

УТВЕРЖДАЮ

Директор Федерального государственного бюджетного
учреждения науки Института физического
материаловедения Сибирского отделения
Российской академии наук (ИФМ СО РАН),
д.ф.-м.н.

 Номоев А.В.

« 17 » сентября 2025 г.

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертацию Каменецких Александра Сергеевича «Генерация плазмы и синтез покрытий с интенсивным ионным сопровождением в газоразрядных системах с плазменным и самонакаливаемым катодами», на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 1.3.13 – электрофизика, электрофизические установки.

Актуальность избранной темы обуславливается неослабевающим интересом исследователей к разработке и изучению специализированных систем генерации плазмы и синтеза покрытий с интенсивным ионным сопровождением. Вакуумно-плазменные методы обеспечивают высокую плотность потока частиц, формирующих покрытие, отличаются простотой технической реализации и отсутствием факторов, ухудшающих качество покрытий, способствуют развитию более совершенных технологий, имеющих перспективы промышленного внедрения. К числу перспективных подходов относится использование сильноточного разряда с полым катодом. Разряд такого типа может поддерживаться в контрагированном режиме и таким образом обеспечивать высокую плотность мощности на аноде и высокоскоростной синтез покрытий, что является новой и неразработанной областью для устройств такого типа. Применение анодного испарения для реакционного осаждения покрытий из бинарных и многокомпонентных соединений в условиях активного управляемого воздействия на реакционную среду открывает перспективу создания и внедрения таких газоразрядных систем, и имеют высокую значимость для развития вакуумно-плазменных методов модификации материалов.

К началу выполнения настоящей работы оставались недостаточно изученными особенности процессов реализации интенсивного ионного сопровождения и активации газовой среды в системах осаждения покрытий, обеспечивающих независимую регулировку в широких пределах параметров ионного потока от долей до десятков мА/см² и от десятков до сотен эВ, массового состава, зарядового состояния частиц газа и высокоскоростного синтеза покрытий в разряде низкого давления.

Целесообразность исследований подтверждается обстоятельным критическим анализом реальной ситуации, сложившейся в последнее время в области исследования генерации плазмы. Синтеза покрытий с интенсивным ионным сопровождением, в частности, в газоразрядных системах с плазменным и самонакаливаемым катодами с магнетронным распылением. Основное внимание уделено рассмотрению особенностей создания низкоэнергетических ~ 100 эВ электронных пучков на основе плазменного катода с сеточной стабилизацией, влиянию плазмы, генерируемой пучком низкоэнергетических электронов в среде инертного и реакционного газов, на работу магнетронной распылительной системы. Обоснована целесообразность реализации сильноточного ионного сопровождения процесса осаждения покрытий, посредством пучка низкоэнергетических электронов на основе разряда с самонакаливаемым полым катодом. Использование высокоскоростного до 10 мкм/ч метода синтеза нитридных и оксидных покрытий реакционным анодным испарением. На основании проведенного анализа сформулированы цель и основные задачи исследований.

Изучение диссертации и публикаций в рецензируемых научных изданиях из перечня ВАК подтверждает, что диссертация написана автором самостоятельно, обладает внутренним единством, содержит новые научные результаты и положения, выдвигаемые для публичной защиты, свидетельствует о личном вкладе автора диссертации в науку и является научно-квалификационной работой. В полной мере соответствует требованиям и критериям, установленным действующим постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842 «О порядке присуждения ученых степеней». Постановлениям от 21 апреля 2016 г. № 335 "О внесении изменений в Положение о присуждении ученых степеней" и от 20.03.2021 г. № 426 «О внесении изменений в некоторые акты Правительства Российской Федерации...». Приказа Министерства науки и высшего образования Российской Федерации от 24 февраля 2021 г. № 118 «Об утверждении номенклатуры научных специальностей...».

Характер результатов диссертации отвечает на большие вызовы, обозначенные приоритетным направлением Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации, - Указ Президента Российской Федерации от 01.12.2016 № 642 «О Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации», раздел II, п. 20 «Переход ... к новым материалам и способам конструирования...». Имеет важное значение для развития критических технологий Российской Федерации - Указ Президента РФ от 07.07.2011 № 899 (ред. от 16.12.2015) "Об утверждении приоритетных направлений развития науки, технологий и техники в Российской Федерации и перечня критических технологий Российской Федерации", п. 17 «Технологии получения и обработки функциональных наноматериалов».

