

На правах рукописи

ЩЕЛКАНОВ ИВАН АНАТОЛЬЕВИЧ

СИЛЬНОТОЧНЫЙ ИМПУЛЬСНЫЙ МАГНЕТРОННЫЙ РАЗРЯД С
АВТОУСКОРЕНИЕМ ПЛАЗМЫ

01.04.08 – физика плазмы

Автореферат

Диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук



Москва 2011

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном
учреждении высшего профессионального образования
Национальном исследовательском ядерном университете «МИФИ»

Научный руководитель:

кандидат физико-математических наук,
с.н.с., Ходаченко Георгий Владимирович

Официальные оппоненты:

доктор технических наук,
профессор, МГТУ им. Баумана
Зимин Александр Михайлович

кандидат физико-математических наук,
начальник лаборатории, НИЦ КИ
Рогов Александр Владимирович

Ведущая организация:

Институт общей физики
им. А.М. Прохорова РАН

Защита состоится «21» сентября 2011г. в _____ час _____ мин на заседании дис-
сертационного совета Д 212.130.05 при НИЯУ МИФИ в конференц-зале К-608, по ад-
ресу: 115409 Москва, Каширское шоссе 31, тел, 8(495)323-91-67, 8(495)324-84-98

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ

Автореферат разослан «___» августа 2011г

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в одном экзем-
пляре, заверенный печатью организации.

Ученый секретарь

диссертационного совета

профессор, д.ф.-м.н.



Евсеев И.В.

Общая характеристика работы

Актуальность темы

Магнетронные распылительные системы (МРС) широко применяются в машиностроении, микроэлектронике и других областях промышленности. В настоящее время одним из направлений исследований в физике разрядов магнетронного типа является повышение скорости нанесения покрытий, а также улучшение параметров получаемых покрытий. В некоторых технологических плазменных процессах, например, при чистке поверхности, необходимо управление такими параметрами потока частиц на образец, как энергия, угол падения на подложку, плотность потока. Возможность управления данными параметрами важна в задачах требующих одновременного нанесения покрытия и модификации поверхности, а также при создании новых покрытий. При этом необходима высокая стабильность и повторяемость результатов, а также возможность переноса лабораторных исследований на промышленные установки больших размеров.

Одновременное повышение скорости нанесения как металлических покрытий, так и сложных соединений, получаемых в реактивных средах, а также управление параметрами потока падающих на подложку частиц может быть достигнуто при использовании сильноточного импульсного магнетронного разряда [1].

Подобная форма разряда активно исследуется за рубежом и имеет устоявшееся название HIPIMS – High Power Impulse Magnetron Sputtering. Объемы и интенсивность работ все более увеличиваются. За последние 10 лет за рубежом опубликовано более 300 работ, при этом большая часть в последние 5 лет. Однако, приводимые в работах максимальные скорости нанесения покрытий в HIPIMS не превышают скорости нанесения при использовании стационарного магнетронного разряда.

В рассматриваемом в настоящей работе сильноточном импульсном магнетронном разряде (СИМР) возможно нанесение покрытий со скоростью в несколько раз большей, чем в любых других магнетронных разрядах. Впервые [2], с помощью этого разряда были получены соединения нитридов и оксидов тугоплавких материалов, таких как (дельта) δ -фаза нитрида титана, без смещения и без нагрева подложки

свыше 60 С°. Получено нанесение чисто металлических покрытий с импульсной скоростью до нескольких микрон в минуту [3]. Под импульсной скоростью понимается, скорость нанесения покрытий без учета временных пауз между импульсами.

Целью диссертационной работы является исследование физики СИМР для создания высокоскоростной технологии нанесения покрытий.

К основным задачам исследования относятся:

1. Проведение комплексных зондовых и оптических исследований плазмы разряда, а также измерение энергетического распределения ионов, приходящих на подложку из плазмы разряда.
2. Создание физико-математической модели для расчета поля температур в катоде.
3. Построение модели, объясняющей сверхвысокие импульсные скорости нанесения покрытий в СИМР.
4. Определение на основе построенных моделей путей оптимизации СИМР.
5. Демонстрация возможностей СИМР в производстве катодной фольги для электролитических конденсаторов.

Научная новизна работы заключается в следующем:

- Впервые проведены комплексные зондовые и спектроскопические исследования плазмы сильноточного импульсного магнетронного разряда с энергией в одном импульсе более 100 Дж.
- С использованием спектроскопической диагностики показано, что в плазме разряда присутствует в основном ионизованный материал распыляемого катода, что позволяет управлять энергией и плотностью потока частиц, приходящих на обрабатываемый образец.
- Построена экспериментально верифицированная тепловая модель катода.
- На базе построенной модели показано, что во время сильноточного импульса разряда происходит перегрев тонкого слоя катода, что и обеспечивает скорости нанесения покрытий, значительно превосходящие скорости традиционных магнетронных систем.

- Впервые в СИМР измерено энергетическое распределение ионов плазмы и показано, что его ширина достигает десятков эВ при средней энергии ионов ~ 15 эВ.
- Предложена качественная модель электродинамического ускорения плазмы в СИМР.

Практическая ценность работы состоит в следующем:

1. Созданная новая конструкция магнетронного распылительного узла позволяет получать режимы разряда, в которых происходит электродинамическое ускорение плазмы, обеспечивающее нанесение нитридных и оксидных покрытий на холодную подложку с хорошей адгезией и высокими скоростями.
2. Обнаруженный перегрев тонкого слоя катода во время сильноточного импульса обеспечивает значительно более высокие, чем в других магнетронных разрядах скорости нанесения металлических покрытий.
3. Построенная и экспериментально верифицированная тепловая модель катода позволяет прогнозировать его тепловое состояние при СИМР.
4. Измеренные высокие энергии ионов в осаждаемом потоке позволяют наносить покрытия с высокой адгезией.
5. Показана обоснованность применения исследуемого разряда в технологии производства катодной фольги электролитических конденсаторов повышенной емкости.

На защиту выносятся следующие **содержащие новизну** положения:

- I. Идентификация СИМР как специфического вида разряда.
- II. Результаты спектральных измерений, показавшие полную ионизацию материала катода в плазме СИМР.
- III. Результаты экспериментально верифицированного численного моделирования теплового состояния катода, показывающие, что за высокую импульсную скорость нанесения титановых покрытий (более 4 мкм/мин) в СИМР отвечает испарение катода.

IV. Экспериментально измеренное энергетическое распределение ионов плазмы СИМР, обладающее широким спектром, достигающим десятков эВ при средней энергии ионов ~ 15 эВ.

V. Обнаруженный эффект электродинамического ускорения плазменного сгустка в сильноточном импульсном магнетронном разряде.

VI. Обоснование технологического применения сильноточного импульсного магнетронного разряда, подтвержденное с помощью повышения емкости катодной фольги электролитических конденсаторов.

