

На правах рукописи

Дубровская (Прядко) Елена Леонидовна

**ИСПАРЕНИЕ КАПЕЛЬ КАТОДНОГО МАТЕРИАЛА В
ПЛАЗМЕ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО ОТРАЖАТЕЛЬНОГО
РАЗРЯДА**

05.27.02 - вакуумная и плазменная электроника

Автореферат

на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Томск – 2012

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

Научный руководитель: кандидат физико-математических наук,
Батраков Александр Владимирович

Официальные оппоненты: Паперный Виктор Львович,
доктор физико-математических наук,
профессор,
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования «Иркутский
государственный университет»,
заведующий кафедрой общей и космической
физики

Юшков Георгий Юрьевич,
доктор технических наук,
старший научный сотрудник,
ФГБУН ИСЭ СО РАН,
ведущий научный сотрудник

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт электрофизики
Уральского отделения Российской академии наук
(ИЭФ УрО РАН), г. Екатеринбург

Защита состоится «26» декабря 2012 г. в 17⁰⁰ часов на заседании
диссертационного совета Д 003.031.01 при Федеральном государственном
бюджетном учреждении науки Институте сильноточной электроники
Сибирского отделения Российской академии наук по адресу: 634055, г. Томск,
пр. Академический, 2/3.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального
государственного бюджетного учреждения науки Института сильноточной
электроники Сибирского отделения Российской академии наук.

Автореферат разослан «___» _____ 2012 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,
доктор физико-математических наук

В.В. Рыжов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы.

Вакуумно-дуговой разряд является эффективным источником плазмы, имеющим широкий спектр научного и технологического применения (например, [1-3]). Одно из важнейших технологических применений вакуумно-дуговой плазмы связано с ее использованием для ионно-плазменного осаждения покрытий, улучшающих эксплуатационные свойства изделий. При горении вакуумной дуги основным источником плазмы являются катодные пятна, однако при функционировании катодного пятна эрозия поверхности катода приводит к генерации не только ионных потоков, но и макрочастиц – капель материала катода. Доля капельной фракции в общей эрозии катода составляет значительную часть, являясь, с точки зрения характеристик источника плазмы, негативным фактором. Это связано с тем, что оседающие на поверхности изделий капли ухудшают ряд важных характеристик поверхностного слоя, таких как шероховатость и пористость поверхности, адгезия покрытия к поверхности, коррозионные и другие свойства поверхности.

Казалось бы, наиболее очевидный способ избавления плазменного потока от капель состоит в нагреве капель непосредственно в плазменном потоке до температуры их интенсивного испарения. Однако как оценки, так и более глубокое теоретическое рассмотрение взаимодействия капли с окружающей ее катодной плазмой показали, что вероятность испарения капли в плазме вакуумной дуги мала. Поэтому на практике большинство конкретных способов снижения потока капель на изделия основано на разделении траекторий ионного и капельного потоков. Прежде всего, используется тот факт, что (в силу различной природы формирования ионного и капельного потоков) основная масса капель движется под малым углом к поверхности катода, тогда как основной ионный поток движется нормально к этой поверхности. Более эффективными являются различные фильтры и сепараторы, в которых ионный поток отклоняется от капельного потока с помощью магнитных полей. Однако чем выше требуется степень очистки ионного потока от капель, тем более

сложной и дорогой оказывается конструкция фильтра (сепаратора), и тем значительнее становятся потери ионной составляющей фильтруемого потока. В то же время в ряде практических случаев (например, при нанесении металлических пленок как промежуточной операции в технологии формирования поверхностных сплавов, и т.п.) нет необходимости добиваться «суперочистки» плазмы, достаточно удалить из нее основную часть капель размерами, превышающими некий допустимый предел. Поэтому значительный практический интерес представляют бесфильтровые методы избавления от макрочастиц, которые, хотя и не обеспечивают полной очистки плазменного потока от капель, но являются более простыми и дешевыми по сравнению с методами, требующими применения фильтров, и обеспечивают на порядки большую производительность процесса нанесения пленок.

В 2002 году было обнаружено, что при горении вакуумно-дугового разряда вокруг некоторых капель, покидающих катод, образуются плазменные микросгустки [4]. С использованием методов пикосекундной лазерной интерферометрии и теневой абсорбционной фоторегистрации теневых изображений были измерены параметры плазмы, окружающей капли. Оказалось, что концентрация плазмы в них достигает $\sim 10^{20} \text{ см}^{-3}$, а электронная температура $\sim 1 \text{ эВ}$. Вероятность образования подобных плазменных сгустков резко возрастала с ростом температуры плавления материала катода. Полученные данные указывали на определяющую роль начальной температуры капли и термоэлектронной эмиссии с нее в формировании таких плазменных микросгустков. Полагалось, что вследствие высокой исходной температуры капли при ее отрыве от катода она ведет себя не как «плавающий» зонд, имеющий отрицательный потенциал относительно окружающей плазмы, а является «эмитирующим» зондом, имеющим положительный потенциал относительно плазмы вследствие эмиссии с него термоэлектронов. В таких условиях плазменные электроны беспрепятственно попадают на каплю, передают ей свою кинетическую энергию и еще сильнее нагревают каплю. Таким образом, капля становится источником термоэлектронов и паров,

ионизируемых непосредственно вокруг капли и образующих вокруг нее плотный плазменный микросгусток. Сходство параметров плазмы катодного пятна и плазменных сгустков вокруг капель и наличие интенсивной электронной эмиссии с капель в процессе плазмообразования дали авторам [4] основание классифицировать такие капельно-плазменные сгустки как «капельные пятна» по аналогии с катодными пятнами на катоде и анодными пятнами на аноде, формирующимися в вакуумных разрядах.

Из приведенных данных следует, что если создать необходимые условия для инициирования и последующего функционирования капельного пятна, то, получая энергию от окружающей разрядной плазмы, капельное пятно может функционировать вплоть до полного испарения капли.

Цель диссертационной работы.

Целью диссертационной работы является исследование возможности существенного уменьшения доли капельной фракции эрозии катода за счет создания благоприятных условий для инициирования и функционирования капельных пятен.

Основные задачи диссертационной работы:

1. Разработка и исследование экспериментальных разрядных устройств с параметрами, обеспечивающими стабильное инициирование и функционирование капельных пятен.

2. Проведение сравнительных исследований спектральных характеристик плазмы катодного и капельного пятен, направленные на выявление физических особенностей инициирования и функционирования капельного пятна.

3. Проведение исследований возможности испарения капель в плазменном столбе разряда для катодов из различных материалов, направленных, в том числе, на экспериментальную проверку существующей теоретической модели капельного пятна [5-7, А4, А6, 8-11].

4. Разработка макета технологического вакуумно-дугового испарителя с пониженной долей капельной фракции в плазменном потоке и проведение исследований с его использованием по формированию поверхностных сплавов.

Научная новизна диссертационной работы заключается в том, что:

1. Для снятия спектра излучения быстро перемещающихся капельных пятен использована спектрально-дифференцированная скоростная регистрация изображений, что позволило осуществить сравнительное спектроскопическое исследование капельного и катодного пятен.

2. Для формирования однородного плазменного столба с повышенной энергоемкостью плазмы предложено использовать импульсный вакуумно-дуговой отражательный разряд, горящий в ячейке Пеннинга. Изучены характеристики такого разряда, а также характеристики ионного потока на выходе из ячейки Пеннинга.

3. Экспериментально установлено, что при том же токе дуги переход в режим горения отражательного разряда для ряда материалов катода может приводить к существенному снижению доли капельной фракции в плазменном потоке на выходе из ячейки Пеннинга.

4. На основе проведенных исследований разработан, создан и исследован макет технологического высокоточного широкоапертурного импульсного вакуумно-дугового испарителя, обеспечивающий формирование интенсивного плазменного потока с пониженной долей капельной фракции.

Практическая значимость:

1. Высокоточный импульсный вакуумно-дуговой испаритель успешно использован в комплексной технологии формирования поверхностных сплавов, включающей последовательные операции нанесения покрытий и их сплавления с подложкой низкоэнергетическим высокоточным электронным пучком.

2. Результаты диссертационной работы могут быть использованы при создании технологических образцов высокоточных импульсных вакуумно-дуговых испарителей с пониженной долей капельной фракции.

