

# **Особенности электронно-лучевого испарения керамики на основе оксида алюминия в форвакуумной области давлений**

Авторы: С. С. Хващевская, студентка каф. ФЭ, А. А. Кузнецов, студент каф. ЭП, ФЭТ, ТУСУР

Научный руководитель: А. С. Климов, к.т.н. каф. физики

Проект ГПО ФЭ-1604 Электронно-лучевая обработка материалов в форвакуумной области давлений

## **Введение**

Одной из основных особенностей электронно-лучевого облучения материалов является возможность достижения высоких значений плотности мощности, по этому параметру электронный пучок намного превосходит другие известные источники нагрева [1], уступая в некоторых случаях лишь лазерному излучению. Концентрация сравнительно высокой мощности на малой площади обуславливает локальный нагрев материалов, что особенно важно при обработке различных тугоплавких металлов и сплавов с минимальным изменением исходной структуры материала в зоне термического воздействия. В отличие от металлов электронно-лучевая обработка непроводящих материалов (диэлектриков) имеет свои особенности, связанные в первую очередь с необходимостью нейтрализации заряда приносимого электронами пучка на облучаемую непроводящую поверхность [2]. Одним из решений данной проблемы является использование форвакуумных плазменных электронных источников, способных генерировать электронные пучки в области повышенных, по сравнению с традиционной для электронных источников областью, давлений. Компенсация отрицательного поверхностного заряда при давлениях 5-20 Па осуществляется как за счет потока ионов из пучковой плазмы, а также за счет потока из плазмы несамостоятельного разряда, возникающего между облучаемой мишенью и заземленными стенками вакуумной камеры [3]. Эффективность передачи энергии электронного пучка облучаемой диэлектрической мишени в форвакуумной области давлений продемонстрирована на примере сварки и плавки керамических изделий [4,5], упрочнения поверхности [6]. Другим применением электронного пучка в области повышенных давлений может являться испарение непроводящих (в частности керамических) материалов с последующим осаждением покрытий в вакууме. Ускоренные электроны пучка при попадании на испаряемый материал передают свою кинетическую энергию и вызывают значительный нагрев тонкого поверхностного слоя, толщина которого не превышает единиц микрометров. А поскольку испарение материала происходит именно с его поверхности, то такой способ нагрева наиболее эффективен по сравнению с другими его видами. Возможность непосредственной электронно-лучевой обработки диэлектрических материалов является ключевой особенностью форвакуумных плазменных электронных источников, а применительно к испарению диэлектриков возможна реализация и бестигельного испарения. Таким образом, эффективность процесса испарения может быть значительно повышена. Цель настоящей работы заключалась в реализации процесса и исследовании особенностей электронно-лучевого испарения диэлектрических (в частности керамических) материалов в форвакуумной области давлений.

## **Техника эксперимента**

Основными исследуемыми в работе параметрами испарения керамики являлась зависимость толщины осаждаемой пленки от пространственного расположения подложки, на которую происходило напыление. В экспериментах подложки располагались на различном расстоянии от испаряемой мишени, а также на разных углах от оси пучка при фиксированном расстоянии. Эксперименты проводились на вакуумной установке (рис. 1), оснащенной плазменным электронным источником на основе разряда с полым катодом цилиндрической

формы. Электронный источник формировал узкофокусированный электронный пучок в условиях форвакуума. Рабочее давление в вакуумной камере составляло 10 Па и поддерживалось напуском газа непосредственно в камеру. Источник функционировал в изобарическом режиме, т.е. без напуска газа в катодную полость. Такой режим характерен для форвакуумных плазменных электронных источников и определяет их основную особенность.

В качестве испаряемого материала использовалась керамика на основе оксида алюминия – ВК94-1. Испаряемый образец в виде диска диаметром 14 мм и высотой 5 мм устанавливался в углубление в графитовом тигле, который свою очередь помещался в вакуумную камеру и располагался в плоскости падения электронного пучка на его оси.

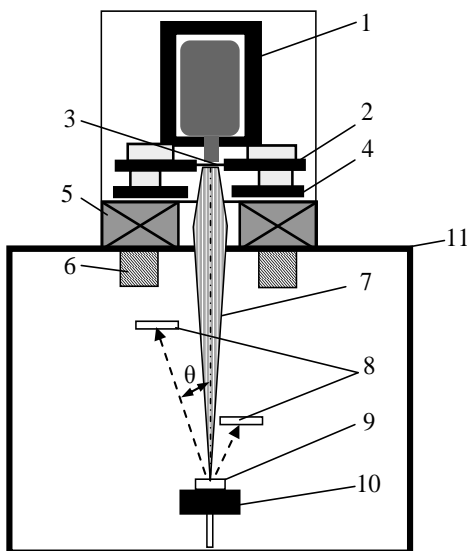


Рис. 1. Схема эксперимента. 1 – полый катод; 2 – анод; 3 – эмиссионный электрод (перфорированная пластина); 4 – ускоряющий электрод (экстрактор), 5 – фокусирующий соленоид; 6 – магнитная система отклонения; 7 – электронный пучок; 8 – подложки; 9 – испаряемый образец; 10 – графитовый держатель, 11 – вакуумная камера

