые плазмотроны для синтеза АП обладают рядом существенных недостатков. Основными из них являются низкий КПД преобразования электрической энергии в тепловую энергию газового потока, ограничение по вводимой в разряд мощности из-за значительного увеличения эрозии поверхности анода, а также сильная радиальная неоднородность температурного поля и поля концентраций атомарного водорода в плазменной струе. Эти недостатки являются основной причиной, ограничивающей производительность синтеза АП.

Нами был разработан электродуговой плазмотрон для синтеза АП, свободный от вышеперечисленных недостатков [8]. Эти недостатки были устранены благодаря использованию в нём газовихревой стабилизации дуги и газодинамической фиксации её длины. Однако более детальные испытания работы плазмотрона показали, что в процессе синтеза АП происходят случайные колебания температуры подложки, которые достигают величины $\pm 10^\circ\text{C}$. Это является недопустимым при нанесении толстых алмазных покрытий ~ 100 мкм, а также алмазных пластин для теплопроводящих подложек с толщиной $\sim 0,5 \dots 1$ мм. Из-за большой разности коэффициентов теплового расширения, обычно используемых для этих целей подложек (молибден, кремний) и синтезируемого алмазного покрытия, такие колебания температуры могут приводить при некоторых толщинах АП к механическим напряжениям, превышающим силы сцепления покрытия с подложкой. Результатом этого является отслаивание АП от подложки в процессе его синтеза.

Целью данной работы является создание плазмотрона для высокоскоростного синтеза АП с высокой стабильностью теплового потока на подложку и

испытание его работы в различных режимах.

МЕТОДИКА И УСЛОВИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Для достижения поставленной цели в плазмотроне [8] в дополнение к газодинамической стабилизации длины дуги была применена магнитная стабилизация. Для этого в области наиболее вероятной привязки анодного пятна дуги к стенке разрядной камеры был установлен постоянный кольцевой магнит. Схематичное изображение такого плазмотрона показано на рис. 1.

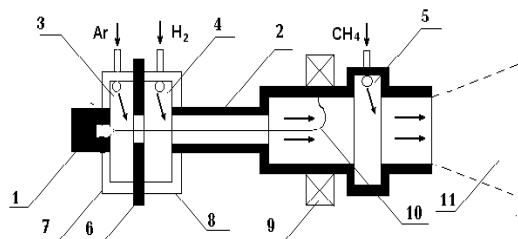


Рис. 1. Схематическое изображение газодинамического плазмотрона с газодинамической и дополнительной магнитной фиксацией длины дуги.

1 - катод; 2 - анод; 3, 4, 5 - вихревые камеры; 6 - межэлектродная вставка; 7, 8 - изоляторы; 9 - постоянный магнит; 10 - электрическая дуга;

11 - плазменная струя

Испытания плазмотрона проводились в широких диапазонах давления газа в камере (от 4,8 до 40 кПа) и вводимой в разряд мощности (4,2...8,6 кВт). В качестве рабочего газа использовались чистый аргон и аргоноводородная смесь. В первую вихревую камеру для защиты катода подавался аргон (см. рис. 1) с расходом G_{ArI} от 5,4 до 11 л/мин; во вторую - аргоноводородная смесь. При этом расход аргона во вторую вихревую камеру G_{ArII} варьировался от 16,3 до 27 л/мин, а водорода G_{H2II} - от 5,4 до 11 л/мин. В режимах синтеза АП метан подавался в третью вихревую камеру с расходами от 0,1 до 0,3 л/мин.

Распределение удельной эффективности синтеза АП по радиусу подложки $F(r)$ в различных режимах работы плазмотрона определялось как максимальная скорость роста массы АП на единице площади на радиусе r по формуле $F(r) = n_3(r) \cdot V_K(r) \cdot \rho_a$, где $n_3(r)$ - плотность зародышей; $V_K(r)$ - скорость роста алмазных кристаллов (АК), определяемая по методике [9]; ρ_a - плотность алмаза.

