УДК 537.533

На правах рукописи

Rep

Юшков Юрий Георгиевич

# ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЕ НАНЕСЕНИЕ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ ФОРВАКУУМНЫМИ ПЛАЗМЕННЫМИ ИСТОЧНИКАМИ

01.04.04 – Физическая электроника

АВТОРЕФЕРАТ диссертации на соискание ученой степени доктора технических наук

Томск – 2020

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники» (ТУСУР)

Научный Окс Ефим Михайлович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой физики Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники», г. Томск

Официальные оппоненты: Бурдаков Александр Владимирович, доктор физикоматематических наук, профессор, советник дирекции Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, г. Новосибирск Гаврилов Николай Васильевич, доктор технических наук, член-корреспондент РАН, главный научный сотрудник лаборатории пучков частиц Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт электрофизики УрО РАН, г. Екатеринбург Ремнер Генираций Ефимории, доктор технических наук, про

Ремнев Геннадий Ефимович, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией импульсно-пучковых, электроразрядных и плазменных технологий Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», г. Томск

Ведущая Научно-исследовательский институт электрофизической аппаорганизация ратуры им. Д.В. Ефремова (АО «НИИЭФА), г. Санкт-Петербург.

Защита состоится 31 марта 2021 г. в 15 час. 30 мин. на заседании диссертационного совета Д 212.268.04, созданного на базе в Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники по адресу: 634050, г. Томск, пр. Ленина, 40, ауд. 201.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке по адресу: 634045, г. Томск, ул. Красноармейская, 146 и на сайте ТУСУРа: https://postgraduate.tusur.ru/urls/ffpv37aw

Автореферат разослан « \_\_\_\_ » января 2021 г.

Ученый секретарь диссертационного совета д-р техн. наук, профессор

fo Ally ever

Акулиничев Ю.П.

# ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

#### Актуальность темы исследования

Актуальность темы настоящей диссертационной работы определяется практической значимостью технологий модификации поверхностей деталей и устройств, функционирующих в условиях интенсивных механических, тепловых и коррозионных воздействий. Это, в свою очередь, стимулирует проведение комплексных научных исследований, направленных на разработку оборудования для создания функциональных, защитных и декоративных покрытий, изучение процессов их получения, свойств и характеристик. В настоящее время работы в этой области интенсивно ведутся как в отечественных научных организациях, так и за рубежом.

Среди различных покрытий особое место занимают покрытия на основе твердотельных соединений: оксидов, нитридов или боридов. Они, как правило, имеют высокую твердость, температурную и коррозионную стойкость и, в большинстве случаев, обладают высокими диэлектрическими свойствами. Для широкого применения в современной промышленности желательно, чтобы покрытия одновременно сочетали в себе эти свойства при относительно невысоких затратах на их получение.

Оксид алюминия – химически инертный, коррозионно-стойкий материал с невысокой, относительно других керамик, стоимостью. Его твердость (15–20 ГПа) соответствует твердым сплавам, а удельное сопротивление (10<sup>14</sup> Ом·см) – лучшим электроизоляционным материалам. Он пригоден для эксплуатации при температуре вплоть до 1500 °C. Именно поэтому покрытия на основе оксида алюминия нашли широкое применение в современном приборо- и машиностроении.

Значительный интерес представляют покрытия на основе соединений бора – нитрид бора и бориды металлов. Такие соединения обладают химической и температурной стойкостью, а также высокой твердостью. Твердость кубического нитрида бора превосходит твердость алмаза, а температура, при которой он начинает разлагаться, в 2 раза выше, чем у алмаза. В настоящий момент для создания борсодержащих слоев на поверхности наиболее широко применяется технология вжигания в нее обмазок или более современная технология с использованием летучих, но, как правило, ядовитых соединений бора.

Создание на поверхности металлических изделий нитридных покрытий и слоев обеспечивает существенное повышение их эксплуатационных характеристик. В современной промышленности одним из наиболее хорошо отработанных методов упрочнения поверхности деталей и механизмов является технология азотирования. При азотировании в поверхностном слое металлических деталей образуются нитриды металлов. Как правило, они являются твердыми (например, твердость нитрида титана порядка 20 ГПа), тугоплавкими, устойчивыми к высоким температурам и коррозии соединениями, поэтому такие покрытия находят широкое применение в машиностроении, энергетике и химической промышленности, а также в космической и специальной технике. В последние десятилетия происходит замена устаревшей технологии атмосферного

и жидкостного азотирования на более перспективную ионно-плазменную технологию в разрядах низкого давления, имеющую большие скорости обработки, а также более высокие показатели эффективности и экономичности.

Пучково-плазменные методы создания многофункциональных покрытий в вакууме или разреженном газе, такие как магнетронное распыление, нанесение покрытий на основе плазмы вакуумной дуги, плазмохимические методы и ряд других, находят применение для решения практических задач. В широкой номенклатуре пучково-плазменных технологий создания покрытий, метод электронно-лучевого испарения обладает более высокими скоростями нанесения и соответственно более высокой производительностью технологического процесса. Применение электронно-лучевого испарения для создания диэлектрических покрытий затруднено процессами зарядки поверхности испаряемой электронным пучком диэлектрической мишени. Для нейтрализации зарядки необходимо, по крайней мере, на начальном этапе технологического процесса использовать специальные методы и подходы. Но это усложняет технологическое оборудование, делает процесс менее управляемым и снижает его эффективность.

Форвакуумные плазменные электронные источники на основе разрядов с холодным катодом, обеспечивающие генерацию электронных пучков в области повышенных давлений форвакуумного диапазона (1–100 Па), являются эффективным инструментом для осуществления различных технологических процессов электронно-лучевой модификации материалов. Они обладают всеми известными преимуществами традиционных плазменных источников электронов: высокой плотностью тока, надежностью, не критичны к тяжелым вакуумным условиям и наличию активных газов. Образующаяся при повышенных давлениях форвакуумного диапазона в области транспортировки электронного пучка плазма эффективно нейтрализует зарядку электронным пучком поверхности диэлектрической мишени. Это открывает принципиальную возможность использования форвакуумных плазменных источников электронов для электронно-лучевого испарения диэлектрических мишеней и создания соответствующих покрытий. Кроме этого, создаваемая в форвакуумной области давлений пучковая плазма может быть использована для ионно-плазменной модификации поверхности различных материалов.

#### Цели и задачи диссертационной работы

Цель работы заключалась в комплексном изучении процессов создания защитных и функциональных оксидных, боридных и нитридных покрытий при электронно-лучевом испарении мишеней из материалов, обладающих низкой электрической проводимостью, с использованием форвакуумных плазменных источников электронов, а также в сочетании электронно-лучевого воздействия с процессами ионного-плазменного синтеза.

Для достижения цели были решены следующие задачи:

– для форвакуумных плазменных источников электронов были определены оптимальные параметры электронных пучков и пучковой плазмы, обеспечивающие наибольшую эффективность процессов электронно-лучевого синтеза многофункциональных оксидных, боридных и нитридных покрытий при электронно-лучевом испарении мишеней из материалов с низкой электрической проводимостью;

 – разработано и модифицировано диагностическое оборудование для исследования масс-зарядового состава плазмы, генерируемой электронным пучком в форвакуумной области давлений, в условиях электронно-лучевого синтеза диэлектрических покрытий;

– отлажены методики измерений параметров покрытий и контроля процессов их нанесения при электронно-лучевом испарении диэлектриков;

– детально изучены физические процессы электронно-лучевого синтеза многофункциональных оксидных, боридных и нитридных покрытий, их структура, параметры, характеристики и свойства;

 продемонстрировано улучшение механических, коррозионных, тепловых и электроизоляционных свойств синтезированных покрытий на поверхности широкой номенклатуры материалов, выработаны предложения по возможному использованию полученных покрытий для решения актуальных практических задач.

# Научная новизна

1. Определены основные физические механизмы, обусловливающие процессы генерации пучковой плазмы форвакуумными плазменными источниками непрерывных электронных пучков, а также нейтрализацию отрицательного заряда, вносимого ускоренными электронами на поверхность испаряемой диэлектрической мишени, что обеспечило возможность её эффективного электроннолучевого испарения, создания плазмы или нагрева поверхности при осуществлении электронно-лучевого азотирования.

2. Для источников электронов с плазменным катодом, функционирующих в форвакуумной области давлений, выявлены особенности процессов электронно-лучевого синтеза диэлектрических покрытий, а также электронно-лучевого азотирования.

3. Определены и реализованы условия, обеспечивающие эффективное нанесение оксидных, боридных и нитридных покрытий с наилучшими функциональными свойствами и характеристиками для их практического применения в технологиях модификации поверхности различных материалов, подверженной интенсивным механическим, тепловым и коррозионным воздействиям.

# Научная и практическая значимость работы

1. Решена крупная научно-техническая задача, заключающаяся в разработке с использованием форвакуумных плазменных источников электронов научных основ технологии электронно-лучевого синтеза многофункциональных покрытий на основе твердых соединений оксидов, боридов и нитридов, имеющих высокие эксплуатационные параметры, характеристики и свойства.

