

АНОТАЦІЯ

Єфименко Н. О. Формування комбінованих потоків активованих частинок в плазмових системах зі схрещеними ЕН - полями для синтезу наноструктурних покриттів. - Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття ступеня доктора філософії за спеціальністю 105 – Прикладна фізика та наноматеріали (Галузь знань 10 – Природничі науки). – Харківський національний університет імені В.Н.Каразіна Міністерства освіти і науки України, Харків, 2023.

Дисертаційну роботу присвячено дослідженням процесів генерації та транспортування потоків іонів, електронів і хімічно активних частинок в кластерній іонно-плазмовій системі (КІПС) та в комбінованій магнетронній іонно-променевої / плазмовій системах (МІПС) зі схрещеними ЕН полями для синтезу складно-композиційних наноструктурних покриттів. Створення кластерних та комбінованих іонно-плазмових систем, які складаються з декількох плазмових модулів є перспективним напрямком для отримання потоків активованих частинок з можливістю незалежного керування енергією та густиною струму, що необхідно для розробки новітніх технологій синтезу наноструктурних функціональних покриттів з заданими параметрами.

На першому етапі роботи було проведено експериментальні дослідження інтегральних характеристик магнетронного та ВЧ індукційного розрядів в КІПС: напруги запалювання, пробою і згасання залежно від тиску робочого газу, топології та напруженості магнітного поля, вольт - та ват-амперних характеристик. Для цього використовувалися штатні аналогово-цифрові прилади та аналогово-чисельні методики, з виводом даних на комп'ютер. Також були виміряні локальні параметри плазми і потоків заряджених частинок (температури і густини електронів і іонів) методами одиночного і подвійного зонда Ленгмюра;

визначенні енергетичні спектри іонів за допомогою одно сіткового та багатосіткового зондів; просторові розподіли густини іонного струму, які вимірювалися рухомим плоским зондом у режимі насичення іонного струму. Вимірювання та обробка зондових вольт-амперних характеристик проводилася аналоговим методом і чисельно-автоматизованим методом за допомогою приладу «Плазмометр».

Для визначення оптимальних параметрів системи в процесах синтезу захисних і електретних покриттів на основі оксидів Al_2O_3 і Ta_2O_5 в КПС були проведені мас-спектрометричні дослідження газової суміші в робочій камери за допомогою мас-спектрометра *РОМС-4*. Також було досліджено оптичну емісію з плазми спектрометром *Horiba iHR-320*.

В результаті виконання першого етапу роботи було синтезовано одношарові і багатшарові покриття з оксидів алюмінію та танталу і вивчено їх фізичні та трибологічні властивості, визначено оптимальне «технологічне вікно» та зроблено рекомендації щодо отримання стехіометричних покриттів з пенто-оксиду тантала в КПС. Також, на основі досліджень плазми проведено оснащення КПС додатковим обладнанням для контролю і моніторингу в часі ключових параметрів технологічного процесу нанесення покриттів на зразки та медичні вироби для імплантології.

Другий етап роботи було присвячено комплексним експериментальним і технологічним дослідженням новітньої комбінованої магнетронної іонно-променевої системи (МПС). В МПС магнетронний розряд було поєднано з джерелом іонів холлівського типу, налаштованому на роботу в прискорювальному режимі. В цьому режимі було можливо забезпечити високе співвідношення додаткової нерівноважної енергії на один конденсований атом ($100-1000$) eV/at. за рахунок значної енергії іонів ($500-1000$) eV. Це дозволило формувати щільні, надтверді покриття з високою внутрішню напругою типу *TiN* та α Al_2O_3 . Також було доведено можливість контролювати кінетику росту

стехіометричних покриттів з Al_2O_3 при знижених температурах і отримати аморфні або нанокристалічні (розміром 10-12 нм) плівки з γ та α фазами оксиду алюмінію. Також одночасна робота

магнетронного розряду і джерела іонів продемонструвала переваги МПС перед магнетронним розрядом, а саме:

- зниження тиску робочого газу для запалювання розряду в 1,5-2 рази;
- зменшення напругу магнетронного розряду на (50-100) В і стабілізація його роботи при тисках газу, менших за 1 мТорр;
- можливість компенсації струму іонного пучка потоком електронів з магнетронної плазми і синтезу тонких діелектричних плівок без пошкоджень;
- можливість проводити реактивний іонно-плазмовий синтез стехіометричних покриттів при параметрах поза зони пасивації мішені магнетрона.

