

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ СОЗДАНИЯ ТОЛСТЫХ
ПОКРЫТИЙ ИЗ МОНОЛИТНОГО ВОЛЬФРАМА
НА ПОДЛОЖКЕ МЕТОДОМ CVD**

Вольфрамовые покрытия нашли широкое применение в тонкопленочных интегральных схемах для создания омических контактов при производстве диодов с барьером Шоттки. Вольфрамовые или W-Re покрытия на вращающихся анодах из молибдена или углерод-углеродных композиционных материалов используются для получения рентгеновского излучения в современные медицинских томографах и других рентгеновских аппаратах.

В ядерной энергетике вольфрам хорошо зарекомендовал себя в качестве материала оболочки на частицах ядерного горючего благодаря низкой диффузионной проницаемости топлива сквозь оболочку. Вольфрамовые пленки используются для покрытия термокатодов с целью улучшения их эмиссионных характеристик в термоэмиссионных преобразователях энергии. Покрытия из фторидного вольфрама и W-Re сплавов чрезвычайно устойчивы в расплавленных солях и металлах, работающих в качестве теплоносителей в высокотемпературной и ядерной технике, например, в тепловых трубах с литьевым теплоносителем или термоядерных установках. Высокотемпературную технику невозможно представить без вольфрамовых тиглей, капилляров и других изделий, которые легко можно получить газозольным способом.

Научной проблемой, которая сейчас решается в методе газозольного осаждения покрытий из вольфрама и его соединений, является существенное сокращение температуры получения монолитного вольфрама, а также расширение номенклатуры получаемых материалов на основе вольфрама (монолитный, пористый, композиционный). Метод химического осаждения из газовой фазы (chemical vapour deposition, CVD) является одним из наиболее эффективных и перспективных методов для производства наноразмерных материалов, включая сферические и одномерные нанопорошки (нанотрубки, нановолокна, наносулы). По сравнению с физическими методами синтеза, очевидным преимуществом метода осаждения из газовой фазы является возможность получения наноматериалов при относительно низких температурах и окружающем давлении [1].

Научная значимость данного метода заключается в возможности широкого использования планируемых к достижению результатов во многих смежных областях науки, техники и технологии. Актуальность развития данного метода обусловлена разработкой высокоэкономичного низкотемпературного способа получения монокристаллического и пористого вольфрама в виде простых и фасонных изделий, а также композиционных материалов с вольфрамовой матрицей, востребованных в научных исследованиях [2].

Был спроектирован реактор для вертикальной загрузки плоского образца с локальной подачей газа, помещаемый в печь с вертикальной загрузкой, подключаемый стандартными вакуумными разъёмами к имеющейся системе подачи и откачки газа. Схема приведена на рисунке 1.

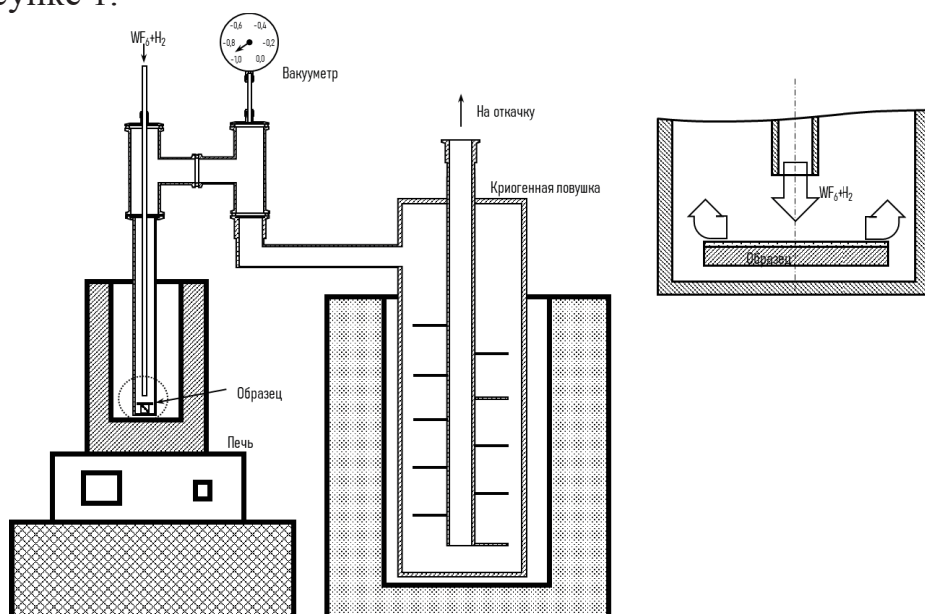


Рисунок 1 – Схема реактора с вертикальной загрузкой

Были проведены опыты по пропитке порошка вольфрама на молибденовой подложке. В ходе опытов по пропитке порошка при температуре процесса 550 °С в течение 1 часа, поток водорода составлял 5 л/ч, поток гексафторида вольфрама составлял 1,5 л/ч (что близко к стехиометрическим условиям с небольшим избытком H₂), в результате работы не наблюдалось пропитки порошка, слой сплошного вольфрама наблюдался только на поверхности. После был проведён опыт пропитки порошка при сниженной до 500 °С температуре с теми же потоками газа, в результате была обнаружена полная пропитка сфероидизированного порошка на глубине до 100 мкм, полное отсутствие пропитки на глубине свыше 250 мкм (изображения показаны на рисунке 2). Для увеличения глубины пропитки необходимо

снижение скорости реакции, чего проще и гарантированнее добиться снижением температуры, был проведён эксперимент с многократно увеличенным временем (5 часов) при значительно сниженной температуре (400 °С), в ходе исследования была подтверждена пропитка порошка на глубину более 400 мкм, изображения приведены на рисунке 3.

