УДК 533.9.07

ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАРЯДОВОГО СОСТОЯНИЯ ГАЗОВОЙ И МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПЛАЗМЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПЛАЗМЕННО-ИММЕРСИОННОГО ВРЕМЯПРОЛЕТНОГО СПЕКТРОМЕТРА

А.И. Рябчиков, И.Б. Степанов, С.Е. Еремин

Томский политехнический университет

E-mail: stepanovib@tpu.ru

С использованием плазменно-иммерсионного времяпролетного спектрометра исследованы закономерности изменения массового состава и зарядового состояния ионов газовой и металлической плазмы в диапазоне давления 0,1...2,7 Па. Показано, что применение плазменно-иммерсионного времяпролетного спектрометра с длиной пролетной базы 35...100 см позволяет определять зарядовое состояние вакуумно-дуговой одно- (Ti, Zr, W, Ar, N₂) и многокомпонентной (Ti-N, Ti-Zr) плазмы при длительности импульса потенциала смещения 300....650 нс. Определены области практического применения электрофизического оборудования.

Ключевые слова: Спектрометрия, плазма, зарядовое состояние ионов. Key words: Spectrometry, plasma, charged ion state.

Введение

Современные исследования по технологическому использованию ионных пучков и плазменных потоков показали необходимость измерения не только традиционных параметров - концентрация плазмы, плотность ионного тока, средняя энергия ионов, но и более специфических, например, зарядовое состояние ионов в плазме и её элементный состав. В настоящее время в экспериментальных исследованиях применяется достаточно большой набор оборудования и методик измерения зарядового состояния и массового состава как плазменного потока [1], так и ионного пучка [2]. Однако в большинстве случаев эти методы адаптированы для лабораторных исследований и их применение непосредственно в технологических процессах весьма затруднительно.

В работе представлены результаты исследований зарядового состояния и элементного состава одно- и многокомпонентной металлической и газовой плазмы вакуумно-дугового разряда с использованием компактного, плазменно-иммерсионного времяпролетного спектрометра [3]. Принцип действия прибора основан на импульсном ускорении ионов плазмы в продольном направлении квазипланарным диодом и последующей регистрации тока ионов, прошедших трубу дрейфа. Плазменноиммерсионный времяпролетный спектрометр отличается простотой конструкции, хорошей разрешающей способностью и обеспечивает возможность измерения массового состава и зарядового состояния ионов практически любой плазмы при размещении в непосредственной близости от обрабатываемых изделий [4]. При проведении исследований для генерации плазмы использовались вакуумно-дуговой испаритель, оснащенный плазменным фильтром [5], и плазмогенератор на основе несамостоятельного дугового разряда с накаленным катодом «ПИНК» [6].

Экспериментальная установка

В качестве источника одно- и многокомпонентной металлической плазмы использовался модернизированный вакуумно-дуговой испаритель установки ННВ 6,6-И1. Для получения различной по составу металлической плазмы были использованы одноэлементные Ti, Zr, W и композиционые TiZr (50/50 ат. %) катоды.

Газоразрядная (азотная и аргоновая) плазма формировалась с использованием плазмогенератора на основе несамостоятельного дугового разряда с накаленным катодом «ПИНК». Ток разряда регулировался от 15 до 60 А для азота и от 45 до 175 А для аргона. Напряжение горения разряда изменялось от 46 до 54 В при давлении от 0,1 до 1,6 Па.

Схема экспериментального стенда приведена на рис. 1. Плазменно-иммерсионный времяпролетный спектрометр (ПИВПС) установлен в вакуумной камере установки ННВ 6,6-И1 соосно с источником плазмы. На входе трубы дрейфа располагаются две сетки, создающие ускоряющий зазор. Одна из сеток закреплена на трубе дрейфа, другая заземлена. От источника импульсного смещения на трубу дрейфа подается отрицательный потенциал с амплитудой 0,5...2 кВ и длительностью 300....650 нс. Частота импульсов напряжения 20...30 Гц. Цилиндр Фарадея располагался на расстоянии 20...30 мм от выхода трубы дрейфа. Коллектор находился под отрицательным потенциалом ~100 В. С целью уменьшения электронного тока на коллектор между ним и дальним концом трубы располагался кольцевой магнит с индукцией 1,5·10⁻² Т. Длина пролетной базы в различных экспериментах составляла 35, 61 и 100 см. Регистрация сигналов цилиндра Фарадея осуществлялась с помощью осциллографа LeCroy-6000А при статистическом усреднении по 200 осциллограммам.



