

ГЕНЕРАЦИЯ ПУЧКОВО-ПЛАЗМЕННЫХ ОБРАЗОВАНИЙ В РАЗРЯДАХ НИЗКОГО ДАВЛЕНИЯ ДЛЯ УПРОЧНЕНИЯ ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ И ИЗДЕЛИЙ

В.В. Денисов, Н.Н. Коваль, Ю.А. Денисова, Е.В. Островерхов
Институт сильноточной электроники СО РАН,
пр. Академический 2/3, 634055 Томск, Россия,

denisov@opee.hcei.tsc.ru, koval@opee.hcei.tsc.ru, yukolubaeva@mail.ru, evgeniy86evgeniy@mail.ru

В работе представлены результаты исследования влияния основных рабочих параметров сильноточного, до нескольких сотен ампер, несамостоятельного тлеющего разряда с полым катодом объемом около 0.2 м^3 при низком ($\approx 1 \text{ Па}$) давлении на величину степени неоднородности радиальных и азимутальных распределений концентрации плазмы при величине концентрации плазмы около 10^{12} см^{-3} и степени ионизации плазмы около 1%.

Ключевые слова: тлеющий разряд; инжекция электронов; концентрация плазмы; плазменный источник.

GENERATION OF BEAM-PLASMA FORMATIONS IN LOW PRESSURE DISCHARGES FOR SURFACE HARDENING OF MATERIALS AND TOOLS

V.V. Denisov, N.N. Koval, Yu.A. Denisova, E.V. Ostroverkhov

Institute of High Current Electronics SB RAS, 2/3 Akademicheskoy Ave., 634055 Tomsk, Russia,
denisov@opee.hcei.tsc.ru, koval@opee.hcei.tsc.ru, yukolubaeva@mail.ru, evgeniy86evgeniy@mail.ru

A plasma source based on a low-pressure ($\approx 1 \text{ Па}$) high-current (up to several hundred amperes) non-self-sustained glow discharge with a hollow cathode of volume $\approx 0.2 \text{ м}^3$ is considered. The radial and azimuthal plasma inhomogeneity varying with pressure, discharge voltage and current, and anode-to-cathode area ratio at a plasma density of $\approx 10^{18} \text{ м}^{-3}$ and ionization degree of $\approx 1 \%$ have been investigated.

The characteristic temperatures of the electrons T_e and the plasma potential U_n in the plasma of a pulsed non-self-sustained glow discharge in a nitrogen atmosphere are $\sim 1 \text{ eV}$ and 1 V , respectively. Reducing the working pressure in the range of $0.4 - 1 \text{ Па}$, increasing the discharge voltage and increasing of the plasma concentration, as well as reducing the S_a/S_c ratio to value of $\approx (2m_e/M)^{1/2}$, lead to an improvement in the uniformity of plasma distribution in the non-self-sustained glow discharge with hollow cathode with a current of about 100 A , ceteris paribus.

The beam plasma formations synthesized in such electrode system of non-self-sustained glow discharge with a hollow cathode are interesting both from a scientific and technical point of view.

Keywords: glow discharge; electron injection; plasma density; plasma source.

Введение

Химико-термические методы модификации поверхности, в результате которых производится диффузионное насыщение поверхности металлов и сплавов различными элементами, широко используются в промышленности для улучшения эксплуатационных свойств инструмента и изделий [1]. Обработка в плазме аномального тлеющего разряда является основным промышленным методом ионного азотирования [2]. В последние годы в ряде работ показано, что в плазме дуговых и тлеющих разрядов [3-4] и пучковой плазме при низком ($\approx 1 \text{ Па}$) давлении [5] процесс ионного азотирования ускоряется по сравнению с обработкой в аномальном тлеющем разряде при давлениях ($50 - 1000 \text{ Па}$). Это связано с повышенными контролируемыми значениями энергии ионов при низком давлении и уменьшением количества примесей, особенно кислорода, в рабочей смеси, создающих на поверхности слои, блокирующие поступление кислорода вглубь материала [6].

