

На правах рукописи



Денисов Владимир Викторович

**ГЕНЕРАЦИЯ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЫ В  
СИЛЬНОТОЧНОМ НЕСАМОСТОЯТЕЛЬНОМ ТЛЕЮЩЕМ  
РАЗРЯДЕ С ПОЛЫМ КАТОДОМ**

05.27.02 - вакуумная и плазменная электроника

Автореферат диссертации  
на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Томск – 2018

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук (ИСЭ СО РАН).

Научный руководитель: **Коваль Николай Николаевич**,  
доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты: **Гаврилов Николай Васильевич**,  
доктор технических наук, член-корреспондент РАН,  
Федеральное государственное бюджетное  
учреждение науки Институт электрофизики  
Уральского отделения Российской академии наук,  
лаборатория пучков частиц, заведующий  
лабораторией, г. Екатеринбург

**Климов Александр Сергеевич**,  
доктор технических наук,  
Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Томский государственный университет систем  
управления и радиоэлектроники», лаборатория  
плазменной электроники кафедры физики, старший  
научный сотрудник, г. Томск

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреж-  
дение науки Институт теплофизики им. С.С.  
Кутателадзе Сибирского отделения Российской  
академии наук, г. Новосибирск

Защита состоится «09» ноября 2018 г. в 15:00 часов на заседании  
диссертационного совета Д 003.031.01 при Федеральном государственном  
бюджетном учреждении науки Институте сильноточной электроники Сибирского  
отделения Российской академии наук (ИСЭ СО РАН) по адресу: 634055, г. Томск,  
пр. Академический, 2/3, ауд.408.

С диссертацией можно ознакомиться на сайте и в библиотеке ИСЭ СО РАН по  
адресу: 634055, г. Томск, пр. Академический 2/3.

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2018 г.

Ученый секретарь диссертационного  
совета, д.ф.-м.н.



В.В. Рыжов

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы.** Использование плазмы разрядов низкого давления ( $\sim 1$  Па) позволяет достигать более высоких скоростей процессов ионно-плазменной модификации поверхности металлических материалов по сравнению с традиционными методами. Благодаря этому такие разряды находят применение в промышленности для генерации газовой плазмы, используемой для очистки, активации поверхности изделий, их нагрева, а также диффузионного насыщения различными элементами. Решение вопросов, связанных с масштабированием электродных систем, в которых генерируется плазма разрядов низкого давления в объемах камер до нескольких кубических метров, позволит осуществить их широкое внедрение в производство. В несамостоятельном тлеющем разряде низкого давления с полым катодом возможна реализация сильноточного режима горения, что определяет его перспективность для генерации высоких значений концентрации плазмы в больших вакуумных объемах. До настоящего момента отсутствовали систематические исследования импульсных режимов горения несамостоятельного тлеющего разряда низкого ( $\approx 1$  Па) давления с полым катодом большой ( $> 1 \text{ м}^2$ ) площади с высокими значениями токов разряда ( $> 100 \text{ А}$ ) при относительно низких ( $100 - 200$ ) В напряжениях горения разряда. Поэтому тематика исследований настоящей работы, направленная на выявление условий устойчивого зажигания и горения тлеющего разряда низкого давления с полым катодом при токах до нескольких сотен ампер, на определение влияния ряда параметров на однородность генерируемой плазмы, на разработку на основе этих данных генератора низкотемпературной плазмы с концентрацией  $\sim 10^{18} \text{ м}^{-3}$ , а также на использование такой плазмы для азотирования материалов, является актуальной.

**Цель работы** заключалась в исследовании постоянного и импульсного режимов горения несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом большого объема при токах инжекции электронов до нескольких десятков ампер и генерируемой в этих режимах плазмы, а также использования такой плазмы для азотирования поверхности материалов и изделий.

Для достижения поставленной цели требовалось решение следующих **задач**:

1. Исследование условий устойчивого зажигания и горения тлеющего разряда с полым катодом в области низких давлений при токах разряда до нескольких сотен ампер.

2. Определение влияния рабочих параметров и условий инжекции электронов с токами величиной до нескольких десятков ампер на однородность распределения концентрации плазмы, генерируемой в несамостоятельном тлеющем разряде.

3. Определение преимуществ использования плазмы импульсного несамостоятельного тлеющего разряда для азотирования металлических материалов.

**Научная новизна работы** заключается в том, что:

1. Определены условия устойчивого горения несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом объемом  $0,2 \text{ м}^3$  с токами до 450 А при токах инжекции электронов до 60 А.

2. Проведены детальные исследования влияния различных условий на однородность распределения концентрации плазмы величиной около  $10^{18} \text{ м}^{-3}$ , генерируемой в импульсном режиме горения несамостоятельного тлеющего разряда с полым катодом.

3. Показано, что при токах инжекции электронов до 60 А в плазму несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом с увеличением тока инжектированных электронов и вызванным этим ростом тока тлеющего разряда с 60 А до 240 А неоднородность распределения концентрации плазмы снижается.

4. Показано, что импульсный режим горения тлеющего разряда позволяет получать в азотированном слое титана ВТ1-0 большее содержание азота, чем в модифицированном слое при обработке в постоянном режиме горения разряда при одинаковых температурах азотирования, средней плотности ионного тока на поверхность и энергии ионов.

**Практическая значимость работы:**

1. Определено влияние размера ячейки эмиссионной сетки на выполнение условия слоевой стабилизации границы эмиссионной плазмы, генерируемой дуговым разрядом с катодным пятном, что позволяет достигать значений токов до 450 А в несамостоятельном тлеющем разряде низкого давления с полым катодом объемом  $0,2 \text{ м}^3$  при инжекции электронов до нескольких десятков ампер из одного источника электронов. Благодаря этому разряд стабильно функционирует при высоких значениях токов и пригоден для обработки поверхности металлических изделий большой площади в плазме.

2. На основе несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом создан генератор низкотемпературной газовой плазмы инертных и активных газов, позволяющий в непрерывном и импульсном режимах горения разряда в полном катоде объемом  $0,2 \text{ м}^3$  в диапазоне давлений (0,4 – 1,2) Па при токах разряда от 10 А до 450 А и напряжениях горения от 45 В до 300 В при средней мощности в разряде до 30 кВт создавать азотную плазму с концентрацией до  $2 \times 10^{18} \text{ м}^{-3}$  с неоднородностью до  $\pm 30\%$  и обеспечивать среднюю плотность ионного тока из плазмы на полый катод площадью  $2 \text{ м}^2$  более 10 мА/см<sup>2</sup>.

3. Предложен и исследован способ азотирования титана ВТ1-0 в плазме импульсного тлеющего разряда, позволяющий за одинаковое время получать при одинаковых температуре обработки, давлении, средней плотности ионного тока и энергии ионов в азотированном слое титана большее содержание азота, чем в модифицированном слое при обработке в постоянном режиме горения разряда. Твердость слоя, сформированного в результате азотирования образца в импульсном режиме, на четверть больше, чем в случае обработки в постоянном режиме горения тлеющего разряда.

