

На правах рукописи

Болбуков Василий Петрович

**ГЕНЕРАЦИЯ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОТОКОВ ЧАСТИЦ
В ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ С ПОЛЫМ КАТОДОМ**

Специальность 05.27.02

«Вакуумная и плазменная электроника»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Санкт-Петербург 2014

Работа выполнена на кафедре высокоэффективных технологий обработки
федерального государственного бюджетного образовательного учреждения
высшего профессионального образования
«Московский государственный технологический университет «СТАНКИН»
(ФГБОУ ВПО МГТУ «СТАНКИН»)

Научный руководитель: доктор физико-математических наук
Метель Александр Сергеевич
ФГБОУ ВПО МГТУ «СТАНКИН», г. Москва

Официальные оппоненты: доктор технических наук, профессор кафедры
теоретических основ электротехники
Гончаров Вадим Дмитриевич
Санкт-Петербургский государственный электротех-
нический университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ле-
нина), г. Санкт-Петербург

доктор физико-математических наук
Григорьев Геннадий Юрьевич
НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва

Ведущая организация: **Федеральное государственное бюджетное учреждение
науки Институт электрофизики Уральского Отде-
ления Российской академии наук
(ФГБУН ИЭФ УрО РАН),**
г. Екатеринбург

Защита состоится « 23 » декабря 2014 года в 15:00 часов на заседании
диссертационного совета Д.212.238.08 при Санкт-Петербургском государственном
электротехническом университете «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина) по адресу:
197376, Санкт-Петербург, ул. Проф. Попова, д. 5.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке СПбГЭТУ «ЛЭТИ»
Ссылка на сайт организации: www.eltech.ru

Ваши отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью учреждения (ор-
ганизации), просим направлять по указанному адресу в диссертационный совет
Д.212.238.08

Автореферат разослан « 22 » октября 2014 г.

Ученый секретарь диссертационного совета Д.212.238.08,
кандидат технических наук, доцент

Смирнов Е.А.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Синтез на поверхности изделий износостойких покрытий существенно повышает их качество и срок эксплуатации. Свойства покрытий зависят от физических условий их синтеза.

Необходимые для синтеза покрытий атомы получают путем испарения мишени электронным пучком, катодными пятнами вакуумной дуги или ее распыления ионами. Из-за столкновений с молекулами газа атомы металла рассеиваются, и с ростом давления плотность их потока на поверхность изделия уменьшается. Эффективность транспортировки атомов от мишени до удаленного на 0,1 м изделия начинает снижаться при давлении 0,5 Па и выше. Поэтому для ионно-плазменной обработки нужны источники атомов металла и ускоренных частиц, функционирующие при давлении $p \sim 0,1$ Па.

Установлено, что в разряде с полым катодом p можно снизить до 0,01 Па при ограничении ухода из него быстрых электронов. Это позволило создать источники широких пучков быстрых молекул с единственной эмиссионной сеткой. Катодное падение потенциала разряда ~ 300 В легко повысить до 1 кВ и более, и тогда распыляемый ионами полый катод заполняется металлическим паром, поступающим через сетку в камеру. Изменяя энергию вылетающих через эту же сетку ионов, можно регулировать физические условия синтеза покрытий и их свойства. В связи с этим генерация на основе этого разряда смешанных потоков медленных атомов металла и быстрых молекул газа представляется актуальной задачей.

Большой срок службы генераторов плазмы на основе разряда с холодным полым катодом, простота их конструкции и низкая себестоимость стали обоснованием экономической целесообразности и актуальности исследований источников совмещенных потоков атомов металла и быстрых молекул газа на основе этого разряда, выполнявшихся в настоящей диссертационной работе в рамках аналитической ведомственной целевой Программы «Развитие научного потенциала высшей школы» на 2009–2011 годы и федеральных целевых научно-технических программ «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России» на 2007–2013 годы, «Национальная технологическая база» на 2007–2011 годы, «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009 – 2013 годы.

Целью работы является разработка методов генерации совмещенных потоков медленных атомов металла и быстрых молекул газа с регулируемой энергией и отношением плотности их потока к плотности потока атомов металла. Для достижения этой цели необходимо:

- исследовать зависимость распределения плотности потока атомов материала полого катода источника через эмиссионную сетку и скорости их осаждения от энергии быстрых молекул, тока в цепи катода и катодного падения потенциала;
- исследовать осаждение покрытий при импульсно-периодической бомбардировке поверхности быстрыми молекулами;

- изучить возможность повышения скорости осаждения покрытий за счет распыления ионами аргона с энергией 1–3 кэВ мишени на дне полого катода;
- изучить возможность повышения скорости осаждения покрытий с помощью неоднородного магнитного поля в области мишени;
- разработать образцы источников совмещенных потоков медленных атомов металла и быстрых молекул газа;
- экспериментально подтвердить преимущества разработанных источников при осаждении покрытий на диэлектрические изделия с углублениями.

Научная новизна работы заключается в том, что:

- впервые изучены параметры потока через эмиссионную сетку источника быстрых молекул газа атомов материала его полого катода, распыляемого ионами из плазмы тлеющего разряда;
- получены зависимости скорости осаждения распыленных атомов на подложках в рабочей вакуумной камере от катодного падения и тока тлеющего разряда, а также от энергии сопровождающих их до подложки быстрых молекул газа;
- показано, что предварительная бомбардировка стеклянной подложки атомами аргона с энергией 1 кэВ и выше обеспечивает адгезию осаждаемой на ней медной пленки $5 \cdot 10^6 - 10^7$ Па, а импульсно-периодическая бомбардировка такими атомами растущей пленки увеличивает адгезию еще в несколько раз;
- доказано, что перекрытие потока атомов металла через центр эмиссионной сетки обеспечивает высокую однородность толщины покрытия на подложке с диаметром, соизмеримым с диаметром сетки, и высокую адгезию покрытия на всей поверхности подложки;
- установлено, что в неоднородном магнитном поле с линиями, проходящими через центральную зону установленной на дне полого катода мишени и пересекающими сетку, полый катод и периферию самой мишени, при магнитной индукции на границе мишени 1 мТл концентрация плазмы вблизи нее становится в 2 раза выше, чем вблизи эмиссионной сетки, доля распыляющих мишень ионов возрастает от 12% в отсутствие поля до 25% при неизменной неоднородности ее распыления $\sim 15\%$;
- показано, что с увеличением магнитной индукции на границе мишени до 6 мТл длина пути до анода эмитированных ее поверхностью электронов возрастает благодаря образующейся магнитной ловушке с арочной конфигурацией линий. Это позволяет снизить давление газа до 0,1 Па и повысить до 56% поступающую на мишень долю образованных в разряде ионов, однородно распыляющих 85% ее поверхности.

