

На правах рукописи



ТРИФОНОВ СЕРГЕЙ АЛЕКСАНДРОВИЧ

**ИОННО-ПЛАЗМЕННЫЕ МОДУЛИ
ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ
УГЛЕРОДОСОДЕРЖАЩИХ ПОКРЫТИЙ**

Специальность 05.27.02 – Вакуумная и плазменная электроника

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Санкт-Петербург – 2017

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина)», кафедра электронных приборов и устройств.

Научный руководитель:
лауреат государственной премии Российской Федерации в области науки и техники, доктор технических наук, доцент **Лисенков Александр Аркадьевич**

Официальные оппоненты:
Пронин Владимир Петрович, доктор физико-математических наук, профессор, профессор кафедры теоретической физики и астрономии, ФГБОУ ВО «Российский государственный педагогический университет им. А. И. Герцена», директор центра коллективного пользования ЦКП-3 «Атомно – силовая микроскопия и вакуумное напыление», г. Санкт-Петербург.

Сошников Илья Петрович, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник Лаборатории физики полупроводниковых гетероструктур Физико-технического института имени А. Ф. Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург.

Ведущая организация: Федеральное государственное унитарное предприятие Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «Прометей» имени И. В. Горынина Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», г. Санкт-Петербург.

Защита состоится 26 декабря 2017 года в 17 часов 00 минут на заседании диссертационного совета Д 212.238.08 Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина) по адресу: 197376, Санкт-Петербург, ул. проф. Попова, 5.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ» им. В. И. Ульянова (Ленина) и на сайте университета: eltech.ru

Автореферат разослан «25» октября 2017 года.
Ученый секретарь
диссертационного совета



Смирнов Е. А.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Прогрессивность технологий, используемых в современном промышленном производстве, определяется соответствием уровня их развития основным тенденциям развития науки, к которым относятся экологическая безопасность, энерго- и ресурсосбережение, полная автоматизация и т. д. В связи с этим неуклонно растет интерес исследователей к созданию новых экологически безопасных модулей ионно-плазменного напыления с повышенной технологической и экономической эффективностью, предназначенных как для модифицирования поверхностных свойств материалов, так и для нанесения покрытий и тонких пленок, применяемых при изготовлении изделий микро- и наноэлектроники, в оборонном, машиностроительном и радиационно-химическом производствах и т. д.

На настоящем этапе развития ионно-плазменного напыления одной из основных задач является разработка технологических процессов по формированию функциональных покрытий на основе углерода: чистых наноструктурированных углеродосодержащих пленок, комбинированных пленок с металлическими включениями и карбидных соединений. Использование ионно-плазменных модулей позволяет в процессе формирования покрытий в широких пределах управлять их оптическими, электрическими и механическими свойствами, что открывает широкие возможности практического применения полученных специальных, защитных, антиэмиссионных, композиционных и радиопоглощающих покрытий.

Разработка промышленной технологии получения антиэмиссионных покрытий для сеточных электродов мощных генераторных ламп, а также материалов и покрытий нового поколения на основе тонких пленок гидrogenизированного аморфного углерода с ферромагнитными наночастицами 3d-металлов (Fe, Co, Ni), напыленных на высокомодульную арамидную ткань типа кевлар или стеклоткань, представляет большой интерес и отвечает наиболее актуальным современным проблемам обеспечения снижения радиозаметности специальной наземной, морской, воздушной и космической техники, а также на новом уровне решает проблемы электромагнитной совместимости бортовых электронных комплексов, обеспечивает защиту биологических объектов от электромагнитного излучения, а компьютерных систем обработки информации от несанкционированного доступа.

Эффективность ионно-плазменных модулей для получения пленок α -C, α -C:H и α -C:H-Me во многом определяется техническими характеристиками технологических устройств, использующих методы физического осаждения из плазмы газового разряда в магнетронных распылительных системах (МРС) и дугового разряда в вакууме на интегрально-холодном катоде в вакуумно-дуговых устройствах (ВДУ).

Вакуумно-дуговые источники плазмы обеспечивают высокие скорости роста наносимого покрытия, что значительно повышает энергоэффективность и снижает себестоимость использования данного метода. Однако при этом актуальны проблемы формирования покрытий на нетермостойких материалах и подложках большой площади.

Для получения наноструктурированных тонкопленочных покрытий на диэлектрических нетермостойких материалах большой площади могут быть использованы МРС планарного типа. Главным преимуществом этих устройств является возможность плавного изменения технологических параметров, определяющих качество и, как следствие, эксплуатационные характеристики получаемых изделий.

Цель диссертационной работы – разработка технологических методов и ионно-плазменного оборудования для нанесения наноструктурированных углеродосодержащих покрытий на тугоплавкие подложки, а также на диэлектрические нетермостойкие материалы большой площади с заданными эксплуатационными свойствами.

Реализация поставленной цели достигается решением следующих **теоретических и практических** задач:

- исследованием технологических особенностей физических процессов распыления графитового катода вакуумно-дуговым разрядом, работающим в стационарном режиме, для формирования антиэмиссионных покрытий на электродах генераторных ламп;

- разработкой методов управления технологическим процессом осаждения частиц из плазменного потока, формируемого при распылении графитового катода, на подложку с учетом влияния рабочего газа и напряжения смещения на свойства получаемых тонких пленок и покрытий;

- разработкой системы предварительного нагрева нетермостойких подложек с автоматизированным контролем параметров;

- разработкой управляемого модуля высокоэффективной системы ионно-плазменной очистки диэлектрических и нетермостойких подложек для широкого круга задач;

- разработкой технологии нанесения функциональных углеродных покрытий и радиопоглощающих пленок на основе углерода с металлическими включениями ферромагнитных материалов на гибкие, тканевые и твердотельные подложки большой площади с учетом особенностей использования магнетронных распылительных систем;

- изучением влияния степени разбалансированности магнитного поля, создаваемого магнитными системами, стабилизирующими газовый разряд, на эффективность распыления с применением средств компьютерного моделирования;

– исследованием основных физических, химических и электромагнитных свойств формируемых радиопоглощающих покрытий.