Измерение температуры подложки осуществлялось с помощью двух термопар, одна из которых измеряла температуру в центре подложки, а другая - в 13 мм от центра. Колебания температуры подложки измерялись после выхода её температуры на стационарный уровень. Температура измерялась с точностью $\pm 1^\circ\text{C}$.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

В процессе испытания данного плазмотрона было обнаружено два режима его работы, которые принципиально отличаются от режимов работы су-

ществующих плазмотронов: режим с аномальным расширением плазменной струи (режим А) и - с отсутствием расширения (режим Б). Режим А характеризуется сильно размытым по радиусу температурным профилем струи и дозвуковыми скоростями ее истечения, а режим Б - резко пикированным температурным профилем с четко выраженными границами плазменной струи и сверхзвуковыми скоростями ее истечения. Режим А был получен в области давлений газа в реакционной камере, лежащей в диапазоне $40 > P > 15$ кПа, а режим Б - в области $P < 13$ кПа.

Более подробное исследование работы плазмотрона в режиме Б показало, что ускорение газового потока до сверхзвуковой скорости происходит путем оказания на него чисто теплового воздействия. Вначале при подводе тепла к газовому потоку в разрядной камере плазмотрона при постоянном расходе газа происходит его ускорение до скорости звука (критический и сверхкритический нагрев), а затем при обращении на него теплового воздействия происходит его ускорение до сверхзвуковой скорости. При этом максимальная скорость газового потока на выходе плазмотрона будет пропорциональна достигнутой величине скорости звука при сверхкритическом подогреве газа.

Диаметр плазменной струи при работе плазмотрона в режиме Б был намного меньше, чем при его работе в режиме А и составлял величину от 5...7 до 13 мм в зависимости от вводимой в разряд мощности. При этом дальность струи резко увеличивалась.

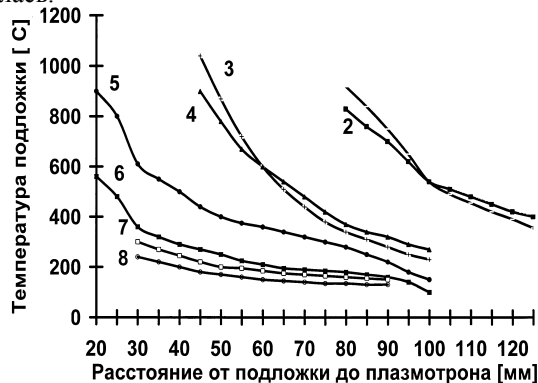


Рис. 2. Зависимость температуры подложки от расстояния подложка - плазмотрон:

$r=0$ (1, 3, 5, 7); $r=13$ мм (2, 4, 6, 8); $P=6$ кПа, $W=7,5$ кВт, $G_{ArI}=10,9$ л/мин, $G_{ArII}=21,8$ л/мин, $G_{H2II}=7,5$ л/мин, $L_1=48$ мм (1, 2); $G_{ArI}=5,4$ л/мин, $G_{ArII}=16,3$ л/мин, $G_{H2II}=7,5$ л/мин (3, 4, 5, 6, 7, 8); $P=4,8$ кПа, $W=4,2$ кВт, $L_1=0$ (3, 4); $P=5,2$ кПа, $W=4,65$ кВт, без экрана (5, 6); $P=19,6$ кПа, $W=5,1$ кВт, без экрана (7, 8)

На рис. 2 приведены зависимости температуры подложки в центре и в 13 мм от центра в режиме А (кривые 7 и 8) и в режиме Б (кривые 5 и 6). Из этих кривых видно, что передача тепловой энергии от плазменной струи к подложке в режиме Б намного выше, чем в режиме А. Это говорит о том, что работа плазмотрона в режиме Б осуществляется с более высоким КПД. Однако при этом разность температур между центром подложки и её периферийной

частью резко увеличивается, что говорит о невозможности нанесения однородного покрытия на диаметре, превышающем диаметр плазменной струи.