Також в результаті проведених досліджень отримано послідовний синтез аморфної, γ - та α – фаз оксиду алюмінію за участю іонного бомбардування в МПС при температурі зразків меншої 500° С.

На третьому етапі роботи було експериментально досліджено іонно-плазмову модифікацію МПС, яка призначена для синтезу покриттів з низькою енергією іонів (10-100) eV додаткового бомбардування, але з високою густиною струму до 20 mA/cm². Цей діапазон параметрів іонного бомбардування є необхідним для нанесення покриттів без внутрішніх напружень на термочутливі матеріали.

Було експериментально доведено можливість формування при анодного шару електронів в плазмовому режимі роботі джерела іонів холлівського типу без розжарювального катоду завдяки інжекції електронів з магнетронного розряду. Вперше експериментально встановлено самоузгоджене керування напругою при анодного шару електронів в джерелі іонів холлівського типу в плазмовому режимі за допомогою магнітного поля. Таким чином, в комбінованій МПС отримано

направлений компенсований іон-електронний потік з керованою енергією іонів в діапазоні (30-500) eV і густиною струму до 30 mA/cm².

На четвертому етапі роботи було розроблено феноменологічну просторово-усереднену модель комбінованого газового розряду в *EH* полях, яка побудована на загально визнаних в фізиці газового розряду і низькотемпературної плазми величинах. Було виявлено енергетично оптимальний режим роботи системи з максимальним струмом при мінімальній напрузі розряду та визначено параметри, які впливають на величину катодного і анодного падіння потенціалу. Наявність мінімуму напруги пояснює стабілізаційний характер вольт-амперної характеристики, а оцінки величини потенціалу плазми задовільно відповідають експериментальним даним. В цілому модель, якісно та кількісно пояснює основні характеристики роботи комбінованої МППС від зовнішніх параметрів: тиску робочого газу, електричної потужності та магнітного поля. Отримані результати можуть бути застосовані для розрядів з різною геометрією електродів і *EH* полів, а саме,- розряд Пеннінга, циліндричний іонний магнетрон, ДІ «Радикал», торцевий прискорювач та інше.

Таким чином експериментально доведено і теоретично обґрунтовано нову концепцію комбінованої МППС, яка дозволяє генерувати потужні іон-електронні протококи з керованою енергією. Тематика роботи і отримані результати становлять інтерес не тільки для фундаментальної фізики газового розряду і низькотемпературної плазми в магнітному полі, а є актуальними для розробки нової генерації іонно-плазмового обладнання для мікро- і нанотехнологій.

Ключові слова: іонний пучок, джерело іонів, магнетронний розряд, низькотемпературна плазма, іонно-плазмові системи, газовий розряд у магнітному полі, нанотехнології.

ABSTRACT

Yefymenko N.O. The formation of combined flows of activated particles in plasma systems with crossed EH fields for the synthesis of nanostructured coatings – Qualification scientific work on the rights of a manuscript.

Dissertation for the degree of Doctor of Philosophy in the specialty 105- Applied Physics and Nanomaterials (Field of Knowledge 10 - Natural Sciences)

V. N. Karazin Kharkiv National University of the Ministry of Education and Science of Ukraine, Kharkiv, 2023.

The dissertation is devoted to the research of the processes of generation and transport of flows of ions, electrons and chemically active particles in the cluster ion-plasma system (CIPS) and in the combined magnetron ion-beam / plasma systems (MIPS) with crossed EH fields for the synthesis of complex-composite nanostructured coatings. The creation of cluster and combined ion-plasma systems, which consist of several plasma modules, is a promising direction for obtaining flows of activated particles with the possibility of independent control of the energy and current density of ions, electrons and chemically active particles, which is necessary for the development of the latest synthesis technologies nanostructured functional coatings with specified parameters.

At the first stage of the work, experimental studies of integral characteristics of magnetron and RF induction discharges in CIPS were carried out: ignition voltage, breakdown and extinction depending on the working gas pressure, topology and magnetic field strength, current - voltage and current - watt characteristics. For this, standard analog-digital devices and analog-numerical methods were used, with data output to a computer.

The local parameters of the plasma and flows of charged particles (temperature and density of electrons and ions) were also measured using single and double Langmuir probe methods; determining energy spectra of ions using single-grid and multi-grid probes; spatial distributions of the ion current density

were measured by a moving flat probe in the ion current saturation mode. Measurement and processing of probe current-voltage characteristics was carried out by an analog method and a numerically automated method using the "Plasmameter" device.

