



На правах рукописи

Бумагина Анна Ивановна

**Подавление макрочастиц вакуумной дуги при импульсно-
периодическом потенциале смещения**

**01.04.20 – Физика пучков заряженных частиц
и ускорительная техника**

АВТОРЕФЕРАТ

**диссертации на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук**

Томск – 2015

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»

Научный руководитель: Рябчиков Александр Ильич
доктор физико-математических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Ремпе Николай Гербертович

доктор технических наук, профессор

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники», профессор кафедры физики

Яловец Александр Павлович

доктор физико-математических наук, профессор

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Южно-Уральский государственный университет» (национальный исследовательский университет), профессор кафедры общей и теоретической физики

Ведущая организация:

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Иркутский государственный университет»

Защита состоится «22» декабря 2015 г. в 15 часов на заседании диссертационного совета Д 212.269.05 при ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» по адресу: 634050, г. Томск, пр. Ленина, 2, стр. 4, ауд. 326.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» и на сайте <http://portal.tpu.ru/council/912/worklist>.

Автореферат разослан «12» ноября 2015 г.

Учёный секретарь
диссертационного совета
кандидат физико-математических наук

Кожевников А.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Технологии, связанные с вакуумной дугой, широко востребованы в различных отраслях науки и техники. Наибольший интерес представляет применение вакуумной дуги в плазменных технологиях нанесения тонкопленочных покрытий различного вида и в ионной имплантации с использованием источников ионов металлов, металлов и газов. Существует множество плазменных методов нанесения тонкопленочных покрытий в вакууме, но ни один из них не является идеальным, у каждого присутствуют свои достоинства и недостатки. Преимущества вакуумной дуги обусловлены высокой степенью ионизации материала катода и высоким зарядовым состоянием ионов в плазме. В тоже время вакуумная дуга имеет существенный недостаток. В результате взрывных процессов микроострий катода в плазме вакуумной дуги появляется значительное количество макрочастиц – капель, твердых осколков, которые снижают характеристики осажденных покрытий. Кроме того, макрочастицы являются причиной появления пористости и шероховатости покрытия. Наличие значительного количества макрочастиц в потоке вакуумно-дуговой плазмы практически исключает возможность применения непрерывной вакуумной дуги для модификации свойств материалов и покрытий методом трехмерной плазменно-иммерсионной имплантации ионов металлов, металлов и газов. Очистка плазмы от макрочастиц с использованием различных электромагнитных плазменных фильтров приводит к значительному снижению плотности плазмы, что существенно осложняет возможность реализации 3D технологий плазменно-иммерсионной имплантации ионов металлов, металлов и газов с целью улучшения эксплуатационных свойств деталей и изделий сложной формы.

Публикации различных научных групп в последние годы продемонстрировали возможность уменьшения плотности макрочастиц при осаждении покрытий из вакуумно-дуговой плазмы на мишень с постоянным отрицательным потенциалом [1–4]. Применение импульсных и импульсно-периодических потенциалов на мишени, погруженной в плазму, открывает возможность управления параметрами импульсов смещения в широком диапазоне. Принципиальная возможность применения импульсно-периодических потенциалов смещения для управления плотностью макрочастиц и свойствами формируемого покрытия продемонстрирована в работах [5–6].

В случае применения короткоимпульсных потенциалов смещения можно существенно увеличить их амплитуду, плотность плазмы, в которую погружена мишень, избегая при этом формирования катодных пятен на отрицательном электроде, и приближаясь к режимам плазменно-иммерсионной имплантации ионов металлов из непрерывной плазмы вакуумно-дугового разряда. В связи с этим тематика диссертационной работы, направленная на исследование закономерностей подавления макрочастиц с использованием

короткоимпульсных потенциалов смещения на мишени, погруженной в непрерывную плазму вакуумной дуги, является актуальной.

Цель работы состояла в проведении комплекса исследований, направленных на выявление физических особенностей и закономерностей влияния параметров высокочастотного короткоимпульсного потенциала смещения, включая длительность импульса и его амплитуду, плотности плазмы, материала катода, времени ионно-плазменной обработки, температуры мишени на уменьшение поверхностной плотности макрочастиц на потенциальной мишени, погруженной в вакуумно-дуговую плазму. В задачу работы также входило выявление различных физических механизмов подавления макрочастиц и изменения их форм на поверхности. Дополнительная задача работы заключалась в демонстрации возможности реализации метода трехмерной короткоимпульсной высокочастотной плазменно-иммерсионной имплантации ионов металлов с использованием непрерывной, предварительно нефильтрованной от макрочастиц плазмы вакуумной дуги.

Научная новизна

Все основные результаты, полученные в работе, являются новыми.

1. Впервые выполнен комплекс экспериментальных исследований влияния параметров отрицательного импульсно-периодического потенциала смещения, плотности и состава вакуумно-дуговой плазмы, характеристик мишени, времени ионно-плазменной обработки на поверхностную плотность осажденных макрочастиц.

2. Определены вклады различных физических механизмов, включая электростатическое торможение и отражение отрицательно заряжаемых в плазме макрочастиц в электрическом поле слоя разделения зарядов вблизи потенциальной мишени, ионное распыление при высокочастотных короткоимпульсных потенциалах смещения.

3. Установлено, что предварительный нагрев мишени, нагрев мишени при импульсно-периодическом ионно-плазменном облучении и нагрев макрочастиц ионно-электронным потоком в слое разделения зарядов совместно обеспечивают возможность управления плотностью макрочастиц на потенциальной поверхности мишени, погруженной в вакуумно-дуговую плазму, формой, скоростью их ионного распыления и испарения.

4. Экспериментально показана возможность уменьшения плотности макрочастиц алюминия и титана на поверхности мишени, погруженной в вакуумно-дуговую плазму, более чем на 3 порядка при использовании высокочастотных короткоимпульсных потенциалов смещения отрицательной полярности.

5. Экспериментально показана возможность реализации метода высокочастотной короткоимпульсной плазменно-иммерсионной имплантации ионов алюминия и титана из нефильтрованной от макрочастиц плазмы непрерывного вакуумно-дугового разряда и формирования ионно-легированных слоев микронных толщин.