2. Результаты проведенных исследований вносят существенный вклад в понимание физических процессов генерации в форвакуумной области давлений пучковой плазмы, формирования в этой области давлений потоков заряженных частиц и нейтралов при осуществлении электронно-лучевого синтеза диэлек-

трических покрытий, а также при электронно-лучевом азотировании поверхности.

3. Существенно расширены возможности нанесения покрытий методом электронно-лучевого испарения за счет включения в номенклатуру испаряемых мишеней диэлектрических материалов, в том числе и высокотемпературных керамик.

4. Полученные результаты могут быть использованы для решения широкого круга задач науки и практики при нанесении функциональных покрытий твердотельных соединений типа карбидов, силицидов, теллуридов и др.

# Методология и методы исследования

Принципиальным отличием диссертационной работы, обусловливающим ее оригинальность и новизну, является использование для реализации целей и задач исследования уникального оборудования – форвакуумных плазменных источников электронов, обеспечивающих возможность непосредственного электронно-лучевого испарения диэлектрических материалов и создания таким образом оксидных, боридных и нитридных покрытий. В процессе выполнения диссертационной работы создано диагностическое оборудование для исследования масс-зарядового состава плазмы, генерируемой электронным пучком в форвакуумной области давления. Использованы также известные и апробированные экспериментальные методики и оборудование для исследования характеристик газового разряда, плазмы и пучков заряженных частиц, модифицированные для условий электронно-лучевого синтеза диэлектрических покрытий. Для моделирования основных физических процессов генерации плазмы и формирования электронных пучков применялись численные методы.

# Положения, выносимые на защиту

1. Нанесение многофункциональных покрытий методом электроннолучевого испарения твердотельных диэлектрических материалов эффективно реализуется с использованием форвакуумных плазменных источников электронов в диапазоне давлений 1–10 Па. При этом оптимальная для данного процесса плотность мощности электронного пучка составляет в зависимости от испаряемого материала 1–30 кВт/см<sup>2</sup>. Увеличение плотности мощности электронного пучка выше оптимальных значений приводит к взрывному вскипанию материала мишени и загрязнению потока испаряемого материала капельной фракцией, а снижение плотности мощности уменьшает скорость процесса.

2. При электронно-лучевом испарении диэлектрических материалов в условиях интенсивного запыления диагностического оборудования измерение масс-зарядового состава генерируемой в этих условиях плазмы может быть обеспечено использованием обращенного времяпролетного масс-спектрометра, особенностью которого является отбор и ускорение ионов из находящейся под потенциалом, близким к потенциалу земли, плазмы, а также масс-спектрометра, созданного в результате модернизации квадрупольного анализатора остаточной газовой атмосферы, в котором ионизатор газа заменен на трехэлектродную ионно-оптическую систему отбора и формирования ионного потока из плазмы.

При этом обращенный времяпролетный масс-спектрометр целесообразно использовать в качестве обзорного для мониторинга всех масс-зарядовых ионных компонентов плазмы, а квадрупольный анализатор – для детального измерения содержания в плазме ионов требуемых элементов и их изотопов.

3. При электронно-лучевом нагреве поверхности диэлектрических материалов в форвакуумной области давлений на начальном этапе роста температуры теплоотвод за счет теплопроводности рабочего газа преобладает над тепловым излучением поверхности диэлектрика, что дает возможность управлять процессом нагрева поверхности путем изменения давления и рода газа. При достижении температуры поверхности, близкой к температуре плавления керамики, влияние теплопроводности газа становится несущественным по сравнению с потерями на излучение. При оптимальной для керамик на основе оксида алюминия плотности мощности электронного пучка 1–10 кВт/см<sup>2</sup> наибольшая скорость электронно-лучевого испарения составляет 5 г/ч.

4. При электронно-лучевом испарении металлической мишени в форвакуумном диапазоне давлений в области транспортировки электронного пучка генерируется многокомпонентная плазма, включающая ионы рабочего газа, ионы остаточной газовой атмосферы, а также ионы испаряемого металла. Концентрация пучковой плазмы пропорционально возрастает с повышением давления рабочего газа, а также с увеличением тока и энергии электронного пучка. При этом долевое содержание газовых ионов в плазме определяется давлением и родом используемого рабочего газа, а фракция компонента ионов металла – параметрами электронного пучка. Зависимость температуры электронов с повышением доли металлического компонента ионов в пучковой плазме имеет немонотонный характер. Такая зависимость может быть связана, с одной стороны, с повышением энерговклада электронного пучка в плазму, с другой – со снижением потерь на ионизацию из-за присутствия атомов металла с более низким потенциалом ионизации.

5. В форвакуумной области давлений в процессе электронно-лучевого испарения непрерывным электронным пучком непроводящей твердотельной мишени максимальное абсолютное значение отрицательного потенциала ф поверхности мишени и профиль его распределения по поверхности определяются плотностью тока пучка, его энергией, давлением и родом газа, а также материалом мишени. При энергии электронов порядка нескольких килоэлектронвольт увеличение плотности тока электронного пучка и повышение давления газа с определенных пороговых величин приводит к сглаживанию профиля распределения потенциала и уменьшению ф до величин, близких к потенциалу земли.

6. В форвакуумной области давлений в процессе электронно-лучевого испарения алюмооксидной керамики формируются непроводящие покрытия, по своему составу соответствующие испаренному образцу. Характерная скорость нанесения покрытий при оптимальной плотности мощности пучка составляет величину порядка 0,5 мкм/мин толщина покрытий с высокой адгезией достигает нескольких микрометров при микротвердости 15 ГПа.

7. В форвакуумной области давлений синтез покрытия нитрида бора может быть получен как в результате электронно-лучевого испарения твердотельного

бора в атмосфере азота, так и при испарении мишени из нитрида бора в инертном газе. В обоих случаях формируются покрытия с высокой поверхностной твердостью, достигающей 14 ГПа, что обеспечивает возможность использования таких покрытий для решения практических задач. Например, нанесение борсодержащего покрытия на поверхность межэлектродного изолятора микрокатодного плазменного дугового двигателя позволило многократно увеличить время его безаварийной работы

### Достоверность и обоснованность результатов

Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы подтверждается систематическим характером исследований, использованием независимых дублирующих экспериментальных методик, удовлетворительным совпадением расчетных зависимостей и моделей с полученными экспериментальными данными, внутренней непротиворечивостью полученных результатов, их практической реализацией при модернизации и применении экспериментального и диагностического оборудования, а также созданием защитных и функциональных диэлектрических покрытий.

# Апробация результатов работы

Результаты работы докладывались и обсуждались: на 44-й и 47-й международных конференциях IEEE по исследованию и применению плазмы (ICOPS, CША, Нью-Джерси, 2017; Сингапур, 2020); 24-м международном симпозиуме по плазмохимии (ISPS, Италия, Неаполь, 2019); 23-м международном конгрессе по перспективным материалам (AMC, Швеция, Стокгольм, 2018); 13-й международной конференции «Взаимодействие излучений с твердым телом» (Беларусь, Минск, 2019); 10-й и 11-й международных конференциях по модификации материалов пучками частиц и потоками плазмы (Россия, Томск, 2010, 2012); на 16-м, 18-м и 20-м международных симпозиумах по сильноточной электронике (Россия, Томск, 2010, 2014, 2018); 13-й и 14-й международных конференциях «Газоразрядная плазма и ее применение» (Россия, Томск, 2017, 2019); VII международной конференции «Лучевые технологии и применение лазеров» (Россия, Санкт-Петербург, 2012); IV и V международных Крейнделевских семинарах «Плазменная эмиссионная электроника» (Россия, Улан-Удэ, 2012, 2015).

Созданное на основе проведенных исследований оригинальное оборудование – модернизированный форвакуумный плазменный источник непрерывного пучка электронов, обращенный времяпролетный спектрометр и квадрупольные масс-анализаторы – используется в лаборатории плазменной электроники кафедры физики ТУСУРа и лаборатории плазменных источников ИСЭ СО РАН. Результаты исследований по формированию и транспортировке электронных пучков, генерируемых форвакуумными электронными источниками, применяются в научно-производственной компании «Томские электронные технологии» – ТЭТа, при проектировании электронно-лучевых установок, они также использовались при выполнении этой компанией совместно с ТУСУРом комплексного проекта «Создание производства нового поколения электроннолучевого оборудования на основе различных эмиссионных систем для сварки, пайки, обработки поверхностей и аддитивных технологий» (2016 – 2017 гг.), реализуемого в соответствии с постановлением Правительства Российской Федерации № 218 от 9 апреля 2010 г. Результаты исследований по формированию электроизоляционных покрытий электронно-лучевым методом использовались в научно-производственном предприятии «Фотон», г. Томск, при создании высоковольтной электрогидравлической установки РИУС-10. Полученные борсодержащие покрытия нашли применение в электрореактивных двигателях Місго-САТ, разрабатываемых в Университете Джорджа Вашингтона, США. Исследования по разработке форвакуумных плазменных источников электронов и их использованию для обработки диэлектрических материалов отмечены премией Правительства Российской Федерации в области науки и техники для молодых ученых 2019 г.

