

04;12

## Исследование отражательного разряда с полым катодом при напуске углеводорода

© В.Я. Мартенс, Е.Ф. Шевченко

Северо-Кавказский государственный технический университет,  
355029 Ставрополь, Россия  
e-mail: vmartens@yandex.ru, generalbox@inbox.ru

(Поступило в Редакцию 27 июля 2009 г. В окончательной редакции 23 декабря 2009 г.)

Исследовано изменение параметров отражательного разряда с полым катодом в процессе его непрерывной работы на пропане при потоках газа  $1.3\text{--}5.6\text{ м}^3 \cdot \text{мПа}/\text{с}$  и токах разряда  $0.1\text{--}0.4\text{ А}$ . Показано, что при потоках углеводорода  $2.46\text{ м}^3 \cdot \text{мПа}/\text{с}$  и более через некоторый промежуток времени, зависящий от разрядного тока и давления газа, наблюдается рост разрядного напряжения, что объясняется образованием на электродах разрядной камеры покрытий из продуктов диссоциации молекул углеводорода. Рост со временем углеродных покрытий на катодах и зарядка их ионами приводит к электрическому пробое покрытий и образованию катодных пятен. Осциллограммы разрядного тока и напряжения свидетельствуют о кратковременном переходе тлеющего разряда в дуговой. Измерены энергетические спектры ионов, выходящих из разряда. Исследовано влияние тока разряда и потока газа на величину разброса ионов по энергиям. Определено время работы разряда на углеводороде, по истечении которого необходима очистка разрядной камеры. Сделаны выводы о возможности использования источника ионов на основе отражательного разряда с полым катодом для технологических приложений.

### Введение

Ионный источник на основе отражательного разряда с холодным полым катодом позволяет синтезировать алмазоподобные пленки аморфного гидрогенизированного углерода ( $a\text{-C:H}$ ) [1], широко востребованные в микро- и нанозлектронике благодаря ряду их уникальных свойств [2,3]. Как было установлено в процессе эксплуатации такого источника [1,4], напуск пропана в качестве плазмообразующего газа приводит со временем к повышению разрядного напряжения, а затем и к нарушению стабильности горения разряда, чего не наблюдается при работе на воздухе и аргоне.

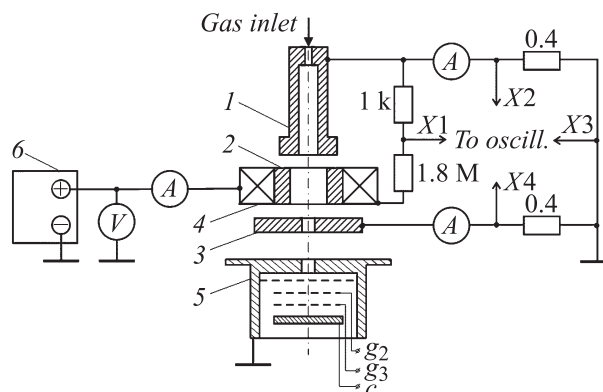
Целью настоящей работы является детальное изучение особенностей работы отражательного разряда с полым катодом при напуске пропана, используемого для синтеза углеродных пленок. Для этого снимались временные зависимости параметров разряда, а также энергетические спектры ионов, выходящих из разряда. Энергетические спектры ионов необходимы не только для объяснения физических процессов в разряде, но они являются важной эксплуатационной характеристикой любого технологического ионного источника.

### Техника и методика эксперимента

Схема эксперимента представлена на рис. 1. Разрядная камера образована полым катодом 1 с диаметром полости  $4\text{ мм}$  и глубиной  $32\text{ мм}$ , цилиндрическим анодом 2 с внутренним диаметром  $12\text{ мм}$  и катод-отражателем 3 с эмиссионным отверстием диаметром около  $4\text{ мм}$ . Магнитное поле с индукцией  $80\text{ мТл}$  в разрядной камере создавалось постоянным кольцевым

магнитом 4. Электроды разрядной камеры охлаждались проточной водой.

