

## ГЕНЕРАТОР ПЛАЗМЫ НА ОСНОВЕ НЕСАМОСТОЯТЕЛЬНОГО ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА НИЗКОГО ДАВЛЕНИЯ С ПОЛЫМ КАТОДОМ БОЛЬШОГО ОБЪЕМА

© 2011 г. И. В. Лопатин, Ю. Х. Ахмадеев, Н. Н. Коваль, П. М. Щанин

*Институт сильноточной электроники СО РАН  
Россия, 634055, Томск, просп. Академический, 2/3*

*E-mail: lopatin@opee.hcei.tsc.ru*

Поступила в редакцию 15.06.2010 г.

Представлены результаты исследования несамостоятельного тлеющего разряда в электродной системе с полым катодом объемом  $0.25 \text{ м}^3$ . Зажигание и поддержание горения сильноточного (до 35 А) несамостоятельного тлеющего разряда при низких (0.3–1 Па) давлениях осуществляется вспомогательным дуговым разрядом с холодным полым катодом. При увеличении тока несамостоятельного тлеющего разряда от 2 до 35 А напряжение его горения изменяется от 40 до 300 В, что значительно ниже напряжения горения самостоятельного тлеющего разряда в той же электродной системе. При токе разряда 30 А концентрация электронов в центре полого катода составляет  $n_e \sim 10^{10} - 10^{11} \text{ см}^{-3}$ , а температура электронов –  $T_e \approx 2 \text{ эВ}$ . Рассмотренный разряд может быть использован в системах модификации материалов и изделий.

### ВВЕДЕНИЕ

Методы диффузионного насыщения приповерхностных слоев материалов и изделий азотом с целью изменения их физико-химических и трибологических свойств, таких как твердость, износо- и коррозионная стойкость, широко используются в различных областях промышленности. В последние годы распространение получили методы азотирования в различных видах газового разряда: в самостоятельном и несамостоятельном тлеющих разрядах [1–4], в дуговом разряде [5, 6].

Известно [1, 5], что процесс азотирования сталей и сплавов проходит не эффективно, если не удалить окислы, образующиеся на поверхности изделий при нагреве до температуры  $\sim 400 - 500^\circ\text{C}$ . Для очистки поверхности в процессе азотирования используется несколько способов, основными из которых являются химическое связывание кислорода ионами водорода, обычно получаемого в результате диссоциации аммиака [1], и ионное травление поверхности [5]. Последний способ более предпочтителен, поскольку позволяет работать на чистом азоте без добавок водорода и, в то же время, обеспечить более эффективный нагрев обрабатываемых изделий.

Особенностью функционирования самостоятельного тлеющего разряда является относительно высокое (10–100 Па) давление рабочего газа при напряжении его горения в сильноточной форме  $\sim 400 - 600 \text{ В}$ , при этом время азотирования достигает нескольких десятков часов [1, 2]. На продолжительность процесса азотирования в

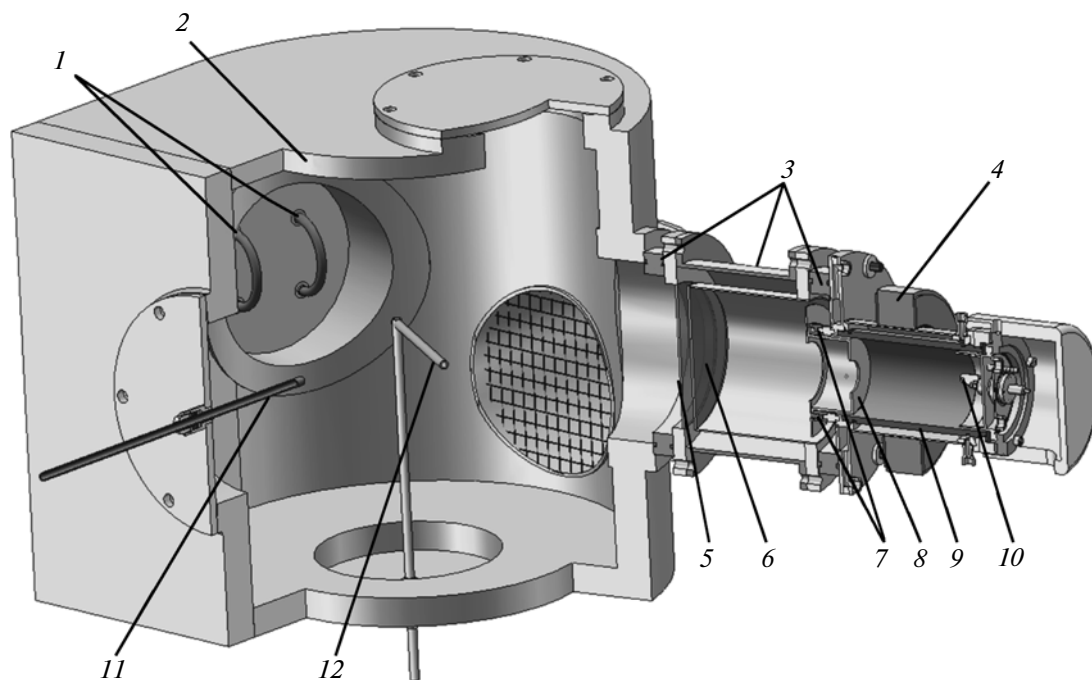
большой степени влияет то, что ионы, поступающие из плазмы на катод и азотируемое изделие, вследствие потери энергии из-за многократных столкновений в катодном слое, не обеспечивают ионную очистку обрабатываемой поверхности от слоя окислов, препятствующего диффузии азота и тормозящего процесс азотирования.