Апробация работы. Результаты исследований, изложенные в диссертации, доложены на следующих конференциях:

- Twelfth International Conference on Plasma Surface Engineering, 2010, Germany (PSE 2010);
- XIX международной конференции «Взаимодействие ионов с поверхностью» (ISI 2009);
- XVI научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника» 2008, 2009;

а также опубликованы в 9 печатных работах по теме диссертации, список которых приведен в конце автореферата.

Личный вклад соискателя: Все представленные в диссертации результаты получены автором или при его непосредственном участии.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы. Общий объем составляет 105 страниц, 62 рисунков. Список литературы включает 103 наименования.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** показывается актуальность выбранной темы исследований, формулируются цели и содержание поставленной задачи, научная новизна и выносимые на защиту положения.

Первая глава содержит обзор исследований сильноточного импульсного магнетронного разряда (СИМР) [1; 4]. Кратко изложены основные результаты работ с разрядами с энергией в одном импульсе более 100 Дж, в которых рассмотрены условия пробоя разрядного промежутка. Описано получение квазистационарной сильноточной формы разряда и рассмотрены условия ее устойчивости при длительностях более 1 мс. Описана классификация сильноточных форм разряда по виду вольтамперных характеристик (ВАХ) и причины формирования тех или иных видов ВАХ в СИМР.

В зарубежной литературе существует устоявшееся название разрядов подобного типа – HIPIMS [5; 6], причем энергия в одном импульсе этих разрядов, как правило, не превышает 80 Дж. В этих разрядах, исследовано влияние процессов на катоде на устойчивость разряда, его вольтамперную характеристику, компонентный состав и параметры плазмы, определены электронная температура, концентрация, состав и энергетическое распределения ионов в плазме. Проведено моделирование токов в плазме разряда.

Проводится обзор работ, посвященных возможности переноса результатов лабораторных экспериментов на установки промышленного масштаба, в том числе влияние геометрических параметров катодного узла на вольтамперные характеристики разряда и параметры плазмы. Применение сильноточного импульсного магнетронного разряда позволяет повысить адгезию наносимых покрытий, он успешно используется для создания покрытий, имеющих оптические и механические свойства, ранее недостижимые при использовании других магнетронных методов нанесения покрытий. Проводится обсуждение отличий СИМР от HIPIMS, в котором показаны отличия этих двух разрядов и их общие черты.

К наиболее важным результатам по теме диссертации, полученными до начала работ над ней, можно отнести следующие:

- 1) описание условий пробоя разрядного промежутка при зажигании СИМР;
- 2) теоретическое и экспериментальное доказательство необходимости наличия предварительной плазмы в разрядном промежутке для получения устойчивой квазистационарной фазы СИМР с длительностью от 0,3 до 5 мс;

- 3) экспериментальное исследование компонентного состава плазмы, эволюции во времени плазменного потенциала, концентрации и электронной температуры плазмы разряда HIPIMS;
- 4) доказательство возможности масштабирования разрядных устройств и переноса результатов лабораторных исследований на установки промышленных размеров без дополнительных работ.

Вторая глава содержит описание экспериментального стенда, диагностического оборудования и систем питания разряда.

Исследование СИМР проводились на стенде «Пинч» (рис.1). Объем его вакуумной камеры 60 литров. Для создания предварительного вакуума используется форвакуумный насос ВН-2, для получения вакуума 10^{-2} Па - турбомолекулярный насос ТМН-500. Контроль давления в вакуумной камере осуществляется датчиками Pfeiffer и ПМИ. Подача рабочего газа в камеру осуществляется через натекатели-расходомеры РРГ-10.

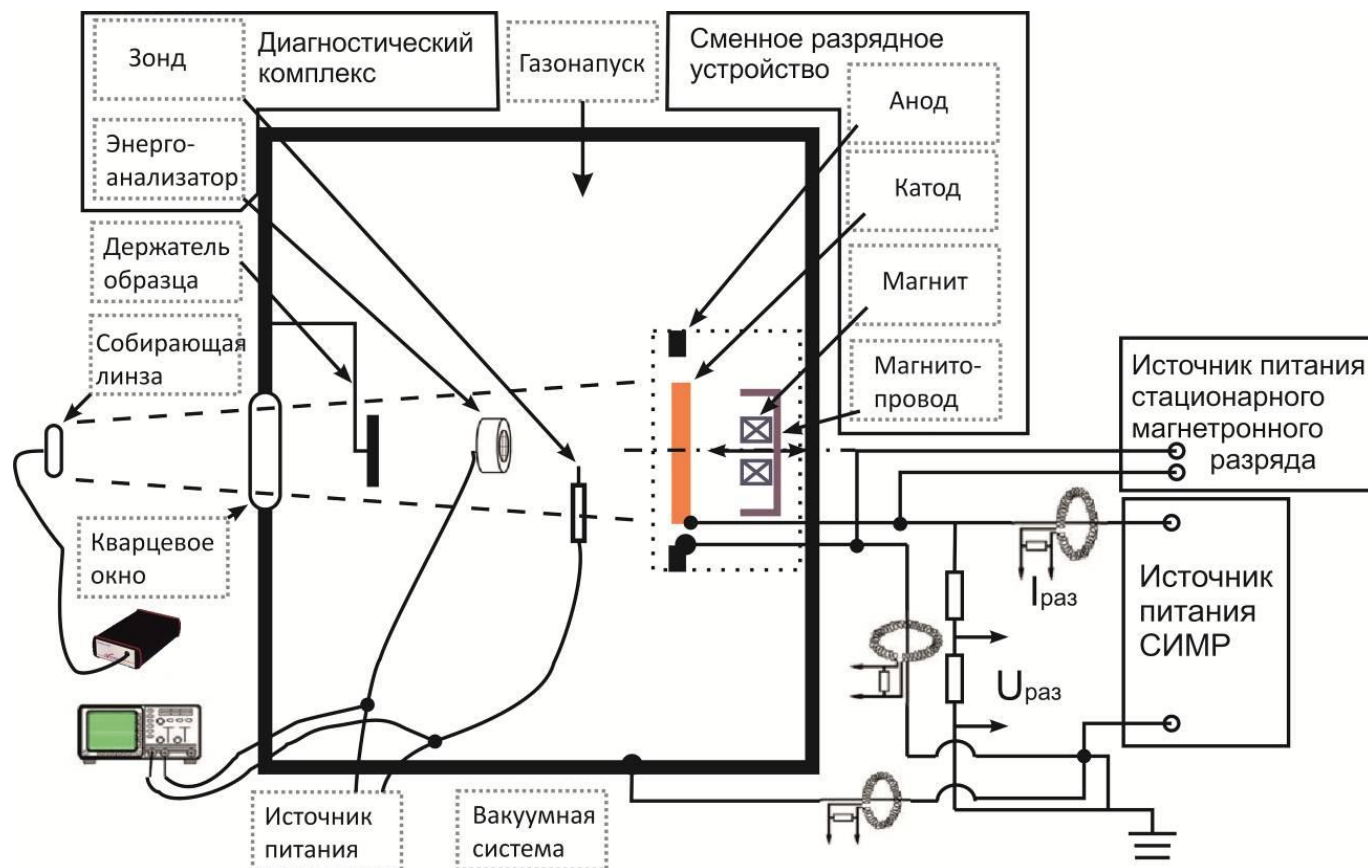


Рис.1. Экспериментальный стенд «Пинч», блок схема

Конструкция специально разработанного разрядного устройства обеспечивает работу при режимах с высокой тепловой нагрузкой на катод. Диаметр катода составляет 90мм, магнитная конфигурация позволяет формировать разряд площадью до 55см².

