

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
Сибирское отделение Российской академии наук  
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт физического материаловедения  
Сибирского отделения Российской академии наук  
Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования  
Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники  
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук  
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук

# ПЛАЗМЕННАЯ ЭМИССИОННАЯ ЭЛЕКТРОНИКА

Труды VII международного Крейнделевского семинара  
«Плазменная эмиссионная электроника»  
(31 июля – 6 августа 2023 г., Республика Бурятия, оз. Байкал,  
с. Максимиха, пансионат «Байкал», база отдыха «Колос»)

Под редакцией д-ра техн. наук *М. С. Воробьева*

Улан-Удэ  
Издательство Бурятского научного центра СО РАН  
2023

УДК 537.534.2, 621.384  
ББК 66(088.8)  
П 37

П 37 **Плазменная эмиссионная электроника:** труды VII международно-го Крейнделевского семинара. – Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН, 2023. – 308 с.

ISBN 978-5-7925-0655-8

В настоящем сборнике опубликованы научные доклады, представленные на VII международном Крейнделевском семинаре «Плазменная эмиссионная электроника». Опубликованные материалы свидетельствуют, насколько успешно решались научные задачи по фундаментальным и прикладным проблемам плазменной эмиссионной электроники в период между шестым и седьмым семинарами, в частности, в понимании физических процессов в генераторах плазмы, эмиссионных свойств плазмы, генерации и формирования электронных и ионных пучков, создании нового оборудования на основе генераторов плазмы. Публикации не претендуют на полный охват выполненных исследований, но дают определенное представление о научных приоритетах в области плазменной эмиссионной электроники, устанавливают ряд общих закономерностей физической природы разрядов и плазменных процессов и явлений. Фундаментальные исследования в области плазменной эмиссионной электроники приобрели особое значение в связи с широким практическим выходом результатов исследований на создание новых функциональных покрытий, передовых технологий модификации материалов на основе применения электронных и ионных пучков и газоразрядной плазмы, современного электровакуумного оборудования, видов техники и технологии нового поколения на основе плазменных эмиттеров заряженных частиц и генераторов плазмы.

Сборник полезен специалистам по газовым разрядам, плазменным источникам заряженных частиц, генераторам плазмы, электронным, ионным и плазменным технологиям, физическому материаловедению, аспирантам и студентам-физикам.

УДК 537.534.2, 621.384  
ББК 66(088.8)

ISBN 978-5-7925-0655-8

© Кол. авт., 2023  
© Министерство науки и высшего образования РФ, 2023  
© ФГБУН Институт физического материаловедения СО РАН, 2023  
© Изд-во БНЦ СО РАН, 2023

## ПРЕДИСЛОВИЕ

VII Международный Крейнделевский семинар «Плазменная эмиссионная электроника», internet-ресурс: [http://ipms.bscnet.ru/conferenc/krnd\\_sem/krnd2023/index.html](http://ipms.bscnet.ru/conferenc/krnd_sem/krnd2023/index.html), посвящённый 85-летию со дня рождения Ю.Е. Крейнделя, проводится в преддверии 300-летия Российской академии наук. Императорский Именной Указ, извещающий, что Петр I «указал учить Академию, в которой бы учились языкам, также прочим наукам и знатным художествам и переводили б книги», вышел 8 февраля (28 января по старому стилю) 1724 года.

Цель VII Международного Крейнделевского семинара «Плазменная эмиссионная электроника»: обсуждение и обмен новыми результатами фундаментальных и прикладных исследований по перспективным плазменным процессам, эмиссии заряженных частиц из газоразрядной плазмы, созданию и применению электровакуумного пучково-плазменного оборудования и установок, разработке функциональных наноструктурированных слоев и покрытий, новых технологий их получения на основе применения электронных и ионных пучков и газоразрядной плазмы.

Семинар в свое время включен в Перечень научных конференций, симпозиумов, съездов, семинаров и школ, проводимых учреждениями, подведомственными Министерству науки и высшего образования Российской Федерации (постановление Президиума СО РАН от 11.01.2021 г. № 1, Приложение, раздел «Физические науки» п. 15). Однако в 2021 году, в связи со складывающейся эпидемиологической обстановкой с возникновением и распространением коронавируса COVID-19, правительством Республики Бурятия был установлен комплекс ограничений, в частности, связанных с приостановкой массовых мероприятий с очным присутствием граждан и их дальнейшим продлением. Принимая во внимание сохранение сложившихся многолетних традиций организации и проведения выездных заседаний Семинара на озере Байкал, организаторами в 2021 году принято непростое решение о переносе VII Международного Крейнделевского семинара «Плазменная эмиссионная электроника» на 2023 год.

Мероприятие проводится при финансовой поддержке Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники» и при содействии Министерства науки и высшего образования Российской Федерации и Сибирского отделения Российской академии наук.

На семинаре проводится школа молодых ученых «Крейнделевские чтения» с поощрением лучших докладов молодых ученых.

Тематика семинара:

- физические процессы в генераторах плазмы, эмиссионные свойства плазмы, вопросы генерации и формирования электронных и ионных пучков;
- генераторы плазмы, электронных и ионных пучков и оборудование на их основе;
- новые процессы и технологии модификации поверхности материалов, основанные на применении электронных и ионных пучков и газоразрядной плазмы.

Организаторы:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физического материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФМ СО РАН), Улан-Удэ.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники» (ТУСУР), Томск.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук (ИСЭ СО РАН), Томск.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук (ИЭФ УрО РАН), Екатеринбург.

## ПРОГРАММНЫЙ ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ

### **Председатель:**

Семёнов А.П. д.т.н., профессор, semenov@pres.bscnet.ru  
ИФМ СО РАН, Улан-Удэ

### **Сопредседатели:**

Гаврилов Н.В. чл.-к. РАН, gavrilov@ier.uran.ru  
ИЭФ УрО РАН, Екатеринбург

Коваль Н.Н. д.т.н., профессор, koval@oree.hcei.tsc.ru  
ИСЭ СО РАН, Томск

### **Ученый секретарь:**

Воробьёв М.С. д.т.н., с.н.с., vorobyovms@yandex.ru  
ИСЭ СО РАН, Томск

### **Члены:**

Груздев В.А. д.т.н., профессор, Полоцкий государственный университет,  
Новополоцк, Беларусь

Завьялов М.А. д.т.н., профессор, Всероссийский электротехнический институт –  
филиал ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. академика Е.И. Забабахина»,  
Москва

Залесский В.Г. д.ф.-м.н., ГНУ Физико-технический институт НАН Беларуси, Минск,  
Беларусь

Козырев А.В. д.ф.-м.н., профессор, ИСЭ СО РАН, Томск

Королёв Ю.Д. д.ф.-м.н., профессор, ИСЭ СО РАН, Томск

Логачёв П.В. академик РАН, ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск

Мартенс В.Я. д.т.н., профессор, ФГАОУ ВО Северо-Кавказский федеральный  
университет, Ставрополь

Медовник А.В. д.т.н., доцент ФГБОУ ВО Томский государственный университет  
систем управления и радиоэлектроники, Томск

Метель А.С. д.ф.-м.н., профессор, ФГБОУ ВО МГТУ СТАНКИН, Москва

Номоев А.В. д.ф.-м.н., ИФМ СО РАН, Улан-Удэ

Окс Е.М. д.т.н., профессор, ФГБОУ ВО Томский государственный университет  
систем управления и радиоэлектроники, Томск

Ратахин Н.А. академик РАН, ИСЭ СО РАН, Томск

Ремпе Н.Г. д.т.н., профессор, ФГБОУ ВО Томский государственный университет  
систем управления и радиоэлектроники, Томск

Углов В.В. д.ф.-м.н., профессор, Белорусский государственный университет,  
Минск, Беларусь

## НАЙТИ СВОЙ ПУТЬ И НЕ ПРОЙТИ ВСЕЦЕЛО...

Крейндель Юлий Ефимович (07.02.1939 – 06.09.1991), родился в г. Бежица (Белоруссия) в семье Хаима (Ефима) Иосифовича Крейнделя (1905-1963) и Эстер (Эсфирь) Исаковны Эпштейн (1912-1998). Ефим Иосифович занимал должность заместителя начальника цеха завода «Красный Профинтерн». В июле 1941 года – эвакуация в Красноярск. Эшелон с эвакуируемыми семьями и оборудованием завода «Красный Профинтерн» подвергся бомбардировке с немецких самолетов. В Красноярске (станция Злобино) оборудование сгружалось на открытые платформы и монтировалось под открытым небом, *на правом берегу Енисея, – пустырь, конопляное поле, склады зернозаготовительного пункта, четыре барака*. Эвакуированные семьи были размещены во временных бараках. В кратчайший срок, соорудив над станками дощатые навесы, несли трудовую вахту, по выпуску изделий для фронта. Едва отогревая горячей водой, стывшие на морозе руки, что и говорить, трудно было переживать все тяготы и невзгоды военных лет... Выпускались гранаты, минометы, головки для снарядов установок реактивной артиллерии, детали для стрелкового оружия, позднее, – магистральные паровозы, мостовые краны для предприятий черной металлургии Урала и Кузбасса...



Воспитанием детей Юлия и Виталия в основном занималась Эсфирь Исаковна. В доме всегда было много книг. Строгий характер Ефима Иосифовича не мешал ему заботиться о семье, в полной мере проявлялось влияние на сыновей, приобщал их к чтению, к любви к книгам. Юлий Ефимович в 1955 году с серебряной медалью закончил в Красноярске школу и поступил в Томский политехнический институт на радиотехнический факультет. В 1960 году закончил Томский политехнический институт, кафедру «электронные приборы». С 1960 по 1962 годы работал инженером в Научно-исследовательском институте ядерной физики при Томском политехническом институте. В 1962 году поступил в аспирантуру Томского института радиоэлектроники и электронной техники, кстати, созданного 21.04.1962 года на базе двух факультетов Томского политехнического института - «радиотехнического» и «электро-радиоуправления». В 1965 году защитил кандидатскую диссертацию на тему: «Исследования выхода электронов из разряда с осцилляцией электронов в магнитном поле». Работал в институте на кафедре «электронные приборы» сначала в должности старшего преподавателя, с 1968 года – доцента. В 1970 году переведен на должность старшего научного сотрудника для завершения работы над докторской диссертацией. В 1972 году защитил докторскую диссертацию на тему «Источники электронов на основе разрядов с холодным катодом в магнитном поле». В 1973-1986 годы работал заведующим кафедрой «физики» Томского института автоматизированных систем управления и радиоэлектроники (в 1971 году Томский институт радиоэлектроники и электронной техники реорганизован в Томский институт автоматизированных систем управления и радиоэлектроники). Основные направления научной работы - комплексное исследование вакуумных и газовых разрядов, условий генерации в разрядных системах плазменных образований с высокими эмиссионными свойствами, изучение особенностей эмиссии электронов и ионов из плазмы и формирования интенсивных пучков заряженных частиц.

Обучаясь на кафедре «электронные приборы», мы студенты росли благодаря исключительному таланту, выдающимся способностям, всесторонней образованности, неустанной работоспособности, высочайшему профессионализму, одержимости, глубокому вдохновению и творчеству поистине выдающихся ученых и преподавателей. Юлий Ефимович выде-

лялся как принципиальный, строгий, объективный и справедливый преподаватель, обладал обширными, полными знаниями и глубоким аналитическим мышлением, отличался редкой способностью четко и ясно излагать суть и содержание предмета. В 1975 году Юлию Ефимовичу присвоено ученое звание профессора. Лекции по курсу «физические основы электроники» на кафедре «электронные приборы» считались образцовыми. Юлий Ефимович увлекал научно-исследовательской работой студентов уже со второго курса, на кафедре «физики», оказал решающее влияние на выбор учениками научного пути в фундаментальной физической науке, и убеждал, – научная деятельность не мешает нам оставаться инженером. Благодаря инженерной направленности полученным в институте знаниям, учениками достигнуты существенные результаты в развитии плазменной эмиссионной электроники. Будучи аспирантом Томского института автоматизированных систем управления и радиоэлектроники (обучался дистанционно) при научном руководстве профессора Ю.Е. Крейнделя, бережно хранил переписку, письма в которых Юлий Ефимович предельно сосредоточенный, строгий, требовательный, наставлял стремиться к глубокому пониманию сути явлений, строгостью к научным результатам, поддерживал начинания, находя их осмысленными, поучал разумными советами, особенно проявлять в полной мере трудолюбие, порядочность, честность.

Одновременно с заведованием кафедрой с 1979 года Юлий Ефимович руководил отделом «плазменной эмиссионной электроники» Института сильноточной электроники СО АН СССР. Под его руководством проведены исследования условий генерации в газовых разрядах низкого давления неоднородных плазменных образований и их эмиссионных свойств, выявлены и изучены принципиальные особенности эмиссии электронов из плазмы, ограниченной пристеночными ионными слоями, исследованы принципы формирования электронных пучков плазменными эмиттерами. Результаты этих исследований послужили основой создания нового типа электронных источников с плазменными эмиттерами, электронно-лучевых установок, функциональные эксплуатационные характеристики которых позволили значительно расширить возможности практического использования электронных пучков. На базе электронных источников с плазменными эмиттерами разработаны не имеющие аналогов электронно-лучевые установки различного назначения, в том числе технологического. Созданные электронно-лучевые установки использовались в научных исследованиях и в промышленности со значительным экономическим эффектом. В течение ряда лет установки электронно-лучевой сварки с плазменным источником электронов выпускались серийно. Кстати, разработка и внедрение в промышленность технологических электронно-лучевых систем с плазменными эмиттерами в 1988 году удостоена Государственной премии России в области науки и техники в составе авторского коллектива: Сергей Белюк (Томск), Сергей Гавринцев (Саратов), Владимир Груздев (Томск), Владимир Кокшаров (Саратов), Юлий Крейндель (Свердловск), Николай Минеев (Саратов), Николай Ремпе (Томск), Вячеслав Солдатов (Саратов).

В 1986 году распоряжением Президиума АН СССР Юлий Ефимович переведен в Уральский научный центр АН СССР (в 1987 году Уральский научный центр реорганизован в Уральское отделение АН СССР). В связи с организацией в 1986 году в Свердловске в Уральском научном центре Института электрофизики, назначен заместителем директора по науке, заведовал лабораторией «пучков частиц», с 1990 года – отделом «плазменно-лучевых систем» Института электрофизики УрО АН СССР. На этом месте работы проявил лучшие деловые и человеческие качества, успешно сочетал педагогическую и научную деятельность. Одновременно возглавлял кафедру «электрофизики» Уральского политехнического института.

Юлий Ефимович – автор и соавтор трех монографий, более 220 научных работ, в том числе 23 авторских свидетельств, двух патентов Франции и патента Германии. Лауреат Государственной премии России в области науки и техники. При научном руководстве подготовлены доктора наук Николай Коваль, Ефим Окс, Владимир Груздев, Николай Ремпе, Александр Семенов, Николай Гаврилов, Владимир Мартенс, Петр Щанин, Сергей Никулин, кан-

дидаты наук Сергей Белюк, Лидия Гутова, Леонард Левшук, Василий Гушинец, Валерий Никитинский, Алевтина Злобина, Галина Васильева, Олег Троян, Валерий Толкачев.

К слову, в 1990 году в Свердловске на VIII Всесоюзном симпозиуме по сильноточной электронике, совместно с Ефимом Оксом (ныне доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой физики Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники, заведующий лабораторией «плазменных источников» Института сильноточной электроники СО РАН), предложили Юлию Ефимовичу провести в Бурятии на озере Байкал Всесоюзное совещание по плазменной эмиссионной электронике. Инициативе способствовала выделившаяся в программе симпозиума по сильноточной электронике самостоятельная секция по плазменной эмиссионной электронике, руководимая Юлием Ефимовичем Крейнделем и проявилась крайняя необходимость обменяться результатами фундаментальных исследований, накопленным опытом экспериментальной работы, сформулировать новые задачи, наметить новые планы научного сотрудничества.

И вот, 17–24 июня 1991 года на озере Байкал при непосредственном организационном участии Ю.Е. Крейнделя, состоялся крупный представительный научный форум I Всесоюзное совещание по плазменной эмиссионной электронике, ученым секретарем назначен Александр Семенов (впоследствии доктор технических наук, профессор, директор-организатор и первый избранный директор Института физического материаловедения СО РАН). Брат Юлия, Виталий (радиоинженер, окончил Красноярский политехнический институт, работал на оборонном предприятии в Конструкторском бюро Красноярского радиозавода, занимался разработкой станций спутниковой связи... и в ОАО "Красноярское конструкторское бюро "Искра"... ) уведомил, 30.06.1991 года родные получили письмо, Юлий Ефимович упоминал «...у меня все в порядке, закончилось Байкальское мероприятие, все прошло даже лучше, чем ожидалось, погода была прекрасной, организация выше всяких похвал, явка участников практически стопроцентная, хорошо поработали и неплохо провели время, собрал всех, имеющих отношение к проблеме совещания...».

06.09.1991 года Юлий Ефимович трагически погиб в Свердловске – стал жертвой разгула преступности, похоронен учениками в Томске.

Будучи уверенными в перспективности выбранного пути и осмысливания пройденного пути в 2006 году, спустя 15 лет от даты проведения I Всесоюзного совещания по плазменной эмиссионной электронике, возобновлено проведение совещания в новом статусе – Международный Крейнделевский семинар «Плазменная эмиссионная электроника» с периодичностью раз в три года на озере Байкал, в память о профессоре Ю.Е. Крейнделе, по инициативе Николая Гаврилова (ныне доктор технических наук, профессор, чл.-к. РАН, заведующий лабораторией «пучков частиц» Института электрофизики УрО РАН), Николая Коваля (ныне доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник лаборатории «плазменной эмиссионной электроники» Института сильноточной электроники СО РАН) и Александра Семенова (ныне доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник лаборатории «физического материаловедения» Института физического материаловедения СО РАН).

В 2002 году в Томском государственном университете систем управления и радиоэлектроники учреждена премия имени Ю.Е. Крейнделя. Премия присуждается молодым ученым, аспирантам или студентам, добившимся значительных успехов в области вакуумной и плазменной электроники. В Томском государственном университете систем управления и радиоэлектроники на факультете электронной техники 07 апреля 2009 года торжественно открыта в достаточной мере с участием учеников учебная аудитория имени Юлия Ефимовича Крейнделя.

Однажды созданное основателем профессором Ю.Е. Крейнделем научное направление «**плазменная эмиссионная электроника**», вот уже несколько десятилетий развивается, сегодня прямые его ученики и ученики учеников, являясь продолжателями и достойно представляя научную школу Ю.Е. Крейнделя, активно работают в ряде учебных университетах России и академических институтах Российской академии наук.

В завершении приведу к месту слова Виталия Крейнделя «...считаю, многому у Юлия Ефимовича научился, может быть, лучшему, что у меня есть – обязанности, точности, преданности друзьям, любви к походам, любви к чтению... мне кажется, мы были очень близки, несмотря на нечастые встречи – в Красноярске, Томске, Свердловске, Москве (в совпадающих по времени командировках), ...позвольте выразить глубокую благодарность за название семинара, за то, что помните..., спасибо за то, что делаете в память о Юлии Ефимовиче...».

профессор Александр Семенов

# Субъективный взгляд на историю и современное состояние плазменной эмиссионной электроники

Е.М. Окс<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)

634055, Томск, пр. Академический, 2/3, Россия

<sup>2</sup>Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники (ТУСУР)

634050, Томск, пр. Ленина, 40, Россия

E-mail: oks@opee.hcei.tsc.ru

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-9-16

На основе личного опыта исследовательской деятельности в области плазменной эмиссионной электроники приводится ретроспективный и, во многом, субъективный анализ истории, современного состояния и дальнейшего развития данного научного направления.

## Введение

Поскольку плазма в определённом понимании представляет собой ионизованный газ, содержащий положительно заряженные ионы и отрицательно заряженные электроны, то это делает привлекательным ее использование для генерации ускоренных пучков заряженных частиц. Здесь также следует обратить внимание на достаточно заметную долю отрицательных ионов в плазме ряда газов с высоким электронным сродством. Если интерес к плазме, как эмиттеру ионов, в том числе и отрицательных, не имеет реальной альтернативы, то целесообразность создания источников электронов с плазменным катодом и их применения для решения различных научно-практических задач требует более всестороннего обоснования преимуществ плазменного катода по сравнению с традиционно используемым твердотельным термоэмиссионным катодом. Энтузиасты развития и использования плазменных катодов, к которым, несомненно, относится и автор настоящей статьи, обращают внимание на способность плазменных катодов к импульсной эмиссии, более широкий диапазон давлений остаточного газа, не критичность к остаточной вакуумной среде и ряд других. Вспоминается следующий случай. Обсуждаем с американским коллегой, посвятившим достаточно много времени изучению процессов эмиссии электронов из плазмы, перспективы плазменного эмиттера электронов, как альтернативы термокатадам. На все мои аргументы о преимуществах плазменного катода

было получено лишь одно возражение: плазменный катод – это сложное и дорогое устройство, здесь и разрядная камера, и система формирования электронного пучка, и источники электропитания, все это стоит тысячи долларов. А термокатод – это небольшой длины вольфрамовая нить с простым источником накала, он стоит 7 долларов, и его замена требует не более 15 минут. И вообще, для капиталиста привлекательность любого инновационного продукта начинается с рентабельности не ниже 30%.

Настоящая статья отражает личный взгляд автора на научное направление «плазменная эмиссионная электроника», его истоки, основы, современное состояние и перспективы развития. Статья не имеет цель отразить вклад того или иного уважаемого исследователя или коллектива в успешное развитие данного научного направления. Ссылки на те или иные работы во многом обусловлены личным пристрастием автора и в большей степени они привлекаются в качестве иллюстрации субъективных оценок автора статьи на те или иные результаты, которые, оговорюсь снова, по мнению автора данной статьи внесли свой вклад в становление и развитие этого, без сомнения, физически интересного и практически важного научного направления.

Сделаем еще одно пояснение. В данной статье мы ограничимся рассмотрением только стационарных или квазистационарных плазменно-эмиссионных систем, исключив, тем самым, процессы эмиссии электронов из нестационарных плазменных

образований, характерных для источников электронных пучков на основе взрывоэмиссионных катодов. Такое разделение обусловлено, на взгляд автора, тем, что процессы функционирования стационарных плазменных катодов в большей степени отражают специфику и многообразие эмиссии электронов из плазмы.

Автор статьи никоим образом не желает выступить в роли «главного идеолога» данного научного направления, и тем более не имеет намерений критически оценивать те или иные научно-практические результаты исследований и разработок в области плазменной эмиссионной электроники. Эта статья написана не столько для читателей, сколько для самого автора и имеет цель систематизировать собственный опыт работы и прояснить понимание в данном вопросе. Предлагая столь необычную направленность статьи, автор, тем не менее, надеется, что она будет полезна для коллег, возможно она станет отправной точкой для обмена мнениями и идеями в рамках свободной дискуссии.

### **История становления и развития**

Несмотря на то, что эмиссия электронов из плазмы была известна со времен создания первых источников ионных пучков, пристальное внимание к возможности получения из плазмы электронных пучков и активные исследования в данной области связаны с именем профессора Ю.Е. Крейнделя. Юлий Ефимович по праву считается основателем научного направления, известного сегодня как «плазменная эмиссионная электроника». Наверняка историю становления и привлекательность плазменной эмиссионной электроники в полной мере смог бы раскрыть ее основатель. Но ранний уход из жизни Юлия Ефимовича не дал ему сделать этого, а его ученикам не дал возможности его об этом расспросить. В качестве неподтвержденной версии, которая с годами становится легендарной и поэтому кажется более правдивой, является случай. В начале 60-х годов прошлого столетия молодой инженер НИИ Ядерной физики при Томском политехническом институте (сейчас это Национальный исследовательский Томский

политехнический университет) Юлий Крейндель разрабатывал источник ионов атомарного водорода (протонов) для одного из ускорителей НИИ ЯФ. В этом устройстве положительно заряженные протоны извлекались из плазмы тлеющего разряда при подаче на ускоряющий электрод отрицательного потенциала. Произошедшее случайным образом изменение полярности ускоряющего напряжения привело к соответствующей смене тока ионов из плазмы на ток электронов. В этой смене не было ничего удивительного, поскольку в плазме генерируются ионы и электроны. Необычным и неожиданным была величина тока электронов, сравнимая с током разряда. Это факт для разработчика ионных источников был удивительным, поскольку, при отборе из плазмы ионов, ток пучка никогда не превышает нескольких процентов от тока разряда. Для плазменных катодов был даже введен параметр эффективности извлечения электронов  $\alpha$ , представляющий отношение тока эмиссии электронов из плазмы  $I_e$  к току разряда  $I_d$ :

$$\alpha = I_e/I_d. \quad (1)$$

На мой взгляд, именно несоизмерный с током ионов относительно большой ток электронов из плазмы и явился тем привлекательным фактором, который и привлек интерес к исследованию эмиссии электронов из плазмы, созданию на основе проведенных исследований различных плазменных источников электронов и их успешным применениям.

Как и для любого научного направления, начальный этап исследований заключался в получении массива экспериментальных данных, в определении факторов и условий, оказывающих влияние на выходные параметры плазменных источников электронов. Этот период следует определить, как эмпирический. На данном этапе исследований как бы прощупывались основные механизмы и закономерности, определяющие физические процессы эмиссии электронов из плазмы. Но уже тогда стало ясно, что процессы функционирования разрядных систем, генерирующих эмиссионную плазму, и условия отбора из плазмы

электронов взаимосвязаны. В эксперименте было выявлено, что эмиссия электронов приводит к повышению потенциала плазмы, а в ряде случаев, оказывает влияние на ток разряда и напряжение его горения. Одни из важных экспериментальных фактов стало получение 100% эффективности извлечения электронов из плазмы при повышении давления газа. Было показано, что на ионизационные процессы в ускоряющем промежутке и образованный в этой области обратный поток ионов, ускоренный в направлении плазменного катода, оказывает влияние отбор электронов из плазмы в результате так называемой «ионно-электронной эмиссии» из плазмы. Несмотря на большое количество различных экспериментальных фактов, тем не менее, вся имеющая совокупность полученных результатов до определённого времени не укладывалась в единую физическую модель процесса эмиссии электронов из плазмы.

Все поставил на свои места профессор А.В. Жаринов – один из наиболее квалифицированных и известных отечественных ученых в области физики низкотемпературной плазмы, а также систем тлеющего и дугового разряда в скрещенных  $E \times H$  полях. Аскольд Владимирович впервые предложил использование плазменного (электроракетного) двигателя с анодным слоем. Предложенная им в 1956 году идея послужила основой для создания целого семейства этих устройств.

Насколько мне известно, к первым работам по плазменным катодам, да и к самому молодому ученому Ю.Е. Крейнделю, профессор Жаринов отнёсся без особого интереса. Но тем удивительнее было для нас получить где-то в 1979 году от Аскольда Владимировича рукопись с интригующим названием «Элементарная теория плазменного катода». В дальнейшем А.В. Жаринов вместе со своими коллегами и учениками, в первую очередь с Юрием Алексеевичем Коваленко, опубликовал по плазменному катоду несколько статей в «Журнале технической физики», но его первая рукописная работа, написанная просто и ясно, на мой взгляд, наиболее значимая. По мере понимания того, что было написано в этой руко-

писи, многие из нас стали сами себе говорить: «...здесь нет ничего нового, мы это знали, мы это видели в эксперименте». Все это, в какой-то мере, правильно, но я и сегодня уверен, что окончательно прояснил физику процесса эмиссии электронов из плазмы именно А.В. Жаринов.

Что же такого нового предложил Аскольд Владимирович? Вся его простая теория плазменного катода основывалась на фундаментальном законе сохранения заряда, который в данном случае можно трактовать как «невозможно из плазмы извлечь электронов больше, чем их там образовалось». Но это очевидная и даже банальная истина. Важной особенностью эмиссии электронов из плазмы является деформация ускоряющим электрическим полем изначально существующего потенциального барьера для электронов в области их отбора из плазмы. Снижение потенциального барьера приводит к росту плотности тока эмиссии электронов из плазмы вплоть до достижения максимального значения, соответствующего плотности хаотического тока электронов из плазмы при нулевом потенциальном барьере. Рост плотности тока эмиссии электронов из плазмы сопровождается соответствующим увеличением и полного тока эмиссии электронов. В условиях постоянства скорости генерации электронов в разрядной плазме, возрастание тока эмиссии электронов должно компенсироваться соответствующим снижением электронного компонента тока на анод и другие электроды разрядной ячейки, обеспечивающего генерацию эмиссионной плазмы. А это, при характерном для разрядов с развитой поверхностью анода отрицательным прианодном падении потенциала, возможно только при повышении потенциала плазмы и, соответственно, возрастании потенциального барьера для покидающих плазму электронов. При этом потенциальный барьер возрастает как для электронов, уходящих на анод, так и для эмитированных плазмой электронов. Таким образом, в отличие от эмиссии ионов, отбор электронов из плазмы возмущает ее параметры, в первую очередь, потенциал. Для формирования электронного пучка из плазмы необходимо, чтобы

снижение потенциального барьера под действием ускоряющего поля было большим, чем повышение потенциала плазмы. Только в этом случае возможно ускорение электронов из плазмы. Если это условие не выполняется, то электроны всегда будут находиться в тормозящем поле, а потенциал плазмы возрастет до уровня пробоя прианодного слоя. Сформулированное условие возможности отбора и ускорения электронов из плазмы формализовалось в ограничении площади максимальной эмиссионной поверхности плазмы  $S_e$ :

$$G(S_e/(S_e + S_a)) \leq 1, \quad (2)$$

здесь  $S_a$  – площадь поверхности анода и других электродов разрядной ячейки, на которую могут уходить электроны из плазмы,  $G$  – параметр разряда, определяющий отношение плотности хаотического тока электронов из плазмы (по сути максимально возможной плотности тока эмиссии электронов) к плотности электронного компонента плазмы на анод в отсутствие эмиссии электронов (в этом случае электроны из плазмы достигают анода преодолев потенциальный барьер прианодного слоя).

Снятие потенциального барьера для эмитированных плазмой электронов может «переключить» весь ток плазменных электронов в эмиссию и, таким образом, достичь 100% эффективности извлечения электронов ( $\alpha = 1$ ). На первый взгляд, это максимально возможное значение эффективности. Но здесь не учтен вклад ионного компонента плазмы в ток анода. Если принять это во внимание, то максимальное отношение тока эмиссии электронов из плазмы должно превышать 1 на долю ионного компонента разрядного тока на анод. Но поскольку вклад ионов в анодный ток не превышает нескольких процентов, то этим превышением можно пренебречь. Тем более этот вклад не превышает погрешность измерения тока эмиссии электронов из плазмы, которая для большинства экспериментов в плазме не бывает ниже 10%.

В ряде публикаций указывалось на более высокие значения эффективности извлечения электронов  $\alpha$ . Обратив на это внимание своего руководителя – Ю.Е.

Кренделя, я получил от него ответ: «здесь нет ничего удивительного, так как в этом случае, наряду с плазмой источником электронов является дополнительная эмиссия с электродов, например, ионно-электронная эмиссия с поверхности эмиссионной сетки, ток с которой не дает вклад в ток разряда».

На мой взгляд, развитие понимания процессов эмиссии электронов из плазмы можно разделить на этапы до появления работ А.В. Жаринова и после них. Если, как уже отмечалось ранее, на первом этапе происходило накопление экспериментальных фактов и выявление на оценочно-качественном уровне основных физических механизмов функционирования плазменных катодов, то второй этап, который продолжается и сегодня, представляет собой осознанный процесс исследований.

Прежде всего, следует обратить внимание на широко используемый метод «сеточной» или, с физической точки зрения более правильный термин, «слоевой» стабилизации эмиссии электронов из плазмы. В этом случае стабилизирующая отрицательная обратная связь устанавливается между потенциалом плазмы и площадью «открытой» эмиссионной поверхности плазмы с полностью снятым потенциальным барьером, обеспечивающей доминирующий вклад в ток эмиссии электронов из плазмы. Эта стабилизация реализуется в результате изменения площади открытой эмиссионной поверхности плазмы в результате случайного возрастания или снижения тока эмиссии электронов, отражающегося на изменении потенциала плазмы и, соответственно, протяженности слоя пространственного заряда в области эмиссионной отверствия (или ячейки сетки).

Реализация эффекта «переключения» электронного тока в плазменных катодах сделало привлекательной реализацию переключения при отборе из плазмы ионов. Следует заметить, что в условиях отрицательного падения потенциала в области эмиссионного электрода (а этот случай наиболее характерен для разрядно-эмиссионных систем), в отличие от случая эмиссии электронов из плазмы, отбор ионов из плазмы не возмущает ее параметры. Ио-

ны, покидающие плазму «по Бому», подходя к границе приэлектродного слоя и, «скапываясь с него», лишь дополнительно ускоряются в слое. В этом случае, не происходит перераспределения полного ионного тока между током эмиссии и током на электроды разрядной ячейки, а отношение тока эмиссии ионов из плазмы к току разряда всегда пропорционально площади эмиссии  $S_e$  и площади электродов  $S_a$ , на которые могут уходить из разряда ионы.

$$\alpha_i = S_e / (S_e + S_a). \quad (3)$$

В реальной конструкции ионного источника практически невозможно реализовать площадь эмиссионной поверхности более нескольких % от площади поверхности электродов разрядной ячейки. Именно поэтому, из плазмы можно перевести в ионный пучок лишь небольшую долю полного тока ионов.

Ситуация кардинально изменится, если в разрядной системе, генерирующей эмиссионную плазму, реализовать условия для положительного падения потенциала вблизи эмиссионного электрода. В этом случае, все, что ранее обеспечивалось для эмиссии электронов из плазмы, автоматически реализуется для ионов, в том числе и эффект «переключения». Для создания положительного приэлектродного падения потенциала необходимо затруднить уход электронов из плазмы. Это можно сделать ограничением площади анода или созданием в разрядной ячейке магнитного поля, замагничивающего только плазменные электроны. Такие эксперименты были сделаны на ионном источнике на основе вакуумного дугового разряда. Это повысило эффективность извлечения ионов, но, к сожалению, данные исследования пока не нашли должного продолжения.

И еще один немаловажный факт. В те далекие времена становления плазменной эмиссионной электроники вузы не имели специального финансирования для проведения фундаментальных исследований. Не было грантов ФЦП, РФФИ, и, тем более, РНФ. О международном сотрудничестве тогда никто и подумать не мог. Практически единственным возможным источником

финансирования научных исследований в организациях высшего образования были так называемые хоздоговора с промышленными предприятиями или с центральными отраслевыми НИИ. Такой подход сдвигал исследования в вузах, в особенности готовивших инженерные кадры, в сторону ОКР (опытно-конструкторских работ). Фундаментальная наука была отдана институтам Академии наук, в которых, как раз, выполнение хоздоговоров не приветствовалось.

С самого начала развития данного научного направления на основе проведенных исследований создавались плазменные источники электронов, которые успешно внедрялись на предприятиях передовых отраслей отечественной промышленности, главным образом, в технологических процессах электронно-лучевой сварки. Для этих целей были разработаны и широко использовались плазменные источники сфокусированных электронных пучков на основе отражательного (Пеннинговского) разряда с полым катодом. Внедрению результатов исследований в практику уделялось серьезное внимание. Отражением успешности внедренческой деятельности стало присуждение в 1990 году научно-производственному коллективу под руководством Ю.Е. Крейнделя Государственной премии РСФСР в области науки и техники.

В дальнейшем развитие плазменных источников электронов расширилось созданием источников широкоапертурных электронных пучков или пучков большого сечения. Возможность формирования развитой плазменной эмиссионной поверхности для генерации пучков большого сечения также является одним из преимуществ плазменного катода. Генерация импульсных электронных пучков большого сечения осуществлялась на основе дугового разряда с полым анодом в двух разновидностях: дугового контрагированного разряда с экранированием катодного пятна узким каналом в промежуточном электроде и катодной дуги с открытым катодным пятном. Такие источники электронов с выводом пучка в атмосферу использовались для обработки плоских изделий с развитой поверхностью, в том числе, полимеризации лаковых покрытий на

поверхности древесины, а также для накачки газовых лазеров.

### **Современное состояние**

Если в начале своего становления плазменная эмиссионная электроника определялась следующими общими ключевыми словами: «отражательный разряд с полым катодом», «дуговой контрагированный разряд», «катодная дуга», «плазма», «эмиссия», «электронный пучок», «эффективность извлечения электронов», «переключение», то в настоящее время набор ключевых слов, относящихся к этому научному направлению, существенно расширился. Такая ситуация во многом связана с распространением опыта исследований и разработок в области плазменной эмиссионной электроники на хотя и близкие, но все же несколько другие научные и технические направления. Такое расширение во многом связано с востребованностью тех или иных пучково-плазменных устройств, интерес к которым может быть более выраженным, чем к источникам электронов с плазменным катодом.

Прежде всего, обратим внимание на ионные источники. Так, например, в 1980–90-х годах прошлого столетия резко возрос интерес к вакуумному дуговому разряду и его применениям в качестве напылительных систем и источников ионов металлов, главным образом, для создания функциональных покрытий и модификации поверхностных свойств различных материалов. Это привело к формированию целого ряда исследовательских групп, как за рубежом, так и в нашей стране, только в Томске таких групп было около 10. Интерес к вакуумно-дуговым системам совпал по времени с переменами в стране и развитием международного научного сотрудничества, что во многом может считаться положительным фактором. Здесь же следует отметить успешность создания и реального применения источников широкоапертурных пучков ионов газов, разработка которых была основана на опыте плазменных источников электронных пучков большого сечения.

Потребность в ионных источниках привела к переориентации ряда научных коллективов на решение этих задач. Пере-

ход от плазменных источников электронов к ионным источникам не был затруднителен, поскольку в обоих устройствах для генерации эмиссионной плазмы используются практически идентичные разрядные системы, источники электропитания и контроля, а также методы и оборудование для диагностики параметров плазмы. Хотя отбор ионов из плазмы менее управляем, чем эмиссия электронов, но зато этот процесс проще, и он не возмущает параметры плазмы. Наряду с разработкой систем формирования и ускорения ионных пучков, практически единственное, что потребовалось при переходе к ионным источникам, это диагностика масс-зарядового состава ионного пучка.

От ионных источников еще проще перейти к генераторам плазмы. Генератор плазмы – это ионный источник без системы отбора и ускорения частиц. Распыление металлического катода в планарном магнетронном разряде или испарение материала в катодном пятне вакуумной дуги обеспечивает создание на поверхности защитных, функциональных и декоративных покрытий. Использование таких устройств в технологиях создания покрытий также стимулировало переориентацию на решение и этих научно-практических задач.

Таким образом, одной из заметных особенностей современного развития плазменной эмиссионной электроники является расширение (или правильной, переориентация) тематики исследований к более широкой номенклатуре разрядных и пучково-плазменных систем. При этом достаточно большое внимание уделяется достижению практической полезности полученных результатов. Данная тенденция не может быть оценена как негативная. Такое развитие в полной мере отражает потребности сегодняшнего дня в новых производственных технологиях пучково-плазменной модификации материалов.

Означает ли данная ситуация торможение или даже стагнацию научного направления плазменная эмиссионная электроника, как изучение процессов генерации плазменными источниками электронных пучков и их применения? Ответ на это вопрос можно получить после рассмотрения

ситуации сегодняшнего дня по плазменным источникам электронов. Прежде всего, следует обратить внимание на то факт, что традиционные направления, связанные с плазменными источниками широкоапертурных импульсных электронных пучков с выводом пучка в атмосферу, электронных пучков с высокой плотностью мощности и энергии пучка в импульсе, а также ряд других систем плазменных источников электронов продолжают активно развиваться.

Относительно новым направлением может считаться создание так называемых форвакуумных плазменных источников электронов, обеспечивающих генерацию непрерывных и импульсных электронных пучков в области повышенных давлений форвакуумного диапазона (от единиц до сотни Па). Достигнутый уровень параметров электронного пучка таких устройств сравним с параметрами традиционных плазменных источников электронов, функционирующих при более низких давлениях уровня  $10^{-2}$ – $10^{-1}$  Па. Форвакуумный диапазон давлений может быть достигнут с использованием лишь одной ступени механических средств откачки. Однако «экономия» откачного оборудования не является главным преимуществом плазменных источников электронов такого типа. Как показали эксперименты, в области транспортировки электронного пучка образуется плотная плазма, ионы которой в полной мере компенсируют зарядку электронным пучком облучаемой поверхности. Это открывает возможность непосредственной электронно-лучевой обработки электрически непроводящих материалов и создания диэлектрических покрытий в результате электронно-лучевого испарения керамики, бора и других материалов.

### **Заключение**

Выражаясь известной фразой медиков, относительно научного направления «плазменная эмиссионная электроника» можно с уверенностью сделать вывод о том, что «пациент скорее жив, чем мертв». Большие ожидания и надежды на доминирование плазменного катода в качестве практически безальтернативного метода и подхода для

генерации электронных пучков не оправдались, и область применения плазменных источников электронов сузилась до решения ограниченного ряда научно-практических задач, где требуется получение электронных пучков в экстремальных условиях с рекордными удельными и интегральными параметрами. С другой стороны, результаты исследования эмиссионных процессов из плазмы, опыт создания и использования плазменных источников электронов нашел применение в смежных научных, инженерно-технических и технологических областях, таких как эмиссионные методы исследования фундаментальных процессов в вакуумной дуге, ионные источники и генераторы плазмы, оборудование и технология модификации материалов и создание покрытий. Нет сомнений, что интерес к данному научному направлению сохранится в достаточно долгой перспективе.

Работа выполнена в рамках госзадания ИСЭ СО РАН, проект FWRM-2021-0006.

### **Литература**

- [1] Крейнделъ Ю.Е. Плазменные источники электронов. М.: Атомиздат, 1977, 144 с.
- [2] М.А. Завьялов, Ю.Е. Крейнделъ, А.А. Новиков, Л.П. Шантурин. Плазменные процессы в технологических электронных пушках. М.: Энергоатомиздат, 1989, 256 с.
- [3] Бугаев С.П., Крейнделъ Ю.Е., Щанин П.М. Электронные пучки большого сечения. М.: Энергоатомиздат, 1984, 112 с.
- [4] Жаринов А.В. Элементарная теория плазменного катода. Рукопись, 21 с. 1981.
- [5] Жаринов А.В., Коваленко Ю.А., Роганов И.С., Терюканов П.М. Плазменный эмиттер электронов с сеточной стабилизацией. I // ЖТФ. 1986. Т.56, вып.1. С.66-71.
- [6] Жаринов А.В., Коваленко Ю.А., Роганов И.С., Терюканов П.М. Плазменный эмиттер электронов с сеточной стабилизацией. II // ЖТФ. 1986. Т.56, №4. С.687-693.
- [7] Эмиссионная электроника / Н.Н. Коваль, Е.М. Окс, Ю.С. Протасов, Н.Н. Семашко. М.: Изд-во МГТУ им Н. Э. Баумана, 2009. – с. 595. – ISBN 978-5-7038-3347-6.
- [8] Окс Е.М. Источники электронов с

плазменным катодом: физика, техника, применения: Томск: Изд-во науч.-техн. лит., 2005. 212 с. ISBN 5-89503-248-6.

[9] Форвакуумные плазменные источники электронов // В.А. Бурдовицин, А.С. Климов, А.В. Медовник, Е.М. Окс, Ю.Г. Юшков // Томск: Томский государственный

университет, 2014. – 286 с. – (ISBN 978-5-7511-2269-0).

[10] Семенов А.П. Пучки распыляющих ионов: получение и применение Улан-Удэ: БНЦ СО РАН, 1999. – 208 с. ISBN 5-7925-0049-5.

# Плазменная нерелятивистская СВЧ-электроника: пучково-плазменная лампа бегущей волны

М.А. Завьялов

ВЭИ-филиал ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ»  
111250, Москва, ул. Красноказарменная, 12, Россия  
E-mail: az@dmr.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-17-26

Кратко рассмотрена история возникновения и развития научного направления – плазменная нерелятивистская СВЧ-электроника. Приведены основные параметры пучково-плазменного СВЧ-усилителя на базе мощной широкополосной плазменной лампы бегущей волны (ЛБВ), разработанной во Всероссийском электротехническом институте (ВЭИ). Рассмотрены перспективы применения плазменной ЛБВ в научных и технологических целях. Даны варианты физико-технических решений для новых разработок в области плазменной нерелятивистской СВЧ-электроники.

## Введение

При прохождении электронного пучка через плазменные образования возможно эффективное преобразование кинетической энергии электронов в энергию плазменных колебаний, что и послужило основой для возникновения научного направления – плазменная электроника. Её основоположниками являются советские учёные Ахиезер А.И., Файнберг Я.Б. [1] и американские – Бом Д. и Гросс Е. [2], предсказавшие явление пучково-плазменной неустойчивости, состоящее в возбуждении СВЧ – колебаний в плазме электронным пучком. Однако при выводе генерируемого излучения из плазмы в окружающее пространство или в антенные устройства (в случае нерелятивистских генераторов и усилителей) исследователи столкнулись со значительными трудностями, связанными с тем, что возбуждённые в плазме колебания, обладая нерелятивистской фазовой скоростью, оказываются в сильной степени потенциальными и запертыми в плазме. При этом происходит накопление энергии колебаний и срыв эффективного взаимодействия пучка с плазмой, что и ограничивало генерацию мощного электромагнитного излучения.

Иная ситуация складывается при использовании релятивистских электронных пучков для генерации электромагнитного излучения. Релятивистская фазовая скорость электромагнитных волн, возбуждаемых в плазме релятивистскими электрон-

ными пучками, практически полностью снимает проблему вывода энергии излучения из плазмы [3, 4]. Релятивистская плазменная СВЧ – электроника успешно развивается, и её успехи и задачи не входят в рассмотрение данной работы.

Для преодоления ситуации с эффективным выводом излучения из нерелятивистских плазменных СВЧ - устройств был предложен переход к использованию в качестве замедляющих структур (ЗС), гибридных плазменно-резонаторных систем, представляющих собой цепочки связанных резонаторов ЦСР с плазменным наполнением пролётного канала [5].

Предложенная электродинамическая структура, применение которой даёт возможность реализации мощных высокоэффективных нерелятивистских усилителей и генераторов СВЧ – диапазона, позволяет совместить в себе высокую эффективность взаимодействия электронного пучка с объёмными волнами, характерными для плазменных волноводов, и осуществлять практически полный вывод энергии возбуждаемых волн во внешние волноведущие устройства и антенны. Данным проблемам посвящен весь выпуск журнала «Физика плазмы» Т.20, №9, 1994.

## Основные характеристики плазменной ЛБВ

На основе основополагающих работ [5] был создан черенковский пучково-

плазменный усилитель (плазменная ЛБВ) с нерелятивистским электронным пучком и с гибридной замедляющей структурой в виде цепочки связанных резонаторов с заполненным плазмой пролётным каналом. Подробно физико-технические и технологические вопросы представлены в монографии [6], в которой дана обширная библиография проблем.

На рис.1 и рис.2 приведены фотографии и схема плазменных ЛБВ, на рис.3 – упрощённый чертёж прибора, установленного в соленоид. На рис.4 представлена фотография комплекса пучково-плазменного усилителя с системами питания и управления.

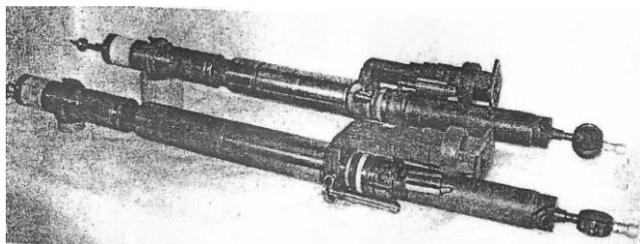


Рис.1. Фото плазменных ЛБВ.

Создание мощного широкополосного плазменного СВЧ - усилителя потребовало решения ряда физико-технических задач: разработка систем формирования и транспортировки электронного пучка (3–4 А, 20 кэВ) в узком протяжённом канале замедляющей структуры (диаметр 1,2 см; длина около 40 см), заполненном плазмой; системы газодинамики отпаянного прибора, обеспечивающей регулировку давления рабочего газа в требуемых пределах ( $10^{-6}$ – $10^{-3}$  мм рт. ст.) с помощью водородных генера-

торов, а также организацию вакуумного перепада между плазменной электродинамической структурой и электронно-оптической системой (ЭОС) пушки; систем вывода СВЧ-мощности. Электронный пучок создаётся термокатодом и транспортируется в пролётном канале, помещённом в продольное магнитное поле  $B_{zm} \approx 0,25$  Тл. При давлении газа в пределах ( $7 \cdot 10^{-4}$ – $3 \cdot 10^{-3}$ ) мм рт. ст. в результате ионизации газа электронным пучком и пучково-плазменного взаимодействия в канале ЦСР генерируется плазма с концентрацией до  $10^{12}$  см $^{-3}$  и электронной температурой (15–20) эВ. Для плазменного режима работы прибора необходимо выполнение соотношений:

$$\omega_b^2 \ll \omega^2 < \omega_e^2 < \omega_c^2$$

где  $\omega_b$  – электронная частота пучка;  $\omega$  – рабочая частота;  $\omega_e$  – электронная плазменная частота;  $\omega_c$  – электронная циклотронная частота [6].

Электронно-оптические системы пушек пучково-плазменных приборов (ППП) СВЧ, включая перспективные разработки рассмотрены в [7–9].

В основных разработанных моделях ППП СВЧ электронный пучок эмитировался плоским термокатодом с диаметром 1 см. Параметры пучка согласовывались с расчётом электродинамической структуры [10]. В плоскости катода магнитное поле составляет 0,3–0,5  $B_{zm}$ . В рабочем режиме в системе реализуется состояние «плазменный пучок», при котором электронный поток с концентрацией электронов  $n_b = 3 \cdot 10^9$  см $^{-3}$  транспортируется в плотной плазме [11–13].

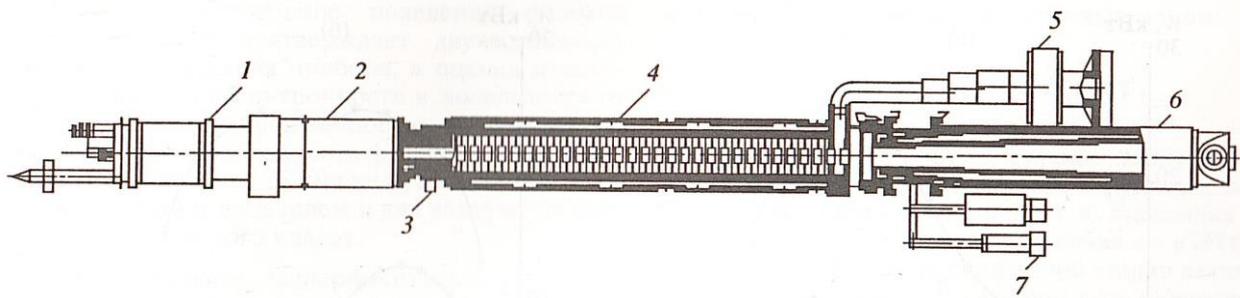


Рис.2. Структурная схема прибора: 1 – электронная пушка; 2 – встроенная система дифференциальной откачки; 3 – вход усиливаемого сигнала СВЧ; 4 – электродинамическая замедляющая система (ЦСР); 5 – выходящее металлокерамическое окно; 6 – коллектор; 7 – водородный генератор.

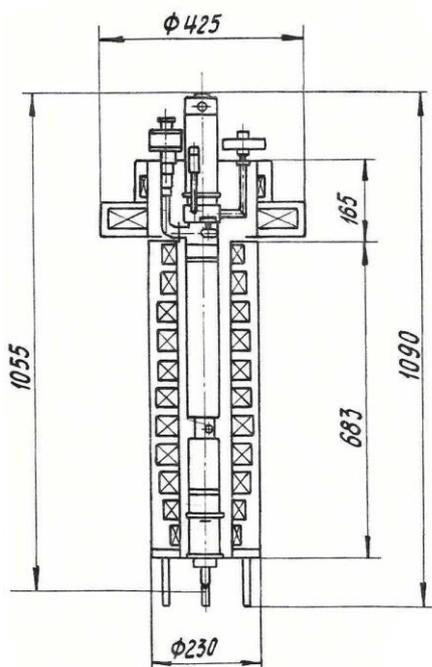


Рис.3. Схематический чертёж ЛБВ и соленоида, размеры даны в мм.

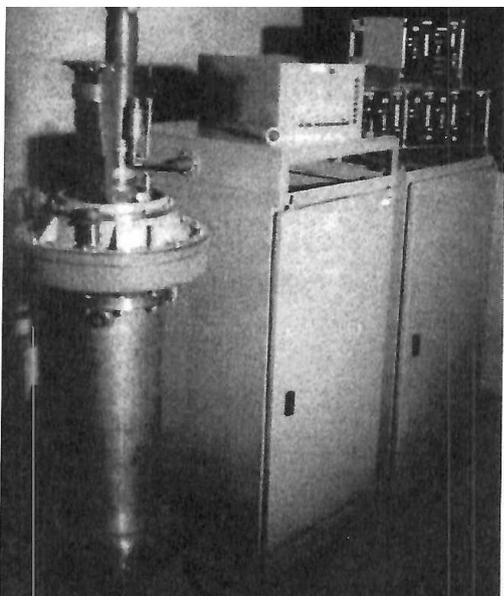


Рис.4. Плазменная ЛБВ, установленная в соленоид системы питания и управления.

Для снижения влияния пучково-плазменных процессов в гибридной электродинамической структуре на работу ЭОС пушки данные устройства разделены встроенной системой дифференциальной откачки. Она состоит из сорбционного насоса и работающего в поле соленоида магниторазрядного насоса, электроды которого образуют ионную ловушку для защиты термоэмиссионного катода от ионной бомбар-

дировки. Из-за сложных режимов работы прибора в описываемой модели применялись высокотемпературные W-катоды (температура около  $2530\text{ }^{\circ}\text{C}$ , мощность системы нагрева  $500\text{ Вт}$ , эффективность  $6\text{ мА/Вт}$ ) и LaB<sub>6</sub>-катоды ( $1650\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $120\text{ Вт}$ ,  $25\text{ мА/Вт}$ ), последние из которых в настоящее время являются основными элементами электронных пушек.

На рис.5 дан вариант моделирования ЭОС пушки ( $20\text{ кВ}$ ,  $4\text{ А}$ , диаметр катода  $1\text{ см}$ ,  $B_z = 0,25\text{ Тл}$ ) [10].

В работах [6, 13–15] подробно приведены основные характеристики плазменной ЛБВ сантиметрового диапазона.

На рис.6 представлена типичная зависимость выходной мощности СВЧ-излучения от давления водорода одной модификации пучково-плазменного усилителя.

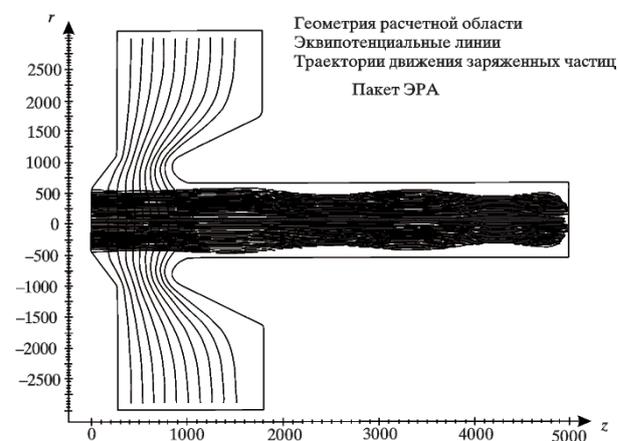


Рис.5. Моделирование ЭОС пушки.  $20\text{ кВ}$ ;  $4\text{ А}$ ;  $B_z = 0,25\text{ Тл}$ ; диаметр катода  $1\text{ см}$ ; 1 машинная ед. =  $10^{-3}\text{ см}$ .

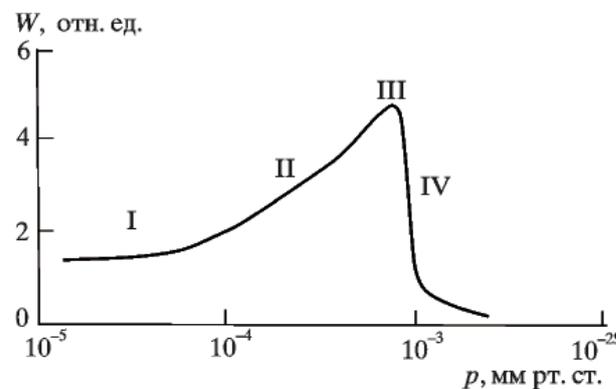


Рис.6. Зависимость выходной мощности СВЧ-излучения от давления рабочего газа (водород).

Можно выделить четыре режима его работы. I – квазивакуумный режим при

давлении  $p \approx (10^{-5}-10^{-4})$  мм рт. ст.; II – переходной режим к плазменному,  $p \approx (10^{-4}-10^{-3})$  мм рт. ст.; III – оптимальный режим пучково-плазменного усилителя,  $p \approx 10^{-3}$  мм рт. ст. (выходная мощность и КПД в 2 раза превышает квазивакуумный режим) IV – нарушение работы усилителя,  $p > 10^{-3}$  мм рт. ст. Характер данной зависимости в основном соответствует режимам, наблюдаемым при транспортировке электронных пучков в газопламенной среде, подробно описанным в монографиях [12, 13].

На стадии II идёт наработка пучковой плазмы с параметрами, необходимыми для реализации работы плазменной ЛБВ. При давлении  $p > 10^{-3}$  мм рт. ст. (IV) в пролётном канале ЦСР возникает развитая стадия пучково-плазменного разряда, что приводит к релаксации электронного пучка в плазме вплоть до полного его запираания, нарушению (срыву) резонансных взаимодействий и развалу плазменного волновода. При уменьшении давления газа работа прибора возвращается к исходному квазивакуумному режиму. Разработанная система газодинамики позволяет регулировать давление газа в отпаянном приборе и стабилизировать его величину для получения оптимальных параметров.

На рис.7 представлены амплитудно-частотные характеристики плазменной ЛБВ при вакуумном (1) и плазменном (2) режимах работы. Сравнение характеристик демонстрирует увеличение выходной мощности и расширение рабочей полосы прибора в плазменном режиме работы.

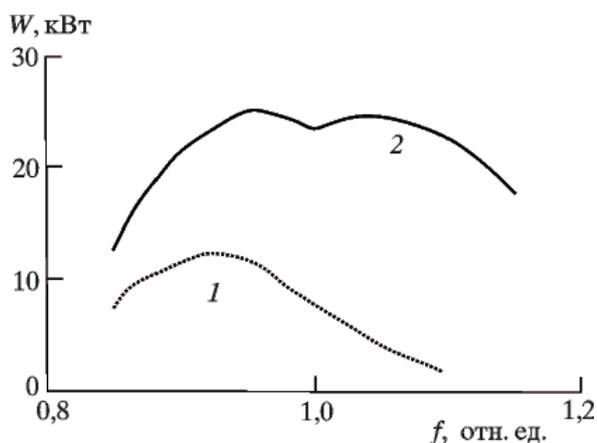


Рис.7. Амплитудно-частотные характеристики плазменной ЛБВ при вакуумном (1) и плазменном (2) режимах работы.

На оригинальные решения при разработке плазменной ЛБВ получены 8 патентов РФ [15].

Образцы ППП СВЧ выпускались на опытном заводе ВЭИ, где проводилась вакуумно-технологическая обработка с учётом специфики, отличающей эти приборы от традиционных вакуумных приборов электроники: наличие встроенных управляемых водородных генераторов и титановых сорбционных и магнито-разрядных насосов. В дальнейшем разработка была доведена до уровня ОКР и изготовления опытной партии приборов СВЧ на НПП «Контакт» в г. Саратове [14].

Наряду с разработкой ППП СВЧ в ВЭИ были созданы высоковольтные трансформаторно-выпрямительные устройства на напряжение до 40 кВ, работающие с преобразованием частоты (50 Гц до 8–15 кГц) с твёрдой терморезистивной изоляцией и аморфным железом для компактных блоков питания мощных СВЧ – приборов. На выходе источника питания установлен электронный коммутатор на специально созданном электронно-лучевом вентиле. Проведённые разработки позволяют создавать мобильные СВЧ-комплексы на базе мощных широкополосных плазменных ЛБВ [6, 14, 15].

### Перспективы развития ППП СВЧ

Продвижение разработок плазменных ЛБВ в область больших мощностей и более высоких частот СВЧ – излучения повышает требования к электронно-оптическим системам, формирующим более интенсивные электронные пучки в пролетном канале ЦСР меньшего диаметра с необходимой компрессией пучка в переходной области, а также решения проблемы генерации в гибридной электродинамической системе более плотной плазмы.

Эти вопросы, связанные с ресурсом и надёжностью работы приборов, требуют проведения специальных физико-технических исследований и поиск новых конструктивных решений. Развитие электронно-лучевых, электронно-ионно-плазменных технологий, во многом определяется прогрессом в разработке электрон-

ных пушек с требуемыми параметрами электронных пучков.

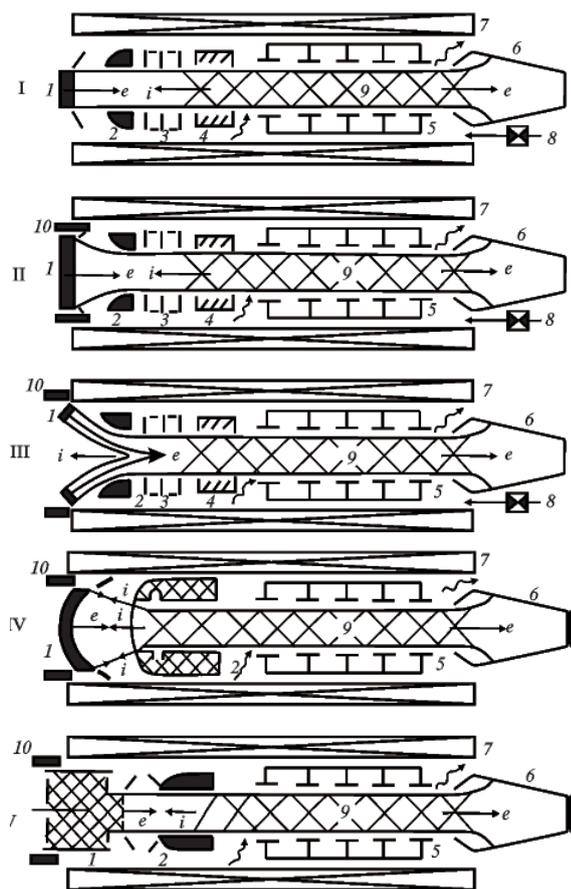


Рис.8. Схемы различных ЭОС пушек пучково-плазменных приборов СВЧ. I – ЭОС с термокатодом с диаметром, близким к диаметру пролетного канала; II – ЭОС с компрессией электронного пучка; III – ЭОС со сплошным либо многоструйным ионно-защищенными кольцевыми катодами; IV – биполярная ЭОС с плазменным анодом (2 – анод – кольцевой автономный газоразрядный источник анодной плазмы); V – ЭОС с плазменным катодом (1 – катод – газоразрядный источник катодной плазмы, работающий при давлении рабочего газа в приборе); 1 – катод; 2 – анод; 3 – магниторазрядный насос с электродами, образующими ионную ловушку; 4 – сорбционный титановый насос; 5 – электродинамическая замедляющая система (ЦСР); 6 – коллектор; 7 – соленоид; 8 – водородный генератор; 9 – «плазменный пучок»; 10 – магнитный экран.

Рис.8 иллюстрирует различные схемы построения ЭОС пушек и других элементов пучково-плазменных приборов СВЧ, начиная от уже реализованных (I, II), разрабатываемых (III), а также перспективных моделей (IV, V) [8]. Волнистыми стрелками условно показаны ввод и вывод электромагнитных колебаний. В схемах I и II применяются плоские  $LaV_6$  – катоды, форми-

рующие аксиально-симметричные электронные пучки, транспортируемые в плазменном канале гибридных электродинамических структур при давлении рабочего газа (водород) ( $7 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-3}$ ) мм рт. ст. В схемах I, II, и III применена, ставшая уже «классической», система газодинамики отпаянного прибора, включающая в себя управляемые водородные генераторы и систему откачки (сорбционный и магниторазрядный насосы).

Схема III предлагает варианты ионно-защищённой оптики с кольцевым катодом, либо оптики с однослойной кольцевой многопучковой структурой.

Перспективные схемы IV и V могут, на первый взгляд, показаться «экзотическими», но предлагаемые решения электронных пушек уже прошли теоретическую и экспериментальную проработку на моделях [12]. Биполярные ЭОС, «настроенные» с помощью автономно управляемых источников плазмы, могут найти применение для устройств плазменной электроники с вводом пучка в плазменный канал гибридных электродинамических замедляющих структур.

В подобных устройствах плазменный анод (автономный газоразрядный источник анодной плазмы) является согласующим элементом между областью интенсивного пучково-плазменного взаимодействия и областью ЭОС пушки [8, 12]. В то же время, привлекательной является идея создания модели «истинно плазменного» усилителя СВЧ, которая включает плазменный катод и биполярную электронно-оптическую систему с плазменным анодом [13, 15] (см. схему V, рис.8). В такой модели генерация плазмы в газоразрядном источнике плазменного катода и в области гибридной плазменной электродинамической системы (область пучково-плазменного разряда), формирующей также плазменный анод, может происходить при одинаковом давлении рабочего газа во всей системе ( $7 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-3}$ ) мм рт. ст.

Попытка разработки плазменного катода с «безрасходным» газоразрядным источником с холодными электродами для плазменной ЛБВ предпринята в [16]. В этой работе представлены результаты исследова-

ний, направленных на реализацию в системе типа «обращённый магнетрон» сильноточной низковольтной формы тлеющего разряда при давлении  $\sim 10^{-3}$  мм рт. ст. и разработку электронного инжектора с плазменным катодом, обеспечивающего получение электронного пучка миллисекундной длительности с сечением  $\sim 1 \text{ см}^2$ , током до 3 А при энергии частиц 20 кэВ. Выбор способа генерации плазмы, был обусловлен высокой эффективностью ионизации газа в скрещенных электрическом и магнитном полях, простотой иницирования такого разряда, а также возможностью использования магнитного поля соленоида.

Магнетронная ячейка образуется цилиндрическим катодом и стержневым вольфрамовым анодом (схема V, рис.8). В результате проведённых исследований были определены условия зажигания и стабильного горения импульсного и непрерывного тлеющего разряда в системе «обращённый магнетрон» без прокачки газа при низких давлениях и токах разряда до 10 А [16].

Данная модель пучково-плазменного прибора СВЧ (схема V, рис.8) может обладать несомненными преимуществами перед уже реализованными приборами. К ним относятся: постоянное газовое наполнение (например, инертным газом) отпаянного прибора, соответствующее рабочему давлению, при отсутствии систем подачи газа и систем дифференциальной откачки, имеющих ограниченный ресурс работы; наличие плазменного катода; возможность частотно-импульсной модуляции тока электронного пучка и выходной мощности электромагнитного излучения за счет управления газоразрядным источником плазменного катода [9, 13, 15].

В перспективе развитием описанных выше систем может служить предложение о введении в диод пушки ускоренных ионов, извлекаемых из газоразрядной ячейки (ионного эмиттера), расположенной с тыльной стороны катода диода (экстрактора для ионов). Катод может быть перфорированным, часть ионов, попадая на катод, могут разогревать его. Ускоренные ионы, проходящие через отверстия в катоде, будут тор-

мозиться в электрическом поле диода и отражаться от области, имеющей потенциал, соответствующий энергии ионов («ионный фонтан»). Введение ионов будет увеличивать электронный ток диода. Изменяя энергию инжектируемых ионов, можно также управлять электронным потоком. В работах [13, 17–19] предложена схема экспериментальной апробации модели, приведены оценка ее основных параметров и теоретическая проработка различных схем.

При продвижении разработок мощных плазменных приборов СВЧ в миллиметровый диапазон в перспективе может быть рассмотрен переход от ЦСР с аксиально-симметричными электронными пучками к системам типа «гребенки» в прямоугольном волноводе с ленточными электронными пучками [20, 21]. Заслуживает внимание в данном диапазоне частот устройств с открытыми резонаторами с отражающей решеткой. К приборам такого типа относится оротрон и его модификации типа ЛБВ с открытыми резонаторами [22].

### **Применение приборов плазменной нерелятивистской СВЧ-электроники**

Проведённый объем теоретических и экспериментальных исследований, создание на их основе ряда образцов плазменных ЛБВ и результаты их испытаний на специализированных стендах позволяют утверждать, что достигнутыми параметрами пучково-плазменных усилителей сантиметрового диапазона являются [15, 23, 24]:

в квазивакуумном режиме:

– выходная мощность СВЧ-излучения 8кВт;

– рабочая полоса частот,  $\Delta f/f \approx 12\%$ ;

– электронный КПД 12%;

в плазменном режиме:

– выходная мощность 16–20 кВт;

– рабочая полоса частот,  $\Delta f/f \approx (20–25)\%$ ;

– электронный КПД (20–25) %;

– коэффициент усиления 22 дБ.

Данные характеристики плазменных ЛБВ выглядят привлекательными для их применения в системах коммуникации и связи, в различных современных СВЧ – разрядных технологиях и мощной СВЧ – энергетике.

Для активизации разработок в данном

направлении и перехода их на более высокий научно-технический уровень, несомненно, необходимы реализация существующих оригинальных решений, поиск новых идей, а также привлечение молодых исследователей, не случайных, а поистине увлеченных и преданных делу современной наукоёмкой отрасли электронной техники – плазменной электроники СВЧ [6, 13, 15].

Мощные широкополосные пучково-плазменные усилители могут найти применение в СВЧ-энергетике, где в настоящее время в качестве источников СВЧ-излучения используются главным образом магнетроны, имеющие узкую рабочую полосу.

Активно обсуждаются проблемы и перспективы микроволновой передачи энергии [25, 26].

Одним из перспективных направлений использования СВЧ-энергии в области материаловедения являются спекание жаропрочных и твердосплавных соединений, высокотемпературный СВЧ-нагрев несовершенных диэлектриков, синтезирование различной керамики, а также разработка СВЧ-установок для измельчения ископаемого топлива и разрушения кимберлитов. СВЧ-установки для мелко дисперсионного измельчения дешевых ископаемых углей перспективны для широкого внедрения в электроэнергетике, так как позволяют осуществить замену мазутного топлива угольной пылью или его частичную замену за счёт сжигания мазутно-пылеугольной смеси. Оценки показывают, что КПД процесса при использовании магнетронов сильно зависит от коэффициента объёмного заполнения резонатора. При коэффициенте полезного действия 90 % коэффициент объёмного заполнения резонатора составляет только 0,55 %, что снижает производительность данных устройств [26]. Здесь также актуальны вопросы применения широкополосных плазменных ЛБВ, уровень мощности (10–20 кВт) которых достаточен для реализации высокопроизводительных технологических процессов, а сканирование частоты позволяет повысить их эффективность.

Актуальным вопросом в настоящее время является расширение сферы использования СВЧ-энергетики в сельскохозяй-

ственной и пищевой промышленности [27–29]. Перестройка частоты может быть полезной при воздействии на собственные резонансы клеточных структур различных биологических объектов.

СВЧ-усилители на базе мощных плазменных ЛБВ с перестройкой частоты расширяют сферы применения бактерицидных установок комбинированного воздействия СВЧ-УФ-излучений и озона в пищевой промышленности и сельском хозяйстве [30–32].

Особый интерес применения плазменных ЛБВ связан с возможностью управления параметрами неравновесной плазмы СВЧ-разрядов с помощью модуляции частоты электромагнитных колебаний. Данные эффекты могут найти применение в современных плазмохимических реакторах, так как позволяют повысить эффективность вклада электромагнитной энергии в неравновесную плазму СВЧ-разряда. Актуальным также является исследование формирования направленных потоков ионов из плазмы СВЧ-разряда, генерируемого при помощи плазменной ЛБВ в неоднородном магнитном поле на электронно-циклотронном резонансе, с целью применения в плазменных технологиях модификации поверхности твёрдых тел. В этом случае модуляция частоты позволяет не только изменять температуру электронов плазмы СВЧ-разряда, но и регулировать пространственную конфигурацию разряда, а также энергию ионов в струе плазмы [32].

В процессе разработки плазменных ЛБВ были проведены исследования шумовых и паразитных излучений, а также генерации на высших гармониках образцов плазменных СВЧ-усилителей с применением различных диагностических средств [33–37].

Предварительные результаты исследований показывают, что по уровню собственных шумов и излучений на высших гармониках плазменные ЛБВ сопоставимы с традиционными усилителями СВЧ большой мощности, и могут быть применены в выходных каскадах систем коммуникации и связи.

В [34] показано, что интегральный

уровень собственных шумов как в вакуумном, так и плазменном режимах работы ЛБВ составляет 45 дБ по отношению к номинальной выходной мощности усилителя.

Актуальным является применение ППП СВЧ в режимах стохастической генерации электромагнитных колебаний для нагрева плазмы в реакциях синтеза неравновесной плазмохимии, ионосферных экспериментов. Достигнутые параметры плазменных ЛБВ интересны для применения в системах коммуникации, связи и радиолокации. Эти приборы имеют потенциальную возможность найти свое место при передаче информации в режимах динамического хаоса [38–40], а также для многочисленных применений в сельском хозяйстве и пищевой промышленности.

### Заключение

Во Всероссийском электротехническом институте многоплановые работы в области нерелятивистской плазменной СВЧ-электроники, включающие физикотехнические исследования, конструкторские и технологические разработки и стендовые испытания ППП СВЧ были поставлены и проводились под руководством Владимира Иннокентьевича Переводчикова, которые более 50 лет возглавлял научно-исследовательский центр силовой электроники (НИЦ СЭ). Этапы становления и развития данного научного направления отражены в статьях [14, 15], а также в юбилейном издании, посвященном 100-летию ВЭИ (2021 г.) [41]

За многолетнюю совместную творческую работу автор выражает глубокую признательность сотрудникам НИЦ СЭ ВЭИ.

### Литература

[1] Ахиезер А.И., Файнберг Я.Б. О взаимодействии пучка заряженных частиц с электронной плазмой // Докл. АН СССР. – 1949. – Т. 69, №4. С. 555.

[2] Bohm D., Gross E Theory of plasma oscillations // Phys. Rev. 1949. V. 75. №. 12. P. 1851.

[3] Кузелев М.В., Рухадзе А.А., Стрелков П.С., Шкварунец А.Г. // Релятивистская сильноточная плазменная СВЧ-

электроника: преимущества, достижения, перспективы. // Физика плазмы. 1987. Т. 13. № 11. С.1370- 1382

[4] Стрелков П.С. Экспериментальная плазменная релятивистская сверхвысокочастотная электроника // УФН. 2019. Т. 189. № 5. С. 494-517.

[5] Файнберг Я.Б., Блюх Ю.П., Любарский М.Г. и др. Электродинамика гибридных плазменно-волноводных замедляющих структур // Физика плазмы. 1994. Т.20, № 9. С. 757.

[6] Завьялов М.А. Нерелятивистская плазменная СВЧ-электроника: достижения, перспективы // М.: Изд. А.А. Зусман. 2022. С. 184.

[7] Zavyalov M.A., Perevodchikov V.I., Syrovoy V.A. Problems of electron-optical systems for perspective beam-plasma microwave devices // Proceedings of SPIE. 2000. Vol. 4187. P. 138-145.

[8] Завьялов М.А., Неганова Л.А., Сыровой В.А. Теория и практика создания электронно-оптических систем для приборов с мощными электронными пучками // Прикладная физика. 1998. № 3 – 4. С. 65-94.

[9] Завьялов М.А., Сыровой В.А. Экспериментальные и теоретические аспекты формирования электронно-ионных потоков. // Сб. науч. тр. под ред. В.Д. Ковалёва М.: ВЭИ. 2006. С. 145 – 163.

[10] Воробьев М.Д. Завьялов М.А., Осипова Г.П. Моделирование электронно-оптической системы приборов с интенсивными пучками во внешнем магнитном поле // М.: Изд-во МЭИ 2002. С. 17.

[11] Zavyalov M.A. The investigation of intense E-beam states in plasma-filled Traveling-Wave Tubes and technological installation. // SCHEF' 99. – Dubna. – JINR, 1999. P. 59-65.

[12] Завьялов М.А., Крейндель Ю.Е., Новиков А. А., Шантурин Л.П. // Плазменные процессы в технологических электронных пушках // М.: Энергоатомиздат, 1989. С. 256.

[13] Завьялов М.А., Сыровой В.А. Биполярные потоки заряженных частиц: эксперимент, теория и технические приложения. Снежинск: Издательство РФЯЦ – ВНИИТФ. 2019. С. 530.

- [14] Переводчиков В.И. Направление вакуумной и плазменной электроники в ВЭИ. // История науки и техники. – 2011. – № 9. С. 66-70.
- [15] Завьялов М.А., Переводчиков В.И. Пучково-плазменный СВЧ-усилитель // Высоковольтная вакуумно-плазменная электроника. М.: ФГУП ВЭИ, 2008. С. 123 – 135.
- [14] Zavyalov M.A., Syrovoy V.A. Bipolar beams // Proceedings of SPIE. 2004. Vol. 5398. P. 126 – 136.
- [16] Гаврилов Н.В., Завьялов М.А., Никулин С.П., Пономарев А.В. Изобарический газовый режим мощного электронного источника на основе разряда в магнитном поле // Письма в ЖТФ. 1993. Т.19. №.21. С.57-60.
- [17] Завьялов М.А., Сыровой В.А., Плоские униполярный и биполярный диоды с дополнительной инжекцией ионов из-за катода // Плазменная эмиссионная электроника. – Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН. 2015. С. 21 – 29.
- [18] Завьялов М.А., Сапронова Т.М., Сыровой В.А. Биполярные системы с катодным и анодным источниками плазмы. // Известия высших учебных заведений. Физика – 2020. Т. 63. №10. С. 74 – 79.
- [19] Завьялов М.А., Сапронова Т.М., Сыровой В.А. К теории униполярных и биполярных диодов // Радиотехника и электроника. 2018. Т. 63. №6. С. 597 – 606.
- [20] Вашковский А.В., Завьялов М.А., Сыровой В.А. Формирование ленточных биполярных пучков с сечением, близким к прямоугольному // РЭ. 1999. Т. 44. № 4. С. 485.
- [21] Белкин В.М., Завьялов М.А., Сыровой В.А. Формирование ленточных биполярных пучков // Плазменная эмиссионная электроника. Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН. 2012. С.52-62.
- [22] Трубецков Д.И., Храмов А.Е. Лекции по сверхвысокочастотной электронике для физиков // Т.1, Т.2. М.: ФИЗМАТЛИТ. 2003-2004.
- [23] Завьялов М.А. Мартынов В.Ф. Митин Л.А. и др. Гибридный пучково-плазменный усилитель СВЧ // Пучково-плазменные процессы в электронно-лучевой аппаратуре промышленного применения: сб. научн. тр. ВЭИ / под ред. В.И. Переводчикова. М.: ВЭИ. 1994. С. 7 – 16.
- [24] Переводчиков В. И., Боровиков П. В., Гусев С. И., Завьялов М. А., и др. Мощные широкополосные пучково-плазменные усилители СВЧ-колебаний. // Вакуумная СВЧ-электроника: сб. обзоров. Нижний Новгород: Институт прикладной физики РАН. 2002. С. 138.
- [25] Елагин О.В., Казарян Г.М., Саввин В.Л., Эффективность и экологическая безопасность наземной микроволновой линии передачи энергии // Изв. РАН. Сер.физич. 2006. Т.71. №3. С. 1820
- [26] Диденко А.Н., СВЧ-энергетика. Теория и практика. М.: Наука. 2003. С. 446.
- [27] Радиационные технологии в сельском хозяйстве и пищевой промышленности. Под общ. ред. Г.В. Козьмина, С.А. Гераськина, Н.И. Санжаровой. - Обнинск: ВНИИРАЭ. 2015. С. 405.
- [28] Завьялов М.А., Ломачинский В.А., Прокопенко А.В. и др. Эффективное использование СВЧ-энергии в пищевой промышленности // Известия РАН. 2008. Т.2. С. 88 – 98
- [29] Завьялов М.А., Прокопенко А.В., Филипович В.П. и др. Асептическая обработка пищевых порошков с использованием энергии электромагнитных колебаний СВЧ диапазона // Хранение и переработка сельхозсырья 2011. № 2. С. 8 – 13.
- [30] Безлепкин А.И., Переводчиков В.И., Шлифер Э.Д. Разработка установки для обеззараживания жидких и твёрдофазных объектов комбинированным воздействием СВЧ-УФ-излучений и озона. // Высоковольтная и преобразовательная техника М.: Изд-во ВЭИ. 2001. С. 137 – 143.
- [31] Завьялов М.А., Кухто В.А., Левшенко М.Т. СВЧ-безэлектродный разряд в установке комбинированного бактерицидного воздействия (СВЧ + УФ + озон) на микроорганизмы // Плазменная эмиссионная электроника. Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН. 2018. С. 189 – 194.
- [32] Завьялов М.А., Конкин В.А., Тюрюканов П.М. Возможность применения мощных плазменных ЛБВ в СВЧ-разрядных технологиях с управляемой частотой М.: МИФИ. 2002. Т.8. С. 16.

- [33] Боровиков П.В., Завьялов М.А., Конкин В.А. и др. // Особенности работы пучково-плазменного усилителя и исследование его СВЧ-характеристик // ПТЭ. 1999. № 5. С. 79 – 82.
- [34] Завьялов М.А., Конкин В.А., Тюрюканов П.М. Собственные шумы плазменной лампы бегущей волны // Высоковольтная вакуумно-плазменная электроника М.: Изд-во ВЭИ. 2008. С. 136 – 142.
- [35] Borovikov P.V., Tjurjukanov P.M., Zavyalov M.A., Konkin V.A. Plasma influence on the electromagnetic properties of coupled-cavity slow wave structures // UHF – 99. – Saint-Petersburg. 1999. P. 335 – 357.
- [36] Zavyalov M.A., Borovikov P.V., Konkin V.A., et al, Some problems of design of High-Power Broadband Plasma TWT Amplifier // 12th SHCE – Tomsk, 2000. P. 449 – 452.
- [37] Kitaytsev A.A., Konkin V.A., Zavyalov M.A., et al, // Proc. XV Int.Conf. Gyromagnetic, Electrodynamics, Microwave Ferrites, ICMF-99. – М.: МЭИ. 1999. P. 364 – 367.
- [38] Mitin L.A., Perevodchikov V.I., Shapiro A.L., Zavyalov M.A., Bliokh Y.P., Fainberg Ya.B. // Beam-plasma generators of stochastic microwave oscillations used for plasma heating in fusion and plasma-chemistry devices and ionospheric investigations. // SPIE. – 1996. Vol. 2843. P. 209 – 218.
- [39] Митин Л.А., Переводчиков В.И., Завьялов М.А., Цхай В.Н., Шапиро А.Л. Мощные широкополосные пучково-плазменные усилители и генераторы СВЧ // Физика плазмы. 1994. Т. 20. С. 733-746.
- [40] Дмитриев А.С., Панас А.И. // Динамический хаос: новые носители информации для систем связи. – М.: Физматлит, 2002
- [41] 100 лет ВЭИ // М.: Под ред. РФЯЦ-ВНИИТФ. – 2021. С. 372.

# Развитие исследований на индукционных линейных ускорителях в ИЯФ СО РАН

П.В. Логачев<sup>1,\*</sup>, А.Р. Ахметов<sup>2</sup>, П.А. Бак<sup>1</sup>, А.М. Батраков<sup>1</sup>, А.В. Бурдаков<sup>1</sup>, К.И. Живанков<sup>1</sup>,  
О.А. Никитин<sup>2</sup>, Д.А. Никифоров<sup>1</sup>, А.В. Павленко<sup>1</sup>, И.В. Пензин<sup>2</sup>, А.В. Петренко<sup>1</sup>, Д.В. Петров<sup>2</sup>,  
Р.В. Протас<sup>2</sup>, Е.С. Сандалов<sup>1,\*</sup>, А.И. Сенченко<sup>1</sup>, С.Л. Сеницкий<sup>1</sup>, Д.И. Сквородин<sup>1</sup>, А.А. Старостенко<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН  
630090, Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 11, Россия

<sup>2</sup>ФГУП Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина  
456770, Снежинск, ул. Васильева, 13, Россия  
E-mail: P.V.Logatchov@inp.nsk.su, E.S.Sandalov@inp.nsk.su  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-27-33

В статье представлено описание нового линейного индукционного ускорителя (ЛИУ), разработанного и созданного совместно ИЯФ СО РАН (г. Новосибирск) и РФЯЦ-ВНИИТФ (г. Снежинск). Сильноточные электронные пучки большой длительности, генерируемые в таком ЛИУ с энергией 10–20 МэВ и током до 2 кА, могут быть применены в различных областях научных исследований и технических приложений, например, для создания точечного рентгеновского источника, а также в качестве драйвера лазера на свободных электронах ТГц диапазона частот. В статье обсуждаются основные физические проблемы и способы их решения при создании подобных ускорителей. Кроме того, представлены результаты исследований устойчивости электронного пучка в таком ЛИУ по отношению к развитию поперечной неустойчивости (Beam-break up instability). Выполнено сопоставление электродинамических характеристик ускорительных модулей нового ЛИУ и инкрементов развития поперечной неустойчивости в нем с аналогичными параметрами таких же ускорителей мирового уровня.

## Введение

В ИЯФ СО РАН совместно с РФЯЦ ВНИИТФ создан и в настоящее время выводится на проектные параметры новый линейный индукционный ускоритель (ЛИУ), предназначенный для генерации интенсивного релятивистского электронного пучка высокой яркости (энергия электронов  $E_e$  до 20 МэВ, ток пучка  $I_b$  до 2 кА, нормализованный эмиттанс  $\sim 550$  мм·мрад) [1–3]. Отличительной особенностью созданного ЛИУ является применение дискретной магнитной системы для фокусировки пучка. Достижение указанных параметров пучка в таком ЛИУ потребовало детального изучения динамики пучка в ускорительной структуре с целью поиска наиболее оптимальных условий для его ускорения и транспортировки. Кроме того, было необходимо определить основные источники возмущения траекторий электронов пучка и предложить способы их подавления для обеспечения его устойчивости в ускорительном тракте.

## Конструкция линейного индукционного ускорителя

Общая схема разрабатываемых в ИЯФ

СО РАН ЛИУ на энергию от 5 до 20 МэВ представлена на Рис.1 [1–4]. Как видно из рисунка, конструктивно ЛИУ включает в себя инжектор электронного пучка и ускоряющую и фокусирующую структуры. В инжекторе с поверхности оксидного катода происходит формирование электронного пучка с током до 2 кА. Генерируемый катодом пучок ускоряется в инжекторе до энергии 2 МэВ под воздействием внешнего индукционного электрического поля, создаваемого магнитными индукторами. Проводка электронного пучка внутри инжектора осуществляется с помощью трех магнитных линз. После выхода из инжектора электронный пучок направляется в ускоряющую структуру, которая представлена в виде последовательности из 54 ускорительных модулей. Каждый ускоряющий модуль обеспечивает прирост энергии пучка на величину до 0.4 МэВ. В составе ускоряющей структуры располагаются знакопеременные магнитные линзы с индукцией магнитного поля на оси до 0.25 Тл, система которых обеспечивает высокую эффективность прохождения пучка с радиусом  $\sim 2$  см по всей ее длине.

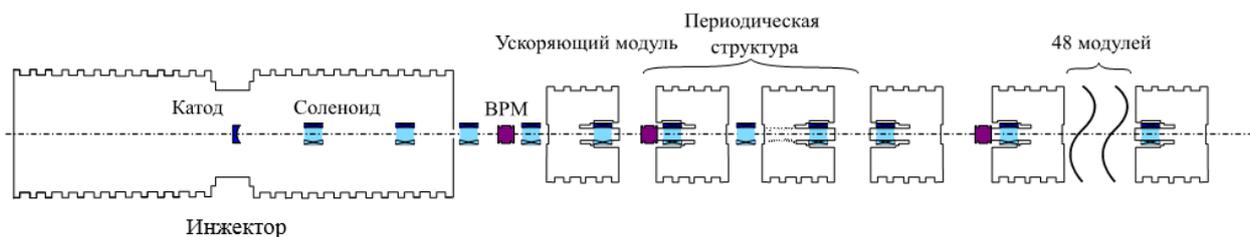


Рис. 1. Общая схема ускорительного комплекса ЛИУ на энергию до 20 МэВ.

### Устойчивость электронного пучка в ЛИУ

Данный раздел посвящен описанию основных методов обеспечения устойчивости пучка в созданном ЛИУ. В большом количестве зарубежных работ рассмотрены различные виды неустойчивостей электронного пучка, возникающие при его ускорении и транспортировке в линейном индукционном ускорителе. Среди наиболее опасных неустойчивостей по своему воздействию на параметры пучка, его динамику и фазовый объем можно выделить следующие:

- 1) ионно-шланговая неустойчивость (Ion-Nose Instability) [5];
- 2) резистивная стеночная неустойчивость (Resistive Wall Instability) [6];
- 3) штопорное движение пучка (corkscrew motion), возникающее вследствие изменения энергии электронов в течение длительности импульса [7];
- 4) неустойчивость, обусловленная смещением зарядов изображения (Image Displacement Instability) [8];
- 5) поперечная неустойчивость электронного пучка (Beam-Breakup Instability), связанная с возбуждением дипольных мод в ускоряющей структуре ЛИУ [9–11].

Ионно-шланговая неустойчивость вызвана частичной компенсацией заряда пучка ионным фоном, нарабатываемым пучком в остаточном газе в вакуумной системе ускорителя. Она проявляется в виде высокочастотных поперечных колебаний пучка электронов относительно ионного фона. В ускорителе ЛИУ предприняты меры для эффективной откачки до достаточно высокого вакуума, так что эта неустойчивость не проявляется. Резистивная стеночная неустойчивость обычно возникает в длинных транспортных каналах при длительности импульса пучка более  $\sim 1$  мкс, но в наших условиях вследствие на порядок меньшей длительности

пучка она не приводит к заметным последствиям. Штопорное движение пучка связано с применением для его фокусировки продольного магнитного поля, при этом “паразитные” поперечные компоненты поля магнитных линз приводят к движению пучка в фокусирующих полях по “спиральной” траектории. В этих условиях вариации ускоряющего напряжения во время импульса вызывают изменение набег ларморовской фазы и, как следствие, вращение центроида пучка во времени. Кроме обычных методов уменьшения этого явления, а именно тщательной выставки линз и снижения величины рассеянных магнитных полей, в новом ЛИУ благодаря использованию для фокусировки пучка вместо непрерывного соленоида сосредоточенных магнитных линз удалось применить так называемую “знакопеременную фокусировку”. Такая фокусировка состоит в поочередном изменении направления магнитного поля в линзах вдоль ускорителя, что позволяет минимизировать суммарный набег фазы ларморовского вращения электронов пучка. Четвертая и пятая неустойчивости в списке, приведенном выше, являются, по существу, следствием наличия поперечного импеданса у ускоряющих модулей, который вызван разрывом тока-изображения пучка в ускоряющем зазоре. В низкочастотном пределе он проявляется в виде притяжения пучка как целого к ускорительному зазору, в случае смещения его центроида от оси. При недостаточной силе магнитных линз траектория пучка может стать неустойчивой (Image Displacement Instability). Даже при обеспечении устойчивости траектории пучка дефокусирующее воздействие ускоряющих зазоров должно учитываться в электронно-оптической модели ускорителя. В высокочастотном пределе поперечный импеданс ускорительного модуля приводит к появлению

нию поперечной неустойчивости пучка, называемой в англоязычной литературе Beam-Breakup Instability (BBU).

Необходимо отметить, что среди перечисленных неустойчивостей для ускорителей с большой длительностью импульса тока пучка (более 100 нс) наиболее опасной и разрушительной является именно поперечная неустойчивость BBU, поскольку ее развитие приводит к экспоненциальному росту поперечных колебаний пучка вдоль ускорителя и даже к полному обрыву тока [10, 12]. Механизм развития данной неустойчивости обусловлен накачкой и взаимодействием пучка с собственными электромагнитными колебаниями дипольного типа, возникающими в полостях ускорительных модулей ЛИУ. Вследствие модуляции поперечного движения пучка этими колебаниями их амплитуда, а вместе с ней и амплитуда колебаний центра пучка, быстро нарастают вдоль ускорителя. Следует отметить, что для случая фокусировки пучка квазинепрерывным магнитным полем, реализованном практически во всех ЛИУ мирового уровня, развитие поперечной неустойчивости пучка описывается приближенным выражением, полученным на основе теории Нила-Купера-Холла [10] в (СИ):

$$\xi_N = \xi_0 \cdot \left[ \frac{\gamma_0}{\gamma_N} \right]^{1/2} \exp \left( \frac{I [kA] N Z_{\perp} \left[ \frac{\Omega}{m} \right]}{3 \cdot 10^4 \langle B [kG] \rangle} \right),$$

$$Z_{\perp} = Q \cdot k \cdot c,$$

$$k = \frac{\left( \int B_{\perp} dz \right)^2}{2U},$$

где  $\xi_N$  – амплитуда колебаний центра пучка в  $N$ -ом ускорительном модуле,  $\gamma_0$  – начальный гамма-фактор пучка и  $\gamma_N$  – гамма-фактор пучка в  $N$ -ом модуле,  $I$  – ток пучка,  $\langle B \rangle$  – среднее магнитное поле фокусирующей системы и  $Z_{\perp}$  – поперечный импеданс ускоряющего промежутка для конкретной дипольной моды, в который входит коэффициент связи моды с пучком и ее добротность,  $Q$  – добротность моды,  $B_{\perp}$  – поперечная компонента ее магнитного поля

на оси модуля,  $U$  – энергия поля моды,  $c$  – скорость света,  $k$  – коэффициент связи моды с пучком.

Однако приведенное выше выражение напрямую не может быть применено для описания развития поперечной неустойчивости пучка в ЛИУ с дискретной магнитной системой. Для решения этой задачи нами разработан программный комплекс «IRBIS», позволяющий моделировать динамику электронного пучка во взаимодействии с дипольными модами ускорительных модулей ЛИУ в условиях реальной геометрии ускорителя. С помощью этого комплекса, подробно описанного в [13], были проведены расчеты транспортировки и ускорения пучка во внешних ускоряющих и фокусирующих электрических и магнитных полях ЛИУ в условиях возбуждения им поперечной неустойчивости. Основываясь на выводах теории Нила-Купера-Холла и результатах проведенного нами моделирования, были реализованы следующие методы подавления этой неустойчивости [4]:

1) Уменьшение длины ускоряющего промежутка в ускорительном модуле путем введения электродов, экранирующих пучок от области размещения секционированной ускорительной трубки. Это позволило существенно снизить коэффициент связи мод с пучком;

2) Уменьшение добротности колебаний в ускорительном модуле за счет применения специально разработанных ВЧ-поглотителей;

3) Увеличение среднего магнитного поля фокусирующей системы ЛИУ.

На первом этапе расчетов нами были получены частотные спектры и распределения электрических и магнитных полей дипольных мод двух типов ускорительных модулей, использованных при создании ускорительной структуры ЛИУ. Пример таких распределений на оси модуля для нескольких дипольных мод с наибольшими коэффициентами связи с пучком приведен на Рис.2. Это позволило определить области преимущественной локализации полей этих мод, в которые для уменьшения их добротностей необходимо поместить ВЧ-поглотители колебаний [4, 14]. Результаты измерений электродинамических характе-

ристик модуля, оснащенного такими поглотителями, продемонстрировали возможность достижения уровня добротности  $Q \sim 10$  всех наиболее опасных мод (см. Рис.3).

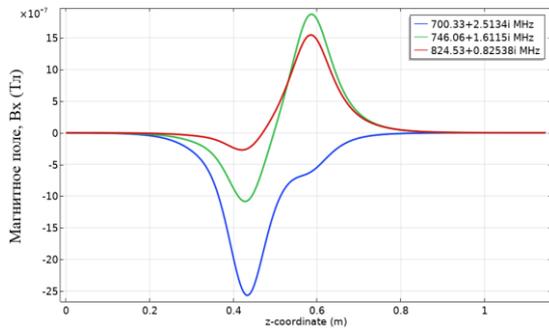


Рис.2. Распределение поперечной компоненты  $B_x$  собственных дипольных мод ускорительного модуля ЛИУ на его оси.

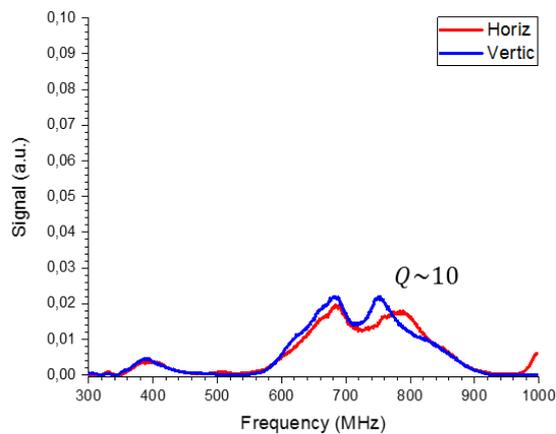


Рис.3. Частотный спектр ускорительного модуля с экранирующими электродами и поглотителями колебаний.

Также в рамках моделирования с помощью комплекса «IRBIS» были определены инкременты поперечной неустойчивости  $\Gamma_{th}$  в различных условиях транспортировки в ЛИУ пучка с током до 1.5 кА и энергией до 20 МэВ (см. Рис.4а, 4б).

На основе полученных результатов, можно сделать вывод о том, что разработанный программный комплекс позволяет с точностью до 20% предсказывать инкремент поперечной неустойчивости, характеризующий рост амплитуды поперечных колебаний центра пучка вдоль ускорителя. Результаты экспериментов также показали, что инкремент неустойчивости увеличивается пропорционально току пучка и обратно пропорционально величине магнитного поля в линзах.

Необходимо отметить, что верифика-

ция в экспериментах алгоритмов программного комплекса имеет большое значение при разработке новых ускорителей, поскольку характер развития поперечной неустойчивости существенным образом определяется набором индивидуальных факторов ускорителя: конструкцией его модулей, архитектурой ускоряющей структуры, конструкцией и настройкой фокусирующей магнитной системы и т.д.

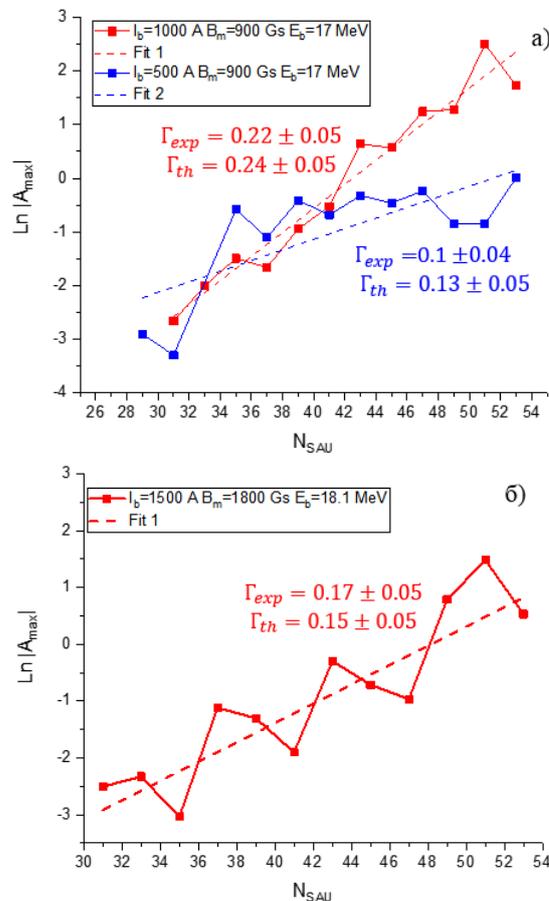


Рис.4. Зависимости логарифма максимальной амплитуды колебаний полей моды от номера ускорительного модуля в различных режимах работы ЛИУ: а) режим транспортировки пучка с различными токами в одинаковом магнитном поле (максимальное поле в линзах  $B_m = 0.09$  Тл), б) режим транспортировки пучка с током 1.5 кА в повышенном магнитном поле ( $B_m = 0.18$  Тл).  $\Gamma_{th}$  и  $\Gamma_{exp}$  – расчетное и измеренное в эксперименте значения инкремента неустойчивости.

Из сравнения значений поперечного импеданса модуля нашего ускорителя с зарубежными аналогами (DARHT, ARIA, SCORPIUS, DRAGON) [12], [15-17], можно сделать вывод о том, что предпринятые меры по подавлению поперечной неустойчивости позволили нам получить сопоставимую с ними величину этого параметра при

большей энергии ускорения на один модуль (см. Таб. 1).

Таблица 1. Сравнение характеристик ускорителей.

Параметры ускорительного модуля	DARHT-II, ARIA, SCORPIUS, DRAGON	ЛИУ
Ускоряющее напряжение U	200-250 кВ	285-400 кВ
Поперечный импеданс ускорительного модуля при добротности Q = 10	280-350 Ом/м	~750 Ом/м
Поперечный импеданс Z <sub>⊥</sub> в расчете на 1 кВ ускоряющего напряжения	1.4 Ом/(м·кВ)	1.9 Ом/(м·кВ)

Так как ускоряющее напряжение модулей в различных ускорителях существенно отличается друг от друга, целесообразно сравнить полученные инкременты развития неустойчивости, нормированные на приращение энергии пучка. Таким образом, величина инкремента поперечной неустойчивости в ЛИУ в расчете на 1 МэВ в режиме: ток 1.7 кА и энергия 20 МэВ – достигает величины  $\Gamma \sim 0.3/\text{МэВ}$  в сравнении с американским ускорителем DARHT-I, имеющим инкремент  $\Gamma \sim 0.25/\text{МэВ}$  (ток пучка 1.7 кА, энергия 19.6 МэВ). В проектируемом в США ускорителе нового поколения Scorpion планируется достичь значение  $\Gamma \sim 0.14/\text{МэВ}$  при меньшем токе пучка 1.45 кА и полной энергии пучка 22.4 МэВ [12]. Отметим, что конструкция ускорительного модуля, созданного ЛИУ предусматривает установку дополнительных ВЧ-поглователей, позволяющих согласно расчётам достичь этого значения в существующей установке.

### Прирост эмиттанса электронного пучка при прохождении поворотного магнита в системе разводки пучка в ЛИУ

Помимо изучения источников возмущения траекторий электронов пучка непосредственно в ускоряющей структуре ЛИУ нами были проведены исследования основных факторов, влияющих на угловую расходимость сильнооточного пучка электронов в системе его разводки, а именно в поворотном магните, который отклоняет пучок на угол  $12^\circ$  после прохождения кикера. Прежде всего отметим, что движение релятивистского пучка ( $\gamma \sim 40$ ) с учетом его собственных полей в условиях криволинейного магнитного поля поворотного магнита в изогнутой трубе дрейфа невозможно в рам-

ках аналитического описания, поскольку является переходным процессом от прямолинейного движения пучка в прямой трубе к движению в тороидальной камере и обратно. Однако, можно приближенно оценить вклад различных факторов в угловую расходимость электронов пучка на выходе из поворотного элемента. Первый из них связан с разбросом энергий электронов пучка  $-\Delta E$ , вследствие чего дополнительная угловая расходимость электронов на выходе поворотного элемента может быть оценена как:

$$\Delta\alpha \sim \alpha \frac{\Delta E}{E + mc^2},$$

где  $E$  – кинетическая энергия электрона,  $mc^2$  – его энергия покоя,  $\alpha$  – угол поворота в этом элементе. Величина  $\Delta E$  определяется двумя основными факторами: флуктуациями ускоряющего поля ЛИУ во времени и провисанием потенциала внутри пучка за счет большого объемного заряда электронов. При случайном характере этих флуктуаций и относительной их амплитуде  $\delta \sim 1\%$ , типичной для таких ускорителей, характерный разброс углов электронов после прохождения ими поворотного магнита, усредненный по времени, обратно пропорционален корню из числа ускорительных модулей ЛИУ  $\sim 1/(N)^{1/2}$ . Как правило, в ЛИУ с параметрами пучка, близкими к нашим, этот разброс имеет относительно небольшую величину  $\sim 0.1$  мрад, которую можно еще существенно снизить путем применения ахроматических поворотных элементов. Второй фактор, связанный с провисанием потенциала  $\Delta\phi$  внутри пучка, при его параметрах: ток  $I_b = 2$  кА, энергия 20 МэВ, радиус пучка  $r_b = 2$  см в транспортном канале радиуса  $r_t = 7.5$  см, дает угловую расходимость:

$$\Delta\alpha \sim \alpha \frac{e\Delta\phi/2}{E + mc^2} \sim 0.3 \text{ мрад},$$

что уже существенно увеличивает поперечный нормализованный эмиттанс исходного пучка ЛИУ на величину  $\sim 300 \text{ п}\cdot\text{мм}\cdot\text{мрад}$ . В случае движения тороидального пучка в тороидальной трубе дрейфа согласно теории Ли-Чена [18–20] такого большого роста эмиттанса не должно быть вследствие воз-

никновения радиального электрического поля, обеспечивающего поворот всех электронов с различной кинетической энергией практически на один и тот же угол. В этих условиях прирост нормализованного эмиттанса пучка  $\Delta\varepsilon_{n,x}$  может быть оценен из следующего выражения [19]:

$$\Delta\varepsilon_{n,x} = \Delta\varepsilon_{n,y} = \frac{\sqrt{2}}{8} \frac{I_b}{I_A \beta_\theta} \frac{r_b^2}{R} \alpha,$$

где  $\beta_\theta$  – скорость пучка в тороидальном направлении ( $\beta_\theta = 1$ );  $I_A = 17$  кА – характерный ток;  $R$  – радиус кривизны траектории пучка. Для параметров исследуемого пучка и поворотного элемента этот прирост в нашем случае составляет  $\Delta\varepsilon_{n,x} \sim \Delta\varepsilon_{n,y} \sim 0.5$  п·мм·мрад, что пренебрежимо мало по сравнению с исходным эмиттансом пучка.

Третьим фактором увеличения эмиттанса пучка является воздействие краевых полей самого магнита, а также переходных процессов в характере движения пучка в области входа и выхода из поворотного элемента. Для оценки вклада этого фактора нами были проведены расчеты траекторий пучка с малым током  $I_b = 0.2$  А (практически в отсутствие влияния собственных полей пучка) и большим током 2 кА в предположении равномерного распределения плотности тока и заряда в сечении пучка. Геометрия расчетной модели представлена на Рис.5.

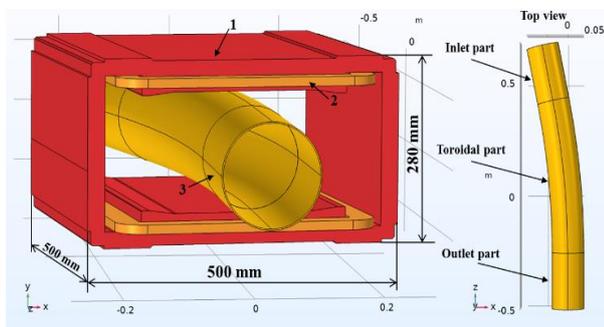


Рис.5. Схема поворотного элемента: 1 — ярмо магнита; 2 — обмотки магнита; 3 — канал дрейфа пучка

В результате моделирования [21] для этих двух случаев были получены зависимости нормализованного эмиттанса пучка в поперечном сечении,двигающемся вместе с пучком (см. Рис.6).

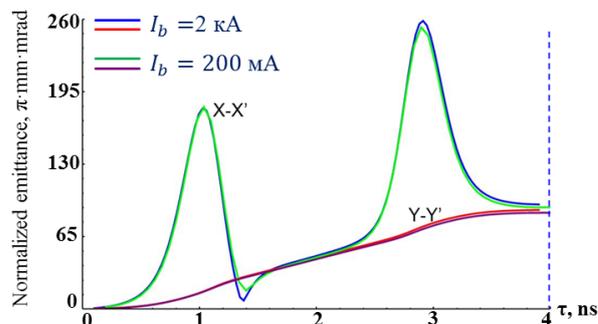


Рис.6. Нормализованные эмиттансы электронных пучков с токами  $I_b = 0.2$  А и 2 кА в поперечном сечении,двигающемся вместе с пучком.

Из их сопоставления следует, что прирост эмиттанса сильноточного релятивистского пучка с током 2 кА и энергией 20 МэВ при однородном исходном распределении плотности тока и заряда в поворотном элементе в основном определяется абберациями магнита и в существенно меньшей степени действием собственных полей пучка вследствие их взаимной компенсации.

## Заключение

В созданном ЛИУ применены известные и новые, специально разработанные, методы обеспечения устойчивости сильноточного релятивистского электронного пучка. Из основных неустойчивостей, служащих препятствием для формирования качественного электронного пучка в линейных индукционных ускорителях с током килоамперного диапазона, экспериментально проявляются: штопорное движение пучка, неустойчивость, вызванная зарядом изображением, и поперечная неустойчивость ВВУ. Последняя из них является наиболее опасной, при этом в эксперименте достигнут инкремент её развития на уровне сопоставимым с мировым, что позволяет беспрепятственно генерировать и ускорять пучок электронов с током до 2 кА до энергии 20 МэВ. Разработаны методы дополнительного подавления этой неустойчивости, которые позволяют на существующем ускорителе ЛИУ достичь параметров, закладываемых в проект перспективного ускорителя Scorpius (США).

## Литература

[1] Logachev P., Kuznetsov G., Korpanov A. et al. *Instrum. Experim. Techn.*, 2013,

vol. 56, no. 6, pp. 672–679. DOI 10.1134/S0020441213060195

[2] Nikiforov D. A., Blinov M. F., Fedorov V. V. et al. High-current electron-beam transport in the LIA5 linear induction accelerator. *Phys. Particles Nuclei Lett.*, 2020, vol. 17, no. 2, p.197, doi: 10.1134/S1547477120020156

[3] Sinitsky S.L., Sandalov E.S., Skovorodin D.I. et al. High Current Electron Beam Transport and Focusing at the Linear Induction Accelerator. IEEE International Conference on Plasma Science (ICOPS), p. 191, doi: 10.1109/ICOPS37625.2020.9717608.

[4] Sandalov E., Sinitsky S., Burdakov A. et al. Electrodynamics System of the Linear Induction Accelerator Module. *IEEE Trans. Plasma Sci.*, 2021, vol. 49, no. 2, pp. 718–728, doi: 10.1109/TPS.2020.3045345

[5] Ekdahl C. The Ion-Hose Instability in a High-Current Multipulse Linear Induction Accelerator. *IEEE Transactions on Plasma Science*, 2019, vol. 47, no. 1, p. 300–306, doi: 10.1109/TPS.2018.2872472.

[6] Ekdahl C. The Resistive-Wall Instability in Multipulse Linear Induction Accelerators. *IEEE Transactions on Plasma Science*, 2017, vol. 45, no.5, p.811–818, doi: 10.1109/TPS.2017.2681040.

[7] Ekdahl C. Electron-Beam Corkscrew Motion in an Advanced Linear Induction Accelerator. *IEEE Transactions on Plasma Science*, 2021, vol. 49, no. 11, p. 3548-3553, doi: 10.1109/TPS.2021.3120877.

[8] Godfrey B. B., Hughes T. P. Beam-breakup and image-displacement instability coupling impedances in high-current electron-beam induction accelerators. *Proceedings of the 1989 IEEE Particle Accelerator Conference. Accelerator Science and Technology*, 1989, vol. 2, p. 1023–1025. doi: 10.1109/PAC.1989.73341.

[9] Panofsky W. K. H., Bander M. Asymptotic theory of beam breakup in linear accelerators. *Rev. Sci. Instrum*, 1968, vol. 39, p. 206–212.

[10] Neil V. K., Hall L. S., Cooper R. K. Further theoretical studies of the beam breakup instability. *Particle Accel*, 1979, vol. 9, no. 4, p. 213–222.

[11] Лебедев А. Н., Шальнов А. В. Основы физики и техники ускорителей, 2-е

изд., перераб. и доп. Энергоатомиздат, 1991. 528 с.

[12] C. Ekdahl, S. Kurennoy, R. McCrady and G. Dale, "Beam Breakup Simulations for the Scorpius Flash-Radiography Accelerator," in *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 50, no. 3, pp. 684-690, March 2022, doi: 10.1109/TPS.2022.3147170.

[13] Сандалов Е.С., Синицкий С.Л., Сквородин Д.И. и др., Исследование поперечной неустойчивости сильноточного релятивистского электронного пучка в линейном индукционном ускорителе. *Сибирский физический журнал*. 2022; 7(1):5-22. doi: 10.25205/2541-9447-2022-17-1-5-22

[14] Сандалов Е.С., Синицкий С.Л., Сквородин Д.И. и др. Исследование инкремента поперечной неустойчивости килоамперного электронного пучка в ЛИУ для его применения в терагерцовом ЛСЭ. *Сибирский физический журнал*. 2022; 17(2):16-29. doi: 0.25205/2541-9447-2022-17-2-16-29

[15] C. Ekdahl et al., "Long-pulse beam stability experiments on the DARHT-II linear induction accelerator," in *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 34, no. 2, pp. 460-466, April 2006, doi: 10.1109/TPS.2006.872481.

[16] C. Ekdahl, "Electron-Beam Dynamics for an Advanced Flash-Radiography Accelerator," in *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 43, no. 12, pp. 4123-4129, Dec. 2015, doi: 10.1109/TPS.2015.2496499.

[17] Bonan D. et al. *Dragon-I linear induction electron accelerator //High Energy Physics and Nuclear Physics. – 2005. – Т. 29.*

[18] E. P. Lee, "Cancellation of the centrifugal space charge force," *Part. Accel.*, vol. 25, p. 241, Apr. 1990.

[19] B. R. Poole and Y.-J. Chen, "Particle simulations of a long pulse electron beam in a bend," in *Proc. 20th Int. Linac Conf.*, Monterey, CA, USA, Aug. 2000, pp. 1–3.

[20] Y.-J. Chen, "Space-charge forces of a DC beam in a continuous bend," in *Proc. Part. Accel. Conf.*, Livermore, CA, USA, vol. 9, May 1997, pp. 1864–1866

[21] E. S. Sandalov, S.L. Sinitsky, D.I. Skovorodin et al., "Emittance Variation of a High-Current Relativistic Electron Beam in a Bend Magnet," in *IEEE Transactions on Plasma Science*, vol. 49, no. 9, pp. 2737-2749, Sept. 2021, doi: 10.1109/TPS.2021.3105661.

# Сеточные плазменные катоды: история, состояние, перспективы

*Н.Н. Коваль, В.Н. Девятков, М.С. Воробьёв*

Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)

634055, Томск, пр. Академический, 2/3, Россия

E-mail: koval@hcei.tsc.ru

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-34-41

Рассмотрены некоторые физические принципы и конструктивные решения, использовавшиеся при создании и модернизации источников электронов с сеточными плазменными эмиттерами (СПЭ) и позволившие улучшить их параметры и эксплуатационные свойства. В качестве примера приведены основные характеристики модернизированных низкоэнергетических (до 25 кэВ), среднеэнергетических (до 100 кэВ) и относительно высокоэнергетических (до 200 кэВ) источников электронов с СПЭ, отличающихся уникальным набором основных параметров, что позволяет использовать их как в научных, так и в технологических целях. Показана перспектива дальнейшего развития таких источников и рассмотрены сферы их применения.

## Введение

Можно считать, что идея использования мелкоячеистой металлической сетки в качестве электрода, задающего конфигурацию плазменной эмиссионной поверхности значительной площади в источниках электронов с плазменным катодом, принадлежит профессору Крейнделю Юлию Ефимовичу, а её экспериментальная реализация была опубликована в [1–3]. Первые источники электронов с сеточным плазменным эмиттером (СПЭ) обеспечивали пучки с площадью сечения  $\approx 10^3$  см<sup>2</sup>, током пучка  $\approx 1$  А с длительностью импульсов 100 мкс при ускоряющих напряжениях 250 кВ и были предназначены в основном для систем возбуждения электроионизационных лазеров [1–3]. Дальнейший прогресс в создании и исследовании источников с СПЭ был связан как с совершенствованием их конструкций, так и с изучением и пониманием механизмов формирования эмиссионной плазмы в разрядах низкого давления и извлечения из неё электронов через ячейки сетки, что позволило существенно до  $\approx 100$  А увеличить ток пучка при прочих одинаковых условиях экспериментов [4–9].

Важной вехой развития источников с СПЭ следует считать работы Жаринова А.В. с сотрудниками, где они показали, что сетка не только ограничивает, но и стабилизирует границу эмиссионной плазмы [10, 11]. Это чрезвычайно важно для формулирования условий устойчивой работы источников электронов с СПЭ. Из экспериментальных

исследований следует обратить внимание на работы, в которых было показано, что при определённых условиях возможно достижение 100% эффективности извлечения электронов из эмиссионной плазмы, генерируемой дуговым разрядом в электродной системе СПЭ с полым анодом, и дальнейшее ускорение извлечённых электронов до энергии, соответствующей приложенному к ускоряющему промежутку напряжению [12]. Это позволяет создавать эффективные (как по току, так и по энергии) электронные пучки с широким диапазоном независимой регулировки всех основных параметров: тока, длительности, энергии и частоты следования импульсов тока ускоренных электронов [13, 14].

Важно также использовать предложенные и апробированные методы выравнивания распределения плотности тока по сечению электронного пучка, генерируемого источниками с СПЭ [3, 6]. Это касается как получения однородной эмиссии за счёт перераспределения плотности плазмы в анодной полости источников с СПЭ, так и улучшения однородности тока ускоренных электронов за счёт конфигурации эмиссионной сетки и магнитного поля [4, 6, 8, 9].

Улучшение как параметров электронного пучка, так и эксплуатационных возможностей источников с СПЭ во многом определяется прогрессом в области создания их источников электропитания и управления [15]. Так, например, переход от ёмкостного к индуктивному накопителю энер-

гии в схеме электропитания разряда СПЭ позволил стабилизировать ток разряда и обеспечить более стабильное повторное его зажигание при случайных погасаниях. Это важно при технологических применениях таких источников электронов. Традиционно используемое в источнике с СПЭ постоянное ускоряющее напряжение с накопительной ёмкостной батареей позволяет обеспечивать им два важнейших преимущества – высокий энергетический к.п.д., так как расход энергии происходит только в момент эмиссии электронов, определяемой импульсным режимом горения разряда, и практически моноэнергетический спектр генерируемого пучка, т.к. изменение напряжения во время импульса тока пучка можно минимизировать подбором ёмкости накопителя.

Важными следует считать работы по управлению и модуляции тока пучка, генерируемого источниками с СПЭ [16, 17]. Причём, благодаря особенностям СПЭ частотную и амплитудную модуляцию тока пучка можно осуществлять как изменяя концентрацию эмиссионной плазмы при регулировке тока разряда, так и изменяя ширину приэлектродного слоя при сеточной регулировке за счет подачи потенциала смещения на эмиссионную сетку в триодной или тетродной системах. При этом модуляция тока пучка может осуществляться не только от импульса к импульсу, но и непосредственно во время генерации импульса субмикросекундной и/или субмиллисекундной длительностей. Это существенно расширяет спектр возможных применений источников электронов с СПЭ, поскольку, в частности, позволяет управлять профилем мощности пучка в течение импульса его генерации.

Помимо слоевой/сеточной стабилизации границы эмиссионной плазмы, по сути обеспечивающей отрицательную обратную связь (ООС) при отборе электронов из СПЭ за счет повышения потенциала плазмы и соответствующего расширения приэлектродного слоя, сравнительно недавно был обнаружен и объяснен эффект ООС, стабилизирующий ток пучка за счет учета тока ионов, поступающих в СПЭ из пространства дрейфа пучка и ускоряющего зазора [18].

За последние годы были предложены и реализованы несколько идей, позволивших продвинуться в понимании физических процессов при создании эмиссионной плазмы в электродной системе СПЭ, эмиссии электронов из этой плазмы, формировании и транспортировке пучков, генерируемых электронными источниками с СПЭ.

Достигнутые к настоящему времени успехи в развитии источников электронов с СПЭ можно продемонстрировать на примере трёх таких источников, созданных в лаборатории плазменной эмиссионной электроники Института сильноточной электроники СО РАН.

### **Низкоэнергетический источник электронов с СПЭ «СОЛО»**

Получение низкоэнергетического (до 25 кэВ), плотного (до  $100\text{А}/\text{см}^2$ ) электронного пучка достигается в источнике «СОЛО» за счёт формирования и транспортировки пучка в продольном ведущем магнитном поле через плазму, создаваемую самим электронным пучком. Магнитное поле не только формирует профиль пучка, но и влияет на пространственно-временные характеристики СПЭ. Это определяет особенности конструкции как разрядной системы СПЭ, так и вакуумной камеры, на которой смонтирован сам источник электронов и его магнитная система.

Было показано, что для получения однородного распределения плотности тока пучка по его сечению после транспортировки в магнитном поле начальное распределение тока с СПЭ должно формироваться с пониженной плотностью в центральной части пучка. Для решения данной задачи можно использовать СПЭ на основе дугового разряда с одним катодным электродом в центре разрядной системы и дополнительным электродом, перераспределяющим плазму перед эмиссионной сеткой для увеличения диаметра эмитированного пучка. Такое решение позволяет получить удовлетворительный результат для пучка диаметром до  $\sim 50$  мм, но не является универсальным, т.к. получаемое распределение будет зависеть от нескольких взаимозависимых факторов (величины проникающего в СПЭ

магнитного поля, тока разряда, конструкции катодного узла СПЭ, диаметра и формы дополнительного перераспределяющего электрода). При росте величины проникающего в СПЭ магнитного поля ( $\geq 50$ – $100$  Гс) или параметров пучка, например, диаметра эмиссионной сетки ( $\geq 100$  мм), тока пучка (сотни ампер) задача значительно усложняется.

Для управления распределением плотности эмиссионной плазмы в СПЭ без магнитного поля кроме введения дополнительных электродов в разрядную систему с полым анодом целесообразно распределять дугу по нескольким параллельным каналам (за счёт увеличения числа катодных электродов или распределения тока по катоду большой площади). Число каналов определяется как параметрами дуги, так и требуемым распределением плотности эмиссионного тока.

В ряде случаев такой подход может применяться и для СПЭ работающего в магнитном поле относительно небольшой величины. Так было показано, что реализация нескольких (9-ти) параллельно функционирующих разрядных каналов, у которых имеется общий полый анод с сеточным эмиссионным окном, позволяет улучшить интегральное распределение плотности плазмы, а, соответственно, и плотности тока пучка [19]. Однако представляется, что задачу создания конструкции СПЭ на основе дугового разряда низкого давления, работающего в магнитном поле значительной (сотни Гс и более) величины и обеспечивающего формирование однородного пучка большой площади, ещё предстоит решить с использованием новых подходов, которые позволят нейтрализовать склонность разряда в магнитном поле к «шнурованию» и «каскадообразованию».

С использованием СПЭ на установке «СОЛО» было реализовано управление мощностью электронного пучка за счёт модуляции разрядного тока во время генерации импульсов субмиллисекундной длительности, в том числе, например, компенсирующее снижение ускоряющего напряжения в течение импульса тока пучка [17], что может быть важно для контролируемого

ввода энергии пучка в облучаемые материалы при модификации их поверхности.

Предложен, реализован и исследован метод введения в СПЭ ООС, работающий в режиме с плазменным (пучковым) анодом, нивелирующей выбросы тока пучка, основанный на введении специального электрода, расположенного в полном аноде СПЭ. При росте полного тока пучка и, соответственно, росте тока попадающих на этот электрод из ускоряющего промежутка ионов, происходит переключение на него части электронного тока дугового разряда соответственно равной или пропорциональной току ионов, поступающих из ускоряющего промежутка в пространство СПЭ и бомбардирующих этот специальный электрод, что снижает извлекаемый из СПЭ ток электронов [18]. Это ведёт к частичному подавлению колебаний амплитуды тока пучка, снижению неоднородности плотности тока пучка и улучшению стабильности работы источников с СПЭ, а в частности, их управляемости и воспроизводимости импульсов, а также повышению электрической прочности ускоряющего зазора.

С использованием СПЭ на установке «СОЛО» было показано, что использование поворота электронного пучка на  $90^\circ$  за счёт специально создаваемого магнитного поля, ведёт к кратному уменьшению количества пробоев ускоряющего промежутка при использовании источника с СПЭ в том числе для модификации легкоплавких материалов, таких как алюминий. Это связано с тем, что плазма, образующаяся в месте попадания пучка на образец, рассеивается в изогнутой на  $90$  градусов трубе дрейфа и практически не попадает в ускоряющий промежуток, а, соответственно, не стимулирует его пробой.

Исследования, проведённые на электронно-пучковой установке «СОЛО» показали возможность реализации следующих параметров электронного источника с СПЭ: ток пучка –  $10$ – $500$  А, ускоряющее напряжение  $5$ – $25$  кВ, длительность импульсов тока пучка  $10$ – $1000$  мкс, частота следования импульсов  $0.1$ – $10$  с $^{-1}$ . Конечно, не все вышперечисленные параметры можно реализовать одновременно при их максимальных значениях, однако по совокупности уже ре-

ализованных режимов источник превосходит известные аналоги.

В настоящее время, с учётом проведённых исследований и полученных научных и научно-технических результатов идёт работа по созданию новой установки на основе источника с СПЭ типа «СОЛО» (рис.1).



Рис.1. Новая электронно-пучковая установка «СОЛО» на основе плазменного эмиттера.

### Модернизация среднеэнергетического (до 100 кВ) источника с СПЭ «КИЛОАМПЕР»

Основная задача, которая стояла при модернизации источника «КИЛОАМПЕР», заключалась в повышении энергозапаса в электронном пучке и изучении возможности транспортировки пучка в продольном магнитном поле на расстояние в несколько метров.

Для повышения энергозапаса следовало увеличить ток пучка, ускоряющее напряжение  $U_{\text{уск}}$ , ёмкость накопительной конденсаторной батареи, длительность импульсов тока пучка  $\tau_{\text{имп}}$ , оттолкнувшись от полученных ранее:  $I_{\text{п}} = 1 \text{ кА}$ ,  $U_{\text{уск}} = 70 \text{ кВ}$ ,  $\tau_{\text{имп}} = 100 \text{ мкс}$  [20].

Модернизация заключалась в оптимизации разрядной системы СПЭ, введении перераспределяющих электродов для улучшения однородности эмиссионной плазмы, создании транспортирующего магнитного поля  $B_z$  по всей системе транспортировки пучка, переводе вакуумной откачки с паромасляной на турбомолекулярную и созда-

нии специального узла вакуумной откачки в области вблизи коллектора электронов, где наблюдается значительное газовыделение и образование плотной коллекторной плазмы. Источник «КИЛОАМПЕР» был переведён из «вертикального» в «горизонтальный» режим работы, когда пучок направляется горизонтально в специально созданный канал транспортировки диаметром  $\approx 160 \text{ мм}$  и длиной 5 метров с расположенными на нем 16 магнитными катушками, создающими поле уровня 500 Гс. В конце канала транспортировки располагалась специальная вакуумная камера с откачкой в которой устанавливался цилиндр Фарадея, на который принимался пучок. Вышеперечисленные меры позволили получить следующие параметры пучка: ток в ускоряющем промежутке 1,2 кА, ускоряющее напряжение до 80 кВ, длительность импульсов на полувысоте  $\approx 100 \text{ мкс}$ , расчетная энергия электронного пучка, попадающего на коллектор после транспортировки на расстояние 5 м – 3 кДж. Диаметр автографа пучка на коллекторе составлял  $\approx 50 \text{ мм}$ .

Этот мегаваттный электронный пучок может быть использован в исследованиях по воздействию на поверхность материалов и изделий с целью её модификации, а также в экспериментах по созданию плотной плазмы импульсным электронным пучком, при моделировании устойчивости к эрозии материалов стенки термоядерных реакторов.

Внешний вид модернизированного электронного источника с многодуговым СПЭ – «КИЛОАМПЕР» приведён на рис.2.



Рис.2. Модернизированный источник электронов «КИЛОАМПЕР» с СПЭ.

## Модернизация высокоэнергетического (до 200 кэВ) источника электронов с СПЭ «ДУЭТ»

Относительно высокоэнергетические ( $\approx 200$  кэВ) источники электронов с пучком большого ( $\geq 1000$  см<sup>2</sup>) сечения на основе СПЭ, разрабатываемые в ИСЭ СО РАН предназначены для возбуждения газовых лазеров, проведения экспериментов по радиационному воздействию на органические материалы с целью их модификации, для стерилизации медицинских материалов и изделий, а также обработки сельхозпродукции. Модификация разработанного ранее широкоапертурного источника электронного пучка с выводом в атмосферу «ДУЭТ» на основе СПЭ, заключалась в совершенствовании плазмогенераторов, сеточного эмиссионного узла, блоков электропитания и управления, а также системы диагностики пучка. Использование новых плазмогенераторов с ячейкой поджига на основе магниевого полого катода, помещённого в магнитное поле кольцевого постоянного магнита с индукцией на оси 0.1 Тл и трубчатого анода, через который проходит напуск рабочего газа, позволило добиться устойчивого зажигания и стабильного горения двух генераторов плазмы с общим током импульсного дугового разряда до  $\approx 200$  А при длительности импульсов тока 30–100 мкс и частоте их повторения до  $50$  с<sup>-1</sup>. Срок службы таких плазмогенераторов составляет не менее  $10^7$  импульсов, а замена этого малогабаритного узла выполняется в течение (1–2) часов, что и определяет срок непрерывной работы источника электронов в целом. Важным усовершенствованием источника электронов «ДУЭТ», позволившим повысить его энергетическую эффективность и улучшить распределение плотности тока по сечению пучка, явилось введение в СПЭ специальной маски, которая укладывалась на эмиссионную сетку со стороны разрядной системы эмиттера и разделяла формируемый пучок на отдельные фрагменты в виде цилиндрических «струй», которые были соосны структуре опорной решётки фольгового окна для вывода пучка в атмосферу. Такое решение позволило организовать конфигурацию пучка «отверстие в от-

верстие» с минимальными потерями пучка на структуре опорной решётки, что в свою очередь, привело к двукратному увеличению эффективности вывода пучка в атмосферу с  $\approx 40\%$  до  $\approx 80\%$  [21], что превышает геометрическую прозрачность выводного окна источника электронов. Показано, что если диаметр отверстий выполнять, учитывая выявленную неоднородность распределения плотности тока по сечению пучка, а именно так, чтобы диаметр этих отверстий был обратно пропорционален значениям плотности тока, то можно значительно улучшить однородность формируемого пучка по его сечению [21].

Проведены также работы по переводу схем электропитания на современную элементную базу и созданию оптоэлектрических трактов для управления источником электронов.

Все вышесказанное позволило улучшить основные параметры электронного пучка источника «ДУЭТ» и повысить стабильность его работы. Внешний вид модернизированного источника электронов «ДУЭТ» на основе СПЭ с выводом пучка большого сечения в атмосферу показан на рис.3.



Рис.3. Внешний вид источника электронов с СПЭ «ДУЭТ».

## Перспективы развития источников электронов с СПЭ

Многочисленные новые применения источников электронов выдвигают и повышенные требования как к параметрам, так и к эксплуатационным удобствам их использования. С этой точки зрения источники с СПЭ имеют ряд как уже реализованных, так

и потенциальных преимуществ перед традиционно используемыми термоэмиссионными и взрывоэмиссионными источниками электронов. В частности, имеется возможность значительного увеличения площади сечения электронного пучка вплоть до квадратных метров за счёт увеличения количества дуговых плазмогенераторов, работающих на общий полый анод с сеточным эмиссионным окном, соизмеримым с площадью сечения генерируемого пучка. При этом предложенные и исследованные методы выравнивания распределения плотности эмиссионного тока по площади плазменной эмиссионной поверхности, стабилизированной сеткой, позволяют получить пучки с удовлетворительной (не хуже 20 %) плотностью тока по сечению пучка.

Изменением электродной системы СПЭ и конфигурации эмиссионной сетки можно формировать радиально-расходящиеся и радиально-сходящиеся электронные пучки, а также облучать лишь заранее определённые участки в плоскости коллектора или обрабатываемой детали, что затруднительно при использовании других типов эмиссионных структур.

Источники электронов с СПЭ, обладая важнейшим преимуществом перед другими источниками электронов: возможностью плавного и независимого изменения всех основных параметров пучка (тока, энергии электронов, длительности, частоты) – могут обеспечивать регулировку мощности пучка в импульсе субмиллисекундной длительности, а также регулировку спектра ускоренных электронов, что чрезвычайно важно для многих технологических применений, например, при воздействии на тонкие слои органических материалов или газовые объёмы [21, 22].

Выявленные в последние годы возможности электронных источников с СПЭ осуществлять частотно-широко-импульсную модуляцию тока пучка в течение длительности его микро-миллисекундного импульса [17], открывают широкие возможности как для газовых лазеров с электронно-пучковой накачкой, так и для мощных СВЧ-систем, в которых электронный пучок возбуждает микроволновые колебания в резо-

наторных структурах, а также в многочисленных технологических применениях, позволяя получать на поверхности обрабатываемых материалов и изделий структуры с наперёд заданными физико-механическими и, соответственно, эксплуатационными свойствами.

Слабоизученными, требующими дополнительных исследований, являются эмиссионные характеристики СПЭ в условиях наличия магнитных полей сложных конфигураций как в области формирования эмиссионной плазмы, границы токоотбора, так и в области транспортировки пучка. Результаты этих исследований позволят использовать магнитные поля в качестве ещё одного эффективного параметра для управления током электронного пучка и его распределением по сечению. Проводимые в настоящее время исследования пространственно-временных структур и свойств плазменных образований в СПЭ позволят объяснить неустойчивости и модуляции эмиссионного тока, а соответственно, выработать меры и методы их подавления, что приведёт к стабилизации тока пучка и устойчивости работы источника электронов с СПЭ в целом.

Важнейшим фактором, ограничивающим достижение предельных параметров электронных пучков, генерируемых источниками с СПЭ, является электрическая прочность ускоряющего промежутка. Было выявлено, что пробой промежутка связан прежде всего с газовыделениями с электродов и коллектора (или обрабатываемых изделий) при попадании на него пучка ускоренных электронов. Показано, что обезгаживание электродов, а также исключение или ограничение попадания выделившихся с коллектора газов в ускоряющий промежуток (например, за счёт геометрического фактора) ведёт к увеличению его электрической прочности, а, следовательно, и к росту энергосодержания в пучке. Результаты этих исследований следует учитывать при разработке нового класса электронных источников с СПЭ.

Важной идеей, проверенной экспериментально, является использование специально создаваемого (при питании от от-

дельного источника) плазменного анода. Это позволяет расширить диапазон регулировки параметров таких источников и улучшить стабильность их работы, т.к. плазменная граница анодной (пучковой) плазмы создается не самосогласованно за счёт самого пучка, а формируется заранее с оптимальными параметрами [23, 24]. Это на наш взгляд, новый этап в развитии источников с СПЭ, позволяющий расширить диапазон параметров формируемых пучков, повысить электрическую прочность ускоряющего зазора, а, соответственно, расширить сферу их применений и воспроизводимость процесса электронно-пучковой обработки.

### Заключение

Таким образом проследив развитие сеточных плазменных катодов с момента их зарождения в 70-х годах прошлого столетия и до настоящего времени, можно констатировать, что достигнут впечатляющий прогресс как в достижении основных параметров: ток пучка, генерируемый источниками с СПЭ увеличен с 1 А до 1 кА при прочих одинаковых условиях, диапазон длительностей импульсов тока пучка расширен от единиц микросекунд до единиц миллисекунд, ускоряющее напряжение в источниках с СПЭ может варьироваться от единиц до сотен киловольт, что и определяет энергию ускоренных электронов. Если первые источники с СПЭ работали только в режиме одиночных импульсов, то современные источники работают с частотой до  $50 \text{ с}^{-1}$  в долговременном режиме и пачечном режиме с частотой до  $10^3 \text{ с}^{-1}$  при секундной длительности, и  $10^5 \text{ с}^{-1}$  при миллисекундной длительности пачки импульсов. Площадь сечения пучка, формируемого источниками с СПЭ может изменяться (в зависимости от задач) от единиц до нескольких тысяч квадратных сантиметров. При этом за счёт использования специальных мер можно получать однородность плотности эмиссионного тока СПЭ по площади сечения пучка не хуже, чем  $\pm 20\%$ , а для специальных случаев не хуже  $\pm 5\%$  от среднего значения.

Всё вышперечисленное позволяет использовать такие электронные пучки в различных областях как для научных иссле-

дований, так и в технологических целях. Число таких применений растёт по мере улучшения и расширения параметров электронных пучков, их устойчивости и стабильности, а также повышения надёжности работы источников электронов в целом.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (проект FWRM-2021-0006).

### Литература

[1] Казьмин Г.С., Крейнделъ Ю.Е., Щёлоков А.В. Формирование электронного пучка большого поперечного сечения в высоковольтном диоде с плазменным эмиттером – В кн.: Тез. докл. III украинской республиканской конференции по электронной оптике и её применением ч.1. Харьков, 1974, с. 146.

[2] Белюк С.И., Груздев В.А., Жердев Ю.И., Казьмин Г.С., Ковальчук Б.М., Крейнделъ Ю.Е., Мозгунов К.А., Филонов А.Г., Щёлоков А.В. Ускорители электронов с плазменным инжектором и выводом пучка в атмосферу. – ПТЭ, №3, 1975, с.30-32.

[3] Казьмин Г.С., Крейнделъ Ю.Е., Щёлоков А.В. Применение плазменного катода с большой эмитирующей поверхностью в импульсном ускорителе с выводом электронов в атмосферу. В кн: Разработка и применение источников интенсивных электронных пучков. Новосибирск: наука, 1976, с.106-113.

[4] Казьмин Г.С., Коваль Н.Н., Крейнделъ Ю.Е., Толкачев В.С., Щанин П.М. Электронный диодный ускоритель с большим сечением пучка. ПТЭ, №4, 1977, с. 19-20.

[5] Коваль Н.Н., Щанин П.М. Формирование эмиссионной поверхности плазменного катода. Тезисы Всесоюзного симпозиума по ненакаливаемым катодам. Томск: изд. Института оптики атмосферы СО АН СССР, 1977, с. 112-113.

[6] Казьмин Г.С., Коваль Н.Н., Крейнделъ Ю.Е., Щанин П.М. Плазменный эмиттер. Бюл. изобр., 1980, №25, с. 244.

[7] Злобина А.Ф., Казьмин Г.С., Коваль Н.Н., Крейнделъ Ю.Е. Параметры плазмы в экспандере электронного эмиттера

с дуговым контрагированным разрядом. ЖТФ, 1980, т.50, №6, с.1203-1207.

[8] Бугаев С.П., Крейнделъ Ю.Е., Щанин П.М. Техника получения высокоэнергетических электронных пучков с большим поперечным сечением. ПТЭ, №1, 1980, с.7-24.

[9] Гаврилов Н.В., Ковальчук Б.М., Крейнделъ Ю.Е. и др. Высоковольтный электронный источник с плазменным эмиттером для формирования пучков большого сечения. ПТЭ, №3, 1981, с.152-154.

[10] Жаринов А.В., Коваленко Ю.А., Роганов И.С., Тюрюканов П.М. Плазменный эмиттер с сеточной стабилизацией I. ЖТФ, 1986, т.56, вып. 1, с.66-71.

[11] Жаринов А.В., Коваленко Ю.А., Роганов И.С., Тюрюканов П.М. Плазменный эмиттер с сеточной стабилизацией II. ЖТФ, 1986, т.56, вып. 4, с.687-693.

[12] Zlobina A.F., Koval N.N., Kreindel Yu.E., Schanin P.N. The arc discharge of low pressure with two constricted channels and the anode plasma of large cross section. Proc. XIV Inter. Conf. on Phenomena in Ionized Gases. – J. Phys (Fran. – 1977. Vol. 40, № 7, P. 7-481-7-482.

[13] Коваль Н.Н. Источники низкотемпературной плазмы и электронных пучков на основе дуговых разрядов низкого давления с полым анодом. дис. д.т.н., Томск, 2000, 74 с.

[14] Воробьев М.С. Развитие источников электронов с сеточными плазменными эмиттерами на основе дугового разряда низкого давления с полым анодом. дис. д.т.н., Томск, 2022, 296 с.

[15] Коваль Н.Н., Нигоф М.Б. Источник питания плазменного эмиттера. // ПТЭ, 1980, №6, С.121-123.

[16] Гушенец В.И., Коваль Н.Н., Щанин П.М. Генерация сильноточных электронных пучков наносекундной длительности с высокой частотой повторения импульсов // Письма в ЖТФ, 1990, Т.16. вып. 8-С.12-16.

[17] Воробьев М.С., Москвин П.В., Шин В.И. и др. Динамическое управление мощностью мегаваттного электронного пучка субмиллисекундной длительности в источнике с плазменным катодом. // Письма в ЖТФ, 2021, Т.47. вып.10, С.38-42.

[18] Воробьев М.С., Москвин П.В., Шин В.И. и др. Отрицательная обратная связь по току в ускоряющем промежутке в источниках электронов с плазменным катодом // ЖТФ, 2022, Т.92. вып.6, С.883-888.

[19] Девятков В.Н., Коваль Н.Н. Плазменные сеточные катоды на основе контрагированного дугового разряда для генерации импульсного интенсивного низкоэнергетического электронного пучка в плазмонаполненном диоде с продольным магнитным полем. Труды VI международного Крейнделевского семинара «Плазменная эмиссионная электроника», 2018, г. Улан-Удэ, изд-во БНЦ, С.26-31.

[20] Воробьев М.С., Девятков В.Н., Коваль Н.Н., Сулакшин С.А. Формирование и транспортировка интенсивного субмиллисекундного электронного пучка в продольном магнитном поле // Труды V международного Крейнделевского семинара «Плазменная эмиссионная электроника», 2015, г. Улан-Удэ, изд-во БНЦ, С.103-170.

[21] Коваль Н.Н., Девятков В.Н., Воробьев М.С. Источники электронов с сеточным плазменным эмиттером: прогресс и перспективы. Известия ВУЗов. Физика, 2020, Т.63, вып. 10, С.7-16.

[22] Vorobyov M.S., Baksht E.Kh., Koval N.N., Tarasenko V.F., Kozyrev A.V., Doroshkevich S.Yu.. Energy Spectrum of an Electron Beam Outputted into Ambient Air on an Electron Accelerator with a Grid Plasma Cathode. IEEE2018, Proceedings 2018 20th International Symposium on High-Current Electronics (ISHCE), P. 209 – 213.

[23] Gushenets V.I., Bugaev A.S., Oks E.M., Effect of the enhanced breakdown strength in plasma-filled optical system of electron beam formation, Russ. Phys. J. 60 (2018) 1515–1519, <https://doi.org/10.1007/s11182-018-1244-6>.

[24] Moskvin P.V., Devyatkov V.N., Vorobyov M.S., Shin V.I., Lopatin I.V., Koval N.N., Doroshkevich S.Yu., Torba M.S.. Electron beam generation in an arc plasma source with an auxiliary anode plasma. Vacuum. Volume 191, September 2021, 110338.

# Электронно-ионно-плазменное оборудование для реализации процессов модификации поверхности материалов и изделий

*Н.Н. Коваль, Ю.Х. Ахмадеев, В.В. Денисов, В.В. Шугуров, Е.В. Островерхов*

Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)

634055, Томск, пр. Академический, 2/3, Россия

E-mail: koval@opee.hcei.tsc.ru

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-42-49

Рассмотрен ряд новых и модернизированных в последние годы вакуумных ионно-плазменных электрофизических установок для создания плотной низкотемпературной плазмы в значительных ( $\geq 0,25 \text{ м}^3$ ) объёмах, а также комплексная установка, сочетающая пучковый и плазменный модули для проведения различных процессов электронно-ионно-плазменной модификации поверхности материалов и изделий с целью улучшения её функциональных свойств. Приведены примеры процессов модификации с использованием разработанного оборудования, а также результаты по улучшению свойств модифицированных поверхностей.

## Введение

В последние годы всё большее внимание уделяется комплексным методам модификации поверхности материалов, которые при правильно подобранных сочетаниях отдельных процессов позволяют значительно улучшить функциональные свойства поверхности и, как следствие, кратно повысить срок службы изделий, критические узлы которых модифицированы такими комплексными методами. В частности, в данной работе рассмотрены некоторые перспективные электронно-ионно-плазменные комплексные методы упрочнения поверхности, разработанные и реализованные в ИСЭ СО РАН с использованием как новых, так модернизированных электрофизических вакуумных установок, позволяющих сочетать такие процессы как:

– финишная очистка и активация тонкого (доли-единицы микрометров) поверхностного слоя за счёт бомбардировки ионами (чаще инертного газа) ускоренными в слое пространственного заряда, образующегося у помещённого в газоразрядную плазму изделия, находящегося под катодным, либо принудительно подданным на него отрицательным потенциалом смещения;

– азотирование, цементация, нитроцементация, окисление и другие процессы диффузионного насыщения поверхности материалов на глубину десятки-сотни микрометров элементами замещения при ионно-плазменном процессе, реализуемом, как

и в предыдущем пункте, но при смене газа на реакционноспособный (азот, углеродсодержащий, кислород и др.);

– вакуумное ионно-плазменное напыление относительно тонких (единицы-десятки микрометров) функциональных покрытий за счёт электродугового, магнетронного или других видов распыления катодного материала в среде инертных (металлические покрытия) или реакционных (композиционные покрытия) газов при плазменном ассистировании процесса напыления за счёт специальных источников газоразрядной плазмы;

– импульсная электронно-пучковая модификация материалов путём воздействия на поверхность широкого (единицы-десятки квадратных сантиметров), относительно однородного по площади (не хуже единицы-десятков процентов) от среднего значения, низкоэнергетического (единицы-десятки килоэлектронвольт), миллимикросекундного электронного пучка с плотностью энергии от единиц до сотен джоулей на квадратный сантиметр.

Реализовать комплексные методы модификации поверхности можно как при последовательном их проведении на вакуумноразобобщённых установках, так и в совмещённом вакуумном технологическом цикле, используя универсальную комплексную установку [1–3]. Причём совмещённая комплексная установка имеет ряд общепризнанных преимуществ, так как позволяет не

только сократить время обработки, но и повысить качество за счёт того, что материалы и изделия не подвергаются воздействию атмосферы при смене циклов обработки (единый вакуумный цикл). Рассмотрим созданные в последние годы электрофизические установки для комплексной модификации поверхности материалов, а также примеры реализованных на них технологических процессов.

## Результаты и их обсуждение

### 1.1. Установка генерации пучково-плазменных образований (ППО)

Пучково-плазменные образования (ППО), создаваемые в установке, представляют собой плазменную среду, генерируемую в полой катоде несамостоятельного тлеющего разряда при низких  $0,01 \div 1$  Па давлениях.

Генерация реализуется в электроразрядной системе при таких давлениях, при которых для данных характерных размеров полого катода длина свободного пробега электрона между упругими и неупругими взаимодействиями сравнима или больше этих характерных размеров. Инжекция ускоренных заряженных частиц в плазму тлеющего разряда, как правило электронов, определяет свойства разряда, характеризуемого высокой степенью несамостоятельности, а также свойства формируемой плазменной среды.

В пучково-плазменных образованиях реализуется возможность изменения концентрации заряженных частиц в широком диапазоне ( $10^{15} \div 10^{18} \text{ м}^{-3}$ ), и соответственно состава плазменной среды, а значительные величины концентрации плазмы при низком давлении позволяют получать степень ионизации плазмы вплоть до 20 %. Ключевая роль пучка заряженных частиц в генерации плазменной среды в таких особых условиях отражена в термине «пучково-плазменное образование» [4].

На основе цикла исследований была создана установка генерации пучково-плазменных образований (ППО), схема и фотография которой представлена на рис. 1.

Установка позволяет в непрерывном, импульсном и импульсно-периодическом

режимах горения несамостоятельного тлеющего разряда в полой катоде объемом  $0,3 \text{ м}^3$  в диапазоне давлений  $0,1 \div 1,0$  Па при токах разряда  $10 \div 300$  А и напряжениях горения от 20 В до 300 В при средней мощности в разряде до 25 кВт создавать плазму с концентрацией  $5 \cdot 10^{16} \div 10^{17} \text{ м}^{-3}$  с неоднородностью не хуже  $\pm 30\%$  от среднего значения и обеспечивать среднюю плотность ионного тока на полый катод и изделия до  $10 \text{ мА/см}^2$ . Созданный генератор низкотемпературной плазмы предназначен для очистки, активации и азотирования поверхности изделий из конструкционных и инструментальных сталей массой до 150 кг. Установка используется для мелкосерийной обработки (азотирования) поверхности изделий, изготавливаемых предприятиями машиностроительной и авиакосмической отраслей.

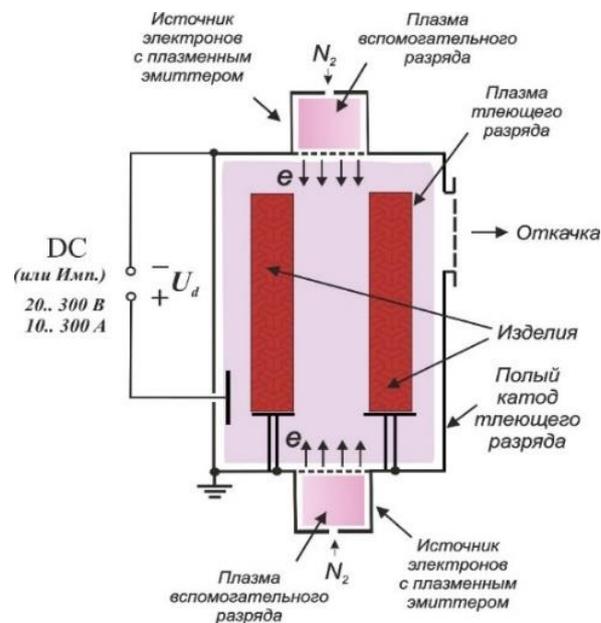


Рис.1. Схема и фотография установки генерации пучково-плазменных образований.

Примеры обрабатываемых изделий в виде режущего инструмента и штамповой оснастки представлены на рис.2.

Было показано, что срок службы обработанного инструмента и штамповой оснастки возрастает от 2-х до 6 раз.



Рис.2. Примеры изделий, обрабатываемых в газовых пучково-плазменных образованиях.

## 2.2 Установки для комплексной ионно-плазменной обработки поверхности материалов и изделий

Разработанная и созданная в ИСЭ СО РАН установка "ЭЛИОН" сочетает возможности ионно-плазменной очистки поверхности за счёт плазмы инертных газов, генерируемой протяженным плазмодуговой генератором "ПИНК-П" с апертурой длиной 600 мм и шириной 40 мм на основе несамостоятельного дугового разряда низкого давления, последующего электронно-ионного азотирования поверхности в азотной плазме, генерируемой "ПИНК-П" при подаче на образец чередующегося положительного и отрицательного смещения (элионное азотирование) и финишного нанесения функционального слоя путём электродугового или магнетронного плазменно-ассистированного напыления с использованием протяжённого электродугового испарителя с катодом размерами 600×100 мм или магнетронной распылительной системы с размерами катод-мишени 600×140 мм. Упрощённая схема (а) и фотографии установки "ЭЛИОН" (б) показаны на рис.3.

