

На правах рукописи

УДК 621.792.4

Каракулов Руслан Александрович

**Повышение герметичности и надёжности спаев алмаз-металл с
помощью многослойной тонкоплёночной структуры**

05.27.06 – Технология и оборудование для производства полупроводников,
материалов и приборов электронной техники

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук



Москва – 2021

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)» (МГТУ им. Н.Э. Баумана).

Научный руководитель: д.т.н., профессор **Панфилов Юрий Васильевич**

Официальные оппоненты: **Белянин Алексей Федорович**
доктор технических наук, профессор
начальник отдела ИТО «Радиофотоника»
АО «Центральный научно-исследовательский
Технологический институт «Техномаш»

Лямин Андрей Николаевич
кандидат технических наук
доцент кафедры «Радиоэлектроника,
телекоммуникации и нанотехнологии»
ФГБОУ ВО «МАИ»

Ведущая организация: Научно-производственный комплекс АО «Плутон»

Защита диссертации состоится « ____ » _____ 202_ г. в _____ часов на заседании диссертационного совета Д 212.141.18 в Московском государственном техническом университете им. Н.Э. Баумана по адресу: 105005, г. Москва, 2-ая Бауманская ул., д.5, стр.1, учёному секретарю диссертационного совета Д 212.141.18.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана и на сайте www.bmstu.ru.

Ваш отзыв в 1 экземпляре просим высылать по указанному адресу.

Автореферат разослан « ____ » _____ 202_ г.

Ученый секретарь диссертационного
совета, к.т.н., доцент



Мешков С.А.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность диссертационной работы

Интенсивное развитие СВЧ техники влечёт за собой увеличение мощности излучения, выводимого из приборов. Этим обусловлено применение материалов, к которым предъявляются повышенные требования по таким характеристикам, как тангенс угла диэлектрических потерь ($\text{tg}\delta$), теплопроводность, коэффициент температурного линейного расширения (КТЛР), механическая прочность. Поэтому широкое применение получили корундовая (22ХС) и алюмонитридная керамики (AlN), поликристаллический CVD-алмаз, карбид кремния (SiC). По сочетанию важнейших параметров для электронных приборов самым перспективным можно считать именно искусственный алмаз, отличающийся от природного количеством дефектов и более низкой стоимостью (Таблица 1).

Таблица 1.

Свойства диэлектриков, применяемых в СВЧ технике

Материал	КТЛР, $\frac{1}{\text{К}}$	Теплопроводность, $\frac{\text{Вт}}{\text{м}\cdot\text{К}}$	Предел прочности, МПа	$\text{tg}\delta$
22ХС	$7,9 \cdot 10^{-6}$	12,1	314	$15 \cdot 10^{-4}$
AlN (Нитал-17)	$4,5 \cdot 10^{-6}$	100	225	$55 \cdot 10^{-4}$
CVD-алмаз	$0,8 \cdot 10^{-6}$	2000	500	$0,5 \cdot 10^{-4}$
CVD- SiC	$4,4 \cdot 10^{-6}$	150	480	$0,6 \cdot 10^{-4}$

Для вывода излучения мощностью 1-2 МВт (гиротроны, лампы бегущей волны, клистроны) используются поликристаллические алмазные диски диаметром более 50 мм и толщиной 1-2 мм, обладающие рекордно низким тангенсом угла диэлектрических потерь и высокой теплопроводностью (см. Таблицу 1). В связи с этим, потери СВЧ мощности при прохождении через алмазный диск не превышают 0,2 %, температура диска в центре не больше 100 °С и стабилизируется в течение единиц секунд. Использование этого материала практически снимает проблему прохождения мегаваттного излучения в непрерывном режиме через окно вывода энергии.

Однако ввиду существенного различия КТЛР искусственного алмаза и конструкционных металлов СВЧ приборов (медных изделий) существует проблема получения вакуумно-плотных (натекание менее 10^{-10} Па · м³/с), механически прочных (более 10 МПа), термоциклически надёжных (количество выдерживаемых термоциклов не менее 10 в режиме 20-500-20 °С) спаев. Кроме того, высокая стоимость алмаза, полученного методом CVD (Chemical Vapor Deposition) - химического осаждения из паровой фазы, ограничивает возможность активного исследования его взаимодействия с металлами при высокотемпературных воздействиях.

