

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Национальный исследовательский Томский политехнический
университет»

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

Диссертация на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
доктор физико-математических наук, профессор
Рябчиков А.И.

Томск – 2015

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	5
ГЛАВА 1 ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ И МЕТОДЫ ПОДАВЛЕНИЯ МИКРОКАПЕЛЬНОЙ ФРАКЦИИ В ПЛАЗМЕ ВАКУУМНОЙ ДУГИ.....	14
1.1. Закономерности формирования потока макрочастиц при вакуумно- дуговом разряде.....	14
1.2. Управление потоком макрочастиц за счет свойств вакуумно-дугового разряда.....	22
1.3. Поведение макрочастиц вакуумной дуги в плазме	24
1.4. Фильтрация макрочастиц в магнитных и электромагнитных системах	32
1.5. Влияние отрицательного потенциала мишени на накопление макрочастиц.....	37
Выводы и постановка задачи исследования.....	40
ГЛАВА 2 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ.....	43
2.1. Экспериментальная установка.....	43
2.2. Высокочастотные короткоимпульсные генераторы напряжения.....	46
2.3. Подготовка поверхности образцов и измерение плотности макрочастиц на поверхности мишени	47
2.4. Измерение температуры мишени	51
2.5. Измерение характеристик ионно-плазменного облучения, толщин осаждаемых покрытий и элементного состава приповерхностных слоев мишени	52
Выводы.....	54

ГЛАВА 3 ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ИМПУЛЬСНОГО ПОТЕНЦИАЛА СМЕЩЕНИЯ, ПЛОТНОСТИ ПЛАЗМЫ НА ДИНАМИКУ НАКОПЛЕНИЯ МАКРОЧАСТИЦ НА ПОТЕНЦИАЛЬНОЙ МИШЕНИ, ПОГРУЖЕННОЙ В ПЛАЗМУ ВАКУУМНОЙ ДУГИ 55

3.1. Накопление макрочастиц титана на мишени при осаждении вакуумно-дуговой плазмы 55

3.2. Влияние параметров импульсного потенциала смещения на режим ионно-плазменной обработки поверхности 58

3.3. Исследование влияния параметров потенциала смещения на закономерности накопления макрочастиц на потенциальной поверхности мишени, погруженной в плазму 60

3.3.1. Влияние длительности импульса потенциала смещения на плотность макрочастиц на поверхности мишени 60

3.3.2. Влияние амплитуды импульса отрицательного потенциала смещения на накопление макрочастиц на потенциальной поверхности 65

3.4. Влияние параметров плазмы титана на уменьшение количества макрочастиц на потенциальной поверхности мишени 67

3.5. Влияние времени ионно-плазменной обработки на уменьшение количества макрочастиц на поверхности мишени, погруженной в металлическую и газовую плазму 69

Выводы 71

ГЛАВА 4 ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ МЕХАНИЗМОВ ИЗМЕНЕНИЯ ПЛОТНОСТИ МАКРОЧАСТИЦ НА ПОТЕНЦИАЛЬНОЙ МИШЕНИ ПРИ ВЫСОКОЧАСТОТНЫХ КРОТКОИМПУЛЬСНЫХ ОТРИЦАТЕЛЬНЫХ ПОТЕНЦИАЛАХ СМЕЩЕНИЯ..... 73

4.1. Исследование механизмов и закономерностей отражения макрочастиц в слое разделения зарядов и их удаления с поверхности мишени 73

4.1.1. Накопление макрочастиц титана на мишени при наличии сеточного электрода.....	73
4.1.2. Исследование влияния электрического поля слоя разделения зарядов на накопление макрочастиц.....	75
4.1.3. Исследование влияния ионного распыления на накопление макрочастиц.....	78
4.1.4. Исследование влияния поверхности потенциальной мишени на накопление макрочастиц.....	82
4.1.5. Влияние температуры мишени на накопление макрочастиц титана.	92
4.2. Исследование закономерностей уменьшения плотности макрочастиц на потенциальной поверхности в случае применения легкоплавкого материала катода вакуумной дуги.....	95
4.3. Оценка влияния параметров плазмы и потенциала смещения на состояние макрочастиц в слое разделения зарядов и на потенциальной поверхности.....	99
4.4. Исследование возможности высокочастотной короткоимпульсной плазменно-иммерсионной имплантации ионов алюминия в титан с использованием нефльтрованной вакуумно-дуговой плазмы алюминия.	108
Выводы.....	112
Заключение.....	115
Список литературы.....	119

ВВЕДЕНИЕ

Технологии, связанные с вакуумной дугой, широко востребованы в различных отраслях науки и техники. Наибольший интерес в современном мире представляет применение вакуумной дуги в плазменных технологиях для нанесения тонкопленочных покрытий различного вида и в ионной имплантации с использованием источников ионов металлов и газов [1–10]. 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 [11, 12]. 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 [13, 14]. Наличие значительного количества макрочастиц в потоке вакуумно-дуговой плазмы ограничивает возможность применения непрерывной вакуумной дуги для плазменной-иммерсионной имплантации ионов. Плазменно-иммерсионная имплантация ионов как с импульсной, так и непрерывной газоразрядной плазмой хорошо развита в настоящее время и используется в различных технологиях модифицирования поверхностных свойств материалов ионами газов, преимущественно ионами азота [15]. Очистка металлической плазмы от макрочастиц с использованием различных плазменных фильтров [16–22] приводит к значительному снижению плотности плазмы, что препятствует возможности реализации 3D технологий плазменно-иммерсионной имплантации ионов металлов, металлов и газов деталей и изделий сложной формы.

Имеется значительный объем научных публикаций, посвященных механизмам формирования макрочастиц при взрыве микроострий катода, обзор которых может быть найден в [1, 23]. Детально исследовано угловое

распределение макрочастиц, влияние на их количество параметров импульсного и непрерывного вакуумно-дуговых разрядов, скорости перемещения катодного пятна и др. Ряд исследований был нацелен на подавление макрочастиц вакуумно-дугового разряда в потоке плазмы за счет их испарения [24, 25]. В работах [26–29] исследовалась возможность значительного уменьшения микрокапельной фракции в потоке вакуумно-дуговой плазмы за счет электростатического торможения и отражения в слое разделения зарядов вблизи мишени, погруженной в плазму, при постоянном отрицательном потенциале смещения. Применение постоянного потенциала ограничивало возможность варьирования потенциала смещения из-за возрастания вероятности появления катодных пятен на потенциальной поверхности мишени и возникновения пробоев, соответственно. Применение высокочастотных короткоимпульсных потенциалов открывает возможность управления параметрами импульсов смещения в широком диапазоне.

Совокупность известных экспериментальных исследований демонстрирует возможность уменьшения плотности потока макрочастиц в плазме и плотности макрочастиц на потенциальной поверхности мишени более чем на порядок. Это позволяет улучшить свойства формируемых покрытий при их ионно-плазменном осаждении. Однако это не решает проблему макрочастиц и не обеспечивает возможность реализации перспективного метода плазменно-иммерсионной имплантации ионов с использованием непрерывной плазмы вакуумной дуги. Следует отметить, что проблема подавления макрочастиц имеет фундаментальный характер и в случае применения мощных ионных и электронных пучков для модификации свойств материалов и/или осаждения покрытий [30–35].

Таким образом, экспериментальное исследование механизмов и закономерностей уменьшения плотности макрочастиц непрерывного вакуумно-дугового разряда в слое разделения зарядов и на потенциальной поверхности мишени при высокочастотных короткоимпульсных потенциалах смещения, представляется актуальной задачей.

Цель работы заключается в исследовании 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, и выявлении различных физических механизмов подавления макрочастиц и изменения их форм на поверхности.

Научная новизна работы заключается в том, что:

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 в уменьшение поверхностной плотности макрочастиц, 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, их формой, скоростью 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.

Научная и практическая значимость работы:

1. Экспериментально определен вклад физических механизмов в уменьшение поверхностной плотности макрочастиц, связанных с их торможением и отражением 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 нефильтрованную 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 количества макрочастиц, а также в работах по модификации поверхностных свойств различных материалов плазменно-иммерсионной имплантацией ионов металлов, металлов и газов.

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/м² 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 ($\varphi_{см} = -2000$ В) при плотности ионного тока насыщения 44 А/м², 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.

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

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, полученных 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.

Глава третья посвящена исследованию влияния параметров импульсного потенциала смещения, плотности плазмы на динамику накопления титановых

макрочастиц на потенциальной мишени, погруженной в плазму непрерывной вакуумной дуги. Экспериментально исследована динамика накопления макрочастиц титана на мишени с анодным потенциалом в условиях осаждения вакуумно-дуговой плазмы. Изучено влияние длительности импульса и амплитуды отрицательного потенциала смещения на формирование титанового покрытия. 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. Представлены результаты экспериментальных исследований влияния длительности импульса и амплитуды отрицательного потенциала смещения на закономерности накопления макрочастиц на потенциальной поверхности мишени, погруженной в плазму. Установлено, что увеличение амплитуды потенциала смещения, как и увеличение длительности импульса, приводит к уменьшению плотности макрочастиц. Приводятся результаты экспериментальных исследований, демонстрирующих существенное влияние плотности ионного тока насыщения из титановой плазмы на динамику изменения количества макрочастиц на потенциальной поверхности мишени. Экспериментально установлено, что время ионно-плазменной обработки мишени также существенно влияет на уменьшение количества макрочастиц на её поверхности. Показано, что при малых временах облучения зависимость общей относительной плотности макрочастиц от времени облучения определяется мелкими макрочастицами, а при больших временах облучения (от 6 мин) определяющую роль начинают играть крупные макрочастицы.

Четвертая 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. Управление потенциалами смещения на сеточном электроде и мишени позволило выделить вклад отдельных механизмов в изменение динамики накопления макрочастиц. 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 10%. Экспериментально 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%. Установлено, что существенное влияние на уменьшение плотности макрочастиц оказывает непосредственно поверхность мишени. Исследовано влияние предварительного нагрева подложки на уменьшение количественной плотности макрочастиц при различных параметрах импульса потенциала смещения и времени обработки. Представлены результаты экспериментальных исследований уменьшения плотности макрочастиц на потенциальной поверхности в случае применения легкоплавкого материала катода вакуумной дуги – алюминия. Представлены экспериментальные результаты уменьшения плотности макрочастиц алюминия на потенциальной поверхности более чем на 3 порядка при увеличении времени ионно-плазменной обработки мишени до 3 мин. Проведена оценка возможности разогрева и испарения макрочастиц при конкретных параметрах ионно-плазменной обработки поверхности с использованием двухпоточковой 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 косвенным подогревом частиц за счет радиационного 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.

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.

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).

Материалы диссертационной работы изложены в 19 научных публикациях, докладах и тезисах, опубликованных в отечественной и зарубежной печати.

Результаты работы использовались при выполнении ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы» (соглашение № 14.В37.21.1654 от 01.10.2012); госзадания «Разработка научных основ ионной и плазменной модификации материалов, работающих при экстремальных нагрузках» № 1603.

ГЛАВА 1

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ И МЕТОДЫ ПОДАВЛЕНИЯ МИКРОКАПЕЛЬНОЙ ФРАКЦИИ В ПЛАЗМЕ ВАКУУМНОЙ ДУГИ

1.1. Закономерности формирования потока макрочастиц при вакуумно-дуговом разряде

Вакуумный разряд представляет собой один из видов электрического разряда в газах, характеризуемый большой плотностью тока и малым падением потенциала вблизи катода [36–39]. Характерной особенностью электрической дуги в вакууме является присутствие на поверхности катода быстро перемещающихся яркосветящихся областей малых размеров – катодных пятен, которые образуются за счет взрывного испарения микроострий на поверхности электрода [23]. Катодные пятна являются неотъемлемой и характерной частью вакуумно-дугового разряда. Их наличие обусловлено лавиной электронов из металла – эктонами [23]. Эктоны обеспечивают перенос тока в разрядном промежутке, испарение и ионизацию материала катода [1, 23, 40]. Катодные пятна имеют малые размеры (10^{-4} – 10^{-2}) см, что по данным работы [41] обусловлено влиянием собственного магнитного поля токового канала. Плотность тока в катодном пятне зависит от материала катода и по данным, представленным в работе [42] составляет ($6 \cdot 10^8$ – $2 \cdot 10^9$) А/см² при длительности токового импульса (10–1) нс, соответственно.

Различают катодные пятна первого и второго рода [38]. При относительно небольшом токе дуги (единицы ампер), а также при загрязненной поверхности на катоде формируется быстро перемещающееся катодное пятно первого рода. Таким пятнам присущи высокая скорость перемещения (100–500 м/с) и низкая эрозия материала катода (3,5–13 мг/К) [43, 44]. Катодные пятна первого рода, существующие на грязной поверхности, перемещаются по диэлектрическим включениям на ней. С ростом тока дуги до нескольких десятков ампер и по мере

очистки поверхности катода от диэлектрических загрязнений формируются катодные пятна второго рода, для которых свойственен брызговой вынос материала электродов [38, 45]. Эти пятна образуются при высоком вакууме и, главным образом, на катодах с высоким упругим давлением паров [43, 44]. Скорость перемещения катодного пятна данного рода примерно на два порядка меньше, чем скорость перемещения катодного пятна первого рода [2, 46]. Функционирование катодного пятна второго рода приводит к локальному, более глубокому расплавлению поверхности катода, что, в конечном итоге, приводит к увеличению массопереноса материала катода в виде микрокапель.

Эрозия поверхности электрода является результатом микроскопических взрывов микроострий на рабочей поверхности катода, вследствие возникновения взрывной эмиссии электронов в виде отдельных порций или лавин электронов, названных эктонами [23]. Шероховатость, неровности и микровыступы являются неотъемлемой частью любой поверхности. Причиной возникновения микровзрывов является быстрый нагрев микровыступов катода, имеющий место благодаря значительному усилению электрического поля вблизи микроострия и появлению эмиссионного электронного тока большой плотности. Массоперенос с катода интегрально обусловлен формированием потоков ионов и нейтрального пара, а также макрочастиц, которые представляют собой капли и даже твердые осколки катодного материала [46, 47].

Вклад капельной фракции в общий массоперенос катодного материала может достигать 90% [19]. Число макрочастиц зависит от тока дугового разряда, материала катода, теплового режима катода и его геометрии. Макрочастицы имеют размеры от долей микрометров до 100 мкм [48]. Иногда встречаются и более крупные частицы. Их диаметр существенно зависит от материала катода и давления рабочего газа. Распределения капель по размерам для случаев алюминиевого и молибденового катодов представлены на рисунке 1.1 [48, 49].

В работе [48] показано, что распределение капель по размерам может быть описано функцией типа:

$$\Delta n = cD_k^{-\gamma}, \quad (1.1)$$

где Δn , D_k – количество и диаметр капель, соответственно, c , γ – постоянные, зависящие от материала катода.

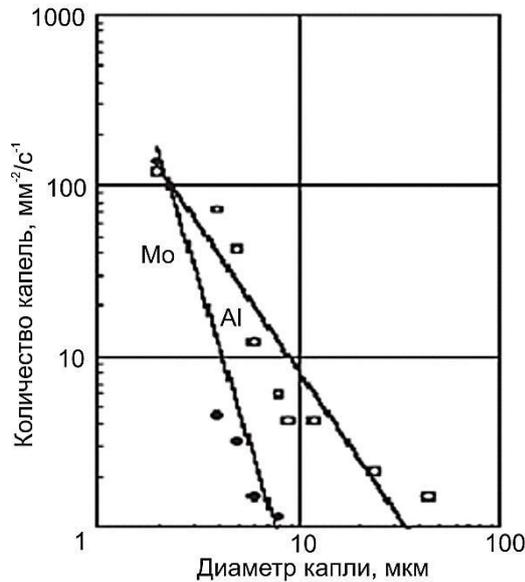


Рисунок 1.1. Распределение капель по размерам для дуги с алюминиевым и молибденовым катодами

Из распределения, представленного на рисунке 1.1, видно, что количество макрочастиц материала катода в плазме уменьшается примерно линейно с увеличением их диаметра в логарифмическом масштабе.

Процентное содержание капельной фракции увеличивается с уменьшением температуры плавления того или иного материала. По данным работы [50], для таких металлов как молибден и вольфрам (тугоплавкие металлы) процентное содержание капельной фазы составляет единицы процентов, в то время как для меди данная величина составляет около 50%.

Если катод выполнен из тугоплавкого металла или графита [21], то значительная часть макрочастиц покидает катод не в виде капель, а в виде твердых осколков. Эрозия катода с эмиссией твердых макрочастиц может происходить вследствие термоупругих напряжений, которые возникают в области катодного пятна. Эти напряжения в десятки раз превышают предел прочности материала электрода [23].

В отличие от работы [48], в работах [26, 27, 51] использовался микроскоп с более высоким разрешением, что позволило получить данные о наличии

значительного потока макрочастиц в вакуумно-дуговом разряде с диаметром 0,1 – 1 мкм.

В работе [52] проведено исследование влияния материала катода на распределение плотности макрочастиц в зависимости от их диаметра в импульсном режиме дугового разряда с током дуги 200 А. Соответствующее распределение для катодов из вольфрама, платины, меди, никеля, серебра и свинца представлены на рисунке 1.2 а, б, в.

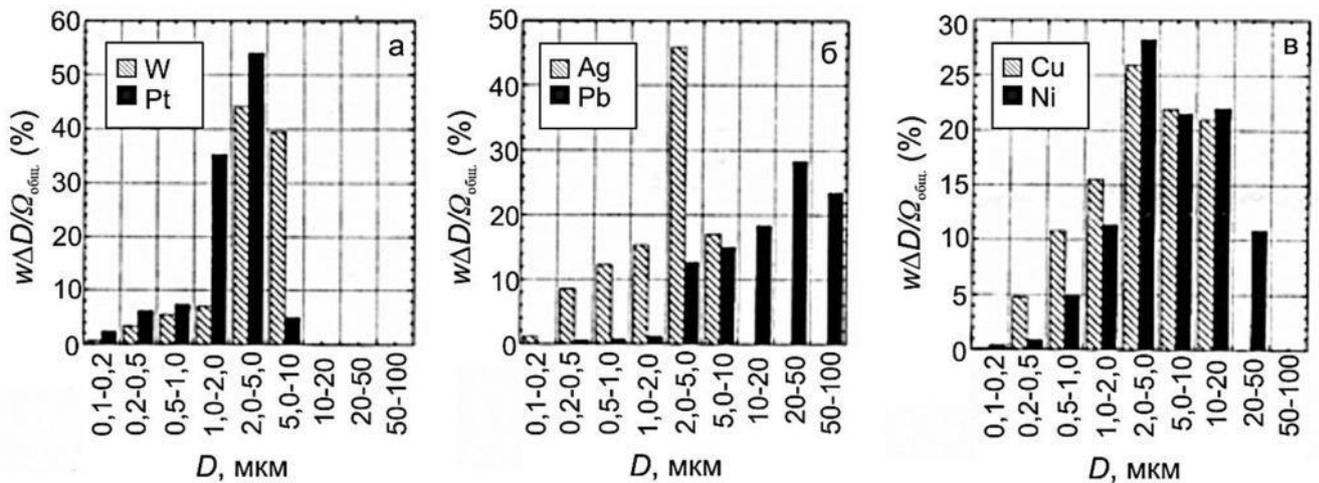


Рисунок 1.2. Отношение массы материала катода, осажденного макрочастицами, в области диаметров ΔD к общей осажденной массе Ω (массы нормированной на перенесенный заряд и площадь мишени): а – катоды из вольфрама и платины; б – катоды из меди и никеля; в – катоды из серебра и свинца

Эти гистограммы демонстрируют, что наибольший массоперенос в дуговом разряде обеспечивается макрочастицами с диаметром больше микрона. Для легкоплавкого свинца наибольший массоперенос (порядка 28%) обеспечивается микрокаплями диаметром 20–50 мкм. В тоже время, для тугоплавкого вольфрама более 40% массопереноса обеспечивается микрокаплями диаметром от 2 мкм до 5 мкм.

На количество микрокапель, их распределение по размерам существенное влияние оказывают не только процессы «расплёскивания» жидкого материала катода в катодном пятне, но и их последующее испарение вблизи катода в области высоких плотностей плазмы. Расчеты, представленные в работе [48] (рисунок 1.3), демонстрируют, что при пролете участка от катода до поверхности

конденсации радиусы капель уменьшаются. Образцы, к которым был приложен отрицательный потенциал -150 В, располагались на расстоянии $0,085$ м от катода.

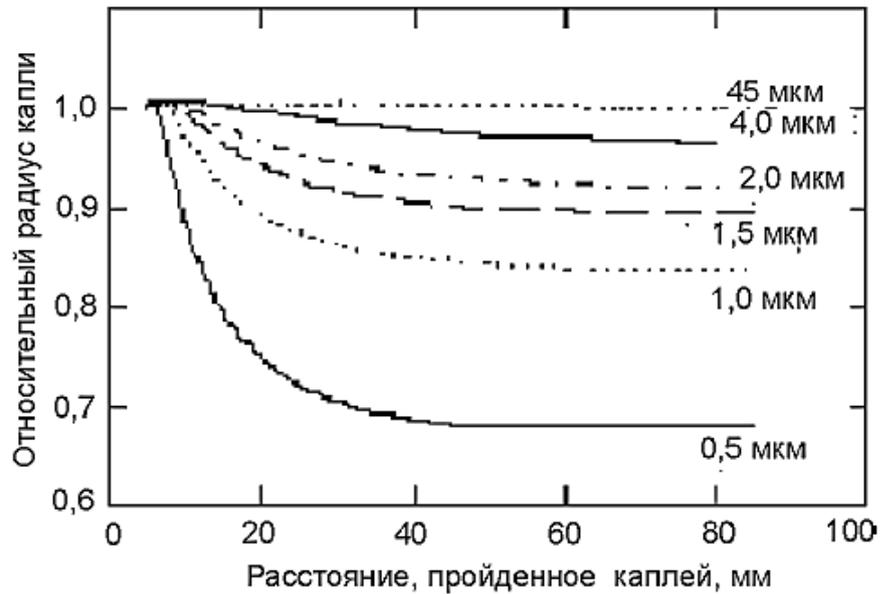


Рисунок 1.3. Изменение относительного размера капель в зависимости от пройденного расстояния для капель с различными начальными радиусами [48]

При этом в работе [48] также отмечалось, что объем малых капель уменьшается на 40%. Однако крупные капли радиусом более 10 мкм теряют всего несколько процентов своего объема (рисунок 1.4).

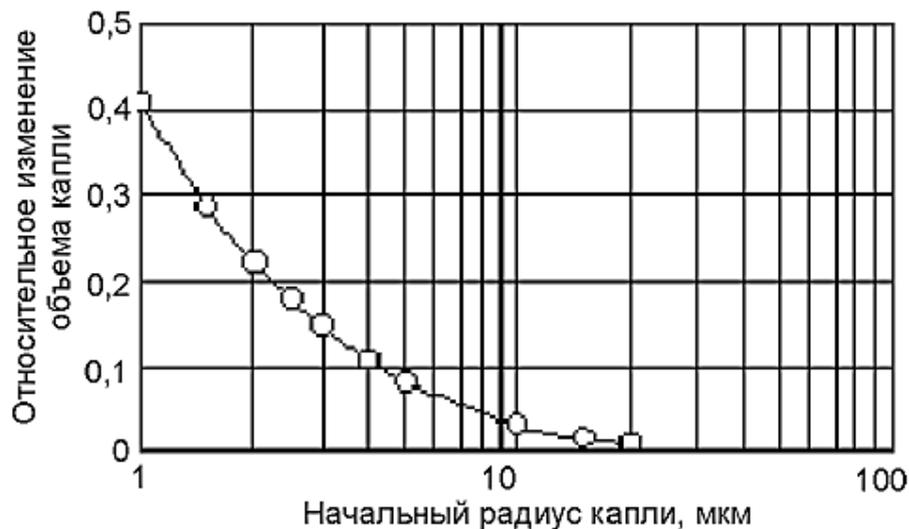


Рисунок 1.4. Относительное изменение объема капель в зависимости от начального радиуса [48]

Массоперенос материала катода микрокаплями существенно зависит от размеров частиц. И, хотя в катодном пятне вакуумно-дугового разряда

генерируется существенно больший поток мелких макрочастиц с диаметром меньше 1 мкм, массоперенос с катода определяется крупными частицами. В работе [49] представлена доля титановых капель различного диаметра в общем массопереносе (рисунок 1.5).



Рисунок 1.5. Доля капель данного диаметра в общем массопереносе для дуги с титановым катодом [49]

Данное распределение показывает, что частицы диаметром менее 2 мкм вносят не существенный вклад в общую эрозию катода в капельной фазе.

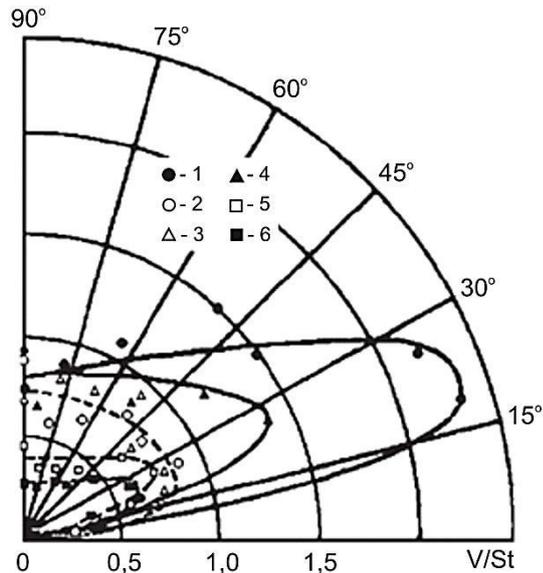


Рисунок 1.6. Угловое распределение капель различных размеров: 1, 3, 5 – 5÷15 мкм; 2, 4, 6 – 2 ÷ 5 мкм; 1, 2 – $p = 10^{-3}$ Па; 3, 4 – $p = 0,1$ Па; 5, 6 – $p = 1$ Па [49]

Характерно, что поток микрокапель, генерируемый катодным пятном вакуумной дуги, имеет ярко выраженную угловую зависимость. Большинство частиц движется под малым углом к поверхности катода. Угловые распределения титановых капель различных размеров, полученные в работе [49], представлены на рисунке 1.6. Авторы делают вывод, что большинство титановых капельных образований покидает поверхность отрицательного электрода (катода) под углом $20...30^\circ$ к его поверхности. Подобные результаты получены также в работах [53, 54].

Известно, что микрокапли, покидая поверхность катода, движутся с различными скоростями. Так, в работе [55] показано, что наибольшую скорость в среднем имеют более мелкие частицы. Кроме того, было обнаружено, что начальная скорость для большинства капель составляет около 3 м/с [38], а максимальная скорость может иметь значение около 800 м/с [45, 56–59].

Капли, генерируемые стационарной вакуумной дугой, движутся с существенно меньшими скоростями, чем капли в импульсных или квазистационарных разрядах. Скорости капель в импульсных разрядах достигают, в ряде случаев, сотен метров в секунду [60–62].

В работе [49] показано, что капли, испускаемые стационарной дугой с титановым катодом, имеют скорости в диапазоне от 1 до 30 м/с (см. рисунок 1.7), причем наиболее вероятная скорость капель с ростом давления азота в разрядном промежутке увеличивается. Доля частиц, движущихся со скоростями более 30 м/с, в общем потоке капель, генерируемых вакуумной дугой, в рассматриваемых экспериментальных условиях работы [49] не превышает единиц процентов. Авторы связывают увеличение скорости капель при повышении давления азота с образованием на поверхности катода нитрида титана, обладающего более высокой температурой плавления (2930°C) по сравнению с чистым титаном (1660°C) [63, 64].

Известно также, что поток макрочастиц с поверхности катода существенно увеличивается с увеличением тока дугового разряда. Интенсивность генерации

капельных образований в этом случае растет из-за того, что движение катодных пятен по рабочей поверхности катода приводит к повышению его температуры.

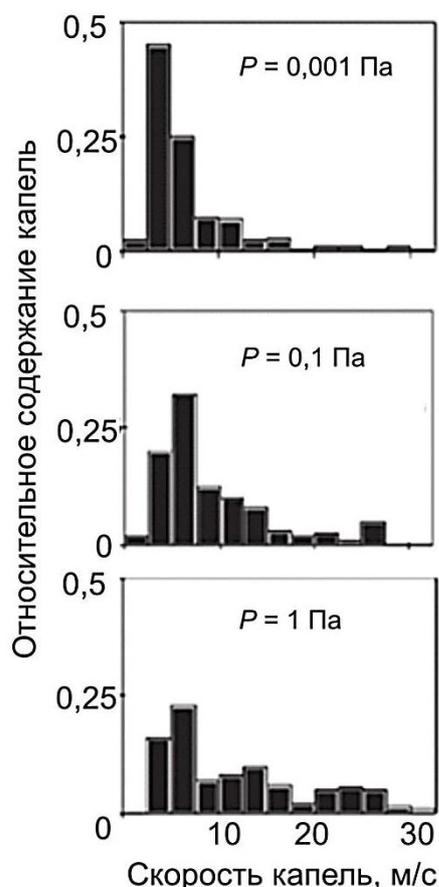


Рисунок 1.7 Распределения титановых капель по скоростям, полученные при различных давлениях азота [49]

Соответственно, увеличивается скорость распыления материала катода за счет увеличения в плазменном потоке материала катода в капельной и осколочной фракциях [50]. Значительный поток макрочастиц при килоамперных токах вакуумной дуги используется в технологиях высокоскоростного осаждения толстых защитных покрытий различного функционального назначения [42, 65–69].

1.2. Управление потоком макрочастиц за счет свойств вакуумно-дугового разряда

Существенное влияние микрокапельной фракции плазмы вакуумной дуги на качество формируемых покрытий в течение многих десятилетий стимулирует учёных на поиск различных методов её снижения.

Один из вариантов подавление микрокапельной фракции может быть реализован на основе угловой зависимости вылета макрочастиц с поверхности катода. Для этого используются экраны-ловушки, препятствующие прохождению в экспериментальную камеру макрочастиц, формируемых, как отмечалось выше, под углом $20...30^\circ$ к поверхности катода [53, 54].

Еще одним способом подавления капельной фракции плазмы вакуумной дуги является снижение интегральной температуры катода за счет его принудительного охлаждения [68].

Объем микрокапельной фракции в плазме вакуумно-дугового разряда также существенно зависит от скорости перемещения катодного пятна [23, 40, 50]. Доля микрокапельной фракции в плазме вакуумной дуги при миграции по катоду быстроперемещающихся пятен первого рода будет значительно меньше по сравнению с числом макрочастиц, присутствующих в составе плазмы при существовании катодных пятен второго рода на поверхности электрода. Однако катодные пятна первого рода движутся по диэлектрическим включениям, что приводит к очистке поверхности и, следовательно, к загрязнению плазмы, возникающей в вакуумной камере. Эти загрязнения оказывают отрицательное влияние на качество получаемых покрытий. Как уже отмечалось выше, существование на катоде пятен второго рода приводит к увеличению микрокапель в плазме вакуумной дуги, поскольку материал катода в зоне катодного пятна хорошо прогревается и испускает больше капель. Несмотря на это, при регулировании скорости перемещения катодных пятен второго рода с помощью тангенциального к поверхности катода магнитного поля удаётся снизить долю микрокапельной фракции в плазме вакуумно-дугового разряда за счет увеличения

скорости перемещения катодных пятен [70, 72]. Таким образом, применяя различные конфигурации магнитных полей, удастся в определённых пределах управлять потоком макрочастиц и существенно уменьшать количество крупных макрочастиц.

Известно также, что уменьшению содержания капельной фракции в плазменном потоке способствует снижение тока дуги. [21]. Однако при этом могут проявиться ограничения, связанные как с физическим процессом формирования плазмы вакуумной дугой, так и с технологией ионно-плазменного осаждения покрытий. Известно, что вакуумно-дуговой разряд становится нестабильным, если ток дугового разряда меньше 60 А [73, 74]. В некоторых случаях, как, например, в работе [75], удастся достичь устойчивого режима вакуумно-дугового разряда при токах порядка 40 А. Эти ограничения обусловлены уменьшением количества одновременно функционирующих катодных пятен при уменьшении тока дуги. При малых токах дугового разряда количество одновременно функционирующих катодных пятен становится настолько мало, что резко увеличивается вероятность обрыва тока дуги из-за погасания катодных пятен. В ряде случаев, особенно, когда требуется высокая производительность ионно-плазменного осаждения покрытий, обеспечить снижение микрокапельной фракции за счет уменьшения тока дуги не представляется возможным и необходимо использовать другие подходы.

В последнее время также широко используется импульсный вариант вакуумно-дугового разряда как метод уменьшения микрокапельной фракции. В этом случае число макрочастиц, в соответствии с данными работы [76], увеличивается с ростом длительности импульса.

Рассмотренные методы и подходы позволяют уменьшить микрокапельную фракцию в потоке вакуумно-дуговой плазмы в несколько раз, не решая проблему кардинально.

Принципиально существует радикальный способ решения проблемы микрокапельной фракции в вакуумно-дуговом разряде, формирующем металлическую плазму. Как показано в работе [53] бескапельные атомарно-

ионные потоки формируются в случае, когда один из электродов дуги термически изолируют и термоавтоэмиссионный дуговой разряд с хаотически перемещающимися по катоду катодными пятнами переходит в термоэмиссионный дуговой разряд без катодных пятен [36, 37]. В этом случае температура этого электрода может достигать уровня, при котором происходит интенсивное его испарение со сравнительно большой поверхности без образования капель. Если теплоизолированным является анод, то подложку размещают на пути прямых потоков с анода, но так, чтобы она была отгорожена от катода. Если теплоизолированным является катод, то для некоторых катодных материалов (особенно сублимирующих) возможен переход дуги с катодным пятном к дуге с распределенной зоной привязки разряда к катоду без образования микропятен, эмитирующих макрочастицы. Следует отметить, что, несмотря на возможности формирования бескапельных потоков плазмы вакуумной дуги в разрядах без катодного пятна, в силу ряда технических проблем эти подходы не нашли широко практического применения в технологиях ионно-плазменного формирования покрытий.

1.3. Поведение макрочастиц вакуумной дуги в плазме

Макрочастицы покидают поверхность катода в расплавленном состоянии и по данным работы [59] имеют температуру более 1700 °С. Энергетическое состояние макрочастицы при её дальнейшем движении в плазме определяется общим балансом энергии. Энергетический баланс макрочастицы в плазме вакуумной дуги детально рассмотрен в работе [77]. Одним из основных источников охлаждения макрочастиц является их радиационное излучение $P_{\text{рад}}$, определяемое законом Стефана-Больцмана:

$$P_{\text{рад}} = \alpha 4\pi r_{\text{Мч}}^2 \sigma T_{\text{Мч}}^4, \quad (1.2)$$

где $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8}$ Вт/м²К⁴ – постоянная Стефана-Больцмана, α – степень черноты материала макрочастицы, $r_{\text{МЧ}}$ – радиус макрочастицы, $T_{\text{МЧ}}$ – температура макрочастицы.

Излучение металла при высокой температуре зависит от материала и длины волны излучения. По данным работы [78] степень черноты металла α при высоких температурах (1000 – 5000) К может быть примерно равна 0,1. Однако в случае макрочастиц малого размера (около 1 мкм) это излучение может стать пренебрежимо мало из-за того, что длина волны ИК-излучения оказывается сравнима с диаметром макрочастиц [79].

В нагреве частицы, движущейся в плазме вакуумной дуги, существенную роль играет ток ионов $j_{\text{и}}$. В работе [24] для оценки ионного тока на микрокаплю используется выражение Бома:

$$j_{\text{и}} = 0.6 \cdot e n_{\text{пл}} \sqrt{T_e / m_{\text{и}}}, \quad (1.3)$$

где e – заряд электрона, $n_{\text{пл}}$ – плотность плазмы, T_e – температура электронов, $m_{\text{и}}$ – масса иона.