Для питания разряда используется два источника. Первый, симметризованный для питания стационарного магнетронного разряда (1А, 2000В), обеспечивает формирование предварительной плазмы. Второй – длинная линия (19LC секций с блоком зарядки) позволяет подавать прямоугольные импульсы питания (до 3000В и 1000А, 1 Гц). Генератор задержки импульсов ГЗИ-6 позволяет синхронизировать во времени и/или задать временные задержки срабатывания устройств при проведении измерений параметров плазмы.

Для исследования параметров плазмы использовались зондовая и оптическая диагностики, а также электростатический энергоанализатор.

Комплекс зондовой диагностики включается в себя одиночные зонды Ленгмюра и двойные зонды для измерения параметров плазмы. Питание зондов осуществляется от блока, позволяющего получить ВАХ зонда за 50мкс, за это время блок формирует импульс напряжения, линейно возрастающий от -150 до 150 В. Конструкция зондов обеспечивает их длительную эксплуатацию без чистки поверхности при проведении экспериментов в условиях высокоскоростного напыления проводящих покрытий.

Энергетические спектры ионов, приходящих на заземленную подложку, расположенную в 5 см от поверхности катода, измерялись четырехсеточным электростатическим энергоанализатором. Его входная сетка находилась под потенциалом заземленной подложки, размер ячейки входной сетки был меньше удвоенного радиуса Дебая в области измерения.

Для оптических исследований использовался оптоволоконный спектрометр с компьютерным управлением AVANTES Avaspec 2048x14, позволяющий проводить измерение интенсивности и ширины спектральных линий в диапазоне длин волн от 300 нм до с 1000 нм разрешением 0,8 нм. Излучение плазмы СИМР выводится из вакуумной камеры через кварцевое окно, расположенное напротив магнетронного

узла на его оси симметрии, что позволяет собирать излучение со всего разряда. Расшифровка спектров производилась с использованием таблиц базы NIST.

Третья глава содержит описание физико-математических моделей, применяемых для расчета поля температур в катоде и оценки скоростей нанесения с учетом различных процессов на катоде.

Оценка скорости нанесения титанового покрытия из кольцевой области, в которой происходит только распыление катода без его разогрева, при режиме разряда 10А/см^2 и энергии ионов 1000 эВ, дает скорости нанесения всего 0,8 мкм/мин. Учет распыления и ионно-индуцированной эрозии, рассмотренный в работах [7; 8], также не обеспечивает достаточных потоков материала, экспериментально наблюдаемых в СИМР. Если предположить, что при такой плотности падающей на катод мощности происходит его нагрев до температур, при которых начинаются процессы сублимации (испарения), то скорости нанесения могут увеличиться до 10 мкм/мин.

Для определения температуры катода (и, соответственно, скорости испарения с его поверхности) при горении разряда была построена модель, описывающая распределение температуры в катоде в зависимости от мощности разряда и интенсивности охлаждения.

Модель учитывает что, мощность из разряда приносится на поверхность катода ионами из плазмы в виде $q_{surf} = \frac{j^+}{e} [-eU_{sh} \cdot (1 - R_{iE}) + eU_i]$, где U_{sh} - падение напряжения на катодном слое, R_{iE} - коэффициент отражения ионов, U_i - потенциал ионизации иона. Сделано допущение, что влияние предслож, температуры ионов на энергию приходящего иона на катод мало по сравнению энергией набираемой в катодном слое и с точностью определения тока и напряжения разряда. Таким образом, эти параметры могут не учитываться.

Охлаждение осуществляется за счет:

- теплопроводности материала катода $D(\nabla T)$, где D – коэффициент теплопроводности,

- излучения $q_T = 5,67 \cdot 10^{-8} \varepsilon_T (T_T^4 - T_0^4)$, где ε_T - коэффициент теплового излучения, T_T температура излучателя, T_0 температура окружающей среды,

- испарения $q_{isp} = J_{isp} \cdot E_{cyb} \frac{M_a}{N_a}$, где J – поток испаренного материала E_{cyb} – энергия сублимации M_a - атомная масса материала мишени,

- распыления (в области распыления) $q_Y = \Sigma (j^+/e) \int E [Y_i (dN_Y/dE, T)] dE$. Здесь суммирование производится по всем компонентам падающих из плазмы ионов, способных вызывать распыление с соответствующим коэффициентом Y_i , dN_Y/dE - энергетические распределения распыленных частиц,

- теплопроводность газа.

Уравнение теплового баланса для поверхности катода обращенного к плазме и нагреваемого потоком частиц с плотностью q_{surf} , можно представить в следующем виде:

$$q_{surf} = D(\nabla T) + q_e + q_Y + q_{isp} + q_T.$$

Уравнение теплового баланса части поверхности катода находящей вне ионного потока имеет вид:

$$D(\nabla T) = q_e + q_Y + q_{isp} + q_T$$

Расчет поля температур по построенной модели осуществлялся в программном пакете COMSOL. Этот пакет позволяет производить расчет температурного поля внутри всего катодного узла. Был проведен расчет значения температуры в катоде, для двух геометрий (см.рис.2).

Для расчета выбрано две конфигурации: первая (рис. 2а) для верификации численного расчета с экспериментом, вторая (рис. 2б) для расчета «типичной» конструкции. Для экспериментальной верификации модели рассматривается область на поверхности катода, находящая «под» зоной максимальной эрозии (рис 2а), в этой области в эксперименте приваривается термопара. Выбранная область имеет наибольшие колебания температуры, поскольку находится ближе всего к зоне максимальной эрозии, куда приходится наиболее интенсивный тепловой поток [9].

В расчетах используется зависимость мощности разряда от времени, приближенная к получаемым экспериментально (рис.3).

