

Slutrapportering av ÅF Projekt nr. 13-417: "Plasmabearbetning och behandling av invändiga ytor - förlängningsfasen"

Motivation till projektet

Resultaten från vårt projekt nr. 11-067, tidigare finansierat av Ångpanneföreningens Forskningsstiftelse, bekräftade stora möjligheter för tillämpningar av plasmabearbetning inom smala rör vid reducerat gastryck. Framgångsrika resultat erhöles också i aktivering av invändiga ytor genom atmosfärisk luftplasma. Bland ett antal olika beläggningar är de diamantliknande kolbeläggningarna (DLC) väldigt attraktiva. Det är på grund av deras exceptionella egenskaper. Den ettåriga förlängningen av det tidigare projektet inriktades på dessa filmer och optimering av relevanta beläggningsprocesser som är lämpliga för industriella applikationer.

Projektresultat

1. Två plasmakällor testades i projektet: (a) måttligt tryck med hålkatod (ihålig katod) och (b) atmosfärstryck hybridkälla med hålkatod. Det har visat sig att filmer framställda genom atmosfärsplasma innehåller väsentligt mer mjuka grafitfaser än de vid reducerat gastryck. Det är därför bättre att använda reducerat gastryck mellan 0.1 och 0.5 Torr i hålkatoden i plasmasytemen.

2. Det har visat sig att DLC filmer kan avsättas genom hålkatodplasma från en gasblandning av argon och acetylen. Gasen medgavs genom hålkatoden. För att undvika oönskade partiklar i filmerna bör grafit alltid användas som katodmaterial.

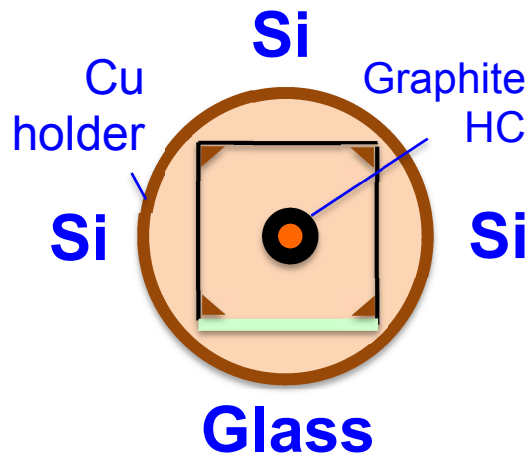
3. Det har visat sig att för att få god kvalitet på DLC filmerna är det nödvändigt att använda en låg halt av acetylen i argonet, vanligtvis mindre än 1%. Detta är en mycket viktig fördel vid hålkatod plasmadeponering, eftersom oljan i vakuumpumparna inte försämras snabbt av kolväte-rika gaser och användningen av dyra pumpar inte är nödvändigt i laboratorieexperiment.

4. Eftersom de flesta analytiska instrument till analys av ytor kräver plana prover har en speciell kopparhållare utformats för tester av DLC nedfall i det inre röret med plana substrat, se figur 1.

5. Substrathållaren representerar ett rör med 20 mm diameter anordnat med fyra tangentiella positioner för plana rektangulära prover. Ytan av varje prov är 20 mm från den motstående ytan, se figur 2. Testproverna var från kisel och glas. Hålkatoden (HC) av grafit är i mitten av hållaren, se figur 2.