Однако в случае плазмы вакуумной дуги ионы имеют значительную направленную скорость, и использование формулы Бома может привести к существенному занижению величины ионного тока, а значит и энергии, передаваемой от ионов к макрочастице. В работе [77] ионный ток на макрочастицу определяется исходя из плотности ионного тока, обусловленного направленным движением ионов в плазме, и поперечным сечением макрочастицы:

$$j_{\text{и},Q} = q_{\text{и}} e n_{\text{и}} V_{\text{и}} \pi r_{\text{МЧ}}^2, \quad (1.4)$$

где $q_{\text{и}}$ – заряд иона, $V_{\text{и}}$ – скорость ионов.

Соответственно, мощность, передаваемая ионами макрочастице, может быть оценена, исходя из выражения:

$$P_{\text{и,пл}} = \bar{z} e n_{\text{и}} V_{\text{и}} E_{\text{и}} \pi r_{\text{МЧ}}^2, \quad (1.5)$$

где $E_{\text{и}} = \bar{z} e \varphi + (m_{\text{и}} V_{0\text{и}}) / 2$ – средняя энергия ионов, \bar{z} – зарядовое состояние иона, φ – потенциал макрочастицы, $V_{0\text{и}}$ – начальная скорость ионов.

Важная роль в нагреве макрочастиц принадлежит и электронам плазмы. Поток электронов и ионов на макрочастицу в плазме в установившемся режиме будет одинаковым. То есть суммарный ток на макрочастицу будет нулевым. При этом следует принимать во внимание, что в суммарный электронный ток может вносить существенный вклад ионно-электронная эмиссия с микрокапли, термоэлектронная, а в некоторых особых случаях и автоэлектронная эмиссия. Электронный ток $I_{e,пл}$ на макрочастицу в плазме может быть оценен по формуле Ленгмюра:

$$I_{e,пл} = \int j_{e,пл} dA_{МЧ} \approx j_{e,пл} 4\pi r_{МЧ}^2 = \pi n_e V_{e,T} r_{МЧ}^2 \exp(\eta), \quad (1.6)$$

где $A_{МЧ} = 4\pi r_{МЧ}^2$ – площадь поверхности макрочастицы, $V_{e,T} = \sqrt{8kT_e/\pi m_e}$ – средняя тепловая скорость электронов, $\eta = eU_s/kT_e < 0$ – установившееся напряжение слоя разделения зарядов.

Как отмечено в работе [77], если температура макрочастицы превышает 1700°C , то в балансе тока на макрочастицу необходимо учитывать ток термоэлектронной эмиссии, определяемый из уравнения Ричардсона-Дешмана:

$$I_{e,пл} = 4\pi r_{МЧ}^2 A_R T_{МЧ}^2 \exp\left(-\frac{e\Phi}{kT_{МЧ}}\right), \quad (1.7)$$

где A_R – постоянная Ричардсона (для чистых металлов и углерода $A_R=6 \cdot 10^5 \text{ А/м}^2\text{К}^2$ [80]), Φ – рабочая функция, k – постоянная Больцмана.

Ток термоэлектронной эмиссии оказывает охлаждающий эффект на макрочастицу, поскольку каждый электрон, покидающий макрочастицу, уносит с собой энергию, определяемую работой выхода электронов.

В случае, если имеет место испарение вещества макрочастицы, то следует учитывать унос энергии P_{II} за счет парообразования:

$$P_{II} = Q dm_{МЧ}, \quad (1.8)$$

где Q – скрытая теплота парообразования, $dm_{МЧ}$ – масса испаренного вещества макрочастицы за время dt .

Общий баланс энергии макрочастицы с учетом вышеназванных составляющих может быть записан в виде:

$$m_{\text{МЧ}} C \frac{\partial T_{\text{МЧ}}}{\partial t} = P_{\text{е,пл}} + P_{\text{и,пл}} + P_{\text{изл,пл}} + P_{\text{а}}(T_{\text{МЧ}}) + P_{\text{е,Т}}(T_{\text{МЧ}}) + P_{\text{изл}}(T_{\text{МЧ}}), \quad (1.9)$$

где C – удельная теплоемкость, $P_{\text{е,пл}}$, $P_{\text{и,пл}}$ и $P_{\text{изл,пл}}$ – тепловая мощность электронов, ионов, плазменного излучения, соответственно, $P_{\text{а}}(T_{\text{МЧ}})$, $P_{\text{е,Т}}(T_{\text{МЧ}})$ и $P_{\text{изл}}(T_{\text{МЧ}})$ – потери энергии во времени за счет испарения атомов, эмиссии электронов и излучения.

В обычных условиях технологического применения вакуумного дугового разряда для ионной и плазменной обработки материалов, когда плотность плазмы не превышает 10^{16} м^{-3} , для большинства макрочастиц превалирует радиационное излучение, определяемое законом Стефана-Больцмана. Макрочастицы по мере своего движения постепенно остывают и даже переходят в твердое агрегатное состояние. Так, например, проведенная в работе [25] оценка, показала, что макрочастица титана, вылетающая из катода, уже на расстоянии порядка 0,03 м остывает до температуры ниже температуры плавления титана, то есть переходит из жидкого состояния в твердое.

В литературе обсуждаются различные возможности уменьшения количества и размеров макрочастиц в плазме вакуумной дуги.

В работе [77] рассмотрена возможность дополнительного нагрева макрочастиц с использованием мощного микроволнового генератора в СВЧ диапазоне при частоте следования импульсов $f=2,45 \cdot 10^9$ имп/с. Показано, что микроволны с такой частотой не могут проникать в плазму вакуумной дуги вблизи катода ($l < 0,1$ м), где макрочастицы ещё незначительно теряют свою энергию из-за радиационного излучения.

В этой же работе отмечено, что одним из вариантов дополнительного разогрева макрочастиц может быть использование мощного ИК источника излучения такого, как CO_2 лазер. Очевидно, что применение такого лазера для испарения макрочастиц вряд ли получит реальное применение в технологиях ионно-плазменной обработки материалов по экономическим соображениям.

Другой вариант возможного нагрева и последующего испарения макрочастиц в плазме вакуумно-дугового разряда предусматривает введение в

систему электронного пучка, являющегося источником дополнительного облучения макрочастиц [81]. В данной работе, представляющей собой теоретические исследования, показано, что при инжекции электронного пучка в пылевую плазму происходит существенное увеличение равновесной температуры, до которой может разогреться макрочастица. Численные расчеты зависимости температуры макрочастиц от времени и их начального радиуса представлены на рисунке 1.8 [81]. Авторы данной работы делают вывод, что скорость нагрева зависит не только от параметров плазмы и электронного пучка, но и от теплофизических параметров материала макрочастиц и их радиуса. Кроме того, диапазон характерных времен нагрева макрочастиц с начальным радиусом 1 мкм–10 мкм составляет (10^{-4} – 10^{-3}) с при энергии электронов $\varepsilon_e \approx 5$ кэВ, плотности электронного пучка $n_e = 10^9 \text{ см}^{-3}$ и плотности тока электронов порядка 10^4 А/м^2 .

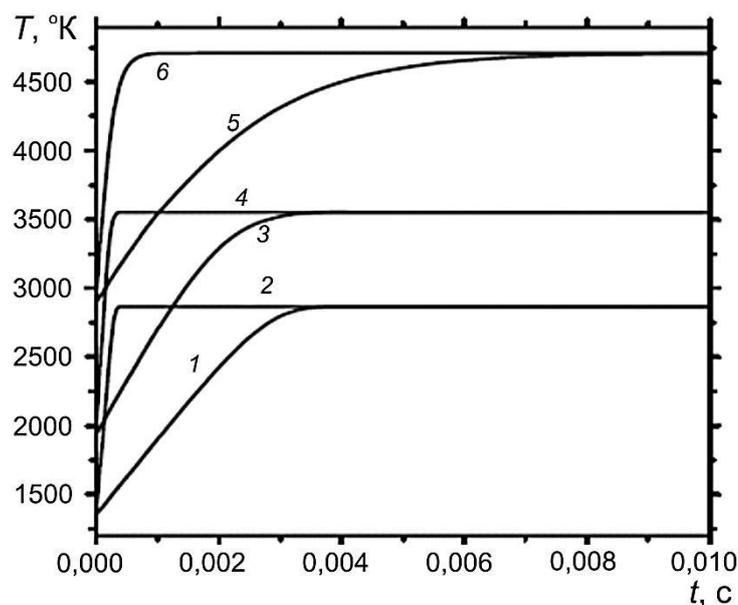


Рисунок 1.8. Зависимость температуры макрочастиц в пучково-плазменной системе от времени и их радиуса ($n_{\text{пл}} = 10^9 \text{ см}^{-3}$, $n_e = 10^9 \text{ см}^{-3}$, $\varepsilon_e \approx 5$ кэВ): 1 – Cu, $r_{\text{МЧ}} = 10^{-3}$ см; 2 – Cu, $r_{\text{МЧ}} = 10^{-4}$ см; 3 – Ti, $r_{\text{МЧ}} = 10^{-3}$ см; 4 – Ti, $r_{\text{МЧ}} = 10^{-4}$ см; 5 – Mo, $r_{\text{МЧ}} = 10^{-3}$ см; 6 – Mo, $r_{\text{МЧ}} = 10^{-4}$ см [81]

Расчеты времени нагрева до температуры кипения и времени испарения макрочастиц с наиболее характерными размерами для плазменного потока дуги низкого давления, сделанные в работе [81], показывают, что применение

электронных пучков в вакуумно-дуговых технологических системах нанесения покрытий принципиально может обеспечить испарение капельной фазы на длине пролета порядка нескольких десятков сантиметров и существенно улучшить свойства получаемых покрытий. Однако установка с высокомоощным дополнительным электронным источником может оказаться достаточно сложной в эксплуатации, хотя бы из-за возможного перепыления высоковольтных изоляторов электронной пушки.

Ещё один способ испарения макрочастиц в плазме дугового разряда, представленный в работе [24], основан на сильноточном импульсном дуговом разряде низкого давления. Теоретически показана возможность испарения или уменьшения размеров определенной части капель в потоке вакуумно-дуговой плазмы. Эффективность испарения микрокапельной фракции увеличивается с ростом плотности плазмы. Кроме того, авторами работы [24] получена зависимость температуры медных и титановых капель от времени пролета в плазме при различных значениях плотности плазмы у катода (рисунок 1.9, рисунок 1.10).

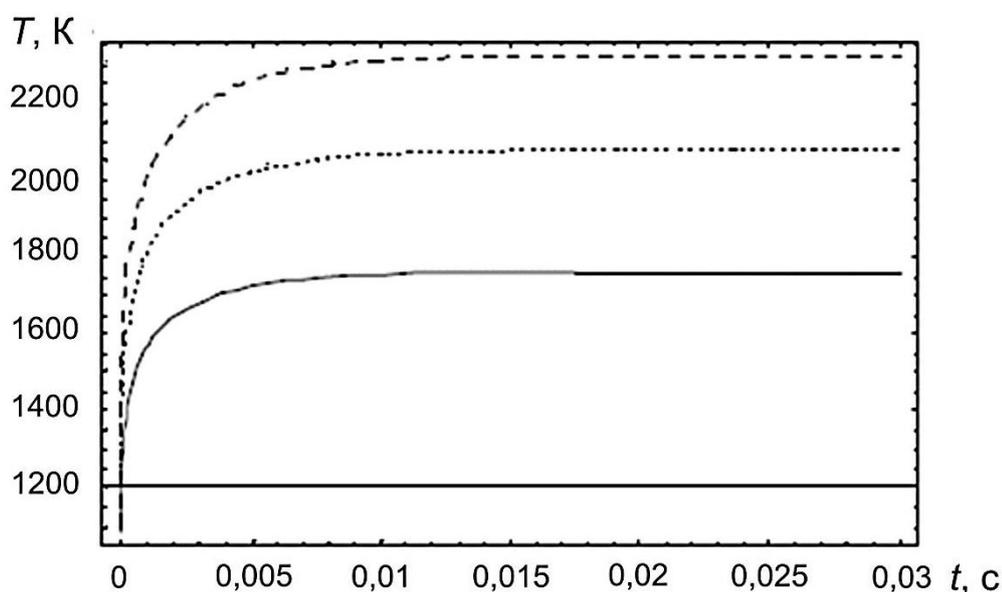


Рисунок 1.9. Зависимость температуры медных капель с начальным размером $r_{Мч} = 1$ мкм от времени пролета в плазме при плотности плазмы у катода: _____ $n_{пл} = 0,3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; $n_{пл} = 1,7 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; - - - - $n_{пл} = 5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$ [24]

Из полученных теоретических зависимостей авторы работы [24] приходят к выводу, что в начале, при пролете капли в плотной прикатодной плазме, происходит существенный нагрев капли. В области больших времен, при пролете каплями уже менее плотной плазмы, температура капель выходит на насыщение и может осуществляться некоторое остывание капель. Авторы пришли к заключению, что с увеличением плотности плазмы от 10^{20} м^{-3} до 10^{21} м^{-3} время испарения, например, титановых капель диаметром 100 мкм уменьшается от $3,5 \cdot 10^{-3} \text{ с}$ до $0,25 \cdot 10^{-3} \text{ с}$.

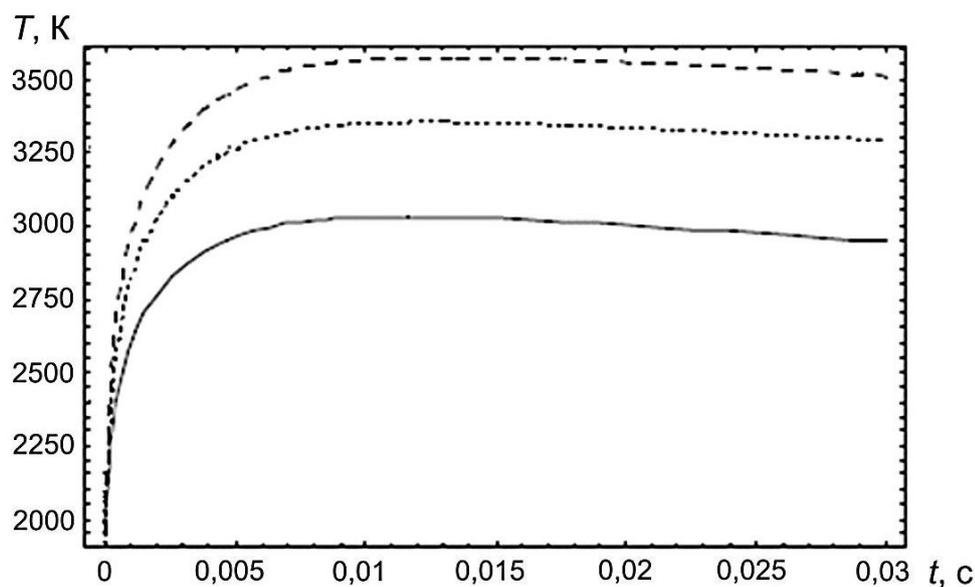


Рисунок 1.10. Зависимость температуры титановых капель с начальным размером $r_{\text{МЧ}} = 10 \text{ мкм}$ от времени пролета в плазме при плотности плазмы у катода: _____ $n_{\text{пл}} = 0,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; $n_{\text{пл}} = 1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; - - - - $n_{\text{пл}} = 1,5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$ [24]

Это означает, что даже такие объемные капли при больших плотностях плазмы могут быть испарены за десятитысячные доли секунды.

Реальные эксперименты, показавшие возможность существенного уменьшения потока макрочастиц в импульсной плазме вакуумной дуги при значительном увеличении её плотности, описаны в работах [82–85]. Авторы использовали отражательный дуговой разряд с двумя катодами и цилиндрическим анодом, расположенным между ними. Вся система находилась в аксиальном магнитном поле. Типичное распределение макрочастиц по размерам на подложке, в случае использования циркониевого катода при различных магнитных полях,

токах дуги и длительностей дугового разряда, представлено на рисунке 1.11. Данные рисунка демонстрируют, что в случае использования импульсной дуги с током 150 А при длительности импульса 900 мкс и индукции магнитного поля $8,5 \cdot 10^{-2}$ Тл, достигается уменьшение количества макрочастиц на подложке более чем на порядок по сравнению с вариантом отсутствия магнитного поля при токе дуги 60 А и длительности импульса 300 мкс.

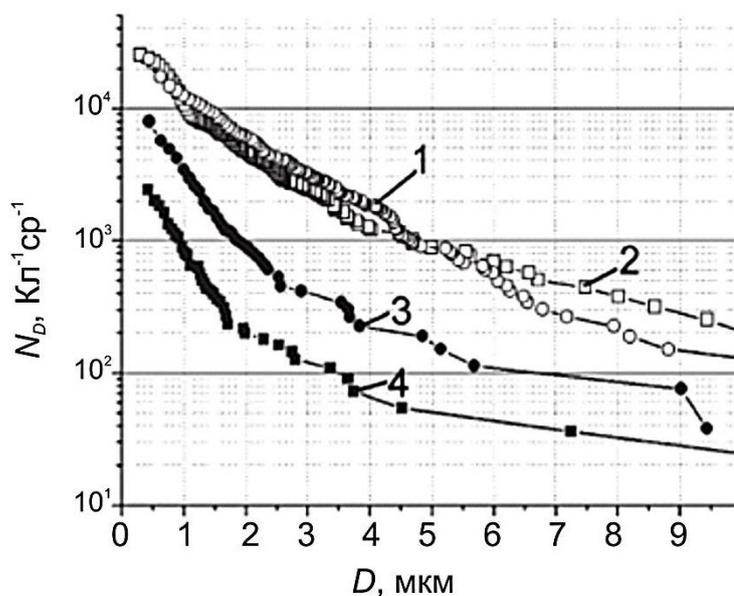


Рисунок 1.11. Типичные распределения капель по размерам на подложке в случае циркониевого катода: 1, 2 – $V=0$; 3– $V=13 \cdot 10^{-2}$ Тл; 4– $V=8,5 \cdot 10^{-2}$ Тл; 1, 3– $I_d=60$ А; $\tau=300$ мкс; 2, 4– $I_d=150$ А; $\tau=900$ мкс

Важно отметить, что в данной работе для объяснения эффективного испарения макрочастиц впервые использовано понятие капельных пятен, функционирующих подобно термоэмиссионному катодному пятну. Развитие этой работы привело к созданию сильноточного импульсного испарителя для формирования покрытий с уменьшенным содержанием макрочастиц [86].

1.4. Фильтрация макрочастиц в магнитных и электромагнитных системах

Избавление дуговой плазмы от капельной фракции может существенно расширить границы применения вакуумно-дугового разряда. В настоящее время разработано множество устройств для уменьшения капельной фракции в составе плазмы дугового разряда. Магнитоэлектрические фильтры, представляющие собой системы очистки потоков вакуумно-дуговой плазмы от микрокапель катодного материала, являются наиболее радикальным средством подавления капельной фракции и позволяют, по крайней мере, теоретически добиться сколь угодно высокой степени очистки плазмы от макрочастиц [49, 70, 87].

Принцип работы большинства плазменных фильтров основан на том, что нейтральные атомы и макрочастицы, которые вылетают с катода, летят прямолинейно и могут осаждаться на конструктивных элементах фильтра, при этом движением потоков плазмы можно управлять с помощью различных конфигураций магнитных и электромагнитных полей [88].

Магнитная сепарация плазменного потока вакуумно-дугового разряда от микрокапельной фракции используется уже более 30 лет [89]. Первое из устройств очистки дуговой плазмы от макрочастиц, основанное на принципах плазменной оптики, представляло собой криволинейный плазмод в виде четверти тора [7]. Внешними катушками, которые были размещены вдоль плазмодода, создавалось магнитное поле вдоль части соленоида. Плазменный источник с классическим криволинейным фильтром в виде четверти тора представлен на рисунке 1.12. Фильтры такого рода получили наибольшее распространение в научных лабораториях и используются при проведении исследований. Оригинальная конструкция тороидального фильтра предложена и исследована в работе [90]. Авторы использовали тороидальную конструкцию фильтра, намотанную в виде спирали. Несмотря на простоту конструкции, фильтр имел преимущество, связанное с тем, что макрочастицы вакуумной дуги могли пролетать между витками спирали, удаляясь из плазменного потока и не

испытывая многократного отражения от стенок плазмоведа. Влияние многократного отражения макрочастиц от стенок плазмоведа, имеющего положительное смещение по отношению к плазме, рассмотрено в работе [91]. Благодаря модели многократной перезарядки макрочастиц и их отражению от стенок плазмоведа, авторам данной работы удалось объяснить повышенное содержание макрочастиц в потоке плазмы на выходе криволинейного плазмоведа.

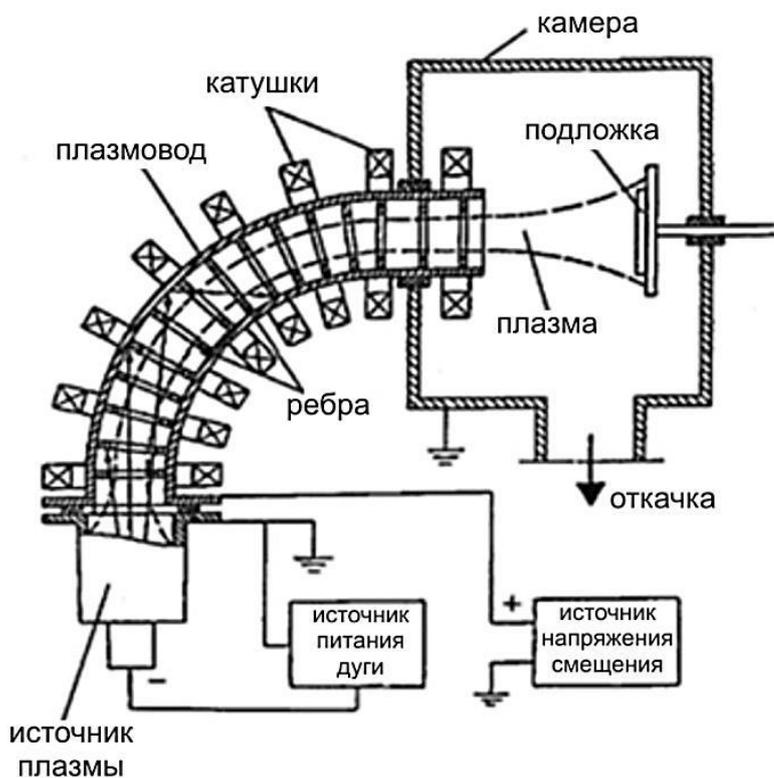


Рисунок 1.12. Плазменный источник и криволинейный фильтр с плазмоводом в виде четверти тора [7]

Со временем для улучшения производительности криволинейного фильтра стали реализовывать новые конструкции с изогнутым плазмоводом, варьируя его углом изгиба [92, 93]. Некоторые исследователи для улучшения качества очистки плазмы от макрочастиц увеличивали угол изгиба плазмоведа до 120° , 180° и более градусов [94]. S-образный фильтр является одним из таких устройств, представляя собой два тороидальных плазменных фильтра последовательно соединенных друг с другом (рисунок 1.13) [95].

Еще одним из подвидов криволинейных фильтров являются «прямоугольные» фильтры с плазмоводом изогнутым на 90° – с L-образным плазмоводом (рисунок 1.14) [96]. Отличительной особенностью фильтра являются

размещённые внутри плазмоведа у наружной (по отношению к центру кривизны) стенки двух отклоняющих пластин под регулируемым положительным потенциалом.

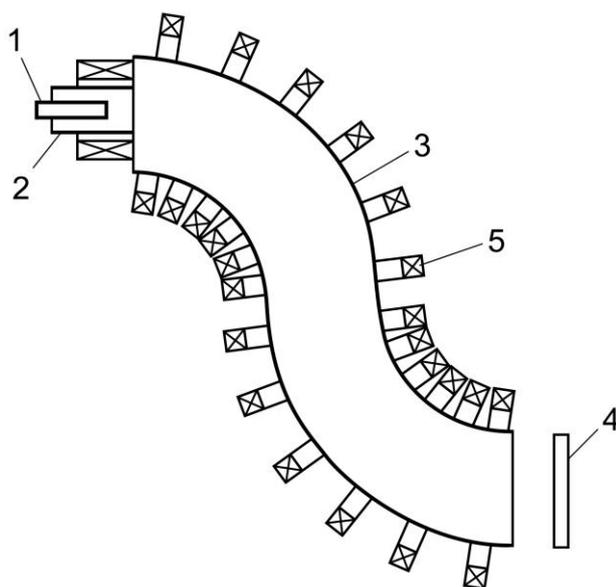


Рисунок 1.13. S-образный фильтр с миниатюрным импульсным источником [95]: 1 – катод; 2 – анод; 3 – плазмовод; 4 – подложка; 5 – магнитные катушки

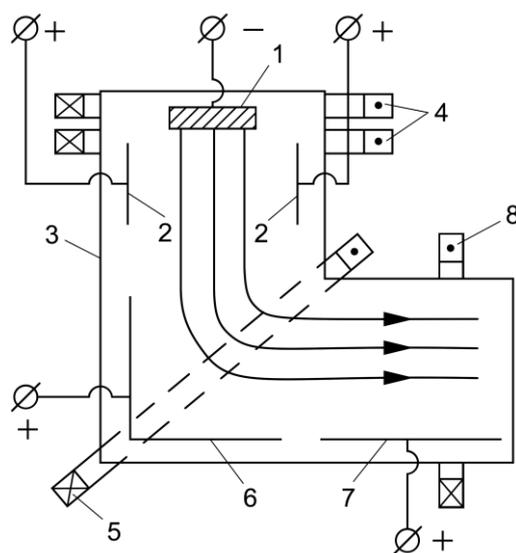


Рисунок 1.14. Источник фильтрованной плазмы с L-образным плазмоводом прямоугольного сечения [96]: 1 – катод; 2 – анод; 3 – плазмовод; 4 – стабилизирующая и фокусирующая катушки; 5 – отклоняющая катушка; 6, 7 – отклоняющие электроды; 8 – выходная фокусирующая катушка

Как альтернатива криволинейным плазменным фильтрам были разработаны так называемые «прямолинейные» фильтры [97, 98]. Один из таких

прямолинейных фильтров с «магнитным островом» представлен на рисунке 1.15 [98].

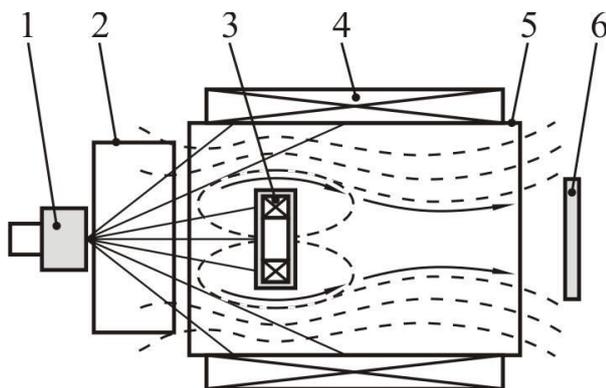


Рисунок 1.15. Схема источника плазмы с фильтром типа «магнитный остров» [98]: 1 – катод; 2 – анод; 3, 4 – магнитные катушки; 5 – плазмодод; 6 – мишень. → – направление движения ионов и электронов, — — обозначены траектории макрочастиц

В данном устройстве заряженные компоненты плазмы, движутся в плазмододе вдоль силовых линий магнитного поля, образованного внутренним и внешним соленоидами, огибают «магнитный» остров – внутренний соленоид и транспортируются к обрабатываемой поверхности. Нейтральные пары и микрочастицы движутся по прямолинейным траекториям и оседают на стенках и кожухе магнитной катушки, не достигая выхода устройства. Преимущество представленной разработки перед тороидальными системами заключается в возможности получения на выходе плазменного фильтра более широкого плазменного потока. По данным авторов коэффициент пропускания такого сепаратора составляет около 10% [98].

Наиболее простая и в то же время эффективная фильтрующая система плазмы вакуумной дуги от макрочастиц жалюзийного типа описана в работах [18–20, 99] (рисунок 1.16). Принцип работы данного фильтра основан на создании магнитного поля в области электродов путем пропускания через них постоянного тока на уровне 400–1500 А [100]. На электроды фильтра дополнительно подается положительный потенциал смещения 10–15 В, позволяющий повысить прозрачность фильтра для плазменного потока за счет отражения ионов от электродов.

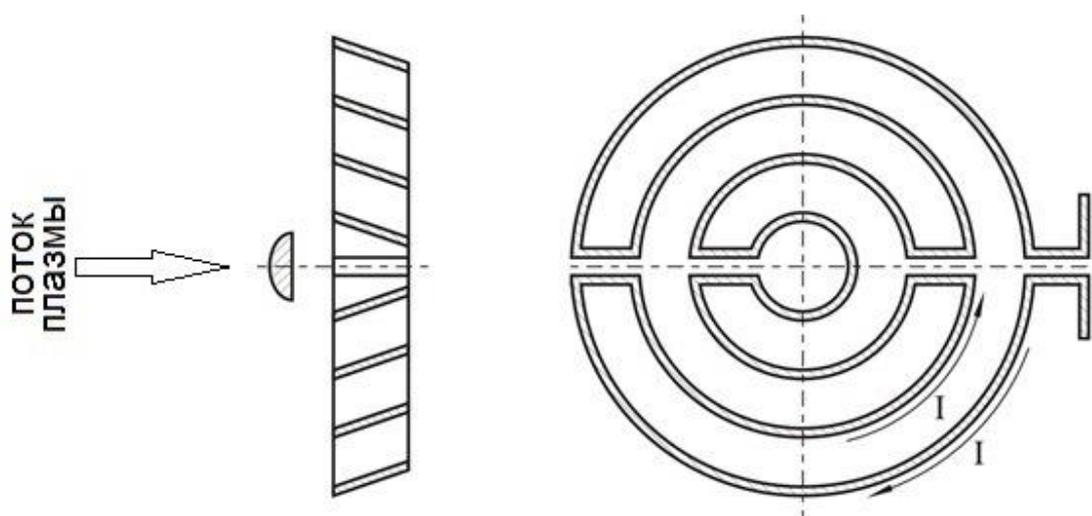


Рисунок 1.16. Конструкция плазменного фильтра жалюзийного типа

Данный фильтр обеспечивает уменьшение микрокапельной фракции на выходе в 10^2 – 10^3 раз [18–20, 99]. Характерно, что благодаря фокусирующей геометрии электродов плазменного фильтра, распространение микрокапельной фракции возможно, преимущественно, только в направлении некоторого телесного угла, определяемого углом наклона электродов фильтра (рисунок 1.17).

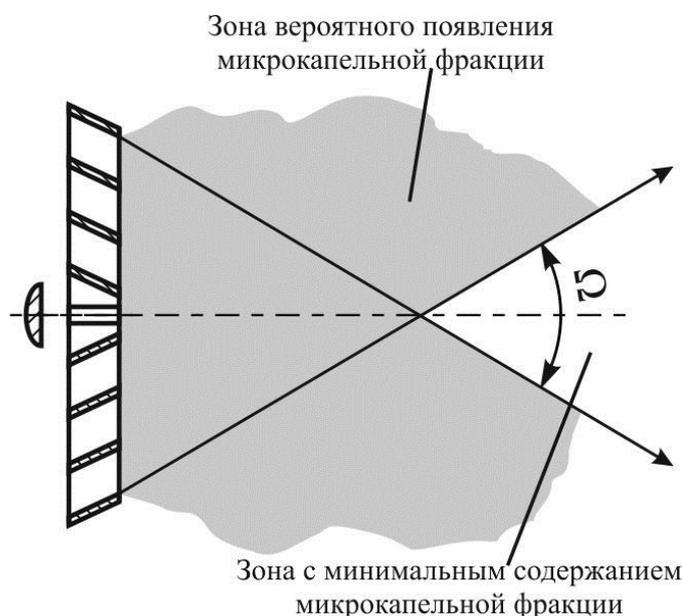


Рисунок 1.17. Схема распределения микрокапельной фракции на выходе плазменного фильтра

Таким образом, при размещении образцов на расстоянии, превышающем геометрический фокус плазменного фильтра, обусловленным конической формой

электродов, можно добиться дополнительного снижения микрокапельной фракции в структуре формируемого покрытия.

Простота конструкции, компактность, высокая надежность и эффективность транспортировки плазмы через плазменный фильтр жалюзийного типа обеспечили возможность его применения в источнике ионов металлов и плазмы на основе непрерывной вакуумной дуги [101].

В целом, следует отметить, что разработанные к настоящему времени плазменные фильтры, обеспечивая необходимую с технологической точки зрения очистку плазмы от макрочастиц, уменьшают в несколько раз поток плазмы дугового испарителя. Это означает, что для высокопроизводительных технологий ионно-плазменного осаждения покрытий и плазменно-иммерсионной имплантации ионов металлов должны бы использоваться установки, оснащенные гораздо большим числом вакуумно-дуговых испарителей с соответствующими системами фильтрации макрочастиц. Сложность технической реализации таких установок и экономические затраты на их создание и эксплуатацию ограничивают развитие этих технологий.

1.5. Влияние отрицательного потенциала мишени на накопление макрочастиц

Интересный вариант уменьшения количества и поверхностной плотности макрочастиц, осаждаемых на образец при формировании покрытия, экспериментально впервые наблюдался в работах [26, 27]. Авторы этих работ наблюдали эффект уменьшения плотности макрочастиц на поверхности покрытия в 3 – 4 раза при увеличении постоянного отрицательного потенциала смещения на образце, погруженном в плазму, до $\varphi_{см} = -1000$ В.

Более детально этот эффект исследовался в работах [50, 102]. Характерные гистограммы распределения макрочастиц титана, осажденных на мишень под

плавающим потенциалом и при $\varphi_{\text{см}} = -1000$ В, при удалении образца от катода на расстояние 0,25 м представлены на рисунке 1.18 а, б.

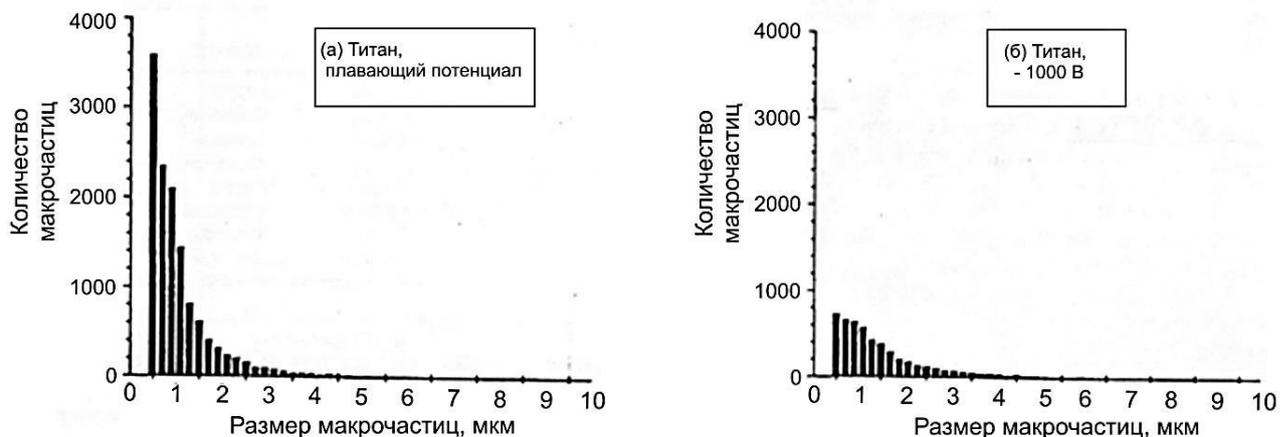


Рисунок 1.18. Распределение титановых частиц по размерам при: а – плавающем потенциале; б – потенциале смещения – 1000 В

Сравнительный анализ распределения макрочастиц показывает, что при подаче потенциала смещения происходит преимущественно уменьшение количества макрочастиц с диаметром меньше 1 мкм. Распределение макрочастиц большего диаметра практически сохраняется.

Авторы работ [28, 91, 102, 103] предположили, что эффект основан на первоначальном накоплении макрочастиц в плазме отрицательного заряда и последующего ее торможения и отражения в электрическом поле слоя разделения зарядов вблизи поверхности отрицательно заряженного образца, погруженного в плазму.

