

Mgr inż. Bartosz Wichor

Wydział Inżynierii Materiałowej, Politechnika Warszawska

Tytuł: „Wytwarzanie targetów magnetronowych w plazmie wyładowania jarzeniowego wspomaganego polem magnetycznym”

STRESZCZENIE

Genezą niniejszej rozprawy jest następująca hipoteza badawcza zakładająca, iż: *„Skuteczne wykorzystanie energii pochodzącej od wzajemnie oddziałujących w czasie oraz przestrzeni ze sobą, pól; magnetycznego (B) i elektrycznego (E), a zmagazynowanej w niskotemperaturowej plazmie i dyssypowanej w warunkach wyładowania jarzeniowego, pozwoli na utworzenie in-situ zagęszczonej powierzchniowo substancji materiałowej, tworzącej układ niezwiązanych ze sobą wyjściowo cząsteczek proszków, bez addytywnego udziału energii mechanicznej”.*

Jej sformułowanie wynika z uwzględnienia zjawisk elementarnych towarzyszących oddziaływaniu jonów plazmy materiału gazu roboczego przyspieszonych polem elektrycznym z powierzchnią materiału targetu ulokowanego na katodzie magnetronu. W rezultacie złożonego oddziaływania tych jonów, do powierzchni targetu dostarczana jest energia mechaniczna oraz ciepło, które mogą prowadzić do skutecznej konsolidacji proszkowego nasypu użytego jako substrat targetu. Wydaje się więc, że dyssypacja jonów plazmy wyładowania jarzeniowego, bombardujących powierzchnię targetu może zostać potraktowana jako oryginalny substytut ciśnienia zadawanego w objętościowej konsolidacji proszków podczas produkcji masywnych wyprasek, w tym standardowych targetów magnetronowych, dla których substratem także jest forma proszkowa. Wykorzystanie w tym celu pola magnetycznego magnetronu stanowi czynnik efektywnie zwiększający skuteczność powierzchniowej konsolidacji proszków stanowiących substrat materiału targetu. W sensie koncepcyjnym założona w rozprawie hipoteza badawcza spełnia założenia koncepcji syntezy niekonwencjonalnej zarówno w sensie fundamentalnym (wszak pierwotnym źródłem energii w procesie konsolidacji jest adresowana lokalnie praca elektryczna plazmy, wspomagana polem magnetycznym), jak i utylitarnym (eksponowanie na konsolidację plazmową wyłącznie powierzchniowego regionu nasypu proszkowego, będącego jednocześnie jedynym aktywnym regionem targetu dostarczającym pary atomów i cząsteczek materiału targetu w procesie rozpylania targetu).

Przyjęty plan badawczy zakładał określenie warunków technologicznych umożliwiających zbadanie skuteczności powierzchniowej konsolidacji proszków stosowanych do wytworzenia

targetów magnetronowych i zbadanie przydatności nowej technologii w wytwarzaniu powłok materiałów wysokotopliwych złożonych w głównej mierze z faz metastabilnych.

Na podstawie przeprowadzonych badań ustalono, że na skutek oddziaływania jonów gazu roboczego wzbudzanych w warunkach wyładowania jarzeniowego w polu magnetycznym nasyp proszkowy zastosowany do wytworzenia targetu magnetronowego ulega powierzchniowemu spiekaniu o zróżnicowanym stopniu zagęszczenia, przy czym w strefie powierzchniowej na głębokości ponad 200 μm gęstość skonsolidowanego nasypu może sięgać blisko 97 %. Gęstość ta nieliniowo zmniejsza się wraz z odległością od powierzchni formującego się plazmowo targetu. Z kolei relatywnie niska gęstość głębszych stref formującego się targetu, nie wpływająca jednakże na jego sztywność i spistość postaciową, umożliwia efektywne nagrzewanie targetu podczas jego eksploatacji do temperatur przekraczających 1400 $^{\circ}\text{C}$ na skutek dużo mniejszej przewodności cieplnej podpowierzchniowych obszarów targetu. W opisany sposób target może dostarczać pary materiału, z którego jest wykonany nie tylko poprzez rozpylanie, ale również poprzez sublimację a nawet parowanie bez obawy o cieplną trwałość układu magnetycznego magnetronu oraz wrażliwych składników jego konstrukcji. Na podstawie przeprowadzonych badań zaproponowany został mechanizm powierzchniowej konsolidacji plazmowej dla nasypu proszkowego stosowanego do wytwarzania targetów magnetronowych. Wydaje się zatem, że przeprowadzone badania wykazały słuszność założonej hipotezy badawczej.

Ustalono ponadto na podstawie badań, że konsolidacja nasypu proszkowego formowanego plazmowo targetu powinna odbywać się w warunkach różniących się od warunków typowych dla eksploatacji targetu. Relatywnie wysokie ciśnienie gazu roboczego niezbędne na etapie konsolidacji, a stąd wynikająca także relatywnie wysoka wartość prądu targetu spowodowały zaproponowanie modyfikacji dotychczas stosowanego zasilacza rozpylania magnetronowego tak, aby zapewnić optymalną efektywność energetyczną podczas procesu konsolidacji. Zasilacz standardowy pozostał natomiast jako źródło zasilania magnetronu podczas jego eksploatacji w warunkach typowych dla wytwarzania powłok, a których postępująca konsolidacja kolejnych stref powierzchniowych targetu proszkowego następuje co istotne, jednocześnie z rozpylaniem powierzchni targetu i emisją par pod wpływem bombardowania jonami gazu roboczego.

