

На правах рукописи



Шевелев Алексей Эдуардович

**ФОРМИРОВАНИЕ ВЫСОКОИНТЕНСИВНЫХ ПУЧКОВ ИОНОВ
МЕТАЛЛОВ НИЗКОЙ ЭНЕРГИИ НА ОСНОВЕ ПЛАЗМЫ
ВАКУУМНОЙ ДУГИ**

01.04.20 – физика пучков заряженных частиц и ускорительная техника

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Томск – 2019

Работа выполнена в научной лаборатории высокоинтенсивной имплантации ионов Исследовательской школы физики высокоэнергетических процессов Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ФГАОУ ВО НИ ТПУ)

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

Официальные
оппоненты:

Курзина Ирина Александровна
доктор физико-математических наук
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования «Национальный исследовательский
Томский государственный университет»,
профессор кафедры физической и коллоидной
химии

Семенов Александр Петрович
доктор технических наук, профессор
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт физического
материаловедения Сибирского отделения
Российской академии наук, заведующий
лабораторией физического материаловедения

Защита состоится «27» июня 2019 года в 16 часов 30 мин. на заседании диссертационного совета ДС.ТПУ.07 при ФГАОУ ВО НИ ТПУ по адресу: 634050, г. Томск, пр. Ленина 2, стр. 4, ауд. 326.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО НИ ТПУ по адресу: г. Томск, ул. Белинского 53 и на сайте: dis.tpu.ru

Автореферат разослан «15» мая 2019 г.

Ученый секретарь диссертационного совета



Иванова А.И.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Методы направленного изменения свойств материалов при использовании пучков заряженных частиц получили широкое практическое распространение как при решении научных, так и технологических задач. Одним из наиболее значимых и востребованных подходов является метод ионной имплантации, поскольку в процессе радиационного воздействия на исходный материал возможна не только модификация его структурно-фазовых свойств, но и существенное изменение элементного состава поверхностных и приповерхностных слоев.

Развитие метода ионной имплантации при модификации материалов различного функционального назначения привело к необходимости существенного увеличения доз ионного облучения и плотностей ионного тока по сравнению с ионной имплантацией в полупроводники. Один из методов формирования сильноточных пучков ионов металлов основан на их экстракции из плазмы вакуумно-дугового разряда и последующем ускорении. Плазма вакуумной дуги обладает рядом существенных преимуществ: высокая плотность ионного тока насыщения из плазмы, присутствие многозарядных ионов, наличие направленной скорости ионного потока. Однако существенный недостаток вакуумно-дугового разряда связан с одновременной эмиссией как плазмы, так и неионизированных частей катодного материала, находящихся в жидком или твердом состояниях. Наличие макрочастиц приводит к загрязнению поверхности имплантируемой мишени и требует использования специальных систем фильтрации, как правило, приводящих к уменьшению плотности ионного тока.

Использование ионного ускорителя на основе плазмы непрерывного вакуумно-дугового разряда позволило формировать пучки ионов металлов с плотностями ионного тока на уровне нескольких мА/см² с энергией ионов до 120 кэВ (с учетом зарядового состояния) и достигать флюенса ионного облучения порядка 10^{19} ион/см². Высокие плотности тока в совокупности с повышением флюенса облучения позволили продемонстрировать возможность формирования интерметаллидных систем Ti-Al, Ni-Al и Ni-Ti на глубинах, значительно превышающих проективный пробег ионов в среде, в том числе за счет диффузионного механизма массопереноса под действием ионного пучка высокой интенсивности [1, 2]. Существенного увеличения глубины модификации материалов при воздействии ионных пучков с плотностями тока порядка нескольких мА/см² удалось достичь и в случае использования ионов азота. Помимо формирования протяженных ионно-легированных слоев авторы работ показали [3, 4], что при сильноточной ионной имплантации энергия ионов не является ключевым фактором, определяющим глубину проникновения имплантируемой примеси, а повышенные плотности ионного тока приводили к значительной интенсификации диффузионных процессов.

В тоже время, несмотря на наблюдаемое увеличение глубины ионного легирования при высоких плотностях ионного тока и низких энергиях ионов в

пучке, оставалась неисследованной область плотностей ионного тока в диапазоне от десятков mA/cm^2 до нескольких A/cm^2 . Таким образом, актуальной представляется тема диссертационной работы, связанная с разработкой принципиально нового подхода к формированию очищенных от макрочастиц сильноточных пучков ионов металлов с плотностями тока, достигающими десятков-сотен mA/cm^2 , и исследованием некоторых закономерностей модификации элементного состава, микроструктуры и макроскопических свойств материалов при высокоинтенсивной имплантации.

Цель работы заключается в развитии метода плазменно-иммерсионного формирования высокоинтенсивных пучков ионов металлов с плотностями ионного тока, достигающими десятков-сотен mA/cm^2 , при ускоряющих напряжениях в несколько единиц кВ с использованием плазмы непрерывного вакуумно-дугового разряда, исследовании процессов транспортировки и фокусировки таких пучков в условиях динамической компенсации их пространственного заряда, а также исследовании воздействия таких пучков на элементный, структурно-фазовый состав и макроскопические свойства поверхностных и приповерхностных слоев различных материалов.

Научная новизна работы заключается в том, что впервые:

1. Сформулированы принципы плазменно-иммерсионного формирования высокоинтенсивных пучков ионов металлов низкой энергии на основе плазмы непрерывного вакуумно-дугового разряда. Определены основные закономерности формирования высокоинтенсивных ионных потоков, транспортировки и фокусировки пучков в зависимости от геометрии фокусирующей системы, условий нейтрализации их объемного заряда и параметров ускоряющего напряжения.

2. Показано, что совместное применение вакуумно-дугового источника с тангенциальным к поверхности катода магнитным полем, импульсно-периодических потенциалов смещения отрицательной полярности и оригинальной системы фильтрации микрокапельной фракции на основе дискового затеняющего электрода и свойств ионной оптики позволяет добиться полной очистки фокальной области высокоинтенсивного ионного пучка от макрочастиц вакуумно-дугового разряда.

3. Показано, что условия нейтрализации высокоинтенсивного пучка ионов металлов можно обеспечить за счет предварительной инжекции вакуумно-дуговой плазмы в пространство дрейфа или наработки пучковой плазмы в процессе ионизации остаточного газа ионами пучка в рабочей камере. Установлено, что при баллистической фокусировке ионных пучков в системе с малой кривизной фокусирующего электрода условия нейтрализации объемного заряда динамически изменяются как во времени, так и в пространстве.

4. Впервые показана возможность применения пучков ионов металлов с плотностью тока от 10 до $200 \text{ mA}/\text{cm}^2$ с энергией ионов в единицы кэВ для высокоинтенсивного ионного легирования металлов и сплавов. При облучении мишеней из никеля, титана и циркониевого сплава высокоинтенсивными пучками ионов алюминия и титана сформированы

протяженные ионно-легированные слои с толщинами от единиц до нескольких десятков мкм.

Научная и практическая значимость работы состоит в том, что:

1. Разработан метод генерации высокоинтенсивных пучков ионов металлов на основе плазмы вакуумной дуги, позволяющий при напряжениях на уровне единиц кВ формировать баллистически сфокусированные ионные пучки с током до 1.2 А и плотностью ионного тока до 390 мА/см².

2. Предложен эффективный способ очистки поверхности мишени от микрокапельной фракции вакуумной дуги при совместном применении вакуумно-дугового испарителя с тангенциальным магнитным полем напряженностью 150 Гс и коротко-импульсных высокочастотных отрицательных потенциалов смещения (7 мкс, 10⁵ имп/с, -2 кВ). Показана возможность полной очистки высокоинтенсивных, баллистически сфокусированных пучков ионов металлов низкой энергии при минимальных потерях ионного тока с использованием системы фильтрации типа «солнечное затмение».