Несмотря на эти преимущества разряды низкого давления еще слабо используются в промышленном производстве для азотирования. Причиной является сложность масштабирования систем и их дороговизна по сравнению с традиционным ано-

мальным тлеющим разрядом. Как правило, разряд горит между катодом плазменного источника и полым анодом, функции которого выполняют стенки вакуумной камеры. В такой конфигурации создается область с повышенной концентрацией плазмы вблизи выходной апертуры плазменного источника. Перспективным для генерации однородной плазмы в больших вакуумных объемах является тлеющий разряд с полым катодом [7] и его разновидность – несамостоятельная форма горения [8] с внешней инжекцией электронов. Плазма, синтезируемая в полом катод тлеющего разряда с внешней инжекцией электронов, может быть отнесена к пучково-плазменным образованиям. Пучково-плазменное образование – это плазменная среда, для создания которой необходимо, во-первых, наличие электродной системы, обеспечивающей самостоятельное горение разряда в определенном диапазоне рабочих параметров или горение разряда с определенной степенью несамостоятельности. Во-вторых, необходима инжекция пучка заряженных частиц, например, электронов, в разрядную систему, которые значительно изменяют характеристики разряда и, следовательно, параметры плазмы, её состав. Более того, пучок является причиной межчастичных взаимодействий в плазме вблизи под-

ложки и активизирует химические и физические реакции на поверхности материала. В плазме тлеющего разряда с полым катодом при низком давлении возможно достижение величины плотности ионного тока из плазмы до 10 mA/cm^2 [9]. Для наиболее производительного по времени азотирования в тлеющем разряде с полым катодом детали с площадью поверхности около 1 m^2 при такой же площади полого катода требуется обеспечить ток около 100 A в сильноточном режиме горения тлеющего разряда. При таком токе разряда возможно ухудшение степени неоднородности концентрации плазмы в полом катоде из-за высоких значений тока инжекции электронов.

Целью данной работы было определить влияния ряда рабочих параметров на степень неоднородности плазмы, создаваемой в полом катоде несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления при токах разряда до нескольких сотен ампер.

Экспериментальная установка и методы исследования

Схема экспериментального стенда представлена на рисунке 1. Внутренние стенки вакуумной камеры из нержавеющей стали с размерами $600 \times 600 \times 600 \text{ мм}$ образуют полый катод основного (тлеющего) разряда объемом 0.2 m^3 и площадью поверхности 2.3 m^2 . Откачка камеры производилась до предельного давления $5 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$. Рабочее давление регулировалось в диапазоне $(0.4-1) \text{ Па}$ за счет напуска рабочего газа – азота особой чистоты. Тлеющий разряд зажигался между полым катодом и плоским анодом. Соотношение площадей анода и катода составляло $S_a:S_c = 1:74$. Электропитание тлеющего разряда осуществлялось от источника напряжения с параметрами: амплитуда напряжения ($30 - 300 \text{ В}$), импульсный ток ($1 - 550 \text{ А}$) при среднем токе до 120 А , максимальная средняя мощность 30 кВт , частота следования импульсов ($1 - 1000 \text{ Гц}$), коэффициент заполнения импульсов ($1-100 \text{ %}$). На выходе источника питания тлеющего разряда была установлена конденсаторная батарея емкостью 7.2 мФ . Выходная цепь источника питания включает коммутирующие ключи и включенный последовательно с нагрузкой дроссель L величиной $\approx 15 \text{ мкГн}$.

Для стабильного зажигания и горения тлеющего разряда при низких рабочих напряжениях и давлениях использовалась инжекция электронов из плазмы вспомогательного дугового разряда через сетчатый эмиссионный электрод 8. При напуске газа в системе устанавливалось рабочее давление около 1 Па , затем зажигался дуговой разряд между полым цилиндрическим катодом 6 и анодом дугового разряда 8 (сетчатым эмиссионным электродом), который находился под потенциалом полого катода тлеющего разряда 1. Часть потока электронов, эмитируемых из плазмы дугового разряда, попадала сквозь ячейки сетки в прикатодное падение потенциала тлеющего разряда, ускорялась в нем и осциллировала в полом катоде, генерируя плазму. Форма эмиссионного электрода 8 представляла собой осесимметричный конус с вогнутой центральной частью для отклонения траекторий движения электронов. Эмиссионный электрод был

перекрыт сеткой с размерами ячейки $(0.4 \times 0.4) \text{ мм}$ с геометрической прозрачностью $\approx 45 \text{ %}$.