Объект исследования – ионно-плазменное технологическое оборудование на основе вакуумно-дугового и аномального тлеющего разрядов.

Предмет исследования – эффекты и явления, возникающие:

– при формировании потоков плазмы в процессе распыления материала катода вакуумно-дуговым разрядом;

– воздействию скрещенных электрического и магнитного полей на плазменный поток, формируемый в магнетронных распылительных системах;

– разных способах плазменной обработки гибких тканевых и твердотельных металлических и керамических, а также нетермостойких материалов.

Методы проведения исследований. Основные результаты работы получены с применением современных теоретических и экспериментальных методов исследований. Осуществлялось математическое моделирование, протекающих процессов и проводился их численный расчет. Для исследования состава и структуры формируемых покрытий проводился рентгенографический и микроструктурный анализ. Химический состав покрытий определялся с помощью электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа. Совпадение и корреляция полученных экспериментальных результатов исследований с расчетными данными подтверждают обоснованность сделанных выводов и выносимых научных положений.

Научная новизна работы заключается в следующих результатах:

1. На основе теоретических и экспериментальных исследований разработаны автоматизированные методы осаждения покрытий на основе углерода из плазмы дугового разряда в вакууме для сеточных электродов мощных генераторных ламп.

2. На основе теоретических и экспериментальных исследований выявлены основные закономерности влияния электромагнитного управления на условия осаждения углеродосодержащих наноструктурированных пленок.

3. Изучена зависимость параметров формируемых пленочных покрытий при работе магнетронной распылительной системы в различных условиях интенсивности распыления мишеней.

4. Исследованы особенности режимов работы плазменной системы на базе источника быстрых нейтралов в условиях пониженного давления.

5. Исследованы особенности технологии формирования функциональных углеродосодержащих покрытий α -C:H–Me на нетермостойких диэлектрических материалах.

6. Разработан метод повышения эффективности магнетронного распыления планарных углеродных и металлических мишеней из ферромагнитных материалов путем использования магнитных систем на базе соленоидов.

Практическая значимость диссертационной работы подтверждается следующим:

1. Разработана технология формирования антиэмиссионного углеродосодержащего покрытия для сеточных электродов генераторных ламп.

2. Разработана и внедрена система газоразрядной очистки диэлектрических подложек на базе управляемого газоразрядного источника нейтральных частиц для реализации методов улучшения адгезии формируемых покрытий.

3. Для повышения сцепления осаждаемого материала с диэлектрической поверхностью спроектирована и внедрена система косвенного ее нагрева, управляемая посредством пропорционального интегрально-дифференциального регулирования.

4. Разработанная технология предварительной очистки и осаждения наноструктурированных покрытий на основе углерода (α -C:H-Me) позволила получить радиопоглощающие покрытия с высокими эксплуатационными свойствами в широком диапазоне частот.

Новые результаты, полученные в ходе выполнения работы, позволили сформулировать **научные положения**, выносимые на защиту:

1. Плазменное модифицирование свойств поверхностного слоя с последующим формированием из плазмы вакуумно-дугового разряда покрытия на основе углерода достигается при последовательной подаче разнополярных импульсов, формирующих ускоренные ионные и электронные потоки с преобладанием по времени электронной составляющей.

2. Максимальная эффективность очистки диэлектрической поверхности потоком нейтральных частиц, формируемым из газового разряда, достигается при использовании нейтрализатора с выходными каналами, ориентированными к рабочей поверхности под углом $10...15^\circ$ и степенью шероховатости поверхности не более $0.63R_a$.

3. Наноструктурированные углеродосодержащие покрытия составов α -C:H-Me с заданными электрофизическими свойствами и высокой адгезионной способностью на диэлектрических поверхностях реализуются при последовательном проведении технологических операций предварительного нагрева, финишной очистки управляемым источником быстрых нейтральных частиц и ионно-плазменного осаждения с помощью магнетронных распылительных систем.

Реализация результатов работы. Научные и технические результаты работы, полученные в настоящей диссертационной работе, применены в процессе проведения работ ОКР: «Кевлар-ФД», «Москит-ФД», 2015 г.; договор №РЕ-0111/2014 с ООО «Вактрон» и внедрены в АО «НИИ Феррит-Домен».

Результаты диссертационной работы внедрены в учебный процесс кафедры электронных приборов и устройств СПбГЭТУ «ЛЭТИ».

Достоверность и обоснованность полученных в работе результатов определяется:

- хорошим совпадением экспериментальных данных, полученных при использовании различных методов, с теоретическими расчетами и результатами математического моделирования;
- непротиворечивостью полученных в работе результатов и выводов, сделанных на их основе, с результатами других исследований.