На защиту выносятся следующие научные положения:

1. Спектры излучения плазменно-капельных образований, идентифицируемых как капельные пятна вакуумной дуги, имеют линейчатый характер в видимом диапазоне длин волн. Относительная интенсивность

свечения капельных пятен в коротковолновой области спектра значительно ниже, чем катодных пятен, что подтверждает существующую термоэмиссионную модель капельного пятна.

2. Экспериментально установлено, что в вакуумно-дуговом разряде в ячейке Пеннинга обеспечиваются значения концентрации и температуры плазмы, достаточно высокие для инициирования и функционирования капельных пятен, что приводит к существенному снижению капельной фракции в плазменном потоке на выходе из ячейки. При этом наибольший эффект достигается для катодов, изготовленных из металлов, сочетающих относительно высокую температуру плавления с относительно низкой работой выхода, в частности, из циркония.

3. При горении импульсного вакуумно-дугового разряда в ячейке Пеннинга на выходе из ячейки формируется ионный поток, содержащий две группы ионов – низкоэнергетическую и высокоэнергетическую. Появление группы низкоэнергетических ионов объясняется генерацией плазмы капельными пятнами. Появление группы высокоэнергетических ионов связано с дополнительным ускорением ионов, покидающих катодное пятно, в разрядной ячейке.

4. Созданный сильноточный (до 5 кА) импульсный (до 0,7 мс) вакуумно-дуговой испаритель на основе ячейки Пеннинга обеспечивает на выходе из ячейки однородный поток плазмы диаметром 6 см, характеризующийся следующими параметрами: концентрация электронов до 10^{14} см⁻³, температура электронов 6-8 эВ, доля ионного тока до 16%, энергия ионов до ~ 0.7 кэВ. Плазменный поток характеризуется пониженной долей капельной фракции.

Апробация работы.

Результаты работы докладывались и обсуждались на XXI (Крым, Ялта, 2004) и XXIII (Румыния, Бухарест, 2008) Международных симпозиумах по разрядам и электрической изоляции в вакууме, на I и III Всероссийских конференциях молодых ученых «Физика и химия высокоэнергетических систем» (Томск, 2005, 2007), на 3 Всероссийской конференции молодых ученых

«Фундаментальные проблемы новых технологий в 3-м тысячелетии» (Томск, 2006), на 14 Международном симпозиуме по сильноточной электронике (Томск, 2006), на 10 Международной конференции «Газоразрядная плазма и ее применение в технологиях» (Томск, 2007), на 9 и 10 Международных конференциях по модификации материалов пучками заряженных частиц и плазменными потоками (Томск, 2008, 2010).

Публикации.

По теме диссертации опубликовано 1 статья в отечественном и 3 статьи в зарубежных научных журналах, 11 докладов в трудах отечественных и зарубежных научных конференций и симпозиумов.

Личный вклад автора.

Общая постановка задачи, выбор направления и методов исследований осуществлялись автором совместно с научным руководителем. Соавторы, принимавшие участие в исследованиях по отдельным направлениям, указаны в списке опубликованных по теме диссертации работ. Проведение экспериментов, обработка и анализ результатов, представленных в диссертации, осуществлялись автором лично.

Структура диссертации.

Диссертация состоит из введения, пяти глав и заключения. Объем диссертации составляет 136 страниц, включая 89 рисунков, 5 таблиц и список литературы из 125 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обосновывается актуальность выбранной темы диссертационной работы, определены основные цели, изложена ее научная новизна, формулируются выносимые на защиту научные положения.

В первой главе, являющейся обзорной, кратко рассматриваются основные свойства катодного пятна, анализируются современные представления о физических процессах в катодном пятне, закономерности генерации капельной фракции эрозии катода, возможности нагрева капель в потоке катодной плазмы

и возникновения на них капельных пятен, обнаруженных в последние годы. Это позволило сформулировать основные задачи исследований.

Вторая глава посвящена сравнительной спектральной диагностике плазмы капельного и катодного пятен. Для регистрации спектральных характеристик быстро перемещающихся капельных пятен был выбран метод скоростной регистрации изображений катодной области разряда в сочетании с использованием интерференционных светофильтров с узкой полосой пропускания света. Суть метода состоит в том, что используя узкополосные светофильтры на различные длины волн и проводя фотометрию изображений объекта, можно получить зависимость интенсивности свечения плазмы от длины волны с шагом, определяемым характеристиками светофильтров. Поскольку при этом ведется наблюдение за катодной областью разряда, имеется возможность одновременно регистрировать спектрально-дифференцированные изображения катодного пятна, т.е. такой подход позволил осуществить сравнительное спектроскопическое исследование капельного и катодного пятен в одном эксперименте.

Схема эксперимента представлена на рисунке 1.

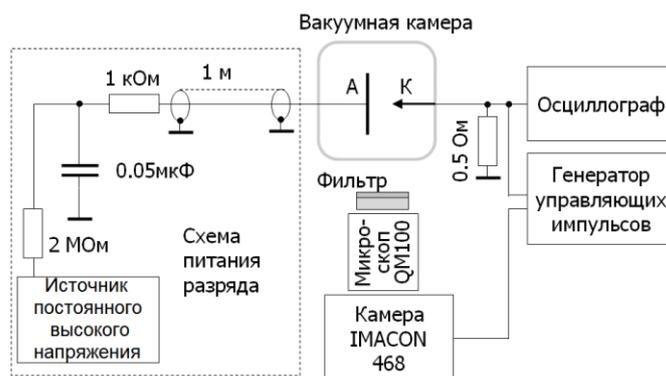


Рисунок 1 – Схема экспериментальной установки.

Плоский анод и жидкометаллический катод игольчатого типа образовывали разрядный промежуток длиной 1-2 мм. Импульсный дуговой разряд длительностью 150-300 мкс и током амплитудой ~ 10 А инициировался в промежутке в режиме самопробоя. Свечение плазмы в катодной области разряда регистрировалось с использованием сверхскоростной 8-битной камеры IMACON 468 и интерференционных светофильтров (ширина спектрального

диапазона пропускания света ~ 10 нм). Камера IMACON 468 и светофильтры были откалиброваны. Оптическое разрешение аппаратуры было не хуже 3 мкм.

Исследования проводились в диапазоне длин волн 350-700 нм с шагом 25 нм. На изображениях катодной области вакуумного разряда катодные пятна выглядят как яркие пятна (иногда как светящиеся зигзаги из-за блуждания пятна), тогда как капельное пятно оставляет на изображениях прямолинейные треки (рисунок 2).

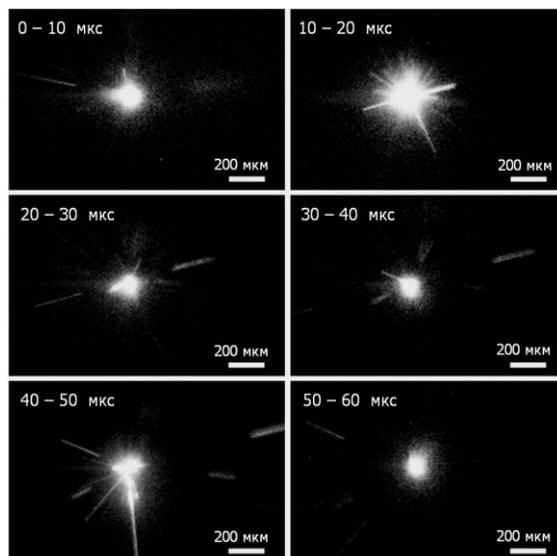


Рисунок 2 – Типичная серия последовательных снимков катодной области одного акта горения разряда на жидкометаллическом катоде, полученная камерой IMACON 468 без использования светофильтров.

Для фотометрии изображений использовалась программа Scion Image (Alpha 4.0.3.2, freeware). Изображения трека капельного пятна и катодного пятна интегрировались по площади, полностью включающей в себя трек, для исключения погрешностей, связанных с фокусировкой. Все изображения приводились к нулевому уровню фона.

На рисунке 3 представлены полученные распределения интенсивности свечения в зависимости от длины волны светофильтра для катодного и капельного пятен, отражающие спектральные характеристики объектов исследования.

