



УДК 669.714

Поступила 16.05.2018

## ПОЛУЧЕНИЕ КАТОДОВ-МИШЕНЕЙ ИЗ СИЛИЦИДОВ ДЛЯ ВАКУУМНЫХ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ИСТОЧНИКОВ

И. А. ИВАНОВ, А. Г. СЛУЦКИЙ, В. А. ШЕЙНЕРТ, Э. В. КОВАЛЕВИЧ, В. Н. ХЛЕБЦЕВИЧ,  
Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Беларусь, пр. Независимости, 65.  
E-mail: iivanou@bntu.by

В различных отраслях промышленности широко применяются покрытия на основе силицидов разных металлов с использованием вакуумно-плазменной обработки изделий. Качество таких покрытий определяется степенью химической чистоты катода-мишени, правильным выбором смеси технологических газов, а также величиной ускоряющего потенциала, подаваемого на подложку. Традиционные способы получения многокомпонентных мишеней имеют ряд недостатков, таких, как высокая остаточная пористость, избыточное содержание примесей, а также необходимость использования дорогостоящего оборудования.

Перспективным является использование литейных технологий в процессе производства катодов-мишеней. В работе представлены обобщенные результаты экспериментальных исследований особенностей изготовления катодов-мишеней для вакуумных ионно-плазменных источников методами восстановительной и высокоскоростной индукционной плавки. В качестве материала использовали силициды титана, меди и никеля.

**Ключевые слова.** Комплексные силициды, восстановительная и индукционная плавка, литые катоды-мишени, макро- и микроструктура.

**Для цитирования.** Иванов И. А. Получение катодов-мишеней из силицидов для вакуумных ионно-плазменных источников / И. А. Иванов, А. Г. Слуцкий, В. А. Шейнерт, Э. В. Ковалевич, В. Н. Хлебцевич // *Литье и металлургия*. 2018. Т. 91. № 2. С. 99–102.

## OBTAINING A CATHODE TARGET OF SILICIDES FOR VACUUM ION-PLASMA SOURCES

I. A. IVANOV, A. G. SLUTSKY, V. A. SHEINERT, E. V. KOVALEVICH, V. N. KHLEBTSEVICH,  
Belarusian National Technical University, Minsk, Belarus, 65, Nezavisimosti ave.  
E-mail: iivanou@bntu.by

The coatings based on silicides of various metals are widely used in various industries by vacuum-plasma processes for products treatment. The quality of such coatings is determined by the degree of chemical purity of the target cathode, the correct choice of a mixture of process gases and the level of accelerating potential supplied to the substrate. Traditional methods for producing multi-component targets have a number of disadvantages, such as: high residual porosity, excess content of impurities, as well as the need for expensive equipment.

The use of casting technologies in the production of target cathodes is promising. The paper presents the generalized results of experimental studies of manufacturing target cathodes for vacuum ion-plasma sources by methods of reduction and high-speed induction melting. Silicides of titanium, copper and nickel were used as the material.

**Keywords.** Complex silicides, reduction and induction melting, cast cathodes-targets, macro- and microstructure.

**For citation.** Ivanov I. A., Slutsky A. G., Sheinert V. A., Kovalevich E. V., Khlebtsevich V. N. Obtaining a cathode target of silicides for vacuum ion-plasma sources. *Foundry production and metallurgy*, 2018, vol. 91, no. 2, pp. 99–102.

Вакуумная ионно-плазменная обработка изделий с формированием на их поверхности защитных слоев широко используется для придания поверхности из этих материалов специальных свойств. В производстве широко применяются покрытия на основе силицидов титана, меди, никеля и других элементов. Использование таких соединений обусловлено их специальными свойствами (высокие температуры плавления, твердость, жаропрочность, износо- и коррозионная стойкость).

Процесс вакуумного ионно-плазменного формирования покрытий на основе силицидов достаточно прост в реализации и хорошо изучен. Качество таких покрытий определяется степенью химической чи-



Рис. 1. Этапы получения катода-мишени из силицида никеля с титаном: *а* – металлургическое восстановление; *б* – слиток силицида; *в* – катод-мишень на медном токовом

стоты катода-мишени, правильным выбором смеси технологических газов, а также величиной ускоряющего потенциала, подаваемого на подложку [1].

Наиболее ранние из известных работ были направлены на разработку технологии получения катодов с максимально возможным содержанием в них кремния [1]. Анализ равновесных диаграмм состояний сплавов системы кремний-переходный металл IV и VI групп показал, что более всего для решения этой задачи подходят сплавы с содержанием кремния  $> 66$  ат.%. Покрытия, получаемые из таких катодов, обладают высокой твердостью, значительно повышают жаростойкость и коррозионную стойкость сталей и титановых сплавов, но не обладают эрозионной и противоударной стойкостью. В то же время анализ научной литературы показывает, что наибольшей твердостью в сочетании с высоким сопротивлением пластическим деформациям обладают покрытия Ti-Si-N с содержанием кремния около 8–12 ат.% [2]. Весьма эффективны для создания таких поверхностных слоев вакуумные ионно-плазменные технологии и, в частности, катодное распыление в разряде постоянного тока и высокочастотном разряде. При катодном распылении в магнетронных распылительных системах высокая эффективность ионизации атомов и молекул рабочих газов и распыляемых мишеней увеличивает скорость нанесения покрытий. Традиционные способы получения многокомпонентных мишеней характеризуются рядом серьезных недостатков, таких, как высокая остаточная пористость, избыточное содержание примесей, необходимость использования в ряде случаев дорогого и сложного оборудования.

