

**Государственное научное учреждение  
«ИНСТИТУТ ФИЗИКИ ИМЕНИ Б.И. СТЕПАНОВА  
НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК БЕЛАРУСИ»**

УДК 533.924; 533.9.08

**САРИ Амир Хоссейн Мохаммад Али**

**МОДИФИКАЦИЯ И ЛЕГИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ  
КРЕМНИЯ И СТАЛИ КОМПРЕССИОННЫМИ  
ПЛАЗМЕННЫМИ ПОТОКАМИ И ИОННЫМИ ПУЧКАМИ**

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук  
по специальности 01.04.08 – физика плазмы

**Минск, 2014**

Работа выполнена в Государственном научном учреждении «Институт физики имени Б.И. Степанова Национальной академии наук Беларуси»

Научный руководитель: **Асташинский Валентин Миронович**  
доктор физико-математических наук,  
заместитель директора по научной работе,  
Институт тепло- и массообмена имени  
А.В.Лыкова Национальной академии наук  
Беларуси

Официальные оппоненты: **Тарасенко Николай Владимирович**  
доктор физико-математических наук,  
заведующий лабораторией лазерной  
диагностики плазмы,  
Институт физики имени Б.И.Степанова  
Национальной академии наук Беларуси  
**Кулешов Андрей Константинович**  
кандидат физико-математических наук,  
заведующий лабораторией физики ионно-  
плазменной модификации твердых тел,  
Белорусский государственный университет

Оппонирующая организация: Физико-технический институт  
Национальной академии наук Беларуси

Защита состоится 23 декабря 2014 г. в 14<sup>30</sup> на заседании совета по защите диссертаций Д 01.05.01 при Институте физики НАН Беларуси по адресу: 220072, Республика Беларусь, г. Минск, пр. Независимости 68, к. 218. e-mail: [ronyavina@imaph.bas-net.by](mailto:ronyavina@imaph.bas-net.by), телефон учёного секретаря: 284-04-50.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института физики НАН Беларуси.

Автореферат разослан 21 ноября 2014 г.

Ученый секретарь  
совета по защите диссертации  
доктор физико-математических наук

А.Н. Понявина

## **ВВЕДЕНИЕ**

Одним из перспективных направлений использования источников ионных пучков и плазменных потоков является обработка материалов для различных отраслей промышленности, например, в микроэлектронике, аэрокосмической технике, ядерных установках, при изготовлении медицинских приборов и имплантатов и т.д. При обычной ионной имплантации непрерывный пучок ионов получается из плазменного источника и ускоряется до заданной энергии. При этой методике время облучения, плотность ионного тока и энергии можно точно регулировать и, следовательно, можно точно контролировать концентрацию и глубину проникновения ионов в материал. Взаимодействие ионов с поверхностью материалов вызывает в ней микроструктурные и фазовые изменения, а также приводит к механической и электрохимической модификации поверхностных слоев. Новые возможности для модификации поверхностных свойств материалов открывает применение высокоэнергетических плазменных потоков, обеспечивающее существенное улучшение эксплуатационных свойств поверхности, которые невозможно получить традиционными термохимическими методами.

В диссертационной работе представлены результаты экспериментальных и теоретических исследований воздействия ионных пучков и компрессионных плазменных потоков (КПП) на широко используемые материалы: подложки (кремниевые пластины и стали) и системы "покрытие-подложка" (покрытия: Cr, Ta, Zr, Ta-Ti; подложки: Si, углеродистая сталь, аустенитная сталь). Особое внимание уделено установлению зависимостей структурных и фазовых изменений в модифицированном слое от параметров ионно-плазменного воздействия для создания научных основ новых плазменных методов, которые значительно улучшают эксплуатационные характеристики материалов.

## **ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ**

### **Связь с научно-исследовательскими программами (проектами) и темами**

Диссертационная работа выполнялась в соответствии с заданиями, входящими в состав следующих программ и проектов:

1. Подпрограмма «Фундаментальные физические взаимодействия и их проявления в строении материи на субъядерном и макроскопическом уровне: поля, частицы, ядра, топологически нетривиальные объекты, конденсированное состояние вещества и плазма», государственной программы научных исследований «Междисциплинарные научные исследования, новые

зарождающиеся технологии как основа устойчивого инновационного развития (Конвергенция)», задание Конвергенция 2.4.01 «Плазмодинамические системы нового поколения и физические процессы высокоэнергетического воздействия гетерогенных плазменных потоков на материалы, структурно-фазовая эволюция и радиационно-плазменная активация модифицированных объектов, синтез низкоразмерных структур и покрытий» (2011–2013 гг., № гос. регистрации 20115497).

2. Проект БРФФИ № Ф14Р-172 «Физические процессы формирования наноструктурированных покрытий заданного состава для различных материалов при воздействии газовых разрядов и компрессионных потоков в пылевой плазме» (2014–2016 гг.).

### **Цель и задачи исследования**

Целью диссертационной работы являлось установление физических закономерностей воздействия компрессионных плазменных потоков, генерируемых газоразрядным магнитоплазменным компрессором, и воздействия ионных пучков, генерируемых непрерывным плазменным источником Кауфмана, на пластины кремния и углеродистые стали, приводящего к существенным изменениям их поверхностных свойств, в том числе к синтезу наноструктурных образований и покрытий; установление зависимости структурно-фазовых изменений в модифицированном слое от параметров ионно-плазменного воздействия для создания научных основ новых плазменных методов существенного улучшения эксплуатационных характеристик материалов.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие основные задачи:

- Определение зависимости между параметрами ионно-плазменного воздействия и свойствами поверхности (например, оптическими, электрическими, механическими, электрохимическими);
- Исследование влияния ионно-плазменного воздействия на микроструктурный и фазовый композиционный состав различных систем (сталь, Si, Cr/Si, Cr/сталь, Ta/Si, Ta-Ti/Si, Ta/углеродистая сталь, Zr/аустенитная сталь) и анализ поверхностных свойств как по профилям содержания элементов по глубине, так и по микроструктурным снимкам;
- Экспериментальное определение давления плазмы на обрабатываемых образцах с помощью оптического датчика и определение давления плазмы путем численного моделирования.

**Научная новизна** работы заключается в установлении новых закономерностей формирования модифицированного слоя на поверхности углеродистых сталей и кремниевых пластин, управления его структурой и свойствами. Показано, что воздействие одиночным импульсом компрессионного потока на пластины кремния с тонким слоем тантала приводит к плавлению поверхностного слоя кремниевой подложки и частичному проплавлению танталового покрытия, обеспечивая формирование обогащенного силицидами и нитридами тантала наноструктурированного слоя, образованного частицами диаметром 15-75 нм. Воздействие серией из 5 импульсов плазменного воздействия на образцы аустенитной стали X18H10T с тонким покрытием циркония приводит к увеличению твердости модифицированной поверхности в  $\sim 2$  раза и уменьшению коэффициента трения в  $\sim 5$  раз вследствие формирования нитридов и интерметаллидов.

### **Положения, выносимые на защиту**

1. Облучение генерируемым стационарным плазменным источником Кауфмана (рабочий газ – азот) ионным пучком с энергией  $\sim 30$  кэВ и дозой в диапазоне  $10^{16}$ – $10^{18}$  ионов/см<sup>2</sup> образцов из кремния и системы Cr/Si приводит к имплантации тонкого поверхностного слоя ( $\sim 0,1$  мкм) ионами азота с образованием нитридных фаз, вследствие чего происходит увеличение поверхностного удельного сопротивления слоя кремния до  $\sim 180$  Ом/квадрат (с  $\sim 140$  Ом/квадрат для образца без имплантации) и наблюдается существенное увеличение микротвердости системы Cr/Si до  $\sim 1100$  кг/мм<sup>2</sup> ( $800$  кг/мм<sup>2</sup> – до имплантации).