Диссертационная работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013 – 2020 годы, Пункт П.14. Также исследования по диссертации были поддержаны грантами РФФИ № 14-29-00091 и РФФИ № 16-48-700079, № 16-58-00075, № 18-38-00836.

**Достоверность и обоснованность 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.

**На защиту выносятся следующие научные положения:**

1. Выполнение условия слоевой стабилизации границы эмиссионной плазмы, которая генерируется в дуговом разряде с катодным пятном и служит источником инжектируемых в плазму тлеющего разряда с полым катодом электронов, предотвращает возникновение двойного слоя между плазмами тлеющего и дугового разрядов и переключение дугового разряда на анод тлеющего разряда. Сохранение этого условия, а значит и стабильности горения тлеющего разряда с полым катодом, при увеличении концентрацией плазмы вблизи эмиссионной сетки достигается снижением размера ячейки эмиссионной сетки и позволяет стабильно функционировать тлеющему разряду при токах более 450 А.

2. Рост тока самостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом в диапазоне (60 – 240) А за счет увеличения тока инжектированных электронов с 10 А до 60 А при наличии рассеивающего эмиссионного электрода, имеющего в сечении клинообразную форму, обеспечивает снижение неоднородности генерируемой плазмы до двух раз. При этом для увеличения полезного объема рабочей камеры минимальная высота клинообразного эмиссионного электрода, форма которого обеспечивает максимальную однородность концентрации плазмы в полном катоде самостоятельного тлеющего разряда, должна быть равна ширине прикатодного падения потенциала.

3. На основе самостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом создан генератор низкотемпературной плазмы, позволяющий в непрерывном и импульсном режимах горения разряда в полном катоде объемом 0,2 м<sup>3</sup> в диапазоне давлений (0,4 – 1,2) Па при токах разряда от (10 – 450) А и напряжениях горения от 45 В до 300 В при средней мощности в разряде до 30 кВт создавать плазму с концентрацией  $\approx 10^{18}$  м<sup>-3</sup> с неоднородностью не хуже  $\pm 30\%$  от среднего значения и обеспечивать среднюю плотность ионного тока на полый катод площадью 2 м<sup>2</sup> до 10 мА/см<sup>2</sup>.

4. Азотирование в плазме импульсного тлеющего разряда (частота следования импульсов 1 кГц, коэффициент заполнения импульсов 50 %, рабочее давление азота  $\approx 1$  Па) позволяет получать в поверхностном слое титана ВТ1-0 повышенную объемную долю нитридной фазы (Ti<sub>2</sub>N, TiN) по

сравнению с долей этих фаз в модифицированном слое при обработке в постоянном режиме горения разряда при одинаковых температурах азотирования, средней плотности ионного тока на поверхность и энергии ионов. Это приводит к тому, что износостойкость титана после азотирования в плазме импульсного тлеющего разряда примерно в 5 раз больше, чем титана в исходном состоянии и на 60% больше, чем после азотирования в плазме постоянного тлеющего разряда.

**Апробация.** Результаты работы докладывались и обсуждались на 12-й и 13-й Международных конференциях по модификации материалов пучками частиц и потоками плазмы (Томск, Россия, 2014, 2016 гг.); 12-й Международной конференции «Газоразрядная плазма и ее применение» (Томск, Россия, 2015 г.); 12-й Международной конференции «Пленки и покрытия - 2015» (Томск, Россия, 2015 г.); 13-й Международной конференции «Газоразрядная плазма и ее применение» (Новосибирск, Россия, 2017 г.); Всероссийской конференции «Физика низкотемпературной плазмы» (Казань, Россия, 2017 г.); IV Научно-технической конференции молодых специалистов АО «Информационные спутниковые системы» имени академика М.Ф. Решетнёва» (Железногорск, Россия, 2017 г.).

**Личный вклад** автора состоит в формулировке цели исследований и совместной с научным руководителем постановке задач исследований, проектировании и изготовлении узлов экспериментальной установки, анализе полученных данных по генерации плазмы в сильноточном тлеющем разряде. Разработка, изготовление и сборка всех основных узлов экспериментальной установки для генерации импульсного несамостоятельного тлеющего разряда и систем электрического питания проводилась непосредственно автором либо под его руководством. Соавторы, участвовавшие в исследованиях по отдельным направлениям, указаны в списке основных публикаций по теме диссертации. Автором лично получены все результаты научных исследований, сформулированы положения, составляющие научную новизну и выносимые на защиту.

**Публикации.** По результатам исследований по теме диссертации опубликованы 22 печатные работы, из них 8 статей в рецензируемых журналах, входящих в список ВАК РФ. Также подана заявка на патент РФ № 20181107 от 26.03.2018 «Способ ионно-плазменного азотирования изделий из титана и титаносодержащих сплавов».

**Структура диссертации.** 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.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель, задачи работы, положения, выносимые на защиту, научная новизна полученных результатов, их практическая значимость и достоверность, представлена структура диссертации.

**Первая глава** «Современное состояние исследований в области генерации объемной плазмы в тлеющих разрядах низкого давления с полым катодом» посвящена критическому обзору научных публикаций по тематике диссертации.

Раздел 1.1 посвящен рассмотрению особенностей горения тлеющих разрядов с полым катодом при средних ( $\approx 100$  Па) и низких ( $\approx 1$  Па) давлениях и показаны преимущества использования плазмы разрядов низкого давления. Приведены соотношения для оптимизации электродной системы самостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом и тлеющего разряда с дополнительной инжекцией электронов.

В разделе 1.2 рассмотрены особенности генерации плазмы в несамостоятельном тлеющем разряде низкого давления с полым катодом при токах до 40 А. Приведены данные о влиянии параметров разряда на однородность распределения концентрации плазмы в полном катоде, из которых следует, что повышение тока тлеющего разряда, вызванное увеличением тока инжектированных электронов, ухудшает распределение концентрации плазмы. Приведены литературные данные по увеличению однородности при использовании сеточного эмиссионного электрода, рассеивающего поток электронов, инжектируемых в тлеющий разряд.

Раздел 1.3 посвящен сравнительному анализу разрядных систем для формирования потока инжектируемых в плазму тлеющего разряда электронов, способных обеспечить токи свыше 100 А. Перспективными являются самостоятельные (дуговые, с самокалящимся катодом) и несамостоятельные (двухступенчатые, с накаливаемым катодом) разряды низкого давления, среди которых ввиду простоты реализации и высокого срока службы катода выделяется дуговой разряд с холодным полым катодом в скрещенных электрическом и магнитном полях.

В разделе 1.4 рассмотрены основные закономерности технологии азотирования, позволяющие определить перспективные режимы генерации плазмы в несамостоятельном тлеющем разряде низкого давления для реализации эффективных процессов обработки металлов и сплавов. На основе проведенного анализа сделан вывод о необходимости получения плотности ионного тока из азотосодержащей плазмы  $\geq 4$  мА/см<sup>2</sup> для обеспечения максимальной скорости процесса азотирования сталей. Проведенная согласно этому условию оценка показала, что величина тока, необходимого для азотирования изделий площадью 1 м<sup>2</sup>, составляет около 100 А. На основании этого были сформулированы требования к электродной системе источника плазмы на основе сильноточного тлеющего разряда низкого давления и к системе его электрического питания.