В работе [28] рассмотрена модель движения заряженной макрочастицы в слое разделения зарядов вблизи потенциального электрода с учетом её перезарядки за счет ионного облучения. Учитывая, что в вакуумно-дуговом разряде ионы плазмы имеют значительную направленную энергию, превышающую потенциал макрочастицы, зарядка макрочастиц в плазме рассчитывалась как $dQ_{\text{МЧ}}/dt = I_{\text{и}} - I_{\text{е}}$, причем поток ионов на макрочастицу рассчитывался в пучковом приближении, то есть $I_{\text{и}} = \pi r_{\text{МЧ}}^2 j_{\text{и}}$, а электронный ток на частицу, определялся как $I_{\text{е}} = 4\pi r_{\text{МЧ}}^2 j_{\text{е}}$, где $j_{\text{е}} = j_{0\text{е}} \exp(1 + e\varphi/kT_{\text{е}})$. Результаты расчетов существенно отличались от результатов, полученных без рассмотрения

перезарядки макрочастицы в слое разделения зарядов за счет попадания на неё ионов [103]. Учет изменения заряда макрочастиц в слое разделения зарядов привел к существенному уменьшению эффекта торможения и отражения макрочастиц в электрическом поле слоя разделения зарядов. Более того, авторы работы [28] пришли к выводу, что при плотностях ионного тока в плазме более 100 А/м^2 , эффект отражения макрочастиц практически исчезает из-за быстрой потери отрицательного заряда и последующего приобретения положительного заряда от ионов в слое.

Помимо влияния отрицательного потенциала смещения, подаваемого на образец, с целью уменьшения количества макрочастиц, в работе [29] исследована возможность усиления эффекта отражения макрочастицы за счет увеличения температуры электронов плазмы и, соответственно, увеличения потенциала, который приобретут макрочастицы, летящие в плазме. Для этого они использовали не только плазму обычного вакуумно-дугового разряда, но и газоразрядную плазму несамостоятельного дугового разряда низкого давления с накалимым катодом [104]. Было показано, что существенное уменьшение количества макрочастиц (рисунок 1.19), осажденных на поверхность мишени, достигается при увеличении отрицательного потенциала смещения, прикладываемого к образцу. Образцы в данной работе располагались в центре вакуумной камеры на расстоянии 0,3 м от дугового испарителя и генератора газоразрядной плазмы и под углом 45° по отношению к их оси. В этой работе после осаждения покрытия в течение 10 мин экспериментально наблюдалось уменьшение плотности макрочастиц в несколько раз при постоянном потенциале смещения до -1000 В . Для объяснения эффекта уменьшения количества макрочастиц на поверхности образца привлекалась та же физическая модель их торможения и отражения.

В работах [22, 105] было экспериментально показано, что применение высокочастотного короткоимпульсного потенциала смещения при ионно-плазменной обработке мишени с использованием титанового катода и при

формировании TiN покрытий наблюдается уменьшение плотности макрочастиц на потенциальной поверхности.

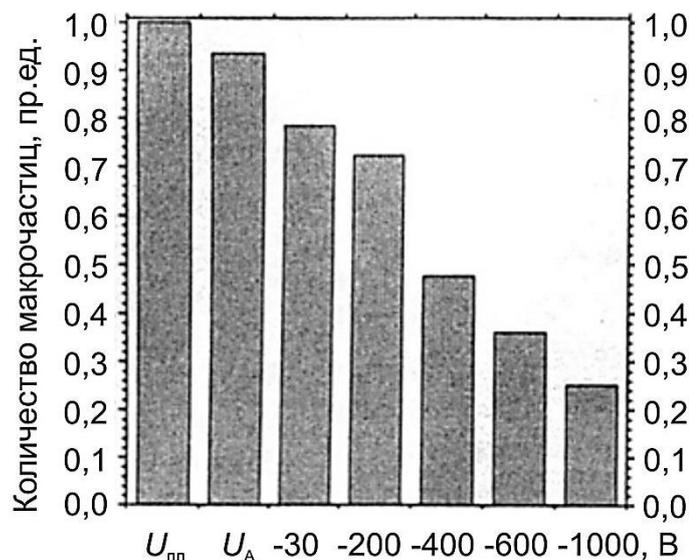


Рисунок 1.19. Зависимость количества капель от приложенного напряжения смещения к образцу ($U_{пл}$ – плавающий потенциал; U_A –потенциал анода) [29]

При амплитуде потенциала смещения -1000 В, частоте следования импульсов 30 кГц, коэффициенте заполнения импульсов $0,2$ в работе [105] наблюдалось уменьшение плотности макрочастиц в $3,7$ раза. Авторы данной работы указывали на более эффективное влияние импульсного потенциала смещения на макрочастицы по сравнению с постоянным потенциалом смещения, хотя эффективность подавления макрочастиц при осаждении TiN покрытия, наблюдавшаяся в работе [26] при постоянном потенциале смещения -1000 В, была практически такой же. В работе [22] наблюдалась также существенная трансформация размеров и формы макрочастиц на потенциальной поверхности при применении высокочастотного короткоимпульсного потенциала смещения.

Выводы и постановка задачи исследования

На основании анализа опубликованных научных результатов можно сделать вывод о том, что проблема наличия микрокапельной фракции в плазме вакуумной дуги носит фундаментальный характер. Существует много методов и устройств, обеспечивающих даже многократное уменьшение потока макрочастиц в плазме. Однако до настоящего времени пока не разработано универсального метода, позволяющего уменьшить на несколько порядков поток макрочастиц в плазме,

сохраняя при этом основные характеристики плазменного потока, включая плотность плазмы, высокую степень ионизации металлической плазмы, высокую среднюю зарядность ионов.

Одним из перспективных методов подавления макрочастиц может быть метод, основанный на применении импульсно-периодического отрицательного потенциала смещения. Такой подход обеспечивает возможность значительного увеличения амплитуды отрицательного потенциала смещения без формирований катодных пятен и вакуумных дуг на потенциальном образце. Кроме того, в исследованиях с постоянным потенциалом смещения макрочастица вакуумной дуги, входя в слой разделения зарядов вблизи потенциального образца, либо испытывает торможение и, изменив направление своего движения, успеет выйти из слоя до изменения своего заряда из-за попадающих на неё ионов, либо, изменив заряд на положительный, частица ускорится в слое разделения зарядов и осядет на поверхность мишени. В случае же импульсно-периодического потенциала смещения возможно усиление эффекта торможения и отражения макрочастиц за счет их многократной перезарядки в плазме (получение отрицательного заряда) с последующим торможением в слое.

Кроме того, в рассмотренных выше работах исследовались закономерности уменьшения количества и поверхностной плотности макрочастиц только в условиях плазменного осаждения покрытий. Переход к импульсно-периодическому формированию потенциала смещения на мишени, погруженной в металлическую плазму, обеспечивает возможность формирования проводящих и диэлектрических покрытий на мишенях с различной проводимостью [106]. В случае существенного уменьшения плотности макрочастиц на потенциальной поверхности при амплитудах отрицательного потенциала смещения в несколько киловольт может быть реализован метод низкоэнергетичной плазменно-иммерсионной имплантации ионов металлов, например, с целью формирования интерметаллидных слоёв.

Таким образом, можно сформулировать следующие задачи настоящей работы:

1. Исследование влияния длительности и амплитуды отрицательного импульса потенциала смещения на изменение плотности макрочастиц на потенциальной поверхности мишени, погруженной в плазму, при высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения.

2. Изучение закономерностей уменьшения плотности макрочастиц на потенциальной поверхности мишени, погруженной в плазму, в зависимости от плотности плазмы, температуры мишени, времени ионно-плазменной обработки мишени и макрочастиц.

3. Исследование физических механизмов уменьшения плотности макрочастиц на потенциальной поверхности мишени при высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения.

4. Исследование возможности управления формой и адгезионной прочностью макрочастиц на потенциальной поверхности мишени.

5. Исследование возможности реализации короткоимпульсной высокочастотной плазменно-иммерсионной имплантации ионов титана и алюминия в режиме подавления макрочастиц в слое разделения зарядов и на поверхности потенциальной мишени.

ГЛАВА 2

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1. Экспериментальная установка

Все эксперименты, выполненные в данной работе, проводились на комплексной установке, описанной в работе [107], внешний вид которой представлен на рисунке 2.1. Схема экспериментальной установки представлена на рисунке 2.2.



Рисунок 2.1. Внешней вид комплексной установки

Установка предназначена для ионно-плазменной обработки материалов и осаждения различных покрытий. Вакуумная камера установки с размерами $0,9 \times 0,9 \times 1,1 \text{ м}^3$ имеет прямоугольное сечение. Формирование рабочего давления в камере обеспечивается турбомолекулярным насосом 01АБ-1500-004 (ТМН-1500) с производительностью не менее 720 л/с.

В комплексной установке предусмотрена возможность использования разных источников газовой и металлической плазмы. Для формирования газоразрядной плазмы при проведении исследований в рамках настоящей

диссертации применялся источник ПИНК [104], разработанный в Институте сильноточной электроники СО РАН.

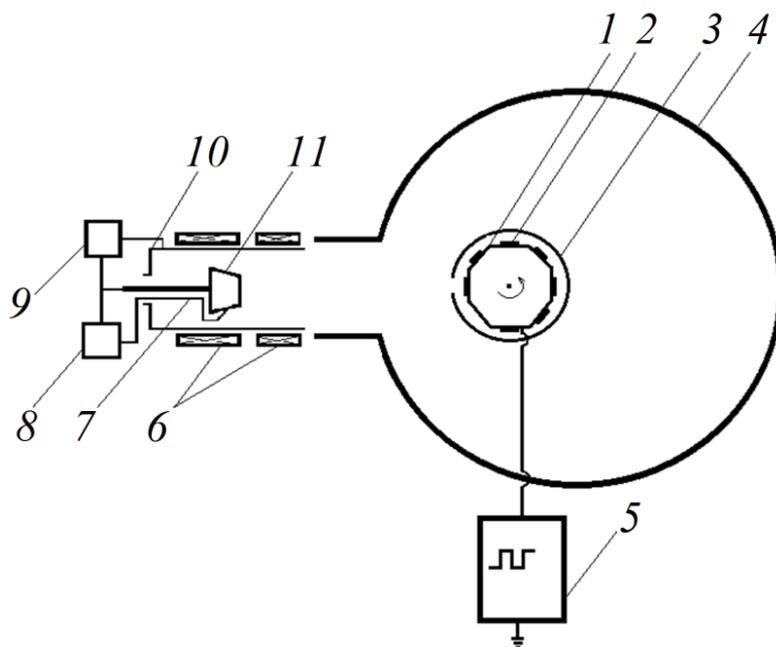


Рисунок 2.2. Схема экспериментальной установки: 1 – держатель образцов, 2 – образец, 3 – экран, 4 – вакуумная камера, 5 – источник импульсного напряжения, 6 – система магнитных катушек, 7 – поджигающий электрод, 8 – источник напряжения поджига дуги, 9 – источник питания вакуумной дуги, 10 – цилиндрический анод, 11 – водоохлаждаемый катод

Принцип действия источника основан на формировании газоразрядной плазмы дуговым разрядом с током порядка 30 А при напряжении на разряде около 60 В без формирования катодного пятна на горячем вольфрамовом катоде. Давление в вакуумной камере измерялось вакуумметром ВИТ-3, включающим термопарный датчик для измерения давления в диапазоне от 1 до 10^{-1} Па и ионизационный датчик с диапазоном измерения давления 10^{-1} – 10^{-7} Па. Для подачи в источник ПИНК рабочего газа, а также контроля его давления использовался блок электронного управления натекателем типа РРГ-12 ($5 \cdot 10^{-3}$ л/с). В качестве рабочего газа использовался аргон.

Для формирования металлической плазмы использовался вакуумно-дуговой генератор с холодным катодом (водяное охлаждение), работающий в непрерывном режиме. Аксиально-симметричное магнитное поле вакуумно-дугового генератора формировалось с использованием двух магнитных катушек

(рисунок 2.2), включаемых либо последовательно, либо встречно. Все эксперименты, выполнены с встречным включением магнитных катушек. В качестве материала катода использовались титан и алюминий. Инициирование катодного пятна на боковой поверхности катода осуществлялось с помощью поджигающего электрода. После инициирования разряда катодное пятно постепенно перемещалось на торцевую рабочую поверхность катода за счет силовых линий магнитного поля и геометрии катода. Большинство экспериментов выполнено при токе дугового разряда от 80 А до 100 А.

Образцы внутри вакуумной камеры устанавливались на массивном держателе (рисунок 2.3) вблизи оси вакуумно-дугового испарителя. При необходимости изменения плотности плазмы вблизи образца изменялось расстояние от держателя образцов до катода. Для уменьшения влияния многократного отражения макрочастиц вакуумно-дуговой плазмы от стенок и оборудования экспериментальной камеры на результаты измерения поверхностной плотности макрочастиц использовался экран, окружавший держатель с образцами. В экране, вблизи оси испарителя, сделано отверстие, напротив которого устанавливался тот или иной образец. На держателе одновременно закреплялись семь образцов.



Рисунок 2.3. Внешний вид держателя образцов

Положение образцов менялось за счет вращения держателя по оси. Таким образом, данные любой кривой были получены в одном эксперименте без нарушения вакуума и изменения геометрических условий.

2.2. Высокочастотные короткоимпульсные генераторы напряжения

При проведении исследований использовались два генератора короткоимпульсных высокочастотных потенциалов смешения отрицательной полярности [108]. Внешний вид первого генератора представлен на рисунке 2.4. Параметры первого генератора: длительность импульса 1–9 мкс, частота следования импульсов 10^5 имп/с, амплитуда потенциала смещения 250–5000 В, с шагом 300–500 В, амплитуда импульса тока в нагрузке до $I_n \leq 5$ А. Характерные осциллограммы напряжения и тока генератора представлены на рисунке 2.6. Внешний вид второго генератора представлен на рисунке 2.5.



Рисунок 2.4. Внешний вид первого генератора



Рисунок 2.5. Внешний вид второго генератора

Параметры второго генератора: длительность импульса 1,5–2,4 мкс, частота следования импульсов $2,4 \cdot 10^5$ имп/с, амплитуда отрицательного потенциала

смещения 500–3000 В. Характерные осциллограммы напряжения и тока генератора представлены на рисунке 2.7.

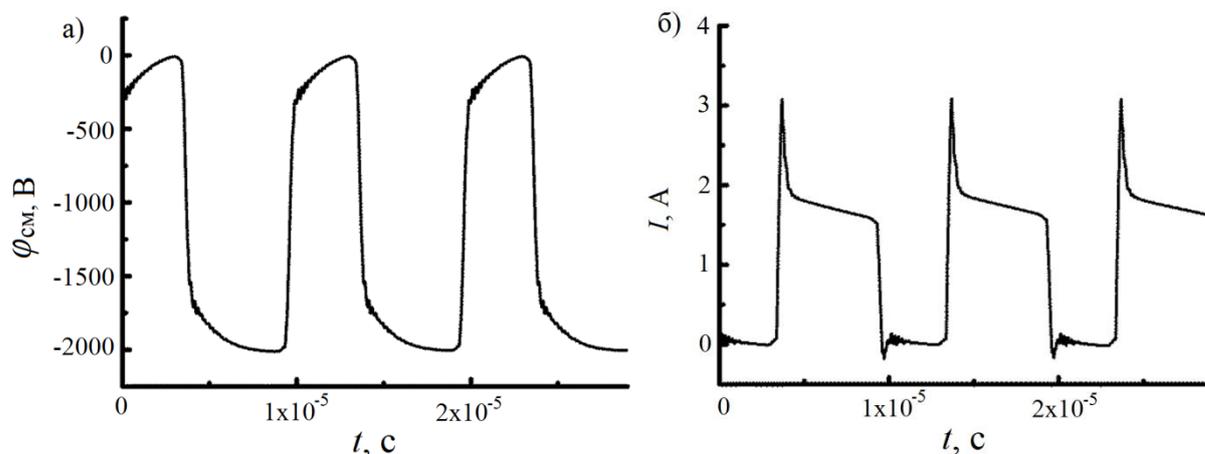


Рисунок 2.6. Осциллограммы импульсов потенциала смещения (а) и тока (б) первого генератора

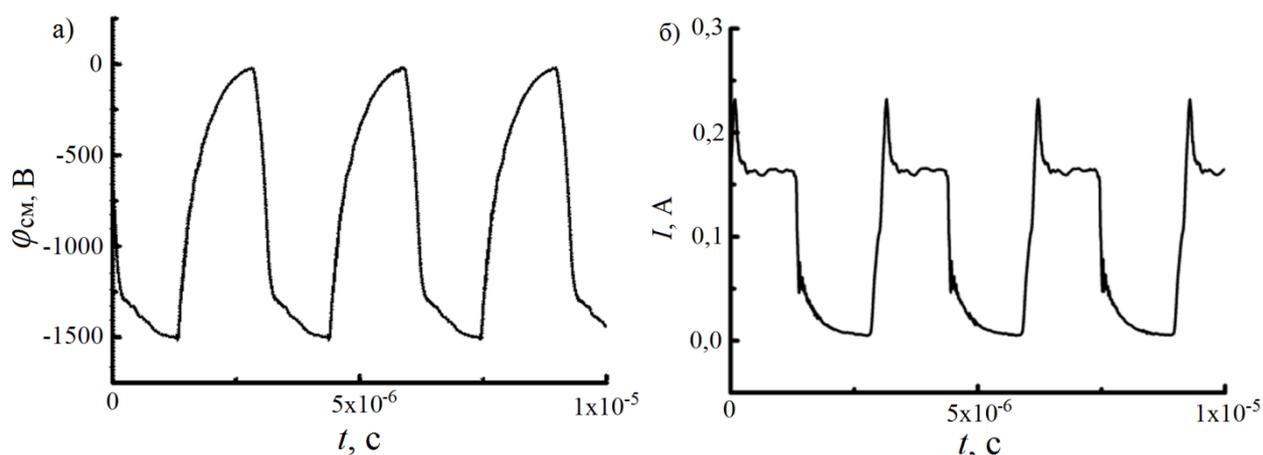


Рисунок 2.7. Осциллограммы импульсов потенциала смещения (а) и тока (б) второго генератора

2.3. Подготовка поверхности образцов и измерение плотности макрочастиц на поверхности мишени

Методика измерения плотности макрочастиц основана на прямом подсчете количества макрочастиц, осажденных на поверхность металлического образца. Измерения проводились после осаждения с обязательным указанием режимов осаждения покрытия.

Использование метода затруднено для покрытий из легкоплавких металлов при времени осаждения более 6 мин, поскольку имеет место расплавление капель и осаждение их друг на друга.

Предварительная подготовка образцов включала следующие этапы:

- заготовка образцов необходимых размеров;
- их шлифовка и полировка;
- промывка в ультразвуковой ванне.

Образцы размером $0,02 \times 0,02 \times 0,006 \text{ м}^3$ вырезались из стали марки 12Х18Н10Т или титана марки ВТ1-0. Нарезка пластин необходимых размеров проводилась с использованием отрезного станка Brillant 201.

Шлифовка и полировка стальных подложек после нарезки осуществлялась с использованием шлифовально-полировального станка Saphir 320 с автоматической головкой Rubin 500.

Подготовленные образцы после протирки этиловым спиртом с использованием бязи помещались в ультразвуковую ванну TYPE UM-2 с тетрахлорметаном и обрабатывались в течение 15 мин.

Перед ионно-плазменной обработкой с использованием металлической плазмы в рабочей камере комплексной установки образцы подвергались предварительной ионной очистке, нагреву и активации поверхности. Для этого использовали плазму аргона, формируемую генератором газовой плазмы с накалимым катодом, при подаче отрицательных потенциалов смещения на держатель образцов. В большинстве случаев использовался один и тот же режим очистки подложек: ток разряда газогенератора 30 А, амплитуда отрицательного короткоимпульсного (длительность импульса 7 мкс) высокочастотного (частота следования импульсов 10^5 имп/с) потенциала смещения на образце 1500 В. В процессе ионной очистки давление газа-аргона в вакуумной камере составляло 1 Па. Время обработки было выбрано 15 мин.

Измерение плотности макрочастиц на поверхности экспериментальных образцов осуществлялось с использованием оптического (Nikon) и электронных (Hitachi TM-1000 и Hitachi S-3400N) микроскопов.

Образцы помещались в рабочую зону микроскопа, оснащенного цифровой камерой и прецизионным автоматизированным предметным столом. Фотографирование поверхности образцов проводилось при увеличении в диапазоне от тысячекратного до 10^5 . Значительное увеличение в диапазоне от $2 \cdot 10^4$ до 10^5 применялось при необходимости детального исследования поведения мелких макрочастиц с диаметром 0,1–0,5 мкм, при изучении влияния характеристик процесса ионно-плазменной обработки мишени на форму макрочастиц и морфологию поверхности.

С помощью автоматизированного стола ось микроскопа перемещалась на ΔX_{max} и ΔY_{max} , соответствующую горизонтальному и вертикальному размеру видимой области в микроскопе при данном увеличении (рисунок 2.8). Схема перемещения оси микроскопа представлена на рисунке 2.8. После каждого перемещения производилось фотографирование поверхности образца.

Подсчет количества макрочастиц на поверхности образцов проводился для каждой микрофотографии с помощью графического редактора, который позволял в процессе подсчета маркировать учтенные макрочастицы. Схема выполнения подсчета представлена на рисунке 2.9.

Поверхностная плотность макрочастиц n на поверхности образца вычислялась по формуле:

$$n = \frac{1}{N_{\phi} \cdot \Delta X_{max} \cdot \Delta Y_{max}} \sum_{i=1}^k N_i \quad (2.1)$$

где N_{ϕ} – количество микрофотографий, N_i – количество макрочастиц на i -ой микрофотографии, ΔX_{max} – горизонтальный размер видимой области микроскопа на микрофотографии, ΔY_{max} – вертикальный размер видимой области микроскопа на микрофотографии.

Экспериментальные данные по изменению количественной поверхностной плотности макрочастиц представлены на рисунках в абсолютных единицах и в виде относительной поверхностной плотности $k = N/N_0 = n/n_0$, где: $N = n \cdot S$ – это количество макрочастиц, расположенных на выбранной площади подложки (S) при отрицательном потенциале смещения, n – поверхностная плотность

макрочастиц при отрицательном потенциале смещения; $N_0 = n_0 \cdot S$ – количество макрочастиц на выбранной площади подложки при потенциале анода на её поверхности ($\varphi_{см} = 0$ В) при выбранном времени вакуумно-дугового плазменного напыления; n_0 – поверхностная плотность макрочастиц при потенциале анода на подложке при выбранном времени осаждения вакуумно-дуговой плазмы, S – выбрана для статистически надежного расчета количества макрочастиц на поверхности подложки.

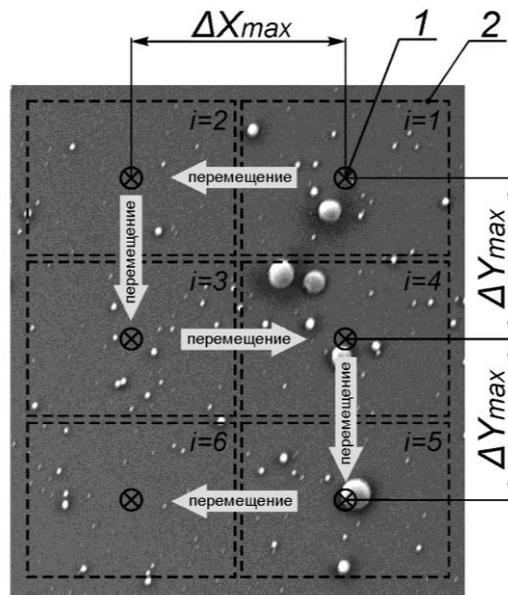


Рисунок 2.8. Схема перемещения оптической оси микроскопа при фотографировании поверхности: 1 – оптическая ось микроскопа; 2 – границы одной микрофотографии (видимая область в микроскопе)

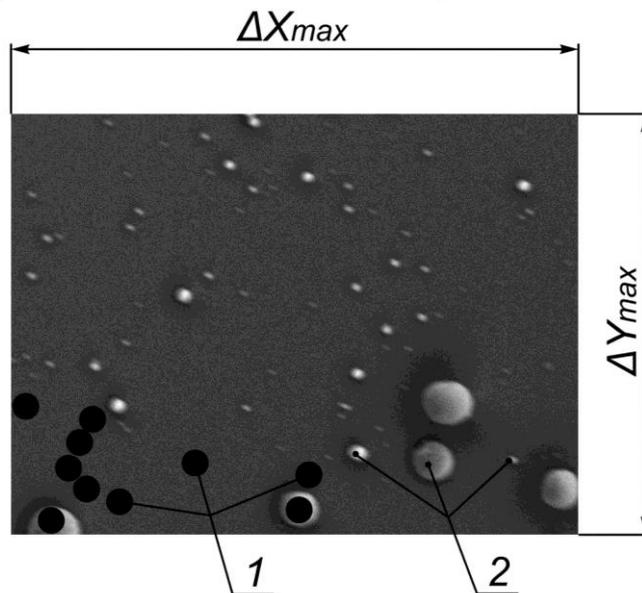


Рисунок 2.9. – Маркировка учтенных макрочастиц на микрофотографии образца: 1 – маркировка учтенных микрокапель; 2 – микрокапли на поверхности покрытия

Величина обратная k – эффективность подавления макрочастиц. Общая площадь для подсчета макрочастиц для каждой экспериментальной точки была $6 \cdot 10^{-8} \text{ м}^2$.

При исследовании объемных характеристик микрокапель и их изменений в зависимости от режима ионно-плазменной обработки использовался электронный микроскоп Hitachi TM-1000. Просмотр и фотографирование поверхности образцов осуществлялись под углом 20° к анализирующему электронному пучку.

2.4. Измерение температуры мишени

Контроль температуры образцов при проведении экспериментов осуществлялся с помощью инфракрасного термометра КЕЛЬВИН КБ ДИПОЛЬ 800. Внешний вид пирометра показан на рисунке 2.10. Принцип его работы основан на преобразовании энергии инфракрасного излучения, излучаемую поверхностью объекта, в электрический сигнал.

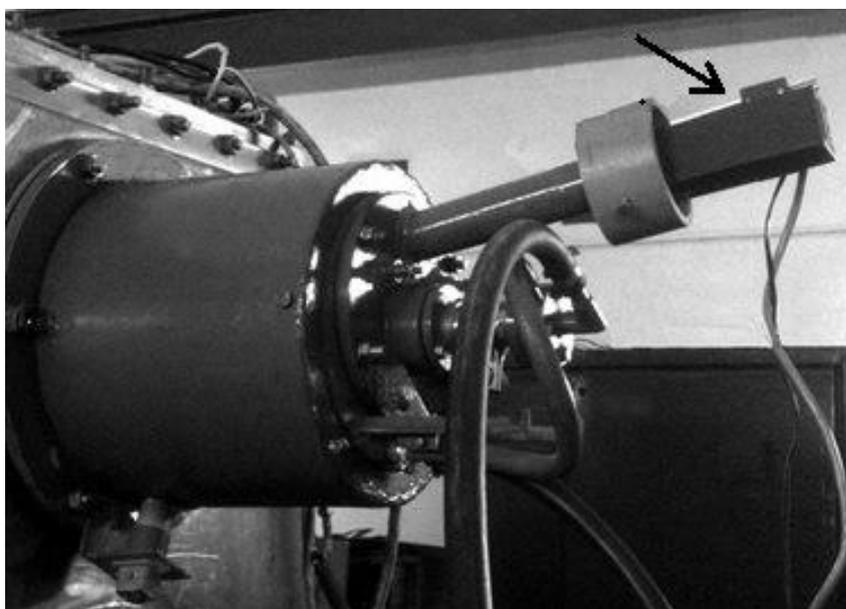


Рисунок 2.10. Инфракрасный термометр «КЕЛЬВИН КБ ДИПОЛЬ 800»

Калибровка пирометра проводилась с использованием хромель-алюмель термопары и резистивного вольфрамового нагревателя. Температура нагреваемого образца одновременно измерялась с помощью термопары и

пирометра и, таким образом, определялся корректировочный коэффициент пирометра, зависящий от степени черноты и конструкции мишени.

2.5. Измерение характеристик ионно-плазменного облучения, толщин осаждаемых покрытий и элементного состава приповерхностных слоев мишени

Характеристики слоя разделения зарядов вблизи потенциальной поверхности мишени, погруженной в плазму, зависят как от параметров плазмы, так и от приложенного потенциала. Амплитуда отрицательного потенциала смещения при проведении исследований измерялась с помощью высоковольтного делителя напряжения, выполненного с использованием резисторов марки МЛТ-2. Измерения выполнялись с использованием четырехлучевого осциллографа LeCroy WaveRunner 6050A в режиме усреднения амплитуды импульса потенциала смещения по тысяче импульсов. Измерение амплитуды ионного тока насыщения и его плотности в плазме осуществлялось с помощью пояса Роговского.

В случае, когда к образцу, погруженному в поток вакуумно-дуговой плазмы, прикладывается импульсный потенциал смещения отрицательной полярности, выражение для плотности ионного тока $j_{и}$ может быть записано как:

$$j_{и} = \bar{z}en_{и} \left(\frac{ds}{dt} + V_{и} \right). \quad (2.2)$$

Простая оценка показывает, что ионный ток в начальный период после приложения высоковольтного отрицательного потенциала смещения будет завышен на величину тока, вызванного смещением электронов и расширением слоя разделения зарядов. На рисунке 2.11 представлена осциллограмма ионного тока насыщения из плазмы, полученная с помощью пояса Роговского. Из осциллограммы видно, что в начале импульса амплитуда тока существенно превышает ток на плоской части импульса.

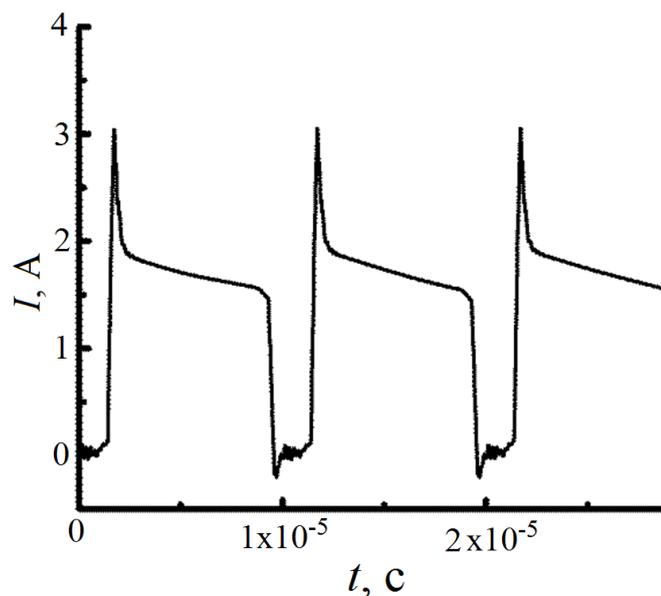


Рисунок 2.11. Осциллограмма ионного тока насыщения из плазмы, полученная с помощью пояса Роговского

По мере удлинения импульса слой разделения зарядов достигает своего стационарного состояния и ионный ток, в этом случае, определяется второй составляющей уравнения (2.2), то есть ионным током насыщения из плазмы. При этом следует иметь ввиду, что диапазон напряжений, при которых должен измеряться ионный ток насыщения из плазмы, должен быть, как правило, в диапазоне от -500 В до -100 В. При потенциалах смещения выше -100 В на ионный ток насыщения из плазмы может оказывать влияние ток высокоэнергетичных электронов из максвелловского хвоста энергетического распределения электронов в плазме. При потенциалах ниже -500 В на результаты измерения ионного тока может уже оказывать влияние вторичная ионно-электронная эмиссия из потенциальной поверхности мишени.

Динамическое формирование слоя разделения зарядов вблизи потенциальной мишени оказывает влияние не только на амплитуду измеряемого тока, но и на энергетический спектр ионов. В условиях расширяющегося слоя ионы проходят не полную разность потенциалов, определяемую амплитудой приложенного потенциала и потенциала плазмы, а лишь её часть [109].

В ряде экспериментов в рамках настоящей диссертации требовалось измерить толщину осаждаемых покрытий и элементный состав поверхностного

слоя мишени после ионно-плазменной обработки. Толщина осаждаемых покрытий измерялась с помощью прибора CALOTEST. Принцип действия данного прибора основан на протирании поверхности образца металлическим шариком. Диаметр такого шарика предварительно известен и определяется из предполагаемой толщины полученного покрытия.

Измерение элементного состава поверхностного слоя мишени и распределение внедренной примеси по глубине после плазменно-иммерсионной имплантации ионов осуществлялось с помощью Оже-электронной микроскопии.

Выводы

Экспериментальная вакуумная установка, вакуумно-дуговой генератор металлической плазмы, дуговой генератор ПИНК газоразрядной плазмы, генераторы высокочастотных короткоимпульсных потенциалов смещения с возможностью управления параметрами потенциала смещения в широком диапазоне, а также совокупность методик и методов определения количественного и качественного состава макрочастиц, их размеров и форм обеспечивают возможность выполнения задач исследования, описанных в главе 1.

ГЛАВА 3

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ИМПУЛЬСНОГО ПОТЕНЦИАЛА СМЕЩЕНИЯ, ПЛОТНОСТИ ПЛАЗМЫ НА ДИНАМИКУ НАКОПЛЕНИЯ МАКРОЧАСТИЦ НА ПОТЕНЦИАЛЬНОЙ МИШЕНИ, ПОГРУЖЕННОЙ В ПЛАЗМУ ВАКУУМНОЙ ДУГИ

3.1. Накопление макрочастиц титана на мишени при осаждении вакуумно-дуговой плазмы

При проведении экспериментов по осаждению вакуумно-дуговой плазмы и макрочастиц использовался титановый катод и образцы из нержавеющей стали. Поверхность образцов полировалась до шероховатости $R_a \sim 0,035$ мкм. Образцы устанавливались на массивном держателе. Расстояние от образцов до катода вакуумно-дугового испарителя было 0,5 м. Эксперименты проводились при токе непрерывного вакуумно-дугового разряда 100 А.

На рисунке 3.1 представлена микрофотография поверхности образца после осаждения на него титановой плазмы без потенциала смещения ($\varphi_{см} = 0$ В).

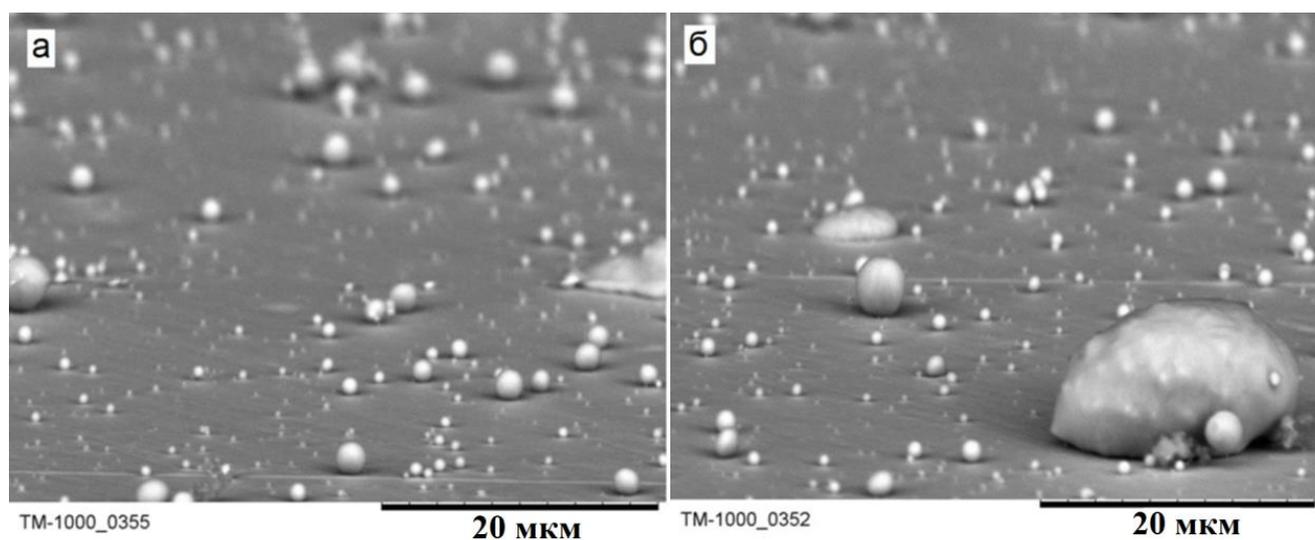


Рисунок 3.1. Микрофотография поверхности, на которую осаждалась титановая вакуумно-дуговая плазма при потенциале анода $\varphi_{см} = 0$ В

Из рисунке 3.1 видно, что большинство макрочастиц на поверхности мишени имеет форму, близкую к сферической. Эффект остывания расплавленных

макрочастиц в процессе их транспортировки в плазменном потоке вакуумной дуги хорошо известен и обусловлен значительным превышением энергетических потерь за счет излучения тепла с поверхности, испарения материала, термоэлектронной эмиссии над дополнительной энергией, получаемой от потока ионов и электронов плазмы. В экспериментах наблюдалось, что макрочастицы с размерами около 4 мкм при попадании на поверхность находились в различных агрегатных состояниях (см. рисунок 3.1), о чем свидетельствует различие их форм [110]. Некоторые макрочастицы попали на поверхность в расплавленном состоянии и оказались расплюснутыми, как видно из рисунка 3.1а. Другие макрочастицы попадали на поверхность в твердом состоянии и имели форму близкую к сферической. В тоже время иногда макрочастицы даже с размером больше 10 мкм (см. рисунок 3.1б) попадали на поверхность в состоянии близком к твердому. Это означает, что разные макрочастицы имели существенно различающиеся скорости движения и, соответственно, разные времена для их остывания.

