

М.Қ. Досболаев, А.Р. Әбдірахманов

ННЛОТ, Казахский национальный университет им. аль-Фараби,

050040, Алматы, Казахстан

e-mail: merlan@physics.kz

ВЛИЯНИЕ КАТОДНОГО РАСПЫЛЕНИЯ НА СВОЙСТВА ПЛАЗМЫ ГАЗОВОГО РАЗРЯДА ПОСТОЯННОГО ТОКА

Аннотация. В данной работе показаны результаты экспериментального исследования процессов образования и свойств плазмы с наночастицами при катодном распылении. Эксперименты проводились в газовом разряде постоянного тока. Были исследованы режимы горения газового разряда при малых (1 мА) и при больших (14÷16 мА) разрядных токах. При больших значениях газоразрядного тока полый катод является источником быстрых электронов, а также эродированных и адсорбированных атомов и молекул. Эти процессы сопровождается с катодным распылением. Во время катодного распыления, тепловой поток атомов и молекул попадая в объем газового разряда, мгновенно коагулируется и образуют наночастицы. Кроме этого, за счет агломерации между наночастицами образуются нанокластеры. Этому свидетельствует полученные СЭМ изображения наночастиц (~120 нм) и нанокластеров (~500 нм). Полученные эмиссионные спектры атомов газового разряда показывают, что продукты эрозии катода в газовом разряде присутствует только в виде наночастиц и нанокластеров. Таким образом, при катодном распылении газовый разряд загрязняется, что приводит к образованию комплексной (комплексной) плазмы. Плазмы газового разряда с наночастицами. Выявлено, что чистота эксперимента зависит от адсорбированного газа на поверхности катода. Обнаружено, что выход адсорбированного газа с поверхности катода сильно влияет на общее давление газа в газоразрядной трубке. Кроме того, небольшое изменение давления газа в трубке также возможно с присутствием молекулярного азота. Молекулярный азот в газовом разряде с большим током диссоциируется на атомарный азот, что приводит к увеличению общего давления в трубке.

Ключевые слова: тлеющий разряд постоянного тока, катодное распыление.

Введение

Как показано, в работе [1] синтезированные наночастицы в плазме высокочастотного емкостного разряда сильно влияют на интенсивность свечение самой плазмы, точнее интенсивность свечение такой плазмы заметно увеличивается. Это можно использовать в люминесцентных газоразрядных источниках света, для увеличения интенсивности свечение при неизменных мощностях энергопотребления. В данном случае, наночастицы синтезируется в плазмохимическом процессе из смеси аргона и углеродосодержащего газа [2]. Это не обратимый процесс, то есть синтезированные наночастицы обратно не превращаются в газ. Таким образом, данный процесс не пригоден для использования в осветительных приборах. В рассматриваемой работе для решения данной проблемы рекомендуется использовать метода катодного распыления [3]. Таким обра-

зом, источником наночастиц является катод осветительного газоразрядного прибора.

Экспериментальная установка.

Основной частью экспериментальной установки является вертикально ориентированная газоразрядная стеклянная трубка с двумя электродами расположенные в торцах трубки. Нижний электрод полый катод из меди, верхний электрод конусообразный анод из нержавеющей стали. Расстояние между электродами 0,5 м, объем $4,4 \cdot 10^{-4} \text{ м}^3$. Газоразрядная трубка изготовлена из молибдена с диаметром $4,6 \cdot 10^{-2}$ м. Принципиальная схема газоразрядной трубки показано на рисунке 1 а).

До начало каждого эксперимента газоразрядная трубка откачивается безмасляным вакуумным постом «HiCube Eco-80» до давлений 10-4 торр. Затем трубка наполняется рабочим газом до нужного давления. В на-

ших экспериментах использовался аргон с чистотой 99,9997 %, давления газа варьировался в пределах от 0,1 до 1 торра. При подаче высокого напряжения на электроды между ними зажигается газовый разряд. При этом величина стабилизированного напряжения около 1 кВ, поджигающий 2-2,5 раза больше. Для экспериментов, проводимых в стоячих стратах газового разряда, подбирается определенный газ определенного давления. Например, в аргоне стоячие страты появляются в пределах давления в трубке от 0,15 до 0,25 тор, рисунок 1 б).

