

(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2010 00912**

(22) Data de depozit: **28.09.2010**

(41) Data publicării cererii:

30.05.2014

BOPI nr. 5/2014

(71) Solicitant:

- INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU FIZICA LASERILOR, PLASMEI ȘI RADIAȚIEI, STR. ATOMIȘTILOR NR.409, MĂGURELE, IF, RO;
- UNIVERSITATEA "ALEXANDRU IOAN CUZA" DIN IAȘI, BD.CAROL I NR. 11, IAȘI, IS, RO;
- UNIVERSITATEA "OVIDIUS" DIN CONSTANȚA, BD.MAMAIA NR.124, CONSTANȚA, CT, RO

(72) Inventatori:

- LUNGU PETRICĂ CRISTIAN, CALEA MOȘILOR NR.241, BL.47, SC.3, ET.7, AP.92, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
- POROSNICU CORNELIU CONSTANTIN, STR.GEORGE BACOVIA NR.10, SC.A, AP.5, ONEȘTI, BC, RO;

- JEPU IONUȚ, STR.STIRENULUI NR.14, SC.B, AP.6, ONEȘTI, BC, RO;
- TICOS CĂTĂLIN, STR.TINERETULUI NR.6, BL.1, SC.2, AP.5, DUDU-CHIAJNA, IF, RO;
- AUREL MARCU, STR.NICULAE SEBE NR.16, BL.L40, AP.27, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
- ZAROSCHI VALER NICOLAE, ALEEA PRAVĂȚ NR.6, BL.M 2, SC.A, ET.5, AP.21, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- TIRON VASILE, STR. BURIDAVA NR. 16, BL. U3, SC. C, AP. 25, IAȘI, IS, RO;
- POPA GHEORGHE, STR. CODRESCU NR. 7A, BL. D3, SC. A, ET.3, AP. 15, IAȘI, IS, RO;
- VLĂDOIU RODICA, STR.ELIBERĂRII NR.29, BL.AE1, AP.2, CONSTANȚA, CT, RO;
- CIUPINA VICTOR, STR.SUCEAVA NR.8, BL.U2, AP.36, CONSTANȚA, CT, RO

(54) METODĂ PENTRU PRODUCEREA FILMELEOR COMPOZITE DIN CARBON- WOLFRAM CU ARC TERMOIONIC ÎN VID

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă pentru depunerea filmelor compozite din carbon și wolfram, prin evaporare cu arc termoionic în vid. Metoda conform invenției constă din utilizarea, pentru depunere, a două evaporatoare cu arc termoionic în vid, formate din câte un anod (13 și 3) din grafit și, respectiv, din wolfram, câte un catod (2 și 12) circular din wolfram încălzit cu ajutorul unor surse (5 și 10) de curent alternativ, și din niște cilindri (4 și 11) realizați din material inoxidabil refractar, care se introduc într-o cameră de reacție vidată, unde se introduc și niște substraturi (15) pe care se depun filmele compozite din carbon și wolfram, situate la o distanță de 200...250 mm deasupra evaporatoarelor, pe o linie imaginară paralelă cu axa anozilor (13 și 3), în condițiile în care se controlează presiunea totală în camera de reacție, precum și ratele de depunere a carbonului și wolframului.

Revendicări: 5

Figuri: 5

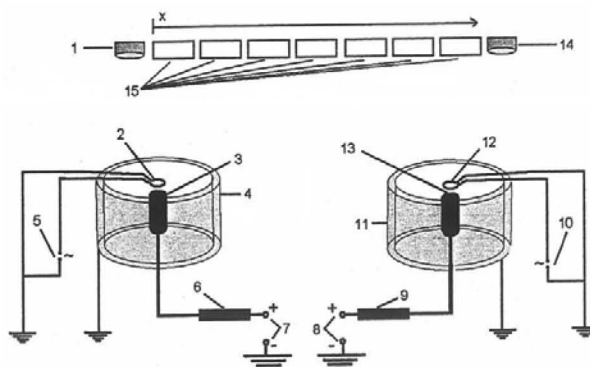


Fig. 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



Domeniul inventiei

Prezenta inventie se refera la un proces pentru depunerea filmelor compozite din carbon-wolfram prin evaporare cu arc termoionic in vid si se refera in special la un proces de depunere fizica prin vapori dezvoltat de la tehnica de baza de evaporare anodica. Implica un proces care cuprinde o depunere fizica prin vapori pentru depunerea unor filme cu compozitii asemanatoare celor care rezulta din functionarea instalatiilor de fuziune.