Для изучения динамики изменения плотности макрочастиц на поверхности образца в процессе плазменного осаждения вакуумно-дуговой плазмы была выполнена серия экспериментов с различным временем осаждения плазмы на образцы при малом постоянном потенциале смещения ($\varphi_{см} \approx -100$ В) [111]. Результаты измерения плотности макрочастиц на поверхности образцов при разных временах осаждения плазмы представлены на рисунке 3.2.

Видно, что сначала увеличение поверхностной плотности макрочастиц любого размера происходит пропорционально времени осаждения плазмы. Через некоторое время поверхностная плотность макрочастиц достигает насыщения и в дальнейшем остается постоянной. Это хорошо видно из рисунка 3.2 для макрочастиц малого размера диаметром D меньше 1,5 мкм. Максимальная поверхностная плотность макрочастиц, в этом случае, достигается уже через 3 мин после начала осаждения покрытия. Для крупных макрочастиц эффект насыщения их поверхностной плотности имеет место при значительно большем времени осаждения плазмы ($t \geq 9$ мин). Измерение толщин покрытий при разных

временах осаждения плазмы (рисунок 3.2 кривая 3) показало, что средняя скорость нанесения была равна 25 мкм/час.

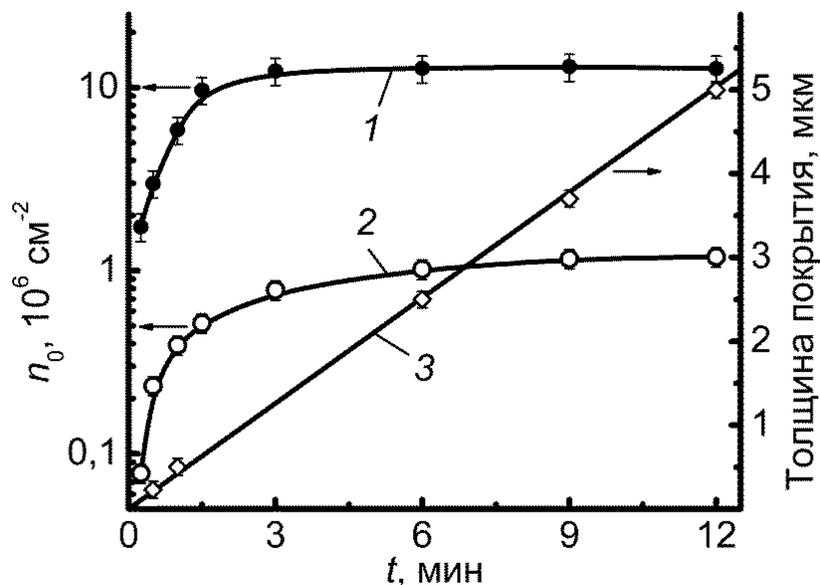


Рисунок 3.2. Поверхностная плотность титановых макрочастиц с диаметром меньше (кривая 1) и больше (кривая 2) 1,5 мкм и толщина покрытия (кривая 3) в зависимости от времени осаждения плазмы

С учетом скорости осаждения покрытия и на основании данных рисунка 3.2 можно сделать вывод, что для мелких макрочастиц их поверхностная плотность достигает максимума при толщине покрытия $\sim 1,25$ мкм, а для макрочастиц с диаметром D больше 1,5 мкм при толщине покрытия $\sim 3,5$ мкм.

Таким образом, накопление макрочастиц на поверхности мишени в плазме вакуумной дуги носит динамический характер с эффектом насыщения по максимальной плотности при толщинах покрытий, сравнимых с максимальным размером макрочастиц. Такое поведение поверхностной плотности макрочастиц связано с тем, что с увеличением времени осаждения металлической плазмы увеличивается толщина осаждаемого покрытия и ранее осажденные макрочастицы оказываются замурованными внутри покрытия.

3.2. Влияние параметров импульсного потенциала смещения на режим ионно-плазменной обработки поверхности

Осаждение плазмы на образец с отрицательным смещением сопровождается комплексом процессов, включающих формирование покрытия, ионное распыление и ионную имплантацию. Чтобы понять какой из процессов превалирует в том или ином случае, были проведены эксперименты по осаждению металлической плазмы при разных длительностях импульсов и амплитудах потенциалов смещения [112]. Эксперименты выполнены с использованием генератора с частотой следования импульсов 10^5 имп/с при длительностях импульса потенциала смещения 2, 4, 6 и 8 мкс. Было проведено три серии экспериментов с различными потенциалами смещениями: -850 В, -1400 В и -2000 В. Характерные осциллограммы импульсов потенциала смещения представлены на рисунке 3.3.

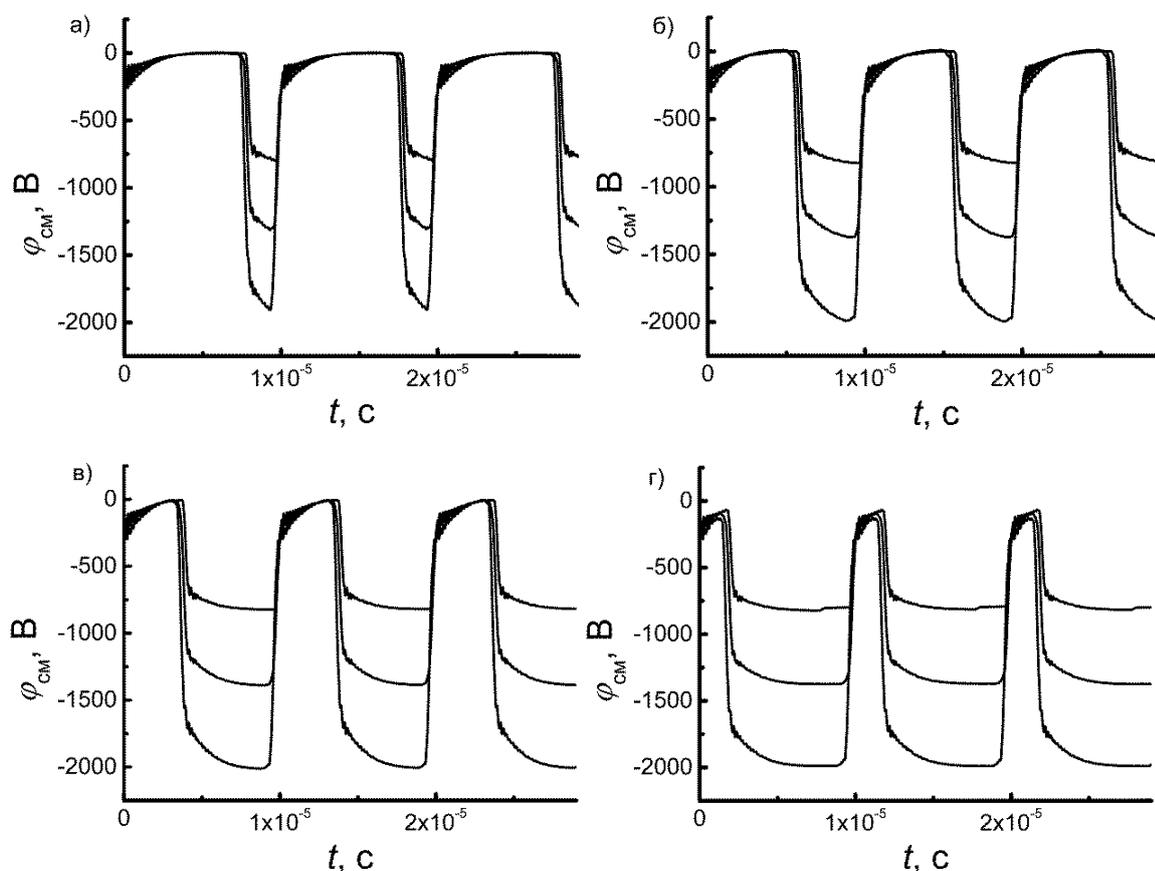


Рисунок 3.3. Осциллограммы импульсов потенциала смещения

Экспериментальные результаты измерения толщины покрытия в зависимости от длительности импульса при различных потенциалах смещения представлены на рисунке 3.4.

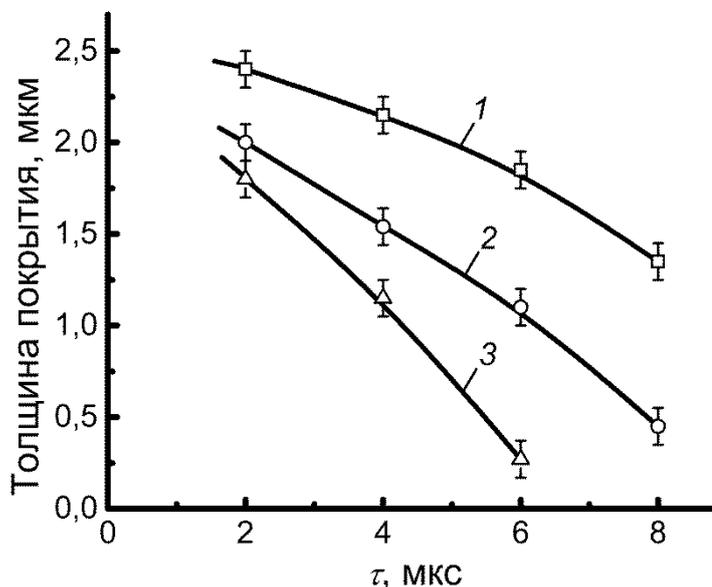


Рисунок 3.4. Толщина титанового покрытия в зависимости от длительности импульса при различных потенциалах смещения: 1— $\varphi_{см} = -850$ В, 2— $\varphi_{см} = -1400$ В, 3— $\varphi_{см} = -2000$ В; время облучения $t = 6$ мин

При потенциале смещения $\varphi_{см} = -850$ В (рисунок 3.4, кривая 1) во всем диапазоне длительностей импульсов смещения формируется покрытие. Увеличение длительности импульса смещения приводит к уменьшению толщины покрытия в связи с усилением ионного распыления. Еще больший вклад ионного распыления наблюдается при увеличении амплитуды потенциала смещения (рисунок 3.4, кривая 2). При потенциале смещения $\varphi_{см} = -2000$ В (рисунок 3.4, кривая 3) покрытие формируется только при длительностях импульсов смещения, не превышающих 6,5 мкс. При дальнейшем увеличении длительности импульса осаждаемое покрытие полностью распыляется. В этих случаях можно говорить об ионном облучении поверхности образца без формирования покрытия в условиях осаждения на поверхность макрочастиц. Обычно при исследовании накопления макрочастиц в условиях формирования покрытий плотность макрочастиц нормируется на толщину покрытия. В наших экспериментах, в большинстве случаев, покрытие не формировалось из-за ионного распыления. Именно поэтому,

в отличие от ранее выполненных работ [52, 94], нормировка поверхностной плотности макрочастиц на толщину покрытия не проводилась.

3.3. Исследование влияния параметров потенциала смещения на закономерности накопления макрочастиц на потенциальной поверхности мишени, погруженной в плазму

3.3.1. Влияние длительности импульса потенциала смещения на плотность макрочастиц на поверхности мишени

Исследование влияния параметров импульсного потенциала смещения с частотой следования 10^5 имп/с на эффективность уменьшения плотности макрочастиц на потенциальной поверхности образца выявило ряд закономерностей. Экспериментальные данные по изменению плотности макрочастиц на поверхности образца в зависимости от длительности импульса и амплитуды потенциала смещения при облучении образцов в течение 1,5 мин комбинированной плазмой (плазма вакуумной дуги и газоразрядная плазма с плотностью ионного тока $j_{\text{иTi}}=44 \text{ А/м}^2$, $j_{\text{иAr}}=14 \text{ А/м}^2$) представлены на рисунке 3.5 [113]. Изучение микрофотографий поверхности образцов, облученных в таких условия, показало, что макрочастицы сохраняют свою сферическую форму. Это означает, что трансформация размеров и формы макрочастиц при коротких временах облучения еще не происходит. Данные рисунка 3.5 показывают, что эффективность уменьшения плотности макрочастиц на отрицательной потенциальной поверхности образца зависит как от амплитуды, так и от длительности импульса отрицательного потенциала смещения. Увеличение амплитуды потенциала смещения, как и увеличение длительности импульса, приводит к уменьшению плотности макрочастиц. При потенциале смещения -850 В относительная поверхностная плотность всех макрочастиц на образце уменьшается от $k = 0,62$ при длительности импульса 2 мкс до $k = 0,43$ при

длительности импульса 8 мкс. Количественная плотность макрочастиц имеет обратную линейную зависимость от длительности импульса в диапазоне от 2 мкс до 8 мкс при общей плотности ионного тока вблизи поверхности мишени 58 А/м^2 .

Аналогичная примерно линейная зависимость относительной плотности макрочастиц от длительности импульса получена и при потенциале смещения $\varphi_{см} = -2000 \text{ В}$ (рисунок 3.5, кривая 2). Увеличение длительности импульса от 2 мкс до 8 мкс, в этом случае, приводит к уменьшению относительной плотности макрочастиц на поверхности образца от 0,36 до 0,26. Это означает, что в данных экспериментах было достигнуто уменьшение плотности макрочастиц в 3,85 раза при времени облучения 1,5 мин.

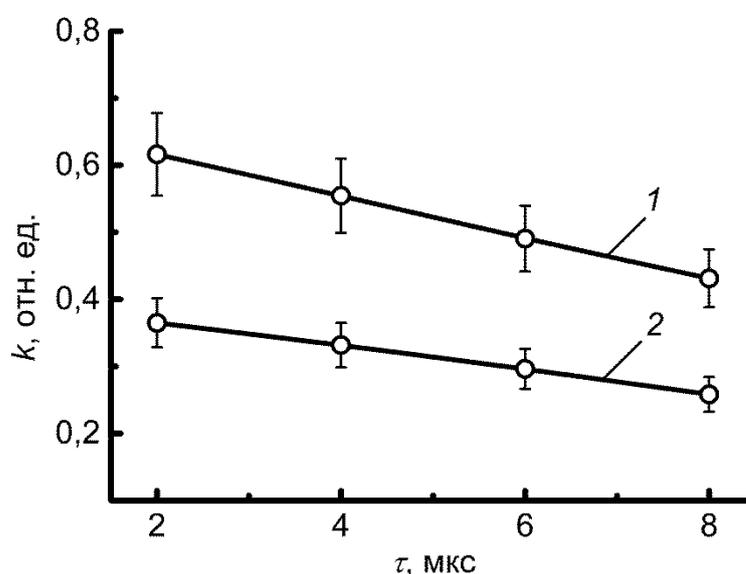


Рисунок 3.5. Относительная плотность титановых макрочастиц в зависимости от амплитуды отрицательного потенциала смещения и длительности импульса: 1 – $\varphi_{см} = -850 \text{ В}$, 2 – $\varphi_{см} = -2000 \text{ В}$; время облучения 1,5 мин

Влияние длительности импульса потенциала смещения на накопление макрочастиц исследовалось также при различных временах облучения. Результаты исследования динамики изменения поверхностной плотности макрочастиц на подложке из нержавеющей стали, погруженной в титановую плазму вакуумной дуги, в зависимости от длительности импульса отрицательного потенциала смещения и времени обработки [114, 115] представлены на рисунках 3.6 и 3.7.

Кривая 1 рисунка 3.6 демонстрирует зависимость плотности макрочастиц титана при анодном потенциале образца, которая имеет тенденцию к насыщению по плотности макрочастиц.

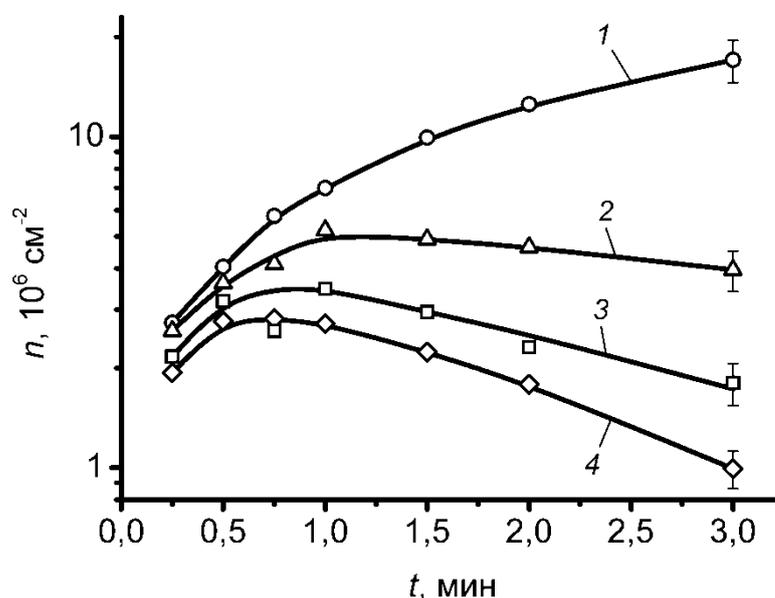


Рисунок 3.6. Зависимость плотности титановых макрочастиц на поверхности образца от времени облучения при 1 – анодном потенциале $\varphi_{см} = 0$ В и импульсно-периодическом потенциале ($f = 10^5$ имп/с $\varphi_{см} = -2000$ В) при различных длительностях импульса 2 – $\tau = 3$ мкс, 3 – $\tau = 5$ мкс, 4 – $\tau = 7$ мкс

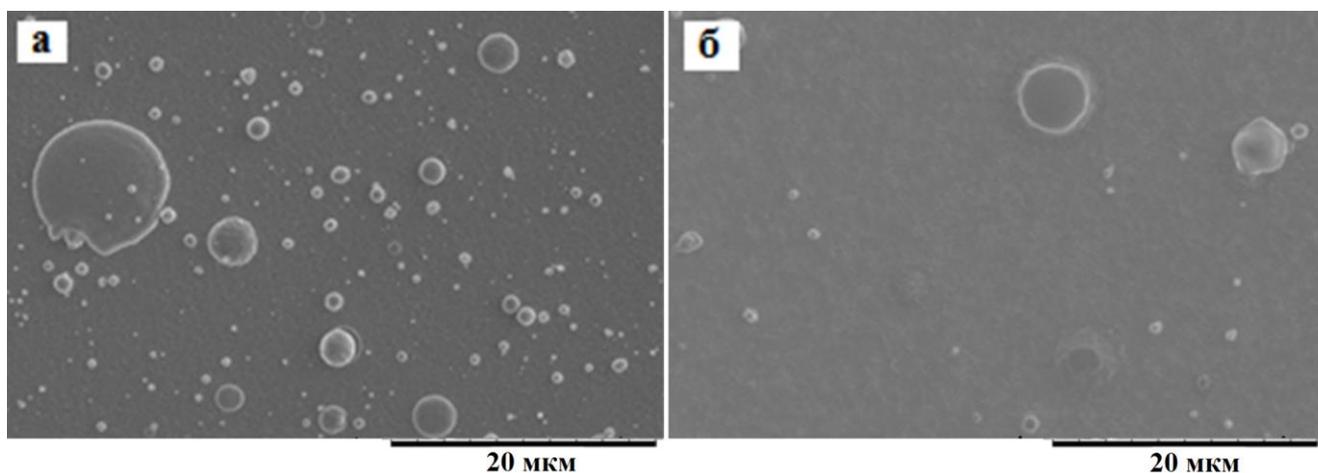


Рисунок 3.7. Микрофотографии поверхности после осаждения титановой плазмы при $\varphi_{см} = 0$ В (а) и после ионно-плазменной обработки при потенциале смешения $\varphi_{см} = -2000$ В (б), длительности импульса $\tau = 7$ мкс; время обработки образца 2 мин

Это обусловлено тем, что при потенциале анода на образец осаждаются как макрочастицы разного размера, так и металлическая плазма, которая со временем замуровывает осажденные частицы.

В случае, когда на подложку подается импульсный потенциал смещения, динамика накопления макрочастиц существенно изменяется. Прежде всего, следует отметить, что при подаче отрицательного потенциала смещения большой амплитуды на образец становится существенным процесс ионного распыления осаждаемого покрытия.

Как показано в работе [112], при потенциале смещения -2000 В и частоте следования импульсов 10^5 имп/с титановое покрытие формируется, если длительность импульса потенциала смещения не превышает $6,5$ мкс. При больших длительностях потенциала смещения осаждаемое между импульсами покрытие распыляется ионами титана, имеющими среднюю энергию 4000 эВ.

Из рисунка 3.6 видно, что кривые изменения плотности макрочастиц титана на потенциальной поверхности, погруженной в плазму, для разных длительностей импульсов имеют характерные максимумы. Первоначально, при разных временах процесса наблюдается увеличение плотности макрочастиц и через некоторое время плотность макрочастиц достигает максимума, а затем постепенно снижается при увеличении времени обработки. Увеличение длительности импульса потенциала смещения приводит к смещению максимума в области меньших времен обработки. Увеличение длительности импульса потенциала смещения приводит к уменьшению плотности макрочастиц на потенциальном образце при всех временах облучения. Как следует из рисунка 3.6, наибольший эффект уменьшения плотности макрочастиц на образце достигается при длительности импульса потенциала смещения 7 мкс. По сравнению со случаем осаждения макрочастиц и плазмы на образец с анодным потенциалом поверхностная плотность макрочастиц в этом случае уменьшается в 20 раз.

Для того, чтобы понять какой вклад в уменьшение плотности макрочастиц на поверхности вносят частицы с разным диаметром, с помощью электронного микроскопа были детально проанализированы два образца (1: $\varphi_{см} = 0$ В; 2: $\varphi_{см} = -2000$ В) после осаждения макрочастиц в течение 1 мин [112]. Характерные микрофотографии поверхности образцов представлены на рисунке 3.8. Соответствующие этим режимам обработки гистограммы

распределения макрочастиц по размерам, представлены на рисунке 3.9 [116, 117]. Площадь подсчета макрочастиц в этом случае составляла $2,7 \cdot 10^{-8} \text{ м}^2$.

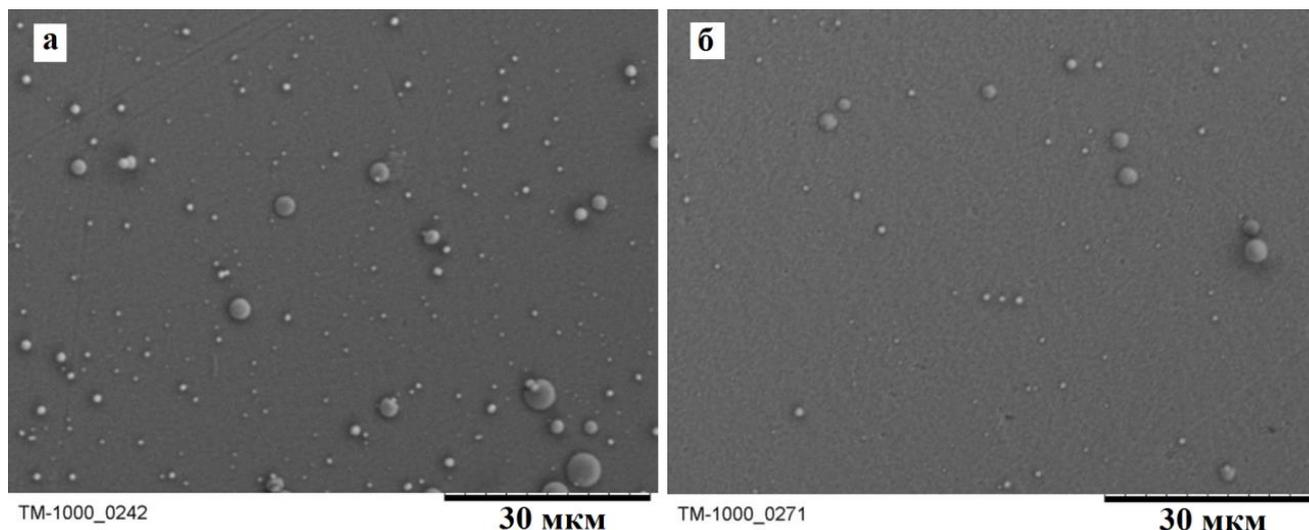


Рисунок 3.8. Характерные микрофотографии поверхности после осаждения титановой плазмы при $\varphi_{\text{см}} = 0 \text{ В}$ (а) и после ионно-плазменной обработки при потенциале смещения $\varphi_{\text{см}} = -2000 \text{ В}$ (б), длительность импульса $\tau = 8 \text{ мкс}$; время обработки образца 1 мин

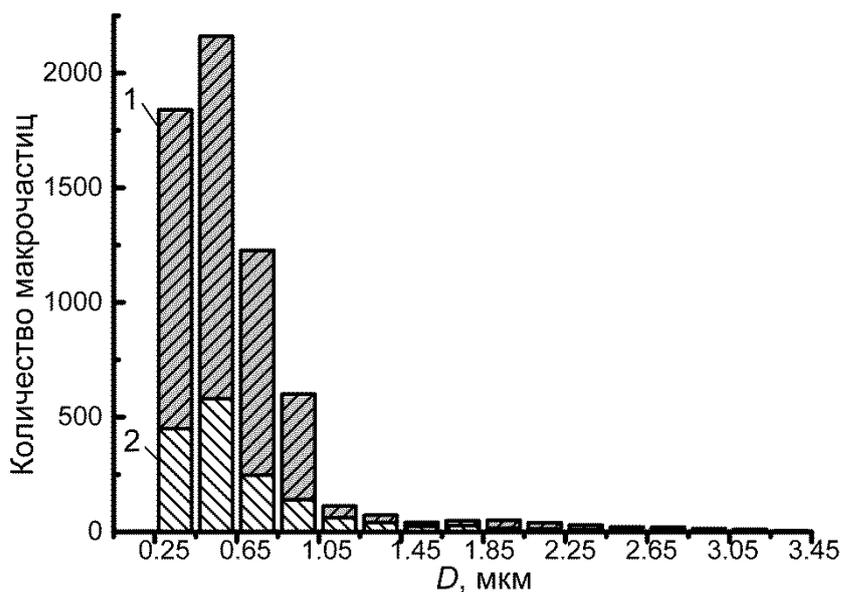


Рисунок 3.9. Гистограмма плотности титановых макрочастиц на поверхности в зависимости от диаметра макрочастиц D при времени осаждения 1 мин: 1 – анодный потенциал на мишени $\varphi_{\text{см}} = 0 \text{ В}$; 2 – импульсно-периодический потенциал смещения $\varphi_{\text{см}} = -2000 \text{ В}$, $\tau = 8 \text{ мкс}$, $f = 10^5 \text{ имп/с}$

Из данных рисунка 3.9 следует, что наибольший вклад в уменьшение плотности макрочастиц на потенциальном электроде, погруженном в плазму, вносят макрочастицы с диаметром меньше $0,65 \text{ мкм}$.

Если оценивать по мелким макрочастицам диаметром меньше 1,5 мкм, то достигается почти четырехкратное уменьшение их плотности на потенциальной поверхности. Количество макрочастиц с размерами в диапазоне от 0,5 мкм до 1 мкм уменьшается всего в 2,5 раза. Количество крупных макрочастиц с диаметром больше 1,5 мкм при времени облучения 1 мин практически не изменяется. Относительная плотность всех макрочастиц на поверхности, оцененная по данным гистограммы, составила 0,36.

3.3.2. Влияние амплитуды импульса отрицательного потенциала смещения на накопление макрочастиц на потенциальной поверхности

Как уже было отмечено (см. рисунок 3.4), на накопление макрочастиц на подложке, погруженной в плазму вакуумной дуги, существенно влияет амплитуда импульса потенциала смещения. Для более детального изучения закономерности влияния амплитуды потенциала смещения на изменение количественной плотности макрочастиц на потенциальной поверхности, погруженной в плазму, были выполнены эксперименты с изменением потенциала смещения в диапазоне от 0 В до –3200 В при частоте следования импульсов $f = 10^5$ имп/с, длительности импульсов $\tau = 3$ мкс и времени обработки $t = 3$ мин. Характерные осциллограммы потенциалов смещения с различной амплитудой представлены на рисунке 3.10.

На рисунке 3.11 показана зависимость плотности макрочастиц, осажденных на поверхность подложки, от амплитуды потенциала смещения. Увеличение амплитуды импульса отрицательного потенциала смещения от 0 В до –3200 В приводит к снижению поверхностной плотности макрочастиц почти в 7,7 раза при трехминутном облучении [114, 115].

Характерные микрофотографии представлены на рисунке 3.12. Из рисунка видно, что макрочастиц на поверхности с увеличением амплитуды потенциала смещения становится меньше.

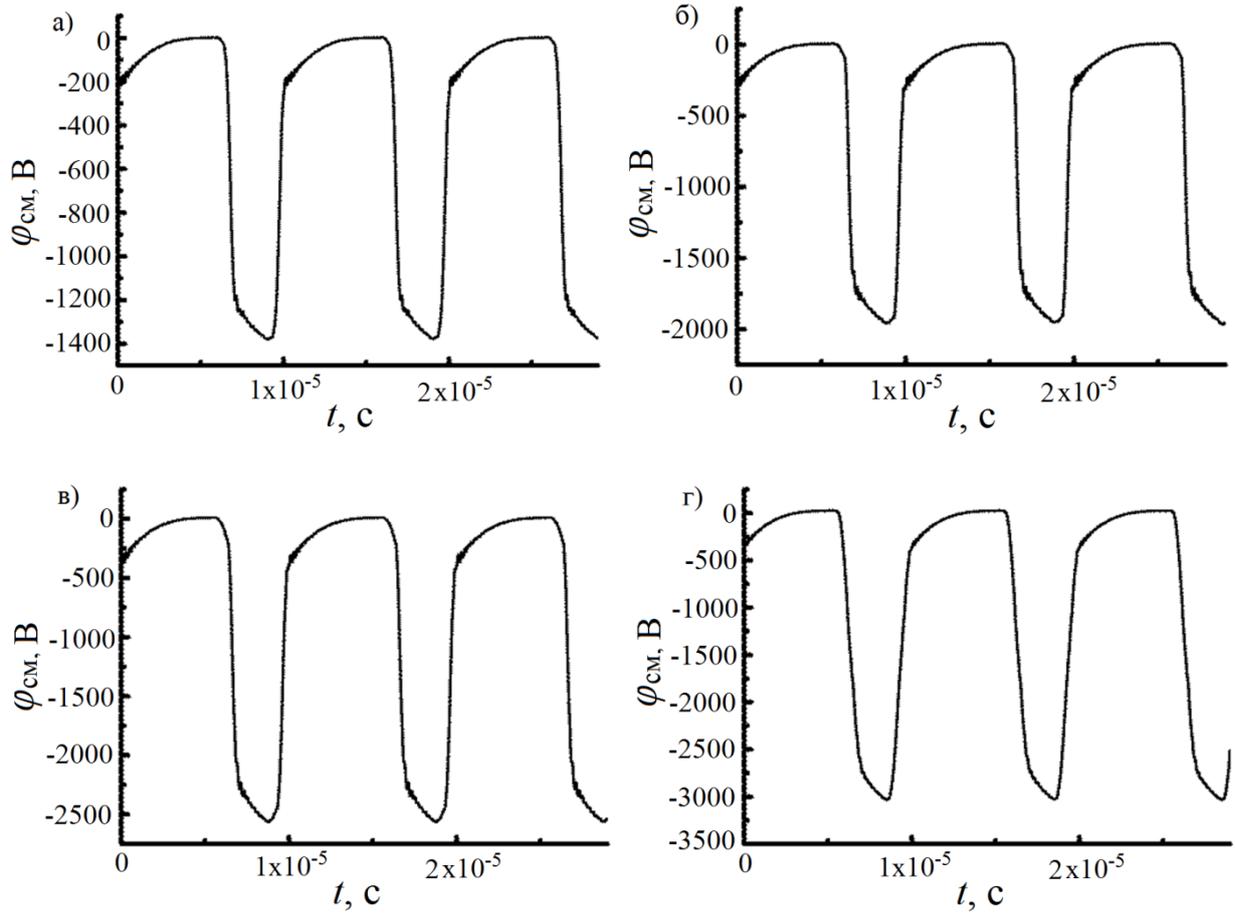


Рисунок 3.10. Осциллограммы потенциалов смещения с различной амплитудой: а) 1400 В, б) 2000 В, в) 2600 В, г) 3200 В при длительности импульсов 3 мкс

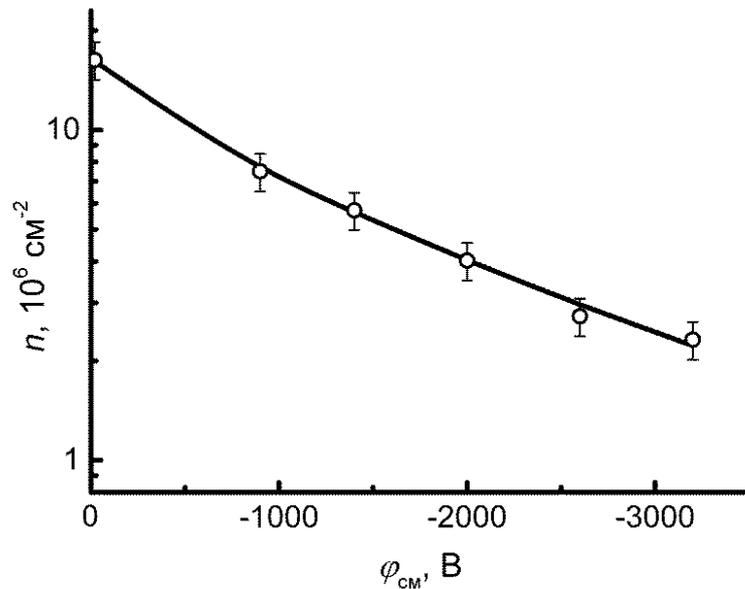


Рисунок 3.11. Зависимость поверхностной плотности титановых макрочастиц от амплитуды импульса отрицательного потенциала смещения при $f = 10^5$ имп/с, $\tau = 3$ мкс и времени обработки $t = 3$ мин

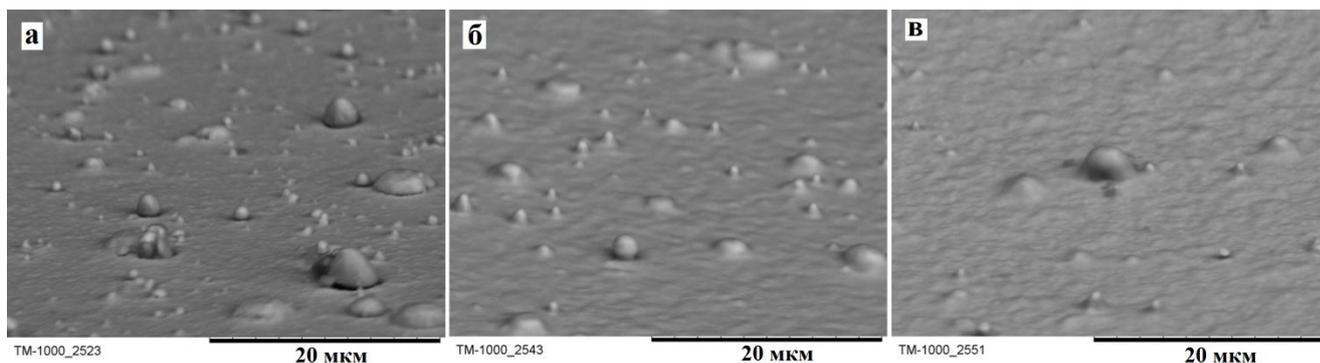


Рисунок 3.12. Характерные микрофотографии поверхности образцов после ионно-плазменной обработки в титановой плазме при длительности потенциала смещения 3 мкс, времени обработки 3 мин при различных потенциалах смещения: а) $\varphi_{см} = 900$ В, б) $\varphi_{см} = 2600$ В, в) $\varphi_{см} = 3200$ В

3.4. Влияние параметров плазмы титана на уменьшение количества макрочастиц на потенциальной поверхности мишени

На уменьшение поверхностной плотности макрочастиц на потенциальной поверхности, погруженной в плазму, влияют не только параметры импульсно-периодического потенциала смещения, но и плотность вакуумно-дуговой плазмы. Было проведено несколько экспериментов с различными плотностями ионного тока насыщения из плазмы. Для управления плотностью плазмы у поверхности образца в различных экспериментах изменялось расстояние от образца до поверхности катода. Зависимость изменения плотности ионного тока насыщения из титановой плазмы у поверхности образца от расстояния до катода L представлена на рисунке 3.13. Как видно из рисунка 3.13 увеличение расстояния от 0,185 м до 0,770 м позволяет изменять плотность ионного тока насыщения в плазме в диапазоне от 200 А/м^2 до 20 А/м^2 . В этих экспериментах были использованы те же параметры потенциала смещения, как и в предыдущих ($\varphi_{см} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс и $f = 10^5$ имп/с).