В разделе 1.5 сделаны выводы к первой главе и сформулированы задачи исследований.

**Вторая глава** «Особенности зажигания и горения несамостоятельного тлеющего разряда при токах до нескольких сотен ампер» посвящена исследованию стабильности зажигания и горения несамостоятельного

тлеющего разряда низкого давления с полым катодом при токах до нескольких сотен ампер и напряжениях до 300 В.

В разделе 2.1 представлено описание экспериментальной установки, оборудования и методик, которые использовались при исследовании несамостоятельного тлеющего разряда. Схема экспериментального стенда представлена на рисунке 1. Внутренние стенки вакуумной камеры из нержавеющей стали с размерами  $600 \times 600 \times 600$  мм образуют полый катод основного (тлеющего) разряда объемом  $0,2 \text{ м}^3$ . Откачка камеры производилась до предельного давления  $5 \cdot 10^{-3}$  Па. Рабочее давление регулировалось в диапазоне (0,4–1) Па за счет напуска рабочего газа – азота особой чистоты.

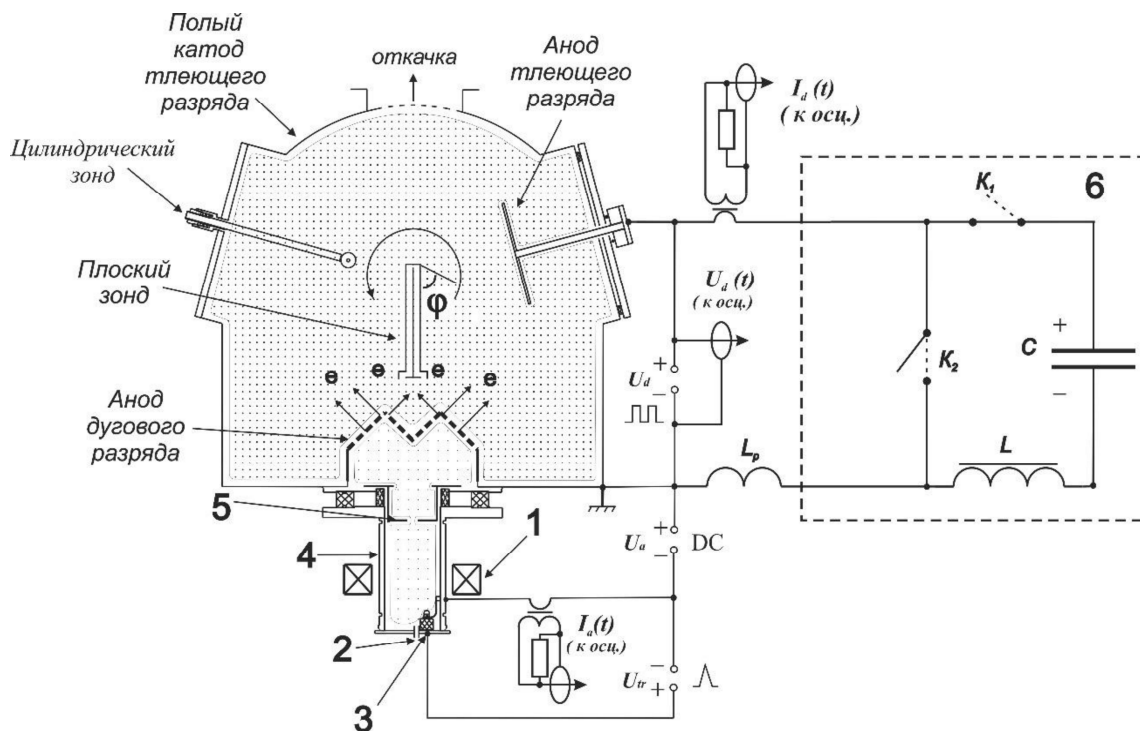


Рис. 1. Схема экспериментального стенда: 1 – катушка магнитного поля; 2 – ввод для напуска газа; 3 – поджигающий электрод; 4 – полый катод вспомогательного дугового разряда; 5 – дугогаситель; 6 – схема выходных цепей источника питания несамостоятельного тлеющего разряда.

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) В, импульсный ток (1 – 550) А при среднем токе до 120 А, максимальная средняя мощность 30 кВт, частота следования импульсов (1 – 1000) Гц, коэффициент заполнения импульсов (1–100) %. На выходе источника питания тлеющего разряда была установлена конденсаторная батарея  $C$  емкостью 7,2 мФ. Выходная цепь источника питания включает 2 коммутирующих ключа  $K1$  и  $K2$  и включенный последовательно с нагрузкой дроссель  $L$  величиной  $\approx 15$  мкГн.  $L_p$  является паразитной индуктивностью подводящих проводов величиной до 3 мкГн. При подаче на нагрузку импульсов напряжения ключ  $K1$  замыкается с заданной частотой и длительностью импульса, а ключ  $K2$  работает противофазно ключу  $K1$ . В паузы между



импульсами напряжения ключ  $K1$  разомкнут, а ключ  $K2$  замкнут. Источник питания позволяет предотвращать появление микродуг на поверхности катода. Для измерения тока тлеющего разряда использовался датчик Холла.

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. При напуске газа в системе устанавливалось рабочее давление около 1 Па, затем зажигался дуговой разряд между полым цилиндрическим катодом 4 и анодом дугового разряда (сетчатым эмиссионным электродом), который находился под потенциалом полого катода тлеющего разряда. Часть потока электронов, эмитируемых из плазмы дугового разряда, попадала сквозь ячейки сетки в прикатодное падение потенциала тлеющего разряда, ускорялась в нем и осциллировала в полой катоде, генерируя плазму. Форма эмиссионного электрода представляла собой осесимметричный конус с вогнутой центральной частью для отклонения траекторий движения электронов. Эмиссионный электрод был перекрыт сеткой с размерами ячейки (0,4×0,4) мм с геометрической прозрачностью  $\approx 45\%$ . 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.

В разделе 2.2 представлены результаты исследований стабильности горения тлеющего разряда при низких напряжениях. Показано, что эффект полого катода возникает скачком, сопровождающимся переходом к равномерному свечению плазмы во всем разрядном промежутке. Скачок происходит при напряжении горения тлеющего разряда в диапазоне (45 – 60) В, значение которого зависит от тока инжекции и рабочего давления. Такой скачок характеризуется возрастанием тока основного разряда на (20 – 40) %.