На расстоянии  $20\text{ мм}$  от катода-отражателя устанавливался многосеточный зонд-энергоанализатор 5 таким образом, чтобы его входное отверстие диаметром  $3\text{ мм}$  и глубиной  $5\text{ мм}$  было на одной оси с эмиссионным отверстием. Корпус энергоанализатора находился под потенциалом корпуса экспериментальной установки. Практически под таким же потенциалом находились и катоды разрядной камеры. Сетка  $g_1$  являлась экранирующей и соединялась с корпусом энергоанализатора. На сетку  $g_2$  относительно корпуса подавалось анализирующее напряжение  $U_{g_2} = 0\text{--}450\text{ В}$ . На сетку  $g_3$  относительно корпуса подавалось отрицательное напряжение  $20\text{ В}$ , задерживающее вторичные электроны, эмитированные коллектором, а также электроны с аномально большой энергией, которые могут проникать в энергоанализатор из отража-



**Рис. 1.** Схема измерений: 1 — полый катод, 2 — анод, 3 — катод-отражатель, 4 — магнит, 5 — зонд-энергоанализатор, 6 — источник питания.

тельного разряда с полым катодом [5]. Указанная величина напряжения на  $g_3$  была определена экспериментально путем снятия кривой задержки электронов. Напряжение на сетках поддерживалось с погрешностью  $\pm 0.5\%$ . Коллектор находился под потенциалом катодов. Материал корпуса, коллектора и сеток — нержавеющая сталь. Размер ячеек сеток —  $0.2 \times 0.2$  мм. Расстояние между сетками — 2 мм. Энергетический спектр ионов получался в результате интерполирования кривой задержки тока ионов на коллектор  $I_c$  кубическими сплайнами и дифференцирования ее ( $f = dI_c/dU_{g2}$ ) в программе MathCad. Для сравнения спектров, полученных в разных экспериментальных условиях, проводилась их нормировка. По положению максимума энергетического спектра определялся потенциал плазмы на оси разряда относительно катодов и соответственно катодное падение потенциала  $U_{cpd}$  на оси отражательного разряда с полым катодом. Кроме того, по этим результатам, зная разрядное напряжение  $U_d$ , можно определить величину радиального провисания потенциала  $\Delta U$  в разряде:  $\Delta U = U_d - U_{cpd}$ .

Откачка вакуумной камеры осуществлялась турбомолекулярным насосом ТМН-1500 до предельного вакуума 2 мПа. В качестве рабочего газа использовался пропан ( $C_3H_8$ ). Газ напускали в полый катод. При расходе газа  $Q = 1.3-5.6$  м<sup>3</sup> · мПа/с давление в вакуумной камере не превышало 9 мПа. Расчетное давление в разрядной камере при указанных расходах газа составляло 0.8–3.4 Па.

Разряд поддерживался в непрерывном режиме. Ток разряда  $I_d$  регулировался в диапазоне 0.1–0.4 А. В качестве источника питания  $b$  использовался стабилизатор тока БПР-30-01, разработанный и изготовленный ООО „Томвак“ (г. Томск). Измерение тока и напряжения разряда проводилось с помощью мультиметров MXD-4660А.

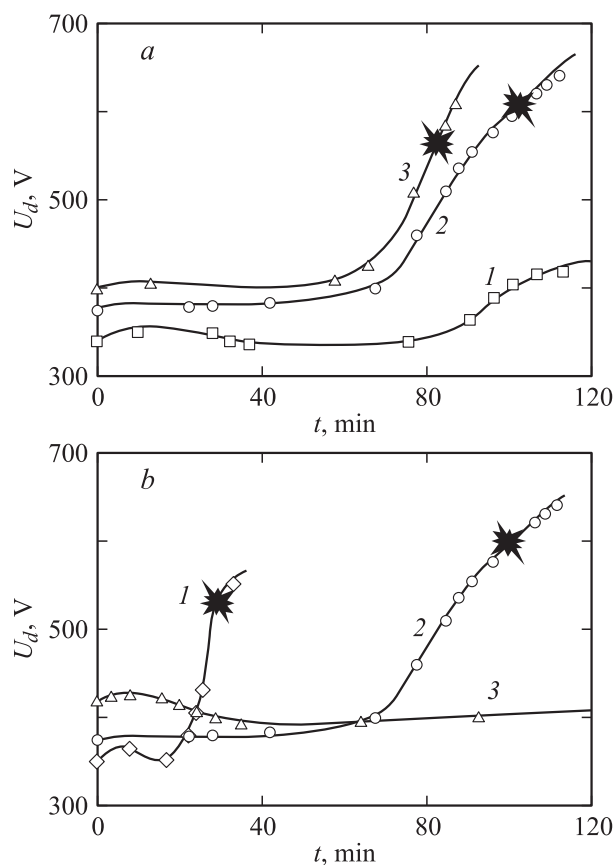
Для исследования влияния напуска пропана на условия поддержания разряда снимались зависимости напряжения горения разряда от времени  $U_d(t)$  при фиксированных значениях  $I_d$  и  $Q$ . Перед снятием каждой зависимости проводилась механическая очистка разрядной камеры и ее тренировка при напуске воздуха в течение 40 мин.