2. Воздействие на пластины кремния ( $10 \times 10 \times 0,28$  мм) с тонким ( $\sim 1$  мкм) слоем тантала одиночного импульса компрессионного плазменного потока при плотности поглощенной энергии  $9$  Дж/см<sup>2</sup> приводит к плавлению поверхностного слоя кремниевой подложки и частичному проплавлению танталового покрытия, что обеспечивает формирование обогащенного силицидами и нитридами тантала наноструктурированного слоя, образованного частицами диаметром 15-75 нм; увеличение числа импульсов плазменного воздействия до трех при прочих равных условиях приводит к дополнительному образованию из этих наночастиц субмикронных кластеров размером  $\sim 200$ – $500$  нм.

3. Воздействие компрессионного плазменного потока на пластины кремния с тонким композиционным покрытием Ta/Ti (толщина слоя тантала  $\sim 1$  мкм, титана –  $1$  мкм) приводит при плотности поглощенной энергии  $3$  Дж/см<sup>2</sup> к формированию в модифицированном слое твердого раствора тантал-титан и нитридных фаз тантала (Ta<sub>3</sub>N и Ta<sub>2</sub>N); увеличение плотности

поглощенной энергии до  $9 \text{ Дж/см}^2$  приводит к исчезновению нитридных и оксидных фаз и образованию силицида титана  $\text{Ti}_5\text{Si}_3$ .

4. Воздействие компрессионного плазменного потока на образцы широко используемой в промышленности аустенитной стали X18H10T с тонким (2,5 мкм) покрытием циркония серией из 5 импульсов при плотности поглощенной энергии в импульсе  $9 \text{ Дж/см}^2$  приводит к увеличению микротвердости модифицированной поверхности в  $\sim 2$  раза и уменьшению коэффициента трения в  $\sim 5$  раз вследствие формирования упрочняющих нитридов ( $\text{ZrN}$ ,  $\text{Cr}_2\text{N}$ ) и интерметаллидов ( $\text{Fe}_{23}\text{Zr}_6$ ); увеличение числа импульсов плазменного воздействия с 1 до 5 приводит к увеличению глубины модифицированного слоя с 8 до 12 мкм и более однородному (по сравнению с воздействием одиночным импульсом) распределению легирующих элементов.

### **Личный вклад соискателя**

В диссертационной работе изложены результаты экспериментальных и теоретических исследований, выполненных соискателем лично, а также полученные при непосредственном участии соискателя в экспериментах, проведенных совместно с сотрудниками лаборатории и других организаций. В работах, выполненных в соавторстве, соискатель принимал непосредственное участие как в постановке задачи исследования, так и в проведении конкретных экспериментов, анализе и обсуждении результатов. Научным руководителем доктором физ.-мат. наук В.М. Асташинским была сформулирована тематика и определены направления исследований, совместно с ним проводилось обсуждение и выбор экспериментальных методик, анализ и интерпретация полученных результатов. Профессор В.В. Углов и доктор физ.-мат. наук Н.Н. Черенда предоставили методологическую и консультативную помощь в проведении экспериментов и обсуждении результатов. Численное моделирование динамики компрессионных плазменных потоков, а также анализ и обсуждение результатов экспериментов по измерению давления плазмы проводились совместно с кандидатом физ.-мат. наук С.И. Ананиным. Кандидат физ.-мат. наук Е.А. Костюкевич и П.Н. Шоронов предоставили методологическую и консультативную помощь в проведении экспериментов по измерению давления плазмы. Кандидат физ.-мат. наук Кузьмицкий участвовал в подготовке магнитоплазменного компрессора к работе и обработке образцов компрессионными плазменными потоками. Данные, полученные другими соавторами, в настоящую диссертацию не включены.

## **Апробация результатов диссертации**

Результаты исследований были представлены и обсуждались на следующих конференциях: VII Международная конференция "Физика плазмы и плазменные технологии" (Минск, Беларусь, 17 – 21 сентября 2012 г.); Международная конференция Nanomeeting-2013 – «Физика, химия и применение наноструктур» (Минск, Беларусь, 28 – 31 мая 2013 года); Международная конференция по современным приложениям в нанотехнологиях – «IBCN12» (27 – 29 июня 2012, Минск, Беларусь); IX Симпозиум «Физика и диагностика лабораторной и астрофизической плазмы» (Минск, Беларусь, 16-21 сентября 2012 г.); 10-я Международная конференция по взаимодействию излучения с твердыми телами (Минск, 2013); 27 Симпозиум по физике и технологии плазмы (Прага, Чешская Республика, 16-19 июня 2014 года). X Симпозиум «Физика и диагностика лабораторной и астрофизической плазмы» (Белград, Сербия, 25-29 августа 2014); Энергоэффективность-2014 (Минск, Беларусь, 28 – 31 октября 2014 года).

## **Опубликованность результатов диссертации**

По теме диссертации опубликовано 18 научных работ, в числе которых 9 статей в рецензируемых журналах [1–9] общим объемом 3,8 авторского листа, 7 статей в сборниках трудов и материалов научных конференций [10–16] и 2 тезиса докладов на научных конференциях [17, 18].

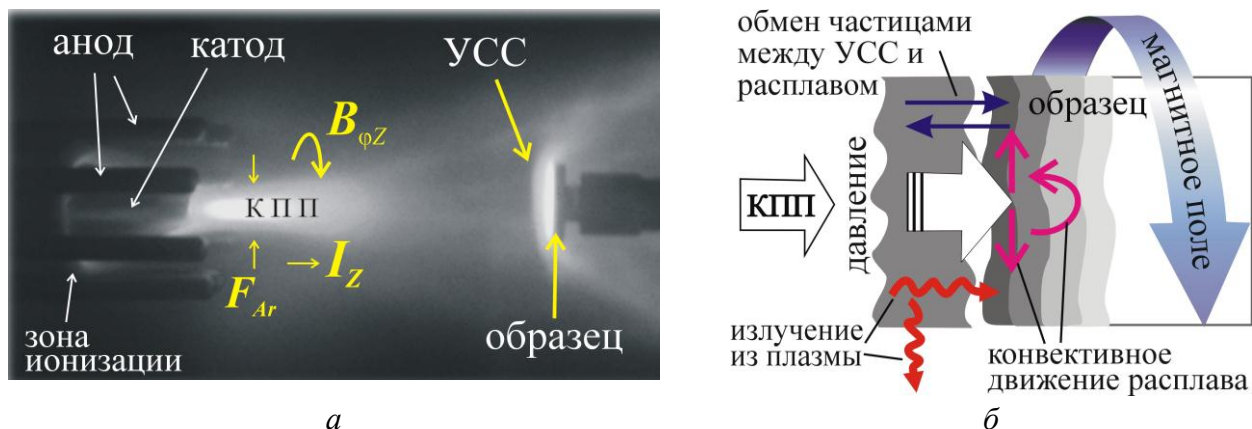
## **Структура и объем диссертации**

Диссертация состоит из введения, общей характеристики работы, пяти глав, заключения, библиографического списка и рекомендаций по практическому использованию результатов. Общий объем диссертации составляет 119 страниц, работа содержит 63 рисунка на 55 страницах и 13 таблиц на 13 страницах. Библиографический список на 16 страницах включает 212 наименований.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**В первой главе** приведен анализ научной литературы, посвященной модификации поверхности материалов при воздействии на них компрессионными плазменными потоками, а также ионными и электронными пучками. На основании проведенного анализа сформулированы цель и основные задачи диссертационной работы.

**Вторая глава** посвящена описанию экспериментальных установок и методов диагностики. В диссертации были использованы методы модификации поверхности с помощью стационарного ионного пучка и компрессионными плазменными потоками. Источником ионного пучка являлся плазменный источник Кауфмана. Компрессионный плазменный поток генерировали газоразрядным магнитоплазменным компрессором, рисунок 1.

