

04;10

## Осаждение покрытий на пылевые частицы из паровой фазы в комбинированной плазме

© Л.М. Василяк, М.Н. Васильев, С.П. Ветчинин,  
Д.Н. Поляков, В.Е. Фортон

Институт теплофизики экстремальных состояний  
Объединенного института высоких температур РАН, Москва  
E-mail: lab852@ihed.ras.ru

Поступило в Редакцию 19 мая 2005 г.

Приведены результаты экспериментов по осаждению никелевых покрытий на полидисперсные микрочастицы в комбинированной плазме ВЧ разряда с электронным пучком. Рассмотрены особенности поведения плазменно-пылевого облака в процессе испарения и осаждения покрытий.

В настоящее время представляет интерес получение активирующих покрытий на легких частицах, которые можно использовать в нанотехнологиях, технологиях водородной энергетики и в получении дисперсной фазы с новыми поверхностными свойствами. Осаждение покрытий может происходить из газовой или паровой фазы, либо за счет направленного потока атомов или ионов (например, в ВЧ разряде с помощью направленного потока атомов, создаваемого при магнетронном распылении [1]). Основная проблема в подобных способах заключается в создании управляемого реакционного объема для получения однородного покрытия поверхности микрочастиц и их перемещения в контейнер для сбора обработанных частиц. Использование электронного пучка, выведенного в среду с пылевой плазмой [2], позволяет совместить испарение вещества при нагреве мишени пучком с генерацией комбинированной электронно-пучковой и ВЧ плазмы. При этом удается использовать достоинства методов электронно-лучевого испарения и химическую активность комбинированной плазмы. К настоящему моменту не изучалась возможность создания устойчивой пылевой структуры в присутствии паров металла и наличии температурных градиентов, связанных с нагревом мишени, диффузионного и

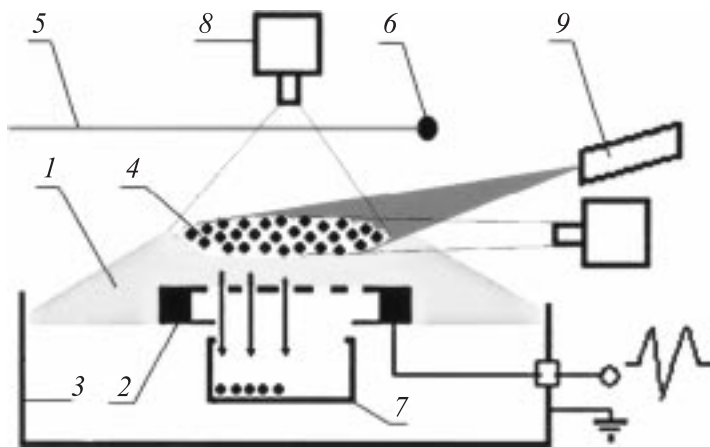
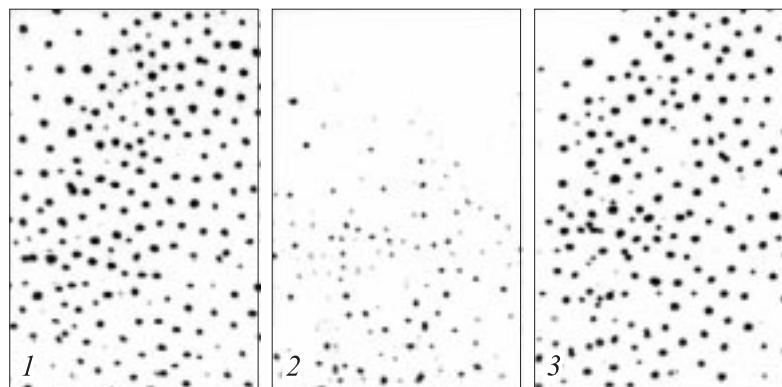


Рис. 1. Схема эксперимента.

радиационного переноса тепла в область пылевой структуры, а также влияния различных режимов испарения.