На защиту выносятся следующие научные положения:

1. Экспериментально установлено, что при частоте следования импульсов отрицательного потенциала смещения 10^5 имп/с количество макрочастиц на мишени, погруженной в вакуумно-дуговую плазму, уменьшается с увеличением длительности импульса потенциала смещения от 2 мкс до 8 мкс, амплитуды от 850 В до 3200 В, плотности ионного тока насыщения из плазмы от 20 А/м^2 до 200 А/м^2 и зависит от материала катода и времени ионно-плазменной обработки. В случае титаново-аргоновой плазмы достигается уменьшение макрочастиц диаметром меньше 1,5 мкм в 1500 раз, макрочастиц диаметром больше 1,5 мкм в 10 раз при общем уменьшении плотности всех макрочастиц в 67 раз. В случае алюминиевой плазмы плотность макрочастиц на поверхности может быть уменьшена более чем в 1000 раз.

2. Применение дополнительного сеточного электрода, установленного вблизи мишени на расстоянии порядка ширины слоя разделения зарядов в плазме, обеспечивает возможность определения вклада различных физических механизмов в подавление макрочастиц.

3. Торможение и отражение отрицательно заряжаемых в титановой плазме макрочастиц в электрическом поле слоя разделения зарядов вблизи потенциальной мишени ($\varphi_{\text{см}} = -2000 \text{ В}$) при плотности ионного тока насыщения 44 А/м^2 , импульсно-периодическом отрицательном потенциале ($f = 10^5$ имп/с) уменьшает количество макрочастиц на мишени не более, чем на 10% и не зависит от времени ионно-плазменной обработки. Ионное распыление макрочастиц не является определяющим процессом в общей динамике изменения количества макрочастиц на мишени и возрастает от 0% до 18% при увеличении времени облучения до двух минут.

4. Применение отрицательного импульсно-периодического потенциала смещения обеспечивает возможность управления агрегатным состоянием макрочастиц вакуумно-дуговой плазмы вблизи потенциальной мишени, что позволяет изменять их форму и площадь контакта с поверхностью.

Достоверность и обоснованность результатов работы подтверждается систематическим характером исследований, сопоставлением результатов экспериментов с проведенными оценками, а также сравнением полученных экспериментальных данных с результатами других исследователей как в России, так и за рубежом.

Личный вклад автора состоит в разработке методик количественного анализа изменения поверхностной плотности макрочастиц, методик проведения исследований, участие в экспериментальных исследованиях, в обработке и анализе экспериментальных данных. Автором самостоятельно выдвинуты защищаемые научные положения и сделаны выводы. Обсуждение задач исследований, методов их решения и результатов осуществлялось совместно с научным руководителем и соавторами, фамилии которых указаны в опубликованных по теме диссертации работах.

Научная и практическая значимость работы

1. Экспериментально определен вклад физических механизмов, связанных с торможением и отражением макрочастиц в электрическом поле слоя разделения зарядов вблизи потенциальной мишени, погруженной в вакуумно-дуговую плазму, и ионным распылением при высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения.

2. Определены закономерности уменьшения плотности макрочастиц титана и алюминия в зависимости от длительности импульса, амплитуды отрицательного потенциала смещения, плотности плазмы и характеристик мишени.

3. Показана возможность реализации плазменно-иммерсионной имплантации ионов титана и алюминия в различные материалы при высокочастотных короткоимпульсных отрицательных потенциалах смещения на мишени, погруженной в предварительно нефилтрованную от макрочастиц плазму непрерывного вакуумно-дугового разряда.

4. Полученные в работе результаты могут быть использованы в работах по формированию покрытий с улучшенными свойствами за счет уменьшения плотности макрочастиц, а также в работах по модификации поверхностных свойств различных материалов плазменно-иммерсионной имплантацией ионов металлов, металлов и газов.

Апробация работы

Результаты работы докладывались и обсуждались на 7 Международном форуме по стратегическим технологиям (Томск, 2012); 3 Международной конференции по радиационной физике, сильноточной электронике и модификации материалов (Томск, 2012); 10 Международной конференции студентов и молодых ученых: Перспективы развития фундаментальных наук (Томск, 2013); 11 Международной конференции по газоразрядной плазме и её применению (Томск, 2013); 18 Международной конференции по модификации поверхности ионными пучками (Кушадасы, Турция, 2013); Международном конгрессе по энергетическим потокам и радиационным эффектам (Томск, 2014); Международной конференции по инженерии поверхности для исследования и промышленного применения (Новосибирск, 2014), 7 Международной научно-практической конференции Физико-технические проблемы в науке, промышленности и медицине (Томск, 2015).

Публикации

Материалы диссертационной работы изложены в 19 научных публикациях, докладах и тезисах, опубликованных в отечественной и зарубежной печати (см. список публикаций в конце автореферата).

Структура и объём диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения. Полный объем диссертации составляет 132 страницы, работа содержит 71 рисунок. Список цитируемой литературы включает 134 источника.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обосновывается актуальность исследований, ставятся цели работы, формулируются основные результаты, выносимые на защиту.

В первой главе на основе обзора литературных данных представлены закономерности формирования и методы подавления микрокапельной фракции в плазме вакуумной дуги. Описаны особенности формирования макрочастиц вакуумно-дугового разряда. Рассмотрены возможности управления потоком макрочастиц за счет уменьшения температуры катода, увеличения скорости перемещения катодных пятен с помощью тангенциального к поверхности катода магнитного поля, уменьшения тока дуги, применения импульсного варианта вакуумно-дугового разряда и др. На основе опубликованных литературных данных, проанализированы факторы, влияющие на нагрев и испарение макрочастицы, летящей в вакуумно-дуговой плазме. Приведены результаты расчетов возможности нагрева и последующего испарения макрочастиц в плазме вакуумно-дугового разряда за счет введения в систему электронного пучка или использования сильноточного импульсного дугового разряда низкого давления. Кратко описана возможность существенного уменьшения потока макрочастиц в плотной импульсной плазме вакуумной дуги в сильном магнитном поле с дополнительным катодом. Рассмотрено подавление потока макрочастиц за счет использования различных магнитных и электромагнитных фильтрующих систем. Обсуждаются результаты экспериментальных и теоретических исследований уменьшения плотности макрочастиц на поверхности покрытий при постоянном и импульсно-периодическом отрицательном потенциале смещения на образце, погруженном в плазму вакуумной дуги.

Вторая глава посвящена описанию экспериментальной установки и методик исследования. Кратко описан вакуумно-дуговой генератор непрерывного действия с охлаждаемым катодом, являющийся источником плазмы и макрочастиц. Представлены параметры и характерные осциллограммы высокочастотных короткоимпульсных генераторов напряжения. Описана методика подготовки поверхности образцов к ионно-плазменной обработке и измерения плотности макрочастиц на поверхности мишени после осаждения плазмы и/или ионно-плазменной обработки. Также описана методика измерения температуры мишени с помощью пирометра. Приводятся данные измерения характеристик ионно-плазменного облучения, толщины осаждаемых покрытий и элементного состава приповерхностных слоев ионно-легированной мишени.

