

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию
Юшкова Юрия Георгиевича
«Электронно-лучевое нанесение многофункциональных диэлектрических покрытий
форвакуумными плазменными источниками»,
представленную на соискание ученой степени доктора технических наук по
специальности 01.04.04 - Физическая электроника

Актуальность темы диссертации.

Технологии вакуумного ионно-плазменного нанесения покрытий находят широкое применение в современных наукоемких отраслях промышленности для улучшения характеристик изделий, зависящих от свойств поверхностного слоя. Для повышения качества, прочности и долговечности покрытий требуется непрерывное совершенствование оборудования и технологий получения покрытий. Наибольший интерес представляет развитие технологий нанесения таких бинарных соединений неметаллов и металлов, как оксиды, нитриды или бориды, для большинства которых характерны высокая твердость, температурная и коррозионная стойкость. Как правило, такие покрытия получают реакционным распылением или испарением металлов в активной газовой среде, однако скорость осаждения покрытий этими методами не всегда удовлетворяет современным требованиям. Высокую скорость осаждения покрытий обеспечивает метод электронно-лучевого испарения материалов, однако, поскольку большинство перспективных тугоплавких бинарных соединений являются диэлектриками, применение электронного пучка затруднено из-за влияния поверхностного заряда. Создание электронных источников, способных генерировать сфокусированные электронные пучки в условиях форвакуумных давлений, снимает эту проблему и позволяет приступить к разработке научных основ новой технологии напыления диэлектрических покрытий прямым электронно-лучевым испарением тугоплавких диэлектриков, например, керамики. Таким образом, исследования, составившие основу диссертационной работы, являются весьма важными и актуальными.

Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, заключения, списка литературы и приложения.

Во введении обосновывается актуальность исследований, проводимых в рамках диссертационной работы, формулируются цель и задачи, решению которых посвящена работа.

Первая глава является обзорной и представляет собой анализ исследований по тематике диссертации. На основании проведенного анализа сформулированы и обоснованы задачи исследований.

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

В третьей главе изложены результаты исследования процессов электронно-лучевого нагрева и испарения материалов с высокими диэлектрическими свойствами – керамики и бора, проведено их сравнение с процессами испарения электропроводных материалов.

Четвертая глава посвящена получению диэлектрических покрытий испарением керамики, многослойных покрытий методом последовательного электронно-лучевого испарения керамики и металла и борсодержащих покрытий, а также исследованию параметров и свойств

синтезированных покрытий в зависимости от условий и параметров процесса их нанесения, определению условий достижения наибольшей эффективности процесса нанесения.

В пятой главе описывается технология азотирования поверхности металла в плазме электронного пучка в условиях форвакуума, представлены результаты исследований полученных нитридных слоев.

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

В заключении сформулированы основные результаты диссертационной работы.

Среди результатов, обладающих **научной новизной**, отметим следующие.

Выполнено детальное исследование процессов нанесения покрытий методом электронно-лучевого испарения твердотельных диэлектрических материалов с использованием форвакуумных плазменных источников электронов в диапазоне давлений 1–10 Па. Определены оптимальные значения плотности мощности электронного пучка, обеспечивающие высокое качество осаждаемых покрытий.

Разработано диагностическое оборудование для измерения масс-зарядового состава плазмы, генерируемой при электронно-лучевом воздействии на материалы.

Показано, что при электронно-лучевом нагреве поверхности диэлектрических материалов в форвакуумном диапазоне давлений необходимо учитывать теплоотвод за счет теплопроводности рабочего газа, который на начальном этапе нагрева преобладает над тепловым излучением диэлектрика.

Исследованы масс-зарядовый состав и параметры плазмы, генерируемой при электронно-лучевом испарении металлической мишени в форвакуумном диапазоне давлений в области транспортировки электронного пучка. Определены закономерности изменения содержания газовой и металлической компонент пучковой плазмы в функции параметров электронного пучка. Обнаружен и объяснен немонотонный характер зависимости электронной температуры плазмы от доли металлического компонента.

Выполнено детальное исследование распределения отрицательного потенциала по поверхности непроводящей твердотельной мишени в процессе электронно-лучевого испарения непрерывным электронным пучком в форвакууме. Показано, что при энергии электронов порядка нескольких килоэлектронвольт увеличение плотности тока электронного пучка и повышение давления газа с определенных пороговых величин приводят к сглаживанию профиля распределения потенциала и уменьшению ϕ до величин, близких к потенциалу земли.

Электронно-лучевым испарением алюмооксидной керамики при форвакуумных давлениях получены непроводящие покрытия, по своему составу соответствующие испаренному образцу. Определены оптимальные условия и характерные скорости нанесения адгезионно прочных покрытий с высокой твердостью.

Электронно-лучевым испарением твердотельного бора в атмосфере азота и испарением мишени из нитрида бора в инертном газе при форвакуумных давлениях рабочих газов синтезированы покрытия из нитрида бора с высокой твердостью, достигающей 14 ГПа.

Практическая и научная значимость полученных в диссертации результатов заключается в следующем:

С использованием форвакуумных плазменных источников электронов разработаны научные основы новой технологии электронно-лучевого синтеза многофункциональных покрытий на основе твердых соединений оксидов, боридов и нитридов, имеющих высокие эксплуатационные параметры, характеристики и свойства.