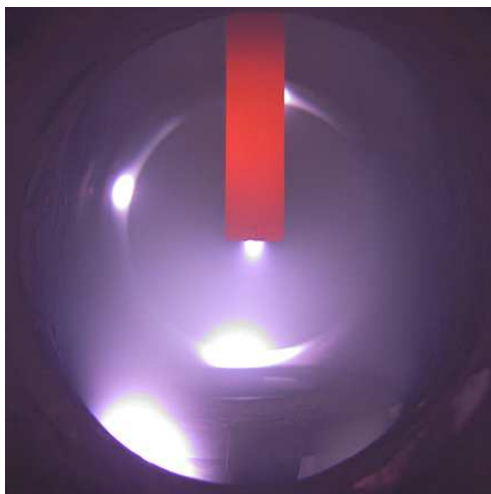


Figur 1

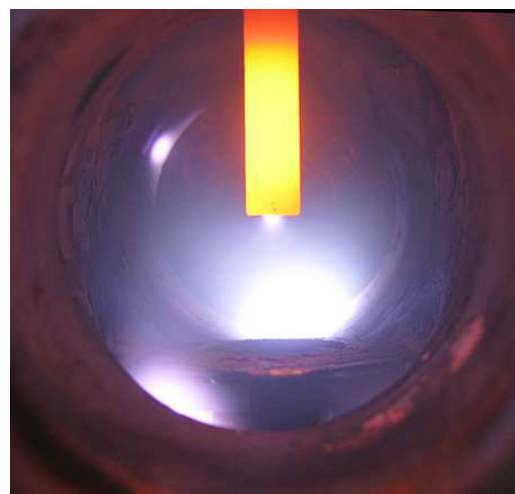


Figur 2

6. Vid lite högre radiofrekvent (rf) effekt kan katodtemperaturen stiga över 1000 °C, se figur 3 a, b. Det observerades också att vid en rf-effekt av 200 W och högre kan hållkatodspasmat överföras från en glödregim till en ljusbågeregim. Vid ljusbågen kan katoden producera mikrodroppar av grafit. Rf-effekten av cirka 100 W användes därför i de flesta experiment.