Для исследования стабильности горения разряда проводилось снятие осциллограмм тока и напряжения разряда с использованием компьютерного двухканального осциллографа (программы „Oscilloscope 2.51“, „Snagit 7“). Для синхронного осциллографирования напряжения горения и полного тока разряда сигнал снимался с разъемов  $X_1$  (канал 1) и  $X_2$  и  $X_4$  (канал 2). Для раздельного синхронного осциллографирования токов полого катода и катода-отражателя сигнал снимался с разъемов  $X_2$  (канал 1) и  $X_4$  (канал 2). Осциллограммы фиксировались непрерывно со скоростью 50 кадров в секунду и поступали в память компьютера.

## Результаты и их обсуждение

Исследование временных зависимостей напряжения горения разряда  $U_d$  показало (рис. 2), что через некоторый промежуток времени после начала работы на пропане при  $Q = 2.4$  м<sup>3</sup> · мПа/с и более наблюдается резкий рост  $U_d$  в отличие от работы на воздухе и аргоне. Рост  $U_d$  сопровождается повышением катодного падения потенциала  $U_{cpd}$ . Об этом свидетельствует смещение со временем максимумов энергетических спектров ионов углеводорода в сторону больших энергий (рис. 3). При этом увеличивается и радиальное провисание потенциала  $\Delta U$ . Визуальные наблюдения электродов разрядной камеры после работы на углеводороде показали, что на всей рабочей поверхности анода, а также на периферийных частях катода-отражателя и на внутренней поверхности полого катода образуются покрытия из продуктов диссоциации в разряде молекул углеводорода.

Наблюдаемые изменения потенциалов могут быть объяснены следующим образом. Образование указанных покрытий на части катодной поверхности приводит к ухудшению условий поддержания разряда за счет снижения интегрального по поверхности катода коэффициента ионно-электронной эмиссии, что вызывает рост  $U_{cpd}$ .



**Рис. 2.** Зависимости напряжения горения разряда от времени его работы: *a* —  $Q = 2.4$  м<sup>3</sup> · мПа/с,  $I_d$ , А: 1 — 0.1, 2 — 0.2, 3 — 0.4; *b* —  $I_d = 0.2$  А,  $Q$ , м<sup>3</sup> · мПа/с: 1 — 5.6, 2 — 2.4, 3 — 1.3.

По своим электрическим свойствам материал покрытий относится, судя по всему, к полупроводникам с достаточно высоким удельным сопротивлением, поэтому поступление на покрытия заряженных частиц из плазмы и прохождение через них тока вызывает заметное падение напряжения. При этом поверхность катодного покрытия заряжается ионами до потенциала более высокого, чем потенциал катода, а поверхности анодного покрытия — заряжается электронами до потенциала более низкого, чем потенциал анода. Наблюдаемое в эксперименте возрастание со временем  $\Delta U$  связано на самом деле не с увеличением радиального провисания потенциала плазмы в разряде, а с появлением дополнительного падения потенциала на образующемся на поверхности анода покрытии.

Процессы образования покрытий на электродах разрядной камеры при напуске углеводорода интенсифицируются при увеличении концентрации плазмы и давления плазмообразующего газа. Это проявляется в том, что с увеличением разрядного тока (рис. 2, *a*) и потока газа (рис. 2, *b*) раньше начинается рост  $U_d$  и скорость роста повышается. Вместе с тем следует отметить, что при малом потоке  $Q = 1.3 \text{ м}^3 \cdot \text{мПа/с}$  (рис. 2, *b*, кривая 3) в наблюдаемом диапазоне времени роста  $U_d$  не наблюдалось.

