

ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЕ ИСПАРЕНИЕ ЖЕЛЕЗА И КОНДЕНСАЦИЯ ЕГО ОТРАЖЕННОГО ПАРОВОГО ПОТОКА

Г.Г. Дидикин, А.К. Петренко

ИЭС им. Е.О. Патона НАН Украины.

03150, г. Киев, ул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton-icebt.kiev.ua

Рассмотрен технологический вариант электронно-лучевого испарения и управляемого осаждения направленного атомно-молекулярного парового потока (посредством его отражения нагретой поверхностью рефлектора) на плоскую поверхность. На примере покрытий железом определен удельный привес образцов, расположенных на горизонтальной поверхности в зависимости от их удаления от оси испарителя. Рассчитан КПД процесса осаждения металла на горизонтальной поверхности вокруг испарителя в зависимости от размера рефлектора, угла его наклона к горизонту, его удаления от испарителя и от скорости испарения металла. Показано, что наибольший КПД процесса осаждения парового потока металла достигается при горизонтальном расположении рефлектора с увеличением площади его отражающей поверхности и скорости испарения металла. Указаны расстояния от испарителя до рефлектора при максимальном КПД процесса. Библиогр. 4, табл. 2, рис. 5.

Ключевые слова: электронно-лучевое испарение и конденсация; коэффициент отражения пара; рефлектор; паровой поток; железо

В общей проблеме получения покрытий путем испарения и последующей конденсации материалов в вакууме значительный интерес представляет получение покрытий отраженными молекулярными пучками. Использование отражения молекулярного пучка позволяет получить покрытия на поверхности любой формы, наносить одновременно двусторонние покрытия на длинные металлические изделия (лента и проволока). В литературе известны исследования по отражению молекулярных пучков с использованием вогнутого экрана для испарения цинка и олова [1]. В связи с необходимостью получения покрытий из Cu, Fe, Ni, Ti и др. металлов и сплавов в ИЭС им. Е.О. Патона НАНУ были проведены исследования процессов реиспарения этих металлов с использованием технологии электронно-лучевого испарения (ЕВ-PVD) материалов и осаждения паровой фазы в вакууме [2]. Одним из основных параметров, определяющих процесс конденсации, является температура подложки. В работе [2] исследовано влияние температуры подложки на формирование конденсатов никеля и меди, железа и титана. Установлено, что процесс конденсации металлов осуществляется до определенной температуры подложки ($T_{кр}$), выше которой конденсация отсутствует, а также влияние температуры плавления металла, скорости конденсации и материала подложки на величину критической температуры подложки. С увеличением температуры плавления металла и скорости конденсации $T_{кр}$ смещается в область высоких температур. Было определено влияние процесса реиспарения на толщину конденсированного слоя при температурах ниже критической и осуществлена оценка энергии активации процесса

реиспарения атомов. С увеличением температуры плавления металла энергия активации возрастает.

В работе [3] исследовали характер отражения паровых потоков никеля и меди нагретыми поверхностями и сравнивали геометрию отражения паровых потоков с зеркальным отражением. Экспериментами, проведенными в вакууме, установлено, что отражение паровых потоков носит зеркально-диффузный характер. Определены соотношения количества вещества, попадающего на отражающую поверхность и конденсирующегося на подложке. Проведены также эксперименты по исследованию распределения металлов при различных углах падения парового потока к отражающей поверхности.

Основываясь на результатах исследований [1, 3], проведены эксперименты с целью получения двустороннего никелевого покрытия на стальной ленте с помощью отражательного устройства. Геометрию отражателя определяли на основании расчетов с использованием законов геометрической оптики и светотехники, а также данных по отражению паровых потоков от нагретых поверхностей [4]. Представленные эксперименты демонстрируют возможность получения двусторонних покрытий с помощью вогнутых отражателей. Данный способ позволяет создавать устройства для непрерывной вакуумной металлизации изделий.