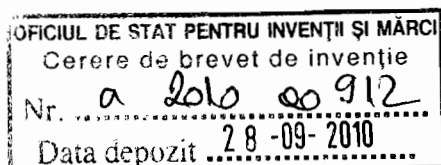
Introducere

Depunerile de filme subtiri compozite formate din doua componente se folosesc pentru obtinerea unor structuri care sa manifeste caracteristici asemanatoare cu cele ale filmelor care se depun in diferite zone ale unui reactor de fuziune. Filmele de acest tip se pot genera in conditiile de functionare ale reactoarelor termonucleare unde o parte din pereti este formata din placi din carbon, sau wolfram iar interactia lor cu plasma de energie mare produce migrarea si amestecul acestor elemente in locuri nedorite.

Prezinta un mare interes pentru functionarea viitorului reactor termonuclear simularea conditiilor aparute in reactor la interactia plasma-perete si studiul schimbarilor ce pot apare in structura materialelor folosite pentru a se putea lua masuri care sa asigure pierderi energetice si de materiale cat mai mici.

Dupa cum se stie, in reactorul termonuclear se manifesta un puternic flux caloric, ionic si mai ales de neutroni care pot deteriora peretele prin generarea de crapaturi, pulverizari, transporturi de material dintr-o parte in alta a reactorului, desprinderi de straturi superficiale, schimbarea compozitiei chimice a peretilor, etc. Asa cum este prevazut sa functioneze un reactor de fuziune, plasma de tritium si deuteriu atinge o temperatura de peste 100 milioane de grade si principala problema a functionarii acestuia este aceea de a stopa contaminarea plasmei cu materialele peretelui.

Analize teoretice privind erodarea prin pulverizare a placilor care constituie peretele reactorului, combinate cu transportul particulelor evaporate de catre plasma si apoi depunerea lor in alte locuri ale peretilor au fost facute si prin simulari teoretice, dar datele obtinute prin aceste metode trebuie verificate in cadrul unor experimente care sa



produca straturi cu diferite amestecuri de wolfram, beriliu, carbon al caror comportament la interactia cu plasma energetica si cu fluxul de ioni, electroni, neutroni poate fi studiat in scopul de a obtine materialele cele mai adecvate pentru peretele ce interactioneaza cu plasma de fuziune.

Amestecurile depuse prin metoda propusa in cadrul acestei inventii, vor fi studiate prin supunerea lor la conditii experimentale asemanatoare cu cele existente intr-un reactor de fuziune in timpul functiunii (bombardament cu ioni, electroni, neutroni, cu pulsuri termice mari etc.).

Depunerea filmelor subtiri compozite din doua surse se poate face prin numeroase metode, dintre care cele mai folosite sunt cele care utilizeaza fenomenul de pulverizare cu plasma a tintelor. Pulverizarea este un fenomen prin excelenta superficial iar materialul de pulverizat ramane tot timpul in starea solida initiala. La inceputul procesului tehnologic se va pulveriza mai rapid elementul cu randament mai mare de pulverizare, ceea ce va duce la o micorare a concentratiei superficiale a acestui element si o marire a concentratiei superficiale a elementului mai greu pulverizabil. Marirea acestei concentratii va duce la marirea vitezei de pulverizare a elementului mai dificil de pulverizat pana ce se va obtine un echilibru al vitezei de evaporare. Intrucat in timp tinta se va consuma (deci ambele componente ale acesteia) pe stratul depus se va obtine concentratia existenta in tinta de pe care se face pulverizarea.

Metodele de depunere prin evaporare in vid au avantajul ca nu mai sunt prezente gazele buffer in camera de depunere, ceea ce face ca incluziunile gazoase in depuneri sa fie practic absente si aceasta cu atat mai mult cu cat presiunea din camera de depunere este mai mica.

Metoda propusa consta in generarea prin depuneri simultane a diferitelor concentratii relative ale elementelor de interes, carbon si wolfram.

Metodologie

Metoda propusa a fi folosita este aceea a descarcarii termoionice in vid inaintat in materialul evaporat prin bombardament electronic si depus sub forma de atomi si ioni pe substrat in conditiile monitorizarii energiei ionilor materialului de depus si a concentratiei amestecului depus din doua surse de evaporare simultana.

Arcul termoionic in vid (TVA) este un arc anodic. In cazul arcului catodic, vaporii sunt creati folosind curent înalt (sute de Amperi), pe cand in cazul metodei TVA este folosit un sistem extern de incalzire cu electroni, facand posibila aprinderea plamei la curent scăzut (sute de mA). Curentul ridicat folosit in arcul catodic conduce la formarea aglomerarilor de materiale cu rugozitate mare, fiind necesara o filtrare speciala pentru devierea clusterilor de material care s-ar putea depune pe stratul in crestere. Din acest punct de vedere, sistemul TVA este superior arcurilor in plasma cunoscute.

Principiul de baza al arcului termoionic in vid este aprinderea unei plame de arc in vaporii materialului de interes.