Состояние проблемы

Одним из основоположников разработки технологии соединения алмаза с металлическими изделиями является Ерошев В.К. Ряд патентов по получению герметичных узлов вывода энергии с применением CVD-алмаза в качестве окна принадлежит НПП «Исток» (Ляпин Л.В., Сытилин С.Н., Павлова М.А.). Известны результаты исследований научных групп из США (Зарнок К.П., Яковенгело К.Д.) по предварительной металлизации алмаза вольфрамом при высокой температуре и дальнейшей пайке с арматурой приборов. В работах Е. Такахаши описывается предварительное нанесение алюминия на алмаз. Известны примеры использования многослойного покрытия алмаза на основе карбидообразующих металлов ряда титан, молибден, никель, в которых с целью повышения адгезии содержится промежуточный слой кремния (работы Крысова Г.А., Духновского М.П., Ратниковой А.К.). На предприятии ЗАО НПП «Гиком» применяется технология соединения CVD-алмаза с медными манжетами путём предварительного нанесения на зону пайки пасты, содержащей титан, медь и серебро.

Анализ проведенных патентных исследований и существующих технологий показал, что некоторые данные противоречат друг другу, известные методы обладают определёнными недостатками и не позволяют получать требуемые характеристики спаев алмаза с металлическими деталями. Новым решением данной проблемы может стать использование многослойной металлизационной

структуры, наносимой методами вакуумного плазменного осаждения перед пайкой.

Поэтому **целью данной работы** является научное обоснование выбора материалов, методов и режимов нанесения на поликристаллический CVD-алмаз многослойного покрытия, обеспечивающего заданные требования по герметичности и надежности.

Для достижения поставленной цели необходимо решить ряд **задач**:

- 1) определение материалов тонкоплёночной структуры и количества слоёв;
- 2) выбор метода и технологического оборудования для нанесения покрытий;
- 3) расчёт толщины слоёв структуры и параметров процесса металлизации;
- 4) исследование фазовых превращений непосредственно после нанесения и после термообработки покрытия;
- 5) проверка герметичности и надёжности опытных образцов.

В ходе выполнения работы определены положения **научной новизны**:

- 1) установлено наилучшее сочетание материалов (C:Ti-Cu-Ni) и толщин (1 – 3 мкм) слоёв покрытия для спаев алмаз-металл, обеспечивающее требуемые показатели герметичности (менее 10^{-10} Па·м³/с) и надежности (более 10 термоциклов в режиме 20-500-20 °С);
- 2) разработана модель диффузионного и фазового взаимодействия слоёв металлизации с CVD-алмазом, заключающаяся в локальном образовании карбида (TiC) после ионной обработки и формировании сплошного покрытия в результате отжига;
- 3) выявлена взаимосвязь герметичности спая алмаз-металл с режимами термообработки – для получения вакуумно-плотных соединений необходимо проведение длительного (не менее 3 ч) высокотемпературного (700 °С) отжига после формирования каждого слоя покрытия.

Практическая ценность исследований:

- 1) разработаны рекомендации по распределению толщин чередующихся слоев металлов (Ti-Cu-Ni), обеспечивающих герметичные соединения алмаз-металл и керамика-металл;

- 2) предложена методика проведения технологического процесса нанесения многослойной тонкопленочной структуры в едином вакуумном цикле или в рабочей камере с тремя магнетронными источниками, или с использованием установки шлюзового типа;
- 3) разработаны рекомендации по использованию методик планирования экспериментов (ПФЭ илиДФЭ) для оптимизации толщины каждого слоя металлизации по критерию максимальной прочности соединения.

Методы исследования

Для определения путей решения проблемы проведены патентные исследования в области соединения алмаза с металлическими изделиями. Анализ диаграмм состояния позволил определить материал каждого слоя покрытия, наносимого перед пайкой. Выбор метода проведения металлизации и оборудования выполнен по принципу критериального анализа. Изучение теорий роста тонких плёнок и диаграммы Торнтонна позволило определить режимы формирования каждого слоя для получения определённой структуры покрытия. С помощью рентгенофазового анализа получена информация о физико-химических процессах, протекающих на границах алмаз-металл и металл-металл, что позволило построить модель взаимодействия материалов до и после термообработки. Также проведены экспериментальные исследования зависимости механической прочности соединения от толщины плёнки согласно полнофакторному и дробнофакторному алгоритмам планирования. Степень влияния термообработки на механические характеристики металлизации изучена благодаря качественному сравнению покрытий с длительным межстадийным отжигом и без него. После пайки узлов оценена прочность соединения, выполнен проверочный расчёт, подтверждающий адекватность результатов эксперимента. Измерение суммарного потока натекания после каждого термоцикла позволило сделать вывод о герметичности и надёжности получаемых по разработанной технологии спаев.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных научных результатов, выводов и рекомендаций диссертационной работы обусловлена использованием поверенных средств измерения, результатами проведённых экспериментальных исследований (получением модели), прошедших проверку на адекватность, и внедрением разработанных методик в технологический процесс изготовления гиротронов (ЗАО НПП «Гиком»), а также в производство вакуумного оборудования предприятием АО «НИИТМ».