Установка "ЭЛИОН" состоит из цилиндрической вакуумной рабочей камеры диаметром 800 мм и высотой 1000 мм, откачиваемый турбомолекулярным насосом до предельного вакуума  $10^{-4}$  Па, на которой

смонтированы протяжённые газовый и электродуговой плазмодуговой генераторы, а также протяжённая магнетронная распылительная система обеспечивающие в рабочей камере как газовую, металлическую, так и газометаллическую плазму с концентрации до  $10^{11}$  см<sup>-3</sup> и однородностью по объёму камеры не хуже плюс-минус 30% от среднего значения, а также автоматизированные блоки электропитания и управления установкой.

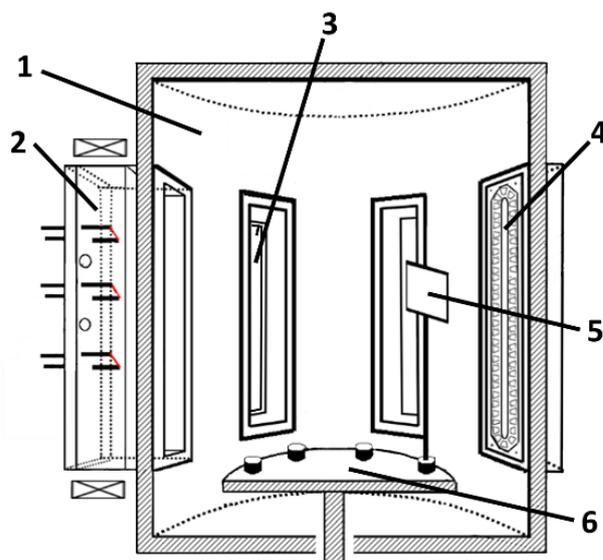


Рис.3. Схема и фотография установки "ЭЛИОН" для комплексной ионно-плазменной обработки материалов и изделий. 1 – вакуумная камера, 2 – генератор газовой плазмы «ПИНК-П06М», 3 – протяжённый дуговой испаритель, 4 – протяжённый магнетрон, 5 – обрабатываемая деталь, 6 – планетарный стол для деталей.

Установка оснащена манипулятором планетарного типа на 6–12 позиций, рассчитанного на одновременную загрузку до 300 кг изделий различной номенклатуры.

Особенностью установки "ЭЛИОН" является возможность реализации элионного азотирования для создания протяженного (сотни микрометров) упрочнённого подслоя и последующего плазменно-ассистированного магнетронного или электродугового напыления функциональных слоёв с заранее прогнозируемыми свойствами.

Пример обрабатываемого на установке "ЭЛИОН" изделия представлен на рис.4.



Рис.4. Пример изделия в виде детали бурового оборудования, обрабатываемого на комплексной ионно-плазменной установке "ЭЛИОН".

Показано, что после обработки изделий из инструментальных и конструкционных сталей их срок службы возрастает кратно, а также приобретает привлекательный внешний вид.

Вакуумная ионно-плазменная установка «КВИНТА» (рис.5) была разработана в 2012 году в лаборатории плазменной эмиссионной электроники и в последние два года подверглась значительной модернизации.

Установка «КВИНТА» состоит из вакуумной камеры, размерами 750×650×650 мм, из нержавеющей стали с системой планетарного вращения обрабатываемых деталей, вакуумной системы, системы электропитания и управления. На верхней и боковых стенках камеры смонтированы три ду-

говых испарителя, в том числе с системой фильтрации микрокапельной фракции. На двери вакуумной камеры расположены протяженный плазменный источник с плазменным катодом и протяженный дуговой испаритель. Вакуумная откачка происходит с использованием форвакуумного и турбомолекулярного насосов. Установка оснащена системой подачи отрицательного напряжения смещения (до 1000 В) на обрабатываемые детали с устройством гашения микродуг.

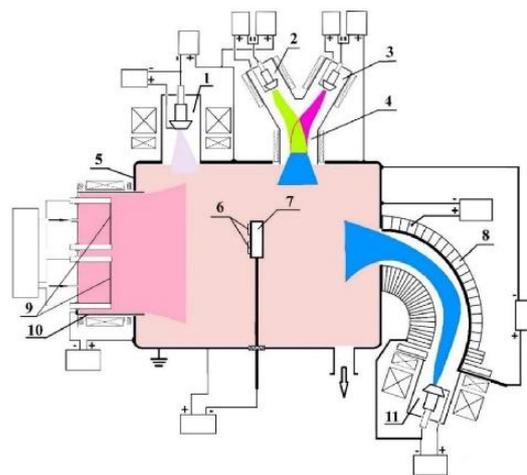


Рис.5. Схема (а) и фотография внешнего вида модернизированной установки «КВИНТА». 1 – дуговой испаритель ДИ100, 2,3 – дуговые испарители ДИ80, 4 – двухкатодная система фильтрации, 5 – вакуумная камера, 6 – образцы, 7 – держатель образцов, 8 – система фильтрации с поворотом потока на 120 градусов, 9 – накалинные катоды плазмоденератора «ПИНК-П04М», 10 – корпус плазмоденератора «ПИНК-П04М», 11 – дуговой испаритель ДИ80.

Вакуумная система установки обеспечивает создание в рабочей камере необходимого рабочего давления, которое лежит в диапазоне  $10^{-3}$ –1 Па.

Вакуумная система была модернизирована и теперь состоит из: форвакуумного пластинчато-роторного насоса, имеющего скорость откачки  $\sim 20$  л/с и турбомолекулярного насоса обеспечивающего максимальную скорость откачки  $\sim 1300$  л/с и предельное давление  $\sim 5 \cdot 10^{-3}$  Па, клапанов вакуумных с пневматическим приводом; затвора с пневматическим приводом; преобразователей (датчиков вакуума) манометрических термопарных и ионизационных, подсоединенных к вакуумметру. Система водяного охлаждения (нагрева) состоит из входного, выходного коллекторов, проточного нагревателя воды мощностью 7 кВт и трубопроводов. Все водоохлаждаемые узлы установки питаются от магистрали по отдельным веткам охлаждения.

Плазмогенератор "ПИНК-П-0.4М" является протяженным и смонтирован на прямоугольном посадочном месте в двери камеры с размерами отверстия 120×460 мм и крепежными размерами 140×480 мм на десяти шпильках М6 с вертикальным шагом 120 мм. Плазмогенератор имеет два канала накаливаемых катодов, каждый из которых состоит из двух накаливаемых катодов и трех тоководов. Это сделано с целью повышения надежности работы плазмогенератора в длительных процессах: в случае аварийного перегорания одного накаливаемого катода происходит автоматическое переключение на второй без остановки технологического процесса обработки изделий.

Максимальный ток плазмогенератора после модернизации источника питания был увеличен со 120 А до 180 А.

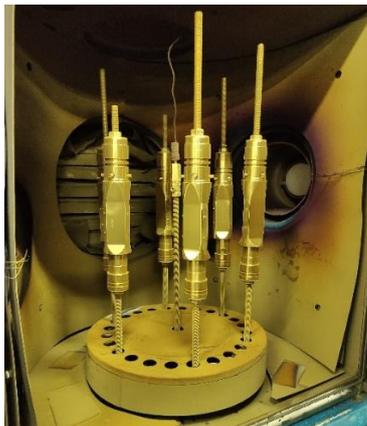


Рис.6. Примеры изделий, обрабатываемых на комплексной ионно-плазменной установке "КВИНТА".

Дуговые испарители (ДИ) предназначены для получения металлических и композиционных покрытий на обрабатываемых образцах и изделиях. На установке используется три разных дуговых испарителя. Дуговой испаритель ДИ100, обеспечивающий устойчивое зажигание и стационарное горение дуги низкого давления с током 45–250 А при напряжении горения 20–40 В, имеет диаметр катода 100 мм.

Дуговой испаритель ДИ80, имеющий диаметр катода 80 мм, предназначен для использования совместно с магнитными системами фильтрации микрокапельной фракции. В процессе модернизации для установки «КВИНТА» были разработаны и поставлены системы фильтрации микрокапельной фракции с углом поворота потока на 60, 90, и 120 градусов, что даёт возможность выбора различных скоростей напыления и степени фильтрации дуговой плазмы от микрокапель.

Протяженный дуговой испаритель ДП400 обеспечивает высокую равномерность нанесения покрытия в пределах катода, размер которого составляет 400 мм длиной и 100 мм шириной. Однако, при этом протяженный дуговой испаритель имеет несколько более низкую скорость напыления, которая составляет порядка 3–4 мкм/час, в отличие от ДИ100, имеющего скорость  $\sim 6$ –8 мкм/час и зону равномерного нанесения покрытий 150–180 мм. Максимальный рабочий ток разряда испарителя ДП400 составляет 200А при напряжении горения 22 В.

Пример деталей в виде корпусов измерительных приборов бурового оборудования, обработанных на установке «КВИНТА», представлен на рис.6.

Опишем один из характерных ионно-плазменных процессов упрочнения поверхностей, реализуемых с использованием установки «КВИНТА». Образцы или изделия загружаются на 24-х позиционный манипулятор планетарного типа и производится вакуумная откачка. На первом этапе производится финишная очистка и активация поверхности образцов за счёт бомбардировки их ионами инертного газа аргона, которые образуются в плазме, генерируемой плазмогенератором «ПИНК» и ускоряются

в слое пространственного заряда до энергии, соответствующей приложенному к образцу отрицательному смещению  $\approx 1000$  В. Плотность ионного тока насыщения на образец может достигать  $10 \text{ mA/cm}^2$ , а время первого этапа 10–30 минут. При этом образец нагревается до температуры  $500\text{--}600^\circ \text{C}$ . На втором этапе вместо аргона напускается азот и в течение  $\approx 1$  часа производится азотирование поверхности на глубину 30–50 мкм от исходной твердости 350 ГПа до твердости 850 ГПа, то есть создается протяженный упрочнённый подслои для последующего формирования тонкого функционального покрытия, которое происходит на 3 этапе, когда включается один или несколько дуговых испарителей. Процесс напыления функционального слоя, в зависимости от его толщины, происходит в течение 30–60 минут. Типичные значения тока разряда дуговых испарителей лежат в диапазоне 50–200 А, что позволяет генерировать газометаллическую плазму с концентрацией  $10^{10}\text{--}10^{11} \text{ cm}^{-3}$  в рабочей области вакуумной камеры объемом  $\approx 5 \cdot 10^3 \text{ cm}^3$  с однородностью не хуже  $\pm 20\%$  от среднего значения.

В последние годы на установке «КВИНТА» реализован процесс формирования многоэлементных наноструктурированных нитридных покрытий квазиатомного состава (NbMoCrTiAl)N путём осаждения на подложку в вакууме атомов и ионов из многокомпонентной газометаллической плазмы, созданной одновременным независимым вакуумно-дуговым испарением катодов выбранных элементов в режиме с плазменным ассистированием в среде азота. Полученные покрытия имеют нанокристаллическую многослойную структуру и достигают твердости 43 ГПа. Эти результаты используются при создании экспериментального стенда для *in-situ* исследований формирования высокоэнтропийных покрытий с использованием синхротронного излучения.

### 2.3 Установка для комплексной электронно-ионно-плазменной обработки поверхности материалов и изделий

Результаты исследований по генера-

ции низкотемпературной плазмы в больших вакуумных объёмах с использованием дуговых разрядов низкого давления позволили разработать и создать комплексную электронную-ионно-плазменную установку «КОМПЛЕКС», схема (рис.7а) и внешний вид (рис.7б) который представлены на рис.7.

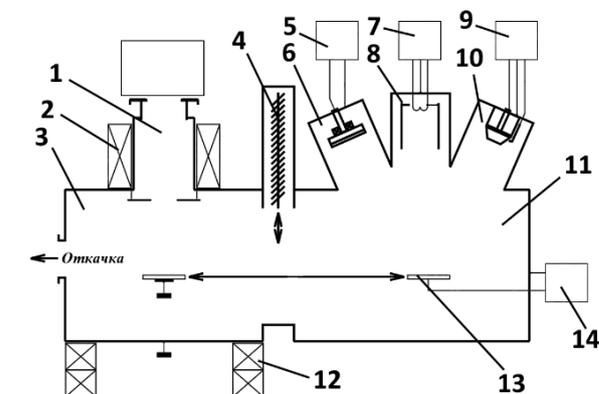


Рис.7. Схема основных узлов (а) и фотография внешнего вида установки «КОМПЛЕКС» (б). 1 – источник электронов «СОЛО», 2 – верхняя магнитная катушка источника электронов «СОЛО», 3 – рабочая вакуумная камера электронно-пучковой обработки, 4 – жалюзийный шиббер, 5 – блок питания магнетронной распылительной системы, 6 – магнетронная распылительная система, 7 – блок питания генератора газовой плазмы «ПИНК», 8 – генератор газовой плазмы «ПИНК», 9 – блок питания дугового испарителя ДИ80, 10 – дуговой испаритель ДИ80, 11 – рабочая вакуумная камера объёмной плазменной обработки, 12 – нижние магнитные катушки источника электронной «СОЛО», 13 – манипулятор, 14 – блок питания смещения.

Установка состоит из двух вакуумных рабочих камер 3 и 11, имеющих общую систему вакуумной откачки до предельного вакуума  $6,6 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$  и разделённых специ-

альным жалюзным затвором, не препятствующим откачке, но исключая попадание распылённых частиц из камеры 3 в камеру 11.

На фланцах первой рабочей камеры объёмом 0,25 м<sup>3</sup>, обеспечивающей ионно-плазменную обработку образцов и изделий, расположены плазмогенератор «ПИНК» - 8 [5], электродуговой испаритель - 10 [1] и магнетронная распылительная система - 6 [6], а на торцевом фланце смонтирован 3D манипулятор для закрепления и перемещения образцов и изделий при электронно-ионно-плазменной обработке. На второй вакуумной камере объёмом 0,216 м<sup>3</sup>, обеспечивающей импульсную электронно-пучковую обработку поверхности, смонтирован электронный источник на основе сеточного плазменного катода с импульсным дуговым разрядом низкого давления [7]. Манипулятор позволяет перемещать обрабатываемые образцы и детали из камеры 3 в камеру 11 без нарушения вакуума, что чрезвычайно важно для реализации комплексных технологических циклов обработки.

Одним из типичных примеров комплексной обработки материалов, реализуемым на установке «КОМПЛЕКС», может быть формирование на подложке из стали 40X тонких плёнок Si+Nb с последующим их переплавом для повышения прочностных и трибологических свойств стали при формировании на ней термически стабильного слоя силицида ниобия.

В едином вакуумном цикле выполняются следующие операции: 1) включается плазмогенератор «ПИНК» при напуске в него аргона до рабочего давления 0,1–0,5 Па и при токе разряда 10–20 А в рабочей камере -11 генерируется аргоновая плазма с концентрацией  $\approx 10^{10}$  см<sup>-3</sup>; 2) от источника отрицательного смещения на образец подаётся напряжение минус 200–1000 В относительно заземлённой камеры и за счёт бомбардировки его поверхности ионами аргона, ускоренными в слое пространственного заряда, образующегося у поверхности образца до энергии, соответствующий приложенному напряжению, то есть  $\approx 1000$  эВ, при средней плотности ионного тока до 5 мА/см<sup>2</sup> происходит ионная очистка и ак-

тивация поверхности в течение 20 минут; 3) далее включается высокочастотный магнетрон и в течение  $\approx 1$  часа при плазменном ассистировании «ПИНК» производится напыление плёнки Si до толщины  $\approx 1$  мкм; 4) затем включается вакуумно-дуговой испаритель и при токе дуги 80 А, токе «ПИНК» - 30 А, напряжении смещения -35 В и давлении аргона 0,1 Па в течение 12 минут производится напыление пленки Nb до толщины около 1 мкм; 5) затем образец с помощью манипулятора перемещается в камеру электронно-пучковой обработки - 3, где при давлении  $1 \cdot 10^{-2}$ – $5 \cdot 10^{-2}$  Па происходит электронно-пучковый переплав системы «плёнка(Si + Nb)/сталь 40X-подложка» импульсным электронным пучком с плотностью энергии 50 Дж/см<sup>2</sup> при длительности импульса 200 мкс, количество импульсов - 3. Этот режим облучения подбирается экспериментально для получения оптимальной толщины упрочнённого слоя толщиной до 30 мкм, обладающего минимальным значением параметра износа ( $k = 0,93 \cdot 10^{-6}$  мм<sup>3</sup>/(Н·м)), что приблизительно в 50 раз меньше параметра износа стали 40X в исходном состоянии [8].

На установке «КОМПЛЕКС» была продемонстрирована возможность реализации нескольких комплексных процессов модификаций поверхности, включая создание слоя с низким коэффициентом трения на основе соединения AlMgB14, так называемой «скользящей керамики». При оптимальном режиме формирования таких покрытий со скоростью 2,5 мкм/час были получены пленки толщиной 3,6 мкм и показано, что скорость их объемного износа составила  $3 \cdot 10^{-7}$  мм<sup>3</sup>/Н·м, а это позволиткратно повысить срок службы пар трения использующих такие покрытия.

## Заключение

Таким образом на основе цикла исследований по генерации однородной низкотемпературной плазмы в несамостоятельных дуговых и тлеющих разрядах низкого давления создана и модернизирована линейка из нескольких лабораторных комплексных установок, которые по совокупности полученных основных параметров

находятся на уровне или превышает лучшие отечественные и зарубежные аналоги. С использованием описанных остановок продемонстрирован ряд новых комплексных процессов упрочняющей обработки материалов и изделий, позволивших улучшить их физико-механические и эксплуатационные свойства, соответственно, кратное повысить срок службы.

Опыт разработки, изготовления и эксплуатации электронно-ионно-плазменных комплексных установок используется при создании вакуумного электронно-ионно-плазменного стенда для проведения экспериментов по исследованию структуры при росте и формировании функциональных слоёв в *in-situ* процессах с использованием синхротронной диагностики.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российской Федерации в лице Министерства науки высшего образования (проект номер №075-15-2021-1348) в рамках мероприятия 3.2.6.

## Литература

[1] Devyatkov V.N., Ivanov Y.F., Krysinina O.V., Koval N.N., Petrikova E.A., Shugurov V.V. Equipment and processes of vacuum electron-ion plasma surface engineering. *Vacuum*. 2017. Т. 143. С. 464-472.

[2] Электронно-ионно-плазменная модификация поверхности цветных металлов и сплавов / под общ. ред. Н.Н. Ковалёва и Ю.Ф. Иванова – Томск: Изд-во НТЛ. 2016 – 312 с.

[3] Эволюция структуры поверхностного слоя стали, подвергнутой электронно-ионно-плазменным методам обработки / под общ. ред. Н.Н. Ковалёва и Ю.Ф. Иванова – Томск: Изд-во НТЛ. 2016 – 304 с.

[4] Яковлев В.В., Денисов В.В., Коваль Н.Н., Ковальский С.С., Островерхов Е.В., Егоров А.О., Савчук М.В. Генерация плазмы с повышенной степенью ионизации в импульсном сильноточном тлеющем разряде низкого давления с полым катодом / Известия ВУЗов. Физика, 2020 т.63, N10, с. 109-116.

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

[6] Кузьмичёв А.И. Магнетронные распылительные системы. Кн. 1. Введение в физику и технику магнетронного распыления. - К.: Аверс, 2008. - 244 с.

[7] Коваль Н.Н., Девятков В.Н., Воробьёв М.С. Источники электронов с сеточным плазменным эмиттером: прогресс и перспективы / ВУЗов. Физика, 2020 т.63, N10, с. 7-16.

[8] Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф., Девятков В.Н., Шугуров В.В., Тересов А.Д., Петрикова Е.А. Развитие комплексного электронно-ионно-плазменного метода модификации поверхности материалов и изделий. / ВУЗов. Физика, 2020 т.63, N10, с. 174-183.

# Плазменные источники импульсных ускорителей ионов

Г.Е. Ремнев, А.А. Бухаркин, М.В. Журавлев, Г.А. Курапов, В.А. Рыжков, А.В. Степанов, В.И. Шаманин

Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ФГАОУ ВО НИ ТПУ)

634050, Томск, пр. Ленина, 30, Россия

E-mail: remnev@tpu.ru

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-50-55

Источники мощных ионных пучков наносекундной длительности требуют применения импульсных источников плазмы высокой плотности  $\sim 10^{14} \text{см}^{-3}$ . В статье анализируется использование для этих целей плазмы поверхностного пробоя диэлектрических вставок, плазмы образование которой сопровождается взрывной эмиссией электронов и плазмы, формируемой в газе пониженного давления осциллирующими электронами. Экспериментальные результаты получены на ускорителях наносекундной длительности с ускоряющим напряжением до 500кВ, включая ускорители с 2-х импульсным режимом работы. Рассматриваются результаты экспериментальных исследований, полученные при прямом ускорении ионов в магнитоизолированных диодных системах и коллективное ускорение ионов из плотных плазменных сгустков электронными пучками в диоде Плотто-Люса. Энергия ускоренных ионов лежит в диапазоне  $10^5$ – $10^6$ эВ, а для тяжелых ионов до нескольких МэВ.

## Введение

Импульсные ускорители ионов наносекундной длительности или источники мощных ионных пучков (МИП) как новый класс ускорителей появились в середине 70-х годов [1]. Они характеризуются чрезвычайно высокой импульсной мощностью и требуют применения импульсных источников плазмы высокой плотности в качестве источника ионов, превышающей в ряде случаев  $10^{14} \text{см}^{-3}$ . Первоначально в некоторых из работ в качестве таких источников плазмы использовалась плазма, формируемая при быстром испарении, фактически взрыве, тонких диэлектрических и металлических фольг, размещаемых в анодной области на переднем фронте ускоряющего напряжения. Для генерации импульсных ионных пучков используется два подхода: (1) прямое ускорение ионов в различного типа диодных системах [1]: отражательного типа, магнитоизолированных, пинч-диодах, комбинации последних двух и (2) коллективное ускорение ионов также использует различные типы и конфигурацию: диод Плотто-Люса, ускорение в прямых электронных пучках, ускорение в диэлектрических трубах дрейфа, в электронных кольцах. Особенностью источников МИП является высокий темп ускорения ионов от 0,5 МэВ/см при прямом ускорении ионов до 2–3 МэВ/см при коллективном ускорении легких ионов. Это делает возможным создание

достаточно компактных ускорителей со сравнительно низкой себестоимостью в диапазоне энергий 0,5–5МэВ для их практического использования в разных направлениях.

Тип плазменного источника определяет состав ионного пучка, частоту следования импульсов и, соответственно, среднюю мощность ускорителя.

В исследовательских ускорителях при прямом ускорении ионов используется три основных подхода к формированию плазмы: импульсный или, в некоторых случаях, непрерывный напуск газа в зону диода и его ионизация при использовании вихревого электрического поля, формируемого ударной катушкой; пробой по поверхности диэлектрических вставок на аноде при приложении ускоряющего напряжения; использование дополнительного высоковольтного импульса наносекундной длительности предшествующего основному для формирования взрывоэмиссионной плазмы на поверхности металлического или графитового анода [2], либо поверхностного пробоя диэлектрических вставок до прихода основного импульса. При коллективном ускорении ионов плазма может образовываться за счет поверхностного пробоя диэлектриков, ионизации напускаемого газа или остаточного газа как самим электронным пучком, так и использованием внешнего ионизатора,

например, импульсного лазерного излучения.

Рассмотрим использование этих методов образования плазмы в разного типа диодных системах импульсных ускорителей ионов создаваемых в ТПУ. Использование того или иного метода формирования плазмы определяет и конструктивные особенности диодных систем, и эффективность генерации пучков в ускорителях.

Одними из наиболее эффективных являются диодные системы с магнитной изоляцией диодного промежутка [3] (рис.1). В конструкции подобных систем применяется геометрическая фокусировка [4] с коэффициентом увеличения плотности тока, как правило, не превышающим 4–5.

Основными элементами диодной системы являются анод – катодный узел, система катушек магнитного поля и камера дрейфа, рис.1. Металлический анод (медь, алюминий) имеет форму кольца, в его поверхность (со стороны катодов) устанавливаются диэлектрические вставки, при пробое которых и формируется плазма, служащая источником ионов. Катодный блок состоит из внешнего и внутреннего тонкостенных катодов, ориентированных перпендикулярно к поверхности анода. Типичная величина анод – катодного зазора составляет 5–10 мм.

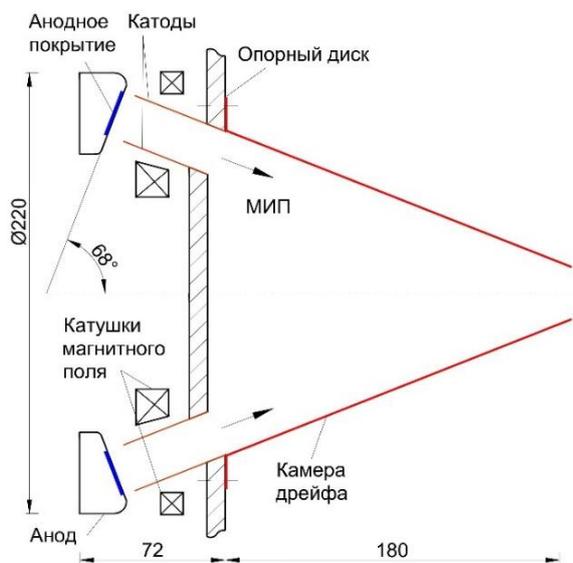


Рис.1. Диод с изоляцией внешним магнитным полем.

Ионный диод формирует кольцевой сходящийся ионный пучок, который транс-

портируется к мишени в металлической камере дрейфа, устанавливаемой на опорном диске диода, и фактически является продолжением внешнего катода, как показано на рисунке. Внутренняя поверхность камеры служит источником электронов за счет вторичных процессов на поверхности камеры дрейфа при воздействии ионов пучка, рассеянных на остаточном газе или тех, которые двигаются по траекториям с большим углом к оси камеры чем угол конуса. В результате компенсации заряда ионного пучка коэффициент фокусировки тока пучка и плотность тока в области фокуса значительно возрастают [5].

При использовании диэлектрика в качестве анодного покрытия [3, 6], генерируемая плазма, формируемая за счет поверхностного пробоя, имеет многокомпонентный состав, включающий ионы атомов диэлектрического материала и атомы остаточного газа, адсорбированного на поверхности диэлектрических включений. При использовании водородосодержащих диэлектриков (полиэтилен, эпоксидный компаунд) ионный пучок состоит из протонов  $H^+$  и ионов углерода  $C^{n+}$  в соотношении приблизительно 80%/20%, рис.2.

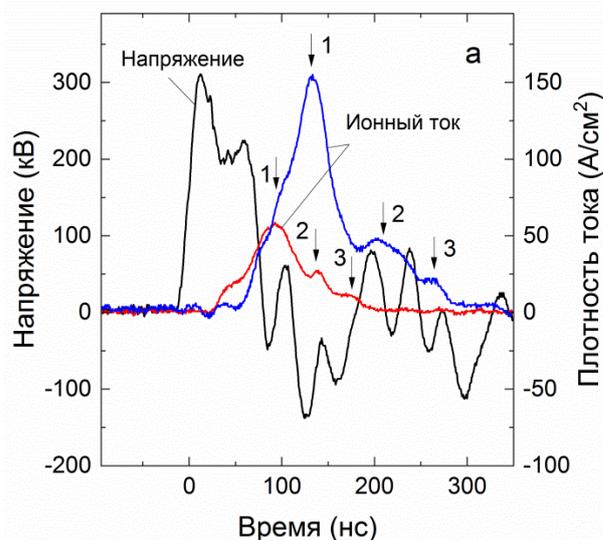


Рис.2. Массовый состав пучка, времяпролетная методика (1 – протоны, 2 – ионы  $C^{n+}$ , 3 – ионы  $C^+$ ).

Эффективность диодов с источником плазмы данного типа достигает 60%.

В данном типе диода также исследовалось формирование плазмы на поверхности диэлектрических вставок на аноде и с

графитовой вставкой в 2-х импульсном режиме работы ускорителя. Плазмообразование сопровождается взрывной эмиссией электронов под действием отрицательного предимпульса напряжения [7, 8, 9, 11], рис.3.

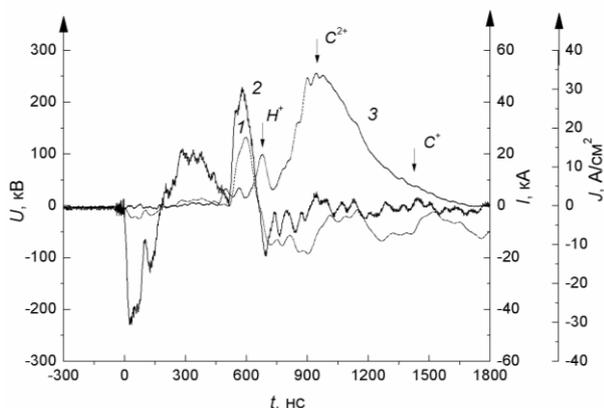


Рис.3. Осциллограммы работы ионного диода: полный ток диода – 1, ускоряющее напряжение – 2, плотность ионного тока в фокальной плоскости диода – 3.

Под действием импульса напряжения положительной полярности - основного импульса происходит ускорение ионов и из образуемой плазмы. В этом случае массовый состав пучка: ионы углерода  $C^+$ ,  $C^{2+}$  и протоны в соотношении уже 80%/20%. Оптимальная пауза между началом первого плазмообразующего импульса и второго основного импульса напряжения, формируемого двойной формирующей линией генератора ускорителя, составляет величину около 500 нс, (рис.3). Расширение отдельных сгустков взрывоэмиссионной плазмы за время паузы между импульсами обеспечивает формирование плазмы над поверхностью анода площадью около  $100 \text{ см}^2$ .

Формирование плазмы сопровождается скачкообразным повышением давления остаточного газа в рабочей камере [6], что ограничивает частоту следования импульсов тока пучка. Наибольший скачок давления происходит при использовании диэлектрических вставок. В результате поверхностного пробоя происходит выделение газа как из областей деструкции поверхностного слоя диэлектрика, так и десорбция газа с поверхности электродной системы и камеры дрейфа пучка.

Были выполнены исследования формирования пучка при повышенных давле-

ниях остаточного газа  $2 \cdot 10^{-4} - 2 \cdot 10^{-3} \text{ Торр}$ . При увеличении давления в вакуумной камере улучшаются условия транспортировки пучка, что обеспечивает увеличение плотности тока и энергии пучка в фокусе диода. Предельная величина давления остаточного газа в вакуумной камере, при которой сохраняется работоспособность ионного диода составляет  $\sim 1,2 \cdot 10^{-3} \text{ Торр}$ .

Использование взрывоэмиссионной плазмы как источника ионов при двух импульсном режиме работы диодной системы существенно расширяет массовый спектр генерируемых ионов и возможности использования таких пучков для решения ряда задач в области материаловедения. [9, 11–13].

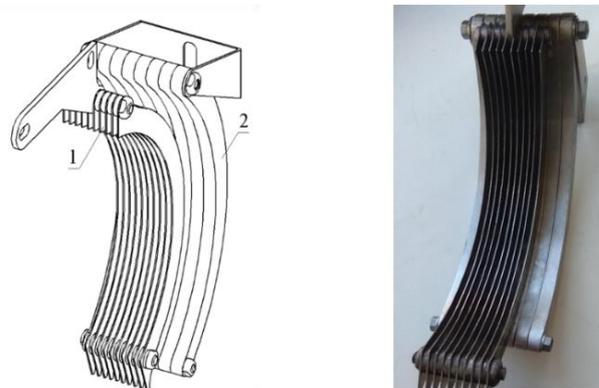


Рис.4. Конструктивное исполнение МИД. 1 – секционный катод; 2 – секционный анод.

Для увеличения напряженности электрического поля при формировании взрывоэмиссионной плазмы используется стопа металлических пластин устанавливаемых небольшом расстоянии друг от друга (рис.4). Пауза между плазмообразующим и основным импульсом обеспечивала поперечное расширение плазменных сгустков и формирование слоя плазмы в анодной области диода. В работах [12, 13] потенциальный электрод был выполнен из алюминиевых и титановых пластин (сплав ВТ8). Амплитудное значение плотности ионного тока в фокусе диода достигало значения  $200 \text{ А/см}^2$ . Ток, переносимый ионами  $Al^{n+}$ ,  $Ti^{n+}$  [12] составил не менее 30% для  $Al^{n+}$  и 60% для  $Ti^{n+}$  от общего тока пучка. Большую разницу в процентном составе ионов этих металлов мы связываем с разницей в адсорбционной способности металлов. Для

второго случая приведены осциллограммы плотности ионного тока по время-пролётной методике (рис.5).

Для алюминиевого анода длительность паузы составляла около 550 нс, а в случае с использованием накладки из сплава ВТ8 650 нс. Более длительная пауза между плазмообразующим и ускоряющим импульсами напряжения снижает долю ионов углерода и протонов, но и снижает максимальные значения плотности ионного тока в фокусе диода.

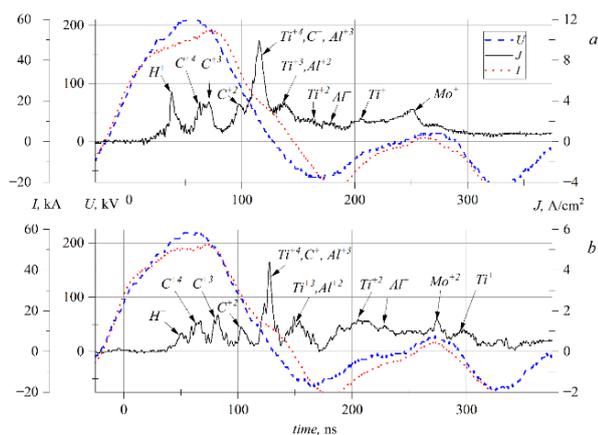


Рис.5. Осциллограммы ускоряющего напряжения (U), тока диода (I) и плотности тока (j). а – для расстояния 150 мм, б – для расстояния 250 мм.

Состав остаточной атмосферы и давление в значительной степени определяет состав импульсного ионного пучка, формируемого в различного типа диодных систем. В работах [14–20] использовался для этих целей ядерно-физический метод анализа. Регистрацией мгновенного  $\gamma$ -излучения из реакции радиационного захвата протонов  $^{19}\text{F}(p,\alpha\gamma)^{16}\text{O}$  показано, что вклад материала полиэтиленовых вставок анода выполненного из алюминия в число ускоряемых протонов в МИДе с внешним магнитным полем составляет около трети в первых выстрелах. Когда полиэтиленовое покрытие эродирует практически полностью, основным источником протонов (и ионов углерода) становится плёнка поверхностных загрязнений на аноде. В данном случае исследований, направленных на определение влияния состава остаточной атмосферы на режим работы МИД обеспечивалась повышенная эрозия анода, за счет снижения величины изолирующего магнитного поля.

Влияние остаточной атмосферы на результат коллективного ускорения ионов в геометрии диода Плютто-Люса был также проведен на базе ускорителя ТЕМП-4М [17–21] для корректного сопоставления полученных результатов в разного типа диодных систем. При использовании анодных вставок из полиэтилена и нитрида бора (*h-BN*) показано [17], что адсорбция поверхностью диэлектрической анодной вставки водородсодержащих примесей из остаточной атмосферы количественно ( $\geq 80\%$ ) определяет число коллективно ускоренных протонов. Это позволило использовать в качестве материала анода такие диэлектрики, как фторопласты, корунды, пиронитрид бора и другие материалы с меньшим коэффициентом импульсной эрозии и значительным увеличением срока службы, что является важным для практического использования данного типа ускорителей.

Энергия и число протонов, коллективно ускоренных в диоде Плютто-Люса из плазмы в которой содержатся также ионы углерода, находятся в обратной зависимости от давления остаточной атмосферы рабочей камеры [18]. Более высокая эффективность коллективного ускорения именно протонов в этом случае достигается при давлении ниже  $3 \cdot 10^{-4}$  Торр.

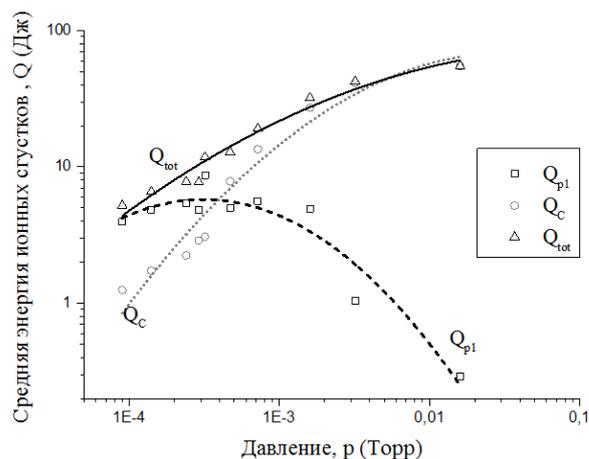


Рис.6. Зависимости энергии ионных сгустков от давления остаточной атмосферы.

Число ионов  $^{12}\text{C}$ , захваченных в коллективное ускорение, пропорционально в этом случае давлению остаточной атмосферы рабочей камеры и слабо зависит от материала анодной вставки [19] (рис.7). В дан-

ных исследованиях было показано также [21], что энергия протонов, дейтронов, ионов углерода, входящих в состав остаточного газа пропорциональна массе ускоренного иона. При величине ускоряющего напряжения в 250кВ, энергия ионов лежит в диапазоне 0,4–3,5 МэВ/нуклон.

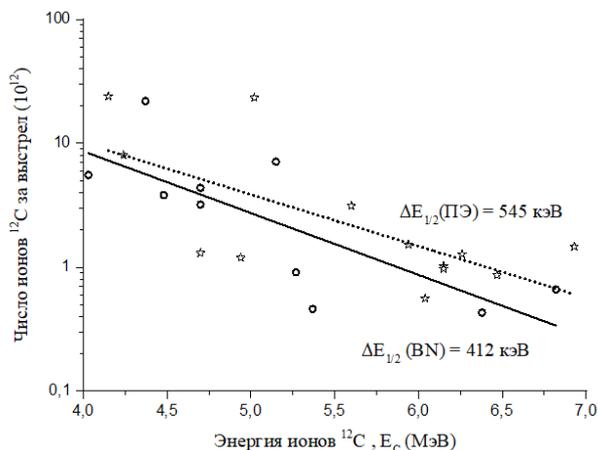


Рис.7. Зависимости числа ионов  $^{12}\text{C}$  от их энергии для анодных вставок из нитрида бора (кружки и аппроксимация сплошной линией) и полиэтилена (звёздочки, пунктирная линия).

## Заключение

В импульсных ускорителях ионов метод формирования плотной плазмы как на основе пробоя диэлектрических вставок в аноде, так и при использовании взрывоэмиссионной плазмы в значительной степени определяется составом остаточного газа в области ускорения ионов. Величина рабочего давления при прямом ускорении ионов в магнитоизолированных диодных системах составляет несколько мТорр, а при коллективном ускорении она может достигать 10 мТорр.

## Литература

- [1] Быстрицкий В.М., Диденко А.Н. УФН, 1980, т.132, вып.1, с.91-122.
- [2] Логачев Е.И., Ремнев Г.Е., Усов Ю.П. Ускорение ионов из взрывоэмиссионной плазмы // Письма в ЖТФ, 1980, т.6, в.22, с. 1404-1406.
- [3] Быстрицкий В.М., Диденко А.Н. Мощные ионные пучки. М.Энергоатомиздат, 1984, 152с.
- [4] Stepanov A.V., Remnev G.E. Influence of the configuration of the magnetic field of an ion diode on the parameters of an ion

beam // Instruments and Experimental Techniques. – 2009, Vol. 52, P.565-568.

[5] Stepanov A.V., Haowen Zhong, Zhang Shijian, Mofei Xu, Xiaoyun Le, Remnev G.E. Study of the propagation of an intense ion beam to the target // Vacuum. 2022, Vol. 198, – P.1-6.

[6] Lopatin V.S., Stepanov A.V., Remnev G.E., Shamanin V.I. Gas emission of anode polymer coating and its influence on applied – Br magnetically insulated ion diode characteristics // Laser and Particle Beams. – 2017, Vol. 35, P.48-52.

[7] Shamanin V. I., Stepanov A. V., and K. Zh. Rysbaev. Investigation of high-intensity ion beam generation in the diode with external magnetic insulation and explosive plasma emission source // Russian Physics Journal. – Vol. 60 (12), 2018, P.2111-2114.

[8] Логачев Е.И., Ремнев Г.Е., Усов Ю.П. Ускорение ионов из взрывоэмиссионной плазмы Письма в ЖТФ, 1980, т.6, в.22, с. 1404-1406 С 4.

[9] Remnev G.E. et all High-Power Ion Beam Sources for Industrial Application. Surface and Coatings Technology.1997, Т. 96, № 1, С. 103-109.

[10] Логачев Е.И., Ремнев Г.Е., Усов Ю.П. Ускорение ионов из взрывоэмиссионной плазмы //Письма в ЖТФ, 1980, т.6, в.22, с. 1404-1406

[11] Davis H.A., Remnev G.E., Stinnett R.V., Yatsui K. Intense Ion-Beam Treatment of Materials/ MRS Bulletin, 1996, Vol. XXI, No. 8, p.58-62.

[12] Шаманин В.И., Ремнёв Г.Е., Тарбоков В.А. Ионный диод с магнитной самоизоляцией для генерации ионных пучков алюминия // ПТЭ, 2020, №4, с 35-39.

[13] Шаманин В.И., Тарбоков В.А. Генерация многозарядных ионов металлов в ионном диоде с магнитной самоизоляцией // Письма в ЖТФ, 2023, в.10, с. 24.

[14] Ryzhkov V.A., Nechaev V.A., Padalko V.N. Time-of-flight optical diagnostics of High-Power Pulsed Ion Beams // Technical Physics Letters. 2020. V.46, n.4, p.354-356. doi: 10.1134/s1063785020040136

[15] Рыжков В.А., Степанов А.В. Контроль наносекундных сгустков протонов в магнитоизолированном ионном диоде по

резонансным ядерным реакциям радиационного захвата протонов // Письма в ЖТФ, 2023, т.49, В.7, с.24-27. doi: 10.21883/PJTF.2023.07.54917.19470.

[16] Ryzhkov V.A, Remnev G.E. Comparison of gaseous contamination of thin tungsten and gold coatings deposited from ablated plasma generated by Intense Pulsed Ion Beams // Thin Solid Films, 2022, V.758, 139398. doi: 10.1016/j.tsf.2022.139398

[17] Ryzhkov V.A., Remnev G.E., Pyatkov I.N., Zhuravlev M.V. Contribution of Residual Atmosphere Gases to the Flux of Collectively Accelerated Protons in a Luce Diode // Technical Physics Letters. 2020, V.46, n.4, p.363-365.

[18] Ryzhkov V.A., Remnev G.E., Pyatkov I.N., Zhuravlev M.V. Effect of the residual atmosphere pressure on collective acceleration of ions in the Luce diode // Vacuum

2021, V. 187, 110081, doi: 10.1016/j.vacuum.2021.110081

[19] Ryzhkov V.A., Pyatkov I.N., Remnev G.E. Selective determination of collectively accelerated  $^{12}\text{C}$  ion bunches by neutron time-of-flight spectrometry // Nucl. Instrum. & Meth. in Phys. Res. A, 2022, V.1036, 166871, doi: 10.1016/j.nima.2022.166871.

[20] Ryzhkov V.A., Pyatkov I.N., Remnev G.E. Collective acceleration of deuterons from the residual chamber atmosphere in a Luce diode // Vacuum, 2022, V.202, 111212, doi: 10.1016/j.vacuum.2022.111212.

[21] Ryzhkov V.A., Pyatkov I.N., Remnev G.E. Control of virtual cathode dynamics under collective acceleration of protons in a Luce diode // Nucl. Instrum. & Meth. in Phys. Res. A, 2022, V.1042, 167436. doi: 10.1016/j.nima.2022.167436

# Секция 1. ФИЗИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ В ГЕНЕРАТОРАХ ПЛАЗМЫ, ЭМИССИОННЫЕ СВОЙСТВА ПЛАЗМЫ, ФОРМИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОННЫХ И ИОННЫХ ПУЧКОВ

---

## Влияние параметров источника электронного пучка на эмиссию электронов из плазменного катода

*В.Т. Астрелин*

Институт ядерной физики СО РАН  
630090, Новосибирск, пр. ак. Лаврентьева, 11, Россия  
E-mail: Astrelin@inp.nsk.su  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-56-63

Приводятся результаты численного 3D-моделирования PIC-кодами источника электронного пучка на основе плазменного эмиттера. Моделируется элементарная ячейка мультиапертурного источника, используемого в эксперименте, с параметрами близкими к реальному. Получены режимы эмиссии электронов с открытой плазменной границей и с эмиссией, ограниченной приэлектродным слоем. Исследованы зависимости эмиссии от плотности плазмы, ее потенциала и потенциала коллектора.

*Памяти В.П. Тараканова посвящается*

### Введение

Этап численного моделирования необходим при разработке источников пучков заряженных частиц для определения их основных характеристик: тока пучка, его распределения по сечению, угловой расходимости и эмиттанса. Для источников с плазменными эмиттерами такие расчеты усложняются тем, что поверхность эмиттирующей плазмы является одним из электродов оптической системы. Его форма зависит от параметров плазмы, от потенциалов электродов и полей заряда самого пучка.

Для численного решения задачи эмиссии положительных ионов из плазмы разработан и используется ряд вычислительных кодов [1–3]. В основном, они базируются на одномерной теории Бома [4]. С их помощью проводится численное моделирование эмиттеров ионных потоков и ионно-оптических систем ускорителей ионов.

Численных кодов, моделирующих источники электронов на основе плазменных эмиттеров, значительно меньше. Это связано как с неоднородностью задачи, так и с необходимостью кинетического подхода, учитывающего динамику электронной и ионной функций распределения по скоростям. Применимость каждого кода ограничивается, как правило, характеристиками

моделируемых источников и возможностями применяемой вычислительной техники.

Примененный ранее автором код POISSON-2 использует метод «токовых трубок». Он позволяет моделировать эмиссию только ионов из плазмы, хотя дополнительно может учитывать, как встречные электронные пучки, так и произвольные начальные скорости эмиттируемых ионов [5]. При моделировании источников с реальными плазменными эмиттерами электронов он давал приближенный результат, так как не мог корректно моделировать одновременное истечение из эмиссионной плазмы электронов и ионов с заданными функциями распределения частиц по энергии.

Такой возможностью обладают динамические коды на основе метода «частиц в ячейках» (PIC-метод). Для моделирования двумерной плоской [6] и осесимметричной [7] ячейки плазменного катода реального источника электронного пучка в ограниченной области физических параметров автором был применен код КАРАТ [8]. Он показал возможность получения таким методом количественных данных, соответствующих качественным теоретическим оценкам. Однако, присущие этому коду ограничения не позволили перейти к моделированию ис-

точника с параметрами реального эксперимента.

С этой целью был применен 3D-код CST Studio Suite [9]. При моделировании источников пучков с плазменным эмиттером он использует прямоугольные неравномерные сетки и PIC-метод для исследования динамики потоков макрочастиц различных сортов в областях с достаточно сложной геометрией электродов.

В настоящей статье результаты исследований работы источника электронного пучка с плазменным эмиттером [10] изложены в следующем порядке. Дается описание многоапертурного источника пучка и численная модель его элементарной ускорительной ячейки. Кратко описываются результаты ранее опубликованных расчетов, детально рассмотренных в работе [7]. Приводится сравнение расчетов одного из режимов источника, полученных кодами КАРАТ и CST, демонстрирующих их соответствие друг другу. Наконец, рассмотрены режимы работы источника с различными потенциалами коллектора.

### Источник электронного пучка

Многоапертурный источник электронного пучка ([7], Рис.1) содержит генератор плазмы на основе дугового разряда в газе и металлическую камеру расширителя плазменного факела в расходящемся магнитном поле. Поток плазмы направлен на стенку камеры – плоский диск толщиной 1.8 мм с 241 отверстием диаметром 2 мм. Отверстия расположены внутри окружности диаметром ~ 80 мм в гексагональном порядке с периодичностью 5 мм. Металлическая камера является катодным (эмиссионным) электродом источника. Параллельно перфорированному диску камеры с зазором 7.5 мм установлен анодный электрод толщиной 4 мм с отверстиями диаметром 4.4 мм. Эти отверстия расположены соосно с отверстиями в катодном электроде, так что каждая пара отверстий образует элементарную ускоряющую ячейку. Между катодом и анодом приложено высокое напряжение. В зазоре происходит ускорение электронов, инжектированных из плазмы через эмиссионные отверстия.

### Численная модель диодной ячейки

В численной модели рассматривается элементарная ячейка описанного выше источника с длиной периодичности 5 мм в поперечном направлении. Чертеж ячейки приведен на Рис.1. Область моделирования, проведенного кодом КАРАТ, выделена точками и цветом на верхней полуплоскости рисунка, область для кода CST – выделена на нижней. Расширение области влево, в сторону генератора плазмы, и вправо, в заанодное пространство, связано с большими возможностями кода CST. Для моделирования катодный потенциал принят равным нулю, потенциалы анода и границы эмиссии плазмы задаются положительными величинами. Осесимметричная 2-D область моделирования для КАРАТа представляет собой цилиндр  $R2.5 \times 8$  мм, а 3-D область для CST – параллелепипед  $5 \times 5 \times 20$  мм с периодическими граничными условиями и с цилиндрическим профилем внутренней границы области.

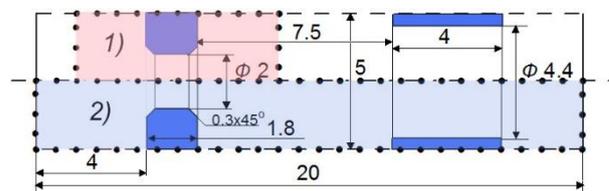


Рис.1. Диодная ячейка [10]. Слева катод с плазмой, справа анод. Ось симметрии – посередине. Пунктир – граница периодичности. Выделены области моделирования для кодов КАРАТ (вверху, 1)) и CST (внизу, 2)). Размеры приведены в миллиметрах.

Параметры дискретизации модели для кода КАРАТ были приведены в работе [7]. В модели для CST область счета покрыта трехмерной прямоугольной неравномерной сеткой  $71 \times 71 \times 146$  ячеек с шагом ~ 0.01–0.02 мм в области катодного отверстия. Поток плазмы, движущейся вправо к катодному отверстию вдоль оси ячейки, моделируется потоками макрочастиц. Они соответствуют электронам и протонам, выходящих с левой (на Рис.1) границы области с площади  $5 \times 5$  мм, разделенной на 6208 участков эмиссии. Для электронов с температурой  $T_e$  задается распределение Максвелла по скоростям с однородным распределением по азимутальному углу в плоскости  $(x, y)$  и однородным распределением внутри ин-

тервала  $[0^\circ-80^\circ]$  по полярному углу. Для ионов с температурой  $T_i$  задается направленная вдоль оси боровская энергия  $T_e/2$ , увеличенная на  $[0-2]T_i$  с однородным распределением энергии в этом интервале и однородным распределением направлений скоростей частиц внутри полярного угла  $\theta \sim \arctg((2T_i/T_e)^{1/2})$ . Плотность ионного тока, вытекающего с границы, определялась плотностью плазмы по формуле Бома [4], а плотность электронного тока задавалась такой, чтобы вблизи границы области выполнялось условие квазинейтральности, а потенциал в вытекающем потоке плазмы с точностью до его статистических флуктуаций был равен заданному потенциалу границы. Интегрирование траекторий частиц проводилось с временным шагом, удовлетворяющим условию Куранта.

Самосогласованное стационарное решение находилось методом установления. Частицы инжектировались в систему на каждом временном шаге, их скорости задавались датчиками случайных чисел с требуемым распределением. Результат установления стационарного состояния считался достигнутым, когда полное число макрочастиц в системе выходило на насыщение. Обычно оно достигало  $\sim 10^6$  для электронов, а для ионов – до  $\sim 1.4 \cdot 10^7$  частиц за  $\sim 300-500$  нс.

Основной проблемой при постановке задачи было отсутствие данных о параметрах эмиссионной плазмы источника [10]. Поэтому в модели использовались параметры, типичные для подобных эмиттеров с учетом ограничений численными кодами. Рассматривалась водородная плазма с плотностью  $n_0 = 10^9-10^{11}$  см $^{-3}$ , температурой электронов  $T_e = 10$  эВ и ионов  $T_i = 1$  эВ. В системе устанавливается потенциал плазмы, который определяется балансом токов, входящих и выходящих из плазмы. В отсутствие внешних для источника токов плавающий потенциал плазмы  $\phi_{fl}$  определяется условием  $I_e = I_i$ , или (при  $T_i \ll T_e$ )

$$I_e = j_e S \approx en_0 S \sqrt{T_e / 2\pi m} \cdot \exp(-\phi_{fl} / T_e) = I_i \approx j_B S = 0.6en_0 S \sqrt{T_e / M} \quad (1)$$

в стандартных обозначениях. Здесь  $j_B$  – Бо-

мовская плотность ионного тока,  $S$  – поверхность плазмы. Для рассматриваемой плазмы плавающий потенциал равен

$$\phi_{fl} = T_e \ln \left[ 0.6(M / 2\pi m)^{1/2} \right] \approx 3.35 T_e. \quad (2)$$

Так как разрядный ток генератора эмиссионной плазмы и выходящий эмиссионный ток могут изменять потенциал плазмы, рассматривалось также влияние потенциала плазмы на эмиссию электронов.

### Режимы эмиссии электронов из катодной плазмы

Между плазмой, имеющей положительный потенциал относительно стенки катодного электрода, и этой стенкой образуется положительно заряженный слой. Плотность электронов и ионов в нем определяется потенциалом, задерживающим и отражающим электроны (1) и ускоряющим боровский поток ионов [11]. Перепад потенциала, составляющий около  $3T_e/e$ , соответствует толщине слоя  $\sim 3 \lambda_D$  ( $\lambda_D$  – дебаевская длина).

Следуя замечательному обзору [12], для условий эмиссии электронов из катодной плазмы можно выделить два предельных случая.

В первом случае размер эмиссионного отверстия сопоставим с дебаевской длиной. Поэтому потенциал катодного электрода, задерживающий электроны, экранируется плазмой в отверстии только частично. Это случай так называемой слоевой стабилизации эмиссии, которая характеризуется ограничением хаотического теплового потока электронов потенциальным барьером в отверстии. Этот барьер определяется перепадом между положительным потенциалом плазмы и потенциалом в эмиссионном отверстии.

Во втором случае, когда дебаевская длина много меньше размера отверстия, потенциал электрода в отверстии полностью экранируется плазмой и барьер отсутствует. Выходящий ток электронов определяется их тепловым потоком и площадью той части отверстия, где барьера нет. Этот режим называется режимом эмиссии с открытой плазменной границы, либо с частично открытой, если площадь открытой эмиссион-

ной границы сопоставима с площадью отверстия. Далее покажем, что само понятие плазменной эмиссионной границы не всегда применимо.

### Результаты моделирования

Ранее поведение компонент плазмы в области эмиссионного отверстия проводилось в работе [7]. Кодом КАРАТ просчитывались различные варианты режимов эмиссии с параметрами системы и некоторыми результатами, приведенными в Таблице 1:

Таблица 1. Параметры вариантов моделей (КАРАТ).

№ вар.	$n_0$ , см <sup>-3</sup>	$\lambda_D$ , мм	$\phi_{pl}$ , В	$\phi^*$ , кВ	$w_e$ , эВ	$I_b$ , мА	$k$ модел.	$k^*$ теор.
1	$10^9$	0.74	30	2	18.5	0.006	0.022	0.1
2	$10^{10}$	0.23	30	2	8.2	0.15	0.056	0.2
3	$10^{11}$	0.074	30	2	1	6.4	0.24	0.46
4	$10^{11}$	0.074	20	2	0.4	9.3	0.35	0.67
5	$10^{11}$	0.074	50	2	2.5	2.6	0.1	0.22
6	$10^{11}$	0.074	70	2	22.5	0.11	0.02	0.03
7	$10^{11}$	0.074	100	2	43	0.029	0.001	0.002

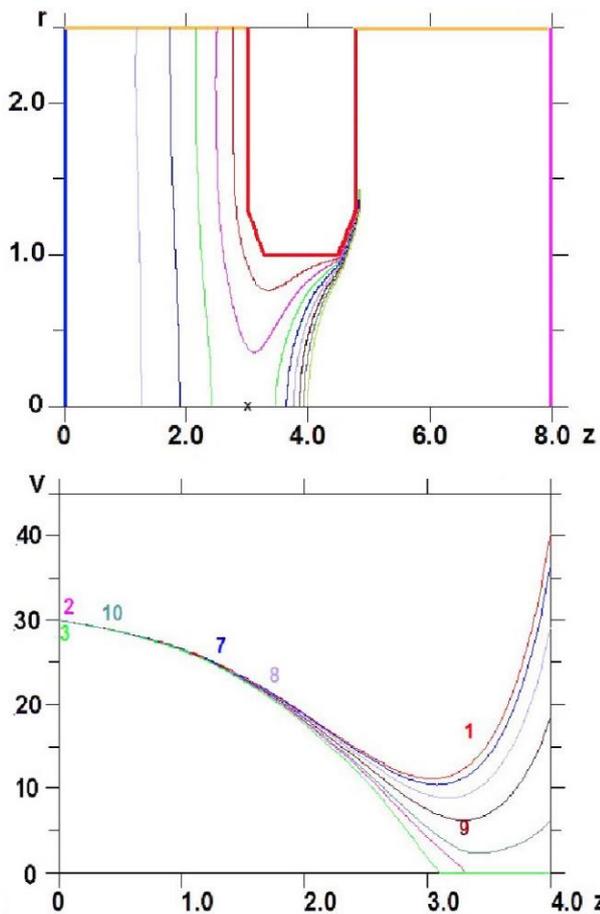


Рис.2. Эквипотенциалы, интервал 5 В (вверху); распределение  $\phi(z)$  (внизу) при  $r = 0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 0.9, 1.0, 1.2$  мм (соответствует кривым 1, 7, 8, 9, 10, 2 и 3, расположенным сверху вниз).

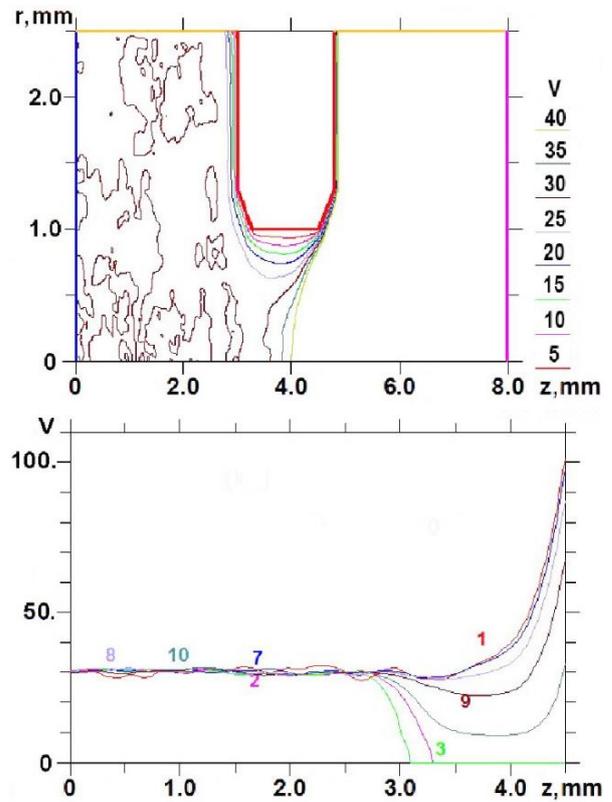


Рис.3. Эквипотенциалы от 5 В до 40 В с шагом 5 В (вверху) и распределение потенциала  $U(z)$  для режима с частично открытой плазменной границей на различных радиусах, как на Рис.2.

В Табл.1:  $\phi_{pl}$  – потенциал плазмы;  $\phi^*$  – потенциал правой границы расчетной области;  $w_e$  – потенциальный барьер для электронов на оси;  $I_b$  – ток пучка;  $k = I_b / (\pi r_0^2 j_e)$  – коэффициент прозрачности эмиссионного отверстия, определенный как отношение тока пучка через площадь отверстия, вычисленного в модели, к хаотическому току электронов через такую же площадь:

$$k^* = \frac{1}{\pi r_0^2} \cdot \int_0^{r_0} \exp\left(\frac{-e(\phi_{pl} - \phi(r))}{T_e}\right) \cdot 2\pi r dr$$

– теоретическая оценка по рассчитанному распределению потенциала  $\phi(r)$  в отверстии для максвелл-болцмановского распределения электронов, аналогично [12].

Варианты 1 и 2 в Табл.1 характеризуются слоевым ограничением эмиссии электронов. Для них дебаевская длина сопоставима с радиусом эмиссионного отверстия  $r_0 = 1$  мм. Распределение потенциала для Вар.1 в расчетной области приведено на Рис.2. В нем сформировался седлообразный профиль потенциала  $\phi(r, z)$  с седловой точкой.

кой  $z_s \sim 3$  мм,  $\phi_s \sim 11$  В, что соответствует барьеру для электронов  $w_e = e(\phi_{pl} - \phi_s) \sim 19$  эВ при  $r < 0.3$ – $0.5$  мм, как следует из графиков  $\phi(z)$ .

Варианты моделей 3–5 Табл.1 с  $n_0 = 10^{11}$  см<sup>-3</sup> соответствуют режимам частично открытой плазменной границы. Для Вар.3 распределение потенциала показано на Рис.3. Видно, что эквипотенциали вытеснены к катодному электроду с образованием слоя толщиной  $\sim 0.3$  мм. Потенциал  $\phi \sim \phi_{pl}$  в катодном объеме практически однороден, наблюдаются его статистические флуктуации. Потенциальный барьер при  $r < 0.7$  мм исчез. Коэффициент прозрачности эмиссионного отверстия возрос от 0.022 до 0.24, почти в 11 раз по сравнению с вариантом 1.

Поток ионов, выходящих из плазмы, во всех случаях полностью поглощается на катодном электроде, не заходя за эквипотенциаль  $\phi \sim 35$  В. Электронный поток большей частью отражается от электрода и возвращается в плазму. Другая часть электронов фокусируется к оси, выходя в ускорительный промежуток через эмиссионное отверстие и через анод без потерь. Угловая расходимость электронов и радиальное распределение плотности тока в пучке определяются их поперечной тепловой скоростью и тем, что максимальная плотность эмиссионного тока находится в центре отверстия, в пятне  $r < 0.3$  мм.

### Радиальный профиль барьера

*Влияние плотности плазмы.* Радиальное распределение потенциального барьера в эмиссионном отверстии при разных плотностях плазмы приведено на Рис.4 для вариантов 1-3 таблицы 1.

Видно, что в случае (1) ионные слои от противоположных кромок отверстия накладываются, формируя профиль барьера параболического типа. При увеличении плотности плазмы толщина слоев уменьшается, барьер снижается и появляется "плато", которое расширяется по радиусу с увеличением градиента потенциала на краях. Происходит переход от режима ограничения эмиссии барьером к режиму частично открытой плазменной границы.

*Влияние потенциала плазмы на барьер*

исследовалось в режимах с плотностью  $n_0 = 10^{11}$  см<sup>-3</sup> и малой дебаевской длиной  $\lambda_D \ll r_0$  (варианты 3–7 таблицы 1). Результат показан на Рис.5. При  $\phi_{pl} < 50$  В сохраняется режим частично открытой плазменной границы. Но уже при  $\phi_{pl} = 50$  В толщина ионного слоя возросла. Область открытой эмиссии практически исчезла и при дальнейшем повышении потенциала плазмы наблюдается режим слоевого ограничения эмиссии. Это происходит за счет добавления к дебаевскому слою ионного ленгмюровского слоя, прилегающего к поверхности катода, в котором электронов пренебрежимо мало.

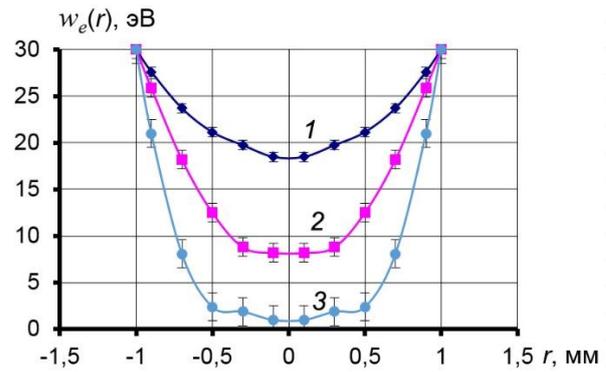


Рис.4. Барьер в отверстии при разных плотностях плазмы:  $n_0 = 10^9$  (1);  $10^{10}$  (2);  $10^{11}$  см<sup>-3</sup> (3).

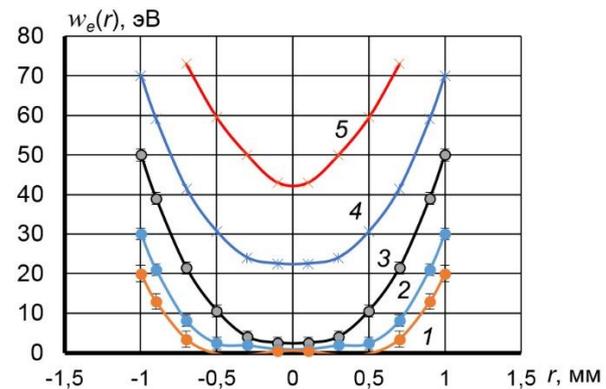


Рис.5. Барьер в отверстии при разных потенциалах плазмы:  $\phi_{pl} = 20$  (1); 30 (2); 50 (3); 70 (4); 100 В (5).

Рассчитать толщину ленгмюровского слоя для ионов по «закону 3/2» невозможно, так как не выполняются условия его формирования. В нашем случае ионы входят в слой с начальной энергией  $T_e/2e$  через дебаевский слой значительной толщины в электрическом поле, нарастающем в нем до  $E \sim (8\pi n_0 T_e)^{1/2}$  и более [11]. Кроме того, дебаевскую длину в эмиссионном отверстии

нельзя считать сохраняющейся, так как она предполагает выполнение больцмановского распределения электронов, которое в условиях надбарьерной эмиссии отсутствует.

Теоретическая оценка выходного тока электронов, основанная на предположении о больцмановском распределении плотности по потенциалу, дает величину, в 2–5 раз превышающую ток, полученный при моделировании (см. Табл.1, сравните  $k$  и  $k^*$ ). Это тоже указывает на неправомерность применения больцмановского приближения и необходимость прямого моделирования эмиссионных процессов.

*Сравнение кодов.* Расчеты в Табл.1 выполнялись для укороченной по  $z$  системы с потенциалом правой границы  $\phi^* = 2$  кВ, приближенно соответствующим потенциалу анода источника пучка  $\phi_a \sim 5$  кВ. Это было связано с ограничениями КАРАТа на сходимость алгоритмов при больших перепадах потенциала и на сетку при малых дебаевских длинах. Дальнейшие расчеты проводились в расширенной по длине системе при помощи кода CST, имеющего меньшие ограничения. Сначала был проведен тестовый расчет на сравнение работы кодов в одинаковых режимах (Вар.3 в Табл.1). Следует учесть, что в CST расчеты велись в объеме трехмерного параллелепипеда, включающем эмиссионный электрод и анод с круглыми отверстиями, и с условиями периодичности на его боковых гранях, с отличающимися от КАРАТа методами задания потоков ионов и электронов. Поэтому полного совпадения результатов ожидать не приходилось. Тем не менее, они оказались в разумном согласии. На Рис.6 показаны барьеры в эмиссионном электроде, полученные этими кодами.

*Влияние потенциала анода.* Рассмотрим режим открытой плазменной границы с  $\lambda_D \ll r_0$  (Вар.3, Табл.1). В этом режиме будем изменять потенциал анода  $\phi_a$  в пределах от 0 до 50 кВ. Ожидалось, что при  $\phi_a = 0$  плазма выдвинется в ускорительный промежуток (см., например, [12], Рис.2.2), а при увеличении  $\phi_a$  эмиссионная поверхность будет смещаться внутрь катодной полости.

Однако, даже при отсутствии ускоряющего напряжения ( $\phi_a = 0$ ) выход плазмы в

катод-анодный зазор существенно ограничен. Это хорошо видно на Рис.7, где приведена карта эквипотенциальных линий (вверху, интервал 1 В) и распределение потенциала по  $z$  от 0 до 1.1 мм через 0.1 мм по радиусу отверстия.

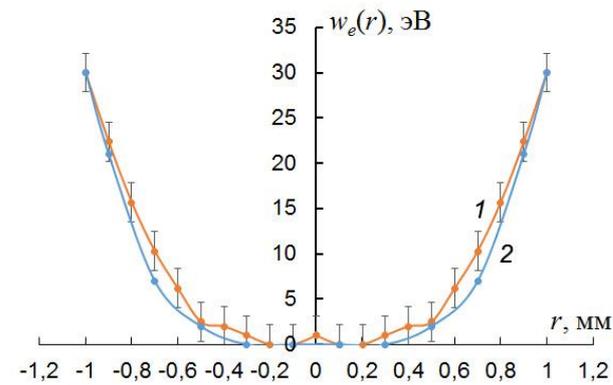


Рис.6. Сравнение потенциальных барьеров для кодов CST (1) и КАРАТ (2).

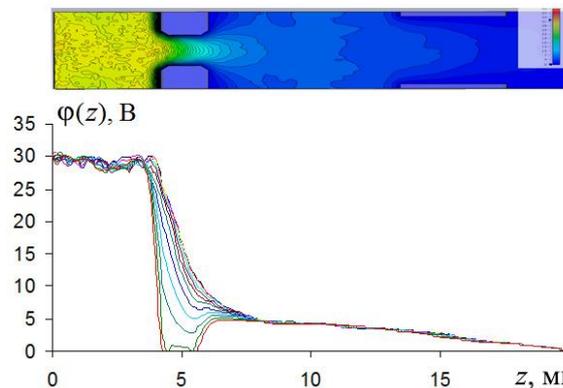


Рис.7. Картина эквипотенциалей через 1 В (вверху) и  $\phi(z)$  на разных радиусах через 0.1 мм (внизу),  $U_a = 0$ .

Коэффициент прозрачности эмиссионного отверстия для ионов составляет  $k_i \sim 0.18$ , что связано с их поглощением на стенках отверстия. Для электронов значение коэффициента составляет  $k_e \sim 0.14$  и, очевидно, определяется потенциальным барьером в отверстии. В этом режиме можно считать, что граница невозмущенной плазмы, находится на входе в эмиссионное отверстие.

Результат увеличения  $\phi_a$  до 300 В при сохранении остальных параметров показан на Рис.8, где приведены эквипотенциальные кривые и графики  $\phi(z)$  в области катода. Как видно, в отверстии, ближе к выходу потоков, образуется седловидная структура потенциала с барьером для электронов  $w_e \sim 10$  эВ на оси. Электрическое поле в отверстии

направлено от оси к электроду, вытягивая ионы на электрод, так что плотность плазмы постепенно снижается на толщине электрода, много большей дебаевской длины  $\lambda_D \sim 0.074$  мм. Здесь плазменная граница разделяет область, близкую к эквипотенциальной; и область слоя с электрическим полем, разделяющим компоненты плазменного потока.

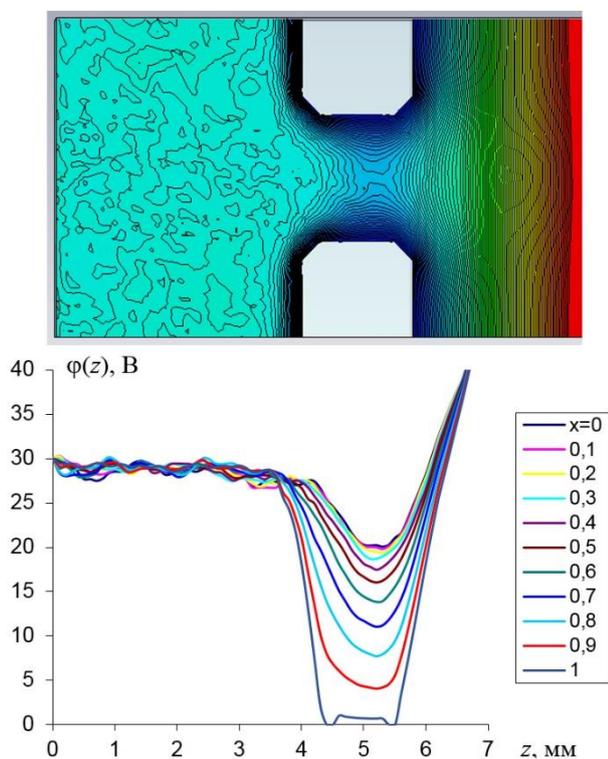


Рис.8. Эквипотенциали  $\varphi(r,z)$  через 1 В (вверху) и  $\varphi(z)$  на разных радиусах через 0.1 мм (внизу),  $\varphi_a = 300$  В.

Дальнейшее увеличение потенциала анода приводит к смещению седловой точки внутрь катодного электрода с уменьшением потенциального барьера. На рис.9 приведены радиальные профили потенциального барьера для нескольких значений  $\varphi_a$ .

Как видно, случай частично открытой плазменной границы (3, Рис.9 и Рис.3) является переходным – при  $\varphi_a < 5$  кВ эмиссия начинает ограничиваться потенциальным барьером. Причем существенно, что в нем выходной ток ограничивается не пространственным зарядом электронов, а барьером: оценка тока по «закону 3/2»  $I_b \sim 46$  мА существенно выше, чем полученный в модели ток 6.4 мА.

При увеличении потенциала анода до

20 кВ и выше происходит увеличение площади открытой плазменной границы уже внутри катодного электрода. При этом наблюдается возмущающее влияние катодного отверстия на условия генерации потоков плазменных компонент на левой границе расчетной области. Это потребует модификации численной модели для дальнейших исследований влияния потенциала анода.

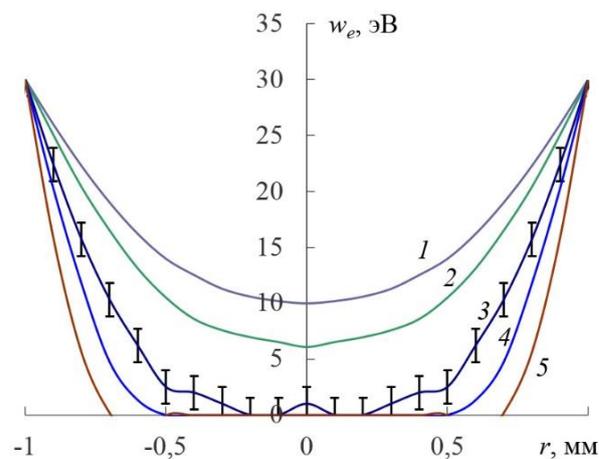


Рис.9. Барьеры в отверстии при разных  $\varphi_a$ : 1 – 0.3 кВ, 2 – 1 кВ, 3 – 5 кВ, 4 – 20 кВ, 5 – 50 кВ.

### Заключение

Проведено численное моделирование PIC-кодом работы источника электронного пучка на основе плазменного эмиттера в области параметров плазмы и пучка, близкими к реальным. Получены предсказанные в теории и исследованные в экспериментах режимы с открытой плазменной границей и с барьерным (слоевым) ограничением эмиссии. Определена степень приближенности теоретических оценок на эмиссионный ток при его барьерном ограничении.

Проведено исследование зависимости распределения барьерного потенциала по радиусу в эмиссионном отверстии катода от плотности и потенциала катодной плазмы и от потенциала анода.

Автор благодарит И.В. Кандаурова, Е.С. Сандалова и Д.С. Самцова за полезные советы. Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ.

### Литература

[1] Boers Jack E. PBGUNS: A digital computer program for the simulation of elec-

tron and ion beams on a PC // International Conference on Plasma Sciences (ICOPS) / IEEE. – 1993. – P. 213.

[2] Spadtke P., Muhle C. Simulation of ion extraction and beam transport // Review of Scientific Instruments. – 2000. – Т. 71. – No.2. – P. 820-825. 02B108.

[3] Astrelin V.T., Davydenko V.I., Kolmogorov A.V. Numerical Simulation of the Secondary Plasma Surface in the Ion Beam Formation // Известия вузов. Физика. – 2014. – Т. 57, № 11/3. – С. 128-132.

[4] Bohm D "Minimum ionic kinetic energy for a stable sheath", in The Characteristics of Electrical Discharges in Magnetic Fields (National Nuclear Energy Ser. Manhattan Project Technical Section, Division I, Vol. 5, Eds A Guthrie, R K Wakerling) (New York:McGraw-Hill, 1949). – P. 77 – 86

[5] Астрелин В.Т. Граничные условия в источнике электронного пучка на поверхности анодной плазмы со сверхзвуковым потоком ионов // Известия вузов. Физика. – 2020. – Т. 63, № 10. – С. 80-86. DOI: 10.17223/00213411/63/10/80.

[6] Астрелин В.Т., Тараканов В.П. Двумерное моделирование плазменного эмиттера электронов PIC-кодом // Физика плазмы. – 2022, – Т. 48, № 4. – С. 338-344; DOI: 10.31857/S0367292122040023

[7] Astrelin V.T., Kandaurov I.V., Tarakanov V.P. Numerical Simulation of Individual Cell of the Electron Beam Source with a Plasma Cathode // Proceedings of 8<sup>th</sup> International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE-2022), Tomsk, Russia, October 2-8, 2022. P. 583-590, doi: 10.56761/EFRE2022.S6-O-010005.

[8] Тараканов В.П. ‘Универсальный электромагнитный код КАРАТ’ // в кн. ‘Математическое моделирование. Проблемы и результаты’. под ред. О.М. Белоцерковского, М.: Наука, 2003. – 477 с. (стр. 456-476);

[9] <https://www.3ds.com/products-services/simulia/products/cst-studio-suite/>

[10] Куркучеков В.В. Пространственно-угловые характеристики электронного пучка, полученного в мультиапертурном источнике с плазменным эмиттером // Дис. на соиск. учен. степени канд. физ.-мат. наук. – Новосибирск, 2020. – 134 С.

[11] Котельников И.А., Астрелин В.Т. Теория плазменного эмиттера положительных ионов // УФН, т.185, вып.7, 2015, с.753-771. DOI: 10.3367/UFNr.0185.201507с.0753

[12] Окс Е.М. Источники электронов с плазменным катодом: физика, техника, применения. – Томск, Изд-во НТЛ, 2005. – 216 С.

# Компенсация ионами пространственного заряда электронного пучка, парных и вторичных электронов

В.Я. Мартенс

Северо-Кавказский федеральный университет (СКФУ)  
355017, Ставрополь, ул. Пушкина, 1, Россия  
E-mail: vmartens@yandex.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-64-70

Определено условие образования положительно заряженных электронных пучков при наличии в пространстве дрейфа вторичных электронов, выбиваемых электронами пучка из коллектора. Рассчитаны параметры полной компенсации пространственного заряда электронов положительными ионами для различных материалов коллектора и различных ионов. Экспериментально реализованы два вида положительно заряженных аксиально симметричных электронных пучков: пучок с максимальной плотностью тока на оси трубы дрейфа и пучок с максимальной плотностью тока на некотором расстоянии от оси. Оценки, проведенные на основе измерений радиального распределения потенциала в трубе дрейфа, показали, что избыточный положительный заряд ионов во втором случае превышает в 3 раза аналогичный параметр в первом случае. Это объясняется накоплением ионов в потенциальной яме, которая образуется внутри аксиально симметричного электронного пучка с максимальной плотностью тока на некотором расстоянии от оси.

## Введение

Распространение электронного пучка в пространстве дрейфа сопровождается ионизацией молекул остаточного газа, что приводит к образованию парных электронов, быстро покидающих пучок, и положительных ионов, накапливающихся в пучке. При определенном сочетании параметров электронного пучка и давления газа пространственный заряд положительных ионов может компенсировать или даже превысить отрицательный заряд электронов [1]. Это является следствием большого различия масс ионов  $m_i$  и электронов  $m_e$ . Если концентрация ионов  $n_i$  превышает концентрацию электронов пучка  $n_{eb}$ , то потенциал пучка становится положительным относительно заземленных стенок трубы дрейфа, поэтому такие пучки были названы положительно заряженными электронными пучками (Positively Charged Electron Beams – PCEB) [2]. В этом случае в пучке будут накапливаться медленные парные электроны, образовавшиеся в результате ионизации газа. Если заставить парные электроны быстро покидать пространство дрейфа в продольном направлении, то можно добиться такого состояния электронного пучка, для которого  $n_i \gg n_{eb}$ . Как показывают оценки [2], радиальное электрическое поле в таком пучке может превышать поле в ква-

зинейтральной плазме в  $10^2$ – $10^3$  раз. Впервые такое большое радиальное электрическое поле в положительно заряженном электронном пучке, распространяющемся вдоль оси металлической трубы, было экспериментально реализовано за счет отбора парных электронов, образованных пучком, через торец трубы в результате действия внешнего электрического поля [3].

Перекомпенсированные ионами электронные пучки обладают целым рядом преимуществ по сравнению с некомпенсированными пучками: 1) электростатические силы сжатия, направленные к оси пучка, позволяют фокусировать такие пучки или сохранять диаметр пучка без использования продольного магнитного поля; 2) PCEB самоцентрируются и могут транспортироваться даже по изогнутым трубам с радиусом кривизны порядка радиуса трубы [2]; 3) анализ устойчивости PCEB, проведенный авторами работ [4, 5] показал, что при превышении некоторых критических значений степени компенсации и давления остаточного газа пучки не подвержены аperiодическим неустойчивостям и не имеют соответствующих ограничений по току.

В технологических электронно-лучевых установках при взаимодействии электронного пучка с обрабатываемым материалом из него выбиваются вторичные

электроны. Возникает вопрос, смогут ли образованные пучком ионы перекомпенсировать не только электроны пучка и парные электроны, но и вторичные электроны. Исследованию этих вопросов и посвящена данная работа.

### Расчет

Схема процессов в пространстве дрейфа электронного пучка представлена на рис.1 [6]. В металлическую трубу 1 радиуса  $R$  через верхний торец входит моноэнергетический электронный пучок 2 радиуса  $r_b$  с энергией электронов  $E_b$  и концентрацией  $n_{eb}$ . В результате ионизации остаточного газа в пучке образуются ионы 3. Рассмотрим ситуацию, когда длины столкновительной и бесстолкновительной релаксации пучка электронов превышают размер трубы  $z$ . В этом случае можно считать, что пучок практически без потерь энергии и количества электронов достигает коллектора 4 и выбивает вторичные электроны 5. Примем также, что при рассматриваемом давлении газа и длине трубы  $z$  выполняется условие [2], позволяющее пренебречь концентрацией парных электронов по сравнению с концентрацией электронного пучка.

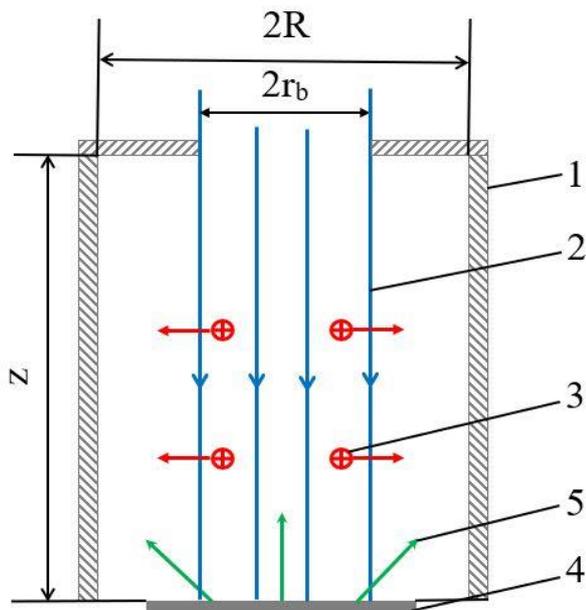


Рис.1. Схема процессов в пространстве дрейфа электронного пучка. 1 – металлическая труба, 2 – электронный пучок, 3 – ионы, 4 – коллектор, 5 – вторичные электроны.

Условие образования РСЕВ можно записать в виде:

$$n_i \geq n_{eb} + n_{es}, \quad (1)$$

где  $n_{es}$  – концентрация вторичных электронов в пучке. Равенство (1) означает полную компенсацию ионами электронов пучка и вторичных электронов в самом пучке и преобладание положительного заряда ионов над отрицательным зарядом вторичными электронами в пространстве между пучком и стенками трубы. В этом случае компенсированный ионами электронный пучок приобретает положительный потенциал относительно стенок трубы. Неравенство (1) означает перекомпенсацию ионами электронов пучка и вторичных электронов уже в самом пучке. В этом случае пучок тем более приобретает положительный потенциал относительно стенок трубы.

Концентрацию ионов  $n_i$  определим из баланса образования и ухода ионов в радиальном направлении с тепловыми скоростями через боковую поверхность скомпенсированного пучка:

$$n_i = n_{eb} \sqrt{E_b \pi m_i / (k T_i m_e)} Q_i p r_b, \quad (2)$$

где  $k$  – постоянная Больцмана,  $T_i$  – температура ионов,  $Q_i$  – эффективное сечение ионизации газа (число ионизаций, совершаемых одним электроном на пути 1 м при давлении газа 1 Па),  $p$  – давление газа.

Концентрацию вторичных электронов  $n_{es}$  определим из баланса образования и ухода вторичных электронов. Поскольку закон распределения вторичных электронов по углам вылета близок к косинусоидальному, то будем считать, что вторичные электроны заполняют всю трубу с постоянной концентрацией  $n_{es}$ . Преимущественное направление выхода вторичных электронов перпендикулярно плоскости коллектора, поэтому будем считать, что все вторичные электроны движутся навстречу электронному пучку с наиболее вероятной энергией истинно вторичных электронов  $E_s$  и уходят из трубы через верхний торец. С учетом этих допущений концентрацию вторичных электронов можно представить в виде:

$$n_{es} = n_{eb} \sqrt{E_b / E_s} (r_b / R)^2 \sigma, \quad (3)$$

где  $\sigma$  – коэффициент вторичной эмиссии. При расчете  $\sigma$  использовалась следующая аппроксимация [7]:

$$\sigma = \sigma_m E_b / E_{bm} \exp(1 - E_b / E_{bm}), \quad (4)$$

где  $\sigma_m$  и  $E_{bm}$  – максимальное значение  $\sigma$  и соответствующее ему значение  $E_b$ .

Подставив (2) и (3) в (1), получим условие образования РСЕВ:

$$Q_i p r_b \geq \frac{1 + \sqrt{E_b / E_s} (r_b / R)^2 \sigma}{\sqrt{\pi E_b m_i / (k T_i m_e)}}. \quad (5)$$

Пример выполнения условия (5) для железного коллектора, ионов  $N_2^+$  и пучков различного радиуса представлен на рис.2. Кривые 1, 2, 3 соответствуют таким сочетаниям параметров  $E_b$  и  $Q_i p r_b$ , для которых выполняется равенство (5), т. е. условие полной компенсации электронов ионами. Слева от этих кривых находится область параметров  $E_b$  и  $Q_i p r_b$ , для которых возможна только частичная компенсация зарядов, а справа – область соответствующих параметров, для которых заряд ионов преобладает над зарядом электронов. Вторичные электроны сдвигают границу указанных областей в сторону больших значений  $Q_i p r_b$ , причем этот сдвиг максимален при значениях  $E_b$ , близких к значению  $E_{bm}$  и зависит от соотношения  $r_b/R$ .

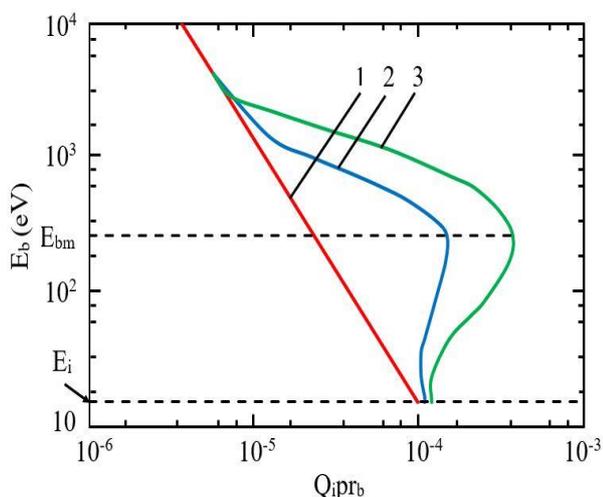


Рис.2. Границы выполнения условия (5) в координатах  $E_b$  и  $Q_i p r_b$  при компенсации электронов ионами  $N_2^+$ ,  $T_i = 300$  К, энергии ионизации  $E_i = 15,8$  эВ. 1 – в отсутствие вторичной эмиссии ( $\sigma=0$ ); 2,3 – вторичная эмиссия из железного коллектора ( $\sigma_m = 1,3$ ;  $E_{bm} = 350$  эВ;  $E_s = 2,8$  эВ [8]) для  $r_b/R = 0,5$  (2) и  $r_b/R = 1$  (3).

Следует понимать, что при энергиях электронного пучка  $E_b$  более 100 эВ эффективное сечение ионизации газа  $Q_i$  уменьшается [7], поэтому для выполнения условия (5) необходимо увеличивать давление газа  $p$ , чтобы поддерживать на необходимом уровне величину  $Q_i p r_b$ .

По поводу границ применимости формул (3), (4) и (5) следует сделать следующие замечания. Расчетная модель предполагает, что все вторичные электроны являются истинно вторичными с наиболее вероятной энергией  $E_s$  несколько эВ. Модель не учитывает наличие упруго отраженных электронов с энергией  $E_b$  и неупругоотраженных электронов, т. е. первичных электронов, потерявших часть своей энергии при взаимодействии с веществом коллектора. Такое допущение вполне приемлемо при  $E_b$  порядка несколько сотен эВ, т. к. доля истинно вторичных электронов в общем токе вторичной эмиссии достигает 90%. С увеличением  $E_b$  начиная с энергий  $0,5 \div 1$  кэВ доля упруго и неупруго отраженных электронов возрастает, а доля истинно вторичных электронов в общем токе вторичной эмиссии, соответственно, уменьшается [8]. В связи с этим расчет концентрации вторичных электронов по формуле (3) дает завышенные значения по сравнению с реальными значениями  $n_{es}$ . С другой стороны, расчеты  $\sigma$  по формуле (4) хорошо согласуются с экспериментальными результатами [8] примерно в диапазоне значений  $E_b$  от 0 до  $2E_{bm}$ . При значениях  $E_b$  порядка 1 кэВ и более расчетные значения  $\sigma$  и, соответственно,  $n_{es}$  могут быть существенно занижены по сравнению с реальными значениями этих величины. Степень взаимной компенсации этих двух упрощений расчетной модели при значениях  $E_b$ , превышающих несколько кэВ зависит от материала коллектора и энергии электронного пучка. Для указанного диапазона  $E_b$  можно уточнить расчет и, соответственно, вид графиков 1, 2, 3 на рис.2, если использовать экспериментальные значения  $\sigma$  и учесть изменения энергетического спектра вторичных электронов по мере увеличения  $E_b$  [8].

Проводился расчет условий полной компенсации ионами пространственного

заряда электронов (выполняется равенство (5)) для других материалов коллектора, а также для других ионов. Результаты расчета представлены в таблицах 1 и 2. В этих таблицах  $(Q_{iprb})_m$  – это значения  $Q_{iprb}$  при  $E_b = E_{bm}$ .

Таблица 1. Параметры вторичной электронной эмиссии [7, 8] и полной компенсации электронов ионами  $N_2^+$  для различных материалов коллектора.  $r_b/R=1$ ;  $T_i=300$  К.

Материал коллектора	$\sigma_m$	$E_{bm}$ , эВ	$E_s$ , эВ	$(Q_{iprb})_m$
Fe	1,30	350	2,8	$3,33 \cdot 10^{-4}$
Ni	1,34	600	3,0	$3,27 \cdot 10^{-4}$
Cu	1,40	700	3,1	$3,34 \cdot 10^{-4}$
W	1,40	700	3,0	$3,40 \cdot 10^{-4}$
Cu-Be	6-12	500	3,1	$(1,39-2,75) \cdot 10^{-3}$

Таблица 2. Расчетные значения  $(Q_{iprb})_m$  для различных материалов коллектора и различных ионов.  $r_b/R=1$ ;  $T_i=300$  К.

Материал коллектора	Ионы		
	$He^+$	$N_2^+$	$Ar^+$
Fe	$8,19 \cdot 10^{-4}$	$3,33 \cdot 10^{-4}$	$2,79 \cdot 10^{-4}$
Ni	$8,65 \cdot 10^{-4}$	$3,27 \cdot 10^{-4}$	$2,74 \cdot 10^{-4}$
Cu	$8,85 \cdot 10^{-4}$	$3,34 \cdot 10^{-4}$	$2,80 \cdot 10^{-4}$
W	$8,99 \cdot 10^{-4}$	$3,40 \cdot 10^{-4}$	$2,84 \cdot 10^{-4}$
Cu-Be	$(3,67-7,29) \cdot 10^{-3}$	$(1,39-2,75) \cdot 10^{-3}$	$(1,16-2,30) \cdot 10^{-3}$

Как и следовало ожидать, с увеличением коэффициента вторичной эмиссии и уменьшением массы ионов возрастает значение  $Q_{iprb}$ , при котором происходит полная компенсация электронов ионами.

## Эксперимент

Для экспериментальной проверки возможности реализации РСЕВ при наличии вторичной электронной эмиссии использовались два вида электронных пушек: электронная пушка с плазменным катодом [9, 10] (EGPC) и электронная пушка с термокатодом в виде таблетки из  $LaB_6$  (EGTC). В обоих случаях электронный пучок с током  $I_b=80$  мА и энергией  $E_b=250$  эВ распространялся в трубе дрейфа с внутренним диаметром 110 мм и, пройдя расстояние 130 мм, выбивал из стального коллектора вторичные электроны. Давление остаточного газа в пространстве дрейфа составляло  $9,3 \cdot 10^{-3}$  Па. Для поддержания газового разряда в разрядную камеру EGPC напускался гелий.

Парциальное давление гелия в пространстве дрейфа составляло  $2,4 \cdot 10^{-2}$  Па. Для сравнения экспериментальных результатов, полученных с EGPC и с EGTC, в последнюю также можно было напускать гелий. В рассматриваемых условиях, как показали оценки и эксперименты [11], взаимодействия пучка с образуемой плазмой не происходит.

Разброс энергии электронного пучка в EGPC определяется температурой плазменных электронов и не превышает 20 эВ [9, 10]. Разброс энергии электронного пучка в EGTC еще меньше и составляет десятые доли эВ, поэтому при  $E_b = 250$  эВ пучок можно считать моноэнергетическим, что и было принято при рассмотрении процессов в пространстве дрейфа пучка. Число ионизаций, производимых одним электроном при прохождении пространства дрейфа,  $Q_{ipz} \ll 1$ . Это же можно сказать и о других процессах неупругого и упругого столкновений электронов с нейтральными частицами. В связи с этим можно пренебречь потерями пучка в пространстве дрейфа.

Для подтверждения вторичной электронной эмиссии с коллектора проводился отдельный эксперимент. Вблизи коллектора с помощью мелкоструктурной сетки создавался потенциальный барьер для вторичных электронов, эмитируемых коллектором. Характерный вид зависимости тока на коллектор от потенциала сетки представлен на рис.3. Возрастание тока с увеличением отрицательного потенциала сетки  $U_g$  обусловлено ростом доли вторичных электронов, возвращающихся на коллектор. Насыщение тока при  $U_g = -(40 \div 50)$  В соответствует полной отсечке истинно вторичных электронов [8]. Ток при  $U_g = -50$  В равен току пучка  $I_b$ , а разница токов при  $U_g = -50$  В и  $U_g = 0$  равна току истинно вторичных электронов. В дальнейших экспериментах сетка, препятствующая поступлению вторичных электронов в пространство дрейфа, не использовалась.

Радиальные распределения плотности тока по сечению пучка в плоскости коллектора измерялись с помощью подвижного цилиндра Фарадея и записывались на запоминающий осциллограф. Радиальные распределения потенциала пространства в тру-

бе дрейфа на расстоянии 30 мм от коллектора измерялись методом «плавающего» термозонда [9, 10].

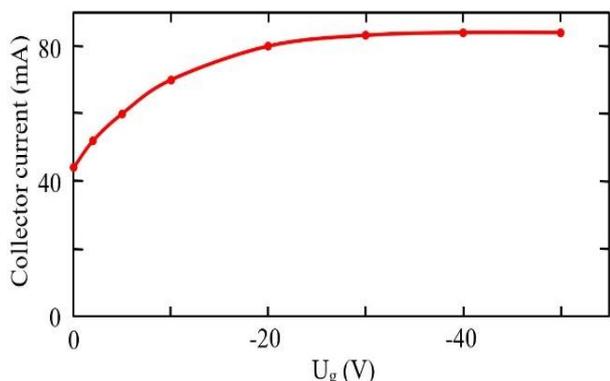


Рис.3. Зависимость тока на коллектор от потенциала сетки.

В случае использования EGPC формировался аксиально симметричный электронный пучок с максимальной плотностью тока на оси трубы дрейфа (кривая 1 на рис.4а). В этой же области находится максимальное значение положительного относительно стенок трубы потенциала пространства (кривая 1 на рис.4б). Эти результаты свидетельствуют о преобладании заряда ионов над зарядом электронов, причем максимальное число ионов, образуется на оси трубы дрейфа. Под действием радиального электрического поля ионы уходят на стенки трубы дрейфа.

В случае использования EGTC производилась фокусировка электронов, эмитируемых с краев твердотельного катода. Это позволило формировать аксиально симметричный электронный пучок с максимальной плотностью тока на некотором расстоянии от оси (кривая 2 на рис.4а). Соответственно на этом расстоянии от оси трубы дрейфа образуется максимальное число ионов и наблюдается максимальное значение положительного потенциала (кривая 2 на рис.4б). В этом случае в приосевой области пространства дрейфа создается потенциальная яма, в которой накапливаются ионы. Радиальные размеры этой ямы определяются положением максимальной плотности тока на кривой 2 рис.4а и максимального потенциала на кривой 2 рис.4б. Накопление ионов в потенциальной яме обуславливает существенное превышение избыточного по-

ложительного заряда ионов, а значит и потенциала, над соответствующими параметрами электронного пучка с максимальной плотностью тока на оси (сравните кривые 1 и 2 на рис.4б). При использовании EGTC без напуска гелия формировался электронный пучок с таким же распределением плотности тока, как показано на кривой 2 рис.4а. Следует отметить малое влияние гелия на радиальное распределение потенциала (кривые 2 и 2\* на рис.4б). Это объясняется тем, что, хотя давление гелия выше, чем воздуха, однако из-за существенного превышения  $Q_i$  и  $m_i$  для воздуха над соответствующими параметрами для гелия величина  $n_i$  определяется преимущественно ионизацией воздуха.

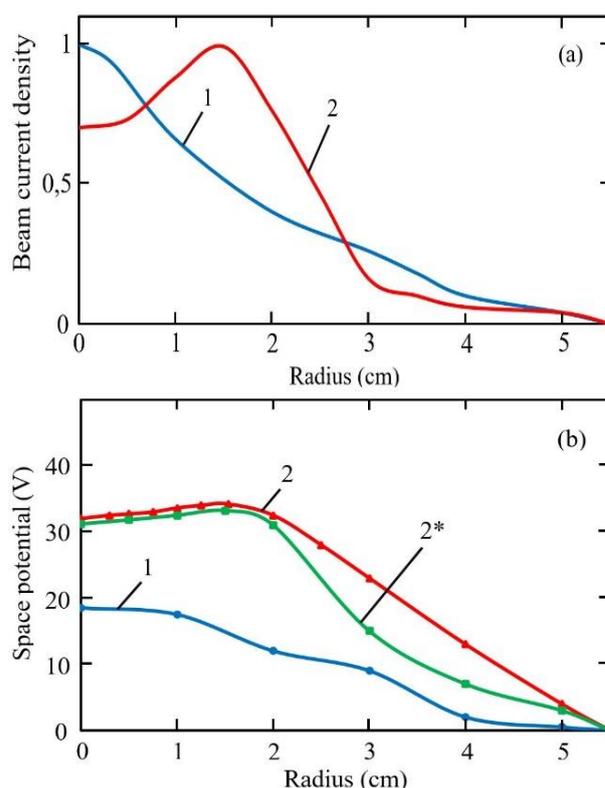


Рис.4. Радиальные распределения плотности тока по сечению пучка (а) и соответствующие им радиальные распределения потенциала пространства в трубе дрейфа (б).  $I_b = 80$  мА,  $E_b = 250$  эВ. 1 – EGPC с напуском He; 2 – EGTC с напуском He; 2\* – EGTC без напуска He.

Следует отметить, что все эксперименты проводились при таких значениях параметров  $E_b$  и  $Q_{ipr_b}$ , для которых выполняется неравенство (5), т.е. заряд ионов преобладает над зарядом электронов, что и подтвердили результаты измерений.

При выводе формул (2) и (3), определяющих концентрации ионов и вторичных электронов, предполагалась полная компенсация пространственных зарядов электронов и ионов, что означает отсутствие электрического поля в пучке. Это позволило пренебречь парными электронами, быстро покидающими пучок, в этих условиях. При превышении концентрации ионов над концентрацией электронов потенциал на оси пучка становится положительным относительно боковой поверхности пучка и тем более относительно стенок трубы дрейфа. Это способствует накоплению парных электронов в пучке. Таким образом, в экспериментально наблюдаемых РСЕВ система заряженных частиц состоит из четырех компонентов: быстрых первичных электронов пучка, медленных парных и вторичных электронов, и положительных ионов.

Для точного расчета избыточного положительного заряда ионов в исследованных РСЕВ необходимо решать численными методами уравнение Пуассона для полученных распределений потенциала (рис.4б). В данной работе проводилась приближенная оценка соотношения линейных плотностей избыточного положительного заряда ионов для кривых 2 и 1 на рис.4б. Для этого распределение потенциала, создаваемое аксиально симметричным пространственным зарядом ионов, заменялось на распределение потенциала, создаваемое заряженными полыми тонкостенными коаксиальными цилиндрами с радиусами 1, 2, 3, 4 и 5 см. Линейная плотность заряда  $\tau$  для каждого цилиндра определялась по формуле

$$\tau = 2\pi\epsilon_0(\varphi_1 - \varphi_2) / \ln(r_2 / r_1), \quad (6)$$

где  $r_1$  и  $\varphi_1$  – радиус и потенциал данного цилиндра, а  $r_2$  и  $\varphi_2$  – радиус и потенциал ближайшего внешнего цилиндра,  $\epsilon_0$  – электрическая постоянная. Значения  $\varphi_1$  и  $\varphi_2$  определялись по экспериментальным значениям, представленным на рис.4б. Линейная плотность заряда всего пучка определялась как сумма линейных плотностей заряда всех цилиндров. Оценки, проведенные по этой методике, показали, что линейная плотность избыточного положительного заряда ионов в электронном пучке с максимальной плот-

ностью тока на некотором расстоянии от оси превышает в 3 раза аналогичный параметр в электронном пучке с максимальной плотностью тока на оси.

### Заключение

Теоретически и экспериментально показано, что пространственный заряд положительных ионов, образованных пучком электронов, может превысить пространственный заряд электронного пучка, парных электронов, а также вторичных электронов, выбиваемых пучком из коллектора. Образование такого положительно заряженного электронного пучка возможно при определенном сочетании параметров пучка, давления и сорта газа в трубе дрейфа и вторичных эмиссионных свойств коллектора. Помимо указанных выше параметров величина избыточного положительного заряда ионов зависит от распределения плотности тока электронного пучка по радиусу. В аксиально симметричном электронном пучке с максимальной плотностью тока на некотором расстоянии от оси в приосевой области создается потенциальная яма, в которой накапливаются ионы. Это обуславливает существенное увеличение избыточного положительного заряда ионов в таком пучке по сравнению с электронным пучком с максимальной плотностью тока на оси. Этот эффект следует учитывать при формировании и использовании полых цилиндрических (трубчатых) электронных пучков.

### Литература

- [1] Завьялов М.А., Крейнделль Ю.Е., Новиков А.А., Шантурин Л.П. Плазменные процессы в технологических электронных пушках // М.: Энергоатомиздат, 1989. С. 145–192.
- [2] Жаринов А.В., Власов М.А., Выборнов С.И. Положительно заряженные электронные пучки // Письма в ЖТФ. 1984. Т. 10. Вып. 19. С. 1185–1188.
- [3] Мартенс В.Я. О возможности реализации положительно заряженного электронного пучка // Письма в ЖТФ. 1986. Т. 12. Вып. 13. С. 769–772.
- [4] Жаринов А.В., Власов М.А., Выборнов С.И. Устойчивость положительно

заряженных электронных пучков // Письма в ЖТФ. 1984. Т. 10. Вып. 19. С. 1188–1191.

[5] Выборнов С.И., Жаринов А.В., Ма-лафаев В.А. Аперриодическая неустойчи-вость Пирса и предельные токи электрон-ных пучков с произвольной степенью ком-пенсации пространственного заряда в трак-те транспортировки // Физика плазмы. 1988. Т. 14. Вып. 1. С. 84–90.

[6] Martens V.Ya. Positively charged electron beams // Vacuum. 2022. Volume 203. Article 111319.

[7] Левитский С.М. Сборник задач и расчетов по физической электронике // Ки-ев: Изд-во Киевского ун-та, 1964. С. 202.

[8] Бронштейн И.М., Фрайман Б.С. Вторичная электронная эмиссия // М.: Изд-

во «Наука», 1969. С. 7-16, 142, 160, 166-169, 340-353.

[9] Мартенс В.Я. Возмущение плазмы отражательного разряда с полым катодом при извлечении из нее электронов // Известия РАН. Сер. Физическая. 2019. Т. 83, № 11. С. 1519–1523.

[10] Мартенс В.Я. Анизотропия плаз-мы при извлечении из нее заряженных ча-стиц // ЖТФ. 2020. Т. 90. Вып. 3. С. 380–386.

[11] Мартенс В.Я. Объемная стацио-нарная плазма малой плотности и ее ис-пользование для получения электронных и ионных пучков большого сечения // Док. дисс. 2002. С. 19 – 20, 87 – 89.

# Условия обеспечения минимальной неоднородности электронного пучка на коллекторе в источниках с сеточным плазменным катодом

Т.В. Коваль, В.И. Шин, М.С. Воробьев, П.В. Москвин, В.Н. Девятков, Н.Н. Коваль

Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия  
634055, Томск, пр. Академический 2/3, Россия  
E-mail: tvkoval@mail.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-71-76

В работе проводится экспериментальное и теоретическое исследование управления распределением электронного пучка в источнике «СОЛО». Показано, что с помощью управляющего электрода в форме диска (дисков) в плазменном катоде и ведущего магнитного поля можно изменять распределение плотности энергии электронного пучка на коллекторе. Теоретическое исследование с применением метода огибающей, метода крупных частиц и дрейфово-диффузионной моделей показывает хорошее согласие с экспериментом.

## Введение

Источники с сеточным плазменным катодом «СОЛО» на основе дугового разряда низкого давления с сеточной стабилизацией границы катодной/эмиссионной плазмы и плазменным анодом с открытой границей плазмы позволяют генерировать низкоэнергетические (10–30 кэВ) суб-миллисекундные (до 1 мс) интенсивные электронные пучки с токами до 400 А с высокой плотностью энергии (до 100 Дж/см<sup>2</sup>) в диапазоне давлений  $p = (10^{-3} - 10^{-1})$  Па [1–4]. Сдерживающим фактором для использования таких источников в промышленности в различных технологических процессах, связанных с изменением структурного состояния и функциональных свойств поверхности материалов и изделий, является сравнительно высокая степень неоднородности плотности энергии генерируемого пучка на мишени, что тем более характерно для электронных источников с плазменными катодами на основе дуги низкого давления, когда используется один генератор плазмы и генерируемая эмиссионная плазма является существенно неоднородной. Управление распределением плотности эмиссионной плазмы может решаться с применением перераспределяющих электродов в разрядной области, что в свою очередь обеспечивает улучшение однородности плотности тока, и, соответственно, энергии электронного пучка на мишени [5, 6].

Ввиду значительных математических

трудностей аналитическая теория таких пучков разработана для ограниченного класса задач с большим числом упрощающих предположений. Поэтому для решения задач, как общего, так и конкретного характера всё чаще применяются методы численного моделирования.

В работе проводится теоретическое и экспериментальное исследование влияния размеров перераспределяющего и эмиссионного электродов на неоднородность распределения плотности энергии пучка на мишени в источнике «СОЛО». С применением численного моделирования (дрейфово-диффузионной модель, методы огибающей и макрочастиц программа KARAT) исследуется возможность управления распределением плотности эмиссионной плазмы и плотностью тока пучка, транспортируемого в неоднородном магнитном поле к мишени для модификации ее поверхности.

## Эксперимент

Схема экспериментальной установки приведена на рис.1. Проводились измерения тока пучка  $I_0$  в ускоряющем промежутке и распределения плотности энергии пучка на мишени  $j$ ; расстояние от эмиссионной сетки до мишени – 60 см, ускоряющее напряжение – 12 кВ, давление газа (аргон) 30 мПа, ток разряда  $I_d = (40-340)$  А. Для снижения неоднородности эмиссионной плазмы в плазменном катоде устанавливался перераспределяющий электрод в форме диска

диаметром  $D_e = 16$  или  $35$  мм, диаметр эмиссионной сетки  $D_f = 40$  или  $85$  мм.

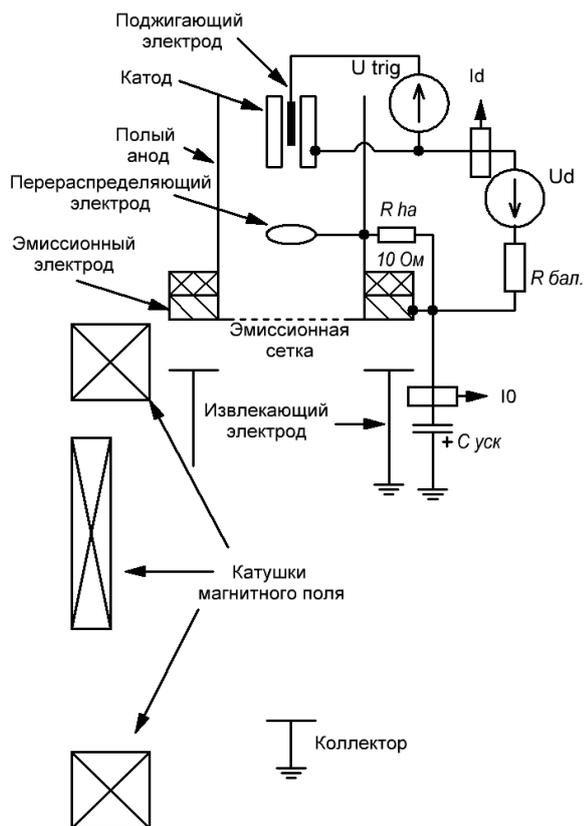


Рис.1. Схема экспериментального стенда.

Эксперименты проведены для трех случаев соотношения диаметров сеточного электрода  $D_f$  (мм) и перераспределяющего электрода  $D_e$  (мм): 1 –  $D_f/D_e = 40/16$ ; 2 –  $85/16$  и 3 –  $85/35$ . На рис.2 показаны типичные распределения плотности энергии электронного пучка на коллекторе при плотности энергии близкой к  $10 \text{ Дж/см}^2$ . С увеличением диаметра перераспределяющего электрода увеличивается площадь пучка на коллекторе. Диаметр пучка в проведенных экспериментах принимали как ширину распределения на полувысоте (рис.2). Для  $D_f/D_e = 40/16$  и  $D_f/D_e = 85/16$  – диаметр пучка принимался равным  $20$  мм, для  $D_f/D_e = 85/35$  – диаметр пучка принимался равным  $40$  мм. Минимум плотности энергии на оси симметрии распределения (рис.2) исчезает с увеличением тока разряда: при  $I_d \geq 160 \text{ А}$  для  $D_e = 16 \text{ мм}$  и при  $I_d \geq 300 \text{ А}$  для  $D_e = 35 \text{ мм}$ .

На рис.3 построены зависимости максимальных значений плотности энергии

пучка на мишени от тока разряда. При диаметре электрода  $D_e = 16 \text{ мм}$  размеры сетки ( $40$  и  $85 \text{ мм}$ ) незначительно влияют на величину плотности энергии, а при увеличении диаметра перераспределяющего электрода ( $D_e = 35 \text{ мм}$ ) тот же уровень плотности энергии  $w$ , что и при  $D_e = 16 \text{ мм}$ , достигается за счет увеличения тока разряда. Так в случае  $D_f/D_e = 40/16$  плотность энергии  $15 \text{ Дж/см}^2$  получена при токе разряда  $I_d = 55 \text{ А}$ , в случае  $D_f/D_e = 85/16$  –  $I_d = 75 \text{ А}$ , а в случае  $D_f/D_e = 85/35$  –  $I_d = 250 \text{ А}$ .

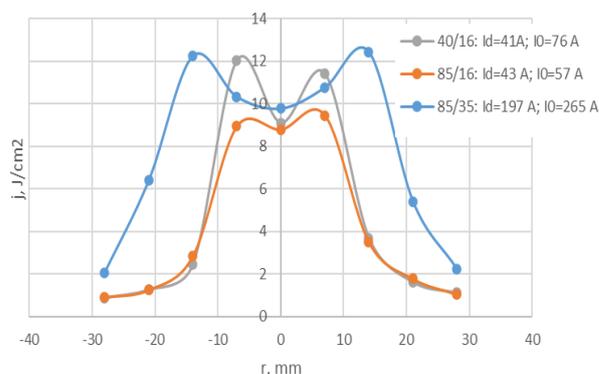


Рис.2. Распределение плотности энергии электронного пучка при средней плотности энергии пучка на мишени  $10 \text{ Дж/см}^2$  для 3-х систем.

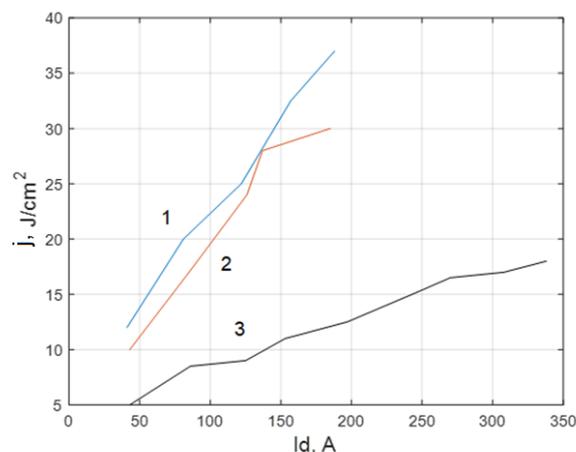


Рис.3. Зависимость максимальной плотности энергии пучка на коллекторе от тока разряда: 1 –  $D_f/D_e = 40/16$ ; 2 –  $85/16$ , 3 –  $85/35$ .

При одном диаметре электрода  $D_e = 16 \text{ мм}$  плотность энергии пучка на коллекторе (мишени) с сеткой  $D_f = 40 \text{ мм}$  выше на  $(2-5) \text{ Дж/см}^2$ , чем с сеткой  $D_f = 85 \text{ мм}$ . Возможно сетка имеет эффективный коэффициент эмиссии ниже, чем сплошной металл за счет того, что часть ионов не попадает на прутки сетки, а проходит в катодную плаз-

му через ячейки. Эти ионы тоже рожают вторичные электроны, но в нашем случае, вероятно, они извлекаются из катодной плазмы с коэффициентом эмиссии ниже единицы. Таким образом уменьшается коэффициент усиления  $k=I_0/I_d$ , приведенный на рисунке ниже.

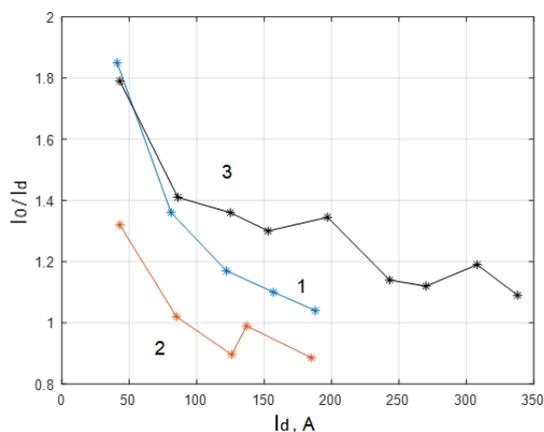


Рис.4. Экспериментальная зависимость коэффициента  $k=I_0/I_d$  от тока разряда  $I_d$ : 1 –  $D_f/D_e = 40/16$ , 2 –  $85/16$ , 3 –  $85/35$ .

Также, с периферийной части сеточного электрода большего диаметра возможна слабая эмиссия электронов, которая, тем не менее в интеграле за импульс может быть заметна, и такое перераспределение эмиссионного тока на периферию снизит плотность энергии в центральной области.

В диапазоне тока разряда (50–350) А коэффициент усиления в случае  $D_f/D_e = 85/35$  существенно выше, чем при  $D_f/D_e = 85/16$ . Увеличивая перераспределяющий электрод при постоянном диаметре эмиссионной сетки, мы увеличиваем площадь, с которой наблюдается эмиссия. Почти вдвое увеличивается диаметр пучка, а значит и анодная плазма будет иметь большую концентрацию в этой периферийной области. Тем самым мы увеличиваем интегральный за импульс ионный ток из анодной плазмы, ток вторичных электронов, а значит и коэффициент усиления.

На рис.4 показано изменение коэффициента усиления  $k=I_0/I_d$  от тока разряда для трех случаев  $D_f/D_e$ , на котором наблюдается общая тенденция: уменьшения коэффициента  $k=I_0/I_d$  с увеличением тока разряда [2, 7]. Это связано с непропорциональным ростом концентрации анодной пучковой плазмы при увеличении тока пучка.

## Теоретическое исследование

Исследование влияния перераспределяющего электрода на распределение плотности разрядной (эмиссионной) плазмы проведено на основе дрейфово-диффузионной модели газовых разрядов [8]. На рис.5 показано распределение плотности плазмы у поверхности эмиссионного электрода для диаметра перераспределяющего электрода  $D_e = 35$  (кривая 1) и 50 мм (кривая 2). Расчеты показывают, что использование комбинации двух плоских электродов (кольцо с радиусами 17.5 и 4 мм и диск радиусом 6.5 мм, расстояние между ними 1.5 мм) позволяет убрать провал на оси симметрии распределения (линия 3), минимизируя неоднородность распределения эмиссионной плазмы.

На рис.6 показаны зависимости плотности эмиссионной плазмы (максимальное значение и на оси симметрии) от тока разряда. Неоднородность распределения (относительная глубина провала) плотности плазмы зависит от диаметра перераспределяющего электрода и уменьшается с увеличением расстояния между эмиссионным и перераспределяющим электродами  $h_{e-f}$ . При  $h_{e-f} = 3$  см коэффициенты неоднородности равны 0.62 ( $D_e = 35$  мм) и 0.1 ( $D_e = 50$  мм), при  $h_{e-f} = 4$  см – 0.8 и 0.3, соответственно, оценка коэффициента неоднородности справедлива для распределения плотности плазмы с минимумом на оси симметрии.

В источнике «СОЛО», использовавшимся для получения экспериментальных данных для данной статьи, электронный пучок формируется и транспортируется к мишени в неоднородном ведущем магнитном поле (рис.7а). Движение электронов в собственных (электрическом и магнитном  $B_\theta$ ) и внешних ( $B_r, B_z$ ) полях можно описать методом огибающей [9], которое при параметрах эксперимента складывается из вращательного движения на циклотронной частоте с малым радиусом вращения вокруг ведущего центра и медленного вращения с частотой колебаний электронов в собственном магнитном поле вокруг оси пучка радиусом  $r_b$ . На рис.7б показаны траектории нескольких электронов пучка, эмитируемых с разных начальных радиусов с энергией 12 кэВ, ток  $I_0 = 100$  А.

В условиях эксперимента при градиенте магнитного поля  $|\partial B_z/\partial z| < 30$  Гс/см на фокусировку (и расфокусировку) пучка оказывает влияние как собственное магнитное поле пучка, так и радиальное внешнее магнитное поле. Неоднородность магнитного поля и неоднородность плотности тока эмиссии влияют на фокусные расстояния даже в отсутствие разброса электронов по скоростям.

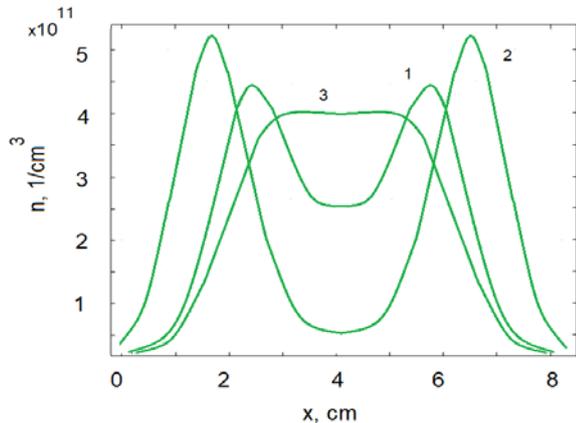


Рис.5. Распределение плотности плазмы у поверхности эмиссионной сетки при 1 –  $D_e = 35$  мм ( $I_d = 150$  А), 2 – 50 мм (250 А), 3 – кольцо и диск (200 А).

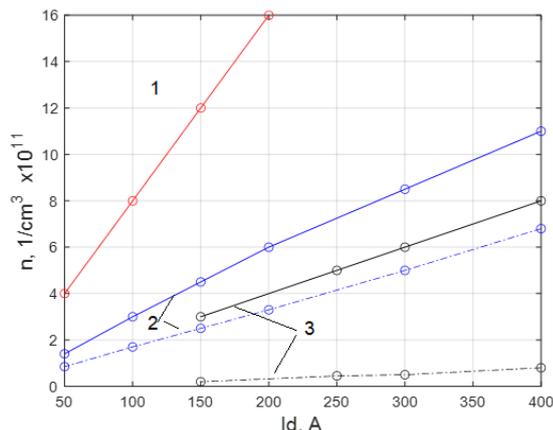


Рис.6. Зависимость максимального значения плотности эмиссионной плазмы (сплошная кривая) и на оси симметрии (пунктирная кривая) от тока разряда; 1 –  $D_e = 10$  мм, 2 – 35 мм, 3 – 50 мм.

Исследование влияния неоднородности тока эмиссии и ведущего магнитного поля на распределение плотности тока транспортируемого электронного пучка целесообразно проводить с применением самосогласованной модели PIC кода КАРАТ [10]. В основе лежит решение полной системы уравнений Максвелла. Сравнение вычислений конфигурации пучка и траекто-

рий электронов в канале транспортировки, полученные методом огибающей (рис.7б) и методом крупных частиц дают хорошее согласие. На рис.8 показано распределение плотности тока пучка на коллекторе(мишени) для модельных однородного (рис.8б) и неоднородного (рис.8а) распределений плотности эмиссионного тока электронов, транспортируемых в магнитном поле (рис.7а). Конфигурация радиального распределения плотности эмиссионной плазмы и, соответственно, электронного пучка практически сохраняется при транспортировке пучка к мишени. При этом имеет место некоторое расширение распределения, которое происходит за счет краевых электронов благодаря зависимости радиуса осцилляций от начальной координаты электрона (рис.7б), сечение пучка на мишени зависит от магнитного поля и его градиента на выходе из трубы дрейфа.

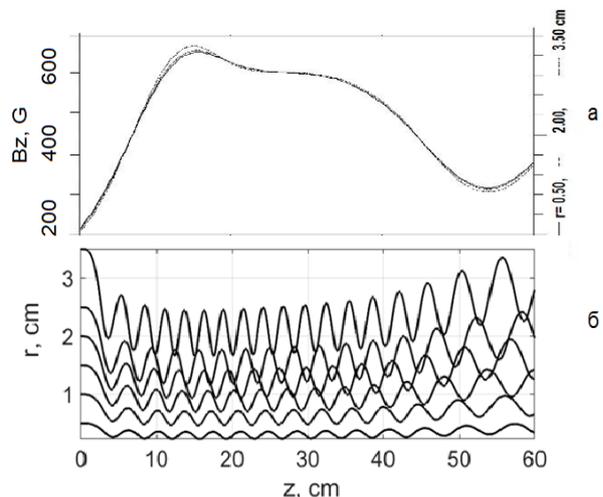


Рис.7. Распределение внешнего ведущего магнитного поля  $B_z$  (а) и траектории нескольких электронов пучка,  $r_b = 3.5$  см (б); (метод огибающей).

При экспериментальных измерениях распределения плотности энергии пучка на мишени определяется интегральная характеристика за весь импульс тока разряда и, соответственно, тока пучка. В течение импульса тока разряда может наблюдаться динамика распределения плотности энергии электронного пучка на мишени. Это может быть связано с динамикой процессов генерации разрядной плазмы. В работе [3] без дополнительных мер по коррекции распре-

деления разрядного тока по поверхности эмиссионного электрода получены экспериментальные данные об уширении распределения плотности энергии пучка в 5 мм от эмиссионного электрода и после транспортировки пучка на мишени в ведущем магнитном поле в течение импульса тока пучка. На расширение пучка могут оказывать влияние также ионы из ускоряющего промежутка и процессы на поверхности мишени при воздействии на нее интенсивного электронного пучка.

В работе [3] показана также возможность управления начальным распределением плотности тока по сечению электронного пучка при использовании многоканального контрагирования дугового разряда.

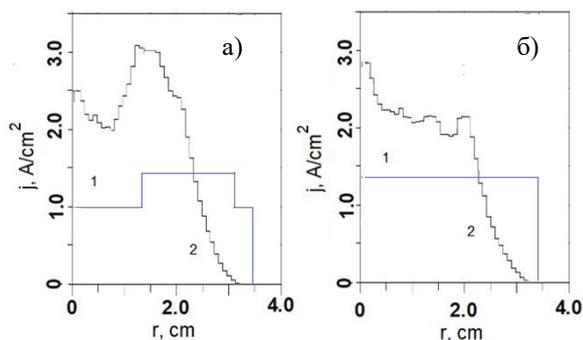


Рис.8. Распределение плотности тока (PIC code); 1 – в плоскости эмиссионного электрода, 2 – в плоскости коллектора.

## Заключение

Проведено экспериментальное и теоретическое исследование управления распределением плотности эмиссионной плазмы и плотности тока электронного пучка на коллекторе в источнике «СОЛО» с применением перераспределяющего электрода (диск) в плазменном катоде, расположенного на расстоянии 3 см от эмиссионной сетки.

Численно и экспериментально показано, что увеличение диаметра перераспределяющего электрода (16–35 мм) приводит к пропорциональному увеличению сечения пучка на мишени. Минимум на оси распределения плотности энергии пучка на мишени исчезает при плотности энергии  $\approx 15$  Дж/см<sup>2</sup>. С увеличением отношения диаметра эмиссионной сетки к диаметру перераспределяющего электрода уменьшается коэффициент усиления тока, за счет

уменьшения вклада вторичных электронов в ток пучка.

Численно показано, что однородность и конфигурация распределения плотности эмиссионной плазмы определяются диаметром перераспределяющего электрода и расстоянием  $h_{ef}$ , с увеличением которого концентрация эмиссионной плазмы и ее однородность возрастают, кроме того, неоднородность концентрации эмиссионной плазмы можно уменьшить с применением комбинации нескольких перераспределяющих электродов.

Электронный пучок в трубе дрейфа транспортируется с модулированным радиусом, глубина модуляции увеличивается с радиусом пучка и обусловлена осцилляторным (вращательным) движением электронов. Неоднородное ведущее магнитное поле наибольшее влияние оказывает на краевые электроны транспортируемого пучка при трансформации начального распределения тока эмиссии. При рассмотрении вопроса распределения плотности энергии пучка на мишени следует принимать во внимание также потери энергии электронов за счет возбуждения неустойчивостей при транспортировке пучка, падение напряжения в ускоряющем промежутке в течение импульса тока пучка, а также влияние на пучковую плазму процессов интенсивного воздействия пучка на поверхность мишени. Численные оценки перечисленных факторов и экспериментальная их верификация позволяет минимизировать неоднородность плотности тока и соответственно плотности энергии по сечению пучка в области коллектора, что чрезвычайно важно для технологических применений пучков большого сечения.

Работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда (проект № 23-29-00998).

## Литература

- [1] Devyatkov V.N., Koval N.N. Pulsed Electron Source with Grid Plasma Cathode and Longitudinal Magnetic Field for Modification of Material and Product Surfaces // Russ. Phys. J. – 2018. – V. 60. - No. 9. - P. 1509–1514. doi: 10.1007/s11182-018-1243-7.

[2] Koval N.N., Grigoryev S.V., Devyatkov V.N., Teresov A.D., Schanin P.M. Effect of Intensified Emission During the Generation of a Submillisecond Low-Energy Electron Beam in a Plasma-Cathode Diode // IEEE Trans. Plasma Sci. – 2009. – V. 37. – P. 1890–1896. doi: 10.1109/TPS.2009.2023412.

[3] В.Н. Девятков, Н.Н. Коваль. Плазменные сеточные катоды на основе контрагированного дугового разряда для генерации импульсного интенсивного низкоэнергетического электронного пучка в плазменно-наполненном диоде с продольным магнитным полем. // Труды V Международного Крейнделевского семинара «Плазменная эмиссионная электроника», Улан-Удэ, 2018, С. 24–31.

[4] Эмиссионная электроника / Н.Н. Коваль, Е.М. Окс, Ю.С. Протасов, Н.Н. Семашко. – М: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2009 – 596 с.

[5] Авторское свидетельство № 746769 А1 СССР, МПК H01J 3/02. Плазменный эмиттер: № 2590714, заявл. 15.03.1978: опубл. 05.07.1980 / Г. С. Казьмин, Н. Н. Коваль, Ю. Е. Крейндел, П. М. Щанин; заявитель Томский Институт Автоматизированных Систем Управления и Радиоэлектроники, Институт Сильноточной Электроники СО СССР. – EDN WCMSBP.

[6] Источники заряженных частиц с плазменным эмиттером / Ответственный редактор доктор физико-математических наук П.М. Щанин. – Екатеринбург: УИФ «Наука», 1993 – 152 с.

[7] Воробьев М.С. Развитие источников электронов с сеточными плазменными эмиттерами на основе дугового разряда низкого давления с полым анодом: Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук. – Томск, 2022.

[8] Hagelaar, G. J. M. Solving the Boltzmann equation to obtain electron transport coefficients and rate coefficients for fluid models / G. J. M. Hagelaar, L. C. Pitchford // Plasma Sources Sci. Technol. – 2005. – V. 14. – P. 722-733

[9] Григорьев В.П., Коваль Т.В., Кухта В.Р., Рахарджо П., Уемура К. Исследование транспортировки и фокусировки низкоэнергетического электронного пучка в ионизованном аргоне низкого давления / Журнал технической физики. – 2008. – Вып. 1. – Т. 78. – С. 104–108.

[10] User's Manual for CODE KARAT, edited by V. P. Tarakanov (Berkley, Research Associates Inc., Springfield, 1992).

# Расчет ВАХ пеннинговского ионного источника для миниатюрного линейного ускорителя

Н.В. Мамедов<sup>1,2</sup>, М.С. Лобов<sup>1</sup>, И.М. Мамедов<sup>1,2</sup>, А.Ю. Пресняков<sup>1</sup>, Н.Н. Щитов<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова (ФГУП «ВНИИА») 127055, Москва, ул. Суцневская, 22, Россия

<sup>2</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (НИЯУ МИФИ) 115409, Москва, Каширское шоссе, 31, Россия

E-mail: M\_nikitos@mail.ru

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-77-82

Для существующей конструкции пеннинговского ионного источника (ПИИ), применяемого в миниатюрном линейном ускорителе (МЛУ), проведен расчет зависимости тока разряда от напряжения на аноде для нескольких значений давления. Оценки основаны частью на упрощенных теоретических моделях, частью на экспериментальных данных по измерению энергетических спектров ионов извлекаемых из ПИИ. На основании полученных данных получена зависимость извлекаемого тока и значения коэффициента эффективности извлечения ионов при варьировании напряжения на аноде ПИИ. Оценена концентрация электронов по измеренной величине провисания потенциала в центре разрядной ячейки.

## Введение

Отражательный разряд в скрещенных  $E \times B$  полях (пеннинговский или филипповский разряд [1]) уже много лет используется в ионных и электронных источниках [2, 3]. В 1937г. Ф.М. Пеннинг и Д.Х. Моубис впервые предложили использовать разряд в скрещенных  $E \times H$  полях в ионных источниках для осуществления ядерной  $D-D$  реакции и получения нейтронов [4]. Данные ионные источники применяются в миниатюрных линейных ускорителях (или запаянных газонаполненных нейтронных трубках) [5]. Миниатюрный линейный ускоритель условно можно разделить на три основных элемента: источник ионов (ИИ), систему ускоряющих электродов и мишенный узел, собранные в герметичном корпусе [5]. Важное достоинство как разряда, так и ионного источника: простая система управления и питания, простота конструкции и сборки, малые геометрические размеры и низкий диапазон рабочих давлений. При этом чаще всего ИИ работает в высоковольтной слаботочной форме пеннинговского разряда, функционирующего при давлениях  $p \sim 10^{-3}$  Торр [6].

Несмотря на длительную историю исследований до сих пор актуальны работы по оптимизации различных параметров пеннинговских ИИ [7, 8]. Публикуются статьи по численному моделированию [9, 10], а

также теоретические расчеты ВАХ разряда [11–13].

Целью данной работы являются оценочные расчеты ВАХ конкретного ПИИ для МЛУ [14, 15] из сравнительно простых моделей и столь же простых экспериментов. Также показаны оценки извлекаемого тока, коэффициента экстракции и плотности электронов в зависимости от физических параметров разряда и диаметра выходной апертуры ИИ.

## Принципиальная схема пеннинговского ИИ

Исследуемый ПИИ применяется в МЛУ и описан в [14, 15]. На рис.1 представлена упрощенная схема ПИИ.

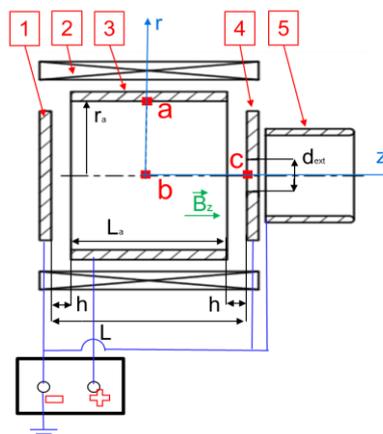


Рис.1. Упрощенная схема ПИИ. 1 – катод, 2 – магниты, 3 – анод, 4 – антикатод, 5 – фокусирующий электрод (под потенциалом катода).

Два катода с отрицательным потенциалом относительно анода (выполненным в виде цилиндра) помещают в продольное (направленное параллельно оси системы) магнитное поле. В данном ПИИ используют цилиндрические магнитные кольца, расположенные за корпусом источника. На рис.2 показано распределение магнитного поля в разрядной ячейке.

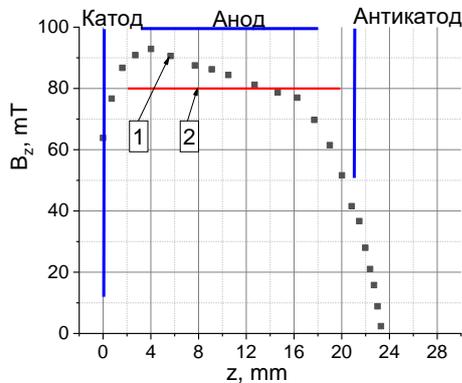


Рис.2. Распределение магнитного поля в разрядной ячейке: 1 — экспериментальные измерения, 2 — усреднение из работы [14].

### Оценка разрядного тока

В нескольких обзорных зарубежных статьях [16, 17] и ряде публикаций отечественных ученых [18–20] обобщены результаты исследований пеннинговского разряда применительно к манометрам и ионным насосам. В частности, в работе [16], исходя из классической формулы подвижности электронов в поперечном магнитном поле, получены выражения, связывающие величину провисания потенциала с током разряда:

$$I_{discharge} = 4\pi l_a \varepsilon_0 v_i (U_a - U_0) \quad (1)$$

где  $\varepsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \text{ Кл}^2 \cdot \text{м}^{-3} \cdot \text{кг}^{-1} \cdot \text{с}^2$ ,  $l_a$  — длина анода,  $U_a - U_0$  — разность между потенциалом на аноде и потенциалом в центре разрядной ячейки,  $v_i$  — частота ионизации.

Как видно, в данной формуле усреднена частота ионизации, косвенно учитывается магнитное поле. Эта формула получена для «бесконечно длинной» ячейки, т.е. в пренебрежении зависимостями всех характерных параметров разряда от аксиальной координаты ( $z$ ).

Таким образом, если заменить функциональную зависимость частоты ионизации

от энергии (которая зависит от разности потенциалов электрического поля) на зависимости от координат в объеме ячейки, и затем путём интегрирования усреднить выражение для тока разряда в геометрических пределах данной ячейки, можно получить более точную зависимость тока разряда. Данное допущение уместно, поскольку согласно [21, 22] основной вклад в процесс ионизации вносят электроны, осциллирующие по оси ячейки, так что их скорость и, соответственно, кинетическая энергия, определяющая сечение ионизации и частоту, являются быстро осциллирующими функциями времени и координаты. Согласно [23] электроны, колеблющиеся вдоль оси  $z$ , создают только "первичные вторичные" электроны, которые в дальнейшем и развивают лавину по радиусу  $r$ . Тогда частота ионизации как функция локальных координат имеет вид:

$$v_i = n_0 v_i(E_{кин}) \sigma_i(E_{кин}) \rightarrow$$

$$v_i = n_0 v_i(U(z, r)) \sigma_i(U(z, r)) \rightarrow$$

$$v_i = n_0 v(z, r) \sigma_i(z, r) \quad (2)$$

Тогда скорость и кинетическая энергия электрона как функции локальных координат определяются из закона сохранения энергии в предположении, что начальная энергия электрона равна малу по сравнению с характерным напряжением на аноде —  $\sim 1 \text{ кВ}$ :

$$v(r, z, U_a) = \sqrt{\frac{2e}{m_e} \cdot U(r, z, U_a)} \quad (3)$$

где  $e$  и  $m_e$  — абсолютные значения заряда и массы электрона,  $U_a$  — напряжение на аноде,  $U(r, z, U_a)$  — потенциал в точке  $(r, z)$  ячейки.

Распределение потенциала в реальной ячейке Пеннинга даже в отсутствие в её объеме свободного пространственного заряда неоднородно, и потенциал в центре отличается от потенциала анода. Расчет потенциала в каждой точке ячейки можно осуществить по квадратичной формуле [19]:

$$U(r, z) = U_0 \cdot \left( 1 + \frac{U_a - U_0}{U_0} \cdot \frac{r^2}{r_a^2} - \frac{z^2}{L^2} \right) \quad (4)$$

где  $r_a$  – радиус анода,  $L$  – длина ячейки,  $U_0$  – потенциал центра ячейки ( $z = 0, r = 0$ ),  $U_a$  – потенциал на аноде.

Для определения потенциала центра  $U_0$  ячейки в горящем разряде были измерены энергетические спектры экстрагированных (в продольном направлении) ионов при различных напряжениях на аноде и давлениях [14].

Сечение ионизации рассчитывается по формуле Томсона для молекулярного водорода с потенциалом ионизации  $I_i = 15,5$  эВ, поскольку плазма в ПИИ состоит преимущественно из молекулярных ионов водорода [24]:

$$\sigma_i(r, z, U_a) = \sigma_0 \cdot \left( \frac{I_i}{U(r, z, U_a)} \right)^2 \cdot \frac{U(r, z, U_a) - I_i'}{I_i'} \quad (5)$$

где  $\sigma_0 = 4\pi r_0^2$ , где  $r_0 = 5.29 \cdot 10^{-11}$  м – Борковский радиус,  $I_i = 13,6$  эВ.

Таким образом, в силу зависимости частоты ионизации и потенциала оси от аксиальной координаты, «оценка сверху» тока разряда может быть получена в виде интеграла по аксиальной координате от произведения частоты ионизации на разность потенциалов анода и центра ячейки, взятого в пределах высоты анода. Учет зависимости частоты и потенциала от радиальной координаты может быть произведен путем усреднения по радиусу. Также необходимо учесть, что на анод могут попасть только те электроны, циклотронный радиус которых не меньше их расстояния от анода в данной точке. Это означает, что нижний предел интегрирования в формуле для тока должен быть взят в виде разности радиуса анода (ячейки) и Ларморова радиуса. Понятно, что в случае его равенства нулю пределы совпадают и интеграл так же равен нулю. Напротив, максимальное значение разность пределов принимает там, где циклотронный радиус максимален. Таким образом, весь интеграл по радиальной координате становится функцией  $z$ :

$$I_{discharge}(U_a) = \frac{4\pi\epsilon_0}{r_a} \int_h^{L-h} \int_{r_a-R_B}^{r_a} v_i(r, z, U_a) \cdot (U_a - U(r, z, U_a)) \cdot drdz \quad (6)$$

где ларморовский (циклотронный) радиус

определяется для постоянного аксиального магнитного поля  $B$  по известной формуле:

$$R_B(r, z, U_a, B) = \frac{m_e \cdot v(r, z, U_a)}{e \cdot B(z)} \quad (7)$$

В формуле (9) также учтены дополнительные геометрические параметры ПИИ: длина ячейки  $L$ , зазоры между краями анода и катодами  $h$ . При стремлении магнитной индукции к нулю Ларморов радиус стремится к бесконечности и нижний предел может оказаться отрицательным, что приведет к мнимому росту расчетного тока. Поэтому при совпадении или превосходстве Ларморовым радиусом радиуса ячейки интеграл считается равным нулю.

### Оценка извлекаемого тока

Данную идеологию расчета можно использовать и для оценки ионного тока на катоды. Причем, ионы, не чувствуя влияния данного магнитного поля, сразу двигаются по силовым линиям электрического поля и попадают на катод или антикатод, или извлекаются через выходную апертуру ячейки. Поэтому и ионная составляющая тока разряда должна быть записана в виде суммы 2-х двойных интегралов (по  $r$  и  $z$  – интегрирование по углу заменяется умножением на  $2\pi$  в силу аксиальной симметрии) с разными пределами интегрирования:

$$I_{ion}(U_a) = \frac{4\epsilon_0}{L \cdot r_a} \int_0^{L/2} \int_0^{r_a} v_i(r, z, U_a) \cdot U(r, z, U_a) \cdot r dr dz + \frac{4\epsilon_0}{L \cdot \left( r_a - \frac{d_{ext}}{2} \right)} \int_{L/2}^L \int_{d_{ext}/2}^{r_a} v_i(r, z, U_a) \cdot U(r, z, U_a) \cdot r dr dz \quad (8)$$

где  $d_{ext}$  – диаметр выходной апертуры ИИ (отверстия в «антикатоде»). По аналогичным соображениям, можно рассчитать и извлекаемый из ПИИ ионный ток в виде:

$$I_{ext} = \frac{8\epsilon_0}{L \cdot d_{ext}} \int_{L/2}^L \int_0^{d_{ext}/2} v_i(r, z, U_a) \cdot U(r, z, U_a) \cdot r dr dz \quad (9)$$

### Результаты оценок

На рис.3 показаны экспериментальные и теоретические зависимости разрядного тока от анодного напряжения (для значений давлений рабочего газа  $p = 1, 5, 7, 10$  мТорр). Продемонстрированы оценки раз-

рядного тока по формулам (1) и (6), а также формуле, представленной в работе [19].

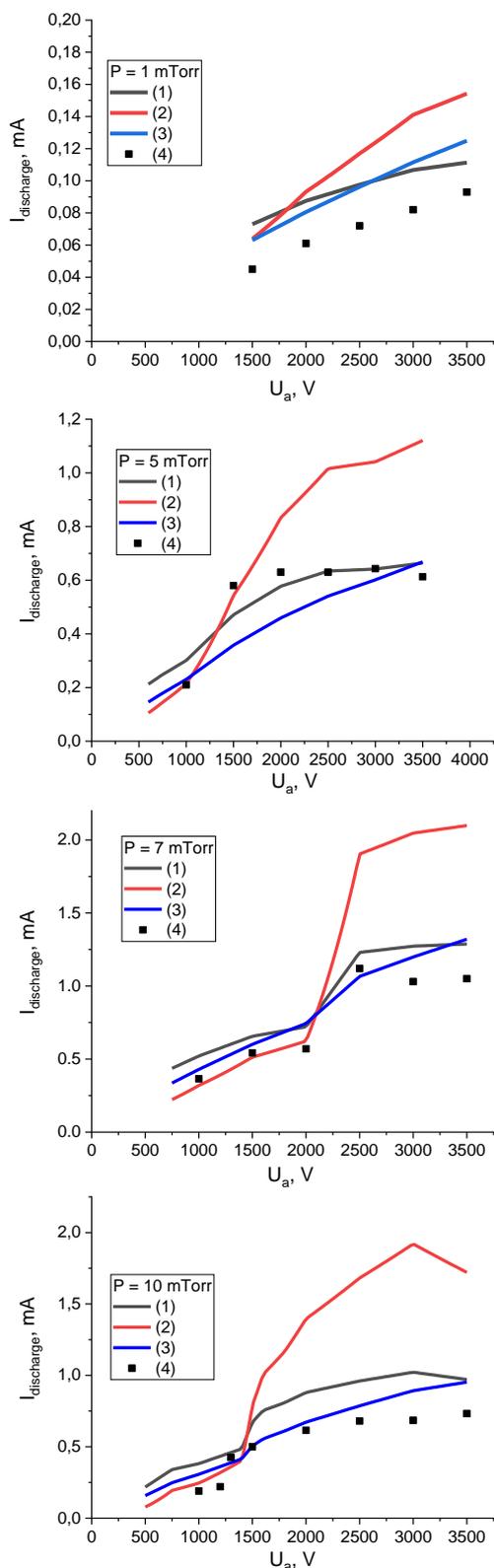


Рис.3. Зависимость разрядного тока от анодного напряжения (для значений давлений рабочего газа  $p = 1, 5, 7, 10$  мТорр). (1) вычисленная по формуле 1  $B_z(z) = 80 \text{ мТ} = \text{const}$ , (2) вычисленная по формуле из работы [19],  $B_z(z) = 80 \text{ мТ} = \text{const}$ , (3) вычисленная по формуле 6,  $B_z(z) \neq \text{const}$ , (4) – эксперимент.

Значения потенциала центра ячейки брались на основании экспериментальных данных полученных энергоспектров [14, 24]. Как видно, внешний вид расчетных зависимостей (особенно рассчитанных по формулам 1 и 6) хорошо повторяет экспериментальную.

Резкие скачки ВАХ при давлениях выше 5 мТорр можно объяснить переходом к другому режиму горения разряда, при котором происходит уменьшение потенциала в катодной области, что приводит к изменению потенциала в центре разрядной ячейки и как следствии скачкам тока разряда и извлекаемого тока [17–20]. Данное предположение согласуется с экспериментами [25], в которых показано, что скачки тока соответствуют изменениям характера, формы и области горения разряда.

На рис.4 показаны экспериментальные и теоретические зависимости вытягиваемого ионного тока от анодного напряжения (для значений давлений рабочего газа  $p = 1, 2, 5, 7, 10$  мТорр). Теоретическая зависимость получена по формуле (9).

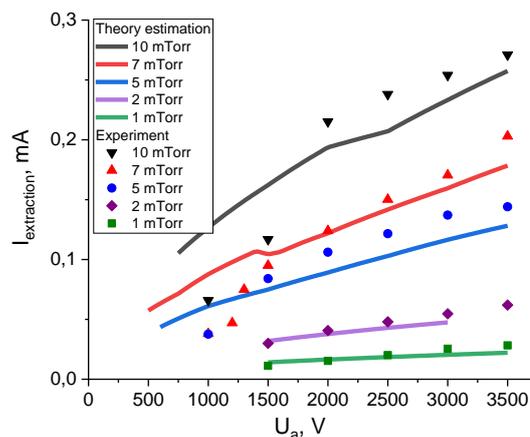


Рис.4. Зависимость вытягиваемого ионного тока от анодного напряжения (для значений давлений рабочего газа  $p = 1, 5, 7, 10$  мТорр). Экспериментальные данные и теоретические оценки, выполненные по формуле (9).

Как видно из рис.4, вычисленная величина извлекаемого тока хорошо совпадает с экспериментальными данными. Относительное отклонение от экспериментальных значений составляет  $\sim 5\%$  для давлений 1–2 мТорр и не более 10% для давлений 5–10 мТорр. Данное несоответствие можно считать приемлемым, если исходить из

обоснованности оценки, а также принимая во внимание цель расчета – выявление основных трендов, а не нахождение точного совпадения. Следует также отметить, что полученные оценочные формулы (в отличие от работы [13]) не требуют вычисления коэффициента подвижности ионов и ширины области темного катодного пространства.

На рис.5 представлены расчетные отношения вытягиваемого тока к току разряда ( $I_{ext}/I_{dis}$ ), вытягиваемого тока к ионному току ( $I_{ext}/I_{ion}$ ) и ионного тока к току разряда ( $I_{ion}/I_{dis}$ ) в зависимости от напряжения на аноде.

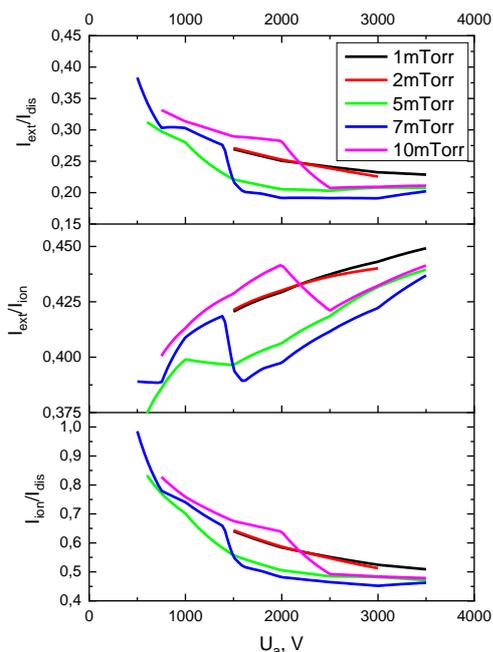


Рис.5. Расчетные отношения вытягиваемого тока к току разряда ( $I_{ext}/I_{dis}$ ), вытягиваемого тока к ионному току ( $I_{ext}/I_{ion}$ ) и ионного тока к току разряда ( $I_{ion}/I_{dis}$ ) в зависимости от напряжения на аноде (для значений давлений рабочего газа  $p = 1, 2, 5, 7$  и  $10$  мТорр). Диаметр выходной апертуры 8 мм.