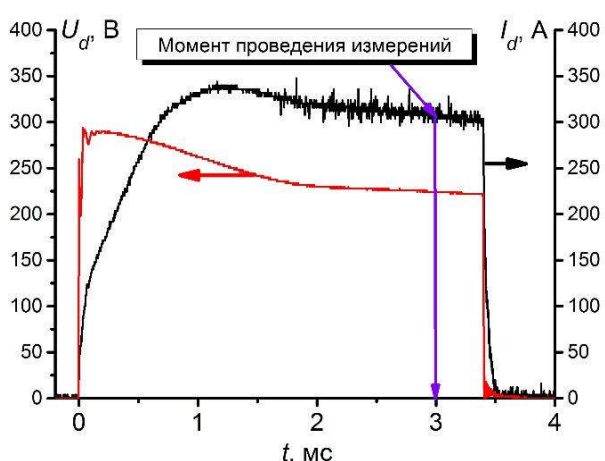


Рис. 2. Характерные осциллограммы импульсов тока и напряжения горения несамостоятельного тлеющего разряда

Раздел 2.3 посвящен исследованию основных характеристик тлеющего разряда при значительных, до 100 кВт, значениях мощности в разрядном импульсе. Характерные осциллограммы тока и напряжения горения разряда (рис. 2) показывают относительно длительный фронт нарастания тока тлеющего разряда. Длительность фронта соответственно уменьшается при повышении прикладываемого напряжения и повышении рабочего давления. Измерение вольт-амперных и других основных характеристик, а также параметров плазмы производилось на третьей миллисекунде разрядных

импульсов, поскольку для режимов максимального тока переходные процессы в разрядном промежутке могли длиться до 2 мс. Сделан вывод о том, что в широком диапазоне рабочих давлений (0,2 – 1,2) Па при заданном напряжении горения ток тлеющего разряда практически не изменяется.

Раздел 2.4 посвящен определению диапазона токов, при которых тлеющий разряд стабильно зажигается и горит. В процессе исследований было обнаружено, что при определенных условиях, зависящих в основном от размера ячейки сетки конусного сеточного анода вспомогательного дугового разряда и рабочего давления, существует пороговый ток тлеющего разряда, при превышении которого наблюдается переход из квазистационарного режима горения разряда в режим неконтролируемого роста тока. Осциллограммы тока и напряжения горения импульсного несамостоятельного тлеющего разряда с полым катодом в режиме неконтролируемого роста тока для сетки эмиссионного электрода с ячейкой 1×1 мм представлены на рисунке 3.а. Указанный тип неконтролируемого роста тока отличается от случая образования катодного пятна (рис.3.б). Причиной нарушения устойчивого горения, вероятнее всего, является нарушение условия слоевой стабилизации границы эмиссионной плазмы вспомогательного дугового разряда. В результате этого анодом для вспомогательного дугового разряда становится анод тлеющего разряда. Это эквивалентно приложению к дуговому разряду дополнительного напряжения, близкого по значению к напряжению горения тлеющего разряда. Скорость роста тока дугового разряда в этом случае определяется этим напряжением и индуктивностью разрядного контура.

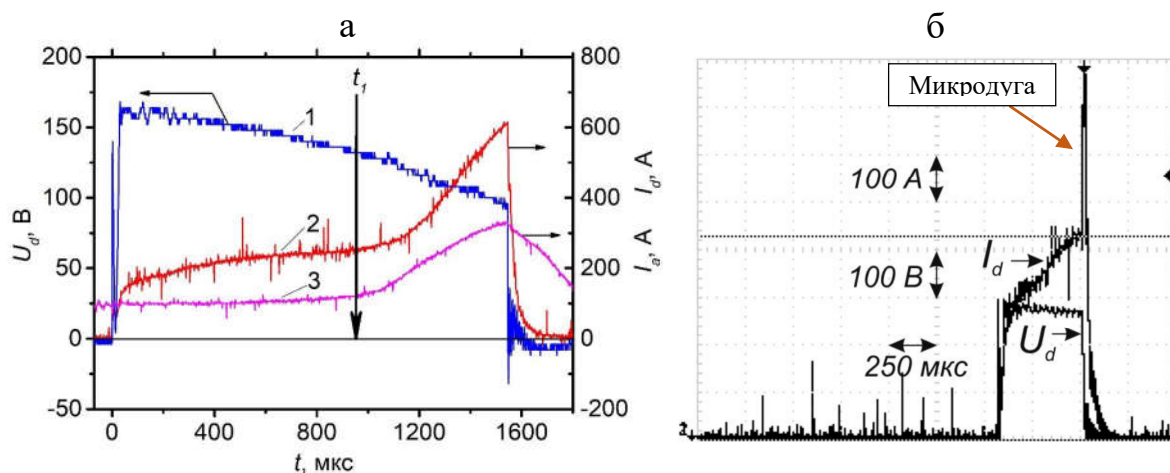


Рис. 3. а – Осциллограммы напряжения горения (1) и тока (2) несамостоятельного тлеющего разряда, тока вспомогательного дугового разряда (3) при  $I_a = 90$  А,  $f = 40$  Гц,  $\gamma = 6\%$ , ячейка сетки (1×1) мм; б – случай возникновения катодного пятна на полым катоде тлеющего разряда

Поскольку ток тлеющего разряда зависит от тока инжектированных электронов, то далее происходит повышение тока тлеющего разряда, вызванное увеличением тока дугового разряда, что в свою очередь способствует увеличению концентрации плазмы вблизи сетки и еще большему уменьшению толщины приэлектродного слоя возле неё. Механизм стабилизации границы эмиссионной плазмы не позволяет предотвратить это явление. Предполагаемый

механизм роста токов подтверждается следующими оценками. Так, исходя из полученных данных о концентрации плазмы в тлеющем разряде, при токе тлеющего разряда около 120 А концентрация плазмы может составлять величину около  $n_e \approx 10^{18} \text{ м}^{-3}$ . При таком значении  $n_e$ , температуре электронов  $T_e = 1 \text{ эВ}$  и напряжении горения тлеющего разряда  $U_d = 150 \text{ В}$  ширина катодного слоя составляет около  $d_c \sim 0.25 \text{ мм}$ , то есть  $2d_c < b$ , где  $b$  – размер ячейки сетки ( $\sim 1 \text{ мм}$ ). Эта оценка показывает, что при повышенных концентрациях плазмы тлеющего разряда и соответствующем размере ячейки сетки может происходить нарушение условия слоевой стабилизации границы эмиссионной плазмы вспомогательного дугового разряда. При размере ячейки сетки  $(1 \times 1) \text{ мм}$  с уменьшением рабочего давления с 1 Па до 0,4 Па значение порогового тока, при котором происходит нарушение слоевой стабилизации границы эмиссионной плазмы, возрастает с 90 А до величины более 200 А. Для размера ячейки сетки  $(0,63 \times 0,63) \text{ мм}$  достигнутое значение тока тлеющего разряда составило 440 А при напряжении горения 240 В и импульсной мощности около 100 кВт, что подтверждает предположение о нарушении условия слоевой стабилизации границы эмиссионной плазмы.

В разделе 2.5 приведены выводы ко второй главе.