Результаты измерения плотности макрочастиц на поверхности мишени в зависимости от плотности ионного тока насыщения из плазмы представлены на рисунке 3.14 [118].

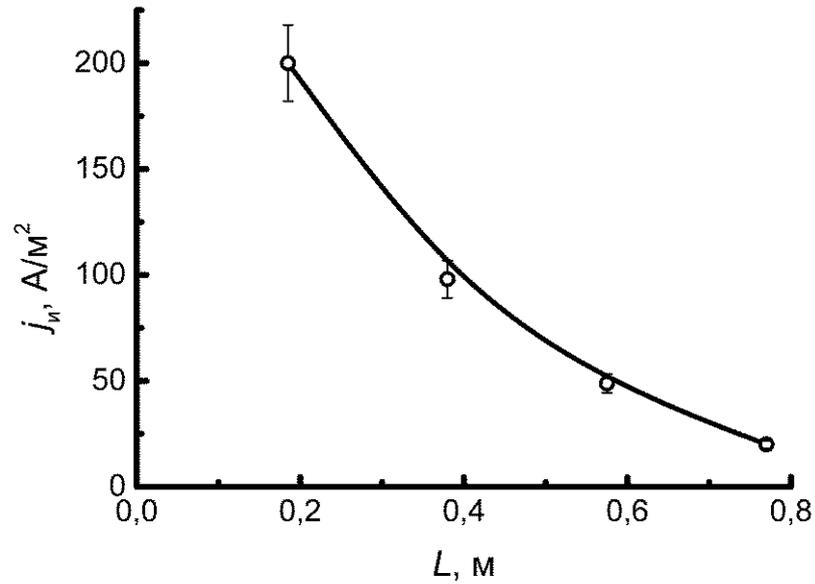


Рисунок 3.13. Зависимость изменения плотности ионного тока насыщения из титановой плазмы у поверхности образца от расстояния до катода

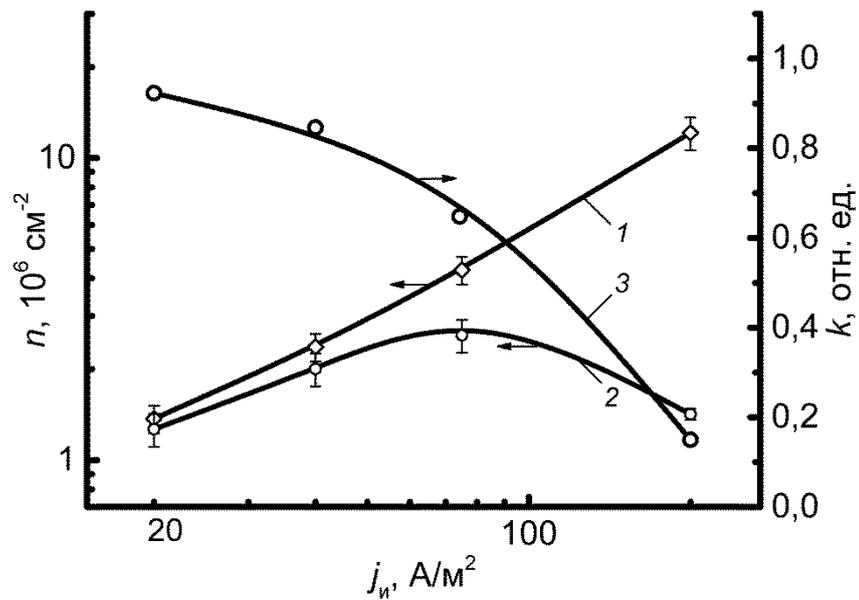


Рисунок 3.14. Зависимость плотности макрочастиц на поверхности образца при $\varphi_{\text{см}} = 0$ и $t = 30$ с (кривая 1) и при $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс, $t = 30$ с (кривая 2) и относительной плотности макрочастиц (кривая 3) от плотности ионного тока насыщения из титановой плазмы

Кривая 1 рисунка 3.14 показывает количество макрочастиц на поверхности образца после 30 с осаждения вакуумно-дуговой плазмы при $\varphi_{\text{см}} = 0$ В. При том же времени обработки (30 с) значительное снижение количества макрочастиц наблюдалось по мере увеличения плотности ионного тока насыщения из плазмы,

когда к образцу был приложен импульсно-периодический потенциал смещения амплитудой 2000 В.

Кривая 2 рисунка 3.14 показывает, что при увеличении плотности ионного тока насыщения из плазмы до 200 А/м^2 у поверхности образца плотность макрочастиц уменьшилась в 6 раз в сравнении с отсутствием потенциала смещения при том же времени обработки 30 с. При плотности ионного тока насыщения из плазмы 20 А/м^2 наблюдалось незначительное снижение плотности макрочастиц на поверхности образца.

3.5. Влияние времени ионно-плазменной обработки на уменьшение количества макрочастиц на поверхности мишени, погруженной в металлическую и газовую плазму

В различных экспериментах было замечено, что на плотность макрочастиц на поверхности образца влияют не только параметры потенциалов смещения и характеристики плазмы, но и общее время ионно-плазменной обработки поверхности мишени.

Более значимые результаты по влиянию времени облучения на уменьшение плотности макрочастиц на поверхности образца были получены при амплитуде отрицательного потенциала смещения 2000 В, длительности импульса 8 мкс, когда использовались две плазмы одновременно: титановая с $j_{\text{иTi}} = 44 \text{ А/м}^2$ и аргоновая $j_{\text{иAr}} = 14 \text{ А/м}^2$ [110, 119, 120–124]. Данные рисунка 3.15 демонстрируют различный характер поведения макрочастиц с диаметром меньше и больше 1,5 мкм. Для макрочастиц диаметром больше 1,5 мкм характерна зависимость с некоторой стабилизацией (кривая 1, рисунок 3.15), когда относительная поверхностная плотность макрочастиц перестает зависеть от времени облучения.

В конечном итоге достигается десятикратное увеличение степени очистки поверхности образца от крупных макрочастиц (диаметром больше 1,5 мкм). Для макрочастиц диаметром меньше 1,5 мкм (кривая 2, рисунок 3.15) характерно

быстрое уменьшение относительной плотности макрочастиц по мере увеличения времени облучения.

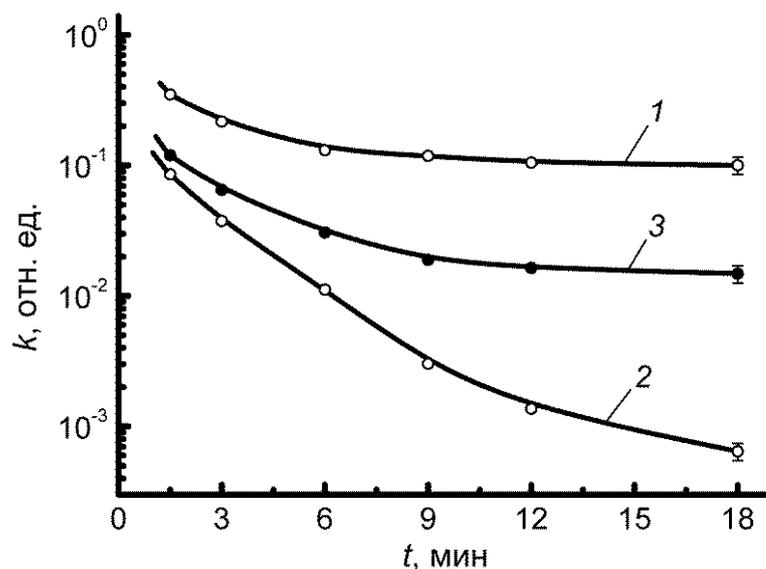


Рисунок 3.15. Зависимость относительной плотности титановых макрочастиц на поверхности образца от времени ионно-плазменной обработки при амплитуде потенциала смещения 2000 В, длительности импульса 8 мкс: 1 – макрочастицы с диаметром больше 1,5 мкм; 2 – макрочастицы с диаметром меньше 1,5 мкм; 3 – общее количество макрочастиц

При времени облучения 18 мин для макрочастиц диаметром меньше 1,5 мкм их плотность на поверхности мишени уменьшилась в 1500 раз в сравнении с количеством макрочастиц, осажденных на образец при анодном потенциале. Фактически на поверхности наблюдались лишь отдельные макрочастицы. Характерно, что при малых временах облучения зависимость общей относительной плотности макрочастиц от времени облучения определяется мелкими макрочастицами, поскольку их исходная плотность на поверхности многократно превышает плотность крупных макрочастиц. При больших временах облучения (6–9 мин) определяющую роль начинает играть поведение крупных макрочастиц, поскольку их плотность на поверхности мишени начинает превышать плотность мелких макрочастиц. Из данных рисунка 3.15, кривая 3 следует, что при времени облучения больше ~10 мин достигается уменьшение общей плотности макрочастиц на поверхности в 67 раз.

Выводы

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.

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.

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 почти в 7,7 раза ($f = 10^5$ имп/с, $\tau = 3$ мкс) после трехминутного ионно-плазменного облучения мишени;

– 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 .

Показано, что наибольший вклад в уменьшение плотности макрочастиц на потенциальном электроде, погруженном в плазму, вносят макрочастицы с диаметром меньше 0,65 мкм. Количество макрочастиц 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.

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

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.

ГЛАВА 4

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ МЕХАНИЗМОВ ИЗМЕНЕНИЯ ПЛОТНОСТИ МАКРОЧАСТИЦ НА ПОТЕНЦИАЛЬНОЙ МИШЕНИ ПРИ ВЫСОКОЧАСТОТНЫХ КОРОТКОИМПУЛЬСНЫХ ОТРИЦАТЕЛЬНЫХ ПОТЕНЦИАЛАХ СМЕЩЕНИЯ

4.1. Исследование механизмов и закономерностей отражения макрочастиц в слое разделения зарядов и их удаления с поверхности мишени

Представленные в предыдущей главе результаты позволяют предположить, что на уменьшение плотности макрочастиц на поверхности образца оказывают влияние множество факторов, включая торможение и отражение заряженных макрочастиц в электрическом поле слоя разделения зарядов потенциальной мишени в плазме, их ионное распыление и температурное воздействие.

Для определения вклада эффектов торможения и отражения макрочастиц, а также ионного распыления и других возможных факторов в общую динамику уменьшения поверхностной плотности макрочастиц были выполнены эксперименты с различным включением дополнительного сеточного электрода, расположенного перед поверхностью мишени [110, 122] и эксперимент с диэлектрической мишенью [117]. Дополнительный сеточный электрод был выполнен из вольфрамовой сетки с размером ячейки $5 \cdot 10^{-4} \times 5 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2$ при общей прозрачности 0,56. Сетка устанавливалась на расстоянии $8 \cdot 10^{-3} \text{ м}$ перед образцом параллельно его плоскости.

4.1.1. Накопление макрочастиц титана на мишени при наличии сеточного электрода

Для определения эффективности подавления макрочастиц первоначально была определена закономерность изменения их плотности на мишени при

обычном осаждении плазмы и макрочастиц в условиях наличия сеточного электрода перед мишенью. В этом случае сетка и мишень имели потенциал анода (рисунок 4.1а). Результаты измерения плотности макрочастиц в зависимости от времени осаждения плазмы представлены на рисунке 4.2, кривая 1.

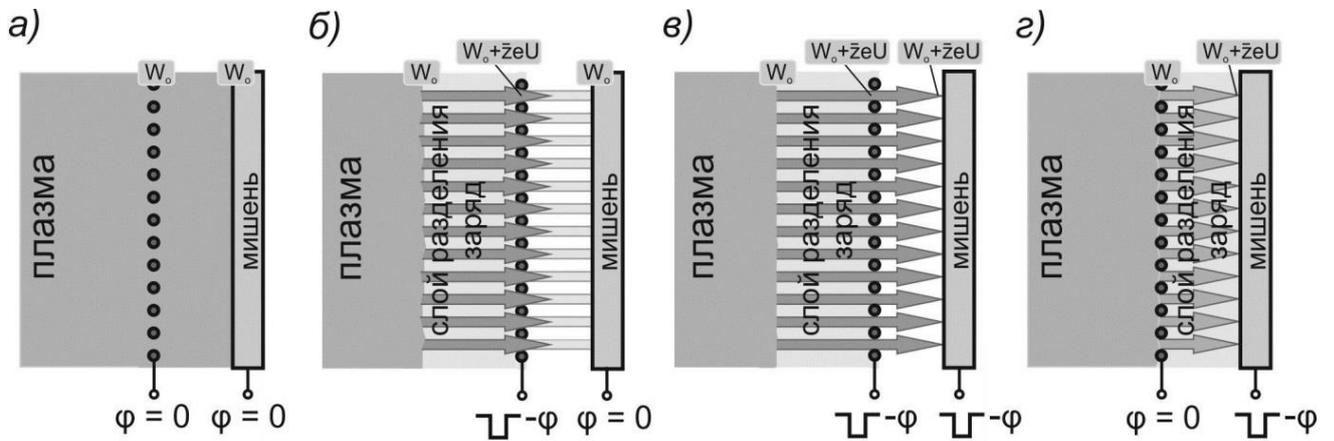


Рисунок 4.1. Варианты экспериментов с дополнительным сеточным электродом: а) сетка и мишень под потенциалом анода; б) сетка под импульсно-периодическим потенциалом смещения, мишень под потенциалом анода; в) сетка и мишень под импульсно-периодическим потенциалом смещения; г) сетка под потенциалом анода, мишень под импульсно-периодическим потенциалом смещения

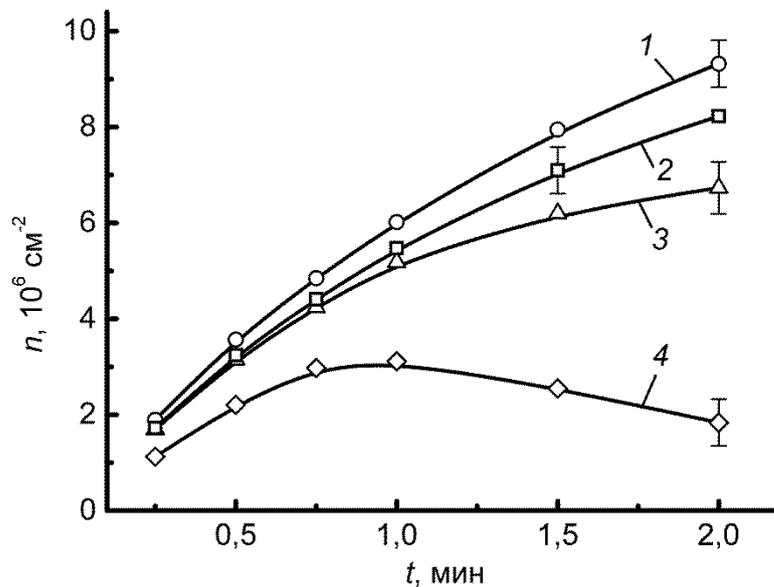


Рисунок 4.2. Поверхностная плотность титановых макрочастиц при различных потенциалах на сетке и образце в зависимости от времени обработки: 1 – $\varphi_{\text{сетка}} = \varphi_{\text{образец}} = 0$ В; 2 – $\varphi_{\text{сетка}} = -2000$ В, $\varphi_{\text{образец}} = 0$ В; 3 – $\varphi_{\text{сетка}} = \varphi_{\text{образец}} = -2000$ В; 4 – $\varphi_{\text{сетка}} = 0$ В, $\varphi_{\text{образец}} = -2000$ В

Как и в случае простого осаждения плазмы, рассмотренного в предыдущей главе, увеличение времени облучения приводит к росту плотности макрочастиц на образце с тенденцией к насыщению. Наличие сеточного электрода, имеющего определенную прозрачность, лишь несколько уменьшает плотность потока макрочастиц.

4.1.2. Исследование влияния электрического поля слоя разделения зарядов на накопление макрочастиц

Для выявления влияния только электрического поля слоя разделения зарядов потенциального электрода на торможение и исключение из потока макрочастиц требовалось исключить ионное распыление и тепловые эффекты, связанные с разогревом мишени – образца. Такие условия были реализованы в эксперименте, когда на сетку подавался импульсно-периодический потенциал смещения $\varphi_{см} = -2000$ В, а образец находился под потенциалом анода (рисунок 4.1б). Как видно из рисунка, в этом эксперименте реализуется система типа отражательный триод для ионов. При подаче импульсного потенциала смещения на сеточный электрод электроны плазмы за время порядка $1/\omega_e = (\epsilon_0 m / e^2 n_{пл})^{1/2}$ отходят от потенциального электрода. С обеих сторон от сетки формируется сначала матричный слой ионов. Однако между сеткой и образцом отсутствует источник ионов, и это означает, что после окончания переходного периода, за который все ионы из этого промежутка попадут на сеточный электрод, будет реализована система типа отражательный триод для ионов, извлекаемых с границы плазмы и ускоряемых в слое разделения зарядов перед сеточным электродом. Полная ширина слоя разделения зарядов в установившемся режиме определяется из хорошо известного закона ограничения тока в планарном диоде пространственным зарядом ионов (закон Чайлд-Ленгмюра) [125, 126]:

$$j = \frac{4}{9} \epsilon_0 \left(\frac{2\bar{z}e}{m_{и}} \right)^{1/2} \frac{U^{3/2}}{s^2}, \quad (4.1)$$

где U – амплитуда напряжения смещения ($U = -\varphi_{см}$), s – ширина слоя разделения зарядов.

Из выражения 4.1 следует, что в наших экспериментальных условиях при плотности ионного тока насыщения из плазмы $j_{и} = 44 \text{ А/м}^2$, амплитуде напряжения смещения $U = 2000 \text{ В}$ ширина слоя разделения зарядов s в случае титановой плазмы составляет $\sim 4,7 \cdot 10^{-3} \text{ м}$.

Ионы из плазмы входят в слой разделения зарядов с начальной энергией W_0 . Ускоряясь в зазоре между границей плазмы и сеточным электродом, ионы, приближаясь к сетке, будут уже иметь энергию $W_1 = W_0 + \bar{z}eU$. После прохождения сеточного электрода ион попадает в тормозящее электрическое поле, существующее между потенциальной сеткой и мишенью с анодным нулевым потенциалом. Пройдя полную разность потенциалов между сеткой и мишенью ион, падающий на поверхность мишени, имеет энергию $W_2 = W_0 + \bar{z}eU - \bar{z}eU = W_0$. Наличие значительной начальной энергии ионов в плазме будет препятствовать реализации осцилляции ионов в триоде. На поверхность мишени попадают ионы с энергией, соответствующей их энергии в плазме. Таким образом, в данном эксперименте исключалась возможность ионного распыления макрочастиц на поверхности образца. Очевидно, что в этих условиях исключается значительный нагрев поверхности мишени и, соответственно, влияние температуры образца на поведение макрочастиц.

В тоже время, перед сеточным электродом существует электрическое поле, подобное полю, формируемому сплошным потенциальным образцом, погруженным в плазму. Отличие электрического поля в слое разделения зарядов в случае с сеткой наблюдается лишь на расстоянии, сравнимом с размером ячейки сетки. В нашем случае размер ячейки сетки был порядка $5 \cdot 10^{-4} \text{ м}$, а ширина слоя разделения зарядов почти на порядок больше. Это означает, что основную часть слоя разделения зарядов любая заряженная частица, в том числе и макрочастица, проходит в однородном электрическом поле, определяемом макроскопическими геометрическими размерами электродов. Таким образом, сравнение данных о плотности макрочастиц на поверхности образца, полученных в данном

эксперименте (рисунок 4.1б) и при простом осаждении (рисунок 4.1а), позволяют однозначно выделить долю макрочастиц, которые исключены из потока за счет влияния только электрического поля слоя разделения зарядов перед сеткой.

Экспериментальные данные измерения поверхностной плотности макрочастиц, осаждаемых на мишень, в описанных выше условиях при потенциале смещения на сеточном электроде $\varphi_{см} = -2000$ В, полученные при различных временах облучения (0,25–2 мин), представлены на рисунке 4.2, кривая 2. Зависимость относительной поверхностной плотности макрочастиц от времени ионно-плазменной обработки мишени, построенная на основе данных кривых 1 и 2 рисунка 4.2, представлена на рисунке 4.3 кривая 1.

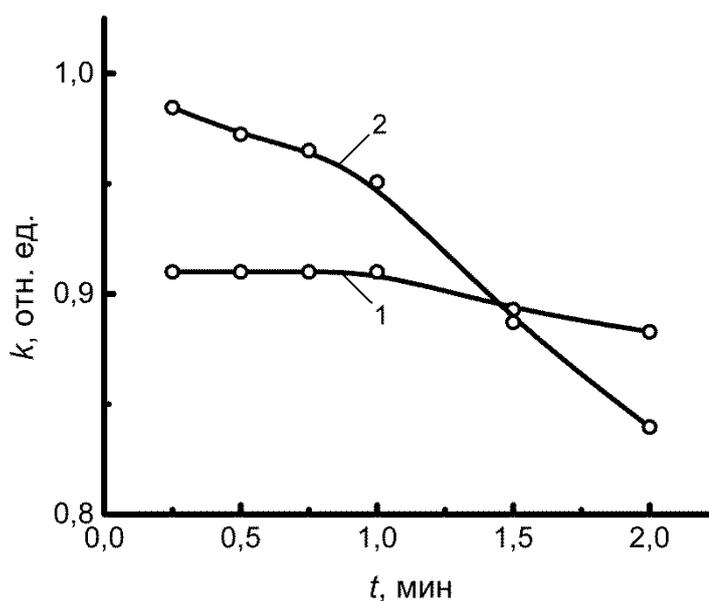


Рисунок 4.3. Изменение относительной плотности титановых макрочастиц от времени ионно-плазменной обработки мишени за счет действия: 1 – электрического поля слоя разделения зарядов, 2 – ионного распыления

Данные рисунка 4.3, кривая 1 показывают, что поверхностная плотность макрочастиц уменьшается на ~10% и эффективность их подавления, в этом случае, практически не зависит от времени обработки мишени.

Таким образом, на основе проведенного эксперимента, можно сделать вывод, что только незначительную долю макрочастиц (порядка 10%) удастся исключить из потока за счет действия электрического поля слоя разделения зарядов вблизи потенциальной мишени, погруженной в плазму вакуумной дуги.

4.1.3. Исследование влияния ионного распыления на накопление макрочастиц

Ионное распыление зависит от многих параметров, включая энергию ионов, угол их падения по отношению к распыляемой поверхности. В параграфе 3.2 показано, что при амплитуде отрицательного потенциала смещения 2000 В (средняя энергия ионов $\bar{z}eU \sim 4000$ эВ) уже при длительности импульса 6,5 мкс имеет место полное удаление осаждаемого титанового покрытия за счет ионного распыления. Очевидно, что ионное распыление должно оказывать значимое влияние и на накопление макрочастиц.

Для определения влияния ионного распыления на уменьшение количества макрочастиц была проведена серия экспериментов, когда сетка и мишень находились под импульсно-периодическим потенциалом смещения $\varphi_{см} = -2000$ В (рисунок 4.1в). В этом эксперименте слой разделения зарядов формируется только перед сеткой. Ионы, проходя слой разделения зарядов между границей плазмы и сеткой, приобретают энергию $W_1 = W_0 + \bar{z}eU$.

Поведение ионов в зазоре между сеточным электродом и образцом будет зависеть от распределения потенциала. В свою очередь распределение потенциала будет определяться параметрами потенциала смещения на электродах и амплитудой ионного тока в зазоре. Ионный ток своим пространственным зарядом создает электрическое поле между равнопотенциальными электродами. Чтобы определить величину электрического поля в зазоре и оценить его влияние на ионы и подавление макрочастиц, рассмотрим распределение потенциала в зазоре между образцом и сеткой, находящимися под одним потенциалом смещения -2000 В в условиях, соответствующих эксперименту. Будем рассматривать плоскую геометрию зазора между образцом и сеточным электродом. Исходная плотность ионного тока на границе плазмы $j_{и0} = 44$ А/м², прозрачность вольфрамовой сетки 0,56, ширина зазора между потенциальными сеткой и образцом $8 \cdot 10^{-3}$ м.

Запишем уравнение Пуассона в системе СИ:

$$\frac{d^2\varphi}{dx^2} = -\frac{\rho}{\varepsilon_0}, \quad (4.2)$$

где ρ – объемная плотность заряда ионного пучка ($\rho = \bar{z}en_{\text{и}}$, где \bar{z} – зарядовое состояние ионов, e – заряд электрона, $n_{\text{и}}$ – плотность ионов); ε_0 – диэлектрическая постоянная.

В первом приближении предположим, что провисание потенциала в зазоре незначительное и объёмная плотность заряда ионного пучка ρ не меняется.

Проинтегрировав выражение (4.2) дважды по x , получаем:

$$\varphi = -\frac{\bar{z}en_{\text{и}}}{\varepsilon_0}x^2 + C_1x + C_2. \quad (4.3)$$

Используя граничные условия ($\varphi|_{x=0} = \varphi_{\text{см}}$; $\varphi|_{x=l} = \varphi_{\text{см}}$), определяем константы интегрирования: $C_2 = \varphi_{\text{см}}$; $C_1 = \bar{z}en_{\text{и}}l/\varepsilon_0$, где $\varphi_{\text{см}}$ – потенциал смещения на сетке и образце; l – расстояние образец-сетка.

Таким образом, подставив константы интегрирования в (4.3) получим распределение потенциала между сеткой и образцом:

$$\varphi = \frac{\bar{z}en_{\text{и}}}{\varepsilon_0}(lx - x^2) + \varphi_{\text{см}}. \quad (4.4)$$

Распределение потенциала в зазоре между сеткой и образцом, построенное на основе выражения (4.4), представлено на рисунке 4.4. Распределение потенциала показывает, что его максимальное провисание составляет около 17,5%. Ионы, проходящие через сеточный электрод, первоначально испытывают торможение в электрическом поле между сеткой и образцом. После прохождения половины зазора они начинают ускоряться и приобретают энергию, потерянную при торможении. Таким образом, в конечном итоге при взаимодействии с поверхностью образца ионы имеют энергию равную $W_1 = W_0 + \bar{z}eU$.

Экспериментальные данные измерения поверхностной плотности макрочастиц, осаждаемых на мишень в описанных выше условиях при потенциале смещения на сеточном электроде и образце $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, полученные

при различных временах облучения (0,25–2 мин), представлены на рисунке 4.2, кривая 3.

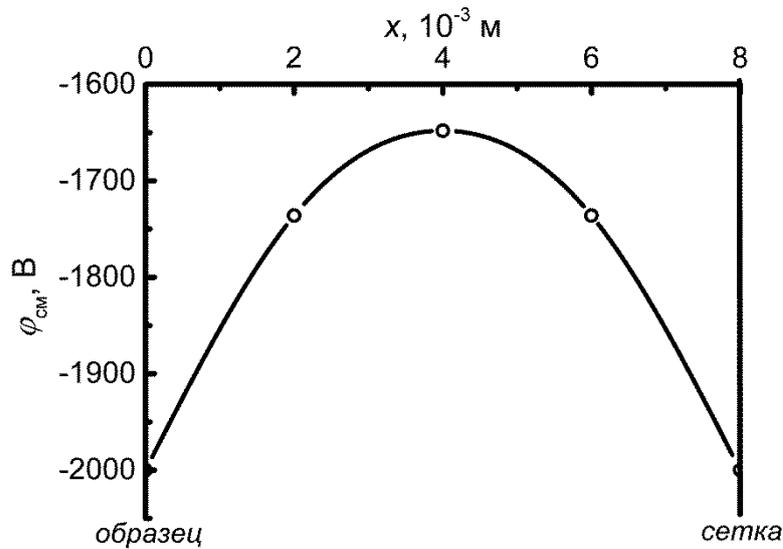


Рисунок 4.4. Распределение потенциала в зазоре между сеткой и образцом при подаче на образец и сетку потенциала смещения – 2000 В

Зависимость относительной поверхностной плотности макрочастиц от времени ионно-плазменной обработки мишени, построенная на основе данных кривых 1 и 3 рисунка 4.2 представлена на рисунке 4.3, кривая 2.

Следует иметь в виду, что в этом эксперименте определялся вклад двух механизмов в уменьшение поверхностной плотности макрочастиц. Во-первых, на макрочастицы воздействовало электрическое поле слоя разделения зарядов перед сеточным электродом, которое способствовало торможению и отражению макрочастиц в слое разделения зарядов. В предыдущем параграфе было показано, что электростатический механизм уменьшает поверхностную плотность макрочастиц на ~10%. Вторым механизмом, влияющим на уменьшение количества макрочастиц на поверхности мишени в процессе ионно-плазменной обработки, является ионное распыление. Учитывая, что в этой серии экспериментов поверхностная плотность макрочастиц титана уменьшилась почти на 28% после двухминутного ионно-плазменного облучения, следует, что только 18% макрочастиц удастся распылить на мишени, погруженной в плазму вакуумной дуги.

Из рисунка 4.3. кривая 2 видно, что уменьшение поверхностной плотности макрочастиц за счет ионного распыления зависит от времени ионно-плазменной обработки. Относительная поверхностная плотность макрочастиц уменьшается от 0,98 до 0,83 при увеличении времени от 0,25 мин до 2 мин. При построении этой кривой из общей относительной поверхностной плотности вычитался вклад, определяемый влиянием электрического поля слоя разделения зарядов (10%).

Чтобы понять характер зависимости, проведем оценку времени ионного самораспыления титановой макрочастицы. Для расчета выберем макрочастицу радиусом 0,5 мкм. Первоначально вычислим число атомов, находящихся в макрочастице данного размера. С учетом плотности ρ , молярной массы титана M_{Ti} и числа Авогадро N_A в 1 см³ титана содержится:

$$N_{ат} = \frac{\rho}{M_{Ti}} N_A = 5,71 \cdot 10^{22} \text{ атомов.}$$

Следовательно, в макрочастице радиусом $r_{Мч}=0,5$ мкм содержится:

$$N_{Мч} = \frac{4}{3} \pi r_{Мч}^3 \cdot N_{ат} = 2,97 \cdot 10^{10} \text{ атомов.}$$

Доза ионного облучения такой макрочастицы при плотности ионного тока 44 А/м² может быть оценена из выражения:

$$D_{Мч} = 6,25 \cdot 10^{18} \pi r_{Мч}^2 \frac{\bar{z} \cdot e \cdot n \cdot V_n \cdot f \cdot \tau \cdot t}{\bar{z}} = 7,6 \cdot 10^7 \text{ ион/с} \quad (4.5)$$

На основе данных из работы [127] коэффициент ионного самораспыления титана при энергии ионов порядка 4000 эВ составляет 3. Учитывая, что частица имеет сложную форму и ионы падают на её поверхность не перпендикулярно, а под различными углами, кроме того, коэффициент распыления многократно увеличивается с повышением температуры мишени, примем в расчетах коэффициент распыления равным 5. В этих условиях макрочастица радиусом 0,5 мкм может быть распылена примерно за 78 с.

На рисунке 4.5 представлена расчетная зависимость времени распыления титановой макрочастицы t от её радиуса $r_{Мч}$. Из расчетной зависимости, представленной на рисунке 4.5, видно, что размер распыленной макрочастицы линейно зависит от времени ионно-плазменного облучения подложки. Линейный

характер зависимости не дает основания объяснить перегиб кривой 2 рисунка 4.3 в зависимости от времени облучения.

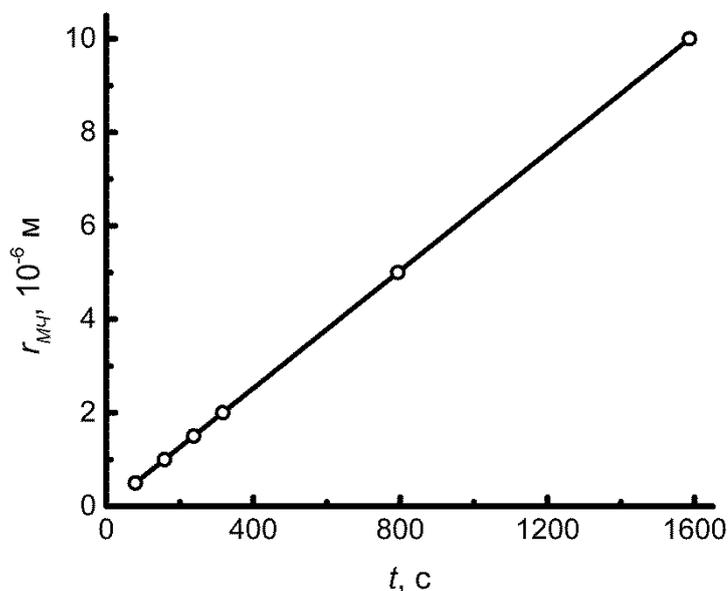


Рисунок 4.5. Зависимость времени распыления титановой макрочастицы от её радиуса

Можно предположить, что одним из факторов, определяющих усиление эффективности подавления макрочастиц на поверхности потенциальной мишени с увеличением времени, может быть рост температуры как макрочастицы, так и поверхности мишени. Эти вопросы будут рассмотрены ниже.

4.1.4. Исследование влияния поверхности потенциальной мишени на накопление макрочастиц

В этой серии экспериментов сеточный электрод находился под потенциалом анода, а мишень под импульсно-периодическим потенциалом смещения (рисунок 4.1г). Вольфрамовая сетка имела прозрачность 0,56. Предполагая, что плотность тока насыщения из плазмы после прохождения сетки уменьшалась обратно пропорционально её прозрачности с 44 А/м^2 до $24,6 \text{ А/м}^2$, по формуле 4.1 можно оценить ширину слоя разделения зарядов перед потенциальной мишенью $s = 6,3 \cdot 10^{-3} \text{ м}$. В данном случае напряженность электрического поля в слое

разделения зарядов будет меньше, чем перед потенциальной сеткой в исследованиях влияния электрического поля слоя разделения зарядов на накопление макрочастиц, описанных в параграфе 4.1.2. Как было показано в параграфе 3.4, уменьшение плотности плазмы должно сопровождаться уменьшением эффективности подавления микрокапельной фракции. Однако в экспериментах, когда сеточный электрод находился под анодным потенциалом, а мишень под импульсно-периодическим потенциалом смещения, наблюдалось существенное увеличение подавления макрочастиц. Поверхностная плотность макрочастиц уменьшилась в 5 раз после двухминутного облучения, как показано на рисунке 4.2 кривая 4.