#### Личный вклад автора

Личный вклад автора настоящей диссертационной работы состоит в определении направлений исследований, в подготовке, проведении и участии в экспериментах, в самостоятельном формулировании выводов и научных положений. В постановке отдельных задач исследований и обсуждении результатов активное участие принимал научный консультант д-р техн. наук, проф. Е.М. Окс, а в проведении ряда экспериментов, расчетов и обсуждении их результатов – канд. физ.-мат. наук Д.Б. Золотухин и канд. техн. наук А.В. Тюньков. Соавторы, принимавшие участие в отдельных направлениях исследований, указаны в списке основных публикаций по теме диссертации. Все результаты, составляющие научную основу диссертации и выносимые на защиту, получены автором лично.

# Публикации

Результаты исследований по диссертации обобщены в монографии и опубликованы в 34 статьях в журналах, входящих в Перечень ВАК и рекомендуемых для опубликования основных научных результатов диссертаций на соискание учёных степеней кандидата и доктора наук. При этом 22 статьи опубликованы в зарубежных изданиях, из них 18 статей в журналах, входящих в первый и второй квартили базы данных научного цитирования Web of Science. Результаты исследований представлены также в виде 16 полнотекстовых докладов на международных и российских конференциях. Разработанные технические решения и методы защищены четырьмя патентами РФ на полезную модель, двумя свидетельствами о регистрации программ для ЭВМ. В опубликованных работах материалы диссертации изложены достаточно полно.

#### Структура и объем диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, заключения, списка литературы и приложения. Диссертация изложена на 321 странице, содержит 211 рисунков и 19 таблиц. Список литературы включает 427 источников.

# ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

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

Первая глава представляет собой обзор современного состояния исследований в области создания диэлектрических покрытий с использованием низкотемпературной плазмы, лазерного излучения и электронных пучков. В настоящее время к наиболее распространенным ионно-плазменным методам синтеза диэлектрических покрытий относятся магнетронное распыление, напыление с помощью катодной дуги, плазмохимия, а также испарение диэлектрической мишени лазерным излучением или электронным пучком. При многообразии подходов и методов получения диэлектрических покрытий ни один из них не отвечает в полной мере предъявляемым требованиям обеспечения эффективного процесса напыления с высоким качеством покрытий. Так, магнетронному распылению с использованием металлической мишени в атмосфере реакционного газа (кислород, азот) свойственна проблема «исчезающего анода» в результате образования на поверхности анода диэлектрической пленки, а также проблема «отравления» поверхности катода-мишени, приводящая к интенсивному дугообразованию. Распыление диэлектрической мишени реализуется в ВЧ-магнетронах, однако такие системы не могут обеспечить высоких скоростей процесса. В предложенном недавно методе предварительного нагрева диэлектрической мишени магнетрона до температур, обеспечивающих необходимую электропроводность ее материала, не решена проблема механического разрушения мишени в условиях высоких температурных градиентов. Нанесение покрытий с помощью катодной дуги имеет проблему интенсивного образования микрокапельной фракции, загрязняющей покрытия, а её известное решение с применением магнитных фильтров в плазменном потоке приводит к уменьшению скорости нанесения покрытий на порядок. Плазмохимические методы обеспечивают нанесение диэлектрических покрытий относительно невысокого качества, кроме этого, существует проблема контроля газовой среды плазмохимического реактора. Нанесение покрытий в результате лазерной абляции материала приводит к проблеме запыления оптического окна ввода излучения, а также экранировки поверхности мишени парами испаряемого материала. Использование электронного пучка для создания диэлектрических покрытий требует нейтрализации зарядки электронным пучком поверхности диэлектрической мишени.

Созданные в последние два десятилетия форвакуумные плазменные источники электронов обеспечивают возможность генерации электронных пучков в области повышенных давлений – от единиц до ста паскалей. В форвакуумном диапазоне давлений вносимый электронным пучком на поверхность диэлектрика отрицательный заряд нейтрализуется потоком положительных ионов из пучковой плазмы, обеспечивая эффективное воздействие электронного пучка на поверхность диэлектрика, практически неотличимое от процессов взаимодей-

ствия ускоренных электронов с проводящей металлической поверхностью. Возможность эффективного электронно-лучевого нагрева высокотемпературных диэлектрических мишеней (керамики, бора и др.) до температур испарения свидетельствует о перспективности использования электронно-лучевого испарения для нанесения многофункциональных диэлектрических покрытий. Вместе с тем до настоящего исследования систематическое изучение процессов электронно-лучевого синтеза диэлектрических покрытий не проводилось, как и не было детальных исследований свойств таких покрытий. Исследование процесса нанесения диэлектрических покрытий в форвакууме электронно-лучевым методом требует точного измерения параметров электронных пучков и пучковой плазмы. Несмотря на то что методики измерения пучковой плазмы в форвакууме созданы и опробованы ранее, целесообразность использования того или иного метода для контроля процесса нанесения диэлектрических покрытий при испарении керамик в должной мере не изучена. В первую очередь это касается масс-зарядовой диагностики пучковой плазмы в условиях электроннолучевого испарения диэлектрика. Для широкого использования диэлектрических покрытий необходимо не только всестороннее изучение процесса их нанесения, но и детальное изучение структуры, свойств и характеристик самих покрытий, а главное, достижение требуемых механических, химических, температурных и электроизоляционных параметров и свойств покрытий для решения актуальных практических задач.

На основании проведенного анализа обоснованы и сформулированы задачи исследования.

**Вторая глава** посвящена методике и технике проведения исследований. В ней представлено описание экспериментального и диагностического оборудования, а также методов изучения свойств и измерения параметров покрытий.

Созданные для проведения исследований экспериментальные установки (рисунок 1) оснащены модернизированными форвакуумными плазменными источниками электронов, современными средствами «безмасляного» получения вакуума, системой контроля напуска газов, стабилизированными источниками электропитания, системами линейного перемещения и вращения образцов, а также диагностическим оборудованием для контроля тепловых режимов электронно-лучевого воздействия и измерения параметров плазмы в условиях интенсивного испарения диэлектрических материалов.

Одним из критичных параметров электронного пучка, необходимых для эффективного испарения тугоплавких мишеней, включая высокотемпературные диэлектрики, является плотность мощности. Поэтому исследования, направленные на повышение этого параметра электронного пучка форвакуумного плазменного источника, являются важной задачей. В результате оптимизации конфигурации эмиссионного электрода и полости катода удалось достичь наименьших потерь электронного пучка в ускоряющем промежутке при минимальном диаметре сфокусированного пучка на мишени. При ускоряющем напряжении 20 кВ мощность электронного пучка и его плотность были повышены до 9 кВт и 50 кВт/см<sup>2</sup> соответственно.



Рисунок 1 – Экспериментальные установки для получения диэлектрических покрытий (*a*), диагностики пучковой плазмы и электронно-лучевого азотирования поверхностей металлов (б)

Достигнутые энергетические параметры электронного пучка обеспечили возможность плавления и испарения высокотемпературных диэлектрических материалов, включая различные керамики и кристаллический бор (рисунок 2).

Охлаждение катода и анода Катод Анод Спстема фокуспровки пучка	Режим работы	Непрерывный
	Ток разряда	До 1,5 А
	Ускоряющее напряжение	До 20 кВ
	Ток пучка	До 460 мА
	Минимальный диаметр пучка	5 мм
	Максимальная мощность пучка	9 кВт
	Максимальная плотность мощности на мишени	50 кВт/см <sup>2</sup>
	Рабочий газ	Остаточная атмосфера, гелий, кислород, азот, аргон, криптон, ацетилен и др.
	Давление рабочего газа	1-100 Па.

# Рисунок 2 – Форвакуумный плазменный источник электронов и его параметры

Разработан обращенный времяпролетный масс-спектрометр (рисунок 3), особенностью которого является отбор и ускорение ионов из плазмы, находящейся под потенциалом, близким к потенциалу земли. Прибор может функционировать с частотой до 100 Гц, позволяет за один импульс получить спектр ионов всех масс и зарядовых состояний и вести мониторинг состава плазмы с характерным временным разрешением 10 мс (рисунок 4). Такого временного разрешения вполне достаточно для проведения исследований масс-зарядового состава пучковой плазмы.



Рисунок 3 – Схема (справа) и внешний вид (слева) экспериментальной установки с обращенным времяпролетным спектрометром:

1 – измерительный резистор; 2 – вторичный электронный умножитель;
3 – сеточный электрод-конвертер; 4 – труба дрейфа; 5 – отклоняющие пластины; 6 – ускоряющий электрод; 7 – супрессор; 8 – эмиссионный электрод; 9 – блок питания ускоряющего напряжения источника; 10 – блок питания разряда источника; 11 – плазма разряда; 12 – вакуумная камера; 13 – электронный пучок; 14 – пучковая плазма; 15 – источник питания супрессора; 16 – источник питания ускоряющего напряжения; 17 – турбомолекулярный насос

Вместе с тем ширина пиков ионной составляющей относительно большая, что затрудняет количественное определение концентрации ионов с близкими отношениями  $eQ_i/M_i$ . Для более тонкой диагностики ионов с близкими соотношениями  $eQ_i/M_i$ , например ионов изотопов, следует использовать прибор с



большим разрешением, а этот спектрометр целесообразно применять в качестве обзорного при проведении работ по нанесению диэлектрических покрытий электронно-лучевым методом в форвакууме.