Практическая ценность работы состоит в том, что:

- на базе результатов проведенных исследований разработан источник потока атомов металла и быстрых атомов аргона диаметром 200 мм, позволяющий активировать поверхность подложек бомбардировкой атомами аргона с энергией 1–2 кэВ, а затем осаждать на них тонкие пленки с неоднородностью толщины менее 4% при диаметре

подложки 150 мм со скоростью до 500 нм/ч и при осаждении модифицировать их свойства импульсно-периодической бомбардировкой атомами аргона с энергией более 1 кэВ;

– разработан источник смешанного потока диаметром 200 мм металлического пара и быстрых молекул, бомбардирующих покрытие, синтезируемое на поверхности изделия из осаждаемого пара и химически активного газа, который позволяет нагревать массивный инструмент и активировать его поверхность пучком атомов аргона с энергией до 3 кэВ и эквивалентным током до 1,5 А, без затупления режущих кромок упрочнять его поверхностный слой азотированием в плазме, образованной при инъекции в камеру пучка молекул азота с энергией до 3 кэВ и эквивалентным током до 1,5 А, а затем синтезировать на упрочненной поверхности твердые покрытия, например, из нитрида титана, со скоростью осаждения до 4 мкм/ч при расстоянии от источника до обрабатываемой поверхности 200 мм;

Результаты внедрения.

Полученные результаты используются в технологических экспериментах на модернизированной установке «Булат-6» по упрочнению режущего инструмента из быстрорежущей стали, твердого сплава и оксидной керамики путем синтеза на его поверхности покрытий из нитрида титана. Отсутствие в покрытиях макрочастиц титана и их высокая адгезия позволяют повысить стойкость инструмента до 2-х раз по сравнению с традиционной вакуумно-дуговой технологией. Эти результаты уже используются в учебном процессе при чтении дисциплины «Ионно-плазменная обработка инструмента и деталей машин».

Источник с металлическими фольгами на стенках полого катода, исключаящий потери распыляемого материала, внедрен на установках новой серии для производства тонкопленочных приборов «Ирида» (ООО «ЭСТО-Вакуум», Москва, Зеленоград).

Личный вклад автора. Автор внес определяющий вклад в разработку и наладку экспериментальных моделей источников металлического пара и быстрых молекул, в проведение экспериментов и анализ полученных результатов.

На защиту выносятся следующие научные положения:

1. Плазменная эмиссионная система на базе тлеющего разряда с бипотенциальным полым катодом и эмиссионным сеточным электродом, изготовленными из металла, входящего в состав наносимого покрытия, позволяет формировать смешанные потоки, состоящие из распыляемых атомов металла и быстрых атомов плазмообразующего газа, с возможностью независимого регулирования состава потока и энергии быстрых атомов.

2. Импульсно-периодическая бомбардировка осаждаемого покрытия быстрыми нейтральными атомами с энергией 1 кэВ и выше позволяет увеличить адгезию наносимого покрытия не менее чем в 4 раза по сравнению с непрерывной бомбардировкой атомами с энергией 100 эВ.

3. Использование эффекта рассеяния частиц формируемого потока по углам, позволяет повысить равномерность плотности потока в поперечном направлении путем

установки на оси потока поглощающего экрана, диаметр которого должен быть равен 35–40 % от диаметра потока.

4. Подбор конфигурации силовых линий и напряженности магнитного поля в области распыляемой мишени (дно полого катода) формирует область замкнутого азимутального дрейфа электронов, что позволяет:

- получить равномерную скорость распыления материала мишени на 85% площади, подвергаемой бомбардировке ионами;
- снизить рабочее давление в системе в 4 раза (до 0,1 Па);
- увеличить до 50 % и более долю ионов, распыляющих мишень, от общего числа ионов, образованных в объеме полого катода.

Достоверность и обоснованность результатов работы базируется на систематическом характере исследований, использовании независимых экспериментальных методик, на практической реализации научных положений и выводов при разработке источников металлического пара и ускоренных частиц, а также на результатах применения этих источников в технологических экспериментах.

Апробация результатов диссертации. Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на 12-ой Международной конференции по модификации материалов пучками частиц и потоками плазмы (Томск 2014), 66-ой Международной конференции по газовой электронике (Принстон 2013), 11-ой Международной конференции «Пленки и покрытия» (Санкт–Петербург 2013), 2-ой Международной заочной конференции «Инновационные материалы и технологии в машиностроительном производстве» (Орск 2013), 2-ой Всероссийской научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов с международным участием «Высокие технологии в современной науке и технике» (Томск 2013), 50-ой и 51-ой Международных научных студенческих конференциях «Студент и научно-технический прогресс» (Новосибирск 2012 и 2013) и 7-ой Международной научно-практической конференции «Техника и технология: новые перспективы развития» (Москва 2012).

Основные результаты исследований изложены в 20 трудах, из них 9 статей, опубликованных в научных журналах перечня ВАК, материалы 11 докладов, опубликованных в сборниках Международных конференций, по результатам работы получены 2 патента Российской Федерации. Список основных публикаций по теме диссертационной работы приведен в конце автореферата.

Структура диссертации. Диссертация состоит из введения, 4 глав, и заключения с общим объемом 116 страниц, содержит 56 рисунков. Список цитируемой литературы включает 102 наименования.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обосновывается актуальность, цель, научная новизна и практическая ценность работы. Излагается краткое содержание диссертации, и формулируются выносимые на защиту научные положения.

Первая глава содержит обзор литературных данных по источникам атомов металла и источникам ускоренных частиц для бомбардировки покрытий в процессе их осаждения.

Осаждаемые атомы металла получают испарением мишеней электронным пучком или катодными пятнами вакуумной дуги, магнетронным распылением, а также распылением пучками ускоренных ионов. Ускоренные ионы, бомбардирующие проводящее покрытие, осаждаемое на поверхности проводящего изделия, часто получают путем погружения изделия в плазму газового разряда и подачи на него напряжения отрицательной полярности.

Подать напряжение на погруженные в плазму изделия из диэлектриков невозможно, и при осаждении на них покрытий используют пучки ускоренных ионов или быстрых молекул. Известные сеточные ионные источники формируют пучки с током свыше 1 А лишь при энергии ионов 1 кэВ и выше. Разработанные А.В. Жариновым источники с анодным слоем формируют пучки с током 1 А также при напряжении более 1 кВ. Поэтому использовать их для бомбардировки покрытия ионами с энергией ~ 100 эВ и током до нескольких ампер невозможно.

В источнике быстрых молекул газа (А.С. Метель, С.Н. Григорьев 1997) одна сетка с высокой прозрачностью совмещает функции элемента электростатической ловушки тлеющего разряда, генерирующего плазменный эмиттер ионов, эмиссионного электрода и коллектора, собирающего медленные ионы, образующиеся в камере при перезарядке.

При синтезе покрытия на изделии сложной геометрической формы с полостями и выступами необходимо непрерывно бомбардировать покрытие быстрыми частицами. Это требование выполняется лишь в том случае, если атомы металла стартуют с той же самой эмиссионной поверхности, что и бомбардирующие покрытие быстрые частицы. В связи с этим необходимо разработать источники смешанных потоков быстрых молекул газа и атомов металла.

Можно использовать в качестве мишени изготовленный из необходимого металла полый катод или мишень внутри него. В обоих случаях через эмиссионную сетку одновременно поступают атомы металла и быстрые молекулы газа. Очевидно, что скорость синтеза покрытий и их характеристики будут зависеть от плотностей потоков частиц, их угловых распределений, энергии молекул, давления газа и других физических параметров. Все эти зависимости подлежат экспериментальному изучению.

На основании проведенного анализа в конце главы формулируются задачи экспериментальных исследований.