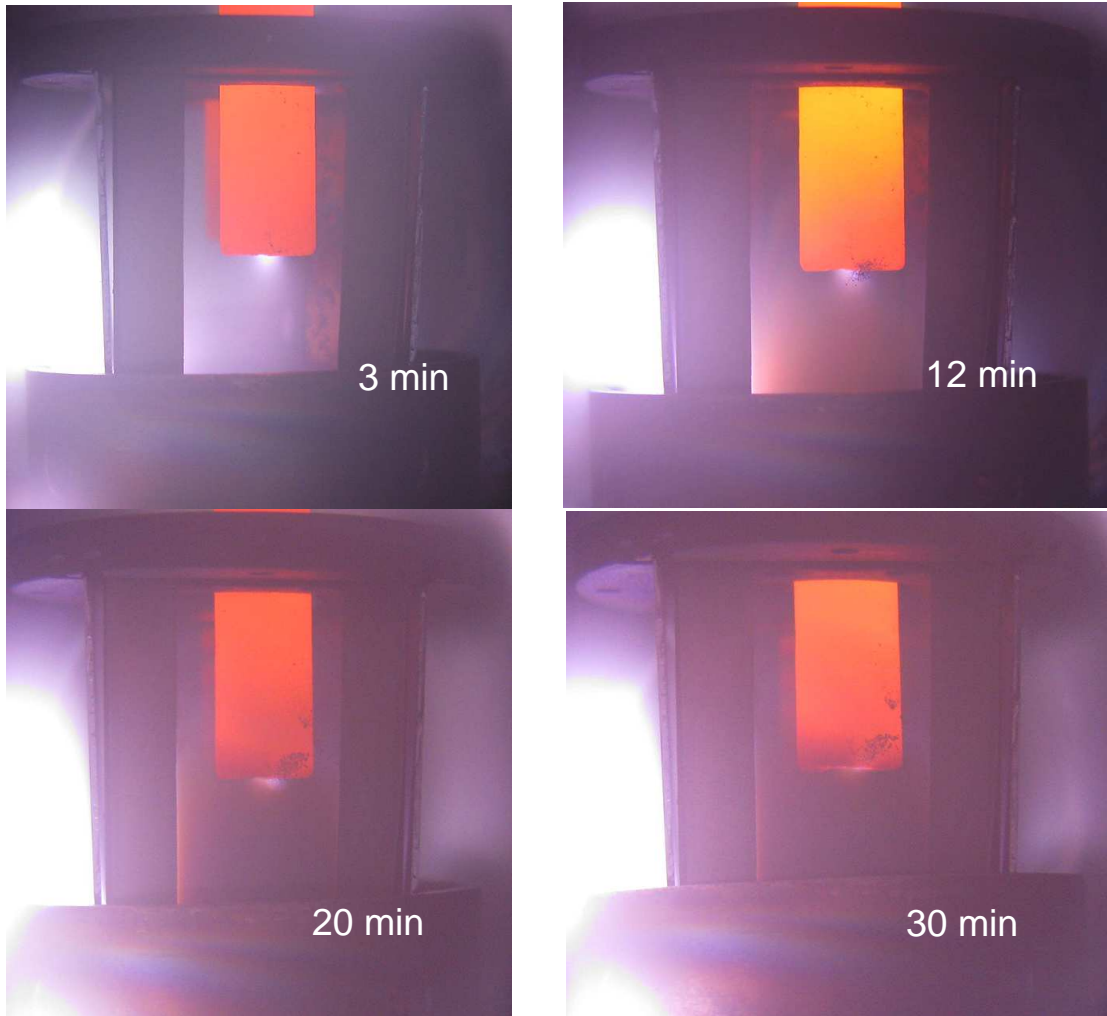


Figur 3a: Rf effekt på 100 W



Figur 3b: Rf effekt på 200 W

7. Snitttiden av deponeringsprocessen var 15 minuter för filmavsättning på plana substrat 20 mm nedanför katoden. För filmavsättning på substrat inne i den ihåliga hållaren var tiden förlängd till 30 minuter. I deponeringsprocessen med en låg rf-effekt på 100 W, med en gasblandning av 150 sccm Ar och 1 sccm C₂H₂ och vid gastryck av 0,1 Torr var plasmadeponeringshastigheten av DLC filmer under katoden ca 0,1 µm/min. Deponeringstakten på sidoytorna inuti den ihåliga hållaren var ca 70 nm/min. Dessa värden kan ökas ordentligt vid högre effekter, men det kräver vidare optimering av gasens sammansättning, flödes hastighet och gastryck. Figur 4 visar successiv tillväxten av DLC filmtjockleken på glassubstrat i den ihåliga hållaren.

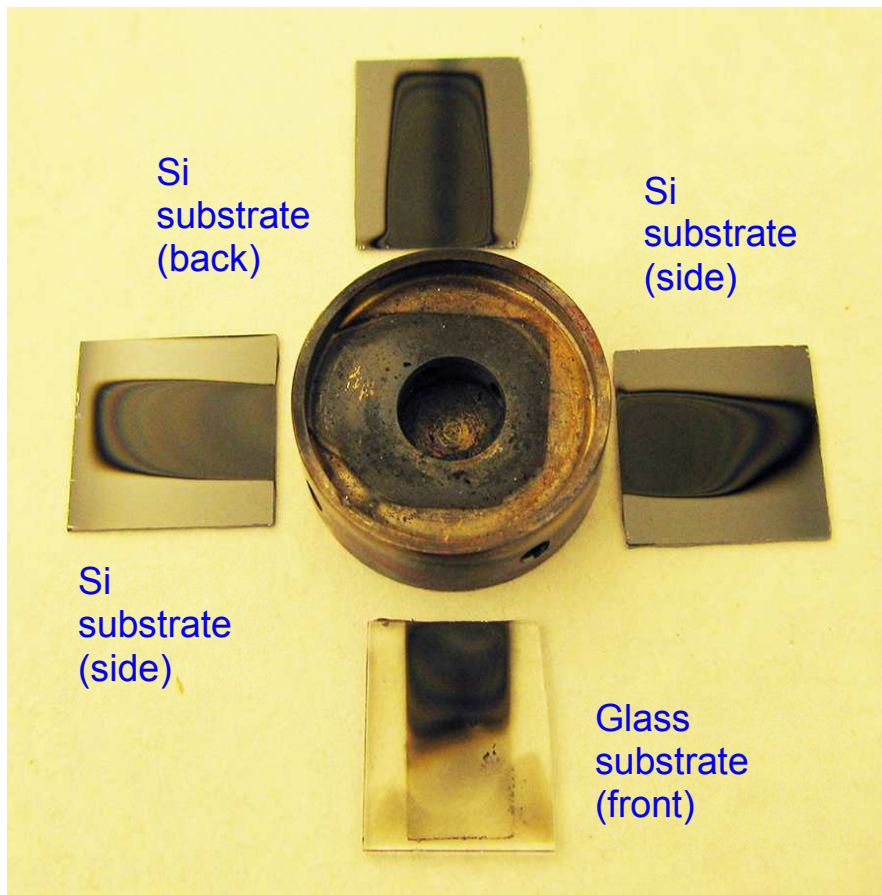


Figur 4

8. DLC filmer på substrat 20 mm under hållkatoden har alltid axiell symmetrisk tjocklek med ett maximum i mitten av plasmaplym, som visas i figur 5. Filmer deponerade på substraten parallellt med hållkatoden i den ihåliga hållaren (se figur 4 ovan) har successivt minskande tjocklek med maximum nära utloppet av den ihåliga katoden, såsom visas i figur 6.