Для детального измерения массзарядового состава ионов пучковой плазмы осуществлена модернизация стандартного квадрупольного анализатора остаточной газовой атмосферы типа RGA (рисунок 5). Модернизация анали-

затора заключалась в замене собственного ионизатора устройства на трехэлектродную одноапертурную систему извлечения ионов из плазмы и формирования ионного потока в рабочий объем анализатора, в оптимизации потенциалов электродов анализатора для обеспечения максимальных чувствительности и разрешения.



Рисунок 5 – Фотография масс-спектрометра на основе модернизированного анализатора RGA-300 и масс-спектры ионов пучковой плазмы при испарении алюмооксидной керамики

**Третья глава** посвящена исследованиям процессов электронно-лучевого нагрева, плавления и испарения проводящих и диэлектрических мишеней с использованием форвакуумного плазменного источника непрерывного пучка электронов. Показано, что концентрация плазмы увеличивается как с повыше-



Рисунок 6 – Зависимость концентрации пучковой плазмы от давления газа (*a*), температуры электронов (б), концентрации пучковой плазмы (*в*) от энергии электронов в отсутствие (1) и при электронно-лучевом испарении меди (2), доля ионов газа и металла в плазме в зависимости от ускоряющего напряжения (*г*)

нием давления газа, так и при достижении режима испарения металла (рисунок 6, a). Вместе с тем значительного изменения температуры электронов плазмы с ростом давления газа зарегистрировано не было. При неизменном давлении гелия и постоянном токе пучка с увеличением энергии электронов пучка при его приеме на поколлектора верхность параметры плазмы изменяются не-(рисунки 6, б, в, значительно кривые 1). Однако при размещении мишени из металла под пучком по мере увеличения энергии электронов пучка и соответственно скорости испарения материала мишени происходит заметный рост кон-

центрации плазмы (рисунок 6, *в*, кривая 2). При этом наблюдается немонотонная зависимость температуры электронов плазмы от энергии электронов (рисунок 6, *б*, кривая 2). Доля ионов металла в пучковой плазме возрастает с увеличением тока и повышением ускоряющего напряжения электронного пучка (рисунок 6, *г*). Долевое содержание газовых ионов в плазме определяется давлением и родом используемого рабочего газа, а ионов металла – параметрами электронного пучка. Экспериментальная зависимость скорости уноса массы нагреваемой керамической мишени от плотности мощности пучка представлена на рисунке 7. Скорость испарения повышается с ростом плотности мощности пучка, что может быть связано как с повышением температуры в ванне расплава, так и с ростом её площади.





Рисунок 7 – Скорость уноса массы при электронно-лучевом испарении мишени из алюмооксидной керамики в зависимости от плотности мощности электронного пучка: ток пучка до 200 мА, давление 10 Па, диаметр пучка 5 мм (слева); микрофотографии поверхности покрытий на основе алюмооксидной керамики различного состава, полученные при различных плотностях мощности: *a* – 1 кВт/см<sup>2</sup>; *б* – 10,5 кВт/см<sup>2</sup>; *в* – 5 кВт/см<sup>2</sup>; *г* – 12,5 кВт/см<sup>2</sup> (справа)

Для электронно-лучевого испарения керамик существует максимальная плотность мощности электронного пучка, при которой еще обеспечивается формирование однородного покрытия на поверхности подложки (рисунки 7, а, в). Превышение пороговой плотности мощности приводило к интенсивному вскипанию керамики в зоне ванны расплава с образованием брызг и капель, осаждаемых на подложке (рисунки 7, б, г). Взрывное вскипание материала керамической мишени при её нагреве электронным пучком в форвакуумной области давлений при превышении уровня пороговой мощности электронного пучка наблюдалось для всех используемых в экспериментах типов керамик. Значение пороговой плотности мощности зависело от состава керамики, размера площади ванны расплава, тока пучка, энергии электронов пучка. Пороговая плотность мощности для различных керамик на основе оксида алюминия варьировалась в пределах от 1 до 10 кВт/см<sup>2</sup> в зависимости от состава керамики и ее теплофизических свойств, при этом максимальная скорость испарения в гелии составляла 5 г/ч. Достижение для конкретного испаряемого материала некоторого порога плотности мощности электронного физическим пределом условий пучка является получения однородных керамических покрытий при испарении керамической мишени электронным пучком в форвакуумной области давлений.

Одним из основных вопросов установления температурного баланса керамики при электронно-лучевом нагреве в форвакууме является выяснение механизма теплоотвода с ее поверхности, а именно сравнительная оценка вкладов в теплоотвод теплового излучения и теплопроводности посредством молекул газа. Определение роли теплопроводности рабочего газа особенно важно, поскольку в случае значительного влияния этого процесса появляется дополнительный механизм контроля электронно-лучевого нагрева керамики по изменению давления или рода газа.

Результаты экспериментов однозначно свидетельствуют о заметном влиянии давления и рода газа как на максимальную установившуюся температуру, до которой может быть нагрет один и тот же образец керамики пучком неизменной мощности (рисунок 8, *a*), так и на скорость его нагрева (рисунок 8, *б*). Скорости нагрева и установившиеся температуры керамики выше при низких давлениях газа, с повышением давления эти величины заметно падают для всех газов. В аргоне температура и скорость нагрева керамики достигают более высоких величин (1650–1960 °C и 135–316 °C/с соответственно), чем в гелии (1410–1690 °C и 46–136 °C/с), а результаты для азота занимают промежуточные значения.



Рисунок 8 – Установившиеся температуры (*a*) и пиковые скорости роста температуры (б) керамики в гелии, азоте и аргоне в зависимости от давления этих газов при неизменной мощности пучка 200 Вт

Оценка плотности потока энергии, излучаемой с поверхности керамики, может быть выполнена на основе известного соотношения Стефана – Больцмана

$$q_{\rm rad}(T) = \varepsilon \sigma T^4, \tag{1}$$

где ε – коэффициент серости алюмооксидной керамики; σ – постоянная Стефана – Больцмана; *T* – абсолютная температура керамики.

Плотность потока энергии  $q_{\alpha \text{cond}}(T)$ , отводимой с поверхности керамики за счет теплопроводности газа рода  $\alpha$ , определяется по известному закону теплопроводности Фурье

$$q_{\alpha \text{cond}}(T) = -\chi_{\alpha} \text{grad}(T), \qquad (2)$$

где  $\alpha$  – род газа, He, N<sub>2</sub>, Ar;  $\chi_{\alpha}$  – коэффициент теплопроводности газа рода  $\alpha$ , Вт/м·К. Тогда выражение для коэффициента теплопроводности каждого газа преобразуется к виду

$$\chi_{\alpha} = \frac{i p r_{\rm ch}}{6T} \sqrt{\frac{8RT}{\pi \mu_{\alpha}}}.$$
(3)

Выражения позволяют определить доли потерь энергии с поверхности керамики за счет излучения и теплопроводности (рисунок 9). При достижении температуры поверхности, близкой к температуре плавления керамики, потери за счет теплопроводности газа становятся несущественным по сравнению с потерями на излучение.





Поскольку потенциал диэлектрической мишени определяет энергию электронов, взаимодействующих с поверхностью, данные о величине этого потенциала и профиля его распределения на поверхности важны для обеспечения эффективной и равномерной электронно-лучевой обработки самой поверхности. Экспериментально определено, что профили распределения потенциала на поверхности диэлектрической мишени более широкие, чем профили распределения плотности тока пучка при этих же давлениях, причем при давлении 10 Па и выше потенциал в центре пучка практически не зависит от плотности его тока, а при понижении давления потенциал резко возрастает с увеличением плотности тока пучка. В области форвакуумных давлений при взаимодействии пучка электронов 10 кэВ с поверхностью непроводящей керамической мишени и повышении давления газа от 2,5 до 10 Па генерация плотной пучковой абсолютное снижает максимальное значение отрицательного плазмы потенциала ее поверхности с нескольких киловольт до сотен вольт, при этом распределение потенциала ПО поверхности мишени становится более

Таким образом обеспечивается возможность эффективного однородным. диэлектрических электронно-лучевого испарения высокотемпературных радиального материалов. Результаты по исследованию распределения потенциала, формируемого электронным пучком на поверхности непроводящей форвакуумном при диапазоне давлений остаточного мишени газа. представлены на рисунке 10.