Как видно из рис.5, извлекаемый из разряда ионный ток падает с ростом напряжения на аноде, так же, как и ионная составляющая разрядного тока.

Также зная величину провисания потенциала в центре разрядной ячейки, можно оценить плотность электронов по формуле из [19]:

$$n_e = \frac{(U_a - U_0)}{e \cdot \pi \cdot r_a^2}$$

где  $U_a - U_0$  – разность между потенциалом на аноде и потенциалом в центре разрядной ячейки,  $r_a$  – радиус анода.

На рис.6 представлены расчетные зависимости средней плотности электронов от напряжения на аноде при различных давлениях. Как видно, данная величина лежит в диапазоне от  $2 \cdot 10^9$  см<sup>-3</sup> до  $8 \cdot 10^9$  см<sup>-3</sup> для всех исследуемых значений напряжения на аноде и давлений.

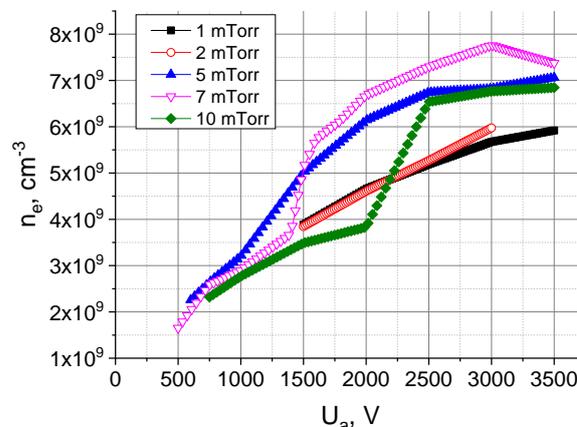


Рис.6. Расчетные зависимости средней плотности электронов от напряжения на аноде при различных давлениях.

## Заключение

Для пеннинговского ионного источника, применяемого в миниатюрном линейном ускорителе, проведен расчет ВАХ от напряжения на аноде для нескольких значений давления. На основании полученных данных рассчитаны зависимости разрядного, извлекаемого тока и значения коэффициента эффективности извлечения ионов при варьировании напряжения на аноде ПИИ. Оценена концентрация электронов по измеренной величине провисания потенциала в центре разрядной ячейки.

## Литература

- [1] Кузьмичев, А.И. Магнетронные распылительные системы / – Киев: Аверс, 2008. – Кн. 1: Введение в физику и технику магнетронного распыления. – 244 с.,
- [2] Крейндель, Ю.Е. Плазменные источники электронов / М.: Атомиздат, 1977. – 144 с.,
- [3] Габович М.Д. Физика и техника плазменных источников ионов. М.: Атомиздат, 1972. 304 с.
- [4] Penning F.M., Moubis J.H.A., Physica, 1937, IV, №11, p. 71-76,

- [5] Vladivoj Valkovic. 14 MeV Neutrons. Physics and Applications. CRC Press Taylor&Francis Group, Boca Raton, London, New York, 2016, 500 p.
- [6] Мамедов Н.В., Масленников С.П., Пресняков Ю.К., Солодовников А.А., Юрков Д.И. ЖТФ 2019, т. 64, № 9, с. 1367–1374,
- [7] X. Zhou, Y. En, J. Lu, Y. Liu, K. Li, Zh. Lei, Zh. Wang, and X. Ouyang, Instruments and Experimental Techniques, 2020, Vol. 63, No. 4, pp. 595–599. doi: 10.1134/S002044122004020X,
- [8] Ailin Zhang , Dong Li , Lechen Xu , Zijian Xiong , Junyi Zhang, Haiping Peng and Qing Luo (2022) Physical Review Accelerators and Beams 25(10) doi:10.1103/PhysRevAccelBeams.25.103501,
- [9] Rokhmanenkov A.S., Kuratov S.E., 2019, IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1250 012036 doi:10.1088/1742-6596/1250/1/012036,
- [10] С.Т. Суржиков // ЖТФ, 2017, том 87, вып.8, с.1165-1171, DOI: 10.21883/JTF.2017.08.44722.2031,
- [11] S. P. Nikulin / Russian Physics Journal, Vol. 44, No. 9, 2001 p. 969- 976,
- [12] Л.А. Зюлькова, А.В. Козырев, Д.И. Проскуровский // Журнал технической физики, 2005, том 75, вып. 11, с. 59 -64,
- [13] В.Т. Барченко, Е.А. Петрова, В.Г. Залесский/ Вестник Полоцкого Государственного университета. Серия С. Фундаментальные науки. Физика, №12, 2012, стр. 57 – 63,
- [14] Мамедов Н.В., Масленников С.П., Солодовников А.А., Юрков Д.И., Физика Плазмы, 2020, т.46, №2, с. 172-185
- [15] N.V. Mamedov, et al./ Technical Physics, 2018, Vol. 63, No. 8, pp. 1129–1136, doi:10.1134/S1063784218080121,
- [16] Schuurman W. Physica, 1967, v.36, p. 136-160,
- [17] Hooper E.B., Jr. / A review of reflex and Penning discharges /, in Advances in Electronics and Electron Physics, vol.27, New York: Academic Press, 1969, p. 295-343,
- [18] Рейхрудель Э.М., Смирницкая Г.В., Нгуен Хыу Ти, ЖТФ, XXXIX №6, (1969), стр. 1052-1060,
- [19] Смирницкая Г.В., Нгуен Хыу Ти, ЖТФ, XXXIX №6, (1969), стр. 1044-1051,
- [20] Рейхрудель Э.М., Смирницкая Г.В., Баберцяи Р.П., ЖТФ, XXXVI №7, 1966, стр. 1226 – 1232,
- [21] N.N. Schitov, D.I. Yurkov, Journal of Physics: Conference Series, 830, (2017), 012056, doi: 10.1088/1742-6596/830/1/012056,
- [22] Chen F.K., J. Appl. Phys. 56 (1984) 3191–3197, doi: 10.1063/1.333882,
- [23] Смирницкая Г.В., Нгуен Хыу Ти, ЖТФ, XXXIX №4, (1969), стр.694-702,
- [24] N. Mamedov, D. Kolodko, I. Sorokin, I. Kanshin, D. Sinelnikov, Journal of Physics: Conference Series, 830, 2017, 012063, doi:10.1088/1742-6596/755/1/011001,
- [25] Щитов Н.Н., Каньшин И.А., Мамедов Н.В. // Физикохимическая кинетика в газовой динамике. 2015. Т. 16. Вып. 4. С. 2–11.

# Разрядные и эмиссионные характеристики контрагированного дугового разряда в форвакуумном плазменном источнике широкоапертурного импульсного электронного пучка

*А.В. Казаков, Н.А. Панченко, Е.М. Окс*

Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники (ТУСУР)

634050, Томск, пр. Ленина, 40, Россия

E-mail: andrykazakov@gmail.com

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-83-91

Проведены исследования разрядных и эмиссионных характеристик контрагированного дугового разряда, формирующего эмиссионную плазму в форвакуумном плазменном источнике импульсного широкоапертурного электронного пучка. Определены максимальные ток и длительность устойчивого функционирования контрагированной дуги в форвакуумном источнике электронов. Эти максимальные параметры увеличиваются с ростом давления газа и при использовании газа с большим сечением ионизации и/или большей молярной массой. Показано, что использование промежуточного электрода с секционным контрагирующим каналом, образованным несколькими электрически разделенными танталовыми дисками с соосными отверстиями, также обеспечивает увеличение максимальных параметров контрагированной дуги. Установлено, что в условиях генерации электронного пучка обратный ионный поток из ускоряющего промежутка и области транспортировки пучка обуславливает увеличение амплитуды тока и длительности импульса стабильного горения контрагированного дугового разряда, а также способствует сокращению времени задержки появления и времени развития фронта тока эмиссии (пучка). С помощью форвакуумного плазменного источника на основе контрагированной дуги получен электронный пучок с длительностью импульса до 10 мс.

## Введение

Плазменные источники электронов используются для генерации непрерывных и импульсных электронных пучков различной конфигурации (пучки большого радиуса, остророфокусированные пучки, ленточные пучки и др.) [1–3]. Исследования, направленные на увеличение максимального рабочего давления плазменных источников электронов, привели к созданию так называемых форвакуумных плазменных источников электронов, функционирующих в области давлений 1–100 Па [4–6]. При таких давлениях обеспечивается практически прямая обработка диэлектрических материалов электронными пучками (керамика, полимеры, стекла) [4, 5], что обусловлено компенсацией отрицательного заряда, приносимого электронным пучком на непроводящую мишень, потоком ионов из пучковой плазмы.

В плазменных источниках импульсных широкоапертурных электронных пучков для генерации эмиссионной плазмы достаточно часто применяется дуговой разряд с катодными пятнами [1, 2]. Для данного разряда, а, соответственно, и разрядных систем его основе практически отсутствуют огра-

ничение на амплитуду и длительность импульса разрядного тока. Однако дуговой разряд с катодными пятнами обладает недостатками, связанными с характером функционирования катодных пятен. В частности, хаотичное перемещение катодного пятна оказывает негативное влияние на однородность и стабильность параметров эмиссионной плазмы, а присутствие в плазменном потоке с катода заметной доли микрокапельной фракции материала катода может приводить к снижению электрической прочности ускоряющего промежутка и в некоторых случаях может «загрязнять» поверхность, обрабатываемую пучком. В традиционных плазменных источниках, генерирующих электронные пучки при давлениях  $10^{-3}$ – $10^{-1}$  Па, для снижения влияния данных негативных процессов используется контрагированный дуговой разряд, который реализуется сжатием (контрагированием) положительного столба дуги узким отверстием или каналом в промежуточном электроде, устанавливаемом между катодом и анодом разрядной системы [1–3]. Контрагирование дуги, с одной стороны, обеспечивает более стабильные параметры эмиссионной плазмы, но, с другой стороны, ограни-

чивает максимальные ток и длительность импульса устойчивого горения разряда. Превышение этих максимальных параметров приводит к обрывам тока и погасанию дуги или переходу в так называемый каскадный режим функционирования с формированием катодных пятен на промежуточном электроде [7, 8]. Особенности функционирования и применения контрагированного дугового разряда хорошо изучены для традиционных плазменных источников электронов, в условиях резкого перепада давления между катодной и анодной областями разрядного промежутка источника электронов.

Положительные свойства контрагированного дугового разряда обуславливают привлекательность его использования и в форвакуумных плазменных источниках электронов, генерирующих импульсные широкоапертурные электронные пучки. Особенностью форвакуумных плазменных источников электронов является изобарный режим функционирования (т.е. давление газа в катодной и анодной областях разряда, в ускоряющем промежутке и области транспортировки электронного пучка одинаково). Цель настоящей работы заключалась в исследовании разрядных и эмиссионных характеристик контрагированного дугового разряда, функционирующего в форвакуумном плазменном источнике импульсного электронного пучка.

### **Схема экспериментальной установки и методика эксперимента**

Катодный узел форвакуумного плазменного источника на основе контрагированного дугового разряда состоит из цилиндрического медного катода (диаметр рабочей поверхности 6 мм), помещенного в керамический изолятор, токоввода и кольцевого поджигающего электрода (рис.1а). Сжатие положительно столба дугового разряда осуществляется узким каналом (диаметр  $d_c = 2-3$  мм) в промежуточном электроде (ПЭ), который установлен между катодным узлом и анодом. В исследованиях использовались 2 конфигурации промежуточного электрода. По аналогии с [7], первая конфигурация ПЭ выполнена в виде

двух изолированных металлических пластин (толщина каждой пластины 1 мм), которые в центре имеют соосные отверстия и соединены между собой проводником (рис.1б). При возникновении катодного пятна на ПЭ и, соответственно, переходе разряда в каскадный режим в данном проводнике возникал ток  $I_k$  близкий к полному току разряда. Расстояние между пластинами составляло 1 мм, что обеспечивало протяженность контрагирующего канала (КК) равную 3 мм. Данную конфигурацию далее будем называть ПЭ с металлическим КК.

В традиционных плазменных источниках электронов для снижения вероятности перехода контрагированного дугового разряда в каскадный режим функционирования используется секционный промежуточный электрод, состоящий из нескольких последовательно расположенных изолированных металлических пластин (или дисков) [9]. Секционный ПЭ так же позволяет реализовать самосжатый режим дугового разряда, когда положительный столб дуги сжимается собственным магнитным полем до размеров меньших, чем КК [9]. Аналогичная конструкция была использована для реализации второй конфигурации ПЭ, которая была выполнена в виде 7 последовательно расположенных тонких дисков из тантала, разделенных диэлектрическими дисками из политетрафторэтилена (ПТФЭ) (рис.1в). Пояснения по выбору количества секций и материала КК представлены в следующем разделе. В танталовых дисках были выполнены центральные соосные отверстия, которые формируют контрагирующий канал. В дисках из ПТФЭ были выполнены соосные отверстия диаметром 1,8 см. Толщина каждого танталового диска была 0,2 мм, а толщина каждого ПТФЭ диска составляла 0,21 мм, что в результате обеспечивало протяженность КК равную 3,02 мм. Внешний диаметр танталовых и ПТФЭ дисков составлял 3 см. Танталовые и ПТФЭ диски размещались в опорном фланце из капролона, который со стороны катодного узла закрывался экраном из нержавеющей стали с центральным отверстием диаметром 2,8 см. Вторую конфигурацию ПЭ далее будем называть ПЭ с секционным КК.

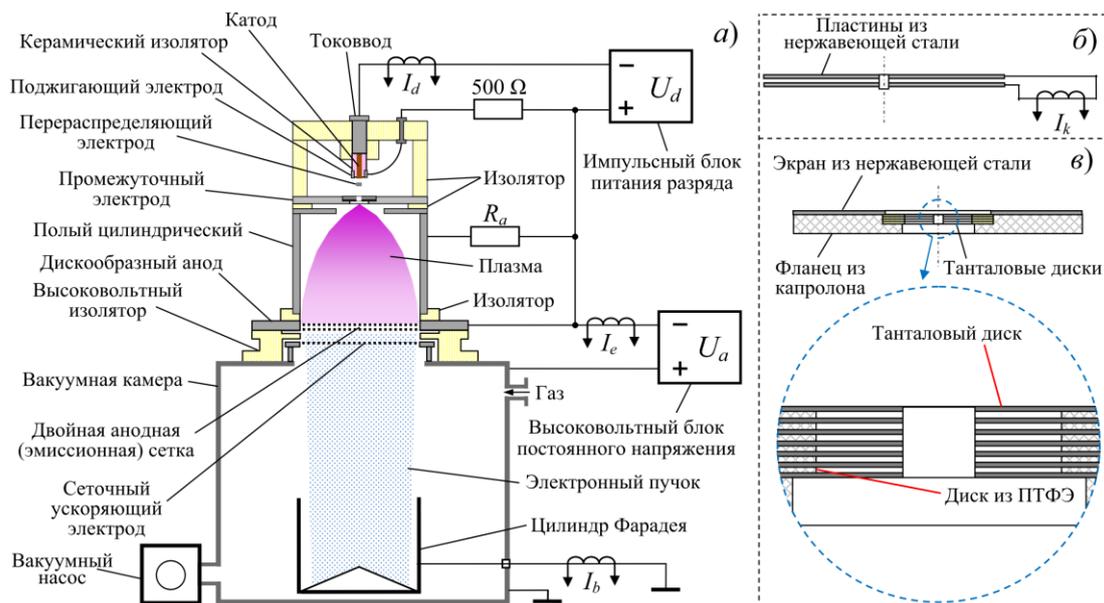


Рис.1. Схема экспериментальной установки (а), конструкция ПЭ с металлическим КК (б) и конструкция ПЭ с секционным КК (е).

Плоский перераспределяющий электрод диаметром 4 мм, установленный на расстоянии 2 см от ПЭ на оси симметрии катода и КК, предотвращал попадание микрокапель и осколков материала катода в КК. Анодная часть разрядной системы и плоскопараллельный ускоряющий промежуток источника были идентичны тем, что использовались в форвакуумном источнике на основе дугового разряда с катодными пятнами [6]. Полый цилиндрический анод (диаметром 114 мм и высотой 150 мм) и дискообразный анод с эмиссионным окном, перекрытым мелкоструктурной сеткой, были электрически разделены изолятором. Подключение полого цилиндрического анода к источнику питания через сопротивление  $R_a = 5 \text{ Ом}$  обеспечивало перераспределение анодного компонента разрядного тока на дискообразный анод с эмиссионной сеткой (эмиссионный электрод), что, в свою очередь, обеспечивало увеличение эффективности эмиссии электронов. Ускоряющий промежуток был образован анодной сеткой и сеточным ускоряющим электродом. За исключением катода и ПЭ с секционным КК все остальные электроды были выполнены из нержавеющей стали. В качестве материала изоляторов использовались алюмооксидная керамика и капролон.

Давление  $p$  в вакуумной камере, на которую устанавливался источник электронов,

регулировалось изменением скорости потока газа (азот, аргон) в камеру при неизменной скорости откачки форвакуумного насоса. Импульсный блок питания обеспечивал ток  $I_d$  разряда с амплитудой до 100 А и длительностью импульса  $\tau_d$  до 10 мс. Частота следования импульсов в экспериментах составляла 1 Гц. Высоковольтный источник постоянного напряжения и конденсаторная батарея (200 мкФ) обеспечивали постоянное ускоряющее напряжение  $U_a$ , которое в экспериментах было до 8 кВ. Ток контрагированного дугового разряда  $I_d$ , ток эмиссии  $I_e$  и ток электронного пучка на цилиндр Фарадея  $I_b$  измерялись с помощью трансформаторов тока, установленных в соответствующих электрических цепях. При генерации электронного пучка контроль ускоряющего напряжения  $U_a$  и измерение напряжения горения разряда  $U_d$  осуществлялись с помощью высоковольтных пробников TESTEC NVP-15HF, измеряющих относительно «земли» потенциалы анода  $U_a$  и катода  $U_c$ . Напряжение горения  $U_d$  разряда определялось как  $U_d = U_a - U_c$ .

## Результаты экспериментов и их обсуждение

Для разрядной системы форвакуумного плазменного источника электронов на основе контрагированной дуги газовые условия в катодной области и в КК близки к

условиям в традиционных источниках электронов, в которых между катодной и анодной областями разряда существует резкий перепад давления, обусловленный напуском газа в катодную область разряда и попаданием газа в анодную область через КК. Поэтому в отсутствие эмиссии электронов для контрагированного дугового разряда, функционирующего в форвакуумном источнике электронов, наблюдаются схожие с традиционными источниками закономерности.

При токе контрагированного дугового разряда  $I_d$  больше некоторого порогового значения  $I_{d-b}$  наблюдается уменьшение тока  $I_d$  разряда в течение импульса (рис.2, кр. 1). В этих условиях для поддержания протекания тока разряда увеличивается напряжение  $U_d$  разряда, при этом рост  $U_d$  наблюдается в течение импульса тока (рис.2, кр. 1). Величина порогового тока  $I_{d-b}$  увеличивается по мере роста давления газа, а также при использовании газа с большим сечением ионизации и/или большей молярной массой. При  $I_d < I_{d-b}$  ток и напряжение контрагированного дугового разряда слабо изменяются в течение импульса (рис.2, кр. 2). Вольт-амперная характеристика контрагированного дугового разряда имеет растущий характер. Для азота напряжение горения  $U_d$  разряда выше в 1,5–2 раза, чем при использовании аргона. Увеличение давления  $p$  газа обеспечивает уменьшение  $U_d$ .

При использовании ПЭ с металлическим КК превышение током разряда некоторого максимального тока  $I_{d-max}$  и/или некоторой максимальной длительности импульса  $\tau_{d-max}$  приводит к «обрыву тока» или к переходу дуги в каскадный режим функционирования. В настоящей работе величины максимальных тока  $I_{d-max}$  и длительности импульса  $\tau_{d-max}$  определялись как ток и длительность разряда, при которых вероятность обрыва тока или перехода дуги в каскадный режим функционирования не превышала 3 %. Увеличение давления  $p$  газа приводит к росту максимального тока  $I_{d-max}$  (рис.3) и максимальной длительности импульса  $\tau_{d-max}$  (рис.4, кр. 1). При этом существует минимальное рабочее давление газа  $p_{min}$ , при котором контрагированных дуговой разряд еще функционирует стабильно. При давлении

меньше  $p_{min}$  дуговой контрагированных разряд либо гаснет, либо переходит в каскадный режим функционирования. Увеличение диаметра  $d_c$  КК приводит к росту тока  $I_{d-max}$ , а также обеспечивает меньшее давление  $p_{min}$  (рис.3). Использование газа с большим сечением ионизации и/или большей молярной массой обеспечивает больший ток  $I_{d-max}$  и меньшее давление  $p_{min}$ .

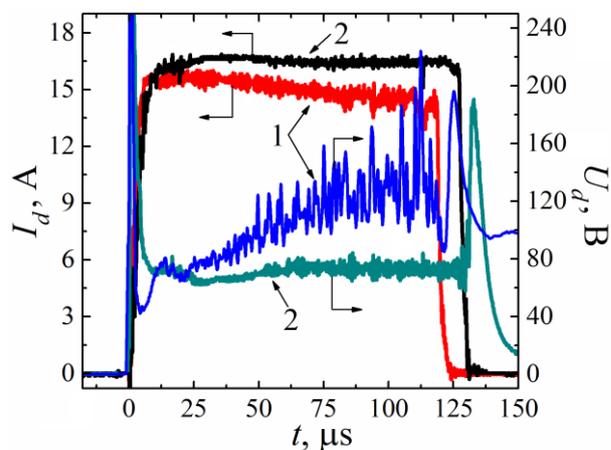


Рис.2. Типичные формы импульсов тока  $I_d$  и напряжения горения  $U_d$  контрагированной дуги, рабочий газ – азот: 1 –  $p = 10$  Па; 2) –  $p = 20$  Па.

По аналогии с дуговым контрагированным разрядом, реализуемом в традиционных плазменных источниках в условиях резкого перепада давлений между катодной и анодной областями разрядного промежутка [1, 7, 8], наблюдаемые зависимости параметров контрагированного дугового разряда в форвакуумном источнике связаны с изменением газовых условий в КК при протекании через него разрядного тока. Изменение газовых условий в КК обусловлено «электронной откачкой» газа, которая представляет собой изменение плотности газа, вызванное удалением нейтралов из контрагирующего канала вследствие упругих столкновений атомов и молекул газа с быстрыми электронами, ускоренными в двойном электростатическом слое на входе в КК. Кроме этого, снижение концентрации нейтральных молекул в канале может быть связано с ионизацией газа в КК и последующей потерей ионов на стенках канала и их ухода в катодную область разряда. Именно затруднение ионизационных процессов в КК и обуславливает заметный рост напряжения  $U_d$  горения, а также ограничения

максимальных значений амплитуды и длительности импульса тока контрагированного дугового разряда.

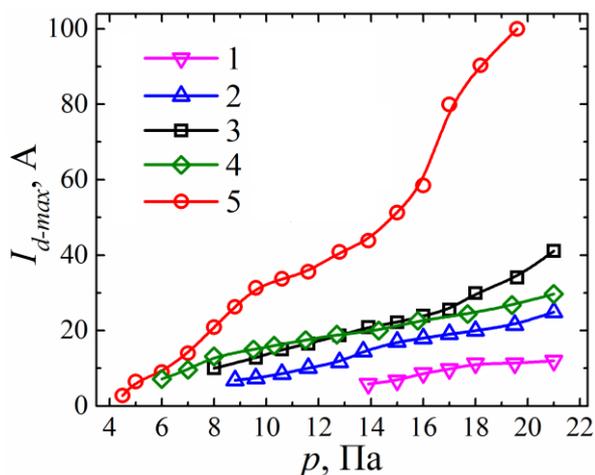


Рис.3. Зависимость максимального тока  $I_{d-max}$  контрагированного дугового разряда от давления  $p$  газа при использовании ПЭ с металлическим КК (1–4) и ПЭ с секционным КК (5),  $\tau_d = 120$  мкс: 1 –  $d_c = 2$  мм,  $N_2$ ; 2 –  $d_c = 2,5$  мм,  $N_2$ ; 3 –  $d_c = 3$  мм,  $N_2$ ; 4 –  $d_c = 2,5$  мм, Ar; 5 –  $d_c = 3$  мм,  $N_2$ .

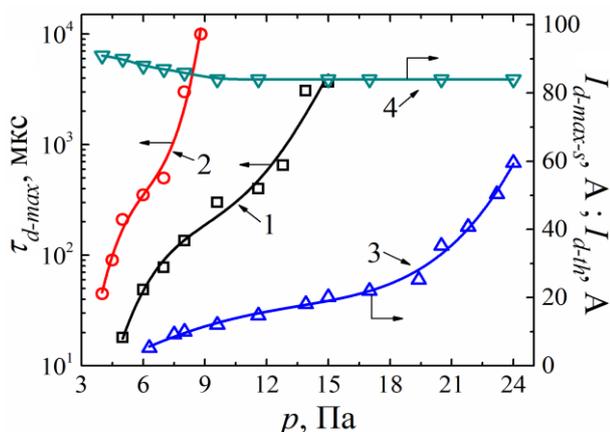


Рис.4. Зависимость максимальной длительности импульса тока  $\tau_{d-max}$  контрагированной дуги от давления  $p$  газа ( $N_2$ ) при использовании ПЭ с металлическим КК (1) и ПЭ с секционным КК (2),  $I_d = 12$  А. Зависимости максимального тока  $I_{d-max-s}$  при  $\tau_d = 10$  мс (3) и порогового тока  $I_{d-th}$  реализации самосжатого режима дуги (4) от давления  $p$  газа ( $N_2$ ).

В настоящей работе в качестве материала для дисков, формирующих КК, был выбран тантал, который характеризуется высокой температурой плавления и высокой энергией, необходимой для образования катодного пятна [10]. Опытным путем было установлено, что необходимое для функционирования разряда без переходов в каскадный режим количество танталовых дисков, формирующих КК, составляет не менее 5. В

настоящей работе было использовано 7 дисков из тантала, что обеспечило «запас» электрической прочности КК.

Использование ПЭ с секционным КК обеспечивает увеличение максимальных параметров  $I_{d-max}$  и  $\tau_{d-max}$  контрагированного дугового разряда, а также меньшее рабочее давление  $p_{min}$  (рис.3, кр. 5, и рис.4, кр. 2). При этом отличительной особенностью применения ПЭ с секционным КК является то, что при достижении определенного «граничного» давления  $p_b$ , контрагированный дуговой разряд начинает стабильно функционировать при максимальной длительности импульса  $\tau_{d-max}$  до 10 мс. Давление  $p_b$ , при котором обеспечивается устойчивое функционирование контрагированного дугового разряда, увеличивается с ростом тока разряда  $I_d$ . Величина максимального тока  $I_{d-max-s}$ , при котором еще возможно устойчивое функционирование контрагированной дуги при  $\tau_d = 10$  мс, растет по мере увеличения давления  $p$  (рис.4, кр. 3). Как показали исследования, более высокие максимальные параметры и реализация стабильного функционирования контрагированной дуги при миллисекундной длительности импульса обусловлены невозможностью инициирования катодного пятна вблизи выходной апертуры контрагирующего канала, а также «компенсацией» потерь газовых нейтралов. Данная компенсация обеспечивается за счет поступления газа из полостей, образованных танталовыми дисками, а также вследствие десорбции газа с развитой поверхности КК под действием ионной бомбардировки.

При использовании ПЭ с секционным КК увеличение амплитуды тока разряда в начале импульса до некоторого порогового  $I_{d-th}$  значения позволяет реализовать самосжатый режим функционирования дуги, который обеспечивает гораздо более высокие токи контрагированного дугового разряда. В условиях эксперимента при давлении  $p = 9,6$  Па и более самосжатый режим дуги обеспечивается при минимальном токе разряда  $I_{d-th} = 84$  А. При  $p < 9,6$  Па ток  $I_{d-th}$  увеличивается по мере уменьшения давления, и достигает 94 А при  $p = 4$  Па (рис.4, кр. 4).

Особенности и отличия процессов функционирования контрагированного дугового разряда в форвакуумном плазменном источнике электронов проявляются в анодной области разряда и условиях генерации электронного пучка. Установлено, что появление тока  $I_e$  эмиссии и, соответственно, тока  $I_b$  электронного пучка «запаздывает» на некоторое время  $t_d$  относительно импульса тока  $I_d$  разряда, а время  $t_f$  развития (нарастания) тока эмиссии заметно превышает длительность фронта импульса тока контрагированной дуги, что проявляется сильнее при  $R_a = 0$  (рис.5). Как показали зондовые измерения, наблюдаемые задержка в появлении эмиссии и «затягивание» фронта импульса тока эмиссии обусловлены тем, что разрядная плазма вблизи области отбора электронов формируется с задержкой, и плотность плазмы резко падает по мере удаления от КК. Это обусловлено относительно малой длиной свободного пробега электронов, выходящих из контрагирующего канала и обеспечивающих формирование разрядной плазмы, вследствие высокого давления в полном аноде.

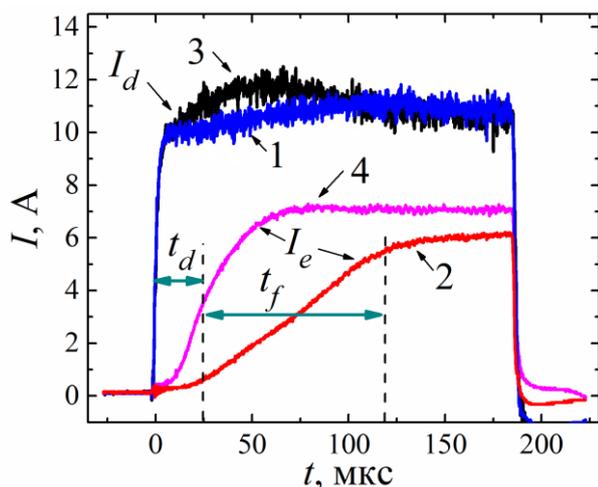


Рис.5. Оциллограммы тока разряда  $I_d$  и тока эмиссии  $I_e$  при протяженности ускоряющего промежутка  $l_a = 10$  мм (1, 2) и  $l_a = 30$  мм (3, 4),  $R_a = 0$  Ом,  $U_a = 8$  кВ,  $p = 8$  Па ( $N_2$ ). Времена  $t_d$  и  $t_f$  показаны для кр. 2.

Ограничение разрядного тока на полную часть анода ( $R_a = 5$  Ом), приводящее к принудительному перераспределению тока разряда на эмиссионный электрод и повышению напряжения горения, обеспечивает сокращение времен  $t_d$  и  $t_f$ . В условиях огра-

ничения тока на полный анод ( $R_a = 5$  Ом) увеличение ускоряющего напряжения и давления рабочего газа приводит к уменьшению  $t_d$  и  $t_f$  (рис.6). Это связано с обратным ионным потоком из пучковой плазмы, образующейся в области ускорения и транспортировки электронного пучка. Попадая в разрядную систему источника, ионы обратного потока обеспечивают более эффективную генерацию плазмы, что и обеспечивает уменьшение времен  $t_d$  и  $t_f$ . Установлено, что вместе с ускоряющим напряжением, током пучка и давлением газа, ионизационные процессы, обеспечивающие поток обратных ионов, определяются протяженностью  $l_a$  ускоряющего промежутка. Поэтому времена  $t_d$  и  $t_f$  фронта импульса тока эмиссии можно «регулировать» посредством изменения протяженности ускоряющего промежутка источника (рис.5 и рис.6).

В условиях приложения ускоряющего напряжения  $U_a > 0$  при появлении тока эмиссии ( $I_e > 0$ ) наблюдается уменьшение напряжения  $U_d$  горения контрагированной дуги. Снижение напряжения горения  $U_d$  обуславливает соответствующий рост разрядного тока  $I_d$ , что в свою очередь приводит к увеличению тока эмиссии  $I_e$ . При генерации электронного пучка напряжение дуги  $U_d$  снижается в течение разрядного импульса до тех пор, пока ток разряда  $I_d$  не достигает «граничного» значения  $I_{d-b}$ , после чего напряжение  $U_d$  растет до окончания импульса (рис.7). Увеличение ускоряющего напряжения  $U_a$ , как и повышение давления  $p$  приводят к уменьшению напряжения  $U_d$  и росту тока разряда  $I_d$ , что в свою очередь обуславливает увеличение тока эмиссии  $I_e$  (рис.8). Это приводит к тому, что вольтамперная характеристика источника, т.е. зависимость  $I_e$  от  $U_a$  может не иметь явного режима насыщения в исследованном диапазоне ускоряющих напряжений (рис.8а). Напряжение  $U_d$  уменьшается по мере увеличения  $U_a$  и  $p$ , пока не достигает определенного минимального значения  $U_{d-min}$  (рис.8б), которое в основном определяется амплитудой тока разряда. Кроме того, в условиях эмиссии электронов с последующим формированием электронного пучка

наблюдается увеличение максимального тока  $I_{d-max}$  и/или максимальной длительности импульса  $\tau_{d-max}$  стабильного функционирования контрагированной дуги. При этом для ПЭ с металлическим КК зависимость  $I_{d-max}$  от  $U_a$  имеет монотонный растущий характер, а для ПЭ с секционным КК зависимость  $I_{d-max}$  от  $U_a$  является немонотонной (рис.9, кр. 1 и 2), что требует более детальных исследований.

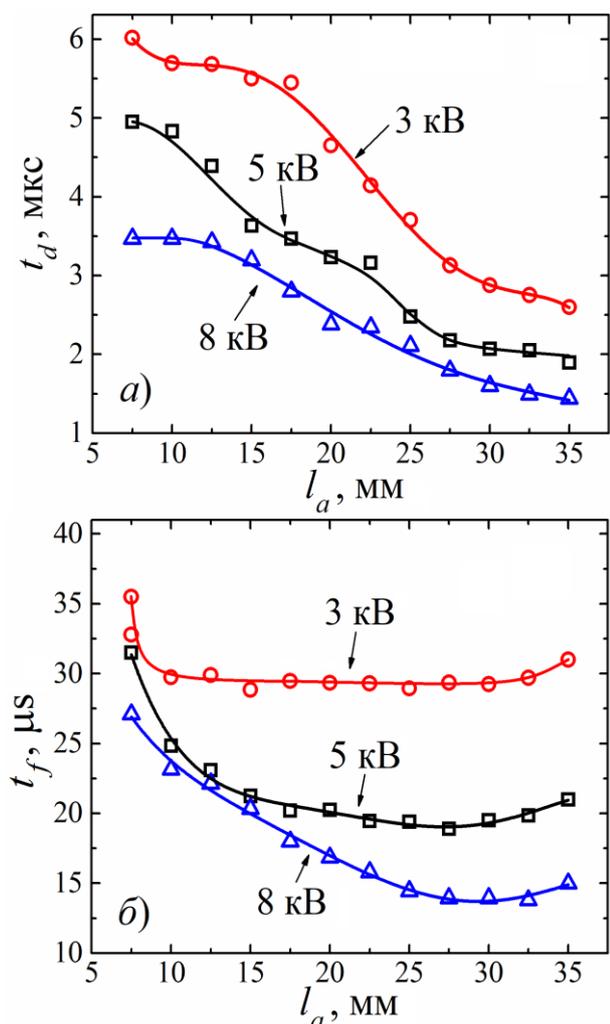


Рис.6. Зависимость времени  $t_d$  задержки (а) и времени  $t_f$  развития фронта (б) тока  $I_e$  эмиссии от протяженности  $l_a$  ускоряющего промежутка,  $R_a = 5$  Ом, рабочий газ –  $N_2$ ,  $p = 8$  Па.

Наблюдаемый при генерации электронного пучка рост максимальных параметров контрагированной дуги так же связан с поступлением обратного ионного потока в разрядный промежуток. Попадая в разрядную систему электронного источника, ионы обратного потока обеспечивают более эффективную генерацию плазмы и

«дополнительное» поступление ионов в КК. Это приводит к снижению напряжения горения разряда, что и обеспечивает возрастание максимальных параметров контрагированной дуги.

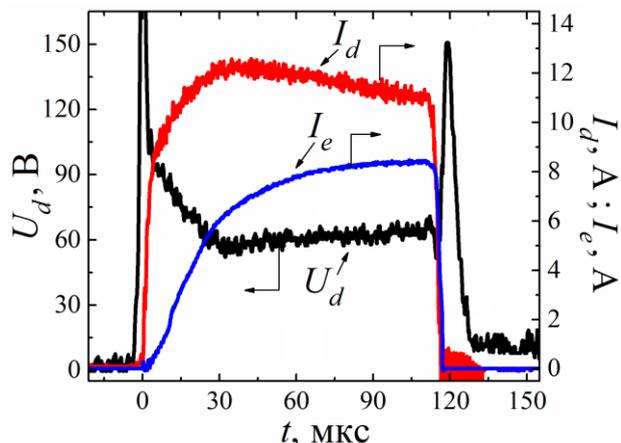


Рис.7. Типичные осциллограммы тока  $I_d$  разряда, напряжения горения  $U_d$  разряда и тока  $I_e$  эмиссии,  $U_a = 4$  кВ,  $p = 10.6$  Па,  $N_2$ .

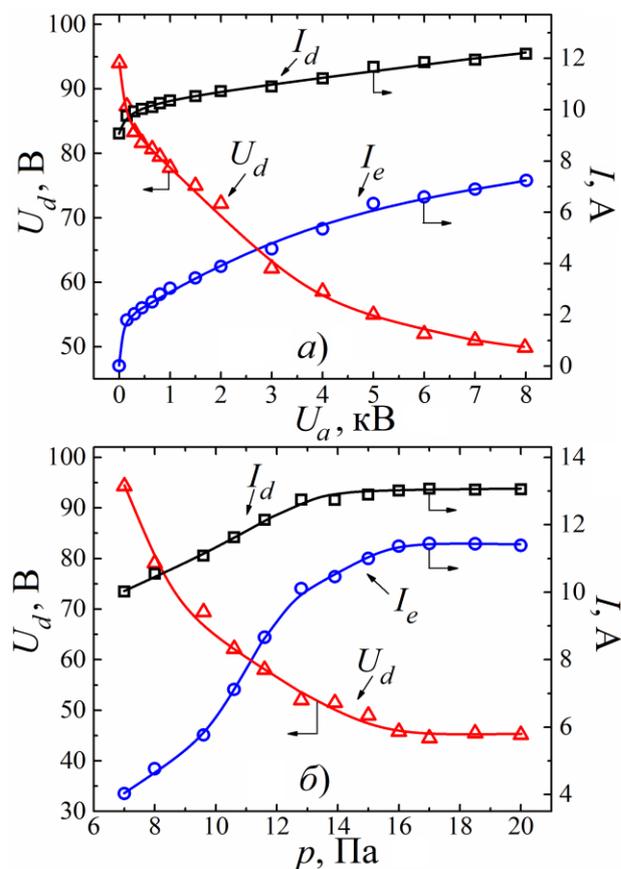


Рис.8. Зависимости напряжения контрагированной дуги  $U_d$ , тока разряда  $I_d$  и тока эмиссии  $I_e$  от ускоряющего напряжения  $U_a$  (а) и от давления  $p$  (б),  $R_a = 5$  Ом,  $\tau_d = 120$  мкс: а)  $p = 8$  Па,  $N_2$ ; б) –  $U_a = 5$  кВ,  $N_2$ .

При использовании ПЭ с секционным КК получен электронный пучок с длитель-

ностью импульса до 10 мс. При этом в миллисекундном диапазоне длительностей импульса при  $\tau_d = 2$  мс и более влияние ускоряющего напряжения на усредненные по импульсу токи выражено слабее, и ВАХ источника электронов близка к классическому виду (рис.9). Это обусловлено тем, что при больших длительностях импульса напряжение горения  $U_d$  разряда в течение импульса разряда успевает достигнуть минимального значения.

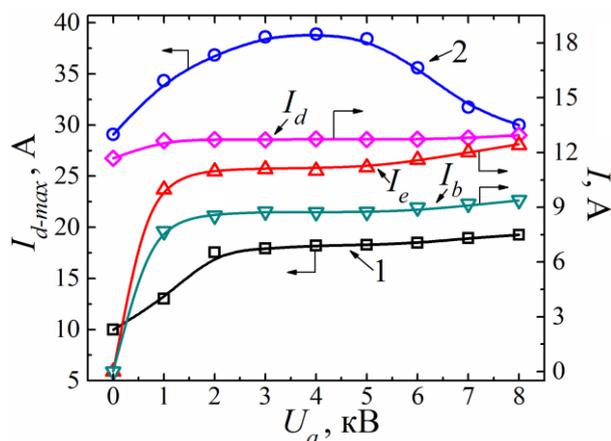


Рис.9. Зависимость максимального тока  $I_{d-max}$  контрагированной дуги от ускоряющего напряжения  $U_a$  при  $p = 8$  Па,  $\tau_d = 150$  мкс: 1 – ПЭ с металлическим КК, 2 – ПЭ с секционным КК; Зависимости тока  $I_d$  разряда, тока  $I_e$  эмиссии и тока  $I_b$  электронного пучка от  $U_a$  при использовании ПЭ с секционным КК при  $\tau_d = 2$  мс,  $p = 8$  Па ( $N_2$ ).

### Заключение

Исследованы разрядные и эмиссионные характеристики контрагированного дугового разряда, формирующего эмиссионную плазму в форвакуумном плазменном источнике импульсного широкоапертурного электронного пучка. Максимальные ток и длительность импульса контрагированной дуги увеличиваются с ростом давления газа и при использовании газа с большим сечением ионизации и/или большей молярной массой, а также при использовании ПЭ с секционным КК. Установлено, что особенности и отличия процессов функционирования контрагированной дуги в форвакуумном плазменном источнике электронов проявляются в анодной области разряда и в условиях генерации электронного пучка. При генерации электронного пучка обратный ионный поток из ускоряющего проме-

жутка и области транспортировки пучка обеспечивает увеличение амплитуды тока и длительности импульса стабильного горения контрагированной дуги, а также способствует сокращению времени задержки появления и времени развития фронта тока эмиссии (тока пучка). С помощью форвакуумного плазменного источника электронов на основе контрагированного дугового разряда при использовании ПЭ с секционным КК получен электронный пучок с длительностью импульса до 10 мс.

Работа выполнена при поддержке гранта Министерства науки и высшего образования Российской Федерации № FEWM-2023-0012.

### Литература

- [1] Окс Е.М. Источники электронов с плазменным катодом: физика, техника, применения. – Томск: Изд-во НТЛ, 2005. – 216 с.
- [2] Щанин П.М. Источники заряженных частиц с плазменным эмиттером. – Екатеринбург: УИФ Наука, 1993. – 150 с.
- [3] Девятков В.Н., Коваль Н.Н. Плазменный сеточный катод на основе контрагированного дугового разряда низкого давления в неоднородном магнитном поле // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2017. Т. 60, № 10-2. С. 32–38.
- [4] Бурдовицин В.А., Климов А.С., Медовник А.В., Окс Е.М., Юшков Ю.Г. Форвакуумные плазменные источники электронов. – Томск: Изд-во Том. Ун-та, 2014. – 288 с.
- [5] В.А. Бурдовицин и др. Опыт разработки и применения форвакуумных плазменных электронных источников // Доклады ТУСУРа. 2016. Т. 19, № 2. С. 5–10.
- [6] Kazakov A.V., Medovnik A.V., Oks E.M., Panchenko N.A. Broad-beam plasma-cathode electron beam source based on a cathodic arc for beam generation over a wide pulse-width range // Review of Scientific Instruments. 2020. V. 91. Art. No. 093304.
- [7] Гаврилов Н.В., Крейндель Ю.Е., Окс Е.М., Щанин П.М. Условия существования и предельные параметры импульсной контрагированной дуги низкого давления // ЖТФ. 1984. Т. 54, № 1. С. 66–72.

[8] Гаврилов Н.В., Крейндель Ю.Е., Окс Е.М., Щанин П.М. Переход дугового разряда низкого давления из контрагированного в каскадный режим горения // ЖТФ. 1983. Т. 53, № 10. С. 1947–1951.

[9] Галанский В.Л., Крейндель Ю.Е., Окс Е.М., Щанин П.М. Контрагированный

сужением самосжатый разряд в плазменном эмиттере электронов // ЖТФ. 1985. Т. 55, № 9. С. 1854–1857.

[10] Anders, A. Cathodic arcs: from fractal spots to energetic condensation. – New York: Springer, 2008. – 555 p

# Снижение неоднородности плотности тока пучка в атмосфере в ускорителе электронов на основе несамостоятельного ВТР

С.Ю. Дорошкевич, М.С. Воробьев, А.А. Гришков, М.С. Торба, Н.Н. Коваль, С.А. Сулакшин, Р.А. Картавцов

Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)  
634055, Томск, пр. Академический 2/3, Россия  
E-mail: doroshkevich096@gmail.com  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-92-96

Описаны результаты по измерению распределения плотности тока широкоапертурного электронного пучка, выведенного в атмосферу и сгенерированного в ускорителе с несамостоятельным высоковольтным тлеющим разрядом. Для генерации эмиссионной/анодной плазмы использовался тлеющий разряд с полым катодом орбитронного типа с частотой генерации десятки кГц. Проведено сравнение неоднородности плотности тока пучка в постоянном и импульсно-периодическом режимах генерации эмиссионной плазмы.

## Введение

Электронные пучки большого сечения (ПБС), выведенные в атмосферу через тонкую металлическую фольгу, широко известны [1–3] и позволяют проводить обработку многих органических и неорганических материалов с целью их модификации, деструкции или создания новых структур [4–6]. Однако, актуальным остается модернизация конструкций ускорителей, исследование и применение новых способов генерации электронного пучка. Исследуемый в работе способ генерации электронного пучка ориентирован на ускорители с несамостоятельным высоковольтным тлеющим разрядом (ВТР).

Принцип работы ускорителей с несамостоятельным ВТР основан на формировании потока ускоренных ионов, которые бомбардируют поверхность высоковольтного катода. В результате образуются вторичные электроны, формирующие электронный пучок с энергией, соответствующей приложенному ускоряющему напряжению. Формирование ионного потока осуществляется при генерации плазмы, называемой анодной, от отдельного источника электропитания. Анодная плазма генерируется вспомогательным разрядом различных типов: тлеющий разряд с полым катодом [7], тлеющий разряд орбитронного типа [8], дуговой разряд [9], разряд с термокатодом [10] или отдельными электронными пучками [11, 12].

Ускорители на основе ВТР имеют следующие преимущества: относительная про-

стота конструкции, высокий срок службы катода, возможность управления током пучка без изменения ускоряющего напряжения, умеренные требования к насосной группе, возможность работы в отсутствие нагревательных элементов [3, 5]. Однако, высокая эффективность вывода тока пучка достигается только при определенной конфигурации электронно-оптической системы и в достаточно узком диапазоне параметров [13]. В работе [14] был продемонстрирован способ генерации анодной плазмы, позволяющий повысить коэффициент вывода электронного пучка в атмосферу. Повышение эффективности вывода пучка в атмосферу достигается путем использования импульсно-периодического вспомогательного тлеющего разряда орбитронного типа и управления коэффициентом заполнения импульсов этого разряда при стабилизации среднего значения его тока. Данная работа является продолжением исследований [14] и связана с измерением распределения плотности тока электронного пучка, выведенного в атмосферу, при использовании предложенного способа генерации анодной плазмы.

## Эксперимент

Ускоритель электронов [14, 15] конструктивно разделен на две области: генерация анодной плазмы и ускоряющий промежуток (область горения несамостоятельного ВТР) (Рис.1). Генерация анодной плазмы осуществляется с помощью источника электропитания, который способен работать

как в постоянном, так и в импульсно-периодическом режимах с частотой десятки кГц со стабилизацией среднего значения тока. Импульсно-периодический режим генерации вспомогательного разряда позволяет обеспечить разную амплитуду тока вспомогательного разряда и концентрацию эмиссионной плазмы за счет изменения коэффициента заполнения импульсов  $D$ . Анодная решетка, определяющая границу между областью генерации вспомогательного разряда и ускоряющим промежутком, обеспечивает слабую зависимость положения границы анодной плазмы и характеристик вспомогательного разряда от величины ускоряющего напряжения. Ток несамостоятельного ВТР в ускоряющем промежутке представляет собой сумму ионного тока с границы анодной плазмы и электронного тока с поверхности высоковольтного катода, который находится под потенциалом до  $-150$  кВ относительно вакуумной камеры. Вывод пучка размером  $650 \times 450$  мм в атмосферу осуществляется через алюминиевую фольгу толщиной  $30$  мкм.

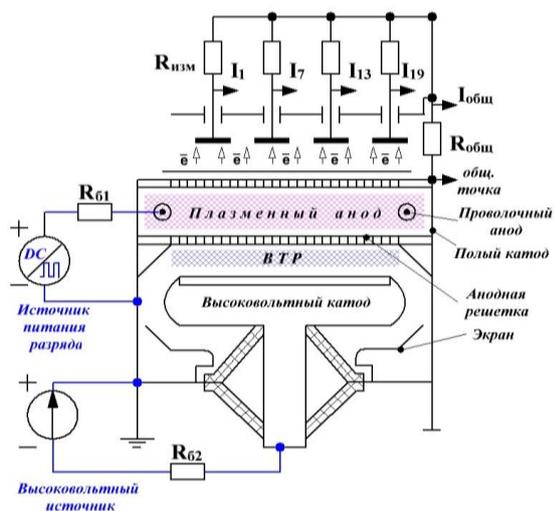


Рис.1. Принципиальная схема ускорителя электронов и системы измерения распределения плотности тока пучка.

Для измерения распределения плотности тока по сечению пучка был создан секционированный коллектор (Рис.2). Конструкция коллектора включает в себя пластину из нержавеющей стали  $1$ , на которой через изоляторы закреплены металлические коллекторы  $2$  размером  $80 \times 90$  мм в количестве  $24$  штук. Для измерения тока на каждой

коллекторной пластине использовались сопротивления  $R_{изм}$  номиналом  $10$  кОм  $\pm 1\%$ .

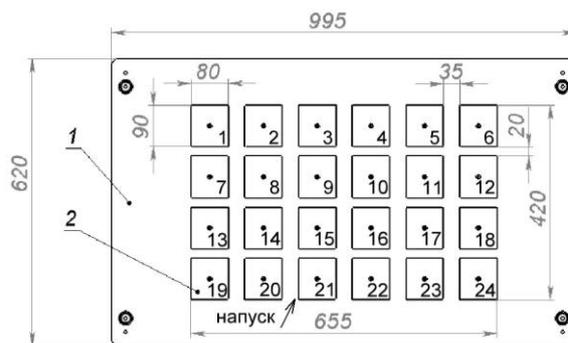


Рис.2. Чертеж секционированного коллектора.

Таким образом в предложенной схеме измерение распределения плотности тока пучка сводится к измерению напряжения на каждом  $R_{изм}$ , которое появляется в результате протекания доли тока пучка через соответствующую коллекторную пластину, а полный ток пучка регистрируется на  $R_{общ}$ . Наличие множества коллекторных пластин приводит к необходимости использования автоматизированной многоканальной системы измерения плотности тока пучка. Для измерения распределения в импульсно-периодическом режиме генерации использовалась синхронизация по фронту импульса тока вспомогательного разряда. За один импульс генерации система опрашивает один коллектор, а для определения полной картины распределения происходит последовательное измерение тока на каждом коллекторе. Многократный (более  $100$  раз) повтор данного цикла позволяет получить усредненное распределение плотности электронного тока с передачей данных на персональный компьютер.

Неоднородность распределения плотности тока пучка по сечению рассчитывалась как  $\pm (j_{\max} - j_{cp})/j_{cp}$ , где  $j_{cp}$  и  $j_{\max}$  — значения средней плотности тока по всем коллекторам и максимальное отклонение плотности от среднего.

## Результаты эксперимента и их обсуждение

На рис.3 приведено распределение плотности тока электронного пучка, генерируемого в режиме постоянного вспомогательного разряда. По осям  $x$  и  $y$  расположе-

ны номера коллекторов, а по оси  $z$  – плотность электронного тока. Из диаграмм видно, что максимум распределения находится в центре, что, по-видимому, объясняется наибольшей вероятностью ионизационных процессов в приосевой области плазменного эмиттера. Однако присутствует смещение плотности тока пучка по длинной стороне в область коллекторов (1, 7, 13, 19), расположенных ближе к напуску рабочего газа.

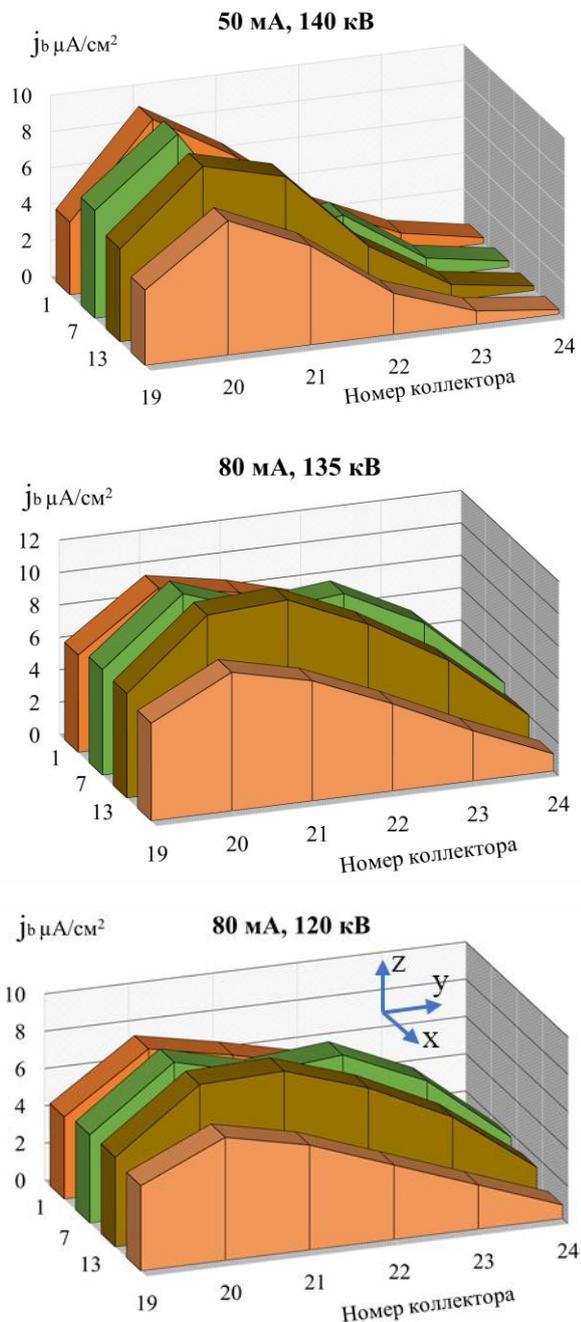


Рис.3. Распределение плотности тока пучка в атмосфере для разных ускоряющих напряжений и токов вспомогательного разряда, генерируемого в постоянном режиме.

Такое распределение говорит о локальном увеличении концентрации анодной плазмы вспомогательного разряда возле напуска. Повышение амплитуды тока разряда приводит к снижению неоднородности генерируемого электронного пучка, а также росту величины плотности тока пучка. Увеличение ускоряющего напряжения приводит к повышению плотности тока пучка в атмосфере, однако слабо влияет на качественную картину его распределения. При повышении ускоряющего напряжения с 120 до 135 кВ среднее значение плотности тока увеличилось с 5,2 до 6,8 мкА/см<sup>2</sup>, а неоднородность снизилась на 5%.

Полученные распределения коррелируют с распределением концентрации анодной плазмы, представленным на рис.4.

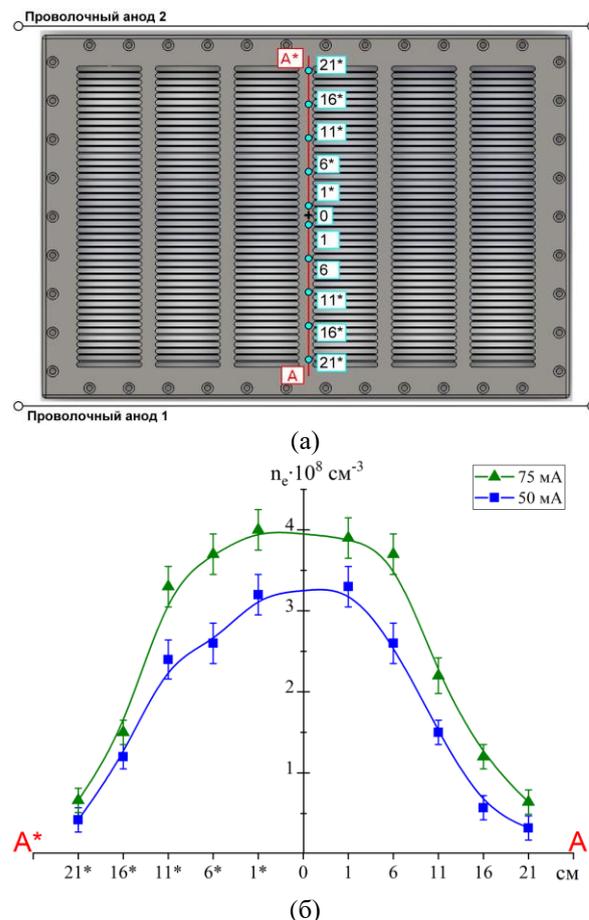


Рис.4. Схема перемещения зонда (а) и распределение концентрации анодной плазмы при разной амплитуде тока разряда в постоянном режиме (б).

Измерение распределения концентрации анодной плазмы осуществлялось путем перемещения одиночного зонда Ленгмюра через центр анодной решетки поперек про-

волочных анодов. Видно, что наибольшая концентрация плазмы находится в центральной части плазменного эмиттера, что объясняется наибольшей вероятностью ионизации газа в центральной части цилиндрического полого катода. С приближением к анодной проволоке в поперечном направлении А-А\* (рис.4а) концентрация снижается с  $4,2 \cdot 10^8$  до  $0,3 \cdot 10^8$  см<sup>-3</sup> для 50 мА и с  $4,6 \cdot 10^8$  до  $0,5$  см<sup>-3</sup> для 75 мА. Повышение амплитуды тока разряда способствует увеличению объема, занимаемого плазмой, и снижению неоднородности ее распределения.

Распределение плотности тока пучка в импульсно-периодическом режиме генерации приведено на рис.5. При ускоряющем напряжении 135 кВ было зарегистрировано распределение на 20-ой микросекунде (генерация вспомогательного разряда) и на 72-ой (пауза генерации вспомогательного разряда).

Из диаграмм видно, что распределение в импульсно-периодическом режиме генерации (10 кГц) также смещено в сторону напуска рабочего газа, однако по сравнению с постоянным режимом генерации зависимость от напуска становится менее выраженной. При переходе с постоянного режима  $I_d = 80$  мА в импульсно-периодический:  $f = 10$  кГц,  $D = 0,4$ ,  $I_{dcp} = 80$  мА неоднородность электронного пучка по сечению снижается на 20%, а средняя плотность тока за период генерации в импульсно-периодическом режиме остается такой же величины, как и в постоянном режиме ~6 мкА/см<sup>2</sup>. При этом в течение генерации вспомогательного разряда неоднородность составляет ±30%, а в паузу достигает ±60%. Максимум плотности тока в паузу генерации остается по-прежнему смещенным к центру системы и к напуску рабочего газа. Повышение частоты с 10 до 20 кГц приводит к повышению средней за период неоднородности распределения плотности тока пучка на 15%. На меньшей частоте в течение генерации разряда неоднородность пучка ниже, что, по-видимому, связано с более длительной генерацией анодной плазмы и ее возможностью равномернее заполнить заданный объем. Генерация разряда в им-

пульсно-периодическом режиме:  $f = 10$  кГц,  $I_{dcp} = 50$  мА,  $D = 0,2$  позволяет выводить электронный пучок в атмосферу с неоднородностью ± 15 % в течение импульса разряда и средней за период неоднородностью ± 40 %, что является лучше вышеописанного режима  $f = 10$  кГц,  $I_{dcp} = 80$  мА,  $D = 0,4$ , обладающего бóльшим средним током разряда. Из этого следует, что уменьшение коэффициента заполнения импульса при неизменном среднем значении тока разряда позволяет за меньшее время сгенерировать электронный пучок с меньшей неоднородностью плотности тока.

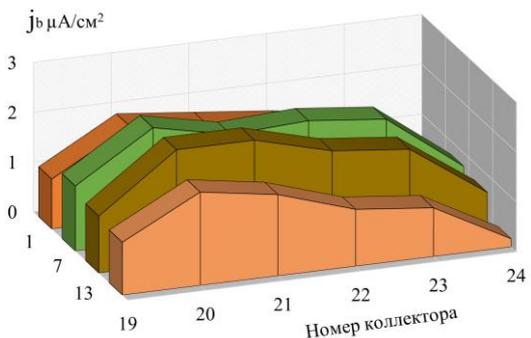
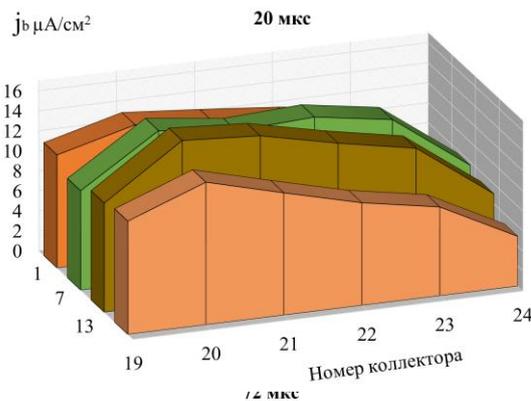
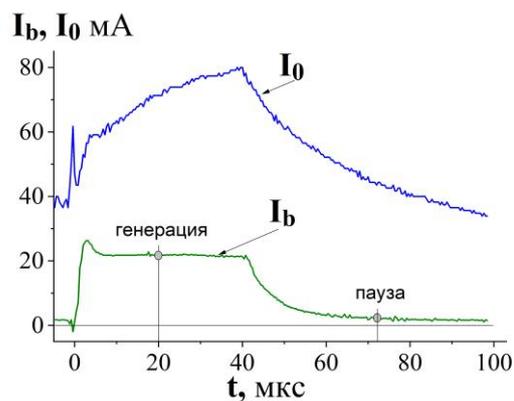


Рис.5. Распределение плотности тока пучка при импульсно-периодическом режиме генерации вспомогательного разряда  $I_d = 80$  мА,  $D = 0,4$ ,  $f = 10$  кГц,  $p = 3$  Па,  $U_0 = 135$  кВ, во время генерации (на 20-ой мкс) и паузы генерации разряда (на 72-ой мкс).

## Заключение

Проведенное измерение распределения плотности тока электронного пучка большого сечения ( $650 \times 450 \text{ мм}^2$ ), выведенного в атмосферу, показало, что вне зависимости от режима его генерации (постоянный или импульсно-периодический) пучок имеет максимум в приосевой области цилиндрического полого катода вспомогательного разряда, а также наблюдается смещение максимума плотности тока пучка в сторону напуска рабочего газа. Полученные данные коррелируют с распределением концентрации анодной плазмы, которое было измерено зондовым методом. Однако, переход с постоянного режима генерации в импульсно-периодический позволяет снизить неоднородность распределения плотности тока пучка на более чем 20% при сохранении средней за период величины тока пучка. Наименьшая неоднородность как в течение генерации вспомогательного разряда, так и в паузу достигается при меньших значениях коэффициента заполнения импульса.

Работа выполнена в рамках проекта Российского научного фонда № 23-29-00939.

## Литература

[1] Бугаев С.П., Крейнделъ Ю.Е., Щанин П.М. Электронные пучки большого сечения. М.: Энергоатомиздат, 1984. – 112 с.

[2] Наносекундные ускорители электронов и радиационные технологии на их основе // С.Ю. Соковнин – Екатеринбург: УрО РАН, 2007– 224 с.

[3] Баранов Г.А., Гурашвили В.А., Джигайло И.Д., Комаров О.В., Косогоров С.Л., Кузьмин В.Н., Немчинов В.С., Сень В.И., Успенский Н.А., Шведюк В.Я. // ПТЭ. 2020. № 2. С. 102. doi.org/10.31857/S0032816220030027.

[4] Воробьев М.С., Денисов В.В., Коваль Н.Н. и др. // ХВЭ. 2015. Т.49. №3. С. 169.

[5] Косогоров С.Л., Успенский Н.А., Шведюк В.Я., Васеленок А.А., Джигайло И.Д., Смирнов Г.А. // Известия ВУЗов. Физика. 2020. Т. 63. № 10. С. 41.

[6] Кряжев Ю.Г., М.С. Воробьев, Коваль Н.Н. и др. // ПЖТФ. 2016. Т.42. №19. С.13.

[7] Isaacs G.G., Jordan D.L., Dooley P.J. // J. Phys. E.: Sci. Instrum. 1979. V. 12. P. 115.

[8] Diop B., Bonnet J., Schmid T., Mohamed A. // Sensors. 2011. V. 11. № 5. P. 5202. doi.org/10.3390/s110505202.

[9] Гаврилов Н.В., Крейнделъ Ю.Е., Щанин П.М. // ЖТФ. 1985. Т. 55. № 9. С. 1886.

[10] Нечаев А.А., Персианцев И.Г., Полушкин В.М., Тимофеев М.А., Тугарев В.А. // ПТЭ. 1983. № 2. С. 156.

[11] Денисов С.С., Успенский Н.А., Федяков В.П. // ПТЭ. 1984. № 2. С. 139.

[12] Аброян М.А., Успенский Н.А., Федяков В.П. // ПТЭ. 1984. № 4. С. 24.

[13] Аброян М.А., Евстратов И.Ю., Косогоров С.Л., Мотовилов С.А., Сиротинкин В.В., Шапиро В.Б. // ПТЭ. 1998. № 2. С. 83.

[14] Дорошкевич С.Ю., Воробьев М.С., Торба М.С., Гришков А.А., Коваль Н.Н., Сулакшин С.А., Шугуров В.В., Леванисов В.А. // ПТЭ. 2023. № 3. С.53.

[15] Doroshkevich S., Sulakshin S., Vorobyov M., Koval N., Ekavyan A., Chistyakov A. // IEEE 2020. Proc. of 7th Int. Cong. on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE). 21st Int. Symp. on High-Current Electronics (Tomsk). 2020. P. 42. doi.org/10.1109/EFRE47760.2020.9241926.

# Комбинированное управление током электронного пучка в источнике с сеточным плазменным катодом

*В.И. Шин, М.С. Воробьев, П.В. Москвин, В.Н. Девятков, Н.Н. Коваль*

Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)  
634055, Томск, пр. Академический, 2/3, Россия  
E-mail: shin.v.i@yandex.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-97-100

Разработан метод комбинированного управления током электронного пучка в течение субмиллисекундного импульса его генерации в источнике с плазменным сеточным катодом на основе дуги низкого давления со слоевой стабилизацией границы эмиссионной плазмы. Приведены схема источников электропитания и их подключение к электродам источника электронов, а также осциллограммы, демонстрирующие возможность управления мощностью электронного пучка как с помощью изменения концентрации эмиссионной плазмы, достигаемой регулировкой тока разряда, так и с помощью изменения ширины ионного слоя у поверхности эмиссионной сетки (сеточным управлением – с помощью введенного дополнительного сеточного электрода) при генерации импульса субмиллисекундной длительности.

## Введение

Применение источников электронов с плазменными эмиттерами со слоевой стабилизацией границы эмиссионной плазмы, генерируемой дугой низкого давления, является перспективным методом для модификации поверхности материалов и изделий (металлы, сплавы, керамика и др.) [1]. Низкоэнергетическое электронно-пучковое воздействие на поверхность обрабатываемого материала является преимущественно термическим, что позволяет применять такие электронные пучки для физического моделирования тепловых нагрузок. Данный тип источников электронов обладает рядом преимуществ в сравнении с термо- и взрывоэмиссионными эмиттерами: нечувствительность к остаточному газу, малую инерционность, слабую зависимость основных параметров пучка друг от друга [2]. В случае использования дугового разряда для генерации эмиссионной плазмы такие источники работают в импульсном режиме при длительностях импульса субмиллисекундного диапазона. Для расширения рабочего диапазона параметров, а также для применения такого типа устройств в физическом моделировании тепловых нагрузок необходимо управлять мощностью электронного пучка в течение импульса его генерации. Для достижения этой цели может использоваться как управление током пучка за счет изменения концентрации эмиссионной плазмы в

течение его импульса [3, 4], так и за счет изменения протяженности ионного слоя пространственного заряда у специально введенного сеточного электрода, т.е. изменения ширины присеточного слоя (сеточное управление) [4]. Каждый из методов был реализован в отдельности.

Управление током пучка субмиллисекундной длительностью импульса за счет регулировки амплитуды тока дугового разряда является относительно простым в реализации, легко прогнозируемым и стабильным. Однако привлекательность применения сеточного управления обусловлена несколькими преимуществами. Во-первых, при генерации пакетов импульсов при использовании сеточного управления увеличивается ресурс поджигающего электрода и плазменного катода в целом (управление током пучка осуществляется в условиях однократно инициированного разряда). Во-вторых, сеточное управление позволяет расширить рабочий диапазон тока электронного пучка, нижняя граница которого в классических режимах генерации пучка находится в пределах порогового тока дугового разряда, необходимого для существования катодного пятна. Последнее преимущество очень важно в том числе с точки зрения предварительной наработки анодной или пучковой плазмы, необходимой для транспортировки электронного пучка до коллектора-мишени, предварительной под-

готовки ее поверхности в течение единого импульса тока пучка субмиллисекундной длительности.

В данной работе приведены результаты исследований направленных на управление током и мощностью пучка за счет одновременного (комбинированного) использования описанных выше способов, что в дальнейшем позволит расширить диапазон регулировки тока пучка в течение импульса его генерации.

### Эксперимент

Эксперименты проведены с использованием электродной системы источника электронов «СОЛО» [5], эмиссия в котором осуществляется из частично открытой поверхности плазмы (слоевая стабилизация), генерируемой дуговым разрядом и источников электропитания, подключенных по схеме рис.1.

Для обеспечения возможности управления током пучка как с помощью модуляции дугового разряда, так и с помощью сеточного управления торец полого анода был перекрыт сеткой (сетка 1, рис.1) из нержавеющей стали с размером ячейки  $h = 0,7$  мм. В качестве эмиссионной сетки использовалась сетка с размером ячейки  $h = 0,2$  мм (сетка 2, рис.1). Для модуляции амплитуды тока дугового разряда и межсеточного напряжения использовались отдельные источники электропитания. Схема подключения источников показана на рис.1.

Для инициирования основного разряда используется вспомогательный разряд, генерируемый источником электропитания 1 (рис.1). Через 20 мкс после зажигания вспомогательного разряда генерируется основной разряд между катодом и полым анодом с возможностью модуляции тока при помощи источника электропитания 2. Для работы в режиме плазменного триода используется сеточное управление. Смещение на сетку подается с помощью двух встречно подключенных источников электропитания 3 и 4. Источник электропитания 3 задает опорное (запирающее) смещение, значением напряжения до 100 В, относительно которого производится управление смещением потенциала сетки 2 относительно сетки

1 источником электропитания 4. Схема источника электропитания 4 позволяет модулировать межсеточное напряжение в диапазоне (0–150 В). Общее напряжение на выводах источников 3 и 4 может регулироваться в диапазоне от –100 В до +150 В.

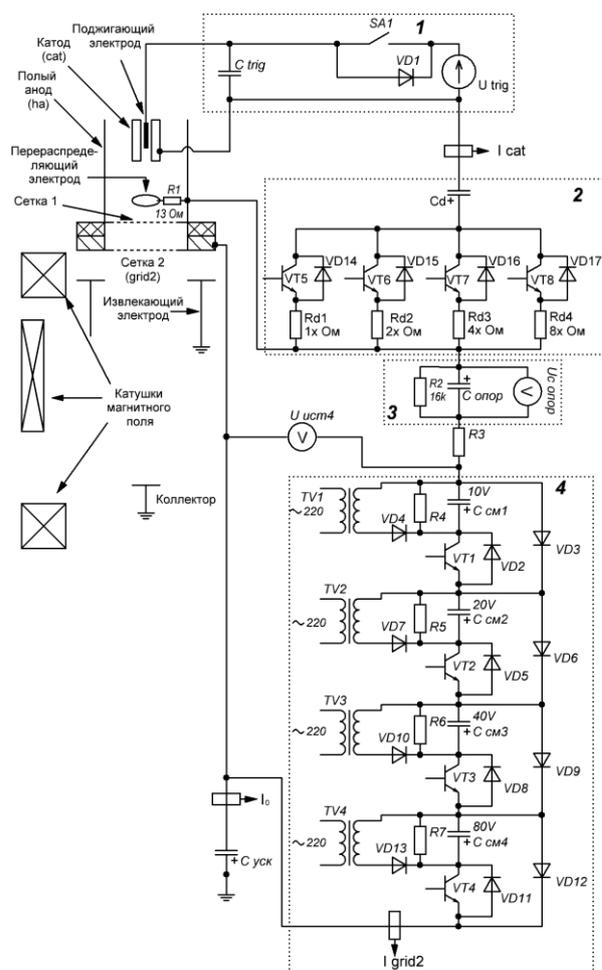


Рис.1. Схема электродов разрядной системы плазменного катода и источников электропитания: сетка 1 –  $h_1 = 0,7$  мм; сетка 2 –  $h_2 = 0,2$  мм;  $R_3 = 0,1$  Ом;  $I$  – источник питания вспомогательного разряда; 2 – источник питания дугового разряда; 3 – источник опорного смещения; 4 – источник управляемого смещения;  $U_{C\text{ опор}}$  – опорное напряжение;  $U_{\text{см}4}$  – напряжение на выводах источника смещения 4;  $I_{\text{cat}}$  – ток в цепи катода;  $I_{\text{grid}2}$  – ток в цепи сетки 2;  $I_0$  – ток в цепи ускоряющего промежутка.

Источник опорного напряжения необходим для уменьшения и даже исключения фонового тока в ускоряющем промежутке, который обусловлен неполным перекрытием ячейки эмиссионной сетки ионным слоем, в результате чего малая доля электронов всё же способна выйти в ускоряющий промежуток. Уменьшение ширины ячеек

эмиссионной сетки в этом случае является одним из способов снижения фонового тока, но имеет свои ограничения как из-за конструктивных особенностей, так и из-за снижения эффективности извлечения электронов из плазменного эмиттера в ускоряющий промежуток в случае снятия потенциального барьера с сетки. Ограничением такого способа снижения фонового тока является рост напряженности электрического поля при увеличении опорного напряжения, что может приводить к инициированию катодного пятна на эмиссионной сетке и развитию дополнительного дугового разряда между сетками, что будет неизбежно приводить к электрическому пробоем ускоряющего зазора. Сопротивление  $R_3$  необходимо для ограничения тока в случае межсеточного пробоя.

Поскольку система электропитания плазменного катода находится под его высоким ускоряющим потенциалом ( $U_{уск} =$  до 25 кВ), каждый из транзисторов источников электропитания управляется по оптоволоконным (развязанным) каналам связи от единой системы управления, которая управляет состоянием этих транзисторов в каждый момент генерируемого импульса тока разряда.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

В рамках работы реализована уникальная возможность одновременной регулировки тока пучка за счет изменения как концентрации эмиссионной плазмы, так и ширины приэлектродного ионного слоя вблизи эмиссионной сетки. Преимуществом такого подхода в генерации электронного пучка является то, что он позволяет расширить диапазон амплитуды тока генерируемого пучка. На рис.2 приведен пример уставки сигналов тока разряда и напряжения управляемого смещения на выводах источника 4, необходимые для генерации электронного пучка в режиме комбинированного управления, а на рис.3 приведены реальная осциллограмма тока пучка и осциллограммы токов в различных цепях источника электронов в режиме генерации: давление рабочего газа в камере  $p = 3 \cdot 10^{-4}$

Торр; ведущее магнитное поле  $B_z = 30$  мТл; начальное ускоряющее напряжение  $U_0 = 10$  кВ, напряжение на выводах источника опорного напряжения  $U_{C\text{ опор}} = 100$  В.

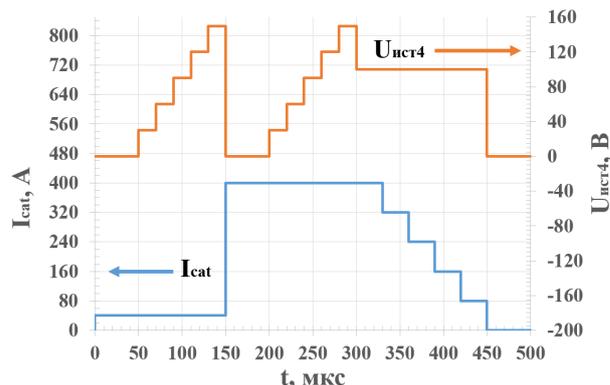


Рис.2. Уставка тока разряда и управляемого смещения.

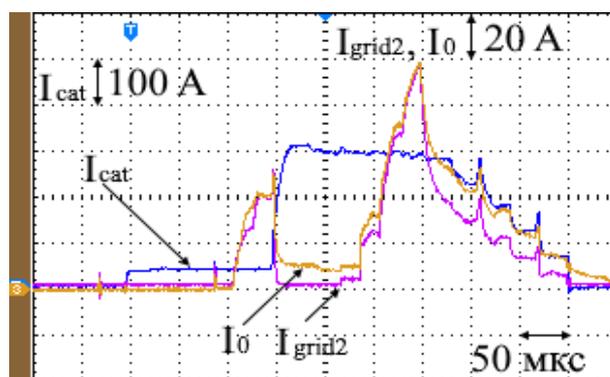


Рис.3. Характерные осциллограммы токов в источнике электронов в режиме совмещенного управления при  $p = 3 \cdot 10^{-4}$  Торр;  $B_z = 30$  мТл;  $U_0 = 10$  кВ,  $U_{C\text{ опор}} = 100$  В.

Данный импульс демонстрирует возможность комбинированного управления током электронного пучка, как с помощью управления током разряда, так и с помощью подачи межсеточного напряжения, приводящей к изменению ширины ионного слоя в течение импульса тока пучка субмиллисекундной длительности. В данном случае в первые 150 мкс импульса модуляция осуществляется только с помощью сеточного управления. После 150 мкс ток дугового разряда повышается, а форма импульса напряжения смещения повторяет форму в первые 150 мкс. Во временном диапазоне (300–450) мкс управление током пучка осуществляется только за счет управления током дугового разряда. Выбросы тока дугового разряда во временном диапазоне (300–450) мкс при ступенчатом изменении тока

пучка связаны с конечным временем закрытия IGBT-модулей (до нескольких микросекунд), таким образом реализуется ситуация, в которой один модуль уже открылся, а второй еще не успел закрыться. Данная проблема в дальнейшем будет решена изменением алгоритма управляющей программы.

### **Заключение**

Разработан и реализован метод управления током электронного пучка в источниках электронов с плазменным катодом со слоевой стабилизацией границы эмиссионной плазмы позволяющая производить управление в комбинированном режиме в течение импульса генерации – как за счет изменения концентрации эмиссионной плазмы, так и за счет ширины ионного слоя у специально введенного управляющего сеточного электрода.

Экспериментально продемонстрирована возможность генерации электронного пучка в таком комбинированном режиме, что в дальнейшем позволит расширить диапазон регулировки тока пучка (в области малых амплитуд), осуществляемой в течение импульса его генерации в технологических источниках электронов с сеточным плазменным эмиттером, расширяя тем самым его потенциальные возможности при модификации поверхности материалов и изделий.

Работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда (проект № 23-29-00998).

### **Литература**

[1] Коваль Н.Н., Девятков В.Н., Воробьев М.С. Источники электронов с сеточным плазменным эмиттером: прогресс и перспективы // Известия вузов. Физика. – 2020. – Т. 63, № 10(754). – С. 7-16. – DOI: 10.17223/00213411/63/10/7.

[2] Коваль Н.Н., Окс Е.М., Протасов Ю.С., Семашко Н.Н. Эмиссионная электроника (Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2009), 596 с. [E.M. Oks Plasma Cathode Electron Sources — Physics, Technology, Applications (WILEY-VCH, NY., 2006), p. 172. DOI: 10.1002/3527609415].

[3] Vorobyov M.S., Koval N.N., Moskvina P.V., Teresov A.D., Doroshkevich S.Yu., Yakovlev V.V., Shin V.I. Electron beam generation with variable current amplitude during its pulse in a source with a grid plasma cathode // Journal of Physics: Conference Series. – 2019. – V. 1393. – P. 012064. – DOI:10.1088/1742-6596/1393/1/012064.

[4] Шин В.И., Воробьев М.С., Москвин П.В. [и др.]. Широкая и амплитудная модуляция тока пучка для управления его мощностью в течение импульса субмиллисекундной длительности // Известия вузов. Физика. – 2022. – Т. 65, № 11(780). – С. 176-184. – DOI: 10.17223/00213411/65/11/176.

[5] Devyatkov V.N., Koval N.N., Schanin P.M., Grigoryev V.P. and Koval T.V. Generation and propagation of high-current low-energy electron beams // Laser and Particle Beams. – 2003. – V. 21. – pp. 243-248.

### Широкоапертурный ускоритель электронов на основе высоковольтного тлеющего разряда с генерацией плазмы планарными магнетронами

А.Г. Иванов, Д.А. Карпов, С.Л. Косоголов, Н.А. Успенский

АО «НИИЭФА»

196641, Санкт-Петербург, Металлострой, дорога на Металлострой, 3, Россия

E-mail: kosogorov@niiefa.spb.su

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-101-106

В данной работе в широкоапертурном ускорителе электронов на основе самостоятельного высоковольтного тлеющего разряда для генерации плазмы вспомогательного разряда успешно применены комбинированные безнакальные источники на основе планарных магнетронов и орбитронного разряда. Исследованы зондовые характеристики плазмы вспомогательного разряда и процессы, влияющие на характер распределения плотности тока по сечению выведенного пучка.

#### Введение

Электронные ускорители с выводом пучка большого сечения в атмосферу или иную среду с энергией до 300 кэВ находят широкое применение в радиационных технологиях, плазмохимических реакторах, газовых электро-ионизационных лазерах и др. Их особенностью является синхронное облучение поверхностей или газовых объемов с большим поперечным сечением. В работе [1] приведен обзор общих требований к таким пучкам, их практическому применению и перспективы использования.

Наряду с наиболее распространенными ускорителями на основе ряда протяженных прямонакальных термоэмиттеров [2–4] широкое применение находят ускорители электронов на основе высоковольтного тлеющего разряда (ВТР) [5–7]. Принцип действия этих ускорителей основан на ион-электронной эмиссии с холодного металлического катода ВТР при бомбардировке его быстрыми ионами и нейтралами [8, 9].

На рис.1 представлена ячейка ускорителя на основе ВТР, иллюстрирующая принцип действия. На катод ВТР подается ускоряющее напряжение, ионы извлекаются из области прианодной плазмы ускоряющим полем, провисающим в отверстия в аноде ВТР, нейтралы рождаются в ускоря-

ющем промежутке в результате перезарядки. Основными конструктивными узлами ускорителя на основе ВТР являются: катод ВТР – металлическая пластина, находящаяся под потенциалом ускоряющего напряжения; анод ВТР – перфорированная пластина под “земляным” потенциалом; устройство вывода пучка электронов, состоящее из опорной решетки с фольгой. Анод делит объем ускорителя на два промежутка: ускоряющий  $A$ , в котором происходит ускорение ионов к катоду и электронов в обратном направлении, и дрейфовый  $D$  – зону горения вспомогательного разряда. Катод и анод ВТР, а также опорная решетка образуют ион-электронную оптическую систему.

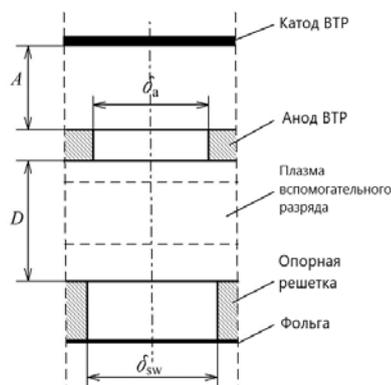


Рис.1. Элементарная ячейка ускорителя на основе ВТР:  $A$ ,  $D$  – ускоряющий и дрейфовый промежутки, соответственно.

При зажигании вспомогательного разряда и подаче на катод ускоряющего напряжения в промежутке “анод–катод” зажигается несамостоятельный высоковольтный тлеющий разряд, в поле которого происходит ускорение и перезарядка ионов, которые при бомбардировке катода вызывают эмиссию электронов. Последние ускоряются этим же полем и, пройдя ускоряющий и дрейфовый промежутки, через фольгу выводятся из ускорителя.

Прианодная плазма, или плазма вспомогательного разряда, может генерироваться различными способами. В качестве источника плазмы (из которой могут отбираться как электроны, так и ионы) может служить дуговой разряд [10, 11], тлеющий разряд с полым катодом [12], низковольтный разряд, иницируемый термокатодом [5, 9], тонкопроволочный разряд орбитронного типа [6, 13, 14]; плазма может образовываться при прохождении вспомогательного электронного пучка в дрейфовом промежутке [8] и т.д.

Наиболее часто в ускорителях ВТР, разработанных в НИИЭФА, использовались источники вспомогательного разряда на основе орбитронного разряда с анодом в виде тонкой вольфрамовой проволоки как простые и технологичные.

Необходимо отметить, что в самостоятельном режиме таким источникам присущи неустойчивости, характеризующиеся возникновением локальных катодных пятен в области горения вспомогательного разряда, сопровождающиеся кратковременным (микросекундным) снижением его напряжения горения с возможным пробоем высоковольтного промежутка ускорителя и прерыванием тока выведенного пучка. Для обеспечения устойчивости горения вспомогательного разряда и расширения его рабочего диапазона по давлению в дрейфовом промежутке были размещены дополнительные источники электронной подсветки в виде отрицательно смещенных относительно “земли” термоэммиттеров. Последние располагаются в непосредственной близости от каждого анода вспомогательного разряда и имеют собственные источники питания накала и отрицательного смещения [15].

Однако использование термоэммиттеров не только создает дополнительную тепловую нагрузку в вакуумной камере ускорителя с холодным катодом, но и лишает его одного из преимуществ в сравнении с ускорителями на основе термоэммиттеров. К тому же срок службы термоэммиттеров при рабочих давлениях  $\sim 0,1$  Па ограничен.

В данной работе в качестве источников плазмы вспомогательного разряда применены планарные магнетроны совместно с классическим орбитронным разрядом с полым катодом.

### **Применение планарных магнетронов в ускорителе ВТР**

Магнетронные распылительные системы (МРС) успешно применяются для получения покрытий различного состава как в науке, так и в промышленности. За счёт создания прикатодной магнитной ловушки для электронов со скрещенными электрическим и магнитным полями в них достигается эффективная ионизация атомов технологического газа (обычно аргона). Образующиеся таким образом ионы технологического газа ускоряются электрическим полем и бомбардируют поверхность мишени (катода магнетрона), выбивая из неё атомы, которые формируют на подложке растущее покрытие. Существуют различные конфигурации таких систем – планарные (с плоской мишенью), коаксиальные (с цилиндрической мишенью), конусные (с конусной мишенью). Также МРС классифицируют по способу электрического питания (DC, среднечастотные, высокочастотные, НРПМС – с импульсами высокой мощности) [16].

За счёт своей простоты в исполнении, возможности нанесения как металлических покрытий, так и их карбидных, нитридных, оксидных соединений, а также возможности распылять неметаллические (для высокочастотных систем) мишени, МРС заняли лидирующие позиции в технике нанесения покрытий. В то же время практически отсутствуют сведения об использовании плазмы аномального тлеющего разряда магнетронных распылительных систем с целью экстракции и ускорения заряженных частиц. В

данной работе планарный магнетрон был использован для генерации плазмы вспомогательного разряда в ускорителе на основе ВТР с целью обеспечить стабильность горения вспомогательного разряда в рабочем диапазоне давлений, обеспечивающем электрическую прочность высоковольтной структуры ускорителя электронов.

Для стендовых испытаний были изготовлены планарные магнетроны (ПМ) с магнитной системой, образующей магнитное поле арочного типа. Магнитная система состояла из неодимовых магнитов из сплава N35UH с максимальной рабочей температурой 180 °С. Величина магнитного поля на катоде под магнитной аркой составляла  $B=150\div170$  мТл. В качестве мишеней (катодов) использовались пластины из нержавеющей стали, титана и алюминиевого сплава размерами 255×75 мм толщиной 3 мм.

На рис.2 представлен эскиз ускорителя с размещенными в дрейфовом промежутке планарными магнетронами.

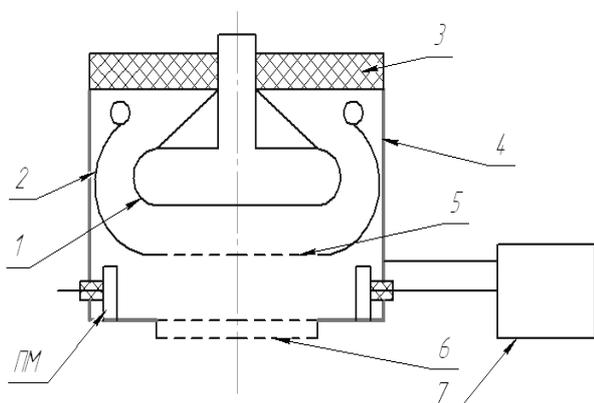


Рис.2. Эскиз ускорителя ВТР с магнетронами.

Ускоритель включает в себя высоковольтный катод 1, закрепленный на проходном изоляторе 3 внутри вакуумной камеры 4. Анод 5 ускорителя закреплен на заземленном экране 2 и служит для вытягивания ионного тока из плазмы вспомогательного разряда и формирования ускоренного пучка электронов. ПМ установлены между анодом 5 и опорной решеткой 6. Электрическое питание магнетронного разряда осуществляется с помощью источника 7. Анод и опорная решетка выполнены охлаждаемыми и имеют щелевую соосную геометрию.

Для определения характеристик ано-

дального тлеющего разряда планарного магнетрона были сняты его вольтамперные характеристики в диапазоне давлений 0,1÷0,5 Па, представленные на рисунке 3. Характеристики при давлениях 0,13 Па и 0,29 Па сняты в чисто магнетронном режиме, при давлениях 0,46 Па и 0,4 Па – в комбинированном. Напряжение горения разряда практически не зависит от тока и уменьшается с ростом давления.

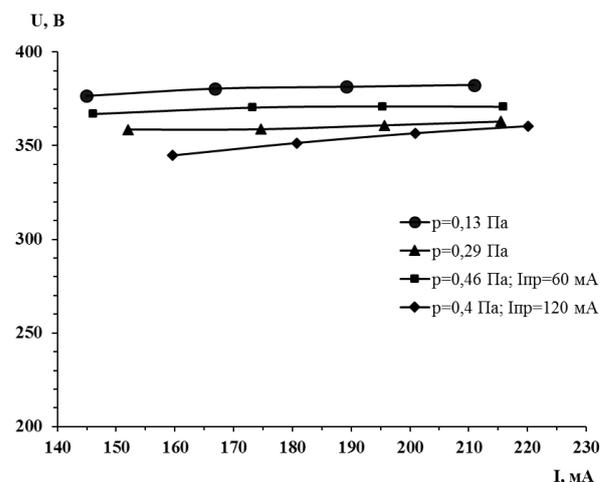


Рис.3. Вольтамперные характеристики планарного магнетрона.

Обычно рабочим газом в ускорителях ВТР НИИЭФА является гелий, как обеспечивающий максимальную электрическую прочность высоковольтных промежутков. Однако, при использовании магнетронов в качестве источников вспомогательного разряда их работа в атмосфере гелия оказалась неустойчивой, в то время как при использовании аргона магнетроны демонстрировали стабильный режим. Работа на чистом аргоне не обеспечивает электрическую прочность высоковольтных промежутков ускорителя, поэтому экспериментально была определена оптимальная газовая смесь, содержащая ~10% аргона и ~90% гелия, что обеспечило достаточную высоковольтную прочность при устойчивой работе магнетронов.

### Исследование характеристик ускорителя

При исследовании характеристик ускорителя ВТР с магнетронными источниками было определено, что на характер распределения плотности тока выведенного пучка оказывает сильное влияние не только геометрия размещения магнетронов в дрей-

фовом пространстве, но и высокая неоднородность распределения концентрации плазмы как вдоль катодной пластины магнетрона, так и в перпендикулярном направлении. Существенным также является соотношение размеров магнетронов и апертуры электронного пучка.

Для снижения степени неоднородности пучка нами был применен комбинированный метод генерации вспомогательного разряда введением дополнительных источников вспомогательного разряда орбитронного типа, как показано на рис.4. Тонкопроволочные аноды располагались вне апертуры пучка в перпендикулярном направлении относительно магнетронов.

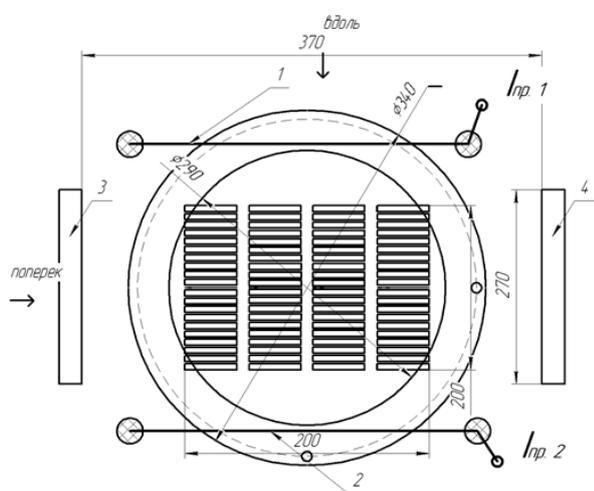


Рис.4. Расположение в дрейфовой области ускорителя планарных магнетронов и анодов орбитронного разряда. 1, 2 – тонкопроволочные аноды; 3, 4 – магнетроны.

При проведении экспериментов токи анодов независимо могли регулироваться в широком диапазоне. Установлено, что данное техническое решение существенно снижает степень неоднородности распределения плотности тока выведенного пучка (от  $\pm 30\%$  до  $\pm 12\%$ ), при этом расширяется рабочий диапазон ускорителя по давлению, кроме того, не отмечено появление неустойчивостей, характерных для самостоятельного орбитронного разряда. Можно также отметить, что эксперименты показали повышение равномерности распределения плотности тока выведенного пучка с ростом тока орбитронного разряда. При этом, как видно из рис.3, увеличение давления рабочего газа или величины тока орбитронного

разряда приводит к снижению напряжения горения магнетронного разряда, вольт-амперная характеристика которого является слабо растущей в указанном диапазоне его токов.

Экспериментальные исследования характеристик ускорителя были проведены в диапазоне ускоряющего напряжения от 110 до 200 кВ при различных давлениях, токах нагрузки, с плотностью тока выведенного электронного пучка от 10 до 30 мкА/см<sup>2</sup>. при его сечении 20×20 см<sup>2</sup>. Плазма вспомогательного разряда создавалась в дрейфовом промежутке двумя планарными магнетронами и орбитронным разрядом с двумя тонкопроволочными анодами. Использовалась фольга устройства вывода пучка толщиной 30 мкм из алюминиевого сплава АМг-2н, геометрическая прозрачность опорной решетки 66%.

На рис.5 представлена результирующая характеристика ускорителя – зависимость коэффициента вывода пучка от ускоряющего напряжения при давлении в вакуумной камере  $p = 0,15$  Па.

Необходимо отметить, что рабочий диапазон давления в вакуумной камере ускорителя с таким способом генерации плазмы более узкий, чем при использовании только орбитронного разряда. Кроме того, на осциллограмме выведенного пучка отмечена высокочастотная модуляция по амплитуде не менее  $\pm 10\%$ , что, по-видимому, обусловлено особенностью работы планарных магнетронов с характерной осцилляцией электронной компоненты, при этом уровень модуляции пучка падает с ростом тока пучка.

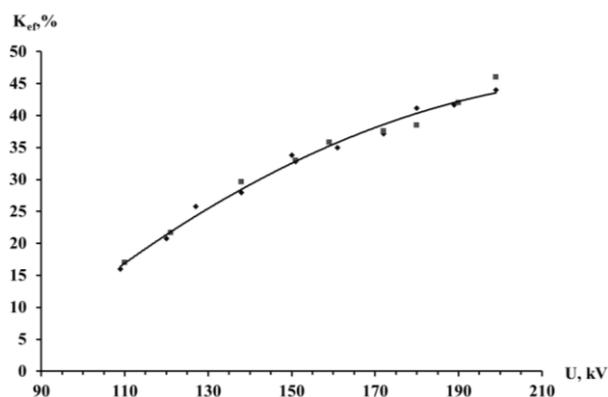


Рис.5. Зависимость коэффициента вывода пучка от ускоряющего напряжения.

## Исследование зондовых характеристик

Для оценки параметров электронной компоненты плазмы вспомогательного разряда в экспериментах в магнетронном и комбинированном (магнетрон-орбитронном) режимах проведены измерения зондовых характеристик с использованием одиночного цилиндрического зонда Ленгмюра.

Зонд, изготовленный из вольфрамовой проволоки  $\varnothing 0,35$  мм длиной 12 мм, располагался в дрейфовом промежутке на расстоянии не менее 7 см от магнетрона и тонкопроволочного анода для исключения влияния магнитного и электрического полей. Измерения проводились в широком диапазоне давлений, потенциалов зонда и токов орбитронного разряда.

Температура электронов  $T_e$  рассчитывалась путем логарифмирования электронной ветви зондовой ВАХ на участке между плавающим потенциалом  $\varphi_f$  и потенциалом плазмы  $\varphi_p$  относительно полого катода орбитронного разряда. Плавающий потенциал  $\varphi_f$  – точка пересечения зондовой характеристики оси абсцисс, за потенциал плазмы  $\varphi_p$  принималась точка перегиба на электронной ветви зондовой ВАХ. Концентрация электронов рассчитывалась по классической формуле:

$$n_e = 4i_e \left( S \cdot e \sqrt{\frac{8kT_e}{\pi m}} \right)^{-1};$$

где  $i_e$  – электронный ток насыщения;  $S$  – площадь зонда;  $e$ ,  $m$  и  $k$  – заряд электронов, масса и постоянная Больцмана соответственно;  $T_e$  – температура электронов.

На рис.6 представлена зондовая характеристика, снятая при давлении 1,5 Па. Кривая 1 – чисто магнетронный режим при плотности тока магнетрона 1,37 мА/см<sup>2</sup>, кривая 2 – комбинированный режим с током орбитронного разряда  $I_{np} = 24$  мА, кривая 3 – комбинированный режим с током орбитронного разряда  $I_{np} = 120$  мА.

Смещение на зонд прикладывалось относительно вакуумной камеры ускорителя, которая для магнетрона является анодом, а для орбитронного разряда – полым катодом. Температура электронов составила  $T_e = 4-7$  эВ в магнетронном режиме и  $T_e = 9-$

11 эВ – в комбинированном, концентрация электронов получена в диапазоне  $n_e = 2 \cdot 10^{16} - 5 \cdot 10^{15}$  м<sup>-3</sup>, причем концентрация плазмы снижается с ростом тока орбитронного разряда, что можно объяснить перераспределением плазмы в объеме.

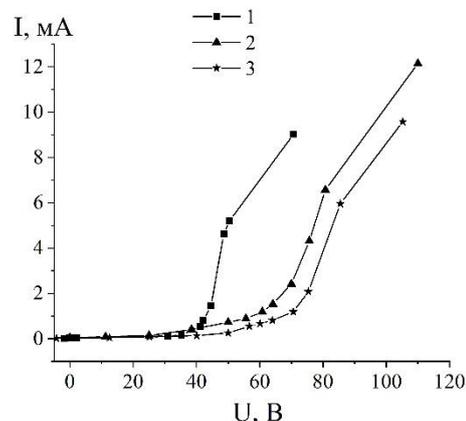


Рис.6. Зондовые характеристики: 1 – магнетронный режим, 2 – комбинированный режим  $I_{np} = 24$  мА, 3 – комбинированный режим  $I_{np} = 120$  мА.

Дальнейшее повышение потенциала зонда при рабочем давлении приводило к монотонному росту зондового тока и при напряжении 150 В потенциал зонда был близок к потенциалу анода орбитронного разряда, что приводило к лавинообразному нарастанию тока зонда.

## Заключение

В широкоапертурном ускорителе ВТР успешно применены комбинированные безнакальные источники вспомогательного разряда на основе планарных магнетронов и орбитронного разряда.

Показано, что в ускорителях на основе высоковольтного тлеющего разряда в качестве источников плазмы вспомогательного разряда возможно использование планарных магнетронов, при этом магнетронные источники обладают высокой стабильностью параметров, долговечностью и надежностью. Применение магнетронных источников исключает появление неустойчивостей, характерных для самостоятельного орбитронного разряда в ускорителях ВТР и не требует использования дополнительных термонакаливаемых элементов.

Также по следам ионного травления отмечено крайне незначительное распыле-

ние материала мишени магнетронов даже при использовании алюминиевого сплава, которое может быть сведено практически к нулю при использовании, например, вольфрамовых мишеней. Данное преимущество выгодно отличает такого типа источники от, например, источников с использованием дугового разряда.

Исследованы зондовые характеристики плазмы вспомогательного разряда и процессы, влияющие на характер распределения плотности тока по сечению выведенного пучка.

Ускоритель генерирует пучок площадью  $20 \times 20 \text{ см}^2$  с ускоряющим напряжением до 200 кВ и плотностью тока от 10 до 30 мкА/см<sup>2</sup>. Продемонстрированные характеристики являются весьма перспективными для данного класса ускорителей.

## Литература

[1] Бугаев С.П., Крейнделъ Ю.Е., Щанин П.М. Электронные пучки большого сечения. М.: Энергоатомиздат, 1984. 112 с.

[2] Аброян М.А., Богомазов П.М., Желтов В.А. и др. // ВАНТ. Сер. “Электрофизическая аппаратура”. Л.: Энергоатомиздат, 1989. Вып. 24. С. 48.

[3] Аброян М.А., Бодакин Л.В., Косогоров С.Л., Манукян Г.Ш., Шведюк В.Я., Джигайло И.Д., Красюков А.Г. // Сб. докладов “Десятого международного совещания по применению ускорителей заряженных частиц в промышленности и медицине”. (С. Петербург, октябрь, 2001) М.: ЦНИИАтоминформ, 2001. С. 422.

[4] Баранов Г.А., Бодакин Л.В., Гурашвили В.А., Джигайло И.Д., Комаров О.В., Косогоров С.Л., Кузьмин В.Н., Сень В.И., Ткаченко Д.Ю., Успенский Н.А., Шведюк В.Я. // ПТЭ. 2013. № 1. С. 81. <https://doi.org/10.7868/S0032816213010047>

[5] Pigache D., Bonnet Y., Fournier G.A. // Proc. Intern. Conf. on phenom. in ionized gases. Minsk, 1981. P. 865.

[6] Дорошкевич С.Ю., Воробьев М.С., Торба М.С., Гришков А.А., Коваль Н.Н., Сулакшин С.А., Шугуров В.В., Леванисов В.А. // ПТЭ. 2023. № 3. с. 53–60.

[7] Аброян М.А., Косогоров С.Л., Мотовилов С.А., Туманов И.А., Шведюк В.Я. Разработка и исследование генератора озона на основе несамостоятельного разряда и пути повышения его эффективности // В кн. “Развитие и совершенствование способов и средств очистки и обеззараживания питьевых и сточных вод”. Вологда: Полиграфист, 2003. С. 65–70.

[8] Аброян М.А., Успенский Н.А., Федяков В.П. // ПТЭ. 1984. № 4. С. 24.

[9] Аброян М.А., Евстратов И.Ю., Косогоров С.Л., Мотовилов С.А., Сиротинкин В.В., Шапиро В.Б. // ПТЭ. 1998. № 2. С. 83.

[10] Гутова Л.А., Крейнделъ Ю.Е., Никитинский В.А. Плазменный импульсный источник электронов. // Изв. вузов. Сер. Радиоэлектроника. 1970. № 1. С. 77.

[11] Казьмин Г.С., Крейнделъ Ю.Е., Щелоков А.В. Формирование электронного пучка большого сечения в высоковольтном диоде с плазменным эмиттером. // В кн. “III Украинская республиканская конференция по электронной оптике и ее применениям. Ч.1.” Харьков. 1974. С.146.

[12] Груздев В.А., Крейнделъ Ю.Е., Ремпе Н.Г., Троян О.Е. // ПТЭ. 1985. № 1. С. 140-142.

[13] Федяков В.П. Тлеющий разряд орбитронного типа. Препринт НИИЭФА: П-К-0781, 1988. М.: ЦНИИАтоминформ, 1988.

[14] Аброян М.А., Иванов Е.В., Косогоров С.Л. и др. Нормальный тлеющий разряд для управления несамостоятельным разрядом в ускорителях электронов. // Тезисы докладов Седьмой Всесоюзной конференции по физике низкотемпературной плазмы. Ташкент. ФАН: 1987. Ч. 2. С.276-277.

[15] Баранов Г.А., Гурашвили В.А., Джигайло И.Д., Комаров О.В., Косогоров С.Л., Кузьмин В.Н., Немчинов В.С., Сень В.И., Успенский Н.А., Шведюк В. Я. // ПТЭ. 2020. N 2. С.102.

[16] Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. М.: Радио и связь. 1982 г.

# Газоразрядное устройство на основе планарного магнетрона и плазменного источника ионов

А.П. Семенов, Д.Б.-Д. Цыренов, И.А. Семенова

Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)

670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия

E-mail: semenov@bscnet.ru

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-107-114

Рассмотрено гибридное газоразрядное устройство, совмещающее планарный магнетрон с плазменным ионным источником. Плоский центральный медный анод, выполняющий функции мишени, распыляемой ионным пучком, установлен относительно направления падения распыляющего ионного пучка нормально под углом  $0^\circ$  и наклонно под углом  $45^\circ$ – $50^\circ$  (с возможностью вращения), причем ось вращения анода совпадает с осью симметрии ионного пучка. Продольная инжекция ионного пучка в магнетрон и распыление ионным пучком титанового катода магнетрона способствует зажиганию аномального тлеющего разряда низкого давления  $< 8 \cdot 10^{-2}$  Па в магнетроне. Установлено, что напряжение зажигания разряда падает с повышением энергии ионов и пороговым образом зависит от тока ионного пучка. В приближении переноса кинетической энергии в каскадах столкновений рассматривается численная оценка коэффициента распыления медного анода магнетрона. Показано, при инжекции 1–10 кэВ ионного пучка в магнетрон коэффициент распыления нормально установленного медного анода магнетрона составляет 3–6 атомов на один падающий ион. При наклонном падении распыляющих ионов и прочих равных условиях обеспечивается рост коэффициента распыления медного анода магнетрона с 6 до 9 атомов на один падающий ион. При этом достигается максимальная кучность распыленных атомов меди на ростовой поверхности подложек, что позволяет вносить и регулировать с высокой точностью и в малых долевых соотношениях (единицы ат. %) примесь, в частности медь, в условиях синтеза сверхтвердых TiN–Cu-покрытий реактивным магнетронным распылением и направленно воздействовать на нанокристаллическую структуру покрытий.

## Введение

Особый интерес вызывают исследования [1–5], связанные с разработкой новых технологий получения композитных покрытий, в частности TiN–Cu. Покрытия обладают твердостью до 45 ГПа, низким коэффициентом трения 0.2, высокой адгезионной прочностью к металлической и твердосплавной подложке  $>30$  Н, повышенной степенью упругого восстановления  $<50\%$ , высокой износостойкостью  $<2600$  мкм<sup>3</sup>/Н·м, высокой термической стабильностью до 1373 К, увеличенной стойкостью к окислению до 1073 К.

Зависимость твердости покрытия от содержания меди имеет немонотонный характер. Максимальное значение твердости достигается при относительно низких концентрациях меди  $\sim(1-2)$  ат. % с формированием нанокompозитной структуры. Достижение высокой твердости TiN–Cu-покрытий связано с содержанием малых атомарных концентраций меди в синтезируемых покрытиях TiN, допускающих соблюдение высокой точности наполнения медью.

При синтезе композитных наноструктурированных покрытий TiN–Cu перспективными выглядят газоразрядные устройства на основе планарного магнетрона с инжекцией ионного пучка в магнетрон [6].

В этих условиях достигается совмещение процессов распыления ионным пучком [7] и магнетронного распыления [8–11]. При этом наряду с распылением катода, становится возможным распыление ионным пучком анода магнетрона, обуславливающее новые, не свойственные обычным конструкциям планарных магнетронов функциональные возможности. Управление параметрами ионного пучка и мощностью магнетронного разряда упрощает регулирование долевого соотношения распыляемых компонентов и выращивание композитных покрытий. Такой подход впервые был рассмотрен в [12] и получил развитие в [13].

Как свидетельствуют работы [14–19], коэффициент распыления, определяемый как среднее число атомов, выбиваемых из мишени одним падающим ионом, существенно зависит от угла между направлением

ем падения ионов на мишень и нормалью к плоскости мишени.

В настоящей работе рассматривается газоразрядное устройство на основе планарного магнетрона с инъекцией ионного пучка. Новая конструкция позволяет существенно расширить функциональные возможности планарного магнетрона, в частности, при синтезе наноструктурированных композитных покрытий TiN–Cu.

### Методика эксперимента

На основе принципа инъекции ионного пучка в магнетрон разработано газоразрядное устройство. Газоразрядное устройство содержит планарный магнетрон с центральным анодом (рис.1) и плазменный источник ионов (рис.2).

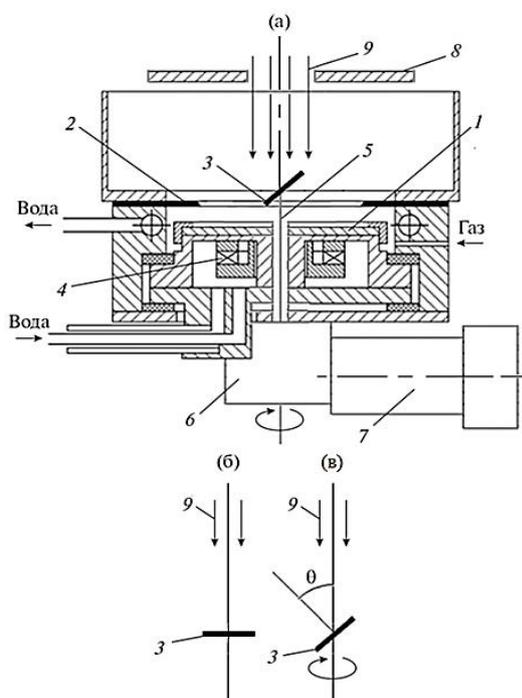


Рис.1. Планарный магнетрон с инъекцией ионного пучка: (а) – схема конструкции, (б) и (в) – направленность распыления ( $\theta$  – угол падения ионов); 1 – катод, 2 – кольцевой анод, 3 – центральный анод, 4 – кольцевые магниты, 5 – стержень, 6 – механический редуктор, 7 – электрический микродвигатель, 8 – подложки, 9 – пучок ионов.

Магнетрон (рис.1) содержит титановый катод 1 диаметром 50 мм, кольцевой анод 2 с апертурой 45 мм и центральный медный анод 3 диаметром 12 мм. Аноды установлены соответственно по периметру и на оси устройства. Кольцевой анод вы-

полнен из нержавеющей стали. Расстояние между катодом и анодами 5 мм. Центральный анод 3 выполняет функцию мишени. Кольцевые магниты 4 из самарий-кобальтового сплава создают в апертуре анода 2 и вблизи поверхности катода 1 радиальное магнитное поле с индукцией 0,03 Тл и охлаждаются проточной водой.

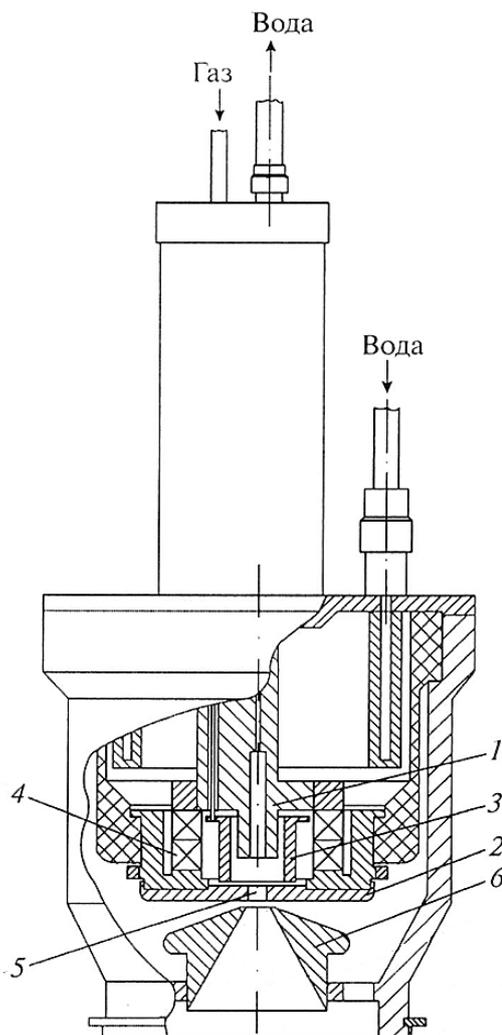


Рис.2. Плазменный источник ионов: 1, 2 – катоды, 3 – анод, 4 – кольцевые магниты, 5 – эмиссионный канал, 6 – ускоряющий электрод.

На оси магнетрона выполнено сквозное отверстие диаметром 4 мм [10]. Соосно в отверстии установлен стержень 5 диаметром 2 мм. Стержень удерживает центральный медный анод 3. Причем в случае рис.1 (а) и (в) удерживает центральный медный анод 3 наклонно с возможностью осевого вращения со скоростью 6,28 рад/с [20]. Свободным концом стержень 5 крепится к механическому редуктору 6 и приводится во

вращение электрическим микродвигателем 7. Стержень 5 и центральный анод 3 электрически соединены с кольцевым анодом 2 (положительный потенциал).

Подложки 8 располагаются горизонтально напротив активной зоны титанового катода 1. Плазмообразующая смесь газов Ar и N<sub>2</sub> натекает через отверстие, расположенное на периферии в корпусе магнетрона. Ток разряда магнетрона 0.1–0.5 А, напряжение горения разряда 400–470 В.

Общий вид планарного магнетрона представлен на рис.3.

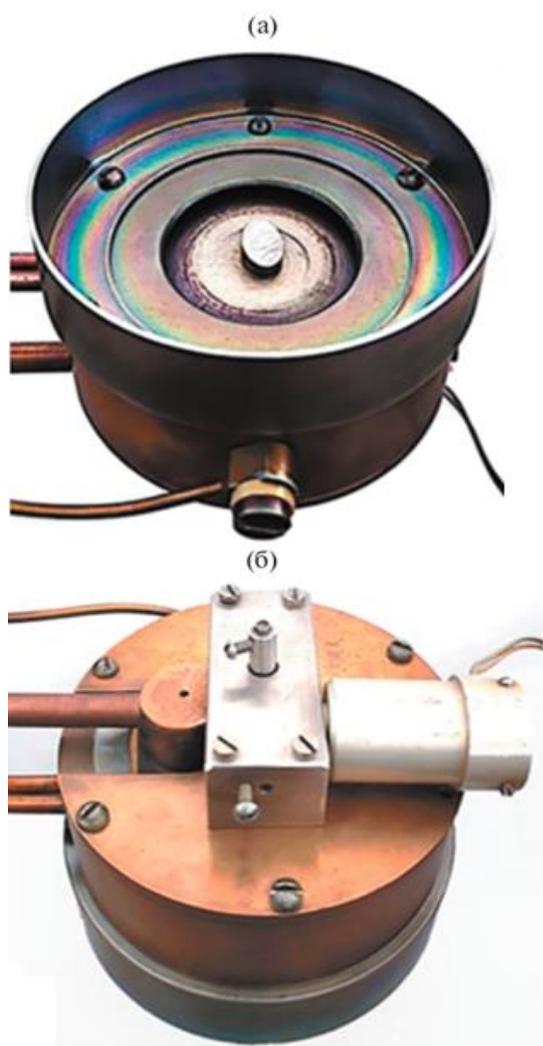


Рис.4. Общий вид магнетрона: (а) – вид сверху, (б) – вид снизу.

На периферии магнетрона, вдоль оси анода 3 устанавливается разрядная камера плазменного источника ионов (рис.2) на основе отражательного разряда с полым катодом [6, 12, 21–23]. Ионы извлекаются из

прикатодной плазмы разряда. При этом, в зависимости от соотношения тока разряда и ускоряющего напряжения плазменной фокусировкой реализуется формирование сравнительно слаборасходящегося пучка ионов (рис.4). Пучок ускоренных ионов 9 (рис.1) с током до 4 мА и энергией ионов 1–10 кэВ падает на центральный анод 3 магнетрона нормально под углом  $\theta = 0$  рис.1б, или под углом  $\theta = 45^\circ$ – $50^\circ$  рис.1в и, проникает в апертуру кольцевого анода 2, падает на катод 1.

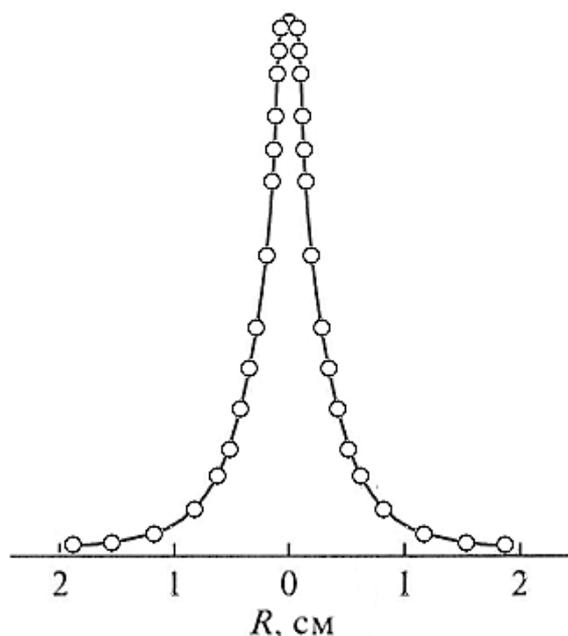


Рис.4. Распределение ионного тока на поверхности медного анода магнетрона: диаметр эмиссионного канала 4 мм, ток пучка 4 мА, ускоряющее напряжение 10 кВ.

### Результаты и их обсуждение

Рассмотрим особенности зажигания разряда низкого давления в магнетроне (катод 1 выполнен из титана) при инъекции ионного пучка в магнетрон. Доминирующими процессами зажигания аномального тлеющего разряда низкого давления  $p < 8 \cdot 10^{-2}$  Па в магнетроне являются ионно-электронная эмиссия и распыление катода магнетрона ионным пучком [6, 24].

Инициирование процесса электрического пробоя начинается с появления затравочных  $\gamma$ -электронов [25] в результате ионно-электронной эмиссии [26]. При этом появление затравочных электронов является необходимым, но недостаточным условием

пробоя при пониженном давлении. Поэтому особенностью электрического пробоя при пониженном давлении является то, что пробой может развиваться только благодаря выделению электродами паров металла в пробивной промежутке [27] в присутствии потока электронов. Очевидно, что по мере распыления ионным пучком титанового катода пробивной промежутке заполняется парами титана. Это происходит более интенсивно с увеличением энергии и тока распыляющих ионов [16], что способствует газовому усилению. Давление паров титана растет с увеличением тока ионов и их энергии, что обуславливает низкие напряжения зажигания разряда (рис.5).

Напряжение зажигания рис.5(1) резко снижается от 1.5 до 0.67 кВ в области ускоряющих напряжений пучка 3.5–6 кВ. Давление аргона  $8 \cdot 10^{-2}$  Па, ток разряда в ионном источнике 50 мА, ток пучка ионов  $0.5 \leq I_i \leq 0.7$  мА. Наблюдается слабое возрастание тока ионного пучка с ростом ускоряющего напряжения  $U_i$ . Тенденция к насыщению наблюдается при  $U_i > 6$  кВ и  $I_i > 0.6$  мА. При ускоряющем напряжении  $U_i < 3.5$  кВ разряд при бомбардировке ионами катода не зажигался во всем диапазоне напряжений до 1.5 кВ, подаваемых на электроды магнетрона, при этом ток пучка ионов  $I_i < 0.5$  мА.

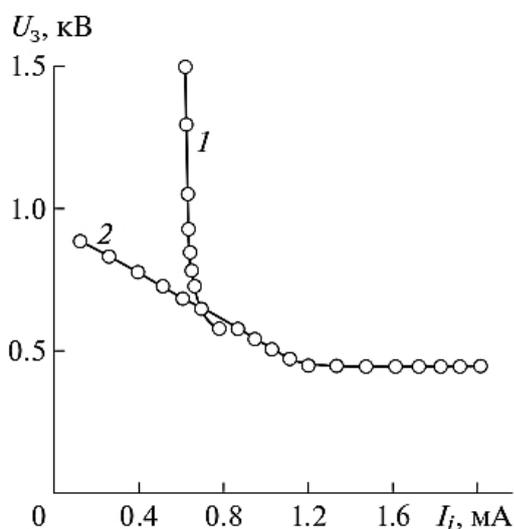


Рис.5. Зависимости напряжения зажигания  $U_z$  от тока ионного пучка  $I_i$ : 1 – ток разряда в ионном источнике 50 мА, ускоряющее напряжение  $U_i$  растет от 0 до 10 кВ, давление аргона  $8 \cdot 10^{-2}$  Па, 2 – ускоряющее ионы напряжение 8 кВ, ток разряда в ионном источнике растет от 0 до 100 мА, давление аргона  $8 \cdot 10^{-2}$  Па.

На рис.5(2) представлена зависимость напряжения зажигания от тока ионного пучка при ускоряющем напряжении 8 кВ с ростом тока разряда в ионном источнике. Поскольку ток ионного пучка однозначно зависит от тока разряда и при постоянном ускоряющем напряжении монотонно увеличивается до 1.75 мА в диапазоне роста тока разряда до 100 мА, наблюдается немонотонное изменение напряжения зажигания с увеличением тока ионного пучка. С повышением тока ионного пучка от 0.15 до 1.2 мА напряжение зажигания уменьшается от 0.9 до 0.42 кВ с последующей его стабилизацией в области повышения тока пучка ионов от 1.2 до 1.75 мА. Характер зависимости напряжения зажигания от тока ионного пучка рис.5(2) свидетельствует о существовании нижнего предельного значения напряжения зажигания, в нашем случае  $\sim 0.42$  кВ, меньше которого разряд не зажигается. Предельное напряжение зажигания в области малых ионных токов  $I_i < 0.15$  мА ограничивалось значением 0.9 кВ. Это обусловлено тем, что устойчивый разряд с полым катодом [11] при малых токах затруднен. Инициированный ускоренным ионным пучком разряд в магнетроне устойчиво горел и после гашения разряда в разрядной камере ионного источника.

Ускоренные продольно ионы 9 (рис.1) иницируют физическое распыление центрального медного анода 3, выполняя функцию, связанную с образованием паров меди [28].

Эффективность распыления Cu ионами  $Ag^+$  характеризуется коэффициентом распыления  $Y_{Cu}$ . Число атомов  $Y_{Cu}(0)$ , выбиваемых в режиме линейных каскадов, средних энергий и масс ионов одним нормально падающим на мишень ионом, описывается в приближении переноса кинетической энергии в каскадах столкновений на основе решения линеаризованного уравнения Больцмана в его интегрально-дифференциальной форме [15–19].

На основе решения уравнений каскадной теории [18] формулу расчета  $Y_{Cu}(0)$  для килоэлектронвольтовых энергий и средних масс распыляющих ионов можно привести к виду

$$Y_{Cu}(0) = \frac{0.467\alpha e^2 \alpha_o s_n(\varepsilon)}{U_o} \frac{Z_{Ar} Z_{Cu}}{(Z_{Ar}^{1/2} + Z_{Cu}^{1/2})^{2/3}} \times \frac{M_{Ar}}{M_{Ar} + M_{Cu}}, \quad (1)$$

где  $\alpha$  – безразмерная функция отношения  $M_{Cu}/M_{Ar}$  массы распыляемого атома к массе распыляющего иона,  $\alpha_o$  – борковский радиус,  $Z_{Ar}$ ,  $Z_{Cu}$  – атомные номера,  $e^2$  – квадрат заряда электрона,  $s_n(\varepsilon)$  – приведенное сечение ядерного торможения для взаимодействия Томаса–Ферми,  $U_o$  – энергия сублимации Cu.

При  $M_{Cu}/M_{Ar} = 1.59$  параметр  $\alpha = 0.351$  [16, 28].

По нижеследующей формуле [19] вычисляется  $\varepsilon$  – приведенная энергия Линдхарда для значений энергии распыляющих ионов в диапазоне 1–10 кэВ:

$$\varepsilon = \frac{0.885 M_{Cu} E_{Ar} \alpha_o}{Z_{Ar} Z_{Cu} e^2 (M_{Ar} + M_{Cu})} \frac{1}{(Z_{Ar}^{1/2} + Z_{Cu}^{1/2})^{2/3}}, \quad (2)$$

где  $E_{Ar}$ , эВ – энергия распыляющих ионов  $Ar^+$ .

Подставляя в (2)  $\alpha_o = 0.529 \text{ \AA}$ ,  $M_{Cu} = 63.54$ ,  $M_{Ar} = 39.94$ ,  $Z_{Ar} = 18$ ,  $Z_{Cu} = 29$ ,  $e^2 = 14.395 \text{ эВ} \cdot \text{\AA}$ , находим  $\varepsilon$ . Вычисленным по формуле (2) значениям  $\varepsilon$  соответствуют сведенные в таблицу значения приведенных сечений ядерного торможения  $s_n(\varepsilon)$  для взаимодействия Томаса–Ферми [19].

Подставляя в (1)  $\alpha = 0.351$  для  $M_{Cu}/M_{Ar} = 1.59$ ,  $\alpha_o = 0.529 \text{ \AA}$ ,  $Z_{Ar} = 18$ ,  $Z_{Cu} = 29$ ,  $e^2 = 14.395 \text{ эВ} \cdot \text{\AA}$ ,  $U_o = 3.46 \text{ эВ}$  [19],  $M_{Cu} = 63.54$ ,  $M_{Ar} = 39.94$ , находим численно значения коэффициента распыления  $Y_{Cu}(0)$  в зависимости от энергии ионов рис.6(1) при нормальном падении ионов  $\theta = 0$  ( $\theta$  – угол падения ионов), рис.1б. При инжекции 1–10 кэВ ионного пучка в магнетрон коэффициент распыления медного анода 3 рис.1б магнетрона составляет 3–6 атомов на один падающий ион. Численная оценка хорошо согласуется с экспериментальными значениями коэффициента распыления Cu ионами  $Ar^+$  в диапазоне энергий 1–10 кэВ [16].

В случае наклонного падения ионов направленность распыления рис.1(а) и рис.1(в) определяется углом падения ионов  $\theta$  на центральный анод 3, углом между нор-

малью к плоскости анода и направлением падения ионов. Отклонение от нормального падения ионов на угол  $\theta > 0^\circ$  приводит к уменьшению глубины проникновения части ионов на величину  $\cos\theta$  в сравнении с падением ионов по нормали к плоскости анода. При концентрировании каскада столкновений в области поверхности медного анода, достигается максимум коэффициента распыления при углах падения в области  $60^\circ$ – $70^\circ$  [18]. При этом максимальная кучность распыленных атомов меди на ростовой поверхности подложек в предлагаемой конструкции магнетрона достигается при углах падения  $45^\circ$ – $50^\circ$ . В общем случае коэффициент распыления выражается соотношением [18, 29]

$$Y_{Cu}(\theta) \sim Y_{Cu}(0) / (\cos\theta)^k, \quad (3)$$

где  $Y_{Cu}(0)$  и  $Y_{Cu}(\theta)$  – соответственно коэффициенты распыления при углах падения распыляющих ионов  $0^\circ$  и  $\theta$ .

При  $M_{Ar} < M_{Cu}$ , имеем примерное равенство  $k \sim 1$  [29]. С учетом расчетной зависимости коэффициента распыления меди рис.6(1) от энергии распыляющих ионов аргона при нормальном угле падения ионов  $\theta = 0^\circ$  из соотношения (3) рассчитаны численно значения коэффициента распыления  $Y_{Cu}(\theta)$  в зависимости от угла падения  $\theta$  рис.6(2). Рассчитанные значения коэффициента распыления по формуле (3) хорошо согласуются с экспериментальными значениями коэффициентов распыления Cu ионами  $Ar^+$  [19] в диапазоне килоэлектронвольтных энергий распыляющих ионов. Расчет показывает, что при наклонном падении ионов коэффициент распыления медного центрального анода при прочих равных условиях увеличивается с 6 до 9 атомов на один падающий ион рис.6(2), при этом обеспечивается максимальная кучность распыленных атомов меди на ростовой поверхности подложек.

Испытание планарного магнетрона с ионным источником [30, 31] показало высокую надежность разработанного газоразрядного устройства и стабильность параметров. Наряду с расширенными возможностями инициирования аномального тлеющего разряда низкого давления новый подход

позволяет упростить управление элементарным и химическим составом наращиваемых реактивным магнетронным распылением сверхтвердых покрытий TiN–Cu. В качестве подложек 8 (рис.1) используются шестигранные сменные пластины (табл.1), тип 11114 (HNUM) ГОСТ 19068-80, из твердого сплава T15K6, которые также применяются для проходных резцов и торцевых фрез.

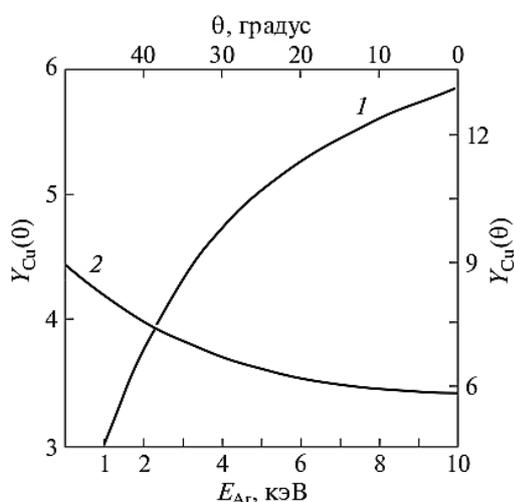


Рис.6. Расчетные зависимости коэффициента распыления меди: 1 – от энергии распыляющих ионов аргона ( $\theta = 0^\circ$ , ток пучка ионов 4 мА), 2 – от угла падения распыляющих ионов аргона (ток пучка ионов 4 мА, энергия ионов 10 кэВ).

Таблица 1. Шестигранная сменная пластина.

Обозначение		Размеры пластины, мм			
Цифровое	Буквенно-цифровое	$L$	$D$	$d$	$s$
11114-090408	HNUM-090408	9,1	15,875	6,35	4,76

Примечание.  $L$  – длина боковой грани,  $D$  – расстояние между противоположными гранями,  $d$  – диаметр отверстия,  $s$  – толщина пластины.

Общий вид пластины из твердого сплава T15K6 с покрытием TiN–Cu показан на рис.7.



Рис.7. Изображение шестигранной сменной пластины из твердого сплава T15K6 с покрытием TiN–Cu.

Исследование строения поверхности композитного покрытия TiN–Cu (атомно-силовой микроскоп Multi-Mode-8) свидетельствует о том, что покрытие имеет характерную [1] однородную глобулярную структуру с размерами кристаллитов в пределах 50–100 нм. Микротвердость сформированных слоев исследовали на микротвердомере ПМТ-3 М, укомплектованном цифровой камерой с программой обработки изображений отпечатков NEXSYS ImageExpert MicroHardness 2. Микротвердость покрытий составляет  $\sim 42$  ГПа.

### Заключение

Разработана конструкция гибридного газоразрядного устройства, совмещающая планарный магнетрон с плазменным ионным источником. Экспериментально показана возможность снижения давления зажигания аномального тлеющего разряда низкого давления, воздействием на катод планарного магнетрона ускоренными ионами, инжектируемыми вдоль оси анодного электрода. Доминирующими процессами зажигания аномального тлеющего разряда низкого давления,  $p < 8 \cdot 10^{-2}$  Па, в магнетроне являются ионно-электронная эмиссия и распыление катода магнетрона ионным пучком.

Расчет коэффициента распыления медного центрального анода магнетрона показывает, при нормальном падении распыляющих ионов с энергией 1–10 кэВ коэффициент распыления медного анода магнетрона составляет 3–6 атомов на один падающий ион. При наклонном падении распыляющих ионов и прочих равных условиях обеспечивается рост коэффициента распыления медного анода магнетрона с 6 до 9 атомов на один падающий ион, при этом достигается максимальная кучность распыленных атомов меди на ростовой поверхности подложек.

Физическое распыление ионным пучком позволяет вносить и регулировать с высокой точностью и в малых долевых соотношениях примесь, в частности медь, в условиях синтеза сверхтвердых покрытий TiN–Cu реактивным магнетронным распы-

лением и направленно воздействовать на нанокристаллическую структуру покрытий.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта РФФИ № 20-08-00207\_а и государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ, научная тема № 0270-2021-0001.

## Литература

[1] Semenov A.P., Tsyrenov D.-B.D., Semenova I.A. An apparatus for vacuum deposition of composite TiN–Cu coatings using coupled vacuum-arc and ion-plasma processes // *Instruments and Experimental Techniques*. 2017. Vol. 60. No. 6. P. 892–895.

[2] Ivanov Yu.F., Koval N.N., Krysina O.V., Baumbach T., Doyle S., Slobodsky T., Timchenko N.A., Galimov R.M., Shmakov N. Superhard nanocrystalline Ti–Cu–N coatings deposited by vacuum arc evaporation of a sintered cathode // *Surface and Coatings Technology*. 2012. V. 207. P. 430-434.

[3] He J.L., Setsuhara Y., Shimizu I., Miyake S. Structure refinement and hardness enhancement of titanium nitride films by addition of copper // *Surface and Coatings Technology*. 2001. V. 137. P. 38-42.

[4] Myung H.S., Lee H.M., Shaginyan L.R., Han J.G. Microstructure and mechanical properties of Cu doped TiN superhard nanocomposite coatings // *Surface and Coatings Technology*. 2003. V. 163–164. P. 591-596.

[5] Myung H.S., Han J.G., Boo J.H. A study on the synthesis and formation behavior of nanostructured TiN films by copper doping // *Surface and Coatings Technology*. 2004. V. 177–178. P. 404-408.

[6] Semenov A.P., Semenova I.A., Tsyrenov D.B-D., Nikolaev E.O. A gas-discharge sputtering device based on a planar magnetron with an ion source // *Instruments and Experimental Techniques*. 2020. Vol. 63. No. 5. P. 782–786.

[7] Семенов А.П. Техника распыления ионными пучками. Улан-Удэ: Изд-во Бурятского научного центра СО РАН, 1996. 120 с.

[8] Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. М.: Радио и связь, 1982. 72 с.

[9] Белянин А.Ф., Пашенко П.В., Семенов А.П. Устройство ВЧ магнетронного

распыления для выращивания тонких пленок // *Приборы и техника эксперимента*. 1991. № 3. С. 220-222.

[10] Семенов А.П., Батуев Б.-Ш.Ч. Планарный магнетрон в вакуумном универсальном посту ВУП-5 // *Приборы и техника эксперимента*. 1991. № 5. С. 192-195.

[11] Семенов А.П. Пучки распыляющих ионов: получение и применение. Улан-Удэ: Изд-во Бурятского научного центра СО РАН, 1999. 207 с.

[12] Семенов А.П. Влияние продольной инжекции быстрых ионов на зажигание тлеющего разряда низкого давления в газомagnetроне // *Сибирский физико-технический журнал*. 1993. Вып. 6. С. 68-72.

[13] Семенов А.П., Семенова И.А. Снижение давления зажигания аномального тлеющего разряда в магнетроне при облучении катода магнетрона ионным пучком // *Приборы и техника эксперимента*. 2009. № 1. С.110-114.

[14] Плешивцев Н.В., Семашко Н.Н. Применение ионных пучков для технологических целей: нагрев плазмы до термоядерных температур, ионная очистка поверхностей, получение тонких пленок и области применения ускорителей ионов // *Итоги науки и техники. Сер. Физические основы лазерной и пучковой технологии*. М.: ВИНТИ, 1989. Т. 5. С. 55-112.

[15] Фундаментальные и прикладные аспекты распыления твердых тел / Под ред. Е.С. Машковой. М.: Мир, 1989. 349 с.

[16] Распыление твердых тел ионной бомбардировкой. Физическое распыление одноэлементных твердых тел / Под ред. Р. Бериша. М.: Мир, 1984. 336 с.

[17] Плетнев В.В. Современное состояние теории физического распыления неупорядоченных материалов // *Итоги науки и техники. Сер. Пучки заряженных частиц и твердое тело*. М.: ВИНТИ, 1991. Т. 5. С. 4–62.

[18] Sigmund P. Theory of sputtering. 1. Sputtering yield of amorphous and polycrystalline targets // *Phys. Rev.* 1969. V. 184. No 2. P. 383-416.

[19] Габович М.Д., Плешивцев Н.В., Семашко Н.Н. Пучки ионов и атомов для управляемого термоядерного синтеза и тех-

нологических целей. М.: Энергоатомиздат, 1986. 248 с.

[20] Semenov A.P., Tsyrenov D. B.-D., Semenova I. A. Planar magnetron with rotary central anode sputtered by an ion beam // Instruments and Experimental Techniques. 2023. Vol. 66. No. 1. P. 173–176.

[21] Семенов А.П. Характеристики отражательного разряда с коробчатой катодной полостью и эмиссионные свойства плазмы разряда // Журнал технической физики. 2007. Т. 77. Вып. 2. С. 131-135.

[22] Источники заряженных частиц с плазменным эмиттером / Под ред. П.М. Щанина. Екатеринбург: УИФ Наука, 1993. 148 с.

[23] Семенова А.А., Гудилин Е.А., Семенова И.А., Семенов А.П., Иванов В.К., Третьяков Ю.Д. Наноструктурированные композитные пленки диоксид кремния – серебро с эффектом плазмонного резонанса // Доклады Академии наук. 2011. Т. 438. № 4. С.490-493.

[24] Семенов А.П., Семенова И.А., Цыренов Д.Б.-Д., Николаев Э.О. Свойства магнетронного разряда низкого давления в условиях инициирования пучком ускоренных ионов эмиссионных процессов на электродах разряда // Известия высших учебных заведений. Физика. 2020. Т. 63. № 10. С. 102-108.

[25] Райзер Ю.П. Физика газового разряда. М.: Наука, 1987. 592 с.

[26] Брусиловский Б.А. Кинетическая ионно-электронная эмиссия. М.: Энергоатомиздат, 1990. 184 с.

[27] Месяц Г.А., Проскуровский Д.И. Импульсный электрический разряд в вакууме. Новосибирск: Наука, 1984. 256 с.

[28] Semenov A.P., Semenova I.A., Tsyrenov D.B.-D., Nikolaev E.O. Physical sputtering of a copper anode of a planar magnetron by a beam of accelerated argon ions with an energy of 1–10 keV // Instruments and Experimental Techniques. 2021. Vol. 64. No. 4. P. 539–541.

[29] Yamamura Y., Shimizu R., Shimizu H., Itoh N. Ion-induced sputtering // Ион оё токую (Japan). 1983. V. 26. No 2. P. 69-87.

[30] Семенов А.П., Цыренов Д.Б.-Д., Семенова И.А. Газоразрядное распылительное устройство на основе планарного магнетрона с ионным источником. Патент на изобретение № 2752334 RU // Оpubл. 26.07.2021. Бюл. № 21.

[31] Семенов А.П., Цыренов Д.Б.-Д., Семенова И.А. Планарный магнетрон с ротационным центральным анодом. Патент на изобретение № 2792977 RU // Оpubл. 28.03.2023. Бюл. № 10.

# Источники нерелятивистских сильноточных электронных пучков на базе катодов со встроенными дуговыми источниками плазмы

П.П. Кизириди, Г.Е. Озур

Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)

634055, Томск, пр-т Академический, 2/3, Россия

E-mail: ozur@lve.hcei.tsc.ru

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-115-122

Представлен краткий обзор работ и ряд новых результатов по генерированию нерелятивистских сильноточных электронных пучков в пушках с катодным узлом со встроенными в него резистивно развязанными дуговыми источниками плазмы, инициируемыми пробоем по поверхности диэлектрика. Показано, что источники импульсных электронных пучков на базе таких пушек обладают рядом преимуществ по сравнению с традиционными источниками с многопроволочным взрывоэмиссионным катодом и плазменным анодом: повышенной средней плотностью тока, улучшенной стабильностью параметров пучка и рядом других. Исследована работа источников в режиме вакуумного, газонаполненного и плазмонаполненного диода. Установлено, что энергия пучка в импульсе весьма чувствительна к давлению рабочего газа и при превышении некоторого критического значения снижается из-за развития в диоде пучково-плазменного разряда. Впервые продемонстрировано генерирование радиально сходящихся широкоапертурных сильноточных электронных пучков.

## Введение

Нерелятивистские (10–30 кэВ) сильноточные (до 30 кА) электронные пучки (НСЭП) представляют большой интерес для модификации поверхностных слоев металлических материалов [1–3]. Высокая плотность энергии (до 15 Дж/см<sup>2</sup>) и короткая длительность импульса (2–4 мкс) позволяют выделить энергию пучка в тонком (доли–единицы микрон) поверхностном слое, доводя его до плавления и даже частичного испарения. Разработанные нами источники НСЭП нашли применение не только в физическом эксперименте, но и на практике для финишной обработки штампов, металлических зубных протезов и других изделий [1, 4]. Формирование НСЭП осуществлялось, как правило, в пушках с плазменным анодом и взрывоэмиссионным катодом [4, 5].

В [6] мы предложили новый метод инициирования взрывной эмиссии путем встраивания в дисковый катод резистивно развязанных дуговых источников плазмы, инициируемых пробоем по поверхности диэлектрика. При этом питание дуговых источников и ускорение электронов пучка обеспечивается одним и тем же высоковольтным импульсом. Эксперименты [6, 7] с новым катодным узлом, построенном на этом принципе, показали улучшенную ста-

бильность работы по сравнению с наиболее часто используемым многопроволочным медным катодом и повышенную (в 1,4–2,4 раза) среднюю плотность эмиссионного тока. Кроме того, пробивные напряжения по диэлектрику существенно ниже по сравнению с вакуумным пробоем в его отсутствие [8], что позволяет заметно уменьшить амплитуду импульса ускоряющего напряжения (вплоть до 5–7 кВ), расширяя тем самым диапазон параметров пучка. Благодаря независимости инициирования взрывной эмиссии от ускоряющего зазора и от среды его наполняющей, новый катодный узел является управляемым и может использоваться в режиме вакуумного или газонаполненного диода. Это позволило построить простую схему генерирования не только традиционных планарно-аксиальных НСЭП, транспортируемых во внешнем ведущем магнитном поле, но и радиально сходящихся НСЭП [9].

Настоящая работа представляет собой, в основном, краткий обзор результатов по генерированию НСЭП в пушке с данным катодным узлом, а также содержит ряд новых данных, полученных совсем недавно.

## 1. Катодный узел со встроенными дуговыми источниками плазмы

На рис.1 приведена принципиальная

схема электронной пушки с вышеупомянутым катодным узлом. Катодный узел включает в себя взрывоэмиссионный катод *1* в виде перфорированного медного диска диаметром 58 мм, в отверстия которого заподлицо вставлены керамические трубки *2* и медные электроды *3*. Наружный диаметр трубок составляет 4 мм, внутренний – 2 мм; диаметр электродов также равен 2 мм. Каждый из 69-ти электродов (межцентровое расстояние составляет 5,5 мм) заземлен через резисторы *4* (два-три резистора номиналом 1 кОм последовательно).

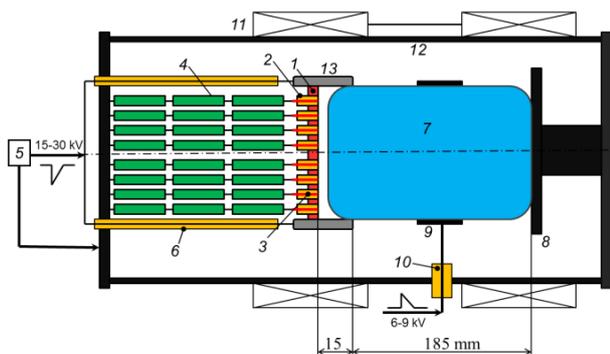


Рис.1. Схема электронной пушки и ее катодного узла (вариант с плазменным анодом). *1* – катод; *2* – керамические трубки; *3* – медные электроды; *4* – резистор ТВО-2 (1 кОм); *5* – генератор высоковольтных импульсов (ГВИ); *6* – изоляторы ввода ускоряющего напряжения; *7* – плазменный анод; *8* – коллектор; *9* – кольцевой анод отражательного разряда; соленоид; *10* – изолятор ввода анодного напряжения; *11* – соленоид; *12* – корпус пушки; *13* – экранный электрод [7].

При подаче на катод *1* высоковольтного импульса отрицательной полярности амплитудой 5–25 кВ от генератора *5* происходит пробой по поверхности торцов керамических трубок, и возникает плазма, состоящая из материалов катода (катодные пятна), керамических трубок и электродов, а также ионизованного десорбированного газа. Образование катодных пятен при протекании тока между электродами *3* и катодом (эти пятна можно назвать затравочными) обеспечивается тем, что амплитуда тока ( $\approx 5\text{--}10$  А) через каждый промежуток превышает пороговый ток дуги [10], который составляет доли-единицы ампер практически для всех материалов. Электроны, эмитируемые затравочными, а также возникшими в течение импульса катодными пятнами, ускоряются в двойном слое между

плазмой катодных пятен и предварительно созданным плазменным анодом *7* и транспортируются к заземленному коллектору *8*. Рост тока обеспечивается, как увеличением числа катодных пятен, так и их расширением, т.е. увеличением площади эмиссионной поверхности [4, 11]. Плазменный анод, имеющий потенциал практически равный потенциалу коллектора, создается с помощью сильноточного отражательного разряда (ОР) при подаче импульса положительной полярности на кольцевой металлический анод *9*. Зажигание и горение сильноточного ОР обеспечивается продольным магнитным полем, создаваемым соленоидом *11*, которое также обеспечивает транспортировку пучка к коллектору [4, 5]. Концентрация анодной плазмы регулируется током ОР и временем задержки между началом импульса тока ОР подачей ускоряющего напряжения на катод,  $\tau_d$ . Для уменьшения вероятности попадания электронов катодной плазмы на стенку корпуса пушки *12* установлен экранный электрод *13*, электрически соединенный с катодом.

Схему, представленную на рис.1, будем называть *планарно-аксиальной*, поскольку формирование пучка происходит в *планарном* двойном слое, а его транспортировка – в *аксиальном* ведущем магнитном поле. Отметим, что предлагаемый катодный узел лучше всего применим при небольших (десятки кВ) ускоряющих напряжениях ввиду проблемы стойкости резисторов при более высоких напряжениях. Вероятно, по этой причине такая схема ранее не применялась, поскольку большинство источников электронов разрабатывалось для сравнительно высоких ускоряющих напряжений ( $> 100$  кВ). Кроме того, нерационально использовать чрезмерно высокие напряжения для инициирования вспомогательных разрядов.

## 2. Планарно-аксиальные источники НСЭП

### А. Плазмонаполненный диод.

Предложенный в [6] катодный узел был успешно испытан. На рис.2 приведены характерные осциллограммы ускоряющего напряжения ( $U$ ) и тока катода ( $I$ ), получен-

ные в случае стандартного медно-оплеточного катода [4, 5] с диаметром эмитирующей части 62 мм (рис.2а) и в случае нового катодного узла с многоканальным иницированием (рис.2б). Видно, что новый катодный узел обеспечивает не только больший ток, но и увеличенную скорость его нарастания, несмотря на несколько меньшую (на 14%) площадь эмитирующей части катода.

Исследование токовых характеристик пушки показало [7], что ток пучка на коллектор слабо меняется с изменением ускоряющего напряжения. Это соответствует известному свойству квазистационарных двойных слоев в плазме: независимости плотности тока в двойном слое от приложенного напряжения [12, 13].

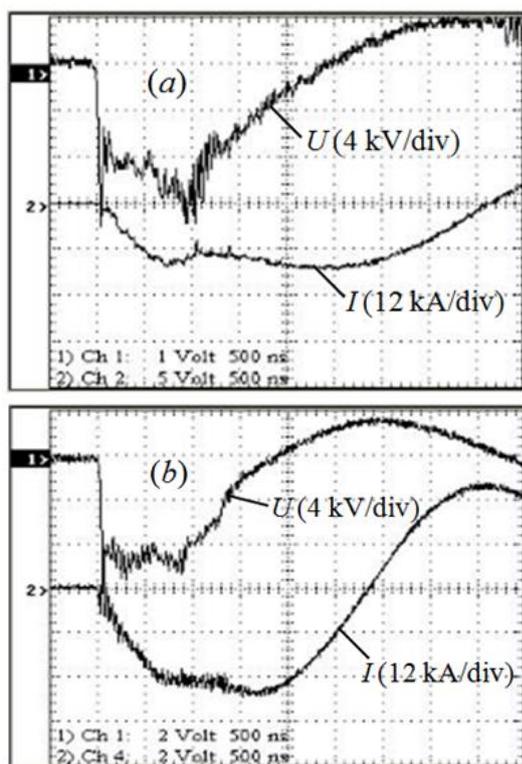


Рис.2. Типичные осциллограммы импульсов. Зарядное напряжение ГВИ  $U_{ch} = 15$  кВ. Давление аргона – 0,06 Па,  $\tau_d = 15$  мкс [6].

Сравнение токовых характеристик пушки с аналогичными величинами для случая пушки с традиционным многопроволочным медным катодом [4, 5] показывает увеличенную примерно в 1,4–2,4 раза среднюю (по площади) плотность тока катода, а плотность тока пучка на коллектор – примерно в 1,6–2 раза.

Относительный разброс как амплитудных, так и средних за импульс значений тока пучка в оптимальных режимах генерирования ( $\tau_d = 15–25$  мкс) составил 4,3–7,6%, что в 2–3 раза меньше аналогичных значений для случая многопроволочного медного катода.

### Б. Вакуумный и газонаполненный диод.

Важным преимуществом нового катодного узла является также возможность генерирования НСЭП без плазменного анода, т.е. в режиме вакуумного или газонаполненного диода. Это обеспечивается независимостью возбуждения сильноточной электронной эмиссии от величины межэлектродного зазора (расстояния катод-коллектор) и среды его наполняющей [6, 7]. В [14, 15] нами исследованы особенности генерирования пучка в пушке с данным катодным узлом в зависимости от давления и рода рабочего газа, а также от индукции ведущего магнитного поля.

