

ЛАБОРАТОРНАЯ УСТАНОВКА АЭРОЗОЛЬНОГО ОСАЖДЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

© 2019 г. А. К. Ахмедов^{a,*}, А. Х. Абдуев^a, А. Ш. Асваров^{a,b}

^a Институт физики им. Х.И. Амирханова Дагестанского научного центра РАН
Россия, 367015, Махачкала, ул. Ярагского, 94

^b Дагестанский научный центр РАН, Аналитический центр коллективного пользования
Россия, 367032, Махачкала, ул. М. Гаджиева, 45

* e-mail: cht-if-ran@mail.ru

Поступила в редакцию 19.03.2018 г.

После доработки 19.03.2018 г.

Принята к публикации 03.06.2018 г.

Описана конструкция лабораторной установки сухого аэрозольного формирования керамических покрытий из порошков различного гранулометрического и фазового состава. Приведены данные по формированию покрытий из сферических частиц TiO_2 (фаза рутил) с характерными размерами 20–50 мкм. Показано, что равномерный нагрев частиц рутила в газопорошковой смеси до 600°C способствует активизации процессов их разрушения и росту эффективности формирования наноструктурированных керамических покрытий исходного фазового состава.

DOI: 10.1134/S0032816218060186

ВВЕДЕНИЕ

Метод сухого аэрозольного осаждения в настоящее время рассматривается как один из наиболее перспективных методов лабораторного формирования наноструктурированных функциональных керамических покрытий различного состава, структуры и назначения. Впервые метод аэрозольного формирования покрытий был предложен и исследован в 1998 г. [1]. Было установлено, что при столкновении с подложкой керамических частиц, разогнанных до сверхзвуковых скоростей, происходит их хрупкое разрушение с преобразованием части кинетической энергии в тепловую, способствующую их консолидации в виде покрытия. Характерной особенностью метода является то, что формирование керамического покрытия происходит в вакуумной камере при давлении порядка 100–1000 Па, и это способствует сохранению высокой кинетической энергии осаждаемых частиц в точке взаимодействия с поверхностью роста.

Однако низкий коэффициент осаждения материала, относительно низкая скорость формирования покрытий, узкий гранулометрический состав используемых порошков (0.5–1 мкм) существенно ограничивают его промышленное применение. Для увеличения коэффициента осаждения при аэрозольном напылении предложены различные методы разогрева и активации осаждаемых порошков. В частности, в работе [2] предложено использовать с.в.ч.-энергию для

разогрева газопорошковой струи. Показано, что при аэрозольном напылении слоев цирконата титаната свинца наложение оптимального с.в.ч.-поля способствует росту толщины пленок на один порядок величины. Авторы работы [3] использовали дуговой плазменный разряд мощностью до 1.4 кВт между соплом и дополнительным анодом, что позволило осадить слои со скоростью до 1 г/мин. Однако ввиду малого расстояния между срезом сопла и подложкой (менее 25 мм) летящие со сверхзвуковой скоростью частицы не успевают равномерно нагреться до заданной температуры. Эта проблема усугубляется с ростом размеров частиц. В то же время плазменный разряд существенно изменяет химический и фазовый состав поверхностных слоев частиц, что может быть нежелательным для некоторых приложений.

В данной работе представлена лабораторная установка аэрозольного осаждения, в значительной степени свободная от указанных недостатков, в которой за счет предварительного разогрева газопорошковой струи в спиральном нагревателе прямого резистивного нагрева достигается увеличение коэффициента осаждения материала и снижение нагрузки на откачную систему установки. Приведены также результаты исследования по сухому аэрозольному осаждению керамического покрытия из оксида титана.