Рисунок 10 – Распределения плотности тока пучка электронов по поверхности мишени (*a*) и плавающего потенциала зондов, установленных в диэлектрической мишени (б)

Четвертая глава диссертационной работы посвящена синтезу диэлектрических покрытий на металлической поверхности методом электронно-лучевого испарения твердотельных непроводящих мишеней (керамики и бора) в форвакуумной области давлений. На рисунке 11 представлены фотографии различных стадий процесса электронно-лучевого воздействия на керамическую мишень.



Рисунок 11 – Стадии электронно-лучевого воздействия на керамическую мишень (слева): *а* – начальный нагрев, *б* – плавление, *в* – испарение; масс-зарядовый состав ионов плазмы для полного цикла нанесения покрытия (справа)

При относительно малых значениях плотности мощности пучка (до 4 кВт/см<sup>2</sup>) в течение разогрева керамического образца в масс-спектрах наблю-

дается рост пиков натрия и калия. Наличие этих элементов обусловлено их содержанием в сырье для производства керамики и они, будучи более легкоплавкими, в первую очередь испаряются с поверхностных слоев мишени в объем вакуумной камеры. Относительно невысокие значения потенциала ионизации этих элементов (Na<sup>+</sup> – 5,14 эB, K<sup>+</sup> – 4,3 эB) обеспечивают их эффективную ионизацию и детектирование. При увеличении плотности мощности электронного пучка свыше 4 кВт/см<sup>2</sup> происходит плавление керамического образца. В данном диапазоне значений мощности пучка заметного изменения ионного состава «керамической» плазмы не наблюдается, а амплитуда пиков калия и натрия остается на прежнем уровне. Плотность мощности более 6 кВт/см<sup>2</sup> обеспечивает температуру образца, достаточную для испарения и соответственно ионизации алюминия и его соединений. Амплитуда пиков калия и натрия при этом возрастает, что может быть связано с их поступлением из внутреннего объема образца. При значениях плотности мощности выше 6 кВт/см<sup>2</sup> в спектрах регистрируется резкий рост пиков элементов, содержащихся в керамике. Визуально процесс сопровождается ярким свечением и кипением керамического образца (рисунок 11, в). При этом пики ионов «керамической» плазмы начинают преобладать над ионами «газовой» плазмы, что свидетельствует об увеличении концентрации элементов материала керамики в области регистрации ионов пучковой плазмы и размещения подложки. На рисунке 12 представлены примеры полученных покрытий на основе алюмооксидной керамики.



Рисунок 12 – Образцы из титана с полученными покрытиями на основе керамики при плотности мощности:  $1 - 6,9 \text{ кBt/cm}^2$ ;  $2 - 7,2 \text{ kBt/cm}^2$ ;  $3 - 7,6 \text{ kBt/cm}^2$ ;  $4 - 7,0 \text{ kBt/cm}^2$ 

Следует отметить постоянство элементного состава покрытия по его глубине (рисунок 13), что свидетельствует о стабильности и равномерности процесса нанесения, при этом микротвердость покрытий достигает 15 ГПа. На рисунке 14 представлен поперечный срез покрытия на основе алюмооксидной керамики, толщина покрытия составляет около 3 мкм. Сравнивая профили поверхности, можно утверждать, что нанесение покрытия уменьшает шероховатость исходного образца в 2 раза. Поперечный срез многослойного покрытия на основе двух различных керамик на кремнии и распределение паров испаряемой алюмооксидной керамики представлены на рисунке 15.

Проведено исследование динамики масс-зарядового состава ионов пучковой плазмы, генерируемых при испарении мишеней из бора и нитрида бора

электронным пучком форвакуумного источника с полым катодом при получении борсодержащих покрытий электронно-лучевым методом.



Рисунок 13 – Элементный состав покрытия на основе керамики по глубине (слева), элементный состав и микрофотографии покрытия, соответствующего образцу 4 на рисунке 12 (справа)



**Рисунок 14** – Фотография поперечного среза керамического покрытия на титане (слева) и профиль поверхности полученного покрытия на основе керамики на титане: *а* – исходный образец; *б* – образец с покрытием (справа)



Рисунок 15 – Поперечный срез образца кремния с нанесенным многослойным покрытием на основе керамик Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и AlN (слева) и распределение паров испаряемой электронным пучком керамики на снове оксида алюминия (справа).

Предварительно были определены режимы, при которых реализуется нагрев, плавление и испарение мишени в зависимости от мощности пучка, и исследование динамики процесса осуществлялось ступенчатым повышением мощности пучка от одного режима к другому. Пример временной зависимости масс-зарядового состава плазмы для таких режимов в случае мишени из бора представлен на рисунке 16. Показано, что в начальный период времени при нагреве мишени в плазме присутствуют ионы остаточной атмосферы C, OH<sup>+</sup>,  $H_2O^+$ ,  $H_3O^+$ ,  $Na^+$ ,  $N_2^+$ ,  $NO^+$  и ионы сложного соединения  $N_2H$ -COH<sup>+</sup>, а ионы бора отсутствуют. На стадии плавления мишени в плазме появляются ионы изотопов бора  ${}^{10}B^+$  и  ${}^{11}B^+$ , а при дальнейшем испарении мишени их доля повышается. В результате исходная твердость титанового образца увеличивается в 4–16 раз (см. рисунок 16).



Рисунок 16 – Справа: временные зависимости парциальных давлений ионных компонентов при нагреве (область I, мощность пучка 0,5 кВт), плавлении (II, 0,92 кВт), испарении (III, 1,1 кВт); – пучок выключен (IV, 0 кВт); слева: микротвердость полученных покрытий на основе бора в атмосфере различных газов

Для испарения бора и нитрида бора оптимальная плотность мощности электронного пучка составляла от 10 до 30 кВт/см<sup>2</sup> при уносе материала мишени 3,2 г/ч и 2,4 г/ч соответственно. На рисунке 17 представлены фотографии поверхности покрытий на основе бора, полученные при различной плотности мощности электронного пучка. Толщина покрытий составляла от 0,5 до 5 мкм. Микротвердость полученных в различных газах покрытий варьировалась от 4 до 14 ГПа для бора и до 16 ГПа для нитрида бора (см. рисунок 16 справа).

**Пятая глава** посвящена азотированию поверхности металла в плазме электронного пучка в условиях форвакуума и исследованию полученных нитридных слоев.

На рисунке 18 представлены отношения интенсивностей сигналов ионов атомарного азота и молекулярного в зависимости от параметров эксперимента (давления, тока пучка и ускоряющего напряжения).



Рисунок 17 – Фотографии полученных покрытий на основе бора и нитрида бора при разной плотности мощности электронного пучка

В форвакуумном диапазоне давлений при азотировании технически чистого титана электронным пучком показано, что с повышением давления наблюда-



Рисунок 18 – Зависимость отношения ионов атомарного азота к молекулярному от параметров эксперимента

ется практически линейный рост доли ионов атомарного азота в пучковой плазме. Рост тока пучка от 60 до 100 мА также приводит к увеличению количества ионов атомарного азота почти в два раза. С повышением ускоряющего напряжения в диапазоне от 0,5 до 1,5 кВ происходит резкое уменьшение количества атомарного азота, которое ионов дальнейшем увеличении при напряжения изменяется слабо. Полученные зависимости соответствуют представленным в литературных источниках, однако, следует отметить, что в диапазоне рабо-

чих давлений от 1 до 10 Па и значений ускоряющего напряжения 1-8 кВ такие исследования исследованы впервые.

Увеличение твердости поверхности образцов с повышением температуры (рисунок 19) может быть связано как с увеличением содержания азота в приповерхностном слое, так и с формированием в нем фазы нитрида титана с кубической решеткой. При этом поверхностная твердость в зависимости от температуры возрастает в 3–6 раз.

В результате экспериментальных исследований процесса электроннолучевого азотирования технически чистого титана с использованием форвакуумного плазменного источника электронов установлено, что с увеличением температуры азотирования происходит рост протяженности модифицированного слоя и содержания азота как в приповерхностных слоях, так и в глубине образца. Растет также содержание фазы нитрида титана с кубической решёткой, что способствует кратному увеличению твердости поверхности и значительному снижению скорости износа поверхности.





Рисунок 19 – Зависимость твердости поверхности и содержания азота в поверхностном слое образцов от температуры (слева), результаты трибологических исследований: скорость износа поверхности, шероховатость поверхности *R*<sub>a</sub> и коэффициент трения µ (справа)

Полученные значения микротвердости азотированных образцов 13 ГПа не уступают значениям, достигнутым ранее при азотировании технически чистого титана электронным пучком, однако такие значения микротвердости были получены при сравнительно малом времени азотирования – около 1 ч.

В шестой главе представлены примеры применения полученных в результате проведения диссертационных исследований покрытий, подтверждающие их перспективность для практического использования.