Основные положения, выносимые на защиту:

- 1) величина адгезии многослойной металлизации к алмазу зависит от материала и толщины каждого слоя – для покрытия из титана, меди и никеля рекомендуется соотношение толщин 3 мкм, 3 мкм и 1 мкм, соответственно;
- 2) герметичность и надёжность спая алмаз-металл зависит от конструктивных особенностей медной манжеты и режимов формирования покрытия – в месте спая манжета должна быть тонкостенной (0,8...1,5 мм) и не иметь концентраторов напряжений, а покрытие следует подвергать термообработке при температуре 700 °С длительностью не менее 3 часов после нанесения каждого слоя для релаксации внутренних напряжений и активации диффузионных процессов;
- 3) наличие промежуточных фаз алмаз-металл и металл-металл, образующихся при термообработке, определяют механическую прочность и вакуумную плотность спая – чем больше хрупких фаз (Cu_3Ti , Ni_3Ti), тем соединение менее надёжное.

Апробация работы

Основные положения диссертационной работы докладывались на:

- XXI Международной научно-технической конференции «Высокие технологии в промышленности России», Москва, 2016;
- Всероссийском форуме научной молодёжи «Богатство России», Москва, 2017;
- 3-й международной научно-практической конференции, Курск, 2017;

- XII международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология», Москва, 2017;
- 24-й научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов «Вакуумная наука и техника», Крым, 2017;
- 25-й научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии - 2018», Санкт-Петербург, 2018.

Публикации

Результаты проведённых исследований по теме диссертационной работы отображены в 3-х научных статьях научно-технических сборников, рецензируемых РИНЦ; в 3-х публикациях изданий, рекомендованных ВАК РФ; в одной работе журнала, находящегося в базе данных Scopus.

Личный вклад

Автором проведён анализ существующих способов соединения CVD-алмаза с металлом и выбран оптимальный с использованием предварительной металлизации. Подобраны материалы покрытия, метод нанесения, тип оборудования. На установке «МВУ Магна ТМ» отработаны режимы обезгаживания алмаза, ионной обработки, магнетронного распыления, отжига. Продемонстрировано применение методики планирования экспериментов для получения зависимости прочности соединения алмаз-медь от толщины каждого слоя покрытия. Разработана модель взаимодействия алмаза с металлом и металла с металлом как в процессе нанесения, так и при термообработке на основе проведённых фазовых исследований. Спаяны несколько образцов CVD-алмаза с медными манжетами, проведена оценка прочности, вакуумной плотности и термоциклической надёжности соединений.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, общих выводов и списка литературы. Материалы диссертации изложены на 125 страницах машинописного текста (82 рисунка, 25 таблиц, список литературы из 70 наименований).

Содержание диссертации

Во введении обоснована актуальность темы диссертации с указанием технических требований к соединению CVD-алмаза с конструкционными материалами (медными манжетами), сформулированы цель и задачи исследования, научная новизна и практическая значимость, приведены положения, выносимые на защиту.

В первой главе описано текущее состояние проблемы соединения металлических изделий и CVD-алмаза с учётом его физико-химических характеристик. Проанализированы патенты, статьи, диссертации в этой области и сделан вывод о том, что наиболее эффективно использовать предварительную металлизацию алмаза карбидообразующими материалами. Это обеспечит необходимую при эксплуатации СВЧ приборов прочность, герметичность и надёжность соединения. Суммарная толщина тонкоплёночной структуры должна лежать в диапазоне 1 мкм ... 8 мкм.

Во второй главе представлены результаты выбора материалов слоёв на основании изучения диаграмм состояния металлов с алмазом, в результате чего первым слоем выбран титан, вторым - для релаксации напряжений в спае - медь, а для обеспечения защиты меди от окисления и хорошей смачиваемости припоем – никель.

Проанализированы существующие технологии нанесения покрытия. Из-за возможности регулирования температуры подложки, скорости осаждения, реализации всего техпроцесса металлизации в едином вакуумном цикле предложен метод магнетронного распыления. Определены режимы нанесения для получения плёнок с необходимой структурой и минимальным количеством дефектов исходя из рассмотренных теорий зародышеобразования и диаграммы структурных зон Торнтона. Таким образом, наиболее предпочтительны, с точки зрения механических свойств, покрытия с микрокристаллической структурой, соответствующей зоне T модели Торнтона, и конденсирующиеся по механизму пар-кристалл. Для этого должны соблюдаться режимы магнетронного осаждения: давление рабочего газа на уровне 0,2–0,4 Па, температура подложки $T_{\text{п}} \approx 0,3 \cdot T_{\text{пл}}$.