Во второй главе приводятся результаты исследования параметров смешанного потока атомов металла и плазмообразующего газа из тлеющего разряда с полым катодом и эмиссионной сеткой. На рис. 1 приведена схема установки с полым катодом 1 диаметром 260 мм, глубиной 100 мм с отверстием диаметром 200 мм, перекрытым медной сеткой 2 с прозрачностью 80%. Внутренние стенки полого катода покрыты медной фольгой 3 толщиной 0,7 мм. Положительный полюс источника питания 6 соединен с

анодом 5, а отрицательный – с полым катодом и сеткой через резисторы 8 и 9 сопротивлением по 250 Ом. Сетка 2 соединена с камерой 4 через резистор 10 сопротивлением $R_0 = 5$ кОм. Источник питания 14 подключен к резистору 10 через диод 15 и ключ 16. При замкнутом ключе и неизменном токе в цепи анода 5 он позволяет увеличить напряжение между камерой 4 и сеткой 2 до ~ 1 кВ, а в результате снизить до нуля ускоряющее ионы напряжение между анодом 5 и камерой 4 и энергию частиц. В центре сетки 2 можно закрепить медный диск 17 диаметром 75 мм, а в рабочей вакуумной камере установить полый держатель 18 подложек 19. Держатель изолирован от камеры и покрыт изнутри фольгой 20.

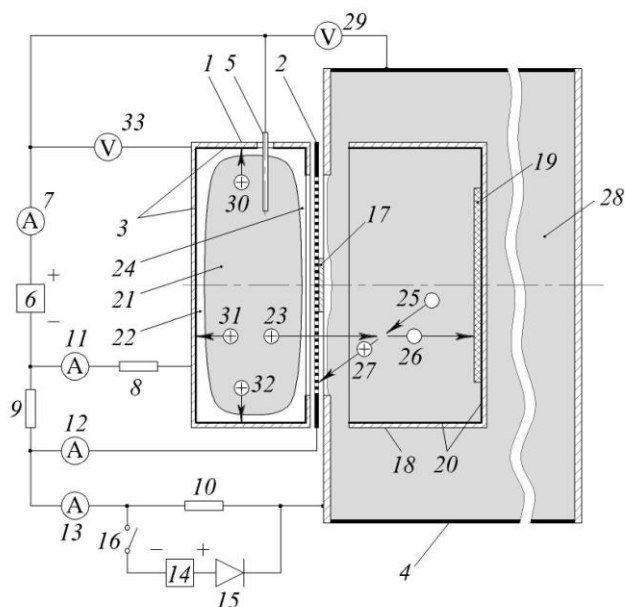


Рис. 1. Схема экспериментального источника.

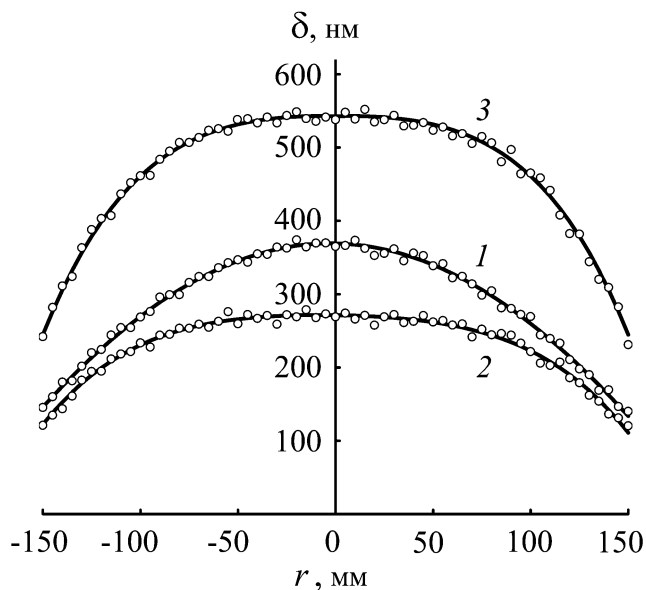


Рис. 2. Зависимость толщины пленки δ от расстояния r до центра подложки

Через устройство предварительной ионизации в камеру подается слабо ионизованный газ, проникающий через сетку 2 в полый катод 1. При включении источника 6 он инициирует при давлении аргона $p = 0,2-0,5$ Па зажигание тлеющего разряда, и катод 1 заполняется разрядной плазмой 21, отделенной от него слоем 22. Ток в цепи катода больше, чем в цепи сетки, и разность падений напряжения на резисторах 8 и 9 индуцирует напряжение между ними 100–200 В, не позволяющее электронам, эмитированным катодом, вылететь из него через сетку.

Ионы аргона 23 из плазменного эмиттера 21 ускоряются в слое 24 между эмиттером и сеткой 2 и влетают в камеру. При столкновениях с атомами аргона 25 происходит перезарядка, и ионы 23 превращаются в быстрые атомы 26, бомбардирующие подложку 19 и фольгу 20 внутри держателя 18. При нейтрализации объемного заряда медленных ионов 27 вторичными электронами со стенок камеры в ней образуется вторичная плазма 28. Ее концентрация максимальна вблизи сетки. Поэтому ток ионов 27 в цепи сетки превышает ток в цепи камеры. Последний индуцирует на резисторе 10 отрицательный потенциал сетки в 100–200 В, ограничивающий ток электронов из вторичной плазмы 28 в

полый катод. Ионы аргона 30–32 ускоряются катодным падением разряда U_k и распыляют фольгу 3 на стенках полого катода 1. Внутри катода образуется пар меди, поступающий через сетку в камеру. Однако медная пленка осаждается лишь на краях установленной вместо держателя 18 стеклянной подложки, удаленных более чем на 100 мм от ее центра, так как атомы аргона с энергией 900 эВ немедленно распыляют все осаждающиеся здесь атомы меди. В центре подложки быстрые атомы аргона образуют структурные дефекты, повышающие адгезию меди к стеклу. После указанной обработки напряжение между камерой и сеткой повышают с помощью источника питания 14, и ускоряющее ионы напряжение между анодом 5 и камерой 4 без изменения разрядных характеристик уменьшается от 900 до 100 В. В этом случае на стеклянной подложке при давлении $p = 0,2$ Па, токе в цепи катода $I_k = 1,5$ А и катодном падении $U_k = 850$ В за 2 часа осаждается зеркальная медная пленка, непрерывно бомбардируемая атомами аргона с энергией 100 эВ.

Кривая 1 на рис. 2 представляет зависимость толщины пленки δ от расстояния r до центра подложки. В центральной зоне диаметром 100 мм толщина пленки равна $\delta = 360 \pm 10$ нм, а скорость осаждения составляет 180 нм/ч. Однако с увеличением расстояния от центра подложки до 100 мм толщина уменьшается до $\delta = 265$ нм, а неоднородность возрастает до $\pm 24\%$.

Для повышения однородности пленки в центре сетки был установлен медный диск 17 диаметром 75 мм. Перекрытие потока атомов меди через центр сетки лишь незначительно уменьшило скорость осаждения пленки (кривая 2 на рис. 2), а неоднородность ее толщины в зоне диаметром 150 мм снизилась до $\pm 4\%$. Однако в центре подложки появилось матовое пятно диаметром 30 мм, в котором адгезия покрытия уменьшилась на порядок из-за того, что сюда не попадали быстрые атомы.

