

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию
Денисова Владимира Викторовича
на тему: «Генерация низкотемпературной плазмы в сильноточном
несамостоятельном тлеющем разряде с полым катодом»
на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 05.27.02 - вакуумная и плазменная электроника

Актуальность избранной темы.

Плазменные технологии в настоящее время широко используют для изменения свойств поверхностей различных материалов без изменения их структуры в объеме. Разряды низкого давления находят применение для очистки, активации и травления поверхностей, нанесения покрытий а также диффузионного насыщения поверхностей различными элементами. Производительность плазменных технологий, основанных на применении конкретных типов газовых разрядов, во многом определяется возможностью масштабирования электродной системы разряда и реализации сильноточных режимов его горения для генерации плотной плазмы в больших объемах. Перспективность применения самостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом для азотирования металлов обусловлена более высокой скоростью роста нитридного слоя по сравнению с традиционным тлеющим разрядом, однако систематические исследования сильноточных импульсных режимов горения самостоятельного тлеющего разряда низкого давления в больших объемах до настоящего времени не проводились. Поэтому тематика исследований, направленных на выявление условий устойчивого зажигания и горения тлеющего разряда низкого давления с полым катодом при токах до нескольких сотен ампер, на определение условий генерации однородной в больших объемах плазмы, на разработку генератора низкотемпературной плазмы с концентрацией до 10^{18} м^{-3} , а также особенностей азотирования титана в плазме импульсного тлеющего разряда является актуальной.

Структура и содержание работы

Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения, списка литературы. Работа имеет общий объем 166 страниц и содержит 74 иллюстрации, 11 таблиц, список литературы из 126 наименований. В приложении приведены копии двух Актов об использовании результатов диссертационной работы.

Во **Введении** обоснована актуальность темы, сформулированы цели работы и выносимые на защиту научные положения, отмечена научная новизна, научная и практическая ценность работы.

Первая глава является обзорной и посвящена современному состоянию исследований в области генерации объемной плазмы в тлеющих разрядах низкого давления с полым катодом. В ней рассмотрены особенности горения тлеющих разрядов с полым катодом при средних (≈ 100 Па) и низких (≈ 1 Па) давлениях и показаны преимущества использования плазмы разрядов низкого давления. Для самостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом при токах до 40 А приведены данные о распределении концентрации плазмы в полном катоде и влиянии сеточного эмиссионного электрода на степень неоднородности плазмы. Дан сравнительный анализ сильноточных систем инжекции электронов и показана перспективность использования дугового разряда с холодным полым катодом в скрещенных электрическом и магнитном полях. Рассмотрены основные закономерности процесса азотирования металлов, позволяющие определить перспективные режимы генерации плазмы и определены необходимые для высокоскоростного азотирования величины плотности ионного тока из азотосодержащей плазмы и полного тока тлеющего разряда с полым катодом.

Вторая глава посвящена исследованию зажигания и горения самостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом при токах до нескольких сотен ампер и напряжениях до 300 В. Описаны устройство экспериментальной установки, используемое оборудование и методики эксперимента. Представлены результаты исследований условий устойчивого горения тлеющего разряда при низких напряжениях и основных характеристик тлеющего разряда при высоких, до 100 кВт, значениях мощности в разрядном импульсе. Определен рабочий диапазон токов разряда, ограниченный сверху пороговой величиной тока, при которой нарушается условие сеточной стабилизации границы эмиссионной плазмы вспомогательного дугового разряда.

В третьей главе рассмотрено влияние условий горения и параметров импульсного тлеющего разряда с полым катодом на однородность радиальных и азимутальных распределений плотности ионного тока из плазмы. Описана методика обработки результатов зондовых измерений. Определены характерные значения температуры электронов и потенциала плазмы. Показано, что концентрация плазмы при токе ~ 100 А в центре камеры составляет около $\sim 10^{18}$ м⁻³. Исследовано влияние условий горения, параметров разряда, геометрии разрядной системы и формы сеточного эмиссионного

электродов на степень неоднородности плазмы. Представлены характеристики разработанного генератора плазмы и результаты испытаний износостойкости стальных изделий с азотированной рабочей поверхностью.