Учитывая температуры плавления материалов металлизации Ti-Cu-Ni (для титана $T_{плTi} = 1670\text{ }^{\circ}\text{C}$, для меди $T_{плCu} = 1083\text{ }^{\circ}\text{C}$, для никеля $T_{плNi} = 1455\text{ }^{\circ}\text{C}$) при нанесении каждого слоя должна поддерживаться соответствующая температура подложки ($T_{пTi} \approx 500\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{пCu} \approx 300\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{пNi} \approx 400\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Кроме того, приведены возможные методики планирования экспериментов по определению толщины каждого слоя покрытия для получения максимальной прочности соединения алмаз-медь. При ограниченности временных и материальных ресурсов целесообразно применять дробнофакторное планирование эксперимента (ДФЭ), а для составления более точной регрессии – полнофакторное (ПФЭ).

В третьей главе представлены технические характеристики, которыми должно обладать оборудование для реализации разрабатываемой технологии, а также результаты экспериментальных исследований. Приведены две возможные схемы установки, одна из которых относится к «МВУ Магна ТМ» (Рисунок 1 - слева), другая – к альтернативному оборудованию с тремя магнетронными источниками (Рисунок 1 - справа). Оба варианта исполнения отвечают главному требованию к проведению технологического процесса – предварительная ионная обработка, нанесение слоёв покрытия, отжиг должны проводиться в едином вакуумном цикле без контакта с воздухом. Базовым оборудованием для экспериментальных исследований выбрана установка «МВУ Магна ТМ» (шлюзового типа), находящаяся на предприятии АО «НИИТМ».

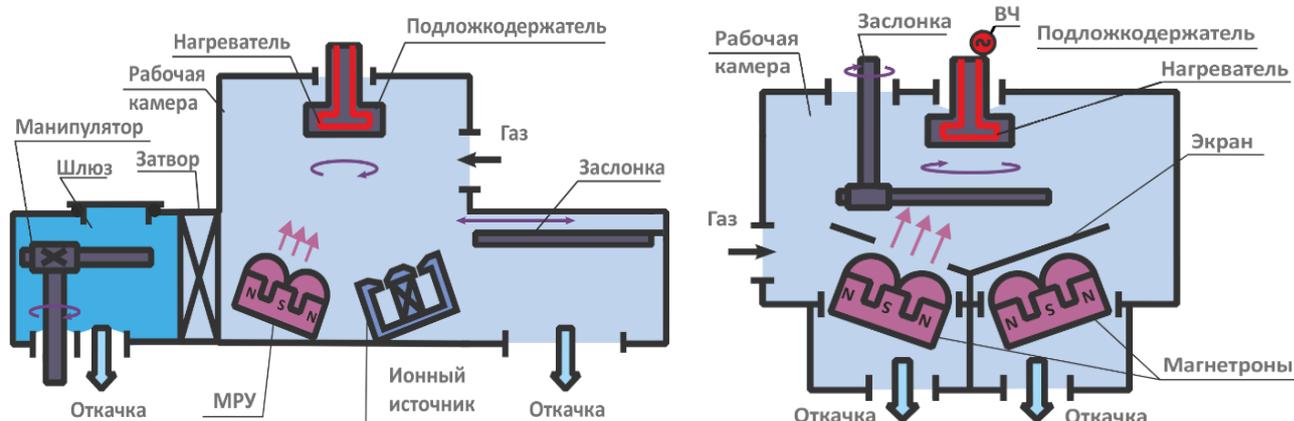


Рисунок 1. Варианты установок для нанесения покрытия Ti-Cu-Ni на CVD-алмаз (слева – «МВУ Магна ТМ», справа – альтернативное оборудование)

На данной установке отработаны режимы:

- 1) обезгаживания CVD-алмаза (в высоком вакууме при температуре 500 °С в течение нескольких часов);
- 2) ионной обработки (энергия ионов 500-600 эВ, ток 60 мА, время воздействия 10 минут);
- 3) магнетронного распыления (мощность 500-1500 Вт, температура подложки 300-500 °С в зависимости от наносимого материала);
- 4) отжига (700 °С в течение 3-4 часов).

На примере керамики 22ХС получена модель (уравнение регрессии), адекватная эксперименту для прогнозирования прочности металлокерамического соединения согласно ДФЭ в диапазоне варьирования толщины каждого слоя (Ti – X1, Cu – X2, Ni – X3) 200 нм ... 1000 нм:

$$\hat{Y} = 0,9375 + 0,3125 \cdot X1 + 0,0625 \cdot X2 + 0,6875 \cdot X3$$

Проведённый элементный анализ показал протекание активных диффузионных процессов в покрытии. Также в данном разделе подробно описано исследование фазовых превращений, на основании которых построена модель взаимодействия слоёв при отжиге (Рисунок 2) и сделаны следующие выводы:

- в процессе нанесения покрытия между слоями не протекают процессы химических взаимодействий (отсутствие промежуточных фаз из элементов Ti, Cu, Ni);
- в течение 30 минут термообработки при температуре 850 °С образуются различные фазы металлов: Cu₃Ti, Ni₃Ti, CuNi;
- наличие соединений никеля не только с медью, но и титаном, свидетельствует о его высокой диффузионной и химической активности;
- сравнение пайки в вакууме и аргоне показало, что в условиях пониженного давления окислов образуется меньше, чем в инертной среде;
- отсутствие фаз взаимодействия углерода с металлами говорит о преимущественно диффузионном характере взаимодействия покрытия с алмазом

(может присутствовать низкая концентрация фаз типа Ti-C – на уровне погрешности измерений);

- после проведения высокотемпературного отжига металлизация имеет сплошную структуру без резких границ.