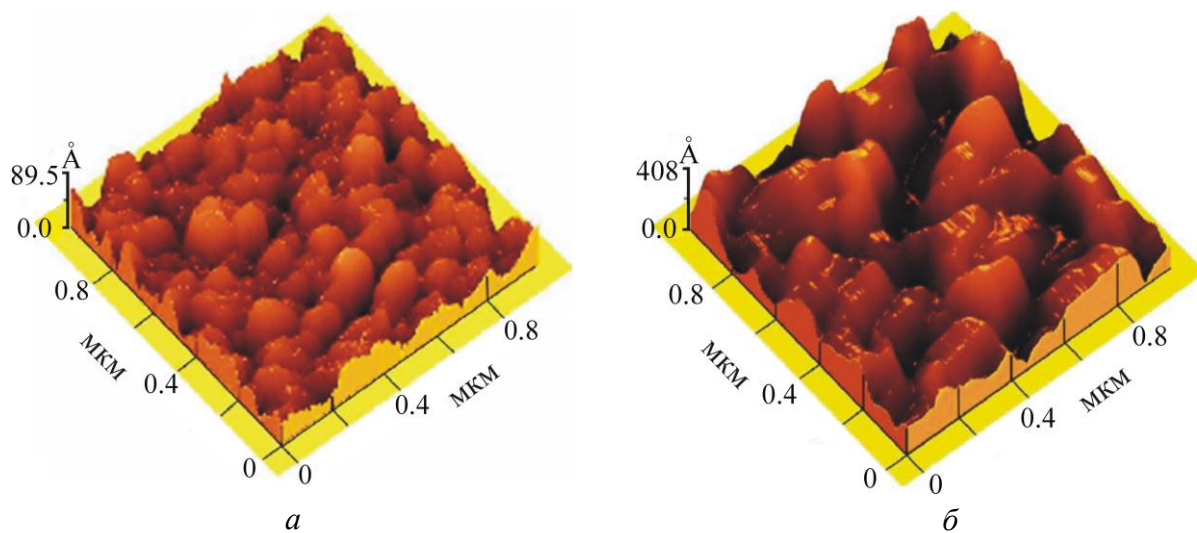


**а - фотография, б - схема взаимодействия между КПП и мишенью**  
**Рисунок 1. – Воздействие КПП на мишень**

**В третьей главе** представлены результаты исследований по облучению материалов ионным пучком, генерируемым стационарным плазменным источником Кауфмана, рабочим веществом которого являются азот и углекислый газ, позволяющим одновременно ускорять различные виды ионов, например:  $N^+$ ,  $N_2^+$  – в атмосфере азота или  $C^+$ ,  $CO^+$ ,  $CO_2^+$ ,  $O_2^+$ ,  $O^+$  и т.д. – в атмосфере  $CO_2$ . Было показано, что облучение генерируемым источником Кауфмана непрерывным пучком ионов азота энергией  $\sim 30$  кэВ с дозой в диапазоне  $10^{16}$ – $10^{18}$  ионов/см<sup>2</sup> образцов из кремния, пленки хрома на кремнии, пленки хрома на стали и стали, приводит к имплантации тонкого поверхностного слоя с образованием нитридных фаз и увеличению шероховатости поверхности. Проведенные эксперименты позволили установить, что при воздействии на образцы из кремния происходит изменение электрических свойств, зависящее от дозы облучения: при дозе облучения ионами азота  $10^{18}$  ионов/см<sup>2</sup> поверхностное удельное сопротивление слоя возрастает до  $\sim 180$  Ом/квадрат (с  $\sim 140$  Ом/квадрат для образца без имплантации).

Были проведены эксперименты по имплантации ионов азота в тонкие пленки хрома (толщиной 600 нм и 1 мкм) на аустенитной стали. Имплантация ионов азота в пленку Cr приводит к формированию нитридных фаз хрома ( $CrN$  и  $Cr_2N$ ). На рисунке 2 представлены трехмерные изображения необработанной поверхности и поверхности, имплантированной ионами азота.





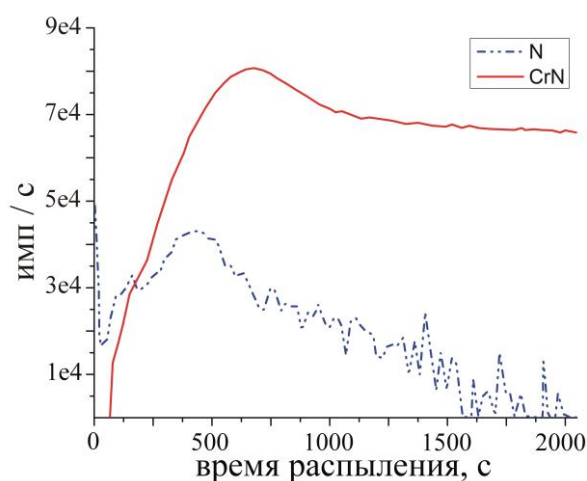
***а* - неимплантированный образец,**

***б* - образец, имплантированный дозой  $6 \times 10^{17}$  ионов/см<sup>2</sup>**

**Рисунок 2. – Трехмерные изображения образцов Cr/Si, полученные средствами атомной силовой микроскопии**

Было показано, что при воздействии ионами азота  $N^+$ ,  $N_2^+$  на систему Cr/аустенитная сталь происходит зависящее от дозы облучения увеличение твердости и коррозионной стойкости образцов. Обнаружено, что максимальная коррозионная стойкость системы Cr/ауст.сталь достигается при дозе облучения  $2 \times 10^{18}$  ионов/см<sup>2</sup>

Методом масс-спектрометрии вторичных ионов (SIMS) были определены распределения азота и нитрида хрома по глубине образцов. Эти профили представлены на рисунке 3.



**Рисунок 3. – Полученные методом SIMS профили азота и CrN для образца при дозе  $8 \times 10^{17}$  ионов/см<sup>2</sup>**

Из рисунка видно, что максимальное значение проникновения атомов азота ниже, чем нитрида хрома.

С помощью потенциодинамических поляризационных измерений были определены электрохимические свойства облученных образцов стали и системы Cr/сталь (на стальную подложку нанесена пленка хрома толщиной 1 мкм). Было обнаружено, что можно существенно увеличить коррозионное сопротивление в зависимости от дозы ионов азота. Электрохимические испытания показали, что ионная имплантация приводит к формированию стабильного пассивного слоя из-за наличия фаз CrN и  $\gamma_N$ . Для имплантированной азотом системы Cr/сталь максимальное увеличение коррозионного сопротивления, составившее величину  $\sim 2$ , было получено при дозе облучения  $2 \times 10^{18}$  ионов/см<sup>2</sup>.

В четвертой главе диссертации представлены результаты по модификации поверхности кремниевых пластин и углеродистых сталей компрессионными плазменными потоками в зависимости от параметров воздействия.

Были проведены измерения давления компрессионного плазменного потока на поверхность с использованием интерферометрического оптического датчика, который схематически изображен на рисунке 4. Датчик включает в себя акустический элемент, представляющий собой медный стержень, гелий-неоновый лазер и ФЭУ. Отполированная задняя поверхность стержня отражает световой луч в резонатор лазера. Ударяющийся о переднюю поверхность стержня КПП возбуждает волну давления, которая распространяется вдоль стержня со скоростью звука в меди. Отражение этой волны от отполированной поверхности вызывает ее смещение от начального положения. В результате соотношение между фазами начинает меняться, и интенсивность пучка, падающего на ФЭУ, модулируется с частотой, пропорциональной скорости смещения задней поверхности от начального положения.

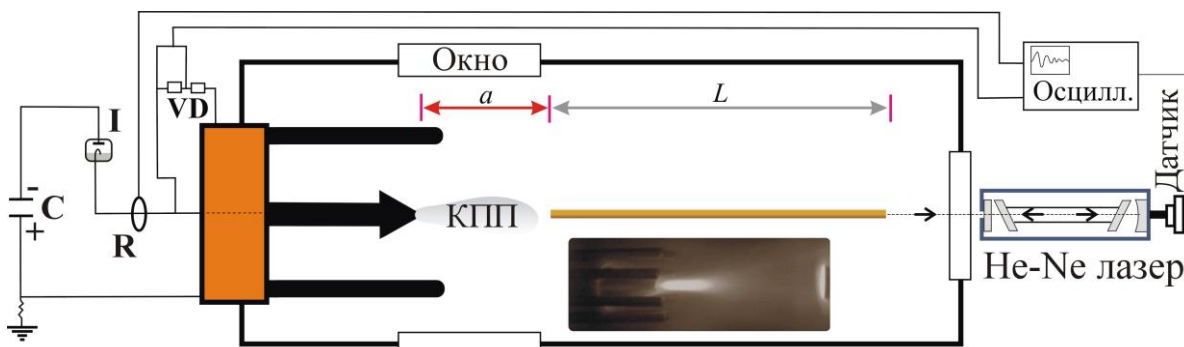


Рисунок 4. – Экспериментальная установка: конденсатор (C), игнитрон (I), пояс Роговского (R), делитель напряжения (VD)

График изменения давления плазменного потока и тока разряда во времени для  $U_0 = 4,5$  кВ и  $a = 12$  см (это расстояние между мишенью и срезом катода)

приведен на рисунке 5а. Как видно из графика, максимальное значение давления потока плазмы составляет около 16 атм. Результаты измерений давления на таком же расстоянии для  $U_0 = 3,0$  кВ и  $U_0 = 4,0$  кВ приведены на рисунке 5б. В экспериментах показано, что максимальное давление потока плазмы при  $a = 8$  см и  $U_0 = 4,5$  кВ достигает  $\sim 73$  атм.