In order to determine the optimal parameters of the system in the processes of synthesis of protective and electret coatings based on Al_2O_3 and Ta_2O_5 oxides, mass spectrometric studies of the gas mixture in the working chamber were carried out using the ROMS-4 mass spectrometer. The optical emission from the plasma was also investigated with a Horiba iHR-320 spectrometer.

As a result of the first stage of work, single-layer and multilayer coatings from aluminum and tantalum oxides were synthesized and their physical and tribological properties were studied. The optimal "technological window" was determined, and recommendations were made for obtaining stoichiometric coatings from tantalum pentoxide in CIPS. Also, on the basis of plasma research, CIPS was equipped with additional equipment for control and monitoring in time of key parameters of the technological process of coating samples and medical products for implantology.

The second stage of the work was devoted to comprehensive experimental and technological research of the latest combined magnetron ion-beam system (MIPS). In the MIPS, the magnetron discharge was combined with a Hall-type ion source configured to operate in the accelerating mode. In this regime, it was possible to provide a high ratio of additional non-equilibrium energy per condensed atom (100-1000) eV/at. due to the significant ion energy (500-1000) eV. This made it possible to form dense, superhard coatings with high internal stress such as TiN and α Al_2O_3 . It was also proven that it was possible to control the growth kinetics of stoichiometric Al_2O_3 coatings at low temperatures and obtain amorphous or nanocrystalline (10-12 nm in size) films with γ and α phases aluminum oxide. Also, the simultaneous operation of the magnetron discharge and the ion source demonstrated the advantages of MIPS over the magnetron discharge, namely:

- reducing the working gas pressure for igniting the discharge by 1.5-2 times;

- reduction of magnetron discharge voltage by (50-100) V and stabilization of its operation at gas pressures less than 1 mTorr;
- the possibility of compensating the ion beam current with the flow of electrons from the magnetron plasma and synthesizing thin dielectric films without damage;
- the possibility to carry out reactive ion-plasma synthesis of stoichiometric coatings at parameters outside the passivation zone of the magnetron target.

Also, as a result of the conducted research, a sequential synthesis of amorphous, γ - and α - phases of aluminum oxide was obtained with the participation of ion bombardment in MIPS at a sample temperature of less than 500°C.

At the third stage of the work, the ion-plasma modification of MIPS was experimentally investigated, which is intended for the synthesis of coatings with low ion energy (10-100) eV of additional bombardment, but with a high current density of up to 20 mA/cm². This range of ion bombardment parameters is necessary for applying coatings without internal stresses on thermosensitive materials.

The possibility of forming the anode layer of electrons in the plasma mode of operation at the Hall-type ion source without a glowing cathode due to the injection of electrons from a magnetron discharge was experimentally proven.

For the first time, self-consistent control of the voltage at the anode layer of electrons in the Hall-type ion source in the plasma mode using a magnetic field was established experimentally. Thus, a directional compensated ion-electron flow with a controlled ion energy in the range (30-500) eV and a current density of up to 30 mA/cm² was obtained in the MIPS.

At the fourth stage of the work, a phenomenological spatially averaged model of the combined gas discharge in EH fields was developed, which is built on generally recognized values in the physics of gas discharge and low-temperature plasma. The energetically optimal operating mode of the system with the maximum current at the minimum discharge voltage was found, and the parameters that affect the magnitude of the cathodic and anodic potential drop were determined.

The presence of a voltage minimum explains the stabilizing nature of the current-voltage characteristic, and the estimates of the plasma potential correspond satisfactorily to the experimental data. In general, the model qualitatively and quantitatively explains the main characteristics of the combined MIPS operation from external parameters: working gas pressure, electric power and magnetic field. The obtained results can be applied to discharges with different geometries of electrodes and EN fields, namely, Penning discharge, cylindrical ion magnetron, DI "Radical", end accelerator and others.

In this way, a new concept of combined MIPS, which allows generating powerful ion-electron flow streams with controlled energy, was experimentally proven and theoretically substantiated. The topic of the work and the obtained results are of interest not only for the fundamental physics of gas discharge and low-temperature plasma in a magnetic field, but are relevant for the development of a new generation of ion-plasma equipment for micro- and nanotechnologies.

Key words: ion beam, ion source, magnetron discharge, low-temperature plasma, ion-plasma systems, gas discharge in a magnetic field, nanotechnology.