Увеличение диаметра отверстий сетки от 5 до 7 мм повысило угловой разброс быстрых атомов, и на том же расстоянии 0,15 м от сетки зона с матовой поверхностью и плохой адгезией исчезла, а прозрачность сетки и скорость осаждения покрытий увеличились в два раза (кривая 3 на рис.2).

Для изучения влияния на параметры пленки энергии атомов аргона на дне держателя 18 устанавливались стеклянные подложки размером 48×60 мм² с масками. Каждую из них бомбардировали 10 минут при давлении 0,2 Па атомами аргона с энергией 900 эВ, а затем в течение 30 минут при разных величинах энергии eU атомов аргона осаждали медную пленку. При энергии $eU \leq 50$ эВ толщина пленки δ не зависит от eU (рис. 3). Из-за распыления быстрыми атомами ее толщина с ростом энергии eU быстро уменьшается. При $eU = 200$ эВ она снижается в 2 раза, при 400 эВ – уже в 4 раза, а при энергии $eU \sim 600$ эВ падает до нуля.

Для осаждения пленок при энергии атомов аргона $eU > 900$ эВ использовался импульсно-периодический режим бомбардировки. Ключ 16 (рис. 1) размыкали на одну секунду по истечении каждого периода длительностью τ от 2 до 10 с. При замкнутом ключе энергия атомов аргона не превышала 50 эВ, а при его размыкании повышалась до ~ 1

кэВ. При тех же величинах $p = 0,2$ Па, $I_k = 1,5$ А и $U_k = 850$ В толщина покрытия δ при $\tau = 2$ с близка к нулю, а с ростом τ до 10 с увеличивается до $\delta = 140$ нм (рис. 4).

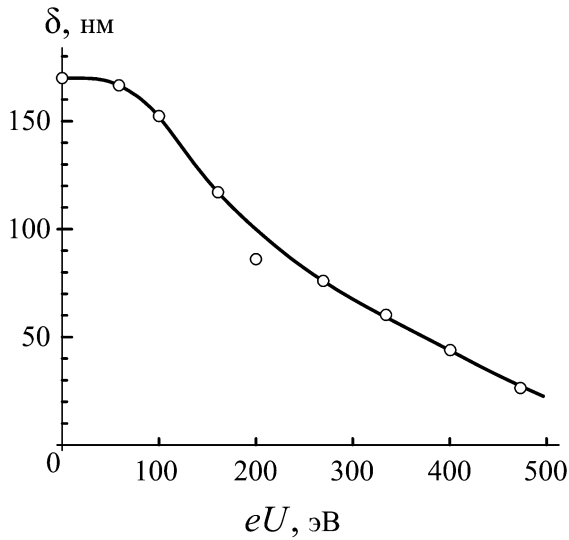


Рис. 3. Зависимость толщины δ медных пленок от энергии быстрых атомов аргона

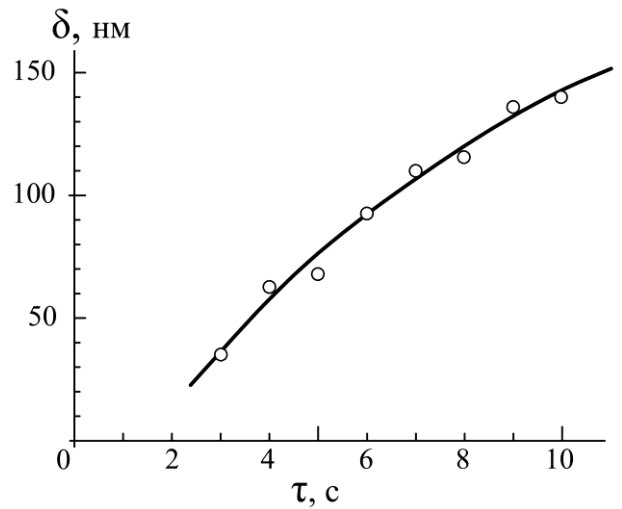


Рис. 4. Зависимость толщины δ медных пленок, периодически бомбардируемых в течение 1 с атомами аргона с энергией 900 эВ, от длительности периода τ

Адгезия медной пленки толщиной 140 нм повысилась до 2×10^7 Па, что в несколько раз выше по сравнению с пленкой толщиной 150 нм, осаждавшейся при непрерывной бомбардировке атомами аргона с энергией 100 эВ. При скорости осаждения 270 нм/ч толщина пленки, осаждаемой за 10 с, составляет 0,75 нм. А глубина проникновения атомов аргона с энергией 900 эВ в подложку и осаждаемую пленку на порядок больше. Атомы аргона в течение 1 с основательно перемешивают осажденный за 10 с слой сначала с материалом подложки, а затем с материалом ранее осажденных слоев металла. Это приводит к увеличению ширины интерфейса, улучшению адгезии пленки и модификации ее свойств.

В третьей главе описаны результаты экспериментальных исследований, направленных на поиск путей повышения доли атомов металла в формируемом смешанном потоке.

Титановая мишень 1 (рис. 5) диаметром 160 мм и толщиной 10 мм на дне того же полого катода 2 диаметром 260 мм и глубиной 100 мм, что представлен на рис. 1, крепится к охлаждаемому водой 3 держателю 4 из стали 45, на котором можно установить магнит 5. Источник питания 6 регулирует ток I_k в цепи катода до 3А при напряжении U_k между анодом 7 и катодом 2 до 0,7 кВ. Напряжение U_m источника 8 ускоряет распыляющие мишень 1 ионы 9 из разрядной плазмы 10 до энергии 0,5–3 кэВ. Между анодом 7 и сеткой 11 из листа титана толщиной 1 мм приложено от источника 12 ускоряющее ионы 13 напряжение U_c до 5 кВ. При столкновениях с атомами газа 14 ионы 13 превращаются в быстрые атомы 15, бомбардирующие подложку 16. Сетка соединена с камерой

17 через резистор 18 с сопротивлением R , варьируемым от 0,5 до 600 кОм. Ток в цепи камеры $I_{кам}$ образованных при перезарядке ионов 19 и проникающих через сетку в полый катод из вторичной плазмы 20 электронов индуцирует на резисторе 18 отрицательный потенциал сетки, ограничивающий ток этих электронов в полый катод. При равных потенциалах мишени 1 и катода 2 плотность тока на мишени такая же, как на сетке, но с увеличением U_m до 3 кВ из-за кинетической ионно-электронной эмиссии она возрастает в 1,8 раза.