**Третья глава** «Генератор плазмы на основе несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом» посвящена рассмотрению влияния условий горения и параметров импульсного тлеющего разряда с полым катодом на однородность радиальных и азимутальных распределений плотности ионного тока из плазмы.

В разделе 3.1 описана методика обработки результатов зондовых измерений.

Раздел 3.2 посвящен описанию режимов измерения радиальных и азиму-

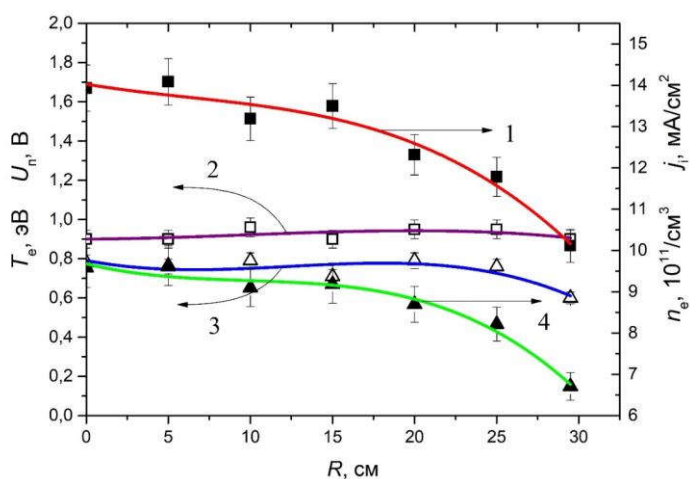


Рис. 4. Радиальные распределения параметров плазмы для режима ( $p = 0,65 \text{ Па}$ ;  $I_d = 90 \text{ А}$ ;  $U_d = 180 \text{ В}$ ): 1 – плотность ионного тока на зонд  $j_r$ ; 2 – температура электронов  $T_e$ ; 3 – потенциал плазмы  $U_n$ , 4 – концентрация плазмы  $n_e$ . Центр камеры – 0 см

тальных распределений параметров плазмы. Сделан вывод, что при напряжении горения разряда  $(100 \div 250) \text{ В}$ , рабочем давлении  $\approx 1 \text{ Па}$ , рабочем токе в диапазоне  $(50 \div 130) \text{ А}$  характерные величины температуры электронов  $T_e$  и потенциала плазмы  $U_n$  в импульсном несамостоятельном тлеющем разряде в атмосфере азота составляют  $\sim 1 \text{ эВ}$  и до  $\sim 1 \text{ В}$  соответственно. Концентрация плазмы при токе  $\sim 100 \text{ А}$  в центре камеры составляет около  $\sim 10^{18} \text{ м}^{-3}$  (рис. 4).

В разделах 3.3 – 3.6 представлено исследование влияния рабочего давления, напряжения горения, тока тлеющего разряда и соотношения  $S_a : S_c$  на

однородность распределений концентрации плазмы в полем катоде тлеющего разряда. Делается вывод о том, что снижение рабочего давления, повышение напряжения горения разряда, а также уменьшение соотношения  $S_a : S_c$  до величины, равной  $\approx (2m_e/M)^{1/2}$ , приводят к улучшению однородности плазмы при прочих равных условиях. Повышение тока тлеющего разряда за счет увеличения тока инжектированных электронов приводит не к ухудшению, а к улучшению равномерности распределения. При увеличении тока тлеющего разряда с 60 А до 240 А средняя плотность ионного тока возрастает в 4 раза (табл. 1), а максимальное отклонение от среднего значения возрастает в 3 раза, и, соответственно, коэффициент неоднородности уменьшается на четверть, составляя  $\approx 32\%$  при 240 А (рис. 5).

Таблица 1. Параметры азимутальных распределений для различных токов тлеющего разряда

Ток тлеющего разряда	Среднее значение плотности ионного тока на зонд	Максимальное отклонение от среднего значения	Коэффициент неоднородности
$I_d, \text{ А}$	$j_{i_{cp}}, \text{ мА/см}^2$	$( j_{i_{max}}  - j_{i_{cp}}), \text{ мА/см}^2$	$k_H, \%$
60	6,2	2,6	47
90	8,4	3,9	46
125	12,5	5	40
240	23,6	7,6	32

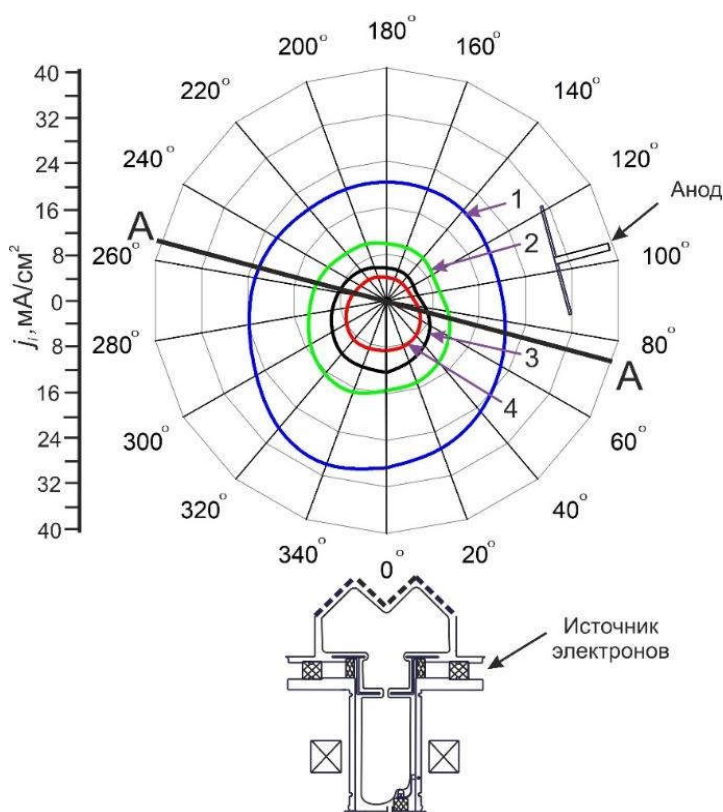


Рис. 5. Азимутальные распределения плотности ионного тока при  $p(\text{N}_2) = 0,65 \text{ Па}$ ,  $U_d = 180 \text{ В}$ : 1 –  $I_d = 240 \text{ А}$ ; 2 –  $I_d = 125 \text{ А}$ ; 3 –  $I_d = 90 \text{ А}$ ; 4 –  $I_d = 60 \text{ А}$

Делается вывод о том, что повышенная степень ионизации плазмы ( $\approx 1\%$ ) может способствовать увеличению коэффициентов диффузии ионов и электронов, и, следовательно, улучшению однородности плазмы.

В разделе 3.7 исследуется влияние формы сеточного эмиссионного электрода, через который электроны инжектируются в плазму тлеющего разряда, на однородность распределения концентрации плазмы в полем катоде. Сделан однозначный вывод, что плоский сеточный эмиссионный электрод не позволяет добиваться удовлетворительной однородности, более того, с ростом тока тлеющего разряда неоднородность концентрации плазмы возрастает. При определении

оптимальных размеров конусного эмиссионного электрода, имеющего в сечении треугольную форму клина путем моделирования электрического поля в среде Elcut показано, что минимальная высота  $h$  клинообразного эмиссионного электрода должна быть равна ширине прикатодного падения потенциала ( $h \approx d_c$ ).