Апробация работы проводилась на ежегодных научно-технических конференциях профессорско-преподавательского состава СПбГЭТУ «ЛЭТИ» и следующих научно-технических конференциях:

- «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии», 18-я Международная конференция. Севастополь, 8–12 сентября 2008 г.;
- «Плазменные технологии исследования, модификации и получения материалов различной физической природы», Международная научная конференция. Казань, 16–18 октября 2012 г.;
- 68-я НТК А. С. Попова, посвященная Дню радио. Санкт-Петербург, СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 18–26 апреля 2013 г.;
- «Вакуумная техника и технологии–2014», 21-я Всероссийская НТК с международным участием. Санкт-Петербург, 17–19 июня 2014 г.;
- «Пленки и покрытия – 2015», 12-я международная конференция. Санкт-Петербург, 19–22 мая 2015 г.;
- «Низкотемпературная плазма», VII всероссийская с международным участием НТК. Казань, 4–7 ноября 2015 г.;
- «Физика. СПб–2016», международная молодежная конференция по физике и астрономии. Санкт-Петербург, 1–3 ноября, 2016 г.;
- «Вакуумная техника и технологии–2017», 24-я Всероссийская НТК с международным участием. Санкт-Петербург, 6–8 июня 2017 г.

По теме диссертации опубликовано 20 печатных работ, из которых 5 научных статей в рецензируемых изданиях, входящих в перечень рекомендованных ВАК РФ, 6 статей в зарубежных изданиях, индексируемых в базах WoS и Scopus, 1 патент на изобретение, 1 патент на полезную модель, 2 свидетельства программ ЭВМ, 1 положительное решение по заявке на патент на изобретение, 3 статьи, опубликованные в других изданиях и материалах конференций, и 1 учебное пособие.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из 5 глав, введения и заключения. Материалы изложены на 150 страницах машинописного текста и имеют 87 рисунков и 12 таблиц. Список литературы состоит из 116 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении определена актуальность работы. Сформулирована ее цель, изложены основные решаемые задачи и полученные научные результаты. Представлена научная и практическая ценность выполненных исследований и технологических разработок, доведенных до практического внедрения в промышленность, сформулированы научные положения, выносимые на защиту.

В первой главе описана необходимость получения углеродосодержащих покрытий. Приведен литературный и патентный обзор существующих технологий производства наноструктурированных углеродных материалов и оборудования, используемого в промышленности. Выявлены проблемы, существующих ионно-плазменных методов производства. Представлен анализ современного состояния технологии и техники нанесения тонкопленочных покрытий с помощью вакуумно-дуговых источников плазмы, а также магнетронных распылительных систем (МРС). В выводах выделяются основные направления исследований и конкретизируются поставленные задачи.

Во второй главе приведены технологические особенности применения вакуумно-дуговых источников плазмы, работающих в стационарном режиме и обладающих широкими потенциальными возможностями, для нанесения покрытий на основе углерода. Показано, что на рабочей поверхности графитового катода (материал МПГ-6) коаксиальной конструкции скорость перемещения катодных пятен существенно меньше, чем на поверхности металлических катодов, что не позволяет создать протяженные конструкции испарителей плазмы для обработки крупногабаритных деталей.



Рис. 1. Дуговой разряд на поверхности графитового катода

Особенностью распыления графитового катода сопровождается существованием токнесущей плазменной струи, которая имеет четко сформированные очертания и с явно выраженными боковыми границами (рис. 1). В процессе горения, в каждый момент времени разряд произвольно замыкается на отдельные участки анода. В этом случае равномерное покрытие может быть получено на обрабатываемых подложках ограниченных размеров. Изго-

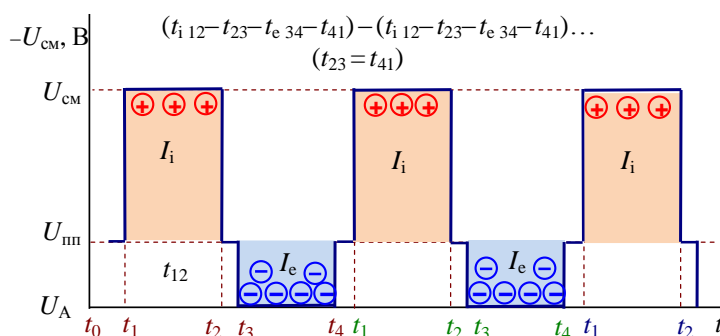


Рис. 2. Импульсно-периодическая обработка поверхности из плазменного потока, генерируемого вакуумно-дуговым разрядом

товление катода из мелкодисперсного графитового порошка и распыление материала из высокотемпературной области КП приводит к испарению и появлению в плазменном потоке заметного количества нейтральных частиц, которые обладают прямолинейными траекториями движения. Наличие капельных образований приводит к снижению качества формируемого покрытия за счет ухудшения микрорельефа и возникновению пористости в формируемой структуре, что недопустимо для структурированных наноразмерных покрытий.

Проведенные теоретические изыскания и экспериментальные исследования позволили разработать методы управления осаждением частиц из плазменного потока, формируемого при распылении графитового катода дуговым разрядом в вакууме, на металлическую подложку с учетом влияния рабочего газа и напряжения смещения ($-U_{см}$), позволяющего в широких пределах изменять энергию заряженных частиц, и оказывающего влияние на параметры получаемых тонких пленок и покрытий.

Предложено плазменное модифицирование свойств поверхностного слоя с последующим формированием из плазмы вакуумно-дугового разряда покрытия на основе углерода (рис. 2), достигаемого при последовательной подаче импульсов напряжения переменной полярности ($\pm U_{см}$), задаваемых на обрабатываемое изделие, формирующих импульсные потоки ускоренных ионов (j_i) и электронов (j_e), при этом для длительности импульсов электронного (t_e) и ионного (t_i) токов, выполняется соотношение ($t_e \geq t_i$). Длительности импульсов t_i (режим осаждения частиц) и t_e (режим разогрева детали) выбираются из условий формируемого покрытия и типа обрабатываемого изделия и составляют 5...100 мс.