Результаты проведенных исследований важны для дальнейшего развития физики взаимодействия электронных пучков с диэлектрическими материалами в форвакуумной области давлений и техники электронно-лучевого синтеза диэлектрических покрытий.

Существенно расширены возможности метода нанесения покрытий электронно-лучевым испарением в результате создания условий для испарения мишеней из диэлектрических материалов, в том числе высокотемпературных керамик.

Материал, изложенный в диссертации, может быть использован для решения широкого круга задач науки и практики, в которых требуется применение покрытий с особыми свойствами на основе оксидов, нитридов, боридов, например, высокотемпературных, барьерных, сверхтвердых покрытий.

Замечания по диссертационной работе

1. Автор отмечает, что для широкого практического использования диэлектрических покрытий необходимо не только всестороннее изучение процесса их нанесения, но и детальное изучение структуры, свойств и характеристик самих покрытий (стр. 9 автореферата). Однако в исследованиях используется техническая керамика без указания точного состава. Более того, как известно, оксид алюминия является полиморфным соединением, он может существовать в разнообразных кристаллических модификациях, а также в аморфном состоянии. От структуры получаемого покрытия зависят его основные свойства. Например, единственной термически устойчивой до 1200 °С является альфа-фаза оксида алюминия, обладающая также максимальной твердостью. Однако, структура покрытий в работе практически не исследовалась.

2. При обсуждении влияния плотности потока атомарного азота на структуру и свойства модифицированного слоя автор совершенно игнорирует процессы в твердом теле. Для повышения скорости азотирования недостаточно увеличения плотности ионного тока, необходимо также обеспечить соответствующую скорость диффузии азота в объеме, снизить распыление поверхности. Не лишним для понимания сути процесса было бы и краткое описание последовательности формирования нитридных фаз по глубине модифицируемого слоя.

3. Применение для анализа масс-зарядового состава азотной плазмы при форвакуумных давлениях модифицированного квадрупольного масс-спектрометра может приводить к значительной погрешности измерений вследствие диссоциации молекулярных ионов азота при их движении в трубе дрейфа. На это указывают и необычно высокие значения отношения линий ионов атомарного и молекулярного азота (рис. 18 автореферата). Этот метод обеспечивает скорее качественные оценки влияния параметров пучка и газовых условий на состав плазмы.

4. При анализе дифрактограммы нитридного покрытия (стр. 229) отмечается, что размер кристаллитов TiN на уровне 89 нм говорит о небольшом значении остаточных напряжений в формируемом слое. Это неверно. О наличии остаточных напряжений может свидетельствовать смещение линий дифрактограммы.

5. Показанная на рис.2.15 конструкция зонда для измерений параметров плазмы при испарении диэлектриков представляет проводник, длина которого на порядок больше его диаметра, помещенный с небольшим зазором внутрь металлического экрана. Однако, такая конструкция не только защищает зонд от запыления, но и создает условия для распада плазмы в длинной узкой полости. Оценивалась ли степень изменения параметров плазмы по длине зонда и ее влияние на точность измерений?

6. При обсуждении температурной зависимости удельного сопротивления мишени из алюмооксидной керамики (стр. 136) утверждается, что «...при таких сопротивлениях в вакуумном случае падение потенциала $\Delta\phi$ на ... поверхности составило бы величину от 3,6 кВ (при ~ 1300 °С) до 10 МВ (при 600 °С). Однако, при воздействии электронов пучка с энергией до 10 кэВ такое невозможно.

7. Примеры неудачной конструкции фраз.

Стр. 270. В материале покрытия при испарении нитрида бора присутствует азот, что делает возможным синтез бинарных высокотемпературных покрытий, таких как BN.(?)

Стр. 211. Отсутствие элементов подложки в покрытии на глубине порядка 1 мкм и малое время напыления (1 мин) свидетельствуют о высокой скорости роста формируемого покрытия. (?)

Приведенные замечания не влияют на общую положительную оценку работы.

В целом, диссертационная работа Юшкова Ю.Г. выполнена на высоком научном уровне и содержит решение крупной научно-технической задачи, состоящей в доказательстве принципиальной возможности реализации электронно-лучевого синтеза диэлектрических покрытий в области повышенных давлений с использованием форвакуумных плазменных источников электронов. Диссертация представляет собой законченное исследование. Результаты работы достаточно полно представлены в публикациях автора. Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации.

Таким образом, диссертация Юшкова Юрия Георгиевича удовлетворяет всем требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени доктора наук, её автор заслуживает присуждения ему ученой степени доктора технических наук по специальности 01.04.04 – Физическая электроника.

Официальный оппонент,

д.т.н., член-корреспондент РАН, главный научный сотрудник ФГБУН
«Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук»

620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 106, Тел.: (343) 267-87-96

e-mail: gavrilov@iep.uran.ru

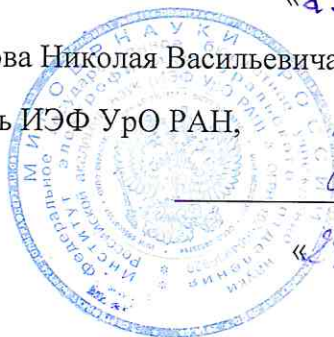
Гаврилов Николай Васильевич

«29» сентября 2021 г.

Подпись Гаврилова Николая Васильевича заверяю:

Ученый секретарь ИЭФ УрО РАН,

к.ф.-м.н.



/Кокорина Е.Е./

«29» сентября 2021 г.