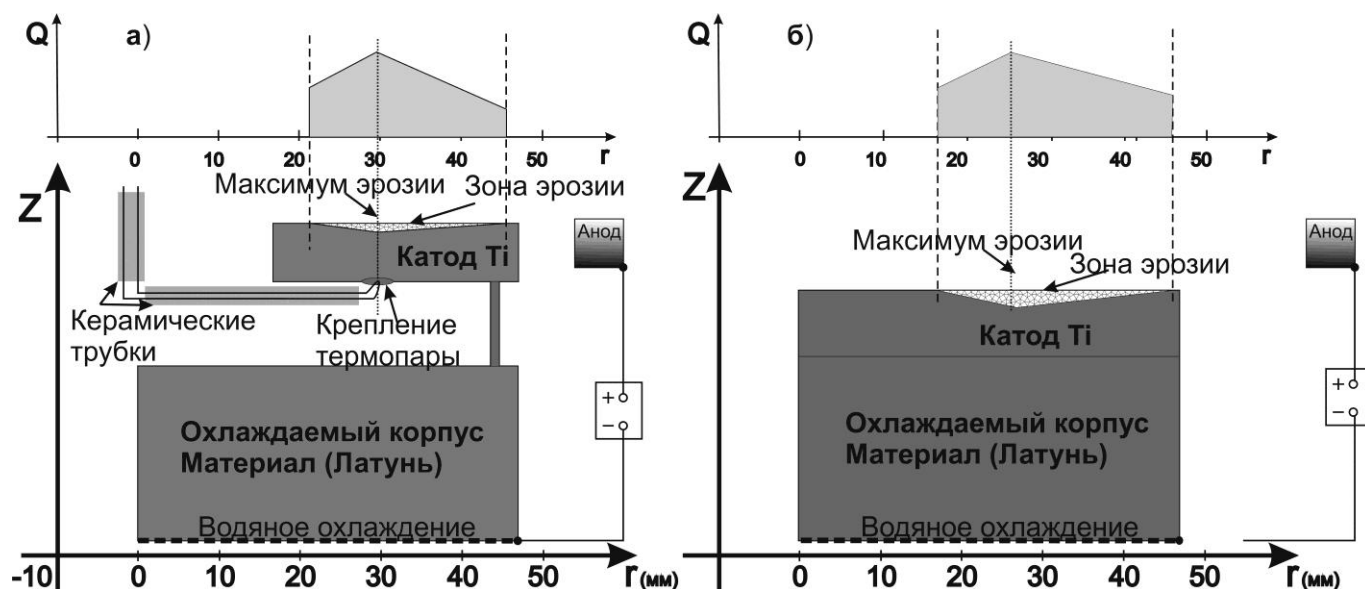


Рис.2. Схема эксперимента и расчетной модели по определению температуры катода, а) – для режима с энергией в импульсе 300 Дж, б) для режима с энергией в импульсе более 800 Дж, где $Q(r)$ – распределение по радиусу приходящего из плазмы теплового потока

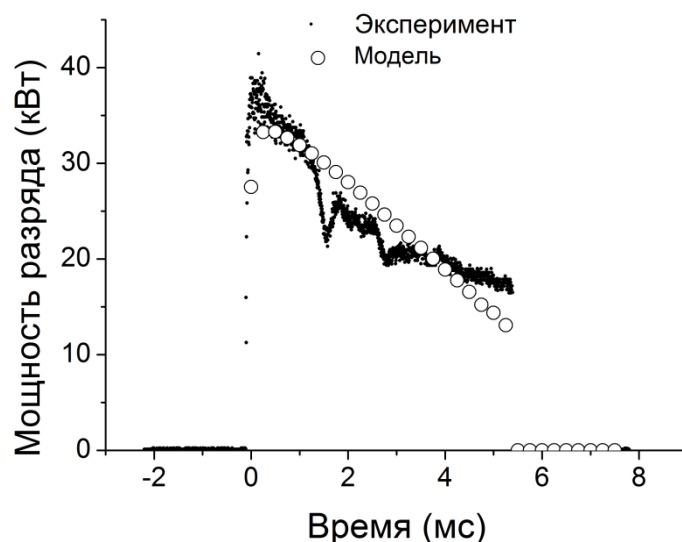


Рис. 3. Зависимость мощности разряда от времени.

Результаты экспериментальной верификации построенной тепловой модели для трех режимов представлены на рис. 4. На рис. 4а показана зависимость температуры от времени для стационарного магнетронного разряда, на рис.4б для режима работы со стационарным магнетронным разрядом и дополнительной подачей с частотой 0.1 Гц импульсов СИМР с энергией 300 Дж. Равновесная температура совпадает в обоих случаях. Отличие во времени выхода системы на равновесную температуру объясняется тем, что в модели не учтены теплоемкость и теплопроводность контакта поверхности термопары и катода. На рис. 4в представлен расчет для однократного импульса с энергией 2800 Дж. Можно видеть, что температура поверхно-

сти титановой накладки может достигать значений свыше 1700°C , в случае медного катода за счет его высокой теплопроводности, такие температуры не достигаются. На рисунке 4в также отмечен временной интервал, характерный для разряда HIPIMS. Можно видеть, что за такие времена не происходит разогрева поверхности катода до значительных температур, даже при сравнимой плотности тока на катод. За время разряда HIPIMS, температура поверхности значительно меньше, достигаемой в квазистационарной фазе в СИМР. При такой температуре не происходит испарения или сублимации, это в значительной степени уменьшает скорость нанесения металлических покрытий по сравнению с СИМР.