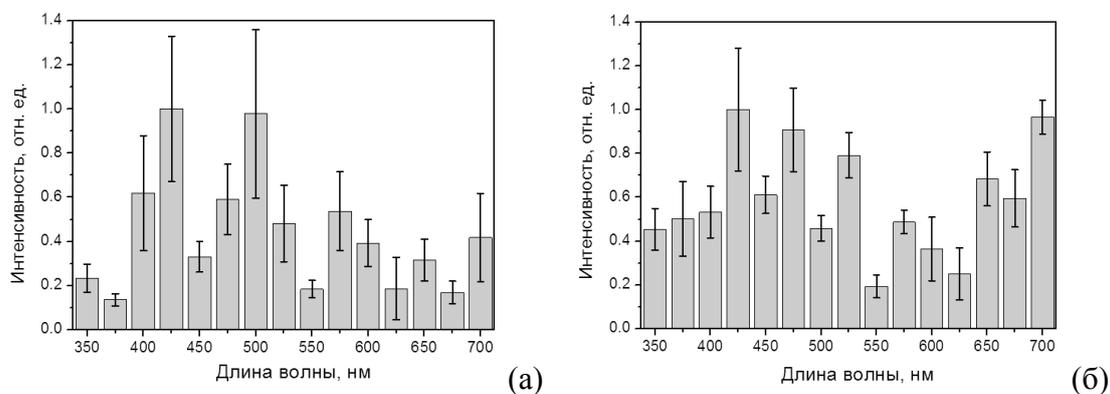


Рисунок 3 – Гистограммы распределений интенсивности свечения в зависимости от длины волны светофильтра для капельного (а) и катодного (б) пятен.

Характеристики в целом похожи. Для капельного пятна, как и для катодного, характерен линейчатый спектр излучения. Но вместе со сходством наблюдаются и некоторые различия в спектрах. Для катодного пятна характерно более интенсивное излучение в коротковолновом диапазоне. Этот факт можно объяснить наличием в катодном пятне более горячей плазмы за счет взрывоэмиссионных процессов [1], тогда как капельное пятно согласно модели [5-7, А4, А6, 8-11] функционирует подобно термоэмиссионному пятну. Для капельного пятна также характерно менее интенсивное излучение в длинноволновом диапазоне. Возможно, это связано с тем, что диаметр капли много меньше, чем размер окружающего ее плазменного облака, и тепловое излучение капли теряется в общем потоке излучения от объекта. Тогда как катодное пятно образует достаточно большую нагретую область, излучение которой вносит существенный вклад в континуум длинноволновой области спектра катодного пятна.

Малые размеры капель относительно размеров окружающих их плазменных сгустков определяют характерную особенность спектральной характеристики излучения капельного пятна в видимом диапазоне спектра, представляющую собой практически полное отсутствие непрерывной составляющей, соответствующей тепловому излучению капель. А так как полученный спектр – результат обработки статистических данных, можно сделать вывод о том, что практически все наблюдаемые в эксперименте капли – капельные пятна, а не просто раскаленные капли металла. Но это не означает, что расплавленных капель, не являющихся капельными пятнами, в промежутке нет. Их излучение слишком мало (в силу малости их размеров) и недоступно для регистрации в наших экспериментах.

При проведении данных экспериментов был также обнаружен ряд интересных характеристик в поведении капельных пятен (длительное свечение в условиях погасшего разряда и даже рост и пульсация их светимости), объяснение природы которых требует проведения целенаправленных исследований.

электрода **6**. В противоположном катоде **2** имелось центральное отверстие диаметром 0.5-2 мм, за которым располагался электрод **9**, выполняющий роль либо электрического зонда для измерения параметров плазмы в плоскости катода **2**, либо подложки для сбора капель. Расстояние между катодами составляло 3.2-4.0 см. Анод **3** имел форму кольца диаметром 2.5 см и длиной 3 см. В аноде **3** имелась продольная щель шириной 4 мм, наличие которой позволяло наблюдать и фотографировать столб разрядной плазмы. Магнитное поле создавалось катушками Гельмгольца. Максимальная индукция магнитного поля составляла ~ 130 мТл.

При отсутствии магнитного поля реализуется обычный дуговой разряд между катодом **1** и анодом **3**, свечение разряда в объеме ячейки относительно слабое (рисунок 5,а). В присутствии магнитного поля при том же токе дуги в объеме ячейки зажигается более яркий отражательный разряд (рисунок 5,б).

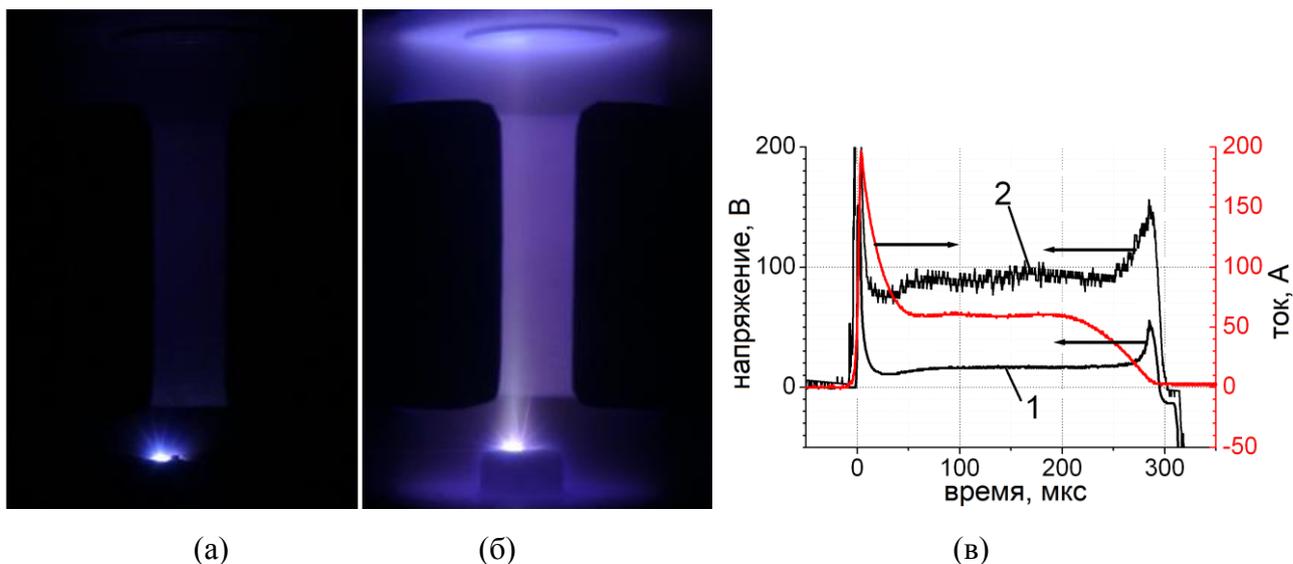


Рисунок 5 – Снимки свечения разряда через продольную щель в аноде при $B = 0$ (а) и $B = 130$ мТл (б); типичные осциллограммы тока и напряжения горения разряда при $B = 0$ (1) и $B = 130$ мТл (2) (в). Катод – Zr.

Из осциллограмм (рисунок 5,в) видно, что при наличии внешнего магнитного поля напряжение горения разряда существенно возрастает.

Используя электрод **9** в качестве электрического зонда, измерялись параметры плазмы в плоскости катода **2**. С целью измерения параметров плазмы в течение одного импульса тока на зонд подавался импульс синусоидального напряжения частотой около 3 кГц от генератора **11**. По вольт-

амперным характеристикам (ВАХ) зонда определялась электронная температура плазмы. Для $B = 0$ $kT_e = 3.5-4.5$ эВ, для $B = 80-130$ мТл электронная температура достигала 8-10 эВ. Концентрация электронов n_e в плоскости катода **2** определялась по ионному и электронному токам насыщения и составила $(4-6) \cdot 10^{12}$ см⁻³ при $B = 0$ и $(2-3) \cdot 10^{13}$ см⁻³ при $B = 80-130$ мТл. Видно, что при горении отражательного разряда формируется столб плазмы с более высоким энергосодержанием, чем при горении вакуумной дуги.

Были проведены измерения полного ионного тока насыщения из плазмы на катод **2**. При этом предполагалось, что плотность ионного тока однородна по радиусу. Зависимости электронной температуры, напряжения горения разряда и доли ионного тока $\alpha_i = I_{is}/I_d$ от индукции магнитного поля приведены на рисунке б. С ростом индукции магнитного поля доля ионного тока на катод **2** растет, достигая 8% от тока разряда, т.е. становится близкой к полной доле ионного тока вакуумной дуги [12,13].