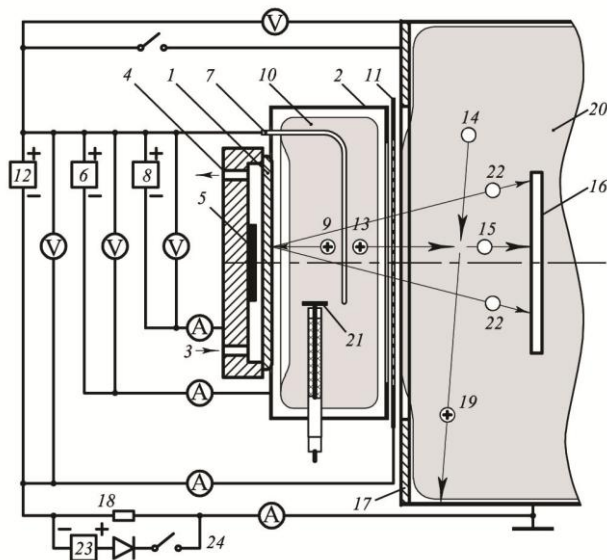


Рис. 5. Схема источника. 1 – мишень; 2 – полый катод; 3 – подача воды; 4 – держатель; 5 – магнит; 6, 8, 12, 23 – источники питания; 7 – анод; 9, 13 – ионы; 10 – плазменный эмиттер; 11 – сетка; 14 – молекула газа; 15 – быстрая молекула; 16 – подложка; 17 – камера; 18 – резистор; 19 – медленный ион; 20 – вторичная плазма; 21 – зонд; 22 – атомы металла

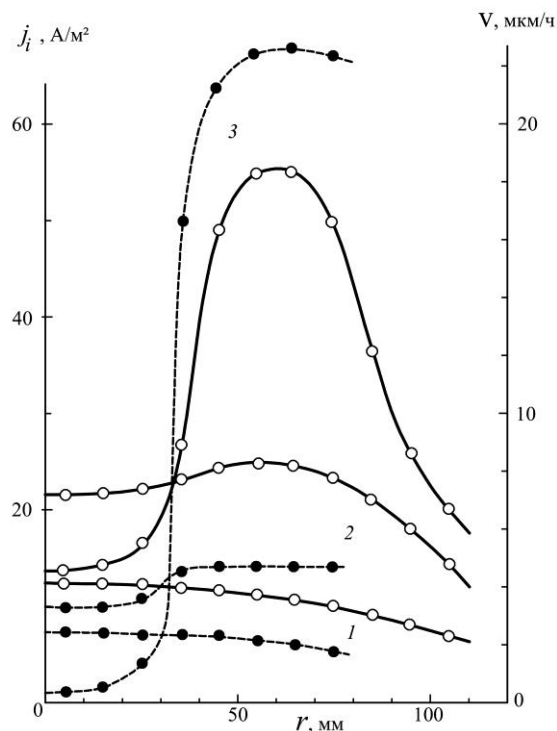


Рис. 6. Радиальные распределения плотности тока на зонд j_i (сплошные кривые) и скорости распыления мишени v (штриховые кривые)

Сплошная кривая 1 на рис. 6 представляет радиальное распределение плотности ионного тока j_i из плазмы 10 на дисковый зонд 21, перемещающийся на расстоянии 40 мм от мишени (рис. 5), при $U_m = 1$ кВ, $U_c = 0,7$ кВ, давлении аргона $p = 0,4$ Па и токе катода $I_k = 1$ А. Штриховая кривая 1 дает распределение скорости v распыления мишени. Для определения v к мишени крепились титановые полосы с масками, а величину v получали делением высоты ступеньки между закрытой маской и открытой поверхностями полосы на время распыления.

Как и плотность тока j_i , скорость v максимальна на оси и уменьшается на краю мишени на 15%. Доля χ ионов, экстрагируемых из плазмы 10 на мишень 1, составляет 12%. Коэффициент распыления титана ионами аргона с энергией 1 кэВ равен единице, и

при равных плотностях тока ионов на мишень и на сетку плотность потока на подложку 16 атомов металла 22 меньше, чем быстрых атомов аргона 15. При энергии последних свыше 500 эВ они распыляют весь осаждаемый на подложке металл. С увеличением U_m от 1 до 3 кВ скорость распыления в центре мишени возрастает от 1,2 до 3,3 мкм/ч. Увеличение отношения плотности потока атомов металла j_m к плотности потока быстрых атомов j_a позволяет повысить их энергию и глубину модификации поверхности.

После установки за мишенью 1 дискового магнита 5 диаметром 60 мм с максимальной индукцией на поверхности мишени 37 мТл доля χ увеличилась до 25%. Магнитное поле вынуждает осциллирующие внутри полого катода быстрые электроны чаще подлетать к мишени и отражаться в слое у ее поверхности. Это повысило концентрацию плазмы у дна катода, и при токе катода $I_k = 1$ А средняя плотность ионного тока на мишень $0.22 \text{ А}/0.02 \text{ м}^2 = 11 \text{ А}/\text{м}^2$ стала в 2 раза выше, чем на сетку $0.15 \text{ А}/0.03 \text{ м}^2 = 5 \text{ А}/\text{м}^2$. Кривые 2 на рис. 6 свидетельствуют о перераспределении плазмы не только по оси, но и по радиусу катода. На расстоянии r до центра мишени от 30 до 80 мм скорость распыления $v = 4,5$ мкм/ч, а при $r < 30$ мм она на 15% меньше.

Для изучения возможности регулировки энергии быстрых молекул газа в источнике с магнитным полем изменением сопротивления R резистора 18 были получены зависимости от ускоряющего напряжения U_c тока в цепи камеры $I_{кам}$ (рис. 7а) и ускоряющего ионы 13 потенциала ϕ_a анода 7 (рис. 7б) при токе в цепи сетки $I_c = 0,2$ А, давлении аргона 0,4 Па и равных потенциалах катода 2 и мишени 1. При $R = 4$ кОм и $U_c = 3$ кВ энергия ускоренных ионов $e\phi_a = 2,5$ кэВ, а ток камеры $I_{кам}$ почти в 2 раза меньше тока сетки I_c . С уменьшением U_c до 0,5 кВ энергия ионов снижается до $e\phi_a = 0,3$ кВ, что приводит к уменьшению длины перезарядки и отношения $I_{кам}/I_c$ от 0,5 до 0,15. С увеличением R до 160 кОм при $U_c = 3$ кВ отношение $I_{кам}/I_c$ снижается до 0,08, а с уменьшением U_c до 0,5 кВ оно при $R = 160$ кОм снижается до $I_{кам}/I_c \approx 0,01$.

С уменьшением R до 0,5 кОм электроны из вторичной плазмы 20 проникают в полый катод, и ток в цепи камеры $I_{кам}$ возрастает в 4 раза. Энергия $e\phi_a$ бомбардирующих подложку 16 быстрых атомов 15 уменьшается с увеличением R и при $R = 160$ кОм в диапазоне U_c от 1 до 2,5 кВ не превышает 150 эВ. Однако с уменьшением U_c до 0,7 кВ энергия $e\phi_a$ повышается до 400 эВ, а с увеличением U_c до 4 кВ она возрастает до $e\phi_a = 1$ кэВ (рис. 7б). Минимальная энергия $e\phi_a$ быстрых атомов аргона 16 даже при максимальном R может с увеличением U_m до 3 кВ превысить 0,5 кэВ, и они будут распылять все осаждающиеся на подложке 17 атомы металла. Чтобы синтезировать покрытия, необходимо либо далее снижать отношение плотности потока быстрых атомов аргона j_a к плотности потока атомов металла j_m , либо бомбардировать подложки в импульсно-периодическом режиме, либо снижать энергию атомов аргона, пропуская через резистор 18 ток дополнительного источника питания 23, как описано в главе 2, что уменьшит глубину модификации поверхности.