Несамостоятельный тлеющий разряд позволяет получить сильноточный режим горения при более низких рабочих давлениях, когда процесс ионной очистки эффективен, что сокращает время азотирования при прочих равных условиях [7].

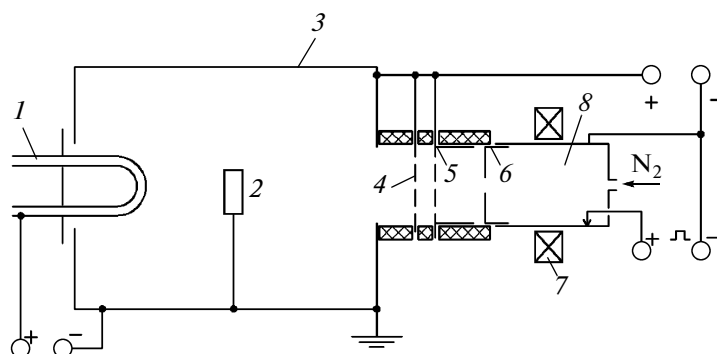
В данной работе описана установка для получения несамостоятельного тлеющего разряда при значительно больших, чем в [8], токах и в существенно большем, чем в [7, 9–11], объеме за счет эмиссии электронов из плазмы вспомогательного дугового разряда. Плазма, генерируемая тлеющим разрядом, использовалась для азотирования сталей.

### ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ

Исследование несамостоятельного тлеющего разряда проводилось на экспериментальном стенде (рис. 1), собранном на основе промышленной ионно-плазменной напылительной установки ННВ-6.6-И1, оснащенной дополнительным дуговым генератором плазмы. Принципиальная схема экспериментального стенда приведена на рис. 2. Вакуумная камера размером  $650 \times 650 \times 650 \text{ мм}$ , которая являлась одновремен-



**Рис. 1.** Конструкция экспериментального стенда. 1 – водоохлаждаемый трубчатый анод тлеющего разряда; 2 – камера – полый катод тлеющего разряда; 3 – изоляторы; 4 – магнитная катушка; 5 – сетка; 6 – полый сетчатый анод дугового разряда; 7 – изоляторы; 8 – диафрагма; 9 – полый катод дугового разряда; 10 – поджигающий электрод; 11 – зонд для измерения радиальной однородности плазмы; 12 – зонд для измерения азимутальной однородности плазмы.



**Рис. 2.** Принципиальная схема экспериментального стенда. 1 – охлаждаемый водой анод тлеющего разряда; 2 – обрабатываемые образцы; 3 – вакуумная камера – полый катод тлеющего разряда; 4 – сетка; 5 – сетчатый полый анод дугового разряда; 6 – диафрагма; 7 – магнитная катушка; 8 – вспомогательный поджигающий электрод дугового разряда.

но полым катодом несамостоятельного тлеющего разряда, откачивалась турбомолекулярным насосом ТМН-500 до давления  $10^{-3}$  Па. Рабочее давление регулировалось в диапазоне 0.3–1 Па за счет напуска рабочего газа – азота.