Третья глава посвящена исследованию влияния параметров импульсного потенциала смещения, плотности плазмы на динамику накопления титановых макрочастиц на потенциальной мишени, погруженной в плазму непрерывной вакуумной дуги.

Экспериментально исследовано накопление макрочастиц титана на мишени с анодным потенциалом в условиях осаждения вакуумно-дуговой

плазмы. Большинство макрочастиц, осаждаемых на поверхность мишени, установленной на расстоянии 0,5 м от катода вакуумно-дугового испарителя, имеют форму близкую к сферической (Рис. 1). Первоначально увеличение поверхностной плотности макрочастиц происходит пропорционально времени осаждения плазмы. Через некоторое время поверхностная плотность макрочастиц достигает насыщения и в дальнейшем остается постоянной из-за замуравывания ранее осажденных макрочастиц по мере роста покрытия.

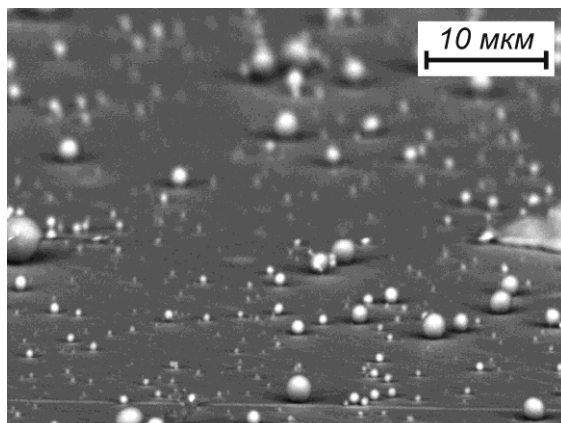


Рис. 1. Микрофотография поверхности, на которую осаждалась титановая вакуумно-дуговая плазма при потенциале анода $\varphi_{см} = 0$ В

Исследовано влияние длительности импульса и амплитуды отрицательного потенциала смещения на формирование титанового покрытия (Рис. 2). Показано, что при потенциале смещения -2000 В, частоте следования импульсов 10^5 имп/с покрытие формируется только при длительностях импульсов потенциала смещения, не превышающих 6,5 мкс.

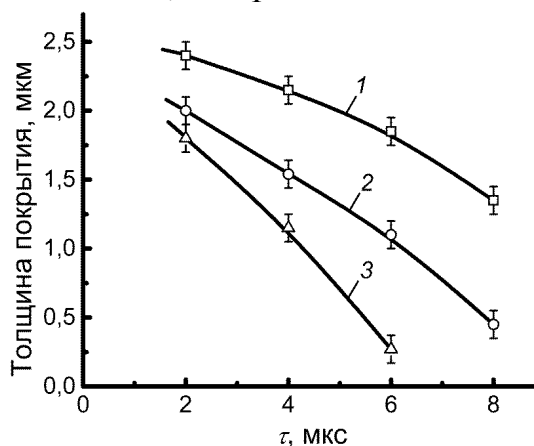


Рис. 2. Толщина титанового покрытия в зависимости от длительности импульса при различных потенциалах смещения: 1 – $\varphi_{см} = -850$ В, 2 – $\varphi_{см} = -1400$ В, 3 – $\varphi_{см} = -2000$ В; время облучения $t = 6$ мин

Представлены результаты экспериментальных исследований влияния длительности импульса и амплитуды отрицательного потенциала смещения на закономерности накопления макрочастиц на потенциальной поверхности мишени, погруженной в титановую плазму (Рис. 3).

Установлено, что увеличение амплитуды потенциала смещения, как и увеличение длительности импульса, приводит к уменьшению поверхностной плотности макрочастиц.

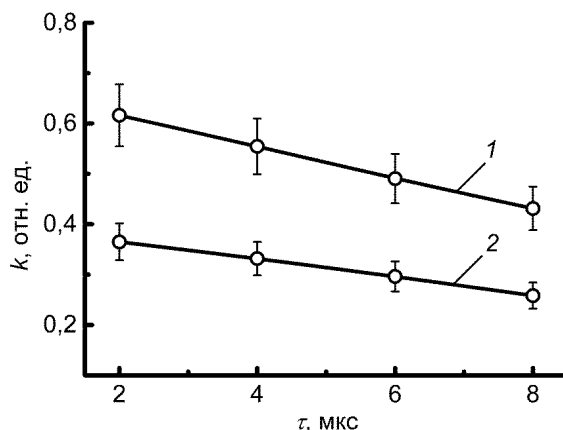


Рис. 3. Относительная плотность титановых макрочастиц в зависимости от амплитуды отрицательного потенциала смещения и длительности импульса при частоте следования импульсов $f = 10^5$ имп/с: 1 – $\varphi_{см} = -850$ В, 2 – $\varphi_{см} = -2000$ В

Приводятся результаты экспериментальных исследований, демонстрирующих существенное влияние плотности ионного тока насыщения из титановой плазмы на изменение количества макрочастиц на потенциальной поверхности мишени (Рис. 4).

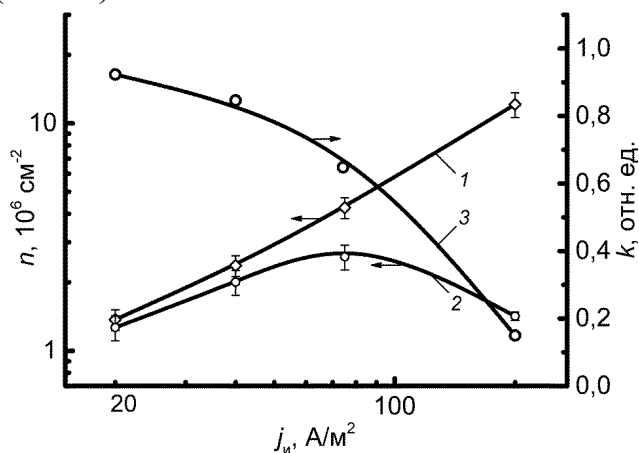


Рис. 4. Зависимость плотности титановых макрочастиц на поверхности образца при $\varphi_{см} = 0$ В и времени облучения $t = 30$ с (кривая 1) и при $\varphi_{см} = -2000$ В, частоте следования импульсов $f = 10^5$ имп/с, длительности импульсов $\tau = 7$ мкс, $t = 30$ с (кривая 2) и относительной плотности макрочастиц (кривая 3) от плотности ионного тока насыщения из титановой плазмы

Экспериментально показано, что время ионно-плазменной обработки мишени также существенно влияет на уменьшение количества макрочастиц на её поверхности (Рис. 5). Показано, что при малых временах облучения зависимость общей относительной плотности макрочастиц от времени облучения определяется мелкими макрочастицами, а при больших временах

облучения (более 6 мин) определяющую роль начинают играть крупные макрочастицы.

