

УДК 621

Экспериментальное плазменное оборудование для получения сверхмногослойных материалов

Н. Г. Елистратов, А. Н. Носырев,
В. И. Хвезюк, П. А. Цыганков
МГТУ им. Н. Э. Баумана, Москва, Россия

Предложена схема плазменно-технологического оборудования для получения стабильных и метастабильных сверхмногослойных материалов (СММ) методом поэтапного напыления слоев. Приведены технические параметры установки. На примере композиций Al — Si и Al — Ti показана возможность изготовления СММ обоих классов. Приведены результаты исследований продукта реакции смешения слоев в композиции Al — Ti.

В последнее время уделяется большое внимание СММ, которые представляют собой композиции из периодически чередующихся слоев различных компонентов, в качестве которых могут выступать металлы, полупроводники, диэлектрики, с общим числом от сотни до десятков тысяч, при толщинах от единиц до тысяч нанометров. Разнообразие используемых материалов, числа и толщины слоев обуславливает широкий диапазон возможных применений таких сверхмногослойных структур. На основе СММ изготавливаются устройства накопления энергии [1], элементы рентгеновской оптики [2], разрабатываются покрытия с уникальными трибологическими и механическими свойствами [3].

Вместе с тем хорошо известны технологии, основанные на самораспространяющемся высокотемпературном синтезе (СВС). СВС — это самоподдерживающийся процесс химического взаимодействия реагентов, находящихся в конденсированной фазе, промежуточными и конечными продуктами которого являются также конденсированные вещества [4]. Обычно исходная система представляет собой механическую смесь мелкодисперсных порошков. Относительно небольшое локальное внешнее тепловое воздействие приводит к экзотермической самоподдерживающейся реакции смешения реагентов — к СВС, который часто сопровождается значительным энерговыделением (десятки килоджоуль/моль).

Ниже дано описание оборудования и приведены некоторые экспериментальные результаты по получению СММ (покрытий и фольг), имеющих как стабильную структуру, так и состоящих из компонентов, вступающих в СВС-реакцию (метастабильные СММ). Сверхмногослойные метастабильные материалы обладают, по сравнению с порошковыми, рядом преимуществ:

- монолитность исходной структуры и отсутствие пор в продуктах реакции;
- высокая однородность состава продукта реакции;
- малые толщины исходных слоев, что позволяет реализовать СВС-процессы с очень высокой скоростью;
- отсутствие между слоями оксидных пленок и хороший контакт между слоями.

Перечисленные особенности делают перспективным применение СВС СММ для создания неразъемных соединений, для поверхностной термообра-

ботки и модификации свойств изделий, наплавки и восстановления инструментов и узлов.

Установка для создания качественных СММ в исследовательских целях должна обеспечивать получение пленок широкого диапазона толщин из разных материалов с возможностью регулирования параметров пленок, иметь достаточный ресурс для получения большого количества слоев, обладать приемлемой производительностью.

Исходя из этих требований, было разработано плазменное технологическое оборудование карусельного типа для получения СММ различных типов, в том числе и сверхмногослойных СВС-материалов.

Получение СММ-образцов ведется в вакуумной камере объемом 0,024 м³. Уровень остаточного давления 10⁻³ Па обеспечивается паромасляным насосом. Рабочее давление поддерживается в интервале 0,1—5 Па с помощью пьезострикционного натекаля. Для реализации технологического процесса был использован принцип одновременного поатомного напыления слоев различных компонентов на подложки, закрепленные на вращающемся, охлаждаемом водой подложкодержателе (рис. 1). Последний приводится в движение шаговым двигателем и может вращаться с частотой 0,1—10 об/мин. Расстояние от подложкодержателя до распылительных технологических ячеек может изменяться от 0,05 до 0,25 м. Температура охлаждаемых подложек в процессе изготовления не превышает 50 °С. В качестве материалов подложек используются монокристаллический кремний и арсенид галлия, а также пластины из полированной конструкционной нержавеющей стали и оптического стекла. В зависимости от типа материалов компонентов получаемых СММ данное оборудование может иметь две схемы. Для создания СММ из немагнитных металлов используется комбинация магнетронных распылительных систем (МРС) постоянного тока, которые оптимизированы для получения термализованного атомного потока и позволяют получать скорости осаждения материалов до 100 нм/мин. Для получения слоев из ферромагнитных материалов и диэлектриков применена пучковая распылительная система на основе ускорителя с анодным слоем. При изготовлении образцов учитывается различие в коэффициентах распыления катодов-мишеней при параметрах разрядов, определяемых соответствующими вольт-амперными характеристиками. В обеих схемах распылительные устройства отгорожены одна от другой защитным экраном, который предотвращает взаимное перепыление материалов мишеней.