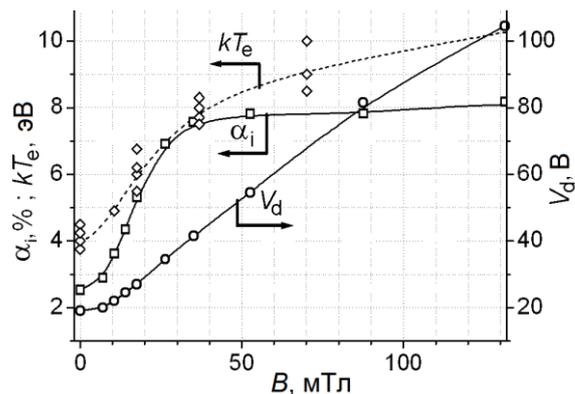


Рисунок 6 – Зависимости электронной температуры kT_e , напряжения горения разряда V_d и доли ионного тока α_i от индукции магнитного поля B ; катод – Cu; $I_d = 150$ А.

Проведен анализ основных процессов в плазменном столбе, имеющих место при горении вакуумно-дугового отражательного разряда.

Для исследования энергетического спектра ионов электрод **9** убирался и ионы, движущиеся вдоль оси системы, попадали во входную апертуру масс-энергетического анализатора EQP HIDEN Analytical **14**, находившуюся на расстоянии 6 см от катода **2** и соединенную с «землей». Были проведены масс-энергетические исследования ионов катодного материала, а также исследования ионов, образующихся из остаточных газов. Было показано, что процессы адсорбции-десорбции остаточных газов не оказывают влияния на параметры потоков ионов катодного материала на выходе из ячейки Пеннинга. С целью уменьшения неопределенности, связанной с возможным влиянием формы

импульса тока на энергетические спектры ионов, в данных экспериментах использовались квазипрямоугольные импульсы тока.

На рисунке 7 приведены измеренные распределения по энергиям $F(W)$ для ионов различных зарядовых состояний Z для медного катода. Распределения получены для $I_d \sim 150-200$ А при горении как обычной вакуумной дуги, так и при горении дугового отражательного разряда.

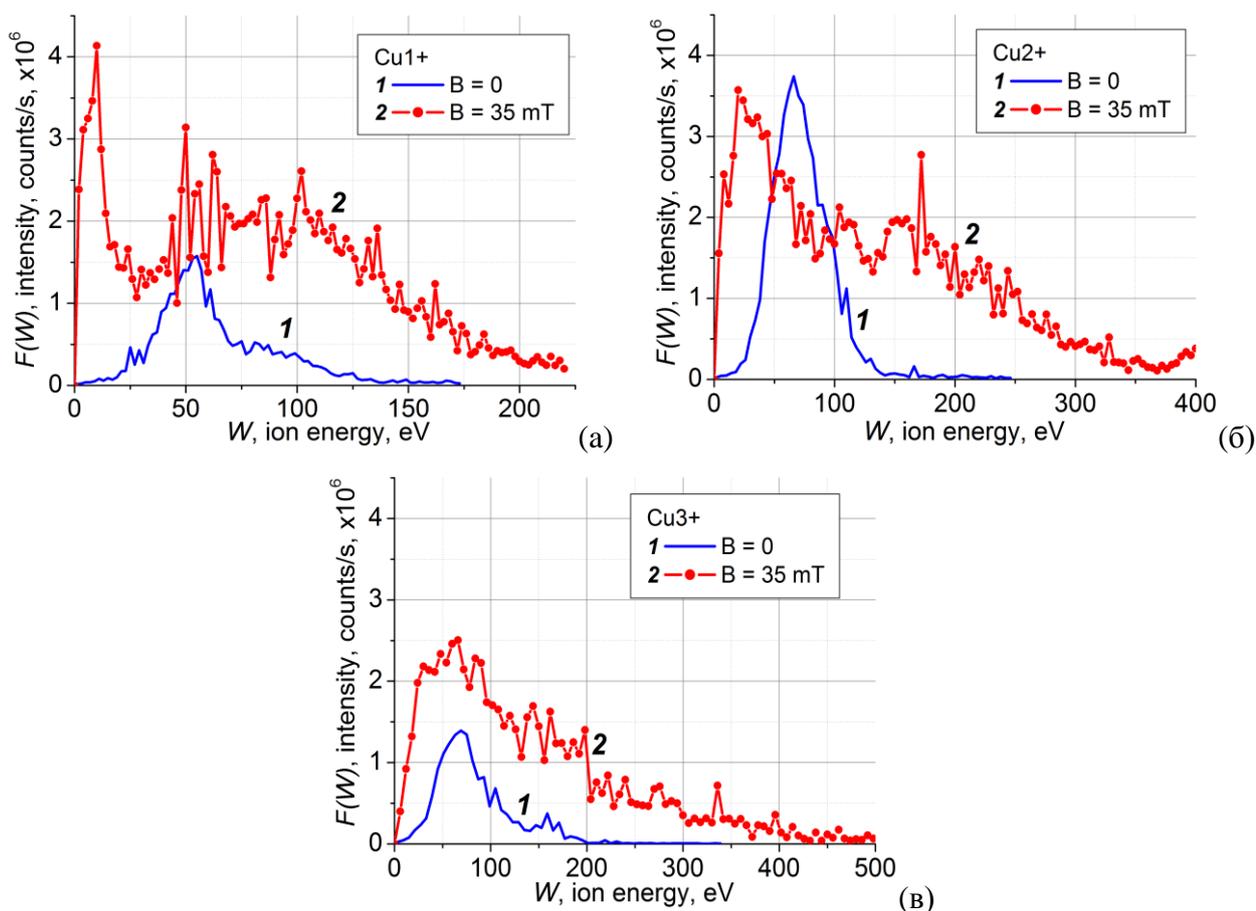


Рисунок 7 – Распределения ионов различных зарядовых состояний по энергиям для Cu катода: а – для однозарядных ионов; б – для двухзарядных ионов; в – для трехзарядных ионов. 1 – $B = 0$; 2 – $B = 35$ мТл.

При построении распределений ионов по энергиям вносилась коррекция в шкалу энергий. Все распределения на рисунке 7 смещены влево на величину $\Delta W = Z \cdot U_{pl}$, где U_{pl} – разность потенциалов между плазмой в приосевой области разряда и входным электродом масс-энерго-анализатора, т.е. потенциал плазмы относительно «земли».

Проведен подробный анализ полученных результатов. Получены данные по средней энергии, средней квадратичной скорости, доли ионов каждого

зарядового состояния и среднему заряду. Для получения численной информации о характеристиках формируемых потоков ионов мы воспользовались методом описания функции распределения ионов по энергиям с помощью смещенного распределения Максвелла, обычно используемого в таких случаях (например, [14]).

Из сравнения представленных на рисунке 7 данных с очевидностью следует существенное качественное различие энергетических спектров ионов, генерируемых при горении обычной вакуумной дуги и дугового отражательного разряда. При горении обычной вакуумной дуги распределения ионов по энергиям $F(W)$ всех зарядовых состояний представляют собой функции с явно выраженным максимумом. По абсолютным значениям энергии, средние скорости и средний заряд коррелируют с данными, полученными другими авторами (например, [15]).

При горении отражательного разряда выявлена новая, не наблюдавшаяся при горении обычной дуги, особенность распределений ионов по энергиям. Она заключается в том, что на распределениях четко просматривается двухпиковая структура: появляется большая группа ионов малых энергий (0-30 эВ) и большая группа ионов, энергии которых в значительной части существенно превышают максимальные энергии ионов, наблюдавшихся при горении обычной вакуумной дуги. Мы полагаем, что появление группы низкоэнергетических ионов связано с появлением нового источника ионов, которым являются капельные пятна. Действительно, ионизация паров капельного пятна плазменными электронами за пределами катодного пятна приведет к появлению группы ионов, направленная скорость движения которых будет существенно меньше направленной скорости ионов, зародившихся в катодном пятне. Появление пика низкоэнергетических ионов кардинально деформирует всю кривую распределения для однозарядных ионов. Влияние этого пика проявляется и на распределениях ионов с бóльшим зарядом, но по мере роста заряда это влияние уменьшается. Это очевидно

обусловлено тем, что вероятность генерации многозарядных ионов из продуктов испарения капель довольно мала.