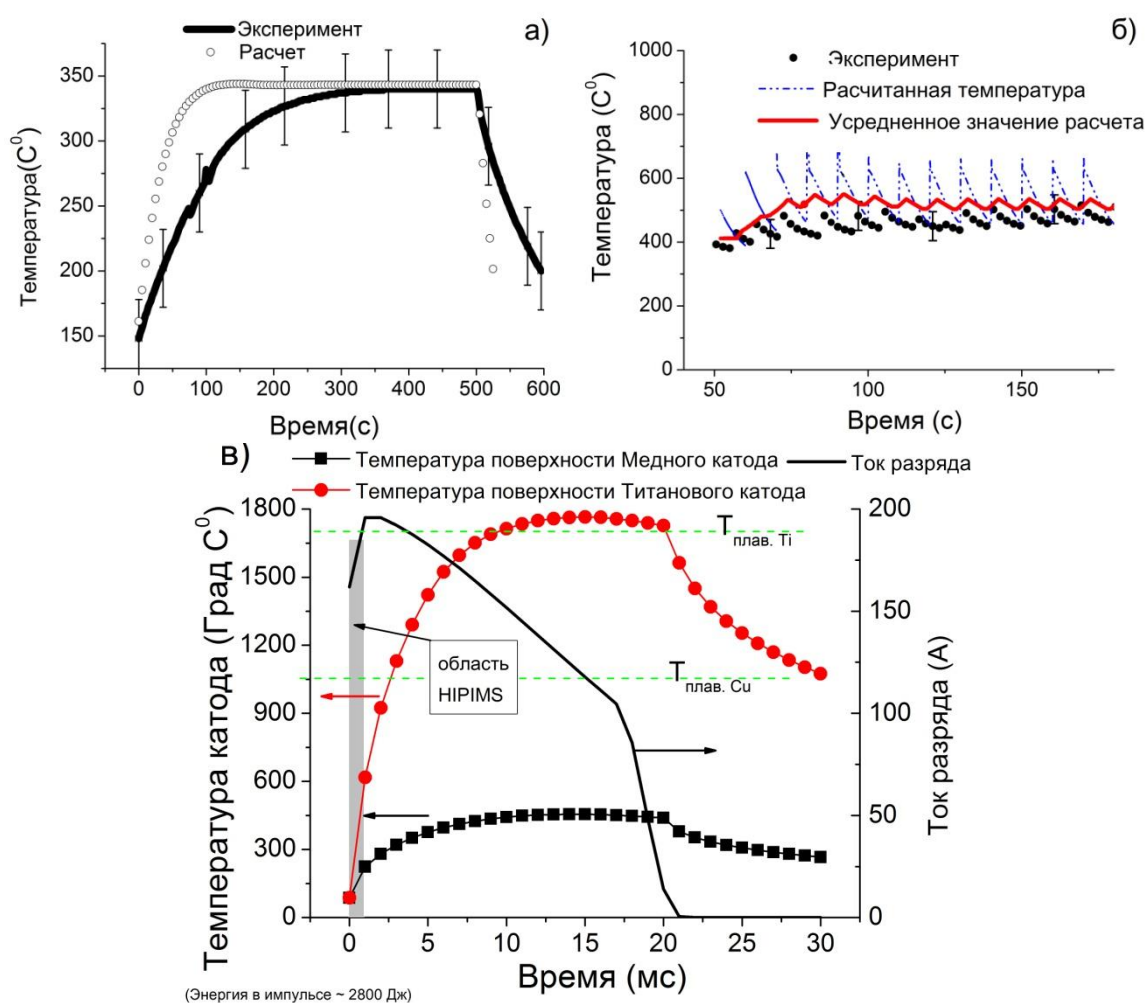


Рис.4. Сравнение результатов измерений и расчета температуры катода: а) обратной стороны катода при стационарном магнетронном разряде, б) обратной стороны катода при стационарном магнетронном разряде и импульсах с энергией 300Дж с частой 0.1 Гц., в) обращенной к плазме поверхности катода в момент импульса большой мощности

Таким образом, достижение в однократном импульсе температур поверхности катода, при которых начинается процессы сублимации и последующего испарения

из жидкой фазы, обеспечивают высокие скорости нанесения металлических покрытий даже при частоте следования импульсов менее 1Гц.

Четвертая глава посвящена экспериментальному исследованию импульсного магнетронного разряда.

Определение компонентного состава плазмы методом оптической эмиссионной спектроскопии проведено с помощью спектрометра Avantes. Результаты представлены на (рис.5). Установлены следующие отличия сильноточного импульсного разряда от стационарно магнетронного. В спектре плазме СИМР не наблюдается линий, соответствующих линиям излучения нейтральных атомов материала катода – титана.

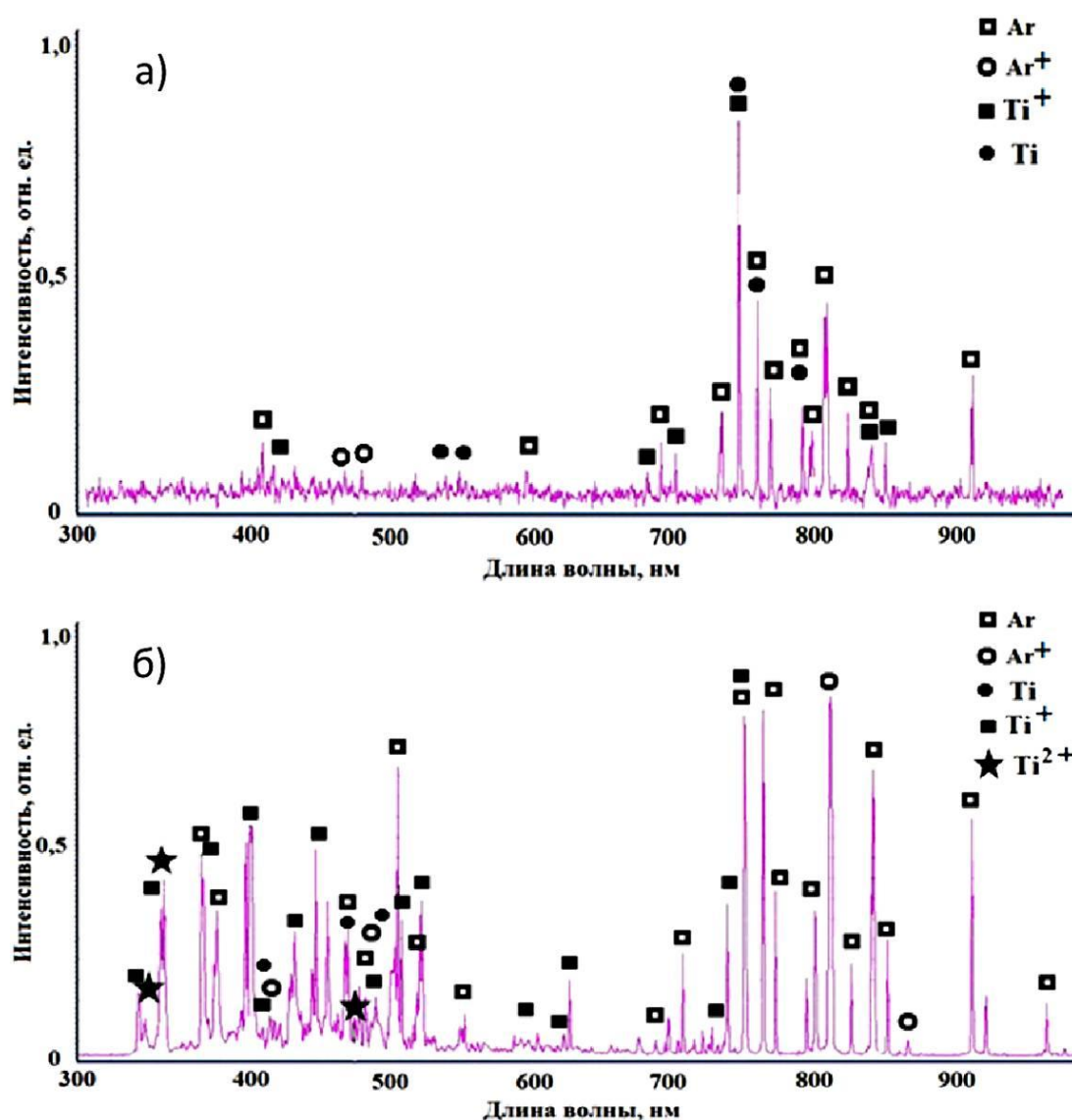


Рис.5. Обзорные спектры двух разрядов рабочий газ Ar, $p=0,8$ Па, катод Ti: а) стационарно-го магнетронного разряда $j \sim 10$ мА/см², 320В, б) СИМР – энергия в однократном импульсе 2800Дж.