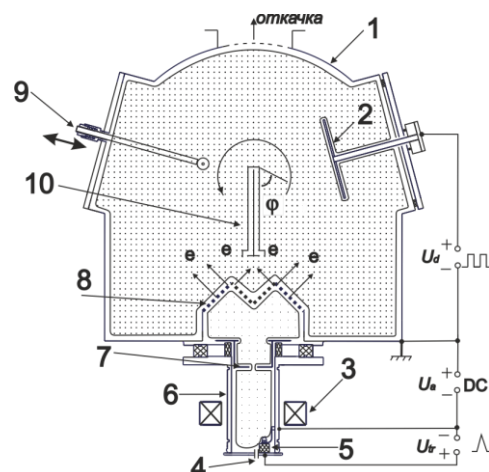


Рис. 1. Схема экспериментального стенда: 1 – полый катод основного тлеющего разряда; 2 – плоский анод тлеющего разряда; 3 – катушка магнитного поля; 4 – ввод газа; 5 – поджигающий электрод; 6 – полый катод дугового разряда; 7 – дугогаситель; 8 – эмиссионный электрод; 9 – одиночный цилиндрический зонд; 10 – плоский зонд с охранным кольцом

Fig. 1. The scheme of the experimental stand: 1 - hollow cathode of the main glow discharge; 2 - flat anode of the glow discharge; 3 - magnetic field coil; 4 - gas inlet; 5 - igniting electrode; 6 - hollow cathode of arc discharge; 7 - arc suppressor; 8 - emission electrode; 9 - single cylindrical probe; 10 - flat probe with guard ring

Измерение радиальных распределений параметров плазмы проводилось одиночным цилиндрическим зондом Ленгмюра. Определение азимутальных распределений плотности ионного тока из плазмы осуществлялось плоским зондом с охранным кольцом, который располагался напротив источника электронов на расстоянии 18 см от центра камеры и вращался вокруг своей оси. Степень неоднородности концентрации плазмы и плотности ионного тока оценивалась коэффициентом k_n , равным максимальному отклонению величины от среднего значения, отнесенному к среднему значению.

Экспериментальные результаты

Характерные осциллограммы тока и напряжения горения разряда в импульсном режиме (рис. 2) показывают относительно длительный фронт нарастания тока тлеющего разряда. Длительность фронта соответственно уменьшается при повышении прикладываемого напряжения и повышении рабочего давления. Измерение параметров плазмы производилось на третьей миллисекунде разрядных импульсов, поскольку для режимов максимального тока переходные процессы в разрядном промежутке могли длиться до 2 мс . Важнейшим вопросом является влияние основных рабочих параметров на степень неоднородности генерируемой плазмы. Измерения радиальных распределений параметров плазмы (концентрация, температура электронов, потенциал плазмы) и азимутальных распределений плотности ионного тока из плазмы, характер которых при неизменности T_e не отлича-

ются от распределений концентрации плазмы, проводились в нескольких основных режимах.

Среди параметров, влияющих на степень неоднородности распределений, были рабочее давление p , напряжение горения разряда U_d , ток тлеющего разряда I_d , соотношение площадей анода и катода S_a/S_c .

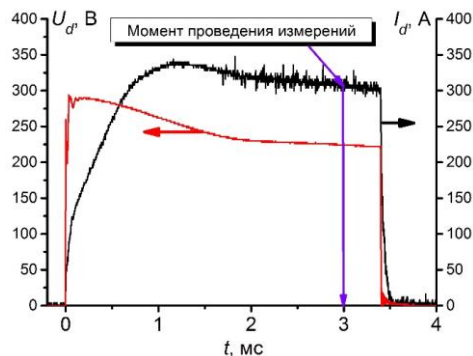


Рис. 2. Характерные осциллограммы импульсов тока и напряжения горения несамостоятельного тлеющего разряда

Fig. 2. Characteristic oscillograms of current and voltage pulses of a non-self-sustained glow discharge

В таблице 1 для разных значений рабочих параметров (рабочее давление, напряжение горения, ток разряда) приведены измеренные в центре полого катода зондовым методом значения потенциала плазмы и температуры электронов, которые практически не изменяются и составляют около 0.8 В и 0.8 эВ соответственно для всех режимов.