Целью настоящей работы является исследование процесса отражения горячей поверхностью рефлектора парового потока железа и его осаждения на поверхность образцов. Используемый при этом метод молекулярных пучков осуществляется с помощью электронно-лучевой технологии испарения и конденсации в вакууме. В дальнейшем планируется использование результатов данного

исследования с целью осаждения паров магнитных и немагнитных металлов и материалов в виде наночастиц либо пленочных покрытий на поверхность гранул и порошков.

Методика и результаты экспериментов. Эксперименты выполняли на электронно-лучевой установке (ЭЛУ) УЭ-142 Международного центра электронно-лучевых технологий ИЭС им. Е.О. Патона НАНУ. На рис. 1 приведена технологическая схема процесса испарения железа и получения его отраженного парового потока. Тестовые образцы для осаждения парового потока были расположены на горизонтальной поверхности подложки на расстоянии от 50 до 210 мм от оси испарителя. Размеры образцов, мм: $25 \times 25 \times 1,2$, $20 \times 20 \times 0,2$ и $50 \times 50 \times 0,2$. Использовали навески армко-железа электронно-лучевого переplava массой от 35 до 42 г, которые помещали в луночку диаметром 25 мм, глубиной 20 мм в медном охлаждаемом испарителе. Разогрев и расплавление железа осуществляли с помощью электронно-лучевой пушки (ЭЛП). Отражение парового потока железа выполняли при помощи молибденового диска (рефлектора) диаметром 48, 50, 52 и 70 мм, толщиной 10 и 20 мм с плоской шлифованной поверхностью. Рефлектор располагали на удалении от 40 до 95 мм от поверхности испарителя. Угол его наклона к горизонту составлял 0, 5 и 25° . Разогрев рефлектора выполняли с помощью электронно-лучевой пушки при токе луча 0,15...0,18 А в зависимости от размера рефлектора. Ток луча нагрева рефлектора выбирали из расчета, чтобы при данных скоростях испарения металла пройти критическую температуру нагрева, выше которой процесс конденсации отсутствует (на отражающей поверхности рефлектора после процесса отсутствовали следы конденсата железа). Интенсивность испарения железа регулировали путем изменения величины тока луча электронно-лучевой пушки при ускоряющем напряжении 20 кВ. Длительность процесса варьировалась от 10 до 20 мин.

В соответствии с полученными привесами массы тестовых образцов выбирали размер и расположение рефлектора по отношению к испарителю с целью достижения максимального КПД процесса отражения. Регулировку угла наклона рефлектора к горизонту и его расстояния до испарителя производили устройством по типу штатива с фиксаторами держателя рефлектора. Смещение оси рефлектора относительно оси испарителя составляло несколько миллиметров. Это было обусловлено расположением пушки нагрева ванны во избежание экранирования ее луча рефлектором. Заметных отклонений привеса образцов, равно-

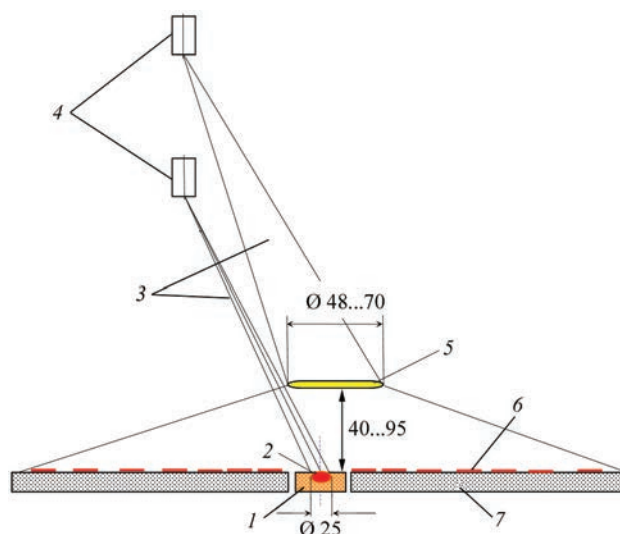


Рис. 1. Технологическая схема процесса: 1 — испаритель; 2 — ванна; 3 — луч; 4 — ЭЛП; 5 — рефлектор; 6 — образец; 7 — подложка

удаленных от оси испарителя по разным направлениям их расположения не наблюдали. Расчет КПД выполняли для площади поверхности подложки диаметром 250, 300 и 400 мм и для поверхности колец на ее поверхности радиусом от 50 до 210 мм с центром на оси испарителя.