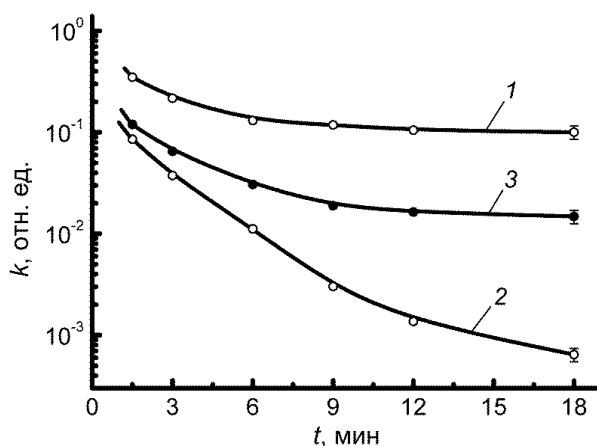


Рис. 5. Зависимость относительной плотности титановых макрочастиц на поверхности образца от времени ионно-плазменного облучения при амплитуде потенциала смещения 2000 В, длительности импульса 8 мкс: 1 – макрочастицы с диаметром больше 1,5 мкм; 2 – макрочастицы с диаметром меньше 1,5 мкм; 3 – общее количество макрочастиц

Четвёртая глава посвящена исследованию физических механизмов изменения плотности макрочастиц на потенциальной мишени при высокочастотных короткоимпульсных отрицательных потенциалах смещения. В основу экспериментальных исследований различных механизмов подавления макрочастиц положена схема с дополнительным сеточным электродом, установленным перед мишенью (Рис. 6).

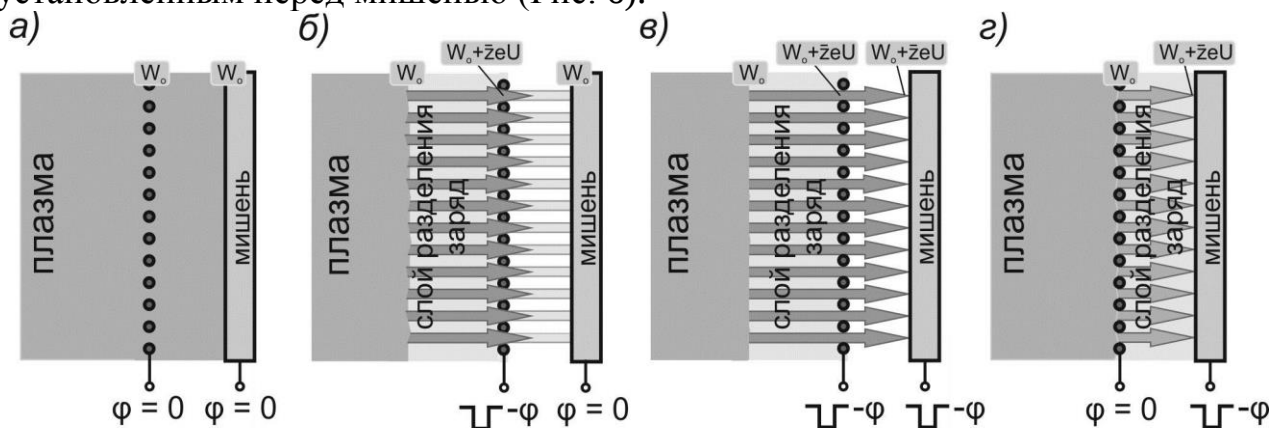


Рис. 6. Варианты экспериментов с дополнительным сеточным электродом: а) сетка и мишень под потенциалом анода; б) сетка под импульсно-периодическим потенциалом смещения, мишень под потенциалом анода; в) сетка и мишень под импульсно-периодическим потенциалом смещения; г) сетка под потенциалом анода, мишень под импульсно-периодическим потенциалом смещения

Управление потенциалами смещения на сеточном электроде и мишени позволило выделить вклад отдельных механизмов в изменение динамики накопления макрочастиц (Рис. 7). Установлено, что электростатический

механизм торможения и отражения отрицательно заряженных в плазме макрочастиц в слое разделения зарядов вблизи потенциальной мишени при высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения уменьшает поверхностную плотность макрочастиц только на $\sim 10\%$ (разница между значениями кривых 1 и 2, Рис. 7).

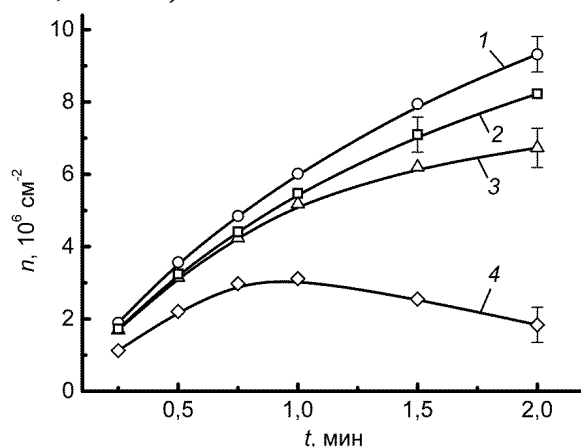


Рис. 7. Поверхностная плотность титановых макрочастиц при различных потенциалах на сетке и образце в зависимости от времени обработки: 1 – $\varphi_{\text{сетка}} = \varphi_{\text{образец}} = 0$ В; 2 – $\varphi_{\text{сетка}} = -2000$ В, $\varphi_{\text{образец}} = 0$ В; 3 – $\varphi_{\text{сетка}} = \varphi_{\text{образец}} = -2000$ В; 4 – $\varphi_{\text{сетка}} = 0$ В, $\varphi_{\text{образец}} = -2000$ В

Показано, что вклад ионного распыления в уменьшение поверхностной плотности макрочастиц титана возрастает с увеличением времени ионно-плазменной обработки от 15 с до 2 мин, но в конечном итоге не превышает 18% (разница между значениями кривых 2 и 3, Рис. 7).