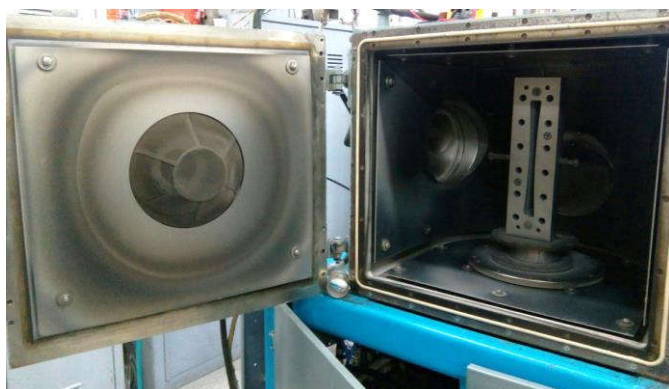


Рис. 6. Фотография генератора плазмы с размещенной внутри стальной деталью (фильерой)

В разделе 3.8 представлены характеристики (табл. 2) разработанного в ходе исследований генератора плазмы (рис. 6) на основе сильноточного несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом.

В разделе 3.9 представлены результаты испытания ряда стальных изделий, которые в несколько раз увеличили износостойкость после азотирования поверхности в плазме созданного генератора плазмы.

Таблица 2. Параметры созданного генератора низкотемпературной плазмы для обработки поверхности материалов и изделий

Объем газоразрядной камеры	0,2 м <sup>3</sup>
Среднее значение концентрации плазмы при $I_d=100$ А, $U_d=200$ В, $p=1$ Па	не ниже $7 \cdot 10^{11}$ см <sup>-3</sup>
Неоднородность концентрации плазмы,	не более $\pm 30$ %
Плотность ионного тока при токе разряда 100А, напряжении 200В, $p=1$ Па	не ниже 10 мА/см <sup>2</sup>
Рабочие газы	N <sub>2</sub> , Ar, O <sub>2</sub> , H <sub>2</sub>
Режим горения разряда	постоянный, импульсный
Частота следования разрядных импульсов	1 Гц ÷ 5 кГц
Коэффициент заполнения разрядных импульсов	(1 ÷ 100) %
Напряжение горения разряда	(45 ÷ 300) В
Ток разряда в постоянном режиме горения разряда	(30 ÷ 105) А
Максимальный импульсный ток в импульсном режиме горения	до 450 А
Максимальный средний ток, обеспечиваемый источником питания	105 А
Максимальная средняя мощность в разряде	30 кВт
Максимальная мощность, потребляемая источником питания разряда из сети	34 кВт
Размер полезной области для загрузки деталей (с тепловым экраном)	(350×350×400) мм
Масса обрабатываемых деталей в одной садке	до 60 кг
Максимальная достигаемая температура	750 °С

В разделе 3.10 приведены выводы к третьей главе.

**Четвертая глава** «Азотирование титана в плазме импульсного тлеющего разряда» посвящена сравнению результатов азотирования титана ВТ1-0 в плазме, генерируемой в постоянном и импульсном режимах горения тлеющего разряда.

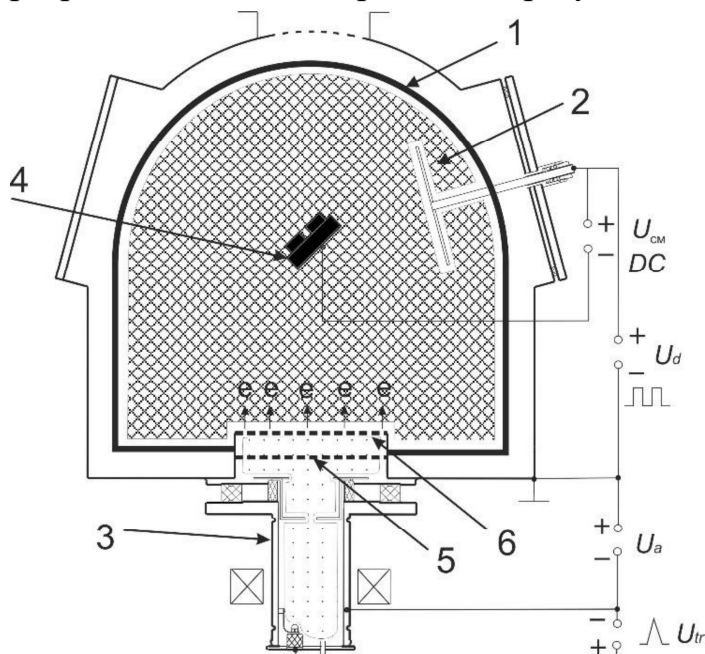


Рис. 7. Схема экспериментального стенда: 1 – титановый полый катод; 2 – анод разряда; 3 – источник электронов; 4 – титановый держатель образцов; 5 – сетка из нержавеющей стали; 6 – титановая сетка

В разделе 4.1 представлена методика и техника эксперимента. Особенностью экспериментальной установки, на которой проводилось азотирование, является то, что полый катод был собран из листового титана марки ВТ1-0 (рис. 7). Данная мера обусловлена тем, что в случае азотирования титановых образцов в полой катоде из нержавеющей стали возможно попадание на их поверхность распыленного со

стенки железа, влияющего на результаты азотирования.

В разделе 4.2 приведены результаты азотирования титана ВТ1-0. Азотирование проводилось при температуре образцов  $T = 730\text{ }^{\circ}\text{C}$ , рабочем давлении  $p = 2\text{ Па}$  в атмосфере азота особой чистоты (99,99 %) и при времени процесса  $t = 2\text{ часа}$ . Остальные условия эксперимента и результаты измерения твердости поверхности азотированных образцов, представлены в таблице 3. После азотирования в плазме стационарного и импульсного тлеющего разряда значения микротвердости поверхности образцов титана ВТ1-0 возросли до 3,1 ГПа и 3,7 ГПа, то есть на 55 % и 85 % соответственно.