В данной работе изучалась динамика и однородность объема, образованного комбинированной плазмой с полидисперсными микрочастицами в виде полых стеклянных микросфер диаметром  $10\text{--}120\ \mu\text{m}$ , с парами никеля в гелии при давлениях  $0.1\text{--}1\ \text{Torr}$ . Исследовался характер осаждения покрытий на микрочастицах и возможные способы управления частицами. Эксперименты проводились в камере большого объема ( $35 \times 35 \times 80\ \text{cm}$ ) лабораторного плазмохимического реактора. На рис. 1 приведена упрощенная схема эксперимента. ВЧ разряд (1) горел между плоским сетчатым электродом (2) диаметром  $8\ \text{cm}$  и стенками камеры реактора (3). Микрочастицы вводились в область, расположенную над электродом, где образовывалась плазменно-пылевая структура (4). Моноэнергетический электронный пучок (5) с энергией  $25\ \text{keV}$  и диаметром  $1\text{--}2\ \text{mm}$  выводился в камеру реактора через двухступенчатое газодинамическое окно и фокусировался на испаряемой никелевой мишени (6). В реакторе происходила активация поверхности частиц и напыление. После окончания процесса напыления, при отключении ВЧ напряжения, покрытые частицы выпадали через сетку на



**Рис. 2.** Фрагмент центральной части пылевого облака (вид сверху): 1 — до включения электронного пучка, 2 — в процессе испарения мишени электронным пучком, 3 — в процессе осаждения покрытия.

электроде в устойство сбора частиц (7), расположенное под электродом. Изображение пылевой структуры регистрировалось видеокамерами (8) при подсветке лазером (9) через оптические окна в боковой и верхней стенках камеры.

До испарения мишени над ВЧ электродом образуется устойчивая пылевая структура с достаточно хорошей степенью упорядоченности (рис. 2, 1). При испарении мишени возникает температурный градиент, обусловленный диффузией тепла и радиационным нагревом, который приводит к нарушению однородности пылевого облака (рис. 2, 2), что связано с термофоретическими явлениями в пылевой плазме [3]. Структура из микросфер смещается в сторону, противоположную от зоны нагрева мишени, и из центральной зоны структуры уходят, в первую очередь, частицы крупного размера (рис. 2, 2). Выключение нагрева мишени приводит к возвращению пылевого облака к исходному положению (рис. 2, 3). Уменьшить влияние нагретой мишени на пылевое облако можно с помощью дополнительных тепловых экранов и наложением дополнительных температурных полей в области пылевой структуры.

Процесс активации поверхности и осаждения покрытий на микрочастицах происходит как во время испарения мишени, так и после прекращения нагрева мишени электронным пучком. Толщина экспериментально полученных никелевых покрытий будет зависеть от времени нахождения частиц в реакционном объеме, от тока пучка и расстояния от пылевой структуры до мишени, что подтверждается изменением оптической плотности покрытия при моделировании структуры плоской стеклянной поверхности. Получение однородного по поверхности и контролируемого по толщине покрытия вносит дополнительные требования к пространственной стабильности и однородности реакционного объема. Неоднородность распределения плотности атомов испаренного металла по объему реактора определяется асимметричным расположением зоны испарения относительно зоны осаждения, температурными градиентами, краевыми эффектами. Учет этих неоднородностей для обеспечения одинакового покрытия частиц можно обеспечить многократным хаотическим перемешиванием частиц во всем реакционном объеме или их упорядочиванием в горизонтальной плоскости с перемешиванием слоев частиц в вертикальной плоскости и вращением пылевой структуры. При этом должна быть предусмотрена возможность изменения размера решетки. Например, в стандартных технологических устройствах, предназначенных для нанесения покрытий на поверхности плоских образцов, однородность напыления обеспечивается вращением подложки. В наших условиях вращение пылевой структуры и изменение расстояния между частицами можно обеспечить путем наложения магнитных полей заданной конфигурации. Скорость вращения и расстояние между частицами можно регулировать изменением величины индукции магнитного поля [4]. Вращение заряженных пылевых частиц и заряженных частиц плазмы происходит в скрещенных электрических и магнитных полях. Например, для радиального магнитного поля перпендикулярным полем является продольное электрическое поле приэлектродного слоя ВЧ разряда, для продольного магнитного поля перпендикулярным полем может быть амбиполярное электрическое поле. Наложение магнитного поля также повышает степень активации поверхности [5] перед осаждением покрытий.