Даже в режимах, при которых поток материала катода в плазму велик за счет испарения, весь материал катода остается ионизированным.

Высокая доля ионизованного материала катода и наличие ионов рабочего газа позволяют утверждать, что эффективное формирование покрытий в условиях работы в реактивной среде обеспечивается, в том числе, за счет интенсивного ионного потока, при этом на подложку падают как ионы рабочего газа, так и ионы распыляемого металла.

Для определения наличия в исследуемом разряде ионов высоких энергий были проведены измерения энергетического спектра ионов, приходящих на заземленную подложку (рис.6).

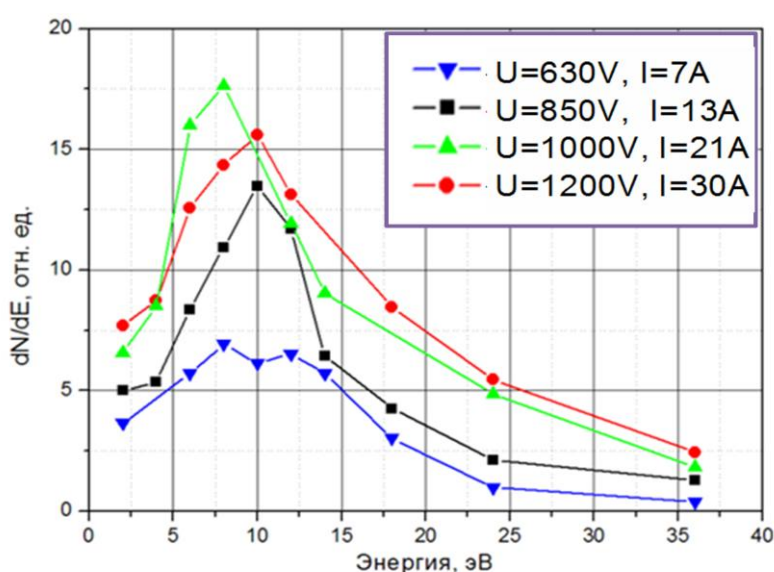


Рис.6. Результаты измерений энергетических спектров ионов в зависимости от вкладываемой в разряд энергии

Полученные спектры (рис.6) показывают наличие в плазме ионов с энергией более 20эВ. Положение максимума распределения не зависит от мощности, вкладываемой в разряд, но доля высокоэнергетичных ионов с ее ростом увеличивается.

При работе СИМР в частотном режиме (частота следования импульсов более 1 Гц), необходимо знать, минимальный допустимый интервал времени между ними. Поскольку, приложение импульса высокого напряжения к разрядному промежутку, заполненному плазмой предыдущего СИМР, с высокой вероятностью приведет к контракции разряда и его перехода в дугу. Таким образом, время жизни

плазмы после завершения импульса СИМР, определяет предельную частоту следования импульсов заданной длительности.

При значительной вкладываемой в разряд мощности и резком выключении напряжения питания была получена аномальная зависимость времени жизни плазменного образования от мощности однократного импульса – уменьшение времени жизни с ростом мощности (рис.8).

В этих экспериментах зонд под смещением -36 вольт находился в области с максимальной концентрацией плазмы. Измерялась скорость спада тока на зонд от вкладываемой в разряд мощности. Время жизни плазмы в разрядном промежутке определялось, как показано рис. 7а, там же приведены осциллограммы тока и напряжения. Полученные экспериментальные данные представлены на рис. 7б.

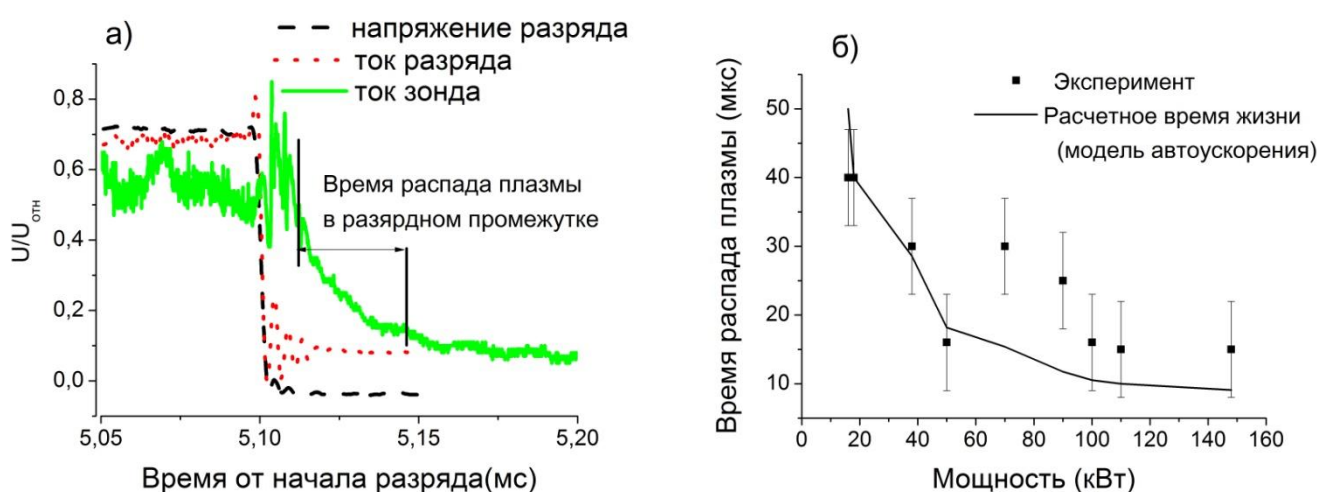


Рис.7. Зависимость времени жизни плазменного образования от вкладываемой в разряд мощности: а) к определению времени жизни плазменного образования, б) время жизни плазмы в разрядном промежутке (аргон 10^{-1} Па) - эксперимент и теоретические расчеты

Расчеты классических процессов потерь частиц (диффузия, рекомбинация) в магнетронной ловушке не дают удовлетворительного объяснения такой зависимости. Для объяснения наблюдаемого в данной конструкции магнетрона эффекта была предложена модель электродинамического автоускорения плазмы, заключающаяся в следующем. В течение импульса напряжения на разрядный ток действует сила Ампера F , обусловленная собственным магнитным полем электрического контура J . При этом необходимым условием существования такой силы является формирова-

ние характерного профиля тока в виде половины кольца. Такое условие выполняется, если ток разряда замыкается на близко расположенные части анода, а не на всю поверхность рабочей камеры. Схема процесса представлена на рис. 8.