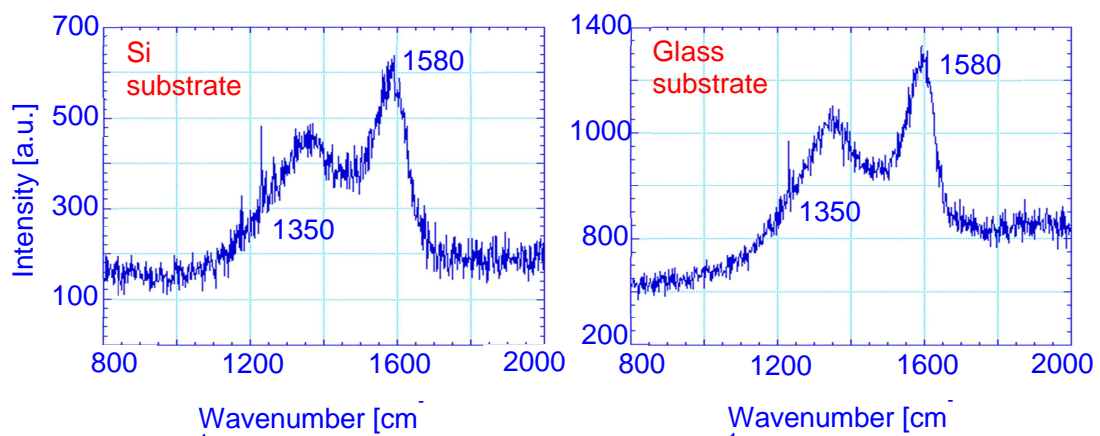


Figur 5



Figur 6

9. Morfologin av de deponerade DLC filmerna och innehållet av diamanbindingar studerades genom Ramanspektroskopi, röntgendiffraktion (XRD) och elektronmikroskopi. Analyserna utförs som en del av en doktorandstudie (doktorand Kaspars Sillins). Ramanspektrum av filmer, som visas ovan i figur 6, kan ses i figur 7. Detta är ett typiskt spektrum av standard DLC filmer. I det här fallet är det mix av a-C med nano-grafit.



Figur 7

Sammanfattning

Projektet har visat att:

- Högkvalitativa DLC filmer kan sättas in i rörformiga substrat genom hålkatodplasmaassisterad CVD.
- Atmosfärisk plasma är inte så väl lämpad som plasmat vid reducerat gastryck av storleksordning på 0,1 Torr. Det atmosfäriska plasma i luft kan snarare användas för pre-rengöring och aktivering av substratytor, som man fann i det föregående projektet.
- Grafit är ett lämpligt material i den hålkatoden för att undvika oönskad förorening av filmen.
- För högkvalitativa filmer krävs en överraskande låg halt av acetylen ($\leq 1\%$) i argon.
- En hög effekt kan orsaka en bågurladdning i hålkatoden och bildandet av mikropartiklar av karbon i filmen, som inte är önskvärt för vissa applikationer. Mikropartiklar är koncentrerade i mitten av plasmastrålen. Därför är filmer deponerade på substrat inuti den rörformiga hållaren mer "ren" från dessa partiklar än filmerna deponerade med plasmastrålen på substrat liggande mitt emot hålkatoden.
- Filmens beläggningshastighet vid givna försöksbetingelser var ca 100 nm/min. Det är realistiskt att kunna öka hastigheten upp till åtminstone 10 gånger.

De flesta resultat som erhållits i detta projekt kommer att publiceras nästa år och användas senare i en doktorsavhandling. Dessutom de kommer att användas för ytterligare optimering av DLC nedfallet i trånga hål. Ett exempel är inre beläggning med elektriskt isolerande DLC filmer inne i högspännings-transformatoranslutningar och -växlar. Dessa deponeringar är planerade att testas i samarbete med flera företag.

PROJEKTGRUPPEN ÄR MYCKET TACKSAM FÖR PROJEKTSTÖDET FRÅN ÅNGPANNEFÖRENINGENS FORSKNINGSSTIFTELSE.

L. Bardos, projektansvarig
Plasmagruppen, Ångströmlaboratoriet, Uppsala Universitet, december 2014.