Таблица 3. Параметры режимов азотирования титана ВТ1-0

Режим горения разряда	Напр. гор.	Ампл. тока разряда	Ток разряда (средн.)	Напр. смещения	Плотность ион. тока (средняя / импульсн.)	Темпер. азотирования	Нанотвердость поверхности	Микротвердость поверхности
	$U_p, \text{ В}$	$I_{p\_имп}, \text{ А}$	$I_{p\_ср}, \text{ А}$	$U_{см}, \text{ В}$	$j_i, \text{ мА/см}^2$	$T, \text{ }^{\circ}\text{C}$	$HV_{0,03}, \text{ ГПа}$	$HV_{0,5}, \text{ ГПа}$
Пост.	85	100	100	85	6,8	730	9,9	3,1
Имп.	150	200	70	85	6,6 / 13,2	730	13	3,7

Измерения нанотвердости по глубине титана ВТ1-0 (рис. 8.а) показали, что нанотвердость слоя, сформированного в результате азотирования образца в

импульсном режиме, на 25 % больше, чем для образца, обработанного в постоянном режиме горения тлеющего разряда. Глубина диффузионного слоя для обоих режимов азотирования титана VT1-0 примерно одинакова и составляет около 50 мкм. Рентгенограммы поверхности образцов (рис. 8.б) свидетельствуют, что объемная доля нитридных фаз ( $TiN$ ,  $Ti_2N$ ), больше в образцах, обработанных в плазме импульсного тлеющего разряда. Триботехнические испытания модифицированного титана методом сухого

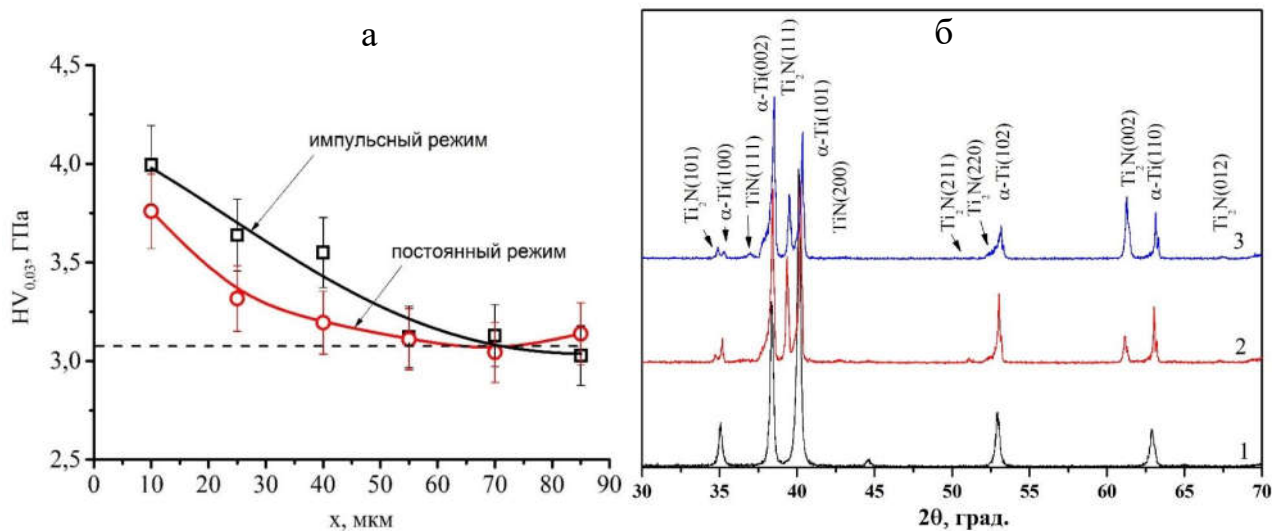


Рис. 8. а – распределения нанотвердости по глубине образцов из титана VT1-0 при азотировании в постоянном и импульсном режимах горения несамостоятельного тлеющего разряда. Штриховая линия – исходная нанотвердость; б – участки рентгенограмм, азотированных образцов из титана VT1-0: 1 – исходный образец; 2 – азотирование в постоянном режиме; 3 – азотирование в импульсном режиме

трения показали, что износостойкость титана после азотирования в плазме импульсного тлеющего разряда примерно в 5 раз больше, чем титана в исходном состоянии и на 60% больше, чем после азотирования в плазме постоянного тлеющего разряда.

Раздел 4.3 посвящен исследованию времени релаксации импульсной плазмы. Показано, что во время паузы между импульсами плазма релаксирует в течение (300 – 400) мкс.

В разделе 4.4 приведены данные о результатах спектрометрических измерений плазмы для различных режимов горения разряда. Полученные данные свидетельствуют о том, что при импульсной мощности тлеющего разряда до 50 кВт интенсивность линии излучения атомарного азота на длине волны 410 нм, возникающего в результате ионизации электронным ударом, незначительна по сравнению с длинами волн 500, 746,8, 868,7 нм, образующихся в результате рекомбинации молекулярных ионов азота. Одним из основных механизмов образования атомарного азота является механизм диссоциативной рекомбинации молекулярного иона азота в объеме и на поверхности электродов, находящихся под отрицательным потенциалом относительно плазмы.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

К основным результатам и выводам работы можно отнести следующие:

1. Показано, что в несамостоятельном тлеющем разряде с полым катодом при низком ( $\sim 1$  Па) давлении эффект полого катода возникает скачком, сопровождающимся переходом к равномерному свечению плазмы во всем разрядном промежутке, при напряжении горения тлеющего разряда в диапазоне (45 – 60) В, значение которого зависит от тока вспомогательного разряда и рабочего давления.

2. Определено, что для заданных диапазонов основных рабочих параметров импульсного несамостоятельного тлеющего разряда с полым катодом ( $p = (0,2 - 1,2)$  Па,  $U_d = (30 - 300)$  В) основными факторами, влияющими на значение максимального тока тлеющего разряда, при котором разряд стабильно функционирует, являются размер ячейки эмиссионного электрода и рабочее давление. При высоких значениях концентрации плазмы нарушается условие слоевой стабилизации границы эмиссионной плазмы, что приводит к переключению дугового разряда на анод тлеющего разряда и последующему неконтролируемому росту тока тлеющего разряда.

3. Показано, что увеличение тока тлеющего разряда в диапазоне (60 ÷ 240) А, вызванное увеличением тока инжектированных электронов через клинообразный (конусный) эмиссионный электрод, отклоняющий направления их инъекции от оси источника электронов, приводит к постепенному увеличению однородности генерируемой плазмы на (30 – 80) %.

4. Концентрация плазмы, генерируемой несамостоятельным сильноточным тлеющим разрядом, достигает величины  $> 10^{18} \text{ м}^{-3}$ , а степень ионизации плазмы  $\sim 0,01$ . Благодаря значительному преобладанию кулоновского сечения над сечением взаимодействия электронов с нейтральными частицами проводимость исследуемой плазмы можно оценивать по формуле Спитцера. Эта особенность влияет на изменение коэффициентов диффузии и может способствовать улучшению однородности генерируемой в тлеющем разряде плазмы при росте ее концентрации.

5. Показано, что для увеличения полезного объема рабочей камеры минимальная высота клинообразного эмиссионного электрода, обеспечивающего однородность распределения концентрации плазмы в полном катоде несамостоятельного тлеющего разряда, должна быть равна ширине прикатодного падения потенциала ( $h \approx d_c$ ).

6. В импульсном режиме горения разряда характер изменения концентрации плазмы во времени повторяет характер изменения тока, а во время паузы между импульсами плазма релаксирует в течение (300 – 400) мкс.