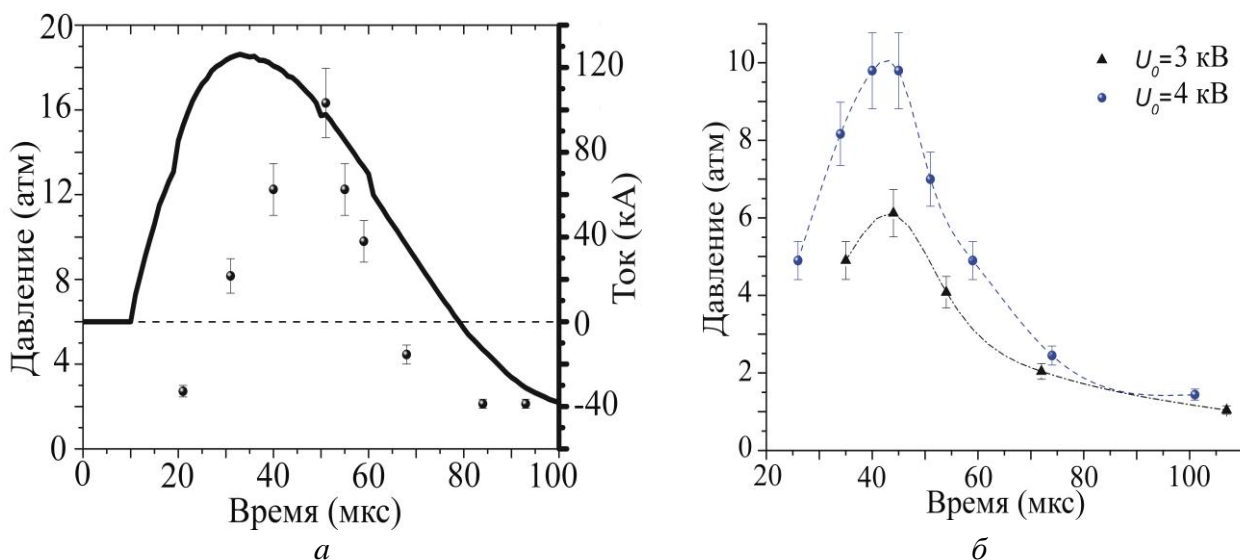


Рисунок 5. – Давление плазмы и ток разряда (сплошная линия) в зависимости от времени для  $U_0 = 4,5$  кВ (а), и давление плазмы на мишени для  $U_0 = 3,0$  и  $4,0$  кВ (б)

Для проверки достоверности экспериментальных данных по измерениям давления было выполнено численное моделирование параметров КПП методом крупных частиц с введением магнитного поля и переносом энергии излучением. Используется система нестационарных уравнений радиационной магнитогидродинамики. Граничные условия были поставлены в соответствии с условиями экспериментов. Результаты расчетов представлены на рисунке 6.

На рисунке 6а показаны распределения давления и температуры плазмы при  $t = 20$  мкс. В этот момент максимальное давление на поверхности мишени достигает  $P_{max} \sim 80$  атм, максимальная температура  $T_{max} \sim 5$  эВ, а максимальная концентрация электронов  $n_{e\ max} \sim 8 \times 10^{18}$  см<sup>-3</sup>. К моменту  $t = 30$  мкс  $P_{max} \sim 16$  атм,  $T_{max} \sim 5$  эВ,  $n_{e\ max} = 2 \times 10^{18}$  см<sup>-3</sup>.

Таким образом, расчеты показали, что для разрядных токов в диапазоне 100 – 150 кА температура плазмы на мишени составляет 2 – 5 эВ, а концентрация электронов находится в диапазоне  $3 \times 10^{17} - 5 \times 10^{18}$  см<sup>-3</sup>. Максимальное давление плазмы достигает  $\sim 80$  атм при удалении мишени на расстояние 8 см от среза катода. Этот последний результат хорошо согласуется с экспериментальными данными. Столь высокие параметры плазмы вполне достаточны для расплавления даже очень твердых материалов.

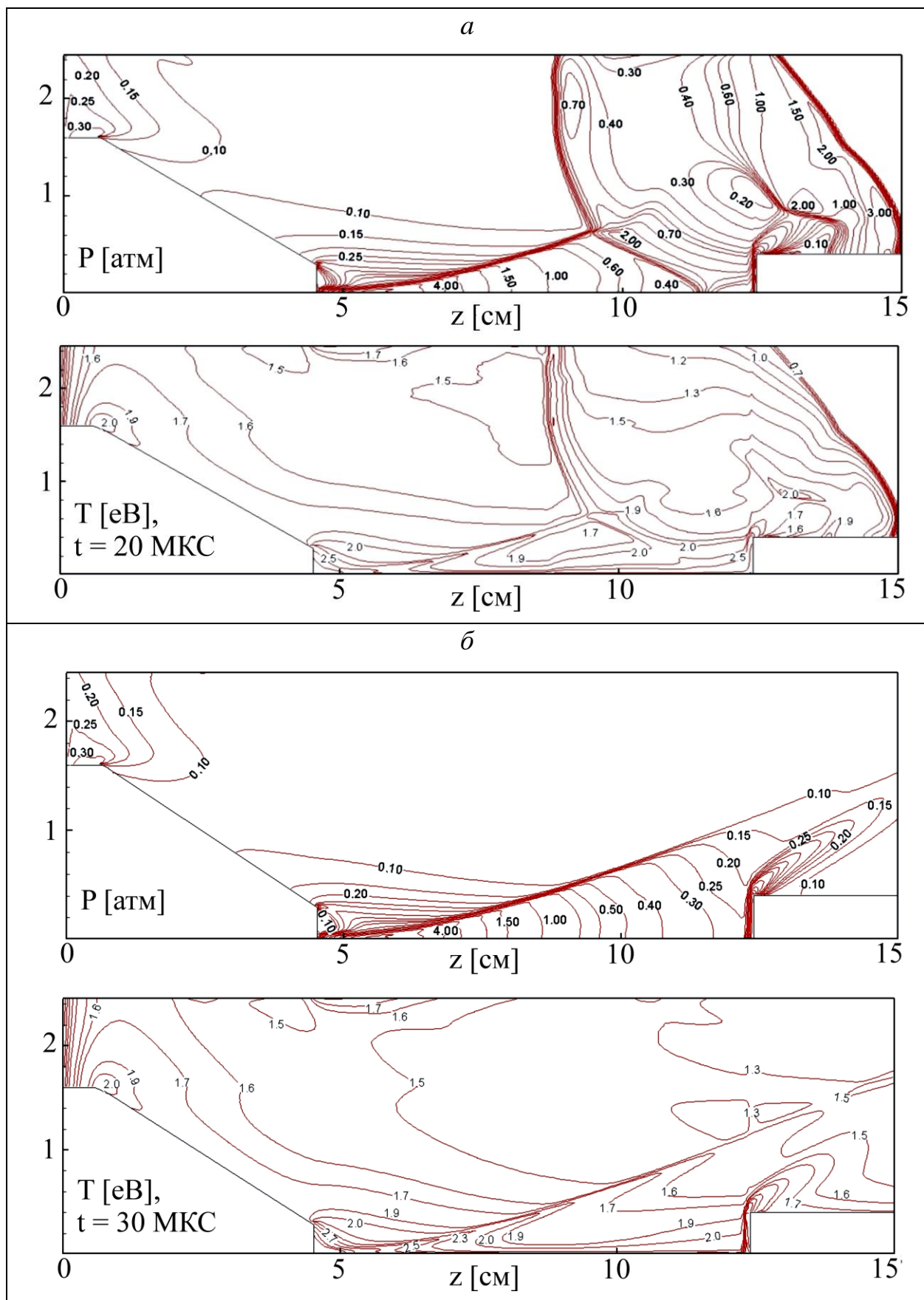
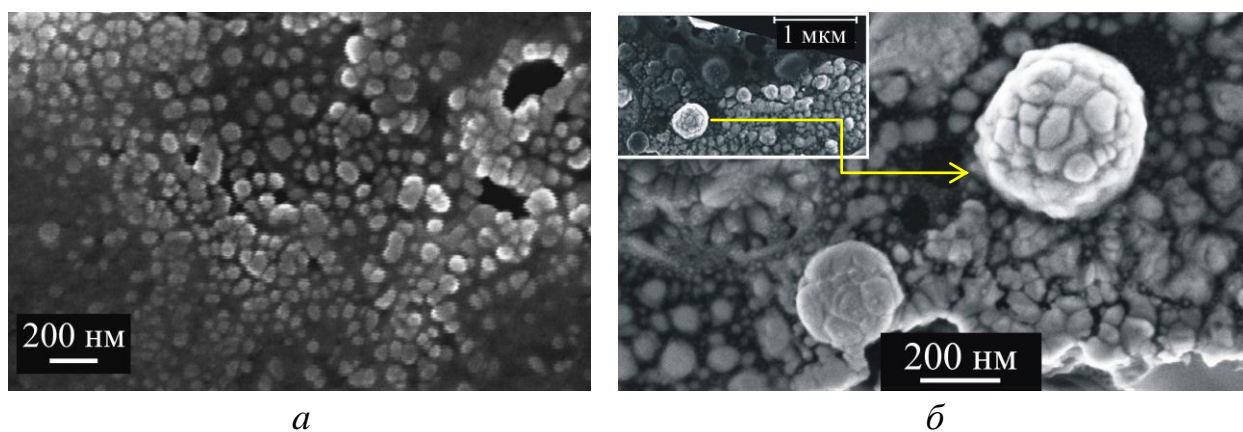