Тлеющий разряд зажигался между полым катодом 3 и охлаждаемым водой трубчатым анодом 1. Площадь поверхности катода  $2.3 \cdot 10^4$  см<sup>2</sup>, анода – 150 см<sup>2</sup>, соотношение этих площадей соответственно равно  $\approx 150/1$ . Электропитание несамостоятельного тлеющего разряда осуществлялось от источника с тиристорной регулировкой тока в

первичной обмотке трехфазного трансформатора. Выходной выпрямитель собран по схеме Ларионова. Источник питания оснащен электронной системой защиты, предотвращающей появление микродуг на поверхности катода тлеющего разряда.

Для облегчения зажигания несамостоятельного тлеющего разряда и устойчивого его горения при низких давлениях использовался источник электронов на основе дугового разряда с холодным полым катодом [12]. Для предотвращения ухода катодного пятна из рабочей части полого

катода дугового генератора плазмы на его край катодная и анодная части плазмогенератора разделены диафрагмой 6 с диаметром отверстия 50 мм, находящейся под плавающим потенциалом.

Эмиссия электронов в полый катод — камеру осуществлялась через эмиссионное окно диаметром 200 мм. Для разделения плазмы основного тлеющего и вспомогательного дугового разрядов эмиссионное окно перекрывалось мелкоструктурной (0,4 × 0,4 мм) сеткой 5, которая являлась сетчатым полым анодом дугового разряда и находилась под потенциалом катода тлеющего разряда. Электропитание плазмогенератора осуществлялось от сварочного выпрямителя ВД-201, обеспечивающего ток до 200 А при напряжении ~30 В.

В процессе экспериментов обрабатываемые образцы 2 помещались под потенциал катода, и их очистка и нагрев проводились ионами, ускоренными в катодном слое тлеющего разряда. В работе [5] было показано, что для эффективной ионной очистки в процессе азотирования при низких давлениях необходимо, чтобы ионы, поступающие из плазмы на поверхность обрабатываемых изделий, имели энергию ≥150 эВ. Для повышения напряжения в катодном слое тлеющего разряда и увеличения энергии ионов в описываемой системе пришлось снизить эффективность извлечения электронов из плазмы дугового разряда путем введения в систему дополнительной сетки 4. Она находилась под потенциалом катода несамостоятельного тлеющего разряда и размещалась на расстоянии ~1 см от сетки полого анода 5 дугового разряда. Геометрическая прозрачность сетки 4 составляла ≈65%.

Установка сетки 4 позволила снизить эффективность извлечения электронов из плазмы дугового разряда, так как плотность плазмы в эквипотенциальном зазоре между сетками 4 и 5 ниже, чем в полном аноде 5. При этом напряжение горения несамостоятельного тлеющего разряда возросло до ~300–400 В, что обеспечило нагрев обрабатываемых деталей до температур ~450–550 °С в условиях ограничения максимального тока тлеющего разряда ~30–35 А.

В рассматриваемой электродной системе для сравнения были проведены исследования некоторых характеристик самостоятельного тлеющего разряда. В этом случае дуговой генератор плазмы не включался и напряжение подавалось между полым катодом 3 и водоохлаждаемым анодом 1.

Основные измерения проводились стрелочными или цифровыми приборами, при этом фиксировались действующие значения величин токов и напряжений.

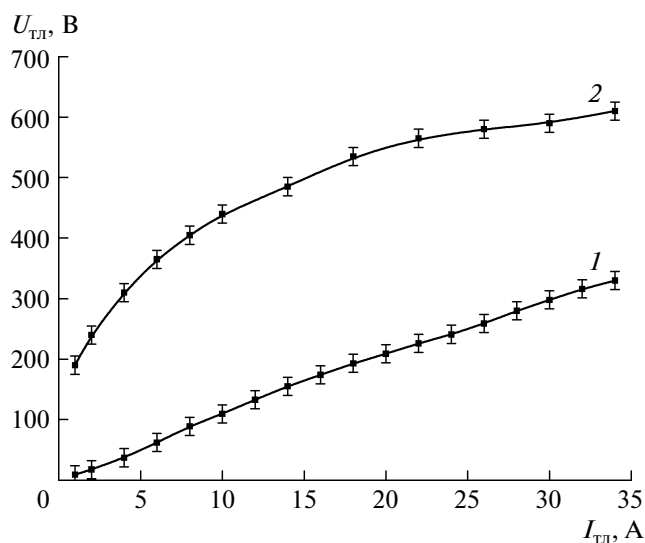


Рис. 3. Вольт-амперные характеристики: 1 — несамостоятельного тлеющего разряда при  $I_d = 30$  А, 2 — самостоятельного тлеющего разряда. Давление азота  $p = 0.64$  Па.

#### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

До начала измерений осуществлялась ионная очистка стенок камеры, для чего в рабочей камере зажигался тлеющий разряд с током 30 А и проводилась ионная бомбардировка стенок камеры в течение 15–20 мин.

Разрядный ток  $I_{тл}$  возникает практически сразу при подаче напряжения на разрядный промежуток (рис. 3, кривая 1). С увеличением напряжения  $U_{тл}$  до 320 В ток нарастает практически по линейному закону до величины 35 А.

В некоторых случаях требуется снижение интенсивности распыления стенок. Уменьшить ионное распыление в нашей системе можно без изменения конструкции — путем увеличения тока дугового разряда (рис. 4). При увеличении тока дугового разряда  $I_d$  от 20 до 100 А наблюдается почти двукратный рост тока несамостоятельного тлеющего разряда  $I_{тл}$  от 16 до 30 А и резкое (почти в 3 раза) снижение напряжения его горения  $U_{тл}$  от 270 до 100 В.

При изменении давления азота  $p$  в разрядной системе от 0,3 до 1 Па (рис. 5) ток тлеющего разряда  $I_{тл}$  оставался на уровне 25–26 А, а напряжение горения  $U_{тл}$  — на уровне 280–270 В, что свидетельствует о слабой зависимости этих параметров от давления азота в полном катоде.

В случае самостоятельного разряда (рис. 3, кривая 2) зажигание разряда происходит при напряжении  $U_{тл} \approx 700$  В. Минимальное напряжение горения разряда  $U_{тл} = 250$  В при токе разряда  $I_{тл} =$

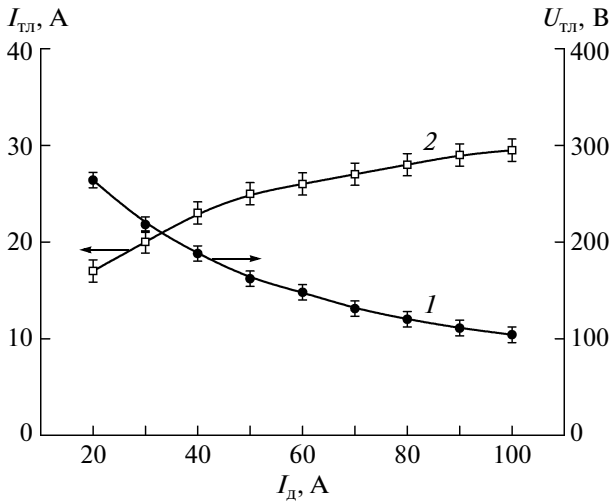


Рис. 4. Зависимость напряжения горения (1) и тока несамостоятельного тлеющего разряда (2) от тока дугового разряда (давление азота  $p = 0.64$  Па).

= 2 А. Ток разряда  $I_{\text{тл}} = 35$  А достигается при напряжении горения  $U_{\text{тл}} = 600$  В.

В процессе исследований с помощью плоского зонда диаметром 5 мм с охранным кольцом были проведены измерения азимутального (рис. 6) и радиального (рис. 7) распределений плотности тока на зонд, находящийся под потенциалом катода. При измерениях азимутального распределения зонд перемещался по круговой относительно центра камеры траектории, проходящей на полувысоте камеры и имеющей радиус 20 см, и был повернут к стенкам камеры.

Азимутальное распределение плотности тока, приходящего на зонд в плазме несамостоятельного тлеющего разряда, достаточно однородно ( $\approx \pm 20\%$ ) (см. рис. 6, кривая 1). Заметен незначительный рост плотности тока в области, расположенной напротив дугового генератора, из плазмы которого в камеру поступают электроны, ускоренные в катодном слое несамостоятельного тлеющего разряда. При этом среднее значение плотности тока, приходящего на зонд, составляет  $j \approx 3.8$  мА/см<sup>2</sup>. На этом же рисунке приведено азимутальное распределение плотности тока на зонд в самостоятельном тлеющем разряде при тех же значениях тока разряда ( $I_{\text{тл}} = 30$  А) и давлении азота в камере (кривая 2). В этом режиме средняя плотность тока  $j \approx 3$  мА/см<sup>2</sup>.