3. Воздействие высокоинтенсивных пучков ионов металлов низкой энергии с плотностями ионного тока, достигающими десятков-сотен мА/см², приводит к формированию ионно-модифицированных слоев с толщинами, многократно превышающими проективный пробег ионов низкой энергии. На примере систем Ni-Al, Zr-Ti и Ti-Al показана возможность получения легированных слоев с толщиной, достигающей 6, 16 и 50 мкм, соответственно. Температурный режим облучения и плотность ионного тока существенно влияют на фазовый состав и формирование интерметаллидных систем или твердых растворов в ионно-модифицированных слоях.

Личный вклад автора состоит в проведении комплекса исследований по формированию, транспортировке и фокусировке высокоинтенсивных пучков ионов металлов низкой энергии в различных условиях нейтрализации их пространственного заряда, а также проведению исследований по формированию интерметаллидных слоев и изменению их макроскопических свойств. 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 соавторами, фамилии которых указаны в опубликованных по теме диссертации работах.

На защиту выносятся следующие **научные положения**:

1. Комбинация предварительной инжекции вакуумно-дуговой плазмы в эквипотенциальное пространство дрейфа с последующей плазменно-иммерсионной экстракцией ионов вблизи сеточного криволинейного потенциального электрода, транспортировкой и баллистической фокусировкой ионных потоков в сочетании с затеняющим электродом, препятствующим осаждению макрочастиц вакуумной дуги в область фокусировки ионного пучка, обеспечивает формирование высокоинтенсивных, очищенных от макрочастиц пучков ионов низкой энергии с плотностями тока в десятки-сотни мА/см². Например, в случае

алюминиевой вакуумно-дуговой плазмы при использовании сеточной системы экстракции с радиусом кривизны 7.5 см, плотности ионного тока насыщения из плазмы 5 мА/см², амплитуде ускоряющего напряжения 3 кВ, частоте следования импульсов 10⁵ имп/с и длительности импульса 4 мкс формируется пучок ионов с током 1.15 А и плотностью 390 мА/см².

2. Эффективность транспортировки высокоинтенсивного пучка ионов металлов низкой энергии в эквипотенциальном пространстве дрейфа при баллистической фокусировке определяется компенсацией его пространственного заряда холодными электронами плазмы и временем выхода плазменных ионов из объема пучка. Динамическая декомпенсация, связанная с постепенным уходом плазменных электронов из пучка в ускоряющий зазор, приводит к развитию неустойчивости, срыву транспортировки с образованием виртуального анода, как и в случае отсутствия предварительной инжекции плазмы, при этом вероятность такого срыва возрастает с увеличением длительности импульса и ионного тока в пучке. Например, при использовании сеточной системы экстракции с радиусом кривизны 13 см, амплитуде ускоряющего напряжения 1.5 кВ, частоте следования импульсов 10³ имп/с, длительности импульса 40 мкс и амплитуде ионного тока 1 А, вероятность срыва транспортировки пучка повышается по мере увеличения длительности импульса ионного тока от 15 до 40 мкс.

3. Возникающий в процессе баллистической фокусировки высокоинтенсивного пучка ионов металлов низкой энергии продольный градиент концентрации приводит к неравномерной компенсации пространственного заряда по длине пучка. Наличие области, в которой плотность пучка ионов многократно превосходит плотность предварительно инжектированной вакуумно-дуговой плазмы, обуславливает возникновение радиальных расталкивающих сил из-за недокомпенсации объемного заряда пучка, приводящих к изменению угла его сходимости, уширению и смещению максимума плотности ионного тока за геометрический фокус системы.

4. Высокоинтенсивная имплантация пучков ионов металлов с плотностями ионного тока в диапазоне десятков-сотен мА/см² обеспечивает возможность формирования ионно-модифицированных слоев с толщинами, на порядки превышающими проективный пробег ионов низкой энергии. На примере систем Ni-Al, Zr-Ti и Ti-Al показана возможность формирования интерметаллидных фаз и твердых растворов в ионно-легированных слоях на глубинах до 6, 16 и 50 мкм, соответственно.

Достоверность и обоснованность результатов работы подтверждается систематическим характером исследований, использованием независимых дублирующих экспериментальных методик, а также сравнением полученных результатов с результатами других исследователей как в нашей стране, так и за рубежом.

Апробация работы. Результаты работы докладывались и обсуждались на 19 и 20 Международных конференциях по модификации поверхности ионными пучками (Чиангмай, Таиланд, 2015, Лиссабон, Португалия, 2017),

7 Международной научно-практической конференции «Физико-технические проблемы в науке, промышленности и медицине» (Томск, 2015), 13-14 конференциях по модификации материалов пучками заряженных частиц и плазменными потоками (Томск, 2016, 2018), 12 Международной конференции по взаимодействию излучений с твердым телом (Минск, Беларусь, 2017), 22 Международной конференции по технологии ионной имплантации (Вюрцбург, Германия, 2018).

Публикации. По результатам исследований по теме диссертации опубликовано 24 печатные работы: 14 статей в рецензируемых изданиях, из которых 7 статей в журналах 1 и 2 квартилей; 10 публикаций в трудах международных конференций.

Структура и объем диссертации. Работа состоит из введения, четырех глав и заключения. Полный объем диссертации составляет 158 страниц, работа содержит 56 рисунков и 6 таблиц. Список цитируемой литературы включает 177 источников.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

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

В первой главе, на основе литературных данных, проведен обзор опубликованных работ и проанализировано современное состояние дел по формированию сильноточных пучков ионов, преимущественно на основе плазмы вакуумно-дугового разряда. Подробно рассмотрены процессы формирования плазменного потока и микрокапельной фракции катодным пятном вакуумно-дугового разряда. Рассмотрены методы очистки потока вакуумно-дуговой плазмы от макрочастиц как за счет использования электромагнитных систем фильтрации (плазменные фильтры), так и альтернативных подходов. Представлен обзор работ, посвященных разработке и исследованию источников сильноточных пучков ионов металлов и газов на основе импульсно-периодической и непрерывной вакуумной дуги, и газоразрядных систем. Рассмотрены особенности и некоторые закономерности пучковой и плазменно-иммерсионной имплантации проводящих материалов. В конце главы сформулированы выводы и задачи исследований.

Во второй главе описаны физические принципы плазменно-иммерсионного формирования высокоинтенсивных баллистически фокусируемых пучков ионов. Представлена экспериментальная установка и конструкция системы формирования таких пучков на основе плазмы непрерывного вакуумно-дугового разряда (рис. 1). Приведены параметры и характерные осциллограммы высокочастотных генераторов напряжения. Описан способ измерения тока пучка, а также метод контроля температуры мишени в процессе высокоинтенсивной имплантации.