Рисунок 6. – Распределения давления и температуры плазмы



Были проведены исследования по модификации пластин кремния с тонкими ( $\sim 2$  мкм) покрытиями тантала или композиции Ta/Ti при воздействии на них компрессионным плазменным потоком (плазмообразующий газ – азот). Было показано, что воздействие КПП при начальном давлении азота 400 Па с длительностью импульса 100 мкс и плотностью поглощенной энергии 9 Дж/см<sup>2</sup> на систему Ta/Si (толщина тантала  $\sim 1$  мкм) приводит к формированию поверхностного слоя, обогащенного силицидами и нитридами тантала. Установлено, что увеличение числа импульсов воздействия КПП приводит к изменению конфигурации наноразмерных структур: при одиночном импульсе КПП образуются одноуровневые наноструктуры размером 15-75 нм, а при трех импульсах КПП дополнительно формируются сферические кластеры размером  $\sim 200$ –500 нм, состоящие из этих частиц, рисунок 7.



*а* – одиночный импульс, *б* – три импульса

**Рисунок 7. – СЭМ-микротографии образца Ta/Si(100) после обработки КПП**

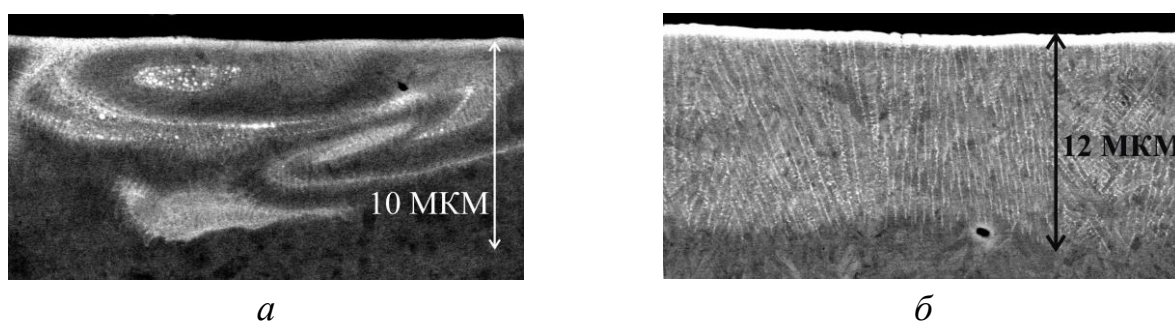
Формирование нитрида тантала обусловлено взаимодействием тантала с плазмообразующим газом (азотом).

Исследования по модификации кремния с композиционным покрытием Ta-Ti представляют интерес в связи с возможностью формирования силицидов двух видов. Было показано, что при воздействии КПП на систему Ta/Ti/Si (толщина тантала  $\sim 1$  мкм, толщина титана  $\sim 1$  мкм) формируется поверхностный слой, состав которого определяется плотностью энергии  $w$  воздействующего потока: при  $w = 3$  Дж/см<sup>2</sup> образуются твердый раствор тантал-титан, нитридные фазы тантала (TaN и Ta<sub>2</sub>N), а силицид тантала не образуется; при  $w = 9$  Дж/см<sup>2</sup> образуется силицид титана Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>, а нитридные и окисные фазы исчезают. Методом численного моделирования показано, что при воздействии КПП на систему Ta/Ti/Si температура в приповерхностном слое превышает точку плавления кремния, но не достигает точки плавления тантала, в результате чего силицид тантала не образуется.

Экспериментальные исследования по модификации компрессионными

плазменными потоками поверхности сталей проводили для двух типов образцов: углеродистая сталь У8А с предварительно нанесенным покрытием из тантала (толщиной  $\sim 700$  нм) и аустенитная сталь Х18Н10Т, на которую была предварительно нанесена тонкая ( $\sim 2,5$  мкм) пленка циркония.

Проведенные исследования позволили установить закономерности улучшения под воздействием компрессионного плазменного потока поверхностных свойств стали У8А. Было показано, что воздействие компрессионными плазменными потоками с длительностью импульса 100 мкс и плотностью поглощенной энергии  $9 - 20$  Дж/см<sup>2</sup> приводит к формированию поверхностного слоя, легированного атомами тантала. Микротвердость модифицированного слоя можно увеличить либо путем повышения плотности энергии воздействия, либо увеличением числа импульсов (рисунок 8).

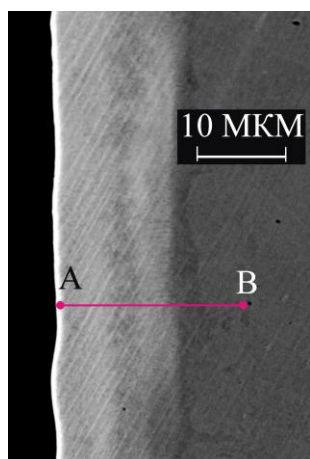


*a* *б*  
 $a - E = 20 \text{ Дж/см}^2, n = 1, б - E = 9 \text{ Дж/см}^2, n = 5$

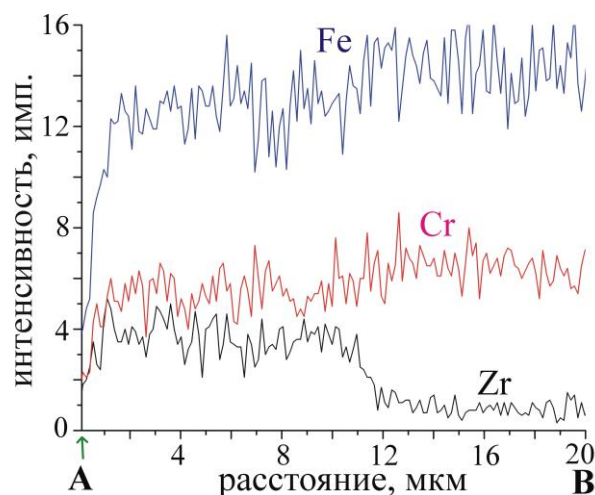
**Рисунок 8. – СЭМ-микрофотографии срезов образца Та/У8А, обработанного КПП**

Увеличение твердости поверхностного слоя является следствием формирования нитридных фаз, твердых растворов и интерметаллидных фаз. Установлено, что при плотности энергии воздействия  $w = 9$  Дж/см<sup>2</sup> и количестве импульсов плазменного воздействия  $n = 5$  происходит максимальное увеличение твердости (более чем в 2,5 раза). Было показано, что с ростом числа импульсов плазменного воздействия повышается однородность распределения тантала по глубине легированного слоя вследствие повторения процессов плавления, конвективного перемешивания и затвердевания.