Четвертая глава посвящена сравнению результатов азотирования титана VT1-0 в плазме, генерируемой в постоянном и импульсном режимах горения тлеющего разряда. Описаны методика и техника эксперимента. Показано, что микротвердость поверхности, обработанной в импульсном режиме, на 25 % больше, чем при обработке в разряде постоянного тока, при этом глубина диффузионного слоя для обоих режимов азотирования примерно одинакова (50 мкм). Дифрактограммы свидетельствуют, что объемная доля нитридных фаз (TiN, Ti₂N), больше в образцах, обработанных в импульсном режиме, а износостойкость поверхности таких образцов выше на 60%. Приведены данные по времени распада плазмы и результаты эмиссионной спектроскопии плазмы, из которых следует, что основным механизмом образования атомарного азота является диссоциативная рекомбинация молекулярного иона азота.

В **Заключении** приведены основные результаты работы. Список цитируемой литературы (126 наименований) содержит исчерпывающую библиографию по тематике диссертации.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации.

Обоснованность и достоверность результатов диссертационной работы подтверждается систематическим характером исследований, использованием современных методов диагностики и методик обработки данных, воспроизводимостью результатов экспериментов, сопоставлением экспериментально полученных результатов и численных оценок, а также практической реализацией полученных выводов при создании генератора объемной плазмы.

Новизна исследования, полученных результатов, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации.

1. Определены условия устойчивого горения несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом объемом 0,2 м³ с токами до 450 А при токах инжекции электронов до 60 А.

2. Исследовано влияние условий горения и параметров импульсного тлеющего разряда с полым катодом, формы эмиссионного электрода и площади анода на степень неоднородности распределения концентрации плотной плазмы (до 10¹⁸ м⁻³).

3. Показано, что при увеличении тока электронов, инжектируемых в плазму несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом, до 60 А и соответствующем росте тока тлеющего разряда с 60 А до 240 А неоднородность распределения концентрации плазмы снижается.

4. Установлено, что в импульсном режиме горения тлеющего разряда достигается большее содержание азота в поверхностном слое титана ВТ1-0, чем при обработке в разряде постоянного тока при одинаковых температурах азотирования, средней плотности ионного тока на поверхность и энергии ионов.

Практическая значимость полученных автором результатов.

1. На основе несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления (0,4 – 1,2 Па), поддерживаемого инъекцией электронов из плазмы дугового разряда с катодным пятном, создан генератор плазмы, позволяющий в непрерывном и импульсном режимах горения разряда со средней мощностью до 30 кВт создавать плотную (до $2 \times 10^{18} \text{ м}^{-3}$) азотную плазму с неоднородностью не более $\pm 30\%$ в объеме $0,2 \text{ м}^3$ и обеспечивать среднюю плотность ионного тока на поверхность площадью 2 м^2 свыше 10 мА/см^2 .

2. Предложен и исследован способ азотирования титана ВТ1-0 в плазме сильноточного импульсного тлеющего разряда, обеспечивающий большее содержание внедренного азота и повышенную твердость азотированного слоя по сравнению с азотированием в тлеющем разряде постоянного тока.

Оценка содержания диссертации, ее завершенности

Диссертация представляется завершенным научным исследованием, содержащим решение поставленной научной задачи. Содержание диссертации полностью соответствует паспорту специальности 05.27.02 - вакуумная и плазменная электроника. Результаты исследований по теме диссертации опубликованы в 22 печатных работах, из них 8 статей опубликовано в рецензируемых журналах, входящих в список ВАК РФ. Также подана заявка на патент РФ «Способ ионно-плазменного азотирования изделий из титана и титаносодержащих сплавов». Исходя из списка публикаций можно сделать вывод о хорошем уровне освещения полученных научных результатов в печати. Опубликованные работы соответствуют тематике, основным положениям и выводам диссертационной работы.

Автореферат полностью и правильно отражает содержание диссертации

Достоинства и недостатки в содержании и оформлении диссертации

Содержание работы выстроено логично, проведенными исследованиями поставленная цель работы достигнута. Текст хорошо иллюстрирован графиками, схемами, таблицами. Качество оформления диссертации и автореферата соответствует предъявляемым требованиям. По каждой главе сформулированы содержательные выводы.

Замечания по диссертационной работе:

1. На стр. 88 диссертации обсуждается влияние давления газа на значение порогового тока возникновения неконтролируемого роста тока разряда. Предполагается, что рост порогового тока с уменьшением рабочего давления обусловлен увеличением длины свободного пробега инжектируемых электронов и снижением концентрации плазмы в области сетки. На этом мысль обрывается, а было бы интересно развить ее дальше, так как обычно при обсуждении эффекта слоевой стабилизации рассматривают влияние параметров эмитирующей электроны плазмы, а в данном случае речь идет о плазме вторичного **тлеющего** разряда. Известным развитием темы является влияние обратного потока ионов, но этот вопрос в диссертации не обсуждается.

