

## Зондовая диагностика параметров индукционно-связанной плазмы, поддерживаемой в газовой смеси летучих галогенидов

© Е.И. Преображенский<sup>1</sup>, С.В. Синцов<sup>1,2</sup>, А.В. Водопьянов<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Федеральное исследовательское учреждение Институт прикладной физики им. А.В. Гапонова-Грехова РАН, Нижний Новгород, Россия

<sup>2</sup> Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия

E-mail: evgenypr@ipfran.ru

Поступило в Редакцию 11 мая 2023 г.

В окончательной редакции 25 сентября 2023 г.

Принято к публикации 30 октября 2023 г.

Представлены результаты измерений локальной функции распределения электронов по энергиям в индукционном разряде, поддерживаемом в потоке летучих галогенидов при пониженном давлении. Использован подвижный электрический зонд с малым временем экспозиции в плазме, позволяющий существенно снизить эрозионное воздействие химически активной среды на электроды. Обсуждаются численные методы обработки вольт-амперных характеристик, позволяющие выделить особенности функции распределения электронов по энергиям в высокоэнергетической области.

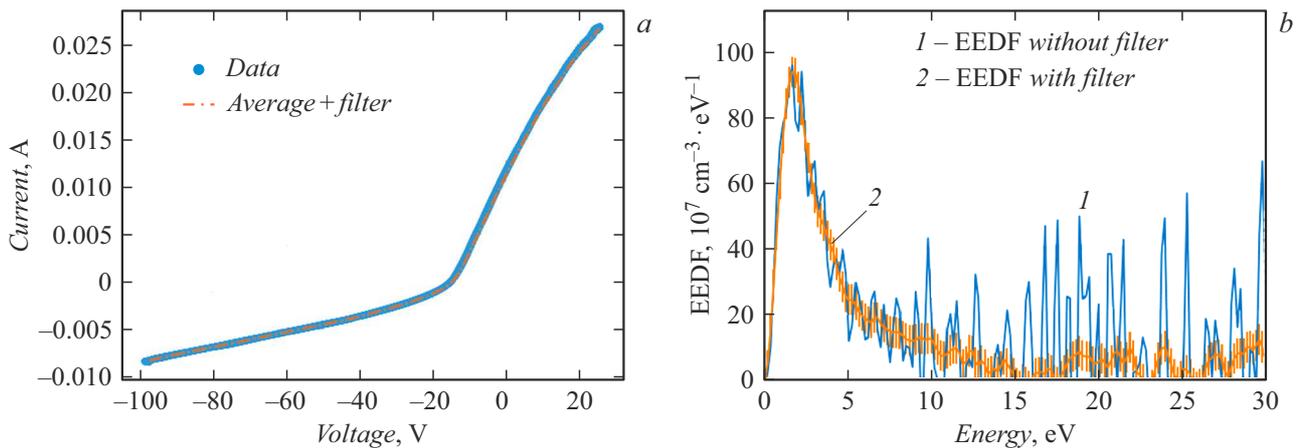
**Ключевые слова:** плазма, электрические зонды, галогениды, плазмохимия.

DOI: 10.61011/PJTF.2023.24.56866.33A

Разработка диагностических методов, которые позволяют проводить исследование параметров химически активной плазмы, является важной прикладной задачей, актуальность которой обусловлена современными плазмохимическими приложениями. Например, плазменное разложение летучих соединений фтора и хлора широко используется при синтезе высокочистых или изотопно-обогащенных веществ [1,2]. При моделировании и оптимизации процессов плазменного синтеза необходимо иметь информацию о пространственном распределении основных параметров газового разряда [3]. Использование контактных методов диагностики плазмы позволяет измерить локальные значения температуры и концентрации электронов [4], а также восстановить форму функции распределения электронов по энергиям (ФРЭЭ) [5]. Однако использование контактных методов ограничено ввиду сильных окислительно-восстановительных свойств химически активной плазмы. Например, электрические зонды, вводимые в плазму, могут загрязняться продуктами плазменного синтеза, которые образуются в процессе разложения летучих галогенидов. С другой стороны, использование бесконтактных методов [6] диагностики плазменных параметров химически активной плазмы также обладает рядом ограничений. В частности, осаждение продуктов реакции на поверхностях наблюдательных окон может искажать регистрацию эмиссионных спектров газового разряда. Кроме того, измерение интерферометрическими методами позволяет получить усредненное значение концентрации электронов вдоль хода луча [7]. Для более точного измерения пространственного распределения концентраций в настоящей работе использовались контактные методы электрических зондов [4].