Были установлены закономерности существенного улучшения под воздействием компрессионного плазменного потока поверхностных свойств широко используемой в промышленности аустенитной стали Х18Н10Т. Обработку компрессионным плазменным потоком указанной стали с тонким ( $\sim 2,5$  мкм) покрытием циркония проводили в тех же режимах воздействия, что и системы Та/У8А. На рисунке 9 представлены микрофотография поперечного сечения модифицированного образца и элементный профиль, полученный в результате энергодисперсионного рентгено-спектрального микроанализа по обозначенной линии АВ.



*a*



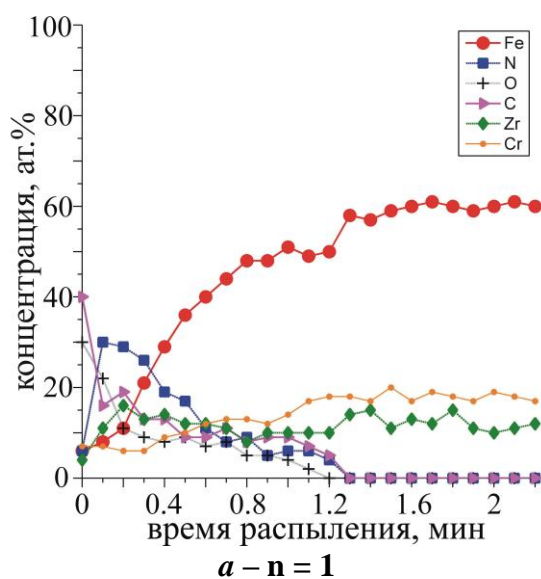
*б*

*a* – СЭМ-микрофотография,

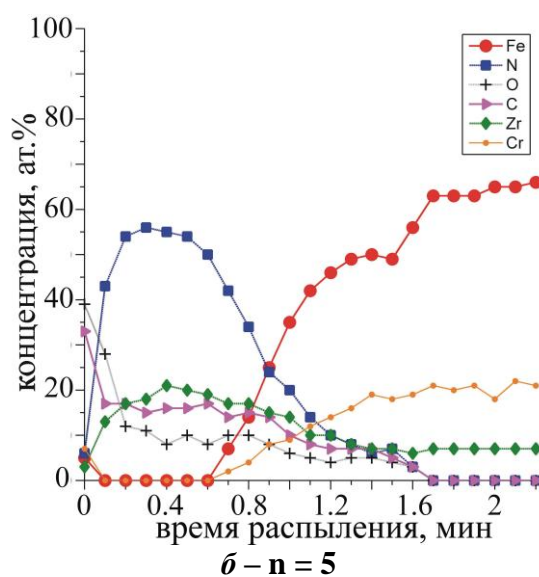
*б* – данные энергодисперсионного рентгено-спектрального микроанализа по линии АВ  
Рисунок 9. – Система Zr/сталь после обработки пятью импульсами КПП,  $w = 9 \text{ Дж/см}^2$

Было показано, что воздействие КПП на систему Zr/X18H10T при  $n = 5$ ,  $w = 9 \text{ Дж/см}^2$  приводит к двукратному повышению микротвердости поверхности и уменьшению коэффициента трения более чем в пять раз.

Для изучения влияния различных режимов обработки КПП на внедрение плазмообразующего газа (азота), легирующего элемента (циркония) и элементов подложки (Fe, Cr) был проведен анализ тонкого поверхностного слоя обработанных образцов методами Оже-электронной спектроскопии. Результаты исследований для режимов  $n = 1$ ,  $n = 5$ ,  $w = 9 \text{ Дж/см}^2$  представлены на рисунке 10*а* и 10*б*, соответственно.



*a* –  $n = 1$



*б* –  $n = 5$

Рисунок 10. – Результаты Оже-электронной спектроскопии образца после воздействия КПП при  $w = 9 \text{ Дж/см}^2$

Было показано, что увеличение числа импульсов плазменного воздействия с 1 до 5 приводит к увеличению глубины модифицированного слоя с 8 до 12 мкм и более однородному (по сравнению с воздействием одиночным импульсом) распределению легирующих элементов (из рисунка 10б видно, что увеличение числа импульсов плазменного воздействия приводит к повышению содержания азота в этом слое).

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

### Основные научные результаты диссертации

1. Проведены эксперименты по облучению материалов ионным пучком, генерируемым стационарным плазменным источником Кауфмана, рабочим веществом которого являются азот и углекислый газ, позволяющим одновременно ускорять различные виды ионов, например:  $N^+$ ,  $N_2^+$  – в атмосфере азота или  $C^+$ ,  $CO^+$ ,  $CO_2^+$ ,  $O_2^+$ ,  $O^+$  и т.д. – в атмосфере  $CO_2$ . Показано, что облучение генерируемым источником Кауфмана непрерывным пучком ионов азота энергией  $\sim 30$  кэВ с дозой в диапазоне  $10^{16}$ – $10^{18}$  ионов/см<sup>2</sup> образцов из кремния, пленки хрома на кремнии, пленки хрома на стали и стали, приводит к имплантации тонкого поверхностного слоя с образованием нитридных фаз и увеличению шероховатости поверхности. Установлено, что при воздействии на образцы из кремния происходит изменение электрических свойств, зависящее от дозы облучения: при дозе облучения ионами азота  $10^{18}$  ионов/см<sup>2</sup> поверхностное удельное сопротивление слоя возрастает до  $\sim 180$  Ом/квadrat (с  $\sim 140$  Ом/квadrat для образца без имплантации) [1–5].

2. Показано, что при воздействии ионами азота  $N^+$ ,  $N_2^+$  на системы (Cr/Si), (Cr/аустенитная сталь), (аустенитная сталь) происходит зависящее от дозы облучения увеличение твердости и коррозионной стойкости образцов. Установлено, что путем имплантации дозой  $1 \times 10^{18}$  ионов/см<sup>2</sup> поверхностная микротвердость системы Cr/Si возрастает до  $\sim 1100$  кг/мм<sup>2</sup> (до имплантации поверхностная микротвердость составляла  $\sim 800$  кг/мм<sup>2</sup>), а после отжига имплантированных образцов микротвердость достигла  $1600$  кг/мм<sup>2</sup> (для неимплантированных –  $1050$  кг/мм<sup>2</sup>). Обнаружено, что максимальная коррозионная стойкость системы Cr/ауст.сталь достигается при дозе облучения  $2 \times 10^{18}$  ионов/см<sup>2</sup> [1–3].

3. С помощью оптического датчика давления, нечувствительного к электромагнитным наводкам, проведены измерения давления компрессионного плазменного потока, генерируемого газоразрядным магнитоплазменным компрессором, на мишень. Показано, что при начальных напряжениях на конденсаторной батарее в диапазоне 2 – 4,5 кВ, что соответствовало



максимальным значениям суммарного разрядного тока от 53 А до 126 кА, начальном давлении азота в камере 400 Па при расстоянии до мишени от среза центрального электрода ускорителя  $a = 12$  см давление на мишени достигает 16 атм, а при  $a = 8$  см – 73 атм [7, 9, 14, 16, 18].