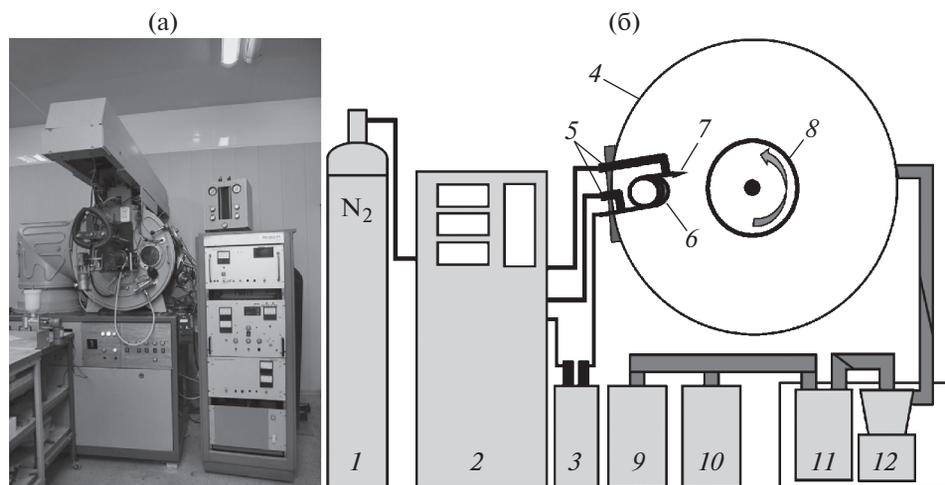


Рис. 1. Внешний вид установки аэрозольного осаждения, собранной на базе установки УВН-74ПЗ (а) и функциональная блок-схема установки аэрозольного напыления (б). 1 – баллон с рабочим газом; 2 – блок питания и управления; 3 – порошковый питатель; 4 – вакуумная камера; 5 – охлаждаемые вводы; 6 – спиральный нагреватель газопорошковой смеси; 7 – сопло Лавалья; 8 – сканирующая система; 9, 10 – вакуумные агрегаты АВР-50; 11 – фильтр тонкой очистки; 12 – фильтр-циклон.

1. ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ

Лабораторная установка аэрозольного осаждения функциональных покрытий собрана на базе вакуумной камеры установки вакуумного напыления УВН-74ПЗ (рис. 1а). Блок-схема установки приведена на рис. 1б.

Рабочая камера установки 4 имеет форму цилиндра $\varnothing 550$ и длиной 650 мм и выполнена из нержавеющей стали 12Х18Н10Т толщиной 3 мм. Для удобства загрузки, выгрузки подложек, а также очистки и профилактики внутрикамерной оснастки массивные передняя и задняя дверцы камеры снабжены рельсовой системой, обеспечивающей их линейное перемещение с поворотом на 90° . Держатель подложек 8 оснащен системами вращения и горизонтального сканирования, что позволяет формировать покрытие как на плоских подложках, так и на подложках цилиндрической формы.

Откачная система установки состоит из двух соединенных параллельно вакуумных агрегатов АВР-50 (9, 10) суммарной производительностью 6000 л/мин и обеспечивает поддержание рабочего давления на уровне 100 Па при скорости напуска рабочего газа до 6 н.л./мин. Между откачной системой и рабочей камерой установлен двухступенчатый фильтр, состоящий из фильтра-циклона 12 для сбора и рекуперации крупных фракций и фильтра тонкой очистки 11.

В качестве транспортирующего рабочего газа используется газообразный азот технической чистоты (1). Для формирования газопорошковой смеси изготовлен тарельчатый питатель 3, обеспечивающий стабильную подачу порошков, со-

стоящих из частиц произвольной формы размерами 1–50 мкм, в широком интервале скоростей (от 0.1 до 1 г/мин).

Задание и контроль режимов работы установки осуществляется посредством блока питания и управления 2. Регулировка расхода транспортирующего газа и контроль давления в рабочей камере осуществляется с помощью двухступенчатого ротаметра и термометрического вакуумметра 13ВТ3-003 соответственно.