Когда мишень находится под потенциалом смещения, реализуется весь комплекс физических механизмов, влияющих на подавление макрочастиц. Важное отличие экспериментов с потенциальной сеткой и мишенью заключается в том, что поверхность мишени имеет сплошную структуру в отличие от сетки. Как уже отмечалось ранее, применение мелкоструктурных сеток с размером ячеек много меньше ширины слоя разделения зарядов в плазме обеспечивает возможность создания вблизи прозрачного для ионов потенциального электрода с электрическим полем вблизи него практически не отличающимся от поля сплошного электрода. Это означает, что электрическое поле должно действовать одинаково на макрочастицы, влетающие из плазмы в слой разделения зарядов, как перед потенциальной сеткой, так и перед потенциальным образцом со сплошной поверхностью. Нет оснований предполагать, что ионное распыление будет существенно отличаться в экспериментах с потенциальной сеткой и потенциальным образцом.

Увеличение эффективности подавления макрочастиц при уменьшении плотности ионного тока в эксперименте со сплошной мишенью, говорит о том, что, кроме торможения частиц в электрическом поле слоя разделения зарядов, ионного распыления, имеет место ещё какой-то механизм. В работе [50] оценено влияние и теоретически показана возможность торможения макрочастиц в плазменной вакуумно-дуговой струе за счет электрического поля потенциальной

мишени, проникающего в квазинейтральную плазму. Если бы этот механизм имел место в наших экспериментах, то разницы не должно бы наблюдаться в экспериментах с потенциальной сеткой и мишенью. Однако данные рисунка 4.2 кривые 2 и 4 указывают на существенное различие.

Во всех экспериментах, описанных в данной главе, использовалась дополнительная сетка, уменьшающая плотность плазмы. Чтобы определить влияние дополнительной сетки, была снята экспериментальная зависимость изменения поверхностной плотности макрочастиц от времени обработки при анодном потенциале мишени и с потенциалом смещения -2000 В [116]. Результаты измерений представлены на рисунке 4.6.

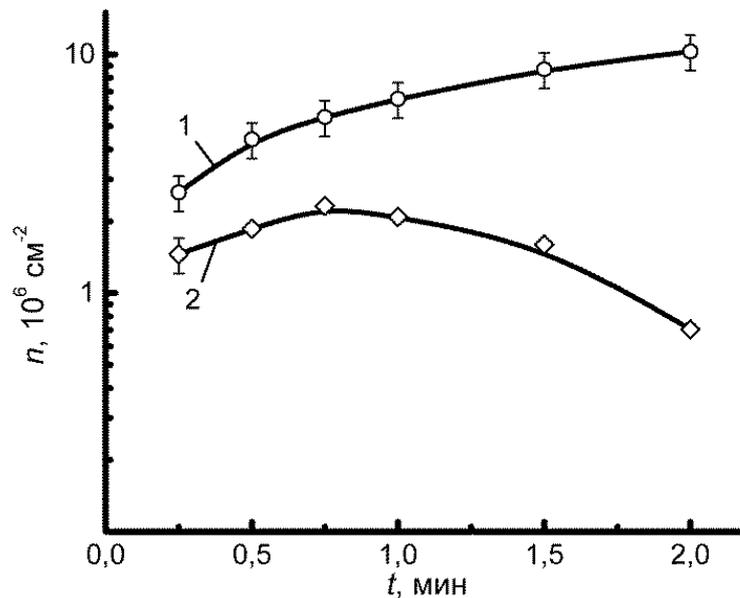


Рисунок 4.6. Зависимость поверхностной плотности титановых макрочастиц на образце от времени обработки: 1 – при анодном потенциале на мишени $\varphi_{\text{см}} = 0$ В; 2 – при импульсно-периодическом потенциале смещения $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 8$ мкс, $f = 10^5$ имп/с

Сравнение данных рисунка 4.6, кривая 2 и рисунка 4.2, кривая 4, полученных после двухминутной обработки образца, показывает, что при установке сетки перед образцом эффект уменьшения поверхностной плотности макрочастиц снижается более чем в 2 раза. Это связано с уменьшением плотности ионного тока от 44 А/м^2 до $24,6 \text{ А/м}^2$ из-за прозрачности сетки. В целом, форма зависимости уменьшения плотности макрочастиц от времени облучения

сохраняется. Эффективность подавления макрочастиц в отсутствие сетки выросла в 2,4 раза после двухминутной обработки образца. Увеличение времени облучения сопровождается осаждением макрочастиц, выполняющих роль микрострий, нагревом поверхности, изменением её морфологии и микроструктуры. Всё это может способствовать проявлению различных механизмов, влияющих на динамику накопления макрочастиц на поверхности мишени.

При малом времени обработки (15 с) эффекты ионного распыления, нагрева поверхности и изменения её морфологии не должны быть значительными. В то же время, данные рисунка 4.2 и рисунка 4.6 показывают, что плотность макрочастиц уменьшается примерно в 1,7 раза, что не может быть объяснено эффектами ионного распыления и торможения и отражения макрочастиц, отрицательно заряженных в плазме, в электрическом поле слоя разделения зарядов. В нашем случае, когда применяется высокочастотный потенциал смещения, макрочастица, подлетающая к мишени, периодически оказывается то в слое разделения зарядов, сформированного вблизи мишени под потенциалом, то в плазме. Такая ситуация дает возможность предположить, ещё один механизм отражения макрочастиц. Частица, подвергаясь многократному процессу электронной зарядки в плазме и ионной нейтрализации в условиях действия импульсно-периодического потенциала смещения, постепенно приближается к поверхности. Рассмотрим случай, когда макрочастица приблизилась к поверхности на очень малое расстояние, и в этот момент начал действовать очередной импульс отрицательного потенциала смещения. Макрочастица, после перезарядки в плазме, с потенциалом близким к потенциалу анода оказывается внутри слоя разделения зарядов вблизи потенциальной поверхности. Это означает, что между поверхностью образца, имеющего, например, потенциал -2000 В, и частицей микронного размера возникает очень сильное электрическое поле. Так, например, для макрочастицы с радиусом $0,5$ мкм, находящейся на расстоянии $1,5$ мкм от поверхности мишени, величина напряженности электрического поля может превышать 10^9 В/м [128, 129]. Это на несколько порядков большая напряженность

электрического поля, чем в матричном слое разделения зарядов. Такое увеличение напряженности электрического поля может вызвать или микрозаряд, или значительное увеличение автоэлектронной эмиссии с поверхности образца и обеспечить зарядку макрочастиц электронами до потенциала, близкого к потенциалу поверхности. При увеличении заряда более чем на два порядка по сравнению с зарядом макрочастиц в плазме, соответственно, увеличится влияние электрического поля слоя разделения зарядов на отрицательно заряженную макрочастицу. Это может вызвать существенное торможение макрочастиц, их остановку и изменение направления движения.

Проведем оценку условий, необходимых для эффективного торможения макрочастиц вблизи поверхности при отрицательном высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения. Для упрощения рассмотрим обратную задачу. Будем предполагать, что в начальный момент при $t=0$ с макрочастица радиусом $0,5$ мкм практически касалась потенциальной поверхности (рисунок 4.7).

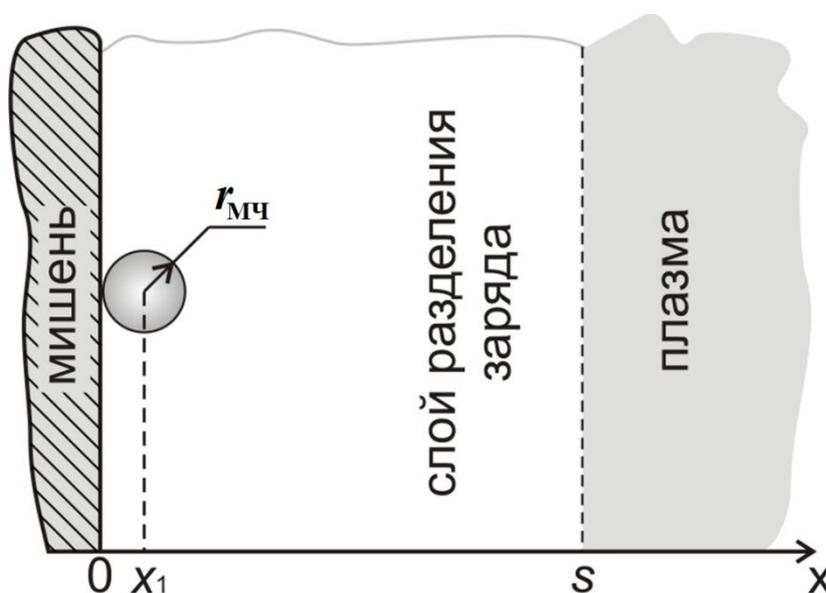


Рисунок 4.7. Схема для объяснения модели торможения макрочастицы вблизи поверхности при отрицательном высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения

Решая уравнение движения макрочастицы, ускоряющейся от поверхности мишени, определим через какое время и на каком расстоянии от поверхности она

приобретет скорость 10 м/с. Это будет эквивалентно торможению макрочастицы, подлетающей к поверхности с начальной скоростью 10 м/с. В первом приближении мы не будем учитывать изменение заряда макрочастицы за счет осаждения на её поверхность ионного потока, движущегося в слое разделения зарядов.

Рассмотрим уравнение движения макрочастицы:

$$m_{\text{МЧ}} \frac{d^2 x}{dt^2} = QE, \quad (4.6)$$

где $Q = 4\pi\epsilon_0 r_{\text{МЧ}} \varphi_{\text{см}}$ – заряд, накопленный на макрочастице, E – напряженность электрического поля.

Интегрируя уравнение, получаем:

$$\frac{dx}{dt} = \frac{1}{m_{\text{МЧ}}} QEt + C_1. \quad (4.7)$$

Учитывая, что в начальный момент частица имеет нулевую скорость, определяем $C_1 = 0$ и уравнение для скорости макрочастицы принимает вид:

$$\frac{dx}{dt} = \frac{1}{m_{\text{МЧ}}} QEt. \quad (4.8)$$

Повторное интегрирование уравнения 4.8 позволяет определить изменение координаты частицы во времени:

$$x(t) = \frac{1}{m_{\text{МЧ}}} QE \frac{t^2}{2} + C_2. \quad (4.9)$$

Исходя из начальных условий, что при $t=0$ $x=r_{\text{МЧ}}$, получаем $C_2 = r_{\text{МЧ}}$. Тогда выражение для определения изменения координаты макрочастицы примет вид:

$$x(t) = \frac{1}{m_{\text{МЧ}}} QE \frac{t^2}{2} + r_{\text{МЧ}}. \quad (4.10)$$

Для определения характеристик движения макрочастицы необходимо знать напряженность электрического поля. В случае применения плазмы непрерывной вакуумной дуги, газоразрядной плазмы или смешанной газометаллической плазмы и импульсного периодического потенциала смещения отрицательной полярности напряженность электрического поля на поверхности потенциального электрода, погруженного в плазму, будет иметь многофакторную зависимость.

После приложения импульса потенциала смещения в установившемся режиме напряженность электрического поля (в приближении плоского конденсатора и в отсутствии заряда в слое) будет определяться, как: $E=U/s$, где U – амплитуда потенциала смещения; s – ширина слоя разделения зарядов, определяемая из закона Чайлд-Ленгмюра [125, 126]

$$s = \sqrt{\frac{\frac{4}{9} \varepsilon_0 (2 \cdot q / m_{\text{и}})^{1/2} \cdot U^{3/2}}{j}}, \quad (4.11)$$

где j – плотность тока, q – заряд иона, $m_{\text{и}}$ – масса иона, U – прикладываемое напряжение. В предположении, что используется плазма титана с концентрацией 10^{16} м^{-3} , амплитуда потенциала смещения составляет 2000 В, напряженность электрического поля в установившемся режиме может быть оценена как $5 \cdot 10^5 \text{ В/м}$.

Однако импульсный характер потенциала смещения накладывает свои особенности на динамику напряженности электрического поля на поверхности потенциального электрода. В начальный момент после приложения импульсного потенциала отрицательной полярности электроны плазмы в силу своей высокой подвижности быстро уходят от потенциального электрода, и формируется так называемый матричный слой разделения зарядов, в котором концентрация ионов постоянна.

Если предположить, что длительность фронта импульса потенциала смещения мала по сравнению с характерными временами изменения концентрации ионов в слое разделения зарядов, то напряженность электрического поля в матричном слое будет существенно выше.

Динамическое перераспределение заряда в слое в конечном итоге приводит к стационарному распределению потенциала. Функция распределения этого потенциала в слое разделения зарядов имеет вид [15]:

$$\varphi_{\text{см}} = -U \left(\frac{x}{s} \right)^{\frac{4}{3}}. \quad (4.12)$$

Учитывая, что $E = \frac{d\varphi_{\text{см}}}{dx}$, получаем выражение для напряженности электрического поля:

$$E(x) = -\frac{4U}{3s} \left(\frac{x}{s}\right)^{\frac{1}{3}}. \quad (4.13)$$

Используя выражение 4.13 для оценки напряженности электрического поля при условиях $s = 4,7 \cdot 10^{-3}$ м и $x = x_1 = 0,5$ мкм (рисунок 4.7) получаем, что $E = 5,68 \cdot 10^5$ В/м.

Из уравнения 4.8 определяем, что скорость частицы достигнет 10 м/с в электрическом поле слоя разделения зарядов через $t = 4 \cdot 10^{-7}$ с. В соответствии с выражением 4.10 за это время макрочастица пройдет расстояние порядка 10^{-6} м.

Таким образом, даже если макрочастица приобретает значительный отрицательный заряд на очень малом расстоянии от потенциальной поверхности, она успевает затормозиться и отразиться в электрическом поле слоя разделения зарядов. Рассматривая данную модель, не было учтено изменение заряда макрочастицы за счет осаждения на неё ионов. Принимая во внимание, что в соответствии с выражением 4.5 доза ионного облучения макрочастицы радиусом 0,5 мкм равна $7,6 \cdot 10^7$ ион/с, а время торможения макрочастицы в соответствии с выражением 4.8 составляет $4 \cdot 10^{-7}$ с, находим, что за это время на частицу в этих условиях осаждается 30 ионов. Поскольку начальный заряд частицы $Q = 10^{-13}$ Кл, что соответствует $6,25 \cdot 10^5$ единичных зарядов, то осаждение 30 ионов практически не повлияет на изменение заряда макрочастицы.

Данная простая модель позволяет принципиально объяснить экспериментальные данные, связанные с многократным подавлением макрочастиц.

Существенное влияние свойств поверхности мишени на уменьшение поверхностной плотности макрочастиц было подтверждено в экспериментах с предварительным осаждением вакуумно-дуговой титановой плазмы и макрочастиц [130]. Предварительное осаждение осуществлялось в течение 0,75 мин. В последующем образцы подвергались ионно-плазменной обработке при высокочастотном короткоимпульсном отрицательном потенциале смещения

амплитудой 2000 В. Поверхностная плотность макрочастиц в зависимости от времени ионно-плазменной обработки в этих условиях представлена на рисунке 4.8. Характерные микрофотографии приведены на рисунке 4.9.

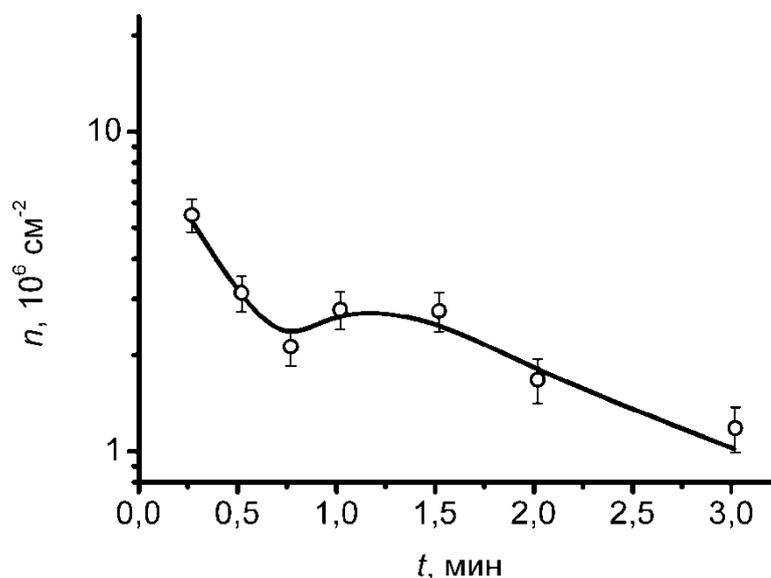


Рисунок 4.8. Зависимость поверхностной плотности титановых макрочастиц от времени ионно-плазменной обработки при импульсно-периодическом потенциале смещения ($\varphi_{\text{см}} = -2000 \text{ В}$, $\tau = 7 \text{ мкс}$) с предварительным осаждением на полированный образец титановой плазмы и макрочастиц в течение 0,75 мин

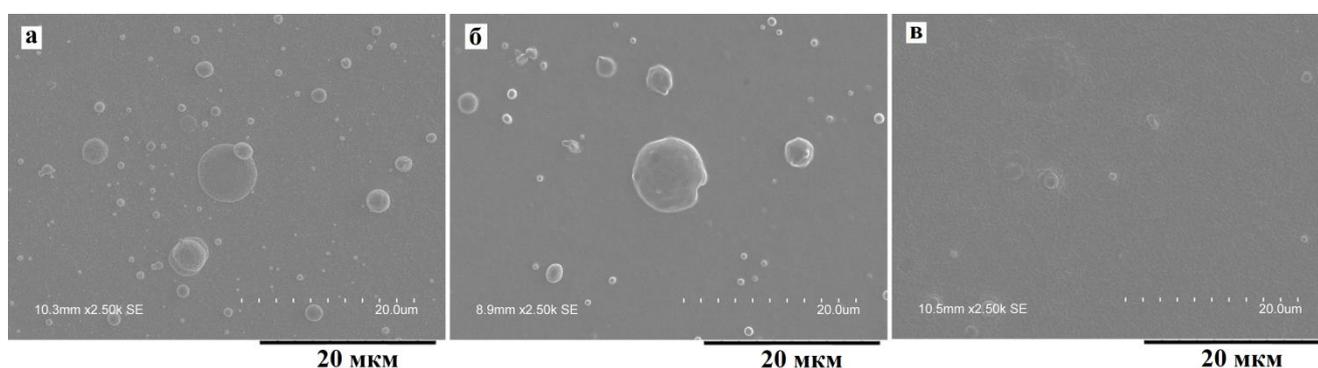


Рисунок 4.9. Характерные микрофотографии поверхности образцов после ионно-плазменного облучения при $\varphi_{\text{см}} = -2000 \text{ В}$, $\tau = 7 \text{ мкс}$: а) 0,25 мин, б) 1,5 мин, в) 3 мин с предварительным осаждением титановой плазмы в течение 0,75 мин

Сравнение данных рисунка 4.8 и рисунка 3.6 показывает, что изменение шероховатости мишени за счет предварительного осаждения макрочастиц вакуумно-дуговой плазмы существенно изменяет динамику накопления макрочастиц на потенциальной поверхности.

Для подтверждения электростатического механизма взаимодействия макрочастиц непосредственно с потенциальной поверхностью мишени были проведены эксперименты с диэлектрическим образцом. В качестве диэлектрического образца использовалась пластина из ситалла размером $0,04 \times 0,03 \times 0,005 \text{ м}^3$ [117]. Схема эксперимента представлена на рисунке 4.10.

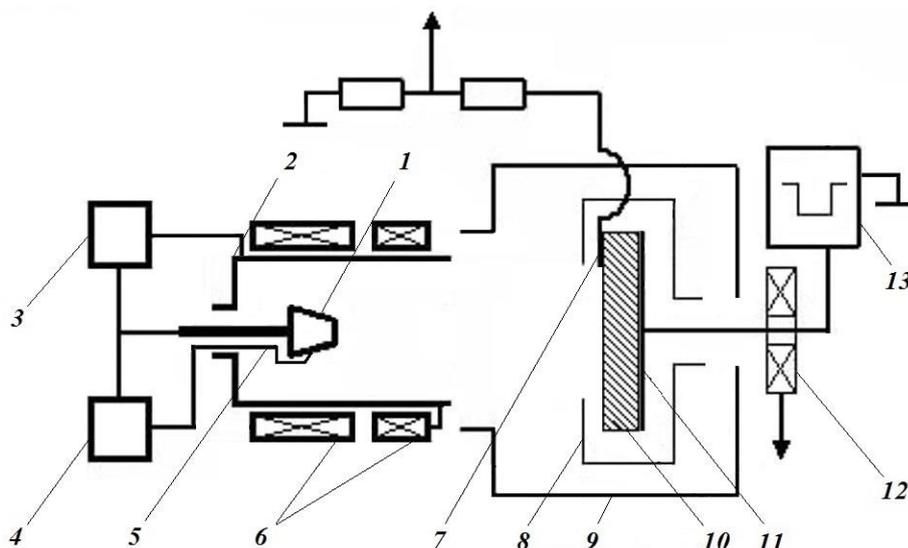


Рисунок 4.10. Схема эксперимента с диэлектриком: 1 – водоохлаждаемый катод, 2 – цилиндрический анод, 3 – источник питания вакуумной дуги, 4 – источник напряжения поджига дуги, 5 – поджигающий электрод, 6 – система магнитных катушек, 7 – потенциометр, 8 – экран, 9 – вакуумная камера, 10 – мишень, 11 – потенциальный электрод, 12 – пояс Роговского, 13 – источник импульсного напряжения

Чтобы создать слой разделения зарядов вблизи диэлектрического образца, погруженного в плазму, был использован метод высокочастотной короткоимпульсной плазменно-иммерсионной ионной имплантации, описанный в работе [107]. Для формирования высокочастотного короткоимпульсного потенциала смещения отрицательной полярности был использован генератор с частотой следования импульсов $2,4 \cdot 10^5$ имп/с. Плотность металлической плазмы вблизи поверхности мишени была уменьшена дополнительными сетками до $\sim 3,3 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-3}$. При подаче от генератора импульсов напряжения с амплитудой $\sim 1500 \text{ В}$ падение напряжения в слое разделения зарядов составило $\sim 1000 \text{ В}$. Эксперименты по осаждению макрочастиц на поверхность диэлектрика с

высокочастотным короткоимпульсным потенциалом смещения и без него проводились при времени ионно-плазменной обработки мишени 15 с. Эксперименты показали, что относительная поверхностная плотность макрочастиц находилась в пределах 0,9–0,95.

Таким образом, эксперимент с диэлектрическим образцом показал важность получения заряда макрочастицей от самой потенциальной мишени погруженной в плазму. Если это затруднено, как в случае с диэлектриком, эффект подавления макрочастиц становится незначительным.

4.1.5. Влияние температуры мишени на накопление макрочастиц титана

При подаче на образец, погруженный в плазму, высокочастотного короткоимпульсного отрицательного потенциала смещения, его поверхность облучается ионами, ускоренными в слое разделения зарядов. В результате, температура подложки возрастает в зависимости от плотности плазмы, параметров импульса потенциала смещения и времени обработки. В исследованиях влияния температуры мишени на накопление макрочастиц образцы были расположены на расстоянии 0,38 м от поверхности катода. Плотность ионного тока насыщения из плазмы составляла 85 А/м^2 . Температура подложки измерялась с помощью инфракрасного пирометра (см. п. 2.4).

Зависимость температуры мишени от времени её ионно-плазменной обработки при высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения -2000 В , длительности импульса 7 мкс представлена на рисунке 4.11. В самом начале процесса температура подложки увеличивалась практически линейно. Затем скорость повышения температуры постепенно замедлялась. Температура подложки достигала максимального значения $1150 \text{ }^\circ\text{С}$ при времени обработки более 4 мин.

Для изучения влияния температуры подложки на снижение поверхностной плотности макрочастиц и изменение их форм проводились эксперименты с предварительным нагревом мишени [118]. В этих экспериментах, каждая подложка была предварительно нагрета до определенной температуры с помощью вольфрамового резистивного нагревателя, расположенного позади образца. Затем образцы обрабатывались в плазме при различных параметрах импульса потенциала смещения и времени обработки. Результаты этих экспериментов представлены на рисунке 4.12.

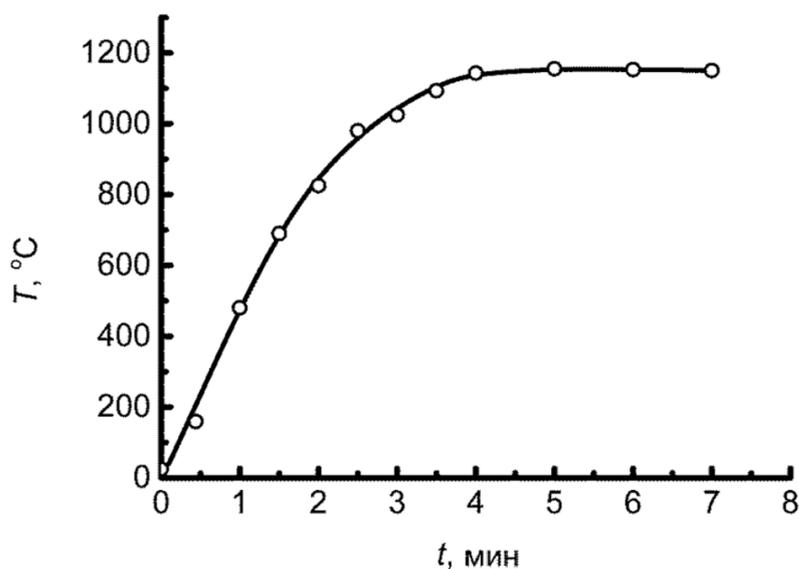


Рисунок 4.11. Зависимость температуры мишени T от времени её ионно-плазменной обработки t при потенциале смещения -2000 В, длительности импульса 7 мкс

Кривая 1 рисунка 4.12 показывает, что температура подложки не оказывает видимого влияния на скорость накопления макрочастиц в отсутствие отрицательного потенциала смещения на образце. Микрофотография поверхности подложки, представленная на рисунке 4.13а, показывает, что макрочастицы диаметром до 2 мкм на образце имеют форму близкую к сферической. Предварительный нагрев подложки до температуры выше, чем $T_0 = 900$ °C не изменяет сферическую форму макрочастиц.

При приложении импульсно-периодического смещения (-2000 В) к образцу, погруженному в плазму, плотность макрочастиц на поверхности существенно зависела от времени обработки. При времени обработки 30 с плотность

макрочастиц постепенно уменьшалась примерно от $2,1 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ до $1,2 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ по мере увеличения предварительного нагрева образца (рисунок 4.12, кривая 2).

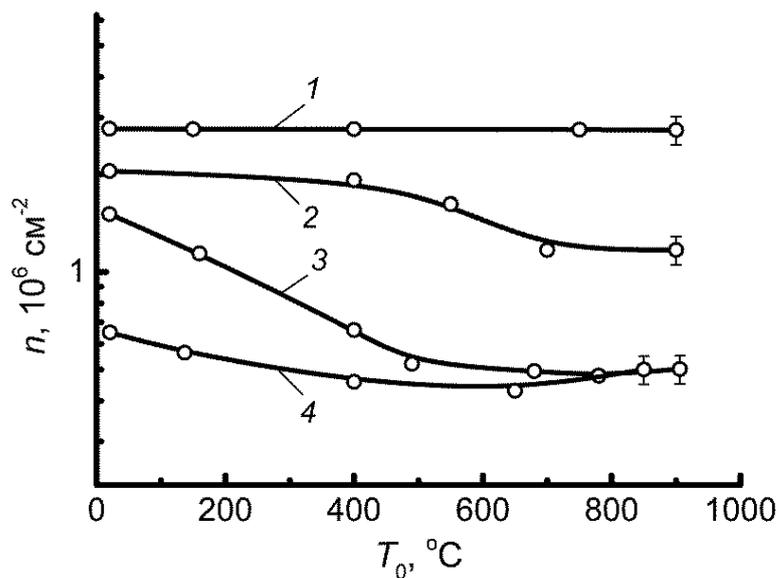


Рисунок 4.12. Влияние предварительного нагрева подложки на уменьшение количественной плотности титановых макрочастиц при различных параметрах импульса потенциала смещения и времени обработки: 1 – $\varphi_{\text{см}} = 0$ и $t = 30$ с; 2 – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс и $t = 30$ с; 3 – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс и $t = 90$ с; 4 – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс и $t = 180$ с

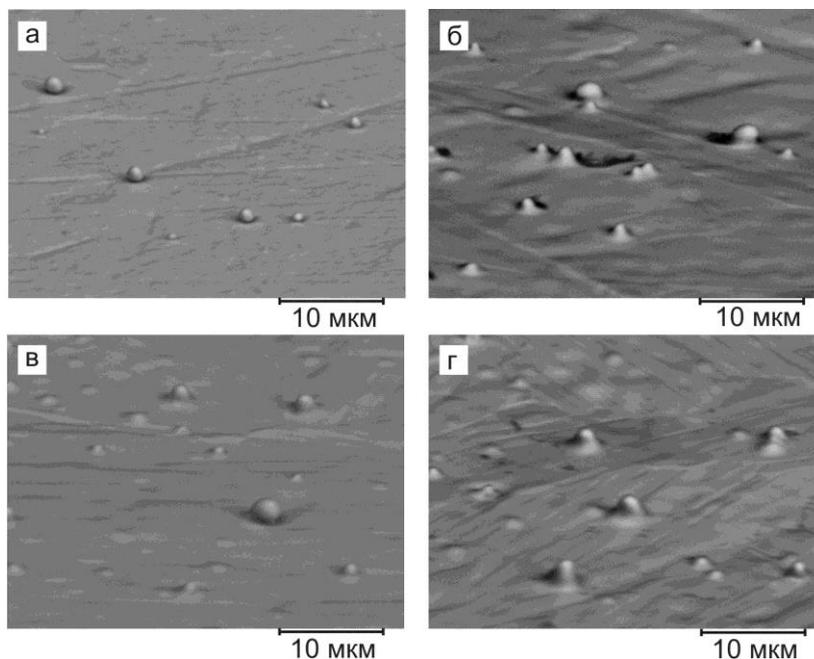


Рисунок 4.13. Микрофотографии поверхности образцов после их ионно-плазменной обработки при различных потенциалах смещения, времени обработки и начальной температуры: а – $\varphi_{\text{см}} = 0$, $t = 30$ с и $T_0 = 900$ °С; б – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс, $t = 90$ с и $T_0 = 900$ °С; в – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс, $t = 180$ с и $T_0 = 900$ °С; г – $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс, $t = 180$ с и $T_0 = 25$ °С

При времени обработки 90 с наблюдалось существенное уменьшение численной плотности макрочастиц по мере увеличения предварительного нагрева образца от 25 °С до 900 °С. Кривая 3 рисунка 4.12 указывает, что поверхностная плотность макрочастиц в этом случае уменьшилась в три раза от $1,5 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ до $5 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$. Важно отметить, что при этих условиях имеет место трансформация формы макрочастиц. Микрофотография поверхности образца, представленная на рисунке 4.13б, показывает, что практически все частицы на поверхности изменили свои формы, когда температура предварительного нагрева была увеличена до 900 °С. Дальнейшее увеличение времени обработки образца до 180 с, по-видимому, привело к дополнительному нагреву макрочастиц, в результате они стали более расплюснутыми после взаимодействия с поверхностью подложки (см. рисунок 4.13в). При времени обработки 180 с трансформация формы макрочастиц имела место даже в случае отсутствия предварительного нагрева образца. Микрофотография поверхности образца, представленная на рисунке 4.13г, показывает, что в этом случае все макрочастицы частично расплюснуты также как и в случае рисунка 4.13б.

4.2. Исследование закономерностей уменьшения плотности макрочастиц на потенциальной поверхности в случае применения легкоплавкого материала катода вакуумной дуги

Эксперименты с титановым катодом по влиянию температуры на накопление микрокапельной фракции, описанные в параграфе 4.1.5, показали, что в определенных условиях при высокочастотном короткоимпульсном потенциале смещения на мишени её температура может превышать 1000 °С. В этой связи представляется интересным исследование закономерностей накопления макрочастиц вакуумной дуги при использовании легкоплавкого материала катода, например, алюминия (с температурой плавления меньше 1000 °С). В качестве материала катода использовался алюминий марки А 99.

Для проведения исследования закономерностей накопления макрочастиц на потенциальной поверхности мишени использовалась установка, схема которой представлена на рисунке 2.2. В большинстве случаев образцы располагались вертикально вблизи оси плазменного потока на расстоянии от катода вакуумно-дугового испарителя 0,4 м. Плотность ионного тока насыщения из плазмы в экспериментах с алюминиевым катодом составляла 80 А/м^2 .

При формировании алюминиевого покрытия на образцах из нержавеющей стали время осаждения плазмы изменялось от 30 с до 6 мин [131]. На рисунке 4.14 представлены микрофотографии поверхности образцов из нержавеющей стали после осаждения на них вакуумно-дуговой плазмы алюминия при потенциале анода.

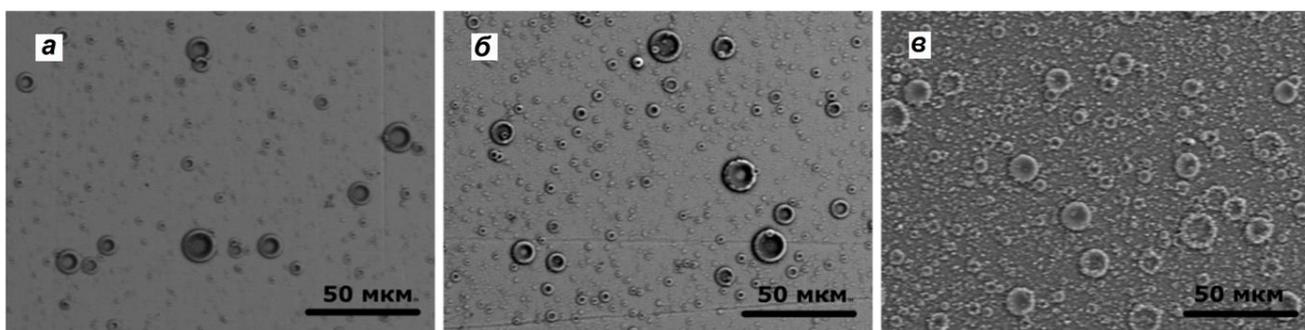


Рисунок 4.14. Микрофотографии поверхностей, на которые осаждалась алюминиевая вакуумно-дуговая плазма при потенциале анода ($\varphi_{\text{см}} = 0 \text{ В}$) при различных временах облучения: а – 0,5 мин; б – 1 мин; в – 6 мин

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. Большинство макрочастиц на поверхности имеют форму в виде тора с тонким слоем алюминия в середине. Аналогичные формы макрочастиц алюминия при осаждении импульсной вакуумно-дуговой плазмы детально исследованы в работе [59]. Анализ микрофотографий показывает, что количество таких макрочастиц с диаметром меньше 0,5 мкм многократно превышает количество крупных макрочастиц. Увеличение времени осаждения алюминиевой плазмы сопровождается увеличением плотности макрочастиц на

поверхности. Однако, как и в случае осаждения титановой плазмы [116, 132], плотность макрочастиц увеличивается не пропорционально времени облучения, а имеет тенденцию к насыщению в связи с эффектом замуровывания ранее осажденных макрочастиц по мере роста покрытия. Эта тенденция видна на микрофотографиях рисунка 4.14 и демонстрируется данными рисунка 4.15, кривая 1, полученными в результате подсчета количества макрочастиц на поверхности мишени при временах осаждения плазмы от 0,5 мин до 2 мин [133]. Максимальная плотность макрочастиц, полученная при времени осаждения алюминиевого покрытия 6 мин, составила $\sim 2 \cdot 10^7$ частиц/см².