Выбранные режимы обеспечивают условия осаждения частиц на обрабатываемую поверхность и его тепловой режим (температура подложки варьировалась от 700 до 1000 К), отвечающий за протекание диффузионных процессов. В этом случае, при выполнении условия равновесия количества частиц углерода, поступающих на подложку из плазменного потока, с количеством частиц, участвующих в диффузионном процессе переноса вещества вглубь тугоплавкого металла (Me): $dn_C / dt = dn_{C_{диф}} / dt$, одновременно, с углеродным насыщением приповерхностного слоя, обеспечить протекание реакций образования послойной структуры, состоящей из карбидных соединений MeC и Me₂C, где Me – металлы переходной группы Ti, Zr, Mo, W.

Для автоматизации технологических процессов на основе микроконтроллера разработана программа, позволяющая в процессе напыления управлять как длительностью импульсов потоков электронов (t_e) и ионов (t_i), осаждающихся на подложку, так и скважностью следования импульсов.

Данные условия, в соответствии с требованиями к эксплуатационным свойствам формируемых покрытий, позволяют управлять энергией и количеством осаждающихся заряженных частиц. Исходные коды программы реализованы на языке программирования C. В качестве среды разработки использован компилятор GCC 4.5.0 Toolchainfor ARM.

Данный способ формирования покрытия, с использованием импульсно-периодического плазменного модифицирования приповерхностного слоя с последующим формированием из плазмы вакуумно-дугового разряда антиэмиссионного покрытия на основе углерода был реализован в технологии изготовления элементов вакуумных приборов: сеточных электродов мощных генераторных ламп с ВТК-катодом.

В третьей главе описана конструкция вакуумной установки шлюзового типа для получения углеродосодержащих покрытий на крупногабаритных нетермостойких диэлектрических подложках с использованием MPC. Технологическая установка состоит из трех отдельных вакуумных рабочих объемов: модуль загрузки и предварительной обработки (CV1); модуль нанесения покрытия с использованием MPC (CV2); модуль остывания и выгрузки (CV3), соединенных шлюзовыми системами. Каждый объем откачивается самостоятельной вакуумной системой откачки. Исходное рабочее давление составляет 10^{-3} Па.

Основной задачей при нанесении покрытий на диэлектрические поверхности является предварительная ее подготовка. С этой целью, для оптимизации процесса удаления остаточных газов, а также активации поверхности перед напылением покрытия α -C:H-Me, спроектирована и внедрена система косвенного нагрева на базе кварцевых источников ИК-излучения с обратной связью. В систему обратной связи входили термopара типа K (хромель-алюмель, с чувствительностью 41 мкВ/ °С) и устройство пропорционально-интегрально-дифференциального регулирования.

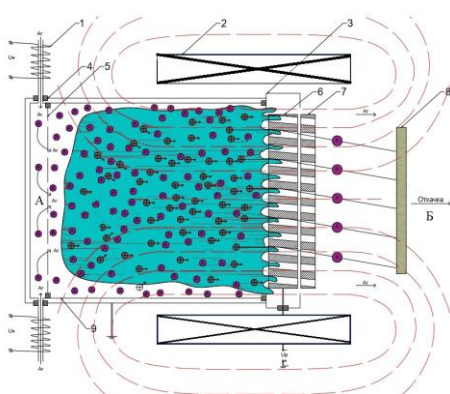


Рис. 3. Газоразрядный источник быстрых нейтральных частиц

Для финишной очистки в модуль предварительной обработки разработан и интегрирован источник ионно-плазменной очистки диэлектрических

подложек на базе управляемого газоразрядного источника быстрых нейтральных частиц (рис. 3).

Конструкция источника включает в себя: катод (нейтрализатор) 6, заземленный анод 3 и, находящийся под плавающим потенциалом, дополнительный электрод 9. Система подачи рабочего газа (Ar) состоит из устройства предварительного разогрева 1, и газового распределителя 5, обеспечивающего выравнивание распределения газа в зоне существования газового разряда, занимающего внутренний объем источника 10.

Основная доля быстрых атомов, бомбардирующих обрабатываемую диэлектрическую поверхность, образуется в результате перезарядки высокоэнергетических ионов при отражении от стенок выходных каналов в катоде 6 (рис. 3, а).

Для упорядочивания характера движения заряженных частиц, генерируемых в газовом разряде, в направлении катода (нейтрализатора) 6 используется внешнее магнитное поле, формируемое соленоидом 2.

Для определения оптимальных условий существования разряда исследовалась зависимость напряжения его зажигания (рис. 4), при неизменной конфигурации электродов ($d = \text{const}$), от давления $U_{\text{заж}} = f(p)$ в вакуумной камере. Исходя из полученных результатов, было определено, что минимальное рабочее давление источника, лежит в диапазоне от 0.5 до 2.0 Па.

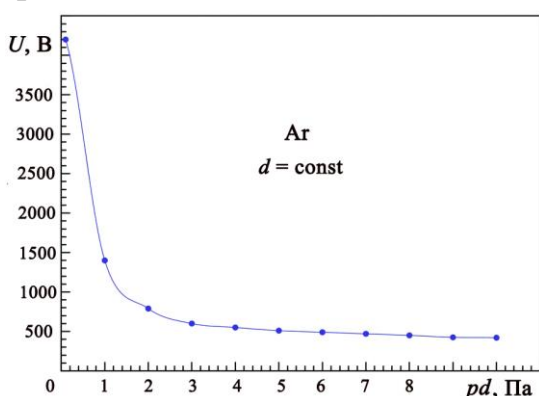


Рис. 4. Зависимость напряжения зажигания газового разряда от давления в вакуумной камере