Существенное влияние на уменьшение плотности макрочастиц оказывают свойства мишени. Эксперименты показали, что потенциальный сеточный электрод не обеспечивает многократного уменьшения плотности макрочастиц (сравнение данных кривых 2 и 4, Рис. 7). Это подтверждают и эксперименты с диэлектрической мишенью. Кроме того, изменение шероховатости мишени за счет предварительного осаждения макрочастиц вакуумно-дуговой плазмы изменяет динамику накопления макрочастиц на потенциальной поверхности.

Предварительный нагрев мишени до 900°C не влияет на плотность макрочастиц при осаждении титановой плазмы с анодным потенциалом, но существенно изменяет динамику накопления макрочастиц в зависимости от времени ионно-плазменной обработки при высокочастотном короткоимпульсном отрицательном потенциале смещения (Рис. 8).

На рис. 9 представлены характерные микрофотографии поверхности образцов после их ионно-плазменной обработки при различных потенциалах смещения, времени обработки и начальной температуры. Микрофотографии демонстрируют изменение форм макрочастиц на поверхности в зависимости от условий предварительного нагрева мишени и параметров ионно-плазменной обработки титановых макрочастиц и потенциальной поверхности. Частичное расплющивание макрочастиц может способствовать существенному увеличению их адгезии к поверхности при сохранении шероховатости.

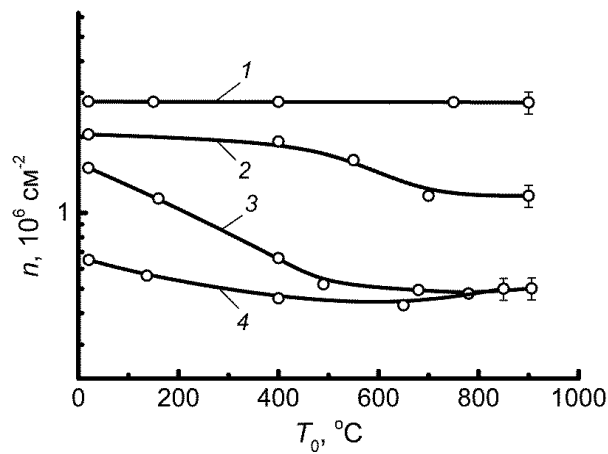


Рис. 8. Влияние предварительного нагрева мишени на уменьшение количественной плотности титановых макрочастиц при различных параметрах импульса потенциала смещения и времени обработки: 1 – $\varphi_{\text{см}} = 0$ В и $t = 30$ с; 2 – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс, $f = 10^5$ имп/с и $t = 30$ с; 3 – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс, $f = 10^5$ имп/с и $t = 90$ с; 4 – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс, $f = 10^5$ имп/с и $t = 180$ с

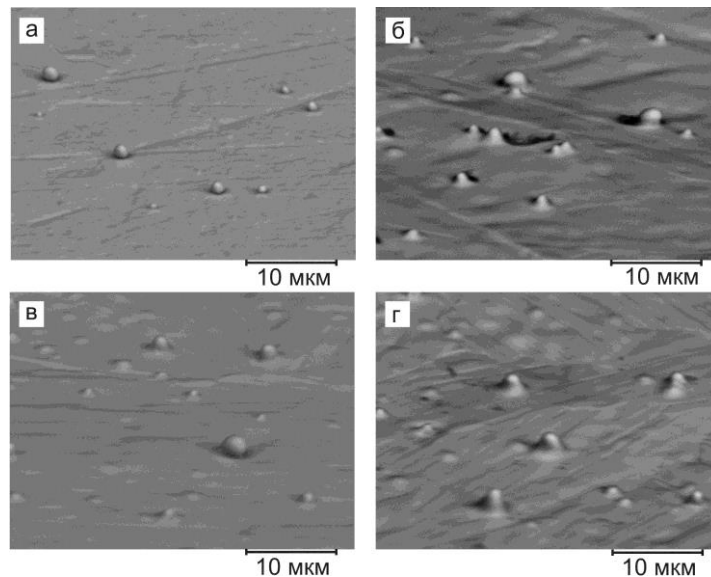


Рис. 9. Микрофотографии поверхности образцов после их ионно-плазменной обработки при различных потенциалах смещения, времени обработки и начальной температуры: а – $\varphi_{\text{см}} = 0$ В, $t = 30$ с и $T_0 = 900^\circ\text{C}$; б – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $t = 90$ с и $T_0 = 900^\circ\text{C}$; в – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $t = 180$ с и $T_0 = 900^\circ\text{C}$; г – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $t = 180$ с и $T_0 = 25^\circ\text{C}$

Эксперименты с титановым катодом по влиянию температуры на накопление микрокапельной фракции показали, что в определенных условиях при высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения на мишени её температура может превышать 1000°C . В этой связи представляется интересным исследование закономерностей накопления макрочастиц вакуумной дуги при использовании легкоплавкого материала катода (с температурой плавления ниже 1000°C), например, алюминия.

Характер зависимости поверхностной плотности макрочастиц от времени ионно-плазменной обработки в случае алюминиевой плазмы по сравнению с

титановой существенно изменяется. Наблюдается более быстрое, монотонное уменьшение плотности алюминиевых макрочастиц. Экспериментальные результаты представлены на Рис. 10.

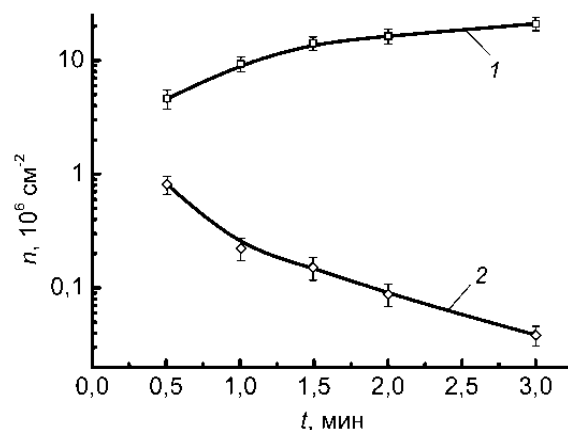


Рис. 10. Зависимость поверхностной плотности алюминиевых макрочастиц на образце от времени осаждения при плотности ионного тока насыщения $j_{и} = 85 \text{ A/м}^2$: 1 – при анодном потенциале на мишени $\varphi_{см} = 0 \text{ В}$; 2 – при импульсно-периодическом потенциале смещения $\varphi_{см} = -2000 \text{ В}$, $\tau = 7 \text{ мкс}$, $f = 10^5 \text{ имп/с}$

Микрофотографии поверхности образцов из нержавеющей стали после осаждения на них вакуумно-дуговой плазмы алюминия при различных временах обработки представлены на Рис. 11. Вид макрочастиц алюминия на микрофотографиях в сканирующем электронном микроскопе согласуется с предпосылкой, что макрочастицы находились в момент соударения с поверхностью в расплавленном состоянии в виде металлических капель.

