

# Масс-зарядовый состав ионов многокомпонентной пучковой плазмы создаваемой электронно-лучевым испарением YSZ керамики с использованием форвакуумного электронного источника

*Д.Б. Золотухи<sup>\*</sup>, А.А. Андронов, А.В. Тюньков*

*Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, Томск, Россия*

*<sup>\*</sup>zolutukhinden@gmail.com*

**Аннотация.** Экспериментально исследован масс-зарядовый состав ионов многокомпонентной пучковой плазмы, формирующейся при облучении непрерывным сфокусированным электронным пучком энергией 3–11 кэВ тугоплавкой диэлектрической мишени из циркониевой керамики, частично стабилизированной диоксидом иттрия (YSZ) в атмосфере рабочего газа (гелия) форвакуумного диапазона давлений (около 5–6 Па). С использованием квадрупольного масс-анализатора обнаружено, что при достаточной для интенсивного испарения мишени мощности, в ионном масс-спектре появляются пики однозарядных ионов иттрия, циркония и их оксидов, с амплитудами, сравнимыми с амплитудами гелия и газов остаточной атмосферы, что косвенно свидетельствует о высокой доле ионов материала мишени в такой плазме.

**Ключевые слова:** форвакуумный плазменный источник электронов, пучковая плазма, электроннолучевой синтез покрытий, керамические покрытия, жаропрочные покрытия, части машин и механизмов, экстремальные условия эксплуатации.

## 1. Введение

Керамика из диоксида циркония, частично стабилизированного оксидом иттрия ( $ZrO_2+Y_2O_3$ , или YSZ), при ее испарении электронным пучком с последующей конденсацией паров может быть использована для осаждения защитных термобарьерных покрытий на поверхности металлических частей двигателей, контактирующих с горячими и агрессивными газообразными средами [1–3]. Как мы установили в наших предыдущих работах, облучение твердотельной диэлектрической мишени интенсивным непрерывным электронным пучком с достаточной плотностью мощности в диапазоне давлений форвакуума (1–10 Па) приводит к испарению частиц материала мишени, их ионизации за счет как электронов пучка, так и энергичных плазменных электронов, и, как следствие, к формированию многокомпонентной пучковой плазмы со сложным (рабочий газ плюс частицы мишени) ионным составом [4]. При высокой степени ионизации в такой плазме [5] ионы могут играть существенную роль в процессе роста покрытий, а при соответствующем электрическом смещении на покрываемом объекте или образце – изменять свойства покрытий. Поэтому важным аспектом данного исследования являлась отработка метода диагностики масс-зарядового состава пучковой плазмы, образующейся в результате электронно-лучевого испарения такой сложной, диэлектрической и тугоплавкой мишени, как керамика YSZ. Целью нашей работы было изучение массово-зарядового ионного состава в зависимости от плотности мощности электронного пучка в гелии форвакуумного диапазона давлений, а также выявление физических основ взаимосвязи между параметрами эксперимента и ионным составом.

## 2. Экспериментальная установка

Эксперименты проводились на установке, фотография которой приведена на Рис. 1. Электронный пучок генерировался форвакуумным источником электронов с плазменным полым катодом, транспортировался сквозь атмосферу рабочего газа (гелий). При транспортировке электроны пучка ионизовали атомы рабочего газа и молекулы остаточной атмосферы, создавая пучковую плазму. В вакуумной камере на тигель, выполненный из углерода, помещалась мишень – фрагмент циркониевой керамики частично

стабилизированной оксидом иттрия. С использованием системы фокусировки и отклонения, пучок электронов минимальной мощности (энергией  $eU_a = 3$  кэВ, током  $I_b = 23$  мА) позиционировался на керамической мишени для начала ее плавного нагрева и предотвращения взрывного растрескивания. Одновременно производился мониторинг масс-зарядового состава газовой атмосферы с использованием модернизированного анализатора (спектрометра) остаточной атмосферы RGA-300.



Рис. 1. Фотография экспериментальной установки для электронно-лучевого испарения YSZ керамики и изучения масс-зарядового ионного состава плазмы в форвакууме. Масс-спектрометр RGA-300 крепится к правому боковому фланцу вакуумной камеры и на фотографии не показан, так как удален на профилактическое обслуживание.

В целях обеспечения стабильной работы форвакуумного источника электронов в условиях интенсивного испарения мишени и нежелательной конденсации на электродах источника диэлектрических покрытий, источник был максимально удален от мишени и установлен на протяженную трубу длиной 70 см, вдоль всей длины которой был обмотан питаемый отдельным источником питания провод, создающий продольное удерживающее пучок магнитное поле. Кроме того, был реализован дополнительный напуск рабочего газа (гелия) непосредственно в полый катод источника пучка, для обеспечения, с одной стороны, повышенного давления газа внутри полого катода, облегчающего горение разряда, с другой, обеспечения некоторого газодинамического сопротивления поступающим в катод парам мишени.

Для направления ионного потока в область сепарации ионов (квадрупольные стержни спектрометра RGA) мишень на тигле помещалась на коллектор электронного пучка. Коллектор представлял собой массивный диск, выполненный из нержавеющей стали толщиной 10 мм и диаметром 200 мм. Диск электрически соединялся с тонкостенным цилиндром диаметром 130 мм. В цилиндре было выполнено отверстие для ввода входной апертуры спектрометра. Коллектор был электрически изолирован от заземленных стенок вакуумной камеры и других электрических частей установки, и на него подавался положительный относительно земли потенциал величиной 50 В.

### 3. Результаты и их обсуждение

Типичный масс-спектр ионов пучковой плазмы при малой мощности электронного пучка представлен на Рис. 2. Видно, что в спектре регистрируются однозарядные ионы гелия, паров воды и соединений остаточной атмосферы на основе углеводородов и азота.