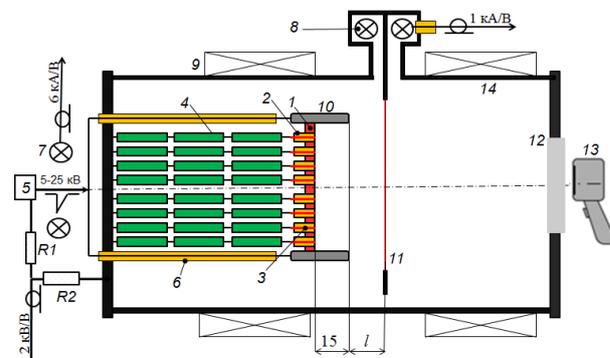


Рис.3. Схема эксперимента с одновременной регистрацией осциллограмм и термограмм пучка. 1 – катод; 2 – керамические трубки; 3 – медные электроды; 4 – резистор ТВО-2 (1 кΩ); 5 – генератор высоковольтных импульсов; 6 – изоляторы ввода ускоряющего напряжения; 7 и 8 – пояса Роговского; 9 – соленоид; 10 – экраный электрод; 11 – тепловизионная мишень (коллектор пучка); 12 – инфракрасное окно; 13 – тепловизор TESTO 875-1; 14 – корпус пушки. R1 и R2 – активный делитель напряжения [14, 15].

Эти эксперименты проводились по модернизированной по сравнению с [6, 7] схеме, которая приведена на рис.3. Модернизация заключалась в том, что вывод коллекторного тока, т.е. тока в цепи тепловизионной мишени 11, являвшейся одновременно коллектором пучка, осуществлялся в радиальном направлении. Это позволяло реги-

стрировать в *одном* импульсе как электрические параметры пучка (ускоряющее напряжение, полный ток в контуре и ток пучка на коллектор), так и его тепловой отпечаток (термограмму), по которому определялись как полная энергия пучка, так и её распределение в поперечном сечении.

На рис.4 приведены характерные осциллограммы импульсов, полученные в различных режимах.

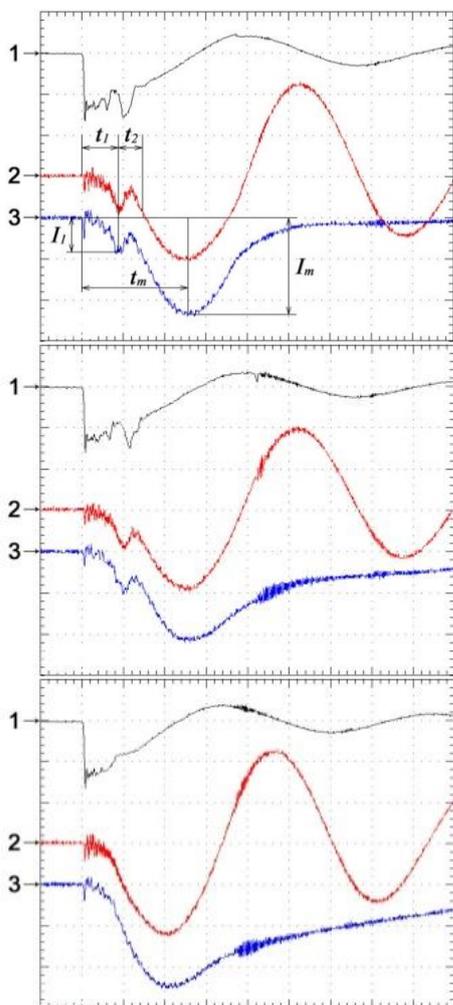


Рис.4. Типичные осциллограммы импульсов ускоряющего напряжения (1-й канал, 10 кВ/дел), полного тока катода (2-й канал, 12 кА/дел) и тока пучка на коллектор (3-й канал, 10 кА/дел): (а) –  $p_{Ar} = 0,053$  Па, (б) –  $p_{Ar} = 0,093$  Па, (в) –  $p_{Ar} = 0,133$  Па. Горизонтальная шкала – 1 мкс/дел.  $U_{ch} = 12$  кВ;  $B_z = 0,08$  Тл [14].

На осциллограммах тока пучка можно выделить три характерных стадии. При относительно низких давлениях газа, на первой стадии ток пучка нарастает до 5–10 кА (момент времени  $t_1$ , значение тока  $I_1$ ), на второй стадии ток существенно падает, что вызвано, на наш взгляд, рассасыванием плазмы, инжектируемой из дуговых источ-

ников (точнее, ее легкой компоненты, состоящей из ионизованного десорбированного газа), встроенных в катод. Диод переходит в режим плазменного прерывателя – спад тока сопровождается соответствующим индуктивным выбросом напряжения [16]. На третьей стадии ток на коллектор нарастает благодаря распространению в ускоряющий зазор тяжелой компоненты катодной плазмы, состоящей из материала катода (медь), и коллекторной плазмы, возникающей, прежде всего, из десорбированного газа, а также благодаря ионизации рабочего и остаточного газа. Если давление газа превышает некоторую критическую величину ( $\sim 0,133$  Па в воздушном эквиваленте), то вторая стадия отсутствует: рост тока идет монотонно, импеданс диода падает, длительность импульса пучка сокращается на время примерно равное  $t_2$  (рис.4в). Это связано с развитием пучково-плазменного разряда в рабочем газе, приводящего к резкому росту концентрации плазмы, как это описано, например, в [17].

Падение импеданса диода и сокращение длительности импульса с ростом давления рабочего газа приводит к уменьшению энергии пучка в импульсе (рис.5). Вначале, рост энергии обусловлен улучшением согласования импеданса пушки с питающим генератором высоковольтных импульсов, а затем при достижении некоторого критического значения давления это согласование, напротив, ухудшается вследствие развития пучково-плазменного разряда.

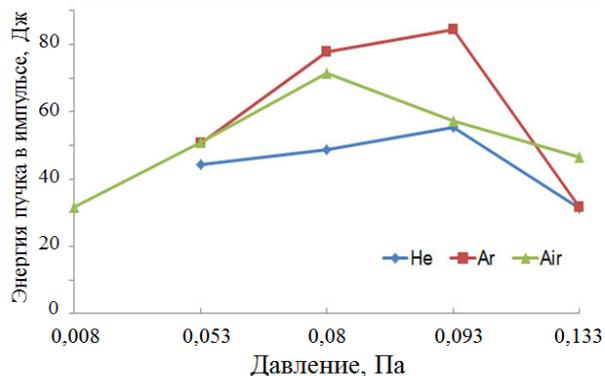


Рис.5. Энергия пучка в импульсе в зависимости от давления и рода рабочего газа: аргона, воздуха и гелия.  $U_{ch} = 17$  кВ. Значения давления даны в воздушном эквиваленте (по показанию ионизационного датчика ПМИ-2). Энергия при давлении воздуха 0,008 Па соответствует вакуумному диоду [15].

Таблица. Значения тока и энергии пучка в импульсе в зависимости от индукции ведущего магнитного поля.  $U_{ch} = 17$  кВ,  $p = 0,08$  Па (в воздушном эквиваленте по датчику ПМИ-2).

$B_z$ , Тл	Аргон			Воздух			Гелий		
	$I_1$ , кА	$I_m$ , кА	$E$ , Дж	$I_1$ , кА	$I_m$ , кА	$E$ , Дж	$I_1$ , кА	$I_m$ , кА	$E$ , Дж
0	6	5	25,4	7	6	30,8	5	7	23,6
0,01	7,5	6	32,7	7	6	47	5	9	23,1
0,02	7,5	9	31,9	7	9	49	4	9,3	25,2
0,031	9,3	10	47,3	9,5	16,3	70,2	4	12	26,9
0,042	12	14,5	83,3	9,5	16	82,2	4	14	31,3
0,074	10,5	15	85,9	10	26	85,8	5	16	47,5
0,088	–	24	79,7	10	28	91,7	5	20	61,7

Было также исследовано поведение параметров пучка в зависимости от индукции внешнего ведущего магнитного поля,  $B_z$ . В Таблице приведены значения токов  $I_1$ ,  $I_m$  в соответствующие моменты времени  $t_1$ ,  $t_m$  (рис.4а), из которых видно существенное возрастание токов с увеличением  $B_z$ . Это обусловлено, на наш взгляд, соответствующим увеличением продольной компоненты скорости электронов пучка.

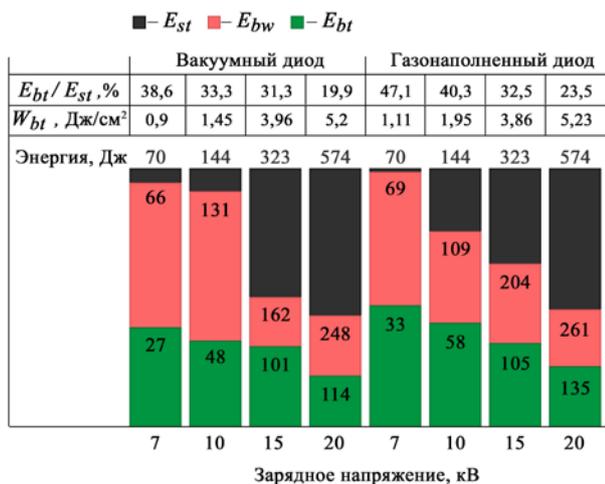


Рис.6. Диаграммы значений энергии пучка для двух типов диода, эффективность передачи запасённой в ГВИ энергии в энергию пучка и средней плотности энергии в центральной части пучка [14].

На рис.6 представлены зависимости значений энергии пучка в импульсе, вычисленных по осциллограммам ( $E_{bw}$ ), вычисленных по термограммам ( $E_{bt}$ ), эффективности передачи запасённой в ГВИ энергии в энергию пучка ( $E_{bt}/E_{st}$ ) а также средней плотности энергии ( $W_{bt}$ ) в центральной части пучка диаметром 4 см.

Из рис.6 видно, что энергия пучка, вычисленная по осциллограммам,  $E_{bw}$ , в 1,6–2,73 раза больше энергии, вычисленной по термограммам,  $E_{bt}$ , и это различие значительно больше погрешности измерений, не

превышающей  $\pm 10\%$  для обоих методов измерений энергии пучка. Данное расхождение можно объяснить тем, что ток пучка является завышенным вследствие контакта коллектора с плазмой, возникающей у его поверхности. Этот эффект известен достаточно давно [18]. Авторы [18] на примере своего пучка (200 кВ, 250 А, 25 А/см<sup>2</sup>, 80 мкс) показали, что распад коллекторной плазмы (ионы этой плазмы уходят радиально на стенку трубы дрейфа, а электроны на коллектор вдоль силовых линий внешнего ведущего магнитного поля) даёт существенную добавку в ток пучка (но не в его энергию, поскольку энергии плазменных электронов близки к тепловой). Ток ионов на трубу дрейфа возникал примерно через 40 мкс после начала импульса и достигал в пике более 200 А, т.е. почти весь ток на коллектор на этой стадии состоял из распадного тока плазмы. Этот ионный ток многократно превосходил предел Чайлда-Ленгмюра для вакуумного диода, но какого-то объяснения данному факту в [18] не приводится.

Отметим также, что величины  $E_{bt}$  и  $E_{bt}/E_{st}$  для случая газонаполненного диода на 10–22% выше, чем для случая вакуумного диода, что обусловлено, на наш взгляд, лучшим согласованием ГВИ с нагрузкой. Плотность энергии в случае газонаполненного диода также выше для  $U_{ch} = 7$  и 10 кВ, а для  $U_{ch} = 15$  и 20 кВ практически совпадает со случаем вакуумного диода.

Сравнение плотностей энергии пучка при  $U_{ch} = 15$  и 20 кВ, полученных в случае традиционной пушки с плазменным анодом и многопроволочным медным катодом [5, стр. 115] с настоящими результатами показало, что в последнем случае плотность энергии примерно на 25–30% выше.

Очевидно, что величина энергии пучка в импульсе, определяемая из термограмм, гораздо ближе к истинному значению. Не только потому, что понятна физическая причина завышения тока пучка, но и потому, что эта корректность тепловизионных измерений неоднократно подтверждалась калориметрическими измерениями и совпадением с расчётными и экспериментальными значениями порогов импульсного плавления металлических мишеней [19]. Собственно, тепловизионные измерения энергии пучка, по сути, являются калориметрическими.

### 3. Радиально сходящиеся пучки

Несмотря на то, что большинство источников НСЭП имеют планарно-аксиальную геометрию пушки (диода), существует много задач, когда требуется облучать протяженные изделия цилиндрической формы, а для этого наиболее рационально использовать радиально сходящиеся пучки. К числу таких задач относятся формирование защитных покрытий оболочек ТВЭЛов ядерных реакторов для предотвращения/замедления коррозии и высокотемпературного окисления [20]; повышение срока службы различного режущего и штампового инструмента и другие.

Способность нового катодного узла работать в вакуумном или газонаполненном диоде позволяет применить его для формирования радиально сходящегося пучка. На рис.7 представлен общий вид электронной пушки в двухсекционном варианте катодного узла [21]. Внутренний радиус кольцевых катодов составлял  $R_K = 4$  см, а радиус заземленного анода  $R_A = 0,5$  см. Расстояние между плоскостями расположения дуговых источников плазмы, встроенных в катоды (по 18 штук в каждой секции), составляло 4 см.

На рис.8 приведены типичные осциллограммы импульсов, а на рис.9 – автографы пучка на аноде. Видно, что в двухсекционном варианте ширина автографа пучка (оплавленной области) составляет около 7 см, что позволяет, в конечном итоге обеспечить достаточно высокую производительность процесса облучения. Тем более что число секций может быть увеличено.

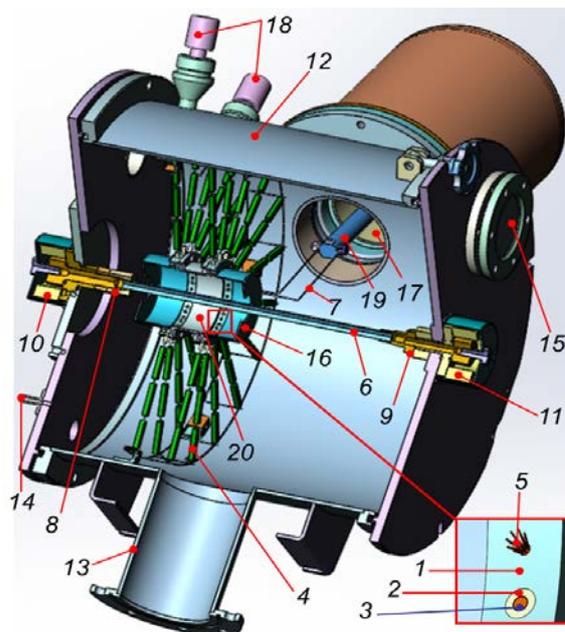


Рис.7. Общий вид рабочей камеры и электронной пушки. 1 – катод; 2 – керамическая трубка; 3 – электрод дугового источника плазмы; 4 – резистор ТВО-2 (750 Ом); 5 – пучок медных проволок; 6 – анод; 7 – подводы импульса высокого напряжения от передающей линии к катоду; 8 и 9 – цапговые токосъемы; 10 и 11 – пояса Роговского; 12 – рабочая камера; 13 – патрубок откачки; 14 – патрубок напуска рабочего газа; 15 – смотровое окно; 16 – чашеобразный экран; 17 – изолятор ввода ускоряющего напряжения; 18 – датчики давления газа, 19 – стержневой ввод ускоряющего напряжения, 20 – соединительный стакан [21].

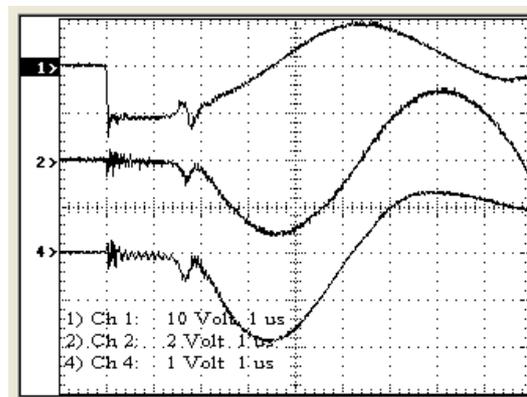


Рис.8. Осциллограммы импульсов ускоряющего напряжения (Ch1, 20 кВ/дел), полного тока катода (Ch2, 24 кА/дел) и суммарного тока пучка на анод (Ch4, 15 кА/дел).  $U_{ch} = 17$  кВ. Давление аргона – 0,08 Па.

На рис.10 приведён автограф пучка на аноде после 21 000 импульсов. Видно, что эрозия (вследствие испарения) в центральной части автографа выше, чем на периферии, что свидетельствует о стягивании части пучка в эту область собственным магнитным полем.

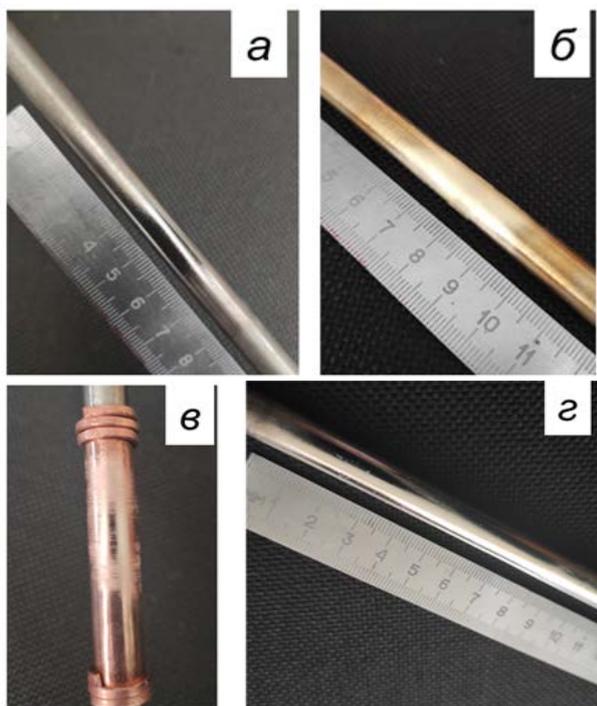


Рис.9. Автографы пучка на нержавеющей стали (а, з), латуни (б), меди (в). Автографы (а)–(в) получены в случае односекционного катодного узла, (з) – для двухсекционного узла.  $U_{ch} = 17$  кВ, давление аргона – 0,08 Па. По 10 импульсов пучка в каждой серии [9].

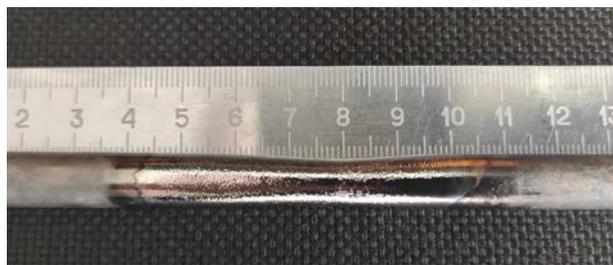


Рис.10. Анод из нержавеющей стали после 21-й тысячи импульсов пучка.  $U_{ch} = 17$  кВ.

## Заключение

1. Источники НСЭП микросекундной длительности импульса на базе встроенных в катод резистивно развязанных дуговых источников плазмы, инициируемых пробоем по поверхности диэлектрика, обладают повышенной средней плотностью тока, улучшенной стабильностью и расширенным диапазоном параметров пучка от импульса к импульсу по сравнению с традиционными источниками на базе многопроволочного медного взрывоэмиссионного катода и плазменного анода.

2. Благодаря независимости инициирования взрывной эмиссии от ширины межэлектродного зазора и наполняющей его среды появилась возможность функциони-

рования электронной пушки источника НСЭП в режиме вакуумного или газонаполненного диода. Это позволяет разнообразить геометрию электронного пучка: например, формировать широкоапертурные радиально сходящиеся сильноточные электронные пучки.

3. Предложенный катодный узел более стабильно работает в режиме газонаполненного диода по сравнению со случаем вакуумного диода. Однако энергия пучка в импульсе весьма чувствительна к давлению газа. При превышении давления некоторой критической величины (для аргона, воздуха – около 0,13 Па) энергия пучка падает из-за развития в диоде пучково-плазменного разряда, снижающего импеданс диода и сокращающего длительность импульса.

4. Энергия пучка в импульсе, вычисленная по осциллограммам, может существенно превышать истинное значение, измеренное калориметрическим методом, вследствие завышения тока пучка из-за распадающего тока коллекторной плазмы.

Дальнейшие исследования будут направлены, прежде всего, на улучшение однородности пучка в поперечном сечении и повышение энергетической эффективности источника.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (программа ФНИ Сибирского отделения РАН «Низкотемпературная газоразрядная плазма и ее применение для решения научных и технологических задач», проект «Низкотемпературная плазма стационарных и импульсных разрядов в газах и вакууме и ее применение в электрофизических устройствах», № FWRM-2021-0007) и Российского научного фонда (проект № 22-29-00070).

Авторы благодарят В. И. Петрова за помощь в работе.

## Литература

[1] Ротштейн В.П., Проскуровский Д.И., Озур Г.Е., Иванов Ю.Ф. Модификация поверхностных слоев металлических материалов низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками // Новосибирск: Наука, 2019 – 347 с.

- [2] Meisner L.L., Markov A.B., Rotshtein V.P., Ozur G.E., Meisner S.N., Yakovlev E.V., Semin V.O., Mironov Yu.P., Poletika T.M., Girsova S.L., Shepel D.A. Microstructural characterization of Ti-Ta-based surface alloy fabricated on TiNi SMA by additive pulsed electron-beam melting of film/substrate system // *J. Alloys Comp.* 2018. V. 730. P. 376–385.
- [3] Uno Y., Okada A., Uemura K., Raharjo P., Furukawa T., Karato K. // *Precision Engineering.* 2005. V. 29. P. 449–455.
- [4] Озур Г.Е., Проскуровский Д.И. Источники низкоэнергетических сильноточных электронных пучков с плазменным анодом. // Новосибирск: Наука, 2018. – 176 с.
- [5] Озур Г.Е., Проскуровский Д.И. Генерация низкоэнергетических сильноточных электронных пучков в пушках с плазменным анодом. *Физика плазмы.* 2018. № 1. С. 21–44.
- [6] Кизириди П.П., Озур Г.Е. Катодный узел сильноточной электронной пушки с многоканальным инициированием эмиссии пробоем по поверхности диэлектрика // *Письма в ЖТФ.* 2020. Т. 46, № 15. С. 47–50.
- [7] Петров В.И., Кизириди П.П., Озур Г.Е. Токовые характеристики сильноточной электронной пушки с многоканальным инициированием взрывной эмиссии пробоем по поверхности диэлектрика // *ЖТФ.* 2021 Т. 91. № 11. С. 1764–1768.
- [8] Месяц Г.А. Импульсная энергетика и электроника // М.: Наука, 2004. – С. 86.
- [9] П.П. Кизириди, Г.Е. Озур. Источник радиально сходящихся низкоэнергетических сильноточных электронных пучков // *ПТЭ.* 2022. № 6. С. 61–67.
- [10] Кесаев И.Г. Катодные процессы электрической дуги // М.: Наука, 1968 – 244 с.
- [11] Месяц Г.А., Проскуровский Д.И. Импульсный электрический разряд в вакууме. // Новосибирск: Наука. 1984. – 256 с.
- [12] Луценко Е.И., Серeda Н.Д., Концевой Л.М. Исследование образования слоев объемного разряда в плазме // *Физика плазмы.* 1976. Т. 2. № 1. С. 72–81.
- [13] Луценко Е.И., Серeda Н.Д., Целуйко А.Ф. Динамические двойные электрические слои в сильноточных плазменных диодах // *ЖТФ.* 1988. Т. 58. № 7. С. 1299–1309.
- [14] Кизириди П.П., Озур Г.Е. Энергия в импульсе нерелятивистского сильноточного электронного пучка // *ЖТФ.* 2022. Т. 92. № 6. С. 876–882.
- [15] Кизириди П.П., Озур Г.Е. Формирование нерелятивистского сильноточного электронного пучка в газонаполненном диоде // *Известия вузов. Физика.* 2022. Т. 65. № 10. С. 9–13.
- [16] Абдуллин Э.Н., Баженов Г.П., Ким А.А., Ковальчук Б.М., Кокшенёв В.А. Плазменный прерыватель тока при микросекундных временах ввода энергии в индуктивный накопитель // *Физика плазмы.* 1986. Т 12. № 10. С. 1260.
- [17] Незлин М.В. Динамика пучков в плазме. // М.: Энергоатомиздат, 1982. – 263 с.
- [18] Лазаренко А.В., Чебуков Е.С., Энгелько В.И. О влиянии коллекторной плазмы на измерения тока сильноточных пучков заряженных частиц // *ЖТФ.* 1989. Т. 59. № 7. С. 159–161.
- [19] Rotshtein V.P., Ivanov Yu.F., Markov A.B. et al. Surface alloying of stainless steel 316 with copper using pulsed electron-beam melting of film–substrate system// *Surface and Coatings Technology.* 2006. V. 200. PP. 6378–6383.
- [20] Энгелько В.И., Ткаченко К.И., Русанов А.Е., Биржевой Г.А. Опытная установка для электронно-лучевой модификации поверхности оболочек ТВЭЛов и ПЭЛов РУ с теплоносителями Рb и Рb-Bi // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: ЯДЕРНО-РЕАКТОРНЫЕ КОНСТАНТЫ.* 2015. № 4. С. 93–99.
- [21] Кизириди П.П., Озур Г.Е. Увеличение энергии в импульсе радиально сходящегося низкоэнергетического сильноточного электронного пучка // *ПТЭ.* 2023. № 4. С. 84–88.

# Высокочастотная модуляция электронного пучка в диоде с плазмонаполненной оптической системой

А.С. Бугаев<sup>1</sup>, В.И. Гушенец<sup>1</sup>, Е.М. Окс<sup>1,2</sup>, М.В. Шандриков<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)

634055, Томск, пр. Академический 2/3, Россия

E-mail: oks@oree.hcei.tsc.ru

<sup>2</sup>Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники (ТУСУР)

634050, Томск, пр. Ленина 40, Россия

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-123-132

В работе представлены результаты экспериментальных исследований по формированию предмодулированного электронного пучка в плазмонаполненном диоде. Плазмонаполненный диод состоит из плазменного катода с сеточной стабилизацией эмитирующей электроны поверхностью и плазменного анода с открытой и потому подвижной границей плазмы. На основе анализа результатов исследования описан возможный механизм возникновения высокочастотных колебаний в электронном токе, а также рассматриваются способы подавления самопроизвольной модуляции тока.

## Введение

Для генерации широкоапертурных электронных пучков при отборе с развитой эмиссионной поверхности плазмы обычно используется электронно-оптическая система (ЭОС), как правило, диодного типа, выполненная в виде сеток или перфорированных электродов. Создание плазмы с высокой концентрацией заряженных частиц в ускоряющей электроны области дает принципиальную возможность ее использования в качестве ускоряющего электрода и позволяет отказаться от сетчатых или перфорированных электродов в ЭОС. Ранее нами в работах [1–4] были представлены некоторые результаты по формированию электронного пучка субмиллисекундной длительности в плазменном источнике электронов с плазмонаполненной оптической системой (ПОС) диодного типа. Данная оптическая система образована с одной стороны эмиссионной границей плазменного катода (эмиттера электронов), а с другой - границей анодной плазмы в протяженном канале транспортировки (плазменном аноде) электронного пучка. Положение границы катодной плазмы стабилизируется мелкоструктурной металлической сеткой с высокой геометрической прозрачностью, тогда как граница анодной плазмы является открытой (не ограниченной сеткой) в направлении эмиттера электронов и поэтому подвижной. Известно, что в таком типе оптической си-

стемы существуют встречные потоки извлеченных из катодной плазмы электронов и ионов из анодной плазмы. Положение границы анодной плазмы определяется величиной ускоряющего напряжения, током электронной эмиссии из плазменного эмиттера и ионным током из анодной плазмы. В такой условно безэлектродной плазмонаполненной электронно-оптической системе было достигнуто резкое увеличение электрической прочности высоковольтного ускоряющего промежутка.

Однако в определенных экспериментальных условиях для данной геометрии плазменного источника электронов, как в эмиссионном токе, так и в токе электронного пучка самопроизвольно возникают высокочастотные колебания. Частота этих колебаний может достигать нескольких десятков МГц. Токовая модуляция электронного пучка является одной из ключевых проблем в электронных устройствах, используемых для генерации СВЧ излучения, и она оказывает большое влияние на эффективность преобразования кинетической энергии электронного пучка. Если для генерации СВЧ модуляция – ключевая проблема, то для технологических применений высокочастотная модуляция пучка – серьезная техническая проблема, приводящая к сбоям электронных приборов контроля и управления. При больших токах электронной эмиссии (более 150 А) и ускоряющем напряже-

нии 20 кВ колебания в пучке создают помехи в работе электронных устройств измерения, контроля и управления экспериментальным стендом [4] за счет паразитных связей с каналами передачи полезного сигнала.

Возникновение токовой ВЧ модуляции с частотами в несколько сотен МГц в электронном пучке, формируемым в источнике с плазменным катодом, наблюдалось при использовании и традиционной электронно-оптической системы диодного типа – сетчатый эмиссионный электрод и плоский коллектор [5]. Различие состояло и в типе используемого генератора катодной плазмы, и в конструктивном исполнении источников питания и цепей их подключения к разрядной системе эмиттера электронов. Скорее всего конструктивное исполнение системы электропитания способствовало возбуждению в пучке колебаний с более высокой частотой.

В настоящей работе мы представляем некоторые экспериментальные результаты, касающиеся определения границ существования ВЧ модуляции тока электронного пучка, формируемого в плазменном источнике электронов с плазмонаполненной оптической системой, а также приводим описание способов подавления модуляции тока электронного пучка и возможного механизма возбуждения ВЧ колебаний.

### Методика и техника эксперимента

Экспериментальный стенд состоит из широкоапертурного плазменного эмиттера электронов (другими словами – плазменного катода) и плазмонаполненной оптической системы (ПОС). Схема плазменного эмиттера электронов с цепями подключения питания приведена на рис.1. Плазменный катод состоит из расширенной анодной части (полого анода) и плазмогенератора, и представляет собой модификацию достаточно известной конструкции сетчатого плазменного эмиттера с дуговым разрядом низкого давления в качестве генератора эмиссионной плазмы [6, 7]. Мы использовали простой и надежный плазмогенератор с дуговым разрядом с катодным пятном, инициируемым пробоем по поверхности изолятора,

разделяющего катод 4 и дополнительный анод 5 (поджигающий электрод). Как было установлено наиболее подходящим материалом для изолятора является фторопласт, как с точки зрения стабильности инициирования дугового разряда, так и ресурса работы иницирующего узла. Катод выполнен из медной толстостенной трубки, с наружным диаметром 6 мм. Поджигающий электрод составной, изготовлен из нержавеющей стали и молибдена. Этот плазмогенератор способен работать в любых вакуумных условиях и в том числе в изобарическом режиме.

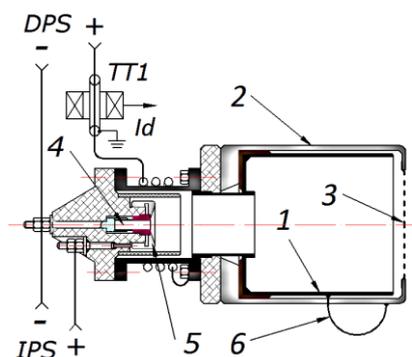


Рис.1. Эмиттер электронов с дуговым плазмогенератором. 1 – полый анод, 2 – эмиттерный электрод, 3 – эмиссионная сетка, 4 – катод, 5 – поджигающий электрод, 6 – переключатель. *TTI* – широкополосный трансформатор тока, *DPS* и *IPS* – источники питания и иницирования разряда, *I<sub>d</sub>* – ток дугового разряда.

Модификация состояла в том, что расширенная часть плазменного катода выполнена из двух вложенных друг в друга цилиндров – полого анода 1 и эмиттерного электрода 2. Эмиттерный электрод имеет эмиссионное окно 3 диаметром 60 мм, затянутое мелкоструктурной вольфрамовой сеткой с размером отверстий порядка долей мм. Оба цилиндрических электрода являются анодами дугового разряда с катодным пятном, формирующего эмитирующую электроны катодную плазму. Цилиндры изолированы друг от друга. Такое выполнение расширенной части плазменного катода позволяет реализовывать разные режимы его работы, в том числе и управлять величиной и длительностью импульса эмиссионного тока, за счет изменения разности потенциалов между цилиндрами. Разность потенциалов между полым анодом и эмиссионным электродом может задаваться либо

от отдельного источника питания, либо за счет падения напряжения на резисторе при протекании части тока дугового разряда.

Ускорение электронов и предварительное формирование электронного пучка происходит в двойном слое, образованном с одной стороны границей катодной плазмы, стабилизированной эмиссионной сеткой 3 эмиттера, а с другой – открытой и подвижной границей анодной плазмы в канале 4 (рис.2). Плазма в канале 4 создается тороидальными генераторами, построенными на основе геометрии плазменного ускорителя с анодным слоем. Принцип действия плазмогенераторов заключается в реализации «плазменного» режима импульсного сильноточного разряда (с токами до нескольких десятков ампер) с замкнутым дрейфом электронов и разряда с осцилляцией электронов вдоль силовых линий магнитного поля в канале. Такая оптическая система является биполярной, так как наряду с электронами в ускоряющем промежутке имеется встречный поток ионов из анодной плазмы, который в свою очередь оказывает влияние (в ряде случаев значительное) на формирование катодной плазмы. Ток электронов в ускоряющем промежутке состоит из тока электронов, эмитированных плазмой, созданной в анодной полости 1, и тока ионно-электронной эмиссии с поверхности сетки.

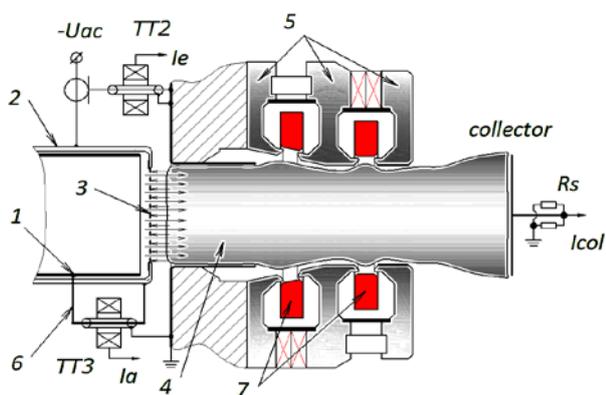


Рис.2. Схема плазмонаполненной оптической системы. 1 – полый анод, 2 – эмиттерный электрод, 3 – эмиссионная сетка, 4 – канал транспортировки, 5 – катоды-магнитопроводы, 6 – перемычка, 7 – аноды.  $R_s$  – малоиндуктивный шунт.  $U_{ac}$  – источник высокого напряжения.

Геометрия элементов канала транспортировки электронного пучка выбрана

таким образом, чтобы снизить потери электронного пучка на стенках канала. Снижению потерь способствует и наличие магнитного поля в генераторах анодной плазмы, а также предварительное формирование анодной плазмы. Конфигурация магнитного поля генераторов плазмы с анодным слоем является типичной для конфигурации магнитных линз, используемых для фокусировки пучков заряженных частиц [8].

Как было установлено в проведенных ранее исследованиях наиболее оптимальные условия по формированию электронного пучка создаются при работе уже одного плазмогенератора (левого на рис.2) [1–3]. Второй в этом случае может использоваться в качестве магнитной фокусирующей линзы.

Коллектор выполнен из молибденовой пластины, толщиной 1 мм, и нагружен на малоиндуктивный шунт. Плоский коллектор использовался для визуального наблюдения формы, размера и положения сфокусированного электронного пучка по тепловому отпечатку, а также спектрального состава свечения коллекторной плазмы.

Источник электронов формирует импульсный электронный пучок, с длительностью 100 мкс, которая определяется временем горения дугового разряда, формирующего катодную плазму. Максимальное значение тока дугового разряда не превышало 110 А. Режим работы плазмогенераторов анодной плазмы, также импульсный. Амплитуда тока разряда до 30 А (при горении разряда только в одном плазмогенераторе) и длительность импульса разрядного тока до нескольких сот микросекунд. Импульсные характеристики разрядной системы генераторов анодной плазмы в сильной степени зависят от величины напуска рабочего газа. Напуск рабочего газа (аргона, азота или воздуха) осуществлялся в каждую разрядную ячейку, а вернее в тороидальные полости, где располагаются аноды 7, с помощью отдельных независимых контроллеров.

Регистрация токов выполнялась широкополосными (от 20 МГц до 250 МГц) трансформаторами токов фирмы Pearson Electronics и широкополосными шунтами, выполненными с использованием пленочных чип-резисторов.

ВЧ колебания тока электронного пучка сопровождаются интенсивными электромагнитными помехами, поэтому были предприняты меры по их снижению, а именно произведено дополнительное экранирование всех измерительных цепей. Для подавления синфазной помехи были использованы фильтры синфазных помех - высокочастотные ферритовые дроссели с защелкой.

### Результаты экспериментальных исследований

Существует несколько режимов работы испытываемого источника электронов с плазменным катодом и плазмонеполненной оптической системой. Один из них является основным режимом работы и характеризуется значительными эмиссионными токами (до нескольких сотен ампер). Отбор электронов в этом режиме осуществляется из плазмы, генерируемой дуговым разрядом внутри анодной полости 1 (рис.1) электронного эмиттера.

Как было установлено в предыдущих экспериментах [4] в определенных экспериментальных условиях нарушается стабильная работа источника электронов и в электронном пучке возникают высокочастотные колебания. Это явление возбуждения колебаний имеет пороговый характер. Условиями возникновения колебаний являются, как мы полагаем, величина концентрации катодной плазмы и значение провисающего потенциала, выше которых наблюдается возбуждение ВЧ модуляции в пучке. Концентрация катодной плазмы задается током дугового разряда, а провисающий потенциал определяется как величиной ускоряющего напряжения, так и геометрией электроно-оптической системы. Для данной геометрии эмиттера электронов колебания возникают при токах  $\geq 60$  А с задержкой относительно момента зажигания разряда. С ростом разрядного тока в электронном эмиттере увеличивается как амплитуда ВЧ колебаний, так и длительность модулированной части импульса тока пучка, которая при токах 100–110 А (предельный ток источника питания) занимает большую часть длительности импульса (рис.3). В отличие от тока дугового разряда влияние ускоряющего

напряжения носит несколько иной характер. Во-первых, существует диапазон ускоряющих напряжений, внутри которого наблюдаются колебания тока электронного пучка. Границы существования режима с ВЧ модуляцией пучка (как по току разряда, так и по ускоряющему напряжению) не совсем четкие. Так нижняя граница по напряжению лежит в интервале (10–13) кВ, а верхняя в интервале значений (20–25) кВ. Во-вторых, внутри границ существования ВЧ модуляции электронного тока рост ускоряющего напряжения приводит к сокращению длительности немодулированной части импульса тока пучка, и в тоже время к увеличению амплитуды этих ВЧ колебаний. Вблизи верхней границы высокого напряжения длительность модулированной части импульса электронного тока вновь быстро сокращается и за верхней границей напряжения ВЧ модуляция отсутствует полностью. Достаточно подробно влияние экспериментальных условий и геометрии источника электронов опубликовано в ранних публикациях [4, 9].

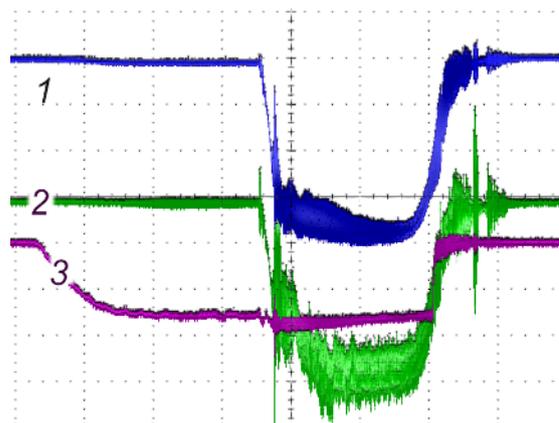


Рис.3. Оциллограммы предмодулированного электронного пучка (2, 50 А/дел), тока в ускоряющей промежуточной секции (1, 38 А/дел) и тока разряда генератора анодной плазмы (3, 10 А/дел). Развертка – 40 мкс/дел. Условия эксперимента: ток разряда дугового генератора плазмы – 110 А, ускоряющее напряжение – 20 кВ, давление газа аргона  $6.6 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст.

Предварительное заполнение плазмой канала транспортировки электронного пучка не является обязательным условием возникновения ВЧ модуляции электронного пучка, хотя увеличение концентрации анодной плазмы, что достигается увеличением

разрядного тока в плазмогенераторах с анодным слоем, приводит к росту амплитуды ВЧ модуляции электронного пучка и расширению длительности модулированной части пучка, но в гораздо меньшей степени чем при увеличении разрядного тока в плазменном эмиттере. Наличие анодной плазмы в области формирования электронного пучка оказывает положительное влияние на электрическую прочность ускоряющего промежутка, что и было установлено в ранее проведенных экспериментальных исследованиях [3].

Следует отметить, что возбуждение ВЧ колебаний происходит только в том случае, когда полый анод и эмиттерный электрод плазменного катода соединены короткой перемычкой (длиной не более нескольких сантиметров). Это было установлено в экспериментах по исследованию распределения токов в цепях полого анода, эмиттерного и ускоряющего электродов, когда вместо короткой закоротки был смонтирован отрезок коаксиального кабеля (6, рис.2) длиной в несколько десятков сантиметров. В результате во всем исследуемом диапазоне экспериментальных условий возбуждение ВЧ колебаний не наблюдалось. Определяющую роль играет индуктивность отрезка кабеля, а не емкость жила-оплетка. Так замена отрезка кабеля на небольшой соленоид в несколько витков, выполненный из провода такой же длины, как и отрезок кабеля, привела к тому же результату – подавлению ВЧ колебаний пучка. Добиться подавления колебаний в электронном пучке оказалось возможным и при использовании резистора вместо отрезка кабеля или провода. Так уже при величине сопротивления резистора 0,25 Ом каждый второй токовый импульс электронного пучка был немодулированным. Увеличение сопротивления до 1 Ом приводит к полному подавлению ВЧ колебаний в пучке электронов, но снижает эмиссионный ток на 15–20%, тогда как применение индуктивности не вызывает снижения электронного тока.

В тех же исследованиях баланса токов при проведении измерений величины ионно-электронной эмиссии с электродов плазменного катода было обнаружено зажига-

ние несамостоятельного разряда в анодной полости 1 эмиттера электронов (рис.2), инициируемого потоком ионов из плазмы канала. Геометрия электронного источника оставалась неизменной и генератор плазмы с катодным пятном находился в “неактивном” режиме – просто был обесточен. Формирование катодной плазмы происходит не дуговым разрядом, а высоковольтным тлеющим разрядом. Электроны, испускаемые внутренними стенками полого анода после бомбардировки ионами, быстрыми нейтралами и фотонами, ускоряются за счет внутреннего падения напряжения. Это напряжение создается полем ускоряющего напряжения, провисающим сквозь ячейки эмиссионной сетки. Эти электроны оказываются электростатически захвачены внутри данной полости и теряют большую часть своей энергии в возбуждающих и ионизирующих столкновениях, создавая и поддерживая плазму. Однако большая часть падения ускоряющего напряжения все же приходится на область двойного слоя между сетчатой эмиссионной поверхностью и границей анодной плазмы. По сути, это устройство является электронным источником на основе несамостоятельного высоковольтного тлеющего разряда (ВТР), только в качестве эмиттера электронов выступает полый электрод (полый катод), а не плоский монолитный электрод. Этот несамостоятельный разряд относительно слаботочный – максимально достигнутые значения эмиссионного тока электронов не превышали 10 А при максимальном разрядном токе плазмогенераторов с анодным слоем 30–35 А, ускоряющем напряжении 30 кВ и эмиссионной сетке с высокой прозрачностью (83%).

Как было установлено, в определенных экспериментальных условиях в источнике электронов с несамостоятельным ВТР также наблюдается возбуждение высокочастотных колебаний в электронном токе. Данный источник, или режим его работы, так как геометрия источника не изменилась, оказался очень удобным для исследования возбуждения ВЧ колебаний по причине высокой стабильности и воспроизводимости результата, а также небольшой амплитуде токов, при которой меньшими по амплитуде

оказываются колебания тока пучка и высокого напряжения. Последнее очень важно, так как не создают помех и не вызывает сбои в цифровой технике (цифровых осциллографов, компьютера, цифровых регуляторов расхода газа и т.д.).

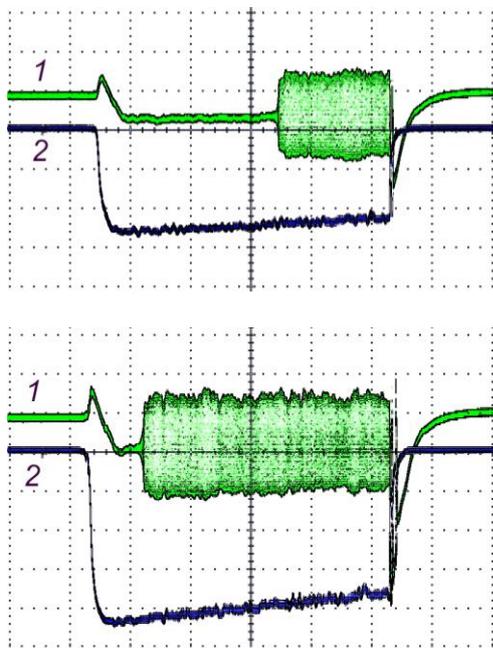


Рис.4. Осциллограммы тока пучка (1, 5 А/дел), регистрируемого плоским коллектором, и тока разряда в генераторах анодной плазмы (2, 10 А/дел). Развертка 40 мкс/дел. Условия эксперимента – ускоряющее напряжение 20 кВ, давление газа аргона  $6.6 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст.

Как и для выше описанного источника электронов с эмиттером на основе дугового генератора плазмы условием возбуждения колебаний является некоторая пороговая величина концентрации катодной плазмы (эмитирующей электроны), которая определяется теперь как потоком ионов из анодной плазмы, так и высоким напряжением на ускоряющим промежутке. Так как ионный ток задается разрядным током плазмогенераторов с анодным слоем, то и пороговое условие мы определяли по величине этого тока. Минимальный ток, при котором возникает модуляция, зависит от ряда факторов, это и ускоряющее напряжение, давление плазмообразующего газа, геометрические параметры эмиссионной сетки. В ряде экспериментов возбуждение ВЧ колебаний наблюдалось, начиная с 10 А разрядного тока. На рис.4, приведены осциллограммы

токов, иллюстрирующие влияние величины разрядного тока плазмогенераторов на задержку возникновения ВЧ модуляции при ускоряющем напряжении 20 кВ и эмиссионной сетки с размером ячейки 0.51 мм. Давление или расход рабочего газа влияют подобным образом – увеличение расхода газа приводит к росту амплитуды пульсаций и уменьшению задержки момента ее возбуждения.

В этом режиме работы источника электронов изменился характер влияния высокого (ускоряющего) напряжения на задержку момента возбуждения – с ростом напряжения временная задержка увеличивается. Когда напряжение достигает верхней границы, колебания пропадают. Увеличение ускоряющего напряжения приводит к снижению порога возникновения колебаний по току – так для 20 кВ, минимальный порог равнялся 10-11 А, а при 17.5 кВ порог поднялся до 14 А. Значения границ (нижней и верхней) по напряжению и пороговый ток разряда зависят от величины резистора, установленного между цилиндрами эмиттера (1 и 2). Так увеличение этого сопротивления, установленного между цилиндрами плазменного катода с 0 до 0,25 Ом, увеличивает нижнюю границу с 10 кВ до 20 кВ, верхняя граница по напряжению сдвигается в область 28-30 кВ, а пороговый ток поднимается до 20 А.

Что касается частоты колебаний в электронном пучке, то минимальное ее значение приближается к 17 МГц, а максимальное к 36 МГц для обоих типов электронного источника. В сильной степени частота, как и форма колебаний, зависят от индуктивности перемычки, включенной между цилиндрами плазменного катода (рис.5), и размеров ячейки эмиссионной сетки. Увеличение размера ячейки сетки с 0.5 до 0.7 мм приводит к почти двукратному росту частоты (с 16.9 МГц до 36 МГц). Что касается влияния значений разрядных токов в генераторах анодной плазмы, ускоряющего напряжения, то их влияние на частоту колебаний не было выявлено, за исключением того, что при небольших ускоряющих напряжениях (до 15 кВ) частота колебаний медленно нарастает в течении импульса

(100 мкс), например, с 18.1 МГц до 18.8 МГц. Вероятно, частота и форма колебаний может зависеть еще от ряда факторов и в том числе геометрии электродов, положения коллектора, но детально этот вопрос не исследовался. О ширине спектра трудно что-нибудь сказать, так как спектральный анализ не проводился, в ряде экспериментов спектр ограничивался 3 и 5 гармоникой (рис.5), и когда речь идет о частоте, то имеется ввиду частота основной гармоники.

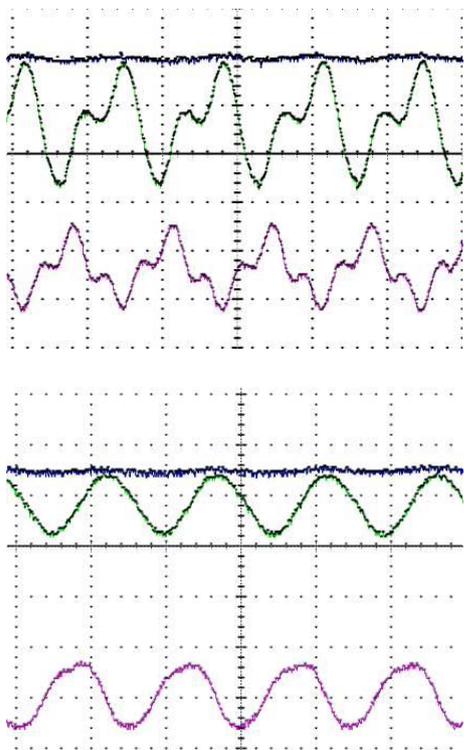


Рис.5. Изменение частоты и формы ВЧ модуляции электронного тока при увеличении индуктивности перемычки 6 (рис.1). Сверху - короткая перемычка длиной несколько сантиметров, частота основной гармоники 19,2 МГц. Снизу - на ту же перемычку надето небольшое ферритовое кольцо К10×6×3, частота понизилась до 16,9 МГц.

Данные, полученные в экспериментальных исследованиях, позволяют нам предложить качественную модель, которая объясняет явление возбуждения модуляции ВЧ электронного пучка и, как мы полагаем, не противоречит полученным экспериментальным данным. Предполагается, что колебания потенциала плазмы внутри полого эмиттера электронов вызывают изменение эмиссии электронов с границы плазмы в окрестности эмиссионной сетки. В свою очередь колебания в эмиссионном токе при-

водят к возбуждению колебаний высокого напряжения. Положительная обратная связь, необходимая для усиления колебаний и возбуждения ВЧ модуляции, создается, вероятно, благодаря наличию емкостной связи питающих разряд цепей и цепей высокого напряжения. В результате часть ВЧ напряжения за счет емкостной связи поступает на один из электродов эмиттера. Изменение потенциала электродов приводит к изменению тока в его цепи, а в случае постоянства разрядного тока, и к изменению потенциала плазмы. Таким образом цепь обратной связи замыкается.

Чтобы найти цепи питания, которые ответственны за возникновения ВЧ модуляции пучка, мы использовали режим работы источника электронов с высоковольтным тлеющим разрядом. Как отмечалось ранее, все источники питания и цепи, соединяющие их с дуговым генератором плазмы, не отключались и в режиме с ВТР. Они были обесточены. В результате последовательного отключения источников питания разряда и блока инициирования дугового разряда было установлено, что основной цепью ответственной за возникновение колебаний в пучке является та, что подключена к электроду, имеющему наибольшую площадь. В нашем конкретном случае это цепь, подключенная к полному аноду 1 (рис.1).

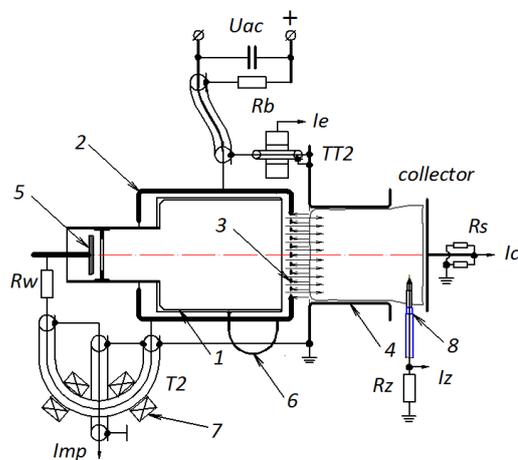


Рис.6. Схема эксперимента с модуляцией тока пучка с использованием дополнительного электрода. 1 - полный анод, 2 - эмиттерный электрод, 3 - эмиссионная сетка, 4 - анодная плазма, 5 - дополнительный электрод, 6 - перемычка, 7 - импульсный трансформатор, 8 - зонд. Условия эксперимента:  $U_{ac} - 20$  кВ,  $I_d - 20$  А, рабочий газ аргон, давление  $6.2 \cdot 10^{-4}$  мм рт. ст.

С целью экспериментального моделирования явления возбуждения ВЧ колебаний в пучке нами был проведен следующий эксперимент (рис.6), идея которого основана на таком явлении, как рост потенциала плазмы, вызванного уходом электронов на дополнительный электрод в условиях незначительного изменения разрядного тока эмиттера [10, 11].

Вместо катодного узла дугового генератора плазмы был смонтирован дополнительный электрод 5. На этот электрод в некоторый момент времени после завершения формирования разряда от генератора наносекундных импульсов подается импульсное напряжение положительной полярности через импульсный трансформатор, выполненный на отрезках коаксиального кабеля. В результате возникают колебания токов (рис.7), период колебаний которых совпадает с периодом колебаний генератора (около 200 нс). Наблюдаемые затухающие колебания связаны с тем, что генератор работает в рассогласованном режиме с достаточно сложной нагрузкой, и кроме того на форму сигналов сказывается поведение ключевого элемента в генераторе, который является однонаправленным. При положительной полуволне напряжения токи падают практически до нуля. В принципе результаты этого эксперимента является возможной иллюстрацией каким образом модулируется ток электронного пучка.

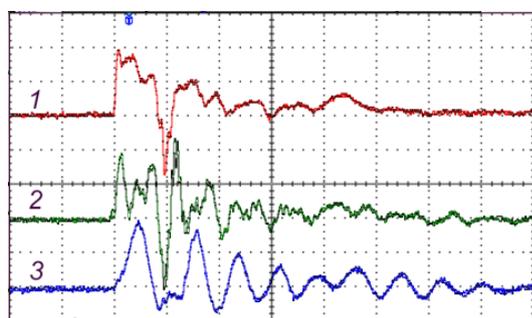


Рис.7. Оциллограммы сигналов: 1 – тока зонда (500 мВ/дел), 2 – тока коллектора (2 А/дел), 3 – тока ускоряющего электрода (4 А/дел). Масштаб – 100 нс/дел. Условия эксперимента:  $R_w = 0$ ,  $U_t = 2$  кВ.

Несколько слов о способах подавления ВЧ колебаний электронного тока. Как показали эксперименты эффективным методом компенсации влияния изменения потенциа-

ла катодной плазмы на эмиссионный ток является создание небольшой отрицательной разности потенциалов между эмиссионным электродом и полым анодом электронного эмиттера. Одним из способов реализации метода, как отмечалось выше, является использование падения напряжения на сопротивлении (рис.8), установленным между электродами эмиттера. Падение напряжения появляется при протекании части тока, в том числе эмиссионного, через сопротивление. Отрицательное напряжение, при такой схеме включения сопротивления и источников питания, приложено к эмиссионному электроду. Таким образом создается так называемая отрицательная обратная связь по току, подбором величины сопротивления регулируется глубина этой связи. Использование частотно-зависимого сопротивления  $X_d$  позволяет регулировать полосу подавления нестабильности тока. Так в экспериментах установкой небольшой индуктивности ( $\geq 0,1$  мкГн), например, в виде отрезка кабеля удалось подавить ВЧ модуляцию электронного пучка во всем рабочем диапазоне токов и ускоряющих напряжений.

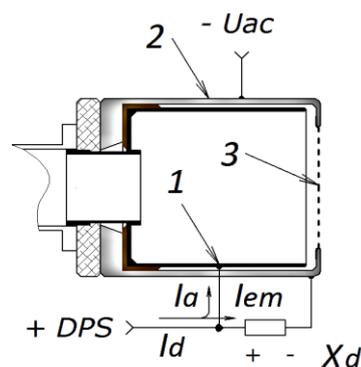


Рис.8. Схема возникновения отрицательной обратной связи по току. 1 – полый анод, 2 – эмиттерный электрод, 3 – эмиссионная сетка,  $U_{ac}$  – источник высокого напряжения,  $DPS$  – блок питания разряда,  $I_d$  – ток разряда,  $I_a$  – ток анода,  $I_{em}$  – сумма токов эмиссии и эмиссионного электрода,  $X_d$  – комплексное сопротивление.

Как и в случае использования индуктивности, удастся подавить колебания установкой чисто активного сопротивления с номиналом 1 Ом и больше, но при этом наблюдается снижение эмиссионного тока приблизительно начиная с 20%.

## Заключение

Проведены экспериментальные исследования явления возбуждения высокочастотных колебаний в электронном пучке, формируемом в плазменном источнике электронов с плазмонаполненной оптической системой. Показано, что механизм, ответственный за возникновение колебаний, связан с процессами, происходящими внутри полого анода эмиттера электронов, а именно с временной нестабильностью параметров плазмы – ее потенциала или локальной плотности. Нестабильность параметров плазмы приводит к колебаниям эмиссионного тока, которые в свою очередь приводят к колебаниям в цепи высокого напряжения. Наличие паразитной, скорее всего, емкостной связи между цепями высоковольтного источника ускоряющего напряжения и блока питания разряда, и за счет имеющихся задержек и фазовых сдвигов при распространении сигнала по питающим кабелям привели к тому, что для определенной частоты или узкой полосы частот, выполняются условия усиления колебаний. Часть энергии ВЧ колебаний из выходной цепи (модулированного тока электронной эмиссии) по цепям высоковольтного источника питания, поступает в анодную цепь питания разряда в электронном эмиттере. Так как при большой площади полого анода эмиттера электронов потенциал плазмы в значительной степени зависит от потенциала анода, то происходит усиление колебаний потенциала плазмы.

Как было установлено экспериментально эффективным методом подавления ВЧ колебаний является компенсация влияния изменения параметров плазмы на эмиссионный ток за счет частотно-зависимой отрицательной обратной связи по току. Такая обратная связь формируется за счет включения между электродами эмиттера (полым анодом и эмиттерным электродом) установкой комплексного сопротивления и подключения источника питания разряда к полному аноду. Глубина этой связи регулируется величиной номинала сопротивления.

Исследования поддержаны в рамках государственного задания Института силь-

ноточной электроники СО РАН, г. Томск, проект FWRM-2021-0006.

## Литература

[1] Gushenets V.I., Goncharov A.A., Dobrovolskiy A.M., Dunets S.P., Litovko I.V., and et.al., Electrostatic plasma lens focusing of an intense electron beam in an electron source with a vacuum arc plasma cathode // IEEE Trans. on Plasma Science. 2013. Vol. 41, Part 2, P. 2171–2176.

[2] Gushenets V.I., Goncharov A.A., Dobrovolskiy A.M., Litovko I.V., and Oks E.M., Low energy electron beam transport with a space charge lens // Proc. 26th Int. Symp. on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum. Mumbai, India. 2014. P. 553-556.

[3] Bugaev A., Goncharov A., Gushenets V., Dobrovolskiy A., and Oks E., Enhanced Electric Breakdown Strength in an Electron-Optical System // Proc. 28th Int. Symp. on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum (ISDEIV-2018). Greifswald, Germany. 2018. P. 35–38

[4] Gushenets V., Bugaev A., Oks E., High-Frequency Electron Beam Modulation in an Electron Source with a Plasma-Filled Optical System // 7th Int. Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE) - 21st Int. Symp. on High-Current Electronics. Tomsk, Russia. 2020. P. 170-173.

[5] Chirko K., Gurovich V.Ts., Krasik Ya. E., et al. High-frequency electron beam modulation by a ferroelectric cathode with anomalous plasma resistance // Physics of Plasmas. 2004. Vol. 11. P. 3865-3876.

[6] Gushenets V.I., Schanin P.M., High current electron sources and accelerators with plasma emitters // in book Emerging Application of Vacuum-Arc-Produced Plasma, Ion and Electron Beams, Series II, vol. 88, Oks E. and Brown I., Eds. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, 2002. P. 91-104.

[7] Gushenets V.I., Bugaev A.S., Gavrilov N.V., High-density low energy electron gun based on vacuum arc // Proceedings of the 7th International Conference on Electron Beam Technologies. Varna, Bulgaria. 2003. P.134-138.

[8] Молоковский С.И., Сушков А.Д. Интенсивные электронные и ионные пучки. - Москва: Энергоатомиздат, 1991. – 304 с.

[9] Gushenets, VI, Bugaev, AS.; Oks, EM, Suppression of High-Frequency Electron Beam Modulation in a Plasma-Filled Diode // IEEE Trans. on Plasma Science. 2021. Vol. 49, P. 2554–2558.

[10] Гушенец В.И., Крейндель Ю.Е., Способ получения импульсных электронных пучков, авторское свидетельство на изобретение №1400462 (приоритет от 14 апреля 1986 г.).

[11] Gushenets V.I., Electron gun based on plasma potential controlled plasma cathode // Proc. 15th Int. Symp. on High Current Electronics. Tomsk, Russia. 2008. P. 162-164.

# Форвакуумный плазменный электронный источник с двухступенчатой разрядной системой

А.С. Климов, И.Ю. Бакеев, А.А. Зенин, Ж.Э. Дагри, Е.М. Окс

Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники (ТУСУР)

634050, Томск, пр. Ленина, 40, Россия

E-mail: klimov@main.tusur.ru

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-133-137

Представлена конструкция и основные параметры форвакуумного плазменного источника ленточного электронного пучка, содержащего основную и вспомогательную разрядную системы. Диапазон рабочих давлений источника расширен в область низких давлений – от 10 Па до  $10^{-2}$  Па. Ток пучка при минимальном рабочем давлении и ускоряющем напряжении 2 кВ достигает 450 мА. Неоднородность распределения плотности тока по сечению пучка не превышает 15% как при работе в области высоких, так и низких давлений.

## Введение

Электронные пучки ленточной конфигурации привлекательны для создания протяженных плазменных образований, а также инициирования пучково-плазменного разряда для плазмохимической обработки материалов различного назначения в биомедицине [1–3], микроэлектронике и др. [4–10]. Параметрами пучковой плазмы, образующейся в результате ударной ионизации газа ускоренными электронами, можно управлять в достаточно широких пределах за счет изменения энергии электронов пучка, тока пучка, рода и давления плазмообразующего газа. Наиболее привлекательная с точки зрения осуществления плазменной обработки и инициирования плазмохимических реакций область давлений лежит в пределах 0,1–1 Па. В таком диапазоне способны функционировать источники с термокатодом [11, 12], а также источники на основе плазменного катода [13]. Задача создания электронных источников ленточных пучков, функционирующих при таких давлениях, заключается в необходимости обеспечения перепада давлений между областью генерации электронного пучка и областью создания пучковой плазмы. Для источников с термокатодом, традиционно функционирующих при более низких давлениях, электроны пучка будут инжектироваться в область с более высоким давлением, что накладывает ограничения на поперечный размер инжектируемого электронного пучка и площадь диафрагмы, разделяющей обла-

сти с различным давлением. Источники электронов с плазменным катодом способны функционировать при давлениях от десятков до единиц паскалей [14, 15], однако понижение рабочего давления также требует создания области перепада давлений [16]. Кроме того, в более низком диапазоне давлений такие источники функционируют в импульсном режиме.

Источники с плазменным катодом, работающие в непрерывном режиме, описаны в [17]. Минимальное давление таких источников не ниже 1 Па. Нижний предел давлений обусловлен погасанием разряда при приближении давления к нескольким паскалям. А поскольку создать перепад давлений на протяженной эмиссионной щели таких источников не представляется возможным, то и напуск газа не способен решить эту проблему. Одним из способов расширения диапазона рабочих давлений таких источников может быть инжекция электронов из вспомогательных источников в основную разрядную систему [18]. В настоящей работе представлены результаты использования этого подхода для создания форвакуумного плазменного источника ленточного электронного пучка, способного работать при более низком давлении, чем традиционный диапазон таких источников.

## Схема источника и принцип работы

Схема форвакуумного плазменного источника ленточного электронного пучка представлена на рис.1. Источник состоит из

протяженного полого катода основного разряда длиной 250 мм и внутренним диаметром 100 мм. В торцевых стенках катодной полости выполнены цилиндрические вставки, позволяющие располагать диафрагмы с отверстием различного диаметра. На торцах полого катода установлены полые цилиндрические катоды вспомогательных разрядов длиной 120 мм и диаметром 40 мм. Малое отверстие в диафрагме служит для создания перепада давлений между областью основного и вспомогательного разряда. В торцах дополнительных катодов установлены штуцеры для напуска газа.

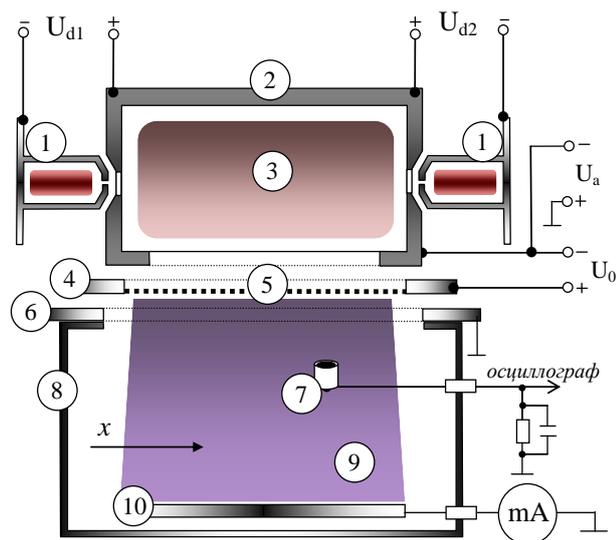


Рис.1 Схема форвакуумного источника ленточного электронного пучка и схема измерения его параметров: 1 – катоды вспомогательных разрядов, 2 – катод основного разряда, 3 – плазма основного разряда, 4 – анод основного разряда, 5 – эмиссионная сетка, 6 – экстрактор, 7 – малый коллектор тока, 8 – вакуумная камера, 9 – электронный пучок, 10 коллектор пучка.

Полый катод 2 содержит протяженную щель шириной 20 мм, расположенную вдоль катодной полости со стороны плоского анода основного разряда 4. В аноде имеется возможность установки эмиссионных сеток 5 с различной прозрачностью. Эмиссионное окно в аноде представляет собой протяженную щель с размерами  $10 \times 220 \text{ мм}^2$ . Ускоряющий промежуток представлен базовым фланцем с экстрактором 6, формирующим извлекающее электроны поле.

Источник устанавливался на вакуумной камере, откачиваемой механическим насосом AdvaVac-40 до давления 2–5 Па.

Для создания более низкого давления использовался паромасляный насос ВН 2000. Рабочими газами служили воздух, аргон, гелий. Напуск газа осуществлялся в полые катоды вспомогательных разрядов и контролировался регулятором расхода газа РРГ-12. Минимальный расход газа для устойчивого зажигания и поддержания горения вспомогательных разрядов составлял 0,54 л/час по азоту.

Электрическое питание основного и вспомогательных разрядов осуществлялось блоками стабилизированного напряжения с возможностью регулировки тока от 10 до 600 мА для вспомогательных разрядов и до 1200 мА для основного разряда. Напряжение холостого хода источников не превышало 2 кВ. Для формирования электронного пучка использовался источник высокого напряжения с током от 10 до 500 мА и напряжением от 0,1 до 10 кВ.

Измерение плотности тока электронного пучка осуществлялось малым подвижным коллектором 7, перемещаемым вдоль протяженного размера катодной полости в плоскости, перпендикулярной распространению электронного пучка. Малый коллектор представлял собой медный диск диаметром 4 мм. Точковый сигнал с коллектора фиксировался цифровым запоминающим осциллографом Tektronix 2024В. Расстояние от приемной части малого коллектора до эмиссионной сетки источника составляло 20 см.

После прохождения вакуумной камеры электронный пучок улавливался водоохлаждаемым коллектором 10, выполненным из нержавеющей стали.

## Результаты работы

Зажигание основного разряда в области давлений 1–10 Па осуществлялась путем подачи напряжения на промежуток катод–анод. Требуемое в этом диапазоне давлений напряжение зажигания не превышало 1 кВ. Для зажигания основного разряда в области давлений  $2 \times 10^{-2}$ –1 Па использовался поток электронов из плазмы вспомогательных разрядов. Сначала осуществлялось зажигание вспомогательных разрядов путем подачи напряжения между катодом вспомо-

гательного разряда и катодом основного разряда, полярность показана на рис.1. Затем при подаче напряжения порядка 500 В зажегся основной разряд. Стоит отметить, что без вспомогательных разрядов напряжение зажигания основного разряда превышало максимальное напряжение источника – 2 кВ. Ток основного разряда составлял от 100 до 1200 мА. Токи вспомогательных разрядов могли варьироваться от 150 до 600 мА и влияли на величину тока основного разряда в пределах 20%.

Пучок с током 5–450 мА извлекался из плазмы основного разряда. Энергия электронов пучка регулировалась величиной ускоряющего напряжения в пределах 1–8 кВ. Поскольку одна из задач такого пучка – генерация пучковой плазмы и инициирование пучково-плазменного разряда [19], то основные измерения распределения плотности пучка были выполнены для энергии электронов пучка не более 2 кэВ.

Для ленточных электронных пучков одним из важных параметров является однородность пучка по сечению. Распределение плотности тока пучка при работе в низком и высоком вакууме представлены на рис.2–5.

Наиболее однородное распределение плотности тока наблюдается при ускоряющем напряжении 1 кВ вне зависимости от рода газа и давления. При снижении давления неоднородности оказываются более выраженными. С ростом ускоряющего напряжения в распределении плотности тока появляются неоднородности в виде отдельных максимумов плотности тока. Отклонение плотности тока в максимуме от среднего значения плотности не превышает 15%. Как показали предыдущие работы с источником ленточного электронного пучка [20] снижению неоднородности способствует повышение участка транспортировки электронного пучка. На большем удалении от источника распределение выравнивается, и неоднородности снижаются до 5%. Исследование же зависимости однородности распределения плотности тока от протяженности участка транспортировки не входило в задачи настоящей работы и будет рассмотрено в дальнейших исследованиях.

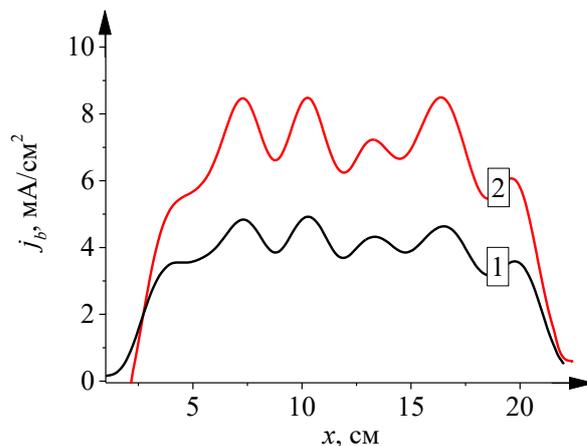


Рис.2. Распределение плотности тока пучка для различных ускоряющих напряжений: 1 – 1 кВ, 2 – 2 кВ. Рабочий газ аргон, давление  $2 \cdot 10^{-2}$  Па. Ток основного разряда 400 мА.

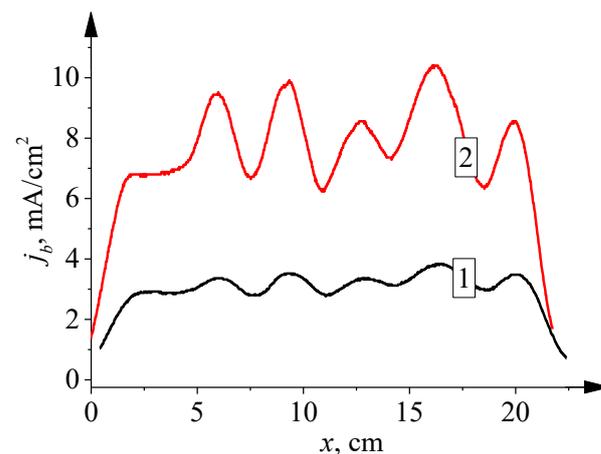


Рис.3. Распределение плотности тока пучка для различных ускоряющих напряжений: 1 – 1 кВ, 2 – 2 кВ. Рабочий газ гелий, давление  $2 \cdot 10^{-2}$  Па. Ток основного разряда 400 мА.

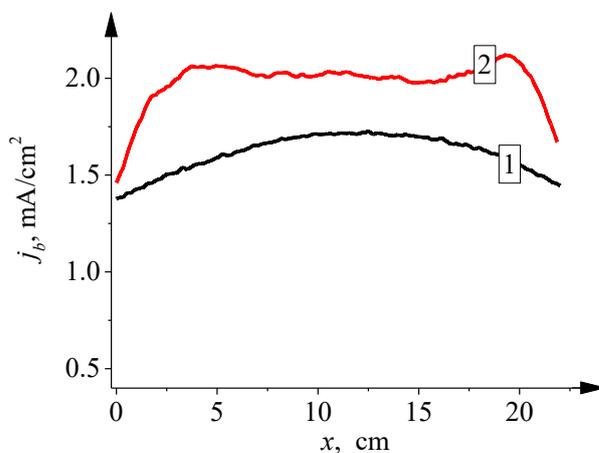


Рис.4. Распределение плотности тока пучка для различных ускоряющих напряжений: 1 – 1 кВ, 2 – 2 кВ. Рабочий газ аргон, давление 10 Па. Ток основного разряда 400 мА.

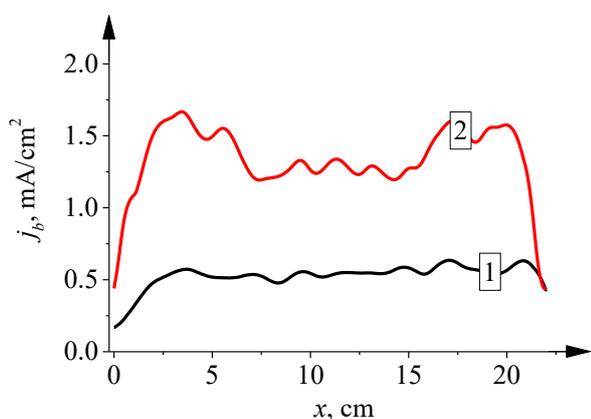


Рис.5. Распределение плотности тока пучка для различных ускоряющих напряжений: 1 – 1 кВ, 2 – 2 кВ. Рабочий газ гелий, давление 10 Па. Ток основного разряда 400 мА.

### Заключение

Использование двухступенчатой разрядной системы со вспомогательными катодами, установленными на торцах основного катода, позволяет расширить диапазон рабочих давлений форвакуумного плазменного источника ленточного электронного пучка. При давлении  $(2-4) \cdot 10^{-2}$  Па ток пучка имеет максимальное значение при работе на гелии и достигает 450 мА. Неоднородность продольного распределения плотности тока не превышает 15% при энергии электронов пучка не более 2 кэВ.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ, FEWM-2023-0012.

### Литература

[1] Vasiliev M., Vasilieva T. Beam plasmas: materials production. In Encyclopedia of Plasma Technology-Two Volume Set. 2016. pp. 152-166.

[2] Pukhova I.V., Savkin K.P., Laput O.A., Lytkina D.N., Botvin V.V., Medovnik A.V., Kurzina I.A. Effects of ion-and electron-beam treatment on surface physicochemical properties of polylactic acid // Applied Surface Science. 2017. Vol. 422, pp. 856-862.

[3] Vasilieva T., Lopatin S., Varlamov V., Miasnikov V., Hein A. M., Vasiliev M. Hydrolysis of chitin and chitosan in low temperature electron-beam plasma // Pure and Applied Chemistry. 2016. Vol. 88(9), pp. 873-879.

[4] Walton S.G., Hernández S.C., Boris D. R., Petrova T.B., Petrov G.M. Electron beam generated plasmas for the processing of graphene // Journal of Physics D: Applied Physics. 2017, Vol. 50(35), p.354001.

[5] Walton S.G., Boris D.R., Hernández S.C., Lock E.H., Petrova T.B., Petrov G.M., Fernsler R.F. Electron beam generated plasmas for ultra low  $T_e$  processing // ECS Journal of Solid State Science and Technology. 2015. Vol. 4(6), p.5033.

[6] Dorf L., Wang J. C., Rauf S., Monroy G.A., Zhang Y., Agarwal A., Collins K. Etching with atomic precision by using low electron temperature plasma. Journal of Physics D: Applied Physics. 2017. Vol. 50(27), pp. 274003.

[7] Walton S.G., Boris D.R., Hernández S.C., Lock E.H., Petrova T.B., Petrov G.M., Joseph E.A. Electron beam generated plasmas: Characteristics and etching of silicon nitride // Microelectronic Engineering. 2017. Vol. 168, pp. 89-96.

[8] Shustin E.G. Plasma technologies for material processing in nanoelectronics: Problems and solutions // Journal of Communications Technology and Electronics. 2017. T. 62. C. 454-465.

[9] Marchack N., Buzi L., Farmer D. B., Miyazoe H., Papalia J.M., Yan H., Engelmann S.U. Plasma processing for advanced microelectronics beyond CMOS // Journal of Applied Physics. 2021. Vol. 130(8), pp. 080901.

[10] Li C., Hofmann T., Edinger K., Godyak V., Oehrlein G.S. Etching of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> induced by electron beam plasma from hollow cathode plasma in a downstream reactive environment // Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena. 2020. Vol. 38(3), pp. 032208.

[11] Meshkov I. N. et al. Beam-plasma discharge during electron beam injection into a rarefied gas. – AN SSSR, 1990. – №. IYAF-90-12.

[12] Васильева Т.М., Соколов И.В. Применение электронно-пучковой плазмы для синтеза оксидов титана с улучшенной биосовместимостью // Горение и плазмохимия. 2015. Т. 13. № 2. С. 134-140.

[13] Hertwig C., Meneses N., Mathys A. Cold atmospheric pressure plasma and low en-

ergy electron beam as alternative nonthermal decontamination technologies for dry food surfaces: A review // *Trends in Food Science & Technology*. 2018. Vol. 77, pp.131-142.

[14] Klimov A.S., Oks E.M., Zenin A.A. Generation of ribbon electron beams by forevacuum plasma sources based on the discharge with an extended hollow cathode // *Russian Physics Journal*. 2018. Vol. 60. № 9. p. 1501-1508.

[15] Климов А.С., Ломаев М.И., Окс Е.М., Андрейчик А.П. Параметры пучковой плазмы, формируемой форвакуумным плазменным источником ленточного электронного пучка в системе транспортировки без магнитного поля // *Журнал технической физики*. 2017. Т. 87. № 2. С. 192-196.

[16] Gushenets V.I., Koval N.N., Schanin P.M., Tolkachev V.S. Nanosecond high current and high repetition rate electron source // *IEEE Trans. Plasma Sci.*, 1999, v. 27, no.4 .P. 1055-1059.

[17] Manheimer W.M., Fernsler R.F., Lampe M., Meger R.A. Theoretical overview of the large-area plasma processing system (LAPPS) // *Plasma Sources Science and Technology*. 2000. Vol. 9(3), p. 370.

[18] Коваль Н.Н., Девятков В.Н., Воробьев М.С. Источники электронов с сеточным плазменным эмиттером: прогресс и перспективы // *Известия высших учебных заведений. Физика*. 2020. Vol. 63(10), pp. 7-16.

[19] Шустин Е.Г. Пучково-плазменный разряд в космосе и в лаборатории // *Физика плазмы*. 2021. Vol. 47(6), pp. 518-530.

[20] Klimov A.S., Zenin A.A., Van Tu C., Bakeev I.Y. Forevacuum plasma electron source of a ribbon electron beam with a multi-aperture extraction system // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2019. Vol. 597, No. 1, p. 012069.

# Особенности получения многослойных структур AlNi методом магнетронного распыления

Н.И. Сушенцов, Д.Е. Шашин, А.Д. Дьячков, П.Г.Габдуллин, О.Е.Квашенкина

Поволжский государственный технологический университет (ПГТУ)  
424000, Йошкар-Ола, пл. Ленина, 3, Россия  
E-mail: ShashinDE@volgatech.net  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-138-143

Данная работа посвящена получению тонких пленок AlNi методом магнетронного распыления и особенностям, возникшим в ходе этого процесса. В тексте описано оборудование, в том числе программное обеспечение для получения многослойных структур. Рассмотрены результаты проведенных экспериментов и разработанный технологический процесс.

## Введение

Многослойные структуры AlNi обладают способностью к самораспространяющемуся высокотемпературному синтезу. СВС – это процесс протекания сильной экзотермической реакции (реакции горения), в котором тепловыделение локализовано в слое и передается от слоя к слою путем теплопередачи. С помощью СВС получают преимущественно неорганические вещества, материалы и изделия разного назначения: (порошки тугоплавких соединений, абразивные пасты, азотированные ферросплавы, керметы, керамику), детали и изделия заданных размеров и форм, огнеупорные изделия и покрытия [1; 2]. СВС процессы используют при прямом синтезе монокристаллов, получению керамических и металлокерамических пеноматериалов, в создании композиционных материалов типа полимер-керамика, при синтезе сверхтвердых материалов. [3]. На рис.1 представлен график со всеми возможными парами материалов, способных на СВС, в том числе и AlNi.

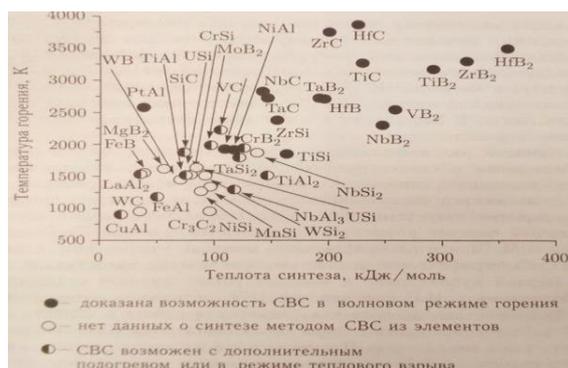


Рис.1. График параметров СВС разных пар материалов

Как видно из рис.1, выбранная пара обладает достаточно высокой температурой горения и привлекательным для практического применения объемом теплоты, выделяемой при синтезе. Эти параметры позволяют использовать данную структуру в качестве припойной реакционной фольги. Данное применение заключается в следующем. Сначала фольга укладывается вручную или автоматизированным способом между спаиваемыми поверхностями. Затем она подвергается воздействию кратковременного энергетического импульса, запускающего цепную реакцию внутри материала. При протекании экзотермической реакции в припойной фольге происходит кратковременный волнообразный нагрев [4]. Данный метод пайки обладает целым рядом достоинств [5] в сравнение с традиционным методом, что показано в табл.1.

Табл.1. Сравнение традиционного метода пайки и пайки с помощью СВС.

Параметры сравнения	Традиционные методы пайки	Предлагаемый метод
Подготовка поверхностей	Требуется применение флюсов	Не требуется
Наличие источника тепла	Требуется	Не требуется
Сохранение электрической проводимости элементов	Имеется	Имеется
Длительность процесса	Затратный по времени	Пайка в течение долей секунды
Качество пайки	Возможно оплавление элементов	Пайка без термического повреждения элементов
Экологичность	Содержание токсичных металлов в припое	Отсутствие вредных испарений

Технологии применения СВС-реакции в тонких многослойных пленках для крепления пьезоэлектрических элементов оказываются весьма перспективными для прак-

тического использования в промышленности [6, 7].

Интерес практического применения многослойных тонкопленочных структур достаточно широко обсуждается в мировом научном сообществе и достаточно подробно описан в ряде обзорных статей [8, 9, 10].

В данной работе представлены особенности получения многослойных структур AlNi со способностью к СВС.

### Оборудование и технология

Вакуумная камера установки магнетронного распыления, представленная на рис.2, предназначена для размещения в ней распылительной системы из шести магнетронов и держателя подложек, приводимых в движение карусельным механизмом.

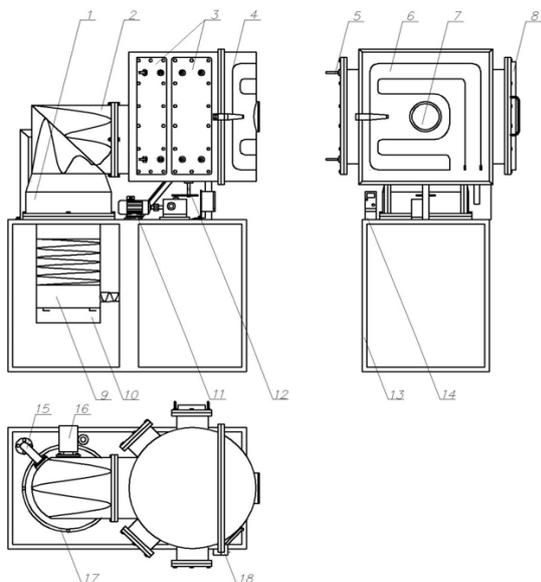


Рис.2. Общий вид установки магнетронного распыления: 1 – азотная ловушка; 2, 15 – вакуумный трубопровод; 3 – присоединительные фланцы; 4 – трубки охлаждения; 5 – штуцер охлаждения магнетрона; 6 – дверца загрузки; 7 – смотровое окно; 8 – ионный источник; 9 – паромасляный насос; 10 – плита нагрева паромасляного насоса; 11 – мотор-редуктор карусельного механизма; 12 – ввод вращения; 13 – станция; 14 – частотный преобразователь; 16 – пневматический клапан вакуумного затвора; 17 – присоединительный фланец; 18 – замок дверцы загрузки.

Разработанная конструкция вакуумной установки позволяет устанавливать шесть магнетронных распылителей и ионный источник. Магнетронная распылительная система (МРС) в составе шести магнетронов позволяет с одной стороны увеличить

спектр получаемых покрытий (в том числе составных материалов), а с другой стороны, повысить скорость распыления, увеличить толщину и равномерность получаемого покрытия.

Для нагрева напыляемых подложек используются два электрических резистивных нагревателя диаметром 8,5 мм, смонтированных на дверце вакуумной камеры, позволяющих получить нужную температуру нагрева во время технологического процесса. Температура измеряется с помощью термпарного датчика. Показания от датчика выведены на панель оператора.

На рис.3 и рис.4 представлены внешний и внутренний вид камеры установки соответственно.



Рис.3. Внешний вид установки магнетронного распыления.



Рис.4. Внутренний вид установки магнетронного распыления.

На рис.5 представлена оснастка, используемая в проводимых исследованиях по получению многослойных структур для крепления подложек.



Рис.5. Оснастка для установки подложек

На рис.6 представлено устройство магнетронной распылительной системы. Ее технические характеристики следующие:

- 1) материал катода магнетрона – Al, Ni;
- 2) размер мишени – 596×65×10 мм;
- 3) величина магнитной индукции на поверхности мишени – 0,35 Тл;
- 4) расположение мишени – вертикальное;
- 5) рабочий ток магнетрона 5–12 А;
- 6) рабочее напряжение на магнетроне 300–700 В;
- 7) возможность работы в среде реактивных газов N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> и др.

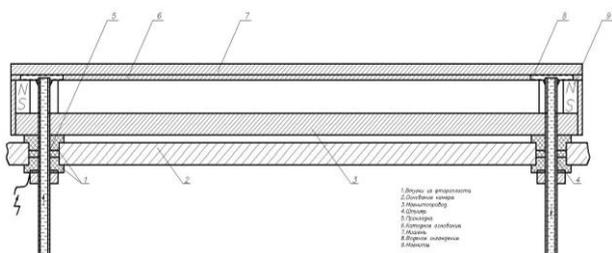


Рис.6. Общий вид МРС: 1 – втулки из фторопласта; 2 – основание камеры; 3 – магнетрон; 4 – штуцер; 5 – прокладка; 6 – катодное основание; 7 – мишень; 8 – водяное охлаждение; 9 – магниты.

Система управления установкой магнетронного распыления основана на программном обеспечении, имеющем 2-х уровневую архитектуру:

- нижний уровень – контроллер

управления вакуумным технологическим оборудованием;

- верхний уровень – рабочая станция оператора, функционирующая под управлением программы написанной в среде «MasterSCADA» на ОС MS Windows 7.

Внешний вид окна интерфейса управляющей программы представлен на рис.7. Программа предназначена для обеспечения взаимодействия оператора и оборудования вакуумной установки. Программа позволяет применять как обычные средства ввода (клавиатура, мышь), так и устройства сенсорного ввода. Данная программа отображает все сведения о работе вакуумного оборудования и предоставляет возможность им управлять.

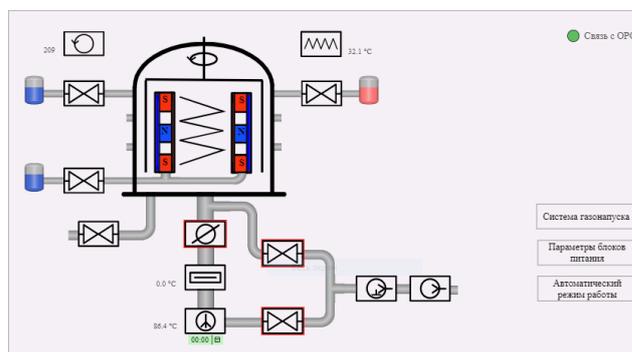


Рис.7. Внешний вид интерфейса управляющей программы.

### Полученные результаты

По результатам исследований был разработан общий типовой технологический процесс получения многослойных структур, в том числе и AlNi для описанной выше вакуумной установки, который должен осуществляться по представленной на рис.8 блок-схеме.

Разработанный типовой технологический процесс нанесения многослойных структур для вакуумной установки магнетронного распыления является общим для всех видов пленок, которые можно реализовать данным методом, а его конкретные технологические параметры зависят только от конкретных требуемых результатов и могут быть установлены в результате экспериментальных исследований и занесены в электронную базу данных вакуумной установки для дальнейшего автоматизированного использования.

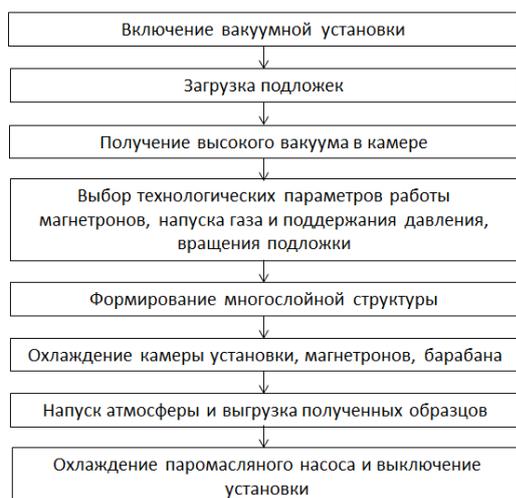


Рис.8. Типовая технология получения многослойных структур.

На основе представленного технологического процесса были получены образцы многослойной пленки AlNi, показанные на рис.9. В качестве подложки использовалось стекло, которое крепилось на оснастку, представленную на рис.5. Снятый с подложки из стекла образец полученной реакционной фольги имел толщину равную 42 мкм. Он представлен на рис.10.



Рис.9. Полученные образцы многослойных структур на подложках из стекла.



Рис.10. Образец реакционной фольги, снятый с подложки из стекла.

Образец был исследован на электронном микроскопе. На рис.11 представлены результаты данной работы.

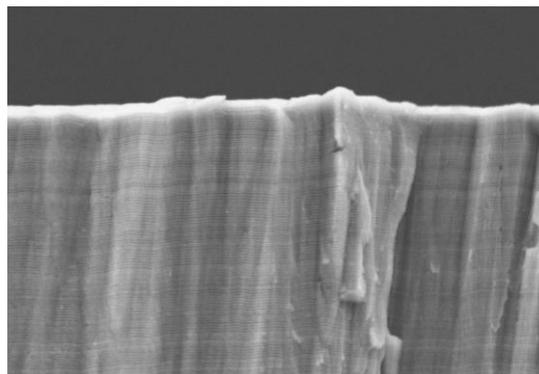


Рис.11. Скол образца многослойной структуры AlNi, снятого со стеклянной подложки.

На данном изображении виден скол реакционной фольги AlNi, где можно рассмотреть поочередно полуслои Al и Ni. В сумме их – около 1000, а слоев – около 500.

Так же на рис.12, на увеличенной части предыдущего изображения, показано измерение одной такой пары полуслоев. Ширина составила 51,78 нм. В целом видно, что напыление пленки прошло удачно. Она получилась достаточно эластичной, и обладающей способностью к протеканию в ней СВС-реакции.

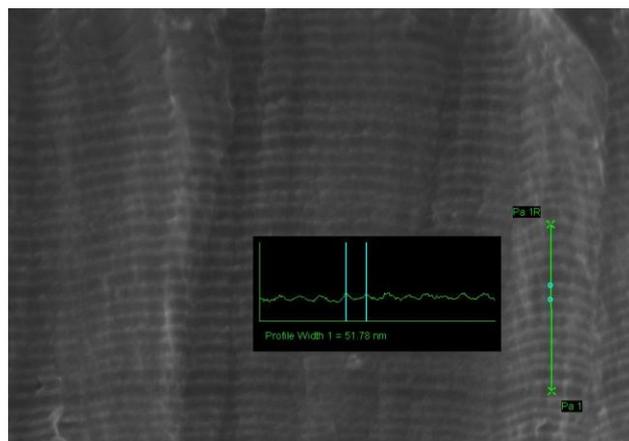


Рис.12. Изображения процесса измерения слоя AlNi на электронном микроскопе.

В ходе работы над реакционной фольгой возникали проблемы, решить которые требовалось для достижения оптимального результата. Одной из важнейших проблем является, в первую очередь, перегрев пленок. Преодоление данного препятствия является критическим, ввиду того, что оно в

огромной степени влияет на работоспособность образцов фольги. Если температура около подложки превысит границу в 120–140 °С, то произойдет перемешивание полуслоев, и на выходе вместо многослойной структуры металлов Al и Ni, получится их сплав. Полученная таким образом многослойная структура окажется неспособной к протеканию в ней СВС-реакции.

Другим препятствием является отслоение пленки. Из-за отсутствия адгезии фольги к подложке происходит отслоение структуры от материала, и последующее ее налипание на мишени, установленные на магнетронах. Это приводит к замыканию магнетронной системы и, как следствие, прекращению напыления. Данная проблема не позволяет получить ни цельную пленку, ни фольгу требуемой толщины.

Обратная этой проблема – это излишняя адгезия. Если при нагреве подложки поставить температуру слишком высокой, то кроме риска получить сплав из Al и Ni, можно добиться отрывания верхних слоев подложки пленкой. Это не влияет на работоспособность пленки, но вполне может повлиять на целостность фольги, что приведет к ее крошению.

Две данные проблемы являются частью противоречия. Противоречие состоит в том, что для снятия фольги с подложки нужна низкая адгезия, а для того, чтобы фольга не отлетела с подложки во время технологического процесса, нужна адгезия достаточно высокая. Кроме того, основным способом повышения адгезии является повышение температуры подложки, что недопустимо при формировании фольги, которую можно нагревать, примерно, до 100 °С. Данное противоречие решается несколькими путями: 1. нахождение оптимальной температуры нагрева подложки; 2. выбор другой подложки, адгезия которой будет выше.

Так же есть проблема, что при достигнутых максимальных скоростях роста в 20 нм/мин, создание фольги толщиной 50 мкм, необходимой для ее использования в целях пайки, занимает 46 часов непрерывного технологического процесса, что приводит к большим затратам по водоснабжению, электроэнергии, временным затратам на работу

персонала, а также увеличивает частоту отказов при реализации технологического процесса формирования фольги за счет других проблем, в том числе замыкания МРС.

Возникает и другое препятствие. При реализации процесса на подложкодержателе возникает электрическое напряжение порядка 27 В, что при достижении толщины фольги в 12–15 мкм приводит к реакции СВС на подложке во время технологического процесса. Это в свою очередь ведет не только к порче фольги, но и к замыканию МРС.

### **Заключение**

1) Рассмотрено оборудование, которое было использовано в ходе исследования многослойных структур AlNi. Оно представлено на рис.2–6. За счет большого числа проведенных экспериментов удалось выявить технологические параметры и конфигурацию оборудования, позволяющие получить за один технологический цикл структуры, в которых возможна реакция СВС.

2) Разработана программа, объединяющая управление электрическими, электронными, вакуумными, измерительными компонентами, позволяющая автоматизировать нелинейные длительные технологические процессы, что положительно сказывается на качестве выходного продукта. Ее интерфейс представлен на рис.7.

3) Были рассмотрены результаты исследования образцов многослойной фольги AlNi (рис.9 и рис.10) на электронном микроскопе, изображения с которого представлены на рис.11 и рис.12. Изображения показали качество полученных пленок и работоспособность технологического процесса, представленного на рис.8.

4) Были рассмотрены основные проблемы, препятствующие получению хорошей реакционной фольги. Это – перегрев, адгезия, энерго- и ресурсоемкость процесса, а также реакция СВС из-за электрического напряжения подложкодержателя.

### **Литература**

[1] Мержанов А.Г., Боровинская И.П. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез тугоплавких неорганических

соединений // Доклады Академии наук СССР. — 1972. Том 204, № 2. с. 336-339

[2] A. G. Merzhanov. In: Combustion and Plasma Synthesis of High Temperature Materials. VCH Publishers. New York. (1990) 1—16 p. 709 p.

[3] Концепция развития самораспространяющегося высокотемпературного синтеза как области научно-технического прогресса. Отв. редактор А.Г. Мержанов. Черноголовка, «Территория», 2003, 368 стр.

[4] "Concise Encyclopedia of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. History, Theory, Technology, and Products". 1st Ed., Editors: I. Borovinskaya, A. Gromov, E. Levashov et al., Imprint: Elsevier Science, 2017

[5] Е.А. Левашов, А.С. Рогачев, В.И. Юхвид, И.П. Боровинская. Физикохимические и технологические основы самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. — М.: Бином, — 1999, — 176 с.

[6] Kvashenkina, O.E., Gabdullin, P.G., Arkhipov, A.V. Smartfoil: A novel assembly technology for electronic circuit boards in multifunctional units. Proceedings of the 2018 IEEE International Conference on Electrical

Engineering and Photonics, EEHPolytech 2018. 5 December 2018, Номер статьи 8564437, Pages 202-206.

[7] Kvashenkina O.E., Gabdullin P.G., Osipov V.S. Using The Novel Capable Of SHS-Reaction Multilayer Nanostructured Materials For Soldering of Lead-Zirconate-Titanite Piezoceramic Element. Journal of Physics: Conference Series. 2019. С. 012023.

[8] Weihs, T.P. Fabrication and characterization of reactive multilayer films and foils. In: Metallic Films for Electronic, Optical and Magnetic Applications: Structure, Processing and Properties. December 2013, Pages 160-243.

[9] D.P. Adams, Reactive multilayers fabricated by vapor deposition: A critical review // Thin Solid Films, Volume 576, 2 February 2015, Pages 98-128.

[10] Florence Baras, Vladyslav Turlo, Olivier Politano, Sergey Georgievich Vadchenko, Alexander Sergeevich Rogachev, and Alexander Sergeevich Mukasyan. SHS in Ni/Al Nanofolios: A Review of Experiments and Molecular Dynamics Simulations // Adv. Eng. Mater. 2018, 1800091.

# Генерация радиально сходящегося электронного пучка в источнике с многодуговым сеточным плазменным катодом

*М.С. Торба, С.Ю. Дорошкевич, М.С. Воробьёв, Н.Н. Коваль, В.В. Ежов, С.А. Сулакшин, Р.А. Картавцов*

Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)  
634055, Томск, пр. Академический, 2/3, Россия  
E-mail: mtorba9@gmail.com  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-144-150

Приведены результаты экспериментов по генерации радиально сходящегося электронного пучка в источнике с многодуговым сеточным плазменным катодом. Генерация пучка происходила при ускоряющем напряжении до 50 кВ, токе разряда 50–300 А, длительности импульса 50–500 мкс и давлении 20–50 мПа. Выполнено сравнение режимов работы источника электронов, а также проведена модернизация конструкции плазменного эмиттера с целью повышения плотности тока до уровня достаточного для модификации поверхности материала коллектора.

## Введение

Перспективность использования источников электронов с плазменным катодом на основе дугового разряда низкого давления с сеточной/слоевой стабилизацией границы эмиссионной плазмы, и плазменным анодом с открытой границей плазмы, неоднократно была продемонстрирована для модификации поверхности различных материалов и изделий, приводящая к кратному улучшению функциональных свойств их поверхности, недостижимые другими способами модификации поверхности материалов [1]. Однако использование планарных пучков для обработки материалов и изделий цилиндрической и более сложной формы имеет ряд недостатков, главным среди которых является эффект геометрической тени, не позволяющий проводить равномерную обработку поверхности.

Возможность успешного применения источников электронов, генерирующих планарный пучок электронов для обработки различных материалов [2] и изделий была неоднократно продемонстрирована в том числе на примере источника электронов “СОЛО” [3, 4], который используется для модификации поверхностей планарным пучком электронов, но обладает рядом недостатков для обработки изделий цилиндрической или другой более сложной формы.

Так, несмотря на конструкционную и техническую простоту использования пла-

нарных электронных пучков для обработки материалов и изделий сложной формы, в обычных условиях не представляется возможным проводить обработку таких изделий с достаточным качеством. Также, несомненным минусом таких пучков при обработке цилиндрических изделий является эффект геометрической тени, который не позволяет обработать некоторые участки образцов такой формы.

Описанная выше проблема может быть решена с использованием источников электронов способных генерировать радиально сходящийся электронный пучок, чему посвящено уже несколько работ [4–8] и достигнуты интересные результаты.

С учетом опыта генерации интенсивного субмиллисекундного электронного пучка в источнике электронов с многодуговым плазменным катодом [9] в данной статье приведены результаты экспериментов по генерации радиально сходящегося электронного пучка с многодуговым сеточным плазменным катодом при использовании двух конструкций плазменного эмиттера с целью достижения плотности энергии пучка удовлетворяющей требованиям модификации поверхности материалов и изделий.

## Эксперимент

Схема экспериментальной установки представлена на рис.1. анодом дугового разряда.

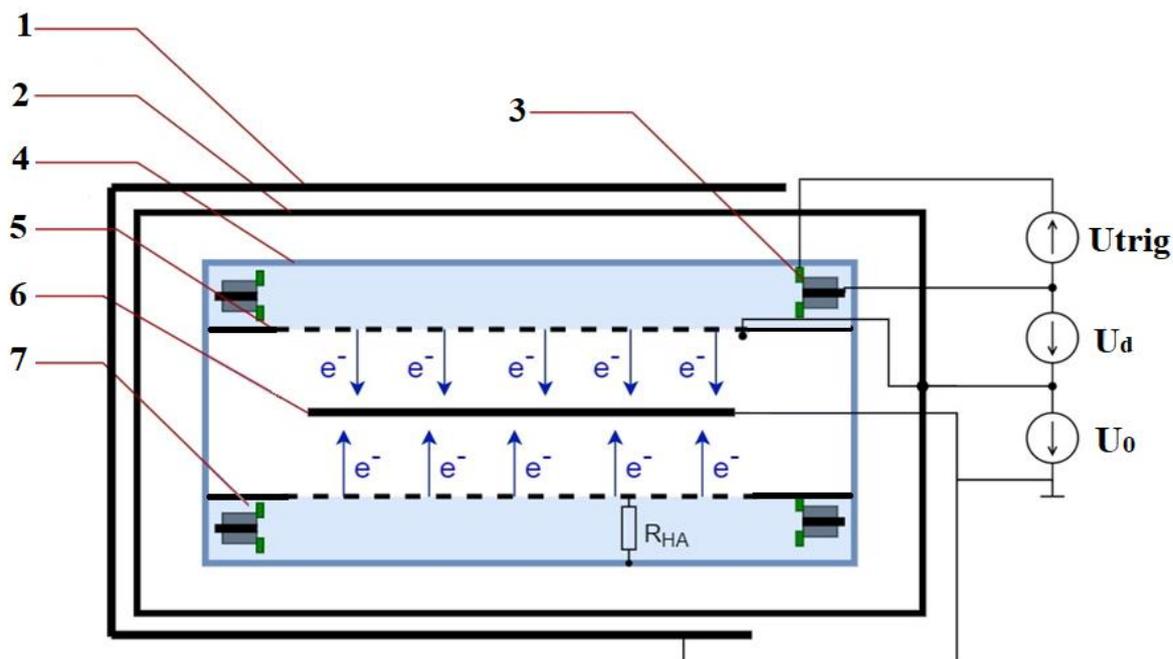


Рис.1. Схема экспериментальной установки: 1 – вакуумная камера, 2 – плазменный эмиттер, 3 – плазмогенератор, 4 – полный анод, 5 – эмиссионная сетка, 6 – коллектор электронов, 7 – плазма дугового разряда.

В вакуумной камере размещен много-дуговой сеточный плазменный эмиттер, представляющий собой цилиндр из нержавеющей стали длиной 320 мм и диаметром 220 мм, корпус которого является

Внутренняя стенка цилиндра выполнена из мелкоструктурной металлической сетки. Внутри плазменного эмиттера расположен полый анод, также выполненный из нержавеющей стали, который подключен через сопротивление к основному аноду. Плазмогенераторы, создающие плазму дугового разряда, закреплены на торцах цилиндра и разнесены на угол 120 градусов относительно друг друга, по 3 с каждой стороны. Рабочий газ аргон подаётся в систему через трубки одинаковой длины, которые подключены к катодам, имеющим аксиальное отверстие 1 мм.

Дуговой разряд низкого давления инициируется пробоем по поверхности диэлектрика между поджигающим электродом и катодом, после чего в пространстве полого анода загорается основной разряд. Полый анод, подключенный через сопротивление к эмиссионной сетке, позволяет ускорить переключение тока дугового разряда от каждого плазмогенератора в область эмиссионной сетки для повышения коэффициента извлечения электронов из эмиттера.

Коллектор представляет собой полый стержень из нержавеющей стали диаметром 16 мм и располагается равноудалённо от эмиттера на оси источника электронов на расстояние 11 см от эмиссионной сетки. Параметры системы (ток разряда  $I_d$ , ток на коллекторе  $I_{col}$ , ток ускоряющего промежутка  $I_0$  и ток камеры  $I_{ch}$ ) измерялись поясами Роговского с чувствительностью 50 А/В.

При проведении экспериментов было использовано два вида эмиссионных сеток с различным размером ячейки:  $0,4 \times 0,4 \text{ мм}^2$  (№1) и  $0,14 \times 0,14 \text{ мм}^2$  (№2). В ходе экспериментов были измерены зависимости тока в ускоряющем промежутке  $I_0$  от величины ускоряющего напряжения  $U_0$ , а также амплитуды  $I_d$  и длительности импульса тока разряда  $t_m$ .

Для достижения желаемого эффекта плавления в данной системе необходимо было модернизировать систему плазменного эмиттера так, чтобы получать достаточную для этого плавления плотность энергии пучка на коллекторе.

Первые эксперименты показали, что, используя эмиссионную сетку с размером ячейки  $0,4 \times 0,4 \text{ мм}^2$  и шириной эмиссионной области 10 см (площадь эмиссии составила  $\approx 45 \text{ см}^2$ ), ток на коллекторе становится постоянным в течение всего времени импуль-

са тока пучка. Длительность импульса тока пучка составляла десятки мкс, амплитуда – до 150 А при ускоряющем напряжении до 50 кВ. При увеличении любого из этих параметров происходил электрический пробой ускоряющего зазора, а плотности энергии пучка на коллекторе было недостаточно для его оплавления.

Первым способом достижения требуемой плотности энергии на коллекторе (около  $20 \text{ Дж/см}^2$ ) было введение сопротивления в цепь коллектора, которое позволяет нарабатывать пучковую плазму в приколлекторной области. Электроны, извлекаемые из плазмы дугового разряда через ячейки эмиссионной сетки, поступают в ускоряющий промежуток, где ускоряются до энергии, соответствующей ускоряющему напряжению, и попадают на коллектор, создавая автосмещение потенциала на резисторе, установленном в цепи коллектора.

Таким образом, потенциал коллектора становится отрицательным относительно заземленной вакуумной камеры, а его величина определяется величиной тока пучка и величиной установленного сопротивления. Электроны, образованные в ускоряющем промежутке в результате ионизации газа электронным ударом, с энергией меньшей, чем величина имеющегося автосмещения потенциала, не могут замкнуться на коллектор и начинают осциллировать в приколлекторном пространстве, нарабатывая анодную (или пучковую) плазму. В результате эти электроны замыкаются на любой электрод, имеющий потенциал «земли», например, на вакуумную камеру. Появление пучковой плазмы приводит к сокращению ускоряющего зазора, росту его первеанса, а также к ионно-электронной эмиссии с поверхности сеточного плазменного катода, что в совокупности позволяет достичь еще больших значений тока пучка. Таким образом, способ повышения тока пучка, путём введения сопротивления в цепь коллектора позволил увеличить ток пучка более чем в 1.5 раза.

Вторым способом повышения плотности энергии пучка на коллекторе было изменение величины ячейки сетки, стабилизирующей границу эмиссионной плазмы. На

замену текущей сетке (№1) была установлена более мелкая сетка (№2) для того, чтобы учесть вероятные локальные максимумы концентрации эмиссионной плазмы от дуговых источников, что может приводить к нарушению условий слоевой стабилизации границы плазмы и, как следствие, электрическому пробое ускоряющего зазора [9]. Данный способ привел к увеличению максимального тока в ускоряющем промежутке и достижению более однородного автографа пучка на поверхности коллектора.

## Результаты эксперимента и их обсуждение

Результаты первого этапа экспериментов по исследованию зависимости тока в ускоряющем промежутке от величины ускоряющего напряжения при различных давлениях рабочего газа с использованием сетки №1 представлены на рис.2.

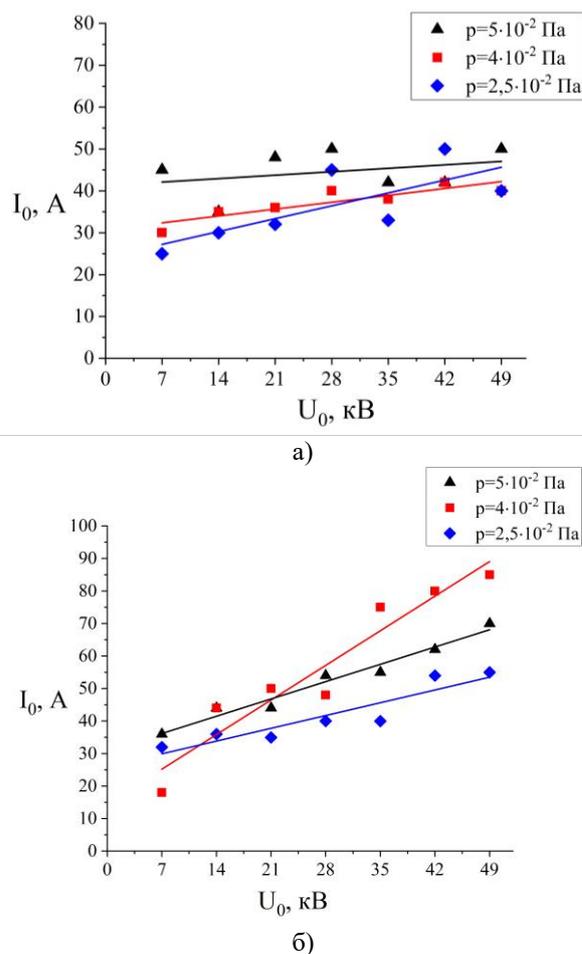


Рис.2. Зависимость тока в ускоряющем промежутке от ускоряющего напряжения без резистора (а) и с резистором 1,5 Ом (б) в цепи коллектора. Сетка №1. Ток разряда 150 А, время импульса  $t_m = 50 \text{ мкс}$ .

Как показано на рис.2а, в отсутствие резистора в цепи коллектора ток в ускоряющем промежутке имеет слабую зависимость от давления. При введении сопротивления в цепь коллектора (Рис.2б) удалось достичь больших значений тока  $I_0$ , а зависимость  $I_0 = f(U_0)$  имеет более крутую зависимость. При давлении рабочего газа  $p = 4 \cdot 10^{-2}$  Па ток в ускоряющем промежутке был максимален относительно других исследуемых давлений, обеспечивая стабильную генерацию электронного пучка с максимальной энергией. Ток в ускоряющем промежутке достиг значения  $I_0 = 85$  А. Таким образом, энергия, вкладываемая в образец за один импульс, в лучшем из представленных режимов ( $t_m = 50$  мкс,  $I_0 = 75$  А,  $U_0 = 35$  кВ) составляет  $J = 131$  Дж/имп. Плотность энергии составила  $3$  Дж/см<sup>2</sup>. На рис.3 представлены характерные осциллограммы первого способа в режимах, где достигался максимальный ток в ускоряющем промежутке.

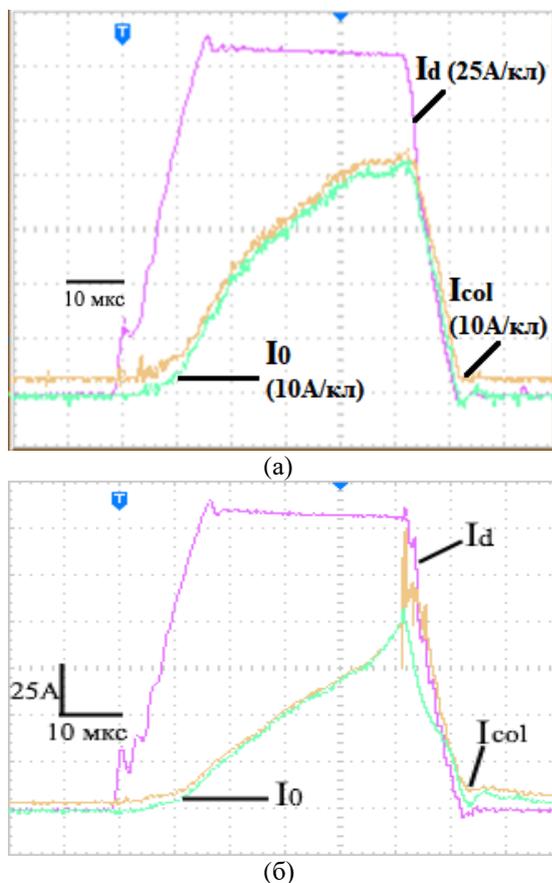


Рис.3. Характерные осциллограммы режимов: без резистора,  $p = 5 \cdot 10^{-2}$  Па (а) и с резистором  $1,5$  Ом,  $p = 4 \cdot 10^{-2}$  Па (б) в цепи коллектора. Сетка №1.  $U_0 = 35$  кВ,  $I_d = 150$  А,  $t_m = 50$  мкс.

Результаты экспериментов по исследованию зависимости тока в ускоряющем промежутке от величины ускоряющего напряжения при различных давлениях системы с использованием сетки №2 представлены на рис.4. Площадь эмиссии не изменилась.

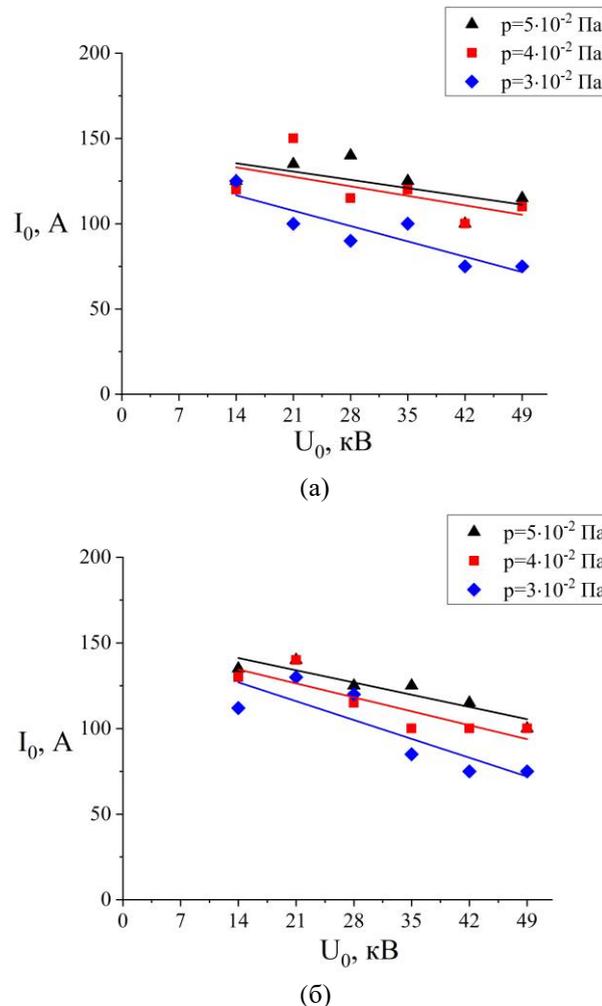


Рис.4. Зависимость тока в ускоряющем промежутке от максимального ускоряющего напряжения – без резистора (а), с резистором  $1,5$  Ом (б), в цепи коллектора. Сетка №2.  $I_d = 150$  А,  $t_m = 50$  мкс

На рис.5 представлены осциллограммы токов в ускоряющем промежутке при давлении рабочего газа  $p = 5 \cdot 10^{-2}$  Па, из которых видно, что использование сопротивления в цепи коллектора позволяет существенно повысить скорость нарастания тока в ускоряющем промежутке.

При проведении экспериментов с сеткой №2 было замечено, что рост ускоряющего напряжения приводит к росту числа пробоев из-за снижения электрической прочности промежутка. Таким образом,

лучшим режимом из представленных был выбран:  $R = 1.5 \text{ Ом}$ ,  $U_0 = 28 \text{ кВ}$ . Как видно из графиков на рис.2 и рис.4, значения тока  $I_0$  при использовании более мелкой сетки №2 выше, чем с сеткой №1. Это может быть связано, во-первых, с бóльшим смещением на резисторе в цепи коллектора, что приводит к росту вторичной ионно-электронной эмиссии с поверхности эмиссионного электрода, и как следствие повышает концентрацию анодной плазмы и ток в ускоряющем промежутке, а во-вторых, с более равномерным распределением тока пучка по аксиальному сечению коллектора.

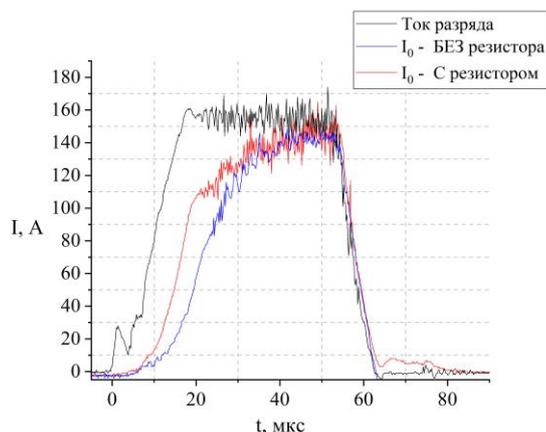


Рис.5. Характерные осциллограммы тока в ускоряющем промежутке без резистора и с резистором  $1,5 \text{ Ом}$  в цепи коллектора. Сетка №2.  $p = 5 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$ ,  $U_0 = 28 \text{ кВ}$ ,  $I_d = 150 \text{ А}$ ,  $t_m = 50 \text{ мкс}$ .

Таким образом, можно говорить о том, что уменьшение ячейки сетки, а также введение сопротивления в цепь коллектора приводит к повышению тока в ускоряющем промежутке и, как следствие, к увеличению суммарной энергии в пучке и её плотности. Энергия, вкладываемая в образец за один импульс в лучшем из режимов, представленных на рис.4: ( $t_m = 400 \text{ мкс}$ ,  $I_0 = 80 \text{ А}$ ,  $U_0 = 30 \text{ кВ}$ ,  $I_d = 150 \text{ А}$ ) составляет  $J = 960 \text{ Дж/имп}$ . Плотность энергии составила  $21 \text{ Дж/см}^2$ .

Другим направлением исследований радиально сходящегося электронного пучка было изменение ширины эмиссионной области. Уменьшение размеров эмиссионной области до  $5 \text{ см}$  не дало эффективного результата, так как ток в ускоряющем промежутке не превышал  $50 \text{ А}$  на всём диапазоне тока разряда ( $50\text{--}300 \text{ А}$ ). Вероятно, это свя-

зано с недостаточным напряжением смещения на сопротивлении в цепи коллектора для генерации анодной плазмы, а верхнее значение сопротивления было ограничено током пробоя, приводящего к недопустимо высоким значениям напряжения на коллекторе относительно «земли».

Характерные осциллограммы при использовании сетки №2 и ширине эмиссионной области в  $9 \text{ см}$  и  $14 \text{ см}$  представлены на рис.5а и рис.5б соответственно.

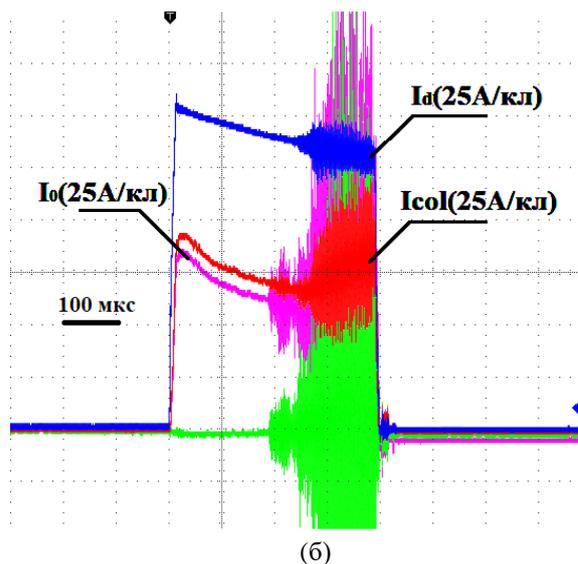
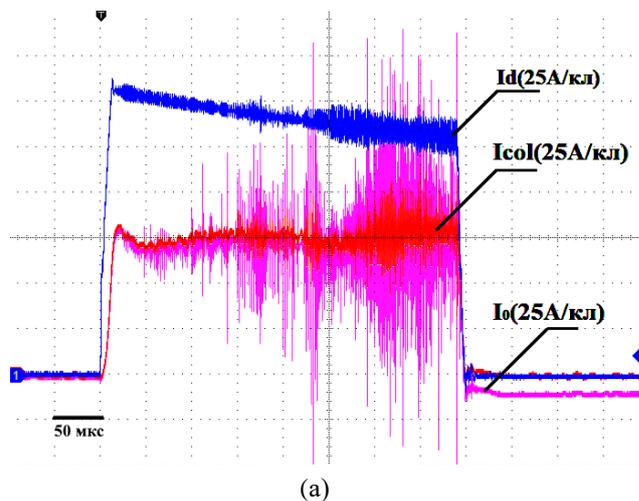


Рис.6. Осциллограммы токов системы при ширине эмиссионной области:  $9 \text{ см}$  (а),  $14 \text{ см}$  (б). Сетка №2.  $I_d = 150 \text{ А}$ ,  $U_0 = 30 \text{ кВ}$ ,  $R = 1,5 \text{ Ом}$ ,  $p = 5 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$ .

Увеличение эмиссионной области до  $14 \text{ см}$  также не привело к желаемому результату. Увеличив размер эмиссионной области, ток в ускоряющем промежутке вырос до уровня  $215 \text{ А}$  что является максимальным среди всех ранее исследуемых режимов. Однако, через  $\sim 100 \text{ мкс}$  после начала

импульса, ток в ускоряющем промежутке начинает спадать. При использовании данной конфигурации наблюдалось снижение уровня тока в ускоряющем промежутке (рис.6) до значений ниже или равным таковым при ширине эмиссионной области в 9 см, что привело к тому, что плотность энергии за импульс оказалась меньше ввиду увеличения площади эмиссии.

## Заключение

1. Продемонстрирована возможность генерации радиально-сходящегося электронного пучка в источнике с многодуговым сеточным плазменным катодом и плазменным анодом с открытой границей анодной плазмы, которая нарабатывается самим электронным пучком при создании отрицательного автосмещения потенциала на коллекторе путем введения в его цепь дополнительного сопротивления, позволяющего существенно сократить фронт нарастания тока в ускоряющем промежутке (рис.5). Модернизация плазменного эмиттера позволила достичь расчетной энергии в импульсе до 960 Дж, а также её плотности 21 Дж/см<sup>2</sup> при максимальной длительности импульса до 500 мкс.

2. Рост тока при использовании сетки №2 и ускоряющем напряжении до 30 кВ может быть связан с тем, что наличие более мелкой ячейки сетки приводит к более однородному заполнению пространства плазменного эмиттера плазмой за счет формирования эффекта «полого анода», заключающегося в эффективной ионизации газа первичными электронами, рожденными в катодном пятне и ускоренными в катодном падении потенциала. Использование более мелкой сетки с размером ячейки соизмеримой с протяженностью ионного присеточного слоя и положительный потенциал плазмы относительно анода разряда (отрицательное анодное падение) позволяют повысить эффективность генерации плазмы в полом аноде, что приводит к повышению коэффициента извлечения электронов и возможности достижения большего тока пучка в отличие от эмиссионной сетки с более крупной ячейкой, при которой осуществляется уход быстрых первичных элект-

тронов из эмиттера с энергией, еще достаточной для ионизации атомов газа электронным ударом. Так, осцилляции электронов, отраженных потенциальным барьером от сетки, приводят к росту концентрации эмиссионной плазмы и более однородному заполнению объема плазменного эмиттера, из-за чего возрастает однородность генерируемого пучка и увеличивается эмиссионная способность плазменного катода.

3. Достигнутых параметров генерируемого электронного пучка достаточно для модификации поверхности материалов и изделий сложной формы, что открывает новые возможности использования источников такого типа как в научных, так и технологических целях.

Работа выполнена в рамках проекта Российского научного фонда № 23-29-00939

## Литература

[1] Gromov V. E., Ivanov Yu. F., Vorobiev S. V., and Konovalov S. V., *Fatigue of Steels Modified by High Intensity Electron Beams*. Cambridge, U.K., 2015, p. 272.

[2] Коваль Н.Н., Окс Е.М., Протасов Ю.С., Семашко Н.Н., *Эмиссионная электроника* // под ред. Протасова Ю.С.-М.: Изд-во МГТУ им. Баумана Н.Э., 2009. - 596 с: ил. - (Сер. Электроника).

[3] Koval. N.N., Grigoryev S.V., Devyatkov V.N., et al. // *IEEE Trans. Plasma Sci.* -2009. – V.37.- No. 10. – P.1890-1896.-

[4] Динамическое управление мощностью мегаваттного электронного пучка субмиллисекундной длительности в источнике с плазменным катодом / Воробьев М.С., Москвин П.В., Шин В. И. [и др.] // *ПЖТФ.* – 2021. – Т. 47, № 10. – С. 38-41.

[5] Установка Геза-4М для электронно-пучковой модификации поверхности оболочек твэлов ру с ТЖМТ / Энгелько В. И., Павлов Е. П., Ткаченко К. И., Щеголихин Н. П. // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Ядерно-реакторные константы.* – 2019. – № 1. – С. 67-74. – DOI 10.55176/2414-1038-2019-1-67-74. – EDN PXVRQV.

[6] Кизириди, П. П. Сильноточная электронная пушка с радиально сходящимся пучком / П. П. Кизириди, Г. Е. Озур, В. И.

Петров // Потoki энергии и радиационные эффекты (EFRE-2022): Congress Proceedings, Tomsk, 02–08 октября 2022 года / Edited by Dr. Dmitry Sorokin and Anton Grishkov. – Tomsk: TPU Publishing House, 2022. – С. 35-40. – DOI 10.56761/EFRE2022.S1-O-016501. – EDN AXWIVA.

[7] Bugaev, A., Koval, N., Lomaev, M., Mel'chenko, et al. // Radially convergent 30–100- $\mu$ s e-beam-pumped Xe and Ne lasers. Laser and Particle Beams, (1994), 12(4), 633-646. doi:10.1017/S026303460000851X

[8] Бугаев А.С., Климов А.И., Коваль Н.Н., Кошелев В.И., Сочугов Н.С., Щанин П.М. // Генерация СВЧ-излучения радиально сходящимся электронным пучком ускорителя с плазменным катодом. Препринт № 25. Томск, издание Томского научного центра СО АН СССР, 1991, 21 с.

[9] Vorobyov M.S., Gameraister S.A., Devyatkov V.N., et al. // Tech. Phys. Lett. – 2014. –V.40.-No.6.-P.526-528.

# Источник электронов с плазменными эмиттерами на основе дугового разряда низкого давления

*Р.А. Картавцов, М.С. Воробьев, П.В. Москвин, В.И. Шин, Н.Н. Коваль, В.В. Шугуров*

ФГБУН Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)

634055, Томск, пр. Академический, 2/3, Россия

E-mail: kartavcov@gmail.com

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-151-156

На примере источника электронов с плазменным катодом на основе дугового разряда низкого давления с сеточной стабилизацией границы катодной/эмиссионной плазмы и открытой границей анодной/пучковой плазмы, описан новый способ формирования электронного пучка, при котором в анодной области источника зажигается дополнительный вспомогательный дуговой разряд. Инициирование разряда осуществлялось пучком электронов, а сам разряд поддерживался дополнительным источником питания, который представлял собой низкоимпедансную искусственную формирующую линию, включенную в цепь коллектора. Получена зависимость тока в ускоряющем промежутке от тока, протекающего в цепи коллектора, при отсутствии тока дугового разряда плазменного катода.

## Введение

Использование импульсных электронных пучков с целью улучшения функциональных и эксплуатационных свойств металлических материалов и изделий является перспективным методом, и его эффективность неоднократно продемонстрирована [1–3]. Однако в результате такого облучения на поверхности обрабатываемого материала могут образовываться микрократеры, представляющие собой неровности и углубления диаметром до 100 мкм, которые приводят к росту шероховатости поверхности и к формированию локальных неоднородностей микроструктуры, что в итоге несколько ухудшает свойства облучаемых материалов [4, 5]. Причиной кратерообразования, как считают многие исследователи, является наличие неметаллических включений и частиц вторых фаз в приповерхностном слое, обладающих пониженными, по сравнению с материалом изделия, теплопроводностью и плотностью, а также меньшей температурой плавления и испарения [6–9].

Известна перспективная технология вакуумно-дуговой модификации поверхности металлических материалов, в частности, очистка от окалины и ржавчины. Данный способ относится к области очистки металлических поверхностей изделий в вакууме на различных этапах технологического процесса, в частности для удаления с поверхностей изделий оксидных пленок, технологи-

ческих смазок, покрытий и других загрязнений. Суть метода заключается в следующем: между поверхностью обрабатываемого изделия, являющегося катодом, и анодом, роль которого зачастую играет вакуумная камера, зажигается дуговой разряд, при котором образуется множество быстро движущихся катодных пятен, локализующихся в местах скопления загрязнений, окисных пленок и удаляющих их до полного вскрытия основного материала обрабатываемого изделия. Катодные пятна имеют высокую плотность тока (до  $10^{12}$  А/м<sup>2</sup>) и поверхностную плотность мощности (более  $10^9$  Вт/м<sup>2</sup>), благодаря чему происходит испарение поверхностных загрязняющих пленок и в ряде случаев их скалывание (например, окалины) за счет поверхностных напряжений. При этом загрязнения удаляются до полной очистки основы обрабатываемого изделия. Материалы после такой обработки приобретают высокую адгезионную способность и антикоррозионную стойкость [10, 11]. Однако устойчиво инициировать таким образом катодные пятна на загрязненных поверхностях представляет определенную трудность. В данной работе предлагается решение этой проблемы за счет использования источника электронов с сеточным плазменным эмиттером.

Использование источников электронов с сеточными плазменными катодами для модификации металлических поверхностей

является перспективным, поскольку в настоящее время они являются практически единственными эмиссионными структурами, способными обеспечить широкий интенсивный электронный пучок субмиллисекундной длительности, а также имеет ряд неоспоримых преимуществ в сравнении с термо- и взрывоэмиссионными катодами [12–15]. В частности, источник электронов с сеточным плазменным катодом и плазменным анодом с открытой границей плазмы позволяет генерировать широкий интенсивный субмиллисекундный электронный пучок с широким диапазоном параметров и возможностью их взаимонезависимого изменения [16, 17].

В настоящей статье приведены результаты экспериментальных исследований по инициированию и генерации интенсивного (сотни ампер) широкого (диаметром несколько сантиметров) электронного пучка миллисекундной длительности в источнике с плазменным катодом на основе дугового разряда низкого давления с сеточной/слоевой стабилизацией границы катодной плазмы и плазменным анодом с открытой границей плазмы, большую часть импульса генерируемой дуговым разрядом низкого давления, катодное пятно которого устойчиво иницируется на мишени-коллекторе первичным пучком ускоренных электронов из плазменного катода и поддерживается отдельным источником электропитания в условиях электронно-пучкового ассистирования. Таким образом, рассматриваемая система представляет собой источник электронов с двумя плазменными эмиттерами на основе дугового разряда низкого давления, а иницируемые на коллекторе-мишени катодные пятна производят его очистку от загрязнений.

### Эксперимент

Схема эксперимента представлена на рис.1. Источник электронов является плазменным источником с сеточной (слоевой) стабилизацией границы катодной плазмы *I2* и открытой границей анодной плазмы *I3*. Катодная плазма с управляемой концентрацией создается двуступенчатой разрядной ячейкой. Между электродами *I* и *3* за 20 мкс

до основного разряда прикладывается напряжения величиной (12–15) кВ и длительностью несколько микросекунд, что приводит к зажиганию вспомогательного разряда. Общий для основного и вспомогательного разряда катод *3* выполнен в виде магниевого трубки длиной 50 мм и внутренним диаметром 8 мм, помещенной в поле постоянных магнитов *2*. Полый анод основной разрядной ячейки *5* диаметром 82 мм содержит перераспределяющий электрод *4* диаметром 16 мм, электрически соединенный с ним накоротко, а с сеткой *6*, к которой подключен положительный вывод источника электропитания, – через резистор  $R_{HA}$ . Сетка *6* диаметром 40 мм имеет размер ячеек (0,14×0,14) мм<sup>2</sup> и прозрачность около 50 %. В первый момент времени анодная плазма генерируется самим пучком при его транспортировке в среде рабочего газа при давлении (20–50) мПа. Электроны извлекаются через ячейки эмиссионной сетки и ускоряются в двойном электрическом слое между катодной и анодной плазмами. Плазменный катод находится под постоянным отрицательным ускоряющим потенциалом до 25 кВ, который определяет энергию электронов пучка. Эмиссия электронов из сеточного плазменного катода осуществляется только в течение импульса генерации дугового разряда  $I_{d1}$  длительностью 50 мкс.

Ток в цепи ускоряющего промежутка  $I_0$  можно записать в виде [18]:

$$I_0 = \alpha \cdot I_{d1} + I_{i2}[1 + (1 - \Gamma) \cdot \gamma_2 + \Gamma \cdot \gamma_1], \quad (1)$$

где  $\alpha$  – коэффициент извлечения электронов из катодной плазмы, равный отношению тока разряда  $I_{d1}$  к току эмиссии  $I_{em}$ ;  $I_{i2}$  – величина тока в катодной плазме;  $I_{i2}$  – ток ионов из анодной плазмы;  $\Gamma$  – эффективная геометрическая прозрачность эмиссионного электрода для ионов, поступающих в пространство плазменного эмиттера из ускоряющего промежутка;  $\gamma_2$  – коэффициент ионно-электронной эмиссии, обусловленной бомбардировкой ионами эмиссионного электрода;  $\gamma_1$  – коэффициент ионно-электронной эмиссии, вызванный ионно-электронными процессами в плазменном катоде. Вклад каждого слагаемого может меняться в зависимости от условий генера-

ции разряда. В процессе работы источника электронов, при давлении рабочего газа ( $10^{-2}$ – $10^{-1}$ ) Па и ускоряющем напряжении до 25 кВ, коэффициент  $\gamma_2$  может достигать значение  $\gamma_2 \leq 4$  [19]. Таким образом, с ростом давления газа растет и ток в ускоряющем промежутке  $I_0$  и может кратно превышать ток  $I_{d1}$ , что говорит о существенном вкладе ионно-электронной эмиссии в  $I_0$ .

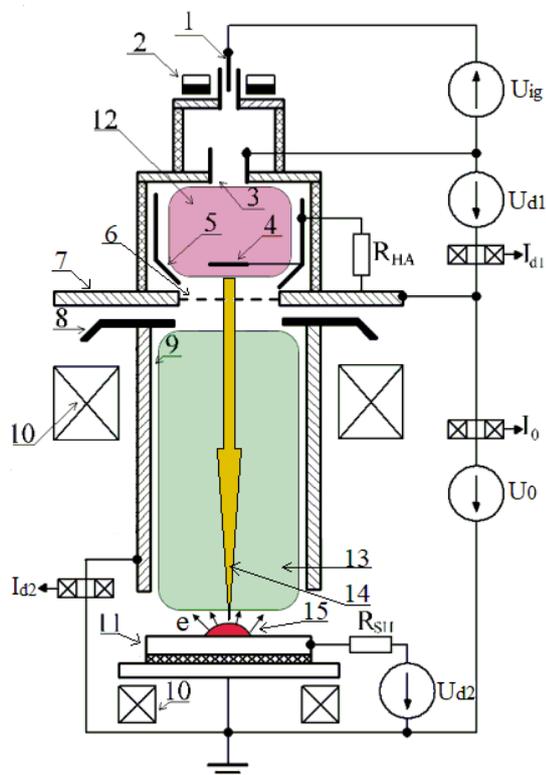


Рис.1. Схема экспериментальной установки: 1 – поджигающий электрод; 2 – постоянный магнит; 3 – катод; 4 – перераспределяющий электрод; 5 – полый анод; 6 – эмиссионная сетка; 7 – эмиссионный электрод; 8 – извлекающий электрод; 9 – труба дрейфа; 10 – магнитные катушки; 11 – коллектор-мишень-катод дугового разряда плазменного анода; 12 – катодная плазма; 13 – анодная (пучковая) плазма; 14 – электронный пучок; 15 – катодное пятно.

Кроме генерации электронного пучка за счет отбора электронов из плазменного катода, для целей выполнения настоящей работы дополнительная анодная плазма специально создавалась вспомогательным дуговым разрядом при инициировании катодного пятна на поверхности мишени 11 электронным пучком, генерируемым описанным выше способом. При инициировании катодного пятна и создании плотной плазмы вспомогательным разрядом на мишени имеется возможность генерации пучка

в режиме ионно-электронной эмиссии с поверхности сеточного эмиссионного электрода 6, 7, который бомбардируется ионами из плазмы вспомогательного дугового разряда. Пучок электронов 14 транспортируется до коллектора или мишени 11 на расстоянии 60 см без существенных потерь. Диаметр пучка можно варьировать в пределах (10 – 40) мм изменением конфигурации ведущего магнитного поля, задаваемой соленоидами 10.

Для реализации нового режима генерации электронного пучка, при котором анодная плазма нарабатывается не только самим первичным электронным пучком, но и генерацией дугового разряда, который горит между облучаемой поверхностью 11 (мишенью) и заземленными электродами 8, 9 источника электронов в результате инициирования катодного пятна на коллекторе электронным пучком, в цепь коллектора (мишени) подключен дополнительный источник тока  $I_{d2}$ , представляющий собой низкоимпедансную искусственную формирующую линию, рассчитанную на длительность 1 мс и обеспечивающую ток до 1 кА при напряжении  $U_{d2} = 500$  В. Электроны, извлеченные из плазменного катода и ускоренные напряжением  $U_0 = 10$  кВ, бомбардировали поверхность мишени-коллектора и тем самым инициировали на нем катодное пятно, что приводило к зажиганию дугового разряда в дрейфовом промежутке. Иницирование дугового разряда плазменного анода осуществлялось при давлении рабочего газа  $6,3 \cdot 10^{-2}$  Па, величине тока дугового разряда плазменного катода  $I_{d1} = 100$  А и его длительности 50 мкс. Магнитное поле в пространстве дрейфа пучка и формирования анодного разряда немонотонно уменьшается от 48 мТл в области эмиссионной сетки до 37 мТл в области мишени, достигая максимума – 60 мТл на расстоянии 60 мм от эмиссионной сетки и минимума в 10 мТл – на расстоянии 330 мм от эмиссионной сетки.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

В ходе проведения работы были получены осциллограммы токов в ускоряющем

промежутке и в основном разряде, характерные из которых представлены на рис.2.

Инициирование дугового разряда в плазменном катоде приводит к заполнению пространства плазменного катода плазмой. Под действием ускоряющего напряжения из образованной плазмы осуществляется отбор электронов из плазменного катода и их ускорение в направлении мишени-коллектора. В процессе генерации электронного пучка осуществляется наработка анодной плазмы, граница которой открыта и подвижна, что приводит к сокращению ускоряющего зазора и увеличению его первеанса. Ускоренные электроны бомбардируют мишень-коллектор, что приводит к инициированию на нем катодного пятна и зажиганию второго вспомогательного дугового разряда. Прекращение тока разряда приводит к исчезновению эмиссии из плазменного эмиттера, но процесс генерации пучка продолжается за счет ионно-электронной эмиссии с поверхности сеточного эмиссионного электрода под действием источника питания  $U_{d2}$  ( $I_{d2}$  от 100 А до 500 А).

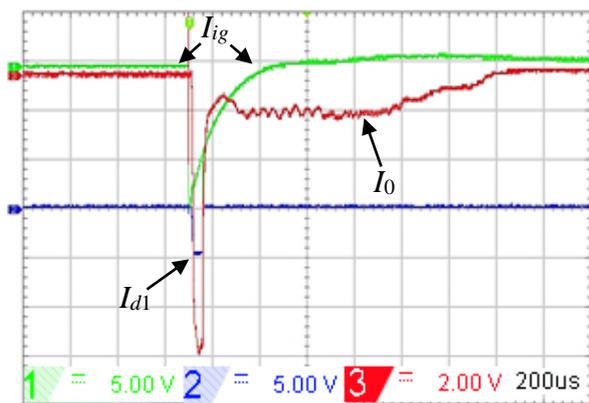


Рис.2. Оциллограммы тока в ускоряющем промежутке  $I_0$ , тока дугового разряда плазменного катода  $I_{d1}$  и тока в цепи поджига  $I_{ig}$ . Чувствительность поясов Роговского – 20 А/В.

Так, после прекращения тока основного разряда  $I_{d1}$ , ток в ускоряющем промежутке  $I_0$  продолжает существовать еще в течение 1 мс и его можно представить в виде:

$$I_0 = I_{i2}[1 + (1 - \Gamma) \cdot \gamma_2 + \Gamma \cdot \gamma_1], \quad (2)$$

Важно отметить, что генерация вспомогательного дугового разряда  $I_{d2}$  поддерживается ускоренными  $\gamma$ -электронами, ко-

гда катодное пятно функционирует на поверхности мишени-коллектора в условиях интенсивного электронно-пучкового асстирования.

Зависимость тока в ускоряющем промежутке  $I_0$  от тока горения анодной дуги  $I_{d2}$  представлена на рис.3.

Полученная зависимость показывает, что с увеличением тока  $I_{d2}$  увеличивается ток в ускоряющем промежутке, причем зависимость носит линейный характер, что косвенно свидетельствует о правдоподобности описанного механизма генерации электронного пучка.

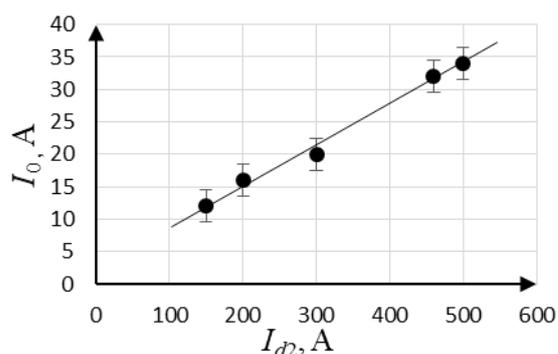


Рис.3. Зависимость тока в ускоряющем промежутке  $I_0$  от тока анодного дугового разряда  $I_{d2}$ .

## Заключение

В источнике электронов с сеточной стабилизацией границы катодной плазмы на основе дугового разряда низкого давления продемонстрирован совершенно новый режим работы, при котором анодная плазма нарабатывается не только самим пучком, но и генерацией вспомогательного дугового разряда, роль катода для которого выполняет мишень-коллектор. Такой способ устойчивого инициирования катодных пятен и создания анодной плазмы позволил сгенерировать миллисекундный низкоэнергетический (ускоренный до 25 кВ) электронный пучок с током до 35 А и длительностью до 1 мс, что может быть перспективно использовано с целью очистки поверхности мишени перед импульсом с большей плотностью энергии для повышения качества электронно-пучковой обработки поверхности различных материалов и изделий.

Исследования выполнены за счет гранта Российского научного фонда (проект № 23-29-00998).

## Литература

[1] Окс Е.М. Источники электронов с плазменным катодом: физика, техника, применения // Томск: Изд-во НТЛ, 2005. – 216 с.

[2] Gromov V.E., Yurev A.B., Morozov K.V., Ivanov Yu.F. The microstructure of quenched rails // Cambridge: Cambridge international science publishing, 2016. – 157 p.

[3] Озур Г.Е., Проскуровский Д.И. Источники низкоэнергетических сильноточных электронных пучков с плазменным анодом // Новосибирск: Наука, 2018. – 176 с.

[4] Ротштейн В.П., Проскуровский Д.И., Озур Г.Е., Иванов Ю.Ф. Модификация поверхностных слоев низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками // Новосибирск: СО РАН Наука, 2019. – 348 с.

[5] Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф. Эволюция структуры поверхностного слоя стали, подвергнутого электронно-ионно-плазменным методам обработки // Томск: Изд-во. НТЛ, 2016. – 304 с.

[6] Rotshtein V.P., Ivanov Yu.F., Proskurovsky D.I., Karlik K.V., Shulepov I.A., Markov A.B. Microstructure of the near-surface layers of austenitic stainless steels irradiated with a low-energy, high-current electron beam // Surf. Coat. Technol. 2004. V. 180–181. P. 382–386.

[7] Zhang K., Zou J., Grosdidier T., Dong C., Yang D. Improved pitting corrosion resistance of AISI 316L stainless steel treated by high current pulsed electron beam // Surf. Coat. Technol. 2006. V. 201. P. 1393–1400.

[8] Verdier M., Costil S., Coddet C., Oltra R., Perret O. On the topographic and energetic surface modifications induced by laser treatment of metallic substrates before plasma spraying // Appl. Surf. Sci. 2003. V. 205. P. 3–21.

[9] Korotaev A.D., Tyumentsev A.N., Pinzhin Yu.P., Remnev G.E. Features of the morphology, defect substructure, and phase composition of metal and alloy surfaces upon high-power ion beam irradiation // Surf. Coat. Technol. 2004. V. 185. P. 38–49.

[10] Крымов Д.В., Кузнецов В.Г., Курбанов Т.А., Стрыков В.А. Технологические особенности вакуумно-дуговой очистки по-

верхности конструкционных материалов на малогабаритных установках с форвакуумной откачкой // Вакуумная техника и технология. 2012. Т. 22, № 2. С. 123–128.

[11] Кузнецов В.Г. Взаимодействие катодных пятен вакуумно-дугового разряда с поверхностью металлов при ее дезактивации. в сборнике: быстрозакаленные материалы и покрытия // XVII-я Международная научно-техническая конференция. Москва, 2020. С. 344–348.

[12] Иванов Ю.Ф., Коваль Н.Н. Низкоэнергетические электронные пучки субмиллисекундной длительности: получение и некоторые аспекты применения в области материаловедения // Гл. 13 в книге «Структура и свойства перспективных металлических материалов». – С. 345–382 / Под общ. ред. Потекаева А.И. – Томск: Изд-во НТЛ, 2007. – 580 с.

[13] Гришунин В.А., Громов В.Е., Иванов Ю.Ф., Денисова Ю.А. Электронно-пучковая модификация структуры и свойств стали // Новокузнецк: Полиграфист, 2012. – 308 с.

[14] Волков К.В., Громов В.Е., Иванов Ю.Ф., Гришунин В.А. Повышение усталостной выносливости рельсовой стали электронно-пучковой обработкой // Новокузнецк: Изд-во «Интер-Кузбасс», 2013. – 225 с.

[15] Райков С.В., Будовских Е.А., Громов В.Е., Иванов Ю.Ф., Ващук Е.С. Формирование структурно-фазовых состояний и свойств поверхности титановых сплавов при электровзрывном легировании и последующей электронно-пучковой обработке // Новокузнецк: Изд-во «Интер-Кузбасс», 2014. – 267 с.

[16] Воробьев М.С., Москвин П.В., Шин В.И., Коваль Н.Н., Ашурова К.Т., Дорошкевич С.Ю., Девятков В.Н., Торба М.С., Леванисов В.А. Динамическое управление мощностью мегаваттного электронного пучка субмиллисекундной длительности в источнике с плазменным катодом // Письма в ЖТФ, 2021. Т. 47, Вып. 10. С. 38–42.

[17] Vorobyov M., Koval T., Shin V., Moskvina P., My Kim An Tran, Koval N., Ashurova K., Doroshkevich S., Torba M. Controlling the Specimen Surface Temperature

During Irradiation with a Submillisecond Electron Beam Produced by a Plasma-Cathode Electron Source // IEEE Transactions on Plasma Science. 2021. V. 49, Iss. 9. P. 2550–2553.

[18] Коваль Т.В. Исследование генерации плазмы и токопрохождения интенсивного низкоэнергетического электронно-

го пучка // Изв. вузов. Физика. 2014. Т. 57, № 3-2. С. 118–121.

[19] Shamim M.M., Scheuer J.T., Fetherston R.P., Conrad J.R. Measurement of electron emission due to energetic ion bombardment in plasma source ion implantation // Journal of Applied Physics. 1991. V. 70. P. 4756–4759.

## Секция 3. НОВЫЕ ПРОЦЕССЫ И ТЕХНОЛОГИИ МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ, ОСНОВАННЫЕ НА ПРИМЕНЕНИИ ЭЛЕКТРОННЫХ И ИОННЫХ ПУЧКОВ И ГАЗОРАЗРЯДНОЙ ПЛАЗМЫ

---

### Сравнительный анализ процессов нанесения покрытий с использованием вакуумного и газового магнетрона

А.С. Бугаев<sup>1</sup>, А.В. Визирь<sup>1</sup>, В.И. Гушенец<sup>1</sup>, А.Г. Николаев<sup>1</sup>, Е.М. Окс<sup>1,2</sup>, В.П. Фролова<sup>1,2</sup>, Г.Ю. Юшков<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)

634055, Томск, пр. Академический 2/3, Россия

E-mail: oks@opee.hcei.tsc.ru

<sup>2</sup>Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники (ТУСУР)

634050, Томск, пр. Ленина 40, Россия

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-157-165

Представлен сравнительный анализ процессов функционирования и нанесения покрытий вакуумным и газовым магнетроном в частотно-импульсном режиме самораспыления с медной и серебряной мишенями. Особенностью проведенных исследований является использование единого устройства, функционирующего при различных давлениях аргона:  $2 \cdot 10^{-3}$  Торр и  $10^{-5}$  Торр. Сравнение характеристик устройства при таких давлениях и свойств полученных покрытий на поверхности образцов показало их значительное сходство. На основе анализа полученных данных дано объяснение причин таких результатов.