Рисунок 20 – Фотография дуговой разрядной системы микрокатодного двигателя

Микрокатодные дуговые двигатели малой (в англоязычной терминологии Micro-ТЯГИ Cathode Arc Thruster –  $\mu$ CAT) – это миниатюрные импульсные электрореактивные двигатели, небольших спутников, таких, например, как «кубсаты» (CubeSats). Они представляют собой электроразрядные устройства на основе вакуумной дуги, способные генерировать величиной тягу 1-10 мкН. Одна из их самых важных характеристик – срок службы. Ресурс устройства определяется общим количеством импульсов, которое может обеспечить разрядная система двигателя до полного выхода из строя из-за необратимой деградации элементов разрядной системы. Во время ресурсных испытаний микрокатодного двигателя такого типа (рисунок 20) было установлено, что при оптимальных величинах межэлектродного зазора и мощности его отказ происходит в основном из-за деградации под действием разряда поверхности керамического изолятора между катодом и анодом. Для решения этой проблемы на поверхность керамического изолятора были нанесены покрытия на основе бора. Результаты тестирования микрокатодного двигателя представлены на рисунке 21. Как показали испытания, электроннолучевое нанесение покрытий на основе бора в форвакуумной области давлений на поверхность межэлектродного изолятора такого электрореактивного двигателя позволяет многократно (в 6–17 раз) увеличить время его безаварийной работы.



**Рисунок 21** – Результаты испытания микрокатодного двигателя: a – исходный образец,  $\delta$  – образец с покрытием на основе бора

Другим примером использования результатов исследований для задач практики является сохранение характеристик монолитных интегральных схем СВЧ-диапазона после нанесения на них покрытий на основе алюмонитридной и алюмооксидной керамики. Это свидетельствует о возможности применения таких покрытий в качестве изолирующих материалов для этих устройств (рисунок 22).





Рисунок 22 – Фотография микросхемы на всех этапах нанесения покрытия (слева): 1 – исходная (без покрытия); 2 – после нанесения первого слоя (толщина покрытия 0,5 мкм); 3 – после нанесения второго слоя (толщина покрытия 1 мкм); 4 – после нанесения третьего слоя (толщина покрытия 1,5 мкм); характеристики микросхемы при разной толщине покрытия, зависимости потери преобразования от частоты (справа)

# Основные результаты диссертационной работы

1. Для достижения целей и решения задач исследований осуществлена модернизация электронно-лучевого и диагностического оборудования, а именно:

1.1. В форвакуумном плазменном источнике непрерывного пучка электронов на основе разряда с полым катодом при ускоряющем напряжении 20 кВ достигнута мощность пучка 9 кВт при плотности мощности до 50 кВт/см<sup>2</sup>. Энергетические параметры электронного пучка являются достаточными для реализации в области повышенных давлений форвакуумного диапазона процессов электронно-лучевого плавления и испарения высокотемпературных диэлектрических материалов, включая керамики и кристаллический бор. Они также обеспечивают возможность проведения исследований в широком диапазоне изменения параметров электронного пучка для определения оптимальных условий электронно-лучевого воздействия на диэлектрические материалы.

1.2. Создан обращенный времяпролетный масс-спектрометр для измерения ионного состава разрядной и пучковой плазмы, особенностью которого является отбор и ускорение ионов из плазмы, находящейся под потенциалом, близким к потенциалу земли. Спектрометр обеспечивает возможность мониторинга временной эволюции масс-зарядового состава ионов с временным разрешением миллисекундного уровня и его целесообразно использовать в качестве обзорного для определения всех типов ионов плазмы.

1.3. Проведена модернизация конструкции стандартного квадрупольного анализатора остаточной газовой атмосферы типа RGA, заключающаяся в замене собственного ионизатора устройства на трехэлектродную одноапертурную систему извлечения ионов из плазмы и формирования ионного потока в рабочий объем анализатора. Это обусловливает возможность измерения массзарядового состава плазмы непосредственно в области ее генерации. Оптимизация потенциалов электродов анализатора обеспечила достижение чувствительности и разрешения прибора, достаточных для исследования плазмы, генерируемой электронным пучком в форвакуумной области давлений.

2. Показано, что при электронно-лучевом испарении металлической мишени в форвакуумном диапазоне давлений в области транспортировки электронного пучка генерируется многокомпонентная плазма, включающая ионы рабочего газа, ионы остаточной газовой атмосферы, а также ионы испаряемого металла. Концентрация пучковой плазмы пропорционально возрастает с повышением давления рабочего газа, а также с увеличением тока и энергии электронного пучка. При этом долевое содержание газовых ионов в плазме определяется давлением и родом используемого рабочего газа, а фракция ионов металла – параметрами электронного пучка. Зависимость температуры электронов с повышением доли металлического компонента ионов в пучковой плазме имеет немонотонный характер. Такая зависимость связана, с одной стороны, с повышением может быть энерговклада электронного пучка в плазму, с другой – со снижением потерь на ионизацию из-за присутствия атомов металла с более низким потенциалом ионизации.

3. Установлено, что в процессе взаимодействия электронного пучка с газа. непроводящей керамической поверхностью повышение давления приводящее К росту концентрации пучковой плазмы, обеспечивает эффективную нейтрализацию отрицательного заряда, вносимого электронным пучком на поверхность керамики, и соответственно снижает максимальное абсолютное значение отрицательного потенциала ее поверхности. Так, при энергии электронного пучка 10 кэВ повышение давления от 2,5 до 10 Па приводит к снижению абсолютного значения отрицательного потенциала поверхности от нескольких киловольт до ста вольт. При этом распределение потенциала по поверхности мишени становится более однородным. Вместе с тем при электронно-лучевом нагреве керамики в форвакуумной области давлений на начальных этапах роста температуры керамического образца вклад теплопроводности осточного газа в тепловом балансе процесса соизмерим с тепловым излучением. В этих условиях реализуется возможность управления скоростью нагрева керамики в результате изменения давления и рода газа.

4. Выявлено, что в форвакуумном диапазоне давлений оптимальная для электронно-лучевого испарения диэлектрика плотность мощности электронного пучка составляет в зависимости от испаряемого материала 1– 30 кВт/см<sup>2</sup>. Увеличение плотности мощности электронного пучка выше оптимальных значений приводит к взрывному вскипанию материала мишени и загрязнению потока испаряемого материала капельной фракцией, а снижение плотности мощности уменьшает скорость процесса. По своему составу диэлектрические покрытия соответствуют испаренному образцу, а толщина покрытий может достигать несколько микрон.

5. Установлено, что при плотности мощности электронного пучка, оптимальной для электронно-лучевого испарения керамик на основе оксида алюминия (1–10 кВт/см<sup>2</sup>), максимальная скорость испарения составляет 5 г/ч, а скорость нанесения покрытий – около 0,5 мкм/мин. Нанесение на металличе-скую основу покрытий электронно-лучевым испарением алюмооксидной керамики приводит к уменьшению шероховатости поверхности в 1,5–2,0 раза, увеличению микротвердости, кратному повышению тепло- и электроизоляционных свойств, а также коррозионной стойкости. При этом покрытия, полученные при испарении мишени из алюмооксидной керамики с наименьшим количеством присадок, имеют более высокие значения модуля Юнга и микротвердости, однако обладают повышенной шероховатостью.

6. Показано, что многослойные покрытия, получаемые в результате последовательного электронно-лучевого испарения алюмооксидной и алюмонитридной керамик, способны обеспечивать необходимую теплопроводность при сохранении электроизоляционных свойств. При этом выявлено, что для большего теплоизоляционного эффекта вместо увеличения количества слоев целесообразно повышать толщину каждого слоя с сохранением целостности, адгезии и взаимного примыкания соседних слоев.

7. Установлено, что при электронно-лучевом испарении борсодержащих мишеней в форвакуумной области давлений во избежание термоупругих разрушений мишени, начиная с температуры 1000 °C, темп ее повышения не

20 °C/c. оптимальной должен превышать При плотности мощности электронного пучка 10-20 кВт/см<sup>2</sup> для мишени из чистого бора (В) и 20-30 кВт/см<sup>2</sup> для нитрида бора (BN) скорость электронно-лучевого испарения В и ВN достигает 3,2 г/ч и 2,4 г/ч соответственно. При испарении мишени из нитрида бора доля азотсодержащих ионов в плазме выше, чем в случае испарения чистого бора в атмосфере азота. В материале покрытия при испарении нитрида бора присутствует азот, что делает возможным синтез бинарных высокотемпературных покрытий, таких как BN. Нанесенные покрытия увеличивают микротвердость поверхности до 4-16 ГПа. Наиболее значительное повышение микротвердости наблюдается у покрытий, полученных в результате электронно-лучевого испарения как бора, так и нитрида бора в атмосфере азота.

8. Показано, что в форвакуумном диапазоне давлений при электроннолучевом азотировании технически чистого титана происходит практически линейный рост доли ионов атомарного азота в пучковой плазме с повышением давления азота и увеличением тока электронного пучка. С повышением ускоряющего напряжения от 500 до 1000 В количество ионов атомарного азота в плазме резко уменьшается. С повышением температуры азотируемой поверхности наблюдается увеличение протяженности так называемого compound layer и доли содержания азота как в приповерхностном слое, так и в глубине образца. Возрастает также доля фазы нитрида титана с кубической решёткой, что способствует кратному увеличению твердости поверхности и значительному снижению скорости износа. В результате электронно-лучевого азотирования в форвакуумной области давлений значения микротвердости образцов достигают 13 ГПа и не уступают значениям, получаемым в процессе электронно-лучевого азотирования технически чистого титана при более низких давлениях. Однако следует отметить, что в форвакуумном диапазоне давлений такие значения микротвердости были достигнуты за более короткий временной промежуток азотирования – порядка 1 ч. Сокращение времени азотирования, по-видимому, связано с генерацией более плотной плазмы с повышенным содержанием атомарного азота.