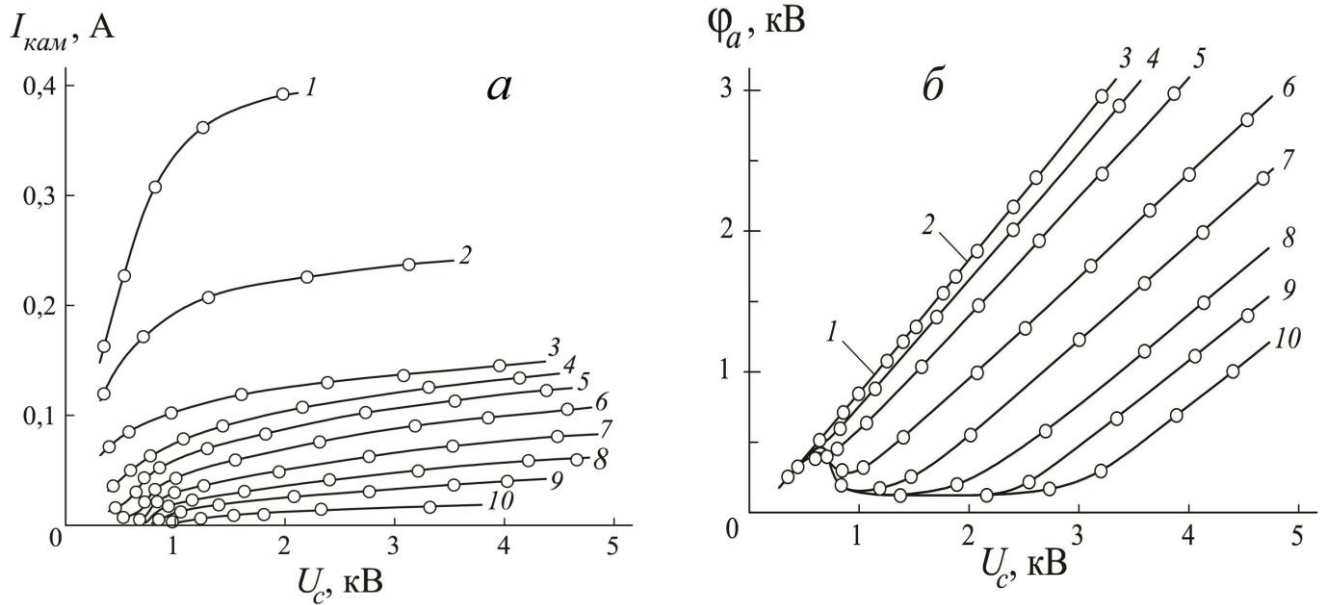


Рис. 7. Зависимости от напряжения U_c между анодом и сеткой тока в цепи камеры $I_{кам}$ (а) и потенциала анода ϕ_a (б) при токе $I_c = 0,2$ А и сопротивлении резистора $R = 0,5$ (кривые 1), 1 (2), 2 (3), 4 (4), 10 (5), 20 (6), 40 (7), 80 (8), 160 (9) и 600 кОм (10).

Четвертая глава посвящена описанию результатов изучения зависимости пространственного распределения плазмы и интенсивности распыления мишени от конфигурации неоднородного магнитного поля.

На рис. 8а представлена конфигурация поля магнита диаметром 60 мм, а на рис. 8б – зависимости от расстояния r до оси катода нормальной B_n (штриховые кривые) и тангенциальной B_t (сплошные кривые) составляющей вектора магнитной индукции на поверхности мишени (кривые 1) и на расстоянии от нее 25 мм (2) и 50 мм (3). Арочная конфигурация поля на периферии мишени вызывает азимутальный дрейф эмитированных ее поверхностью электронов. В образовавшейся здесь магнитной ловушке длина их пути до анода увеличивается, и скорость распыления мишени становится немного больше, чем в ее центре (кривые 2 на рис. 6). После установки магнита с диаметром 85 мм составляющая B_n магнитной индукции на краю мишени (пунктирная кривая на рис. 8б) повысилась от 1 до 6 мТл и затруднила уход электронов из ловушки. В результате при $U_m = 1$ кВ и токе катода $I_k = 1$ А плотность тока на сетку снизилась от 5 до 2,5 А/м², а средняя плотность ионного тока на мишень возросла от 11 до 37 А/м² и стала в 15 раз выше плотности тока на сетку. Доля тока ионов из эмиттера на мишень χ повысилась от 25 до 56%, а скорость распыления мишени возросла до 22 мкм/ч.

Для оценки эффективности разработанного источника при синтезе покрытий в углублениях диэлектрических изделий на двух подложках из поликора (Al_2O_3) высотой 48 мм и длиной 60мм, установленных на расстоянии 25 мм друг от друга на вращающемся в центре камеры со скоростью 8 об/мин столе, после добавления к аргону 15% азота при напряжении на мишени $U_m = 1,2$ кВ, токе $I_k = 3$ А в цепи полого катода, плотности экви-

валентного тока $j = 14 \text{ А/м}^2$ быстрых молекул с энергией $\varepsilon = 200 \text{ эВ}$ в течение 6 часов синтезировались покрытия из нитрида титана.

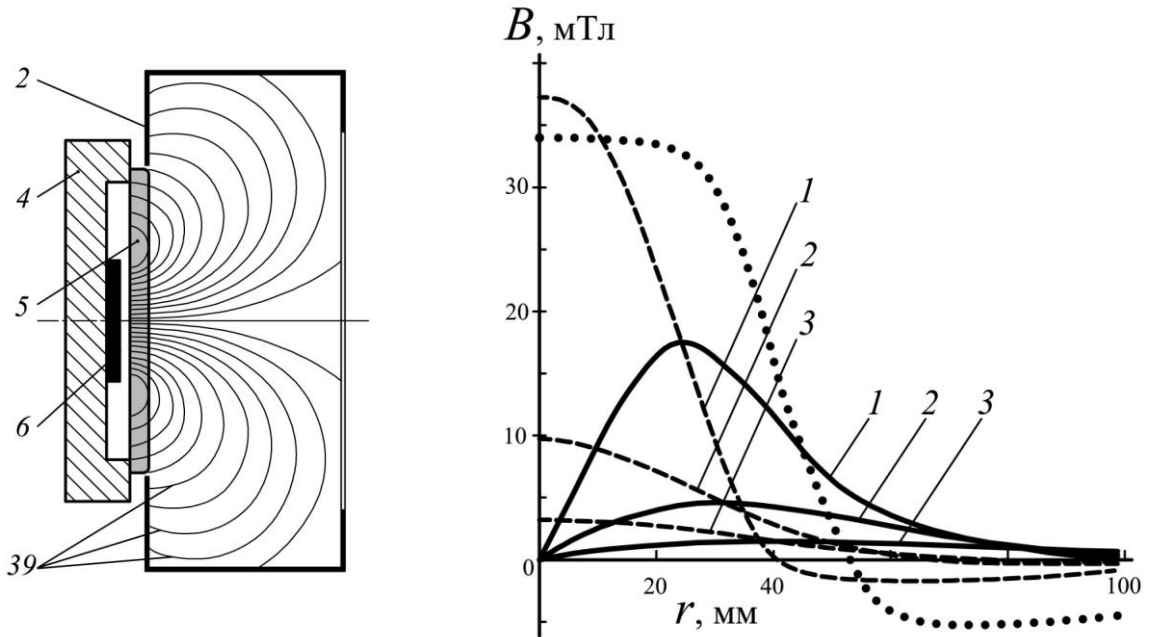


Рис. 8а. Линии магнитного поля.