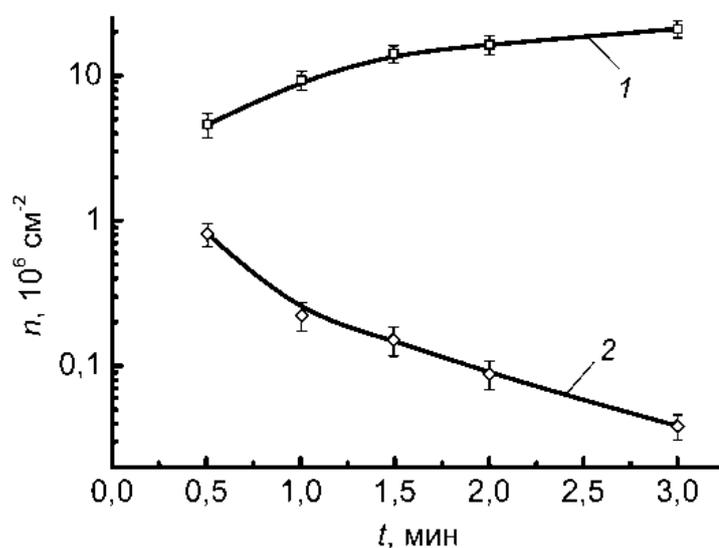


Рисунок 4.15. Зависимость поверхностной плотности алюминиевых макрочастиц на образце от времени облучения: 1 – при анодном потенциале на мишени $\varphi_{\text{см}} = 0$ В; 2 – при импульсно-периодическом потенциале смещения $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс, $f = 10^5$ имп/с

Зависимость поверхностной плотности макрочастиц на образце от расстояния до катода L при анодном потенциале на мишени $\varphi_{\text{см}} = 0$ В, времени облучения $t = 30$ с представлена на рисунке 4.16 [131]. Из данных рисунка 4.16 следует, что плотность потока макрочастиц уменьшается пропорционально квадрату расстояния от катода.

В случае, когда к мишени, погруженной в алюминиевую плазму вакуумной дуги, приложен импульсно-периодический потенциал смещения отрицательной полярности, ситуация с накоплением макрочастиц на поверхности существенно

изменяется [133]. Микрофотографии поверхности мишеней, полученных при разных временах облучения, представлены на рисунке 4.17.

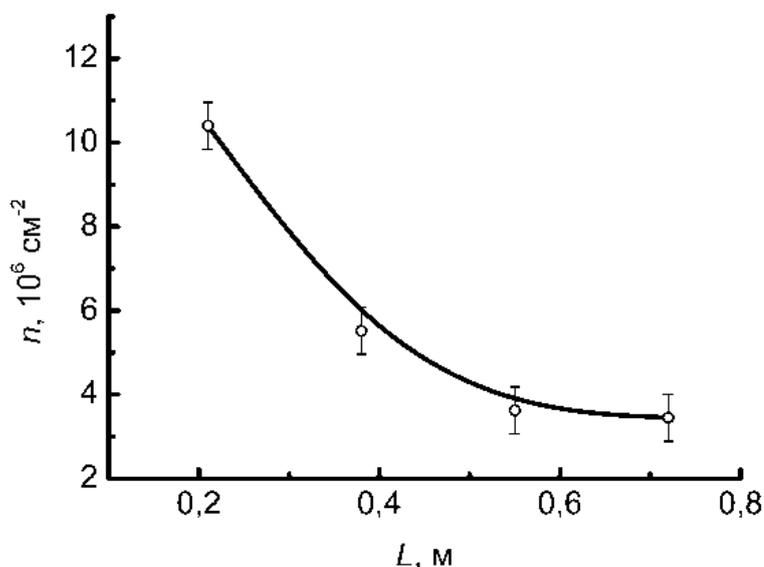


Рисунок 4.16. Зависимость поверхностной плотности алюминиевых макрочастиц на образце от расстояния до катода при анодном потенциале на мишени $\varphi_{\text{см}} = 0$ В, времени облучения $t = 30$ с

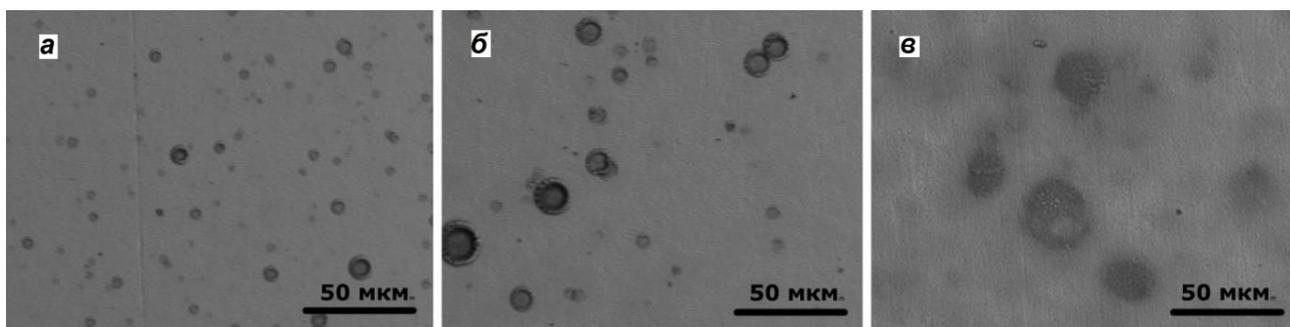


Рисунок 4.17. Микрофотографии поверхностей образцов, подвергнутых ионно-плазменной обработке в алюминиевой вакуумно-дуговой плазме при импульсно-периодическом потенциале смещения $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс, $f = 10^5$ имп/с при различных временах облучения: а – 0,5 мин; б – 1 мин; в – 6 мин

При малых временах облучения 0,5 и 1 мин на микрофотографиях рисунка 4.17 видны макрочастицы размерами и формой подобные тем, что осаждались на поверхность мишени при анодном потенциале (рисунок 4.14). Можно отметить, что существенно уменьшается их количество и плотность на мишени, но заметной трансформации при этих временах облучения ещё не происходит.

Дальнейшее увеличение времени облучения приводит к проявлению трех эффектов. Во-первых, резко уменьшается поступление новых макрочастиц на поверхность мишени. Во-вторых, наблюдается интенсификация процесса трансформации ранее осажденных макрочастиц. Анализ поверхности при большом увеличении в растровом электронном микроскопе выявил и третью особенность. С увеличением времени облучения наблюдается трансформация не только макрочастиц, но и поверхности мишени. По мере увеличения времени обработки возрастает шероховатость поверхности мишени.

Зависимость поверхностной плотности макрочастиц алюминия на потенциальной мишени от длительности процесса её ионно-плазменной обработки представлена на рисунке 4.15, кривая 2. Видно, что поверхностная плотность макрочастиц алюминия уменьшается более чем на 3 порядка при увеличении времени ионно-плазменной обработки от 0,5 мин до 3 мин на потенциальном образце в сравнении с образцом, находящимся под потенциалом анода.

4.3. Оценка влияния параметров плазмы и потенциала смещения на состояние макрочастиц в слое разделения зарядов и на потенциальной поверхности

Результаты исследований закономерностей накопления макрочастиц титана и алюминия, представленные в параграфах 4.1.5 и 4.2, указывают на существенное влияние параметров плазмы, потенциала смещения, температуры образца на агрегатное состояние макрочастиц, пролетающих слой разделения зарядов. Чтобы понять важность вклада различных компонент в разогрев макрочастиц в слое разделения зарядов, рассмотрим энергетический баланс макрочастицы и оценим значимость влияния тех или иных параметров.

Энергетический баланс макрочастицы в слое разделения зарядов вблизи потенциальной поверхности в случае применения импульсно-периодического потенциала смещения имеет вид:

$$m_{\text{МЧ}} C \frac{dT_{\text{МЧ}}}{dt} = P_{e,\text{пл}} + P_{и,\text{пл}} + P_{\text{рад,пл}} - P_a(T_{\text{МЧ}}) - P_e(T_{\text{МЧ}}) - P_{\text{рад}}(T_{\text{МЧ}}) + P_{и} + P_e + P_{\text{рад,об}}, \quad (4.14)$$

где $m_{\text{МЧ}}$ – масса макрочастицы; C – удельная теплоемкость материала макрочастицы; $T_{\text{МЧ}}$ – температура макрочастицы; $P_{e,\text{пл}}, P_{и,\text{пл}}$ – мощность, передаваемая электронами и ионами плазмы, соответственно; $P_{\text{рад,пл}}$ – мощность излучения плазмы; $P_a(T_{\text{МЧ}}), P_e(T_{\text{МЧ}})$ – потери мощности макрочастицы за счет испарения атомов и эмиссии электронов, соответственно; $P_{\text{рад}}(T_{\text{МЧ}})$ – потери мощности за счет радиационного излучения макрочастицы; $P_{и}$ – мощность нагрева макрочастицы ионами в слое разделения зарядов; P_e – мощность нагрева макрочастицы вторичными электронами в слое разделения зарядов; $P_{\text{рад,об}}$ – мощность нагрева макрочастицы за счет радиационного излучения образца.

Мощность, передаваемая электронами и ионами плазмы ($P_{e,\text{пл}}, P_{и,\text{пл}}$), оказывает существенное влияние на динамику нагрева макрочастиц, возможность их испарения при высоких плотностях плазмы $10^{19} - 10^{21} \text{ м}^{-3}$ [81, 82]. В наших экспериментах, когда плотность плазмы была на несколько порядков ниже ($10^{15} - 10^{17} \text{ м}^{-3}$), эти компоненты практически не оказывали существенного влияния на тепловой баланс макрочастицы в слое разделения зарядов. Следует отметить, что, в связи с высоким коэффициентом заполнения импульсов потенциала смещения, частицы находились в плазме очень ограниченное время. Нагрев за счет радиационного излучения плазмы $P_{\text{рад,пл}}$ в этом диапазоне концентраций также незначителен.

Расчетные данные, представленные в работе [77], для титана указывают на то, что радиационное охлаждение макрочастиц $P_{\text{рад}}(T_{\text{МЧ}})$ оказывается преобладающим над охлаждением за счет испарения атомов $P_a(T_{\text{МЧ}})$, вплоть до температур порядка $2100 \text{ }^\circ\text{C}$. Уже при температуре образца около $1700 \text{ }^\circ\text{C}$

радиационное охлаждение макрочастиц превышает охлаждение за счет испарения более чем на 3 порядка.

Расчеты, представленные в работе [77], указывают также, что токи термоэлектронной эмиссии с макрочастицы становятся сравнимыми с током в плазме при температуре макрочастиц выше 1700 °С.

Таким образом, наиболее значимыми компонентами в энергетическом балансе макрочастиц в слое разделения зарядов вблизи потенциальной мишени являются радиационное излучение макрочастицы и её разогрев ионами и вторичными электронами, ускоряемыми в слое разделения зарядов. Исходя из экспериментальных данных, можно предположить и значимость косвенного подогрева частиц (частично компенсирующего их радиационное охлаждение) за счет радиационного излучения поверхности мишени.

Рассмотрим эти компоненты более детально. Во время действия каждого импульса потенциала смещения, ионы плазмы ускоряются в электрическом поле слоя разделения зарядов (см. рисунок 4.18).

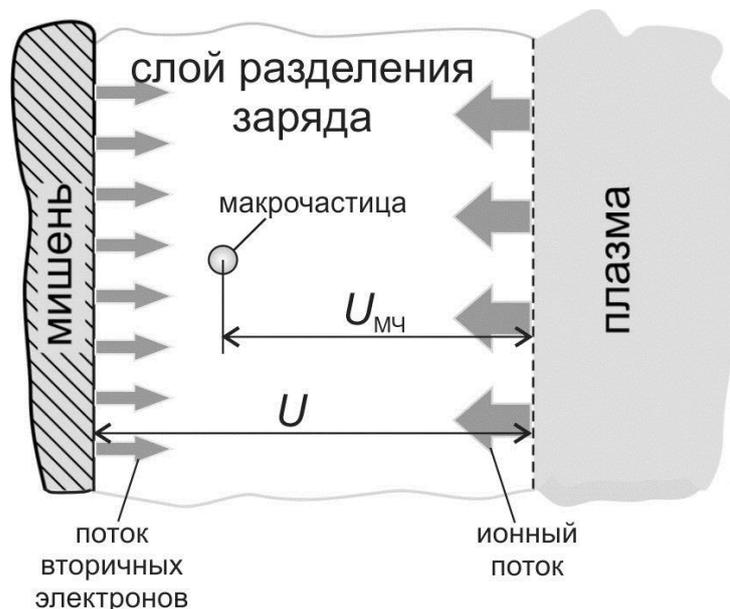


Рисунок 4.18. Макрочастица в слое разделения зарядов

Приобретённая ионами энергия в пространстве слоя разделения зарядов $E_{и}$ определяется как:

$$E_{и} = E_0 + \bar{z}eU_{MЧ}, \quad (4.15)$$

где E_0 – начальная энергия ионов плазмы, $U_{MЧ}$ – разность потенциалов между плазмой и макрочастицей в слое разделения зарядов.

Ионная бомбардировка нагревает макрочастицу. Принимая во внимание, что начальная энергия ионов плазмы много меньше энергии макрочастицы в слое, выражение (4.15) можно упростить и записать в виде $E_{и} = \bar{z}eU_{MЧ}$. Тепловая мощность, переданная от ионов макрочастице, с учетом импульсно-периодического потенциала смещения может быть оценена как:

$$P_{и} = \pi r_{MЧ}^2 j_{и} \cdot |U_{MЧ}| \cdot f \cdot \tau, \quad (4.16)$$

где $r_{MЧ}$ – радиус макрочастицы, $j_{и} = \bar{z}en_{и}(2\bar{z}eU/m)^{1/2}$ – плотность ионного тока, f – частота следования импульсов потенциала смещения, τ – длительность импульса потенциала смещения.

Значительную энергию макрочастицы могут получать от вторичных электронов, летящих с поверхности мишени после её бомбардировки ионами (ионно-электронная эмиссия), ускоренными в слое разделения зарядов. Так как ионы и электроны имеют противоположный заряд, эмитированные электроны ускоряются от подложки тем же электрическим полем, которое ускоряет положительные ионы по направлению к подложке. Тепловая мощность, переданная от вторичных электронов макрочастице, может быть оценена как:

$$P_{e} = \pi r_{MЧ}^2 j_{e} \cdot |U - U_{MЧ}| \cdot f \cdot \tau, \quad (4.17)$$

Коэффициент электронной эмиссии может быть довольно большим. Экспериментально измеренная общая плотность тока в слое разделения зарядов в зависимости от значения отрицательного потенциала смещения, подаваемого на образец [132], представлена на рисунке 4.19.

Данные рисунка 4.19 показывают, что увеличение амплитуды импульсного потенциала смещения от 500 В до 3200 В ведет к росту общей плотности тока в слое разделения зарядов от 44 А/м² до более чем 80 А/м². Этот рост обусловлен увеличением коэффициента ионно-электронной эмиссии. Увеличение плотности тока почти в 2 раза означает, что рост энергии ионов титана с ~1 кэВ до 6,4 кэВ

привел к повышению коэффициента электронной эмиссии до ≈ 1 . Это означает, что каждый ион выбивает один вторичный электрон.

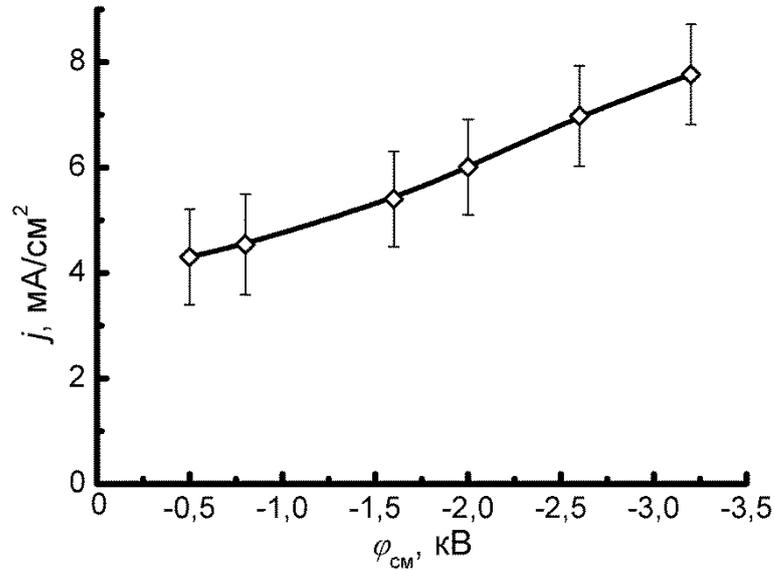


Рисунок 4.19. Зависимость общей плотности тока в слое разделения зарядов от отрицательного потенциала смещения, подаваемого на образец

Принимая во внимание экспериментально измеренный коэффициент вторичной ионно-электронной эмиссии в условиях нашего эксперимента ($U = 3200 \text{ В}$, $j_{и} = 200 \text{ А/м}^2$, $f = 10^5 \text{ имп/с}$, $\tau = 7 \text{ мкс}$) $\gamma \approx 1$ ($j_e = j_{и}$), общую тепловую мощность макрочастицы можно записать в виде:

$$P_{и} + P_{e} = \pi \cdot r_{МЧ}^2 \cdot j_{и} \cdot |U| \cdot f \cdot \tau, \quad (4.18)$$

Баланс энергии макрочастицы существенно зависит от её радиационного охлаждения и ионно-электронного разогрева и может быть оценен из выражения:

$$4 \cdot \pi \cdot r_{МЧ}^2 \cdot \alpha \cdot \sigma \cdot T^4 \cdot t = \pi \cdot r_{МЧ}^2 \cdot j_{и} \cdot |U| \cdot f \cdot \tau \cdot t, \quad (4.19)$$

где $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ Вт/м}^2 \cdot \text{К}^4$ – постоянная Стефана-Больцмана, α – степень черноты материала макрочастицы.

Принимая во внимание эти два основных компонента в энергетическом балансе макрочастицы, можно оценить, когда тепловое излучение макрочастицы будет преобладать над нагревом ионами и вторичными электронами после их ускорения в слое разделения зарядов. Степень черноты макрочастиц достаточно сложно точно определить. В работе [79] теоретически показано, что в случае,

когда размер макрочастицы соизмерим с длиной волны радиационного излучения, макрочастица может вообще не излучать. Если принять, что для нагретых макрочастиц степень черноты $\alpha = 0,1$, как показано в работе [78], то они, при указанных выше параметрах плазмы и потенциала смещения, могут быть нагреты до температуры больше 1800°C . Это означает, что медленная макрочастица титана может быть расплавлена за счет энергии ионов и электронов, ускоренных в пространстве слоя разделения зарядов. Результат оценки температуры макрочастицы может быть увеличен, если учесть, что частица, входя в слой разделения зарядов, могла иметь температуру порядка 1000°C . Кроме того, нагрев подложки ионами (или предварительный нагрев подложки) и частичная компенсация энергетических потерь макрочастицы её нагревом за счет излучения образца также будут способствовать увеличению её температуры.

Эффектом повторного расплавления макрочастиц титана теперь уже непосредственно в слое разделения зарядов вблизи потенциального образца объясняется частичное расплющивание макрочастиц титана (см. рисунок 4.13). Характерно, что такое расплющивание макрочастиц должно приводить к увеличению их адгезии к поверхности. Возможность управления не только плотностью макрочастиц, но и их адгезией представляет интерес для разработки технологий улучшения свойств покрытий для ортопедических применений, особенно в случае использования имплантатов из нержавеющей стали.

Для того чтобы понять поведение макрочастиц алюминия, выполним аналогичные оценки возможности их разогрева и испарения при конкретных параметрах ионно-плазменной обработки поверхности.

Исследования с алюминиевой плазмой, как отмечалось в параграфе 4.2, проводились при длительности импульса потенциала смещения 7 мкс , частоте следования импульсов 10^5 имп/с , амплитуде 2000 В , плотности ионного тока насыщения из плазмы 80 А/м^2 .

Увеличение времени обработки мишени ведет к росту температуры подложки [132]. Измерения температуры (рисунок 4.20), полученные с помощью пирометра, показали, что температура мишени, установленной на массивном

держателе, увеличивалась до 700 °С после её ионно-плазменной обработки в течение 6 мин.

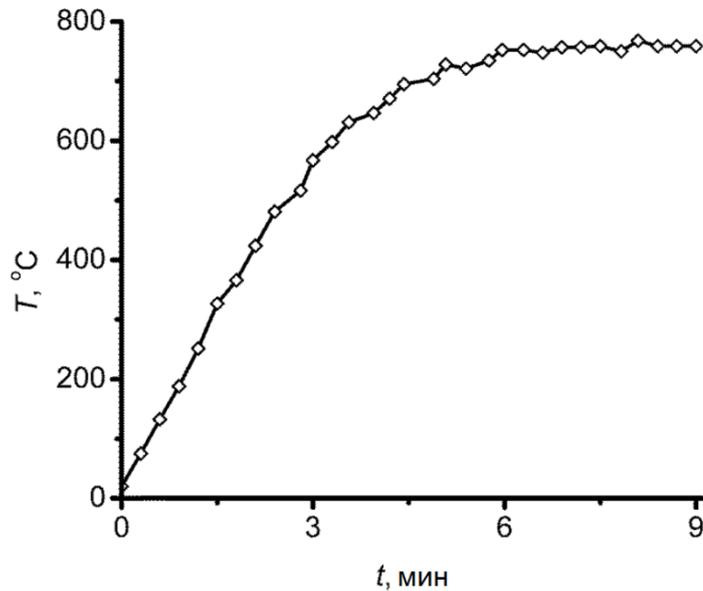


Рисунок 4.20. Зависимость температуры подложки от времени её ионно-плазменной обработки

Оценим возможности нагрева макрочастиц алюминия в слое разделения зарядов. Оценку проведем, как и в случае титана, с использованием двухпоточковой ионно-электронной модели облучения макрочастицы.

Оценка максимальной температуры макрочастицы алюминия, движущейся в слое разделения зарядов, в соответствие с выражением 4.19, показывает, что макрочастица может быть нагрета до температуры порядка 1200 °С. Темп нагрева макрочастицы можно оценить из общего энергетического баланса (уравнение 4.14) в предположении отсутствия радиационного излучения макрочастицы:

$$m_{\text{МЧ}} C \frac{dT_{\text{МЧ}}}{dt} = \pi \cdot r_{\text{МЧ}}^2 \cdot j_{\text{и}} \cdot |U| \cdot f \cdot \tau. \quad (4.20)$$

Рассматривая нагрев макрочастицы диаметром, например, 0,4 мкм за один импульс потенциала смещения ($\tau = 7$ мкс), получаем, что алюминиевая макрочастица нагревается на 1,75 градуса.

При потенциале смещения -2000 В ширина слоя разделения зарядов у поверхности мишени, погруженной в алюминиевую плазму с ионным током

насыщения 80 А/м^2 , составляет $3,83 \cdot 10^{-3} \text{ м}$. Макрочастица со скоростью 1 м/с пролетит такой зазор за $3,83 \cdot 10^{-3} \text{ с}$. При частоте следования импульсов потенциала смещения 10^5 имп/с за это время макрочастица будет подвергнута воздействию 383 импульсам ионно-электронного облучения. При этом её температура может возрасти максимум на 670 градусов. Такое увеличение температуры макрочастицы в слое разделения зарядов принципиально не меняет её поведение на поверхности потенциальной мишени. Как видно из микрофотографий *а* и *б* рисунка 4.17, при временах ионно-плазменного облучения мишени 0,5 мин и 1 мин форма макрочастиц остается тороидальной и практически совпадает с формой макрочастиц на поверхности образца с нулевым потенциалом (рисунок 4.14). При соударении расплавленной алюминиевой макрочастицы с «холодной» поверхностью (ниже температуры плавления алюминия) процесс её раскатывания по поверхности сопровождается не только излучением тепла в пространство, но и передачей тепла в поверхность мишени. В результате макрочастицы не раскатываются полностью, и формируется тороидальная структура. Результат топографии поверхности алюминиевой капли на стальном образце, находящемся под плавающим потенциалом, после обработки в течение 1 мин представлен на рисунках 4.21 и 4.22а.

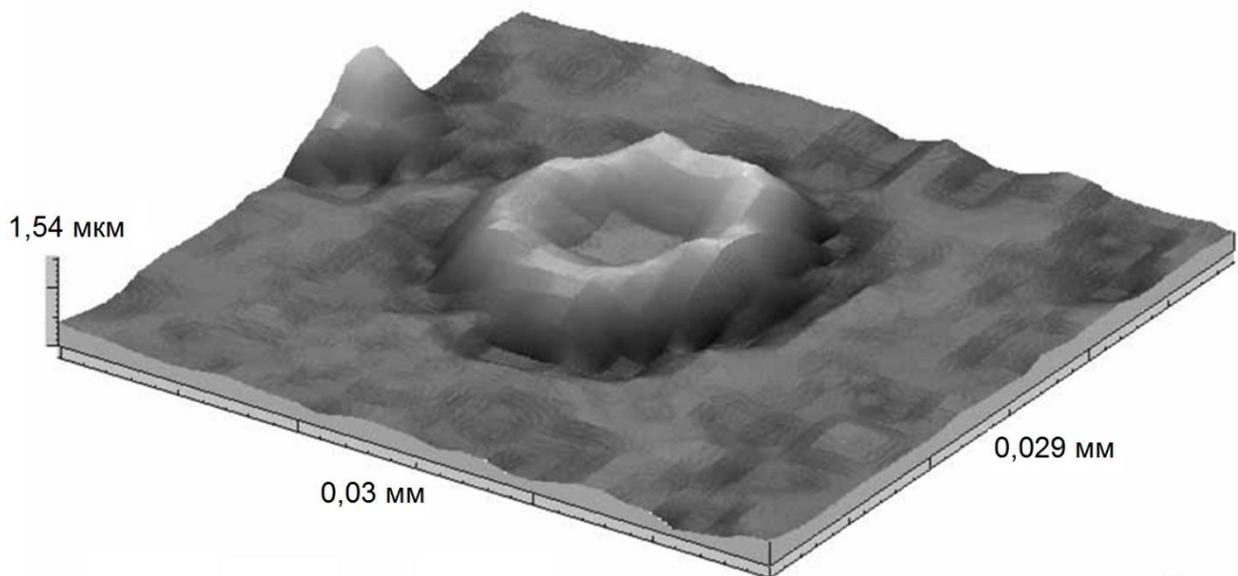


Рисунок 4.21 3D-изображение участка поверхности образца из нержавеющей стали с алюминиевой макрочастицей, полученный с помощью профилметра Micro Measure 3D Station

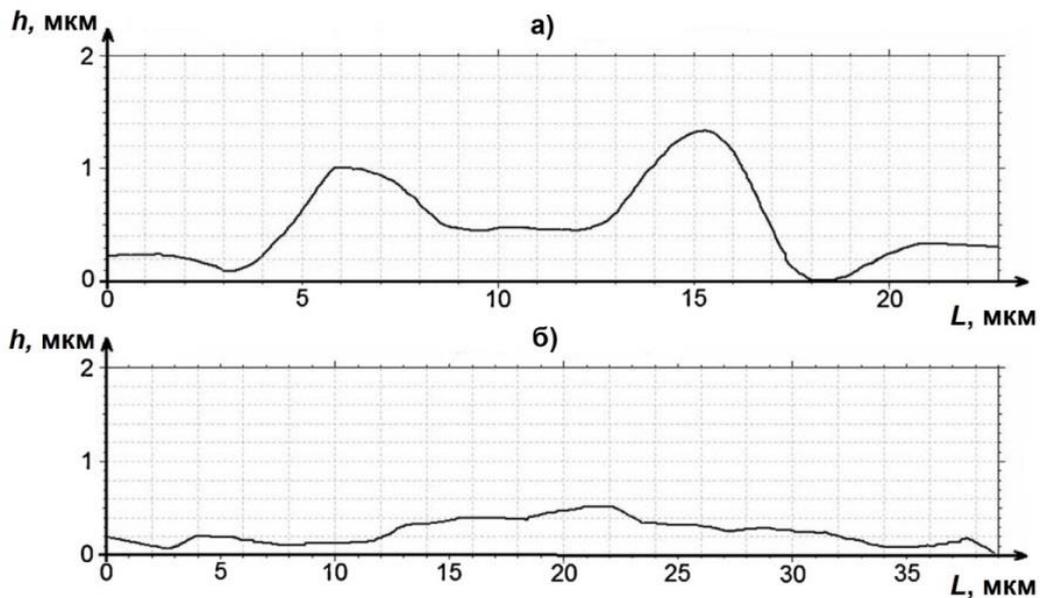


Рисунок 4.22. Профили поверхности алюминиевых капель на стальном образце, находящемся: а – под плавающим потенциалом, время обработки 1 мин; б – под потенциалом смещения -2000 В, длительность импульса 7 мкс, время обработки 3 мин

Увеличение времени ионно-плазменной обработки мишени приводит к увеличению её температуры (см. рисунок 4.20). Ситуация изменяется после того, как температура образца превышает температуру плавления алюминия. Благодаря сочетанию скорости макрочастицы и высокой температуры как макрочастиц, так и подложки каждая макрочастица может быть раскатана в тонкую пленку. Результат измерения профиля поверхности алюминиевой капли на стальном образце, находящемся под импульсно-периодическим потенциалом смещения, после обработки в течение 3 мин представлен на рисунке 4.22б. Данные показывают, что толщина раскатанной макрочастицы на поверхности подложки может быть уменьшена в несколько раз. В то же время площадь поверхности макрочастицы на подложке должна быть, соответственно, увеличена в несколько раз. Факт увеличения площади, занимаемой раскатанной макрочастицей, подтверждается микрофотографией в рисунка 4.17. В результате уменьшения толщин макрочастиц можно предположить, что возрастает эффективность их удаления за счет ионного распыления на поверхности подложки [131].

В случае, когда температура подложки превышает температуру плавления алюминия, испарение макрочастиц возрастает. Тем не менее, температура подложки недостаточно высока, чтобы обеспечить очень быстрое испарение макрочастиц. Быстрое удаление макрочастиц с поверхности подложки не обусловлено ионным распылением. В то же время, макрочастицы, осажденные на подложку в конце ионно-плазменной обработки (см. рисунок 4.17в), не визуализируются. Это означает, что существует, по-видимому, еще какой-то механизм подавления макрочастиц.

4.4. Исследование возможности высокочастотной короткоимпульсной плазменно-иммерсионной имплантации ионов алюминия в титан с использованием нефильтрованной вакуумно-дуговой плазмы алюминия

Уменьшение плотности макрочастиц на потенциальной подложке, погруженной в плазму вакуумной дуги, открывает возможность применения низкоэнергетической плазменно-иммерсионной имплантации ионов металла.

Накопление примесей в режиме короткоимпульсной высокочастотной плазменно-иммерсионной ионной имплантации титана в нержавеющую сталь было исследовано с использованием нефильтрованной от макрочастиц плазмы вакуумной дуги. Использовались те же параметры отрицательного потенциала смещения ($\varphi_{см} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс и $f = 10^5$ имп/с).

Характерные спектры распределения элементов на поверхности мишени после ионно-плазменной обработки в течение 1,5 мин (3200 В) представлены на рисунке 4.23.

Концентрация титановой примеси в нержавеющей стали в зависимости от времени ионно-плазменной обработки, измеренная с помощью рентгеноспектрального анализа элементов подложки, используя энерго-дисперсионную приставку Bruker XFlash 4010, представлена на рисунке 4.24.

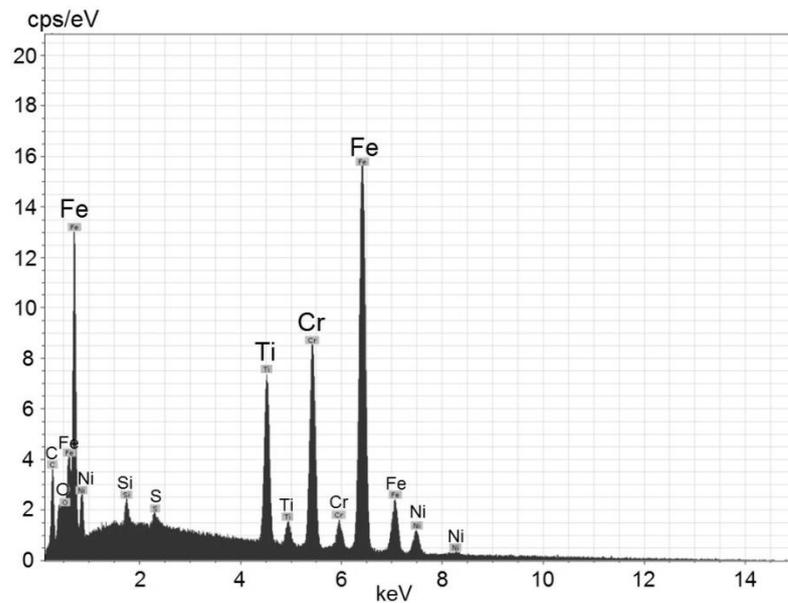


Рисунок 4.23. Результаты спектрального анализа поверхности мишени после ионно-плазменной обработки в течение 1,5 мин. Энергия электронного пучка 15 кэВ

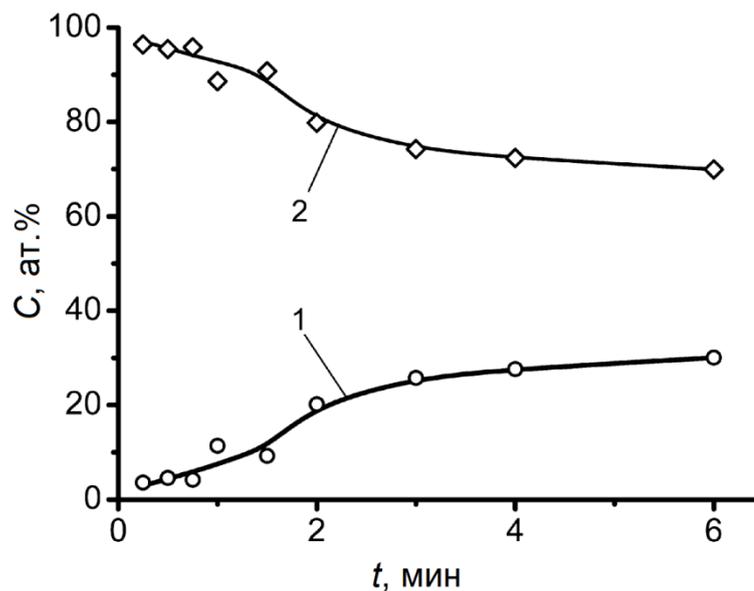


Рисунок 4.24. Концентрация имплантируемой титановой примеси в подложке из нержавеющей стали в зависимости от времени ионно-плазменной обработки: 1 – титан; 2 – другие элементы (нержавеющая сталь)

Данные рисунка 4.24 показывают увеличение концентрации титановой примеси с увеличением времени обработки. Концентрация титановой примеси после 6 мин ионно-плазменной обработки мишени достигает почти 30 ат.%.

Принимая во внимание плотность ионного тока у подложки (44 A/m^2), по формуле 4.5 можно определить дозу плазменно-иммерсионной имплантации

ионов титана после 6 мин процесса как $D_{\text{и}} = 3,5 \cdot 10^{18}$ ион/см². Важно отметить, что несмотря на относительно низкое напряжение смещения, плотность энергии ионного потока $W = U \cdot j_{\text{и}} \cdot f \cdot \tau \cdot t$ была высокой – около 6 Дж/см². Эта плотность энергии в потоке ионов примерно соответствует пучку ионного источника «Радуга 5». Такая плотность энергии в пучке ионного источника «Радуга 5» обеспечивает высокую интенсивность ионной имплантации с диффузией примесей на значительную глубину около микрометра [134].

Для оценки перспективности применения метода удаления макрочастиц в технологиях ионно-лучевой обработки было исследовано накопление и распределение алюминия в титановых и никелевых подложках после высокочастотной короткоимпульсной плазменно-иммерсионной ионной имплантации с использованием нефильтрованной алюминиевой плазмы вакуумной дуги [133]. На рисунке 4.25 показан результат Оже-электронной спектроскопии образца титана после высокочастотной короткоимпульсной плазменно-иммерсионной имплантации ионов алюминия в течение 6 мин с частотой следования импульсов 10^5 имп/с при различных параметрах импульса потенциала смещения: (а) $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс; (б) $\varphi_{\text{см}} = -2600$ В, $\tau = 5$ мкс.