W publikacjach załączonych do rozprawy, stanowiących jej integralną część merytoryczną przytoczone zostały konkretne przykłady formowania złożonych materiałowo magnetronowych targetów, których wykonanie w typowych warunkach sprawiłoby realny problem wykonawczy. Ich wspólną osią badawczą było zweryfikowanie efektywności plazmowo skonsolidowanych targetów magnetronowych do wytwarzania powłok różnych materiałów wysokotopliwych pod względem fazowym odpowiadających fazom nierównowagowym metastabilnym w warunkach normalnych. Opisane zostały tam specyficzne uwarunkowania syntezy dla poszczególnych faz

oraz wskazane ich unikalne właściwości użytkowe o bardzo dużym potencjalnym aplikacyjnym.

Słowa kluczowe: Spiekanie powierzchniowe w plazmie; Target proszkowy; Związki twardych i wysokotopliwych metali; Rozpylenie magnetronowe kontrolowane wtryskiem gazu; Synteza cienkich warstw; Charakterystyka ośrodka plazmy oraz właściwości materiałów powłokowych.

SUMMARY

The main goal of this thesis is the scientific hypothesis assuming, that: *“The effective use of energy of magnetic (B) and electric (E) fields, which is stored within low-temperature and non-equilibrium plasma, produced during the process of cathode sputtering, forms an in situ surface-sintered material from a substance being initially powder mixture with no need of any external mechanical force.”*

This hypothesis originates from the elementary phenomena occurring during interaction of working gas plasma ions accelerated by electric field with the surface of a target located on the magnetron cathode. As a result of the said complex interaction, energy and heat are transferred to the target surface, which in turn may cause a surface consolidating of powder being a target substrate. It may seem, that production of glow discharge plasma ions, bombarding the target surface can be treated as a substitute for the pressure applied in the bulk sintering of powders during the production of massive bodies, including standard magnetron targets, for which the powder body form is the substrate. The use of the magnetron's magnetic field is a factor, which effectively increases the effectiveness of surface consolidation of powders being the substrate of the target material. In the conceptual sense, the research hypothesis established in the thesis fulfils the assumptions of the unconventional synthesis concept both in the fundamental sense (the primary source of energy in the consolidation process is the locally addressed electrical work of the plasma, assisted by the magnetic field) and within the utilitarian sense (exposing to plasma consolidation only the surface region of the powder, which is simultaneously the only active zone of the target providing the vapours of the target material during sputtering process).

The adopted research plan assumed the determination of technological conditions enabling the efficiency study of surface consolidation of powders used to produce magnetron targets and the examination of the new technology usefulness in the production of coatings of high-melting points materials composed of metastable phases.

Investigations have shown, that as a result of the interaction of working gas ions induced by glow discharge in a magnetic field, the powder mound used to create the magnetron target undergoes plasma surface consolidation process, resulting in the surface-sintered zone at depths greater than 200 μm and reaching almost 97 % of the density. This density nonlinearly

decreases the deeper we look from the surface of the plasma-formed target. The relatively low densities of the deeper zones of the target, which does not, however, affect its stiffness and cohesiveness, allows the target to be efficiently heated during operation to temperatures exceeding 1400 °C due to the lower thermal conductivity of the subsurface regions of the target. In this way, the target can provide vapour to the material of which it is made not only by sputtering, but also by sublimation and even evaporation without concern for the thermal durability of the magnetron's magnetic system and the sensitive components of its design. On the basis of the performed studies, the mechanism of plasma sintering of the powder embankment used for the fabrication of magnetron targets was proposed. It seems that the conducted research has shown the validity of the assumed research hypothesis.

During the research it was further determined, that the initial consolidation of the powder embankment of the plasma-formed targets should take place under conditions different from those typical of sputtering operation. The relatively high working gas pressure required during initial surface sintering and the resulting relatively high value of the target current prompted the proposal to modify the previously used magnetron sputtering power supply so as to provide optimal energy efficiency for such surface consolidation. The standard power supply, however, remained as the power source for the magnetron during its operation under conditions typical of coating formation, and in which the progressive consolidation of successive surface zones of the powder target occurs simultaneously with the sputtering of the target surface and emission of their vapours under the influence of ion bombarding with the working gas.

In publications attached to the dissertation, which constitute its integral substantive part, there have been cited the specific material examples of forming complex magnetron targets, the execution of which under standard conditions would cause a real implementation problem. Their common research sense was to verify the effectiveness of plasma-consolidated magnetron targets for the fabrication of high-melting materials coatings in terms of phase corresponding to non-equilibrium metastable phases under normal conditions. The specific conditions for the synthesis of individual phases are described and their unique properties with high implementing potential are indicated.

Keywords: Plasma surface sintering; Powder targets; Refractory metals and hard compounds; Gas injection magnetron sputtering; Thin film synthesis; Plasma state and film characterization.