Диссертационная работа выполнена при финансовой поддержке:

- Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук в 2013–2020 годы, в рамках Государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации по научной теме 005 0389-2015-0023 «Разработка газоразрядных устройств с плазменным катодом и их применение для модификации поверхности материалов»;

- Программы фундаментальных научных исследований в Российской Федерации на долгосрочный период (2021-2030 годы), в рамках Государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации по научной теме АААА-А18-118030290008-2 «Разработка газоразрядных устройств для модификации поверхности материалов воздействием пучков частиц и потоков плазмы»;

- Программы фундаментальных исследований в рамках программ Президиума РАН № 12-П-2-1046 «Развитие методов модификации поверхности материалов с использованием низкоэнергетических электронных пучков»;

- грантом Президента РФ для молодых российских ученых-кандидатов наук. Технические и инженерные науки. МК-1373.2008.8 «Газоразрядная система с сетчатым плазменным катодом для генерации ленточных ионных пучков и плазменных образований значительной протяжённости»;

- грантами РФФИ № 07-08-00128, № 07-02-97608, № 09-08-00706-а, № 12-08-31157-а, № 12-08-31142-а, № 12-08-31300-а, № 17-08-00942-а и № 20-08-00169-а, грантами РНФ № 18-19-00567 и № 20-79-10059, грантом в форме Государственного контракта № 40.030.11.1126 на выполнение НИОКР «Новые методы генерации ионных пучков» по федеральной целевой научно-технической программе «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития науки и техники».

По результатам диссертационной работы инициирован и выполнен ряд хозяйственных работ.

Методологическую основу диссертационного исследования составляют общенаучные апробированные методы диагностики плазмы, анализа покрытий и определения их свойств. Кроме того, в экспериментах были использованы оригинальные методики зондовой диагностики, адаптированные для проведения исследования условий генерации пучка низкоэнергетических электронов при наличии интенсивного обратного ионного потока, определения параметров парогазовой среды в условиях анодного испарения.

В диссертации А.С. Каменецких изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения, в частности, создание источника низкоэнергетических ~100 эВ электронных пучков на основе плазменного катода с сеточной стабилизацией при генерации плотной пучковой плазмы. Расширение диапазона рабочих давлений, в пределах которого обеспечивается стабильная эмиссия электронов с высокой эффективностью извлечения. Повышение ресурса сеточного электрода. Объединение источника низкоэнергетических электронов с магнетронной распылительной

системой и создание условий для регулировки в широких пределах отношения плотности ионного тока к плотности потока распыленных частиц, управления массовым составом и зарядовым состоянием частиц реакционного газа в процессе осаждения покрытий. Определение влияния плазмы, генерируемой пучком низкоэнергетических электронов в среде инертного и реакционного газов, на работу магнетронной распылительной системы и условий синтеза нанокompозитных, нитридных и оксидных покрытий и их свойства. Оптимизация сильноточного ионного сопровождения процесса осаждения покрытий посредством источника пучка низкоэнергетических электронов на основе разряда с самонакаливаемым полым катодом. Обеспечение стабильности тока разряда и высокого ресурса при повышенном давлении реакционного газа в рабочей камере. Создание нового метода высокоскоростного синтеза покрытий реакционным анодным испарением в сильноточном разряде с самонакаливаемым полым катодом.

Научная значимость полученных результатов заключается в значительном вкладе в понимание основных физических процессов, влияющих на генерацию пучково-плазменных образований.

К наиболее значимым относятся:

Снижение частоты ионизации газа пучком электронов, генерируемого источником с плазменным катодом с сеточной стабилизацией при ускоряющих напряжениях ~ 100 В, обуславливается повышением потенциала плазменного катода под действием обратного потока ионов из пучковой плазмы, в результате которого при увеличении давления газа разность потенциалов на биполярном диоде между плазмами снижается, что приводит к значительному уменьшению энергии электронов.