Увеличение давления газа в разрядной камере может быть осуществлено и при постоянном потоке газа за счет уменьшения диаметра эмиссионного отверстия. При этом проявляются те же тенденции, что и при увеличении потока газа. Это было подтверждено экспериментально путем сравнения зависимостей  $U_d(t)$  для эмиссионных отверстий диаметром 2, 4 и 6 мм. Увеличением скорости роста катодных покрытий с подъемом давления газа можно объяснить и тот факт, что наибольшая толщина покрытия наблюдалась на внутренней поверхности полого катода вблизи его дна, куда и осуществлялся напуск газа.

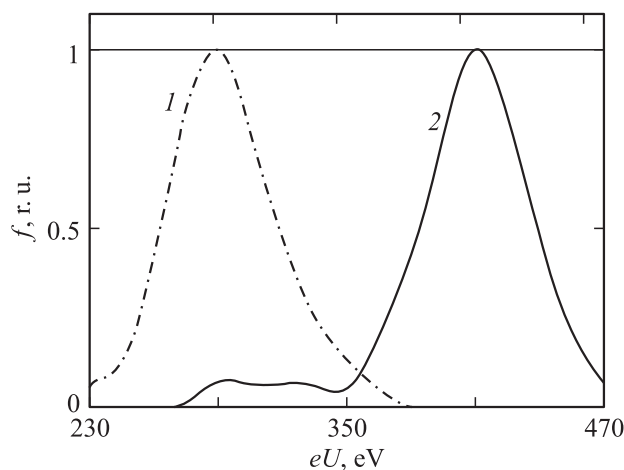


Рис. 3. Энергетические спектры ионов пропана через 5 (1) и 90 min (2) горения разряда,  $I_d = 0.2 \text{ А}$ ,  $Q = 2.4 \text{ м}^3 \cdot \text{мПа/с}$ .

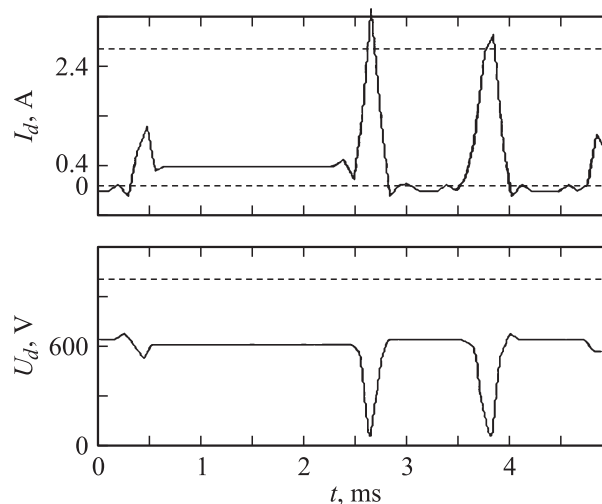


Рис. 4. Осциллограммы тока  $I_d$  напряжения горения разряда  $U_0$  через 90 min работы на пропане при  $I_d = 0.4 \text{ А}$ ,  $Q = 2.4 \text{ м}^3 \cdot \text{мПа/с}$ .

Рост со временем разрядного напряжения приводит в конечном итоге к нарушению стабильности горения тлеющего разряда. На кривых, представленных на рис. 2, специальным знаком отмечены минимальные значения  $U_d$  и  $t$ , начиная с которых проявляются разрядные неустойчивости. Величина этих минимальных значений уменьшается с повышением тока  $I_d$  (рис. 2, *a*, кривые 2, 3) и давления газа (рис. 2, *b*, кривые 1, 2).

Типичные осциллограммы неустойчивости представлены на рис. 4. Регистрировались резкие положительные скачки  $I_d$  до 3 А и отрицательные скачки  $U_d$  до 30–40 В. Приведенные осциллограммы свидетельствуют о переходе на доли миллисекунд тлеющего разряда в дуговой. Соотношение между токами на полый катод и катод-отражатель при развитии дуги в большинстве случаев остается тем же, что и в тлеющем разряде [4]. Причиной возникновения катодного пятна дугового разряда является отмеченная выше зарядка катодного покрытия ионами, повышение напряженности электрического поля внутри покрытия и последующий его пробой [6]. Режим работы с образованием катодных пятен нежелателен при технологическом использовании ионного источника ввиду возможности попадания продуктов эрозии материала катодов в синтезируемые пленки.