Обеспечение достаточной для испарения керамики величины тока пучка достигалось за счет использования эмиссии из 120 отверстий диаметром 0,7 мм расположенных в эмиссионном электроде (аноме) источника. При ускоряющем напряжении 10 кВ и токе пучка 50 мА плотность мощности на мишени достигала 800 Вт/см<sup>2</sup>. Подложки размерами 15×20 мм из стекла толщиной 2 мм располагались на расстояниях от испаряемой мишени кратных 2,5–3 см и при фиксированном угле между осью пучка и направлением на центр подложки, рис. 1. Расстояние до первой подложки составляло 4,5 см, до последней 19,5 см. С целью предотвращения разрушения образца за счет термомеханических напряжений при электронно-лучевом облучении, процессу испарения предшествовал равномерный прогрев расфокусированным электронным пучком в течение 10 минут. Через 20 минут электронный пучок фокусировался на образце и при плотности мощности 600 Вт/см<sup>2</sup> начинался процесс интенсивного испарения керамики. Испарение, при неизменном уровне плотности мощности пучка, занимало 20 минут.

Одним из основных параметров, характеризующих испаритель является пространственное распределение паров испаряемого материала. С целью определения такого распределения использовалось измерение толщины пленок, напыляемых на подложки, равномерно расположенные на внутренней поверхности полусферы, в центре которой располагается испаряемый образец, рис. 2.

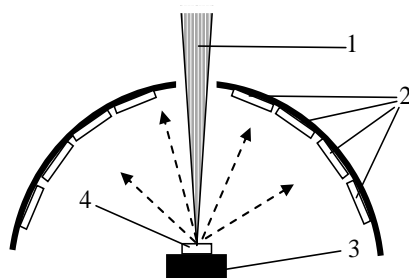


Рис. 2. Схема измерения углового распределения испаренного материала. 1 – электронный пучок; 2 – подложки; 3 – графитовый тигель; 4 – керамический образец

По известному углу между осью пучка и направлением на центр подложки, а также измеренной толщине пленки строилось угловое распределение толщины. Толщина пленок определялась с помощью микроинтерферометра МИИ-4М по стандартной методике.

### Результаты работы и их анализ

Процесс испарения различных материалов в высоком вакууме достаточно хорошо изучен. В работе [7] рассмотрено электронно-лучевое испарение из точечного источника, различных проволочных источников, а также источника типа двумерной площадки. В случае испарения из двумерной площадки, имеющей место в условиях настоящего эксперимента, распределение толщины напылённого слоя в зависимости от расстояния, считается подчиняющимся закону Кнудсена (закону косинусов):

$$h = \frac{m}{\pi r} \cdot \frac{\cos^2 \theta}{r^2} \quad (1)$$

где  $h$  – толщина пленки на подложке, м;  $m$  – масса материала, испаряющегося в единицу времени, кг/сек;  $\rho$  – плотность испаряемого материала, кг/м<sup>3</sup>;  $r$  – расстояние от источника до подложки, м;  $\theta$  – угол между нормалью и направлением на центр подложки.

Согласно этому закону в единицу времени на площадку единичной площади осаждается масса вещества обратно пропорциональная расстоянию от источника до подложки.

Экспериментальные исследования показали, что в случае электронно-лучевого испарения в форвакуумной области давлений толщина напыляемой пленки монотонно уменьшается с ростом расстояния от испаряемого материала до подложки, рис. 3. Точки экспериментальной зависимости ложатся ниже по сравнению с теоретическим распределением по закону косинусов (1), что может быть связано с рассеянием паров испаренного материала при движении их до подложки в условиях повышенного давления в вакуумной камере.

Еще одним результатом, отличающим электронно-лучевое испарение в форвакуумной области давлений, является более равномерное угловое распределение испаренного материала.

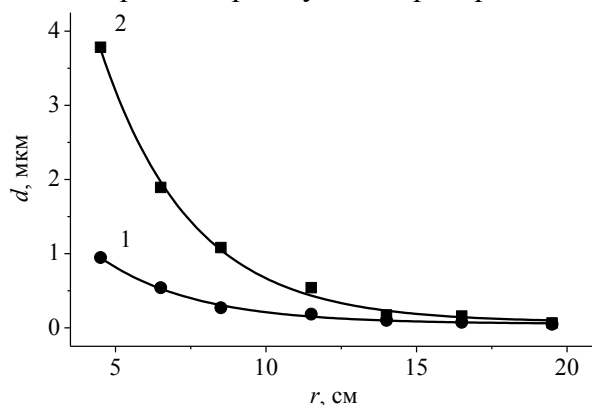


Рис. 3. Зависимость толщины пленки от расстояния до источника. Давление 10 Па. 1 – в атмосфере кислорода, 2 – в остаточной атмосфере вакуумной камеры.