Originalitatea metodei consta in faptul ca energia introdusa in sistem pentru aprinderea plamei este data simultan de un tun electronic si de o sursa de tensiune inalta. Crearea de vaporii este obtinuta prin incalzirea materialului care este in fapt anodul cu electroni accelerati intre electrozi. Prin acest bombardament electronic, materialul este evaporat "usor" si nu se produc formatiuni de particule, spre deosebire de plamele de arc standard. Metoda TVA este foarte eficienta prin faptul ca filmele obtinute folosind aceasta tehnologie se caracterizeaza printr-un grad foarte ridicat al aderenței, densității si purității.

Un alt avantaj important al metodei TVA este gradul de controlabilitate a energiei ionilor si a fluxului prin parametrii plamei. Aceasta se datoreste faptului ca plasma TVA este localizata si ionii se deplaseaza in vid in linie dreapta pana la peretii/substraturile legate la pamant. Energia le este data de potentialul plamei, usor de controlat de curentul arcului, al filamentului si de tensiunea anodica.

Deoarece plasma este localizata, se poate realiza usor aprinderea simultana a doua sau mai multe plame TVA in aceeasi camera de vid.

Dispozitivul experimental pentru realizarea depunerilor prin metoda TVA consta intr-un catod la potential zero, cu un filament de Wolfram inconjurat de un cilindru tip Wehnelt pentru focalizarea electronilor si anodul, care este de obicei o nacela in care se afla materialul de depus, in stare solida.

In cele ce urmeaza este prezentat principiul de baza pentru obtinerea plamei de arc termoionic in vid.

Electronii emisi de filament sunt directionati spre anod prin cilindrul Wehnelt. Prin aplicarea unei tensiuni pozitive pe anod, electronii sunt accelerati si produc incalzirea materialului anod. Dupa aceea apar primii vapori. O crestere ulterioara a tensiunii aplicate accelereaza electronii producand mai multi vapori. De asemenea, primii ioni apar ca rezultat al ciocnirilor rapide ale electronilor cu atomii neutri. La o anumita valoare a tensiunii aplicate, se obtine aprinderea unui arc de plasma in vaporii materialului anodic. Plasma TVA este localizata, ea neocupand intreaga camera. Acest lucru este de asemenea important, substratul putand fi protejat impotriva incalzirii termice a plasmei prin indepartarea sa din centrul acesteia.

Ionii creati in plasma sunt accelerati spre peretii camerei (si spre substrat) datorita diferentei de potential dintre plasma si peretii legati la pamant. De asemenea, atomii neutri se deplaseaza in afara plasmei datorita gradientului de presiune dintre locul in care sunt creati si restul vidat al camerei.

Cum transportul ionilor are loc fara ciocniri, energia ionica este data de diferenta de potential dintre potentialul plasmei si potentialul substratului, care de obicei este legat la pamant, dar poate fi si polarizat negativ (aplicand o tensiune de polarizare) pentru respingerea electronilor care sosesc la substrat.

Proprietatile filmelor subtiri depind de conditiile de crestere. Gradul controlului independent confera flexibilitate sporita in controlarea structurii, proprietatilor si a ratei de depunere.

Parametrii de interes care trebuie monitorizati si controlati in timpul depunerilor pentru ca acestia determina calitatile filmului depus sunt:

- I_f - Curentul de incalzire al filamentului;
- I_a - Curentul de arc in timpul depunerii;
- U_a - Tensiunea de arc in timpul depunerii;
- U_B - Tensiunea de polarizare aplicata pe substrat;
- Rata de depunere pentru materialul de interes;
- Grosimea stratului depus.

Metodologia de depuneri simultane.

Dupa cum am mentionat este posibil a se depune materiale conductoare printre care berilu, wolfram, carbon in conditii de puritate crescuta (in vid inaintat).

-Evaporarea se face sub temperatura de topire a materialului;

-Depunerea se poate face cu atomi neutri evaporati din suprafata materialului;

-Depunerea se poate face si prin generarea plamei in vaporii evaporati, catre substrat sosind atat atomi neutri cat si ioni din materialul de depus;

-Ioni generati in plasma se pot accelera aplicand un potential de ordinul sutelor de volti pe suportul izolat electric. Se pot aplica tensiuni mari pe probe (ioni de energie mare) controland tensiunea anodica prin reducerea curentului de incalzire a filamentului emisiv (I_f).

Pentru a se putea executa depuneri de straturi formate din amestecul a doua materiale, carbon si wolfram, se foloseste un aranjament experimental ca in Fig. 1.

