

УДК 533.924

**ФОРМИРОВАНИЯ ПЛАЗМЫ В БОЛЬШОМ  
ОБЪЕМЕ НА ОСНОВЕ ЭФФЕКТА ПОЛОГО  
КАТОДА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ  
ВЫСОКОЧАСТОТНОГО  
КОРОТКОИМПУЛЬСНОГО НАПРЯЖЕНИЯ**А.И. Рябчиков, И.Б. Степанов, Д.О. Сивин,  
К.Ю. Додорин, И.А. ШулеповТомский политехнический университет  
E-mail: sivin@tpu.ru

Представлены закономерности формирования плазмы азота, аргона в полом катоде с объемом до  $0,2 \dots 0,5 \text{ м}^3$  с помощью короткоимпульсного  $1 \dots 10 \text{ мкс}$  высокочастотного  $10^5 \text{ Гц}$  напряжения до 3 кВ. Установлено, что, несмотря на импульсный характер напряжения, газовый разряд стабильно горит при давлении 0,1 Па и выше, величина тока разряда и концентрация плазмы возрастают при увеличении длительности импульса напряжения, амплитуды напряжения, общий ток разряда достигает 10 А, обеспечивая плотность ионного тока насыщения на изделия, помещенные в плазму до  $0,5 \text{ mA/cm}^2$ . Показана возможность осаждения сверхтвердого ( $45 \dots 50 \text{ ГПа}$ ) покрытия на основе нитрида титана внутри полого катода.

**Ключевые слова:**Тлеющий разряд, газоразрядная плазма,  
высокочастотный короткоимпульсный потенциал.**Key words:**

Glow discharge, gas-discharge plasma, short pulse high-frequency potential.

**Введение**

Тлеющий разряд в полом катоде представляет собой уникальный метод формирования плотной плазмы и широко используется при формировании электронных и ионных пучков [1, 2]. Известно также применение разряда в полом катоде для ионной обработки материалов в тлеющем разряде. В большинстве случаев при формировании разряда стремятся снизить напряжение горения разряда, подавая газ непосредственно в полость катода и добываясь, таким образом, повышения давления в нем. В работе [3] показана возможность формирования устойчивого тлеющего разряда при использовании

импульсно-периодических напряжений. При длительности импульса  $0,01 \dots 1 \text{ мкс}$ , стабильный тлеющий разряд формировался при частоте следования импульса порядка  $10^3 \text{ Гц}$  в условиях применения магнитного поля с индукцией  $B \sim 1 \dots 10 \text{ мТл}$ .

---

---

**Рябчиков Александр Ильич**,  
д-р физ.-мат. наук, профессор,  
зав. лаб. № 22 Физико-  
технического института ТПУ.  
E-mail: ralex@tpu.ruОбласть научных интересов:  
физика плазмы, физика  
твердого тела, физика пучков  
заряженных части и  
укорительная техника.**Степанов Игорь Борисович**,  
д-р. техн. наук, зав. лаб. «Центр  
измерений свойств материалов»  
Физико-технического института  
ТПУ.

E-mail: stepanovib@tpu.ru.

Область научных интересов:  
физика пучков заряженных  
части и укорительная техника.**Сивин Денис Олегович**, канд.  
техн. наук, ст. науч. сотр. лаб.  
«Центр измерений свойств  
материалов» Физико-  
технического института ТПУ.

E-mail: sivin@tpu.ru

Область научных интересов:  
физика пучков заряженных  
части и укорительная техника.**Додорин Константин  
Юрьевич**, инженер лаб. № 22  
Физико-технического института  
ТПУ.

E-mail: dodorin@mail.ru

Область научных интересов:  
укорительная техника.**Шулепов Иван Анисимович**,  
канд. физ.-мат. наук, ст. науч.  
сотр. лаб. «Центр измерений  
свойств материалов» Физико-  
технического института ТПУ.