Для использования плазмотрона для синтеза АП в режиме Б на больших площадях нами разработан способ газодинамической коррекции температурного поля и поля концентрации химически активных частиц, в частности, атомарного водорода вблизи подложки [10]. Сущность этого способа заключается в экранировании основного участка струи от поступления в неё холодного газа из камеры и одновременно в создании условий турбулентного перемешивания газовых потоков вблизи подложки. Схематическое изображение установки, в которой осуществлён этот способ, показано на рис. 3.

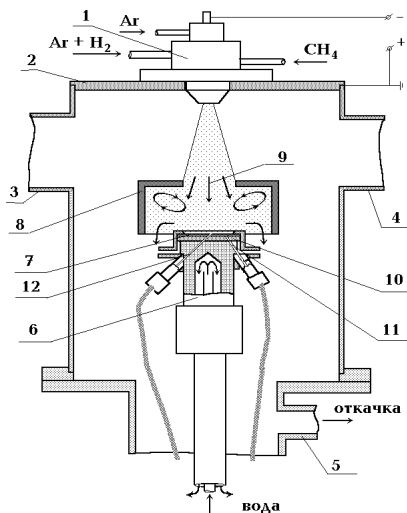


Рис. 3. Схема установки для синтеза АП электродуговым методом. 1 - электродуговой плазмотрон; 2 - вакуумная камера; 3, 4 - диагностические патрубки; 5 - откачной патрубок; 6 - подложкодержатель; 7 - подложка; 8 - экран; 9 - плазменная струя; 10 - подкладка; 11, 12 - термомпары

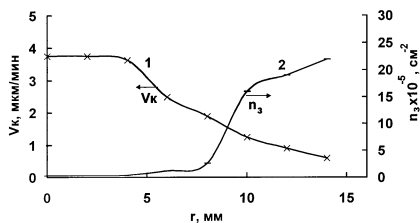


Рис. 4 Радиальные профили скорости роста АК, $V_k(r)$ и плотности зародышей $n_z(r)$ при работе плазмотрона в режиме А. $T_n(12)=845^\circ\text{C}$ (режим А). $L_n=40\text{ мм}$; $C_{\text{CH}_4}=1,86\%$; $P=21\text{ кПа}$; $W=8,1\text{ кВт}$. $G_{\text{H}_2\text{II}}=5,6\text{ л/мин}$; $G_{\text{Ar I}}=12,5\text{ л/мин}$; $G_{\text{Ar II}}=25\text{ л/мин}$

Кривые 1,2 и 3,4 (см. рис 2) иллюстрируют влияние экрана на величины температур в центре подложки и на периферии при различных расстоя-

ниях подложка-сопло плазмотрона. Из этих кривых видно, что при определённых взаимных расположениях экрана и подложки температура последней становится однородной. Этот эффект даёт возможность получать однородные покрытия на большой площади в режиме Б.

На рис. 4 и 5 приведены радиальные профили скорости роста АК и плотности зародышей при работе плазмотрона в режимах А и Б соответственно. Температура подложки T_n в обоих режимах на радиусе $r=12\text{ мм}$ от её центра была равной 845°C .

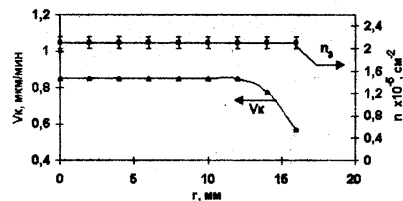


Рис. 5. Радиальные профили скорости роста АК, $V_k(r)$ и плотности зародышей $n_z(r)$ при работе плазмотрона в режиме Б с использованием газодинамической коррекции. $T_n(12)=845^\circ\text{C}$, (режим Б с использованием газодинамической коррекции). $L_n=115\text{ мм}$; $L_3=69\text{ мм}$; $W=8,6\text{ кВт}$; $P=8\text{ кПа}$. $G_{\text{Ar I}}=11\text{ л/мин}$; $G_{\text{Ar II}}=27,2\text{ л/мин}$; $G_{\text{H}_2\text{II}}=11,25\text{ л/мин}$ $C_{\text{CH}_4}=1\%$