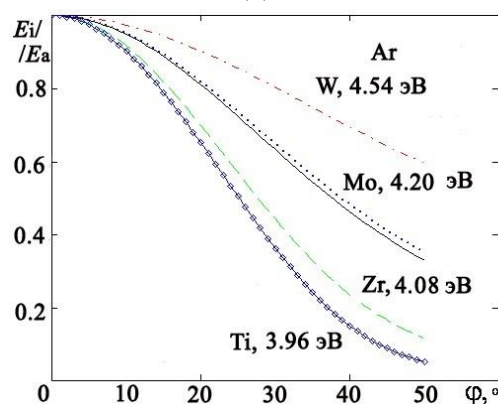


Рис. 5. Зависимости потерь энергии от угла взаимодействия ионов с поверхностью

Исследованы физические методы процесса нейтрализации заряженных частиц и представлена математическая модель газоразрядного источника. Для определения типа материала нейтрализатора (рис. 5), использовалась модель однократного бинарного соударения:

$$E_i = E_a \left[\left(\cos(\pi - 2\varphi) - \sqrt{M^{-2} - \sin^2(\pi - 2\varphi)} \right) \cdot \left(1 + M^{-1} \right)^{-1} \right]^2,$$

где E_i – энергия иона; E_a – энергия нейтральной частицы; φ – угол падения

иона по отношению касательной к поверхности; $M = m_i/m_M$ – отношение массы иона к массе атома мишени.

Размер каналов и угол их наклона выбирался из условия взаимодействия заряженных частиц с поверхностью и условий прохождения объема нейтрализатора. Интенсивность воздействия нейтральных частиц на поверхность контролировалась по скорости травления титанового покрытия толщиной порядка 1 мкм (рис. 6), со стеклянной поверхности (зависимость 1), при этом измерялся ток ионов, проходящий в рабочую зону (зависимость 2), от угла ориентации выходных каналов. Контрольные покрытия были получены в одном технологическом цикле при распылении титанового катода МРС.

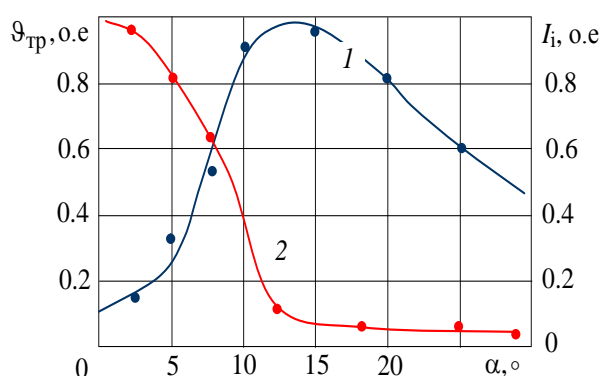


Рис. 6. Скорость травления титанового покрытия со стеклянной поверхности (1): ток ионов, проходящий в рабочую зону (2)

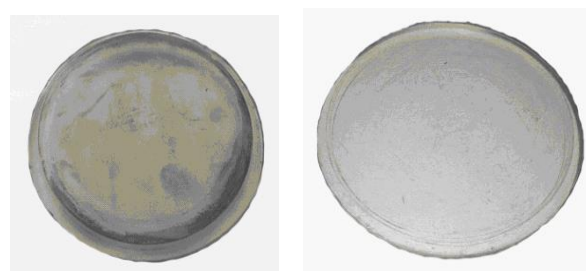


Рис. 7. Поверхность боросиликатного стекла до обработки (а) и очищенная поверхность (б)

Для проверки эффективности применения в конструкции управляемого газоразрядного источника быстрых нейтральных частиц экранирующего диска 7, исследовалось прохождение ионов сквозь объем нейтрализатора, от давления в вакуумной камере. Измерение ионного тока показало, что при использовании дополнительного нейтрализатора 7, имеющего форму диска заданной толщины и повторяющего геометрию основного катода 3, величина ионного тока уменьшается более чем на порядок, а при снижении давления в вакуумной камере – величина ионного тока убывает практически линейно. Поэтому использование экранирующего диска 7 в конструкции источника является весьма эффективным решением, позволяющим минимизировать количество проходящих ионов, а, следовательно, и уменьшить их влияние на поверхность обрабатываемой диэлектрической пленки.

Получено, что наибольшая эффективность нейтрализации ионов газового разряда достигается при расположении выходных каналов, ориентированных к рабочей поверхности под углом 10...15° (рис. 6), при уровне обработки поверхности с классом чистоты не ниже $\nabla 8$ ($0.63 R_a$).

Разработанный источник позволяет проводить модифицирование поверхности различных диэлектрических материалов, за счет ее бомбардировки

потоком быстрых нейтральных частиц, с энергией от десятков эВ до единиц кэВ. Эффективность воздействия потока нейтральных частиц на диэлектрическую поверхность представлена на рис 7, где после обработки с поверхности боросиликатного стекла были полностью удалены металлические включения, до этого не удаляемые механически.

Управляемый газоразрядный источник быстрых нейтральных частиц был применен для осуществления финишной подготовки полиимидной пленки и арамидной ткани типа кевлар (полимер, с пределом прочности $\sigma_0 = 3620$ МПа и температурой разложения 430–480°C) для нанесения углеродосодержащих наноструктурированных пленочных покрытий α -С:Н–Ме.

В четвертой главе представлены результаты нанесения радиопоглощающих покрытий (α -С:Н–Ме) на диэлектрическую поверхность с применением МРС. Рассмотрены вопросы повышения эффективности процесса распыления материала катода МРС, главными достоинствами которых являются относительно высокие скорости осаждения и возможность получения наноструктурированных равномерных покрытий по толщине на диэлектрических подложках большой площади. Изучено влияние геометрии как постоянных магнитов, так и соленоидов на конфигурацию и распределение индукции магнитного поля, определяющих коэффициент использования материала мишени. Произведено моделирование распределения индукции магнитного поля над поверхностью катода-мишени в зависимости от режима включения соленоидов.