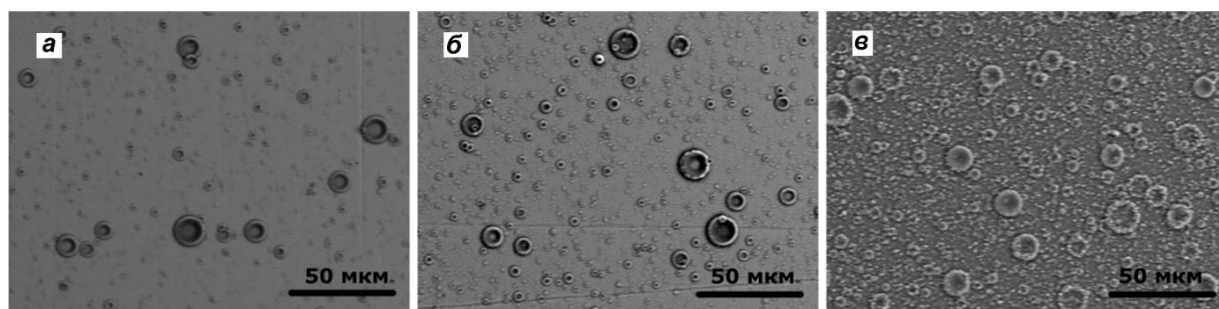


Рис. 11. Микрофотографии поверхностей, на которые осаждалась алюминиевая вакуумно-дуговая плазма при потенциале анода ($\varphi_{см} = 0 \text{ В}$) при различных временах облучения: а – 0,5 мин; б – 1 мин; в – 6 мин

Микрофотографии поверхности мишеней из нержавеющей стали после их ионно-плазменной обработки в алюминиевой плазме вакуумной дуги при высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения при разных временах облучения представлены на Рис. 12. Микрофотографии демонстрируют интенсификацию процесса трансформации ранее осажденных макрочастиц с увеличением времени ионно-плазменной обработки при высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения.

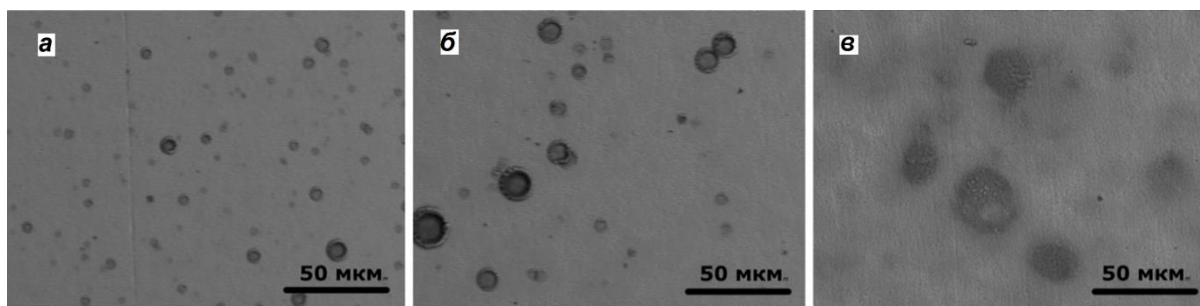


Рис. 12. Микрофотографии поверхностей образцов, подвергнутых ионно-плазменной обработке в алюминиевой вакуумно-дуговой плазме при импульсно-периодическом потенциале смещения $\varphi_{см} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс, $f = 10^5$ имп/с при различных временах облучения: а – 0,5 мин; б – 1 мин; в – 6 мин

Выполнена оценка возможности разогрева и испарения макрочастиц при конкретных параметрах ионно-плазменной обработки поверхности с использованием двухпотоковой ионно-электронной модели облучения макрочастицы. Отмечено, что наиболее значимыми компонентами в энергетическом балансе макрочастиц в слое разделения зарядов вблизи потенциальной мишени являются радиационное излучение макрочастицы, её разогрев ионами и вторичными электронами, ускоряемыми в слое разделения зарядов, и косвенный подогрев частиц за счет теплового излучения поверхности мишени.

Экспериментально показано, что уменьшение плотности титановых и алюминиевых макрочастиц на потенциальной подложке, погруженной в поток непрерывной плазмы вакуумной дуги, обеспечивает возможность реализации низкоэнергетической высокочастотной короткоимпульсной плазменно-иммерсионной имплантации ионов металлов. Рис. 13 демонстрирует профили распределения имплантированного алюминия в образцах из титана и никеля.

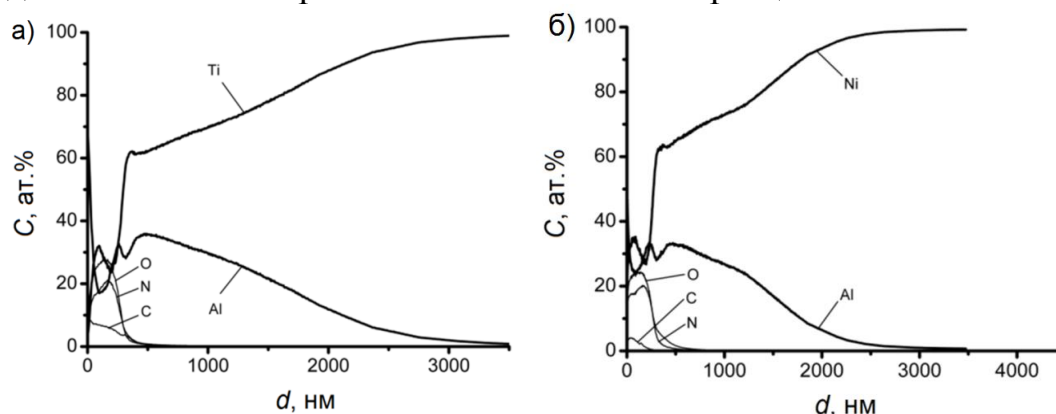


Рис. 13. Профили распределения алюминия по глубине после 6 мин плазменно-иммерсионной имплантации при приложении высокочастотного короткоимпульсного отрицательного потенциала смещения $\varphi_{см} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс в: а) титан, б) никель

В заключении кратко приводятся основные результаты работы, обосновывается достоверность полученных результатов исследований,

отмечается личный вклад автора и выражается благодарность научному руководителю и сотрудникам лабораторий за помощь в работе.