Первые пробные эксперименты по исследованию процесса отражения парового потока были проведены с использованием рефлекторов, удаленных на 95 мм от испарителя. Расположение рефлектора и наклон его на 25° к горизонту сразу показало, что предпочтение имеет горизонтальное расположение, которое обеспечивало равный привес образцов, удаленных на одинаковое расстояние от оси испарителя. Однако КПД процесса был очень низким. С целью получить более высокий КПД процесса провели эксперименты с вариацией расстояния от рефлектора до испарителя и его размера. Следует отметить, что методика определения привеса образцов в данном исследовании — это усредненные значения привеса образцов, расположенных на одинаковом расстоянии от оси испарителя по четырем направлениям по подложке.

На рис. 2 представлены зависимости удельного привеса образцов от их удаления от оси ванны. Для площади кольца на поверхности подложки, имеющего радиус от 50 до 210 мм с центром на оси испарителя, КПД осаждения парового потока составил 7,9 % для рефлектора диаметром 52 мм (рис. 2, кривая 1; табл. 1, эксперимент 1). При наклоне рефлектора диаметром 48 мм на угол 25° КПД процесса составил 6,2 и 5,6 %, причем больший КПД получен при большей скорости испарения железа (рис. 2, кривые 2, 3; табл. 1, эксперименты 2, 3). Для площади поверхности того

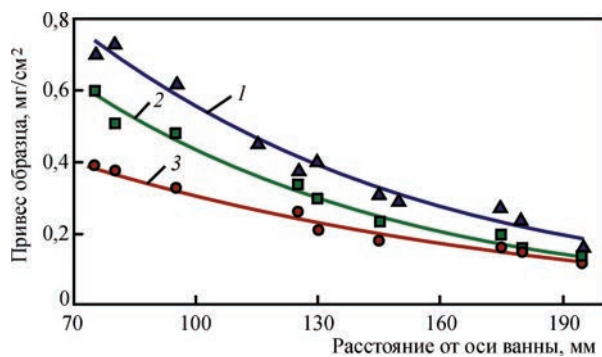


Рис. 2. Удельный привес образцов в зависимости от расстояния их от оси испарителя; рефлектор диаметром 52 мм, удаление его от поверхности испарителя 95 мм, положение рефлектора: 1 — горизонтальное; 2, 3 — угол наклона 25°. Испарено 16,3 Fe

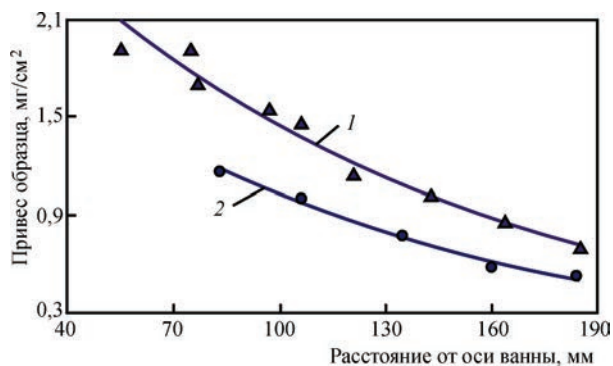


Рис. 3. Удельный привес тестовых образцов в зависимости от расстояния их удаления от оси испарителя; рефлектор диаметром 48 мм, удаление от испарителя 58 мм, наклон к горизонту $\alpha = 5^\circ$ влево: 1 — зона от рефлектора слева; 2 — справа. Испарено 4,6 Fe

же кольца и рефлектора диаметром 48 мм, удаленного на 40 и 58 мм от испарителя, КПД процесса составил 23 и 20 % соответственно; для рефлектора диаметром 70 мм, удаленного на 50 и 58 мм от испарителя, КПД процесса равен 27 % (табл. 1).