Рис. 8б. Зависимости магнитной индукции B от r .

Верхняя часть подложек была закрыта масками. После осаждения покрытий их снимали и на разных расстояниях от одного из краев подложки измеряли высоту δ ступенек между открытыми и закрытыми масками поверхностями. На внешней поверхности пластины толщина покрытия распределена достаточно однородно и составляет $\delta \sim 5 \text{ мкм}$ (рис. 9а). На внутренней поверхности пластины толщина покрытия снижается от $\sim 5 \text{ мкм}$ на краях до $\sim 3,2 \text{ мкм}$ в середине пластины (рис. 9б). Тем не менее, на внешних и внутренних поверхностях пластин микротвердость покрытий $\sim 2400 \text{ HV}_{25}$ и их золотистый цвет одинаковы. Дифрактограмма покрытия на внутренней поверхности пластины не отличается от дифрактограммы покрытия на ее внешней поверхности и соответствует покрытиям состава TiN , осаждаемым стандартным методом магнетронного распыления.

Для синтеза покрытий на второй паре таких же подложек использовались электродуговой испаритель металла с током дуги 100 А и источник пучка молекул азота с энергией $\varepsilon = 200 \text{ эВ}$ и эквивалентным током $0,5 \text{ А}$, оси которых перпендикулярны друг другу. В течение 4 часов на внешних поверхностях вращавшихся подложек были получены покрытия темного цвета с достаточно равномерно распределенной по длине толщиной $\sim 3,3 \text{ мкм}$. В то же время на внутренних поверхностях подложек толщина покрытий изменялась от 3 мкм на краях до $1,8 \text{ мкм}$ в середине подложки. Микротвердость покрытий на внутренних поверхностях подложек составила от 250 HV_{50} до 300 HV_{50} , что характерно для металлического, а не нитридного покрытия.

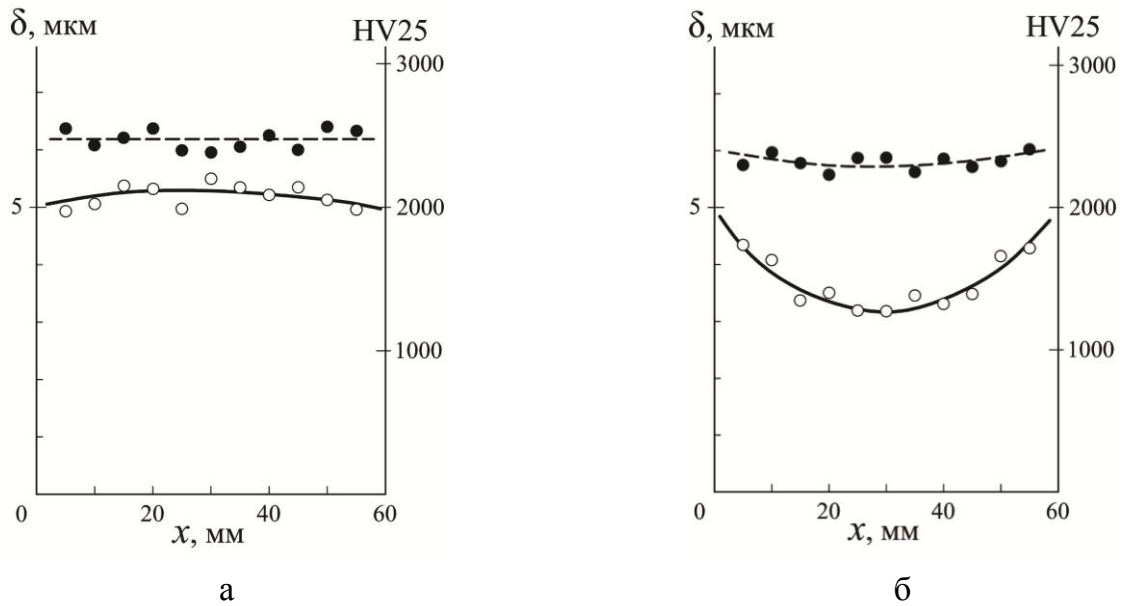


Рис. 9. Зависимости от расстояния x до края пластины длиной 60 мм толщины δ покрытия (сплошные кривые) и его микротвердости (итриховые кривые) на внешней (а) и внутренней (б) поверхностях подложки.

Таким образом, однородность свойств покрытий, синтезируемых при изменяющихся углах падения частиц на поверхность диэлектрических изделий сложной геометрии с глубокими пазами, обеспечивает лишь разработанный в настоящей работе источник, в котором траектории атомов металла и быстрых молекул газа совпадают.

В заключении анализируются основные результаты работы.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

1. Показано, что плотность потока из полого катода тлеющего разряда через отрицательную по отношению к нему сетку распыляемых ионами аргона атомов материала катода, сопровождаемых до изделия быстрыми атомами газа, и скорость их осаждения на изделии возрастают с увеличением катодного падения потенциала и тока разряда, а с ростом энергии быстрых атомов аргона скорость осаждения снижается до нуля при энергии свыше 0,5 кэВ.

2. Доказано, что однородный поток через эмиссионную сетку атомов металла на сравнимом с ее диаметром расстоянии становится из-за их большого углового разброса неоднородным. Перекрытие потока атомов металла через центр сетки обеспечивает высокую однородность толщины покрытия на неподвижной подложке с диаметром, соизмеримым с диаметром сетки, при сохранении однородности бомбардировки осаждаемого покрытия быстрыми атомами и его высокой адгезии.

3. Показано, что при использовании бипотенциального полого катода с изолированным дном в качестве мишени и подаче на него отрицательного напряжения до нескольких киловольт скорость распыления при том же токе в цепи мишени на порядок

выше, чем в магнетронном разряде с напряжением в сотни вольт, а неоднородность распыления ее поверхности не превышает 15%.

4. Установлено, что в неоднородном магнитном поле с магнитными линиями, проходящими через центральную зону мишени и пересекающими сетку, катод и частично периферию мишени, доля ионов, поступающих из плазмы на мишень, при магнитной индукции на границе мишени $B_0 = 1$ мТл повышается от 12 до 25%, а при $B_0 = 1$ мТл – до 56%, при сохранении однородности распыления 85% поверхности мишени и потоке распыленных атомов на подложку, на порядок превышающем поток быстрых молекул газа.

Рекомендации по дальнейшей разработке темы и применению результатов работы.