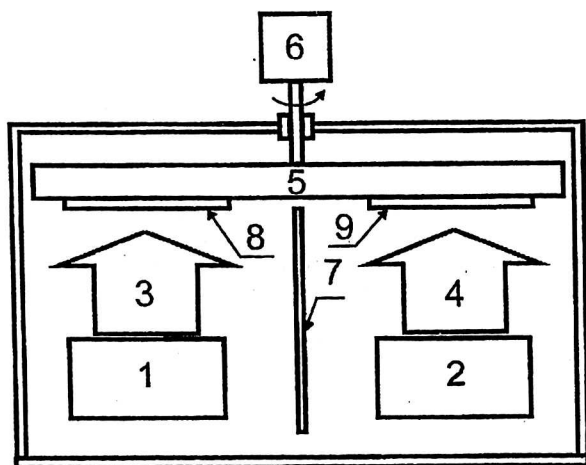


Рис. 1. Принципиальная схема установки:

- 1, 2 — распылительные устройства;
- 3, 4 — потоки материалов;
- 5 — подложкодержатель;
- 6 — шаговый двигатель; 7 — экран;
- 8, 9 — подложки

В статье представлены некоторые результаты, полученные при использовании первой схемы. В ходе экспериментов получены образцы двух типов бинарных СММ: СММ со стабильной структурой (материалы компонентов Al и Cu); СММ с метастабильной структурой (материалы Al, Ti). Исследование структуры полученных композиций проводилось методом эмиссионной электронной микроскопии сколов образцов с напыленным СММ. Диагностика выполнялась на электронном микроскопе фирмы JEOL модели 840. На рис. 2 приведена микрофотография скола композиции Al—Cu на кремниевой подложке. Хорошо видна выраженная слоистая структура покрытия с достаточно резкими границами. Темные слои соответствуют меди, светлые — алюминию, неоднородный фон и пятна вызваны дефектами скола. Композиция Ti—Al также образует слоистую структуру, хотя границы слоев более размыты. Причем отмечается диффузия Ti в слой Al, что объясняется большей активностью этого металла. Этот факт иллюстрируется результатами Оже-спектроскопии приповерхностных слоев СММ-системы Ti—Al (рис. 3). Исследования проводились на Оже-спектрометре PHI-560. Характерная ширина границы между слоями составляет величину около 10 нм при толщине слоев около 30 нм.

Рис. 2 Микрофотография скола образца СММ (система Al—Cu)

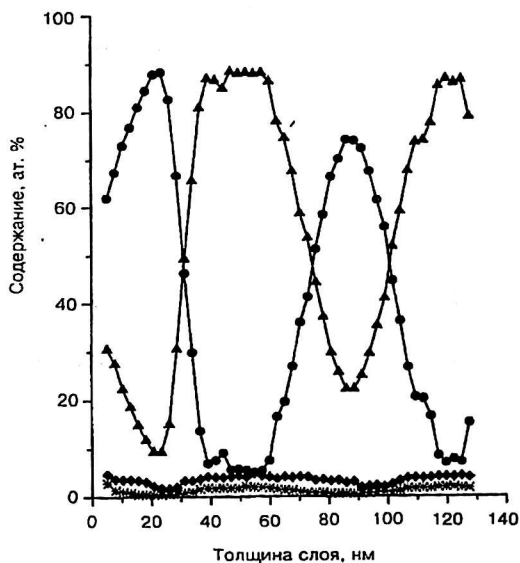
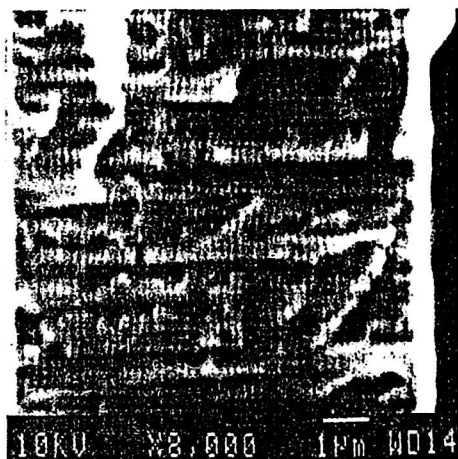


Рис. 3. ОЖЕ-профиль образца СММ (система Al—Ti):

—●— Al; —*— O; —▲— Ti; —◆— C

Поскольку сверхмногослойная система Al—Ti является СВС-материалом, то было проведено исследование состава продуктов синтеза. В исходном образце содержание Al и Ti было близко к 50 %. Реакция проводилась в фольгах с общим числом слоев ~ 500 в вакуумных условиях. Инициирование осуществлялось кратковременным локальным нагревом, после чего реакция становилась самоподдерживающейся с быстрораспространяющимся фронтом, скорость которого составила примерно 5 м/с. Анализ структуры полученного продукта, выполненный методом рентгеновской дифрактометрии, выявил наличие равномерно распределенной фазы интерметаллида TiAl с содержанием более 87 %; Al — 12 %; фазы, вызывающей охрупчивание соединений на основе Ti—Al—Ti₃Al, — менее 1 %.

Таким образом, в результате экспериментов было установлено, что предложенная технология послойного магнетронного напыления позволяет получать стабильные и метастабильные СММ с высокой однородностью структуры в интересующем диапазоне толщин слоев.

Литература

1. Troy W. Barbee et al.: Patent 5538795 US, 1996.
2. Troy W. Barbee et al.: Patent 4915463 US, 1990.
3. Philip C. Yashar et al.// Vacuum. 1999. V. 55 P. 179—190.
4. Левашов Е. А., Рогачев А. С., Юхвид В. И., Боровинская И. П. Физико-химические и технологические основы самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. — М.: Бином, 1999.

The experimental ion-assisted deposition equipment for producing the multilayers materials

*N. G. Elistratov, A. N. Nosyrev,
V. I. Khvesyuk, P. A. Tsygankov*
Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russia

The scheme and parameters of the plasma technology equipment both for the stable and the metastable multilayers materials production are described. The Al—Cu and Al—Ti compositions as the samples of various kinds of multilayers materials were made. The investigation of the structure of the product for reacted metastable Al—Ti composition is presented.