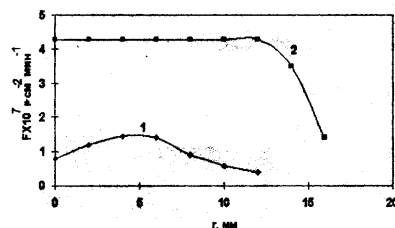


Рис. 6. Радиальные профили удельной эффективности синтеза АП $F(r)$, $T_n=845^\circ\text{C}$. 1 - для режима А без газодинамической коррекции (по данным рис.3); 2 - для режима Б с использованием газодинамической коррекции (по данным рис.5)

На рис. 6 показаны профили удельной эффективности синтеза АП для режима А (кривая 1) и для режима Б (кривая 2). Из этих кривых видно, что при одной и той же температуре подложки ($T_n=845^\circ\text{C}$) эффективность синтеза АП при работе плазмотрона в режиме Б с использованием газодинамической коррекции превышает эффективность синтеза АП при работе плазмотрона в режиме А более чем в 10 раз. При этом площадь однородной части покрытия составляет величину не менее 6 см^2 .

Этот эффект может быть положен в основу создания высокоэффективных технологических процессов синтеза АП электродуговым методом.

Увеличение температуры подложки в обоих режимах работы плазмотрона позволяет в десятки раз увеличить эффективность синтеза АП. Этот эффект

иллюстрируется на рис. 7 и 8.

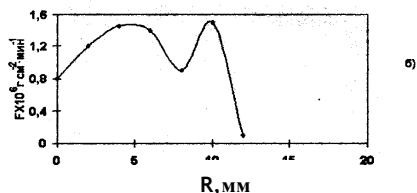
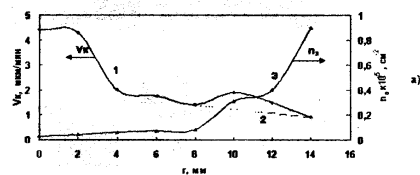


Рис. 7. Радиальные профили скорости роста АК $V_k(r)$ плотности зародышей $n_s(r)$ (а) и эффективности синтеза АП $F(r)$ (б) при температуре подложки $T_n(12)=900$ °С (режим А). $L_n=40$ мм; $C_{CH_4}=1,86$ %; $P=21$ кПа; $G_{H_2}=5,6$ л/мин; $G_{ArI}=13,6$ л/мин; $G_{ArII}=27,2$ л/мин; $W=8,5$ кВт

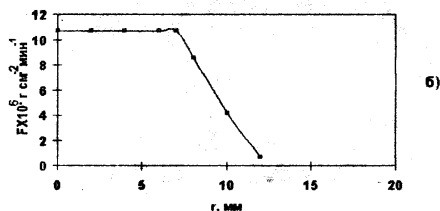
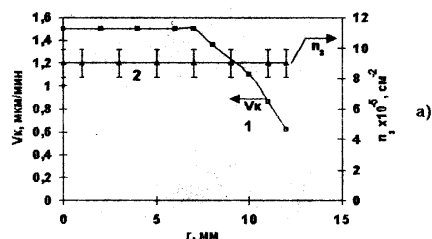


Рис. 8. Радиальные профили скорости роста АК $V_k(r)$, плотности зародышей $n_s(r)$ (а) и эффективности синтеза АП $F(r)$ (б) при температуре подложки $T_n(12)=910$ °С (режим Б). $P=8$ кПа; $W=8$ кВт; $G_{ArI}=11$ л/мин; $G_{ArII}=27,2$ л/мин; $G_{H_2}=11,25$ л/мин. $L_n=100$ мм; $L_s=45$ мм; $C_{CH_4}=2,6$ %

Из этих рисунков видно, что максимальная скорость синтеза АК составляет 270 мкм/ч, а максимальная эффективность синтеза $\sim 10^{-5}$ г/(см²•мин).