Обнаружение с повышением давления газа $> 0,1$ Па автоколебаний потенциала эмитирующей плазмы с частотой 30-130 кГц, глубиной модуляции энергии электронов в пучке до 90 % и эмиссионного тока не более 20 %. Выявление отрицательной обратной связи между потенциалом эмитирующей электроны плазмы и током ионов, инжектируемых в электронный эмиттер из пучковой плазмы, причем приращение потенциала эмитирующей плазмы, сопоставимое с величиной ускоряющего напряжения источника электронов, происходит с запаздыванием относительно ионного тока из пучковой плазмы, определяемого временем жизни ионов в плазме.

Способ регулирования в широких пределах интенсивности ионного сопровождения и диссоциации реакционного газа в магнетронной распылительной системе осаждения покрытий, основанный на независимом воздействии на газовую среду пучком низкоэнергетических электронов, генерируемым источником с плазменным катодом с сеточной стабилизацией.

Синтезирование покрытий из Mn-Co шпинели, допированной иттрием, на стальных токовых коллекторах (ТК) твердооксидного топливного элемента магнетронным распылением в Ar/O₂ плазме широкого пучка низкоэнергетических электронов, определение оптимальных условий синтеза и структуры покрытий MnCo₂O₄-($\sim 0,1-2$ ат. % Y), обеспечивающих стабильное значение удельного поверхностного сопротивления ТК с

покрытиями $\sim 6 \text{ мОм} \cdot \text{см}^2$ при работе в окислительной среде не менее $5 \cdot 10^{-3}$ ч при температуре $8 \cdot 10^2$ °С.

Снижение уровня внутренних напряжений нитридных нанокompозитных TiAlSiN и покрытий из бинарных BN соединений, синтезируемых методом реакционного магнетронного распыления однокompонентных мишеней, достигается в условиях сильноточного ионного сопровождения при отношении плотности тока ионов и потока нейтральных частиц > 20 .

Методика измерения концентрации атомов реакционного газа каталитическим зондом, позволяет выделять вклад гетерогенной рекомбинации атомов газа на фоне доминирующего действия дополнительных факторов. Впервые проведены измерения степени диссоциации реакционного газа O_2 каталитическим зондом непосредственно в плазме сильноточного разряда.

Осаждение покрытий со скоростью до 10 мкм/ч, в среде реакционного газа, при высокой интенсивности ионного сопровождения и степени диссоциации газа термическим анодным испарением в разряде с самонакаливаемым полым катодом, достигается увеличением частоты взаимодействия электронов с газом в плотных встречных потоках частиц путем сжатия разряда и формирования слоя пространственного заряда в области дополнительного анода.

Значима практическая ценность работы. Создан ряд газоразрядных устройств на основе плазменного катода с сеточной стабилизацией, работающих в широком диапазоне давлений газа, токов эмиссии электронов и обеспечивающих высокую эффективность генерации ионов с высоким ресурсом эмиссионного электрода, в частности, источники широких пучков низкоэнергетических электронов с магнетронными распылительными системами. Газоразрядные устройства позволяют существенно расширить возможности по управлению параметрами ионного сопровождения, массового состава и зарядового состояния частиц реакционной среды. Перспективность разработанного высокоскоростного метода получения покрытий анодным термическим испарением в разряде с самонакаливаемым полым катодом, обусловлена совокупностью основных характеристик, возможностью регулировки плотности ионного тока и степени диссоциации реакционного газа в широком диапазоне значений и подтверждается результатами комплексного исследования условий низкотемпературного синтеза и свойств Al_2O_3 покрытий.

Установка ионно-плазменного напыления внедрена (Акт №126-40/25 от 03.07.2025) в АО «Институт реакторных материалов» для нанесения коррозионностойкого покрытия на конструкционную сталь ЭП637А (тема №33/09) и защитных покрытий магнетронным распылением с регулируемым ионным сопровождением (тема №13-2-024 ИРМ).

Результаты диссертационной работы использованы (Справка №100.262/03 от 10.04.2025) в образовательной деятельности при подготовке студентов кафедры электрофизики Физико-технологического института Уральского Федерального Университета по направлению 11-04-04

электроника и наноэлектроника.