Основные результаты работы

1. Результаты экспериментов по накоплению макрочастиц на поверхности мишени с анодным потенциалом в плазме вакуумной дуги показали, что зависимость поверхностной плотности макрочастиц носит динамический характер с эффектом насыщения по максимальной плотности при толщинах покрытий, сравнимых с максимальным размером макрочастиц.

2. Экспериментально показано, что при частоте следования импульсов потенциала смещения 10^5 имп/с, амплитуде отрицательного потенциала смещения 2000 В и длительности импульса более 6,5 мкс ионно-плазменная обработка поверхности образца, погруженного в титановую вакуумно-дуговую плазму, не сопровождается формированием покрытия из-за превалирования ионного распыления над плазменным осаждением покрытия.

3. Экспериментально установлено, что применение высокочастотного короткоимпульсного отрицательного потенциала смещения обеспечивает возможность многократного уменьшения поверхностной плотности макрочастиц на мишени, погруженной в плазму:

- увеличение амплитуды импульса отрицательного потенциала смещения от 0 В до 3200 В приводит к снижению поверхностной плотности макрочастиц на мишени, погруженной в плазму, с плотностью ионного тока насыщения 44 А/м^2 почти в 7,7 раза ($f = 10^5$ имп/с, $\tau = 3$ мкс) после трехминутного ионно-плазменного облучения;

- увеличение длительности импульса потенциала смещения от 2 мкс до 8 мкс приводит к уменьшению относительной плотности макрочастиц: при – 850 В от 0,62 до 0,43; при –2000 В от 0,36 до 0,26 при общей плотности ионного тока вблизи поверхности мишени 58 А/м^2 .

4. Показано, что наибольший вклад в уменьшение плотности макрочастиц на потенциальном электроде, погруженном в плазму, вносят макрочастицы с диаметром меньше 0,65 мкм. Количество макрочастиц титана диаметром менее 1,5 мкм уменьшается в 4 раза при ионно-плазменной обработке мишени в течение 1 мин, тогда как количество крупных макрочастиц с диаметром больше 1,5 мкм при том же времени облучения практически не изменяется.

5. Установлено, что увеличение плотности ионного тока насыщения из плазмы от 20 А/м^2 до 200 А/м^2 у поверхности образца уменьшает плотность макрочастиц титана в 6 раз в сравнении с отсутствием потенциала смещения даже при малом времени ионно-плазменной обработки поверхности (30 с).

6. Время ионно-плазменной обработки существенно влияет на уменьшение поверхностной плотности макрочастиц на потенциальной мишени при высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения. Увеличение времени ионно-плазменной обработки мишени, погруженной в вакуумно-дуговую плазму титана, до 18 мин обеспечило уменьшение поверхностной плотности мелких макрочастиц с диаметром меньше 1,5 мкм в 1500 раз, крупных макрочастиц с диаметром больше 1,5 мкм в 10 раз при общем

уменьшении плотности всех макрочастиц в 67 раз в сравнении с количеством макрочастиц, осажденных на образец при анодном потенциале.

7. В экспериментах с дополнительным сеточным вольфрамовым электродом при плотности титановой плазмы 44 А/м^2 , прозрачности сетки 0,56, частоте следования импульсов потенциала смещения 10^5 имп/с, длительности импульсов 7 мкс, амплитуде отрицательного потенциала смещения 2000 В экспериментально установлено, что уменьшение количества макрочастиц плазмы вакуумной дуги на потенциальной поверхности мишени определяется комплексом различных механизмов, включая:

- электростатический механизм торможения и отражения макрочастиц в слое разделения зарядов, который уменьшает поверхностную плотность макрочастиц на потенциальной мишени, погруженной в титановую плазму вакуумной дуги, на ~10%;

- ионное распыление, вклад которого в уменьшение поверхностной плотности макрочастиц зависит от времени ионно-плазменной обработки мишени. Относительная плотность макрочастиц уменьшается от 0,98 до 0,83 при изменении времени ионно-плазменной обработки от 0,25 мин до 2 мин;

- непосредственное взаимодействие макрочастиц с потенциальным образцом в условиях высокочастотного короткоимпульсного отрицательного потенциала смещения, приводящее к уменьшению плотности макрочастиц в 5 раз при двухминутной ионно-плазменной обработке. Эффект многократного подавления макрочастиц нивелируется в случае диэлектрической мишени.

8. Эффективность подавления макрочастиц и их форма на потенциальной поверхности определяется параметрами плазмы, потенциала смещения, временем ионно-плазменной обработки мишени и её предварительным нагревом. Применение высокочастотного короткоимпульсного потенциала смещения обеспечивает возможность изменять агрегатное состояние титановых макрочастиц в слое разделения зарядов и управлять их формой на потенциальной поверхности. Предварительный нагрев мишени, погруженной в титановую вакуумно-дуговую плазму, до 900°C не влияет на динамику накопления и форму макрочастиц при осаждении плазмы на мишень с анодным потенциалом.

9. Применение высокочастотного короткоимпульсного потенциала смещения в случае легкоплавкого материала катода (алюминиевый катод) обеспечивает уменьшение поверхностной плотности макрочастиц более чем в 1000 раз после трехминутной ионно-плазменной обработки поверхности мишени. Разогрев потенциальной мишени и макрочастиц до температуры, превышающей температуру плавления материала катода, в слое разделения зарядов приводит к усилению раскатывания макрочастиц на мишени в тонкую пленку и, как следствие, к увеличению эффективности удаления макрочастиц за счет ионного распыления. Удалению крупных макрочастиц из легкоплавкого материала способствует их испарение с поверхности, разогретой до температуры, превышающей температуру плавления материала катода.

10. Экспериментально показана возможность реализации метода высокочастотной короткоимпульсной плазменно-иммерсионной имплантации ионов алюминия и титана из нефльтрованной от макрочастиц плазмы непрерывного вакуумно-дугового разряда.