Предварительный разогрев газопорошковой струи происходит в дозвуковой области скоростей (до 100 м/с), в спиральном нагревателе прямого резистивного нагрева 6, изготовленном из отрезка толстостенной нихромовой трубки $\varnothing 7$ мм и толщиной стенки 2 мм. Для снижения тепловых потерь нагреватель заключен в теплозащитный кожух, выполненный из шамотно-волоконистой плиты ШВП-350. Подача тока на нагреватель осуществляется через водоохлаждаемые герметичные вводы 5, выполненные из нержавеющей стали. При такой конструкции нагревателя нагрев порошка происходит на всем протяжении нагревателя (90 см) за счет прямого многократного контакта частиц с разогретыми стенками нагревателя, теплового излучения и теплопередачи через плотную газовую среду. Источник питания спирального нагревателя выполнен на базе тороидального понижающего трансформатора 220 В/10 В мощностью 1 кВт, питание которого поступает через тиристорный регулятор мощности. Температура нагревателя задается и контролируется с помощью терморегулятора ТРМ-210, установленного на передней панели блока питания и управления. Расположенное на выходе нагрева-

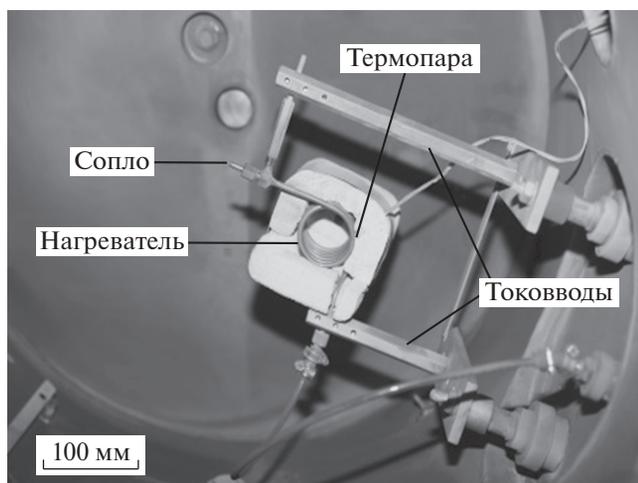


Рис. 2. Расположение систем разогрева и ускорения газопорошковой смеси внутри рабочей камеры установки.

теля сопло Лавала 7 из жаропрочной стали обеспечивает высокую скорость потока, до 600 м/с.

На рис. 2 показано расположение систем разогрева и ускорения газопорошковой смеси внутри рабочей камеры. Проведенные исследования показали, что трубчатый спиральный нагреватель позволяет эффективно нагревать порошки, состоящие из частиц произвольной формы с характерными размерами 1–50 мкм, в температурном диапазоне 100–600°C при скоростях потока в канале нагревателя до 100 м/с. При этом разброс в температуре отдельных частиц не превышает 10%. В то же время использование предварительного разогрева газопорошковой струи до 600°C позволяет существенно повысить скорость частиц (до 600 м/с) за счет эффекта увеличения скорости звука в нагретых газах и, дополнительно, снизить нагрузку на откачную систему за счет снижения общей массы откачиваемого газа.

2. ПРИМЕР НАНЕСЕННОГО КЕРАМИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ

Было синтезировано керамическое покрытие из порошка оксида титана (ОСЧ 7-3, ТУ 6-09 3811-79, “Химснаб”, С.-Петербург) с размером частиц 20–50 мкм (рис. 3а). Покрытие формировалось на стеклянной подложке и полоске кремния, зафиксированных на держателе подложек, линейно перемещающемся перед соплом. Предварительные опыты показали, что при температуре нагревателя, меньшей 400°C, происходит “фрезерование” поверхности подложек без формирования сплошного покрытия. С ростом температуры нагревателя коэффициент осаждения растет и достигает 40% при 600°C. Дальнейший рост температуры ограничен механическими свойствами