Используя уравнения баланса заряженных частиц и энергии в разряде, уравнений Пуассона и самостоятельности разряда предложена математическая модель газового разряда в МРС с плоским катодом, позволяющая рассчитать вольт-амперную характеристику газового разряда.

Используемая модель связывает такие геометрические параметры системы распыления как расстояние катод-анод ($L_{к-а}$) и ширина зоны распыления ($H_{расп}$) на поверхности катода, определяющая неоднородность формируемой пленки по толщине. Модель учитывает катодное падение (U_K), потенциал положительного столба ($U_{пс}$), температуру электронов (T_e), индукцию магнитного поля $B(x)$, давление (p) и род плазмообразующего газа (Ar).

Методика формирования составных покрытий заключалась в ионно-плазменном распылении с N последовательно расположенных никелевых (Ni) и графитовых (C) катодов. Распыляемые поверхности образованы плоскими вертикальными мишенями (750 мм), параллельными обрабатываемой поверхности. Жестко закрепленная, обрабатываемая диэлектрическая по-

верхность, перемещалась относительно работающих катодов со скоростью $3 \cdot 10^{-2}$ м/с, на подложкодержателе.

Покрyтия осаждались в виде тонких (с толщиной менее 1.5 нм) субслоев (Me – C – Me – ...) до суммарной толщины пленки 1.0–3.0 мкм. Составом покрyтия и скоростью роста формируемого покрyтия, управляли изменением тока разряда распылительных систем, рис. 8.

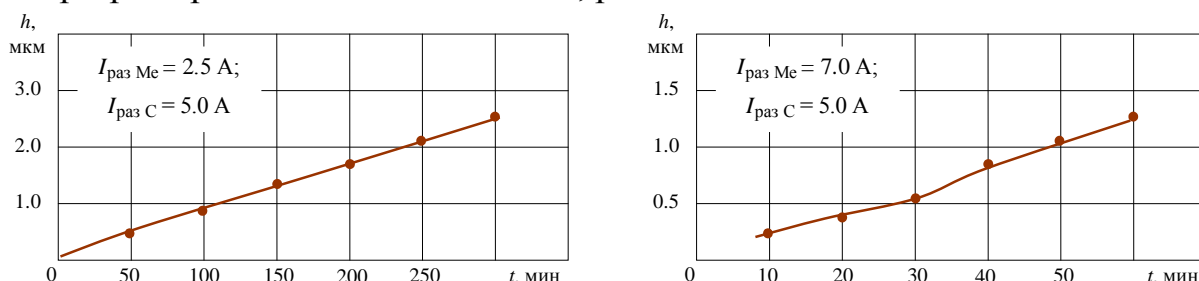


Рис. 8. Толщина наносимого покрyтия в зависимости от времени при разных электрических параметрах источника питания

Для получения наноструктурированных пленок использовалось напыление при различных режимах включения магнетронных распылительных систем. Так попеременное подключение магнетронов (Me : C : Me ..., рис. 9,а) позволяет получать слоистые структуры заданной толщины (рис. 9,б). Одновременное включение (Me + C) – позволяет получить пленки со структурой: углеродная матрица с металлическими нановключениями. Концентрация материала матрицы и легирующих компонентов зависит от длительности режима напыления ($t_{\text{нап}}$) и мощности разряда ($P_{\text{раз}}$). Отработанная технология, позволяет получать покрyтия переменного состава (C : Ni), с концентрацией по углероду от 50 до 80 %.

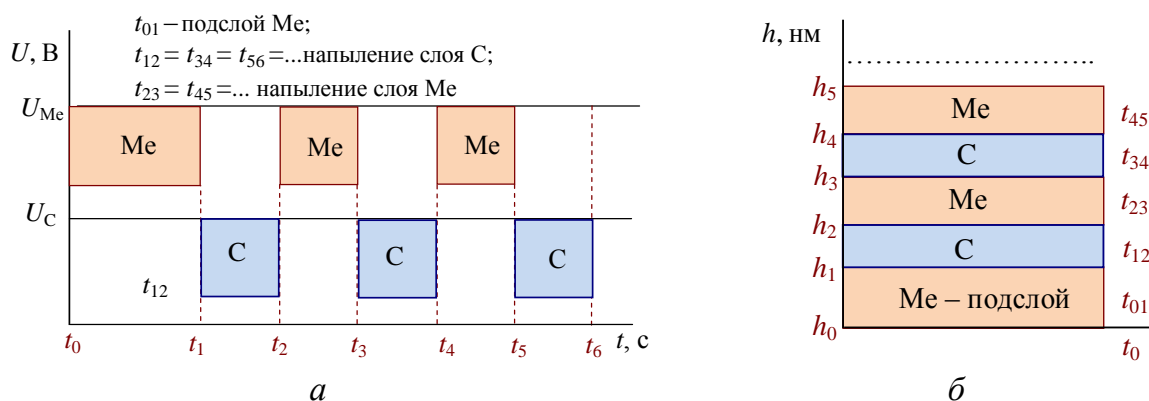


Рис. 9. Режимы включения блоков питания магнетронов для получения субслоев заданной толщины

В пятой главе представлены результаты исследования свойств углеродных пленок (α -C:H–Me), содержащих наночастицы ферромагнитных 3d-материалов, которые способны поглощать электромагнитные волны СВЧ-диапазона. Высокая намагниченность и быстрая релаксация спина ферромагнитных частиц (Ni), в сочетании с величинами диэлектрических проницаемости и потерь, обеспечивают условия радиопоглощения. Данные мате-

риалы, представляют набор из N -го числа плоскопараллельных диэлектрических слоев арамидной ткани (рис. 10), с напыленными, с применением МРС при давлении 0.3–0.5 Па в смеси газов: Ar : H₂, наноструктурированными пленками аморфного гидрогенизированного углерода с наночастицами никеля.