Рис. 1. Схема экспериментального стенда

Результаты экспериментов

На рис. 2, а, представлены сигналы с цилиндра Фарадея для титановой плазмы. Из представленных результатов видно, что пики ионов Ті достаточно хорошо разрешаются и не требуют применения метода вычитания осциллограмм, измеренных с разной длительностью ускоряющих импульсов [7]. Регистрация в спектре четырехзарядного титана (Ti⁺⁴) свидетельствует о высокой чувствительности ПИВПС. Наибольшее содержание в спектре титановой плазмы наблюдается для Ti⁺². Рассчитанное по осциллограммам среднее зарядовое состояние ионов Ті (Z=1,94) выше традиционно измеряемого в плазме непрерывного вакуумно-дугового разряда [1]. Наблюдаемый эффект может быть связан с потерей части низкоэнергетичных ионов на входе электромагнитного плазменного фильтра жалюзийного типа.

При использовании Zr катода были получены осциллограммы, представленные на рис. 2, б. Очевидно, что для Zr, имеющего большую по сравнению с Ti атомную массу, время пролета ионов значительно увеличивается. По сравнению с Ti для циркониевой плазмы наблюдается большее содержание Zr^{+4} . Количество однозарядных ионов Zr⁺ в спектре сравнимо с количеством Ti⁺. Содержание в спектре ионов с зарядовым состоянием Zr⁺² и Zr⁺³ практически равно.

В эксперименте с использованием композитного TiZr катода была получена осциллограмма, представленная на рис. 2, *в*. Очевидно, что пики Ti⁺³ и Zr⁺ хорошо разделены по времени, в отличие от пиков Ti⁺²/Zr⁺⁴ и Ti⁺/Zr⁺². Поскольку отношение массы иона к его заряду для ионов Ti⁺ и Zr⁺², а также Ti⁺² и Zr⁺⁴ близко по значению, то на осциллограмме наблюдается наложение пиков, соответствующих зарядовым состояниям ионов. В этом случае для разрешения соответствующих пиков необходимо применение метода вычитания осциллограмм, измеренных с разной длительностью ускоряющих импульсов [7]. Результаты измерения зарядового состояния вольфрамовой плазмы приведены на рис. 2, *е.* В отличие от спектров Ті и Zr плазмы, для W характерно содержание ионов с зарядовым состоянием W⁺⁴ и W⁺⁵. Количество ионов W⁺⁴ превалирует. Во многом более высокое зарядовое состояние вольфрама определяется режимом генерации плазмы. Так, для рассмотренных выше элементов стабильное горение вакуумно-дугового разряда наблюдается при напряжении 20...25 В. Для вольфрама стабилизация разряда происходила при напряжении 40...45 В. Ток стабильного горения разряда составлял порядка 650 А по сравнению со 100 А для других материалов [8].

Зарегистрированные в экспериментах осциллограммы для азотной плазмы приведены на рис. 2, *д*. Как видно из представленных результатов, спектр содержит пики однозарядного молекулярного и атомарного азота. Наличие в плазме вакуумно-дугового газового разряда атомарных ионов имеет принципиальное значение для эффективности протекания плазмохимических реакций в технологиях ионно-плазменного формирования широкого круга нитридных покрытий различного функционального назначения.

На рис. 2, е, представлена осциллограмма сигнала с цилиндра Фарадея для ионов аргоновой плазмы. Видно, что содержание однозарядных ионов аргона больше, чем двухзарядных. Существенное превышение амплитудного значения измеряемого тока ионов аргона, по сравнению с азотной плазмой, связано с более высоким током разряда. Присутствие молекулярных ионов азота в спектре аргоновой плазмы обусловлено низкой чистотой используемого газа. Данный пример может свидетельствовать об эффективности использования спектрометра на различных стадиях технологического процесса формирования защитных покрытий, в том числе и для экспресс-теста качества используемого реакционного газа.



Рис. 2. Сигнал с цилиндра Фарадея: a) Ti; б) Zr; в) TiZr; г) W; д) N₂; e) Ar

На рис. 3 приведены зависимости изменения зарядового состояния ионов газовой и металлической плазмы от давления азота. При генерации Ті плазмы изменение давления азота в камере от 0,13 до 2,67 Па не приводит к появлению заметных пиков ионов атомарного или молекулярного азота. Это означает то, что в плазме Ті, на промежутке от источника плазмы до входа ПИВПС, не происходит существенной ионизации азота. При небольшом увеличении давления азота в камере практически исчезает пик четырехзарядного иона титана. Из рис. 3, *a*, следует, что с увеличением давления азота происходит изменение процентного соотношения зарегистрированого заряда для ионов различного зарядового состояния титановой плазмы. С изменением давления от 0,13 до 2,67 Па заряд ионов увеличился для Ti^{2+} на 5 % и Ti^+ на 2 %, а содержание Ti^{3+} уменьшилось на 7 %. Для азотной плазмы наблюдается уменьшение ионов с зарядовым состоянием N^+ на 7 % и увеличение N^{2+} на 7 % в пределах изменения давления от 0,14 до 1,60 Па. Более существенно изменялось абсолютное значение зарегистрированного заряда. Из рис. 3, δ , видно, что с увеличением давления в пределах от 0,013 до 0,13 Па зарядовое состояние ионов сохраняется.