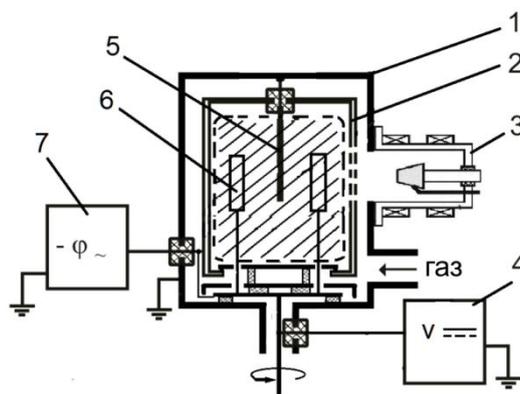
E-mail: shulepovia@tpu.ru

Область научных интересов:  
физика твердого тела,  
исследования физических и  
эксплуатационных свойств  
материалов.

Настоящая работа посвящена исследованию закономерностей формирования плазмы азота и аргона в полном катоде больших размеров с помощью короткоимпульсного высокочастотного напряжения без использования внешнего магнитного поля. В условиях формирования плазмы азота в тлеющем разряде с полным катодом, а плазмы титана вакуумно-дуговым генератором исследованы возможность и закономерность осаждения сверхтвёрдого покрытия на основе нитрида титана.

### Экспериментальная установка

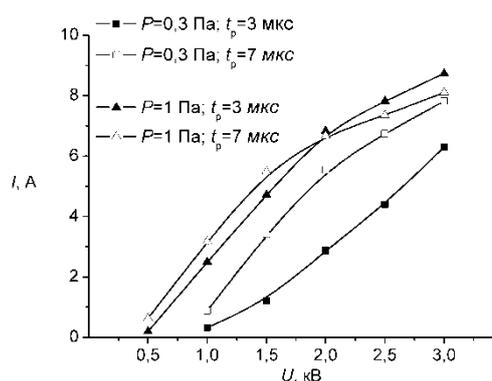
Исследования проводились на установке, схема которой представлена на рис.1. Внутри вакуумной камеры прямоугольного сечения  $70 \times 70 \text{ см}^2$  и высотой 90 см устанавливается цилиндрический полый катод диаметром 60 см и высотой 70 см. Через центр верхней плоскости катода внутрь полого катода был введен стержневой анод из вольфрама диаметром 1,5 мм. К катоду подключался источник отрицательных импульсов напряжения, длительность которого могла варьироваться в пределах 1...9 мкс при фиксированной частоте следования импульсов  $10^5 \text{ Гц}$ . В экспериментах использованы две длительности импульсов 3 и 7 мкс. При исследовании технологических режимов осаждения металлической плазмы из вакуумно-дугового разряда при формировании плазмы газа в тлеющем разряде с полным катодом в боковой поверхности полого катода делались три отверстия диаметром 20 см напротив вакуумно-дуговых испарителей. В отдельных экспериментах для уменьшения ухода электронов из тлеющего разряда отверстия закрывались вольфрамовой сеткой с размером ячейки сетки  $\sim 1 \times 1 \text{ мм}^2$  при прозрачности сетки  $\sim 0,8$ .



**Рис. 1.** Схема установки: 1) вакуумная камера, 2) полый катод, 3) вакуумно-дуговой испаритель, 4) источник постоянного напряжения, 5) стержневой анод, 6) образцы, 7) высоковольтный импульсно-периодический источник

### Экспериментальные результаты по формированию газоразрядной плазмы

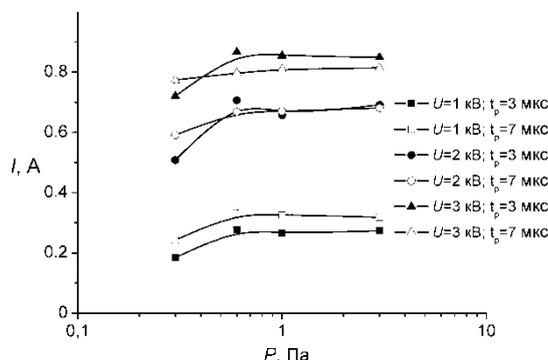
Результаты исследования формирования плазмы аргона в полном катоде при разном давлении газа и двух длительностях импульса представлены на рис. 2. При давлении газа 0,3 Па разряд зажигается при длительности импульса 3 мкс при напряжении около 1 кВ. При увеличении напряжения до 3,0 кВ ток разряда постепенно увеличивается достигая при  $\tau = 3 \text{ мкс}$  до 6,5 А, а в случае  $\tau = 7 \text{ мкс}$  – до 8 А. В интервале давлений 0,6...3 Па каких-либо характерных зависимостей в изменении тока от напряжения не наблюдается. Разряд зажигается при 0,5 кВ. Максимальный ток разряда составляет около 9 А.