Измерялось удельное электросопротивление формируемых пленок и коэффициенты поглощения и отражения электромагнитных волн в диапазоне частот от 8 до 80 ГГц. Частотная зависимость радиопоглощающего материала (толщиной 1.5...2.0 мм, массой 1.0...1.5 кг/м²), при нормально падающих электромагнитных волнах, представлена на рис. 11.

Ослабление отражаемой волны складывается из достигаемых поглощающих свойств поверхности взаимодействия, наблюдаемой интерференции электромагнитных волн и возникающих эффектов рассеяния и поглощения.

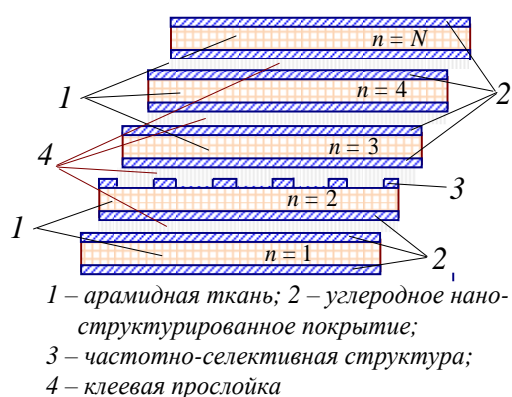


Рис. 10. Радиопоглощающий материал, составленный из N отдельных диэлектрических подложек

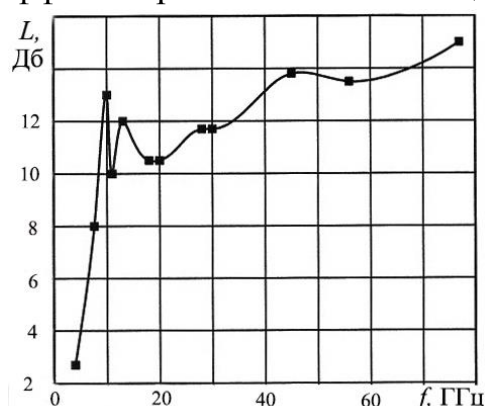


Рис. 11. Частотная зависимость поглощения нормально падающих электромагнитных волн

В указанном диапазоне частот поглощение электромагнитного излучения составляло 10...15 дБ. Изменение диапазона поглощаемых частот достигается изменением толщины напыляемой структуры и изменением концентрации металлических включений. Таким образом, разработанный технологический процесс с использованием последовательных операций предварительного нагрева, финишной очистки с помощью управляемого источника быстрых нейтральных частиц и процесса ионно-плазменного осаждения позволяет получать наноструктурированные углеродосодержащие радиопоглощающие покрытия α -C:H-Me с заданными электрофизическими свойствами и с высокой адгезионной способностью.

Заключение отражает все основные научные и практические результаты, полученные в ходе выполнения диссертационной работы.

Основные результаты и выводы по работе

В процессе работы были решены следующие теоретические и практические задачи:

1). Выполнен комплекс теоретических и экспериментальных исследований физико-химических особенностей технологических процессов распыления графитового катода стационарным вакуумно-дуговым разрядом. Получены антиэмиссионные покрытия для сеточных электродов генераторных ламп.

2). Рассмотрены методы управления технологическим процессом осаждения частиц из потока плазмы при распылении графитового катода на подложку, изучено влияние рабочего газа на параметры получаемых тонких пленок и покрытий.

3). Разработан автоматизированный метод осаждения покрытий за счет изменения давления в рабочем объеме и напряжения смещения, задаваемого на обрабатываемую подложку.

4). Разработана и интегрирована в вакуумную камеру система предварительного нагрева нетермостойких подложек на базе инфракрасных нагревательных ламп с автоматизированным контролем параметров.

5). Разработан модуль высокоэффективной системы ионно-плазменной очистки диэлектрических и нетермостойких подложек потоками быстрых нейтральных частиц. Модуль интегрирован в вакуумную камеру с целью обеспечения единого технологического процесса по подготовке обрабатываемой поверхности к напылению.

6). С учетом особенностей использования МРС разработана технология нанесения функциональных углеродных наноструктурированных покрытий с металлическими включениями ферромагнитных материалов (Ni, Co, Fe) на диэлектрические гибкие, тканевые поверхности большой площади (до 650×650 мм).

7). Исследовано влияние степени разбалансированности магнитного поля магнитных систем на эффективность распыления с применением средств компьютерного моделирования.

8). Исследованы основные физические и эксплуатационные параметры формируемых радиопоглощающих покрытий: адгезия, толщина, состав, структура, доля капельной фазы, радиопоглощающие свойства.

Список публикаций

Статьи, опубликованные в журналах из перечня ВАК

1. Лисенков А. А., Радциг Н. М., Трифонов С. А. Особенности плазмохимического синтеза соединений на основе углерода в плазме вакуумно-дугового разряда // Вакуумная техника и технология. 2012. Т. 22, № 4. С. 253–258.
2. Трифонов С. А. Преимущества использования магнетронных распылительных систем для получения наноструктурированных покрытий // Вакуумная техника и технология. 2014. Т. 23, № 1. С. 147–148.