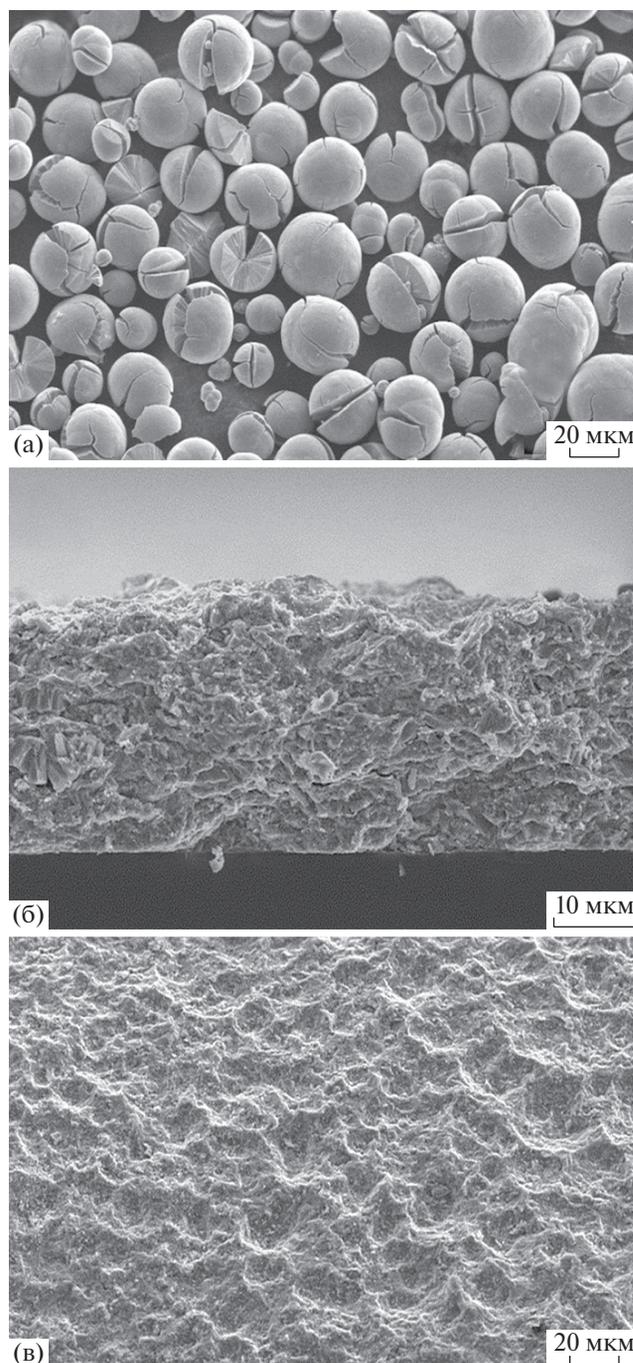


Рис. 3. Микрофотографии исходного порошка TiO_2 (а), поперечного скола (б) и поверхности (в) покрытия TiO_2 , сформированного методом аэрозольного осаждения.

нихрома и ростом вероятности загрязнения формирующегося покрытия материалом нагревателя и сопла.

На рис. 3 представлены микрофотографии поверхности и скола керамического покрытия, полученного методом аэрозольного осаждения за

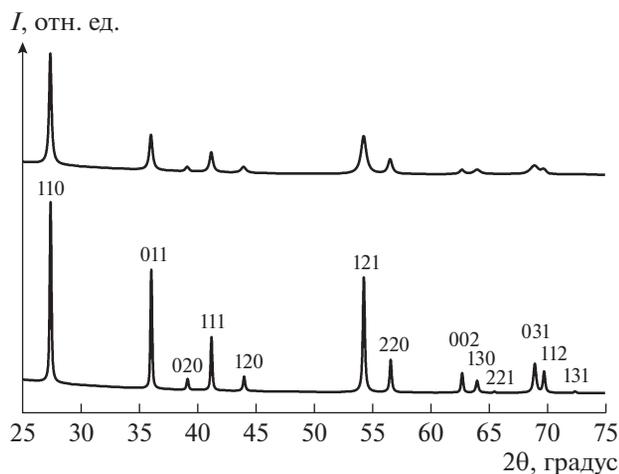


Рис. 4. Дифрактограммы исходного порошка TiO_2 (внизу) и покрытия, сформированного методом аэрозольного осаждения (вверху).