**Рис. 2.** Зависимость тока разряда от высокочастотного короткоимпульсного напряжения при различных давлениях аргона и длительностях импульса

Аналогичные зависимости изменения тока разряда от давления азота при двух длительностях импульсов и трех напряжениях представлены на рис. 3. Так же, как и в случае аргона, разряд стабильно формируется при давлении выше 0,3 Па. Максимальный ток в разряде зависит в большей степени от напряжения и в меньшей степени от длительности импульса, и в области давлений 0,6...3 Па практически не изменяется.

Возможность формирования газовой плазмы в большом объеме с плотностью тока, достигающей  $1 \text{ mA/cm}^2$  представляет значительный интерес для технологий ионно-плазменной обработки материалов. Наряду с ионным азотированием, возможно применение данного разряда для ионно-плазменного осаждения покрытий.

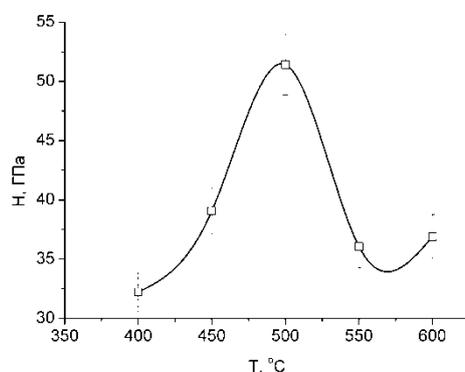


**Рис. 3.** Зависимость тока разряда от давления азота при различных напряжениях разряда и длительностях импульса

### Исследование закономерностей осаждения покрытий в объеме полого катода

Для реализации осаждения покрытия на основе нитрида титана использовался вакуумно-дуговой испаритель с титановым катодом. В полом катоде было сделано отверстие напротив вакуумно-дугового испарителя для обеспечения прохождения металлической плазмы внутрь рабочего объема. Отверстие закрывалось вольфрамовой сеткой с размером ячейки  $1 \times 1 \text{ мм}^2$ . Применение сетки уменьшало вероятность ухода энергетических электронов из тлеющего разряда на стенки камеры, находящейся под потенциалом анода. Исследуемые образцы помещались на двухмерной системе вращения внутри полого катода и могли подключаться как к источнику импульсного напряжения, так и к источнику постоянного напряжения с амплитудой от 0 до 300 В. Было показано, что используя разряд в полом катоде и

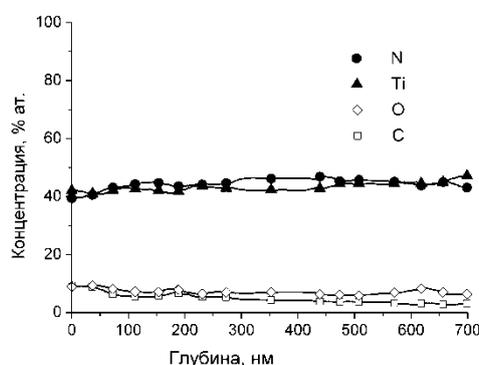
дуговой испаритель, можно получить покрытие нитрида титана с микротвердостью достигающей 52 ГПа. Характерно, что самостоятельный тлеющий разряд в полом катоде при высокочастотном короткоимпульсном напряжении обеспечивает возможность подогрева мишеней до температуры, необходимой для осаждения покрытий 400...600 °С, за счет энергии электронов осциллирующих в полом катоде. Осаждение покрытий осуществлялось при постоянном потенциале на мишени – 100 В. Температура мишени, при которой осуществлялось осаждение покрытий в различных экспериментах, изменялась за счет изменения амплитуды импульсного напряжения в тлеющем разряде. Металлическая плазма формировалась вакуумно-дуговым генератором при токе разряда 100 А. Очистка поверхности мишени осуществлялась путем ее подключения к высоковольтному 0,75...1,5 кВ высокочастотному потенциалу в аргоновой плазме самостоятельного тлеющего разряда в рабочей области полого катода. Толщина осаждаемого покрытия во всех экспериментах составляла ~2,5 мкм. Результаты исследования микротвердости покрытий, выполненные с использованием нанотвердомера «CSEM NANO-HARDNESS TESTER» в зависимости от температуры осаждения покрытия представлены на рис. 4.