Potrivit inventiei, sistemul de evaporare simultana este format din: senzorii din quart 1 si 14, utilizati pentru masurarea vitezei de depunere a fiecarui material, W si respectiv C; catozii din fir de W, 2 si 12, de diametru 1 ± 0.5 mm incalziti cu ajutorul unor surse de curent alternativ, 5 si 10 care pot genera current in domeniul 0-150A si 0-24V; anodul 3 din bara de wolfram de diametru 8-12mm si lungime 6-15 cm si respectiv anodul 13 din bara din grafit de diametru 8-12 mm si lungime 6-15 cm; cilindrii din material inoxidabil refractar 4 si 11 care au rolul de a focaliza electronii generate de catozii incalziti; rezistentele de balast 6 si 9 de valoare 30-120 Ω cu rolul de stabilizare a plasmelor produse in vaporii materialelor C si W si sursele de tensiune inalta 7 si 8 care pot genera curenti de 0-4A la tensiuni de 0-5kV. 15, substraturile pe care se depun filmele compozite din carbon si wolfram, situate pe o linie imaginara paralela cu axa anozilor, deplasata in sus cu 300 ± 50 mm fata de aceasta, la distante diferite, x, fata de verticala anodului de wolfram, considerate in cazul de fata punctual "0". In functie de aceasta distanta x, se obtin filme cu concentratii relative diferite de carbon si wolfram in limite determinate de parametrii de depunere. In general, se pot obtine concentratii relative C si W in domeniul 0-100%

In detaliu, se poate obtine un amestec prin variatia parametrilor de descarcare pe fiecare anod astfel:

a) Temperatura filamentului. Se incalzeste un anumit catod (corespunzator evaporatorului de carbon, sau wolfram) cu un curent variabil furnizat de o sursa externa de curent mare si tensiune mica - aceasta incalzire asigura un curent de emisie termoelectronica a catodului in spatiul din preajma sa. Sa presupunem ca tensiunea aplicata este de V_f iar curentul este I_f . Puterea introdusa este $I_f V_f$ care asigura o crestere a temperaturii filamentului pana la valoarea T_f determinata de egalarea acestei puteri introduse cu puterea disipata. Presupunand ca principalul fenomen de disipare este radiatia termica determinata de $\epsilon\sigma T^4$ obtinem urmatoarea ecuatie care determina temperatura filamentului:

$$I_f V_f = \epsilon\sigma T_f^4 \Rightarrow V_f^2/R_f = \epsilon\sigma T_f^4 \quad (1)$$

unde ϵ este emisivitatea termica a filamentului, σ -constanta Stefan – Boltzmann, T_f temperatura filamentului. Se observa faptul ca variind tensiunea aplicata pe filament putem varia temperatura filamentului. Cum curentul termoemis de filament variaza dupa legea Richardson Dushman care spune ca:

$$I_{em} \sim \exp(\Phi/kT_f) \sim \exp[-\Phi(R_f\epsilon\sigma/k^4 V_f^2)^{1/4}] \quad (2)$$

unde I_{em} este curentul termoemis de filament, Φ lucrul de iesire al wolframului folosit ca material catodic (energia cheltuita pentru extragerea unui electron), k -constanta Boltzmann.

b) Tensiunea aplicata pe anod, V_a care accelereaza electronii termoemisi de catod.

Acesti doi parametri (T_f si V_a) pot fi variati dupa dorinta in timpul depunerii. Daca curentul ce vine la anod (determinat atat de curentul termoemis de catod cat si de potentialul aplicat pe anod) este I_d atunci cand aplicam o tensiune pe acesta egala cu V_a energia introdusa in anod prin bombardamentul electronic este $I_d V_a$ care se disipa in principal prin radiatie termica, temperatura anodului va fi data de ecuatia:

$$I_d V_a = \epsilon\sigma T_a^4 \quad (3)$$

Iar viteza de evaporare a atomilor din anod este data in principal de :

$$V_{ev} \sim A \exp(-B/kT_a) = A \exp[-B(\epsilon\sigma/I_d V_a k^4)^{1/4}] \quad (4)$$

Unde A si B sunt constante caracteristice fiecarui material de evaporat iar V_{ev} este viteza de evaporare egala cu numarul de atomi evaporati intr-o secunda de pe unitatea de suprafata a anodului.

W

Din ultima relatie putem deduce ca pentru a evapora simultan doua materiale astfel incat viteza de evaporare a materialului 1 (V_{ev1}) sa fie egala cu αV_{ev2} , (unde V_{ev2} este viteza de evaporarea a metalului 2) trebuie sa avem indeplinita relatia:

$$\alpha = \frac{A_2}{A_1} \exp \left[B_1 \left(\frac{\varepsilon_1 \sigma}{k^4 I_{d1} V_{a1}} \right)^{1/4} - B_2 \left(\frac{\varepsilon_2 \sigma}{k^4 I_{d2} V_{a2}} \right)^{1/4} \right] \quad (5)$$

Din aceasta relatie se vede ca atunci cand fixam un raport $I_{d1} V_{a1}$ putem regla produsul $I_{d2} V_{a2}$ prin variatia temperaturii filamentului si a tensiunii pe acest al doilea anod ca sa obtinem raportul dorit de evaporare a celui de al doilea material incat sa obtinem un raport α intre vitezele de evaporare a celor doua materiale evaporate simultan. In acest caz stratul compus depus pe o proba aflata la distanta egala si cu aceeasi inclinatie fata de cele doua surse de evaporare va avea urmatoarea compozitie:

Concentratia realtiva a primului material va fi $1/(1+\alpha) \cdot 100\%$ iar a celui de al doilea va fi: $\alpha/(1+\alpha) \cdot 100\%$.