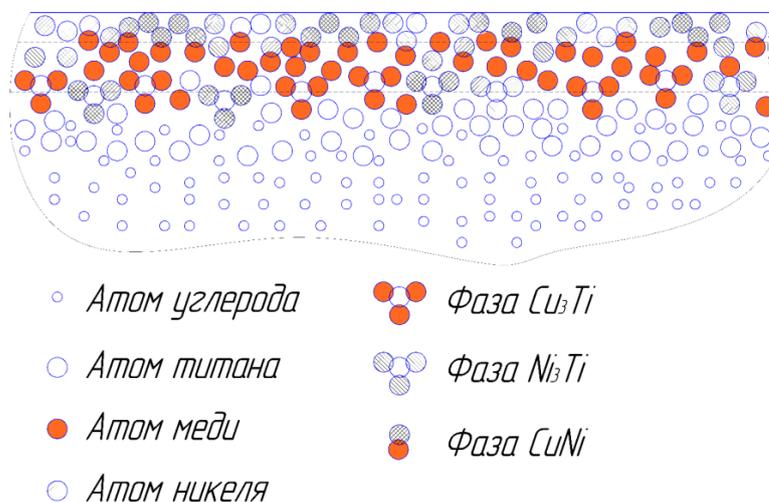
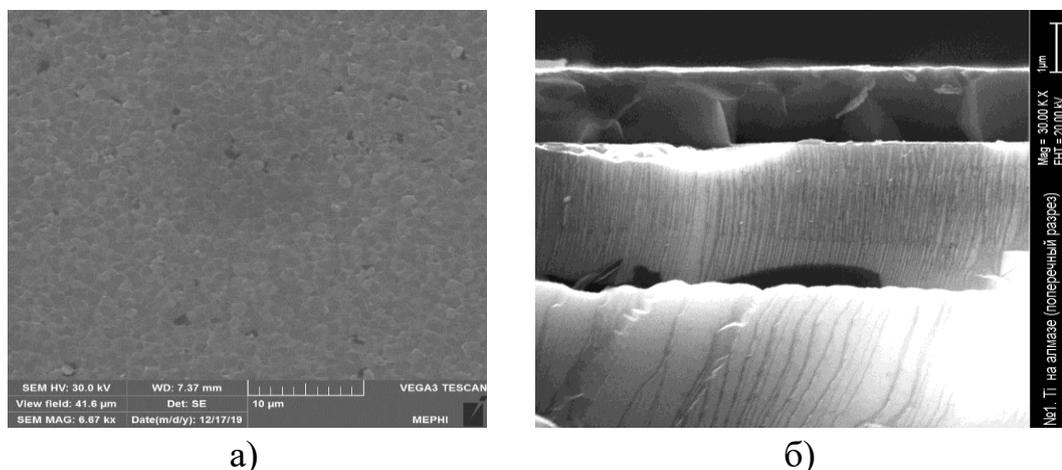


Рисунок 2. Модель взаимодействия слоёв покрытия при отжиге

Кроме того, описана пайка первых опытных образцов, оценена прочность их соединения – более 10 МПа. Проверочный расчёт подтвердил достоверность измерений. Однако проверка на герметичность этих узлов выявила необходимость доработки технологии на данном этапе.

В четвёртой главе описана модернизация технологии пайки CVD-алмаза с медной манжетой. С помощью растрового электронного микроскопа «EVO 40» фирмы «Zeiss» исследовано влияние высокотемпературного отжига на титановое покрытие и границу раздела Ti-C (Рисунок 3).



а) б)
 Рисунок 3. Титановое покрытие (а) и граница Ti-C (б)

Поверхность плёнки не имеет глубоких дефектов. Наблюдается зернистая структура с характерными размерами зерен около 200 – 500 нм. Строение покрытия однородно, толщина равномерна. Наблюдается чёткая граница Ti-C без пустот и отслоений плёнки. Элементный анализ, проведённый по толщине от алмаза к титану, свидетельствует о небольшой переходной зоне в несколько десятков нанометров (Рисунок 4) – результат диффузионного взаимодействия при длительном (более 3-х часов) высокотемпературном (700 °С) отжиге.