Проанализированы возможные причины появления ионов с относительно высокими энергиями. По-видимому, появление высокоэнергетических ионов связано с повышенным энерговыделением в плазму при горении отражательного разряда, а также с дополнительным ускорением ионов на фазе роста разрядного тока (ускорение ионов за фронтом катодной плазмы в искровых разрядах) (например, [16]).

Результаты третьей главы опубликованы в работах [А3-А8,А10].

Четвертая глава посвящена исследованию уменьшения количества капель в плазменном столбе за счет их испарения и сопоставлению полученных результатов с теоретической моделью капельного пятна [5-7,А4,А6,8-11].

Методика измерения уменьшения количества капель в плазменном столбе за счет их испарения заключалась в сравнительном анализе осадков капель на подложках, полученных в двух различных режимах накопления этого осадка. В первом режиме горела обычная вакуумная дуга, во втором случае – дуговой отражательный разряд. При переходе к дуговому отражательному разряду ни локализация, ни размеры пятна на катоде, ни ток разряда не менялись. Поэтому можно ожидать, что количество и размеры эмитируемых катодом капель также не имеют существенных отличий, и последние в случае их обнаружения могут быть обусловлены только разницей в условиях испарения капель в полете.

Для уменьшения осаждения ионной фазы эрозии катода, способной исказить результаты исследования капельной фракции, на подложку подавалось смещение $+(80-100)$ В.

Для накопления осадка капель производилось 3-6 тысяч разрядных импульсов в каждом из режимов разряда попеременно сериями по 600 импульсов с целью исключения влияния долговременного эрозионного изменения формы катода на результат. Частота следования импульсов составляла 0.33-0.5 Гц.

Осадок на подложках исследовался методом растровой электронной микроскопии. Затем на полученных снимках устранялись дефекты, изображения приводились к однобитовому масштабу. Используя оригинальный компьютерный код (измерение радиуса каждой капли по занимаемой изображением площади) [17], строились распределения капель по размерам.

Из теоретической модели капельного пятна [5-7, А4, А6, 8-11] следует, что наибольший эффект от функционирования капельных пятен можно ожидать для материалов, сочетающих, по возможности, относительно малую работу выхода электронов $e\phi$ и высокую температуру плавления $T_{пл}$. К таким материалам относятся цирконий ($e\phi = 3.9$ эВ, $T_{пл} = 2125$ К) и титан ($e\phi = 3.95$ эВ, $T_{пл} = 1881$ К).

На рисунке 8 приведены распределения капель по диаметрам N_d для циркония (а) и титана (б).

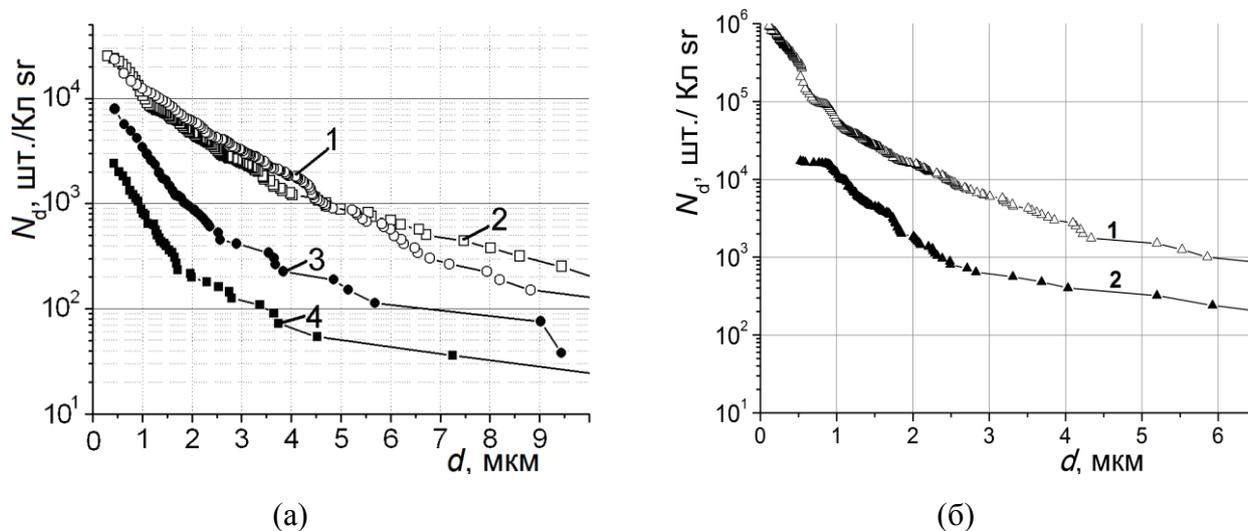


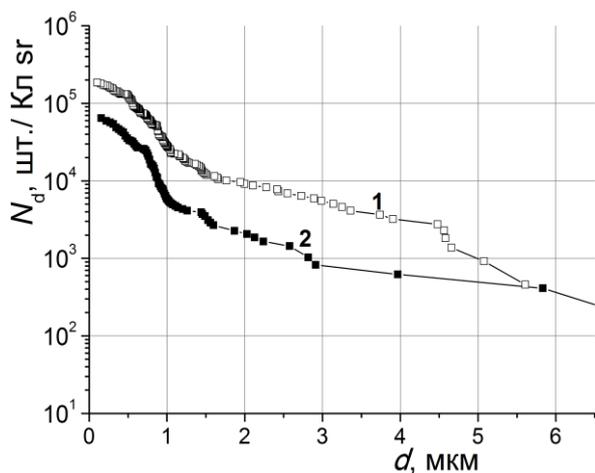
Рисунок 8 – (а) Распределения капель в осадке по диаметрам N_d для случая Zr катода: 1, 2 – $B = 0$, 3 – $B = 130$ мТл, 4 – $B = 85$ мТл. 1, 3 – $I_d = 60$ А, $\tau = 300$ мкс, 2, 4 – $I_d = 150$ А, $\tau = 900$ мкс.

(б) Распределения капель в осадке по диаметрам N_d для случая Ti катода: 1 – $B = 0$, 2 – $B = 85$ мТл. $I_d = 200$ А, $\tau = 600$ мкс.

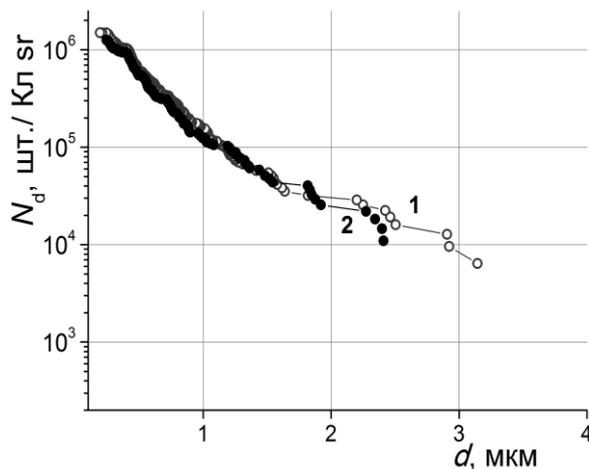
Однозначно видно, что переход в режим горения отражательного разряда приводит к существенному уменьшению количества капель (для циркония 10-20 раз, для титана ~ 10 раз) пролетевших столб разрядной плазмы. Из этих двух металлов теоретическая модель [5-7, А4, А6, 8-11] предсказывает более заметное снижение доли капельной фракции в плазменном потоке на выходе из ячейки

Пеннинга для катода из циркония, поскольку у него, в сравнении с титаном, и работа выхода меньше на ~ 0.05 эВ, и температура плавления выше на 244 К. Результаты экспериментов действительно демонстрируют несколько больший эффект для циркония.

На рисунке 9 приведены распределения капель по диаметрам N_d для меди (а) и никеля (б).



(а)



(б)

Рисунок 9 – (а) Распределения капель в осадке по диаметрам N_d для случая Cu катода: **1** – $B = 0$, **2** – $B = 85$ мТл. $I_d = 150$ А, $\tau = 900$ мкс.
(б) Распределения капель в осадке по диаметрам N_d для случая Ni катода: **1** – $B = 0$, **2** – $B = 85$ мТл. $I_d = 150$ А, $\tau = 900$ мкс.