Daca se aseaza mai multe probe la diferite distante de cele doua surse de evaporare se pot obtine probe cu o variatie continua de concentratie centrata pe concentratia calculata dupa formula de mai sus pentru proba situata la distante egale (si inclinatii egale) fata de cele doua surse de evaporare.

In cazul in care se doreste a se obtine viteze de evaporare mai mari se marestre puterea introdusa pe cele doua surse in care caz pot aparea doua plame intre cele doua filamente incalzite independent si anozii lor pe care se aplica doua tensiuni independente astfel incat sa fie satisfacuta relatia de mai sus. In acest ultim caz, deoarece ionii generati intr-o plasma pot ajunge in spatiul dintre electrozii celeilalte descarcari si tensiunea aplicata acolo poate provoca o descarcare in vaporii acestia in care caz al doilea anod nu se mai evapora. Pentru indepartarea acetui fenomen neplacut se posteaza intre cei doi anozii un ecran metalic pus la pamant astfel incat acesta sa ecraneze electric si sa impiedice sosirea directa a atomilor unei descarcari in spatiul celeilalte dar sa nu deranjeze unghiul de vedere a probelor fata de cele doua descarcari.

In cazul depunerii cu plasma ionii ce sosesc la probe pot fi accelerati si prin aplicarea unui potential negativ pe probe (tensiune de polarizare) care sa mareasca energia ionilor ce sosec acolo. Sursa pentru polarizare trebuie sa asigure o tensiune de 500 - 1000 V la un curent de 10-100 mA.

Acesti ioni energetici pot provoca o inlaturare a atomilor care nu sunt bine integrati in structura cristalina care se formeaza, pe de o parte, si pot provoca o incalzire locala a atomilor care capata astfel o mobilitate mai mare, ceea ce duce la o mai buna organizare a lor in retea, pe de alta parte.

Prin alegerea adecvata a punctului de functionare stabila a descarcarii in arc termoionic in vid este posibil sa se controleze energia ionilor de beriliu, wolfram si carbon care au bombardat stratul in timpul cresterii.

In acest mod se pot depune simultan amestecuri binare de wolfram-carbon cu viteze de ordinul nanometrilor pe secunda, la concentratii relative foarte variate.

Pentru aceasta trebuie ca instalatia sa asigure un vid de cel putin $5 \cdot 10^{-3}$ Pa, sa fie asistata de doua surse electrice de joasa tensiune variabile (0-24V) curent mare (0-150 A), de doua surse de inalta tensiune (0-5 kV) si de curent mediu (0-4 A).

Langa cele doua surse de evaporare trebuie sa fie montate doua sonde cu cuarț de masurare a vitezelor de evaporare care sa fie orientate exclusiv catre una din surse si sa nu fie influentata de cealalta. Se pot astfel ajusta parametrii electrici ai descarcarii astfel incat sa se obtina vitezele de evaporare (masurate) care sa satisfaca concentratia dorita a stratului binar depus.

Probele pe care se vor depune straturile trebuie sa vada ambele surse (anozii) iar suportul lor trebuie montat izolat pentru a se putea aplica tensiuni de accelerare dorite a ionilor ce vin la acestea din cele doua plasmе pentru a obtine un strat dens si bine amestecat care sa poata fi studiat apoi in diferite conditii asemanatoare cu cele din reactoarele de fuziune.

Exemplul 1.

Se efectueaza evaporarea celor 2 materiale, C si W cu viteze de depunere identice, respectiv 0,1 nm/s. Grosimea totala a filmului depus, masurat pe probe situate la distante de 0, 50, 100, 150, 200, 250 si 300 mm fata de o linie imaginara paralela cu axa anozilor de wolfram si carbon, avand punct de origine verticala corespunzatoare anodului din wolfram, este relativ constanta in jurul valorii de 200 nm cu crestere usoare deasupra ambilor anozii, mai pronuntat deasupra anodului din W, asa cum se poate observa din Fig.2.

Raportul concentratiilor relative de C si W se modifica semnificativ. Asa cum se observa in Fig. 3, concentratia atomica relativa a carbonului creste monoton atunci cand proba este in zona anodului de carbon in timp ce concentratia W descreste. Astfel, de la o concentratie atomica relativa de carbon de aproximativ 60% carbonul domina cu un procent de 80% in pozitia $x=300$ mm, pozitie a substratului situata deasupra evaporatorului de carbon.