Таблица 1. Измеренные параметры генерируемой плазмы

Table 1. Measured parameters of generated plasma

Режим	p , Па	U_d , В	I_d , А	I_a , А	U_n , В	T_e , эВ
1	0.4	180	90	38	1.1	1
2	0.65	180	90	38	0.8	0.9
3	1	180	90	42	0.6	0.8
4	0.65	180	60	28	0.8	0.7
5	0.65	180	125	56	0.7	1
6	0.65	130	90	57	0.8	0.9
7	0.65	235	90	27	0.6	0.8

На рисунке 3 приведена типичная зондовая характеристика и полученные из зондовых измерений радиальные распределения параметров плазмы для режима № 2. Потенциал плазмы имеет практически одинаковое значение во всех точках распределения и лишь незначительно уменьшается возле стенок камеры, что объясняется снижением концентрации плазмы за счет ухода ионов на стенки катода в этой области. Температура электронов T_e практически не изменяет своего значения от центра к стенкам камеры. Можно считать, что в исследуемых режимах горения тлеющего разряда концентрация плазмы согласно формуле Бома ($j_i = 0,43en\sqrt{2kT_e / M_i}$, где M_i – масса иона) в предположении, что основная часть ионов имеет одинаковую зарядность, связана с плотностью

ионного тока насыщения через постоянный коэффициент.

Зондовые измерения показали, что температура электронов T_e для всех точек радиальных распределений в режимах 1, 3 – 7, такая же, как и для режима 2, и имеет приблизительно одинаковое значение (0.8 ± 0.2) эВ.

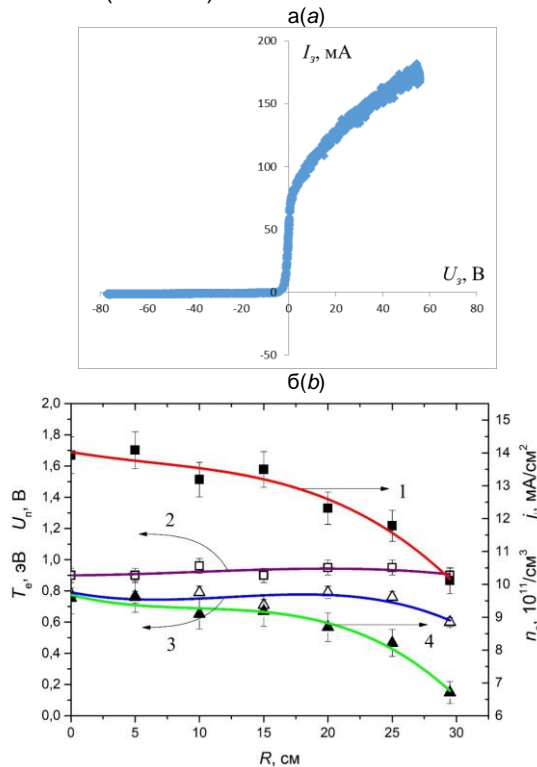


Рис. 3. а – типичная зондовая характеристика для импульсного режима горения разряда: $f = 1$ кГц, $t_u = 3.4$ мс, $p = 0,65$ Па, $U_d = 180$ В, $I_d = 90$ А, число точек – 4000; б – радиальные распределения параметров плазмы для режима №2 ($p = 0,65$ Па; $I_d = 90$ А; $U_d = 180$ В): 1 – плотность ионного тока на зонд j_i ; 2 – температура электронов T_e ; 3 – потенциал плазмы U_n ; 4 – концентрация плазмы n_e . Центр камеры – 0 см