Положение максимумов энергетических спектров (рис. 3) определяет наиболее вероятную энергию ионов, выходящих из разряда. Разброс по энергиям в ионных спектрах объясняется [7] колебательными процессами в исследуемом разряде, в частности, колебаниями потенциала плазмы на оси разряда [8]. Ширина энергетического спектра на полувысоте во всех случаях не превышала нескольких десятков электрон-вольт, что на порядок меньше, чем в ионном источнике „Радикал-М250“, который используется для реактивного ионно-лучевого синтеза тонких пленок [9]. Более узкий энергетический

спектр позволяет более эффективно и предсказуемо управлять свойствами синтезируемых пленок. Увеличение разрядного тока и потока газа приводит к уменьшению ширины спектра, что совпадает с результатами аналогичных исследований спектров ионов водорода [7]. В рассматриваемых экспериментальных условиях увеличение разрядного тока от 0.1 до 0.3 А при потоке газа  $Q = 2.4 \text{ м}^3 \cdot \text{мПа/с}$  приводило к уменьшению ширины спектра от 78 до 50 eV, а увеличение потока газа от 2.4 до  $5.6 \text{ м}^3 \cdot \text{мПа/с}$  при токе разряда 0.3 А приводило к уменьшению ширины спектра от 50 до 34 eV.

Эксперименты с другими газами показали следующее. Напуск метана ( $\text{CH}_4$ ) при прочих равных условиях приводит к более быстрому, чем в случае пропана, росту разрядного напряжения, переходу в дуговой режим при меньших разрядных напряжениях и к более высокой средней амплитуде импульсов тока и частоте их следования в дуговом режиме. При напуске диметилдихлорсилана ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{Cl}_2\text{Si}$ , парогазовая смесь), так же как и воздуха и аргона, существенного изменения параметров разряда в процессе работы в исследованном временном интервале не происходит. Можно предположить, что в случае диметилдихлорсилана появлению покрытий на электродах препятствует хлор, образованный вследствие диссоциации молекул в разряде. Ширина энергетических спектров ионов этих газов существенно не отличается от указанных выше значений для пропана [10].

## Заключение

Проведенные исследования показали специфику работы отражательного разряда с полым катодом при напуске углеводорода в качестве плазмообразующего газа. Источник ионов может использоваться с периодическим проведением чистки разрядной камеры во избежание увеличения разрядного напряжения и перехода в дугу. Чем меньше разрядный ток и давление углеводорода в разрядной камере, тем продолжительнее устойчивая работа разряда. Однако снижение  $Q$  и  $I_d$  приводит к увеличению разброса по энергиям выходящих ионов, и к уменьшению интенсивности ионного потока и давления углеводорода.

Результаты проведенных исследований необходимо учитывать при разработке оптимизированного технологического процесса получения углеродсодержащих пленок с помощью рассматриваемого источника ионов.

## Список литературы

- [1] Martens V.Ya., Sinelnikov B.M., Shevchenko E.F., Tarala V.A. // 9<sup>th</sup> Int. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows (9<sup>th</sup> CMM): Proc. Tomsk, 2008. P. 96.
- [2] Robertson J. // Mater. Sci. and Eng. 2002. Vol. 37. P. 255.
- [3] Maitre N., Camelio S., Barranco A., Girartdeau Th., Breille E. // J. Non-Crystalline Solids. 2005. Vol. 351. P. 877–884.

- [4] Мартенс В.Я., Шевченко Е.Ф. // Плазменная эмиссионная электроника. Тр. III Междунар. Крейнделевского семинара. Улан-Уде: Бурятского науч. центра СО РАН, 2009. С. 65–67.
- [5] Мартенс В.Я. // ЖТФ. 2002. Т. 72. Вып. 11. С. 44–51.
- [6] Месяц Г.А. Эктоны. Ч. 2. Екатеринбург: Наука, 1994.
- [7] Гаврилов Н.В. // Изв. вузов. Физика. 1980. Т. 23. № 23. С. 124–126.
- [8] Груздев В.А., Ремпе Н.Г. // Теплофизика высоких температур. 1982. Т. 20. № 2. С. 225–228.
- [9] Валиев К.А., Маишев Ю.П., Шевчук С.Л. // ФИП. 2003. Т. 1. № 1. С. 27–33.
- [10] Мартенс В.Я., Шевченко Е.Ф. // Мат. XIII науч.-технич. конф. „Вузовская наука — Северо-Кавказскому региону“. Т. 1. Ставрополь: Изд-во Северо-Кавказского государственного технического университета, 2009. С. 5–6.