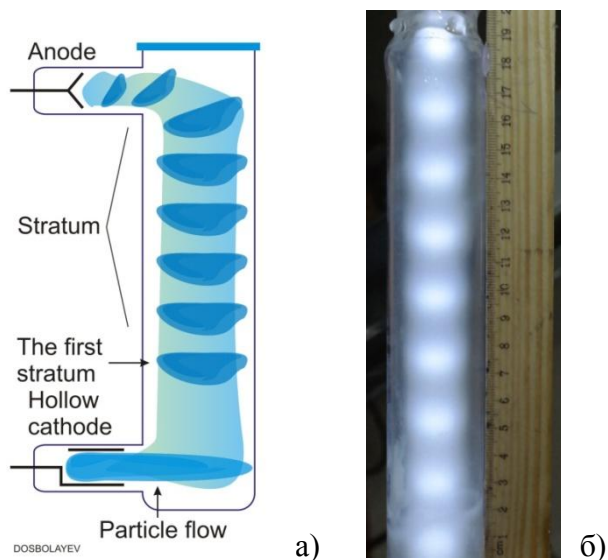


Рисунок 1 – Принципиальная схема газоразрядной трубки (а) и фото стоячих страт (б)

По мере увеличения давления стоячие страты смещаясь в анодную сторону сливаются в положительный столб. Стоячие страты обычно используются для исследования свойств плазменно-пылевого образования. Пылинки микронного размера инжектируются в объем страты, и они моментально приобретают электрический заряд за счет высокоподвижных электронов газового разряда. Параболическое электростатическое поле стоячих страт удерживает пылевые частицы, не давая расходиться в радиальном направлении, к стенкам трубки и от падения на катод. От ухода на анод отрицательно заряженных пылевых частиц удерживает сила тяжести. Таким образом, в точке уравнивания этих сил пылинки ливитируются, образуя различного рода плазменно-пылевые структуры [4]. Но в данном эксперименте

пылевые частицы микронного размера не использовались.

Результаты и обсуждения.

Во многих случаях при работе с газовым разрядом ток разряда составляет около 1 мА, например сила тока газового разряда 1 мА в экспериментах для исследования свойств плазменно-пылевого образования считается нормальным. Если с помощью балластного реостата увеличиваем ток разряда 10-15 раз, наблюдается следующее.

Как сказано выше, катод имеет форму полого цилиндра. В таком электроде при определенном токе и давлении внутренность катода ярко светится (рисунок 2), при этом внутри катода около его стенок образуется очень узкий слой, в котором сосредоточено все падение напряжения [5].



Рисунок 2 – Внутренность полого катода во время эксперимента, вид с торца катода

При больших разрядных токах наблюдается поток яркого свечения с торца катода, как пламя от сопла реактивного двигателя, которая направляется к стенке газоразрядной трубки напротив катода и нагревает ее до температуры $\sim 70-80$ °С. Это – поток быстрых электронов, излучаемый катодом. Таким образом, поток быстрых электронов в своем пути (в прикатодной области) эффективно ионизирует атомов газа. Следовательно, ионы газа ускоряясь в катодном поле интенсивно бомбардируют его поверхность. В результате чего, поверхность катода сильно эродирована. Продукты эрозии образуются в виде налета (пленка темного цвета) на стенках газоразрядной трубки возле катода. Также, во время катодного распыления тепловой поток атомов и молекул попадая в объем газового

разряда, мгновенно коагулируется и образует наночастицы [6]. Кроме этого, за счет агломерации наночастиц образуются нанокластеры. Эти наночастицы и нанокластеры меди (в экспериментах использовался медный катод) после выключения газового разряда осаждаются на поверхность специального углеродного скотча, расположенный на дне трубки. СЭМ изображения медных наночастиц и нанокластеров показано на рисунке 3.