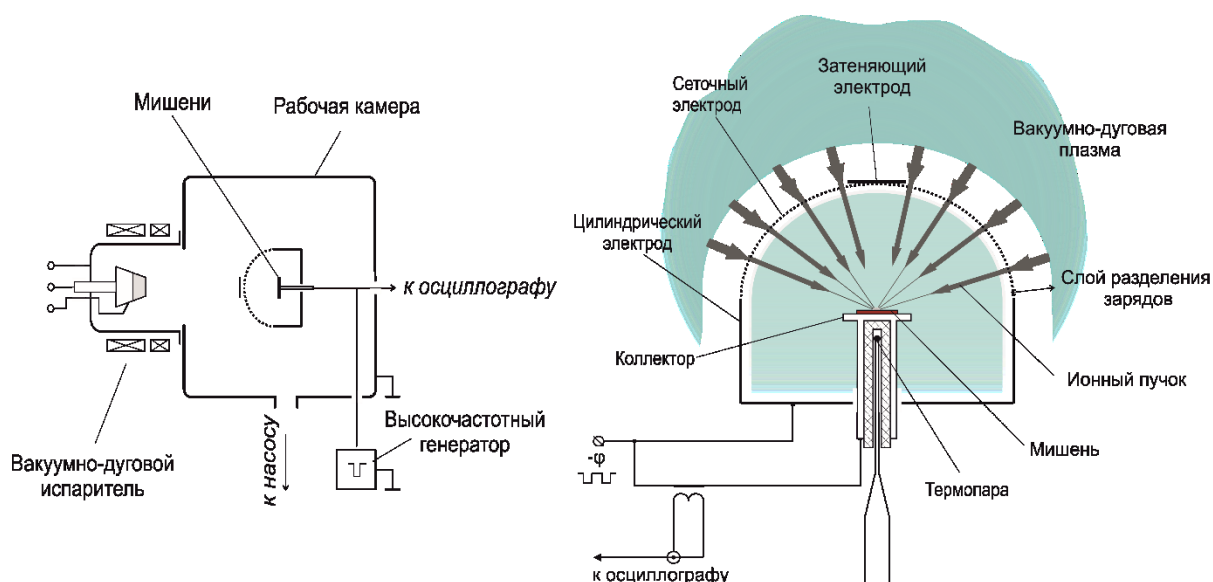


Рис. 1. Схема плазменно-иммерсионного формирования высокоинтенсивных пучков ионов металлов низкой энергии на основе плазмы вакуумно-дугового разряда

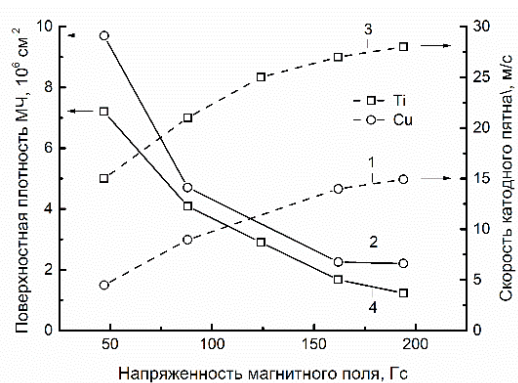


Рис. 2. Поверхностная плотность макрочастиц и скорость движения катодного пятна в зависимости от напряженности магнитного поля: 1 – скорость катодного пятна меди; 2 – плотность медных макрочастиц при осаждении покрытия (0,5 мин) при анодном потенциале; 3 – скорость катодного пятна титана; 4 – плотность титановых макрочастиц при осаждении покрытия (0,5 мин) при анодном потенциале

Представлены экспериментальные результаты исследования процессов комбинированного уменьшения микрокапельной фракции вакуумной дуги на поверхности мишени. Уменьшения как общего числа эмитированных с поверхности катода макрочастиц, так и их характерных размеров, удалось достичь при использовании вакуумно-дугового испарителя с тангенциальным к поверхности катода магнитным полем. Применение тангенциального магнитного поля приводит к существенному увеличению скорости перемещения катодного пятна по рабочей поверхности катода и 4-5-кратному уменьшению генерации макрочастиц (рис. 2). Показано, что приложение отрицательно-импульсно-периодического потенциала смещения (амплитуда 2 кВ, длительностью импульса смещения 7 мкс и частотой следования 10^5 имп/с) к мишени, погруженной в плазму вакуумно-дугового разряда, существенным образом влияет на процессы накопления макрочастиц на потенциальной поверхности. Так, в случае титановой плазмы и традиционного вакуумно-дугового испарителя общее число макрочастиц уменьшилось в 65 раз по сравнению с режимом осаждения титановой плазмы при потенциале близком к анодному. Уменьшение общего числа макрочастиц для источника с тангенциальным полем в аналогичном сравнении составило 260 раз. Задача полной очистки

ионного пучка от макрочастиц без существенного уменьшения плотности ионного тока была решена при использовании системы типа «солнечного затмения». Исследования показали, что применение системы фильтрации типа «солнечное затмение» обеспечивает практически полную очистку ионного потока в области его фокусировки от макрочастиц, а совместное использование дугового испарителя с тангенциальным магнитным полем, коротко-импульсных потенциалов смещения и свойств ионной оптики в совокупности с затеняющим электродом принципиально позволяет формировать баллистически сфокусированные пучки ионов металлов на основе плазмы вакуумно-дугового разряда, полностью очищенные от макрочастиц.

Экспериментально показано, что при фиксированной частоте следования импульсов потенциала смещения 10^5 имп/с существенное значение для эффективной транспортировки высокоинтенсивных пучков ионов металлов имеет длительность ускоряющего импульса. Так, при длительности импульса в диапазоне от 2 до 6 мкс и амплитуде потенциала смещения 3 кВ, амплитуда ионного тока в системе с радиусом кривизны 7.5 см максимальна и составляет 1.15 А. Драматическое изменение условий транспортировки ионного пучка происходит при длительности импульса потенциала смещения 8 мкс. В начале импульса амплитуда ионного тока не превышает 0.25 А. Амплитуда тока несколько возрастает со временем, достигая к концу импульса значения порядка 0.7 А, меньшего, чем при других длительностях потенциала смещения (рис. 3).

Одновременно с измерением ионного тока на коллектор проводились и измерения тока ионов на элементы системы формирования ионного пучка (рис. 4). Установлено, что при длительностях импульса смещения 4 и 6 мкс, амплитуда тока на электроды системы формирования в установившемся режиме примерно одинакова и составляет около 1 А. В тоже время, осциллограмма тока при длительности потенциала смещения 8 мкс демонстрирует, что ионный ток на систему

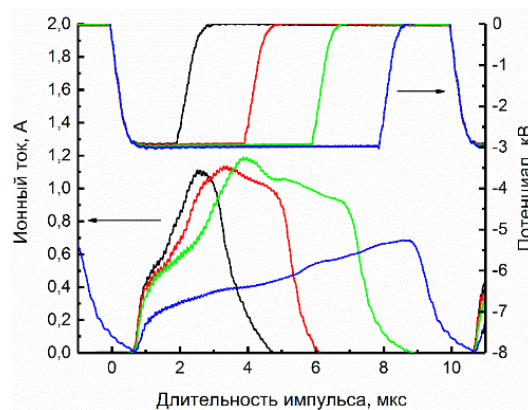


Рис. 3. Характерные осциллограммы ионного тока на коллектор и потенциала смещения при различных длительностях ускоряющего напряжения. Амплитуда потенциала смещения 3 кВ, частота следования 10^5 имп/с, расстояние от сетки до коллектора 7.5 см, диаметр коллектора 12 см

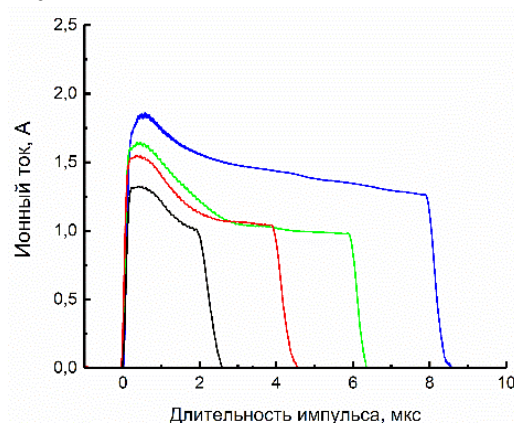


Рис. 4. Осциллограммы ионного тока на сеточный и цилиндрический электроды при длительностях ускоряющего напряжения 2, 4, 6 и 8 мкс, амплитуде потенциала смещения 3 кВ и фиксированной частоте следования импульсов 10^5 имп/с

формирования даже к концу импульса превосходит аналогичные значения для 4 и 6 мкс импульса на величину порядка 0.4 А. На такую же величину, согласно данным рис. 3, уменьшается и ионный ток на коллектор.