7. В плазме стационарного несамостоятельного тлеющего разряда с полым катодом с ростом тока (мощности) в разряде интенсивность спектров излучения молекулярного и атомарного азота возрастает линейно. При



импульсной мощности тлеющего разряда до 50 кВт интенсивность линии излучения атомарного азота на длине волны 410 нм, возникающего в результате ионизации электронным ударом, незначительна по сравнению с длинами волн 500, 746,8, 868,7 нм, образующихся в результате рекомбинации молекулярных ионов азота. Одним из основных механизмов образования атомарного азота является механизм диссоциативной рекомбинации молекулярного иона азота в объеме и на поверхности электродов, находящихся под отрицательным потенциалом относительно плазмы.

8. На основе проведенных исследований создан генератор низкотемпературной плазмы инертных и реактивных газов на основе несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом, позволяющий в непрерывном и импульсном режимах горения разряда в полном катоде объемом  $0,2 \text{ м}^3$  в диапазоне давлений (0,4 – 1,2) Па при токах разряда (30 ÷ 450) А и напряжениях горения от 45 В до 300 В при средней мощности в разряде до 30 кВт создавать плазму с концентрацией  $\approx 10^{18} \text{ м}^{-3}$  с неоднородностью не хуже  $\pm 30\%$  от среднего значения и обеспечивать плотность ионного тока на полой катод площадью  $2 \text{ м}^2$  до  $10 \text{ мА/см}^2$ .

9. Импульсный режим горения тлеющего разряда позволяет получать в азотированном слое титана VT1-0 большее содержание азота, чем в модифицированном слое при обработке в постоянном режиме горения разряда при одинаковых температурах азотирования, средней плотности ионного тока на поверхность и энергии ионов. Износостойкость титана после азотирования в плазме импульсного тлеющего разряда примерно в 5 раз больше, чем титана в исходном состоянии и на 60% больше, чем после азотирования в плазме постоянного тлеющего разряда.

## ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Денисов, В.В. Генерация однородной низкотемпературной газовой плазмы в импульсном несамостоятельном тлеющем разряде с полым катодом большой площади / В.В. Денисов, Ю.Х. Ахмадеев, Н.Н. Коваль, С.С. Ковальский, И.В. Лопатин, П.М. Щанин, В.В. Яковлев // Физика плазмы. – 2017. – V. 43. – №1. – С.7-14.

2. Denisov, V.V. Ion current density distribution in a pulsed non-self-sustained glow discharge with a large hollow cathode / V.V. Denisov, S.S. Kovalsky, N.N. Koval, I.V. Lopatin, E.V. Ostroverchov, P.M. Schanin // IOP Conference Series: Journal of Physics: Conf. Series. – 2017. – V. 927. – P.176-184.

3. Denisov, V.V. Low-temperature plasma source based on a cold hollow-cathode arc with increased service life / V.V. Denisov, Yu.H. Akhmadeev, N.N. Koval, E.V. Ostroverchov // High Temperature Materials Processes. – 2016. – Iss.4. – Vol.20. – P. 309 – 316

4. Ostroverkhov, E.V. Non-self-sustained low-pressure glow discharge for nitriding steels and alloys / E.V. Ostroverkhov, V.V. Denisov, Yu.A. Denisova, N.N. Koval, I.V. Lopatin // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. – 2018. – V. 387. – P. 012056.

5. Denisov, V.V. Pulsed non-self-sustained glow discharge with a large-area hollow cathode for nitriding of iron-based alloys / V.V. Denisov, Yu.N. Akhmadeev, I.V. Lopatin, P.M. Schanin, S.S. Kovalsky, N.N. Koval, V.V. Yakovlev // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. – 2015. – V. 81. – P. 012067 (1-6).

6. Ivanov, Yu.F. Nitriding of commercial pure titanium in the plasma of frequency-pulsed non-self-sustained glow discharge with a hollow cathode / Yu.F. Ivanov, A.P. Laskovnev, V.V. Uglov, E.A. Petrikova, O.V. Krygina, V.I. Shymanski, N.N. Koval, V.V. Denisov, N.N. Cherenda // High Temperature Materials Processes. – 2017. – V. 21(1). – P.13-23.

7. Коваль, Н.Н. Генерация низкотемпературной газоразрядной плазмы в больших вакуумных объемах для плазмохимических процессов / Н.Н. Коваль, Ю.Ф. Иванов, И.В. Лопатин, Ю.Х. Ахмадеев, В.В. Шугуров, О.В. Крыгина, В.В. Денисов // Российский химический журнал. – 2013. – Т. 57. – № 3-4.

8. Коваль, Н.Н. Электроразрядное оборудование и технологии создания наноструктурных слоев и покрытий / Н.Н. Коваль, С.В. Григорьев, В.Н. Девятков, В.В. Денисов, И.В. Лопатин, В.В. Шугуров, В.В. Яковлев // Ученые записки Петрозаводского государственного университета. – 2010. – № 2(107). – С. 86-95.

9. Денисов, В.В. Импульсный несамостоятельный тлеющий разряд с полым катодом большого размера / В.В. Денисов, П.М. Щанин, Н.Н. Коваль, С.С. Ковальский, Ю.Х. Ахмадеев, И.В. Лопатин, В.В. Яковлев // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2014. – Т. 57. – №11/3. – С. 63-67.

10. Ковальский, С.С. Автоматизированная система зондовых измерений параметров плазмы разрядов низкого давления / С.С. Ковальский, В.В. Денисов, Н.Н. Коваль, И.В. Лопатин // Изв. вуз. Физика. – 2014. – Т.57. – №11/3. – С. 78 – 81.

11. Денисов, В.В. Азотирование стали 40Х в постоянном и импульсном режимах горения несамостоятельного тлеющего разряда с полым катодом / В.В. Денисов В.В., П.М. Щанин, Ю.А. Денисова, Ю.Х. Ахмадеев, И.В. Лопатин, Н.Н. Коваль // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2015. – V. 58. – №9/3. – С.97-101.

12. Ахмадеев, Ю.Х. Особенности импульсного несамостоятельного тлеющего разряда при большой площади полого катода и высоких значениях тока разряда / Ю.Х. Ахмадеев, В.В. Денисов, Н.Н. Коваль, И.В. Лопатин, Е.В. Островерхов // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2016. – V. 59. – № 7/2. – С. 3-7.

13. Денисов, В.В. Режимы горения несамостоятельного тлеющего разряда низкого давления с полым катодом при повышенных значениях токов / В.В. Денисов, М.С. Воробьев, Н.Н. Коваль, С.С. Ковальский, И.В. Лопатин, Е.В. Островерхов // Изв. ВУЗов Физика. – 2017. – V. 60. – №10/2. – С.39-43

14. Денисов, В.В. Азотирование титана VT1-0 в постоянном и импульсном режимах горения несамостоятельного тлеющего разряда с титановым полым катодом / В.В. Денисов, Ю.Х. Ахмадеев, Ю.А. Денисова, Ю.Ф. Иванов, Н.Н. Коваль, Е.В. Островерхов, П.М. Щанин // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2017. – V.60. – №10/2. – С.44-48.