В работе представлены результаты исследований процесса получения катодов-мишеней из силицидов методами литейных технологий, в том числе самораспространяющимся высокотемпературным синтезом, а также высокоскоростной индукционной плавкой.

Выполненные авторами ранее термодинамические расчеты показали возможность получения силицидов на основе меди, титана и никеля методом металлургического восстановления компонентов [3]. В лабораторных условиях проведены исследования процесса высокотемпературного синтеза силицида титана с никелем. В состав смеси входили порошки оксида никеля и титана, а также измельченная лигатура силикокальция. В качестве восстановителя использовали порошок алюминия. Применение силикокальция позволяло не только обеспечить в силициде необходимое количество кремния, но и дополнительно интенсифицировать процесс восстановления никеля и титана.

Исследования элементного состава опытного образца силицида системы титан-кремний-никель, выполненные на микрорентгеноспектральном анализаторе «INCA 350» фирмы «OxfordInstruments» (Англия), показали, что полученный материал содержит наряду с никелем, титаном и кремнием незначительное количество остаточного алюминия (восстановителя).

Химический анализ шлака показал наличие в нем значительного количества кальция (9%), что свидетельствует о его высокой восстановительной способности. В составе шлака также обнаружено порядка 10% невосстановленного титана. Что касается никеля и кремния, то данные элементы не содержатся в шлаковой фазе, так как они практически полностью перешли в слиток силицида. С учетом выявленных особенностей процесса плавки силицида была проведена корректировка состава восстановительной смеси, в том числе по титану, и изготовлен по специальной методике опытный образец катода-мишени на медном токовом (рис. 1).

На следующем этапе были проведены экспериментальные исследования процесса получения различных силицидов методом высокоскоростной индукционной плавки, принципиальная схема которой представлена на рис. 2.

По разработанной методике были выплавлены различные по составу силициды с использованием чистых шихтовых материалов [4]. На полученных образцах проведены исследования химического состава и микротвердости структурных составляющих, результаты которых даны в таблице.

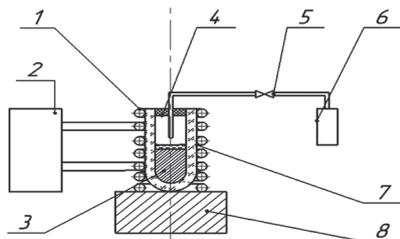


Рис. 2. Методика индукционной плавки силицидов: 1 – индуктор; 2 – преобразователь; 3 – жидкий расплав; 4 – огнеупорная пробка; 5 – кран; 6 – баллон с аргоном; 7 – тигель; 8 – подставка



кремний-медь      кремний- медь-титан      кремний-никель-титан

Рис. 3. Макроструктура опытных образцов силицидов

Таблица

Номер опыта	Тип силицида	Металлургический выход, %	Расчетный химический состав, %				Микротвердость, МПа
			медь	никель	титан	кремний	
1	Cu-Si	96	80	–	–	20	458–802
2	Cu-Ti-Si	98	43	–	43	14	772–1600
3	Ni- Ti-Si	97	–	43	43	14	515–1200

При плавке силицидов достигнут достаточно высокий металлургический выход (96–98%). Макроструктура полученных слитков однородная, при этом в его верхней части силицида на основе никеля и титана образовалась сосредоточенная усадочная раковина (рис. 3).

На рис. 4 показаны микроструктуры различных силицидов.

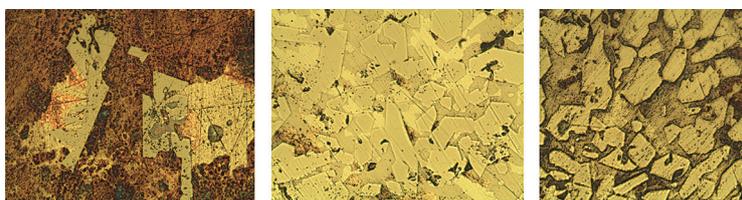
Установлено, что в силициде меди микротвердость изменяется от 458 до 802 МПа, а в комплексном силициде титана с медью твердость структурных составляющих оказалась выше: от 772 до 1600 МПа.

Разброс значений микротвердости силицида на основе никеля и титана составил 515–1220 МПа.

Катоды-мишени, используемые в вакуумных электродуговых испарительных устройствах, являются съемными и водоохлаждаемыми и состоят обычно из двух частей: рабочей части, которая испаряется дугой, и токовода, обеспечивающего крепление катода в испарителе и его быструю замену (рис. 5).