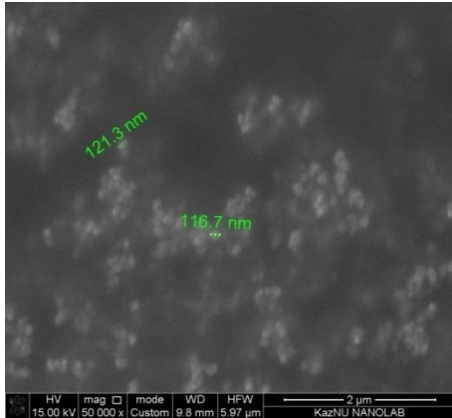


Рисунок 3 – СЭМ изображения медных наночастиц и нанокластеров

Как обнаружено, в экспериментах при больших разрядных токах давления газа в камере постепенно растет в зависимости от времени горения газового разряда, см. рисунок 4.

Перед экспериментом устанавливается начальное давление газа 0,17 тор, это соответствует к промежутку времени 0-t1 в рисунке 4. Затем, с момента времени t1 зажигается газовый разряд с током 16 мА. Как видно из графика давления газа в трубке интенсивно растет, а сила тока заметно падает. Небольшое увеличение разрядного тока в промежутке времени t1-t2 можно объяснить следующим образом. Во время катодного распыления ионы с энергиями сотни эВ способны выбить с поверхности катода достаточное количество электронов, который повышает разрядный ток, но это легко компенсируется с ростом давления в трубке, $\lambda \approx 1/p$. Здесь λ - длина свободного пробега электронов. Таким образом, с ростом давления разрядный ток падает, промежуток времени t2-t3, рисунок 4.

Согласно формуле $p=nkT$, в объеме трубки сильно возрастет концентрация какого-то газа, если учитывать что $T=const$.

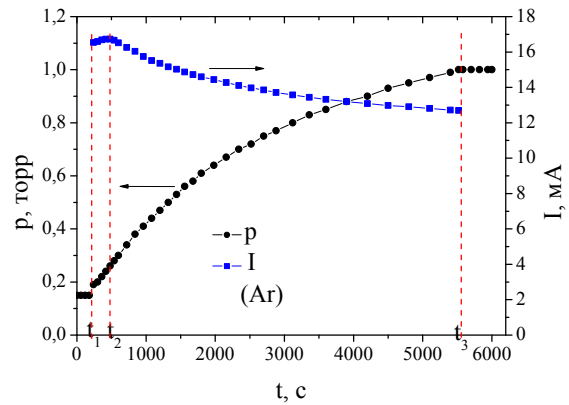


Рисунок 4 – Зависимость разрядного тока и давления газа от времени зажигания газового разряда

Для проверки герметичности трубки, а также отсутствие катодного распыления при малых токах, нами были проведены эксперименты, где один из результатов показано на рисунке 5.

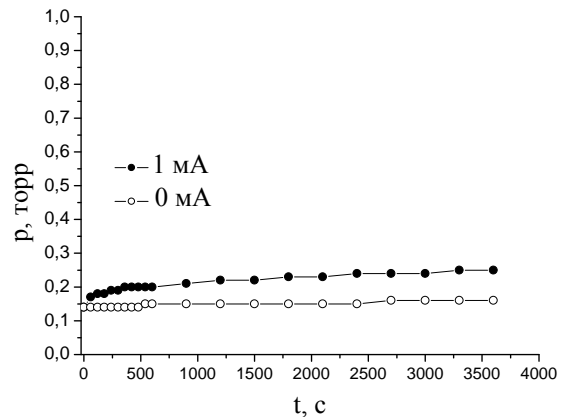


Рисунок 5 – Зависимость давления газа от времени. Линия с зарисованными кругами при разрядном токе 1 мА, линия с пустыми кругами в вакууме без разряда.

Как видно из рисунка при отсутствии газового разряда давления в трубке заметно не меняется достаточно долгое время. В газовом разряде при малом токе есть изменение давления газа в начале зажигания газового разряда. Возможно, это связано с высоким значением поджигающего напряжения, который превышает 2-2,5 раза разрядного.