В работе представлено описание методов электрических зондов [8,9], которые были использованы для

диагностики химически активной плазмы. Основным преимуществом зондовых методов при использовании периодического напряжения является скорость измерения вольт-амперной характеристики (ВАХ) [4]. В случае химически активной плазмы время взаимодействия зонда с агрессивной средой должно быть минимизировано, поскольку контактная часть подвержена загрязнению продуктами плазмохимических реакций, что ведет к искажению зондовой кривой. Экспериментально проверено, что при повторении измерений после 50 введений зонда в область химически активной плазмы, что составляет примерно минуту общего времени взаимодействия зонда с агрессивной средой, зондовая кривая изменяется при одинаковых параметрах горения разряда и неизменной области ее измерения. Предполагается, что это происходит из-за загрязнения зонда, поскольку контактная поверхность покрывается продуктами плазмохимического разложения. После механического очищения контактирующей части зонда ВАХ становится сходной с характеристикой до загрязнения зонда. Кроме того, данный метод подвижного электрического зонда с малым временем экспозиции в плазме позволяет получать зондовую кривую во всем выбранном диапазоне напряжений, не измеряя показатель тока при каждом конкретном напряжении. Методика электрического зонда с малым временем экспозиции в плазме заключается в следующем. При помощи вакуумного манипулятора зонд доводится до области разряда. На одиночный зонд подавался сигнал, период которого меньше характерного времени изменения плазменных параметров, а величина амплитуды напряжения достаточна для проявления эффекта насыщения ВАХ. Зондовая кривая регистрировалась при частоте поданного сигнала 50 Hz и амплитуде 110 V. Затем зонд выводился из области плазмы. Время нахождения зонда



*a* — вольт-амперная характеристика плазмы, состоящей из смеси газов ( $\text{BF}_3/\text{H}_2 = 1/3$ ,  $(\text{BF}_3 + \text{H}_2)/\text{Ar} = 1/3$ ), при  $p = 3$  Торг и мощности разряда 400 W. *Data* — ВАХ, полученная из начальных данных, *Average+filter* — усреднение и фильтрация скользящим средним. *b* — расчет ФРЭЭ без фильтра (*EEDF without filter*) и с фильтром Савицкого–Голея после двойного дифференцирования (*EEDF with filter*). Параметры разряда:  $\text{BF}_3/\text{H}_2 = 1/5$ ,  $p = 3$  Торг, мощность разряда 400 W.

в плазме определялось скоростью ввода и вывода при помощи манипулятора и составляло 1 s. Данный метод работы позволяет нивелировать эффекты, связанные с загрязнением контактирующей поверхности продуктами реакции. В работе использовалась схема фильтрации частот свыше 1 kHz. При аналогичных условиях использовался двойной зонд. Вычисления параметров плазмы на основе усредненной ВАХ проводятся сходным с вычислениями из работ [4,5] образом. Зонд был изготовлен из молибденовой проволоки толщиной 0.3 mm, часть длины которой изолирована керамической оболочкой. Двойной зонд представлял собой две аналогичные молибденовые проволоки с расстоянием между ними 3 mm. Осциллограммы записывались с помощью осциллографа АК ИП 75444В с полосой пропускания до 200 MHz и максимальной частотой дискретизации до 1 GHz в двухканальном режиме. Первый сигнал показывает потенциал электрического зонда относительно земли, а второй сигнал соответствует падению напряжения на резисторе с сопротивлением 510  $\Omega$  и используется для вычисления зондового тока. Зондовая диагностика проводилась в присутствии внешнего электромагнитного поля с частотой 13.56 MHz, что приводило к шумовым наводкам на элементы цепи, которые подавлялись методами цифровой фильтрации.

Для инициирования плазменного разряда был использован стенд, описанный в работе [10]. Плазменный разряд зажигался в кварцевой трубке диаметром 5 cm, вокруг которой находился индуктор, подключенный к генератору с частотой 13.56 MHz. Разряд инициировался в смесях Ar,  $\text{H}_2$ ,  $\text{CH}_4$  с летучими соединениями фторидов ( $\text{BF}_3$ ,  $\text{GeF}_4$ ) в различных пропорциях. Давления поддерживались в диапазоне от 0.5 до 3 Торг. Мощность разряда составляла от 300 до 600 W. С целью обеспечения более надежного контакта плазмы с противозондом, которым в случае одиночного зонда является металлическая

вакуумная камера, индуктор был смещен максимально близко к металлической камере, но был изолирован от нее. В описанном выше стенде зажегся разряд, а затем при помощи методов электрических зондов были вычислены концентрация, температура электронов и ФРЭЭ химически активной плазмы при различных параметрах установки. В процессе непосредственных измерений ВАХ зонд находился на оси кварцевой трубки в центре индуктора.