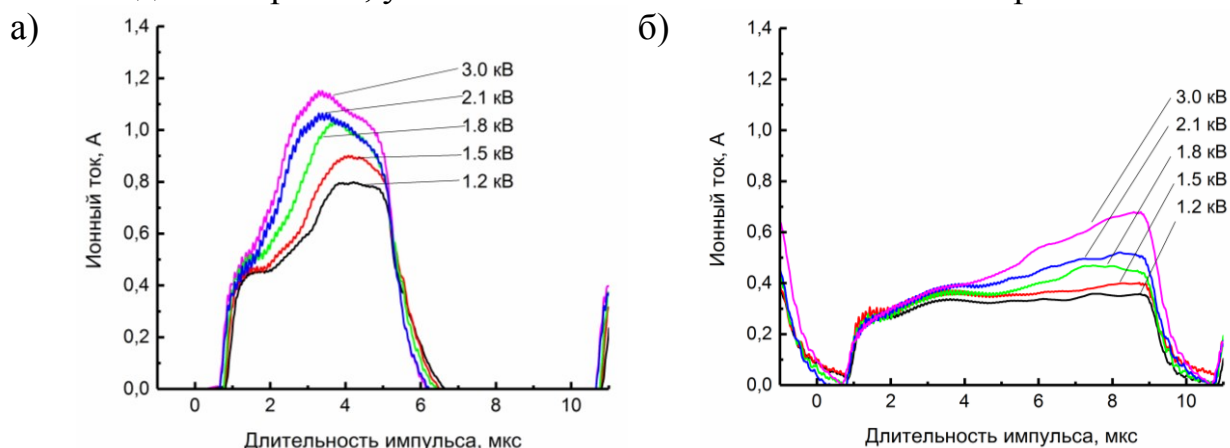


Рис. 5. Осциллограммы ионного тока при различных амплитудах ускоряющего напряжения. Частота следования импульсов 10^5 имп/с, расстояние от сетки до коллектора 7.5 см: а) длительность импульса 4 мкс; б) длительность импульса 8 мкс

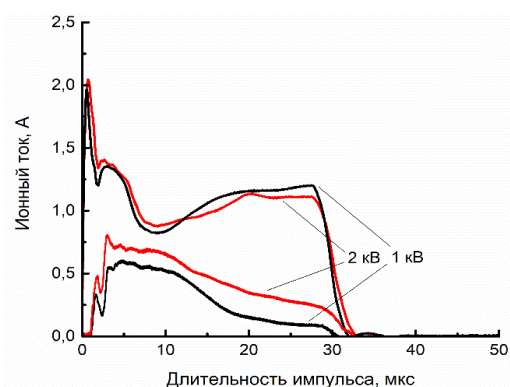


Рис. 6. Усредненные по 200 импульсам осциллограммы ионного тока на сеточный электрод и коллектор, установленный в фокальной плоскости системы (7.5 см) при различных амплитудах отрицательного потенциала смещения

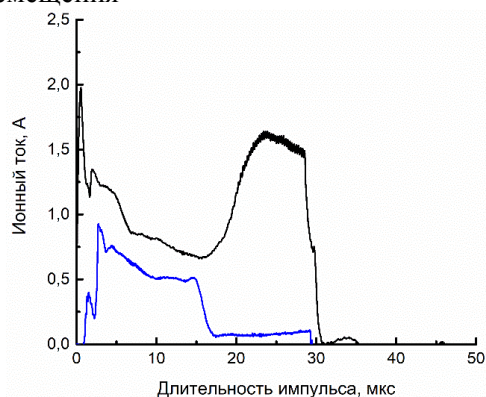


Рис. 7. Характерные осциллограммы ионного тока на коллектор и сеточный электрод при возникновении неустойчивости пучка ионов титана большой длительности. Амплитуда потенциала смещения 2 кВ

Эксперименты показали, что при плазменно-иммерсионном формировании высокоинтенсивных ионных потоков существенное значение имеет и амплитуда потенциала смещения (рис. 5). При увеличении ускоряющего напряжения в диапазоне от 1.2 до 1.8 кВ максимальная амплитуда ионного тока значительно возрастает от 0.75 до 1 А (рис. 5а). Одновременно с ростом амплитуды наблюдается так же и увеличение крутизны переднего фронта. Увеличение напряжения смещения, вплоть до 3 кВ, практически не оказывает влияния на амплитуду, однако сопровождается дальнейшим увеличением крутизны переднего фронта импульса и увеличением полного ионного тока. Подобная зависимость характерна для всех длительностей импульса смещения, кроме случая с длительностью импульса 8 мкс. В этом случае рост амплитуды ионного тока оказывается медленным и наблюдается во всем диапазоне ускоряющих напряжений (рис. 5б).

Существенного изменения условий транспортировки высокоинтенсивных

пучков металлических ионов низкой энергии, в частности ионов титана, удалось достичь при использовании генератора импульсов смещения с частотой следования 10^3 имп/с при длительности импульсов смещения в диапазоне от 10 до 40 мкс (рис. 6). Эксперимент показал, что в течение первых 10 мкс ток пучка стабилен. Однако по мере дальнейшего увеличения длительности импульса имеет место постепенное снижение его амплитуды. Анализ одиночных осциллограмм указывает на то, что при длительностях импульса более 10 мкс существует вероятность развития пучковой неустойчивости, при которой амплитуда ионного тока на коллектор резко снижается до некоторого предельного значения (рис. 7). В тоже время имеет место увеличение тока на сеточный электрод. По мере увеличения длительности импульса потенциала смещения возрастает вероятность срыва транспортировки ионного пучка. Напротив, увеличение ускоряющего напряжения приводит к уменьшению вероятности обрывов ионного тока на коллектор и увеличению числа импульсов с полной длительностью, определяемой длительностью импульса потенциала смещения.

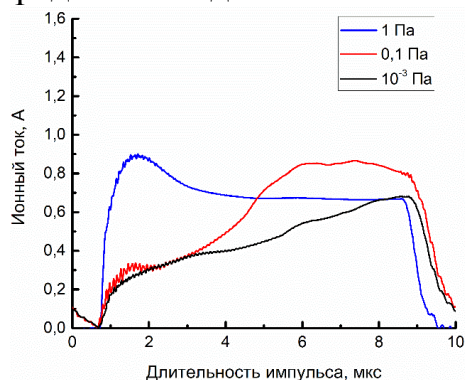


Рис. 8. Осциллограммы ионного тока коротко-импульсного пучка ионов алюминия на коллектор, установленный в фокальной плоскости системы (7.5 см) при различных давлениях аргона в рабочей камере. Амплитуда потенциала смещения 3 кВ, длительность импульса 8 мкс, частота следования импульсов 10^5 имп/с

способствует увеличению эффективности транспортировки высокоинтенсивных пучков, и предотвращает развитие пучковой неустойчивости, возникающей при длительностях импульса, превышающих 10-15 мкс.