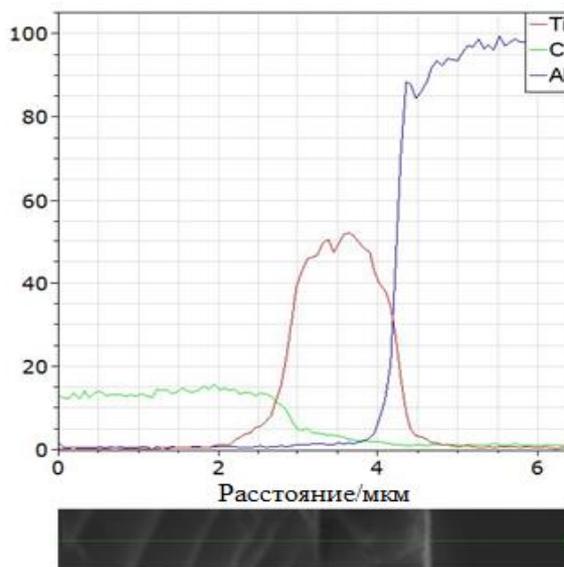


Рисунок 4. Распределение углерода и титана по толщине

Результаты наблюдений показали, что первый слой металлизации (Ti) после отжига имеет сплошную структуру без полостей и расслоений, равномерную толщину. Диффузионное взаимодействие титана с алмазом обеспечивает адгезионно прочное соединение и плотную границу Ti-C, что положительно влияет на герметичность спая.

В работе представлена оценка влияния длительной межстадийной термообработки каждого слоя и всего покрытия на адгезионную и когезионную прочность плёнки. По существующей технологии термообработка металлизированных изделий осуществлялась уже непосредственно перед пайкой в течение 30 минут при температуре 750 – 850 °С. Это способствует активному диффузионному взаимодействию материалов, но также может приводить и к возникновению дополнительных напряжений на границах слоёв из-за разницы

ТКЛР алмаза ($0,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), титана ($8,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), меди ($17,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) и никеля ($13,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). И если прочность сцепления этих материалов друг с другом оказывается ниже термических нагрузок, то возникают микроразрушения, что приводит к потере целостности структуры металлизации и, как следствие, к отсутствию герметичности соединения CVD-алмаза с медной манжетой.

Если термообработку проводить поэтапно, т. е. между стадиями нанесения каждого слоя покрытия, то можно достичь глубокого диффузионного взаимопроникновения материалов и получить прочную металлизацию без резких границ и расслоений. Таким образом, длительная термообработка титана перед осаждением меди позволяет получить достаточную величину адгезии, чтобы на этапе отжига покрытия Ti-Cu (после распыления меди) не произошло разрушения на границе Ti-C, а при термообработке всей металлизации (после нанесения никеля) сохранилась её целостность и адгезия к алмазу.

Для оценки значимости влияния межстадийного отжига на структуру покрытия (в дальнейшем и на вакуумную плотность спая) проведены два наблюдения. В первом опыте образец металлизирован по текущей технологии с длительным высокотемпературным отжигом ($700 \text{ }^\circ\text{C}$ не менее 3-х часов) только после осаждения всего покрытия. Во втором – после каждого этапа магнетронного распыления покрытие подвергалось термообработке при тех же режимах. Результат визуальной оценки покрытий (Рисунок 5) после извлечения из вакуумной камеры свидетельствует о необходимости внедрения в техпроцесс межстадийного отжига многослойной структуры.



Рисунок 5. Покрытие после межстадийного отжига (справа) и без него (слева)

В ходе доработки технологии изменена и конструкция манжеты для исключения концентраторов напряжений. Кроме того, для удобства исследования в дальнейшем вакуумной плотности узла и потока натекания предусмотрен фланец с противоположной от зоны пайки стороны (Рисунок 6).

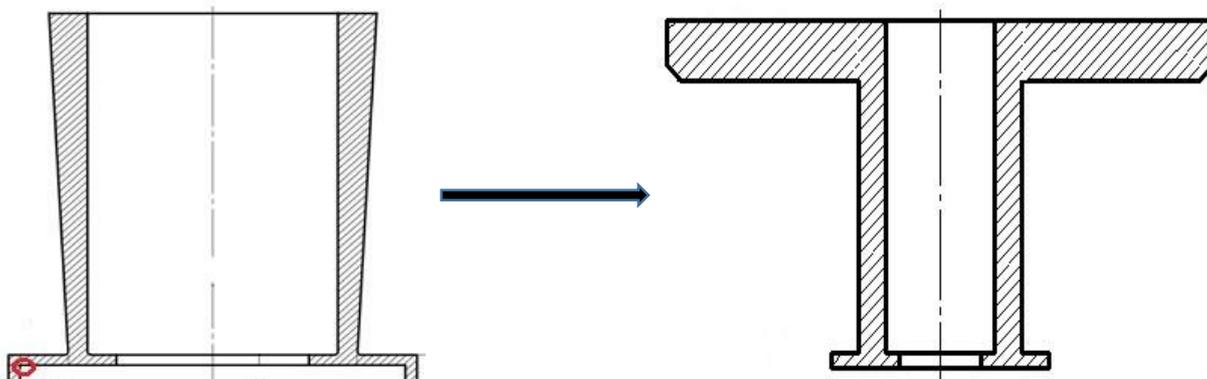


Рисунок 6. Схема доработки конструкции манжеты

Спроектирована специальная оснастка, обеспечивающая осевую ориентацию деталей друг относительно друга (Рисунок 7) и необходимую нагрузку на зону соединения в процессе пайки.