#### Введение

В настоящее время для решения различных научных и практических задач при создании функциональных покрытий на поверхности широко используются магнетронные распылительные системы. Известным достоинством магнетронных систем по сравнению с вакуумно-дуговыми является отсутствие в плазме разряда микрокапельной фракции, а недостатками – более высокие напряжение разряда (уровня нескольких сотен вольт) и рабочее давление (1 мТорр и выше).

В процессе нанесения покрытий магнетронные системы могут функционировать как в непрерывном, так и в частотно-импульсном режимах. В частотно-импульсном режиме функционирования, при увеличении амплитуды импульса тока разряда выше порогового значения, магнетронный разряд может перейти в так называемый режим самораспыления [1, 2]. Для планарного магнетрона с мишенью диаметром 50 мм такой режим удастся реализовать при импульсе тока разряда в десятки ампер с длительностью в сотни микросекунд [3]. Принципиальным отличием такого режима от непрерывного или импульсного слабо-

точного является доминирование в плазме разряда ионов распыленного материала мишени над ионами рабочего газа. При этом распыление поверхности мишени осуществляется, в основном, ионами материала мишени, а не ионами рабочего газа.

Поскольку в режиме самораспыления магнетрона газовые ионы перестают играть ключевую роль в поддержании горения разряда, то реализация такого режима обусловила постановку задачи о так называемом "безгазовом" или "вакуумном" магнетроне, функционирующем без напуска рабочего газа в разрядный промежуток. В таком устройстве, прежде всего, необходимо обеспечить условия для стабильного иницирования разряда. Для этого при отсутствии плазмообразующей газовой среды целесообразно использовать плазму вспомогательного вакуумно-дугового разряда. Возможность реализации такого подхода была продемонстрирована в работах [4, 5].

В работе приведены характеристики импульсного планарного магнетрона, функционирующего как в газовом, так и вакуумном режимах. На примере покрытий меди и серебра, полученных в таких режимах, проведен сравнительный анализ их свойств.

## Методика и техника эксперимента

Схема эксперимента по нанесению покрытий планарным магнетроном, функционирующим в вакуумном и обычном, газовом, режимах, представлена на рис.1. Магнетронный разряд зажигался между катодом-мишенью 1 и анодом 2. Арочное магнитное поле (до 0,2 Тл) над поверхностью мишени создавалось Nd-Fe-B постоянными магнитами 3 с магнитопроводом 4, выполненным из магнитной стали. Постоянные магниты и магнитопровод охлаждались проточной водой. В эксперименте использовались медная и серебряная мишени магнетрона с диаметрами 50 мм и толщиной 4 мм. В качестве рабочего газа применялся аргон. Образцы 9, на которые наносились покрытия, размещались на расстоянии 9 см от анода магнетрона на подложке 8 с площадью поверхности 36 см<sup>2</sup>. Вакуумная камера из нержавеющей стали объемом 0,1 м<sup>3</sup> откачивалась турбомолекулярным насосом со скоростью откачки 900 л/с до остаточного давления  $5 \cdot 10^{-6}$  Торр.

В вакуумном режиме магнетрона рабочий газ в камеру не подавался и давление, при горении разряда, устанавливалось на уровне  $10^{-5}$  Торр. Магнетронный разряд инициировался импульсом тока вакуумно-дугового разряда длительностью 30 мкс и амплитудой более 150 А. Вакуумно-дуговой разряд зажигался между катодом 5 (см. рис.1), изготовленным из того же, что и мишень магнетрона, материала, и анодами 6 и 2. Дуга инициировалась пробоем по поверхности керамики высоковольтным импульсом, прикладываемым между электродами 7 и 5.

В газовом режиме функционирования магнетрона давление аргона в вакуумной камере составляло  $2 \cdot 10^{-3}$  Торр, а напряжение к электродам вакуумно-дугового генератора не прикладывалось. В этом случае, магнетрон функционировал в обычном для таких устройств режиме. Расположение на оси системы вакуумно-дугового генератора, необходимого для работы магнетрона в вакуумном режиме, частично экранировало поток распыленного материала с мишени, но, как показали проведенные нами ранее исследования [5], это экранирование было

идентичным как для газового, так и для вакуумного режимов магнетрона.

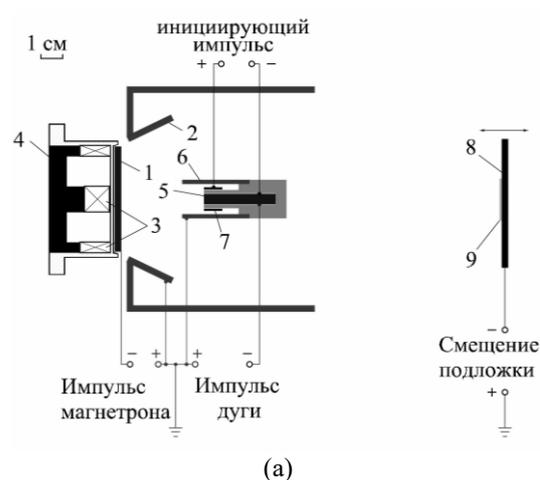


Рис.1. Схема эксперимента (а) и фотография магнетронного распылителя (б). 1 – мишень (катод) магнетрона, 2 – анод магнетрона, 3 – постоянные магниты, 4 – магнитопровод, 5 – катод вакуумной дуги, 6 – анод вакуумной дуги, 7 – инициирующий электрод, 8 – подложка, 9 – образец.

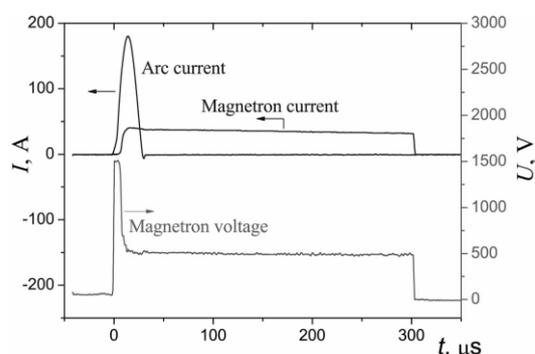


Рис.2. Осциллограммы токов вакуумной дуги, магнетронного разряда и его напряжения горения. Давление  $10^{-5}$  Торр.

Типичные импульсы токов вакуумно-дугового и магнетронного разрядов, а также напряжения горения магнетронного разряда для вакуумного режима функционирования,

приведены, в качестве примера, на рис.2. В случае газового режима функционирования устройства, формы импульсов тока магнетронного разряда и напряжения горения были близки к осциллограммам рис.2, а импульс дуги отсутствовал.

Вольтамперные характеристики магнетронного разряда и ионного тока на подложку в случае медной мишени, представлены на рис.3. В случае серебряной мишени эти зависимости были подобны.

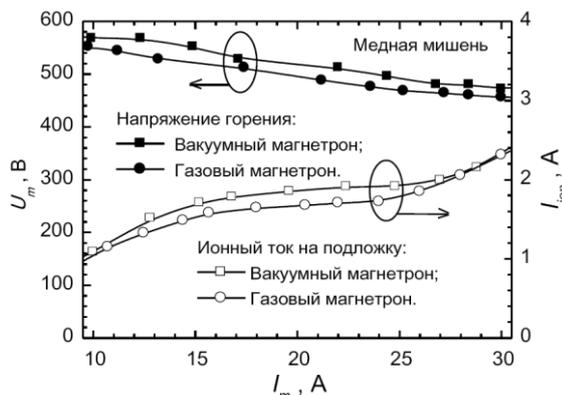


Рис.3. Вольтамперные характеристики магнетронного разряда с медной мишенью и ионные токи на подложку в газовом и вакуумном режимах горения.

При нанесении покрытий параметры импульсов магнетронного разряда были следующие: длительность – 400 мкс, частота следования импульсов – 17 Гц. Амплитуда импульсов тока магнетронного разряда, как в вакуумном, так и в газовом режимах горения магнетрона с мишенями из меди и из серебра, была 20 А. Время нанесения покрытий – 3 часа.

Образцы с размерами 10×10 мм из монокристаллического кремния толщиной 0,45 мм и титановой фольги толщиной 100 мкм использовались для измерения толщины покрытий. Измерения толщины покрытий осуществлялись методом взвешивания на весах ВЛ-220М с ценой деления 0,01 мг. Эти же образцы использовались в исследованиях морфологии поверхности покрытий на сканирующем атомно-силовом микроскопе Solver P47. Для исследования трибологических свойств покрытий на приборе TRIBOtechnic использовались полированные образцы из стали Ст45 диаметром 16 мм толщиной 5 мм.

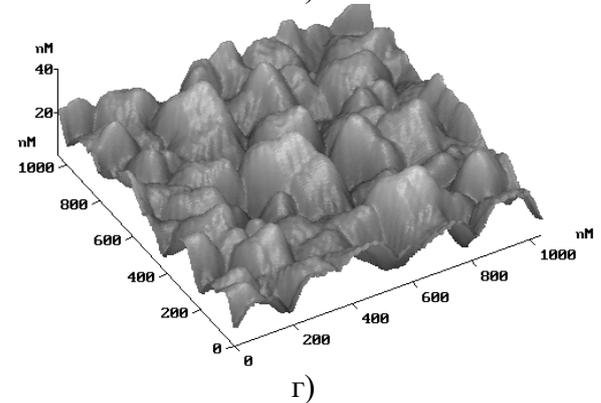
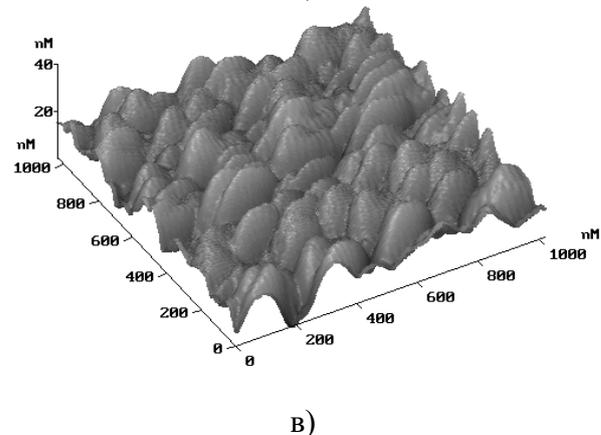
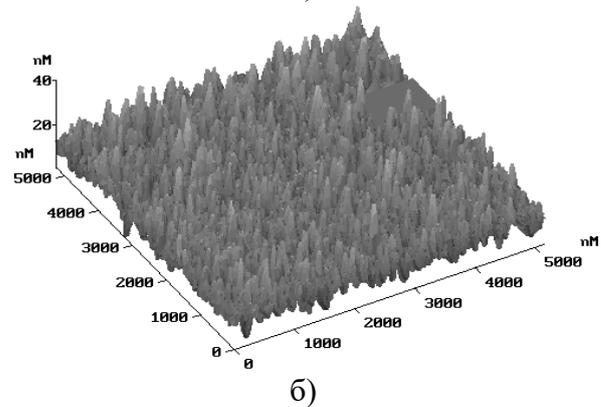
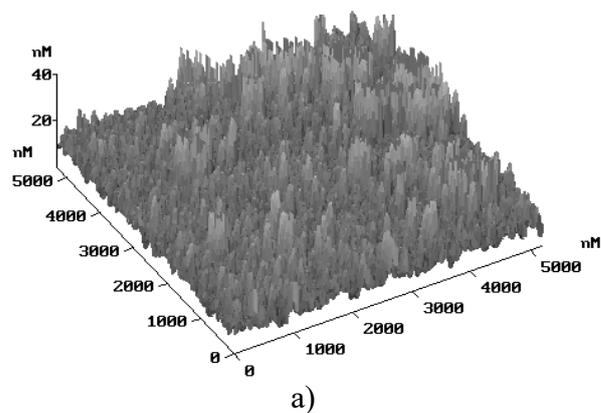


Рис.4. Морфология поверхности покрытия меди (а, б) и серебра (в, г) на подложке из кремния с использованием магнетрона в газовом (а, в) и в вакуумном режимах (б, г) функционирования. Размеры участков образцов: 5×5 мкм (а, б) и 1×1 мкм (в, г).

Табл. 1. Параметры нанесенных покрытий.

Покрытие из меди			
Режим функционирования магнетрона	Газовый	Вакуумный	Различие параметров
Толщина покрытия	1,0 мкм	1,2 мкм	17 %
Шероховатость $R_a$ для $1 \times 1$ мкм	2,5 нм	2,6 нм	4 %
Отклонение от среднего $R_{mean}$ для $1 \times 1$ мкм	11,1 нм	11,9 нм	7 %
Покрытие из серебра			
Толщина покрытия	1,7 мкм	2 мкм	15 %
Шероховатость $R_a$ для $1 \times 1$ мкм	3,3 нм	4,3 нм	23 %
Отклонение от среднего $R_{mean}$ для $1 \times 1$ мкм	26,1 нм	32,7 нм	20 %

## Результаты эксперимента

Морфология поверхности покрытий меди и серебра, нанесенных в газовом и вакуумном режимах магнетрона, полученная с использованием атомарно-силового микроскопа, представлена на рис.4, а параметры покрытия – в табл. 1.

Измерение приращения массы образцов за счет покрытия и независимое измерение толщины атомарно-силовым микроскопом показывает, что значения плотности покрытия примерно одинаковы. Например, для газового режима функционирования магнетрона плотность нанесенного покрытия из серебра составила  $8,5 \text{ г/см}^3$ , для вакуумного режима –  $8,7 \text{ г/см}^3$ , причем плотность серебра при нормальных условиях составляет  $10,5 \text{ г/см}^3$ . Результаты по измерению скорости износа и коэффициента трения покрытия меди на образцах из стали Ст45 представлены в табл. 2.

Табл. 2. Скорость износа  $k$  и коэффициент трения  $f$ , измеренные в результате трибологических испытаний медного покрытия.

Режим магнетрона	Газовый	Вакуумный	Различие
Скорость износа $k$ , $\text{мм}^3/(\text{Н} \cdot \text{м})$	$6,3 \cdot 10^{-5}$	$7,7 \cdot 10^{-5}$	18%
Коэффициент трения $f$	0,24	0,22	8%

Было проведено исследование ионного состава плазмы магнетронного разряда с использованием времяпролетного спектрометра. В результате было показано, что, при условиях, реализуемых в настоящих экспериментах, как в случае газового, так и вакуумного режима функционирования магнетрона, ионный состав плазмы содержит, в

основном, однозарядные ионы материала мишени. Наблюдались только следы ионов рабочего газа (аргона), доля которых не превышала чувствительности спектрометра [6] – около 1 % от доли ионов меди или серебра. Такой состав плазмы является типичным для импульсного сильноточного магнетронного разряда в режиме самораспыления с медной или серебряной мишенью [5, 7].

Длительность импульса вакуумной дуги (30 мкс) на порядок меньше длительности импульса магнетронного разряда (400 мкс). Зондовые измерения показали, что без магнетронного разряда поток плазмы вакуумной дуги распадается в течение около 10 мкс после завершения её импульса. Таким образом, по окончании этого промежутка времени с начала импульса магнетронный разряд является самостоятельным. При использовании только вакуумно-дугового генератора нанесения покрытия на образцы не происходило. Это связано с коллимацией потока плазмы дуги выходным отверстием трубчатого анода генератора и направленностью этого потока на мишень магнетрона, то есть в противоположную от образцов сторону.

## Обсуждение результатов эксперимента

*Зажигание разряда.* Как было отмечено выше, для стабильного зажигания магнетронного разряда в вакуумном режиме амплитуда импульса тока вакуумно-дугового разряда должна была превышать значение 150 А. Пространственные распределения плотности потоков плазмы вакуумно-дугового разряда для серебряного и медного катодов были детально исследованы в работе [8]. По результатам этой работы и из-

вестным зависимостям плотности потока плазмы от тока дуги и от расстояния до катода можно оценить плотность потока ионов меди и серебра из плазмы вакуумно-дугового разряда на поверхность мишени магнетрона для условий настоящих экспериментов. Оценки, согласно данным работы [8], показали, что для зажигания магнетронного разряда в вакуумном режиме плотность потока ионов плазмы дуги на поверхность мишени в области арки магнитного поля должна превышать  $10^{17}$  ионов/см<sup>2</sup>с.

В случае газового режима магнетрона его зажигание происходило при давлении больше  $2 \cdot 10^{-3}$  Торр, что соответствует концентрации атомов аргона в разрядном промежутке  $n_a \approx 2 \cdot 10^{13}$  см<sup>-3</sup>. При типичной температуре электронов газоразрядной плазмы 5 эВ боровская скорость ионов аргона из плазмы составляет около  $5 \cdot 10^5$  см/с. В случае 1 % степени ионизации газа, (в начальный момент импульса разряда степень ионизации не может быть очень большой), плотность потока ионов аргона из плазмы также будет около  $10^{17}$  ионов/см<sup>2</sup>с. Таким образом, для зажигания магнетронного разряда в режиме самораспыления, как в вакуумном, так и в газовом случаях, необходимо превысить некую пороговую плотность потока ионов на поверхность мишени магнетрона. В наших экспериментах пороговая плотность ионного потока составляла величину уровня  $10^{17}$  ионов/см<sup>2</sup>с.

В обеспечении необходимого для инициирования разряда значения потока ионов на мишень магнетрона и заключается общность зажигания магнетронного разряда в режиме самораспыления в вакуумном и в газовом случаях. Принципиальное различие заключается в следующем. В вакуумном режиме зажигания магнетронного разряда эта плотность потока ионов не зависит от давления газа в промежутке, определяется только параметрами разряда вакуумно-дугового генератора, а, следовательно, не имеет предела по нижнему значению давления газа. В случае газового режима этот поток ионов определяется давлением газа и степенью его ионизации, и этими параметрами ограничивается предельное давление, в котором зажигание разряда в режиме самораспыления еще возможно.

Например, даже при 10 % степени ионизации газа, предельное давление зажигания разряда в режиме самораспыления в газовом случае будет ограничено давлением  $2 \cdot 10^{-4}$  Торр. Если давление рабочего газа будет ниже указанного, то интенсивности потока ионов газа на мишень магнетрона просто не будет хватать для создания необходимого для реализации самораспыления потока атомов с поверхности мишени и создания среды, в которой реализуется разряд.

В связи с этим, для понижения рабочего давления газа магнетронного разряда в режиме самораспыления необходимо обеспечить на поверхность мишени магнетрона поток ионов с плотностью выше. Поток этих ионов приведет к распылению с поверхности мишени нужного количества атомов, и разряд начнет функционировать в режиме самораспыления вне зависимости от давления газа в разрядном промежутке.

*Горение разряда.* Заслуживающим внимание экспериментальным фактом является приблизительное равенство напряжений горения магнетронного разряда в газовом и вакуумном режимах, когда давления газа в промежутке различаются в 200 раз (см. рис.3). Такое слабое изменение напряжения горения может быть связано с особенностями функционирования разряда в режиме самораспыления. При реализации самораспыления, ионный состав плазмы разряда содержит, в основном, однократно заряженные ионы материала мишени магнетрона. При самораспылении газовый и вакуумный режимы разряда отличаются лишь процессами их инициирования, а механизм функционирования разряда как в газовом, так и вакуумном режимах одинаков: распыление мишени происходит под воздействием потока ионов её материала.

Заметим, что в физике газового разряда понятия высокого и низкого давления, как и любые качественные параметры, весьма относительны. Количественным определением уровня давления выступают не его абсолютные значения, а, например, соотношение длины пробега частиц с характерными размерами системы. В случае электродных процессов под низким давле-

нием следует понимать реализацию условия, когда поток нейтралов газа на поверхность электрода намного меньше потока заряженных частиц из плазмы на этот электрод. При реализации этого условия нейтральная газовая среда не должна оказывать влияние на состояние поверхности мишени магнетрона и приводить к значительному изменению коэффициентов вторичной ионно-электронной эмиссии или ионного распыления, тем самым не оказывая влияние на устанавливаемое напряжение горения разряда. Для выяснения этого вопроса следует провести сравнение интенсивности потоков ионов из плазмы разряда и нейтральных атомов газа на поверхность мишени магнетрона.

Плотность потока ионов на поверхность мишени магнетрона из плазмы разряда  $\Gamma_i$  можно оценить, как:

$$\Gamma_i = I_{dis} / (S_c \cdot e \cdot (1 + \gamma)), \quad (1)$$

где  $I_{dis} = 20$  А – амплитуда импульса тока магнетронного разряда;  $S_c = 16,6$  см<sup>2</sup> – площадь поверхности мишени;  $e = 1,6 \cdot 10^{-19}$  Кл, поскольку ионы в плазме разряда в основном однозарядные;  $\gamma \approx 0,1$  – коэффициент ионно-электронной эмиссии с катода, принимался одинаковым для мишени из меди и серебра. Согласно (1) для условий эксперимента для медной и серебряной мишеней  $\Gamma_i \approx 7 \cdot 10^{18}$  (ионов/см<sup>2</sup>с).

Плотность потока атомов аргона  $\Gamma_a$  на поверхности мишени магнетрона можно оценить, как:

$$\Gamma_a = n_a \langle v_a \rangle / 6, \quad (2)$$

где  $\langle v_a \rangle \approx 4 \cdot 10^4$  см/сек – средняя скорость атомов аргона при нормальных условиях [9]. При функционировании магнетрона в газовом режиме плотность потока атомов аргона на поверхность мишени магнетрона  $\Gamma_a \approx 1,3 \cdot 10^{17}$  (атомов/см<sup>2</sup>с). В вакуумном режиме эта величина снизится кратно уменьшению давления газа и будет около  $0,7 \cdot 10^{15}$  (атомов/см<sup>2</sup>с). Обратим внимание, что в выражении (2)  $n_a$  обратно пропорционально температуре газа  $T$ , а  $\langle v_a \rangle$  пропорционально  $T^{1/2}$ . При нагреве газа увеличение  $T$  будет приводить к снижению  $\Gamma_a$  пропорционально ( $T^{-1/2}$ ).

Таким образом, даже в случае газового

режима магнетронного разряда плотность потока ионов материала мишени из плазмы разряда на поверхность мишени магнетрона приблизительно в 50 раз превышает плотность потока атомов газа на эту поверхность, что характерно для условия низкого давления газа. Естественно, что в вакуумном режиме горения это условие низкого давления также заведомо выполняется. В этом случае, уже в газовом режиме горения магнетрона происходит эффективная очистка (обезгаживание) поверхности мишени магнетрона от адсорбированных атомов газа и газовая среда не оказывает влияния на состояние её поверхности.

Поскольку в "магнитной ловушке" магнетронного разряда замагниченные электроны эффективно удерживаются и ионизируют распыленные с поверхности мишени атомы как в газовом, так и в вакуумном режимах горения, то условия горения разряда в этих режимах оказываются практически идентичными. Именно поэтому, различия в вольтамперных характеристиках магнетронного разряда (см. рис.3) в этих двух режимах малы.

*Транспортировка распыленного материала мишени на поверхность образца.* При транспортировке распыленных с поверхности мишени атомов, частично ионизованных в разряде, в случае вакуумного режима магнетронного разряда их столкновение с атомами газа несущественно. В случае газового режима магнетронного разряда, относительную долю распыленных атомов  $\alpha_{col}$ , испытавших столкновения с атомами газа, можно оценить, как:

$$\alpha_{col} = (1 - \exp(-l \cdot n_a \cdot \sigma_{col})) \cdot 100\%, \quad (3)$$

где  $l = 9$  см – расстояние от мишени магнетрона до поверхности образца,  $\sigma_{col}$  – сечение столкновений атомов материала мишени с атомами аргона.

В рассматриваемом диапазоне энергии ионов функция энергии распыленных атомов хорошо аппроксимируется распределением Томсона [10] с максимумом, соответствующим энергии связи атомов материала мишени, которая для меди равна 3,5 эВ, а для серебра – 3 эВ. Согласно этому распре-

делению, средние скорости атомов меди составят  $3,2 \cdot 10^5$  см/с, а серебра около  $2,3 \cdot 10^5$  см/с, что многократно превышает значение  $\langle v_a \rangle$  для аргона. Поэтому, сечение столкновений следует оценивать, как  $\sigma_{col} = \pi (R_a + R_m)^2$ , где  $R_a = 98$  пм – радиус атома аргона, а  $R_m$  – радиус распыленного атома (128 пм для меди и 144 пм для серебра) [11]. Значение  $\sigma_{col}$  в случае атомов меди составит  $1,6 \cdot 10^{-15}$  см<sup>2</sup>, в случае серебра –  $1,8 \cdot 10^{-15}$  см<sup>2</sup>. В результате, согласно (3), в газовом режиме магнетрона  $\alpha_{col} = 25\%$  и такая доля атомов меди, из всех распыленных с мишени, испытывает столкновения с атомами аргона. В случае мишени из серебра  $\alpha_{col} = 28\%$ .

Отметим, что приведенные выше оценки были выполнены для нормальных условий. Нагрев газа при таком же давлении до уровня около 300°С вдвое уменьшит значения  $\alpha_{col}$ . Сечение столкновения ионизованных атомов в газе имеет, как правило, величину того же порядка, что для не ионизованных частиц. Что касается столкновений распыленных ионов с заряженными частицами в плазме, то этот процесс одинаков для случая газового и вакуумного магнетрона с мишенью из одного материала, функционирующих в режиме самораспыления, поскольку концентрация плазмы и количество распыленных атомов определяется током разряда и свойствами материала мишени.

По-видимому, именно с рассеянием потока распыленных и частично ионизованных атомов связано то, что, в случае вакуумного магнетрона, толщина наносимых покрытий приблизительно на 15 % больше, чем в случае газового как для медной мишени, так и серебряной (см. Табл. 1). Меньшая степень уменьшения толщины по сравнению со значением  $\alpha_{col}$  может быть связана с рассеянием значительной доли ионов и атомов материала мишени при столкновении их с атомами аргона на малые углы.

*Свойства покрытий.* Толщина покрытия из серебра при их нанесении как в газовом режиме, так и в вакуумном при одинаковых условиях приблизительно в 1,7 раз больше, чем у меди. Это связано с более

высоким коэффициентом распыления серебра по сравнению с медью [9], а также с тем, что масса распыляющих мишень ионов серебра больше, чем масса ионов меди.

Сравнение морфологии поверхностей покрытий из меди и серебра, нанесенных в вакуумном и газовом режимах магнетрона, визуально не показывает существенных различий (см. рис.4). В случае меди шероховатость покрытий и отклонение от среднего всего лишь на единицы процентов выше для вакуумного магнетрона (см. табл. 1). В случае серебра эти различия не превышают 25 %, что также можно считать небольшой величиной. Различия в скоростях износа поверхностей и их коэффициентах трения для вакуумного и газового режимов также невелики (см. табл. 2). Следует сделать вывод, что изменение давления магнетрона в режиме самораспыления с  $10^{-5}$  до  $2 \cdot 10^{-3}$  Торр не оказывает значительного влияния на свойства и параметры наносимых покрытий.

Поскольку перепад давления между магнетроном и образцами отсутствует, плотность потока атомов газа на поверхность образца в газовом режиме магнетрона будет равным аналогичной величине для мишени магнетрона, оцененной ранее:  $\Gamma_a \approx 1,3 \cdot 10^{17}$  (атомов/см<sup>2</sup>с).

Плотность потока ионов можно оценить по выражению (1). При этом, поскольку распыленные с поверхности мишени атомы или ионы имеют относительно небольшую среднюю кинетическую энергию: 4,5 эВ для серебра и 5 эВ для меди,  $\gamma = 0$ . Плотность тока на образец можно оценить по величине тока на подложку (рис.3): в вакуумном и газовом случаях она равна около 50 мА/см<sup>2</sup>. Тогда, согласно (1), плотность потока распыленных ионов на поверхность образца при нанесении покрытия составит около  $3 \cdot 10^{17}$  (ионов/см<sup>2</sup>с). Кроме ионов, на подложку будет поступать поток распыленных, но не ионизованных атомов с энергиями, указанными выше, что увеличит поток частиц на поверхность подложки.

Поскольку в качестве рабочего газа используется инертный аргон, не вступающий в химические связи с материалом поверхности мишени, то основным механиз-

мом адсорбции аргона на поверхность следует считать физическую адсорбцию. Энергия связи физической адсорбции составляет доли эВ и распыленный ион (или атом) материала мишени способен десорбировать несколько адсорбированных на поверхности атомов аргона. И, наконец, поток электронов из плазмы на поверхность образца также вносит свой вклад в десорбцию с ней аргона.

Таким образом, при нанесении покрытий как из меди, так и из серебра в газовом режиме магнетрона происходит эффективное обезгаживание не только поверхности мишени магнетрона, но и поверхности покрытия образца от атомов аргона. Поскольку ионы рабочего газа в плазме разряда, функционирующего в режиме самораспыления, практически отсутствуют, то газовая среда не оказывает влияния на процесс нанесения покрытий на образец даже в газовом режиме магнетрона. Поэтому полученные в газовом и вакуумном режимах магнетрона покрытия из меди или серебра имеют близкие свойства.

### Заключение

Проведены экспериментальные исследования, направленные на сравнение характеристик вакуумного и газового режимов горения магнетрона, функционирующего в режиме самораспыления, при давлениях  $10^{-5}$  и  $2 \cdot 10^{-3}$  Торр, соответственно. Показано, что как в случае газового, так и вакуумного режимов горения для иницирования магнетронного разряда необходимо обеспечить плотность потока ионов на поверхность мишени, превышающую определенное пороговое значение. В случае вакуумного магнетрона такой поток обеспечивается ионами из плазмы дополнительного вакуумного дугового разряда, а в случае газового – ионами рабочего газа из плазмы магнетронного разряда. На основе проведенных оценок дано объяснение приблизительному равенству напряжения горения магнетронного разряда в вакуумном и газовом случаях. Это связано с эффективным обезгаживанием поверхности мишени от адсорбированных атомов рабочего газа потоком ионов

материала мишени, ионизованных в разряде. Подобный эффект, по-видимому, происходит и с поверхностью образца при нанесении покрытия, и с этим связано небольшое различие свойств и параметров покрытий из меди или серебра, нанесенных в вакуумном и газовом режимах функционирования магнетрона.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИСЭ СО РАН, проект FWRM-2021-0006.

### Литература

[1] Ehiasarian A. P., Hecimovic A., de los Arcos T., et al. High power impulse magnetron sputtering discharges: Instabilities and plasma self-organization // *Appl. Phys. Lett.* 100, (2012) 114101.

[2] Anders A., A review comparing cathodic arc and high power impulse magnetron sputtering (HIPIMS) // *Surface and Coating Technology*, 257, (2014) p. 308-325.

[3] Mozgrin D.V., Fetisov I.K., Khodachenko G.V., High-Current Low-Pressure Quasi-Stationary Discharge in a Magnetic Field – Experimental Research // *Plasma Physics Report* 25(5) (1995) p. 400-409.

[4] Andersson J., Anders A., Gasless sputtering: Opportunities for ultraclean metallization, coatings in space, and propulsion // *Appl. Phys. Lett.* 92, (2008), 221503.

[5] Vizir A.V., Bugaev A.S., Frolova V.P., et al, Ion beam composition in ion source based on magnetron sputtering discharge at extremely low working pressure // *Rev. Sci. Instrum.*, 93, (2022) 043304.

[6] Gushenets, V. I., Nikolaev, A. G., Oks, E. M., et. al. Simple and inexpensive time-of-flight charge-to-mass analyzer for ion beam source characterization. *Rev. Sci. Instrum.*, 77, (2006) 063301.

[7] Oks, E., Anders, A. Evolution of the plasma composition of a high power impulse magnetron sputtering system studied with a time-of-flight spectrometer // *J. Appl. Phys.*, 105(9), (2009), 093304.

[8] Anders, A., Yushkov, G. Y. Ion flux from vacuum arc cathode spots in the absence and presence of a magnetic field. // *J. Appl. Phys.*, 91(8), (2002) p. 4824–4832.

[9] Мак-Даниель И., Процессы столкновений в ионизованных газах, М.: Мир, 1967, 832 с.

[10] Thompson, M. W. The velocity distribution of sputtered atoms // Nucl. Instrum.

Meth. Phys. Research B, 18(1-6), (1986) p.411–429.

[11] John E. The Elements, Oxford: Clarendon Press, 1998, 552 p.

# Синтез тонких пленок $MgAl_2O_4$ реакционным испарением Al и Mg

Н.В. Гаврилов, Д.Р. Емлин, А.И. Медведев

Институт электрофизики УрО РАН (ИЭФ УрО РАН)  
620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 106, Россия  
E-mail: erd@ier.uran.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-166-174

Исследованы условия получения тонких пленок алюмомагниевого шпинели  $MgAl_2O_4$  методом анодного испарения Al и Mg из отдельных тиглей в  $Ar/O_2$  смеси (0,7–1,2 Па). Ток разряда с полым самонакаливаемым катодом распределялся между анодом (10–30 А), тиглем с магнием (0,8–1,6 А) и тиглем с алюминием (4–16 А). Определены условия снижения скорости окисления поверхности испаряемого магния и стабилизации процесса испарения Mg. Температура кристаллизации шпинели в условиях бомбардировки растущей пленки ионами с энергией 100 эВ при плотности тока 2  $mA/cm^2$  составила ~ 380–400 °С.

## Введение

Метод получения оксидных пленок реактивным анодным испарением металлов в разряде с самонакаливаемым полым катодом и конденсацией паров в условиях интенсивного ионного сопровождения обеспечивает как более высокую скорость осаждения пленок по сравнению с широко распространенным методом магнетронного распыления, так и снижение температуры кристаллизации пленок [1]. Этим методом были получены пленки  $\alpha$ -оксида алюминия при температуре 550 °С со скоростью до 3  $\mu m/h$  [2]. Использование такого подхода для получения пленок двойных оксидов, например, алюмомагниевого шпинели (АМШ), представляет несомненный интерес, поскольку сочетание превосходных химических, термических, диэлектрических, механических и оптических свойств материала открывает перспективы широкого применения пленок АМШ в качестве защитных, термобарьерных и буферных слоев [3].

В настоящее время пленки АМШ получают преимущественно методами химического осаждения, такими, как химическое паровое осаждение (CVD), осаждение металлорганических соединений из газообразной фазы (MOCVD), атомно-слоевое осаждение (ALD), вакуумное плазменное напыление (Vacuum Plasma Spray (VPS)) и др. [4]. Методом MOCVD в ВЧ плазме были получены эпитаксиальные кристаллические  $MgAl_2O_4$  пленки толщиной 3  $\mu m$  при 700 °С [5]. Методом ALD при 100–400 °С были осаждены аморфные пленки,

отжиг которых при 800 °С обеспечил кристаллизацию пленок АМШ [6].

Методом вакуумного термического испарения порошка  $MgAl_2O_4$  были получены пленки АМШ со скоростью осаждения до 2  $nm/s$ , особенностью которых была кристаллизация при 300 °С в ромбическую структуру [7]. Таким образом, испарением мишеней из АМШ возможно формирование тонких пленок АМШ при невысоких температурах подложки. Идея синтеза пленок АМШ реакционным испарением Al и Mg привлекает кажущейся простотой технической реализации, однако работы с использованием такого подхода авторам неизвестны.

Трудность применения метода реакционного испарения чистых металлов (Al, Mg) для получения пленок АМШ заключается в том, что несмотря на близкие значения температуры плавления Al (660,4 °С) и Mg (650 °С) давление их насыщенных паров при одинаковых температурах различается на несколько порядков величины [8]. Поэтому, чтобы получить одинаковые значения парциального давления паров этих металлов ~ 0,1  $mm\text{ рт. ст.}$  нужно нагреть Mg до температуры порядка 500 °С, тогда как для Al требуется температура ~1350 °С. Как следствие, для осаждения пленки АМШ стехиометрического состава со скоростями 1–10  $\mu m/h$  необходимо обеспечить стабильное испарение металлов, находящихся в различных фазовых состояниях: испарением из расплава Al и возгонкой магния.

Однако, в кислородсодержащей среде поверхность испаряемого материала подвергается окислению, что снижает величину потока испаряемых атомов. Если при испарении Al из жидкой фазы влияние окисления не столь критично, что может быть обусловлено несплошностью окисной пленки на поверхности расплава, то при испарении Mg из твердого состояния возможно образование сплошной пленки оксида, скорость испарения которого значительно ниже скорости возгонки металла. Процессы окисления/распыления поверхности мишеней при реактивном магнетронном распылении металлов детально исследованы [9], однако применительно к реактивному испарению металлов из твердого состояния подобных исследований не проводилось.

Целью работы является определение условий стабильного анодного испарения Al и Mg в кислородсодержащей среде и конденсации паров, при которых обеспечивается высокоскоростное осаждение пленок АМШ стехиометрического состава.

### Методика эксперимента

Устройство для нанесения пленок АМШ схематично показано на рис.1. Ток разряда с самонакаливаемым катодом 1 замыкается на три электрода, имеющих анодный потенциал, которыми являются вольфрамовый стержневой анод 2, помещенный внутрь диэлектрического экрана, и два графитовых тигля 2.1 (Mg-тигель) и 2.2 (Al-тигель), в которые помещают навески из Mg и Al, соответственно. Экраны 3 препятствуют образованию непроводящей пленки на поверхности анода и замыканию разряда на токоподводы тиглей.

Схема электрического питания обеспечивает отдельную регулировку тока в цепях анодных электродов, что позволяет управлять плотностью плазмы в разрядном промежутке и регулировать температуру тиглей и давление паров металлов. В процессе осаждения пленок разряд горит в парогазовой среде, состоящей из смеси паров металлов и газов (Ar, O<sub>2</sub>), при давлении 0,7-1,2 Па. Аргон (0,1 л/мин) подавался через катодную полость, кислород (0,07 л/мин.) подавался в объем. Такая схема газового

питания обеспечивала стабильное горение разряда и приемлемый ресурс катода, изготовленного из TiN [10]. В тигли емкостью 1,2 см<sup>3</sup> загружались гранулы Al и Mg массой 1,1 г. Пленки наносились на подложки из кварца, молибдена и нержавеющей стали, устанавливаемые на держателе 4, к которому прикладывалось отрицательное напряжение смещения. С тыльной стороны держателя был установлен нагреватель 5.

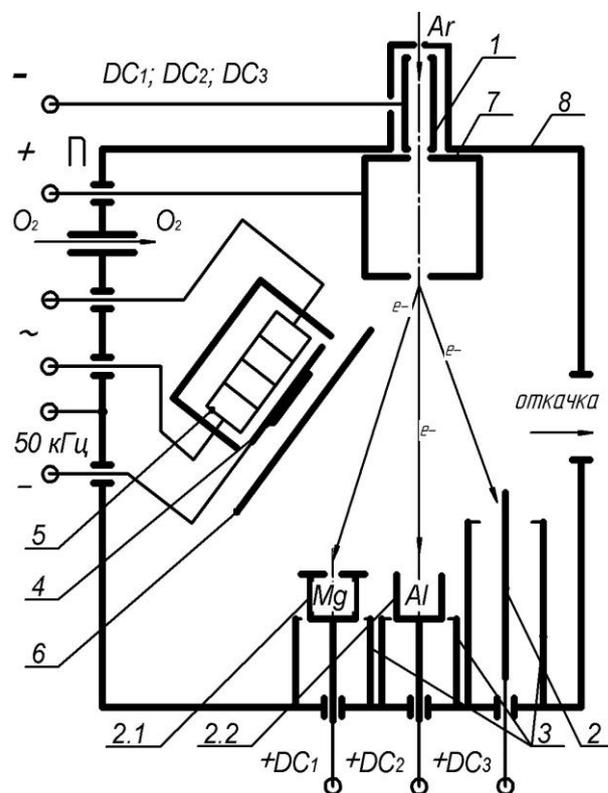


Рис.1. Схема эксперимента: самонакаливаемый катод (1), анод (2), тигли (2.1, 2.2), экраны (3), держатель образцов (4), нагреватель (5), заслонка (6), поджигающий электрод (7), вакуумная камера (8).

После установки подложек на держатель образцов камера откачивалась турбомолекулярным насосом до давления 10<sup>-3</sup> Па. Затем подавался Ar, зажигался импульсный разряд (20 А, 12 мкс, 40 кГц) между катодом 1 и анодом 2, на держатель образцов подавалось импульсное (50 кГц) напряжение смещения U<sub>b</sub>. По мере снижения частоты дугообразования U<sub>b</sub> повышали от -50 до -400 В, затем в течение 10-15 минут проводилась очистка подложек ионным распылением при плотности тока j<sub>b</sub> = 2-3 мА/см<sup>2</sup>, температура подложек при этом достигала ~ 500 °С. Затем задавались значе-

ния тока в цепях тиглей 2.1–2.2, после нагрева которых до рабочих температур в объем подавался кислород, открывалась заслонка б и производилось нанесение пленок. В процессе осаждения пленок температура держателя регулировалась с помощью радиационного нагревателя 5.

Токи нагрева и, соответственно, рабочая температура тиглей определялись в предварительных экспериментах по отдельному формированию пленок MgO и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> со скоростями, обеспечивающими синтез стехиометрической АМШ при совместном испарении. При нанесении MgO величина тока в цепи Mg-тигля устанавливалась с учетом дополнительного нагрева Mg-тигля тепловым излучением Al-тигля. Для контроля скорости испарения металлов *in situ* измерялись интенсивности линий возбужденных атомов Mg (517 нм) и Al (394, 396 нм) в спектре излучения плазмы спектрометром Ocean Optics HR2000.

В предварительных экспериментах выявились особенности испарения Mg, характер которого зависел от вида засыпки и размера апертуры тигля. Стабильного испарения порошка магния (МГС-99) из открытого тигля диаметром 10 мм получить не удалось из-за временных и пространственных флуктуаций интенсивности испарения. При использовании кубических гранул Mg (МГ-90) с размером 8–10 мм испарение Mg из открытого тигля было более стабильным, при этом после завершения цикла нанесения пленки в тигле сохранялся каркас куба в виде частично разрушенных тонких стенок из оксида магния (рис.2). Однако, при снижении тока в цепи Mg-тигля для достижения требуемого соотношения плотностей потоков пара Al и Mg на поверхности подложек, нестабильность процесса испарения Mg возрастала. Согласование величин потоков паров Al и Mg и стабильное испарение Mg были получены в результате уменьшения диаметра выходной апертуры Mg-тигля с 10 до 2,3 мм. При использовании тигля с малой апертурой остаток навески в тигле после завершения цикла был электропроводящим, диэлектрических образований в полости тигля не возникало. Основной проблемой при испарении Al из графитового тигля яв-

ляется взаимодействие Al с C при температурах свыше 1200 °С с образованием карбида алюминия [11], что приводит к смачиванию стенок тигля алюминием и выходу пленки жидкого Al на внешнюю поверхность тигля.

Фазовый состав полученных пленок исследовался методом РФА на дифрактометре D8 DISCOVER на медном излучении (Cu K $\alpha_{1,2}$   $\lambda$  = 1,542 Å) с графитовым монохроматором на дифрагированном луче. Обработка выполнялась с использованием программы TOPAS 3. Элементный состав пленок проводился энергодисперсионным методом на СЭМ типа TESCAN VEGA II XMU с анализатором INCA Energy 450 или рентгенофлуоресцентным методом с использованием преобразователя «Старт-001». Толщина пленок оценивалась по изменению массы образцов.

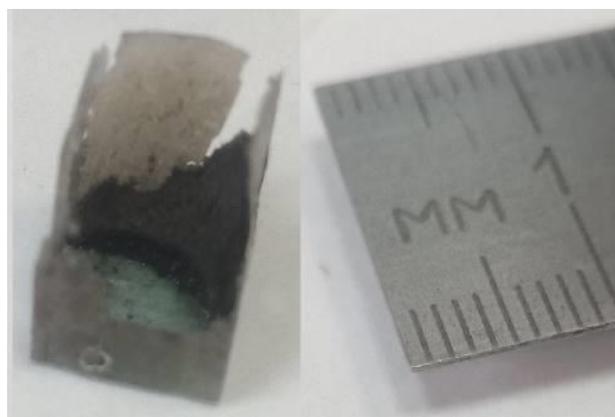


Рис.2. Каркас из оксида магния, образующийся после испарения кубической гранулы Mg в открытом тигле.

### Результаты эксперимента

Пленки MgO были получены на подложке из кварца при температуре подложки 270 °С и ионном сопровождении  $j_b = 2$  мА/см<sup>2</sup> и  $U_b = -50$  В. Пленка имела кубическую решетку с постоянной  $a = 4,220$  Å, сильную (200) текстуру (JCPDS PDF 089-7746), обусловленную интенсивным ионным сопровождением (рис.3), средний размер кристаллитов составлял 49 нм. Толщина пленки составляла 1,5 мкм, скорость нанесения – 2,6 мкм/ч. Пленка оксида алюминия, полученная при температуре подложки 300 °С, оказалась рентгеноаморфной.

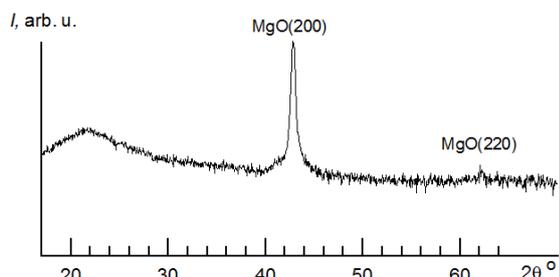


Рис.3. Дифрактограмма пленки MgO на SiO<sub>2</sub>.

Кристаллизация пленок АМШ возникла при температурах подложки свыше 380 °С и зависела от интенсивности ионного сопровождения, при отсутствии которого пленка оставалась аморфной при всех температурах до 800 °С включительно. РФА показал, что при избытке Mg формируются двухфазные пленки, которые содержат, наряду с АМШ, кристаллическую фазу MgO (рис.4). Фаза АМШ имела кубическую структуру с постоянной кристаллической решётки  $a = 8,13 \text{ \AA}$ . Средний размер кристаллитов составлял 7 нм. Положения пиков АМШ в дифракционном спектре смещены относительно табличных значений в направлении меньших углов. Средний размер кристаллитов кубической фазы MgO составлял 13 нм, постоянная решётки  $a = 4,229 \text{ \AA}$ . Наблюдалась преимущественная ориентация фазы MgO (200). Элементный состав пленки (в ат. %) с избытком Mg, измеренный методом EDS, приведен в таблице 1 (MgO/АМШ).

Таблица 1. Элементный состав пленок, ат. %			
Образец	O	Mg	Al
MgO/АМШ	49,6	33,7	16,7
АМШ+А	53,0	8,5	38,5
АМШ	не измер.	33	66

При избытке алюминия формировались однофазные пленки со структурой кубической шпинели. Постоянная решетки пленки, показанной на рис.5,  $a = 8,125 \text{ \AA}$ , средний размер кристаллитов 7 нм. Дифрактограмма содержит неидентифицированный пик при 22,56°, объемная доля которого составляла ~ 5%.

Скорость осаждения пленки составляла 1,5–2 мкм/ч, толщина пленки – ~1,5 мкм. Элементный состав пленки (в ат. %) приведен в таблице 1 (АМШ+А).

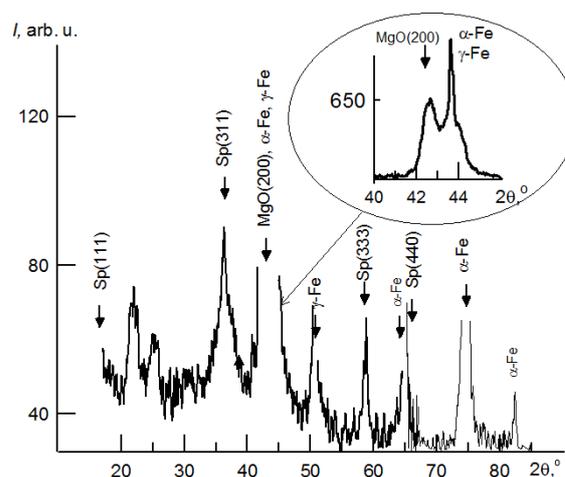


Рис.4. Дифрактограмма двухфазной пленки, состоящей из АМШ (Sp) и периклаза (MgO). Подложка – сталь 12Х18Н10Т ( $\alpha$ -Fe,  $\gamma$ -Fe)  $j_b = 3 \text{ mA/cm}^2$ ,  $eU_b = 100 \text{ эВ}$ ,  $T = 380 \text{ }^\circ\text{C}$ .  $p = 1,2 \text{ Па}$ .

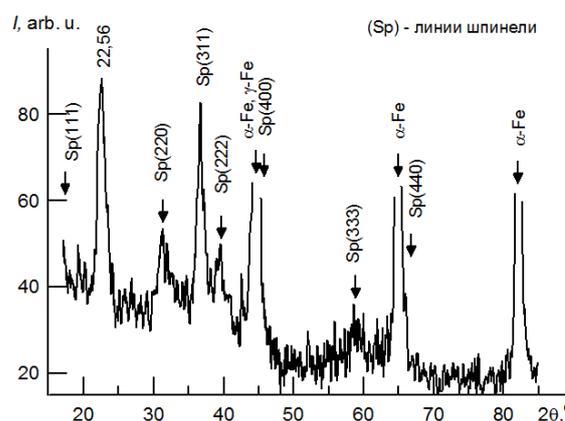


Рис.5. Дифрактограмма пленки с избытком Al. Подложка – 12Х18Н10Т.  $j_b = 2,5 \text{ mA/cm}^2$ ,  $eU_b = 100 \text{ эВ}$ .  $T = 380 \text{ }^\circ\text{C}$ .  $p = 1,2 \text{ Па}$ .

Для получения пленки АМШ стехиометрического состава была проведена серия экспериментов при различных соотношениях потоков пара Al и Mg, в которых регистрировалось амплитуды линий Al (394,4 нм [12]) и Mg (517,3 нм [13]) в спектре излучения плазмы, проведены XRD и EDS измерения фазового и элементного состава полученных пленок и определено оптимальное отношение интенсивности линий спектра, при котором достигался близкий к стехиометрическому состав пленки АМШ. Отношение амплитуд линий в эксперименте регулировалось изменением токов в цепях тиглей. Вид спектра излучения плазмы, содержащего характерные линии Mg и Al, показан на рис.6.

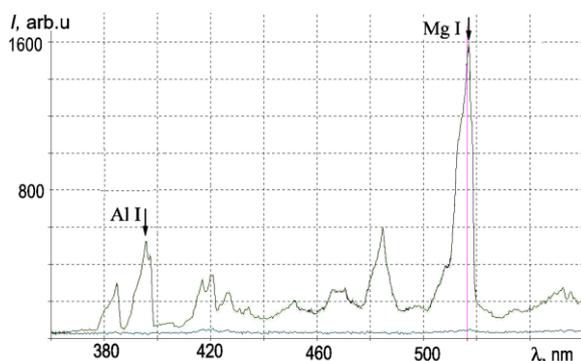


Рис.6. Спектр излучения плазмы разряда. Токи: на анод 25 А; на тигли: Mg – 0,9А, Al – 13 А.  $p = 1,2$  Па.

Дифрактограмма пленки АМШ с близким к стехиометрическому составом показана на рис.7. Пленка сильно текстурирована, имеются значительные микроискажения решетки  $\Delta d/d = 1,8\%$ . Период кубической решетки составил  $a = 8,148 \text{ \AA}$ . Средний размер области когерентного рассеяния (ОКР) – 9,8 нм. Элементный состав пленки приведен в таблице 1 (АМШ).

Пленка АМШ стехиометрического состава была получена при температуре подложки  $500 \text{ }^\circ\text{C}$ , токе в цепи Mg-тигля 1,8 А, токе в цепи Al-тигля  $5,8 \pm 1,3 \text{ А}$ ,  $j_b = 1,5 \text{ мА/см}^2$ ,  $U_b = -50 \text{ В}$ , потоке  $\text{O}_2 = 0,07 \text{ л/мин}$ , потоке  $\text{Ar} = 0,1 \text{ л/мин}$ , парциальном давлении  $\text{O}_2 = 0,5 \text{ Па}$  и полном давлении 1,2 Па. Скорость осаждения пленки составляла  $\sim 6 \text{ мкм/час}$ .

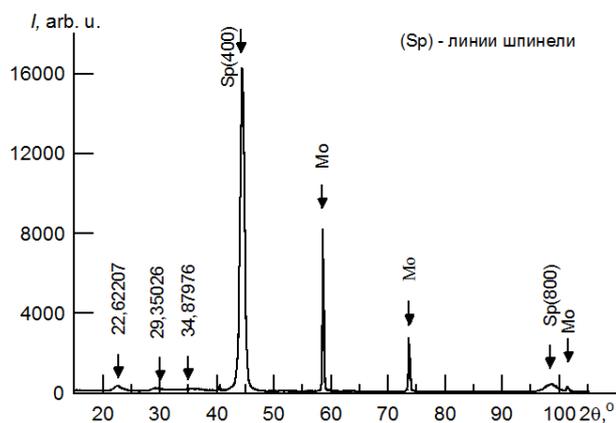


Рис.7. Дифрактограмма пленки АМШ стехиометрического состава:  $j_b = 1,5 \text{ мА/см}^2$ ,  $eU_b = 50 \text{ эВ}$ ,  $T = 500 \text{ }^\circ\text{C}$ . Подложка – молибден.  $p = 1,2$  Па.

Неидентифицированные максимумы в диапазоне углов  $22^\circ\text{--}35^\circ$  исчезают после отжига в атмосфере при  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 4 часов. Отжиг в тех же условиях исходно аморфной пленки стехиометрического со-

става, осажденной при пониженной температуре подложки ( $250 \text{ }^\circ\text{C}$ ) и энергии ионов 30 эВ, не привел к кристаллизации пленки.

Микротвердость  $H_v$  полученных пленок зависела от их элементного и фазового состава. Пленки с избытком магния ( $\text{Al(ат. \%):Mg(ат. \%)} < 0,4$ ) обладали микротвердостью не более 8 ГПа, что близко к значениям  $H_v$  для периклаза MgO. Наибольшую твердость пленки достигали при  $0,8 < \text{Al(ат. \%):Mg(ат. \%)} < 2,4$ . Твердость однофазных АМШ пленок составляла 13-15 ГПа. Для пленок с повышенным содержанием алюминия  $H_v \sim 9\text{--}10 \text{ ГПа}$ .

### Обсуждение

Конфигурация остатка гранулы Mg (рис.2) позволяет заключить, что при реактивном анодном испарении Mg формируются отдельные зоны окисления и испарения металла. Можно предположить, что окисление поверхности Mg затрудняет протекание тока, вследствие чего разряд локализуется на ограниченном участке, обеспечивая рост удельной мощности нагрева. Высокая плотность потока паров препятствует поступлению частиц кислорода на этот участок поверхности металла, тогда как остальные участки поверхности Mg подвергаются окислению.

Для изучения характера горения разряда на тигель с малой апертурой был проведен эксперимент, в котором измерялось распределение токов в цепях тигля и электрически изолированной от него навески Mg, помещенной внутрь тигля. В процессе разогрева тигля в среде Ar от комнатной температуры до рабочей ( $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ) ток разряда замыкался на внешнюю боковую поверхность тигля. После разогрева тигля и подачи в объем  $\text{O}_2$  разряд начинал переключаться в цепь навески и через 10–15 минут практически весь ток разряда замыкался через апертуру на Mg-навеску. Осаждение на внешнюю поверхность тигля непроводящей оксидной пленки вынуждает разряд замыкаться на анод через апертуру тигля. Устойчивое токопрохождение через малое отверстие обеспечивается плотным встречным потоком паров металла, который также эффективно препятствует проникновению  $\text{O}_2$  в

полость тигля, обеспечивая стабильное испарение Mg.

Требуется уточнения вопрос о том, из какого агрегатного состояния происходит испарение Mg. Несмотря на то, что Mg-тигель в процессе испарения имеет меньшую по сравнению с температурой плавления Mg интегральную температуру (~480 °C), необходимо принимать во внимание вероятность локального плавления приповерхностного слоя в области протекания тока разряда.

В работе [14] приведены результаты формирования пленки MgO реактивным испарением Mg под действием электронного пучка с поперечным сечением ~5 мм и плотностью мощности ~10<sup>4</sup> Вт/см<sup>2</sup>. Высокая скорость осаждения пленки MgO, которая составила ~1 мкм/мин, объясняется авторами испарением магния из расплава. При анодном испарении в разряде низкого давления плотность мощности на аноде можно определить из соотношения [15]:

$$W = (I/s) \cdot (U_a + kT_e/e + w/e),$$

где  $I$  – величина тока разряда,  $s$  – площадь, на которую замыкается ток,  $U_a$  – анодное падение потенциала,  $T_e$  – температура электронов в плазме,  $w$  – работа выхода электронов,  $e$  – заряд электрона,  $k$  – постоянная Больцмана. Принимая величину  $s$  равной площади апертуры тигля получим плотность мощности нагрева  $q \leq 1 \cdot 10^3$  Вт/см<sup>2</sup>, что на порядок величины ниже, чем в [14].

Для определения режима испарения Mg в условиях эксперимента оценим скорость осаждения пленки в режиме испарения из расплава и сравним с полученной в эксперименте. Начальное сечение потока испаряемых атомов ограничиваем размерами отверстия. Температуру Mg принимаем равной температуре плавления (650 °C), при этом давление насыщенных паров магния составляет 266 Па [8]. Поток испаренных атомов через отверстие  $Q = \frac{1}{4} (nvs)$ , где:  $n$  – концентрация атомов Mg,  $s$  – площадь отверстия (4,2 мм<sup>2</sup>),  $v = (3kT/M)^{1/2}$  – среднеквадратичная скорость атомов Mg, где:  $kT$ ,  $M$  – тепловая энергия и масса атома Mg.

Тепловая скорость атомов Mg при 650 °C  $v = 975$  м/с, концентрация атомов Mg

при давлении  $p = 266$  Па и температуре  $T = 650$  °C составит  $n = p/kT = 2 \cdot 10^{16}$  1/см<sup>3</sup>. Результирующий поток атомов Mg через отверстие диаметром 2,3 мм составит  $Q = 2 \cdot 10^{19}$  1/с, а плотность потока атомов Mg на расстоянии  $r = 10$  см в режиме прямого пролета  $Q \cdot (1/r^2)(s/S) = 8 \cdot 10^{15}$  ат./(см<sup>2</sup>·с), где  $S = 1$  см<sup>2</sup>. За время  $t = 3600$  с на единичной поверхности растущей пленки осядет количество атомов Mg:  $N_{Mg} = Q \cdot t = 3600 \cdot 8 \cdot 10^{15}$  ат./(см<sup>2</sup>·с) =  $3,2 \cdot 10^{19}$  см<sup>-2</sup>, равное числу образующихся на поверхности молекул оксида магния  $N_{MgO}$ .

Скорость осаждения пленки можно определить, как число молекул MgO в пленке, отнесенное к удельной атомной плотности MgO:  $v_{MgO} = N_{MgO} / (\rho_{MgO} \cdot N_a / M_{MgO}) = 5,9$  мкм/ч, где:  $M_{(MgO)}$  – молярная масса,  $\rho_{MgO}$  – плотность оксида магния (3,58 г/см<sup>3</sup>),  $N_a = 6,02 \cdot 10^{23}$  – число Авогадро.

В эксперименте скорость осаждения пленки MgO составляла ~ 3 мкм/ч, что близко к полученной величине  $v_{MgO}$  при минимальной температуре расплава. Поскольку оценка проведена без учета рассеяния парового потока, реиспарения атомов с поверхности пленки и распыления пленки под действием ионной бомбардировки, можно заключить, что в условиях эксперимента не исключается локальное плавление поверхностного слоя в зоне замыкания разрядного тока.

Испарением алюмомагниевого шпинели были получены пленки АМШ при низкой температуре подложек 200–300 °C [7], тогда как при распылении Al и Mg металлических мишеней в дуальном магнетроне пленки АМШ получить не удалось [16]. При распылении чистого Mg формировались тонкие пленки MgO с кубической структурой, добавление Al приводило к изменению параметров решетки MgO, при Mg/Al < 0,6 с ростом содержания Al снижалась степень кристалличности пленки, а при Mg/Al ~ 0,25 происходил переход пленки в аморфное состояние. Возможно, температура подложки была недостаточна для преодоления активационного барьера реакции образования шпинели. Низкотемпературная кристаллизация пленок шпинели, полученных испарением MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> мишеней, может быть ини-

цирована поступлением на поверхность пленки частиц требуемой фазы (seed-эффект) [17].

При реактивном распылении Mg оксид MgO образуется при невысокой температуре подложки. Так, кристаллизация пленок MgO, полученных RF-распылением Mg или MgO мишеней при низкой скорости осаждения, начиналась уже при комнатной температуре при достижении толщины пленки свыше 100 нм [18]. Пленки MgO, полученные реактивным магнетронным распылением Mg-мишеней при высокой скорости осаждения (до 45 нм/мин), имели высокую степень кристалличности при температуре подложки 200 °C [19]. Кристаллизация низкотемпературной фазы  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при температуре ~ 300 °C была получена в условиях сильнотоочного импульсного реактивного распыления Al в дуальном магнетроне [20].

Температура кристаллизации AMШ зависит от метода получения. При синтезе AMШ реакцией в твердой фазе с использованием порошков MgO и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> эта температура составляет 1100–1600 °C в зависимости от исходных компонентов [21]. Снижение температуры кристаллизации обеспечивает механохимический синтез, который представляет собой гетерогенную твердофазную реакцию, в которой измельчение и перемешивание компонентов, создание контактов между частицами, массоперенос в зонах контакта, а также формирование фазы продуктов осуществляются в процессе механической обработки смеси реагентов. Механохимический синтез MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> из смеси  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO в течение 160 часов привел к 99% трансформации смеси в AMШ при комнатной температуре [21]. Таким образом, в процессе механохимического синтеза твердофазная реакция активируется механической энергией вместо высокой температуры.

По аналогии с механоактивацией можно предположить, что при синтезе пленок AMШ реакционным термическим испарением Al и Mg уменьшение размера взаимодействующих частиц до атомарного и интенсификация диффузионных процессов ионной бомбардировкой должны способ-

ствовать кристаллизации AMШ при низких температурах. Однако, результаты математического моделирования процессов синтеза Mg-Al-O структур реактивным магнетронным распылением Al и Mg мишеней не подтверждают возможность низкотемпературного синтеза AMШ [16]. В наших экспериментах кристаллизация кубической AMШ наблюдалась только в режимах осаждения с ионным сопровождением при температурах свыше 380 °C.

В объемных материалах кристаллическая структура AMШ существует и сохраняется в широких пределах изменения соотношения MgO – nAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Величина n может меняться в пределах от 0,6 до 7 [22]. Избыточные ионы Al замещают ионы Mg в тетраэдрических позициях, что вызывает уменьшение параметра решетки a с ростом параметра n из-за меньшего диаметра Al<sup>3+</sup>, чем у Mg<sup>2+</sup>. Для стехиометрической шпинели параметр решетки составляет a = 8,08310 Å [JCPDS PDF 00-021-1152]. Наблюдавшийся в наших экспериментах увеличенный параметр решетки нестехиометрических AMШ можно объяснить влиянием ионного сопровождения.

## Заключение

Термическим анодным испарением Al и Mg из отдельных тиглей в Ar-O<sub>2</sub> смеси низкого давления (~1 Па) при температурах 370–550 °C в условиях интенсивного ионного сопровождения (50–100 эВ, 2–3 мА/см<sup>2</sup>) получены пленки алюмомагниевого шпинели с кубической структурой. Скорость осаждения пленок составляла 1,5–6 мкм/ч. 4-х часовой отжиг в воздухе при температуре 800 °C аморфных пленок стехиометрического состава, осажденных при более низких температурах и меньшей интенсивности ионного сопровождения, не приводит к кристаллизации пленок.

Пленки с избыточным содержанием Mg, полученные при температуре 270 °C, содержат кубическую фазу MgO и аморфный оксид алюминия. Пленки с избыточным содержанием Al, полученные при температуре свыше 450 °C, имеют структуру кубической шпинели.

Анодное испарение Mg в кислородной

плазме происходит на отдельных участках поверхности Mg, остальная часть которой покрывается оксидом. Локальный характер испарения обусловлен контракцией разряда и повышением плотности паров металла до значений, при которых доступ атомов кислорода к поверхности затруднен.

Уменьшение выходной апертуры Mg-тигля и повышение плотности паров Mg в апертуре при сохранении величины парового потока затрудняет поступление кислорода в объем тигля и уменьшает скорость окисления поверхности магния, что способствует его стабильному и равномерному испарению.

### Литература

- [1] Gavrilo N.V., Kamenetskikh A.S., Tretnikov P.V., Emlin D.R., Chukin A.V., Surkov Yu.S. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin films deposition by reactive evaporation of Al in anodic arc with high levels of metal ionization // *Surface & Coatings Technology*. 2019. Vol. 359. P. 117–124.
- [2] Каменецких А.С., Гаврилов Н.В., Третников П.В., Чукин А.В., Меньшаков А.И., Чолах С.О. Формирование альфа-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> покрытий реакционным испарением с интенсивным ионным сопровождением при 500 – 550 °С // *Известия Вузов. Физика*. 2020. Т. 63, Вып. 10. С. 144-150.
- [3] Ahmad S.M., Hussain T., Ahmad R., Siddiqui J., Ali D. Synthesis and characterization of magnesium aluminate (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) spinel (MAS) thin films // *Mater. Res. Express*. 2018. No. 5. 016415.
- [4] Ganesh I. A Review on Magnesium Aluminate (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) Spinel: Synthesis, Processing and Applications // *International Materials Reviews*. 2013. Vol. 58. No. 2. P. 63-112.
- [5] Zhang J., Stauf, G.T. Gardiner R., Buskirk P.V., Steinbeck J. Single molecular precursor metal-organic chemical vapor deposition of MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> thin films // *J. Mater. Res*. 1994. Vol. 9. No. 6. P. 1333-1336.
- [6] Putkonen M., Nieminen M., Niinisto L. Magnesium aluminate thin films by atomic layer deposition from organometallic precursors and water // *Thin Solid Films*. 2004. Vol. 466. P. 103– 107.
- [7] Станчик А.В., Гременок В.Ф., Труханова Е.Л., Хорошко В.В., Сулейманов С.Х., Дыскин В.Г., Джанклич М.У., Кулагина Н.А., Амиров Ш.Ё. Исследование тонких пленок MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, осажденных на Si-подложки методом вакуумного термического испарения // *Computational nanotechnology*. 2022. Т. 9. № 1. С. 125–131.
- [8] Honig R.E. Vapor Pressure Data for the More Common Elements // *RCA Review*. 1957. Vol. 18. P. 195-204.
- [9] Depla D., Mahieu S. *Reactive Sputter Deposition*. Springer Series in Materials Science. Springer-Verlag Berlin Heidelberg. 2008.
- [10] Гаврилов Н.В., Каменецких А.С., Паранин С.Н., Спиринов А.В., Чукин А.В. Самонакаливаемый полый катод из компактированного TiN: методика подготовки и результаты испытаний // *Приборы и техника эксперимента*. 2017. № 5. С. 136–141.
- [11] Зимон А. Д. Адгезия пленок и покрытий. М. «Химия», 1977.
- [12] Eriksson K.B.S. and Isberg H. B. S. The Spectrum of Atomic Aluminium, Al I // *Ark. Fys*. 1963. Vol. 23(47), P. 527–542.
- [13] Meißner K.W. Isotopieverschiebung im Spektrum von Magnesium Mg I // *Ann. Phys. (Leipzig)*. 1938. Vol. 423. P. 505–517.
- [14] Zolotukhin D. B., Oks E. M., Tyunkov A. V. and Yushkov Yu. G. Deposition of dielectric films on silicon using a forevacuum plasma electron source // *Review of Scientific Instruments*. 2016. Vol. 87. 063302.
- [15] Гаврилов Н.В., Каменецких А.С., Емлин Д.Р., Третников П.В., Чукин А.В. Разрядная система с самонакаливаемым полым катодом и испаряемым анодом в остроугольном магнитном поле для нанесения оксидных покрытий // *Журнал технической физики*. 2019. Т. 89. Вып. 6. С. 867–873.
- [16] Saraiva M., Georgieva V., Mahieu S., Van Aeken K., Bogaerts A. and Depla D. Compositional effects on the growth of Mg(M)O films // *J. of Applied Physics*. 2010. No. 7. 034902.
- [17] Cheng Y., Qiu W., Zhou K., Yang Y., Jiao D., Liu Z., Zhong X. Low-temperature deposition of α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> film using Al+α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite target by radio frequency magnetron sputtering // *Mater. Res. Express*. 2019. No. 6. 086412.

- [18] Caceres D., Colera I., Vergara I., Gonzalez R., Roman E. Characterization of MgO thin films grown by rf-sputtering // *Vacuum*/ 2002. No. 67. P. 577–581.
- [19] Choi Y.W., Kim J. Reactive sputtering of magnesium oxide thin film for plasma display panel applications // *Thin Solid Films*. 2004. No. 460. P. 295–299.
- [20] Zhou G., Wang L., Wang X. and Yu Y. Deposition of nanostructured crystalline alumina thin film by twin targets reactive high power impulse magnetron sputtering // *Appl. Surf. Sci.* 2018. No. 455. P. 310–317.
- [21] Domanski D., Urretavizcaya G., Castro F.J., Gennari F.C. Mechanochemical Synthesis of Magnesium Aluminate Spinel Powder at Room Temperature // *J. Am. Ceram. Soc.* 2004. Vol. 87, No. 11. P. 2020–2024.
- [22] Shou-Yong J., Li-Bin L., Ning-Kang H., Jin Z., Yong L. Investigation on lattice constants of Mg-Al spinels // *J. of Materials Science Letters*. 2000. Vol. 19. P. 225–227.

# Electron beam treatment and hard anodic oxidation of AlSi7 alloys to improve the anodic oxide properties

Massimiliano Bestetti<sup>1,2</sup>, Andrea Lucchini Huspek<sup>1</sup>, Batuhan Akdogan<sup>1</sup>, Yuriy H. Akhmadeev<sup>3</sup>, Elizaveta A. Petrikova<sup>3</sup>, Yuriy F. Ivanov<sup>3</sup>, Pavel V. Moskvina<sup>3</sup>, and Nikolay Koval<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Politecnico di Milano, Dipartimento di Chimica, Materiali e Ingegneria "Giulio Natta"

20133, Piazza Leonardo da Vinci, 32, Italia

E-mail: \*massimiliano.bestetti@polimi.it

<sup>2</sup>Tomsk Polytechnic University, The Weinberg Research Centre

634050, Tomsk, Lenin Ave., 2, bd. 4, Russia

<sup>3</sup>Institute of High Current Electronics, Siberian Branch of Russian Academy of Science (IHCE SB RAS)

634055, Tomsk, Akademicheskoy Ave., 2/3, Russia

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-175-182

Al-Si alloys are among the most common aluminium-based cast products due to their high strength-to-weight ratio, excellent processability and relatively low cost. Their surface mechanical properties and corrosion resistance are usually enhanced by forming a protective anodic oxide coating by means of hard anodic oxidation. However, the presence of silicon particles within the aluminium matrix decreases the quality and integrity of the anodic oxide. In the present work, RITM-SP and SOLO electron beam facilities are used to modify the distribution of silicon in the surface region of the alloy. The hard anodic oxides produced after electron beam pre-treatment were characterized by SEM-EDS and in term of corrosion resistance properties.

## Introduction

Aluminium alloys are widely used in several industrial fields due to their high strength-to-weight ratio, good thermal and electrical conductivity and excellent processability. The addition of Si to the melt improves the castability of the molten alloy and reduces the solidification shrinkage, improves the corrosion and wear resistance of Al-Si alloys, making the Si one of the most commonly employed elements in combination with Al [1]. Al-Si alloys typically contain from 3 to 20 wt.% of silicon, being divided in hypoeutectic, eutectic (12,6%) and hypereutectic.

Even though Al tends to form spontaneously a native thin oxide which passivates the surface, anodic oxidation is frequently employed to form a thick coating which improves surface mechanical properties and corrosion resistance. Among the different Al-Si foundry alloys, the response of hypoeutectic Al-Si with respect to anodization is widely studied [2]. The growth of the oxide layer, as well as its final characteristics, are strongly affected by the microstructure of the alloy: the presence of Si particles in the  $\alpha$ -Al matrix drastically impairs the homogeneity and the integrity of the anodic oxide coating. In fact, Si particles have a slower oxidation rate with respect to Al matrix, making more favourable the formation of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with

respect to SiO<sub>2</sub>. Silicon particles with diameter smaller than few  $\mu\text{m}$  are not considered as deleterious for the continuity of oxide layer. Instead, larger particles cause different flaws such as porosities, unoxidized areas and cracks [2].

In the present work, two different low energy high current electron beam facilities (LEHCEB), namely RITM-SP and SOLO, were used to modify the surface distribution of Si in the alloy. The aim is to refine and distribute Si particle in Al matrix and, as a consequence, to get beneficial effects on the growth of a hard anodic oxide layer, obtaining a more homogenous coating with less defects.

## Materials and Methods

Samples (20×20 mm) were cut from gravity casted ingots, nominally of AlSi7 (EN-AC-42200) alloys. They were mechanically polished (100, 320 and 600 grit), ultrasonically washed in 50 vol% acetone and 50 vol% ethanol for 15 minutes, rinsed in deionized water and dried with nitrogen.

A first set of samples was electron beam treated in a RITM-SP facility [3, 4]. Base pressure reached  $2.0 \cdot 10^{-5}$  torr and argon working pressure was set at  $2.0 \cdot 10^{-4}$  torr. Electron accelerating voltages were set at 20 and 25 kV, corresponding to the energy densities of 2.5

and  $3.3 \text{ J/cm}^2$ , respectively. The number of pulses were 2, 4, 8, 16 and 32, with pulse average duration of  $2.5 \text{ }\mu\text{s}$  at 0.2 Hz of repetition frequency. The second set of samples was electron beam treated with SOLO equipment [5, 6] and the energy densities used were 10, 15, 20, 25 and  $30 \text{ J/cm}^2$  and the number of pulses was set to 3 at repetition frequency of 0.3 Hz with the average pulse duration of  $200 \text{ }\mu\text{s}$ .

Hard anodic oxidation was carried out in a jacketed glass reactor by using a 17.5% v/v  $\text{H}_2\text{SO}_4$  aqueous solution. Temperature was kept at  $0 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ) using a Julabo FP50 cryostat. A titanium mesh was employed as a cathode, being the ratio between cathode and anode areas equal to 3:1. The distance between cathode and anode was 30 mm and the applied current density was  $2 \text{ A/dm}^2$ .

The morphology was investigated using a Zeiss EVO 50VP SEM equipped with a Bruker X-ray spectrometer for chemical microanalysis (EDS). The crystalline structure was characterized by X-ray diffraction in grazing angle configuration (GI-XRD) using a PANalytical EMPYREAN PW1830 diffractometer. Surface hardness was measured using a Shimadzu HMV-2000 Vickers microindenter by applying a 10 g load. Corrosion potential and corrosion current density were measured using AMEL 2049 potentiostat in 3.5% NaCl solution at room temperature. A three-electrode cell was employed with Al-Si sample as WE, a platinum mesh as CE and a saturated calomel electrode (AMEL) as REF. At first, open circuit potential was measured for 30 minutes with acquisition rate of 1 Hz. Then, a potentiodynamic test was performed from  $-250 \text{ mV}$  to  $+250 \text{ mV}$  with respect to OCP at a scan rate of  $10 \text{ mV/min}$ .

## Results and discussion

### RITM-SP facility

At first, samples were characterized by means of SEM and elemental distribution was assessed by EDS. Figure 1 shows the surface morphology of the as-polished sample and that of samples treated at 20 kV with 8, 16 and 32 pulses. After RITM-SP treatment, the surface appears smoother and more homogeneous. This effect is more pronounced as the number of pulses increases. During the electron beam irradiation with RITM-SP facility, a surface lay-

er of few  $\mu\text{m}$  is molten and then rapidly solidified, causing a change of the microstructure. In figure 1, spherical features are visible, especially in samples with a low number of pulses, in correspondence of which a higher EDS signal of oxygen was detected. The number of such spherical particles and their size decreases at 16 and, especially, 32 pulses, as shown in figures 1c and 1d. In EDS maps, displayed in figure 2, the shape and size silicon segregations in the matrix agree with typical metallographic images of hypoeutectic Al-Si alloys [7].

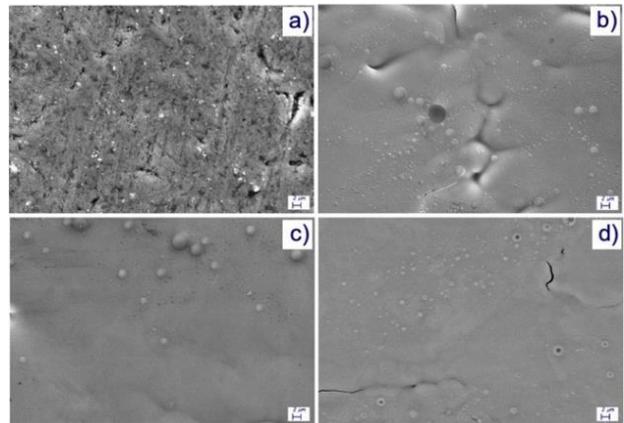


Fig.1. SEM surface morphology of: a) pristine and b) c), d) 20 kV samples at 8, 16 and 32 pulses, respectively.

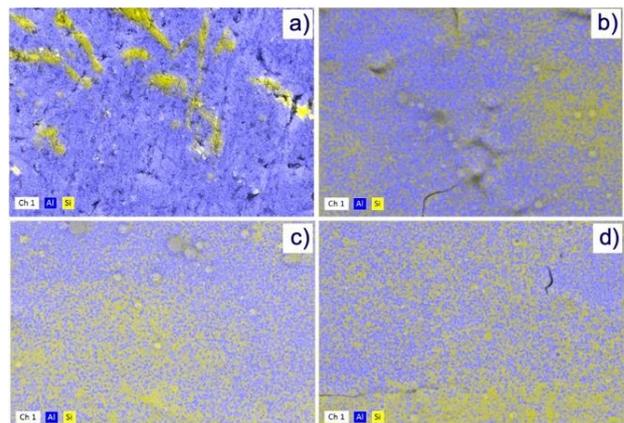


Fig.2. Surface Al (blue) and Si (yellow) EDS maps of: a) pristine and b) c), d) 20 kV samples at 8, 16 and 32 pulses, respectively.

Figures 2b, 2c and 2d show the change in the silicon distribution induced by RITM-SP treatment: instead of localized silicon segregations, a more homogeneous and uniform dispersion is obtained. This modification is induced by a rapid melting and solidification of the alloy surface during electron beam irradiation. Moreover, according to Si wt.% EDS

measurements, some of the silicon is evaporated from the surface leading to final measured values of 8.32% (16 pulses) and 7.62% (32 pulses), with respect to the pristine sample at 10.2%.

Computational modelling, not reported here, confirmed this finding which is mainly related to the difference in the thermal properties between aluminium and silicon. Figures 3 and 4 display the morphology and the EDS maps of samples treated at 25 kV with 8, 16 and 32 pulses. Surface appears smoother and more homogenous with respect to the treatment at 20 kV. EDS maps confirmed the dispersion of silicon aggregates: the treatment at 25 kV, especially at 16 and 32 pulses, led to an even higher diffusion of Si into Al matrix. Moreover, the content of Si decreased furthermore (4.36% after 32 pulses) with respect to 20 kV samples, indicating a more pronounced loss of silicon.

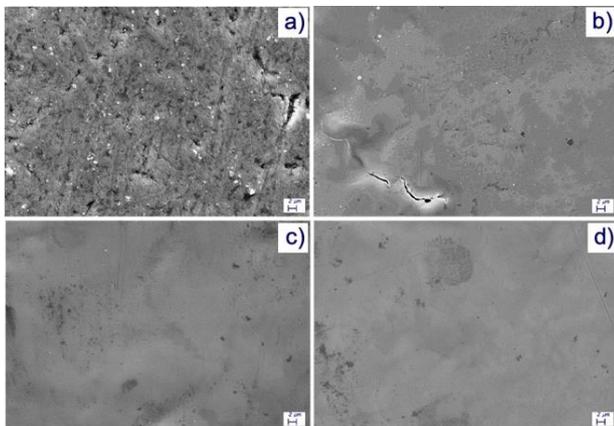


Fig.3. SEM surface morphology of: a) pristine and b) c), d) 25 kV samples, respectively at 8, 16 and 32 pulses.

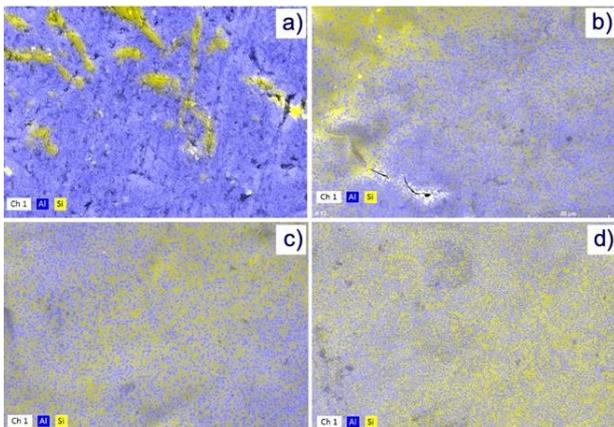


Fig.4. Surface Al (blue) and Si (yellow) EDS maps of: a) pristine and b) c), d) 25 kV samples at 8, 16 and 32 pulses, respectively.

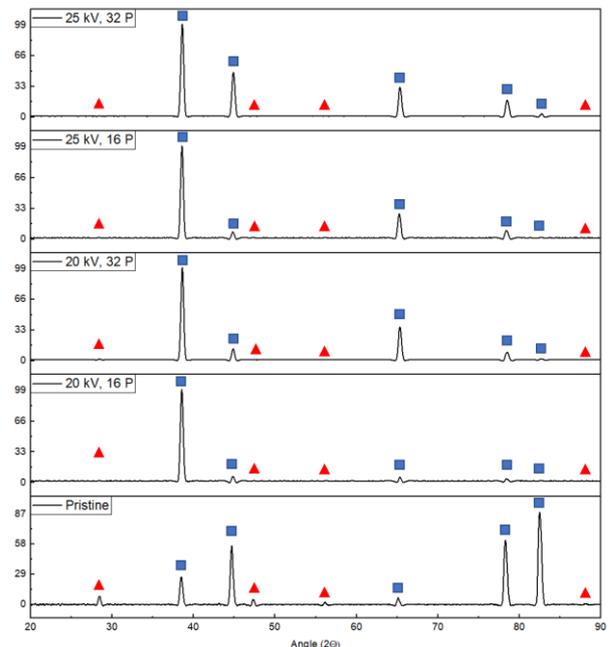


Fig.5. XRD spectra of RITM-SP samples: Al matrix peaks with blue squares, Si peaks with red triangles.

Samples were characterized by XRD in grazing angle configuration. Figure 5 shows the XRD spectra of samples treated with RITM-SP with different operating parameters. Peaks belonging to the structure of Si and those belonging to the Al matrix are highlighted. The intensity of the silicon peaks is close to zero as the energy density and the number of pulses increases, confirming the loss of Si particles and their partial dispersion in the Al matrix. On the other hand, a change in relative intensity of peaks of Al matrix is due to a change of crystallographic orientation of the sample. Peak fitting was then employed to calculate lattice parameters. The change of the lattice parameter of Al phase was linked to the amount of dissolved Si in the solid solution, according to [8]:

$$a(\text{nm}) = 0.40491 - 0.0174x_{\text{Si}} - 0.0144x_{\text{Si}}^2$$

where  $a$  is the lattice parameter of Al phase and  $x_{\text{Si}}$  is the wt.% of silicon in the solid solution. The fast quenching from the liquid state of Al-Si alloy led to the formation of a supersaturated solid solution. The maximum equilibrium solubility is 1.65% of Si at the eutectic temperature (577°C) [9]. Obtained values for 20 and 25 kV samples, and trendline with respect to number of pulses are reported in figure 6. The contribution of grain refinement, residual stresses and other alloying elements were not

considered. In conclusion, part of the initial Si in the as-casted alloy was evaporated from the surface layer, some of it was finely dispersed inside Al matrix and some was effectively brought in solid solution with Al.

Finally, before the anodic oxidation, the microhardness of samples was measured and results are displayed in figure 7. Depending on the sample, the penetration of the indenter was kept in the range of few micrometres in order to appreciate the thin surface layer modified by RITM-SP.

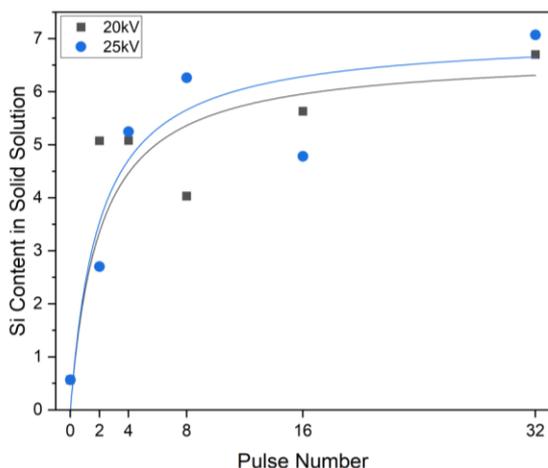


Fig.6. Silicon content in the aluminium solid solution as a function of number of pulses for two accelerating voltages.

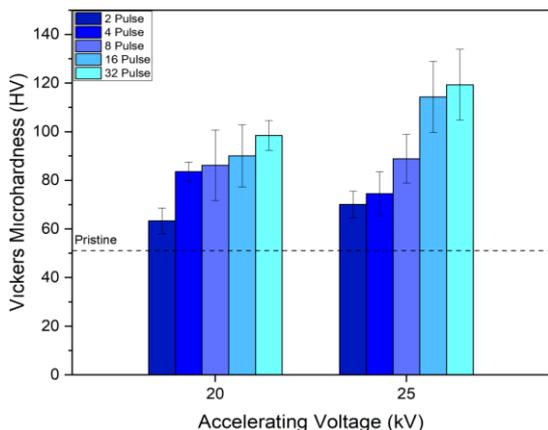


Fig.7. Vickers microhardness of RITM-SP samples in comparison with the pristine AlSi7 alloy (dashed line).

The pristine AlSi7 alloy gave a microhardness value of  $51.5 \pm 2.7$  HV, in agreement with literature values [10]. The increase in surface hardness can be ascribed both to grain size refinement, calculated with Sherrer formula, and to the formation of supersaturated solid solution during the fast quenching of the mate-

rial from the liquid state. A higher number of pulses is capable of inducing a stronger increase in surface microhardness, due to a better homogenization of the modified layer and, at the same time, a higher thickness of the modified layer. The difference in microhardness at low number of pulses, 4 and 8, is not remarkable when comparing the samples at 20 and 25 kV. In conclusion, RITM-SP treatment allowed to increase surface microhardness by a factor of more than two.

Three selected samples were subjected to anodic oxidation: the aim was to compare the effect of different operating parameters on the anodic oxide properties: 25 kV/16 P, 25 kV/32 P and 20 kV/32 P. Figure 8 displays the cell voltage as a function of time: within the first 30 seconds the voltage increases remarkably before reaching steady state value, followed by a slight increase in the last minutes. The steady state cell voltage is slightly different for each of the treated samples even though the applied current density is the same. This behaviour is ascribed to a different composition and microstructure of the Al-Si alloys from which the anodic oxide is grown.

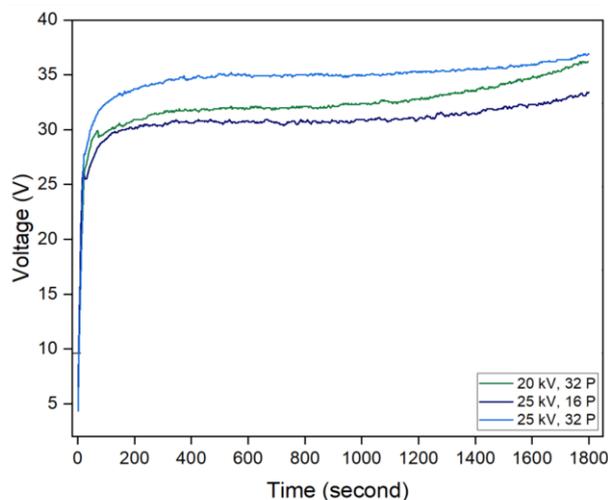


Fig.8. Cell voltage-time curves during hard anodic oxidation of RITM-SP treated AlSi7 samples.

Then, electrochemical measurements were employed to assess the behaviour of oxides in a standard aggressive solution. Table 1 reports the mean values of open circuit potential, corrosion current and corrosion potential obtained using the Tafel extrapolation from potentiodynamic test data.

Tab.1. Comparison between average open circuit potential, corrosion potential and corrosion current density of oxidized samples.

Sample	OCP (V vs SCE)	$E_{corr}$ (V vs SCE)	$i_{corr}$ ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )
Pristine	-0.72	-0.67	0.65
25 kV 16 P	-0.78	-0.77	0.34
20 kV 32 P	-0.78	-0.75	0.80
25 kV 32 P	-0.77	-0.74	0.89

Beneficial effects were found in the 25 kV/16 P sample, with a decrease in corrosion current density of  $0.31 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  with respect to pristine Al-Si oxide. In the other cases, the corrosion current density was slightly higher, implying that the anodic oxide layer is not much more protective with respect to the pristine Al-Si oxide. The cross-section comparison between the oxides grown on the pristine Al-Si alloy and the sample at 25 kV/16P is reported in figure 9. The electron beam irradiation slightly decreased the growth of the oxide, which has a lower thickness with respect to the one of pristine Al-Si. However, the coating produced from RITM-SP sample is more homogeneous, compact and with less defects caused by the presence of Si particles. EDS microanalysis confirmed the effectiveness of the dispersion of silicon phase due to RITM-SP treatment.

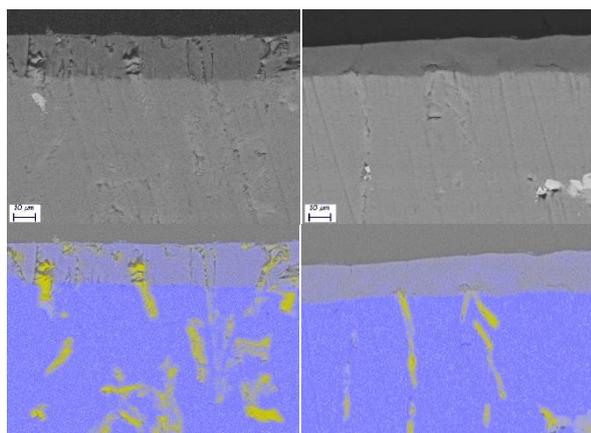


Fig.9. SEM cross-section and EDS maps (Al blue, Si yellow) of oxidized Al-Si alloys: untreated (left) and 25 kV/16P (right).

#### SOLO facility

Figure 10 shows the surface morphology of as-polished alloy and that of samples treated with 20, 25 and 30  $\text{J}/\text{cm}^2$ . The modification induced at lower energy densities (10, 15 and 20  $\text{J}/\text{cm}^2$ ) interested almost only the aluminium matrix, bringing at the surface silicon segrega-

tions and making them more pronounced. The large difference between the melting temperatures and the thermal conductivities of Al and Si suggests that at low energy densities the electron beam treatment bring to the molten state only the aluminium matrix, leaving the silicon and other inclusions unmodified. However, by increasing the energy density up to 25 and 30  $\text{J}/\text{cm}^2$ , similar results with respect to RITM-SP samples are found. In fact, the surface is smoothened and clearly reached a higher homogeneity. The absence of microcracks and porosities confirmed the excellence of the treatment. Moreover, any morphological features related to Si particles cannot be found anymore. EDS maps in figure 11 show that at 20  $\text{J}/\text{cm}^2$  a sharp distinction between Al matrix and Si particles is found. Instead, a finer and more homogeneous distribution of silicon is found in the samples irradiated with higher energies, as for the RITM-SP equipment. Then, according to the EDS analysis, a high amount of silicon was evaporated from the surface leading to a measured value of 5.15% (25  $\text{J}/\text{cm}^2$ ) and 5.55% (30  $\text{J}/\text{cm}^2$ ), with respect to 9.57% of pristine Al-Si. Figure 12 displays the cross-section morphologies and elemental maps of samples treated with 25 and 30  $\text{J}/\text{cm}^2$ : a remarkably thick layer (15 and 35  $\mu\text{m}$ , respectively) was found to be drastically modified by the SOLO electron beam irradiation. The material is smoothened and homogenized from a morphological point of view, and at the same time silicon EDS signal is almost vanished. The SOLO treatment proved to be, as a consequence, effective in dispersing and homogenizing Si particles in Al matrix, up to a thickness unattainable with RITM-SP facility.

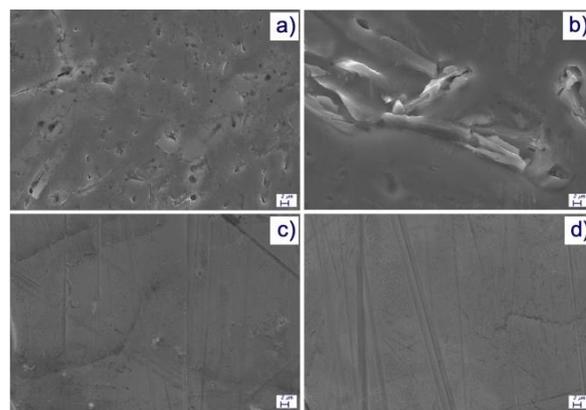


Fig.10. SEM surface morphology of: a) pristine and b) c), d) 20, 25 and 30  $\text{J}/\text{cm}^2$  treated with SOLO.

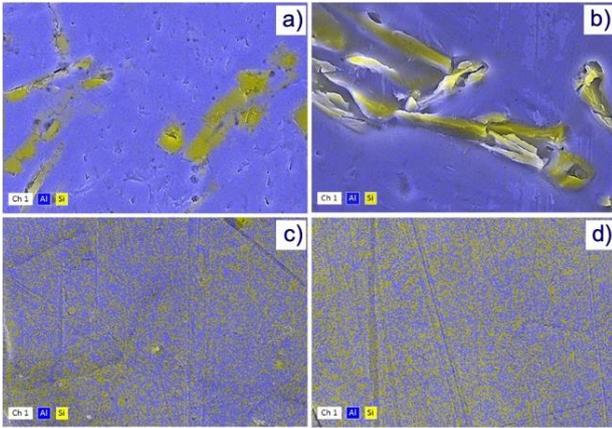


Fig.11. Surface Si and Al EDS maps of: a) pristine and b) c), d) 20, 25 and 30 J/cm<sup>2</sup> treated with SOLO.

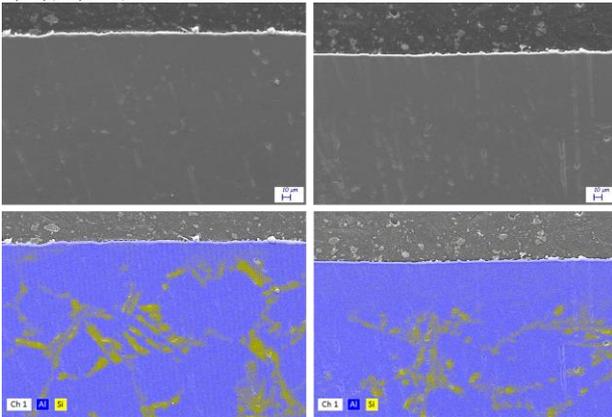


Fig.12. SEM cross-section morphology and EDS maps of SOLO Al-Si samples treated with 25 (left) and 30 J/cm<sup>2</sup> (right).

X-ray diffraction was employed to characterize the crystalline structure of samples: blue peaks are referred to the aluminium phase, while red ones to the silicon. Results displayed in figure 13 are quite similar to the spectra in figure 5. In fact, increasing the energy density, a change in crystallographic orientation of the Al grains is found and a sharp decrease of intensity of peaks associated to Si is observed. The preferential orientation of aluminium is along (111) ( $2\theta = 38.6^\circ$ ) direction as for RITM-SP samples. Moreover, the only remaining Si peak is associated to (111) direction as well ( $2\theta = 28.3^\circ$ ). Calculation of the lattice constants, which is not reported here, allowed to conclude that especially for high energy densities (25 and 30 J/cm<sup>2</sup>) the lattice parameter of Al solid solution is lowered. As a consequence, by increasing the energy density above 20 J/cm<sup>2</sup> a higher amount of silicon is brought into the solid solution.

Microindentation was then used to assess the surface hardness and figure 14 displays the

results. Energy densities per pulse from 10 to 20 J/cm<sup>2</sup> did not induce any remarkable changes in surface mechanical properties of AlSi7 alloy. Even though the energy density is much higher than RITM-SP, the longer pulse duration probably led to less pronounced thermal gradients, both in the heating and cooling phase, thus not modifying surface hardness. Instead, at 25 and especially 30 J/cm<sup>2</sup>, a sharp increase of microhardness is observed. The maximum obtained value was  $105.9 \pm 11.5$  HV, which is close to that obtained with RITM-SP treatment at 25 kV and 16 pulses. This means that a Vickers microhardness increase of more than two times was obtained with SOLO facility.

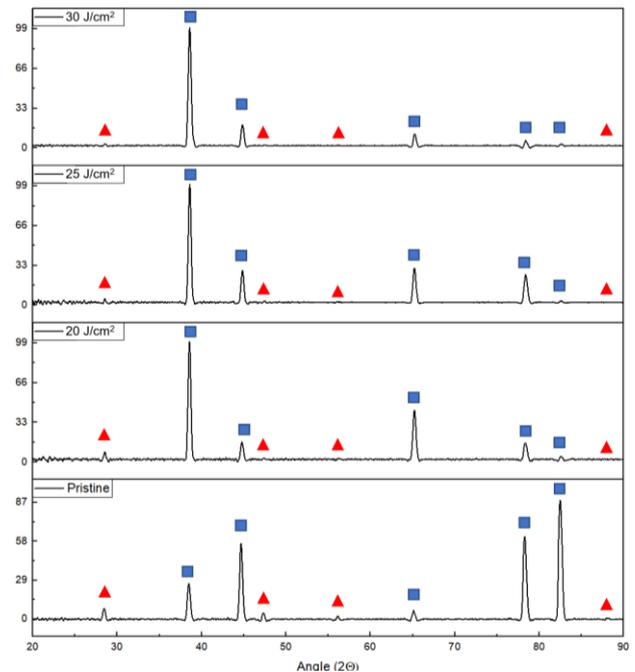


Fig.13. XRD spectra of pristine AlSi7, and of samples electron beam irradiated with SOLO at 20, 25 and 30 J/cm<sup>2</sup>.

The anodic oxidation of samples treated with SOLO followed the same procedure used in the case of RITM-SP samples. Cell voltage vs time plots for 20, 25 and 30 J/cm<sup>2</sup> are reported in figure 15. Voltage is quickly raised up in the first few seconds of the oxidation and then constantly increases up to the end of the experiment: with respect to the previous set of samples, are slightly higher with respect to the ones obtained during the anodic oxidation of RITM-SP samples.

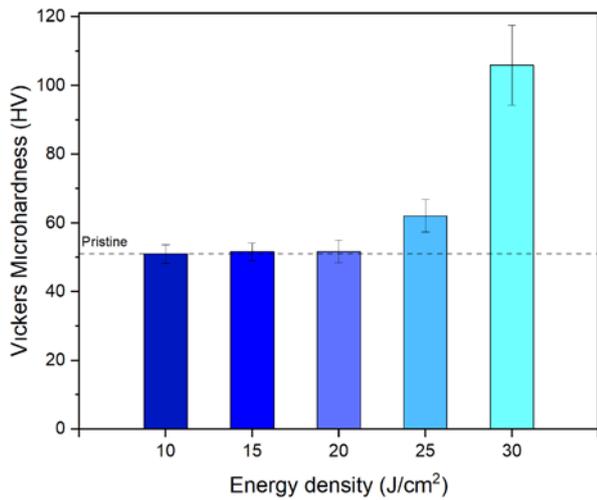


Fig. 14. Vickers microhardness of SOLO samples in comparison with the pristine AlSi7 alloy (dashed line).

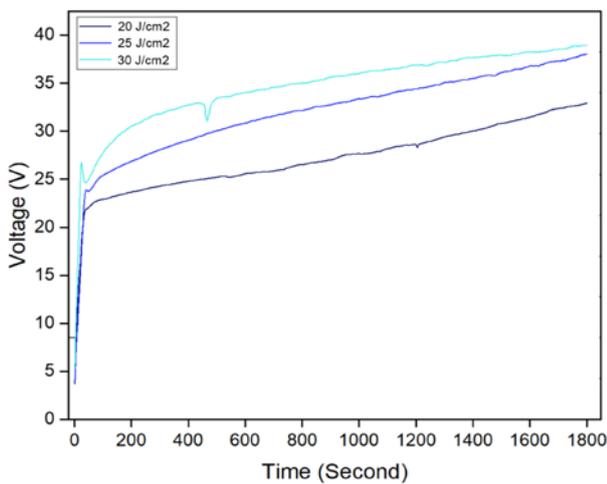


Fig.15. Cell voltage-time curves during hard anodic oxidation of SOLO treated AlSi7 samples.

The oxidized samples were tested in a standard three-electrode setup cell as previously described. Table 2 displays a comparison between the mean value of open circuit potential, corrosion current and corrosion potential obtained using the Tafel extrapolation.

Tab.2. Comparison between average open circuit potential, corrosion potential and current for SOLO samples.

Sample	OCP (V vs SCE)	$E_{\text{corr}}$ (V vs SCE)	$i_{\text{corr}}$ ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )
Pristine	-0.72	-0.67	0.65
20 J/cm <sup>2</sup>	-0.76	-0.71	0.24
25 J/cm <sup>2</sup>	-0.75	-0.76	0.17
30 J/cm <sup>2</sup>	-0.73	-0.82	0.10

A decrease of corrosion current density was observed with respect to the untreated Al-Si anodized sample: the lowest values found was  $0.1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  for an applied energy density of  $30 \text{ J}/\text{cm}^2$ , which is six times lower in comparison with pristine Al-Si oxide

( $0.65 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ ). Figure 16 shows the cross-sections of oxides grown on as-produced Al-Si alloy and after SOLO treatment at  $30 \text{ J}/\text{cm}^2$ . As for RITM-SP treated samples, the coating is slightly thinner than pristine AlSi7. Moreover, the oxide coating is more homogeneous and compact compared to the reference one. In the case of SOLO samples, the oxidized thickness was thinner with respect to the electron beam modified layer, suggesting the possibility to grow even thicker but still homogeneous oxides.

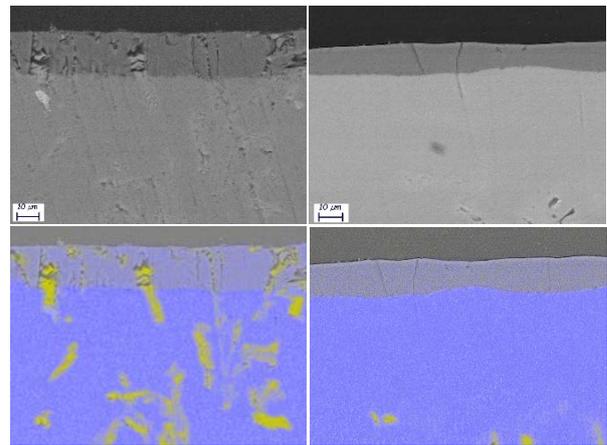


Fig.16. SEM cross-section and EDS maps (Al blue, Si yellow) of oxidized Al-Si alloys: untreated (left) and  $30 \text{ J}/\text{cm}^2$  (right).

## Conclusions

In the present work, two electron beam facilities, namely RITM-SP and SOLO, were employed for the modification of the surface of AlSi7 alloy samples. Surface morphology investigations revealed that both electron sources are able to induce an effective dispersion of silicon in the alloy, up to  $35 \mu\text{m}$  in depth for the SOLO equipment. Silicon surface evaporation was confirmed by means of EDS analysis. XRD was employed to characterize the crystalline structure of samples: a sharp decrease in intensity of Si peaks was found, as well as a grain reorientation of the Al as a consequence of fast melting and solidification. Moreover, Si was effectively brought inside a supersaturated solid solution with Al. Surface microhardness was then measured: RITM-SP was able to induce the more pronounced increase in surface mechanical properties with different combinations of pulse numbers and accelerating voltages, SOLO techniques proved to be likewise val-

id allowing for two times increase of Vickers microhardness at 30 J/cm<sup>2</sup>.

After electron beam irradiation, samples were subjected to hard anodic oxidation and their corrosion behaviour was assessed. Oxides grown onto RITM-SP treated samples showed a decrease of the corrosion current for intermediate number of pulses. On the other hand, a clearer trend was observed with SOLO samples: in this case corrosion current was decreased to the 15% of the original value.

Cross sections of the oxides were done to investigate the morphology of the coatings. Electron beam treatments, both RITM-SP and SOLO, allowed the growth of oxides more homogenous, compact and free of Si segregation, with respect to the as-cast AlSi7 alloy. In conclusion, the present work confirmed that a remarkable improvement of the quality of anodic oxide can be obtained by pre-treating AlSi7 alloys with RITM-SP and SOLO electron beams.

## References

- [1] Runge, J. M. The metallurgy of anodizing aluminium // *Cham: Springer International Publishing*, 2018.
- [2] Scampono, G., & Timelli, G. Anodizing Al–Si foundry alloys: a critical review // *Advanced Engineering Materials*, 24, 2101480, 2022.
- [3] Proskurovsky, D. I., Rotshtein, V. P., Ozur, G. E., Ivanov, Y. F., & Markov, A. B. Physical foundations for surface treatment of materials with low energy, high current electron beams // *Surface and Coatings Technology*, 125(1-3), 49-56, 2000.
- [4] Rotshtein, V., Ivanov, Y., & Markov, A. Surface treatment of materials with low-energy, high-current electron beams // *Materials surface processing by directed energy techniques*, 205, 2006.
- [5] Ashurova, K. T., Vorobyov, M. S., Petrikova, E. A., Ivanov, Y. F., Moskvina, P. V., & Rygina, M. E. Surface modification of hypereutectic silumin subjected to a millisecond modulated electron beam treatment // *Journal of Physics: Vol. 2064, No. 1*, p. 012045, IOP Publishing, 2021.
- [6] Ustinov, A., Klopotov, A., Ivanov, Y., Zagulyaev, D., Teresov, A., Petrikova, E., Chumaevskii, A. Deformation Inhomogeneities of a Hypoeutectic Aluminium-Silicon Alloy Modified by Electron Beam Treatment // *Materials*, 16(6), 2329, 2023.
- [7] Saini, N., Dwivedi, D. K., Jain, P. K., & Singh, H. Surface modification of cast Al-17% Si alloys using friction stir processing // *Procedia Engineering*, 100, 1522-1531, 2015.
- [8] Bendijk, A., Delhez, R., Katgerman, L., De Keijser, T. H., Mittemeijer, E. J., & Van Der Pers, N. M. Characterization of Al-Si alloys rapidly quenched from the melt // *Journal of Materials Science*, 15, 2803-2810, 1980.
- [9] Asensio-Lozano, J., & Vander Voort, G. The Al-Si Phase Diagram // *Tech notes*, 5, 5, 2009.
- [10] Lattanzi, L., Di Giovanni, M. T., Giovagnoli, M., Fortini, A., Merlin, M., Casari, D., & Garagnani, G. L. Room temperature mechanical properties of A356 alloy with Ni additions from 0.5 wt to 2 wt% // *Metals*, 8(4), 224, 2018.

# Фазовая стабильность высокоэнтропийных сплавов HfNbZrTi и NiCoFeCrMn после высокотемпературной имплантации ионов гелия

*В.В. Углов, М.О. Коваленко, И.В. Кондрусь*

Белорусский государственный университет (БГУ)  
220030, Минск, пр. Независимости, 4, Беларусь  
E-mail: uglov@bsu.by  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-183-188

Исследована стойкость структурно-фазового состояния высокоэнтропийных сплавов NiCoFeCr, NiCoFeCrMn и HfNbZrTi к облучению ионами He при комнатной и повышенной температуре (700 °C). В работе применялись методы рентгеноструктурного анализа и растровой электронной микроскопии. Установлено влияние напряжений и плотностей дислокаций на стойкость высокоэнтропийных сплавов NiCoFeCr, NiCoFeCrMn и HfNbZrTi при облучении ионами гелия. Системы NiCoFeCr и NiCoFeCrMn представляют собой однофазную ГЦК структуру на основе твердого раствора (Ni,Co,Fe,Cr) и (Ni,Co,Fe,Cr,Mn), а HfNbZrTi представляют собой однофазную ГЦК структуру на основе твердого раствора (Hf,Nb,Zr,Ti) как в исходном состоянии, так и после облучения ионами He при флюенсе и  $2 \cdot 10^{17}$ , но при высокотемпературном облучении в системе HfNbZrTi происходит распад фаз. На основе данных рентгеноструктурного анализа и СЭМ была произведена верификация механизма распада фаз и реализации барьерной устойчивости сплавов, на основе чего сделаны выводы о лучшей устойчивости высокоэнтропийных сплавов на основе NiCoFeCr и NiCoFeCrMn.

## Введение

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС), также известные как сплавы со сложным составом (ССС), содержат несколько основных элементов, а не основаны на одном элементе, что характерно для большинства традиционных сплавов. Сообщалось, что благодаря своему уникальному составу некоторые ВЭС обладают такими свойствами, как превосходная твердость, термостойкость при высоких температурах и устойчивость к атмосферным воздействиям, износу и коррозии, хотя также сообщалось о хрупком поведении и низкой теплопроводности, что нежелательно свойства для ядерных приложений. Подавление накопления радиационно-индуцированных повреждений недавно наблюдалось в нескольких системах ВЭС. Сообщаемые превосходные свойства выдвинули ВЭС на первый план в качестве кандидатов для применения в экстремальных условиях, таких как материалы, обращенные к плазме в термоядерном реакторе. ВЭС должны выдерживать потоки нейтронов выше, чем в любом современном ядерном реакторе деления, и сохранять свои свойства при высоких тепловых нагрузках [1].

Поскольку растворимость He в металлической системе ограничена [2, 3], им-

плантированные атомы He будут диффундировать и связываться с вакансиями с образованием пузырьков, а поведение точечных дефектов, включая их подвижность и концентрацию, будет оказывать значительное влияние на поведение He, а также на образование пузырьков. В работе [4] предположили, что химическая неупорядоченность ВЭС будет приводить к распределению энергетических барьеров для точечных дефектов, а перекрытие энергий миграции междоузлий и вакансий будет способствовать рекомбинации дефектов в ВЭС. Это означает, что в ВЭС NiCoFeCrMn будет локально усилена взаимная рекомбинация точечных дефектов, так что концентрация вакансий в нем, вызванная повреждением смещения, будет меньше, чем у NiCoFeCr и Ni.

С атомистической точки зрения (метод функционала плотности) предполагается более высокий энергетический барьер для миграции гелия в ВЭС путем внедрения либо замещения [5], т.е. подавленная подвижность гелия с увеличением сложности состава ВЭС. Подавленная подвижность гелия объясняет высокий уровень напряжений и плотности дислокации в ВЭС NiCoFeCrMn, что связано с повышенной концентрацией гелия и ограниченным объемом его распре-

деления. А значит, анализ поведения напряжений и плотности дислокации после облучения позволяет сравнить радиационную стойкость ВЭС.

### Эксперимент

В работе исследованы образцы высокоэнтропийных сплавов NiCoFeCr и NiCoFeCrMn и сплава HfNbZrTi, а также чистого никеля, полученного по той же технологии что и ВЭСы: методом дуговой плавки с последующей гомогенизацией. После чего образцы подвергались отжигу на протяжении 24 ч и 72 ч при температуре 1150 °С с промежуточной холодной прокаткой до 85 % сокращения толщины. Образцы сплавов облучались ионами He<sup>2+</sup> с энергий 40 кэВ и флюенсом 2·10<sup>17</sup> см<sup>-2</sup> при комнатной температуре и повышенной температуре 700 °С. Химические составы образцов ВЭС представлены в таблице 1 (ат.%).

Таб. 1 Химические составы образцов ВЭС

Образцы	Элементный состав, ат.%				
	Ni	Co	Fe	Cr	Mn
NiCo-FeCr	24,3	24,7	25,3	25,7	–
NiCo-FeCrMn	19,8	19,5	19,8	20,3	20,6
Образец	Элементный состав, ат.%				
	Hf	Nb	Zr	Ti	–
HfNbZrTi	25,5	25,5	24	25	–

В программе SRIM 2013, используя модель Кинчина-Пиза, был произведен расчет энергетических потерь ионов He с энергий 40 кэВ при различных флюенсах. На рис.1 представлены профили распределения концентрации ионов He и результаты моделирования повреждающей дозы (измеряемой в смещении на атом (сна)). Для всех образцов проективный пробег ионов гелия составил приблизительно 330 нм, с максимумом повреждающей дозы для никеля на глубине 120 нм, для сплавов NiCoFeCr и NiCoFeCrMn максимум повреждающей дозы пришёлся на глубину в 130 нм, для сплава HfNbZrTi на глубину в 145 нм. Наибольшее значение повреждающей дозы (сна) для Ni – 23, для системы NiCoFeCr – 21, для NiCoFeCrMn – 17, для HfNbZrTi – 9, как видно из рис.1.

Исходя из данных моделирования была выбрана методика съемки в геометрии скользящего рентгеновского пучка.

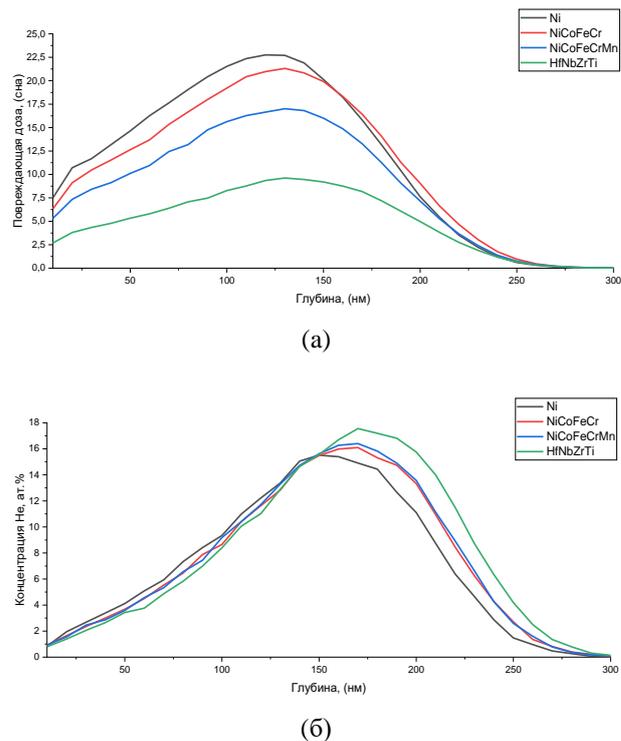


Рис.1. Профили распределения повреждающей дозы (а) и концентрации ионов He (б) в образцах Ni, NiCoFeCr, NiCoFeCrMn и HfNbZrTi по глубине.

На дифрактометре Rigaku Ultima IV методом рентгеноструктурного анализа (РСА) изучался фазовый состав образцов с использованием медного излучения ( $\lambda = 0,15418$  нм). Для исследования воздействия имплантированного гелия на фазовый состав, рентгенограммы получены съемкой образцов при малом фиксированном угле падения скользящего рентгеновского пучка 1°.

Исследование морфологии поверхности образцов осуществлялось на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss LEO 1455VP.

Согласно полученным результатам РСА, рентгенограммы всех образцов демонстрируют формирование однофазной системы на основе твердого раствора (Ni,Co,Fe,Cr) и (Ni,Co,Fe,Cr,Mn) для четырех- и пятикомпонентного ВЭС с ГЦК структурой, как видно из рис.2.

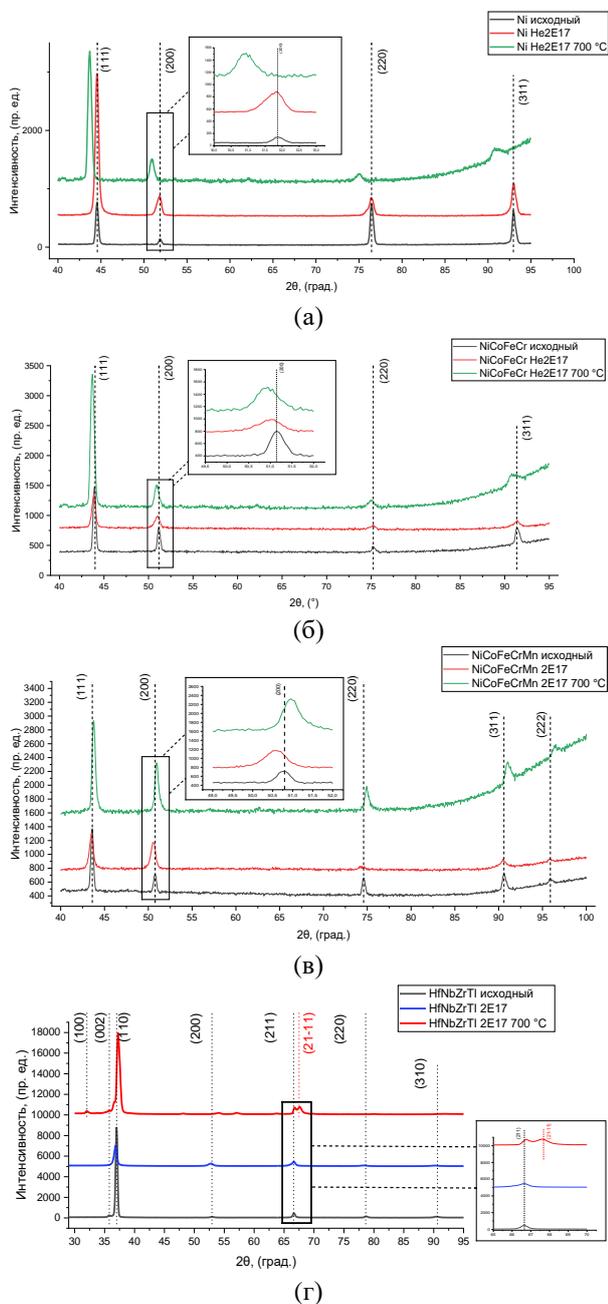


Рис.2. Рентгенограммы исходных и облучённых ионами He 40 кэВ с флюенсом  $2 \times 10^{17} \text{см}^{-2}$  при комнатной температуре и 700 °С образцов Ni (а), NiCoFeCr (б), NiCoFeCrMn (в) и HfNbZrTi (г).

Обнаружено, что облучение ионами гелия не приводит к изменению фазового состава высокоэнтروпийных сплавов, но при этом выявлены уширение и сдвиг в сторону меньших углов дифракционных пиков твердых растворов (Ni,Co,Fe,Cr) и (Ni,Co,Fe,Cr,Mn), что объясняется влиянием макронапряжений и плотностей дислокаций, как видно из рис.2 [4–6]. В свою очередь, на рис.2г также демонстрирует формирование однофазной системы на основе твёрдого раствора (Hf,Nb,Zr,Ti) с ОЦК

структурой в исходном состоянии и облучёнными ионами гелия при комнатной температуре, пики при облучении сдвигаются в сторону меньших углов, что коррелирует с поведением системы NiCoFeCrMn, но уже при высокотемпературном облучении система HfNbZrTi испытывает распад фаз, с выделением сегрегированной ГПУ-фазы, и сдвиг пиков в сторону больших углов, что свидетельствует о уменьшении параметра решётки.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

Что же касается фазового распада в образце, отожженном при 700 °С, то его термодинамически можно объяснить уменьшением высокоэнтропийного эффекта, поскольку существенными стали бы какие-то другие факторы по сравнению с уменьшением высокоэнтропийного эффекта при более низких температурах. Фактически, три критерия, упомянутые выше, связаны с химической связью, склонностью к кристаллической структуре и разницей в размерах атомов, соответственно, и влияют на свободную энергию Гиббса. Для каждого типа структуры,  $\Delta H_{\text{смеш}}$  самом деле представляет собой изменение энергии химической связи  $\Delta H$ , плюс вызванная энергией деформации  $\Delta H_{\text{напр. «VES»}}$  и « $\delta$ » связаны с  $\Delta H_{\text{напр}}$  [7] и эти три фактора в основном не меняются с температурой. Влияние на свободную энергию для различных температур можно считать малым, а это означает, что эффект энтропии смешения становится основным фактором, поскольку температура является множителем энтропии в  $\Delta G$  смешивание уравнение [8]. При этом условия свободная энергия высокоэнтропийного твердого раствора увеличивается быстрее по сравнению с конкурирующими низкоэнтропийными фазами при понижении температуры.

Также известно о том, что элементы Nb и Ti обладают устойчивой ОЦК структурой в широком интервале температур, а Zr и Hf проявляют ГПУ-структуру при низких температурах и ОЦК-структуру при высоких температурах. Для объяснения аномального фазового распада в сплавах HfNbTaTiZr при посттермической обработ-

ке необходимо рассмотреть кристаллическую структуру входящего в их состав металла и бинарные диаграммы, образованные составляющими сплава. Как следует из фазовой диаграммы Ti-Nb, твердорастворный сплав образуется при всех концентрациях и сохраняет ОЦК структуру как при низких, так и при высоких температурах, но ГПУ-структура является низкотемпературной стабильной фазой для Hf, Zr. и их бинарные фазовые диаграммы показывают фазовое превращение ОЦК в ГПУ выше определенной температуры [9]. Таким образом, весьма вероятно образование дополнительной фазы ГПУ в однофазном РБЭА HfNbTiZr в процессе посттермической обработки. В связи с вышеописанным мы можем говорить о том, что распад стал результатом сегрегации, то есть явления, которое возникает в ходе высокотемпературного движения дефектов, которые захватывают близлежащие атомы решётки. Как результат, тяжёлые атомы Hf и Zr выделяются в отдельную ГПУ фазу.

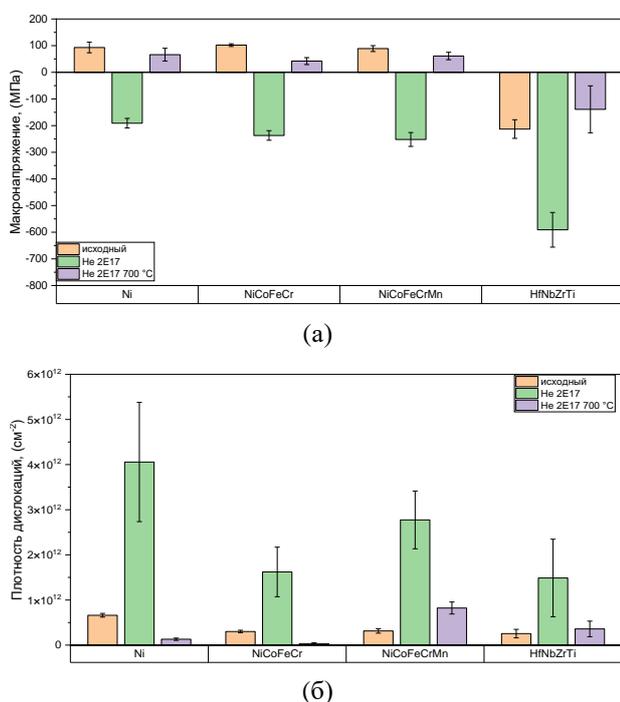


Рис.3. Значения макронапряжений (напряжений первого рода) для систем HfNbZrTi, NiCoFeCr, NiCoFeCrMn и чистого Ni, облучённой ионами He<sup>2+</sup> с энергией 40 кэВ при комнатной температуре и повышенной температуре (700 °C) (а) и плотностей дислокаций для систем HfNbZrTi, NiCoFeCr, NiCoFeCrMn и чистого Ni для исходных и облучённых образцов при комнатной температуре и 700 °C (б).

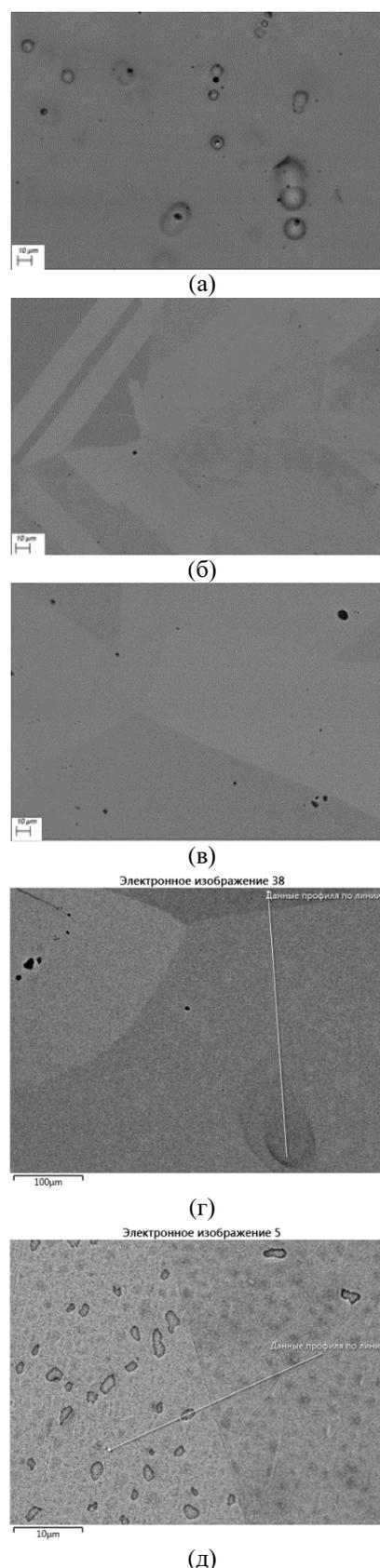


Рис.4. Демонстрация SEM снимков при 1000-кратном увеличении образцах Ni (а), NiCoFeCr (б) и NiCoFeCrMn (в) ионами He 40 кэВ с флюенсом  $2 \times 10^{17} \text{cm}^{-2}$ , HfNbZrTi (г)- исходный образец, HfNbZrTi (д)- при высокотемпературном облучении с флюенсом  $2 \cdot 10^{17} \text{cm}^{-2}$ .

Для определения макронапряжений применялся метод  $\sin^2\psi$ . Метод  $\sin^2\psi$ , широко используемый для рентгенографического определения макронапряжений, предполагает проведение съемок при различных углах наклона или поворота и измерение деформации решетки. Однако варьирование угла ведет к изменению толщины анализируемого слоя. Поэтому при съемке измеряется величина деформации, усредненная по анализируемому слою [10].

Для определения значений плотности дислокаций применялся метод Вильямсона-Холла: графический метод определения размера ОКР и величины микродеформаций, используя график зависимости  $\beta\cos(\theta)$  от  $\sin(\theta)$  в приближении, что функции вклады размера ОКР и микродеформаций описываются функциями Лоренца ( $\beta$  – интегральная ширина линии) [10].

Наблюдение с помощью SEM показало равноосную зернистую структуру с множественными двойниками отжига в высокоэнтропийных сплавах. Средний размер зерна ВЭС сплавов составил 450 мкм, на основе измерений методом пересечения линий. Поскольку на поверхности образцов ВЭС, подвергшихся облучению гелием при флюенсах, как  $5 \cdot 10^{16}$ , так и  $2 \cdot 10^{17} \text{см}^{-2}$ , отсутствовали блистеры, в отличие от чистого никеля, можно сделать вывод о структурной стойкости ВЭС NiCoFeCr и NiCoFeCrMn, что видно из рис.4. Рис.4г доказывает формирование единого твердого раствора на основе (Hf,Nb,Zr,Ti), но, в свою очередь, на рис.4д можно наблюдать образование сегрегированных фаз, которые возникли при высокотемпературном облучении, как мы предполагали из данных рентгеноструктурного анализа. Поэлементный анализ концентрации элементов сегрегированной фазы верифицирует модель механизма распада фаз, которая была предложена нами ранее, так как в образовавшихся фазах преобладающая концентрация у элементов Hf и Zr.

## Заключение

Таким образом, системы NiCoFeCr и NiCoFeCrMn представляют собой однофазную ГЦК структуру на основе твердого раствора (Ni,Co,Fe,Cr) и (Ni,Co,Fe,Cr,Mn), а

HfNbZrTi представляет собой однофазную ОЦК структуру на основе твердого раствора (Hf,Nb,Zr,Ti) как в исходном состоянии, так и после облучения ионами He при флюенсе  $2 \cdot 10^{17}$  при комнатной температуре, но при высокотемпературном облучении в системе HfNbZrTi выделяется ГПУ фаза (Hf,Zr твердый раствор). При высокотемпературном облучении гелием образование ГПУ фазы может быть связано с тем, что с повышением температуры (до 700 °C) дефекты начинают двигаться и вместе с этим захватывать соседние атомы, в результате чего происходит сегрегация. Для уточнения данных рентгеноструктурного анализа был проведен анализ макронапряжений и плотностей дислокаций. Данный анализ показал, что показатели макронапряжений для NiCoFeCr, NiCoFeCrMn являются растягивающими, а у HfNbZrTi являются сжимающими, из-за механизма барьеров, который реализуется в ВЭС при усложнении структуры сплава. Далее, при облучении гелием при комнатной температуре напряжения возрастают у всех образцов, что говорит о реализации сжатия решетки, наполненной гелием, но уже при высокотемпературном облучении поведение макронапряжений различается в зависимости от образца. Образцы NiCoFeCr и NiCoFeCrMn демонстрируют переход напряжений от сжимающих к растягивающим, что можно объяснить отжигом дефектов, в свою очередь у HfNbZrTi, напряжения испытывает значительное падение при повышенной температуре, которое связано также с отжигом и явлением сегрегации. Для систем Ni-Co-Fe-Cr-Mn можно говорить о явлении релаксации напряжений, а у HfNbZrTi данные по напряжениям говорят о неустойчивости системы к температурному воздействию. В свою очередь системы Ni-Co-Fe-Cr-Mn демонстрируют значительную радиационную стойкость как к облучению при комнатной и повышенной температуре

## Литература

[1] Kumar, N. A. P. K., Li, C., Leonard, K. J., Bei, H., & Zinkle, S. J. (2016). Microstructural stability and mechanical behavior of FeNiMnCr high entropy alloy under ion irradiation. Acta Materialia.

[2] Feltrin, A.C.; Xing, Q.; Akinwekomi, A.D.; Waseem, O.A.; Akhtar, F. Review of Novel High-Entropy Protective Materials: Wear, Irradiation, and Erosion Resistance Properties // *Entropy* 2023

[3] D. Chen, S. Zhao, J. Sun, P. Tai, Y. Sheng, Y. Zhao, G. Yeli, W. Lin, S. Liu, W. Kai, and J.-J. Kai, "Diffusion controlled helium bubble formation resistance of FeCoNiCr high-entropy alloy in the half-melting temperature regime // *Journal of Nuclear Materials*.

[4] S. Zhao, T. Egami, G. M. Stocks, and Y. Zhang, "Effect of d electrons on defect properties in equiatomic NiCoCr and NiCo-FeCr concentrated solid solution alloys // *Physical Review Materials*.

[5] Zhao S., Chen D., Kai J.-J. First-principles study of He behavior in a NiCoFeCr concentrated solid solution alloy // *Mater. Res. Lett.*

[6] Trinkaus H., Singh B. Helium accumulation in metals during irradiation – where do we stand? // *Journal of Nuclear Materials*

[7] S.J. Zinkle, K.A. Terrani, L.L. Snead, *Curr. Opin. Solid. St. Mater.* 20 (2016) 401-410

[8] Y. Zhang, Y.J. Zhou, J.P. Lin, G.L. Chen, P.K. Liaw, *Adv. Eng. Mater.* 10 (2007) 534–538

[9] H. Okamoto, *Desk Handbook: Phase Diagrams for Binary Alloys*, ASM International, Materials Park, OH, 2000

[10] Ягодкин, Ю. Д. Применение электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа для определения размеров структурных элементов в нанокристаллических материалах (2007) // Заводская лаборатория.

# Создание композитных наночастиц латуни испарением медно-цинкового сплава пучком электронов высокой энергии

Э.Ч. Хартаева<sup>1</sup>, А.В. Номоев<sup>1,\*</sup>, К.В. Зобов<sup>1,2</sup>, Д.Ю. Труфанов<sup>2</sup>, В.Р. Гапоненко<sup>2</sup>, С.П. Бардаханов<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)

670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия

E-mail: nomoevav@mail.ru

<sup>2</sup>Институт теоретической и прикладной механики СО РАН им. С.А. Христиановича

630090, Новосибирск, ул. Институтская, 4/1, Россия

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-189-191

Высокопроизводительным методом испарения веществ релятивистским пучком электронов впервые синтезированы наночастицы латуни. Выявлено, что получение таких частиц зависит от концентрации насыщенных паров цинка и меди. Разработана двухзонная конфигурация тигля, позволяющая реализовать одномоментное испарение составных компонентов, тем самым обеспечивая условие для формирования однородных наночастиц латуни с равномерным распределением элементов и высокий выход нанопорошка.

## Введение

Растущий интерес к наночастицам латуни связан с увеличением числа областей их применения, среди которых газовые сенсоры, катализаторы, оптические излучатели, пьезопреобразователи, люминесцентные материалы, полупроводниковые приборы и др. Перспективными материалами являются структуры на основе наноразмерных частиц латуни для нанoeлектроники. Частицы латуни обладают повышенными антибактериальными свойствами [1, 2].

Среди известных способов получения наночастиц латуни есть способ получения наночастиц латуни методом взрыва проволоочки. Известен способ получения медного или медьсодержащего чешуйчатого порошка из медного или медьсодержащего порошка с частицами сферической формы, который включает подачу инертного газа, исходного порошка и гидрофобизирующей смазки, например стеарата цинка, на расплющивание в центробежном поле до образования смеси в виде чешуек из исходного порошка с расположенной по границам чешуек гидрофобизирующей смазкой и классификацию чешуйчатой смеси [3].

Недостатком способа является большой микронный размер полученных частиц. Так же существует метод образования наночастиц меди и латуни при лазерной абляции в жидкости [4]. В данном способе наночастицы латуни создаются методом лазер-

ной абляции латунной мишени в этаноле и в воде. Недостатком данного метода является низкая производительность, не более мг/ч, свойственная для лазерной абляции и наличие примесей в наночастицах, создающихся при реакции металлов с жидкостью при ее нагреве лазерным излучением. В настоящее время предпочтение отдается методам, сочетающим в себе высокую продуктивность и экологическую чистоту. К таким методам относится получение наночастиц методом газофазного синтеза. Метод газофазного синтеза с использованием мощного электронного пучка позволяет осуществлять процессы, которые в обычных условиях не происходят или идут очень медленно. Меняя параметры процесса, можно получать наночастицы с заданной формой, морфологией и химическим составом.

В настоящей работе описаны процессы получения композитных наночастиц Cu/Zn в среде аргона при электронно-лучевой обработке латунной и медной мишеней, помещенных в двухзонный тигель, а также проведена их характеристика методами рентгенофазового анализа, просвечивающей электронной микроскопии и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии.

## Методика эксперимента

В качестве источника нагрева материала для получения композиционных нано-

частиц использовалась герметичная установка по электронно-лучевому испарению на основе релятивистского ускорителя электронов типа ЭЛВ-6 с энергией 1,4 МэВ и током в диапазоне 5–25 мА.

На рис.1 представлена схема эксперимента. Твердые образцы промышленной меди марки М0 и промышленной латуни марки Л63 помещались в тигель, изготовленный из графита высокой степени чистоты и плотности. В центральной зоне тигля помещается медь, в периферийной зоне – латунь. Тигель помещался в водоохлаждаемый сублиматор, изготовленный из нержавеющей стали. Пространство между стенками сублиматора и графитового тигля заполнялось измельченным графитом для равномерного теплообмена.

Проходящий через камеру устройства выпуска в атмосферу 1 и диафрагму 2 электронный пучок 3 ускорителя мощностью 1,4 МэВ·10 мА = 14 кВт облучает медь, находящуюся в центральной зоне графитового тигля 6 в течение 3 минут. Несущий инертный газ – аргон 4 уносит пары металлов по газовому тракту 5, проходя через отделитель крупных фракций. Пары осаждаются в виде наночастиц в бокс-фильтре. Аргон удаляется через вытяжку. Интенсивный нагрев электронным пучком центральной зоны тигля и разработанная конструкция тигля с предложенным размещением материалов позволяет обеспечить одновременное испарение меди из центральной зоны и цинка из периферии. Электронный пучок, попадая в центральную зону, облучает медь, которая плавится и испаряется, отдавая часть тепла через стенку графитового тигля латунному слитку, расположенному в периферийной зоне.

На периферии латунь достигает температуры плавления сплава, достаточной для интенсивного испарения цинка из расплавленной латуни. У разных металлов критическая температура различается, поэтому распад решетки у латуни осуществляется неравномерно и плавящийся металл будет, по сути, представлять собой амальгаму жидких и твердых элементов. У латуни точка солидуса составляет +880 °С (начинает плавиться цинк), ликвидус находится на

уровне +950 °С, а температура кипения цинка составляет 907 °С. Поэтому, как только слиток латуни расплавляется, из него начинает активно парить цинк. В испарительной камере создается необходимое соотношение атомов меди и цинка для образования наночастиц латуни. Полученные образцы исследовали методом рентгенофазового анализа (РФА), для проведения РФА использовался рентгеновский дифрактометр HZG-4 (Фрайберг, Германия) с недублетным  $\text{CuK}\beta$  излучением, морфологию полученных частиц изучали с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), элементный анализ получили методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии.

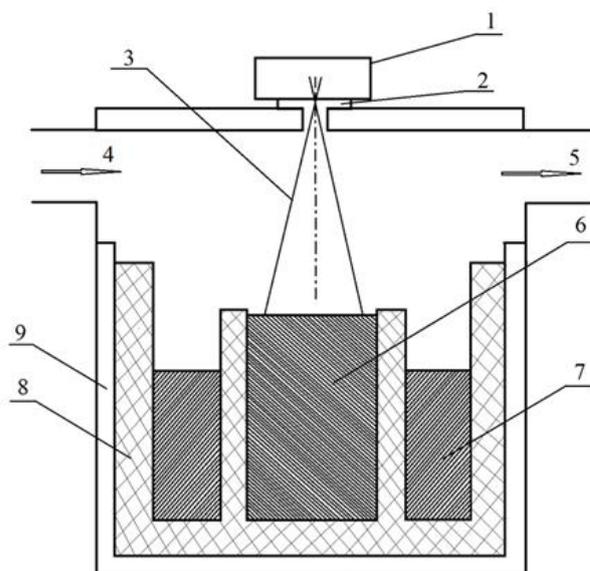


Рис.1. Схема 1 – камера устройства выпуска электронного пучка в атмосферу, 2 – диафрагма, 3 – электронный пучок, 4 – вход транспортного газа аргона, 5 – выход аргона с наночастицами, 6 – медь, 7 – латунь, 8 – графитовый двухзонный тигель, 9 – корпус сублиматора с водоохлаждаемыми стенками.

## Результаты и обсуждение

Исследование РФА показало, что в полученном порошке присутствуют фазы  $\gamma$  – латуни  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$ , номер карточки с дифракционными данными для латуни (25–1228), фазы меди  $\text{Cu}$  – номер карточки с дифракционными данными для меди (4–836), фазы оксида цинка  $\text{ZnO}$  – номер карточки с дифракционными данными для оксида (36–1451). Содержание фазы  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  – не более 25 мас. %,  $\text{Cu}$  – не менее 50 мас.%, фазы

ZnO – не более 25 мас.%. Наночастицы цинка окисляются, по нашему мнению, при разгерметизации установки после проведения эксперимента. На рис.2 представлены результаты ПЭМ. На данных снимках наблюдаются частицы различной формы и содержания.

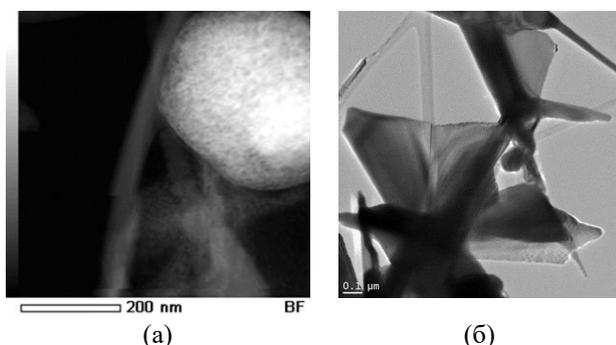


Рис.2. ПЭМ наночастиц латуни (а), оксида цинка (б).

Медные наночастицы принимают шарообразную форму (рис.2а), стержневые и пластинчатые по форме частицы характерны цинковым наноструктурам (рис.2б). Часто частицы не имеют сферической формы из-за того, что представляют собой монокристаллы. Кристаллы растут с новыми слоями на своей поверхности; рост в виде сферы в этом случае энергетически невыгоден. Наиболее типична для оксида цинка структура вюрцита, которую можно представить в виде гексагональной плотной упаковки анионов, где катионы равномерно занимают половину всех тетраэдрических пустот [5, 6]. Для наночастиц оксида цинка энергетически более выгодно выращивать кристалл вдоль предпочтительного направления роста, чем образовывать сферические наночастицы, которые часто создаются в экспериментах за счет увеличения доли поверхностной энергии при уменьшении размера. Другими словами, полная энергия наночастицы при росте кристалла вдоль выбранного направления роста меньше, чем при формировании сферической наночастицы.

Исходя из того, что оконтуренная частица и частица большего размера на ней не имеют выраженных ядра и оболочки, и одновременно содержит 56 ат. % меди и 27 ат. % цинка (при 15 ат. % кислорода), то авторы предположили, что такие частицы состоят из сплава, который представляет собой латунь.

## Выводы

Разработана конфигурация двухзонного тигля, позволяющая осуществить одномоментное испарение составных компонентов – меди и цинка, тем самым обеспечивая условие для формирования однородных наночастиц гамма латуни  $Cu_5Zn_8$  с равномерным распределением элементов по объему и высокий выход нанопорошка.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФМ СО РАН № FWSF-2021-0002.

## Литература

- [1] Lozhkomoev A.S., Bakina O.V., Pervikov A.V., Kazantsev S.O., Glazkova E.A. // *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 2019. Vol. 30 № 14. P. 13209-13216.
- [2] Kondranova A.M., Lozhkomoev A.S., Kazantsev S.O., Pervikov A.V., Fomenko A.N., Bakina O.V. // *AIP Conference Proceedings*. 2019. 2167 (1) 020168.
- [3] Патент RU 2051009 С1. 2020.
- [4] Казакевич П.В., Воронов В.В., Симакин А.В., Шафеев Г.А. // *Квантовая электроника*. 2004. Т. 34 №10. С. 951–956
- [5] Khartaeva E.Ch., Nomoev A.V., Syzrantsev V.V., Dzidziguri E.L., Khiterkheeva N.S., Bardakhanov S.P., Batueva E.V., Kalashnikov S.V. // *Solid State Phenomena*. 2020. V. 310. P. 109-117.
- [6] J.N. Hasnidawani, H.N. Azlina, H. Norita, N.N. Bonnia, S. Ratim, E.S. Ali // *Procedia Chemistry*. 2016. V. 19. P. 211-216.

# Электронно-ионно-плазменный метод борирования многослойных пленок высокоэнтропийного сплава

Ю.Ф. Иванов, В.В. Шугуров, Н.А. Прокопенко, Е.А. Петрикова, А.Д. Тересов, О.С. Толкачев, И.И. Ажажа

Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)  
634055, Томск, пр-т. Академический, 2/3, Россия  
E-mail: yufi55@mail.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-192-196

Рассмотрены результаты, полученные при исследовании структуры и свойств многослойных пленок высокоэнтропийного сплава (ВЭС), подвергнутых комплексному электронно-ионно-плазменному борированию. Пленки ВЭС формировали путем осаждения многоэлементной металлической (Ti, Al, Cu, Zr, Nb) плазмы на металлические подложки. Борирование пленок ВЭС осуществляли путем облучения системы «пленка (Cr+V)/(пленка ВЭС) подложка» импульсным электронным пучком.

## Введение

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС), впервые продемонстрированные в работах [1, 2], являются одним из перспективных направлений развития современного материаловедения. Предполагается, что в недалеком будущем данные материалы найдут обширную область применения в промышленности [3–5]. Последнее обусловлено уникальным сочетанием различных свойств (высокая коррозионная стойкость [6], хорошие механические свойства при высокой [7] и низкой [8] температурах, высокая износостойкость [9], сочетание высокой прочности и пластичности [10], высокая твердость ВЭС и сверхтвердость керамик на основе ВЭС [11–13] и т.д.), которыми обладают ВЭС и материалы, созданные на их основе (нитриды, карбиды, бориды и т.д.).

Целью настоящей работы является исследование структуры и свойств металлических пленок ВЭС состава TiAlCuNbZr, подвергнутых, комплексному электронно-ионно-плазменному борированию.

## Материал и методики исследования

В качестве материала исследования использованы металлические пленки ВЭС состава TiAlCuNbZr, напыленные на подложки из нержавеющей стали 12Х18Н10Т, технически чистого титана ВТ1-0 и твердого сплава ВК-8. Генерация газометаллической плазмы для формирования пленок ВЭС производилась на установке

«КВИНТА» при совместной работе нескольких плазменных источников разного типа: 1) источника газовой плазмы (аргон) на основе несамостоятельного дугового разряда с накаливаемым и полым катодом протяженной конструкции «ПИНК-П»; 2) источников металлической плазмы (плазменные испарители катодов TiAl, Cu, Nb, Zr) [14]. Все генераторы плазмы располагались равноудаленно от центра камеры на ее стенках, вокруг стола с планетарно вращающимися сателлитами, кроме дугового испарителя с катодом из сплава Ti-50%Al, который располагался сверху камеры перпендикулярно остальным генераторам плазмы. При проведении экспериментов образцы крепились на оснастку, которая располагалась под углом 45 град. к оси вращения сателлита для равномерного воздействия газометаллической плазмы всех источников плазмы. Схема организации эксперимента подробно рассмотрена в [15]. Давление рабочего газа (аргон) во всех экспериментах составляло 0,3 Па.

Борирование пленок ВЭС осуществляли в два этапа. На первом этапе на поверхность образцов ВЭС наносили пленку (Cr+V) толщиной 1 мкм. Формирование системы «пленка (Cr+V)/(ВЭС) подложка» осуществляли на установке «КОМПЛЕКС». На втором этапе система «пленка (Cr+V)/(ВЭС) подложка» подвергалась облучению интенсивным импульсным электронным пучком (18 кэВ, (20, 30, 40)

Дж/см<sup>2</sup>, 200 мкс, 3 имп., 0,3 с<sup>-1</sup>, остаточное давление газа (аргон) в рабочей камере установки 0.02 Па). Облучение образцов импульсным электронным пучком осуществляли на установке «СОЛО».

Исследование элементного и фазового состава, состояние дефектной субструктуры пленок проводили методами сканирующей электронной микроскопии (прибор Philips SEM-515 с микроанализатором EDAX ECON IV) и просвечивающей электронной дифракционной микроскопии (прибор JEM-2100F, JEOL). Исследование фазового состава и структурных параметров пленок проводили методами рентгеноструктурного анализа на дифрактометре XRD-6000 на CuK $\alpha$ -излучении. Твердость пленок ВЭС определяли на приборе ПМТ-3 (измерение проводили методом Виккерса, нагрузка на индентор 0,5 Н). Трибологические исследования пленок ВЭС проводили на трибометре Pin on Disc and Oscillating TRIBOtester (TRIBOtechnic, Франция) при следующих параметрах: шарик из твердого сплава ВК8 диаметром 6 мм, радиус трека износа 2 мм, нагрузка 2 Н, длина трека 100 м, скорость скольжения шарика 25 мм/с. Степень износа материала определяли по результатам профилометрии сформировавшегося при испытаниях трека износа.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

Показано, что осажденные пленки в исходном состоянии относятся к ВЭС нестехиометрического состава (ат. %): 18.4Al - 23.6Ti - 15.2Cu - 23.6Zr - 19.2Nb (рис.1).

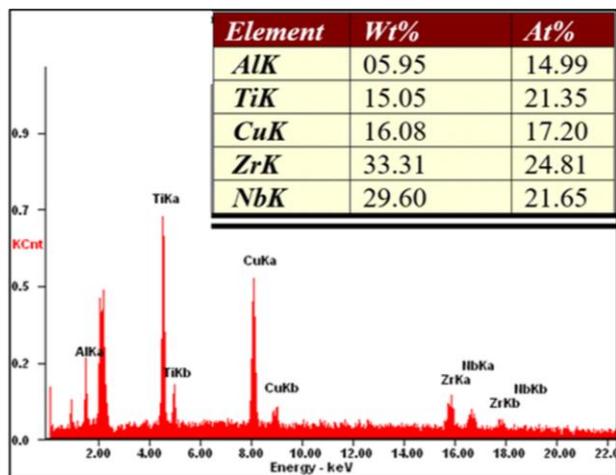


Рис.1. Результаты микрорентгеноспектрального анализа пленки.

Пленки являются многослойным материалом (рис.2). Средняя толщина слоев 27 нм. Выявлено присутствие слоев в аморфном и кристаллическом состояниях, расположенных чередующимся образом. Слои с кристаллической структурой имеют объемноцентрированную кубическую кристаллическую решетку.

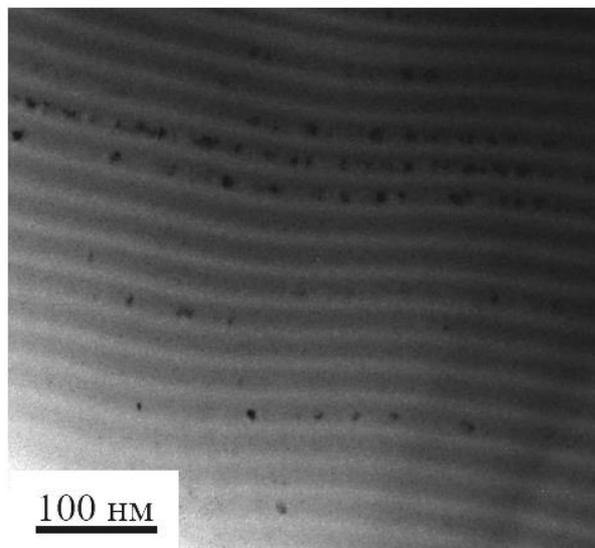


Рис.2. STEM изображение пленки ВЭС, полученной при осаждении многоэлементной металлической пленки, созданной электродуговым плазменно асстированным одновременным распылением катодов в атмосфере аргона.

Методами рентгенофазового анализа установлено, что пленки являются рентгено-аморфным материалом.