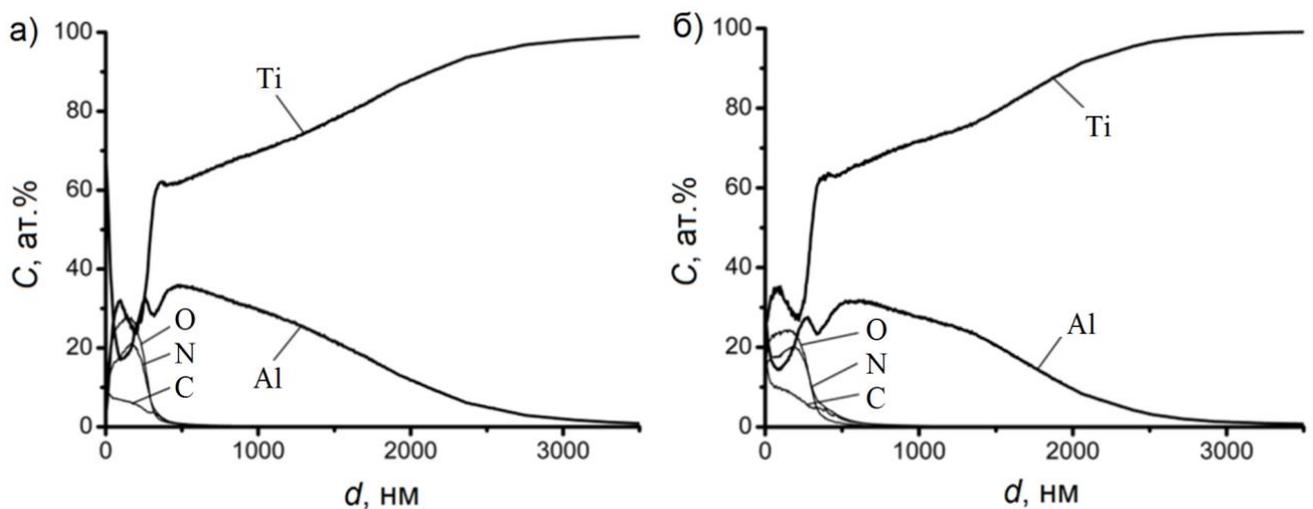


Рисунок 4.25. Профили распределения алюминия по глубине в титановых образцах после 6 мин плазменно-иммерсионной имплантации при приложении высокочастотного короткоимпульсного отрицательного потенциала смещения: (а) $\varphi_{\text{см}} = -2000$ В, $\tau = 7$ мкс; (б) $\varphi_{\text{см}} = -2600$ В, $\tau = 5$ мкс

Сравнительный анализ глубины распределения алюминия (рисунок 4.25) показывает, что глубина проникновения алюминия и его концентрация определяются энергетическими характеристиками процесса плазменно-иммерсионной ионной имплантации и диффузией алюминия.

Принимая во внимание плотность ионного тока насыщения (80 А/м^2), можно по формуле 4.5 оценить дозу плазменно-иммерсионной имплантации ионов алюминия после 6 мин облучения мишени как $D_{\text{и}} = 7,9 \cdot 10^{18} \text{ ион/см}^2$. Практически та же плотность энергии ионного пучка ($W = U \cdot j_{\text{и}} \cdot f \cdot \tau \cdot t \approx 11,2 \text{ Дж/см}^2$), несмотря на разницу в параметрах импульса (потенциал смещения и длительность импульса) дает тот же результат в профиле распределения алюминиевой примеси. Рисунок 4.25 показывает, что алюминий проникает благодаря диффузии в образец на глубину на несколько порядков больше, чем длина пробега ионов в мишени.

Подобный профиль пространственного распределения алюминия в никель (рисунок 4.26а) был получен после плазменно-иммерсионной ионной имплантации алюминия в течение 6 мин при той же плотности энергии ионного пучка.

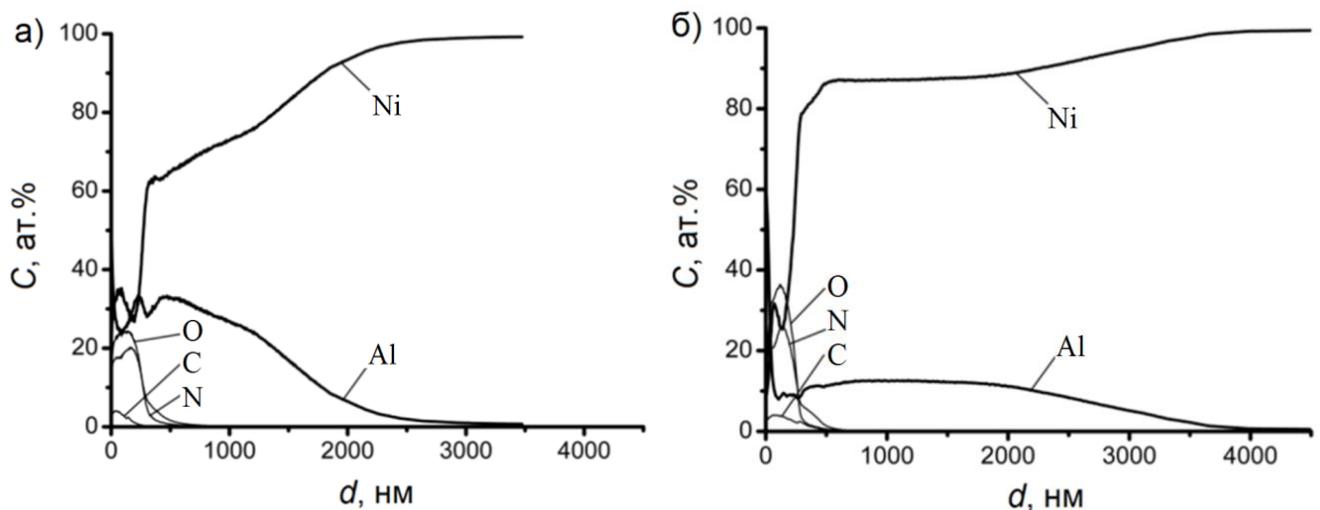


Рисунок 4.26. Профили распределения алюминия по глубине в никелевых образцах после 6 мин плазменно-иммерсионной имплантации при приложении высокочастотного короткоимпульсного отрицательного потенциала смещения: (а) $\varphi_{\text{см}} = -2000 \text{ В}$, $\tau = 7 \text{ мкс}$; (б) $\varphi_{\text{см}} = -3200 \text{ В}$, $\tau = 5 \text{ мкс}$

После увеличения отрицательной амплитуды импульса потенциала смещения от 2000 В до 3200 В и уменьшения длительности импульса от 7 мкс до

5 мкс (в результате энергия ионного пучка была увеличена приблизительно на 15%) распределение алюминия в никеле (рисунок 4.26б) существенно изменилось. Во-первых, почти вдвое увеличилась глубина диффузии алюминия. Во-вторых, как видно из рисунка 4.26б максимальная концентрация алюминия в никеле снизилась почти в два раза. Значительное снижение концентрации алюминия может быть связано с увеличением скорости ионного распыления при увеличении импульса отрицательного потенциала смещения в 1,6 раза.

Таким образом, высокоинтенсивная низкоэнергетическая плазменно-иммерсионная имплантация ионов алюминия в титан и никель может быть использована для формирования глубоко-легированных слоев (несколько микрон) с концентрацией алюминия в диапазоне (12–35) ат%.

Возможность высокочастотной короткоимпульсной плазменно-иммерсионной имплантации ионов титана и алюминия в различные материалы с формированием микронных легированных слоев открывает перспективы применения результатов исследования для решения задач создания интерметаллических слоев типа TiAl, NiAl и др., как и в случае ионно-лучевой имплантации алюминия и титана [134].

Выводы

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 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 значительному уменьшению плотности макрочастиц (в 5 раз) при двухминутной ионно-плазменной обработке. Эффект многократного подавления макрочастиц нивелируется в случае диэлектрической мишени.

Применение высокочастотного короткоимпульсного потенциала смещения отрицательной полярности оказывает влияние на поверхностную плотность и форму макрочастиц. 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 °С не влияет на динамику накопления и форму макрочастиц.

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.

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

Заключение

Настоящая работа посвящена исследованию 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, и выявление различных физических механизмов подавления макрочастиц и изменения их форм на поверхности.

Основные результаты работы заключаются в следующем:

1. Показано, что зависимость поверхностной плотности макрочастиц при обычном осаждении вакуумно-дуговой плазмы 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 $0,65 \text{ мкм}$. Количество макрочастиц титана диаметром менее $1,5 \text{ мкм}$ уменьшается в 4 раза при ионно-плазменной обработке мишени в течение 1 мин, тогда как количество крупных макрочастиц с диаметром больше $1,5 \text{ мкм}$ 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 существенно изменяет плотность макрочастиц титана (в 6 раз) даже при малом времени ионно-плазменной обработки поверхности мишени (0,5 мин).

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 $1,5 \text{ мкм}$ в 1500 раз, крупных макрочастиц с диаметром больше $1,5 \text{ мкм}$ в 10 раз при общем уменьшении плотности всех макрочастиц в 67 раз.

7. В экспериментах с дополнительным сеточным вольфрамовым электродом при плотности ионного тока насыщения из 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 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 значительному 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 °С 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 нефильтрированной от макрочастиц плазмы непрерывного вакуумно-дугового разряда.

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, сделаны выводы и даны рекомендации по результатам исследования. Обсуждение задач исследований, методов их решения и результатов осуществлялось совместно с научным руководителем и соавторами, фамилии которых указаны в опубликованных по теме диссертации работах.

Автор выражает глубокую благодарность научному руководителю доктору физико-математических наук, профессору А.И. Рябчикову за постановку задач исследования, многочисленные полезные обсуждения.

Автор благодарит кандидата технических наук Д.О. Сивина, кандидата физико-математических наук И.А. Шулепова, кандидата физико-математических наук П.С. Ананьина за полезные обсуждения и помощь в проведении экспериментов.

Список литературы

1. Лафферти Д. Вакуумные дуги. / Пер. с англ.; под ред. В. И. Раховского. – М.: Мир, 1982. – 432 с.
2. Boxman R.L., Sanders D.M., and Martin P.J., Ed., Handbook of Vacuum Arc Science and Technology. Park Ridge, New Jersey: Noyes Publications, 1995.
3. Mattox D.M. Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing: Film Formation, Adhesion, Surface Preparation and Contamination Control; New Jersey: Noyes Publications, 1998.
4. Straumal B., Gust W., Vershinin N., Dimitriou R., Rabkin E. Vacuum arc deposition of Ti coatings // Surface and Coatings Technology.– 2000.– V. 125.– P. 157–160.
5. Brown I.G. Vacuum arc ion sources // Review of Scientific Instruments.– 1994.– V. 65.– P. 3061–3081.
6. Bugaev S.P., Oks E.M., Shchanin P.M., Yushkov G.Yu. «Titan,» a source of gas and metal ions based on a contracted discharge and vacuum arc // Russian physical journal.– 1994.– V.37, No3.– P. 245–254.
7. Гаврилов Н.В. Емлин Д.Р. Каменецких А.С. Источник ленточного пучка газовых ионов с широкоапертурным холодным полым катодом // ПТЭ. 2003. – № 1.– С. 85–89.
8. Гаврилов Н. В. Технологические источники широких пучков газовых ионов на основе дугового и тлеющего разрядов в магнитном поле: дис. ... д-р техн. наук: 01.04.13 / Н. В. Гаврилов. – Екатеринбург, 1999.– 39 с.
9. Ryabchikov A.I., Stepanov I.B., Dektjarev S.V., and Sergeev O.V. Vacuum arc ion and plasma source Raduga 5 for materials treatment // Review of Scientific Instruments.– 1998.–V. 69.– P. 810–813.
10. Nikolaev A.G., Oks E.M., Savkin K.P., Yushkov G.Yu., and Brown I.G. Upgraded vacuum arc ion source for metal ion implantation // Review of Scientific Instruments.– 2012, V. 83, No 2.– P. 02A501 (1–3).

11. Bolotov A.V., Kozyrev A.V., and Korolev Yu.D. A physical model of the low-current-density vacuum arc copper cathodes // *IEEE Trans. Plasma Science.*– 1995.–V. 23, No. 6.– P. 884–891.
12. Kondrateva N.P., Koval N.N., Korolev Yu.D., Schanin P.M. A spectroscopic investigation of the near-cathode regions in a low-pressure arc // *J. Phys. D: Appl. Phys.* –1999. – V. 32. – P. 699–705.
13. Нанесение тонких пленок вакуумно-дуговым методом: Методические указания по проведению лабораторных работ по дисциплинам «Материаловедение тонких пленок» и «Технология материалов и изделий электронной техники» / В.В. Васильевский, Е.К. Куломзин, Б.А. Лапшинов. – М.: Московский государственный институт электроники и математики, 2006.–18 с.
14. Нанесение PVD покрытий с использованием НМРС // ООО НПФ «Элан–Практик».– 2008. [Электронный ресурс]. Систем. требования: Adobe Acrobat Reader. URL: <http://www.elanpraktik.ru/technology/pdf/nmrs.pdf> (дата обращения 13.02.2012).
15. Handbook of Plasma Immersion Ion Implantation and Deposition. Editor Anders, André, 1st edition.– John Wiley & Sons.– New York, 2000.– 760 p.
16. Аксенов И.И., Белоус В.А., Падалка В.Г., Хороших В.М. Транспортировка плазменных потоков в криволинейной плазмооптической системе // *Физика плазмы.* – 1978. – Е. 4, №4. – С. 758-763.
17. Anders A. Approaches to rid cathodic arc plasmas of macro- and nanoparticles: a review // *Surface and Coatings Technology.*– 1999.– V. 120–121.– P. 319–330.
18. Рябчиков А.И., Степанов И.Б. Устройство для очистки плазмы дугового испарителя от микрочастиц (его варианты): пат. 2097868 Рос. Федерация. № 96114637/07; заявл. 09.07.96; опубл. 21.11.97.
19. Рябчиков А.И., Степанов И.Б. Устройство для очистки плазмы дугового испарителя от микрочастиц (его варианты): пат. 2107968 Рос. Федерация. № 96116291/09; заявл. 06.08.96; опубл. 27.03.98.

20. Рябчиков А.И. Устройство для очистки плазмы дугового испарителя от микрочастиц: пат. 2108636 Рос. Федерация. № 96108298/09; заявл. 23.04.96; опубл. 10.04.98.

21. Положий К.И., Береснев В.М. Подавление капельной фазы в вакуумно-дуговых распылительных системах // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. – 2005. – №5.– С. 69–72.

22. Сивин, Д.О. Формирование ленточных и псевдоленточных пучков ионов металлов и плазмы: дис. ... канд. техн. наук: 01.04.20 / Сивин Денис Олегович.– Томск, 2010.– 153 с.

23. Месяц Г.А. Эктоны: в 3 ч. / Г.А. Месяц; Институт электрофизики УрО РАН. – Екатеринбург: Наука, 1993.– Ч. 1: Взрывная эмиссия электронов. – 1993. – 184 с.

24. Бизюков А.А. Испарение макрочастиц в плазме сильноточного импульсного дугового разряда низкого давления / А.А. Бизюков, К.Н. Серeda, А.Е. Кашаба, Е.В. Ромащенко, А.Д. Чибисов, В.В. Поневчинский, В.В.Слепцов // ВАНТ.– 2006.– №5.– Сер.: Плазменная электроника и новые методы ускорения (5).– С.136–141.

25. Schanin P.M. Influence of the gas discharge plasma on microdroplet fraction of a vacuum arc / P.M. Schanin, N.N. Koval, A.V. Kozyrev, I.M. Goncharenko, J. Langner, S.V. Grigoriev // Proceedings of the 5th International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows.– 24–29 September, 2000. Tomsk, Russia. Eds. G.Mesyats, S.Bugaev, A.Ryabchikov. Tomsk: Institute of High Current Electronics, 2000.– P. 438–441.

26. Tau C.N., E.S. 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.

27. Aharonov R. // International Conference Metallic Coating and Thin Films: Proceedings. – San Diego, 1998. – P. 79.

28. 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, № 3. – P. 810–812.

29. Schanin P.M. Interaction of the droplet fraction of a vacuum arc with the plasma of a gas discharge / P.M. Schanin, N.N. Koval, A.V. Kozyrev, I.M. Goncharenko, S.V. Grigoriev, V.S. Tolkachev // *Journal of Technical Physics*. – 2000. – V. 41, No 2. – P. 177–184.

30. Ремнев Г.Е. Модификация материалов с использованием мощных ионных пучков // *Известия ТПУ*. – 2000. – Т. 303. – Вып. 2. – С. 59–70.

31. Korotaev A. D., Tyumentsev A. N., Pinzhin Yu. P., Remnev G.E. Features of the morphology, defect substructure and phase composition of metal and alloy surfaces upon high-power ion beam irradiation // *Surface and Coatings Technology*. – 2004, V. 185, P. 38–49.

32. Твердохлебов С.И., Волокитина Т. Л., Ремнев Г.Е., Пушкарев А.И., Хайлов И.П. Модификация поверхности медицинских материалов методом осаждения биосовместимых покрытий из абляционной плазмы, создаваемой мощными ионными пучками // *Известия вузов. Физика*. – 2013. – Т. 56, № 11, ч. 3. – С. 70–74.

33. Astashynski V.M., Leyvi A.Ya., Talala K.A., Uglov V.V., Cherenda N.N., Yalovets A.P. Change in the relief of a target surface treated by compression plasma flows // *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. – 2013. – V. 7, No 5. – P. 1005-1012.

34. Volkov N.B., Mayer A.E., Sedoi V.S., Fen'ko E.L., and Yalovets A.P. Mechanisms of Metallic Nanoparticle Generation during an Electric Explosion of Conductors // *Technical Physics*. – 2010. – V. 55, No 4. – P. 509–513.

35. Volkov N.B., Fen'ko E.L., Yalovets A.P. Simulation of generation of ultradisperse particles upon irradiation of metals by a high-power electron beam // *Technical Physics*. – 2010. – V. 55, No 10. – P. 1389–1399.

36. Капцов Н.А. Электрические явления в газах и вакууме: учебное пособие / Н.А. Капцов. – Москва; Ленинград, ОГИЗ-Гостехиздат, 1947. – 808 с.

37. Финкельнбург В., Меккер Г., Электрические дуги и термическая плазма / Пер. с нем. – М.: Иностранная литература, 1961. – 371 с.
38. Кесаев И.Г. Катодные процессы электрической дуги. – М.: Наука, 1968. – 244 с.
39. Фортов В.Е., Храпак А.Г., Храпак С.А., Молотков В.И., Петров О.Ф., Пылевая плазма // УФН. – 2004. – Т. 174. – С. 495-544.
40. Месяц Г.А. Эктоны в вакуумном разряде: пробой, искра, дуга. – М.: Наука, 2000. – 424 с.
41. Арцимович Л. А. Элементарная физика плазмы. – М.: Госатомиздат, 1963. – 98 с.
42. Эмиссионная электроника: учебное пособие / Д. И. Проскуровский; Томск. гос. ун-т, Сиб. отд-ние РАН, Ин-т сильноточ. электроники. – 2-е изд., испр. и доп. – Томск : Том. гос. ун-т, 2010. – 287 с.
43. Андреев А.А. Электронно-магнитная модель катодного пятна вакуумной дуги // Вопросы атомной науки и техники. Серия «Плазменная электроника и новые методы ускорения». – 2003. – №4. – С. 203–207.
44. Андреев А.А. Физическая электронно-магнитная модель катодного пятна вакуумной дуги // Вісник Харківського національного університету. Сер. фізична «Ядра, частинки, поля». – 2007. – №763. – С. 32–40.
45. Удрис Я.Я. Разбрызгивание капель катодным пятном ртутной дуги. – В кн.: Исследование в области электрического разряда в газах. – М.-Л.: ГЭИ. – 1958. – С. 107-128.
46. Месяц Г.А., Проскуровский Д.И. Импульсный электрический разряд в вакууме. – Новосибирск: Наука, 1984. – 256 с.
47. Сливков И.Н. Процессы при высоком напряжении в вакууме. – М.: Энергоатомиздат, 1986. – 256 с.
48. Хороших В.М., Холмеев М.Г. Пространственное распределение потоков частиц в стационарном дуговом разряде низкого давления // Физическая инженерия поверхности. – 2004, Т. 2, № 1–2. – С. 24–27.

49. Хороших В.М. Капельная фаза эрозии катода стационарной вакуумной дуги // Физическая инженерия поверхности.– 2004.– Т. 2, № 4.– С. 200–213.
50. Keidar M., Aharonov R., Beilis I.I. Influence of an electrical field on the macroparticle size distribution in a vacuum arc // Journal of Science and Technology.– 1999.– V. A17, No 5.– P. 3067–3073.
51. Валуев В.П., Валуева Т.В., Лисенков А.А., Санчугов Е.Л. Технологическое использование вакуумно-дугового разряда // Инструмент и технологии.– 2011– № 31, вып. 1, С. 16 – 27.
52. Anders S., Anders A., Yu K.M., Yao X.Y., and. Brown I.G. On the macroparticle flux from vacuum arc cathode spots // IEEE Transactions on Plasma Science. –1993.– V. 21.– P. 440–446.
53. Аксенов И.И., Хороших В.М. Потоки частиц и массоперенос в вакуумной дуге. – М.: ЦНИИ атоминформ, 1984. – 57 с.
54. Плютто А.А., Рыжков В.Н., Капин А.Т. Высокоскоростные потоки плазмы вакуумных дуг // ЖЭТФ.– 1964, Т. 47, №2.– С. 494–507.
55. Удрис Я.Я. О разрушении материала катодным пятном дуги // Радиотехника и электроника. – 1963.– №6. – С. 1057–1065.
56. Парфенов А.Г. Теоретические исследования вакуумных дуг // Известия ТПУ.– 2000.– Т. 303, № 3.– С. 105–117.
57. Месяц Г.А., Баренгольц С.А. Взаимодействие плазменных струй и капель в прикатодной области вакуумной дуги // Письма в ЖЭТФ.– 2002, Т. 75, № 5–6.– С. 306–308.
58. Бизюков А.А., Ромащенко Е.В., Серeda К.Н., Чибисов А.Д., Кашаба А.Е. Динамика капельной фазы в плазме дугового разряда низкого давления // Вісник Харківського університету.– 2004.– № 642.– С. 42–46.
59. Rysanek F., Rodney L., Burton R.L. // IEEE Transactions on Plasma Science. – 2008. – V. 36, No 5. – P. 2147–2162.
60. Farrel G.A., Hudda F.G., Toney J.G. The time resolved characterization of erosion products from high-current, copper vacuum arcs // IEEE Transactions on Plasma Science. –1983. – V. PS-11, No 3.– P. 132–138.

61. Utsumi T., English J.H. Study of electrode products emitted by vacuum arcs in form of molten metal particles // *Journal of Applied Physics*. – 1975.–V. 46, No 1.– P. 126–131.
62. Shalev S., Boxman R.L., Goldsmith S. Velocities and emission rates of cathode-produced molybdenum macroparticles in a vacuum arc // *Journal of Applied Physics*. – 1985. – V. 58, No 7. – P. 2503–2507.
63. Лучинский Г. П. Химия титана. – М.: Химия, 1971. – 471 с.
64. Самсонов Г. В. Нитриды. – Киев: Наукова думка, 1969. – 380 с.
65. Каблов Е.Н., Мубояджян С.А. Жаростойкие и теплозащитные покрытия для лопаток турбины высокого давления перспективных ГТД /В сб.: Авиационные материалы и технологии: Юбилейный науч.-технич. сб. (приложение к журналу «Авиационные материалы и технологии»). М.: Наука, 2012.– С. 60–70.
66. Горлов Д.С., Луценко А.Н, Мубояджян С.А. Ионная обработка поверхности титановых сплавов // Мубояджян С.А., Луценко А.Н., Горлов Д.С. Авиационные материалы и технологии.– 2008.– № 3.
67. Гаврилов Н.В. Осаждение алмазоподобных покрытий в несамостоятельном разряде с плазменным катодом / Н.В. Гаврилов, А.С. Мамаев, А.С. Кайгородов // *Письма в ЖТФ*. –2009.– Вып. 35, № 1.– С. 69–75.
68. Гаврилов Н.В. Разработка источников ионов для ионно-плазменных технологий нанесения покрытий / Н.В. Гаврилов, А.С. Каменецких, А.С. Мамаев // *Вестник УГТУ-УПИ*, 2004.– Вып. 5, № 5. – Часть 2. – С. 188–194.
69. Burdovitsin V.A., Oks E.M., Fedorov M.V. Production of carbon coatings on a glass substrate in plasma generated at 1–10 Pa pressure // *Fizika i Khimiya Obrabotki Materialov*.– 2005, V. 37, No 45.– С. 66–69.
70. Хороших В.М. Пленки диоксида титана для фотокатализа и медицины // *Физическая инженерия поверхности*.– 2009.– Т. 7, № 3.– С. 223– 238.
71. Swift P.D. Macroparticles in films deposited by steered cathodic arc // *Journal of Physics D: Applied Physics*.–1996.– V. 29.– P. 2025–2031.

72. Духопельников Д.В., Кириллов Д.В., Рязанов В.А. Исследование профиля выработки катода дугового испарителя с арочным магнитным полем [Электронный ресурс] // Инженерное образование.– 2012.–№ 11.– С. 21–30.– Режим доступа: <http://technomag.edu.ru/doc/482485.html>.

73. Аксенов И.И., Андреев А.А. Вакуумно-дуговые ионно-плазменные технологии покрытий в ХФТИ // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Вакуум. Чистые материалы, сверхпроводники. – 1998. – Вып. 2(3), 3(4). – С. 3–10.

74. Шулаев В.М., Андреев А.А., Руденко В.П. Модернизация вакуумно-дуговых установок для синтеза покрытий и азотирования методом ионной имплантации и осаждения //Физическая инженерия поверхности. – 2006. –Т. 4, № 3–4. – С. 136–142

75. Karpov D.A. Cathodic arc sources and macroparticle filtering // Surface and Coatings Technology.– 1997.– V.96.– P. 22–33.

76. Daalder J.E. Components of cathode erosion in vacuum arcs // Journal of Physics D: Applied Physics– 1976.– V.9, No 11.– P. 2379–2395.

77. Anders A. Growth and decay of macroparticles: A feasible approach to clean vacuum arc plasmas // Journal of Applied Physics.– 1997.– V. 82.– P. 3679–3688.

78. Brandes E.A. and Brook G.B., Smithells Metals Reference Book, 7th Edition. – Butterworth-Heinemann, 1992. – 1794 p.

79. Мартыненко Ю.В., Огнеев Л.В. Тепловое излучение наночастиц// ЖТФ. – 2005. – Т. 75, Вып. 11. – С. 130–132.

80. Neumann W. The Mechanism of the Thermoemitting Arc Cathode.– Berlin: Akademie-Verlag, 1987.– 120 p.

81. Бизюков А.А. Нагрев и испарение металлических макрочастиц в пучково-плазменных системах / А.А. Бизюков, Е.В. Ромашенко, К.Н. Середа, А.Д. Чибисов // ВАНТ.– 2010.– №4.– С. 189–192.

82. Proskurovsky D.I. Droplet evaporation in vacuum arc plasma / D.I. Proskurovsky, S.A. Popov, A.V. Kozyrev, E.L. Pryadko, A.V. Batrakov, and A.N. Shishkov // IEEE Transactions on Plasma Science.– 2007.– V. 35, No 4.– P. 980–985.

83. Popov S.A., Pryadko (Дубровская) E.L., and Batrakov A.V. Pulsed vacuum arc plasma source operating in the reflective-discharge mode // Proc. XXIIIrd ISDEIV, Bucharest, Romania. 2008. P. 507–510.

84. Батраков А.В. Капельное пятно новый объект в физике вакуумного разряда / А.В. Батраков, Б. Ютнер, С.А. Попов, Д.И. Проскуровский, Н. Фогель // Письма в ЖЭТФ.– 2002. Т. 75, № 2. – С. 84–91.

85. Kozyrev A. V., Sitnikov A.G. A self-accelerated evaporation mode of a conducting droplet in non-equilibrium plasma // Russian Physics Journal.– 2010. V. 53, No. 2.– P. 128–133.

86. Popov S.A. High-current pulsed vacuum-arc evaporator for surface-alloying technologies / S.A. Popov, D.I. Proskurovsky, E.L. Pryadko (Дубровская), A.V. Batrakov, A.B. Markov, G.E. Ozur, and V.P. Rotshtein // IEEE Transactions on Plasma Science.– 2009. V. 37, No. 8.– P. 1504–1510.

87. Paperny V.L., Krasov V.I. Metal Plasma Jet Passage through Plasma Optical Transport System // Technical Physics Letters. – 2011. – V. 37, No. 1. – P. 75–78.

88. Аксенов Д.А. Вакуумно-дуговые источники эрозионной плазмы с магнитными фильтрами: обзор / Д.А. Аксенов, И.И. Аксенов, В.Е. Стрельницкий // ВАНТ.– 2007. – № 2. – С. 190–202.

89. Anders A. Cathodic Arcs: From Fractal Sports to Energetic Condensation. New York: Springer, 2008.– 543 p.

90. Storer J., Galvin J.E., Brown I.G. Transport of vacuum arc plasma through straight and curved magnetic ducts // Journal of Applied Physics.– 1989. – V. 66, No 11. – P. 5245-5250.

91. Keidar M. Transport of macroparticles in magnetized plasma duct / M. Keidar, I.I. Beilis, R.L. Boxman, S. Goldsmith // IEEE Transactions on Plasma Science. – 1996. – V. 24, No 1.– P. 226–234.

92. P.J. Martin, R.P. Netterfield, T.J. Kinder Arc source macroparticle filter: pat. 5.433.836 US; 18.07.1995.

93. Jong-kuk Kim, Seung-ho Nam, Byong-lyong Choi Thin-film deposition apparatus using cathodic arc discharge: pat. 6.026.763 US; 22.02.2000.

94. Anders A., Anders S., Brown I. Transport of vacuum arc plasmas through magnetic macroparticle filters // *Plasma Sources Science and Technology*.– 1995.– V. 4.– P. 1–12.

95. Anders S. S-shaped magnetic macroparticle filter for cathodic arc deposition / S. Anders, A. Anders, M.R. Dickinson, R.A. MacGill, I.G. Brown // *IEEE Transactions on Plasma Science*.– 1997.– V. 25.– P. 670–674.

96. Gorokhovskiy V. Filtered cathodic arc deposition method and apparatus: pat. 6.663.755B2 US; 16.12.2003.

97. Stepanov I.B., Ryabchikov I.A., Shaposhnicov P.A., Kurdyukov D.M. Formation of Vacuum-Arc Plasma Flows in Optically Opaque Plasma-Guides of The Shutter Type // *Proceedings of 5th International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows*.– Tomsk, 2000.– P. 198 – 203.

98. Аксёнов И.И., Потапенко В., Тимошенко А., Хороших В.М. А.с. СССР 1989 г., №1708133.

99. Степанов И.Б. Оптически непрозрачные системы жалюзийного типа для очистки плазмы вакуумно-дугового разряда от микрокапельной фракции // *Известия вузов. Физика*. – 2007. – № 10/3. – С. 16–24.

100. Ryabchikov A.I., Stepanov I.B. Investigations of forming metal-plasma flows filtered from microparticle fraction in vacuum-arc evaporators // *Review of Scientific Instruments*.– 1998.–V. 69.– P. 893–895.

101. Рябчиков А.И, Дектярев С.В., Степанов И.Б. Источники «Радуга» и методы импульсно-периодической ионно-лучевой и ионно-плазменной обработки материалов // *Известия вузов. Физика*. –1998.– № 4. – С. 193–207.

102. Keidar M. Macroparticle interaction with a substrate in cathodic vacuum arc deposition / M. Keidar, I. Beilis, R.L. Boxman and Goldsmith // *Surface and Coatings Technology*.– 1996.– V. 86/87.–P. 415–420.

103. Keidar M. Non-stationary macroparticle charging in an arc plasma jet / M. Keidar, I. Beilis, R.L. Boxman and Goldsmith, *IEEE Transactions on Plasma Science*.– 1995.– V. 23, No 6.–P. 902–908.

104. Винтизенко Л.Г. Дуговые разряды низкого давления с полым катодом и их применение в генераторах плазмы и источниках заряженных частиц / Л.Г. Винтизенко, С.В. Григорьев, Н.Н. Коваль, В.С. Толкачев, И.В. Лопатин, П.М. Щанин // Известия вузов. Физика. – 2001. – Т. 44, № 9. – С. 28–35.

105. G. Lin, Y. Zhao, H. Guo, D. Wang, Ch. Dong, R. Huang and L. Wen Experiments and theoretical explanation of droplet elimination phenomenon in pulsed-bias arc deposition // Journal of Vacuum Science & Technology A –2004.– V. 22.– P. 1218–1222.

106. Рябчиков А.И., Рябчиков И.А., Степанов И.Б. Способ импульсно-периодической имплантации ионов и плазменного осаждения покрытий: пат. 2238999 Рос. Федерация. № 2003104995/02; заявл. 19.02.2003; опубл. 27.10.2004.

107. Ryabchikov A.I., Ryabchikov I.A., Stepanov I.B. Development of filtered DC metal plasma ion implantation and coating deposition methods based on high-frequency short-pulsed bias voltage application // Vacuum.– 2005.– V. 78.– P. 331–336.

108. Рябчиков А.И., Толмачев В.И. Высокочастотный короткоимпульсный источник смещения для ионно-плазменной обработки материалов // Известия Вузов. Физика. – 2009. – №11/2. – С. 251–253.

109. Рябчиков, И.А. Формирование ионных потоков из плазмы короткоимпульсными потенциалами смещения: дис. ... канд. техн. наук: 01.04.20 / Рябчиков Игорь Александрович.– Томск, 2006.– 149 с.

110. 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 2012, V. II, P. 1–3.

111. 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.

112. Рябчиков А.И., Сивин Д.О., Бумагина А.И. Динамика изменения плотности макрочастиц на потенциальной поверхности мишени, погруженной в

титановую плазму непрерывной вакуумной дуги // Известия ВУЗов. Физика. – 2013.– № 11/3.– С. 12–16.

113. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., 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 2012, V. II, P. 357–362.

114. 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.–2013.– September 15-20.–P.–213.

115. 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.

116. 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.

117. 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.– 2013.–№ 12.– С. 36-44.

118. 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.

119. 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.

120. 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.

121. 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.*

122. 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.

123. 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.*

124. 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.

125. Child C.D. Discharge From Hot CaO // *Physical Review.* –1911.– V. 32, No 5.– P. 492-511.

126. Langmuir I. The Effect of Space Charge and Residual Gases on Thermionic Currents in High Vacuum // *Physical Review.*– 1913.– V. 2, No 6.– P. 450– 486.

127. Плешивцев Н.В. Катодное распыление / М.: Атомиздат, 1968. 343 с.
128. Мартынов Е.П. К анализу электрического разряда между частицей и плоскостью // Электронная техника. Сер.10: Технология и организация производства.–1968.– Вып. 3.– С. 3–13.
129. Е.В. Нефедцев, Г.Е. Озур, Некоторые закономерности динамики ионного слоя при воздействии импульсного напряжения, Физика плазмы. - 2009. - Т. 35, № 8. - С.700-703
130. 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.
131. 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.
132. 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.
133. 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.
134. Kurzina I.A. Influence of ion implantation on nanoscale intermetallic-phase formation in Ti–Al, Ni–Al and Ni–Ti systems / I.A. Kurzina, E.V. Kozlov, YuP. Sharkeev, A.I. Ryabchikov, I.B. Stepanov, I.A.Bozhko, M.P. Kalashnikov, D.O. Sivin, S.V. Fortuna // Surface and Coatings Technology. – 2007.– V. 201.– P. 8463–8468.