9. Представлено несколько примеров возможных применений многофункциональных покрытий, полученных в результате электронно-лучевого испарения диэлектрических мишеней в форвакуумной области давлений. Борсодержащее покрытие на поверхности межэлектродного изолятора электрореактивного (микрокатодного) плазменного дугового двигателя позволяет многократно (в 17 раз) увеличить время его безаварийной работы. Покрытия из алюмооксидной и алюмонитридной керамики на поверхности монолитных интегральных схем СВЧ-диапазона могут быть использованы в качестве изолирующих и теплопроводящих, так как они не влияют на характеристики этих устройств. Покрытие из алюмооксидной керамики, нанесенное на торец потенциального электрода разрядной системы электрогидравлической установки, увеличивает вероятность инициирования разряда, снижает приблизительно на 60 % время запаздывания развития разряда, а также делает потенциальный электрод менее восприимчивым к ударному разрушению и эрозии.

# СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ АВТОРОМ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

#### Статьи в рецензируемых журналах, входящих в список ВАК РФ

1. Different stages of electron-beam evaporation of ceramic target in medium vacuum / Yu.G. Yushkov, D.B. Zolotukhin, E.M. Oks, A.V. Tyunkov // Journal of Applied Physics. – 2020. – No 127. – P. 113303.

2. Effect of working gas on the electron-beam heating of a ceramic target in the fore-vacuum pressure range / D.B. Zolotukhin, E.M. Oks, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov, A.A. Zenin // Vacuum. – 2020. – Vol. 179. – P. 109500.

3. Electron-beam deposition of heat-conducting ceramic coatings in the forevacuum pressure range / Yu.G. Yushkov, E.M. Oks, A.V. Tyunkov, D.B. Zolotukhin, A.Yu. Yushenko // Ceramics International. – 2020. – Vol. 46, Issue 13. – P. 21190– 21195.

4. Ion composition of a multicomponent beam plasma formed by electron-beam evaporation of a boron-containing target in medium vacuum / Yury G. Yushkov, Efim M. Oks, Andrey V. Tyunkov, Denis B. Zolotukhin // Plasma Processes and Polymers. – 2020. – Vol. 17, Issue 9. – P. 2000057.

5. Improvement of Microcathode Arc Thruster Lifetime by Deposition of Boron-Containing Coating / Denis B. Zolotukhin, Andrey V. Tyunkov, Yury G. Yushkov, Efim M. Oks, and Michael Keidar // Journal of Propulsion and Power. – 2020. – Vol. 36, No 5. – P. 744–751.

6. On the effect of ceramic target composition on coatings deposited by electron-beam evaporation at forevacuum pressure / Yu.G. Yushkov, E.M. Oks, K.V. Oskomov, A.V. Tyunkov, E.V. Yakovlev, A.Yu. Yushenko, A.A. Plaskeev, D.B. Zolotukhin // Ceramics International. – 2020. – Vol. 46, Issue 17. – P. 27641–27646.

7. Local ion-plasma etching of dielectrics initiated and controlled by the electron beam in fore-vacuum pressure range / A.V. Tyunkov, D.B. Zolotukhin, Yu.G. Yushkov, E.V. Yakovlev // Vacuum. – 2020. – Vol. 180. – P. 109573.

8. Deposition of boron-containing coatings by electron-beam evaporation of boron-containing targets / Yu.G. Yushkov, E.M. Oks, A.V. Tyunkov, C. Corbella, D.B. Zolotukhin // Ceramics International. – 2020. – Vol. 46, Issue 4. – P. 4519–4525.

9. Nitriding of titanium in electron beam excited plasma in medium vacuum / A.V. Tyunkov, D.A. Golosov, D.B. Zolotukhin, A.V. Nikonenko, E.M. Oks, Yu.G. Yushkov, E.V. Yakovlev // Surface and Coatings Technology. – 2020. – Vol. 383. – P. 125241.

10. Параметры и свойства электроизоляционного покрытия окиси алюминия, осажденного на металле форвакуумным источником / Ю.Г. Юшков, Ю.А. Бурачевский, Д. Б. Золотухин, Е.М. Окс, А.В. Тюньков, А.Ю. Юшков // Прикладная физика. – 2020. – № 2. – С. 53–58. 11. On the influence of electron-beam metal evaporation on parameters of beam plasma in medium vacuum / D.B. Zolotukhin, V.A. Burdovitsin, E.M. Oks, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov // Physics of Plasmas. – 2019. – Vol. 26. – P. 053512.

12. Beam-plasma discharge in a dielectric cavity by electron beam injection / D.B. Zolotukhin, M.I. Lomaev, E.M. Oks, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov // Plasma Sources Science and Technology. – 2019. – Vol. 28, No 3. – P. 035018 (1-11).

13. An experimental test-stand for investigation of electron-beam synthesis of dielectric coatings in medium vacuum pressure range / A.V. Tyunkov, V.A. Burdovitsin, E.M. Oks, Yu.G. Yushkov, D.B. Zolotukhin // Vacuum. – 2019. – Vol. 163. – P. 31–36.

14. Alumina coating deposition by electron-beam evaporation of ceramic using a forevacuum plasma-cathode electron source / Yu.G. Yushkov, E.M. Oks, A.V. Tyunkov, D.B. Zolotukhin // Ceramics International. – 2019. – Vol. 45, Issue 8. – P. 9782–9787.

15. Electron beam nitriding of titanium in medium vacuum / V.A. Burdovitsin, D.A. Golosov, E.M. Oks, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov, D.B. Zolotukhin, S.M. Zavadsky // Surface and Coatings Technology. – 2019. – Vol. 358. – P. 726–731.

16. Генерация плазмы при ионизации газа электронными источниками в диапазоне давлений 1–100 Па (обзор) / А.С. Климов, А.А. Зенин, Д.Б. Золотухин, А.В. Тюньков, Ю.Г. Юшков // Успехи прикладной физики. – 2019. – Т. 7, № 3. – С. 249–259.

17. Генерация ионов бора для пучковых и плазменных технологий / А.В. Визирь, А.С. Бугаев, В.И. Гушенец, А.Г. Николаев, Е.М. Окс, К.П. Савкин, Ю.Г. Юшков, А.В. Тюньков, В.П. Фролова, М.В. Шандриков, Г.Ю. Юшков // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2019. – Т. 62, № 7. – С. 19–24.

18. Synthesis of boron-containing coatings through planar magnetron sputtering of boron targets // E.M. Oks, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov, D.B. Zolotukhin // Vacuum. – 2018. – Vol. 155. – P. 38–42.

19. Ceramic coating deposition by electron beam evaporation / E.M. Oks, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov, D.B. Zolotukhin // Surface and Coatings Technology. – 2017. – Vol. 325. – P. 1–6.

20. Распределение потенциала по поверхности непроводящей мишени при облучении электронным пучком в форвакууме / Д.Б. Золотухин, А.В. Тюньков, Ю.Г. Юшков // Прикладная физика. – 2017. – № 6. – С. 39–44.

21. Sputtering of pure boron using a magnetron without a radio-frequency supply / E.M. Oks, A. Anders, A.G. Nikolaev, Yu.G. Yushkov // Review of Scientific Instruments. – 2017. – Vol. 88. – P. 043506.

22. Реактивные методы осаждения пленок оксидов титана / Д.Б. Золотухин, В.А. Бурдовицин, А.В. Тюньков, Ю.Г. Юшков, Е.М. Окс, Д.А. Голосов, С.М. Завадский // Успехи прикладной физики. – 2017. – Т. 5, № 5. – С. 442–453.

23. Новые возможности применения форвакуумных плазменных источников в технологических процессах электронно-лучевой обработки диэлектрических материалов / В.А. Бурдовицин, Д.Б. Золотухин, А.А. Зенин, Е.М. Окс, А.В. Тюньков, Ю.Г. Юшков // Доклады Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники. – 2017. – Т. 20, № 3. – С. 70–75.

24. Особенности генерации пучковой плазмы в изолированной металлической полости в форвакуумной области давлений / Д.Б. Золотухин, В.А. Бурдовицин, Е.М. Окс, А.В. Тюньков, Ю.Г. Юшков // Доклады Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники. – 2017. – Т. 20, № 1. – С. 42–45.

25. Electron beam evaporation of boron at forevacuum pressures for plasmaassisted deposition of boron-containing coatings / Yu.G. Yushkov, A.V. Tyunkov, E.M. Oks, D.B. Zolotukhin // Journal of Applied Physics. – 2016. – Vol. 120. – P. 233302.