Механические и трибологические испытания показали, что микротвердость пленки 11.3 ГПа, модуль Юнга – 230 ГПа, параметр износа  $2.2 \cdot 10^{-4}$  мм<sup>3</sup>/Н·м, коэффициент трения 0.79.

Борирование пленок ВЭС путем облучения системы «пленка (Cr+V)/(ВЭС, напыленный на сталь 12X18Н10Т) подложка» импульсным электронным пучком привело к формированию островковой структуры, что обусловлено частичным плавлением системы «пленка (Cr+V)/(ВЭС) подложка» (рис.3). Показано, что при плотности энергии пучка электронов  $E_s = (20 \text{ и } 30) \text{ Дж/см}^2$  формируется многоэлементный (7 элементов, не считая Ni) ВЭС неэквивалентного состава. Наиболее близкий (от 8,0 до 17,1 ат. %) состав наблюдается при  $E_s = 30 \text{ Дж/см}^2$ . Наряду с атомами металлов в модифицированном слое присутствуют атомы кислорода

и бора. Учитывая этот факт, получаем при  $E_S = 30$  Дж/см<sup>2</sup> элементный состав поверхностного слоя (ат.%): 5.8Al -11.6Ti -12.9Cr -13.0Fe-2.4Ni -13.1Cu -10.4Zr -8.8Nb, остальное (22 ат.%) кислород + бор.

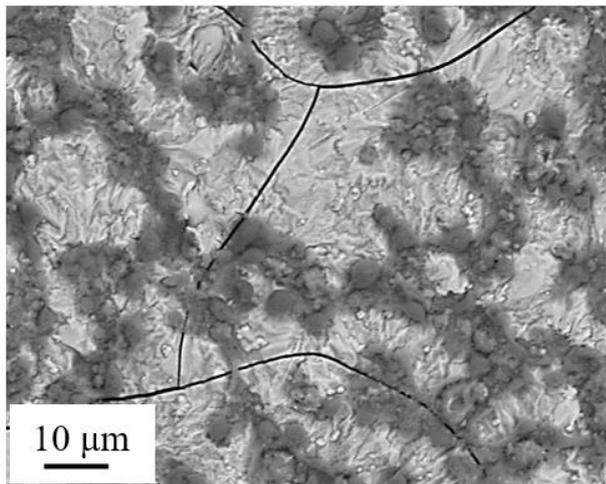


Рис.3. Электронно-микроскопическое изображение структуры поверхности образца ВЭС, модифицированного путем облучения системы «пленка (Cr+V)/(ВЭС) подложка» импульсным электронным пучком с плотностью энергии пучка электронов  $E_S = 20$  Дж/см<sup>2</sup>.

Основываясь на результатах микро-рентгеноспектрального анализа, дальнейшие структурно-фазовые исследования проводили для образцов, полученных при облучении системы «пленка (Cr+V)/(ВЭС) подложка» импульсным электронным пучком при  $E_S = 30$  Дж/см<sup>2</sup>. Методами микро-рентгеноспектрального анализа (метод картирования) установлено, что островки светлого контраста обогащены преимущественно атомами, формирующими исходный ВЭС; разделяющие их прослойки обогащены преимущественно атомами хрома, бора и кислорода.

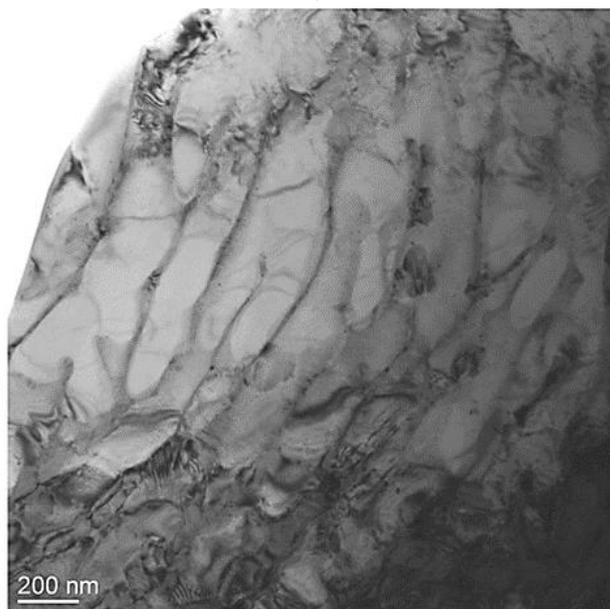
Методами просвечивающей электронной микроскопии показано, что в поверхностном слое толщиной  $\approx 6$  мкм формируется субмикро- нанокристаллическая структура (рис.4а). На расстоянии  $\approx 8$  мкм от поверхности облучения наблюдается переходный слой, имеющий структуру высокоскоростной кристаллизации подложки (сталь 12X18Н10Т) (рис.4б). На расстоянии 10 мкм и более наблюдается поликристаллическая структура стали.

Методами микро-рентгеноспектраль-

ного анализа (метод картирования тонких фольг) выявлено расслоение ВЭС с образованием протяженных прослоек, обогащенных атомами меди, расположенных вдоль границ ячеек высокоскоростной кристаллизации.



(а)



(б)

Рис.4. Электронно-микроскопическое изображение структуры поверхности образца ВЭС, модифицированного путем облучения системы «пленка (Cr+V)/(ВЭС) подложка» импульсным электронным пучком с плотностью энергии пучка электронов  $E_S = 30$  Дж/см<sup>2</sup>.

Методами РФА установлено, что в результате облучения системы «пленка (Cr+V)/(пленка ВЭС) подложка» формируется многофазный материал, фазовый состав и относительное содержание фаз в котором зависит от плотности энергии пучка электронов. Обнаружено, что при  $E_S = (20 \text{ и } 30) \text{ Дж/см}^2$  в поверхностном слое формируются дибориды хрома и железа. При  $E_S = 40 \text{ Дж/см}^2$  бориды не обнаружены.

Механические и трибологические испытания показали, что микротвердость сформированного сплава 12,5 ГПа, что на 10,5 % превышает микротвердость ВЭС в исходном состоянии. Параметр износа и коэффициент трения ВЭС после комплексной обработки более чем в 30 и 2 раза меньше соответствующих характеристик исходной пленки ВЭС.

### Заключение

Показано, что в результате комплексной электронно-ионно-плазменной обработки, сочетающей формирование системы «пленка (Cr+V)/(пленка ВЭС, напыленная на сталь 12X18H10T) подложка» и последующее облучение импульсным электронным пучком, формируется многоэлементный, близкий к эквиаtomному, поверхностный сплав толщиной  $\approx 6 \text{ мкм}$ , имеющий состав (ат.%) 5.8Al -11.6Ti -12.9Cr -13.0Fe -2.4Ni -13.1Cu -10.4Zr -8.8Nb, остальное (22 ат.%) кислород + бор. Сплав имеет субмикронанокристаллическую структуру и содержит частицы боридов и оксидов железа и хрома. Установлено, что параметр износа и коэффициент трения полученного сплава более чем в 30 и 2 раза меньше соответствующих характеристик исходной пленки ВЭС. Микротвердость сформированного сплава на 10,5 % превышает микротвердость ВЭС в исходном состоянии.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 19-19-00183, <https://rscf.ru/project/19-19-00183/>.

### Литература

[1] Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys // *Materials Science and Engineering: A*. 2004. Vol. 375-377. P. 213-218.

[2] Yeh J.-W., Chen S.-K., Lin S.-J., Gan J.-Y., Chin T.-S., Shun T., Tsau C.-Y., Chang S. Nanostructured High-Entropy Alloys with Multiple Principal Elements: Novel Alloy Design Concepts and Outcomes // *Adv. Eng. Mater.* 2004. Vol. 6 (5). P. 299-303.

[3] Praveen S., Kim H.S. High-Entropy Alloys Potential Candidates for High-Temperature Applications – An Overview // *Adv. Eng. Mater.* 2018. Vol. 20. P. 1-22.

[4] Pickering E.J., Jones N.G. High-entropy alloys: a critical assessment of their founding principles and future prospects // *International Materials Reviews*. 2016. Vol. 61 (3). P. 183-202.

[5] Погребняк А.Д., Багдасарян А.А., Якущенко И.В., Береснев В.М. Структура и свойства высокоэнтропийных сплавов и нитридных покрытий на их основе // *Успехи химии*. 2014. Т. 83 (11). С. 1027-1061.

[6] Ye Q.F., Feng K., Li Z.G., Lu F.G., Li R.F., Huang J., Wu Y.X. Microstructure and corrosion properties of CrMnFeCoNi high entropy alloy coating // *Appl. Surf. Sci.* 2017. Vol. 396. P. 1420–1426.

[7] Senkov O.N., Wilks G.B., Scott J.M., Miracle D.B. Mechanical properties of Nb<sub>25</sub>Mo<sub>25</sub>Ta<sub>25</sub>W<sub>25</sub> and V<sub>20</sub>Nb<sub>20</sub>Mo<sub>20</sub>Ta<sub>20</sub>W<sub>20</sub> refractory high entropy alloys // *Intermetallics*. 2011. Vol.19. P. 698–706.

[8] Qiao J.W., Ma S.G., Huang E.W., Chuang C.P., Liaw P.K., Zhang Y. Microstructural Characteristics and Mechanical Behaviors of AlCoCrFeNi High-Entropy Alloys at Ambient and Cryogenic Temperatures // *Mater. Sci. Forum*. 2011. Vol. 688. P. 419–425.

[9] Chuang M.-H., Tsai M.H., Wang W.-R., Lin S.J., Yeh J.W. Microstructure and wear behavior of Al<sub>x</sub>Co<sub>1.5</sub>CrFeNi<sub>1.5</sub>Ti<sub>y</sub> high-entropy alloys // *Acta Mater.* 2011. Vol. 59. P. 6308–6317.

[10] Zhou Y.J., Zhang Y., Wang Y.L., Chen G.L. Solid solution alloys of AlCoCrFeNiTi<sub>x</sub> with excellent room-temperature mechanical properties // *Appl. Phys. Lett.* 2007. Vol. 90. P. 181904.

[11] Zhang Y., Zuo T.T., Tang Z., Gao M.C., Dahmen K.A., Liaw P.K., Lu Z.P. Microstructures and properties of high-entropy alloys // *Prog. Mater. Sci.* 2014. Vol. 61. P. 1–93.

[12] Wang W.R., Wang W.L., Wang S.C., Tsai Y.C., Lai C.H., Yeh J.W. Effects of Al addition on the microstructure and mechanical property of Al<sub>x</sub>CoCrFeNi high-entropy alloys // *Intermetallics*. 2012. Vol. 26. P. 44–51.

[13] Huang P.K., Yeh J.W. Effects of nitrogen content on structure and mechanical properties of multielement (AlCrNbSiTiV)N coating // *J. Surf. Coat. Technol.* 2009. Vol. 203. P. 1891-1896.

[14] Shugurov V.V., Koval N.N., Krysinina O.V., Prokopenko N.A. QUINTA equip-

ment for ion-plasma modification of materials and products surface and vacuum arc plasma-assisted deposition of coatings // *Journal of Physics: Conference Series*. 2019. Vol. 1393. P. 012131.

[15] Ivanov Yu.F., Koval N.N., Akhmad-eev Yu.H., Uglov V.V., Shugurov V.V., Petrikova E.A., Krysinina O.V., Prokopenko N.A., Azhazha I.I. Structure and properties of multi-layer films of high-entropy alloys deposited by ion-plasma method // *Russian Physics Journal*. 2021. Vol. 64. № 12(769). P. 32-37.

# Керамические пленки высокоэнтропийного сплава, сформированные ионно-плазменным методом

Ю.Ф. Иванов, В.В. Шугуров, Ю.Х. Ахмадеев, Н.А. Прокопенко, Е.А. Петрикова, А.Д. Тересов, О.С. Толкачев, О.В. Крысина, Н.Н. Коваль

Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)  
634055, Томск, пр-т. Академический, 2/3, Россия  
E-mail: yufi55@mail.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-197-201

Рассмотрены результаты, полученные при исследовании структуры и свойств керамических пленок на основе высокоэнтропийного сплава (ВЭС). Керамические пленки ВЭС формировали путем осаждения на металлические подложки многоэлементной газо-металлической плазмы, созданной ионно-плазменным методом при одновременном распылении четырех катодов (Cu, Zr, Nb, Ti-50%Al) в плазме (N+Ar).

## Введение

Начало XXI века ознаменовалось появлением многочисленных работ по созданию и комплексному исследованию новых, так называемых высокоэнтропийных полиметаллических сплавов близкого к эквипроцентному состава, содержащих пять и более основных элементов [1–3]. Высказано мнение, что в недалеком будущем данные материалы найдут обширную сферу применения в различных областях промышленности [4–6]. Последнее обусловлено уникальным сочетанием различных свойств (высокая коррозионная стойкость, хорошие механические свойства при высокой и низкой температурах, высокая износостойкость, сочетание высокой прочности и пластичности, высокая твердость ВЭС и сверхтвердость керамик на основе ВЭС и т.д.) [7–12], которыми обладают ВЭС и керамические материалы, созданные на их основе (нитриды, карбиды, бориды и т.д.).

Целью настоящей работы является исследование структуры и свойств керамических пленок ВЭС состава (TiAlCuNbZr)N, сформированных путем осаждения на металлические подложки многоэлементной газо-металлической плазмы, созданной ионно-плазменным методом при одновременном распылении нескольких катодов в среде (N+Ar).

## Материал и методики исследования

В качестве материала исследования использованы керамические пленки ВЭС

состава (TiAlCuNbZr)N, напыленные на подложки из нержавеющей стали 12X18H10T, технически чистого титана ВТ1-0 и твердого сплава ВК-8. Генерация газо-металлической плазмы для формирования пленок ВЭС производилась на установке «КВИНТА» при совместной работе нескольких плазменных источников разного типа: 1) источника газовой плазмы (аргон+азот) на основе несамостоятельного дугового разряда с накаливаемым и полым катодами протяженной конструкции «ПИНК-П»; 2) источников металлической плазмы (плазменные испарители катодов Cu, Nb, Zr и сплава Ti-50%Al) [13]. Все генераторы плазмы располагались равноудаленно от центра камеры на ее стенках, вокруг стола с планетарно вращающимися сателлитами, кроме дугового испарителя с катодом из сплава Ti-50%Al, который располагался сверху камеры перпендикулярно остальным генераторам плазмы. При проведении экспериментов образцы крепились на оснастку, которая располагалась под углом 45 град. к оси вращения сателлита для равномерного воздействия газо-металлической плазмы всех источников плазмы. Схема организации эксперимента подробно рассмотрена в [14]. Давление рабочего газа (аргон+азот) во всех экспериментах составляло 0,3 Па.

Исследование элементного и фазового состава, состояние дефектной субструктуры пленок проводили методами сканирующей электронной микроскопии (прибор Philips SEM-515 с микроанализатором EDAX

ЕCON IV) и просвечивающей электронной дифракционной микроскопии (прибор JEM-2100F, JEOL). Исследование фазового состава и структурных параметров пленок проводили методами рентгеноструктурного анализа на дифрактометре XRD-6000 на  $\text{CuK}\alpha$ -излучении. Твердость пленок ВЭС определяли на нанотвердомере TTX-NHT при следующих заданных условиях: acquisition rate 20.0 Hz, linear loading, max load 30.0 mN, loading rate 60.00 mN/min, unloading rate 60.00 mN/min, pause 5.0 s, метод анализа Oliver & Pharr. Трибологические исследования пленок ВЭС проводили на трибометре Pin on Disc and Oscillating TRIBOtester (TRIBOtechnic, Франция) при следующих параметрах: шарик из твердого сплава BK8 диаметром 6 мм, радиус трека износа 2 мм, нагрузка 2 Н, длина трека 100 м, скорость скольжения шарика 25 мм/с. Степень износа материала определяли по результатам профилометрии сформировавшегося при испытаниях трека износа.

### Результаты исследований и обсуждение

Методами сканирующей электронной микроскопии показано, что при оптимальном (по химическому составу) режиме осаждения элементный состав пленок (при учете только атомов металлов), усредненный по пяти участкам размерами (60×100) мкм каждый, таков (ат.%): 9.6 Al-21.7Ti-8.5Cu-36.9Zr-23.3Nb. При этом концентрация атомов азота 41.5 ат.% (соотношение газов в плазме 75 %Ar + 25%N).

Методами рентгеноструктурного анализа показано, что исследуемые пленки являются аморфно-кристаллическим материалом. На это указывает присутствие на рентгенограммах как явно выраженных дифракционных максимумов, так и «размытых» дифракционных отражений (рис.1). Анализ рентгенограмм позволил установить, что кристаллическая составляющая покрытия может быть расшифрована как фаза  $\text{Nb}_{0.88}\text{N}$  (MeN), имеющая гранецентрированную кубическую кристаллическую решетку. Параметр кристаллической решетки сформированного нитрида  $a = 0,44288$  нм; размер областей когерентного рассеивания  $D = 8,44$  нм; величина микроискажений

кристаллической решетки  $\Delta d/d = 0,006013$ .

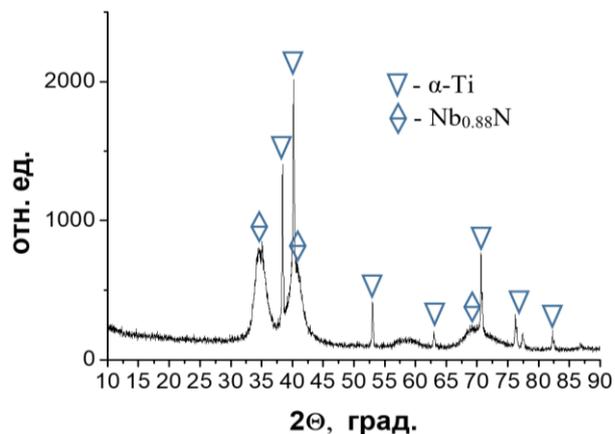


Рис.1. Фрагмент рентгенограммы, полученной с пленки нитрида ВЭС, сформированной на подложке из технического чистого титана марки BT1-0.

Пленки являются многослойным материалом (рис.2). Средняя толщина слоев 46 нм.

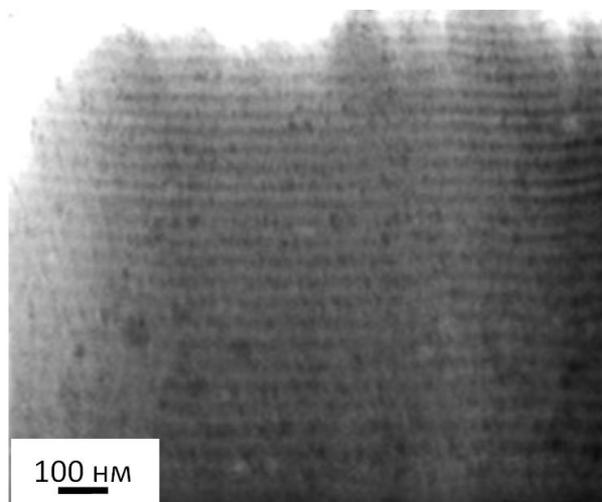


Рис.2. STEM изображение керамической пленки ВЭС, полученной при осаждении многоэлементной металлической плазмы, созданной электродуговым плазменно ассистированным одновременным распылением катодов в атмосфере (аргон+азот).

Методами микрорентгеноспектрального анализа установлено, что чередующиеся слои обогащены элементами (Ti+Al) и (Cu+Nb+Zr) (рис.3). Можно предположить, что одна из причин расслоения пленки по элементному составу обусловлена особенностями метода формирования пленки – вращения образцов при одновременном распылении нескольких металлических катодов.

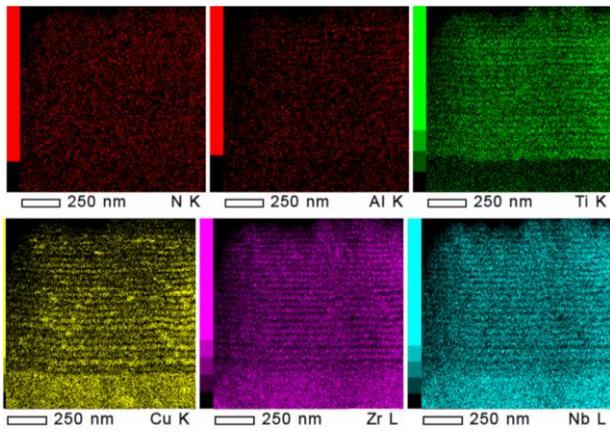
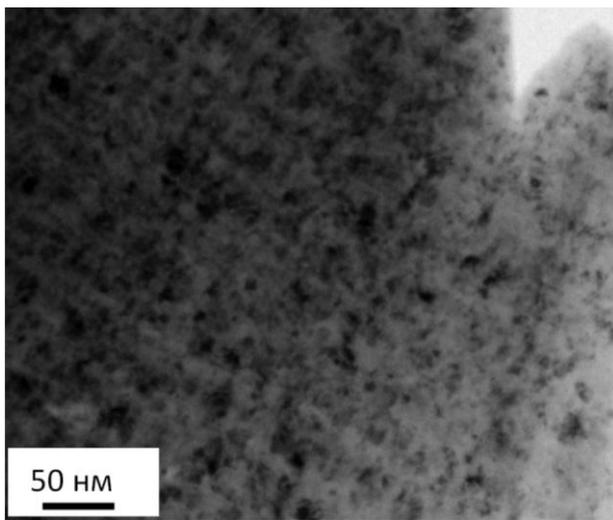
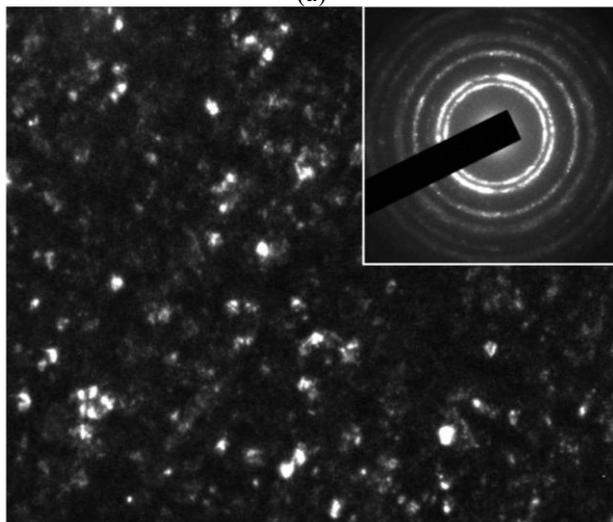


Рис.3. Изображения керамической пленки, полученные в характеристическом рентгеновском излучении атомов N, Al, Ti, Cu, Zr, Nb соответственно.



(a)



(б)

Рис.4. Электронно-микроскопическое изображение структуры керамической пленки ВЭС, полученное методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии; а – светлое поле; б – темное поле, полученное в рефлексе [002], на вставке приведена микроэлектрограмма данного участка фольги.

Дефектную субструктуру и фазовый состав керамической пленки изучали методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии тонких фольг. Характерное изображение пленки, полученное методами ТЕМ, приведено на рис.4.

Размеры кристаллитов, формирующих поверхностный слой керамической пленки, (2,5–4) нм.

Результаты микрорентгеноспектрального анализа участка фольги, изображение которого представлено на рис.4а, приведены на рис.5 и в таблице 1.

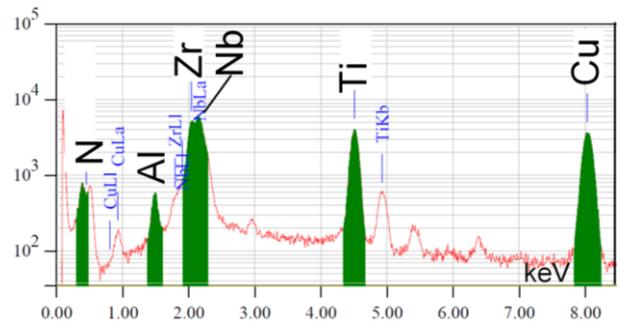


Рис.5. Энергетические спектры участка фольги, изображение которого приведено на рис.4а.

Таблица 1. Результаты микрорентгеноспектрального анализа участка фольги, электронно-микроскопическое изображение которого приведено на рис.4а.

Элемент	keV	Вес. %	Ат. %
N (K)	0.392	1,47	7,30
Al (K)	1.486	0,8	2,06
Ti (K)	4.508	12,88	18,69
Cu (K)	8.040	23,13	25,30
Zr (L)	2.042	32,94	25,11
Nb (L)	2.166	28,78	21,54

Сопоставляя результаты элементного анализа керамической пленки, полученные методами сканирующей электронной микроскопии и просвечивающей электронной микроскопии при работе в режиме сканирования (метод STEM анализа), можно отметить относительно малое значение концентрации атомов азота и алюминия, выявленного методом STEM анализа (табл.1). Это может указывать как на несовершенство методики определения легких элементов методом STEM анализа, так и на неоднородное распределение атомов азота и алюминия в исследуемой керамике.

Механические испытания пленки, напыленной на твердый сплав ВК-8 показа-

ли, что твердость керамической пленки изменяется в пределах от 38,4 ГПа до 71,7 ГПа при среднем значении  $H = 50,0$  ГПа; модуль Юнга изменяется в пределах от 430 ГПа до 1100 ГПа при среднем значении  $E = 806$  ГПа.

Таким образом, керамическая пленка состава  $(\text{TiAlCuNbZr})\text{N}$ , сформированная электродуговым плазменно ассистированным методом в вакууме при осаждении газо-металлической плазмы, полученной при одновременном распылении четырех катодов, обладает очень высоким значением  $H/E$ , достигающим величины 0,062. Отметим, что нормированная твердость  $H/E$  является показателем структурного состояния материала. По данным [15] такие значения  $H/E$  (0,04–0,06) наблюдаются для металлов только в наноструктурном состоянии, что и подтверждается результатами электронно-микроскопических исследований керамической пленки, выполненных в нашей работе.

Отметим, что наиболее высокую, на сегодняшний момент, твердость для вакуумно-дуговых покрытий показали нитридные покрытия, полученные на основе высокоэнтропийных сплавов  $\text{TiVZrNbHf}$  при давлении азота 0,27 Па. При текстуре покрытия [111] увеличение потенциала смещения на подложку от  $-50$  В до  $-100$  В приводит к росту твердости покрытия от 59 до 64 ГПа, а появление биаксиальной текстуры с осями [111] и [110] при  $-200$  В – к наиболее высокой твердости 70 ГПа. Размер кристаллитов в этом случае составляет 57 нм [16].

Результаты трибологических испытаний нитридной пленки ВЭС, выявили зависимость параметра износа (величина, обратная износостойкости материала) от состава газовой плазмы, а именно, наибольшей износостойкостью и наименьшим коэффициентом трения обладает нитридное покрытие, сформированное при соотношении в плазме  $\text{Ar/N} = 75/25$ : параметр износа  $9 \cdot 10^{-6}$  мм<sup>3</sup>/Н·м, коэффициент трения 0,19.

## Заключение

Показано, что нитридные покрытия на основе ВЭС состава  $\text{TiAlCuNbZr}$ , полученные вакуумно-дуговым плазменно ассисти-

рованным одновременным распылением нескольких катодов, являются многослойными аморфно-кристаллическими наноструктурными материалами при средней толщине слоев 46 нм и размере кристаллитов (2,5–4) нм имеют твердость, изменяющуюся в пределах от 38,4 ГПа до 71,7 ГПа при среднем значении  $H = 50,0$  ГПа; модуль Юнга, изменяющийся в пределах от 430 ГПа до 1100 ГПа, при среднем значении  $E = 806$  ГПа. Следует отметить высокий уровень износостойкости сформированных в настоящей работе пленок нитридов ВЭС. Так для металлических ВЭС состава  $\text{TiAlCuNbZr}$  параметр износа  $7 \cdot 10^{-5}$  мм<sup>3</sup>/Н·м, а пленка нитрида ВЭС этого же состава имеет параметр износа  $9 \cdot 10^{-6}$  мм<sup>3</sup>/Н·м. Коэффициент трения таких пленок нитрида ВЭС, равный 0,19, кратно ниже коэффициента трения металлической пленки ВЭС, равного 0,85.

Таким образом, по совокупности выявленных показателей пленки нитрида ВЭС, сформированные в настоящей работе вакуумно-дуговым плазменно ассистированным одновременным распылением нескольких катодов, не уступают мировому уровню, либо превышают его.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российской Федерации в лице Министерства науки и высшего образования (проект № 075-15-2021-1348) в рамках мероприятий № 3.1.4, 3.1.5, 3.1.12 и 3.1.13.

В работе применялось оборудование ЦКП НМНТ ТПУ, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710.

## Литература

[1] Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys // *Materials Science and Engineering: A*. 2004. Vol. 375-377. P. 213-218.

[2] Yeh J.-W. High-entropy multielement alloys. Patent US, no. US 20020159914 A1, 2002.

[3] Yeh J.-W., Chen S.-K., Lin S.-J., Gan J.-Y., Chin T.-S., Shun T., Tsau C.-Y., Chang S. Nanostructured High-Entropy Alloys with Multiple Principal Elements: Novel Alloy Design Concepts and Outcomes // *Adv. Eng. Mater.* 2004. Vol. 6 (5). P. 299-303.

- [4] Praveen S., Kim H.S. High-Entropy Alloys Potential Candidates for High-Temperature Applications – An Overview // *Adv. Eng. Mater.* 2018. Vol. 20. P. 1-22.
- [5] Pickering E.J., Jones N.G. High-entropy alloys: a critical assessment of their founding principles and future prospects // *International Materials Reviews.* 2016. Vol. 61 (3). P. 183-202.
- [6] Погребняк А.Д., Багдасарян А.А., Якущенко И.В., Береснев В.М. Структура и свойства высокоэнтропийных сплавов и нитридных покрытий на их основе // *Успехи химии.* 2014. Т. 83 (11). С. 1027-1061.
- [7] Ye Q.F., Feng K., Li Z.G., Lu F.G., Li R.F., Huang J., Wu Y.X. Microstructure and corrosion properties of CrMnFeCoNi high entropy alloy coating // *Appl. Surf. Sci.* 2017. Vol. 396. P. 1420–1426.
- [8] Senkov O.N., Wilks G.B., Scott J.M., Miracle D.B. Mechanical properties of Nb<sub>25</sub>Mo<sub>25</sub>Ta<sub>25</sub>W<sub>25</sub> and V<sub>20</sub>Nb<sub>20</sub>Mo<sub>20</sub>Ta<sub>20</sub>W<sub>20</sub> refractory high entropy alloys // *Intermetallics.* 2011. Vol.19. P. 698–706.
- [9] Qiao J.W., Ma S.G., Huang E.W., Chuang C.P., Liaw P.K., Zhang Y. Microstructural Characteristics and Mechanical Behaviors of AlCoCrFeNi High-Entropy Alloys at Ambient and Cryogenic Temperatures // *Mater. Sci. Forum.* 2011. Vol. 688. P. 419–425.
- [10] Chuang M.-H., Tsai M.H., Wang W.-R., Lin S.J., Yeh J.W. Microstructure and wear behavior of Al<sub>x</sub>Co<sub>1.5</sub>CrFeNi<sub>1.5</sub>Ti<sub>y</sub> high-entropy alloys // *Acta Mater.* 2011. Vol. 59. P. 6308–6317.
- [11] Zhou Y.J., Zhang Y., Wang Y.L., Chen G.L. Solid solution alloys of AlCoCrFeNiTi<sub>x</sub> with excellent room-temperature mechanical properties // *Appl. Phys. Lett.* 2007. Vol. 90. P. 181904.
- [12] Zhang Y., Zuo T.T., Tang Z., Gao M.C., Dahmen K.A., Liaw P.K., Lu Z.P. Microstructures and properties of high-entropy alloys // *Prog. Mater. Sci.* 2014. Vol. 61. P. 1–93.
- [13] Shugurov V.V., Koval N.N., Krysinina O.V., Prokopenko N.A. QUINTA equipment for ion-plasma modification of materials and products surface and vacuum arc plasma-assisted deposition of coatings // *Journal of Physics: Conference Series.* 2019. Vol. 1393. P. 012131.
- [14] Ivanov Yu.F., Koval N.N., Akhmedeev Yu.H., Uglov V.V., Shugurov V.V., Petrikova E.A., Krysinina O.V., Prokopenko N.A., Azhazha I.I. Structure and properties of multi-layer films of high-entropy alloys deposited by ion-plasma method // *Russian Physics Journal.* 2021. Vol. 64. № 12(769). P. 32-37.
- [15] Фирстов С.А., Горбань В.Ф., Печковский Э.П., Мамека Н.А. Связь прочностных характеристик материалов с показателями автоматического индентирования // *Материаловедение.* 2007. № 11. С. 26–31.
- [16] Соболев О.В., Андреев А.А., Горбань В.Ф., Крапивка Н.А., Столбовой В.А., Сердюк И.В., Фильчиков В.Е. О воспроизводимости однофазного структурного состояния многоэлементной высокоэнтропийной системы Ti–V–Zr–Nb–Hf и высокотвердых нитридов на ее основе при их формировании вакуумно-дуговым методом // *Письма в ЖТФ.* 2012. Том 38. Вып. 13. С. 41-48.

# Трибомеханические свойства TiSiCN покрытий, полученных реактивным испарением титана и разложением гексаметилдисилазана в разряде с самонакаливаемым полым катодом

А.И. Меньшаков, Ю.А. Брюханова

Институт Электрофизики УрО РАН (ИЭФ УрО РАН)  
620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 106, Россия  
E-mail: menshakovandrey@mail.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-202-207

Методом реактивного анодного испарения титана в дуговом разряде самонакаливаемым полым катодом в  $\text{Ar}+\text{C}_2\text{H}_2+\text{N}_2$ -газовой смеси с добавлением гексаметилдисилазана (ГМДС) были получены плотные однородные нанокompозитные TiSiCN покрытия толщиной до 15 мкм, твердостью до 43 ГПа и коэффициентом износа  $2,8 \cdot 10^{-14} \text{ м}^2/\text{Н}$ . Показано, что меняя давление, состав и степень активации парогазовой смеси можно в широких пределах менять микроструктуру и свойства покрытий, получаемых данным методом. Увеличение потоков  $\text{C}_2\text{H}_2$ ,  $\text{N}_2$ , ГМДС а также тока разряда приводит к росту скорости формирования покрытий. Однако оптимальные с точки зрения микротвердости и износостойкости покрытия получены при низком токе разряда 10 А и относительно низком содержании  $\text{C}_2\text{H}_2$  ( $1 \text{ см}^3/\text{мин}$ ) и ГМДС (0,3 г/ч), превышение которых приводит к снижению твердости пленок и ухудшению их качества, что может объясняться чрезмерным ионным воздействием и неоптимальным химическим составом покрытий.

## Введение

Нанокompозитные TiSiCN покрытия являются одними из перспективных защитных износостойких покрытий для различных применений от биомедицины до авиакосмических приложений [1–3]. Такие покрытия могут обладать сочетанием таких характеристик, как высокая твердость [3], термостойкость [4], стойкость к окислению [5], низкий коэффициент трения [1], биосовместимость [3]. При этом свойства покрытий определяются, главным образом, условиями их синтеза.

Авторами [6] был предложен метод получения TiSiCN покрытий реактивным анодным испарением титана и разложением кремнийорганического прекурсора (OSC) в разряде с самонакаливаемым полым катодом (СНПК) и секционном анодом. В таком разряде создаётся плазма высокой плотности без использования отдельного источника ионизации парогазовой смеси, и не применяются системы фильтрации, поскольку в потоке испарённого металла отсутствуют микрокапли. Электронный поток, в котором присутствует высокая доля быстрых электронов с энергией до нескольких десятков эВ, обладает более высокой способностью к диссоциации и ионизации компонентов га-

зовой смеси. Преимуществом метода является также то, что формирование потока паров титана и плотной плазмы, а также разложение молекул прекурсора происходит в одном разряде, при этом состав парогазовой смеси, плотность ионного тока и скорость испарения титана могут изменяться независимо и в широких диапазонах. Одним из достоинств использования кремнийорганических соединений для получения покрытий является то, что в синтезе пленок участвуют не отдельные атомы, а фрагменты молекул, образованные в результате распада исходных молекул в плазме и уже содержащие связи Si-C и Si-N, что облегчает формирование SiCN-матрицы. Поэтому в процессе синтеза покрытий важно контролировать степень разложения прекурсора путем ограничения мощности разряда. При этом известно [7], что плотные и твёрдые кристаллические покрытия формируются при достаточно высоком уровне ионного тока и отношении потока ионов к нейтралам  $j_i/j_0$  на подложку.

Таким образом, необходимо обеспечить баланс условий осаждения, при которых, с одной стороны, достигается высокая плотность ионного тока, обеспечивающая формирование нужной кристаллической фа-

зы при достаточно высокой скорости, а с другой стороны, мощность разряда не должна быть слишком высокой, чтобы сохранить фрагменты молекул OSC для облегчения формирования TiSiCN с высокими характеристиками.

Целью данной работы является исследование влияния условий синтеза, в частности, состава парогазовой смеси и плотности ионного тока, на свойства получаемых TiSiCN покрытий, в том числе их твердость и износостойкость.

## Эксперимент

Конструкция газоразрядной системы и методика проведения экспериментов по нанесению TiSiCN покрытий подробно описана в работе [8] и схематично изображена на рис.1. Для ионизации газа, разложения паров прекурсора и для нагрева тигля использовались две независимые анодные секции: охлаждаемый полый анод 1 из нержавеющей стали (12X18H10T) и неохлаждаемый полый анод-тигель 3 из графита (МПГ-7) с нагрузкой титана (BT1-0).

Образцы из нержавеющей стали (AISI304) помещались на расстоянии 7 см от тигля на держателе. Перед началом эксперимента проводилась ионная очистка образцов в аргоновой плазме в течении 15 при напряжении смещения  $-500$  В.

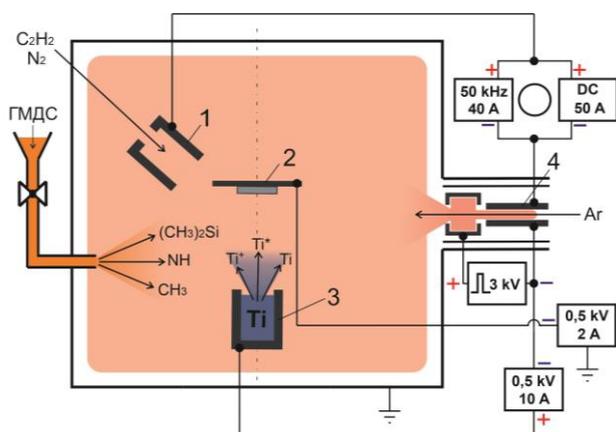


Рис.1. Схема экспериментальной установки: 1 – охлаждаемый полый анод, 2 – подложка, 3 – неохлаждаемый полый анод-тигель, 4 – самонакаливаемый полый катод.

Для улучшения адгезии и обеспечения более плавного перехода от мягкой подложки до твёрдого нанокompозита вначале нано-

сился подслоем Ti толщиной (200–300 нм), затем в газовую среду вводился N<sub>2</sub> и наносился TiN (100–200 нм), после чего в смесь добавлялись ГМДС и ацетилен для получения TiSiCN. Покрытия толщиной 7–16 мкм наносились в течении 1–3 часов при напряжении смещения  $-100$  В и общем давлении газовой смеси (Ar–N<sub>2</sub>–C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>–ГМДС) 0,5 мТорр. Ток в цепи тигля (I<sub>T</sub>) регулировался в диапазоне от 4 до 8 А, ток основного разрядного промежутка (I<sub>P</sub>) 10–50 А. При этом поток N<sub>2</sub> оставался постоянным и составлял 10 см<sup>3</sup>/мин. Поток гексаметилдисилазана (Q<sub>ГМДС</sub>) регулировался в диапазоне 0,3–1,5 г/ч, а ацетилена (Q<sub>C<sub>2</sub>H<sub>2</sub></sub>) 0–3 см<sup>3</sup>/мин.

Измерение толщины покрытий и износостойкости в условиях абразивного износа проводилось на приборе Calotest. Для определения коэффициента износа применялся метод «шар по диску». Для этого использовался шар из карбида вольфрама диаметром 15 мм. Согласно методике, описанной в работе [9], формула для расчёта коэффициента износа  $k$  выглядит следующим образом:  $k = \pi \cdot D^4 / 64 \cdot S \cdot L \cdot R$ , где  $D$  – диаметр образовавшегося кратера,  $S$  – путь, пройденный шариком,  $L$  – нагрузка, прикладываемая шариком на образец,  $R$  – радиус шарика. Нагрузка шарика измерялась с помощью прецизионного пьезодатчика FSG15N1A (Honeywell). Измерение проводилось при глубине зоны износа, меньшей, чем толщина покрытия, чтобы исключить влияние подложки на результаты измерения. В область контакта шара и покрытия вводилась алмазная суспензия дисперсность 0–0,2 мкм.

Твердость полученных пленок измеряли методом микроидентирования на динамическом микротвердоме SHIMADZU DUN-211S с нагрузкой 20 мН. Усреднение проводилось по 15–20 измерениям. Фазовый состав исследовался методом рентгеновской дифракции на дифрактометре D8 DISCOVER (Bruker AXS) в медном K $\alpha$ 1 излучении с использованием графитового монохроматора на вторичном пучке. Дифрактограммы обрабатывались с использованием программы TOPAS-3.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

Исследования состава плазмы разряда с самонакаливаемым полым катодом и секционным анодом в парогазовой среде, содержащей пары гексаметилдисилазана и титана, а также азота и ацетилена с целью получения TiSiCN-покрытий показали [10], что данный способ активации парогазовой среды обеспечивает эффективное разложение кремнийорганического прекурсора, высокую степень активации паров титана, а также эффективную диссоциацию азота (содержание атомарного азота составляет 4–5 %) и ацетилена. Применение секционного анода обеспечивает высокую плотность ионного тока (до 20 мА/см<sup>2</sup>) при содержании металлического компонента плазмы выше 70% с ростом тока на тигель до 10 А.

На рис.2а представлены зависимости твердости покрытий  $H$  от тока разряда. Увеличение как тока разряда с 10 до 50 А, так и тока тигля до 8 А приводит к снижению микротвердости полученных покрытий. С ростом тока разряда в наших экспериментах, с одной стороны, увеличивается степень разложения прекурсора и степень диссоциации реактивных компонентов в газовой фазе при увеличении концентрации плазмы и интенсификации плазмохимических процессов в объеме, что также приводит к росту скорости формирования покрытий с 5 до 7,5 мкм/ч. С другой стороны, растет плотность ионного тока и степень ионного воздействия на поверхность растущего покрытия. В условиях избытка прекурсора в плазме с увеличением тока, по-видимому, преобладает процесс полимеризации OSC на поверхности, при этом формирование кристаллитов замедляется из-за слишком малого значения  $j_i/j_0$  даже при высоких значениях тока разряда. Вероятно, снижение твердости с током  $I_p$  связано с более глубоким разложением исходных молекул прекурсора и уменьшением доли пс-фазы в составе покрытия, о чем свидетельствует относительное снижение интенсивности соответствующих линий на РФА спектрах (рис.3).

Рентгенофазовый анализ (рис.3) показывает, что нанокристаллическая фаза покрытия состоит из кристаллитов TiC<sub>0,3</sub>N<sub>0,7</sub>

и TiC<sub>0,7</sub>N<sub>0,3</sub> с преобладающей ориентацией (200). Кремний в кристаллических фазах не обнаружен ни в одном из режимов синтеза. Это говорит о том, что Si в наших покрытиях присутствует только в аморфном состоянии в виде фаз карбонитрида  $\alpha$ -SiC<sub>x</sub>N<sub>y</sub>, либо нитрида  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> и карбида  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>C<sub>4</sub>.

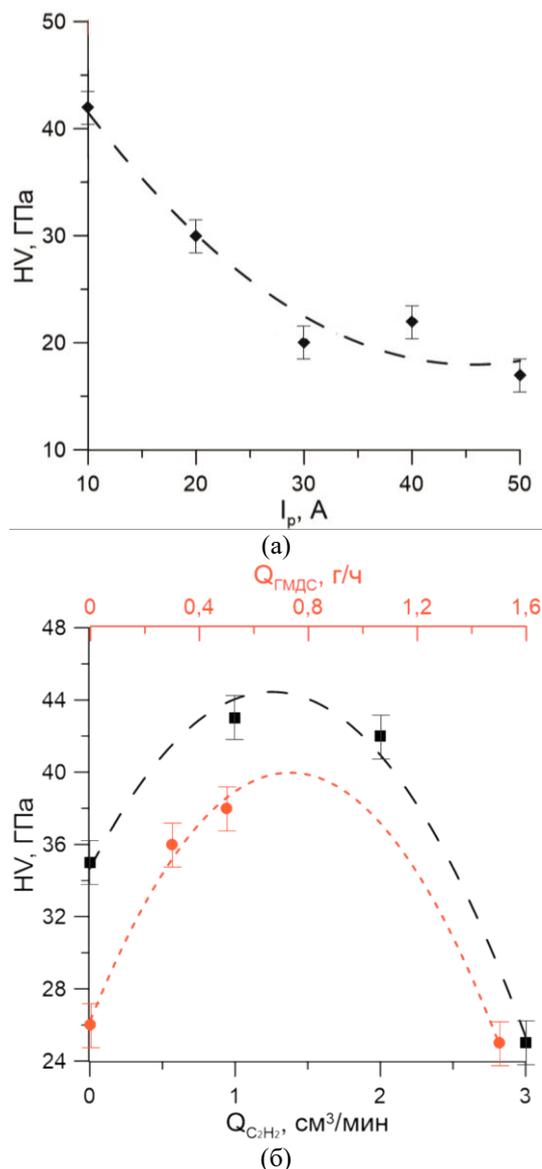


Рис.2. Зависимости твердости покрытий от тока разряда (а) и от потоков паров ГМДС и C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> (б).

Это согласуется с известными данными, и, как было отмечено выше, может объясняться недостаточной температурой для кристаллизации фаз SiC и Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. По рентгенограммам видно, что с ростом тока покрытия становятся более рентгеноаморфными, что может объясняться снижением доли кристаллических фаз в аморфной матрице. Степень рентгеноаморфности покрытий

увеличивается также и в условиях избытка прекурсора и ацетилена. Кроме того, изменение режимов синтеза и, соответственно, состава покрытий приводит к соответствующему изменению кристаллической фазы покрытий. Так, если в условиях избытка прекурсора при  $Q_{\text{ГМДС}} = 1,5$  г/ч доля нанокристаллической фазы  $\text{TiC}_{0,3}\text{N}_{0,7}$  (ОКР 22 нм) составляет 44 %, а  $\text{TiC}_{0,7}\text{N}_{0,3}$  (ОКР 6 нм) 56 %, то уменьшение  $Q_{\text{ГМДС}}$  до 0,25 г/ч приводит к уменьшению доли  $\text{TiC}_{0,3}\text{N}_{0,7}$  до 39 % и уменьшению ОКР до 9 нм.

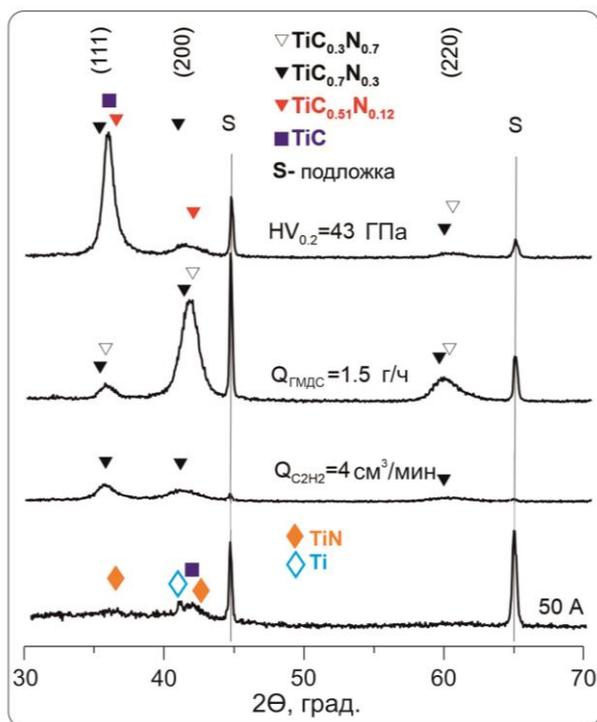


Рис.3. – РФА спектры  $\text{TiSiCN}$  покрытий, полученных в различных условиях синтеза.

Микротвердость покрытий немонотонно зависит от  $Q_{\text{ГМДС}}$  и  $Q_{\text{C}_2\text{H}_2}$  (рисунок 2,б). Так, при постоянных значениях тока  $I_p = 10$  А,  $I_m = 6$  А,  $Q_{\text{N}_2} = 10$  ссст и  $Q_{\text{C}_2\text{H}_2} = 0$  ссст максимальные значения твердости покрытий 36–38 ГПа получены при потоке ГМДС 0,25–0,5 г/ч, дальнейшее увеличение  $Q_{\text{ГМДС}}$  до 1,5 г/ч приводит к снижению микротвердости покрытий до 25–26 ГПа. Добавка в газовую смесь 1 ссст ацетилена при  $Q_{\text{ГМДС}} = 0,5$  г/ч привела к увеличению микротвердости до 42–43 ГПа. Однако при дальнейшем увеличении  $Q_{\text{C}_2\text{H}_2}$  наблюдалось снижение твердости покрытий, а также ухудшение их качества. Возможной причиной снижения микротвердости при избы-

точном содержании прекурсора и ацетилена может являться увеличение содержания аморфной фазы, что подтверждается данными РФА-анализа полученных покрытий (рис.3). Увеличение потока азота с 10 до 30 ссст приводит к снижению микротвердости до 28 ГПа. Еще одной причиной снижения твердости как с ростом потока прекурсора, так и с ростом потока азота и ацетилена может являться повышение содержания водорода в покрытии. В работе [11] было показано, что при использовании в плазменных процессах кремнийорганических соединений с высоким содержанием атомарного водорода, наличие дополнительного азота в газовой фазе приводит к образованию фрагментов  $\text{Si-NH-Si}$ , значительно уменьшающих твердость пленок. Твердость полученных покрытий уменьшалась с 30 до 5 ГПа с увеличением содержания  $\text{N}_2$  в исходной газовой смеси. Авторы работы [12] также полагают, что возможной причиной снижения твердости покрытий с ростом доли азота является увеличение концентрации связей  $\text{Si-H}$  и  $\text{N-H}$  при внедрении атомов азота в пленку. Кроме того, в работе [13] было продемонстрировано, что и водород, связанный с углеродом в виде «органических» фрагментов исходного соединения, также снижает механические характеристики пленок.

Результаты исследования износостойкости (рис.3) показывают, что увеличение потока ацетилена приводит к снижению коэффициента износа, что, по-видимому, обусловлено снижением коэффициента трения с ростом количества углерода в составе покрытия.

При этом от потока прекурсора износостойкость покрытий зависит немонотонно. При увеличении потока ГМДС до 0,3–0,5 г/ч повышается доля  $\text{Si}$  в покрытии, что приводит к увеличению микротвердости и понижению коэффициента износа ( $2,8 \cdot 10^{-14}$ – $3,2 \cdot 10^{-14}$  м<sup>2</sup>/Н). При дальнейшем росте потока ГМДС коэффициент износа существенно возрастает, что может обуславливаться повышенным содержанием  $\text{Si}$ , и поскольку кремний находится в покрытии в составе аморфных фаз, увеличением доли аморфной фазы, и соответствующим снижением мик-

ротвердости. Это, как утверждают авторы статьи [7], связано с увеличением содержания С и образованием фазы TiCN в покрытии. Минимальный коэффициент износа ( $2,8 \cdot 10^{-14}$  м<sup>2</sup>/Н) и максимальная твёрдость (43 ГПа) были достигнуты при потоке ГМДС 0,3–0,5 г/ч и C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 1 см<sup>3</sup>/мин. При этом коэффициент износа стальной подложки составляет  $1,2 \cdot 10^{-13}$  м<sup>2</sup>/Н, а для покрытия TiN, полученного в отсутствие в парогазовой среде паров прекурсора и ацетилена коэффициент составил  $k \sim 4,3 \cdot 10^{-14}$  м<sup>2</sup>/Н.

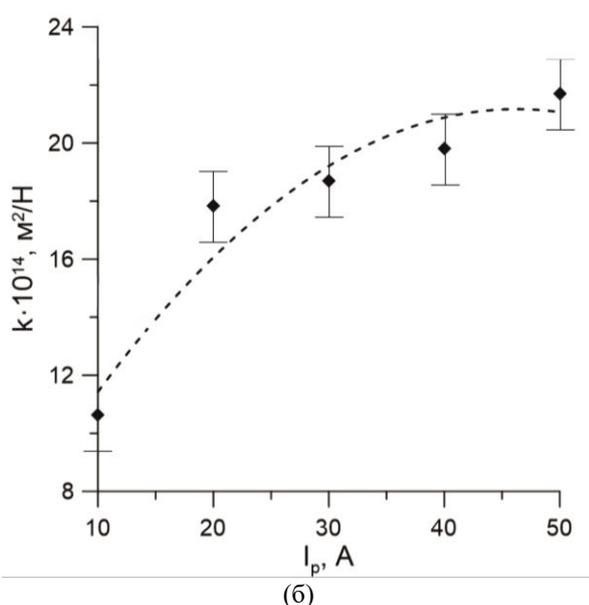
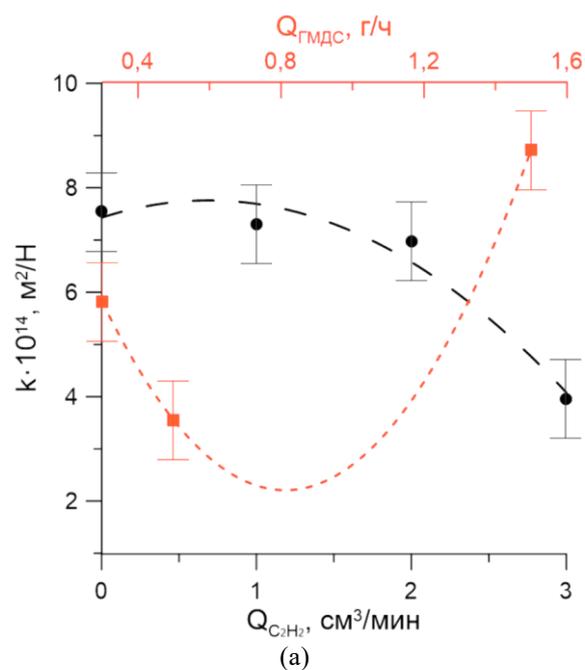


Рис.4. Зависимости коэффициента износа от потоков паров ГМДС и C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> (а) и от тока разряда (б).

С ростом тока разряда коэффициент износа также растет, причем это ухудшение износостойкости коррелирует с соответствующим снижением микротвердости покрытий.

### Заключение

Методом реактивного испарения титана в парогазовой среде аргона, азота, ацетилена и гексаметилдисилазана, в условиях интенсивного ионного сопровождения получены твердые (до 43 ГПа) износостойкие ( $k \sim 2,8 \cdot 10^{-14}$  м<sup>2</sup>/Н) нанокompозитные TiSiCN-покрытия с плотной однородной структурой толщиной до 15 мкм. Показано, что, с одной стороны, увеличение потоков реактивных компонентов, а также тока разряда приводит к росту скорости формирования покрытия вплоть до 10 мкм/ч в исследуемой конфигурации газоразрядной системы. С другой стороны, чрезмерный рост этих параметров приводит к ухудшению свойств и качества получаемых пленок, что обусловлено рядом факторов от неоптимального химического состава, до чрезмерно интенсивного ионного воздействия на поверхность растущего покрытия.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (№ 20-79-10059).

### Литература

- [1] Jianliang Lin, Ronghua Wei, Daniel Christopher Bitsis, Peter M. Lee. Development and evaluation of low friction TiSiCN nanocomposite coatings for piston ring applications // Surface and Coatings Technology. 2016. Vol. 298, pp. 121–131.
- [2] A.M. Abd El-Rahman, Ronghua Wei. A comparative study of conventional magnetron sputter deposited and plasma enhanced magnetron sputter deposited Ti–Si–C–N nanocomposite coatings // Surface and Coatings Technology. 2013. Vol. 241, pp 74–79.
- [3] Hatem A., Lin J., Wei R., Torres R.D., Laurindo C., de Souza G.B., Soares P. Tribocorrosion behavior of low friction TiSiCN nanocomposite coatings deposited on titanium alloy for biomedical applications // Surface and Coatings Technology. 2018. Vol. 347, pp. 1–12
- [4] Dayan M., Shengli M., Xu K. Superhard nanocomposite Ti–Si–C–N coatings prepared by pulsed-d.c plasma enhanced CVD //

Surface and Coatings Technology. 2005, Vol. 200, pp. 382–386.

[5] Endler I., Höhn M., Schmidt J., Scholz S., Herrmann M., Knaut M. Ternary and quarternary TiSiN and TiSiCN nanocomposite coatings obtained by Chemical Vapor Deposition. // Surface and Coatings Technology. 2013, Vol. 215, pp. 133–140.

[6] Andrey I. Menshakov, Yulia A. Bruhanova, Andrey I. Kukharenko and Ivan S. Zhidkov. Synthesis of Nanocomposite TiSiCN Coatings by Titanium Evaporation and Organosilicon Compound Activation in Hollow Cathode Arc Discharge. // Membranes. 2022, Vol. 12, 321

[7] Wang Y., Li J., Dang C., Wang Y. Zhu Y. Influence of carbon contents on the structure and tribocorrosion properties of TiSiCN coatings on Ti6Al4V. // Tribology International 2017, Vol. 109, pp. 285–296.

[8] Andrey Menshakov, Yulia Bruhanova, Polina Skorynina, Anatoliy Medvedev. Plasma Enhanced High-Rate Deposition of Advanced Film Materials by Metal Reactive Evaporation in Organosilicon Vapors // Membranes. 2023. Vol. 13, 374.

[9] W. M. Silva, P. S. Souza, J. R. Carneiro. Methods of data analysis for the ball cratering test on TiN and DLC coated steel // Materials Research. 2016. Vol. 19, pp. 9–17.

[10] A I Menshakov, Yu A Bruhanova, Yu S Surkov and P A Skorynina. Investigation of the plasma composition of a discharge with a self-heating hollow cathode and an active anode in a gas mixture with titanium and hexamethyldisilazane vapors. // Journal of Physics: Conference Series. 2021. Vol. 2064, 012046

[11] Dariusz Bielinski, Aleksander M. Wrobel and Agnieszka Walkiewicz-Pietrzykowska. Mechanical and tribological properties of thin remote microwave plasma CVD a-Si:N:C films from a single-source precursor. // Surface and Coatings Technology. 2002, Vol. 13, pp. 71–76.

[12] Y. Awad, M.A. El Khakani, C. Aktik, J. Mouine, N. Camiré, M. Lessard, M. Scarlete, H.A. Al-Abadleh, R. Smirani. Structural and mechanical properties of amorphous silicon carbonitride films prepared by vapor-transport chemical vapor deposition. // Surface and Coatings Technology. 2002, Vol. 204, pp. 539–545.

[13] Aleksander M. Wrobel, Iwona Blaszczyk-Lezak, Pawel Uznanski, Bartosz Glebocki. Remote Hydrogen Microwave Plasma Chemical Vapor Deposition of Amorphous Silicon Carbonitride (a-SiCN) Coatings Derived From Tris(dimethylamino)Silane. // Plasma Processes Polymers. 2011, Vol. 8, pp. 542-556.

# Синтез тонких пленок твердого электролита LiPON термическим испарением ортофосфата лития

Н.В. Гаврилов, А.С. Каменецких П.В. Третников, А.А. Ершов

Институт электрофизики УрО РАН (ИЭФ УрО РАН)  
620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 106, Россия  
E-mail: alx@ier.uran.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-208-216

Описан метод синтеза пленок фосфор-оксинитрида лития (LiPON) термическим испарением  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  в азотной плазме разряда низкого давления, обеспечивающий получение пленок с однородной микроструктурой и ионной проводимостью  $(1-2) \cdot 10^{-6}$  См/см со скоростью 0,5–1 мкм/ч. Приведены схема напылительной системы, параметры процесса синтеза пленок LiPON и результаты исследования структуры пленок и их свойств.

## Введение

Литий-проводящий твердый ионный электролит LiPON получают замещением части атомов кислорода в ортофосфате лития ( $\text{Li}_3\text{PO}_4$ ) атомами азота [1].

Тонкие пленки LiPON перспективны для создания полностью твердотельных литий-ионных батарей для питания микроминиатюрных устройств [2–4]. Несмотря на относительно невысокие значения ионной проводимости, которая при комнатной температуре составляет  $(1-3) \cdot 10^{-6}$  (Ом·см)<sup>-1</sup>, малая толщина пленки электролита (доли единицы мкм) позволяет минимизировать внутреннее сопротивление источника питания и увеличить его удельную мощность [5]. Наиболее распространенным методом синтеза пленок LiPON является ВЧ магнетронное распыление, однако из-за ограниченной величины предельно допустимой плотности мощности на поверхности распыляемой мишени скорость нанесения покрытий таким методом ограничена на уровне нескольких нм/мин [6]. Высокая скорость осаждения пленок LiPON (до 178 нм/мин) была получена методом электронно-лучевого испарения  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  с последующей транспортировкой паров лития в сверхзвуковой струе He+N<sub>2</sub> и осаждением паров в азотно-аргоновой плазме дугового разряда [7–9]. Однако, метод не получил распространения из-за сложности его реализации и относительно невысоких значений ионной проводимости пленок  $\sim 5 \cdot 10^{-7}$  (Ом·см)<sup>-1</sup>.

Анодным испарением  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  в азотной плазме дуги низкого давления были по-

лучены пленки LiPON с ионной проводимостью до  $1 \cdot 10^{-6}$  (Ом·см)<sup>-1</sup> при скорости осаждения до 4 нм/мин [10]. Проведенные исследования показали, что в процессе дугового анодного испарения  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  вследствие интенсивного взаимодействия пара и плотного потока электронов, нагревающих тигель, происходит разложение молекул  $\text{Li}_3\text{PO}_4$ , которое оказывает существенное влияние на процесс формирования и свойства осаждаемых пленок LiPON. Другими факторами, которые влияют на процесс роста пленок, их микроструктуру и свойства, являются высокая температура растущей пленки (до 300 °С), обусловленная тепловым излучением плазмы и раскаленного тигля, а также большая скорость конденсации паров.

К выявленным недостаткам метода анодного испарения можно отнести трудность стабилизации начальной стадии процесса испарения, так как интенсивное взаимодействие пара с плазмой вблизи поверхности  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  приводит к нерегулярным изменениям мощности нагрева тигля и скорости испарения вещества из тигля, а также невысокую степень воспроизводимости свойств пленок в серии опытов вследствие пространственной неоднородности и временной нестабильности параметров плазмы дуги в зоне осаждения пленок. Оказалось, что незначительное (~10%) изменение отношения плотности потоков пара и плазмы в зоне осаждения приводит к существенно (на порядок величины) различию в ионной проводимости близко расположенных образцов.

Отличительной особенностью пленок, полученных анодным испарением, является их зернистая структура [10]. Пленки состоят из плотно упакованных округлых глобул размером  $\sim 1$  мкм. Пленки, полученные электронно-лучевым испарением, также состояли из отдельных структурных элементов, размеры и форма которых менялись в зависимости от тока разряда, давления азота, величины напряжения смещения [4–6]. Напротив, пленки, полученные магнетронным распылением, имеют, как правило, однородную структуру, возникновение зернистой структуры наблюдалось при увеличении доли лития в пленках [11], при повышенном давлении азота в процессе осаждения пленок [12, 13], а также в результате взаимодействия пленок с атмосферой [14]. Несовершенство структуры пленок является одной из причин, ограничивающих достижение высоких значений ионной проводимости пленок.

В настоящей работе описана модификация электродной системы, направленная на снижение пространственной неоднородности плазмы и поддержание постоянства отношения плотностей потоков пара и плазмы в зоне осаждения пленок, а также стабилизацию процесса испарения и снижение степени разложения пара  $\text{Li}_3\text{PO}_4$ . Приведены параметры процесса осаждения и характеристики пленок LiPON.

### Методика эксперимента

Модифицированная электродная система устройства для осаждения тонких пленок LiPON испарением  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  в плазме разряда низкого давления в азоте приведена на рис.1. Изменения в электродной системе, по сравнению с [10], заключались в переходе к осесимметричной конфигурации электродов дугового разряда, применении автономного нагревателя тигля и секционированного анода с принудительным распределением тока по элементам анода. Дуговой разряд между самонакаливаемым полым катодом 1 и анодами 2 генерирует аргоновую плазму, которая используется для очистки поверхности подложек ионным распылением, или азотную плазму для насыщения растущей пленки азотом.

Нагрев тигля 3 до температур, при которых происходило испарение загруженного в тигель порошка  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  (массовая доля 99.5%) мог осуществляться как замыканием части тока основного разряда на тигель, так и во вспомогательном разряде между прямонакальным термоэмиссионным катодом 4 и тиглем 3. Локализация этого разряда в области тигля с помощью экранирующего электрода 5 исключает взаимодействие плазмы разряда с парами  $\text{Li}_3\text{PO}_4$ , что уменьшает степень их разложения. В экспериментах по изучению влияния степени диссоциации паров  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  на микроструктуру пленок использовался комбинированный нагрев с регулируемым соотношением токов основного и вспомогательного разрядов при постоянной мощности нагрева тигля.

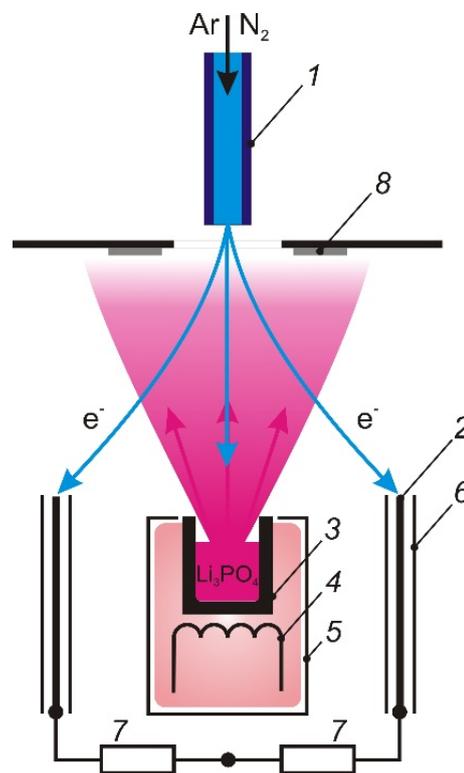


Рис.1. Электродная схема устройства для осаждения пленок LiPON. 1 – самонакаливаемый полый катод, 2 – аноды, 3 – тигель, 4 – термоэмиссионный катод, 5, 6 – экраны, 7 – резисторы, 8 – держатель образцов.

Осесимметричность электродной системы обеспечивает пространственную однородность плазмы в кольцевой зоне осаждения пленок. Секционированный анод 2 состоял из 4-х вольфрамовых стержней, установленных на расстоянии 7 см от оси разряда равноудаленно друг от друга.

Стержни ( $d = 2$  мм,  $l = 50$  мм) помещались внутрь цилиндрических экранов 6 и соединялись с анодом источника питания через резисторы 7 из хромоникелевого сплава Х20Н80 сопротивлением 1 Ом. Экранировка анодов и принудительное распределение тока по анодным секциям снижают вероятность возникновения азимутальной неоднородности плазмы в объеме вследствие образования и роста непроводящих пленок на поверхности анода вплоть до полного «исчезновения» анода.

После загрузки в тигель порошка  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  массой 0,8 г, установки подложек на держатель образцов 8 и достижения в рабочей камере с помощью турбомолекулярного насоса остаточного вакуума  $1 \cdot 10^{-3}$  Па проводилась ионная очистка поверхности подложек. Для этого через катодную полость подавался аргон ( $50 \text{ см}^3/\text{мин}$ ) и зажигался разряд между самонакаливаемым катодом и секционированным анодом 2 с током 10 А, прикладывалось отрицательное напряжение смещения держателя образцов ( $-500$  В, 50 кГц, 10 мкс) и в течение 10 мин проводилась обработка подложек ионами аргона при плотности тока  $3 \text{ mA}/\text{cm}^2$ .

Одновременно производился разогрев тигля до рабочей температуры, для чего нагревали прямонакальный проволочный катод и зажигали разряд между тиглем и катодом с током 6 А и напряжением 55–60 В. При расстоянии между тиглем и подложками 150 мм осаждение пленок со скоростями 0,2–0,3 мкм/ч обеспечивалось испарением порошка из твердой фазы. Более высокие скорости осаждения пленок ( $\sim 0,5$  мкм/ч) получались испарением из расплава  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  при мощности нагрева до 500 Вт. Нагрев тигля автономным разрядом позволил исключить фазу нестабильного испарения и неустойчивого горения разряда с полым катодом на этапе разогрева  $\text{Li}_3\text{PO}_4$ .

После завершения очистки подложек и достижения требуемой мощности нагрева тигля в камеру подавался азот ( $50\text{--}150 \text{ см}^3/\text{мин}$ ) и разряд с самонакаливаемым катодом переводился в импульсно-периодический режим горения (10–30 А, 10 мкс, 50 кГц), что позволяло минимизировать вероятность возникновения неустойчи-

востей, связанных с переходом дуги в режим горения с катодным пятном. Затем часть тока разряда с полым катодом переключали в цепь тигля и снижали на эту величину ток вспомогательного разряда. Таким образом при постоянной мощности нагрева регулировалась степень диссоциации паров, оказывающая определяющее влияние на ионную проводимость пленок LiPON. Для контроля скорости испарения и степени диссоциации паров  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  производились измерения амплитуды линии атомов лития (670 нм) в спектре излучения плазмы с использованием спектрометра “OceanOptics”HR4000.

Давление смеси газов ( $\text{Ar}+\text{N}_2$ ) регулировалось в диапазоне  $\sim 0,3\text{--}0,7$  Па. Пленки наносились на находящиеся под плавающим потенциалом полированные подложки из нержавеющей стали 12Х18Н10Т диаметром 20 мм. Продолжительность процесса осаждения пленок обычно составляла 2 ч, толщина пленок  $\sim 0,5\text{--}1$  мкм. Температура подложек в процессе нанесения составляла 270–300 °С. После осаждения пленок и остывания образцов они перемещались в установку с магнетронным распылителем, в которой на поверхность пленок наносились электропроводящие металлические контактные площадки.

Ионная проводимость пленок LiPON в полученных симметричных конденсаторных структурах измерялась методом электрохимической импедансной спектроскопии [15] с помощью потенциостата Р-45Х (Черноголовка, Россия). Амплитуда сигнала составляла 0.15 В, диапазон изменения частоты  $0.5\text{--}1 \cdot 10^6$  Гц. Циклическая вольтамперометрия и многоцикловые испытания конденсаторных структур «сталь/LiPON/сталь» с блокирующими электродами проводились в диапазоне напряжений 0–4 В и скоростей развертки потенциала 10 мВ/с – 1 В/с в Ar при комнатной температуре. Морфология поверхности пленок изучалась на оптическом (Olympus BX51TRF-5) и атомно-силовом (Ntegra Prima) микроскопах. Толщина пленок оценивалась гравиметрическим методом, а также методом абразивного шарового истирания на приборе Calotest.

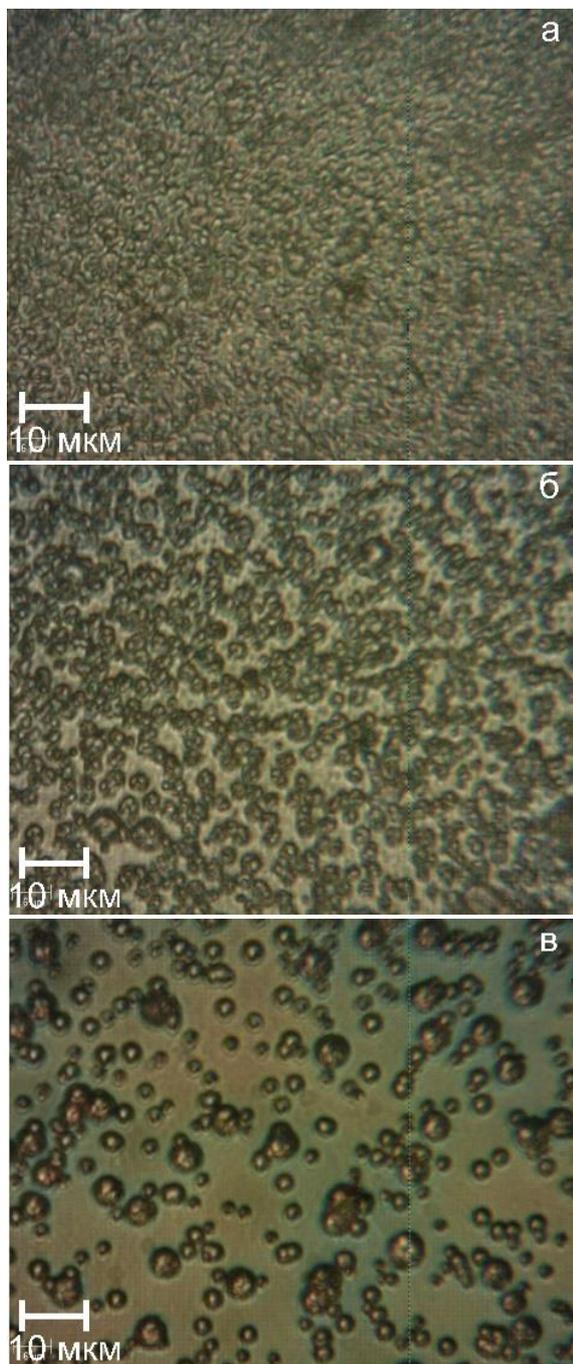


Рис.2. Изображения поверхности пленок LiPON, осажденных при токах разряда 10 (а), 15 (б), 20 А (в).

### Результаты эксперимента

На рис.2 показаны изображения поверхности пленок LiPON, полученных анодным испарением в сильноточной дуге. Пленки имеют зернистую структуру и состоят из глобул. Размеры глобул лежат в диапазоне значений  $\sim 0,5\text{--}8$  мкм, причем с увеличением тока разряда количество глобул на единичной поверхности уменьшается, а их размер возрастает. Если в покрытиях, полученных при токе разряда 10 А (рис.2а), глобулы образуют практически не-

прерывную структуру, то с увеличением тока до 20 А (рис.2в), площадь поверхности, занятой глобулами, уменьшается до 28 %. Из анализа изображений поверхности пленок, выполненного в программе ImageJ, следует, что распределение глобул по размерам не соответствует нормальному гауссову распределению (рис.3).

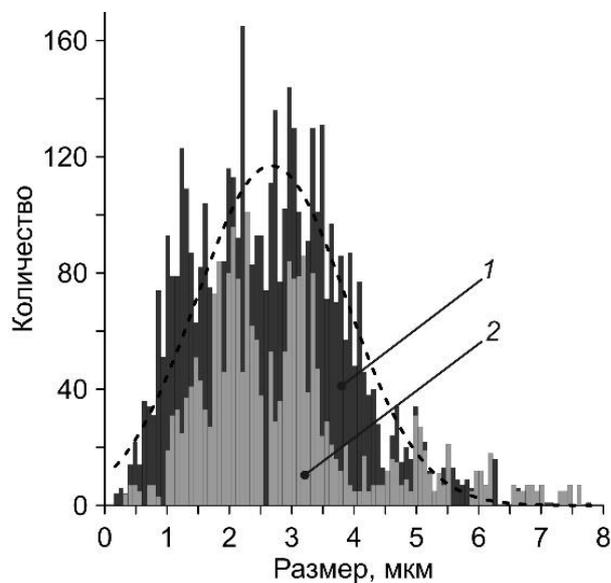


Рис.3. Распределения по размерам глобул на поверхности пленки LiPON, осажденной при токе разряда 15 (1) и 20 А (2). Штриховой линией показано нормальное гауссово распределение.

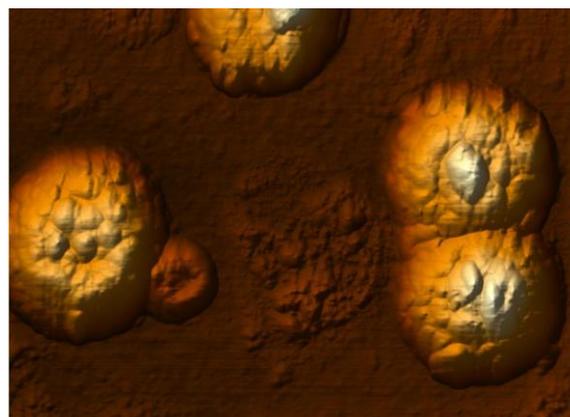


Рис.4. Изображение поверхности пленки, полученное методом атомно-силовой микроскопии. Размер изображения по горизонтали 10 мкм.

На рис.4 приведено изображение глобул, полученное методом атомно-силовой микроскопии в полуконтактном режиме. Морфология поверхности крупных глобул указывает на неоднородный по объему процесс их роста. Измерения, показали, что для глобул характерна более высокая, по сравнению с матрицей, поверхностная энергия.

Подобные вторичные включения на поверхности глобул наблюдали в работах [16, 17], их образование связывали с сегрегацией лития в пленках. Результаты анализа элементного состава матрицы пленки и включений энергодисперсионным методом показывают меньшее содержание P и N<sub>2</sub> (на 5,4 и 4,6 ат. %, соответственно) и повышенное содержание O<sub>2</sub> (на 7 ат. %) в глобулах, что указывает на образование вторичных соединений, отличных от LiPON. Уменьшение интенсивности взаимодействия пара с плазмой разряда и снижение степени разложения паров Li<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> при нагреве тигля в разряде с проволочным термокатодом позволило получить пленки с однородной микроструктурой без глобул (рис.5), однако такие пленки, как и полученные в [7], обладали низкой ионной проводимостью.



Рис.5. Изображение поверхности пленки с однородной микроструктурой

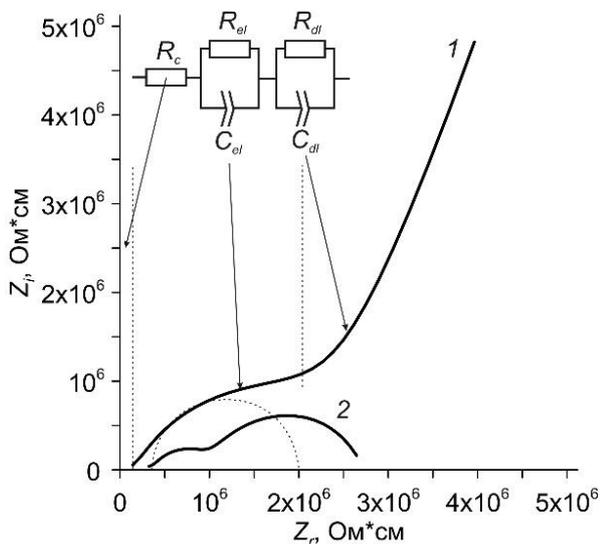


Рис.6. Диаграммы Найквиста пленок LiPON.

Вид диаграмм Найквиста для пленок LiPON зависит от условий их осаждения и может содержать одну или две полуокружности и линейный участок в области низких частот (рис.6). Для анализа диаграмм использовалась эквивалентная схема, включающая  $R_c$  – сопротивление контактов;  $CPE_{el}$  и  $CPE_{dl}$  – элементы постоянной фазы, характеризующие электрическую емкость пленки ( $el$ ) и двойного слоя ( $dl$ ), который возникает на границе пленки и подложки (интерфейс);  $R_{el}$ ,  $R_{dl}$  – электрическое сопротивление электролита и области интерфейса. Полуокружность в области высоких частот, обусловленная импедансом пленки LiPON, используется для расчета её ионной проводимости. Наличие линейного участка в области низких частот свидетельствует о формировании двойного слоя и в модельной системе описывается  $R_{dl}C_{dl}$  ячейкой с высоким значением  $R_{dl}$  (для диаграммы 1  $R_{dl}$  более  $10^8 \text{ Ом}$ ). Появление второй полуокружности в спектре импеданса (кривая 2) вместо прямой линии указывает на существенное снижение  $R_{dl}$ . Диаграмма в виде одной полуокружности без прямой линии в области низких частот свидетельствует о значительной электронной проводимости пленок. Измеренные значения ионной проводимости полученных в экспериментах пленок LiPON находились в диапазоне  $(1-20) \cdot 10^{-7} \text{ См/см}$ .

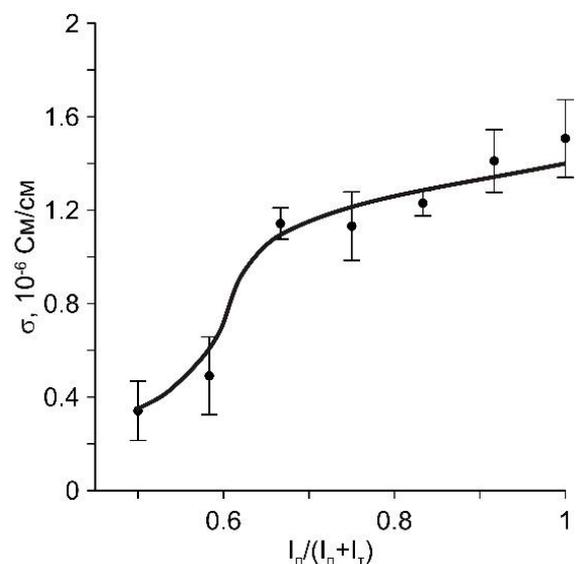


Рис.7. Зависимость ионной проводимости пленок LiPON от доли тока разряда с полым катодом в цепи тигля.

Достигнутая в результате усовершенствования электродной структуры стабилизация условий испарения и параметров разряда, однородность плазмы в зоне осаждения пленок, регулируемая степень разложения паров создали условия для получения партии образцов с близкими параметрами пленок за цикл осаждения и обеспечили воспроизводимость параметров пленок от цикла к циклу. Это позволило получить статистически значимые результаты, описывающие зависимости параметров пленок от условий эксперимента, и оптимизировать условия синтеза пленок. На рис.7 показана зависимость величины ионной проводимости пленок от соотношения токов разрядов с полым ( $I_{II}$ ) и проволочным катодом в цепи тигля ( $I_T$ ) при постоянной мощности нагрева тигля (360 Вт) и токе в цепи секционированного анода, равном 10 А. Увеличение степени ионизации паров приводит к увеличению ионной проводимости пленок LiPON.

Изготовленные конденсаторные структуры «сталь/LiPON/сталь» были испытаны в режиме циклической развертки потенциала при различных скоростях развертки. Результаты измерений этим методом позволяют рассчитать емкость двойного слоя и оценить стабильность электролита [19]. Форма циклических вольтамперограмм (ЦВА) зависит от соотношения ёмкостных и резистивных свойств конденсаторной структуры [20]. Для идеальной ёмкостной структуры ЦВА представляет собой симметричный относительно оси напряжения прямоугольник, скругление углов которого с увеличением скорости сканирования потенциала обусловлено ограниченной скоростью транспортировки ионов в объеме электролита. В другом крайнем случае, когда доминирующим свойством структуры является сопротивление, ЦВА представляет собой прямую линию. На рис.8 приведено семейство ЦВА, полученных для структуры «сталь/LiPON/сталь» в диапазоне изменения межэлектродного напряжения  $U = 1-3$  В и скорости развертки потенциала  $V = 0,5-1$  В/С, толщина пленки LiPON в которой составляла 0,5 мкм, величина ионной проводимости  $\sim 2 \cdot 10^{-6}$  См/см.

На рис.9 приведена рассчитанная по данным рис.8 зависимость удельной емкости конденсаторной структуры ( $C$ ) от скорости развертки  $V$ . Расчет проводился с использованием соотношения [19]:

$$C = \frac{1}{2UVS} \int I(U) dU,$$

где:  $I$  – ток зарядки-разрядки емкости,  $S$  – площадь поверхности контактов ( $S = 2$  см<sup>2</sup>). С ростом  $V$  емкость конденсатора снижается.

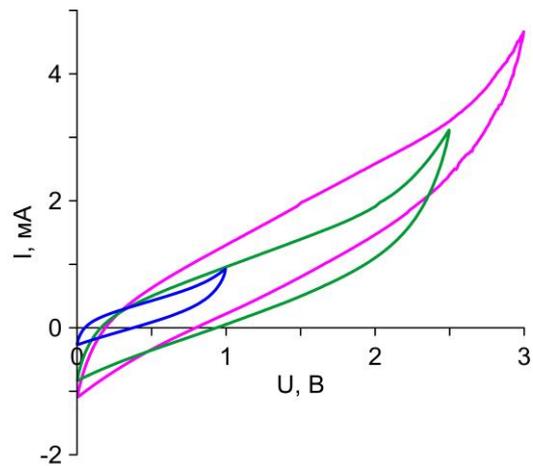


Рис.8. Вольтамперограммы, полученные для структуры «сталь/LiPON/сталь». Скорости развертки потенциала 1 В/с.

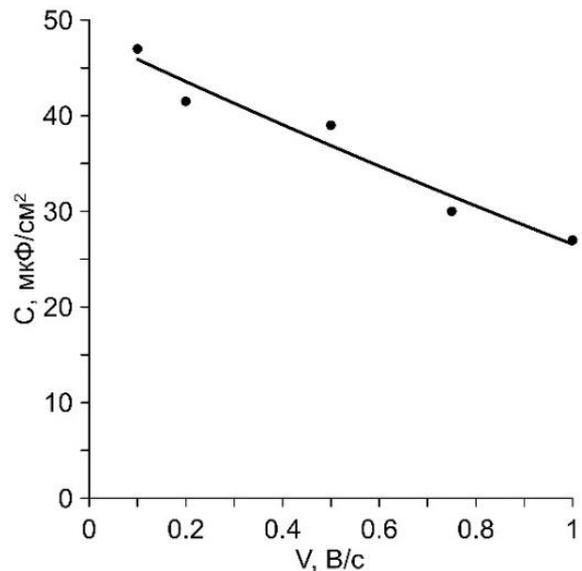


Рис.9. Зависимость удельной емкости структуры «сталь/LiPON/сталь» от скорости развертки потенциала.

Многоцикловые испытания структуры «сталь/LiPON/сталь» проводились в аргоне.

В результате испытаний при скорости развертки потенциала 1 В/с в диапазоне значений 0–1 В за  $10^4$  циклов емкость структуры снизилась примерно на 20 % (рис.10), ионная проводимость при этом уменьшилась в 3 раза (рис.11). При увеличении диапазона напряжений свыше 2,5 В уже после 400 циклов структура деградировала, в результате чего значительно снизилась величина  $R_{dl}$  (см. эквивалентную схему на рис.6) и появилась вторая полуокружность в низкочастотной части спектра импеданса (рис.11 кривая 4), при этом ионная проводимость пленки LiPON существенно не изменилась.

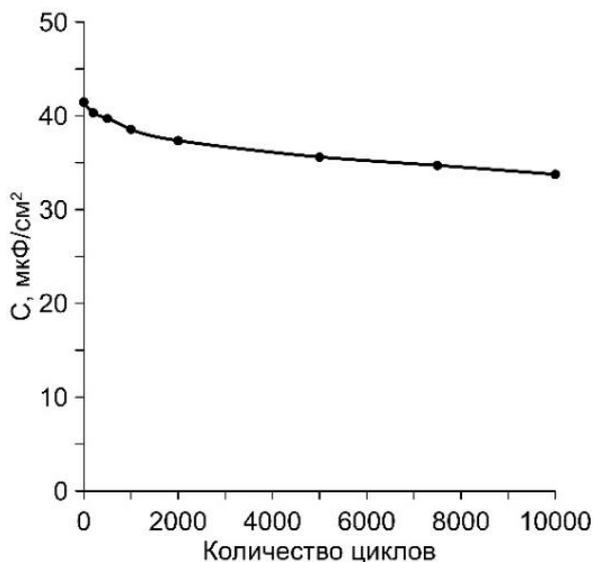


Рис.10. Зависимость удельной емкости структуры «сталь/LiPON/сталь» от количества циклов испытаний. Скорость развертки потенциала 1 В/с. Диапазон изменения потенциала 0-1 В.

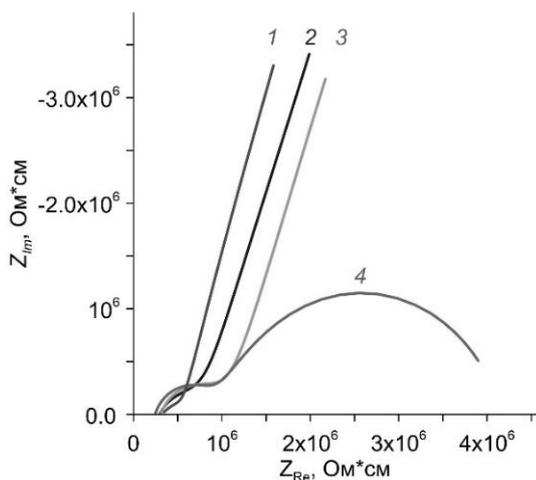


Рис.11. Диаграммы Найквиста пленки LiPON после осаждения (1); после 5000 (2);  $10^4$  (3); 400 (4) циклов испытаний в диапазоне потенциалов 1 (2, 3); 2,5 В (4)

## Обсуждение

Метод получения пленок LiPON термическим испарением  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  в азотной плазме привлекает возможностью реализации высоких скоростей испарения и конденсации паров. Анодное испарение  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  в сильноточной дуге сопровождается интенсивной диссоциацией паров  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  в плазме, а конденсация паров происходит в условиях воздействия плотной неравновесной плазмы на растущую поверхность пленок. Существенное влияние параметров плазмы на свойства пленок LiPON, наносимых магнетронным распылением, было ранее показано в работе [21]. Было установлено, что образцы, полученные вне активной зоны магнетронного разряда, обладают более высокой ионной проводимостью.

Эксперименты с комбинированным нагревом тигля показали, что для создания ионной проводимости пленок необходимо поддерживать определенную степень диссоциации паров  $\text{Li}_3\text{PO}_4$  в плазме. Появление ионной проводимости коррелировало с образованием в пленках зеренной структуры.

В работе [19], посвященной исследованию свойств структуры «Pt/LiPON/Pt», была экспериментально подтверждена исключительная циклическая способность и высокая надежность двойнослойных конденсаторных структур с блокирующими металлическими электродами, обусловленная быстрой, обратимой и неразрушающей адсорбцией носителей заряда на поверхности раздела электролит/электрод. Удельная емкость образцов, полученных в наших исследованиях структуры «сталь/LiPON/сталь», оказалась близка к приведенным в [19] значениям, однако высокая циклическая стойкость была показана только в достаточно узком окне напряжений (0-1 В).

Причины деградации конденсаторной структуры «Ti/LiPON/Ti» в результате циклических испытаний исследовались в [21]. Было показано, что появление второй полуокружности в диаграммах Найквиста обусловлено изменением состава пленки LiPON в слое на границе с электродами. Измененный слой формировался только в пленках с повышенной ионной проводимостью, обусловленной высокой подвижностью ионов

лития, причем слой возникал и в структуре «Pt/LiPON/Pt», тогда как в работе [15] этот эффект не наблюдался.

Процессы на границе между твердым электролитом и электродами, приводящие к низкой циклической стабильности полностью твердотельных электрохимических батарей, рассмотрены в [22, 23]. Проблема формирования интерфейса критически важна и для двойнослойных конденсаторов, поскольку даже электроды из благородных металлов не являются полностью блокирующими. Электрохимическое окисление, которое может протекать на границе Ag/LiPON при достижении величины межэлектродного напряжения, соответствующей окислительно-восстановительному потенциалу материала электрода (3,7 В для Ag/Ag<sup>+</sup> по отношению к Li/Li<sup>+</sup>), и дальнейшее взаимодействие ионов Ag<sup>+</sup> с электролитом приводит к образованию реакционного слоя с повышенным электрическим сопротивлением [24].

Соединения Li-Pt, формирующиеся в структуре Pt/LiPON, приводят не только к возникновению токов утечки и нарушению двойного слоя, [25], но и к механическому разрушению пленки [18]. Такое разрушение, сопровождающееся ростом куполообразных включений, авторы [18] наблюдали *in situ* в испытаниях конденсаторной ячейки при плотности тока до 1 мА/см<sup>2</sup> и объясняли локальным повышением концентрации Li и усилением его диффузии в направлении поверхности пленки. Подобный эффект наблюдается в наших экспериментах, однако, в отличие от [18], формирование глобул происходит уже в процессе осаждения пленки LiPON при условии, что пары Li<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> интенсивно диссоциируют в плазме разряда.

Таким образом, образование свободных атомов Li в результате разложения паров Li<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> в плазме обеспечивает появление ионной проводимости в осаждаемых пленках и, одновременно, является причиной формирования зеренной структуры пленок, которая снижает многоцикловую стабильность пленок LiPON, получаемых методом термического испарения в дуге низкого давления.

## Заключение

Модернизация электродной системы для синтеза пленок LiPON термическим испарением Li<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> в азотной плазме обеспечила стабильное испарение Li<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, снижение неоднородности плазмы и регулировку степени разложения паров.

Получены плотные тонкие пленки твердого электролита LiPON толщиной 0,5–1 мкм, ионная проводимость которых достигает 2·10<sup>-6</sup> См/см при скорости осаждения пленок 4–8 нм/мин.

Методом циклической вольтамперометрии оценена удельная емкость структуры «сталь/LiPON/сталь», которая составила ~47 мкФ/см<sup>2</sup> при скорости развертки потенциала 0,1 В/с для пленки LiPON толщиной 0,5 мкм с ионной проводимостью 1·10<sup>-6</sup> См/см.

Работа была выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (проект № 075-15-2021-1348) в рамках мероприятия № 3.1.9).

## Литература

- [1] Bates J. B., Dudney N. J., Gruzalski et al // *Solid State Ionics*, 1992, v. 647, p.53-56.
- [2] L. Li, S. Liu, et al // *Materials Letters*, 2018, v.216, p. 135-138.
- [3] J. K. Young, S. Yoon // *Ceramics International*, 2022, v.48, p.10372-10390.
- [4] S. Kanazawa, T. Baba, K. Yoneda et al. // *Thin Solid Films*, 2020, v. 697, p. 137840.
- [5] S. Nowak, F. Berkemeier, G. Schmitz. // *J. Power Sources*, 2015, v. 275, p. 144-150.
- [6] C.H. Choi, W. I. Cho, B.W. Cho et al // *Electrochem. Solid State Lett.*, 2002, v.5, A14.
- [7] Y.G. Kim, H.N.G. Wadley // *J. Vac. Sci. Technol. A*, 2008, v. 26, p. 174.
- [8] Y.G. Kim, H.N.G. Wadley // *J. Power Sources*, 2009, v. 187, p. 591.
- [9] Y.G. Kim, H.N.G. Wadley // *J. Power Sources*, 2011, v. 196, p. 1371.
- [10] N.V. Gavrilov, A.S. Kamenetskikh, P.V. Tretnikov et al. // *Membranes*, 2022, v. 12(1), p. 40.

- [11] N. Suzuki, T. Inaba, T. Shiga // *Thin Solid Films*, 2012, v. 520, p. 1821–1825.
- [12] A.S. Christiansen, E. Stamate, K. Thyden et al. // *J. Power Sources*, 2015, v.273, p. 863-872.
- [13] H.Y. Park, S.C. Nam, Y.C. Lim et al // *J. Electroceram.*, 2006, v. 17, p. 1023–1030.
- [14] D.J. Yuna, S. Limb, J.Y. Wona et al // *J. Power Sources*, 2018, v. 399, p. 231–237.
- [15] Impedance Spectroscopy. Theory, Experiment and Applications. // Ed. E. Barsoukov, J. Ross Macdonald. N.Y., Wiley. 2005
- [16] C.S. Nimisha, G.M. Rao, N. Muni-chandraiah et al // *Solid State Ion.*, 2011, v. 185, p. 47–51.
- [17] H. Xia, H.L. Wang, W. Xia et al // *Int. J. Surf. Sci. Eng.*, 2009, v. 3, p.23–43.
- [18] M. Motoyama, M. Ejiri, T. Yamamoto et al // *J. Electrochemical Society*, 2018, v. 165(7), p. A1338-A1347.
- [19] V. Sallaz, S. Oukassi, F. Voiron et al // *J. Power Sources*, 2020, v. 451, p. 227786.
- [20] D.Yu. Gryzlov, T.L. Kulova, A.M. Skundin // *Electrochemical Energetics*, 2019, v. 19, p. 141–147.
- [21] L.L. Van-Jodin, A. Claudel, C. Secouard et al // *Electrochimica Acta*, 2018, v.259, p.742-751.
- [22] K. Nie, Y. Hong, J. Qiu et al // *Frontiers in Chemistry*, 2018, v. 6, A. 616.
- [23] Y. Chen, K. Wen, T. Chen et al // *Energy Storage Materials*, 2020, v. 31, p. 401–433.
- [24] W.Y. Liu, Z.W. Fu, Q.Z. Qin // *J. Electrochemical Society*, 2008, v. 155, p. A8-A13.
- [25] K. Okita, K. Ikeda, H. Sano et al // *J. Power Sources*, 2011, v. 196, p. 2135–2142.

# Получение $Gd_2O_3$ покрытий реакционным анодным испарением в дуге низкого давления

А.С. Каменецких, Н.В. Гаврилов, А.В. Чукин

Институт электрофизики УрО РАН (ИЭФ УрО РАН)  
620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 106, Россия  
E-mail: alx@ier.uran.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-217-223

Реакционным анодным испарением Gd в дуге низкого давления с самонакаливаемым полым катодом получены  $Gd_2O_3$  покрытия со скоростью  $\sim 1,6$  мкм/ч. Исследован состав газо-металлической (Ar/O<sub>2</sub>-Gd) плазмы и структурно-фазовое состояние  $Gd_2O_3$  покрытий, осаждавшихся в диапазоне температур 150–600 °С. Показано, что в условиях анодного испарения в дуге достигается степень ионизации Gd  $\sim 90\%$  и степень диссоциации O<sub>2</sub>  $\sim 13\%$ , что позволяет получать однофазные (кубические) покрытия  $Gd_2O_3$  толщиной  $\sim 1$  мкм с низким уровнем внутренних напряжений ( $\sim 0,1$  ГПа) при температуре 150 °С.

## Введение

Оксид гадолиния ( $Gd_2O_3$ ) характеризуется большими значениями ширины запрещенной зоны ( $\sim 5,2$  эВ) и диэлектрической константы ( $\sim 16$ ) [1], прозрачностью в диапазоне длин волн 0,19–16 мкм [2], высокой термической и химической стабильностью. Благодаря такому комплексу свойств покрытия из  $Gd_2O_3$  востребованы в микроэлектронике и оптике [3]. Тонкие (менее 1 мкм) пленки  $Gd_2O_3$  получают низкоскоростными (менее 100 нм/ч) методами магнетронного распыления [4], молекулярно-пучковой эпитаксии [5], электролитического осаждения [6]. Растёт интерес к толстым (до 10 мкм)  $Gd_2O_3$  покрытиям, которые позволяют, например, значительно повысить чувствительность нейтронных детекторов [7]. Вместе с тем количество работ, посвященных высокоскоростному получению толстых  $Gd_2O_3$  покрытий весьма ограничено (например, [8, 9]).

Сложность получения толстых покрытий обусловлена полиморфизмом  $Gd_2O_3$  [10], усугубляющим проблему роста внутренних напряжений в покрытиях и снижения их адгезионной прочности с увеличением толщины. Покрытия могут состоять из кубической [11], моноклинной [12], гексагональной [13] фаз и их смеси [14], причем с ростом толщины наблюдается фазовая трансформация [15]. Значительная разница молярных объемов фаз ( $\sim 8\%$  между кубической и моноклинной фазами) неизбежно приводит к разрушению толстого покрытия

[14]. Стабилизация высокотемпературных моноклинной и гексагональной фаз путем повышения рабочей температуры до 600 °С и более [10] не всегда допустима из-за ограниченной термической стабильности подложки и высокого уровня термостимулированных напряжений в покрытиях, обусловленного существенным тепловым расширением  $Gd_2O_3$  ( $KTR \sim 15,5 \cdot 10^{-6} \text{ C}^{-1}$  [16]).

По имеющимся у авторов данным, единственный высокоскоростной метод, применявшийся для нанесения толстых  $Gd_2O_3$  покрытий, это электронно-лучевое испарение [14]. Метод обеспечивал скорость роста покрытий  $\sim 4$  мкм/ч, однако в широком диапазоне изменения температуры подложек (250–650 °С) не позволял получать однофазные кубические покрытия толщиной более 0,5 мкм. В настоящей работе исследованы условия высокоскоростного ( $\sim 2$  мкм/ч) нанесения покрытий из  $Gd_2O_3$  альтернативным методом, основанном на реакционном анодном испарении в дуге низкого давления [17].

В работе представлены результаты исследований состава газометаллической Ar/O<sub>2</sub>-Gd плазмы разряда и структурно-фазового состояния покрытий, полученных в диапазоне температур 150–600 °С.

## Эксперимент

Схема устройства для нанесения покрытий показана на рис.1. Разряд с током до 30 А поддерживался между самонакаливаемым полым катодом  $I$  с внутренним диа-

метром 12 мм и анодом-тиглем 2 (далее тигель), изготовленным из тантала. Расстояние между катодом и тиглем составляло 20 см. Тигель с внутренним диаметром 13 мм был помещен в водоохлаждаемый корпус и заполнялся порошком Gd (чистота 99,99 %). Плотность мощности на тигле (более  $0,5 \text{ кВт/см}^2$ ), необходимая для испарения Gd, достигалась сжатием электронного потока магнитным полем короткого соленоида 3 [18]. Максимальная величина индукции магнитного поля составляла 20 мТл. Диаметр жидкой ванны на поверхности испаряемого металла в таких условиях не превышает 5 мм [19]. Охлаждение тигля исключает появление примеси материала тигля в потоке испаренных частиц.

Вблизи полого катода был установлен дополнительный короткий соленоид 4. При встречном включении соленоидов 3 и 4 создается остроугольная конфигурация магнитного поля в разрядном промежутке, что обеспечивает увеличение частоты плазменных процессов с участием электронов и повышение концентрации плазмы [17].

Состав плазмы исследовали методом оптической эмиссионной спектроскопии. Спектр излучения плазмы в диапазоне длин волн 190–1100 нм регистрировали оптоволоконным спектрометром HR2000 (Ocean Optics) в приосевой области газоразрядной системы на расстоянии 40 мм от тигля. Время экспозиции составляло 25 мс, при необходимости улучшения точности определения интенсивностей линий металлических компонент его увеличивали до 1000 мс.

Покрывают наносили на кварцевые подложки, очищенные в ультразвуковой ванне в растворе ацетона. Подложки устанавливали на держателе 5, расположенном на расстоянии 6 см от оси газоразрядной системы. Угол между осью и нормалью к поверхности подложек составлял  $45^\circ$ . Температура образцов в процессе осаждения покрытия регулировалась в диапазоне 150–600 °С радиационным нагревателем 6, установленным с тыльной стороны образцов.

Ag напускали через полый катод 1 со скоростью  $30 \text{ см}^3/\text{мин}$ ,  $\text{O}_2$  ( $10 \text{ см}^3/\text{мин}$ ) – в прианодную область разряда. Давление газов составляло  $\sim 2 \cdot 10^{-3} \text{ Торр}$ .

Анализ фазового состава покрытий проводили на рентгеновском дифрактометре XRD-7000 (Shimadzu) в излучении Cu-K $\alpha$  с графитовым монохроматором на вторичном пучке. Съемка проводилась в диапазоне углов дифракции 15–107 градусов по  $2\theta$ , с шагом сканирования  $0,05^\circ$  и временем на один шаг 5 с. Размер кристаллитов и величину микронапряжений определяли методом полнопрофильного анализа Ритвельда. Толщину покрытий измеряли методом абразивного шарового истирания на приборе Calotest (CSM Instrument) с точностью  $\pm 50 \text{ нм}$ . Среднее значение внутренних напряжений в покрытиях вычислялось из уравнения Стони [20] по величине радиуса кривизны тонкой металлической подложки, деформированной под действием внутренних напряжений в покрытии.

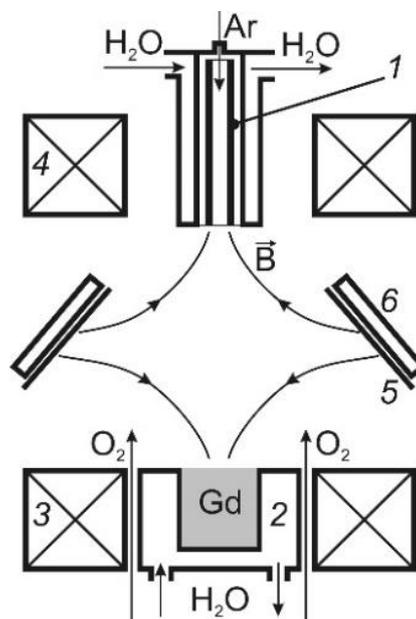


Рис.1. Схема устройства для нанесения покрытий: 1 – самонакаливаемый полый катод, 2 – анод-тигель, 3, 4 – соленоиды, 5 – держатель образцов, 6 – нагреватель.

### Результаты эксперимента

На рис.2 приведен типичный спектр оптической эмиссии плазмы, полученный при токе разряда 30 А, токе магнитной катушки 20 А, давлении газовой смеси  $2 \cdot 10^{-3} \text{ Торр}$  и времени экспозиции 100 мс. Наибольшую интенсивность имеют линии нейтралов AgI (811; 763; 750 нм) и OI (777; 844 нм). Интенсивность линий атомарных ионов OII (876-878 нм) на несколько порядков величины ниже, линии молекулярного

кислорода в спектрах не наблюдаются. Степень диссоциации кислорода оценивали из соотношения интенсивностей линий оптической эмиссии I777 OI (777нм) и I750 ArI (750 нм) [21]:

$$\frac{I_{777}}{I_{750}} = \frac{h\nu_{777} A_{ij}^{5P} \sum A_{ij}^{2P_1} k_e^{5P} n_O + k_{de}^{5P} n_{O_2}}{h\nu_{750} A_{ij}^{3P_1} \sum A_{ij}^{5P} + k_Q^{5P} n_{O_2}} \frac{k_e^{5P} n_O + k_{de}^{5P} n_{O_2}}{k_e^{2P_1} n_{Ar}}$$

где  $n_o$  и  $n_{O_2}$  - концентрации атомарного и молекулярного кислорода,  $h\nu_x$  - энергия фотона с длиной волны  $x$ ,  $A_{ij}$  - вероятность спонтанного перехода между уровнями  $i$  и  $j$ ,  $\sum A_{ij}^Y$  - сумма вероятностей всех процессов тушения с возбужденного уровня  $Y$ ,  $k_e, de, Q$  - константы реакций возбуждения прямым электронным ударом, диссоциативного возбуждения и тушения с участием молекулярного кислорода,  $n_{Ar}$  - концентрация Ar. При увеличении тока разряда от 10 до 30 А степень диссоциации кислорода возрастает от  $\sim 0,067$  до  $0,13$  (рис.3).

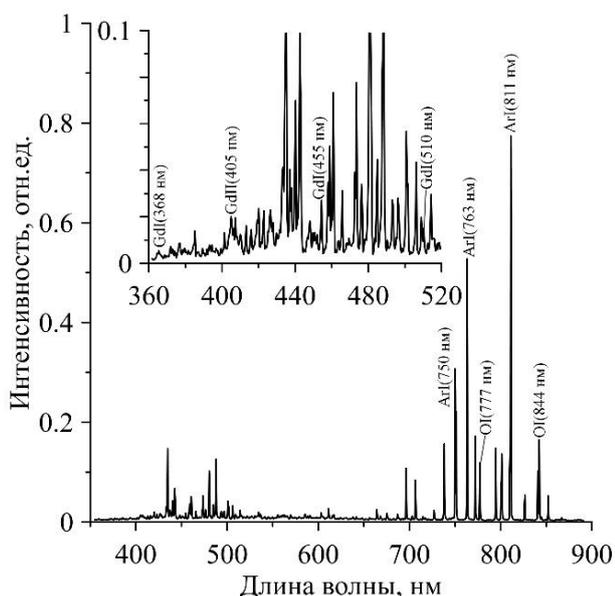


Рис.2. Спектр оптической эмиссии плазмы. Ток разряда 30 А, ток соленоида 3 20 А, давления газовой смеси  $2 \cdot 10^{-3}$ Торр, времени экспозиции 100 мс.

В спектрах оптической эмиссии плазмы присутствуют линии металла в нейтральном GdI (368,5; 455; 510 нм) и ионизованном состоянии GdII (405 нм). Полученная экспериментально зависимость интенсивности линии GdI (510 нм) от тока разряда (рис.4) согласуется с функцией давления металлического пара  $P$  от температуры  $T$  [22]:

$$\lg P = A + B/T + C/T + D \lg T$$

Согласно расчетам, выполненным с использованием определенных для Gd констант  $A, B, C, D$  [22], давление пара достигает  $1 \cdot 10^{-3}$  Торр при токе разряда 25 А, поверхность расплава при этом разогрета до  $\sim 1500$  К. Степень ионизации металлического пара, оценённая из соотношения интенсивностей линий: GdII (405 нм) и GdI (510 нм), существенно не изменяется в диапазоне тока разряда 10-30 А и составляет  $\sim 0,93$  (рис.4).

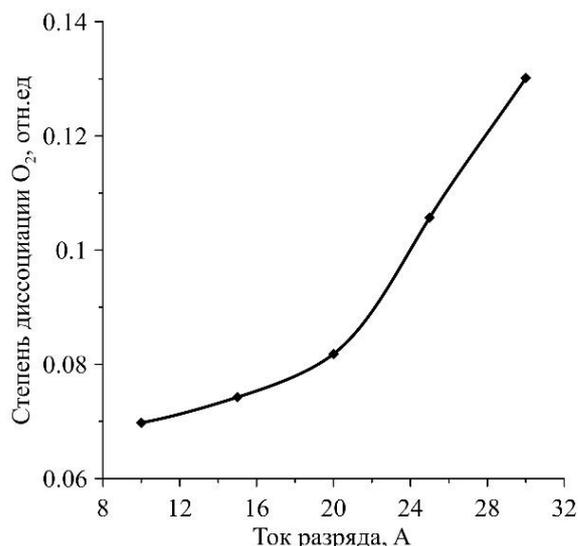


Рис.3. Зависимость степени диссоциации  $O_2$  от тока разряда.

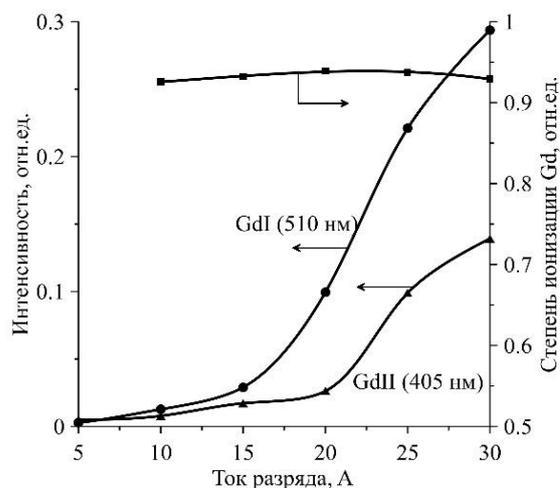


Рис.4. Зависимости интенсивностей линий и степени ионизации Gd от тока разряда.

Увеличение индукции магнитного поля у поверхности тигля при изменении тока магнитной катушки от 0 до 20 А сопровождается снижением степени ионизации Gd на

0,04 (рис.5). Такой характер изменения обусловлен быстрым ростом давления паров с увеличением плотности мощности на поверхности анода-тигля при сжатии электронного потока магнитным полем. Частота ионизации  $\nu_i$ , величина которой зависит от давления пара и энергии электронов  $E_e$  ( $\nu_i \sim n_{Gd} \sigma_i(E_e) E_e^{1/2}$ , где  $n_{Gd}$  – концентрация Gd,  $\sigma_i(E_e)$  – сечение ионизации электронным ударом), возрастает медленнее, поскольку в условиях эксперимента с ростом напряженности магнитного поля снижается величина анодного падения потенциала и, соответственно, энергия электронов [19].

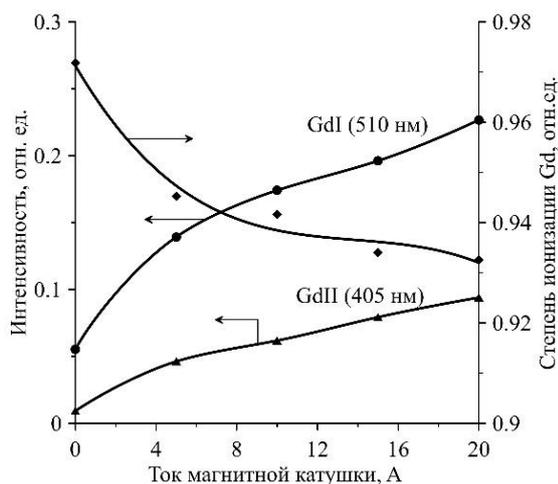


Рис.5. Зависимости интенсивностей линий и степени ионизации Gd от тока магнитной катушки.

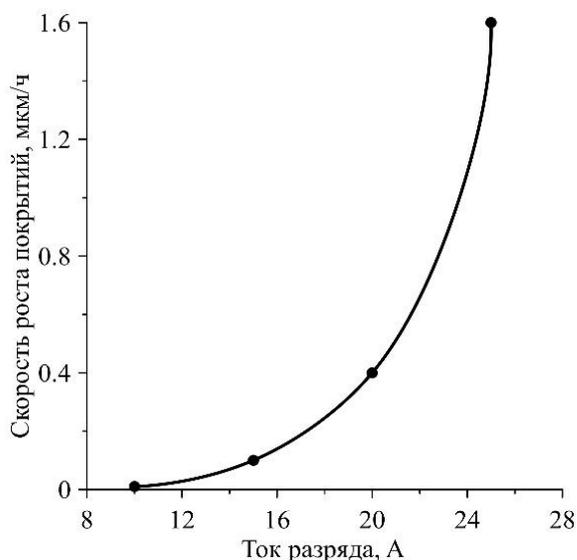


Рис.6. Зависимость скорости роста покрытия от тока разряда.

Увеличение плотности потока электронов на поверхности анода-тигля сопровождается увеличением скорости роста по-

крытий, величина которой достигает 1,6 мкм/ч при токе разряда 25 А (рис.6). При увеличении тока магнитной катушки от 6 до 20 А скорость роста повышалась в 1,6 раза.

Дифрактограммы покрытий, полученных при различной температуре подложки, приведены на рис.7. При 150 °С формируются однофазные кубические покрытия  $Gd_2O_3$ . Покрытия толщиной 100 нм характеризуются преимущественной ориентацией (222) ( $2\theta \sim 28,6^\circ$ ) и размером кристаллитов 15 нм. Увеличение толщины покрытий до 1 мкм сопровождается значительным усилением текстуры (440) ( $2\theta \sim 47,5^\circ$ ) и ростом размера кристаллитов до 20 нм.

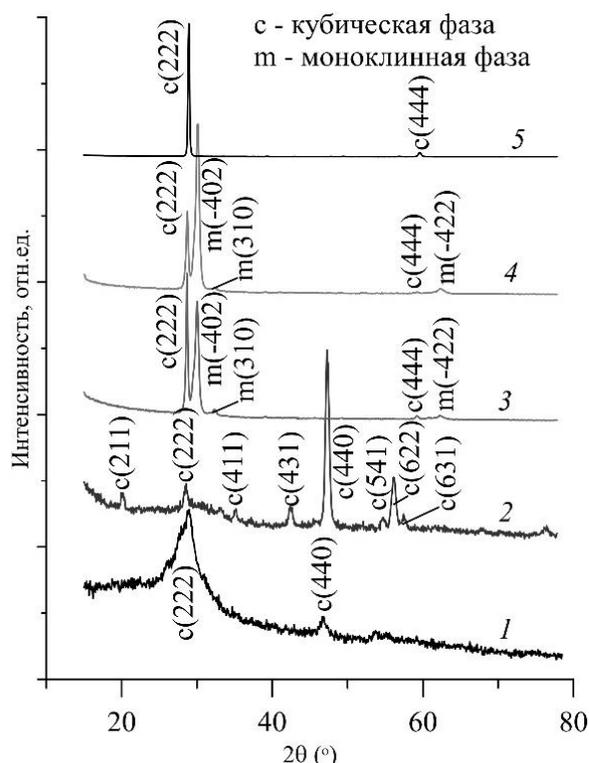


Рис.7. Дифрактограммы  $Gd_2O_3$  покрытий, полученных при температурах 150 (1), 450 (2), 500 (3), 500 (4), 600 °С (5). Толщина покрытий: 1 – 0,1; 2 – 5 – 1 мкм. Ток разряда 20 А.

Уровень внутренних напряжений в таких покрытиях не превышал 0,1 ГПа. С увеличением температуры до 450 °С преимущественная ориентация кристаллитов кубической фазы меняется на (222), на дифрактограмме появляется пик моноклинной фазы  $2\theta \sim 29,6^\circ$  (401). Повышение температуры до 500 °С приводит к увеличению концентрации моноклинной фазы. При дальнейшем росте температуры до 600 °С фор-

мируются покрытия с основной кубической фазой, средний размер кристаллитов которой достигает 60 нм. Максимальный уровень внутренних напряжений в покрытиях, содержащих моноклинную фазу, составил ~ 2 ГПа.

### Обсуждение

Известно, что кубическая фаза  $Gd_2O_3$  термодинамически устойчива при температурах до 1000 °С [1]. В равновесных условиях фактором, определяющим характер роста фазы, является минимизация поверхностной энергии. Низкотемпературная (менее 200 °С) трансформация кубической фазы в моноклинную происходит в условиях доминирования энергии деформации над поверхностной энергией вследствие роста внутренних напряжений, обусловленного ростом толщины покрытий или интенсивности ионного сопровождения процесса нанесения покрытий. Для покрытий, осаждаемых в условиях эпитаксиального роста, критическое значение толщины, при которой происходит переход в моноклинную фазу, составляет 8,2 нм [15]. В работах, посвященных получению покрытий методом электронно-лучевого испарения [8, 9], сообщается, что переход кубической в моноклинную фазу наблюдается при достижении толщины покрытия 0,5 мкм. Особенность покрытий, полученных в настоящей работе при пониженной температуре (150 °С), заключается в том, что с ростом толщины более 1 мкм в них сохраняется кубическая фаза с низким уровнем внутренних напряжений (менее 0,1 ГПа), а трансформация в моноклинную фазу не происходит.

Стоит отметить, что в работах [8, 9] формирование кубической фазы при пониженной температуре наблюдалось только при потоках кислорода 200 см<sup>3</sup>/мин, при более низких потоках были получены поликристаллические покрытия с доминирующей моноклинной фазой. В настоящей работе рост кубической фазы происходит при потоках кислорода меньших на порядок величины, что может быть связано с более высокой степенью диссоциации газа. Известно, что увеличение степени диссоциации молекулярных газов способствует сни-

жению величины их парциального давления, необходимого для образования стехиометрических соединений. В условиях нашего эксперимента степень диссоциации кислорода достигает 13 %. Авторам не удалось найти в литературе данных о концентрации атомарного кислорода в условиях нанесения покрытий электронно-лучевым испарением [8, 9] для сравнительного анализа. Однако, в ряде работ отмечается существенное влияние степени диссоциации кислорода на структурно-фазовое состояние оксидных покрытий. В [23] показано, что активация  $Ag/O_2$  смеси широким пучком низкоэнергетических электронов позволяет реализовать металлический режим магнетронного распыления Mn-Co мишеней при пониженном парциальном давлении  $O_2$  и получить при этом однофазные стехиометрические покрытия из  $(Mn,Co)_3O_4$  шпинели с повышенной скоростью (~1 мкм/ч). Значительное увеличение степени диссоциации (~30 %), достигаемое в устройстве реакционного нанесения покрытий анодным дуговым испарением, способствует снижению температуры формирования  $\alpha$ -фазы в  $Al_2O_3$  покрытиях до ~600 °С [17], тогда как в равновесных условиях синтез этой фазы происходит при температуре более 1000 °С [24].

Другая особенность толстых однофазных кубических  $Gd_2O_3$  покрытий, полученных при пониженной температуре, заключается в преимущественной ориентации кристаллитов (440). Тонкие (~100 нм) покрытия имеют типичную для кубической фазы текстуру (222), характеризующуюся минимальной поверхностной энергией. Доминирование текстуры (440) при увеличении толщины покрытий нехарактерно для полученных другими методами  $Gd_2O_3$  покрытий как с низким, так и повышенным уровнем внутренних напряжений [4, 14]. Увеличение миграционной подвижности адатомов путем повышения температуры (см. рис.7) также не приводит к возникновению текстуры (440). Эффект усиления текстуры наблюдают в других (TiN) покрытиях с основной кубической фазой и связывают с каналированием ионов по наиболее открытым направлениям, образуемым плоскостями (110), причем формирование такой пре-

имущественной ориентации происходит в условиях высокоскоростного осаждения при близкой к 100 % степени ионизации потока металлических частиц [25].

Низкотемпературный синтез однофазных кубических  $Gd_2O_3$  покрытий позволяет также добиваться минимального уровня термостимулированных напряжений ( $\sigma_T$ ) в покрытиях. Величина  $\sigma_T$  определяется модулем Юнга ( $E$ ), значениями коэффициентов Пуассона ( $\nu$ ) и термического расширения покрытия (КТР) ( $\alpha_c$ ) и подложки ( $\alpha_s$ ) и разницей начальной ( $T_d$ ) и конечной температур ( $T$ ) процесса нанесения покрытий:

$$\sigma_T = E/(1 - \nu) (\alpha_s - \alpha_c) (T - T_d).$$

Поскольку КТР моноклинной фазы ( $\sim 15 \cdot 10^{-6} \text{ C}^{-1}$ ) значительно больше КТР кубической фазы ( $7,95 \cdot 10^{-6} \text{ C}^{-1}$ ) [16], а для ее синтеза требуются повышенные температуры (более  $450 \text{ }^\circ\text{C}$ ), уровень внутренних напряжений в покрытиях с высокой концентрацией этой фазы будет в несколько раз выше, чем в однофазных кубических покрытиях.

По результатам наших исследований можно сделать вывод, что реакционное анодное испарение в дуге низкого давления, для которого характерна повышенные значения степени диссоциации кислорода ( $\sim 13 \%$ ) и степени ионизации Gd (более  $90 \%$ ), обеспечивает условия для получения однофазных кубических  $Gd_2O_3$  покрытий толщиной более  $1 \text{ мкм}$  с низким уровнем внутренних напряжений  $\sim 0,1 \text{ ГПа}$  при температуре  $\sim 150 \text{ }^\circ\text{C}$ .

## Заключение

Нанокристаллические  $Gd_2O_3$  покрытия получены методом реакционного анодного испарения в дуге низкого давления со скоростью  $\sim 1,6 \text{ мкм/ч}$ . В условиях, характеризующихся высокой степенью ионизации Gd (более  $\sim 90 \%$ ) и диссоциации  $O_2$  ( $\sim 13 \%$ ), низкотемпературный ( $150 \text{ }^\circ\text{C}$ ) синтез однофазных покрытий с кубической структурой происходит при потоках  $O_2 \sim 10 \text{ см}^2/\text{мин}$ , что на порядок величины меньше, чем в высокоскоростном методе электронно-лучевого испарения. Особенностью полученных покрытий является низкий уровень внутренних напряжений ( $\sim 0,1 \text{ Па}$ ), обеспе-

чивающий сохранение кубической фазы при увеличении толщины покрытий вплоть до  $1 \text{ мкм}$ , и возникновение преимущественной ориентации кристаллитов (440), характерной для кубических фаз, синтезированных в условиях интенсивной бомбардировки ионами металла.

Работа была выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (проект № 075-15-2021-1348) в рамках мероприятия № 3.1.9).

## Литература

- [1] M. Zinkevich. Thermodynamics of rare earth sesquioxides // *Progress Mater. Sci.*, 2007, v.52, p.597–647.
- [2] N. K. Sahoo, S. Thakur, M. Senthilkumar et al. Reactive electron beam evaporation of gadolinium oxide optical thin films for ultraviolet and deep ultraviolet laser wavelengths // *Thin Solid Films*, 2003, v.440, p.155–168.
- [3] A. Kahramana, E. Yilmaz. Irradiation response of radio-frequency sputtered Al/ $Gd_2O_3$ /p-Si MOS capacitors // *Radiat. Phys. Chem.*, 2017. v.139, p.114–119.
- [4] Y. Li, N. Chen, J. Zhou et al. Effect of the oxygen concentration on the properties of  $Gd_2O_3$  thin films // *J. Cryst. Growth*, 2004, v.265, p.548–552.
- [5] J. X. Wang, A. Laha, A. Fissel et al. Crystal structure and strain state of molecular beam epitaxial grown  $Gd_2O_3$  on Si(111) substrates: a diffraction study // *Semicond. Sci. Technol.*, 2009, v.24, 045021.
- [6] I. Zhitomirsky, A. Petric, “Electrolytic deposition of  $Gd_2O_3$  and organoceramic composite // *Mater. Lett.*, 2000, v.42, p.273–279.
- [7] A. N. Caruso. The physics of solid-state neutron detector materials and geometries // *J. Phys.: Condens. Matter*, 2010, v.22, 443201.
- [8] X. Weng, D. A. Grave, Z. R. Hughes et al. Microstructure, phase transition, and interfacial chemistry of  $Gd_2O_3$ /Si(111) grown by electron-beam physical vapor deposition // *J. Vac. Sci. Technol. A*, 2012, v.30, 041512.
- [9] D. A. Grave, M. P. Schmitt, J. A. Robinson et al. Stress induced phase transition

in Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films by ion beam assisted reactive electron beam-physical vapor deposition (EB-PVD) // *Surf. Coat. Technol.*, 2014, v.242, p.68–73.

[10] I. Warshaw, R. Roy, Polymorphism of the rare earth sesquioxides // *J. Phys. Chem.*, 1961, v. 65, p.2048–2051.

[11] J. Kwo, M. Hong, A.R. Kortan et al. High gate dielectrics Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> for silicon // *Appl. Phys. Lett.*, 2000, v.77, p.130–132.

[12] W. H. Chang, C. H. Lee, P. Chang et al. High k dielectric single-crystal monoclinic Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on GaN with excellent thermal, structural, and electrical properties // *J. Cryst. Growth*, 2009, v. 311, p.2183–2186.

[13] W. H. Chang, C. H. Lee, Y. C. Chang et al. Nanometer-Thick Single-Crystal Hexagonal Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on GaN for Advanced Complementary Metal-Oxide-Semiconductor Technology // *Adv. Mater.*, 2009, v.21, p.4970–4974.

[14] D. A. Grave, Z. R. Hughes, J. A. Robinson et al. Process–structure–property relations of micron thick Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films deposited by reactive electron-beam physical vapor deposition (EB-PVD) // *Surf. Coat. Technol.*, 2012, v.206, p. 3094–3103.

[15] A. Molle, C. Wiemer, M. N. K. Bhuiyan et al. Cubic-to-monoclinic phase transition during the epitaxial growth of crystalline Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films on Ge(001) substrates // *Appl. Phys. Lett.*, 2007, v.90, 193511.

[16] P. T. Sawbridge, N. A. Waterman, On the Thermal Expansion and Crystallography of Cubic (C) and Monoclinic (B) Forms of Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in the Temperature Range 20 to 900° // *J. Mat. Sci.*, 1968, v.3(1), p. 15–18.

[17] N. V. Gavrilov, A. S. Kamenetskikh, P. V. Tretnikov et al. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin films deposition by reactive evaporation of Al in anodic arc

with high levels of metal ionization // *Surf. Coat. Technol.*, 2019, v.359, p. 117–124.

[18] Н.В. Гаврилов, А.С. Каменецких, Д.Р. Емлин и др. Разрядная система с само-накаливаемым полым катодом и испаряемым анодом в остроугольном магнитном поле для нанесения оксидных покрытий // *ЖТФ*, 2019, т.89, в.6, с. 861-867.

[19] N. V. Gavrilov, A. S. Kamenetskikh, S. V. Krivoschapko et al. Discharge with a self-heated hollow cathode and a vaporizable anode in an inhomogeneous magnetic field // *J. Phys.: Conf. Ser.*, 2018, v. 1115, 032005.

[20] G. C. A. M. Janssen, M. M. Abdalla, F. Keulen et al. Celebrating the 100th anniversary of the Stoney equation for film stress: Developments from polycrystalline steel strips to single crystal silicon wafers // *Thin Solid Films*, 2009, v.517, p.1858–1867.

[21] D. Pagnon, J. Amorim, J. Nahorny et al. On the use of actinometry to measure the dissociation in O<sub>2</sub> DC glow discharges: determination of the wall recombination probability // *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 1995, v.28, p.1856–1868.

[22] A. N. Nesmeyanov, Vapor pressure of the chemical elements // New York: Elsevier, 1963.

[23] N. V. Gavrilov, V. V. Ivanov, A. S. Kamenetskikh et al. Investigations of Mn–Co–O and Mn–Co–Y–O coatings deposited by the magnetron sputtering on ferritic stainless steels // *Surf. Coat. Technol.*, 2011, v.206, p.1252–1258.

[24] W. H. Gitzen, Alumina as a ceramic material // Westerville: The American Ceramic Society, 1970.

[25] J. P. Zhao, X. Wang, Z. Y. Chen et al. Overall energy model for preferred growth of TiN films during filtered arc deposition // *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 1997, v.30, p.5–12.

# Формирование защитного покрытия на основе боридов хрома на поверхности стали X12МФ методом электронно-лучевой обработки

А.С. Милонов, Д.Э. Дашеев, У.Л. Мишигдоржийн, А.П. Семенов

Институт физического материаловедения СО РАН  
670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия  
E-mail: terwer81@mail.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-224-227

Рассмотрено получение слоев боридов  $\text{Cr}_2\text{B}$ ,  $\text{Cr}_2\text{B}_3$ ,  $\text{FeB}$  на стали X12МФ методом обработки электронным пучком реагирующих обмазок  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , бора аморфного и углерода. Исследовано влияние времени обработки на структуру, состав и микротвердость слоев. Максимальная микротвердость слоев составляет  $\sim 18,5$  ГПа.

## Введение

Соединения переходных металлов хрома с бором – обладают рядом уникальных свойств. Они отличаются тугоплавкостью, значительной химической стойкостью в различных агрессивных средах, высокими значениями твердости, тепло и электропроводности. По этой причине они находят все более широкое использование в промышленности и технике. [1]

Бориды хрома применяются в виде компонентов наплавочных порошковых смесей, стойких к абразивному и скользящему (металл по металлу) износу [2–4].

Реакции синтеза тугоплавких соединений (в том числе боридов) из простых веществ всегда экзотермичны [5, 6].

Иногда тепловыделение настолько велико, что при инициировании реакции в дальнейшем идет самораспространяющийся высокотемпературный синтез.

В работах [7, 8] смоделированы образования боридов и карбидов хрома в вакууме для выбора оптимальных условий электронно-лучевого упрочнения сталей.

В настоящей работе исследуется микроструктура, элементный состав и микротвердость слоев на поверхности штамповой стали X12МФ, полученных методом электронно-лучевого синтеза реакционной смеси  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ -В-С и наплавки продуктов самораспространяющегося высокотемпературного синтеза на поверхность стали.

## Методика эксперимента

В экспериментах использовались цилиндрические образцы диаметром 18 и

толщиной 10 мм из штамповой стали X12МФ холодного деформирования с повышенным содержанием хрома и включениями молибдена (ср. 0,5%) и ванадия (ср. 0,2%). Сталь X12МФ обладает хорошей теплостойкостью и прочностью, высокой прокаливаемостью, закаливаемостью и износостойкостью. Микротвердость стали X12МФ составляет 2,56 ГПа. Также эта сталь технологична, хорошо обрабатывается резанием и давлением, удовлетворительно шлифуется.

Микроструктуру образцов исследовали на анализаторе изображения на базе металлографического микроскопа МЕТАМ РВ-22. Микротвердость определяли на микротвердомере ПМТ-3М при нагрузке 0.5 Н [7, 8]. Рентгенофазовый анализ осуществляли на дифрактометре Phaser 2DBruker ( $\text{Cu}_{\text{K}\alpha}$  – излучение) [9]. Для определения элементного состава слоев использовался настольный сканирующий (растровый) электронный микроскоп JEOL JCM-6000 (JEOL, Япония).

Образцы готовили путем нанесения реагирующей обмазки на предварительно подготовленную поверхность стали. В состав обмазки входили 1:1 по объему смеси оксида  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , бора аморфного и углерода, а также органическое связующее – раствор 1:10 клея БФ-6 в ацетоне.

Обработку реагирующей обмазки электронным пучком проводили в течение 3 мин. (образец 1) и 2 мин. (образец 2) при удельной мощности 2–2,5 Вт/см<sup>2</sup>. Масса образцов соответственно составляла 9,6935 и 11,0338 г. Остаточное давление в вакуумной

камере не превышало  $2 \cdot 10^{-3}$  Па [10]. После обработки масса образцов составляла соответственно 9,7011 и 11,0409 г, прирост массы первого образца заметно выше прироста массы второго образца, что подтверждается толщиной слоев, рис.1.

### Результаты и их обсуждение

После обработки электронным пучком были получены слои с многофазной структурой, рис.1. Толщина слоя в образце 1 составляла  $\sim 200$  мкм рис.1а, в образце 2  $\sim 150$  мкм, рис.1б. В обоих образцах слой состоит из округлых кристаллов, которые расположены ближе к поверхности. Также присутствуют включения в виде игл, которые расположены ближе к основе. Присутствуют дендритные включения. Видна четкая граница слой-основа, переходной области нет.

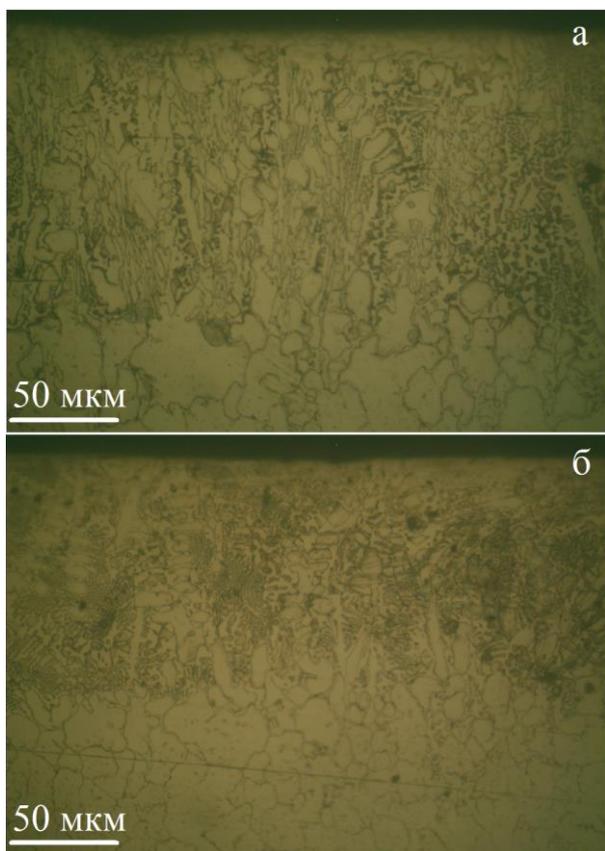


Рис.1. Структура слоев после обработки электронным пучком: а – образец 1 (время обработки 3 мин), б – образец 2 (время обработки 2 мин).

Элементный рентгеноспектральный анализ образца 1 рис.2а показал наличие в слое: Мо (1,42 масс%), С (1,58 масс%), V (4,39 масс%), Cr (17 масс%) и Fe (75,61

масс%). В образце 2 рис.2б наблюдалось наличие: Мо (0,69 масс%), С (2,17 масс%), V (4,51 масс%), Cr (21,12 масс%) и Fe (71,52 масс%).

Рентгенофазовый анализ образцов показал, что в слое присутствуют бориды железа и хрома, рис.3. На рентгенограмме образца 1 обнаружены пики железа Fe, боридов хрома  $Cr_2V$  и железа FeV рис.3а, а в образце 2 обнаружены пики железа Fe, хрома Cr и помимо боридов, присутствующих в образце 1, наблюдается наличие бориды  $Cr_2V_3$ , рис.3б.

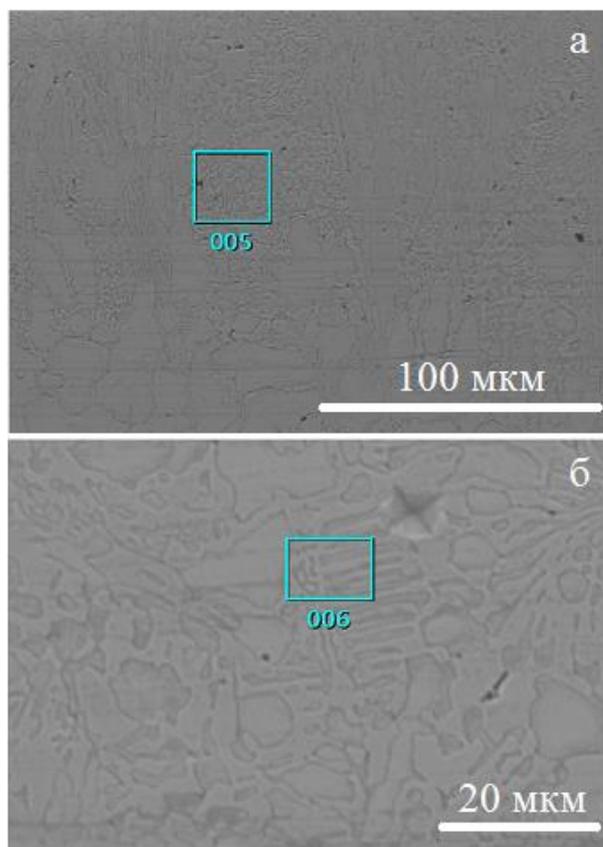


Рис.2. Рамкой обозначены области рентгеноспектрального анализа слоев: а – образец 1, б – образец 2.

При измерении микротвердости по глубине слоев боридов хрома и железа с шагом 30 мкм обнаружено неравномерное распределение микротвердости, рис.4. В образце 1 микротвердость достигает 18,5 ГПа рис.4а, в образце 2 – достигает 12,0 ГПа, рис.4б. Видно, что твердые частицы боридов находятся ближе к поверхности слоя. Увеличение микротвердости основы до  $\sim 5,0$  ГПа объясняется тем что, она прошла закалку электронным пучком.

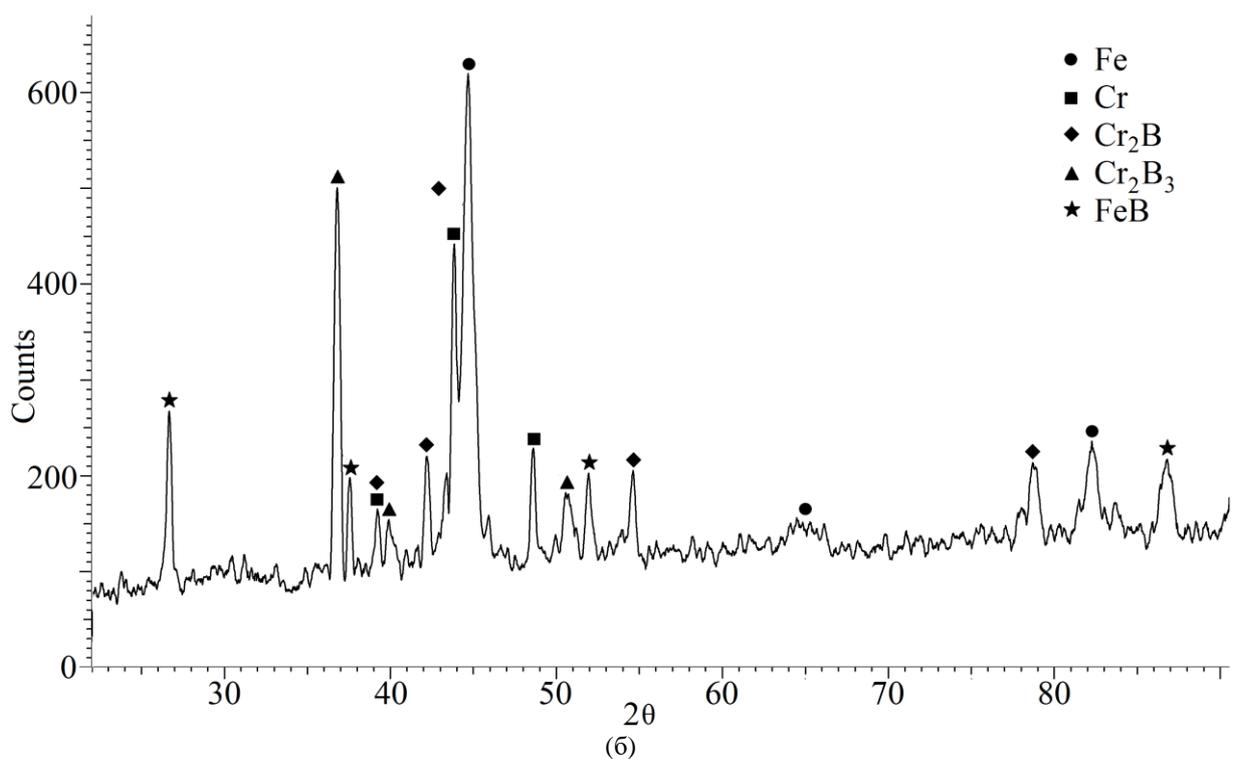
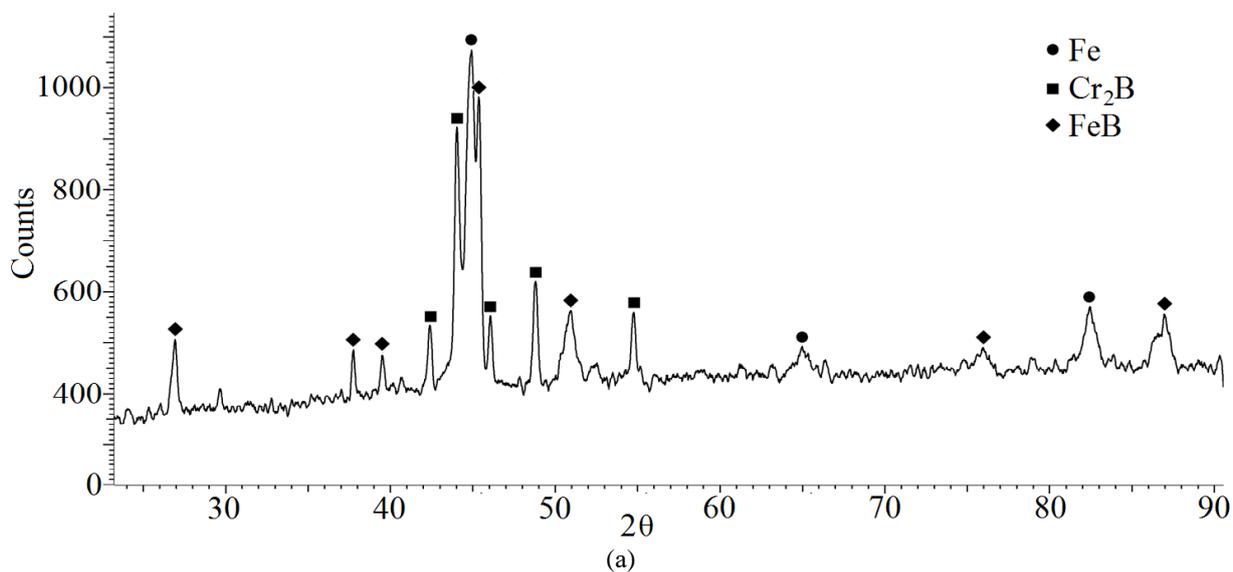


Рис.3. Рентгенограммы образцов 1 (а) и 2 (б).

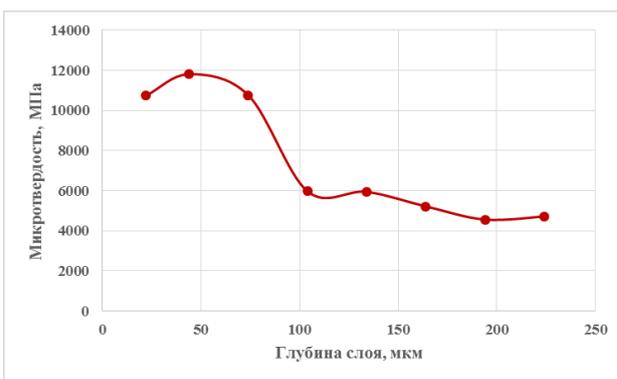
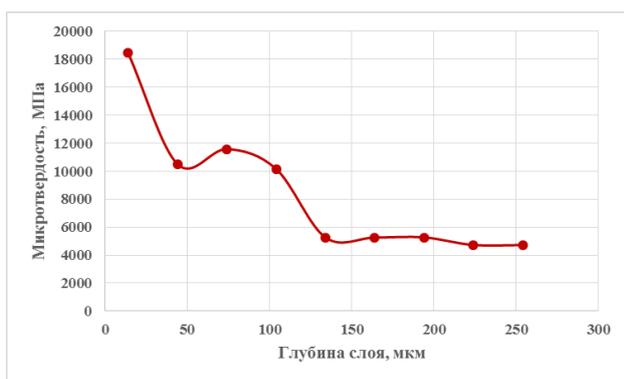


Рис.4. Зависимость микротвердости от глубины слоя: а – образец 1, б – образец 2.

## Заключение

Показано использование электронного пучка для упрочнения штамповых сталей, в частности стали X12MФ, испытывающих разогрев в процессе работы до высоких температур без существенного снижения эксплуатационных свойств.

Полученные слои имеют сложную структуру. Твердые частицы боридов находятся ближе к поверхности, что подтверждается исследованиями элементного состава и микротвердости. Частицы боридов находятся в металлической матрице, это позволяет существенно понизить хрупкость полученных слоев.

Работа выполнена при финансовой поддержке научной темы № 0270-2021-0001 государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ.

## Список литературы

[1] Крутский Ю.Л., Гудыма Т.С., Дюкова К.Д., Кузьмин Р.И., Крутская Т.М. Дибориды некоторых переходных металлов: свойства, области применения и методы получения. Часть 2. Дибориды хрома и циркония // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2021. Т. 64. № 6. С. 395-412.

[2] Орешкин В.Д., Светлополянский В.И., Серебрякова Т.И. Исследование износостойкости поверхностей, наплавленных боридами // Порошковая металлургия. 1971. № 3. С. 78–82.

[3] Горбунов А.Е., Брыксин-Лямин М.П. Тугоплавкие бориды, как основные составляющие порошкообразных наплавочных смесей // Порошковая металлургия. 1971. № 4. С. 91–93.

[4] Чернега С.М. Комплексное насыщение углеродистых сталей бором и хромом в активированной среде // Известия вузов. Черная металлургия. 1999. № 11. С. 58–60.

[5] Серебрякова Т.И., Неронов В.А., Пешев П.Д. Высокотемпературные бориды. М.: Металлургия; Челябинск: Челябинское отделение, 1991. 367 с.

[6] Свойства, получение и применение тугоплавких соединений. Справочник / Под ред. Т.Я. Косолаповой. М.: Металлургия, 1986. 927 с.

[7] Ким Т.Б., Чагдуров А.Н., Халтанова В.М., Смирнягина Н.Н. Термодинамическое моделирование образования боридов и карбидов вольфрама и хрома в вакууме для выбора оптимальных условий электронно-лучевой технологии поверхностного упрочнения углеродистых сталей // Тр. III Международного Крейнделевского семинара «Плазменная эмиссионная электроника». Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН, 2009. С. 197-203.

[8] Смирнягина Н.Н., Халтанова В.М., Дашеев Д.Э., Белоусов А.Н. СВЧ синтез боридов и карбидов хрома, молибдена и вольфрама и электронно-лучевая наплавка для поверхностного упрочнения легированных углеродистых сталей // Материалы Всероссийской научной конференции с международным участием «III Байкальский материаловедческий форум». Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН, 2018. С. 211-212.

[9] Мейснер Л.Л., Лотков А.И., Остапенко М.Г., Гудимова Е.Ю. Анализ методами рентгеновской дифрактометрии градиента внутренних напряжений в никелиде титана после электронно-пучковой обработки поверхности // Физическая мезомеханика. 2012. Т. 15. №3. С. 79-89.

[10] Milonov A., Danzheevand B., Smirnyagina N. Creation of the nanostructured superhard and heatproof layers on die steels under influence of intensive electron beams in vacuum // Journal of Physics: Conference Series. 2017. Vol. 830. No. 1. С. 012093.

# Влияние плазменного модифицирования на физико-химические свойства полимерных материалов биомедицинского назначения

О.А. Лапуты<sup>1</sup>, Л.В. Домрачева<sup>1</sup>, А.А. Брюзгина<sup>1</sup>, Ю.Х. Ахмадеев<sup>2</sup>, И.А. Курзина<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский государственный университет (НИ ТГУ)  
634050, Томск, пр. Ленина, 36, Россия

<sup>2</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)  
634055, Томск, пр. Академический 2/3, Россия  
E-mail: olesyalaput@gmail.com  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-228-232

Представляются результаты исследования физико-химических свойств материалов на основе политетрафторэтилена в исходном состоянии и после модифицирования поверхности потоками низкотемпературной плазмы. Плазменную обработку осуществляли с помощью плазмогенератора «ПИНК» на основе несамостоятельного дугового разряда низкого давления с накаливаемым катодом при вариации времени обработки – 5, 10, 20 и 30 мин. Исследованы поверхностные свойства образцов политетрафторэтилена, такие как химический и элементный состав, смачиваемость, морфология. Плазменная обработка экспериментальных образцов при длительности воздействия 20 и 30 минут приводит к образованию на их поверхности новой азотсодержащей функциональной группы С-N. На улучшение смачиваемости поверхности изначально гидрофобных материалов на основе политетрафторэтилена, оказывают влияние 2 фактора: образование на поверхности полярных функциональных групп и появление дефектной структуры по результатам сканирующей электронной микроскопии.

## Введение

Современная медицина нуждается в разработке отечественных искусственных протезов клапанов сердца, так как одной из самых часто проводимых операций в сердечно-сосудистой хирургии является имплантация данных изделий. Число оперативных вмешательств в России достигает порядка 12 000 [1]. Выбор материала является решающим фактором при разработке протеза, поскольку его свойства определяют биосовместимость изделия.