Измерения радиального распределения плотности тока на зонд проводились в плоскости А–А (см. рис. 6). Анализ рис. 7 показывает, что радиальная однородность несамостоятельного разряда в пределах 25 см от центра камеры составляет  $\approx 10\%$ , а средняя плотность тока на зонд в этой области  $j \approx 3.4$  мА/см<sup>2</sup>. В случае самостоятельного разряда при среднем значении  $j \approx 3$  мА/см<sup>2</sup> плот-

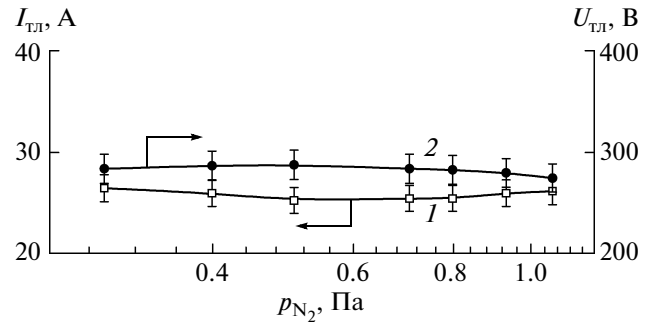


Рис. 5. Зависимость тока (1) и напряжения горения несамостоятельного тлеющего разряда (2) от давления (ток дугового разряда  $I_d = 30$  А).

ность тока на зонд изменялась от 3.2 мА/см<sup>2</sup> при  $r \approx 20$  см (где  $r$  – расстояние от центра камеры) до 2.8 мА/см<sup>2</sup> при  $r = 0$ . Такую форму распределения можно объяснить тем, что при низком ( $\approx 0.6$  Па) давлении в камере длина ионизационного пробега электронов становится сравнимой с размерами катодной полости, поэтому максимум ионизации находится вблизи противоположной стенки катода. Длина ионизационного пробега оценивалась по формуле  $\lambda = 1/(\sigma n_0)$ , где  $\sigma$  и  $n_0$  – соответственно сечение ионизации и концентрация нейтралов азота, и составила  $\approx 0.5$  м. При этом изменение давления в полом катоде от 0.3 до 1 Па не влияло существенно на распределение плотности тока на зонд.

Как показали измерения цилиндрическим зондом диаметром 0.4 мм и длиной 4 мм, в центре полового катода при токе несамостоятельного тлеющего разряда 30 А, напряжении его горения 370 В и давлении азота  $p = 0.64$  Па концентрация плазмы составляет  $n_i \approx (1.5-2) \cdot 10^{11}$  см<sup>-3</sup> при температуре электронов  $T_e = 1-2$  эВ. Концентрация плазмы вблизи катода в этих же условиях составляет  $n_i \approx (6-9) \cdot 10^{10}$  см<sup>-3</sup>. В соответствии с законом Ленгмюра толщину катодного слоя можно оценить как:

$$h \approx \frac{\sqrt{2}}{3} \lambda_d \left( \frac{2U}{T_e} \right)^{3/4}, \quad (1)$$

где  $\lambda_d$  – радиус Дебая,  $U$  – напряжение на катодном слое,  $T_e$  – температура электронов.

При вышеуказанных параметрах разряда толщина катодного слоя составляет  $h \approx 1$  см.