Рис. 3. Зависимости изменения зарядового состояния ионов для газовой и металлической плазмы от давления азота в камере: а) в процентном соотношении; б) в абсолютном значении

С увеличением давления азота от 0,13 до 2,70 Па резко уменьшается абсолютное значение зарегистрированного заряда для ионов Ti^{3+} , в отличие от Ti^{2+} и Ti^+ , для которых резкий спад заряда начинает проявляться при давлениях от 0,8 до 2,7 Па. В случае применения плазмогенератора «ПИНК», в пределах изменения давления от 0,12 до 1,6·10⁻² Па, инте-

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Лунев В.М., Падалко В.Г., Хороших В.М. Исследование некоторых характеристик плазмы вакуумной металлической дуги // Журнал технической физики. – 1977. – Т. 47. – № 7. – С 1486–1495.
- Brown I.G., Galvin J.E., MacGill R.A., Wrigth R.T. Improved Time-of-Flight Ion Charge State Diagnostic // Rev. Sci. Instrum. – 1987. – V. 58. – № 9. – P. 1589–1595.
- Ryabchikov A.I., Ryabchikov I.A., Stepanov I.B., Sinebryukhov A.A. Plasma immersion ion charge state and mass spectrometer // Rev. Sci. Instrum. – 2006. – V. 77. – № 3. – P 303–306.
- Ryabchikov A.I., Ryabchikov I.A., Stepanov I.B., Usov Yu.P. New approaches to Plasma Diagnostics // Surf. Coat. Technol. – 2007. – V. 201. – P. 6635–6637.
- Степанов И.Б. Оптически непрозрачные системы жалюзийного типа для очистки плазмы вакуумно-дугового разряда от ми-

гральное значение заряда для ионов N^+ и N^{2+} изменяется не столь значительно, что говорит о стабильной работе источника в этом диапазоне давления.

Влияние пролетной базы на перезарядку ионов было исследовано в эксперименте с Ті плазмой с трубой дрейфа 61 и 35 см. Результаты проведенных измерений при давлении азота 0,01...0,1 Па позволяют сделать вывод, что варьирование длины пролетной базы не влияет на зарядовое состояние ионного потока. Следовательно, перезарядка ионов происходит во время дрейфа плазмы от катода вакуумно-дугового испарителя до входа ПИВПС.

Заключение

Плазменно-иммерсионный времяпролетный спетрометр представляет собой универсальный инструмент для исследования зарядового состояния и массового состава одно- и многокомпонентной низкотемпературной плазмы. Зарядовые состояния одноэлементной плазмы могут быть определены по показаниям времяпролетного спектрометра. При наложении спектров, в случае применения многокомпонентной плазмы, необходимо использоватиь метод вычитания спектров, измеренных при различной длительности импульсов потенциала смещения.

В отличие от большинства известных методов измерения зарядового и массового состава плазменнно-иммерсионный времяпролетный спектрометр, благодаря компактной и простой конструкции, может быть использован не только в лабораторных исследованиях, но и при отработке технологических режимов ионно-лучевой и ионно-плазменной обработки материалов, при размещении непосредственно в рабочем объеме вакуумной камеры. Так, например, оборудование может быть использовано для определения качества реакционного газа, выбора режимов преимущественного формирования потока атомарных ионов азота, определения состава многокомпонентной газометаллической плазмы, для повышения эффективности протекания плазмохимических процессов синтеза различных по составу покрытий.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 09-08-12061-офи м.

крокапельной фракции // Известия вузов. Физика. – 2007. – Т. 50. – № 10/3. – С. 16–24.

- Винтизенко Л.Г., Григорьев С.В., Коваль Н.Н., Толкачев В.С., Лопатин И.В., Щанин П.М. Дуговые разряды низкого давления с полым катодом и их применение в генераторах плазмы и источниках заряженных части // Известия вузов. Физика. – 2001. – Т. 44. – № 9. – С. 28–35.
- Рябчиков И.А. Формирование ионных потоков из плазмы короткоимпульсными потенциалами смещения: дис. ... канд. техн. наук. – Томск, 2006. – 149 с.
- Stepanov I.B., Ryabchikov I.A., Dektyarev S.V. Investigation of tungsten de vacuum are characteristics. Technological application // Surf. Coat. Technol. – 2007. – V. 201. – P. 6526–6529.

Поступила 06.04.2010 г.