Fig. 3. а – typical probe characteristic for a pulse mode of glow discharge: $f = 1$ kHz, $t_u = 3.4$ ms, $p = 0.65$ Pa, $U_d = 180$ V, $I_d = 90$ A, the number of points is 4000; б – radial distributions of plasma parameters for mode No. 2 ($p = 0.65$ Pa; $I_d = 90$ A; $U_d = 180$ V): 1 – ion current density on the probe j_i ; 2 – electron temperature T_e ; 3 – plasma potential U_n ; 4 – plasma concentration n_e . The center of the chamber is 0 cm

Азимутальные распределения плотности ионного тока из плазмы для трех значений давления представлены на рисунке 4. Они показывают, что при снижении рабочего давления коэффициент неоднородности распределения снижается. Азимутальные распределения, полученные при изменении напряжения горения и тока тлеющего разряда показывают, что увеличение рабочего напряжения с 130 В до 235 В приводит также к снижению коэффициента неоднородности распределения плотности ионного тока, что связано с увеличением длины траектории движения ускоренных в прикатодном слое электронов до их ухода на анод или термализации.

При увеличении значения тока тлеющего разряда с 60 А до 240 А, вызванное увеличением тока

инжектированных электронов с 10 А до 60 А, коэффициент неоднородности концентрации плазмы снижается в $\approx 1,5$ раза, с 47 % до 32 %. Вероятно, при такой, относительно высокой, степени ионизации плазмы, величина которой составляет около ~ 1 %, значительное влияние на ряд свойств плазмы, в том числе коэффициенты диффузии, начинают оказывать кулоновские соударения заряженных частиц.

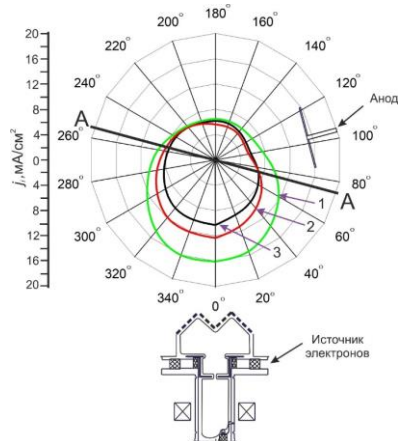


Рис. 4. Азимутальное распределение плотности ионного тока на зонд: а – при изменении рабочего давления ($U_d = 180$ В, $I_d = 90$ А): 1 – $p(N_2) = 1$ Па ($k_n = 59$ %), 2 – $p(N_2) = 0,65$ Па ($k_n = 46$ %), 3 – $p(N_2) = 0,4$ Па ($k_n = 32$ %).

Fig. 4. Azimuthal distribution of the ion current density on the probe: а – when the working pressure changes ($U_d = 180$ V, $I_d = 90$ A): 1 – $p(N_2) = 1$ Pa ($k_n = 59$ %), 2 – $p(N_2) = 0.65$ Pa ($k_n = 46$ %), 3 – $p(N_2) = 0.4$ Pa ($k_n = 32$ %).

В процессе исследований оценивалось влияние на азимутальные распределения такого фактора, как соотношение площадей анода и катода S_a/S_c . Были измерены азимутальные распределения плотности ионного тока насыщения на зонд для площадей анодов $S_a = 200$ см², $S_a = 300$ см² и $S_a = 600$ см². Оптимальная величина S_a , рассчитанная из выражения $S_a/S_c = (2m_e/M_i)^{1/2}$ [7], составляет ≈ 180 см. Однако даже при $S_a = 200$ см² наблюдаются периодические пропуски в разрядных импульсах, то есть разряд зажигается нестабильно. Для наименьшей в эксперименте площади анода 200 см² можно отметить лишь незначительное, на 3 %, снижение степени неоднородности плотности ионного тока насыщения ($k_n = 48$ %) по сравнению с двумя большими по площади анодами.

Заключение

При напряжении горения разряда в диапазоне (100 - 250) В, рабочем давлении ≈ 1 Па, диапазоне рабочих токов (50 - 130) А характерные величины температуры электронов T_e и потенциала плазмы U_n в импульсном несамостоятельном тлеющем разряде в атмосфере азота составляют ~ 1 эВ и до ~ 1 В соответственно. Концентрация плазмы при токе ~ 100 А в центре камеры составляет около $\sim 10^{18}$ м⁻³. Снижение рабочего давления в диапазоне 0.4 – 1 Па, повышение напряжения горения разряда, увеличение концентрации плазмы, вызванное увеличением тока тлеющего разряда, а также уменьшение соотношения $S_a:S_c$ до величины, равной $\approx (2m_e/M)^{1/2}$, приводят к улучшению од-

нородности распределения плазмы в несамостоятельном тлеющем разряде при прочих равных условиях.