1 проход на кремниевой подложке при следующих режимах работы установки: давление в рабочей камере 100 Па, расход азота 5.5 н.л./мин, скорость сканирования подложки 1 см/с, скорость подачи порошка 0.2 г/мин, температура газопорошковой струи 600°C , расстояние от среза сопла до поверхности подложек 15 мм.

Микрофотографии поперечного скола сформированного керамического покрытия (рис. 3б) свидетельствуют о том, что полученное покрытие толщиной 30 мкм имеет плотную структуру, без видимых пор и дефектов. Поверхность покрытия (рис. 3в) имеет сложный рельеф, обусловленный ударным характером его формирования.

В данной работе выполнен сравнительный рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ исходного порошка и аэрозольного покрытия TiO_2 (рис. 4). На основании обработки данных рентгенодифракционного анализа (XRD) установлено, что сферические частицы TiO_2 имеют структуру рутила (ICSD Pattern List 98-003-4372) и состоят из кристаллитов субмикронного размера. На дифрактограмме образца покрытия, сформированного на стеклянной подложке, также наблюдаются только рефлексы, соответствующие фазе рутила, т.е. стехиометрия и фазовый состав частиц, образующих покрытие, не меняются в результате оказываемого температурного и механического воздействия. Ранее было показано, что при синтезе керамического покрытия методом

плазменного напыления аналогичного порошка TiO_2 наряду с основной фазой рутила появляются фаза анатаза и нестехиометричные фазы Магнели [4]. Снижение относительной интенсивности рефлексов фазы рутила и их уширение, наблюдаемое на дифрактограмме аэрозольного покрытия, свидетельствует о внесении значительного количества статических искажений в кристаллическую решетку TiO_2 и механическом разрушении высокоэнергетичных оксидных частиц в результате их взаимодействия с поверхностью роста. Оценка областей когерентного рассеяния, выполненная по методике Шеррера, показала, что сформированное покрытие имеет нанокристаллическую структуру с характерным размером кристаллитов рутила порядка 30 нм. Таким образом, равномерный нагрев частиц в газопорошковой смеси способствует активизации процессов их разрушения и росту эффективности формирования наноструктурированных керамических покрытий исходного фазового состава.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана лабораторная установка аэрозольного осаждения керамических покрытий из порошков различного фазового и гранулометрического состава. Показано, что фазовый состав наноструктурированных покрытий, полученных методом аэрозольного осаждения, идентичен составу исходных порошков.

Работа проведена с использованием оборудования Аналитического центра коллективного пользования Дагестанского научного центра РАН в рамках выполнения Госзадания и частичной финансовой поддержке РФФИ (гранты № 16-07-00503, 16-07-00469).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Akedo J., Lebedev M.* // Jpn. J. Appl. Phys. 1999. V. 38. P. 5397. doi 10.1143/JJAP.38.5397
2. *Peng Ch.-J., Wang Sh.-Ch., Wang S.-F., Chang Ch.-Sh., Lin T.-Sh.* // Jpn. J. Appl. Phys. 2005. V. 44. P. 3240. doi 10.1143/JJAP.44.3240
3. *Crawford W.S., Cappelli M.A., Prinz F.B.* // Surface Engineering in Materials Science III, TMS 134th Annual Meeting, 14–17 February 2005. P. 267.
4. *Абдуев А.Х., Ахмедов А.К., Асваров А.Ш., Рабаданов К.Ш., Эмиров Р.М., Ващенко С.П., Гуляев И.П., Кузьмин В.И., Сергачёв Д.В.* // Теплофизика и аэромеханика. 2017. Т. 24. С. 639.