4. Установлены закономерности существенного улучшения под воздействием компрессионного плазменного потока поверхностных свойств широко используемой в промышленности аустенитной стали X18H10T. Показано, что воздействие КПП на систему Zr/X18H10T при  $n = 5$ ,  $w = 9$  Дж/см<sup>2</sup> приводит к двукратному повышению микротвердости поверхности и уменьшению коэффициента трения более чем в пять раз. Установлено, что увеличение числа импульсов плазменного воздействия с 1 до 5 приводит к увеличению глубины модифицированного слоя с 8 до 12 мкм и более однородному (по сравнению с воздействием одиночным импульсом) распределению легирующих элементов [6].

5. Показано, что воздействие КПП при начальном давлении азота 400 Па с длительностью импульса 100 мкс и плотностью поглощенной энергии 9 Дж/см<sup>2</sup> на систему Ta/Si (толщина тантала  $\sim 1$  мкм) приводит к формированию поверхностного слоя, обогащенного силицидами и нитридами тантала. Установлено, что увеличение числа импульсов воздействия КПП приводит к изменению конфигурации наноразмерных структур: при одиночном импульсе КПП образуются одноуровневые наноструктуры размером 15-75 нм, а при трех импульсах КПП дополнительно формируются сферические кластеры размером  $\sim 200$ –500 нм, состоящие из этих частиц [7, 10–12].

6. Установлено, что при воздействии КПП на систему Ta/Ti/Si (толщина тантала  $\sim 1$  мкм, толщина титана  $\sim 1$  мкм) формируется поверхностный слой, состав которого определяется плотностью энергии  $w$  воздействующего потока: при  $w = 3$  Дж/см<sup>2</sup> образуются твердый раствор тантал-титан и нитридные фазы тантала (Ta<sub>3</sub>N и Ta<sub>2</sub>N); при  $w = 9$  Дж/см<sup>2</sup> образуется силицид титана Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>, а нитридные и окисные фазы исчезают [8].

7. Проведено численное моделирование температурных полей в приповерхностном слое систем Ta/Si и Ta/Ti/Si при воздействии на них КПП. Показано, что при плотности энергии воздействующего потока 9-13 Дж/см<sup>2</sup> температура приповерхностной области превышает температуру плавления кремния и титана, но не достигает температуры плавления тантала, в результате чего силицид тантала не образуется [7, 8].

### **Рекомендации по практическому использованию результатов**

Практическая значимость результатов диссертационной работы состоит в разработке физико-технологических основ новых эффективных ионно-

плазменных технологий существенного улучшения эксплуатационных свойств широко используемых в промышленности углеродистых сталей и синтеза карбидов и нитридов кремния, силицидов тантала в поверхностном слое кремниевых пластин для микро- и оптоэлектроники.

## **СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ СОИСКАТЕЛЯ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ**

### **Статьи в рецензируемых научных изданиях**

1. Nitrogen implantation and heat treatment effect on the hardness improvement of the chromium film surface deposited on Si(111) substrate / M. Ghoranneviss, A.H. Sari, M. Esmaeelpour, M.R. Hantehzadeh, H. Savaloni // *Applied Surface Science*. – 2004. – Vol. 237, № 1–4. – P. 326–331.
2. Microstructural and corrosivity changes induced by nitrogen ion implantation on chromium films / A. Shokouhy, M.M. Larijani, M. Ghoranneviss, S.H.H. Hosseini G, M. Yari, A.H. Sari, M.G. Shahraki // *Thin Solid Films*. – 2006. – Vol. 515, № 2. – P. 571–575.
3. Corrosion behavior of low energy, high temperature nitrogen ion-implanted AISI 304 stainless steel / M. Ghoranneviss, A. Shokouhy, M.M. Larijani, S.H. Haji Hosseini, M. Yari, A. Anvari, M. Gholipur Shahraki, A.H. Sari, M.R. Hantehzadeh // *Pramana Journal of Physics*. – 2007. – Vol. 68, № 1. – P. 135–140.
4. Structural and optical properties of silicon nitride film generated on Si substrate by low energy ion implantation / D. Dorrani, P. Azadfar, A.H. Sari, S. Ghorbani, A. Hojabri, M. Ghoranneviss // *The European Physical Journal - Applied Physics*. – 2008. – Vol. 42, № 2. – P. 103–107.
5. Formation of SiC using low energy CO<sub>2</sub> ion implantation in silicon / A.H. Sari, S. Ghorbani, D. Dorrani, P. Azadfar, A.R. Hojabri, M. Ghoranneviss // *Applied Surface Science*. – 2008. – Vol. 255, № 5. – P. 2180–2184.
6. Austenitic Steel Surface Alloyed with Zirconium Using Compression Plasma Flow / A.H. Sari, V.M. Astashynski, E.A. Kostyukevich, A.M. Kuzmitski, V.V. Uglov, N.N. Cherenda, Yu.A. Petukhov // *High Temperature Material Processes*, – 2012. – Vol. 16, № 4. – P. 297–313.
7. Phase transformations in Ta-Si system induced by compression plasma flow / A.H. Sari, V.M. Astashynski, A.M. Kuzmitski, Yu.A. Petukhov, V.V. Uglov // *The European Physical Journal - Applied Physics*. – 2014. – Vol. 65, № 1. – P. 10801.
8. Effect of Compressed Plasma Flow on Tantalum-Titanium Thin Layer Deposited on Silicon Substrate / A.H. Sari, V.M. Astashynski, A.M. Kuzmitski, V.V. Uglov // *International Journal of Materials Science and Applications*. – 2014. – Vol. 3, № 3. – P. 92–99.
9. Studies on Dynamic Pressure of Compression Plasma Flow / V.M.

Astashynski, A.H. Sari, S.I. Ananin, E.A. Kostyukevich, P.N. Shoronov, A.M. Kuzmitski // Plasma Physics and Technology. – 2014. – Vol. 1, № 3. – P. 157–159.

### **Статьи в материалах конференций и в сборниках статей**

10. Effect of compression plasma flow on structure phase transformations of tantalum–silicon system / V.M. Astashynski, A.H. Sari, A.M. Kuzmitski, Yu.A. Petukhou, V.V. Uglov, S.A. Filatov // Plasma Physics and Plasma Technology: Proceedings of VII international conference, Minsk, 17–21 September, 2012. / ed. by V.M. Astashynski, V.S. Burakov, I.I. Filatova – Minsk, 2012. – P. 449–502.

11. Formation of silicon-based nanostructures by compression plasma flow in Ta/Si system / V.M. Astashynski, A.H. Sari, A.M. Kuzmitski, Yu.A. Petukhou, V.V. Uglov, M.A. Andreev // IX Belarusian-Serbian Symposium on Physics and Diagnostics of Laboratory and Astrophysical Plasmas, Minsk, 16–21 September, 2012. – Minsk, 2012. – P.122–125.

12. Nano-sized spherical clusters of tantalum silicide formed by compression plasma flow / A.H. Sari, V.M. Astashynski, A.M. Kuzmitski, Yu.A. Petukhou, V.V. Uglov // Physics chemistry and applications of nanostructures: Proceedings of international conference Nanomeeting-2013, Minsk, 28–31 May, 2013. / ed. by V.E. Borisenko [et al.]. – Minsk, 2013. – P. 407–410.

13. Mixing of “tantalum–carbon steel” system by compression plasma flow / A.H. Sari, V.M. Astashynski, Yu.A. Petukhou // Interaction of Radiation with Solids: Proceedings of 10th international conference, Minsk, 24–27 September, 2013. – Minsk, 2013. – P. 275–277.

14. Parameters of shock-compressed layer near solid objects exposed to compression plasma flow: experimental studies and numerical simulation / V.M. Astashynski, S.I. Ananin, E.A. Kostyukevich, A.M. Kuzmitski, A.H. Sari, P.N. Shoronov // X Symposium of Belarus and Serbia on Physics and Diagnostics of Laboratory and Astrophysical Plasmas, Belgrade, 25–29 August, 2014. – Belgrade, 2014. P. 7–10.

15. Compression plasma flow treatment of tantalum-steel system / A.H. Sari, Astashynski, S.I. Ananin, E.A. Kostyukevich, A.M. Kuzmitski // Энергоэффективность-2014: Труды международной научно-технической конференции, Минск, 14–16 октября, 2014. – Минск, 2014. – P. 101–103.