Такое изменение давления, если сравнить с графиком с рисунка 4, в 10 раз меньше. Так как, катодное распыление прямо пропорционально зависит от тока и напряжения разряда:

$$Q = \frac{kU}{pd}$$

Здесь, U и I – соответственно напряжения и ток разряда, p – давления газа, d – расстояние до мишени.

Если в какой-то момент времени отключить газовый разряд, например как показано на рисунке 4 в момент времени t_3 , тогда давление газа останавливает своего роста и дальше остается неизменным. Это свидетельствует, что рост давления газа связано с процессами в газовом разряде. Но катодное распыление не должно привести к сильному росту давления газа в трубке, как показано на рисунке 4. Кроме того продукты эрозии катода в газовом разряде присутствует в виде наночастиц и нанокластеров. Этому свидетельствуют эмиссионные спектры атомов в положительном столбе газового разряда и на разряде поверхности катода, см. рисунок 6.



Рисунок 6 – Эмиссионный спектр газового разряда

Если атомы меди из катода попадали в объем газового разряда, они должны были возбуждаться, так как энергия возбуждения атомов меди 2-6 раз меньше, чем энергия возбуждения атомов аргона. Также, если газовый разряд горит на парах меди, он должен светиться зеленым цветом. Спектральный анализ показывает отсутствие паров меди в газовом разряде, или очень в малом количестве, так как наш спектрометр (S-100) их не

мог обнаружить. Тем не менее внутри полого катода были обнаружены эмиссионные спектры (324.7 и 327.4 нм) меди в одном мультиплексе, см рисунок 6. По интенсивности этих линии, можно увидеть, что даже на поверхности катода, где электрическое поле велико число актов возбуждения низкое.

После проведение следующих серии экспериментов мы пришли к выводу, что при больших разрядных токах рост давления газа в трубке связано с десорбции газа с горячего катода и, возможно также связано с диссоциации молекулярного азота.

Эксперименты проводились в следующем порядке:

1. Атмосферный воздух в трубке разрежается до давлений ~ 10 -3 торр, затем напускается чистый аргон (99,9997) до давлений 0,15 торр и зажигается газовый разряд с силой тока 12 мА.
2. В течение 45 минут регистрируется изменение давления в трубке.
3. Далее, эти эксперименты повторяются с новым газом (аргон), то есть 1 и 2 пункты повторяются несколько раз. При этом, внутренность газоразрядной трубки от атмосферного воздуха полностью изолировано.

В результате получили кривые на рисунке 7.

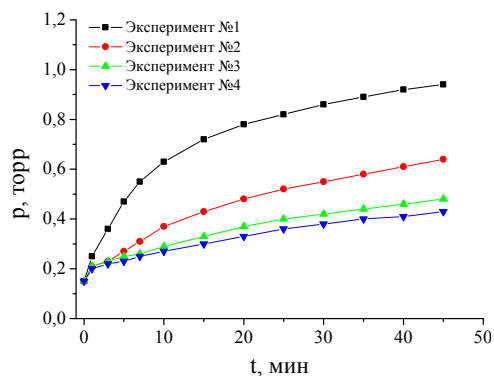


Рисунок 7 – Зависимость давления газа от времени зажигания разряда.

Как видно из рисунка 7 с каждым разом изменение давления (Δp) в трубке уменьшается, что связано с уменьшением концентрации адсорбированного газа на поверхности катода. Так как, газоразрядная трубка была изолирована от атмосферного воздуха. Небольшое изменение давления газа в трубке также возможно с присутствием молекулярного азота. Молекулярный азот в газовом

разряде с большим током диссоциируется на атомарный азот.

Данная работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РК в рамках проекта ИРН BR05236730.