Показано, что в отсутствие нейтрализации пространственного заряда высокоинтенсивных пучков их эффективная транспортировка невозможна, поскольку предельное провисание потенциала в пучке относительно системы при ускоряющих напряжениях в диапазоне от 1.2 до 3 кВ в условиях баллистической фокусировки будет достигнуто на расстояниях, существенно меньших длины их транспортировки. Предварительная инжекция вакуумно-дуговой плазмы создает условия для полной или частичной нейтрализации пространственного заряда пучков, однако существенное значение имеет амплитудно-частотные характеристики импульса ускоряющего потенциала. В

Представлены данные о влиянии давления остаточного газа на эффективность транспортировки коротко-импульсных и длинно-импульсных высокоинтенсивных пучков ионов низкой энергии. Как показали выполненные исследования, в случае коротко-импульсных пучков напуск аргона в рабочую камеру до давлений в диапазоне 0.1-1 Па приводит к существенному улучшению условий нейтрализации их пространственного заряда и повышению эффективности транспортировки через пространство дрейфа (рис. 8). В случае длинно-импульсных пучков ионов, например титана, напуск аргона так же

случае, если пауза между импульсами потенциала смещения будет меньшей, чем время необходимое для транспортировки вакуумно-дуговой плазмы до коллектора, между коллектором и границей плазмы образуется вакуумный зазор, в котором будут отсутствовать холодные плазменные электроны, что приведет к возникновению неустойчивостей, связанных с действием пространственного заряда. Таким образом, один из критериев эффективной транспортировки высокоинтенсивных пучков ионов металлов можно выразить как:

$$\left(\frac{1}{f} - \tau\right) v_{\text{пл}} \geq L \quad (1),$$

где f – частота следования импульсов, τ – длительность импульса, $v_{\text{пл}}$ – направленная скорость вакуумно-дуговой плазмы, L – длина транспортировки высокоинтенсивного ионного пучка.

Справедливость критерия (1) подтверждается в экспериментах по формированию как коротко-импульсных пучков ионов, так и длинно-импульсных. В первом случае, при транспортировке пучка ионов длительностью 8 мкс, время предварительной инжекции плазмы составляет всего 2 мкс, и плазма не полностью заполняет пространство дрейфа. В этом режиме имеет место существенное уменьшение ионного тока на коллектор, при одновременном росте тока на систему формирования пучков, что указывает на формирование потенциального барьера в пространстве дрейфа и отражение части ионов от него. Уменьшение частоты следования до 10^3 имп/с приводит к увеличению паузы между импульсами до 1 мс. В этом режиме пучок стабильно транспортируется до коллектора в течение первых 10-15 мкс. В тоже время, вероятность возникновения неустойчивости увеличивается с ростом длительности ионного тока. Предположительно, с увеличением длительности импульса напряжения смещения условия нейтрализации пространственного заряда ионов нарушаются. Механизм нарушения условий компенсации заключается в наличии канала ухода плазменных электронов в ускоряющий промежуток (слой высоковольтного разделения зарядов) через ячейки сетки. Уменьшение количества электронов в дрейфовом пространстве приводит к уменьшению степени нейтрализации ионного пучка и соответствующему увеличению его потенциала.

Возможным механизмом компенсации пространственного заряда высокоинтенсивного пучка ионов низкой энергии является так называемая автокомпенсация, возникающая при прохождении ионного пучка через дрейфовый объем, заполненный газом. Столкновения ионов пучка с атомами остаточного газа приводят к образованию пучковой плазмы, являющейся дополнительным источником электронов, компенсирующим не нейтрализованный пространственный заряд пучка аналогично ситуации с использованием предварительно инжектированной плазмы. Как показали экспериментальные исследования, наработка пучковой плазмы в пространстве дрейфа позволяет уменьшить влияние пространственного заряда при формировании как коротко-импульсных, так и длинно-импульсных пучков

ионов в независимости от изначального частичного дефицита электронов в дрейфовом пространстве.

Третья глава посвящена исследованию процессов баллистической фокусировки высокоинтенсивных пучков ионов металлов на основе плазмы вакуумной дуги и их динамике.

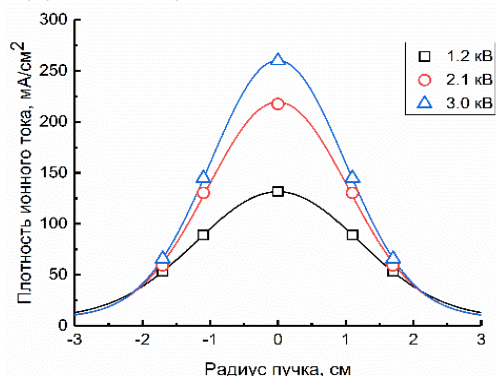


Рис. 9. Распределение плотности ионного тока алюминия по сечению пучка в геометрическом фокусе системы при различных потенциалах смещения и длительности импульса 4 мкс. Частота следования импульсов 10^5 имп/с

Описаны закономерности интегрального изменения плотности ионного тока по сечению высокоинтенсивного пучка ионов в зависимости от параметров импульсно-периодического потенциала смещения. Показано, что критическое значение для формирования баллистически сфокусированных пучков ионов имеет амплитуда ускоряющего потенциала (рис. 9). Так, увеличение амплитуды потенциала смещения в диапазоне от 1.2 до 3 кВ приводит к росту плотности ионного тока от 130 до 260 мА/см² при

соответствующем уменьшении его ширины на полувысоте до 2.3 см. Длительность импульса потенциала также влияет на распределение ионного тока по сечению пучка, что связано с различными условиями заполнения пространства дрейфа вакуумно-дуговой плазмой. Эксперимент показал, что максимум плотности ионного тока, например в системе с радиусом кривизны сеточного электрода 7.5 см, регистрируется не в фокальной плоскости системы, а на расстоянии 9.5 см и при длительности импульса 4 мкс и амплитуде потенциала 3 кВ составляет 390 мА/см² при ширине пучка на полувысоте 1.7 см.

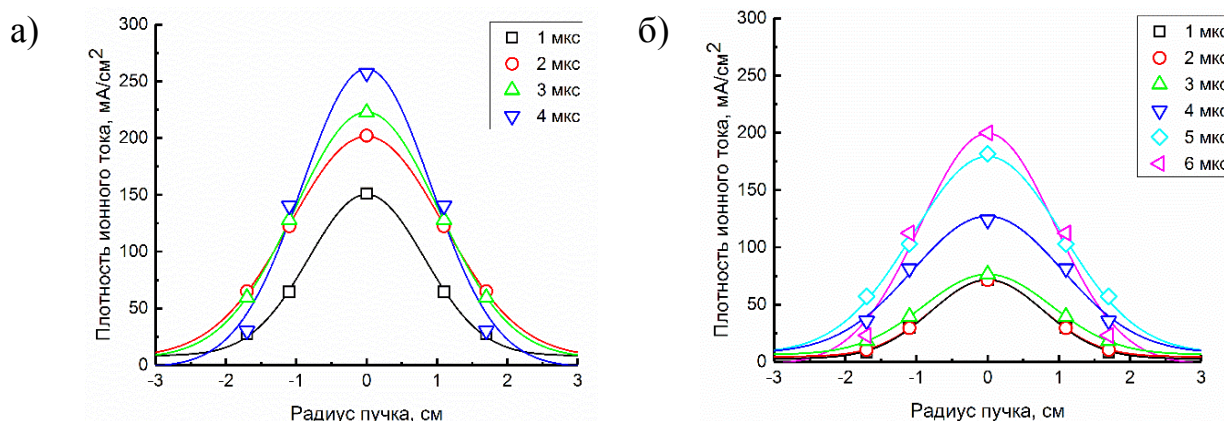


Рис. 10. Динамика изменения плотности ионного тока алюминия по сечению пучка в геометрическом фокусе системы с радиусом кривизны сеточного электрода 7.5 см в различные моменты длительности импульса ионного тока при амплитуде ускоряющего напряжения 3 кВ: а) 4 мкс; б) 6 мкс