На рис. 3 показан удельный привес железа на образцах в зависимости от их удаления от оси испарителя (диаметр рефлектора 48 мм, удаление над испарителем — 58 мм, наклон к горизонту — 5° влево). Вследствие наклона рефлектора наблюдается асимметрия интенсивности отраженных потоков по отношению к образцам с преобладанием потока пара влево от рефлектора. КПД процесса для поверхности кругов диаметром 250, 300 и 400 мм с центром на оси испарителя приведен в табл. 2, эксперимент 1.

Для оценки влияния диаметра рефлектора на КПД процесса использовали рефлекторы диаметром 48 и 70 мм, расположенные на удалении 58 мм от поверхности испарителя. Полученные результаты по удельному привесу образцов на 1 г испаренного железа показывают, что КПД для рефлектора диаметром 70 мм на 6...7 % выше, чем для рефлектора диаметром 48 мм (рис. 4, табл. 2, эксперименты 3, 5, 6).

В табл. 2 приведены также значения КПД процесса для рефлекторов диаметром 48 и 70 мм в зависимости от удаления их от поверхности испарителя. Расчеты выполнены для площади поверхности кругов диаметром 250, 300 и 400 мм с центром на оси испарителя. На рис. 5 представлены сводные экспериментальные данные по определению КПД процесса осаждения железа на поверх-

Таблица 1. Технологические параметры процесса осаждения железа (кольцо радиусом от 50 до 210 мм)

Номер эксперимента	Диаметр рефлектора, мм	Угол наклона, град.	Скорость испарения Fe, г/мин	КПД, %	Удаление рефлектора от испарителя, мм
1	52	0	0,64	7,9	95
2	48	25	1,10	6,2	—»—
3	—»—	—»—	0,85	5,6	—»—
4	—»—	0	0,60	23,0	40
5	—»—	—»—	0,17	20,0	58
6	70	—»—	0,77	27,0	50
7	—»—	—»—	0,75	—»—	58

Таблица 2. Технологические параметры процесса осаждения железа (круги диаметром 250, 300, 400 мм)

Номер эксперимента	Диаметр рефлектора, мм	Угол наклона, град	Скорость испарения Fe, г/мин	КПД (%) для поверхности кругов диаметром, мм			Удаление рефлектора от испарителя, мм
				250	300	400	
1	48	5	0,23	17,4	20,7	27,7	58
2	—»—	0	0,60	22,0	23,6	29,0	40
3	—»—	—»—	0,17	14,6	19,1	26,0	58
4	70	—»—	0,77	23,6	27,0	33,0	50
5	—»—	—»—	0,50	22,4	25,7	32,5	58
6	—»—	—»—	0,75	23,0	26,0	33,0	—»—

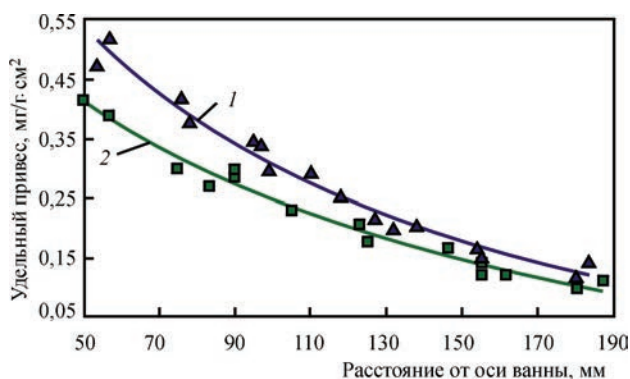


Рис. 4. Удельный привес образцов на 1 г испаренного железа при отражении парового потока от рефлекторов диаметром 70 (кривая 1) и 48 мм (кривая 2), удаленных от поверхности испарителя на 58 мм

ность кругов диаметром 400, 300 и 250 мм в зависимости от удаления рефлектора диаметром 48 и 70 мм от ванны. Для круга диаметром 400 мм КПД процесса для рефлектора диаметром 48 мм, расположенного на удалении 40 и 58 мм от испарителя составил 26...29 %, а для рефлектора диаметром 70 мм — 32,5...33 % (рис. 5).