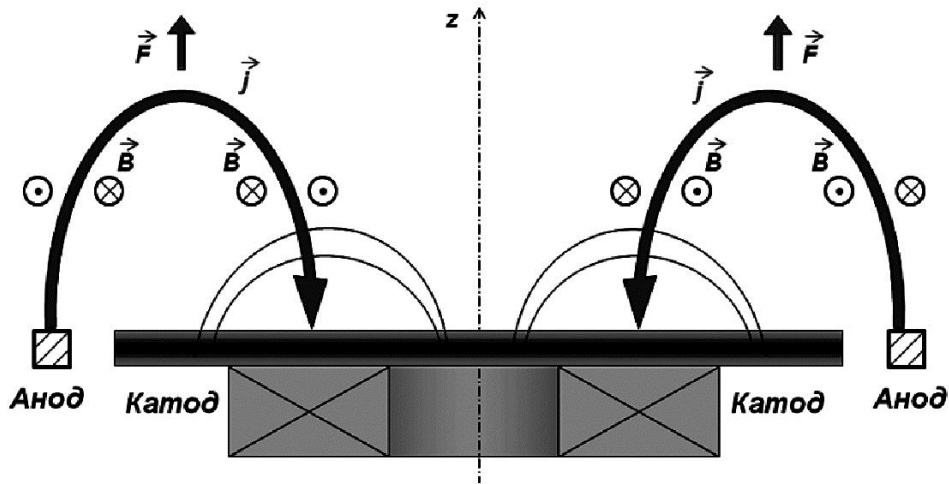


Рис.8. Схема качественной модели автоускорения плазмы в СИМР

В МГД представлении процесс автоускорения может быть записан следующим образом: $\rho \frac{d\mathbf{v}}{dt} = \frac{1}{c} [\mathbf{j}, \mathbf{H}]$, где ρ – концентрация частиц в токовом канале, $\mathbf{v}$ – скорость движения токового канала, $\mathbf{j}$ – плотность тока, создающего магнитное поле $\mathbf{H}$. Собственное поле тока выражается в виде, $H_\phi = 2J/cR = 0.2J/R$ (J – полный ток разряда [А], R – расстояние до центра [см], H =[Гс]).

Левую часть можно преобразовать следующим образом $\rho \frac{d\mathbf{v}}{dt} = \rho \frac{d^2\mathbf{r}}{dt^2} \Rightarrow \rho \frac{L}{\tau^2}$, где L – расстояние, на котором действует ускоряющая сила до того, как сформируется новый токовый канал, τ – время действия силы. Правую часть можно переписать следующим образом $\frac{1}{c} [\mathbf{j}, \mathbf{H}] = \frac{1}{cS} J \cdot H_\phi = \frac{2}{SR} \left(\frac{J}{c} \right)^2$, где S – площадь, охватываемая разрядным током. Получим: $\rho \frac{L}{\tau^2} = \frac{2}{SR} \left(\frac{J}{c} \right)^2$. Тогда, $\tau = \frac{c}{J} \sqrt{\frac{\rho LRS}{2}}$. Для оценки примем следующие параметры, характерные для СИМР: $\rho \sim 10^{-9}$ г/см³ (при концентрации 10^{13} см⁻³) $L \sim 1$ см, $R \sim 1$ см, $S \sim 10$ см². Тогда $\tau_s = 10^{-3}/J$, где τ измеряется в секундах, а J в амперах, результаты расчета для экспериментальных измерений представлены на рисунке 7б.

Согласно предложенной модели механизм автоускорения после установления характерного токового канала действует непрерывно в процессе горения разряда. Именно этот механизм может быть ответственен за наличие высокоэнергетичного «хвоста» в спектре приходящих на катод ионов.

В момент резкого обрыва тока разряда, как показано на рисунке 8, плазма, находившаяся под действием ускоряющей силы, разлетается из разрядного промежутка. С увеличением тока разряда, увеличится ускоряющая сила F , и скорость плазменного сгустка будут возрастать, что приведет к уменьшению времени жизни плазменного образования в разрядном промежутке после обрыва тока.

Пятая глава посвящена перспективам технологического применения сильно-точного импульсного магнетронного разряда для нанесения покрытий.

Излагаются результаты использования СИМР для получения катодной фольги электролитических конденсаторов повышенной емкости. На промышленную фольгу, состоящую из алюминиевой основы толщиной 20 мкм с нанесенным пористым слоем 0,4 мкм титана, был нанесен дополнительно тонкий слой нитрида титана толщиной 0,2 мкм. В результате увеличился срок службы катодной фольги, а также более чем на 80% по сравнению с промышленными образцами, возросла удельная емкость. Работы проводились при активном сотрудничестве с ОКБ Титан [10].

Для исследования качества и свойств получаемых покрытий использовались рентгеноструктурный анализ на базе установки Дрон-3 для определения кристаллической фазы соединения, растровый электронный микроскоп (РЭМ) и атомно-силовой микроскоп (АСМ) - для получения фотографий поверхности образцов.

В этой главе также рассмотрены направления дальнейшего развития теоретической модели разрядного промежутка. Построение полной модели распределения токов в разряде позволит более точно определить процессы, обеспечивающие аномальную скорость распада плазменного образования, и причины появления высокоэнергетичных ионов.

Обсуждаются возможности работы СИМР без рабочего газа. Зажигание СИМР для нанесения металлических покрытий без рабочего газа, может быть получено следующим образом. Первоначально, пока катод остается холодным, предва-

рительную ионизацию разрядного промежутка обеспечивает стационарный магнетронный разряд в аргоне. После установления частотного режима СИМР произойдет расплавление катода и начнется процесс его испарения. Поступление металла в разрядный промежуток позволит отключить подачу газа в камеру, и горение стационарного разряда и СИМР продолжится на парах металла.

Метод зажигания СИМР на давлениях ниже 10^{-2} Па может быть реализован с использованием импульсного дугового разряда для создания предварительной плазмы в разрядном промежутке. В этом случае импульсный дуговой разряд вызовет формирование плазмы в разрядном промежутке. После чего при приложении к разрядному промежутку импульса высокого напряжения, пока он заполнен плазмой от дуги, позволит зажечь СИМР. Использование импульсного дугового источника, для зажигания HIPIMS на низких давлениях описано в работе [11].

Система нанесения металлических покрытий при давлениях ниже 10^{-2} Па может оказаться полезной в случае создания источника ионов металла высоких энергий.