Пучково-плазменные образования, формируемые в таком типе разряда перспективны для использования в технологических процессах очистки и активации поверхности, а также для азотирования материалов и изделий.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 19-08-00370.

Библиографические ссылки

- Rie K.-T. Recent advances in plasma diffusion processes. *Surf. Coat. Technol.* 1999; 112: 56-62.
- Чаттерджи-Фишер Р. и др. Азотирование и карбонитрование. Москва: Metallurgiya; 1990. 280 с.
- Щанин П.М., Коваль Н.Н., Гончаренко И.М., Григорьев С.В. Азотирование конструкционных сталей в газовых разрядах низкого давления. *ФизХОМ* 2001; 3: 16–19.
- Андреев А.А., Шулаев В.М., Саблев Л.П. Азотирование сталей в газовом дуговом разряде низкого давления. *ФИП* 2006; 4(3): 191–197.
- Hino T., Fujita I. and Nishikawa M. *Plasma Sources Sci. Technol.* 1996; 5: 424–428.
- Leonhardt D., Muratore C., Walton S.G., Meger R.A. *Surf. Coat. Technol.* 2004; 186: 40–46.
- Метель А.С. Расширение рабочего диапазона давлений тлеющего разряда с полым катодом. *ЖТФ* 1984; 54(2): 241–247.
- Визирь А.В., Окс Е.М., Щанин П.М., Г.Ю. Юшков Несамостоятельный тлеющий разряд с полым катодом для широкоапертурных ионных источников. *ЖТФ* 1997; 67(6): 27–31.
- Денисов В.В., Ахмадеев Ю.Х., Коваль Н.Н., Ковальский С.С., Лопатин И.В., Щанин П.М., Яковлев В.В. Генерация однородной низкотемпературной газовой плазмы в импульсном несамостоятельном тлеющем разряде с полым катодом большой площади *Физика плазмы* 2017; 43(1): 7-14.

References

- Rie K.-T. Recent advances in plasma diffusion processes. *Surf. Coat. Technol.* 1999; 112: 56-62.
- Chatterjee-Fischer R. et al. Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen: Nitrieren und Nitrocarburiere. Sindelfingen: Expert-Verl. 1986.
- Schanin P.M., Koval N.N., Goncharenko I.M. and Grigoriev S.V. Azotirovanie konstruktsionnykh staley v gazovykh razryadakh nizkogo davleniya. *Physics and Chemistry of Materials Treatment* 2001; 3: 16–19.
- Andreev A.A., Shulaev V.M. and Sablev L.P. Azotirovanie staley v gazovom dugovom razryade nizkogo davleniya. *Fiz. Inzh. Poverkhn.* 2006; 4(3–4): 191–197.
- Hino T., Fujita I. and Nishikawa M. Nitriding of Zirconium and Aluminum by using ECR Nitrogen Plasmas. *Plasma Sources Sci. Technol.* 1996; 5: 424–428.
- Leonhardt D., Muratore C., Walton S.G., Meger R.A. Electron-beam-generated plasmas for materials processing. *Surf. Coat. Technol.* 2004; 186: 40-46.
- Metel A.S. Rasshirenie rabocheho diapazona davleniy tleyushchego razryada s polym katodom. *Sov. Phys. Tech. Phys.* 1984; 29(2): 141–144.
- Oks E.M., Vizir A.V. and Yushkov G.Yu. Low-pressure hollow-cathode glow discharge plasma for broad beam gaseous ion source. *Rev. Sci. Instrum.* 1998; 69: 853.
- Akhmadeev Y.H., Denisov V.V., Koval N.N., Kovalsky S.S., Lopatin I.V., Schanin P.M. and Yakovlev V.V. *Plasma Phys. Rep.* 2017; 43(1): 67-74.