Представлены данные об изменении плотности ионного тока высокоинтенсивного коротко-импульсного пучка ионов алюминия низкой энергии во времени. Показано, что динамика таких пучков имеет сложный характер, существенно зависящий от условий предварительной инжекции плазмы вакуумной дуги в пространство дрейфа. Так, при длительности импульса потенциала 4 мкс увеличение плотности ионного тока наблюдается в течение всей длительности импульса (рис. 10а), при этом его динамика в первые 2 мкс схожа с динамикой пучка, полученного при полной длительности импульса потенциала 2 мкс. Принципиально иная ситуация наблюдается при увеличении длительности импульса потенциала смещения до 6 мкс при соответствующем уменьшении времени предварительной инжекции плазмы до 4 мкс. Увеличение длительности импульса драматически влияет на динамику фокусировки высокоинтенсивного пучка ионов. Несмотря на то, что полный ток ионного пучка в этом режиме практически полностью совпадает с полным током пучка ионов, сформированным при длительности импульса 4 мкс, анализ экспериментальных данных (рис. 10б) указывает на тот факт, что в течение первых 3 мкс от начала действия отрицательного потенциала смещения максимум амплитуды плотности ионного тока не превышает 75 мА/см^2 . Рост максимальной плотности тока начинается после 4 мкс, увеличиваясь от 130 мА/см^2 и до 200 мА/см^2 к концу импульса потенциала. Еще более существенное изменение условий фокусировки происходит при увеличении длительности импульса потенциала смещения до 8 мкс. В этом режиме рост плотности ионного тока начинается после 6 мкс и не превышает 110 мА/см^2 к концу импульса.

Как следует из экспериментальных данных, напуск аргона в рабочую камеру приводит к радикальному изменению условия фокусировки высокоинтенсивных пучков ионов. Так, при длительности импульса потенциала 8 мкс и давлении 0.1 Па удается получить сфокусированный пучок ионов алюминия с плотностью ионного тока порядка 200 мА/см^2 к концу действия импульса (рис. 11а). Увеличение давления аргона до 1 Па приводит к еще большему изменению в условиях нейтрализации объемного заряда пучка (рис. 11б). Уже после 2 мкс от начала действия импульса потенциала

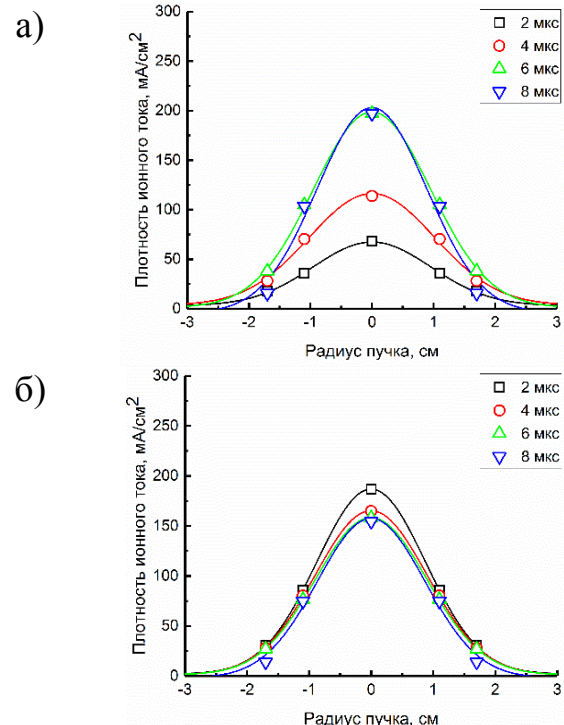


Рис. 11. Влияние давления аргона в рабочей камере на динамику изменения распределение плотности ионного тока алюминия по сечению пучка: а) 0.1 Па; б) 1 Па. Амплитуда потенциала 3 кВ, частота следования 10^5 имп/с, длительность импульса 8 мкс

смещения плотность ионного тока оказывается максимальной и равной 185 мА/см^2 . В данном случае увеличение давления на порядок приводит к существенному увеличению скорости компенсации пространственного заряда. В тоже время, наблюдается и незначительное снижение плотности ионного тока, которое можно объяснить увеличением числа ион-атомных столкновений, приводящих как к увеличению рассеяния низкоэнергетических ионов, так и возможным эффектам рекомбинации ионов при потере большей части их кинетической энергии.

Проведен анализ закономерностей баллистической фокусировки высокоинтенсивных пучков ионов металлов низкой энергии. Показано, что одна из причин отклонения траектории части ионов от баллистической связана с изменением условий нейтрализации в процессе фокусировки ионного пучка. Так, в соответствии с законом непрерывности, плотность ионов в пучке на входе в пространство дрейфа почти на порядок превышает плотность ионов в плазме. Однако по мере фокусировки плотность ионов в пучке возрастает:

$$n_i(z) = n_{i0} \left(\frac{R_0}{R(z)} \right)^2 \quad (2),$$

где n_{i0} – плотность ионов пучка после инжекции, R_0 – радиус кривизны сеточного электрода, $R(z)$ – расстояние до коллектора.

Равенство плотности ионов в пучке и плазме, например в системе с радиусом кривизны сеточного электрода 7.5 см , будет достигнуто на расстоянии немногим меньше 5 см от входа пучка в пространство дрейфа. Дальнейшая транспортировка пучка и его фокусировка будет сопровождаться возникновением дефицита электронов, необходимых для компенсации его объемного заряда, что и приводит к наблюдаемому экспериментально уширению пучка и смещению максимума плотности тока за фокальную плоскость системы. Кроме того, методами численного моделирования показано, что сложная динамика высокоинтенсивного пучка обусловлена как условиями предварительной инжекции плазмы, так и временем выхода плазменных ионов. Так, даже в случае полного заполнения пространства дрейфа плазмой, время выхода медленных плазменных ионов, препятствующих фокусировке пучка, может достигать нескольких мкс. В случае отсутствия или ограниченной инжекции плазмы результаты численного моделирования указывают на возможность существенного провисания потенциала в пучке, вплоть до образования виртуального анода.

Четвертая глава посвящена исследованию воздействия высокоинтенсивных пучков ионов металлов низкой энергии на элементный и структурно-фазовый составы поверхностных и приповерхностных слоев различных материалов, а также изменению их механических и трибологических свойств в зависимости от режимов высокоинтенсивной ионной имплантации.

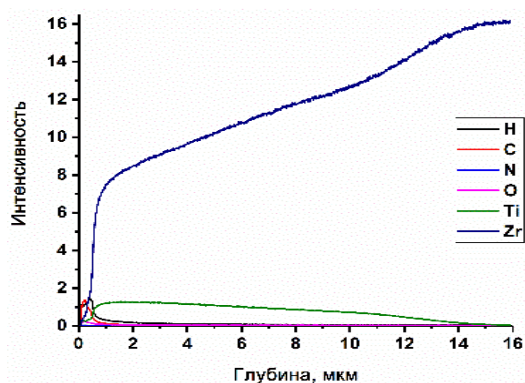


Рис. 12. Профиль распределения титана по глубине циркониевой мишени, полученный методом оптико-эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда. Максимальная плотность ионного тока 170 мА/см^2 , напряжение 1.5 кВ , длительность импульса 5 мкс при частоте следования 10^5 имп/с

Показана возможность практического применения высокоинтенсивных пучков ионов металлов низкой энергии при формировании протяженных ионно-легированных слоев с толщинами, многократно превышающими проективный пробег ионов с энергиями в диапазоне единиц кэВ. На примере систем Ni-Al, Zr-Ti (рис. 12) и Ti-Al показана возможность получения легированных слоев с толщиной, достигающей 3, 16 и 50 мкм после 1 часа облучения, соответственно. Продemonстрировано, что глубина проникновения примеси и поверхностная

концентрация неоднородны по сечению мишени вследствие неоднородности плотности ионного тока, фокусируемого высокоинтенсивного пучка ионов. Характерно, что при плотностях ионного тока в диапазоне от 100 до 200 мА/см^2 максимальная глубина проникновения примеси наблюдалась в области максимума ионного тока.