26. Deposition of dielectric films on silicon using a fore-vacuum plasma electron source / D.B. Zolotukhin, E.M. Oks, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov // Review of Scientific Instruments. – 2016. – Vol. 87, Issue 6. 10.1063/1.4953112.

27. Мониторинг масс-зарядового состава пучковой плазмы модернизированным квадрупольным анализатором в форвакуумной области давлений / А.В. Тюньков, Ю.Г. Юшков, А.С. Климов // Прикладная физика. – 2016. – № 1. – С. 96–99.

28. Электронно-лучевое испарение керамики в форвакуумном диапазоне давлений / А.С. Климов, А.А. Зенин, Е.М. Окс, М.В. Шандриков, Ю.Г. Юшков // Прикладная физика. – 2016. – № 3. – С. 40–45.

29. Электронно-лучевое испарение бора для ионно-плазменного синтеза покрытий в форвакуумной области давлений / Ю.Г. Юшков, А.В. Тюньков, Д.Б. Золотухин, Е.М. Окс // Прикладная физика. – 2016. – № 4. – С. 54–58.

30. Gas-metal e-beam-produced plasma for oxide coating deposition at forevacuum pressures / D.B. Zolotukhin, V.A. Burdovitsin, E.M. Oks, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov, I.G. Brown // Доклады Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники. – 2016, декабрь. –  $\mathbb{N}$  4 (19). – C. 10–12.

31. Modified quadrupole mass analyzer RGA-100 for beam plasma research in forevacuum pressure range / D.B. Zolotukhin, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov, E.M. Oks // Review of Scientific Instruments. – 2015. – Vol. 86, Issue 12. 10.1063/1.4937606.

32. Generation of metal ions in the beam plasma produced by a forevacuumpressure electron beam source / A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov, D.B. Zolotukhin, K.P. Savkin, A.S. Klimov // Physics of Plasmas. – 2014. – Vol. 21, Issue 12. 10.1063/1.4904367.

33. Inverse time-of-flight spectrometer for beam plasma research / Yu.G. Yushkov, E.M. Oks, D.B. Zolotukhin, A.V. Tyunkov, K.P. Savkin // Review of Scientific Instruments. – 2014. – Vol. 85, Issue 8. 10.1063/1.4893651.

34. Генерация ионов магния в пучковой плазме форвакуумного электронного источника / А.В. Тюньков, Ю.Г. Юшков, Д.Б. Золотухин, К.П. Савкин // Доклады Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники. – 2014, декабрь. – № 4 (34). – С. 60–62.

# Публикации в сборниках статей и трудов конференций

35. Properties of Thermo-Conductive Ceramic-Based Coatings Deposited Using Fore-Vacuum Plasma-Cathode Electron Source / Yury Yushkov, Efim Oks, Denis Zolotukhin, Andrey Tyunkov // Proceed. IEEE 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE-2020), Tomsk, Russia, September 14 – 26, 2020. – P. 844–847.

36. Electron-Beam Deposition of Magneto-Dielectric Coatings in Medium Vacuum / Yury Yushkov, Andrey Tyunkov, Efim Oks, Denis Zolotukhin, Aleksander Klimov // Proceed. IEEE 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE-2020), Tomsk, Russia, September 14 – 26, 2020. – P. 840–843.

37. Влияние температуры электронно-лучевого азотирования титана в форвакуумной области давлений на структуру и свойства его приповерхностного слоя / Д.Б. Золотухин, Е.М. Окс, А.В. Тюньков, Ю.Г. Юшков, С.М. Завадский // 13-я международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом», 30 сентября – 3 октября 2019 г., Минск, Беларусь. – С. 248–250.

38. Forevacuum electron beam plasma synthesis of multilayer metal–ceramic coatings / Yu.G. Yushkov, A.S. Klimov, E.M. Oks, A.V. Tyunkov, D.B. Zolotukhin // IOP Conf. Series. Journal of Physics. Conf. – 2019. – Series 1145. 012011.

39. Formation of Nitride by Electron-Beam Irradiation of Titanium in Nitrogen Media / A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov, D.B. Zolotukhin, E.M. Oks, D.A. Golosov, S.M. Zavadsky // Advanced Materials Proceedings. – 2019. – Vol. 4(2). – P. 85–87.

40. Fore-vacuum plasma-assisted deposition of dielectric coatings and process characterization / Yu.G. Yushkov, Yu.A. Burachevsky, A.V. Tyunkov, D.B. Zolotukhin // IOP Conf. Series. Journal of Physics. Conf. – 2019. – Series 1145. 012012.

41. Electron-beam Deposition of Ceramic Coatings / E.M. Oks, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov, D.B. Zolotukhin // Advanced Materials Proceedings. – 2019. – Vol. 4(2). – P. 93–95.

42. Forevacuum Plasma Electron Source for Dielectric Surface Treatment / A. Zenin, I. Bakeev, Y. Burachevsky, A. Klimov, E. Oks and Y. Yushkov // 20th International Symposium on High-Current Electronics (ISHCE). – Tomsk, 2018. – P. 43–45.

43. Synthesis of the boron-based coating in beam plasma using fore-vacuum electron source / D.B. Zolotukhin, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov // AIP Conference Proceedings. – 2018. – Vol. 1899, Issue 1. 10.1063/1.5009859.

44. Potential Distribution Over A Dielectric Surface Irradiated By An Electron Beam At Forevacuum Pressures / Y.G. Yushkov, D.B. Zolotukhin, A.V. Tyunkov and E.M. Oks // IEEE International Conference on Plasma Science (ICOPS). – Atlantic City, NJ, 2017. – P. 1–1.

45. Особенности генерации плазмы при электронно-лучевом испарении металлической мишени в форвакуумной области давлений / Д.Б. Золотухин,

В.А. Бурдовицин, Е.М. Окс, А.В. Тюньков, Ю.Г. Юшков // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2016. – Т. 59, № 9/2. – С. 216–219.

46. Features of plasma generation by electron-beam evaporation of metal target in fore-vacuum pressure range / D.B. Zolotukhin, V.A. Burdovitsin, E.M. Oks, A.V. Tyunkov, Yu.G. Yushkov // International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects, October 2–7, 2016, Tomsk, Russia.

47. Генерация пучковой плазмы в металлической полости в форвакуумной области давлений: эксперимент и моделирование / Д.Б. Золотухин, В.А. Бурдовицин, Е.М. Окс, Ю.Г. Юшков // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2015. – Т. 58, № 9/2. – С. 132–136.

48. Мониторинг масс-зарядового состава пучковой плазмы при давлении до 10 Па / Д.Б. Золотухин, А.С. Климов, К.П. Савкин, А.В. Тюньков, Ю.Г. Юшков // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2015. – Т. 58, № 9/3. – С. 106–109.

49. Mass-Charged Composition of Beam Plasma Genersated by Fore-Vacuum Plasma Electron Source / D.B. Zolotukhin, E.M. Oks, K.P. Savkin, A.V. Tynkov, Yu.G. Yushkov // 18th International Symposium on High Current Electronics, September 21–26, 2014, Tomsk, Russia.

50. Исследование масс-зарядового состава пучковой плазмы форвакуумного источника электронов с помощью обращенного времяпролетного спектрометра / Ю.Г. Юшков, Е.М. Окс, Д.Б. Золотухин, К.П. Савкин, А.В. Тюньков, А.С. Климов // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2014. – Т. 57, № 11/3. – С. 115–119.

# Патенты, свидетельства о регистрации программного продукта

51. Пат. 199908 Российская Федерация. Зонд Ленгмюра для диагностики газометаллической плазмы / Золотухин Д.Б., Тюньков А.В., Юшков Ю.Г. – Опуб. 25.09.2020, Бюл. № 27.

52. Пат. 163747 Российская Федерация. Времяпролетный масс-спектрометр / Бурдовицин В.А., Юшков Ю.Г., Золотухин Д.Б., Окс Е.М. – Опуб. 10.08.2016, Бюл. № 22.

53. Пат. 153376 Российская Федерация. Форвакуумный источник газометаллических ионов / Бурдовицин В.А., Юшков Ю.Г., Золотухин Д.Б., Тюньков А.В. – Опуб. 20.07.2015, Бюл. № 20.

54. Пат. 175576 Российская Федерация. Установка для производства буронабивных свай / Юшков Ю.Г., Золотухин Д.Б., Тюньков А.В., Юшков А.Ю. – Опуб. 11.12.2017, Бюл. № 35.

55. Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ № 2016618798. Анализ зондовой характеристики автоматизированного одиночного зонда Ленгмюра / Юшков Ю.Г., Золотухин Д.Б.

56. Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ № 2018661019. Расчет распространения плазмы в эмиссионном канале форвакуумного источника электронов / Климов А.С., Бакеев И.Ю., Юшков Ю.Г.

Тираж 100 экз. Заказ. Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники. 634050, г. Томск, пр. Ленина, 40. Тел. (3822) 533018.