В **заключении** формулируются основные выводы работы.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Проведен анализ состояния исследований в области импульсных плазменных магнетронных технологий и проблемы изучения фундаментальных физических процессов в мощных импульсных формах разряда в магнитном поле.
2. Создана новая экспериментальная установка, включающая импульсный магнетрон, оптическую систему управления, систему измерения давления и расхода газа.
3. Впервые проведены комплексные зондовые и спектроскопические исследования плазмы сильноточного импульсного магнетронного разряда с энергией в одном импульсе более 100 Дж.
4. Построена качественная модель, объясняющая сверхвысокие скорости нанесения металлических покрытий в квазистационарной фазе СИМР.
5. Проведено определение компонентного состава плазмы методом эмиссионной спектроскопии. Показано, что в плазме разряда присутствуют в основном

ионизованный материал распыляемого катода, что позволяет управлять энергией и плотностью потока частиц приходящих на обрабатываемый образец.

6. Обнаружена аномальная спадающая зависимость времени жизни плазменного образования от вкладываемой в разряд мощности.
7. Измерено энергетическое распределение ионов плазмы СИМР и показано, что ширина спектра достигает десятков эВ при средней энергии ионов ~ 15 эВ.
8. Предложена качественная модель, описывающая электродинамическое автоускорение плазмы в разряде, позволившая объяснить спадающую зависимость времени жизни плазменного образования от вкладываемой в разряд мощности.
9. Рассмотрены перспективы дальнейших исследований сильноточного импульсного магнетронного разряда, создания принципиально новых распылительных установок и предложения по внедрению сильноточной импульсной магнетронной технологии в промышленность

Список публикаций по теме диссертации:

Публикации в журналах из списка ВАК:

1. И.А. Щелканов, Г.В.Ходаченко, Г.В.Крашевская, И.Е.Орлов, Соколов А.Ю., М.В.Атаманов, А.А. Юрченко, К.А.Купцов // Ионно-плазменная генерация тонкого TiN-покрытия фольги электролитических конденсаторов. Известия РАН. Серия Физическая, 2010, том 74, №2, с.327-333

2. И.А. Щелканов, Г.В. Ходаченко // Нанесение защитных покрытий высокой твердости в сильноточном импульсном магнетронном разряде.// Научно-практический межотраслевой журнал Интеграл, 2010, том 53, №3, с.27

3. Степанова Т.В., Щелканов И.А., и др. / Исследование возможности создания композитных металл/полимерных материалов нового типа на импульсной плазменной установке / Вакуумная техника и технологии, принята в печать.

Патент:

4. Способ получения анодной фольги [Текст]: пат. № RU2391442 Рос. Федерация МПК51 С 23 С 14/28, С 23 С14/58, Н 01 G9/045 / Мисожников Л.В., Юркевич И.Н., Кошелевский В.Ф., Гевал Ю.Н., Ходаченко Г.В., Атаманов М.В., Крашев-

ская Г.В., Писарев А.А., Шукшина Т.В., Щелканов И.А., Мозгрин Д.В., Шарипов Э.И., заявитель и патентообладатель Мисожников Л.В., 2008143568/02; заявл. 06.11.2008; опуб. 10.06.2010.

Статьи в других рецензируемых журналах

5. I. A. Shchelkanov, D. S. Naumov, G. V. Krashevskaya, M. M. Tsventoukh, D. E. Vovchenko, G. V. Khodachenko and V. A. Kurnaev //The distributions of plasma parameters in the "Magnetor" device with hot cathode discharge// 2010 J. Phys.: Conf. Ser. 207 012036 (6pp) doi: 10.1088/1742-6596/207/1/012036

Материалы международных и национальных конференций:

6. Крашевская Г.В. Шукшина Т.В. Ходаченко Г.В. Щелканов И.А. // Напыление тонких пленок титана и нитрида титана в импульсном магнетронном разряде // XV научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов «Вакуумная Наука и Техника». сб.науч.трудов Сочи 2008, стр 107 – 109.

7. G.V. Krashevskaya, M.V. Atamanov, G.V.Khodachenko, I.A.Shchelkanov, A.A.Pisarev, A.Yu. Sokolov // Electrolytic capacitors cathode foil finishing by using ions and plasmas// Труды XIX международной конференции «Взаимодействие ионов с поверхностью». Москва 2009. Том 2. стр. 241-243

8. Г.В. Крашевская, А.Ю. Соколов, Г.В. Ходаченко, И.А. Щелканов, Шукшина Т.В. «Распад плазмы импульсного магнетронного разряда большой мощности»././ Тезисы докладов 3-й Всероссийской молодежной школы-семинара с международным участием «Инновационные аспекты фундаментальных исследований по актуальным проблемам физики»: М., 2009.

9. I. Shchelkanov, G.Khodachenko, G. Krashevskaja, A. Sokolov // Experimental investigation of physical processes in the high power pulsed magnetron discharge. // PSE 2010 abstracts, p. 218.

Список цитируемой литературы:

1. Fetisov I.K., Quasi-stationary high current forms of low pressure discharge in magnetic field [Тезисы докладов] // I.C.P.I.G.-XX Piza, /. 1991. Vol. 2. с. 476-478.

2. Фетисов И.К., Ходаченко Г.В., Мозгрин Д.В., Исследование возможности создания технологического реактора на основе разрядов в магнитных полях сложной конфигурации для ускоренного травления слоев. Отчет по теме N89-3-021-396 - М, 1990,99стр.
3. Mozgrin D.V. Fetisov D.V. Khodachenko G.V., High-current low-pressure quasi-stationary discharge in a magnetic field: experimental research // Plasma Phys. Rep. 1995. T. 21. №5. с. 400-409.
4. Fetisov I.K., Filippov A.A., Khodachenko G.V., Mozgrin D.V., Pisarev A.A., Impulse irradiation plasma technology for film deposition // Vacuum. 1999. T. 53. №. с. 133 - 136.
5. Kouznetsov V.A. Macak K. Schneider J.M. Helmersson U. Petrov I. //Surface & Coatings Technology. 1999. T. 122. № 2-3. с. 290-293.
6. Brenning N. [и др.] A bulk plasma model for dc and HiPIMS magnetrons // Plasma Sources Science and Technology. 2008. T. 17. №4. с. 045009.
7. Doerner R. P., Krashenninnikov S. I., Schmid D., Particle-induced erosion of materials at elevated temperature // Journal of Applied Physics. 2004. T. 95. №8. с. 4471.
8. Lee H. T., Krieger K., Modeling tungsten and carbon sputtering by carbon at elevated temperatures // Physica Scripta. 2009. T. T138. №. с. 014045.
9. Бурмакинский И.Ю., Рогов А.В., Расчет профиля выработки катода для магнетронных систем ионного распыления // Журнал Технической Физики. 2003. Т. 73. №10. с. 46-50.
10. Ходаченко Г. В. [и др.] Ионно-плазменная генерация тонкого TiN покрытия фольги электролитических конденсаторов. // ИЗВЕСТИЯ РАН. СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ. 2010. Т. 74. №2. с. 277–283.
11. Andersson J., Anders A., Gasless sputtering: Opportunities for ultraclean metallization, coatings in space, and propulsion // Applied Physics Letters. 2008. T. 92. №22. с. 221503.