Высокие плотности тока, полученные в тлеющем разряде, обусловлены особенностью процессов, происходящих в полом катоде. Электроны, ускоренные в катодном слое, осциллируют в катодной полости и эффективно ионизируют газ. В результате многократных осцилляций в полом катоде создается плазма высокой концентрации. Так, при катодном падении напряжения в слое  $U_c \approx 600$  В и потенциале ионизации азота  $I^* = 15.6$  эВ быстрый

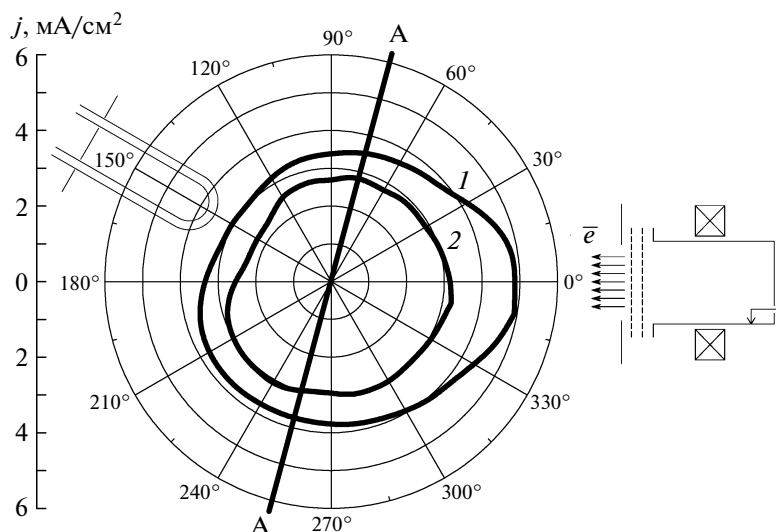


Рис. 6. Азимутальные распределения плотности тока на зонд: 1 – несамостоятельного тлеющего разряда при  $U_{\text{тл}} = 370$  В; 2 – самостоятельного тлеющего разряда при  $U_{\text{тл}} = 600$  В. Давление азота  $p = 0.64$  Па, ток тлеющего разряда  $I_{\text{тл}} = 30$  А.

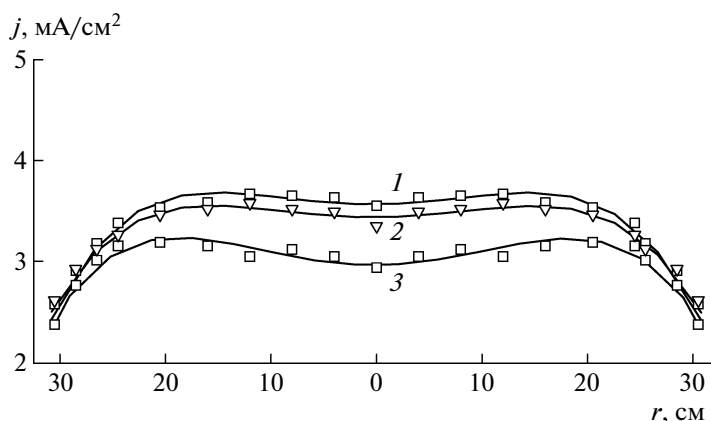


Рис. 7. Радиальное распределение плотности тока на зонд: 1, 2 – несамостоятельного тлеющего разряда при  $U_{\text{тл}} = 370$  В,  $p = 0.64$  Па (1) и 1 Па (2); 3 – самостоятельного тлеющего разряда при  $U_{\text{тл}} = 600$  В,  $p = 0.64$  Па. Ток тлеющего разряда  $I_{\text{тл}} = 30$  А.

электрон с учетом передачи вторичному электрону энергии, равной одному потенциалу ионизации [13], может совершить до 20 актов ионизации. Оценочные расчеты были выполнены в предположении, что быстрые электроны теряют свою энергию только на ионизацию.

Экспериментами показано, что самостоятельный тлеющий разряд в нашей системе существует при достаточно низких напряжениях, ~200 В. Напряжение горения самостоятельного разряда с полым катодом может быть оценено следующим образом. Если пренебречь в балансе энергии электронов возбуждением молекул, то минимальное напряжение, при котором самостоятельный разряд стабильно горит в нашей электродной системе в азоте, можно рассчитать по формуле, приведенной в [12]:

$$eU_c = \left(1 - \frac{S_0}{S_e}\right)^{-1} \left( \frac{1}{\gamma} \left( I^* + \frac{1}{2} k T_e \right) + \frac{3}{2} k T_c (1 + \gamma) \right), \quad (2)$$

где  $eU_c$  – энергия, набираемая электронами в катодном слое тлеющего разряда;  $S_0/S_e$  – отношение площади анода к площади катода;  $\gamma$  – коэффициент вторичной эмиссии;  $I^*$  – потенциал ионизации;  $T_e$  – температура электронов.