Список литературы

- 1 S.A. Orazbayev, M.M. Muratov, T.S. Ramazanov, M.K. Dosbolayev, M. Silamiya, M. N. Jumagulov and L. Boufendi. The Diagnostics of Dusty Plasma in RF Discharge by Two Different Methods // Contrib. Plasma Phys. 53, No. 4-5, 436–441 (2013).
- 2 L. Boufendi, M. Ch. Jouanny, E. Kovacevic, J. Berndt, and M. Mikikian. Dusty plasma for nanotechnology // Journal of Physics D: Applied Physics 44, 17 (2011).
- 3 S.A. Orazbayev, A.U. Utegenov, A.T. Zhunisbekov, M. Slamiya, M.K. Dosbolayev,

T.S. Ramazanov. Synthesis of carbon and copper nanoparticles in radio frequency plasma with additional electrostatic field // Contributions to Plasma Physics. [Vol.58, Issue10](#), P. 961-966 (2018).

4 Liebermann, M. A. Principles of Plasma Discharges and Materials Processing. Second Edition.: Wiley VCH, 2005. P. 551.

5 Фортон В.Е. и др. Пылевая плазма // УФН, №05, с. 495-542 (2004).

6 F.E. Kruis, K.A. Kusters, S.E. Pratsinis, and B. Scarlett. A simple model for the evolution of the characteristics of aggregate particles undergoing coagulation and sintering. Aerosol Science and Technology, 19(4):514526, (1993).

Принято к печати 20.09.2019

М.К. Досболаев, А.Р. Эбдірахманов,

ННЛОТ, Казахский национальный университет им. аль-Фараби,

050040, Алматы, Казахстан

e-mail: merlan@physics.kz

ВЛИЯНИЕ КАТОДНОГО РАСПЫЛЕНИЯ НА СВОЙСТВ ПЛАЗМЫ ГАЗОВОГО РАЗРЯДА ПОСТОЯННОГО ТОКА

Аннотация. В данной работе показаны результаты экспериментального исследования процессов образования и свойств плазмы с наночастицами при катодном распылении. Эксперименты проводились в газовом разряде постоянного тока. Были исследованы режимы горения газового разряда при малых (1 мА) и при больших (14÷16 мА) разрядных токах. При больших значениях газоразрядного тока полый катод является источником быстрых электронов, а также эродированных и адсорбированных атомов и молекул. Эти процессы сопровождается с катодным распылением. Во время катодного распыления, тепловой поток атомов и молекул попадая в объем газового разряда, мгновенно коагулируется и образуют наночастицы. Кроме этого, за счет агломерации между наночастицами образуются нанокластеры. Этому свидетельствует полученные СЭМ изображения наночастиц (~120 нм) и нанокластеров (~500 нм). Полученные эмиссионные спектры атомов газового разряда показывают, что продукты эрозии катода в газовом разряде присутствует только в виде наночастиц и нанокластеров. Таким образом, при катодном распылении газовый разряд загрязняется, что приводит к образованию комплексной (комплексной) плазмы. Плазмы газового разряда с наночастицами. Выявлено, что чистота эксперимента зависит от адсорбированного газа на поверхности катода. Обнаружено, что выход адсорбированного газа с поверхности катода сильно влияет на общее давление газа в газоразрядной трубке. Кроме того, небольшое изменение давления газа в трубке также возможно с присутствием молекулярного азота. Молекулярный азот в газовом разряде с большим током диссоциируется на атомарный азот, что приводит к увеличению общего давления в трубке.

Ключевые слова: тлеющий разряд постоянного тока, катодное распыление.

М.К. Досболаев, А.Р. Эбдірахманов

*АТҰНЗ, әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық Университеті,
050040, Алматы, Қазақстан
e-mail: merlan@physics.kz*