3. Сыропятов Д. А., Коряковский А. В., Трифонов С. А. Магнетронная распылительная система с управляемой зоной эрозии // Вакуумная техника и технология. 2014. Т. 23, № 1. С. 143–146.

4. Barchenko V. T., Trifonov S. A., Lisenkov A. A. Modernization of ion plasma modules for application of nanostructure carbon coatings // Известия ВУЗов. Физика. 2014. Т. 57, №11/3. С. 5–7.

5. Николайчук Г. А., Мороз О. Ю., Болдин П. А., Трифонов С. А., Петещенков Э. В. Средства снижения заметности на основе наноструктурированных пленок для объектов наземной техники // Актуальные проблемы защиты и безопасности. Бронетанковая техника и вооружение Труды XVIII Всероссийской научно-практической конференции РАРАН (1–4 апреля 2015 г.). Москва, 2015. Т. 3. С. 203–208.

Статьи, входящие в Международные базы данных Web of Science и Scopus

6. Barchenko V. T., Lisenkov A. A., Trifonov S. A. Ion-plasma modules for application of nanostructured carbon coatings // IOP Conf. Ser.: J. of Phys.: Conf. Ser. 479 (2013) 012002 (doi:10.1088/1742-6596/479/1/012002).

7. Trifonov S. A., Barchenko V. T., Lisenkov A. A., Nikolaychuk G.A. Modernization of ion-plasma modules for application of nanostructure carbon coatings // International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects. Tomsk, 21-26 septem. 2014, S. 230.

8. Vinogradov M. L., Kostrin D. K., Lisenkov A. A., Smelova V. V., Trifonov S. A. Technology for Producing New Wear-Resistant Coatings in the Plasma of a Vacuum-Arc Discharge // Proceedings of the 2016 IEEE North West Russia Section Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering Conference, 2016, P. 729–730.

9. Kostrin D. K., Lisenkov A. A., Pikus M. I., Trifonov S. A. Decomposition of the hydrocarbon compounds in the vacuum arc discharge plasma // IOP Conf. Ser.: J. of Physics: Conf. Ser. 789 (2017) 012029 (doi:10.1088/1742-6596/789/1/012029).

10. Kostrin D. K., Trifonov S. A., Lisenkov A. A. Spectral analysis of the charge and elemental composition of the vacuum arc discharge plasma flux during deposition of carbon coatings // IOP Conf. Ser.: J. of Physics: Conf. Ser. 857 (2017) 012022 (doi: 10.1088/1742-6596/857/1/012022).

11. Fadeev A. S., Talanov A. S., Kostrin D. K., Trifonov S. A., Lisenkov A. A. Modeling emission spectra of the gas-discharge plasma for the aims of its analysis and parameters estimation // IOP Conf. Ser.: J. of Physics: Conf. Ser. 872 (2017) 012055 (doi:10.1088/1742-6596/872/1/012055).

Авторские свидетельства и патенты на изобретения

12. Патент РФ на изобретение № 2542912. Способ получения интерметаллического антиэмиссионного покрытия на сеточных электродах генераторных ламп / Быстров Ю. А., Лисенков А. А., Трифонов С. А., Чухлеб Д. А. Заявл. 18.07.2013. Опубл. 27.02.2015. Бюл. №6.

13. Патент РФ на полезную модель № 161081. Радиопоглощающее покрытие / Николайчук Г. А., Цветкова Е. А., Мороз О. Ю., Трифонов С. А. Заявл. 15.06.2015. Оpubл. 10.04.2016. Бюл. №10.
14. Свидетельство о гос. регистрации программы для ЭВМ №2017610153. Программа для управления технологической установкой для получения покрытий с заданными параметрами (CoatVarTech) / Ухов А. А., Кострин Д. К., Лисенков А. А., Трифонов С. А., Рамазанов А. С. Заявл. 02.11.2016. Оpubл. 09.01.2017.
15. Свидетельство о гос. регистрации программы для ЭВМ №2017610325. Программа для управления технологической установкой для послойного нанесения и отжига наноструктурированных покрытий (NanoCoatTech) / Ухов А. А., Кострин Д. К., Лисенков А. А., Трифонов С. А., Рамазанов А. С. Заявл. 02.11.2016. Оpubл. 10.01.2017.
16. Положительное решение от 10.10.2017 по заявке на патент РФ на изобретение. Способ импульсно-периодического плазменного формирования покрытий / Лисенков А. А., Кострин Д. К., Пикус М. И., Трифонов С. А. Заявка № 2016139875/07 от 10.10.2016.

Учебные пособия и монографии

17. Лисенков А. А., Павленко Т. С., Трифонов С. А. Моделирование процессов в вакууме и плазме: учебно-методическое пособие. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2016. 48 с.

Основные публикации в других журналах и сборниках

18. Лисенков А. А., Трифонов С. А., Радциг Н. М., Сабуров И. В. Синтез соединений в плазме вакуумно-дугового разряда // Петербургский журнал электроники. 2013. №3 (76). С.17–25.
19. Трифонов С. А., Лисенков А. А., Кострин Д. К., Пикус М. И. Технология структурообразования нанокompозитных покрытий // Труды межд. мол. конф по физике и астрономии «Физика. СПб–2016». СПб, 1-3 ноября, 2016 года. С. 105–106.
20. Пикус М. И., Лисенков А. А., Кострин Д. К., Трифонов С. А. Плазма вакуумно-дугового разряда для получения покрытий из углерода // Труды межд. мол. конф по физике и астрономии «Физика. СПб–2016». СПб, 1-3 ноября 2016 года. С. 177–179.

ФГАОУ ВО
«Санкт-Петербургский государственный
электротехнический университет
«ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)»

Подписано в печать 24.10.17. Формат 60x84x16