2. Известно, что попытки увеличения скорости азотирования повышением плотности потока ионов и атомов азота на азотируемую поверхность ограничены конечной скоростью диффузии азота в металле при данной температуре. В наших работах избыточное поступление азота при азотировании нержавеющей стали приводило к появлению на поверхности стали многочисленных пор, блистерингу и отшелушиванию в результате скапливания газа на границах зерен с последующим выходом на поверхность. На рис. 4.4 (стр. 132) заметно большое число пор. Не приводит ли высокоскоростное азотирование к повреждению поверхности?

3. В работе нет достоверного объяснения увеличения скорости азотирования в импульсном режиме. Проведенные исследования не показали существенных различий в спектрах эмиссионной спектроскопии плазмы в импульсном и непрерывном режимах азотирования титана. Следовательно, нет особых различий и в процессах взаимодействия частиц в плазме импульсного и непрерывного разряда. Однако, в научной литературе имеются публикации, обосновывающие эффективную генерацию атомарного азота в импульсно-периодических разрядах в результате снижения температуры электронов на стадии распада плазмы, что ведет к повышению сечения диссоциативной рекомбинации молекулярных ионов азота при взаимодействии с плазменными

электронами в распадающейся плазме. Эту возможность следовало проанализировать.

4. На стр. 140 отмечается, что "...в аномальном тлеющем разряде в диапазоне давлений (100 – 1000) Па основным процессом образования атомарного азота считается реакция ионизации электронным ударом в объеме плазмы – реакция 4.4". Однако приведенные в тексте реакции не являются реакциями ионизации, это реакция диссоциации молекулы электронным ударом и реакция возбуждения атома электронным соударением, с последующей излучательной релаксацией.

5. Автор часто использует термин «релаксация плазмы», например, «...во время паузы между импульсами плазма **релаксирует** в течение (300 – 400) мкс...» (автореферат, стр. 16). Однако, классическое определение термина «релаксация плазмы» означает (цитата) «процесс изменения функций распределения заряженных частиц в плазме за счёт столкновений при стремлении их к термодинамическому равновесию, приводящий к установлению максвелловского распределения». Если разряд гаснет, то, по моему мнению, правильнее было бы использовать термин «распад плазмы».

6. Автор использует термин **рентгенограмма** (автореферат, стр. 15) применительно к **дифрактограмме**. Рентгенограмма — это не спектр изучения, а изображение исследуемого объекта, полученное на рентгеновской пленке или фотобумаге при помощи рентгеновского излучения.

7. Автор применяет термин «однородность концентрации плазмы» как количественную характеристику. Например, «...что приводит к постепенному увеличению однородности генерируемой плазмы» (автореферат, стр. 16). Однако, однородность - это как медицинский факт: или она есть или ее нет. Количественным критерием является степень неоднородности плазмы.

8. В разделе 1.1. диссертации часто используется термин «отчистка» вместо «очистка».

Сделанные замечания не снижают высокого научного уровня выполненной работы, тем более, что большинство замечаний относится к неточному использованию некоторых специальных терминов. В целом же работа изложена грамотным языком в хорошем научном стиле.

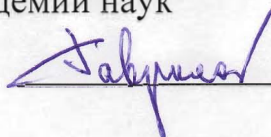
Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней

На основании вышеизложенного можно сделать вывод о том, что диссертация В.В. Денисова является научно-квалификационной работой, в

которой решена научная проблема, имеющая важное значение для развития соответствующих разделов вакуумной и плазменной электроники и техники генерации однородной неравновесной холодной плазмы в больших объемах для модификации поверхностей материалов.

Диссертация В.В. Денисова соответствует всем требованиям ВАК и требованиям п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842 (с изменениями, внесенными Постановлением Правительства РФ от 21 апреля 2016 г № 335), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор В.В. Денисов заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.27.02 - вакуумная и плазменная электроника.

Официальный оппонент,
заведующий лабораторией пучков частиц ИЭФ УрО РАН,
доктор технических наук,
член-корреспондент Российской академии наук


Н.В. Гаврилов

Подпись Н.В. Гаврилова заверяю:
Ученый секретарь ИЭФ УрО РАН
к.ф.-м.н.


Е.Н. Кокорина
«25» «сентября» 2018 г.