КАТОДТЫҚ ТОЗАҢДАНУДЫҢ ТҰРАҚТЫ ТОКТЫ ГАЗДЫҚ РАЗРЯД ПЛАЗМАСЫНЫҢ ҚАСИЕТТЕРІНЕ ӘСЕРІ

Аннотация. Бұл жұмыста катодты тозаңдату кезіндегі нанобөлшектері бар плазманың пайда болу үдерістері мен қасиеттерін экспериментте зерттеу нәтижелері көрсетілген. Тәжірибе тұрақты токты газдық разрядта жүргізілді. Аз (1 мА) және үлкен (14÷16 мА) разрядтық токтарда газ разрядының жану режимдері зерттелді. Газдық разряд тогының үлкен мәндерінде, қуыс катод, жылдам электрондардың, сондай-ақ эрозияға ұшыраған және адсорбцияланған атомдар мен молекулалардың көзі болып табылады. Бұл процестер катодтық тозаңдану үрдісі кезінде орын алады. Катодтық тозаңдану кезінде атомдар мен молекулалардың жылулық ағыны газдық разрядтың көлеміне түсіп, тез мезетте бірігу (коагуляция) нәтижесінде нанобөлшектерді құрайды. Сондай-ақ, нанобөлшектер арасындағы агломерация нәтижесінде нанокластерлер құрылады. Сұрыптау кезіндегі нанобөлшектердің (~120 нм) және нанокластерлердің (~500 нм) СЭМ бейнелері аталған құбылыстың дәлелі бола алады. Зерттеу барысында алынған газдық разряд атомдарының эмиссиялық спектрлерін талдау барысында, катод эрозиясы кезінде пайда болатын өнімдер нанобөлшектер және нанокластерлер түрінде кездесетінін көрсетеді. Осылайша, катодты тозаңдану кезінде газ разряд ортасы ластанып, кешенді (комплекті) плазманың, яғни нанобөлшектері бар газ разряд плазмасының пайда болуына әкеледі. Сондай-ақ эксперимент тазалығы катод бетінде адсорбцияланған газға байланысты екені анықталды. Катод бетінен адсорбцияланған газдың шығуы, түтікшедегі газдық разрядтың жалпы қысымына әсер ететіні байқалды. Сонымен қатар, түтікшедегі газ қысымының өзгерісі көлемде молекулалық азоттың болуына да байланысты. Үлкен ток шамасындағы газ разрядындағы молекулалық азот атомаралық азотқа диссоциацияланып, түтікшедегі жалпы қысымның артуына әкелуі мүмкін.

Түйін сөздер: тұрақты токты солғын разряд, катодтық тозаңдану.

M.K. Dosbolayev, A.R. Abdirakhmanov
*NNLOT, Al-Farabi Kazakh National University,
050040, Almaty, Kazakhstan
e-mail: merlan@physics.kz*

THE INFLUENCE OF CATHODE SPUTTERING ON THE PROPERTIES OF DC GAS-DISCHARGE PLASMA

Annotation. This paper presents the results of an experimental study of the formation processes and properties of plasma with nanoparticles under cathode sputtering. The experiments were carried out in a DC gas discharge. We have investigated the regimes of combustion of a gas discharge at low (1 mA) and large (14÷16 mA) discharge currents.

At high values of the discharge current, the hollow cathode is a source of fast electrons, as well as eroded and adsorbed atoms and molecules. These processes are accompanied with cathode sputtering. During cathode sputtering, the heat flux of atoms and molecules entering the volume of the gas discharge, instantly coagulates and forms nanoparticles. In addition, due to the agglomeration between the nanoparticles formed nanocluster. This is evidenced by the SEM images of nanoparticles (~120 nm) and nanoclusters (~500 nm). The obtained emission spectra of gas discharge atoms shows that cathode erosion products in the gas discharge are present only in the form of nanoparticles and nanoclusters. Thus, during cathode sputtering, the gas discharge is contaminated, which leads to the formation of a complex plasma, that is, a gas discharge plasma with nanoparti-

cles. It is revealed that the purity of the experiment depends on the adsorbed gas on the cathode surface. It was found that the output of adsorbed gas from the cathode surface strongly affects the total gas pressure in the discharge tube. In addition, a slight change in the pressure of the gas in the tube is also possible with the presence of molecular nitrogen. Molecular nitrogen in a gas discharge with a high current dissociates into atomic nitrogen, which leads to an increase in the total pressure in the tube.

Key words: DC glow discharge, cathode sputtering.