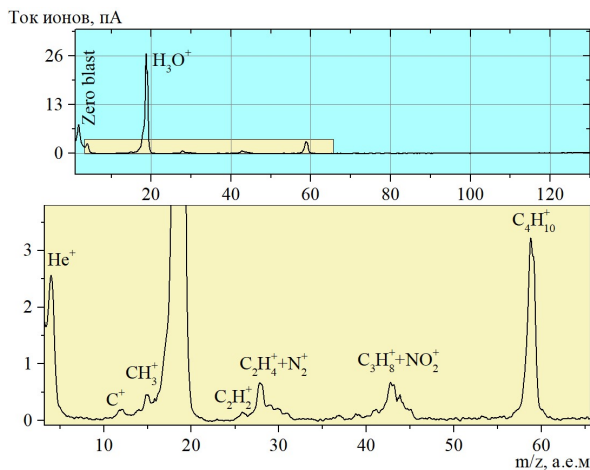


Рис. 2. Масс-спектр ионов плазмы при напуске гелия до давления 5.7 Па и малой мощности электронного пучка ( $U_a = 3$  кВ,  $I_b = 23$  мА).

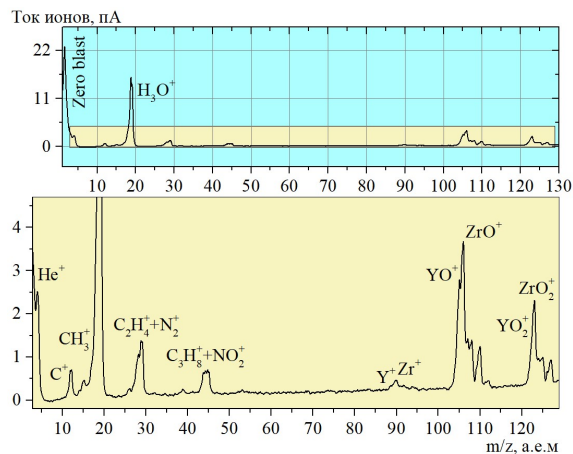


Рис. 3. Масс-спектр ионов пучковой плазмы при давлении гелия 5.7 Па и интенсивном испарении керамической мишени при высокой мощности электронного пучка ( $U_a = 3$  кВ,  $I_b = 23$  мА).

Дальнейшее повышение энергии и тока электронного пучка приводило к нагреву мишени и формированию на поверхности ванны расплава. Масс-спектрометр регистрировал появление в спектре однозарядных ионов атомарного иттрия и циркония, а также их моно- и диоксидов (Рис. 3). Из Рис. 3 видно, что при высокой мощности электронного пучка, в спектре доминируют оксиды изотопов материала мишени, пики же самих Zr и Y малы. При варьировании мощности, но с сохранением испарения мишени, новых ионов в спектре не появлялось.

### 4. Заключение

Меры по модернизации экспериментальной установки (отдаление источника электронов от области испарения мишени, дополнительный напуск газа в катод источника), и ионно-оптической системы масс-спектрометра (изготовление трубы дрейфа и находящихся вблизи нагретой мишени электродов из тугоплавких материалов), с добавлением дополнительных электродов (положительно-смещенных горизонтального коллектора и вертикального опоясывающего пучок цилиндра) позволили стабильно исследовать масс-зарядовый состав пучковой плазмы в широком диапазоне мощности пучка – как без, так и при наличии интенсивного испарения YSZ мишени. Преобладание в спектре ионов оксидов и диоксидов иттрия и циркония свидетельствует о том, что достигаемые в ванне расплава и прилегающей к ней пучково-плазменной области температуры недостаточны для диссоциации упомянутых соединений, а ожидаемая высокая степень ионизация в такой плазме (с высокой долей ионов компонентов мишени) позволит осуществлять эффективное ионное асистирирование при осаждении термобарьерных покрытий.

### Благодарности

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 24-79-10026, <https://rscf.ru/project/24-79-10026/>

## 5. Литература

- [1] X. Zhang, Z. Deng, H. Li, et al, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-modified PS-PVD 7YSZ thermal barrier coatings for advanced gas-turbine engines, *npj Mater Degrad*, vol. **4**(31), 31, 2020, doi: 10.1038/s41529-020-00134-5
- [2] K. Knipe, A. Manero, S. Siddiqui, et al, Strain response of thermal barrier coatings captured under extreme engine environments through synchrotron X-ray diffraction, *Nature Communications*, vol. **5**(4559),4559, 2014, doi: 10.1038/ncomms5559
- [3] X. Zhang, X. Zhuo, Z. Fan, et al, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-modified 7YSZ thermal barrier coatings for protection against volcanic ash corrosion, *npj Mater Degrad*, vol. **6**(89), 89, 2022, doi: 10.1038/s41529-022-00308-3
- [4] A.V. Tyunkov, E.M. Oks, Yu.G. Yushkov and D.B. Zolotukhin, Ion composition of the beam plasma generated by electron-beam evaporation of metals and ceramic in the forevacuum range of pressure, *Catalysts*, vol. **12**(5), 574–581, 2022; doi: 10.3390/catal12050574
- [5] A.V. Tyunkov, A.A. Andronov, E.M. Oks, Yu.G. Yushkov and D.B. Zolotukhin, Determination of the degree of ionization of vapors of conducting and dielectric materials during electron-beam evaporation in the forevacuum range of pressure, *Vacuum*, vol. **208**, 111722(1–4), 2023, doi: 10.1016/j.vacuum.2022.111722