Exemplul 2.

In al doilea exemplu, viteza de depunere a carbonului a fost crescuta de 10 ori, pana la aproximativ 1 nm/s, in timp ce viteza de depunere a wolframului a fost pastrata la aceeasi valoare de 0,1 nm/s. Aceasta a fost posibila prin cresterea curentului descarcarii in vapori de carbon de la 1 A la aproximativ 1,8 A si prin cresterea tensiunii de la 1,5 la 1,8 kV. In acest nou regim de lucru, grosimea totala a filmului compozit depus a variat puternic catre probele pozitionate la aproximativ 300 mm, ceea ce corespunde distantei dintre cei anodi. Grosimea filmului a crescut de 4 ori, de la aproximativ 200 nm la 800 nm, asa cum se poate observa din Fig.4.

Concentratia atomica relativa a carbonului fata de cea a wolframului, aratata in Fig.5 creste de la valoarea de 80% in cadrul filmului depus in pozitia 0 pana la aproximativ 95% in filmul depus la distanta de 300 mm fata de punctul de origine.

Efectul cresterii concentratiei de carbon in filmele depuse poate fi explicat calitativ considerand particularitatile plasmelor in vapori de carbon si respectiv wolfram: potentialele de ionizare ale celor 2 elemente sunt 11.26 eV pentru carbon si 7,98 eV pentru wolfram. Astfel, un "gaz" format din atomi de wolfram cere mai putina putere electrica pentru a fi ionizat. Aceasta situatie este reflectata in puterea generata de sursele de inalta tensiune. La aceeasi tensiune aplicata pe electrozi, de aproximativ 1,6 kV, curentul stabilit in descarcările in arc sunt de 1A pentru carbon si 2A pentru plasma in vapori de wolfram, datorita potentialului de ionizare mai redus in cazul wolframului.

Totusi, trebuie sa luam in considerare curentul termoionic emis de fiecare catod (filament de W). In cazul nostru ambele materiale trebuie incalzite la temperaturi inalte (3600 K pentru C si 3695 pentru W, in vid) pentru a sublima sau vaporiza, si deci este necesar un flux electronic intens care transporta energia sa cinetica spre tintele respective.

Electronii accelerati au un dublu rol, contribuind de asemenea la ionizarea atomilor materialelor respective. Odata descarcarea aprinsa, plasma are un potential pozitiv fata de masa. Potentialul electric al plasmei in apropierea anodului este de aproximativ 1 kV si scade rapid cu distanta pana la valori de 100-150 V, la aproximativ 150-200 mm. Ionii de wolfram intalnesc o bariera electrostatica mai mare, determinata de distributia de potential in plasma de carbon, decat este cazul pentru ionii de carbon fata potentialul plasmei de wolfram. De asemenea ionii de wolfram au o mobilitate mult mai redusa decat a ionilor de carbon, deoarece masa acestora este de 15 ori mai mare.

In timpul procesului de evaporare simultana, observam ca depunerea de wolfram nu este afectata drastic de cresterea importanta a vitezei de evaporare a carbonului de la 0,1 la 1 m/s. O rata de depunere mai mare poate rezulta din intensificarea sublimarii carbonului de la anod si o depunere intensa din faza de vapori pe probe. Pentru ca densitatea de ioni de carbon nu variaza semnificativ, asa cum este dat de procesul de ionizare care este in mod liniar legat de puterea electrica introdusa, depunerea din faza de vapori devine dominanta si excede depunerea realizata de fluxul de ioni de carbon.

Utilizand metoda descrisa mai sus s-au realizat filme compozite de grosime 200-400 nm, cu concentratii atomice relative de 60-80% carbon in straturi compozite C-W si respectiv filme compozite de grosime 200-1000 nm, cu concentratii atomice relative de 80-95% carbon in straturi compozite C-W.

Metoda pentru producerea filmelor compozite din carbon-wolfram cu arc termoionic in vid