Конструкция токовода обеспечивает электрический контакт с испаряемой частью катода-мишени, позволяет надежно крепить данную конструкцию в вакуумной камере и препятствует попаданию в нее воды в случае пористой структуры материала.

С учетом этих особенностей и применительно к конкретной установке по напылению разработан вариант изготовления катодов-мишеней. Для нанесения покрытий на вакуумно-электродуговой испарительной установке УВН 70 Union магнетронного типа применяются катоды-мишени, размеры которого



медь-кремний      медь-кремний-титан      никель-кремний-титан

Рис. 4. Микроструктура опытных образцов силицидов. x500



а

б

Рис. 5. Общий вид токовода (а) и катода- мишени после эксплуатации (б)

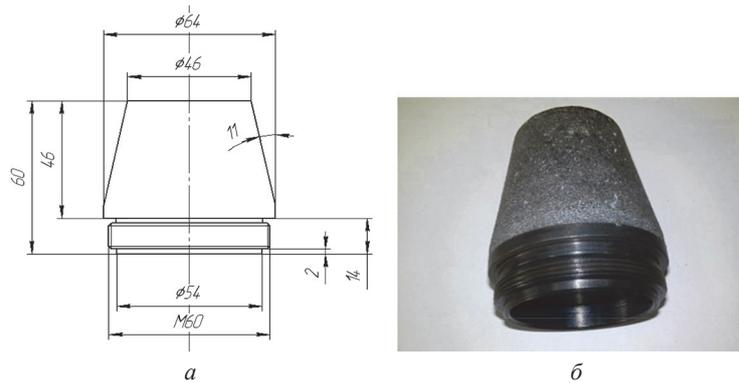


Рис. 6. Эскиз (а) и опытный образец катода-мишени (б)

приведены на рис. 6, а. При этом в нижней части катода располагается токовод из стали либо меди, на которой предусматривается резьба для его надежного крепления в вакуумной камере. Применительно к данным геометрическим размерам катода-мишени разработан вариант его получения из силицидов методом литейной технологии.

На рис. 6, б представлена фотография опытного образца катода-мишени из силицида для установки УВН 70 Union.

В дальнейшем планируется проведение лабораторных испытаний эффективности нанесения покрытий на конкретных деталях.

Проведенные исследования показали возможность получения катодов-мишеней для вакуумных ионно-плазменных источников из различных силицидов методом литейных технологий с высоким металлургическим выходом.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Мрочек Ж. А. Плазменно-вакуумные покрытия / Ж. А. Мрочек, А. К. Вершина, С. А. Иващенко, И. А. Иванов. Мн.: УП «Технопринт», 2004. 369 с.
2. Электронный ресурс: <http://www.researchgate.net/publication/242233096/>
3. Иванов И. А. Исследование процесса получения сплавов металл-кремний для изготовления катодов-мишеней / И. А. Иванов, Э. В. Ковалевич, А. Г. Слуцкий, В. А. Шейнерт, И. Л. Кулинич // Материалы XI Междунар. науч.-техн. конф. «Современные методы и технологии создания и обработки материалов». Минск 14–16 сентября 2016 г. ФТИ НАН Беларуси. Минск, 2016.
4. Иванов И. А. Особенности получения силицидов для изготовления катодов-мишеней / А. И. Иванов, А. Г. Слуцкий, В. А. Шейнерт, Э. В. Ковалевич, И. Л. Кулинич // Металлургия: Республ. межвед. сб. науч. тр. Минск: БНТУ, 2016. Вып. 37. С. 98–103.

#### REFERENCES

1. Mrochek Zh. A., Vershina A. K., Ivashhenko S. A., Ivanov I. A. *Plazmenno-vakuumnye pokrytija* [Plasma Vacuum Coatings]. Minsk, UP «Tehnoprint» Publ., 2004, 369 p.
2. <http://www.researchgate.net/publication/242233096/>
3. Ivanov I. A., Kovalevich Je. V., Slutsky A. G., Sheinert V. A., Kulnich V. A. Issledovanie processa poluchenija spлавov metall-kremnij dlja izgotovlenija katodov-mishenej [Investigation of the process of obtaining metal-silicon alloys for the production of target cathodes]. *Materialy XI Mezhdunarodnoj nauchno-tehnicheskoy konferencii «Sovremennye metody i tehnologii sozdaniya i obrabotki materialov»*, 14–16 sentjabrja 2016 g., Minsk [Materials of the XI International Scientific and Technical Conference «Modern methods and technologies for the creation and processing of materials», September 14–16, 2016, Minsk]. FTI NAN Belarusi Publ., Minsk, 2016.
4. Ivanov I. A., Slutsky A. G., Sheinert V. A., Kovalevich Je. V., Kulnich I. L. Osobennosti poluchenija silicidov dlja izgotovlenija katodov-mishenej [Features of obtaining silicides for the production of target cathodes]. *Metallurgija: Respublikanskij mezhdomstvennyj sbornik nauchnyh trudov = Metallurgy: Republican interdepartmental collection of scientific works*, Minsk, BNTU Publ, 2016, Vyp. 37, pp. 98–103.