Стабилизация структуры частиц и их перемешивание могут быть произведены модуляцией ВЧ напряжения и тока электронного пучка, или подбором необходимых параметров при их совместном воздей-

ствии, что наблюдается экспериментально. Колебания частиц могут вовлекать в процесс перемешивания все продольные слои пылевой структуры. Импульсные воздействия на плазменно-пылевые образования могут приводить к хаотизации и их разрушению или динамической и пространственной стабилизации, поскольку пылевые частицы в плазменной ловушке представляют собой осцилляторы. Разрушение структур и высыпание частиц из плазменной ловушки может происходить либо на резонансных частотах, либо определяться интенсивностью и временем воздействия как непосредственно на частицы и их заряд, так и на плазму.

Для осаждения частиц в контейнер необходимо выключать ВЧ напряжение, что приводит к выключению разряда и не позволяет непрерывно проводить наработку модифицированного порошка. Кроме того, так как контейнер сбора находился в зоне высыпания частиц, то в него могли попадать необработанные частицы. Для удаления обработанных частиц из зоны разряда и их сбора можно использовать эффект управления пылевой структурой электронным пучком [6]. При приближении пучка к пылевой структуре наблюдается притяжение или отталкивание пылевой структуры, что зависит от тока пучка. При движении пучка в горизонтальной плоскости можно обеспечить сдвиг структуры к контейнеру для сбора частиц, который может быть расположен сбоку от активной зоны реактора, либо за счет движения частиц за пучком, либо их вытеснением из пучка. Так как контейнер расположен в области слабого электрического поля, то можно осадить покрытые частицы, не выключая ВЧ разряд, путем модуляции тока и положения электронного пучка. Одновременно в активную зону реактора производится ввод новой порции частиц, и процесс происходит непрерывно. За счет термофореза при охлаждении контейнера можно дополнительно корректировать траектории частиц при их высыпании, и даже „приморозить“ частицы к контейнеру.

Таким образом, можно реализовать устойчивую плазменно-пылевую структуру в парах металлов, провести процесс осаждения покрытия на частицы, и с помощью электронного пучка переместить их из зоны разряда и осадить в контейнер.

Работа выполнена при финансовой поддержке по гранту ГК № 40.030.11.1121 Федерального агентства по науке и инновациям РФ.

## Список литературы

- [1] *Ivanov A., Mitin V., Pal A. et al. // Plasma Processes and Polymers / Ed. by R. d'Agostino, P. Favia, C. Oehr, and M.R. Wertheimer. 16th Int. Symp. on Plasma Chemistry. Italy, June 22–27, 2003. P. 455–464.*
- [2] *Василяк Л.М., Васильев М.Н., Ветчинин С.П. и др. // ЖЭТФ. 2003. Т. 123. № 3. С. 498–502.*
- [3] *Василяк Л.М., Ветчинин С.П., Поляков Д.Н. и др. // ЖЭТФ. 2005. Т. 127. № 5. С. 1166–1172.*
- [4] *Василяк Л.М., Ветчинин С.П., Поляков Д.Н. // Научные труды ИТЭС ОИВТ РАН. М., 2004. Вып. 6. С. 291–302.*
- [5] *Okano H., Yamazaki T., Horiike Y. // Solid State Technol. 1982. V. 25. P. 166–178.*
- [6] *Василяк Л.М., Васильев М.Н., Ветчинин С.П. и др. // Известия РАН, серия физическая. 2003. Т. 67. № 9. С. 20–29.*