Revendicari

1. Metoda de depunere filme compozite carbon –wolfram in concentratii atomice de 60-80% carbon relativ la wolfram, de grosime 200-400 nm, caracterizata prin aceea ca depunerea se efectueaza cu ajutorul a 2 evaporatoare cu arc termoionic in vid, unul de carbon si altul de wolfram, distantate la 250-300 mm, substraturile situandu-se la distanta de 200 - 250 mm deasupra evaporatoarelor, viteza de depunere a carbonului si a wolframului fiind de 0.1 ± 0.01 nm/s
2. Metoda de depunere filme compozite carbon –wolfram in concentratii atomice de 80-95% carbon relativ la wolfram, de grosime 200-1000 nm, caracterizata prin aceea ca depunerea se efectueaza cu ajutorul a 2 evaporatoare cu arc termoionic in vid, unul de carbon si altul de wolfram, distantate la 250-300 mm, substraturile situandu-se la distanta de 200 - 250 mm deasupra evaporatoarelor, viteza de depunere a carbonului fiind de 1 ± 0.1 nm/s cea a wolframului fiind de 0.1 ± 0.01 nm/s.
3. Arc termoionic in vid cu catod incalzit, caracterizat prin aceea ca arcul se localizeaza in zona dintre anod si catod, expandand in spatiul vidat, pentru depunerea de straturi din carbon sau wolfram.
4. Arc termoionic in vid cu catod incalzit, anod format din bara de grafit de 8-12 mm si lungime de 6-15 mm care genereaza o plasma localizata in vapori de carbon, caracterizat prin aceea ca plasma astfel generata produce ioni de carbon de energie mare (100 – 1000 eV) care bombardeaza stratul in timpul depunerii.
5. Arc termoionic in vid cu catod incalzit, anod format din bara sau manunchi din fire de wolfram de 8-12 mm in diametru si lungime de 6-15 mm care genereaza o plasma localizata in vapori de wolfram, caracterizat prin aceea ca plasma astfel generata produce ioni de wolfram de energie mare (100 – 800 eV) care bombardeaza stratul in timpul depunerii.

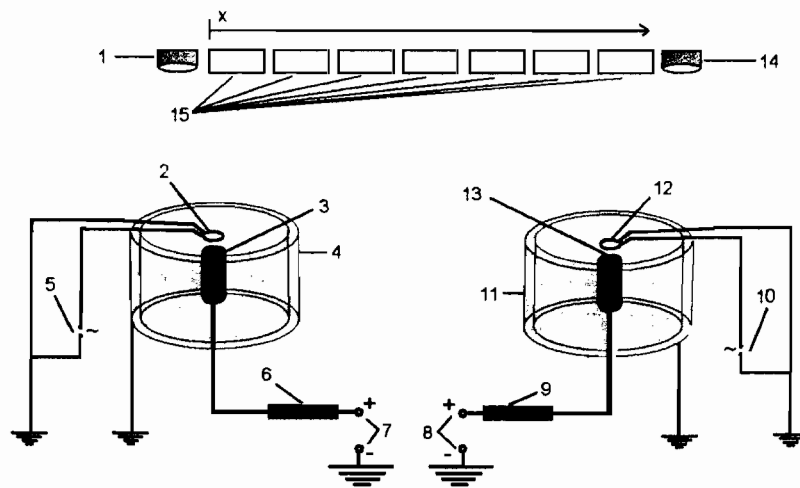


Fig. 1 Schema aranjamentului experimental pentru realizarea depunerilor compozite carbon - wolfram utilizand 2 surse de evaporare simultana tip TVA: 1, 14 senzori din quart pentru masurarea vitezei de depunere a W si respectiv C; 2 si 12 catozi din fir de W de diametru 1 ± 0.5 mm incalziti cu ajutorul unor surse de curent alternativ, 5 si 10; 3 anod din bara de wolfram (sau mamunchi de fire de W de 1 mm diametru) de diametru 8-12mm si lungime 6-15 cm; 13 anod din bara din grafit de diametru 8-12 mm si lungime 6-15 cm; 4 si 11 cilindrii din material inoxidabil refractar; 6 si 9 rezistente de balast de valoare 30-120 Ω ; 7 si 8 surse de tensiune inalta care pot genera curenti de 0-4A la tensiuni de 0-5kV; 15 substraturi.

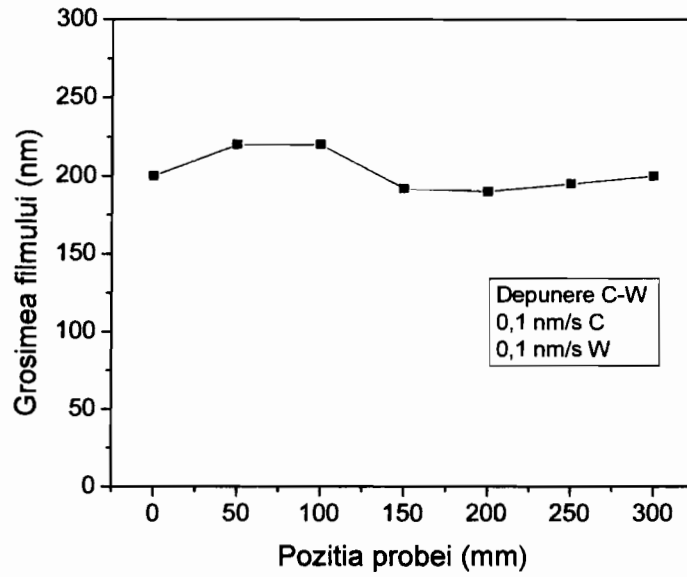


Fig. 2. Grosimea filmelor C-W pentru cazul vitezelor de depunere 0,1 nm/s C si 0.1 nm/s W