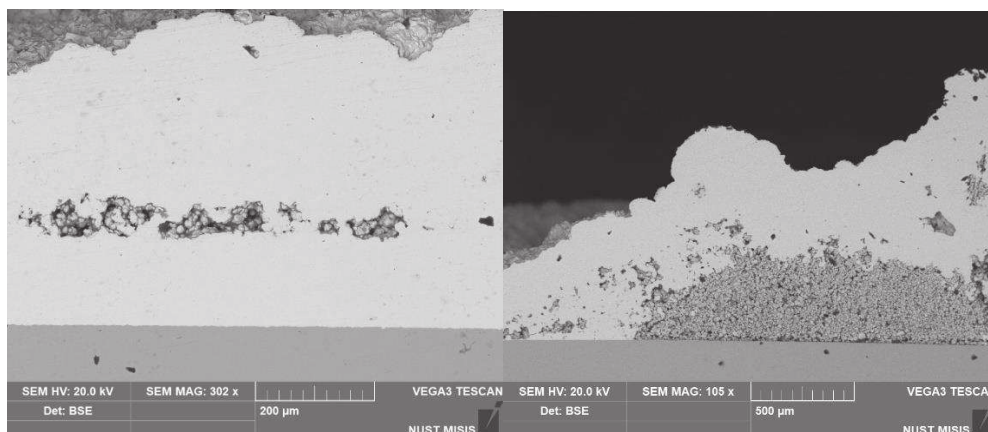


Рисунок 2 – Ограниченно пропитанный порошок вольфрама

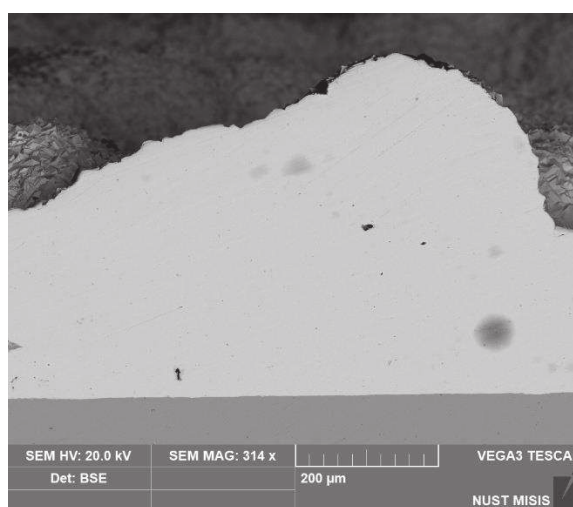


Рисунок 3 – Полностью пропитанный порошок вольфрама

После исследования пропитки сфероидизированного порошка и получения режима, позволяющего ограниченно осадить вторично выделенный вольфрам на глубину до 300 мкм, было проведено исследование вторичного осаждения на ломе вольфрама, состоящего из гранул размером от 5 до 10 мкм, поскольку данный материал значительно дешевле сфероидизированного порошка. В ходе данной работы, с учётом ранее исследованного осаждения вторично выделенного вольфрама на сфероидизированный порошок, было решено прово-

дить процесс с изменением давления смеси газов H_2 и WF_6 в реакторе с $p \approx 10^{-2}$ торр до достижения давления 50×10^{-2} торр через 2 часа после начала процесса осаждения вторичного вольфрама из газовой фазы. С данными условиями процесса и прежними расходами газа, глубина пропитки слоя лома вольфрама составила 450 мкм (рис. 4), что показывает достижение минимальной глубины пропитки слоя лома вольфрама достаточный для дальнейшей работы.

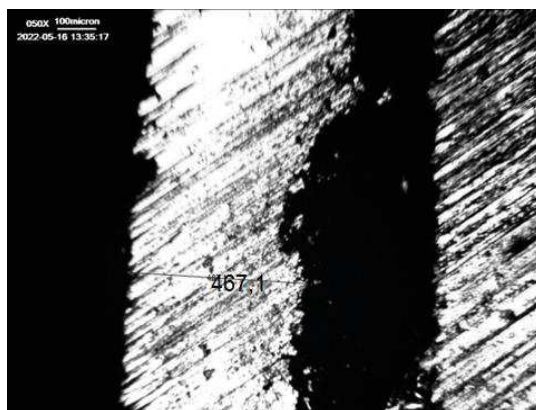


Рисунок 4 – Исследованная глубина пропитки лома вольфрама

В ходе работы был получен процесс пропитки вольфрамового порошка и лома до гарантированной глубины сплошного вольфрама 400 мкм, в дальнейшем для увеличения толщины слоя сплошного вольфрама предлагается либо стадийный процесс, либо разбавление газовой смеси инертным газом для увеличения глубины пропитки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Новый низкотемпературный метод нанесения твердых наноструктурированных покрытий на изделия сложной формы / Ю. В. Лахоткин, В. П. Кузьмин, В. В. Душик, Т. В. Рыбкина // Упрочняющие технологии и покрытия. — 2013. — № 6. — С. 9–15.
2. Механические свойства и коррозионная стойкость твердых cvd-покрытий на основе метастабильных фаз вольфрама в водном растворе NaCl / В. В. Душик, Г. В. Редькина, Н. В. Рожанский и др. // Коррозия: материалы, защита № 8, (2018), 14–18