Принимая  $\gamma = 0.1$  и подставив значения  $I^* = 15.6$  эВ,  $T_e = 2$  эВ,  $S_0/S_e = 6.5 \cdot 10^{-3}$ , получим расчетную минимальную величину катодного падения –  $U_c = 170$  В. Полученная величина удовлетворительно согласуется с экспериментальным значением минимального напряжения горения (см. рис. 3)  $U_0 = U_c + U_a = 200$  В, где  $U_a$  – анодное падение потенциала.

Слабая зависимость  $I_{\text{тл}}$  и  $U_{\text{тл}}$  от давления (см. рис. 5), вероятно, связана с тем, что в исследуемом диапазоне давлений число ионизаций слабо изменяется при изменении длины ионизационного пробега и средней длины пути электронов, ускоренных в катодном слое тлеющего разряда.

В рассмотренной разрядной системе в плазме несамостоятельного тлеющего разряда в течение 3 ч при температуре 450–500°C было проведено азотирование образцов из нержавеющей (12X18H10T) и конструкционной (40X) сталей. В результате твердость поверхности образцов возросла в 4 раза: от 4 до 15 ГПа для стали 12X18H10T и от 2.2 до 8.8 ГПа для стали 40X. Это указывает на перспективность использования данного разряда в установках ионно-плазменного азотирования.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Создана система генерации и рассмотрены характеристики самостоятельного и несамостоятельного тлеющих разрядов с токами, на порядок превышающими токи в аналогичных разрядных системах. Максимальный ток в несамостоятельном тлеющем разряде достигается при напряжениях горения в 2.5–5 раз ниже, чем в самостоятельном разряде. При этом энергетические затраты на создание плазмы, с учетом затрат на инжекцию дополнительных электронов в катодную полость разряда, в 2–4 раза ниже, чем в самостоятельном разряде. Получена сравнительно высокая равномерность распределения плотности тока, приходящего на зонд. Радиальная однородность плотности тока составила  $\pm 10\%$  от средней величины и практически не зависит в исследованном диапазоне от давления. Азотирование в плазме исследуемого разряда поверхности сталей

12X18H10T и 40X показало высокую эффективность предлагаемого метода.

Авторы выражают благодарность профессору Ю.Д. Королеву за полезное обсуждение результатов исследований.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке проектов РФФИ – ГФЕН 08-08-92207 и 09-02-90456, а также интеграционного проекта СО РАН–ИС-43.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Ляхтин Ю.М., Коган Я.Д. и др.* Теория и технология азотирования. М.: Металлургия, 1991.
2. *Bell T.* // Surface engineering. 2002. V. 18. № 6. P. 415.
3. *Ахмадеев Ю.Х., Гончаренко И.М., Иванов Ю.Ф. и др.* // Письма в ЖТФ. 2005. Т. 31. Вып. 13. С. 24.
4. *Барченко В.Т., Лисенков А.А.* // Петербургский журнал электроники. 2008. Вып. 2–3. С. 58.
5. *Щанин П.М., Коваль Н.Н., Гончаренко И.М., Григорьев С.В.* // Физика и химия обраб. материалов. 2001. № 3. С. 16.
6. *Андреев А.А., Кунченко В.В., Саблев Л.П. и др.* // Технология машиностроения. 2002. № 5. С. 27.
7. *Meletis E.I.* // Surf. and Coatings Technology. 2002. № 149. P. 95.
8. *Метель А.С., Григорьев С.Н., Мельник Ю.А., Панин В.В.* // Физика плазмы. 2009. Т. 35. № 12. С. 1140.
9. *Визирь А.В., Окс Е.М., Щанин П.М., Юшков Г.Ю.* // ЖТФ. 1997. Т. 67. Вып. 6. С. 27.
10. *Гаврилов Н.В., Емлин Д.Р., Каменецких А.С.* // Изв. вузов. Физика. 2007. № 9. Приложение. С. 30.
11. *Гаврилов Н.В., Мамаев А.С., Кайгородов А.С.* // Письма в ЖТФ. 2009. Т. 35. Вып. 1. С. 69.
12. *Григорьев С.В., Коваль Н.Н., Щанин П.М.* Патент РФ № 2227962. С2 // БИ. 2002. № 12.
13. *Ульянов К.Н.* // Теплофизика высоких температур. 1999. Т. 37. № 3. С. 363.