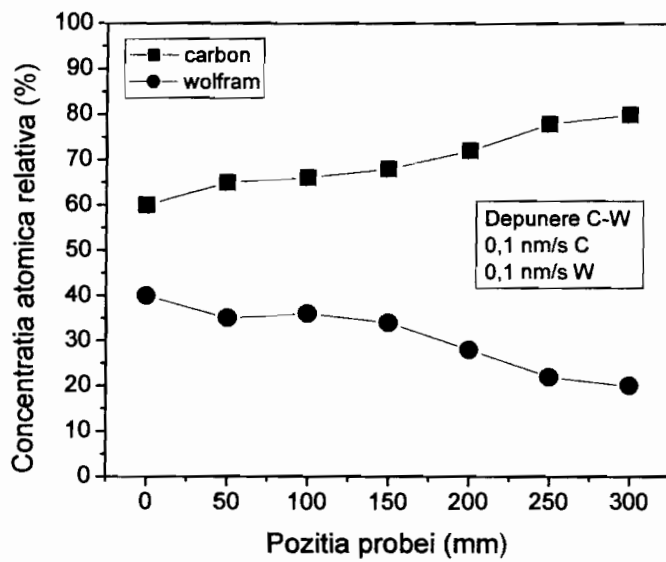


Fig. 3. Concentratia atomica relativa a C si W pentru cazul vitezelor de depunere 0.1 nm/s C si 0.1 nm/s W

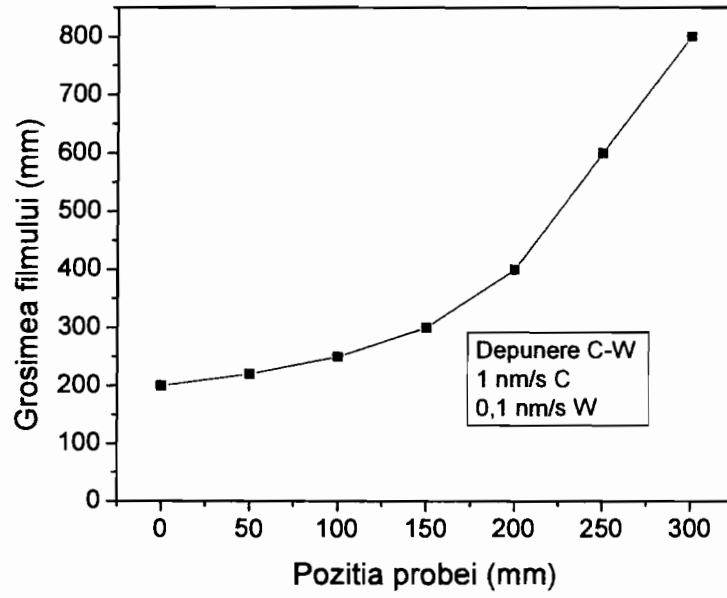


Fig.4. Grosimea filmului C-W pentru cazul vitezelor de depunere 1 nm/s C si 0.1 nm/s W

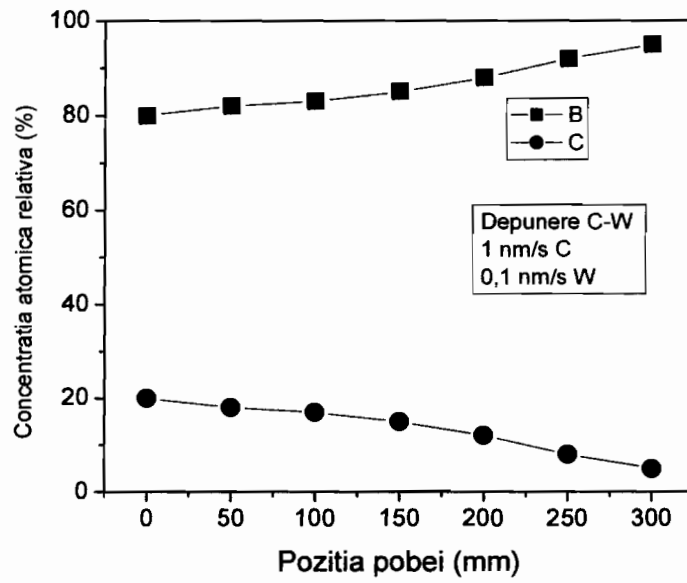


Fig.5. Concentratia atomica relativa a C si W pentru cazul vitezelor de depunere 1 nm/s C si 0.1 nm/s W