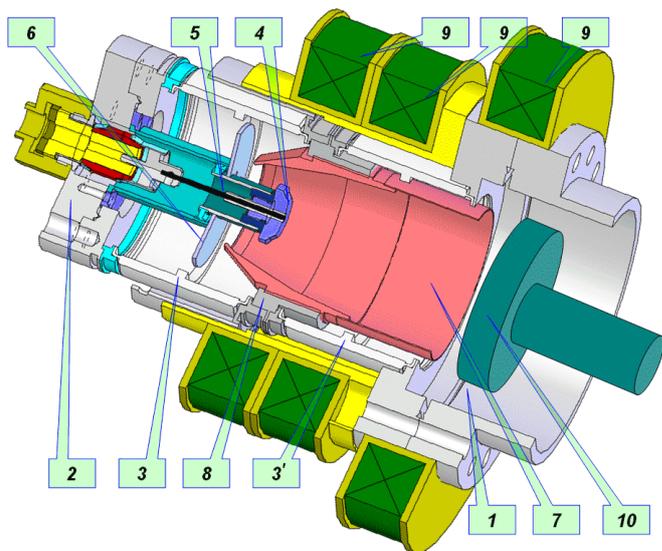
Согласно теоретической модели [5-7, А4, А6, 8-11] испарение капель меди и никеля в данных условиях маловероятно. Но в экспериментах наблюдается заметное (в 3-5 раз) снижение доли капельной фракции на выходе из ячейки Пеннинга для медного катода. По-видимому, основное испарение медных капель происходит вблизи катодного пятна, где концентрации плазмы превышает $\sim 10^{15}$ см $^{-3}$. Для никеля достигаемые при таких условиях эксперимента параметры разрядной плазмы недостаточны для инициирования капельных пятен.

Дальнейшее повышение эффективности испарения капель при пролете через столб разрядной плазмы возможно с ростом величины тока отражательного разряда, т.е. с использованием сильноточных разрядов.

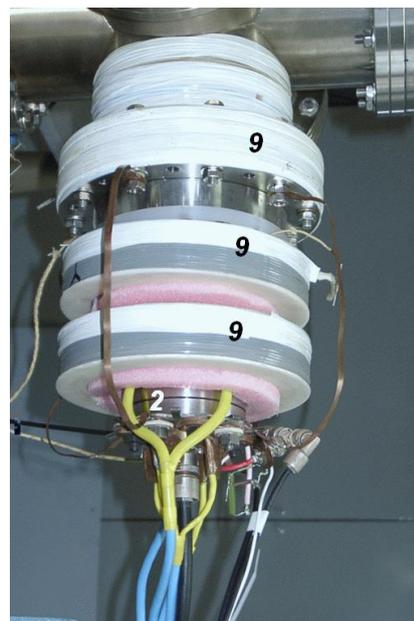
Результаты четвертой главы опубликованы в работах [А3-А8, А10].

В пятой главе проведен анализ возможности испарения капель в полете в существующих вакуумно-дуговых источниках плазмы, представлен созданный сильноточный импульсный вакуумно-дуговой испаритель и результаты его испытаний на примере технологии формирования поверхностных сплавов.

На рисунке 10 представлен эскиз сильноточного импульсного вакуумно-дугового испарителя (а) и его внешний вид (б).



(а)



(б)

Рисунок 10 – (а) Конструкция сильноточного импульсного вакуумно-дугового испарителя.

1 – фланец вакуумной системы; 2 – фланец катодного узла; 3, 3' – металлокерамические изоляторы; 4 – катод; 5 – поджигающий электрод; 6 – защитный экран; 7 – анод; 8 – анодный электрический ввод; 9 – катушки магнитного поля; 10 – предметный стол (второй катод).

(б) - Внешний вид сильноточного импульсного вакуумно-дугового испарителя. 2 – фланец катодного узла, 9 – катушки магнитного поля ($B_{\max} = 160$ мТл – в плоскости катода 4, 40 мТл – в плоскости предметного стола 10).

Испаритель позволяет работать при токах разряда в импульсе до 5 кА и длительности импульса 750 мкс. Были исследованы электрические характеристики источника, динамика движения катодных пятен, ионно-эмиссионные характеристики разрядной плазмы.

Исследование ионно-эмиссионных характеристик разрядной плазмы производилось путем измерения ионного тока насыщения на миниатюрные коллекторы за отверстиями диаметром 3.3 мм во втором катоде, расположенными на радиальных позициях 0, 8, 16, 24 и 32 мм (рисунок 11,а).

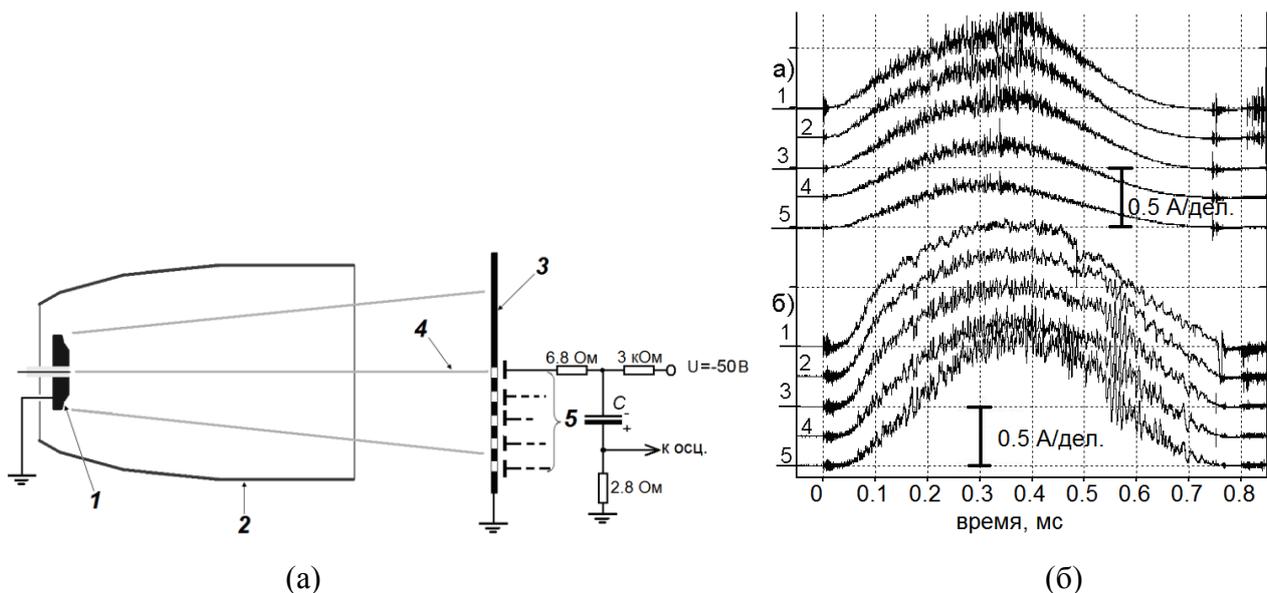


Рисунок 11 – (а) Схема расположения коллекторов для измерения ионного тока насыщения. 1 – катод, 2 – анод, 3 – второй катод, 4 – магнитные силовые линии, 5 – коллекторы. (б) Осциллограммы ионного тока насыщения на коллекторы 1-5 (1 – центральное отверстие, 5 – отверстие, наиболее удаленное от оси); $I_d = 3.2$ кА; $B = 0$ (а) и $B = B_{\max}$ (б).

Расстояние между катодами составляло 14 см. На рисунке 11,б приведены характерные осциллограммы ионного тока насыщения на коллекторы. Из осциллограмм хорошо видно, что наложение на разрядную ячейку внешнего магнитного поля приводит к двум заметным эффектам – как к существенному увеличению самого ионного тока, так и к значительному улучшению его радиальной однородности. С учетом подобных данных, отражающих распределение плотности ионного тока по радиусу, восстанавливался полный ионный ток на второй катод $I_{\text{tot}}(t) = \sum_{i=5} j_i(t) S_i$. Для тока разряда 5 кА полный ионный ток при максимальной индукции магнитного поля достигал 800 А, в этом случае плотность ионного тока достигала 20 А/см^2 . Полагая, что средняя скорость ионов $\sim 10^6 \text{ см/с}$, получаем, что концентрация электронов плазмы в столбе разряда вблизи второго катода может достигать 10^{14} см^{-3} . Очевидно, что по мере приближения к первому катоду концентрация электронов будет заметно увеличиваться.