На рисунке 4 представлен результат измерения толщины пленок, осаждаемых на подложках, расположенных на внутренней области полусферической поверхности, в центре которой расположен испаряемый образец.

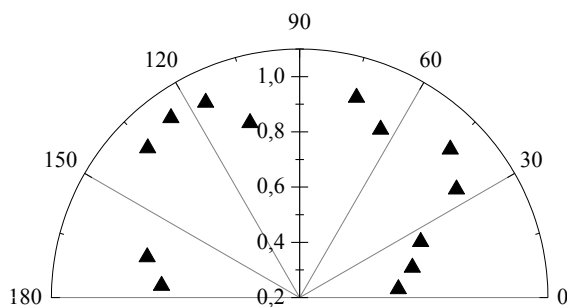


Рис. 4. Угловое распределение паров испаренного материала. Плотность мощности 600 Вт/см<sup>2</sup>, давление 8 Па.

Основная масса испаренного материала достигает подложки и осаждается достаточно равномерно вплоть до углов  $\pm 45^\circ$  от оси пучка, рис. 5

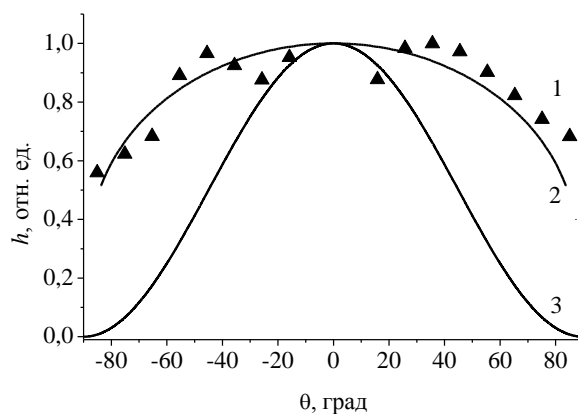


Рис. 5. Угловое распределение толщины пленки  $h$ . 1 – экспериментальные данные; 2 – аппроксимация экспериментальных данных; 3 – расчет по закону косинусов

На том же рисунке для сравнения приведено угловое распределение, рассчитанное по закону косинуса, кривая 3. Изменение параметров электронного пучка практически не влияет на вид распределения.

### Заключение

Электронно-лучевое облучение керамических материалов в форвакуумной области давлений позволяет производить их испарение с последующим осаждением из паровой фазы. При этом не возникает проблемы накопления отрицательного заряда на облучаемой поверхности. Толщина получаемых покрытий более равномерная по сравнению с напылением в высоком вакууме. Это обстоятельство может быть связано с рассеянием частиц испаренного вещества на молекулах газа при высоком давлении.

### Список использованных источников

1. Рыкалин, Н. Н. Основы электронно-лучевой обработки материалов. – М.: Машиностроение, 1978. – 239 с.
2. Филачев, А. М. Проблемы электронно-лучевой обработки диэлектриков / А. М. Филачев, Б. И. Фукс // Прикладная физика. – 1996. – № 3. – С. 39–46.

3. Electron beam treatment of non-conducting materials by a fore-pump-pressure plasma-cathode electron beam source / V. A. Burdovitsin, A. S. Klimov, A. V. Medovnik, E. M. Oks // Plasma Sources Sci. Technol. – 2010. – № 19. – P. 055003.
4. Бурдовицин В. А., Климов А. С., Окс Е. М. О возможности электронно-лучевой обработки диэлектриков плазменным источником электронов в форвакуумной области давлений // Письма в ЖТФ. – 2009. – Т. 35. – №. 11. – С. 61-66.
5. Зенин А. А. Электронно-лучевая пайка алюмооксидной керамики с металлом с применением форвакуумного плазменного источника электронов / А. А. Зенин, А. С. Климов // Доклады Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники. – 2013. – № 1 (27). - С. 10-13.
6. Бурдовицин В.А. Модификация поверхности керамики импульсным электронным пучком, генерируемым форвакуумным плазменным источником / В.А. Бурдовицин, Е.М. Окс, Е.В. Скробов, Ю.Г. Юшков // Перспективные материалы. – 2011. – №6. – с. 1-6.
7. Holland L., Steckelmacher W. // Vacuum. – 1952. – Vol. 2. N 4. – P. 346.