**Рис. 4.** Зависимость микротвердости от температуры осаждения TiN покрытия

Из данных рисунка следует, что при изменении температуры от 400 до 600 °С, микротвердость покрытия сначала увеличивается от 32,5 до 52 ГПа, а затем уменьшается до ~37 ГПа. Максимальное значение микротвердости, соответствующее состоянию сверхтвёрдого покрытия наблюдается при температуре мишени 500 °С.

Исследования элементного состава покрытий показало (рис. 5), что концентрация азота и титана соответствуют стехиометрическому нитриду титана. Обращает на себя внимание достаточно высокое содержание кислорода и углерода в покрытии, что может быть обусловлено продуктами распыления полого катода.



**Рис. 5.** Профили распределения концентрации Ti, N, C, O по глубине полученные с помощью оже-спектрометра.

Факт наблюдения сверхтвердого нитрида титана может быть связан с формированием многослойной периодической структуры покрытия на образцах вращающихся вокруг своей оси и перемещающихся в тоже время по большому радиусу 12 см. При прохождении образцов вблизи вакуумно-дугового испарителя осаждается покрытие на основе нитрида титана. В случае, когда образец находится вне зоны дугового испарителя, осаждение покрытия идет с помощью продуктов ионного распыления полого катода, Продукты распыления полого катода при энергиях ионов до нескольких килоэлектронвольт могут содержать титан в атомарном состоянии, нитрид, оксид или карбид титана, а также наноразмерные кластеры, что существенно отличаться от состава плазмы вакуумно-дугового испарителя. Данное покрытие из продуктов распыления полого катода будет, скорее всего, представлять собой многослойную систему, обладающую эффектом сверхтвердости [4], которая существенно отличаться по структуре от обычного нитрида титана. Оценки показали, что в условиях эксперимента происходило формирование многослойной структуры покрытия на основе нитрида титана с толщиной отдельного слоя в пределах 4...6 нм.

### Заключение

Показана возможность формирования плазмы азота и аргона в большом объеме с использованием короткоимпульсного высокочастотного напряжения. Получены зависимости тока разряда от давления газа, величины напряжения, длительности импульса при фиксированной частоте следования импульсов  $10^5$  Гц.

Показана возможность реализации режимов плазменного осаждения сверхтвердого покрытия на основе нитрида титана внутри полого катода в условиях подогрева мишени электронами самостоятельного тлеющего разряда при короткоимпульсном, высокочастотном напряжении. Изменение амплитуды напряжения на полом катоде от 1 до 2,5 кВ обеспечило повышение температуры образцов при осаждении покрытия от 400 до 600 °С.

Предполагается, что сверхтвердое состояние нитрида титана с микротвердостью до 52 ГПа достигается за счет формирования многослойной наноразмерной структуры.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Koval N.N., Oks E.M., Schanin P.M., Kreindel Yu.E., Gavrilov N.V. Broad beam electron sources with plasma cathodes // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. – 1992. – V. A321. – P. 417–428.
2. Гаврилов Н.В., Никулин С.П., Радковский Г.В. Источник интенсивных широких пучков ионов газов на основе разряда с полым катодом в магнитном поле // Приборы и техника эксперимента. – 1996. – Т. 1. – С. 93–98.
3. Гаврилов Н.В. Технологические источники широких пучков газовых ионов на основе дугового и тлеющего разрядов в магнитном поле: дис. ... канд. техн. наук. – Екатеринбург, 1999. – 171 с.
4. Veprek S., Veprek-Heijman M.G.J., Karvankova P., Prochazka J. Different approaches to superhard coating and nanocomposite // Thin Solid Films. – 2005. – V. 476 – P. 1–29.

Поступила 14.11.2011 г.