С ростом разрядного тока увеличивается доля ионного тока на второй катод (рисунок 12), достигая 16% при токе 5 кА.

Эти значения существенно превышают как измеренные значения доли ионного тока на второй катод в дуговом отражательном разряде при токе 150 А, так и значения полной доли ионного тока вакуумных дуг, известные из литературы [12,13].

Используя метод двойного зонда (роль двойного зонда играли два центральных коллектора), измерялась температура электронов в столбе. При амплитуде разрядного тока $I_d = 5$ кА температура электронов составила ~ 8 эВ.

Как и в случае относительно малых токов, используя масс-энергo-анализатор EQP HIDEN Analytical, исследовались зарядовый состав и распределения ионов по энергиям. Вход анализатора был заземлен и располагался на оси разрядной системы. Расстояние между катодом и входом анализатора составляло 30 см. В данном случае роль второго катода выполнял входной электрод анализатора. На рисунке 13 приведены результаты исследований распределения ионов по энергиям для случая медного катода при амплитуде тока разряда $I_d = 3.5$ кА. Как и в случае относительно малых токов, для данных распределений наблюдается двухпиковая структура, что отражает наличие в плазменном потоке на выходе из ячейки Пеннинга двух групп ионов. Наиболее отчетливо двухпиковая структура проявляется для однозарядных ионов. Как и ранее, группу ионов с относительно низкими энергиями можно

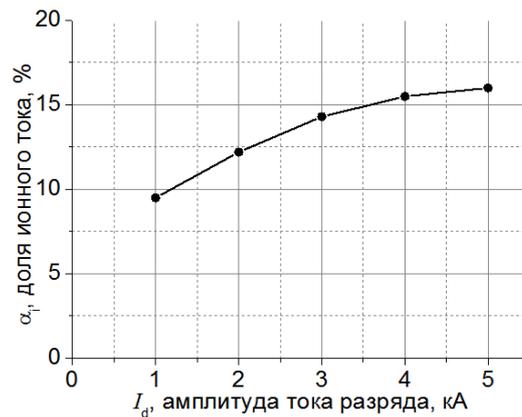


Рисунок 12 – Зависимость доли ионного тока на второй катод от амплитуды разрядного тока при индукции внешнего магнитного поля $B = B_{max}$.

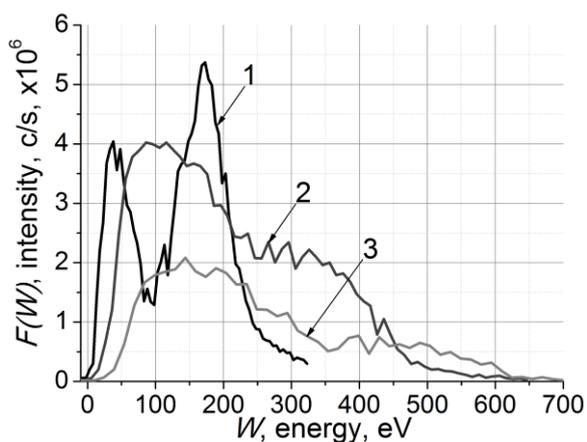


Рисунок 13 – Характерные распределения ионов различных зарядностей по энергиям для Cu катода в условиях отражательного разряда с амплитудой тока $I_d = 3.5$ кА. 1 – для однозарядных ионов; 2 – для двухзарядных ионов; 3 – для трехзарядных ионов.

связать с ионизацией паров материала капель непосредственно в плазменном потоке.

Что касается группы высокоэнергетических ионов, то она отличается повышенными абсолютными значениями энергий (их энергии достигают 0.6-0.7 кэВ), что не характерно для сильноточных дуговых разрядов. Появление группы высокоэнергетических ионов, по-видимому, связано с дополнительным ускорением ионов на фазе роста разрядного тока (например, [16]). Такие большие энергии ионов при воздействии на обрабатываемую поверхность позволяют обеспечивать хорошую адгезию наносимого покрытия на подложку, поскольку происходит не просто осаждение ионов, а так называемая «высокоэнергетическая конденсация» или «субимплантация» [3].

Скорость осаждения покрытия измерялась методом взвешивания фольговых подложек, располагаемых в приосевой и периферийной областях второго катода. Она составила ~ 1.5 нм/импульс, что при длительности импульсов тока ~ 750 мкс соответствует мгновенной скорости осаждения ~ 2000 нм/с при амплитуде разрядного тока 5 кА.

Для исследования эффективности испарения капель в условиях сильноточного обычного и отражательного дуговых разрядов анализировался осадок капель на подложках, расположенных за отверстиями во втором катоде. Количество капель на подложках уменьшается при переходе от обычного к отражательному режиму функционирования дугового разряда. При этом даже в отсутствие внешнего магнитного поля крупных капель, как правило, не наблюдается, хотя общее количество капель существенно больше, чем в режиме горения отражательного разряда.

Характеристики созданного макета сильноточного импульсного вакуумно-дугового испарителя позволили успешно использовать его в технологии формирования поверхностных сплавов.

Результаты пятой главы опубликованы в работах [A9,A11-A15].

Основные результаты работы заключаются в следующем:

1. Проведены сравнительные исследования спектральных характеристик плазмы капельного и катодного пятен. Эти сравнительные исследования позволили утверждать, что капельное пятно функционирует подобно термоэмиссионному пятну.

2. Для увеличения вероятности инициирования и функционирования капельных пятен предложено использовать дуговой разряд, горящий в ячейке Пеннинга (дуговой отражательный разряд). Использование дугового отражательного разряда при том же токе дуги позволяет формировать плазменный столб с существенно более высоким энергосодержанием по сравнению с плазмой обычной вакуумной дуги.

3. При горении дугового разряда в ячейке Пеннинга на выходе из нее формируется поток плазмы, распределения ионов по энергии в котором имеют двухпиковую структуру, содержащую пик низкоэнергетических ионов (0-30 эВ) и сопряженный с ним пик ионов, энергии которых существенно превышают энергии ионов, генерируемых в обычной вакуумной дуге. Появление низкоэнергетического пика связано с генерацией плазмы капельными пятнами. Появление высокоэнергетического пика, по-видимому, связано с дополнительным ускорением ионов на фазе роста разрядного тока, а также с передачей дополнительной энергии направленному движению ионам, покинувшим катодное пятно, от других ионов в процессе их колебательного движения в разрядной ячейке.

4. Экспериментально установлено, что при горении дугового отражательного разряда доля капельной фракции в плазменном потоке на выходе из ячейки Пеннинга существенно меньше, чем при горении обычной вакуумной дуги. Наиболее ярко этот эффект достигается для катодов из металлов, сочетающих относительно высокую температуру плавления с относительно низкой работой выхода (Zr, Ti), что коррелирует с теоретической моделью взаимодействия капли с окружающей плазмой [5-7, А4, А6, 8-11].

5. Создан и испытан макет сильноточного (до 5 кА) импульсного (до 700 мкс) вакуумно-дугового испарителя на основе ячейки Пеннинга. Такой испаритель обеспечивает формирование однородного плазменного потока диаметром 6 см со следующими параметрами: концентрация электронов на выходе из ячейки до 10^{14} см⁻³, температура электронов 6-8 эВ, доля ионного тока до 16%, энергия ионов до ~ 0.6-0.7 кэВ. В плазменном потоке наблюдается пониженное содержание капельной фракции, причем основная доля капель имеет размеры не более 1-2 микрон.