Выводы

1. Рассмотрены особенности процесса испарения и отражения плоской горячей поверхностью парового потока железа, полученного методом электронно-лучевого испарения в вакууме.

2. Показано, что горизонтальное расположение поверхности отражателя обеспечивает наиболее равномерное осаждение отраженного потока на горизонтальную поверхность.

3. Наибольший коэффициент отражения парового потока достигается при увеличении размера поверхности отражателя парового потока и скорости испарения металла при удалении рефлектора от испарителя на расстояние от 40 до 58 мм.

4. Результаты исследования предполагается применить для получения металлических покрытий в виде наночастиц металлов Fe, Ni, Cr, Si, Ti, Ce, Zr и их оксидов, в частности для получения медицинских препаратов с повышенной функциональной биоактивностью.

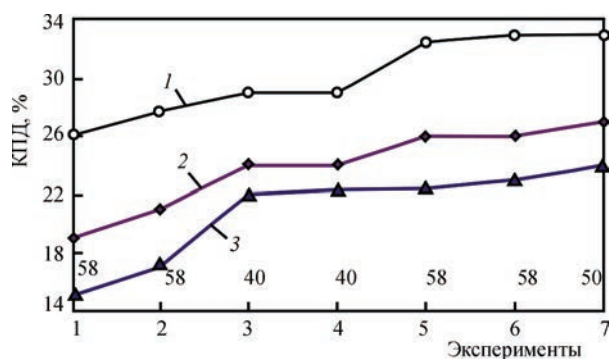


Рис. 5. КПД процесса испарения железа и осаждения его отраженного потока на поверхность кругов диаметром 400 (1), 300 (2) и 250 мм (3) в зависимости от удаления рефлектора от ванны: эксперименты 1–4, рефлектор диаметром 48 мм; эксперименты 5–7, рефлектор диаметром 70 мм. Цифры 40, 50, 58 — расстояние от ванны до рефлектора

Список литературы

1. Палатник Л.С., Грищенко Ю.И. (1967) Рефлектор для конденсации пленок с заданным распределением толщины. *Заводская лаборатория*, **7**, 774–776.
2. Мовчан Б.А., Ушакова С.Е., Ляхов В.И. (1980) Исследование процессов реиспарения при вакуумной конденсации меди, никеля, железа и титана. *Пробл. спец. электроталлургии*, **13**, 66–69.
3. Мовчан Б.А., Ушакова С.Е., Ляхов В.И. (1981) Исследование отражения паровых потоков никеля и меди от нагретых поверхностей. *Там же*, **15**, 49–52.
4. Ляхов В.И., Мовчан Б.А. (1981) Получение двустороннего никелевого покрытия на стальной ленте при электронно-лучевом испарении и конденсации с помощью вогнутого отражателя. *Там же*, **16**, 42–43.

References

1. Palatnik, L.S., Grishchenko, Yu.I. (1967) Reflector for condensation of films with set distribution of thickness. *Zavod. Laboratoriya*, **7**, 774–776 [in Russian].
2. Movchan, B.A., Ushakova, S.E., Lyakhov, V.I. (1980) Study of processes of reevaporation in vacuum condensation of copper, nickel, iron and titanium. *Problemy Spets. Elektrometalurgii*, **13**, 66–69 [in Russian].
3. Movchan, B.A., Ushakova, S.E., Lyakhov, V.I. (1981) Examination of reflection of vapor flows of nickel and copper from heated surfaces. *Ibid.*, **15**, 49–52 [in Russian].
4. Lyakhov, V.I., Movchan, B.A. (1981) Producing of double-sided nickel coating on steel strip during electron beam evaporation and condensation using concave reflector. *Ibid.*, **16**, 42–43 [in Russian].

ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВЕ ВИПАРОВУВАННЯ ЗАЛІЗА
ТА КОНДЕНСАЦІЯ ЙОГО ВІДБИТОГО ПАРОВОГО ПОТОКУ

Г.Г. Дідікін, О.К. Петренко

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України.

03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton-icebt.kiev.ua

Розглянуто технологічний варіант електронно-променевого випаровування і керованого осадження спрямованого атомно-молекулярного парового потоку (за допомогою його відображення нагрітою поверхнею рефлектора) на плоску поверхню. На прикладі покриттів залізом визначений питомий приріст зразків, розташованих на горизонтальній поверхні в залежності від їх віддалення від осі випарника. Розраховано ККД процесу осадження металу на горизонтальній поверхні навколо випарника в залежності від розміру рефлектора, кута його нахилу до горизонту, його віддалення від випарника і від швидкості випаровування металу. Показано, що

найбільший ККД процесу осадження парового потоку металу досягається при горизонтальному розташуванні рефлектора зі збільшенням площі його поверхні, що відбиває, і швидкості випаровування металу. Вказано відстані від випарника до рефлектора при максимальному ККД процесу. Бібліогр. 4, табл. 2, рис. 5.

Ключові слова: електронно-променево випаровування і конденсація; коефіцієнт відбиття пара; рефлектор; паровий потік; залізо

ELECTRON BEAM EVAPORATION OF IRON AND CONDENSATION OF ITS REFLECTED VAPOR FLOW

G.G. Didikin, A.K. Petrenko

E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazimir Malevich Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: office@paton.kiev.ua

Technological variant of electron beam evaporation and controlled deposition of a directed atomic-molecular vapor flow (in its reflection by a reflector heated surface) on plane surface was considered. On the example of iron coatings a specific weight gain of samples, located on horizontal surface, was determined depending on their removal from the evaporator axis. Efficiency factor of process of metal deposition on horizontal surface around evaporator was calculated depending on the reflector size, angle of its inclination to horizon, its removal from evaporator and rate of metal evaporation. It is shown that the highest efficiency factor of the process of deposition of metal vapor flow is attained at horizontal location of the reflector with increase in area of its reflecting surface and metal evaporation rate. Distances from evaporator to reflector at maximum process efficiency factor are indicated. Ref. 4. Tabl. 2, Fig. 5.

Key words: electron beam evaporation and condensation; coefficient of vapor reflection; reflector; vapor flow; iron

Поступила в редакцію 04.04.2019

XVIII МІЖНАРОДНИЙ ПРОМИСЛОВИЙ ФОРУМ – 2019

МІЖНАРОДНІ СПЕЦІАЛІЗОВАНІ ВИСТАВКИ

19 - 22
листопада

 МЕТАЛО-ОБРОБКА

 УВАРЮВАННЯ

 ГІДРАВЛІКА І ПНЕУМАТИКА

 ПІДШИЙНИКИ

 ЕНЕРГЕТИКА

 АВТОМАТИЗАЦІЯ

 ТРАНСПОРТ

 ЯКІСТЬ, СТАНДАРТИ
СТАЇНОК, ПРИЛАДІВ

 ПІВДІЙНО-ТРАНСПОРТНЕ
СКЛАДСЬКЕ ОСАДЖЕННЯ

 БЕЗПЕКА
ВИРОБНИЦТВА



ОРГАНІЗАТОР:
Міжнародний виставковий центр

Генеральний інформаційний партнер: **ФЕРУМІНГ**
Ексклюзивний медіа партнер: **ЖУРНАЛ ГОЛОВНОГО ІНЖЕНЕРА**

Технічний партнер: **RentMedia**


**Міжнародний виставковий центр
Україна, 02002, Київ
Броварський пр-т, 15
М "Лівобережна"**

☎ (044) 201-11-65, 201-11-56, 201-11-58
e-mail: alexk@iec-expo.com.ua
www.iec-expo.com.ua, www.мвц.укр
www.tech-expo.com.ua