Политетрафторэтилен (ПТФЭ), благодаря своей уникальной структуре, и, как следствие, высокой химической, физической и биологической стабильности изделий на его основе, является перспективным материалом для медицинского применения, в частности, для изготовления протезов клапанов сердца. Его микропористая, волокнистая (расширенная) форма, широко используется также при изготовлении имплантатов для сердечно-сосудистой (шовный материал, искусственные кровеносные сосуды, сердечно-сосудистые заплатки) и общей хирургии, стоматологии, офтальмологии [2]. По химической структуре ПТФЭ обладает небольшим размером атомов фтора, которые образуют плотную оболочку вокруг углерод-углеродной цепи. Такая оболочка яв-

ляется непроницаемым щитом, защищающим полимер от воздействия большинства химических реагентов, при этом ограничивая его использование в случаях контакта поверхности ПТФЭ с другим материалом и с клеточной средой. На поверхности ПТФЭ недостаточное количество центров адсорбции, что обуславливает его низкие характеристики свободной поверхностной энергии. Однако физико-механические свойства материала и его высокая биостабильность – значимые преимущества, определяющие перспективы создания на его основе полимерного клапана будущего. Снизить риск тромбообразования возможно за счет создания гидрофильной поверхности, не влияя при этом на механические свойства ПТФЭ, посредством плазменного модифицирования [3]. Применение данного вида энергетического воздействия приводит к образованию азот- и кислород-содержащих функциональных групп [4], которые способствуют улучшению гидрофильности, повышению жизнеспособности клеток на поверхности ПТФЭ [5]. Кроме того, плазменное воздействие приводит к изменению морфологии поверхности полимера, которая имеет важное значение для биосовместимости [6, 7].

В настоящей статье приведены резуль-

таты экспериментальных исследований физико-химических свойств материалов на основе ПТФЭ, модифицированных плазмой азота при вариации длительности воздействия от 5 до 30 минут.

### Методика эксперимента

В качестве объектов исследования были использованы имеющиеся в продаже протезы для сердечно-сосудистой системы на основе вспененного ПТФЭ (GORE-TEM®). Обработка экспериментальных образцов низкотемпературной плазмой осуществлялась с использованием плазмогенератора «ПИНК» в потоке азота (Институт сильноточной электроники СО РАН, Лаборатория плазменной эмиссионной электроники). На рис.1 представлены фотографии плазмогенератора «ПИНК» в составе лабораторной установки для плазменного модифицирования поверхности материалов в едином вакуумном цикле[8].

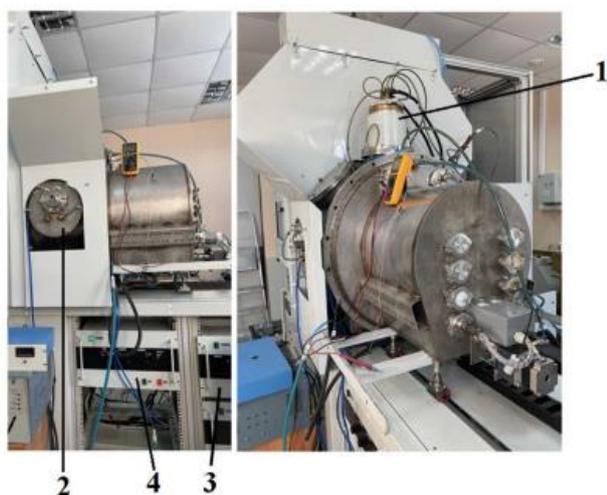


Рис.1. Плазмогенератор «ПИНК» в составе комплексной лабораторной установки «КОМПЛЕКС»: 1 – плазмогенератор «ПИНК»; 2 – камера объемной ионно-плазменной обработки; 3 – источник электрического смещения; 4 – источник питания плазмогенератора «ПИНК».

После цикла вакуумной откачки с использованием форвакуумного и турбомолекулярного насосов осуществлялся напуск рабочего газа до давления 0,3 Па и с помощью плазмогенератора «ПИНК» зажигался несамостоятельный дуговой разряд низкого давления с накаленным катодом. Ток разряда устанавливается в пределах 5–10 А. Время обработки варьируется от 5 до 30 минут.

Исследование элементного и химического состава поверхности модифицированных материалов осуществлялось методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) с использованием установки RНХ-toolautomated XPS microprobe. Полученные результаты обрабатывались с помощью программы CasaXPS. Краевой угол смачивания (КУС) измеряли на установке EasyDrop (KRUSS) с дальнейшим расчетом поверхностной энергии (ПЭ) по модели Оуэнса-Вендта-Рабел-Кьельбле [9].

Морфологические особенности поверхности ПТФЭ оценивали с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на электронном микроскопе Quanta 200 3D в ТМ ЦКП ТГУ. Для осуществления компенсации заряда с поверхности образцов перед исследованием наносили токопроводящее покрытие золотом толщиной 2 нм методом магнетронного распыления.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

По данным РФЭС-спектроскопии энергия связи пиков C1s и F1s относится к химическим связям атомов углерода и фтора, находящихся в соответствующих им координационных состояниях. В табл.1 сведены полученные данные по элементному содержанию атомов С, F, О и N на поверхности образцов.

Таблица 1. Атомное содержание основных элементов (С, F, О, N) в спектрах исходного и модифицированных образцов ПТФЭ.

Образец	Атомное содержание элементов, ат.%			
	С	F	О	N
Исходный ПТФЭ	42,89	57,11	-	-
ПТФЭ +плазма 5 мин	37,74	46,70	6,88	8,68
ПТФЭ +плазма 10 мин	40,92	38,95	9,61	10,52
ПТФЭ +плазма 20 мин	35,13	39,48	9,61	15,76
ПТФЭ +плазма 30 мин	34,31	41,39	8,77	15,52

После плазменного модифицирования происходит формирование двух новых пиков с энергией связи  $E_{св(O1s)} = 532,00$  эВ и  $E_{св(N1s)} = 399,00$  эВ. Кислород, который обнаруживается на поверхности ПТФЭ после обработки, может быть обусловлен окислением поверхности. Образование пика N1s связано с рабочим газом, используемым при

обработке поверхности исследуемых образцов – азот.

По данным РФЭС установлено, что под действием плазменного воздействия происходит атомное перераспределение в поверхностном слое ПТФЭ, что влечет за собой изменение элементного состава поверхности. Установлено, что при модифицировании поверхности образцов плазмой дугового разряда снижается количество связей  $-CF_2$  ( $E_{св}(C1s) = 292,5$  эВ) и одновременно увеличивается доля связей  $-C-C$  связей ( $E_{св}(C1s) = 285,6$  эВ), что свидетельствует о процессах деструкции и разрыве полимерных связей в макромолекуле в условиях воздействия плазмой. При всех длительностях плазменного воздействия образуется новая химическая связь  $CF/O=C-O$  ( $E_{св}(C1s) = 289,5-290,4$  эВ) вследствие образования радикалов и их сшивки с образованием полимерных молекул [10]. Также после модифицирования поверхности ПТФЭ плазмой в течение 10- и 30-ти минут образуется фторсодержащая функциональная группа  $-CF_3$  ( $E_{св}(C1s) = 294,3$  эВ). Группа  $CF_3$  является последствием разрыва полимерной цепи и перегруппировки связей в ПТФЭ, которая может быть индуцирована частицами (ионы, электроны), бомбардирующих поверхность исследуемых образцов. Плазменная обработка образцов ПТФЭ при длительности воздействия 20 и 30 минут приводит к образованию на их поверхности новой азотсодержащей функциональной группы ( $E_{св}(C1s) = 286,4$  эВ) [11, 12]. Содержание атома углерода в координации C-N при 20-минутной обработке – 3,35 ат.%, а при 30-минутном воздействии 3,85 ат.%. Изменение химического состава поверхности ПТФЭ после плазменного модифицирования указывает на то, что индивидуальное воздействие бомбардирующих частиц приводит в основном к эффекту распыления, приводящее к обесфториванию поверхности и образованию углеродистого слоя, а не к прививке амино/амидных функциональных групп [13].

В табл.2 представлены положение линий C1 и соотношение площадей под пиками спектров (атомное содержание функциональных групп) для ПТФЭ.

Таблица 2. Положение линий C1s и соотношение площадей под пиками в ПТФЭ.

Образец	Энергия связи, эВ	Содержание C1s, ат.%				
		C-C	C-O	C-F/O=C-O	CF <sub>2</sub>	C-N
Исходный ПТФЭ	285,6	287,9	289,5-290,4	292,5	286,4	294,3
Исходный ПТФЭ	16,21	-	-	83,79	-	-
ПТФЭ+плазма 5 мин	31,84	4,96	18,99	44,79	-	-
ПТФЭ+плазма 10 мин	33,43	18,88	13,49	20,36	-	13,84
ПТФЭ+плазма 20 мин	31,28	5,03	12,42	47,92	3,35	-
ПТФЭ+плазма 30 мин	21,38	6,14	25,45	38,52	3,85	4,66

ПТФЭ является гидрофобным материалом, исходное значение краевого угла смачивания составляет  $129,7^\circ$  и  $120,9^\circ$  при контакте с водой и глицерином, соответственно. Из рис.2 видно, что после плазменного модифицирования краевой угол имеет тенденцию к уменьшению при смачивании обеими жидкостями. Образец, обработанный плазмой азота в течение тридцати минут, характеризуется наименьшим значением краевого угла смачивания ( $98,7^\circ$ ;  $95,3^\circ$ ).

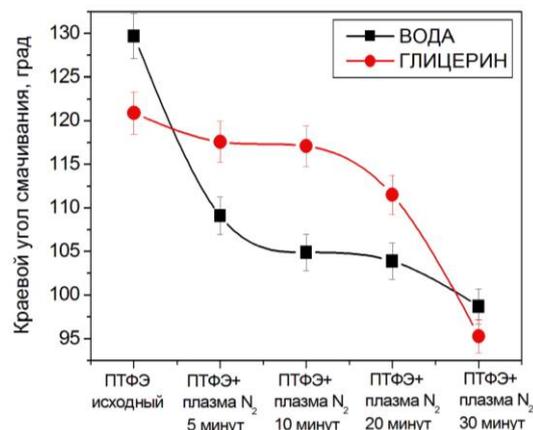


Рис.2. Краевой угол смачивания ПТФЭ после плазменного модифицирования при контакте с водой и глицерином.

Значения свободной поверхностной энергии и ее составляющих – полярной и дисперсионной компонент приведены в табл.3. Поверхностная энергия для исходного образца ПТФЭ составляет  $15,61$  мН/м. Установлено, что значения общей поверхностной энергии для плазменно-модифицированных образцов ПТФЭ имеют тенденцию к увеличению. Максимальное значение поверхностной энергии для образца ПТФЭ, обработанного плазмой азота в течение 30-ти минут ( $34,87$  мН/м). Общая поверхностная энергия увеличивается преимущественно за счет роста полярной компоненты и связано с изменением химического состава – обогащением азотом и кис-

лородом поверхностных слоев, обесфторивания поверхности исследуемых образцов.

Таблица 3. Свободная поверхностная энергия до и после плазменного модифицирования поверхности ПТФЭ.

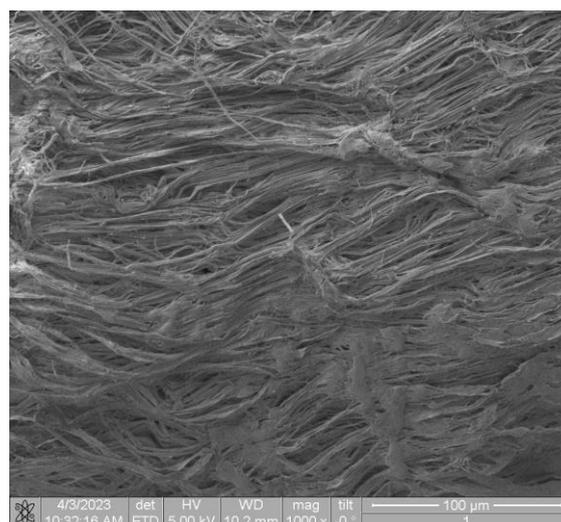
Образец	Поверхностная энергия, мН/м		
	Общая поверхностная энергия	Полярная компонента	Дисперсионная компонента
Исходный ПТФЭ	15,61±0,52	15,12±0,46	0,49±0,06
ПТФЭ+ плазма 5 мин	17,40±0,74	16,84±0,66	0,55±0,08
ПТФЭ+ плазма 10 мин	21,17±0,38	20,24±0,30	0,93±0,08
ПТФЭ+ плазма 20 мин	24,66±1,38	22,50±1,02	2,16±0,36
ПТФЭ+ плазма 30 мин	34,87±5,46	31,19±0,31	3,68±0,13

На улучшение смачиваемости поверхности изначально гидрофобных материалов, оказывают влияние 2 фактора: образование на поверхности полярных функциональных групп и появление дефектной структуры. На рис.3 представлены микрофотографии поверхности исходного и модифицированных ПТФЭ. Показано, что после плазменного модифицирования структура поверхности ПТФЭ становится более дефектной: под действием плазменного воздействия и локального нагрева наблюдается деструкция отдельных волокон материала, вследствие чего происходит увеличение свободной поверхностной энергии с одновременным увеличением ее полярной составляющей.

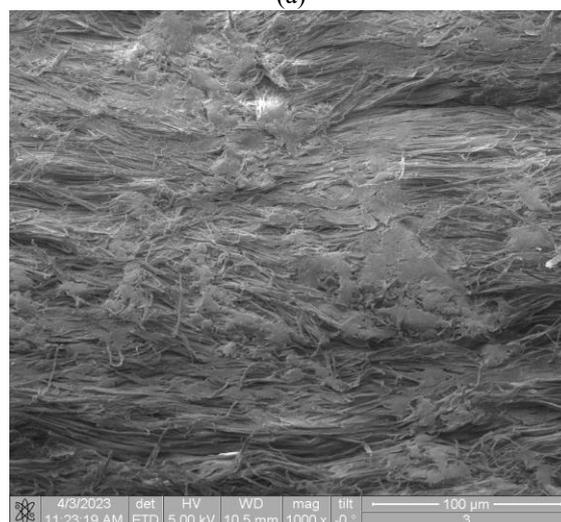
### Заключение

Проведено исследование физико-химических свойств материалов на основе политетрафторэтилена в исходном состоянии и после модифицирования поверхности потоками низкотемпературной плазмы. В качестве рабочего газа использовался азот. Параметры плазменного модифицирования отличались длительностью обработки – 5, 10, 20 и 30 минут. Результаты РФЭ-спектроскопии показали, что при взаимодействии плазмы с поверхностью ПТФЭ основным следствием является – физическое распыление, приводящее к обесфториванию поверхности и образованию углеродистого слоя. Значительной прививки азота или кислорода не наблюдается даже после 30-минутной обработки. При этом, плазменная обработка образцов ПТФЭ с длительностями воздействия 20 и 30 минут приводит к образованию на их поверхности новой азот-

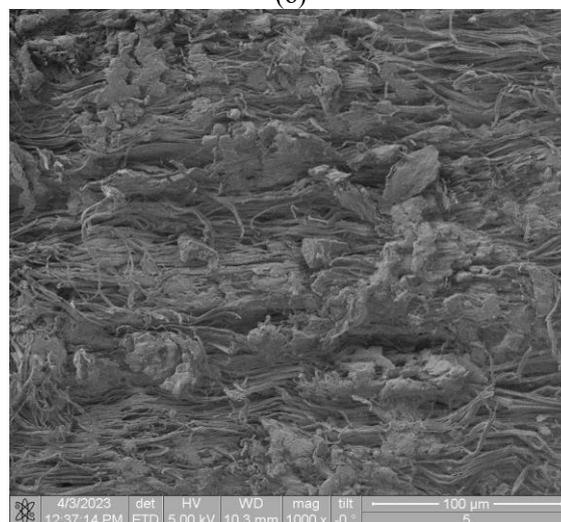
содержащей функциональной группы ( $E_{св(C1s)} = 286,4$  эВ).



(а)



(б)



(в)

Рис.3. Микрофотографии СЭМ поверхности а) исходного ПТФЭ; б) ПТФЭ + плазма N<sub>2</sub> (10 минут); в) ПТФЭ + плазма N<sub>2</sub> (30 минут)

Содержание атома углерода в координации C-N при 20-минутной обработке – 3,35 ат.%, а при 30-минутном воздействии 3,85 ат.%. Показано, что после плазменного модифицирования наблюдается снижение краевого угла смачивания с 129,7° до 98,7° при смачивании водой и с 120,9° до 95,3° при смачивании глицерином (длительность обработки – 30 минут). На улучшение смачиваемости поверхности изначально гидрофобных материалов, оказывают влияние 2 фактора: образование на поверхности полярных функциональных групп и появление дефектной структуры по результатам СЭМ.

Исследование выполнено при поддержке Программы развития Томского государственного университета (Приоритет-2030).

### Литература

- [1] Chambers J. Prosthetic heart valves // *International Journal of Clinical Practice*. 2014. Vol. 68. N 10. P. 1227–1230.
- [2] Maitz M.F. Applications of synthetic polymers in clinical medicine // *Biosurface and Biotribology*. 2015. Vol. 1. N 3. P. 161–176.
- [3] Pei Ya., Wang H., Snyder G. J. Band Engineering of Thermoelectric Materials // *Advanced Materials*. 2012. Vol. 24. N 46. P. 6125–6135.
- [4] Laput O.A., Vasenina I.V., Shapovalova Ye.G., Ochered'ko A.N., Chernyavskii A.V., Kudryashov S.V., Kurzina I.A. Low-Temperature Barrier Discharge Plasma Modification of Scaffolds Based on Polylactic Acid. // *ACS Appl. Mater. Interfaces*. 2022. Vol. 14. N 37. P. 41742–41750.
- [5] Dekker A., Reitsma K., Beugeling T., Bantjes A., Feijen J., Aken W.G. Adhesion of endothelial cells and adsorption of serum proteins on gas plasma-treated polytetrafluoroethylene. // *Biomaterials*. 1991. Vol. 12. N 2. P.130–138.
- [6] Wilson D. J., Williams R. L., Pond R. C. Plasma modification of PTFE surfaces. // *Surface and interface analysis*. 2001. Vol. 31. P. 385–396.
- [7] Laput O. A., Vasenina I. V., Botvin V. V., Kurzina I. A. Surface modification of polylactic acid by ion, electron beams and low-temperature plasma: a review // *Journal of Materials Science*. 2022. P. 1–27.
- [8] Винтизенко Л.Г., Григорьев С.В., Коваль Н.Н. [и др.]. Дуговые разряды низкого давления с полым катодом и их применение в генераторах плазмы и источниках заряженных частиц. // *Известия Вузов. Физика*. 2001. Т. 44. N 9. С. 28–35.
- [9] Owens D. K., Wendt R. C. Estimation of the surface free energy of polymers. // *Journal of applied polymer science*. 1969. Vol. 13. P. 1741–1747.
- [10] Resnik M., Zaplotnik R., Mozetic M., Vesel A. Comparison of SF<sub>6</sub> and CF<sub>4</sub> Plasma Treatment for Surface Hydrophobization of PET Polymer // *Materials*. 2018. Vol. 11. P. 311–321.
- [11] Li Yu., Zhou Yu., Gu Yu., Chen B., Wang B., Yan J., Liu J., Chen F., Zhao D., Liu X. Improving surface wettability and adhesion property of polytetrafluoroethylene by atmospheric-pressure ammonia water-mixed plasma treatment // *Vacuum*. 2022. Vol. 196. P. 110763.
- [12] Ghobeira R., Esbah Tabaei P. S., Morent R., De Geyter N. Chemical characterization of plasma-activated polymeric surfaces via XPS analyses: A review. // *Surfaces and Interfaces*. 2022. Vol. 31. P. 102087.
- [13] Vandencastele N., Fairbrother H., F. Reniers. Selected Effect of the Ions and the Neutrals in the Plasma Treatment of PTFE Surfaces: An OES-AFM-Contact Angle and XPS Study // *Plasma processes and polymers*. 2005. Vol. 2. P. 493–500.

# Измерение полного коэффициента вторичной электронной эмиссии в линейном симуляторе плазмы BPD-PSI

Н.С. Сергеев<sup>1</sup>, И.А. Сорокин<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Национальный исследовательский ядерный институт «МИФИ» (НИЯУ МИФИ)  
115409, Москва, Каширское шоссе, 31, Россия

<sup>2</sup>Фрязинский филиал ФГБУ науки Института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН  
141190, Фрязино, Проезд Введенского, 1, Россия

E-mail: nickbebeskis@gmail.com

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-233-237

Представлена методика по *in-vacuo* измерению полного коэффициента вторичной электронной эмиссии (ВЭЭ) поверхности, подвергнутой плазменному облучению в линейной установке. В данной работе независимый узел электронной пушки служит как источник первичных электронов, необходимых для генерации пучково-плазменного разряда, так и в качестве источника диагностического электронного пучка, необходимого для изучения эмиссионных свойств исследуемой поверхности. С целью апробации описанной методики измерения, выполнена серия экспериментов по исследованию ВЭЭ чистых материалов. Полученные результаты сравниваются с литературными данными. Дополнительно исследовано изменение ВЭЭ вольфрамовой поверхности, подвергнутой высокотемпературному отжигу и облучению гелиевой плазмой.

## Введение

Вторичная электронная эмиссия (ВЭЭ), возникающая в результате бомбардировки поверхности ускоренными электронами [1] является неотъемлемой частью процесса взаимодействия плазмы с поверхностью твёрдого тела. Её появление оказывает влияние на работу технологических устройств, использующих геликонные источники низкотемпературной плазмы для обработки поверхности [2], на режимы работы ускорителей плазмы, основанных на эффекте Холла [3]. ВЭЭ играет немаловажную роль в приповерхностных процессах, возникающих в устройствах по удержанию горячей плазмы, таких как токамак или стелларатор. В таких установках поток ускоренных электронов способен преодолевать энергетический барьер, возникающий на границе плазмы с поверхностью (электрический потенциал предслоя), что вызывает эмиссию вторичных холодных электронов ( $\approx$  несколько эВ) обратно в плазму. В совокупности с поступающим на поверхность ионным потоком, это снижает энергетический барьер и увеличивает электронный тепловой поток из плазмы, что способствует повышенной эрозии облучаемой поверхности [4]. Дополнительно известно, что процесс ВЭЭ оказывает влияние на измерения контактными методами диагностики плазмы – зондами Ленгмюра [5].

Значение полного коэффициента ВЭЭ,  $\sigma$ , в общем случае зависит от параметров первичных электронов (их энергии  $E_p$ , угла падения), и состояния бомбардируемой поверхности. Учитывая вышеперечисленное разнообразие внешних условий, в которых возникает ВЭЭ, влияние последнего фактора представляет особый интерес, поскольку зачастую поверхность, находящаяся в контакте с плазмой, подвергается различного рода загрязнениям, таким как пары воды или оксидные плёнки. Кроме того, во время облучения может происходить постепенное изменение морфологии поверхности ввиду её распыления или накопления газа в поверхностном слое, что также влияет на эмиссионные свойства [1]. Например, схожие процессы происходят при облучении поверхности чистого вольфрама умеренными потоками гелиевой плазмы при повышенных температурах поверхности  $T_s > 1000$  К [6].

Как правило, для измерения коэффициента  $\sigma$ , поверхности облучённой плазмой, рассматриваемый образец перемещается в отдельную установку, как это например сделано в [6]. Подобный вынос образца на атмосферу способен привести к дополнительному загрязнению исследуемой поверхности, влияющему на последующие резуль-

таты измерений. Целью данной работы является проведение *in-vacuo* измерений коэффициента  $\sigma$  в линейном плазменной установке BPD-PSI [7], которая благодаря своей конструкции может быть использована как для предварительного облучения образца плазмой с известными параметрами, так и для последующих измерений эмиссионных свойств поверхности. С целью апробации используемой в работе методики измерения приводятся результаты измерений коэффициента  $\sigma$  в зависимости от  $E_p$  для чистых поверхностей, не подвергнутых воздействию плазмы. После чего рассматривается эволюция зависимости  $\sigma(E_p)$  для вольфрамовой поверхности, модифицированной в результате процесса отжига при  $T_s = 2500$  К и облучения гелиевой плазмы.

### Эксперимент

Схема эксперимента по измерению  $\sigma(E_p)$  представлена на рис.1, подробное описание установки дано в работе [7]. Используемая методика основана на регистрации тока, поступающего на образец, находящийся под положительным/отрицательным напряжением смещения относительно источника первичных электронов. В результате при подачи положительного напряжения смещения (+50 В), ВЭЭ подавляется, и исследуемая поверхность выступает в роле коллектора первичных электронов. Тем самым измеряется сумма токов первичных  $I_{PE}$  и вторичных  $I_{SE}$  электронов. Выбор величины положительного смещения обусловлен общепринятой классификацией, данной в [1], где истинно-вторичными считаются электроны с энергией  $> 50$  эВ. В случае если образец находится под отрицательным потенциалом, все выходящие вторичные электроны отталкиваются и гибнут на стенках вакуумной камеры. Таким образом, измеряемый ток на образец равен  $I_s = I_{PE} - I_{SE}$ , где  $I_{SE}$  включает в себя фракцию как «истинных» вторичных электронов, так и неупруго отражённых от поверхности. Полный коэффициент определяется как  $\sigma = 1 - I_s/I_{PE}$ . Необходимо отметить, что подобный способ измерения не учитывает малую фракцию вторичных электронов, возникающих в результате Оже-эффекта.

Исследуемый образец  $10 \times 10$  мм<sup>2</sup> размещался перпендикулярно оси электронного пучка внутри камеры взаимодействия BPD-PSI. Во время измерений фокусирующая система электронной пушки настраивалась таким образом, чтобы обеспечить диаметр пучка на образце  $\sim 2$  мм. При этом магнитная система, используемая для удержания плазмы пучково-плазменного разряда (ППР), отключалась. Величина остаточного давления в камере составляла  $1 \cdot 10^{-7}$  мбар. Величина  $E_p$  задавалась блоком ускоряющего напряжения электронной пушки в пределах 2 кэВ. Для измерения токов на образец использовался амперметр Keithley 6485. В результате измерений для каждого материала определялась зависимость  $\sigma(E_p)$  при комнатной температуре поверхности.

Во время одного из этапов последующего эксперимента с использованием вольфрамового образца, в камере установки создавался ППР на гелии при давлении  $5 \cdot 10^{-2}$  мбар. На образец подавалось  $-150$  В, ионный поток, измеренный одиночным зондом Ленгмюра составлял  $2 \cdot 10^{21}$  м<sup>-2</sup>с<sup>-1</sup>, при  $T_s = 1250$  К. После обработки плазмой, камера откачивалась до достижения предельного остаточного давления. За это время температура образца опускалась до комнатной; после этого измерения  $\sigma(E_p)$  повторялись.

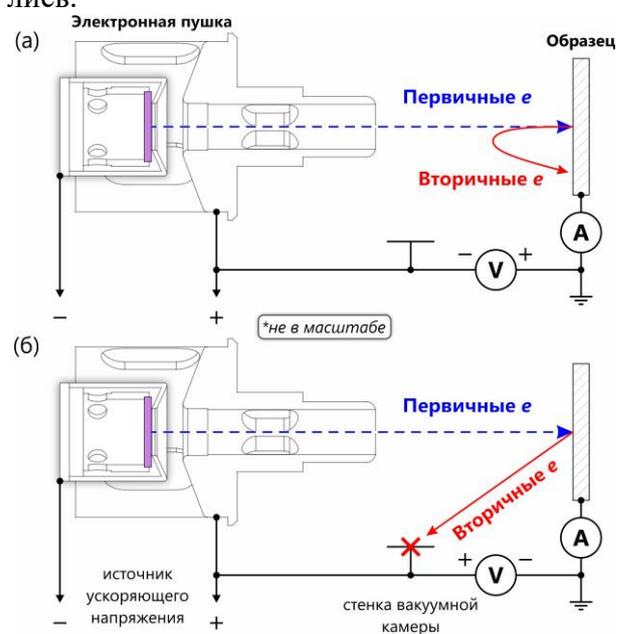


Рис.1. Схема эксперимента по измерению  $\sigma(E_p)$ : (а) регистрация полного тока первичных  $I_{PE}$  и вторичных электронов  $I_{SE}$ . (б) регистрация величины  $I_s = I_{PE} - I_{SE}$ .

## Результаты экспериментов и их обсуждение

Результаты эксперимента по исследованию зависимости  $\sigma(E_p)$  для чистых материалов представлены на рис.2, рис.3 (сплошная кривая). В представленных данных значение  $E_p$  изменялось в пределах от 250 до 1500 эВ. Результаты измерений сравниваются с данными из [1] (круглые символы) и объединенными данными из [8, 9] (квадратные символы).

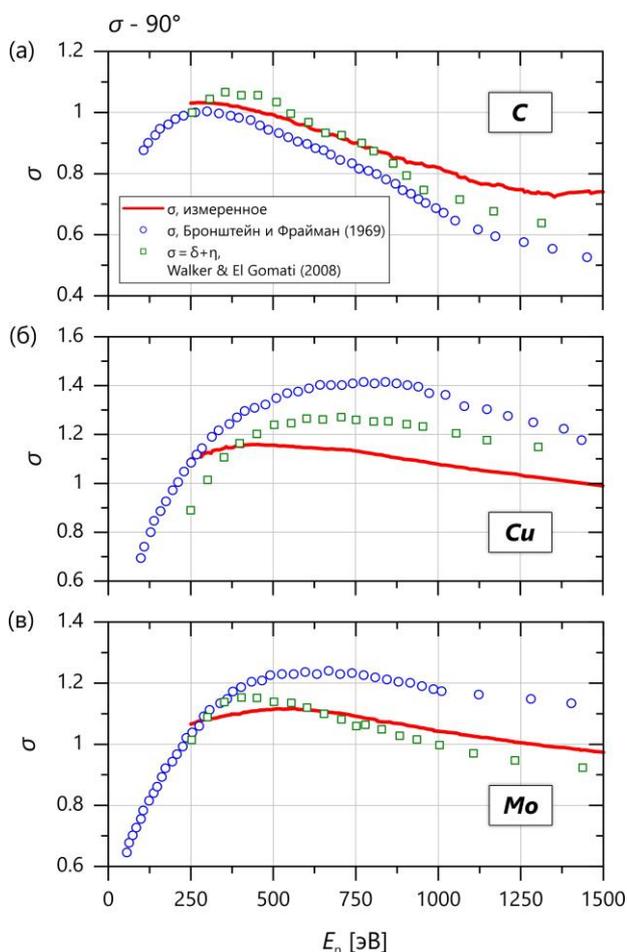


Рис.2. Результаты измерений зависимости  $\sigma(E_p)$  для (а) углерода, (б) меди, (в) молибдена.

Большинство результатов измерений согласуются с данными из других источников, как это, например, видно в случае углерода, молибдена (см. рис.2а, рис.2в) и тантала, вольфрама (см. рис.3б, рис.3в). Значительные различия между измеренными значениями  $\sigma$  и литературными данными, например, в случае кремния (см. рис.3а), могут быть объяснены различной кристаллической структурой исследуемого материала. Ввиду отсутствия источника чистого поликристаллического кремния для измере-

ний было решено использовать кремниевую полупроводниковую пластину (100). Тип кристаллической структуры образцов кремния в [8, 9] не указан. Остальные различия могут быть объяснены различной технологией производства материала, его чистотой или шероховатостью поверхности. Например, для медной поверхности (см. рис.2б) наблюдаемая разница может быть обусловлена различным содержанием кислорода в приповерхностном слое. Кислород известен как один из химически активных элементов, который может существенно влиять на эмиссионные свойства поверхности [1]. В [1] исследуемые образцы изготавливались напрямую в вакууме путём термического напыления на стеклянную подложку при низком давлении. Полученные данные свидетельствуют о корректности методики проводимых описанным образом измерений.

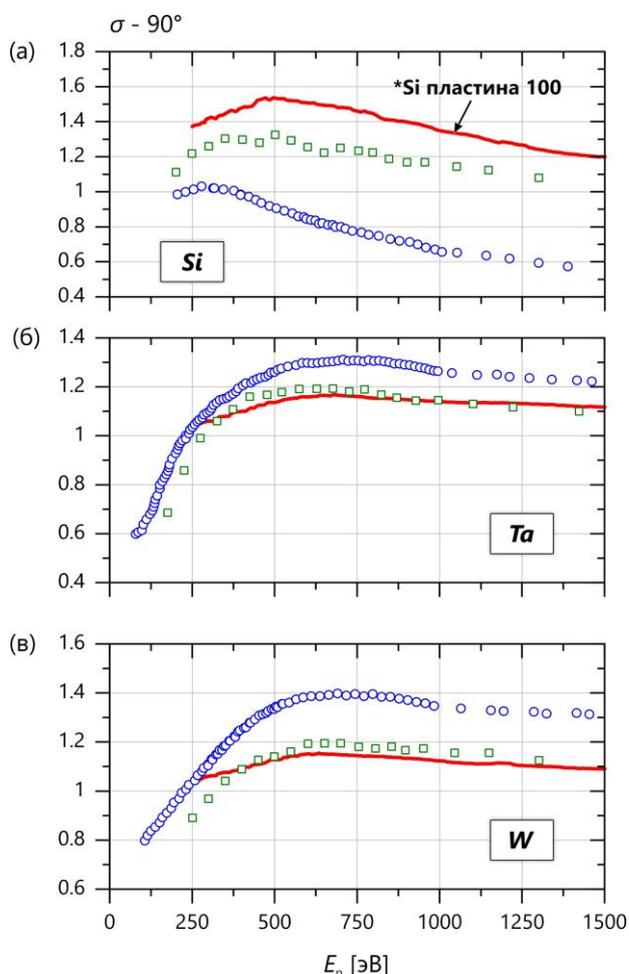


Рис.3. Результаты измерений зависимости  $\sigma(E_p)$  для (а) кремниевой полупроводниковой пластины (100), (б) тантала, (в) вольфрама.

Следуя измерениям  $\sigma(E_p)$  выполненным для чистой вольфрамовой поверхности, тот же образец был отожжен при температуре 2500 К в течение часа с использованием сфокусированного электронного пучка при давлении  $1 \cdot 10^{-7}$  мбар. После остывания образца до комнатной температуры измерения эмиссионных свойств повторялись. Далее образец облучался гелиевой плазмой на протяжении 60 минут с параметрами, указанными в предыдущем разделе.

### СЭМ-изображения

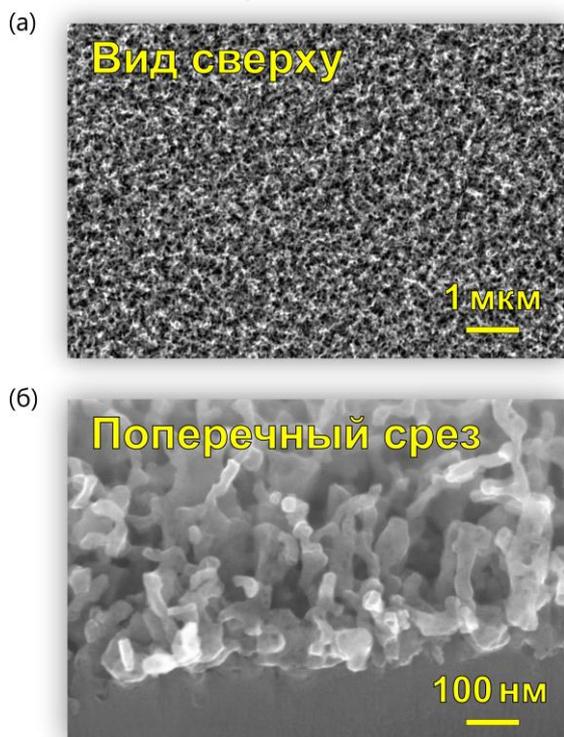


Рис.4. (а, б) СЭМ-изображения вольфрамовой поверхности после облучения гелиевой плазмой с ионным потоком  $2 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}\text{с}^{-1}$ , при  $T_s = 1250 \text{ К}$ .

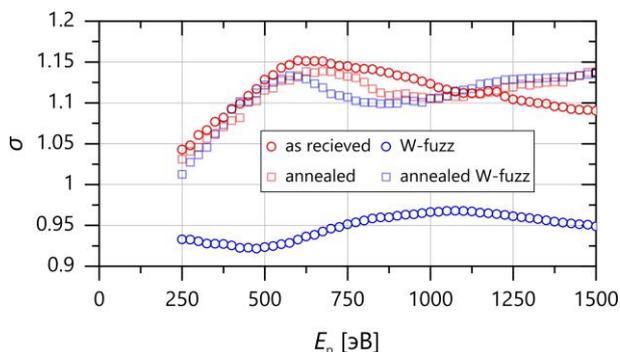


Рис.5. Результаты измерений зависимости  $\sigma(E_p)$  для вольфрамовой поверхности, подвергнутой последовательным модификациям структуры поверхности.

В процессе облучения на вольфрамовой поверхности формировалась губчатая наноструктура (рис.4) – вольфрамовый пух [6] с значительно отличающейся зависимостью  $\sigma(E_p)$ .

После облучения плазмой, охлаждения образца до комнатной температуры и достижения предельного остаточного давления в камере, измерения  $\sigma(E_p)$  для модифицированной вольфрамовой поверхности повторялись. Финальное измерение проводилось после разрушения сформировавшейся наноструктуры в результате отжига при ранее указанной температуре. В результате такой серии экспериментов эмитировался полный цикл превращений вольфрамовой поверхности, индуцированный воздействием плазмы. Результаты измерений представлены на рис.5.

### Заключение

В данной работе продемонстрирована возможность проведения *in-vacuo* измерений полного выхода вторичных электронов с поверхности образца в линейной плазменной установке BPD-PSI. Дополнительно исследовано изменение зависимости  $\sigma(E_p)$  для вольфрамовой поверхности, испытавшей серию последовательных морфологических изменений.

### Литература

- [1] Bronstein I.M., Frayman B.S. Vtorichnaya elektronnaya emissiya. Moscow: Nauka, 1969. 408 p.
- [2] Perry A.J., Vender D., Boswell R.W. The application of the helicon source to plasma processing // Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena. 1991. Vol. 9, № 2. P. 310–317.
- [3] Sydorenko D. et al. Plasma-sheath instability in Hall thrusters due to periodic modulation of the energy of secondary electrons in cyclotron motion // Physics of Plasmas. 2008. Vol. 15, № 5. P. 053506.
- [4] Lee W., Krashenninnikov S.I. Secondary electron emission and the bifurcation of the heat flux to the targets in fusion plasmas // Physics of Plasmas. 2013. Vol. 20, № 12. P. 122501.
- [5] McCarthy W. et al. An experimental

assessment of methods used to compute secondary electron emission yield for tungsten and molybdenum electrodes based on exposure to Alcator C-Mod scrape-off layer plasmas // *Plasma Phys. Control. Fusion*. IOP Publishing, 2018. Vol. 60, № 3. P. 035011.

[6] Patino M., Raitses Y., Wirz R. Secondary electron emission from plasma-generated nanostructured tungsten fuzz // *Applied Physics Letters*. 2016. Vol. 109, № 20. P. 201602.

[7] Sergeev N.S., Sorokin I.A., Podolyako F.S. A new compact linear beam-plasma

discharge simulator BPD-PSI // *J. Inst. IOP Publishing*, 2022. Vol. 17, № 11. P. P11012.

[8] Walker C. g. h. et al. The secondary electron emission yield for 24 solid elements excited by primary electrons in the range 250–5000 eV: a theory/experiment comparison // *Scanning*. 2008. Vol. 30, № 5. P. 365–380.

[9] EL Gomati M.M. et al. Theory Experiment Comparison of the Electron Backscattering Factor from Solids at Low Electron Energy (250–5,000 eV) // *Scanning*. 2008. Vol. 30, № 1. P. 2–15.

# Параметры разряда скользящей дуги для модификации полиэтилена

М.А. Мокеев<sup>1,2</sup>, А.Н. Хаглеев<sup>1,2</sup>, К.А. Демин<sup>1,2</sup>, А.Л. Петров<sup>2</sup>, О.Ж. Аюрова<sup>3</sup>, У.Л. Мишигдоржийн<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)  
670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия  
e-mail: maks\_mok@mail.ru

<sup>2</sup>Восточно-Сибирский государственный университет технологий и управления (ВСГУТУ)  
670013, Улан-Удэ, ул. Ключевская, 40в, Россия

<sup>3</sup>Байкальский институт природопользования СО РАН (БИП СО РАН)  
670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-238-241

Изучены режимы модификации пленок полиэтилена плазмой скользящей дуги на разработанной установке. Методом ИК-спектроскопии установлено, что модификация приводит к образованию на поверхности полимера кислородосодержащих групп ( $-\text{COOH}$ ,  $\text{OH}$ ,  $\text{C=O}$ ), обуславливающих снижение значений краевого угла смачивания и увеличение заряда поверхности.

## Введение

В последнее время все больший интерес приобретает производство полимерно-композиционных материалов на основе системы «пленка-адгезив», например, производство липких изоляционных лент [1]. Основной проблемой длительной эксплуатации данных систем является недостаточная адгезия поверхности пленки [2]. В этой связи для улучшения адгезии между компонентами системы применяют органические растворители и различные модификаторы [3]. Применение ацетона или циклогексанона в составе адгезива позволит химически модифицировать – окислить поверхность полиэтиленовой пленки и сформировать свободные радикалы с последующим образованием кислородосодержащих функциональных групп, улучшающих адгезионные свойства. Однако, введение растворителей негативно влияет на прочность клеевого соединения системы, объем которого уменьшается за счет испарения растворителя, в результате приводящий к формированию трещин и неровностей с преобразованием в точки разрыва. В случае применения адгезивов холодного отверждения на основе эпоксидных смол образуются межфазный слой с поверхностью полиэтиленовой пленки вследствие сегментальной растворимости исходных компонентов [4, 5]. Применение данных адгезивов характеризуется медлен-

ным набором прочности клеевого шва – до 7 суток и когезионной хрупкостью.

Проблема недостаточной адгезии системы «пленка-адгезив» может быть решена модификацией поверхности полимерных пленок газоразрядными методами. В настоящее время применяют тлеющий [6–9], коронный [10–12] и скользящий дуговой разряды [13–17]. Рассмотрим установку тлеющего разряда в вакууме разработанную Б.Л. Горбергом из Ивановского НИЭКМИ и описанную в работах Федосова С.В. Установка УПХ-140 предназначена для модификации полимерных пленок, тканей и волокон тлеющим разрядом в рабочей камере с давлением  $\sim 80$  Па с постоянно работающей системой вакуумирования. Модифицируемый материал расположен между группой электродов, соединенных с источником питания, между которыми инициируется тлеющий разряд, модифицирующий поверхность материала. В результате такой модификации на поверхности полимерного материала формируются функциональные группы, способные к взаимодействию с адгезивом [15]. Применение системы вакуумирования в данных установках обусловлено природой тлеющего разряда и вносит ряд технологических ограничений, в виде области модификации, равной размерам реакционной камеры и необходимости поддержания вакуума на протяжении всего процесса модификации.

В промышленности нашли применение и установки, использующие для модификации коронный разряд. Примером установки для модификации объектов из полимерных материалов является установка, запатентованная Зуевым М. А. с целью улучшения взаимодействия с адгезивом. Принцип работы данной установки заключается в подаче воздушного потока в межэлектродный зазор между гранями стержневых электродов для отклонения потока заряженных частиц по дуге в направлении модифицируемых поверхностей. В данной установке реализована возможность изменения длины вылета плазменного пучка за счет регулирования воздушного потока на расстояние до 30–50 мм от плоскости электродов. Плазменный пучок состоит из множества микрочарядов-стримеров, инициируемых между электродами под воздействием приложенного напряжения порядка  $U \approx 20$  кВ с частотой  $f = 20$  кГц. Недостатком такой модификации является природа коронного разряда – формирование микростримеров-разрядов, способных фокально разрушить поверхность полимерной пленки [16].

Альтернативным газоразрядным методом модификации поверхности полимерных пленок является применение плазмы скользящей дуги, исключаящую термическую деструкцию и не требующую дополнительного вакуумного оборудования. Целью данной работы является исследование влияния режимов модификации пленок полиэтилена плазмой скользящей дуги на адгезионные свойства для производства полимерных композиционных материалов на основе системы «пленка – адгезив».

### Материал и методика эксперимента

В качестве модифицируемого материала использовались образцы полиэтиленовой пленки (ПЭ) толщиной 100 мкм (ГОСТ 10354-82 «Пленка полиэтиленовая»). Модификацию поверхности полимерных пленок осуществляли на разработанной установке генерации низкотемпературной плазмы скользящей дуги атмосферного давления (патент № 2781708 С1 Российская Федерация, МПК В29С 71/00, Н01J 37/00, В29С 71/00, Н01J 37/00, опубл. 17.10.2022, Бюл. № 29) (рис.1).

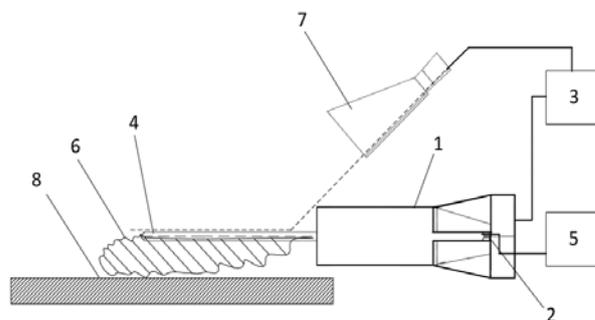


Рис.1. Схема установки для модификации поверхности полимерных пленок в низкотемпературной плазме скользящей дуги атмосферного давления: 1 – корпус эжектора, 2 – затравочные электроды, 3 – система напуска реакционного газа, 4 – алюминиевые электроды, 5 – высоковольтный источник питания, 6 – электроразрядная зона, 7 – отклонитель, 8 – поверхность модифицируемого образца полимерной пленки.

Для генерации плазмы применяется система напуска реакционного газа – воздуха, производительностью 400 л/мин с рабочим давлением 1 МПа. В корпусе установки расположены алюминиевые электроды размерами 150×30 мм, между которыми зажигается дуга. Далее, воздух и системы напуска реакционного газа эжектируется в плоскость электродов, формируя таким образом низкотемпературную плазму скользящей дуги в виде плазменного потока, выносящегося из межэлектродного промежутка и расширяющегося в объемах. Применение регулируемого отклонителя плазмы скользящей дуги позволило изменять угол атаки разряда в диапазоне от  $\alpha = 115^\circ$ – $160^\circ$ . Ширина сформированного плазменного потока составляла 2 см, длина потока 5 см. Характер протекания тока в разрядном промежутке представлял собой последовательность импульсов с частотой  $f \approx 45$  кГц. Модификация поверхности пленок полиэтилена проводилась при различном времени  $t$  и различной мощности разряда  $W_p$ , при этом угол отклонителя  $\alpha = 145^\circ$ , площадь разряда  $S_p = 10$  см<sup>2</sup>.

### Результаты и обсуждение

Для подтверждения изменения адгезионных свойств пленок ПЭ, модифицированных в плазме скользящей дуги атмосферного давления, проведено исследование краевого угла смачивания методом «лежащей

капли» с абсолютной ошибкой не более 0,5° (табл.1).

Таблица 1. Зависимость значения краевого угла смачивания пленок от времени и мощности разряда скользящей дуги.

Время модификации $t$ , с	Краевой угол смачивания $\theta$ , °	
	Угол отклонителя $\alpha = 145^\circ$ , Площадь $S = 10 \text{ см}^2$	
	$W_p = 190 \text{ Вт}$	$W_p = 240 \text{ Вт}$
0	97–98	
5	43–44	52–53
10	26–27	31–32
15	29–30	34–35
30	29–30	36–37

При контакте с дистиллированной водой для образца полиэтиленовой пленки уменьшение краевого угла смачивания наблюдалось с 97–98° до 26–27° при 15-секундой модификации поверхности плазмой скользящей дуги и мощности разряда  $W_p = 190 \text{ Вт}$ . Модифицированные образцы пленок ПЭ исследовали методом ИК-спектроскопии на ИК-спектрометре ALPNA (Bruker, США) с приставкой МНПВО (кристалл ZnSe) (рис.2).

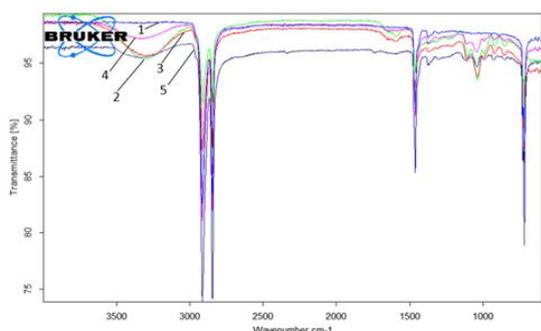


Рис.2. ИК-спектры пленок ПЭ: 1 – исходной, 2 – модифицированной в плазме скользящей дуги при 5 с, 3 – то же при 10 с, 4 – то же при 15 с., 5 – то же при 30 с.

Так, в ИК-спектре исходного образца присутствуют полосы поглощения, характерные для функциональных групп полиэтилена. В ИК-спектре модифицированных образцов ( $t = 5, 10 \text{ с}$ ) в области 3600–3000  $\text{см}^{-1}$  наблюдаются полосы поглощения характерные для деформационных колебаний гидроксильных ОН-групп, и в области 1700–1600  $\text{см}^{-1}$  – для валентных колебаний С=С и С=О групп, характеризующих снижение краевого угла смачивания.

Оценку плотности электрического заряда  $\sigma_{\text{эфф}}$ , потенциал поверхности  $V_s$  и

напряженность электрического поля  $E$  на поверхности исходной и модифицированной пленок в плазме скользящей дуги атмосферного давления проводили на приборе ИПЭП-1 с погрешностью измерения равной 5%. Исследуемыми параметрами являлись потенциал поверхности (табл.2).

Таблица 2. Электретные свойства пленок полиэтилена.

Срок хранения $t$ , с	Угол отклонителя $\alpha = 145^\circ$ , Площадь $S = 10 \text{ см}^2$ , $W_p = 190 \text{ Вт}$		
	$V_s$ , кВ	$E$ , кВ/м	$\sigma_{\text{эфф}}$ , мкКл/м <sup>2</sup>
0 (исходный)	0,007	0,004	0,003
15	0,085	5,4	0,044
30	0,083	5,0	0,043
60	0,070	4,8	0,042
600	0,060	4,8	0,040

Анализ результатов показал, что с течением времени наблюдается снижение показателей электретных свойств у модифицированных пленок ПЭ, вероятно, связанное с релаксацией зарядов на поверхности. Необходимо отметить, что модифицированные пленки ПЭ характеризуются более высокими значениями электретных свойств в сравнении с исходными образцами.

## Заключение

Полученные результаты свидетельствуют, что модификация поверхности пленок полиэтилена в плазме скользящей дуги приводит к улучшению адгезионных свойств пленки, связанные с формированием кислородосодержащих функциональных ОН-, С-О- и С=О-групп на поверхности и последующим образованием новых химических связей, в т.ч. водородных с адгезивом. Образованные функциональные группы способствуют увеличению заряда поверхности пленки, усиливая электростатическую составляющую адгезионных свойств. Таким образом, плазма скользящей дуги является эффективным инструментом улучшения адгезионных свойств исходных компонентов в системе “пленка – адгезив”.

Работа выполнена в рамках проекта программы фундаментальных научных исследований № 0270-2021-0001 и госзадания БИП СО РАН проект № 0273-2021-0007.

## Литература

- [1] Васильев, В. В. Механика конструкций из композиционных материалов / В. В. Васильев. – М.: Машиностроение, 1988. – 272 с.
- [2] Берлин, А. А. Основы адгезии полимеров / А. А. Берлин, В. Е. Басин. – М.: Химия, 1974. – 392 с
- [3] Ненахов, С. А. Адгезия. Основные термины и определения / С. А. Ненахов // Клеи. Герметики. Технологии. – 2007. – № 4. – С. 2 – 6.
- [4] Перепечко И.И., Данилов В.А. Взаимодействие компонентов взаимопроницающих сеток полиэтилен-эпоксидная смола // Высокомол. соед., А, 1994, т.36, №7, с. 1180-1184.
- [5] Stroganov V.F., Stroganov I.V. Epoxy adhesives for connection of polymeric and diverse materials // Izvestiya KGASU. 2013. №3(25) P.92-97.
- [6] Гильман А.Б., Потапов В.К. Плазмохимическая модификация поверхности полимерных материалов // Прикладная физика. – 1995. – Вып. 3-4. – С. 14-21
- [7] Таничев М. В. Рулонные стеновые материалы на флизелиновой основе, модифицированные низкотемпературной плазмой тлеющего разряда / М. В. Таничев. – Таничев Максим Владимирович Иваново, 2015.
- [8] Модификация адгезионных свойств полимерных пленок обработкой коронным разрядом / В. В. Ананьев, Т. Н. Перетокин, Г. Е. Заиков, С. Ю. Софьина // Вестник Казанского технологического университета. – 2014. – Т. 17. – № 5. – С. 116-119.
- [9] Нгуен К. Х. Влияние параметров процесса обработки полимерных пленок "коронным разрядом" на свойства поверхности / К. Х. Нгуен. – Российский химико-технологический университет имени ДИ Менделеева, 2009.
- [10] Ефремова, А. А. Изучение топологии поверхности высокоориентированной многослойной термоусадочной пленки после обработки коронным разрядом / А. А. Ефремова, Г. И. Шайхутдинова, А. Ю. Григорьев // Лучшая научно-исследовательская работа 2019: сборник статей XXI Междуна-
- родного научно-исследовательского конкурса, Пенза, 30 июля 2019 года. – Пенза: "Наука и Просвещение" (ИП Гуляев Г.Ю.), 2019. – С. 47-51.
- [11] Характеристики наносекундного поверхностного скользящего разряда в сверхзвуковом потоке воздуха, обтекающем тонкий клин / Мурсенкова И.в, Ляо Ю, Иванов И.э, Сысоев Н.н // Вестник Московского университета. Серия 3. Физика. Астрономия. – 2019. – № 3. – С. 50-56.
- [12] Reznickova, A. Comparison of glow argon plasma-induced surface changes of thermoplastic polymers / A. Reznickova, Z. Kolska, V. Hnatowicz, P. Stopka, V. Svorcik // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2011. – Vol. 269, N 2. – P. 83-88.
- [13] Петров, А. Е. Модифицирование поверхности полимерных пленок в послесвечении разряда атмосферного давления в потоке воздуха / А. Е. Петров, Т. Г. Шикова, В. А. Титов, А. Д. Федорова // Известия высших учебных заведений. Серия: химия и химическая технология. – 2012. – Т. 55. – № 4. – С. 51-56.
- [14] Гужова, А. А. Влияние параметров электретирования на поверхностные и электретные свойства полиэтилентерефталата / А. А. Гужова, Д. Э. Темнов, М. Ф. Галиханов // Известия Российского Государственного педагогического университета им. А. И. Герцена. – 2013. – № 157. – С. 55 – 60.
- [15] Федосов, С.В. Применение тлеющего разряда в строительной и текстильной промышленности: монография / С.В. Федосов, Б.Н. Мельников, М.В. Акулова, Л.В. Шарнина. – Иваново, 2008. – 232 с.
- [16] Зуев М. А. Устройство обработки поверхности коронным разрядом / М. А. Зуев. – 2007. – URL: <https://patents.google.com/patent/RU2306224C1/en?q=RU2306224C1> (дата обращения: 10.05.2023). – Текст: электронный.

# Структура и свойства композитных покрытий TiN-Cu на сплаве T15K6, полученных методом вакуумно-дугового испарения и магнетронного распыления

Д.Б.-Д. Цыренов, А.П. Семенов, И.А. Семенова, Н.С. Улаханов

Институт физического материаловедения (ИФМ СО РАН)  
670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия  
E-mail: dmitriyzakts@gmail.com  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-242-246

Рассмотрены особенности формирования композитных покрытий TiN–Cu гибридным методом вакуумно-дугового испарения титана и магнетронного распыления меди. Показано, при выбранных условиях синтеза TiN, медь не образует химических соединений с титаном и азотом. Рассмотрены структура и свойства композитных покрытий TiN–Cu. Введение меди в состав покрытия приводит к измельчению кристаллитов нитридной фазы. Максимальная микротвердость покрытий 37–41 ГПа достигается при концентрации меди  $\sim(3-7)$  ат. %. Определены технологические параметры, обуславливающие нанесение износостойких функциональных покрытий TiN–Cu на подложках из сплава T15K6.

## Введение

Создание нового класса материалов с покрытиями, обладающими широкими функциональными возможностями является одним из приоритетных направлений современного физического материаловедения. Уникальными физико-механическими свойствами обладают нанокристаллические композитные покрытия, которые позволяют значительно улучшить физико-механические свойства поверхности режущего инструмента, деталей, узлов и агрегатов технологического оборудования [1, 2]. Опубликованные результаты исследований свидетельствуют о возможности повышения свойств получаемых покрытий путем создания многофазных покрытий различного состава.

В нанокристаллических материалах процессы разрушения осуществляются путём разрыва межатомных связей с высокими энергетическими барьерами, которые характерны для тугоплавких соединений типа нитридов. В связи с этим активно развиваются научно-технологические основы синтеза многокомпонентных наноразмерных покрытий на базе нитрида титана, легированного B, C, Al, Si, Cu или Cr, которые обладая повышенной твёрдостью, позволяют увеличить стойкость и улучшить эксплуатационные свойства изделий [3, 4]. Условия синтеза и выбор легирующего элемента являются определяющими факторами для

значительного улучшения физико-механических свойств данных покрытий. Упрочнение покрытия при использовании легирующих элементов обусловлено как изменением типа химической связи, так и измельчением размера зерна, приводящим к увеличению протяжённости межзёренных границ в объёме покрытия [5]. При этом легирующие элементы могут образовывать с нитридом титана соединения с различной растворимостью или не взаимодействовать с ним. В [6–8] получены обещающие результаты по синтезу двухфазных нанокompозитов путем легирования покрытий TiN медью.

Наиболее перспективным подходом инженерии поверхности является применение вакуумно-плазменных методов. В связи с этим предлагается новый подход создания композитных покрытий TiN-Cu путем инъекции паров меди в область синтеза TiN на основе сопряжения двух газоразрядных процессов, дугового испарения Ti и магнетронного распыления Cu, в конструкции вакуумной установки.

Для реализации данного подхода по осаждению нанокристаллических композитных покрытий TiN-Cu разработана нового типа вакуумная установка [9, 10], на основе реконструкции стандартной вакуумной камеры серийной установки ВУ-1Б.

## Методика эксперимента

Композитные покрытия TiN-Cu наносилились на модернизированной установке ВУ-1Б оснащенной вакуумно-дуговым испарителем и планарным магнетроном [10]. Покрытия формировались путём одновременного испарения титанового катода испарителя и распыления медного катода магнетрона при различном парциальном давлении смеси азота и аргона в вакуумной камере, в зависимости от режима нанесения покрытия.

Рентгенофазовый анализ покрытий проводился с помощью дифрактометра Phaser 2D Bruker ( $\text{Cu}_{\text{K}\alpha}$  – излучение) с использованием линейного детектора для проведения порошковой дифрактографии LYNXEYE и позволил рассчитать параметр решётки для оценки стехиометричности TiN.

Металлографический анализ покрытий проводили на оптическом микроскопе Альтами MET 2С, укомплектованном цифровой камерой и программным комплексом для количественного металлографического анализа.

Исследование поверхности и определение элементного состава осуществляли методами растровой электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа с помощью электронного микроскопа JSM-6510LV JEOL (Япония) с системой микроанализа INCA Energy 350 Oxford Instruments (Великобритания). Строение поверхности композитного покрытия TiN-Cu исследовали на атомно-силовом микроскопе Multi-Mode-8. Микротвёрдость покрытия измеряли на микротвёрдомере ПМТ 3М при нагрузке 100 г.

## Результаты и их обсуждение

Определены оптимальные технологические параметры нанесения композитных покрытий TiN-Cu на шестигранные сменные пластины, тип 11114 (HNUM) ГОСТ 19068-80, из твердого сплава Т15К6, которые применяются для проходных резцов и торцевых фрез. Основные параметры для вакуумно-дугового испарителя были следующими: ток дугового разряда 80–100 А, давление смеси рабочего газа азота и аргона

$3,7 \cdot 10^{-1}$ – $2,4$  Па, напряжение горения 35–45 В. По мере выхода вакуумно-дугового испарителя в режим стационарного горения дугового разряда зажигается стационарный магнетронный разряд [10]. Планарный магнетрон обеспечивал стабильную работу в диапазоне давлений смеси газа азота и аргона  $3,7 \cdot 10^{-1}$ – $2,4$  Па. Ток разряда 0,4–1 А, напряжение горения разряда составляло 350–480 В и зависело от давления рабочего газа.

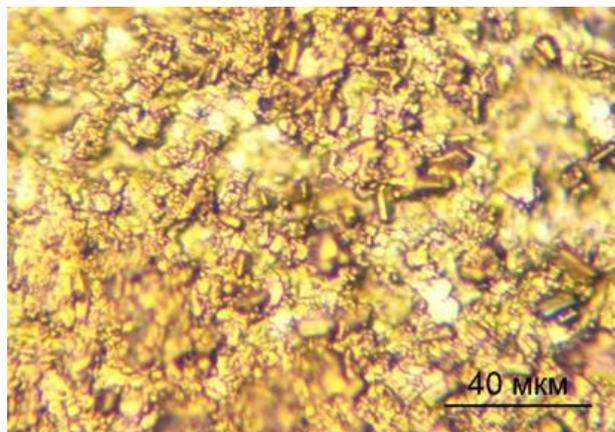


Рис.1. Морфология поверхности покрытия TiN-Cu на сплаве Т15К6 (оптический микроскоп Альтами MET 2С).

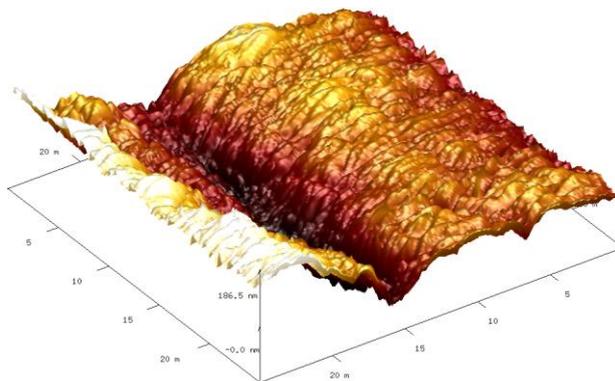


Рис.2. Строение поверхности покрытия TiN-Cu на сплаве Т15К6 (атомно-силовой микроскоп Multi-Mode-8).

Морфология сформированных покрытий TiN-Cu не отличается от вида ионно-плазменных TiN покрытий, полученных в плазме вакуумно-дугового разряда. Покрытия характеризуются ячеистым микрорельефом. Гибридный процесс осаждения позволяет получать покрытия (рис.1 и рис.2) без макрочастиц, отрицательно влияющих на физико-механические свойства покрытий.

Содержание меди в покрытии оказы-

вадет существенное влияние на структуру формируемых покрытий. При наполнении покрытия медью наблюдается изменение столбчатой структуры, характерной для монокристаллических покрытий, на глобулярную, рис.2.

Содержание меди при фиксированных значениях тока дугового разряда  $\sim 90$  А, опорном напряжении 180 В и различных значениях тока магнетронного разряда 0,4–1

А, варьировалось в покрытиях в пределах 2,7–6,94 ат. %. Опорное напряжение подается на пластину твердого сплава Т15К6, обеспечивая ионную очистку ростовой поверхности от газовых включений и ионное ассистирование процесса синтеза покрытия. Величина тока дуги и опорного напряжения влияют на стехиометричность TiN и выбраны наиболее оптимальные их значения из ранее проведенных экспериментов [11].

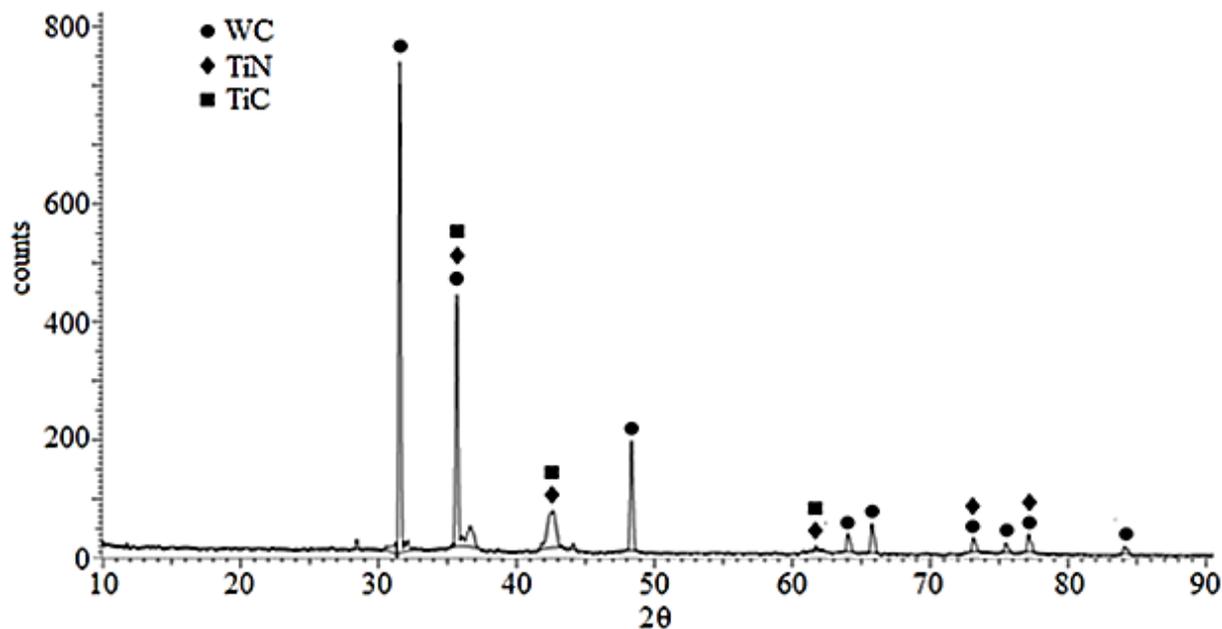


Рис.3. Рентгенограмма покрытия TiN-Cu на сплаве Т15К6.

Рентгенофазовый анализ показал, что для осажденных покрытий TiN-Cu характерны дифракционные пики кубического TiN со структурой B1 NaCl, рис.3. Так регистрируется наиболее сильное отражение от кристаллографической плоскости (111), при этом интенсивность пика значительно уменьшается с увеличением содержания меди. Увеличение нестехиометричности оценивали по параметру решетки. Для покрытия, полученного при токе дугового разряда 90 А и токе магнетронного разряда 0,5 А, параметр решетки  $a = 4,242 \text{ \AA}$ , в тоже время, рефлексов, относящихся к меди или её соединениям, при малых концентрациях (2–7 ат. %) зарегистрировано не было. По-видимому, в этом случае атомы меди не образуют собственной кристаллической фазы и находятся в аморфном состоянии на границах зёрен [12].

По результатам [13] предполагается,

что время, за которое атомы меди образуют вокруг растущего кристаллита TiN замкнутую оболочку, определяет время роста кристаллита, соответственно и его размер. Ограниченная смешиваемость титана и меди при температурных условиях осаждения  $< 500 \text{ }^\circ\text{C}$  должна препятствовать миграции границ и росту зёрен. В тоже время эффективность закрепления границ зёрен должна определяться не только размером частиц, но и объёмной долей частиц второй фазы (меди) [14]. По результатам исследований сложно установить влияние содержания меди в покрытиях на размер зерна, однако явно наблюдалось повышение микротвердости покрытий при определённых условиях осаждения и в зависимости от концентрации примесной компоненты меди (табл. 1). Уменьшение размера кристаллитов нитридной фазы с увеличением концентрации меди свидетельствует о ее блокирующем влиянии

на процесс роста зерен TiN. В [13] показано, что с возрастанием содержания Cu более 7–10 ат.% заметного измельчения структуры покрытия не происходит. Данный факт может свидетельствовать о том, что именно это количество меди обеспечивает полное покрывание растущих зерен нитрида титана и дальнейшее ее введение в состав покрытия с целью измельчения структуры нитридной фазы нецелесообразно, что подтверждается и результатами определения твердости сформированных покрытий. Средняя величина твердости по измеренным значениям составляла от 32 до 41 ГПа для покрытий, содержащих от 2,5 до 7 ат.% меди соответственно.

Таблица 1. Содержание меди и микротвердость покрытий TiN-Cu в зависимости от технологических параметров осаждения.

Ток дугового разряда, А	Ток магнетронного разряда, А	Давление в камере, Па	Cu, ат. %	H, ГПа
90	0,5	1,7 (N <sub>2</sub> )	2,70	18,2
90	0,6	2,3 (N <sub>2</sub> )	3,12	37,8
90	0,5	2,4 (N <sub>2</sub> +Ar)	3,59	40,9
90	0,7	2,4 (N <sub>2</sub> +Ar)	6,94	37,1

Добиться больших значений содержания меди не удалось в связи со сложностью увеличения тока разряда магнетрона в используемом диапазоне давлений рабочего газа. Предполагаем, что по мере увеличения содержания меди, будет наблюдаться снижение микротвердости до 16–17 ГПа. В результате, можно будет говорить о возрастающем влиянии на эту характеристику (по мере увеличения концентрации меди) не уменьшающегося размера кристаллитов, а растущего содержания в композитном слое мягкого пластичного металла.

Использованные в данной работе шестигранные сменные пластины из твердого сплава T15K6 представляют интерес в качестве материала для металлорежущего инструмента. Важнейшим критерием для оценки работоспособности режущего инструмента является необходимость оптимизации высокой микротвердости при достаточной пластичности покрытий. Снижение твердости нанесенного покрытия с повышением пластичности приведет к уменьшению

стойкости инструмента и важно избежать снижения этого показателя за счет оптимально подобранного состава композитного покрытия.

## Заключение

Методом вакуумно-дугового испарения титана и магнетронного распыления меди [15] на подложках из сплава T15K6 получены композитные покрытия TiN-Cu с различной концентрацией примесной компоненты меди 2–7 ат. %. Введение меди в состав покрытия приводит к измельчению кристаллитов нитридной фазы от 100 до 50 нм при изменении ее концентрации в указанном выше интервале. При этом твердость покрытий растет с 19 до 41 ГПа при увеличении концентрации меди до 3,5–7 ат.%. Проявляется немонотонный характер зависимости твердости покрытий с ростом концентрации меди, твердость снижается до 16–17 ГПа, что связано с влиянием на нее мягкого пластичного металла.

Согласно рентгенофазовому анализу, в слое композита отсутствуют рефлексы отражений меди, TiN частично текстурируется по плоскости (111), хотя можно выделить рефлексы отражений, принадлежащие и другим плоскостям (200), (220) и (222) с несвойственными им интенсивностями.

Вероятно, медь, не образуя собственной кристаллической фазы и не находясь в кристаллической решетке других фаз, расположена на границах кристаллитов в аморфном, или рентгено-аморфном состоянии. В процессе реакции Ti и N в парах Cu, медь вытесняется на границу между зернами TiN. Медь блокирует рост столбчатой структуры кристаллитов TiN, способствуя наноструктурированию композитных покрытий TiN-Cu. Этому свидетельствует, с одной стороны низким сродством Cu к N, азот не образует соединений с Cu (с азотом медь непосредственно не соединяется, невозможно получить нитрид Cu<sub>3</sub>N). С другой, фазовая диаграмма системы Ti-Cu [16] показывает, что при малых содержаниях atomic percent copper интерметаллиды стабильно не образуются, к тому же интерметаллиды TiCu, Ti<sub>2</sub>Cu, Ti<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>, TiCu<sub>3</sub> образуются при высоких atomic percent copper и

температурах ~1073–1173 К. Время, за которое атомы меди образуют вокруг растущего кристаллита TiN замкнутую оболочку, определяет время роста кристаллитов TiN, и как следствие размер кристаллитов.

Работа выполнена при финансовой поддержке научной темы № 0270-2021-0001 государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ.

### Список литературы

[1] Veprek S., Reiprich S. A concept for the design of novel superhard coatings // *Thin Solid Films*. 1995. Vol. 268. P. 64–71.

[2] Musil J., Vlcek J. Magnetron sputtering of alloy and alloy-based films // *Thin Solid Films*/ 1999. Vol. 343-344. P. 47-50.

[3] Veprek S., Veprek-Heijman M. Industrial applications of superhard nanocomposite coatings // *Surface and Coatings Technology*. 2008. Vol. 202. P. 5063—5073.

[4] Tabakov V.P., Vereschaka A.S., Vereschaka A.A. Multilayer composition coatings for cutting tools: formation and performance properties // *Mechanics and Industry*. 2017, Vol. 18. № 7. P. 706.

[5] Gleiter H. Nanostructured materials: basic concepts and microstructure // *Acta Materialia*. 2000. Vol. 48. № 1. P. 1-29.

[6] He J.L., Setsuhara Y., Shimizu I., Miyake S. Structure refinement and hardness enhancement of titanium nitride films by addition of copper // *Surface and Coatings Technology*. 2001. V. 137. P. 38-42.

[7] Musil J., Vlcek J., Zeman P., Setsunara Y., Miyake S., Konuma S., Kumagai M., Mitterer C. Morphology and microstructure of hard and superhard Zr-Cu-N nanocomposite coatings // *Jap. J. Appl. Phys.* 2002. V. 41. № 11A. P. 6529-6533.

[8] Коротаев А.Д., Мошков В.Ю., Овчинников С.В., Пинжин Ю.П., Савостиков В.М., Тюменцев А.Н. Наноструктурные и нанокompозитные сверхтвердые покрытия // *Физическая мезомеханика*. 2005. Т. 8. № 5. С. 103-116.

[9] Цыренов Д.Б-Д., Семенов А.П., Сушенцов Н.И. Устройство формирования

упрочняющих покрытий на принципе согласованного действия магнетронного и дугового разрядов низкого давления // *Тр. III Международного Крейнделевского семинара «Плазменная эмиссионная электроника»*. Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН, 2009. С. 129-133.

[10] Semenov A.P., Tsyrenov D.-B.D., Semenova I.A. An apparatus for vacuum deposition of composite TiN–Cu coatings using coupled vacuum-arc and ion-plasma processes // *Instruments and Experimental Techniques*. 2017. Vol. 60. No. 6. P. 892–895.

[11] Tsyrenov D.B-D., Semenov A.P., Smirnyagina N.N., Semenova I.A. A plasma-chemical reactor of coupled vacuum-arc and ion-plasma processes for protective coatings formation based on titanium nitride // *Journal of Physics: Conference Series*. 2019. Vol. 1393. № 012143.

[12] Myung H.S., Lee H.M., Shaginyan L.R., Han J.G. Microstructure and mechanical properties of Cu doped TiN superhard nanocomposite coatings // *Surface and Coatings Technology*. 2003. V. 163–164. P. 591-596.

[13] Крысина О.В. Генерация газометаллической плазмы в дуговых разрядах низкого давления для синтеза многокомпонентных нанокристаллических защитных покрытий. Дис... канд. техн. наук. Томск. 2016. 199 с.

[14] Табаков В.П. Формирование износостойких ионно-плазменных покрытий режущего инструмента. М.: Машиностроение. 2008. 311 с.

[15] Семенов А.П., Цыренов Д.Б-Д., Семенова И.А. Способ синтеза композитных покрытий TiN-Cu и устройство для его осуществления. Патент на изобретение № 2649355 RU // *Опубл.* 02.04.2018. Бюл. № 10.

[16] Eremenko V.N., Buyanov Yu.I., Prima S.B. Phase diagram of the system titanium-copper // *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 1966. V. 5. Issue 6. P. 494-502.

# Скорость звука в нанопорошке, созданном высокоэнергетическим электронным пучком

Б.З. Гармаев<sup>1</sup>, С.М. Бронникова<sup>1</sup>, И.А. Южаков<sup>1</sup>, К.В. Зобов<sup>2</sup>, С.П. Бардаханов<sup>2</sup>, А.В. Номоев<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)

670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой д. 6, Россия

E-mail: bair.garmaev@gmail.com

<sup>2</sup>Института теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН

630090, Новосибирск, ул. Институтская д. 4/1, Россия

E-mail: bair.garmaev@gmail.com

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-247-254

Работа посвящена апробации методики измерения скорости звука и анализа спектра звукового сигнала при прохождении через толстый слой нанопорошка в погружном состоянии. Предложена простая экспериментальная установка, состоящая из двух динамиков и одного микрофона, погруженных в емкость с наноразмерным порошком. Экспериментальные измерения проводились в нанопорошке диоксида кремния со средним размером частиц около 50 нм. Показано увеличение диссипации звукового сигнала с увеличением его частоты. Определены параметры затухания звуковых волн в зависимости от длины волны. Установлено, что скорость звука в данной среде меньше, чем в газе и твердом веществе. Предложена новая гипотеза о том, что нанопорошок ведет себя как новый тип сплошной среды – «тяжелый газ» при прохождении через него звуковой волны. Предложено применение приближения эффективной среды для оценки скорости звука в нанопорошке.

## Введение

Нанопорошки резко отличаются от гранулированных сред по физическим свойствам. Соотношение между массой частиц и потенциалами взаимодействия частиц (включая энергию нескомпенсированных поверхностных связей на них) препятствует рассыпанию частиц и формирует упругие агломераты. Кроме этого соотношение между размерами частиц и длиной свободного пробега молекул воздуха ставит под сомнение приближения сплошной среды и классические представления о распространении механических возмущений в такой среде. Тем не менее, расширяющееся применение нанопорошков и возможность использования особых свойств такой среды побуждает проводить исследование и измерения ее классических параметров. Экспериментально показанная возможность использования нанопорошков как шумопоглощающей среды [1], стала мотивацией исследования распространения звуковых колебаний и измерения скорости звука, проводимых в рамках данной работы.

Опыт предшествующих работ по данной теме [2–5] показал ряд проблем, возникающих при проведении измерений скорости звука в нанопорошке. Основная из которых — низкая скорость звука по сравне-

нию с газами и твердыми телами. Вследствие этого возникает недоверие к результатам измерений, так как конструкционные элементы измерительной установки могут проводить звуковые колебания в обход нанопорошка, приводя к ошибкам. Располагая достаточно большими объемами нанопорошка диоксида кремния, полученного методом испарения исходного вещества электронным пучком высокой энергии [6], была предложена методика, минимизирующая влияние конструкционных элементов на измерения, апробированная в рамках данной работы.

В настоящей статье приведены результаты экспериментальных исследований и некоторые теоретические предположения о распространении звука в толстом слое нанопорошка.

## Экспериментальная установка

Основная особенность — расположение элементов непосредственно в толще нанопорошка. Объем используемого наноматериала составлял порядка 50 л. Для экспериментов использовался нанопорошок диоксида кремния со средним размером частиц около 50 нм. Применялась акустическая измерительная система из одного приемника сигнала — микрофона и двух ис-

точников звука — динамиков. Микрофон был расположен вблизи одного из динамиков, вследствие чего звуковой сигнал проходил различное расстояние от левого и правого источника до микрофона. Подобная конструкция позволяет посылать сигнал на приёмник с разных дистанций как отдельно, так и в комбинации, что позволяет измерять время задержки между принимаемыми сигналами. Кроме этого, можно варьировать посылаемый сигнал и контролировать изменение формы принимаемого сигнала. На рис.1 приведена схема установки и процесс погружения в нанопорошок акустической измерительной системы.

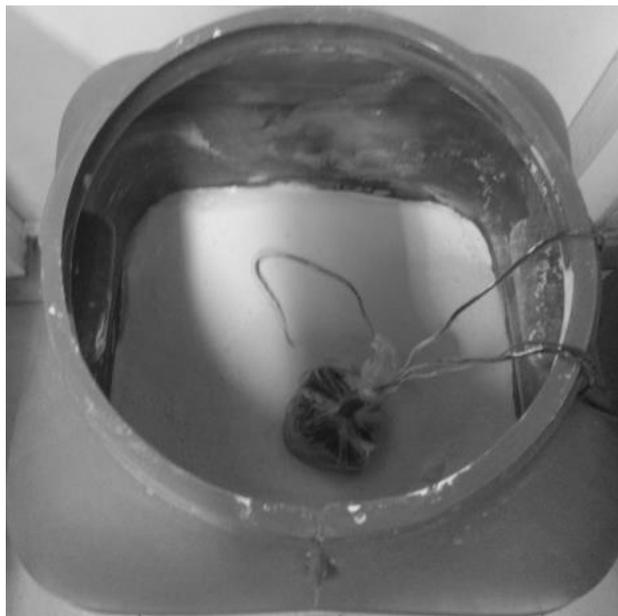
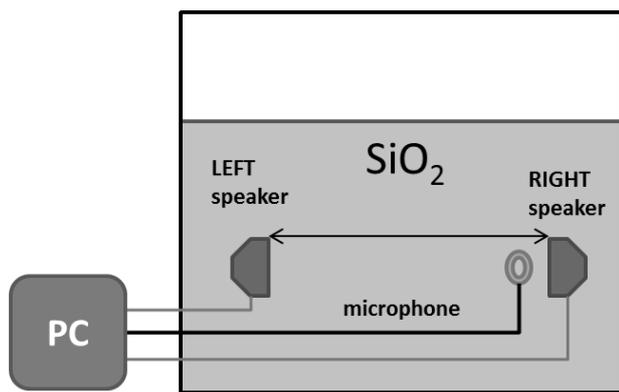


Рис.1. Схема экспериментальной установки и процесс погружения в нанопорошок акустической измерительной системы.

Для формирования аудиотрека и записи экспериментального сигнала использовалась программа Audacity. Синхронно запускалась генерация звуковых сигналов на ко-

лонках и запись звука с микрофона, что позволяло определить время от генерации звука до записи звука. Это время состоит из времени, затраченного на прохождение звука через среду, и времени, затраченного на генерацию и прием звука аппаратурой:

$$t = t_{medium} + t_{device} .$$

Разница времени прихода звука на микрофон от дальней и ближней колонки позволяет избавиться от времени, затраченного на генерацию и прием звука аппаратурой. Время на генерацию и прием звука аппаратурой предположительно постоянно и не зависит от расстояния между колонкой и микрофоном, а время прохождения звука зависит. Разность времени прохождения волны покажет время прохождения волны через среду толщиной равной разнице разных расстояний между колонками и микрофоном:

$$\Delta t = (t_{medium1} + t_{device}) - (t_{medium2} + t_{device}) ,$$

$$\Delta t = t_{medium1} - t_{medium2} .$$

Таким образом, наличие двух колонок, расположенных на разных расстояниях от микрофона, позволяет не калибровать экспериментальную установку для учета времени, затраченного на генерацию и прием звука аппаратурой.

### Скорость звука в нанопорошке

Для определения скорости звука использовалась следующая модель. С динамиков выдавался пилообразный сигнал, который имитировал одиночный удар. Было решено использовать три записи от левого канала, правого канала и при совместном воспроизведении. На рис.2 показан генерируемый сигнал и три последовательных записи звука с микрофона. Используя корреляционную функцию, можно определить смещение между правым и левым сигналом в общей записи. Установлено, что скорость звука в данной среде меньше, чем в газе и твердом веществе и составляет порядка 35 м/с для использованного нанопорошка. Нанопорошок хорошо подавляет акустические колебания, в связи с чем, левый и правых канал для совместной записи балансировались по амплитуде.

Следует отметить, что, несмотря на то, что левый и правый сигнал достаточно четко коррелировали с совмещённым сигналом. Между самым левым и правым сигналом корреляция не выявлена, что говорит о сильном частотном искажении сигнала при прохождении слоя нанопорошка.

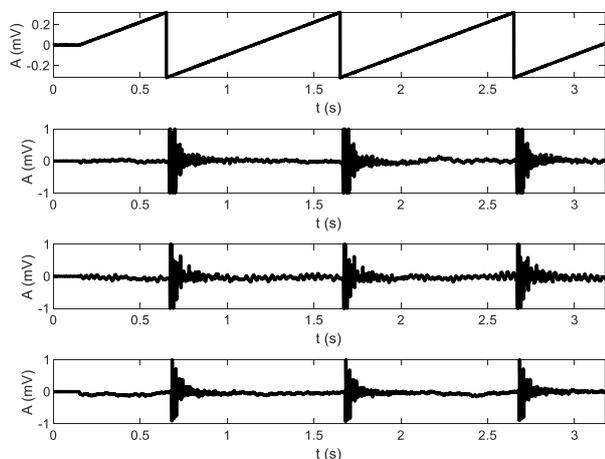


Рис.2. Генерируемый сигнал, запись звука с двух динамиков, запись звука с ближнего динамика, запись звука с дальнего динамика.

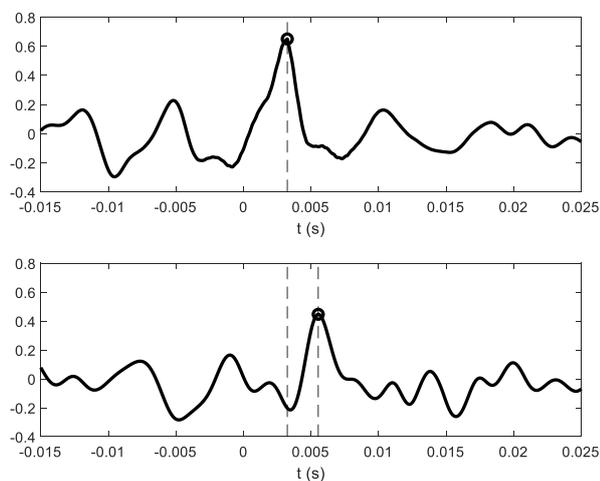


Рис.3. Корреляционная функция записей звука с ближнего динамика со звуком от двух динамиков (сверху), корреляционная функция записей звука с дальнего динамика со звуком от двух динамиков (внизу).

На рис.4 показано определение разницы времени прохождения звуковых волн через среду с помощью определения первого максимума в записываемом сигнале звука. Звуковые сигналы представляют собой синусоиды с разной частотой, которые разделены «тишиной» (отсутствием сигнала). Сигналы сгенерированы сериями по три:

звук из первой колонки, звук из второй колонки и звук одновременно из двух колонок. Сгенерированы 12 серий сигналов с частотами 125, 160, 200, 250, 315, 400, 500, 630, 800, 1000, 1250 и 1600 Гц.

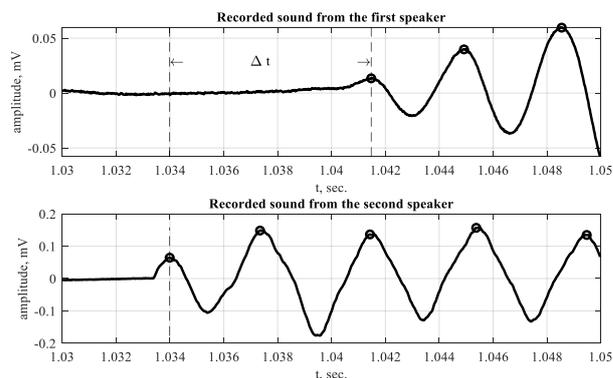


Рис.4. Генерируемый сигнал, запись звука с двух динамиков, запись звука с ближнего динамика, запись звука с дальнего динамика.

Это время позволит определить скорость звука в среде по формуле

$$v = \frac{d_2 - d_1}{\Delta t},$$

где  $d_1$  и  $d_2$  – расстояние от первой и второй колонки до микрофона. Разница между расстояниями от колонок до микрофона задается в начале эксперимента, и в этой работе она равна 26 см. Произведено 10 измерений, и вычислены средние значения скоростей звука в зависимости от частоты звука.

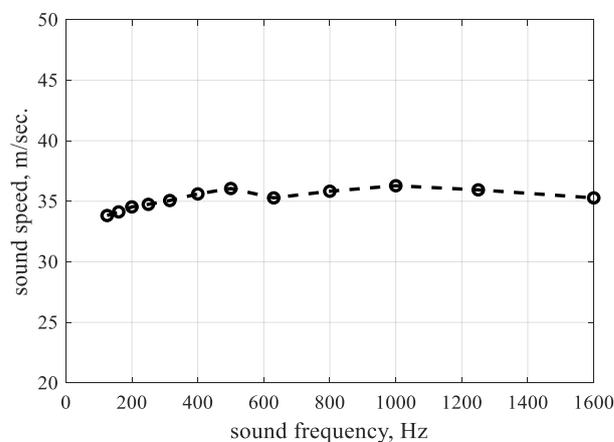


Рис.5. Зависимость скорости звука от частоты звука.

На рис.5 показана зависимость средней скорости звука от частоты для диапазона 125÷1600 Гц. Видно, что средняя скорость звука в среде, состоящего из нанопо-

рошка, в этом диапазоне почти не зависит от частоты звука.

Средняя скорость звука в нанопорошке очень мала и равна 35 м/с. Стоит заметить, что скорость звука в воздухе равна 335 м/с, а в кварцевом стекле – 3770 м/с. Значение скорости, выходящее за рамки этих пределов, говорит об уникальных свойствах нанопорошка как среды.

### Анализ дисперсии звука

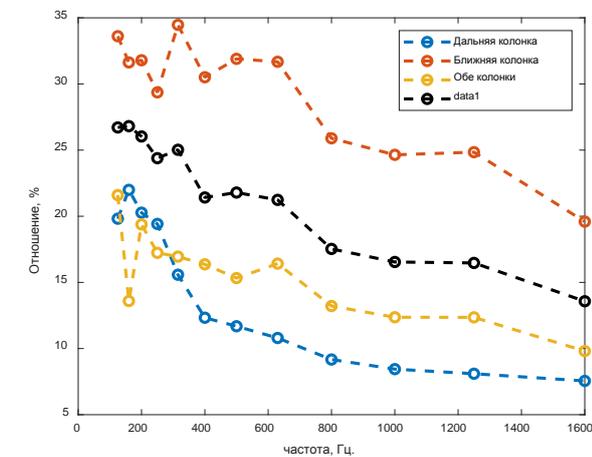
Для анализа дисперсии звуковых колебаний было проведено измерение прохождения звука на разных частотах в той же конфигурации установки. На динамики поочередно и совместно подавался синусоидальный сигнал заданной частоты. Записи проведены для частот от 160 Гц до 1600 Гц.

На рис.7а показано ослабление синусоидального сигнала с разной частотой. Процент получен из отношения суммарного энергетического спектра принятого сигнала к суммарному энергетическому спектру сгенерированного сигнала. Проценты показывают, какой процент энергии звукового сигнала прошел через среду и систему передачи/приема сигнала. Чем меньше процент, тем больше энергии звукового сигнала поглотила среда распространения и система передачи/приема сигнала. Процент учитывает, как полезную часть, так и шумовую часть принятого сигнала. Зависимость ослабления сигнала от увеличения частоты для ближней колонки почти линейная (красная кривая), тогда как для дальней колонки функция ослабления имеет более резкий спад (синяя кривая). Это показывает, что в нанопорошке данной толщины (от дальней колонки до микрофона) присутствует хорошее поглощение звуковых волн в полосе частот 400–1600 Гц. Проценты прохождения сигнала при генерации звука с двух колонок (желтая кривая) находится ниже средних процентов прохождения сигнала от дальней и ближней колонки (черная кривая). Это говорит о том, что ослабление звука происходит из-за интерференции звуков, направленных друг против друга колонок.

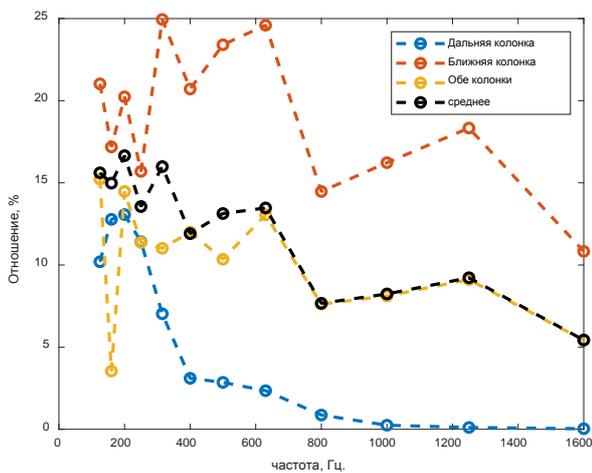
На рис.7б показано ослабление полезного синусоидального сигнала с разной частотой.

Под полезным сигналом имеется в виду сигнал на генерированной частоте, а остальное будем считать шумом. Проценты показывают, какой процент энергии звукового сигнала на сгенерированной частоте прошел через среду и систему передачи/приема сигнала. Чем меньше процент, тем меньше энергии полезного звукового сигнала прошло. Для ближней колонки (красная кривая) ослабление почти не зависит от частоты сигнала. Для дальней колонки (синяя кривая) видна зависимость процента прохождения от частоты сигнала, показывающая значительное уменьшение амплитуды проходящего полезного сигнала с увеличением частоты. График процента прохождения полезного сигнала, отправленного одновременно с двух колонок (желтая кривая), в частотах 400–1600 Гц повторяет контуры среднего от графиков дальней и ближней колонки (черная кривая). Также контуры этих графиков пропорционально повторяют контуры графика процента прохождения сигнала от ближней колонки (красная кривая). Это говорит об отсутствии в принятом от обеих колонок сигнале значимого полезного сигнала от дальней колонки. Также это показано на графике для дальней колонки (синяя кривая), где проценты почти равны нулю при частотах 800–1600 Гц. Это показывает, что принятый от дальней колонки сигнал на данных частотах почти полностью состоит из шума. Это объясняется частотным перераспределением энергии в звуковом сигнале.

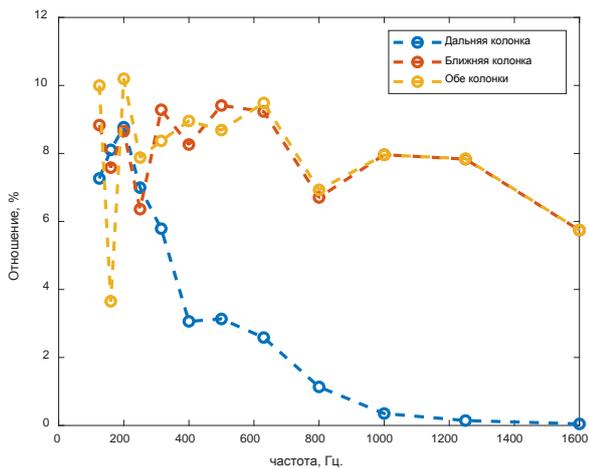
Рис.7в характеризует распределение энергий между принятым сигналом и принятым шумом, и показывает процент энергии полезного сигнала в принятом звуковом сигнале, то есть отношение значения на частоте исходной генерации сигнала ко всей принятой энергии. Для сигнала из ближней колонки (красная кривая) можно сделать вывод, что процент энергии полезного сигнала в принятом сигнале приблизительно равен 7% и почти не зависит от частоты звукового сигнала. Для сигнала от дальней колонки (синяя кривая) при частотах 800–1600 Гц проценты наличия полезного сигнала почти нулевые (>3%).



а)



б)



в)

Рис.7. (а) – Отношение суммы Фурье-спектра принятого сигнала к сумме Фурье-спектра сгенерированного сигнала, (б) – отношение амплитуды Фурье-спектра принятого сигнала к амплитуде Фурье-спектра сгенерированного сигнала, (с) – отношение амплитуды спектра Фурье на частоте генерации сигнала к сумме спектра Фурье.

График процента полезного сигнала, отправленного одновременно с двух колонок (желтая кривая), повторяет контуры

графика процента полезного сигнала от ближней колонки (красная кривая). Это свидетельствует об отсутствии в принятом от обеих колонок сигнале значимого полезного сигнала от дальней колонки и подтверждает выводы, сделанные по анализу графика 7б.

### Гипотеза о новом типе сплошной среды

Предполагая быстрое затухание звукового сигнала, распространяемого через воздух, наполняющий поры между наночастицами, можно предположить, что средой передачи звука являются наночастицы в воздухе. При этом средой для передачи звука являются именно наночастицы, а не частицы воздуха. Не гранулированные и взвешенные в воздухе наночастицы имеют малый вес и меньшую механическую инертность при атмосферном давлении, поэтому наночастицы при воздействии звука значительно изменяют положение в пространстве, что отличает их от микрочастиц, и способны быть посредником передачи звука. Исходя из этого, можно предложить гипотезу о том, что нанопорошок ведет себя как новый тип сплошной среды – «тяжелый газ» при прохождении через него звуковой волны. «Газ» состоит из тяжелых «молекул» – наночастиц в воздухе.

Гипотеза позволяет применить для данного случая формулы для определения скорости звука в газе. Скорость звуковой волны в газе [7]:

$$v = \sqrt{\gamma p / \rho}, \quad (1)$$

где  $\gamma$  – постоянная адиабаты,  $p$  – давление воздуха внутри порошка, равное внешнему атмосферному давлению,  $\rho$  – плотность.

Измерение скорости звука проводилось непосредственно внутри слоя нанопорошка, насыпанном в емкость, то плотность «газа» будет насыпной плотностью нанопорошка. Нанопорошок марки «Таркосил-50» при температуре 0 °С, атмосферном давлении 100 кПа и нулевой влажности имеет насыпную плотность 100 кг/м<sup>3</sup>. Подставляя в формулу измеренную скорость звука, атмосферное давление и насыпную плотность нанопорошка, найдем постоянную адиабаты для нанопорошка «Таркосил-50», равную  $\gamma \approx 1,25$ .

Показатель адиабаты для идеального газа выражается через количество степеней свободы молекул газа:

$$\gamma = \frac{i+2}{i}, \quad (2)$$

где  $i$  – количество степеней свободы молекулы. Выражая из (2) степень свободы наночастиц и подставляя  $\gamma \approx 1,25$ , получается  $i = 8$ , что, соответствует числу степеней свободы многоатомного газа, например, этана ( $C_2H_6$ ) при нормальных условиях. Очевидно, что степеней свободы у наночастиц значительно больше, но в случае насыпанного нанопорошка остальные степени свободы, видимо, являются вымороженными (неактивными).

Гипотеза выдвинута на примере одного вида нанопорошка, поэтому для проверки, модификации и установления границ применения данной гипотезы будут проводиться дальнейшие измерения скорости звука в порошках, произведенных из разных веществ, с разной насыпной плотностью, с разным размером частиц, также предполагается модификация акустической измерительной системы.

### Приближение эффективной среды

При описании экспериментов, связанных с измерениями характеристик композитных сред, широко используется понятие эффективных параметров, позволяющих оценивать наблюдаемые свойства композитов без решения строгих уравнений электродинамики, гидродинамики, механики сплошных сред или теплопроводности [8]. В приближении среда чаще всего рассматривается как случайная упаковка одинаковых эластичных сфер.

В случае насыпанного в емкость наночастиц «Таркосил» данное приближение приемлемо, так они имеют сферическую форму, см. рис.8.

Существует множество эвристических подходов к получению эффективных параметров. Один из таких подходов является теория контакта Герца-Миндлина [9], обоснованность которой подробно обсуждалась в случае упаковок микрометрических шариков. В последнее время действие этих зако-

нов контакта распространили на наномасштаб, где механические свойства обусловлены взаимодействием между наноповоротностями [10]. Для оценки эффективных параметров среды используют как макроскопические параметры материала, из которого состоят наночастицы, такие как, плотность, модуль сдвига, коэффициент Пуассона, так и параметры самих наночастиц (радиус наночастицы) и параметры их взаимодействия. Такими параметрами являются координационное число – число соседних наночастиц и радиус контакта между наночастицами (в этом приближении наночастицы рассматриваются как эластичные сферы, а место контакта таких сфер имеет форму круга). Для параметров наночастиц применяют средние значения. Условная схема укладки наночастиц в приближении эффективной среды представлена на рис.9.

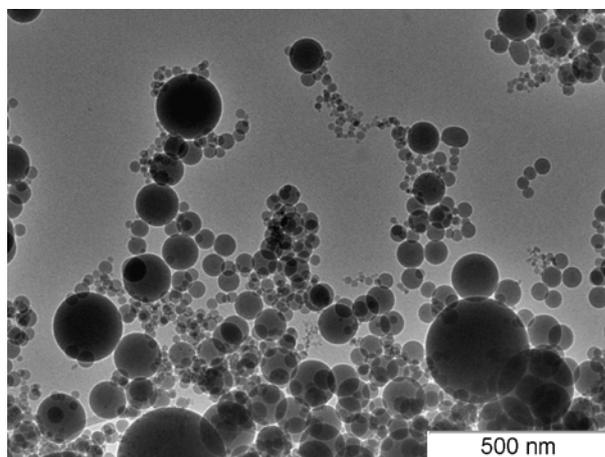


Рис.8. Изображение просвечивающей электронной микроскопии наночастиц «Таркосил».

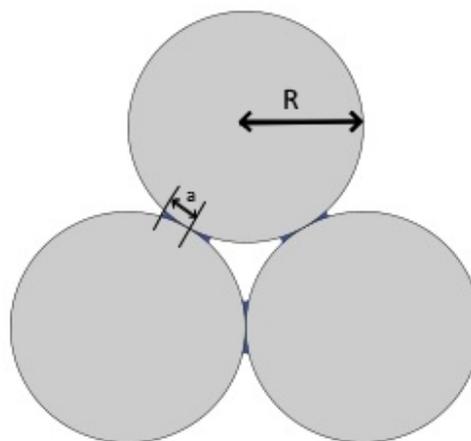


Рис.9. Условная схема расположения наночастиц в укладке с диаметром наночастиц  $R$  с круглым контактом между наночастицами радиуса  $a$ .

Физика динамики контакта между частицами в таких упаковках обычно рассматривается с помощью акустических методов, таких как баллистическое распространение и многократное рассеяние акустических волн [10–12]. Так в рамках теории Герца-Миндлина [12] продольная  $V_P$  и поперечная  $V_S$  скорость звука в таких средах выражаются как

$$V_P^2 = (2Z/20\pi R\rho)(D_n + 2D_t/3), \quad (3)$$

$$V_S^2 = (2Z/20\pi R\rho)(D_n + 3D_t/2), \quad (4)$$

где  $Z$  – координационное число,  $R$  – радиус частицы,  $\rho$  – плотность частиц,  $D_n$  и  $D_t$  – нормальная и тангенциальная контактные жесткости. Нормальные и тангенциальные жесткости выражаются следующим образом

$$D_n = 4Ga/(1-\nu), \quad (5)$$

$$D_t = 8Ga/(2-\nu), \quad (6)$$

где  $G$  – модуль сдвига,  $\nu$  – коэффициент Пуассона,  $a$  – радиус контакта.

Координационное число в кристаллографии — характеристика, которая определяет число ближайших частиц в молекуле или кристалле. В приближении эффективной среды координационное число — характеристика, которая определяет число соседних, имеющих контакт элементов в упаковке, в нашем случае число соседних наночастиц.

Среднее координационное число  $Z$  для случайной упаковки без внешнего давления равно от 4 до 6 [13, 14], из предположения о неплотной упаковке наночастиц предлагается взять  $Z=4$ . Средний радиус наночастиц равен 25 нм. Плотность диоксида кремния равна 2200 кг/м<sup>3</sup>, модуль сдвига – 32 ГПа, коэффициент Пуассона – 0.25. Продольная скорость звука из проведенных нами измерений равна 35 м/с. Подставляя эти значения в формулы 3–6, получается, что радиус контакта равен восьми десятитысячной от радиуса частицы, т.е. равен  $2 \cdot 10^{-12}$  м.

Такое малое значение, возможно, объясняется наличием на поверхности частицы диоксида кремния водородсодержащих молекул, препятствующих тесному контакту

наночастиц друг с другом. Это также подтверждается небольшой насыпной плотностью нанопорошка. Она составляет всего лишь 5% от плотности твердого вещества. Таким образом, около 95% объема порошка занимает воздух. Это подтверждает предположение о неплотной упаковке наночастиц и малом радиусе контакта между ними.

## Заключение

Результаты измерений согласуются с измерениями, проведенными ранее с использованием методики формирования стоячих волн на границе воздух нанопорошок [2]. С точки зрения частотных характеристик поглощения, работы по исследованию шумопоглощения нанопористых и нанопорошковых насыпных объемов [1] показывают разнообразие частотных характеристик подобных насыпных объемов, в том числе их эффективность для средних и низких частот. Это ставит вопрос дальнейшего исследования параметров нанопорошка, таких как влияние размера частиц на скорость звука и частотные характеристики.

Исследование распространения звука с помощью нашей экспериментальной установки показало, что скорость звука в порошке, состоящего из наночастиц диоксида кремния, равна 35 м/с. Эта скорость значительно ниже скорости звука в воздухе (335 м/с) и в кремнии (3770 м/с) и свидетельствует о необычности акустических свойств порошка наночастиц при распространении звука.

На основании гипотезы о том, что нанопорошок ведет себя как новый тип сплошной среды – «тяжелый газ» при прохождении через него звуковой волны, показана применимость вычисления скорости звука для газов. Предложено применение приближения эффективной среды для оценки скорости звука в нанопорошке.

## Литература

[1] Bardakhanov S. P. et al. Hybrid sound-absorbing foam materials with nanostructured grit-impregnated pores // Applied Acoustics. – 2018. – Т. 139. – С. 69-74.

[2] Bardakhanov S. P. et al. Investigation of acoustic waves propagation and flow in

nanodispersed medium // Thermophysics and Aeromechanics. – 2011. – Т. 18. – №. 1. – С. 25.

[3] Study of the sound diffusion in the nanopowder thick layer / K. V. Zobov, B. Z. Garmaev, S. P. Bardakhanov [et al.] // AIP Conference Proceedings : Actual problems of continuum mechanics: experiment, theory, and applications, Novosibirsk, 20–24 сентября 2021 года. Vol. 2504. – Aip Publishing: Aip Publishing, 2023. – P. 030084. – DOI 10.1063/5.0134100. – EDN AZFLVK.

[4] Исследование распространения звука в Толстом слое нанопорошка / К. В. Зобов, Б. З. Гармаев, С. П. Бардаханов, Д. Ю. Труфанов // Динамика многофазных сред (ДМС-2021): Тезисы докладов XVII Всероссийского семинара с международным участием, Новосибирск, 27 августа – 04 2021 года. – Новосибирск: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича Сибирского отделения Российской академии наук, 2021. – С. 25. – EDN DLNDUT.

[5] Бардаханов С. П., Труфанов Д. Ю., Завьялов А. П. Новые свойства сплошной среды – газы с высокой концентрацией наночастиц // Сибирский физический журнал. 2017. 12(2). С. 100-110.

[6] Bardakhanov S. P. et al. Nanopowder production based on technology of solid raw

substances evaporation by electron beam accelerator //Materials Science and Engineering: B. – 2006. – Т. 132. – №. 1-2. – С. 204-208.

[7] Иродов И. Е. Волновые процессы. Основные законы. Учебное пособие. – БИНОМ. Лаборатория знаний, 2015. – 263 с.

[8] Milton G.W. The Theory of Composites. Cambridge: Univ. Press, 2004. 749 p.

[9] J. D. G. Mavko and T. Mukerji, The Rock Physics Handbook, 2nd edn, 2010.

[10] Girard A. et al. Contact laws between nanoparticles: the elasticity of a nanopowder //Nanoscale. – 2018. – Т. 10. – №. 4. – С. 2154-2161.

[11] Dutta T., Mavko G., Mukerji T. Improved granular medium model for unconsolidated sands using coordination number, porosity, and pressure relations //Geophysics. – 2010. – Т. 75. – №. 2. – С. E91-E99.

[12] Langlois V., Jia X. Acoustic probing of elastic behavior and damage in weakly cemented granular media //Physical Review E. – 2014. – Т. 89. – №. 2. – С. 023206.

[13] Makse H. A. et al. Granular packings: Nonlinear elasticity, sound propagation, and collective relaxation dynamics //Physical Review E. – 2004. – Т. 70. – №. 6. – С. 061302.

[14] Zhang H. P., Makse H. A. Jamming transition in emulsions and granular materials //Physical Review E. – 2005. – Т. 72. – №. 1. – С. 011301.

# Разработка модели кинетики роста бороалитированных диффузионных слоев нахождением энергии активации по заданной экспериментальной зависимости

У.Л. Мишигдоржийн, Б.Е. Мархадаев, А.П. Семенов, Н.С. Улаханов, А.С. Милонов, К.А. Демин

Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)  
670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия  
E-mail: undrakh@ipms.bsnet.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-255-259

Предложена модель расчета энергии активации и толщины диффузионного слоя, характеризующие кинетику процесса бороалитирования диффузионного слоя исходя из экспериментальных данных. Вычислена энергия активации образования бороалитированного слоя в пастах на поверхности стали 45 согласно параболической зависимости роста слоя в зависимости от температуры и времени.

## Введение

Эффективным способом повышения прочностных свойств и износостойкости рабочих поверхностей инструментов и деталей машин является создание диффузионных боридных слоев.

Такой комплексный метод диффузионного борирования как бороалитирование обеспечивают высокую жаростойкость, коррозионную стойкость и износостойкость [1–3]. Это процесс, при котором на поверхности металла или сплава образуется плотная зона из боридов и алюминидов металлов, что обеспечивает вышеупомянутые свойства [1–3]. Бор может диффундировать в различные металлы, включая железо, никель, титан и другие, благодаря своему небольшому размеру атома. Алюминий, в свою очередь, образует твердые растворы и интерметаллиды при взаимодействии с железом.

Образование боридов и алюминидов на поверхности металла происходит в два этапа: сначала зарождаются частицы боридов и алюминидов на поверхности подложки, затем начинается диффузионный процесс, в результате которого слой начинает расти на металлической поверхности. Толщина получаемых слоев зависит от температуры и времени обработки, и для высоколегированных сталей она может быть меньше, чем для низкоуглеродистой стали, из-за высокой концентрации легирующих элементов, затрудняющих диффузию бора [4]. Ранее авторами представленной работы была рас-

считана кинетика роста боридного слоя на поверхности легированной стали 3Х2В8Ф [6]. В настоящей работе использована данная методика применительно к бороалитированию углеродистой стали.

С целью контроля процесса бороалитирования, важно знать кинетические параметры, которые им управляют. Для анализа процесса бороалитирования стали 45 была проведена оценка толщины диффузионного слоя в зависимости от времени обработки в исследуемом диапазоне температур. В процессе бороалитирования толщина слоя увеличивается по мере увеличения температуры обработки и времени. Экспериментальные данные о росте слоя позволяют описать кинетику роста диффузионного слоя с учетом диффузии бора и алюминия.

## Методика эксперимента

В качестве насыщающих компонентов использовали порошки карбида бора В<sub>4</sub>С марки F-220, алюминиевый порошок марки ПА-4 (ГОСТ 6058–73) и натрия фтористого NaF ЧДА (ГОСТ 4463-76), которые смешивали в определенной пропорции: 80% В<sub>4</sub>С + 16% Al + 4% NaF [7]. Полученную порошковую смесь предварительно замешивали на органическом клее (цапонлаке) до пастообразной композиции. Образцы с размерами 20×12×10 мм из углеродистой стали с нанесенной насыщающей смесью (пастой) помещали в прямоугольные формы, рис.1. После утрамбовки формы удаляли, а полученные брикеты просушивали при температуре

50–100°C в течение двух часов в сушильной камере. Далее брикеты загружали в предварительно нагретую до температуры обработки лабораторную печь ПМ-16П-ТД. Температура химико-термической обработки (ХТО) составляла 900–1100°C, длительность 2–8 ч. Охлаждение проводили на открытом воздухе при комнатной температуре. В качестве исследуемых образцов использовали среднеуглеродистую сталь 45.

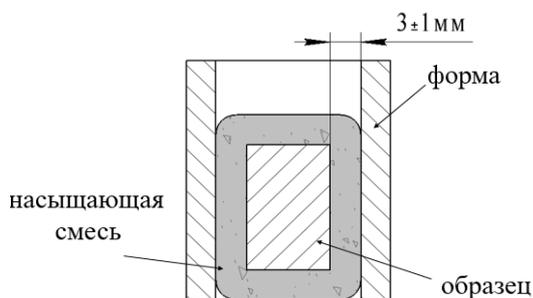


Рис.1. Схема упаковки образцов [7].

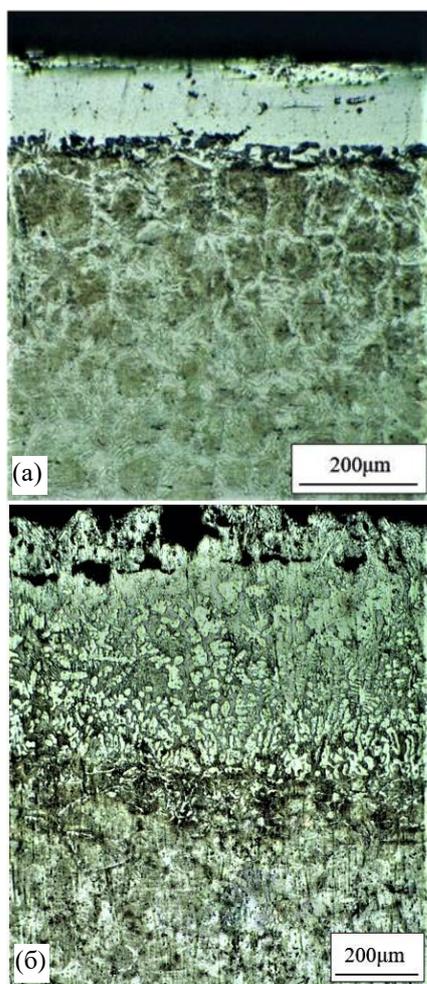


Рис.2. Микроструктура бороалитированного слоя на стали 45 после обработки при: а – 950 °C в течение 2 часов, б – 1100 °C в течение 4 часов.

В результате диффузионного бороалитирования на поверхности стали формируются покрытия, глубина и строение которых сильно зависит от температуры процесса. Эксперименты показали, что при температуре 950 °C формируется преимущественно алитированный слой со слоистой структурой, рис.2а. Глубина слоя составляет 130 мкм. При повышении температуры до 1100 °C происходит формирование слоя с композиционной структурой, где вязкие (твердые растворы) образуют сплошную матрицу, а твердые структурные составляющие (бориды) располагаются в виде изолированных друг от друга включений, рис.2б. Помимо этого, высокотемпературная ХТО позволяет нивелировать слоистость (фазовую неоднородность по глубине диффузионного слоя), а также увеличить толщину слоя до 560 мкм.

### Кинетика роста диффузионного слоя

Из экспериментальных данных по толщине слоя можно определить параметры диффузии с помощью второго закона Фика

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{x^2} .$$

Как известно общее решение этого уравнения записывается в следующем виде:

$$C(x, t) = \frac{1}{\sqrt{4\pi Dt}} \exp\left(-\frac{x^2}{4Dt}\right),$$

где,  $C(x, t)$  – концентрация бора,  $D$  – коэффициент диффузии.

В нашем случае решение будет:

$$C(x, t) = C_1 - C_2 \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right),$$

где

$$\operatorname{erf} x = \frac{2}{\pi} \int_0^x e^{-t^2} dt$$

– функция ошибок.

Распределение концентрации по полученному диффузионному слою для заданной температуры представлено на рис.3. Предполагается, что концентрация боридов равномерно убывает по всей толщине до

определенной величины, которую хотелось бы заранее предсказать для конкретной начальной концентрации насыщающей смеси.

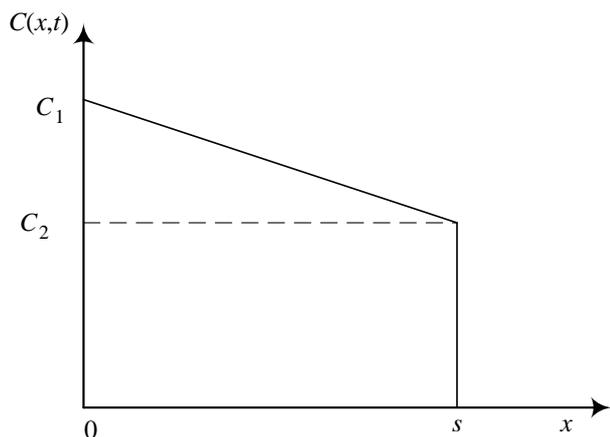


Рис.3. График распределения концентрации боридов по глубине слоя.

Начальные и граничные условия для интервала  $0 \leq x \leq s$  можно установить из профиля концентрации, как показано на рис.3.

Начальные данные будут при  $x = 0$ ,  $C(x, t) = C_1$ , т.е. со стороны поверхности стали концентрация равна  $C_1$ .

Граничные данные будут при  $x = s$ ,  $C(x, t) = C_2$ , т.е. на границе борированного слоя концентрация устанавливается  $C_2$ .

Учитывая, что:

$$\operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \xrightarrow{x \rightarrow 0} 0, \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \xrightarrow{x \rightarrow \infty} 1$$

получаем  $C(0,0) = C_1$  и

$$C(s, t) = C_1 + C_2 \operatorname{erf}\left(\frac{s}{2\sqrt{Dt}}\right) = C_1 + C_2.$$

Окончательно получаем следующую формулу для концентрации:

$$C(x, t) = C_1 + (C_2 - C_1) \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (1)$$

Обратив уравнение (1), можем найти зависимость квадрата толщины слоя от времени:

$$x^2 = \left[ 2\sqrt{D} \operatorname{erf}^{-1}\left(\frac{C(x, t) - C_1}{C_2 - C_1}\right) \right]^2 t, \quad (2)$$

где:  $C(x, t)$  – концентрация бора на

расстоянии  $x$  в момент времени  $t$  (моль/м<sup>3</sup>),  $C_1$  – концентрация бора на подложке (моль/м<sup>3</sup>),  $x$  – толщина слоя (мкм),  $t$  – время обработки (с),  $D$  – коэффициент диффузии бора в слое (м<sup>2</sup>/с),  $\operatorname{erf}$  – функция ошибки Гаусса.

Из соотношения (2) видно, что для расстояния  $x$  в любой момент времени  $t$  связь между концентрациями бора и коэффициентом диффузии остается постоянной.

Следовательно, уравнение (2) принимает форму (3).

$$x^2 = Kt, \quad (3)$$

где

$$K = \left[ 2\sqrt{D} \operatorname{erf}^{-1}\left(\frac{C(x, t) - C_1}{C_2 - C_1}\right) \right]^2 \quad (4)$$

Здесь  $K$  константа параболического роста слоя.

Учитывая, что для условий обработки (время и температура), квадрат толщины слоя изменяется линейно со временем, соотношение между константой параболического роста ( $K$ ), энергией активации и температурой процесса могут быть выражены формулой Аррениуса:

$$K = A \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right), \quad (5)$$

где  $A$  – предэкспоненциальный множитель, зависящий от потенциала источника бора, окружающего субстрат во время термохимической обработки (м<sup>2</sup>/с) и  $R$  – газовая постоянная идеальных газов (8,31 Дж/моль/К).

Энергия активации для протекания диффузионного процесса в боридном слое, может быть оценена с помощью логарифмирования формулы Аррениуса (5) следующим образом:

$$\ln K = \ln A - \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T}. \quad (6)$$

### Расчет энергии активации

Величина  $x$  – толщина слоя находилась как среднее из 50 измерений. В табл.1 приведены исходные данные.

Таблица 1. Зависимость толщины бороалитированного слоя на стали 45 от температуры и времени обработки, в мкм.

T, °C	2, ч	4, ч	6, ч	8, ч
900	90	150	200	220
950	130	190	240	260
1000	150	250	300	320
1050	240	390	450	480
1100	310	560	680	740

Таблица 2. Экспериментальная зависимость толщины слоя  $x$  от температуры и времени, в мкм.

T, K	2, ч	4, ч	6, ч	8, ч
1173	90	150	200	220
1223	130	190	240	260
1273	150	250	300	320
1323	240	390	450	480
1373	310	560	680	740

Таблица 3. Зависимость  $x^2$  от температуры и времени, м<sup>2</sup>.

T, K	2, ч	4, ч	6, ч	8, ч
1173	8100	22500	40000	48400
1223	16900	36100	57600	67600
1273	22500	62500	90000	102400
1323	57600	152100	202500	230400
1373	96100	313600	462400	547600

Исходя из значений табл.3 получаем график зависимости квадрата толщины диффузионного слоя от времени нагревания, рис.3.

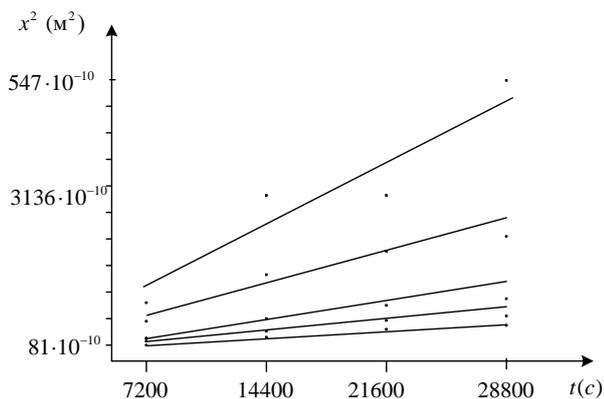


Рис.3. Зависимость квадрата толщины диффузионного слоя от времени.

Находим коэффициенты прямых:

$$\begin{aligned}
 K_1 &= 0,407 \cdot 10^{-13}, \\
 K_2 &= 0,52 \cdot 10^{-13}, \\
 K_3 &= 0,72 \cdot 10^{-13}, \\
 K_4 &= 1,69 \cdot 10^{-13}, \\
 K_5 &= 4,31 \cdot 10^{-13}.
 \end{aligned}$$

Строим график  $\ln K$  от  $1/T$ .

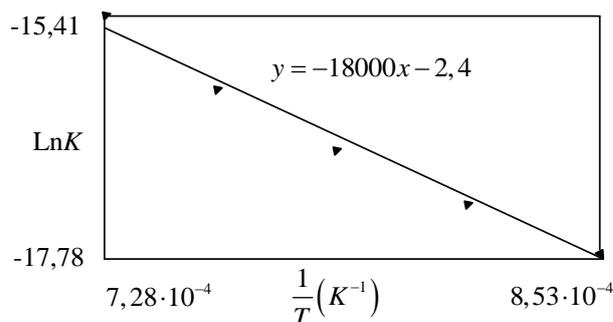


Рис.4. График зависимости  $\ln K$  от  $1/T$ .

Вычисляем энергию активации и предэкспоненциальный множитель  $A$ :

$$\ln A = -2.4 \Rightarrow A = e^{-2.4} = 9 \cdot 10^{-2}$$

Из соотношения (6) находим

$$E_a = (\ln A - \ln K) RT.$$

Получаем данные для вычисления модельной толщины слоя, табл.4. Согласно данным из рис.4, уравнение (3) приводится к виду:

$$x = \sqrt{9 \cdot 10^{-2} \exp\left(-\frac{149918,5}{8.3144T}\right) t} \quad (7)$$

По формуле (7) рассчитывается толщина диффузионного слоя.

Таблица 4. Данные для вычисления модельной толщины слоя.

T(K)	K, (м <sup>2</sup> /с) 10 <sup>-13</sup>	1/T, 10 <sup>-4</sup>	lnK	A, 10 <sup>-2</sup>	E <sub>a</sub> (кДж/моль)
1173	0,407	8,525	-30,83	9	150
1223	0,52	8,176	-30,60		
1273	0,72	7,855	-30,26		
1323	1,69	7,559	-29,41		
1373	4,31	7,283	-25,63		

### Заключение

Вычислена энергия активации образования бороалитированного слоя на поверхности стали 45 согласно параболической зависимости роста слоя в зависимости от температуры и времени. Предложенная модель справедлива для бороалитирования в пастах исследуемой стали.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 19-79-10163-П.

## Литература

[1] Ляхович Л.С., Ворошнин Л.Г., Панич Г.Г., Щербаков Э.Д. Многокомпонентные диффузионные покрытия. Минск: Наука и техника, 1974. 288 с.

[2] Земсков Г.В., Коган Р.Л. Многокомпонентное диффузионное насыщение металлов и сплавов. М.: Metallurgia, 1978. 208 с.

[3] Zakhariiev Z., Stambolova I., Marinov M., Perchemliev C. Borozar-PII boronaluminising paste for steels treatment // Oxidation Communications. 2012. Vol. 35. No. 2. P. 491–496.

[4] Ворошнин Л.Г. Борирование промышленных сталей и чугунов. Справочное пособие. Минск: Изд-во «Беларусь», 1981. 205 с.

[5] Hernández-Sánchez E., Velázquez J.C. Kinetics of Growth of Iron Boride Layers on a Low-Carbon Steel Surface // Laboratory

Unit Operations and Experimental Methods in Chemical Engineering. London: IntechOpen, 2018.

[6] Мархадаев Б.Е., Мишигдоржийн У.Л. Способ нахождения энергии активации по заданной экспериментальной зависимости толщины слоя от температуры и времени борирования низкоуглеродистой стали // Сборник статей VIII Международной конференции «Проблемы механики современных машин». Улан-Удэ: Изд-во ВСГУТУ, 2022. С. 5-11.

[7] Улаханов Н.С., Мишигдоржийн У.Л., Тихонов А.Г., Шустов А.И., Пятых А.С. Модификация поверхностного слоя штамповых сталей созданием В-Аl-слоев химико-термической обработкой // Упрочняющие технологии и покрытия. 2021. Т. 17. № 12(204). С. 557-564.

# Электронно-пучковая обработка диффузионных В-АI-слоев на поверхности штамповой стали 3X2B8Ф

Н.С. Улаханов<sup>1,2,\*</sup>, У.Л. Мишигдоржийн<sup>1</sup>, В.И. Шин<sup>3</sup>, П.В. Москвин<sup>3</sup>, М.А. Мокеев<sup>1</sup>, А.Г. Тихонов<sup>1,4</sup>, М.С. Воробьев<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)

670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия

\*E-mail: nulahanov@mail.ru

<sup>2</sup>Восточно-Сибирский государственный университет технологий и управления (ВСГУТУ)

670013, Улан-Удэ, ул. Ключевская, 40в, Россия

<sup>3</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)

634055, Томск, пр. Академический, 2/3, Россия

E-mail: sheen1996@mail.ru

<sup>4</sup>Иркутский национальный исследовательский технический университет» (ИРНИТУ)

664074, Иркутск, ул. Лермонтова, 83, Россия

E-mail: tihonovalex90@mail.ru

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-260-265

В данной работе были исследованы методы комбинированного упрочнения поверхности образцов из штамповой стали 3X2B8Ф. Для этого был использован процесс химико-термической обработки – бороалитирование, а также последующая модификация полученного диффузионного слоя с помощью импульсного электронно-пучковой обработки (ИЭПО) с использованием источника электронов с плазменным катодом. Целью работы было исследование локальной структурно-фазовой трансформации боридных диффузионных слоев за счет скоростного нагрева электронным пучком миллисекундной длительности. В ходе исследования был проведен сравнительный анализ строения диффузионного слоя после бороалитирования и последующей модификации слоя ЭПО. Помимо этого, была исследована микротвердость, топография поверхности и проведена оценка фазового состояния диффузионного слоя до и после ИЭПО.

## Введение

Для производства деталей, работающих в условиях высоких механических и тепловых воздействий, используют легированные и специальные стали. Зачастую поверхностные слои этих сталей требуют дополнительного упрочнения из-за высоких нагрузок. Например, при литье под давлением более 80% штампов выходят из строя из-за образования поверхностных трещин, вызванных перепадом температур [1]. Поэтому в машиностроении одной из важнейших задач является разработка новых методов повышения функциональных свойств рабочих поверхностей деталей машин и инструмента.

Один из классических методов повышения поверхностных качеств – химико-термическая обработка (ХТО). Она позволяет повысить физико-механические свойства деталей из инструментальных сталей при низкой себестоимости процесса. Например, борирование повышает твердость, снижает коэффициент трения, увеличивает износостойкость и защищает от коррозии и окис-

ления [2]. В настоящее время в машиностроении активно используют многокомпонентную ХТО, которая заключается в одно-временном или последовательном насыщении поверхности несколькими химическими элементами. Бороалитирование – один из комплексных методов ХТО, который существенно увеличивает сопротивление износу и повышает жаростойкость, коррозионную стойкость и другие свойства поверхностных слоев деталей машин [3].

В настоящее время, существует возможность эффективно обрабатывать поверхность металлов и сплавов с помощью концентрированных потоков энергии (КПЭ), что приводит к динамичному развитию этой технологии [4]. Этот метод отличается от традиционной ХТО тем, что он использует кратковременное высокоэнергетическое (лазером или электронным пучком) воздействие на поверхность материала, что значительно повышает его функциональные свойства, такие как износостойкость, жаростойкость и коррозионную стойкость [5, 6].

Возможность комбинированной обработки, сочетающей традиционную ХТО и электронно-пучковую обработку (ИЭПО), в литературе отражена недостаточно. В исследовании [7], авторы продемонстрировали возможность применения ИЭПО совместно с другими технологиями, такими как электровзрывное легирование, электродуговая и электроконтактная наплавка, а также модификация поверхностных слоев аддитивно изготовленных изделий. Они установили, что оптимальные режимы обработки электронным пучком значительно повышают износостойкость, микротвердость, модуль Юнга и снижают коэффициент трения.

Цель данной работы – исследование влияния импульсного электронно-пучкового воздействия на диффузионный слой на основе бора и алюминия, сформированного химико-термической обработкой на стали 3Х2В8Ф. В работе использовали уникальные возможности источников электронов с плазменным катодом, которые обеспечивают высокую плотность энергии и возможность регулировки мощности пучка в течение субмиллисекундной длительности импульса тока пучка [8, 9].

### Эксперимент

ХТО проводили в насыщающих пастах [10], содержащих порошки карбида бора, алюминия и фторида натрия в качестве активатора, следующего состава: 80% В<sub>4</sub>С + 16% Al + 4% NaF (вес). Для получения пастообразной композиции порошки были предварительно замешаны с использованием органического клея. Далее, образцы из штамповой стали 3Х2В8Ф были помещены в прямоугольные формы вместе с пастой и утрамбованы.

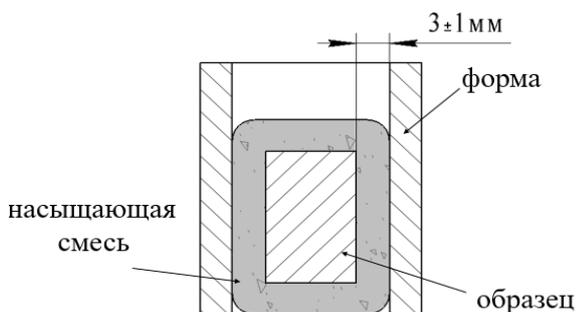


Рис.1. Схема упаковки образцов

После удаления форм, полученные брикеты были просушены при температуре 50–100°C в течение двух часов. Затем брикеты были загружены в нагретую до температуры обработки печь и выдержаны в течение 2 часов при температуре 1050 °С. Охлаждение образцов производилось на спокойном воздухе при комнатной температуре.

Таблица 1. Химический состав стали 3Х2В8Ф, % вес.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	W	V
0,3–0,4	0,15–0,4	0,15–0,4	до 0,03	до 0,03	2,2–2,7	до 0,35	до 0,03	8,5–10,0	0,3–0,6

Для ИЭПО диффузионного В-Al слоя использовали источник электронов "СОЛО" с плазменным катодом на основе дугового разряда низкого давления (Рис.2) [8, 9]. В составе одноименной экспериментальной установки данный источник входит в Комплекс уникальных электрофизических установок России «УНИКУУМ» в ИСЭ СО РАН.

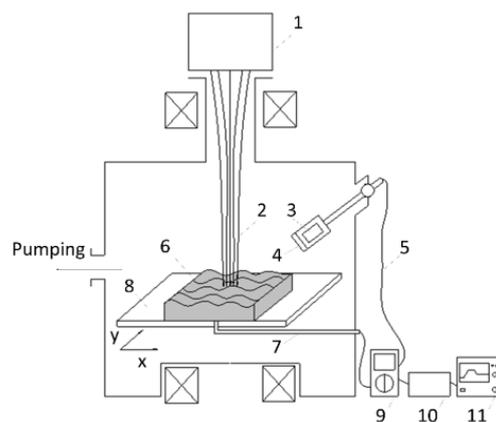


Рис.2. Схема обработки в импульсной электронно-пучковой установке и внешний вид установки СОЛО (ИСЭ СО РАН) [8, 9]: 1 – источник электронов; 2 – электронный пучок; 3 – объектив; 4 – кварцевое стекло; 5 – оптоволоконный кабель; 6 – образец; 7 – термопара; 8 – стол-манипулятор; 9 – мультиметр; 10 – высокоскоростной инфракрасный пирометр; 11 – осциллограф.

ИЭПО выполняли в среде аргона при давлении в вакуумной камере 35 мПа в ведущем магнитном поле величиной до 100 мТл. Энергия электронов в процессе обработки достигала 25 кэВ, диаметр пучка электронов 3 см. Ток пучка изменяли в течение импульса длительностью 950 мкс в

пределах (20–120) А таким образом, чтобы температура на поверхности образца через 150 мкс после начала воздействия удерживалась около 1300–1500 °С. Поверхность образцов подвергали трем импульсам воздействия, интервал времени между которыми составлял 3 секунды. Характерная осциллограмма представлена на рис.3.

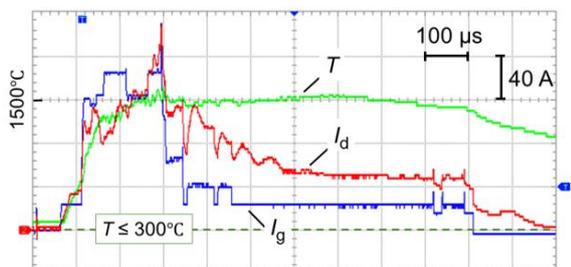


Рис.3. Осциллограмма тока разряда плазменного катода  $I_d$ , тока в цепи ускоряющего промежутка источника электронов  $I_g$  и выходного сигнала высокоскоростного пирометра  $T, T[°C]=300+400n_{кл}$ , где  $n_{кл}$  — число клеток.

Металлографический анализ проводили на оптическом микроскопе «METAM PB-34» с цифровой камерой «Altami Studio». Элементный состав исследовали на растровом электронном микроскопе JSM-6510LV JEOL с системой микроанализа INCA Energy 350, Oxford Instruments в Центре коллективного пользования «Прогресс» ФГБОУ ВО Восточно-Сибирский государственный университет технологий и управления. Определение микротвердости полученных слоев осуществлялось на микротвердомере ПМТ-3М. Нагрузка составляла 50 гр.

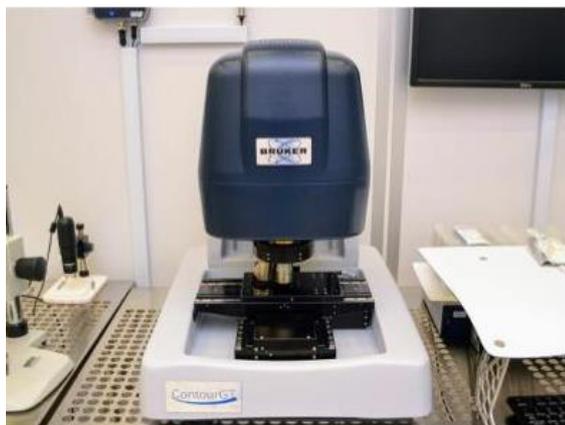


Рис.4. Оптический профилометр Bruker Contour GT-K1.

Для изучения топографии поверхности опытных образцов был применен оптиче-

ский профилометр Bruker Contour GT-K1 (рис.4) с поворотной головкой в комплексе с программным обеспечением Vision64 в Иркутском национальном исследовательском техническом университете. Метод измерения — вертикальная сканирующая интерферометрия (в белом свете) и фазовая интерферометрия.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

Химико-термическая обработка при температуре  $\approx 1000$  °С (см. рис.5) приводит к формированию диффузионного слоя с гетерогенной микроструктурой, характеризующийся толщиной до 600 мкм, что значительно превышает толщину слоя после однокомпонентного борирования [10]. Так в работе [11] подробно описана структура и свойства диффузионного слоя после диффузионного бороалитирования, где показано, что полученный слой может быть разделен на четыре структурные зоны, каждая на определенной глубине слоя (рис.5а).

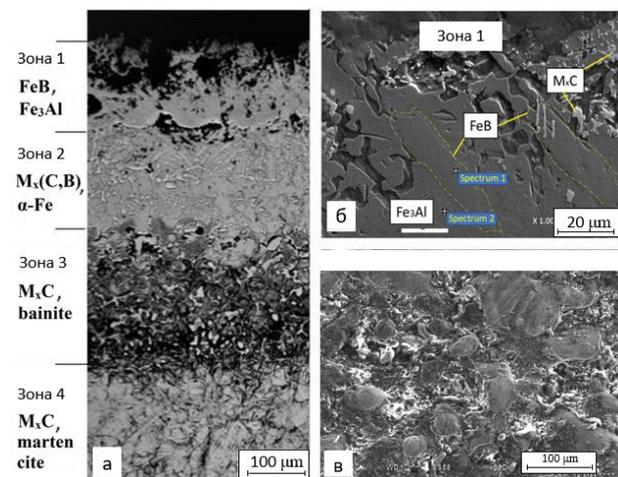


Рис.5. а) микроструктура диффузионного В-А1 слоя на стали 3Х2В8Ф после ХТО; б) приповерхностная зона 1 диффузионного слоя; в) топография поверхности слоя [11].

Пористая внешняя зона 1 содержит два типа кристаллов — светлые мелкие и крупные удлиненные кристаллы, встроенные в более мягкую матрицу. Зона 2 расположена под ней и характеризуется наличием серых и светлых кристаллов с мелкой или вытянутой формой, отображенных в матрице, как и в предыдущей зоне. Зона 3 состоит из игольчатых бейнитных кристаллов, окруженных светлой сеткой второй фазы.

Верхняя зона основного металла может быть обозначена как переходный подслои и отмечена как зона 4, где наблюдается мартенситная структура. Топография поверхности в результате диффузионных процессов приводит к изменению микрорельефа, появлению выступов и других микронеровностей (рис.5в.) Так, после ХТО значения  $Ra$  составляет 4,376 мкм, максимальное же значение выступов  $Rmax$  составляет  $\approx 55$  мкм (рис.6а) [10].

Наибольшую нагрузку в процессе эксплуатации воспринимает внешняя зона 1 слоя. Инструментальная сталь 3Х2В8Ф используется для изготовления штамповой оснастки, к рабочим поверхностям которой предъявляются высокие требования [12]. Одним из важных требований является низкая шероховатость, которая может быть обеспечена механической обработкой [10]. Однако при данном подходе часть диффузионного слоя используется как припуск, что приводит к уменьшению полезной глубины упрочнения, удаления с поверхности полезных структурных составляющих. Перспективным подходом финишной обработки изделий из штамповых сталей является применение импульсного пучка электронов.

Обработка на установке СОЛО по указанным ранее режимам приводит к скоростному воздействию на поверхность высокой плотности энергии (до  $0,5 \text{ МВт/см}^2$ ), вызывая высокоскоростное плавление и рекристаллизацию. Действие импульса электронного пучка оказывает тепловое воздействие на небольшую глубину. Данный процесс сопровождается плавлением и испарением высот микронеровностей, и движением расплава под действием сил поверхностного натяжения заполняя поры.

ИЭПО приводит к оплавлению поверхности (рис.7в), уменьшению значений шероховатости  $Ra$  до 0,112 мкм, максимальное значение  $Rmax$  не превышает 1,019 мкм (рис.6б).

Также в результате ИЭПО формируется модифицированный диффузионный слой толщиной около 30 мкм (рис.7), с отличным от исходного диффузионного слоя структурно-фазовым состоянием.

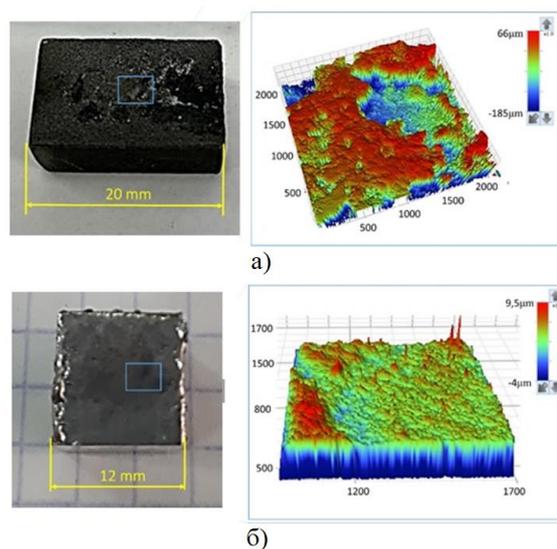


Рис.6. Внешний вид и топография поверхностного слоя на стали 3Х2В8Ф после: а) ХТО и б) ИЭПО.

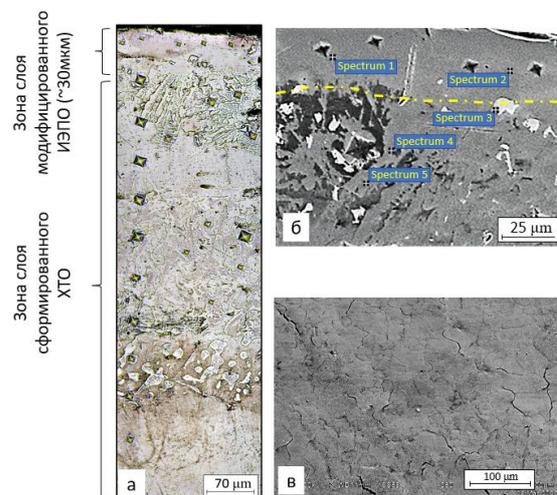


Рис.7. а) микроструктура диффузионного В-А1 на стали 3Х2В8Ф после ХТО+ИЭПО; б) приповерхностная зона 1; в) топография поверхностного слоя.

В таблице 2 показано распределение химических элементов в зоне 1 диффузионного слоя после ХТО и после ИЭПО в наиболее характерных частях слоя.

Так, после ХТО в поверхностном слое формируются фазы  $FeV$  и  $Fe_3Al$ , о чем говорит наличие в спектрах 1 максимального содержания бора до 11% и алюминия в спектре 2 с содержанием до 17%.

ИЭПО приводит к уменьшению максимального содержания бора и его вытеснение в глубь зоны 1, а также более плавному распределению алюминия в структурных составляющих слоя. На рентгенограмме показано, что после ИЭПО формируется фаза  $Fe_2V$  (Рис.8).

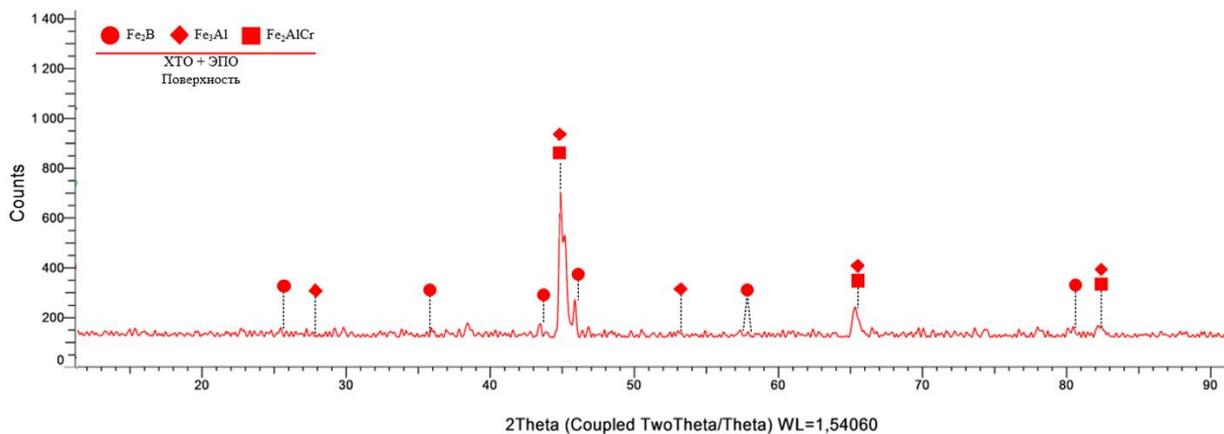


Рис.8. Рентгенограмма модифицированного слоя после ИЭПО.

Таблица 2. Элементный состав стали 3Х2В8Ф, % вес.

Спектры	В	С	Al	V	Cr	Fe	W
Зона 1 после ДБА							
Спектр 1	11.50	2.93	0.45	0.64	4.73	73.00	6.75
Спектр 2	-	2.22	17.50	-	0.63	78.52	1.13
Зона 1 после ИЭПО							
Спектр 1	-	4.30	2.34	0.38	8.50	78.91	5.57
Спектр 2	-	2.52	2.00	0.21	9.34	79.45	6.47
Спектр 3	5.82	1.77	0.14	0.53	9.84	78.08	3.82
Спектр 4	3.63	2.82	-	2.34	7.36	22.81	61.04
Спектр 5	3.85	2.27	0.00	2.34	9.01	26.05	56.48

В результате ИЭПО максимальная микротвердость снижается с 2300 HV до значения 1500HV, что в 1,5 раза ниже по сравнению с ХТО. Это связано с наличием более пластичной, но менее твердой по сравнению с боридом FeB, фазы Fe<sub>2</sub>V.

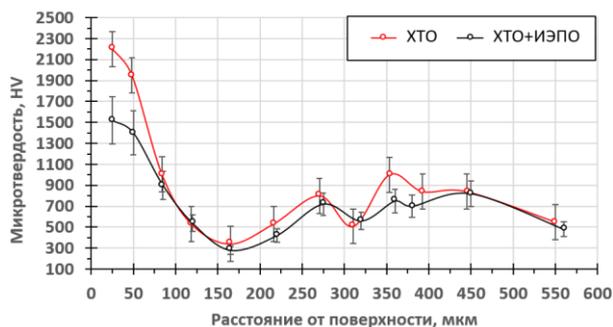


Рис.9. Распределение микротвердости по толщине слоя.

## Заключение

Применение ИЭПО диффузионного В-Al слоя на стали 3Х2В8Ф приводит к изменению структуры слоя в верхней части на глубину до 30 мкм. Его шероховатость значительно снижается по сравнению с ХТО (примерно в четыре раза). Данный подход реализует тепловое воздействие на поверхность с высокой плотностью энергии (до 0,5 МВт/см<sup>2</sup>), вызывая быстрое плавление и ре-

кристаллизацию. Длительность импульса электронного луча составляет несколько сотен микросекунд, что позволяет распространить термический эффект на указанную глубину, не затрагивая основной объем материала. Этот процесс сопровождается плавлением и испарением пиков микрорельефности, а также движением расплава, подвергнутого силам поверхностного натяжения, заполняющего поры.

ИЭПО приводит к формированию более благоприятного фазового состава на поверхности, что снижает максимальную твердость слоя и повышает его пластичность. Последнее позволяет применять способ комбинированной обработки для штамповой оснастки, работающей в условиях ударных нагрузок.

Работа выполнена при финансовом обеспечении гранта Российского Научного Фонда (проект 19-79-10163-П).

## Литература

[1] Садиков И.Р., Могилевец В.Д. Применение лазерных технологий очистки, наплавки, термообработки кованых штампов на основе технологической платформы роботов 3-го поколения // Техника и технологии машиностроения материалы V Меж-

дународной студенческой научно-практической конференции. Омск: Изд-во Омского государственного технического университета, 2016. С. 304–310.

[2] Krukovich M.G., Prusakov B.A., Sizov I.G. Plasticity of Boronized Layers. Switzerland: Springer International Publishing, 2016. 369 p.

[3] Mishigdorzhijn U., Sizov I. The Influence of Boroaluminizing Temperature on Microstructure and Wear Resistance in Low-Carbon Steels // Materials Performance and Characterization. 2018. Vol. 7. No. 3. P. 252–265. <https://doi.org/10.1520/MPC20170074>.

[4] Buchwalder A., Zenker R. Pre- and post-surface treatments using electron beam technology for load-related application of thermochemical and PVD hard coatings on soft substrate materials // Surf. Coat. Technol. 2019. Vol. 375. P. 920–932.

[5] Ващук Е.С., Будовских Е.А., Громов В.Е., Батаев В.А., Иванов Ю.Ф. Модификация стали 45 методами электровзрывного боромеднения и последующей электронно-пучковой обработкой // 9-ая Международная конференция «Взаимодействие излучений с твердым телом». Минск: БГУ. 2011. С.201–203.

[7] Комаров Д.В., Коновалов С.В., Жуков Д.В., Виноградов И.С., Панченко И.А. Анализ современной ситуации в области применения электронно-пучковой обработки различных сплавов. Часть 2 // Пол-

зуновский вестник. 2022. № 3. С. 204-215.

[8] Devyatkov V., Koval N., Schanin P., Grigoryev V., Koval T. Generation and propagation of high-current low-energy electron beams // Laser and Particle Beams. 2003. Vol.21. P. 243–248.

[9] Воробьев М.С., Москвин П.В., Шин В.И., Коваль Н.Н., Ашурова К.Т., Дорошкевич С.Ю., Девятков В.Н., Торба М.С., Леванисов В.А. Динамическое управление мощностью мегаваттного электронного пучка субмиллисекундной длительности в источнике с плазменным катодом // Письма в ЖТФ. Т. 47. № 10. С. 38–41.

[9] Улаханов Н.С., Мишигдоржийн У.Л., Тихонов А.Г., Шустов А.И., Пятых А.С. Модификация поверхностного слоя штамповых сталей созданием В-Аl-слоев химико-термической обработкой // Упрочняющие технологии и покрытия. 2021. Т. 17. № 12(204). С. 557–564.

[11] Mishigdorzhijn U., Chen Y., Ulakhanov N., Liang H. Microstructure and wear behavior of tungsten hot-work steel after boriding and boroaluminizing // Lubricants. 2020. Vol. 8, No. 3. P. 26.

[12] Улаханов Н.С., Мишигдоржийн У.Л., Грешилов А.Д., Тихонов А.Г. Особенности формирования структуры, эксплуатационных свойств и качества поверхностного слоя штамповой оснастки из стали 3Х2В8Ф // Вестник ИрГТУ. 2019. Т. 23, № 6, С. 1104–1115.

# Упрочнение поверхности инструментальной стали В<sub>4</sub>С-Аl-порошками с помощью иттербиевого волоконного импульсного лазера

А.Б. Лупсанов<sup>1,2</sup>, А.С. Милонов<sup>1,2</sup>, С. А. Лысых<sup>2</sup>, И.А. Южаков<sup>2</sup>, У.Л. Мишигдоржийн<sup>2</sup>, А.В. Номоев<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Бурятский государственный университет имени Доржи Банзарова (БГУ)  
670000, Улан-Удэ, ул. Смолина, 24а, Россия

<sup>2</sup>Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)  
670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия  
E-mail: lupandrey@yandex.ru, lupsanovab@bsu.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-266-272

В работе показана актуальность лазерного упрочнения поверхности металлических деталей и приведены экспериментальные результаты по влиянию обработки поверхности инструментальной стали 3Х2В8Ф импульсным иттербиевым волоконным лазером с добавлением В<sub>4</sub>С-Аl-порошков. Показано, что при такой обработке с оптимальными настройками режима работы лазера в течение 15 минут получен функциональный слой толщиной 30–60 мкм с увеличенным показателем микротвердости (более чем в 4 раза) и шероховатостью профиля поверхности седьмого класса без дополнительной механической обработки.