Результаты исследования планируется использовать при разработке установки для синтеза сверхтвердых наноструктурных покрытий на изделиях из любых материалов, в том числе и диэлектриков. Предполагается распылять мишени в разряде с полым катодом в неоднородном магнитном поле, обеспечивающем коэффициент использования их материала до 85%, а также формировать импульсные пучки нейтральных молекул с энергией 30–50 кэВ в результате ускорения ионов из плазмы разряда и их перезарядки. Это позволит создать на поверхности синтезируемых диэлектрических покрытий на диэлектрических изделиях такие же физические условия, которые уже обеспечили высокую адгезию, твердость и трещиностойкость покрытий на проводящих покрытиях и изделиях при подаче на них высоковольтных импульсов отрицательной полярности.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

В научно-технических журналах из перечня ВАК

1. **Болбуков, В.П.** Регулировка энергии быстрых молекул газа в смешанном с атомами металла потоке изменением сопротивления резистора между рабочей камерой и эмиссионной сеткой источника / В.П. Болбуков // Вестник МГТУ «СТАНКИН». 2014. № 3. С. 54–57.
2. **Болбуков, В.П.** Распыление мишени на дне полого катода источника быстрых молекул газа в неоднородном магнитном поле / В.П. Болбуков // Вестник МГТУ «СТАНКИН». 2014. № 2. С. 111–117.
3. **Болбуков, В.П.** Устройство для осаждения тонких пленок с бомбардировкой быстрыми атомами аргона / А.С. Метель, В.П. Болбуков, М.А. Волосова, С.Н. Григорьев, Ю.А. Мельник // Приборы и техника эксперимента. 2014. № 3. С. 114–121.
4. **Болбуков, В.П.** Осаждение металлических и нитридных покрытий на изделиях сложной геометрической формы / С.Н. Григорьев, М.А. Волосова, А.С. Метель, Ю.А. Мельник, В.П. Болбуков // Упрочняющие технологии и покрытия. 2012. № 12. С. 44–48.
5. **Болбуков, В.П.** Осаждение покрытий в смешанном потоке металлического пара и быстрых молекул газа / В.П. Болбуков // Вестник МГТУ «СТАНКИН». 2012. № 4. С. 51–55.

6. **Болбуков В.П.** Источники широких пучков быстрых молекул с секционированными холодными катодами и эмиссионными сетками / А.С. Метель, С.Н. Григорьев, Ю.А. Мельник, В.П. Болбуков // Приборы и техника эксперимента. 2012. № 1. С. 130–139.

7. **Болбуков, В.П.** Характеристики источника пучка быстрых атомов при инъекции в него через эмиссионную сетку электронов из рабочей вакуумной камеры / А.С. Метель, С.Н. Григорьев, Ю.А. Мельник, В.П. Болбуков // Приборы и техника эксперимента. 2012. № 2. С. 149–154.

8. **Болбуков, В.П.** Упрочнение поверхности изделий сложной геометрической формы в смеси металлического пара и быстрых молекул газа / М.А. Волосова, С.Н. Григорьев, А.С. Метель, Ю.А. Мельник, В.П. Болбуков // Металлофизика и новейшие технологии. 2013. Т. 35. № 11. С. 1551–1566.

9. **Bolbukov, V.** Source of metal atoms and fast gas molecules for coating deposition on complex shaped dielectric products / A. Metel, V. Bolbukov, M. Volosova, S. Grigoriev, Yu. Melnik // Surface & Coatings Technology. 2013. V. 225. P. 34–39.

В других изданиях

10. **Bolbukov, V.P.** Broad beams of high-energy reactive gas molecules / Metel A.S., Bolbukov V.P., Volosova M.A., Grigoriev S.N., Melnik Yu.A. // 4th International Congress on Radiation Physics and Chemistry of Condensed Matter, High Current Electronics and Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. Abstracts. – Tomsk, – 2014. P. 217.

11. **Bolbukov, V.P.** Source of metal atoms and pulsed beams of high-energy gas molecules / Metel A.S., Bolbukov V.P., Volosova M.A., Grigoriev S.N., Melnik Yu.A. // 4th International Congress on Radiation Physics and Chemistry of Condensed Matter, High Current Electronics and Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. Abstracts. – Tomsk, – 2014. P. 221.

12. **Bolbukov, V.** A source of metal vapor and pulsed beams of high-energy gas molecules / A. Metel, V. Bolbukov, M. Volosova, S. Grigoriev, Yu. Melnik. // Bulletin of the American Physical Society. – Princeton, New Jersey, USA – 2013. V. 58. P.110–111.

13. **Болбуков, В.П.** Источник металлического пара и быстрых молекул газа для синтеза покрытий на диэлектрических изделиях сложной геометрической формы / А.С. Метель, В.П. Болбуков, М.А. Волосова, С.Н. Григорьев, Ю.А. Мельник // Труды 11-й международной конференции «Плёнки и покрытия–2013», – Санкт-Петербург, – 2013г., С. 203–205.

14. **Болбуков, В.П.** Осаждение тонких плёнок с ассистированием пучком без потерь материала мишени / А.С. Метель, В.П. Болбуков, М.А. Волосова, С.Н. Григорьев, Ю.А. Мельник // Труды 11-й международной конференции «Плёнки и покрытия – 2013», – Санкт-Петербург, – 2013г., С. 206-208.

15. **Болбуков, В.П.** Исследование источников смешанного потока металлического пара и быстрых молекул газа для обработки сложных геометрических изделий / В.П.

Болбуков // Материалы II международной заочной конференции «Инновационные материалы и технологии в машиностроительном производстве», – Орск. – 2013. С. 68-69.

16. **Bolbukov, V.** Deposition of thin films using a source of metal vapor mixed with fast argon atoms / V. Bolbukov, A. Metel // Материалы II Всероссийской научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов с международным участием «Высокие технологии в современной науке и технике», – Томск. – 2013. С.10-14.

17. **Болбуков, В.П.** Осаждение тонких плёнок с помощью источника металлического пара и быстрых атомов аргона / В.П. Болбуков // Материалы 51-й Международной научной студенческой конференции «Студент и научно-технический прогресс»: Физика сплошных сред, – Новосибирск, – 2013 г., С. 73.

18. **Болбуков, В.П.** Источники широких пучков быстрых молекул с секционированными холодными катодами и эмиссионными сетками / В.П. Болбуков // Материалы 50-й Международной научной студенческой конференции «Студент и научно-технический прогресс»: Физика твёрдого тела и электроника, – Новосибирск, – 2012 г., С. 82.

19. **Bolbukov, V.P.** Beam-assisted deposition using a source of metal vapor mixed with fast gas molecules / Melnik Yu.A., Bolbukov V.P., Grigoriev S.N., Metel A.S. // 3rd International Congress on Radiation Physics and Chemistry of Condensed Matter, High Current Electronics and Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. Abstracts. – Tomsk, – 2012. P. 312– 313.

20. **Болбуков, В.П.** Повышение адгезии и управление структурой медных плёнок на диэлектрических подложках / В.П. Болбуков // Материалы VII Международной научно-практической конференции «Техника и технология: новые перспективы развития», – Москва – 2012. С.107–108.

21. **Болбуков, В.П.** Устройство для осаждения металлических пленок. – Патент 2510984 С2 Российская Федерация, МПК H01J 27/04 (2006.01) / А.С. Метель, С.Н. Григорьев, М.А. Волосова, Ю.А. Мельник, В.П. Болбуков, Д.Г. Челапкин, В.Е. Белецкий, В.Ю. Киреев, С.А. Князев.

22. **Болбуков, В.П.** Устройство для синтеза композитных покрытий. – Патент 2531373 С2 Российская Федерация, МПК H01J 27/04 (2006.01) / А.С. Метель, В.П. Болбуков, М.А. Волосова С.Н. Григорьев, Ю.А. Мельник.