6. Успешно продемонстрирована возможность использования созданного сильноточного испарителя в технологии формирования высококачественных поверхностных сплавов.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ

- [A1] *Batnikov A.V., Jüttner B., and Pryadko (Дубровская) E.L.* Investigation into light emission from droplet spots produced by low-current vacuum arc discharge // Proc. XXIth ISDEIV, Yalta, Crimea. 2004. p. 201-204.
- [A2] *Batnikov A.V., Jüttner B., Proskurovsky D.I., Pryadko (Дубровская) E.L.* Light emission of droplet spots at vacuum arc and after arc extinction // IEEE Trans. Plasma Sci. 2005. Vol. 33, No. 5, Part 1. p. 1476-1480.
- [A3] *Прядко (Дубровская) Е.Л.* Исследование возможности уменьшения доли капельной фракции в эрозии катода вакуумной дуги // Сборник материалов I Всероссийской конференции молодых ученых «Физика и химия высокоэнергетических систем», Томск. 2005. с. 327-329.
- [A4] *Popov S.A., Proskurovsky D.I., Kozyrev A.V., Batnikov A.V., Shishkov A.N., and Pryadko (Дубровская) E.L.* Investigation of droplets evaporation in vacuum arc plasma // Изв. Вузов. Физика. 2006. № 11. Приложение. с. 58-61.
- [A5] *Прядко (Дубровская) Е.Л.* Исследование возможности уменьшения доли капельной фракции эрозии катода вакуумной дуги при целенаправленном возбуждении капельных пятен // Материалы 3-й Всероссийской конференции

молодых ученых «Фундаментальные проблемы новых технологий в 3-м тысячелетии», Томск. 2006. с. 42-45.

- [A6] *Proskurovsky D.I., Popov S.A., Kozyrev A.V., Pryadko (Дубровская) E.L., Batrakov A.V., and Shishkov A.N.* Droplets Evaporation in Vacuum Arc Plasma // IEEE Trans. Plasma Sci. 2007. Vol. 35, No. 4. p. 980-985.
- [A7] *Прядко (Дубровская) Е.Л., Онищенко С.А.* Снижение доли капельной фракции эрозии катода в плазме вакуумно-дугового разряда // Сборник материалов III Всероссийской конференции молодых ученых «Физика и химия высокоэнергетических систем», Томск. 2007. с. 414-417.
- [A8] *Прядко (Дубровская) Е.Л., Попов С.А., Проскуровский Д.И., Батраков А.В., Онищенко С.А.* Снижение доли капельной фракции эрозии катода в плазме вакуумно-дугового разряда // Изв. Вузов. Физика. 2007. № 9. Приложение. с. 268-271.
- [A9] *Попов С.А., Батраков А.В., Проскуровский Д.И., Прядко (Дубровская) Е.Л.* Сильноточный импульсный вакуумно-дуговой испаритель // Изв. Вузов. Физика. 2007. № 9. Приложение. с. 73-76.
- [A10] *Проскуровский Д.И., Попов С.А., Прядко (Дубровская) Е.Л., Батраков А.В., Онищенко С.А.* Формирование двух пиков в распределениях по энергиям ионов, генерируемых катодным пятном в вакуумно-дуговом разряде // Изв. Вузов. Физика. 2007. № 9. Приложение. с. 16-21.
- [A11] *Popov S.A., Pryadko (Дубровская) E.L., and Batrakov A.V.* Pulsed vacuum-arc plasma source operating in the reflective-discharge mode // Proc. XXIIIrd ISDEIV, Bucharest, Romania. 2008. p. 507-510.
- [A12] *Popov S.A., Proskurovsky D.I., Pryadko (Дубровская) E.L., and Batrakov A.V.* Pulsed high-current vacuum arc evaporator for coating technologies // Proc. 9th Int. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows, Tomsk, Russia. 2008. p. 15-18.
- [A13] *Popov S.A., Proskurovsky D.I., Pryadko (Дубровская) E.L., Batrakov A.V., Markov A.B., Ozur G.E., and Rotshtein V.P.* High-current pulsed vacuum-arc

evaporator for surface-alloying technologies // IEEE Trans. Plasma Sci. 2009. Vol. 37, No. 8. p. 1504-1510.

[A14] *Rotshtein V.P., Ivanov Yu.F., Kolubaeva Yu.A., Koval N.N., Mei X., Markov A.B., Naiden E.P., Oskomov K.V., Pryadko (Дубровская) E.L., Teresov A.D., and Shulov V.A.* Synthesis of Ti₃Al/TiAl based surface alloys by pulsed electron-beam melting of Al/Ti film-substrate system // Proc. 10th Int. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows, Tomsk, Russia. 2010. p. 416-419.

[A15] *Ротштейн В.П., Иванов Ю.Ф., Колубаева Ю.А., Меи Х., Марков А.Б., Найден Е.П., Озур Г.Е., Оскомов К.В., Попов С.А., Прядко (Дубровская) Е.Л., Тересов А.Д., Шулов В.А.* Синтез поверхностных сплавов на основе Ti₃Al и TiAl путем импульсного электронно-пучкового плавления системы Al (пленка)/Ti (подложка) // Письма в ЖТФ. 2011. Т. 37, № 5. с. 72-80.

Цитируемая литература

[1] *Месяц Г.А., Проскуровский Д.И.* Импульсный электрический разряд в вакууме.– Новосибирск: Наука, 1984. – 256 с.

[2] *Boxman R.L., Sanders D.M., Martin P.J. (Eds)* Handbook of Vacuum Arc Science and Technology: Fundamentals and Applications.– Park Ridge, NJ: Noyes Publ., 1995. – 742 p.

[3] *Anders A.* Cathodic Arcs: From Fractal Spots to Energetic Condensation. Springer Science + Business Media, LLC. 2008. 540 p.

[4] *Батраков А.В., Юттнер Б., Попов С.А., Проскуровский Д.И., Фогель Н.* Капельное пятно – новый объект в физике вакуумного разряда // Письма в ЖЭТФ. 2002. Т. 75, № 2. с. 84-91.

[5] *Козырев А.В., Шишков А.Н.* Два режима теплообмена металлической макрочастицы в неравновесной плазме // Письма в ЖТФ. 2002. Т. 28, № 12. с. 33-39.

- [6] *Kozyrev A.V. and Shishkov A.N.* Metal droplet evaporation process in near-cathode region of vacuum arc // Proc. 4th Int. Conf. on Plasma Physics and Plasma, Minsk, Belarus. 2003. p. 23-26.
- [7] *Понов С.А., Шишков А.Н.* Исследование нагрева и испарения металлических микрокапель в плазме катодного пятна вакуумной дуги // Материалы III конференции молодых ученых, посвященной М.А. Лаврентьеву. Часть I. Новосибирск: РИЦ «Прайс – курьер». 2003. с. 125-127.
- [8] *Kozyrev A.V. and Sitnikov A.G.* Droplet in vacuum arc plasma: theoretical models of droplet's life // Proc. XXIIIrd ISDEIV, Bucharest, Romania. 2008. p. 369-372.
- [9] *Козырев А.В., Ситников А.Г.* Ионизация вещества испаряющейся капли в неравновесной плазме // Письма в ЖТФ. 2008. Т. 34, № 7. С. 88–94.
- [10] *Sitnikov A.G. and Kozyrev A.V.* Interaction of nonequilibrium plasma with an evaporating metal drop // Proc. 9th Int. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows, Tomsk, Russia. 2008. p. 222-225.
- [11] *Kozyrev A.V., Sitnikov A.G.* A self-accelerated evaporation mode of a conducting droplet in non-equilibrium plasma // Russian Phys. J. 2010. Vol. 53, No. 2. p. 128-133.
- [12] *Kimblin C.W.* Erosion and ionization in the cathode spot region of vacuum arcs // J. Appl. Phys. 1973. Vol. 44, No. 7. p. 3074-3081.
- [13] *Андерс А., Окс Е.М., Юшков Г.Ю., Савкин К.П., Браун Я., Николаев А.Г.* Определение удельной ионной эрозии катода вакуумной дуги на основе измерения полного ионного тока из разрядной плазмы // ЖТФ. 2006. Т. 76, вып. 10. с. 57-61.
- [14] *Anders A., Oks E.* Charge-state-resolved ion energy distribution functions of cathodic vacuum arcs: A study involving the plasma potential and biased plasmas // J. Appl. Phys. 2007. Vol. 101. p. 043304-043304-6.
- [15] *Anders A. and Yushkov G.Yu.* Ion flux from vacuum arc cathode spots in the absence and presence of a magnetic field // J. Appl. Phys. 2002. Vol. 91, No. 8. p. 4824-4832.

- [16] *Paperny V.L., Chernih A.A., Astrakchantsev N.V., Lebedev N.V.* Ion acceleration at different stages of a pulsed vacuum arc // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2009. Vol. 42. p. 155201 (8).
- [17] *Попов С.А.* Исследование взрывоэмиссионных процессов на жидкометаллических катодах: Дис. ... канд. физ. - мат. наук: 05.27.02. Томск. 2002. 144 с.