## Введение

На сегодняшний день одним из самых распространенных способов улучшения эксплуатационных свойств металлических деталей является поверхностное упрочнение, при котором на поверхности изделия формируется тонкий функциональный слой из более твердого материала, чем основа. Одним из наиболее перспективных способов получения таких слоев на поверхности металлов является лазерная наплавка и легирование. Для них характерна высокая скорость обработки, ее точность и качество, при этом экономится легирующий материал, а требуемая последующая механическая обработка поверхности минимальна. В качестве легирующих добавок часто используют соединения, обладающие высокой твердостью, такие как нитрид титана, карбида титана, вольфрама, бора, хрома и др. Недостатком лазерного упрочнения является образование трещин на поверхности после обработки или в процессе дальнейшей эксплуатации из-за растягивающих остаточных напряжений [1–7].

Ранее были опубликованы прикладные решения по легированию поверхности инструментальной стали 3Х2В8Ф порошками В<sub>4</sub>С и В<sub>4</sub>С-Аl с помощью иттербиевого наносекундного импульсного волоконного лазера с повышением микротвердости и износостойкости поверхностного слоя с под-

бором оптимального режима работы импульсного лазера [7–10].

В настоящей работе исследуются микроструктура, показатели микротвердости и шероховатости поверхностных слоев инструментальной стали 3Х2В8Ф, полученных с помощью лазерного упрочнения легированием В<sub>4</sub>С-Аl порошками.

## Материалы и методы исследования

В исследовании использовались прямоугольные образцы с размерами 18×18×10 мм из стали 3Х2В8Ф. Данная сталь применяется для изготовления тяжелонагруженных прессовых инструментов (мелкие вставки окончательного штампового ручья, матрицы и пуансоны для выдавливания и т. д.) при горячем деформировании легированных конструкционных сталей и жаропрочных сплавов, пресс-формы литья под давлением медных сплавов [11]. Для легирования стали использовались порошок карбида бора F220 (ГОСТ Р 52381-2005, не менее 95% В<sub>4</sub>С, основной размер фракции 75-63 мкм) и порошок алюминия ПА-4 (ГОСТ 6058-73, не менее 98% Al, основной размер фракции более 85% частиц до 100 мкм). Обработка проводилась наносекундным импульсным иттербиевым волоконным лазером YLP-V2-1-100-100-100 (IPG Photonics, Россия). Данный тип лазеров

применяется для гравировки, маркировки, микрообработки, прецизионной поверхностной обработки и т. д. [8].

Определение показателя микротвердости выполнялось по методу Виккерса с помощью микротвердомера ПМТ-3М (ЛОМО, Россия). Расчет микротвердости проводился по методу восстановленного отпечатка (ГОСТ 9450-76) на программном комплексе Nexsys ImageExpert MicroHardness 2.

Определение показателя шероховатости поверхности проводилось методом стилусной профилометрии на стилусном профилометре Dektar XT (Bruker AXS, Германия) и на профилометре модели 130 (ПРОТОН, Россия).

Для определения микроструктурного состояния, элементного и фазового состава поверхностного слоя использовались методы оптической микроскопии, растровой электронной микроскопии (РЭМ), энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) и рентгеновского анализа. Для этих целей использовались: оптический микроскоп Olympus VX43 (Olympus Corp., Япония); металлографический микроскоп ЛОМО МЕТАМ РВ-21 (ЛОМО, Россия), дифрактометр рентгеновский Bruker D2 Phaser (Bruker AXS, Германия), настольный сканирующий (растровый) электронный микроскоп JEOL JCM-6000 (JEOL, Япония).

### Эксперимент

Оптимальный режим обработки подбирался по следующим параметрам: выходная мощность 50–100 Вт, диапазон частот импульсов 50–90 кГц, дистанция от линзы до поверхности образца 180–220 мм, скорость прохождения лазерного луча по образцу 50–2000 мм/с и количество последовательных повторов обработки одной поверхности от 5 до 100. После подбора оптимального режима для получения удовлетворительных результатов при минимальной затрате времени были установлены следующие параметры: 100 Вт, 75 кГц, 197 мм, 200 мм/с, 10 повторов соответственно, а общее время обработки лазером составило 15 минут.

Обработке лазером по подобранным режимам были подвергнуты два образца, на

которые с помощью клея БФ-6 был нанесен тонким слоем (1–2 мм) порошок, на образец № 1 – F220 (В<sub>4</sub>С), а на образец № 2, предварительно смешанный порошок 70% F220 (В<sub>4</sub>С) и 30% ПА-4 (Al) в % вес.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

В ходе обработки были получены образцы с блестящей поверхностью (рис.1).



а)



б)

Рис.1. Поверхность образцов после обработки, образец № 1, обработанный порошком В<sub>4</sub>С марки F220 (а), образец № 2, обработанный смесью из порошков В<sub>4</sub>С марки F220 (70% в вес.) и Al марки ПА-4 (30% в вес.) (б).

Образцы были распилены по центру пополам, после чего были подготовлены поперечные шлифы и изучены под микроскопом. На образце № 1 средняя толщина полученного слоя составила 35,6 мкм (рис.2).

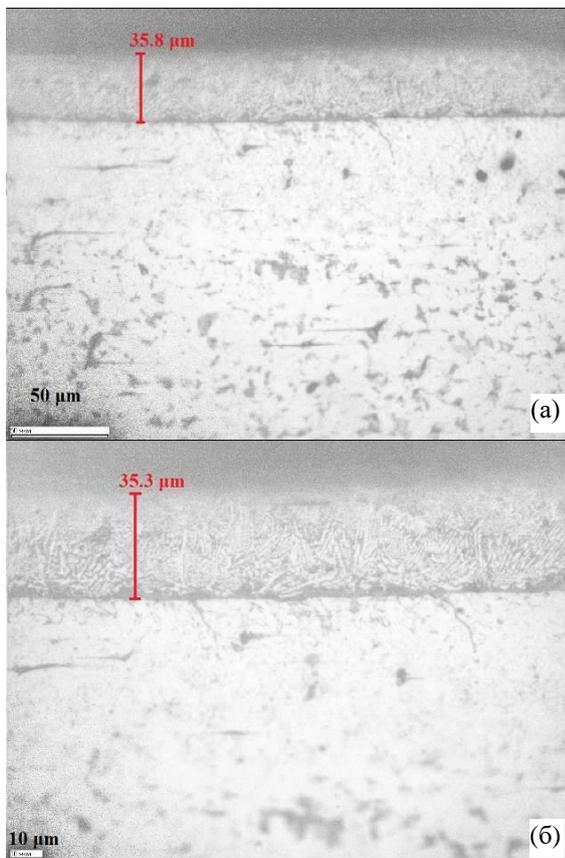


Рис.2. Микроструктура образца № 1 ( $B_4C$ ) под увеличением  $\times 300$  (а) и под увеличением  $\times 500$  (б).

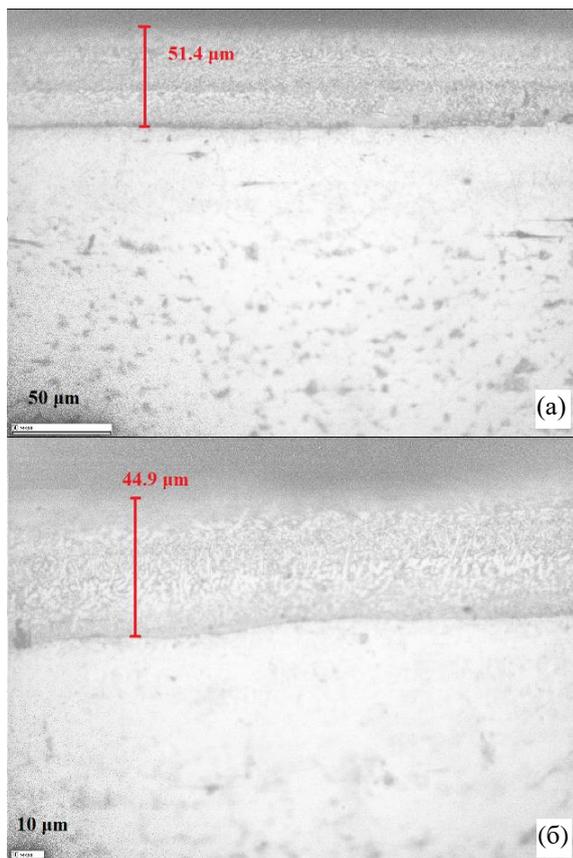


Рис.3. Микроструктура образца № 2 ( $B_4C+Al$ ) под увеличением  $\times 300$  (а) и под увеличением  $\times 500$  (б).

У образца № 2 средняя толщина полученного слоя составила 46,6 мкм (рис.3).

Для расчета показателя микротвердости образца № 1 проведено шесть измерений от наплавленной поверхности вертикально вниз к базовой стали с шагом в 25–35 мкм, средний показатель микротвердости стали составил  $277\pm 35$  HV. Для определения микротвердости функционального слоя проведено шесть измерений с шагом по горизонтали в 20–30 мкм и по вертикали в 3–7 мкм, средний показатель микротвердости наплавленного слоя составил  $1326\pm 110$  HV (рис.4а). Отдельно проведены три измерения на границе между слоями с шагом в 25–35 мкм по горизонтали, средний показатель микротвердости на границе составил  $791\pm 100$  HV (рис.4б).

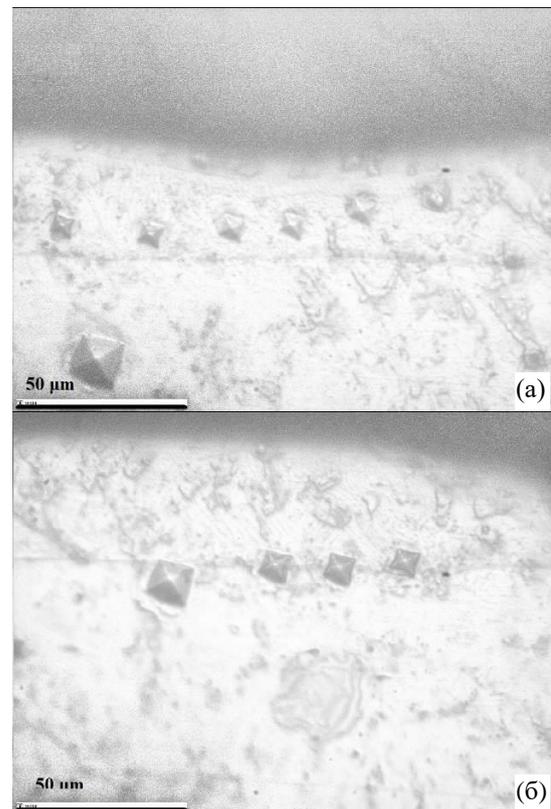


Рис.4. Отпечатки от пирамиды Виккерса в образце № 1 ( $B_4C$ ) в наплавленном слое (а) и на границе между наплавленным слоем и сталью (б).

По результатам всех измерений микротвердости на образце № 1 построен график распределения показателя микротвердости в зависимости от расстояния от поверхности (рис.5). На графике в диапазоне 60 – 90 мкм шаг в 30 мкм уменьшен до 5 мкм для удобства отображения.



Рис.5. График показателя микротвердости в образце № 1 ( $B_4C$ ) в зависимости от расстояния от поверхности.

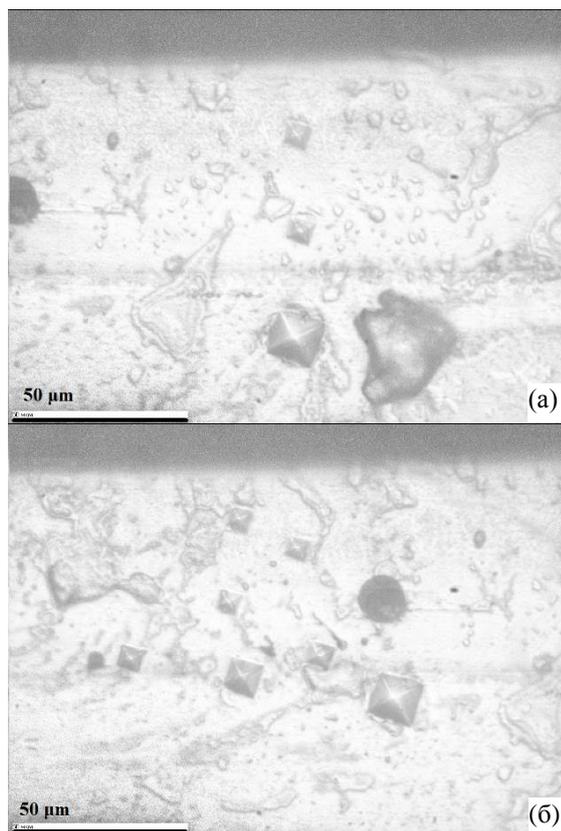


Рис.6. Отпечатки от пирамиды Виккерса в образце № 2 ( $B_4C+Al$ ) в наплавленном слое и стали (а), в наплавленном слое и на границе между наплавленным слоем и сталью (б).

Для расчета показателя микротвердости образца № 2 были проведены семь измерений от наплавленной поверхности вертикально вниз к базовой стали с шагом в 25–35 мкм, средний показатель микротвердости стали составил  $258 \pm 35$  HV. По результатам пяти измерений в наплавленном

слое в шахматном порядке с шагом по горизонтали в 20–30 мкм и по вертикали в 5–10 мкм, средний показатель микротвердости наплавленного слоя составил  $1200 \pm 110$  HV (рис.6а). На границе между слоями по результатам трех измерений, средний показатель микротвердости составил  $714 \pm 100$  HV (рис.6б).

По результатам всех измерений на образце № 2 построен график распределения показателя микротвердости в зависимости от расстояния от поверхности (рис.7). На графике в диапазоне 70–90 мкм шаг в 30 мкм уменьшен до 5 мкм для удобства отображения.

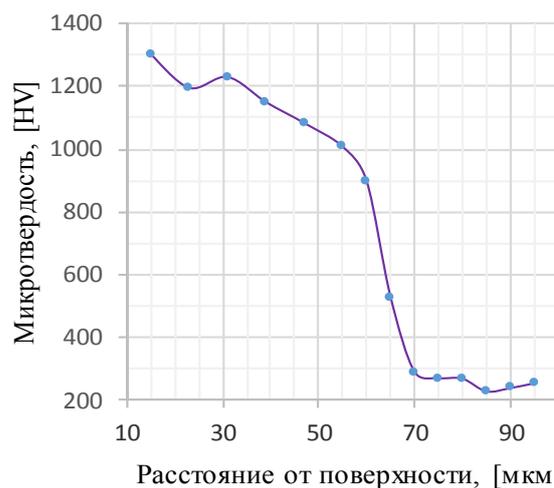


Рис.7. График показателя микротвердости в образце № 2 ( $B_4C+Al$ ) в зависимости от расстояния от поверхности.

На рентгенограммах поверхности обоих образцов (рис.8) обнаружены бориды дижелеза ( $Fe_2B$ ), при этом анализ не выявил боридов моножелеза ( $FeB$ ). Так как фаза  $FeB$  преимущественно выделяется в поверхностном слое наплаваемого материала и содержит большее количество бора по сравнению с  $Fe_2B$ , а количество бора уменьшается по мере удаления от поверхности, то вероятность обнаружения боридов моножелеза при их наличии на поверхности максимальна. Отсутствие фазы  $FeB$  указывает на то, что получена фаза  $Fe_2B$ , которая более предпочтительна.  $FeB$  имеет более высокую твердость, но его появление приводит к резкому охрупчиванию функционального слоя, а на границе фаз  $FeB - Fe_2B$  появляются многочисленные трещины из-за остаточных напряжений [12, 13].

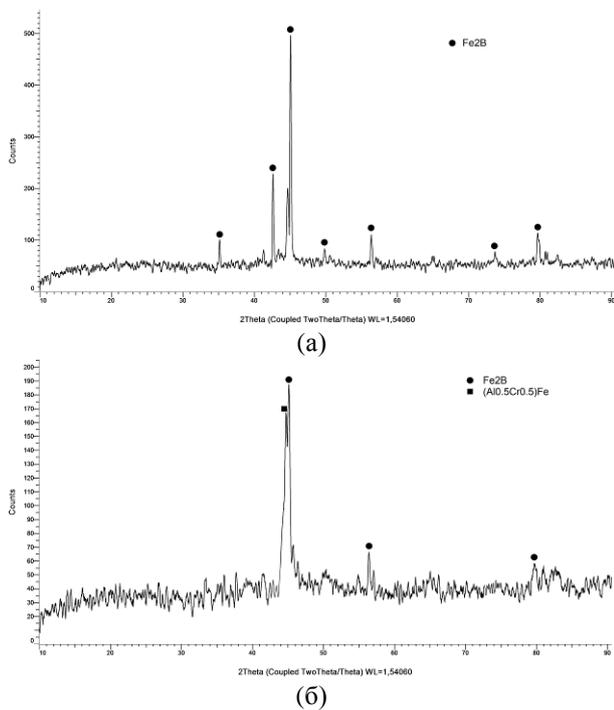


Рис.8. Рентгенограммы образца № 1 ( $B_4C$ ) (а) и образца № 2 ( $B_4C+Al$ ) (б).

Таблица 1. Показатели шероховатости образцов до обработки и после лазерного легирования.

Параметры *	№ образца		
	До обработки	1 ( $B_4C$ )	2 ( $B_4C+Al$ )
$R_v$	9,5±2,1	100±13	2,9±0,43
$R_p$	13,7±2	102,4±9,4	2,61±0,15
$R_{max}$	23,2±3,6	202,1±8,9	5,51±0,58
$R_z$	9,2±1,2	98±14	2,47±0,36
$S_m$	279±38	1080±180	610±180
<b><math>R_a</math></b>	<b>3,46±0,73</b>	<b>34,2±4,1</b>	<b>1,31±0,15</b>
Класс	5в	2б	7а

\*  $R_v$  – глубина максимальной впадины профиля,  $R_p$  – высота максимального выступа профиля,  $R_{max}$  – наибольшая высота профиля,  $R_z$  – высота неровностей профиля по десяти точкам,  $R_a$  – среднеарифметическое отклонение профиля, Класс – класс шероховатости профиля.

В образце № 2 помимо борида дижелеза наблюдается наличие  $AlCrFe$  – сплавов (рис.8б). Образование кристаллического соединения  $AlCrFe$  позволяет утверждать, что в результате лазерного легирования произошла химико-термическая реакция с алюминием, что обеспечивает прочное внедрение алюминия в поверхность образца и увеличивает коррозионную стойкость поверхности. Можно предположить, что образование гладкой поверхности также связано с наличием  $AlCrFe$ .

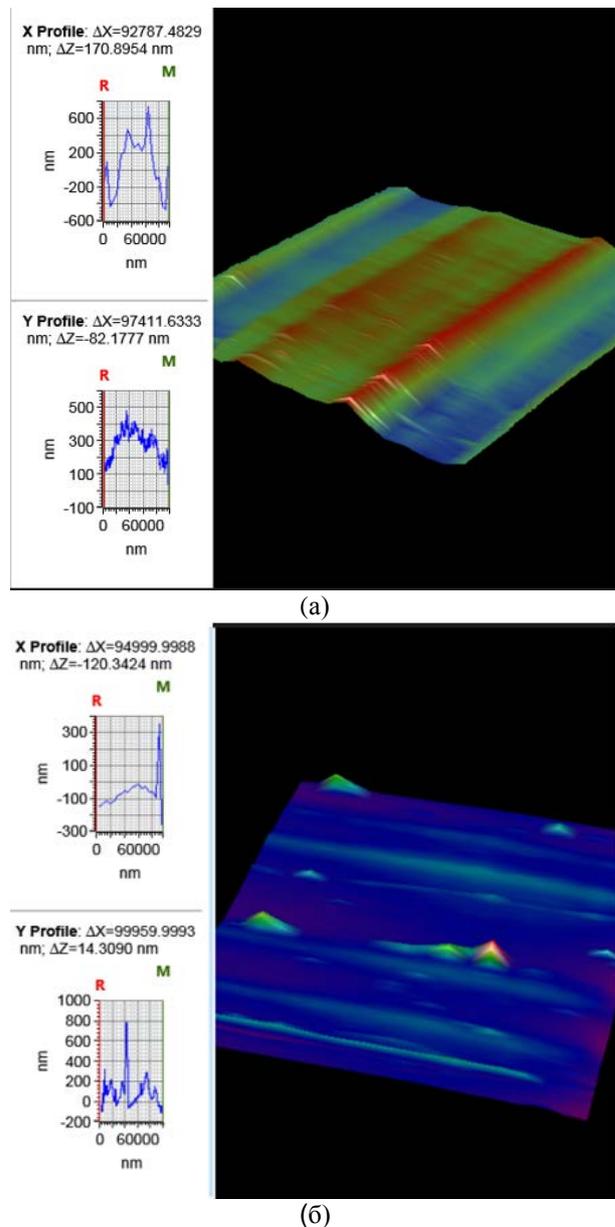


Рис.9. 3D-профилограмма образца № 1 ( $B_4C$ ) (а) и образца № 2 ( $B_4C+Al$ ) (б).

Профилометрия была сделана на образцах до и после обработки, основные показатели шероховатости профиля представлены в таблице 1. Для анализа шероховатости можно использовать наиболее репрезентативный показатель  $R_a$  – среднеарифметическое отклонение профиля [14]. Показатель шероховатости образца № 1 после обработки на порядок хуже, чем было до обработки, а на образце № 2 после обработки показатель шероховатости улучшился в 2,6 раз по сравнению показателем необработанной поверхностью, а в сравнении с показателем шероховатости образца № 1 разница в 26 раз, что также видно на 3D-профилограммах этих образцов (рис.9).

## Заключение

В ходе исследования установлено, что при лазерном упрочнении поверхности инструментальной стали 3Х2В8Ф порошком карбида бора ( $B_4C$ ) марки F220 в течение 15 минут при определенных параметрах обработки с помощью 100 Вт импульсного итербиевого волоконного лазера можно получить поверхность с показателем микротвердости  $1326 \pm 110$  HV со вторым классом шероховатости и средним арифметическим отклонением профиля  $R_a = 34,2 \pm 4,1$  мкм. При лазерном упрочнении с такими же параметрами обработки смесью из порошков карбида бора ( $B_4C$ ) марки F220 и алюминия (Al) марки ПА-4 в количестве 70% и 30% весовых соответственно показатель микротвердости функционального слоя составляет  $1200 \pm 110$  HV, а  $R_a = 1,31 \pm 0,15$  мкм, что соответствует седьмому классу шероховатости. Деталь с поверхностью, обладающей такой шероховатостью, можно использовать в некоторых трибосистемах даже без дополнительной механической обработки. Повышенная микротвердость поверхности объясняется наличием фазы  $Fe_2B$ , имеющей высокую трещиностойкость, а содержание соединения  $AlCrFe$  приводит к более гладкой поверхности и увеличивает коррозионную стойкость поверхности.

Работа выполнена в рамках Государственного задания на проведение исследований № 0270-2021-0002.

## Благодарности

Авторы выражают признательность Центру коллективного пользования «Научные приборы» Бурятского государственного университета имени Доржи Банзарова и лично директору ЦКП «Научные приборы» С. С. Бадмаеву за сотрудничество при проведении данного исследования.

Авторы выражают благодарность научным сотрудникам лаборатории физического материаловедения Института физического материаловедения СО РАН Н. С. Улаханову за помощь с обработкой образцов и Д. Э. Дашееву за помощь в проведении РФА, сотруднику лаборатории физики неупорядоченных систем Бурятского государственного университета имени

Доржи Банзарова А. А. Машанову за помощь в проведении профилометрии.

Экспериментальные исследования проводились на оборудовании ЦКП «Научные приборы» Бурятского государственного университета имени Доржи Банзарова, научной лаборатории «Физики композитных материалов» и научной лаборатории «Физического материаловедения» Института физического материаловедения СО РАН.

## Литература

[1] Лабунец В. Ф., Ворошнин Л. Г., Киндарчук М. В. Износостойкие боридные покрытия // Киев: Изд-во Техника. 1989. – 158 с.

[2] Schneider M. F. Laser Cladding With Powder / Ph.D. Thesis University of Twente, Enschede (The Netherlands). 1998. – p. 177.

[3] Beguin J. D., Gazagne V., Balcaen Y., Alexis J. and Andrieu E. Laser Welding of Titanium Alloys with an Yb: YAG Disk Source // Materials Science Forum. 2018. Vol. 941, pp. 845–850. doi:10.4028/www.scientific.net/msf.941.845.

[4] Рыкалин Н. Н., Углов А. А., Зуев И. В., Кокора А. Н. Лазерная и электронно-лучевая обработка материалов: Справочник. – М.: Изд-во Машиностроение. 1985. – 496 с.

[5] Великих В. С., Воронов И. Н., Гончаренко В. П. и др. Рентгенографическое исследование остаточных напряжений, возникающих после импульсной лазерной закалки сталей // Физика и химия обработки материалов. 1982. № 6. с.138-143.

[6] Великих В. С., Гончаренко В. П., Зверев А. Ф., Картавец В. С. Остаточные напряжения в углеродистых сталях после поверхностного упрочнения излучением  $CO_2$ -лазера // Металловедение и термическая обработка металлов. 1985. № 4. с. 9-12.

[7] Лупсанов А. Б., Лысых С. А., Южаков И. А., Милонов А. С., Мишигдоржийн У. Л., Номоев А. В. Трибологические свойства инструментальной стали после лазерного легирования // Вестник Бурятского государственного университета. Химия. Физика. 2022. Вып. 2-3, с. 3-21. doi:10.18101/2306-2363-2022-2-3-3-21

[8] Mishigdorzhiyn U.L., Ulakhanov N.S., Nomoev A.V. and Lupsanov A.B. Ytterbium impulse laser for surface modification of tool steel with B<sub>4</sub>C-Al powders // J. Phys.: Conf. Ser. 2021, Vol. 2064, pp. 012102. doi:10.1088/1742-6596/2064/1/012102.

[9] Лупсанов А. Б., Мишигдоржийн У. Л., Номоев А. В., Южаков И. А., Лысых С. А. Способ лазерного легирования инструментальной стали порошками карбида бора и алюминия. Патент России № RU 2786263 С1. 2022. Бюл. № 35.

[10] Lupsanov A, Lysykh S, Bronnikova S, Dasheev D, Mishigdorzhiyn U, Nomoev A. V., et al. Surface Alloying of Tool Steels with Ytterbium Pulse Fiber Laser. // Key Engineering Materials. 2023. Vol. 943. pp. 3–11. doi:10.4028/p-4r8877.

[11] Roberts G. A., Kraus G. and Kennedy R. L. Tool Steels // Ohio: ASM International. 1998. – p. 364.

[12] Батаев И. А., Курлаев Н. В., Ленивцева О. Г., Бутыленкова О. А., Лосинская А. А. Морфология боридов железа в поверхностном слое, наплавленном электронным лучом // Обработка металлов: технология, оборудование, инструменты. 2012. № 1. с. 85-89.

[13] Протасевич В. Ф., Стасевич Г. В., Басалай И. А. Влияние термической обработки на свойства боридного слоя на цементованной малоуглеродистой стали // Металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. Минск: БНТУ, 2011. – Вып. 33, ч. 2. – с. 161-172.

[14] Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики (с Изменениями № 1 и № 2) ГОСТ 2789-73. / Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.04.73 № 995. М.: Стандартиформ. – 2018. – 8 с.

# Электронно-пучковая модификация боридных диффузионных слоев на поверхности стали 45 и У10

С.А. Лысых<sup>1</sup>, П.В. Москвин<sup>2</sup>, М.С. Воробьев<sup>2</sup>, В.Н. Корнопольцев<sup>3</sup>, У.Л. Мишигдоржийн<sup>1</sup>, Ю.П. Хареев<sup>4</sup>, А.С. Милонов<sup>1</sup>.

<sup>1</sup>Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)

670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия

<sup>2</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН (ИСЭ СО РАН)

634055, Томск, пр. Академический 2/3, Россия

<sup>3</sup>Байкальский институт природопользования СО РАН (БИП СО РАН)

670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой 6, Россия

<sup>4</sup>Восточно-Сибирский государственный университет технологий и управления (ВСГУТУ),

670013, Улан-Удэ, ул. Ключевская, 40В, Россия

E-mail: lysyh.stepa@yandex.ru

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-273-279

В данной работе представлены результаты поверхностного упрочнения образцов из стали 45 и У10 комплексным насыщением бором и медью, а также последующим воздействием на слой электронного-пучка, используя источник с плазменным катодом. Целью работы являлось повышение ряда физико-механических свойств боридных слоев, в частности пластичности и износостойкости. В работе проведен сравнительный анализ строения диффузионного слоя после боромеднения и последующей модификации этого слоя электронным пучком. Проведен анализ морфологии диффузионного слоя, исследована микротвердость, элементное и фазовое строение. Проведена оценка пластичности полученных диффузионных слоев до и после ЭПО.

## Введение

На сегодняшний день наиболее перспективными технологиями поверхностного упрочнения деталей являются методы физико-химического модифицирования, то есть целенаправленное изменение свойств поверхности материала, в результате внешнего технологического воздействия. К таким способам относится химико-термическая обработка (ХТО). Методами ХТО, в результате диффузии легирующего элемента, возможно получение диффузионных слоёв различной толщины, твердости и функционального назначения. К самому известному методу ХТО безусловно можно отнести борирование, под которым следует понимать диффузионное насыщение поверхности железоуглеродистых сплавов бором при нагреве и выдержки в активной среде. После проведения борирования, на поверхности сплавов образуются слои повышенной твердости, износостойкости и ряда других повышенных физико-механических свойств. Однако, борирование имеет и несколько отрицательных характеристик, сказывающихся на продолжительности работоспособности упрочненных деталей. К ним следует

отнести высокую хрупкость, вследствие чего возможность образования трещин и дальнейшее скалывание боридного слоя от основы металла [1–5].

Для снижения ряда отрицательных характеристик борирования отечественными и зарубежными учеными разработаны технологии комплексного насыщения поверхностей железоуглеродистых сплавов бором совместно с другими элементами (алюминий, хром, титан и др). В результате проведения комплексного поверхностного насыщения на поверхности стальных образцов формируются двухфазные слои на основе бора ( $\text{FeB}$  и  $\text{Fe}_2\text{B}$ ). В некоторых случаях высокобористая фаза  $\text{FeB}$  может полностью отсутствовать, тем самым слои, состоящие из фазы  $\text{Fe}_2\text{B}$  имеют меньшую микротвердость, увеличенную пластичность. В результате проблемы трещинообразования и скалывания диффузионного слоя частично решаются.

В последние годы большой научный задел был получен в вопросах обработки поверхностных слоев металлических материалов с применением нескольких технологий, одним из которых является ЭПО. При-

менение сразу нескольких методов обработки позволяет минимизировать недостатки, присущие отдельно взятым технологиям [6].

Целью данной работы является исследование структуры и строения диффузионных слоев, полученных после комплексного насыщения поверхности образцов из стали 45 и У10 с последующей модификацией импульсным электронным пучком.

### Методика исследований

Материалом исследования выступала углеродистая конструкционная сталь 45 и инструментальная сталь У10, химический состав которых представлен в таблице 1.

Процесс поверхностного диффузионного насыщения бором и медью поверхности образцов проводился в порошковой насыщающей смеси. Состав которой имел вид: 62%  $B_4C$  + 17%  $CuO$  + 19%  $Al$  + 2%  $NaF$ . Образцы погружались в контейнер и засыпались насыщающей смесью. Для предотвращения попадания кислорода поверх контейнера насыпалось легкоплавкое стекло. Исходя из литературных данных [7, 8, 9], оптимальное время выдержки составляло 4 часа. Процесс проводился в муфельной печи

ЭКПС-50 при температуре 950 °С. Далее контейнер вынимался и охлаждался на открытом воздухе. После следовала подготовка образцов к металлографическим исследованиям.

Для ЭПО боромедненного слоя использовали источник электронов "СОЛО" с плазменным катодом на основе дугового разряда низкого давления (рис.1) [10, 11]. В составе одноименной экспериментальной установки данный источник входит в Комплекс уникальных электрофизических установок России «УНИКУУМ» в ИСЭ СО РАН.

ЭПО выполняли в среде аргона при давлении в вакуумной камере 35 мПа в ведущем магнитном поле величиной до 100 мТл. Энергия электронов в процессе обработки достигала 25 кэВ, диаметр пучка электронов составлял около 3 см. Ток пучка изменяли в течение импульса длительностью 950 мкс в пределах (20–120) А таким образом, чтобы температура на поверхности образца через 150 мкс после начала воздействия удерживалась около 1500 °С.

Таблица 1. Химический состав стали 45 и У10, масс. %.

Марка стали	Химический состав, масс. %					
	C	Mn	Ni	Cr	Cu	Fe
Сталь 45	0.42-0.5	0.5-0.8	до 0.25	до 0.25	до 0.25	97
Сталь У10	0.96-1.03	0.17-0.33	до 0.25	до 0.2	до 0.25	97

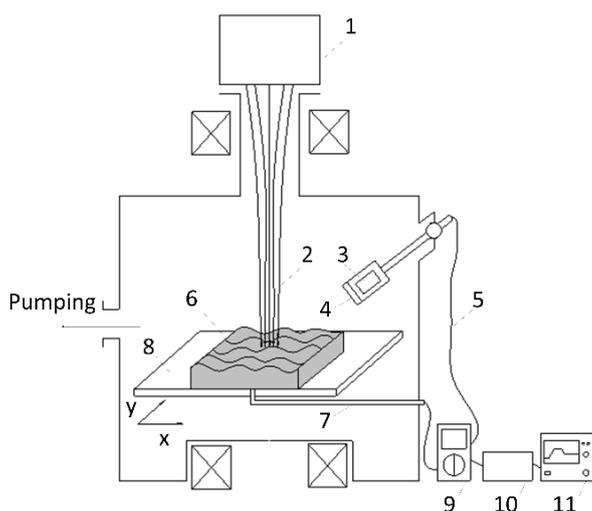


Рис.1. Схема обработки в импульсной электронно-лучевой установке и внешний вид установки СОЛО (ИСЭ СО РАН): 1 – плазменный катод; 2 – электронный пучок; 3 – линза; 4 – кварцевое стекло; 5 – оптоволоконный кабель; 6 – образец; 7 – термопара; 8 – стол-манипулятор; 9 – мультиметр; 10 – высокоскоростной инфракрасный пирометр; 11 – осциллограф.

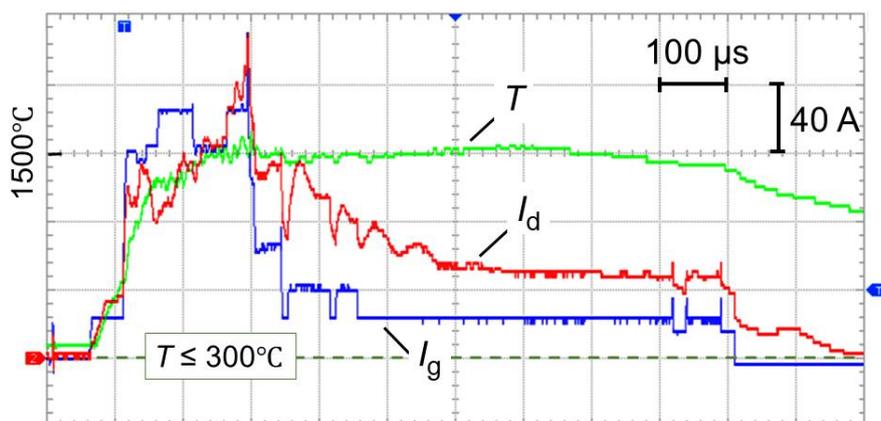


Рис.2. Характерные осциллограммы тока разряда  $I_d$  плазменного катода, тока в цепи ускоряющего промежутка источника электронов  $I_g$  и выходного сигнала высокоскоростного пирометра  $T..T[^\circ\text{C}] = 300 + 400n_{кл}$ , где  $n_{кл}$  – число клеток.

Исследуемую область образцов подвергали трем импульсам воздействия, интервал времени между импульсами составлял 3 секунды. Характерные осциллограммы представлены на рис.2.

Металлографические исследования проводились на оптическом микроскопе Альтами МЕТ 2С. Измерения микротвердости и определение бала хрупкости были проведены на микротвердомере ПМТ-3М, нагрузка на алмазную пирамидку составляла 50 и 200 г. Элементный анализ исследовали на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) JEOL JCM-6510LV с элементным дисперсионным анализатором в ЦКП «Прогресс» ВСГУТУ. Для изучения структуры протравленную поверхность образцов изучали в режиме вторичных электронов. Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре D2 PHASER с линейным детектором LYNXEYE. Шаг измерения равнялся  $0,02^\circ$ , время обработки одного шага 1,2 с.

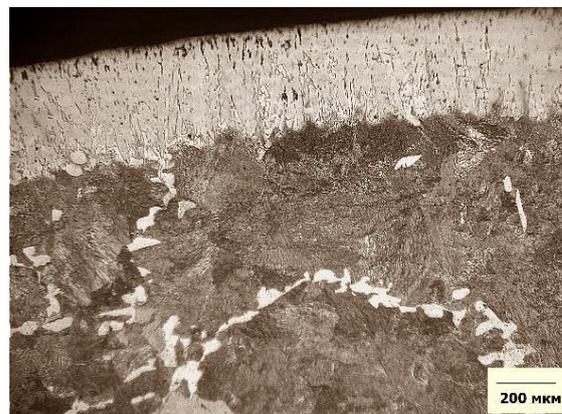
### Результаты и их обсуждения

В результате поверхностного упрочнения бором и медью образцов из стали 45 и У10 были получены диффузионные слои, толщиной 130–145 мкм (рис.3).

Диффузионный слой, полученный на стали 45 (рис.3а) имеет компактное строение, то есть иглы боридов располагаются перпендикулярно плоскости поверхности с плотным прижатием к друг другу. На концах иглы имеют скругленную форму это объясняется влиянием легирующих элементов (углеродом, никелем или хромом), отнесенных при диффузии бора или содер-

жащихся в стали в виде карбидов, которые тормозят продольный рост боридного слоя [12].

Диффузионный слой стали У10 наоборот, в отличии от строения слоя стали 45 не имеет компактного строения (рис.3б). Иглы на концах имеют скругленную форму, а их рост наблюдается не только по нормали к поверхности, но и под некоторым углом [5].



(а)



(б)

Рис.3. Микроструктура диффузионного слоя стали 45 (а) и стали У10 (б) после комплексного поверхностного насыщения бором и медью.

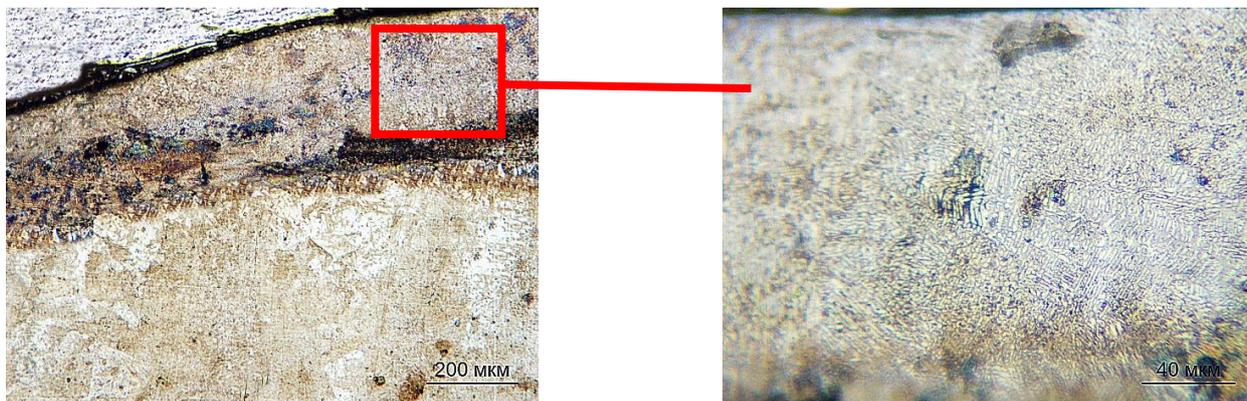


Рис.4. Микроструктура стали 45 после боромеднения с последующей электронно-пучковой обработкой.

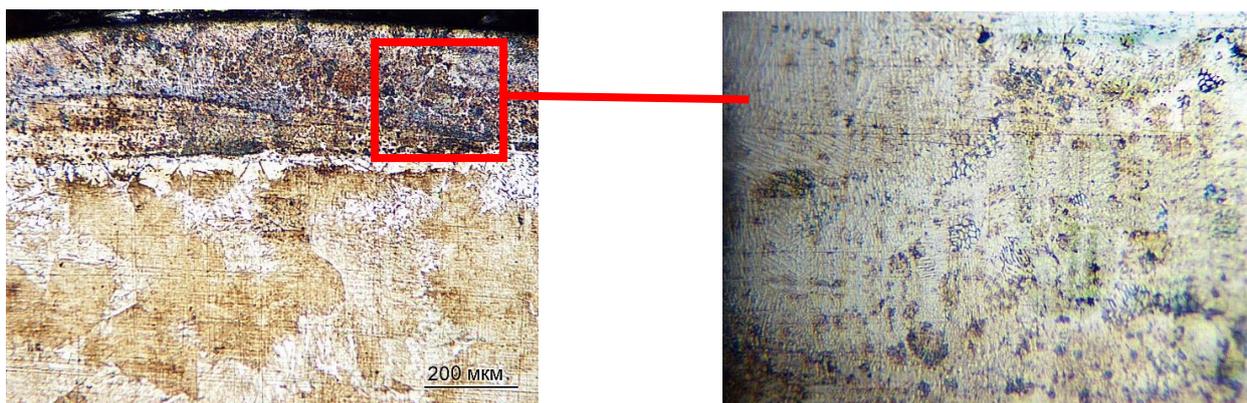


Рис.5. Микроструктура стали У10 после боромеднения с последующей электронно-пучковой обработкой.

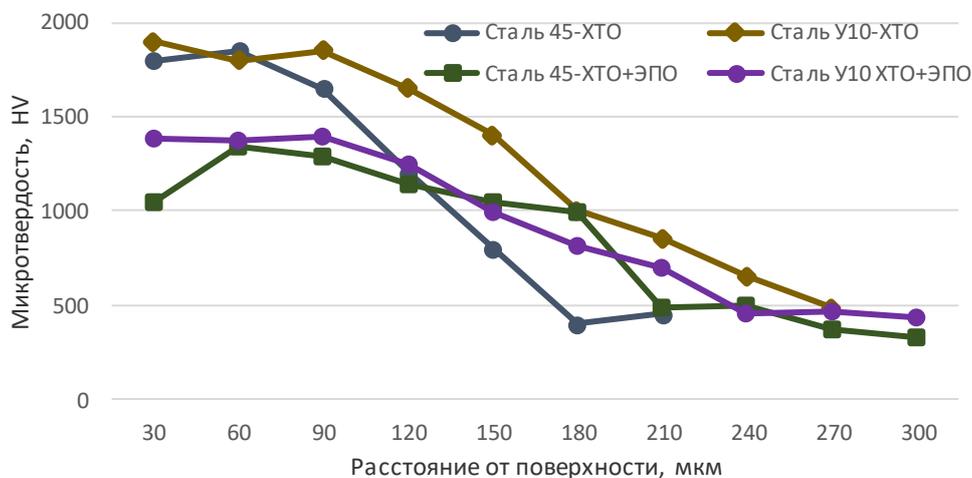


Рис.6. Распределение микротвердости на стали 45 и У10 после ХТО и ХТО + ЭПО.

В результате воздействия электронного пучка на поверхность стали 45, был получен диффузионный слой толщиной 165 мкм (рис.5). Прирост составил 35 мкм. Слой теряет игольчатую структуру, а приобретает сплошной вид темного цвета, который отчетливо виден после травления. На границе слой-основа металла наблюдается переходная зона в виде концов боридных игл. Микротвердость сплошного слоя после проведения ЭПО снижается до 1380 HV в макси-

мальном её значении по сравнению с 1800 HV после боромеднения (рис.6).

На поверхности стали У10 после ЭПО диффузионный слой, как и на стали 45, приобретает вид сплошной фазы. Толщина составила 185 мкм, что на 40 мкм больше по сравнению с боромеднением. На границе слой-основа наблюдаются концы боридных игл толщиной 20–40 мкм. Микротвердость существенно снижается до значений 1390 HV. Далее следует плавное сни-

жение твердости без резких перепадов. После боромеднения микротвердость равнялась 1900 HV.

Элементный анализ стали 45 после проведения боромеднения совместно с электронно-пучковой обработкой показал, что концентрация бора в слое после воздействия электронного пучка снижется и достигает 11,21 % масс (таблица 2). В слое наблюдается углерод, хром, марганец и никель. Помимо этого, на поверхности слоя обнаружена медь, в количестве 0,22% масс.

Диффузионный слой при боромеднении совместно с ЭПО на стали У10 показал, что концентрация бора уменьшилась до значения 10,46% масс. (таблица 3). Углерод в максимальном количестве наблюдается на поверхности и под диффузионным слоем. Также слой легирован всеми элементами, входящими в состав стали.

Рентгенофазовый анализ показал, что диффузионный слой стали 45 состоит из фаз Fe<sub>2</sub>B, AlB<sub>2</sub> и AlCu (рис.7). Алюминий в со-

став стали 45 не входит, его присутствие в поверхностном слое может быть вызвано попаданием из насыщающей смеси при проведении ХТО. Наличие фазы FeV не подтверждено, о чем свидетельствует таблица 2, количество бора соответствует только фазе Fe<sub>2</sub>B. Диффузионный слой стали У10 состоит из фаз Fe<sub>2</sub>B, AlB<sub>2</sub> и Fe<sub>2</sub>AlCr. Предположительно диффузионный слой был легирован алюминием в процессе проведения ХТО.

На рис.8 изображены отпечатки, определяющие хрупкость диффузионных слоев на образцах из стали 45 и У10 после борирования (рис.8а), боромеднения (рис.8б) и боромеднения+ЭПО (рис.8в, рис.8г). Для оценки хрупкости диффузионных слоёв определяли величину предельной пластичности  $\epsilon_{пред}$  по формуле  $\epsilon_{пред} = D_{omn.}/L_{mp}$  [13], где  $D_{omn.}$  – диагональ отпечатка,  $L_{mp}$  – длина трещины между отпечатками (рис.8а, рис.8б, таблица 4).

Таблица 2. Элементный состав диффузионного слоя на стали 45 после боромеднения + ЭПО (масс.%).

Номер спектра	C	Cr	B	Mn	Ni	Cu	Fe
1	0.54	0.18	11.21	0.25	0.12	0.22	87.48
2	0.68	0.17	7.64	0.18	0.09	0.12	91.12
3	0.37	0.12	7.83	0.16	0.11	0.16	91.25
4	0.42	0.14	–	0.43	0.16	0.06	98.79
5	0.46	0.16	–	0.38	0.18	0,03	98.79

Таблица 3. Элементный состав диффузионного слоя на стали У10 после боромеднения + ЭПО (масс.%).

Номер спектра	C	Cr	B	Mn	Ni	Cu	Fe
1	0.87	0.14	10.46	0.18	0.14	0.14	88.07
2	0.73	0.12	8.39	0.21	0.11	0.08	90.36
3	0.76	0.08	8.03	0.2	0.09	–	90.84
4	0.89	0.16	–	0.28	0.14	–	98.53
5	0.82	0.18	–	0.3	0.16	0,16	98.38

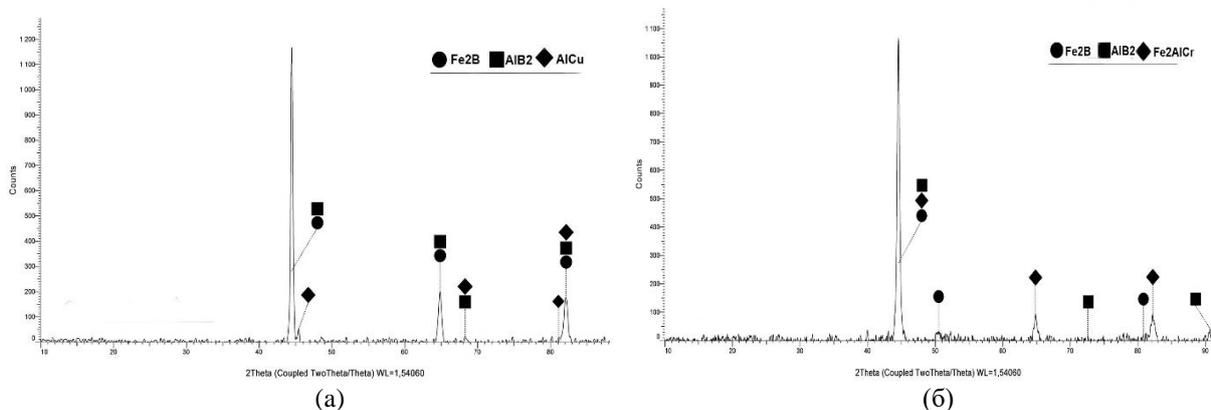
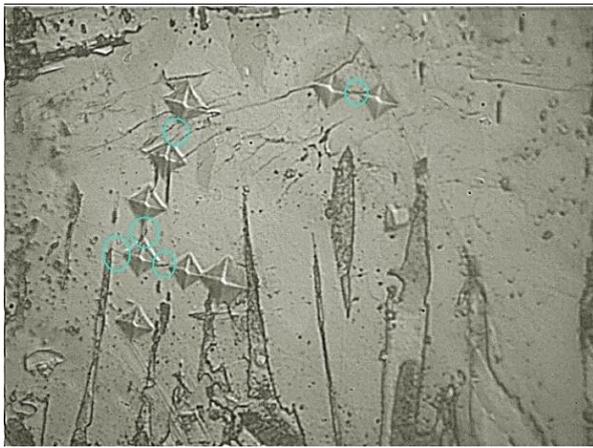
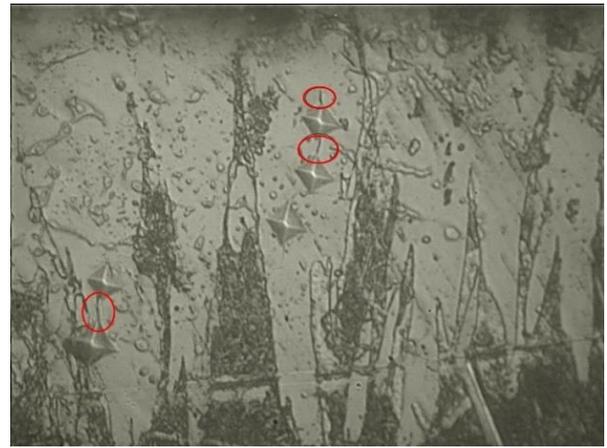


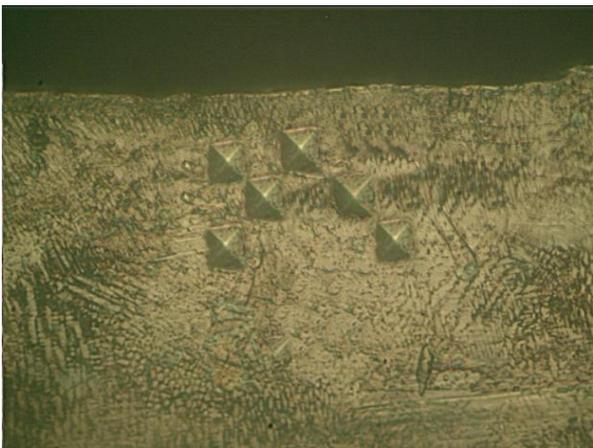
Рис.7. Рентгенограмма образцов из стали 45 (а) и У10 (б).



(a)



(б)



(в)



(г)

Рис.8. Микроструктура стали 45 и У10 в ходе измерения величины предельной пластичности после: а) борирования; б) боромеднения; в),г) боромеднения + ЭПО.

Таблица 4. Результаты измерения величины предельной пластичности.

$D_{omn.}$	$L_{mp.}$	$\epsilon_{пред.}$
Борирование (рис.8а)		
3.85	3.09	1.24
4.01	2.96	1.35
3.25	2.61	1.25
3.65	2.82	1.29
Боромеднение (рис.8б)		
5.33	2.98	1.79
7.16	3.26	2.19
6.83	3.27	2.08
8.21	3.76	2.18
Боромеднение + ЭПО (трещин между отпечатками не обнаружено) (рис.8в, рис.8г).		

Из результатов исследований следует, что по сравнению с борированием при боромеднении величина пластической деформации увеличивается в 1,7–1,8 раз. Вероятно, это связано с образованием фазы  $Fe_2B$ . При боромеднении с последующим воздей-

ствием электронного пучка наличие трещин между отпечатками не обнаружено (рис.8в).

### Заключение

В результате боромеднения толщина диффузионного слоя равнялась 130–145 мкм, при последующем воздействии электронного пучка прирост толщины составил 35–40 мкм.

1) Микротвердость слоя после ЭПО снизилась до 1380 HV, по сравнению с боромеднением, после которого максимальное значение микротвердости равнялось 1900 HV.

2) Величина предельной пластичности при боромеднении в 1,7–1,8 раз выше по сравнению с чистым борированием. При боромеднении + ЭПО наличие трещин между отпечатками не обнаружено, что свидетельствует о высокой пластичности модифицированного слоя, превосходящей исходный диффузионный слой.

Работа выполнена при финансовой поддержке научной темы № 0270-2021-0001 государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ.

### Список литературы

- [1] Исследование изменения размеров образцов из стали 5ХНМ после борирования / Л.А. Куркина [и др.] // *Обработка металлов*. 2012. №2(55). С. 62-64.
- [2] Одарченко В.И., Казначеева Д.А., Щербаков В.Г. Исследование борирования сплавов на железной основе при различных температурах // *XXIII ТУПОЛЕВСКИЕ ЧТЕНИЯ (ШКОЛА МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ)* Казань: КНИТУ-КАИ. 2017 г. – С. 328-332.
- [3] Гуляшинов П.А. Влияние борирования и алитирования на структуру и микротвердость низкоуглеродистых сталей // *Обработка металлов (технология-оборудование-инструменты)*. 2022. №2(Т.24). С.91-101. DOI: 10.17212/1994-6309-2022-24.2-91-101.
- [4] Т.В. Мустафина, Г.А. Мустафин, И.В. Марширов. Оптимизация процесса борирования чугуна при литье // *Ползуновский вестник*. 2015. №3. С.15-19.
- [5] Крукович М.Г. Структурная морфология борированных слоев различного целевого назначения // *Евразийский Союз Ученых (ЕСУ) 2020*, №10(79). С. 30-34. DOI:10.31618/ESU/2413-9335.2020.6.79.1075.
- [6] Комаров Д.В., Коновалов С.В., Жуков Д.В., Виноградов И.С., Панченко И.А. Анализ современной ситуации в области применения электронно-пучковой обработки различных сплавов. Часть 2 // *Ползуновский вестник*. 2022. №3. С.204-215. doi: 10.25712/ASTU.2072-8921.2022.03.028.
- [7] Астрашаб Е.В., Щербаков В.Г. Исследование борирования металлических порошков на железной основе // *Сборник конференции XXIII Туполевские чтения (Школа Молодых Ученых)*, 2017г. С. 230-233.
- [8] Корнопольцев В.Н., Мосоров В.И. Получение комплексных боридных покрытий и исследование насыщающей способности смесей при повторных использованиях // *Актуальные проблемы в машиностроении*, 2014г. №1. С. 403-411.
- [9] Особенности формирования боридных покрытий из композиционных металлотермических порошковых сред / Галынская Н.А. [и др.] // *Вестник БНТУ*. 2011г. №4. С. 15-20.
- [10] Generation and propagation of high-current low energy electron beams / Devyatkov V.N. [and others] // *Laser and Particle Beams*. – August 2003. – Vol.21. – pp. 243-248.
- [11] M.S. Vorobyov, P.V. Moskvina, V.I. Shin, N.N. Koval, K.T. Ashurova, S.Yu. Doroshkevich, V.N. Devyatkov, M.S. Torba, V.A. Levanisov. *JTF Letters*, 47 (10), 38 (2021).DOI:10.21883/PJTF.2021.10.50972.18719.
- [12] Гурьев А.М., Иванов С.Г., Грешилов А.Д., Земляков С.А. Механизм образования боридных игл при диффузионном комплексном борохромировании из насыщающих обмазок // *Обработка металлов*, 2011, №3(52). С.35-39.
- [13] Скуднов В.А. *Предельные пластические деформации металлов*. - М.: Металлургия, 1989. – 176 с.

# Влияние воздействия нетермической плазмы атмосферного давления на модификацию поверхности семян зерновых культур

Б.Б. Балданов, А.П. Семенов, Ц.В. Ранжуров

Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)  
670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия  
E-mail: baibat@mail.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-280-286

Показано, в результате воздействия нетермической плазмы тлеющего разряда атмосферного давления на поверхность семян (пшеница), поверхность становится гидрофильной и характеризуется снижением контактного угла смачивания, возрастанием поверхностной энергии и увеличением шероховатости поверхности. Установлено, изменение морфологии и шероховатости поверхности семян, в результате плазменного воздействия, связано с возникновением на поверхности семян регулярной мелкоячеистой сетчатой структуры, с различным размером ячеек и с довольно резко очерченными границами.

## Введение

Низкотемпературная неравновесная плазма эффективно используется в сельском хозяйстве в качестве альтернативы традиционной предпосевной обработке семян [1–3]. Использование плазменных технологий имеет целый ряд преимуществ по сравнению с традиционными технологиями, такие как равномерность обработки, сохранение целостности семян, отсутствие необходимости использования химических препаратов [1–5].

Для стимуляции прорастания семян и роста растений используются различные типы источников нетермической неравновесной плазмы, которые создаются на основе коронного разряда [6], ВЧ-разряда низкого давления [1, 5, 7, 8], микроволнового разряда [9–11] и других источников плазмы [6, 12, 13].

В [1–3, 8, 10] показано влияние плазменной предпосевной обработки на скорость прорастания семян, рост и развитие растений. При этом наблюдается значительное увеличение скорости прорастания семян, обработанных в плазме по сравнению с контрольной группой (необработанные семена) [1, 6, 11]. Например, при воздействии высокочастотной плазмы аргона в течение 130 мин наблюдается увеличение всхожести семян *Carthamus tinctorium* на 50% [1]. В [11] в результате обработки семян *Chenopodium album* микроволновым разрядом наблюдалось трехкратное увеличение

всхожести семян. В ряде исследований показано, что плазменная обработка семян представляет собой эффективный способ стерилизации, способный инактивировать широкий спектр микроорганизмов на поверхности семян и на хранящихся пищевых субстратах [4, 9, 14, 15].

Одним из возможных объяснений механизма улучшения прорастания и роста семян растений за счет воздействия плазмы является то, что плазменная обработка вызывает структурные изменения на поверхности семян [1, 5, 16]. В [5] отмечалось, химические реакции на поверхности семян, инициированные плазменным воздействием, оказывают сильное влияние на прорастание семян. В [17, 18] показано, плазменная обработка семян улучшает смачиваемость поверхности семян, что, в свою очередь, приводит к увеличению всхожести семян.

Целью данной работы является изучение воздействия нетермической неравновесной плазмы тлеющего разряда атмосферного давления на смачиваемость поверхности зерновых культур.

## Методика эксперимента

На рис.1 представлена структурная схема источника объемной нетермической (холодной) плазмы на основе тлеющего разряда атмосферного давления [19–21]. Тлеющий разряд инициируется между плоским металлическим анодом 1 и острыми ка-

тодами 2. Протяженность разрядного промежутка от вершины острий до плоскости анода составляет 2 см.

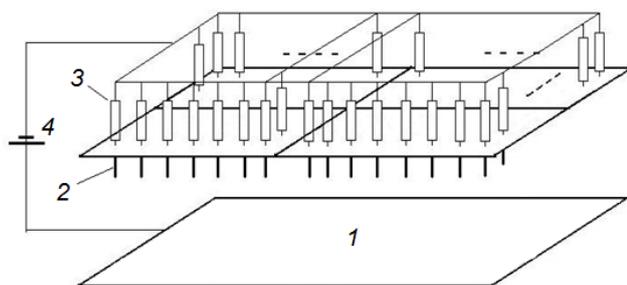


Рис.1. Структурная схема источника объемной нетермической неравновесной плазмы на основе тлеющего разряда атмосферного давления: 1 – анод, 2 – острийные катоды, 3 – балластные сопротивления, 4 – источник питания.

Плоский анод 1 представляет собой металлическую пластину площадью 672 см<sup>2</sup>. Острийные катоды 2 ориентированы нормально плоскости анода, объединены в четыре секции на площади 420 см<sup>2</sup> и нагружены на балластные сопротивления. Диаметр острийных катодов 1.5 мм. Радиус закругления торцевых срезов катодов составлял 50 мкм. Для стабильного зажигания и устойчивого горения тлеющего разряда каждый острийный катод нагружался регулируемым в диапазоне 1–9 МОм балластным сопротивлением 3 [22]. Плазмообразующий газ аргон нагнетался перпендикулярно острийным катодам и направлению электрического тока пробиваемого разрядного промежутка. Устойчивость разряда относительно перехода отрицательной короны в искровой пробой разрядного промежутка достигается слабой прокачкой аргона через разрядный промежуток. Скорость прокачки на входе в разрядный промежуток 0.45–2.24 м/с. Расход нагнетаемого аргона  $5 \cdot 10^{-5}$  кг/с. Разряд зажигался от регулируемого высоковольтного источника питания 4 ВС-20-10 с выходным напряжением до 20 кВ.

Обработке подвергались семена яровой пшеницы сорта «Бурятская остистая», селекции Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Бурятский научно-исследовательский институт сельского хозяйства». Были подготовлены две партии семян, каждая партия содержала 100 семян. Семена из одной партии были

подвергнуты воздействию плазмы, в то время как семена из другой партии использовались как контрольные. Семена равномерно распределялись по поверхности плоского анода, при этом семена не касались друг друга и подвергались воздействию плазмы с различной экспозицией, рис.2.

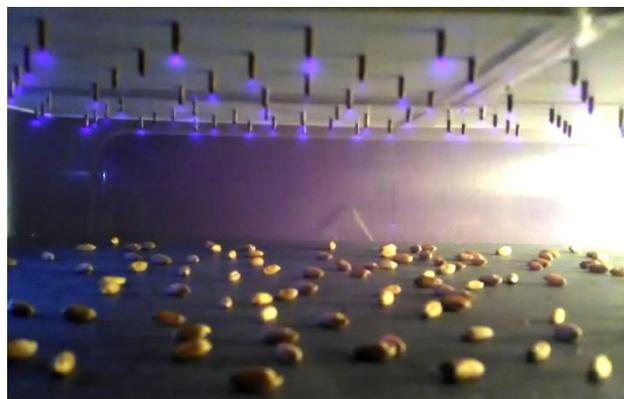


Рис.2. Плазменная обработка семян пшеницы в тлеющем разряде атмосферного давления.

Изменение свойств поверхности характеризовали значениями краевых углов смачивания  $\theta$ , которые определяли по методу лежащей капли с помощью микроскопа по воде (бидистиллят). Величины углов смачивания определялись с помощью программного пакета DropSnake – LB-ADSA [23]. Поверхностная энергия рассчитывалась с использованием уравнения Неймана [24]. Топография поверхности семян исследовалась с помощью электронного микроскопа SEM TM-1000 с системой микроанализа Hitachi TM-1000.

## Результаты и их обсуждение

Для характеристики воздействия нетермической плазмы тлеющего разряда атмосферного давления на гидрофобность поверхности семян пшеницы использовались величины краевого угла смачивания  $\theta$ , рис.3.

Исходная поверхность семени пшеницы характеризуется сравнительно высокими значениями угла смачивания  $\theta = 107^\circ$  и низкой поверхностной энергией  $\gamma$ , рис.4. В результате воздействия нетермической плазмы тлеющего разряда атмосферного давления на семена, их поверхность становится гидрофильной и характеризуется суще-

ственным снижением контактного угла смачивания  $\theta$  (рис.3), при этом значительно возрастает поверхностная энергия  $\gamma$ , рис.4.

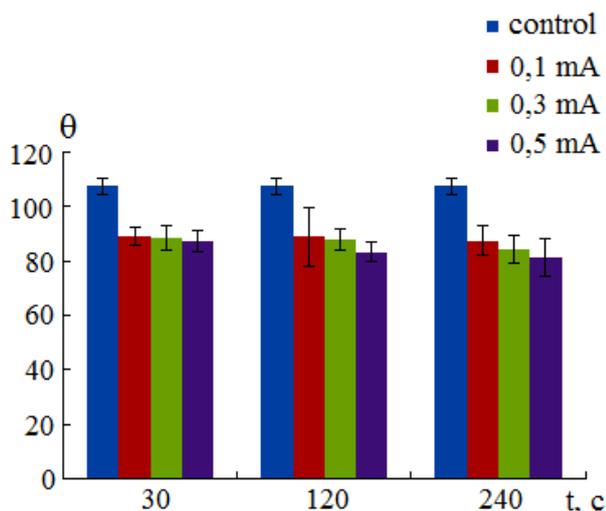


Рис.3. Зависимость контактного угла смачивания от величины тока разряда (время экспозиции 60 с).

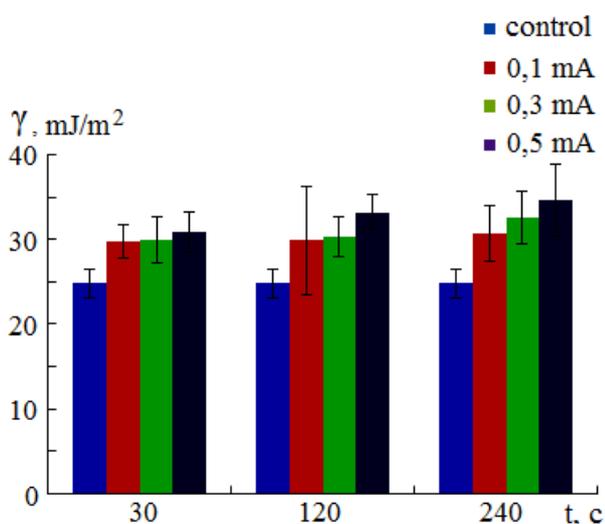


Рис.4. Влияние плазменной обработки на свободную поверхностную энергию  $\gamma$  семян пшеницы (время экспозиции 60 с).

Топография поверхности семян до и после плазменной обработки в тлеющем разряде атмосферного давления представлена на рис.5.

Поверхность семян пшеницы в контрольной группе рис.5а представляет собой достаточно ровную и гладкую поверхность. После плазменной обработки на поверхности семян наблюдаются значительные изменения, рис.5б. Как видно, воздействие плазмы на семена пшеницы приводит к увеличению шероховатости поверхности по сравнению с контрольной группой семян.

Изменение морфологии и шероховатости поверхности семян в результате плазменного воздействия связано с возникновением на поверхности семян регулярной мелкоячеистой сетчатой структуры, с различным размером ячеек и с довольно резко очерченными границами. При увеличении длительности воздействия или мощности разряда эффекты травления на поверхности семян усиливаются.

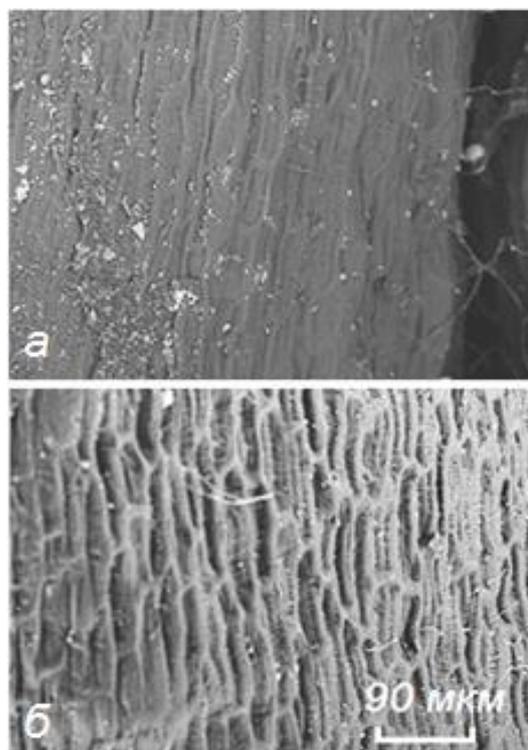


Рис.5. Микрофотография оболочки зерна пшеницы: а – до обработки; б – после обработки плазмой (ток разряда ~300 мкА, время экспозиции ~ 30 с).

Аналогичные результаты получены в [1, 11, 16], где представлены экспериментальные доказательства травления поверхности оболочки семян, вызванного плазменной обработкой. Исследование толщины оболочки семян после плазменной обработки показало, что обработка эффективно удаляет очень тонкий липидный слой, который делает семена водоотталкивающими, и, вероятно, уменьшает длину (средний молекулярный вес) цепей биополимеров, составляющих оболочку семян, тем самым обеспечивая лучший транспорт воды через оболочку семян, улучшая прорастание [17].

Исходная поверхность характеризуется углом смачивания  $\sim 107^\circ$ , рис.6а. После

плазменной обработки поверхность зерен становится гидрофильной, характеризуется низкими значениями углов смачивания  $\sim 57^\circ$  рис.6б, при этом заметно возрастает и поверхностная энергия.

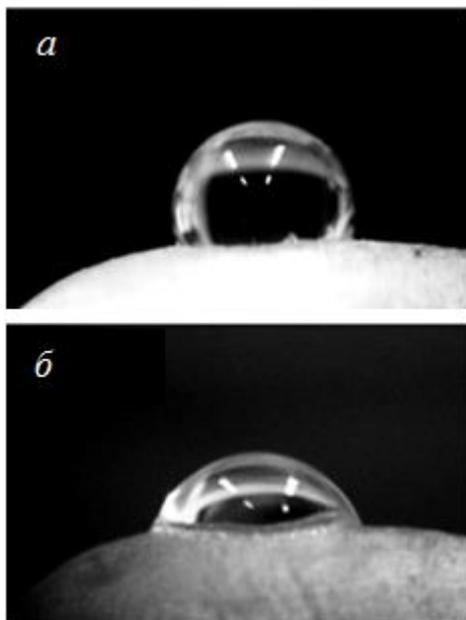


Рис.6. Капли воды на поверхности зерна пшеницы. а – контроль; б – после плазменной обработки (время экспозиции 60 с).

Наличие шероховатости на поверхности семян после плазменной обработки приводит к возникновению так называемого «эффекта лепестка розы» [7], рис.7. Видно, что сформированная капля прочно удерживается на вертикальной поверхности семени рис.7в, а также может быть подвешенной к твердой поверхности снизу рис.7д, в этом случае говорится о супергидрофобности с «эффектом лепестка розы» («rose petal») [25–27]. Такая картина, при которой супергидрофобное состояние одновременно обладает и высокими адгезивными свойствами, является характерным для «эффекта лепестка розы». При «эффекте лепестка розы» капли как бы «пришпилены» (pinning, sticking) к поверхности [25, 28].

До настоящего времени остается дискуссионным механизм, ответственный за влияние плазмы на скорость прорастания семян и рост растений. Это связано с тем, что семена являются чрезвычайно сложным биологическим объектом и воздействие плазмы на семена может происходить разными путями [29]: изменение поверхност-

ного слоя семян за счет реакций с участием электронов, ионов и активных радикалов, ультрафиолетовое излучение плазмы [10]. С другой стороны, параметры плазменной обработки, такие как свойства плазмы, состав и давление рабочего газа, оказывают значительное влияние на реакцию оболочки семян при воздействии плазмы. Одним из важнейших факторов плазменной обработки является время обработки. Так, при кратковременном воздействии плазмы наблюдается незначительное влияние на прорастание и рост семян, в то же время значительное увеличение времени воздействия (экспозиции) отрицательно сказывается на семенах [7, 13, 18].



Рис.7. «Эффект лепестка розы» на поверхности зерна пшеницы.

В [7, 13, 30, 31] отмечается, плазменная обработка вызывает изменения на поверхности семян, в том числе семян пшеницы [8, 16]. Микрофотографии, полученные с помощью сканирующей электронной микроскопии, показывают, после воздействия плазмы поверхность семян травится. Аналогичный эффект был обнаружен в [29] при плазменной обработке семян пшеницы. В [1] показана «рыхлая» структура поверхности семян после воздействия радиочастотной плазмы.

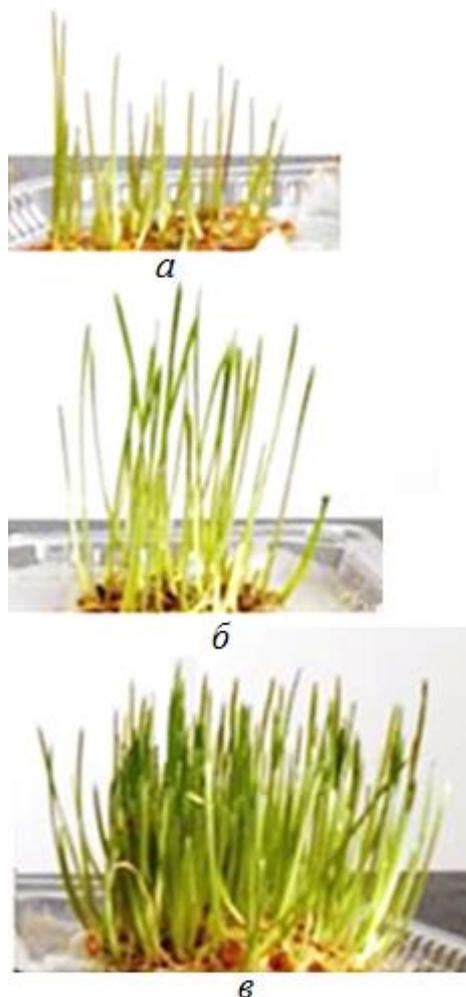


Рис.8. Всхожесть семян пшеницы: а – контроль; б – ток разряда 200 мкА; в – ток разряда 500 мкА (время экспозиции 30 с).

Изменение поверхностных свойств семян после плазменной обработки может усилить транспорт кислорода и воды через семенную мембрану [1, 7, 29]. Наблюдалось [29] увеличение количества воды в семенах пшеницы, фасоли и чечевицы после воздействия плазмы (по сравнению с контрольными образцами).

Обработка оболочки зерна пшеницы низкотемпературной неравновесной плазмой [32] позволяет значительно увеличить всхожесть и стимулирует рост растений в начальной стадии онтогенеза. Наибольший эффект проявляется при длительности воздействия ~ 30 с, при вкладываемой мощности ~ 5 Вт. Обработка плазмой стимулирует не только скорость прорастания семян, но и достигается значительное увеличение биомассы рис.8в по сравнению с контрольными проростками, рис.8а.

При дальнейшем увеличении длительности воздействия или мощности разряда эффекты травления на поверхности семени усиливаются, но при этом скорость прорастания семян не увеличивается с интенсификацией параметров обработки.

### Заключение

Рассмотрено изменение поверхностных свойств семян пшеницы при воздействии нетермической плазмы тлеющего разряда атмосферного давления. В результате воздействия поверхность семян становится гидрофильной и характеризуется существенным снижением контактного угла смачивания  $\theta$ . При этом значительно возрастает поверхностная энергия  $\gamma$ , увеличивается шероховатость поверхности по сравнению с контрольной группой семян. Изменение морфологии и шероховатости поверхности семян в результате плазменного воздействия связано с возникновением на поверхности семян регулярной мелкоячеистой сетчатой структуры с различным размером ячеек и с довольно резко очерченными границами.

Работа выполнена при финансовой поддержке научной темы № 0270-2021-0001 государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ.

### Литература

- [1] Dhayal M., Lee S.Y., Park, S.U. Using low-pressure plasma for *Chartamus tinctorium* L. seed surface modification // Vacuum. 2006. Vol. 80. P. 499-506.
- [2] Dobrin D., Magureanu M., Mandache N.B., Ionita M.D. The effect of non-thermal plasma treatment on wheat germination and

early growth // Innovative Food Science and Emerging Technologies. 2015. Vol. 29. P. 255-260.

[3] Zahoranova A., Henselova M., Hudecova D., Kaliňáková B., Kováčik D., Medvecká V., Černák M. Effect of Cold Atmospheric Pressure Plasma on the Wheat Seedlings Vigor and on the Inactivation of Microorganisms on the Seeds Surface // Plasma chemistry and plasma process. 2016. Vol. 36. P. 397-414.

[4] Selcuk M., Oksuz L., Basaran P. Decontamination of grains and legumes infected with *Aspergillus* spp. and *Penicillium* spp. by cold plasma treatment // Bioresource Technology. 2008. Vol. 99. P. 5104-5109.

[5] Volin J.C., Denes F.D., Young R.A., Park S.M.T. Modification of seed germination performance through cold plasma chemistry technology // Crop Science. 2000. Vol. 40. P. 1706-1718.

[6] Lynikiene S., Pozeliene A., Rutkauskas G. // International Agrophysics. 2006. Vol. 20. P. 195-200.

[7] Bormashenko E., Grynyov R., Bormashenko Y., Drori E. Cold radiofrequency plasma treatment modifies wettability and germination speed of plant seeds // Scientific Reports. 2012. Vol. 2. P. 741.

[8] Kitazaki S., Koga K., Shiratani M., Hayashi N. Growth enhancement of radish sprouts induced by low pressure O<sub>2</sub> radio frequency discharge plasma irradiation // Japanese Journal of Applied Physics. 2012. Vol. 51. 01AE01.

[9] Basaran P., Akhan U. Microwave irradiation of hazelnuts for the control of aflatoxin producing *Aspergillus parasiticus* // Innovative Food Science and Emerging Technologies. 2010. Vol. 11. P. 113-117.

[10] Sera B., Spatenka P., Sery M., Vrchotova N., Hruskova I. Influence of plasma treatment on wheat and oat germination and early growth // IEEE Transactions on Plasma Science. 2010. Vol. 38. P. 2963-2968.

[11] Sera B., Stranak V., Sery M., Tichy M., Spatenka P. Germination of *Chenopodium album* in response to microwave plasma treatment // Plasma Science and Technology. 2008. Vol. 10. P. 506-511.

[12] Zivkovic S., Puac N., Giba Z., Gru-

bišić D., Petrović Z.L. The stimulatory effect of non-equilibrium (low temperature) air plasma pretreatment on light-induced germination of *Paulownia tomentosa* seeds // Seed Science and Technology. 2004. Vol. 32. P. 693-701.

[13] Henselova M., Slovakova L., Martinka M., Zahoranová A. Growth, anatomy and enzyme activity changes in maize roots induced by treatment of seeds with low-temperature plasma // Biologia. 2012. Vol. 67. P. 490-497.

[14] Deng X., Shi J., Kong M.G. Physical mechanisms of inactivation of *Bacillus subtilis* spores using cold atmospheric plasmas // IEEE Transactions on Plasma Science. 2006. Vol. 34. P. 1310-1316.

[15] Jung H., Kim D.B., Gweon B., Moon S.Y., Choe W. Enhanced inactivation of bacterial spores by atmospheric pressure plasma with catalyst TiO<sub>2</sub> // Applied Catalysis B. 2010. Vol. 93. P. 212-216.

[16] Baldanov B.B., Ranzhurov Ts.V., Sordonova M.N., Budazhapov L.V. Changes in the Properties and Surface Structure of Grain Seeds under the Influence of a Glow Discharge at Atmospheric Pressure // Plasma Physics Reports. 2020. Vol. 46. P. 110-114.

[17] Mitra A., Li Y.-F., Klampfl T.G., Shimizu T., Jeon J., Morfill G.E., Zimmermann J.L. Inactivation of surface-borne microorganisms and increased germination of seed specimen by cold atmospheric plasma // Food bioprocess technology. 2013. Vol. 7. P. 645-653.

[18] Jiang J., He X., Li L., Li J., Shao H, Xu Q., Ye R., Dong Y. Effect of cold plasma treatment on seed germination and growth of wheat // Plasma Science and Technology. 2014. Vol. 16. P. 54-58.

[19] Baldanov B.B., Ranzhurov T.V. On the increase in the limiting current of an atmospheric-pressure glow discharge in an argon flow // Technical physics. 2014. Vol. 59. P. 621-623.

[20] Semenov A.P., Baldanov B.B., Ranzurov Ts.V. A source of nonequilibrium argon plasma based on a volume gas flow discharge at atmospheric pressure // Instruments and Experimental Techniques. 2020. Vol. 63. No. 2. P. 284-287.

[21] Семенов А.П., Балданов Б.Б., Ранжуров Ц.В. Источник неравновесной ар-

гоновой плазмы на основе объемного тлеющего разряда атмосферного давления. Патент на изобретение № 2705791 RU // Оpubл. 12.11.2019. Бюл. № 32.

[22] Akishev Y.S., Grushin M.E., Kochetov I.V., Napartovich A.P., Pan'kin M.V., Trushkin N.I. Transition of a multipin negative corona in atmospheric air to a glow discharge // *Plasma Physics Reports*. 2000. Vol. 26. P. 157-163.

[23] Stalder A.F., Melchior T., Müller M., Sage D., Blu T., Unser M. Low-bond axisymmetric drop shape analysis for surface tension and contact angle measurements of sessile drops // *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2010. Vol. 364. No. 1. P. 72-81.

[24] Deshmukh R.R., Shetty A.R. Comparison of Surface Energies Using Various Approaches and Their Suitability // *Journal of Applied Polymer Science*. 2008. Vol. 107. P. 3707-3717.

[25] Yan Y.Y., Gao N., Barthlott W. Mimicking Natural Superhydrophobic Surfaces and Grasping the Wetting Process: A Review on Recent Progress in Preparing Superhydrophobic Surfaces // *Advances in Colloid and Interface Science*. 2011. Vol. 169. P. 80-105.

[26] Myint M.T.Z., Hornyak G.L., Dutta J. One pot synthesis of opposing 'rose petal' and 'lotus leaf' superhydrophobic materials with zinc oxide nanorods // *Journal of Colloid and Interface Science*. 2014. Vol. 415. P. 32-38.

[27] Guo Z., Liu W., Su. B.-L. Superhydrophobic surfaces: From natural to biomimetic to functional // *Journal of Colloid and Interface Science*. 2011. Vol. 353. P. 335-355.

[28] Quere D., Azzopardi M.-J., Delattre L. Drops at rest on a tilted plane // *Langmuir*. 1998. Vol. 14. P. 2213-2216.

[29] Filatova, I.; Azharonok, V.; Shik, A.; Antoniuk, A.; Terletskaia, N. Fungicidal effects of plasma and Radio-Wave pretreatments on seeds of grain crops and legumes // *Plasma for Bio-Decontamination, Medicine and Food Security*. Springer: Dordrecht, The Netherlands, 2012. P. 469-479.

[30] Randeniya L.K., de Groot G.J.J.B. Non-thermal plasma treatment of agricultural seeds for stimulation of germination, removal of surface contamination and other benefits // *Plasma Processes and Polymers*. 2015. Vol. 12. P. 608-623.

[31] Балданов Б.Б., Ранжуров Ц.В. Влияние плазменной обработки на смачиваемость поверхности семян пшеницы // *Химия высоких энергий*. 2022. Т. 56. № 4. С. 310-314.

[32] Сордонова М.Н., Балданов Б.Б., Будажапов Л.-З.В., Ранжуров Ц.В., Чирипов А.В. Способ плазменной предпосевной обработки семян зерновых культур. Патент на изобретение № 2781145 RU // Оpubл. 06.10.2022. Бюл. № 28.

# Модификация поверхности политетрафторэтилена плазменными струями атмосферного давления

Б.Б. Балданов, А.П. Семенов, Ц.В. Ранжуров

Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)

670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия

E-mail: baibat@mail.ru

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-287-292

Показано изменение поверхностных свойств политетрафторэтилена под воздействием нетермической неравновесной плазмы генерируемой плазменными струями атмосферного давления. Интенсивное и однородное улучшение смачиваемости поверхности полимера наблюдается на достаточно обширной области подвергнутой плазменной обработке в течение первых секунд воздействию плазменной струи. В области воздействия плазменных струй, в отличие от исходной поверхности, имеются выраженные неоднородные поверхностные микроструктуры, на границе раздела наблюдается резкое изменение смачиваемости поверхности.

## Введение

Политетрафторэтилен благодаря своим уникальным характеристикам и химической устойчивости является одним из наиболее востребованных полимеров и находит широкое применение в химической, электротехнической, медицинской и пищевой промышленности. В последнее время наблюдается активное применение тонких пленок политетрафторэтилена в таких отраслях, как нанофотоника и нанооптоэлектроника, электроника на гибких подложках для создания органических светоизлучающих диодов и органических полевых транзисторов [1, 2]. С другой стороны, политетрафторэтилен характеризуется низкими значениями поверхностной энергии, плохо смачивается растворителями, имеет низкую адгезию к осажденным слоям металлов, обладает химически инертной непористой поверхностью с низким поверхностным натяжением.

Для повышения поверхностной энергии политетрафторэтилена применяются различные методы модификации поверхности, такие как химическое травление, облучение УФ-лазерами, электронными и ионными пучками, плазменная модификация [3–6]. При этом важной особенностью процесса плазмохимической модификации полимерных материалов, является то, что изменениям подвергается только поверхность полимера и тонкий поверхностный слой толщиной  $\sim 10\text{--}10^3$  нм [7–9]. Структурно-

химические превращения в поверхностном слое, вызванные воздействием плазмы, ведут к изменениям электрофизических, физико-механических, оптических и других свойств поверхности полимера [10–12].

В последние годы интенсивно развиваются исследования, направленные на развитие физических принципов создания и путей технической реализации принципиально новых типов источников нетермической плазмы на основе плазменных струй атмосферного давления Atmosphere Pressure Plasma Jets (APPJ) [13] и их использованию для обработки поверхности полимеров [14–17]. Плазменными струями атмосферного давления можно обрабатывать трехмерные структуры, модифицировать локальные области поверхности, в связи с чем открываются новые перспективные направления в биомедицинских исследованиях [18–21].

Особый интерес представляют источники плазменных струй атмосферного давления, где в роли рабочего газа выступают гелий, аргон и/или их смеси с кислородом или азотом. В работах [22, 23] обнаружено образование кольцевых зон на поверхности различных полимеров после воздействия плазменных струй на основе инертных газов, диаметр которых увеличивался с увеличением времени обработки. В [24, 25] показано увеличение смачиваемости поверхности до  $\sim 70\%$  на расстояниях  $\leq 15$  см меж-

ду источником плазмы и поверхностью полимера.

Значительно труднее сформировать плазменные струи атмосферного давления в азоте и воздухе. В этом случае образуется больше химически активных частиц. Плазменный поток становится чувствительным к скорости прокачки газа и возрастает его температура. Соответственно, источник плазмы уже нельзя назвать низкотемпературным. Важно и то, что сформировать протяженную плазменную струю не удастся [26]. Свечение формируется лишь в приэлектродной зоне и быстро затухает в свободном пространстве вне ее.

Целью данной работы является экспериментальное исследование воздействия нетермической плазменной струи атмосферного давления на смачиваемость пленок политетрафторэтилена

### Методика эксперимента

Для генерации низкотемпературной неравновесной плазмы разработан источник нетермической аргонной плазмы на основе плазменных струй атмосферного давления [27, 28].

На рис.1 представлена схема источника плазмы. Разрядная камера содержит острый катод 1 с радиусом закругления острия 30 мкм. Катод установлен на оси изолятора в диэлектрическом корпусе, имеющем форму цилиндра диаметром 2 см. Анод 2 представляет собой металлический цилиндр длиной 1.5 см и внутренним диаметром 2.5 см, коаксиально охватывающий острый катод. Для стабилизации разряда острый катод нагружался регулируемым балластным сопротивлением 3. Изолятор снабжен продольными проходными отверстиями для подачи аргона. От регулируемого высоковольтного источника 4 подается постоянное напряжение  $U$  до 10 кВ. Величина балластного сопротивления 3 во внешней цепи варьировалась от 10 до 63 МОм. Расход аргона регулируется с помощью ротаметров  $\leq 2.8 \cdot 10^{-2}$  кг/с.

Немодифицированная, неориентированная пленка политетрафторэтилена 5 толщиной  $60 \pm 3$  мкм ГОСТ 24222-80 уста-

навливалась нормально на расстоянии 5-10 мм (рис.1) от источника плазмы.

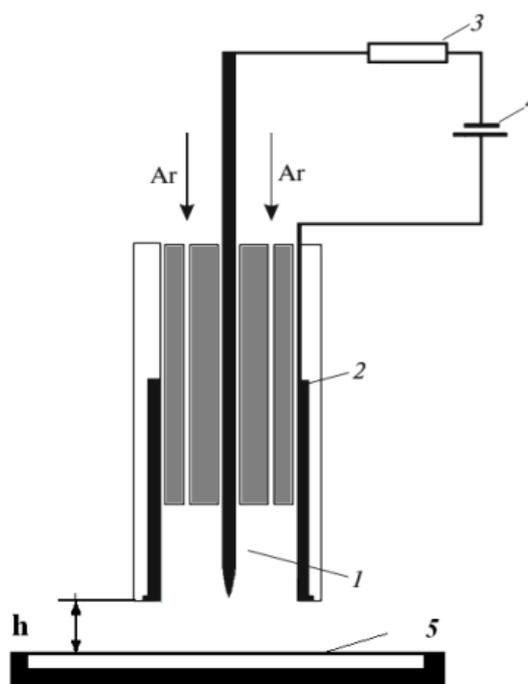


Рис.1. Схема источника плазмы: 1 – острый катод, 2 – цилиндрический анод, 3 – балластное сопротивление, 4 – источник питания, 5 – полимерная пленка политетрафторэтилена.

Изменение свойств поверхности характеризовали значениями краевых углов смачивания  $\theta$ , которые определяли по методу лежащей капли с помощью микроскопа по воде (бидистиллят). Величины углов смачивания определялись с помощью программного пакета DropSnake – LB-ADSA. Топография поверхности полимерных пленок исследовалась с помощью электронного микроскопа SEM TM-1000 с системой микроанализа Hitachi TM1000. Состав исходных и модифицированных пленок политетрафторэтилена получены с помощью расторового электронного микроскопа JSM-6510LV JEOL с системой микроанализа INCA Energy 350, Oxford Instruments.

### Результаты и их обсуждение

При достижении критического напряжения  $U$ , подаваемого на острый катод через балластное сопротивление  $> 1$  МОм, возбуждается комбинированный тип разряда – тлеющий разряд на который накладываются слаботочные стримерные разряды, рис.2 [27].

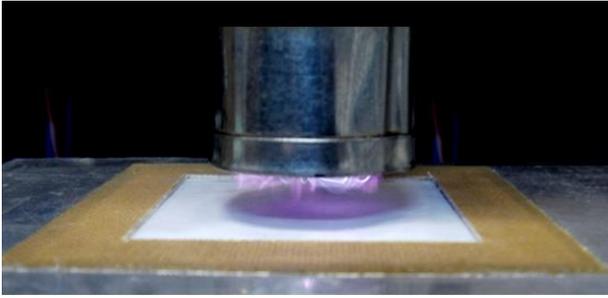


Рис.2. Обработка пленки политетрафторэтилена низкотемпературной неравновесной аргоновой плазмой на основе плазменных струй.

Пространственная структура разряда представляет собой слабосветящуюся область диффузного тлеющего разряда с микроразрядами, направленными от центрального высоковольтного электрода к периферийному кольцевому электроду, равномерно распределенных по всей площади разрядного промежутка. При увеличении напряжения  $U$  наблюдается более плотное заполнение разрядного промежутка микроразрядами. Сформированная нетермическая неравновесная плазма потоком аргона в виде плазменной струи (диаметр сформированной плазменной струи составляет 2.5 см, длина струи 1–2 см), при небольших расходах газа  $<15 \cdot 10^{-3}$  кг/с выносится из разрядного промежутка на поверхность пленки политетрафторэтилена. Температура плазменной струи на расстоянии 0.5 см от сопла генератора 18–20° С.

При воздействии плазменной струи на поверхность пленок политетрафторэтилена, расположенных на расстоянии 0.5 см от торцевого среза источника плазмы, наблюдается значительное  $>45\%$  снижение краевого угла смачивания. Зависимость краевого угла смачивания  $\theta$  пленки политетрафторэтилена от времени обработки представлена на рис.3.

С увеличением времени воздействия контактный угол  $\theta$  снижается в течение первых секунд. При дальнейшем увеличении времени обработки угол смачивания изменяется незначительно и достигает минимального значения 63°.

При стационарном расположении плазменной струи относительно поверхности политетрафторэтилена, обработанная поверхность представляет собой часть

плоскости, которая лежит в окружности, расположенной под источником плазмы, рис.2. Для оценки размеров модифицированной поверхности проведено радиальное сканирование обработанной пленки политетрафторэтилена, рис.4.

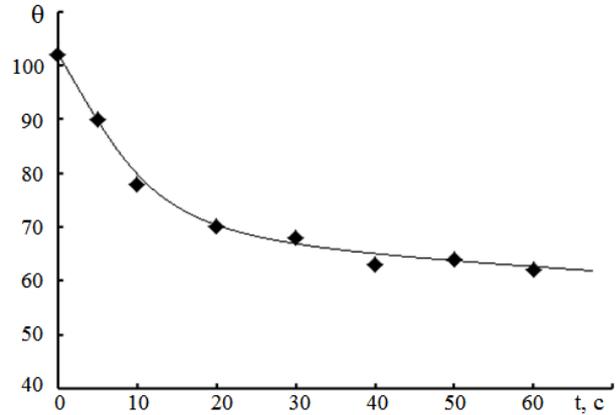


Рис.3. Зависимость контактного угла смачивания  $\theta$  пленки политетрафторэтилена от времени обработки.

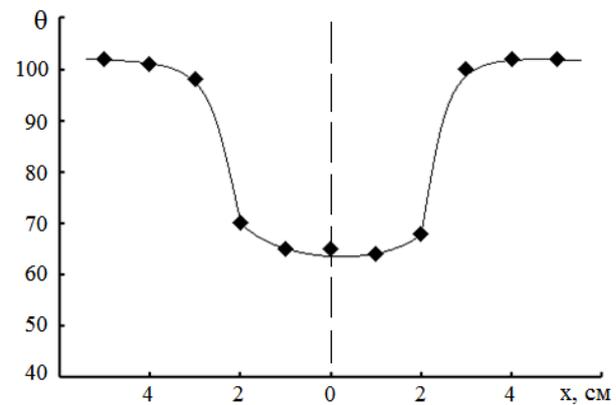


Рис.4. Радиальное распределение контактного угла смачивания  $\theta$  по поверхности политетрафторэтилена при воздействии стационарной плазменной струи: расстояние  $h = 0.5$  см, время экспозиции 40 с.

Как видно (рис.4), наиболее интенсивное и однородное улучшение смачиваемости поверхности полимера наблюдается в достаточно обширной области подвергнутой воздействию плазменной струи. Величина контактного угла исходного политетрафторэтилена составляет 102°, при воздействии плазменных струй контактный угол  $\theta$  снижается до 63° в области воздействия. Площадь модифицированной поверхности незначительно расширяется с увеличением времени обработки. Насыщается центральная область диаметром порядка 3 см, на границе раздела наблюдается резкое изменение смачиваемости поверхности, где кон-

тактный угол увеличивается с  $65^\circ$  до  $100^\circ$  на радиальном расстоянии 0.5 см.

На рис.5 представлены изображения исходной поверхности политетрафторэтилена рис.5а и модифицированной рис.5б.

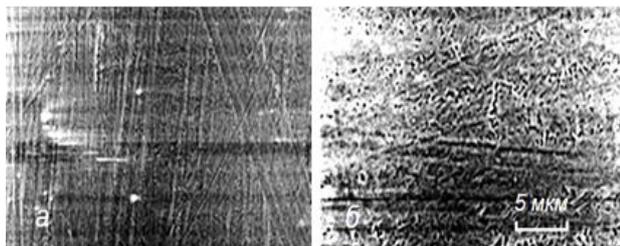


Рис.5. Микрофотография поверхности политетрафторэтилена: а – исходная; б – после плазменной обработки (время обработки 30 с).

В области воздействия плазменной струи атмосферного давления, в отличие от исходной поверхности, имеются выраженные неоднородные поверхностные микроструктуры, которые свидетельствуют о росте шероховатости поверхности, что согласуется с результатами [29, 30]. Увеличение времени воздействия приводит к нарастанию плотности и размеров неоднородных поверхностных микроструктур, а также к дискретности областей, в которых формируются микроструктуры. Согласно модели Венцеля [31], смачиваемость гидрофильной поверхности улучшается, если поверхность становится более шероховатой.

Структурные изменения поверхности пленки политетрафторэтилена сопровождаются изменением химического строения поверхности. Обработка поверхности политетрафторэтилена газоразрядной плазмой атмосферного давления приводит к изменению соотношения основных химических связей в поверхностных слоях полимера и образованию новых связей –  $\text{CF}_3$ ,  $-\text{CF}$ ,  $-\text{C}-\text{O}$ . Модификация химического состава обусловлена процессами, протекающими в поверхностных слоях полимера [32]. Изменение морфологии поверхности оказывает существенное влияние на свободную поверхностную энергию политетрафторэтилена, приводит к увеличению полярной компоненты поверхностной энергии и концентрации кислородсодержащих центров адсорбции с повышенной поверхностной энергией.

Повышение смачиваемости поверхности политетрафторэтилена является результатом совокупного влияния шероховатости поверхности (рис.5) и модификации элементного состава. Содержание фтора снижается – углерода растёт, так отношение концентрации фтора к углероду на исходной поверхности составляет  $\sim 1.95$ , после плазменной обработки  $\sim 1.59$ .

Плазменная обработка способствует улучшению износостойкости политетрафторэтилена, связанной с формированием новых углеродных связей  $-\text{CF}_3$  в поверхностных слоях, способствуя армированию поверхности. Существенное влияние на поверхностную микротвердость оказывает изменение структурно-фазового состояния политетрафторэтилена. Микротвердость поверхности политетрафторэтилена после плазменной обработки возрастает в  $\sim 2$  раза. Увеличение микротвердости обусловлено повышением степени кристалличности и увеличением доли прочных  $-\text{CF}_3$  связей.

### Заключение

Рассмотрено изменение поверхностных свойств пленок политетрафторэтилена при воздействии нетермической неравновесной плазмы генерируемой плазменными струями атмосферного давления. Интенсивное и однородное улучшение смачиваемости поверхности полимера наблюдается в достаточно обширной области подвергнутой воздействию плазменной струи. Контактный угол смачивания  $\theta$  снижается с увеличением времени обработки в течение первых секунд при дальнейшем увеличении времени обработки угол смачивания изменяется незначительно. В области воздействия плазменных струй атмосферного давления, в отличие от исходной поверхности, имеются выраженные неоднородные поверхностные микроструктуры, на границе раздела наблюдается резкое изменение смачиваемости поверхности. На обширной поверхности политетрафторэтилена в области воздействия плазменных струй отмечается увеличение процентного содержания углерода и уменьшение процентного содержания фтора.

Работа выполнена при финансовой поддержке научной темы № 0270-2021-0001 государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ.

## Литература

- [1] Panemann C., Diekmann T., Hilleringmann U., Schurmann U., Scharnberg M., Zaporojtchenko V., Adelung R., Faupel F. Encapsulating the active layer of organic thin-film transistors // In: Proc. IEEE «Polytronic». 2005. P. 63-66.
- [2] Gao Y., Wang L., Zhang D., Duan L., Dong G., Qiu Y. Bright single-active layer small-molecular organic light-emitting diodes with a polytetrafluoroethylene barrier // Applied Physics Letters. 2003. Vol. 82. P. 155-157.
- [3] Vandencastele N., Reniers F. Surface characterization of plasma-treated PTFE surfaces: an OES, XPS and contact angle study // Surface and Interface Analysis. 2004. Vol. 36. Issue 8. P. 1027-1031.
- [4] Zou X.P., Kang E.T., Neoh K.G. Plasma-induced graft polymerization of poly (ethylene glycol) methyl ether methacrylate on poly (tetrafluoroethylene) films for reduction in protein adsorption // Surface and Coatings Technology. 2002. Vol. 149. No. 2-3. P. 119-128.
- [5] Pappas D.D., Bujanda A.A., Qrlicki J.A., Jensen R.E. Chemical and morphological modification of polymers under a helium-oxygen dielectric barrier discharge // Surface and Coatings Technology. 2008. Vol. 203. No. 5-7. P. 830-834.
- [6] Энциклопедия низкотемпературной плазмы / Под. Ред. В.Е. Фортова. М.: Наука, 2000. 633. с.
- [7] Zhang H.J., Zhang Z.Z., Guo F. Effects of air plasma treatment on tribological properties of hybrid PTFE/Kevlar fabric composite // Journal of Applied Polymer Science. 2009. Vol. 114. P. 3980-3986.
- [8] Huang C Y, Lu W.L., Feng Y.C. Effect of plasma treatment on the ac grafting percentage of high-density polyethylene // Surface and Coatings Technology. 2003. Vol. 167. No. 1. P. 1-10.
- [9] Гильман А.Б. Воздействие низкотемпературной плазмы как эффективный метод модификации поверхности полимерных материалов // Химия высоких энергий. 2003. Т. 37. No. 1. С. 20-26.
- [10] Pelagade S.M., Singh N. L., Rane R. S., Mukherjee S., Deshpande U.P., Ganesan V., Shripathi T. Investigation of surface free energy for PTFE polymer by bipolar argon plasma treatment // Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology. 2012. Vol. 2. No. 2. P. 132-136.
- [11] Kim S.R. Surface modification of poly (tetrafluoroethylene) film by chemical etching, plasma and ion beam treatments // Journal of Applied Polymer Science. 2000. Vol. 77. No. 9. P. 1913-1921.
- [12] Njatawidjaja E., Kodama M., Matsuzaki K. Hydrophilic modification of expanded polytetrafluoroethylene (EPTFE) by atmospheric pressure glow discharge (APG) treatment // Surface and Coatings Technology. 2006. Vol. 201. No. 3-4. P. 699-706.
- [13] Korolev Yu.D. Low-current discharge plasma jets in a gas flow application of plasma jets // Russian Journal of General Chemistry. 2015. Vol. 85. No. 5. P. 1311-1325.
- [14] Boselli M., Chiavari C., Colombo V., Gherardi M., Martini C., Rotundo F. Atmospheric pressure non-equilibrium plasma cleaning of 19th century daguerreotypes // Plasma Processes and Polymers. 2017. Vol. 14. P. 1600027.
- [15] Schäfer J., Fricke K., Mika F., Pokorná Z., Zajíčková L., Foest R. Liquid assisted plasma enhanced chemical vapour deposition with a non-thermal plasma jet at atmospheric pressure // Thin Solid Films. 2017. Vol. 630. P. 71-78.
- [16] Reuter S., Von Woedtke T., Weltmann K.-D. The KINPen - review on physics and chemistry of the atmospheric pressure plasma jet and its applications // Journal of Physics D: Applied Physics. 2018. Vol. 51. No. 23. P. 233001.
- [17] Baldanov B.B. Experimental study of the effect of a nonthermal plasma jet on the wettability of polytetrafluoroethylene surface // High Energy Chemistry. 2022. Vol. 56. No. 3. P. 213-216.
- [17] Ulrich C., Kluschke F., Patzelt A., Vandersee S., Czaika V.A., Richter H., Bob A., Hutten Jv., Painsi C., Hüge R., Kramer A., As-

sadian O., Lademann J., Lange-Asschenfeldt B. Clinical use of cold atmospheric pressure argon plasma in chronic leg ulcers: A pilot study // *Journal of Wound Care*. 2015. Vol. 24. P. 196-200.

[19] Daeschlein G., Jünger M. Von Woedtke T., Kindel E., Brandenburg R., Weltmann K.D. Antibacterial activity of an atmospheric pressure plasma jet against relevant wound pathogens in vitro on a simulated wound environment // *Plasma Processes and Polymers*. 2010. Vol. 7. No. 3-4. P. 224-230.

[20] Daeschlein G., Scholz S., Arnold A., von Podewils S., Haase H., Jünger M., Emmert S., Von Woedtke Th., Weltmann K.-D. In vitro susceptibility of important skin and wound pathogens against low temperature atmospheric pressure plasma jet (APPJ) and dielectric barrier discharge plasma (DBD) // *Plasma Processes and Polymers*. 2012. Vol. 9. No.4. P. 380-389.

[21] Privat-Maldonado A., O'Connell D., Welch E., Vann R., Van der Woude, M.W. Spatial dependence of DNA damage in bacteria due to low-temperature plasma application as assessed at the single cell level // *Scientific Reports*. 2016. Vol. 6. P. 35646.

[22] Birer Ö. Reactivity zones around an atmospheric pressure plasma jet // *Applied Surface Science*. 2015. Vol. 354. P. 420-428.

[23] Kostov K.G., Nishime T.M.C., Castro A.H.R., Toth A., Hein L.R.O. Surface modification of polymeric materials by cold atmospheric plasma jet // *Applied Surface Science*. 2014. Vol. 314. P. 367-375.

[24] Jofre-Reche J.A., Pulpytel J., Fakhoury H., Arefi-Khonsari F., Martín-Martínez J.M. Surface treatment of polydimethylsiloxane (PDMS) with atmospheric pressure rotating plasma jet modeling and optimization of the surface treatment conditions // *Plasma Processes and Polymers*. 2016. Vol. 13. No. 4. P. 459-469.

[25] Van Deynse A., Cools P., Leys C., Morent R., De Geyter N. Surface modification of polyethylene in an argon atmospheric pressure plasma jet // *Surface and Coatings Technology*. 2015. Vol. 276. P. 384-390.

[26] Lacoste D.A., Bourdon A., Kuribara K., Urabe K., Stauss S., Terashima K. Pure air-plasma bullets propagating inside microcapillaries and in ambient air // *Plasma Sources Science and Technology*. 2014. Vol. 23. No. 6. P. 062006.

[27] Semenov A.P., Baldanov B.B., Ranzhurov Ts.V. A Source of low-temperature nonequilibrium argon plasma // *Instruments and Experimental Techniques*. 2019. Vol. 62. No. 3. P. 432-435.

[28] Семенов А.П., Балданов Б.Б., Ранжуров Ц.В. Газоразрядное устройство для обработки плазмой при атмосферном давлении поверхности биосовместимых полимеров. Патент на изобретение № 2751547 RU // Опубли. 14.07.2021. Бюл. № 20.

[29] Sarani A., De Geyter N., Nikiforov A.Yu., Morent R., Leys C., Hubert J., Reniers F. Surface modification of PTFE using an atmospheric pressure plasma jet in argon and argon + CO<sub>2</sub> // *Surface and Coatings Technology*. 2012. Vol. 206. No. 8-9. P. 2226-2232.

[30] Gotoh K., Kobayashi Y., Yasukawa A., Ishigami Y. Surface modification of PET films by atmospheric pressure plasma exposure with three reactive gas sources // *Colloid and Polymer Science*. 2012. Vol. 290. No. 11. P. 1005-1014.

[31] Marmur A. Wetting on hydro-phobic rough surfaces: to be heterogeneous or not to be? // *Langmuir*. 2003. Vol. 19. No. 20. P. 8343-8348.

[32] Васенина И.В. Модификация поверхностных свойств биосовместимых полимерных материалов методами ионной имплантации и электронно-лучевой обработки. Дис. канд. физ.-мат. наук. Барнаул. 2019. 201 с.

# Возбуждение объемного разряда в аргоне при атмосферном давлении стримерным разрядом

*Б.Б. Балданов, А.П. Семенов, Ц.В. Ранжуров*

Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)  
670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия  
E-mail: baibat@mail.ru  
DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-293-295

Экспериментально реализован самостоятельный объемный тлеющий разряд при атмосферном давлении в аргоне. Объемный тлеющий разряд реализуется в электродной системе тонкая металлическая проволока – металлическая сетка с диэлектрическим барьером и зажигается с помощью вспомогательного разряда – слабо-точного поверхностного разряда – инициируемого на торце стеклянной трубки по поверхности диэлектрика между острым катодом и цилиндрическим металлическим анодом.

## Введение

В настоящее время для генерации пространственно однородной, неравновесной плазмы при атмосферном давлении используются различные типы газовых разрядов (коронные разряды, разряд с микрополым катодом, капиллярный разряд, различные типы диэлектрических барьерных разрядов) [1–7]. Тлеющий разряд атмосферного давления является одним из эффективных и перспективных источников плазмы, при этом разряд выгодно отличается как простотой электродной структуры разряда, так и электрического оборудования. Возможности тлеющего разряда атмосферного давления представляют особый интерес для биомедицинских применений, из-за равномерности свечения разряда и относительно низкого напряжения, необходимого для поддержания разряда.

В большинстве исследований тлеющий разряд атмосферного давления формируется при малых (миллиметровых) межэлектродных промежутках [8–10]. В таких условиях преобладающими являются процессы, происходящие в катодном слое микроразрядов. И за счет нелокальных эффектов в плазме микроразрядов можно получить распределения электронов по энергиям, содержащие большие концентрации высокоэнергетических электронов при низких температурах газа. Однако с увеличением тока разряда растет и температура газа, вследствие чего режим устойчивого горения микроразрядов ограничен областью малых

токов и простых газовых смесей. Другая проблема связана с тем, что плазма микроразрядов имеет небольшие размеры, что существенно сужает область применения разряда.

Одним из основных ограничений является то, что с повышением давления тлеющий разряд становится неустойчивым вследствие перехода разряда в искровой или дуговой [11]. Для повышения устойчивости диффузного тлеющего разряда при атмосферном давлении используются специальные геометрии электродов и различные способы возбуждения газовой среды [12–15]. Необходимо отметить, что в атомарных газах при высоких давлениях тлеющие разряды более устойчивы [16].

## Методика эксперимента

Схема экспериментального газоразрядного источника объемной неравновесной (холодной) плазмы представлена на рис. 1.

Разрядная камера представляет собой стеклянную трубку 1 длиной 125 мм, внутренним диаметром 12 мм и толщиной стенки 4 мм. На оси и по всей длине протяженной стеклянной трубки 1 установлен стержневой острый катод 2 с радиусом закругления острия 25 мкм. Диаметр катода 1 мм. Катод 2 удерживается на оси изолятора 3 (политетрафторэтилен), имеющего форму цилиндра диаметром 7 мм. Анод 4 представляет собой полый цилиндр длиной 10 мм и внутренним диаметром 13 мм и коаксиально охватывает изолятор 3. Изолятор 3

снабжен продольными проходными отверстиями 5 для подачи аргона.

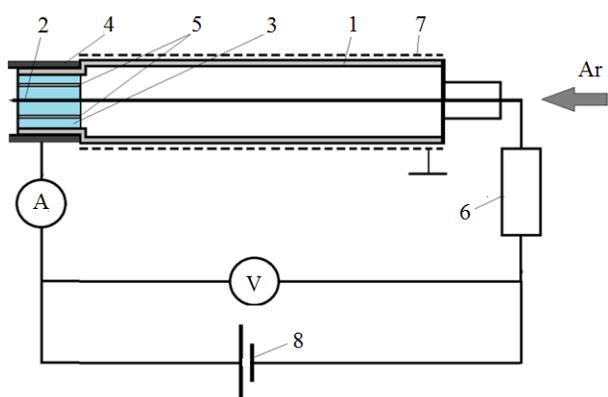


Рис.1. Структурная схема источника объемной плазмы: 1 – стеклянная трубка, 2 – острый стержневой катод, 3 – цилиндрический изолятор (политетрафторэтилен), 4 – цилиндрический анод, 5 – проходные отверстия для прокачки газа, 6 – балластное сопротивление, 7 – сетчатый электрод, 8 – источник питания.

Для стабилизации разряда острый стержневой катод 2 нагружается регулируемым от 10 до 63 МОм балластным сопротивлением 6. Стеклянную трубку 1 коаксиально охватывает заземленный трубчатый, сетчатый электрод 7. От регулируемого высоковольтного источника 8 подается постоянное напряжение до 20 кВ плюсом на анод 4, минусом на катод 2. Расход аргона  $<2.8 \cdot 10^{-2}$  кг/с.

### Результаты эксперимента

Самостоятельный объемный тлеющий разряд атмосферного давления реализуется в трехэлектродной системе и зажигается с помощью вспомогательного разряда, рис.2. Вспомогательный разряд представляет собой слаботочный поверхностный разряд, инициируемый на торце стеклянной трубки по поверхности диэлектрика между острым катодом 1 и цилиндрическим анодом 2 (рис.1) при подаче высокого напряжения  $\sim 11,2$  кВ.

Визуально поверхностный разряд представляет собой слаботочные стримерные разряды, в форме тонких токовых нитей, радиально расходящихся от острейшего катода 2 в направлении цилиндрического анода 4. Интенсивность и количество возникновения стримерных разрядов увеличи-

вается с увеличением прикладываемого напряжения.

При инициировании на торце стеклянной трубки 1 слаботочного поверхностного разряда (рис.2), одновременно зажигается объемный однородный тлеющий разряд в электродной структуре: стержневой острый катод 2 – металлическая сетка 7 – стеклянная трубка 1, в качестве диэлектрического барьера.

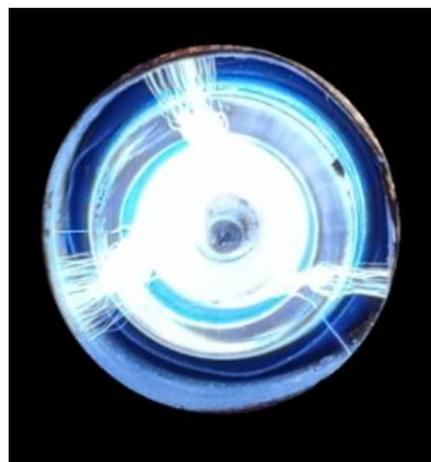


Рис.2. Слаботочный поверхностный разряд: ток разряда 0,45 мА.

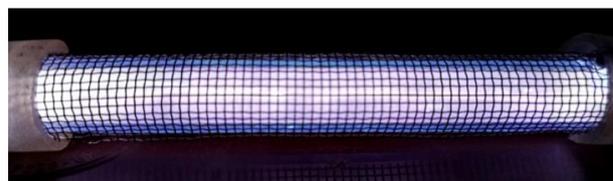


Рис.3. Фотография самостоятельного объемного тлеющего разряда атмосферного давления.

На рис.3 представлена фотография самостоятельного объемного тлеющего разряда атмосферного давления в коаксиальной геометрии электродов.

Работа выполнена при финансовой поддержке научной темы № 0270-2021-0001 государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ.

### Литература

[1] Roth J.R., Rahel J., Dai X., and Sherman D.M. The physics and phenomenology of One Atmosphere Uniform Glow Discharge Plasma (OAUGDP™) reactors for surface treatment applications // Journal of Physics D: Applied Physics. 2005. Vol. 38. P. 555-567.

- [2] Temmerman E., Akishev Yu., Trushkin N., Leys Ch., Verschuren J. Surface modification with a remote atmospheric pressure plasma: dc glow discharge and surface streamer regime // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2005. Vol. 38. No. 4. P. 505-509.
- [3] Becker K.H. History of Non-Equilibrium Discharges – Corona Discharges. Series in Plasma Physics: Non-equilibrium air plasmas at atmospheric pressure. London: IOP Publishing, 2005. 700 c.
- [4] Dudek D., Bibinov N., Engemann J., and Awakowicz P. Direct current plasma jet needle source // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2007. Vol. 40. P. 7367-7371.
- [5] Iza F., Kim G.J., Lee S.M., Lee J.K., Walsh J.L., Zhang Y.T., and Kong M.G. Microplasmas: sources, particle kinetics, and biomedical applications // *Plasma Processes and Polymers*. 2008. Vol. 44. P. 322-344.
- [6] Tynan J., Law V.J., Ward P., Hynes A.M., Cullen J., Byrne G., Daniels S. and Dowling D.P. Comparison of pilot and industrial scale atmospheric pressure glow discharge systems including a novel electro-acoustic technique for process monitoring // *Plasma Source Sci. Technol.* 2010. Vol. 19. P. 015015.
- [7] Locke B.R., Shih K.-Y. Review of the methods to form hydrogen peroxide in electrical discharge plasma with liquid water // *Plasma Source Sci. Technol.* 2011. Vol. 20. P. 034006.
- [8] Becker K., Kersten H., Hopwood J., and Lopez J.L. Microplasmas: Scientific Challenges and Technological opportunities // *Eur. Phys.* 2010. Vol. 60. P. 437-439.
- [9] Arkhipenko V.I., Callegari T., Safronau Y.A., Simonchik L. Atmospheric-Pressure Air Glow Discharge in a Three-Electrode Configuration // *IEEE Trans. Plasma Sci.* 2009. Vol. 37. P. 1297-1304.
- [10] Arkhipenko V.I., Kirillov A.A., Safronau Y.A., and Simonchik L. DC atmospheric pressure glow microdischarges in the current range from microamps up to amperes // *Eur. Phys. J. D.* 2010. Vol. 60. P. 455-463.
- [11] Kunhardt E.E. Generation of large volume, atmospheric pressure, non-equilibrium plasmas // *IEEE Trans. Plasma Sci.* 2000. Vol. 28. P. 189-200.
- [12] Korolev Yu.D. Low-current discharge plasma jets in a gas flow. Application of plasma jets // *Russian Journal of General Chemistry*. 2015. Vol. 85. P. 1311-1325.
- [13] Akishev Yu.S., Deryugin A.A., Elkin N.N., Kochetov I.V., and Trushkin N.I. Calculation of air glow discharge spatial structure // *Plasma Physics Reports*. 1994. Vol. 20. No. 5. P. 437-441.
- [14] Akishev Yu.S., Deryugin A.A., Elkin N.N., Kochetov I.V., Napartovich A.P., Trushkin N.L. Generation efficiency of chemically-active particles in a self-sustained glow discharge // *Plasma Physics Reports*. 1994. Vol. 20. No. 6. P. 585-592.
- [15] Semenov A.P., Baldanov B.B., Ranjurov Ts.V. A source of nonequilibrium argon plasma based on a volume gas flow discharge at atmospheric pressure // *Instruments and Experimental Techniques*. 2020. Vol. 63. No. 2. P. 284-287.
- [16] Fridman A. *Plasma Physics and Engineering*. New York; London: Taylor and Francis, 2004. 883 c.

# Функционализация поверхности лубяного волокна плазменной модификацией

К.А. Демин<sup>1,2</sup>, А.Н. Хаглеев<sup>1,2</sup>, М.А. Мокеев<sup>1,2</sup>, А.Л. Петров<sup>2</sup>, О.Ж. Аюрова<sup>3</sup>, О.М. Цыбикова<sup>4</sup>,  
М.М. Намсараева<sup>4</sup>, У.Л. Мишигдоржийн<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт физического материаловедения СО РАН (ИФМ СО РАН)

670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия

E-mail: kirill.demin.19992@gmail.com

<sup>2</sup>Восточно-Сибирский государственный университет технологий и управления (ВСГУТУ)

670013, Улан-Удэ, ул. Ключевская, 40в, Россия

<sup>3</sup>Байкальский институт природопользования СО РАН (БИП СО РАН)

670047, Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6, Россия

<sup>4</sup>Бурятская государственная сельскохозяйственная академия (БГСХА)

670024, Улан-Удэ, ул. Пушкина, 8, Россия

DOI: 10.31554/978-5-7925-0655-8-2023-296-299

Рассмотрена возможность использования плазмы скользящей дуги для модификации поверхности лубяных волокон конопли. Представленные результаты показывают, что при плазменной модификации происходит функционализация поверхности волокна, способствующая взаимодействию на границе раздела «волокно-матрица».

## Введение

Лубяные волокна, включая волокна конопли, могут широко использоваться в различных отраслях промышленности, таких как текстильная, целлюлозно-бумажная, строительная и др. В текстильной промышленности лубяные волокна конопли используются для производства одежды, канатов и веревок, в строительстве – армирования фибробетона. Актуальность исследования лубяных волокон связана с их потенциальным использованием в экологически чистых и устойчивых материалах. Волокна конопли являются биоразлагаемыми, обладая высокой прочностью и жесткостью, что делает их привлекательными для использования в композитных материалах [1].

Производство армирующих волокон на биологической основе является менее энергозатратным и более экологичным процессом, чем производство синтетических волокон. Однако растительные волокна обладают некоторыми особенностями. Конопля является природным целлюлозным волокном со сложным строением, представляющее собой систему элементарных волокон, скрепленных между собой связующими веществами, состоящими из пектиновых веществ, мицеллюлоз и лигнина. Связующие вещества разделяют на три вида обра-

зований: срединные пластинки – тонкие прослойки между плотно прилегающими клетками элементарных волокон; межклеточные связующие вещества в зонах некомпактного расположения волокон, а также инкрусты – покровный слой остатков паренхимных тканей, окружавших лубяные пучки в стебле, которые препятствуют пряжению и поэтому должны удаляться. Известные делигнифицирующие реагенты (восстановители на основе серы, азота и пр.), проявляющие высокую активность при химической модификации короткого лубяного волокна, по отношению к более грубым волокнам малоэффективны [2]. Повышение концентрации как щелочного агента, так и интенсификаторов деструкции лигнина не обеспечивает необходимого результата и не оправданно как с экономической, так и с экологической точки зрения.

Известно, что подщелачивание натуральных волокон гидроксидом натрия позволяет удалить с поверхности волокон аморфные материалы, такие как гемицеллюлозы, лигнины и пектины. Однако в результате химической модификации на поверхности волокон адсорбируются ионы кальция, что окажет влияние на границу раздела «волокно-матрица» и будет препятствовать надежному склеиванию [3]. При

этом химическая модификация требует дополнительных мер безопасности, т.к. большинство химических реагентов являются пожаро- и взрывоопасными, некоторые из кислот вредны для здоровья. Также необходимо утилизировать отходы производства, что требует дополнительных затрат и снижает экологичность производства. Применение плазменной модификации позволит достичь сравнимых результатов, при этом снизив трудоемкость и вредность процесса модификации лубяных волокон [4].

Исследования плазменной модификации лубяных волокон могут помочь оптимизировать процесс композитного усиления и улучшить свойства конечного продукта. Это позволит создать более устойчивые и экологически чистые материалы с высокой механической прочностью и долговечностью. В настоящей статье приведены результаты экспериментальных исследований влияния плазменной модификации на структурные свойства лубяных волокон.

### Эксперимент

Для модификации поверхности лубяных волокон конопли и улучшения адгезионных свойств использовалась установка для модификации поверхности полимерных пленок в низкотемпературной плазме скользящей дуги атмосферного давления (патент № 2781708 С1 Российская Федерация, МПК В29С 71/00, Н01J 37/00, В29С 71/00, Н01J 37/00, опубл. 17.10.2022, Бюл. № 29) (рис.1).

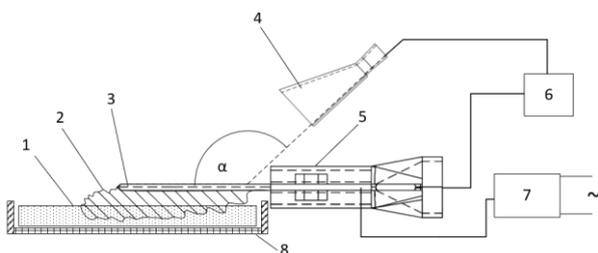


Рис.1. Схема эксперимента: 1 – лубяные волокна, 2 – электроразрядная зона, 3 – алюминиевые электроды, 4 – отклонитель, 5 – корпус эжектора, 6 – система напуска реакционного газа, 7 – высоковольтный источник питания, 8 – контейнер с сеткой.

Установка для модификации лубяных волокон в низкотемпературной плазме скользящей дуги атмосферного давления состоит из корпуса эжектора с системой

алюминиевых электродов, подключенных к высоковольтному источнику питания и системе напуска реакционного газа. Высоковольтный источник питания мощностью 800 Вт подключенный к системе алюминиевых электродов, подает импульсный сигнал, инициирующий электрический разряд, который при протекании реакционного газа из системы напуска реакционного газа вдоль внутренней стороны электродов формирует плазменный пучок. Данный плазменный пучок под действием потока реакционного газа устремляется в контейнер с сеткой проходя сквозь лубяные волокна тем самым модифицируя их. Размер алюминиевых электродов, установленных внутри корпуса эжектора, составляет 150×30 мм. Расстояние между алюминиевыми электродами регулируется в пределах от 5–15 мм.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

Плазма скользящей дуги может оказывать различное воздействие на волокна конопли в зависимости от режимов модификации и параметров обработки. В целом, плазменная модификация позволяет изменять химический состав и структуру волокон, позволяющую удалять загрязнения с поверхности лубяных волокон (пыль, масла и другие органические вещества).

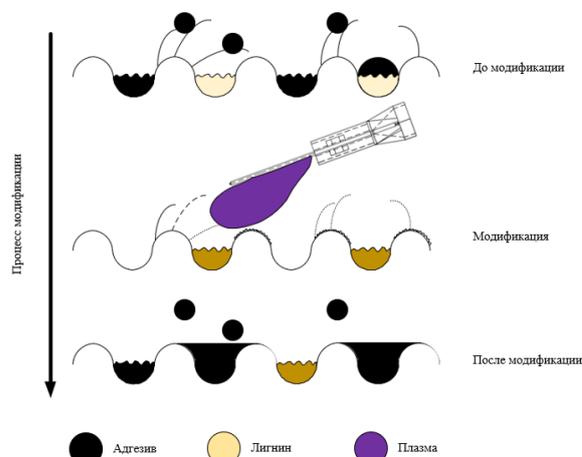


Рис.2. Схема процесса модификации лубяных волокон конопли.

С практической и экономической точек зрения наибольший интерес представляет плазменно-химическая модификация грубых технических волокон.

Под воздействием плазмы скользящей дуги происходит разрушение естественных примесей лубяных волокон, которые имеют одну и ту же природу для различных типов лубяного сырья. Большинство из этих примесей содержат незначительное количество лигнина, за исключением лубяных волокон технической конопли, которые характеризуются высоким содержанием этого элемента. Именно высоким содержанием лигнина объясняется прочность и грубость лубяных волокон технической конопли. В процессе роста растения происходит накопление лигнина в срединных пластинках, приводящее к их одревеснению [5]. Лигнин склеивает элементарные волокна, образуя длинные и прочные комплексные пучки, что отрицательно сказывается на качестве волокна, уменьшая его мягкость, пластичность и способность к расщеплению. Однако, из-за сложности строения макромолекулы лигнина, достичь необходимой степени делигнификации грубых технических волокон оказывается проблематично. В целях активирования деструкционных процессов в лигнине представляется перспективным использование плазменной модификации лубяных волокон как рационального, экологически и экономически целесообразного способа активации химических процессов в структуре волокнистого материала и его примесях. В результате плазменной модификации улучшаются адгезионные свойства лубяных волокон в композиционном материале. Для подтверждения гипотезы возможности улучшения адгезионных свойств лубяных волокон технической конопли при производстве композитных материалов, связанная с изменением физико-химических и структурных свойств поверхности лубяных волокон, за счет модификации в плазме скользящей дуги, были проведен рентгенофазовый анализ и микроскопия лубяных волокон [6]. Рентгеновские дифрактограммы как немодифицированных, так и модифицированных лубяных волокон конопли представлены на рис.3.

На дифрактограммах образцов зафиксирован ряд рефлексов характерных для кристаллической фазы целлюлозы. Наиболее интенсивные из них наблюдаются в об-

ласти  $2\theta = 14-16^\circ$ ,  $16-18^\circ$  и  $22-24^\circ$ . Следует отметить, что целлюлоза встречается в двух кристаллических формах: моноклинной ( $\beta$ ) и триклинной ( $\alpha$ ) структурах, присутствующих в различных соотношениях. Рентгенофазовый анализ показал присутствие обеих кристаллических форм, причем  $\beta$  является доминирующей. Показано, что плазменная модификация вызвала небольшое смещение дифракционных пиков в сторону меньших углов (рис.3). Это смещение можно интерпретировать как увеличение межплоскостных расстояний, происходящее при функционализации макромолекулярных цепей химическими группами [7], что согласуется с результатами ИК-спектроскопии.

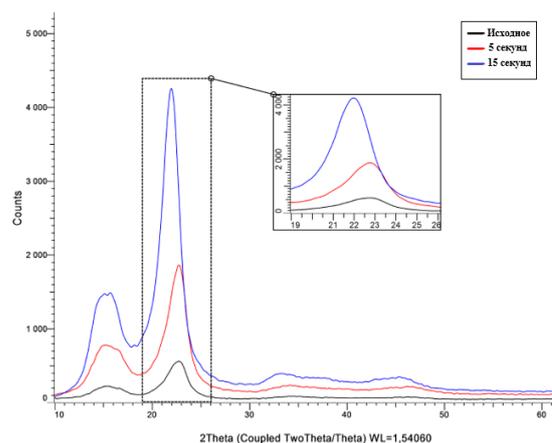


Рис.3. Рентгеновские дифрактограммы исходного и модифицированного при различном времени лубяного волокна конопли.

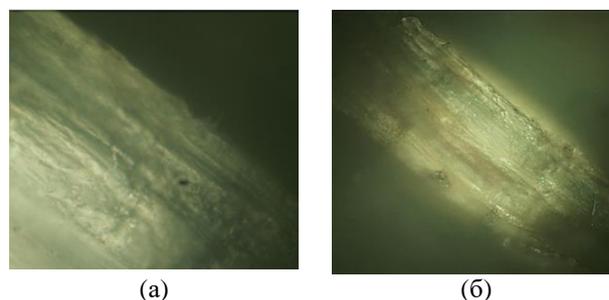


Рис.4 Оптические снимки поверхности лубяных волокон: (а) – исходное, (б) – после модификации.

На снимках видно, что поверхность исходного волокна гладкая с небольшими неровностями. В процессе плазменной модификации отмечается изменение микрорельефа поверхности, обусловленное его расслоением. Такие дефекты модифицированного волокна способствуют улучшению механического сцепления с адгезивами для

создания композитных материалов функционального назначения.

### **Заключение**

Плазменная модификация поверхности лубяного конопляного волокна приводит к химическим и морфологическим изменениям. Рентгенофазовым анализом установлено, что межплоскостное расстояние между полимерными цепочками целлюлозы увеличивается, что связано с функционализацией поверхности и подтверждается методом ИК-спектроскопии. Плазменная модификация обеспечивает функционализацию поверхности, что способствует усилению взаимодействия на межфазной границе «волокно-матрица».

Материал подготовлен в рамках проекта Межрегионального научно-образовательного центра «Байкал» «Создание производственного комплекса по переработке быстровозобновляемых источников целлюлозы» и госзадания БИП СО РАН проект №0273-2021-0007.

### **Литература**

[1] Дубовин М.С. Применение технической конопли в производстве широкого спектра продукции различного назначения //International agricultural journal, 2022, N 2, С. 925-942.

[2] Соболев М.А. Химия льна и лубо-

волокнистых материалов//М.: Гизлегпром, 1963, С. 140.

[3] Конычева М.В., Титова Ю.В., Стокозенко В.Г., Максимов А.И., Морыганов А.П. Использование плазменно-растворной обработки в процессах модификации лубяных волокон//Химия растительного сырья, 2010, N 3, С. 17-20.

[4] Азанова А.А., Абуталипова Л.Н., Тихонова Н.В., Хисамиева Л.Г., Миннебаева Р.Г., Ившин Я.В. Особенности плазменной обработки льняного волокна//Известия высших учебных заведений. Технология текстильной промышленности, 2020, N 6, С. 119-122.

[5] Иванов А.Н., Иванова Т.В., Лазарева Н.П. Исследование степени одревеснения льняных волокон фотометрическим методом//Известия вузов. Технология текстильной промышленности, 1988, N 1, С. 16-18.

[6] Григорьева Н.П., Галимуллин И.Н., Нугманов О.К., Лебедев Н.А., Лутфуллин Р.Р. Идентификация структуры травяной целлюлозы//Вестник Казанского технологического университета, 2014, Т. 17, N 14, С. 362-366.

[7] Montemayor F.J.A., Lopez-Badillo C.M., Aguilar C.N., Avalos F. Effect of cold air plasma on the morphology and thermal stability of bleached hemp fibers//Revista Mexicana de Ingeniería Química, 2020, Т. 19, N Sup 1, С. 131-141.

## Алфавитный указатель

### ENG

Akdogan B. 175  
Bestetti M. 175  
Huspek A.L. 175

### А

Ажажа И.И. 192  
Астрелин В.Т. 56  
Ахмадеев Ю.Х. 42,175,197,228  
Ахметов А.Р. 27  
Аюрова О.Ж. 238,296

### Б

Бак П.А. 27  
Бакеев И.Ю. 133  
Балданов Б.Б. 280,287,293  
Бардаханов С.П. 189,247  
Батраков А.М. 27  
Бронникова С.М. 247  
Брюзгина А.А. 228  
Брюханова Ю.А. 202  
Бугаев А.С. 123,157  
Бурдаков А.В. 27  
Бухаркин А.А. 50

### В

Воробьев М.С. 34,73,92,97,144,  
151,260,273  
Визирь А.В. 157

### Г

Габдуллин П.Г. 138  
Гаврилов Н.В. 166,208,217  
Гапоненко В.Р. 189  
Гармаев Б.З. 247  
Гришков А.А. 92  
Гушенец В.И. 123,157

### Д

Дагри Ж.Э. 133  
Дашеев Д.Э. 224  
Девятков В.Н. 34,73,97  
Демин К.А. 238,255,296  
Денисов В.В. 42  
Домрачева Л.В. 228  
Дорошкевич С.Ю. 92,144  
Дьячков А.Д. 138

### Е

Ежов В.В. 144  
Ершов А.А. 208  
Емлин Д.Р. 166

### Ж

Живанков К.И. 27  
Журавлев М.В. 50

### З

Завьялов М.А. 17  
Зенин А.А. 133  
Зобов К.В. 189,247

### И

Иванов А.Г. 101  
Иванов Ю.Ф. 192,197

### К

Казаков А.В. 83  
Каменецких А.С. 208,217  
Карпов Д.А. 101  
Картавцов Р.А. 92,144,151  
Квашенкина О.Е. 138  
Кизириди П.П. 115  
Климов А.С. 133  
Коваленко М.О. 183  
Коваль Н.Н. 34,42,71,92,97,  
144,151,175,197  
Коваль Т.В. 71  
Косогоров С.Л. 101  
Кондрусь И.В. 183  
Корнопольцев В.Н. 273  
Крысина О.В. 197  
Курапов Г.А. 50  
Курзина И.А. 228

### Л

Лапуть О.А. 228  
Лобов М.С. 77  
Логачев П.В. 27  
Лупсанов А.Б. 266  
Лысых С.А. 266,273

### М

Мамедов И.М. 77  
Мамедов Н.В. 77  
Мартенс В.Я. 64  
Мархадаев Б.Е. 255  
Меньшаков А.И. 202  
Медведев А.И. 166  
Мокаев М.А. 238,260,296  
Милонов А.С. 224, 255, 266,273  
Мишигдоржийн У.Л. 224,238,255,260,  
266,273,296  
Москвин П.В. 71,97,151,175,  
260,273

<b>Н</b>		<b>Т</b>	
Намсараева М.М.	296	Тересов А.Д.	192,197
Никитин О.А.	27	Тихонов А.Г.	260
Никифоров Д.А.	27	Толкачев О.С.	191,197
Николаев А.Г.	157	Торба М.С.	92,144
Номоев А.В.	189,247,266	Третников П.В.	208
<b>О</b>		Труфанов Д.Ю.	189
Озур Г.Е.	115	<b>У</b>	
Окс Е.М.	9,83,123,133,157	Углов В.В.	183
Островерхов Е.В.	42	Улаханов Н.С.	242,255,260
<b>П</b>		Успенский Н.А.	101
Павленко А.В.	27	<b>Ф</b>	
Панченко Н.А.	83	Фролова В.П.	157
Пензин И.В.	27	<b>Х</b>	
Петренко А.В.	27	Хаглеев А.Н.	238,296
Петрикова Е.А.	175,192,197	Хараев Ю.П.	273
Петров А.Л.	238,296	Хартаева Э.Ч.	189
Петров Д.В.	27	<b>Ц</b>	
Пресняков А.Ю.	77	Цыбикова О.М.	296
Протас Р.В.	27	Цыренов Д.Б-Д.	107,242
Прокопенко Н.А.	192,197	<b>Ч</b>	
<b>Р</b>		Чукин А.В.	217
Ранжуров Ц.В.	260,287,293	<b>Ш</b>	
Ремнев Г.Е.	50	Шаманин В.И.	50
Рыжков В.А.	50	Шандриков М.В.	123
<b>С</b>		Шашин Д.Е.	138
Сандалов Е.С.	27	Шин В.И.	71,97,151,260
Семенов А.П.	5,107,224,242, 255,280,287,293	Шугуров В.В.	42,151,192,197
Семенова И.А.	107,242	<b>Щ</b>	
Сенченко А.И.	27	Щитов Н.Н.	77
Сергеев Н.С.	233	<b>Ю</b>	
Синицкий С.Л.	27	Южаков И.А.	247,266
Сковородин Д.И.	27	Юшков Г.Ю.	157
Сорокин И.А.	233		
Старостенко А.А.	27		
Степанов А.В.	50		
Сулакшин С.А.	92,144		
Сушенцов Н.И.	138		

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>Предисловие</b>	3
Найти свой путь и не пройти всецело... <i>А.П. Семенов</i>	5
Субъективный взгляд на историю и современное состояние плазменной эмиссионной электроники <i>Е.М. Окс</i>	9
<b>Пленарные доклады</b>	
Плазменная нерелятивистская СВЧ-электроника: пучково-плазменная лампа бегущей волны <i>М.А. Завьялов</i>	17
Развитие исследований на индукционных линейных ускорителях в ИЯФ СО РАН <i>П.В. Логачев, А.Р. Ахметов, П.А. Бак, А.М. Батраков, А.В. Бурдаков, К.И. Живанков, О.А. Никитин, Д.А. Никифоров, А.В. Павленко, И.В. Пензин, А.В. Петренко, Д.В. Петров, Р.В. Протас, Е.С. Сандалов, А.И. Сенченко, С.Л. Сеницкий, Д.И. Сквородин, А.А. Старостенко</i>	27
Сеточные плазменные катоды: история, состояние, перспективы <i>Н.Н. Коваль, В.Н. Девятков, М.С. Воробьев</i>	34
Электронно-ионно-плазменное оборудование для реализации процессов модификации поверхности материалов и изделий <i>Н.Н. Коваль, Ю.Х. Ахмадеев, В.В. Денисов, В.В. Шугуров, Е.В. Островерхов</i>	42
Плазменные источники импульсных ускорителей ионов <i>Г.Е. Ремнев, А.А. Бухаркин, М.В. Журавлев, Г.А. Курапов, В.А. Рыжков, А.В. Степанов, В.И. Шаманин</i>	50
<b>Секция 1. Физические процессы в генераторах плазмы, эмиссионные свойства плазмы, вопросы генерации и формирования электронных и ионных пучков</b>	
Влияние параметров источника электронного пучка на эмиссию электронов из плазменного катода <i>В.Т. Астрелин</i>	56
Компенсация ионами пространственного заряда электронного пучка, парных и вторичных электронов <i>В.Я. Мартенс</i>	64
Условия обеспечения минимальной неоднородности электронного пучка на коллекторе в источниках с сеточным плазменным катодом <i>Т.В. Коваль, В.И. Шин, М.С. Воробьев, П.В. Москвин, В.Н. Девятков, Н.Н. Коваль</i>	71
Расчет ВАХ пеннинговского ионного источника для миниатюрного линейного ускорителя <i>Н.В. Мамедов, М.С. Лобов, И.М. Мамедов, А.Ю. Пресняков, Н.Н. Щитов</i>	77
Разрядные и эмиссионные характеристики контрагированного дугового разряда в форвакуумном плазменном источнике широкоапертурного импульсного электронного пучка <i>А.В. Казаков, Н.А. Панченко, Е.М. Окс</i>	83

Снижение неоднородности плотности тока пучка в атмосфере в ускорителе электронов на основе самостоятельного ВТР <i>С.Ю. Дорошкевич, М.С. Воробьёв, А.А. Гришков, М.С. Торба, Н.Н. Коваль, С.А. Сулакишин, Р.А. Картавцов</i>	92
Комбинированное управление током электронного пучка в источнике с сеточным плазменным катодом <i>В.И. Шин, М.С. Воробьёв, П.В. Москвин, В.Н. Девятков, Н.Н. Коваль</i>	97
<b>Секция 2. Генераторы плазмы, электронных и ионных пучков и оборудование на их основе</b>	
Широкоапертурный ускоритель электронов на основе высоковольтного тлеющего разряда с генерацией плазмы планарными магнетронами <i>А.Г. Иванов, Д.А. Карпов, С.Л. Косоголов, Н.А. Успенский</i>	101
Газоразрядное устройство на основе планарного магнетрона и плазменного источника ионов <i>А.П. Семенов, Д.Б.-Д. Цыренов, И.А. Семенова</i>	107
Источники нерелятивистских сильноточных электронных пучков на базе катодов со встроенными дуговыми источниками плазмы <i>П.П. Кизириди, Г.Е. Озур</i>	115
Высокочастотная модуляция электронного пучка в диоде с плазмонной оптической системой <i>А.С. Бугаев, В.И. Гушенец, Е.М. Окс, М.В. Шандриков</i>	123
Форвакуумный плазменный электронный источник с двухкатодной разрядной системой <i>А.С. Климов, И.Ю. Бакеев, А.А. Зенин, Ж.Э. Дагри, Е.М. Окс</i>	133
Особенности получения многослойных структур AlNi методом магнетронного распыления <i>Н.И. Сушенцов, Д.Е. Шагин, А.Д. Дьячков, П.Г. Габдуллин, О.Е. Кващенко</i>	138
Генерация радиально сходящегося электронного пучка в источнике с многодуговым сеточным плазменным катодом <i>М.С. Торба, С.Ю. Дорошкевич, М.С. Воробьёв, Н.Н. Коваль, В.В. Ежов, С.А. Сулакишин, Р.А. Картавцов</i>	144
Источник электронов с плазменными эмиттерами на основе дугового разряда низкого давления <i>Р.А. Картавцов, М.С. Воробьёв, П.В. Москвин, В.И. Шин, Н.Н. Коваль, В.В. Шугуров</i>	151
<b>Секция 3. Новые процессы и технологии модификации поверхности, основанные на применении электронных и ионных пучков и газоразрядной плазмы</b>	
Сравнительный анализ процессов нанесения покрытий с использованием вакуумного и газового магнетрона <i>А.С. Бугаев, А.В. Визирь, В.И. Гушенец, А.Г. Николаев, Е.М. Окс, В.П. Фролова, Г.Ю. Юшков</i>	157
Синтез тонких пленок MgAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub> реакционным испарением Al и Mg <i>Н.В. Гаврилов, Д.Р. Емлин, А.И. Медведев</i>	166

Electron beam treatment and hard anodic oxidation of AlSi7 alloys to improve the anodic oxide properties <i>Massimiliano Bestetti, Andrea Lucchini Huspek, Batuhan Akdogan, Yuriy H. Akhmadeev, Elizaveta A. Petrikova, Yuriy F. Ivanov, Pavel V. Moskvina, and Nikolay Koval</i>	175
Фазовая стабильность высокоэнтропийных сплавов HfNbZrTi и NiCoFeCrMn после высокотемпературной имплантации ионов гелия <i>В.В. Углов, М.О. Коваленко, И.В. Кондрусь</i>	183
Создание композитных наночастиц латуни испарением медно-цинкового сплава пучком электронов высокой энергии <i>Э.Ч. Хартаева, А.В. Номоев, К.В. Зобов, Д.Ю. Труфанов, В.Р. Гапоненко, С.П. Бардаханов</i>	189
Электронно-ионно-плазменный метод борирования многослойных пленок высокоэнтропийного сплава <i>Ю.Ф. Иванов, В.В. Шугуров, Н.А. Прокопенко, Е.А. Петрикова, А.Д. Тересов, О.С. Толкачев, И.И. Ажажа</i>	192
Керамические пленки высокоэнтропийного сплава, сформированные ионно-плазменным методом <i>Ю.Ф. Иванов, В.В. Шугуров, Ю.Х. Ахмадеев, Н.А. Прокопенко, Е.А. Петрикова, А.Д. Тересов, О.С. Толкачев, О.В. Крысина, Н.Н. Коваль</i>	197
Трибомеханические свойства TiSiCN покрытий, полученных реактивным испарением титана и разложением гексаметилдисилазана в разряде с самонакаливаемым полым катодом <i>А.И. Меньшаков, Ю.А. Брюханова</i>	202
Синтез тонких пленок твердого электролита LiPON термическим испарением ортофосфата лития <i>Н.В. Гаврилов, А.С. Каменецких, П.В. Третников, А.А. Ершов</i>	208
Получение Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> покрытий реакционным анодным испарением в дуге низкого давления <i>А.С. Каменецких, Н.В. Гаврилов, А.В. Чукин</i>	217
Формирование защитного покрытия на основе бориды хрома на поверхности стали X12MФ методом электронно-лучевой обработки <i>А.С. Милонов, Д.Э. Дашеев, У.Л. Мишигдоржийн, А.П. Семенов</i>	224
Влияние плазменного модифицирования на физико-химические свойства полимерных материалов биомедицинского назначения <i>О.А. Лапуть, Л.В. Домрачева, А.А. Брюзгина, Ю.Х. Ахмадеев, И.А. Курзина</i>	228
Измерение полного коэффициента вторичной электронной эмиссии в линейном симуляторе плазмы BPD-PSI <i>Н.С. Сергеев, И.А. Сорокин</i>	233
Параметры разряда скользящей дуги для модификации полиэтилена <i>М.А. Мокеев, А.Н. Хаглеев, К.А. Демин, А.Л. Петров, О.Ж. Аюрова, У.Л. Мишигдоржийн</i>	238
Структура и свойства композитных покрытий TiN-Cu на сплаве Т15К6, полученных методом вакуумно-дугового испарения и магнетронного распыления <i>Д.Б-Д. Цыренов, А.П. Семенов, И.А. Семенова, Н.С. Улаханов</i>	242

Скорость звука в нанопорошке, созданном высокоэнергетическим электронным пучком <i>Б.З. Гармаев, С.М. Бронникова, И.А. Южаков, К.В. Зобов, С.П. Бардаханов, А.В. Номоев</i>	247
Разработка модели кинетики роста бороалитированных диффузионных слоев нахождением энергии активации по заданной экспериментальной зависимости. <i>У.Л. Мишигдоржийн, Б.Е. Мархадаев, А.П. Семенов, Н.С. Улаханов, А.С. Милонов, К.А. Демин</i>	255
Электронно-пучковая обработка диффузионных В-Аl-слоев на поверхности штамповой стали 3Х2В8Ф <i>Н.С. Улаханов, У.Л. Мишигдоржийн, В.И. Шин, П.В. Москвин, М.А. Мокеев, А.Г. Тихонов, М.С. Воробьёв</i>	260
Упрочнение поверхности инструментальной стали В4С-Аl-порошками с помощью иттербиевого волоконного импульсного лазера <i>А.Б. Лупсанов, А.С. Милонов, С.А. Лысых, И.А. Южаков, У.Л. Мишигдоржийн, А.В. Номоев</i>	266
Электронно-пучковая модификация боридных диффузионных слоев на поверхности стали 45 и У10 <i>С.А. Лысых, П.В. Москвин, М.С. Воробьёв, В.Н. Корнопольцев, У.Л. Мишигдоржийн, Ю.П. Хараев, А.С. Милонов</i>	273
Влияние воздействия нетермической плазмы атмосферного давления на модификацию поверхности семян зерновых культур <i>Б.Б. Балданов, А.П. Семенов, Ц.В. Ранжуров</i>	280
Модификация поверхности политетрафторэтилена плазменными струями атмосферного давления <i>Б.Б. Балданов, А.П. Семенов, Ц.В. Ранжуров</i>	287
Возбуждение объемного разряда в аргоне при атмосферном давлении стримерным разрядом <i>Б.Б. Балданов, А.П. Семенов, Ц.В. Ранжуров</i>	293
Функционализация поверхности лубяного волокна плазменной модификацией <i>К.А. Демин, А.Н. Хаглеев, М.А. Мокеев, А.Л. Петров, О.Ж. Аюрова, О.М. Цыбикова, М.М. Намсараева, У.Л. Мишигдоржийн</i>	296
<b>Алфавитный указатель</b>	<b>300</b>

# ПЛАЗМЕННАЯ ЭМИССИОННАЯ ЭЛЕКТРОНИКА

Труды VII международного Крейнделевского семинара  
«Плазменная эмиссионная электроника»

(31 июля – 6 августа 2023 г., Республика Бурятия, оз. Байкал,  
с. Максимиха, пансионат «Байкал», база отдыха «Колос»)

Утверждено к печати ученым советом  
Федерального государственного бюджетного учреждения науки  
Институт физического материаловедения СО РАН

Научное издание

Статьи публикуются в оригинале (авторской редакции);  
стилистическому и научному редактированию не подвергались

Художник Д. Т. Олоев  
Верстка и макетирование Г.В. Кашина

Подписано в печать 11.07.2023 г. Формат 60×84 1/8.  
Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.  
Усл. печ. л. 35,8. Уч.-изд. л. 33,4. Тираж 70. Заказ № 4.

Редакционно-издательский отдел Изд-ва БНЦ СО РАН  
670047 г. Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 8.

Отпечатано в типографии Изд-ва БНЦ СО РАН  
670047 г. Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, 6.

Рекомендовано к изданию Научно-техническим советом Всероссийского электротехнического института (ВЭИ – филиал Федерального государственного унитарного предприятия «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт технической физики имени академика Е.И. Забабахина»).

**Завьялов М.А.**  
**3 13** Нерелятивистская плазменная СВЧ-электроника: достижения, перспективы / М.А. Завьялов. – М.: Издатель А.А. Зусман, 2022 – 184 с.

ISBN 978-5-93976-156-7

В книге дан обзор физико-технических аспектов построения нерелятивистских пучково-плазменных приборов СВЧ электроники. В ней анализируется история проблемы, хронология наиболее значимых работ, выполненных сотрудниками Харьковского физико-технического института, Московского радиотехнического института и Всероссийского электротехнического института. Проведенные исследования связаны с разработкой мощной лампы бегущей волны с плазменным заполнением замедляющей структуры типа цепочки связанных резонаторов. Приведены различные физико-технические решения пучково-плазменного СВЧ комплекса. Анализируются параметры пучковой плазмы в гибридной электродинамической структуре. Дана оценка процессов бесстолкновительной релаксации плазмы в пучково-плазменных приборах. Описан предложенный метод «теплых» испытаний цепочки связанных резонаторов, нагруженной плазмой. Даны результаты экспериментальных исследований побочных и шумовых колебаний плазменной лампы бегущей волны. В работе приведены характеристики плазменно-пучкового прибора СВЧ сантиметрового диапазона, полученные на специализированных стендах. Обсуждаются основные направления внедрения приборов в системы коммуникации и связи, СВЧ-разрядные технологии и различные области СВЧ-энергетики. Основное внимание уделено работам Всероссийского электротехнического института по созданию нерелятивистского пучково-плазменного усилителя СВЧ, включающего мощную широкополосную плазменную лампу бегущей волны и современные источники питания и управления, что нашло отражение в отборе материала. Обширная библиография позволит заинтересованным специалистам более подробно ознакомиться с различными разделами плазменной СВЧ-электроники.

УДК 533.9  
ББК 22.3

ISBN 978-5-93976-156-7

© Завьялов М.А., 2022  
© Оформление Издатель А.А. Зусман, 2022