Список используемой литературы

1. Tau C.N., Koh E.S., Akari K. Macroparticles on TiN films prepared by the arc ion plating process // *Surface and Coatings Technology*. – 1990. – V. 43–44. – P. 324–335.
2. Keidar M., Beilis I.I. Macroparticle reflection from a biased substrate in a vacuum arc deposition system // *IEEE Transactions on Plasma Science* – 1999. – V. 27, No 3. – P. 810–812.
3. Положий К.И., Береснев В.М. Подавление капельной фазы в вакуумно-дуговых распылительных системах // *Восточно-Европейский журнал передовых технологий*. – 2005. – №5. – С. 69–72.
4. Schanin P.M., Koval N.N., Kozyrev A.V., Goncharenko I.M., Grigoriev S.V., Tolkachev V.S. Interaction of the droplet fraction of a vacuum arc with the plasma of a gas discharge // *Journal of Technical Physics*. – 2000. – V. 41, No 2. – P. 177–184.
5. Lin G., Zhao Y., Guo H., Wang D., Dong Ch., Huang R. and Wen L. Experiments and theoretical explanation of droplet elimination phenomenon in pulsed-bias arc deposition // *Journal of Vacuum Science & Technology A* –2004.– V. 22.– P. 1218.
6. Ryabchikov A.I., Shulepov I.A., and Sivin D.O. Investigation of microdefects transformation on the coatings surface during vacuum-arc plasma deposition // *10th International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows: Proceedings*. – Tomsk, 2010. – P. 209–212.

ПУБЛИКАЦИИ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., and Bumagina A.I. Mechanisms and Regularities of the Vacuum Arc Macroparticles Behavior near and on a Substrate, Immersed in Plasma // *Proceedings of The 7th International Forum on Strategic Technology*.– Tomsk, Russia.– 2012.– V. II.– P. 357–362.
2. Ryabchikov A.I., Sivin D.O. and Bumagina A.I. Behavior of Macroparticles near and on a Substrate Immersed in a Vacuum Arc Plasma at Negative High-Frequency Short-Pulsed Biasing // *Proceedings of The 7th International Forum on Strategic Technology*.– Tomsk, Russia.– 2012.– V. II.– P. 363–367.
3. Ryabchikov A.I., Stepanov I.B., Sivin D.O., Bumagina A.I. Application of high-frequency short-pulsed plasma-immersion ion implantation or deposition method for dielectric materials processing using gas, metal and gas-metal plasma // *Proceedings of The 7th International Forum on Strategic Technology*.– Tomsk, Russia.– 2012.– V. II.– P. 1–3.
4. Бумагина А.И., Сивин Д.О. Накопление микрочастиц вакуумной дуги на потенциальной мишени при короткоимпульсном высокочастотном

- потенциале смещения // Перспективы развития фундаментальных наук: Труды X Международной конференции студентов и молодых ученых - Томск, 23-26 апреля. - Томск: ТПУ, 2013. – С. 47–49.
5. Рябчиков А.И., Сивин Д.О., Бумагина А.И., Степанов И.Б., Струц В.К. Осаждение микрочастиц из вакуумно-дуговой плазмы при подаче на мишень импульсно-периодического отрицательного потенциала смещения // Физика и химия обработки материалов.– 2013.– № 3.– С. 31–37.
 6. Рябчиков А.И., Сивин Д.О., Бумагина А.И., Струц В.К. Механизмы и закономерности поведения микрочастиц вакуумной дуги вблизи и на поверхности потенциального электрода, погруженного в плазму // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.– 2013.–№ 12.– С. 36–44.
 7. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I., Tupikova O.S. Titanium microparticles density decreasing on the sample surface, immersed in plasma, at repetitively pulsed biasing // 18th International Conference on Surface Modification of Materials by Ion Beams: Program and Abstract.– Kusadasi, Turkey.– 2013.– September 15-20.– P.–213.
 8. Рябчиков А.И., Сивин Д.О., Бумагина А.И. Динамика изменения плотности МЧ на потенциальной поверхности мишени, погруженной в титановую плазму непрерывной вакуумной дуги // Известия ВУЗов. Физика. – 2013.– № 11/3.– С. 12–16.
 9. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I., Bolbasov E.N. and Daneikina N.V. Unfiltered aluminium vacuum arc plasma application for high-frequency short-pulse plasma immersion ion implantation // Advanced Materials Research.– 2014.– V. 880.– P. 155–160.
 10. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I. Influence of substrate characteristics and negative bias parameters to the rate of vacuum arc macroparticles accumulation // International Conference on Surface Engineering for Research and Industrial Applications (INTERFINISH - SERIA 2014) June 30 – July 04, 2014 Novosibirsk State Technical University Novosibirsk, Russia, P. 64.
 11. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I., Ananin P.S., Dektyarev S.V. Investigation of bias pulse parameters influence to macroparticle reflection in an electric field near substrate immersed in vacuum arc plasma // International Conference on Surface Engineering for Research and Industrial Applications (INTERFINISH – SERIA 2014) June 30 – July 04, 2014 Novosibirsk State Technical University Novosibirsk, Russia, P. 90.
 12. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I., Tupikova O.S., Daneikina N.V. Titanium microparticles density decreasing on the sample surface, immersed in plasma, at repetitively pulsed biasing // Applied Surface Science. – 2014.– V. 310.– P. 126–129.
 13. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I., Bolbasov E.N., Daneikina N.V. Investigation of the possibility of unfiltered aluminum vacuum arc plasma application for high-frequency short-pulse plasma immersion ion implantation // Applied Surface Science. – 2014.– V. 310.– P. 120–125.

14. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I. Physical Mechanisms of macroparticles density decreasing on a substrate surface immersed in a vacuum arc plasma at negative high-frequency short-pulsed biasing // *Applied Surface Science*. – 2014.– V. 305.– P. 487–491.
15. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I. Application of high frequency short pulse negative biasing for the decreasing of microparticles content on substrate immersed in vacuum arc plasma // *Applied Surface Science*. – 2014.– V. 310.– P. 130–133.
16. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I., Ananin P.S., Dektyarev S.V. Mechanisms of macroparticles number density decreasing on a substrate immersed in vacuum arc plasma at repetitively pulsed biasing // *Book of abstract of International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE-2014)*, September 21-26, Tomsk, Russia, P. 258.
17. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I., Ananin P.S., Dektyarev S.V. Macroparticles number density decreasing on a substrate immersed in vacuum arc plasma at repetitively pulsed biasing // *Известия высших учебных заведений*.– 2014.– т. 57, №12/3.– С. 259–262.
18. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I. Influence of Bias Parameters and Plasma Density to Vacuum Arc Macroparticles Accumulation // *Materials and Manufacturing Processes*.– 2015.– V. 30.– P. 1471–1475.
19. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Bumagina A.I., Andriyashin D.A. Control of vacuum arc macroparticles by negative repetitively pulsed biasing // *Физико-технические проблемы в науке, промышленности и медицине: сборник тезисов докладов VII Международной научно-практической конференции*. – Томск, 2015. – С. 207.