Исследовано изменение морфологии поверхности и микроструктуры титана, никеля, циркония в процессе высокоинтенсивной имплантации ионов низкой энергии. Показано, что воздействие высокоинтенсивного пучка ионов сопровождается значительным распылением облучаемой поверхности и в зависимости от флюенса, энергии ионов и материала подложки скорость поверхностного распыления может достигать десятков-сотен мкм/час. Еще одна особенность, сопровождающая воздействие высокоинтенсивных пучков ионов металлов, заключается в существенном изменении микроструктуры облучаемого материала.

Рентгеноструктурный анализ показал, что в зависимости от режима ионной имплантации, в случае системы Zr-Ti, формируются интерметаллидные фазы типа $\text{Zr}_{0.5}\text{Ti}_{0.5}$ и $\text{Zr}_{0.7}\text{Ti}_{0.3}$, при этом объемное содержание данных фаз может достигать 70 %. В случае системы Ti-Al отмечается формирование интерметаллидной фазы Ti_3Al со структурой D0_{19} . Анализ фазовой структуры никелевых образцов после высокоинтенсивной имплантации ионами алюминия низкой энергии так же выявил существенное изменение фазового состава имплантированных образцов. В поверхностных слоях наблюдается формирование интерметаллидной фазы Ni_3Al , а её объемное содержание достигает 20 %. Стоит отметить, что фазовый состав мишени практически не зависит от флюенса облучения, а увеличение времени обработки приводит лишь к некоторому увеличению размеров зерна.

Проведено исследование структурно-фазовой и элементной композиции интерметаллидной системы Ti-Al методом просвечивающей электронной микроскопии. Результаты проведенных исследований подтвердили

формирование интерметаллидной фазы α_2 -Ti₃Al и легирования титанового образца ионами алюминия на глубину до 50 мкм при поверхностной концентрации алюминия до 23.4 ат. %. Анализ микродифракционных картин позволил установить, что для интерметаллидной фазы α_2 -Ti₃Al характерны следующие оси ориентации: $\bar{2}14$, 012, 122, $3\bar{1}0$. Как видно из светлопольного изображения, представленного на рис. 13, зерна интерметаллидной фазы α_2 -Ti₃Al, сформированные в ходе имплантации титана ионами алюминия, имеют несколько вытянутую форму, а их размер составляет порядка 10 мкм. Анализ ионно-легированного слоя титана выявил наличие интерметаллидной фазы в данной области на глубинах, превышающих 30 мкм.

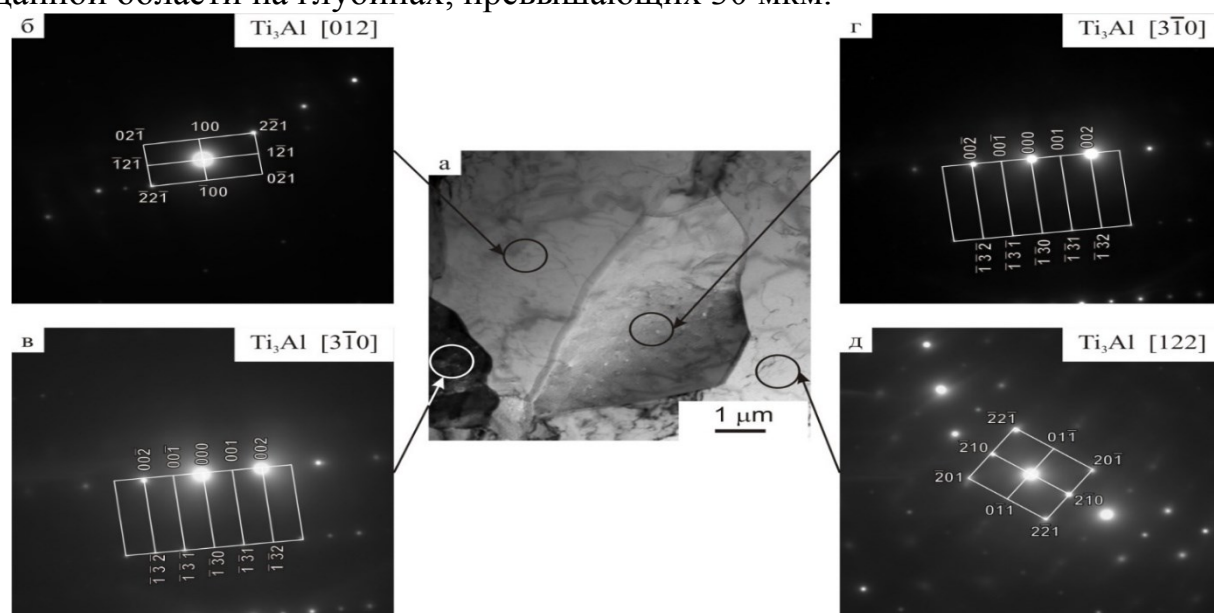


Рис. 13. Электронно-микроскопические изображения ионно-легированного слоя титана (на глубине $\approx$ 10 мкм), имплантированного ионами алюминия при 700 °С: а) светлопольное изображение; б, в, г, д) микродифракционные картины и схемы их индирования. Стрелками указаны участки образца, с которых получены соответствующие микродифракционные картины

Представлены результаты измерения механических и эксплуатационных характеристик образцов, имплантированных низкоэнергетичными ионами металлов на примере системы Zr-Ti. Для анализа механических свойств модифицированного слоя были проведены измерения твердости и модуля Юнга. Средние значения твердости имплантированных титаном образцов увеличиваются в 2-3 раза по сравнению со значениями твердости исходного циркониевого сплава (2.5-3 ГПа). Также наблюдается тенденция увеличения твердости модифицированного слоя с увеличением дозы имплантированного титана. Значения модуля Юнга имплантированных титаном образцов имеют достаточно большой разброс, однако с учетом погрешности измерения находятся на уровне значений для исходного циркониевого сплава 130 ± 30 ГПа. Кроме того, результаты проведенных измерений свидетельствуют об увеличении износостойкости ионно-модифицированных образцов на 22-40 %.

В заключении изложены основные результаты работы, состоящие в следующем:

1. При использовании плазменно-иммерсионной экстракции ионов вблизи криволинейного сеточного электрода с радиусом кривизны 7.5 см, плотности ионного тока насыщения из плазмы 5 мА/см², амплитуде ускоряющего напряжения 3 кВ, частоте следования импульсов 10⁵ имп/с и длительности импульса 4 мкс, в случае алюминиевой вакуумно-дуговой плазмы формируется пучок ионов с током 1.15 А и плотностью 390 мА/см². Совместное применение вакуумно-дугового источника с тангенциальным к поверхности катода магнитным полем, импульсно-периодических потенциалов смещения отрицательной полярности и оригинальной системы фильтрации микрокапельной фракции на основе дискового затеняющего электрода и свойств ионной оптики позволяет добиться полной очистки фокальной области высокоинтенсивного ионного пучка от макрочастиц вакуумно-дугового разряда.

2. При формировании высокоинтенсивных пучков ионов важное значение имеет время предварительной инжекции плазмы. В случае неполного заполнения пространства дрейфа пучка вакуумно-дуговой плазмой возникает существенное провисание потенциала, вплоть до образования виртуального анода с отражением части ионов в сторону экстрагирующего электрода. Установлено, что даже в случае обеспечения полного предварительного заполнения пространства дрейфа вакуумно-дуговой плазмой, при формировании длинно-импульсных пучков ионов металлов возникают неустойчивости, приводящие к срыву транспортировки ионного тока. Вероятность возникновения таких неустойчивостей повышается при увеличении длительности импульса потенциала смещения.