Наряду с достаточным изложением научно обоснованных новых технических и технологических решений, в диссертации обнаруживаются следующие замечания:

- в диссертации (с. 11, п. 3 выносимых на защиту научных положений) утверждается «Увеличение степени диссоциации и ионизации реакционной газовой среды под действием низкоэнергетического ... электронного пучка в процессе осаждения покрытий обеспечивает возможность кратного снижения давления реакционного газа, ... позволяет синтезировать при пониженных давлениях газа ... покрытия из бинарных соединений TiN с повышенной твердостью 35 ГПа...». Определенно требует пояснения, какими факторами (технологическими, структурными) обусловлены столь высокие величины микротвердости покрытий TiN.

- на рисунке 2.6, с. 61 приведены зависимости ионного тока на коллектор от давления газа с наблюдаемым немонотонным ходом зависимости для размеров ячейки сетки 1,2 мм при токах разряда 0,2-0,6 А, требует пояснения, немонотонный ход зависимости в отличие от растущих зависимостей для размеров ячейки сетки 0,6 мм;

- экспериментальная зависимость отношения тока на коллектор к току разряда I_k/I от давления газа (с. 87, рисунок 3.3), имеет крутой и пологий участки с ростом давления, требует пояснения такой ступенчатый характер зависимости при постоянных токе разряда 2 А и ускоряющем напряжении 100 В;

- установлено, - максимальное значение твердости покрытия TiAlSiN достигается при токе эмиссии электронов 20 А (рисунок 6.12, с. 182) при меньших и больших значениях тока твердость снижается каковы доминирующие факторы достижения максимальной твердости покрытия;

- в автореферате (раздел «Список основных работ, опубликованных по теме диссертации», с. 42) имеет место, - список статей включает ссылки (п.п. 21-25) на российские переводные журналы и тут же в перечне повторяются ссылки на те же самые переводные статьи, достаточно указать ссылки на статьи, опубликованные, либо в исходных российских журналах, либо их переводные версии.

Принимая во внимание достаточную степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации и выдвигаемых автором для публичной защиты, их достоверность и новизну. Наукометрические показатели А.С. Каменецких (российский научный индекс цитирования 568, научная продуктивность ученого h index – 12). Достаточный научный уровень 27 статей в рецензируемых российских и зарубежных научных журналах, включенных в актуальную версию «Белого списка» (БС), из них 22 статьи с коэффициентами уровней журналов БС1 и БС2, в том числе 20 статей в научных журналах, включенных в перечень ВАК РФ, апробацию результатов диссертации на 31 представительных международных и всероссийских научных и научно-практических конференциях и семинарах. Предложенные автором новые принципиальные

технические решения строго аргументированы и критически оценены по сравнению с другими известными решениями и защищены 9 патентами RU на изобретения.

Диссертационная работа «Генерация плазмы и синтез покрытий с интенсивным ионным сопровождением в газоразрядных системах с плазменным и самонакаливаемым катодами» полностью соответствует требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней» от 24 сентября 2013 г. № 842, ее автор, КАМЕНЕЦКИХ Александр Сергеевич, заслуживает присуждения ученой степени доктора технических наук, по специальности 1.3.13 – электрофизика, электрофизические установки.

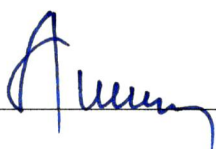
Главный научный сотрудник Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физического материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФМ СО РАН), доктор технических наук по специальности 01.04.04 - физическая электроника, профессор по специальности 01.04.04 - физическая электроника,

Семенов Александр Петрович.

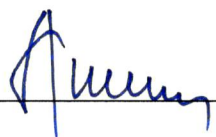
670047 Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, д. 6,

телефон: 8(3012)433184,

e-mail: semenov@ipms.bscnet.ru

 А.П. Семенов

Согласен на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета и их дальнейшую обработку.

 А.П. Семенов

Подпись удостоверяю, начальник Организационного отдела Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физического материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук,

 Александрова А.И.

Почтовый адрес: 670047, Россия, г. Улан-Удэ, ул. Сахьяновой, д. 6.

Телефон: 8(3012)433184 E-mail: dir@ipms.bscnet.ru

«17» сентября 2025 г.