Для вычисления формы ФРЭЭ использовался одиночный электрический зонд. Восстановление формы ФРЭЭ на основе экспериментальной ВАХ одиночного электрического зонда производилось путем ее двойного дифференцирования [5]. Экспериментальные ВАХ усреднялись по десяти реализациям при помощи скользящего среднего с целью минимизации уровня шумов (см. рисунок, *a*). Полученные зависимости были дважды численно продифференцированы с последующим сглаживанием при помощи фильтра Савицкого–Голея, а затем вычислялась форма ФРЭЭ [5]. Выбор дополнительного фильтра обусловлен шумовыми осцилляциями, возникающими при численном дифференцировании (см. рисунок, *b*). Использование скользящего среднего или медианного фильтра приводило к искажению формы ФРЭЭ из-за смещения максимума. Фильтрация дифференцируемого сигнала методом Савицкого–Голея позволяет сохранить величину площади, форму и высоту „нормальных“ пиков. Кроме того, поэтапная фильтрация на каждой итерации дифференцирования позволяет сгладить шумы при численной обработке данных, а также наилучшим образом выделить особенности ФРЭЭ в высокоэнергетической области.

Концентрация и температура электронов, вычисленные по восстановленной форме ФРЭЭ [5], составили  $(4.3 \pm 1.7) \cdot 10^9 \text{ cm}^{-3}$  и  $4.5 \pm 1.2 \text{ eV}$  соответственно при следующих параметрах плазменного разряда:

$\text{BF}_3/\text{H}_2 = 1/5$ ,  $p = 3$  Torr, мощность разряда 400 W, а в случае измерения методом „быстрого“ двойного зонда —  $(10 \pm 3) \cdot 10^9 \text{ cm}^{-3}$  и  $5.5 \pm 1.7 \text{ eV}$ . В других режимах горения разряда концентрации электронов, полученные при помощи методов „быстрых“ одиночного и двойного зондов, оказались одного порядка величины, а температура электронов в случае двойного зонда немного больше, чем в случае одиночного. Исходя из особенностей химически активной плазмы методы подвижных электрических зондов с малым временем экспозиции можно использовать для обработки зондовых кривых в химически активной плазме и восстановления формы ФРЭЭ.

### Финансирование работы

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант № 22-72-00073).

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] Л.С. Полак, А.А. Овсянников, Д.И. Словецкий, Ф.Б. Вурзель, *Теоретическая и прикладная плазмохимия* (Наука, М., 1975).
- [2] L.V. Shabarova, P.G. Sennikov, R.A. Kornev, A.D. Plekhovich, A.M. Kut'in, *High Energy Chem.*, **53** (6), 482 (2019). DOI: 10.1134/S0018143919060146
- [3] A. Bogaerts, C. De Bie, M. Eckert, V. Georgieva, T. Martens, E. Neyts, S. Tinck, *Pure Appl. Chem.*, **82** (6), 1283 (2010). DOI: 10.1351/PAC-CON-09-09-20
- [4] Р. Хаддлстоун, С. Леонард, *Диагностика плазмы* (Мир, М., 1967). [R.H. Huddlestone, S.L. Leonard, *Plasma diagnostic techniques* (Academic Press, 1965).]
- [5] V.A. Godyak, V.I. Demidov, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **44** (23), 233001 (2011). DOI: 10.1088/0022-3727/44/23/233001
- [6] В.Н. Очкин, *Спектроскопия низкотемпературной плазмы* (Физматлит, 2006).
- [7] A. Vodopyanov, D. Mansfeld, S. Sintsov, M. Viktorov, *J. Phys.: Conf. Ser.*, **1400**, 077022 (2019). DOI: 10.1088/1742-6596/1400/7/077022
- [8] M.A. Pedrosa, A. López-Sánchez, C. Hidalgo, A. Montoro, A. Gabriel, J. Encabo, J. de la Gama, L.M. Martínez, E. Sánchez, R. Pérez, C. Sierra, *Rev. Sci. Instrum.*, **70** (1), 415 (1999). DOI: 10.1063/1.1149350
- [9] Р.Ю. Соломатин, С.А. Грашин, ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез, **40** (2), 55 (2017). DOI: 10.21517/0202-3822-2017-40-2-55-60
- [10] S. Sintsov, D. Mansfeld, E. Preobrazhensky, R. Kornev, N. Chekamrev, M. Viktorov, A. Ermakov, A. Vodopyanov, *Plasma Chem. Plasma Process.*, **42** (6), 1237 (2022). DOI: 10.1007/s11090-022-10280-0