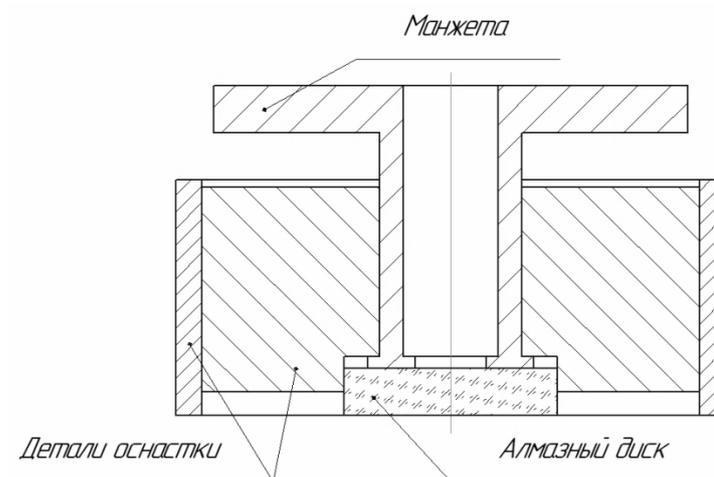


Рисунок 7. Оснастка в сборе с узлом алмаз-медь

Раскрыты основные операции разработанного технологического процесса получения соединения CVD-алмаза с медной манжетой:

- 1) предварительная подготовка поверхности CVD-алмаза;
- 2) металлизация в вакуумной камере (обезгаживание, ионная очистка, нанесение покрытия, отжиг);
- 3) пайка в вакуумной печи.

По отработанным режимам металлизирован алмазный диск слоями титана (3 мкм), меди (3 мкм) и никеля (1 мкм). Для проверки применимости технологии в смежных областях покрыт керамический (22ХС) образец аналогичными материалами. В результате пайки получены два узла – металлокерамический и алмаз-медь (Рисунок 8).

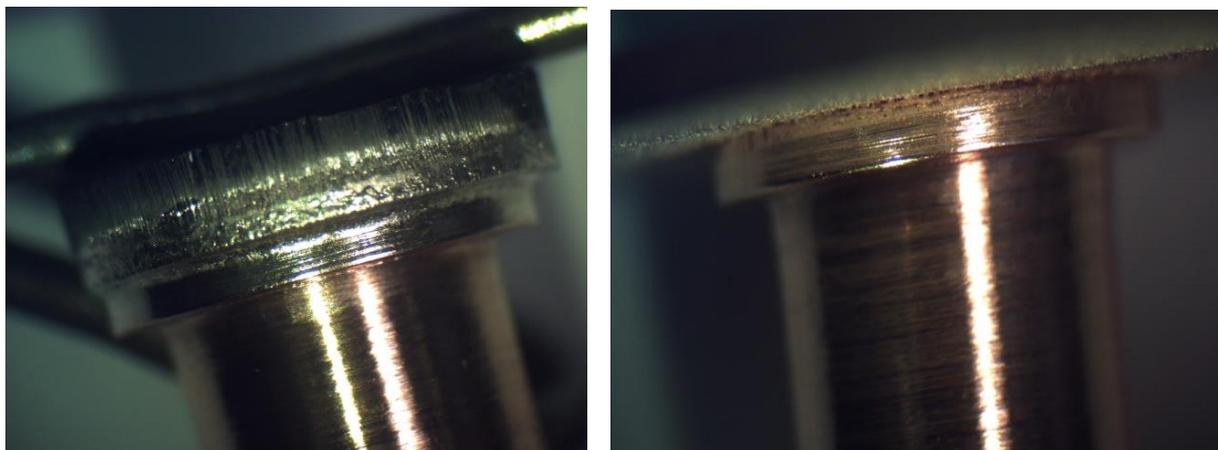


Рисунок 8. Спаи алмаз-медь (слева) и керамика-медь (справа)

Исследование вакуумной плотности соединений проведено с помощью гелиевого течеискателя фирмы «PFEIFFER» с чувствительностью на уровне 10^{-12} Па·м³/с. Прибор не обнаружил поток гелия через соединения. Спаи прошли все этапы контроля вакуумной плотности и оказались полностью герметичными.