Испытание дополнительной стабилизации длины дуги с помощью магнитного поля кольцевого магнита, установленного в месте наиболее вероятной привязки анодного пятна дуги к стенке разрядной камеры, показало значительное увеличение стабильности теплового потока на подложку в результате более жёсткой фиксации длины дуги. Это позволило значительно снизить случайные колебания температуры подложки с ± 10 °С без магнита до ± 2 °С с магнитом. Уменьшение колебания темпера-

туры подложки, достигнутое с использованием постоянного магнита, позволит получать свободные алмазные пластины, которые могут быть использованы в качестве теплопроводящих подложек в электронной технике, а также для изготовления износостойкого режущего инструмента, предназначенного для обработки кремнийсодержащих алюминиевых сплавов и других материалов, оказывающих на инструмент абразивный характер износа.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработан и испытан электродуговой плазмотрон с газовихревой стабилизацией дуги и с комбинированной фиксацией длины дуги (газодинамической и магнитной).

2. Использование дополнительной магнитной стабилизации длины дуги позволило значительно снизить случайные колебания температуры подложки с ± 10 °С без магнита до ± 2 °С с магнитом.

3. Показано, что плазмотрон может работать в двух режимах: в режиме аномального расширения плазменной струи и в режиме отсутствия её расширения.

4. Максимальные величины эффективности синтеза АП и площади однородной части покрытия получены в режиме отсутствия расширения плазменной струи с использованием газодинамического способа коррекции температурного поля и поля концентраций атомарного водорода вблизи подложки. Эффективность синтеза АП составила не менее 10^{-5} г/(см²•мин); площадь однородной части покрытия - не менее 6 см². Максимальная скорость роста АК составила 270 мкм/ч.

ЛИТЕРАТУРА

1. К. Kurihara, К. Sasaki, М. Kawarada, Mater. and Manuf //Processes. 1991, v.6 (2), p.241.
2. J.J. Beulens, A..J. M. Buuron, D.C. Schram //Surface and Coatings Technology, 1991, v.47, p.401.
3. E. Pfender, Q. J. Han, T. W. Orr, Z. P. Lu, J. Heberlein //Diamond and Related Materials. 1992, v.1, p.127.
4. А. Boudina, E. Fitzer, G. Wahl //Diamond and Related Materials. 1992, v.1, p.248.
5. М.Н. Loh, М.А. Capelli //Diamond and Related Materials. 1993, v.2, p.454.
6. Stiegler, S. Roth, K. Hammer, O. Stensel, B. Mainz, W. Schaff //Diamond and Related Materials, 1993, v.2, p.413.
7. E.Lugscheider, W. Schlump, F. Denerler, P. Remer //Diamond and Related Materials, 1994, v.3, p.325.
8. И.И. Аксенов, V.V. Vasil'ev, V.E. Strel'nitskij, V.M. Shulaev, D. Yu. Zaleskij //Diamond and Related Materials, 1994, v.3, p.525.
9. И.И. Аксенов, В.В. Васильев, В.Е. Стрельницкий, Е.Д. Образцова, В.Г. Ральченко: //Сборник трудов 6^{го} Международного Симпозиума «Тонкие пленки в электронике», Москва-Киев-Херсон, 1995, т. 2. «Алмаз, Алмазные пленки», с. 27.
10. V.A. Belous, V.V. Vasil'ev, D.Yu. Zaleskij, N.V.

Samokhvalov, V.E. Strel'nitskij // *Diamond and Related Materials*. 1998, v 7, p.143.