16. Time-resolved pressure measurements of compression plasma flows / A.H. Sari, V.M. Astashynski, S.I. Ananin, E.A. Kostyukevich, A.M. Kuzmitski, P.N. Shoronov // Энергоэффективность-2014: Труды международной научно-технической конференции, Минск, 14–16 октября, 2014. – Минск, 2014. – P. 127–129.

## **Тезисы докладов**

17. Dynamics of compression plasma flows interaction with solid targets / S.I. Ananin, V.M. Astashynski, A.H. Sari // Plasma Physics and Technology: Proceedings of 27th international conference, Prague, 16–19 June, 2014. – Prague, 2014. – P. 44.

18. Studies on dynamic pressure of compression plasma flow / V.M. Astashynski, A.H. Sari, S.I. Ananin, E.A. Kostyukevich, P.N. Shoronov, A.M. Kuzmitski // Plasma Physics and Technology: Proceeding of 27th international conference, Prague, 16–19 June, 2014. – Prague, 2014. – P. 87.

## РЭЗІЮМЭ

Сары Амір Хасейн Махамад Алі

### Мадыфікацыя і легіраванне паверхні крэмнію і сталі кампрэсійнымі плазменнымі патокамі і іённымі пучкамі

**Ключавыя словы:** кампрэсійны плазменны паток, іённая імплантацыя, мадыфікацыя паверхні, нанаструктуры, ўласцівасці паверхні

**Мэта працы:** ўстанаўленне фізічных заканамернасцяў ўздзеяння плазменных патокаў, генерованых газараэрадным магнітоплазменным кампрэсарам, і іённых пучкоў, генерованых бесперапыннай плазменнай іённай крыніцай Каўфмана, на пласціны крэмнія і вугляродзістых сталей, якое прыводзіць да істотных змен іх паверхневых уласцівасцяў.

**Метады даследавання:** высакахуткасная фотарэгістрацыя, аптычная інтэрфераметрыя, электронная оже-спектраскапія, сканавальная электронная мікраскапія, рэнтгенаструктурны аналіз, атамна-сілавая мікраскапія.

**Атрыманыя вынікі і іх навізна:** Устаноўлены заканамернасці фарміравання мадыфікаванага пласта на паверхні вугляродзістых сталей і крэмніевых пласцін, кіравання яго структурай і ўласцівасцямі. Паказана, што ўздзеянне адзінкавым імпульсам кампрэсійнага патоку на пласціны крэмнія з тонкім пластом тантала прыводзіць да плаўлення паверхневага пласта крэмніевай асновы і частковаму плаўленню танталавага пакрыцця, забяспечваючы фарміраванне ўзбагачанага сіліцыдамі і нітрыдамі тантала нанаструктураванага пласта, утворанага часцінкамі дыяметрам 15–75 нм. Уздзеянне серыяй з 5 імпульсаў на ўзоры аўстэнітнай сталі X18H10T з тонкім пакрыццём цырконія прыводзіць да павелічэння цвёрдасці мадыфікаванай паверхні ў ~ 2 разы і памяншэння каэфіцыента трэння ў ~ 5 разоў з прычыны фарміравання нітрыдаў і інтэрметалідаў.

**Галіна выкарыстання вынікаў:** атрыманыя вынікі могуць знайсці прымяненне ў распрацоўцы новых эфектыўных плазменных тэхналогій для паляпшэння ўласцівасцяў вугляродзістых сталей, якія шырока выкарыстоўваюцца ў прамысловасці і сінтэзу карбідаў і нітрыдаў крэмнія, сіліцыдаў тантала ў паверхневым пласце крэмніевых пласцін для мікра- і оптаэлектронікі.

## РЕЗЮМЕ

САРИ Амир Хоссейн Мохаммад Али

### Модификация и легирование поверхности кремния и стали компрессионными плазменными потоками и ионными пучками

**Ключевые слова:** компрессионный плазменный поток, ионная имплантация, модификация поверхности, наноструктуры.

**Цель работы:** установление физических закономерностей воздействия плазменных потоков, генерируемых газоразрядным магнитоплазменным компрессором, и ионных пучков, генерируемых непрерывным плазменным ионным источником Кауфмана, на пластины кремния и углеродистых сталей, приводящего к существенным изменениям их поверхностных свойств.

**Методы исследования:** высокоскоростная фоторегистрация, оптическая интерферометрия, электронная оже-спектроскопия, сканирующая электронная микроскопия, атомно-силовая микроскопия.

**Полученные результаты и их новизна:** Установлены закономерности формирования модифицированного слоя на поверхности углеродистых сталей и кремниевых пластин, управления его структурой и свойствами. Показано, что воздействие одиночным импульсом компрессионного потока на пластины кремния с тонким слоем тантала приводит к плавлению поверхностного слоя кремниевой подложки и частичному проплавлению танталового покрытия, обеспечивая формирование обогащенного силицидами и нитридами тантала наноструктурированного слоя, образованного частицами диаметром 15-75 нм. Воздействие серией из 5 импульсов плазменного воздействия на образцы аустенитной стали X18H10T с тонким покрытием циркония приводит к увеличению твердости модифицированной поверхности в  $\sim 2$  раза и уменьшению коэффициента трения в  $\sim 5$  раз вследствие формирования нитридов и интерметаллидов.

**Область применения результатов:** Полученные результаты могут найти применение в разработке новых плазменных технологий для улучшения свойств широко используемых в промышленности углеродистых сталей и синтеза карбидов и нитридов кремния, силицидов тантала в поверхностном слое кремниевых пластин для микро- и оптоэлектроники.

## SUMMARY

SARI Amir Hossein Mohammad Ali

### **Modification and alloying of silicon and steel surfaces by compression plasma flows and ion beams**

**Keywords:** compression plasma flow, ion implantation, surface modification, nanostructures

**Objective of research:** to establish physical regularities in the action of compression plasma flows and ion beams, generated respectively by a gas-discharge magnetoplasma compressor and continuous Kaufman-type plasma ion source, on silicon wafers and carbon steel, resulting in significant changes of their surface properties.

**Methods of investigation:** high-speed photorecording, optical interferometry, Auger electron spectroscopy, scanning electron microscopy, atomic force microscopy.

**Obtained results and their novelty:** Regularities are established in formation of a modified layer on surfaces of carbon steel and silicon wafers and in management of its structure and properties. It is shown that the action of a single pulse of a compression flow on silicon wafers coated with a thin tantalum layer results in melting of a silicon substrate surface layer and partial melting of tantalum coating, which ensures the formation of a nanostructured layer enriched in tantalum silicides and nitrides and formed by particles 15–75 nm in diameter. The exposure of X18H10T austenitic steel samples with a thin zirconium coating to a series of 5 plasma pulses causes almost a two-fold increase in the modified surface hardness and lowers its friction coefficient by a factor of  $\sim 5$  due to formation of nitrides and intermetallics.

**Scope of results:** The obtained results can be applied in development of new plasma technologies to improve properties of industrially used carbon steels and to synthesize silicon carbides and nitrides or tantalum silicides in surface layer of silicon wafers for needs of micro- and optoelectronics.

**САРИ Амир Хоссейн Мохаммад Али**

**МОДИФИКАЦИЯ И ЛЕГИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ  
КРЕМНИЯ И СТАЛИ КОМПРЕССИОННЫМИ ПЛАЗМЕННЫМИ  
ПОТОКАМИ И ИОННЫМИ ПУЧКАМИ**

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук  
по специальности 01.04.08 – физика плазмы

Подписано в печать 18 ноября 2014 г. Формат 60x84/16.  
Тип бумаги – офисная. Гарнитура «Times». Печать: ризография.  
Объем: 1,5 усл. печ. л., 1,1 уч.-изд. л.  
Тираж 60 экз. Заказ № 22.

Государственное научное учреждение «Институт физики  
имени Б.И. Степанова Национальной академии наук Беларуси»  
220072, Минск, пр. Независимости, 68.  
Отпечатано на ризографе Института физики НАН Беларуси