В заключение проведена проверка надёжности полученных соединений. Изделия подвергались термоциклированию в режиме 20-500-20 °С при давлении 0,4-0,6 Па. После каждой температурной нагрузки спаи проверяли на герметичность. В результате соединения не потеряли вакуумную плотность даже после 20-го термоцикла, что свидетельствует о высоком показателе надёжности.

Основные результаты и выводы

1. Материал каждого слоя металлизации CVD-алмаза необходимо выбирать с учетом химического сродства к углероду и в соответствии с диаграммами состояния «углерод-металл» и «металл-металл» так, чтобы температура начала фазовых переходов была не ниже температуры графитизации алмаза в вакууме (850 – 900 °С).

2. Для последовательного нанесения слоёв Ti, Cu и Ni на поверхность CVD-алмаза рекомендуется использовать вакуумное оборудование с магнетронным распылением каждого слоя в едином вакуумном цикле, с ионной обработкой для очистки и активации поверхности, а также с высокотемпературной обработкой для отжига нанесенных слоев.

3. Проанализированы и отработаны режимы металлизации опытных образцов CVD-алмаза от этапа подготовки поверхности до отжига плёнок: обезгаживание в высоком вакууме при температуре 500 °С, ионная обработка при энергии ионов 500-600 эВ, магнетронное распыление при мощности 500-1500 Вт, отжиг при температуре 700 °С.

4. С помощью методик проведения полнофакторного и дробнофакторного экспериментов установлено, что для достижения максимальной адгезии многослойного покрытия CVD-алмаза необходимо варьировать толщину каждого слоя в диапазоне от 1 мкм до 3 мкм.

5. На основе данных фазового анализа и исследования поперечного сечения скола алмаз-металл на растровом электронном микроскопе предложена модель фазового и диффузионного взаимодействия слоёв покрытия, заключающаяся в локальном образовании карбида титана (TiC) и промежуточных фаз слоёв (CuNi), а также во взаимном проникновении одного материала металлизации в другой в результате термообработки.

6. Для достижения требуемых прочностных характеристик и герметичности соединения металлизированного CVD-алмаза с медной манжетой необходимо проводить длительную термообработку (≥ 3 ч) после нанесения каждого слоя металлизации при температуре 700 °С.

7. Измерение прочности полученных спаев металлизированного CVD-алмаза с медной манжетой (более 10 МПа) подтвердило возможность использования таких соединений в СВЧ технике.

8. Выявлена высокая надёжность по термоциклированию (не менее 20 циклов) спаев металлизированного CVD-алмаза с медной манжетой в режиме 20-500-20 °С.

9. Достигнутые в работе герметичность и надёжность не только спаев алмаз-металл, но и металлокерамических соединений показали возможность эффективного применения разработанной технологии в области производства классических СВЧ приборов.

Список работ, опубликованных по теме диссертации

1. Установка магнетронного распыления «МАГНА ТМ 7» в технологии создания тонкоплёночных ГИС СВЧ / Каракулов Р.А. [и др.] // Наноиндустрия. 2017. №2 (72). С. 80-86. (0,81 п. л. / 0,32 п. л.).

2. Вакуумное оборудование для получения тонкоплёночных резисторов методом магнетронного распыления / Каракулов Р.А. [и др.] // Физика и технология наноматериалов и структур. Сборник научных статей 3-й Международной научно-практической конференции. В 2-х томах. 2017. С. 37-41. (0,26 п. л. / 0,11 п. л.).

3. Технология соединения диэлектрических материалов с металлической арматурой СВЧ-приборов / Каракулов Р.А. [и др.] // Вакуумная техника и технология. 2017. Т. 27, №4. С. 9.1-9.5. (0,30 п. л. / 0,25 п. л.).

4. Технология соединения искусственного алмаза с металлической арматурой гиротрона / Каракулов Р.А. [и др.] // Богатство России. Сборник докладов. 2018. С. 141-143. (0,24 п. л. / 0,18 п. л.).

5. Каракулов Р.А., Панфилов Ю.В., Ильин В.Н. Повышение адгезионной прочности металлизации диэлектриков перед пайкой с арматурой СВЧ-приборов // Упрочняющие технологии и покрытия. 2018. Т. 14, №8 (164). С. 378-381. (0,49 п. л. / 0,30 п. л.).

6. Vacuum system «MAGNA ТМ 150-01К» for magnetron sputtering deposition of multilayer functional coatings / Karakulov R.A. [et al.] // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2018. P. 012055. (0,61 п. л. / 0,32 п. л.).

7. Нанесение многослойных функциональных тонких плёнок методом магнетронного распыления на установке «МАГНА ТМ 150-01К» / Каракулов Р.А. [и др.] // Наноиндустрия. 2019. Т. 12, №2 (88). С. 96-101. (0,69 п. л. / 0,25 п. л.).