3. Действие пространственного заряда препятствует идеальной баллистической фокусировке в фокальной области, соответствующей радиусу кривизны экстрагирующего электрода, и приводит к смещению максимума плотности ионного тока за фокальную плоскость. Так, при амплитуде потенциала смещения 3 кВ и длительности ускоряющего потенциала 4 мкс, в системе с радиусом кривизны сеточного электрода 7.5 см, максимальная плотность ионного тока достигает величины 390 мА/см² на расстоянии 9.5 см от входа в пространство дрейфа при полном токе 1.15 А.

4. Напуск инертного газа (аргона) в рабочую камеру приводит к увеличению эффективности нейтрализации пространственного заряда ионного пучка, даже в условиях недостаточного предварительного заполнения пространства дрейфа вакуумно-дуговой плазмой, и позволяет получать сфокусированные пучки ионов металлов с плотностями ионного тока, достигающими нескольких сотен мА/см² при напряжении 3 кВ и длительности импульса потенциала смещения 8 мкс, при фиксированной частоте следования 10⁵ имп/с.

5. Воздействие высокоинтенсивных пучков ионов металлов низкой энергии с плотностями ионного тока, достигающими десятков-сотен мА/см², приводит к формированию ионно-модифицированных слоев с толщинами, многократно превышающими проективный пробег ионов низкой энергии. На примере систем Ni-Al, Zr-Ti и Ti-Al показана возможность получения

легированных слоев с толщиной, достигающей 6, 16 и 50 мкм, соответственно. Высокоинтенсивная имплантация ионов позволяет существенно улучшить эксплуатационные и механические свойства образцов. На примере системы Zr-Ti показана возможность увеличения твердости поверхностных слоев в 2-3 раза и износостойкости на 22-40 % в зависимости от режима имплантации.

6. Воздействие высокоинтенсивных пучков ионов металлов низкой энергии приводит к образованию в поверхностных и приповерхностных слоях материалов интерметаллидных фаз различной стехиометрии. На примере интерметаллидной системы Ti-Al, методами просвечивающей электронной микроскопии, продемонстрировано формирование интерметаллидных фаз на глубинах в десятки мкм.

СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kurzina I. A., Kozlov E. V., Sharkeev Yu. P., Ryabchikov A. I., Stepanov I. B., Bozhko I. A., Kalashnikov M. P., Sivin D. O., Fortuna S. V. Influence of ion implantation on nanoscale intermetallic-phase formation in Ti-Al, Ni-Al and Ni-Ti systems // *Surface and Coatings Technology*. – 2007. – V. 201. – P. 8463–8468.

2. Kozlov E. V., Ryabchikov A. I., Sharkeev Yu. P., Stepanov I. B., Fortuna S. V., Sivin D. O., Kurzina I. A., Prokopova T. S., Mel'nik I. A. Formation of intermetallic layers at high intensity ion implantation // *Surface and Coatings Technology*. – 2002. – V. 158–159. – P. 343–348.

3. Wei R. Low energy, high current density ion implantation of materials at elevated temperatures for tribological applications // *Surface and Coatings Technology*. – 1996. – V. 83. – P. 218–227.

4. Гаврилов Н. В., Меньшаков А. И. Влияние параметров электронного пучка и ионного потока на скорость плазменного азотирования аустенитной нержавеющей стали // *ЖТФ*. – 2012. – Т. 82, №3. – С. 88–93.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Ryabchikov A.I., Shevelev A.E., Sivin D.O., Ivanova A.I., Medvedev V.N. Low energy, high intensity metal ion implantation method for deep dopant containing layer formation // *Surface and Coatings Technology*. – 2018. – V. 355. – P. 123–128.

2. Ryabchikov A.I., Ananin P.S., Shevelev A.E., Dektyarev S.V., Sivin D.O., Ivanova A.I. Joint influence of steered vacuum arc and negative repetitively pulsed bias on titanium macroparticles suppression // *Surface and Coatings Technology*. – 2018. – V. 355. – P. 240–246.

3. Ryabchikov A.I., Sivin D.O., Shevelev A.E., Ananyin P.S. Regularities of Plasma-Immersion Formation of Long-Pulse High-Intensity Titanium Ion Beams // *Russian Physics Journal*. – 2018. – V. 61 (7). – P. 1338-1346.

4. Ryabchikov A.I., Shevelev A.E., Anan'in P.S., Sivin D.O. Generation of High-Intensity Aluminum-Ion Beams at Low Energy // *Technical Physics*. – 2018. – V. 63 (10). – P. 1516-1524.
5. Ryabchikov A.I., Shevelev A.E., Sivin D.O., Koval T.V., An T.M.K. High intensity, macroparticle-free, aluminum ion beam formation // *Journal of Applied Physics*. – 2018. – V. 123 (23). – 233301.
6. Ryabchikov A.I., Kashkarov E.B., Pushilina N.S., Syrtanov M.S., Shevelev A.E., Korneva O.S., Sutygina A.N., Lider A.M. High-intensity low energy titanium ion implantation into zirconium alloy // *Applied Surface Science*. – 2018. – V. 439. – P. 106-112.
7. Рябчиков А.И., Сивин Д.О., Шевелев А.Э., Ананьин П.С. Закономерности плазменно-иммерсионного формирования длинно-импульсных высокоинтенсивных пучков ионов титана // *Известия высших учебных заведений. Физика*. – 2018. – Т. 61, № 7. – С. 139-146.
8. Рябчиков А.И., Шевелев А.Э., Ананьин П.С., Сивин Д.О. Формирование высокоинтенсивных пучков ионов алюминия низкой энергии // *Журнал технической физики*. – 2018. – Т. 88, № 10. – С. 1564-1572.
9. Ryabchikov A.I., Ananin P.S., Dektyarev S.V., Sivin D.O., Shevelev A.E. High intensity metal ion beam generation // *Vacuum*. – 2017. – V. 143. – P. 447.
10. Рябчиков А.И., Ананьин П.С., Дектярев С.В., Сивин Д.О., Шевелев А.Э. Плазменно-иммерсионное формирование высокоинтенсивных ионных пучков // *Письма в Журнал технической физики*. – 2017. – Т. 43, № 23. – С. 3–10.
11. Ryabchikov A.I., Anan'in P.S., Dektyarev S.V., Sivin D.O., Shevelev A.E. Plasma-immersion formation of high-intensity ion beams // *Technical Physics Letters*. – 2017. – V. 43, № 12. – P. 1051-1053.
12. Stepanov I.B., Ryabchikov A.I., Ananin P.S., Sivin D.O., Shevelev A.E., Zhelomsky S.G. Tangential cathode magnetic field and substrate bias influence on copper vacuum arc macroparticle content decreasing // *Surface and Coatings Technology*. – 2016. – V. 306, Part A. – P. 21–24.
13. Рябчиков А.И., Ананьин П.С., Шевелев А.Э. Применение тангенциального магнитного поля и импульсно-периодического потенциала смещения для подавления медных макрочастиц вакуумной дуги // *Известия высших учебных заведений. Физика*. – 2016. – Т. 59, № 6. – С. 125-130.
14. Ryabchikov A.I., Ananin P.S., Sivin D.O., Dektyarev S.V., Bumagina A.I., Shevelev A.E., Andriyashin D.A. Influence of negative bias pulse parameters on accumulation of macroparticles on the substrate immersed in titanium vacuum arc plasma // *Surface and Coatings Technology*. – 2016. – V. 306. – P. 251–256.